

การปรับปรุงกระบวนการผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวาผลผลิตสูง

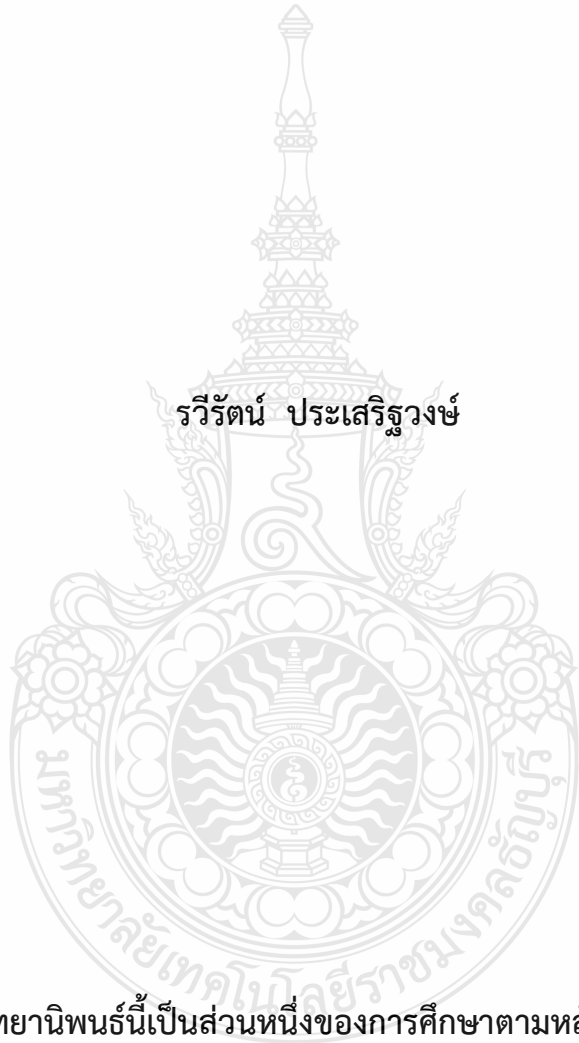
HIGH YIELD PRODUCTION IMPROVEMENT OF NANOCRYSTAL
CELLULOSE FROM WATER HYACINTH

รวิรัตน์ ประเสริฐวงษ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2566
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

การปรับปรุงกระบวนการผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวา
ผลผลิตสูง

รวิรัตน์ ประเสริฐวงศ์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2566
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การปรับปรุงกระบวนการผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวาผลผลิตสูง
High Yield Production Improvement of Nanocrystal Cellulose
from Water Hyacinth


ชื่อ - นามสกุล นางสาววีรัตน์ ประเสริฐวงศ์

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์วารุณี อริยวิริยะนันท์, D.Eng.

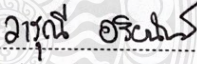
ปีการศึกษา 2566

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์สนอง เอกสิทธิ์, Ph.D.)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์สรพงษ์ ภาสุปรีย์, Ph.D.)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ณรงค์ชัย โอเจริญ, Ph.D.)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์วารุณี อริยวิริยะนันท์, D.Eng.)

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโท


..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์สรพงษ์ ภาสุปรีย์, Ph.D.)
วันที่ 25 เดือน สิงหาคม พ.ศ. 2566

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การปรับปรุงกระบวนการผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวาผลผลิตสูง
ชื่อ-นามสกุล	นางสาวรวิรัตน์ ประเสริฐวงษ์
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุ
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์วารุณี อริยวิริยะนันท์, D. Eng.
ปีการศึกษา	2566

บทคัดย่อ

การปรับปรุงกระบวนการผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวาให้มีผลผลิตสูงมีความสำคัญเพื่อตอบสนองความต้องการในระดับอุตสาหกรรม โดยจำเป็นต้องพัฒนาวิธีการที่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการผลิต (% yield) ให้สูงขึ้น พร้อมทั้งคำนึงถึงความคุ้มค่าและความคุ้มค่าของกระบวนการ ปัจจุบันการผลิตนาโนเซลลูโลสจากวัสดุธรรมชาติได้รับความสนใจมากในด้านความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ในงานวิจัยนี้ให้ความสนใจเส้นใยจากผักตบชวาซึ่งเป็นวัชพืชโตเร็วและมีจำนวนมากพล่อยที่จะเป็นสิ่งที่ทิ้งขว้างในลำคลอง โดยนำเส้นใยผักตบชวามาสังเคราะห์เป็นนาโนคริสตัลเซลลูโลสวัสดุชนิดใหม่ที่มีมูลค่าสูงในตลาด

กระบวนการผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก ส่วนแรกเป็นการปรับสภาพทางเคมีเส้นใยผักตบชวาเพื่อให้ได้เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์ ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และการฟอกขาว และส่วนที่สองเป็นกระบวนการย่อยด้วยกรดเพื่อให้ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส โดยจะใช้ความเข้มข้นกรดที่ 40, 50, 60 และ 70% อุณหภูมิที่ 40, 50, 60 และ 70°C และเวลาที่ 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที ตามลำดับ นาโนคริสตัลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้นำมาศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา โครงสร้างผลึก โครงสร้างทางเคมี ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา ดัชนีความเป็นผลึก และปริมาณผลผลิต เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม

จากผลการศึกษเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว พบว่าสารลิกนิน เฮมิเซลูโลส และสิ่งสกปรกอื่น ๆ ได้ถูกกำจัดออกไปเทียบกับเส้นใยผักตบชวาตั้งต้น สามารถยืนยันผลจากสเปกตรัมด้วยเทคนิค FTIR หลังจากนั้นนำเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่บริสุทธิ์มาผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C เวลา 30 นาที สามารถทำให้ได้ผลผลิตสูงสุดถึง 88.85% เพียงพอต่อการผลิตหากนำไปปรับใช้ในเชิงอุตสาหกรรม การค้นพบนี้เป็นกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ดีที่สุดเมื่อเทียบกับงานวิจัยที่ผ่านมา สมบัติเด่นของนาโนคริสตัลเซลลูโลสที่ผลิตได้เป็นสารแขวนลอยเสถียร มีลักษณะสีขาวขุ่นและดัชนีความเป็นผลึก 87.67% ลักษณะสัณฐานวิทยามีรูปร่างคล้ายเข็มขนาดระดับนาโนเมตร และมีค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่ -46.88 mV ซึ่งบ่งชี้ถึงความเสถียรในการกระจายตัวในน้ำส่งผลให้มีการกระจายตัวที่ดี เหมาะแก่การนำไปใช้ในงานทางด้านบรรจุภัณฑ์ เครื่องสำอาง เวชภัณฑ์ ที่อยู่ในรูปของเหลว

คำสำคัญ: เส้นใยธรรมชาติ ผักตบชวา การปรับสภาพ นาโนคริสตัลเซลลูโลส กระบวนการย่อยด้วยกรด

Thesis Title High Yield Production Improvement of Nanocrystal Cellulose from Water Hyacinth
Name-Surname Miss Raweerat Prasertwong
Program Materials Engineering
Thesis Advisor Associate Professor Warunee Ariyawiriyanan, D. Eng.
Academic Year 2023

ABSTRACT

High-yield production improvement of nanocrystal cellulose (CNC) from water hyacinth is essential to meet the industrial demand. It is necessary to develop methods that can not only increase production efficiency (% yield) but also account for cost-effectiveness and cost-efficiency of the process. Recently, the production of nanocellulose from natural fibers has gained more attention in terms of environmental friendliness. This research focused on fibers of water hyacinth (WHF), a fast-growing prolific plant that would block a canal. Nanocrystal cellulose, a market-valued material, was successfully synthesized from water hyacinth fibers.

The production of CNC from WHF was divided into two primary processes. The initial process entailed the pretreatment of WHF to obtain purified microcellulose fibers (MCF). This consisted of two distinct steps: an alkaline pretreatment and a bleaching process. The subsequent process involved an acid hydrolysis to produce CNC. In this research, various parameters were systematically explored. Specifically, different acid concentrations of 40, 50, 60, and 70% were employed, coupled with varying reaction temperatures of 40, 50, 60, and 70°C, along with diverse reaction durations of 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, and 120 min, respectively. The characteristics of the obtained CNC, namely morphology, crystalline structure, chemical structure, zeta potential, crystallinity index, and % yield were comprehensively analyzed to identify the optimal conditions.

The results of MCF treated with the alkaline pretreatment and bleaching process revealed the following: lignin, hemicellulose and other impurities were removed compared to the neat WHF, which was confirmed by the FTIR technique. Then, the purified MCF were subjected to acid hydrolysis. The most suitable condition was at the sulfuric acid concentration of 50%, the temperature of 60°C, and the reaction time of 30 min, yielding up to 88.85%, sufficient for production if applied in industrial applications. This finding is the best acid hydrolysis condition compared to those in previous studies. The outstanding property of the CNC produced as a stable suspension was the milky white appearance with a crystallinity index of 87.67%. It had a zeta potential value of -46.88 mV, indicating water stability, which resulted in good dispersion. It is suitable for use in packaging, cosmetics, and medical supplies in liquid form.

Keywords: natural fiber, water hyacinth, pretreatment, nanocrystal cellulose, acid hydrolysis

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงอย่างสมบูรณ์ได้ เนื่องมาจากความเมตตากรุณาของอาจารย์ที่ปรึกษา รองศาสตราจารย์ ดร.วารุณี อริยวิริยะนันท์ ที่ได้กรุณารับเป็นที่ปรึกษาและเสียสละเวลาที่มีค่าในการให้คำปรึกษาเกี่ยวกับแนวคิดในการทำวิทยานิพนธ์ ให้คำปรึกษา คำแนะนำ และให้ข้อเสนอแนะในการปรับปรุงแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ จนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีผู้ทำการวิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ ที่นี้

ขอขอบพระคุณ คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์และผู้ทรงคุณวุฒิ ที่ให้คำแนะนำความรู้ และประสบการณ์ที่เป็นแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์นี้จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี เป็นประโยชน์ในการวิจัยในครั้งต่อไป

ขอขอบพระคุณ รุ่นพี่นักศึกษาปริญญาเอก นายพฤติพงศ์ พันธมนัสโสภากา ที่ให้คำปรึกษา และแนวทางในการแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ในการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณภาคีวิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ได้เอื้อเฟื้อสถานที่และเครื่องมือในการทดสอบ รวมทั้งอาจารย์เจ้าหน้าที่บุคลากรของภาคีวิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการที่ได้ช่วยอำนวยความสะดวก ให้ความรู้ คำแนะนำในการใช้เครื่องมือภายในภาคีวิชา

ขอขอบพระคุณและมอบความดีนี้ทั้งหมดให้แก่ คุณพ่อ คุณแม่ และครูอาจารย์ที่ให้การสนับสนุน และประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้ และเพื่อน ๆ ทุกคนที่เป็นกำลังใจ

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่า วิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้สนใจ หากวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้มีข้อบกพร่องหรือผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยกราบขออภัยมา ณ โอกาสนี้ด้วย

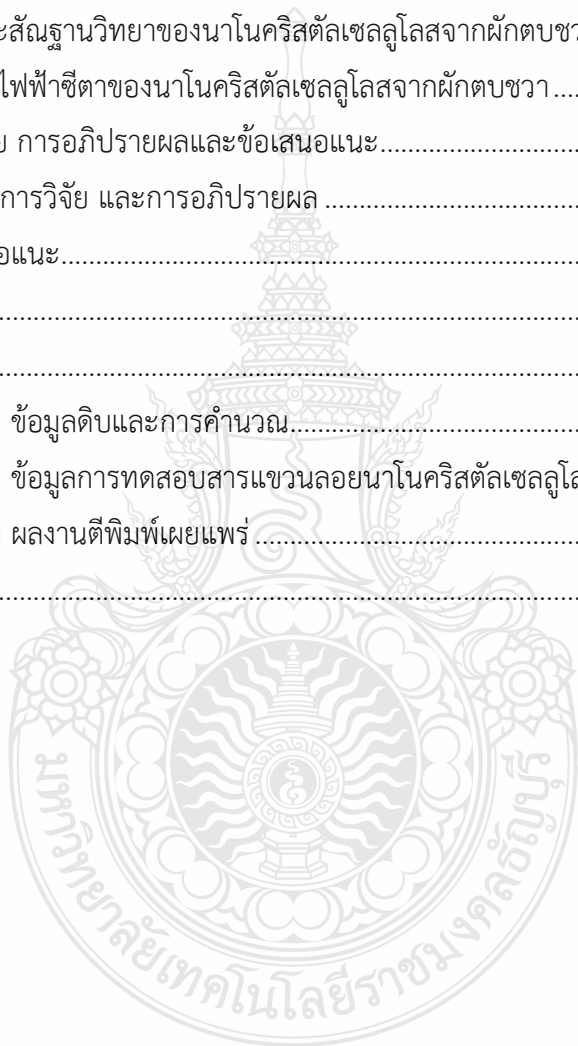
รวีรัตน์ ประเสริฐวงษ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	(3)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	(4)
กิตติกรรมประกาศ.....	(5)
สารบัญ.....	(6)
สารบัญตาราง.....	(8)
สารบัญรูป.....	(9)
คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ.....	(12)
บทที่ 1 บทนำ.....	13
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	13
1.2 วัตถุประสงค์.....	14
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	14
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	15
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	16
2.1 เส้นใยธรรมชาติ (Natural fibers).....	16
2.2 เส้นใยผักตบชวา (Hyacinth fiber).....	25
2.3 เส้นใยนาโนเซลลูโลส (Nanocellulose fiber).....	26
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....	42
3.1 แผนการดำเนินงาน.....	42
3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	43
3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	43
3.4 ขั้นตอนการดำเนินงาน.....	44
3.5 กระบวนการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลส.....	46
3.6 กระบวนการย่อยด้วยกรด.....	46
3.7 การวิเคราะห์และการทดสอบสมบัติ.....	47
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์.....	54
4.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยผักตบชวา.....	55

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2 วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยผักตบชวา.....	56
4.3 สีและผลผลิต (%Yield) ของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา	57
4.4 รูปแบบโครงสร้างผลึกและขนาดผลึกของเส้นใยผักตบชวา	69
4.5 ลักษณะสัญญาณวิทยาของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวา.....	71
4.6 ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวา.....	72
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย การอภิปรายผลและข้อเสนอแนะ.....	75
5.1 สรุปผลการวิจัย และการอภิปรายผล	75
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	76
บรรณานุกรม	77
ภาคผนวก	83
ภาคผนวก ก ข้อมูลดิบและการคำนวณ.....	84
ภาคผนวก ข ข้อมูลการทดสอบสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลส	91
ภาคผนวก ค ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่.....	98
ประวัติผู้เขียน	120



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ข้อดีและข้อจำกัดของการปรับสภาพพัวตฤติบลิโกโนเซลลูโลสด้วยวิธีต่าง ๆ.....	23
ตารางที่ 2.2 ประเภทของนาโนเซลลูโลส	27
ตารางที่ 2.3 พารามิเตอร์การวิเคราะห์ XRD สำหรับดัชนีความเป็นผลึก (%) และขนาดผลึก (นาโนเมตร) สำหรับนาโนเซลลูโลสที่แยกได้จากแหล่งต่าง ๆ.....	35
ตารางที่ 2.4 การวิเคราะห์ XRD สำหรับดัชนีความเป็นผลึก (%) ของเส้นใยต้นตาล	36
ตารางที่ 2.5 ดัชนีความเป็นผลึกและขนาดผลึกของ CNC ที่ผลิตภายใต้สภาวะไฮโดรไลซิสที่แตกต่างกัน	39
ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินการวิจัย	42
ตารางที่ 4.1 ดัชนีความเป็นผลึกและขนาดผลึกของเส้นใยผักตบชวา ที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพและกระบวนการย่อยด้วยกรดภายใต้สภาวะที่เหมาะสม.....	69
ตารางที่ 4.2 ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ผลิตภายใต้สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 40%	72
ตารางที่ 4.3 ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ผลิตภายใต้สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50%	73



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 ประเภทของเส้นใยธรรมชาติ	16
รูปที่ 2.2 การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสในโครงสร้างส่วนนอก (S1) ส่วนกลาง (S2) และ ส่วนใน (S3) ในผนังเซลล์ทุติยภูมิ (Secondary cell wall) ของชานอ้อย	18
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของเซลลูโลส.....	20
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส.....	21
รูปที่ 2.5 โครงสร้างของลิกนิน	21
รูปที่ 2.6 แบบจำลองลิกโนเซลลูโลสและการปรับสภาพ (pretreatment) เพื่อทำลายโครงสร้างที่แข็งแรงของลิกโนเซลลูโลส	22
รูปที่ 2.7 ภาพถ่ายเส้นใยไฟเบอร์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM); (a) เส้นใยไฟเบอร์ที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ (b) เส้นใยไฟเบอร์ที่ผ่านการปรับสภาพด้วยสารละลายไฮโดรอกไซด์.....	25
รูปที่ 2.8 โครงสร้างของเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากพืชธรรมชาติ	27
รูปที่ 2.9 ความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF.....	28
รูปที่ 2.10 แผนผังการตัดแยก CNF และ CNC โดยวิธีทางกลและวิธีทางเคมีตามลำดับ.....	29
รูปที่ 2.11 โครงสร้างของ CNC หลังจากการย่อยด้วยกรด.....	30
รูปที่ 2.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ CNC จากแหล่งต่างๆ; (a) ไม้เนื้ออ่อน (b) ไม้เนื้อแข็ง (c) เปลือกมะเขือเทศ (d) ดอกรักอินเดีย (e) ปาล์มน้ำมัน (f) สาหร่ายสีแดง (g) พืชทะเล (h) เพรียงหัวหอม และ (i) แบคทีเรียเซลลูโลส	30
รูปที่ 2.13 สเปกตรัม FTIR ของ (a) เส้นใยเซลลูโลสดิบและ (b) เส้นใยนาโนเซลลูโลสจากผักตบชวา....	32
รูปที่ 2.14 สเปกตรัม FTIR ของหญ้าเนเปียร์ หญ้าเนเปียร์บริสุทธิ์และ CNC.....	33
รูปที่ 2.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของหญ้าเนเปียร์ หญ้าเนเปียร์บริสุทธิ์และ CNC.....	33
รูปที่ 2.16 สเปกตรัม FTIR ของ ; ของ (A) กล้วย (B) ป่านศรนารายณ์ (C) นุ่น (D) ใบสับปะรด และ (E) กาบมะพร้าว โดยสเปกตรัมของพืชแต่ละชนิด คือ (a) ของเส้นใยพืชที่ไม่ผ่านการบำบัด (b) เส้นใยเซลลูโลสฟอกขาวและ (c) นาโนเซลลูโลส.....	34
รูปที่ 2.17 รูปแบบ XRD ของนาโนเซลลูโลสที่แยกได้จากทั้ง 5 แหล่งชีวมวลที่แตกต่างกัน.....	34
รูปที่ 2.18 ภาพ TEM ของ WHF หลังจาก sonication 1 ชม.....	36
รูปที่ 2.19 การทดสอบความแตกต่างในโครงสร้างผลึกระหว่างตัวอย่าง เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว, เส้นใยผักตบชวาที่ได้รับการปรับสภาพด้วยความร้อนและอัลคาไลน์เพอร์ออกไซด์และผลึกนาโนเซลลูโลส.....	37

สารบัญญภาพ (ต่อ)

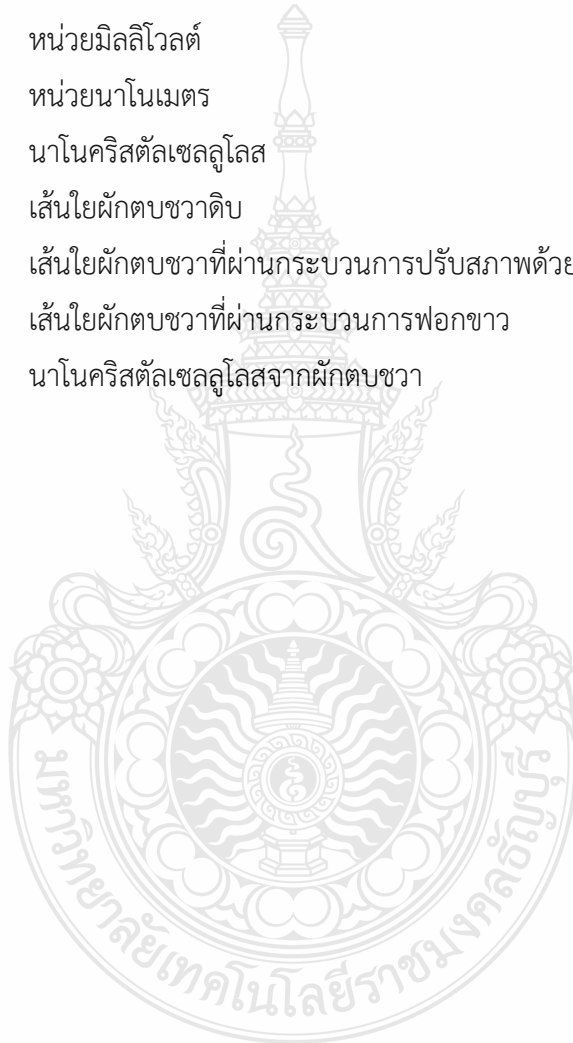
	หน้า
รูปที่ 2.20 ภาพ SEM ของ (a, b) เส้นใยดิบและ (c, d) เส้นใยบริสุทธิ์ที่กำลังขยาย 500× และ 5000× ตามลำดับ	38
รูปที่ 2.21 การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วย กรด H ₂ SO ₄ ที่ความเข้มข้น (a) 60%, (b) 30% และ (c) 40%.....	40
รูปที่ 2.22 XRD สเปกตรัมของ: (a) WHF-R, (b) WHF-A, (c) WHF-B, (d) WHF-CNC	41
รูปที่ 2.23 สีของสารแขวนลอย WHF-CNC หลังจากผ่านไป 48 ชั่วโมง โดยกำหนดอุณหภูมิไฮโดรไลซิสที่ 50°C และ 60°C: (a) 15 นาที, (b) 30 นาที, (c) 60 นาที, (d) 120 นาที.....	41
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และกระบวนการฟอกขาว	44
รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสโดยกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก	45
รูปที่ 3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง	48
รูปที่ 3.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี	49
รูปที่ 3.5 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	50
รูปที่ 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิSSION	52
รูปที่ 3.7 เครื่องวัดขนาดอนุภาค	53
รูปที่ 4.1 (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH), (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH) และ (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH).....	54
รูปที่ 4.2 ภาพ SEM ของ (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH) กำลังขยายที่ 200x, (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH) กำลังขยายที่ 800x และ (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH) กำลังขยายที่ 500x.....	55
รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FTIR ของ (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH), (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH) และ (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH)	56
รูปที่ 4.4 NCC-WH (เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส) ที่อยู่ในน้ำ (a) มองผ่านแสงปกติ และ (b) มองผ่านแสง Cross polarized	57
รูปที่ 4.5 NCC-WH (ไม่เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส) ที่อยู่ในน้ำ (a) มองผ่านแสงปกติ และ (b) มองผ่านแสง Cross polarized	58

สารบัญญภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.6	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 40°C... 58
รูปที่ 4.7	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 50°C... 59
รูปที่ 4.8	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 60°C... 59
รูปที่ 4.9	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 70°C... 60
รูปที่ 4.10	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 40°C... 60
รูปที่ 4.11	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 50°C... 61
รูปที่ 4.12	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C... 61
รูปที่ 4.13	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 70°C... 62
รูปที่ 4.14	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 40°C... 62
รูปที่ 4.15	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 50°C... 63
รูปที่ 4.16	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 60°C... 63
รูปที่ 4.17	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 70°C... 64
รูปที่ 4.18	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 40°C... 64
รูปที่ 4.19	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 50°C... 65
รูปที่ 4.20	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 60°C... 65
รูปที่ 4.21	สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 70°C... 66
รูปที่ 4.22	กราฟแสดงผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40%..... 66
รูปที่ 4.23	กราฟแสดงผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50%..... 67
รูปที่ 4.24	สเปกตรัม XRD ของ (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH), (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH), (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH) และ (d) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH)..... 69
รูปที่ 4.25	ภาพ TEM ของ (a) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH) กำลังขยายที่ 5500x, (b) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH) กำลังขยายที่ 22500x 71

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

rpm	จำนวนรอบในหนึ่งนาที เป็นหน่วยของความเร็วในการหมุน
M	โมลาริตี หรือ โมลาร์ เป็นหน่วยความเข้มข้น
°C	หน่วยองศาเซลเซียส
%Yield	ผลผลิตที่ได้จากการทดลอง
mV	หน่วยมิลลิโวลต์
nm	หน่วยนาโนเมตร
NCC	นาโนคริสตัลเซลลูโลส
R-WH	เส้นใยผักตบชวาดิบ
A-WH	เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์
B-WH	เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว
NCC-WH	นาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวา



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

เซลลูโลส (Cellulose) เป็นวัสดุได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในด้านความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเซลลูโลสเป็นวัสดุจากธรรมชาติที่มีน้ำหนักเบาและสามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ ปัจจุบันมีการใช้งานอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น กระดาษนาโน พิล์ม และอุปกรณ์ทางการแพทย์ [1-2] เซลลูโลสเป็นสารที่พบได้ในพืชซึ่งมีองค์ประกอบหลัก คือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส (Hemicelluloses) ลิกนิน (Lignin) และอื่น ๆ ในปัจจุบันมีการศึกษาเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในการใช้ประโยชน์จากเซลลูโลสที่มาจากพืช ซึ่งเป็นไบโอพอลิเมอร์ที่สามารถทดแทนการใช้เส้นใยสังเคราะห์ได้ และยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม [3]

นาโนเซลลูโลส (Nanocellulose) เป็นวัสดุขนาดนาโนที่ได้จากการสกัดเซลลูโลสโดยผ่านกระบวนการทางกลและกระบวนการทางเคมี เช่น กระบวนการทางกลโดยใช้วิธีการบด การไม่ การทุบ เป็นต้น เป็นนาโนเซลลูโลสที่เกิดจากการอาศัยปฏิกิริยาเชิงกลซึ่งจะมีผลทำให้เกิดการลดผลึก จะเรียกว่า เซลลูโลสนาโนไฟบริล (Cellulose nanofibrils, CNF) และกระบวนการทางเคมีโดยใช้วิธีการย่อยด้วยกรด (Hydrolysis) นาโนเซลลูโลสที่ได้จะมีโครงสร้างขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรจะเรียกว่า นาโนคริสตัลเซลลูโลส หรือผลึกนาโนเซลลูโลส (Nanocrystals cellulose, NCC) [4]

ผักตบชวา (Water hyacinth) เป็นพืชพืชน้ำอยู่ในตระกูล Pontederiaceae เป็นพืชที่มีการขยายพันธุ์อย่างรวดเร็วทำให้อากาศในน้ำไม่ไหลเวียน ส่งผลให้น้ำขาดออกซิเจนกลายเป็นน้ำเน่าเสีย ทั้งนี้ยังเป็นแหล่งเพาะพันธุ์เชื้อโรคและสัตว์มีพิษ พบว่าผักตบชวาเพียง 1 ต้น สามารถขยายพันธุ์จนได้ต้นผักตบชวาจนเต็มพื้นที่ 600 ตารางเมตร โดยใช้เวลาเพียง 30 วัน ดังนั้นการกำจัดให้หมดสิ้นจึงเป็นเรื่องยากเพราะถ้าหลงเหลือเพียงไม่กี่ต้นก็สามารถแพร่กระจายได้อีกในระยะเวลาอันสั้น ทำให้แม่น้ำลำคลองเน่าเสียและส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อม [5] แต่เมื่อนำมาแปรรูปเป็นเส้นใยกลับมีสมบัติโดดเด่น คือ มีความเหนียว คงทน แข็งแรง ย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ [6] และยังมีปริมาณเซลลูโลสที่ค่อนข้างสูง และมีปริมาณลิกนินและเฮมิเซลลูโลสที่ค่อนข้างต่ำ เซลลูโลส (50.38%), เฮมิเซลลูโลส (19.54%) และลิกนิน (2.25%) [7] จึงเหมาะที่จะนำผักตบชวามาสกัดเป็นนาโนคริสตัลเซลลูโลสให้มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร คือ มีขนาดระดับ 100 นาโนเมตรหรือเล็กกว่า ทำให้มีข้อดีหลายประการ เช่น มีอัตราส่วนระหว่างพื้นผิวต่อปริมาตรสูง ทำให้มีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยากับสารตัวอื่น ๆ ได้ดีกว่าเส้นใยที่มีขนาดใหญ่ เนื่องจากมีพื้นที่ผิวมากกว่าทำให้ผักตบชวามีความเหมาะที่จะนำมาศึกษากระบวนการสังเคราะห์นาโนคริสตัลเซลลูโลส [8]

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาวิธีการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสที่สกัดจากผักตบชวา โดยผ่านกระบวนการทางเคมีด้วยวิธีกระบวนการย่อยด้วยกรดให้ได้เป็นนาโนคริสตัลเซลลูโลส โดยใช้ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ 40%, 50%, 60% และ 70% ที่อุณหภูมิ 40°C, 50°C, 60°C และ 70°C และใช้เวลาระหว่างกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมและหาสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการย่อยด้วยกรดของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา เพื่อให้ได้ปริมาณผลผลิตของนาโนคริสตัลเซลลูโลสสูง และศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา โครงสร้างผลึก โครงสร้างทางเคมี และค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของเส้นใยผักตบชวา และนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมและหาสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการย่อยด้วยกรดของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา เพื่อให้ได้ปริมาณผลผลิตของนาโนคริสตัลเซลลูโลสสูง

1.2.2 เพื่อศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา วิเคราะห์โครงสร้างผลึก โครงสร้างทางเคมี และค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของเส้นใยผักตบชวาและนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา

1.3 ขอบเขตการศึกษา

1.3.1 เตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา

1.3.2 ศึกษาสมบัติทางเคมีของเส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (Raw water hyacinth fiber, R-WH), เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (Alkaline-treated water hyacinth fiber, A-WH) และเส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (Bleached water hyacinth fiber, B-WH) ประกอบด้วย

1.3.2.1 ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Scanning electron microscopy, SEM)

1.3.2.2 ศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)

1.3.2.3 ศึกษาารูปแบบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffractometer, XRD)

1.3.3 ศึกษาสมบัติทางเคมีของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา (Nanocrystals cellulose from water hyacinth, NCC-WH) ประกอบด้วย

1.3.3.1 ศึกษาารูปแบบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffractometer, XRD)

1.3.3.2 ศึกษาลักษณะัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิซชัน (Transmission electron microscope, TEM)

1.3.3.3 ศึกษาค่าศักย์ไฟฟ้าซิตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Zeta potential)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 เป็นการนำวัสดุจากธรรมชาติมาใช้ให้เกิดประโยชน์ และยังสามารถช่วยลดขยะจากสิ่งแวดล้อมให้ดียิ่งขึ้น

1.4.2 ได้ทราบถึงวิธีการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลส เช่น กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการพอกขาว

1.4.3 ได้ทราบถึงวิธีการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา

1.4.4 ได้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการย่อยด้วยกรดโดยจะได้รับปริมาณผลผลิตนาโนคริสตัลเซลลูโลสสูงที่สุด

1.4.5 ได้ทราบถึงลักษณะัณฐานวิทยา วิเคราะห์โครงสร้างผลึก โครงสร้างทางเคมี และค่าศักย์ไฟฟ้าซิตาของเส้นใยผักตบชวาและนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา

บทที่ 2

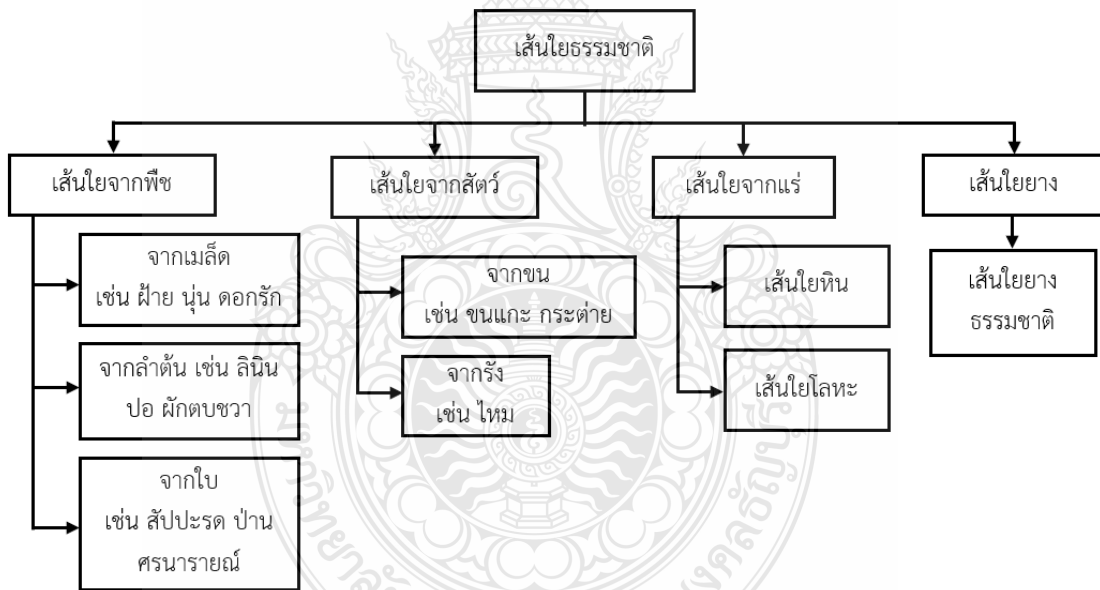
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เส้นใยธรรมชาติ (Natural fibers)

เส้นใยธรรมชาติ (Natural fibers) เป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มนุษย์รู้จักนำมาใช้ประโยชน์มาเป็นเวลานาน ซึ่งมีแหล่งกำเนิดมาจากธรรมชาติ ได้แก่ พืช สัตว์ และสินแร่ต่าง ๆ ปัจจุบันผลิตภัณฑ์จากเส้นใยธรรมชาติได้รับความนิยมอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีสมบัติเด่น คือ น้ำหนักเบา เป็นฉนวนความร้อนที่ดี สวมใส่สบาย ปลอดภัยจากสารเคมี และมีความสวยงามเฉพาะตัว [9]

2.1.1 ประเภทของเส้นใยธรรมชาติ [10]

เส้นใยจากธรรมชาตินั้นมี 4 ประเภทหลัก ๆ ดังรูปที่ 2.1 ได้แก่



รูปที่ 2.1 ประเภทของเส้นใยธรรมชาติ [11]

2.1.1.1 เส้นใยโปรตีนจากธรรมชาติ (Protein fibers) เส้นใยโปรตีนธรรมชาติเป็นเส้นใยที่ได้จากสัตว์ ได้แก่ ไขนสัตว์และไหม เส้นใยขนสัตว์คือใยที่ได้จากขนสัตว์ ที่ปกคลุมตัวสัตว์ได้จากพวกขนแกะ แพะ อูฐ ลามา แอลปากา วิคินา ขนจากสัตว์เหล่านี้เรียกว่า Hair fiber และยังมีขนสัตว์อีกประเภทหนึ่งที่มีขนาดลำตัวเล็ก เช่น ขนมิงค์ กระต่าย บีเวอร์ จะให้เส้นใยที่อ่อนนุ่มกว่าขนสัตว์ประเภทแรกจะเรียกว่า Fur fiber เส้นใยโปรตีนธรรมชาติเป็นเส้นใยที่ดูความชื้นได้ดีให้ความอบอุ่น

มากกว่าเส้นใยเซลลูโลส เป็นตัวนำไฟฟ้าไม่ทำให้เกิดไฟฟ้าสถิตขึ้นได้ ไม่ทนต่อสารต่างละลายได้ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5% เมื่อเดือดและไม่ทนต่อการฟอกขาวจากสารประเภทคลอรีน ทนต่อกรดได้ดี เส้นใยโปรตีนธรรมชาติ นั้น มีความหนาแน่นน้อยกว่าเส้นใยเซลลูโลสธรรมชาติจึงทำให้น้ำหนักเบากว่า ในปัจจุบันเส้นใยโปรตีนธรรมชาติมีปริมาณการใช้ไม่เพิ่มมากนัก เนื่องจากการผลิตเส้นใยสังเคราะห์ เช่น ไนลอน โพลีเอสเตอร์อะคริลิก (Acrylic polyester) เกิดขึ้นมาอย่างมากมาย และยังสามารถสังเคราะห์ตกแต่งใหม่ให้สมบัติที่คล้ายคลึงกับเส้นใยโปรตีนจากธรรมชาติได้ด้วย

2.1.1.2 เส้นใยธรรมชาติจากแร่ (Mineral fibers)

1) เส้นใยหิน (Asbestos) ใยหินเป็นใยธรรมชาติที่แยกจากหินชนิดหนึ่งที่มีสีเขียวที่เรียกว่า Serpentine มีลักษณะเป็นชั้นลื่นเหมือนสบู่ เส้นใยหินที่จะทำเป็นเส้นใยฝ้านั้นจะต้องผสมกับใยฝ้าย 5-20% หรือเรยอนและขนสัตว์ เพื่อปั่นให้เป็นเส้นด้ายและทอเป็นผ้าต่อไป ผ้าที่ผลิตจากใยหินนั้นมีสมบัติ คือ ทนไฟ สามารถทอเป็นผ้าได้หลากหลายชนิด ใช้ทำผ้าม่านกันไฟ ชุดเสื้อผ้านักไฟที่ใช้สำหรับพนักงานดับเพลิง ผ้าฉนวนป้องกันไฟฟ้า เป็นต้น

