

พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากเส้นใยยางพารา



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SUPERABSORBENT POLYMER BASED POLY(ACRYLIC ACID)/MICROCRYSTALLINE
CELLULOSE FROM RUBBER FIBER



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science
Field of Study of Petrochemistry and Polymer Science

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเส้นใยยางพารา
โดย	น.ส.ทิพาพรรณ คำเกาะ
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ)	
.....	กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อัญญาพร บุญมณีพิสุทธิ์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร)	

6172157523 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEYWORD: superabsorbent polymer, rubber leaves, microcrystalline cellulose

Tipapan Dumkor : SUPERABSORBENT POLYMER BASED POLY(ACRYLIC ACID)/MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM RUBBER FIBER. Advisor: Assoc. Prof. SIRILUX POOMPRADUB, Ph.D.

The superabsorbent polymer (SAP) was successfully synthesized from microcrystalline cellulose (MCC) and poly (acrylic acid) as a monomer, ammonium persulfate as an initiator and *N, N'*-methylene bisacrylamide (MBA) as a crosslinker in order to absorb water and synthetic urine. In this research, the MCC was prepared from Para rubber fiber that obtained from fresh and dry Para rubber leaves via the mechanical and chemical processes. The biomass composition, morphology, functional groups, crystallinity and thermal properties of MCC were examined by Goering and Van Soest method, scanning electron microscopy, Fourier transform infrared spectroscopy, X-ray spectroscopy and thermalgravimetric analysis, respectively. The results showed that the obtained MCC from the fresh and dry Para rubber fiber showed the similar characteristics and properties. Thus, the MCC from the dry Para rubber fiber was prepared the SAP via a polymerization. The effect amount of MCC and crosslinker in the SAP synthesis on the water and synthetic urine was studied. Moreover, the functional groups, percentage of grafting and thermal property of SAP were examined. Finally, the SAP that obtained from MCC 25 wt% of acrylic acid at MBA 0.05 wt% of acrylic acid exhibited the high water and synthetic urine absorbencies about 203 ± 0.67 and 53 ± 0.75 g/g, respectively. Accordingly, the SAP that could absorb the water and synthetic urine could be prepared from the Para rubber leaves as the natural raw materials.

Field of Study: Petrochemistry and Polymer Science Student's Signature

Academic Year: 2021 Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เรื่องพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส จากเส้นใยยางพาราฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ดีตามเป้าหมาย เนื่องจากผู้วิจัยได้รับความอนุเคราะห์และช่วยเหลือจากหลายฝ่าย จึงขอขอบคุณทุกท่านไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก ที่ได้กรุณาให้ความรู้ คำปรึกษา และคำแนะนำ ที่มีประโยชน์ต่อการค้นคว้าวิจัยและการเขียนที่ถูกต้อง ตลอดจนอำนวยความสะดวกในการดำเนินงานวิจัยของผู้วิจัยให้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โพธิยะราช ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อัญญาพร บุญมณีพิสุทธิ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ เสาวรจรรย์ ช่วยจุลจิตร์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ภายนอกมหาวิทยาลัยที่ให้ความกรุณามาเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ ตลอดจนได้ให้คำแนะนำและข้อเสนอแนะ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ คณาจารย์ เจ้าหน้าที่ และบุคลากรของภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ได้ให้ความรู้ทางด้านวิชาการ และอำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการและเครื่องมือวิเคราะห์

ขอขอบคุณหลักสูตรปีเตอร์เคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ที่ได้ช่วยเหลือด้านการดำเนินงานทางเอกสารในระหว่างการศึกษา และคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้จัดสรรและเอื้อเฟื้อสถานที่ในการทำงานวิจัย

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ครอบครัว รวมถึงผู้มีพระคุณทุกท่านที่อยู่เบื้องหลัง ที่ให้โอกาสและสนับสนุนในด้านทุนทรัพย์เพื่อการศึกษาแก่ผู้วิจัย ที่คอยห่วงใยและเป็นที่กำลังใจสำคัญให้ผู้วิจัยตลอดมา

ทิพาพรรณ คำเกาะ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	10
สารบัญตาราง.....	12
บทที่ 1 บทนำ.....	13
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย.....	13
1.2 วัตถุประสงค์.....	14
1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย.....	14
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	15
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	16
2.1 พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก.....	16
2.1.1 การนำไปใช้งาน.....	16
2.1.2 การจำแนกประเภทของ SAP.....	17
2.1.3 การเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์.....	18
2.1.4 การดูดซับน้ำของ SAP.....	18
2.2 เส้นใยธรรมชาติ.....	19
2.2.1 เซลลูโลส (cellulose).....	19
2.2.2 เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose).....	20
2.2.3 ลิกนิน (lignin).....	21

2.3 การปรับสภาพผิวของเส้นใย	22
2.3.1 การปรับสภาพพื้นผิวเส้นใยด้วยวิธีเชิงกล	22
2.3.2 การปรับสภาพผิวด้วยวิธีการทางเคมี	22
2.4 ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส.....	23
2.4.1 ขั้นตอนเชิงกล	23
2.4.2 ขั้นตอนทางเคมี.....	23
2.5 ยางพารา.....	24
2.5.1 ลำต้นยางพารา.....	24
2.5.2 ใบยางพารา.....	25
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	26
บทที่ 3 การทดลอง	28
3.1 สารเคมี.....	28
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	31
3.3 วิธีการเตรียม MCC จากเส้นใยยางพารา.....	32
3.4 การเตรียมสารละลายในการวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบชีวมวลพืช.....	32
3.4.1 การเตรียมสารละลาย neutral detergent	32
3.4.2 การเตรียมสารละลาย acid detergent	34
3.4.3 การเตรียมสารละลาย saturated potassium permanganate.....	34
3.4.4 การเตรียมสารละลาย lignin buffer.....	34
3.4.5 การเตรียมสารละลาย combined permanganate.....	34
3.4.6 การเตรียมสารละลาย demineralizing	34
3.5 การวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบชีวมวลพืช.....	34
3.5.1 หาปริมาณของ neutral detergent fiber (NDF).....	34
3.5.2 ปริมาณของเฮมิเซลลูโลส.....	35

3.5.3 การวิเคราะห์หา permanganate lignin (PML).....	35
3.5.4 การวิเคราะห์หาปริมาณเซลลูโลสด้วยการเผาเถ้า	36
3.6 การเตรียมสารละลายน้ำปัสสาวะสังเคราะห์	36
3.7 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากจากมอนอเมอร์ฐานอะคริเลตร่วมกับไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส.....	36
3.8 ปัจจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	38
3.8.1 ศึกษาปริมาณไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสกับกรดอะคริลิกต่อค่าการดูดซึมน้ำของ	38
3.8.2 ศึกษาปริมาณสารเชื่อมขวางต่อค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	38
3.9 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	38
3.9.1 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	38
3.9.2 ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส และพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก.....	38
3.9.3 วิเคราะห์ความเป็นผลึกของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส.....	38
3.9.4 วิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส	38
3.9.5 ศึกษาสมบัติทางความร้อนของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	38
3.9.6 ศึกษาสมบัติการกราฟต์	38
3.9.7 ทดสอบค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	39
3.9.8 ขอบเขตของการดำเนินงานวิจัย	39
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	41
4.1 ผลการเตรียม MCC จากเส้นใยยางพารา	41
4.1.1 องค์ประกอบชีวภาพมวลพืชและธาตุของเส้นใยยางพารา.....	41
4.1.2 ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยยางพารา.....	41
4.1.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวอย่างที่เตรียมจากเส้นใยยางพารา.....	45
4.1.5 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของ MCC จากเส้นใยยางพารา	46

4.1.6	วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยยางพาราด้วยเทคนิค TGA	49
4.2	ผลการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากจากพอลิอะคริลิกแอซิดกับไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส ที่ได้จากเส้นใยยางพาราแห้ง	51
4.2.1	ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากด้วยเทคนิค FTIR.....	51
4.2.2	ผลของปริมาณ MCC ต่อค่าการกราฟต์ในพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก และค่าการดูดซึมน้ำ ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	53
4.2.3	ผลของปริมาณสารเชื่อมขวางชนิด MBA ต่อค่าการกราฟต์ และค่าการดูดซึมน้ำของพอลิ เมอร์ดูดซึมน้ำมาก.....	53
4.2.4	ค่าการดูดซึมน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	55
4.2.5	ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพและสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	55
4.2.6	การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากด้วยเทคนิค TGA.....	56
บทที่ 5	สรุปผลการทดลอง	59
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	59
5.2	ข้อเสนอแนะ	60
ภาคผนวก	61
บรรณานุกรม	62
ประวัติผู้เขียน	73

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างสามมิติของ SAP	16
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเส้นใยธรรมชาติ	19
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของเซลลูโลส.....	20
รูปที่ 2.4 ตัวอย่างโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส	20
รูปที่ 2.5 a) ตัวอย่างโครงสร้างของลิกนินและ b) โครงสร้างของ coniferyl alcohol, sinapyl alcohol และ p-coumaryl alcohol	21
รูปที่ 2.6 กลไกการย่อยเซลลูโลสโดยใช้กรด.....	24
รูปที่ 2.7 โครงสร้างของลำต้นยางพารา	25
รูปที่ 2.8 ใบยางพารา	26
รูปที่ 3.1 วิธีการเตรียม MCC จากใบยางพาราแห้งและใบยางพาราสด	33
รูปที่ 3.2 ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	37
รูปที่ 3.3 ขอบเขตของวิธีดำเนินงานวิจัย	40
รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของเส้นใยยางพาราสดชั้น (a) Raw material, (b) Alkaline treatment, (c) Bleached-III, (d) F-MCC (after Acid hydrolysis) และเส้นใยยางพาราแห้งชั้น (e) Raw material, (f) Alkaline treatment, (g) Bleached-III, (h) D-MCC (after Acid hydrolysis).....	44
รูปที่ 4.2 (A) FTIR สเปกตรัมของเส้นใยยางพาราสดหลังขั้นตอน (a) Raw material (b) Alkaline treatment (c) Bleaching และ (d) F-MCC และรูป (B) FTIR สเปกตรัมของเส้นใยยางพาราแห้งหลังขั้นตอน (e) Raw material (f) Alkaline treatment (g) Bleaching และ (h) D-MCC	47
รูปที่ 4.3 (A) XRD pattern ของเส้นใยยางพาราสดหลังขั้นตอน (a) Raw material (b) Alkaline treatment (c) Bleaching (d) Acid hydrolysis และ (e) F-MCC และรูป (B) XRD	

pattern ของเส้นใยพาราแห้งหลังขั้นตอน (f) Raw material (g) Alkaline treatment (h) Bleaching (i) Acid hydrolysis และ (j) D-MCC.....	48
รูปที่ 4.4 (A) เทอร์โมแกรม TGA และ (B) DTG ของเส้นใยพาราสดและเส้นใยพาราแห้งชั้น raw material และชั้น MCC	50
รูปที่ 4.5 FTIR สเปกตรัมของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC ร้อยละ (a) 0 (b) 5 (c) 15 (d) 25 และ (e) 35 wt% of AA	52
รูปที่ 4.6 ผลของปริมาณ MCC ต่อการดูดซึมน้ำปราศจากไอออนและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของ พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก.....	54
รูปที่ 4.7 ผลของปริมาณ MBA ต่อค่าการดูดซึมน้ำปราศจากไอออนและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของ พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	54
รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากกล้องดิจิทัลและภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 500x ของเจลพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากหลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมไรเซชันของ พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC ร้อยละ (a) 0 (b) 5 (c) 15 (d) 25 และ (e) 35 wt% of AA ที่ปริมาณ MBA ร้อยละ 0.10 และปริมาณ MBA ร้อยละ (f) 0.025 (g) 0.05 และ (h) 0.15 wt% of AA	57
รูปที่ 4.9 (A) เทอร์โมแกรม TGA และ (B) DTG ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	58

สารบัญตาราง

	หน้าที่
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบชีวมวลพืชของเส้นใยยางพารา.....	42
ตารางที่ 4.2 ร้อยละองค์ประกอบธาตุของเส้นใยยางพารา.....	43
ตารางที่ 4.3 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่เตรียมได้แต่ละขั้นตอน	43
ตารางที่ 4.4 ค่า Crystalline index ของ MCC จากเส้นใยยางพารา	49
ตารางที่ 4.5 ข้อมูลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยยางพาราและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก ด้วยเทคนิค TGA	51
ตารางที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์การกราฟต์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก	53
ตาราง ก ปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก.....	61

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากได้รับความนิยมในด้านต่าง ๆ เช่น การเกษตร [1, 2] การแพทย์ [3] อุตสาหกรรมยา [4, 5] ผลิตภัณฑ์สุขอนามัย [6, 7] และการกำจัดสิ่งปนเปื้อนในน้ำเสีย [8, 9] โดยพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากเกิดจากการเชื่อมขวางโครงสร้างในสามมิติ สามารถดูดซึมน้ำได้ 1000 เท่า เมื่อเทียบกับน้ำหนักพอลิเมอร์ขณะแห้ง ความสามารถในการดูดซึมและกักเก็บน้ำเกิดจากหมู่ที่ชอบน้ำภายในโมเลกุล เช่น หมู่ไฮดรอกซิล หมู่แอมีน หมู่แอมไนด์ และหมู่ซัลโฟนิก เป็นต้น [10-12] หลายปีที่ผ่านมาประเทศไทยตระหนักถึงปัญหาสิ่งแวดล้อมและให้ความสำคัญต่อธรรมชาติมากขึ้น เนื่องจากภาวะโลกร้อน (global warming) ที่ส่วนใหญ่เกิดจากการกระทำของมนุษย์ได้แก่ การตัดไม้ทำลายป่า การใช้โฟมหรือผลิตภัณฑ์พลาสติกที่ย่อยสลายยาก และการเผาไหม้ของเชื้อเพลิง เป็นต้น เพื่อเป็นการเพิ่มปริมาณก๊าซเรือนกระจก ประชาชนได้เลือกใช้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและไม่ทำลายธรรมชาติมากขึ้น และลดปริมาณการใช้ผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมที่มีระยะเวลาการย่อยสลายที่ยาวนาน ผลิตภัณฑ์ที่มาจากธรรมชาติถือเป็นอีกหนึ่งทางเลือก เนื่องจากเป็นวัตถุดิบที่หาง่าย ราคาถูก สามารถเกิดทดแทนได้ และย่อยสลายทางชีวภาพได้ โดยเฉพาะเซลลูโลสซึ่งสามารถพบได้ในพืชทั่วไป ดังนั้นจึงได้มีการสังเคราะห์เซลลูโลสจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรมาเพิ่มมูลค่าและใช้ให้เกิดประโยชน์เพิ่มมากขึ้น

วัสดุเหลือใช้จากการเกษตร เช่น เปลือกไม้ ลำต้น และใบไม้ เป็นต้น โดยเฉพาะส่วนของใบไม้ถือเป็นของเสียทางการเกษตรที่มีปริมาณมาก เนื่องจากต้นไม้นี้แต่ละชนิดมีใบที่ร่วงลงบนพื้น และมีมูลค่าต่ำเมื่อเทียบกับลำต้นและเปลือกไม้ ใบยางพาราถือเป็นของเสียทางการเกษตรที่มีปริมาณมากในประเทศไทย เนื่องจากต้นยางพาราเป็นหนึ่งในพืชเศรษฐกิจของประเทศไทย และในช่วงที่ต้นยางพาราผลัดใบจะทำให้มีใบยางพาราร่วงลงสู่พื้นดินเป็นจำนวนมาก การสังเคราะห์เซลลูโลสจากใบยางพาราจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการเพิ่มมูลค่าให้กับของเสียที่เกิดขึ้น ซึ่งยังไม่ได้มีการนำไปใช้ให้เกิดประโยชน์ในทางอุตสาหกรรม

ดังนั้น พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากเซลลูโลสจากใบยางพาราจึงมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่ามอนอเมอร์ที่ได้จากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม [13, 14] อย่างไรก็ตาม โครงสร้างของเซลลูโลสมีความยาวสายโซ่โมเลกุลสูง จึงจำเป็นต้องทำการย่อยด้วยกรดเพื่อเปลี่ยนโครงสร้างให้เป็นไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (microcrystalline cellulose: MCC) ก่อนที่จะนำไปใช้เตรียมเป็นพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก นอกจากนี้พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสอาจ

มีประสิทธิภาพการดูดซึมน้ำต่ำ จึงจำเป็นต้องเติมสารไวน์ลอมอนอเมอร์ (vinyl monomer) ได้แก่ กลุ่มอะคริลิกแอซิดหรืออะคริลาไมด์ เนื่องจากสารกลุ่มดังกล่าวมีหมู่ชอบน้ำสูงอยู่ภายในโมเลกุล [15, 16] ดังนั้น งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากจากพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเส้นใยยางพารา เพื่อใช้เป็นวัสดุดูดซึมน้ำที่สามารถย่อยสลายได้ในธรรมชาติ และเพิ่มมูลค่าให้กับใยยางพารา

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เตรียมพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเส้นใยยางพารา
- 1.2.2 ศึกษาประสิทธิภาพของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเส้นใยยางพาราเพื่อเป็นวัสดุดูดซึมน้ำ

1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย

- 1.3.1 เตรียมไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเส้นใยยางพาราผ่านขั้นตอน (1) การบด (2) Alkaline treatment (3) Bleaching และ (4) Acid hydrolysis
- 1.3.2 พิสูจน์เอกลักษณ์ของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส ดังนี้
 - 1.3.2.1 วิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบของชีวมวลพืชด้วยวิธี Goering and Van Soest
 - 1.3.2.2 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR)
 - 1.3.2.3 ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy: SEM)
 - 1.3.2.4 วิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD)
 - 1.3.2.5 วิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสด้วยเทคนิค Dynamic flash combustion
 - 1.3.2.6 วิเคราะห์พฤติกรรมการสลายตัวเชิงความร้อนด้วยการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอาศัยสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric analysis :TGA)
- 1.3.3 เตรียมพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากใยยางพาราผ่านกระบวนการพอลิเมอร์แบบอนุกรมอิสระ โดยปัจจัยที่ศึกษามีดังนี้
 - 1.3.3.1 ปริมาณของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (ร้อยละ 0, 5, 15, 25, และ 35 โดยน้ำหนักของกรดอะคริลิก)

1.3.3.2 ปริมาณของเอ็น, เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ (ร้อยละ 0.025, 0.05, 0.1 และ 0.15 โดยน้ำหนักของกรดอะคริลิก) ทำหน้าที่เชื่อมขวางสายโซ่พอลิเมอร์

1.3.4 ศึกษาสมบัติของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส จากไบยางพาราที่สังเคราะห์ได้ดังนี้

1.3.4.1 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM

1.3.4.2 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR

1.3.4.3 สมบัติการกราฟต์พอลิอะคริลิกแอซิดบนไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย (soxhlet extraction) เพื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การกราฟต์ (% grafting yield) เปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพการกราฟต์ (% grafting efficiency) เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของมอนอเมอร์ (% total conversion) และเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงการกราฟต์ (% graft conversion)

1.3.4.4 ทดสอบประสิทธิภาพการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์

1.3.4.5 วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

1.3.5 วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล เผยแพร่ผลงานและเขียนวิทยานิพนธ์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

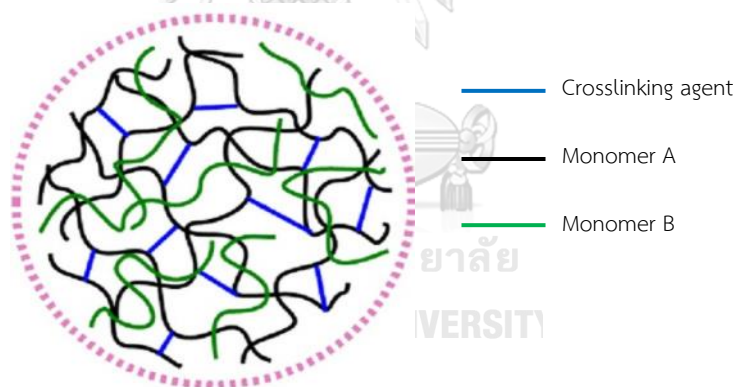
ได้ SAP ฐานพอลิอะคริลิกแอซิด/ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเส้นใยยางพาราเพื่อใช้เป็นวัสดุดูดซึมน้ำ

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก (superabsorbent polymers: SAP) เป็นที่รู้จักตั้งแต่ปี ค.ศ. 1950 เป็นพอลิเมอร์ที่มีการเชื่อมขวางโครงสร้างในสามมิติ สามารถดูดซึมน้ำได้ (รูปที่ 2.1) โดยความสามารถในการดูดซึมและกักเก็บน้ำเกิดจากหมู่ที่ชอบน้ำภายในโมเลกุลเช่น หมู่ไฮดรอกซิล หมู่เอมีน หมู่แอไมด์ และหมู่ซัลโฟนิค เป็นต้น ซึ่งความต้านทานต่อการละลายเกิดจากการเชื่อมขวางระหว่างสายโซ่ในโมเลกุล SAP อาจสังเคราะห์ได้จากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม เช่น มอนอเมอร์ไวนิลแอลกอฮอล์ (vinyl alcohol) เอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) และกรดอะคริลิก (acrylic acid) เป็นต้น ซึ่งไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและย่อยสลายยาก [16, 17] ในขณะที่ SAP จากธรรมชาติสามารถสังเคราะห์ได้จากแป้ง [18, 19] คอลลาเจน [20, 21] ไคติน [22, 23] และเซลลูโลส ที่ได้ในสาหร่าย แบคทีเรีย หรือพืช โดยเฉพาะพืชเป็นแหล่งวัตถุดิบที่มีปริมาณมากและราคาถูก อีกทั้งเซลลูโลสสามารถย่อยสลายได้ ความแข็งแรงสูง ความหนาแน่นต่ำ และมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ [24, 25]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างสามมิติของ SAP

2.1.1 การนำไปใช้งาน

SAP ถูกนำไปใช้งานในหลายด้าน [4] ได้แก่

2.1.1.1 อุตสาหกรรมการเกษตร คือใช้ในภาวะพืชขาดน้ำ เนื่องจาก SAP เป็นวัสดุอุ้มน้ำ จึงกักเก็บความชุ่มชื้นในดิน

2.1.1.2 ด้านการแพทย์ เช่น สารนำส่งยา (drug delivery) หรือ แผ่นปิดบาดแผล เพื่อช่วยดูดซับของเหลวที่ไหลออกมาจากแผล

2.1.1.3 ด้านสุขอนามัย เช่น ผ้าอ้อมสำเร็จรูปและผ้าอนามัย ซึ่ง SAP สามารถดูดซับของเหลวไว้ได้นานและปล่อยออกได้ง่าย

2.1.1.4 การบำบัดน้ำเสีย เนื่องจากสามารถดูดซับแร่ธาตุต่าง ๆ ที่อาจปนเปื้อนในน้ำได้

2.1.2 การจำแนกประเภทของ SAP

2.1.2.1 จำแนกตามเทคนิคในกระบวนการสังเคราะห์ SAP ได้ 4 เทคนิค [10]

1) การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบบัลค์ (bulk polymerization) เป็นเทคนิคที่ง่าย เนื่องจากสารตั้งต้นมีเพียงมอนอเมอร์และสารริเริ่มปฏิกิริยา ไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย ได้พอลิเมอร์ที่มีความหนืดสูงและความบริสุทธิ์สูง ข้อเสียคือเกิดการเกิดปฏิกิริยามีการคายความร้อนสูง

2) การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบสารละลาย (solution polymerization) เทคนิคนี้ใช้ตัวทำละลายในการเกิดปฏิกิริยา ทำให้ถ่ายเทความร้อนของปฏิกิริยาไปยังสารละลายได้ ข้อดีคือช่วยแก้ปัญหาคายความร้อนสูงของเทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบบัลค์ ข้อเสียคือต้องเพิ่มขั้นตอนแยกตัวทำละลายออกจากพอลิเมอร์ นอกจากนี้ ต้องระมัดระวังการปนเปื้อนของตัวทำละลายพอลิเมอร์ และควรระวังเรื่องปริมาณตัวทำละลายที่มากเกินไปเกินความสามารถในการบวมของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำ อาจเกิดการแยกเฟสของพอลิเมอร์ได้

3) การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย (suspension polymerization) มอนอเมอร์แขวนลอยเป็นหยดเล็กๆ ในน้ำหรือตัวทำละลายอินทรีย์ ด้วยการกวนอย่างรุนแรง และเติมสารช่วยแขวนลอยเพื่อป้องกันหยดมอนอเมอร์รวมตัวกัน วิธีนี้ช่วยลดปัญหาคายความร้อนสูงและความหนืด พอลิเมอร์ที่ได้มีลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆ กลมคล้ายไข่มุก

4) การสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยการฉายรังสี (irradiation polymerization) เป็นเทคนิคที่ได้พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากมีความบริสุทธิ์สูง สะอาด และปฏิกิริยาเกิดรวดเร็ว

2.1.2.2 จำแนกตามการเชื่อมขวาง ได้ 2 ประเภท [26]

1) การเชื่อมขวางทางเคมี (chemical crosslink) เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นกับสารเชื่อมขวาง เกิดพันธะเคมีระหว่างกัน ส่งผลให้สายโซ่เกิดการเชื่อมโยงเป็นโครงร่างตาข่าย

2) การเชื่อมขวางทางกายภาพ (physical crosslink) เกิดจากการพันเกี่ยวของสายโซ่พอลิเมอร์ การเชื่อมต่อกันของพันธะไฮโดรเจน และอันตรกิริยาแบบไอออนระหว่างหมู่ฟังก์ชันภายในของสายโซ่พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก โดยการเชื่อมขวางทางกายภาพมีความแข็งแรงและสมบัติเชิงกลน้อยกว่าการเชื่อมขวางแบบเคมี

2.1.2.3 จำแนกตามประเภทของสารตั้งต้น ได้ 2 ประเภท [16]

1) พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากจากพอลิเมอร์สังเคราะห์ (synthetic superabsorbent polymer) ประกอบด้วยมอนอเมอร์ฐานปิโตรเลียม เช่น กรดอะคริลิก อะคริเลต และอะคริลาไมด์เกิดปฏิกิริยาผ่าน free radical polymerization

2) พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากจากพอลิเมอร์ธรรมชาติ (natural superabsorbent polymer) สังเคราะห์จากไคติน เซลลูโลส หรือแป้ง ซึ่งมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่าพอลิเมอร์สังเคราะห์

2.1.3 การเกิดกราฟต์โคพอลิเมอร์

เนื่องจากในงานวิจัยนี้เตรียม SAP จากเซลลูโลส การสังเคราะห์โดยกราฟต์โคพอลิเมอร์เป็นอีกวิธีที่สามารถปรับเปลี่ยนสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของเซลลูโลสได้ การกราฟต์ของมอนอเมอร์ลงบนเซลลูโลสหรืออนุพันธ์ ดำเนินการโดยใช้เทคนิคต่างๆ เช่น free radical polymerization, ring opening polymerization และ controlled radical polymerization

การกราฟต์แบ่งได้ 3 วิธี [27, 28] ได้แก่

1) grafting from คือ การกราฟต์ของมอนอเมอร์ที่มีพันธะคว่่วงไวต่อการเกิดปฏิกิริยาสายโซ่พอลิเมอร์เกิดบริเวณตำแหน่งที่มีตัวริเริ่มปฏิกิริยาซึ่งโมเลกุลเดี่ยว 1 ชนิดหรือมากกว่าบนสายโซ่หลัก และปฏิกิริยาจะเกิดแบบสุ่มหรือแบบสลับ

2) grafting to คือ การกราฟต์ของพอลิเมอร์ที่ปลายสายโซ่หลักมีหมู่คว่่วงไวต่อปฏิกิริยาจับกับหมู่คว่่วงไวของสายโซ่ และปฏิกิริยาจะเกิดแบบสุ่ม

3) grafting through คือ การกราฟต์ของโอลิโกเมอร์หรือพอลิเมอร์ที่มีหมู่คว่่วงไวเป็นพันธะคว่่วงที่ปลายสายโซ่ กับสายโซ่หลัก ผ่านการให้ความร้อน แสง เป็นตัวกระตุ้น เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันผ่านการแตกตัวเป็นไอออนหรือแบบควบแน่น

free radical polymerization มักเป็นเทคนิคที่นิยมเนื่องจากไม่ไวต่อสิ่งสกปรกและภาวะปฏิกิริยาไม่รุนแรง การกราฟต์ไวลิมอนอเมอร์กับสายโซ่ของพอลิเมอร์ที่มีอยู่ก่อนแล้วผ่านกลไก free radical polymerization โดยทั่วไปเกี่ยวข้องกับวิธีการ grafting from ได้รับโครงสร้างที่มีความหนาแน่นสูง ในขณะที่ grafting to ได้รับผลการตอ่กึ่งแบบ steric ส่วน grafting through เกิดค่อนข้างสะดวก แต่ต้องอาศัยการสังเคราะห์พอลิเมอร์สายขนาดใหญ่ที่ได้จากเซลลูโลส [24]

2.1.4 การดูดซึมน้ำของ SAP

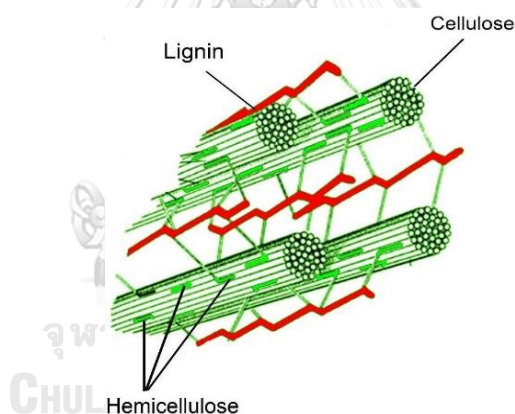
ความสามารถในการดูดซึมน้ำของ SAP ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ [29]

1) ปริมาณของหมู่ที่ชอบน้ำ (hydrophilic group) คือ ถ้ามีหมู่ที่ชอบน้ำมาก SAP ยิ่งดูดซึมน้ำได้ดีขึ้น

- 2) แรงดันออสโมติก (osmotic pressure) ปริมาณน้ำภายในและภายนอกโครงสร้าง SAP มีไม่เท่ากัน ทำให้เกิดความแตกต่างของแรงดันออสโมติก ถ้าแรงดันออสโมติกมีค่าแตกต่างกันมาก โมเลกุลน้ำจะสามารถแพร่เข้าไปใน SAP ทำให้พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำได้มากขึ้น
- 3) รูพรุนระหว่างสายโซ่ SAP ถ้าช่องว่างหรือรูพรุนในโครงสร้างมีมาก จะทำให้น้ำแพร่เข้าสู่ SAP ได้

2.2 เส้นใยธรรมชาติ

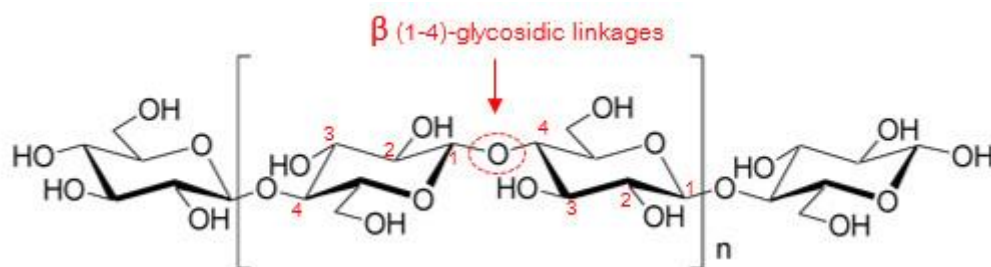
เส้นใยธรรมชาติสามารถพบในพืช ซึ่งพืชเป็นทรัพยากรธรรมชาติที่มีปริมาณมากและมีบางส่วนเป็นของเหลือทิ้งจากการเกษตร เส้นใยธรรมชาติ (รูปที่ 2.2) ประกอบด้วยเซลลูโลส (cellulose) เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) ลิกนิน (lignin) ซึ่งเซลลูโลสเป็นเส้นใยเล็กๆ (fibrils) อยู่รวมกันเป็นกลุ่มหรือมัด (fibrous bundle) ถูกเชื่อมขวางด้วยเฮมิเซลลูโลส โดยมีลิกนินทำให้การยึดระหว่างเฮมิเซลลูโลสและ fibrils มีความแข็งแรง นอกจากนี้มีเพกทิน (pectin) และแวกซ์ (wax) แต่มีปริมาณองค์ประกอบน้อยกว่าองค์ประกอบชนิดอื่น และในพืชแต่ละชนิดมีองค์ประกอบต่างกัน [30-32]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเส้นใยธรรมชาติ

2.2.1 เซลลูโลส (cellulose)

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์แบบเชิงเส้นคือโครงสร้างเซลลูโลสเป็นเส้นตรงไม่มีโซ่กิ่ง ประกอบด้วยโมเลกุลน้ำตาลกลูโคส ($C_6H_{10}O_5$) เป็นมอนอเมอร์และหน่วยซ้ำ (repeating unit) ต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิก (glycosidic bond) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 1 และ 4 (รูปที่ 2.3) มีสูตรโมเลกุล $(C_6H_{10}O_5)_n$ เมื่อ n คือ จำนวนหน่วยน้ำตาลกลูโคสทั้งหมดที่ประกอบเป็นโครงสร้าง เซลลูโลสมีทั้งบริเวณส่วนผลึก (crystalline region) และส่วนอสัณฐาน (amorphous region) [33-35]

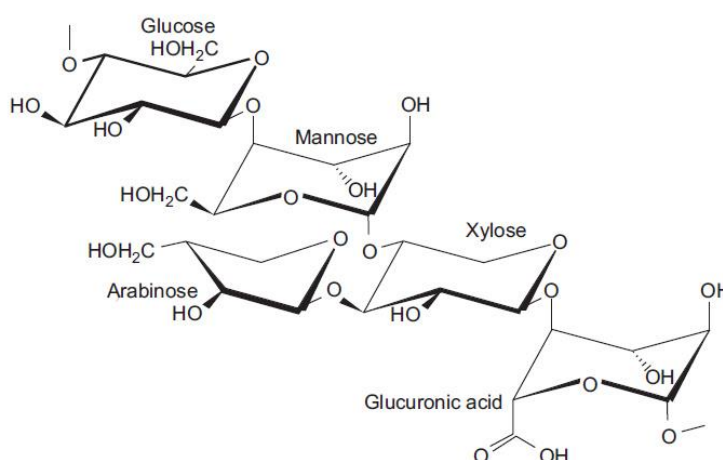


รูปที่ 2.3 โครงสร้างของเซลลูโลส

เซลลูโลสมีโครงสร้างซับซ้อนไม่ละลายในน้ำ (insoluble dietary fiber) ตัวทำละลายอินทรีย์หรือสารละลายต่างอ่อน แต่สามารถละลายได้ดีในกรดหรือด่าง ดังนั้นชนิดของเซลลูโลสสามารถแบ่งได้ 3 ชนิด [36] คือ แอลฟาเซลลูโลส (α -cellulose) เบต้าเซลลูโลส (β -cellulose) และแกมมาเซลลูโลส (γ -cellulose) ตามการละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% โดยเบต้าเซลลูโลสละลายได้ใน 17.5% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แกมมาเซลลูโลสละลายใน 17.5% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรด ในขณะที่แอลฟาเซลลูโลสไม่สามารถละลายใน 17.5% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

2.2.2 เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose)

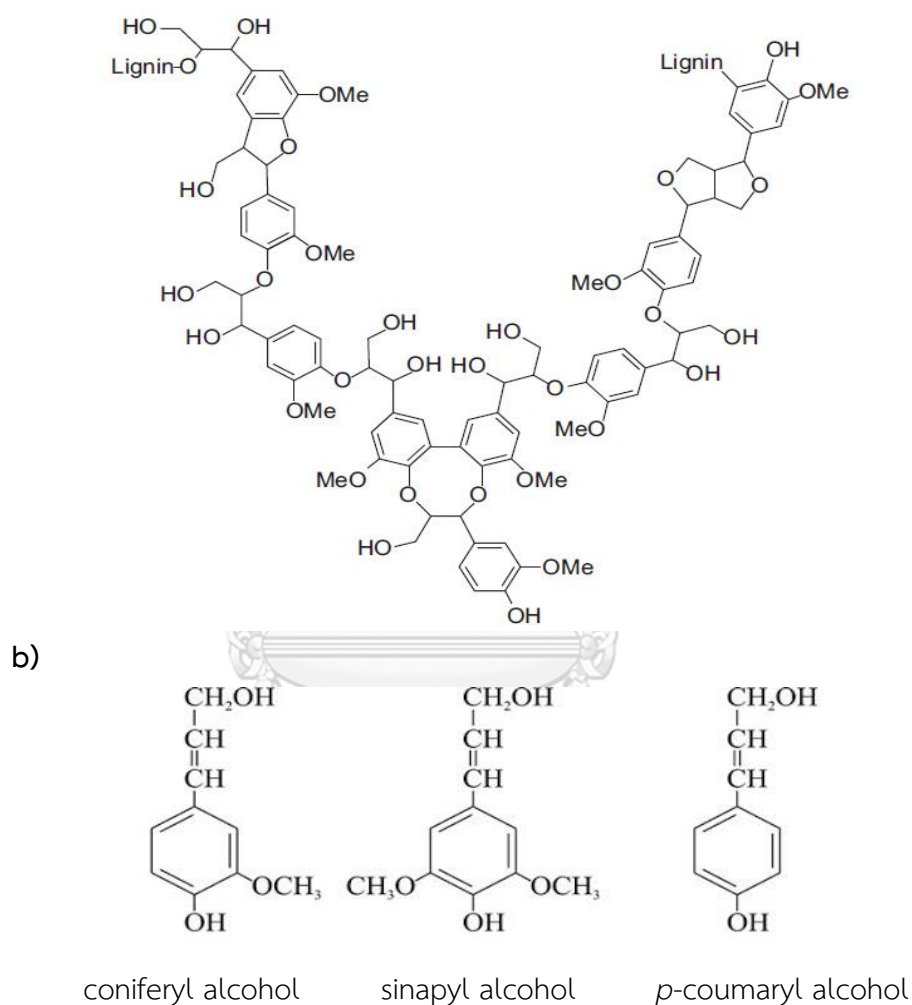
เฮมิเซลลูโลสเป็นเฮเทอโรพอลิแซ็กคาไรด์ (heteropolysaccharide) ลักษณะเป็นสายโซ่มีกิ่ง มีความไม่เป็นผลึก ในโครงสร้างประกอบด้วยโมเลกุลน้ำตาลหลายชนิด ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ได้แก่ น้ำตาลไซโลส (xylose, $C_5H_{12}O_5$) น้ำตาลอะราบินโนส (arabinose, $C_5H_{10}O_5$) น้ำตาลแมนโนส (mannose, $C_6H_{12}O_6$) กาแล็กโทส (galactose, $C_6H_{12}O_6$) น้ำตาลกลูโคส (glucose, $C_6H_{12}O_6$) และกรดกลูคูโรนิก (glucuronic acid, $C_6H_{10}O_7$) เฮมิเซลลูโลสมีโครงสร้างแตกต่างกันในพืชแต่ละชนิด [30] และสามารถละลายในด่างหรือกรดที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 2.4 ตัวอย่างโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส [37]

2.2.3 ลิกนิน (lignin) ลิกนินเป็นพอลิแซ็กคาไรด์โมเลกุลขนาดใหญ่ (รูปที่ 2.5 a) [30]

ประกอบด้วยโซ่โมเลกุลของออกซิเจนเตต ฟีนิลโพรเพน (oxygenated phenyl propane) สังกะหรืจากอนุพันธ์ของแอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ ได้แก่ โคนิเฟอร์ิล (coniferyl) ไชนาพิล (sinapyl) และคูมาริล (p-coumaryl) เป็นต้น (รูปที่ 2.5 b) ลิกนินมีหน้าที่ให้ความแข็งแรงแก่พืช โดยปริมาณลิกนินเพิ่มขึ้นตามอายุของพืช พืชที่มีอายุมากจะมีลิกนินมากกว่าพืชที่มีอายุน้อย ลิกนินเป็นสาร แอโรแมติกที่ไม่ละลายน้ำ ไม่มีสมบัติยืดหยุ่น และไม่สลายทั้งในกรดและด่างแก่ [38-40]a



รูปที่ 2.5 a) ตัวอย่างโครงสร้างของลิกนินและ b) โครงสร้างของ coniferyl alcohol, sinapyl alcohol และ p-coumaryl alcohol [41]

2.3 การปรับสภาพผิวของเส้นใย

การเตรียมเซลลูโลสจากเส้นใยธรรมชาติ ต้องผ่านกระบวนการทางเคมีเพื่อกำจัดส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลสออก โดยผ่านวิธีดังนี้

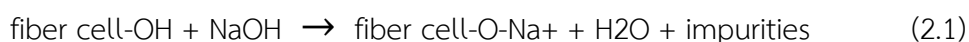
2.3.1 การปรับสภาพพื้นผิวเส้นใยด้วยวิธีเชิงกล (physical method)

1) การปรับสภาพผิวด้วยโคโรนา (corona treatment) เป็นวิธีดัดแปลงเส้นใยทางกลที่อุณหภูมิต่ำ โดยพลาสมาโคโรนาถูกสร้างจากไฟฟ้าศักย์สูงให้แก่อิเล็กโทรด (electrode) ปลายแหลม (tips) ทำให้เกิดพลาสมาขึ้นตรงบริเวณปลายแหลม [42]

2) การปรับสภาพผิวด้วยพลาสมา (plasma treatment) เป็นวิธีดัดแปลงผิวเส้นใยโดยสร้างประจุขึ้นบนพื้นผิวของวัสดุ การดัดแปลงผิวของวัสดุขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊สที่ใช้ อนุภาคลิเธียมที่ไวต่อปฏิกิริยา และหมู่ฟังก์ชันซึ่งสามารถสร้างขึ้นได้ โดยที่พลังงานพื้นผิวสามารถเพิ่มขึ้นหรือลดลงก็ได้ จึงเกิดการเชื่อมโยงข้ามพื้นผิว (surface crosslinking) ขึ้น [43]

2.3.2 การปรับสภาพผิวด้วยวิธีการทางเคมี (chemical method)

1) การปรับสภาพผิวด้วยอัลคาไลน์ (alkaline treatment) เป็นการดัดแปลงพื้นผิวเส้นใยธรรมชาติด้วยสารอัลคาไลน์ที่มีฤทธิ์เป็นด่างแก่ นิยมใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide: NaOH) โดยสารอัลคาไลน์จะเข้าไปทำลายพันธะไฮโดรเจนในโครงสร้างโครงข่าย (network structure) ทำให้ความหนาแน่นของพื้นผิวเพิ่มขึ้น ในบริเวณออสซิลเลชันเซลลูโลสไมโครโมเลกุลจะถูกแยกออกจากกันและช่องว่างนั้นจะถูกเติมเต็มด้วยโมเลกุลของน้ำ หมู่ไฮดรอกซิลที่ไวต่อปฏิกิริยาในโมเลกุลอัลคาไลน์จะแตกตัวออก จากนั้นทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของน้ำ (H-OH) และหลุดออกจากเส้นใย โดยโมเลกุลที่เหลืออยู่จะก่อตัวเป็นเซลล์เส้นใย O-Na (fiber cell-O-Na groups) ระหว่างสายโซ่โมเลกุลเซลลูโลส ดังสมการที่ 2.1 แสดงปฏิกิริยาทางเคมีของเซลล์เส้นใยและสารโซเดียมไฮดรอกไซด์ นอกจากนี้ ช่วยกำจัดบางส่วนของเอมิเซลลูโลส ลิกนิน เพกทิน และแว็กซ์ [44]



2) การปรับสภาพผิวด้วยการฟอก (bleaching treatment) ซึ่งปรับเปลี่ยนการยึดเกาะของพื้นผิวระหว่างเมทริกซ์ (matrix) และเส้นใย สารที่นิยมใช้ในปฏิกิริยาได้แก่ ส่วนผสมของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide: H_2O_2) กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมคลอไรท์ (sodium chlorite: NaClO_2) กับกรดอะซิติก (acetic acid: CH_3COOH) ซึ่งการฟอกสีโดยใช้โซเดียมคลอไรท์กับกรดอะซิติก มีประสิทธิภาพดีกว่าเมื่อเทียบกับ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากมีการถูกปรับสภาพความเป็นกรดและปลดปล่อยกรดคลอรัส (chlorous acid: HClO_2) ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชัน และก่อตัวเป็นคลอรีนไดออกไซด์ (chlorine dioxide: ClO_2) ซึ่ง ClO_2 ช่วยกำจัดลิกนินออกจากเส้นใย นอกจากนี้ หลังกำจัดลิกนิน (delignification) เส้นใยมีความยืดหยุ่นมากขึ้น [45, 46]

3) การปรับสภาพผิวด้วยซิลเลน (silane treatment) วิธีนี้ใช้ซิลเลนเป็นสารคู่ควบ (coupling agent) ซิลเลนที่เติมจะเข้าไปอยู่บริเวณรอยต่อพื้นผิวเส้นใยกับเมทริกซ์ โดยซิลเลนจะเข้าไปปรับสภาพความชอบน้ำแถวบริเวณรอยต่อระหว่างเส้นใยกับเมทริกซ์ ซิลเลนและกลุ่มฟังก์ชันอะมิโนของซิลเลน เช่น อีพอกซี (epoxy) และยูรีเทน (urethane) เป็นต้น ทำให้เกิดกลุ่มฟังก์ชันแอมินได้มากขึ้น กลุ่มฟังก์ชันแอมินทำปฏิกิริยากับน้ำตรงรอยต่อได้มากขึ้น เพราะซิลเลนไปปรับสภาพตรงบริเวณรอยต่อให้มีกลุ่มฟังก์ชันแอมินเพิ่มขึ้น ทำให้การยึดเกาะดีขึ้น [47]

4) การปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการอะซิไทลเลชัน (acetylation treatment) ดัดแปลงผิวเส้นใยโดยเติมหมู่ฟังก์ชันของอะซิทิล (acetyl group, CH_3CO) ลงในสารประกอบอินทรีย์ โดยหมู่อะซิทิลทำปฏิกิริยากับหมู่ $-\text{OH}$ ของเส้นใยและดึงความชื้นออกไป นอกจากนี้ กระบวนการอะซิไทลเลชันยังช่วยให้เส้นใยมีความหยาบและความพรุนตัวน้อย [48, 49]

5) การปรับสภาพผิวด้วยกระบวนการเบนโซอิลเลชัน (benzoylation treatment) วิธีนี้ใช้เบนโซอิลคลอไรด์ (benzoyl chloride) เพื่อลดความชอบน้ำของเส้นใยและเพิ่มความแข็งแรง [50]

6) การปรับสภาพผิวด้วยสารคู่ควบมาเลอิต (maleated coupling agents) วิธีนี้ใช้มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride) เข้าไปทำปฏิกิริยาทั้งผิวเส้นใยและผิวเมทริกซ์พอลิเมอร์ วิธีนี้ช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้เส้นใย [51]

2.4 ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (microcrystalline cellulose, MCC)

