

รายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการ



การสังเคราะห์การบอกชี้เมทิลเซลลูโลสจากชานอ้อย

เสนอ

ฝ่ายวิจัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โดย

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ : รองศาสตราจารย์ ดร.โสภณ เรืองสำราญ

ผู้วิจัย : นางสาวปราณี รัตนวลิตโรจน์

นายศรีไฉล ขุนทน

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ค
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์.....	3
ชานอ้อย (bagasse) และส่วนประกอบที่สำคัญ.....	3
งานวิจัยเกี่ยวกับการใช้ประโยชน์จากชานอ้อย.....	5
วัตถุประสงค์ในการเตรียมเยื่อเซลลูโลสคุณภาพสูง.....	6
การเตรียมเยื่อคุณภาพสูงจากชานอ้อย.....	7
1. การกำจัดเอมิเซลลูโลสออกจากเยื่อ.....	8
2. กรรมวิธีการฟอกเยื่อ (bleaching).....	9
สารประเภทเซลลูโลสอีเทอร์ (cellulose ethers).....	10
กระบวนการผลิตเซลลูโลสอีเทอร์.....	11
ปฏิกิริยาเคมีของการสังเคราะห์เซลลูโลสอีเทอร์.....	11
สารเซลลูโลสอีเทอร์ชนิดต่างๆ.....	12
คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส หรือซีเอ็มซี.....	15
ระบบของปฏิกิริยา (reaction system) ในการสังเคราะห์ซีเอ็มซี.....	15
ปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ซีเอ็มซี.....	15
สมบัติของซีเอ็มซี.....	17
การประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรม.....	19
งานวิจัยที่ผ่านมาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ซีเอ็มซี จากวัสดุเหลือทิ้ง- ทางการเกษตรหรือกากอุตสาหกรรม.....	20

	หน้า
บทที่ 3 การทดลอง.....	22
ขั้นตอนการดำเนินงาน.....	22
การทดลอง.....	22
1. การเตรียมขานอ้อย.....	23
2. การเตรียมเยื่อเซลลูโลส.....	23
3. การตรวจสอบสมบัติของเยื่อเซลลูโลส.....	24
4. การสังเคราะห์ซีเอ็มซี.....	26
5. การตรวจสอบสมบัติของซีเอ็มซี.....	26
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์.....	31
อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	
ต่อสมบัติของเยื่อเซลลูโลส.....	31
อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	
ในขั้นตอนการเตรียมเยื่อต่อสมบัติของซีเอ็มซี.....	34
อิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซิดต่อสมบัติของซีเอ็มซี.....	37
การศึกษาสมบัติของซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองในภาวะที่ให้ผลดีที่สุด.....	42
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	49
เอกสารอ้างอิง.....	50

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 แสดงปริมาณอ้อยที่เข้าหีบในโรงงานน้ำตาลทั่วประเทศไทย ในระหว่างปี 2536-2539.....	1
2.2 ส่วนประกอบของชานอ้อย.....	3
2.3 ส่วนประกอบทางเคมีของพีซีไร และวัสดุเหลือทิ้งจากเกษตรกรรม.....	7
2.4 แสดงคุณลักษณะ (specification) ของซีเอ็มซีสำหรับการประยุกต์ใช้งานต่างๆ..	19
2.5 แสดงสมบัติของซีเอ็มซีที่นำมาประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ.....	20
4.1 แสดงค่าความสว่าง (Y) ในระบบ CIE ของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมขึ้น โดยใช้ไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	32
4.2 แสดง %Yield ของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารละลาย ไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	32
4.3 แสดงปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในเยื่อที่ฟอกแล้ว ภายหลังการทำ alkali boiling โดยใช้สารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	34
4.4 ลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	35
4.5 แสดงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อ ที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่ ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	36
4.6 ลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ กรดโมโนคลอโรแอซิดิกที่อัตราส่วนต่างๆ.....	39
4.7 อิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซิดิกต่อค่า D.S. และความสามารถในการละลายของซีเอ็มซี.....	40
4.8 แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซิดิก ต่อค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซี.....	41

ตารางที่	หน้า
4.9 แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซิดิก ต่อค่าความหนืด ค่า D.S. และความสามารถในการละลายของ สารละลายซีเอ็มซี.....	42
4.10 แสดงการเปรียบเทียบสมบัติทั่วไปของซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลอง กับ Hycel CMC.....	45
4.11 การเปลี่ยนแปลงของค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้ จากการทดลอง เมื่อผ่านการเก็บรักษาไว้เป็นเวลา 40 วัน.....	46
4.12 การเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้ จากการทดลองเปรียบเทียบกับเกรดการค้า ณ อุณหภูมิต่างๆ.....	47



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างของโมเลกุลเซลลูโลส.....	4
2.2	แสดงตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลใน anhydroglucose unit.....	10
2.3	แสดงตัวอย่างของค่า D.S.....	10
2.4	แสดงขั้นตอนกระบวนการผลิตเซลลูโลสอีเทอร์ในอุตสาหกรรม.....	11
2.5	ปฏิกิริยาทั่วไปของการสังเคราะห์เซลลูโลสอีเทอร์.....	12
2.6	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทิลเซลลูโลส.....	12
2.7	แสดงปฏิกิริยาการเตรียม MHEC (1) และ MHPC (2).....	13
2.8	แสดงปฏิกิริยาหลักและปฏิกิริยาข้างเคียงในการสังเคราะห์ MHPC.....	13
2.9	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลส	14
2.10	แสดงปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ซีเอ็มซี.....	16
4.1	แสดงลักษณะของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมได้โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	31
4.2	แสดง %Yield ของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารละลายโซเดียม ไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	33
4.3	แสดงลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkaline boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ.....	34
4.4	แสดงลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับ ความเข้มข้นต่างๆ.....	35
4.5	แสดงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อ ที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความ เข้มข้นต่างๆ.....	37
4.6	ลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้โดยการใส่กรดโมโนคลอโรแอซิดิกที่ อัตราส่วนต่างๆ.....	38
4.7	ลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้โดยการใส่กรดโมโน- คลอโรแอซิดิกที่อัตราส่วนต่างๆ.....	39

รูปที่	หน้า
4.8	แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรอะซิติกต่อค่า D.S.....40
4.9	แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรอะซิติก ต่อค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซี.....41
4.10	แสดงลักษณะของซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองโดยใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรอะซิติก เท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 เปรียบเทียบกับ ซีเอ็มซีเกรดการค้า.....43
4.11	แสดงลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองโดยใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรอะซิติก เท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 เปรียบเทียบกับ ซีเอ็มซีเกรดการค้า.....44
4.12	แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้ จากการทดลอง เมื่อผ่านการเก็บรักษาไว้เป็นเวลา 40 วัน.....46
4.13	แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการ ทดลองเปรียบเทียบกับเกรดการค้า ณ อุณหภูมิต่างๆ.....48

บทคัดย่อ

การทดลองนี้ได้แสดงให้เห็นถึงวิธีการสังเคราะห์และตรวจสอบคุณภาพของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี) ที่เตรียมขึ้นจากขานอ้อย อ้อยที่ไม่ได้ผ่านการแยกชุยจะถูกนำมาเตรียมให้เป็นเยื่อเซลลูโลสโดยใช้กระบวนการ พรูโรโดรลิซิส และต้มกับด่าง จากนั้นจะนำเยื่อที่ฟอกแล้วมาทำการวิเคราะห์ปริมาณและวัดค่าความสว่าง แล้วนำไปสังเคราะห์เป็นคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสด้วยระบบที่ใช้ตัวทำละลาย โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดโมโนคลอโรแอซิดิกในการทำปฏิกิริยา สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ผ่านขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์แล้วจะถูกตรวจวัดคุณภาพออกมาในค่าของ ความหนืดปรากฏ ค่าระดับของการแทนที่ ความบริสุทธิ์ และปริมาณความชื้น ซึ่งผลจากการทดลองได้แสดงให้เห็นว่า ค่าระดับของการแทนที่ซึ่งมีส่วนควบคุมความสามารถในการละลายของซีเอ็มซีนั้น จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของอีเทอร์ฟายอิงเอเจนต์ โดยซีเอ็มซีที่ผลิตขึ้นจากการใช้อัตราส่วนเยื่อต่อกรดโมโนคลอโรแอซิดิกเท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 ได้แสดงสมบัติส่วนใหญ่อยู่ในเกณฑ์ที่สูงกว่าค่าที่ได้จากซีเอ็มซีเกรดการค้าที่ใช้สำหรับอุตสาหกรรมสิ่งทอ



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Abstract

In this work, the synthesis and characterization of carboxymethylcellulose (CMC) obtained from pulps of bagasse is described. Without depithing, the bagasse was subjected to pulping by prehydrolysis and alkali boiling processes. The bleached pulps were then characterized in terms of lightness and α -cellulose content. The carboxymethylcellulose were obtained by solvent process with the existence of sodium hydroxide and monochloroacetic acid. The properties of purified products were then monitored in terms of apparent viscosity, degree of substitution (D.S.), purity and moisture content. The results showed that the D.S., which governed solubility of CMC, were increase with the concentration of etherifying agent. The CMC produced by using the pulps to monochloroacetic acid ratio of 1 : 1 and 1 : 1.25 exhibited the most of its performance greater than that of the textile commercial grade.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กิตติกรรมประกาศ

รายงานฉบับสมบูรณ์ของโครงการวิจัยเรื่อง การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากชานอ้อย ซึ่งได้รับการสนับสนุนจากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (งบประมาณแผ่นดิน ปี 2540) สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี คณะผู้วิจัยใคร่ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เล็ก อุตตมะสิล ซึ่งเป็นผู้ให้แนวคิดริเริ่มในโครงการวิจัยนี้

ขอขอบคุณ คุณสุพิน ต่างวิวัฒน์ ที่ได้ให้คำแนะนำและความช่วยเหลือด้านข้อมูล
ขอขอบคุณ กองการวิจัย กรมวิทยาศาสตร์บริการ และฝ่ายเทคโนโลยีและประสานการควบคุม สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย สำหรับความอนุเคราะห์ด้านข้อมูล

ขอขอบคุณ บริษัท ไทยเซลลูโลสโปรดักส์ จำกัด ที่ได้กรุณาให้ความอนุเคราะห์ในการเยี่ยมชมโรงงาน

ขอขอบคุณ เจ้าหน้าที่สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทุกท่านที่มีส่วนช่วยเหลือในโครงการวิจัยนี้

และในท้ายที่สุดนี้ คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณอีกครั้งหนึ่งต่อสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ที่กรุณาให้การสนับสนุนงบประมาณสำหรับการดำเนินงานในครั้งนี้

คณะผู้วิจัย

สิงหาคม 2541

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



บทที่ 1 บทนำ

อ้อย เป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญของประเทศ โดยเป็นวัตถุดิบหลักในอุตสาหกรรม การผลิตน้ำตาลทราย และอุตสาหกรรมต่อเนื่องอื่นๆ อีกมากมาย ซึ่งประเทศไทยนั้นมียุทธศาสตร์การ ส่งออกน้ำตาลทรายจัดอยู่ในอันดับ 3 หรือ 4 ของโลก จากสถิติการที่บอชอ้อยของโรงงานน้ำตาลใน ประเทศไทยซึ่งมีอยู่ทั้งหมด 46 โรงงาน พบว่าในปี 2538/2539 มียุทธศาสตร์อ้อยที่เข้าหีบถึง 57.7 ล้านตัน (ตารางที่ 1.1) เมื่อหักกลบน้ำหนักในส่วนประกอบของน้ำที่มีอยู่ประมาณ 70-76% (ปรีชา สุริยพันธุ์, 2523) ออกแล้วจะพบว่า มียุทธศาสตร์ขานอ้อยซึ่งจัดเป็นเศษวัสดุหรือกากจากอุตสาหกรรม นี้ถึง 1.5 ล้านตัน

ตารางที่ 1.1 แสดงปริมาณอ้อยที่เข้าหีบในโรงงานน้ำตาลทั่วประเทศไทย ในระหว่างปี 2536-2539

ฤดูกาลผลิต (ปี พ.ศ.)	ปริมาณอ้อย (ตัน)
2536/2537	37,569,053
2537/2538	50,458,891
2538/2539	57,693,352

ที่มา : ฝ่ายเทคโนโลยีและประสานงานควบคุม สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย

จากอดีตจนถึงปัจจุบัน ขานอ้อยส่วนใหญ่ได้ถูกนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับการ คัมน์น้ำในหม้อน้ำ และเดินเครื่องจักรตามโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ แม้กระนั้นก็ยังคมีขานอ้อย เหลืออยู่อีกเป็นจำนวนมาก จึงได้มีผู้คิดค้นหาวิธีนำขานอ้อยไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆ ซึ่งที่สำคัญ ได้แก่ การผลิตเยื่อและกระดาษ อย่างไรก็ตามการใช้ขานอ้อยเป็นเชื้อเพลิงก็ยังจัดว่าเป็นการใช้ ประโยชน์ที่ไม่คุ้มค่าเท่าที่ควร และกระดาษที่ผลิตขึ้นจากขานอ้อยก็ยังอยู่ในเกณฑ์คุณภาพต่ำ เนื่องจากกระบวนการเตรียมเยื่อได้ทำให้ความแข็งแรงของเส้นใยลดลงไปจากเดิมมาก

แนวทางหนึ่งของการวิจัยเพื่อใช้ประโยชน์จากชานอ้อยให้คุ้มค่าที่สุดก็คือ การมองในแง่ของแหล่งเซลลูโลส ซึ่งจากการวิจัยที่ผ่านมาพบว่ชานอ้อยเป็นวัตถุดิบที่น่าสนใจสำหรับการผลิตเซลลูโลสคุณภาพสูง เนื่องจากมีราคาถูก และมีคุณภาพของเคมีที่ใช้ได้ ปัจจุบันอุตสาหกรรมต่างๆ ได้นำเซลลูโลสไปใช้ประโยชน์เป็นจำนวนมากขึ้น โดยขึ้นอยู่กับคุณภาพของเซลลูโลสชนิดนั้นๆ โดยเฉพาะการผลิตอนุพันธ์ของเซลลูโลส ซึ่งมีอยู่มากมายหลายชนิด และมีกรรมวิธีการผลิตที่แตกต่างกันออกไป ทั้งนี้คุณภาพของอนุพันธ์ก็ขึ้นอยู่กับคุณภาพของวัตถุดิบเป็นสำคัญ

อนุพันธ์ชนิดหนึ่งของเซลลูโลสที่มีการใช้ประโยชน์กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบันก็คือคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส หรือที่เรียกกันว่า ซีเอ็มซี (carboxymethylcellulose, CMC) ซึ่งจัดว่าเป็นโพลิเมอร์ที่ละลายน้ำได้ (soluble polymer) วิธีการสังเคราะห์ซีเอ็มซีทำได้โดยการนำเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดโมโนคลอโรแอซิดิก ผลิตภัณฑ์ซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้นั้น เมื่อนำมาละลายน้ำจะได้สารละลายหนืดใส ไม่มีกลิ่น และไม่เป็นอันตรายต่อร่างกาย จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่างๆ ได้มากมาย อาทิเช่น อุตสาหกรรมสารซักฟอก สีทา กาว สิ่งทอ กระดาษ เซรามิก อาหารและยา เป็นต้น

การทดลองระดับห้องปฏิบัติการในการใช้ชานอ้อยเป็นวัตถุดิบสำหรับการสังเคราะห์ซีเอ็มซี จึงเป็นอีกแนวทางหนึ่งสำหรับการนำของเสียที่เกิดขึ้นจากโรงงานอุตสาหกรรมมาใช้ให้เกิดประโยชน์อย่างคุ้มค่า ซึ่งอาจพัฒนาไปสู่การผลิตในระดับอุตสาหกรรม เพื่อลดต้นทุนของวัตถุดิบในการผลิตซีเอ็มซีภายในประเทศได้

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2 วารสารปริทัศน์

ชานอ้อย (bagasse) และส่วนประกอบที่สำคัญ

อ้อยที่ตัดเข้าหีบ (millable cane) จะมีส่วนประกอบของน้ำตั้งแต่ 70-76% เศษที่เหลือจากการหีบเอาน้ำอ้อยออกจากท่อนก็คือ ส่วนที่เรียกว่า ชานอ้อย ซึ่งจัดเป็นเศษวัสดุหรือกากจากอุตสาหกรรมน้ำตาล องค์ประกอบภายในชานอ้อยจะมีส่วนอินทรีย์สารซึ่งประกอบด้วย เส้นใย (fiber) น้ำตาลหลายชนิด ซี้ผึ้ง ลิกนิน และสารอื่นๆ รวมทั้งส่วนของเถ้า (ash) ทั้งนี้ปริมาณที่แต่ละสัดส่วนนั้นมีอยู่ก็ขึ้นอยู่กับชนิดของดินและสภาพอากาศที่ปลูกอ้อยนั้น (ตารางที่ 2.1)

ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบของชานอ้อย

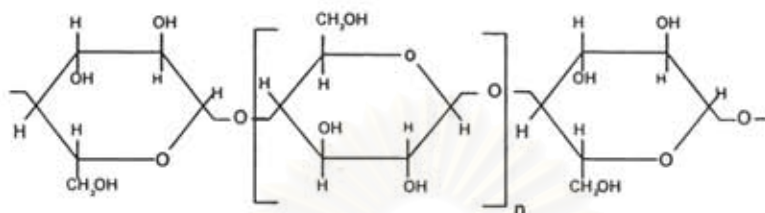
constituent	entrie bagasse% (dry wt.)	bagasse fiber% (dry wt.)	bagasse pith% (dry wt.)
cellulose	46.00	56.60	55.40
hemicellulose	24.50	26.11	29.33
fats and waxes	3.45	2.25	3.55
ash	2.40	1.30	3.02
lignin	19.95	19.15	22.30
silica	2.00	0.46	2.42

