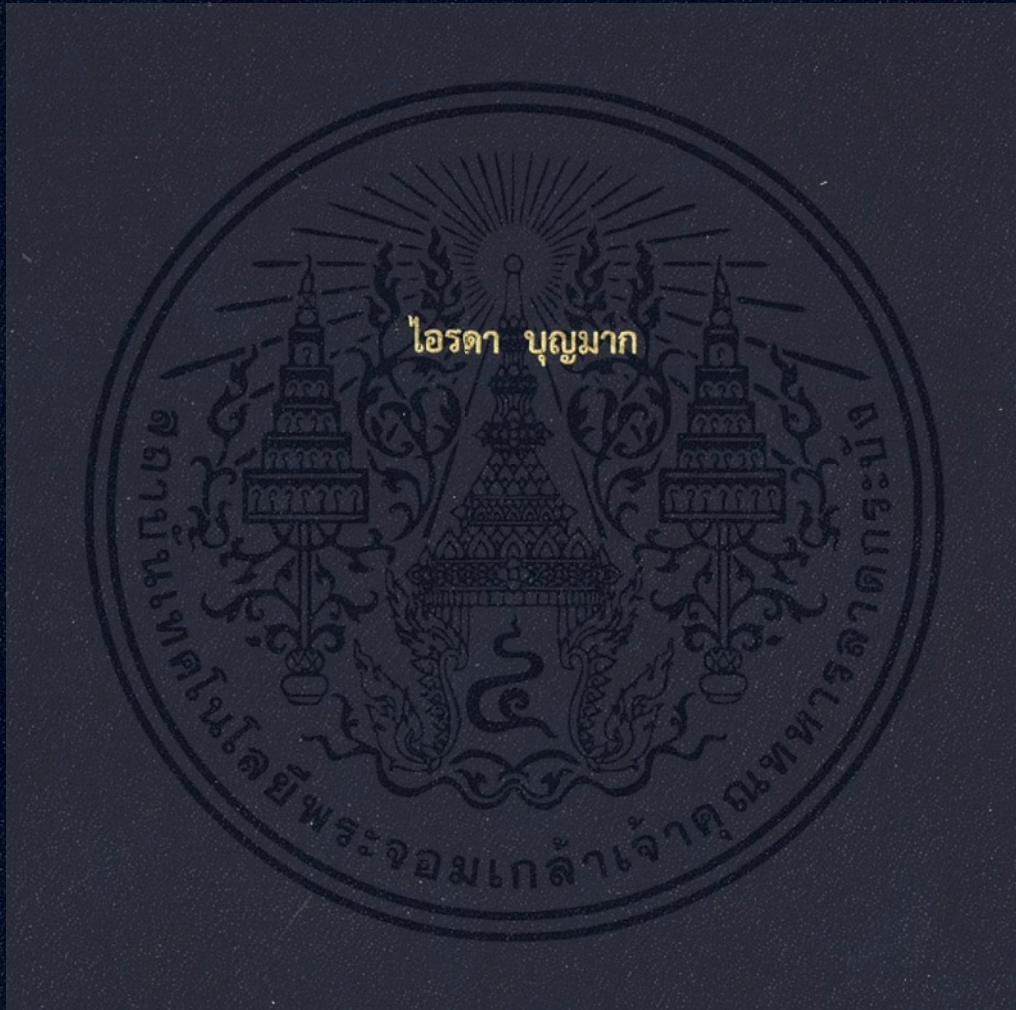


การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2561

การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับประรด



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# SYNTHESIS OF CARBOXYMETHYL CELLULOSE FROM PINEAPPLE CORE



THE REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS  
FOR THE DEGREE OF BACHELOR IN CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์เรื่อง การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับประรด  
โดย นางสาวไอรดา บุญมาก  
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์  
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญาานิพนธ์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด
โดย	นางสาวไอรดา บุญมาก
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสทำได้โดยนำเซลลูโลสที่สกัดจากแกนสับปะรดมาทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดโมโนคลอโรอะซิติก ในตัวทำละลายไอโซโพรพานอลที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ตัวแปรที่ศึกษาได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละ 20 และ 30 โดยมวลต่อปริมาตร) ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก (2.5 และ 10 กรัม) และเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลชัน (1, 3 และ 5 ชั่วโมง) จากนั้นทดสอบคุณสมบัติของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้ด้วยการวัดค่าระดับการแทนที่ (Degree of substitution) การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR) การวัดค่าความหนืด (Viscosity) และความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility) จากการทดลอง ภาวะที่เหมาะสมที่สุด คือ การใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร กรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง โดยได้ค่าระดับการแทนที่เท่ากับ 1.53 ความหนืดเท่ากับ 18.23 เซนติพอยส์ และความสามารถในการละลายน้ำเท่ากับร้อยละ 66.98

**Report title**                 Synthesis of carboxymethyl cellulose from pineapple core  
**By**                                 Ms.Irada Boonmak  
**Degree**                         Bachelor of Engineering  
**Program**                        Chemical Engineering  
**Year**                             2018  
**Advisor**                        Asst. Prof. Dr. Tanawan Pinnarat

### ABSTRACT

The objective of this project is to find the optimum condition for carboxymethyl cellulose (CMC) synthesis from pineapple core. CMC was synthesized by using pineapple core cellulose extract reacted with sodium hydroxide and monochloroacetic acid in isopropanol as solvent at 55 °C. In this project, concentration of sodium hydroxide (20 and 30% w/v), amount of monochloroacetic acid (2, 5 and 10 g) and time of carboxymethylation (1, 3 and 5 h) were evaluated. The obtained CMC properties were assayed by the degree of substitution (DS), Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR), viscosity and water solubility. From the study, the optimum condition was 30% w/v sodium hydroxide and 5 g of monochloroacetic acid for 3 h to obtained CMC with the DS of 1.53, viscosity of 18.23 cP and water solubility of 66.98%.

## กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความช่วยเหลือจาก ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ ซึ่งได้ให้คำปรึกษา คำแนะนำ และข้อคิดเห็นอันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำปริญญานิพนธ์ อีกทั้งยังมีส่วนช่วยในการแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการทำดำเนินงาน

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ญาณิพร พัทธวรโชติ และ ผศ.ศิริพันธ์ มุรธาธัญลักษณ์ คณะกรรมการตรวจปริญญานิพนธ์ ที่ได้ให้คำแนะนำอันเป็นประโยชน์ในการปรับปรุงเล่มรายงานให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ รศ.ดร.ประพันธ์ ปิ่นศิริโรตม คณบดี ผศ.ดร.ธงชัย พุดทองศิริ รองคณบดี และเจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการคณะอุตสาหกรรมเกษตร สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่อง Autoclave ในการวิเคราะห์ห้องคัพประกอบของแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน

ขอขอบคุณ คุณวราภรณ์ มาไพศาลทรัพย์ เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์ความเป็นเลิศทางวิศวกรรมอาหาร คณะวิศวกรรมศาสตร์ ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในการใช้เครื่องบดชนิด Hammer mill ในการบดแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนอบแห้ง

ขอขอบคุณ คุณพิมพ์ใจ ภูษณะกิจ คุณสุกานต์ภิรมย์ ศรีวงษ์ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ และคุณเอกราช บำรุงไทยชัยชาญ เจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่กรุณาให้ความช่วยเหลืออำนวยความสะดวกสำหรับการขอความอนุเคราะห์ใช้เครื่องมือในห้องปฏิบัติการของภาควิชาและหน่วยงานภายนอก รวมทั้งให้คำแนะนำในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมเคมี

ขอขอบคุณ นายชนน ตระกูลน่าเลื่อมใส นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ได้คำปรึกษาและคำแนะนำเกี่ยวกับขั้นตอนการใช้เครื่อง High performance liquid chromatography และเครื่องมือต่าง ๆ ในห้องปฏิบัติการ

ขอขอบคุณ เพื่อนร่วมอาจารย์ที่ปรึกษาและเพื่อนพี่น้องร่วมภาควิชาวิศวกรรมเคมีทุกท่าน ที่ได้คำแนะนำ ความช่วยเหลือ และกำลังใจในการจัดทำปริญญานิพนธ์เสมอมา

ขอขอบคุณการสนับสนุนทางการเงินจากภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังในการทำปริญญานิพนธ์ครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ผู้จัดทำขอขอบคุณบิดา มารดา และครอบครัวที่ให้การสนับสนุนทางด้านการศึกษามาโดยตลอด และคอยอยู่เคียงข้างเป็นกำลังใจในการทำปริญญานิพนธ์ครั้งนี้จนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ไอรดา บุญมาก

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูปภาพ.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์.....	2
1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 เซลลูโลส (Cellulose).....	3
2.2 คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose, CMC).....	4
2.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส.....	5
2.4 การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร.....	6
2.5 ปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส.....	6
2.5.1 อิทธิพลของสารตั้งต้น (NaOH : ClCH <sub>2</sub> COOH : Cellulose).....	6
2.5.2 อิทธิพลของขนาดอนุภาคเซลลูโลส.....	7
2.5.3 อิทธิพลของตัวทำละลาย (Solvent).....	8
2.5.4 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน.....	8
2.5.5 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน.....	9

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การดำเนินงาน.....	10
3.1 การเตรียมแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนสำหรับการทดลอง .....	10
3.2 การสกัดเซลลูโลส .....	11
3.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยวิธีเคิลซอนลิกนิน (Klason lignin) .....	11
3.4 การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส .....	13
3.5 การทดสอบคุณสมบัติของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส .....	15
3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR).....	15
3.5.2 ระดับการแทนที่ (Degree of substitution, DS).....	15
3.5.3 ค่าความหนืด (Viscosity).....	16
3.5.4 ความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility).....	18
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล.....	19
4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน .....	19
4.2 การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส .....	19
4.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR).....	20
4.2.2 ระดับการแทนที่ (Degree of substitution, DS).....	21
4.2.3 ความหนืด (Viscosity) .....	23
4.2.4 ความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility).....	24
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ .....	26
5.1 สรุปผลการดำเนินงาน.....	26
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	26

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง .....	27
ภาคผนวก.....	29
ภาคผนวก ก การใช้เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง .....	30
ภาคผนวก ข การคำนวณร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส .....	37
ภาคผนวก ค การวิเคราะห์ระดับการแทนที่ (DS) ตามมาตรฐาน ASTM D 1439-03.....	40
ภาคผนวก ง ข้อมูลดิบจากการทดลอง.....	46



# สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	เปรียบเทียบภาวะในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร ...6
3.1	ภาวะสำหรับวิเคราะห์กลูโคสและไซโตสด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง ..... 13
3.2	ตัวแปรที่ทำการศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส..... 13
ง.1	ข้อมูลการทดลองสำหรับวิเคราะห์ระดับการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกน สับปะรด ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย .. 48
ง.2	ข้อมูลการทดลองสำหรับวิเคราะห์ความหนืดของสารละลายคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเข้มข้น ร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร และน้ำ ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ..... 48
ง.3	ข้อมูลความหนืดของสารละลายคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร และน้ำ ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ..... 49
ง.4	ข้อมูลการทดลองสำหรับวิเคราะห์ความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส จากแกนสับปะรด ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำ ละลาย (คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส 0.5 กรัม ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร)..... 49

# สารบัญรูปร่าง

รูปที่	หน้า
2.1 การเชื่อมต่อกันของโมเลกุลกลูโคสในเซลลูโลส .....	3
2.2 เส้นใยเซลลูโลสส่วนที่เป็นผลึก (Crystalline region) และส่วนที่ไม่เป็นระเบียบ (Amorphous region).....	3
2.3 คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ระดับการแทนที่เท่ากับ 1 .....	4
3.1 มาตรการวัดความหนืดแบบไหลผ่านท่อแคป (Capillary viscometer) .....	17
4.1 ปริมาณเซลลูโลสในแกนลับประรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน .....	19
4.2 สเปกตรัมที่ได้จากการตรวจสอบโดยใช้เทคนิค FT-IR ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากการทดลองและทางการค้า.....	20
4.3 อิทธิพลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่มีผลต่อระดับการแทนที่ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง .....	21
4.4 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่มีผลต่อระดับการแทนที่ โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย .....	22
4.5 อิทธิพลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่มีผลต่อความหนืด ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง .....	23
4.6 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่มีผลต่อความหนืด โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย .....	24
4.7 อิทธิพลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่มีผลต่อความสามารถในการละลายน้ำ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง .....	24

## สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.8 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่มีผลต่อความสามารถในการละลายน้ำโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย.....	25
ก.1 การไล่ฟองอากาศโดยใช้อ่างสั่นความถี่สูง (Sonicator bath).....	30
ก.2 เครื่อง HPLC.....	31
ก.3 หน้าต่าง Log in เข้าสู่โปรแกรม.....	31
ก.4 หน้าต่าง Younglin HPLC system.....	32
ก.5 ที่ใส่คอลัมน์ในส่วน YL9131 Column compartment.....	32
ก.6 วาล์วในส่วน YL9112 Isocratic pump.....	33
ก.7 หน้าต่างสำหรับตั้งค่าอุณหภูมิ Detector.....	33
ก.8 หน้าต่างสำหรับตั้งค่าอุณหภูมิ Column.....	34
ก.9 บริเวณสำหรับฉีดสารตัวอย่างเข้าสู่ระบบ.....	35
ก.10 หน้าต่าง Device monitor.....	35
ข.1 กราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสด้วยเครื่อง HPLC.....	37
ข.2 กราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไซโลสด้วยเครื่อง HPLC.....	38
ง.1 สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 2 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	46
ง.2 สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	47
ง.3 สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 10 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	47

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์

ปัจจุบันอุตสาหกรรมอาหารและเครื่องดื่มในประเทศไทยถือเป็นอุตสาหกรรมที่สำคัญและมีแนวโน้มในการเติบโตทางด้านเศรษฐกิจเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง จากข้อมูลของสำนักงานสถิติแห่งชาติ เมื่อเปรียบเทียบสัดส่วนค่าใช้จ่ายด้านอาหารของภาคครัวเรือนในประเทศไทยกับอัตราการเติบโตทางด้านเศรษฐกิจ พบว่ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นไปในทิศทางเดียวกัน [1] ดังนั้นการเติบโตทางด้านอุตสาหกรรมอาหารอย่างต่อเนื่องจึงเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดการพัฒนาคิดค้นวิธีการต่าง ๆ ที่จะทำให้คุณภาพอาหารมีความสดใหม่อยู่เสมอ รวมทั้งทำให้อาหารมีคุณสมบัติตามที่ต้องการ เช่น การผสมเป็นเนื้อเดียวกันของนมช็อกโกแลต เป็นต้น

คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสหรือซีเอ็มซี (Carboxymethyl cellulose, CMC) จัดเป็นสารประเภทคาร์โบไฮเดรตชนิดหนึ่ง ซึ่งเป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลส มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว ไม่มีกลิ่น ไม่มีรสชาติ ละลายน้ำได้ดี และมีคุณสมบัติเป็นสารเพิ่มความหนืดและสารคงสภาพ [2] จากคุณสมบัติดังกล่าวนี้ทำให้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสถูกนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมอาหารอย่างแพร่หลาย เช่น สารป้องกันการตกผลึกในไอศกรีม สารป้องกันการคอลลอยด์ในมายองเนส สารช่วยในการแขวนลอยในผลิตภัณฑ์อาหารประเภทนมและน้ำผลไม้ สารทำให้ข้นในน้ำสลัดและเครื่องดื่ม เป็นต้น นอกจากนี้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสมีค่าพีเอช (pH) เป็นกลาง ไม่เป็นอันตรายต่อผู้ใช้ และสามารถย่อยสลายได้ด้วยจุลินทรีย์ จึงไม่ก่อให้เกิดปัญหาน้ำเน่าเสีย ด้วยเหตุนี้ทำให้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสนิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมด้านอื่น ๆ ด้วย เช่น สารก่อกฟิล์มในผลิตภัณฑ์ประเภทครีม โลชั่น แชมพู ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง สารทำข้นในอุตสาหกรรมกาว สารทำให้ด้ายดิบมีความแข็งแรง ทน เรียบและมีน้ำหนักในอุตสาหกรรมสิ่งทอ สารเคลือบกระดาษเพื่อให้เกิดการพิมพ์หมึกดีขึ้นในอุตสาหกรรมกระดาษ เป็นต้น กระบวนการผลิตคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในอุตสาหกรรมเกิดจากปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน (Carboxymethylation) ระหว่างเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับโซเดียมคลอโรอะซิเตท และเกิดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการคือโซเดียมคลอไรด์และโซเดียมไกลโคเลทจากปฏิกิริยาข้างเคียง จึงต้องมีการสกัดแยกออกเพื่อให้ได้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์สูง [3] ปัจจุบันมีการศึกษาวิธีการผลิตคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรมากขึ้น เช่น เปลือกส้มโอ [4] เปลือกทุเรียน [5] เปลือกข้าวโพด [6] เป็นต้น โดยวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรเหล่านี้มีปริมาณเซลลูโลสอยู่มาก ทั้งนี้เพื่อลดปัญหาปริมาณวัสดุเหลือใช้และเพิ่มมูลค่าวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรอีกด้วย