2) เส้นใยโลหะ (Metallic fibers) ใยโลหะเป็นใยเดี่ยว อาจเรียกว่าด้ายโลหะ (Metallic yarns) เพราะมีลักษณะเป็นใยยาวเดี่ยวแบบคล้ายริบบิ้น สามารถผลิตใหม่ขนาดตามต้องการ อาจใช้พันสลักกับเส้นด้ายจะมีลักษณะกลม นิยมทำด้วยโลหะแท้ เช่น ทอง เงิน ทองแดง อลูมิเนียม คุณสมบัติของเส้นใยโลหะนั้นไม่ค่อยเหนียว ทำขึ้นเพื่อใช้ในการตกแต่งเสื้อผ้ามากกว่าทอเป็นผืนผ้าทั้งผืน ใยโลหะถ้าหุ้มหรือชุบด้วยพอลิเอสเตอร์ใยจะเหนียวและทนทานมากขึ้น ถ้าหุ้มด้วยอะซิเตทบิวไทเรท (Butyl acetate) ใช้สำหรับตัดชุดราตรี สีจะไม่ตกไม่ซีดเมื่อถูกแสงแดดหรือเมื่อซักรีด

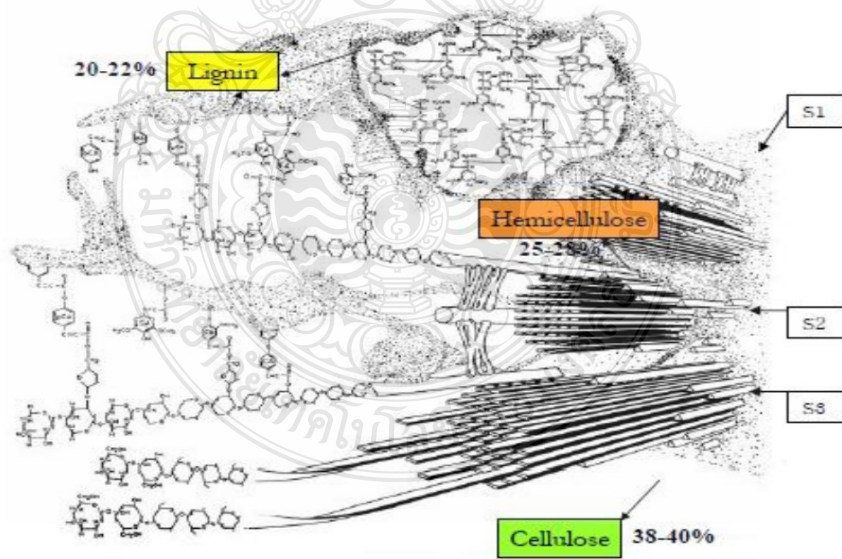
2.1.1.3 เส้นใยยางธรรมชาติ (Natural rubber fiber) เส้นใยยางยืดนั้นได้จากทั้งยางธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ การนำเส้นใยยางมาใช้ในเสื้อฝ้านั้นมักจะใช้เป็นเส้นแถบยางยืด โดยภายในมีเส้นด้ายหรือเส้นใยประเภทอื่น ๆ เช่น เส้นใยฝ้าย เรยอน หรือไนลอนมาหุ้มอยู่โดยรอบ เพื่อเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมกับงานที่ผ้าที่ใช้และป้องกันไม่ให้ใยยางเสื่อมคุณภาพเร็วเมื่อถูกความร้อนและแสงแดด สมบัติที่เหมาะสมกับงานที่ผ้าที่ใช้และป้องกันไม่ให้ใยยางเสื่อมคุณภาพเร็วเมื่อถูกความร้อนและแสงแดด สมบัติที่ดีของเส้นใยยางต่อการนำมาใช้ประโยชน์ คือ สามารถยืดหดได้ดี มีความโค้งงอดี มีความคงรูปปานกลาง เหนียวแข็งแรง ทนต่อน้ำและอากาศได้ดี ตัดหรือฉีกขาดยาก ทนต่อสารเคมีได้หลายชนิดใช้ประโยชน์ได้หลายอย่าง

2.1.1.4 เส้นใยเซลลูโลสธรรมชาติ (Natural cellulose fibers) เป็นกลุ่มเส้นใยที่ได้จากพืช เช่น ฝ้าย ลินิน ป่าน ปอ กระจูด โครงสร้างของโมเลกุลประกอบด้วยกลุ่มแอนไฮโดรกลูโคส เกาะเกี่ยวกันเป็นสายโซ่ยาวโมเลกุลใหญ่ สายโมเลกุลนี้รวมกันจำนวนมากจะเกิดเป็นเส้นใยและยังมีความยาวมากจะมีผลทำให้เซลลูโลสมีความเหนียวมากขึ้น โซ่โมเลกุลจะยาวมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับจำนวนโมเลกุลกลูโคส กลูโคสแต่ละหน่วยประกอบด้วยคาร์บอน 44.4% ไฮโดรเจน 1.2%

และออกซิเจน 49.4% การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสนั้นบางตอนก็ขนานกันเป็นระเบียบ เรียกว่า ผลึก (Crystalline) บางตอนเรียงกันไม่เป็นระเบียบ เรียกว่า ออสัณฐาน (Amorphous) การเรียงตัวไม่เป็นระเบียบของโมเลกุลเซลลูโลสจะทำให้เกิดช่องว่างแทรกอยู่ระหว่างโมเลกุลกันละกัน ทำให้การยึดเกาะกันระหว่างโมเลกุลมีน้อย เส้นใยขาดความแข็งแรง ส่วนโมเลกุลเซลลูโลสที่เรียงตัวกันเป็นระเบียบจะทำให้เส้นใยมีความแข็งดี ยึดตัวออกได้น้อย มีแรงยึดเกาะระหว่างโมเลกุลข้างเคียงด้วยพันธะไฮโดรเจน (Hydrogen bond) ความยาวของหน่วยโมเลกุลเซลลูโลสที่ต่อกันขึ้นอยู่กับชนิดและพื้นฐานดั้งเดิมของเซลลูโลส โดยเส้นใยจากพืชหรือเส้นใยจากเซลลูโลส (Cellulose fibers) เป็นเส้นใยที่ประกอบด้วยเซลลูโลส ซึ่งได้จากส่วนต่าง ๆ ของพืช เช่น เส้นใยที่หุ้มเมล็ด เส้นใยจากลำต้น เส้นใยจากใบ และเส้นใยจากผล [12]

2.1.2 แหล่งของเซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นสารประกอบอินทรีย์ที่พบมากที่สุดประมาณร้อยละ 45 ของสารอินทรีย์ทั้งหมดในธรรมชาติส่วนใหญ่ถูกผลิตขึ้นจากกระบวนการสังเคราะห์แสงของพืชและสะสมอยู่ที่ผนังเซลล์ในพืชชั้นสูงทุกชนิด นอกจากเซลลูโลสจะอยู่ในรูปของส่วนประกอบของผนังเซลล์ของพืช เซลลูโลสยังพบได้ทั่วไปในธรรมชาติ เช่น ในสัตว์บางชนิด สัตว์ทะเลหลายชนิด สาหร่าย รวมทั้งพบได้ในแบคทีเรีย [13]



รูปที่ 2.2 การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสในโครงสร้างส่วนนอก (S1) ส่วนกลาง (S2) และส่วนใน (S3) ในผนังเซลล์ทุติยภูมิ (Secondary cell wall) ของชานอ้อย [13]

พืชในธรรมชาติโดยทั่วไป ส่วนประกอบหลักของผนังเซลล์คือเซลลูโลส (Cellulose) โดยโครงข่ายของผนังเซลล์พืชจะประกอบด้วยเซลลูโลส (Cellulose), เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) และลิกนิน (Lignin) รวมเรียกว่า ลิกโนเซลลูโลส (Lignocellulose) [14-15] และอาจจะมีสารประเภทอื่นประกอบแทรกอยู่ด้วย เช่น ไคติน (Chitin) แมนแนน (Mannan) โดยส่วนประกอบที่กล่าวมาจะมีปริมาณมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับชนิดของพืช เช่น ไม้เนื้อแข็ง (Hardwoods), ไม้เนื้ออ่อน (Softwood), ของเหลือทิ้งทางการเกษตร (Agricultural residues) และพืชพลังงาน (Energy Crops) นอกจากนี้ยังขึ้นอยู่กับโครงสร้างผนังเซลล์ทั้งผนังเซลล์ปฐมภูมิ (Primary cell wall) และผนังเซลล์ทุติยภูมิ (Secondary cell wall) อายุและแหล่งของพืชนั้น ๆ ในธรรมชาติ [16] ตัวอย่างเช่น เซลลูโลสในโครงสร้างผนังเซลล์ปฐมภูมิ (Primary cell wall) ประกอบด้วยกลูโคสยาวประมาณ 2,000 โมเลกุล และไม่ต่ำกว่า 14,000 โมเลกุลในโครงสร้างผนังเซลล์ทุติยภูมิ (Secondary cell wall) โดยโมเลกุลของเซลลูโลสจะเกาะกันเป็นคู่ตามยาวและเรียงขนานกันเป็นกลุ่ม 40 คู่ เรียกว่าไมโครไฟบริล (Microfibril) เพื่อให้ความแข็งแรงกับผนังเซลล์ ของพืช โดยรูปที่ 2.2 แสดงองค์ประกอบหลักของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินในวัสดุประเภทลิกโนเซลลูโลสในชั้นโครงสร้างผนังเซลล์ทุติยภูมิของขานอ้อย ซึ่งประกอบด้วยเซลลูโลสประมาณร้อยละ 40 เฮมิเซลลูโลส ประมาณร้อยละ 24 และลิกนินประมาณร้อยละ 25 โดยผนังเซลล์ชั้นทุติยภูมิประกอบด้วย 3 ส่วน คือ ส่วนนอก (S1) ส่วนกลาง (S2) และส่วนใน (S3) ซึ่งโมเลกุลของเซลลูโลสในเนื้อเยื่อชั้น S1 และ S3 มีส่วนที่มีความเป็นระเบียบน้อยกว่า เรียกว่า ส่วนอสัณฐาน (Amorphous cellulose) และมีเฮมิเซลลูโลสในปริมาณมาก ส่วนชั้นเนื้อเยื่อ S2 โมเลกุลของเซลลูโลสจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ เรียกว่า ส่วนโครงสร้างผลึก (Crystalline cellulose) [17]

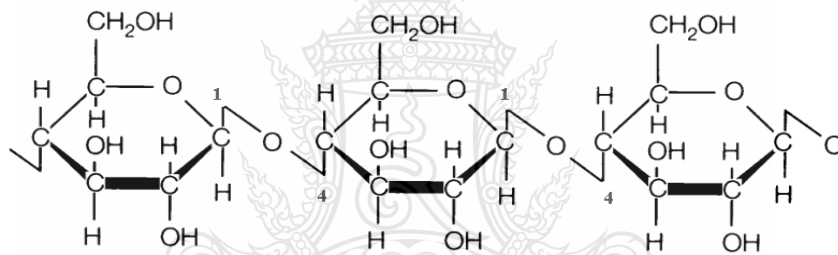
2.1.3 สมบัติของเซลลูโลส [18]

เซลลูโลสเป็นเส้นใยชนิดไม่ละลายน้ำ (Insoluble dietary fiber, IDF) ไม่ทำปฏิกิริยากับสารอื่น ไม่ละลายในต่างและตัวทำละลายเป็นส่วนใหญ่ ถึงแม้ว่าเซลลูโลสไม่สามารถละลายน้ำได้ แต่สามารถดูดซับน้ำไว้ได้ จึงทำให้ที่บริเวณผิวเกิดการพองตัวเมื่อมีการดูดซับน้ำ เนื่องจากเส้นใยเซลลูโลสจับตัวหนาที่บีบเป็นเส้นหยาบ ซึ่งมีทั้งโมเลกุลที่เรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันและสวนทางกัน ทำให้เส้นใยแข็งแรงไม่เปราะง่าย แต่มีบางส่วนที่โมเลกุลเรียงตัวไม่เป็นระเบียบจับกันไม่แน่น ส่วนนี้เองที่สามารถดูดซับน้ำได้จึงเกิดการพองตัวตั้งที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งความสามารถในการพองตัวทั้งในน้ำและสารละลายจะแตกต่างกันไป เมื่อเรียงลำดับตามความสามารถในการพองตัวของเซลลูโลสในสารละลายสามารถเรียงลำดับจากน้อยไปมาก คือ ตัวทำละลายอินทรีย์ < น้ำ < เกลือ < กรด < ต่าง

2.1.4 องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยธรรมชาติ [19]

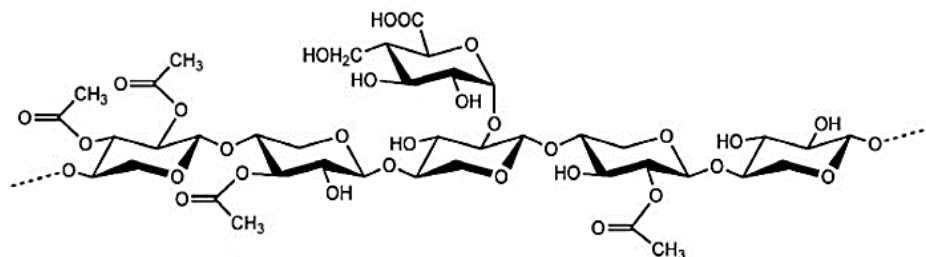
เส้นใยธรรมชาติเกิดจากการรวมตัวขององค์ประกอบทางเคมีหลายชนิด มีอิทธิพลต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของเส้นใย องค์ประกอบของเส้นใยธรรมชาติ ได้แก่

2.1.4.1 เซลลูโลส (Cellulose) มีสูตรโมเลกุลคือ $(C_6H_{10}O_5)_n$ คือ พอลิเมอร์ชีวภาพที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ เส้นใยเซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรตชนิดหนึ่งเกิดจากเซลลูโลสยึดเกาะกันด้วยพันธะเคมีเป็นโมเลกุลใหญ่ โครงสร้างเคมีของเซลลูโลสดังรูปที่ 2.3 มีความสำคัญต่อสมบัติของเส้นใย กล่าวคือ โมเลกุลเซลลูโลสจะเกิดจากหน่วยโมเลกุลซ้ำ (Repeat units) ยึดจับกันเป็นสายยาว หน่วยโมเลกุลซ้ำ คือ เซลโลไบโอส (Cellobiose) เกิดจากเบตาไกลูโคส 2 โมเลกุลยึดเกาะกันด้วยพันธะ C-O-C โมเลกุลเซลลูโลสจะมีหมู่ไฮดรอกซิล (OH) อยู่มากมายจะทำหน้าที่ดึงดูดน้ำหรือเกิดปฏิกิริยาจับกับหมู่ธาตุอื่น ๆ การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสมีความเป็นระเบียบ (Crystalline) ค่อนข้างมาก คือ 85-95% และระหว่างสายโมเลกุลจะมีการยึดจับกันด้วยพันธะไฮโดรเจนเป็นระยะ ๆ ซึ่งมีผลทำให้เส้นใยเซลลูโลสมีความเหนียวแข็งแรงค่อนข้างสูง



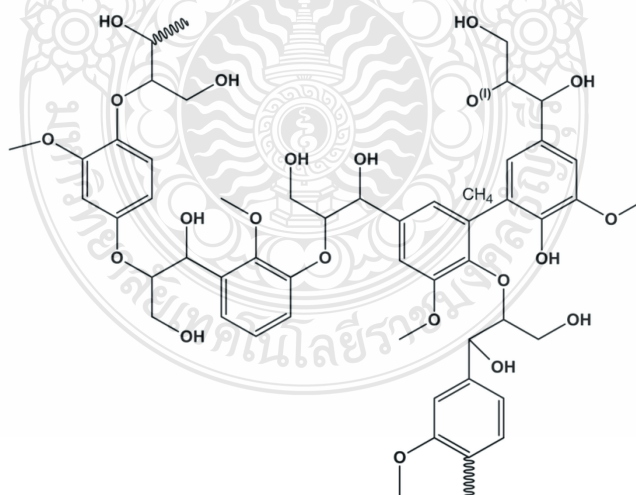
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของเซลลูโลส [20]

2.1.4.2 เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) เป็นสารประกอบที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ ประเภทเฮเทอโรจีเนียสพอลิแซ็กคาไรด์ (Heterogeneous polysaccharide) ที่ประกอบด้วยน้ำตาลโมโนแซ็กคาไรด์อยู่หลายชนิด ประกอบอยู่ในโมเลกุลเดียวกันดังรูปที่ 2.4 จึงถือได้ว่าเฮมิเซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรตประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ทั้งนี้เฮมิเซลลูโลส จัดเป็นเส้นใยอาหาร (Dietary fiber) ที่ไม่ละลายน้ำ ไม่สามารถย่อยได้ด้วยเอนไซม์ในระบบทางเดินอาหารของมนุษย์ และสัตว์กระเพาะเดี่ยว สามารถละลายได้ในสารละลายต่างเจือจาง สมบัติทางกายภาพที่สำคัญ คือ มีความสามารถในการอุ้มน้ำ (Water holding capacity) และแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวก (Cation exchange) เมื่ออยู่ในกระเพาะอาหารและลำไส้ของมนุษย์แหล่งของเฮมิเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบในผนังเซลล์ของพืชที่อยู่ร่วมกับเซลลูโลส ทั้งนี้จะพบมากในผักและผลไม้



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส [21]

2.1.4.3 ลิกนิน (Lignin) เป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงระหว่าง 1,000-4,500 ดาลตัน โดยจัดเป็นคาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) ประเภทใยอาหารที่ไม่ให้พลังงาน มีโครงสร้างโมเลกุลเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ที่มีขนาดโมเลกุลใหญ่ดังรูปที่ 2.5 มีสมบัติไม่ละลายทั้งในกรดและด่าง ทั้งนี้ลิกนินเป็นส่วนประกอบที่สำคัญของเนื้อเยื่อพืชโดยพบในส่วนของผนังเซลล์มีหน้าที่ทำให้ผนังเซลล์พืชแข็งแรง ซึ่งอยู่ร่วมกับเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสเป็นส่วนประกอบของเปลือกซังหรือส่วนที่เป็นเยื่อใยของราก ลำต้น และจะถูกสร้างจากส่วนโคนต้นสัวยอด เมื่อพืชมีอายุมากขึ้นปริมาณลิกนินจะเพิ่มมากขึ้นด้วย พบมากในผลไม้สุกมากกว่าผลไม้ดิบรวมทั้งพบในการย่อยในทางเดินอาหารของมนุษย์และสัตว์ ลิกนินมีสมบัติที่สามารถดูดซับน้ำได้ดีและอาจมีผลชะลอการดูดซึมสารอาหารบางชนิดในลำไส้เล็กอีกด้วย



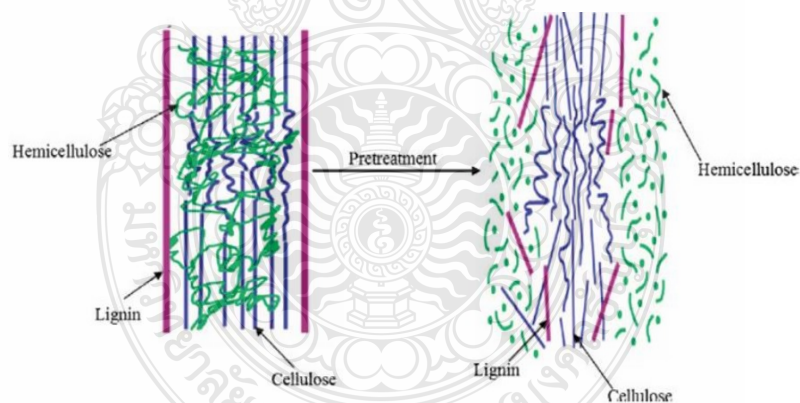
รูปที่ 2.5 โครงสร้างของลิกนิน [22]

2.1.5 การสกัดเซลลูโลส [23]

กระบวนการสกัดเซลลูโลสจะแตกต่างกันไปตามชนิดและแหล่งวัตถุดิบที่ใช้เตรียม โดยจะอาศัยกระบวนการสกัดหลายขั้นตอน การปรับสภาพวัตถุดิบด้วยกระบวนการต่าง ๆ เป็นวิธีที่จำเป็นในกระบวนการสกัดเซลลูโลสเพื่อกำจัดองค์ประกอบอื่น ๆ ที่ไม่ต้องการในวัตถุดิบ เช่น การระเบิดด้วยไอน้ำ เพื่อกำจัดเฮมิเซลลูโลส การใช้สารละลายเบสเพื่อกำจัดเฮมิเซลลูโลส และลิกนิน เป็นต้น นอกจากนี้การปรับสภาพวัตถุดิบยังมีวัตถุประสงค์เพื่อให้ลิกนินซึ่งมีสมบัติห่อหุ้มหรือเคลือบโครงสร้างของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสแตกออก ซึ่งเป็นการปรับสภาพวัตถุดิบให้ง่ายต่อการกำจัดสารประกอบประเภทลิกนินในขั้นตอนการฟอกขาวต่อไป

2.1.5.1 การปรับสภาพ (Pretreatment)

วัสดุลิกโนเซลลูโลสนั้นประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก คือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งเซลลูโลสและลิกนินอยู่ร่วมกันที่บริเวณผนังเซลล์ของพืชและเนื้อเยื่อชั้นในของเซลล์ โดยมีเฮมิเซลลูโลสเป็นตัวเชื่อมประสานระหว่างเซลลูโลส และลิกนินเข้าไว้ด้วยกันทำให้ผนังเซลล์ของพืชมีความแข็งแรงสูงการปรับสภาพวัตถุดิบนั้น มีจุดประสงค์เพื่อทำให้โครงสร้างที่เป็นระเบียบหรือโครงสร้างที่เป็นผลึก (Crystalline) ของเซลลูโลสและลิกนินที่ติดอยู่แตกออกจากกันดังรูปที่ 2.6 นอกจากนี้ยังกำจัดเฮมิเซลลูโลสเพิ่มความบริสุทธิ์ของลิกโนเซลลูโลสและกำจัดลิกนิน



รูปที่ 2.6 แบบจำลองลิกโนเซลลูโลสและการปรับสภาพ เพื่อทำลายโครงสร้างที่แข็งแรงของลิกโนเซลลูโลส [24]

โดยทั่วไปแล้วกระบวนการปรับสภาพวัตถุดิบสามารถแบ่งออกเป็น 4 รูปแบบ โดยตารางที่ 2.1 แสดงกระบวนการปรับสภาพวัตถุดิบลิกโนเซลลูโลสด้วยวิธีต่าง ๆ พร้อมทั้งข้อดีและข้อจำกัดของแต่ละวิธี

ตารางที่ 2.1 ข้อดีและข้อจำกัดของการปรับสภาพวัตถุดิบลิกโนเซลลูโลสด้วยวิธีต่าง ๆ [24-25]

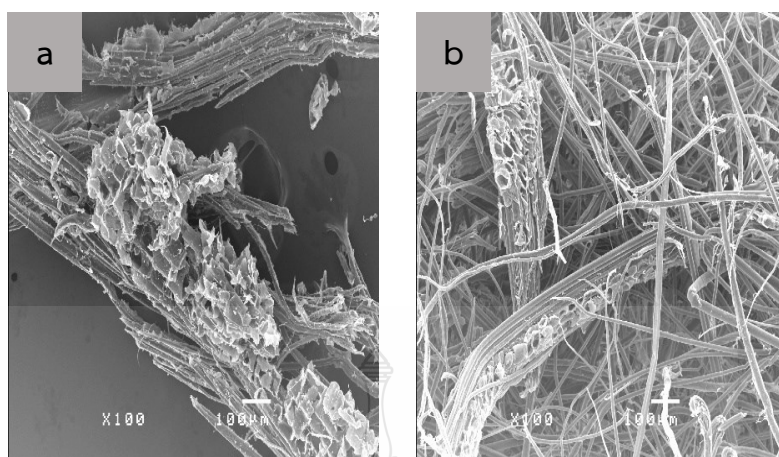
วิธีการปรับสภาพ	ข้อดี	ข้อเสีย
1. ทางกายภาพ	เป็นการปรับสภาพเบื้องต้นโดยการลดขนาดวัตถุดิบ	ปริมาณพลังงานที่ใช้สูง และต้องใช้ร่วมกับกระบวนการปรับสภาพอื่นๆ
2. ทางกายภาพร่วมกับเคมี		
- การระเบิดด้วยไอน้ำ	ทำให้เกิดการย่อยสลายเฮมิ-เซลลูโลสและเปลี่ยนแปลงโครงสร้างลิกนิน ใช้พลังงานต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการบดด้วยเครื่องจักรอย่างเดียวกันมีความคุ้มค่า เมื่อใช้ในการปรับสภาพไม้เนื้อแข็ง และวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร	มีประสิทธิภาพน้อยเมื่อใช้กับไม้เนื้ออ่อนทำลายสารประกอบเชิงซ้อนลิกนิน-คาร์โบไฮเดรตไม่สมบูรณ์ ก่อให้เกิดสารองค์ประกอบที่อาจไปขัดขวางการทำงานของจุลินทรีย์
- การระเบิดด้วยแอมโมเนีย (Ammonia fiber explosion; AFEX)	สามารถกำจัดลิกนิน และเฮมิ-เซลลูโลส และเพิ่มพื้นที่ผิวของวัตถุดิบ	มีประสิทธิภาพน้อยเมื่อใช้ในการปรับสภาพชีวมวลที่มีองค์ประกอบของลิกนินสูง
3. ทางเคมี		
- การปรับสภาพด้วยกรด	ย่อยเฮมิเซลลูโลสจนกลายเป็นน้ำตาลไซโลส และน้ำตาลชนิดอื่นๆ และเปลี่ยนแปลงโครงสร้างลิกนิน	มีค่าใช้จ่ายที่สูงกว่าการปรับสภาพทางกายภาพร่วมกับเคมี และจำเป็นต้องปรับ pH ให้เป็นกลางหลังจากปรับสภาพและกรดกัดกร่อนอุปกรณ์
- การปรับสภาพด้วยด่าง	กำจัดเฮมิเซลลูโลสและลิกนินเพิ่ม พื้นที่ผิวของวัตถุดิบเป็นกระบวนการที่ง่าย และไม่ต้องใช้พลังงานมากเมื่อเทียบกับการปรับสภาพด้วยกรด	ต้องใช้เวลาในการปรับสภาพ และเกิดเกลือเกาะกับวัตถุดิบ ซึ่งจำเป็นต้องทำการปรับ pH ให้เป็นกลางหลังจากทำการปรับสภาพ

ตารางที่ 2.1 ข้อดีและข้อจำกัดของการปรับสภาพวัตถุดิบลิกโนเซลลูโลสด้วยวิธีต่าง ๆ (ต่อ)

วิธีการปรับสภาพ	ข้อดี	ข้อเสีย
- การปรับสภาพด้วยโอโซน	มีประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนิน	ต้องใช้โอโซนปริมาณมากในกระบวนการปรับสภาพทำให้มีค่าใช้จ่ายสูง
- การปรับสภาพด้วยตัวทำละลายอินทรีย์	ย่อยสลายลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส	ต้องการการระเหย การควบแน่น และกระบวนการนำตัวทำละลายกลับมาใช้ใหม่ และการกำจัดตัวทำละลายออกจากถังทำปฏิกิริยาซึ่งทำให้มีค่าใช้จ่ายสูง
4. ทางชีวภาพ	ย่อยสลายลิกนินและเฮมิเซลลูโลส ใช้พลังงานน้อย ไม่ใช้สารเคมีในกระบวนการปรับสภาพ ทำให้เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม	อัตราการย่อยสลายที่เกิดขึ้นค่อนข้างต่ำ ทำให้ต้องใช้เวลานานในการย่อยสลายและต้องการการควบคุมสภาวะการย่อยสลายที่เหมาะสม

ในปัจจุบันกระบวนการปรับสภาพวัตถุดิบพวกลิกโนเซลลูโลส นิยมใช้วิธีการปรับสภาพด้วยต่าง เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายและไม่ต้องใช้พลังงานมากเมื่อเทียบกับการปรับสภาพด้วยวิธีอื่น นอกจากนี้ปรับสภาพทางชีวภาพโดยการใช้จุลินทรีย์หรือเอนไซม์เป็นอีกวิธีที่กำลังได้รับความนิยมเนื่องจากไม่ใช้สารเคมีในกระบวนการปรับสภาพทำให้เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วิธีการปรับสภาพด้วยต่าง (Alkaline hydrolysis) ซึ่งมีข้อมูล ดังนี้

1) การปรับสภาพด้วยต่าง (Alkaline hydrolysis) นิยมใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในกระบวนการปรับสภาพ โดยกำจัดองค์ประกอบอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลสซึ่งทำลายพันธะ α -aryl และ β -aryl ether ระหว่างลิกนินและเฮมิเซลลูโลสในโครงสร้างของลิกโนเซลลูโลส โดยการปรับสภาพด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์มักถูกใช้เป็นขั้นตอนแรกในการตัดแยกเส้นใยเซลลูโลสจากโครงสร้างของวัสดุลิกโนเซลลูโลสอีกด้วย [26] ซึ่งการปรับสภาพด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้นเพิ่มความเป็นรูพรุนและพื้นที่ผิวสัมผัสอีกทั้งยังลด Degree of polymerization (DP) และความเป็นผลึกของวัสดุลิกโนเซลลูโลส [27] ตัวอย่างลักษณะพื้นฐานวิทยาของเส้นใยที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยต่างดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 ภาพถ่ายเส้นใยฝ้ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM); (a) เส้นใยฝ้ายที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ (b) เส้นใยฝ้ายที่ผ่านการปรับสภาพด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ [28]

2.1.5.2 การฟอกขาว (Bleaching) [29]

กระบวนการฟอกขาวเป็นกระบวนการที่ทำให้วัสดุเซลลูโลสมีความขาวเพิ่มขึ้นและเป็นการกำจัดลิกนินออกไปด้วย โดยการใช้สารเคมีช่วยการฟอกขาวถือว่ามีความสำคัญต่อการเพิ่มประสิทธิภาพในการเตรียมเซลลูโลสบริสุทธิ์ โดยเฉพาะในวัสดุเซลลูโลสที่ไม่เป็นสีขาวและมีสีเข้ม สารฟอกขาวที่ใช้มีด้วยกันหลายประเภท สารฟอกขาวประเภทออกซิเดทีฟที่สำคัญ ได้แก่ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide) โซเดียมไฮโปคลอไรต์ (Sodium hypochlorite) โซเดียมคลอไรต์ (Sodium chlorite)

2.2 เส้นใยผักตบชวา (Hyacinth fiber)

ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยจะเลือกใช้เส้นใยธรรมชาติโดยเลือกเป็นผักตบชวา เนื่องจากพืชชนิดนี้มีปัญหาการแพร่ระบาดในแม่น้ำลำคลองที่มีมากในประเทศไทย แต่เมื่อนำมาแปรรูปเป็นเส้นใยกลับมีสมบัติ ที่โดดเด่น สามารถนำมาทดแทนการใช้เส้นใยสังเคราะห์และยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โดยข้อมูลของเส้นใยผักตบชวามีดังนี้

2.2.1 ข้อมูลทั่วไปของเส้นใยผักตบชวา [30]

ผักตบชวามีชื่อสามัญ ดังนี้ Water hyacinth, Floating water hyacinth, Java weed มีชื่อวิทยาศาสตร์ *Eichhornia crassipes* (Mart.) Solms (ชื่อพ้องวิทยาศาสตร์ *Eichhornia speciosa-kunth*) จัดอยู่ในวงศ์ผักตบ (PONTEDERIACEAE) และผักตบชวา มีชื่อท้องถิ่นอื่น ๆ ว่า ผักปง

(นครราชสีมา), ผักปอด (อ่างทอง), ผักป่อง (สุพรรณบุรี), บัวลอย (เชียงราย), ผักตบ (ภาคตะวันตกเฉียงเหนือ), ผักตบป่อง สวะ (ภาคกลาง) เป็นต้น

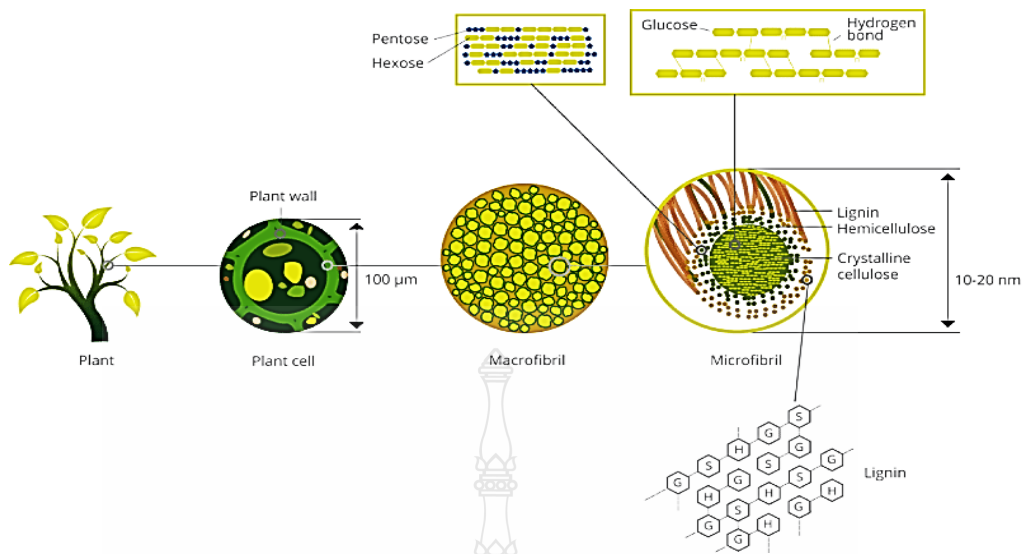
ปัจจุบันผักตบชวาจัดเป็นวัชพืชต่างถิ่น (Invasive species) ที่แพร่ระบาดรุกรานก่อให้เกิดความเสียหายต่อพืชพื้นเมืองและระบบนิเวศของประเทศไทย ก่อให้เกิดปัญหาทั้งในด้านการเกษตร การชลประทาน และส่งผลกระทบต่อสุขภาพอนามัย ทำให้การควบคุมวัชพืชดังกล่าวเป็นไปได้ยาก เนื่องจากผักตบชวามีความทนทานต่อสภาวะแวดล้อม ขยายพันธุ์ได้รวดเร็วโดยใช้เมล็ดและการแตกหน่อ ในเวลาเพียง 1 เดือน ผักตบชวา 1 ต้น อาจขยายพันธุ์ได้มากถึง 1,000 ต้น ถึงแม้ว่าน้ำจะแห้ง เมล็ดของผักตบชวาก็สามารถพักตัวได้นานถึง 15 ปี และเมื่อได้รับน้ำเพียงพอก็จะแตกหน่อเป็นต้นใหม่ต่อไป

2.2.2 สมบัติของเส้นใยผักตบชวา

เส้นใยจากผักตบชวาเป็นเส้นใยธรรมชาติประเภทเส้นใยเซลลูโลส ลักษณะของเส้นใยจะค่อนข้างหยابคล้ายลินินในตัวเส้นใยจะประกอบด้วยเส้นใยกลวงเล็ก ๆ เกาะติดกัน โดยส่วนที่พบว่ามีปริมาณเส้นใยค่อนข้างมากจะเป็นในส่วนของลำต้น มีสมบัติเป็นเส้นใยธรรมชาติที่มีรูพรุน จึงมีสมบัติที่ดูดความชื้นได้ดีและสมบัติเด่นอีกอย่างของเส้นใยผักตบชวา คือ น้ำหนักเบา ใสแล้วไม่ร้อน เมื่อเทียบกับเส้นใยลินิน ป่าน ปอ อีกทั้งยังได้นำวัชพืชที่ไม่มีประโยชน์มาเพิ่มมูลค่า นอกจากนี้ยังเป็นไบโอพอลิเมอร์ที่สามารถทดแทนการใช้เส้นใยสังเคราะห์และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม [31] องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยผักตบชวายังมี เซลลูโลส (50.38%), เฮมิเซลลูโลส (19.54%) และลิกนิน (2.25%) นอกจากนี้ยังมีสมบัติอื่น ๆ เพิ่มเติมอีก [32] ดังนี้ ทนความร้อนได้ดี ยืดเกาะกันได้ดี เป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี มีความหนาแน่นสูง ไม่ทนต่อเชื้อรา ติดไฟง่ายลุกไหม้ได้ดี ย่อยสลายง่าย เป็นทรัพยากรที่ไม่หมดสิ้น มีศักยภาพในการเสริมแรงวัสดุอื่น และช่วยรักษาสุขภาพแวดล้อมธรรมชาติ

2.3 เส้นใยนาโนเซลลูโลส (Nanocellulose fiber)

เส้นใยนาโนเซลลูโลส (Nanocellulose fiber) ผลิตจากเนื้อไม้หรือผลไม้อื่น ๆ เช่น ไม้ยางพารา สับปะรดและกล้วย ซึ่งโครงสร้างของเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากพืชธรรมชาติดังรูปที่ 2.8 สามารถสกัดเซลลูโลสจากเส้นใยธรรมชาติให้มีขนาดระดับนาโนเมตรได้ โดยนักวิทยาศาสตร์ได้ค้นพบกระบวนการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตรเช่นเดียวกับเส้นใยที่ผลิตจากวัสดุอื่น ๆ เช่น แก้ว คาร์บอน การนำเส้นใยนาโนเซลลูโลสไปใช้งานสามารถใช้เสริมแรงวัสดุให้มีความแข็งแรงและทนทานขึ้นได้ [33]



รูปที่ 2.8 โครงสร้างของเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากพืชธรรมชาติ [34]

2.3.1 การแบ่งประเภทของนาโนเซลลูโลส [35]

นาโนเซลลูโลสหมายถึงเส้นใยเซลลูโลสที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วงนาโนเมตร แต่อย่างไรก็ตามลักษณะทางสัณฐานวิทยาและคุณสมบัติของนาโนเซลลูโลสขึ้นอยู่กับแหล่งของเซลลูโลสที่ใช้เตรียมและวิธีที่ใช้ในการตัดแยกนาโนเซลลูโลส นาโนเซลลูโลสจึงสามารถแบ่งออกเป็น 3 กลุ่มดังตารางที่ 2.2

