

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

การศึกษาวิจัยการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตและผลิตภัณฑ์เส้นใยจากใบสับปะรด นี้ได้ศึกษาการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสจากใบสับปะรด แล้วนำมาศึกษาการแปรรูปเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ คือ ทำผงเซลลูโลส อนุพันธ์ของเซลลูโลสต่างๆ ศึกษาการทำเมมเบรน พอลิเมอร์คอมพอสิต กระดาษกรอง กระดาษฟงถ่าน สารตัวดูดซับ โดยมีรายละเอียดของการศึกษา ดังนี้

วัสดุและอุปกรณ์

เครื่องมือ

- | | |
|--------------------------------------|---|
| 1. เครื่องคนด้วยแท่งแม่เหล็ก | 11. จักรรีดยางแผ่น |
| 2. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง | 12. เครื่องบด |
| 3. เครื่องคนด้วยใบพัดและมอเตอร์ไฟฟ้า | 13. FT-IR : Perkin Elmer Instrument Spectrum One |
| 4. เต้าไฟฟ้า | 14. FT-NMR : Bruker, 300MHz |
| 5. เครื่องเซนตริฟิวจ์ | 15. Shaking water bath |
| 6. บั้มสุญญากาศ | 16. pH meter |
| 7. เครื่องระเหยแบบลดความดัน | 17. Mechanical Shaker |
| 8. หม้อนึ่งความดันไอน้ำชนิดไฟฟ้า | 18. Differential Pulse Anodic Stripping Voltammeter |
| 9. เครื่องวัดแรงดึงสกรู | |
| 10. ตู้แช่แข็ง | |

วัสดุทั่วไป

- | | |
|---|---|
| 1. ใบสับปะรดสด | 4. มะนาว กล้วย |
| 2. ใบสับปะรดแห้งบดหยาบ ซึ่งเป็นกากเหลือหลังจากการสกัดด้วยแอลกอฮอล์ เพื่อนำสารสกัดไปศึกษาในโครงการย่อย 3 | 5. ผงถ่านไม้ไม่บดละเอียด (สารดูดซับเอทิลีน) |
| 3. Pineapple leave cellulose pulp (100 mesh) (FLUKA) | 6. ถุงพลาสติก |
| | 7. ก่องกระดาษ |

- | | |
|---|-------------------------------|
| 8. Cellulose powder from Spruce, Fluka
Length of fiber : 0.02 – 0.15 mm | 12. กระดาษทราย |
| 9. พลาสติก PET, LDPE, PS | 13. แผ่นลามิเนต
(Laminate) |
| 10. กระจกอบ ตะกร้าพลาสติก เชือก | 14. กาวยางสำหรับงานไม้ |
| 11. อุปกรณ์เตรียมเส้นใยและทำกระดาษ(เต้าแก๊ส หม้อ
ตะแกรง กะละมัง เฟรม เป็นต้น) | |

สารเคมี

- | | |
|--|------------------------|
| 1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) | 14. Chloroform |
| 2. สารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์
(NaOCl) (ไฮเตอร์) | 15. Dichloromethane |
| 3. กรดซัลฟิวริก (H ₂ SO ₄) | 16. Ethanol 95 % |
| 4. กรดแอสติค | 17. Methanol |
| 5. อะเซติกแอนไฮไดรด์ | 18. Ethyl acetate |
| 6. โพรพิโอนิกแอนไฮไดรด์ | 19. Hexane |
| 7. เบนโซอิลคลอไรด์ | 20. Toluene |
| 8. กรดไนตริกเข้มข้น | 21. Benzene |
| 9. กรดมาลิก (Maleic acid) | 22. Petroleum ether |
| 10. 0.25% ฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde) | 23. Acetone |
| 11. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว | 24. Phenolphthalein |
| 12. <i>N,N</i> -dimethyl acetamide (DMAc) | 25. Anhydrous methanol |
| 13. Monochloroacetic acid (MCA) | |

วิธีการดำเนินการวิจัย

1. การศึกษาการเตรียมเส้นใยสับประรด

ศึกษาการเตรียมเส้นใยจากใบสับประรด 3 แบบ

1.1 การเตรียมเส้นใยขาว

ศึกษาการแยกเส้นใยจากใบสับประรดโดยการแช่น้ำ (การแช่ฟอก) โดยแช่ใบสับประรดในแหล่งน้ำธรรมชาติ คือ น้ำจืด(น้ำคลอง) และน้ำเค็ม(น้ำทะเล)เปรียบเทียบกับน้ำประปา

รวมทั้งเก็บตัวอย่างน้ำมาทำการทดลองในห้องปฏิบัติการเพื่อเปรียบเทียบข้อแตกต่างของการใช้น้ำจากแหล่งน้ำต่างๆ ในการแยกเส้นใยจากใบสับปะรด ทำการทดลองดังนี้

1. ทดลองแช่ใบสับปะรดในแหล่งน้ำธรรมชาติ

นำใบสับปะรดสดมาตัดให้ได้ขนาดประมาณ 50 เซนติเมตร แล้วนำมามัดรวมกัน มัดละ 10 ใบ จากนั้นนำมาใส่กระสอบ กระสอบละ 25 มัด นำกระสอบใส่ในตะกร้าพลาสติกมัดด้วยเชือกให้แข็งแรง แล้วนำไปแช่ในแหล่งน้ำ คือ (1) คลองสำโรง (น้ำจืด) ต.เขารูปช้าง อ.เมือง จ.สงขลา และ (2) บริเวณท่อสูบน้ำทะเล (น้ำเค็ม) สถาบันวิจัยการเพาะเลี้ยงสัตว์น้ำชายฝั่ง กรมประมง ต.เขารูปช้าง อ.เมือง จ.สงขลา เป็นเวลา 12 วัน บันทึกผลการเปลี่ยนแปลง

2. ทดลองแช่ใบสับปะรดในห้องปฏิบัติการ

นำใบสับปะรดสดมาหั่นให้ได้ขนาดประมาณ 10 เซนติเมตร แล้วนำมามัดรวมกัน มัดละ 20 ใบ แล้วนำไปแช่ในขวดทดลอง (เส้นผ่าศูนย์กลาง 7 เซนติเมตร) โดยใช้น้ำจากแหล่งน้ำ คือ (1) น้ำคลอง (น้ำจืดจากคลองสำโรง) (2) น้ำเค็ม (บริเวณท่อสูบน้ำทะเล สถาบันวิจัยการเพาะเลี้ยงสัตว์น้ำชายฝั่ง และ (3) น้ำประปา ซึ่งทำการทดลองเป็น 2 ชุด คือ เปลี่ยนน้ำทุก 2 วัน และไม่มีการเปลี่ยนน้ำ ทำการแช่เป็นเวลา 12 วัน บันทึกผลการเปลี่ยนแปลง

3. แยกเส้นใยออกจากใบสับปะรด โดยการลอกเปลือกใบออกแล้ว แล้วดึงเส้นใยออก นำเส้นใยที่ดึงออกมาชูดเอาเชื้อที่ติดอยู่ออกเบาๆ แล้วล้างน้ำให้สะอาด



ภาพที่ 3.1 การเตรียมเส้นใยจากใบสับปะรด

1.2 การเตรียมเส้นใยสั้น

การเตรียมเส้นใยสั้นสำหรับการทำกระดาษจากใบสับประรด ใช้ใบสับประรด 2 แบบ ได้แก่ ใบสับประรดสด (FP) ใบสับประรดแช่แข็ง (FDP)

นำใบสับประรดสด(FP) มาล้างน้ำให้สะอาด แล้วหั่นเป็นชิ้นขนาด 1-2 เซนติเมตร นำมาล้างน้ำให้สะอาดอีกครั้ง ผึ่งลมให้หมาด (ภาพที่ 3.2)

ใบสับประรดแช่แข็ง (FDP) นำใบสับประรดสดมาล้างน้ำให้สะอาด แล้วหั่นเป็นชิ้นขนาด 1-2 เซนติเมตร นำไปแช่แข็งไว้รอการใช้งาน แล้วนำมาล้างน้ำแข็งออกให้หมด แล้วบีบน้ำออกให้หมด ก่อนนำไปเตรียมเส้นใย และเยื่อกระดาษ