สับปะรดและมะพร้าวเป็นผลไม้ที่นิยมปลูกในประเทศไทยและมีความสำคัญทางด้านเศรษฐกิจเป็นอย่างมาก จากข้อมูลของสำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร พบว่าในปี 2561 ประเทศไทยมีผลผลิตสับปะรดประมาณ 2,284,000 ตัน [7] และมีผลผลิตมะพร้าวประมาณ 860,160 ตัน [8] นอกจากนี้ข้อมูลการส่งออกผลไม้สดของสำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่าในปี 2559 ประเทศไทยมีการส่งออกสับปะรดและมะพร้าวอ่อนมากเป็นอันดับที่ 18 และ 4 จากการส่งออกผลไม้ทั้งหมดตามลำดับ [9] ซึ่งภายหลังกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์สับปะรดทำให้เกิดวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร เช่น เปลือกสับปะรดและแกนสับปะรดเป็นจำนวนมาก [10] ในขณะที่การผลิตผลิตภัณฑ์มะพร้าวทำให้เกิดวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร เช่น เปลือกมะพร้าวและกะลามะพร้าว เป็นต้น [11]

ด้วยเหตุนี้ในงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะนำแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนมาเป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสสำหรับใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมอาหารโดยจะทำการสกัดเซลลูโลสจากแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนด้วยวิธีการต้มด้วยด่าง (Alkaline treatment) [12] โดยการวิเคราะห์เบื้องต้นพบว่าปริมาณเซลลูโลสในแกนสับปะรดมีมากกว่าในเปลือกมะพร้าวอ่อนและทำการเตรียมวัตถุดิบตั้งต้นได้ง่ายกว่า งานวิจัยนี้จึงเน้นเฉพาะแกนสับปะรด จากนั้นจะนำเซลลูโลสที่สกัดได้มาศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการผลิตคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีคุณภาพสูง ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้สำหรับขั้นตอนการทำปฏิกิริยากับด่าง (Alkalization) ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คาร์บอกซิเมทิลเลชัน (Carboxymethylation) และวิเคราะห์หาภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด ด้วยค่าระดับการแทนที่ (Degree of substitution) ของหมู่คาร์บอกซิเมทิลในเซลลูโลส การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR) ค่าความหนืด (Viscosity) และความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility) ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์

เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด

## 1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์

การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด ที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส และใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดโมโนคลอโรอะซิติกในการทำปฏิกิริยา ตัวแปรที่ต้องการศึกษาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ได้แก่

1. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ : ร้อยละ 20 และ 30 โดยมวลต่อปริมาตร
2. ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก : 2.5 และ 10 กรัม
3. เวลาในการทำปฏิกิริยา คาร์บอกซิเมทิลเลชัน : 1, 3 และ 5 ชั่วโมง

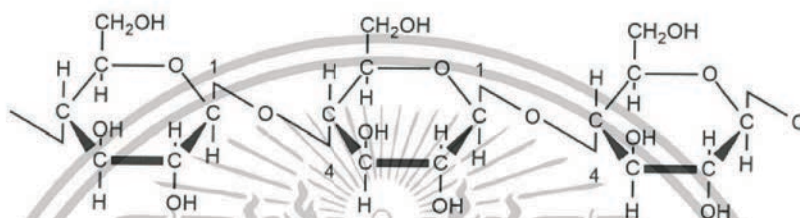
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

# ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

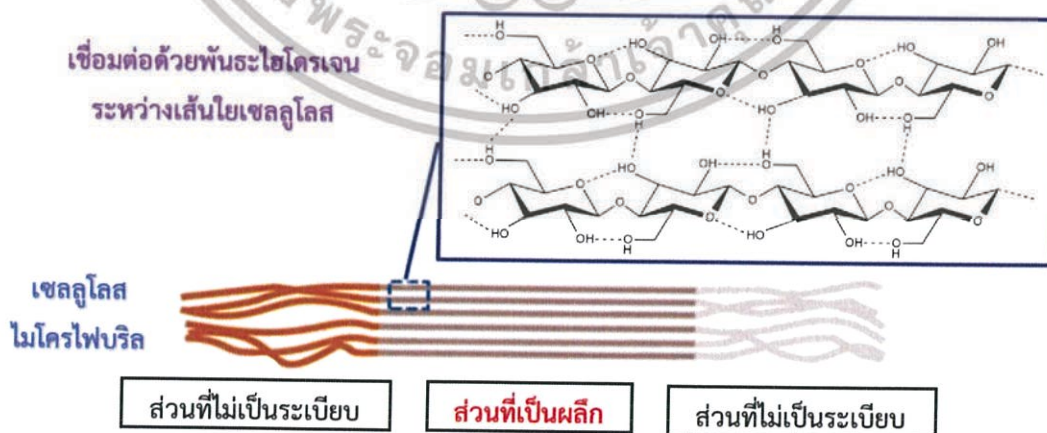
### 2.1 เซลลูโลส (Cellulose)

เซลลูโลสจัดเป็นคาร์โบไฮเดรตประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ประกอบด้วยกลูโคส (Glucose) ตั้งแต่ 2,000 โมเลกุลขึ้นไป เชื่อมต่อกันในลักษณะเส้นตรงด้วยพันธะไกลโคซิดิก (Glycosidic bond) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 1 และตำแหน่งที่ 4 ของโมเลกุล [13] ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 การเชื่อมต่อกันของโมเลกุลกลูโคสในเซลลูโลส

เซลลูโลสพบมากในผนังเซลล์พืช โดยผนังเซลล์พืชประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก 3 ชนิด ได้แก่เซลลูโลสประมาณ 35-50% เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) ประมาณ 20-35% และลิกนิน (Lignin) ประมาณ 10-25% ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของพืช [14] เส้นใยเซลลูโลสในผนังเซลล์พืชจะมีลักษณะเรียงตัวกันเป็นกลุ่ม เรียกว่า เซลลูโลสไมโครไฟบริล (Cellulose microfibril) ประกอบด้วย 2 ส่วน คือส่วนที่เป็นผลึก (Crystalline region) ซึ่งเกิดจากการจัดเรียงตัวขนานกันอย่างเป็นระเบียบและยึดติดกันด้วยพันธะไฮโดรเจน ทำให้มีความแข็งแรง และส่วนที่ไม่เป็นระเบียบ (Amorphous region) ซึ่งจะทำให้เกิดความยืดหยุ่น [15] ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 เส้นใยเซลลูโลสส่วนที่เป็นผลึก (Crystalline region) และส่วนที่ไม่เป็นระเบียบ (Amorphous region) [16]

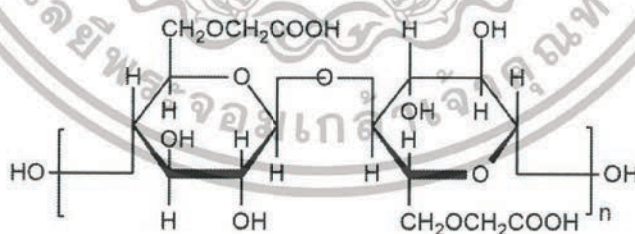
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมบัติทั่วไปของเซลลูโลส คือเป็นเส้นใยที่ไม่ละลายน้ำแต่สามารถดูดซับน้ำไว้ที่บริเวณผิวได้ ทำให้เกิดการพองตัวของเส้นใยขึ้น นอกจากนี้ยังไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์และสารละลายต่าง อ่อน แต่สามารถละลายในสารละลายกรดแก่และต่างแก่ได้ จึงสามารถแบ่งเซลลูโลสตามลักษณะการ ละลายในสารละลายกรดหรือต่างได้ ดังนี้ [15]

1. แอลฟาเซลลูโลส ( $\alpha$ -cellulose) มีค่า Degree of polymerization มากกว่า 200 [17] ไม่ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 17.5 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
2. เบต้าเซลลูโลส ( $\beta$ -cellulose) มีค่า Degree of polymerization อยู่ที่ 10-200 [17] สามารถละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 17.5 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แต่ตกตะกอนได้ง่ายในสารละลายที่มีภาวะเป็นกรด
3. แกมมาเซลลูโลส ( $\gamma$ -cellulose) มีค่า Degree of polymerization น้อยกว่า 10 [17] สามารถละลายได้ดีในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 17.5 โดยน้ำหนัก ที่ อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และสารละลายกรดเจือจาง แต่ตกตะกอนได้ในแอลกอฮอล์ การใช้ประโยชน์ของเซลลูโลสนั้นมีหลากหลาย เช่น การสลายตัวของเซลลูโลสเพื่อให้ได้ กลูโคส ซึ่งเป็นสารตั้งต้นของสารเคมีสำคัญหลายชนิด เช่น กรดแลกติก เป็นต้น นอกจากนี้เซลลูโลส สามารถนำมาทำปฏิกิริยาเกิดเป็นคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ละลายน้ำได้ และสามารถนำมาใช้ ประโยชน์ได้หลากหลายในด้านอุตสาหกรรม

## 2.2 คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose, CMC)

คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลสในรูปไอออนที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย ในอุตสาหกรรม เกิดจากการแทนที่ไฮโดรเจนอะตอมในหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสด้วยหมู่ คาร์บอกซิเมทิล ( $-\text{CH}_2\text{-COO}-$ ) [18] ดังแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ระดับการแทนที่เท่ากับ 1

สมบัติทั่วไปของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส คือมีน้ำหนักโมเลกุลประมาณ 2,100–500,000 เป็นสารไม่มีสี ไม่มีกลิ่น สามารถละลายในน้ำได้แต่ไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ ทั้งนี้ ความสามารถในการละลายน้ำขึ้นอยู่กับระดับการแทนที่ โดยคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีระดับการ แทนที่มากกว่า 0.1 จะละลายในน้ำ มีความหนืดประมาณ 5-6,000 เซนติพอยส์ นอกจากนี้มีความ เป็นกรด-ด่างประมาณ 6.8–8.0 และไม่เป็นอันตรายต่อผู้ใช้ จึงเป็นที่นิยมในอุตสาหกรรมหลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

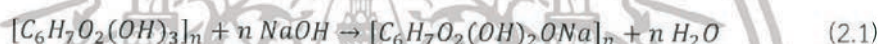
ประเภท เช่น อุตสาหกรรมอาหารและยา อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมสิ่งทอ อุตสาหกรรมผงซักฟอก และอุตสาหกรรมสี เป็นต้น [3]

ในอุตสาหกรรมอาหาร คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสถูกใช้เป็นสารเพิ่มความหนืด (Thickening agent) และสารคงสภาพ (Stabilizing agent) ในผลิตภัณฑ์หลายชนิด [2] เช่น ใช้เพิ่มความข้นหนืดให้กับผลิตภัณฑ์ประเภทน้ำสลัด ซอส ใช้สำหรับป้องกันการตกตะกอนของผลิตภัณฑ์ประเภทนมและน้ำผลไม้ [3] ใช้ในผลิตภัณฑ์ไอศกรีมทำให้มีเนื้อเนียนนุ่ม ป้องกันการแยกชั้นและการเกิดผลึกน้ำแข็งภายในเนื้อไอศกรีม [19] เป็นต้น

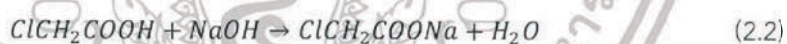
### 2.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

ในกระบวนการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ประกอบด้วยการทำปฏิกิริยา 2 ขั้นตอน ได้แก่ การทำปฏิกิริยากับด่าง (Alkalization) และปฏิกิริยาการบอกรีเมทิลเลชัน (Carboxymethylation) [18]

การทำปฏิกิริยากับด่าง เกิดจากเซลลูโลส ( $[C_6H_7O_2(OH)_3]_n$ ) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) เกิดเป็นโซเดียมเซลลูโลส (Sodium cellulosate,  $[C_6H_7O_2(OH)_2ONa]_n$ ) และน้ำ ดังสมการที่ (2.1)



เมื่อเติมกรดโมโนคลอโรอะซิติก (Monochloroacetic acid,  $ClCH_2COOH$ ) เพื่อทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ เกิดเป็นโซเดียมคลอโรอะซิเตท (Sodium chloroacetate,  $ClCH_2COONa$ ) ดังสมการที่ (2.2) และคลอรีนในโซเดียมคลอโรอะซิเตททำปฏิกิริยากับโซเดียมเซลลูโลสเกิดเป็นคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ( $[C_6H_7O_2(OH)_2OCH_2COONa]_n$ ) ดังสมการที่ (2.3) เรียกปฏิกิริยานี้ว่า ปฏิกิริยาการบอกรีเมทิลเลชัน



แต่ถ้าน้ำและโซเดียมไฮดรอกไซด์ในระบบมีปริมาณสูงเกินไป จะส่งผลให้ระบบมีภาวะเป็นด่างและเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงขึ้น เกิดเป็นกรดไกลโคลิก (Glycolic acid,  $HOCH_2COOH$ ) โซเดียมไกลโคเลท (Sodium glycolate,  $HOCH_2COONa$ ) และโซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl) ดังสมการที่ (2.4) และ (2.5)



เซลลูโลสที่นำมาผลิตคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสสามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น เตรียมจากเยื่อไม้ แต่ปัจจุบันมีการทดลองนำวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรเช่น ชังข้าวโพด เปลือกทุเรียน มาสกัดเซลลูโลสเพื่อใช้ในการผลิตคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสมากขึ้น

## 2.4 การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร

การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ได้มาตรฐานจะต้องใช้แอลฟาเซลลูโลส ( $\alpha$ -cellulose) หรือเซลลูโลสบริสุทธิ์ในการผลิต [12] ซึ่งในต่างประเทศมีการผลิตแอลฟาเซลลูโลสจากไม้ยืนต้นประเภทสนและยูคาลิปตัส [2] แต่ปัจจุบันได้มีการนำวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรที่มีปริมาณเซลลูโลสสูงมาทดลองสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสมากขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 2.1 เพื่อเป็นการเพิ่มมูลค่าและนำวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรที่มีปริมาณมากมาใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบภาวะในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร

สารตั้งต้น	ปริมาณเซลลูโลส (กรัม)	ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร)	ปริมาณกรดคลอโรอะซิติก (กรัม)	เวลา (ชั่วโมง)	ระดับการแทนที่	อ้างอิง
เปลือกส้มโอ	5	40	6.6	6	0.54	[4]
เปลือกทุเรียน	15	30	18	4.5	0.87	[5]
เปลือกมะพร้าวอ่อน	5	30	6	5	0.81	[12]
ฝ้าย	5	20	5	3	0.87	[20]
กากอ้อย	5	62.5	25.67	3	0.40	[21]

การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสให้มีคุณภาพและมีคุณสมบัติตามต้องการ เช่น ความสามารถในการละลายน้ำ ความหนืด จำเป็นต้องใช้ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ โดยอาศัยการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส เช่น ปริมาณสารตั้งต้นตัวทำละลาย เป็นต้น

## 2.5 ปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

### 2.5.1 อิทธิพลของสารตั้งต้น (NaOH : ClCH<sub>2</sub>COOH : Cellulose)

T. Shui และคณะ [18] ศึกษาอิทธิพลของสารตั้งต้นที่มีต่อความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่สกัดได้ โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 2 กรณี คือ (1) อิทธิพลจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ (2) อิทธิพลจากกรดโมโนคลอโรอะซิติก และทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลชันที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตรเป็นตัวทำละลาย สำหรับกรณีที่ 1 ทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลสารตั้งต้นในช่วง 4.0-4.8:2:1 และนำไปทดสอบความสามารถในการละลายน้ำ พบว่ามีคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสส่วนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไม่ละลายน้ำมากกว่า 70% โดยมวล จากนั้นทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลสารตั้งต้น 5.0:2:1 พบว่าคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ได้สามารถละลายน้ำได้มากขึ้นโดยมีส่วนที่ไม่ละลายน้ำ 45.23% โดยมวล แต่การใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณสูงเกินไปจะส่งผลให้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ได้มีสีเหลือง ทั้งนี้เนื่องจากการสลายตัวของโซเดียมไฮดรอกไซด์ส่วนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา สำหรับกรณีที่ 2 ทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลกรดโมโนคลอโรอะซิติกต่อเซลลูโลสในช่วง 4:2-3:1 พบว่าการเพิ่มจำนวนโมลกรดโมโนคลอโรอะซิติกจะส่งผลให้ความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเพิ่มขึ้น แต่การใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติกในปริมาณที่สูงเกินไปจะส่งผลให้ความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสลดลง ทั้งนี้เนื่องจากกรดโมโนคลอโรอะซิติกส่วนเกินจะทำปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้การเกิดปฏิกิริยาของเซลลูโลสกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ลดลง ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันจึงลดลงด้วยเช่นกัน [18]

V. Pushpamalar และคณะ [22] ทำการทดลองโดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ต่างกัน คือ ในช่วงร้อยละ 10-40 โดยมวลต่อปริมาตร และใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 6 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายไอโซโพรพานอลเข้มข้นร้อยละ 80 โดยปริมาตรเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่าค่า DS เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และมีค่าสูงสุดเท่ากับ 0.821 เมื่อใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 25 โดยมวลต่อปริมาตร จากนั้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นพบว่าค่า DS มีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงซึ่งเกิดจากโซเดียมไฮดรอกไซด์กับโซเดียมคลอโรอะซิเตต ดังนั้นโซเดียมคลอโรอะซิเตตจึงถูกนำไปใช้ทำปฏิกิริยาข้างเคียงจนหมด ค่า DS จึงลดลง [22]