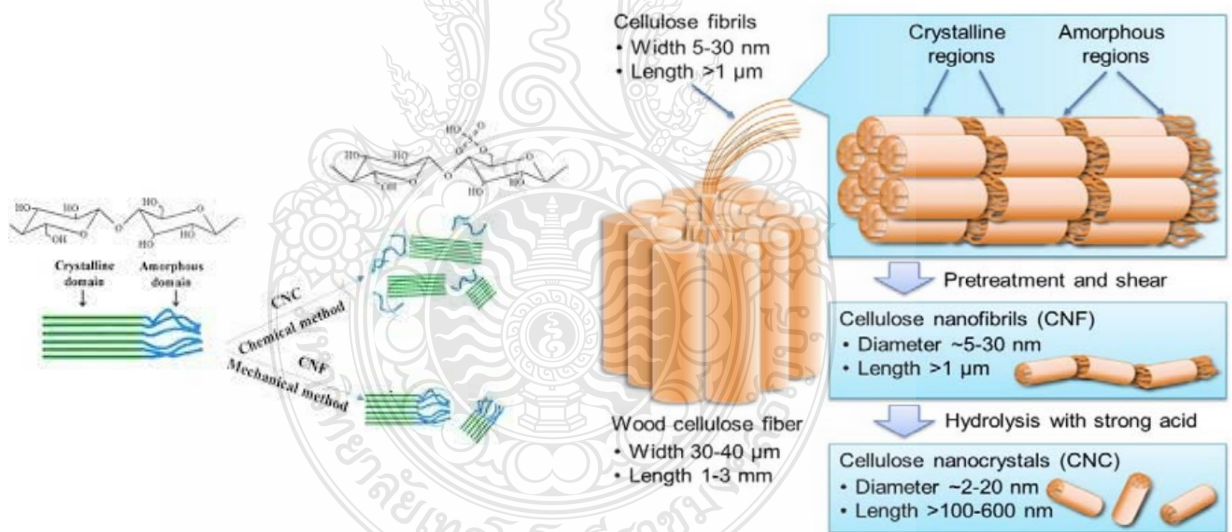
ตารางที่ 2.2 ประเภทของนาโนเซลลูโลส

ประเภทของนาโนเซลลูโลส	ชื่อเรียกอื่น ๆ	ขนาด
Cellulose nanocrystals (CNC)	Nanocrystalline cellulose (NCC), Whiskers, Rod like cellulose, Microcrystals	เส้นผ่านศูนย์กลาง 5-70 นาโนเมตร ความยาว 100-250 นาโนเมตร (พืช), 100 นาโนเมตรไปจนถึง ไมโครเมตร (สาหร่ายแบคทีเรีย)
Cellulose nanofibrils (CNF)	Nanofibrils, microfibrils, Nanofibrillated cellulose (NFC), Microfibrillated cellulose (MFC)	เส้นผ่านศูนย์กลาง 5-60 นาโนเมตร ความยาวระดับไมโครเมตร
Bacterial cellulose (BC)	Microbial cellulose, Bacterial nanocellulose (BNC)	เส้นผ่านศูนย์กลาง 5-70 นาโนเมตร

การแบ่งนาโนเซลลูโลสตามวิธีการผลิตโดยแบ่งเป็น 2 แบบ คือ Cellulose nanocrystals (CNC) และ Cellulose nanofibrils (CNF) จากรูปที่ 2.9 บ่งบอกถึงความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF

2.3.1.1 Cellulose nanocrystals (CNC) เป็นเซลลูโลสที่ได้จากการใช้สารเคมีเข้าทำปฏิกิริยาเพื่อทำการตัดสายโซ่โมเลกุลระหว่างโครงสร้างที่เป็นผลึก (Crystals) และโครงสร้างอสัณฐาน (amorphous) โดยสารเคมีที่ใช้จะเป็นเอนไซม์กรดหรือต่าง เช่น กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) โซเดียมไฮดรอกไซด์ NaOH เป็นต้น CNC จะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2-20 นาโนเมตร ความยาวของเซลลูโลสมากกว่า 100-600 นาโนเมตร

2.3.1.2 Cellulose nanofibrils (CNF) หรือ Cellulose nanofibrils, Nanofibrillar cellulose, Nanofibrillated cellulose, Microfibrillar cellulose, Microfibrillated cellulose เป็นต้น ซึ่ง CNF เป็นนาโนเซลลูโลสที่เกิดจากการอาศัยปฏิกิริยาเชิงกล (Mechanical method) ในการทำให้โครงสร้างเกิดการแตกหักระหว่างโครงสร้างที่เป็นผลึกกับผลึก ทำให้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ CNF อยู่ที่ 5-30 นาโนเมตร ความยาวของเซลลูโลสมากกว่า 1 ไมโครเมตร

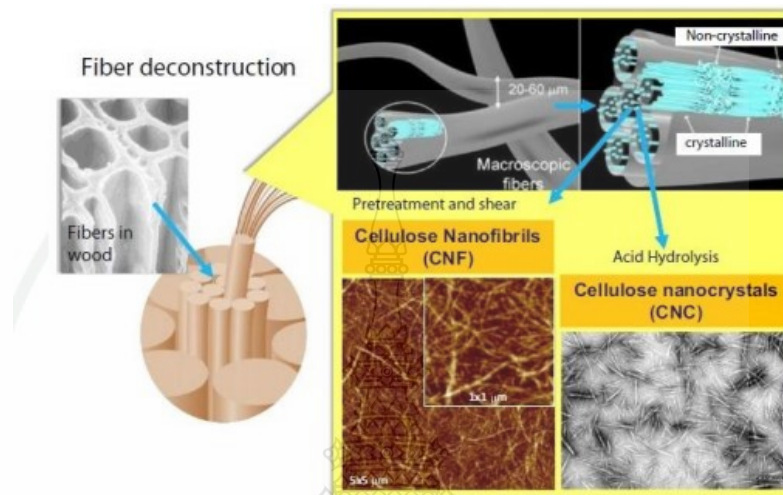


รูปที่ 2.9 ความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF [35]

2.3.2 การคัดแยกนาโนเซลลูโลส (Nanocellulose Isolation) [36]

การคัดแยกนาโนเซลลูโลสสามารถคัดแยกได้หลายวิธี ปัจจุบันวิธีที่นิยมใช้ในการคัดแยกนาโนเซลลูโลสจากวัตถุดิบเซลลูโลสได้แก่วิธีทางเคมีและวิธีทางกล รูปที่ 2.10 แสดงแผนผังการคัดแยกนาโนเซลลูโลสโดยวิธีทางเคมีและวิธีทางกล การคัดแยก CNC นิยมใช้สารเคมีโดยเฉพาะสาร

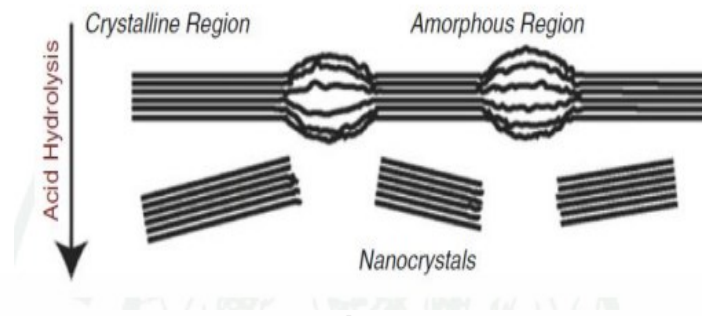
จำพวกกรด โดยกรดจะทำลายบริเวณอสัณฐานทำให้โครงสร้างของนาโนเซลลูโลสที่ได้เหลือเพียงผลึกของเซลลูโลส ขณะที่การใช้วิธีทางกลทำให้ได้ CNF ซึ่งเส้นใยมีขนาดยาว ยืดหยุ่น ประกอบด้วยทั้งบริเวณอสัณฐานและบริเวณผลึก



รูปที่ 2.10 แผนผังการสกัด CNF และ CNC โดยวิธีทางกลและวิธีทางเคมีตามลำดับ [37]

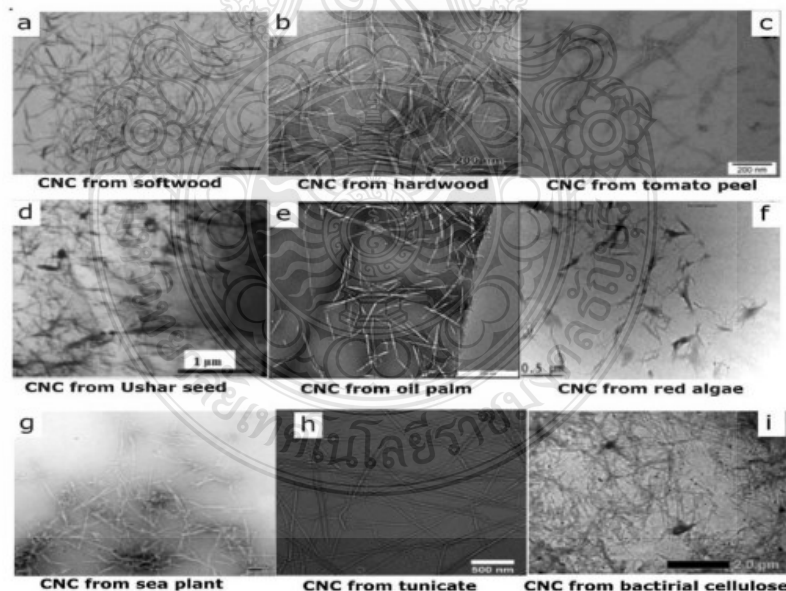
2.3.2.1 การคัดแยกนาโนเซลลูโลสโดยวิธีทางกล การคัดแยกนาโนเซลลูโลสโดยวิธีทางกลนั้นได้รับความนิยมเพิ่มขึ้นในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายไม่ต้องการสารเคมีในกระบวนการคัดแยก แต่อย่างไรก็ตามก่อนการคัดแยกนาโนเซลลูโลสโดยวิธีทางกลแหล่งวัตถุดิบเซลลูโลสที่ใช้ในการคัดแยกต้องผ่านการปรับสภาพทางเคมีเพื่อกำจัดองค์ประกอบอื่น ๆ ให้ได้เซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์ ซึ่งการคัดแยกนาโนเซลลูโลสโดยวิธีทางกล ได้แก่ กระบวนการโฮโมจีไนเซชันแรงดันสูง (High pressure homogenization) ไมโครฟลูอิดิเคชัน (Microfluidization) การบดละเอียด (Grinding) และกระบวนการอัลตราโซนิกความเข้มสูง (High intensity ultrasonication) เป็นต้น โดยการคัดแยกนาโนเซลลูโลสด้วยวิธีดังกล่าวทำให้ลักษณะของนาโนเซลลูโลสมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร และมีความยาวระดับไมโครเมตร [38]

2.3.2.2 การสกัดนาโนเซลลูโลสโดยวิธีทางเคมี การใช้สารเคมีโดยเฉพาะสารจำพวกกรดเป็นวิธีที่นิยมและใช้กันอย่างแพร่หลายในการคัดแยกนาโนเซลลูโลส [39] โดยกรดที่นิยมใช้ได้แก่ กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) และกรดไฮโดรคลอริก (HCl) รูปที่ 2.11 แสดงโครงสร้างของ CNC หลังจากการย่อยด้วยกรด โดยกรดจะทำลายพันธะของเซลลูโลสในส่วนของอสัณฐาน (Amorphous region) ทำให้เหลือเพียงส่วนบริเวณที่เป็นผลึกของเซลลูโลส (Crystalline region) [40-41]



รูปที่ 2.11 โครงสร้างของ CNC หลังจากการย่อยด้วยกรด [42]

ดังนั้นลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยาของ CNC จึงมีลักษณะเหมือนเข็ม (Needle-shaped) มีขนาดเท่ากับหรือน้อยกว่า 100 นาโนเมตร และมีโครงสร้างผลึกสูง โดยรูปที่ 2.12 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ CNC จากแหล่งต่าง ๆ อย่างไรก็ตามลักษณะสัณฐานวิทยาและคุณสมบัติของนาโนเซลลูโลสที่ได้ขึ้นอยู่กับแหล่งของเซลลูโลสเริ่มต้นที่ใช้ในการคัดแยกนาโนเซลลูโลส ชนิดของกรดเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการย่อยความเข้มข้นของกรดและอัตราส่วนระหว่างกรดต่อเซลลูโลส [42-43]



รูปที่ 2.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ CNC จากแหล่งต่าง ๆ ; (a) ไม้เนื้ออ่อน (b) ไม้เนื้อแข็ง (c) เปลือกมะเขือเทศ (d) ดอกรักอินเดีย (e) ปาล์มน้ำมัน, (f) สาหร่ายสีแดง (g) พืชทะเล (h) เพรียงหัวหอม และ (i) แบคทีเรียเซลลูโลส [42]

2.3.3 การประยุกต์ใช้นาโนเซลลูโลส [44]

เซลลูโลสสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรมต่าง ๆ ได้อย่างแพร่หลาย ทั้งทางอุตสาหกรรมพลังงาน อุตสาหกรรมวัสดุก่อสร้าง อุตสาหกรรมสิ่งทอ อุตสาหกรรมกระดาษ เป็นต้น

2.3.3.1 การนำไปประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรมยาและการแพทย์

ชีววัสดุ เช่น เซลลูโลสที่ได้จากกระบวนการหมักด้วย *Acetobacter xylinum* เข้ามามีบทบาททางการแพทย์เป็นอย่างมาก เนื่องด้วยวัสดุชนิดนี้มีความเป็นมิตรต่อร่างกาย และยังสามารถกระตุ้นการซ่อมแซมเนื้อเยื่อได้ดีกว่าวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นมา จึงมีการนำมาใช้ทางการแพทย์และทางเภสัชกรรม เช่น การนำมาใช้เป็นสารเพิ่มความหนืดและความคงตัวให้แก่ยา การนำเซลลูโลสมาพัฒนาต่อเพื่อใช้ในการผลิตอวัยวะเทียมต่าง ๆ อาทิ หลอดเลือดเทียม การนำเซลลูโลสมาทำวัสดุปิดแผลเพื่อช่วยในการลดความถี่ในการทำแผลและยังช่วยในการรักษาความชุ่มชื้นโดยไม่ต้องทายาบ่อยครั้ง

2.3.3.2 การนำไปประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรมอาหาร

มีการทดสอบว่าเซลลูโลสที่ได้จากแบคทีเรียที่มีความบริสุทธิ์สูง จึงได้มีการนำเซลลูโลสชนิดนี้มาประยุกต์ใช้เป็นส่วนประกอบของอาหาร ทั้งที่เป็นวัตถุเจือปนเพื่อช่วยเพิ่มเนื้อสัมผัสและสารช่วยเพิ่มความคงตัว นอกจากนี้เซลลูโลสที่ผลิตมาจากแบคทีเรียยังนิยมนำมาบริโภค เช่นเดียวกับกับการบริโภควัน เนื่องจากมีเนื้อสัมผัสที่นิ่ม ผิวหน้าเรียบ มีความฉ่ำน้ำ และไม่มีคอเลสเตอรอล ทั้งยังมีปริมาณไขมันที่ต่ำและให้พลังงานต่ำด้วย

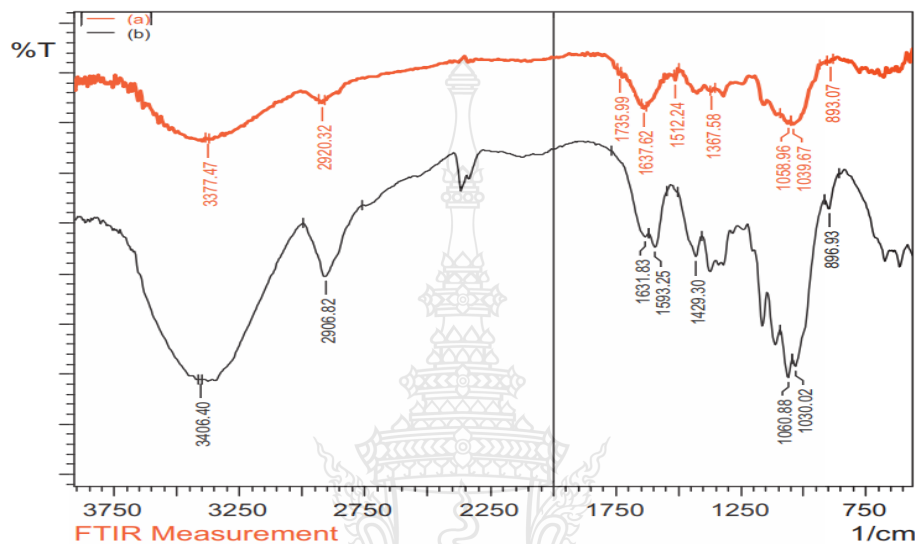
2.3.3.3 การนำไปประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรม

เซลลูโลสสามารถนำมาดัดแปลงเพื่อใช้เป็นส่วนประกอบของเยื่อเมมเบรนต่าง ๆ อาทิ การนำเซลลูโลสมาทำเป็นส่วนลำโพงและกระดาษที่ต้องการความเหนียวสูง

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

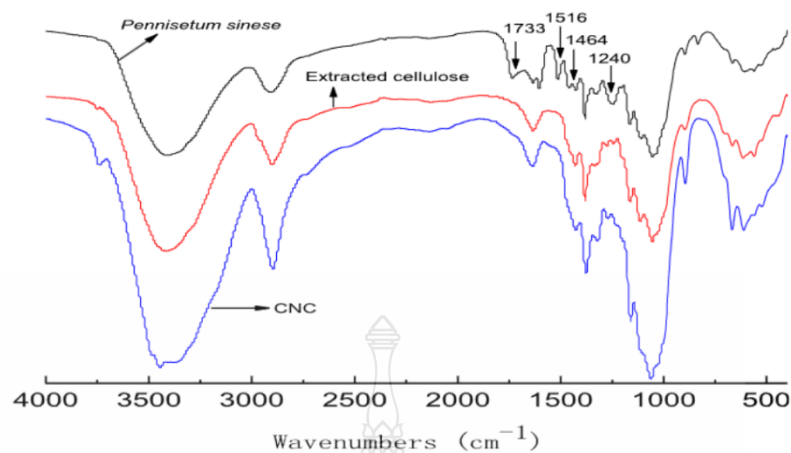
Marimuthu Thiripura Sundari และ Atmakuru Ramesh (2012) [45] ได้ทำการศึกษาเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมไว้โดยใช้ผักตบชวาเป็นวัตถุดิบและเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสดิบและเส้นใยไมโครเซลลูโลสบริสุทธิ์ โดยขั้นตอนต่อไปนี้เป็น การปรับสภาพพื้นผิวด้วยวิธีการทางเคมี เช่น การฟอกสีปฏิกิริยา อัลคาไลน์และโซเดียมคลอไรด์ เส้นใยที่สกัดจากลำต้นถูกแช่แข็งและบดด้วยไนโตรเจนเหลวและนำเส้นใยที่ได้ทำการอัลตราโซนิกเพื่อแยกเส้นใย เส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิวได้รับวิเคราะห์ด้วย Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) เพื่อยืนยันการกำจัดสิ่งสกปรกออกจากพื้นผิวของเส้นใย ดังรูปที่ 2.13 หลังจากกระบวนการด้วยคลื่นอัลตราโซนิกทดสอบ

โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยเพิ่มขึ้นหลังการปรับสภาพพื้นผิวทางเคมี ได้รับการยืนยันโดยการวิเคราะห์ทางอุณหภูมิจาก (TGA) เส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงเส้นผ่านศูนย์กลาง 20–100 นาโนเมตรจาก SEM และ 25 นาโนเมตรจากการวิเคราะห์ TEM

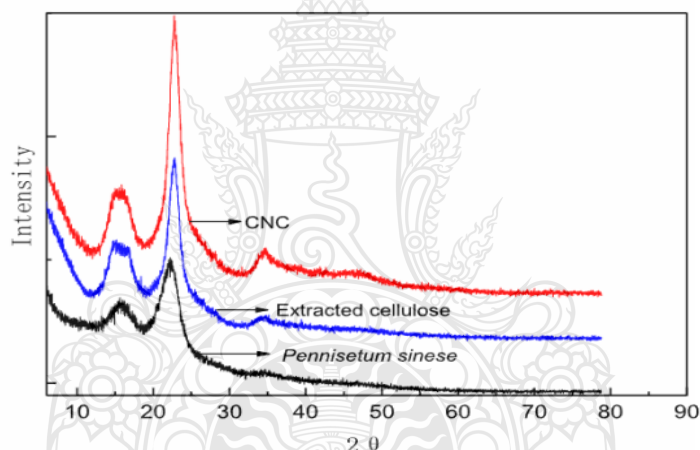


รูปที่ 2.13 สเปกตรัม FTIR ของ (a) เส้นใยเซลลูโลสดิบและ (b) เส้นใยนาโนเซลลูโลสจากผักตบชวา [45]

Qi-lin Lu และคณะ (2014) [46] ได้ทำการศึกษาการใช้หญ้าเนเปียร์เพื่อเตรียมเป็นเซลลูโลส นาโนคริสตัล (CNC) สกัดเซลลูโลสจากเชื้อราหญ้าเนเปียร์ โดยการปรับสภาพพื้นผิวทางเคมี และการฟอกขาว จากนั้นสกัดเซลลูโลสนาโนคริสตัลโดยการย่อยด้วยกรด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) แสดงให้เห็นว่า CNC มีลักษณะเหมือนแท่งที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 20–30 นาโนเมตร และความยาว 200–300 นาโนเมตร พูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (FTIR) แสดงให้เห็นว่าการปรับสภาพพื้นผิวทางเคมีได้กำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสส่วนใหญ่ออกจากหญ้าเนเปียร์ ดังรูปที่ 2.14 ดัชนีความเป็นผลึกที่คำนวณจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) สำหรับหญ้าเนเปียร์และ CNC เท่ากับ 40.6% และ 77.3% ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.15 การวิเคราะห์สัณฐานภาพชี้ตาพบว่า CNC มีความเสถียรสูงกว่าหญ้าเนเปียร์มีเสถียรภาพทางความร้อนถูกตรวจสอบโดยการวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก (TGA) และผลปรากฏว่าหญ้าเนเปียร์มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงกว่า CNC



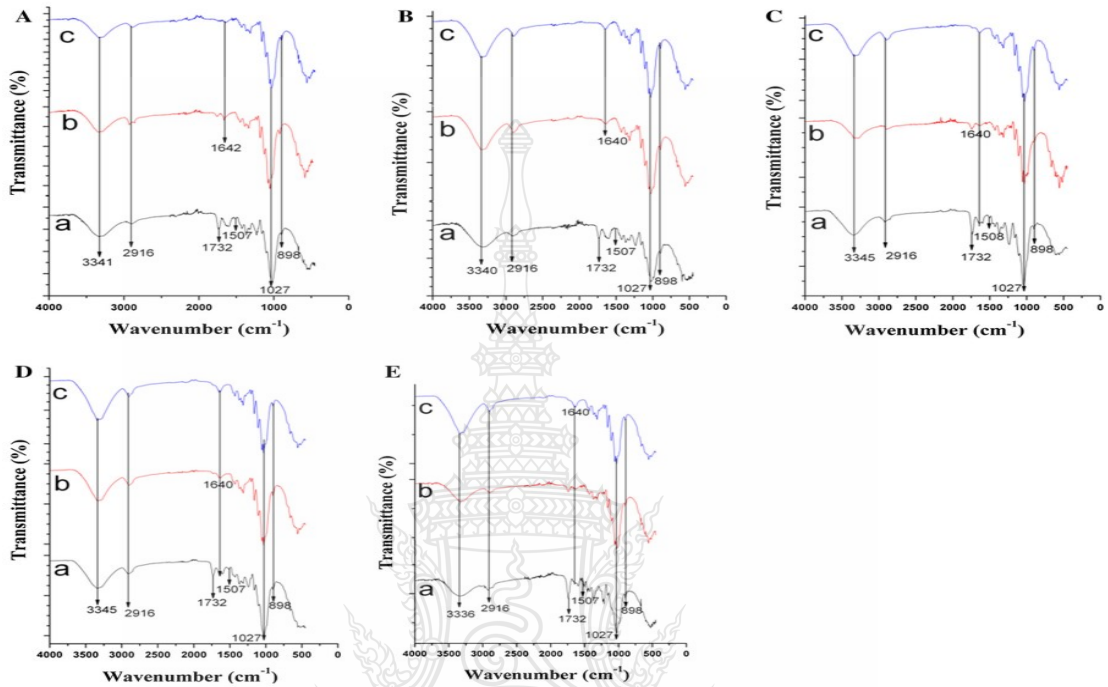
รูปที่ 2.14 สเปกตรัม FTIR ของหญ้าเนเปียร์ หญ้าเนเปียร์บริสุทธิ์และ CNC [46]



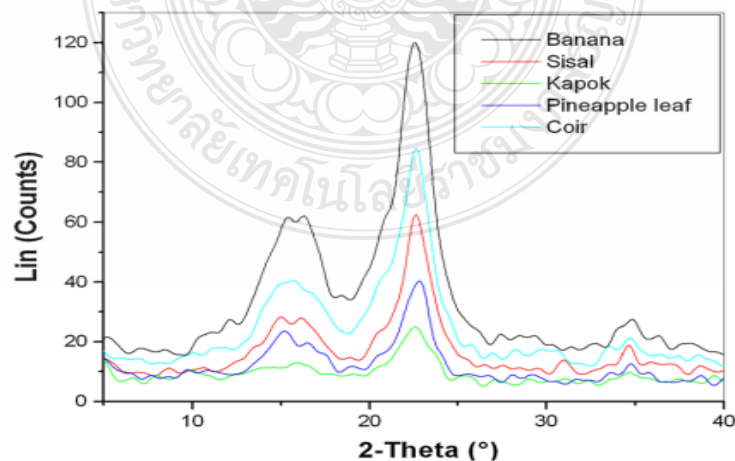
รูปที่ 2.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของหญ้าเนเปียร์ หญ้าเนเปียร์บริสุทธิ์และ CNC [46]

B. Deepa และคณะ (2015) [47] ได้ทำการศึกษาโนเซลลูโลสประสบความสำเร็จในการสกัดจากแหล่งชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส 5 แหล่ง ได้แก่ กอกล้วย ป่านศรนารายณ์ นุ่น ใบสับปะรด และกาบมะพร้าว โดยใช้เคมีในการปรับสภาพพื้นผิวร่วมกัน เช่น การปรับสภาพพื้นผิวด้วยการฟอกขาว และกรดไฮโดรไลซิส รูปร่าง ขนาด และคุณสมบัติพื้นผิวของนาโนเซลลูโลสโดยทั่วไปขึ้นอยู่กับแหล่งที่มาและสภาวะการย่อยด้วยกรด การศึกษาเปรียบเทียบคุณสมบัติพื้นฐานของวัสดุฟอกขาวและนาโนเซลลูโลสโดยวิธีฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ดังรูปที่ 2.16 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน จากการศึกษาลักษณะเฉพาะของนาโนเซลลูโลสที่ได้จากแหล่งต่าง ๆ นาโนเซลลูโลสที่แยกได้แสดงเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยในช่วง 10-25 นาโนเมตร ความเป็นผลึกสูงโดยดูได้จากรูปที่ 2.17

และตารางที่ 2.3 ความเสถียรทางความร้อนสูงและศักยภาพที่ดีที่จะใช้กับสารเชื่อมต่อที่เป็นกรด เนื่องจากพื้นผิวพื้นฐานส่วนใหญ่ งานนี้ให้ข้อมูลเชิงลึกเกี่ยวกับการใช้ประโยชน์อย่างมีประสิทธิภาพของมวลชีวภาพจากพืชหลากหลายชนิดในฐานะแหล่งที่มีศักยภาพสำหรับการสกัดนาโนเซลลูโลส



รูปที่ 2.16 สเปกตรัม FTIR ของ ; (A) กล้วย (B) ป่านศรนารายณ์ (C) นุ่น (D) ใบสับปะรด และ (E) กาบมะพร้าว โดยสเปกตรัมของพืชแต่ละชนิด คือ (a) ของเส้นใยพืชที่ไม่ผ่านการบำบัด (b) เส้นใยเซลลูโลสฟอกขาวและ (c) นาโนเซลลูโลส [47]



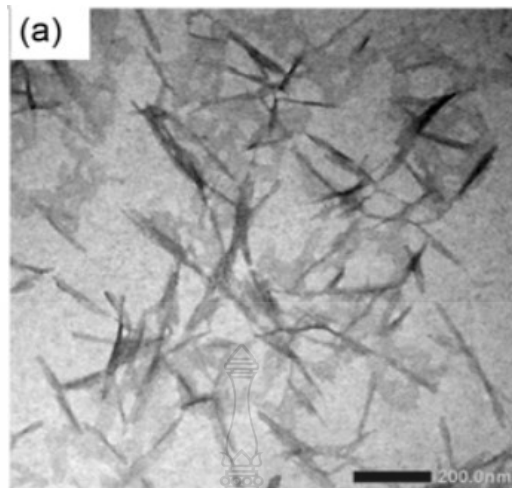
รูปที่ 2.17 รูปแบบ XRD ของนาโนเซลลูโลสที่แยกได้จากทั้ง 5 แหล่งชีวมวลที่แตกต่างกัน [47]

ตารางที่ 2.3 พารามิเตอร์การวิเคราะห์ XRD สำหรับดัชนีความเป็นผลึก (%) และขนาดผลึก (นาโนเมตร) สำหรับนาโนเซลลูโลสที่แยกได้จากแหล่งต่าง ๆ [47]

Sample	Crystallinity index (%)	Crystal size (nm)
Banana rachis	80.9	3.4
Sisal	91.3	3.7
Kapok	86.5	3.5
Pineapple leaf	92.3	3.7
Coir	84.5	3.4

Francieli Borges de Oliveira และคณะ (2016) [48] ได้ทำการศึกษาผลึกนาโนเซลลูโลส (CNCs) ถูกผลิตขึ้นจากเยื่อชานอ้อยที่ไม่ได้ฟอกและฟอกขาวโดยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกของเส้นใยและเศษส่วนปลายของลำต้น ทั้งวัตถุดิบและผลิตภัณฑ์ขั้นสุดท้ายมีลักษณะเฉพาะศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด การวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก มีการเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการใช้เยื่อไม้ที่ไม่ฟอกขาวและเยื่อไม้ฟอกขาวสำหรับการผลิต CNCs

Mochamad Asrofi และคณะ (2018) [49] ได้ทำการศึกษาการแยกและวิเคราะห์ลักษณะของเส้นใยผักตบชวา (WHF) สกัดเป็นนาโนเซลลูโลส การแยกจะทำโดยการผลิตเยื่อกระดาษและ Sonication การเปลี่ยนแปลงทางสัณฐานวิทยาที่ก่อนและหลังการปรับสภาพพื้นผิวแสดงให้เห็นโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สารลิกนินและปริมาณเฮมิเซลลูโลสลดลงระหว่างการปรับสภาพพื้นผิวทางเคมี กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และขนาดอนุภาคตั้งรูปที่ 2.18 การย่อยด้วยกรดจะแยกเส้นใยเซลลูโลสออกโดยการทำลายพันธะไฮโดรเจน ช่วยลดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย ทำให้ความยาวเส้นใยลดลงอยู่ในช่วงนาโนเมตร เครื่องวิเคราะห์ (PSA) ถูกนำมาใช้เพื่อกำหนดลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ WHF หลังจาก Sonication เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เส้นผ่านศูนย์กลางและความยาวของนาโนเซลลูโลส WHF เท่ากับ 15.61 และ 147.4 นาโนเมตร ตามลำดับ ดัชนีความเป็นผลึกและพื้นที่โดเมนผลึกเพิ่มขึ้นอย่างมากหลังการปรับสภาพพื้นผิวทางเคมี ดัชนีความเป็นผลึกสูงสุดคือ 84.87% เมื่อผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด ความเป็นผลึกที่เพิ่มขึ้นทำให้มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดี



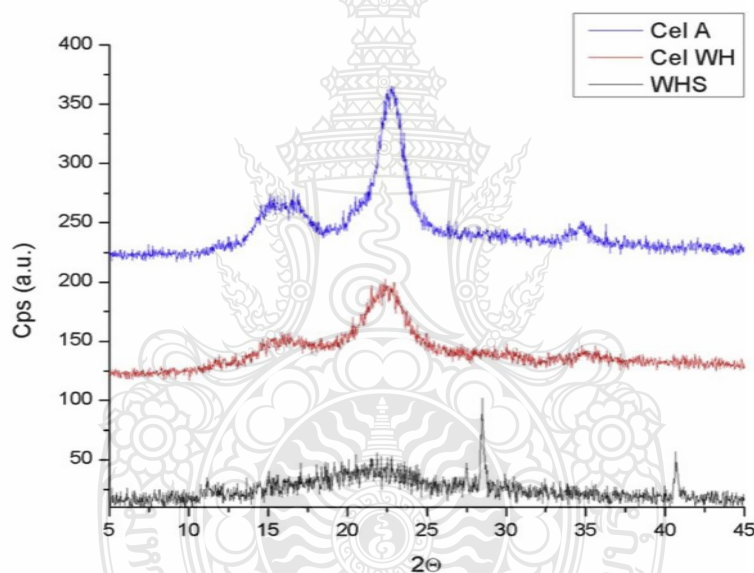
รูปที่ 2.18 ภาพ TEM ของ WHF หลังจาก sonication 1 ชม. [49]

R.A. Ilyas และคณะ (2018) [50] ได้ทำการศึกษาเซลลูโลสที่ถูกสกัดจากเส้นใยต้นตาล (*Arenga pinnata*) โดยการทำให้ Delignification และ Mercerization treatment จากนั้นแยกเซลลูโลสผลิตภัณฑ์ของต้นตาล (SPNCCs) จากเซลลูโลสที่สกัดด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 60% โดยน้ำหนักองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยต้นตาลถูกกำหนดในขั้นตอนต่าง ๆ ของการปรับปรุงสภาพพื้นผิวเส้นใย การวิเคราะห์โครงสร้างดำเนินการโดย Brunauer-Emmett-Teller (BET), การแปลงฟูเรียร์อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) และการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ดังตารางที่ 2.4 วิเคราะห์ทางสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสที่สกัดได้และเซลลูโลสผลิตภัณฑ์ที่แยกได้ (NCCs) โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM), กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ความคงตัวทางความร้อนของเส้นใยต้นตาลในระยะต่าง ๆ ของการปรับปรุงสภาพถูกทดสอบโดยการวิเคราะห์ทางความร้อน (TGA) ผลการวิจัยพบว่าลิกนินและเฮมิเซลลูโลสถูกกำจัดออกจากเซลลูโลสที่สกัดได้ผ่านกระบวนการแยกส่วนและกระบวนการเมอร์เซอร์เซชันตามลำดับ พบว่า SPNCC ที่แยกออกมาที่มีความยาว และเส้นผ่านศูนย์กลาง 130 ± 30 นาโนเมตร และ 9 ± 1.96 นาโนเมตรตามลำดับ

ตารางที่ 2.4 การวิเคราะห์ XRD สำหรับดัชนีความเป็นผลึก (%) ของเส้นใยต้นตาล [50]

Sample	Crystallinity index (%)
Sugar palm fibres	55.8
Bleached fibres	65.9
Alkali-treated fibres	76.5
SPNCCs	85.9

Gregorio N. Juárez-Luna และคณะ (2019) [51] ได้ทำการศึกษาการแยกอนุภาคนาโนเซลลูโลส (CNP) จากสารสกัดเซลลูโลสจากพืชผักตบชวา (Cel-WH) ผ่านการบำบัดด้วยเทอร์โมเคมีและอัลคาไลน์เปอร์ออกไซด์แบบต่อเนื่อง และไฮโดรไลซ์ด้วยเอนไซม์เพิ่มเติมโดยใช้เซลลูโลสเชิงซ้อนที่ 50°C ถึงความเข้มข้นสูงสุดของ CNP หลังจาก 120 นาที ของเอนไซม์การย่อยด้วยกรดโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 200–250 นาโนเมตร และเพิ่มขึ้น 5% ในความเป็นผลึกเมื่อเปรียบเทียบกับ Cel-WH จากการทดสอบ XRD พบว่า WHS ไม่แสดงพีคที่มีลักษณะเฉพาะใด ๆ ของเซลลูโลสและ Cel-WH แสดงให้เห็นพีคที่มีลักษณะเฉพาะ ซึ่งบ่งชี้ได้ว่ามีกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้อย่างมีประสิทธิภาพและ Cel-A แสดงให้เห็นพีคถึงความเป็นผลึกดังรูปที่ 2.19 บ่งชี้ได้ว่าเป็น Cellulose nanocrystals

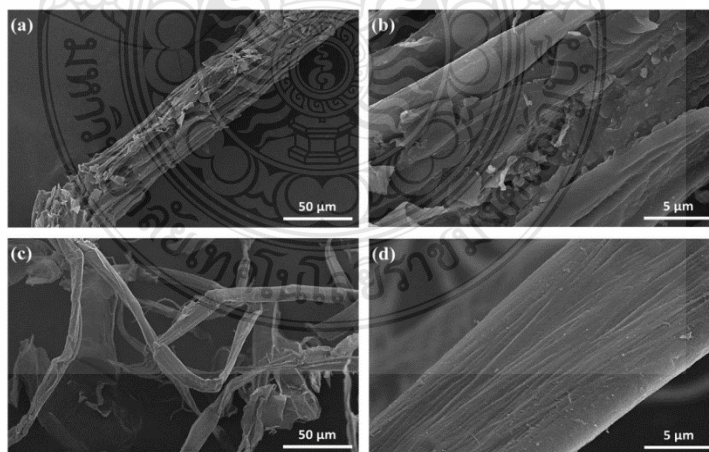


รูปที่ 2.19 การทดสอบความแตกต่างในโครงสร้างผลึกระหว่างตัวอย่าง เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว, เส้นใยผักตบชวาที่ได้รับตามการบำบัดด้วยความร้อนและอัลคาไลน์เปอร์ออกไซด์ และผลึกนาโนเซลลูโลส [51]