รายละเอียดของส่วนประกอบที่สำคัญที่มีอยู่ในชานอ้อย มีดังต่อไปนี้

1. เซลลูโลส (cellulose)

เซลลูโลสคือสารพอลิแซคคาไรด์ (polysaccharide) ซึ่งจัดอยู่ในกลุ่มของคาร์โบไฮเดรตชนิด high polymer โครงสร้างของเซลลูโลสจะประกอบไปด้วยหน่วยที่ซ้ำๆกันของ andyroglycopyranose unit เชื่อมต่อกันด้วย β -linkage ได้เป็นลักษณะสายโซ่ยาว (รูปที่ 2.1) โดยภายในโมเลกุลเซลลูโลสนั้นอาจมีกลูโคสได้ถึง 10,000 หน่วย ซึ่งสายโซ่เหล่านี้สามารถถูกตัดขาดออกจากกันและมีผลทำให้น้ำหนักโมเลกุลลดลงได้ด้วยวิธี ไฮโดรลิซิส (hydrolysis) ออกซิเดชัน (oxidation) การย่อยสลายทางโฟโตเคมี (photochemical degradation) หรือวิธีทาง

เชิงกลใดๆ เซลลูโลสไม่สามารถละลายได้ในน้ำ ตัวทำละลายอินทรีย์ต่างๆ ไป และสารละลายต่าง แต่จะละลายได้ในสารละลาย cupraammonium hydroxide, cupriethylenediamine hydroxide, cadmium ethylenediamine hydroxide และ alkaline sodium ferric tartrate (Browning, 1990)



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของโมเลกุลเซลลูโลส

โดยปกติเซลลูโลสมักปรากฏใน 3 รูปแบบ คือ แอลฟา (α) บีต้า (β) และแกมมา (γ) โดยแอลฟา-เซลลูโลสจะมีค่า D.P. สูงที่สุดและไม่ละลายในสารละลายต่างเข้มข้น ซึ่งจัดว่าเป็นองค์ที่สำคัญที่สุดสำหรับเยื่อคุณภาพสูง และเมื่อก้าวถึงสมบัติของเซลลูโลสก็มักจะหมายถึงส่วนที่เป็นแอลฟา-เซลลูโลสเป็นสำคัญ ส่วนบีต้า-เซลลูโลสและแกมมา-เซลลูโลส จะมีค่า D.P. ต่ำกว่ามาก ซึ่งเมื่อนำทั้งสองส่วนนี้มารวมกันจะเรียกว่า เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) ส่วนคำว่า โฮโลเซลลูโลส (holocellulose) นั้นหมายถึง ส่วนประกอบทั้งหมดของพืชที่เป็นคาร์โบไฮเดรตซึ่งไม่ละลายน้ำ (Lewis, 1993)

2. เฮมิเซลลูโลส

จัดอยู่ในกลุ่มของพอลิแซคคาไรด์ที่มักปรากฏอยู่ร่วมกับเซลลูโลสในพืช ซึ่งถ้าผ่านการไฮโดรลิซิสแล้วจะให้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำตาลประเภท hexose ได้แก่ D-glucose, D-mannose, D-galactose และน้ำตาลประเภท pentose ได้แก่ D-xylose L-arabinose โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลสจะมีลักษณะเป็นกิ่งก้านสาขาอยู่เล็กน้อยโดยมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่าเซลลูโลสอยู่มาก มีค่า D.P. ประมาณ 200-500 หน่วยต่อโมเลกุล การวิเคราะห์เพื่อแยกเฮมิเซลลูโลสออกจากเซลลูโลสสามารถทำได้โดยวิธีใช้ไฮโดรลิซิสในสารละลายเจือจางของกรดขี้เืองร้อน และอาศัยสมบัติการละลายได้ในสารละลายต่าง (Browning, 1990)

3. ลิกนิน (lignin)

โครงสร้างของลิกนินจะอยู่ในรูปอสัณฐาน โดยมีองค์ประกอบส่วนหนึ่งเป็น aromatic คือปกติโมเลกุลจะประกอบไปด้วยหมู่ methyl, aliphatic และ phenolic hydroxyl โดย

มักเรียกกันว่าเป็น cementing material หรือ encrusting substance ลิกนินนั้นไม่ละลายในน้ำ และสารอินทรีย์ทั่วไป แต่สามารถละลายได้ในกรด และละลายได้บางส่วนในสารละลายต่าง รวมทั้งสามารถทำการ attack เพื่อเปลี่ยนให้อยู่ในรูปที่ละลายได้ด้วย oxidizing agents

4. กรดไขมัน

กรดโมโนคาร์บอกซิลิกชนิดอะลิฟาติกที่มีสารไฮดรอกซิลเป็นส่วนประกอบที่สามารถสกัดได้จากพืชทั่วไป กรดที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น กรดแอสติก (acetic acid) จะเกิดปฏิกิริยา กลายเป็นหมู่ acetyl ในเฮมิเซลลูโลสได้ ส่วนกรดที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ขึ้นซึ่งพบกันมาก ได้แก่ กรด oleic, palmitic, stearic, linoleic เป็นต้น กรดไขมันที่พบอยู่ในรูปอิสระจะมีเพียงบางส่วนเท่านั้น เพราะส่วนใหญ่จะทำปฏิกิริยา esterification กับแอลกอฮอล์แล้วเกิดการกลายสภาพไปเป็น ไขมันและ waxes

5. สารอนินทรีย์ (Inorganic constituents)

ส่วนประกอบที่เป็นสารอนินทรีย์ซึ่งมีปรากฏอยู่ในชานอ้อย มักอยู่ในรูปของ เถ้า (ash) และซิลิกา (silica) เป็นต้น

งานวิจัยเกี่ยวกับการใช้ประโยชน์จากชานอ้อย

ในอดีต ชานอ้อยซึ่งเป็นผลพลอยได้จากโรงงานน้ำตาลส่วนใหญ่มักถูกนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับเดินเครื่องจักรไอน้ำ แต่ก็ยังมีชานอ้อยเหลืออยู่อีกเป็นจำนวนมากซึ่งก่อให้เกิดปัญหาในการกำจัดและทำลายให้หมดไปจากบริเวณโรงงาน นักวิจัยจึงได้พยายามค้นคว้าหาวิธีที่จะนำมาใช้ให้เกิดประโยชน์แก่มนุษย์ให้มากขึ้น อาทิเช่น นำมาอัดเป็นแผ่นคล้ายไม้อัด นำไปใช้ในการผลิตเยื่อกระดาษโดยแยกสิ่งสกปรกและชุยอ้อย (pith) ออกก่อนแล้วจึงนำไปผสมกับเยื่อที่ได้จากไม้ไผ่และเยื่อชนิดอื่นๆ มีการสกัดสารฟูฟูราล (furfural) จากชานอ้อยซึ่งสามารถใช้ในอุตสาหกรรมกลั่นไม้และน้ำมันหล่อลื่นหรือใช้เป็นส่วนผสมของกาวได้ ส่วนของชุยอ้อยที่แยกออกจากการทำเยื่อกระดาษก็ยังสามารถใช้ทำเป็นอาหารสัตว์โดยผสมกับกากน้ำตาลหรือสามารถใช้ทำส่วนประกอบของวัตถุระเบิดได้ (ปรีชา สุริยพันธุ์, 2523) นอกจากนี้ยังมีรายงานการวิจัยเกี่ยวกับการใช้ประโยชน์ในส่วนที่เป็นเฮมิเซลลูโลสของชานอ้อยสำหรับการสังเคราะห์ xylitol (Tsao, 1996), xylose syrup (Saska, 1995) และการวิจัยเพื่อผลิตแอลกอฮอล์จากไฮโดรเซลลูโลสของชานอ้อย (Salomon, 1989) เป็นต้น

วัตถุดิบในการเตรียมเยื่อเซลลูโลสคุณภาพสูง

เซลลูโลสคุณภาพสูง เป็นวัตถุดิบที่สำคัญในอุตสาหกรรมการผลิตอนุพันธ์ต่างๆ (derivatives) ของเซลลูโลส เช่น คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส เซลลูโลสแอซีเตท เซลลูโลสไนเตรท เป็นต้น ซึ่งจัดว่า เป็นวัตถุดิบตัวหนึ่งที่มีปริมาณความต้องการในภาคอุตสาหกรรมสูงมากขึ้นในแต่ละปี

เยื่อเซลลูโลสคุณภาพสูงที่ผลิตขึ้นในต่างประเทศมักทำมาจากไม้ยืนต้น เช่น ไม้จำพวกสน (spruce) และยูคาลิปตัส ทั้งนี้เพราะการผลิตในต่างประเทศจะทำเป็นอุตสาหกรรมขนาดใหญ่ซึ่งต้องใช้วัตถุดิบเป็นจำนวนมาก หากใช้วัตถุดิบจำพวกพืชไร่ซึ่งมีคุณภาพและปริมาณแตกต่างกันไปจากหลายๆแหล่ง จะทำให้คุณภาพเยื่อที่ผลิตออกมามีความไม่แน่นอน ต่างกับการใช้ไม้ยืนต้นซึ่งมีการปลูกไว้เป็นจำนวนมากและสามารถตัดเก็บมาใช้เป็นระยะๆได้ นอกจากนี้อัตราค่าแรงที่แพงยังทำให้ค่าใช้จ่ายในการเก็บรวบรวมพืชไร่ นั้นไม่คุ้มทุน แต่สำหรับประเทศไทยซึ่งมีการปลูกพืชไร่เป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญอยู่หลายชนิด อีกทั้งอัตราค่าจ้างแรงงานก็ยังไม่สูงมากนัก และที่สำคัญก็คือ วัสดุเหลือทิ้งหรือผลพลอยได้จากการเกษตรกรรมที่มีปริมาณเพิ่มมากขึ้นในแต่ละปีก็ยังไม่ได้นำมาใช้ประโยชน์อย่างเต็มที่ การวิจัยและพัฒนาโดยการนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตเซลลูโลสคุณภาพสูงจึงเป็นอีกแนวทางหนึ่งที่จะสามารถเพิ่มมูลค่าให้แก่วัสดุเหล่านี้ได้

จากการศึกษาที่ผ่านมา ได้มีการสรุปเกณฑ์ขั้นต่ำของคุณภาพทางเคมีสำหรับวัตถุดิบที่สามารถนำมาใช้เตรียมเซลลูโลสคุณภาพสูงไว้ดังนี้

1. มีแอลฟา-เซลลูโลส ไม่ต่ำกว่า 29%
2. มีลิกนิน ไม่เกิน 22%
3. มีเถ้า ไม่เกิน 9%
4. มีเพนโตแซน (pentosans) ไม่เกิน 32%

ซึ่งจากงานวิจัยที่ได้มีการศึกษาถึงส่วนประกอบทางเคมีของพืชไร่และวัสดุเหลือทิ้งจากเกษตรกรรม (ดร.จิตต์ ศรีวรรณวิทย์, 2521) พบว่า ชานอ้อยเป็นหนึ่งในจำนวนพืชหลายๆชนิดที่มีคุณภาพทางเคมีอยู่ภายในเกณฑ์ดังกล่าว (ตารางที่ 2.2)

ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบทางเคมีของพืชไร่ และวัสดุเหลือทิ้งจากเกษตรกรรม

วัตถุดิบ	ส่วนประกอบทางเคมี			
	แอลฟา-เซลลูโลส	ลิกนิน	เถ้า	เพนโตแซน
หญ้าขจรจบ	48	18	4	24
ต้นข้าวโพด	29	17	5	24
ชุยจากชานอ้อย	32	21	5	30
ชานอ้อยไม่แยกชุย	37	21	3	29
ชานอ้อยแยกชุย	39	21	2	29
ปุ๋ยฝ้าย	94	0	1	-
ฟางข้าว	43	10	14	23
ชังข้าวโพด	31	15	1	23
ไม้ไผ่	47	24	3	19
ต้นกล้วย	-	11	13	24

จากคุณภาพทางเคมีในข้างต้น ประกอบกับการพิจารณาความเหมาะสมทางด้านเศรษฐกิจ ได้แก่ เรื่องราคา ปริมาณที่มีอยู่ แหล่งของวัตถุดิบ ความยากง่ายในการเก็บรวบรวม และ ความยากง่ายในการใช้วัตถุดิบอย่างอื่นทดแทนหรือปลูกขึ้นใหม่ จึงได้มีการสรุปไว้ว่า ชานอ้อย เป็นวัตถุดิบที่น่าสนใจ

การเตรียมเยื่อคุณภาพสูงจากชานอ้อย

ชานอ้อยที่ใช้เป็นวัตถุดิบจะมีส่วนประกอบ 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นเส้นใย และส่วนที่เป็นชุย ซึ่งเป็นส่วนที่มีลักษณะ ชุย กระจายออกเป็นผงได้ง่าย มีน้ำหนักเบา มีอยู่ในชานอ้อยแห้งประมาณ 20-30% ถ้าใช้ชานอ้อยเป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมเยื่อกระดาษจะต้องผ่านกรรมวิธีแยกชุย (depith) ออกด้วยเพราะจะทำให้สิ้นเปลืองสารเคมีในกระบวนการ และทำให้ความเหนียวของกระดาษลดลง แต่ถ้านำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการเตรียมเยื่อเซลลูโลสคุณภาพสูงเพื่อทำอนุพันธ์ จะพบว่าแม้ส่วนของชุยอ้อยจะมีส่วนประกอบทางเคมีที่อยู่ในเกณฑ์ที่ต่ำกว่าส่วนของเส้นใยแต่ก็จัดว่าอยู่ในเกณฑ์ที่ใช้ได้ ดังนั้น การใช้ชานอ้อยเป็นวัตถุดิบเพื่อผลิตเซลลูโลสคุณภาพสูง จึงไม่จำเป็นต้องทำการแยกส่วนประกอบทั้ง 2 ส่วนนี้ออกจากกัน

การผลิตเยื่อเซลลูโลสเพื่อทำกระดาษมักจะคำนึงถึงคุณสมบัติทางกายภาพ และเชิงกลของเยื่อ ได้แก่ ความเหนียวและความขรุขระเป็นหลัก แต่การผลิตเยื่อเซลลูโลสเพื่อทำอนุพัทธ์นั้น สิ่งที่ต้องคำนึงถึงเป็นประการสำคัญก็คือ ความบริสุทธิ์ของเยื่อ ซึ่งจะพิจารณาจากปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสเป็นสำคัญ ดังนั้นเพื่อให้ได้เยื่อเซลลูโลสที่มีคุณภาพสูง การเตรียมเยื่อจึงต้องผ่านขั้นตอนที่สำคัญดังต่อไปนี้

1. การกำจัดเฮมิเซลลูโลสออกจากเยื่อ

กรรมวิธีที่นิยมใช้ในการกำจัดเฮมิเซลลูโลสออกจากวัตถุดิบประเภทพืชไร่ วัสดุเหลือทิ้งทางเกษตรกรรมหรือแม้กระทั่งไม้ยืนต้น เพื่อให้ได้เยื่อที่มีความบริสุทธิ์สูง เหมาะแก่การนำไปใช้เตรียมเป็นอนุพัทธ์ต่อไปนั้น มักใช้วิธีแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ดังนี้

1.1 Prehydrolysis

กระบวนการในขั้นนี้ทำได้โดยการต้มกับน้ำหรืออาจเติมสารละลายกรดเจือจาง (กรดไฮโดรคลอริก หรือกรดซัลฟิวริก) ลงไปด้วยเล็กน้อยก็ได้ โดยกรดดังกล่าวจะไปไฮโดรไลส์โมเลกุลเฮมิเซลลูโลสให้กลายเป็นสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็กและละลายไปกับน้ำ จากการวิจัยที่ผ่านมา (ดร.จิตต์ ศิริวรรณวิทย์ และคณะ 2521) พบว่าปริมาณของกรดที่เติมจะน้อยลงถ้าอุณหภูมิสูงขึ้น เช่น ที่ 105°C ใช้กรด 1.2% แต่ที่ 130°C ใช้กรดเพียง 0.10% โดยกรดที่เติมลงไปจะไปทำปฏิกิริยาไฮโดรไลส์เฮมิเซลลูโลสให้กลายเป็นสารประเภทน้ำตาล และกรด uronic การต้มวัตถุดิบที่อุณหภูมิสูงถึง $160-190^{\circ}\text{C}$ นั้น อาจไม่จำเป็นต้องเติมกรดลงไปใต้น้ำเลยก็ได้ เพราะองค์ประกอบโดยทั่วไปของชานอ้อย และไม้ชนิดอื่นๆ นั้น จะมีสารที่เป็นกรดและสารที่ให้กรดอยู่ด้วย เช่น uronic acid และ acetyl group ซึ่งให้กรดแอซีติก อย่างไรก็ตามการเติมกรดในขั้นตอน prehydrolysis ก็ยังเป็นที่ยอมรับ เนื่องจากการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำลงมาจะช่วยลดต้นทุนของเยื่อเพลิงได้มากกว่า

1.2 Kraft หรือ soda process

กระบวนการในขั้นนี้จะเป็นการนำเยื่อมาต้มกับสารละลายต่าง (alkali boiling) เช่น สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยใน kraft process จะมีการเติมสารอื่นๆ เช่น โซเดียมซัลเฟต โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมซัลไฟด์ ลงไปด้วย การต้มเยื่อในขั้นนี้จะสิ้นเปลืองสารเคมีน้อยลง เนื่องจากเฮมิเซลลูโลสและคาร์โบไฮเดรตตัวอื่นๆ ได้ถูกกำจัดออกไปมากแล้วในขั้นตอน prehydrolysis นอกจากนี้เยื่อที่ได้ยังมีแอลฟา-เซลลูโลสในปริมาณสูง และมีความว่องไวต่อ