MCC มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด ไม่มีกลิ่นและรส MCC เกิดจากปฏิกิริยาการหลุดจากโซ่พอลิเมอร์ (depolymerization) เซลลูโลส ทำให้สายโซ่พอลิเมอร์ที่ได้มีขนาดเล็กลงแต่มีสูตรโมเลกุลเหมือนเซลลูโลส [52] การเตรียม MCC จากเซลลูโลสโดยย่อยสลายส่วนที่เป็นอสัณฐานของเซลลูโลสออกจากเส้นใยเซลลูโลสให้เหลือแต่ส่วนที่เป็นผลึก การย่อยเซลลูโลสเป็น MCC ทำได้ผ่านขั้นตอนดังนี้ [53, 54]

2.4.1 ขั้นตอนเชิงกล (mechanical process)

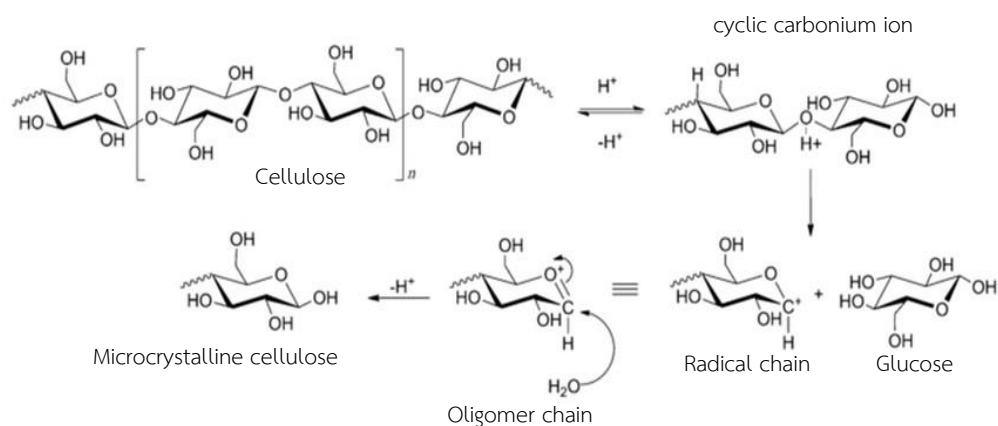
โดยการตัดหรือบดเพื่อย่อยขนาดเซลล์พืชให้มีขนาดเล็กลง

2.4.2 ขั้นตอนทางเคมี (chemical process)

1) ใช้เอนไซม์ในการย่อย (enzyme hydrolysis) คือเอนไซม์สามารถเร่งการย่อยเซลลูโลสที่ภาวะปกติ แต่ข้อจำกัดวิธีนี้ คือ ใช้เวลาย่อยนาน และเอนไซม์มีราคาแพงจึงไม่เหมาะสมในวงการอุตสาหกรรม

2) ใช้กรดในการย่อย (acid hydrolysis) วิธีนี้ได้รับความนิยมเนื่องจากสารละลายกรดทำปฏิกิริยาการย่อยเซลลูโลสได้ไมโครคริสตัลลินอย่างรวดเร็ว และกรดมีราคาไม่แพงเหมาะสมในวงการอุตสาหกรรมมากกว่าการใช้เอนไซม์ในการย่อย

กลไกการย่อยเซลลูโลสด้วยกรด (รูปที่ 2.6) เริ่มจากโปรตอนจากกรดเข้าไปทำปฏิกิริยากับพันธะออกซิเจนของพันธะไกลโคซิดิกได้เป็น cyclic carbonium ion ต่อมาพันธะ C-O แตกออกได้เป็น glucose และ radical chain ที่สามารถเปลี่ยนรูปเป็น oligomer chain ได้ หลังจากนั้น H^+ ของโมเลกุลน้ำเข้าทำปฏิกิริยาอย่างรวดเร็ว ทำให้ได้เซลลูโลสท่อนสั้น ๆ [55]



รูปที่ 2.6 กลไกการย่อยเซลลูโลสโดยใช้กรด

2.5 ยางพารา

ยางพารา (para rubber tree) หรือชื่อทางวิทยาศาสตร์เรียกว่า *Hevea brasiliensis* ซึ่งเป็นหนึ่งในพืชทางเศรษฐกิจของไทย มีถิ่นกำเนิดบริเวณลุ่มแม่น้ำอเมซอน ประเทศบราซิลและประเทศเปรู ทวีปอเมริกาใต้ ยางพารามีชื่อตามเมืองพาราซึ่งเป็นเมืองท่าที่เป็นศูนย์กลางค้าขายภายในอดีต ประเทศไทยมีการปลูกยางพาราช่วงปี พ.ศ. 2442-2444 โดยพระยารัษฎานุประดิษฐ์ มหิศรภักดี หรือคอซิมบี๊ ณ ระนอง เจ้าเมืองตรังในขณะนั้น ได้นำเมล็ดยางพาราจากประเทศมาเลเซียมาปลูกที่อำเภอกันตัง จังหวัดตรัง เป็นครั้งแรก ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2534 เป็นต้นมา

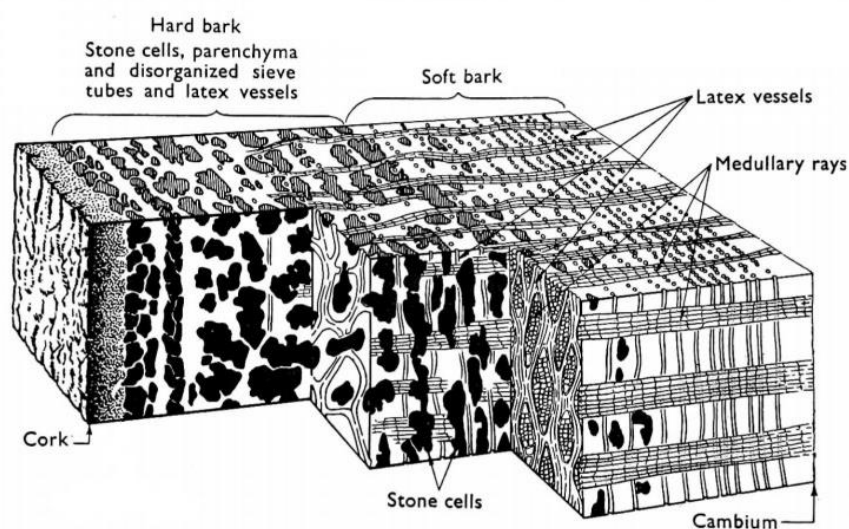
ยางพาราเป็นพืชเศรษฐกิจที่มีความสำคัญต่อประเทศไทย โดยเฉพาะน้ำยาง (latex) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกรีดลำต้นบริเวณท่อน้ำเลี้ยงอาหารในส่วนเปลือกของต้นยางพารา สามารถนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการทำผลิตภัณฑ์ยางชนิดต่างๆ สำหรับใช้ในอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น การผลิตยางรถยนต์ ถังมือยาง น้ำยางที่ได้จากต้นยางพารามีสมบัติบางอย่างที่ยางสังเคราะห์ (synthetic rubber) ไม่สามารถทำให้เหมือนได้ [56, 57]

2.5.1 ลำต้นยางพารา ยางพาราเป็นไม้ยืนต้น ยางพาราอายุน้อยจะมีลำต้นเปลือกสีเขียว แต่เมื่ออายุมากขึ้นสีของเปลือกเปลี่ยนเป็นสีเทาอ่อน เทาดำ หรือน้ำตาล เปลือกของลำต้นยางพารา (รูปที่ 2.7) [58] แบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ

1) ชั้นคอร์ค (cork) ประกอบด้วยเนื้อเยื่อที่ตายแล้วทำหน้าที่ห่อหุ้ม และรักษาความชื้นให้เปลือกที่อยู่ถัดเข้าไปด้านใน

2) เปลือกชั้นนอก (hard bark zone) ชั้นถัดมาประกอบด้วยสโตนเซลล์ (stone cell) เซลล์ parenchyma และ disorganized sieve tubes ซึ่งมีท่อน้ำยาง (latex vessel) ที่มีอายุมาก กระจัดกระจายขาดเป็นช่วงไม่ติดต่อกัน เป็นผลให้บริเวณนี้มีผลผลิตน้ำยางค่อนข้างต่ำ แม้ว่าเป็นชั้นที่หนาที่สุด (70 - 80%)

3) เปลือกชั้นในสุด (soft bark zone) เป็นเปลือกส่วนในสุดติดกับเนื้อเยื่อเจริญ (cambium) ประกอบด้วยเซลล์ medullary rays และมีท่อน้ำยางซึ่งเวียนขึ้นจากซ้ายไปขวาทำมุม 30-35 องศากับแนวตั้ง เปลือกชั้นนี้มีลักษณะอ่อนเนื่องจากไม่มีสโตนเซลล์



รูปที่ 2.7 โครงสร้างของลำต้นยางพารา

2.5.2 ใบยางพารา (rubber leaf)

ใบยางพารามีองค์ประกอบชีวโมเลกุลประกอบด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เถ้า และอื่น ๆ ซึ่งใบยางพาราเป็นใบประกอบ (compound leaf) มีลักษณะใบยาวเรียว (รูปที่ 2.8) โดย 1 ก้านมี 3 ใบย่อยที่มีขนาดต่างกัน ซึ่งเรียกว่า trifoliage leaves ใบย่อยแต่ละใบจะมีก้านใบย่อยแตกออกตรงจุดเดียวกัน ในงานวิจัยนี้ได้นำใบยางพาราจากภาคใต้ของประเทศไทย ซึ่งผลัดใบช่วงฤดูแล้ง คือเดือนมีนาคมถึงเดือนพฤษภาคม [56] ซึ่งมีปริมาณมากและถือเป็นของเสียทางการเกษตร



รูปที่ 2.8 ไบยางพารา [59]

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Sadeghi และคณะ [60] ศึกษาปริมาณสารตั้งต้นและตัวริเริ่มปฏิกิริยา การสังเคราะห์พอลิเมอร์ฐานคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (carboxymethyl cellulose: CMC) กับอะคริลิกประกอบด้วย เอ็น-ไอโซโพรพิลอะคริลาไมด์ (n-isopropylacrylamide: NIPAAm) และเมทาคริลาไมด์ (methacrylamide: MAAm) พบว่า เมื่อความเข้มข้นแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตซึ่งเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นถึง 0.03 mol/L เปอร์เซ็นต์การกราฟต์ได้มากที่สุด และลดลงเมื่อเพิ่มความเข้มข้นแอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต เนื่องจากอนุมูลอิสระเหนี่ยวนำให้เกิดการหยุดปฏิกิริยา ในขณะที่เปอร์เซ็นต์การกราฟต์ได้มากที่สุด เมื่อความเข้มข้น CMC 5 wt% และอัตราส่วนน้ำหนักของ MAAm ต่อ NIPAAm เท่ากับ 5 ต่อ 1 เนื่องจากเมื่อเพิ่มความเข้มข้นมากขึ้น ทำให้สายโซ่ยาวขึ้นและเกิดปฏิกิริยาได้ยากทำให้เปอร์เซ็นต์การกราฟต์ MAAm กับ NIPAAm ลดลง แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของปริมาณสารตั้งต้นและตัวริเริ่มปฏิกิริยามีผลต่อการการสังเคราะห์พอลิเมอร์

Essawy และคณะ [61] สังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากด้วยวิธีการกราฟต์กรดอะคริลิก (acrylic acid: AA) กับไคโตซาน (chitosan: CTS) และเซลลูโลส โดยใช้แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (ammonium persulfate: APS) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และเอ็น, เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ (N,N'-methylene bisacrylamide: MBA) เป็นสารเชื่อมขวาง พบว่า พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากสามารถสังเคราะห์ผ่านวิธีนี้ได้ มีค่าประสิทธิภาพการกราฟต์ (%graft efficiency) เท่ากับ 86.4% และค่าการดูดซึมน้ำเท่ากับ 390 g/g

Hanani และคณะ [62] สังเคราะห์ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากเปลือกข้าว โดยทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ฟอกจางสีด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์กับกรดอะซิดิก และใช้กรดซัลฟิวริกในการย่อยเพื่อตัดความยาวสายโซ่เซลลูโลสให้เป็นไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส พบว่า เปลือก

ข้าวให้ผลผลิตไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสร้อยละ 80.6 ในขณะที่ Krstic และคณะ [63] สังเคราะห์ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสจากซังข้าวโพดและฟางข้าวสาลี ซึ่งใช้กรดไฮดรอกลอริกในการย่อยเพื่อตัดความยาวสายโซ่โมเลกุล พบว่า ซังข้าวโพดและฟางข้าวสาลีให้ผลผลิตไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสร้อยละ 40% และ 36% ตามลำดับ

Zhang และคณะ [64] ศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากของเหลือทิ้งจากการเกษตร คือ กะหล่ำปลีทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์สองชนิดคือ 2-acrylamide-2-methyl-1-propane sulfonic acid (AMPS) และกรดอะคริลิก พบว่า มีการสลายตัวทางความร้อน 3 ช่วง ช่วงแรกเป็นการระเหยของความชื้น ณ อุณหภูมิ 44-94 °C ช่วงที่สองเป็นการสลายตัวของโมเลกุลน้ำที่เกาะติดพอลิเมอร์ ณ อุณหภูมิ 196-211 °C และช่วงที่สามเป็นการสลายตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ ตั้งแต่อุณหภูมิ 380-575 °C

Rop และคณะ [24] ทดสอบการย่อยสลายในดินพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากมอนอเมอร์ของกรดอะคริลิกกับกรดอะคริลาไมด์ และพอลิเมอร์ฐานเซลลูโลสจากผักตบชวากราฟต์ด้วยกรดอะคริลิกกับกรดอะคริลาไมด์โดยวัดค่าความเข้มข้นของแอมโมเนียม (NH_4^+) ในดิน พบว่า ที่ 100 ชั่วโมงมีค่าความเข้มข้นของแอมโมเนียม 34.6 และ 42.0 mg/kg ตามลำดับ แสดงว่า พอลิเมอร์ฐานเซลลูโลสกราฟต์ด้วยกรดอะคริลาไมด์กับกรดอะคริลิกสามารถปล่อย NH_4^+ ในดินได้ดีกว่า

Chang และคณะ [65] ศึกษาการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์โดยใช้พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จากคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) และเซลลูโลสโดยใช้เอพิคลอโรไฮดริน (epichlorohydrin: ECH) เป็นสารเชื่อมขวาง พบว่า พอลิเมอร์ที่ CMC 27 g เซลลูโลส 3 g และ ECH 3 ml มีค่าการบวมตัวสูงที่สุด และค่าการบวมตัวในน้ำสูงกว่าในน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ คิดเป็นอัตราส่วน 5 ต่อ 1 แสดงให้เห็นว่า สามารถใช้พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จากอนุพันธ์เซลลูโลสดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ได้ และชนิดสารละลายมีผลต่อค่าการดูดซึม

บทที่ 3 การทดลอง

3.1 สารเคมี

- 3.1.1 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 40 กรัม/โมล จากบริษัท คิวเร็ก (QREC) ประเทศนิวซีแลนด์
- 3.1.2 กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid, H₂SO₄) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 98.08 กรัม/โมล จากบริษัท คิวเร็ก (QREC) ประเทศนิวซีแลนด์
- 3.1.3 กรดอะซิติก (acetic acid, CH₃COOH) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 60.05 กรัม/โมล จากบริษัท คิวเร็ก (QREC) ประเทศนิวซีแลนด์
- 3.1.4 โซเดียมคลอไรท์ (sodium chlorite, NaClO₂) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 90.04 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ (Ajax) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.5 กรดอะคริลิก (acrylic acid, AA, C₃H₄O₂) มอนอเมอร์ เกรด commercial (99.97%) น้ำหนักโมเลกุล 72.06 กรัม/โมล ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ไทยมิตซุซเปเซียลตี เคมีคอล จำกัด ประเทศไทย
- 3.1.6 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 56.11 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ (Ajax) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.7 เอ็น, เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ (N,N'-methylene bisacrylamide, MBA, C₇H₁₀N₂O₂) สารเชื่อมขวาง เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 154.17 กรัม/โมล จากบริษัท ซิกมาอัลดริช (Sigma aldrich) ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.1.8 แอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟต (ammonium persulfate, APS, (NH₄)₂S₂O₈) สารริเริ่มปฏิกิริยา เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 228.20 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ (Ajax) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.9 โซเดียมลอริลซัลเฟต (sodium lauryl sulfate, SLS, C₁₂H₂₅NaO₄S) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 288.38 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย

- 3.1.10 ไดโซเดียมเอทิลีนไดเอมีนเตตราอะซิเตท (disodium ethylenediamine tetraacetate, EDTA, $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 336.21 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.11 โซเดียมบอเรตเดคะไฮเดรต (sodium borate decahydrate, SBD, $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 381.37 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.12 ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (disodium hydrogen phosphate, Na_2HPO_4) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 381.37 กรัม/โมล จากบริษัท เมอร์ค (Merck) ประเทศเยอรมนี
- 3.1.13 เอทิลีนไกลคอลคอลโมโนเอทิลอีเทอร์ (ethylene glycol monoethyl ether, 2-ethoxyethanol, $C_4H_{10}O_2$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 90.12 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.14 โซเดียมซัลไฟด์ (sodium sulfide, Na_2S) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 79.06 กรัม/โมล จากบริษัท (Scharlau Chemie) ประเทศสเปน
- 3.1.15 เดคาไฮโดรแนฟทาลีน (decahydronaphthalene, $C_{10}H_{18}$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 138.25 กรัม/โมล จากบริษัท เมอร์ค (Merck) ประเทศเยอรมนี
- 3.1.16 แอซีโตน (acetone, C_3H_6O) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 58.08 กรัม/โมล จากบริษัท ACILabchem
- 3.1.17 กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid, H_2SO_4) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 90.08 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.18 ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyl trimethylammonium bromide, CTAB, $C_{19}H_{42}BrN$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 364.4 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.19 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate, $KMnO_4$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 364.4 กรัม/โมล จากบริษัท เมอร์ค (Merck) ประเทศเยอรมนี

- 3.1.20 ซิลเวอร์ซัลเฟต (silver sulfate, Ag_2SO_4) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 311.8 กรัม/โมล จากบริษัท Poch S.A. ประเทศโปแลนด์
- 3.1.21 เฟอร์ริกไนเตรทโนนไฮเดรต (ferric nitrate nonahydrate, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 404 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.22 ซิลเวอร์ไนเตรต (silver nitrate, AgNO_3) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 169.87 กรัม/โมล จากบริษัท Poch S.A. ประเทศโปแลนด์
- 3.1.23 โพแทสเซียมอะซิเตต (potassium acetate, $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{K}$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 98.12 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.24 กรดอะซิติก (acetic acid, CH_3COOH) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 60.05 กรัม/โมล จากบริษัท เมอร์ค (Merck) ประเทศเยอรมนี
- 3.1.25 เทอเทียรีบิวทิลแอลกอฮอล์ (tertiary butyl alcohol, tBA, $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 74.12 กรัม/โมล จากบริษัทฟิชเชอร์ ไซแอนติฟิก (Fisher Scientific) สหราชอาณาจักร
- 3.1.26 กรดออกซาลิกไดไฮเดรต (oxalic acid dehydrate, $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 126.07 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.27 เอทานอล 95% (95% ethanol, ethyl alcohol 95%, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 46.07 กรัม/โมล จาก องค์การสุรากรมสรรพสามิต ประเทศไทย
- 3.1.28 กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl) เกรดเชิงวิเคราะห์ น้ำหนักโมเลกุล 36.46 กรัม/โมล จากบริษัท เอแจ็กซ์ไฟน์เคมี (Ajax Finechem) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.29 โซเดียมคลอไรด์ (sodium chloride, NaCl) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 58.44 กรัม/โมล จากบริษัท คิวเร็ก (QREC) ประเทศนิวซีแลนด์
- 3.1.30 แมกนีเซียมซัลเฟต (magnesium sulfate, MgSO_4) เกรด technical น้ำหนักโมเลกุล 120.37 กรัม/โมล จากบริษัท PanReac ประเทศสเปน

- 3.1.31 ยูเรีย (urea, carbamide, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 60.06 กรัม/โมล จากบริษัท เคมออส (KemAus) ประเทศออสเตรเลีย
- 3.1.32 แคลเซียมคลอไรด์ (calcium chloride, CaCl_2) เกรด analytical reagent น้ำหนักโมเลกุล 110.98 กรัม/โมล จากบริษัท คิวเร็ก (QREC) ประเทศนิวซีแลนด์
- 3.1.33 แก๊สไนโตรเจน (nitrogen, N_2) ความบริสุทธิ์ 99.99% น้ำหนักโมเลกุล 28.01 กรัม/โมล จากบริษัท ไทย-เจแปนแก๊ส (Thai-Japan Gas) จำกัด ประเทศไทย

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.2.1 เครื่องชั่งหยาบ: Mettler PB3002-S, Mettler-Toledo, Inc., ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.2.2 เครื่องชั่งละเอียด: Ohaus Adventurer AX224, OHAUS Corporation, ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.3 ตู้อบลมร้อน: FD 115, Binder GmbH & Co. KG, ประเทศเยอรมนี
- 3.2.4 ชุดกรองต่อเครื่องดูดสุญญากาศ (vacuum filtration set): WJ-20, Sibata Scientific Technology Ltd., ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.5 เครื่องกวนสารละลาย (magnetic stirrer): C-MAG HS 7, IKA Works, inc., ประเทศเยอรมนี
- 3.2.6 เตาเผาอุณหภูมิสูง (muffle furnace): model 550, Fisher Scientific, ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.7 เครื่องแก้วต่างๆ เช่น ปีกเกอร์ ครอบดวง แท่งแก้วคนสาร, อุปกรณ์ Soxhlet extraction, sintered glass crucible, และ desiccator
- 3.2.8 กระดาษกรอง จากบริษัทวอดแมน (whatman) เบอร์ 2
- 3.2.9 ยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 3.2.10 เครื่องบดพอลิเมอร์ (Sharp เครื่องปั่นอเนกประสงค์ ขนาด 400 วัตต์ รุ่น EM-ICE, บริษัท ชาร์ปไทย จำกัด, ประเทศไทย)
- 3.2.11 ตะแกรง (sieve) ขนาด 100 เมช (mesh) ทำจากแผ่นอะลูมิเนียมซึ่งในครอบเหล็กกล้าไร้สนิมทรงครอบ
- 3.2.12 Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR: Thermo Fisher รุ่น Nicolet iS5 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.13 Scanning electron microscope, SEM: JEOL รุ่น JSM-6480LV ประเทศญี่ปุ่น

3.2.14 X-ray diffractometer, XRD: D8 Advance รุ่น Brucker ประเทศเยอรมนี

3.2.15 Thermogravimetric analyzer, TGA: NETZSCH รุ่น TG 209 F3 Tarsus ประเทศเยอรมนี

3.2.16 CHN analyzer, CHN: LECO รุ่น 628 ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3 วิธีการเตรียม MCC จากเส้นใยพารา

การทดลองนี้ใช้ใยพารา 2 ชนิด คือ ใยพาราสดและใยพาราแห้ง โดยบดใยพาราสดให้มีขนาดเล็ก นำผงเส้นใยพารา (20 กรัม) ใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีสารละลาย 17.5% NaOH เพื่อทำขั้น alkaline treatment โดยอัตราส่วน w/v ของเส้นใยพาราสดต่อสารละลาย NaOH คือ 1:10 นำไปกวนด้วยเครื่องกวนสารละลายเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และกรองตัวอย่างที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 ที่ต่อกับชุดกรองสุญญากาศ ต่อมานำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนวัดค่าความเป็นกรด-ต่างเป็นกลาง (pH ~ 7) นำเส้นใยที่ได้ไปอบด้วยตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง นำเส้นใยที่ได้มาทำการฟอกจางสีผ่านกระบวนการ bleaching โดยกวนในสารละลายผสมอัตราส่วนเท่ากันระหว่างสาร NaClO_2 1.7% w/v และสารอะซิเตตบัฟเฟอร์ (สารผสมระหว่าง NaOH ต่อ CH_3COOH 1:2.78 ปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน 100 mL) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และกรองตัวอย่างที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 ที่ต่อกับชุดกรองสุญญากาศ ต่อมานำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนวัดค่าความเป็นกรด-ต่างเป็นกลาง (pH ~ 7) ทำขั้นตอนการฟอกจางสีซ้ำอีก 2 ครั้ง แล้วอบเส้นใยที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง

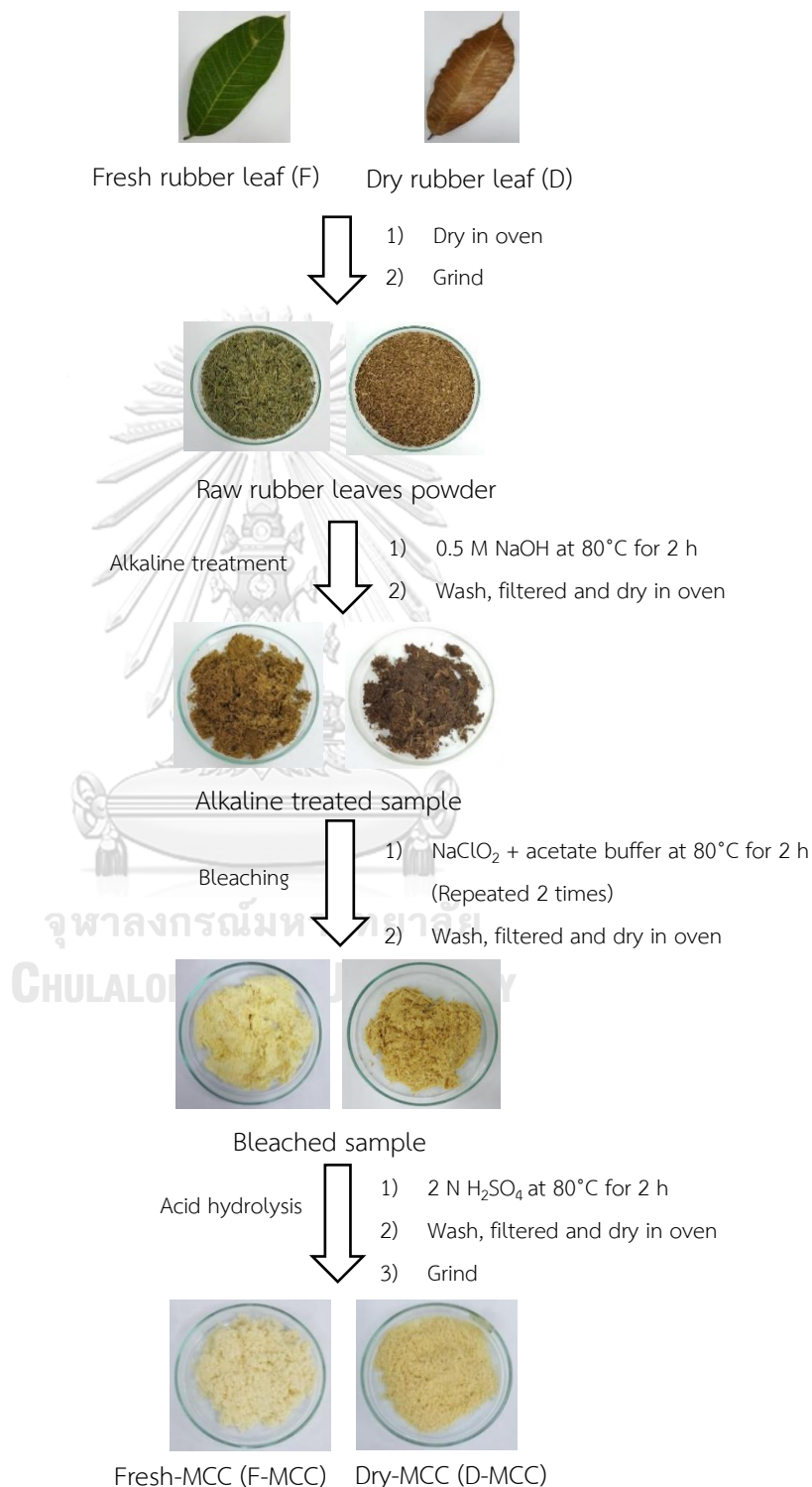
นำเส้นใยที่ได้มาทำปฏิกิริยาในสารละลาย H_2SO_4 ความเข้มข้น 2 Normal ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส กวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ต่อมากรองตัวอย่างที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 ที่ต่อกับชุดกรองสุญญากาศ และนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนวัดค่าความเป็นกรด-ต่างเป็นกลาง (pH ~ 7) อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกระทั่งมีน้ำหนักคงที่ นำเส้นใยที่ได้ปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น ก่อนนำไปบดให้เป็นผงและผ่านตะแกรงร่อน และการทดลองในใยพาราแห้งทำเช่นเดียวกับใยพาราสดที่กล่าวมาข้างต้น [66-68] วิธีการเตรียม MCC ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.4 การเตรียมสารละลายในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบชีวมวลพืช

3.4.1 การเตรียมสารละลาย neutral detergent

นำ EDTA 16.18 กรัม และ SBD 6.81 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาณเล็กน้อย และนำไปต้มจนสารละลายหมด ต่อมานำสารละลายผสมกับ SLS 30 กรัม และ 2-ethoxyethanol 10 มิลลิลิตร แล้วจึงค่อยผสมกับสารละลาย Na_2HPO_4 ที่เตรียมจาก Na_2HPO_4 4.56 กรัม ละลายในน้ำ

กลิ่นปริมาณเล็กน้อย และนำไปต้มจนสารละลายหมด หลังจากนั้นปรับปริมาตรสารละลายในขวด
ปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร และปรับค่าความเป็นกรด-ด่างจนเป็นกลาง (pH ~ 6.9-7.1) เพื่อได้
สารละลาย neutral detergent



รูปที่ 3.1 วิธีการเตรียม MCC จากใบยางพาราแห้งและใบยางพาราสด

3.4.2 การเตรียมสารละลาย acid detergent

นำ H_2SO_4 27 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร แล้วค่อยเติม CTAB 20 กรัม ลงในสารละลาย H_2SO_4 ผสมให้สารเข้ากัน ได้สารละลาย acid detergent

3.4.3 การเตรียมสารละลาย saturated potassium permanganate

ละลาย $KMnO_4$ 50 กรัม และ Ag_2SO_4 0.05 กรัม ในน้ำกลั่น ปรับปริมาตรสารละลายในขวดปรับปริมาตรขนาด 1 ลิตร เก็บสารละลายในขวดสีชาวางในที่เย็น ไม่ให้โดนแสง

3.4.4 การเตรียมสารละลาย lignin buffer

ละลาย $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 6 กรัม และ $AgNO_3$ 0.15 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วจึงนำไปผสมกับ CH_3COOH 500 กรัม และ $C_2H_3O_2K$ 5 กรัม ต่อมาเติม tBA 400 กรัม ลงในสารละลายแล้วผสมให้เข้ากัน เพื่อได้สารละลาย lignin buffer

3.4.5 การเตรียมสารละลาย combined permanganate

ผสมสารละลาย saturated $KMnO_4$ กับสารละลาย lignin buffer ในอัตราส่วน 2:1 (ปริมาตรต่อปริมาตร) แล้วเก็บสารไว้ในตู้เย็นไม่ให้ถูกแสง ซึ่งถ้าสารกลายเป็นสีแดงจะใช้ไม่ได้และไม่ควรเก็บสารเกิน 1 สัปดาห์

3.4.6 การเตรียมสารละลาย demineralizing

ละลาย $(COOH)_2 \cdot 2H_2O$ 50 กรัม ใน 95% ethanol 700 มิลลิลิตร ต่อมาเติม HCl 80 มิลลิลิตรและน้ำกลั่น 250 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในสารละลายแล้วผสมให้เข้ากัน เพื่อได้สารละลาย demineralizing

3.5 การวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบชีวมวลพืช [69]

3.5.1 หาปริมาณของ neutral detergent fiber (NDF)

นำ sintered glass crucible เบอร์ 1 ขนาด 50 มิลลิลิตร ออบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำ crucible ใส่ในโถดูดความชื้น (desiccator) ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วชั่งน้ำหนัก crucible นำเส้นใยพาราที่ผ่านการบดใส่ลงในปิเกอ์ทรงสูงแล้วเติมสารละลาย neutral detergent 100 มิลลิลิตร sodium sulfite 0.5 กรัม และ $C_{10}H_{18}$ 2 มิลลิลิตร นำมารีฟลักซ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เติสารที่ผ่านการรีฟลักซ์ลงใน sintered glass crucible ล้างตัวอย่างใน crucible ด้วยน้ำร้อน (90-100 องศาเซลเซียส) 3-4 ครั้ง ต่อมาล้างด้วย acetone 2 ครั้ง กรองสารละลายออกด้วยเครื่อง vacuum pump และนำ crucible ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง นำ crucible ออกมาปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น แล้วชั่งน้ำหนัก crucible ชั่งน้ำหนักที่

เพิ่มขึ้น คือ ปริมาณของ neutral detergent fiber (NDF) ดังสมการที่ (3.1) ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

$$\% \text{ NDF} = x \frac{[(\text{น้ำหนัก crucible} + \text{น้ำหนัก NDF}) - \text{น้ำหนัก crucible}]}{\text{น้ำหนักเส้นใยอาหาร}} \times 100 \quad (3.1)$$

3.5.2 ปริมาณของเฮมิเซลลูโลส

นำเส้นใยอาหารที่ผ่านการสกัดด้วยสารละลาย neutral detergent ใส่ในปิ๊งเกอร์ ทำการรีฟลักซ์ด้วย acid detergent 100 มิลลิลิตร และ $C_{10}H_{18}$ 2 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยนับเวลาตั้งแต่สารเริ่มเดือด กรองเส้นใยอาหารใน crucible (ใบเดียวกับการหา neutral detergent fiber) แล้วล้างด้วยน้ำร้อน (90-100 องศาเซลเซียส) 3-4 ครั้ง ต่อมาล้างด้วย 80% ethanol 2 ครั้ง แล้วค่อยนำ crucible ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น และชั่งน้ำหนัก crucible ซึ่งน้ำหนักที่ได้ คือ น้ำหนักของ acid detergent fiber (ADF) ดังสมการที่ (3.2) ส่วนน้ำหนักที่แตกต่างระหว่าง NDF และ ADF คือ น้ำหนักของเฮมิเซลลูโลส ดังสมการที่ (3.3) ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

$$\% \text{ ADF} = \frac{[(\text{น้ำหนัก crucible} + \text{น้ำหนัก ADF}) - \text{น้ำหนัก crucible}]}{\text{น้ำหนักเส้นใยอาหาร}} \times 100 \quad (3.2)$$

$$\% \text{ Hemicellulose} = \% \text{ NDF} - \% \text{ ADF} \quad (3.3)$$

3.5.3 การวิเคราะห์หา permanganate lignin (PML)

3.5.3.1 เติมสารละลาย combined permanganate 25 มิลลิลิตร ลงใน crucible ที่มีเส้นใยอาหารซึ่งผ่านการสกัดด้วย acid detergent แล้วแช่ crucible ลงในภาชนะที่มีน้ำเย็นสูงประมาณ 2 เซนติเมตร ใช้แท่งแก้วคนเป็นบางครั้งเพื่อไม่ให้เส้นใยอาหารจับตัวเป็นก้อน ทิ้งไว้ 45 นาที จากนั้นกรองสารละลายออกโดยใช้ vacuum pump

3.5.3.2 เติมสารละลาย combined permanganate 25 มิลลิลิตร ลงใน crucible (ข้อ 3.5.3.1) ทิ้งไว้ 45 นาที หลังจากนั้นกรองสารละลายออกโดยใช้ vacuum pump

3.5.3.3 เติมสารละลาย demineralizing ลงใน crucible (ข้อ 3.5.3.2) แช่ไว้ 5 นาที แล้วค่อยกรองสารละลายออกโดยใช้ vacuum pump ทำซ้ำจนเส้นใยอาหารเป็นสีขาว หลังจากนั้นล้างด้วย 80% ethanol และ acetone กรองให้แห้งด้วย vacuum pump

3.5.3.4 นำ crucible (ข้อ 3.5.3.3) ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ต่อมาปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น แล้วชั่งน้ำหนัก ซึ่งน้ำหนักที่แตกต่างกัน

ระหว่าง ADF และน้ำหนักเส้นใยอาหารที่ผ่านการสกัดลิกนินออก คือน้ำหนักของลิกนิน ดังสมการที่ 3.4 ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

$$\% \text{ Lignin} = \frac{(A - B)}{\text{น้ำหนักเส้นใยอาหาร}} \times 100$$

โดย A = น้ำหนัก crucible + น้ำหนัก ADF

B = น้ำหนัก crucible + น้ำหนักเส้นใยอาหารที่ผ่านการสกัดลิกนินออก

3.5.4 การวิเคราะห์หาปริมาณเซลลูโลสด้วยการเผาเถ้า

นำ crucible (ข้อ 3.5.3.4) ที่ผ่านการสกัดลิกนินออก เผาในเครื่องเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนัก crucible ซึ่งน้ำหนักที่แตกต่างกันระหว่างน้ำหนักเส้นใยอาหารที่ผ่านการสกัดลิกนินออกและน้ำหนักหลังการเผาเถ้า คือน้ำหนักของเซลลูโลส ดังสมการที่ (3.5) ส่วนน้ำหนักเถ้าคือผลต่างน้ำหนักหลังการเผาและน้ำหนัก crucible ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

$$\% \text{ Cellulose} = \frac{(B - D)}{\text{น้ำหนักเส้นใยอาหาร}} \times 100$$

โดย D = น้ำหนัก crucible + น้ำหนักเส้นใยอาหารหลังการเผา

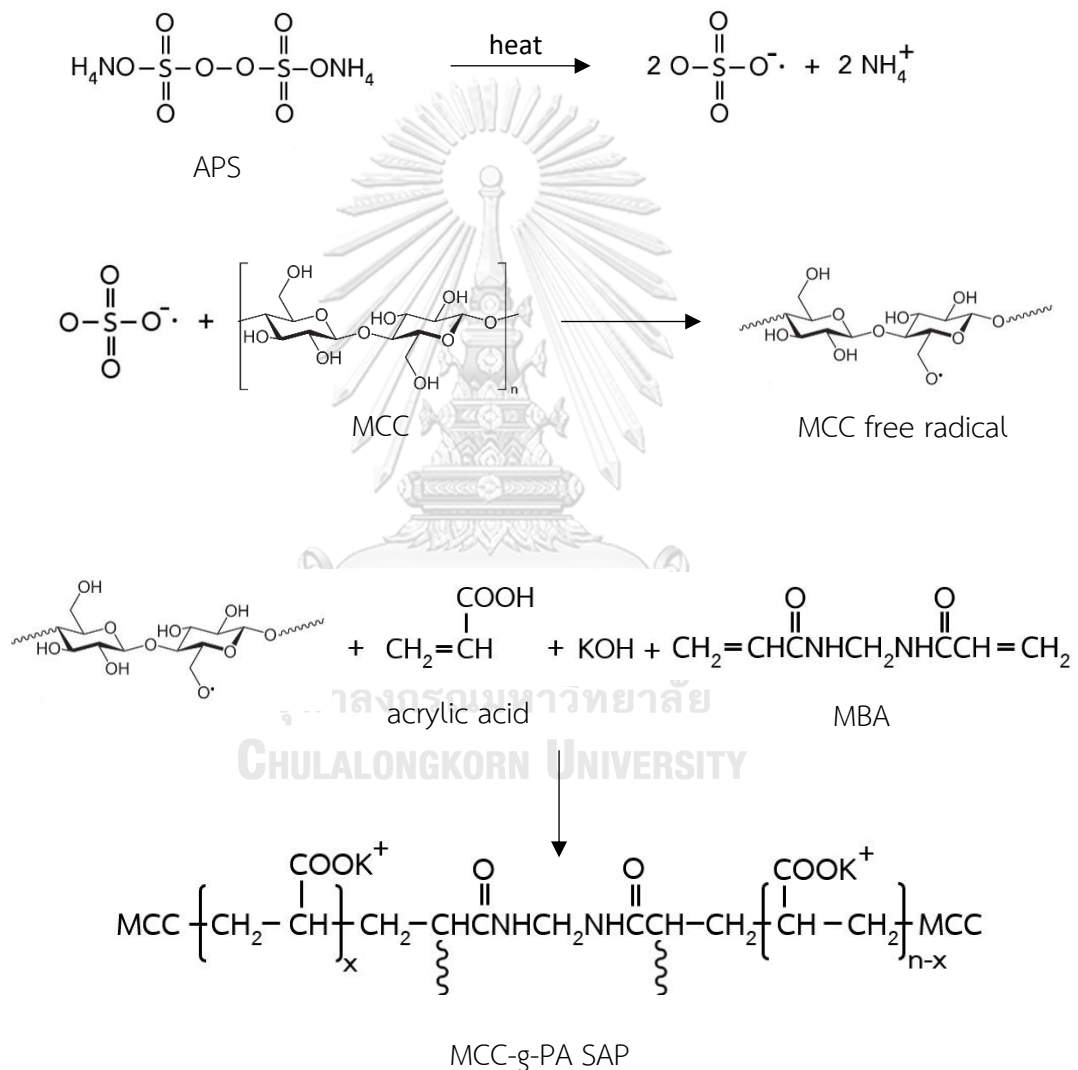
3.6 การเตรียมสารละลายน้ำปัสสาวะสังเคราะห์

ละลาย NaCl 8 กรัม MgSO₄ 1 กรัม CaCl₂ 0.6 กรัม และ ยูเรีย 20 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน หลังจากนั้นปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร [65]

3.7 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาจากมอนอเมอร์ฐานอะคริเลตร่วมกับไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส

นำ MCC ที่เตรียมได้ผสมกับน้ำปราศจากไอออนในบีกเกอร์ กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 16 ชั่วโมง เทสารแขวนลอยที่ได้ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ทำการกวนสารละลาย 150 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ใน oil bath ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 30 นาที เติมตัวริเริ่มปฏิกิริยา APS ร้อยละ 0.1 โดยโมลของกรดอะคริลิก กวนผสมต่อเป็นเวลา 15 นาที แล้วเติมสารละลายมอนอเมอร์ที่เตรียมจากกรดอะคริลิก ความเข้มข้นร้อยละ 25 โดยปริมาตรของน้ำปราศจากไอออน ที่ผ่านการสะเทิน (neutralization)

ด้วยสารละลาย KOH ร้อยละ 75 โดยโมลของกรดอะคริลิก และสารเชื่อมขวาง MBA ปริมาตรร้อยละ 0.05 โมลของกรดอะคริลิก กวนผสมที่ความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที สังเกตการดำเนินไปของปฏิกิริยาจนกระทั่งเกิดเจลของ SAP ปฏิกิริยาการเกิด SAP แสดงในรูปที่ 3.2 นำเจล SAP ที่สังเคราะห์ได้ไปตกตะกอนด้วยเอซีโตน จนกระทั่งผลิตภัณฑ์ที่ได้เปลี่ยนเป็นของแข็ง ตัด SAP ให้เป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักของ SAP คงที่ ใช้เครื่องบดทำการบดเม็ด SAP ให้มีขนาดเล็กลง [70, 71]



รูปที่ 3.2 ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

3.8 ปัจจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

3.8.1 ศึกษาปริมาณไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสกับกรดอะคริลิกต่อค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

ศึกษาผลของปริมาณ MCC ที่ร้อยละ 0, 5, 15, 25 และ 35 โดยน้ำหนักของกรดอะคริลิก

3.8.2 ศึกษาปริมาณสารเชื่อมขวางต่อค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

ศึกษาผลของปริมาณ MBA ที่ปริมาณร้อยละ 0.025, 0.05, 0.1 และ 0.15 โดยน้ำหนักของกรดอะคริลิก

3.9 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

3.9.1 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

ด้วยเทคนิค FTIR โดยวิเคราะห์ที่ความละเอียด (resolution) 4 เซนติเมตร⁻¹ จำนวน 64 สแกน

3.9.2 ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส และพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

ด้วยเทคนิค SEM โดย MCC ใช้ความต่างศักย์ 5 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 200 เท่า ในขณะที่ SAP ใช้ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 500 เท่า

3.9.3 วิเคราะห์ความเป็นผลึกของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส

ด้วยเทคนิค XRD โดยใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

3.9.4 วิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส

ศึกษาหาธาตุด้วยเครื่อง CHN โดยเทคนิค dynamic flash combustion

3.9.5 ศึกษาสมบัติทางความร้อนของไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

ด้วยเทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอาศัยสมบัติทางความร้อน (TGA) โดยชั่งสารตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุใส่ถาดอะลูมินา ทดสอบที่อุณหภูมิตั้งแต่ 40 ถึง 900 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

3.9.6 ศึกษาสมบัติการกราฟต์

นำ SAP 0.1 กรัม ใส่ลงใน extraction thimble สกัดด้วยตัวทำละลายเอซิโทน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยใช้อุปกรณ์ Soxhlet extraction นำพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ผ่านการสกัดแล้วไปอบให้แห้งและชั่งน้ำหนักหลังอบ [24] คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การกราฟต์ (% grafting yield) เปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพของการกราฟต์ (% grafting efficiency)

เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของมอนอเมอร์ และเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงการกราฟต์ ได้ดังสมการ (3.6 – 3.9) ตามลำดับ

$$\text{graft yield (\%)} = \frac{\text{น้ำหนัก SAP หลังสกัด} - \text{น้ำหนัก MCC}}{\text{น้ำหนัก MCC}} \times 100 \quad (3.6)$$

$$\text{graft efficiency (\%)} = \frac{\text{น้ำหนัก SAP หลังสกัด} - \text{น้ำหนัก MCC}}{\text{น้ำหนัก SAP ก่อนสกัด} - \text{น้ำหนัก MCC}} \times 100 \quad (3.7)$$

$$\text{total conversion (\%)} = \frac{\text{น้ำหนัก SAP ก่อนสกัด} - \text{น้ำหนัก MCC}}{\text{น้ำหนักมอนอเมอร์}} \times 100 \quad (3.8)$$

$$\text{graft conversion (\%)} = \frac{\text{น้ำหนัก SAP หลังสกัด} - \text{น้ำหนัก MCC}}{\text{น้ำหนักมอนอเมอร์}} \times 100 \quad (3.9)$$

3.9.7 ทดสอบค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

ชั่ง SAP ที่สังเคราะห์ได้ 0.1 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากบวมน้ำเต็มที่ กรองโดยใช้ตะแกรงอะลูมิเนียมขนาด 100 เมช ซึ่งในทรงกระบอก ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัดน้ำส่วนเกินออก นำ SAP ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก และคำนวณหาการดูดซึมน้ำ ดังสมการที่ (3.10) [71]

