



รายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการย่อยที่ 1

โครงการ “การผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อย

โดย

ผศ. ดร. ประกิต สุขไย

มีนาคม 2561

สัญญาเลขที่ RDG61T0068

รายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการย่อยที่ 1

การผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูลอสจากชานอ้อย

โดย

ผศ. ดร. ประกิต สุขไย

ภาควิชาเทคโนโลยีชีวภาพ คณะอุตสาหกรรมเกษตร

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

มีนาคม 2561

บทสรุปผู้บริหาร

อุตสาหกรรมอ้อยและน้ำตาลเป็นหนึ่งในอุตสาหกรรมที่ทำรายได้ให้กับประเทศไทยปีละกว่า 100,000 ล้านบาท ซึ่งมีความสำคัญกับเศรษฐกิจของประเทศไทยเป็นอย่างมาก ส่งผลให้ปริมาณของเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมผลิตน้ำตาลทรายจากโรงงานทั่วประเทศเพิ่มสูงขึ้นเช่นกัน ปัจจุบันมีขานอ้อยเหลือทิ้งมากถึงประมาณปีละ 34 ล้านตัน การใช้ประโยชน์จากขานอ้อยในปัจจุบันยังไม่สามารถเพิ่มมูลค่าและดึงศักยภาพของขานอ้อยออกมาได้ทั้งหมด จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของขานอ้อย พบว่า มีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบ ประมาณร้อยละ 30-50 (ปริมาณเซลลูโลสขึ้นกับชนิดและสายพันธุ์ของอ้อย และวิธีการสกัด) เมื่อศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างของเซลลูโลสคือน้ำตาลกลูโคสที่ต่อกันด้วยพันธะเบต้า 1,4 ไกลโคซิดิก (glycosidic linkages) ต่อกันเป็นสายตรง (linear homopolysaccharides) โดยแต่ละสายของเซลลูโลสเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bonding) ระหว่างหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl groups) ส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพที่ดี เช่น มีความแข็งแรงสูง มีความยืดหยุ่นสูง นอกจากนี้สายโมเลกุลของเซลลูโลสจะมีหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับสารประกอบอื่นได้ง่าย ส่งผลให้สามารถสร้างอนุพันธ์ของเซลลูโลส (cellulose derivatives) ต่างๆ ได้

การประยุกต์ใช้เซลลูโลสในระดับอุตสาหกรรม อาจมีปรับปรุงคุณสมบัติเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานมากขึ้น โดยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Microcrystalline cellulose, MCC) เป็นเซลลูโลสรูปแบบหนึ่งที่ได้จากการลดขนาดของเซลลูโลสให้มีขนาดเล็กลง ปัจจุบันมีการนำไปใช้ประโยชน์ทั้งในอุตสาหกรรมยาและกลุ่มอุตสาหกรรมอาหาร ดังนั้นการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสนอกจากเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับอุตสาหกรรม แล้วยังเป็นการศึกษาที่สามารถใช้เป็นต้นแบบกับวัสดุเหลือทิ้งหรือผลพลอยได้ประเภทลิกโนเซลลูโลสอื่นๆ และช่วยการลดการนำเข้าผลิตภัณฑ์ในกลุ่มของเซลลูโลสและอนุพันธ์อื่นๆ

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากขานอ้อย โดยในขั้นตอนการสกัดเซลลูโลสจากขานอ้อย ใช้การปรับสภาพด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำ และฟอกขาวด้วยสารละลายเบสเพื่อกำจัดสารแทรกและองค์ประกอบอื่นๆที่ไม่ต้องการ จากผลองค์ประกอบทางเคมี พบว่า ตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการสกัด มีเซลลูโลสสูงถึงร้อยละ 86 โดยน้ำหนัก และผลโครงสร้างทางเคมีจากเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี และค่าความเป็นผลึก ยังยืนยันการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลส

ออกไประหว่างกระบวนการ เพื่อให้ได้เซลล์โอสที่มีความบริสุทธิ์ จากนั้นศึกษาเตรียมไมโครคริสตัลไลน์ เซลล์โอส ที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ จากผลการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เวลา 90 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลล์โอส โดยยังคงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซลล์โอส และมีค่าดัชนีความเป็นผลึก สูงขึ้นเป็นร้อยละ 64 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดขนาดไมโครคริสตัลไลน์เซลล์โอสได้อยู่ในช่วงไมโครเมตร และ ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างอยู่ที่ 309 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์คุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลล์โอสที่มาตรฐานกำหนดไว้ สามารถสรุปได้ว่าซานอ้อยมีความสามารถในการเป็นแหล่งผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลล์โอส และมีคุณสมบัติเทียบเท่ากับไมโครคริสตัลไลน์เซลล์โอสในท้องตลาด

บทคัดย่อ

ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในหลากหลายอุตสาหกรรมทั้ง อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมยา โดยเฉพาะอย่างยิ่งเป็นสารเพิ่มความข้นหนืดและสารทดแทนไขมันในอุตสาหกรรมอาหาร ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถผลิตได้จากวัสดุประเภทลิกโนเซลลูโลส ส่วนมากคือวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ชานอ้อยเป็นหนึ่งในวัสดุเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมผลิตน้ำตาล ซึ่งได้มาหลังจากกระบวนการคั้นน้ำอ้อย ในงานวิจัยนี้ศึกษาเกี่ยวกับการนำชานอ้อยมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยผ่านกระบวนการปรับสภาพด้วยการระเหยไอน้ำ การฟอกขาว และหาสภาวะที่เหมาะสมของขั้นตอนการย่อยด้วยกรด จากนั้นศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยในขั้นตอนการสกัดเซลลูโลส ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตามลำดับ ซึ่งสามารถยืนยันการกำจัดเอมิเซลลูโลสและลิกนินเพื่อให้ได้เซลลูโลสบริสุทธิ์ หลังจากนั้นย่อยเซลลูโลสด้วยกรดที่สภาวะต่างๆ พบว่าที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เวลา 90 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ได้ค่าดัชนีความเป็นผลึกเท่ากับร้อยละ 64 และค่าระดับขั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างอยู่ที่ 309 จากผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิในขั้นตอนการย่อยด้วยกรดเป็นปัจจัยที่สำคัญต่อการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อย นอกจากนั้นยังระบุได้ว่า ชานอ้อยมีศักยภาพในการเป็นวัตถุดิบในการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ที่คุณสมบัติเทียบเท่ากับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า

คำสำคัญ: ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส, ชานอ้อย, กระบวนการสกัด, เซลลูโลส

Abstract

Microcrystalline cellulose (MCC) has been used for various applications in cosmetics, pharmaceutical, and especially as thickeners and low-fat products in food applications. MCC can be isolated from various lignocellulosic materials, mainly agricultural residues. Sugarcane bagasse (SCB) is one of the largest cellulosic agro-industrial by-products which is a fibrous residue remains after crushing sugarcane. In this study, SCB was used as raw material for isolating MCC using steam explosion, bleaching and acid hydrolysis. The different temperature of acid hydrolysis was investigated. The change of chemical structure and surface morphology of each fiber during cellulose extraction processes were studied by Fourier transform infrared spectroscopy and scanning electron microscopy, respectively, which confirmed the removal of hemicellulose and lignin. After acid hydrolysis at different temperatures, the hydrolysis condition at 85 °C for 90 mins exhibited the highest crystallinity index at 64.76% with DP approximately 309. It can be concluded that the hydrolysis temperature is one of the important factors for isolating MCC from SCB. In addition, the results indicated that SCB is a potential raw material to prepare MCC that has properties similar to commercial MCC.

Keywords: Microcrystalline cellulose, Sugarcane bagasse, Extraction, Cellulose

สารบัญ

	หน้า
บทสรุปผู้บริหาร	
บทคัดย่อ (ไทย-อังกฤษ)	
สารบัญ	ก
สารบัญตาราง	ข
สารบัญภาพ	ค
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	3
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทบทวนเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	15
บทที่ 4 ผลการศึกษาและอภิปรายผล	18
บทที่ 5 สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ	48
เอกสารอ้างอิง	49

สารบัญตาราง

หน้าที่

ตารางที่ 1	วิธีการเตรียมเซลลูโลสและไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากแหล่งต่างๆ	10
ตารางที่ 2	องค์ประกอบทางเคมีของชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ	19
ตารางที่ 3	ค่าความขาว (Whiteness index (WI)) ของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ	20
ตารางที่ 4	ค่าดัชนีความเป็นผลึก (crystallinity index; CrI) ของเส้นใยในแต่ละขั้นตอนการสกัด	26
ตารางที่ 5	ค่าดัชนีความเป็นผลึกของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ	32
ตารางที่ 6	ค่าเฉลี่ยขนาด (ไมโครเมตร) ของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากสภาวะต่างๆ	41
ตารางที่ 7	ค่าระดับขั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างเซลลูโลส ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า และตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สภาวะ 85 องศาเซลเซียส	42
ตารางที่ 8	แสดงร้อยละผลได้ของตัวอย่างเส้นใยแต่ละขั้นตอน	44
ตารางที่ 9	เปรียบเทียบการผลิต	45
ตารางที่ 10	ราคาวัตถุดิบที่ใช้การผลิตต่อหน่วย	45
ตารางที่ 11	ราคาวัตถุดิบต่อการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 35.47 กรัม	46
ตารางที่ 12	ราคาต้นทุนในการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสต่อกรัม	46
ตารางที่ 13	ราคาต้นทุนในการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสต่อปี	47

สารบัญภาพ

หน้าที่

ภาพที่ 1	การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสในโครงสร้างส่วนนอก (S1) ส่วนกลาง (S2) และส่วนใน (S3) ในผนังเซลล์ทุติยภูมิ(secondary cell wall) ของชานอ้อยโดยประกอบด้วย เซลลูโลสประมาณ 40% เฮมิเซลลูโลสประมาณ 24% และลิกนินประมาณ 25%	6
ภาพที่ 2	ลักษณะโครงสร้างของเซลลูโลส และหน่วยย่อย β -D-glucopyranose ที่ต่อกันด้วยพันธะ β -1,4 glycosidic ระหว่างคาร์บอนตำแหน่งที่ 1 ของหน่วยย่อย β -D-glucopyranose กับ คาร์บอนตำแหน่งที่ 4 ของหน่วยย่อยถัดไป	7
ภาพที่ 3	โครงสร้างและพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุล (intermolecular) และภายในโมเลกุล (intramolecular) ของเซลลูโลส	8
ภาพที่ 4	ภาพถ่ายเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด; (a) Avicel PH-101 และ (b) Avicel PH-102	11
ภาพที่ 5	สเปกตรัม FTIR ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากแหล่งต่างๆ เปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า	13
ภาพที่ 6	รูปแบบดิฟแฟรกชันของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากแหล่งต่างๆ เปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า	13
ภาพที่ 7	ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ; (a) เส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด (b) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการเปิดด้วยไอน้ำ และ (c) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว	20
ภาพที่ 8	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM); (a) เส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด (b) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการเปิดด้วยไอน้ำ และ (c) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว	22

สารบัญภาพ (ต่อ)

		หน้าที่
ภาพที่ 9	สเปกตรัม FTIR ของ (a) SCB , (b) SE-SCB และ (c) SE-SCB-B	24
ภาพที่ 10	รูปแบบดิฟแฟรกชันของ (a) SCB, (b) SE-SCB และ (c) SE-SCB-B	26
ภาพที่ 11	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที	30
ภาพที่ 12	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที	30
ภาพที่ 13	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที	31
ภาพที่ 14	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที	31
ภาพที่ 15	ภาพจำลองผลของกระบวนการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยวิธีการย่อยด้วยกรด	33
ภาพที่ 16	ภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที (Scale bar เท่ากับ 500 ไมโครเมตร)	37

สารบัญภาพ (ต่อ)

		หน้าที่
ภาพที่ 17	ภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที (Scale bar เท่ากับ 500 ไมโครเมตร)	38
ภาพที่ 18	ภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที (Scale bar เท่ากับ 500 ไมโครเมตร)	39
ภาพที่ 19	ภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที (Scale bar เท่ากับ 500 ไมโครเมตร)	40
ภาพที่ 20	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้าประเภทต่างๆ ที่กำลังขยายเดียวกัน scale bar 100 ไมโครเมตร	41

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการ

อุตสาหกรรมอ้อยและน้ำตาลเป็นอุตสาหกรรมที่สำคัญของประเทศไทย และได้รับการสนับสนุนจากภาครัฐทั้งด้านกฎหมายและนโยบาย เพื่อผลักดันอุตสาหกรรมอ้อยและน้ำตาลของไทยให้สามารถทัดเทียมในระดับสากล โดยอุตสาหกรรมอ้อยและน้ำตาลเป็นหนึ่งในอุตสาหกรรมที่ทำรายได้ให้กับประเทศไทยปีละกว่า 100,000 ล้านบาท ซึ่งมีความสำคัญกับเศรษฐกิจของประเทศไทยเป็นอย่างมาก โดยปริมาณผลผลิตอ้อยของประเทศไทยโดยเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 92.95 ล้านตันในปี 2559/2560 และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นมากกว่า 100 ล้านตันในฤดูกาลที่จะถึง โดยปัจจุบันภาครัฐ พยายามส่งเสริมเกษตรกรรมเกี่ยวกับอ้อย เช่น ส่งเสริมการขยายพื้นที่เพาะปลูกอ้อย การพัฒนาพันธุ์อ้อย รวมไปถึงพยายามศึกษาและปรับปรุงกระบวนการผลิตน้ำตาลทรายดิบในโรงงาน เพื่อให้สามารถผลิตน้ำตาลทรายจากอ้อยได้อย่างมีประสิทธิภาพมากที่สุด ทั้งนี้การส่งเสริมด้านต่างๆเกี่ยวกับอ้อยนั้น เพื่อตอบสนองต่อความต้องการบริโภคน้ำตาลในประเทศรวมถึงการส่งออกที่เพิ่มสูงขึ้น ทำให้การปลูกอ้อยรวมไปถึงการผลิตน้ำตาลทรายจากอ้อยเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้ปริมาณของเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมผลิตน้ำตาลทรายจากโรงงานทั่วประเทศเพิ่มสูงขึ้นเช่นกัน เช่น กากน้ำตาล (molasses) กากตะกอน (filter cake) และชานอ้อย (sugarcane bagasse) เป็นต้น โดยอ้อย 1 ตัน สามารถผลิตน้ำตาลได้ 100-120 กิโลกรัม และได้ชานอ้อยเป็นผลพลอยได้ประมาณ 370 กิโลกรัม ดังนั้นหากมีผลผลิตอ้อยปีละ 92.95 ล้านตัน จะมีชานอ้อยมากถึงประมาณปีละ 34 ล้านตัน

ชานอ้อยจะถูกนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับเตาหม้อไอน้ำเพื่อผลิตพลังงานไอน้ำใช้ในกระบวนการผลิตน้ำตาล อย่างไรก็ตาม ในปัจจุบันมีการศึกษาการใช้ประโยชน์จากชานอ้อยเพื่อเพิ่มมูลค่าของชานอ้อยในหลากหลายประเภท เช่น ผลิตปาร์ติเกิลบอร์ด ผลิตเอทานอล ผลิตเยื่อกระดาษ เป็นต้น จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของชานอ้อย พบว่า ประกอบด้วยเซลลูโลส ประมาณร้อยละ 30-50 (ปริมาณเซลลูโลสขึ้นกับชนิดและสายพันธุ์ของอ้อย และวิธีการสกัด) ดังนั้นชานอ้อยจึงเป็นแหล่งของเซลลูโลสที่มีปริมาณมาก หาได้ง่ายและราคาถูกที่น่าสนใจแหล่งหนึ่ง จากเหตุผลดังกล่าว ทำให้เกิดความสนใจในการใช้ประโยชน์ของเซลลูโลสจากชานอ้อยเพิ่มมากขึ้น (Sun *et al.*, 2004; Mandal & Chakrabarty, 2011; Rocha, *et al.*, 2012)

เซลลูโลสเป็นหนึ่งในพอลิเมอร์ที่พบมากในธรรมชาติ โดยเป็นองค์ประกอบหลักของผนังเซลล์ของพืช หน่วยย่อยของเซลลูโลสคือน้ำตาลกลูโคสที่ต่อกันด้วยพันธะเบต้า 1,4 ไกลโคซิดิก (glycosidic

linkages) ต่อกันเป็นสายตรง (linear homopolysaccharides) โดยแต่ละสายของเซลลูโลสเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bonding) ระหว่างหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl groups) จากลักษณะโครงสร้างของเซลลูโลส ส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพที่ดี เช่น มีความแข็งแรงสูง มีความยืดหยุ่นสูง นอกจากนี้สายโมเลกุลของเซลลูโลสจะมีหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับสารประกอบอื่นได้ง่าย ส่งผลให้สามารถสร้างอนุพันธ์ของเซลลูโลส (cellulose derivatives) ต่างๆได้ และสามารถประยุกต์ใช้เซลลูโลสได้หลากหลาย เช่น ใช้เป็นดูดซับและปลดปล่อยยา ใช้เป็นสารตัวเติม (filler) ในพอลิเมอร์ เพื่อเพิ่มความแข็งแรงและยืดหยุ่น ใช้ผลิตเมมเบรนนำไฟฟ้า ใช้เป็นสารทดแทนไขมันในผลิตภัณฑ์ไส้กรอก และลูกชิ้น ใช้เป็นสารให้ความคงตัวในผลิตภัณฑ์เครื่องดื่ม เป็นต้น นอกจากนี้การศึกษาและวิจัยเพื่อต่อยอดการใช้ประโยชน์จากเซลลูโลสนั้นมีความสำคัญด้วยเช่นกัน การปรับแต่งโครงสร้างทางกายภาพหรือโครงสร้างเคมีของเซลลูโลสเป็นวิธีที่สามารถต่อยอดการใช้ประโยชน์ของเซลลูโลสได้เพื่อให้เซลลูโลสนั้นสามารถประยุกต์ใช้ได้หลากหลาย และสามารถเพิ่มมูลค่าให้กับเซลลูโลสดังกล่าวด้วยเช่นกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การลดขนาดของเซลลูโลสที่สกัดได้ให้เป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส อีกทั้งยังสามารถเพิ่มมูลค่าของเซลลูโลสจากขานอ้อยด้วยการเตรียมเป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สามารถประยุกต์ใช้งานได้มากกว่า

ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Microcrystalline cellulose, MCC) เป็นเซลลูโลสรูปแบบหนึ่งที่ได้จากการลดขนาดของเซลลูโลสให้มีขนาดเล็กลง ประเทศไทยมีการนำเข้าผลิตภัณฑ์ประเภทเซลลูโลสและอนุพันธ์ของเซลลูโลสจากต่างประเทศรวม 31 ประเทศปีละ 861 ล้านบาท โดยเริ่มมีการใช้ประโยชน์จากเซลลูโลสและไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสเป็นวัสดุเจือปน (food additives) ในอุตสาหกรรมอาหารมากขึ้นเป็นลำดับ เช่น ใช้เป็น emulsifier ช่วยทำให้อิมัลชันคงตัวในผลิตภัณฑ์เบเกอรี่ ไอศกรีม ใช้เป็นสารทดแทนไขมัน (fat replacer) ในอุตสาหกรรมไส้กรอก ลูกชิ้น สารช่วยในการคงตัว (stabilizing agent) ในน้ำผลไม้ สารลดการดูดความชื้น ป้องกันการเกาะตัวเป็นก้อน (anticaking agent) ในผลิตภัณฑ์อาหารผงหรือใช้เป็นสารตัวเติมในการขึ้นรูปเม็ดยาในอุตสาหกรรมยา ดังนั้นการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสนอกจากเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับอุตสาหกรรมแล้วยังเป็นการศึกษาที่สามารถใช้เป็นต้นแบบกับวัสดุเหลือทิ้งหรือผลพลอยได้ประเภทลิกโนเซลลูโลสอื่นๆ และช่วยการลดการนำเข้าผลิตภัณฑ์ในกลุ่มของเซลลูโลสและอนุพันธ์อื่นๆ ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสมีแนวโน้มการเติบโตเฉลี่ยประมาณร้อยละ 7.2 ในช่วงปี ค.ศ. 2015 – 2020 โดยกลุ่มลูกค้าเป้าหมายของผลิตภัณฑ์สามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ได้แก่ กลุ่มอุตสาหกรรมยาและกลุ่มอุตสาหกรรมอาหาร ส่วนของกลุ่มอุตสาหกรรมยาที่เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าสูง ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจะมีบทบาทในด้านการเป็นสารตัวเติมในการขึ้นรูปเม็ดยา และในด้านกลุ่มของอุตสาหกรรมอาหารนั้นซึ่งไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสมีบทบาทอย่างมาก โดยมีการใช้ไมโคร

คริสตัลไลน์เซลลูโลสในการเป็นส่วนผสมที่สามารถปรับปรุงคุณสมบัติหรือรักษาสภาพของอาหารในกระบวนการผลิต รวมไปถึงสามารถทำให้กระบวนการผลิตอาหารมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น อีกทั้งสามารถตอบสนองความต้องการของลูกค้าด้านอาหารเพื่อสุขภาพที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง (ในแง่ของการใช้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทดแทนการใช้ไขมันในอาหาร) ยกตัวอย่างผลิตภัณฑ์อาหารที่มีการใช้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ได้แก่ ผลิตภัณฑ์ไอศกรีม ผลิตภัณฑ์อาหารแช่แข็ง ผลิตภัณฑ์เบเกอรี่ ผลิตภัณฑ์ลูกชิ้นและไส้กรอก ผลิตภัณฑ์จำพวกเส้นพาสต้า เป็นต้น

ดังนั้น งานวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อย และศึกษาหาผลของกระบวนการสกัดต่อคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ และศึกษาการใช้ประโยชน์จากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ในด้านอุตสาหกรรมอาหาร โดยใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์ไส้กรอกเพื่อใช้เป็นสารทดแทนไขมัน และใช้เป็นฟิล์มที่บิโภาคได้โดยใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ของผลิตภัณฑ์ไส้กรอก

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1) ศึกษาผลของกระบวนการสกัดไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อยต่อปริมาณร้อยละผลได้และคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส
- 2) ศึกษาคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สกัดได้โดยเปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการศึกษาการเพิ่มมูลค่าการใช้ประโยชน์จากชานอ้อยโดยการคัดแยกเซลลูโลสและไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยขอบเขตของงานวิจัยนี้คือ ศึกษาการวิธีการคัดแยกไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อยด้วยวิธีทางกลร่วมกับทางเคมี พร้อมทั้งวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมี และทางกายภาพของเซลลูโลสที่เตรียมได้

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) โรงงานน้ำตาลได้ทราบถึงการใช้ประโยชน์ชานอ้อยในรูปแบบเซลลูโลสที่มีขนาดระดับไมโครเมตร เป็นการแสดงให้เห็นถึงการใช้ประโยชน์ของชานอ้อยอีกวิธีหนึ่งที่มีมูลค่าสูงขึ้น โดยเฉพาะการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร

2) ทราบถึงศักยภาพของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร โดยใช้เป็นส่วนผสมในไส้กรอกเพื่อเป็นสารทดแทนไขมันในไส้กรอก และการทำเป็นฟิล์มที่บริโภคได้

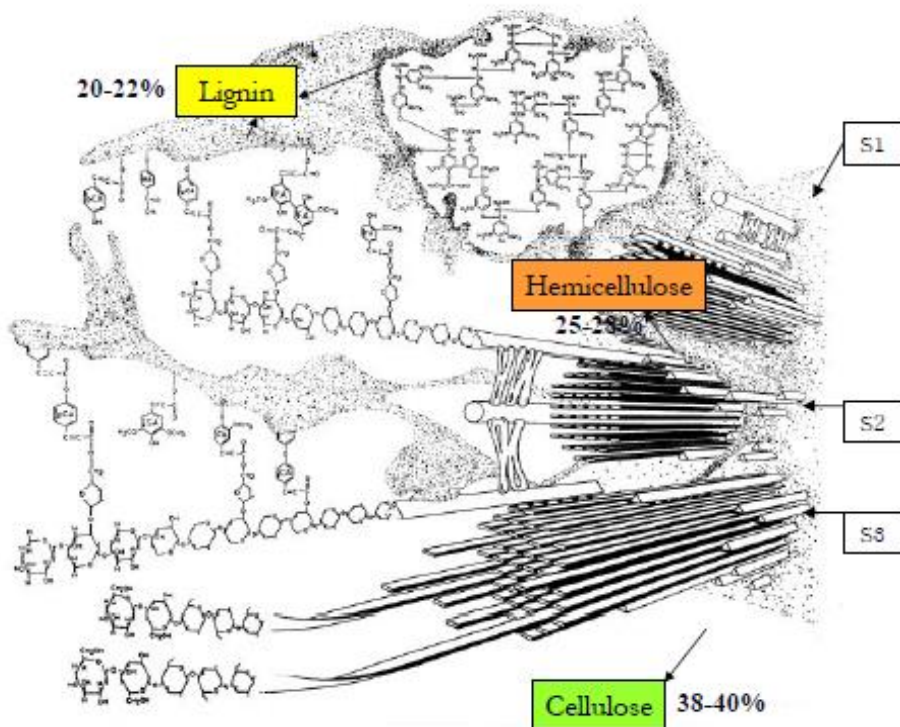
3) เป็นต้นแบบให้กับอุตสาหกรรมอื่นๆที่มีวัสดุเหลือทิ้งประเภทลิกโนเซลลูโลส ได้ทราบถึงการใช้ประโยชน์ของเซลลูโลสที่สามารถสกัดได้จากวัสดุดังกล่าวในแง่มุมที่หลากหลายและทำให้โรงงานน้ำตาลได้ตระหนักถึงความสำคัญของงานวิจัยและพัฒนามากขึ้น

บทที่ 2 ทบทวนเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. เซลลูโลส (Cellulose)

พืชในธรรมชาติโดยทั่วไป ส่วนประกอบหลักของผนังเซลล์ คือ เซลลูโลส (cellulose) โดยโครงข่ายของผนังเซลล์พืชจะประกอบด้วยเซลลูโลส (cellulose), เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) และลิกนิน (lignin) รวมเรียกว่า ลิกโนเซลลูโลส (lignocellulose) (Yu *et al.*, 2005; Zuluaga *et al.*, 2009) และอาจจะมีสารประเภทอื่นประกอบแทรกอยู่ด้วย เช่น ไคติน (chitin) แมนแนน (mannan) โดยส่วนประกอบที่กล่าวมาจะมีปริมาณมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับชนิดของพืช เช่น ไม้เนื้อแข็ง (hardwoods) ไม้เนื้ออ่อน (softwood) และของเหลือทิ้งทางการเกษตร (agricultural residues) นอกจากนี้ยังขึ้นอยู่กับโครงสร้างผนังเซลล์ ทั้งผนังเซลล์ปฐมภูมิ (primary cell wall) และ ผนังเซลล์ทุติยภูมิ (secondary cell wall) อายุ และแหล่งของพืชนั้นๆ ในธรรมชาติ (Chundawat *et al.*, 2011) ตัวอย่างเช่น เซลลูโลสในโครงสร้างผนังเซลล์ปฐมภูมิ (primary cell wall) ประกอบด้วยกลูโคสยาวประมาณ 2,000 โมเลกุล และไมต่ำกว่า 14,000 โมเลกุลในโครงสร้างผนังเซลล์ทุติยภูมิ (secondary cell wall) โดยโมเลกุลของเซลลูโลสจะเกาะกันเป็นคู่ตามยาวและเรียงขนานกันเป็นกลุ่ม 40 คู่ เรียกว่าไมโครไฟบริล (microfibril) เพื่อให้ความแข็งแรงกับผนังเซลล์ของพืช (Fan *et al.*, 1987)

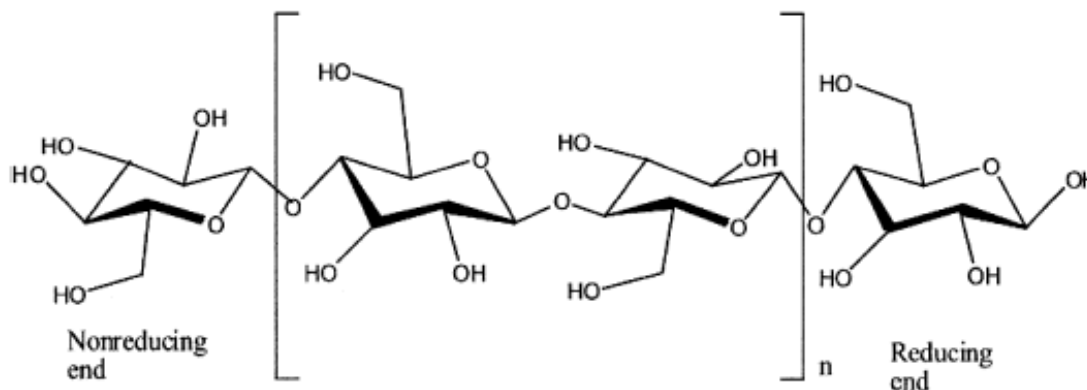
ภาพที่ 1 แสดงองค์ประกอบหลักของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินในวัสดุประเภทลิกโนเซลลูโลสในชั้นโครงสร้างผนังเซลล์ทุติยภูมิ (secondary cell wall) ของขานอ้อยซึ่งประกอบด้วยเซลลูโลสประมาณร้อยละ 40 เฮมิเซลลูโลสประมาณร้อยละ 24 และลิกนินประมาณร้อยละ 25 โดยผนังเซลล์ชั้นทุติยภูมิ ประกอบด้วย 3 ส่วน คือ ส่วนนอก (S1) ส่วนกลาง (S2) และส่วนใน (S3) ซึ่งโมเลกุลของเซลลูโลสในเนื้อเยื่อชั้น S1 และ S3 มีส่วนที่มีความเป็นระเบียบน้อยกว่า เรียกว่า ส่วนอสัณฐาน (amorphous cellulose) และมีเฮมิเซลลูโลสในปริมาณมาก ส่วนชั้นเนื้อเยื่อ S2 โมเลกุลของเซลลูโลสจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ เรียกว่า ส่วนโครงสร้างผลึก (crystalline cellulose) (Bidlack *et al.*, 1992)



ภาพที่ 1 การจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสในโครงสร้างส่วนนอก (S1) ส่วนกลาง (S2) และส่วนใน (S3) ในผนังเซลล์ทุติยภูมิ (secondary cell wall) ของชานอ้อยโดยประกอบด้วย เซลลูโลส ประมาณ 40% เฮมิเซลลูโลสประมาณ 24% และลิกนินประมาณ 25%

ที่มา: Lee (2005)

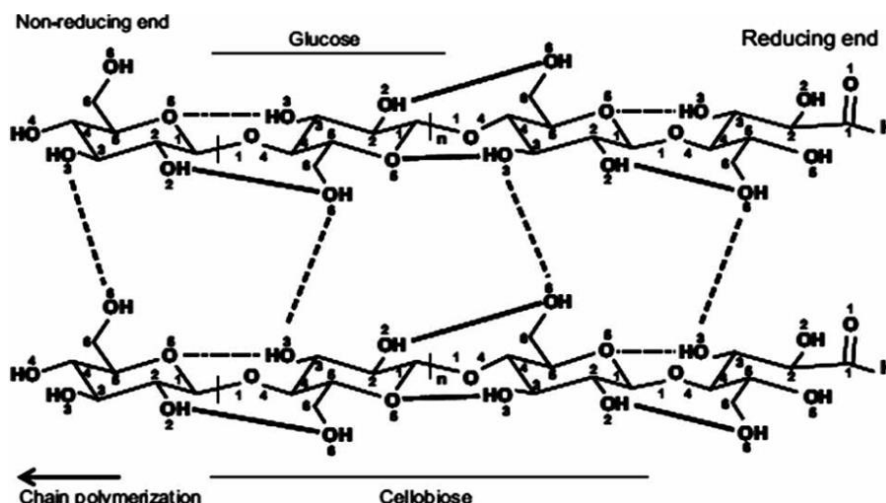
ด้านโครงสร้างทางเคมี เซลลูโลสเป็นโฮโมพอลิแซ็กคาไรด์ (homopolysaccharides) มีสูตรโมเลกุลเป็น $C_6H_{10}O_5$ โครงสร้างของโมเลกุลมีสายตรงไม่มีกิ่งก้านสาขา ประกอบด้วยหน่วยดี-กลูโคไพราโนส (D-glucopyranose Unit) เชื่อมต่อกันด้วยพันธะเบตา 1,4 ไกลโคซิดิกต่อกันเป็นสายยาวตรง (Abdul Khalil *et al.*, 2012; Siqueira *et al.*, 2010) ดังแสดงในภาพที่ 2 คาร์บอนตำแหน่งที่ 1 ของกลูโคสโมเลกุลแรกเชื่อมต่อกับคาร์บอนตำแหน่งที่ 4 ของกลูโคสโมเลกุลถัดไป แต่ละโมเลกุลของกลูโคสจะทำมุม 180 องศา กับโมเลกุลของกลูโคสข้างๆ ด้วยพันธะไกลโคซิดิกและต่อกันจนมีลักษณะเป็นโซ่ยาว เรียกว่า กลูแคน (glucan) ช่วงของการต่อกันของ 2 โมเลกุลจะเรียกว่า เซลโลไบโอส (cellobiose) จนได้เซลลูโลสที่มีระดับการเกิดพอลิเมอร์ (degree of polymerization; DP) ประมาณ 1,000-10,000 ขึ้นอยู่กับชนิดของพืช (Deepa *et al.*, 2011)



ภาพที่ 2 ลักษณะโครงสร้างของเซลลูโลส และหน่วยย่อย β -D-glucopyranose ที่ต่อกันด้วยพันธะ β -1,4 glycosidic ระหว่างคาร์บอนตำแหน่งที่ 1 ของหน่วยย่อย β -D-glucopyranose กับคาร์บอนตำแหน่งที่ 4 ของหน่วยย่อยถัดไป

ที่มา: Zhang and Lynd (2004)

โมเลกุลของกลูโคสในสายเซลลูโลสประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ณ ตำแหน่งคาร์บอนที่ 2, 3 และ 6 ที่ปลายสายของสายเซลลูโลสทั้งสองด้านมีความแตกต่างกัน โดยปลายสายด้าน C-1 เป็นปลายสายที่มีหมู่อัลดีไฮด์ (aldehyde group) ซึ่งมีคุณสมบัติรีดิวซ์ (reducing activity) ในขณะที่ปลายสายอีกด้านหนึ่ง คือ ปลาย C-4 เป็นปลายสายที่มีหมู่ -OH เป็นหมู่แอลกอฮอล์ เรียกว่า non-reducing end โดยหมู่ไฮดรอกซิลดังกล่าวจะจับกันด้วยพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุล (intermolecular) และภายในโมเลกุล (intramolecular) ของเซลลูโลสดังแสดงในภาพที่ 3 ลักษณะโครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลสดังกล่าว ส่งผลให้เซลลูโลสมีคุณสมบัติเป็นสารที่ชอบน้ำ (hydrophilic) แต่ไม่ละลายน้ำ ดูดซับน้ำได้ดี (absorption) พองตัว (swelling) ไม่ละลายในสารละลายกรดอ่อนหรือเบสอ่อน มีคุณสมบัติทนอุณหภูมิสูง และมีความหลากหลายในการเข้าทำปฏิกิริยาทางเคมี (Abdul Khalil *et al.*, 2012; Festucci-Buselli *et al.*, 2007; Klemm *et al.*, 2005b)



ภาพที่ 3 โครงสร้างและพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุล (intermolecular) และภายในโมเลกุล (intramolecular) ของเซลลูโลส

ที่มา: Festucci-Buselli *et al.* (2007)

2. ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Microcrystalline cellulose, MCC)

ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถลดขนาดโดยผ่านขั้นตอนการดีพอลิเมอไรเซชัน (depolymerization) โดยนำแอลฟาเซลลูโลสทำปฏิกิริยาด้วยสารละลายกรด (mineral acid) ได้แก่ กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) หรือกรดซัลฟิวริก (sulfuric acid) เพื่อกำจัดโครงสร้างส่วนอสัณฐานส่งผลให้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ได้มีความเป็นผลึกสูง (Azubuike and Okhamafe, 2012; Ilindra and Dhake, 2008; Thoorens *et al.*, 2014) นอกจากนี้ลักษณะของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส คือมีขนาดของอนุภาคอยู่ในช่วง 20 ถึง 200 ไมโครเมตร เป็นผงสีขาว ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส และมีการกระจายตัวในน้ำได้ (Das *et al.*, 2010; Mohamad Haafiz *et al.*, 2013) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสใช้เป็นสารเสริมในวัสดุ เช่น สารเพิ่มความคงตัว (stabilizer) ลดแรงตึงผิว (emulsifier) สารกันการจับตัวเป็นก้อน (anti-caking) และสารลดการยึดเหนี่ยวของอนุภาค (dispersing agent) มีคุณสมบัติเป็นตัวดูดซับ (absorption) แขนลอย (suspension) สารขึ้นรูปยาเม็ดสามารถละลายน้ำและแตกตัวได้ดี ไม่สะสมในร่างกาย (Adel *et al.*, 2010; El-Sakhawy and Hassan, 2007; Nuruddin *et al.*, 2011)

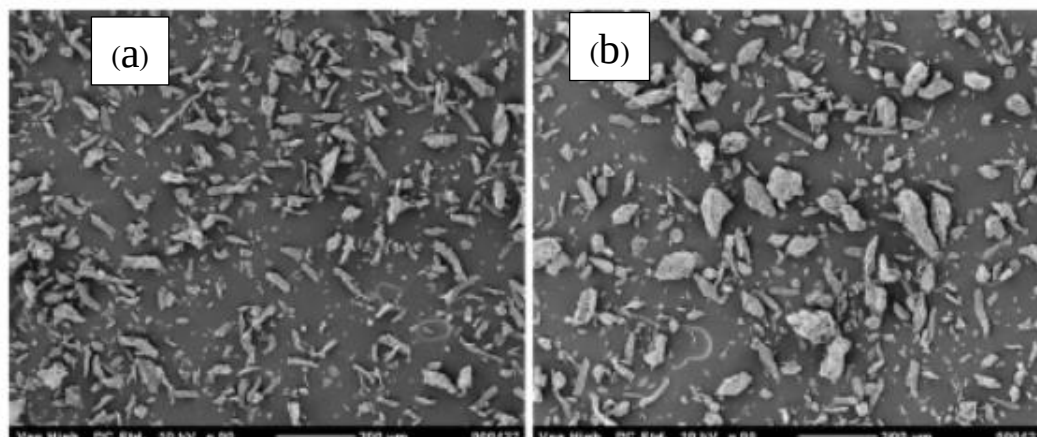
2.1 การเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสเตรียมได้จากเซลลูโลสที่เกิดจากการลดขนาดของสายเซลลูโลส การเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถเตรียมได้หลายวิธีขึ้นอยู่กับแหล่งของเซลลูโลส องค์ประกอบทางเคมีของพืชแต่ละชนิด สารเคมีที่ใช้และสภาวะที่ใช้ในการเตรียม วิธีเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่แตกต่างกันทำให้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ได้มีคุณสมบัติแตกต่างกันทำให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย (Klemm *et al.*, 2011; Lu and Hsieh, 2010) ปัจจุบันมีการศึกษาการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากวัตถุดิบทางธรรมชาติ โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัตถุดิบซึ่งเป็นของเหลือทางการเกษตร เช่น เนื้อไม้ กากมะพร้าว (Rosa *et al.*, 2010) ฟางข้าว (Qiu and Chen, 2012) ชังข้าวโพด (Ibrahim *et al.*, 2010) วัตถุดิบที่นิยมนำมาสกัดเซลลูโลสในปัจจุบันเป็นวัตถุดิบที่มาจากของเหลือทางการเกษตรเนื่องจากมีปริมาณเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลัก ราคาถูก หาได้ง่ายและมีปริมาณมาก