ปฏิกิริยาดี จึงเหมาะแก่การเตรียมเป็นอนุพันธ์ต่อไป จากการศึกษาถึงภาวะที่ใช้ในการต้มชาน อ้อย พบว่า ภาวะที่น่าสนใจคือ ที่อุณหภูมิ 105°C ซึ่งสามารถทำได้ด้วยความดันบรรยากาศ หากเป็นการต้มในกรณีอื่นๆที่ต้องใช้ความดันสูงจะทำให้มีความยุ่งยาก นอกจากนี้ยังไม่จำเป็นต้องใช้ โซเดียมซัลไฟด์ และโซเดียมซัลเฟต ซึ่งเป็นสารที่มีราคาแพง จากการใช้กรรมวิธีที่กล่าวมาพบว่า สามารถผลิตเยื่อหลังฟอกที่มีปริมาณเซลลูโลสถึง 93% และมีเถ้าอยู่ 0.1% (ดร.จิตต์ ศิริวรรณวิทย์, 2521)

นอกจากกรรมวิธีที่กล่าวมานี้แล้ว ก็ยังมีวิธีการอื่นๆจากงานวิจัยที่ผ่านมา อาทิเช่น ในปี 1993 Campana Filho และคณะ ได้ทำการเตรียมเยื่อเซลลูโลสจากชานอ้อย โดยเริ่มจากการ แยกชานอ้อยออกก่อน แล้วจึงเข้าสู่กระบวนการ acetosolv หรือ soda/anthraquinone ซึ่งพบว่า วิธี acetosolv จะสามารถผลิตเยื่อหลังฟอกที่มีปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสสูงถึง 89%

2. กรรมวิธีการฟอกเยื่อ (bleaching)

โดยธรรมชาติ เซลลูโลสจะมีสีขาว แต่สารที่ให้สีในเยื่อไม้ในส่วนมากมักเกิดจากลิกนินและอาจเกิดจากสารอื่นๆบ้าง เยื่อไม้ที่ผ่านการย่อยแล้วจะยังคงมีสารอื่นๆ เจือปนอยู่ ทำให้เยื่อมีสีคล้ำไม่ขาวสะอาด จึงจำเป็นต้องมีขั้นตอนการฟอกเพื่อแยกเอาลิกนินออก ซึ่งถ้าเป็นกรรมวิธีที่ทำการกำจัดลิกนิน โดยยังคงปล่อยให้สารประเภทคาร์โบไฮเดรตคงสภาพอยู่เช่นเดิมนั้นจะเรียกสารที่ได้จากกรรมวิธีดังกล่าวว่า ไฮโดรเซลลูโลส

ในทางทฤษฎี การฟอกอาจใช้หลักในการเกิดปฏิกิริยาได้ 2 แนวทาง คือ

2.1 การทำให้บริสุทธิ์ (purification) เป็นการทำให้สารที่มีสีที่อยู่ภายในเยื่อนั้นมีคุณสมบัติละลายได้ แล้วสกัด (extraction) สารนั้นออกไปจากเยื่อโดยใช้สารละลายซึ่งสารที่ต้องการกำจัดนั้นละลายได้ดี เช่น สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

2.2 การฟอกโดยตรง (bleaching) เป็นการเปลี่ยนสารที่มีสีให้กลายเป็นสารที่ไม่มีสี และมีสมบัติทนทานอยู่ในสภาพนั้น ไม่เปลี่ยนแปลงง่ายแม้ที่อุณหภูมิสูง วิธีนี้สารที่ให้สีจะยังคงอยู่ภายในเยื่อเช่นเดิม

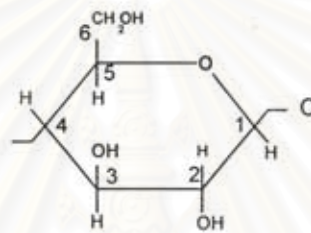
สารที่ใช้ในการฟอกและทำให้เยื่อบริสุทธิ์ขึ้นนั้น ได้แก่ คลอรีน ไฮโปคลอไรต์ สารจำพวกเปอร์ออกไซด์ คลอไรด์ และออกซิเจน เป็นต้น (วันทนี สาตราคม, 2518)

การใช้น้ำคลอรีนจะทำให้เยื่อมีความบริสุทธิ์ขึ้นแต่เยื่อจะไม่ขาว เพราะไม่เป็นการฟอกสีโดยตรง แต่ถ้าเป็นสารจำพวกไฮโปคลอไรต์และคลอรีนไดออกไซด์จะสามารถทำปฏิกิริยาทั้งฟอกสี และทำให้ลิกนินละลายออกมาพร้อมกับน้ำ ส่วนสารฟอกจำพวกเปอร์ออกไซด์จะช่วยฟอกสี

ลิกนินโดยเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของสารที่ไม่มีสี ซึ่งยังคงอยู่ในเยื่อเซลลูโลสเช่นเดิม สำหรับการฟอกเยื่อเซลลูโลสในอุตสาหกรรมมักทำเป็นหลายขั้นตอน และใช้สารเคมีต่าง ๆ กัน

สารประเภทเซลลูโลสอีเทอร์ (cellulose ethers)

เมื่อพิจารณาจากโครงสร้างของโมเลกุลเซลลูโลสดังรูปที่ 2.2 จะเห็นได้ว่า D-glucose unit (หรือ anhydroglucose unit) แต่ละหน่วยของสายโซ่โมเลกุลเซลลูโลสนั้นมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl) อยู่ถึง 3 หมู่ คือ ที่ตำแหน่ง C-2, C-3 และ C-6 จึงสามารถทำปฏิกิริยา esterification หรือ etherification เกิดเป็นอนุพันธ์ชนิดต่างๆ

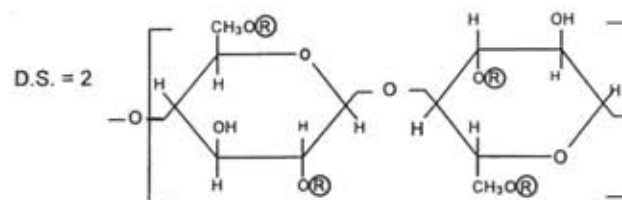


รูปที่ 2.2 แสดงตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลใน anhydroglucose unit

สารในกลุ่มเซลลูโลสอีเทอร์ คืออนุพันธ์ของเซลลูโลสที่จัดว่าเป็นพอลิเมอร์ละลายน้ำได้ (water-soluble polymers) มีการผลิตขึ้นโดยใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น และจำแนกประเภทไปตามชนิดของการแทนที่ ค่า degree of substitution (D.S.) โครงสร้างทางกายภาพ ความหนืด และพฤติกรรมของการละลาย ซึ่งได้มีการกำหนดนิยามของเซลลูโลสอีเทอร์ไว้ดังนี้ (Kalle, 1985)

- เซลลูโลสอีเทอร์ จัดอยู่ในสารประเภทพอลิเมอร์ซึ่งมีการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสบางส่วนด้วยหมู่อีเทอร์

- ปริมาณของหมู่อีเทอร์ที่เข้าไปแทนที่นั้น สามารถบอกได้ด้วยค่า D.S. ซึ่งมีค่าน้อยกว่าหรือเท่ากับ 3 เช่นถ้ามีค่าเท่ากับ 2.0 ก็หมายความว่า โดยเฉลี่ยแล้วมีหมู่อีเทอร์ 4 หมู่ เข้าไปแทนที่ 2 หน่วยของแอนไฮโดรกลูโคส (รูปที่ 2.3)

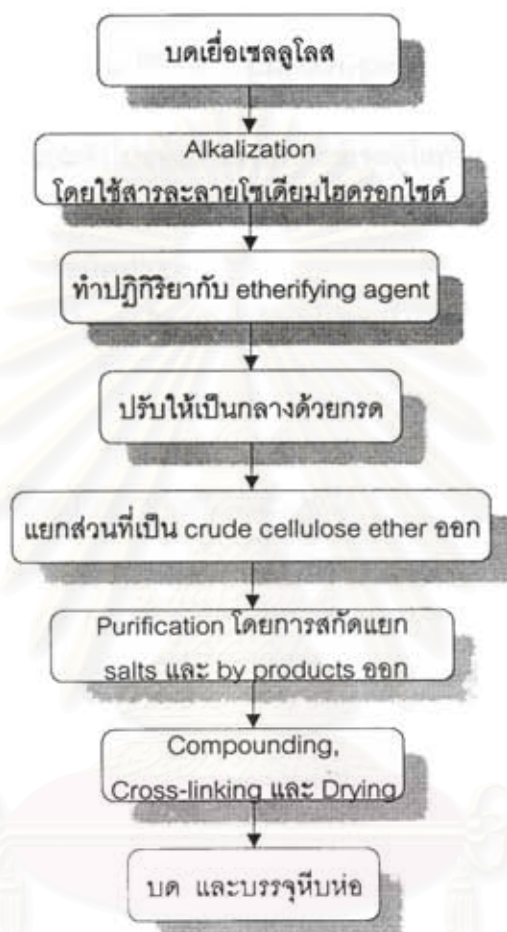


รูปที่ 2.3 แสดงตัวอย่างของค่า D.S.

กระบวนการผลิตเซลลูโลสอีเทอร์

กระบวนการผลิตเซลลูโลสอีเทอร์โดยทั่วไป ที่ใช้กันในอุตสาหกรรมมักมีขั้นตอนดังรูป

ที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงขั้นตอนกระบวนการผลิตเซลลูโลสอีเทอร์ในอุตสาหกรรม

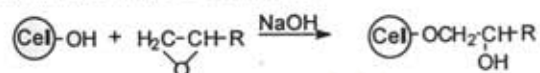
ปฏิกิริยาเคมีของการสังเคราะห์เซลลูโลสอีเทอร์

ปฏิกิริยา etherification ที่ใช้กันโดยทั่วไปในการสังเคราะห์เซลลูโลสอีเทอร์มี 2 ชนิด (รูปที่ 2.5) คือ Williamson reaction (สมการ A) ซึ่งจะใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามการคำนวณทาง stoichiometric ลงไปเป็นสารตั้งต้นสำหรับทำปฏิกิริยา และต่างก็จะถูกใช้ไปเรื่อยๆจนกระทั่งปฏิกิริยาลิ้นสุดลง ส่วนปฏิกิริยาชนิด alkaline catalysed oxalkylation (สมการ B) นั้นโซเดียมไฮดรอกไซด์จะถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งเมื่อปฏิกิริยาเสร็จสิ้นลงแล้วจะต้องมีขั้นตอนการปรับให้เป็นกลางด้วยกรดแยกออกไปต่างหาก

A) Williamson-Etherification



B) Alkaline-catalysed Oxalkylation



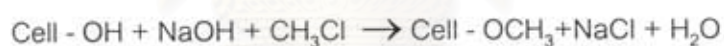
รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาทั่วไปของการสังเคราะห์เซลลูโลสอีเทอร์

สารเซลลูโลสอีเทอร์ชนิดต่างๆ

เซลลูโลสอีเทอร์ที่มีการผลิต และจำหน่ายอยู่โดยทั่วไปในท้องตลาดนั้นมีหลายชนิดด้วยกันซึ่งได้แก่

1. เมทิลเซลลูโลส (methylcellulose : MC)

ปฏิกิริยาและภาวะของการเตรียมเป็นดังในรูปที่ 2.6



reaction systems	:	gas-solid reaction
		condensed phase – solid reaction
		slurry – solid reaction
reaction Temp.	:	70-120 °C
usual D.S.	:	1.2-2.3
purification	:	hot water flocculation

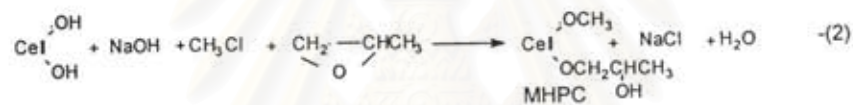
รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทิลเซลลูโลส

เมทิลเซลลูโลส เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติการละลายที่ค่อนข้างแตกต่างจากเซลลูโลสอีเทอร์ตัวอื่นๆ คือ สามารถละลายได้ในน้ำเย็น แต่จะเกิด flocculation ได้ลักษณะเป็นเจลในน้ำร้อน ซึ่งความสามารถในการเกิดเจลนั้นขึ้นอยู่กับ D.S. เป็นสำคัญ และสามารถใช้สมบัติดังกล่าวในกำจัดเกลือโซเดียมคลอไรด์เพื่อให้ผลิตภัณฑ์เมทิลเซลลูโลสมีความบริสุทธิ์ขึ้นได้ อย่าง

ไรก็ตาม ถ้าปล่อยให้อนุภาคน้ำล้างเย็นลงต่ำกว่าจุด flocculation ก็จะทำให้ผลิตภัณฑ์สามารถละลายน้ำได้อีกครั้งหนึ่ง

2. เมทิลไฮดรอกซีแอลคิลเซลลูโลส (methylhydroxyalkylcellulose : MHEC, MHPC)

เมทิลไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลส (methylhydroxyethylcellulose : MHEC) และ เมทิลไฮดรอกซีโพรพิลเซลลูโลส (methyl hydroxypropylcellulose : MHPC) สามารถเตรียมขึ้นได้ โดยการให้ ethylenoxide และ propylenoxide เติมลงในปฏิกิริยา methylation ซึ่งสามารถแสดงได้ดังสมการในรูปที่ 2.7



reaction system, purification : same as MC

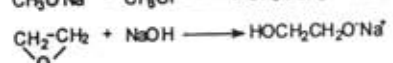
รูปที่ 2.7 แสดงปฏิกิริยาการเตรียม MHEC (1) และ MHPC (2)

อย่างไรก็ตามกลไกของปฏิกิริยาก็จะมีความซับซ้อนมากขึ้น และมีผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดขึ้นตามมาหลายชนิดด้วยเช่นกัน (รูปที่ 2.8)

Main Reactions



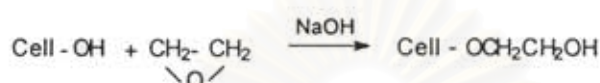
Side Reactions



รูปที่ 2.8 แสดงปฏิกิริยาหลักและปฏิกิริยาข้างเคียงในการสังเคราะห์ MHEC

3. ไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลส (hydroxyethylcellulose : HEC)

HEC จัดเป็นเซลลูโลสชนิด non-ionic ที่สำคัญตัวหนึ่ง ซึ่งกระบวนการของการทำปฏิกิริยานั้นไม่ยุ่งยากซับซ้อน เพียงใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ อาทิเช่น i-propanol หรือ tert-butanol เป็นตัวกลางและใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ethylenoxide ก็จะสามารถทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสได้ (รูปที่ 2.9) อย่างไรก็ตามถ้าการทำปฏิกิริยากับกรดเกิดขึ้นสมบูรณ์แล้ว จะต้องมีการปรับสภาพให้เป็นกลางอีกครั้งหนึ่ง



reaction systems : slurry-solid reaction

purification : neutralization

สกัดเกลือและ by products ที่ไม่ต้องการด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง ตัวทำละลายอินทรีย์กับน้ำ

รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลส

ปัญหาหลักของการสังเคราะห์ HEC คือ ขั้นตอนการทำผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ เนื่องจาก HEC ไม่สามารถเกิดเจลได้ เช่นเดียวกับ MC ดังนั้นจึงต้องทำการแยกผลิตภัณฑ์ซึ่งละลายน้ำได้ออกจากเกลือและผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ ด้วยการใช้อนุกรรมวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์

4. คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส หรือซีเอ็มซี (carboxymethylcellulose : CMC)

ในจำนวนทั้งหมดของสารประเภทเซลลูโลสอีเทอร์ ซีเอ็มซีจัดว่าเป็นสารที่มีบทบาทสำคัญมากที่สุดตัวหนึ่งในอุตสาหกรรม โดยขั้นตอนการ purify นั้นมักทำขึ้นเพื่อจำหน่ายเป็น 2 เกรด คือ เกรด purified ซึ่งใช้ขั้นตอนคล้ายกับ HEC กับเกรด technical (หรือ crude) ซึ่งยังคงมีสารที่ไม่ระเหย เจือปนอยู่ในผลิตภัณฑ์ โดยจะได้กล่าวถึง กระบวนการผลิต และการประยุกต์ใช้งานของซีเอ็มซีนั่นไว้ในส่วนต่อไป

คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส หรือซีเอ็มซี

ซีเอ็มซี หรือโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (sodium carboxymethylcellulose) จัดเป็นเซลลูโลสอีเทอร์ชนิดหนึ่ง ซึ่งสามารถสังเคราะห์ขึ้นได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างเยื่อเซลลูโลสที่มีแอลฟา-เซลลูโลสอยู่ในปริมาณสูง กับ etherifying agent ในภาวะที่มีต่างอยู่ด้วย

ระบบของปฏิกิริยา (reaction system) ในการสังเคราะห์ซีเอ็มซี

โดยทั่วไปมักใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ทำหน้าที่เป็นด่าง และใช้กรดโมโนคลอโรแอซิดิกเป็น etherifying agent ซึ่งระบบของปฏิกิริยาในการเตรียมซีเอ็มซีที่ใช้กันโดยทั่วไปนั้น มี 2 ระบบคือ (Omiya, 1983)