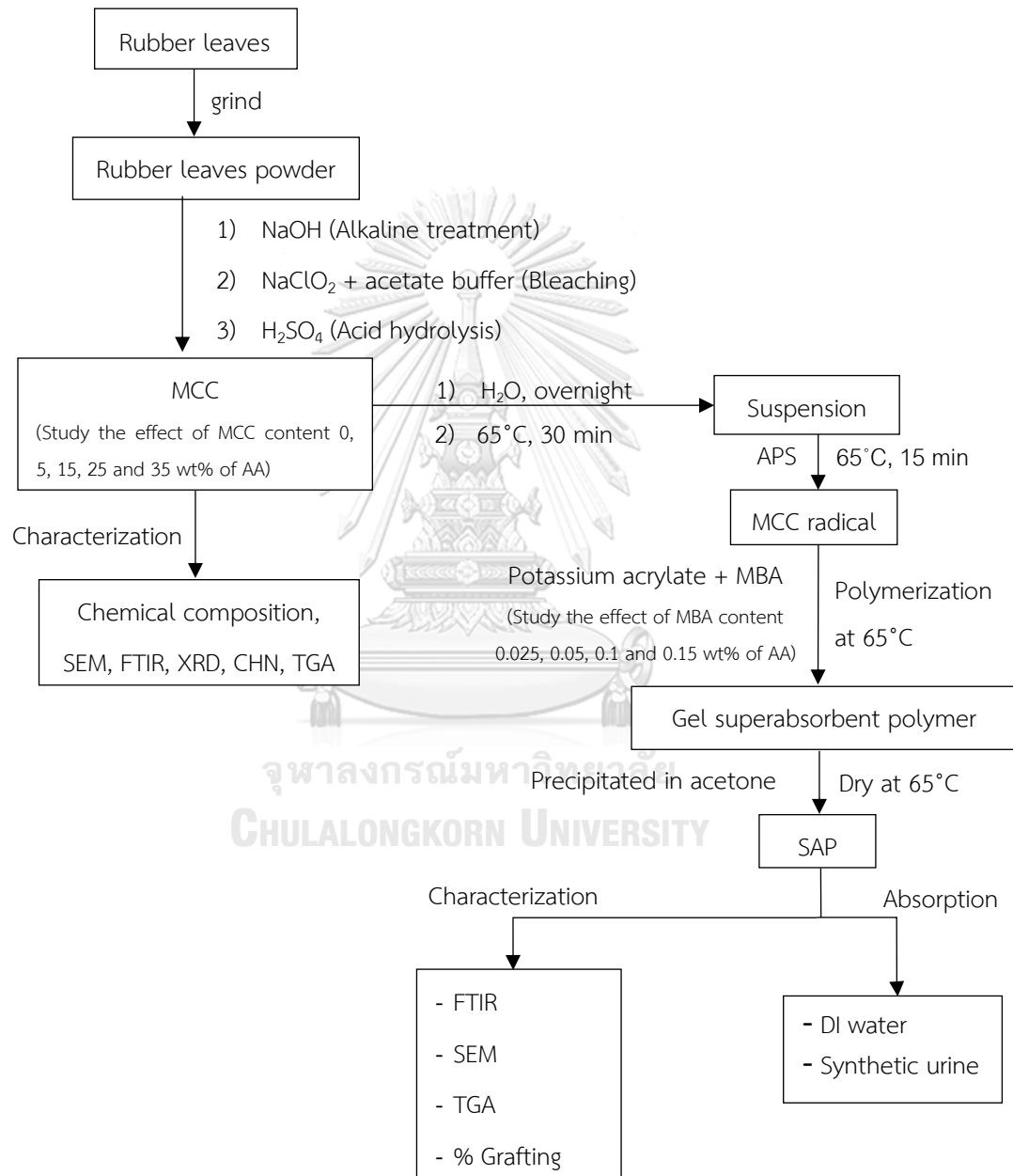
$$\text{ค่าการดูดซึมน้ำ (g/g)} = \frac{\text{น้ำหนัก SAP หลังการดูดซึมน้ำ} - \text{น้ำหนัก SAP แห้ง}}{\text{น้ำหนัก SAP แห้ง}} \quad (3.10)$$

นอกจากนี้ ทดสอบการดูดซึมน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของ SAP และคำนวณค่าการดูดซึมน้ำตามวิธีข้างต้น โดยใช้ปัสสาวะสังเคราะห์แทนน้ำปราศจากไอออน

3.9.8 ขอบเขตของการดำเนินงานวิจัย

ขอบเขตของการดำเนินงานวิจัยดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยเริ่มต้นเตรียม MCC จากเส้นใยของไบอยางพารา (ทั้งไบอยางพาราสดและเส้นใยจากไบอยางพาราแห้ง) ผ่านปฏิกิริยา alkaline treatment, bleaching และ acid hydrolysis เพื่อให้ได้ MCC จากนั้นศึกษาทางองค์ประกอบชีวมวลพิษของเส้นใยพาราแต่ละขั้นตอนด้วยวิธี Goering and Van ศึกษาลักษณะทางกายภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พิสูจน์เอกลักษณ์ไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสโดยการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR วิเคราะห์ความเป็นผลึกของ MCC จากเส้นใยพาราด้วยเทคนิค XRD วิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค dynamic flash combustion และตรวจสอบความเสถียรภาพทางความร้อนโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน

หลังจากนั้นนำ MCC มาเตรียม SAP โดยผสมร่วมกับสารตั้งต้นโพแทสเซียมอะคริเลต ใช้ MBA เป็นสารเชื่อมขวาง และ APS เป็นสารริเริ่มปฏิกิริยา พิสูจน์เอกลักษณ์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และตรวจสอบความเสถียรภาพทางความร้อน ตลอดจนคำนวณผลการกราฟต์ และค่าการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์



รูปที่ 3.3 ขอบเขตของวิธีดำเนินงานวิจัย

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ผลการเตรียม MCC จากเส้นใยยางพารา

4.1.1 องค์ประกอบชีวภาพมวลพืชและธาตุของเส้นใยยางพารา

ในการทดลองใช้เส้นใยยางพารา 2 ประเภทได้แก่ เส้นใยจากใบยางพาราสด (fresh rubber fiber; F) และเส้นใยจากใบยางพาราแห้ง (dry rubber fiber; D) จากผลองค์ประกอบชีวมวลพืชของเส้นใยยางพาราดังตารางที่ 4.1 เส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งมีเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และอื่นๆ ได้แก่ โปรตีน เพกทิน แวกซ์ เป็นองค์ประกอบ ขั้นตอนวัตถุดิบ (raw material) เส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งมีเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบเซลลูโลสต่ำกว่าชั้นอื่น หลังจากผ่านขั้นตอน alkaline treatment ส่วนอื่น ๆ ถูกกำจัดทำให้มีค่าเปอร์เซ็นต์ลดลง หลังจากผ่านขั้นตอน bleaching ลิกนินถูกกำจัด เนื่องจากปฏิกิริยาออกซิเดชันกับวงอะโรมาติกของ ลิกนิน ทำให้เปอร์เซ็นต์ลิกนินลดลง และหลังจากผ่านขั้นตอน acid hydrolysis เฮมิเซลลูโลสถูกกำจัด และมีเปอร์เซ็นต์ลดลง นอกจากนี้องค์ประกอบเซลลูโลสมีเปอร์เซ็นต์เพิ่มขึ้นตามลำดับแต่ละขั้นตอน โดยหลังจากผ่านขั้นตอน acid hydrolysis เส้นใยยางพาราสดมีเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบเซลลูโลสเพิ่มขึ้น เป็น $63.42 \pm 0.02\%$ ในขณะที่เส้นใยยางพาราแห้ง มีเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบเซลลูโลสเพิ่มขึ้นเป็น $61.44 \pm 0.15\%$

จากตารางที่ 4.2 ทั้งเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งในขั้นวัตถุดิบมีร้อยละของธาตุคาร์บอนและออกซิเจนปริมาณมาก เนื่องจากเป็นธาตุหลักของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และอื่นๆ ในขณะที่ร้อยละของไนโตรเจนมีปริมาณน้อยที่สุด ซึ่งเป็นส่วนประกอบของคลอโรฟิลล์เท่านั้น เมื่อผ่านขั้นตอน acid hydrolysis เส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้ง พบร้อยละของไนโตรเจนลดลง แสดงถึงคลอโรฟิลล์ถูกกำจัด

4.1.2 ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยยางพารา

เมื่อนำเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งไปเตรียมเป็น MCC ผ่านขั้นตอน alkaline treatment ขั้นตอน bleaching และขั้นตอน acid hydrolysis ลักษณะทางกายภาพที่เตรียมได้แต่ละขั้นตอนแสดงดังตารางที่ 4.3 ซึ่งชั้น raw material เส้นใยยางพาราสดมีสีเขียว ในขณะที่เส้นใยยางพาราแห้งมีสีน้ำตาล หลังจากผ่านขั้นตอน alkaline treatment ตัวอย่างจากเส้นใยยางพาราสดมีการเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาลอ่อน ในขณะที่เส้นใยยางพาราแห้งยังคงมีสีน้ำตาล

ต่อมาหลังจากผ่านขั้นตอน bleaching-1 เป็นการฟอกจางสีครั้งที่ 1 เส้นใยยางพาราสดมีการเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองเข้มต่างกับเส้นใยยางพาราแห้งที่เปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลอ่อนเนื่องจากพันธะคู่ใน

คลอโรฟิลล์ถูกออกซิไดส์เป็นสารฮิพอกไซด์และถูกไฮโดรไลส์ได้ง่ายเป็นสารประเภทไดออล [72] หลังผ่านขั้น bleached-II เป็นการฟอกจางสีครั้งที่ 2 ตัวอย่างจากเส้นใยยางพาราสดเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน ส่วนเส้นใยยางพาราแห้งเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเข้ม และหลังผ่านขั้น bleaching-III เป็นการฟอกจางสีครั้งที่ 3 ตัวอย่างจากเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งมีสีอ่อนลง โดยตัวอย่างจากเส้นใยยางพาราสดมีสีเหลืองอ่อนจนเกือบขาว ในขณะที่เส้นใยยางพาราแห้งเป็นสีเหลืองอ่อน แสดงว่าเมื่อทำการ bleaching จำนวนครั้งมากขึ้น ตัวอย่างมีการฟอกจางสีมากขึ้น ทำให้ตัวอย่างที่ได้มีระดับความขาวเพิ่มขึ้น และเส้นใยมีการเปลี่ยนสีเกิดจากคลอโรฟิลล์ถูกกำจัดออกไป อย่างไรก็ตามการทำขั้นตอน bleaching จำนวนครั้งมากขึ้น ตัวอย่างที่ได้จะมี %yield ลดลง

หลังจากผ่านขั้นตอน acid hydrolysis ตัวอย่างที่ได้จะมีลักษณะเปื่อยยุ่ยและมีขนาดเล็กกว่าขั้นตอนอื่น ๆ เนื่องจากกรดทำลายพันธะไกลโคซิดิกบนสายโซ่เซลลูโลสบางตำแหน่งออก สายโซ่เซลลูโลสจึงมีขนาดสั้นลง และตัวอย่างจากเส้นใยยางพาราสดมีสีเหลืองอ่อนเกือบขาว ในขณะที่ตัวอย่างจากเส้นใยยางพาราแห้งมีสีเหลืองอ่อน

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบชีวมวลพืชของเส้นใยยางพารา

Sample	Biomass composition (%(w/w))				
	Cellulose	Hemi-cellulose	Lignin	Ash	Other
F-Raw material	32.78±0.28	14.64±0.76	10.61±0.55	0.72±0.07	41.25±0.56
F-Alkaline treatment	52.63±0.97	17.23±0.31	15.57±0.23	1.76±0.13	12.80±1.64
F-Bleaching	55.91±0.66	16.25±0.29	5.69±0.31	0.99±0.03	21.17±0.04
F-Acid hydrolysis	63.42±1.02	3.33±0.25	15.96±0.07	1.09±0.10	16.20±0.61
D-Raw material	40.28±0.92	19.09±0.33	12.55±0.53	0.45±0.04	27.63±0.68
D-Alkaline treatment	54.36±1.27	19.90±0.29	8.43±0.78	1.33±0.10	15.97±0.29
D-Bleaching	58.60±0.41	12.52±1.57	6.68±0.02	1.81±0.12	20.39±1.30
D-Acid hydrolysis	61.44±0.15	4.61±0.17	20.37±0.28	1.42±0.11	12.15±0.07













ข้อมูลแสดงค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ซ้ำ

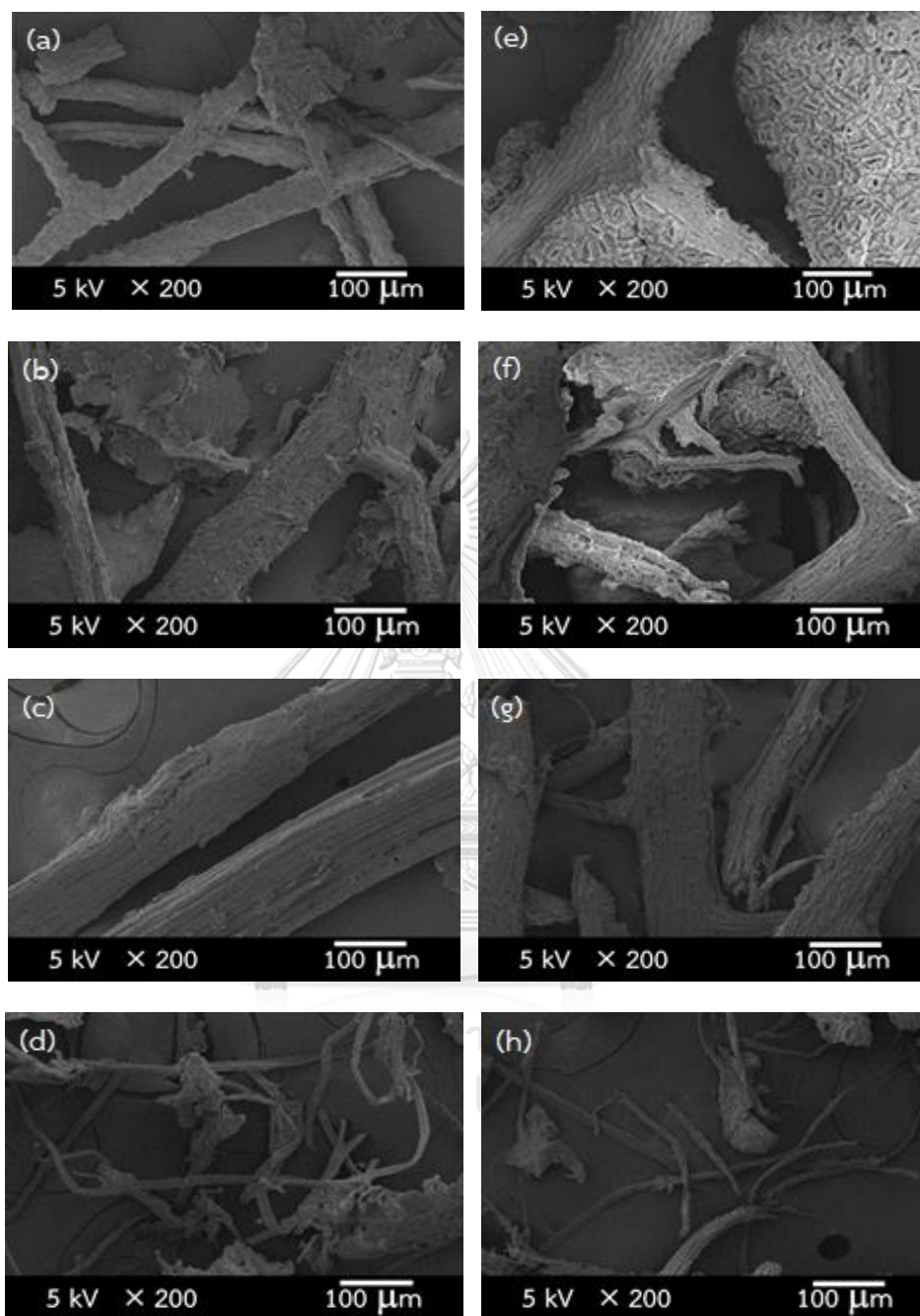
ตารางที่ 4.2 ร้อยละองค์ประกอบธาตุของเส้นใยยางพารา

Sample	% Carbon	% Hydrogen	% Nitrogen	% Oxygen
F-Raw material	51.56±1.98	6.96±0.32	1.51±0.09	39.96±2.16
D-Raw material	49.67±1.31	7.25±0.25	3.37±0.11	39.70±1.52
F-Acid hydrolysis	53.94±1.29	8.02±0.28	0.74±0.12	37.30±1.66
D-Acid hydrolysis	50.45±1.68	7.44±0.25	0.79±0.12	41.32±2.03

ข้อมูลแสดงค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3

ตารางที่ 4.3 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่เตรียมได้แต่ละขั้นตอน

Sample	Fresh rubber fiber (F)	Dry rubber fiber (D)
Raw material		
Alkaline treatment		
Bleaching-I		
Bleaching-II		
Bleaching-III		
Acid hydrolysis		



รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของเส้นใยขางพาราสดชั้น (a) Raw material, (b) Alkaline treatment, (c) Bleached-III, (d) F-MCC (after Acid hydrolysis) และเส้นใยขางพาราแห้งชั้น (e) Raw material, (f) Alkaline treatment, (g) Bleached-III, (h) D-MCC (after Acid hydrolysis)

4.1.3 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและพื้นผิวของเส้นใยยางพารา

สัณฐานวิทยาของตัวอย่างเส้นใยยางพาราหลังผ่านปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.1 พบเส้นใยยางพาราสดชั้น raw material (รูปที่ 4.1a) มีลักษณะพื้นผิวขรุขระ เนื่องจากมีแวกซ์ปกคลุมชั้น [73] เมื่อผ่านขั้น alkaline treatment (รูปที่ 4.1b) พบลักษณะพื้นผิวเส้นใยมากขึ้น เนื่องจากแวกซ์ที่ปกคลุมชั้นผิวหลุดออกไป หลังผ่านขั้น bleaching (รูปที่ 4.1c) ลิกนินซึ่งมีหน้าที่เชื่อมโยงระหว่างเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสให้อยู่ติดกันถูกกำจัดในขั้นนี้ ทำให้เส้นใยมีการคลายตัวและลักษณะผิวเส้นใยเรียบขึ้น [74] และ F-MCC ที่ได้หลังจากขั้น acid hydrolysis แสดงดังรูปที่ 4.1d พบเส้นใยมีขนาดเล็กกลวง โครงสร้างคล้ายแบบแท่งและพื้นผิวเส้นใยเรียบ เนื่องจากกรดทำลายพันธะไกลโคซิดิก [75] ในขณะที่เส้นใยยางพาราแห้งชั้นวัตถุดิบดังรูปที่ 4.1e พบลักษณะขรุขระของเซลล์พืช เมื่อผ่านขั้น alkaline treatment (รูปที่ 4.1f) พบลักษณะขรุขระของเซลล์พืชลดลง หลังผ่านขั้น bleaching (รูปที่ 4.1g) เส้นใยมีการกระจายตัวเนื่องจากลิกนินถูกกำจัด นอกจากนี้ลักษณะผิวเส้นใยเรียบขึ้น และหลังจากขั้น acid hydrolysis ได้ D-MCC (รูปที่ 4.1h) พบเส้นใยมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเล็กกลวง และเส้นใยมีผิวเรียบเช่นเดียวกับ F-MCC

4.1.4 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวอย่างที่เตรียมจากเส้นใยยางพารา

รูปที่ 4.2 แสดง FTIR สเปกตรัมของเส้นใยยางพาราสด (รูปที่ 4.2 (A)) และเส้นใยยางพาราแห้ง (รูปที่ 4.2 (B)) หลังผ่านกระบวนการขั้น alkaline treatment, bleaching และ acid hydrolysis ตามลำดับ พบว่าสเปกตรัมของเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งมีลักษณะการปรากฏของพีกในลักษณะเช่นเดียวกัน โดยตำแหน่งเลขคลื่นของเส้นใยยางพาราสดก่อนผ่านปฏิกิริยาพบพีกในช่วงเลขคลื่น $3400-3200\text{ cm}^{-1}$ ($3400-3200\text{ cm}^{-1}$: เส้นใยยางพาราแห้ง) แสดงถึง O-H stretching vibration ของ cellulose [73] พีกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2917 และ 2848 cm^{-1} (2916 และ 2843 cm^{-1}) แสดงถึง C-H stretching vibration ขององค์ประกอบเซลลูโลสและลิกนิน [76] และพีกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1611 cm^{-1} (1611 cm^{-1}) แสดงถึง C=C stretching ของวง aromatic ของลิกนิน [77]

เมื่อผ่านกระบวนการขั้น alkaline treatment พีกในช่วงเลขคลื่น $3400-3200\text{ cm}^{-1}$ ($3400-3200\text{ cm}^{-1}$: เส้นใยยางพาราแห้ง) มี intensity สูงขึ้น เนื่องจากพันธะไฮโดรเจนในหมู่ hydroxyl ของเซลลูโลสลดลง ทำให้ปริมาณ OH เพิ่มขึ้น [78]

ต่อมากระบวนการขั้น bleaching พบพีกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1031 และ 1053 cm^{-1} (1032 และ 1052 cm^{-1}) แสดงถึง C-O-C pyranose ring vibration ของวงเซลลูโลส [79] และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1611 cm^{-1} (1611 cm^{-1}) มี intensity ลดลง แสดงว่าลิกนินมีการถูกกำจัดออกไป [80]

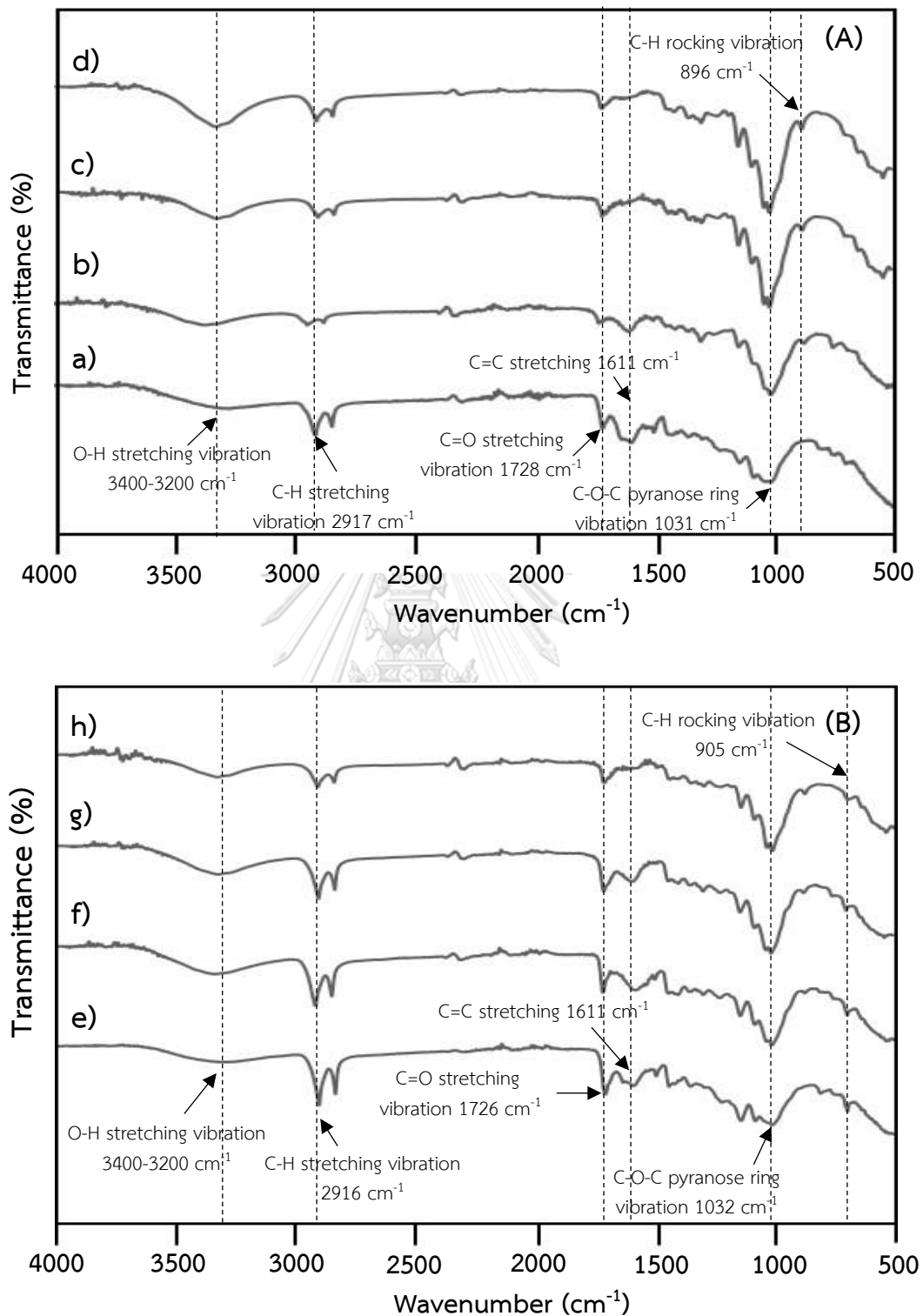
หลังจากกระบวนการขึ้น acid hydrolysis ได้ F-MCC (D-MCC) พบพิกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 896 cm^{-1} (905 cm^{-1}) ระบุถึง C-H rocking vibration แสดงถึงการเสียรูปของ glycosidic ที่ C_1-O-C_4 ของเซลลูโลส [79]