นอกจากนี้ V. Pushpamalar และคณะ [22] ทำการทดลองโดยใช้ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่ต่างกัน คือ ในช่วง 2-7 กรัม โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และทำการทดลองที่ภาวะเดิม จากการทดลองพบว่าค่า DS เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มกรดโมโนคลอโรอะซิติก และมีค่ามากที่สุดเท่ากับ 0.768 เมื่อใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 6 กรัม หลังจากนั้นเมื่อใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 7 กรัมพบว่าค่า DS มีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องจากที่ภาวะนี้ปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดขึ้นมากกว่าปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน [22]

### 2.5.2 อิทธิพลของขนาดอนุภาคเซลลูโลส

Md.I.H. Mondal และคณะ [6] ทำการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคเซลลูโลสในช่วง 74-1,071 ไมโครเมตร และระดับการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3.5 ชั่วโมง และใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่าค่า DS จะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เซลลูโลสที่มีขนาดอนุภาคลดลง โดยค่า DS สูงสุดที่ได้คือ 2.41 จากการใช้เซลลูโลสที่มีขนาดอนุภาค 74 ไมโครเมตร ทั้งนี้เนื่องจากขนาดอนุภาคที่เล็กลงจะทำให้เกิดพื้นที่ผิวและจำนวนหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถเกิดปฏิกิริยาแทนที่ด้วยหมู่คาร์บอกซิเมทิลเพิ่มขึ้น สารตั้งต้นจึงสามารถทำปฏิกิริยากับอนุภาคเซลลูโลสได้เพิ่มขึ้น ค่า DS จึงเพิ่มขึ้น [6]

Mst.S. Yeasmin และ Md.I.H. Mondal [23] ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาค เซลลูโลสในช่วง 74-1,071 ไมโครเมตร และความหนืดของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้ โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3.5 ชั่วโมง และใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่าค่าความหนืดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นในทิศทางเดียวกับค่า DS เมื่อใช้ขนาดอนุภาค เซลลูโลสเล็กลง เนื่องจากขนาดอนุภาคที่ลดลงทำให้เกิดปฏิกิริยาแทนที่เพิ่มขึ้น ส่งผลให้โพลีเมอร์มี ขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นความหนืดของสารละลายคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจึงเพิ่มขึ้น [23]

### 2.5.3 อิทธิพลของตัวทำละลาย (Solvent)

V. Pushpamalar และคณะ [22] ทำการทดลองโดยใช้ตัวทำละลายในปฏิกิริยา คาร์บอกซีเมทิลเลชันที่แตกต่างกัน ได้แก่ น้ำ ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethylformamide) เมทานอล (Methanol) ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethylsulfoxide) ไอโซโพรพานอล (Isopropyl alcohol) เอทานอล (Ethanol) และบิวทานอล (Butanol) โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 6 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่าการใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย ทำให้ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้มีค่า DS สูงสุด คือ 0.558 ทั้งนี้เนื่องจากตัวทำละลายใน ปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชันจะทำหน้าที่ให้ Etherifying reagent ทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสได้มากกว่า ปฏิกิริยาการเกิดไกลโคเลต (Glycolate) โดยปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชันจะเกิดมากขึ้นเมื่อสภาพขั้ว ของตัวทำละลายลดลง [22]

B.K. Barai และคณะ [24] ทำการทดลองโดยใช้ตัวทำละลายในปฏิกิริยา คาร์บอกซีเมทิลเลชันที่แตกต่างกัน ได้แก่ น้ำ เอทานอล ไอโซโพรพานอล และไอโซบิวทานอล และทำ ปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและเวลาคงที่ จากการทดลองพบว่าค่า DS สูงสุดมีค่าเท่ากับ 0.68 ซึ่งได้จากการ ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย ทั้งนี้พิจารณาจากสภาพขั้วของตัวทำละลายและรูปร่างของ โมเลกุลสารเคมี (Stereochemistry) พบว่าการลดลงของสภาพขั้วทำให้ปฏิกิริยาเกิดมากขึ้น และ ไอโซบิวทานอลซึ่งมีสภาพขั้วน้อยที่สุดแต่ให้ค่า DS ต่ำกว่าการใช้เอทานอลและไอโซโพรพานอล ทั้งนี้ อาจเพราะโครงสร้างโมเลกุลที่มีหมู่เมทิลล้อมรอบคาร์บอนอะตอมทำให้เกิดการกีดขวางเนื่องจาก ขนาด (Steric hindrance) ต่อการทำปฏิกิริยา [24]

### 2.5.4 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชัน

V. Pushpamalar และคณะ [22] ได้ทำการทดลองโดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา คาร์บอกซีเมทิลเลชันที่แตกต่างกัน คือ ในช่วง 1-4 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 6 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ใช้สารละลายไอโซโพรพานอลเข้มข้นร้อยละ 80 โดยปริมาตรเป็นตัวทำละลาย และจาก การทดลองพบว่า ค่า DS เพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาในช่วง 1 ชั่วโมงขึ้นไปและมีค่า DS สูงสุดเมื่อทำปฏิกิริยาที่เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาพบว่าค่า DS มีค่าลดลง ทั้งนี้การเพิ่มขึ้นของค่า DS ในช่วงเวลา 1-3 ชั่วโมงอาจเนื่องมาจากการเพิ่มขึ้นของเวลาในการทำ ปฏิกิริยาทำให้สารตั้งต้นและเซลลูโลสสามารถสัมผัสกันได้มากยิ่งขึ้น และการลดลงของค่า DS ในช่วง

เวลา 3-4 ชั่วโมง อาจเนื่องมาจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้น [22]

G. Joshi และคณะ [25] ทำการทดลองโดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่แตกต่างกัน คือ ในช่วง 1-4 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.094 โมลาร์ และสารละลายกรดโมโนคลอโรอะซิติกเข้มข้น 0.108 โมลาร์ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และใช้ไฮโปฟรพานอลเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่าค่า DS เพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดเท่ากับ 1.07 เมื่อทำปฏิกิริยาที่เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาพบว่าค่า DS มีค่าลดลง ทั้งนี้อาจเป็นเพราะเกิดการย่อยสลายผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidative degradation) ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส [25]

### 2.5.5 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน

G. Joshi และคณะ [25] ทำการทดลองโดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่แตกต่างกัน คือ ในช่วง 40-70 องศาเซลเซียส ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และใช้ไฮโปฟรพานอลเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่า ค่า DS มีค่าสูงสุดเท่ากับ 1.07 เมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาพบว่าค่า DS มีค่าลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องจากการสลายตัวของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเมื่อสัมผัสออกซิเจนและความร้อน [25]

Fang Jia และคณะ [26] ทำการทดลองโดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่แตกต่างกัน ในช่วง 45-100 องศาเซลเซียส ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 3 ชั่วโมงและใช้สารละลายเอทานอลเป็นตัวทำละลาย จากการทดลองพบว่า ค่า DS เพิ่มขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาในช่วง 45 องศาเซลเซียสขึ้นไป และมีค่าสูงสุดเท่ากับ 1.02 ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 65 องศาเซลเซียส จากนั้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาพบว่าค่า DS ลดลง การลดลงของค่า DS นี้ อาจเนื่องมาจากการสลายตัวของเซลลูโลสกลายเป็น C-2 C-3 หรือคีโตน (Ketone) [26]

## บทที่ 3

### การดำเนินงาน

#### 3.1 การเตรียมแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนสำหรับการทดลอง

การสกัดเซลลูโลสและสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส จะใช้แกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนที่มีขนาด 425-600 ไมโครเมตร ดังนั้นจึงต้องเตรียมแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน โดยนำมาล้างทำความสะอาด หั่นเป็นชิ้น จากนั้นนำไปอบ บด และร่อนด้วยชุดตะแกรงร่อนเพื่อให้ได้ขนาดตามที่ต้องการ

##### วัสดุและอุปกรณ์

1. ถังพลาสติก
2. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
3. บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
4. มีดและเขียง
5. ตู้อบลมร้อน
6. เครื่องบดแบบค้อนเหวี่ยง (Hammer mill)
7. ชุดตะแกรงร่อนคัดขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 425 และ 600 ไมโครเมตร
8. กล้องพลาสติกบรรจุซิลิกาเจล

##### สารเคมี

1. แคลเซียมไฮโปคลอไรท์ ( $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ ) ร้อยละ 65 โดยมวล
2. แกนสับปะรด
3. เปลือกมะพร้าวอ่อน

##### ขั้นตอนการทดลอง

1. เตรียมสารละลายคลอรีนเข้มข้น 500 มิลลิลิตรต่อลิตร โดยชั่งแคลเซียมไฮโปคลอไรท์ 4.61 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์และเติมน้ำปริมาตร 200 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน จากนั้นนำส่วนที่ใสของสารละลาย เทลงในถังพลาสติกและเติมน้ำจนมีปริมาตร 6 ลิตร
2. นำแกนสับปะรดหรือเปลือกมะพร้าวอ่อน (เฉพาะส่วนสีขาว) ที่หั่นแล้ว ล้างด้วยสารละลายคลอรีน เป็นเวลา 5 นาที
3. นำแกนสับปะรดหรือเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผ่านการล้างแล้วอบในตู้อบลมร้อน โดยแกนสับปะรดอบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเปลือกมะพร้าวอ่อนอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง
4. บดแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนด้วยเครื่องบดแบบค้อนเหวี่ยง (Hammer mill)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. คัดขนาดด้วยชุดตะแกรงร่อน โดยเลือกใช้แกนสับปรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 425-600 ไมโครเมตร
6. นำแกนสับปรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนที่คัดขนาดแล้วใส่ในกล่องพลาสติกที่บรรจุซิลิกาเจล เพื่อดูดความชื้น

### 3.2 การสกัดเซลลูโลส

การสกัดเซลลูโลสจากแกนสับปรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน ใช้วิธีของ Kanokpanont และคณะ [12] ซึ่งเป็นวิธีการต้มด้วยด่าง (Alkaline treatment)

#### วัสดุและอุปกรณ์

1. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
2. ขวดรูปชมพู่แบบมีฝาปิด ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. บีกเกอร์ขนาด 400 และ 600 มิลลิลิตร
4. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
5. เครื่องกวนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Hotplate and Stirrer)
6. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
7. ผ้าขาวบาง
8. ตู้อบความร้อน

#### สารเคมี

1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยมวลต่อปริมาตร
2. น้ำกลั่น

#### ขั้นตอนการทดลอง

1. ผสมแกนสับปรดหรือเปลือกมะพร้าวและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้นร้อยละ 10 โดยมวลต่อปริมาตรลงในขวดรูปชมพู่ ในอัตราส่วน 1:10 (มวลตัวอย่างต่อปริมาตรสารละลาย)
2. นำไปปั่นกวนด้วยเครื่องกวนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
3. นำเยื่อที่ได้ไปกรองด้วยผ้าขาวบางและล้างด้วยน้ำกลั่น
4. อบเยื่อที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

### 3.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน (Klason lignin)

การวิเคราะห์องค์ประกอบของแกนสับปรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังสกัดเซลลูโลสโดยใช้วิธีเคลซอนลิกนิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### วัสดุและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร
2. เครื่องชั่งน้ำหนัก 5 ตำแหน่ง
3. ตู้อบลมร้อน
4. ปีเปตขนาด 10 มิลลิลิตร
5. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
6. กระจกบดขนาด 100 มิลลิลิตร
7. แท่งแก้วคนสาร
8. ตู้อบควัน
9. ถังมือกันสารเคมี
10. ขวดแก้วทนความร้อน
11. อลูมิเนียมฟอยล์
12. หม้อต้มความดันสูง (Autoclave)
13. กระดาษกรอง
14. กรวยกรองบุชเนอร์
15. ปิ๊มสุญญากาศ
16. กล่องพลาสติกบรรจุซิลิกาเจล

### สารเคมี

1. กรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) เข้มข้นร้อยละ 98 โดยมวล
2. น้ำกลั่น

### ขั้นตอนการทดลอง

1. อบอุ่นตัวอย่างที่ต้องการทดสอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และทิ้งให้เย็นตัวในกล่องพลาสติกบรรจุซิลิกาเจล
2. ชั่งตัวอย่าง 0.2 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
3. เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 72 โดยมวล โดยนำกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 98 โดยมวล ปริมาตร 66 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และใช้น้ำกลั่นปรับปริมาตร (ควรเตรียมสารละลายในอ่างน้ำแข็ง เนื่องจากมีความร้อนเกิดขึ้นสูงมากขณะเตรียมสาร) จากนั้นปีเปตสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 72 โดยมวล ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ใส่ลงบีกเกอร์ในข้อ 2 และคนของผสมด้วยแท่งแก้วเพื่อทำปฏิกิริยา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. ตวงน้ำกลั่นปริมาตร 75 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ เมื่อทำปฏิกิริยาครบ 2 ชั่วโมง เทน้ำกลั่นบางส่วนลงในบีกเกอร์เพื่อหยุดปฏิกิริยา
5. เทของผสมใส่ขวดแก้วทนความร้อน และใช้น้ำกลั่นที่เหลือล้างบีกเกอร์หลาย ๆ ครั้ง จากนั้นเทใส่ขวดแก้วอย่างระมัดระวัง จะได้ของผสมที่มีปริมาตร 77 มิลลิลิตร ปิดฝาขวดแก้วให้สนิท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. นำขวดแก้วที่บรรจุของผสมในข้อ 5 ไปให้ความร้อนในหม้อต้มความดันสูง ที่อุณหภูมิ 121 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นรอให้ความดันและอุณหภูมิภายในหม้อต้มลดลงก่อนเปิดฝา
7. กรองของผสมที่ได้ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ จากนั้นนำกระดาษกรองที่มีอนุภาคของแข็งอยู่ด้านบนมาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
8. ชั่งน้ำหนักอนุภาคของแข็งที่ได้ เพื่อคำนวณหาร้อยละโดยมวลของลิกนินในสารตัวอย่าง ตามสมการที่ 3.1

$$\text{ร้อยละโดยมวลของลิกนิน} = \frac{\text{มวลของลิกนิน}}{\text{มวลของตัวอย่าง}} \times 100 \quad (3.1)$$

9. นำของเหลวที่ได้จากการกรองมาวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลกลูโคสและน้ำตาลไซโลส ซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในตัวอย่าง ตามลำดับ (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข) ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatography, HPLC) โดยใช้ชนิดคอลัมน์และภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง ตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ภาวะสำหรับวิเคราะห์กลูโคสและไซโลสด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

หัวข้อ	ภาวะเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงที่ใช้
ชนิดคอลัมน์	Phenomenex Rezex RHM-Monosaccharide H+ (8%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร
วัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase)	น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
อัตราการไหล	0.7 มิลลิลิตรต่อนาที
อุณหภูมิคอลัมน์	65 องศาเซลเซียส
วิธีการตรวจวัด	ตรวจจับสัญญาณความแตกต่างของดัชนีหักเหแสงระหว่างสารตัวอย่างกับวัฏภาคเคลื่อนที่

### 3.4 การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ได้แก่ การทำปฏิกิริยากับด่าง (Alkalization) และ ปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน (Carboxymethylation)

#### วัสดุและอุปกรณ์

1. ขวดรูปชมพู่แบบมีฝาปิด ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
3. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
5. เครื่องกวนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Hotplate and Stirrer)
6. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
7. กระจกทรง
8. เครื่องวัดพีเอช (pH meter)
9. กรวยกรองบุชเนอร์
10. บีมสุญญากาศ
11. ตู้อบลมร้อน

### สารเคมี

1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
2. ไอโซโพรพานอล
3. กรดโมโนคลอโรอะซิติก
4. กรดอะซิติก (Acetic acid glacial)
5. สารละลายเมทานอลเข้มข้นร้อยละ 70 โดยปริมาตร
6. สารละลายเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 70 โดยปริมาตร
7. น้ำกลั่น

### ขั้นตอนการทดลอง

#### ปฏิกิริยากับด่าง (Alkalinization)

นำเซลลูโลสที่สกัดได้จากแกนสับปะรด 5 กรัม ผสมกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามความเข้มข้นที่ต้องการศึกษา (ตารางที่ 3.2) ปริมาตร 17 มิลลิลิตร และไอโซโพรพานอล ปริมาตร 150 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นกวนด้วยเครื่องกวนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

#### ปฏิกิริยาการบอกลีเมทิลเลชัน (Carboxymethylation)

1. เติมกรดโมโนคลอโรอะซิติก ตามปริมาณที่ต้องการศึกษา (ตารางที่ 3.2) และปั่นกวนต่อเป็นเวลา 60 นาที จากนั้นนำเข้าสู่ตู้อบเพื่อทำปฏิกิริยาต่อที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษา (ตารางที่ 3.2)
2. กรองของผสมที่ได้จากการทำปฏิกิริยาด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ และล้างส่วนที่เป็นอนุภาคของแข็งด้วยสารละลายเมทานอลเข้มข้นร้อยละ 70 โดยปริมาตร 100 มิลลิลิตร เพื่อกำจัดโซเดียมคลอไรด์และโซเดียมไกลโคเลตที่เกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียง จากนั้นปรับค่าพีเอชให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติก
3. กรองและล้างอนุภาคของแข็งด้วยสารละลายเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 70 โดยปริมาตร 500 มิลลิลิตร
4. นำอนุภาคของแข็งที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสตามที่ต้องการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ตารางที่ 3.2 ตัวแปรที่ทำการศึกษาการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

ตัวแปรที่ศึกษา	ภาวะในการทำปฏิกิริยาที่ต้องการศึกษา
ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร)	20 และ 30
ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก (กรัม)	2.5 และ 10
เวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน (ชั่วโมง)	1.3 และ 5

### 3.5 การทดสอบคุณสมบัติของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

#### 3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

FT-IR เป็นเทคนิคในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสารด้วยรังสีอินฟราเรด ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ โดยอาศัยหลักการในการดูดกลืนพลังงานแสงของพันธะเคมีในโมเลกุลของสาร ซึ่งพันธะเคมีแต่ละชนิดจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นต่างกัน และเนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลสไม่มีพันธะ C=O แต่เมื่อนำเซลลูโลสไปทำปฏิกิริยาจะเกิดการแทนที่ของหมู่คาร์บอกซิเมทิลขึ้น ทำให้เกิดพันธะ C=O ขึ้น ดังนั้นจึงสามารถตรวจสอบการเกิดคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากการเพิ่มขึ้นของพันธะ C=O ได้

#### 3.5.2 ระดับการแทนที่ (Degree of substitution, DS)

การทดสอบระดับการแทนที่ของหมู่คาร์บอกซิเมทิลที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยา สามารถตรวจวิเคราะห์ได้ด้วยวิธีตามมาตรฐาน ASTM D 1439-03 (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ค)

#### วัสดุและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร
3. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
4. เครื่องกวนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Hotplate and Stirrer)
5. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
6. บิวเรต
7. กระดาษกรอง
8. กรวยกรองบุชเนอร์
9. บีมสูญญากาศ
10. ตู้อบลมร้อน

#### สารเคมี

1. สารละลายเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 80 และ 95 โดยปริมาตร
2. เมทานอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. กรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 65 โดยมวล
4. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.3 โมลาร์
5. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.3 โมลาร์
6. น้ำกลั่น

#### ขั้นตอนการทดลอง

1. ผสมตัวอย่าง 2 กรัม และสารละลายเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตร 75 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ ปั่นกวนจนเข้ากัน จากนั้นเติมกรดไนตริก 5 มิลลิลิตร และปั่นกวนต่อ เป็นเวลา 2 นาที
2. ต้มของผสมให้เดือดเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นปั่นกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที
3. นำของผสมที่ได้มากรองและล้างด้วยสารละลายเอทานอลเข้มข้นร้อยละ 95 และ 80 โดยปริมาตร ตามลำดับ จากนั้นล้างด้วยเมทานอล และให้ความร้อนจนกระทั่งแอลกอฮอล์ระเหยออกไป
4. อบตัวอย่างที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
5. ชั่งตัวอย่างจากข้อ 4 ปริมาณ 1 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ จากนั้นเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.3 โมลาร์ 25 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันและต้มสารให้เดือดเป็นเวลา 15 นาที
7. โทเทรตสารในข้อ 5 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.3 โมลาร์
8. คำนวณหาค่าระดับการแทนที่ (DS) ตามสมการที่ 3.2 และ 3.3

$$DS = \frac{0.162A}{(1 - 0.0584A)} \quad (3.2)$$

$$A = \frac{(BC - DE)}{F} \quad (3.3)$$

โดยที่ A คือ ปริมาณเทียบเท่าของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการโทเทรตต่อ น้ำหนักของตัวอย่าง (มิลลิโมลต่อกรัม)

B คือ ปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)

C คือ ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)

D คือ ปริมาตรกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการโทเทรต (มิลลิลิตร)

E คือ ความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริก (โมลาร์)

F คือ น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ (กรัม)

#### 3.5.3 ค่าความหนืด (Viscosity)

การทดสอบความหนืดทำได้โดยใช้มาตรวัดความหนืดแบบไหลผ่านท่อแคบ (Capillary viscometer) วัดความหนืดของสารละลายที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### วัสดุและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
2. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
3. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
4. มาตรวัดความหนืดแบบไหลผ่านท่อแคบ (Capillary viscometer)
5. จุกยาง

### สารเคมี

1. น้ำกลั่น
2. สารตัวอย่าง

### ขั้นตอนการทดลอง

1. เตรียมสารละลายตัวอย่างที่ต้องการทดสอบ โดยนำตัวอย่าง 0.5 กรัม ผสมกับน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
2. เทสารละลายตัวอย่างปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงในมาตรวัดความหนืดแบบไหลผ่านท่อแคบ ผ่านทางด้าน 1 จากนั้นใช้จุกยางอุดสารละลายผ่านทางด้าน 2 ให้มีระดับสูงกว่าตำแหน่ง A ดังแสดงในรูปที่ 3.1
3. นำจุกยางออกและปล่อยให้สารละลายตัวอย่างไหลลงตามท่อ จากนั้นจับเวลาที่สารละลายไหลผ่านตำแหน่ง A ถึงตำแหน่ง B ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 มาตรวัดความหนืดแบบไหลผ่านท่อแคบ (Capillary viscometer)

4. ทำซ้ำข้อ 2 และ 3 โดยใช้ น้ำกลั่น แทนสารละลายตัวอย่าง
5. คำนวณหาค่าความหนืดของสารละลายตัวอย่าง ตามสมการที่ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\eta_s = \frac{\rho_s \times t_s \times \eta_w}{\rho_w \times t_w} \quad (3.4)$$

โดยที่	$\eta_s$	คือ ค่าความหนืดของสารละลายตัวอย่าง (เซนติพอยส์)
	$\eta_w$	คือ ค่าความหนืดของน้ำกลั่น (เซนติพอยส์)
	$\rho_s$	คือ ความหนาแน่นของสารละลายตัวอย่าง (กรัมต่อมิลลิลิตร)
	$\rho_w$	คือ ความหนาแน่นของน้ำกลั่น (กรัมต่อมิลลิลิตร)
	$t_s$	คือ เวลาในการไหลของสารละลายตัวอย่างจากตำแหน่ง A ถึง B (วินาที)
	$t_w$	คือ เวลาในการไหลของน้ำกลั่นจากตำแหน่ง A ถึง B (วินาที)

### 3.5.4 ความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility)

การทดสอบความสามารถในการละลายน้ำทำได้โดยการวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสส่วนที่ไม่ละลายน้ำ ในสารละลายเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร

#### วัสดุและอุปกรณ์

1. ปีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
3. เครื่องกวนสารชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Hotplate and Stirrer)
4. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
5. กระจกกรอง
6. กรวยกรองบุชเนอร์
7. บีมสูญญากาศ
8. ตู้บลมร้อน

#### สารเคมี

1. น้ำกลั่น
2. สารตัวอย่าง

#### ขั้นตอนการทดลอง

1. ชั่งตัวอย่าง 0.5 กรัมละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 50 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. กรองสารละลายตัวอย่างด้วยเครื่องกรองสูญญากาศ จากนั้นอบอนุภาคของแข็งที่กรองได้ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนัก
3. คำนวณค่าร้อยละความสามารถในการละลายน้ำ ตามสมการที่ 3.5

$$\text{ร้อยละความสามารถในการละลายน้ำ} = \frac{\text{น้ำหนักสารตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ}}{\text{น้ำหนักสารตัวอย่างทั้งหมด}} \times 100 \quad (3.5)$$

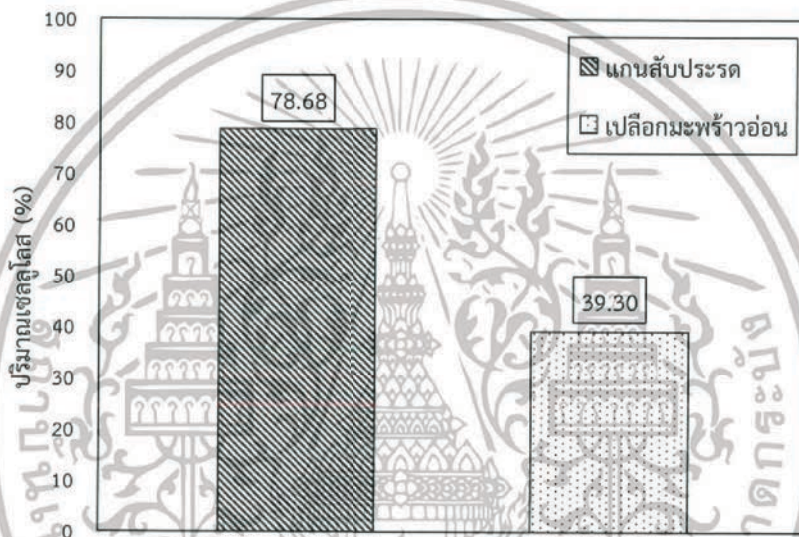
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล

#### 4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน

การวิเคราะห์องค์ประกอบของแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน ใช้วิธีเคลซอนลิกนินในการศึกษาปริมาณเซลลูโลสในแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน ซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส



รูปที่ 4.1 ปริมาณเซลลูโลสในแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน

ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อนมีปริมาณเซลลูโลสคิดเป็นร้อยละ 78.68 และ 39.30 ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าแกนสับปะรดมีปริมาณเซลลูโลสสูงกว่าเปลือกมะพร้าวอ่อนถึง 2 เท่า ดังนั้นจึงเลือกใช้แกนสับปะรดเป็นวัตถุดิบในการสกัดเซลลูโลสเพื่อใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในขั้นตอนต่อไป แต่ทั้งนี้แกนสับปะรดเป็นผลไม้ที่มีองค์ประกอบของน้ำตาลซึ่งมีหน่วยโมเลกุลย่อยคือกลูโคส และการวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน ใช้วิธีวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณเซลลูโลส ดังนั้นปริมาณเซลลูโลสในแกนสับปะรดที่ได้จากการวิเคราะห์อาจมีค่าสูงกว่าความเป็นจริง เนื่องจากปริมาณกลูโคสส่วนหนึ่งมาจากน้ำตาลที่อยู่ในแกนสับปะรด

#### 4.2 การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

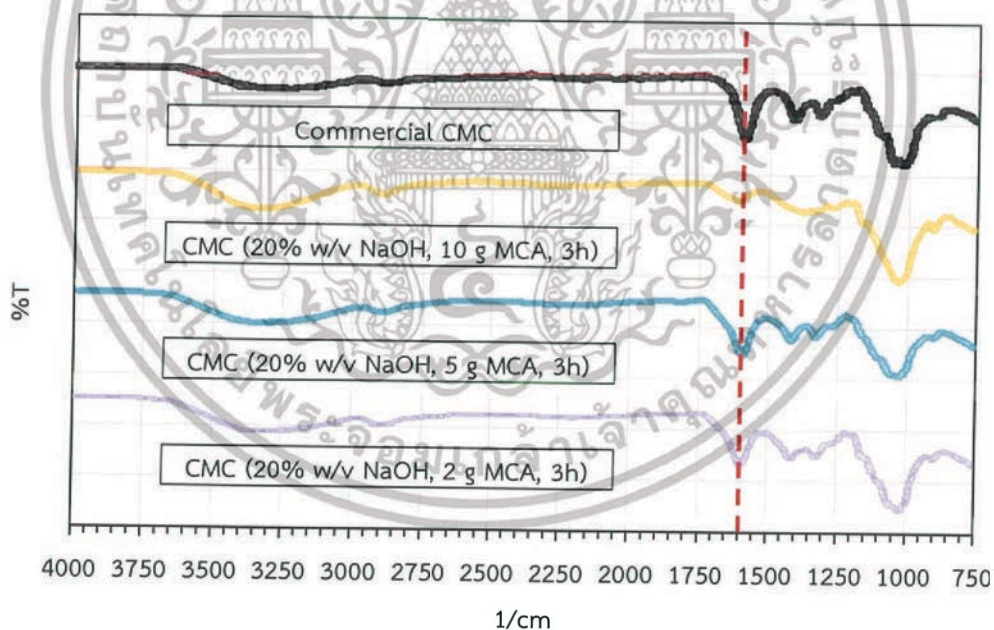
จากการศึกษาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด ทำการทดลองโดยนำเซลลูโลสที่สกัดจากแกนสับปะรดมาทำปฏิกิริยากับสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดโมโนคลอโรอะซิติก ในไอโซโพรพานอล ที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ตัวแปรที่ศึกษาได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก และเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลชัน

#### 4.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตรและกรดโมโนคลอโรอะซิติก 2.5 และ 10 กรัม แสดงดังรูปที่ 4.2 เมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสทางการค้า พบว่า คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้มีสเปกตรัมคล้ายคลึงกับคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสทางการค้า โดยที่ตำแหน่ง  $1,600\text{ cm}^{-1}$  จะแสดงถึงหมู่ฟังก์ชัน  $\text{C}=\text{O}$  ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันในหมู่คาร์บอกซิเมทิล แสดงให้เห็นว่าเซลลูโลสที่นำมาสังเคราะห์ได้เกิดปฏิกิริยาแทนที่กลายเป็นคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส และจากผลการทดลองจะเห็นว่าคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์โดยใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 10 กรัม มีหมู่ฟังก์ชัน  $\text{C}=\text{O}$  เกิดขึ้นน้อยกว่า ทั้งนี้อาจเนื่องจากการใช้กรดทำปฏิกิริยาในปริมาณมากเกินไป ทำให้กรดส่วนเกินทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสลดลง



รูปที่ 4.2 สเปกตรัมที่ได้จากการตรวจสอบโดยใช้เทคนิค FT-IR ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากการทดลองและทางการค้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.2 ระดับการแทนที่ (Degree of substitution, DS)

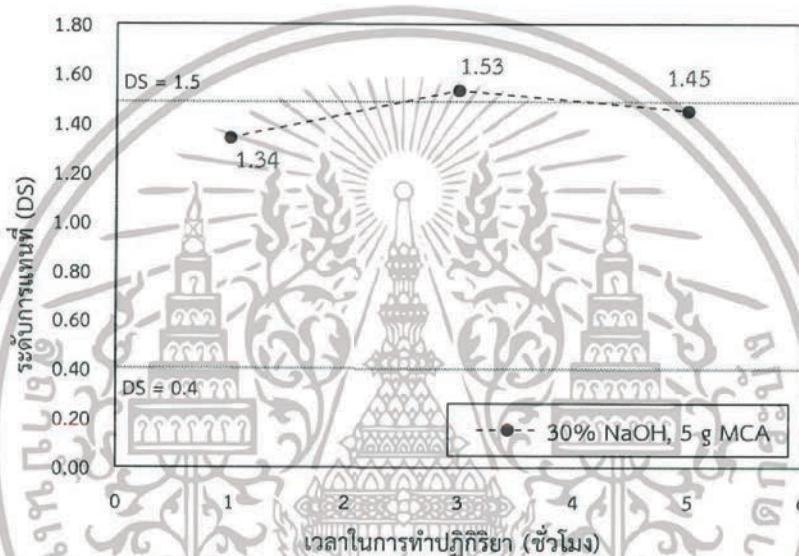
การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อระดับการแทนที่ ทำการทดลองโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 และ 30 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก 2.5 และ 10 กรัม และเวลาในการทำปฏิกิริยา 1.3 และ 5 ชั่วโมง

ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.3 การสังเคราะห์โดยใช้อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม มีระดับการแทนที่มากที่สุดคือ 1.53 ซึ่งสูงกว่าระดับการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่นิยมจำหน่ายคือ 0.4-1.5 [27] โดยการทดลองที่ใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 และ 10 กรัม ระดับการแทนที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เนื่องจากจำนวนโมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เข้าทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสมีจำนวนเพิ่มขึ้น ทำให้การเกิดปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันเพิ่มขึ้น ในขณะที่การทดลองที่ใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 2 กรัม ระดับการแทนที่มีค่าลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทั้งนี้เนื่องจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ส่วนเกินทำให้ระบบมีภาวะเป็นด่างและเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง ปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันจึงเกิดได้ลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ P. Rachtanapun และคณะ [5] โดยคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีระดับการแทนที่สูงที่สุด ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร (ช่วงความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ศึกษา คือ ร้อยละ 20-60 โดยมวลต่อปริมาตร) และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าระดับการแทนที่มีค่าลดลง



รูปที่ 4.3 อิทธิพลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่มีผลต่อระดับการแทนที่ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เมื่อพิจารณาการเพิ่มปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก พบว่าในช่วงแรกระดับการแทนที่มีค่าเพิ่มขึ้น และมีค่าลดลงเมื่อใช้กรดโมโนคลอโรอะซิติก 10 กรัม แสดงดังรูปที่ 4.3 ทั้งนี้เนื่องจากกรดโมโนคลอโรอะซิติกส่วนเกินทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ปฏิกิริยาหลักเกิดขึ้นลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ V. Pushpamalar [22] และคณะ ที่ศึกษาปัจจัยของปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่ใช้ทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร โดยพบว่ากรดโมโนคลอโรอะซิติก 6 กรัม (ช่วงปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติกที่ศึกษา คือ 2-7 กรัม) ทำให้ได้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีระดับการแทนที่สูงที่สุด และเมื่อเพิ่มปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก พบว่าระดับการแทนที่มีค่าลดลง

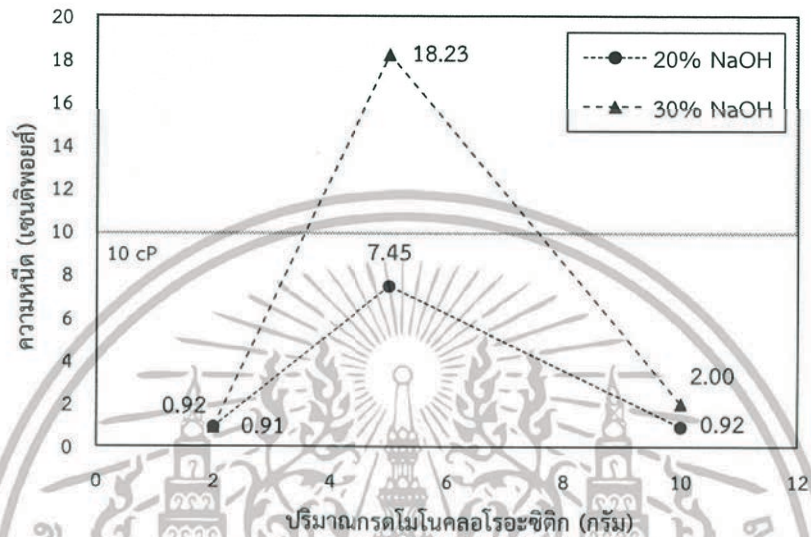


รูปที่ 4.4 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีผลต่อระดับการแทนที่ โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย

ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.4 พบว่าระดับการแทนที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และมีค่าสูงสุดที่เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาการทำปฏิกิริยาพบว่าระดับการแทนที่มีค่าลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ G. Joshi และคณะ [25] ที่ศึกษาปัจจัยของเวลาในการทำปฏิกิริยาโดยทำการทดลองที่เวลา 1-4 ชั่วโมง และพบว่าระดับการแทนที่มีค่าสูงสุดเมื่อทำปฏิกิริยาที่เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาพบว่าระดับการแทนที่มีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มเวลาการทำปฏิกิริยาในช่วงแรกทำให้สารตั้งต้นมีเวลาในการสัมผัสและเกิดปฏิกิริยาได้มากขึ้น แต่เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยามากเกินไปอาจทำให้เกิดการสลายตัวของโพลิเมอร์ เป็นผลให้ระดับการแทนที่มีค่าลดลง

### 4.2.3 ความหนืด (Viscosity)

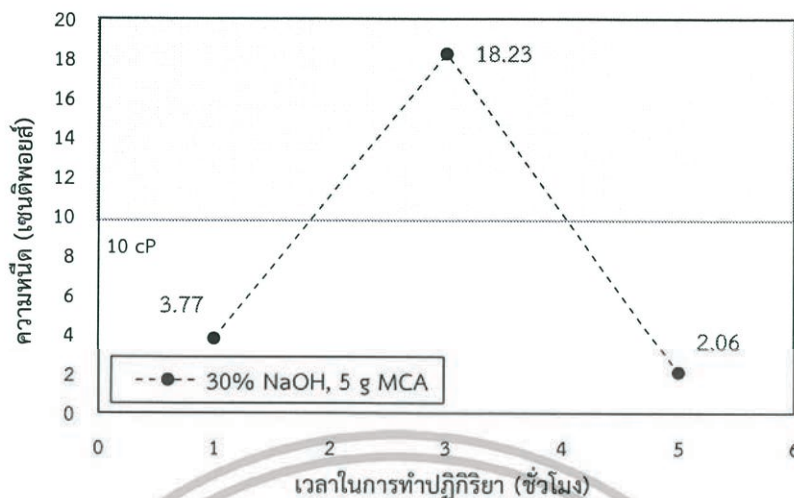
การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อความหนืด ซึ่งถือเป็นคุณสมบัติสำคัญที่เป็นประโยชน์อย่างมากในการใช้งานในอุตสาหกรรม การวิเคราะห์ทำได้โดยทดสอบความหนืดของสารละลายคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.5 อิทธิพลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และปริมาณกรดโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่มีผลต่อความหนืด ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

การสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 5 กรัม ทำให้ได้คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีความหนืดมากที่สุดเท่ากับ 18.23 เซนติพอยส์ แสดงดังรูปที่ 4.5 ซึ่งถือว่าอยู่ในช่วงความหนืดที่จำหน่ายคือ 10-6,000 เซนติพอยส์ [3] จากผลการทดลองพบว่าความหนืดมีความสัมพันธ์กับระดับการแทนที่เนื่องจากระดับการแทนที่แสดงถึงจำนวนหมู่คาร์บอกซิเมทิลที่เข้าทำปฏิกิริยา และเป็นหมู่ฟังก์ชันที่ทำให้เกิดการละลายน้ำมากขึ้น ดังนั้นการเพิ่มขึ้นของระดับการแทนที่จึงช่วยเพิ่มความสามารถของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในการตรึงน้ำ ทำให้สารละลายที่ได้มีความหนืดเพิ่มขึ้น [28]

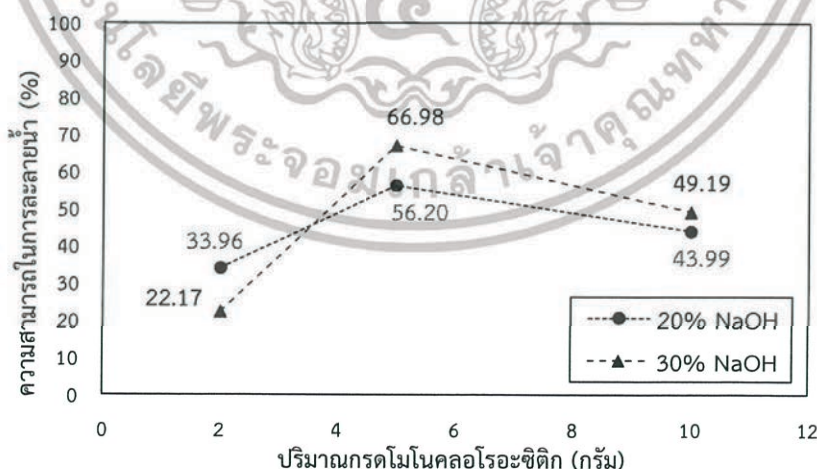
ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.6 เมื่อเพิ่มเวลาการทำปฏิกิริยาจาก 1 ชั่วโมงเป็น 3 ชั่วโมงพบว่าความหนืดมีค่าสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด จากนั้นเมื่อเพิ่มเวลาการทำปฏิกิริยาจาก 3 ชั่วโมงเป็น 5 ชั่วโมง พบว่าความหนืดมีค่าลดลง ทั้งนี้เนื่องจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นอาจทำให้เกิดการสลายตัวของโพลิเมอร์ ระดับการแทนที่จึงมีค่าลดลงและส่งผลให้ความหนืดของสารลดลง



รูปที่ 4.6 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชันที่มีผลต่อความหนืด โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย

#### 4.2.4 ความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility)

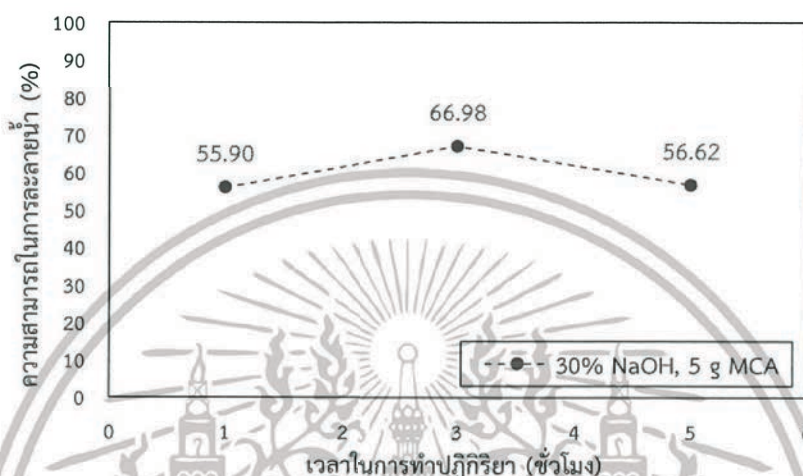
ความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเป็นคุณสมบัติที่สำคัญสำหรับการใช้งานในอุตสาหกรรม เนื่องจากส่วนใหญ่ถูกนำไปใช้เป็นสารเพิ่มความหนืดในของเหลว การวิเคราะห์ความสามารถในการละลายน้ำทำได้โดยทดสอบหาปริมาณคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสส่วนที่ไม่ละลายน้ำ ในสารละลายเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร



รูปที่ 4.7 อิทธิพลของความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก ที่มีผลต่อความสามารถในการละลายน้ำ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่า คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมีมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม สามารถละลายน้ำได้มากที่สุด คือ ร้อยละ 66.98 และจะเห็นว่าความสามารถในการละลายน้ำมีแนวโน้มผลการทดลองไปในทิศทางเดียวกับระดับการแทนที่และความหนืด เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของหมู่คาร์บอกซิเมทิล ทำให้ความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเพิ่มมากขึ้น



รูปที่ 4.8 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่มีผลต่อความสามารถในการละลายน้ำ โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมีมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย

ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่า การเพิ่มเวลาการทำปฏิกิริยาจาก 1 ชั่วโมงเป็น 3 ชั่วโมง ทำให้ความสามารถในการละลายน้ำเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มเวลาการทำปฏิกิริยาจาก 3 ชั่วโมงเป็น 5 ชั่วโมง พบว่าความสามารถในการละลายน้ำลดลง ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มเวลาในช่วงแรกทำให้สารตั้งต้นมีเวลาในการทำปฏิกิริยามากขึ้น ทำให้เกิดการแทนที่ของหมู่คาร์บอกซิเมทิลซึ่งเป็นหมู่ที่ทำให้เกิดการละลายน้ำมากขึ้น แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาให้มากขึ้นอีกอาจส่งผลให้เกิดการสลายตัวของโพลีเมอร์ และอาจสูญเสียโพลีเมอร์สายสั้นบางส่วนในระหว่างขั้นตอนการกรองและล้างด้วยสารละลายเอทานอลหลังทำปฏิกิริยา เนื่องจากโพลีเมอร์ส่วนนั้นอาจละลายในสารละลายเอทานอลได้ [29]

## บทที่ 5

# สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการดำเนินงาน

ปริญญาานิพนธ์นี้ศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ซึ่งถือเป็นสารเคมีที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมและสามารถสังเคราะห์ได้จากเซลลูโลส งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรมาเป็นวัตถุดิบตั้งต้น ได้แก่ แแกนสับปะรด โดยนำมาสกัดเซลลูโลสด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อนำเซลลูโลสที่ได้ไปสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสโดยทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดโมโนคลอโรอะซิติก และศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณกรดโมโนคลอโรอะซิติก และเวลาในการทำปฏิกิริยาคาร์บอกซิเมทิลเลชัน จากนั้นทดสอบคุณสมบัติของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส ได้แก่ ค่าระดับการแทนที่ การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ความหนืด และความสามารถในการละลายน้ำ เพื่อวิเคราะห์หาภาวะที่เหมาะสมที่สุด

จากผลการทดลองพบว่า ภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด ได้แก่ การใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมีมวลต่อปริมาตรและกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง เมื่อทดสอบคุณสมบัติ พบว่ามีค่าระดับการแทนที่ 1.53 ความหนืด 18.23 เซนติพอยส์ และความสามารถในการละลายน้ำร้อยละ 66.98

### 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การเลือกวัตถุดิบตั้งต้นสำหรับสกัดเซลลูโลส อาจเลือกใช้วัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรชนิดอื่นที่มีปริมาณเซลลูโลสสูง เพื่อให้ได้เซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์มากขึ้นในการนำไปสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส
2. จากการศึกษาเพิ่มเติมพบว่า มีปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส เช่น อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ตัวทำละลาย เป็นต้น

## เอกสารอ้างอิง

- [1] รชตพงศ์ สุขสงวน. 2558. “อุตสาหกรรมอาหารยังก้าวไกลทั้งในไทยและระดับโลก.” *ธนาคารกรุงไทย*. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : /sme/productListAction.action?command=getDetail&cateMenu=KNOWLEDGE&catelId=37&itemId=189.
- [2] ปิยพร ร่มแสง, มัตติกา ไชยลังกา, รัชสรร์ กุณสะนา, วิชชากร กันทรัญญ์, อนุวัฒน์ โจรจน์สินทรัพย์ และ นพพล เล็กสวัสดิ์. 2556. “CMC biopolymer.”
- [3] ยุกันท์ มิลเลอร์. “โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส.”
- [4] J. Chumee and D. Seeburin. 2014. “Cellulose Extraction from Pomelo Peel: Synthesis of Carboxymethyl Cellulose.” *International Scholarly and Scientific Research & Innovation*. 8(5) : 435-437.
- [5] P. Rachtanapun, S. Luangkamin, K. Tanprasert, and R. Suriyatem. 2012. “Carboxymethyl cellulose film from durian rind.” *LWT-Food Sci. Technol.* 48(1) : 52-58.
- [6] Md. I. H. Mondal, Mst. S. Yeasmin and Md. S. Rahman. 2015. “Preparation of food grade carboxymethyl cellulose from corn husk agrowaste.” *Int. J. Biol. Macromol.* 79 : 144-150.
- [7] สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร. 2561. “ผลผลิตสับปะรด 61.”
- [8] สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร. 2561. “รายละเอียดภาวะเศรษฐกิจการเกษตร.” [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.oae.go.th/view/1/>.
- [9] สำนักควบคุมพืชและวัสดุการเกษตร กรมวิชาการเกษตร. 2559. “ข้อมูลการส่งออกผลไม้สด (รายชนิด) ไปต่างประเทศ ปี 2559.”
- [10] สุกิตรา พูลพิชชนม์. 2556. “องค์ความรู้ที่ได้จากการรวบรวม คัดสรร วิเคราะห์และสังเคราะห์ ความรู้จากงานวิจัย คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีการศึกษา 2556.”
- [11] “What is biomass energy?.” *AsiaBioMass*. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.asiabiomass.com/>
- [12] S. Kanokpanont, S. Inthaphunt and A. Bunsiri. 2560. “Synthesis of Carboxymethyl Cellulose from Young Coconut Husk.” *วารสารพืชศาสตร์สงขลานครินทร์*. 60(4) : 60-65.
- [13] พิมพ์ใหญ่ พรเฉลิมพงศ์ และ นิธิยา รัตนาปนนท์. “Cellulose เซลลูโลส.” *Food Network Solution ศูนย์เครือข่ายข้อมูลอาหารครบวงจร*. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0612/cellulose->
- [14] P. Phanthong, P. Reubroycharoen, X. Hao, G. Xu, A. Abudula, and G. Guan. 2018. “Nanocellulose: Extraction and application.” *Carbon Resour. Convers.* 1(1) : 32-43.
- [15] “การสกัดและการใช้ประโยชน์ทางอาหารของโยอาหารและ เซลลูโลสจากเปลือกกล้วย.” *กรมพัฒนาพลังงานทดแทนและอนุรักษ์พลังงาน กระทรวงพลังงาน*. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://webkc.dede.go.th/testmax/node/96>.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [16] C. Zhou and Q. Wu. 2012. "Recent Development in Applications of Cellulose Nanocrystals for Advanced Polymer-Based Nanocomposites by Novel Fabrication Strategies." *Nanocrystals-Synthesis, Characterization and Applications*.
- [17] P. Strunk. 2012. "Characterization of cellulose pulps and the influence of their properties on the process and production of viscose and cellulose ethers." Department of Chemistry. Umeå University.
- [18] T. Shui, S. Feng, G. Chen, A. Li, Z. Yuan, H. Shui, T. Kuboki and C. Xu. 2017. "Synthesis of sodium carboxymethyl cellulose using bleached crude cellulose fractionated from cornstalk." *Biomass Bioenergy*. 105 : 51–58.
- [19] "สารให้ความหนืดในอาหาร สารให้ความข้นเหนียว." 2017. *A2B FOOD*. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://a2bfood.com/>.
- [20] N. Haleem, M. Arshad, M. Shahid, and M. A. Tahir. 2014. "Synthesis of carboxymethyl cellulose from waste of cotton ginning industry." *Carbohydr. Polym.* 113 : 249–255.
- [21] R. G. Candido and A. R. Gonçalves. 2016. "Synthesis of cellulose acetate and carboxymethylcellulose from sugarcane straw." *Carbohydr. Polym.* 152 : 679–686.
- [22] V. Pushpamalar, S. J. Langford, M. Ahmad, และ Y. Y. Lim, "Optimization of reaction conditions for preparing carboxymethyl cellulose from sago waste", *Carbohydr. Polym.*, ปี 64, ฉบับที่ 2, น. 312–318, พ.ศ. 2006.
- [23] Mst. S. Yeasmin and Md. I. H. Mondal. 2015. "Synthesis of highly-substituted carboxymethyl cellulose depending on cellulose particle size." *Int. J. Biol. Macromol.* 80 : 725–731.
- [24] B. K. Barai, R. S. Singhal, and P. R. Kulkarni. 1997. "Optimization of a process for preparing carboxymethyl cellulose from water hyacinth." 32 : 229–231.
- [25] G. Joshi, S. Naithani, V. K. Varshney, S. S. Bisht, V. Rana, and P. K. Gupta, 2015. "Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from office waste paper : A greener approach towards waste management." *Waste Manag.* 38 : 33–40
- [26] F. Jia, H. Liu, and G. Zhang. 2016. "Preparation of Carboxymethyl Cellulose from Corncob." *Procedia Environ. Sci.* 31: 98–102.
- [27] T. Heinze and A. Koschella. 2005. "Carboxymethyl Ethers of Cellulose and Starch-A Review." *Macromol. Symp.* 223(1) : 13–40.
- [28] P. Rachtanapun and N. Rattanapanone. 2011. "Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose powder and films from *Mimosa pigra*." *J. Appl. Polym. Sci.* 122(5) : 3218–3226.
- [29] T. Heinze and K. Pfeiffer. 1999. "Studies on the synthesis and characterization of carboxymethylcellulose." *Angew. Makromol. Chem.* 266(1) : 37–45.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก.

### การใช้เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

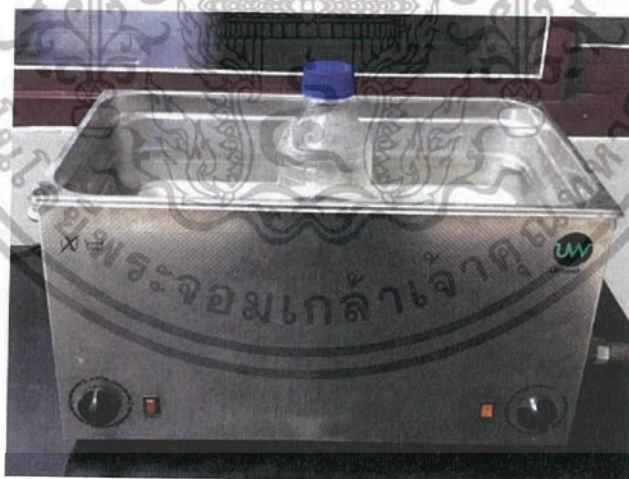
การวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสซึ่งเป็นองค์ประกอบในแกนสับปะรดและเปลือกมะพร้าวอ่อน สามารถทำได้โดยใช้เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatography, HPLC) วิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลกลูโคสและน้ำตาลไซโลส ซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสตามลำดับ ในปริมาณที่พบนี้นี้ทำการทดลองโดยใช้คอลัมน์ Phenomenex® Rezex™ RHM-Monosaccharide H+ (8%) ขนาด 300 X 7.8 มิลลิเมตร มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

#### 1. การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์

1. ใช้หลอดฉีดยาดูดสารตัวอย่างปริมาตร 3 มิลลิลิตร จากนั้นนำหลอดฉีดยาต่อเข้ากับตัวกรอง (Syringe filter) ขนาด 0.20 ไมครอน
2. ฉีดยาตัวอย่างผ่านตัวกรองลงในขวดเก็บตัวอย่างที่สะอาด

#### 2. การเตรียมวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase)

1. นำวัฏภาคเคลื่อนที่ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตร 1 ลิตร จากนั้นนำมาไล่ฟองอากาศโดยใส่ลงในอ่างสั่นความถี่สูง (Sonicator bath) แสดงดังรูปที่ ก.1 เป็นเวลา 30 นาที



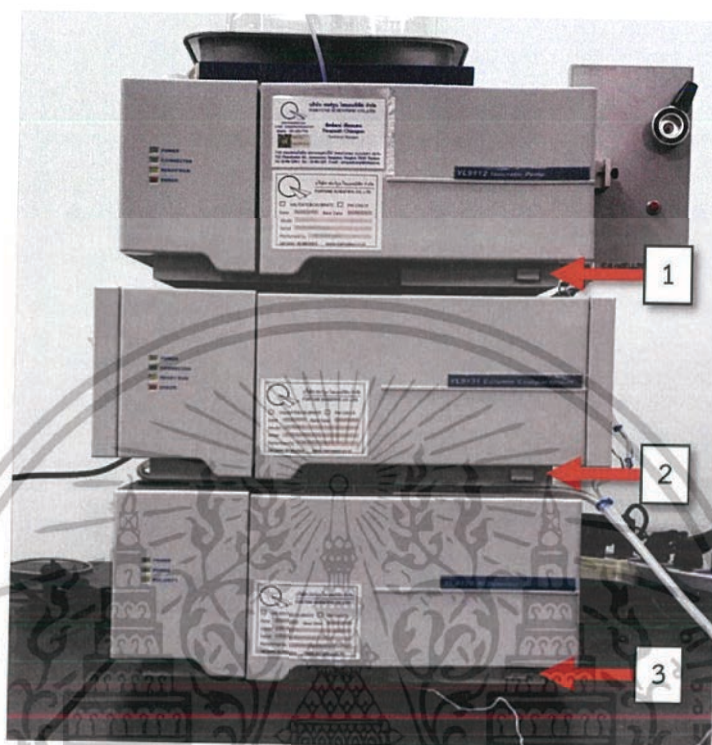
รูปที่ ก.1 การไล่ฟองอากาศโดยใช้อ่างสั่นความถี่สูง (Sonicator bath)

#### 3. การเปิดเครื่อง HPLC และโปรแกรม YL-Clarity

1. เปิดระบบเครื่อง HPLC ตามลำดับ ดังนี้
  - YL9112 Isocratic pump กดปุ่ม (1) แสดงดังรูปที่ ก.2
  - YL9131 Column compartment กดปุ่ม (2) แสดงดังรูปที่ ก.2

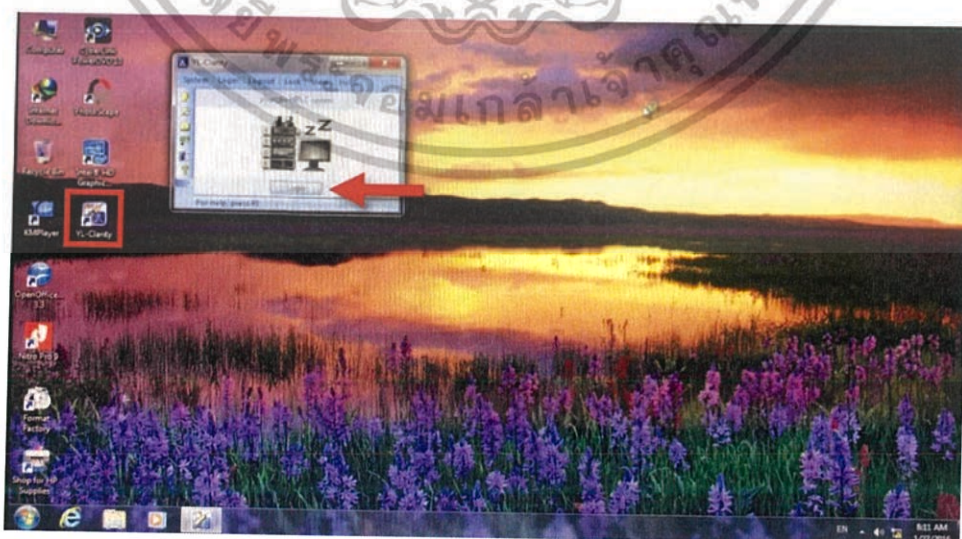
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- YL9170 RI detector กดปุ่ม (3) แสดงดังรูปที่ ก.2
- รอนไฟ YL9112 Isocratic pump และ YL9131 Column compartment ชั้นที่ตำแหน่ง Ready/Run



รูปที่ ก.2 เครื่อง HPLC

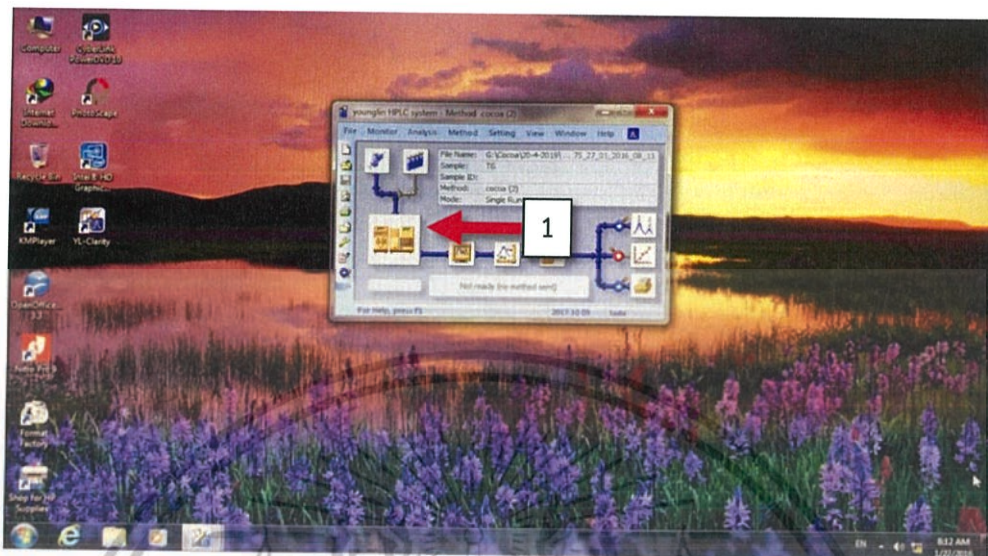
2. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์ จากนั้นเปิดโปรแกรม YL-Clarity
3. เมื่อหน้าต่างของโปรแกรมเปิดขึ้นมา แสดงดังรูปที่ ก.3 กดปุ่ม Login จากนั้นกดปุ่ม OK



รูปที่ ก.3 หน้าต่าง Log in เข้าสู่โปรแกรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

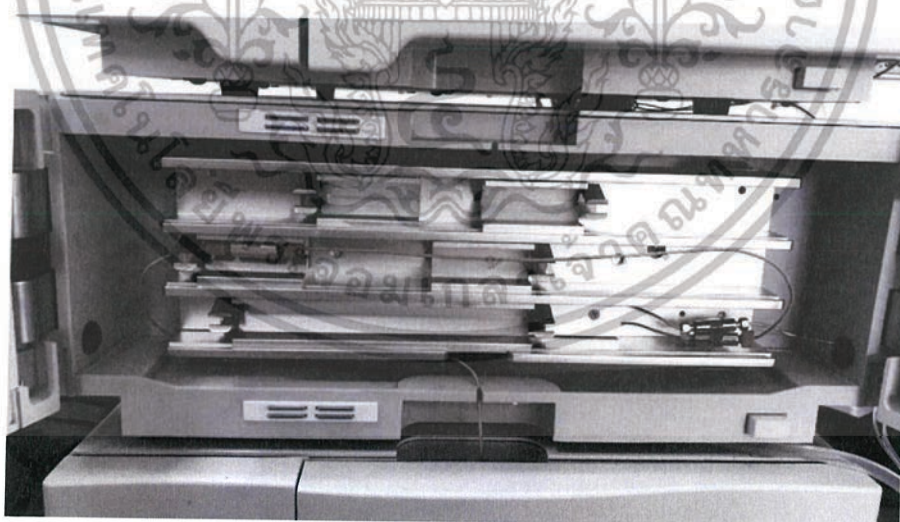
4. เมื่อนำหน้าต่าง Younglin HPLC system ปรากฏบนหน้าจอ กดปุ่ม Device monitor (1) แสดงดังรูปที่ ก.4



รูปที่ ก.4 หน้าต่าง Younglin HPLC system

#### 4. การเตรียมระบบของวัฏภาคเคลื่อนที่

1. ต่อกอลัมน์และการ์ดคอลัมน์เข้ากับตัวเครื่องในส่วน YL9131 Column compartment แสดงดังรูปที่ ก.5

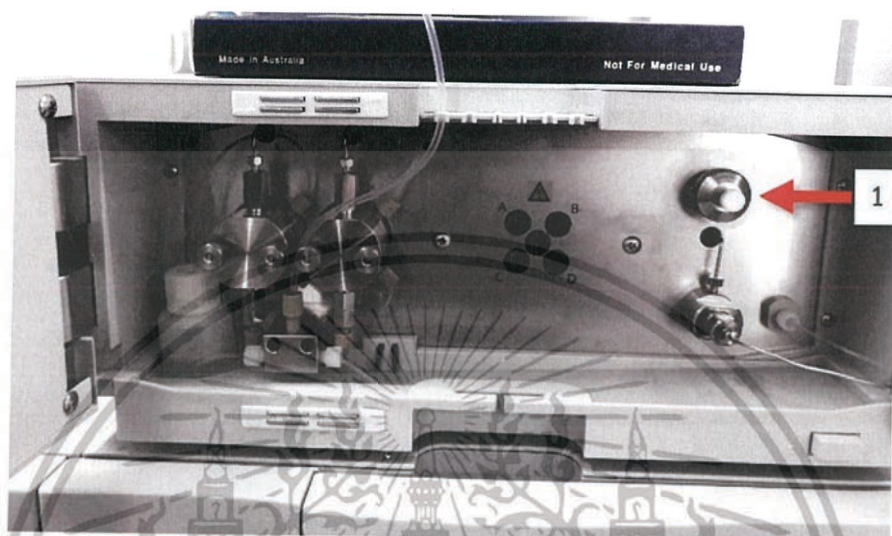


รูปที่ ก.5 ที่ใส่คอลัมน์ในส่วน YL9131 Column compartment

2. นำหัวดูดวัฏภาคเคลื่อนที่ที่เชื่อมต่อกับเครื่อง HPLC ใส่ลงในขวดบรรจุวัฏภาคที่ทำการไล่ฟองอากาศแล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

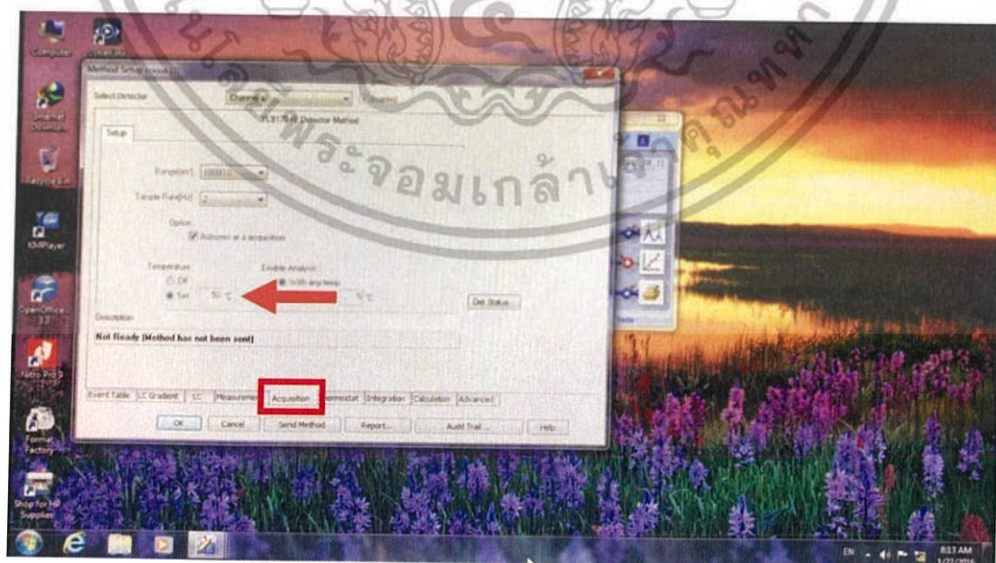
3. ไล่สารที่ตกค้างภายในระบบโดยการหมุนวาล์ว (1) ทวนเข็มนาฬิกาจนสุด แสดงดังรูปที่ ก.6 จากนั้นกดปุ่ม Purge บนหน้าจอ โดยตั้งค่าอัตราการไหลเท่ากับ 1 มิลลิลิตรต่อนาที และความดันสูงสุดที่ยอมรับได้เท่ากับ 1,000 psi เป็นเวลา 10 นาที
4. กดปุ่ม Stop flow บนหน้าจอ และหมุนวาล์ว (1) ตามเข็มนาฬิกาจนสุด



รูปที่ ก.6 วาล์วในส่วน YL9112 Isocratic pump

### 5. การดูตัวภูมิภาคเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector

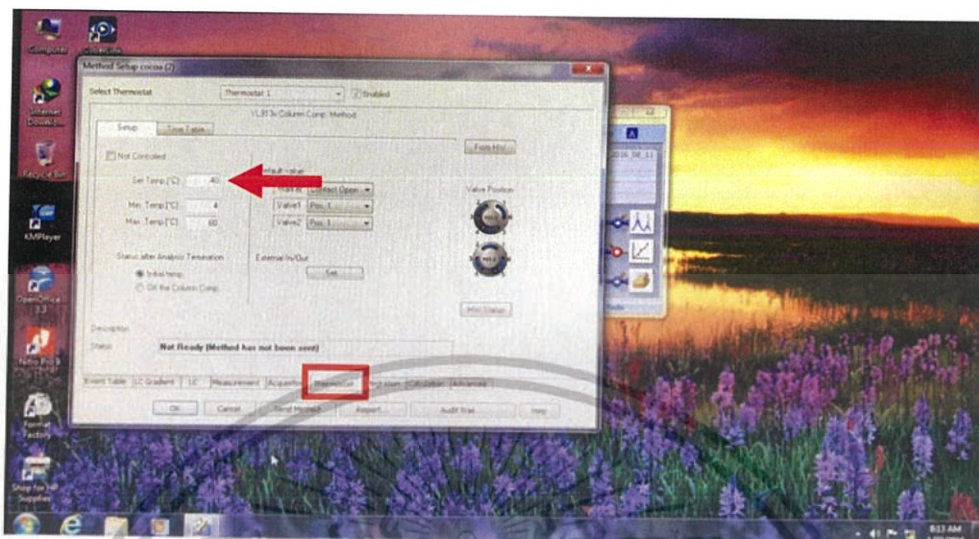
1. ตั้งค่าอุณหภูมิ Detector โดยกดปุ่ม Method setup ในหน้าต่าง Younglin HPLC system จากนั้นเลือก Acquisition และตั้งค่าอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ ก.7



รูปที่ ก.7 หน้าต่างสำหรับตั้งค่าอุณหภูมิ Detector

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

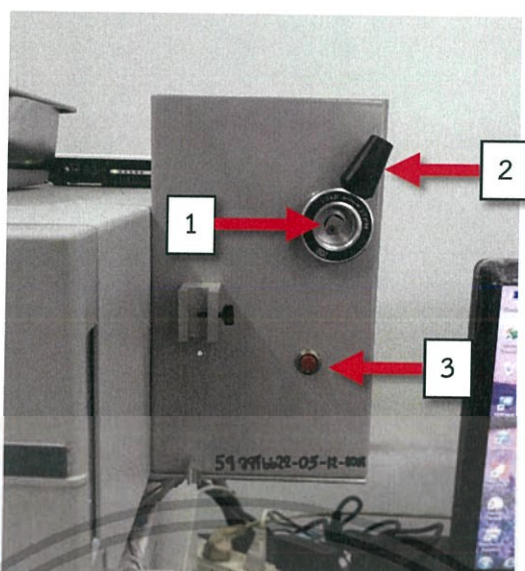
2. ตั้งค่าอุณหภูมิ Column โดยเลือก Thermostat และตั้งค่าอุณหภูมิเป็น 65 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ ก.8



รูปที่ ก.8 หน้าต่างสำหรับตั้งค่าอุณหภูมิ Column

3. เมื่อ Column และ Detector มีอุณหภูมิเท่ากับค่าที่ตั้งไว้ ทำการตั้งค่าอัตราการไหลโดยกด LC Gradient และปรับอัตราการไหลเป็น 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที จากนั้นกดปุ่ม Send method ปุ่มจะดูตัวภูมิภาคเคลื่อนที่เข้าสู่คอลัมน์
6. การฉีดตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์เข้าสู่ระบบ
1. ล้างเข็มฉีดยาด้วยสารตัวอย่าง 3 ครั้ง จากนั้นดูดสารตัวอย่างปริมาณ 100 ไมโครลิตร โดยไม่ให้มีฟองอากาศภายในเข็มฉีดยา
  2. ฉีดสารตัวอย่างเข้าทางแป้นหัวฉีด (1) จากนั้นสับก้านฉีด (2) ลงและกดปุ่มสีแดง (3) รอกจะมีเสียงดังขึ้น จึงสับก้านฉีดขึ้นและดึงเข็มฉีดยาออก แสดงดังรูปที่ ก.9
  3. เปิดหน้าต่าง Data acquisition ซึ่งจะแสดงกราฟโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างที่ฉีดเข้าไป เมื่อทำการวิเคราะห์เสร็จ กดปุ่ม Stop บนหน้าจอ
  4. ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างต่อไปโดยทำซ้ำข้อ 1-3

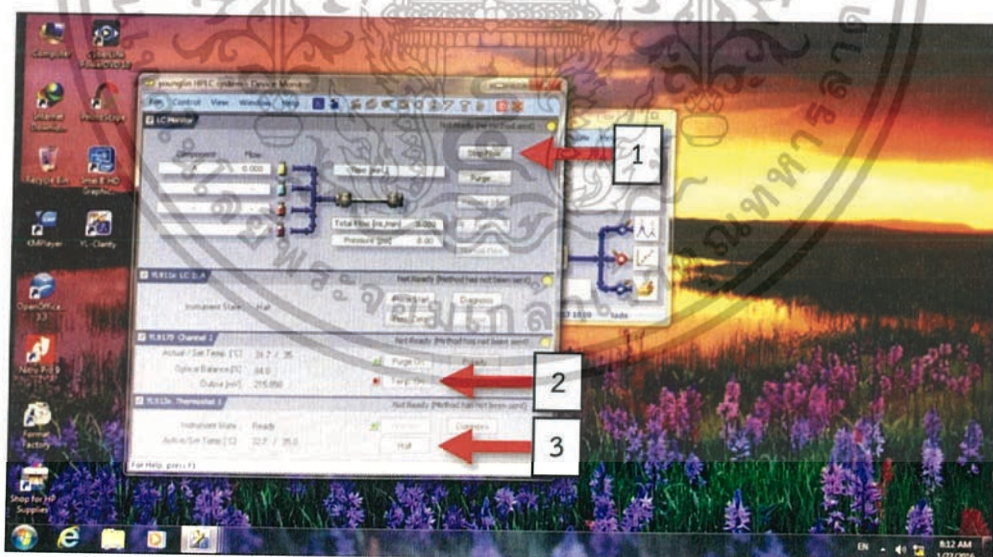
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.9 บริเวณสำหรับฉีดสารตัวอย่างเข้าสู่ระบบ

## 7. การปิดระบบการทำงาน

1. กดปุ่ม Stop flow (1) แสดงดังรูปที่ ก.10 เพื่อหยุดการทำงานของปั๊ม จากนั้นทำการล้าง Column และ Detector โดยกดปุ่ม Purge และปล่อยให้วัฏภาคเคลื่อนที่ไหลผ่าน Column และ Detector เป็นเวลา 30 นาที
2. กดปุ่ม Temp off (2) และปุ่ม Halt (3) แสดงดังรูปที่ ก.10 เพื่อลดอุณหภูมิคอลัมน์



รูปที่ ก.10 หน้าต่าง Device monitor

3. เมื่ออุณหภูมิลดลงจึงนำคอลัมน์ออกจากเครื่อง และปิดโปรแกรม
4. ปิดคอมพิวเตอร์และเครื่อง HPLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 8. การ Regenerate คอลัมน์

ในกรณีที่ใช้งานคอลัมน์เป็นเวลานาน อาจทำให้คอลัมน์เสื่อมสภาพได้ จึงอาจแก้ไขโดยการ Regenerate คอลัมน์โดยใช้สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.025 โมลาร์ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. ต่อกอลัมน์เข้ากับเครื่อง HPLC โดยทำการกลับทิศทางการไหลของคอลัมน์และไม่ต้องต่อการ์ดคอลัมน์
2. ดูตัวภูมิภาคเคลื่อนที่เข้าสู่คอลัมน์ โดยตั้งค่าอัตราการไหลเท่ากับ 0.2 มิลลิลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4-16 ชั่วโมง
3. กลับคอลัมน์ให้อยู่ในทิศทางการไหลเดิม และให้ตัวภูมิภาคเคลื่อนที่ไหลผ่านคอลัมน์โดยใช้ภาวะเดิม เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง



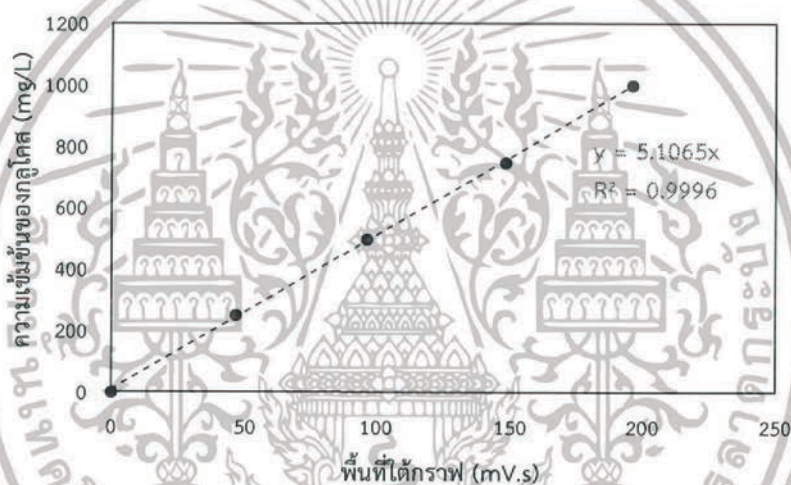
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### การคำนวณร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส

การวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) จะแสดงผลออกมาเป็นโครมาโทแกรม ทำให้ทราบพื้นที่พีคของกลูโคสและไซโลสและสามารถนำพื้นที่พีคไปเทียบกับกราฟมาตรฐานเพื่อคำนวณหาความเข้มข้นของกลูโคสและไซโลสในสารตัวอย่าง จากนั้นทำการคำนวณหาปริมาณเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณกลูโคสและไซโลส

#### 1. การคำนวณร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส



รูปที่ ข.1 กราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสด้วยเครื่อง HPLC

จากกราฟมาตรฐานแสดงดังรูปที่ ข.1 สามารถคำนวณหาร้อยละโดยมวลเซลลูโลสได้ตามสมการที่ ข.1-ข.3

$$\text{ความเข้มข้นของกลูโคส (mg/L)} = 5.1065 \times \text{พื้นที่พีคของกลูโคส} \quad (\text{ข.1})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} = \frac{\text{ความเข้มข้นกลูโคส (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารตัวอย่าง (mL)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้น (g)} \times 10^6} \times 100 \quad (\text{ข.2})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเซลลูโลส} = 0.9 \times \text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} \quad (\text{ข.3})$$

จากสมการที่ ข.3 เนื่องจากกลูโคสมีมวลโมเลกุล 180 กรัมต่อโมล เมื่อกลูโคส 2 โมเลกุลเชื่อมต่อกันจะมีน้ำหนักหายไป 1 โมเลกุล เหลือ 162 กรัมต่อโมล ดังนั้นสัดส่วนการเปลี่ยนกลูโคสเป็นเซลลูโลสคือ 162/180 เท่ากับ 0.9

### ตัวอย่างการคำนวณ

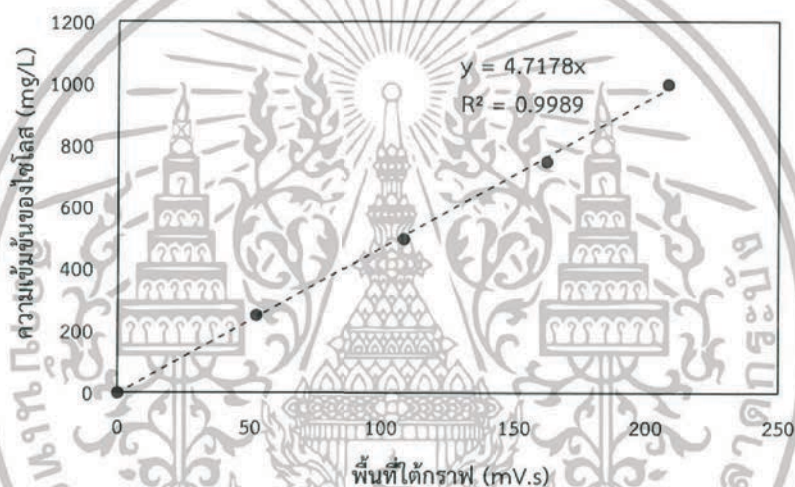
น้ำหนักเปลือกมะพร้าวอ่อนเริ่มต้น 0.2 กรัม นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ได้พื้นที่พีค กลูโคส 222.096 mV.s และสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกนินมีปริมาตร 77 มิลลิลิตร

$$\text{ความเข้มข้นกลูโคส} = 5.1065 \times 222.096 = 1,134.133 \text{ mg/L}$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} = \frac{1,134.133 \times 77}{0.2 \times 10^6} \times 100 = 43.66\%$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเซลลูโลส} = 0.9 \times 43.66 = 39.30\%$$

### 2. การคำนวณร้อยละโดยมวลของเฮมิเซลลูโลส



รูปที่ ข.2 กราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไซโลสด้วยเครื่อง HPLC

จากกราฟมาตรฐานแสดงดังรูปที่ ข.2 สามารถคำนวณหาร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลสได้ตามสมการที่ ข.4-ข.6

$$\text{ความเข้มข้นของไซโลส (mg/L)} = 4.7178 \times \text{พื้นที่พีคของไซโลส} \quad (\text{ข.4})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} = \frac{\text{ความเข้มข้นไซโลส (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารตัวอย่าง (mL)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้น (g)} \times 10^6} \times 100 \quad (\text{ข.5})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลส} = 0.88 \times \text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} \quad (\text{ข.6})$$

จากสมการที่ ข.6 เนื่องจากไซโลสมีมวลโมเลกุล 150 กรัมต่อโมล เมื่อไซโลส 2 โมเลกุลเชื่อมต่อกันจะมีน้ำหนักหายไป 1 โมเลกุล เหลือ 132 กรัมต่อโมล ดังนั้นสัดส่วนการเปลี่ยนไซโลสเป็นเฮมิเซลลูโลสคือ  $132/150$  เท่ากับ 0.88

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### ตัวอย่างการคำนวณ

น้ำหนักเปลือกมะพร้าวอ่อนเริ่มต้น 0.2 กรัม นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ได้พื้นที่พีค  
ไซโลส 128.882 mV.s และสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกนินมีปริมาตร 77 มิลลิลิตร

$$\begin{aligned} \text{ความเข้มข้นไซโลส} &= 4.7178 \times 128.882 = 608.039 \text{ mg/L} \\ \text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} &= \frac{608.039 \times 77}{0.2 \times 10^6} \times 100 = 23.41\% \\ \text{ร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลส} &= 0.88 \times 23.41 = 20.60\% \end{aligned}$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ค

### การวิเคราะห์ระดับการแทนที่ (DS) ตามมาตรฐาน ASTM D 1439-03

#### Scope

1. These test methods cover the determination of the degree of etherification (D.E.) of sodium carboxymethylcellulose.
2. Two test methods are included as follows:
  - 2.1 *Test Method A (Acid Wash)*, for crude grades of sodium carboxymethyl cellulose with degrees of etherification up to 0.85. Above 0.85 degree of etherification, slightly low results may be obtained.
  - 2.2 *Test Method B (Nonaqueous Titration)*, for purified grades of sodium carboxymethylcellulose of all degrees of etherification. It is not applicable to the crude grades.

#### *Test Method A—(Acid Wash)*

#### 1. Summary of Test Method

1. The water-soluble sodium carboxymethylcellulose is converted to the insoluble acid form, purified by washing, dried, and then a weighed sample is reconverted to the sodium salt with a measured excess of sodium hydroxide.

#### 2. Significance and Use

1. These test methods determine the amount of substituent groups added to the cellulose backbone. The level can greatly affect solution properties, rheology, viscosity, hygroscopicity, salt tolerance, and many other properties of the polymer.

#### 3. Apparatus

1. *Stirrer*, air-driven.
2. *Buchner Funnel*, 75-mm, fitted with a 70-mm fine-texture, heavy-duty filter paper. A 60-mm medium-porosity, fritted glass funnel may also be used.
3. *Drying Oven*, maintained at 105°C.

#### 4. Reagents

1. *Diphenylamine Reagent*—Dissolve 0.5 g of diphenylamine in 120 mL of sulfuric acid ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 9 + 2). The reagent should be essentially water-white. It will give a deep blue coloration with traces of nitrate or other oxidizing agents.

2. *Ethyl Alcohol (95 volume %)*—Denatured ethyl alcohol conforming to either Formula 2B, 3A, or 30 of the U. S. Bureau of Internal Revenue.

3. *Ethyl Alcohol (80 % by volume)*—Dilute 840 mL of Formula 2B, 3A, or 30 denatured alcohol to 1 L with water.

4. *Hydrochloric Acid, Standard* (HCl, 0.3 to 0.5 N).

5. *Methanol*, anhydrous.

6. *Nitric Acid (sp gr 1.42)*—Concentrated nitric acid ( $\text{HNO}_3$ ).

7. *Sodium Hydroxide, Standard Solution* (0.3 to 0.5 N)— Prepare and standardize a 0.3 to 0.5 N solution of sodium hydroxide ( $\text{NaOH}$ ).

8. *Sulfuric Acid (9 + 2)*—Carefully mix 9 volumes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  with 2 volumes of water.

#### 5. Procedure

1. Weigh approximately 4 g of the sample into a 250-mL beaker and add 75 mL of ethyl alcohol (95 %). Stir the mixture with an air-driven stirrer until a good slurry is obtained. Add 5 mL of  $\text{HNO}_3$ , while agitating, and continue agitation for 1 to 2 min. Heat the slurry and boil for 5 min. (**Warning**—Exercise care to avoid fire.) Remove the heat and continue agitation for 10 to 15 min.

2. Decant the supernatant liquid through the filter and transfer the precipitate to the filter with 50 to 100 mL of ethyl alcohol (95 %). Wash the precipitate with ethyl alcohol (80 %) that has been heated to 60°C, until all of the acid has been removed.

3. Test for the removal of acid and salts (ash) by mixing a drop of the acid carboxymethylcellulose slurry from the filter with a drop of diphenylamine reagent on a white spot plate. A blue color indicates the presence of nitrate and the necessity for further washing. If the first drop of reagent does not produce a blue color, further drops should be added until an excess of reagent is known to be present, noting the color after each drop. Four to six washings will usually suffice to give a negative test for nitrate.

