

พลาสติกชีวภาพจากเปลือกกล้วยน้ำว้า



ชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 4

เวลา 20 ชั่วโมง

จุดประสงค์

1. อธิบายความรู้เรื่อง ผลได้ร้อยละของผลิตภัณฑ์ในปฏิกิริยาเคมี
2. ทดลองและอธิบายความรู้เรื่องกระบวนการผลิตพลาสติกชีวภาพ
3. ออกแบบและผลิตพลาสติกชีวภาพโดยเลือกใช้วัตถุดิบที่มีมากในท้องถิ่น
4. ใช้ความรู้ ทักษะและกระบวนการทางคณิตศาสตร์ในการคำนวณต้นทุน และการทักษะด้านเทคโนโลยีในการต่อยอดผลงาน

วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

- | | | |
|---|---------|---------------|
| 1. เปลือกกล้วยน้ำว้าตากแห้งหั่นเป็นชิ้นเล็ก ๆ | จำนวน | 20 กรัม |
| 2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 30% | ปริมาตร | 100 มิลลิลิตร |
| 3. สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 15 % | ปริมาตร | 100 มิลลิลิตร |
| 4. น้ำส้มสายชูเข้มข้น | ปริมาตร | 5 มิลลิลิตร |
| 5. น้ำ | ปริมาตร | 100 มิลลิลิตร |
| 6. ปีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร | จำนวน | 1 อัน |
| 7. ปีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร | จำนวน | 3 อัน |
| 8. กระบอกตวง | จำนวน | 1 อัน |
| 9. กรวยกรอง | จำนวน | 1 อัน |
| 10. แท่งแก้วคนสาร | จำนวน | 1 อัน |
| 11. กระจกนาฬิกา | จำนวน | 1 อัน |
| 12. กระดาษกรอง | | |
| 13. ตู้อบ | | |
| 14. เครื่องชั่ง | | |
| 15. แผ่นฟรอยด์ | | |

วิธีดำเนินการ

ตอนที่ 1 ศึกษาการผลิตพลาสติกชีวภาพจากเปลือกกล้วยน้ำว้า

1. นักเรียนศึกษาคู่มือวิดีโอ ข้อมูลพลาสติกพลาสติกชีวภาพ และร่วมกันอภิปราย ข้อดี ข้อเสียของพลาสติกชีวภาพ
2. นักเรียนแบ่งกลุ่มกลุ่มละ 5 คน สมมติสถานการณ์ปัญหาว่า “ถ้านักเรียนได้รับมอบหมายให้นำวัสดุที่เหลือทิ้งจากกระบวนการแปรรูปกล้วยน้ำว้าในท้องถิ่น ซึ่งเป็นผลผลิตที่เป็นสินค้า OTOP กลับมาทำให้เกิดประโยชน์ นักเรียนจะนำวัสดุเหลือทิ้งส่วนไหนมาทำเป็นอะไรบ้าง
3. นักเรียนแต่ละกลุ่มศึกษารายละเอียดและเงื่อนไขของสถานการณ์ปัญหา ดังนี้
“ปัจจุบันในโรงเรียนและในชุมชนของนักเรียนมีปัญหาขยะที่เกิดจากพลาสติกพลาสติกที่ใช้กันทั่วไปเป็นพลาสติกที่สังเคราะห์จากปิโตรเคมี ไม่สามารถย่อยสลายได้ภายในระยะเวลาอันรวดเร็ว อาจใช้เวลากว่า 450 ปี จึงจะย่อยสลายได้ พลาสติกสังเคราะห์มีข้อดี ก็คือ ทนสารเคมีและทนความร้อนได้ดี จัดเก็บอาหารได้ในระยะเวลายาวนาน ส่วนข้อเสีย ก็คือ ทำลายได้ยากมาก ที่สำคัญคือเป็นขยะที่สร้างมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม สร้างปัญหาต่อชั้นบรรยากาศของโลก และคุณภาพชีวิตของมนุษย์ นักเรียนจึงได้รับมอบหมายให้ผลิตพลาสติกชีวภาพ โดยให้ออกแบบและหาวิธีการผลิตพลาสติกชีวภาพจากวัสดุในท้องถิ่น โดยเลือกวัสดุชีวภาพเหลือทิ้งที่มีมากในท้องถิ่น โดยให้ได้พลาสติกชีวภาพที่สามารถนำไปใช้ต่อยอดเพื่อพัฒนาสู่การใช้งานต่อไป”
4. นักเรียนและครูร่วมกันอภิปรายถึงวิธีการที่จะสามารถผลิตพลาสติกชีวภาพโดยใช้อุปกรณ์และสารเคมีที่หาได้ง่ายโดยใช้เปลือกกล้วยน้ำว้าเป็นต้นแบบในการศึกษาทดลอง

กิจกรรมที่ 1 การสกัดเซลลูโลส

1. ชั่งเปลือกกล้วยน้ำว้าที่หั่นเป็นชิ้นเล็กๆ และตากแห้งแล้วจำนวน 20 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 30 % จำนวน 100 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟรอนด์
2. นำบีกเกอร์ในข้อ 1 ไปตั้งในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง คนเป็นระยะ
3. เมื่อครบกำหนดเวลานำมากรองและล้างด้วยน้ำ จำนวน 300 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง
4. นำเปลือกกล้วยที่ผ่านการล้างน้ำแล้วมาแช่ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 15 % จำนวน 100 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ 3 ชั่วโมง แล้วนำมากรองแล้วล้างด้วยน้ำ จำนวน 300 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง
5. วัสดุที่อยู่บนกระดาษกรองไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น สังเกตสี และนำไปชั่ง จากนั้นนำไปบดให้ละเอียด คำนวณผลได้ร้อยละจากการทดลอง

กิจกรรมที่ 2 การผลิตพลาสติกชีวภาพอย่างง่าย

1. ชั่งผงเซลลูโลสจากเปลือกกล้วยน้ำว้าจำนวน 10 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำจำนวน 150 มิลลิลิตร และน้ำส้มสายชู จำนวน 5 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนจนหนืด เทใส่แม่พิมพ์ นำไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แกะออก สังเกตและบันทึกผล

ตอนที่ 2 ออกแบบและผลิตพลาสติกชีวภาพจากวัสดุชีวภาพเหลือทิ้งในท้องถิ่น

1. นักเรียนแต่ละกลุ่มเลือกวัตถุดิบในการผลิตพลาสติกชีวภาพไม่ซ้ำกัน
2. นักเรียนร่วมกันออกแบบและวางแผนการผลิต
3. นักเรียนลงมือผลิตพลาสติกชีวภาพตามที่แต่ละกลุ่มวางแผนไว้
4. นักเรียนคำนวณผลได้ร้อยละของพลาสติกชีวภาพที่ผลิตได้

สื่อและแหล่งความรู้

1. ใบความรู้เรื่อง พลาสติกชีวภาพ
2. ตัวอย่างกรณีศึกษา : การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน
ศึกษาโดย ไชยธาดา กนกพานนท์ และคณะ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. คลิปวิดีโอ เรื่อง ไขข้อสงสัยbioplastic (<https://youtu.be/sCCn9XawjCA>)

ใบบันทึกกิจกรรม

สมาชิกกลุ่ม

1. ชื่อ-สกุล.....ชั้น.....เลขที่.....
2. ชื่อ-สกุล.....ชั้น.....เลขที่.....
3. ชื่อ-สกุล.....ชั้น.....เลขที่.....
4. ชื่อ-สกุล.....ชั้น.....เลขที่.....
5. ชื่อ-สกุล.....ชั้น.....เลขที่.....
6. ชื่อ-สกุล.....ชั้น.....เลขที่.....

1. ตารางบันทึกผล

การศึกษา	ผลการศึกษา
ปริมาณเปลือกกล้วยน้ำว้าเริ่มต้น	
ปริมาณเซลล์ลูโลส	
การเปลี่ยนสีของเปลือกกล้วย	
ลักษณะของพลาสติกชีวภาพ	

2. สรุปผลการศึกษา

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

3. คำนวณผลได้ร้อยละของผลิตภัณฑ์

.....

.....

.....

ใบความรู้เรื่อง พลาสติกชีวภาพ คืออะไร ทำไมถึงมีความสำคัญต่อบรรพบุรุษ !!!

พลาสติกชีวภาพ (Bioplastic) คือ สารประกอบอินทรีย์ที่มนุษย์คิดค้น เพื่อช่วยอำนวยความสะดวกในชีวิตประจำวัน โดยผลิตจากวัตถุดิบทางการเกษตร หรือจากธรรมชาติ ที่ส่วนใหญ่ได้มาจากพืช เช่น เซลลูโลส คอลลาเจน เคซีน พอลิเอสเทอร์ แป้ง และโปรตีนจากถั่ว เป็นต้น ซึ่งแบ่งเป็นวัสดุธรรมชาติ ที่นิยมนำมาผลิตพลาสติกชีวภาพมากที่สุดเพราะหาได้ง่าย มีปริมาณมากและราคาถูก เนื่องจากสามารถผลิตแบ่งได้จากพืชหลายชนิด เช่น ข้าวโพด ข้าวสาลี มันฝรั่ง มันเทศ มันสำปะหลัง เป็นต้น

พลาสติกชีวภาพย่อยสลายได้ (Biodegradable plastic) เมื่อย่อยสลายจะกลายเป็น คาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ และมวลชีวภาพ ที่ไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม และวิธีการย่อยสลายที่เหมาะสมคือ ความชื้นสัมพัทธ์ 50-60% อุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียส และจุลินทรีย์ในธรรมชาติ หรือนำไปผ่านกระบวนการหมักทางชีวภาพภายในระยะเวลาไม่เกิน 180 วัน



ปัจจุบันมีการนำพลาสติกชีวภาพ มาใช้ประโยชน์ คือ

1. ด้านการแพทย์ นำพลาสติกชีวภาพมาผลิตเป็นวัสดุทางการแพทย์ เช่น ผิวน้ำเทียม ไหมละลาย อุปกรณ์ประสาทศัลยกรรม และแผ่นตามกระดูกที่ฝังอยู่ในร่างกายที่สามารถย่อยสลายได้เอง
2. ด้านบรรจุภัณฑ์เพื่อการบริโภค เช่น สารเคลือบกระดาษสำหรับห่ออาหาร หรือแก้วน้ำชนิดใช้แล้วทิ้ง ถุงสำหรับใส่ของ ถ้วยหรือถาดย่อยสลายได้สำหรับบรรจุอาหารสำเร็จรูปและอาหารจานด่วน ฟิล์มและถุงพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพสำหรับใช้ใส่ขยะเศษอาหาร โฟมเม็ดกันกระแทก
3. ด้านการเกษตร นิยมนำมาผลิตเป็นแผ่นฟิล์มสำหรับคลุมดิน และวัสดุสำหรับการเกษตร เช่น แผ่นฟิล์มป้องกันการเติบโตของวัชพืชและรักษาความชื้นในดิน รวมทั้งถุงหรือกระถางสำหรับเพาะต้นกล้า

ขอบคุณข้อมูลอ้างอิง : สถาบันส่งเสริมการสอนวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

ตัวอย่างกรณีศึกษา : การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน
ศึกษาโดย ไชรดา กนกพานนท์ และคณะ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน Synthesis of Carboxymethyl Cellulose from Young Coconut Husk

โสราดา กนกพานนท์^{1*} ซารีฟ อินทพันธ์¹ และ อภิตา บุญศิริ²
Kanokpanont, S.^{1*} Inthaphunt, S.¹ and Bunsiri, A.²

¹ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

¹ Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, Bangkok, 10330

² ศูนย์เทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยว ภาควิชาพืชสวน คณะเกษตร กำแพงแสน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน จังหวัดนครปฐม 73140

² Postharvest Technology Center/PHTC-KU, Department of Horticulture, Faculty of Agriculture at Kamphaengsaen, Kasetsart University, Kamphaeng Saen Campus, Nakhon Pathom 73140

* Corresponding author: sorada.k@chula.ac.th

Received 19 November 2016; Revised 20 January 2017; Accepted 3 February 2017

บทคัดย่อ

เปลือกมะพร้าวอ่อนเป็นวัสดุเหลือทิ้งปริมาณมากทางการเกษตร เปลือกมะพร้าวอ่อนเฉพาะส่วนสีขาวเมื่อถูกนำมาหั่น อบแห้งและบดละเอียดแล้วมีน้ำหนักประมาณ 16% ของน้ำหนักผลสด เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermal gravitational analysis พบว่า ประกอบด้วยลิกนิน 35.3% ความชื้น 6.2% เถ้า 2.5% และพอลิแซ็กคาไรด์ 46.8% ในพอลิแซ็กคาไรด์มีเซลลูโลส 72.0% และเฮมิเซลลูโลส 18.0% วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้เพื่อนำมาผ่านกระบวนการสกัดเซลลูโลสโดยการต้มด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4-10% แล้วนำมาสกัดลิกนินออกด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaClO₂) เข้มข้น 1% ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส จำนวน 1-4 รอบ ได้ผลได้ของการสกัดอยู่ในช่วง 39-33% ของน้ำหนักเปลือกมะพร้าวอบแห้ง แต่พบว่ามีสิ่งเจือปนจำพวกลิกนินในช่วง 22-17% ขึ้นอยู่กับจำนวนรอบของการสกัดลิกนินด้วย NaClO₂ เซลลูโลสที่สกัดได้นี้ถูกนำไปสังเคราะห์สารคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี) โดยนำไปทำปฏิกิริยากับกรดโมโนคลอโรอะซิติกในไอโซโพรพานอล และโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้ซีเอ็มซีประมาณ 140% เปรียบเทียบกับน้ำหนักเซลลูโลสเริ่มต้น การศึกษาคุณสมบัติของซีเอ็มซีที่ผลิตจากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน เมื่อเปรียบเทียบกับซีเอ็มซีที่ผลิตทางการค้าพบว่ามีความหนืดปรากฏสูงกว่าประมาณ 3 เท่า ในขณะที่ค่าระดับการแทนที่หมู่ฟังก์ชันในเซลลูโลสใกล้เคียงกันในช่วง 0.7-0.8 ซีเอ็มซีทั้งสองชนิดนำมาประกอบสูตรสารเคลือบบริโภคได้เพื่อยืดอายุการเก็บรักษาเนื้อส้มโอขาวทองดีพร้อมรับประทานต่อไป

คำสำคัญ: มะพร้าวอ่อน, เซลลูโลส, คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

Abstract

Young coconut's husks are abundant agricultural wastes. The white coirs were chopped, dried, and milled to fine flakes and the white coconut's coir content was at 16% of the fresh young coconut's weight when using thermal gravitational analysis. The white coirs composed of 35.3% lignin, 6.2% moisture, 2.5% ash, and 46.8% polysaccharides. This polysaccharides consisted of 72.0% cellulose, and 18.0% hemicellulose. Extraction of cellulose from dried coconut flakes content were done by boiling in 4-10% sodium hydroxide (NaOH) solution and subjected to 1-4 cycles of delignification using 1% sodium chlorite (NaClO₂) at 75°C. Yields of the extracts ranged from 39 to 33% of dried coconut flakes with lignin impurities of 22-17%, which varied in the number of cycles of NaClO₂ treatment. The extracted cellulose was used in a synthesis of carboxymethyl cellulose (CMC) by a reaction with monochloroacetic acid in isopropanol/NaOH. Yield of the CMC was at 140% of the initial weight of cellulose level. In characterization of the CMC from young coconut's husk, it showed a three-fold apparent viscosity when compared to the commercialized CMC. However, the degrees of substitution (DS) of cellulose functional groups were similar, in the range of 0.7-0.8. Both samples of the CMC are able to be formulated into edible coating solutions for extending shelf-life of fresh-cut 'Thongdee' pummelo pulp in the future uses.

Keywords: Young coconut, cellulose, carboxymethyl cellulose

บทนำ

มะพร้าวอ่อน (young coconut, *Cocos nucifera* L.) เป็นผลผลิตการเกษตรของไทยที่ได้รับความนิยมในการบริโภคทั้งในและต่างประเทศ การบริโภคมะพร้าวอ่อนจำเป็นต้องผ่านกระบวนการตัดแต่งผลก่อนการจำหน่าย ดังนั้นจึงทำให้เกิดวัสดุเหลือใช้จากการตัดแต่งมะพร้าวอ่อนเป็นจำนวนมาก จึงนำไปสู่การหาวิธีการเพิ่มมูลค่าให้แก่เปลือกมะพร้าวอ่อนโดยการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนแล้วนำไปสังเคราะห์เป็นสารอนุพันธ์ของเซลลูโลสชนิดหนึ่งคือ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose) หรือซีเอ็มซี

การสกัดเซลลูโลสจากพืชทำได้โดยการกำจัดองค์ประกอบทางเคมีอื่นๆ ได้แก่ ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และสารอื่นๆ ที่สกัดได้ด้วยตัวทำละลาย (Extractives) การกำจัดทั้งเฮมิเซลลูโลสและสารสกัดจากตัวทำละลายสามารถทำได้ในขั้นตอนการต้มด้วยตัวทำละลายต่าง ๆ โดยสารละลายต่าง ๆ จะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับเฮมิเซลลูโลส และกำจัดลิกนินในขั้นตอนการกำจัดลิกนินด้วยสารละลายที่มีความสามารถในการออกซิไดซ์ลิกนิน ได้แก่ สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) และสารละลายโซเดียมคลอไรด์ ($NaClO_2$) เป็นต้น (Sun and Tokinson, 2000) โดยจากการรายงานของ van Dam และคณะ (2004) พบว่าเปลือกมะพร้าวแก่อายุ 11 เดือนมีส่วนประกอบทางเคมีเป็นเซลลูโลส 36.3% ลิกนิน 32.7% และเฮมิเซลลูโลส 12.4%

การสังเคราะห์ซีเอ็มซีโดยทั่วไปทำได้โดยการนำเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยาอัลคาไลเซชัน (alkalization) และปฏิกิริยาการบอกลีนิชัน (carboxymethylation) (Ambjörnsson et al., 2013) การใช้งานซีเอ็มซีในอุตสาหกรรมขึ้นอยู่กับสมบัติต่างๆ ได้แก่ ค่าระดับการแทนที่ (degree of substitution, DS) ความบริสุทธิ์ การละลาย และความหนืดปรากฏ (apparent viscosity) ค่า DS บอกระดับการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลด้วยหมู่คาร์บอกซิลบนโมเลกุลของกลูโคส (Figure 1) ซึ่งมีค่าตั้งแต่ 0 - 3 ในระดับการค่าซีเอ็มซีมีค่า DS ตั้งแต่ 0.4 - 1.5 (Heinze and Koschella, 2005) โดยค่า DS ตั้งแต่ 0.6 ขึ้นไปจะทำให้ซีเอ็มซีละลายน้ำได้ดี แต่ถ้าค่าต่ำกว่า 0.2 จะไม่ละลายน้ำ (Borsa and Raczy, 1995) มีรายงานการสังเคราะห์ซีเอ็มซีจากวัสดุเหลือใช้ของพืชชนิดต่างๆ เช่น เปลือกทุเรียน (Rachtanapun et al., 2012) เปลือกกาแฟ (Togrul and Arslan, 2003) และลำต้นเทียมของกล้วย (Adinugraha et al., 2005) เป็นต้น แต่ยังไม่พบรายงานการนำเปลือกมะพร้าวอ่อนมาสังเคราะห์ซีเอ็มซีมาก่อน รายงานนี้มุ่งไปที่การหาวิธีการที่เหมาะสมในการสกัดเซลลูโลสจากมะพร้าวอ่อนแล้วนำไปสังเคราะห์ซีเอ็มซีเพื่อนำมาใช้ในสูตรสารเคลือบบริโภคได้



Figure 1 Chemical structures of cellulose (left) and CMC at DS=1.0 (right)

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

1. การสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน

การสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนดัดแปลงจากวิธีของของ Rosa และคณะ (2010) ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนหลัก ได้แก่

1.1 การเตรียมเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อน (Young coconut flake)

การเตรียมเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนทำได้โดยการปอกเปลือกมะพร้าวอ่อนส่วนเขียวออก แล้วล้างด้วยสารละลายคลอรีนความเข้มข้น 500 พีพีเอ็ม เป็นเวลา 5 นาที ผึ่งให้แห้งแล้วตัดเป็นลูกบาศก์ขนาดประมาณ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร อบแห้งแล้วบดด้วยเครื่องบดแล้วร่อนด้วยตะแกรง เยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 480.3 ± 196.9 ไมโครเมตร

1.2 การต้มด้วยด่าง (Alkaline treatment)

นำเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนจากข้อ 1.1 ไปผสมกับสารละลายด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$) (Lobachemie, India) ความเข้มข้น 4-10% (w/v) ที่อัตราส่วนเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนต่อสารละลายด่าง 1:10 (w/v) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นกรองเยื่อแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปอบแห้งในเตาอบที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

1.3 การกำจัดลิกนิน (Delignification)

เยื่อที่ผ่านการต้มด้วยด่างแล้วถูกนำมากำจัดลิกนินด้วยสารละลาย $NaClO_2$ (Lobachemie, India) ความเข้มข้น 1.0% (w/v) ที่ปรับค่าพีเอชเป็น 4 ด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น โดยใช้ปริมาณของเยื่อต่อสารละลายในอัตราส่วน 1:30 (w/v) ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นกรองเยื่อและล้างด้วยน้ำ มีการกำจัดลิกนิน 1-4 รอบ เพื่อศึกษาปริมาณลิกนินที่สามารถกำจัดได้ในแต่ละรอบ นำเยื่อไปอบแห้งที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2. การศึกษาสมบัติของเซลลูโลสที่สกัดได้

2.1 Thermal Gravitational Analysis (TGA)

นำตัวอย่างเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผ่านกระบวนการในขั้นตอนต่างๆ มาวิเคราะห์หาค่าประกอบด้วยเทคนิค TGA ที่อุณหภูมิ 30-800 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และอัตราการไหลอากาศ 20 มิลลิตรต่อนาที ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของสาร (decomposition temperature, Td) และปริมาณการสลายตัวขององค์ประกอบต่างๆ ช่วยให้หาปริมาณร้อยละขององค์ประกอบของเยื่อได้ (Table 1) (ทำการทดสอบ 3 ซ้ำในแต่ละตัวอย่าง)

2.2 การวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส

การวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสแบบต่างๆ ได้แก่ แอลฟา- เบต้า- และแกมมา-เซลลูโลส (alpha-cellulose and beta- and gamma - cellulose) ทำโดยดัดแปลงจากมาตรฐาน TAPPI T 203 cm-99 มีขั้นตอนโดยสังเขปคือ การนำเยื่อไปกำจัดลิกนิน 4 รอบ ตามวิธีในข้อ 1.3 (Browning, 1967) จากนั้นนำเซลลูโลส 1.5 กรัม ไปละลายในสารละลาย $NaOH$ ความเข้มข้น 17.5% ปริมาตร 100 มิลลิตร ที่

อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เพื่อแยกโมเลกุลของแอลฟา- เบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสออกจากกัน แอลฟา-เซลลูโลสไม่ละลายในสารละลายนี้ แต่เบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสมีความยาวของสายโซ่โมเลกุลน้อยกว่ามากจะละลายในน้ำ ดังนั้นน้ำสารละลายเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสไปย่อยให้เป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น แล้วทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับน้ำตาลด้วยโพแทสเซียมไดโครเมทปริมาณมากเกินพอ ทำการไทเทรตหาปริมาณโพแทสเซียมไดโครเมทที่เหลือ แล้วคำนวณหาปริมาณร้อยละของเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสรวมกัน จากนั้นคำนวณหาปริมาณร้อยละของแอลฟา-เซลลูโลสโดยหักออกจากปริมาณร้อยละของเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลส (ทำการทดสอบ 3 ซ้ำ)

Table 1 Decomposition temperatures of chemical compositions in young coconut husk

Td (°C)	Chemical compositions	References
< 100	Moisture	van Dam et al. (2004)
180-230	Extractives	van Dam et al. (2004)
> 200	Polysaccharides	Varma et al. (1986)
380	Lignin	Tones et al. (1992)
600	Ash	van Dam et al. (2004)

3. การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี)

วิธีการสังเคราะห์ซีเอ็มซีได้ดัดแปลงมาจากวิธีของ Rachtanapun และคณะ (2012) โดยการนำเซลลูโลสที่สกัดจากเปลือกมะพร้าวอ่อนปริมาณ 5 กรัม มาผสมกับสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 30% และไอโซโพรพานอลปริมาตรรวม 167 มิลลิลิตร ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วเติมกรดโมโนคลอโรอะซิติก (Lobachemie, India) 6 กรัม แล้วปั่นกวนต่อไปอีกเป็นเวลา 90 นาที จากนั้นนำเข้าเตาอบเพื่อทำปฏิกิริยาต่อที่ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง กรองสารละลาย และล้างตะกอนด้วย 70% เมทานอล ต่อด้วย 70% เอทานอล และในระหว่างที่ล้างทำการปรับค่าพีเอชของสารละลายให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติก นำซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้ไปอบแห้งที่ 60 องศาเซลเซียส

4. การศึกษาสมบัติของซีเอ็มซี

การวิเคราะห์สมบัติซีเอ็มซีที่ผลิตจากเปลือกมะพร้าวอ่อนทำเปรียบเทียบกับซีเอ็มซีการค้า (Carboxymethyl cellulose sodium salt; medium viscosity, Sigma-Aldrich, Finland, ไม่แสดงแหล่งวัตถุดิบ)

4.1 ระดับการแทนที่

ความล้ำเร็จของปฏิกิริยาการเกิดซีเอ็มซีประเมินจากค่าระดับการแทนที่ของหมู่คาร์บอกซีเมทิลในเซลลูโลส หรือ DS ตามมาตรฐาน ASTM D 1439 - 03 ซึ่งมีหลักการคือละลายซีเอ็มซีในกรดไนตริกเข้มข้นเพื่อให้อนุในเตาไปแทนที่หมู่คาร์บอกซีเมทิลในซีเอ็มซีได้เป็นซีเอ็มซีใน

รูปกรด (acid CMC) แล้วทำการล้างกำจัดกรดส่วนเกินออกด้วยเอทานอล แล้วนำไปอบให้แห้ง นำซีเอ็มซีในรูปกรดไปละลายในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.5 นอร์มอล เพื่อเปลี่ยนซีเอ็มซีในรูปกรดให้เป็นซีเอ็มซีเกลือโซเดียมที่ละลายได้ แล้วไทเทรตสารละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเพื่อหาปริมาณ NaOH ที่เหลืออยู่ในสารละลาย คำนวณหาปริมาณ NaOH ที่ทำให้ซีเอ็มซีกลายเป็นเกลือเพื่อหาระดับการแทนที่ของหมู่ฟังก์ชัน (ทำการทดสอบ 3 ซ้ำ)

4.2 ความหนืดปรากฏ

การทดสอบความหนืดปรากฏทำเพื่อประเมินค่าวิทยากระแส (rheology) ของสารละลายซีเอ็มซี ซึ่งมีความสัมพันธ์กับน้ำหนักโมเลกุล การทดสอบทำโดยการเตรียมสารละลายซีเอ็มซีกับน้ำกลั่นที่มีความเข้มข้น 1% (w/v) แล้วทำการวัดความหนืดปรากฏด้วยเครื่อง A&D Sine-wave Vibro Viscometer SV-10 ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส (ทำการทดสอบ 3 ซ้ำ) ทุกการทดลองทำการวิเคราะห์ผลความแตกต่างทางสถิติแบบ ANOVA ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ($P < 0.05$)

ผลการทดลองและวิจารณ์

เมื่อผ่านขั้นตอนการเตรียมเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนแล้ว ผลได้ของเยื่อมีค่าประมาณ 16% ของน้ำหนักเปลือกสด ผลการวิเคราะห์วัตถุดิบด้วย TGA ของเยื่อมะพร้าวอ่อนเริ่มต้นก่อนการสกัด (Table 2) ประกอบด้วย พอลิแซ็กคาไรด์ 45.77% ลิกนิน 33.32% extractives 10.25% ความชื้น 6.20% และเถ้า 2.46% โดยน้ำหนัก พอลิแซ็กคาไรด์ประกอบด้วยเซลลูโลสสายยาว (แอลฟา-เซลลูโลส) และเฮมิเซลลูโลส (คาร์โบไฮเดรตสายสั้นที่ละลายได้ในน้ำหรือ เบต้า-และแกมมา-เซลลูโลส) ซึ่งคิดเป็น 72.0% และ 28.0% ตามลำดับ (Table 3)

สำหรับองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค TGA (Table 2) พบว่า extractives ทั้งหมดในเยื่อถูกกำจัดได้หลังการต้มด้วยตัวทำละลาย ความเข้มข้น เมื่อผ่านการต้มด้วยตัวทำละลายที่มีความเข้มข้น 8 - 10% ปริมาณลิกนินที่ยังมีอยู่ในเยื่อค่อนข้างคงที่ ที่ประมาณ 35% เมื่อเทียบกับปริมาณเริ่มต้น ซึ่งถือว่ากระบวนการนี้ไม่มีผลในการกำจัดลิกนินในเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อน สารละลายค่าที่มีผลในการย่อยสลายพันธะเอสเทอร์และไกลโคซิดิกทำให้เฮมิเซลลูโลสบางส่วนละลายได้ หรือเปลี่ยนโครงสร้างของลิกนิน หรือทำให้เซลลูโลสรวมตัว ดังนั้นความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นของสารละลาย NaOH ทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้มากขึ้น ปริมาณเฮมิเซลลูโลสจึงลดลง ส่วนการกำจัด extractives เป็นผลมาจากการทำปฏิกิริยาซาฟอนนิฟิเคชันระหว่างสารจำพวกไขมัน และสารประกอบฟีนอลในเยื่อกับสารละลายด่าง (Maria et al., 2011)

ในการผลิตซีเอ็มซีที่มีมาตรฐานจำเป็นที่จะต้องวัดวัตถุดิบเป็นเซลลูโลสบริสุทธิ์ หรือแอลฟาเซลลูโลส (Table 3) แสดงผลการวิเคราะห์ของปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส ส่วนที่เป็นเฮมิเซลลูโลส คือเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสรวมกันของเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผ่านการต้มด้วยตัวทำละลาย NaOH ในช่วงความเข้มข้น 4-10% พบปริมาณเซลลูโลสสูงขึ้นจาก 79.14-82.00% โดยน้ำหนัก และปริมาณเฮมิเซลลูโลสลดลงเหลือจาก 20.86-18.00% แสดงว่า กระบวนการต้มด้วยตัวทำละลายสามารถกำจัด

เยื่อเซลลูโลสได้ประมาณ 25-35% และทำให้ได้เซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น

Ndaï และคณะ (2007) ได้รายงานการสกัดแอลกอฮอล์ด้วยสารละลาย NaOH ที่ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH 4-8% สามารถกำจัดเยื่อเซลลูโลสได้ 76% ประสิทธิภาพในการกำจัดเยื่อเซลลูโลสที่แตกต่างกันนี้มาจากองค์ประกอบที่แตกต่างกัน ผู้วิจัยเลือกกระบวนการต้มด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10% เพื่อทำการทดลองในขั้นต่อไป เนื่องจากได้ปริมาณแอลกอฮอล์สูงอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