4.1.5 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของ MCC จากเส้นใยยางพารา

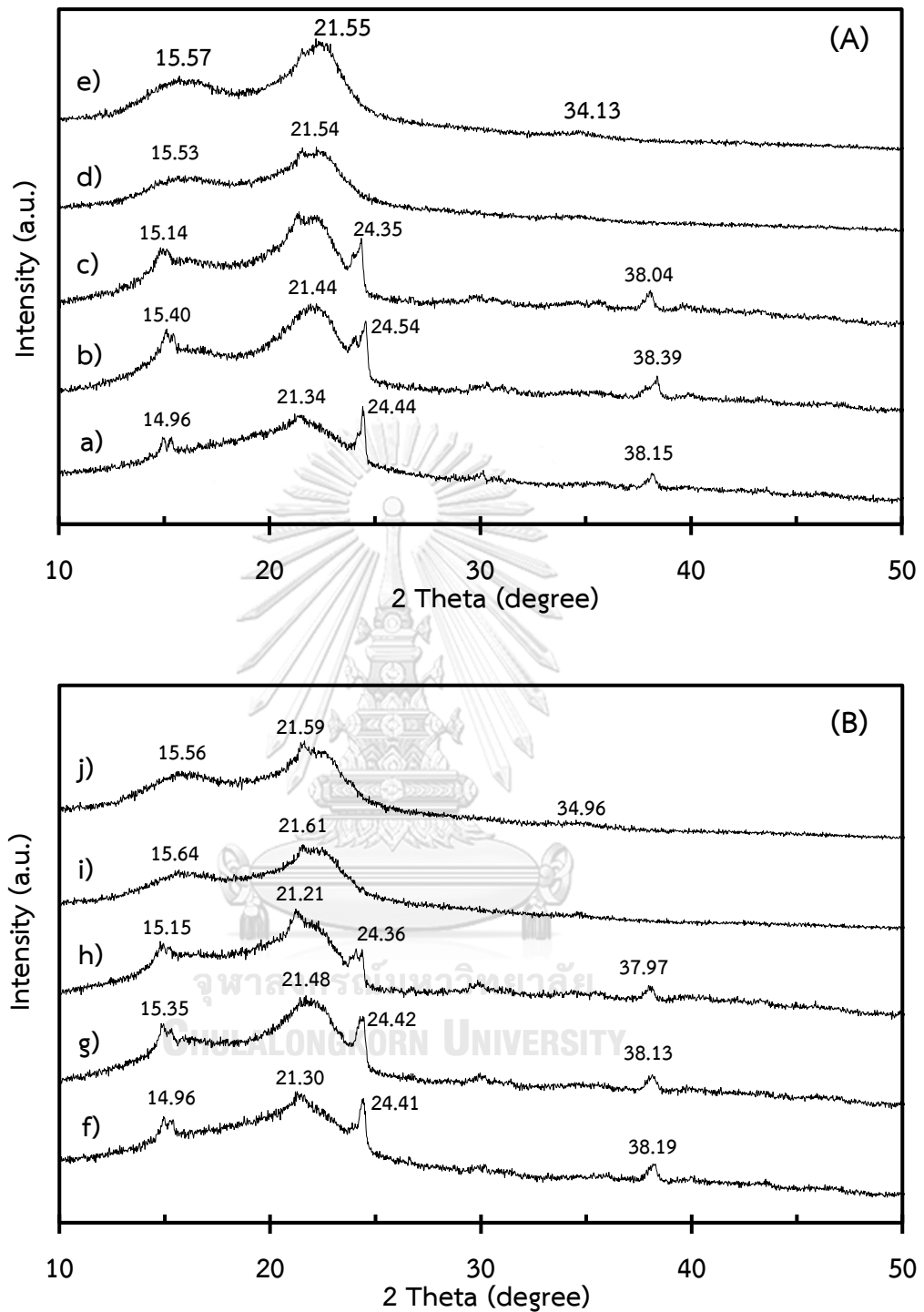
รูปที่ 4.3 แสดง XRD pattern ใช้ยืนยันการเตรียม MCC จากเส้นใยยางพาราสด (รูปที่ 4.3 (A)) และเส้นใยยางพาราแห้ง (รูปที่ 4.3 (B)) พบว่าเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งมีลักษณะการปรากฏ XRD pattern ในลักษณะเช่นเดียวกัน โดยตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบนของเส้นใยยางพาราสดก่อนผ่านขั้น raw material ปรากฏพิกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 14.96 , 21.34 , 24.44 และ 38.15° (14.96 , 21.30 , 24.41 และ 38.19° : เส้นใยยางพาราแห้ง) จากรูปหลังขั้น raw material ขึ้น alkaline treatment และขั้น bleaching พบ XRD pattern มีมุมการเลี้ยวเบนเหมือนกันแสดงว่าเซลลูโลสยังมีโครงสร้างเหมือนเดิม มุมการเลี้ยวเบนหลังผ่านขั้น alkaline treatment และขั้น bleaching พิกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 15.40 และ 21.44° (15.35 และ 21.48° : เส้นใยยางพาราแห้ง) มีการ shift ไปทางขวาเมื่อเทียบกับขั้น raw material แสดงว่า F-MCC (D-MCC : เส้นใยยางพาราแห้ง) มีการจัดเรียงตัวของ lattice ชิดกันมากขึ้น และพิกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 24.44° (24.41° : เส้นใยยางพาราแห้ง) มีการลดลงของ intensity จนหายไป ในขั้น F-MCC (D-MCC : เส้นใยยางพาราแห้ง) ปรากฏช่วง crystalline ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 15.57 , 21.55 และ 34.13° (15.56 , 21.59 และ 34.96° : เส้นใยยางพาราแห้ง) และช่วง amorphous ประมาณ 18.1° (19.45° : เส้นใยยางพาราแห้ง) ซึ่งเป็นตำแหน่งที่พิกของ MCC จะปรากฏบริเวณตำแหน่งดังกล่าว นอกจากนี้พิกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 21.55° (21.59° : เส้นใยยางพาราแห้ง) ขึ้น MCC พิกมีความแหลมและสูงกว่ารูปขั้น acid hydrolysis มากกว่า แสดงว่าสารที่สังเคราะห์มีความเป็นผลึกมากขึ้น [78] ดังนั้นสามารถเตรียม MCC ทั้งจากเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งได้ โดยเปอร์เซ็นต์ค่าดัชนีความเข้มของผลึก (% Crystallinity Index) ในตารางที่ 4.3 สามารถคำนวณจากสมการ 4.1 และจากตารางที่ 4.4 ค่า % Crystallinity Index เพิ่มสูงขึ้นในขั้น MCC เมื่อเทียบกับขั้น raw material แสดงว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นผลึกมากขึ้น [81]

$$\% \text{ Crystallinity Index} = \left[\frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \right] \times 100 \quad (4.1)$$

โดย I_{002} คือค่า intensity ที่ระนาบ $2\theta = 22^\circ$ และ I_{am} คือค่า intensity ของช่วง amorphous ที่ $2\theta = 18^\circ$



รูปที่ 4.2 (A) FTIR สเปกตรัมของเส้นใยยางพาราสดหลังขั้นตอน (a) Raw material (b) Alkaline treatment (c) Bleaching และ (d) F-MCC และรูป (B) FTIR สเปกตรัมของเส้นใยยางพาราแห้งหลังขั้นตอน (e) Raw material (f) Alkaline treatment (g) Bleaching และ (h) D-MCC



รูปที่ 4.3 (A) XRD pattern ของเส้นใยพาราสดหลังขั้นตอน (a) Raw material (b) Alkaline treatment (c) Bleaching (d) Acid hydrolysis และ (e) F-MCC และรูป (B) XRD pattern ของเส้นใยพาราสดหลังขั้นตอน (f) Raw material (g) Alkaline treatment (h) Bleaching (i) Acid hydrolysis และ (j) D-MCC

ตารางที่ 4.4 ค่า Crystalline index ของ MCC จากเส้นใยยางพารา

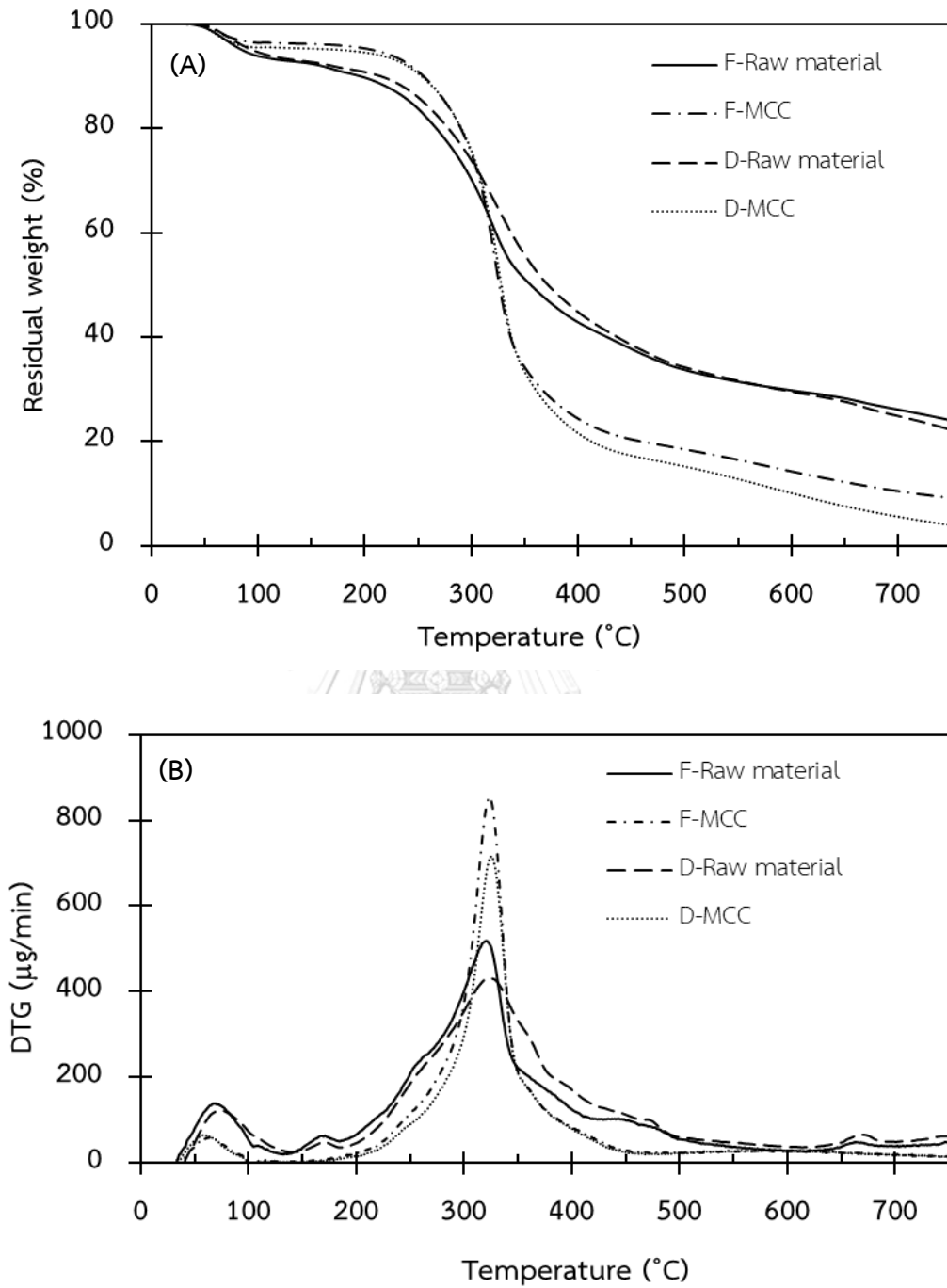
Sample	% Crystallinity Index
F-raw material	31.24
F-MCC	67.35
D-raw material	26.78
D-MCC	54.00

4.1.6 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยยางพาราด้วยเทคนิค TGA

รูปที่ 4.4 แสดงเทอร์โมแกรมของเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้ง และข้อมูลสมบัติเชิงความร้อนสรุปได้ดังตารางที่ 4.5 พบ F-raw material และ D-raw material มีการสลายตัวทางความร้อน 3 ช่วง ในลักษณะเดียวกัน ช่วงแรกเป็นการระเหยของความชื้นร้อยละ 8.0 และ 7.8 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ณ อุณหภูมิระหว่าง 35-150 °C [73] ช่วงที่สองเกิดขึ้นระหว่างอุณหภูมิ 150-540 °C ปริมาณร้อยละ 60.2 และ 59.2 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ เป็นการสลายของตัวขององค์ประกอบหลัก คือ เฮมิเซลลูโลส (200-350 °C) เซลลูโลส (250-400 °C) และลิกนิน (150-600 °C) [82-84] และช่วงที่สาม อุณหภูมิตั้งแต่ 620 °C ปลดปล่อยสาร volatile เช่น CO, CO₂, H₂ and CH₄ [85] ปริมาณร้อยละ 3.4 และ 3.9 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่า F-raw material เกิดการสลายตัวทางความร้อนเร็วกว่า เนื่องจากมีปริมาณลิกนินน้อยกว่า ซึ่งลิกนินที่มีหน้าที่ทำให้เส้นใยมีความแข็งแรง

ผลการสลายตัวทางความร้อนของ F-MCC และ D-MCC เป็นเส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพผิวด้วยอัลคาไลน์ ฟอกจางสี และการย่อยด้วยกรด พบว่า F-MCC และ D-MCC มีการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วง ช่วงแรกเป็นการระเหยของความชื้นร้อยละ 4.5 และ 4.3 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ณ ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 35-100°C และช่วงที่สองเกิดการสลายเซลลูโลส ระหว่างอุณหภูมิ 200-500 °C [86, 87] การสลายตัวทางความร้อนคิดเป็นร้อยละ 42.3 และ 43.4 โดยน้ำหนัก ซึ่งเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งในชั้น Raw material และ MCC มีการสลายตัวทางความร้อนอยู่ในช่วงใกล้เคียง

จากผลการทดลองเตรียม MCC จากเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้ง มีลักษณะทางสัณฐานวิทยา หมู่ฟังก์ชัน ค่าความเป็นผลึก และเสถียรภาพทางความร้อนใกล้เคียงกัน ดังนั้นเพื่อเป็นการนำใบยางพาราที่เหลือทิ้งทางการเกษตรมาใช้ให้เกิดประโยชน์และเพิ่มมูลค่า ซึ่งใบยางพาราแห้งมีปริมาณมากกว่า งานวิจัยนี้จึงเลือก D-MCC ไปทำการทดลองเตรียมพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากต่อ



รูปที่ 4.4 (A) เทอร์โมแกรม TGA และ (B) DTG ของเส้นใยยางพาราสดและเส้นใยยางพาราแห้งชั้น raw material และชั้น MCC

ตารางที่ 4.5 ข้อมูลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยยางพาราและพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากด้วยเทคนิค TGA

Sample	Stage of decomposition	T _{onset} (°C)	T _{max} (°C)	T _{enset} (°C)	Weight loss (%)
F-Raw material	1	40	73	134	8.0
	2	134	320	540	60.2
	3	621	663	690	3.4
F-MCC	1	40	64	105	4.5
	2	217	319	455	42.3
D-Raw material	1	40	75	143	7.8
	2	143	330	513	59.2
	3	626	671	697	3.9
D-MCC	1	40	59	107	4.3
	2	210	322	457	43.4
PA SAP	1	40	188	244	17.3
	2	244	305	384	13.4
	3	384	445	510	21.7
MCC-g-PA SAP	1	40	53	76	13.5
	2	76	214	219	8.6
	3	219	291	329	13.4
	4	329	437	510	21.6

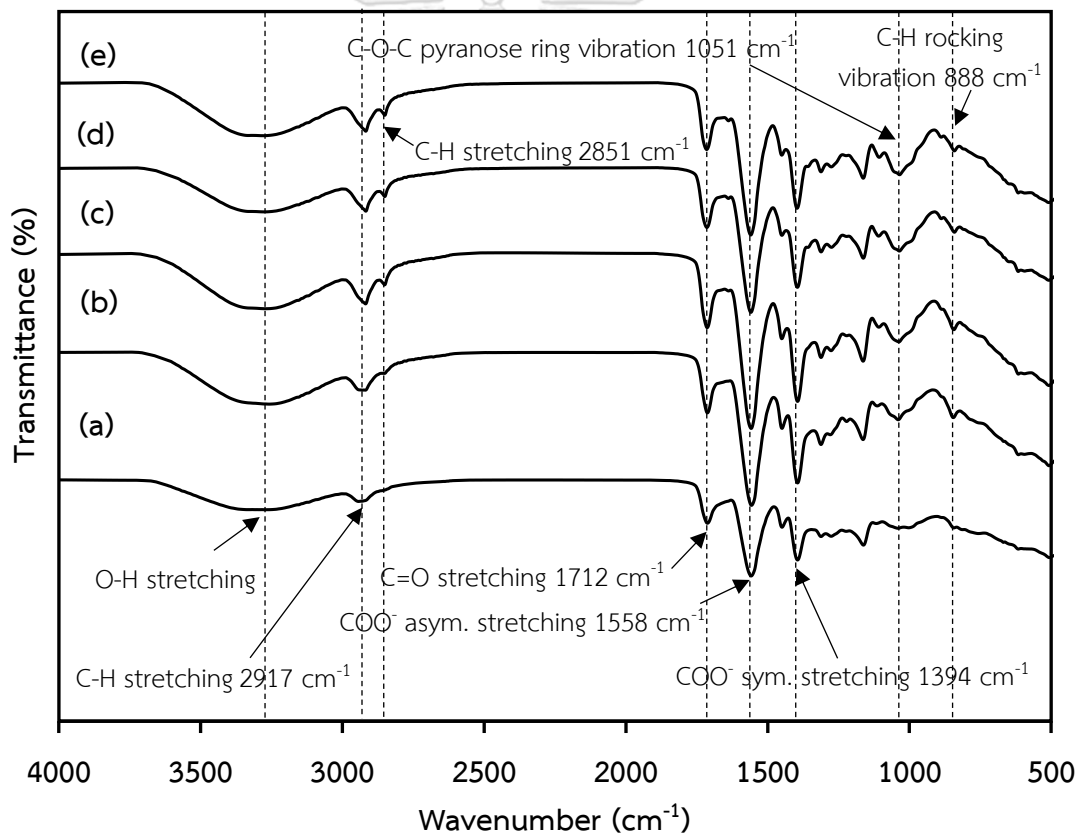
4.2 ผลการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากจากพอลิอะคริลิกแอซิดกับไมโครคริสตัลลินเซลลูโลสที่ได้จากเส้นใยยางพาราแห้ง

4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากด้วยเทคนิค FTIR

รูปที่ 4.5 แสดง FTIR สเปกตรัมของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC ที่ต่างกัน พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ไม่มี MCC (รูปที่ 4.5 (a)) มีเพียงกรดอะคริลิกเป็นมอนอเมอร์ พบพีก O-H stretching ในช่วงเลขคลื่น 3400-3200 cm^{-1} และ C-H stretching ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2917 กับ 2850 cm^{-1} พบเอกลักษณ์ของพอลิอะคริเลตที่ตำแหน่ง 1712 แสดงถึงพันธะ C=O stretching ของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิล [79, 88] และที่ตำแหน่ง 1558 และ 1394 cm^{-1} แสดงถึง

พันธะ COO^- asymmetric และ COO^- symmetric stretching ในหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิเลต [89] ขณะที่พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากกรดอะคริลิกและ MCC เป็นมอนอเมอร์ (รูปที่ 4.5 (b) - (e)) พบพีกเอกลักษณ์เหมือนพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ไม่มี MCC และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2851, 1051 และ 888 cm^{-1} แสดงถึง C-H stretching C-O-C pyranose ring vibration และ C-H rocking vibration

ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของ MCC นอกจากนี้ที่ O-H stretching และ C-H stretching มี intensity สูงขึ้นเมื่อพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากเตรียมจาก MCC ที่มีปริมาณมากขึ้น การปรากฏพีกเอกลักษณ์ของทั้งกรดอะคริลิกและ MCC แสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากสามารถเตรียมจากกรดอะคริลิกมอนอเมอร์และ MCC ได้ [78, 79]



รูปที่ 4.5 FTIR สเปกตรัมของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC ร้อยละ (a) 0 (b) 5 (c) 15 (d) 25 และ (e) 35 wt% of AA

4.2.2 ผลของปริมาณ MCC ต่อค่าการกราฟต์ในพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก และค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

การศึกษาผลของปริมาณ MCC ร้อยละ 5 15 25 และ 35 wt% of AA ต่อค่าการกราฟต์ พบว่าค่า % graft yield % graft efficiency % total conversion และ % graft conversion แสดงในตารางที่ 4.6 มีค่าลดลง เมื่อพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากถูกเตรียมจากปริมาณ MCC เพิ่มขึ้น เนื่องจากปริมาณมอนอเมอร์เพิ่มขึ้น ทำให้สายโซ่เคลื่อนตัวลำบากในการจับเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา การกราฟต์เกิดได้ยากขึ้น และค่าการดูดซึมน้ำ (รูปที่ 4.6) ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ปริมาณสารเชื่อมขวางชนิด MBA ร้อยละ 0.10 wt% of AA พบว่าเมื่อปริมาณ MCC เพิ่มขึ้นร้อยละ 5 - 25 wt% of AA ค่าการดูดซึมน้ำสูงขึ้น เนื่องจากการเพิ่มปริมาณ MCC ช่วยเพิ่มหมู่ฟังก์ชันที่ชอบน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก และเมื่อเพิ่มปริมาณ MCC ที่ร้อยละ 35 wt% of AA พบค่าการดูดซึมน้ำลดลง เนื่องจากรูพรุนมีขนาดใหญ่เกินไปกักเก็บน้ำ