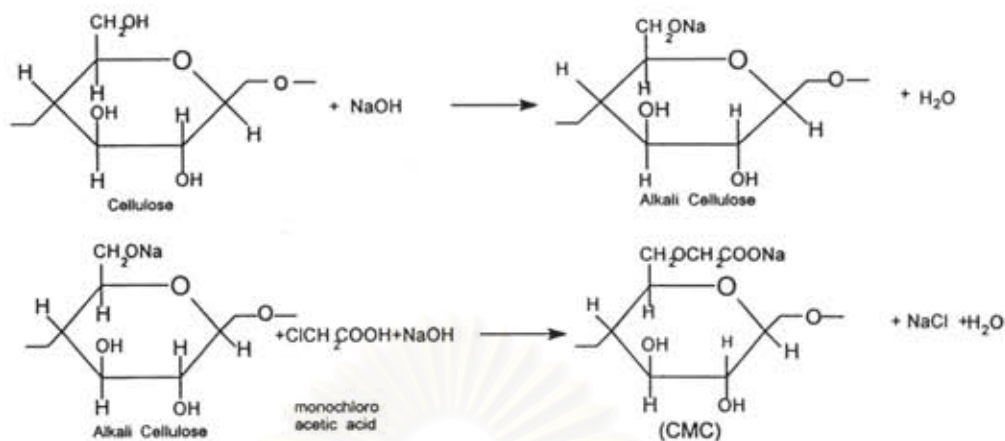
- aqueous medium process เป็นระบบที่ใช้น้ำทำหน้าที่เป็นตัวกลาง
- solvent process ตัวกลางที่ใช้ในปฏิกิริยา ได้แก่ ตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น เอทานอล i-propanol เป็นต้น ตัวทำละลายผสมที่อาจประกอบด้วยน้ำ หรือมีตัวทำละลายอินทรีย์มากกว่า 2 ชนิด ปนกัน เช่น เอทานอล/โทลูอีน เป็นต้น

ระบบ solvent process เป็นวิธีที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมเพราะมีข้อดีเนื่องจากปริมาณด่างที่ในขั้นตอนการเตรียม alkali cellulose นั้นจะใช้น้อยกว่า ปฏิกิริยา etherification สามารถเสร็จสิ้นลงได้ภายในเวลาอันรวดเร็ว ปริมาณ etherifying agent ที่ต้องการใช้จะน้อยกว่า และได้ซีเอ็มซีที่มีคุณภาพสูง

นอกจากนี้ก็ยังมีการใช้กรรมวิธีอื่นๆอีกเช่น วิธีที่ Campana Filho (1993) ได้ใช้ในการเตรียม ซีเอ็มซีจากขานอ้อย จะเป็นการใช้ปฏิกิริยาแบบ solid phase ระหว่างเยื่อ โซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดโมโนคลอโรแอซิดิก โดยผสมใน porcelain ball mill ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาถูกนำไป purify โดยการละลายในน้ำกลั่น แล้วตกตะกอนออกมาด้วย nonsolvent

ปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ซีเอ็มซี

ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ซีเอ็มซี สามารถแสดงได้ดังสมการในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 แสดงปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ซีเอ็มซี

ปฏิกิริยาสังเคราะห์ซีเอ็มซีจะเกิดขึ้นเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นแรกเซลลูโลสจะทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็น alkali cellulose ต่อจากนั้นก็ทำปฏิกิริยา etherification กับกรดโมโนคลอโรแอซิดต่อไป ซึ่งอัตราส่วนโมลระหว่างต่างกับ etherifying agent ในการทำปฏิกิริยา etherification นั้น คำนวณได้จาก

$$\frac{(\text{จำนวนโมลของต่างที่เติมลงไป}) - (\text{จำนวนโมลของต่างที่ถูกทำให้เป็นกลางด้วย etherifying agent})}{\text{จำนวนโมลของ etherifying agent ที่เติมลงไป}}$$

อัตราส่วนนี้ต้องมีค่าน้อยที่สุดเท่ากับ 1.0 ซึ่งพบว่าอัตราส่วนที่เหมาะสมควรอยู่ในช่วง 1.0-1.30 ทั้งนี้เพราะการใช้อัตราส่วนที่สูงกว่า 1.30 นั้น จะทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงของ sodiummonochloroacetate ขึ้นได้ ดังสมการที่ 2.1 ซึ่งจะมีผลทำให้ ปริมาณ sodiummonochloroacetate นั้นสูญเสียไปโดยเปล่าประโยชน์ (Hayakawa, 1960)



ในทำนองเดียวกันถ้าอัตราส่วนโมลต่ำกว่า 1.0 ก็เกิด glycolic acid ขึ้นจากปฏิกิริยาข้างเคียงตามสมการที่ 2.2 และเมื่อต่างถูกใช้ไปมากๆ ก็จะทำให้ระบบกลายเป็นกรด และ glycolic acid ที่เกิดขึ้นก็จะเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ carboxyl ทำให้บางส่วนของซีเอ็มซีเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของกรดอิสระ และทำให้มีความสามารถในการละลายลดลง



ดังนั้นในการปฏิกิริยา etherification จึงต้องมีตัวทำละลายที่มากเกินพออยู่เล็กน้อยเมื่อปฏิกิริยาเสร็จสิ้นแล้วจึงทำการปรับระบบให้เป็นกลางด้วยกรด อาทิเช่น กรดแอสซิติค เพื่อให้ได้ซีเอ็มซีที่มีสมบัติตามต้องการ

สมบัติของซีเอ็มซี

สมบัติโดยทั่วไปของซีเอ็มซีมีดังนี้ (งามจิตร วิฑูรย์สุฤทธิศิลป์, 2520)

1. การละลาย

ซีเอ็มซีสามารถละลายได้ทั้งในน้ำร้อนและน้ำเย็น ไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์แต่จะละลายได้ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำกับตัวทำละลายอินทรีย์ที่เข้ากับน้ำได้ เช่น เอทานอล อะซีโตน ปัจจัยที่มีผลต่อความสามารถในการละลายของซีเอ็มซี ได้แก่

1.1 ขนาดของอนุภาค ถ้าอนุภาคมีขนาดใหญ่จะทำให้ละลายได้ช้า การกระจายตัวในน้ำจะมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆ อนุภาคที่มีขนาดเล็กหรือมีความละเอียดมากขึ้น จะช่วยประหยัดเวลาในการเตรียมสารละลาย

1.2 โครงสร้างทางเคมี ถ้ามีค่า D.S. สูง จะสามารถละลายได้เร็วและถ้าน้ำหนักโมเลกุลต่ำ อัตราในการละลายจะเร็วกว่า

2. ความหนืด

สารละลายซีเอ็มซีมีลักษณะใสและหนืด โดยมีพฤติกรรมการไหลเป็นแบบนอนนิวโทเนียน (non-Newtonian) คือ ค่าความหนืดจะเปลี่ยนไปเมื่อเปลี่ยนอัตราเฉือน (shear rate) ซึ่งค่าความหนืดของสารละลายที่วัดได้นั้น จะขึ้นอยู่กับอิทธิพลจากปัจจัยต่อไปนี้

2.1 ค่า D.P. (degree of polymerization) ค่า D.P. ของเซลลูโลสโดยปกติมีค่าประมาณ 5,000 ยิ่งเซลลูโลสมีค่า D.P. สูง ความหนืดของซีเอ็มซีก็จะสูงขึ้น

2.2 ความเข้มข้น เมื่อสารละลายมีความเข้มข้นมากขึ้น ค่าความหนืดจะสูงขึ้น

2.3 อุณหภูมิ ที่อุณหภูมิสูงขึ้นความหนืดของสารละลายจะมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้การเพิ่มหรือลดอุณหภูมิจะไม่มีผลอย่างถาวรต่อลักษณะของสารละลาย แต่การให้ความร้อน

อุณหภูมิสูงๆ แก่สารละลายเป็นเวลานานอาจเป็นการทำลายโครงสร้างของซีเอ็มซีและทำให้ความหนืดของสารละลายลดลงได้

2.4 ความเป็นกรดต่าง สารละลายซีเอ็มซีจะมีความเสถียรภาพและมีความหนืดสูงสุดที่ pH ระหว่าง 7-9 ถ้า pH ต่ำกว่า 4 ซีเอ็มซีที่อยู่ในรูปของกรดอิสระซึ่งละลายน้ำได้น้อยจะมีมากขึ้นและทำให้ค่าความหนืดสูงขึ้น แต่ที่ pH มากกว่า 10 พบว่าค่าความหนืดจะลดลงเล็กน้อย

2.5 การใช้ตัวทำละลายผสม เมื่อใช้ตัวทำละลายผสม เช่น กลีเซอรอล-น้ำ สำหรับการเตรียมสารละลายซีเอ็มซีที่มีค่า D.S. สูงๆ พบว่าความหนืดของตัวทำละลายจะมีผลต่อความหนืดของสารละลายด้วย เช่น สารละลายซีเอ็มซีที่ใช้ตัวทำละลายผสมกลีเซอรอล-น้ำ ในอัตราส่วน 60 : 40 จะมีความหนืดเป็น 10 เท่าของสารละลายซีเอ็มซีในน้ำ

3. เสถียรภาพ (stability)

แม้ว่าสารละลายซีเอ็มซีจะมีเสถียรภาพดีกว่าวุ้นชนิดอื่นๆ ที่ละลายน้ำได้ แต่คุณสมบัติโดยเฉพาะอย่างยิ่งความหนืดก็อาจถูกทำลายได้ เนื่องจากการย่อยสลายด้วยเอนไซม์ เกล็ดจากจุลินทรีย์ อุณหภูมิ ความเป็นกรดต่าง ออกซิเจน เป็นต้น

4. ความสามารถในการเกิดฟิล์ม

ซีเอ็มซีสามารถเกิดเป็นฟิล์มใส แข็งแรงและมีความทนทานต่อน้ำมัน โดยฟิล์มซีเอ็มซีจะไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำมัน ไขมัน และตัวละลายอินทรีย์

5. ความปลอดภัยต่อสิ่งมีชีวิต

จากการศึกษาทางด้านพิษวิทยา ไม่พบว่าซีเอ็มซีเป็นพิษต่อร่างกายมนุษย์และสัตว์รวมทั้งมีผลกระทบต่อระบบนิเวศน้อยที่สุด

ตัวอย่างของคุณลักษณะของซีเอ็มซีที่มีการผลิตขึ้นเพื่อจำหน่ายสู่อุตสาหกรรมต่างๆ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงคุณลักษณะ (specification) ของซีเอ็มซีสำหรับการประยุกต์ใช้งานต่างๆ (Thai Cellulose Products Ltd.)

Character Type	D	W	T	F	P
Purity (%)	50-72	60-98	80-98	99.5	99.5
D.S.	0.45-0.7	0.45-1.4	0.45-1.4	0.45-1.4	0.45-1.4
Viscosity Range (mPa.s)	10-50	10-500	10-3000	10-4500	10-4500
pH	7-10	9-11	6-8	6-8	6-8
Moisture (%,max)	8	8	8	8	8

หมายเหตุ D สำหรับอุตสาหกรรม ชักกรีต สารชักฟอก
 W สำหรับอุตสาหกรรม การขูดเจาะน้ำมัน
 T สำหรับอุตสาหกรรม สิ่งทอ สี เซรามิก และกาว
 F สำหรับอุตสาหกรรม อาหาร เครื่องดื่ม ไอศกรีม และผลิตภัณฑ์นม
 P สำหรับอุตสาหกรรม ยา และเครื่องสำอาง

การประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรม

จากคุณสมบัติเฉพาะตัวที่มีอยู่มากมายในซีเอ็มซี อีกทั้งยังมีความปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อม จึงทำให้แนวโน้มของการใช้ซีเอ็มซีนี้นั้นมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ โดยพบว่าสัดส่วนของการนำไปใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆนั้นเป็นดังนี้ อุตสาหกรรมสารชักฟอก 35% อาหาร 14% การขูดเจาะน้ำมัน 13% สิ่งทอ 11% กระดาษ 8% ยาและเวชภัณฑ์ 8% สีทา 3% เซรามิก 3% และกาว 5% (มนตรี รัตนวิจิตร, 2537) ซึ่งสมบัติของซีเอ็มซีที่นำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ นั้นสามารถสรุปได้ดัง ตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดงสมบัติของซีเอ็มซีที่นำมาประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ (Thai Cellulose Products Ltd.)

อุตสาหกรรม	ตัวอย่างผลิตภัณฑ์	สมบัติของซีเอ็มซีที่นำมาใช้ประยุกต์ใช้
สารชักฟอก และชักกรีต	ผงชักฟอก, น้ำยารีดผ้า	ใช้สมบัติด้านความขาว สมบัติทางประจุไฟฟ้า ป้องกัน สิ่งสกปรกย้อนกลับมาติดบนเส้นใย การเกิดฟิล์มที่เรียบและการปรับปรุงคุณภาพเส้นใย
กาว	วอลส์เปเปอร์, กาวลาเท็กซ์	ใช้สมบัติการเกิดฟิล์มที่มีแรงยึดเกาะสูง ความชื้น การละลาย ในน้ำได้ดี และช่วยการกระจายตัว
สีทา	สีทา	ใช้สมบัติการเกิดฟิล์ม ความชื้น เป็นสารช่วยในการแขวนลอย ความทนต่อน้ำมัน และตัวทำละลายต่างๆ
กระดาษ	สารเคลือบกระดาษ	ใช้สมบัติการเกิดฟิล์ม เป็นสารเพิ่มความแข็งแรง ด้านทาน ต่อน้ำมัน ควบคุมสมบัติการไหล
สิ่งทอ	สารเคลือบเส้นด้าย, สีพิมพ์ผ้า	ใช้สมบัติการเกิดฟิล์ม เกิดแรงยึดเกาะที่แข็งแรง ละลายน้ำ ง่าย ทนต่อเชื้อแบคทีเรีย ควบคุมสมบัติการไหล
เซรามิก	น้ำสลิบของ porcelain, clay mud	ใช้สมบัติการกระจายตัว ให้แรงยึดเกาะที่แข็งแรง ความชื้น
เครื่องสำอาง	ยาสีฟัน, ครีม, โลชั่น, แชมพู	ใช้สมบัติการคงสภาพอิมัลชัน การเกิดฟิล์ม ความชื้น ให้แรงยึดเกาะที่แข็งแรง การอุ่มน้ำ
อาหารและยา	ซอส, ไซรัป, ไอศกรีม, เด็ก, ครีม, โลชั่น, เม็ด ยา	ใช้สมบัติการคงสภาพการแขวนลอย การเกิดฟิล์ม ความชื้น ให้แรงยึดเกาะที่แข็งแรง ช่วยหล่อลื่น การอุ่มน้ำ ช่วยรักษา สภาพของโปรตีนภายใต้สภาวะที่เป็นกรด

งานวิจัยที่ผ่านมาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ซีเอ็มซี จากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรหรือกาก อุตสาหกรรม

จากการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเศษปอ Ragheb และ คณะ (1991) ได้พบว่า ค่า D.S. ของซีเอ็มซีจะเพิ่มขึ้นตามความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้น ซึ่งเป็นไปตามลำดับดังนี้ แอลฟา-เซลลูโลส > ไฮโลเซลลูโลส > ปอที่กำจัดไขมันและเพกติน (pectin) ออกแล้ว > ปอที่กำจัดไขมันออกแล้ว นอกจากนี้ ค่า D.S. ยังเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ etherifying

agent และยังเป็นสิ่งที่สังเกตว่าความบริสุทธิ์ของวัตุดิบ และค่า D.S. ของซีเอ็มซีนั้น เป็นปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อพฤติกรรมการไหลของสารละลายซีเอ็มซี

วัสดุเหลือทิ้งจากเกษตรกรรม ได้แก่ เปลือกข้าว ชานอ้อย เศษฝ้าย ฯลฯ ได้ถูกนำมาใช้ในการวิจัยเพื่อสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส โดย Hebeish และคณะ (1992) โดยในขั้นแรก วัตุดิบจะถูกนำมาผ่านขั้นตอนการเตรียมเยื่อโดยวิธีต้มกับด่าง (alkali boiling) จากนั้นจะนำเยื่อเซลลูโลสมาผ่านกระบวนการสังเคราะห์ให้เป็นซีเอ็มซีด้วยกรรมวิธีต่างๆ สำหรับชานอ้อยวิธีที่ใช้จะเป็นแบบ aqueous carboxymethylation ซึ่งทำได้โดยการใส่เยื่อเซลลูโลส 250 g ลงในเครื่องกวนตามด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 250 g ในน้ำ 300 ml หลังจากกวนเป็นเวลา 90 นาทีแล้วจึงเติมกรดโมโนคลอโรแอซิดิก 250 g ลงไป กวนต่ออีก 90 นาที แล้วนำมาเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดสนิท ตั้งทิ้งไว้ 3 วัน จากนั้นนำมาทำให้แห้งและทำการบดต่อไป ซึ่งพบว่าเมื่อเปรียบเทียบกับซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเปลือกข้าวแล้วพบว่า การผลิตจากชานอ้อยด้วยกรรมวิธีดังกล่าวจะให้ค่า D.S. ประมาณ 0.58 ซึ่งสูงกว่าจากเปลือกข้าวและยังให้ reproducibility ที่ดีกว่า

ส่วนศึกษาถึงวิธีการเตรียมซีเอ็มซีจากชานอ้อย โดย Campana Filho และคณะ (1993) นั้นได้พบว่า เมื่อนำชานอ้อยที่ผ่านการ depith และเตรียมเยื่อด้วยวิธี acetosolv หรือวิธี soda/anthraquinone มาทำการเตรียมซีเอ็มซีโดยใช้ปฏิกิริยาแบบ solid phase ซีเอ็มซีที่ purify แล้วจะมีค่า D.S. ในช่วงระหว่าง 0.3 - 1.2 โดยเยื่อที่ได้จากวิธี soda/anthraquinone จะให้ค่า D.S. สูงกว่าวิธี acetosolv