เมื่อทำการต้มด้วยสารละลาย NaOH เมื่อนำไปทำการกำจัดลิกนินด้วย NaClO_2 จำนวน 1-4 รอบ ได้ร้อยละผลได้รวม ตั้งแต่ 38.76-32.74 โดยน้ำหนัก หลังการวิเคราะห์ด้วย TGA (Table 2) พบว่าปริมาณลิกนินลดลง และอยู่ในช่วง 22.31-17.08% ปริมาณลิกนินที่ลดลงขึ้นอยู่กับจำนวนรอบของการกำจัด อย่างไรก็ตามปริมาณลิกนินที่กำจัดได้มีค่าสูงสุดประมาณ 17% หลังการกำจัด 3 รอบ Browning (1967) รายงานว่า NaClO_2 สามารถเปลี่ยนเป็นคลอรีนไดออกไซด์ไอออนแล้วทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับลิกนิน ส่งผลให้ปริมาณลิกนินจะลดลง Rosa และ

คณะ (2010) รายงานผลการกำจัดลิกนินจากเยื่อเปลือกมะพร้าวแก่ด้วยสารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้น 1% จำนวน 1 และ 4 รอบ ได้ปริมาณลิกนินที่เหลือประมาณ 20 และ 15% ตามลำดับ ซึ่งให้ผลคล้ายกับงานวิจัยนี้ สำหรับผลการกำจัดลิกนินที่มีประสิทธิภาพยิ่งขึ้นแต่มีการใช้กระบวนการและสารเคมีเพิ่มขึ้นจากรายงานของ Khakimova และ Sinyayev (2013) ที่ทำการกำจัดลิกนินจากไม้เนื้อแข็งด้วย ขั้นตอนที่ใช้ประกอบด้วยการใช้สารละลาย H_2O_2 NaOH และ NaClO_2 ตามลำดับ ทำให้ปริมาณลิกนินลดลง 77 % การใช้สารละลาย NaOH ในระหว่างขั้นตอนการกำจัดลิกนินช่วยในการกำจัดผลิตภัณฑ์ของลิกนินที่ถูกออกซิไดซ์และไม่ละลายในน้ำ ทำให้ขั้นตอนการกำจัดลิกนินขั้นต่อไปทำได้ดีขึ้น (Pulp Paper Mill, 2016) จากการทดลองนี้การกำจัดลิกนิน 1 รอบ สามารถกำจัดลิกนินได้ 12.63% ซึ่งเป็นค่าที่มากกว่าการกำจัดลิกนินในรอบ 2-4 รวมกัน ผู้วิจัยได้เลือกสภาวะดังกล่าวไปสังเคราะห์ซีเอ็มซีจากเปลือกมะพร้าวอ่อนต่อไป อย่างไรก็ตามในการผลิตซีเอ็มซีที่มีประสิทธิภาพควรใช้เซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น

Table 2 Cellulose yields and chemical compositions from TGA

Samples	Yield (% dry wt.)	Lignin (% dry wt.)	Polysaccharides (% dry wt.)	Extractives (% dry wt.)
Young coconut flake	n/a	35.32±1.04	45.77±1.35	10.25
Alkaline treatment				
4% NaOH	44.92±0.30	35.23±0.08	53.46±1.16	n/a
8% NaOH	42.67±0.27 ^a	35.00±0.08 ^b	57.32±1.06 ^c	n/a
10% NaOH	42.13±0.47 ^a	34.94±0.12 ^b	56.87±1.44 ^c	n/a
Delignification				
1-time NaClO_2	38.76±0.03	22.31±0.07	68.52±1.02	n/a
2-time NaClO_2	35.36±0.08	19.15±0.09	72.15±1.77	n/a
3-time NaClO_2	34.41±0.07	17.36±0.07	72.41±0.60	n/a
4-time NaClO_2	32.64±0.12	17.08±0.06	72.85±1.06	n/a

^{a, b, c} statistical significance of P < 0.05

n/a is not available.

Table 3 Compositions of polysaccharides in young coconut husk before and after alkaline treatments

Samples	%Alpha-cellulose (% dry wt.)	%Beta- and Gamma-cellulose (% dry wt.)
Young coconut flake	72.00±0.277	28.00±2.201
Alkaline treatment		
4% NaOH	79.14±0.165	20.86±0.095
8% NaOH	80.16±0.231	19.84±0.235
10% NaOH	82.00±0.277	18.00±0.142

ร้อยละผลได้จากการสังเคราะห์ซีเอ็มซี (โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับเซลลูโลสที่เข้า) เท่ากับ 139.7 ค่าความหนืดปรากฏของซีเอ็มซีที่ผลิตได้มีค่าสูงกว่า ซีเอ็มซีการค้า 2.57 เท่า ซีเอ็มซีเปลือกมะพร้าวอ่อนมีค่า DS

เท่ากับ 0.81 มากกว่าซีเอ็มซีการค้าที่มีค่า DS เท่ากับ 0.73 (Table 4) ความหนืดปรากฏที่แตกต่างกันแสดงถึงความแตกต่างของมวลโมเลกุลของวัสดุที่ใช้ในการสังเคราะห์ ค่า DS ที่สูงของซีเอ็มซีเปลือกมะพร้าว

อ่อนแสดงปฏิกิริยาการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลด้วยหมู่คาร์บอกซิเมทิลต่อหน่วยโมเลกุลกลูโคสมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับกรดคาร์คามีรายงานว่าค่า DS มีผลกระทบกับมวลโมเลกุลของซีเอ็มซีและความหนืดปรากฏ Rachtanapun และคณะ (2012) ทำการสังเคราะห์ซีเอ็มซีจากเปลือกทุเรียน โดยพบว่าเมื่อค่าความหนืดปรากฏของสารละลายซีเอ็มซีความเข้มข้น 4% (ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส) เพิ่มขึ้นจากประมาณ 450 เซนติพอยส์ เป็น 1700 เซนติพอยส์ เมื่อค่า DS เพิ่มขึ้นจากประมาณ 0.56 เป็น 0.87

Table 4 Apparent viscosities and DS of young coconut CMC and commercial grade CMC

Samples	Yield (% dry wt.)	Apparent Viscosity (cP)	DS*
Young coconut CMC	139.7	147±0.6	0.81±0.005
Commercial grade CMC (medium viscosity)	n/a	57.1±0.1	0.73±0.024
Commercial grade CMC (high viscosity)**	n/a	1,500 – 3,000	0.65-0.90

* Carboxymethyl group per anhydroglucose unit.

** Sigma-Aldrich (2016). n/a is not available.

สรุป

วิธีการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผู้วิจัยเลือกใช้ประกอบด้วยขั้นตอนการต้มด้วยด่าง NaOH ความเข้มข้น 10% ต่อด้วยการกำจัดลิกนินด้วยสารละลาย NaClO₂ ความเข้มข้น 1% เยื่อที่ได้มีผลได้ 39% โดยน้ำหนัก และประกอบด้วย ลิกนิน 22% ความชื้น 6% เถ้า 3% และพอลิแซ็กคาไรด์ 69% ในพอลิแซ็กคาไรด์ประกอบด้วยเซลลูโลส 82% และเฮมิเซลลูโลส 18% การผลิตซีเอ็มซีจากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนมีผลได้ 140% และมีค่า DS 0.8 อย่างไรก็ตามปริมาณลิกนิน 22% ที่เจือปนอยู่ในเซลลูโลสที่สกัดได้ทำให้จำเป็นต้องปรับปรุงกระบวนการเพื่อให้ได้ซีเอ็มซีที่มีคุณภาพดีขึ้นเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมเภสัชภัณฑ์ต่อไป

เอกสารอ้างอิง

- Adinugraha, M.P., Marseno, D.W. and Haryadi. 2005. Synthesis and characterization of sodium carboxymethylcellulose from cavendish banana pseudostem (*Musa cavendishii* LAMBERT). Carbohydrate Polymers 62: 164-169.
- Ambjörnsson, H.A., Schenzel, K. and Germgård, U. 2013. Carboxymethyl cellulose produced at different mercerization conditions and characterized by NIR FT Raman spectroscopy in combination with multivariate analytical methods. BioResources 8: 1918-1932.

- ASTM International. 2003. ASTM D 1439 - 03: Standard test methods for sodium carboxymethylcellulose. Available from: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D1439-15> [accessed on 15 September 2015].
- Borsa, J. and Racz, I. 1995. Carboxymethylcellulose of fibrous character-a survey. Cellulose Chemistry and Technology 29: 657-663.
- Browning, B.L. 1967. Cellulose Isolation and determination. In Methods of Wood Chemistry. (eds.) Vol. II, pp.387-414. New York: Interscience Publishers.
- Heinze, T. and Koschella, A. 2005. Carboxymethyl ethers of cellulose and starch - A Review. Macromolecular Symposia 223: 13-40.
- Khakimova, F.K. and Sinyaev, K.A. 2013. Hydrogen peroxide and sodium chlorite ECF bleaching of sulphate hardwood pulp. World Applied Sciences Journal 22: 23-27.
- Pulp Paper Mill. 2016. Alkaline extraction stage for pulp bleaching. Available from: <http://www.pulppapermill.com/alkaline-extraction-stage-for-pulp-bleaching> [accessed on 20 August 2016].
- Rachtanapun, P., Luangkamin, S., Tanprasert, K. and Suriyatem, R. 2012. Carboxymethyl cellulose film from durian rind. LWT - Food Science and Technology 48: 52-58.
- Rosa, M. F., Medeiros, E. S., Malmonge, J. A., Gregorski, K. S., Wood, D. F., Mattoso, L. H. C., Glenn, G., Orts, W. J. and Imam, S. H. 2010. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. Carbohydrate Polymers 81: 83-92.
- Sigma-Aldrich. C5013 SIGMA Carboxymethylcellulose sodium salt High viscosity. Available from: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/c5013?lang=en®ion=TH> [accessed on 20 August 2016].
- Sun, R.C. and Tomkinson, J. 2000. Essential guides for isolation /purification of polysaccharides. In Encyclopedia of Separation Science, pp. 4568-4574. Bangor: Academic Press.
- Technical Association of the Pulp and Paper Industry. 1999. TAPPI T 203 cm-99: Alpha-, beta- and gamma- cellulose in pulp. Available from: <https://www.researchgate.net/file.PostFileLoader.html?id=55695a>