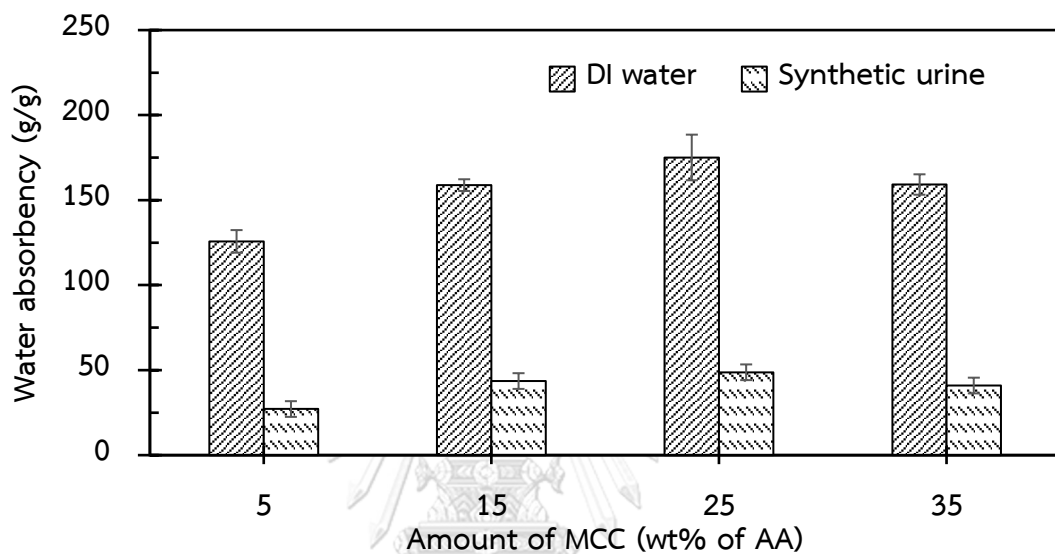
ตารางที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์การกราฟต์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

Graft parameter	Amount MCC (wt% of AA)				Amount MBA (wt% of AA)		
	at MBA 0.10 wt% of AA				at MCC 25 wt% of AA		
	5	15	25	35	0.025	0.05	0.15
% graft yield	253	247	232	206	143	209	257
% graft efficiency	97	96	95	89	79	87	97
% total conversion	86	84	76	67	47	69	88
% graft conversion	42	40	38	33	24	36	43

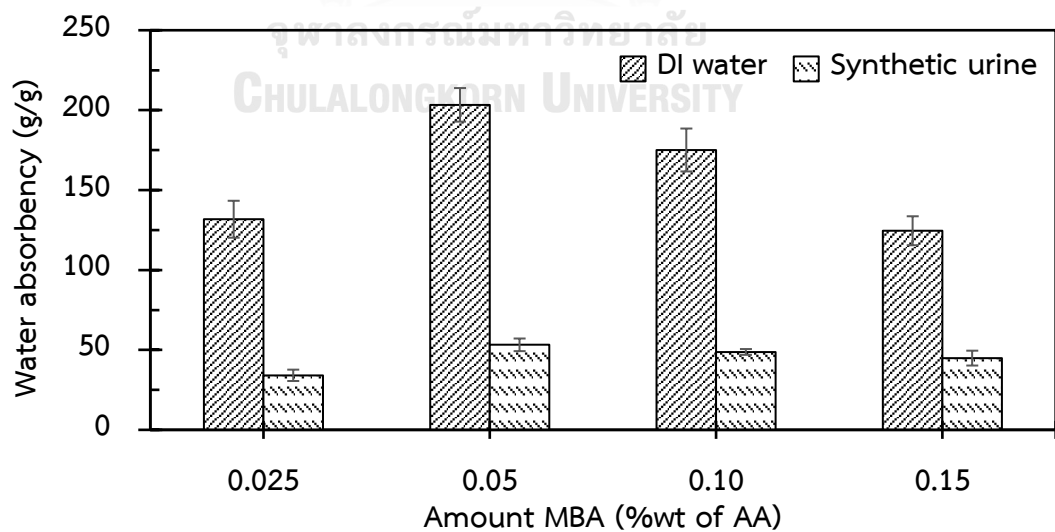
4.2.3 ผลของปริมาณสารเชื่อมขวางชนิด MBA ต่อค่าการกราฟต์ และค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

การศึกษาผลของปริมาณสารเชื่อมขวางชนิด MBA ร้อยละ 0.025 0.05 0.10 และ 0.15 wt% of AA พบว่าเมื่อปริมาณ MBA ในการเตรียมพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากเพิ่มขึ้น ทำให้ค่า % graft yield % graft efficiency % total conversion และ % graft conversion แสดงในตารางที่ 4.6 มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีปริมาณสารเชื่อมขวางเพิ่มขึ้น ส่งผลให้มอนอเมอร์ถูกกราฟต์เปลี่ยนเป็น

พอลิเมอร์ได้เพิ่มขึ้น เมื่อทดสอบค่าการดูดซึมน้ำในน้ำปราศจากไอออน (รูปที่ 4.6) พบค่าการดูดซึมน้ำมีค่าเพิ่มขึ้นสูง เมื่อปริมาณ MBA เท่ากับ 0.05 โดยน้ำหนักกรดอะคริลิก เนื่องจากพอลิเมอร์มีโครงร่างตาข่ายเพิ่มขึ้น ซึ่งช่วยในการกักเก็บน้ำ เมื่อเพิ่มปริมาณ MBA มากกว่าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนักกรดอะคริลิก พบค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากมีค่าลดลง เนื่องจากสารเชื่อมขวางทำให้โครงร่างตาข่ายของพอลิเมอร์แข็งแรงมากขึ้น มีความยืดหยุ่นลดลง พื้นที่ในการขยายตัวเพื่อกักเก็บน้ำภายในโครงสร้างตาข่ายลดลง



รูปที่ 4.6 ผลของปริมาณ MCC ต่อการดูดซึมน้ำปราศจากไอออนและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก



รูปที่ 4.7 ผลของปริมาณ MBA ต่อค่าการดูดซึมน้ำปราศจากไอออนและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

4.2.4 ค่าการดูดซึมน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากภายใต้สารละลายน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ แสดงในรูปที่ 4.6 และ 4.7 พบว่าในทุกการทดลองพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากภายใต้สารละลายน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ที่มีค่าการดูดซึมน้ำต่ำกว่าพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากภายใต้น้ำปราศจากไอออน เนื่องจากผลของ charge screening ของไอออนบวก (Na^+ Ca^{2+} และ Mg^{2+}) ในสารละลายน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ บดบังการจับกันระหว่างโมเลกุลน้ำกับหมู่ฟังก์ชันที่ชอบน้ำบนสายโซ่ ส่งผลให้สารละลายน้ำปัสสาวะสังเคราะห์เข้ามากักเก็บในโครงร่างตาข่ายลดลง [65]

4.2.5 ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพและสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์ของเจลพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากหลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากหลังผ่านการตกตะกอนและอบแห้งโดยเทคนิค SEM เจลพอลิเมอร์หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เตรียมจากปริมาณ MCC ร้อยละ 5 - 35 (รูปที่ 4.8(b) - (e)) wt% of AA ที่ปริมาณ MBA ร้อยละ 0.10 wt% of AA พบว่าพอลิเมอร์ที่เตรียมจากปริมาณ MCC มาก แสดงลักษณะของเจลพอลิเมอร์หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันมีลักษณะเหลว และเจลมีสีเหลืองอ่อนเมื่อเทียบกับเจลพอลิเมอร์ที่ไม่มี MCC (รูปที่ 4.8(a)) เนื่องจาก MCC ที่เตรียมได้จากเส้นใยพาราแทมมีสีเหลืองอ่อนๆ เมื่อเจลพอลิเมอร์ผ่านการตกตะกอนและอบแห้ง ภาพ SEM แสดงให้เห็นความเป็นรูพรุนภายในโครงสร้างของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก เนื่องจากรูพรุนในโครงสร้างของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการทำให้แห้ง และรูพรุนของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC มาก มีขนาดใหญ่กว่า เมื่อเทียบกับพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC น้อย ส่งผลให้โมเลกุลน้ำเข้าในโครงร่างตาข่ายได้ง่าย นอกจากนี้เจลพอลิเมอร์หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เตรียมจาก MCC ในปริมาณน้อย มีลักษณะเหลวน้อยกว่า

เมื่อเปรียบเทียบเจลพอลิเมอร์หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เตรียมจากปริมาณ MCC ร้อยละ 25 wt% of AA ที่ปริมาณ MBA ร้อยละ 0.025 - 0.15 wt% of AA (รูปที่ 4.8(d) (f) (g) และ (h)) พบลักษณะเจลพอลิเมอร์หลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันมีลักษณะเหลว และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ปริมาณ MBA น้อย เกิดรูพรุนขนาดใหญ่เมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ปริมาณ MBA มาก เนื่องจาก MBA ทำให้เกิดการเชื่อมขวางเพิ่มขึ้นของโครงสร้างของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก ส่งผลให้รูพรุนมีปริมาณลดลงและขนาดเล็กลงจนกระทั่งไม่พบรูพรุน (รูปที่ 4.8(h))

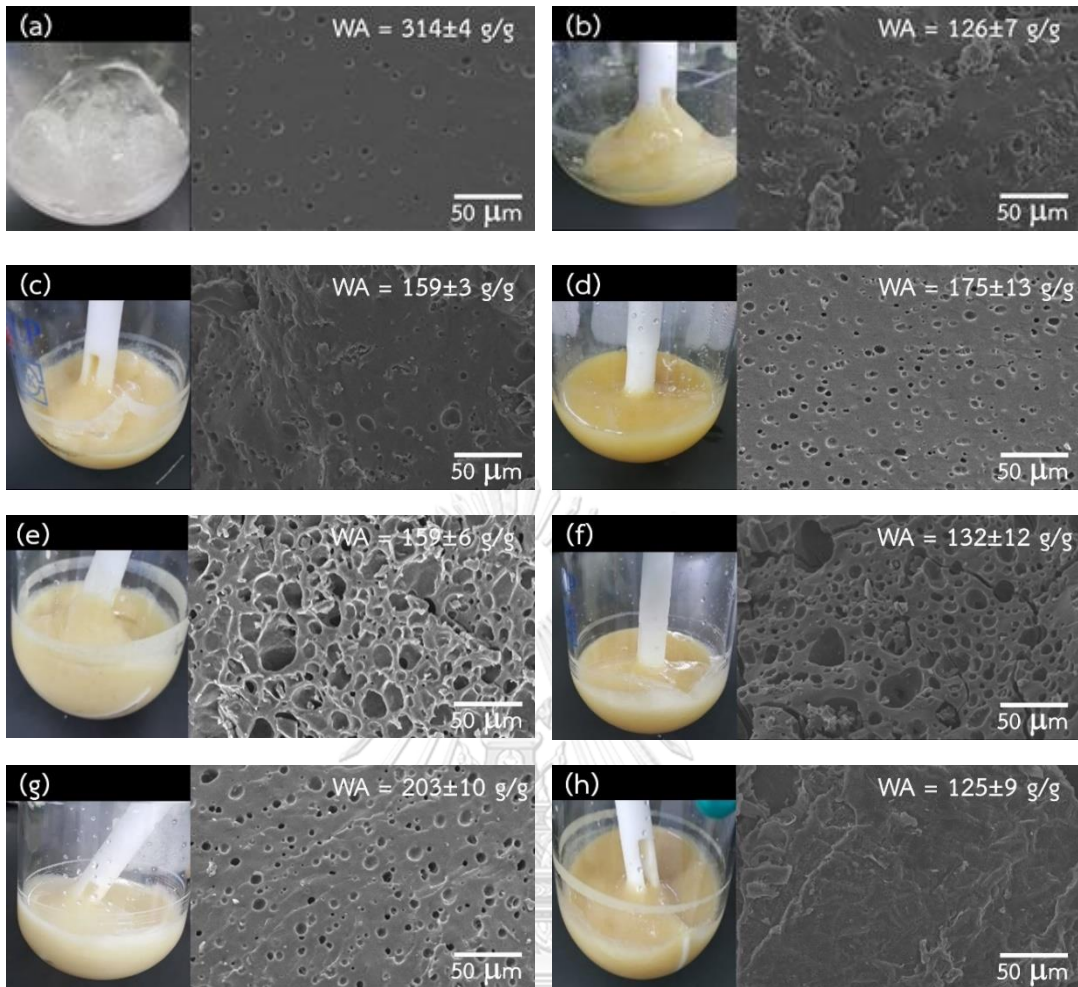
ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ไม่มี MCC ดังรูปที่ 4.8(a) พบว่าโครงสร้างของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่ไม่มี MCC มีรูพรุนปริมาณต่ำและขนาดเล็กกว่าพอลิเมอร์ดูด

ซึมน้ำมากที่เตรียมจาก MCC ร้อยละ 25 wt% of AA ที่ปริมาณ MBA ร้อยละ 0.05 wt% of AA (รูปที่ 4.8(g)) ส่งผลให้โมเลกุลน้ำสามารถเข้าไปในโครงตาข่ายได้ และเมื่อดูดซึมน้ำจนกระทั่งถึงภาวะอิ่มตัว สามารถกักเก็บน้ำในโครงสร้างของพอลิเมอร์ได้ดีกว่า

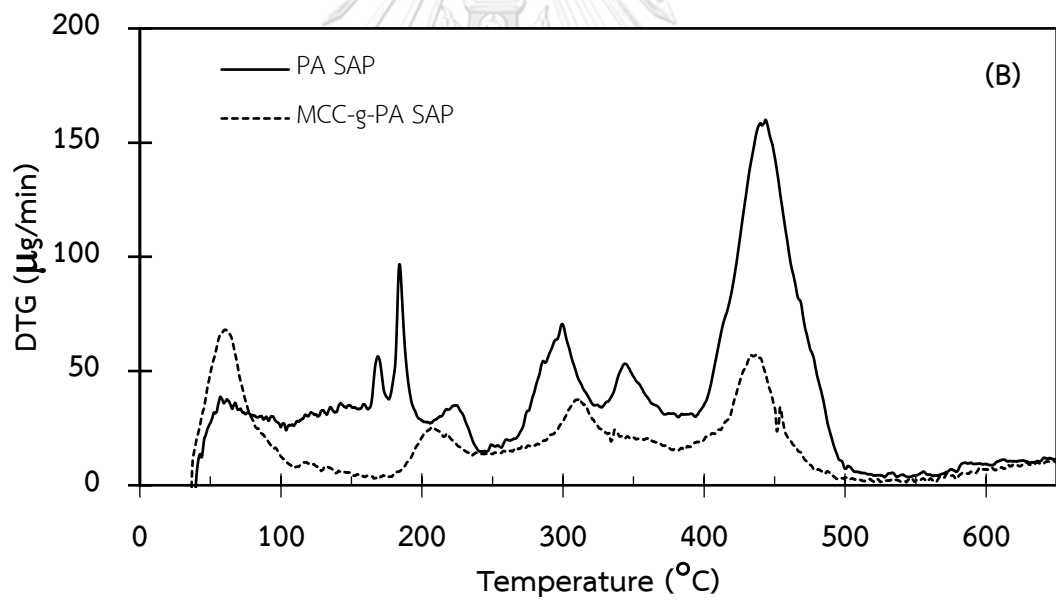
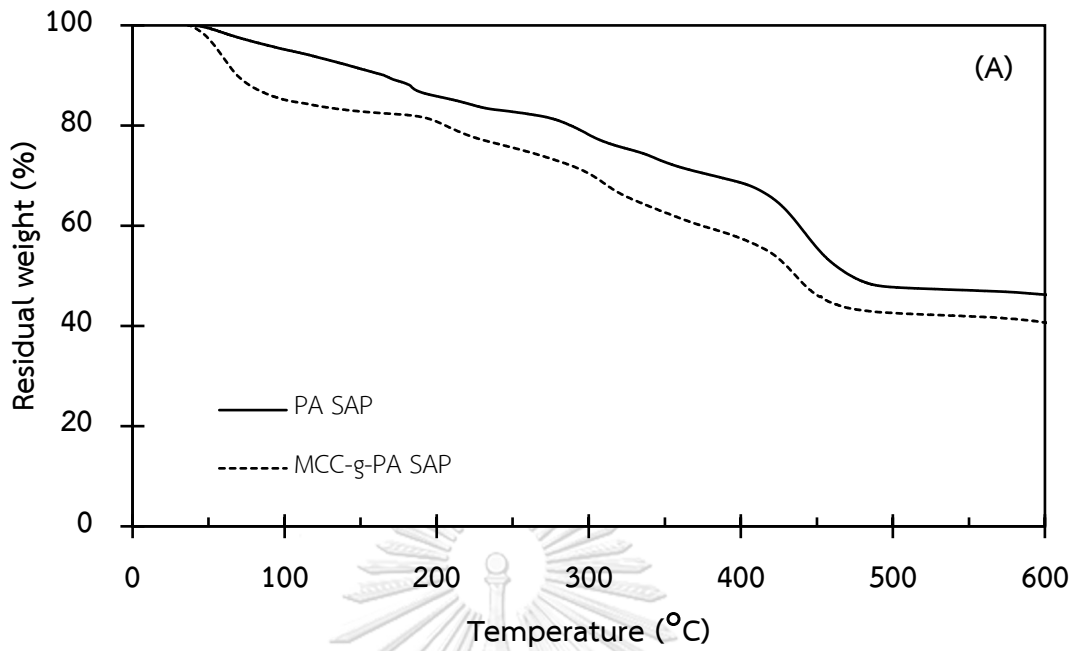
4.2.6 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากด้วยเทคนิค TGA

รูปที่ 4.9 แสดงเทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจาก MCC กับกรดอะคริลิกเป็นมอนอเมอร์ (MCC-g-PA SAP) ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA และข้อมูลสมบัติเชิงความร้อนแสดงดังตารางที่ 4.5 พบการสลายตัวทางความร้อนแบ่งเป็น 4 ช่วง ช่วงที่ 1 อุณหภูมิต่ำกว่า 150 °C ปริมาณร้อยละ 13.5 โดยน้ำหนัก เกิดจากการระเหยความชื้น ช่วงที่ 2 อุณหภูมิต่ำกว่า 250 °C เป็นการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิเลต (-COO-) และคาร์บอกซิล (-COOH) ในโครงสร้างพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก พบปริมาณร้อยละ 8.6 โดยน้ำหนัก ช่วงที่ 3 อุณหภูมิระหว่าง 250-400 °C พบการสลายตัวของพอลิอะคริเลตมีขนาดสั้นลง และเกิดการสลายตัวของสายโซ่ MCC คิดเป็นปริมาณร้อยละ 13.4 โดยน้ำหนัก และช่วงที่ 4 อุณหภูมิระหว่าง 400-510 °C เกิดการสลายตัวของสายโซ่พอลิอะคริเลต เป็นคาร์บอนไดออกไซด์ และสารระเหยไฮโดรคาร์บอน ปริมาณร้อยละ 21.6 โดยน้ำหนัก [90, 91]

เมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากพอลิอะคริเลต (PA SAP) กับของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจาก MCC กับกรดอะคริลิกเป็นมอนอเมอร์ พบว่าพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากพอลิอะคริเลต MCC-g-PA SAP มีค่าเสถียรภาพทางความร้อนสูงกว่า เนื่องจากการมี MCC ส่งผลให้ค่าเสถียรภาพทางความร้อนลดลง อย่างไรก็ตาม MCC-g-PA SAP เป็นพอลิเมอร์ที่สารจากธรรมชาติประกอบอยู่ในโครงสร้าง จึงมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่า จึงอาจเหมาะกับการนำไปใช้งานที่ต้องคำนึงถึงการย่อยสลายในการใช้งาน เช่น ทางเภสัชกรรม ด้านสุขอนามัย การกำจัดสิ่งปนเปื้อนในน้ำเสีย เป็นต้น



รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากกล้องดิจิทัลและภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 500x ของเจลพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากหลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปริมาณ MCC ร้อยละ (a) 0 (b) 5 (c) 15 (d) 25 และ (e) 35 wt% of AA ที่ปริมาณ MBA ร้อยละ 0.10 และปริมาณ MBA ร้อยละ (f) 0.025 (g) 0.05 และ (h) 0.15 wt% of AA



รูปที่ 4.9 (A) เทอร์โมแกรม TGA และ (B) DTG ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้สามารถเตรียม MCC จากเส้นใยพาราของใยพาราสดและใยพาราแห้ง ด้วยการปรับสภาพผิวเชิงกลและเชิงเคมี โดยผ่านขั้น alkaline treatment bleaching และ acid hydrolysis ทั้งเส้นใยพาราสดและเส้นใยพาราแห้งสามารถเตรียม MCC ได้ ซึ่ง F-MCC ที่ได้มีสีเหลืองอ่อนเกือบขาว และค่าเปอร์เซ็นต์เซลลูโลสเท่ากับ 63.42 % ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นหลังผ่านปฏิกิริยาแต่ละขั้น ในขณะที่ D-MCC ที่ได้มีสีเหลืองอ่อน และค่าเปอร์เซ็นต์เซลลูโลสเท่ากับ 61.44 % ลักษณะเส้นใยของ MCC มีผิวเรียบขึ้นและเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กลงเมื่อเทียบกับขั้นก่อนหน้า จากการทดลอง F-MCC และ D-MCC ที่เตรียมได้แสดงลักษณะและคุณสมบัติใกล้เคียงกัน ในการทดลองได้เลือกใช้ D-MCC ทำการทดลองสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

นำ MCC ที่เตรียมได้มาสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากร่วมกับกรดอะคลิริกเป็นมอนอเมอร์ เพื่อศึกษาค่าการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ พบว่า MCC ได้เกิดปฏิกิริยาการกราฟต์กับพอลิอะคริเลต เมื่อปริมาณ MCC เพิ่มขึ้น มีปริมาณรูพรุนเพิ่มขึ้น ทำให้ค่าการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์มีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากโมเลกุลของน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ สามารถแพร่เข้าสู่โครงร่างตาข่ายของพอลิเมอร์ได้ง่ายขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มปริมาณ MCC มากกว่า 25 wt% of AA ค่าการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์มีค่าลดลง เกิดจากรูพรุนมีขนาดใหญ่เกินที่จะกักเก็บโมเลกุลน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ได้ และการศึกษาปริมาณสารเชื่อมขวางในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก พบว่าปริมาณ MBA ที่เหมาะสมคือ 0.05 wt% of AA ได้ค่าการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์เท่ากับ 203 ± 0.67 และ 53 ± 0.75 g/g ตามลำดับ ซึ่งค่าการดูดซึมน้ำในน้ำปัสสาวะสังเคราะห์มีค่าน้อยกว่า เนื่องจากอิทธิพลของ charge electron effect นอกจากนี้เมื่อนำไปทดสอบสมบัติทางความร้อน พบว่าการมี MCC ช่วยให้พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากมีเสถียรภาพทางความร้อนน้อยกว่าพอลิเมอร์ที่เตรียมจากพอลิอะคริเลต แสดงว่าสามารถสลายตัวได้ดีกว่า ดังนั้นพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่สังเคราะห์ได้สามารถดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะได้ นอกจากนี้การที่พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากเตรียมจากธรรมชาติ สามารถย่อยสลายได้ดีกว่าพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่เตรียมจากปิโตรเลียม

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ค่าการดูดซึมน้ำและน้ำปัสสาวะสังเคราะห์ของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากที่สังเคราะห์ได้สามารถพัฒนาได้อีก ควรหาสารเติมแต่งหรือมอนอเมอร์ที่เหมาะสม มาใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

5.2.2 ควรศึกษาการย่อยสลายของพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมากในธรรมชาติสภาวะจริง ติดตามการย่อยสลาย และตรวจสอบผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม



ภาคผนวก

ตาราง ก ปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ดูดซึมน้ำมาก

SAP sample	AA (ml)	MCC (g)	KOH (g)	MBA (g)	APS (g)
MCC 5 wt% of AA	15	0.788	9.200	0.017	0.056
MCC 15 wt% of AA	15	2.363	9.200	0.017	0.056
MCC 25 wt% of AA	15	3.938	9.200	0.017	0.056
MCC 35 wt% of AA	15	5.513	9.200	0.017	0.056
MBA 0.025 wt% of AA	15	3.938	9.200	0.004	0.056
MBA 0.05 wt% of AA	15	3.938	9.200	0.008	0.056
MBA 0.15 wt% of AA	15	3.938	9.200	0.024	0.056

บรรณานุกรม

- [1] D. Feng, B. Bai, H. Wang, Y. Suo, Novel Fabrication of Biodegradable Superabsorbent Microspheres with Diffusion Barrier through Thermo-Chemical Modification and Their Potential Agriculture Applications for Water Holding and Sustained Release of Fertilizer, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65 (2017) 5896-5907.
- [2] V.M. Pathak, N. Kumar, Dataset on the superabsorbent hydrogel synthesis with SiO₂ nanoparticle and role in water restoration capability of agriculture soil, *Data in Brief*, 13 (2017) 291-294.
- [3] Y. Qin, 6 - Superabsorbent polymers and their medical applications, in: Y. Qin (Ed.) *Medical Textile Materials*, Woodhead Publishing 2016, pp. 71-88.
- [4] M. Bahram, N. Mohseni, M. Moghtader, An Introduction to Hydrogels and Some Recent Applications, in: S.B. Majee (Ed.) *Emerging Concepts in Analysis and Applications of Hydrogels*, IntechOpen 2016.
- [5] M. Hajikhani, M.M. Khangahi, M. Shahrousvand, J. Mohammadi-Rovshandeh, A. Babaei, S.M.H. Khademi, Intelligent superabsorbents based on a xanthan gum/poly (acrylic acid) semi-interpenetrating polymer network for application in drug delivery systems, *International Journal of Biological Macromolecules*, 139 (2019) 509-520.
- [6] C. Lacoste, J.-M. Lopez-Cuesta, A. Bergeret, Development of a biobased superabsorbent polymer from recycled cellulose for diapers applications, *European Polymer Journal*, 116 (2019) 38-44.
- [7] M.C. Peng, V. Sethu, A. Selvarajoo, Performance study of chia seeds, chia flour and *Mimosa pudica* hydrogel as polysaccharide-based superabsorbent polymers for sanitary napkins, *Materials Today Communications*, 26 (2021) 101712.
- [8] A. Dey, R. Bera, D. Chakrabarty, Synthesis of poly(ethylene glycol) di-itaconate and investigation of its influence on acrylamide based hydrogels meant for water treatment, *Polymer*, 116 (2017) 178-190.
- [9] L. Das, P. Das, A. Bhowal, C. Bhattacharjee, Synthesis of hybrid hydrogel nano-polymer composite using Graphene oxide, Chitosan and PVA and its application in waste water treatment, *Environmental Technology & Innovation*, 18 (2020) 100664.