Magdi E. Gibril และคณะ (2019) [52] ได้ทำการศึกษาวัสดุนาโนคอมโพสิตพอลิคาโพรแลกโตน (Polycaprolactone, PCL) ชีวภาพชนิดใหม่ถูกเตรียมโดยใช้เซลลูโลส-ซิงค์ออกไซด์ (Nanocrystals cellulose-ZnO, NCC-ZnO) เป็นนาโนฟิลเลอร์อินทรีย์ และอนินทรีย์ซึ่งเตรียมโดยการเติมซิงค์ออกไซด์ลงบนพื้นผิวของนาโนคริสตัลไลน์เซลลูโลสการเติมนาโนฟิลเลอร์แบบต่าง ๆ

(2–8 โดยน้ำหนัก%) ถูกเติมลงบนเมทริกซ์ PCL เพื่อเตรียม PCL/NCC–ZnO พิล์มนาโนคอมโพสิตโดยใช้วิธีการหล่อด้วยตัวทำละลาย นาโนฟิลเลอร์และฟิล์มนาโนคอมโพสิตมีลักษณะเฉพาะโดย AFM, TEM, FTIR, FE-SEM, XRD, DSC, TGA และความต้านทานแรงดึง ผลการวิเคราะห์ AFM, TEM และ FTIR ยืนยันว่า ปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคนาโนของ NCC และ ZnO และระหว่างนาโนฟิลเลอร์ (NCC–ZnO) และ PCL คุณสมบัติทางกลของ PCL พอลิเมอร์ดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเนื่องจากการรวมตัวกันของ nanofiller โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อเพิ่มปริมาณของนาโนฟิลเลอร์เกิน 4 wt% การวิเคราะห์ FE-SEM แสดงการกระจายตัวของนาโนฟิลเลอร์ที่เป็นเนื้อเดียวกันภายในเมทริกซ์ PCL และแสดงพื้นผิวที่มีรูพรุนขรุขระ ทั้งผล TGA และ DSC บ่งชี้ว่าความเสถียรทางความร้อนของ PCL เพิ่มขึ้นเนื่องจากการรวมตัวของนาโนฟิลเลอร์

Kraiwit Pakutsah และ Duangdao Aht-Ong (2020) [53] ได้ทำการศึกษาการใช้ประโยชน์จากวัตถุดิบชีวมวลเพื่อประดิษฐ์วัสดุนาโนขั้นสูง ในงานวิจัยนี้มีความน่าสนใจอย่างมากเนื่องจากต้นทุนต่ำและมีความยั่งยืน งานนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อสำรวจวิธีง่าย ๆ ในการเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์โดยใช้วิธีการแบบน้ำผ่านการกระตุ้นด้วยไฟฟ้าด้วยกลไก เส้นใยเซลลูโลสถูกสกัดครั้งแรกจากน้ำนำผักตบชวาที่ผ่านการบำบัดทางเคมีแล้วมาละลายตัวโดยใช้วิธีทางกลคือการปั่นด้วยเครื่อง High pressure homogenizer ทดสอบสัณฐานดังรูปที่ 2.20 พบว่าเส้นใยดิบมีการรวมกลุ่มไมโครไฟเบอร์ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางกลาง 40–50 ไมโครเมตร จากภาพที่กำลังขยายสูงพื้นผิวตามแนวยาวของเส้นใยมีความหยابปอสมควรมีเม็ดและเกล็ดเล็กต่าง ๆ เนื่องจากมีสารที่ไม่ใช่เซลลูโลส เช่น เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน หลังจากทำการบำบัดทางเคมีแล้ว พบว่าเส้นใยมีความบริสุทธิ์ขึ้นมีโครงสร้างที่ดีสม่ำเสมอด้วยความกว้าง 10–15 μm และพื้นผิวด่อนข้างเรียบเมื่อเทียบกับเส้นใยดิบ



รูปที่ 2.20 ภาพ SEM ของ (a, b) เส้นใยดิบและ (c, d) เส้นใยบริสุทธิ์ที่กำลังขยาย 500 \times และ 5000 \times ตามลำดับ [53]

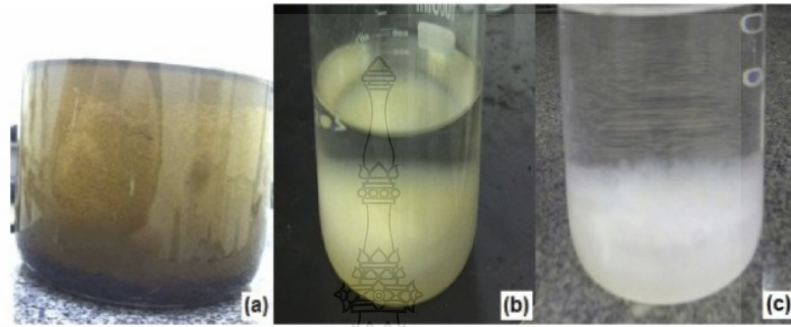
Kusmono และคณะ (2020) [54] ได้ทำการศึกษาเซลลูโลสนาโนคริสตัล (CNCs) ถูกสกัดจากเส้นใยป่านรามิโดยผ่านการปรับสภาพพื้นผิวทางเคมี พร้อมกับกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก โดยจะใช้อุณหภูมิและเวลากระบวนการย่อยด้วยกรด การศึกษาสมบัติของ CNC โดยจะศึกษาด้วย FT-IR, XRD, TEM และ TGA ผลการวิจัยพบว่าคุณลักษณะของ CNC ที่ได้นั้นมีผลอย่างมากจากทั้งอุณหภูมิและเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรด ความเป็นผลึก ขนาด และเสถียรภาพทางความร้อนของ CNC พบว่าลดลง โดยการเพิ่มทั้งอุณหภูมิและเวลากระบวนการย่อยด้วยกรด การทำปฏิกิริยาการย่อยด้วยกรดที่เหมาะสมที่สุด คือ ที่อุณหภูมิ 45°C เป็นเวลา 30 นาทีด้วยกรดซัลฟิวริก 58% เพื่อให้ได้ CNC ที่มีอนุภาคคล้ายแท่งที่มีความเป็นผลึกสูง (90.77%) ดังตารางที่ 2.5 เส้นผ่านศูนย์กลาง (6.67 นาโนเมตร) ความยาว (145.61 นาโนเมตร) และมีความร้อนที่ดีที่สุด CNC ที่ได้มีศักยภาพสูงขึ้นเหมาะสำหรับการประยุกต์ใช้เป็นสารเสริมแรงทางเลือกในนาโนคอมโพสิต

ตารางที่ 2.5 ดัชนีความเป็นผลึกและขนาดผลึกของ CNC ที่ผลิตภายใต้สภาวะไฮโดรไลซิสที่แตกต่างกัน [54]

Temperature (°C)	Reaction time (min)	Sulfuric acid concentration (%)	Crystallinity (%)	Crystallite size (nm)
45	30	58	90.77	5.33
55	30	58	87.99	4.95
65	30	58	80.32	4.73
45	45	58	87.55	5.22
45	60	58	83.52	4.62

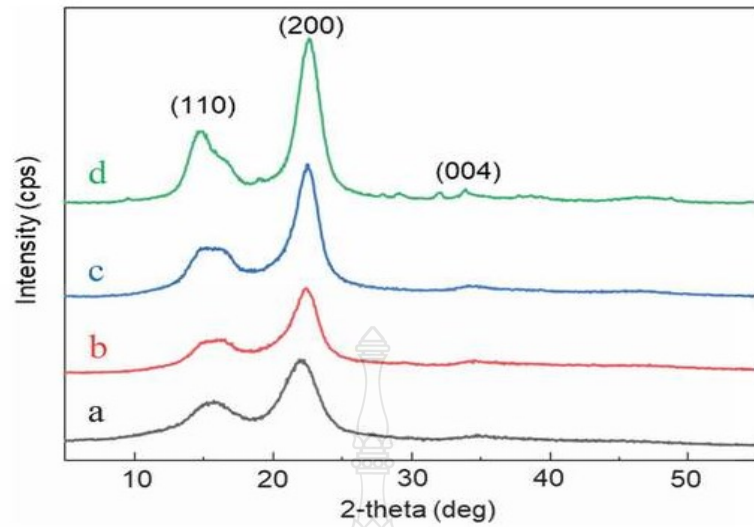
Lúrima Uane SoaresFaria และคณะ (2020) [55] ได้ทำการศึกษาอนุภาคนาโนเซลลูโลสที่มีความโดดเด่นเนื่องจากได้มาจากเส้นใยธรรมชาติซึ่งเป็นแหล่งพลังงานหมุนเวียนและย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ส่งเสริมการนำวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรกลับมาใช้ใหม่ นอกจากนี้มีความพร้อมใช้งานสูงและต้นทุนต่ำ เศษที่เหลือจากการบริโภคสัตว์ประปรดจึงกลายเป็นทางเลือกที่ได้ผลสำหรับกระบวนการผลิตนาโนเซลลูโลส ซึ่งยังไม่มีมีการสำรวจจนถึงตอนนี้ ในงานวิจัยนี้มุ่งเป้าไปที่การผลิตนาโนเซลลูโลสจากสัตว์ประปรด โดยผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด ศึกษาเงื่อนไขของกระบวนการต่าง ๆ เพื่อกำหนดว่าวิธีใดให้ผลลัพธ์ที่ดีกว่าดังรูปที่ 2.21 เส้นใยเหล่านี้ได้รับการปรับสภาพพื้นผิวก่อนโดยการชุบโซเดียมไฮดรอกไซด์และฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก เพื่อให้ได้อนุภาคนาโน การวิเคราะห์ลักษณะทางเคมีและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

บนเส้นใยดิบและเส้นใยฟอกขาว และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านบนนาโนเซลลูโลสที่ผลิตได้ การปรับสภาพเส้นใยมีประสิทธิภาพในการช่วยลดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสในเส้นใย และกล้องจุลทรรศน์พิสูจน์การผลิตอนุภาคนาโนเซลลูโลสที่มีความกว้างเฉลี่ยเท่ากับ 10.38 นาโนเมตร ดังนั้นผลลัพธ์ที่ได้จึงสามารถยืนยันศักยภาพของกระบวนการที่ใช้ในการสกัดนาโนเซลลูโลสจากสับปะรดได้



รูปที่ 2.21 การทำปฏิกิริยาการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น (a) 60%, (b) 30% และ (c) 40% [55]

Pruttipong Pantamanatsopa และคณะ (2022) [56] ได้ทำการศึกษาการย่อยด้วยกรดสกัดเซลลูโลสนาโนคริสตัล (CNC) จากเส้นใยธรรมชาติ งานวิจัยนี้ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิและเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดต่อผลผลิตของ CNC จากผักตบชวา เพื่อหาสภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่เหมาะสมที่สุดสำหรับเส้นใยผักตบชวาที่ช่วยเพิ่มผลผลิต CNC ได้อย่างมีประสิทธิภาพ อุณหภูมิกระบวนการย่อยด้วยกรดเปลี่ยนแปลงระหว่าง 50°C และ 60°C และเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดระหว่าง 15, 30, 60 และ 120 นาที ก่อนกระบวนการย่อยด้วยกรดเส้นใยผักตบชวาดิบผ่านการปรับสภาพพื้นผิวด้วยด่างและฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ผลการวิจัยพบว่าสภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่เหมาะสมคือ 60°C และ 30 นาที โดยมีดัชนีความเป็นผลึก 80% ขนาดผลึก 3.91 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.22 และผลผลิต CNC เท่ากับ 71.5% สันฐานวิทยาของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของ CNC จากผักตบชวามีรูปร่างเป็นแท่งมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 นาโนเมตร และความยาว 200–500 นาโนเมตร ผลการวิจัยยังบ่งชี้ด้วยว่าอุณหภูมิกระบวนการย่อยด้วยกรดมีผลเพียงเล็กน้อยต่อดัชนีความเป็นผลึก นอกจากนี้ภายใต้สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่เหมาะสม CNC ยังมีสารแขวนลอยในน้ำที่เสถียรโดยมีค่าศักย์ซีตาที่ -43.21 mV ซึ่งบ่งชี้ว่ามีความเสถียรของคอลลอยด์ทางกายภาพสูง ดังรูปที่ 2.23



รูปที่ 2.22 XRD สเปกตรัมของ: (a) WHF-R, (b) WHF-A, (c) WHF-B, (d) WHF-CNC [56]



รูปที่ 2.23 สีของสารแขวนลอย WHF-CNC หลังจากผ่านไป 48 ชั่วโมง โดยกำหนดอุณหภูมิไฮโดรไลซิสที่ 50°C และ 60°C: (a) 15 นาที, (b) 30 นาที, (c) 60 นาที, (d) 120 นาที [56]

บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 แผนการดำเนินการวิจัย

ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินงาน

กิจกรรม	ระยะเวลา (เดือน)												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
ศึกษางานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	---												
ศึกษาและออกแบบขั้นตอนวิธีการทดลอง/ การเตรียมวัสดุ / สารเคมี / อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย		---											
เตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และกระบวนการฟอกขาว			---										
ทำการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสด้วยวิธีการกระบวนการย่อยด้วยกรดและหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุด				---									
ทดสอบสมบัติทางเคมีและหาค่าผลผลิตที่ได้สูงที่สุด							---						
วิเคราะห์ผลการทดสอบ รวบรวมผลการวิเคราะห์และสรุปผล											---		
ตีพิมพ์วารสารและจัดทำรายงานการวิจัย												---	

----- แสดงแผนการดำเนินงาน

_____ แสดงการดำเนินงานจริง

3.2 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 เส้นใยผักตบชวา (Water hyacinth)
- 3.2.2 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)
- 3.2.3 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide, H₂O₂)
- 3.2.4 กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H₂SO₄)
- 3.2.5 น้ำกลั่น (Distilled water)

3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.3.1 ปีกเกอร์ (Beaker)
- 3.3.2 ช้อนตักสาร (Spatula)
- 3.3.3 แท่งแก้ว (Stirring rod)
- 3.3.4 กระบอกตวง (Cylinder)
- 3.3.5 คีมหนีบ (Vise)
- 3.3.6 หลอดหยด (Dropper)
- 3.3.7 เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
- 3.3.8 จานเพาะเชื้อ (Petri dish)
- 3.3.9 หลอดทดลอง (Test tube)
- 3.3.10 แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.3.11 กระดาษลิตมัส (Litmus paper)
- 3.3.12 เครื่องกวนสารเคมีให้ความร้อน (Hotplate magnetic stirrer)
- 3.3.13 เครื่องปั่นสาร (Homogenizer)
- 3.3.14 เครื่องเขย่าสาร (Shaker)
- 3.3.15 เครื่องชั่งแบบวิเคราะห์ ชนิดอ่านค่าได้ละเอียด 0.0001 กรัม (Analytical balance)
- 3.3.16 เครื่องหมุนเหวี่ยง (High speed centrifugation)

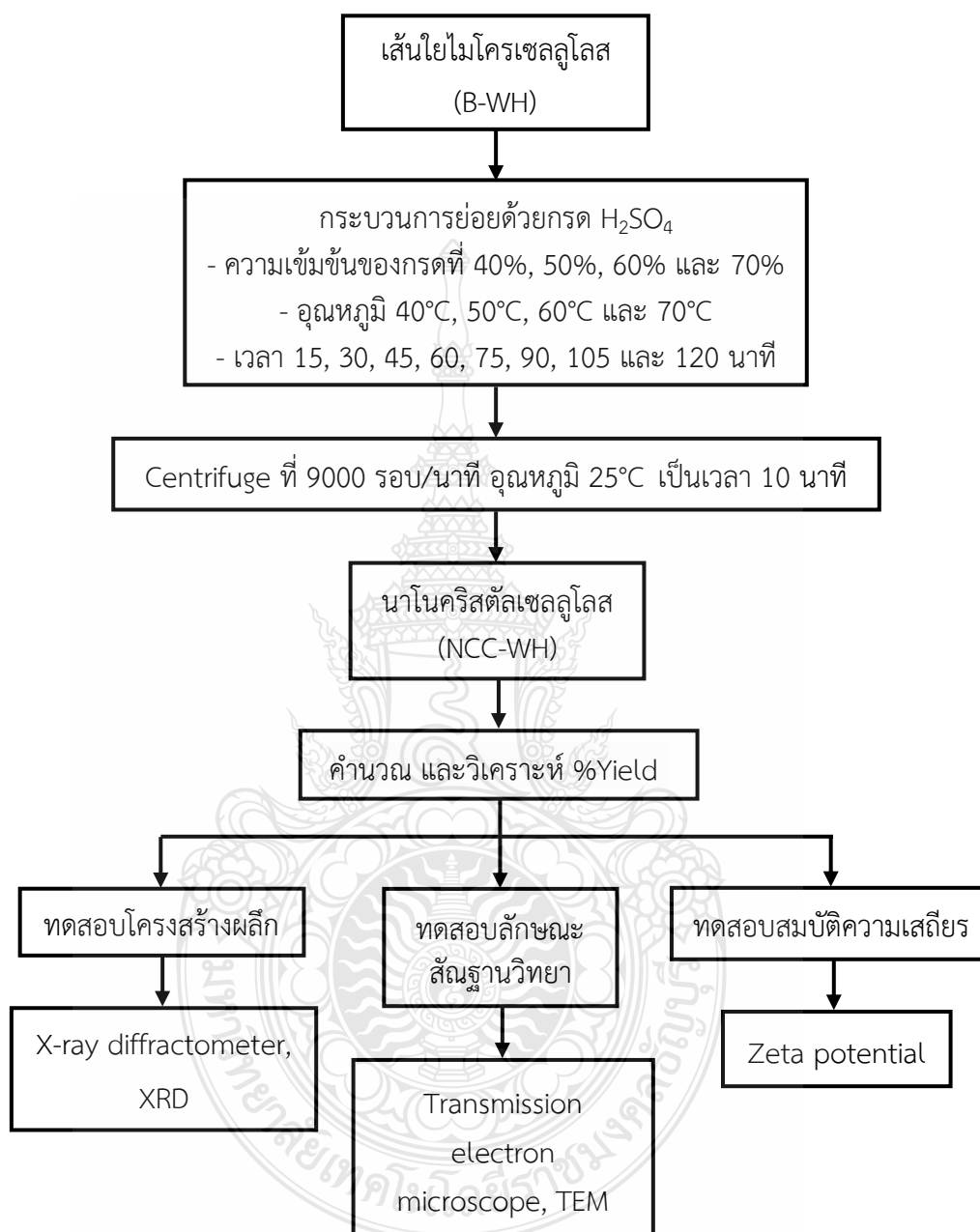
3.4 ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.4.1 การเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากผักตบชวา



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และกระบวนการฟอกขาว

3.4.2 การสกัดนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสโดยกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก

3.5 กระบวนการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลส

เส้นใยธรรมชาติที่จะนำมาใช้ในการทดลอง จะต้องมีการเตรียมเป็นเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากเซลลูโลสของพืชนั้นมีสิ่งอื่น ๆ ปะปนอยู่ ได้แก่ เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน และฝุ่นอื่น ๆ ทำให้เซลลูโลสของพืชนั้นไม่บริสุทธิ์ ดังนั้นเพื่อแก้ปัญหานี้จึงต้องมีการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาวดังรูปที่ 3.1 เพื่อให้สามารถนำไปสกัดเป็นนาโนคริสตัลเซลลูโลสให้ได้ผลผลิตที่สูงขึ้น

3.5.1 เตรียมเส้นใยและเตรียมสารที่จะผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว

3.5.2 ตัดเส้นใยให้มีขนาดเล็กลงประมาณ 2-3 เซนติเมตร

3.5.3 นำเส้นใยที่ได้ไปต้มในโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2 M ที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำเปล่าให้สะอาดและกรองด้วยผ้าขาวบาง

3.5.4 จากนั้นนำเส้นใยไปต้มในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ความเข้มข้น 10% และใส่โซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไป เพื่อช่วยในการปรับ pH ในขณะที่ฟอกขาวโดยใช้อุณหภูมิ 90°C และกวนเส้นใยอย่างต่อเนื่องจนกว่าสารจะหยุดทำปฏิกิริยาเป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง โดยทำการฟอกขาว 2 ครั้ง จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำเปล่าและกรองด้วยผ้าขาวบาง

3.5.5 นำเส้นใยที่ได้ไปปั่นให้มีขนาดเล็กลงและกรองด้วยผ้าขาวบาง

3.5.6 นำเส้นใยที่ได้ไปอบให้แห้งที่ 60°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำไปบดให้มีขนาดเล็ก เพื่อนำไปทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการย่อยด้วยกรดต่อไป

3.6 กระบวนการย่อยด้วยกรด

จากรูปที่ 3.2 เมื่อได้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากการผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาวแล้ว นำเส้นใยไมโครเซลลูโลสไปสกัดเป็นนาโนคริสตัลเซลลูโลสโดยผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรดโดยใช้กรดซัลฟิวริก จากนั้นทำการคำนวณและวิเคราะห์ %Yield เปรียบเทียบ

3.6.1 นำเส้นใยไมโครเซลลูโลสมาทำกระบวนการย่อยด้วยกรดโดยใช้กรดซัลฟิวริก และใช้ความเข้มข้นของกรด อุณหภูมิ และเวลา ดังนี้

- ความเข้มข้นของกรดที่ 40%, 50%, 60% และ 70%
- อุณหภูมิ 40°C, 50°C, 60°C และ 70°C
- เวลา 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที

3.6.2 เมื่อได้สารละลายจากกระบวนการย่อยด้วยกรดแล้ว นำสารละลายที่ได้ใส่ในหลอด 60-65 g และนำไปเซนตริฟิวจ์ (Centrifuge) โดยตั้งอุณหภูมิ 25°C ความเร็วรอบ 9000 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที ทำซ้ำจนกว่าสารละลายจะมีสีขุ่นใส (ไม่สามารถเห็นเส้นใยได้ด้วยตาเปล่า)

3.6.3 เมื่อเซนตริฟิวจ์ครบเวลา นำสารละลายมาเช็คด้วยแสง Cross polarized จะสามารถมองเห็นอนุภาคแขวนลอยอยู่ในน้ำหรือที่เรียกกันว่า Flow birefringence ได้สารแขวนลอยที่มีอนุภาคระดับนาโน

3.6.4 นำสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสที่ได้ ทำการคำนวณและวิเคราะห์หาค่า %Yield พร้อมกับเปรียบเทียบแต่ละสูตร

3.7 การวิเคราะห์และการทดสอบสมบัติ

3.7.1 การวิเคราะห์หาค่า %Yield

การวิเคราะห์ผลผลิต (%Yield) ของสารแขวนลอย NCC-WH ภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน เป็นการวิเคราะห์ค่าของผลผลิตที่ได้จากการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสแต่ละสูตร แล้วนำค่าผลผลิตมาเปรียบเทียบกันเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม มีวิธีการวิเคราะห์ ดังนี้

3.7.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) ถ้วยพ้อยล์
- 2) หลอดหยดพลาสติก
- 3) เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
- 4) ตัวอย่างทดสอบ

3.7.1.2 วิธีการทดสอบ

- 1) ชั่งน้ำหนักถ้วยพ้อยล์ จดบันทึกค่า
- 2) หยดสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสลงไปถ้วยพ้อยล์ ที่ตั้งอยู่บนตาชั่ง และจดบันทึกค่า
- 3) นำตัวอย่างไปเข้าอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 4) นำตัวอย่างมาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง แล้วจดบันทึกค่า นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่า %Yield [47] จากสูตร

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักของนาโนคริสตัลเซลลูโลสแห้ง (กรัม)}}{\text{น้ำหนักของเส้นใยผ่านการฟอกขาวที่ใช้สกัด (กรัม)}} \times 100 \quad (3.1)$$

3.7.2 ทดสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Scanning electron microscopy, SEM) รุ่น FEI Quanta 450 FEG

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นการศึกษาคุณลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างด้วยเครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) ดังรูปที่ 3.3 เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง โดยต้องการคุณลักษณะพื้นผิวที่เปลี่ยนแปลงไปของ R-WH, A-WH และ B-WH หลังจากผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว



รูปที่ 3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Scanning electron microscopy, SEM)

3.7.2.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) เครื่องทดสอบ Scanning electron microscopy (SEM)
- 2) Stub
- 3) Carbon tape
- 4) ชิ้นงานทดสอบ

3.7.2.2 วิธีการทดสอบ

- 1) ติด Carbon tape ลงบน Stub
- 2) เตรียมตัวอย่างเป็นของแข็ง คีบลงบน Carbon tape ที่แปะกับ Stub
- 3) หลังจากที่ตัวอย่างติดกับ Stub แล้ว นำตัวอย่างเข้าเครื่อง Sputter Coater เพื่อให้ตัวอย่างนำไฟฟ้าก่อนนำเข้าเครื่อง Scanning electron microscopy
- 4) นำตัวอย่างเข้าเครื่อง Scanning electron microscopy และทำการถ่ายภาพตัวอย่าง

3.7.3 วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานซฟอร์หมอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) รุ่น Frontier, Perkin Elmer

การศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุเป็นสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์ เพื่อตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุลทดสอบสมบัติทางเคมีด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR) ดังรูปที่ 3.4 โดยต้องการดูโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยผักตบชวาที่เปลี่ยนแปลงไปของ R-WH, A-WH และ B-WH หลังจากผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และกระบวนการฟอกขาว



รูปที่ 3.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานซฟอร์หมอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)

3.7.3.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) เครื่องทดสอบ Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)
- 2) ที่คืบ
- 3) งานเพาะเชื้อ
- 4) ชั่งงานทดสอบ

3.7.3.2 วิธีการทดสอบ

- 1) เปิด stabilizer แล้วเปิดสวิทซ์ที่ตัวเครื่อง FTIR (ด้านหลังเครื่อง) และเปิดคอมพิวเตอร์
- 2) เปิดเข้าโปรแกรม
- 3) เมื่อเข้าหน้าโปรแกรมแล้ว กด Scan background (แสกนเพียงครั้งเดียว)
- 4) ใช้ Kimwipes (กระดาษสำหรับเช็ดทำความสะอาด) เช็ดทำความสะอาดอุปกรณ์และแท่นวางชั่งงานก่อนทำการใช้งาน

5) ตัดตัวอย่างให้มีขนาดใหญ่กว่าหัววัดชิ้นงานเล็กน้อย ขนาดความหนา 1 mm และคืบไปวางบนแท่นวางชิ้นงาน

6) ตั้งชื่อชิ้นงานที่นำไปทดสอบในโปรแกรม ตั้ง Start 4000 cm^{-1} , End 650 cm^{-1} และตั้ง Accumulations 16 scans

7) จากนั้นกด Scan และหมุนแรงกดโดยดูจากกราฟที่ปรากฏ ถ้ามีพีคขึ้นชัดเจนแล้ว ไม่ต้องหมุนแรงกดเพิ่ม (ถ้าหากกราฟมีฟังกสูง ปรับที่ Process เลือกที่ Baseline กราฟจะปรับระดับลง)

8) รอจนกระทั่งเครื่อง Scan เสร็จครบ 100% จะได้ Spectrum บน Background จากนั้นนำไปวิเคราะห์ผล

3.7.4 วิเคราะห์รูปแบบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น PANalytical X'Pert Pro powder

การศึกษาโครงสร้างผลึกเป็นการศึกษาดูดัชนีความเป็นผลึกของตัวอย่างด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) หรือเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 3.5 โดยต้องการศึกษาดัชนีความเป็นผลึกของ R-WH, A-WH, B-WH และ NCC-WH หลังจากนำไปผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด เพื่อนำมาวิเคราะห์ดัชนีความเป็นผลึกและขนาดของผลึก



รูปที่ 3.5 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffractometer, XRD)

3.7.4.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) เครื่องทดสอบ X-ray diffractometer (XRD)
- 2) แผ่นแก้ววางตัวอย่าง
- 3) เทปกาวใส
- 4) ชิ้นงานทดสอบ

3.7.4.2 วิธีการทดสอบ

- 1) เปิดประตูและเช็คปริมาณน้ำในเครื่อง Cooling
- 2) เปิดเมนสวิตช์ของเครื่อง Cooling รออุณหภูมิลด
- 3) เปิดเครื่อง คอมพิวเตอร์ โดยเข้าโปรแกรม และเปิดเครื่อง XRD โดยหมุนกุญแจเปิดเครื่อง > กดปุ่มสี เขียว > ดึงปุ่ม High voltage มาทางซ้ายมือให้สังเกตว่าไฟเตือนรังสีบนหลังคาตู้ทั้งสองข้างสว่างขึ้น
- 4) ขั้นตอนการวอร์มเครื่องโดยเพิ่ม Voltage และ Current โดยเริ่มต้นจาก 20 kv และ 5 mV เพิ่มครั้งละ 5 step ไปจนถึง 40 kv และ 40 mV ตามลำดับ
- 5) ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการนำสารที่มีลักษณะผงละเอียดหรือแผ่นฟิล์ม นำมาใส่แผ่นแก้ว โดยทำให้ผิวหน้าเรียบ
- 6) เปิดประตูเครื่องโดยกดปุ่ม Open door แล้วสามารถนำตัวอย่างใส่
- 7) ตั้งค่า Conditions ของสารนั้น ๆ แล้วกด Start ได้

3.7.4.3 การวิเคราะห์ค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; Cri)

ผลที่ได้จากการทดสอบ นำมาคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; Cri) [51] ซึ่งสามารถคำนวณด้วยสมการ 3.2

$$\text{Crystallinity index (\%)} = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100 \quad (3.2)$$

โดย I_{002} คือ ค่าความเข้มสูงสุดบนระนาบ 002 ที่ 22.6° ซึ่งแสดงถึงส่วนที่เป็นผลึก

I_{am} คือ ค่าความเข้มที่ 16.5° ซึ่งแทนส่วนที่เป็นอสัณฐาน

3.7.4.4 การวิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystalline size ; T)

ผลที่ได้จากการทดสอบ นำมาคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystalline size ; T) [56] ซึ่งสามารถคำนวณด้วยสมการ 3.3

$$T = \frac{(k\lambda)}{(\beta \cos\theta)} \quad (3.3)$$

โดย k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1.54 \AA

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM)

θ คือ มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

3.7.5 วิเคราะห์ขนาดด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission electron microscope, TEM) รุ่น Talos™ F200X G2, Thermo Scientific

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นการศึกษาคุณลักษณะของตัวอย่างด้วยเครื่อง Transmission electron microscope (TEM) ดังรูปที่ 3.6 เป็นการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยต้องการคุณลักษณะของ NCC-WH หลังจากนำไปผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด เพื่อให้ได้ เซลลูโลสที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร



รูปที่ 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission electron microscope, TEM)

3.7.5.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) เครื่องทดสอบ Transmission electron microscope (TEM)
- 2) หลอดหยด
- 3) ชั่งงานทดสอบ

3.7.5.2 วิธีการทดสอบ

- 1) นำผงตัวอย่างมาทำให้กระจายตัวในของเหลวตัวกลาง ของเหลวที่นิยม คือ น้ำปราศจากไอออน (DI water) และแอลกอฮอล์
- 2) นำไปเขย่าด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Sonication) ประมาณ 15 นาที ระยะเวลาและระดับความแรงขึ้นกับสมบัติของผงตัวอย่าง
- 3) หยดตัวอย่างที่อนุภาคกระจายตัวดีแล้วลงบนแผ่นรองรับตัวอย่าง (Grid) และปล่อยให้แห้ง จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM

3.7.6 วิเคราะห์หาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลว ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) รุ่น BECKMAN COULTER

การทดสอบหาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวของ NCC-WH ภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) ดังรูปที่ 3.7 เป็นการวิเคราะห์หาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่ได้จากการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสแต่ละสูตร จากนั้นนำค่าศักย์ไฟฟ้าซีตามาเปรียบเทียบกัน เพื่อดูความเสถียรของสารแขวนลอย



รูปที่ 3.7 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)

3.7.6.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1) เครื่องทดสอบ Particle size analyzer
- 2) ปีกเกอร์
- 3) ไชริงค์
- 4) ชิ้นงานทดสอบ

3.7.6.2 วิธีการทดสอบ

- 1) เปิดเครื่อง และเปิดโปรแกรม Delsa™ Nano Beckman Coulter Inc.
- 2) ประกอบแท่นสำหรับใส่ตัวอย่าง
- 3) นำสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสเทใส่ปีกเกอร์ จากนั้นใช้ไชริงค์ดูดสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสเพื่อนำไปใส่แท่นสำหรับใส่ตัวอย่าง
- 4) นำแท่นใส่ตัวอย่างเข้าเครื่อง Particle size analyzer และกด Start
- 5) รอจนกระทั่งเครื่องทำการวิเคราะห์เสร็จ แล้วทำการบันทึกผล

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาวิธีการเตรียมและหาสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก ภายใต้ความเข้มข้นกรดที่ 40%, 50%, 60% และ 70% ที่อุณหภูมิ 40°C, 50°C, 60°C และ 70°C และใช้เวลาระหว่างกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที ของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม ก่อนผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรดจะมีการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากผักตบชวาโดยใช้วิธีทางเคมี คือ กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 2 M และกระบวนการฟอกขาวด้วย 10% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂) เพื่อเป็นการทำความสะอาดกำจัดสิ่งสกปรกต่าง ๆ บนพื้นผิวของเส้นใยและทำให้เซลลูโลสมีความบริสุทธิ์สูงสามารถนำไปสกัดเป็นนาโนคริสตัลเซลลูโลสให้ได้ผลผลิตที่สูงขึ้น

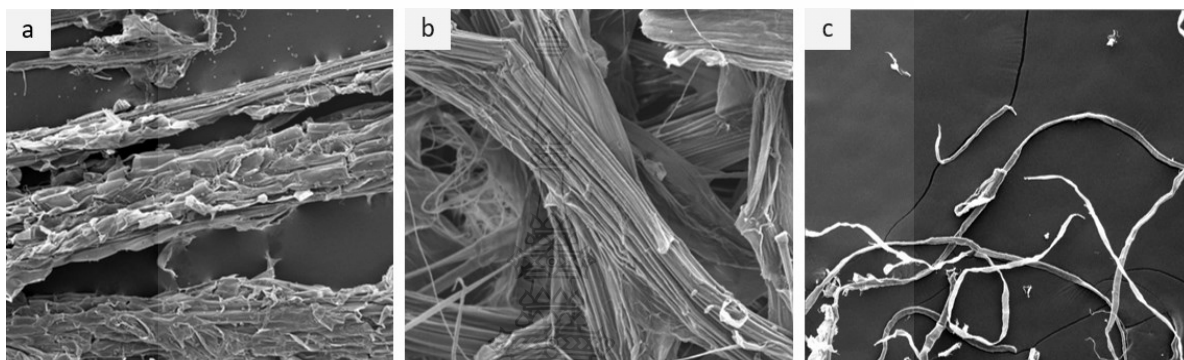


รูปที่ 4.1 (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH), (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH) และ (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH)

จากรูปที่ 4.1a สีของ R-WH เป็นสีน้ำตาลและเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลอ่อนหลังจากมีการนำไปผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ได้เป็น A-WH ดังรูปที่ 4.1b ในขณะที่รูปที่ 4.1c คือ B-WH สีของเส้นใยจะมีสีขาว ซึ่งการเปลี่ยนแปลงของสีเกิดจากการกำจัดวัสดุที่ไม่ใช่เซลลูโลส เช่น เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เพคติน และซีฟี่ หลังจากผ่านกระบวนการทางเคมี (กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว)

4.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยผักตบชวา

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นการศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวอย่างด้วยเครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงโดยต้องการดูลักษณะพื้นผิวที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากผ่านกระบวนการปรับสภาพทางเคมี (กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และกระบวนการฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2))

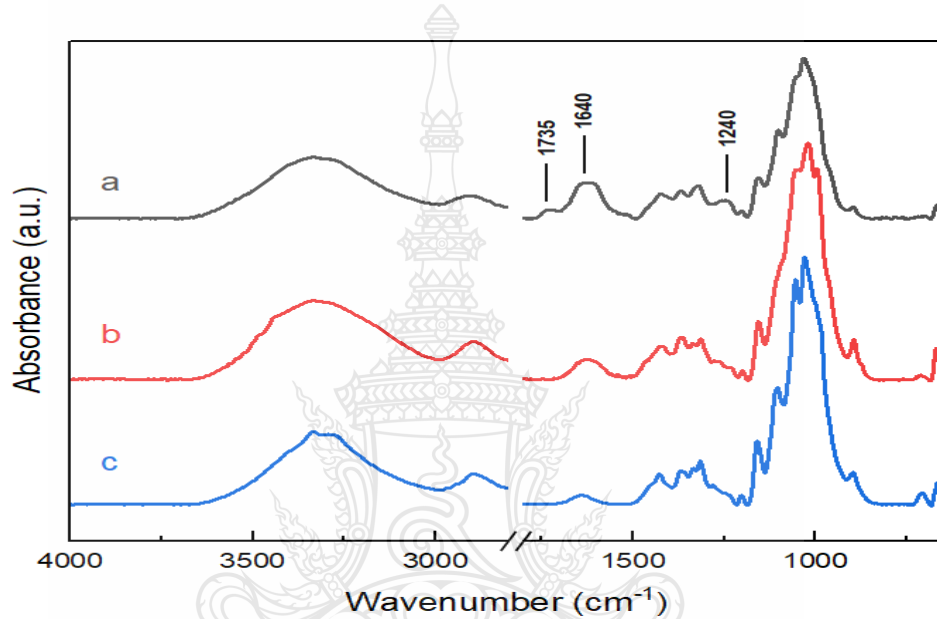


รูปที่ 4.2 ภาพ SEM ของ (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH) กำลังขยายที่ 200x, (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH) กำลังขยายที่ 800x และ (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH) กำลังขยายที่ 500x