4. Finally, wash the precipitate with a small amount of anhydrous methanol and draw air through it until the alcohol is completely removed. Transfer the precipitate to a glass or aluminum weighing dish provided with a cover. Heat the uncovered dish on a steam bath until the odor of alcohol can no longer be detected (in order to avoid fires due to methanol fumes in the oven), then dry the dish and contents, uncovered

for 3 h at 105°C. Place the cover on the dish and cool to room temperature in a desiccator.

5. The sulfate ash content of the sample at this point should be less than 0.5 % when determined on 0.5 g of the sample by the procedure given in the Ash as Sulfate section of Test Methods D 1347. If the ash content is greater than 0.5 %, rewash the sample with ethyl alcohol (80 %). If necessary, repeat the procedure described in 5.1-5.3 to 5.4.

6. Weigh, to the nearest 0.01 g, about 1 to 1.5 g of the dried acid carboxymethyl cellulose (depending on the normality of the acid and base to be used) into a 500-mL Erlenmeyer flask. Add 100 mL of water and 25.00 mL of 0.3 to 0.5 N NaOH solution, while stirring. Heat the solution to boiling, and boil for 15 to 30 min.

7. Titrate the excess NaOH, while the solution is hot, with the 0.3 to 0.5 N HCl to a phenolphthalein end point.

## 6. Calculation

1. Calculate the degree of etherification, G, as follows:

$$A = (BC - DE)/F \quad (1)$$

$$G = 0.162A/(1 - 0.0584A) \quad (2)$$

where:

- A = milliequivalents of acid consumed per gram of sample,
- B = NaOH solution added, mL,
- C = normality of the NaOH solution,
- D = HCl required for titration of the excess NaOH, mL,
- E = normality of the HCl,
- F = acid carboxymethylcellulose used, g,
- 162 = gram molecular mass of the anhydroglucose unit of cellulose, and
- 58 = net increase in molecular mass of anhydroglucose unit for each carboxymethyl group substituted.

## 7. Precision and Bias

1. *Precision*—Statistical analysis of intralaboratory (repeatability) test results indicates a precision of  $\pm 0.04$  D.E. units at the 95 % confidence level.

2. *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring degree of etherification because no suitable reference material exists.

## Test Method B—Nonaqueous Titration

### 1. Summary of Test Methods

1. This measurement is based upon a nonaqueous acid-base titration. The sample is refluxed with glacial acetic acid, and the resulting sodium acetate is titrated with a standard solution of perchloric acid in dioxane, to a potentiometric end point. Impurities containing alkaline sodium will also be titrated under these conditions. Sodium chloride does not interfere.

### 2. Apparatus

1. *pH Meter*, equipped with a standard glass electrode and a calomel electrode modified as follows:

- 1.1 Discard the aqueous potassium chloride solution, then rinse and fill with the calomel electrode solution as described in 3.2.
- 1.2 Add a few crystals of potassium chloride and silver chloride or silver oxide to the electrode.

2. *Buret*, micro, 10-mL capacity.

### 3. Reagents

1. *Acetic Acid*, glacial.
2. *Calomel Electrode Solution*—Add 2 g of potassium chloride (KCl) and 2 g of silver chloride (AgCl) or silver oxide (Ag<sub>2</sub>O) to 100 mL of methanol and shake thoroughly to saturate. Use the supernatant liquid.
3. *1,4-Dioxane*.
4. *Perchloric Acid* (0.1 N)—Add 9 mL of concentrated perchloric acid (HClO<sub>4</sub>, 70 % to 1 L of dioxane, with stirring (**Warning**—The solution of perchloric acid in dioxane should never be heated or allowed to evaporate.). Store in an amber glass bottle. Any slight discoloration that appears on standing may be disregarded.

- 4.1 Standardize the solution as follows: Dry potassium acid phthalate for 2 h at 120°C. Weigh 2.5 g to the nearest 0.0001 g into a 250-mL volumetric flask. Add glacial acetic acid, shake to dissolve, and then make up to volume and mix thoroughly. Pipet 10 mL into a 100-mL beaker and add 50 mL of acetic acid. Place on a magnetic stirrer and insert the electrodes of the pH meter. Add nearly the required amount of HClO<sub>4</sub> from a buret, then decrease the increments to 0.05 mL as the end point is approached. Record the millilitres of titrant versus millivolts, and continue the titration a few millilitres beyond the end point. Plot the titration curve and read

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

the volume of titrant at the inflection point. Calculate the normality, N, as follows:

$$N = (A \times 10 \times 1000) / (B \times 204.22 \times 250) \quad (3)$$

where:

- A = potassium acid phthalate used, g,
- B = HClO<sub>4</sub> added, mL,
- 204.22 = gram molecular mass of potassium acid phthalate,
- 10 = potassium acid phthalate solution added, mL, and
- 250 = glacial acetic acid used to dissolve potassium acid phthalate, mL.

5. *Potassium Acid Phthalate*, primary standard, National Institute of Standards and Technology Standard Sample No. 84.

#### 4. Procedure

1. Weigh 0.2 g of the sample, to the nearest 0.0001 g, into a 250-mL Erlenmeyer flask with ground-glass joint. Add 75 mL of acetic acid, connect to a water-cooled condenser, and reflux gently on a hot plate for 2 h.
2. Cool, and transfer the solution to a 250-mL beaker with the aid of 50 mL of acetic acid. Place on the magnetic stirrer and titrate to a potentiometric end point with 0.1 N HClO<sub>4</sub> in accordance with 3.4.

#### 5. Calculation

1. Calculate the degree of etherification, H, as follows (Note 1):

$$M = (AN \times 100) / (G \times (100 - B)) \quad (4)$$

$$H = 0.162 M / (1.000 - (0.080 M)) \quad (5)$$

where:

- M = milliequivalents of acid consumed per gram of sample,
- A = HClO<sub>4</sub> added, mL,
- N = normality of HClO<sub>4</sub>,
- G = sample used, g,
- B = percent moisture, determined on a separate sample, in accordance with Sections 4-7,
- 162 = gram molecular mass of an anhydroglucose unit of cellulose, and

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

80 = net increase in molecular mass of an anhydroglucose unit for each sodium carboxymethyl group added.

NOTE 1—The result calculated in accordance with Section 18 includes the alkaline sodium from sodium glycolate; however, if the latter is less than 0.5 %, the interference is negligible.

## 6. Precision and Bias

1. *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory test results indicates the precision of this test method as shown below:

Approximate D.E. Level	Precision, D.E. Units (95 % Confidence Level)
0.40	±0.010
0.80	±0.012
1.35	±0.038

2. *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring degree of etherification because no suitable reference material exists.



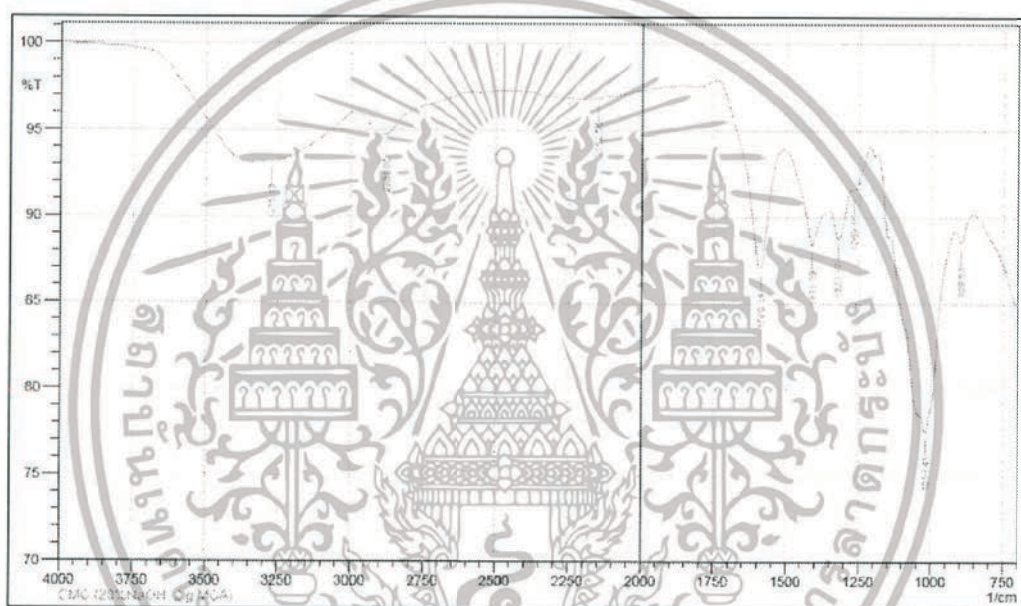
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ง

### ข้อมูลดิบจากการทดลอง

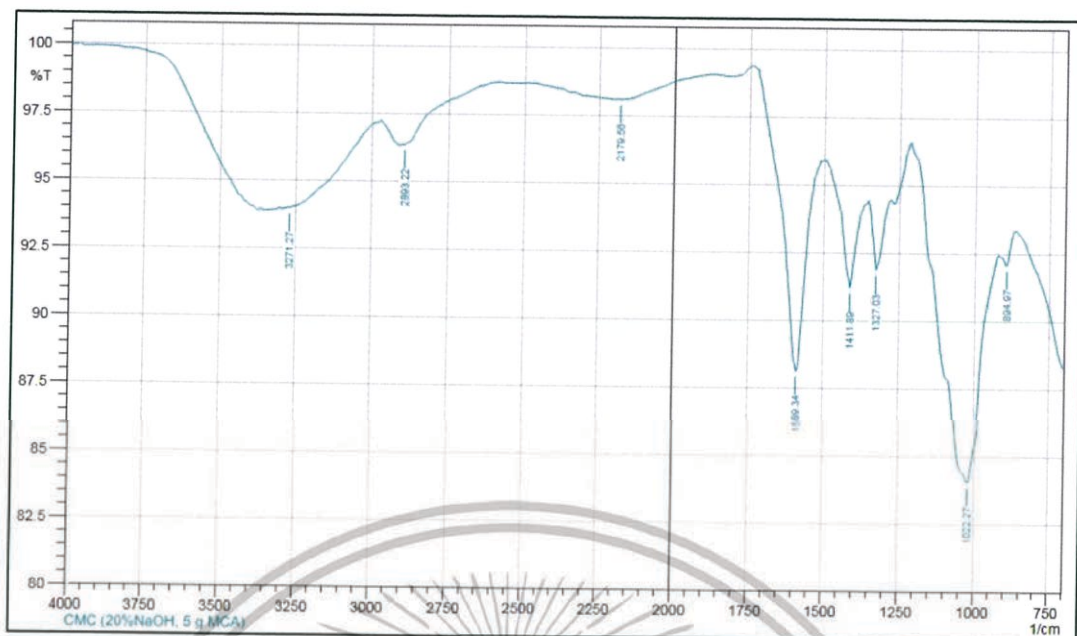
1. การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดที่ได้จากการตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิค FT-IR แสดงดังรูปที่ ง.1-ง.3

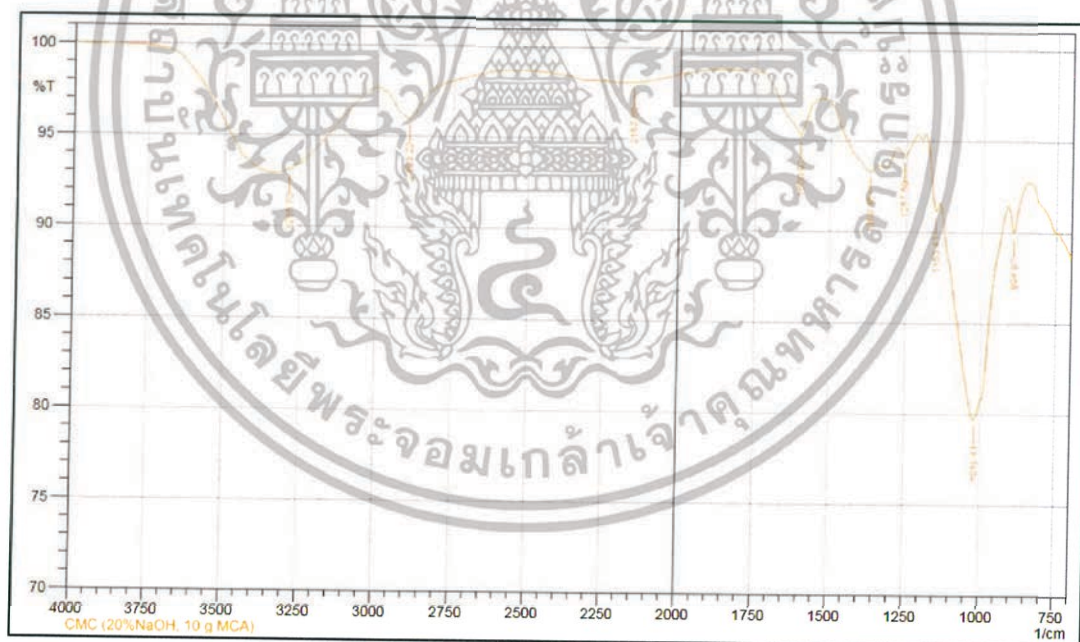


รูปที่ ง.1 สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 2 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.2 สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 5 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง



รูปที่ ง.3 สเปกตรัมของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 20 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดโมโนคลอโรอะซิติก 10 กรัม ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. ระดับการแทนที่ (Degree of substitution)

ข้อมูลการทดลองสำหรับการวิเคราะห์ระดับการแทนที่ แสดงดังตารางที่ ง.1

ตารางที่ ง.1 ข้อมูลการทดลองสำหรับการวิเคราะห์ระดับการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกน  
สับปะรด ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย

ความเข้มข้นสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละโดยมวลต่อ ปริมาตร)	ปริมาณกรด โมโนคลอโร อะซิติก (กรัม)	เวลาในการ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ปริมาตรกรด ไฮโดรคลอริก ที่ใช้ไทเทรต (มิลลิลิตร)	ปริมาณสาร ตัวอย่างที่ใช้ (กรัม)	A	DS
20	2	3	10.50	1.00	4.35	0.94
	5		7.70	1.00	5.19	1.21
	10		12.60	1.00	3.72	0.77
30	2	3	11.50	1.00	4.05	0.86
	5		4.70	1.00	6.09	1.53
	10		9.70	1.00	4.59	1.02
30	5	1	6.40	1.00	5.58	1.34
		5	6.60	0.94	5.87	1.45

## 3. ความหนืด (Viscosity)

ข้อมูลการทดลองสำหรับการวิเคราะห์ความหนืด แสดงดังตารางที่ ง.2 และ ง.3

ตารางที่ ง.2 ข้อมูลการทดลองสำหรับการวิเคราะห์ความหนืดของสารละลายคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส  
เข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร และน้ำ ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

ความเข้มข้นสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละโดยมวลต่อ ปริมาตร)	ปริมาณกรด โมโนคลอโร อะซิติก (กรัม)	เวลาในการ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	เวลาที่สารไหลผ่านจุด A ถึงจุด B (วินาที)			
			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
20	2	3	65.46	65.63	65.70	65.60
	5		555.88	555.81	552.25	554.65
	10		66.46	66.36	66.37	66.40
30	2	3	65.53	65.82	65.72	65.69
	5		1,301.12	1,293.79	1,273.45	1,289.45
	10		147.57	147.40	146.76	147.24
30	5	1	274.41	277.54	275.25	275.73
		5	151.76	152.08	151.75	151.86
น้ำ			61.45	61.33	61.30	61.36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ง.3 ข้อมูลความหนืดของสารละลายคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร และน้ำ ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

ความเข้มข้นสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตร)	ปริมาณกรด โมโนคลอโร อะซิติก (กรัม)	เวลาในการ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ความหนาแน่น (กรัมต่อมิลลิเมตร)	ความหนืด (เซนติพอยส์)
20	2	3	1.0342	0.92
	5		0.9960	7.45
	10		1.0291	0.92
30	2	3	1.0323	0.91
	5		1.0479	18.23
	10		1.0047	2.00
30	5	1	1.0141	3.77
		5	1.0068	2.06
น้ำ			1.0800	0.89

#### 4. ความสามารถในการละลายน้ำ (Water solubility)

ข้อมูลการทดลองสำหรับการวิเคราะห์ความสามารถในการละลายน้ำ แสดงดังตารางที่ ง.4

ตารางที่ ง.4 ข้อมูลการทดลองสำหรับวิเคราะห์ความสามารถในการละลายน้ำของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากแกนสับปะรด ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยมีไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย (คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส 0.5 กรัม ละลายในน้ำ 50 มิลลิเมตร)

ความเข้มข้นสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (ร้อยละโดยมวลต่อ ปริมาตร)	ปริมาณกรด โมโนคลอโร อะซิติก (กรัม)	เวลาในการ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	คาร์บอกซิเมทิล เซลลูโลสส่วนที่ ไม่ละลายน้ำ (กรัม)	ร้อยละ ความสามารถใน การละลายน้ำ
20	2	3	0.33018	33.96
	5		0.21898	56.20
	10		0.28004	43.99
30	2	3	0.38916	22.17
	5		0.16512	66.98
	10		0.25406	49.19
30	5	1	0.22050	55.90
		5	0.21688	56.62

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้