- [10] E.M. Ahmed, Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review, *Journal of Advanced Research*, 6 (2015) 105-121.
- [11] M.R. Guilherme, F.A. Aouada, A.R. Fajardo, A.F. Martins, A.T. Paulino, M.F.T. Davi, A.F. Rubira, E.C. Muniz, Superabsorbent hydrogels based on polysaccharides for application in agriculture as soil conditioner and nutrient carrier: A review, *European Polymer Journal*, 72 (2015) 365-385.
- [12] R.A. Rather, M.A. Bhat, A.H. Shalla, An insight into synthetic and physiological aspects of superabsorbent hydrogels based on carbohydrate type polymers for various applications: A review, *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 3 (2022) 100202.
- [13] A. Mignon, N. De Belie, P. Dubruel, S. Van Vlierberghe, Superabsorbent polymers: A review on the characteristics and applications of synthetic, polysaccharide-based, semi-synthetic and 'smart' derivatives, *European Polymer Journal*, 117 (2019) 165-178.
- [14] C. Demitri, F. Scalera, M. Madaghiele, A. Sannino, A. Maffezzoli, Potential of Cellulose-Based Superabsorbent Hydrogels as Water Reservoir in Agriculture, *International Journal of Polymer Science*, 2013 (2013) 435073.
- [15] E. Czarnecka, J. Nowaczyk, Synthesis and Characterization Superabsorbent Polymers Made of Starch, Acrylic Acid, Acrylamide, Poly(Vinyl Alcohol), 2-Hydroxyethyl Methacrylate, 2-Acrylamido-2-methylpropane Sulfonic Acid, *International Journal of Molecular Sciences*, 22 (2021) 4325.
- [16] J. Zohuriaan, K. Kabiri, Superabsorbent Polymer Materials: A Review, *Iranian Polymer Journal (English Edition)*, 17 (2008) 451-477.
- [17] E.-R. Kenawy, M. Seggiani, A. Hosny, M. Rashad, P. Cinelli, K.M. Saad-Allah, M. El-Sharnouby, S. Shendy, M.M. Azaam, Superabsorbent composites based on rice husk for agricultural applications: Swelling behavior, biodegradability in soil and drought alleviation, *Journal of Saudi Chemical Society*, 25 (2021) 101254.
- [18] Q. Zhang, Z. Wang, C. Zhang, R.E. Aluko, J. Yuan, X. Ju, R. He, Structural and functional characterization of rice starch-based superabsorbent polymer materials, *International Journal of Biological Macromolecules*, 153 (2020) 1291-1298.
- [19] K. Zhong, Z.-T. Lin, X.-L. Zheng, G.-B. Jiang, Y.-S. Fang, X.-Y. Mao, Z.-W. Liao, Starch

- derivative-based superabsorbent with integration of water-retaining and controlled-release fertilizers, *Carbohydrate Polymers*, 92 (2013) 1367-1376.
- [20] A. Pourjavadi, M. Ayyari, M.S. Amini-Fazl, Taguchi optimized synthesis of collagen-g-poly(acrylic acid)/kaolin composite superabsorbent hydrogel, *European Polymer Journal*, 44 (2008) 1209-1216.
- [21] M.-T. Nistor, D. Pamfil, C. Schick, C. Vasile, Study of the heat-induced denaturation and water state of hybrid hydrogels based on collagen and poly (N-isopropyl acrylamide) in hydrated conditions, *Thermochimica Acta*, 589 (2014) 114-122.
- [22] T.G. Liu, Y.T. Wang, B. Li, H.B. Deng, Z.L. Huang, L.W. Qian, X. Wang, Urea free synthesis of chitin-based acrylate superabsorbent polymers under homogeneous conditions: Effects of the degree of deacetylation and the molecular weight, *Carbohydrate Polymers*, 174 (2017) 464-473.
- [23] T. Yoshimura, I. Uchikoshi, Y. Yoshiura, R. Fujioka, Synthesis and characterization of novel biodegradable superabsorbent hydrogels based on chitin and succinic anhydride, *Carbohydrate Polymers*, 61 (2005) 322-326.
- [24] K. Rop, D. Mbui, N. Njomo, G.N. Karuku, I. Michira, R.F. Ajayi, Biodegradable water hyacinth cellulose-graft-poly(ammonium acrylate-co-acrylic acid) polymer hydrogel for potential agricultural application, *Heliyon*, 5 (2019) e01416.
- [25] A.N. Fahanwi, M. Gazi, A. Oladipo, Adsorptive removal of multi-azo dye from aqueous phase using a semi-IPN superabsorbent chitosan-starch hydrogel, *Chemical Engineering Research and Design*, 112 (2016).
- [26] F. Ullah, M.B.H. Othman, F. Javed, Z. Ahmad, H.M. Akil, Classification, processing and application of hydrogels: A review, *Materials Science and Engineering: C*, 57 (2015) 414-433.
- [27] R. Bhat, M. Tomlinson, T. Wu, J. Genzer, *Surface-Grafted Polymer Gradients: Formation, Characterization, and Applications*, 1970, pp. 51-124.
- [28] M. Macchione, C. Biglione, M. Strumia, Design, Synthesis and Architectures of Hybrid Nanomaterials for Therapy and Diagnosis Applications, *Polymers*, 10 (2018) 527.
- [29] S.-L. Loo, L. Vásquez, A. Athanassiou, D. Fragouli, Polymeric Hydrogels—A Promising Platform in Enhancing Water Security for a Sustainable Future, *Advanced Materials Interfaces*, 8 (2021) 2100580.

- [30] W. Ouarhim, N. Zari, R. Bouhfid, A.e.k. Qaiss, 3 - Mechanical performance of natural fibers-based thermosetting composites, in: M. Jawaid, M. Thariq, N. Saba (Eds.) Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites, Woodhead Publishing 2019, pp. 43-60.
- [31] A. Karimah, M.R. Ridho, S.S. Munawar, D.S. Adi, Ismadi, R. Damayanti, B. Subiyanto, W. Fatriasari, A. Fudholi, A review on natural fibers for development of eco-friendly bio-composite: characteristics, and utilizations, Journal of Materials Research and Technology, 13 (2021) 2442-2458.
- [32] M. Salimi, B. Nejati, A. Karimi, A. Tavasoli, Hydrothermal Gasification Performance of Iranian Rice Straw in Supercritical Water Media for Hydrogen-Rich Gas Production, BioResources, 11 (2016).
- [33] O. Sunday Samuel, A. Mathew Adefusika, Influence of Size Classifications on the Structural and Solid-State Characterization of Cellulose Materials, in: A.R.P.a.M.E.E. Martin (Ed.) Cellulose, IntechOpen, 2019.
- [34] U. Sampath, C. Yern Chee, C.H. Chuah, J. Sabariah, P.-C. Lin, Fabrication of Porous Materials from Natural/Synthetic Biopolymers and Their Composites, Materials, 9 (2016) 991.
- [35] G. Siqueira, J. Bras, A. Dufresne, Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications, Polymers, 2 (2010) 728-765.
- [36] Q. Xiang, Y.Y. Lee, P.O. Pettersson, R.W. Torget, Heterogeneous Aspects of Acid Hydrolysis of α -Cellulose, in: B.H. Davison, J.W. Lee, M. Finkelstein, J.D. McMillan (Eds.) Biotechnology for Fuels and Chemicals: The Twenty-Fourth Symposium, Humana Press, Totowa, NJ, 2003, pp. 505-514.
- [37] L. Li, J.S. Rowbotham, H. Christopher Greenwell, P.W. Dyer, Chapter 8 - An Introduction to Pyrolysis and Catalytic Pyrolysis: Versatile Techniques for Biomass Conversion, in: S.L. Suib (Ed.) New and Future Developments in Catalysis, Elsevier, Amsterdam, 2013, pp. 173-208.
- [38] H. Lange, S. Decina, C. Crestini, Oxidative upgrade of lignin – Recent routes reviewed, European Polymer Journal, 49 (2013) 1151-1173.
- [39] M. Fodil Cherif, D. Trache, N. Brosse, F. Benaliouche, A. Tarchoun, Comparison of

the Physicochemical Properties and Thermal Stability of Organosolv and Kraft Lignins from Hardwood and Softwood Biomass for Their Potential Valorization, Waste and Biomass Valorization, (2020).

- [40] S. Maitz, W. Schlemmer, M.A. Hobisch, J. Hobisch, M. Kienberger, Preparation and Characterization of a Water-Soluble Kraft Lignin, *Advanced Sustainable Systems*, 4 (2020) 2000052.
- [41] S. Sebbahi, L. El Fakir, L. Rghioui, A. Hajji, Y. Brik, F. Kifani-Sahban, S. El Hajjaji, Characterization of lignin and derivative chars by infrared spectroscopy, *Journal of Materials and Environmental Science*, 6 (2015) 2461-2468.
- [42] J. Gassan, V. Gutowski, Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites, *Composites Science and Technology*, 60 (2000) 2857-2863.
- [43] S. Marais, F. Gouanvé, A. Bonnesoeur, J. Grenet, F. Poncin-Epaillard, C. Morvan, M. Métayer, Unsaturated polyester composites reinforced with flax fibers: effect of cold plasma and autoclave treatments on mechanical and permeation properties, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36 (2005) 975-986.
- [44] มานพ พิพัฒน์ตฤกุล, ประยูร สุรินทร์, เจษฎา วงษ์อ่อน, การดัดแปลงพื้นผิวของเส้นใยป่านศรนารายณ์ เสริมแรงในพอลิเมอร์คอมโพสิต : ทบทวนวรรณกรรม, *วารสารวิชาการปทุมวัน*, 5 (2558) 1-30.
- [45] K. Ahn, S. Zaccaron, N. Zwirchmayr, H. Hettegger, A. Hofinger, M. Bacher, U. Henniges, T. Hosoya, A. Potthast, T. Rosenau, Yellowing and brightness reversion of celluloses: CO or COOH, who is the culprit?, *Cellulose*, 26 (2019).
- [46] X. Li, L. Tabil, S. Panigrahi, Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review, *Journal of Polymers and the Environment*, 15 (2007) 25-33.
- [47] N. Chand, M.A. Fahim, 3 - Sisal reinforced polymer composites, in: N. Chand, M. Fahim (Eds.) *Tribology of Natural Fiber Polymer Composites*, Woodhead Publishing 2008, pp. 84-107.
- [48] V. Tserki, N.E. Zafeiropoulos, F. Simon, C. Panayiotou, A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36 (2005) 1110-1118.

- [49] M. Sreekala, M. Kumaran, S. Joseph, M. John, S. Thomas, Oil Palm Fibre Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of Fibre Surface Modifications on the Mechanical Performance, *Applied Composite Materials*, 7 (2000) 295-329.
- [50] K.C. Manikandan Nair, S. Thomas, G. Groeninckx, Thermal and dynamic mechanical analysis of polystyrene composites reinforced with short sisal fibres, *Composites Science and Technology*, 61 (2001) 2519-2529.
- [51] S. Mishra, J.B. Naik, Y.P. Patil, The compatibilising effect of maleic anhydride on swelling and mechanical properties of plant-fiber-reinforced novolac composites, *Composites Science and Technology*, 60 (2000) 1729-1735.
- [52] A.Y. Chaerunisaa, S. Sriwidodo, M. Abdassah, Microcrystalline Cellulose as Pharmaceutical Excipient, in: U. Ahmad, J. Akhtar (Eds.) *Pharmaceutical Formulation Design - Recent Practices*, IntechOpen2019.
- [53] H. Ren, J. Shen, J. Pei, Z. Wang, Z. Peng, S.-F. Fu, Y. Zheng, Characteristic microcrystalline cellulose extracted by combined acid and enzyme hydrolysis of sweet sorghum, *Cellulose*, 26 (2019).
- [54] J. Nsor-Atindana, M. Chen, H.D. Goff, F. Zhong, H.R. Sharif, Y. Li, Functionality and nutritional aspects of microcrystalline cellulose in food, *Carbohydrate Polymers*, 172 (2017) 159-174.
- [55] M. Muhaimin, B. Wiyantoko, R. Putri, R. Rusitasari, Determination of order reaction on hydrolysis reaction of pineapple leaf, 2018.
- [56] สำนักงานพัฒนาการวิจัยการเกษตร (องค์การมหาชน), ยางพารา, 2554.
- [57] R. Pornprasit, P. Pornprasit, P. Boonma, J. Natwichai, Determination of the Mechanical Properties of Rubber by FT-NIR, *Journal of Spectroscopy*, 2016 (2016) 4024783.
- [58] J.P. Riches, E.G.B. Gooding, Studies in the Physiology of Latex I. Latex Flow on Tapping-Theoretical Considerations, *The New Phytologist*, 51 (1952) 1-10.
- [59] สำนักงานพัฒนาการวิจัยการเกษตร (องค์การมหาชน), เอกสารวิชาการยางพารา, คลังข้อมูลวิจัยการเกษตร, 2554.
- [60] M. Sadeghi, S. Safari, H. Shahsavari, H. Sadeghi, Effective Parameters onto Graft Copolymer Based on Carboxymethyl with Acrylic Monomer, *Asian Journal of Chemistry*, 25 (2013) 5029-5032.

- [61] H. Essawy, M. Ghazy, F. El-Hai, M. Mohamed, Superabsorbent Hydrogels via Graft Polymerization of Acrylic Acid from Chitosan-Cellulose Hybrid and their Potential in Controlled Release of Soil Nutrients, *International journal of biological macromolecules*, 89 (2016).
- [62] A. Hanani, Z. Ahmad, W.I. Nawawi, R. Muhammed Nordin, A.R. Rozyanty, The Effect of Various Acids on Properties of Microcrystalline Cellulose (MCC) Extracted from Rice Husk (RH), *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 204 (2017) 012025.
- [63] M. Krstic, Z. Maksimović, S. Ibrić, T. Bakic, J. Prodanovic, S. Ražić, T. Bakić, LIGNOCELLULOSIC BIOMASS AS A SOURCE OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE-CHEMICAL AND TECHNOLOGICAL CHARACTERIZATION AND FUTURE PERSPECTIVES, *Cellulose Chemistry and Technology*, 52 (2018) 577-588.
- [64] W. Zhang, Q. Liu, L. Guo, P. Wang, S. Liu, J. Chen, Z. Lei, White Cabbage (*Brassica oleracea* L.) waste, as biowaste for the preparation of novel superabsorbent polymer gel, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9 (2021) 106689.
- [65] C. Chang, B. Duan, J. Cai, L. Zhang, Superabsorbent hydrogels based on cellulose for smart swelling and controllable delivery, *Eur. Polym. J.*, 46 (2010) 92.
- [66] M. Egot, A. Alguno, Preparation and Characterization of Cellulose Acetate from Pineapple (*Ananas comosus*) Leaves, *Key Engineering Materials*, 772 (2018) 8-12.
- [67] P. Chuayplod, D. Aht-ong, A study of microcrystalline cellulose prepared from parawood (*Hevea brasiliensis*) sawdust waste using different acid types, *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 28 (2018) 106-114.
- [68] D.V.H. Thien, D.-N. Lam, H.N. Diem, T.Y.N. Pham, N.Q. Bui, T.N.T. Truc, D.-T. Van-Pham, Synthesis of cellulose-g-poly(acrylic acid) with high water absorbency using pineapple-leaf extracted cellulose fibers, *Carbohydrate Polymers*, 288 (2022) 119421.
- [69] H.K. Goering, Forage fiber analyses : apparatus, reagents, procedures, and some applications, (1970) iv, 20 p. : ill. ; 26 cm.-USDA.
- [70] C. Spagnol, F.H.A. Rodrigues, A.G.B. Pereira, A.R. Fajardo, A.F. Rubira, E.C. Muniz, Superabsorbent hydrogel composite made of cellulose nanofibrils and chitosan-graft-poly(acrylic acid), *Carbohydrate Polymers*, 87 (2012) 2038-2045.

- [71] N. Dispat, S. Poompradub, S. Kiatkamjornwong, Synthesis of ZnO/SiO₂-modified starch-graft-polyacrylate superabsorbent polymer for agricultural application, *Carbohydrate Polymers*, 249 (2020) 116862.
- [72] C. Tomasino, *Chemistry & Technology of Fabric Preparation & Finishing*, North Carolina State University 1992.
- [73] S. Ventura-Cruz, N. Flores-Alamo, A. Tecante, Preparation of microcrystalline cellulose from residual Rose stems (*Rosa* spp.) by successive delignification with alkaline hydrogen peroxide, *International Journal of Biological Macromolecules*, 155 (2020) 324-329.
- [74] S. Collazo-Bigliardi, R. Ortega-Toro, A. Chiralt Boix, Isolation and characterisation of microcrystalline cellulose and cellulose nanocrystals from coffee husk and comparative study with rice husk, *Carbohydrate Polymers*, 191 (2018) 205-215.
- [75] H.H. Nimz, *Wood-chemistry, ultrastructure, reactions, Holz als Roh- und Werkstoff*, 42 (1984) 314-314.
- [76] C. Azubuike, A. Okhamafe, Physicochemical, spectroscopic and thermal properties of microcrystalline cellulose derived from corn cobs, *International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture*, 1 (2012).
- [77] S.D. Shinde, X. Meng, R. Kumar, A.J. Ragauskas, Recent advances in understanding the pseudo-lignin formation in a lignocellulosic biorefinery, *Green Chemistry*, 20 (2018) 2192-2205.
- [78] B.W. Chieng, S.H. Lee, N.A. Ibrahim, Y.Y. Then, Y.Y. Loo, Isolation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Oil Palm Mesocarp Fiber, *Polymers*, 9 (2017).
- [79] A. Khenblouche, D. Bechki, S. Boughali, M. Gouamid, K. Charradi, L. Segni, M. Hadjadj, Extraction and characterization of cellulose microfibrils from *Retama raetam* stems, *Polimeros (Online)*, 29 (2019) 8.
- [80] W. Tian, H. Li, J. Zhou, Y. Guo, Preparation, characterization and the adsorption characteristics of lignin/silica nanocomposites from cellulosic ethanol residue, *RSC Advances*, 7 (2017) 41176-41181.
- [81] L.K. Kian, M. Jawaid, H. Ariffin, O.Y. Allothman, Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from roselle fibers, *International Journal of Biological*

- Macromolecules, 103 (2017) 931-940.
- [82] D. Díez, A. Urueña, R. Piñero, A. Barrio, T. Tamminen, Determination of Hemicellulose, Cellulose, and Lignin Content in Different Types of Biomasses by Thermogravimetric Analysis and Pseudocomponent Kinetic Model (TGA-PKM Method), *Processes*, 8 (2020).
- [83] M. Brebu, C. Vasile, Thermal degradation of lignin – A Review, *Cellulose Chemistry and Technology*, 44 (2010) 353-363.
- [84] C. Borsoi, M.V.G. Zimmermann, A.J. Zattera, R.M.C. Santana, C.A. Ferreira, Thermal degradation behavior of cellulose nanofibers and nanowhiskers, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 126 (2016) 1867-1878.
- [85] K. Jayaraman, I. Gokalp, Thermogravimetric and evolved gas analyses of high ash Indian and Turkish coal pyrolysis and gasification, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 121 (2015) 919-927.
- [86] V. Shahedifar, A. Rezaoust, Thermal and mechanical behavior of cotton/vinyl ester composites: Effects of some flame retardants and fiber treatment, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 32 (2013) 681-688.
- [87] G. Dorez, L. Ferry, R. Sonnier, A. Taguet, J.M. Lopez-Cuesta, Effect of cellulose, hemicellulose and lignin contents on pyrolysis and combustion of natural fibers, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 107 (2014) 323-331.
- [88] C. Uma Maheswari, K. Obi Reddy, E. Muzenda, B.R. Guduri, A. Varada Rajulu, Extraction and characterization of cellulose microfibrils from agricultural residue – *Cocos nucifera* L, *Biomass and Bioenergy*, 46 (2012) 555-563.
- [89] M. Irani, H. Ismail, Z. Ahmad, M. Fan, Synthesis of linear low-density polyethylene-g-poly (acrylic acid)-co-starch/organo-montmorillonite hydrogel composite as an adsorbent for removal of Pb(II) from aqueous solutions, *Journal of Environmental Sciences*, 27 (2014).
- [90] P. Lanthong, R. Nuisin, S. Kiatkamjornwong, Graft copolymerization, characterization, and degradation of cassava starch-g-acrylamide/itaconic acid superabsorbents, *Carbohydr. Polym.*, 66 (2006) 229.
- [91] Y. Chen, H.-m. Tan, Crosslinked carboxymethylchitosan-g-poly(acrylic acid)

copolymer as a novel superabsorbent polymer, Carbohydrate Research, 341 (2006) 887-896.





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ทิพาพรรณ คำเกาะ
วัน เดือน ปี เกิด	9 กรกฎาคม 2538
สถานที่เกิด	อำเภอเมือง จังหวัดตรัง
วุฒิการศึกษา	พ.ศ.2554 มัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนวิทยาศาสตร์จุฬาภรณราชวิทยาลัย ตรัง พ.ศ.2557 วิทยาศาสตรบัณฑิต (วท.บ.) สาขาเคมี มหาวิทยาลัยมหิดล 17/4 หมู่3 ตำบลนาท่ามใต้ อำเภอเมือง จังหวัดตรัง 92190
ที่อยู่ปัจจุบัน	
ผลงานตีพิมพ์	Tipapan Dumkor and Sirilux Poompradub. "Microcrystalline cellulose from agriculture waste for preparation of superabsorbent polymer". Proceedings of the 30th thai institute of chemical engineering and applied chemistry conference, May 6-7, 2021 at Thailand.