บทที่ 3 การทดลอง

ขั้นตอนการดำเนินงาน

1. เตรียมวัตถุดิบขานอ้อย โดยการบด ล้าง และทำ prehydrolysis เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่ไม่ต้องการออกไปบางส่วน
2. ทดลองหาปริมาณที่เหมาะสมของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในการต้มเยื่อขานอ้อยเพื่อให้ได้เยื่อเซลลูโลสที่มีแอลฟา-เซลลูโลสในปริมาณสูง
3. นำเยื่อเซลลูโลสมาทำการสังเคราะห์เป็นซีเอ็มซี และหาปริมาณกรดโมโนคลอโรแอซิดที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา เพื่อให้ได้ซีเอ็มซีที่สามารถละลายน้ำแล้วได้สารละลายที่หนืดและใส
4. ตรวจสอบสมบัติต่างๆอันได้แก่ ค่าความหนืด ค่า D.S. ความชื้น ความบริสุทธิ์ ของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้ เปรียบเทียบกับซีเอ็มซีเกรดการค้า

การทดลอง

อุปกรณ์

1. เครื่องปั่นน้ำผลไม้
2. เครื่องบดพอลิเมอร์พร้อมตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 1.00 mm
3. ultracentrifugal mill
4. hotplate stirrer
5. ตู้อบ
6. เครื่องชั่ง
7. water bath ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้
8. ชุด soxhlet extraction
9. buchner funnel พร้อมชุด suction
10. ผ้ากรอง
11. ขวดแก้วที่มีฝาปิดสนิทและลือกฝาได้ ขนาดประมาณ 800 ml
12. เครื่องแก้ว

13. กระดาษ pH

สารเคมี

1. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
3. สารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์ (NaOCl)
4. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)
5. เอทานอล 95%
6. Hycel CMC เกรด textile (จากบริษัท ไทยเซลลูโลสโปรดักส์ จำกัด) ซึ่งมีคุณลักษณะระบุไว้ดังนี้

assay	:	64%
2%viscosity	:	140-200
D.S.	:	0.5-0.6

1. การเตรียมขานอ้อย

- ตัดขานอ้อยให้มีขนาดประมาณ 1 นิ้ว
- นำมาบดด้วยเครื่องบดน้ำผลไม้
- นำขานอ้อยที่ได้มาล้างน้ำ 3 ครั้ง แล้วนำไปตากลมให้แห้ง
- นำมาบดด้วยเครื่องบดพอลิเมอร์ ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 1.00 mm
- ชั่งน้ำหนักขานอ้อยที่บดแล้ว 50 g ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 2000 ml เติมน้ำ 1500 ml
- เติมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1.2 % ของน้ำหนักเยื่อ
- นำไปต้มที่อุณหภูมิ $100^{\circ}C$ พร้อมกวน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- เมื่อครบเวลา ให้นำขานอ้อยมากรองด้วยผ้า ล้างด้วยน้ำ 1-2 ครั้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$ จนกระทั่งแห้งสนิท

2. การเตรียมเยื่อเซลลูโลส

- ชั่งขานอ้อย 30 g ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 2000 ml แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไป (liquor : material ratio = 20 : 1)
- ทำ alkali boiling โดยวิธีฟลักซ์ (reflux) ที่อุณหภูมิ $165^{\circ}C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้ silicone oil bath

- กรองและล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 85 °C ซ้ำมคืน
- ชั่งเยื่อเซลลูโลสที่ได้หลังจากการรีฟลักซ์ ลงในขวดแก้วที่มีฝาปิด
- ทำการฟอก โดยเติมสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์ความเข้มข้น 1%โดยน้ำหนักเยื่อ (liquor : material ratio เท่ากับ 20 : 1) ปรับให้มี pH ประมาณ 9-11 ปิดฝาแล้ววางที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ½ ชั่วโมง
- กรองและล้างด้วยน้ำ
- ทำ alkali extraction โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4%โดยน้ำหนักเยื่อ (liquor : material ratio เท่ากับ 20 : 1) ที่อุณหภูมิ 70-80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองและล้างด้วยน้ำ
- ฟอกด้วยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์อีกครั้ง
- ทำ alkali extraction
- ฟอกด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 7 g/l (liquor : material ratio เท่ากับ 15 : 1) ที่อุณหภูมิ 80-90 °C เป็นเวลา 1 ½ ชั่วโมง ปรับให้มี pH ประมาณ 9-11 กรองและล้างด้วยน้ำ
- ฟอกด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C จนแห้ง แล้วนำมาบดด้วยเครื่องบดน้ำผลไม้ และบดต่อด้วยเครื่องบด ultracentrifugal mill โดยใช้ตะแกรงร่อนขนาด 0.50 และ 0.25 mm ที่ความเร็ว 10000 รอบ/นาที จะได้เยื่อเซลลูโลสที่ละเอียดสำหรับการสังเคราะห์ฮีเอ็มซีในขั้นต่อไป

3. การตรวจสอบสมบัติของเยื่อเซลลูโลส

3.1 การหาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส (มาตรฐาน TAPPI T203 om - 93)

อุปกรณ์และสารเคมี

1. เครื่องกวนสาร
2. crucible ชนิด glass disk
3. เครื่องแก้วและอุปกรณ์การไตเตรท
4. 17.5% NaOH
5. 0.5 N $K_2Cr_2O_7$
6. 0.1 N $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$
7. phenanthroline-ferrous sulfate หรือ ferroin indicator
8. conc. H_2SO_4

วิธีการวิเคราะห์

1. นำตัวอย่างที่ผ่านการฟอกแล้วจำนวน 5 g มาอบให้แห้ง จากนั้นชั่งน้ำหนักประมาณ 1.5 g โดยอ่านค่าทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. นำตัวอย่างใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 400 ml เติม 17.5% NaOH 75.0 ml บันทึกเวลาที่เริ่มเติมสาร จากนั้นใช้เครื่องกวน กวนสารจนกระจายทั่วกันดี
3. ยกเครื่องกวนขึ้น rinse ด้วย 17.5% NaOH 25.0 ml ลงในบีกเกอร์ กวนต่อด้วยแท่งแก้ว แล้วนำไปแช่ในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ 25 °C
4. เมื่อเวลาผ่านไป 30 นาที นับจากที่เติมสารครั้งแรก ให้เติมน้ำกลั่นลงไป 10 ml กวนด้วยแท่งแก้ว
5. แช่บีกเกอร์ในอ่างน้ำต่อไปอีก 30 นาที
6. เมื่อครบกำหนดเวลา ให้กวนเยื่อด้วยแท่งแก้ว แล้วเทผ่าน crucible โดยทิ้ง filtrate 10-20 ml แรกไป แล้วเก็บ filtrate ที่เหลือประมาณ 100 ml ใส่ใน flask
7. ปิเปต filtrate 25.0 ml และ 0.5 N $K_2Cr_2O_7$ 10.0 ml ลงใน flask ขนาด 250 ml จากนั้นค่อยๆเติม conc. H_2SO_4 50 ml พร้อมกับแกว่ง flask ไปด้วย
8. ปลอ่ยให้สารละลายร้อนอยู่เช่นนั้นประมาณ 15 นาที แล้วเติมน้ำ 50 ml ทิ้งไว้ให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง เติม Ferroin indicator ลงไป 2-4 หยด
9. ไตเตรตกับ 0.1 N ferrous ammonium sulfate จนได้สารละลายสีม่วง
10. ทำ blank titration โดยใช้ 17.5% NaOH 12.5 ml ผสมกับน้ำ 12.5 ml แทน filtrate

การคำนวณ

$$\% \text{ แอลฟา-เซลลูโลส} = 100 - \frac{6.85 (V_2 - V_1) \times N \times 20}{A \times W}$$

โดยที่

V_1 = ปริมาณ titrant ที่ใช้ในการไตเตรตกับ pulp filtrate, ml

V_2 = ปริมาณ titrant ที่ใช้ในการไตเตรตกับ blank, ml

N = นอร์แมลลิตีที่แน่นอนของสารละลาย ferrous ammonium sulfate

A = ปริมาณของ pulp filtrate ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา oxidation, ml

W = น้ำหนักแห้งของตัวอย่าง, g

3.2 การวัดค่าความสว่าง

อุปกรณ์

1. เครื่องวัดสี (chromameter)
2. mold พลาสติก (ลักษณะเป็นแผ่นความหนาประมาณ $\frac{1}{2}$ นิ้ว มีช่องกลมตรงกลางเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 นิ้ว)
3. แผ่นกระจกสไลด์

วิธีการ

1. นำเยื่อเซลลูโลสที่บดละเอียดแล้วบรรจุลงใน mold พลาสติก ใช้แผ่นกระจกสไลด์เกลี่ยและอัดให้แน่น ให้ได้ผิวเรียบที่สุด จากนั้นปิดแผ่นกระจกไว้ที่ผิวหน้าของตัวอย่าง
2. นำหัววัดของเครื่องวัดสีวางให้แนบสนิทบนแผ่นกระจก แล้ววัดค่าความสว่าง (Y) ของตัวอย่างในระบบ CIE

4. การสังเคราะห์ซีเอ็มซี

- ชั่งน้ำหนักเซลลูโลสที่เตรียมได้
- เติมนิเอทานอล 95% (liquor : material ratio เท่ากับ 20 : 1)
- เติมนิเอทานอลละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งมีจำนวนโมลเป็น 2 เท่าของกรดโมโนคลอโรแอซิดิก (โดยเตรียมให้มีค่าความเข้มข้น 45%โดยน้ำหนัก) พร้อมทั้งกวนจนเข้ากันดี เป็นเวลา 30 นาที
- เติมนิเอทานอลในคลอโรแอซิดิก แล้วกวนให้เข้ากัน ทิ้งไว้ข้ามคืน
- นำไปให้ความร้อนใน water bath ที่ 60°C เป็นเวลา 70 นาที แล้วทิ้งให้เย็น
- ปรับ pH ให้เป็นกลาง นำไปกรอง
- purify ด้วย นิเอทานอล 80% โดยวิธี soxhlet extraction เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
- นำซีเอ็มซีที่ purify แล้วไปอบที่อุณหภูมิ 80°C จนแห้งสนิท แล้วจึงนำไปบดด้วยเครื่องบดน้ำผลไม้

5. การตรวจสอบสมบัติของซีเอ็มซี

5.1 การหาปริมาณความชื้น

อุปกรณ์

1. ตู้อบ
2. ชวดชั่ง
3. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง

วิธีการทดสอบ

1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 3-5 g ใส่ลงในขวดชั่ง อ่านค่าทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. นำขวดชั่งไปอบที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยไม่ต้องปิดฝา เมื่อครบเวลาแล้วทิ้งให้เย็นลงในเตชิกเคเตอร์ ปิดฝาแล้วชั่งน้ำหนักอีกครั้ง
3. นำตัวอย่างไปอบต่ออีก 30 นาที ทิ้งให้เย็นแล้วชั่งอีกครั้ง
4. ทำซ้ำจนกระทั่งได้น้ำหนักหลังอบที่ต่างกันไม่เกิน 5 mg

การคำนวณ

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความชื้น} = (A/B) \times 100$$

A = น้ำหนักที่หายไป, g

B = น้ำหนักตัวอย่าง, g

5.2 การทดสอบค่าความหนืดปรากฏ (apparent viscosity)

อุปกรณ์

1. เครื่องวัดความหนืด (Brookfield viscometer รุ่น LVDV-II+) พร้อมอุปกรณ์วัดความหนืดกรณีตัวอย่างมีปริมาณน้อย (small sample adapter)
2. เครื่องกวนสาร
3. เครื่องแก้ว

วิธีทดสอบ

1. เตรียมสารละลายซีเอ็มซีความเข้มข้น 2% โดยใช้เครื่องกวนกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
2. ก่อนทำการวัดให้เขย่าสารละลายแรงๆ (อย่าให้มีฟองอากาศ) ประมาณ 10 วินาที
3. ทำการวัดค่าความหนืดโดยเลือกใช้ขนาดของซีเอ็ม (spindle) และความเร็วในการหมุนซีเอ็มให้เหมาะสม

5.3 การหาค่า D.S. (Degree of substitution)

อุปกรณ์

1. เครื่องกวน
2. buchner funnel

3. ตู้อบ

สารเคมี

1. diphenylamine reagent ใช้ diphenylamine 0.5 g ละลายในกรด H_2SO_4 120 ml ($H_2SO_4 : H_2O = 9:2$)
2. เอทานอล 90%
3. เอทานอล 80%
4. สารละลายมาตรฐาน HCl (0.3 - 0.5 N)
5. สารละลายมาตรฐาน NaOH (0.3 - 0.5 N)
6. methanol , anhydrous
7. nitric acid (HNO_3)

วิธีทำ

1. เตรียมซีเอ็มซีโดยชั่งประมาณ 4 g ให้น้ำหนักที่แน่นอนใส่ในบีกเกอร์ 250 ml เติมเอทานอล 95% ลงไป 75 ml คนของผสม จนเป็น slurry เติม HNO_3 5 ml คนต่อ 1-2 นาที ให้ความร้อนจนเดือด 5 นาที เอาความร้อนออก แต่ให้คนต่ออีก 10-15 นาที
2. เทของเหลวเบาๆบนกระดาษกรองใช้เอทานอล 95% 50 - 100 ml ล้างบีกเกอร์ให้ตะกอนออกมาอยู่ในกระดาษกรองให้หมด แล้วล้างตะกอนด้วยเอทานอล 80% (เอทานอล 80% ต้องมีอุณหภูมิ $60^\circ C$) จนกรดหมดไป
3. ทดสอบว่ามีกรดหรือไม่โดยให้ slurry ปริมาณเล็กน้อยจากกระดาษกรองหยดบนแผ่นกระจกโดยใช้กระดาษสีขาวรองใต้กระจก แล้วหยด diphenylamine reagent ลงไป ถ้าเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินแสดงว่ามีไนเตรตเหลืออยู่ ต้องล้างใหม่โดยใช้เอทานอล 80% อุณหภูมิ $60^\circ C$ ล้างประมาณ 4-6 ครั้ง
4. สูดท้ายล้างด้วย methanol เล็กน้อย ใส่ในขวดชั่ง นำไปอ้งบน water bath โดยใช้ไอน้ำไล่แอลกอฮอล์จนไม่สามารถตรวจพบกลิ่น
5. นำไปอบ (เปิดฝา) ที่ $105^\circ C$ 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์
6. ชั่งสาร dried acid ซีเอ็มซีที่ได้ประมาณ 1-1.5 g โดยชั่งอย่างละเอียดใส่ใน flask 500 ml เติมน้ำ 100 ml และ NaOH (0.3-0.5 N) 25 ml ให้ความร้อนพร้อมคนด้วยจนเดือด 15-30 นาที แล้วนำไปไตเตรดกับสารละลายมาตรฐาน HCl ขณะร้อน NaOH ส่วนเกินจะไปทำปฏิกิริยากับ HCl โดยใช้ phenolphthalein เป็นอินดิเคเตอร์

การคำนวณ

$$A = (BC - DE)/F$$

$$G = 0.162/(1 - 0.058A)$$

- A = ปริมาณ milliequivalents ของกรดที่ถูกใช้ไป ต่อตัวอย่าง 1 g
 B = ปริมาณ NaOH ที่ใช้, ml
 C = ความเข้มข้น NaOH, N
 D = ปริมาณ HCl ที่ใช้โตเตรทกับ NaOH ส่วนเกิน, ml
 E = ความเข้มข้น HCl, N
 F = น้ำหนัก acid CMC ที่ใช้, g
 G = ค่า D.S. ของตัวอย่าง
 162 = มวลโมเลกุลของแอนไฮโดรกลูโคสหนึ่งหน่วยในเซลลูโลส
 58 = net increase ในมวลโมเลกุลของแอนไฮโดรกลูโคส สำหรับการแทนที่คาร์บอกซีเมทิลแต่ละหมู่เข้าไป

5.4 การหาความบริสุทธิ์ (purity) ของซีเอ็มซี

อุปกรณ์

1. crucible
2. เครื่องกวนสาร
3. water bath
4. ขวดชั่ง

สารเคมี

1. เอธานอล 95%
2. เอธานอล 80%
3. เอธิลอีเธอร์ (ethyl ether)

วิธีทดสอบ

1. ชั่งตัวอย่าง 3-5 g ใส่ในขวดชั่ง โดยอบ (เปิดฝา) ที่ 105 °C 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ ชั่งตัวอย่าง บันทึกผล หลังจากนั้นนำไปอบเป็นเวลา 30 นาทีอีกครั้งหนึ่ง ทำให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนัก ทำซ้ำจนน้ำหนักเปลี่ยนน้อยกว่า 0.1 % หรือถ้าน้ำหนักมีการเพิ่มขึ้นให้ใช้ค่าที่ต่ำที่สุด จากนั้นทำการคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์ความชื้น (moisture content)

2. ชั่งตัวอย่าง 3 g ใส่ใน บีกเกอร์ 400 ml

3. เติมนอร์มอล 80% อุณหภูมิ 60-65 °C 150 ml แล้วรีบนำไปวางใน water bath ที่มีอุณหภูมิ 60-65 °C ทันที โดยน้ำใน bath ควรสูงกว่าสารในบีกเกอร์ ปิดบีกเกอร์ให้มีมิดชิดที่สุดโดยให้เหลือเพียงรูสำหรับก้านไบพัดกวนสาร ควรให้ไบพัดจุ่มลงในบีกเกอร์ให้ต่ำที่สุด คนเป็นเวลา 10 นาที ด้วยความเร็วที่เหมาะสมไม่ให้สารกระเด็นติดขอบบีกเกอร์

4. หยุดคน ปลดปล่อยให้บีกเกอร์อยู่ใน bath จนตะกอนนอนก้นแล้วเทสารผ่าน crucible ที่ซึ่งน้ำหนักไว้แล้ว เอาเฉพาะส่วนที่เป็นของเหลวทิ้งไป ส่วนตะกอนยังอยู่ในบีกเกอร์