ไฮโดรไลซิสด้วยกรดเป็นวิธีที่นิยมใช้เนื่องจากใช้เวลาทำปฏิกิริยารวดเร็ว มีราคาถูกและหาได้ง่ายเหมาะต่อการนำไปใช้ในอุตสาหกรรม ตัวอย่างกรดที่ใช้ เช่น กรดซัลฟิวริก และกรดไฮโดรคลอริกโดยกรดจะมีผลต่อโครงสร้างของเซลลูโลส ทำให้เกิดการแตกหักของพันธะเบตา (1,4) ไกลโคซิดิก บนสายเซลลูโลสในบริเวณที่มีการจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบทำให้เกิดเป็นสายสั้นๆ ปัจจัยที่มีผลต่อไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยกรด คือ ชนิดของกรด เนื่องจากไฮโดรไลซิสด้วยกรดจะทำให้สายเซลลูโลสแตกออกเป็นสายที่สั้นมากๆ และใช้เวลาไฮโดรไลซิสน้อยกว่าการใช้กรดอ่อน และการใช้อุณหภูมิสูงทำให้ไฮโดรไลซิสง่ายขึ้น (Battista, 1950; El-Sakhawy and Hassan, 2007) การเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถเตรียมได้หลายวิธีขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุเซลลูโลสดังแสดงในตารางที่ 1 ในปัจจุบันมีการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในระดับอุตสาหกรรมมีชื่อทางการค้า เช่น อวิเซล (Avicel PH), ซีเลค (Celex) และเซลลูโลสเจล (Cellulose Gel) มีลักษณะสีขาว ไร้มลทินและอยู่ในรูปผงที่เป็นผลึกขนาด 20-200 ไมโครเมตร ภาพที่ 4 แสดงภาพถ่ายเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสของ Avicel PH-101 และ Avicel PH-102 จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตารางที่ 1 วิธีการเตรียมเซลลูโลสและไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากแหล่งต่างๆ

แหล่งวัตถุดิบ	ลำดับขั้นตอนการเตรียม ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส	เอกสารอ้างอิง
ซังข้าวโพด (Corn cob)	1) 3.5% HNO_3 +0.01% Na_2SO_3 , 90°C, 2 h 2) 2% NaOH +2% Na_2SO_3 , 50°C, 1 h 3) 17.5% NaOH , 80°C, 0.5 h 4) 3.2% NaClO , 40°C, 1.5 h 5) 2N HCl , 15 min	Azubuiké and Okhamafe (2012)
Rice straw (ฟางข้าว)	1) 15% NaOH , 150°C, 2 h 2) NaClO_2	El-Sakhawy <i>et al.</i> (2007)
Cotton stalks (ต้นข้าวโพด)	3) 2N HCl /2N H_2SO_4 , 45 min	Ilindra <i>et al.</i> (2008)
Bagasse (ชานอ้อย)		
Sawdust (ขี้เลื่อย)	1) 17.5% NaOH , 100°C, 12 h 2) 3.5% NaClO , 80°C, 8 h 3) 20% H_2O_2 , 40°C, 2 h 4) 2.5M HCl , 105°C, 15 min	Oyeniya and Itiola (2012)
Rice hull (เปลือกข้าว)	1) autoclave 170°C, 180 min 2) 10% NaClO , 80°C, 45 min	Adel <i>et al.</i> (2011)
Groundnut shells (เปลือกถั่ว)	1) HNO_3 , 2 h 2) NaOH + Na_2SO_3 , 50°C, 1 h 3) 2N HCl , 15 min	Azubuiké and Okhamafe (2012)
Banana plant waste (เปลือกกล้วย)	1) 10% NaOH , 170°C, 2 h 2) 60% NaClO , 40°C, 2 h 3) using cellulose enzyme, 50°C, 2 h	Ibrahim <i>et al.</i> (2013)



ภาพที่ 4 ภาพถ่ายเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด; (a) Avicel PH-101 และ (b) Avicel PH-102

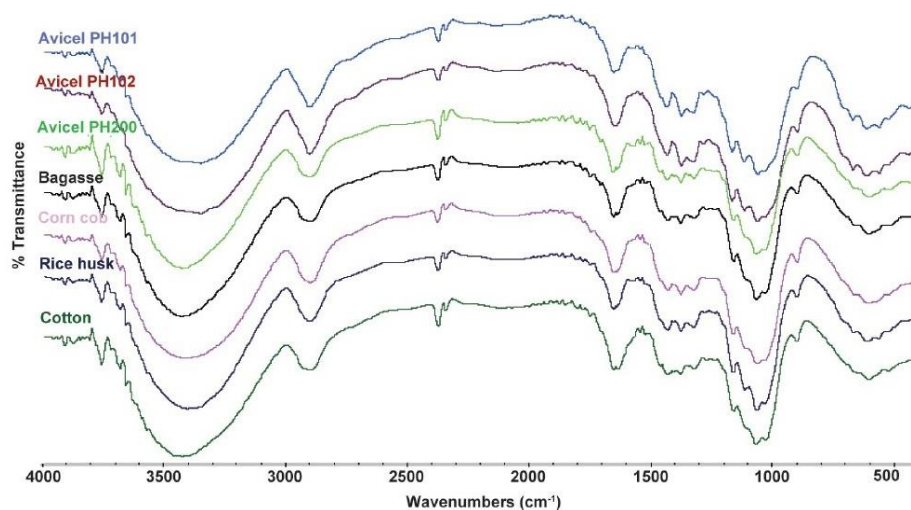
ที่มา: Thoorens *et al.* (2014)

Adel *et al.* (2010) ศึกษาคุณลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมจากแกลบและเปลือกถั่วลิสง โดยนำวัตถุดิบมาปรับสภาพเส้นใยด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 15 และ 10 ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 180 นาที และ 120 นาที นำไปล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีสภาวะเป็นกลาง จากนั้นฟอกขาวด้วยสารละลายไฮโปคลอไรต์เข้มข้นร้อยละ 10 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที ไฮโดรไลซ์ด้วยสารละลายไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2 นอร์มอล ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที นำไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี

Bhimte and Tayade (2007) ศึกษาการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากเส้นใยปอเปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า ปรับสภาพเส้นใยด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 2 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นฟอกขาวด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรต์และทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 17.5 เพื่อให้ได้แอลฟาเซลลูโลส จากนั้นไฮโดรไลซิสด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมล ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ศึกษาคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางกายภาพและทางเคมี

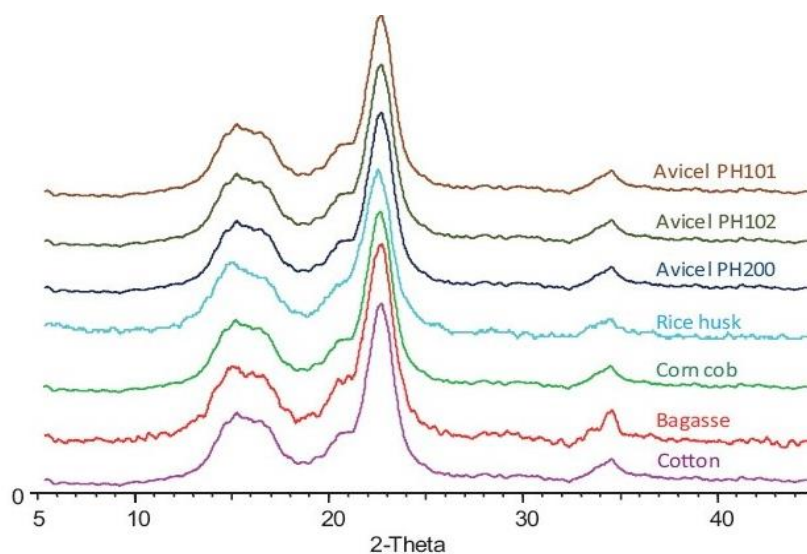
El-Sakhawy and Hassan (2007) ศึกษาผลของสารละลายกรดที่ใช้ไฮโดรไลซิสต่อคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อย ฟางข้าวและแกนฝ้าย โดยเปรียบเทียบผลไฮโดรไลซิสด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2 นอร์มอล ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที นำไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สกัดได้เปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า จากผลการทดลองพบว่า ชนิดของกรดส่งผลต่อขนาดของอนุภาค รวมถึงคุณสมบัติทางความร้อน การทนต่อแรงดึง การเป็นเนื้อเดียวกันของเม็ดยา ซึ่งไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากฟางข้าวมีคุณสมบัติดังกล่าวที่ดีกว่าไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมจากชานอ้อยและแกนฝ้าย

Rojas *et al.* (2011) ศึกษาคุณลักษณะของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมจากฝ้าย แกลบ ช้างข้าวโพดและชานอ้อย เปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า คือ Avicel PH200 Avicel PH102 และ Avicel PH101 แสดงดังภาพที่ 5 ผลการศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectrometry; FTIR) พบว่า ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้มีโครงสร้างทางเคมีใกล้เคียงกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า นอกจากนี้พิกที่ย่านความถี่ 1161 cm^{-1} , 1061 และ 898 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงพันธะ C-O-C asymmetric stretching, C-OH stretching ของโครงสร้างเซลลูโลสและพันธะ β -glycosidic ของเซลลูโลสปรากฏพิกที่เด่นชัด นอกจากนี้ศึกษาความเป็นผลึกของเส้นใยด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction; XRD) แสดงดังภาพที่ 6 พบพิกที่ค่า 2θ เท่ากับ 14.8° , 16.3° , 22.4° และ 34° ซึ่งเป็นรูปแบบดิฟแฟรกชันของเซลลูโลสชนิดที่ 1 (cellulose I)



ภาพที่ 5 สเปกตรัม FTIR ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากแหล่งต่างๆ เปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า

ที่มา: Rojas *et al.* (2011)



ภาพที่ 6 รูปแบบดิฟแฟรกชันของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากแหล่งต่างๆ เปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า

ที่มา: Rojas *et al.* (2011)

2.2 การประยุกต์ใช้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

ในด้านผลิตภัณฑ์อาหารและเครื่องดื่ม ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสถูกนำมาประยุกต์ใช้เป็นสารคงตัว (Stabilizer) เพื่อให้อาหารหรือผลิตภัณฑ์ทางอาหาร มีความคงตัว ไม่แยกชั้น นอกจากนี้ยังสามารถป้องกันการสูญเสียกลิ่นรส และคุณค่าทางอาหารของผลิตภัณฑ์ทางอาหารอีกด้วย รวมไปถึงถูกนำมาใช้เป็นสารป้องกันการจับตัวกันเป็นก้อน (Anticaking agent) และสารที่ทำให้เกิดเจล (Gelling agent) เนื่องจากโครงสร้างของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เป็นรูปพหุลักษณะคล้ายฟองน้ำ ทำให้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส สามารถดูดซับความชื้นหรือน้ำจากบรรยากาศที่ล้อมรอบอาหารภายในบรรจุภัณฑ์ และผิวของอาหาร ทำให้ผลิตภัณฑ์อาหารมีความชื้นต่ำและไม่จับตัวเป็นก้อน และไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถใช้เป็นสารแทนที่ไขมัน (Fat Substitute) โดยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถนำมาใช้แทนที่ไขมัน เพื่อลดปริมาณแคลอรีของผลิตภัณฑ์อาหาร และไมโครคริสตัลไลน์สามารถทนต่อการไฮโดรไลซ์ด้วยเอนไซม์จากระบบการเมทาบอลิซึมได้อีกด้วย

ในด้านอุตสาหกรรมยา ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถเติมในผลิตภัณฑ์ยาเพื่อช่วยในการยึดเกาะของผงยา เนื่องจากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสมีคุณสมบัติที่ชุ่มน้ำ (Hydrophilic water wicking actions) โดยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถใช้ได้ทั้งสองรูปแบบ ทั้งผงแห้ง (Dry binder) และแบบสารละลายยึดเกาะ (Wet binder) ทำให้ผลิตภัณฑ์ยาที่มีความแข็งแรงและความคงตัวทางกายภาพของผลิตภัณฑ์สูง และจากการเกาะกันได้ดีขึ้นของผงยา จึงช่วยให้การตอกอัดเป็นเม็ดได้ง่ายขึ้น นอกจากนี้ยังสามารถช่วยให้ผิวของแกรนูลไม่แห้งในระหว่างเก็บเป็นระยะเวลานาน และไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสามารถเติมในผลิตภัณฑ์ยาเพื่อเพิ่มความสามารถในการละลายหรือแตกตัวได้ดีในทางเดินอาหารเพื่อปลดปล่อยตัวยาที่สำคัญออกมาสู่ระบบทางเดินอาหาร เป็นผลมาจากคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในการออกฤทธิ์แบบชุ่มน้ำและพองตัว รวมถึงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสยังสามารถใช้เป็นสารหล่อลื่น (Lubricant) เพื่อช่วยให้ตอกเม็ดยาได้ง่ายขึ้น เนื่องจากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสมีความสามารถในการลดแรงเสียดทาน

บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย

การเตรียมและศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากขานอ้อย

1) การเตรียมตัวอย่างและสกัดเซลลูโลสจากขานอ้อยด้วยวิธีการระเบิดด้วยไอน้ำร่วมกับวิธีการฟอกขาว

1.1 การเตรียมเยื่อขานอ้อยด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำ

นำขานอ้อยแห้งบรรจุลงในเครื่องระเบิดด้วยไอน้ำ (steam explosion; Nitto Koatsu, Japan) ครั้งละ 150 กรัม ระเบิดด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 195 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที เยื่อขานอ้อยที่ได้จากการระเบิดด้วยไอน้ำนำไปล้างน้ำให้สะอาด แล้วจึงนำมาอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลาข้ามคืนหรือจนตัวอย่างแห้ง (ดัดแปลงจาก (Rocha *et al.*, 2012)) หลังจากนั้นทำการบรรจุลงในถุงพลาสติกโดยมัดปากถุงให้มิดชิด เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง

1.2 การฟอกขาวด้วยสารละลายเบส

นำตัวอย่างที่ผ่านการระเบิดด้วยไอน้ำ ฟอกขาวด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรต์ (NaClO_2) โดยนำตัวอย่างผสมกับน้ำในอัตราส่วน 1:20 จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมคลอไรต์ความเข้มข้นร้อยละ 1.4 โดยมวลต่อปริมาตร และกรดอะซิติกเข้มข้น ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตรเพื่อปรับสภาพพีเอชให้คงที่ที่ค่าความเป็นกรดต่าง 4 ปิดฝาด้วยขวดรูปชมพู่ขนาด 50 มิลลิลิตร วางในอ่างควบคุมอุณหภูมิเพื่อให้อุณหภูมิคงที่ประมาณ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยทุกๆ 1 ชั่วโมงเติมสารละลายโซเดียมคลอไรต์จนกว่าตัวอย่างจะขาว จากนั้นกรองและล้างตัวอย่างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2) การเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยวิธีการย่อยด้วยกรด

2.1 การศึกษาความเข้มข้นกรดที่เหมาะสมต่อการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

ศึกษาความเข้มข้นกรดที่เหมาะสมต่อการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส นำเส้นใยที่ผ่านการฟอกขาวมาทำปฏิกิริยาดังสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 1.5 N และ 2.5 N อัตราส่วนเส้นใยต่อสารละลายกรดเท่ากับ 1:20 ควบคุมอุณหภูมิโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิ ล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นโดยปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ทำเส้นใยให้ค่าความเป็นกรดต่างเป็นกลาง นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส

2.2 การศึกษาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

ศึกษาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสโดยนำตัวอย่างที่ผ่านการฟอกขาวแล้วทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริก อัตราส่วนเส้นใยต่อสารละลายกรดเท่ากับ 1:20 ควบคุมอุณหภูมิโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิ ล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นโดยปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ทำตัวอย่างให้ค่าความเป็นกรดต่างเป็นกลาง นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส

3) การวิเคราะห์และศึกษาคุณสมบัติ

3.1 องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใย

ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยในแต่ละขั้นตอนการสกัด โดยวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีตามมาตรฐาน Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) ได้แก่ การวิเคราะห์หาปริมาณแอลฟาเซลลูโลส (T203 om-88) การวิเคราะห์หาปริมาณลิกนิน (T222 om-98) การวิเคราะห์หาปริมาณแป้ง GAFTA(2003) No.28:1 และปริมาณไฮโดรเซลลูโลสโดยวิธี acid chlorite (Browning, 1967) โดยปริมาณเอมิเซลลูโลสสามารถคำนวณได้จากปริมาณไฮโดรเซลลูโลสลบด้วยปริมาณแอลฟาเซลลูโลส

3.2 คุณสมบัติด้านสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM) (JEOL Model JSM-5600 LV, Japan) วิเคราะห์ลักษณะของเส้นใย ขนาดและพื้นผิวของเส้นใยในแต่ละขั้นตอนการสกัด โดยเตรียมตัวอย่างที่มีลักษณะผดติดลงบน metal stub และเคลือบตัวอย่างด้วยทองคำ เป็นระยะเวลา 20 วินาที จากนั้นถ่ายภาพด้วยเครื่อง SEM ที่ 20 kV

3.3 คุณสมบัติทางเคมีโดยวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันในโมเลกุลของเส้นใยด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectrometry; FTIR)

เส้นใยที่ผ่านการเตรียมในแต่ละขั้นตอนนำมาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญในโครงสร้างโมเลกุลของตัวอย่างด้วยเครื่อง FTIR (Bruker Tensor 27 spectrometer, USA) โดยผสมตัวอย่างกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:10 จากนั้นอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นบางๆด้วยเครื่อง

อัดไฮดรอลิก ตัวอย่างและ KBr ที่ผสมแล้วเป็นแผ่นโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร นำไปใส่ในที่ตั้งสารตัวอย่าง (sample holder) เพื่อวัดพลังงานแสงช่วงอินฟราเรดที่ส่องผ่าน (% Transmittance) ของตัวอย่างในช่วง $400\text{--}4,000\text{ cm}^{-1}$ ที่ความละเอียด 4 cm^{-1} และ 100 scans

3.4 ลักษณะความเป็นผลึกของเส้นใยด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction; XRD)

นำเส้นใยแต่ละชิ้นขั้นตอนการสกัดมาวิเคราะห์ลักษณะความเป็นผลึกด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ซึ่งเป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้อัตรามุมเท่ากับ 2θ องศาต่ออนาที ($2\theta/\text{min}$) เริ่มตั้งแต่ค่า 2θ เท่ากับ 5 ถึง 50 องศา และคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index; Cri) โดย Segal's method (Segal *et al.*, 1959) ซึ่งแสดงดังสมการ

$$\text{Cri (\%)} = 100 \times (I_{002} - I_{\text{am}}) / I_{002} \quad \text{สมการที่ 1}$$