1. นำใบสับประรดแต่ละชนิดที่เตรียมไว้มาชั่งน้ำหนัก นำมาต้มด้วย 5% NaOH เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คนตลอดเวลา

2. ล้างเยื่อกระดาษด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง จนได้เยื่อกระดาษสีเหลืองอ่อน มีสภาพเป็นกลาง (ไม่ลื่นมือ)

3. นำเยื่อกระดาษที่ได้ไปศึกษาการฟอกจางสีด้วยสารละลาย NaOCl โดยนำเยื่อกระดาษใบสับประรด 10 กรัมใส่ในบีกเกอร์ แล้วเติมสารละลาย NaOCl (5.5% Active Chloride) ความเข้มข้น 1, 2, 5 และ 10% (v/v) ตามลำดับ ในอัตราส่วนเยื่อกระดาษ ต่อสารละลายเท่ากับ 1 : 10 ตั้งแช่ทิ้งไว้ เป็นเวลา 30 นาที-24 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำสะอาด

4. บีบน้ำออกจากเยื่อกระดาษพอหมาด ชั่งน้ำหนัก แล้วปั่นเยื่อกระดาษให้ละเอียด แล้วนำเยื่อกระดาษมากระจายในเฟรมซึ่งอยู่ในน้ำ ยกขึ้นจากน้ำ นำไปผึ่งลมและตากแดดให้แห้ง (การทำกระดาษแบบตะ)

1.3 การเตรียมเส้นใยบดหยาบ(หลังการสกัด)

ในการทดลองนี้ใช้ใบสับประรดบดหยาบ (REP) ที่ผ่านการสกัดด้วยเอทานอล หรือ เมทานอล เพื่อนำสารสกัดไปศึกษาสารสเดียรอยด์ในโครงการย่อย 3 ซึ่งมีกากเหลือจำนวนมาก

นำกากใบสับประรดบดแบบหยาบ(หลังการสกัด)มาผึ่งลมและตากแดดไว้จนแอลกอฮอล์ระเหยเกือบหมด (ภาพที่ 3.2) แล้วนำมาแช่น้ำ ล้างด้วยน้ำหลายๆ ครั้ง บีบน้ำออกให้หมดแล้วนำไปเตรียมเส้นใยต่อไป

1. นำกากใบสับประรดบดหยาบมาชั่งน้ำหนัก ต้มด้วย 5% NaOH เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คนตลอดเวลา

2. ล้างเยื่อกระดาษด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง จนได้เยื่อกระดาษสีเหลือง มีสภาพเป็นกลาง (ไม่ลื่นมือ) บีบน้ำออก

3. นำเยื่อกระดาษใบสับประรด มา 10 กรัมใส่ในบีกเกอร์ แล้วเติมสารละลาย NaOCl (5.5% Active Chloride) ความเข้มข้น 1, 2, 5 และ 10% (v/v) ตามลำดับ ในอัตราส่วนเยื่อกระดาษ ต่อสารละลายเท่ากับ 1 : 10 ตั้งแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที-24 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำสะอาด

4. บีบน้ำออกจากเยื่อกระดาษพองหมด ชั่งน้ำหนัก แล้วปั่นเยื่อกระดาษให้ละเอียด แล้วนำมากระจายในเฟรมซึ่งอยู่ในน้ำ ยกขึ้นจากน้ำ นำไปผึ่งลมและตากแดดให้แห้ง ซึ่งเป็นการทำกระดาษแบบตะ



ภาพที่ 3.2 ใบสับประรดสดตัดสั้นและกากใบสับประรดบดหยาบที่ผ่านการสกัด



ภาพที่ 3.3 การทำกระดาษจากใบสับประรดสดตัดสั้นและกากใบสับประรดบดหยาบที่ผ่านการสกัด

2. การเตรียมผงเซลลูโลสจากใบสับประรด

ศึกษาการเตรียมผงเซลลูโลส 2 วิธี แล้วเปรียบเทียบกับผงเซลลูโลสทางการค้า (Fluka)

วิธีที่ 2.1 (กำจัดลิกนินและ Hemicellulose ด้วย H_2O_2) (C1และC7)

1. นำใบสับประรดสดมาล้างทำความสะอาด ตัดให้ได้ขนาดประมาณ 1-2 เซนติเมตร แล้วนำมาต้มกับ 5 % NaOH เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หรือแช่กับ 5% NaOH เป็นเวลา 2 วัน ล้างให้ได้เส้นใยสีเหลืองนวล บีบน้ำออกแล้วกระจายเส้นใยออก อบให้แห้งที่ 60 องศาเซลเซียส

2. บดเส้นใยให้ละเอียด แล้วทำการ Dewaxing โดยการสกัดด้วย Toluene : Ethanol (2 : 1) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อุปกรณ์ Soxhlet อบที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เก็บไว้ในเคซิเคเตอร์

3. แล้วนำมาทำ Pre-treatment ด้วยการเติมน้ำแล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองสารละลายออก

4. กำจัดลิกนินและ Hemicellulose โดยการเติม 3% และ 5% H_2O_2 ใน 0.5 M NaOH ที่ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองสารละลายออก ล้างด้วยน้ำสะอาดหลายครั้ง (ค่า pH ประมาณ 7) อบให้แห้งที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16 ชั่วโมง

วิธีที่ 2.2 (กำจัดลิกนินและ Hemicellulose ด้วย 10% NaClO)

(C3)

1.-3. เตรียมเส้นใยขั้นที่ 1.-3. เช่นเดียวกับวิธี 2.1

4. กำจัดลิกนินและ Hemicellulose โดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ (10 % NaOCl) ที่อุณหภูมิประมาณ 70-80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองสารละลายออก ล้างด้วยน้ำสะอาด (ค่า pH ประมาณ 7) อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.1 แผนการฟอกเซลลูโลส

เส้นใยสับปะรด (รหัส)	สารฟอก	หมายเหตุ
C1	3 % H_2O_2	
C3	10 % NaClO	
C7	5 % H_2O_2	
Untreated	-	ไม่ใช้สารฟอก
STD (Cellulose powder from Spruce, Fluka Length of fiber : 0.02 – 0.15 mm)	-	

3. การเตรียมอนุพันธ์เซลลูโลส

เตรียมผงเซลลูโลสจากใบสับปะรด ตามวิธีที่ 2.2 แล้วนำมาปรับสภาพพื้นที่ผิวเส้นใยของผงเซลลูโลส โดยนำมา ผสมกับ 0.5 % กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) (15% w/v) แล้วนึ่งด้วยเครื่อง Autoclave ที่ 121 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที แล้วปรับ pH ของสารผสมให้เท่ากับ 5 ด้วย 10

M NaOH แล้วจึงกรองของแข็งที่ได้ ล้างเส้นใยด้วยน้ำ 2- 3 ครั้ง อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เซลลูโลสเซลลูโลสที่ผ่านการปรับสภาพ พร้อมทั้งจะเตรียมอนุพันธ์ต่อไป

3.1 การเตรียมเซลลูโลสอะซิเตต (Biswas *et al.*, 2006 : 135)

3.1.1 การเตรียมเซลลูโลสอะซิเตต

1. นำเซลลูโลสที่ผ่านการปรับสภาพแล้ว 2 กรัม เติมกรดแอซิดิก 0.5 กรัม และ กรดแอซิดิกแอนไฮไดรด์ 5.0 กรัม ไคคลอโรมีเทน 30 มิลลิลิตร และกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.04 กรัม ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร

2. รีฟลักซ์ที่ 80 °C พร้อมคนสาร เป็นเวลา 4 ชั่วโมง กรองเอาส่วนที่เป็น สารละลายไว้ในบีกเกอร์

3. สกัดเซลลูโลสอะซิเตตที่เหลือในกากด้วยคลอโรฟอร์ม 60 มิลลิลิตร คน เป็นเวลา 30 นาที นำส่วนที่กรองได้รวมกับสารละลายที่กรองได้ครั้งแรก กรองสารละลายลงใน ขวดก้นกลม นำไประเหยตัวทำละลายออก

4. นำเซลลูโลสอะซิเตตที่เกิดขึ้นออกโดยใช้เอทานอล จากนั้นกรอง นำ ของแข็งที่กรองได้ใส่ในถ้วยอบนำไปอบที่ 80 °C ชั่งน้ำหนัก

5. นำไปวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วย FT-IR, ¹H NMR และ ¹³C NMR

3.1.2 การหา Degree of substitution (DS) (Biswas *et al.*, 2006 : 134)

จาก ¹H NMR สเปกตรัม สามารถวิเคราะห์หาระดับการแทนที่ (DS) ของเอส เทอร์ของเซลลูโลสได้ โดยใช้ อัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของโปรตอน 7 โปรตอนที่มีค่า chemical shift อยู่ในช่วง 3.5-5.1 ppm และพื้นที่ใต้พีคของ 3 โปรตอนที่เป็นของหมู่อะซิเตลของ เซลลูโลส อะซิเตตที่มีค่า chemical shift อยู่ใน ระหว่าง 1.9-2.2 ppm ค่า DS คำนวณได้ดังนี้

$$DS = \frac{1/3 \times \text{จำนวนโปรตอนของหมู่อะซิเตลจาก } ^1\text{H NMR สเปกตรัม}}{1/7 \times \text{จำนวนโปรตอนของเซลลูโลสทั้งหมดจาก } ^1\text{HNMR สเปกตรัม}}$$

3.2 การเตรียมเซลลูโลสโพรพิโอเนต (Cellulose Propionate) (Biswas *et al.*, 2006 : 134)

การเตรียมเซลลูโลสโพรพิโอเนต จากผงเซลลูโลสจากใบสับปะรดเพื่อใช้ในการ เตรียม Cellulose Propionate Membrane

1. นำเซลลูโลสที่ผ่านการปรับสภาพแล้ว 4 กรัม เติมกรดแอซิดิก 1.0 กรัม และกรดโพรพิโอนิกแอนไฮไดรด์ 10.0 กรัม ไคลคลอโรมีเทน 60 มิลลิลิตร และ กรด ซัลฟิวริก 0.08 กรัม ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
2. รีฟลักซ์ที่ 80 °C พร้อมคนสาร เป็นเวลา 4 ชั่วโมงกรองเอาส่วนที่เป็นสารละลายไว้ในบีกเกอร์
3. สกัดเซลลูโลสโพรพิโอเนต ที่เหลือในกากด้วยคลอโรฟอร์ม 120 มิลลิลิตร คนเป็นเวลา 30 นาที นำส่วนที่กรองได้รวมกับสารละลายที่กรองได้ครั้งแรก
4. กรองสารละลายลงในขวดก้นกลม นำไปประเหยตัวทำละลายออก
5. นำเซลลูโลสโพรพิโอเนตที่เกิดขึ้นออกโดยใช้เอทานอล กรองนำของแข็งที่กรองได้ใส่ในถ้วยอบนำไปอบที่ 80 °C ชั่งน้ำหนัก
6. นำไปวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วย FT-IR, ¹H NMR และ ¹³C NMR

3.3 การเตรียมเซลลูโลสเบนโซเอต (Cellulose Benzoate)

1. นำ เซลลูโลส ที่ปรับสภาพแล้ว 5 กรัม แช่ใน 18% NaOH เป็นเวลา 30 นาที ล้างด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง บีบน้ำออก
2. นำ เซลลูโลส มาเติม 10% NaOH จน เซลลูโลส ลอยอยู่ด้านบน เติม Benzoyl chloride 20 mL คนเป็นเวลา 15 นาที แล้วล้างด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. นำมากำจัด Benzoyl chloride ที่เหลือจากปฏิกิริยาด้วยการแช่ใน 95% Ethanol เป็นเวลา 1 ชั่วโมง รินสารออก แล้วล้างด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. สกัด เซลลูโลสเบนโซเอตด้วยคลอโรฟอร์ม 120 มิลลิลิตร โดยคนเป็นเวลา 30 นาที สกัดซ้ำ 2 ครั้ง
5. กรองสารละลายที่ได้ใส่ขวดก้นกลม นำไปประเหยตัวทำละลายออก นำเอาของแข็งที่ได้ใส่ถ้วยนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. นำไปวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วย FT-IR,

3.4 การเตรียม Carboxymethyl cellulose (CMC) จากไบสับประด

3.4.1 การเตรียม Carboxymethyl cellulose



1. นำ Cellulose 1 กรัม มาแช่ใน Isopropanol 50-100 มล. แล้วเติมสารละลาย NaOH 5, 10, 15, 20 และ 30 % w/v จำนวน 10 มล. ต่อเซลลูโลส 1 กรัม เติมลงเรื่อยๆ ในขณะที่เขย่าเป็นเวลา 15 นาที เขย่าต่อจนครบ 60 นาที ที่อุณหภูมิห้อง

2. เติม Monochloroacetic acid (MCA) ในอัตราส่วน Cellulose ต่อ MCA 1 : 0.50, 1 : 0.75, 1 : 1, 1 : 1.25 และ 1 : 1.50 (ละลายใน Isopropanol) เขย่าตลอดเวลาที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3. นำมา ทำให้เป็นกลางด้วย 90 % Acetic acid แล้วล้างด้วย Ethanol 2-3 ครั้ง อบแบบลดความดันที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง

4. นำไปตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR Spectrometry และวิเคราะห์ค่า Degree of Substitution (DS) ด้วยวิธีตาม A.S.T.M., D-1439-03 (American society for testing and materials)

3.4.2 การหาค่า Degree of Substitution (DS) ของสารคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) ด้วยวิธี A.S.T.M. ; D-1439-03

1. ชั่งตัวอย่าง CMC จำนวน 4 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติม 95% Ethanol ปริมาตร 75 มิลลิลิตร เขย่าเป็นเวลา 5 นาที แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 5 มิลลิลิตร วางบน Hot plate (ระวังอย่าให้ไหม้) คนเป็นเวลา 10 นาที

2. รินสารละลายออก กรองเอาตะกอนโดยวิธีลดความดัน ล้างตะกอนด้วย 80 % Ethanol ร้อน (60 °C) หลาย ๆ ครั้งจนแน่ใจว่า Nitrite หหมด (ตรวจสอบด้วย Diphenylamine reagent ถ้ามี Nitrite อยู่จะเกิดสีน้ำเงิน)

3. ล้างตะกอนซ้ำด้วย Anhydrous methanol กรองโดยวิธีลดความดัน ทำให้แห้ง ที่อุณหภูมิ 105 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นลงในโถดูดความชื้นเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง

4. หาค่า DS โดยการนำตะกอน (acid CMC) ที่ได้จำนวน 1-1.5 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร และ 0.3 N NaOH ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดเป็นเวลา 15-20 นาที หยด Phenolphthalein 2 – 3 หยด แล้วไทเทรตด้วย 0.3 N HCl

การคำนวณค่า DS ของ CMC

หาค่า A จากสมการ

$$A = \frac{BC - DE}{F}$$

เมื่อ

A = จำนวน โมเลกุลของ Anhydrous Glucose Unit (AGU)

B = ปริมาตรสารละลาย NaOH (มิลลิลิตร)

- C = ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH (normal, N)
 D = ปริมาตรสารละลาย HCl (มิลลิลิตร)
 E = ความเข้มข้นของสารละลาย HCl (normal, N)
 F = จำนวนตะกอน (acid CMC) (กรัม)

นำค่า A (AGU) ที่ได้มาคำนวณหาค่า DS ด้วย

$$DS = \frac{0.162 \times A}{1 - (0.058 \times A)}$$

0.162 = มวลโมเลกุลของ Anhydrous Glucose Unit (AGU)

0.0058 = ค่าการเพิ่มขึ้นสุทธิใน AGU (สำหรับทุก ๆ หมู่ที่มีหมู่

Carboxymethyl มาแทนที่



ภาพที่ 3.4 การเตรียม CMC ในอ่างควบคุมอุณหภูมิแบบเขย่า



เซลลูลอสจาก Fluka

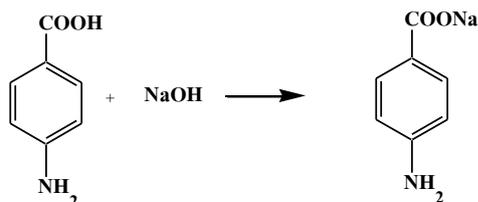


เซลลูลอสจากใบสับขนาด 100 Mesh

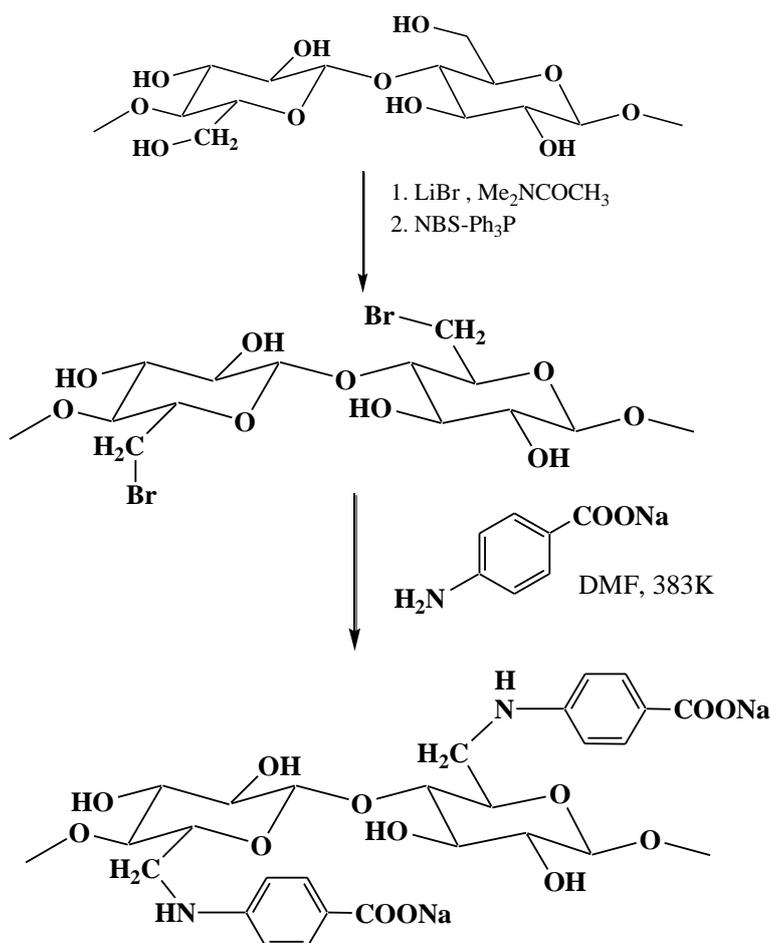
ภาพที่ 3.5 การเตรียม CMC ในตัวทำละลาย isopropyl alcohol, 15% NaOH และอัตราส่วนเซลลูลอสต่อ MCA ที่ 1 : 1 โดยใช้เซลลูลอสจากใบสับขนาด 100 Mesh

3.5 ศึกษาการทำเซลลูโลสพาราเอมิโนเบนโซอิก

การดัดแปลงเซลลูโลสเป็นเซลลูโลสพาราเอมิโนเบนโซอิกเพื่อนำไปทดสอบการกำจัดโลหะหนักตะกั่ว (Pb) โดยเตรียมโซเดียมพาราเอมิโนเบนโซอิกจากกรดพาราเอมิโนเบนโซอิก ดังสมการ



แล้วนำโซเดียมพาราเอมิโนเบนโซอิกไปใช้ทำปฏิกิริยากับ 6-โบรโม-6-ดีออกซีเซลลูโลสที่เตรียมมาจากเซลลูโลสตามแผนการดัดแปลงเซลลูโลสเป็นเซลลูโลสพาราเอมิโนเบนโซอิก ดังภาพที่ 3.6



ภาพที่ 3.6 แผนภาพการสังเคราะห์เซลลูโลสพาราเอมิโนเบนโซอิก

3.51 การเตรียม Sodium *p*-aminobenzoate

นำ *p*-aminobenzoic acid (34.29 กรัม, 0.25 mol) มาคนกับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (10 กรัม, 0.25 mol, ละลายในน้ำ 50 มิลลิลิตร) ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรอง ทำให้แห้ง

3.52 การเตรียม 6-bromo-6-deoxycellulose (Matsui *et al.*, 2005 : 1405)

นำเซลลูโลส (1.0 กรัม) มาละลายใน Me₂NCOMe (60 มิลลิลิตร) และคนที่อุณหภูมิ 130 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่ออุณหภูมิลดลงถึง 100 °C เติม LiBr (14.08 กรัม, 162 mmol) คนสารเป็นเวลา 30 นาที ปล่อยให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง สารละลายจะกลายเป็นสีเหลืองอ่อนและหนืดภายใน 1 ชั่วโมง

คนสารละลายภายใต้อุณหภูมิต่ำน้ำแข็ง เติมสารละลาย triphenylphosphine (4.05 กรัม, 1.54 mmol) ใน Me₂NCOMe (30 มิลลิลิตร) ลงในสารละลายที่เตรียมได้ ที่อุณหภูมิ 0°C จากนั้นเติม *N*-bromosuccinimide (2.75 กรัม, 1.54 mmol) ใน Me₂NCOMe (30 มิลลิลิตร) โดยการเติมทีละหยด ที่อุณหภูมิ 0°C เช่นเดียวกัน

คนที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เทสารละลายลงใน acetone จากนั้นกรอง ล้างตะกอนด้วย acetone 3 ครั้ง นำตะกอนที่กรองได้มาคนใน acetone เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วกรอง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น

นำตะกอนที่กรองได้มาคนในสารละลาย NaHCO₃ (0.07 mol/L) ข้ามคืนที่อุณหภูมิห้อง กรอง ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น นำตะกอนที่กรองได้มาคนในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วกรอง และล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง

นำตะกอนที่ได้ไปแช่แข็ง ทำให้แห้ง จะได้ 6-bromo-6-deoxycellulose ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลอ่อน

3.53 การเตรียมเซลลูโลสพาราอะมิโนเบนโซอิก (Castro *et al.*, 2003 : 330)

นำ 6-bromo-6-deoxycellulose (1 กรัม) ที่เตรียมได้มาแช่ใน dimethylformamide ที่ บริสุทธี (4.45 มิลลิลิตร)

เติม sodium *p*-aminobenzoate (0.7 กรัม, 4.4 mmol) คนที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 35 ชั่วโมง จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เรียกว่า Cellulose *p*-aminobenzoic ทำการกรอง ล้างด้วย dimethylformamide และเอทานอล แล้วทำให้แห้ง

4. การศึกษาการทำพอลิเมอร์คอมโพสิตเสริมแรงด้วยเส้นใยสับปะรด

4.1 การปรับสภาพพื้นผิวเส้นใยเพื่อใช้ในการทำพอลิเมอร์คอมโพสิต

4.1.1 การเตรียมเส้นใยจากใบสับปะรด

นำใบสับปะรดมาตัดตามขนาดที่ต้องการ เพื่อเตรียมเส้นใยขนาดสั้น แล้วล้างทำความสะอาด ด้วยสารละลายผงซักฟอก 2% ที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำมาล้างด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งโดยอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เก็บเส้นใยที่ได้ไว้สำหรับเป็นเส้นใยเสริมแรงในการเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิต

4.1.2 การปรับปรุงเส้นใยโดยวิธี Alkali treatment (Rout et al., 2001)

กำจัดไขเคลือบออกโดยจุ่มเส้นใยสับปะรดลงในตัวทำละลายผสมเอทานอลและเบนซีนในอัตราส่วน 1:2 เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ที่ 50 องศาเซลเซียส

ล้างด้วยน้ำกลั่นและตากให้แห้ง แล้วนำเส้นใยไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 และ 10 % เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ 30 องศาเซลเซียส ล้างด้วยน้ำกลั่นและตากให้แห้ง เก็บเส้นใย

4.1.3 การปรับปรุงเส้นใย โดยวิธีเอสเทอร์ฟิเคชัน

4.1.3.1 แอเซทิลเลชัน

นำเส้นใยที่ปรับสภาพด้วยเบสมาอุ่นกับกรดแกลเชอริกแอซิดที่ 30 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำมาทำปฏิกิริยากับกรดแอซิดิกแอนไฮไดรด์ 25 มิลลิลิตร โดยมีกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 หยด ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง กรองล้างด้วยน้ำ อบแห้ง จะได้เส้นใยที่ได้ ยืนยันโครงสร้างด้วย IR สเปกตรัม

4.1.3.2 Benzoylation

การทำ benzoylated fiber โดยนำเส้นใยความยาว 6 มิลลิเมตร ล้างด้วยน้ำและอบที่อุณหภูมิ 70 °C ให้แห้ง กำหนดปริมาณเส้นใยแล้วนำมาแช่ในสารละลาย 18 % NaOH นาน 30 นาที จากนั้นนำไปแช่ใน 10 % NaOH โดยใช้ benzoyl chloride เป็นตัวทำละลายนาน 15 นาที ระหว่างแช่ต้องเขย่าเป็นครั้งคราว จากนั้นนำเส้นใยไปกรองและล้างด้วยน้ำและทำให้แห้งระหว่างกรอง ทำให้ลดความชื้นลงและเพื่อกำจัด benzoyl chloride ออกไป ด้วยการนำเส้นใยไปแช่ในเอทานอลนาน 1 ชั่วโมง จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำและทำให้แห้งและนำเส้นใยที่ได้มายืนยันโครงสร้างด้วย IR สเปกตรัม

4.2 ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพลาสติก PET กับเส้นใยสับปะรด

4.2.1 การทดสอบการละลายพลาสติกชนิด PET ในตัวทำละลายชนิดต่างๆ

การทดสอบการละลายพลาสติกชนิด PET ในตัวทำละลาย Benzene, Toluene, Xylene, Hexane, Tetrahydrofuran, Acetone, Chloroform, *N, N*-Dimethylformamide (DMF), Xylene + Chloroform, และ Dichloromethane ที่อุณหภูมิห้อง และ Reflux เป็นเวลา 2 ชม.

4.2.2 การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้ตัวทำละลาย DMF

รีฟลักซ์เทอร์โมพลาสติกชนิด PET 10 กรัมด้วย DMF ผสมเส้นใยสับปะรด บดละเอียด 1.5 กรัม นำของผสมที่ได้มาอัดต่อที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำไปหลอมให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูง

4.2.3 การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิตโดยใช้ความร้อนและไม่ใช้ตัวทำละลาย

นำเทอร์โมพลาสติกชนิด PET 5 กรัม มาหลอมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 165 และ 190°C และใช้ขนาด และปริมาณของเส้นใย 0.15 กรัม, 0.25 กรัม และ 1 กรัม และเวลาที่เหมาะสมในการผสมเส้นใยให้พอลิเมอร์คอมโพสิตเบื้องต้น

4.2.4 การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิต โดยใช้ acetylated fiber

ใช้ Acetylated fiber บดละเอียด 5 กรัม กับพลาสติก PET 5 กรัม เวลาที่ใช้ผสม 30 วินาที ที่อุณหภูมิ 165 °C

4.2.5 เตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิต โดยใช้ benzoylated fiber

ใช้ benzoylated fiber บดละเอียด 0.3 กรัม กับพลาสติก PET 5 กรัม เวลาที่ใช้ผสม 30 วินาที ที่อุณหภูมิ 165 °C

4.3 ศึกษาการเตรียมคอมโพสิตจากพลาสติกผสม Low Density Polyethylene

(LDPE) และ Polystyrene (PS) กับเส้นใยสับปะรดแบบอัดที่อุณหภูมิสูง

4.3.1 นำพลาสติก LDPE หรือ PS ผสมในอัตราส่วน 1 : 1 , 3 : 7 และ 7 : 3 มาละลายด้วย Xylene หรือ Toluene ที่ร้อน ผสมให้เข้ากัน ปล่อยให้แห้ง นำไปอัดด้วยเครื่องอัดสกรูที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เลือกอัตราส่วนที่เหมาะสมที่พลาสติกผสมไม่แตกหัก ซึ่งพบว่าอัตราส่วนที่เหมาะสมคือ 7 : 3

4.3.2 ชั่งน้ำหนักเส้นใยที่ไม่ผ่านการคัดแปลง (10-50 %) นำมาผสมในพลาสติก LDPE : PS (อัตราส่วน 7 : 3) ขณะร้อน ผสมให้เข้ากันเทแล้วเทลงใส่พิมพ์ ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง

4.3.3 นำมาอัดด้วยเครื่องอัดสกรูที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ชิ้นงานที่มีความหนา 3 มิลลิเมตร

4.3.4 ทดสอบการแตกหักของชิ้นงานเบื้องต้น สังเกตการเข้ากันของเส้นใยและพลาสติก บนที่กผล

4.4 การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตของเส้นใยตัดแปลงผสมพลาสติกชนิด Polystyrene (PS) และ Low Density Polyethylene (LDPE) แบบผสมที่อุณหภูมิห้อง

4.4.1 การเตรียมตัวอย่าง

1. การผสมเส้นใยตัดแปลงกับพลาสติก Polystyrene

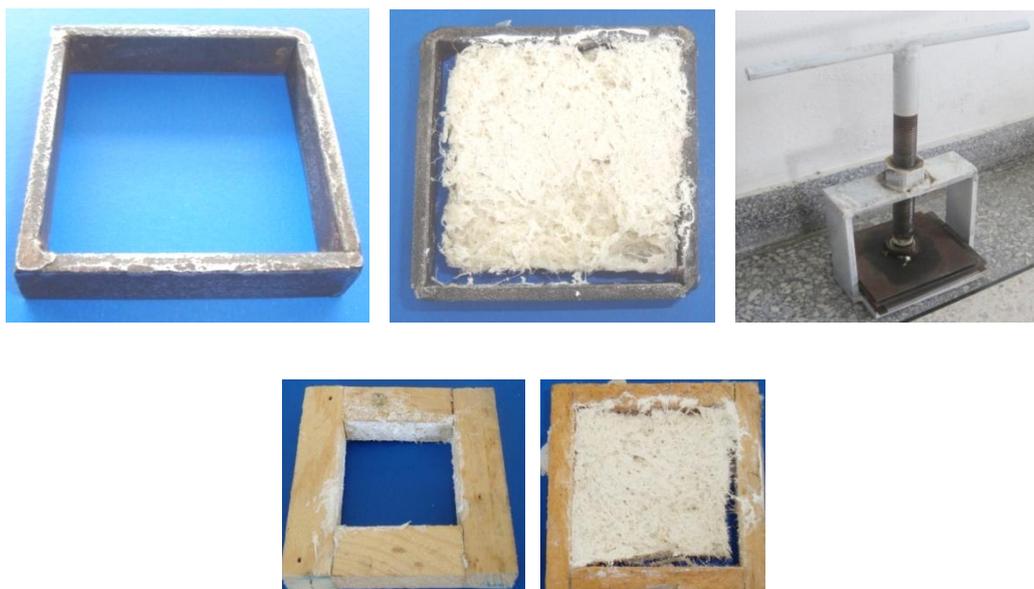
ละลายพลาสติก Polystyrene 4 กรัม ด้วย Acetone : Toluene (4 : 1) เมื่อละลายเข้ากันดีแล้ว นำเส้นใย 4 กรัม ผสมให้เข้ากัน แล้วเทลงในพิมพ์ขนาด (กว้าง * ยาว * สูง) 5 * 5 * 1 เซนติเมตร ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง ในกรณีเส้นใย propionylated fiber ทำการทดลองเพิ่มโดยเติม CaCO_3 30 % โดยน้ำหนักเส้นใย

2. การผสมเส้นใยกับพลาสติก LDPE

ละลายพลาสติก LDPE 4 กรัม ด้วย Toluene ร้อน เมื่อละลายเข้ากันดีแล้ว นำเส้นใย 4 กรัม ผสมให้เข้ากัน แล้วเทลงในพิมพ์ขนาด (กว้าง * ยาว * สูง) 5 * 5 * 1 เซนติเมตร อย่างรวดเร็ว ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง

3. การผสมเส้นใยกับพลาสติกผสม Polystyrene และ LDPE

ละลายพลาสติก Polystyrene และ LDPE รวม 4 กรัม ในอัตราส่วน 7 : 3 ด้วย Toluene ร้อน เมื่อละลายเข้ากันดีแล้ว นำเส้นใย 4 กรัม ผสมให้เข้ากัน แล้วเทลงในพิมพ์ขนาด (กว้าง * ยาว * สูง) 5 * 5 * 1 เซนติเมตร อย่างรวดเร็ว ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง



ภาพที่ 3.7 การทำชิ้นงานพอลิเมอร์คอมพอสิตจากใยสับประรดกับพลาสติก

4.5 การทดสอบแรงดึงสกรู

ทำการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบแรงดึงสกรู แล้วทำการตรวจเช็คเครื่องว่าอยู่ในสถานะที่พร้อมใช้งานหรือไม่ จากนั้นจึงปรับตั้งค่าการทดสอบ เมื่อตรวจสอบเสร็จแล้วจึงนำอุปกรณ์ที่ใช้ยึดชิ้นงานทดสอบมาไขสกรูลงไปบริเวณตรงกลางของชิ้นงาน แล้วนำชิ้นงานไปใส่ในหัวจับชิ้นงาน ทำการปรับ Feed เพื่อ Run เครื่อง โดยค่อย ๆ ปรับ Feed เครื่องจะดึงหัวจับบนขึ้นจนสกรูหลุดออกจากชิ้นงาน จากนั้นจึงปิด Feed แล้วอ่านค่าที่ได้จากหน้าปัดในหน่วยกิโลกรัมแรง (Kgf) ทำการบันทึกผลการทดสอบ



ภาพที่ 3.8 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบแรงดึงสกรูและการทดสอบแรงดึงสกรู

4.6 การทดสอบการดูดความชื้น (Moisture absorption) ของคอมโพสิต ระหว่างพลาสติก LDPE กับเส้นใยใบสับปะรด

การเตรียมชิ้นงาน

1. นำพลาสติก LDPE มาละลายด้วย xylene ที่ร้อน
2. นำเส้นใยมาผสมในพลาสติกขณะร้อน ผสมให้เข้ากันแล้วเทลงใส่พิมพ์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.8 เซนติเมตร หนา 0.5 เซนติเมตร อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
3. เตรียมขั้วไฟฟ้าโดยการฉาบด้วยกาวเงิน (Silver conductive adhesive) ทั้งสองด้านแล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
4. นำชิ้นงานได้มาแช่น้ำเป็นเวลา 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 และ 40 นาที ตามลำดับ นำชิ้นงานมาชั่งน้ำด้วยกระดาษทิชชู แล้วชั่งน้ำหนัก (กรัม) และวัดความต้านไฟฟ้า (โอห์ม, Ω) บันทึกผลที่ได้



ภาพที่ 3.9 ชั้นงานคอมพอสิตระหว่างเซลลูโลสจากใบสับปะรดกับ LDPE ที่ฉาบด้วยกาวเงิน สำหรับการตรวจวัดสภาพนำไฟฟ้าและการดูดซับน้ำ

หาพื้นที่หน้าตัดเฉลี่ยของชั้นงาน (A , ตารางเมตร) และความยาวเฉลี่ย (l , เมตร) ของชั้นงานแล้วหาสภาพนำไฟฟ้า (Electrical conductivity)

โดยหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า (Electrical resistance, $\square R$) จากสมการ

$$R = \frac{\rho l}{A}$$

เมื่อ	R	คือ	ความต้านทานไฟฟ้า (โอห์ม, Ω)
	ρ	คือ	สภาพต้านทานไฟฟ้า (โอห์ม.เมตร, $\Omega.m$)
	l	คือ	ความยาวชั้นงาน (เมตร, m)
	A	คือ	พื้นที่หน้าตัด (ตารางเมตร, m^2)

แล้วนำค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามาหาค่าสภาพนำไฟฟ้า จากสมการ

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

เมื่อ	σ	คือ	สภาพนำไฟฟ้า (ซีเมนต์, S)
-------	----------	-----	--------------------------

การหาค่าความชื้น

$$M_t = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100$$

เมื่อ	M_t	คือ	ความชื้น (ร้อยละ)
	W_t	คือ	น้ำหนักของชั้นงานหลังแช่น้ำ (กรัม)
	W_0	คือ	น้ำหนักของชั้นงานก่อนแช่น้ำ (อบแห้ง) (กรัม)

4.7 การเตรียมชิ้นงานเส้นใยบดหยาบ (เหลือจากการสกัด) ผสมพลาสติกชนิด

Polystyrene (PS) และ Low Density Polyethylene (LDPE)

4.7.1 การเตรียมชิ้นงานเส้นใยบดหยาบกับ PS และ LDPE

1. การผสมเส้นใยกับพลาสติก PS ในอัตราส่วน 1:1

ละลายพลาสติก Polystyrene 70 กรัม ด้วย Acetone : Toluene (4 : 1) เมื่อละลายเข้ากันดีแล้ว นำเส้นใย 70 กรัม ผสมให้เข้ากัน แล้วเทลงในพิมพ์ขนาด (กว้าง * ยาว * สูง) 10 * 20 * 2 เซนติเมตร ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง

2. การผสมเส้นใยกับพลาสติก LDPE ในอัตราส่วน 1:1

ละลายพลาสติก LDPE 70 กรัม ด้วย Toluene ร้อน เมื่อละลายเข้ากันดีแล้ว นำเส้นใย 70 กรัม ผสมให้เข้ากัน แล้วเทลงในพิมพ์ขนาด (กว้าง * ยาว * สูง) 10 * 20 * 2 เซนติเมตร อย่างรวดเร็ว ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง

3. การประกบแผ่นลามิเนต (Laminate)

นำชิ้นงานที่ได้ในข้อที่ 1. และ 2. มาขัดพื้นผิวให้เรียบด้วยกระดาษทราย ตัดแผ่นลามิเนตให้มีขนาดเท่ากับชิ้นงาน ทากาว (กาวยางสำหรับงานไม้) ทั้งชิ้นงาน และแผ่นลามิเนต รอนกาวหมาดจึงค่อยประกบแผ่นลามิเนตกับชิ้นงานเข้าด้วยกัน ริดไล่อากาศ (ทำที่ละด้านจนครบ 2 ด้าน) ตั้งทิ้งไว้ให้แห้ง

5. การศึกษาประสิทธิภาพของการดูดซับตะกั่วเซลล์โลสพาราอะมิโนเบนโซอิก (Castro *et al.*, 2003 : 330)

5.1 การทำกราฟมาตรฐาน

1. การเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่วเพื่อทำกราฟมาตรฐานโดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์อะโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetry)

2. เตรียมสารละลายตะกั่ว จากสารละลายมาตรฐาน 1,000 ppm ที่ความเข้มข้น 0, 1, 2, 3, 4 และ 5 ppm

3. นำสารละลายตะกั่ว 100 ไมโครลิตร ไปวัดหาปริมาณโลหะหนัก โดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์อะโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี

4. นำค่ากระแสไฟฟ้าของสารละลายตะกั่วมาเขียนกราฟมาตรฐาน

5.2 การหาเปอร์เซ็นต์การดูดซับตะกั่วของเซลลูโลสจากไบสัปประรดและเซลลูโลส

พาราอะมิโนเบนโซอิก (Cell-PAB) (Castro *et al.*, 2003 : 330)

1. นำคอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.6 เซนติเมตร ยาว 16 เซนติเมตร จากนั้นบรรจุ เซลลูโลสจากไบสัปประรด หรือ Cell-PAB 0.7 กรัม ชะล้างคอลัมน์ด้วยน้ำปราศจากไอออน
2. ใส่สารละลายตะกั่วที่มีความเข้มข้น 0.05 ppm 50 มิลลิลิตร
3. ชะล้างคอลัมน์ด้วยน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร แล้วตามด้วยสารละลาย HCl 5 มิลลิลิตร ที่มีความเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร
4. นำสารละลายมาตรฐานที่ได้จากการชะล้างด้วยสารละลาย HCl มิลลิลิตร ที่ผ่านออกมาจากคอลัมน์ไปวัดหาปริมาณ โลหะหนัก โดยเทคนิคฟิฟเฟอเรนเชียลพัลส์อะโนดิกสทริปปิง-โวลแทมเมตรี โดยวิธี Calibration Method
5. ในการทดลองทำตัวควบคุมโดยการนำคอลัมน์ที่ใช้ตัวดูดซับแต่ละชนิดแล้วผ่านน้ำกลั่นอย่างเดียวและทำการทดลองเช่นเดียวกัน
6. นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกดูดซับไว้ต่อตัวดูดซับ 1 กรัม เปรียบเทียบระหว่างเซลลูโลสจากไบสัปประรด และเซลลูโลสพาราอะมิโนเบนโซอิก

6. ศึกษาการทำเมมเบรนจากเซลลูโลสและอนุพันธ์

6.1 การเตรียม Cellulose Acetate Membrane (ครุณี, 1998 : 479-480)

เตรียมสารละลาย Cellulose acetate โดยใช้ Cellulose acetate 22 % ผสมกับ formamide 30% และ acetone 48% ผสมให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน

นำสารผสมที่ได้เทลงบนแผ่นแก้วควบคุมความหนา-บาง โดยใช้แท่งแก้วเกลี่ยโดยเร็ว (ถ้าเกลี่ยช้าไปจะทำให้สารละลายหนืดเกินไป) ปล่อยให้แห้งไว้ให้ตัวทำละลายระเหย 1 นาที

นำแผ่นแก้วแช่ลงในอ่างน้ำเย็น (3 องศาเซลเซียส) เมมเบรนก็จะหลุดออกจากแผ่นแก้ว นำเมมเบรนที่ได้มาล้างตัวทำละลายออก

6.2 การเตรียม Cellulose Propionate Membrane (Khan, 2000: 58)

นำ Cellulose Propionate ที่ได้มา 1.25 กรัม ผสมกับ *N,N*-dimethyl acetamide (DMAc) 7.5 กรัม ผสมให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน โดยเครื่อง Mechanical Shaker ที่อุณหภูมิห้อง (20°C) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เติมกรดมาลิก (Maleic acid) 1.25 กรัม ผสมให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน โดยเครื่อง Mechanical Shaker ที่อุณหภูมิห้อง (29 °C) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

นำสารผสมที่ได้เทลงบนแผ่นแก้วควบคุมความหนา-บาง โดยใช้แท่งแก้วเกลี่ยโดยเร็ว ถ้าเกลี่ยช้าไปจะทำให้สารละลายหนืดเกินไป

นำแผ่นแก้วแช่ลงในอ่างน้ำอย่างรวดเร็วจนเมมเบรนก็จะหลุดออกจากแผ่นแก้ว

นำเมมเบรนที่ได้มาล้างตัวทำละลายออก และสารตัวเติมออกก่อนที่จะนำไปวัดความหนาของเมมเบรนโดยใช้ไมโครมิเตอร์ (Micrometer)

เก็บเมมเบรนในที่ปราศจากความชื้นโดยเก็บในสารละลาย 0.25 % ฟอรั่มัลดีไฮด์ (Formaldehyde)

6.3 การเตรียม Cellulose Benzoylated Membrane (Khan, 2000 : 58)

นำ Cellulose Benzoylated ที่ได้มา 1.25 กรัม ผสมกับ *N,N*-dimethyl acetamide (DMAc) 7.5 กรัม เติมกรดมาลิก (Maleic acid) 1.25 กรัม ทำเช่นเดียวกับ 6.2

7. การเตรียมไฮโดรเจลและเซลลูโลสเมมเบรนจากเซลลูโลสจากใบสับปะรดในสารละลาย NaOH/Thiourea และ NaOH/ Urea

7.1 ศึกษาอัตราส่วนและอุณหภูมิที่เหมาะสม

1. เตรียมสารละลาย NaOH/Thiourea ในอัตราส่วน 6:5 ส่วนสารละลาย NaOH/Urea เตรียมในอัตราส่วน 6:5 และ 7 : 12

2. แล้วนำสารละลายไป Pre-cooled ที่อุณหภูมิ -15°C เป็นเวลา 30 นาที

3. นำสารละลายที่ได้มาผสมกับผงเซลลูโลส (100 Mesh) ในอัตราส่วน 3 % w/w ผสมให้เข้ากันที่อุณหภูมิต่ำ (ผสมกันทันทีหลัง Pre-cooled สารละลาย) ที่ความเร็ว 1,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที

4. นำไปแช่เย็นที่อุณหภูมิ -15 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตั้งให้น้ำแข็งละลาย แล้วปั่นที่ความเร็ว 1,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที

5. นำไปเก็บไว้ที่สภาวะต่าง ๆ คือ ที่อุณหภูมิ -15°C, 50 °C และอุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

6. เทสารละลายที่ได้ลงใน Plate แก้ว ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง จนเกิดเป็นเมมเบรนแล้วจึงนำมาล้างด้วยน้ำสะอาดหลายครั้ง และแช่ทิ้งไว้ในน้ำสะอาดจนแน่ใจว่าสารปนเปื้อนออกหมด

7.2 ศึกษาการเตรียมไฮโดรเจลและเซลลูโลสเมมเบรน

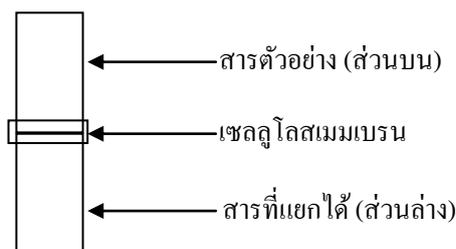
(ใช้อัตราส่วน NaOH/Urea 6 :5 และที่อุณหภูมิ 100 °C)

1. เตรียมสารละลาย NaOH/Urea ในอัตราส่วน 6 :5 แล้วนำไป Pre-cooled ที่อุณหภูมิ -15 °C เป็นเวลา 30 นาที
2. นำสารละลายที่ได้มาผสมกับผงเซลลูโลส (100 mesh) ในอัตราส่วน 3 % w/w ผสมให้เข้ากันที่อุณหภูมิต่ำ (ผสมกันทันทีหลัง Pre-cooled สารละลาย) ที่ความเร็ว 1,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที
3. นำไปแช่เย็นที่อุณหภูมิ -15 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ตั้งให้น้ำแข็งละลาย แล้วปั่นที่ความเร็ว 1,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที
4. เทสารละลายที่ได้ลงใน Plate แก้ว นำไปต้มในอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 100 °C จนผิวหน้าของสารละลายเริ่มแห้ง ยกออกจากอ่างน้ำร้อนมาตั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
5. ลอกแผ่นเมมเบรนที่ผิวหน้าของสารละลายมาล้างด้วยน้ำสะอาดหลายครั้ง และในน้ำสะอาดทิ้งไว้จนแน่ใจว่าสารจากสารละลายที่ใช้ละลายออกหมด

7.3 การทดสอบคุณสมบัติการแยกน้ำของเซลลูโลสเมมเบรนจากเซลลูโลสจาก

ใบสับปะรดในสารละลาย NaOH/Thiourea และ NaOH/ Urea

1. เตรียมอุปกรณ์สำหรับการแยกสารด้วยเครื่องเซนตริฟิวจ์ ดังนี้



2. นำสารละลายตัวอย่างเดิมในส่วนบนของชุดทดลอง สารตัวอย่างได้แก่ น้ำ น้ำ + น้ำมันพืช น้ำ + น้ำตาล และน้ำ + เฮกเซน
3. เซนตริฟิวจ์ที่ความเร็ว 2,500, 3,000 และ 4,000 rpm เป็นเวลา 5, 10 และ 15 นาที
4. สังเกตสารละลายในที่แยกได้ในส่วนล่าง บันทึกผล