5. เติมนอร์มอล 80 % อุณหภูมิ 60°C ในบีกเกอร์ นำไปคนเหมือนกับข้อ 3 อีกครั้ง

6. เทสารเบาๆผ่าน crucible ใช้เอทานอล 80% อุณหภูมิ 60-65 °C 250 ml ล้างบีกเกอร์ โดยเก็บตะกอนส่วนที่ยังติดอยู่กับบีกเกอร์ออกมาให้หมด อาจจะทำการ suction ขณะกรองได้บ้าง แต่ไม่ควรทำจนแห้ง

7. ล้างตะกอนด้วยเอทานอล 95 % 50 ml ที่อุณหภูมิห้อง และสุดท้ายใช้อีเทอร์ล้างหลาย ๆ ครั้ง (ห้าม suction)

8. นำ crucible ใส่ลงในบีกเกอร์ แล้วนำไปอังบนไอน้ำเพื่อไล่กลิ่นอีเทอร์

9. นำ crucible ไปอบที่ 105 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ให้แห้งแล้วทำให้ตะกอนแตกออกแล้วอบอีก 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสิคเคเตอร์อย่างน้อย 30 นาที โดยปิดบีกเกอร์ด้วยแผ่นอะลูมิเนียม แล้วนำ crucible ไปชั่ง

10. ทำซ้ำจนมวลเปลี่ยนน้อยกว่า 0.003 g ถ้าเพิ่มขึ้นให้ใช้ค่าที่น้อยที่สุด

การคำนวณ

$$S = A \times 10000 / B(100 - C)$$

$$S = \% \text{ ความบริสุทธิ์ของซีเอ็มซี}$$

$$A = \text{น้ำหนักตะกอนหลังทำให้บริสุทธิ์, g}$$

$$B = \text{น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้, g}$$

$$C = \text{ปริมาณความชื้น, \%}$$

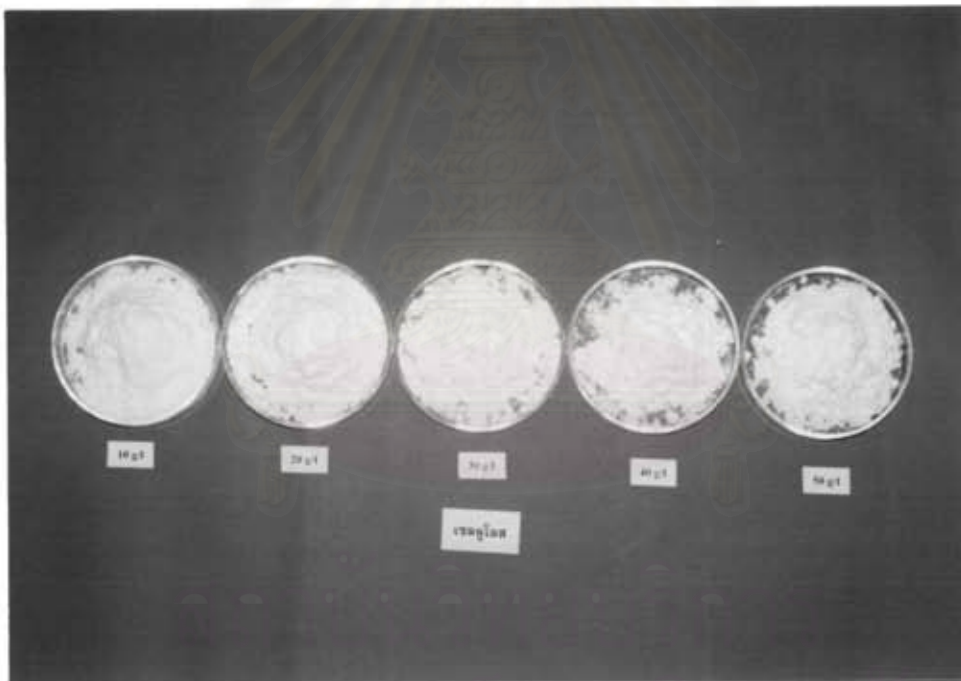
บทที่ 4
ผลการทดลองและวิจารณ์



อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อสมบัติของเยื่อเซลลูโลส

1. ลักษณะของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมได้

เยื่อเซลลูโลสที่ได้จากการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ เมื่อผ่านการฟอกและบดแล้วจะมีลักษณะเป็นเยื่อละเอียด สีขาว ฟุ้ง และมีน้ำหนักเบา ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงลักษณะของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมได้ โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

เมื่อนำเยื่อเซลลูโลสมาวัดค่าความสว่างด้วยเครื่องวัดสี (chromameter) พบว่าได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าความสว่าง (Y) ในระบบ CIE ของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมขึ้นโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของ NaOH (g/l)	ค่าความสว่าง (Y)
10	79.48
20	80.84
30	82.86
40	83.80
50	82.79

จากผลการวัดค่าความสว่าง พบว่าความสว่างมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์

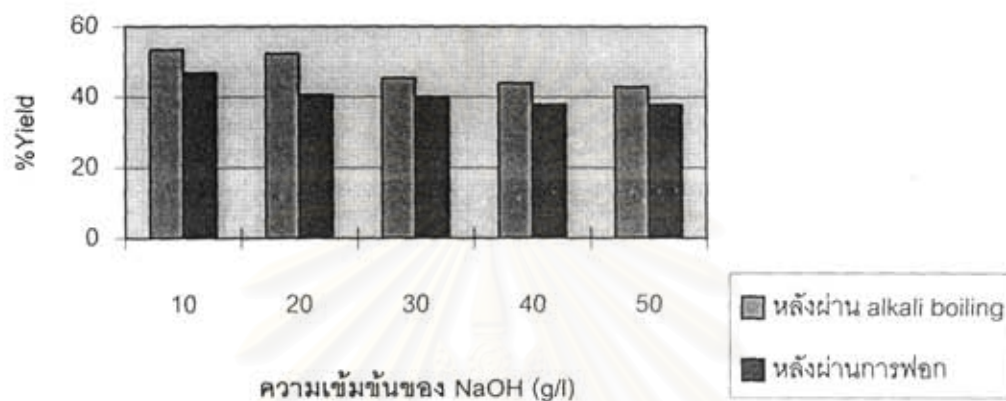
2. %Yield ของเยื่อเซลลูโลส

ตารางที่ 4.2 แสดง %Yield ของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของ NaOH (g/l)	น.น.ชานอ้อย (g)	หลังผ่าน alkali boiling		หลังผ่านการฟอก	
		น.น. (g)	%Yield	น.น. (g)	%Yield
10	30	16.01	53.4	14.04	46.8
20	30	15.68	52.3	12.17	40.6
30	30	13.62	45.4	12.02	40.1
40	30	13.17	43.9	11.35	37.8
50	30	12.88	42.9	11.33	37.8

จากการเตรียมเยื่อเซลลูโลสด้วยวิธี alkali boiling โดยนำชานอ้อยที่บดแล้วมาทำการรีฟลักซ์กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นในช่วง 10-50 g/l พบว่า การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายต่างๆจะมีผลทำให้องค์ประกอบของชานอ้อยที่ไม่ทนต่อต่าง ละลายออก

มาอยู่ในรูปของสารละลายได้มากขึ้นตามลำดับ (ตารางที่ 4.2) โดยจะสังเกตเห็นว่า %Yield หลัง alkali boiling เริ่มลดลงอย่างเห็นได้ชัดที่ระดับความเข้มข้น 30 g/l และจากกรรมวิธีดังกล่าวจะสามารถผลิตเยื่อที่ฟอกแล้วได้ประมาณ 38-47% (รูปที่ 4.2)



รูปที่ 4.2 แสดง %Yield ของเยื่อเซลลูโลสที่เตรียมขึ้นโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

3. ปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสที่เป็นองค์ประกอบ

เมื่อนำเยื่อเซลลูโลสที่ฟอกแล้วไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส ซึ่งได้แสดงผลไว้ในตารางที่ 4.3 จะเห็นว่าการใช้สารละลายต่างที่ความเข้มข้นสูงขึ้นจะสามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลสซึ่งมีองค์ประกอบที่สำคัญคือ บีต้า- และ แกมมา-เซลลูโลสออกมาได้มากขึ้น และทำให้เยื่อเซลลูโลสมีความบริสุทธิ์ยิ่งขึ้น

จากผลการทดลองพบว่า การใช้สารละลายต่างที่ระดับความเข้มข้นตั้งแต่ 30 g/l ขึ้นไปในการทำ alkali boiling นั้น จะสามารถเตรียมเยื่อที่มีปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสอยู่ถึงกว่าร้อยละ 85

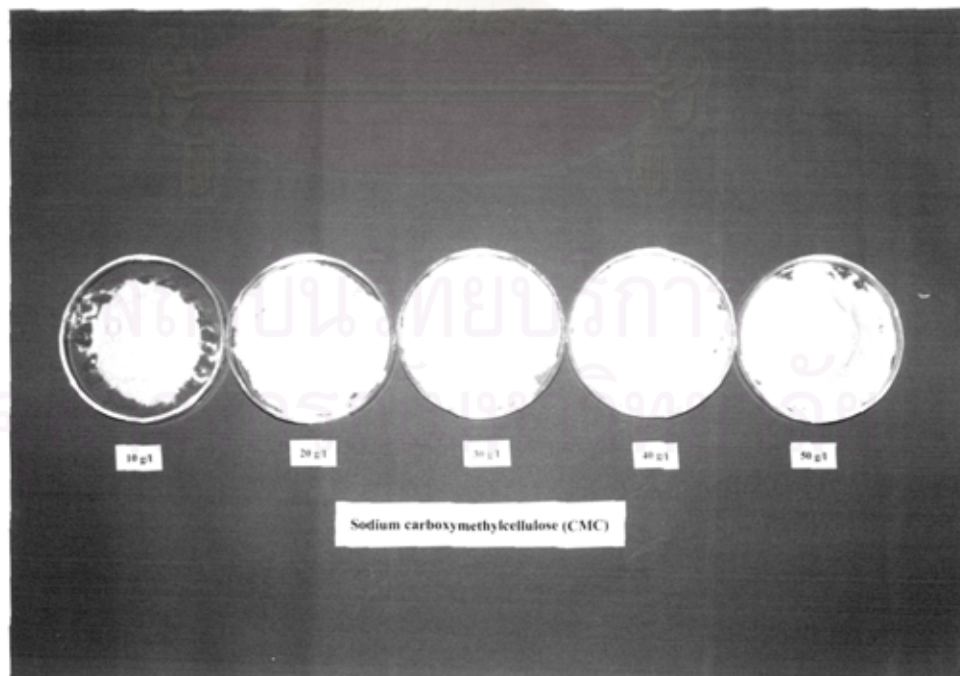
ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสที่เป็นองค์ประกอบอยู่ในเยื่อที่ฟอกแล้ว ภายหลังจากการทำ alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH (g/l)	%แอลฟา-เซลลูโลส
10	83.64
20	84.32
30	85.21
40	85.32
50	86.83

อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในขั้นตอนการเตรียมเยื่อต่อสมบัติของซีเอ็มซี

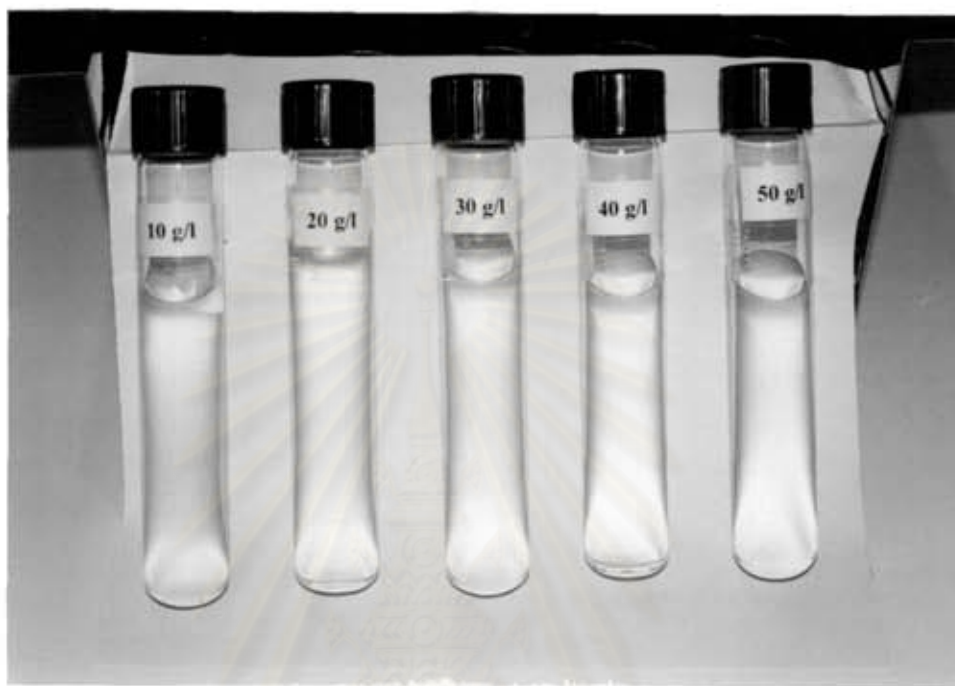
1. ลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้

เมื่อนำเยื่อที่เตรียมได้จากการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆมาทำการสังเคราะห์ซีเอ็มซี พบว่าซีเอ็มซีที่บดแล้วมีลักษณะเป็นผงสีขาว ดังแสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

เมื่อนำซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้ไปละลายน้ำโดยใช้ความเข้มข้น 2% จะได้สารละลายสีเหลืองอ่อน ดังรูปที่ 4.4 ซึ่งมีรายละเอียดอยู่ในตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ตารางที่ 4.4 ลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของ NaOH (g/l)	ลักษณะของสารละลาย
10	มีสีเหลืองเข้ม และมีส่วนที่ไม่ละลายกระจายตัวอยู่ จึงทำให้สารละลายขุ่นเล็กน้อย
20	มีสีเหลืองอ่อน มีส่วนที่ไม่ละลายกระจายตัวอยู่เล็กน้อย ไสกว่าที่ 10 g/l
30	มีสีเหลืองอ่อน ไสกว่าที่ 20 g/l อย่างเห็นได้ชัด มีส่วนที่ไม่ละลายอยู่น้อยมาก
40	มีสีเหลืองอ่อน ไสกว่าที่ 30 g/l เล็กน้อย มีส่วนที่ไม่ละลายอยู่น้อยมาก
50	มีสีเหลืองเข้มขึ้นเล็กน้อย ความใสใกล้เคียงกับที่ 30 g/l

จากการทดลองจะเห็นว่า ความสามารถในการละลายจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณความเข้มข้นของสารละลายต่าง โดยซีเอ็มซีจะละลายน้ำได้ดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัดที่ความเข้มข้น 30 g/l ซึ่งเมื่อเพิ่มความเข้มข้นขึ้นเป็น 40 และ 50 g/l ก็จะไม่เกิดการละลายได้ดีขึ้นต่อไปอีกเท่าใดนัก

2. ค่าความหนืดปรากฏ

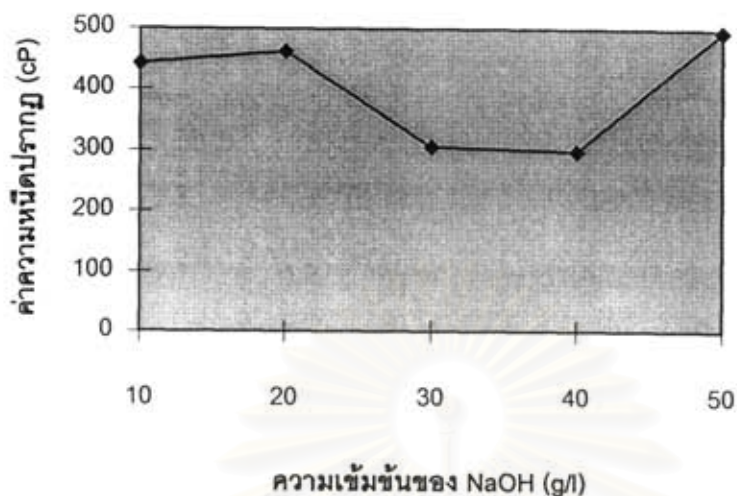
จากการวัดค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีความเข้มข้น 2% พบว่า มีค่าความหนืดอยู่ในช่วงระหว่าง 300-500 cP ดังแสดงในตารางที่ 4.5 ทั้งนี้จะเห็นได้ว่าปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อค่าความหนืดอย่างเด่นชัดก็คือ ความสามารถในการละลายของซีเอ็มซี โดยเยื่อที่เตรียมจากการรีฟลักซ์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 10 และ 20 g/l นั้น เมื่อนำมาสังเคราะห์เป็นซีเอ็มซีจะยังคงมีสิ่งเจือปนอื่นๆในลักษณะของของแข็งที่ไม่ละลายเหลือตกค้างและกระจายตัวอยู่ในสารละลาย ทำให้สารละลายขุ่นและส่งผลให้ค่าความหนืดสูงขึ้น ส่วนค่าความหนืดและลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่ระดับความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 30 และ 40 g/l นั้นจะมีความใกล้เคียงกันมาก โดยมีค่าลดลงมาอยู่ที่ประมาณ 300cP และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 50 g/l ค่าความหนืดก็จะเพิ่มสูงขึ้นอีกครั้งหนึ่ง (รูปที่ 4.5) ซึ่งจากข้อมูลในตารางที่ 4.4 จะเห็นว่าสารละลายมีความใสลดลงจากที่ระดับความเข้มข้น 40 g/l เล็กน้อย