เมื่อ I_{002} คือ บริเวณที่เป็นระเบียบ (crystalline region) รวมกับบริเวณที่ไม่เป็นระเบียบ และ I_{am} คือ ส่วนที่ไม่เป็นระเบียบ (amorphous region)

3.5 ศึกษาร้อยละผลได้ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในแต่ละขั้นตอนการสกัด (%Yield)

ศึกษาปริมาณร้อยละผลได้ในแต่ละขั้นตอนการสกัด โดยเริ่มจากชานอ้อยที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการสกัดจนได้เซลลูโลสและไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสตามลำดับดังสมการ

$$\% \text{ Yield} = (100 \times W_2) / W_1 \quad \text{สมการที่ 2}$$

เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักแห้งของตัวอย่างก่อนการสกัด และ W_2 คือ น้ำหนักแห้งของตัวอย่างหลังการสกัด

3.6 การศึกษาระดับขั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

ศึกษาระดับขั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสตามวิธีมาตรฐาน ES ISO 5351: 2012

บทที่ 4 ผลการศึกษาและอภิปรายผล

1. การสกัดเซลลูโลสจากขานอ้อย (Cellulose extraction from sugarcane bagasse)

1.1 การศึกษาองค์ประกอบทางเคมี (Chemical composition) ของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ

ในงานวิจัยนี้ ศึกษาการสกัดเซลลูโลสจากขานอ้อยด้วยวิธีการระเบิดไอน้ำร่วมกับการฟอกขาว เพื่อสกัดเซลลูโลสให้มีความบริสุทธิ์ และกำจัดองค์ประกอบอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลส โดยวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ และรายงานเป็นค่าร้อยละโดยน้ำหนักของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินที่เปลี่ยนแปลงไปในระหว่างกระบวนการสกัด ซึ่งปริมาณองค์ประกอบทางเคมีดังกล่าวสามารถใช้ประเมินประสิทธิภาพของกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ แสดงดังตารางที่ 2 จากผลการทดลองพบว่า ขานอ้อยที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการสกัด (Untreated fibers) มีปริมาณเซลลูโลสประมาณ ร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก และประกอบด้วยเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน ประมาณร้อยละ 31 และ 23 ตามลำดับ จากปริมาณเซลลูโลสในขานอ้อยที่มีมากถึงร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก แสดงให้เห็นว่าขานอ้อยมีความเหมาะสมในการใช้เป็นแหล่งวัตถุดิบในการสกัดเซลลูโลส

ขานอ้อยเมื่อผ่านกระบวนการสกัดด้วยวิธีระเบิดด้วยไอน้ำ (Steam exploded fibers) พบว่าปริมาณเซลลูโลสเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 40.32 เป็น 66.31 โดยน้ำหนัก และปริมาณของเฮมิเซลลูโลสลดลงอย่างมาก จากร้อยละ 31.54 เป็น 17.54 โดยน้ำหนัก ในขณะที่ปริมาณลิกนินลดลงเพียงเล็กน้อย จากร้อยละ 23.12 เป็น 12.43 โดยน้ำหนัก เนื่องจากระหว่างการปรับสภาพขานอ้อยด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำ ขานอ้อยจะถูกระเบิดด้วยไอน้ำแรงดันสูงจากการลดความดันลงอย่างรวดเร็ว มีผลทำให้เกิดการแตกตัวของโครงสร้างเฮมิเซลลูโลส พันธะไกลโคซิดิกในโครงสร้างเฮมิเซลลูโลสถูกย่อย และเกิดการแตกตัวของสายโซ่ของโครงสร้างลิกนินบางส่วนกลายเป็นน้ำตาลมอนอเมอร์ นอกจากนี้การระเบิดด้วยไอน้ำเป็นกระบวนการเกิด “Autohydrolysis” นั่นคือระหว่างการปรับสภาพ กรดอะซิติก (acetic acid) ที่เกิดจาก acetyl group ซึ่งเกิดจากการย่อยของเฮมิเซลลูโลสและกรดอื่นๆ ที่เกิดขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิสูงในระหว่างการระเบิดด้วยไอน้ำ มีผลให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาการย่อยเฮมิเซลลูโลสและลิกนินบางส่วนกลายเป็นน้ำตาลมอนอเมอร์ของกลูโคส และไซโลส (Agbor *et al.*, 2011) แต่อย่างไรก็ตาม การสกัดด้วยวิธีระเบิดด้วยไอน้ำ ยังไม่สามารถกำจัดองค์ประกอบอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลสออกไปได้ทั้งหมด ทำให้จำเป็นต้องอาศัยกระบวนการฟอกขาวร่วมด้วย เพื่อกำจัดสารประกอบอื่นที่ยังคงเหลืออยู่ในตัวอย่าง ใน

ลำดับต่อไป ซึ่งกระบวนการฟอกขาวด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ พบว่า เส้นใยที่ผ่านกระบวนการฟอกสี มีค่าเซลลูโลสเพิ่มขึ้นมากถึงร้อยละ 86.57 โดยน้ำหนัก ในขณะที่ปริมาณลิกนินและเฮมิเซลลูโลสลดลงเหลือเพียงร้อยละ 1.27 และ 6.46 โดยน้ำหนัก ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีแสดงให้เห็นว่าเส้นใยเซลลูโลสที่สกัดได้มีความบริสุทธิ์สูงเหมาะสมในการนำไปใช้ในการสกัดไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในลำดับต่อไป

ตารางที่ 2 องค์ประกอบทางเคมีของชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ

ตัวอย่าง	องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละโดยน้ำหนัก)			
	เซลลูโลส	เฮมิเซลลูโลส	ลิกนิน	ผลได้
Untreated fiber	40.32 ± 0.14	31.54 ± 0.63	23.12 ± 0.25	100
Steam exploded fiber	66.31 ± 0.42	17.54 ± 0.55	12.43 ± 0.18	59.36 ± 3.88
Bleached fiber	86.57 ± 0.42	6.46 ± 0.51	1.27 ± 0.03	36.62 ± 1.80

หมายเหตุ กำหนดให้ Untreated fibers คือ ชานอ้อยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด
 Steam exploded fibers คือ ชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ
 Bleached fibers คือ ชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการสกัดด้วยการฟอกสี

1.2 การประเมินลักษณะและค่าความขาวของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ

การใช้ลักษณะค่าความขาว (Whiteness Index, WI) เป็นอีกหนึ่งวิธีที่ใช้ประเมินลักษณะของตัวอย่างเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ โดยลักษณะของเส้นใยชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ แสดงดังภาพที่ 7 โดยลักษณะชานอ้อยดิบ (ภาพที่ 7(a)) ชานอ้อยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด หรือ Untreated fibers มีสีน้ำตาล เนื่องจากองค์ประกอบทางเคมีที่ของชานอ้อยที่ประกอบด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน หลังจากชานอ้อยผ่านกระบวนการระเบิดไอน้ำแล้ว พบว่าสีของชานอ้อยมีลักษณะเข้มขึ้น (แสดงดังภาพที่ 7(b)) เนื่องจากปฏิกิริยาการสลายตัวภายใต้ความร้อนสูง

ของสารประกอบจำพวกเฮมิเซลลูโลสในโครงสร้างของชานอ้อย ทำให้ค่าความขาวของชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำมีสีเข้มขึ้นแสดงดังตารางที่ 3 จากนั้นเมื่อเส้นใยผ่านกระบวนการฟอกสีด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรต์ พบว่า ลักษณะตัวอย่างมีลักษณะขาว (แสดงดังภาพที่ 7(c)) และมีค่าความขาว เท่ากับ 94

ตารางที่ 3 ค่าความขาว (Whiteness index (WI)) ของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ

Sample	L*	a*	b*	WI*
Untreated fiber	66.17 ± 1.42	3.21 ± 0.02	11.98 ± 0.25	61.82 ± 0.57
Steam exploded fiber	52.55 ± 1.56	7.52 ± 0.27	14.45 ± 0.78	52.95 ± 2.06
Bleached fiber	94.79 ± 0.12	0.73 ± 0.03	5.93 ± 0.12	92.99 ± 0.22

หมายเหตุ กำหนดให้ Untreated fibers

คือ ชานอ้อยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด

Steam exploded fibers

คือ ชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ

Bleached fibers

คือ ชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการสกัดด้วยการฟอกสี



(a)



(b)

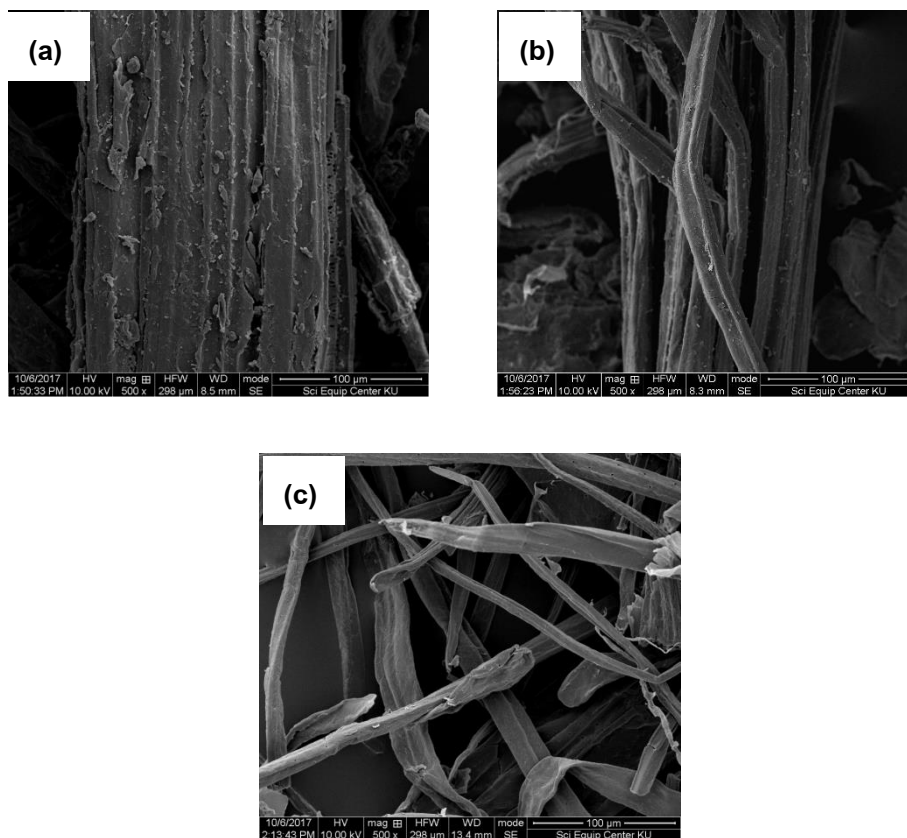


(c)

ภาพที่ 7 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ; (a) เส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด (b) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ และ (c) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว

1.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) ของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการสกัดในขั้นตอนต่างๆ แสดงดังภาพที่ 8 จากผลการทดลองพบว่า เส้นใยที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการสกัดมีลักษณะเป็นมัด พื้นผิวของเส้นใยมีลักษณะเรียบ เนื่องจากไข (wax) และไขมัน (oil) (Mandal and Chakrabarty., 2011) และเส้นใยมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 200 ไมโครเมตร (แสดงดังภาพที่ 8(a)) ส่วนเยื่อขานอ้อยที่ผ่านการเปิดด้วยไอน้ำ ซึ่งแสดงดังภาพที่ 8(b) พบว่า การระเบิดด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิและความดันสูง ทำให้เอมิเซลลูโลสถูกทำลาย ซึ่งยืนยันผลได้จากปริมาณเอมิเซลลูโลสที่ลดลงมากถึงร้อยละ 17.54 เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณเอมิเซลลูโลสในขานอ้อยก่อนนำไประเบิดด้วยไอน้ำ (ตารางที่ 2) ซึ่งทำให้พื้นผิวของเส้นใยมีลักษณะพื้นผิวหยาบและขรุขระขึ้นดังแสดงในภาพที่ 8(b) นอกจากนี้แรงดันจากกระบวนการการระเบิดด้วยไอน้ำ ทำให้เส้นใยเกิดการแตกตัว และส่งผลให้เส้นใยมีขนาดเล็กลงเล็กน้อย โดยมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 175 ไมโครเมตร และภาพที่ 8(c) แสดงภาพถ่าย SEM ของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว จากภาพพบว่า การฟอกขาวด้วยโซเดียมคลอไรด์ ทำให้น้ำมันมัดของเซลลูโลสแตกออก และเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่สกัดได้มีลักษณะเป็นเส้นใยเส้นเดี่ยวๆ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 20 ไมโครเมตรดังภาพที่ 8(c)

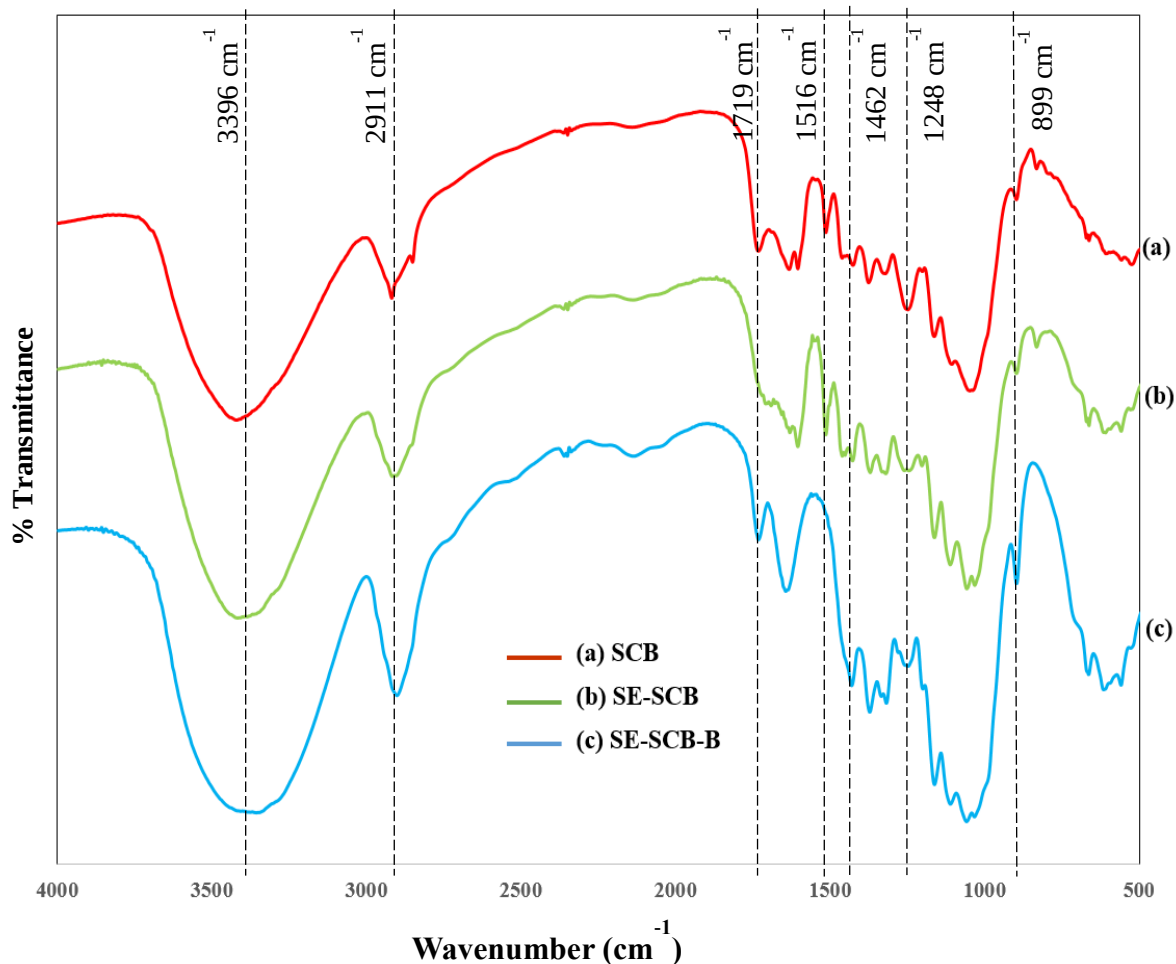


ภาพที่ 8 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM); (a) เส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด (b) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ และ (c) เส้นใยที่ผ่านกระบวนการฟอกขาว

1.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยในแต่ละขั้นตอนการสกัดด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของชานอ้อยซึ่งเป็นวัตถุดิบเริ่มต้น จนกระทั่งผ่านการสกัดในแต่ละขั้นตอนจนได้เป็นเซลลูโลสนั้น สามารถวิเคราะห์ได้จากเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FTIR) ดังแสดงในภาพที่ 9 ซึ่งโมเลกุลของสารแต่ละชนิดจะให้สเปกตรัมที่เป็นเอกลักษณ์ของพันธะในโมเลกุลนั้นที่แตกต่างกัน โดยอินฟราเรดสเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดแสดงเลขคลื่น (Wavenumber; cm^{-1}) อยู่ในช่วง $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ จากผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR ในภาพที่ 9 แสดงคลื่นความถี่ของชานอ้อยที่ผ่านการสกัดเซลลูโลสแต่ละขั้นตอน โดยแบ่งคลื่นความถี่ออกเป็น 2 ช่วง คือคลื่นความถี่สูง $2800\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$ และคลื่นความถี่ต่ำ $500\text{--}1800\text{ cm}^{-1}$ โดยทุกเส้นใยจะปรากฏในคลื่นความถี่ระหว่าง $3400\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเกิดจาก O-H stretching vibration ของหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ภายในโมเลกุลของเซลลูโลสและแสดงถึงการดูดซับน้ำของเส้นใย เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ของโมเลกุลน้ำ (Abraham *et al.*, 2011) และพบพีคที่คลื่นความถี่ 2911 cm^{-1} ซึ่งเกิดจาก C-H stretching vibration ของหมู่แอลคิล (alkyl group) ของพันธะอะลิฟาติก (aliphatic bonds) ของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน (Elanthikkal *et al.*, 2010; Rosa *et al.*, 2010) นอกจากนี้พบพีคที่คลื่นความถี่ 898 cm^{-1} ซึ่งแสดงพันธะ β -glucosidic ของเซลลูโลส ซึ่งพบในเส้นใยเซลลูโลสและทุกขั้นตอนของการสกัดเซลลูโลส (Alemdar and Sain, 2008; Johar *et al.*, 2012; Rosa *et al.*, 2010)

เมื่อนำเส้นใย SCB ผ่านขั้นตอนการปรับสภาพเส้นใยด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำ ภาพที่ 9b และฟอกขาวเส้นใยด้วยโซเดียมคลอไรด์ดังภาพที่ 9c พบพีคที่คลื่นความถี่ 1719 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึง C=O stretching vibration ของหมู่แอซิติล (acetyl group) และหมู่ยูโรนิค (uronic ester group) จากเพคตินและเฮมิเซลลูโลส หรือพันธะ (ester linkage) ของหมู่คาร์บอกซิล (carboxyl group) ของกรดเฟอร์ูลิก (ferulic acid) และกรดฟิคูมาริก (coumaric acid) ของโครงสร้างเฮมิเซลลูโลสหรือลิกนิน (Alemdar and Sain, 2008; Sun *et al.*, 2005) นอกจากนี้พบพีคที่คลื่นความถี่ 1164 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึง C-O-C symmertric stretching และพีคที่ย่าน 898 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงพันธะ β -glucosidic ในโครงสร้างเซลลูโลสปรากฏพีคที่เด่นชัดขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใย SCB แสดงให้เห็นว่าในขั้นตอนการสกัด มีการกำจัดสารแทรกอื่นทำให้ได้เซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์มากขึ้น



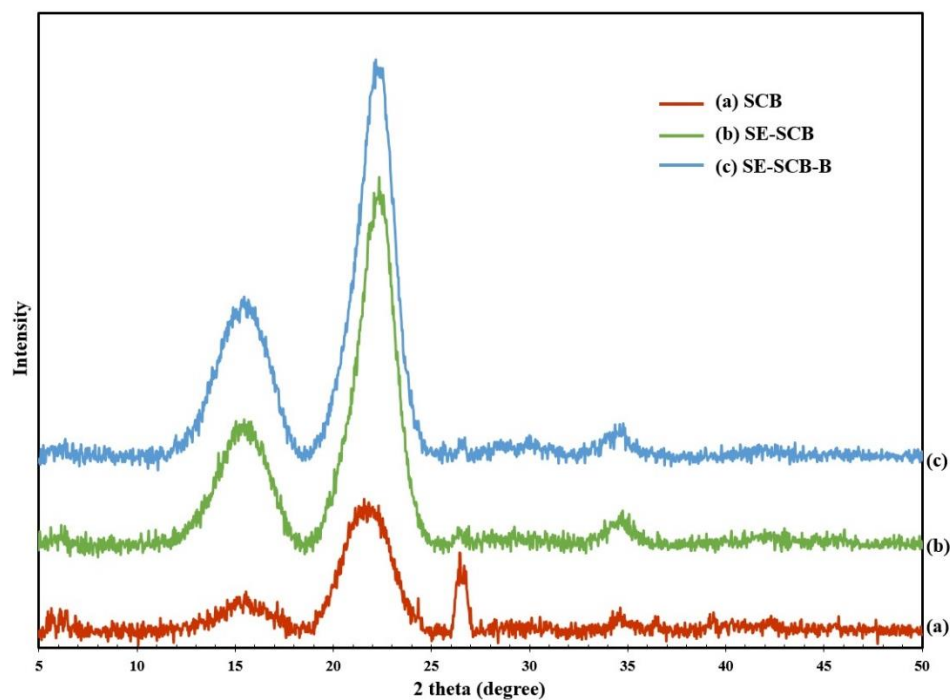
ภาพที่ 9 สเปกตรัม FTIR ของ (a) SCB , (b) SE-SCB และ (c) SE-SCB-B

1.5 ผลการศึกษาความเป็นผลึกของเส้นใยในแต่ละขั้นตอนการสกัดโดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD)

การศึกษาความเป็นผลึกของเส้นใยอาศัยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction: XRD) เพื่อศึกษาความเป็นผลึกของเซลลูโลส อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างกัน โดยการหาความสัมพันธ์ระหว่างมุมการแทรกสอด (Diffraction, 2θ) กับความ

เข้มข้นของแสงที่สะท้อนกลับ (Intensity, counts) ทำให้รูปแบบดิฟแฟรกชันที่วัดได้จากเทคนิค XRD มีลักษณะเฉพาะตัว

ผลการวิเคราะห์รูปแบบดิฟแฟรกชันแสดงดังภาพที่ 10 พบพีคที่ค่า 2θ เท่ากับ 16° , 22° และ 34° ซึ่งเป็นรูปแบบดิฟแฟรกชันของเซลลูโลสชนิดที่ 1 (cellulose I) (Klemm *et al.*, 2005a) โดยพีคมีลักษณะสูงและมีความเข้มของพีคสูงขึ้นแสดงถึงลักษณะความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใย SCB เนื่องจากในขั้นตอนของการสกัดเซลลูโลสมีการปรับสภาพด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำ และการฟอกขาวเพื่อกำจัดเฮมิ-เซลลูโลสและลิกนิน รวมถึงองค์ประกอบอื่นที่มีโครงสร้างการจัดเรียงตัวแบบไม่เป็นระเบียบทำให้เหลือโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบของเซลลูโลสส่งผลให้ความเข้มของพีคชัดเจนขึ้นและความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น เมื่อพิจารณาค่าความเป็นผลึก (Crystallinity index; CrI) ดังตารางที่ 4 พบว่า ค่า CrI ของเส้นใย SCB เท่ากับ 28.41% เมื่อผ่านการปรับสภาพด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำเส้นใย SE-SCB มีค่า CrI เพิ่มขึ้นเป็น 48.19% และเมื่อผ่านการฟอกขาวเส้นใย SE-SCB-B มีค่า CrI เท่ากับ 53.63% การเพิ่มขึ้นของค่า CrI เนื่องจากระหว่างการสกัดแต่ละขั้นตอนโครงสร้างส่วนอสัณฐานถูกทำลายไป ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใย เมื่อผ่านการปรับสภาพด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำ เกิดจากการถูกละลายของเฮมิเซลลูโลสและกรดอื่นๆ ที่เกิดขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิสูงในระหว่างกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ และเมื่อผ่านกระบวนการฟอกขาวมีการกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสที่เหลืออยู่ ให้ได้เซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์มากขึ้น



ภาพที่ 10 รูปแบบดิฟแฟรกชันของ (a) SCB, (b) SE-SCB และ (c) SE-SCB-B

ตารางที่ 4 ค่าดัชนีความเป็นผลึก (crystallinity index; Cri) ของเส้นใยในแต่ละขั้นตอนการสกัด

ตัวอย่าง	ค่าดัชนีความเป็นผลึก (ร้อยละ)
Untreated fibers	28.41 ± 1.10
Steam exploded fibers	48.19 ± 0.64
Bleached fibers	53.63 ± 0.42

หมายเหตุ กำหนดให้ น้ำ ฟอกสี	Untreated fibers	คือ ชานอ้อยที่ไม่ผ่านกระบวนการสกัด
	Steam exploded fibers	คือ ชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ
	Bleached fibers	คือ ชานอ้อยที่ผ่านกระบวนการสกัดด้วยการฟอกสี

2. การศึกษาผลของสภาวะการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

งานวิจัยนี้เตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากเซลลูโลสที่สกัดได้จากขานอ้อยด้วยกระบวนการย่อยด้วยกรด ซึ่งจะสามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีค่าร้อยละผลได้สูง และมีคุณสมบัติที่ดีสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ต่อไป โดยสภาวะของการย่อยด้วยกรดถือเป็นปัจจัยที่สำคัญที่ส่งผลต่อคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสโดยตรง งานวิจัยในปัจจุบันจึงมุ่งเน้นศึกษาการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยกระบวนการย่อยด้วยกรดหาสภาวะที่เหมาะสม ทั้งในด้านคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้รวมทั้งศึกษาต้นทุนของกระบวนการเตรียม โดยปัจจัยหลักที่สำคัญในกระบวนการย่อยด้วยกรด คือ ความเข้มข้นของสารละลายกรด เวลา และอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ในงานวิจัยนี้ศึกษาที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 1.5 และ 2.5 นอร์มอล เวลา 30 40 60 และ 90 นาที อุณหภูมิ 65 75 85 และ 95 องศาเซลเซียส โดยศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และศึกษาคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้

2.1 การศึกษาค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยเทคนิครูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นหนึ่งในสองเทคนิคสำคัญที่ใช้ระบุและยืนยันคุณภาพและคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส รวมไปถึงเทคนิคดังกล่าวยังสามารถบ่งบอกถึงผลของกระบวนการเตรียมต่อคุณสมบัติและคุณภาพของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส รวมไปถึงสามารถใช้ระบุ (Identify) หรือยืนยันตัวอย่างเส้นใยที่เตรียมได้จากกระบวนการทดลองเป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจริง รวมไปถึงการนำผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดังกล่าวไปใช้ในการประเมินคุณภาพของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสก่อนนำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ โดยเทคนิครูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะอาศัยความแตกต่างของการจัดเรียงตัวโครงสร้างผลึกของสารประกอบแต่ละชนิดที่มีความเป็นเอกลักษณ์ มีรูปแบบจำเพาะในแต่ละสารประกอบ เพื่อใช้ในการจำแนกและระบุชนิดของสารประกอบ โดยอาศัยการยิงรังสีเอ็กซ์เข้าไปในตัวอย่าง และศึกษาลักษณะหรือรูปแบบมุมของการตกกระทบและเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์กับโครงสร้างผลึกของตัวอย่าง (รังสีเอ็กซ์จะตกกระทบบนผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างกัน โดยการหาความสัมพันธ์ระหว่างมุมการแทรกสอด (Diffraction) หรือ 2-theta กับความเข้มข้นของแสงที่สะท้อน

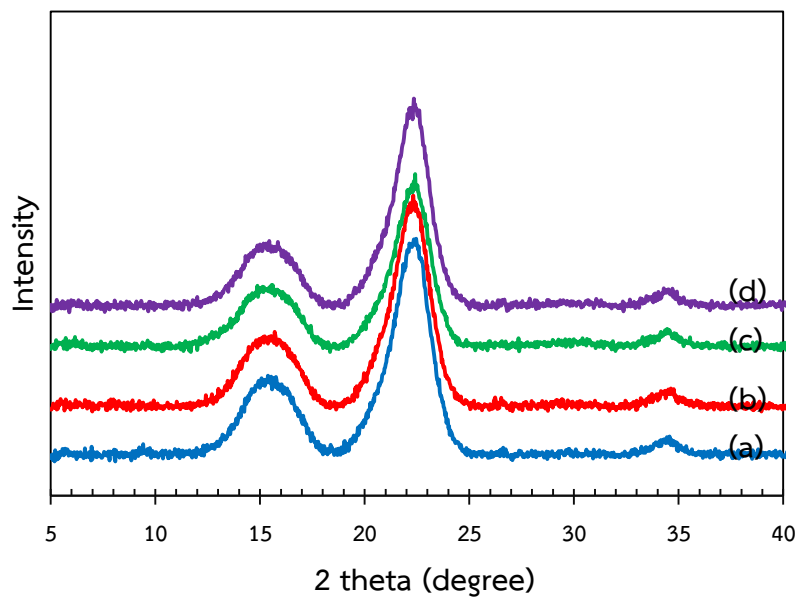
กลับ (Intensity, counts) ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากเทคนิคดังกล่าวมีลักษณะเฉพาะตัวของสารประกอบแต่ละชนิด)

โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีของตัวอย่างที่เตรียมจากสภาวะต่างๆ (ที่อุณหภูมิและเวลาแตกต่างกัน) แสดงดังภาพที่ 11 – 14 จากผลการทดลอง พบว่า ทุกตัวอย่างแสดงลักษณะเฉพาะตัวหรือรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และแสดงพีคสำคัญจำนวน 3 พีค ได้แก่ 2-theta เท่ากับ 16 22 และ 34 องศา ซึ่งเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซลลูโลสชนิดที่ 1 (Cellulose I) (Klemm et al., 2005) นอกจากนี้ ผลการทดลองจากการศึกษาด้วยเทคนิครูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ดังกล่าว ยังสามารถแสดงถึงผลของกระบวนการสกัดเซลลูโลส (การระเบิดด้วยไอน้ำและการฟอกขาว) และการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (กระบวนการย่อยด้วยกรด) ไม่มีผลต่อโครงสร้างทางผลึกของเซลลูโลสรวมไปถึงไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เป็นคุณสมบัติสำคัญของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เกี่ยวกับการประยุกต์ใช้ต่อไป

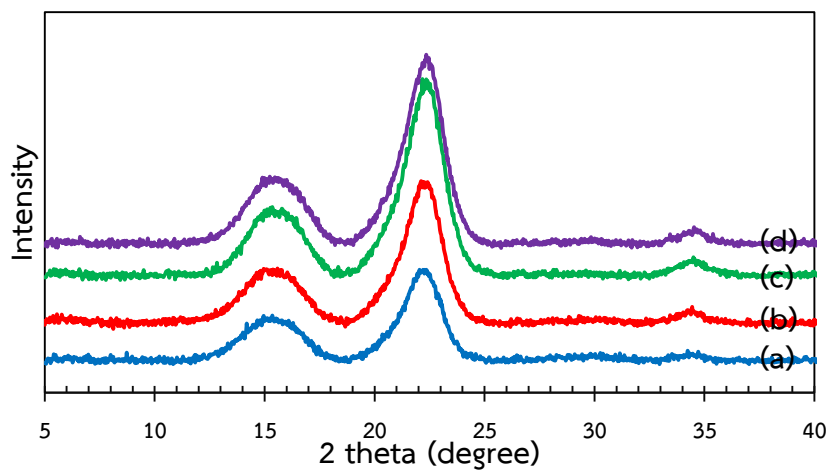
นอกจากการใช้รูปแบบหรือลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ใช้เป็นหลักฐานยืนยันว่ากระบวนการเตรียมดังกล่าวสามารถใช้เตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสได้จริง และไม่มีผลเชิงลบต่อโครงสร้างของเซลลูโลสที่เตรียมได้ เมื่อพิจารณาถึงลักษณะของพีคสำคัญที่ 2-theta เท่ากับ 22 องศา ดังภาพที่ 11 – 14 พบว่า พื้นที่ใต้กราฟที่พีคสำคัญ 2-theta เท่ากับ 22 องศา จะมีความแตกต่างกันซึ่งเป็นแสดงถึงผลกระทบของสภาวะการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส การคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index) จากเทคนิคดังกล่าว จึงเป็นหนึ่งในพารามิเตอร์สำคัญที่ใช้กำหนดว่าตัวอย่างเส้นใยดังกล่าวเป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสหรือไม่ โดยค่าดัชนีความเป็นผลึกจะสัมพันธ์ถึงโครงสร้างทางผลึกของเซลลูโลส (โครงสร้างของเซลลูโลสทั่วไปในธรรมชาติจะสามารถแบ่งได้เป็น 2 ส่วน ตามลักษณะจัดเรียงตัวของโครงสร้าง ได้แก่ ส่วนที่เป็นผลึก (Crystalline regions) ที่มีลักษณะจัดเรียงตัวเป็นระเบียบ และส่วนที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous regions) ที่มีการจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ) และอาศัยสมการของ Segal และคณะ (1959) ในการคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (สมการที่ 1) ด้วยข้อมูลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่พีคสำคัญที่ 2-theta เท่ากับ 22 องศา ต่อส่วนที่เป็นอสัณฐาน (2-theta เท่ากับ 18 องศา) ของแต่ละตัวอย่าง ซึ่งค่าดังกล่าวจะแสดงถึง ค่าดัชนีความเป็นผลึกของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการย่อยด้วยกรดแปรผันตรงกับปริมาณส่วนที่เป็นผลึกของตัวอย่างทั้งหมด ซึ่งปริมาณส่วนที่เป็นผลึกดังกล่าวจะมีผลกระทบโดยตรงต่อการนำไปประยุกต์ใช้ โดยทั่วไป เส้นใยเซลลูโลสที่ถือว่าเป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส จะมีค่าดัชนีความเป็นผลึกอยู่ในช่วงระหว่างร้อยละ 60 – 80 (Thoorens et al., 2014) นอกจากนี้ เมื่อพิจารณาถึงการนำไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสไปประยุกต์ใช้ ค่าดัชนีความเป็นผลึกจะ

สามารถเป็นตัวบ่งชี้คุณสมบัติเชิงกลของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยค่าดัชนีความเป็นผลึกจะแปรผันตรงกับแข็งแรงของโครงสร้างของเส้นใย และสามารถดูดซับพลังงานไว้โดยไม่เกิดการแตกหัก และแปรผันตรงกับค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength) (Trache *et al.*, 2016) และสมบัติความร้อน เช่น ช่วยให้ผลิตภัณฑ์น้ำผลไม้ที่ผ่านกระบวนการความร้อนมีความคงตัวเพิ่มขึ้น (Nsor-Atindana *et al.*, 2017) ซึ่งปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อค่าดัชนีความเป็นผลึก ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส คือแหล่งของวัตถุดิบและสถานะที่ใช้ไฮโดรไลซิสทำให้มีผลต่อการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลสส่งผลต่อความเป็นผลึก อย่างไรก็ตาม ค่าดัชนีความเป็นผลึกจะแปรผันตามแหล่งของวัตถุดิบที่ใช้ในการเตรียมรวมถึงสถานะที่ใช้ในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยเช่นกัน จากตารางที่ 8 แสดงค่าดัชนีความเป็นผลึกของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมในสถานะต่างๆ (คำนวณตามสมการที่ 1) จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า สถานะการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทั้งอุณหภูมิและระยะเวลานั้น มีผลต่อโดยตรงต่อค่าดัชนีความเป็นผลึก กล่าวคือ อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส มีผลโดยตรงต่อโครงสร้างทางผลึกของเซลลูโลสนั้นเอง เมื่อพิจารณาถึงผลของปัจจัยด้านอุณหภูมิและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อค่าดัชนีความเป็นผลึก (ตารางที่ 5) พบว่า ดัชนีความผลึกมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิและเวลาเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มอุณหภูมิถึง 95 องศาเซลเซียส พบว่า ค่าดัชนีความเป็นผลึกมีค่าลดลงอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ โดยสถานะที่สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงสุด คือ สถานะการย่อยด้วยกรดที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 90 นาที

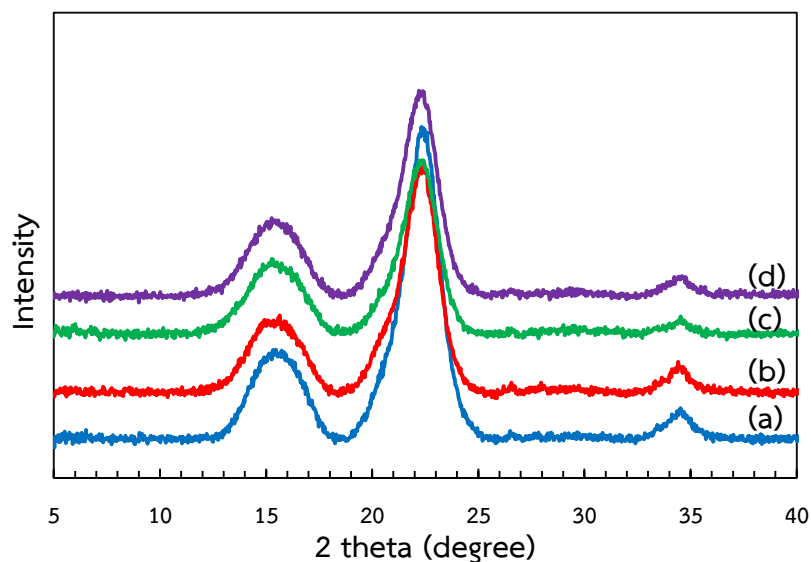
ผลการทดลองที่เกิดขึ้นดังกล่าวสามารถอธิบายจากโครงสร้างของเซลลูโลสที่ประกอบด้วยสองส่วน คือ ส่วนที่เป็นผลึกและส่วนที่เป็นอสัณฐาน ซึ่งมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและไม่เป็นระเบียบตามลำดับ ส่งผลอัตราการเกิดปฏิกิริยากับกรดของทั้งสองส่วนแตกต่างกัน กล่าวคือ ส่วนที่เป็นอสัณฐาน (จัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ) จะสามารถถูกโมเลกุลของกรดเข้าทำปฏิกิริยาและถูกย่อยได้ง่ายกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับส่วนที่เป็นผลึก (จัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบ) ดังนั้น หากพิจารณาถึงปัจจัยด้านอุณหภูมิต่อกระบวนการย่อยด้วยกรด จะสามารถอธิบายด้วยทฤษฎีพลังงานจลน์ ได้ว่า “เมื่อเพิ่มอุณหภูมิหรือให้ความร้อนแก่สารในปฏิกิริยา อนุภาค (โมเลกุลกรด) จะมีพลังงานจลน์เพิ่มขึ้น จะเคลื่อนที่ได้เร็วขึ้น โอกาสที่โมเลกุลกรดจะเข้าจับกับโครงสร้างของเซลลูโลสแล้วเกิดปฏิกิริยาก็จะมีมากขึ้น” ดังนั้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการย่อยด้วยกรดจาก 65 ถึง 85 องศาเซลเซียส จะทำให้โมเลกุลของกรดเข้าทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสที่เป็นส่วนอสัณฐานได้เร็วมากขึ้น ส่งผลให้ค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงขึ้น โดยภาพจำลองแสดงกลไกของกระบวนการย่อยด้วยกรดแสดงดังภาพที่ 15



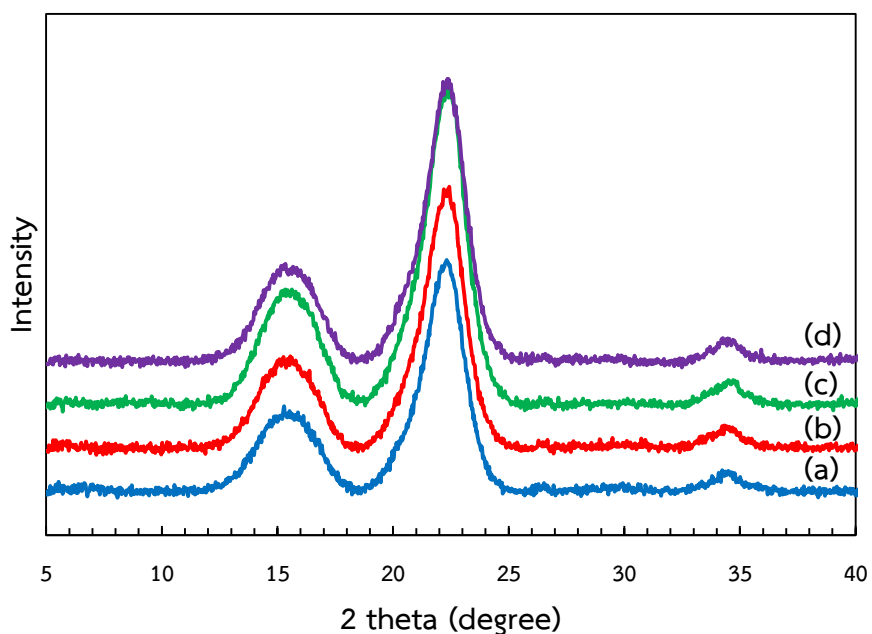
ภาพที่ 11 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที



ภาพที่ 12 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที



ภาพที่ 13 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที



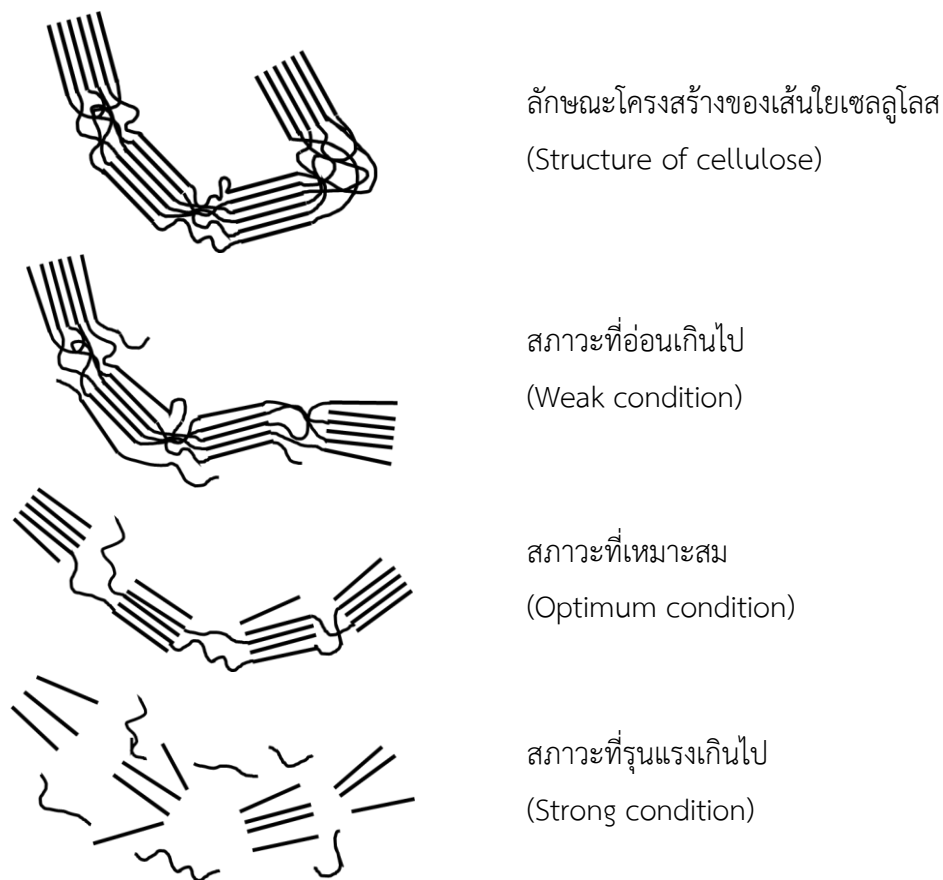
ภาพที่ 14 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที

จากตารางที่ 8 แสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิของกระบวนการย่อยด้วยกรดที่สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสสูงที่สุด คือ ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส โดยมีค่าดัชนีความเป็นผลึกอยู่ในช่วงร้อยละ 60 – 64 อย่างไรก็ตาม หากเพิ่มอุณหภูมิให้มากขึ้นจนถึง 95 องศาเซลเซียส จะส่งผลเชิงลบต่อค่าดัชนีความเป็นผลึกให้มีค่าลดลง เนื่องจากโมเลกุลของกรดจะสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับส่วนที่เป็นผลึกของเซลลูโลสด้วยเช่นกัน ในทำนองเดียวกัน หากพิจารณาถึงปัจจัยด้านระยะเวลาการทำปฏิกิริยาต่อค่าดัชนีความเป็นผลึก พบว่า แนวโน้มของค่าดัชนีความเป็นผลึกจะสูงขึ้นเมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น โดยค่าดัชนีความเป็นผลึกจะมีค่าสูงสุดเมื่อใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 90 นาที โดยมีค่าดัชนีความเป็นผลึกอยู่ในช่วงร้อยละ 57 – 64 ในกรณีของปัจจัยด้านระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาของกระบวนการย่อยด้วยกรดนั้น มีงานวิจัยมากมาย รายงานว่า หากใช้ระยะเวลาในการย่อยด้วยกรดมากกว่า 90 นาที จะพบว่า ค่าดัชนีความเป็นผลึกของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสมีค่าลดลง เนื่องจากระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่นานเกินไป จะส่งผลให้โมเลกุลกรดสามารถย่อยเซลลูโลสส่วนที่เป็นผลึกกลายเป็นน้ำตาลกลูโคสได้เช่นเดียว นอกจากนี้ ยังมีงานวิจัยที่รายงานว่า ระยะเวลาการย่อยด้วยกรดที่นานนั้น จะส่งผลกระทบต่อต้นทุนในการผลิตเป็นอย่างมาก (จะกล่าวเรื่องต้นทุนในการผลิตโดยละเอียดในหัวข้อต่อไป)

ตารางที่ 5 ค่าดัชนีความเป็นผลึกของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)			
	30	45	60	90
65	55.84 ± 1.00 ^{b C}	55.11 ± 0.83 ^{b C}	51.80 ± 0.86 ^{c C}	57.33 ± 1.06 ^{a C}
75	55.88 ± 0.87 ^{b C}	54.11 ± 1.04 ^{c C}	58.42 ± 1.20 ^{a B}	57.82 ± 0.77 ^{a C}
85	60.37 ± 0.89 ^{c A}	60.92 ± 0.70 ^{b, c A}	61.83 ± 0.47 ^{b A}	64.76 ± 1.62 ^{a A}
95	57.93 ± 1.29 ^{d B}	59.47 ± 1.10 ^{c B}	62.87 ± 0.70 ^{a A}	61.37 ± 0.54 ^{b B}

หมายเหตุ กำหนดให้ สัญลักษณ์ A หมายถึง แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ p น้อยกว่า 0.05
 สัญลักษณ์ a หมายถึง แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ p น้อยกว่า 0.05



ภาพที่ 15 ภาพจำลองผลของกระบวนการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยวิธีการย่อยด้วยกรด

จากผลการทดลองดังกล่าว แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาวะของกระบวนการย่อยด้วยกรด ต่อ ค่าดัชนีความเป็นผลึกของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยสามารถสรุปขึ้นต้นได้ว่า อุณหภูมิและระยะเวลา ในการทำปฏิกิริยาเป็นปัจจัยสำคัญอย่างหนึ่งที่มีผลกระทบโดยตรงต่อค่าดัชนีความเป็นผลึกของไมโคร คริสตัลไลน์เซลลูโลส พบว่า อุณหภูมิที่สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสให้มีค่าดัชนีความเป็น ผลึกมากกว่าร้อยละ 60 คือ ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ในขณะที่อุณหภูมิ 65 และ 75 องศาเซลเซียส ดังตารางที่ 8 พบว่า สภาวะดังกล่าวไม่สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีค่าดัชนีความผลึก มากกว่าร้อยละ 60 เนื่องจากเป็นสภาวะที่โมเลกุลของกรดยังไม่เกิดการย่อยส่วนที่เป็นอสังฐานอย่างมี ประสิทธิภาพ ในขณะที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียสเป็นสภาวะที่รุนแรงเกินไป จนทำให้ส่วนที่เป็นผลึกถูก

ทำลายด้วยเช่นกัน อย่างไรก็ตาม นอกเหนือจากสภาวะการย่อยด้วยกรดที่เป็นหนึ่งในปัจจัยที่ส่งผลต่อค่าดัชนีความเป็นผลึกแล้วนั้น แหล่งที่มาของวัตถุดิบของเซลลูโลสรวมทั้งกระบวนการสกัดเซลลูโลสก็มีผลต่อค่าดัชนีความเป็นผลึกเช่นเดียวกัน

2.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาอย่างละเอียดของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากกระบวนการเตรียมในสภาวะต่างๆ จะอาศัยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ซึ่งภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนจะแสดงรูปร่าง ลักษณะ และขนาดของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากสภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิ 65 75 85 และ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาต่างๆ แสดงดังภาพที่ 16 – 19 ตามลำดับ และค่าเฉลี่ย (ไมโครเมตร) ของขนาดไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากสภาวะต่างๆ ที่ศึกษาด้วยการใช้โปรแกรม ImageJ แสดงดังตารางที่ 7 จากผลการทดลอง พบว่า ตัวอย่างเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้จากทุกสภาวะ มีลักษณะเป็นท่อนเส้นใย มีขนาดสั้นลงและขรุขระขึ้น (Trache et al., 2016) เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยเซลลูโลส (เส้นใยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำและฟอกขาว ตามลำดับ) ซึ่งมีเส้นใยที่มียาวหลายไมโครเมตรและมีเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยประมาณ 150 - 200 ไมโครเมตร (ภาพที่ 8c) ผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับผลการทดลองของ (El-Sakhawy and Hassan, 2007) ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า กระบวนการย่อยด้วยกรดสามารถย่อยส่วนของเส้นใยเซลลูโลสบางส่วน ส่งผลให้เส้นใยเซลลูโลสมีขนาดเล็กลง (Trache et al., 2016)

เมื่อพิจารณาถึงปัจจัยด้านอุณหภูมิของสภาวะการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส พบว่า ขนาดความยาวของเส้นใยมีแนวโน้มลดลง เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และในทำนองเดียวกัน เมื่อพิจารณาปัจจัยด้านระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (ระหว่างโมเลกุลของกรดและเส้นใยเซลลูโลส) พบว่า ขนาดความยาวของเส้นใยมีแนวโน้มลดลง เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า การเพิ่มอุณหภูมิและระยะเวลา ส่งผลต่อขนาดความยาวของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ทำให้มีขนาดเล็กลง เนื่องจากการถูกโมเลกุลย่อยนั่นเอง ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในการศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ซึ่งหากเพิ่มระยะเวลาและ/หรืออุณหภูมิจะทำส่งผลต่อประสิทธิภาพการย่อยของเซลลูโลสในสารละลายกรดนั่นเอง โดยงานวิจัยนี้ จะอาศัยข้อมูลจากการศึกษาและวิจัย

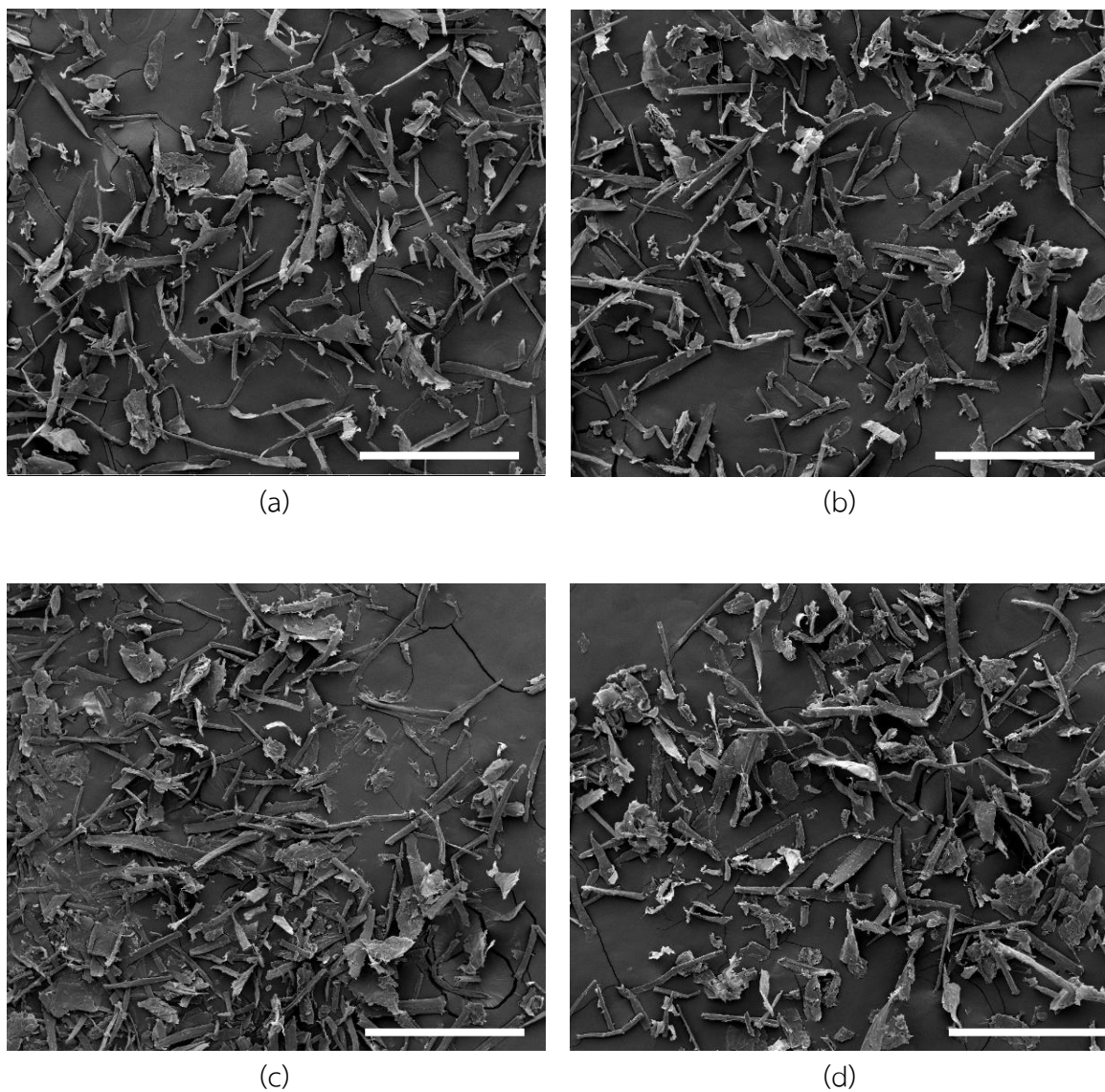
เกี่ยวกับลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้าภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อเปรียบเทียบกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อยที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ โดยแสดงดังภาพที่ 20 ซึ่งขนาดและรูปร่างของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจะมีความแตกต่างกัน แปรผันตามชนิดของวัตถุดิบและกระบวนการสกัดที่แตกต่างกัน (องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบจะเป็นตัวกำหนดกระบวนการสกัดเซลลูโลส) โดยรูปร่างและขนาดของอนุภาคจะส่งผลถึงสมบัติการไหลทั่วไปแล้วไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้าที่นิยมในท้องตลาด เช่น Avicel PH101® มีขนาดเส้นใย 150 ไมโครเมตร ในขณะที่ ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสประเภท Avicel PH102® มีขนาดอนุภาค 100 ไมโครเมตร และ Avicel PH200® มีขนาด 180 ไมโครเมตร และยังมีคุณสมบัติด้านอื่น ๆ ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ดี เหมาะแก่การนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและยา (Hindi, 2017) โดยหากขนาดใหญ่กว่า 200 ไมโครเมตร จะไม่ถือว่าเส้นใยเซลลูโลสดังกล่าวเป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

เมื่อพิจารณาผลของภาพถ่ายเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนในเชิงลึก โดยเปรียบเทียบกับในสภาวะการทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลา 30 นาที พบว่า เส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส แสดงลักษณะเส้นใยที่ขนาดใหญ่กว่า เมื่อเปรียบเทียบกับขนาดเส้นใยในสภาวะอุณหภูมิเดียวกัน เป็นผลจากระยะเวลาการทำปฏิกิริยาที่สั้นเกินไป เกิดการย่อยเส้นใยเซลลูโลสเพียงบางส่วนเท่านั้น ในขณะที่เมื่อเปรียบเทียบตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ระยะเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 65 – 95 องศาเซลเซียส พบว่า ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อใช้ข้อมูลผลการทดลองจากการศึกษาลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสภาวะการเตรียมที่ 30 นาที สามารถสรุปจากผลการทดลองดังกล่าวได้ว่า สภาวะการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่ระยะเวลา 30 นาที เป็นสภาวะไม่เหมาะสมในการใช้เตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เนื่องจากเส้นใยมีขนาดใหญ่ (ใหญ่กว่า 200 ไมโครเมตร) และมีค่าดัชนีความเป็นผลึกน้อยกว่าร้อยละ 60

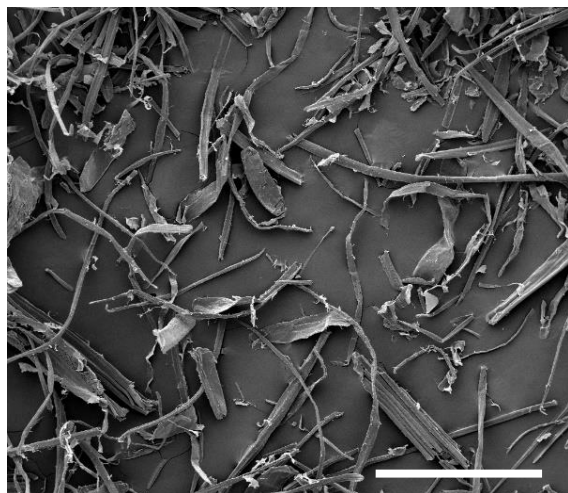
จากนั้น เมื่อพิจารณาถึงระยะเวลาการทำปฏิกิริยาด้วยกรดที่ 45 นาที พบว่า เส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจะมีขนาดเส้นใยประมาณ 219 และ 215 ไมโครเมตร เมื่อเตรียมที่อุณหภูมิ 65 และ 75 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยมีค่าดัชนีความเป็นผลึกอยู่ที่ร้อยละ 55 และ 54 ตามลำดับ (ค่าดัชนีความเป็นผลึกดังกล่าว ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ) ซึ่งแสดงให้เห็นว่า สภาวะการเตรียมดังกล่าวไม่เหมาะสมในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 85 และ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 45 นาที พบว่า เส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ มีขนาดประมาณ 193 ไมโครเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กกว่า 200 นาโนเมตร โดยมีค่าดัชนีความเป็นผลึกอยู่ที่ร้อยละ 60 และ 59

ตามลำดับ (ค่าดัชนีความเป็นผลึกดังกล่าว ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ) จากนั้น เมื่อพิจารณาผลการทดลองที่สภาวะ การทำปฏิกิริยาที่ 60 และ 90 นาที พบว่า ที่ระยะเวลาดังกล่าวนั้น จะสามารถเตรียมเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีในช่วง 140 – 180 ไมโครเมตร ซึ่งแนวโน้มของขนาดเส้นใยก็จะแปรผันตามอุณหภูมิและระยะเวลา นอกจากนี้ ระยะเวลาที่ใช้ในการย่อนั้น จะส่งผลต่อความขรุขระของเส้นใย โดยเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น พื้นผิวของตัวอย่างจะมีลักษณะเรียบขึ้น เนื่องจากการทำปฏิกิริยาเกิดการแตกแยกของเส้นใย จากการทำงานของกรด ความร้อนที่ใช้ในการทำปฏิกิริยามีผลทำลายโครงสร้างเซลลูโลส (Mosier et al., 2005) แม้ว่าสภาวะดังกล่าว จะสามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสได้ขนาดเล็กกว่า 200 ไมโครเมตร แต่เมื่อพิจารณาถึงค่าดัชนีความเป็นผลึกที่คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (ตารางที่ 5) พบว่า มีเพียงสภาวะ 85 และ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 60 และ 90 นาทีเท่านั้น ที่สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงกว่าร้อยละ 60 โดยปรากฏการณ์หรือผลการทดลองดังกล่าว สามารถยืนยันผลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาต่อการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสได้อย่างชัดเจน

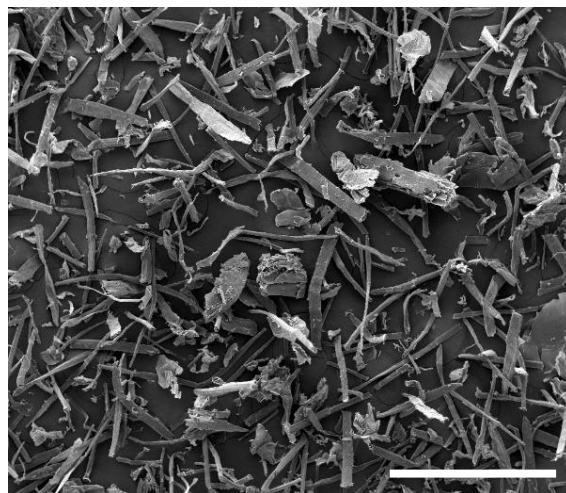
ดังนั้น จากผลการทดลองดังกล่าว สามารถสรุปได้ว่า อุณหภูมิและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทั้งในแง่ของค่าดัชนีความเป็นผลึกและขนาดเส้นใยที่เตรียมได้ จากผลการทดลองทั้งการศึกษาลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์และการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส คือ การใช้อุณหภูมิที่ 85 และ 95 องศาเซลเซียส ในระยะเวลา 60 และ 90 นาที อย่างไรก็ตาม การพิจารณาถึงสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส จำเป็นต้องอาศัยการศึกษาระดับขั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในการพิจารณาด้วยเช่นกัน



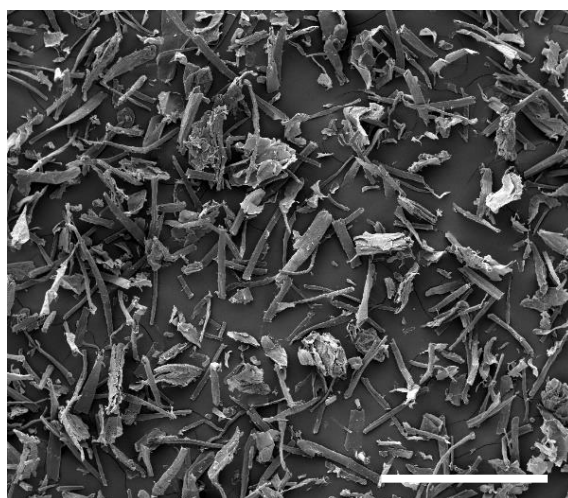
ภาพที่ 16 ภาพถ่ายภาพได้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์ เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที (Scale bar เท่ากับ 500 ไมโครเมตร)



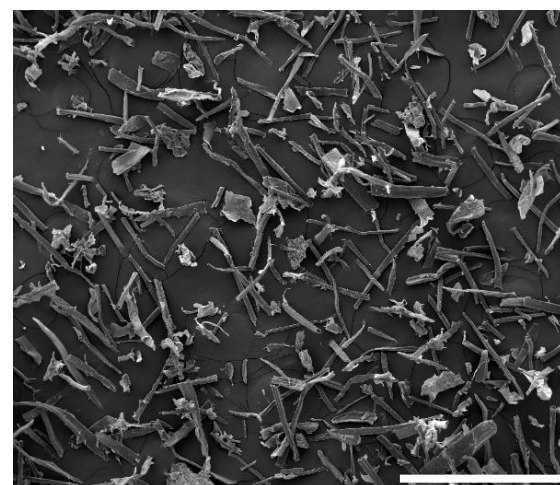
(a)



(b)

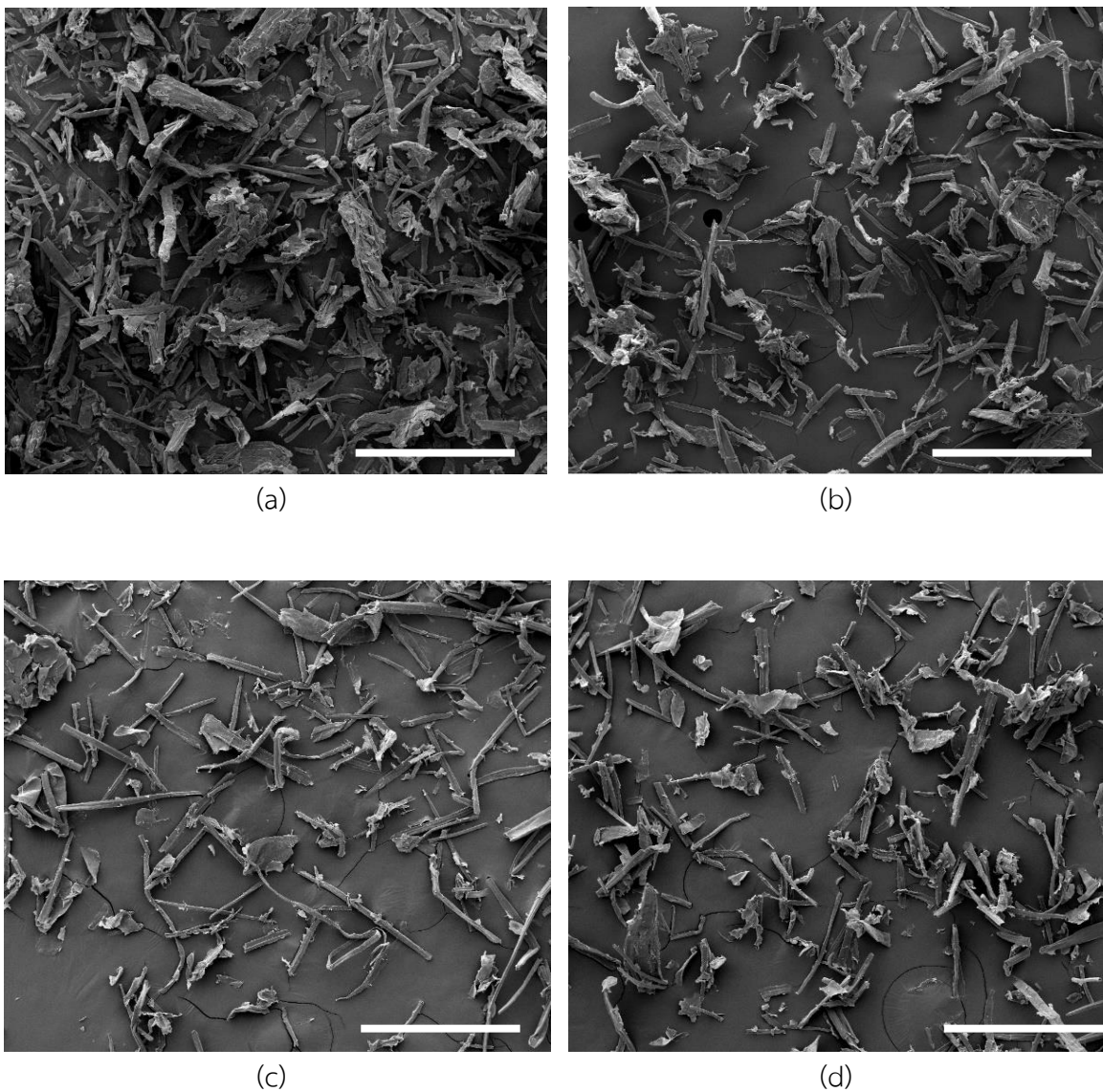


(c)

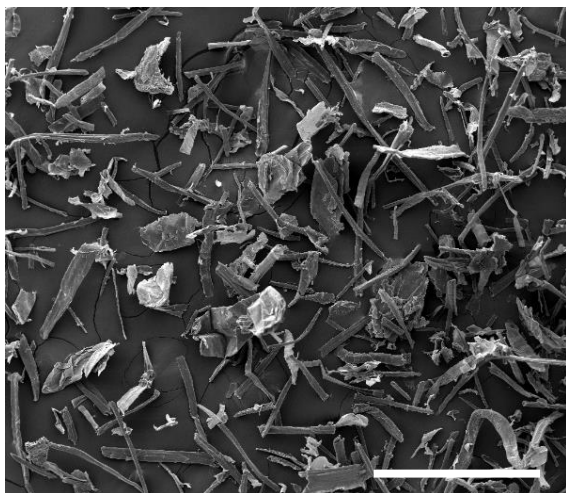


(d)

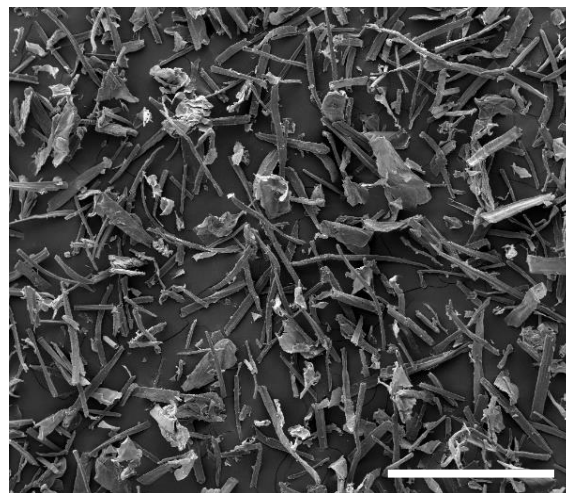
ภาพที่ 17 ภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์ เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที



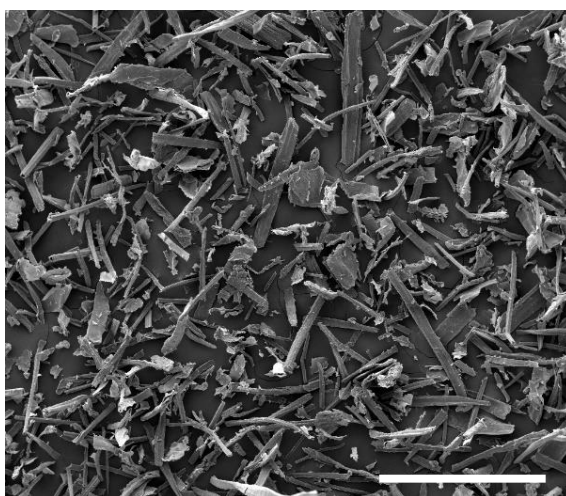
ภาพที่ 18 ภาพถ่ายภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์ เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที



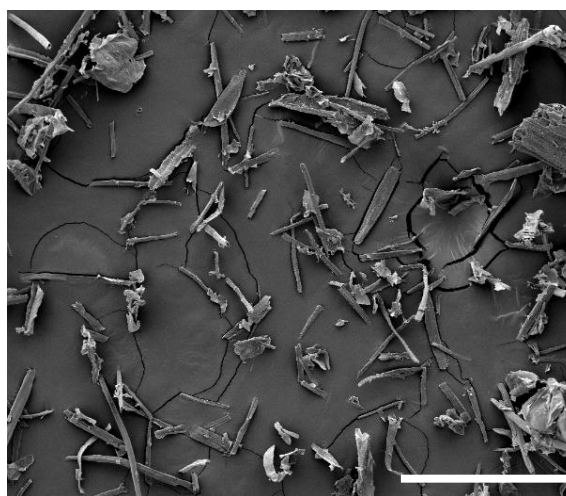
(a)



(b)



(c)

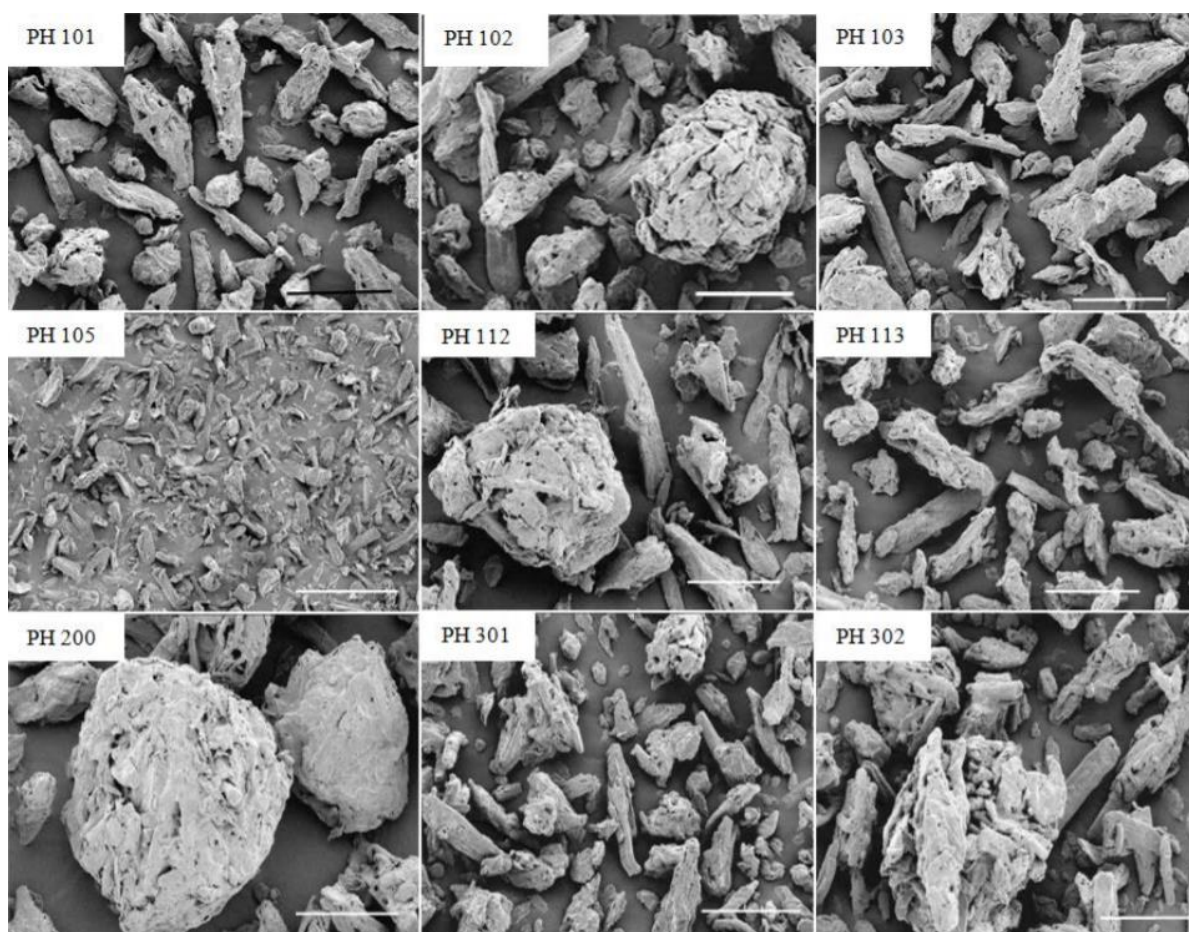


(d)

ภาพที่ 19 ภาพถ่ายภาพได้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์ เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 30 (a), 45 (b), 60 (c) และ 90 (d) นาที

ตารางที่ 6 ค่าเฉลี่ยขนาด (ไมโครเมตร) ของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากสภาวะต่างๆ

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (ไมโครเมตร)			
	30 นาที	45 นาที	60 นาที	90 นาที
65	229.3	219.8	187.5	178.1
75	234.1	215.3	183.7	156.2
85	209.6	193.0	163.3	138.0
95	211.5	193.9	170.9	143.8



ภาพที่ 20 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้าประเภทต่างๆ ที่กำลังขยายเดียวกัน scale bar 100 ไมโครเมตร

2.3 การศึกษาระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส

ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ (Degree of polymerization, DP) เป็นพารามิเตอร์สำคัญที่ใช้ระบุว่าเส้นใยที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ เป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสหรือไม่ โดยค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ หมายถึง จำนวนน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (กลูโคส) ที่เรียงต่อกันเป็นสายพอลิเมอร์ในโครงสร้างของเส้นใยไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยค่ามาตรฐานที่เป็นตัวกำหนดว่า เส้นใยที่เป็นไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส จะต้องมีความระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ในช่วงระหว่าง 200 – 400 (Vanhatalo and Dahl, 2014) ดังนั้น เมื่อพิจารณาถึงผลการวิเคราะห์ค่าดัชนีความเป็นผลึก(ตารางที่ 5) และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ (ภาพที่ 16 – 19 และ ตารางที่ 6) แสดงให้เห็นว่า สภาวะในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากเซลลูโลส (ที่สกัดได้จากชานอ้อย) ที่สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสได้ค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงกว่าร้อยละ 60 และมีขนาดเล็กกว่า 200 ไมโครเมตร คือ การใช้อุณหภูมิที่ 85 องศาเซลเซียส จากนั้น วิเคราะห์ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากสภาวะดังกล่าว เพื่อยืนยันว่า กระบวนการเตรียมดังกล่าวสามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีคุณสมบัติและคุณภาพเทียบเท่ากับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า (ในงานวิจัยนี้ใช้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้ายี่ห้อ Alfa Aesar A17730) ตารางที่ 7 แสดงค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างเซลลูโลส และตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากสภาวะที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ระยะเวลาต่างๆ (ที่มีค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงกว่าร้อยละ 60 และขนาดเส้นใยเล็กกว่า 200 ไมโครเมตร) และแสดงค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า

ตารางที่ 7 ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างเซลลูโลส ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า และตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สภาวะ 85 องศาเซลเซียส

ตัวอย่าง	ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์
เซลลูโลสจากชานอ้อย ¹	1,071.43
ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 85 องศาเซลเซียส เวลา 30 นาที	404.76
ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 85 องศาเซลเซียส เวลา 45 นาที	333.33
ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 85 องศาเซลเซียส เวลา 60 นาที	333.33

ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 85 องศาเซลเซียส เวลา 90 นาที	309.52
ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้า ²	261.66

หมายเหตุ ¹ สกัดด้วยการระเบิดด้วยไอน้ำและการฟอกขาว

² ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้าจาก Alfa Aesar A17730

เมื่อพิจารณาผลการทดลองดังกล่าว พบว่า ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างเส้นใยเซลลูโลส (ตัวอย่างที่เตรียมได้จากกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำและการฟอกขาว) แสดงค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ เท่ากับ 1,071.43 ซึ่งเป็นค่าเฉลี่ยมาตรฐานของค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของเซลลูโลสจากพืช ซึ่งค่าดังกล่าวมีค่าอยู่ในช่วงมาตรฐาน และสอดคล้องกับงานวิจัยอื่น ที่รายงานว่าเซลลูโลสที่สกัดได้จากผนังเซลล์พืชหรือสารประกอบลิกโนเซลลูโลส มีค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ อยู่ในช่วง 1,000 – 5,000 ทั้งนี้ ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์นั้นจะแปรผันตามชนิดของพืชหรือชนิดของแหล่งวัตถุดิบ รวมทั้งกระบวนการสกัดที่ใช้ โดยค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ดังกล่าวจะแสดงถึงกระบวนการสกัดเซลลูโลสที่สามารถเตรียมเซลลูโลสได้อย่างมีประสิทธิภาพและไม่ส่งผลต่อโครงสร้างหรือคุณสมบัติของเซลลูโลส

ในขณะที่ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้าอื่น ๆ จะมีค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์อยู่ในช่วง 200 – 300 เช่น ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส Avicel PH101 มีค่าเท่ากับ 294 ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส Alfa-MCC มีค่าเท่ากับ 318 (Trache et al., 2016) โดยงานวิจัยนี้ จะใช้ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้ายี่ห้อ Alfa Aesar A17730 ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ เท่ากับ 261.66 เป็นค่ามาตรฐานเพื่อเปรียบเทียบกับค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากขาน้อย เมื่อพิจารณาถึงค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (ตารางที่ 8) พบว่า ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์มีแนวโน้มลดลง เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองทั้งการศึกษาลักษณะการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์และลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ที่ยืนยันได้ว่า สภาวะการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาต่างๆ สามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากขาน้อยได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยพิจารณาจากค่าดัชนีความเป็นผลึก ขนาดเส้นใยและค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ โดยมีค่าอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้ายี่ห้อ Alfa Aesar A17730 โดยพบว่า ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 90 นาที แสดงค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ เท่ากับ 309.52 ซึ่งใกล้เคียงกับค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทางการค้ามากที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับสภาวะอื่น ๆ

จากผลการทดลองทั้งหมด สามารถสรุปได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากขานอ้อย คือ การใช้อุณหภูมิที่ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 90 นาที ซึ่งสามารถเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มีค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงที่สุด (ร้อยละ 64) มีขนาดเส้นใยเฉลี่ย เท่ากับ 138 ไมโครเมตร และมีค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ เท่ากับ 309.52

2.4 การประเมินความเป็นไปได้ทางเศรษฐศาสตร์ เพื่อศึกษาต้นทุนการผลิตเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ทางการค้า

การศึกษาและประเมินต้นทุนในการผลิต (ในระดับการทดลอง) เป็นหนึ่งข้อมูลสำคัญที่ใช้เพื่อประเมินความเป็นไปได้ทางเศรษฐศาสตร์ หรือประเมินการนำไปผลิตในเชิงอุตสาหกรรม จากผลการทดลองศึกษาการสกัดไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากขานอ้อย ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 90 นาที มีค่าร้อยละผลได้ เท่ากับ ร้อยละ 30 กล่าวคือ หากใช้ปริมาณขานอ้อยเริ่มต้น น้ำหนัก 100 กรัม เมื่อผ่านกระบวนการปรับสภาพและฟอกขาว (เป็นขั้นตอนในการสกัดเซลลูโลส) จะสามารถสกัดปริมาณเซลลูโลส 36 กรัม และย่อยด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ได้ปริมาณไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 30 กรัม (แสดงดังตารางที่ 8) ซึ่งเป็นปริมาณผลิตภัณฑ์ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่สามารถผลิตขึ้นจากปริมาณขานอ้อยเริ่มต้น 100 กรัม (ตารางที่ 9) เพื่อใช้พิจารณาต้นทุนการผลิตต่อไป

ตารางที่ 8 แสดงร้อยละผลได้ของตัวอย่างเส้นใยแต่ละขั้นตอน

ตัวอย่าง	ร้อยละผลได้ (%)
ขานอ้อย	100
ขานอ้อยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ	60
ขานอ้อยที่ผ่านกระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำและการฟอกขาว	36
ตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ¹	30

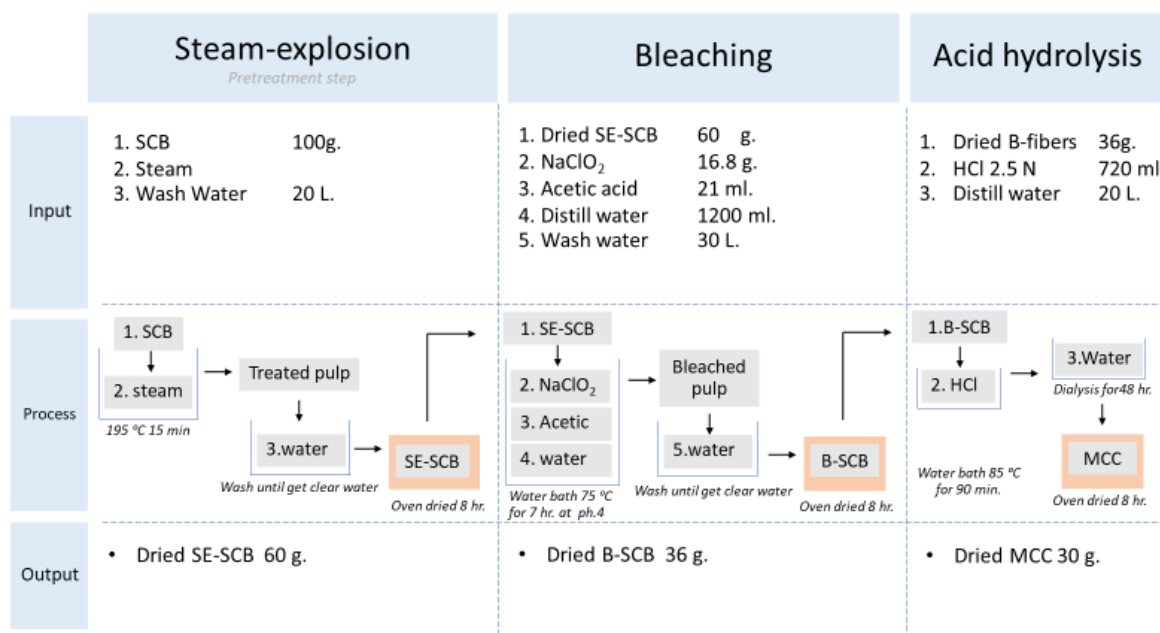
หมายเหตุ ¹ ตัวอย่างไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เตรียมได้จากสภาวะที่ 85 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 90 นาที

ตารางที่ 9 วัตถุดิบที่ใช้ในแต่ละขั้นตอนการสกัด ต่อชานอ้อย 100 กรัม

ขั้นตอน	วัตถุดิบ	จำนวน	ราคา (บาท)	ผลได้
กระบวนการระเบิดด้วยไอน้ำ	ชานอ้อย	100 กรัม	0.05	ชานอ้อยที่
	น้ำ	20 ลิตร	0.2	ผ่าน
				กระบวนการ ปรับปรุงสภาพ
กระบวนการฟอกขาว	โซเดียมคลอไรด์	16.8 กรัม	77.28	เซลลูโลส
	กรดแอสติค	21 มิลลิลิตร	4	
	น้ำกลั่น	1.2 ลิตร	0.1	
	น้ำ	30 ลิตร	0.3	
กระบวนการย่อยด้วยกรด	กรดไฮโดรคลอริก	147.8 มิลลิลิตร	23	ไมโคร
	น้ำกลั่น	20 ลิตร	2	คริสตัลไลน์ เซลลูโลส

ในการศึกษาค้นคว้าการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส ผู้วิจัยได้ทำการจัดการต้นทุน ค่าใช้จ่ายในการผลิต สำหรับการผลิตซึ่งวัตถุดิบประสงค์ของการจัดสรรต้นทุนในการผลิตนั้น เพื่อให้ทราบถึงค่าใช้จ่ายที่แท้จริงในการผลิตสินค้าและใช้สามารถนำมาใช้คำนวณราคาขายของผลิตภัณฑ์ รวมถึงให้งานวิจัยแสดงถึงความเป็นไปได้และมีศักยภาพอีกด้วย โดยต้นทุนประกอบไปด้วย วัตถุดิบทางตรงและค่าใช้จ่ายในการขาย โดยวัตถุดิบทางตรง (Direct Material) ประกอบด้วยวัตถุดิบและราคาต่อหน่วยแสดงดังตารางที่ 9 โดยมีวัตถุดิบที่สำคัญในการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส เช่น ชานอ้อย โซเดียมคลอไรด์ กรดไฮโดรคลอริกและกรดอะซิติก วัตถุดิบทั้งหมดนี้นำไปผลิตไมโครคริสตัลไลน์ปริมาณ 30 กรัม ดังนั้นต้นทุนการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสขึ้นอยู่กับปริมาณสารเคมีที่ใช้การผลิต

จากตารางที่ 9 แสดงราคาต่อหน่วยของวัตถุดิบเพื่อผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจำนวน 30 กรัม โดยคำนวณราคาต้นทุนวัตถุดิบในการผลิต เท่ากับ 107 บาท ต่อ จำนวนไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส 30 กรัม ดังนั้น ราคาต้นทุนด้านวัตถุดิบในการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในระดับห้องปฏิบัติการ เท่ากับ 3.50 บาทต่อกรัม โดยยังไม่รวมค่าอุปกรณ์และค่าไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการผลิต



ภาพที่ 21 แผนผังแสดงกระบวนการผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสจากชานอ้อยในระดับห้องปฏิบัติการ

สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้สามารถแสดงถึงศักยภาพของขานอ้อยที่สามารถพัฒนาและต่อยอดในอุตสาหกรรมอาหาร โดยศึกษาการประยุกต์ใช้ขานอ้อยเป็นแหล่งวัตถุดิบในการสกัดเซลลูโลสและไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และศึกษาหาผลของกระบวนการสกัดต่อคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ และศึกษาการใช้ประโยชน์จากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้ในด้านอุตสาหกรรมอาหาร โดยใช้เป็นส่วนผสมในผลิตภัณฑ์ไส้กรอกเพื่อใช้เป็นสารทดแทนไขมัน และใช้เป็นฟิล์มที่บิโกลได้โดยใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ของผลิตภัณฑ์ไส้กรอก ซึ่งในส่วนของการสกัดเซลลูโลส โดยอาศัยวิธีระเบิดด้วยไอน้ำร่วมกับกระบวนการฟอกขาว เพื่อสกัดเซลลูโลสจากขานอ้อยให้มีความบริสุทธิ์สูง จากผลการทดลองพบว่า วิธีการใช้การระเบิดด้วยไอน้ำร่วมกับกระบวนการฟอกขาว สามารถสกัดเซลลูโลสจากขานอ้อยได้ โดยจากผลองค์ประกอบทางเคมี ค่าความขาว และการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา สามารถยืนยันได้ว่า องค์ประกอบอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลสถูกกำจัดออกไปในระหว่างกระบวนการสกัด และยังคงสมบัติของเซลลูโลสที่ดีไว้ ดังนั้น สามารถสรุปได้ว่า วิธีการสกัดเซลลูโลสดังกล่าว สามารถเตรียมเซลลูโลสที่มีความบริสุทธิ์สูงอีกทั้งยังสามารถสกัดเซลลูโลสได้ในปริมาณมากอีกด้วย ในส่วนของขั้นตอนการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส พบว่า อุณหภูมิและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อคุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสทั้งในแง่ของค่าดัชนีความเป็นผลึกและขนาดเส้นใยที่เตรียมได้ จากผลการทดลองพบว่า ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เวลา 90 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส โดยยังคงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซลลูโลส และมีค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงขึ้นเป็นร้อยละ 64 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วัดขนาดไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสได้อยู่ในช่วงไมโครเมตร (139 ไมโครเมตร) และ ค่าระดับชั้นการเกิดพอลิเมอร์ของตัวอย่างอยู่ที่ 309 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์คุณสมบัติของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่มาตรฐานกำหนดไว้ สามารถสรุปได้ว่า ขานอ้อยมีความสามารถในการเป็นแหล่งผลิตไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส และมีคุณสมบัติเทียบเท่ากับไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสในท้องตลาด

เอกสารอ้างอิง

- Abdul Khalil, H., A. Bhat and A. Ireana Yusra. 2012. Green composites from sustainable cellulose nanofibrils: A review. **Carbohydrate Polymers**. 87: 963-979.
- Abraham, E., B. Deepa, L. Pothan, M. Jacob, S. Thomas, U. Cvelbar and R. Anandjiwala. 2011. Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach. **Carbohydrate Polymers**. 86: 1468-1475.
- Adel, A.M., Z.H.A. El-Wahab, A.A. Ibrahim and M.T. Al-Shemy. 2010. Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part i. Acid catalyzed hydrolysis. **Bioresource Technology**. 101: 4446-4455.
- Alemdar, A. and M. Sain. 2008. Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues—wheat straw and soy hulls. **Bioresource technology**. 99: 1664-1671.
- Azubuike, C. and A. Okhamafe. 2012. Physicochemical, spectroscopic and thermal properties of microcrystalline cellulose derived from corn cobs. **International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture**. 1: 1-7.
- Battista, O.A. 1950. Hydrolysis and crystallization of cellulose. **Industrial & Engineering Chemistry**. 42: 502-507.
- Das, K., D. Ray, N. Bandyopadhyay and S. Sengupta. 2010. Study of the properties of microcrystalline cellulose particles from different renewable resources by xrd, ftir, nanoindentation, tga and sem. **Journal of Polymers and the Environment**. 18: 355-363.

- Deepa, B., E. Abraham, B.M. Cherian, A. Bismarck, J.J. Blaker, L.A. Pothan, A.L. Leao, S.F. De Souza and M. Kottaisamy. 2011. Structure, morphology and thermal characteristics of banana nano fibers obtained by steam explosion. **Bioresource Technology**. 102: 1988-1997.
- El-Sakhawy, M. and M.L. Hassan. 2007. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues. **Carbohydrate polymers**. 67: 1-10.
- Elanthikkal, S., U. Gopalakrishnapanicker, S. Varghese and J.T. Guthrie. 2010. Cellulose microfibrils produced from banana plant wastes: Isolation and characterization. **Carbohydrate Polymers**. 80: 852-859.
- Festucci-Buselli, R.A., W.C. Otoni and C.P. Joshi. 2007. Structure, organization, and functions of cellulose synthase complexes in higher plants. **Brazilian Journal of Plant Physiology**. 19: 1-13.
- Hindi, S. 2017. Microcrystalline cellulose: The inexhaustible treasure for pharmaceutical industry. **Nanoscience and Nanotechnology Research**. 4: 17-24.
- Ibrahim, M.M., F.A. Agblevor and W.K. El-Zawawy. 2010. Isolation and characterization of cellulose and lignin from steam-exploded lignocellulosic biomass. **BioResources**. 5: 397-418.
- Ilindra, A. and J. Dhake. 2008. Microcrystalline cellulose from bagasse and rice straw. **Indian journal of chemical technology**. 15: 497-499.
- Johar, N., I. Ahmad and A. Dufresne. 2012. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. **Industrial Crops and Products**. 37: 93-99.

- Klemm, D., B. Heublein, H.-P. Fink and A. Bohn. 2005a. Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material. **Angewandte Chemie International Edition**. 44: 3358-3393.
- Klemm, D., B. Heublein, H.P. Fink and A. Bohn. 2005b. Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material. **Angewandte Chemie International Edition**. 44: 3358-3393.
- Klemm, D., F. Kramer, S. Moritz, T. Lindström, M. Ankerfors, D. Gray and A. Dorris. 2011. Nanocelluloses: A new family of nature-based materials. **Angewandte Chemie International Edition**. 50: 5438-5466.
- Lu, P. and Y.-L. Hsieh. 2010. Preparation and properties of cellulose nanocrystals :Rods, spheres, and network. **Carbohydrate polymers**. 82: 329-336.
- Mohamad Haafiz, M., S. Eichhorn, A. Hassan and M. Jawaid. 2013. Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from oil palm biomass residue. **Carbohydrate polymers**. 93: 628-634.
- Nsor-Atindana, J., M. Chen, H.D. Goff, F. Zhong, H.R. Sharif and Y. Li. 2017. Functionality and nutritional aspects of microcrystalline cellulose in food. **Carbohydr Polym**. 172: 159-174.
- Nuruddin, M., A. Chowdhury, S. Haque, M. Rahman, S. Farhad, M.S. Jahan and A. Quaiyyum. 2011. Extraction and characterization of cellulose microfibrils from agricultural wastes in an integrated biorefinery initiative. **biomaterials**. 3: 5-6.

- Qiu, W. and H. Chen. 2012. Enhanced the enzymatic hydrolysis efficiency of wheat straw after combined steam explosion and laccase pretreatment. **Bioresource technology**. 118: 8-12.
- Rocha, G.J.M., A.R. Gonçalves, B.R. Oliveira, E.G. Olivares and C.E.V. Rossell. 2012. Steam explosion pretreatment reproduction and alkaline delignification reactions performed on a pilot scale with sugarcane bagasse for bioethanol production. **Industrial Crops and Products**. 35: 274-279.
- Rosa, M., E. Medeiros, J. Malmonge, K. Gregorski, D. Wood, L. Mattoso, G. Glenn, W. Orts and S. Imam. 2010. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. **Carbohydrate Polymers**. 81: 83-92.
- Siqueira, G., J. Bras and A. Dufresne. 2010. Cellulosic bionanocomposites: A review of preparation, properties and applications. **Polymers**. 2: 728-765.
- Sun, X., F. Xu, R. Sun, P. Fowler and M. Baird. 2005. Characteristics of degraded cellulose obtained from steam-exploded wheat straw. **Carbohydrate research**. 340: 97-106.
- Thoorens, G., F. Krier, B. Leclercq, B. Carlin and B. Evrard. 2014. Microcrystalline cellulose, a direct compression binder in a quality by design environment—a review. **International Journal of Pharmaceutics**. 473: 64-72.
- Trache, D., M.H. Hussin, C.T. Hui Chuin, S. Sabar, M.R. Fazita, O.F. Taiwo, T.M. Hassan and M.K. Haafiz. 2016. Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application-a review. **Int J Biol Macromol**. 93: 789-804.

Zhang, Y.-H.P. and L.R. Lynd. 2004. Toward an aggregated understanding of enzymatic hydrolysis of cellulose: Noncomplexed cellulase systems. **Biotechnology and Bioengineering**. 88: 797-824.