8. การทำกระดาษกรองและการทดสอบคุณภาพ

8.1 การใช้เครื่องปั่นในการทำเยื่อกระดาษจากใบสับประรด

เปรียบเทียบผลการใช้ เครื่อง Mechanical stirrer และ kitchen mixer ในการปั่นเส้นใย

8.2 ศึกษาการทำกระดาษกรองโดยใช้วิธีตะและวิธีซ้อน

เตรียมกระดาษจากใบสับประรดแช่แข็ง ขนาด 1-2 เซนติเมตร โดยนำมาล้างน้ำแข็งออกให้หมด แล้วบีบน้ำออกให้หมด ก่อนนำไปเตรียมเส้นใย (เยื่อกระดาษ)

ชั่งน้ำหนัก นำมาต้มด้วย 5 % NaOH เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คนตลอดเวลา ล้างเยื่อกระดาษด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง จนได้เยื่อกระดาษสีเหลืองอ่อน มีสภาพเป็นกลาง

นำเยื่อกระดาษไปฟอกจางสีด้วยสารละลาย NaOCl 10% โดยแช่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำสะอาด บีบน้ำออกจากเยื่อกระดาษพอหมาด ชั่งน้ำหนัก นำเยื่อกระดาษไปปรับสภาพผิวด้วย 1 % benzoyl peroxide ใน 95 % เอทานอล ล้างด้วยน้ำ บีบให้แห้ง

8.2.1 ทำกระดาษกรองโดยใช้วิธีซ้อน

นำเยื่อกระดาษลงไปในกะละมังแล้วตีเยื่อให้ทั่วทั้งบ่อแล้วใช้แผ่นเฟรมขนาด 10 x 10 นิ้ว ซ้อนเยื่อขึ้นมาแล้วนำเยื่อที่ได้ขึ้นไปตากแดดให้แห้ง แล้วลอกกระดาษออกจากแผ่นเฟรม นำกระดาษที่ได้มาตัดเป็นกระดาษกรอง

8.2.2 ทำกระดาษกรองและกระดาษชนิดต่างๆ โดยใช้วิธีตะ

นำเยื่อกระดาษ 20 กรัม ปั่นเยื่อกระดาษให้ละเอียดในน้ำ 800 มิลลิลิตร แล้วมากระจายในเฟรมขนาด 10x10 นิ้ว ซึ่งอยู่ในน้ำ ใช้มือตะเกลี่ยเยื่อให้อยู่บนตะแกรงอย่างสม่ำเสมอ ยกขึ้นจากน้ำ นำไปฟุ้งลมและตากแดดให้แห้ง ลอกกระดาษออกจากเฟรม แล้วนำมารีดด้วยจักรรีดยางให้เรียบ นำกระดาษที่ได้มาตัดเป็นกระดาษกรอง

แบ่งเยื่อกระดาษมาเตรียมกระดาษแบบตะ แล้วเติมสารตัวเติม คือ CaCO_3 สารส้ม แป้งเปียก กาว โดยการผสมกับเส้นใยก่อนนำไปกระจายบนตะแกรงอย่างสม่ำเสมอ

8.3 ทดสอบคุณภาพกระดาษกรอง

นำกระดาษที่เตรียมได้มาทดสอบคุณภาพเปรียบเทียบกับกระดาษกรอง Whatman No1 โดยทำการทดสอบดังนี้

8.3.1 การทดสอบความคงทนของกระดาษกรอง

นำกระดาษที่เตรียมได้ทั้ง 5 แบบมาแช่ในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ (เอทานอล) แล้วจับเวลาที่กระดาษเปื่อยยุ่ย โดยทดลองเปรียบเทียบกับกระดาษกรอง Whatman No1

8.3.2 การทดสอบความเร็วในการกรอง

นำกระดาษที่เตรียมได้มากรองน้ำโดยกำหนดปริมาตรของน้ำที่กรองเป็น 50 มิลลิลิตร โดยทดลองเปรียบเทียบกับกระดาษกรอง Whatman No.1

8.3.3 การทดสอบคุณภาพของสารละลายที่กรองได้

นำกระดาษกรองแต่ละชนิดมากรองผ่านสารละลายที่ประกอบด้วยน้ำกับผงถ่าน โดยใช้ น้ำ 50 มิลลิลิตร และใช้ผงถ่าน 1 กรัม นำมากรองผ่านกระดาษกรองแต่ละชนิด แล้วนำสารที่กรองได้ไปเซนตริฟิวจ์แล้วสังเกตผลที่ได้ โดยทดลองเปรียบเทียบกับกระดาษกรอง Whatman No.1

9. การทดลองการชะลอกการสุกของมะนาวด้วยการดาบสับประดผสมผงถ่าน

9.1 การเตรียมกระดาษบับประดผสมผงถ่านและน้ำมันหอมระเหย

เตรียมโดยการนำใบสับประดมาล้างน้ำให้สะอาด แล้วหั่นเป็นชิ้นขนาด 1-2 เซนติเมตร ผึ่งลมให้แห้งหรือนำไปแช่แข็งไว้รอการใช้งาน ในการนำใช้ต้องนำมาล้างน้ำแข็งออกให้หมด แล้วบีบน้ำออกให้หมด

1. ชั่งน้ำหนักใบสับประด นำมาต้มด้วย 5% NaOH (w/w) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คนเป็นครั้งคราว ล้างเยื่อกระดาษด้วยน้ำสะอาดหลาย ๆ ครั้ง จนได้เยื่อกระดาษสีเหลือง ฟอกจางสีด้วยสารละลาย NaOCl 0.02 % Active chloride (w/w) ที่อุณหภูมิ 70-80 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำสะอาดบีบน้ำออกจากเยื่อกระดาษพอหมด ชั่งน้ำหนัก

2. ผสมเยื่อกระดาษกับผงถ่าน (ตำถ่านด้วยครกหินให้ละเอียด) โดยศึกษาอัตราส่วนใบสับประดและผงถ่าน 9 : 1, 8.5 : 1.5 และ 8 : 2

3. ตังไว้ที่อุณหภูมิห้อง และแช่ในตู้เย็น บันทึกลง และสังเกตผลการสุกและ. นำเยื่อกระดาษผสมผงถ่านมากระจายในเฟรมซึ่งอยู่ในน้ำ ยกขึ้นจากน้ำ นำไปผึ่งลมและตากแดดให้แห้ง (การทำกระดาษแบบตะ)

4. นำกระดาษที่ได้มาตัดเป็นเส้นเล็ก ๆ เก็บใส่ถุงกันความชื้นเพื่อใช้ในขั้นตอนต่อไป

9.2 การทดลองชะลอกการสุก และยับยั้งเชื้อของมะนาว

1. เตรียมกระดาษ ขนาด 5*5 ซม. เพื่อใช้เป็นภาชนะเก็บมะนาว

2. นำกระดาษที่เตรียมไว้ (ปริมาณกระดาษที่ใช้คำนวณตามปริมาณของผงถ่านให้มีผงถ่านประมาณ 2 กรัม) บรรจุมะนาว (ชุดละ 1 ผล) ที่เตรียมไว้ในถุงที่มีกระดาษแล้วปิดปากถุงด้วยเครื่องซีลปากถุง (Sealing machine) ให้มิดชิด

3. ตั้งไว้ที่อุณภูมิห้อง และแช่ในตู้เย็น บันทึก และสังเกตผลการสุกและเปลี่ยนแปลงของมะนาวทุกวันทุกวัน ทำซ้ำ 3 ชุด

10. การถ่ายทอดเทคโนโลยี

ดำเนินการจัดโครงการอบรมและส่งเสริมชุมชนในการเตรียมกระดาษจากใบสับปะรดให้กับนักเรียนและผู้สนใจในท้องถิ่นที่มีการปลูกสับปะรด เป็นเวลา 5 วันโดยเลือกโรงเรียนวัดนาหม่อม อำเภอนาหม่อม จังหวัดสงขลา พร้อมทั้งมอบอุปกรณ์ในการทำกระดาษกับผู้บริหาร โรงเรียน