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkali boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้น NaOH (g/l)	%Torque	ค่าความหนืด ¹ (cP)	อุณหภูมิ (°C)
10	88.4	442	26.2
20	92.5	462	27.9
30	61.2	306	27.8
40	59.8	299	27.6
50	98.9	496	27.3

หมายเหตุ ¹ใช้เข็มเบอร์ 18 ที่ความเร็วรอบ 6 รอบ/นาที

ทั้งนี้จากการทดลองยังพบว่า การทำ alkali boiling ที่ 165 °C โดยใช้ต่างความเข้มข้นสูงๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งตั้งแต่ 40 g/l ขึ้นไป จะทำให้การควบคุมปฏิกิริยาเป็นไปได้ยากมากขึ้น เพราะสารละลายจะเดือดแรง เกิดเป็นฟองอย่างรวดเร็ว และเกิดการ bumping ได้ง่าย



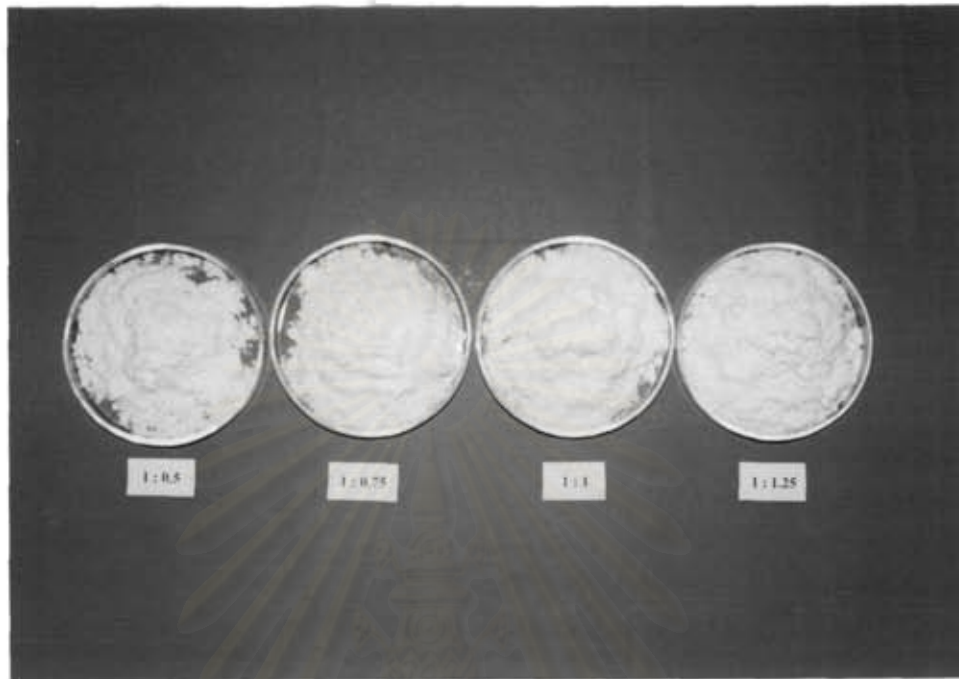
รูปที่ 4.5 แสดงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์จากเยื่อที่ผ่าน alkaline boiling โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ดังนั้นเมื่อพิจารณาจากความสะดวกในการควบคุมปฏิกิริยา ค่าความหนืดปรากฏ และลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่เตรียมได้ รวมทั้งปริมาณองค์ประกอบที่สำคัญของเยื่อคือ แอลฟา-เซลลูโลส จากการทดลองในขั้นต้น จะเห็นว่าการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 30 g/l เป็นปริมาณที่มีความเหมาะสมสำหรับใช้ในการเตรียมเยื่อ เพื่อทำการศึกษาดังภาวะในการสังเคราะห์ซีเอ็มซีในขั้นต่อไป

อิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซิดต่อสมบัติของซีเอ็มซี

1. ลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้

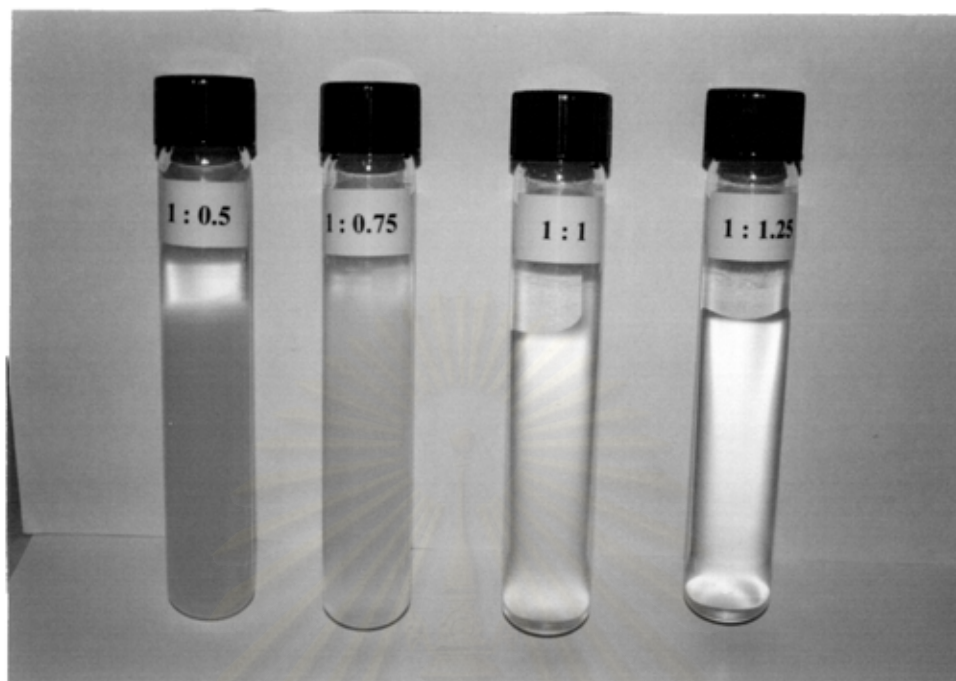
จากการสังเคราะห์ซีเอ็มซีโดยใช้เยื่อที่เตรียมจากการรีฟลักซ์ชานอ้อยกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 30 g/l นำมาทำปฏิกิริยากับกรดโมโนคลอโรแอซิดโดยใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรด เท่ากับ 1:0.5, 1:0.75, 1:1 และ 1:1.25 ตามลำดับ พบว่า ซีเอ็มซีที่เตรียมได้มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 4.6 ทั้งนี้ ซีเอ็มซีที่ได้จากการใช้อัตราส่วน 1:0.5 และ 1:0.75 หลังจากบดแล้วจะมีลักษณะเป็นผงค่อนข้างคล้ายเยื่อ สีครีม และมีน้ำหนักเบา



รูปที่ 4.6 ลักษณะของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้โดยการใช้กรดโมโนคลอโรแอซิดิกที่อัตราส่วนต่างๆ

เมื่อนำซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้ไปละลายน้ำ ด้วยความเข้มข้น 2% พบว่า สารละลายมีลักษณะดังรูปที่ 4.7 ซึ่งมีรายละเอียดอยู่ในตารางที่ 4.6

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.7 ลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้โดยการใช้กรดโมโนคลอโรแอซีติกที่อัตราส่วนต่างๆ

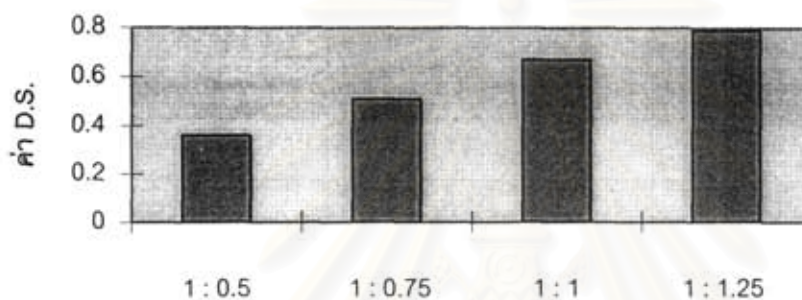
ตารางที่ 4.6 ลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้กรดโมโนคลอโรแอซีติกที่อัตราส่วนต่างๆ

อัตราส่วน เอื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก	ลักษณะของสารละลาย
1 : 0.5	มีสีเหลืองอ่อน ขุ่น
1 : 0.75	มีสีเหลืองอ่อน ขุ่น แต่ใสกว่า 1 : 0.5 เล็กน้อย
1 : 1	มีสีเหลืองอ่อน ใสกว่า 1 : 0.75 อย่างเห็นได้ชัด แต่ยังคงมีส่วนที่ไม่ละลายกระจายตัวอยู่เล็กน้อย
1 : 1.25	มีสีเหลืองอ่อน ใสมาก มีส่วนที่ไม่ละลายกระจายตัวอยู่น้อยมาก

2. ค่า D.S.

รูปที่ 4.8 ได้แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซีติกนั้นมีบทบาทสำคัญอย่างยิ่งต่อค่า D.S. โดยการให้ปริมาณความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซีติกเพิ่มขึ้นนั้น

จะส่งผลให้ค่า D.S. เพิ่มสูงขึ้นด้วย ทั้งนี้เนื่องจากเซลลูโลสเป็นโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่จึงมีการเคลื่อนที่ได้ช้ามาก การเกิดปฏิกิริยา etherification ณ ตำแหน่งหมู่ไฮดรอกซิลจึงขึ้นอยู่กับปริมาณ etherifying agent ซึ่งในที่นี้คือกรดโมโนคลอโรแอซีติก และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีอยู่ สำหรับในการทดลองนี้ได้ใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์แปรผันไปตามปริมาณของกรดโมโนคลอโรแอซีติก ในอัตราส่วนโมล 2 : 1 คงที่ตลอดการทดลอง ดังนั้นเมื่อมีโมเลกุลของ etherifying agent ซึ่งเป็นสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็กอยู่เป็นจำนวนมากขึ้น โมเลกุลเหล่านี้ก็จะไปรายล้อมอยู่รอบๆโมเลกุลเซลลูโลสได้มากขึ้น การเกิดปฏิกิริยาการแทนที่จึงเป็นไปได้ยิ่งขึ้น



อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก

รูปที่ 4.8 แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซีติกต่อค่า D.S.

ตารางที่ 4.7 อิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซีติกต่อค่า D.S. และความสามารถในการละลายของซีเอ็มซี

อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก	ค่า D.S.	pH ของ สารละลาย	ความสามารถในการละลาย ¹
1 : 0.5	0.36	6.8	ละลายได้บางส่วน
1 : 0.75	0.51	7.0	ละลายได้บางส่วน
1 : 1	0.67	6.7	ละลายได้
1 : 1.25	0.79	6.8	ละลายได้ดี

¹ลักษณะของสารละลาย ให้ดูรายละเอียดในตารางที่ 4.5

นอกจากนี้ ค่า D.S. ยังเป็นสิ่งที่บ่งบอกถึงความสามารถในการละลายของซีเอ็มซีอีกด้วย คือถ้า D.S. มีค่าสูงขึ้น ก็มีแนวโน้มที่จะละลายน้ำได้ดียิ่งขึ้น (ตารางที่ 4.7)

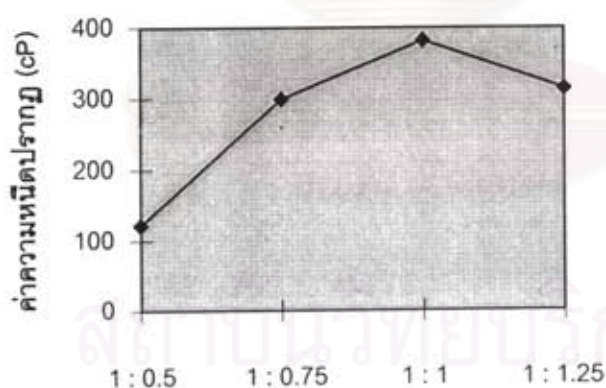
3. ค่าความหนืดปรากฏ

จากข้อมูลในตารางที่ 4.8 จะเห็นได้ว่าค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซีมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณกรดโมโนคลอโรแอซีติก แม้จะเกิดการลดลงเล็กน้อยที่อัตราส่วน 1 : 1.25 ก็ตาม (รูปที่ 4.9)

ตารางที่ 4.8 แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซีติกต่อค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซี

อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก	%Torque	ค่าความหนืด' (cP)	อุณหภูมิ (°C)
1 : 0.5	24.5	122	26.9
1 : 0.75	59.8	299	26.9
1 : 1	76.5	382	26.7
1 : 1.25	62.8	314	26.2

หมายเหตุ ใช้เข็มเบอร์ 18 ที่ความเร็วรอบ 6 รอบ/นาที



อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก

รูปที่ 4.9 แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซีติกต่อค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซี

เมื่อนำข้อมูลของค่า D.S. และความสามารถในการละลายมาพิจารณาประกอบกัน (ตารางที่ 4.9) จะสามารถอธิบายได้ว่า ที่อัตราส่วน 1 : 0.5 นั้นปริมาณ etherifying agent ที่ใช้ใน

การทำปฏิกิริยายังมีไม่เพียงพอ จึงเหลือเซลลูโลสส่วนที่ยังไม่ได้ทำปฏิกิริยาอยู่อีกเป็นจำนวนมาก ทำให้สารละลายมีความหนืดน้อย อย่างไรก็ตาม ส่วนที่ไม่ละลายซึ่งกระจายตัวอยู่ในสารละลายก็สามารถส่งผลให้เกิดค่าทอร์ค ณ บริเวณผิวสัมผัสของเข็มวัดความหนืดและทำให้ค่าความหนืดที่ปรากฏออกมามีค่าสูงขึ้นกว่าที่ควรจะเป็น

เมื่อเพิ่มปริมาณกรดโมโนคลอโรแอซิดิกสูงขึ้น ปฏิกิริยา etherification ที่เกิดขึ้นจะเปลี่ยนโมเลกุลเซลลูโลสให้กลายเป็นซีเอ็มซีได้มากขึ้นตามลำดับ ความหนืดที่เกิดขึ้นจึงเป็นผลเนื่องมาจากการละลายของซีเอ็มซี ซึ่งทำให้สารละลายมีความหนืดมากขึ้น แต่ในขณะเดียวกันก็ยังมีผลอันเนื่องมาจากส่วนที่ไม่ละลายรวมอยู่ด้วย ซึ่งจะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเป็น 1 : 1.25 ซึ่งสารละลายซีเอ็มซีมีลักษณะใสมาก อันแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาที่ค่อนข้างสมบูรณ์นั้น จะให้ค่าความหนืดที่มีแนวโน้มลดลง

ตารางที่ 4.9 แสดงอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดโมโนคลอโรแอซิดิกต่อค่าความหนืด ค่า D.S. และความสามารถในการละลายของสารละลายซีเอ็มซี

อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก	ค่าความหนืดปรากฏ (cP)	ค่า D.S.	ความสามารถ ในการละลาย
1 : 0.5	122.3	0.36	ละลายได้บางส่วน
1 : 0.75	298.7	0.51	ละลายได้บางส่วน
1 : 1	382.4	0.67	ละลายได้
1 : 1.25	314.4	0.79	ละลายได้ดี

จากการศึกษาถึงภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซีเอ็มซีในแง่ของอิทธิพลของปริมาณกรดโมโนคลอโรแอซิดิก จะเห็นได้ว่าภาวะที่เกิดจากการใช้อัตราส่วนเยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิกเท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 นั้น ให้สมบัติของซีเอ็มซีอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ซึ่งจะได้ทำการเปรียบเทียบถึงสมบัติต่างๆกับเกรดการค้าในขั้นตอนต่อไป

การศึกษาสมบัติของซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองในภาวะที่ให้ผลดีที่สุด

1. ลักษณะทางกายภาพ

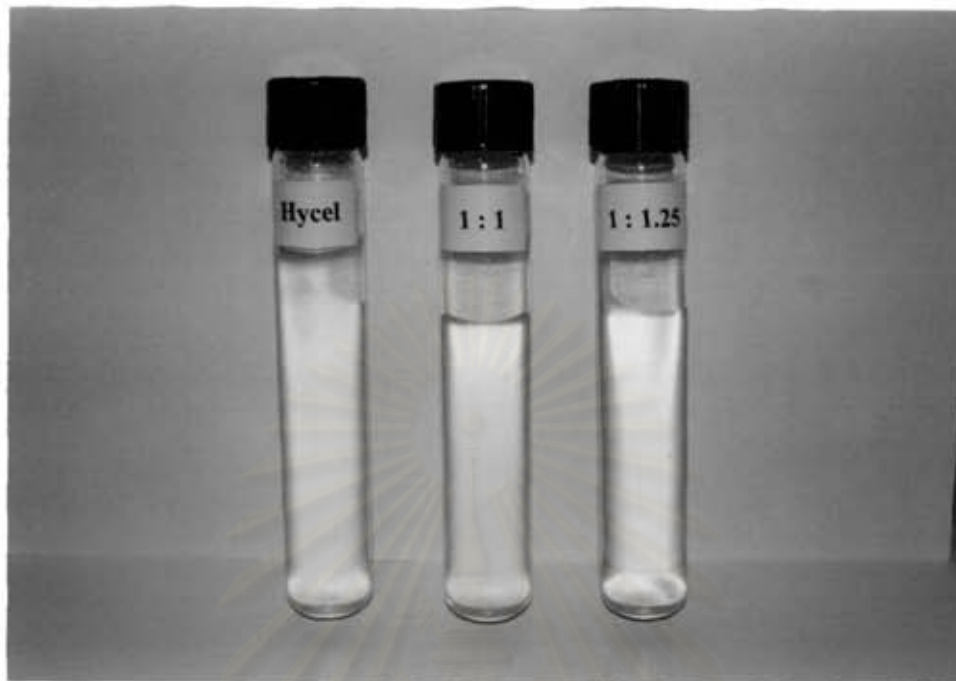
เมื่อทำการเปรียบเทียบซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองและจากเกรดการค้า คือ Hycel CMC เกรด Textile ดังแสดงในรูปที่ 4.10 จะเห็นว่า ซีเอ็มซีเกรดการค้านั้นจะมีลักษณะเป็นผงสี