เมื่อศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยหลังจากผ่านกระบวนการปรับสภาพ ลักษณะสัณฐานวิทยาของ รูปที่ 4.2a R-WH กำลังขยายที่ 200x พบว่า ก่อนผ่านกระบวนการปรับสภาพ โดยสังเกตพื้นผิวมีลักษณะเป็นเส้นใยยาวต่อเนื่องผิวขรุขระและมีสิ่งสกปรกเกาะติดเส้นใยเป็นจำนวนมาก โดยเส้นใยจะประกอบด้วยอนุภาคต่าง ๆ เช่น เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส เพกติน และซั้ผึ้ง ลักษณะของเส้นใยค่อนข้างหยาบคล้ายลิกนินและเส้นใยมีสีน้ำตาล หลังผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์โดยใช้ NaOH จะทำให้อนุภาคต่าง ๆ เช่น เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส เพกติน และซั้เถ้าที่ประกอบอยู่ภายในเส้นใยเกิดการแยกออกจากเส้นใยเป็นเส้นใยเดี่ยวและสลายสารต่าง ๆ ที่อยู่ในพืชออกไป จะสังเกตเห็นเส้นใยที่มีขนาดเล็กลง เส้นใยมีสีน้ำตาลอ่อนลงและมีความสะอาดขึ้น ดังรูปที่ 4.2b A-WH กำลังขยายที่ 800x และในรูปที่ 4.2c B-WH กำลังขยายที่ 500x จะพบว่า การนำเส้นใยไปผ่านกระบวนการฟอกด้วย H_2O_2 จะทำให้เส้นใยมีความขาว อีกทั้งเป็นการทำให้ลิกนินที่อยู่ภายในเส้นใยเกิดการแตกตัว เส้นใยแยกออกเป็นเส้นใยเดี่ยวมากขึ้นและมีขนาดเล็กลง

4.2 วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยผักตบชวา

การศึกษาโครงสร้างทางเคมีของวัสดุเป็นสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์ เพื่อตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุลทดสอบสมบัติทางเคมีด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR) โดยต้องการดูโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยผักตบชวาที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากผ่านกระบวนการปรับสภาพทางเคมี (กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และกระบวนการฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂))



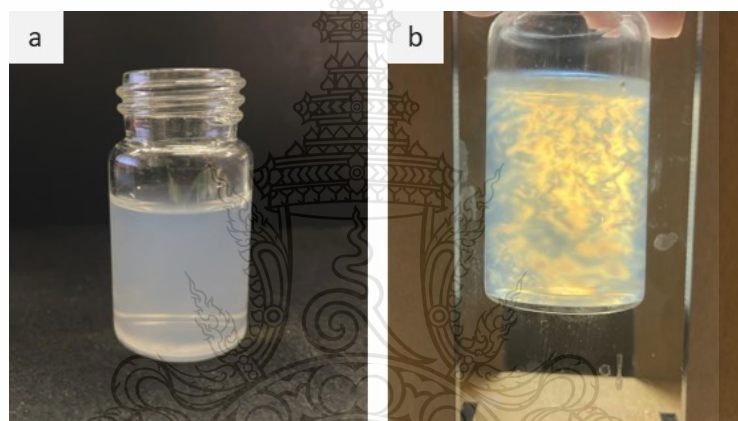
รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FTIR ของ (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH), (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH) และ (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH)

จากรูปที่ 4.3 ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของ R-WH, A-WH และ B-WH ทดสอบด้วยเทคนิค FTIR จะพบว่า R-WH ปรากฏพีคที่ 1745 cm⁻¹ และ 1640 cm⁻¹ แสดงการสั่นพันธะ C=O stretch ซึ่งแสดงว่าเส้นใยมีเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน ตามลำดับ จากนั้นยังปรากฏพีคที่ 1240 cm⁻¹ แสดงการสั่นพันธะ C-O stretch ซึ่งแสดงว่าเส้นใยมีเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน ดังนั้นผลจากสเปกตรัมในรูปที่ 4.3 เมื่อทำการปรับสภาพทางเคมีพบว่าความเข้มของพีคที่มีการปรับสภาพทางเคมี (A-WH และ B-WH) หายไป เมื่อเทียบกับ R-WH สามารถยืนยันได้ว่า ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และสิ่งสกปรกอื่น ๆ ได้ถูกกำจัดออกไปเมื่อมีการนำเส้นใยผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และกระบวนการฟอกขาว ผลการทดสอบสอดคล้องตามงานวิจัยของ B. Deepa (2015) [47] และ Pruttipong Pantamanatsopa (2023) [56]

4.3 สีและผลผลิต (%Yield) ของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา

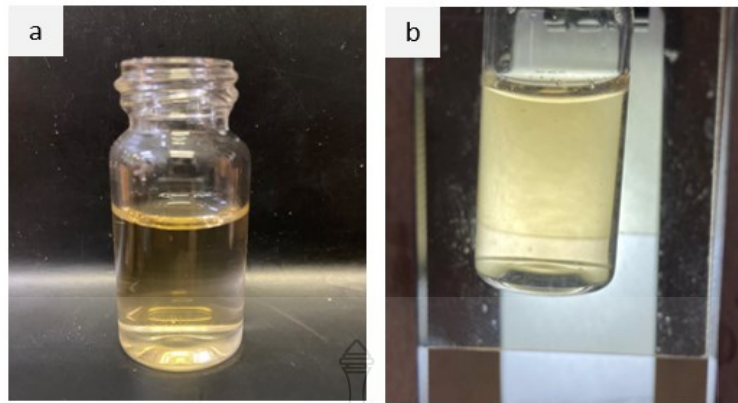
การวิเคราะห์สีและผลผลิต (%Yield) ของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา (NCC-WH) ภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน เป็นการวิเคราะห์ค่าของผลผลิตที่ได้จากการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสแต่ละสูตร แล้วนำค่าผลผลิตมาเปรียบเทียบกัน เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมและเปรียบเทียบสีของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสที่ได้จากกระบวนการย่อยด้วยกรดในแต่ละสูตร

4.3.1 การทดสอบอนุภาคนาโนเมื่อมองผ่านด้วยแสง Cross polarized หลังสังเคราะห์ NCC-WH โดยกระบวนการย่อยด้วยกรด



รูปที่ 4.4 NCC-WH (เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส) ที่อยู่ในน้ำ (a) มองผ่านแสงปกติ และ (b) มองผ่านแสง Cross polarized

จากรูปที่ 4.4 NCC-WH ที่สังเคราะห์แล้วเกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส พบว่าเมื่อมองผ่านแสงปกติ จะมีลักษณะมีความขุ่นเล็กน้อยแต่เมื่อมองผ่านแสง Cross polarized จะแสดงให้เห็นอนุภาคหรือที่เรียกกันว่า Flow birefringence เป็นการทดสอบเพื่อดูลักษณะนาโนเซลลูโลสในสารแขวนลอย NCC-WH ที่อยู่ในน้ำ



รูปที่ 4.5 NCC-WH (ไม่เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส) ที่อยู่ในน้ำ (a) มองผ่านแสงปกติ และ (b) มองผ่านแสง Cross polarized

จากรูปที่ 4.5 NCC-WH ที่สังเคราะห์แล้วไม่เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส พบว่าเมื่อมองผ่านแสงปกติ จะมีลักษณะมีความใสและมีสีน้ำตาล แต่เมื่อมองผ่านแสง Cross polarized จะพบว่าไม่แตกต่างกับมองผ่านแสงปกติ ไม่พบอนุภาคที่เรียกว่า Flow birefringence เนื่องจากกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนั้น ๆ ไม่ทำให้เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส

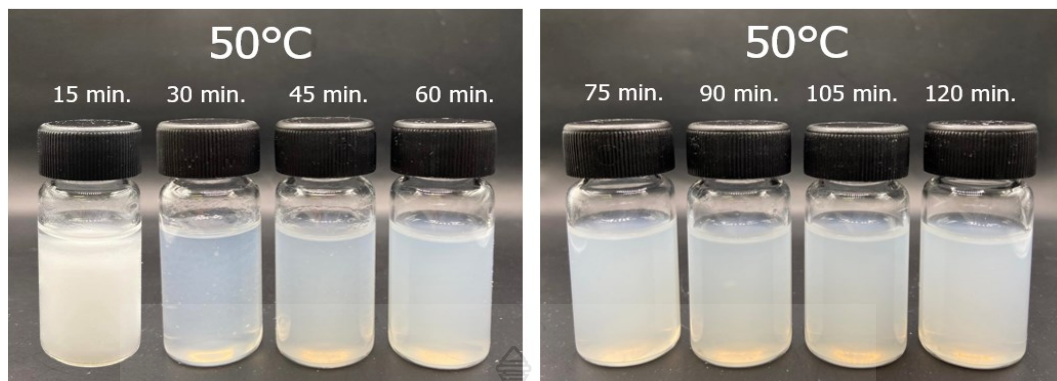
4.3.2 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40%, 50%, 60% และ 70%

4.3.2.1 ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40%



รูปที่ 4.6 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 40°C

จากรูปที่ 4.6 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 40°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีขาวขุ่นและตกตะกอน ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดต่ำเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40%



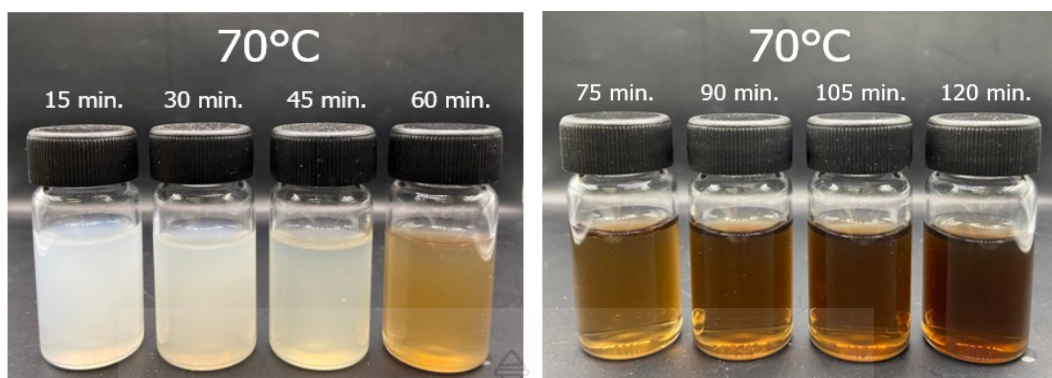
รูปที่ 4.7 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 50°C

จากรูปที่ 4.7 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 50°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่เวลา 30 นาที จะเป็นสีขาวใสเมื่อเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 60 นาที สีจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีขาวขุ่นเรื่อย ๆ ตามลำดับระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น จนกระทั่งที่เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 120 นาที จะมีสีขาวขุ่นมากที่สุด นอกจากนี้ที่เวลา 15 นาที กระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดต่ำเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% และอุณหภูมิ 50°C ทำให้มีสีขาวขุ่นและตกตะกอน



รูปที่ 4.8 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 60°C

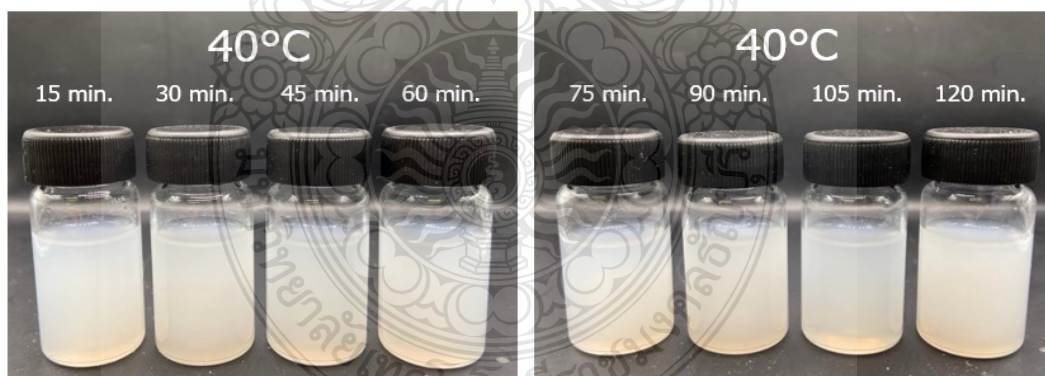
จากรูปที่ 4.8 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 60°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่ 15 นาที จะเป็นสีขาว เมื่อเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 75 นาที สีจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน จนกระทั่งที่เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 120 นาที จะมีสีน้ำตาลอ่อน



รูปที่ 4.9 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 70°C

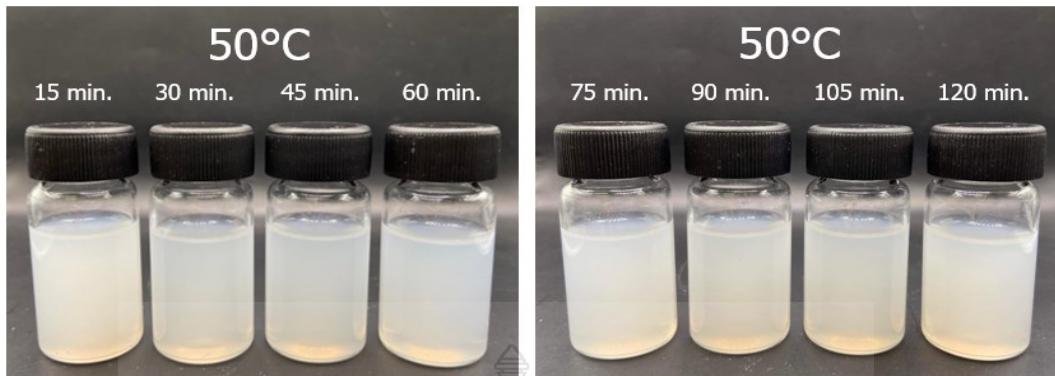
จากรูปที่ 4.9 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 70°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45 และ 60 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่ 15 นาที จะเป็นสีขาวขุ่น เมื่อเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 60 นาที จะมีสีน้ำตาลอ่อน นอกจากนี้ที่เวลา 75, 90, 105 และ 120 นาที จะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้ม และมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก ซึ่งบ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40%

4.3.2.2 ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50%



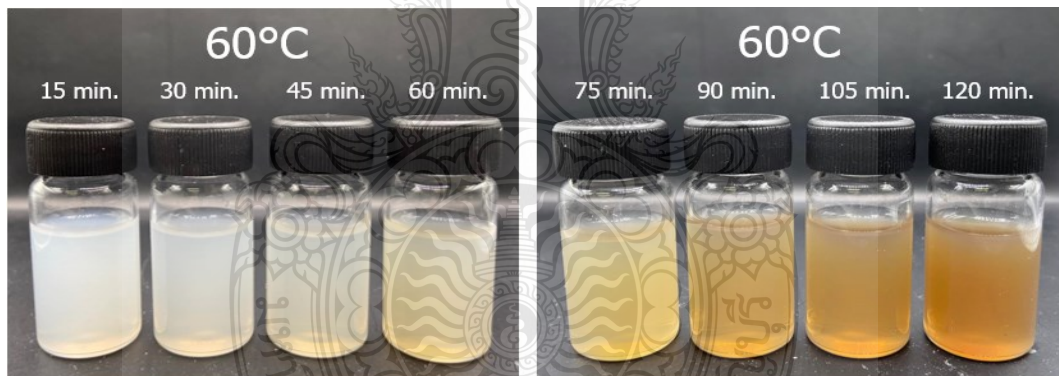
รูปที่ 4.10 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 40°C

จากรูปที่ 4.10 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 40°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่เวลา 15 นาที จะเป็นสีขาว สีจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีขาวขุ่นเรื่อย ๆ ตามลำดับระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น จนกระทั่งที่เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 120 นาที จะมีสีขาวขุ่นมากที่สุด



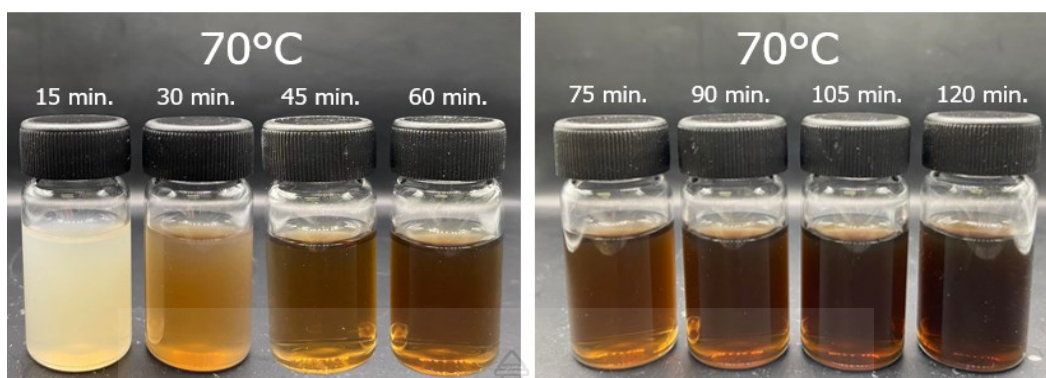
รูปที่ 4.11 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 50°C

จากรูปที่ 4.11 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 50°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่เวลา 15 นาที จะเป็นสีขาว สีจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีขาวยุ่นเรื่อย ๆ ตามลำดับระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น จนกระทั่งที่เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 120 นาที จะมีสีขาวน้ำนม



รูปที่ 4.12 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C

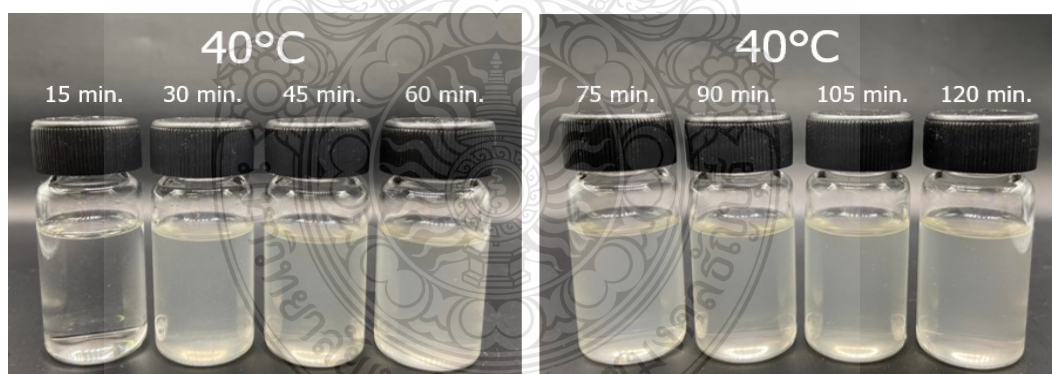
จากรูปที่ 4.12 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 60°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่ 15 นาที จะเป็นสีขาว เมื่อเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 60 นาที สีจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน จนกระทั่งที่เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 120 นาที จะมีสีน้ำตาลอ่อน



รูปที่ 4.13 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 70°C

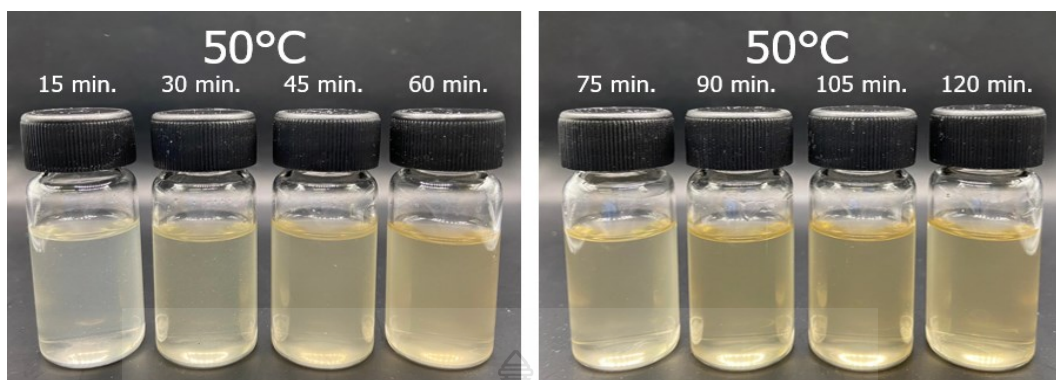
จากรูปที่ 4.13 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 70°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15 และ 30 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH ที่ 15 นาที จะเป็นสีเหลือง เมื่อเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดเพิ่มขึ้นเป็น 30 นาที จะมีสีน้ำตาล นอกจากนี้ที่เวลา 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที จะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเข้มและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคสทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50%

4.3.2.3 ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60%



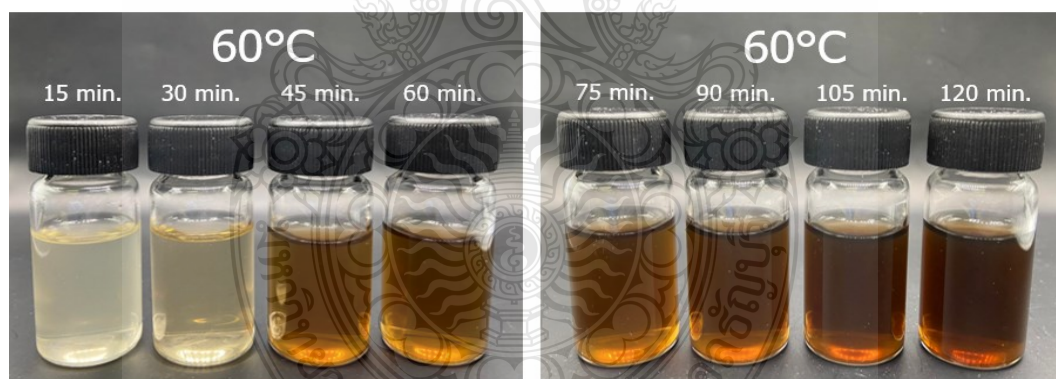
รูปที่ 4.14 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 40°C

จากรูปที่ 4.14 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 50°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีใสไปจนถึงสีขุ่นเล็กน้อยและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60%



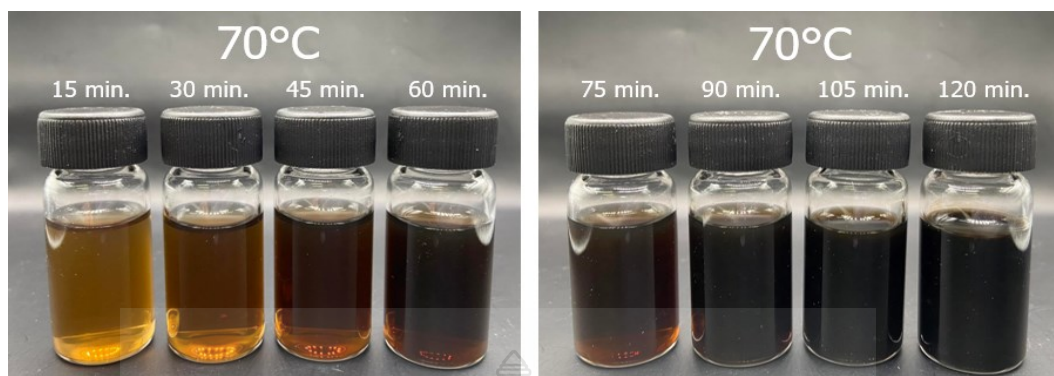
รูปที่ 4.15 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 50°C

จากรูปที่ 4.15 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 50°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีใสไปจนถึงสีเหลืองอ่อนและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60%



รูปที่ 4.16 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 60°C

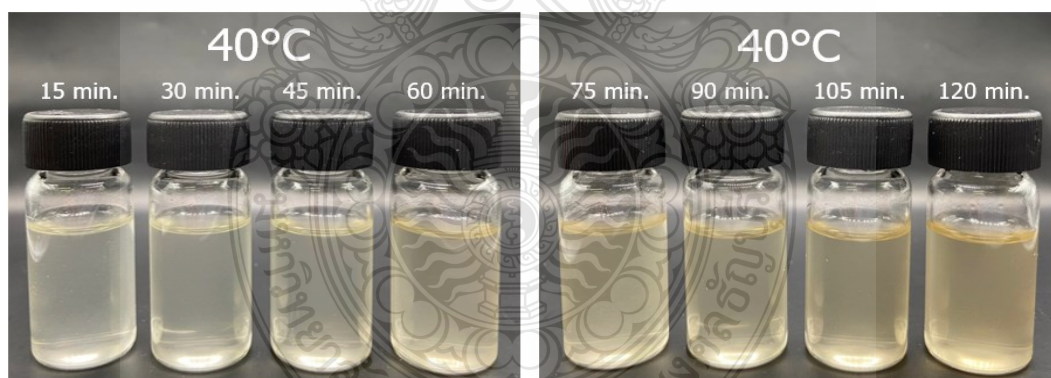
จากรูปที่ 4.16 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 60°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีเหลืองใสไปจนถึงสีน้ำตาลและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60%



รูปที่ 4.17 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 70°C

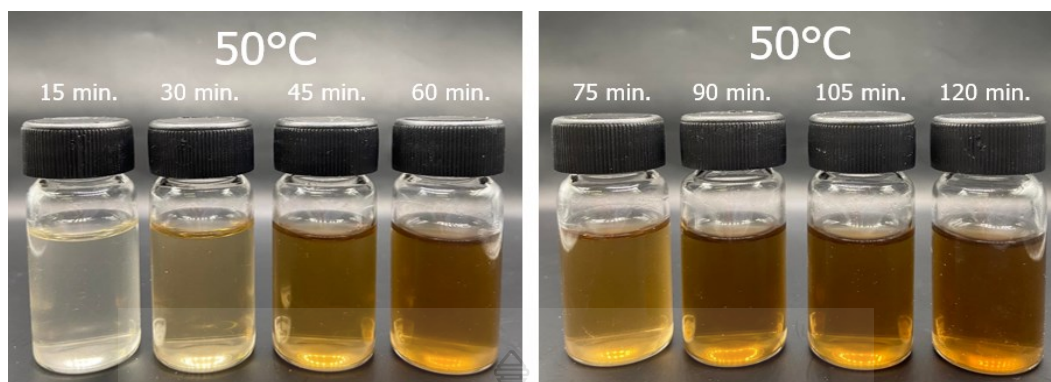
จากรูปที่ 4.17 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 70°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีน้ำตาลอ่อนไปจนถึงสีน้ำตาลเข้มและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60%

4.3.2.4 ที่ความเข้มข้นของกรด H_2SO_4 70%



รูปที่ 4.18 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 40°C

จากรูปที่ 4.18 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 40°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีขาวใสไปจนถึงสีเหลืองอ่อนและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70%



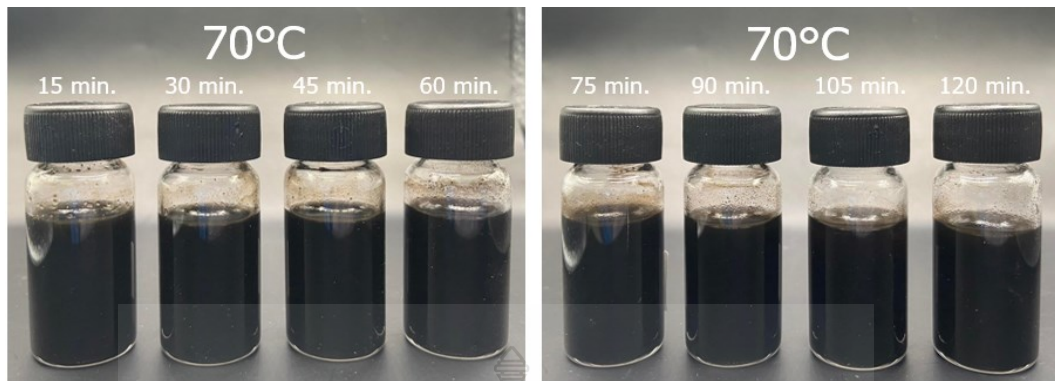
รูปที่ 4.19 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 50°C

จากรูปที่ 4.19 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 50°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีเหลืองอ่อนไปจนถึงสีน้ำตาลอ่อนและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70%



รูปที่ 4.20 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 60°C

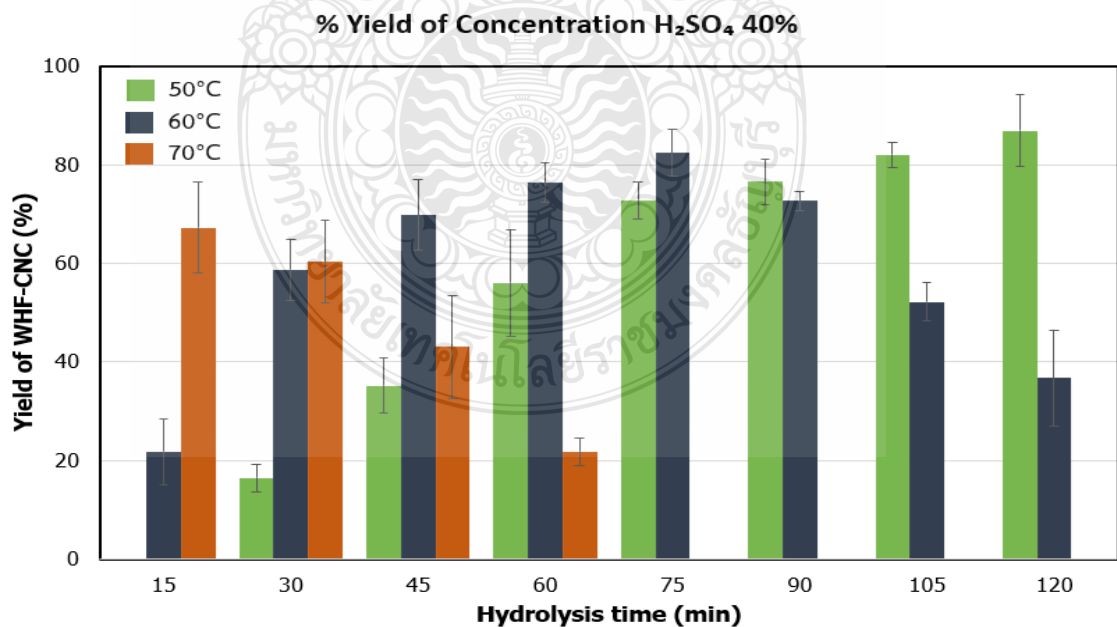
จากรูปที่ 4.20 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 60°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีน้ำตาลอ่อนไปจนถึงสีดำและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70%



รูปที่ 4.21 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 70°C

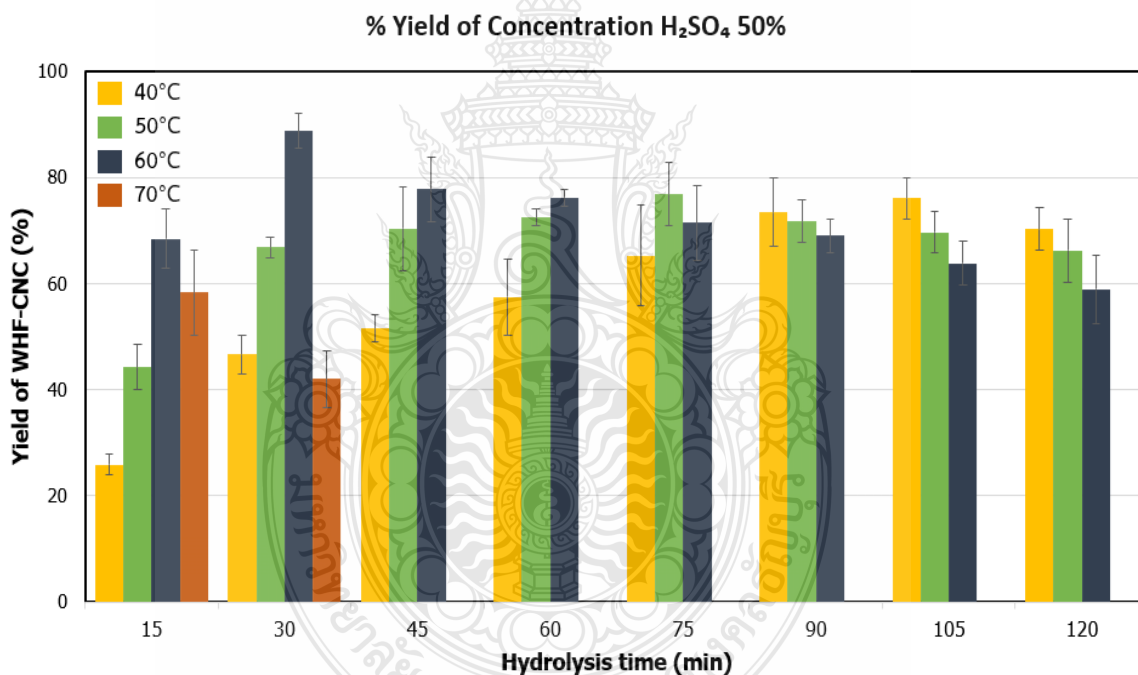
จากรูปที่ 4.21 เปรียบเทียบสีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่อุณหภูมิ 70°C ภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) จะพบว่าสีของ NCC-WH มีสีดำและมีตะกอนหลงเหลืออยู่น้อยมาก บ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคสทุกช่วงเวลาของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สภาวะนี้ทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากอุณหภูมิและเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70%

4.3.3 ผลผลิต (%Yield) ของสารแขวนลอย NCC-WH จากกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% และ 50%



รูปที่ 4.22 กราฟแสดงผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40%

จากรูปที่ 4.22 คือ กราฟแสดงผลผลิต (%Yield) ของสารแวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% จะพบว่า ที่อุณหภูมิ 50°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นผลผลิตยิ่งมากขึ้นเรื่อย ๆ ตามลำดับ ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 120 นาที ได้ Yield 86.84% ที่อุณหภูมิ 60°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นผลผลิตยิ่งมากขึ้น แต่หลังระยะเวลา 75 นาทีเป็นต้นไป ผลผลิตค่อย ๆ ลดลงตามลำดับ ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 75 นาที ได้ Yield 82.42% และที่อุณหภูมิ 70°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นผลผลิตยิ่งลดลงเรื่อย ๆ ตามลำดับ ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 15 นาที ได้ Yield 67.21% ซึ่งเหตุผลของผลผลิตที่มีการลดลงนี้เป็นผลมาจากการย่อยสลายเซลลูโลสที่มากเกินไปซึ่งไปขัดขวางการก่อตัวของผลึกนาโนเซลลูโลส



รูปที่ 4.23 กราฟแสดงผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50%

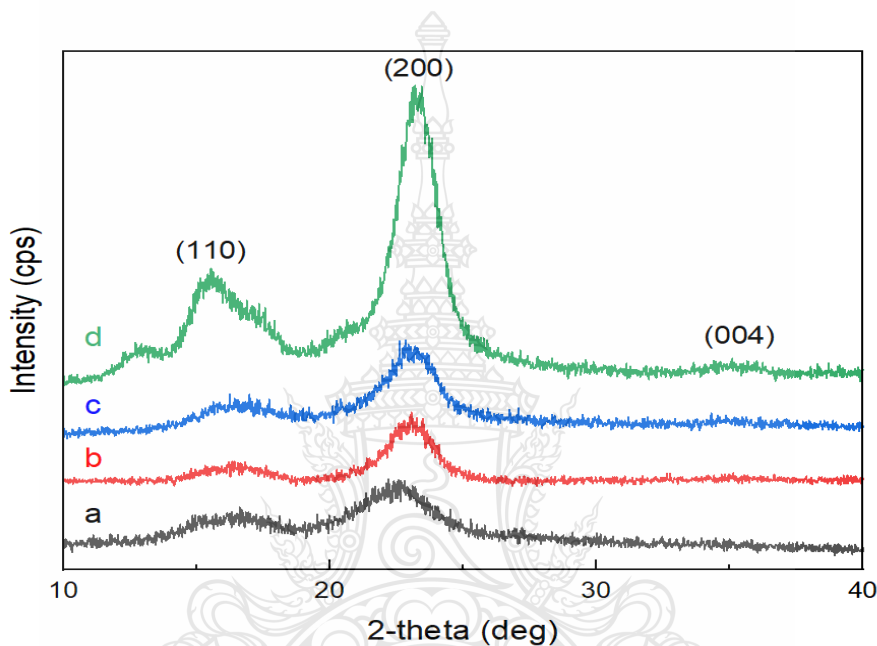
จากรูปที่ 4.23 คือ กราฟแสดงผลผลิต (%Yield) ของสารแวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% จะพบว่า ที่อุณหภูมิ 40°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นผลผลิตยิ่งมากขึ้นเรื่อย ๆ ตามลำดับ แต่ที่ระยะเวลา 120 นาที ผลผลิตกลับลดลง ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 105 นาที ได้ Yield 76.10%

ที่อุณหภูมิ 50°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นผลผลิตยิ่งมากขึ้น แต่หลังระยะเวลา 75 นาทีเป็นต้นไป ผลผลิตค่อย ๆ ลดลงตามลำดับ ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 75 นาที ได้ Yield 76.91% ที่อุณหภูมิ 60°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นเกิน 30 นาที ผลผลิตยิ่งลดลงเรื่อย ๆ ตามลำดับ ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 30 นาที ได้ Yield 88.85% และที่อุณหภูมิ 70°C เมื่อมีการใช้เวลาในการทำกระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นผลผลิตยิ่งลดลงเรื่อย ๆ ตามลำดับ ระยะเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่ให้ผลผลิตมากที่สุด คือ ที่เวลา 15 นาที ได้ Yield 58.32% ซึ่งเหตุผลของผลผลิตที่มีการลดลงนี้เป็นผลมาจากการย่อยสลายเซลลูโลสที่มากเกินไปซึ่งไปขัดขวางการก่อตัวของผลิตภัณฑ์นาโนเซลลูโลส

จากรูปที่ 4.22 และรูปที่ 4.23 จะสรุปได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการย่อยด้วยกรด เพื่อให้ได้ผลผลิตที่สูงที่สุดของสารแขวนลอย NCC-WH คือ สภาวะที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% ที่อุณหภูมิ 60°C และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรด 30 นาที จะได้ Yield 88.85% เนื่องจากว่าเป็นสภาวะที่ใช้เวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดน้อยและยังได้ผลผลิตที่สูงที่สุด และเมื่อเปรียบเทียบผลผลิตที่ได้สูงกว่า NCC ที่ทำจากกล้วย (Yield 28.6%), ป่านศรนารายณ์ (Yield 38.8%), นุ่น (Yield 33.7%), ใบสับปะรด (Yield 40.1%), มะพร้าว (Yield 23.5%) [47] และผักตบชวา (Yield 71.5%) [56]

4.4 รูปแบบโครงสร้างผลึกและขนาดผลึกของเส้นใยผักตบชวา

การศึกษาโครงสร้างผลึกเป็นการศึกษาดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; CrI) และขนาดผลึก (Crystalline size ; T) ของตัวอย่างด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) หรือเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยต้องการศึกษาดัชนีความเป็นผลึกและขนาดผลึกของเส้นใยผักตบชวาที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากผ่านกระบวนการปรับสภาพทางเคมี และหลังจากนำไปผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด เพื่อนำมาวิเคราะห์ดัชนีความเป็นผลึกและขนาดผลึกของแต่ละตัวอย่าง



รูปที่ 4.24 สเปกตรัม XRD ของ (a) เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH), (b) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH), (c) เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH) และ (d) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH)

ตารางที่ 4.1 ดัชนีความเป็นผลึกและขนาดผลึกของเส้นใยผักตบชวา ที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพ และกระบวนการย่อยด้วยกรดภายใต้สภาวะที่เหมาะสม

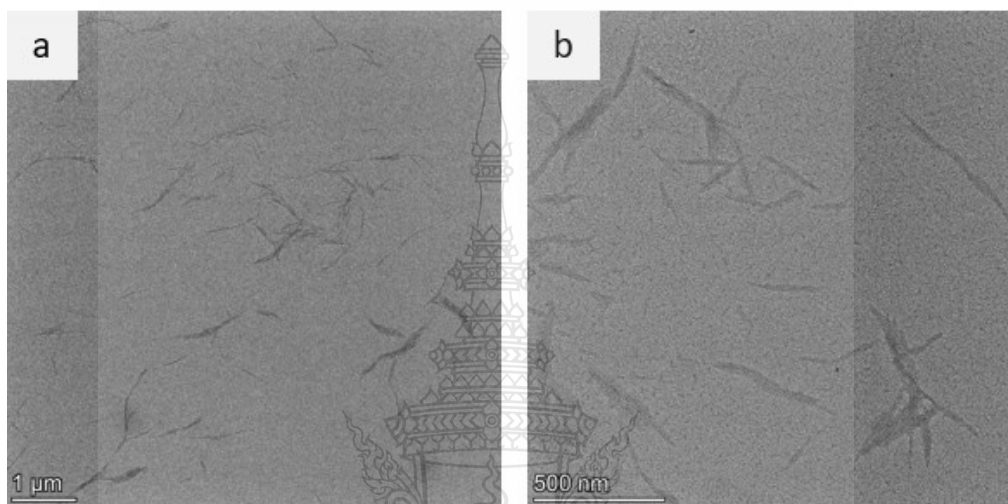
Sample	Crystallinity index (%)	Crystal size (nm)
R-WH	47.51	1.86
A-WH	61.62	2.62
B-WH	70.68	3.34
NCC-WH	87.67	3.87

จากรูปที่ 4.24 ศึกษาโครงสร้างผลึกและขนาดผลึกของ R-WH, A-WH, B-WH และ NCC-WH ทดสอบรูปแบบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD จะพบว่าเส้นใยก่อนและหลังผ่านกระบวนการปรับสภาพทั้งหมด จะแสดงตำแหน่ง 2-theta ที่พบ คือ 16.5° และ 22.6° เป็นการเลี้ยวเบนของระนาบผลึก (110) และ (200) พีคสูงสุดสองพีคนี้ ตรวจพบอย่างสม่ำเสมอในทุกตัวอย่างและบ่งชี้ถึงโครงสร้างผลึกของเซลลูโลส โดยทั่วไปเซลลูโลสประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นผลึกและอสัณฐาน โดยการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสด้วยกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์และกระบวนการฟอกขาว ส่งผลให้ค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ R-WH ดังตารางที่ 4.1 R-WH ค่าดัชนีความเป็นผลึกจะอยู่ที่ 47.51% เมื่อมีการนำมาผ่านกระบวนการปรับสภาพ (A-WH และ B-WH) ค่าดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเป็น 61.62% และ 70.68% ตามลำดับ เนื่องจากกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และกระบวนการฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂) เป็นการกำจัดลิกนิน และกำจัดเฮมิเซลลูโลสออกไป ทำให้เกิดการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ของส่วนอสัณฐานในเซลลูโลส ส่งผลให้ค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงขึ้นและเมื่อนำเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จากกระบวนการปรับสภาพ (กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว) มาผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด พบว่า ค่าดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นจาก 70.68% เป็น 87.67% ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลการศึกษาดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยผักตบชวาที่ได้รายงานไว้ของ Mochamad Asrofi (2018) [49] และ Pruttipong Pantamanatsopa (2023) [56] เนื่องจากกระบวนการย่อยด้วยกรดนั้นนอกจากจะช่วยลดขนาดแล้วยังช่วยตัดส่วนที่ไม่ใช่ผลึกออก ส่งผลให้ค่าความเป็นผลึกที่ได้มีค่าเพิ่มสูงขึ้น ความเป็นผลึกยิ่งสูงยิ่งมีความแข็งแรง เพราะส่วนประกอบที่เป็นอสัณฐานได้ถูกกำจัดออกไป

จากรูปที่ 4.1 เมื่อเปรียบเทียบขนาดผลึกของ R-WH จะมีขนาดผลึก 1.86 nm เมื่อมีการนำมาผ่านกระบวนการปรับสภาพ (A-WH และ B-WH) ขนาดผลึกเพิ่มขึ้นเป็น 2.62 nm และ 3.34 nm ตามลำดับ แนวโน้มนี้คล้ายกับดัชนีความเป็นผลึก เนื่องจากกระบวนการปรับสภาพทำให้เกิดการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ของส่วนอสัณฐานในเซลลูโลส ส่งผลให้ขนาดผลึกเพิ่มขึ้นและเมื่อนำเส้นใยไมโครเซลลูโลส มาผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด พบว่าขนาดผลึกเพิ่มขึ้นจาก 3.34 nm เป็น 3.87 nm เนื่องจากว่าการย่อยสลายด้วยกรดนั้นจะช่วยให้ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลการศึกษาดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยผักตบชวาที่ได้รายงานไว้ของ Pruttipong Pantamanatsopa (2023) [56]

4.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสนาโนคริสตัลจากผักตบชวา

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นการศึกษาลักษณะของตัวอย่างด้วยเครื่อง Transmission electron microscope (TEM) เป็นการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน โดยต้องการดูลักษณะของนาโนคริสตัลเซลลูโลสหลังจากนำไปผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด เพื่อให้ได้เซลลูโลสที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร



รูปที่ 4.25 ภาพ TEM ของ (a) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH) กำลังขยายที่ 5500x, (b) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH) กำลังขยายที่ 22500x

จากรูปที่ 4.25 จากการศึกษารเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลส และนำไปทดสอบสัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง TEM พบว่า (a) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH) กำลังขยายที่ 5500x พบว่า เมื่อนำเส้นใยมาผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรด กรดได้เข้าทำปฏิกิริยาโดยกำจัดส่วนที่เป็นอสัณฐาน เช่น ลิกนินหรือเฮมิเซลลูโลสออกไปได้ อีกทั้งกรดยังเข้าไปสลายพันธะไฮโดรเจนที่ยึดกันระหว่างเส้นใย หลังผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรดนาโนคริสตัลเซลลูโลสมีลักษณะเป็นเส้นเดี่ยว และเมื่อเพิ่มกำลังขยายลักษณะสัณฐานวิทยาของ (b) นาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวา (NCC-WH) กำลังขยายที่ 22500x จะเห็นได้ชัดว่า NCC ทั้งหมดมีรูปร่างคล้ายเข็มที่มีขนาดระดับนาโน โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 10–20 nm และความยาวเฉลี่ย 200–300 nm กระบวนการย่อยด้วยกรดทำให้เกิด การทำลายบริเวณอสัณฐานของเซลลูโลสทำให้เหลือแต่ส่วนที่เป็นผลึก นอกจากนี้เส้นใยมีการเกาะกันเป็นกลุ่ม เนื่องจาก NCC มีความเข้มข้นมากจึงมีเส้นใยมาเกาะรวมตัวกันแต่ยังกระจายตัวได้ดี ซึ่งค่าความยาวที่ได้สอดคล้องกับรายงานของนาโนคริสตัลเซลลูโลสที่สกัดได้จากแหล่งต่าง ๆ เช่น ฝ้าย (100–300 nm), ป่านศรนารายณ์ (100–500 nm) และป่านรามี่ (150–250 nm) ซึ่งเป็นรายงานของ Habibi (2010) [40] และ Ehmann (2013) [57]

4.6 ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากผักตบชวา

การทดสอบหาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา (NCC-WH) ภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลา ในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกันด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) เป็นการวิเคราะห์หาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่ได้จากการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสแต่ละสูตร จากนั้นนำค่าศักย์ไฟฟ้าซีตามาเปรียบเทียบกันเพื่อดูความเสถียรของสารแขวนลอย หากค่าศักย์ไฟฟ้าแสดงประจุลบจะทำให้สารแขวนลอยมีความเสถียรมากขึ้น หากค่าศักย์ไฟฟ้ามีค่าเท่ากับศูนย์ส่งผลให้สารแขวนลอยไม่มีความเสถียรและหากค่าศักย์ไฟฟ้าแสดงประจุบวกทำให้สารแขวนลอยมีความเสถียร กล่าวคือ อนุภาคควรมีขนาดศักย์ไฟฟ้า ± 30 mV จะส่งผลให้อนุภาคนาโนที่กระจายตัวในน้ำมีความเสถียรมากขึ้น [58]

4.1.6 วิเคราะห์หาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)

ตารางที่ 4.2 ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ผลิตภายใต้สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 40%

ค่า Zeta potential ที่ความเข้มข้นกรด H ₂ SO ₄ 40%		
อุณหภูมิ/เวลา	50°C	60°C
30	-21.04	-32.23
45	-22.79	-38.13
60	-33.72	-41.18
75	-33.62	-43.44
90	-36.63	-44.42
105	-37.77	-42.99
120	-39.12	-40.77

จากการศึกษาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% ค่าเฉลี่ยของศักย์ไฟฟ้าซีตาแสดงในตารางที่ 4.2 ที่อุณหภูมิ 50°C จะพบว่าค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงที่สุด คือ สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 50°C เวลา 120 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -39.12 mV ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงเนื่องจากกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกของเซลลูโลสทำให้เกิดการต่อกิ่งของกลุ่มซัลเฟตกระจายบนพื้นผิวของ NCC และนำไปสู่การสร้างอนุภาคนาโนขนาดเล็กที่มีประจุเฉลี่ย

ที่มีพื้นผิวมาก นอกจากนี้ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 50°C เวลา 30 และ 45 นาที มีค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -21.04 และ -22.79 mV ตามลำดับ เป็นค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่ต่ำกว่ามาตรฐาน เนื่องจากการย่อยสลายเซลล์โลสไม่สามารถเกิดขึ้นได้อย่างมีประสิทธิภาพ เพราะเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดของเซลล์โลสยังไม่เพียงพออาจส่งผลให้อนุภาคขนาดใหญ่โดยมีประจุเฉลี่ยที่พื้นผิวต่ำกว่า และที่อุณหภูมิ 60°C จะพบว่าค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงที่สุด คือ สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 60°C เวลา 90 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -44.42 mV การเพิ่มเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดจาก 90 นาที เป็น 105 และ 120 นาที ทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของ NCC-WH ลดลง เกิดจากการย่อยสลายเซลล์โลสมากเกินไปด้วยเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่มากเกินไป เซลล์โลสจะถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ดังนั้นค่าค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาจึงลดลง

ตารางที่ 4.3 ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ผลิตภายใต้สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน ที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50%

ค่า Zeta potential ที่ความเข้มข้นกรด H ₂ SO ₄ 50%		
อุณหภูมิ/เวลา	50°C	60°C
15	-34.28	-43.11
30	-43.19	-46.88
45	-44.62	-46.97
60	-43.39	-44.41
75	-47.13	-44.22
90	-44.54	-42.83
105	-42.82	-42.04
120	-41.59	-38.13

จากการศึกษาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% ค่าเฉลี่ยของศักย์ไฟฟ้าซีตาแสดงในตารางที่ 4.3 ที่อุณหภูมิ 50°C จะพบว่าค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงที่สุด คือ สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 50°C เวลา 75 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -47.13 mV การเพิ่มเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดมากกว่า 75 นาทีเป็นต้นไป ทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของ NCC-WH ลดลงเรื่อย ๆ ตามลำดับ และที่อุณหภูมิ 60°C จะพบว่าค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงที่สุด คือ สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C เวลา 45 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -46.97 mV การเพิ่มเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดมากกว่า 45 นาทีเป็นต้น

ไปทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของ NCC-WH ลดลงเรื่อย ๆ ตามลำดับ เหตุผลที่ทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาสูง เนื่องจากกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกของเซลลูโลส ทำให้เกิดการตอ้งของกลุ่มซัลเฟต กระจายบนพื้นผิวของ NCC และนำไปสู่การสร้างอนุภาคขนาดเล็กที่มีประจุเฉลี่ยที่มีพื้นผิวมาก และเหตุผลเมื่อมีการเพิ่มเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดมากขึ้นทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาของ NCC-WH ลดลงเรื่อย ๆ นั้นเกิดจากการย่อยสลายเซลลูโลสมากเกินไป ด้วยเวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่มากเกินไปเซลลูโลสจะถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคส ดังนั้นค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาจึงลดลง

จากตารางที่ 4.2 และตารางที่ 4.3 จะสรุปได้ว่า ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงที่สุดของ อนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวของสารแขวนลอย NCC-WH คือ สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% ที่อุณหภูมิ 60°C และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรด 45 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -46.97 mV และเมื่อเปรียบเทียบกับค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่ได้สูงกว่า NCC ที่ทำจาก หล้าเนเปียร์ (-28.8 mV) [47] และผักตบชวา (-43.21 mV) [56] แต่ในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้สภาวะ กระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% ที่อุณหภูมิ 60°C และเวลาในกระบวนการ ย่อยด้วยกรด 30 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -46.88 mV เนื่องจากได้ Yield 88.85% ซึ่งเป็นค่าที่สูง ที่สุด



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย การอภิปรายผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย และการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากผักตบชวา โดยใช้วิธีทางเคมี คือ กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และกระบวนการฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เพื่อเป็นการทำความสะอาดและกำจัดสิ่งสกปรกต่าง ๆ บนพื้นผิวของเส้นใยและศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการไฮโดรไลซิสภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลา ในกระบวนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกแตกต่างกันของ Nanocrystals cellulose (NCC) จากเส้นใยผักตบชวาเพื่อให้ได้ผลผลิตที่สูงที่สุด

จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยผักตบชวา พบว่าเส้นใยที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว) สามารถกำจัดลิกนิน เฮมิเซลลูโลส เพคติน และซีดีดีได้ดี จะมีขนาดที่เล็กลงมีสีขาวขึ้น ซึ่งแตกต่างจากเส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ

จากการศึกษาการวิเคราะห์หมู่โครงสร้าง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ของเส้นใยผักตบชวา ผลจากสเปกตรัม สามารถยืนยันได้ว่า ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และสิ่งสกปรกอื่น ๆ ได้ถูกกำจัดออกไปเมื่อมีการนำเส้นใยผักตบชวาไปผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และกระบวนการฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

จากการวิเคราะห์สีของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา (NCC-WH) ระยะเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกัน (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% และ 50% จะสรุปได้ว่า เมื่ออยู่ในสภาวะในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่เหมาะสมในแต่ละความเข้มข้นของกรดและอุณหภูมิ จะทำให้มีสีขาวใสไปจนถึงขาวขุ่นหรือเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน บางสภาวะทำให้ไม่เกิดนาโนคริสตัลเซลลูโลส (NCC) เนื่องจากเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดต่ำเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรด และอุณหภูมินั้น ๆ และบางสภาวะจะกลายเป็นสีน้ำตาลเข้ม ซึ่งบ่งชี้ว่า NCC-WH ถูกเปลี่ยนเป็นกลูโคสทำให้ไม่ได้นาโนคริสตัลเซลลูโลส เนื่องจากเวลาที่ทำการกระบวนการย่อยด้วยกรดมากเกินไปสำหรับความเข้มข้นของกรดและอุณหภูมินั้น ๆ

จากการวิเคราะห์ผลผลิต (%Yield) ของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา (NCC-WH) ภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ต่างกันดังนี้ ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% และ 50% อุณหภูมิ 40°C, 50°C, 60°C และ 70°C ระยะเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรด 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 และ 120 นาที จะสรุปได้

ว่าที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C เวลา 30 นาที ได้ Yield 88.85% เป็นสภาวะที่เหมาะสมในกระบวนการย่อยด้วยกรดของ Nanocrystals cellulose (NCC) จากเส้นใยผักตบชวา มากที่สุด เพราะได้ปริมาณผลผลิตของนาโนคริสตัลเซลลูโลสสูงที่สุด และยังมีค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาสูงทำให้มีความเสถียรมาก

จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของนาโนคริสตัลเซลลูโลส (NCC) จะพบว่า NCC ทั้งหมดมีรูปร่างคล้ายเข็มที่มีขนาดระดับนาโนโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 10-20 nm และความยาวเฉลี่ย 200-300 nm กระบวนการย่อยด้วยกรดทำให้เกิดการทำลายบริเวณอสมมาตรของเซลลูโลสทำให้เหลือแต่ส่วนที่เป็นผลึก นอกจากนี้เส้นใยมีการเกาะกันเป็นกลุ่มเนื่องจาก NCC มีความเข้มข้นมากจึงมีเส้นใยมาเกาะรวมตัวกันแต่ยังกระจายตัวได้ดี

จากการศึกษาโครงสร้างผลึกและขนาดของผลึกของเส้นใยผักตบชวา พบว่าศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ, เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์, เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านการฟอกขาว และนาโนคริสตัลเซลลูโลสสกัดจากผักตบชวามีค่าดัชนีความเป็นผลึก (CrI) เท่ากับ 47.51%, 61.62%, 70.68% และ 87.67% ตามลำดับ และมีขนาดผลึก 1.86 nm, 2.62 nm, 3.34 nm และ 3.87 nm ตามลำดับ เนื่องจากมีการนำเส้นใยผักตบชวาไปผ่านกระบวนการปรับสภาพ คือ กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และกระบวนการฟอกขาว แล้วนำไปผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรดทำให้ดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น เพราะส่วนประกอบที่เป็นอสัณฐานได้ถูกกำจัดออกไป

จากการศึกษาค่าศักย์ไฟฟ้าซีตาที่สูงที่สุดของอนุภาคที่ถูกแขวนลอยในของเหลวของสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลสจากเส้นใยผักตบชวา (NCC-WH) คือ สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% ที่อุณหภูมิ 60°C และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรด 45 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -46.97 mV แต่ในงานวิจัยนี้จะเลือกใช้สภาวะกระบวนการย่อยด้วยกรดที่ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 50% ที่อุณหภูมิ 60°C และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรด 30 นาที ค่าศักย์ไฟฟ้าซีตา คือ -46.88 mV เนื่องจากได้ Yield 88.85% ซึ่งเป็นค่าที่สูงที่สุด

5.2 ข้อเสนอแนะ

เส้นใยแต่ละเส้นจะมีปริมาณของลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และไขมันที่ต่างกัน ดังนั้นขั้นตอนการทำความสะอาดเส้นใยควรทำความสะอาดซ้ำจนกว่าเส้นใยจะสะอาดโดยยืนยันจาก FTIR

การเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสภายใต้ความเข้มข้นกรด อุณหภูมิ และเวลาในกระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน ควรใช้อุปกรณ์ทุกอย่างในการเตรียมนาโนคริสตัลเซลลูโลสให้เหมือนกันทุกชนิด เพื่อให้ได้ผลผลิตที่เหมือนกันทุกสูตร

บรรณานุกรม

- [1] Mohammad, T. I., Mohammad, M. A., Politecnico D. T., Alessia, P., Alessio, M., and Marina, Z. 2014. Preparation of Nanocellulose: A Review. *AATCC Journal of Research*. 1(5): 17-23.
- [2] Tiffany, A., Amit, R., Yifeng, C., Yuval, N., Eldho, A., Tal, B. S., Shaul, L., and Oded, S. 2016. Nanocellulose, a Tiny Fiber with Huge Applications. *Current Opinion in Biotechnology*. 39: 76-88.
- [3] Hubbe, M. A., Rojas, O. J., Lucia, L. A., & Sain, M. (2008). Cellulosic nanocomposites: a review. *BioResources*, 3(3), 929-980.
- [4] Abitbol, T., Rivkin, A., Cao, Y., Nevo, Y., Abraham, E., Ben-Shalom, T., ... & Shoseyov, O. (2016). Nanocellulose, a tiny fiber with huge applications. *Current opinion in biotechnology*, 39, 76-88.
- [5] **ผักตบชวา**. (2564). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก :<https://www.nectec.or.th/schoolnet/library/webcontest2003/100team/d>. (วันที่สืบค้น : 14 สิงหาคม 2565).
- [6] **เรื่อง หน้ากากอนามัยผ้าทอมือผักตบชวา**. (2564). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.nsm.or.th/nsm/th/node/4182>. (วันที่สืบค้น : 14 สิงหาคม 2565).
- [7] Mateo, S., Peinado, S., Morillas-Gutiérrez, F., La Rubia, M. D., & Moya, A. J. (2021). Nanocellulose from agricultural wastes: Products and applications—A review. *Processes*, 9(9), 1594.
- [8] **การผลิตเส้นใยนาโนเพื่อประยุกต์ใช้เป็นผ้าปิดแผล**. (2561). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www3.rdi.ku.ac.th/?p=47653>. (วันที่สืบค้น : 14 สิงหาคม 2565).
- [9] ดร.แพรว ศุภจรียาวัตร. (ม.ป.ป). **สิ่งเล็กๆ ที่เรียกว่า “เส้นใย”**. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.cifs.go.th/Files/news//file/a6f63129-e898-45e3-88b7-a08fea8ef58a.pdf>. (วันที่สืบค้น : 14 สิงหาคม 2565).
- [10] **เส้นใยจากธรรมชาติ**. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : https://www.ruedee.com/th/fabric/natural_fibers/. (วันที่สืบค้น : 15 สิงหาคม 2565).
- [11] **หน่วยที่ 1 ความรู้เกี่ยวกับเส้นใย**. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://sites.google.com/site/ngamsaengngamsaenhlwng/khwam-ru-reuxng-sing-thx>. (วันที่สืบค้น : 15 สิงหาคม 2565).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [12] เส้นใยธรรมชาติคืออะไร (Natural fibers). (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://otop.dss.go.th/index.php/knowledge/interesting-articles/259-natural-fibers>. (วันที่สืบค้น : 15 สิงหาคม 2565).
- [13] Fan, Tso, and R. O. B. E. R. T. L. Byer. "Modeling and CW operation of a quasi-three-level 946 nm Nd: YAG laser." *IEEE Journal of Quantum Electronics* 23.5 (1987): 605-612.
- [14] Yu, H., Liu, R., Shen, D., Jiang, Y., & Huang, Y. (2005). Study on morphology and orientation of cellulose in the vascular bundle of wheat straw. *Polymer*, 46(15), 5689-5694.
- [15] Zuluaga, R., Putaux, J. L., Cruz, J., Vélez, J., Mondragon, I., & Gañán, P. (2009). Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features. *Carbohydrate Polymers*, 76(1), 51-59.
- [16] Chundawat, S. P., Beckham, G. T., Himmel, M. E., & Dale, B. E. (2011). Deconstruction of lignocellulosic biomass to fuels and chemicals. *Annual review of chemical and biomolecular engineering*, 2, 121-145.
- [17] Bidlack, J. (1992, February). Molecular structure and component integration of secondary cell walls in plants. In *Proceedings of the Oklahoma Academy of Science* (pp. 51-56).
- [18] บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://kb.psu.ac.th/psukb/bitstream/2010/6163/9/Chapter2.pdf>. (วันที่สืบค้น : 14 สิงหาคม 2565).
- [19] บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.cmruir.cmru.ac.th/bitstream/123456789/2203/3/Chapter2.pdf>. (วันที่สืบค้น : 16 สิงหาคม 2565).
- [20] Cellulose / เซลลูโลส. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0612/cellulose-เซลลูโลส>. (วันที่สืบค้น : 16 สิงหาคม 2565).
- [21] Hemicellulose-Based Polymers Processing and Application. (2020). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : https://www.researchgate.net/publication/347828066_Hemicellulose-Based_Polymers_Processing_and_Application. (วันที่สืบค้น : 16 สิงหาคม 2565).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [22] Bio-Based Alternatives to Phenol and Formaldehyde for the Production of Resins. (2020). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : https://www.researchgate.net/publication/345962474_Bio-Based_Alternatives_to_Phenol_and_Formaldehyde_for_the_Production_of_Resins . (วันที่สืบค้น : 16 สิงหาคม 2565).
- [23] Sun, Y., & Cheng, J. (2002). Hydrolysis of lignocellulosic materials for ethanol production: a review. *Bioresource technology*, 83(1), 1-11.
- [24] Kumar, P., Barrett, D. M., Delwiche, M. J., & Stroeve, P. (2009). Methods for pretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuel production. *Industrial & engineering chemistry research*, 48(8), 3713-3729.
- [25] Tomás-Pejó, E., Alvira, P., Ballesteros, M., & Negro, M. J. (2011). Pretreatment technologies for lignocellulose-to-bioethanol conversion. In *Biofuels* (pp. 149-176). Academic press.
- [26] Singh, S., Bharadwaja, S. T. P., Yadav, P. K., Moholkar, V. S., & Goyal, A. (2014). Mechanistic investigation in ultrasound-assisted (alkaline) delignification of *Parthenium hysterophorus* biomass. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 53(37), 14241-14252.
- [27] Yue, Y., Han, J., Han, G., Aita, G. M., & Wu, Q. (2015). Cellulose fibers isolated from energycane bagasse using alkaline and sodium chlorite treatments: Structural, chemical and thermal properties. *Industrial Crops and Products*, 76, 355-363.
- [28] Wang, S., Li, F., Zhang, P., Jin, S., Tao, X., Tang, X., ... & Wang, H. (2017). Ultrasound assisted alkaline pretreatment to enhance enzymatic saccharification of grass clipping. *Energy Conversion and Management*, 149, 409-415.
- [29] Hubbell, C. A., & Ragauskas, A. J. (2010). Effect of acid-chlorite delignification on cellulose degree of polymerization. *Bioresource technology*, 101(19), 7410-7415.
- [30] ข้อมูลผักตบชวาเบื้องต้น. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://onedptportal.dpt.go.th/portal/apps/Cascade/index.html?appid=d06cd5>. (วันที่สืบค้น : 15 สิงหาคม 2565).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [31] เส้นใยผักตบชวา. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://sites.google.com/a/thaitextile.org/textile-transformation-service/senyi-phak-tb-chwa>. (วันที่สืบค้น : 15 สิงหาคม 2565).
- [32] การจำแนกเส้นใย. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://old-book.ru.ac.th/e-book/h/HC375/HC375-2..> (วันที่สืบค้น : 15 สิงหาคม 2565).
- [33] การผลิตเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากไม้ยางพารา. (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : http://rubber.oie.go.th/box/ELib_Document/3792/เส้นใยนาโนจากไม้ยางพารา. (วันที่สืบค้น : 16 สิงหาคม 2565).
- [34] กระดาษหนังสือพิมพ์เป็นสีเหลือง. (2561). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.scimath.org/article-chemistry/item/8392-2018-06-01-02-41-28>. (วันที่สืบค้น : 16 สิงหาคม 2565).
- [35] Klemm, D., Kramer, F., Moritz, S., Lindström, T., Ankerfors, M., Gray, D., & Dorris, A. (2011). Nanocelluloses: a new family of nature-based materials. *Angewandte Chemie International Edition*, 50(24), 5438-5466.
- [36] Lin, N., & Dufresne, A. (2014). Nanocellulose in biomedicine: Current status and future prospect. *European Polymer Journal*, 59, 302-325.
- [37] Salas, C., Nypelö, T., Rodriguez-Abreu, C., Carrillo, C., & Rojas, O. J. (2014). Nanocellulose properties and applications in colloids and interfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 19(5), 383-396.
- [38] Trache, D., Hussin, M. H., Haafiz, M. M., & Thakur, V. K. (2017). Recent progress in cellulose nanocrystals: sources and production. *Nanoscale*, 9(5), 1763-1786.
- [39] Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L., & Tam, K. C. (2011). Chemistry and applications of nanocrystalline cellulose and its derivatives: a nanotechnology perspective. *The Canadian journal of chemical engineering*, 89(5), 1191-1206.
- [40] Habibi, Y., Lucia, L. A., & Rojas, O. J. (2010). Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications. *Chemical reviews*, 110(6), 3479-3500.
- [41] de Morais Teixeira, E., Bondancia, T. J., Teodoro, K. B. R., Corrêa, A. C., Marconcini, J. M., & Mattoso, L. H. C. (2011). Sugarcane bagasse whiskers: extraction and characterizations. *Industrial Crops and Products*, 33(1), 63-66.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [42] Neto, W. P. F., Silvério, H. A., Dantas, N. O., & Pasquini, D. (2013). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from agro-industrial residue—Soy hulls. *Industrial Crops and Products*, *42*, 480-488.
- [43] Silvério, H. A., Neto, W. P. F., Dantas, N. O., & Pasquini, D. (2013). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for application as reinforcing agent in nanocomposites. *Industrial crops and products*, *44*, 427-436.
- [44] Huq, T., Salmieri, S., Khan, A., Khan, R. A., Le Tien, C., Riedl, B., ... & Lacroix, M. (2012). Nanocrystalline cellulose (NCC) reinforced alginate based biodegradable nanocomposite film. *Carbohydrate polymers*, *90*(4), 1757-1763.
- [45] Sundari, M. T., & Ramesh, A. (2012). Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—*Eichhornia crassipes*. *Carbohydrate Polymers*, *87*(2), 1701-1705.
- [46] Lu, Q. L., Tang, L. R., Wang, S., Huang, B., Chen, Y. D., & Chen, X. R. (2014). An investigation on the characteristics of cellulose nanocrystals from *Pennisetum sinense*. *Biomass and Bioenergy*, *70*, 267-272.
- [47] Deepa, B., Abraham, E., Cordeiro, N., Mozetic, M., Mathew, A. P., Oksman, K., ... & Pothan, L. A. (2015). Utilization of various lignocellulosic biomass for the production of nanocellulose: a comparative study. *Cellulose*, *22*, 1075-1090.
- [48] de Oliveira, F. B., Bras, J., Pimenta, M. T. B., da Silva Curvelo, A. A., & Belgacem, M. N. (2016). Production of cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse fibers and pith. *Industrial Crops and Products*, *93*, 48-57.
- [49] Asrofi, M., Abrial, H., Kasim, A., Pratoto, A., Mahardika, M., Park, J. W., & Kim, H. J. (2018). Isolation of nanocellulose from water hyacinth fiber (WHF) produced via digester-sonication and its characterization. *Fibers and Polymers*, *19*, 1618-1625.
- [50] Ilyas, R. A., Sapuan, S. M., & Ishak, M. R. (2018). Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from sugar palm fibres (*Arenga Pinnata*). *Carbohydrate polymers*, *181*, 1038-1051.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [51] Juárez-Luna, G. N., Favela-Torres, E., Quevedo, I. R., & Batina, N. (2019). Enzymatically assisted isolation of high-quality cellulose nanoparticles from water hyacinth stems. *Carbohydrate Polymers*, 220, 110-117.
- [52] Gibril, M. E., Ahmed, K., Lekha, P., Sithole, B., Khosla, A., & Furukawa, H. (2019). Effect of nanocrystalline cellulose and zinc oxide hybrid organic-inorganic nanofiller on the physical properties of polycaprolactone nanocomposite films. *Microsystem Technologies*, 1-10.
- [53] Pakutsah, K., & Aht-Ong, D. (2020). Facile isolation of cellulose nanofibers from water hyacinth using water-based mechanical defibrillation: Insights into morphological, physical, and rheological properties. *International journal of biological macromolecules*, 145, 64-76.
- [54] Listyanda, R. F., Wildan, M. W., & Ilman, M. N. (2020). Preparation and characterization of cellulose nanocrystal extracted from ramie fibers by sulfuric acid hydrolysis. *Heliyon*, 6(11).
- [55] Faria, L. U. S., Pacheco, B. J. S., Oliveira, G. C., & Silva, J. L. (2020). Production of cellulose nanocrystals from pineapple crown fibers through alkaline pretreatment and acid hydrolysis under different conditions. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(6), 12346-12353.
- [56] Pantamanatsopa, P., Ariyawiriyanan, W., & Ekgasit, S. (2023). Production of Cellulose Nanocrystals Suspension with High Yields from Water Hyacinth. *Journal of Natural Fibers*, 20(1), 2134266.
- [57] Ehmann, H. M., Spirk, S., Doliska, A., Mohan, T., Gössler, W., Ribitsch, V., ... & Stana-Kleinschek, K. (2013). Generalized indirect fourier transformation as a valuable tool for the structural characterization of aqueous nanocrystalline cellulose suspensions by small angle x-ray scattering. *Langmuir*, 29(11), 3740-3748.
- [58] การวัดขนาดอนุภาค (Particle size analysis) และ ค่าศักย์ไฟฟ้า (Zeta potential measurement). (ม.ป.ป.). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.manose.co/wp-content/uploads/2022/01/39.pdf> (วันที่สืบค้น : 6 กรกฎาคม 2566).

ภาคผนวก





ภาคผนวก ก
ข้อมูลดิบและการคำนวณ

ตารางที่ ก.1 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 50°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	40%							
		15 min	30 min	45 min	60 min	75 min	90 min	105 min	120 min
1	50°C	0	18.97	39.80	62.92	74.73	78.94	83.53	93.51
2		0	13.56	28.99	61.59	75.19	79.47	83.46	79.11
3		0	16.95	36.72	43.69	68.38	71.24	78.90	87.91
4		0	19.22	29.59	66.81	76.58	71.93	79.31	94.08
5		0	13.77	40.73	45.32	68.96	81.15	84.62	79.57
	ค่าเฉลี่ย	-	16.49	35.17	56.07	72.77	76.55	81.96	86.84
	ค่า SD	-	2.73	5.57	10.74	3.81	4.61	2.65	7.26

ตารางที่ ก.2 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 60°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	40%							
		15 min	30 min	45 min	60 min	75 min	90 min	105 min	120 min
1	60°C	14.43	57.95	71.25	80.93	80.88	71.09	56.79	26.68
2		27.19	53.05	76.10	74.44	87.79	72.19	50.25	37.70
3		23.96	65.32	62.01	73.60	78.59	74.81	49.62	45.83
4		28.49	64.96	76.95	72.31	77.62	70.79	48.27	27.12
5		15.25	52.59	62.62	80.34	87.22	74.62	56.19	46.35
	ค่าเฉลี่ย	21.86	58.77	69.79	76.32	82.42	72.70	52.22	36.74
	ค่า SD	6.63	6.18	7.16	4.01	4.79	1.91	3.97	9.61

ตารางที่ ก.3 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 70°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	40%							
		15	30	45	60	75	90	105	120
		min	min	min	min	min	min	min	min
1		62.45	54.02	31.54	21.00	0	0	0	0
2		77.78	57.24	52.21	24.90	0	0	0	0
3	70°C	61.41	69.77	45.37	19.54	0	0	0	0
4		58.04	52.01	32.52	24.58	0	0	0	0
5		76.37	68.64	53.58	19.05	0	0	0	0
	ค่าเฉลี่ย	67.21	60.34	43.04	21.81	-	-	-	-
	ค่า SD	9.17	8.32	10.53	277	-	-	-	-

ตารางที่ ก.4 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 40°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	50%							
		15	30	45	60	75	90	105	120
		min	min	min	min	min	min	min	min
1		24.56	43.34	49.07	51.36	55.02	66.35	71.87	73.13
2		24.94	46.16	51.54	65.41	67.25	74.90	76.73	65.68
3	40°C	28.09	50.50	54.10	55.73	73.66	78.99	79.71	72.23
4		27.79	50.28	54.09	64.68	74.78	66.95	80.05	66.27
5		23.92	43.07	49.06	50.32	55.84	79.84	72.12	74.42
	ค่าเฉลี่ย	25.86	46.67	51.57	57.50	65.31	73.41	76.10	70.35
	ค่า SD	1.94	3.61	2.52	7.19	9.47	6.45	3.96	4.07

ตารางที่ ก.5 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 50°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	50%							
		15 min	30 min	45 min	60 min	75 min	90 min	105 min	120 min
1	50°C	48.78	65.65	61.44	71.18	70.74	74.57	65.19	60.04
2		40.23	69.17	73.21	72.16	82.70	67.09	71.49	71.71
3		43.91	65.93	76.46	74.23	77.28	73.67	72.28	66.95
4		40.01	68.89	78.26	70.95	70.92	67.69	73.53	72.10
5		48.61	64.97	62.48	74.07	82.92	75.86	65.76	60.37
	ค่าเฉลี่ย	44.31	66.92	70.37	72.52	76.91	71.78	69.65	66.23
	ค่า SD	4.29	1.96	7.90	1.56	5.99	4.08	3.89	5.87

ตารางที่ ก.6 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	50%							
		15 min	30 min	45 min	60 min	75 min	90 min	105 min	120 min
1	60°C	63.39	92.52	72.68	74.44	63.93	65.46	60.71	61.74
2		74.51	85.84	84.52	76.83	72.67	71.41	62.38	63.4
3		67.55	88.18	76.35	77.32	77.92	70.28	68.46	51.62
4		62.85	92.25	83.91	77.75	64.46	65.87	59.76	65.31
5		74.11	85.45	71.78	74.67	78.59	72.21	67.92	52.55
	ค่าเฉลี่ย	68.48	88.85	77.85	76.20	71.51	69.05	63.85	58.92
	ค่า SD	5.62	3.39	6.06	1.54	7.07	3.16	4.08	6.38

ตารางที่ ก.7 ข้อมูลดิบของผลผลิต (%Yield) ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 70°C และภายใต้เวลากระบวนการย่อยด้วยกรดที่แตกต่างกัน

ครั้งที่	ความเข้มข้น/ อุณหภูมิ	50%							
		15 min	30 min	45 min	60 min	75 min	90 min	105 min	120 min
1	70°C	53.99	39.4	0	0	0	0	0	0
2		53.46	48.18	0	0	0	0	0	0
3		67.51	38.63	0	0	0	0	0	0
4		50.35	47.38	0	0	0	0	0	0
5		66.28	36.76	0	0	0	0	0	0
	ค่าเฉลี่ย	58.32	42.07	-	-	-	-	-	-
	ค่า SD	7.96	5.31	-	-	-	-	-	-

สามารถคำนวณร้อยละค่า %Yield [48] จากสูตร

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักของนาโนคริสตัลเซลลูโลสแห้ง (กรัม)}}{\text{น้ำหนักของเส้นใยผ่านการฟอกขาวที่ใช้สกัด (กรัม)}} \times 100$$

ตารางที่ ก.8 แสดงผลการคำนวณดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; Cri) จากผล XRD ด้วยวิธีการหาพื้นที่ใต้กราฟ

ตัวอย่าง	พื้นที่ Crystalline		พื้นที่ Crystalline + Amorphous	Cri (%)
	ตำแหน่ง 16.5°	ตำแหน่ง 22.6°		
เส้นใยฝักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH)	239.60	497.43	1551.18	47.51
เส้นใยฝักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH)	155.92	393.32	891.37	61.62
เส้นใยฝักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH)	197.29	581.74	1102.13	70.68
นาโนคริสตัลเซลลูโลส สกัดจากฝักตบชวา (NCC-WH)	834.88	1728.70	2924.11	87.67

สามารถคำนวณร้อยละค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; Cri) [52] ได้ดังสมการนี้

$$\text{Crystallinity index (\%)} = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \times 100$$

โดย I_{002} คือ ค่าความเข้มสูงสุดบนระนาบ 002 ที่ 22.6° ซึ่งแสดงถึงส่วนที่เป็นผลึก
 I_{am} คือ ค่าความเข้มที่ 16.5° ซึ่งแทนส่วนที่เป็นอสัณฐาน

ตารางที่ ก.9 แสดงผลการคำนวณขนาดของผลึก (Crystalline size ; τ) จากผล XRD

ตัวอย่าง	Peak position (2 Theta)	FWHM	Crystallite size D (nm)
เส้นใยผักตบชวาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพ (R-WH)	22.52329	4.37389	1.851956605
เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ (A-WH)	23.00848	2.42391	3.344663095
เส้นใยผักตบชวาที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว (B-WH)	22.98962	3.08991	2.623665696
นาโนคริสตัลเซลลูโลส สกัดจากผักตบชวา (NCC-WH)	23.25282	2.09824	3.865478036

สามารถคำนวณขนาดของผลึก (Crystalline size ; τ) [57] ได้ดังสมการนี้

$$\tau = \frac{(k\lambda)}{(\beta \cos\theta)}$$

โดย k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เท่ากับ 1.54 Å

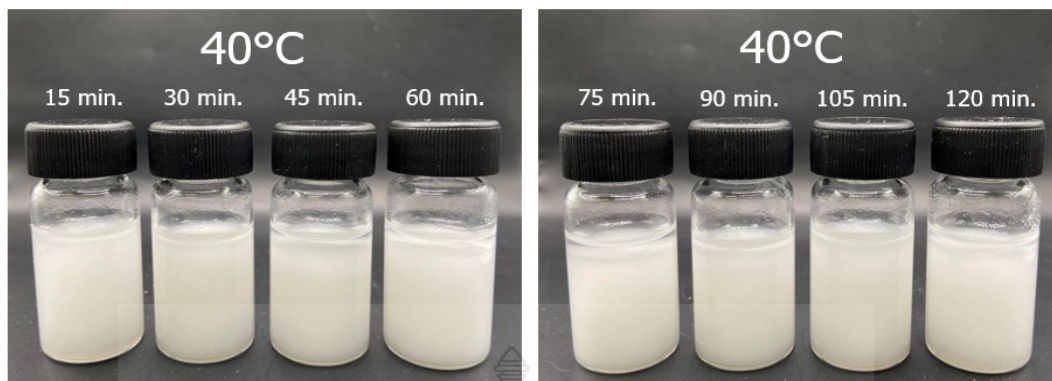
β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM)

θ คือ มุมของรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

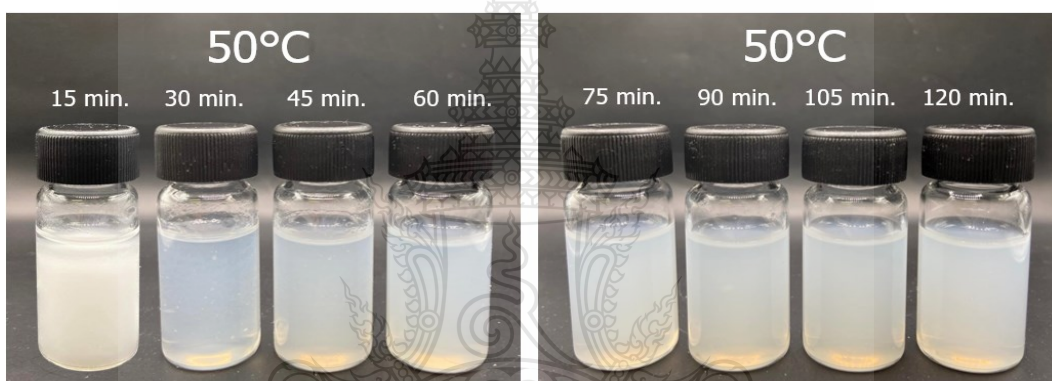
ภาคผนวก ข

ข้อมูลการทดสอบสารแขวนลอยนาโนคริสตัลเซลลูโลส

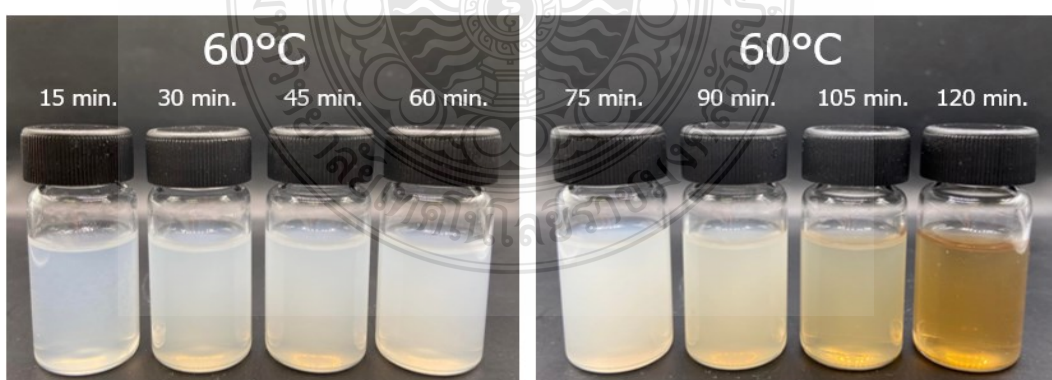




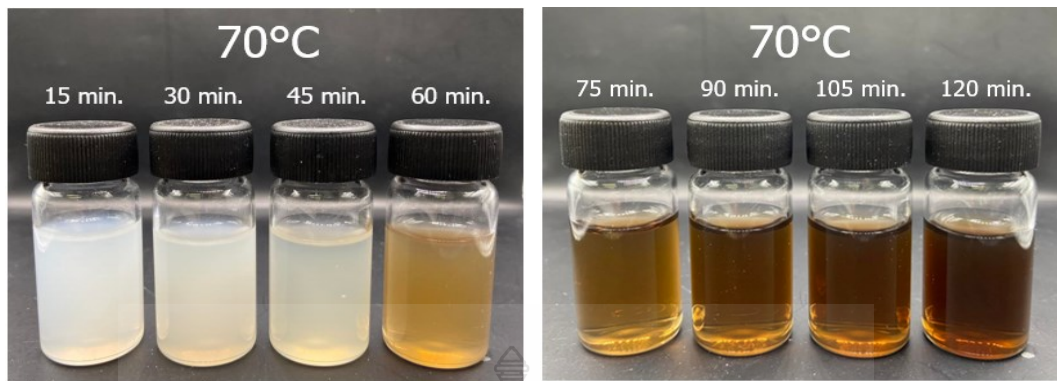
รูปที่ ข.1 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 40°C



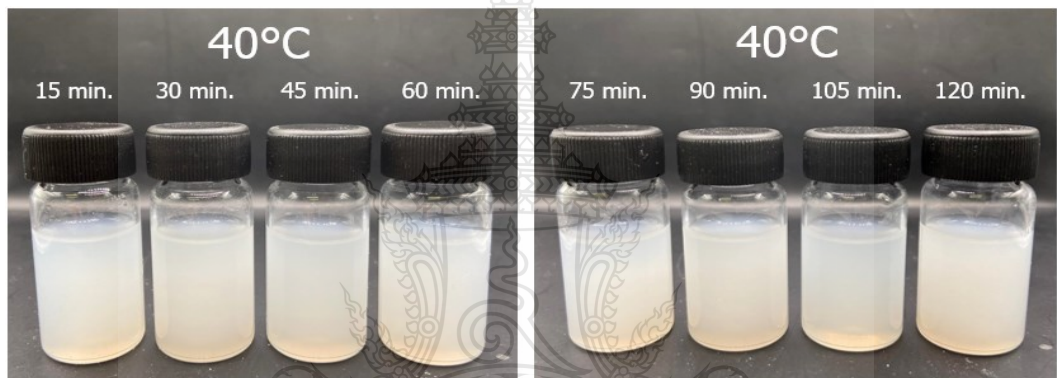
รูปที่ ข.2 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 50°C



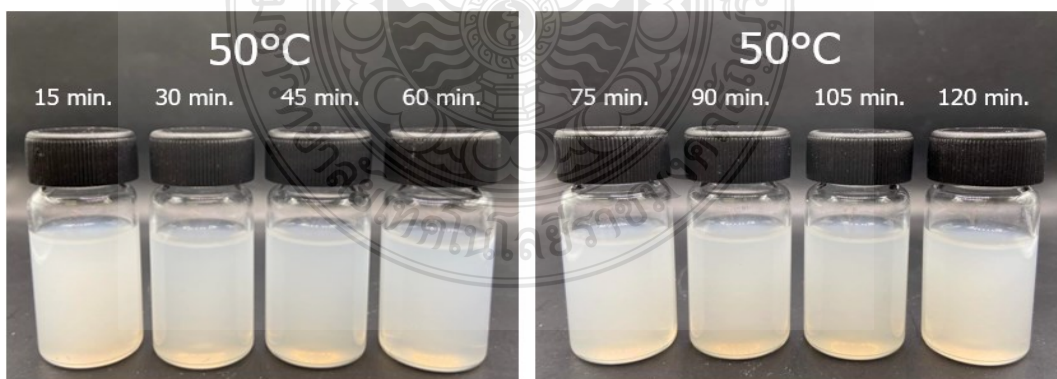
รูปที่ ข.3 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 60°C



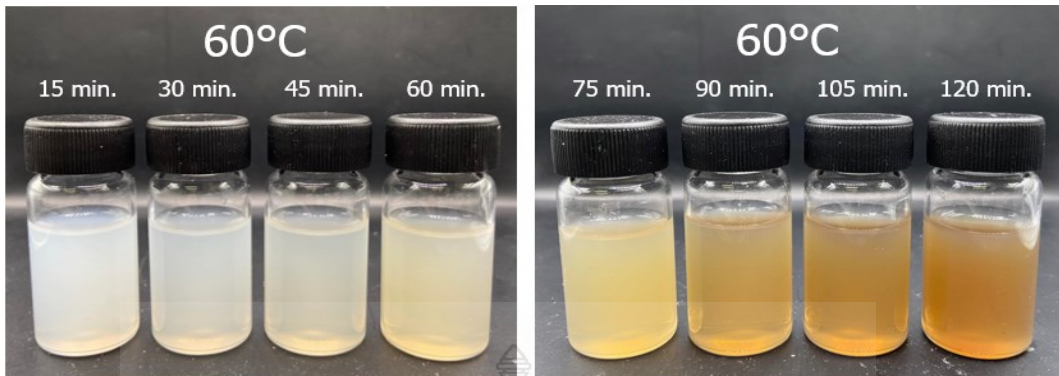
รูปที่ ข.4 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 40% อุณหภูมิ 70°C



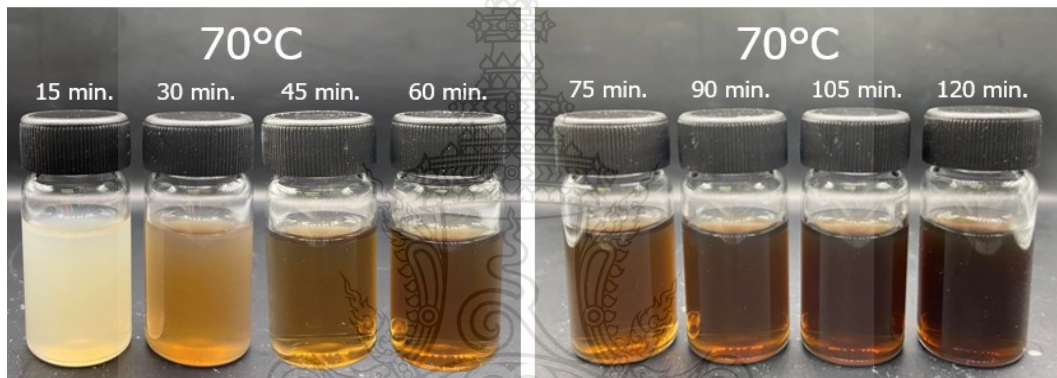
รูปที่ ข.5 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 40°C



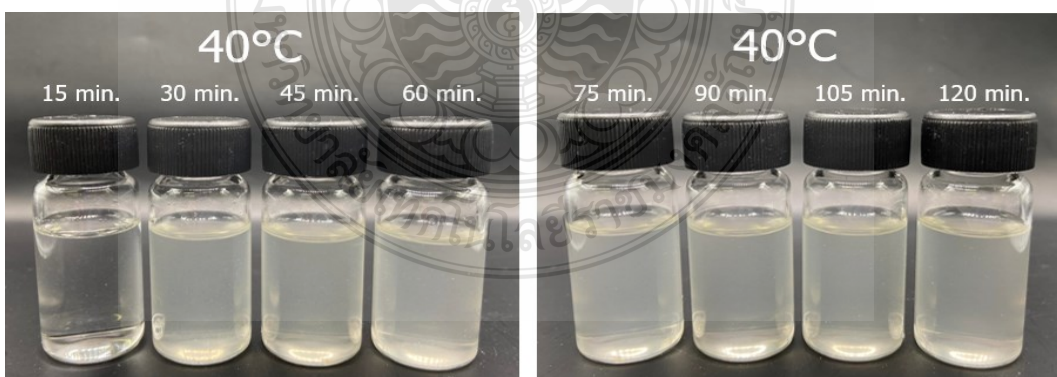
รูปที่ ข.6 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 50°C



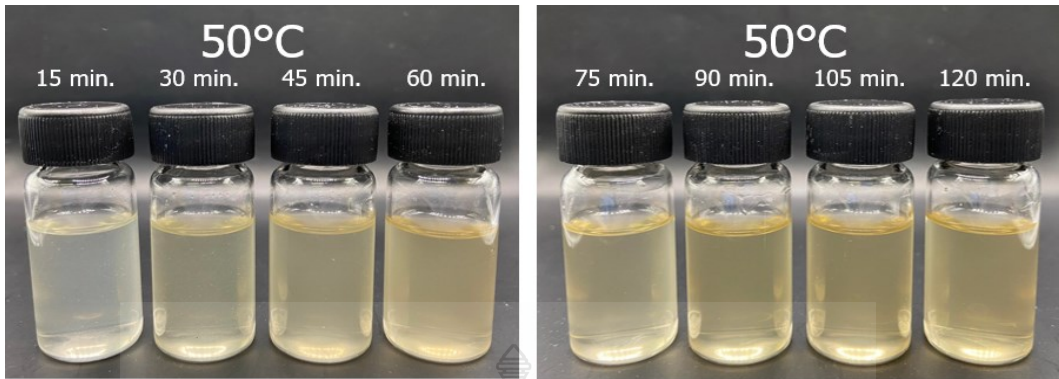
รูปที่ ข.7 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 60°C



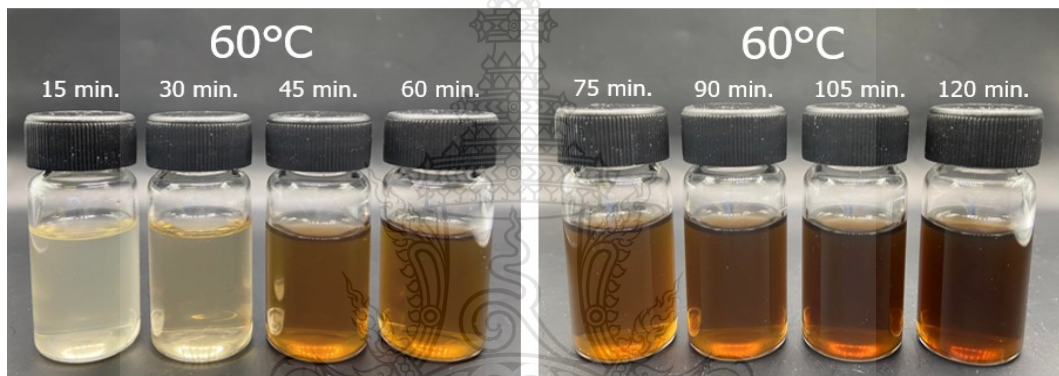
รูปที่ ข.8 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 50% อุณหภูมิ 70°C



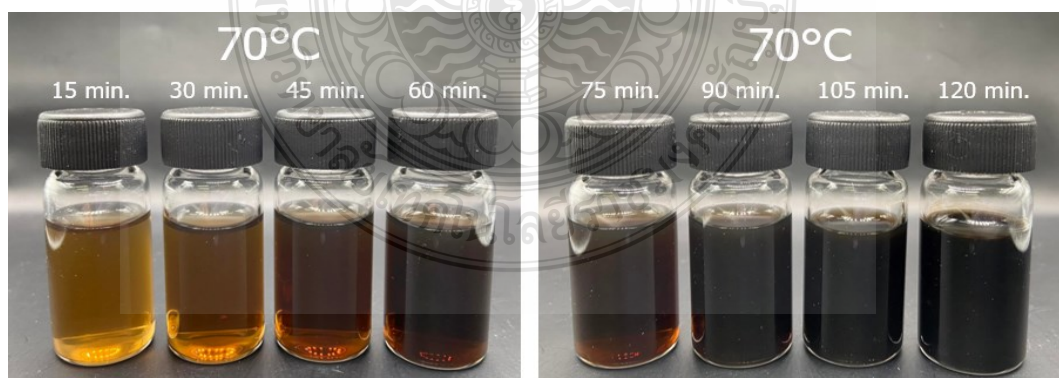
รูปที่ ข.9 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 40°C



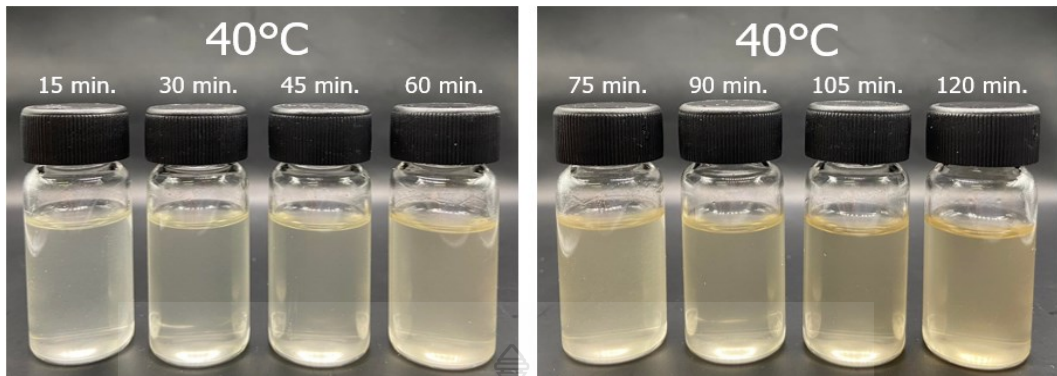
รูปที่ ข.10 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 50°C



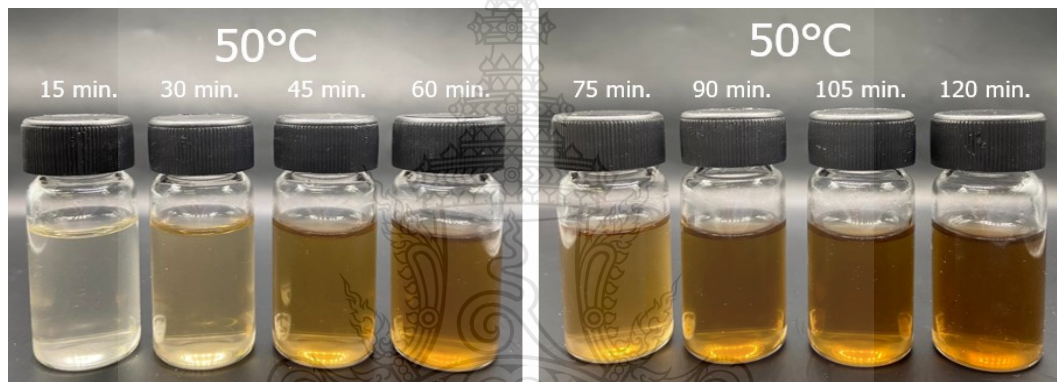
รูปที่ ข.11 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 60°C



รูปที่ ข.12 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 60% อุณหภูมิ 70°C



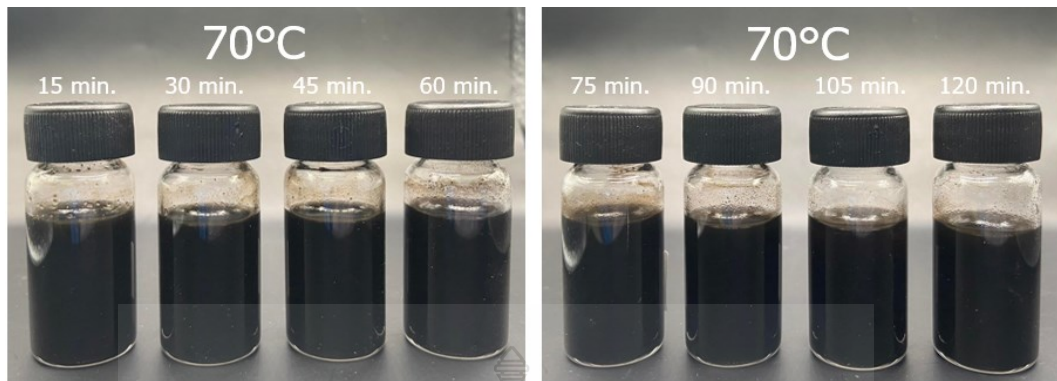
รูปที่ ข.13 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 40°C



รูปที่ ข.14 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 50°C

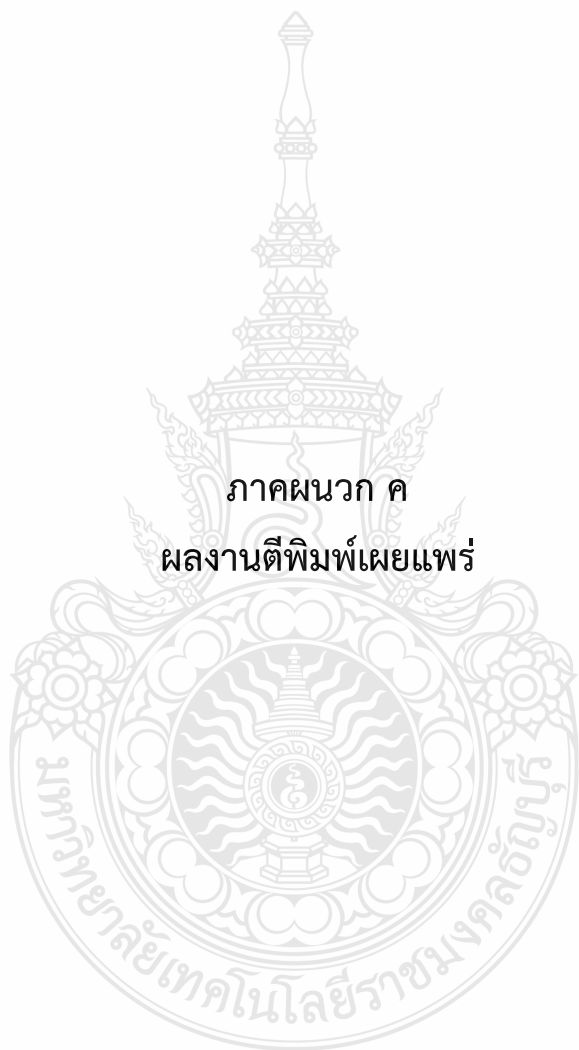


รูปที่ ข.15 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 60°C



รูปที่ ข.16 สีของสารแขวนลอย NCC-WH ที่ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก 70% อุณหภูมิ 70°C





ภาคผนวก ค
ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่



23 May 2023

Dear Ms. Raweerat Prasertwong,

We are pleased to inform you that your paper entitled "Optimizing Acid Hydrolysis Conditions for High Yield Production of Nanocrystalline Cellulose from Water Hyacinth Fibers" has been accepted for Poster presentation in the Polymers and Environmental Sustainability Session at The International Polymer Conference of Thailand (PCT-13). This decision is made based on a peer review process.

Authors of accepted papers are invited to register, make payment (before May 26, 2023), attend, and present their research papers in one of the conference sessions. Presented papers are eligible for publication in the conference proceedings. The conference will be held at Thailand during June 8-9, 2023. Since the presentation schedule is now being under arrangement, please visit our website at a later date for the update.

We are looking forward to welcoming you at PCT-13 soon.

Sincerely yours,

Taweechai AMORNSAKCHAI, Ph.D.
Associate Professor, Department of Chemistry, Faculty of Science, Mahidol University
President of the Polymer Society of Thailand and PCT-13 Chair

Secretariat Office: Polymer Society of Thailand - PST
NSTDA Building (Room 412), Ministry of Science and Technology, Rama VI Road, Ratchathewi, Bangkok, 10400 Thailand.
Tel. (669) 8557 9588 E-mail: pct13@thaipolymersociety.org
Web site: <http://www.thaipolymersociety.org/pct-13/pct-13%20home.html>



-[PCTF-13]-_n

CERTIFICATE OF APPRECIATION

This certificate is presented to

Raweerat Prasertwong

has presented the paper (Poster) titled

*Optimizing Acid Hydrolysis Conditions for High Yield Production of
Nanocrystalline Cellulose from Water Hyacinth Fibers*

at the

The International Polymer Conference of Thailand (PCT-13)

June 8th – 9th, 2023

Amar Watergate Hotel, Bangkok, Thailand

T. Amornkedon

Associate Professor Taweechai Amornsakchai

President of the Polymer Society of Thailand and PCT-13 Chair

-[PCT-13]_n

13th International Polymer Conference of Thailand

JUNE 8 - 9, 2023



Polymers for Low Carbon Society

BOOK of PROCEEDINGS



ORGANIZED BY
POLYMER SOCIETY OF THAILAND (PST)

BOOK OF PROCEEDING

-[PCTT-13]-_n

The International Polymer Conference of Thailand

Annual Polymer Conference

June 8th – 9th, 2023

Organized by



The Polymer Society of Thailand (PST)



Message from the President

Welcome to the 13th Polymer Conference of Thailand (PCT-13)!

On behalf of the Polymer Society of Thailand (PST), it is my great pleasure to host this annual conference, which marks a significant milestone as we celebrate the 24th anniversary of our esteemed society. After facing the challenges posed by the global pandemic, we are delighted to finally have the opportunity to gather in person and engage in fruitful discussions and collaborations.



This year's conference theme, "Polymers for Low Carbon Society," reflects our commitment to advancing sustainable solutions and embracing the potential of polymers in addressing environmental challenges. Polymers, with their vast range of properties and versatility, play a crucial role in shaping a greener and more sustainable future.

I am delighted to announce our distinguished plenary speakers who will share their expertise and insights. We are honored to have Professor San H. Thang from Monash University, Australia, renowned for his pioneering work in polymer synthesis and controlled polymerization. Additionally, we are privileged to welcome Professor Pranee Phinyocheep, a past president of PST, who will discuss the important topic of chemical modification of natural rubber—a key low carbon and renewable raw material. In line with our commitment to bridging academia and industry, we have organized a thought-provoking panel discussion featuring industry leaders. This panel aims to explore the future directions of the polymer industry and the vital role of universities and research institutes in providing the necessary knowledge and manpower to meet industry demands.

The conference will feature five sessions covering a wide range of topics, including Advanced and Functional Polymers, Biomedical Polymers, Polymer Blends and Composites, Polymers and Environmental Sustainability, and Rubbers/Elastomers. We are thrilled to showcase a diverse selection of research papers, with over 70 contributions, including 44 poster presentations, from young researchers and scholars.

We would like to extend our sincere gratitude to our sponsors, including PTTGC, Aditya Birla Chemicals (Thailand) (Advanced Materials), SCGC, and others, whose generous support has made this event possible.

I would like to express my heartfelt appreciation to all participants, presenters, and organizers for their dedication and contribution to making PCT-13 a resounding success. May this conference serve as a platform for meaningful exchanges, collaboration, and inspiration as we collectively strive towards a low carbon society.

Wishing you a fruitful and memorable conference experience.

Warm regards,

A handwritten signature in blue ink that reads "T. Amornsakchai". The signature is written in a cursive style.

Taweechai Amornsakchai
President, Polymer Society of Thailand

Board of Polymer Society of Thailand

Advisory Board



Prof. Dr. Pattarapan Prasassarakich
Department of Chemical Technology,
Chulalongkorn University



Prof. Dr. Suda Kiatkamjornwong
Academy of Science, Royal Society of Thailand



Prof. Dr. Supawan Tantayanon
Department of Chemistry, Chulalongkorn University



Prof. Dr. Suwabun Chirachanchai
The Petroleum and Petrochemical College,
Chulalongkorn University



Assoc. Prof. Dr. Pranee Phinyocheep
Department of Chemistry, Mahidol University



Asst. Prof. Dr. Krisda Suchiva
Rubber Technology Research Centre,
Mahidol University



Dr. Chaya Chandavas
PTT Global Chemical Public Company Limited

Board of Polymer Society of Thailand

Committee Board



President

Assoc. Prof. Dr. Taweechai Amornsakchai
Department of Chemistry, Mahidol University



Vice President

Asst. Prof. Dr. Varawut Tangpasuthadol
Department of Chemistry, Chulalongkorn University



Vice President

Dr. Anucha Euapermkiati
PTT Global Chemical Public Company Limited



Registrar

Assoc. Prof. Dr. Pakorn Opaprakasit
Sirindhorn International Institute of Technology,
Thammasat University



Public Relations

Asst. Prof. Dr. Sararat Mahasaranon
Department of Chemistry, Naresuan University



Treasurer

Asst. Prof. Dr. Amornrat Lertworasirikul
Department of Materials Engineering, Kasetsart University



Secretariat

Asst. Prof. Dr. Sunanta Chuayprakong
Department of Industrial Chemistry,
King Mongkut University of Technology North Bangkok



Academic Committee

Assoc. Prof. Dr. Winita Punyodom
Department of Chemistry, Chiang Mai University



Academic Committee

Assoc. Prof. Dr. Kannika Sahakaro
Department of Rubber Technology and Polymer,
Prince of Songkla University

Board of Polymer Society of Thailand

Committee Board (Continue)



Academic Committee

Assoc. Prof. Dr. Amorn Chaiyasat
Department of Chemistry,
Rajamangala University of Technology Thanyaburi



Academic Committee

Assoc. Prof. Dr. Nattakarn Hongsriphan
Department of Materials Science and Engineering,
Silpakorn University



Committee

Assoc. Prof. Dr. Ittipol Jangchud
Department of Chemistry,
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang



Committee

Dr. Wonchalerm Rungsawang
SCG Chemicals Public Company Limited



Committee

Mr. Thongchai Oranrigsupak
Benjamit Packaging Company Limited
Plastic Industry Club, The Federation of Thai Industries



Committee

Mr. Kongsak Dokbua
Plastics Institute of Thailand, Ministry of Industry



Committee

Assoc. Prof. Dr. Panya Sunintaboon
Department of Chemistry, Mahidol University



Committee

Dr. Natthaporn Suchao-In
SCG Chemicals Public Company Limited



Committee

Dr. Pasaree Laokijcharoen
National Metal and Materials Technology Center (MTEC)

Conference Committee

Chair

Assoc.Prof.Dr. Taweechai Amornsakchai
Mahidol University
(President of the Polymer Society of Thailand)

Scientific Committee

1. Assoc.Prof.Dr. Winita Punyodom Chiang Mai University
2. Dr. Robert Molloy Chiang Mai University
3. Assoc.Prof.Dr. Kanoktip Boonkerd Chulalongkorn University
4. Assoc.Prof.Dr. Nuanphun Chantarasiri Chulalongkorn University
5. Assoc.Prof.Dr. Sirilux Poompradub Chulalongkorn University
6. Assoc.Prof.Dr. Wanpen Tachaboonyakiat Chulalongkorn University
7. Asst.Prof.Dr. Varawut Tangpasuthadol Chulalongkorn University
8. Dr. Benjapon Narupai Chulalongkorn University
9. Assoc.Prof.Dr. Apirat Laobuthee Kasetsart University
10. Assoc.Prof.Dr. Rangrong Yoksan Kasetsart University
11. Assoc.Prof.Dr. Wanvimol Pasanphan Kasetsart University
12. Asst.Prof.Dr. Amornrat Lertworasirikul Kasetsart University
13. Asst.Prof.Dr. Chantiga Choochottiros Kasetsart University
14. Dr. Piyawanee Jariyasakoolroj Kasetsart University
15. Assoc.Prof.Dr. Ittipol Jangchud King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
16. Asst.Prof.Dr. Chonlada Ritvirulh King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
17. Asst.Prof.Dr. Suparat Rukchonlatee King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
18. Asst.Prof.Dr. Sunanta Chuayprakong King Mongkut's University of Technology North Bangkok
19. Asst.Prof.Dr. Suttinun Phongtamrug King Mongkut's University of Technology North Bangkok
20. Dr.Nonsee Nimitsiriwat King Mongkut's University of Technology Thonburi
21. Asst.Prof.Dr. Tithinun Rattanaplome Maejo University
22. Assoc.Prof.Dr. Sunan Saikrasun Mahasarakham University
23. Assoc.Prof.Dr. Panya Sunintaboon Mahidol University
24. Assoc.Prof.Dr. Pranee Phinyocheep Mahidol University
25. Assoc.Prof.Dr. Sombat Thanawan Mahidol University
26. Assoc.Prof.Dr. Taweechai Amornskchai Mahidol University
27. Asst.Prof.Dr. Anyarat Watthanaphanit Mahidol University
28. Asst.Prof.Dr. Preeyanuch Junkong Mahidol University
29. Assoc.Prof.Dr. Metha Rutnakornpituk Naresuan University
30. Asst.Prof.Dr. Supatra Pratumshat Naresuan University
31. Dr. Gareth Michael Ross Naresuan University
32. Dr. Pasaree Laokijcharoen National Metal and Materials Technology Center
33. Dr. Warayuth Sajomsang National Nanotechnology Center
34. Assoc.Prof.Dr. Kannika Sahakaro Prince of Songkla University, Pattani Campus
35. Asst.Prof.Dr. Nabil Hayemasae Prince of Songkla University, Pattani Campus
36. Asst.Prof.Dr. Sitisaiyedah Saiwari Prince of Songkla University, Pattani Campus

Conference Committee (Continue)

Scientific Committee (Continue)

37.	Asst.Prof.Dr. Sunisa Suchat	Prince of Songkla University, Surat Thani Campus
38.	Dr. Nanthaya kengkhetkit	Rajamangala University of Technology Lanna
39.	Assoc.Prof.Dr. Amorn Chaiyasat	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
40.	Assoc.Prof.Dr. Sommai Pivsa-Art	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
41.	Asst.Prof.Dr. Chatchai Veranitisakul	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
42.	Dr. Wonchalerm Rungsawang	SCG Chemicals Public
43.	Asst.Prof.Dr. Polphat Ruamcharoen	Songkhla Rajabhat University
44.	Asst. Prof.Dr. Tatiya Trongsatitkul	Suranaree University of Technology
45.	Assoc.Prof.Dr. Pakorn Opaprakasi	Thammasat University
46.	Assoc.Prof.Dr. Sayant Saengsuwan	Ubon Ratchathani University

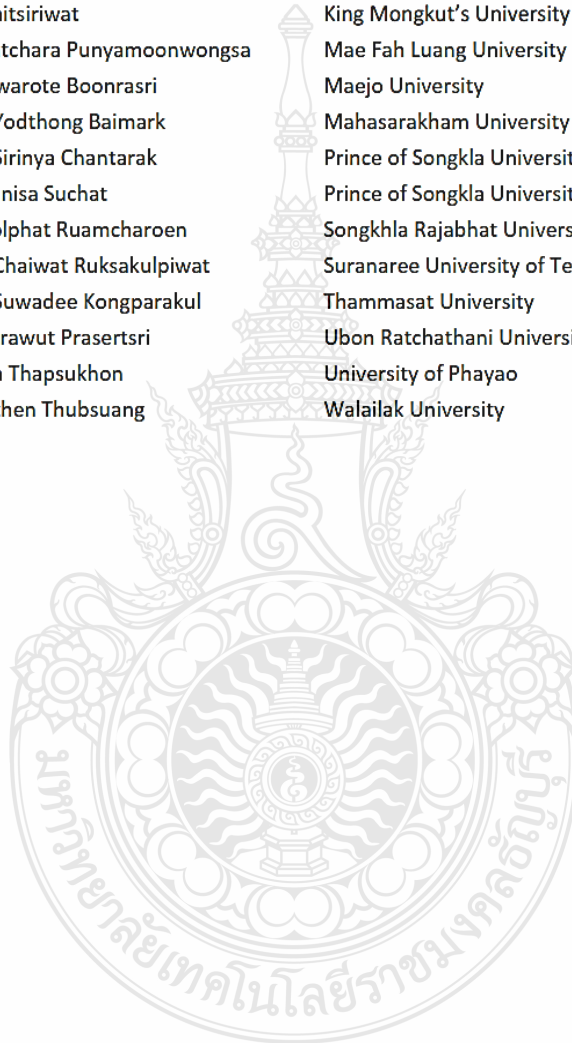
Organizing Committee

1.	Assoc.Prof.Dr. Taweechai Amornskchai	Mahidol University
2.	Prof.Dr. Pattarapan Prasassarakich	Chulalongkorn University
3.	Prof.Dr. Suda Kiatkamjornwong	Chulalongkorn University
4.	Prof.Dr. Supawan Tantayanon	Chulalongkorn University
5.	Prof.Dr. Suwabun Chirachanchai	Chulalongkorn University
6.	Assoc.Prof.Dr. Pranee Phinyocheep	Mahidol University
7.	Asst.Prof.Dr. Krisda Suchiva	Mahidol University
8.	Dr. Chaya Chandavasu	PTT Global Chemical Pub Co., Ltd.
9.	Assoc.Prof.Dr. Amorn Chaiyasat	Rajamangala University of Technology Thanyaburi
10.	Assoc.Prof.Dr. Ittipol Jangchud	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
11.	Assoc.Prof.Dr. Kannika Sahakaro	Prince of Songkla University
12.	Assoc.Prof.Dr. Nattakarn Honsriphan	Silapakorn University
13.	Assoc.Prof.Dr. Pakorn Opaprakasi	Thammasat University
14.	Assoc.Prof.Dr. Panya Sunintaboon	Mahidol University
15.	Assoc.Prof.Dr. Winita Punyodom	Chiang Mai University
16.	Asst.Prof. Amornrat Lertworasirikul	Kasetsart University
17.	Asst.Prof. Sararat Mahasaranon	Naresuan University
18.	Asst.Prof.Dr. Sunanta Chuayprakong	King Mongkut's University of Technology North Bangkok
19.	Asst.Prof.Dr. Varawut Tangpasuthadol	Chulalongkorn University
20.	Dr. Anucha Euapermkiati	PTT Global Chemical Public Company Limited
21.	Dr. Natthaporn Suchao-In	SCG Chemicals Public Company Limited
22.	Dr. Pasaree Laokijcharoen	National Metal and Materials Technology Center
23.	Dr. Wonchalerm Rungsawang	SCG Chemicals Public Company Limited
24.	Mr. Kongsak Dokbua	Plastics Institute of Thailand, Ministry of Industry
25.	Mr. Thongchai Oranrigsupak	Plastic Industry Club, The Federation of Thai Industries

Conference Committee (Continue)

Regional Organizing Committee

- | | | |
|-----|---|--|
| 1. | Asst.Prof.Dr. Piyaporn Na Nongkhai | Burapha University |
| 2. | Dr. Robert Molloy | Chiang Mai University |
| 3. | Dr. Nonsee Nimitsiriwat | King Mongkut's University of Technology Thonburi |
| 4. | Asst.Prof.Dr. Patchara Punyamoongwongsa | Mae Fah Luang University |
| 5. | Asst.Prof.Dr. Siwarote Boonrasri | Maejo University |
| 6. | Assoc.Prof.Dr. Yodthong Baimark | Maharakham University |
| 7. | Assoc.Prof.Dr. Sirinya Chantarak | Prince of Songkla University, Hat Yai |
| 8. | Asst.Prof.Dr. Sunisa Suchat | Prince of Songkla University, Surat Thani Campus |
| 9. | Asst.Prof.Dr. Polphat Ruamcharoen | Songkhla Rajabhat University |
| 10. | Assoc.Prof.Dr. Chaiwat Ruksakulpiwat | Suranaree University of Technology |
| 11. | Assoc.Prof.Dr. Suwadee Kongparakul | Thammasat University |
| 12. | Asst.Prof.Dr. Sarawut Prasertsri | Ubon Ratchathani University |
| 13. | Dr. Boontharika Thapsukhon | University of Phayao |
| 14. | Asst.Prof.Dr. Uthen Thubsuang | Walailak University |



RUBB-O5 (2.25 PM -2.40 PM)	The Effect of Natural Rubber on Biodegradation of Polylactic Acid/natural Rubber Blown Film <u>Attawich Prasongporn</u> , Peerapong Chanthot, Chiravoot Pechyen and Cattaleeya Pattamaprom
-------------------------------	--

Poster Presentations	
Advanced and Functional Polymer (ADFP)	
ADFP-P1	Synthesis and Application of Alginate-coated Magnetic Nanoparticles for Histidine-tagged Proteins Purification Wanwisa Chaobankrang, Thumpicha Wetwatcharatacho, Varunee Sadsri, Thanida Trakulsujaritchok, Somchart Maenpuen and <u>Pivaporn Na Nongkhaj</u>
ADFP-P2	Smart Bio-based Polymer Particle: Perfume, Antimicrobial and Thermoregulator Particles <u>Saharat Limman</u> , Preeyaporn Chaiyasat and Amorn Chaiyasat
ADFP-P3	Synthesis of Random and Multiblock Poly(L-lactide-co-glycolide-co-caprolactone) Terpolymers using One-pot and Two-step Ring-opening Polymerization <u>Amataporn Jompralak</u> , Kittisak Yarungsee, Jutamas Kongsuk, Donraporn Daranarong, Kiattikhun Manokruang, Kanarat Nalampang, Robert Molloy and Winita Panyodom
ADFP-P4	Study of Colorimetric Responses of Hypercrosslinked Polymers Prepared from Different Indicators <u>Thankamon Pattumtee</u> , Atitaya Siripinyanond and Thanchanok Ratvijitvech
ADFP-P5	Synthesis and Characterization of pH-sensitive Fluorescent Cellulose Nanocrystals for Ratiometric Fluorescence Probe <u>Jongjit Chalitangkoon</u> , Raphael Moreira, Pathavuth Monvisade and E. Johan Foster
ADFP-P6	Facile Fabrication of pH-responsive Screen-printed Label from Phenol Red-grafted Chitosan for Intelligent Food Packaging Applications <u>Arnat Ronte</u> , Jongjit Chalitangkoon, E. Johan Foster and Pathavuth Monvisade
Biomedical Polymers (BMED)	
BMED-P1	Hydrogel Wound Dressing for Controlled Release of Sodium Salicylate from Gelatin/carboxyethyl Chitosan/oxidized Sodium Alginate <u>Jitlada Sriaravawong</u> , Aorawee Jitjamrasrat, Anchisa Keawdougdee and Pathavuth Monvisade
BMED-P2	Development of Electrospun Polyhydroxyalkanoates/Collagen Scaffolds for Wound Dressing Application <u>Jiravus Kongkansarn</u> , Thunyarat Pongtharangkul, Panithi Sukho, Panitam Wanakamol and Nuttawee Niamsiri
Polymer Blends and Composites (COMP)	
COMP-P1	Effect of Microcrystalline Cellulose (MCC) on Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) (PHBV) <u>Rattanawadee Hedthong</u> , Thorsak Kittikorn and Suding Kadea

COMP-P2	Poly(L-lactic acid)/poly(vinylidene fluoride) Electrospun Blends for use as Nanofibrous Filter Pads in Face Masks <u>Siriprapa Paebdib</u> , Itchaya Thinnakorn, Donrapom Daranarong, Thanaphat Jenvoraphot, Robert Molloy and Winita Punyodom
COMP-P3	Preparation of Poly(butylene-adipate-co-terephthalate) (PBAT) Grafted Cassava Starches using Plasticizing Technique: Thermal Analysis <u>Suppalak Suwanchatree</u> , Thorsak Kittikorn and Thitipom Nuamnuam
COMP-P4	Selected Papers as Potential Laminar Reinforcement for Tapioca Starch/Glutinous Starch Blend Composite Foams <u>Manisara Phirivawirut</u> , Ratiwan Cothsila, Peerapat Kulvorakulpitak, Pukrapee Rodprasert and Nattarat Kengkla
COMP-P5	Kappa-carrageenan/poly(hydroxyethyl methacrylate) Hydrogels with Enhanced Antibacterial Property Induced by Silver Nanoparticles Piyapom Na Nongkhai, Puripat Reakatanan and <u>Thanida Trakulsujaritchok</u>
COMP-P6	A Novel Approach to Develop Low Carbon Products with Carbon Sequestration Potential Using Recycled Rubber and Pineapple Leaf Fiber <u>Satit Thaiwattnanon</u> , Sombat Thanawan and Taweechai Amornsakchai
Polymers and Environmental Sustainability (PBCG)	
PBCG-P1	Sustainable Biocomposite Films from Poly(Lactic acid)/Natural Rubber/Rice straw <u>Chanatinat Rong-or</u> , Wachirabhorn Pongputthipat, Yupaporn Ruksakulpiwat and Pranee Chumsamrong
PBCG-P2	Preparation and Characterization of Starch Films from Native Starch/Crosslinked Starch Blend <u>Thitirat Rammak</u> , Phetdaphat Boonsuk and Kaewta Kaewtatip
PBCG-P3	Production of Laminate Biocomposite based Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) PHBV - Crystal Nanocellulose from Waste Fiber for Building Materials <u>Phuthanet Bamrungrsiri</u> and Thorsak Kittikorn
PBCG-P4	Fully Biobased Adsorbent for Removal of Cationic Dye from Water <u>Sasimaporn Ampawan</u> , Udomsak Sriplub and Watchanida Chinpa
PBCG-P5	Isolation and Characterization of Amorphous Cellulose Prepared from Water Hyacinth <u>Chonthicha Suwannaklang</u> and Warunee Ariyawiriyanan
PBCG-P6	Optimizing Acid Hydrolysis Conditions for High Yield Production of Nanocrystalline Cellulose from Water Hyacinth Fibers <u>Raweerat Prasertwong</u> and Warunee Ariyawiriyanan

PBCG-P7	Microwave Foaming of Pineapple Stem Starch-Based Foam: Preparation and Properties <u>Thanittha Pongsakul</u> , Panya Sunintaboon, and Taweechai Amornsakchai
PBCG-P8	Removal of Methyl Orange from Aqueous Solution by Polyethylenimine Coated Pineapple Leaf Microfibers <u>Chavanit Runggrattanachai</u> , Thanchanok Ratvijitvech and Taweechai Amornsakchai
PBCG-P9	Methylene Blue Removal of Dye Adsorbent from Modified Natural Rubber and Poly(acrylic acid) <u>Gonlawat Kaewprasert</u> and Chuanpit Khaokong
PBCG-P10	Studies of Biodegradable Starch-Based Composite Foam from Pineapple Field Waste <u>Atitva Namphonsane</u> and Taweechai Amornsakchai
PBCG-P11	Preparation of Water-Resistant Coating for Paper from Pineapple Stem Starch <u>Phattarakarn Suwannachat</u> , Panya Sunintaboon and Taweechai Amornsakchai
PBCG-P12	Preparation of Eco-friendly Microparticles from Pineapple Stem Waste <u>Nithinart Pakdeekobkul</u> and Taweechai Amornsakchai
PBCG-P13	The Development of the Waterproof Property of Mycelium-based Material for Leather Substitution <u>Jitumpai Sodaenrath</u> and Nungnit Wattanavichean
PBCG-P14	Utilization of Skim Latex Serum for the Synthesis of Flower-like ZnO and Its Photocatalytic Application <u>Sopinva Nithakorn</u> and Preeyanuch Junkong
PBCG-P15	Effect of Hydrolyzed Starch on the Properties of Polyvinyl Alcohol Films <u>Poonsub Threepopnatkul</u> , Li Xin, Chananon Amphong, Voranon Limsamran and Supanut Phattarateera
PBCG-P16	Synthesis of Water Soluble Chitosan for Injectable Thermoresponsive Hydrogel <u>Boonsita Pinsuwan</u> , Sittisak Honsawek and Wanpen Tachaboonyakiat
PBCG-P17	Thermoplastic Starch from Pineapple Stem Starch: Effect of Plasticizers and Crosslinking Agents Jitra Bunrueang, Pornsawan Jangwat, Kanyamon Nontha, Prakansi Nksing, <u>Yeewa Sukkerd</u> and Supatra Pratumshat
PBCG-P18	Preparation of Screen-Printed Carbon Electrodes for Electrochemical Sensing <u>Kroekchai Inpor</u> , Taweesak Kaewmanee, Angkana Phongphut, Natnarin Pudchakarn, Porpin Pungetmongkol and Chanchana Thanachayanont

PBCG-P19	Molecularly Imprinted Polymer Based Electrochemical Sensor for Recognition and Determination of Chlorpyrifos <u>Angkana Phongphut</u> , Kroekchai Inpor, Bralee Chayasombat, Visittapong Yordsri, Seeroong Prichanont and Chanchana Thanachayanont
PBCG-P20	Characterization of <i>Aloe Vera</i> Rind Extracts <u>Supisara Hongpuek</u> , Suwapicha Sangwichaipat and Wanpen Tachaboonyakiat ¹
PBCG-P21	Evaluation of Bioactive Activities of <i>Aloe vera</i> Rind Extract <u>Suphaphit Nateetumrong</u> and Jiratchaya Sangmueng
PBCG-P22	Poly(lactic acid) /Thermoplastic Starch from Pineapple Stem Starch Composite Film for Single use Products by Vacuum Thermoforming <u>Hataithip Sanpromma</u> , Yeewa Sukkerd, Nanthaya Kengkhetkit, Tawechai Amornsakchai and Supatra Pratumshat
PBCG-P23	Investigating the Effect of Modified Epoxy Polymer on Fuel Resistance of Asphalt Joint Sealant <u>Panisa Sangnak</u> , Polphat Ruamcharoen, Saranagon Hemavibool and Chor. Wayakron Phetphaisit
Rubbers/Elastomers (RUBB)	
RUBB-P1	Effect of Protein-based Stabilizer on the Storage Hardening of Natural Rubber <u>Pivanut Promkaowthong</u> and Wirasak Smitthipong
RUBB-P2	The Effect of Layered Double Hydroxide on the Flame Retardancy and Mechanical Properties of Natural Rubber Latex Foam <u>Kattareen Boonchuay</u> , Chakrit Sirisinha, and Adun Nimpai boon
RUBB-P3	Study of Mechanical Properties and Electrical Conductivity of Stretchable Conductive Rubber Composite from Silver Coated Pineapple Leaf Fiber and Natural Rubber <u>Jiraphat Chuchat</u> , Tawechai Amornsakchai, and Sombat Thanawan
RUBB-P4	Study of Preparation of Low Molecular Weight Epoxidized Natural Rubber Applied for Epoxy Waterborne Coating <u>Tiphanan Jaenjaj</u> , Wasan Tessianan, Thunchanok Ratvijitvech, Ratana Chanthateyanonth and Pranee Phinyocheep
RUBB-P5	Peroxide Pre-vulcanisation of Deproteinised Natural Rubber Latex: Protein Interplay on Vulcanisation Efficiency and Mechanical properties <u>Manus Sriring</u> and Thitipan Watcharakan

Optimizing Acid Hydrolysis Conditions for High Yield Production of Nanocrystalline Cellulose from Water Hyacinth Fibers

Raweerat Prasertwong¹ and Warunee Ariyawiriyanan^{1*}

¹Department of Materials and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong6, Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand
Phone +66 2549 3480, Fax +66 2549 3483, •E-Mail: warunee.a@en.rmutt.ac.th

Abstract

Cellulose nanocrystals (CNCs) isolated from water hyacinth fibers were successfully prepared from the sulfuric acid hydrolysis of water hyacinth bleached fibers. This study investigates the influence of acid hydrolysis on the production of cellulose nanocrystals (CNC) from water hyacinth (WH). The aim is to determine the optimal acid hydrolysis condition for water hyacinth fiber that effectively enhances the CNC yield. Prior to hydrolysis, raw water hyacinth fiber was alkali-treated and bleached with hydrogen peroxide. This method is used to create highly pure cellulose. The acid hydrolysis temperatures were 60°C, and the hydrolysis times ranged from 15-120 minutes. It was found that the best hydrolysis conditions (concentration, temperature and reaction time) were 40% v/v H₂SO₄, 60°C, 75 minutes with a crystallinity index of 86.76% and a WH-CNC yield of 82.42%. The WH-CNC was a needle-like form, with nanoscale dimensions and lengths of 10 nm and 200-500 nm, with an aspect ratio of 10-20, respectively. Furthermore, WH-CNC was suspended in an aqueous solution and had a zeta potential of -42.99 mV, indicating the high dispersion stability of CNC prepared by acid hydrolysis with moderate concentration.

Keywords: Water hyacinth fiber, Purification, Cellulose nanocrystals, Acid hydrolysis

1. Introduction

Biomass is critical to long-term development due to the depletion of fossil fuels and environmental concerns. The creation of biomass-based novel materials has gained interest.¹⁻² Cellulose is widely used because of its biodegradability, biocompatibility, and chemical stability. Nanocellulose is the natural fiber that can be extracted from cellulose.³ Furthermore, it has a wide range of uses and may be separated as nanoparticles, making it an appealing material for research.⁴

Water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) is a noxious plant that has gained international attention because of its rapid and dense growth. It has serious implications for the environment, human health, and economic growth.⁵ As a result, its abolition and utilization for the benefit of humanity have become serious concerns. According to

recent data, this plant has a high fiber content and a high proportion of cellulose in its shoots and roots.⁶ Commonly, it contains 60% cellulose fiber.⁷

Chemical treatment of lignin and hemicellulose used for the isolation of nanocellulose fiber. Sulfuric acid hydrolysis can be used to produce cellulose nanocrystals (CNCs). This method is used to produce a highly pure cellulose.⁸ Furthermore, cellulose nanocrystals (CNCs) are cellulose components having one dimension less than 100 nm.⁹ They have unique features such as a high modulus, the ability to construct a highly porous structure, a large surface area, biodegradability, and environmental benefits.^{10,11}

Specifically, this research investigates the effects of different acid hydrolysis times on the yield of cellulose nanocrystals from water hyacinth (WH-CNC). The aim

is to determine the optimal acid hydrolysis for water hyacinth fiber that achieves the highest WH-CNC yield. The morphology and chemical composition of raw water hyacinth fiber (WH-R), alkali-treated water hyacinth fiber (WH-A), and bleached water hyacinth fibers (WH-B) were tested using SEM and FTIR. TEM was used to observe the morphology of water hyacinth cellulose nanocrystals (WH-CNC). The crystallinity index and stability were also characterized by the crystal structure (XRD) and zeta potential of WH-CNC.

2. Experimental

2.1 Materials

In this research, water hyacinths (WH) were collected from the canals of Pathum Thani Province, Thailand. Water hyacinth fibers are obtained from the stem of the plant. Sodium hydroxide (NaOH), hydrogen peroxide (H₂O₂), sulfuric acid (H₂SO₄) were used after purchased without purification.

2.2 Preparation and pretreatment of water hyacinth fiber

- Raw water hyacinth fiber (WH-R)

Fresh water hyacinth stems were cleaned many times with distilled water (DI) before cut into small bits and dried at 60 °C for at least 72 hours.

- Alkali-treated water hyacinth fiber (WH-A)

The WH-R was subsequently boiled for 60 minutes at 90°C in a 2 M NaOH solution with a mechanical stirrer. The alkaline-treated fibers were then filtrated and washed many times with distilled water.

- Bleached water hyacinth fibers (WH-B)

The alkali-treated water hyacinth fiber (WH-A) was used as raw material for bleaching by using 0.05 M aqueous NaOH buffer and 10% v/v aqueous H₂O₂ at 90°C for 120 minutes. The fibers were then filtered and thoroughly washed with DI water until the pH of the fibers became neutral (pH 7). The second bleaching was carried out under the same conditions and oven-dried at 60°C for 4 h.¹²

2.3 Preparation of water hyacinth cellulose nanocrystals fibers (WH-CNC)

CNCs were made with diluted H₂SO₄ solution (40% v/v), with a dry WH-B to H₂SO₄ solution ratio of 1 g/10 ml and continual magnetic stirring at 300 rpm at hydrolysis temperatures (60°C) and reaction times (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, and 120 minutes). To stop the reaction, 50 ml of DI water was added to the mixture and centrifuged for 10 minutes at 9,000 rpm at 25°C to remove the acid solution.

2.4 Characterization

2.4.1. Scanning electron microscopy (SEM)

SEM was used to analyze the morphology of the microstructure of water hyacinth fibers (WH), which included raw, alkaline-treated, and bleached water hyacinth fibers.

2.4.2. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

The chemical composition changes in cellulose before and after treatment were investigated using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). The experiment was conducted in the 4000-600 cm⁻¹ spectral band. Each sample was scanned 16 times in total.

2.4.3. Yield analysis of water hyacinth cellulose nanocrystals

The yield of water hyacinth nanocellulose crystals was reported as a percentage (%). The weight of the end sample (W₂) or the dry weight of WH-CNC in proportion to the weight of the original sample (W₁) or the water hyacinth fiber weight after alkali treatment and bleaching is used to determine the yield using the following Equation (1):

$$\text{Yield (\%)} = [(W_2) / (W_1)] \times 100 \quad (1)$$

2.4.4. X-ray diffraction (XRD)

X-ray diffractometer was used to determine the crystallinity of the WH-R, WH-A, WH-B, and WH-CNC with X-ray diffraction using Ni-filtered Cu K α radiation ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$)¹³ at 40 kV and 40 mA. The diffraction pattern was used to assess the crystallinity index (CrI) and

scattered radiation was discovered in the angular range (2 θ) between 5° and 40°. The crystallinity index was calculated using the Segal empirical technique¹⁴ as in Equation (2):

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

where I_{002} represents the overall intensity of the 002 crystalline peak at 22.8° and I_{am} represents the amorphous intensity at 18°. I_{002} represents both the crystalline and the amorphous areas, whereas I_{am} just represents the amorphous region.¹⁵

2.4.5. Transmission electron microscopy (TEM)

Transmission electron microscopy (TEM) at an accelerating voltage of 80 kV was used to evaluate the morphology and dimensions of WH-CNC. The form, arrangement, and size of the cellulose nanocrystals, as well as the physical appearance of WH-CNC, were all seen using this approach.

2.4.6. Zeta potential

A particle analyzer was used to assess the zeta potential of a 0.01 wt% WH-CNC aqueous solution. The WH-CNC suspension was diluted in a pH 7 aqueous standard solution to decrease the effect of ionic strength.

3. Results and discussion

3.1. Microstructure of WH-R, WH-A, and WH-B

The microstructure of water hyacinth before and after alkali and bleach treatment were shown in Figure 1 and Figure 2. In Figure 1a, the color of WH-R is brownish

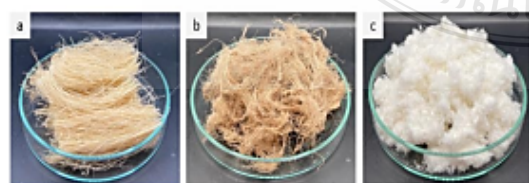


Figure 1. Photograph images of: (a) WH-R, (b) WH-A, (c) WH-B.

due to the presence of non-cellulosic compounds. Figure 1b, depicts alkalinized water hyacinth fiber (WH-A), which has become light brown after being alkalinized. Figure 1c

shows bleached water hyacinth fiber (WH-B). After chemical treatments, polished fibers become relatively white. Fiber color changes as non-cellulose components such as lignin, hemicellulose, and other impurities are removed.¹⁶

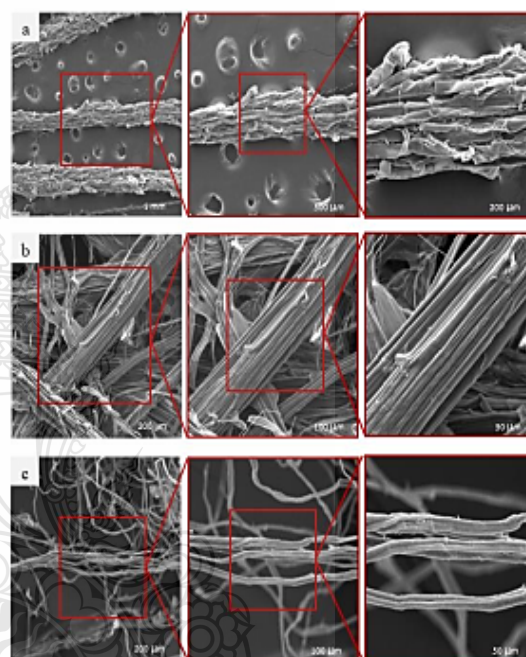


Figure 2. SEM micrographs of: (a) WH-R at 100 \times , 200 \times and 500 \times magnifications, respectively, (b) WH-A at 500 \times , 800 \times and 1500 \times magnifications, respectively, (c) WH-B at 500 \times , 1000 \times and 2000 \times magnifications, respectively.

In order to observe a shape of fiber after treatment, SEM were used to characterize. The raw fibers (WH-R) in Figure 2a, due to the presence of non-cellulosic components such as hemicellulose and lignin, as well as extractives, and the WH-R surface along the fiber length displayed roughness with variable tiny granules and flakes.¹⁷ The fibers grew thinner and smoother after alkalinization (WH-A), as seen in Figure 2b. Figure 2c shows that following bleaching, the pure fibers had a nice, homogeneous structure, resulting in the microfibers (WH-B). In comparison to raw fibers, the surface was found to be comparatively smooth and thinner.

3.2. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

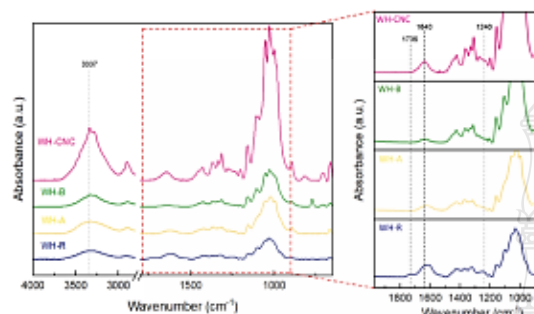


Figure 3. FTIR spectra of: WH-R, WH-A, WH-B, and WH-CNC.

Figure 3 shows the FTIR spectra of WH-R, WH-A, WH-B, and WH-CNC. In Figure 3, the peaks in the region of 3337 cm^{-1} and 1640 cm^{-1} are observed in all spectra, but with different intensity. Both peaks are related to the stretching of hydrogen bonds and the bending of hydroxyl (OH) groups bound to the cellulose structure. It was found that a WH-CNC spectrum exhibits higher-intensity signals of these peaks. Meanwhile, the peaks 1735 cm^{-1} and 1240 cm^{-1} were characteristic of carbonyl stretching and CO stretching in lignin and hemicellulose, respectively. However, both peaks (at 1735 cm^{-1} and 1240 cm^{-1}) exhibit lower-intensity signals after alkalization and bleaching, indicating the successful removal of lignin and hemicellulose.

3.3. Effects of hydrolysis temperature and Yield of WH-CNC

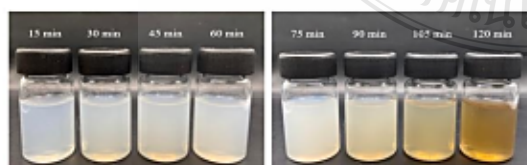


Figure 4. Color of WH-CNC suspension at various reaction time.

Figure 4 compares the colors of WH-CNC after 48 hours under different hydrolysis times (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, and 120 minutes). The color of WH-CNC at

15, 30, 45, 60, and 75 minutes during the hydrolysis process was milky white, gradually transitioning from white to yellow as the hydrolysis time progressed. The duration of the competition was expanded from 75 to 90 to 105 minutes. The whole WH-CNC altered from yellow to light brown as the hydrolysis time was increased from 105 to 120 minutes.

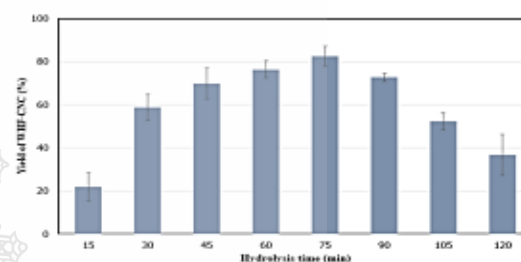


Figure 5. The yield of WH-CNC with various hydrolysis time.

Figure 5 illustrates the investigation of WH-CNC percentage yield, comparing different hydrolysis times (15, 30, 45, 60, 75, 90, 105, and 120 minutes). The findings indicate a relationship between hydrolysis time and WH-CNC yield, where an increase in hydrolysis time leads to an increase in yield. However, when hydrolysis extends beyond 75 minutes, the yield starts to decrease. This decline can be attributed to the excessive degradation of cellulose, which hampers the formation of crystalline nanocellulose (CNC). Based on the data from Figure 5, it can be concluded that the optimal conditions for achieving the highest WH-CNC yield of 82.42% involve conducting hydrolysis at a temperature of 60°C for 75 minutes.

3.4. X-ray diffraction (XRD)

Figure 6 illustrates the XRD spectra of WH-R, WH-B, and WH-CNC, respectively. The two dominant peaks (2θ) at 16° and 22.2° which were assigned to 110 and 200 crystallographic planes, strongly confirming a key characteristic of cellulose type I crystal structure. These peaks are consistently detected in all samples and are indicative of cellulose's crystalline structure. WH-R, WH-B, and WH-CNC were found to have a crystalline index

(CI) of 37.82%, 61.80%, and 86.76%, respectively. The hydrogen bonding restricts the movement of cellulose chains, leading to an increase in crystallinity index as the chains crystallize and align closer together.

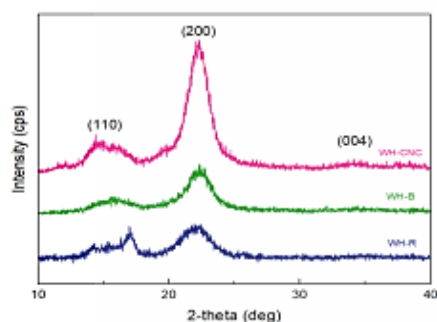


Figure 6. XRD spectra of: WH-R, WH-B, and WH-CNC.

3.5. Transmission electron microscopy (TEM)

Figure 7 shows the TEM morphology of WH-CNC under the optimal hydrolysis condition by producing under 40% sulfuric acid solution at 60°C for 75 minutes. It can be seen that all CNCs had a needle-like shape with a nanoscale dimension. The acid hydrolysis process causes the destruction of amorphous regions within the cellulosic microfibrils while preserving the straight crystalline domains. As a result, the acid-hydrolyzed WH-CNC exhibits a diameter of 10 nm and lengths ranging from 200 to 500 nm, with an aspect ratio of 10-20.^{19, 20}

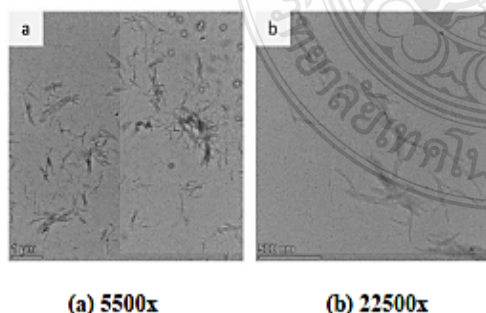


Figure 7. TEM morphology of WH-CNC at magnifications of (a) 5500 \times and (b) 22500 \times , respectively.

3.6. Zeta potential

The zeta potentials of a series of samples produced at 75 mins hydrolysis time were determined. In neutral water, all CNC suspensions had a negative zeta potential. WH-CNC has a zeta potential of -42.99 mV.

4. Conclusion

This study investigates the effect of acid hydrolysis conditions on the production of cellulose nanocrystals (CNC) from water hyacinth (WH). Hydrolysis with sulfuric acid substantially improved the crystallinity index and yield of cellulose nanocrystals, according to the findings. The optimal hydrolysis conditions for obtaining a crystallinity index of 86.76% and a WH-CNC yield of 82.42 % were a hydrolysis acid concentration of 40% v/v, a hydrolysis temperature of 60°C, and a hydrolysis time of 75 minutes. The nanoscale dimensions and lengths of the WH-CNC needle were 10 nm and 200-500 nm, with an aspect ratio of 10-20, respectively. In addition, CNC was suspended in an aqueous solution and possessed a zeta potential of -42.99 mV, indicating that CNC generated by acid hydrolysis possessed exceptional dispersion stability.

5. References

1. Doineau, E.; Cathala, B.; Benezet, J.-C.; Bras, J.; Le Moigne, N. *Polymers* **2021**, *13* (5), 804.
2. Shen, R.; Xue, S.; Xu, Y.; Liu, Q.; Feng, Z.; Ren, H.; Zhai, H.; Kong, F. *Polymers* **2020**, *12* (9), 2113.
3. Thomas, B.; Raj, M. C.; Joy, J.; Moores, A.; Drisko, G. L.; Sanchez, C. *Chem. Rev.* **2018**, *118* (24), 11575-11625.
4. Boluk, Y.; Danumah, C. *J Nanopart Res* **2014**, *16*, 1-7.
5. Rezanian, S.; Ponraj, M.; Din, M. F. M.; Songip, A. R.; Sairan, F. M.; Chelliapan, S. *Renewable Sustainable Energy Rev.* **2015**, *41*, 943-954.
6. Sundari, M. T.; Ramesh, A. *Carbohydr. Polym.* **2012**, *87* (2), 1701-1705.

7. Abdel-Fattah, A. F.; Abdel-Naby, M. A. *Carbohydr. Polym.* **2012**, *87* (3), 2109-2113.
8. Jonoobi, M.; Harun, J.; Mishra, M.; Oksman, K. *Bioresour.* **2009**, *4* (2), 626-639.
9. Habibi, Y.; Lucia, L. A.; Rojas, O. *J. Chem. Rev.* **2010**, *110* (6), 3479-3500.
10. Ferreira, F.; Pinheiro, I.; Gouveia, R.; Thim, G.; Lona, L. *Polym. Compos.* **2018**, *39*, E9-E29.
11. Mariano, M.; Cercená, R.; Soldi, V. *Ind. Crops Prod.* **2016**, *94*, 454-462.
12. Thi, B. T. N.; Ong, L. K.; Thi, D. T. N.; Ju, Y.-H. *J. Taiwan Inst Chem Eng* **2017**, *71*, 55-61.
13. Diaz, M.; Hernández, M.; Ibarra, I. A.; Guzmán, A.; Lara, V.; Lima, E. *Catalysts* **2017**, *7* (5), 162.
14. Segal, L.; Creely, J. J.; Martin Jr, A.; Conrad, C. *Text. Res. J.* **1959**, *29* (10), 786-794.
15. Neto, W. P. F.; Silvério, H. A.; Dantas, N. O.; Pasquini, D. *Ind. Crops Prod.* **2013**, *42*, 480-488.
16. Pantamanatsopa, P.; Ariyawiriyanan, W.; Ekgasit, S. *J. Nat. Fibers* **2023**, *20* (1), 2134266.
17. Xie, J.; Hse, C.-Y.; De Hoop, C. F.; Hu, T.; Qi, J.; Shupe, T. F. *Carbohydr. Polym.* **2016**, *151*, 725-734.
18. Brito, B. S.; Pereira, F. V.; Putaux, J.-L.; Jean, B. *Cellul.* **2012**, *19*, 1527-1536.
19. Asrofi, M.; Abrial, H.; Kasim, A.; Pratoto, A.; Mahardika, M.; Park, J.-W.; Kim, H.-J. *Fibers Polym.* **2018**, *19*, 1618-1625.
20. Mohan, T.; Chirayil, C. J.; Nagaraj, C.; Bračić, M.; Steindorfer, T. A.; Krupa, I.; Maadeed, M. A. A. A.; Kargl, R.; Thomas, S.; Stana Kleinschek, K. *Polym.* **2021**, *13* (6), 939.

ประวัติผู้จัดทำ

ชื่อ-สกุล นางสาววีรัตน์ ประเสริฐวงศ์
วัน-เดือน-ปีเกิด วันที่ 19 สิงหาคม 2541
ที่อยู่ 261/594 หมู่ 4 หมู่บ้าน ซื่อตรงโคซี่ ต.รังสิต อ.ธัญบุรี จ.ปทุมธานี 12110
การศึกษา ปริญญาตรี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สาขาวิศวกรรมวัสดุ-วิศวกรรมพอลิเมอร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
เบอร์โทรศัพท์ 082-7028987
อีเมลล์ Raweerat_p@mail.rmutt.ac.th