ขาวครีม มีความละเอียดและคูมีน้ำหนักมากกว่าซีเมนต์ที่ได้จากการทดลอง และเมื่อนำไปละลายน้ำจะได้สารละลายค่อนข้างใส ไม่มีสี ในขณะที่ซีเมนต์ที่ได้จากการทดลองโดยใช้กรดโมโนคลอโรแอซิดิกในอัตราส่วน 1 : 1 นั้นสารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน ค่อนข้างใส และมีส่วนที่ยังไม่ละลายกระจายตัวอยู่บ้างเล็กน้อย สำหรับที่อัตราส่วน 1 : 1.25 นั้น สารละลายจะมีสีเหลืองอ่อน ใส โดยมีส่วนที่ไม่ละลายอยู่เล็กน้อยมาก (รูปที่ 4.11)



รูปที่ 4.10 แสดงลักษณะของซีเมนต์ที่ได้จากการทดลองโดยใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก เท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 เปรียบเทียบกับซีเมนต์เกรดการค้า

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.11 แสดงลักษณะของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองโดยใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนโคลอโรแอสซิดิก เท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 เปรียบเทียบกับซีเอ็มซีเกรดการค้า

ทั้งนี้จากการเยี่ยมชมโรงงานผลิต Hycel CMC ทำให้ทราบข้อมูลว่า เยื่อซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตซีเอ็มซีภายในโรงงาน ได้มาจากไม้ที่ต่างชนิดกันออกไป อาทิเช่น สน ยูคาลิปตัส ฝ้าย ไม้ ทั้งจากภายในและต่างประเทศ โดยขึ้นอยู่กับเกรดของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการและราคาของวัตถุดิบในขณะนั้น นอกจากนี้กรรมวิธีที่ใช้ในการผลิตแต่ละเกรดก็ยังแตกต่างกันออกไป

2. สมบัติทั่วไป

จากการเปรียบเทียบสมบัติของซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองโดยใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนโคลอโรแอสซิดิก เท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 กับ Hycel CMC พบว่าได้ผลดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบสมบัติทั่วไปของซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลอง กับ Hycel CMC

อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก	%ความชื้น	%ความบริสุทธิ์	ค่า D.S.	ค่าความหนืด ¹ (cP)
1 : 1	10.08	88	0.67	382
1 : 1.25	11.09	92	0.79	314
Hycel CMC ²	7.77	63	0.57	68

หมายเหตุ ¹ ใช้เข็มเบอร์ 18, ความเร็ว 6 รอบ/นาที ที่อุณหภูมิ $26 \pm 1^{\circ} \text{C}$

² เป็นผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการเก็บรักษาไว้เป็นเวลานานแล้ว จึงนำมาตรวจสอบสมบัติอีกครั้งหนึ่ง

เมื่อพิจารณาจากค่าความบริสุทธิ์จะเห็นได้ว่า วิธี purify ซีเอ็มซีในการทดลองนี้ โดยใช้วิธี soxhlet extraction เป็นเวลา 4 ชั่วโมงนั้น สามารถกำจัดผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการจากปฏิกริยาอันได้แก่ สารประเภทเกลือโซเดียม ออกไปได้ดี และให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง แต่ค่าเปอร์เซ็นต์ความชื้นยังมีอยู่ในปริมาณที่สูงกว่าเกรดการค้า และมีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้นตามค่า D.S. ส่วนค่าความหนืดนั้นจะเห็นได้ว่าผลจากการทดลองทั้งสองภาวะคือที่ อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติก เท่ากับ 1 : 1 และ 1 : 1.25 นั้นจะให้ค่าที่สูงกว่า Hycel CMC เกรด textile

3. อิทธิพลของระยะเวลาต่อการเปลี่ยนแปลงของค่าความหนืดปรากฏ

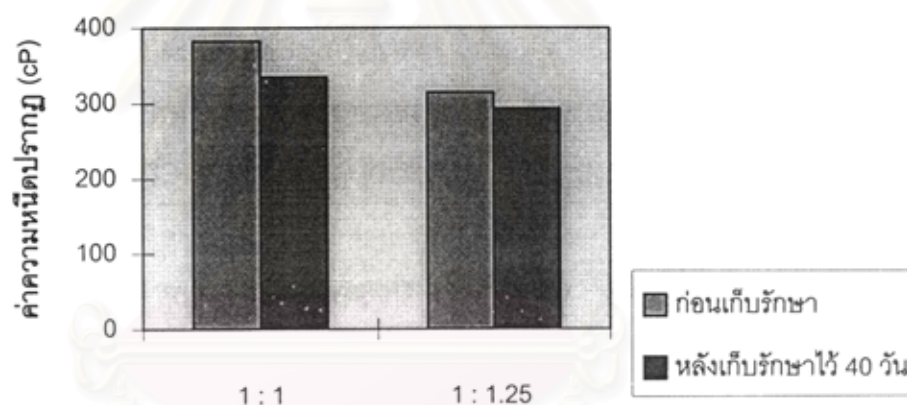
จากการศึกษาถึงอิทธิพลของระยะเวลาต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 4.11 พบว่า เมื่อเก็บสารละลายซีเอ็มซีไว้ในภาชนะที่มีฝาปิดเป็นเวลา 40 วัน ค่าความหนืดของสารละลายดังกล่าวจะมีแนวโน้มลดลงจากเดิมประมาณ 7-12% โดยที่อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซีติกเท่ากับ 1 : 1 นั้นความหนืดจะลดลงมากกว่าที่อัตราส่วน 1 : 1.25 (รูปที่ 4.12)

ตารางที่ 4.11 การเปลี่ยนแปลงของค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลอง เมื่อผ่านการเก็บรักษาไว้เป็นเวลา 40 วัน

อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก ¹	ค่าความหนืดปรากฏ (cP) ²	
	ก่อนเก็บรักษา	หลังเก็บรักษาไว้ 40 วัน
1 : 1	382	335
1 : 1.25	314	293

หมายเหตุ ¹สารละลายซีเอ็มซีความเข้มข้น 2% ที่เตรียมขึ้นได้ถูกเก็บไว้ในหลอดทดลองที่มีความจุ 50 ml ปิดด้วยฝาจุกเกลียว โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง

²ใช้ซีเอ็มเบอร์ 18, ความเร็ว 6 รอบ/นาที ที่อุณหภูมิ $26 \pm 1^{\circ} \text{C}$



อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก

รูปที่ 4.12 แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลอง เมื่อผ่านการเก็บรักษาไว้เป็นเวลา 40 วัน

การลดลงของค่าความหนืดปรากฏดังกล่าวอาจเป็นผลอันเนื่องมาจากการตัดทอนพันธะโดยการแยกสลายด้วยน้ำ (hydrolytic scission) (Ragheb, 1991) หรืออาจเกิดจากการย่อยสลายด้วยเอนไซม์เซลลูเลสจากจุลินทรีย์ และผลเนื่องมาจากอุณหภูมิในระหว่างเก็บรักษา

4. อิทธิพลของอุณหภูมิต่อค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซี

จากข้อมูลในตารางที่ 4.12 เป็นการศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองเปรียบเทียบกับเกรดการค้า ภายใต้อุณหภูมิตั้งแต่ 26 °C จนถึง 70 °C จะเห็นได้ว่า ค่าความหนืดมีแนวโน้มลดลงอย่างเห็นได้ชัด ดังรูปที่ 4.13

ตารางที่ 4.12 การเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองเปรียบเทียบกับเกรดการค้า ณ อุณหภูมิต่างๆ

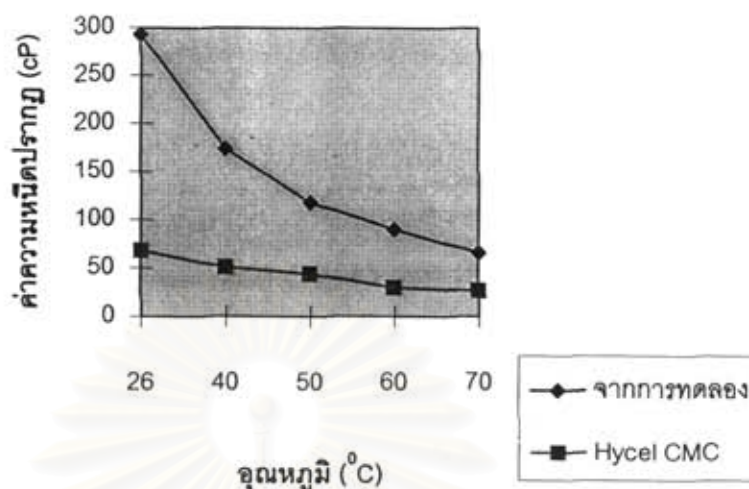
อุณหภูมิ (°C)	ค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซี ¹ (cP)	
	จากการทดลอง ²	Hycel CMC
26	293	68
40	174	51
50	118	43.5
60	90	30
70	66	27

หมายเหตุ

¹ใช้ซีเอ็มเบอร์ 18 ความเร็ว 6 รอบต่อนาที

²ใช้สารละลายซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วน เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก เท่ากับ 1 : 1.25 ที่ผ่านการเก็บรักษาไว้เป็นเวลา 40 วัน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.13 แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซีที่ได้จากการทดลองเปรียบเทียบกับเกรดการค้า ณ อุณหภูมิต่างๆ

จะเห็นว่า อุณหภูมิเป็นปัจจัยที่มีความสำคัญอย่างยิ่งต่อค่าความหนืดของสารละลายซีเอ็มซี เพราะเมื่อสารละลายซีเอ็มซีได้รับความร้อนเพิ่มสูงขึ้น โมเลกุลซีเอ็มซีจะมีการขยับตัวและเคลื่อนไหวได้อย่างอิสระมากขึ้นตามลำดับ ความหนืดของสารละลายจึงมีแนวโน้มลดลงเรื่อยๆ ซึ่งหากมีการให้ความร้อนสูงเป็นเวลานานก็อาจทำให้พันธะที่เชื่อมโยงกันระหว่างโมเลกุลซีเอ็มซีถูกทำลายลงได้

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

1. จากการทดลองพบว่าซานอ้อยที่ผ่านขั้นตอนการ prehydrolysis และ alkali boiling แล้วจะแปรสภาพเป็นเยื่อเซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยพบว่า ปริมาณของไซโตเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเยื่อเซลลูโลสโดยวิธีฟลักซ์ ที่อุณหภูมิ 165 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงนั้น อยู่ที่ระดับความเข้มข้น 30 g/l ซึ่งเยื่อที่ได้จะมีปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสอยู่ถึงร้อยละ 85
2. เยื่อที่ได้จากการเตรียมด้วยภาวะดังกล่าว เมื่อนำไปสังเคราะห์เป็นซีเอ็มซีโดยวิธี solvent process พบว่า สารละลายซีเอ็มซีจะมีลักษณะ หนืด สีเหลืองอ่อน ส่วนความสามารถในการละลาย และค่า D.S. ของซีเอ็มซีจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณ etherifying agent ที่ใช้ โดยพบว่า ภาวะของการใช้ปริมาณ เยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก ซึ่งให้ผลเป็นที่น่าพอใจ อยู่ที่อัตราส่วน 1 : 1 และ 1 : 1.25
3. เยื่อที่ได้จากการใช้ปริมาณเยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก เท่ากับ 1 : 1.25 จะให้ซีเอ็มซีที่มีค่า D.S. เท่ากับ 0.79 และมีความบริสุทธิ์ถึงร้อยละ 92 ในขณะที่มีค่าความหนืดปรากฏประมาณ 300 cP ซึ่งสมบัติทั้งหมดมีค่าที่สูงกว่าซีเอ็มซีทางการค้าที่นำมาใช้ศึกษาเปรียบเทียบโดยเป็นเกรดสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ
4. หากการนำไปใช้งาน ไม่จำเป็นต้องคำนึงถึงความสามารถในการละลายว่าจะต้องได้สารละลายที่ใสมาก คุณสมบัติของซีเอ็มซีจากการทดลองโดยใช้ปริมาณเยื่อ : กรดโมโนคลอโรแอซิดิก ในอัตราส่วน 1 : 1 ก็ยังจัดว่าอยู่ในเกณฑ์ที่สูงกว่าซีเอ็มซีทางการค้าที่นำมาเปรียบเทียบ
5. แม้ว่าสมบัติส่วนใหญ่ของซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองจะอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ แต่ก็ยังมีข้อเสียอยู่หลายประการ เช่น ความชื้นของซีเอ็มซียังอยู่ในเกณฑ์ที่สูงกว่าเกรดการค้า สารละลายซีเอ็มซีที่ได้ยังคงมีส่วนที่ไม่ละลายเจือปนอยู่เล็กน้อย และเมื่อผ่านการเก็บรักษาไว้ระยะหนึ่งแล้วค่าความหนืดปรากฏจะลดลงจากเดิม และลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อได้รับอิทธิพลจากอุณหภูมิที่สูงขึ้น



เอกสารอ้างอิง

งามจิตร วิฑูรย์สถฤทธิศิลป์. 2520. ซี.เอ็ม.ซี. (C.M.C.). อุตสาหกรรมสาร. 20(6) : 1-18.

จิตต์ ศรีวรรณวิทย์ และดวงใจ วิบูลย์ธณภัณฑ. 2521. การศึกษาวิจัยการผลิตเซลลูโลสคุณภาพสูง. รายงานการวิจัย. กองการวิจัย กรมวิทยาศาสตร์บริการ.

ปรีชา สุริยพันธุ์. 2523. อ้อย. กรมวิชาการเกษตร. ชนประดิษฐ์การพิมพ์. กรุงเทพฯ.

มนตรี รัตนวิจิตร. 2537. การประยุกต์ใช้ซีเอ็มซีในอุตสาหกรรมต่างๆ. TTIS Textile Digest 2(14): 22-23.

รุ่งอรุณ วัฒนวงศ์. 2527. ผลการใช้ AMS ในการต้มขานอ้อยด้วยกระบวนการไรดา. รายงานการวิจัย. กองการวิจัย กรมวิทยาศาสตร์บริการ.

วันทนี สาดราคม, นิโลบล เดชาติวงศ์ ณ อยุธยา และรุ่งอรุณ สุริยพันธุ์. 2518. การศึกษาเรื่องการฟอกเยื่อขานอ้อยไรดา. รายงานการวิจัย. กองการวิจัย กรมวิทยาศาสตร์บริการ.

สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาล. 2537. โรงงานน้ำตาลในประเทศไทย ปี 2536-2537. สำนักงานปลัดกระทรวงอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. กรุงเทพฯ.

สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาล. 2538. โรงงานน้ำตาลในประเทศไทย ปี 2537-2538. สำนักงานปลัดกระทรวงอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. กรุงเทพฯ.

สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาล. 2539. โรงงานน้ำตาลในประเทศไทย ปี 2538-2539. สำนักงานปลัดกระทรวงอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. กรุงเทพฯ.

- Browning, B.L. Wood chemistry. In K.W. Britt (ed.), Handbook of pulp and paper technology. pp : 3-9. New York : Van Nostrand Reinhold Co., 1990.
- Campana Filho, S.P., Curvelo, A.A.S. and Caraschi, J.C. Preparation and characterization of carboxymethylcellulose from sugar cane bagasse. Journal of the Brazilian Association for the Advancement of Science 45 (January 1993) : 42-45.
- Hayakawa, et al. Tokyo Kogyo Shikensho Hokoku, Vol. 55, No.6 (1960).
- Hebeish, A., Abdel-Thalouth, I. and El-Kashouti, M. Agricultural wastes as base materials for the synthesis of carboxymethyl cellulose. Cellulose Chemistry and Technology 26 (1992) : 272-288.
- Kalle, U.H.F. Cellulose ethers - Sythesis, application and analytical aspects. In J.F. Kennedy (eds.), Cellulose and its derivatives. pp. 273-279. England : Ellis Horwood Ltd., 1985.
- Lewis, R.J., Sr. Hawley's condensed chemical dictionary. 12th ed. New York : Van Nostrand Reinhold Co., 1993.
- Omiya, T. (1983) European Patent Application : 0074631 A1.
- Ragheb, A., Abdel-Thalouth, I., Rlsayed, H. and Hebeish, A. Preparation and characterization of carboxymethyl cellulose from jute waste. Indian Journal of Fibre & Textile Research 16 (December 1991) : 263-269.
- Salomon, R. L., Cuevas, C.M. and Ellenrieder, G. R. Ethanol production from sugar cane bagasse holocellulose. Journal of Applied Microbiological Biotechnology 5 (1989) : 383-392.

Saska, M. and Ozer, E. Aqueous extractin of sugar-cane bagasse hemicellulose and production of xylose syrup. Biotechnology and Bioengineering 5 (1995) : 517-523.

Thai Cellulose Products Ltd. Hycel CMC qulity products. Bangkok. (Mimeographed).

The American Society for Testing and Materials. ASTM D 1439-94 , 1994.

The Chemical Properties Committee of the Process and Product Quality Division. TAPPI ; T 203 om-93 ,1993.

Tsao, G.T., Gong.C.S. and Domingues. J.M. Pretreatment of sugar cane bagasse hemicellulose hydrolysate for xylitol production by yeast. Applied Biochemical Biotechnology Part A: Enzyme Engineering Biotechnology 57-58 (1996): 49-56.



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย