รายงานการวิจัย

การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของคาร์บอกซีเมธิลเซลลูโลสจากเปลือกและเนื้อสับปะรด (*Ananas comosus* L. Merr) พันธุ์ ปัตตาเวีย

Production and properties determination of carboxymethyl cellulose (CMC) from pineapple peel and pulp (*Ananas comosus* L. Merr) 'Smooth Cayenne' Cultivar

โดย

ดร.วิรงรอง ทองดีสุนทร

ดร.ภาณุพงษ์ ใจวุฒิ

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ

2559

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.) ซึ่งเป็นผู้สนับสนุนงบประมาณในการดำเนินการวิจัยตามแผนงานวิจัยเรื่องการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของคาร์บอกซีเมธิลเซลลูโลสจากเปลือกและเนื้อสับปะรด (*Ananas comosus* L. Merr) พันธุ์ปัตตาเวีย ประจำปีงบประมาณ 2556

ขอขอบพระคุณ ผู้ทรงคุณวุฒิทุกท่านที่ช่วยประเมิน เสนอแนะ และให้คำแนะนำต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ต่อการดำเนินการ แก้ไข ปรับปรุง และทำให้โครงการวิจัยนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง ที่ให้ความอนุเคราะห์และอำนวยความสะดวกในการทำงาน การใช้สถานที่ห้องปฏิบัติการ และการใช้เครื่องมือต่างๆ ระหว่างการวิจัย จนสามารถดำเนินงานวิจัยได้ลุล่วงเป็นอย่างดี

ขอขอบคุณบุคลากรและนักศึกษาสำนักวิชาอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง ทุกท่านที่มีส่วนร่วมในการดำเนินการวิจัยนี้

คณะผู้วิจัย

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ชื่อโครงการวิจัย(ภาษาไทย) การเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของคาร์บอกซีเมธิลเซลลูโลสจากเปลือกและเนื้อสับปะรด (*Ananas comosus* L. Merr) พันธุ์ปัตตาเวีย

(ภาษาอังกฤษ) Production and properties determination of carboxymethyl cellulose (CMC) from pineapple peel and pulp (*Ananas comosus* L. Merr) Smooth Cayenne Cultivar

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยประจำปี 2556 จำนวนเงิน 506,000 บาท
ระยะเวลาทำวิจัย 15 เดือน เริ่มทำวิจัยเมื่อ เดือน กรกฎาคม 2556

รายนามคณะผู้วิจัย พร้อมทั้งหน่วยงานที่สังกัดและหมายเลขโทรศัพท์
หัวหน้าโครงการ ชื่อ อาจารย์ ดร. วิรงรอง ทองดีสุนทร
ตำแหน่ง อาจารย์ประจำสำนักวิชาอุตสาหกรรมเกษตร
สถานที่ติดต่อ สำนักวิชาอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง
333 หมู่ 1 ตำบลท่าสุด อำเภอเมืองเชียงราย จังหวัดเชียงราย 57100
โทรศัพท์ 0-5391-6749 085-868-6783
โทรสาร 0-5391-6739
E-mail: peepo66@hotmail.com, wtongdee@hotmail.com
รับผิดชอบงาน 70% การเตรียมคาร์บอกซีเมธิลเซลลูโลส การทดสอบคุณสมบัติการแทนที่ ความสามารถในการละลาย X-ray diffraction FT-IR เป็นต้น

ผู้ร่วมงานวิจัย ชื่อ อาจารย์ ดร. ภาณุพงษ์ ใจวุฒิ
ตำแหน่ง อาจารย์ประจำสำนักวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง
สถานที่ติดต่อ สำนักวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง
333 หมู่ 1 ตำบลท่าสุด อำเภอเมืองเชียงราย จังหวัดเชียงราย 57100
โทรศัพท์ 0-5391-6839
โทรสาร 0-5391-6831
E-mail: phanuphong@mfu.ac.th
รับผิดชอบงาน 30% การเตรียมตัวอย่างกากใยสับปะรดจากเปลือกและเนื้อ การวัดค่าความหนืด การวัด SEM เป็นต้น

ที่ปรึกษาโครงการวิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรชัย ราชตนะพันธุ์

หน่วยงานหลัก สำนักวิชาอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง
333 หมู่ 1 ตำบลท่าสุด อำเภอเมืองเชียงราย จังหวัดเชียงราย 57100
โทรศัพท์ 0-5391-6738
โทรสาร 0-5391-6739
สำนักวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง
333 หมู่ 1 ตำบลท่าสุด อำเภอเมืองเชียงราย จังหวัดเชียงราย 57100
โทรศัพท์ 0-5391-6830
โทรสาร 0-5391-6831

หน่วยงานสนับสนุน ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง
333 หมู่ 1 ตำบลท่าสุด อำเภอเมืองเชียงราย จังหวัดเชียงราย 57100
โทรศัพท์ 0-5391-6211
โทรสาร 0-5391-6212

บทคัดย่อ

สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย (*Ananas comosus* L. Merr) ผลไม้เศรษฐกิจที่สำคัญของประเทศไทย และเป็นแหล่งที่ดีของเซลลูโลส การแปรรูปผลิตภัณฑ์จากสับประรด เช่น สับปะรดตัดแต่ง น้ำสับปะรด และสับปะรดกระป๋องจะมีเศษเหลือจากกระบวนการที่เป็นเปลือกและแกนจำนวนมาก ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยได้สกัดเซลลูโลสจากเปลือก แกน และเนื้อสับปะรดโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (30, 40, 50% w/v) ที่อุณหภูมิ 70°C และ 120°C จากผลการทดลองพบว่า การสกัดด้วยสารละลาย 30% NaOH ที่อุณหภูมิ120°C (1 ชั่วโมง) ให้ค่า % ผลผลิตเซลลูโลสจาก เปลือก แกน และเนื้อ (13.23, 8.56, 6.87 % โดยน้ำหนักแห้ง ตามลำดับ) สูงกว่าที่ได้จากการสกัดที่อุณหภูมิ 70°C (3 ชั่วโมง) (8.35, 8.99, and 5.99 % โดยน้ำหนักแห้ง ตามลำดับ) เซลลูโลสที่ได้ถูกสังเคราะห์เป็นคาร์บอกซีเมธิลเซลลูโลส (CMC) ด้วยปฏิกิริยาอีเทอร์ริฟิเคชั่นโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดมอนอคลอโรอะซิติก เมื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ใช้ (20, 30, 40, and 50 %w/v) ที่อุณหภูมิ 50°C ต่อค่าระดับการแทนที่ (DS) ของ CMC ที่ได้ จากผลการทดลอง พบว่า การเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ทำให้ค่า DS ของ CMC ที่ได้เพิ่มสูงขึ้น ความเข้มข้น NaOH 40% w/v ให้ค่า DS ของ CMC ที่ได้ สูงที่สุด คืออยู่ในช่วง 0.68-0.7 จากนั้นศึกษาผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ CMC (50, 60 และ 70°C) ด้วยความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสม (40% w/v) ต่อค่า DS %ผลผลิต ความหนืด ความสามารถในการละลายน้ำ สัณฐานวิทยา และโครงสร้างหมู่ฟังค์ชั่นของ CMC ที่ผลิตได้ จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์จะทำให้ค่า %ผลผลิต ค่า DS และค่าการละลายน้ำของ CMC ที่ได้ลดลง แต่ความหนืดเพิ่มขึ้น อุณหภูมิการสังเคราะห์ไม่มีผลต่อ FTIR spectra ของ CMC ซึ่งยังคงแสดงรูปแบบของพีคที่เหมือนกับ CMC ทางการค้า การศึกษาสัณฐานวิทยาพบว่า CMC ที่ได้จากสับปะรดมีผิวที่ขรุขระและมีรูปทรงเส้นใยหลากหลาย ซึ่งตรงข้ามกับสัณฐานวิทยาของ CMC ทางการค้าที่แสดงผิวที่เรียบและเป็นเส้นตรง

การสังเคราะห์ CMC จากเซลลูโลสของเปลือก แกน และเนื้อสับปะรดพันธุ์ปัตตาเวียในการทดลองนี้ สภาวะที่เหมาะสมของการสังเคราะห์ CMC คือ การใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 40% w/v และใช้อัตราส่วน cellulose : monochloroacetic เท่ากับ 1:1.2 ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 50°C ซึ่งให้ค่า DS อยู่ในช่วง 0.68-0.70 และ % yield สูงสุดของการสังเคราะห์ CMC จากเปลือก แกน และเนื้อสับปะรด เท่ากับ 134, 136และ 137 % w/w cellulose ตามลำดับ

คำสำคัญ: คาร์บอกซีเมธิลเซลลูโลส, สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย, การสังเคราะห์, คุณสมบัติ

ABSTRACT

Pineapple (*Ananas comosus* L. Merr) cultivar 'Smooth Cayanne' is the important economic fruit of Thailand and is a good source of cellulose. Pineapple peel and core are abundant wastes from processed pineapple products i.e. fresh-cut pineapple, pineapple juice, and canned pineapple. In this research, cellulose was extracted from pineapple peel, core, and pulp using NaOH solution (30, 40, 50% w/v) at 70°C (1, 12, 24 h) and 120°C (1 h). The results showed that extraction with 30% NaOH at 120°C (1 h) gave the higher yield of cellulose from pineapple peel, core, and pulp (13.23, 8.56, 6.87 % d.b., respectively) than those from the extraction with 30% NaOH at 70°C (3 h) (8.35, 8.99, and 5.99 % d.b., respectively). The extracted celluloses were converted to CMC by etherification process using sodium hydroxide (NaOH) and monochloroacetic acid (MCA) under heterogeneous condition. Effects of various NaOH concentrations (20, 30, 40, and 50 %w/v) on the degree of substitution (DS) of produced CMC were studied. The results showed that higher concentration of NaOH increased the DS value of CMC. It indicated that 40% NaOH gave the highest DS of CMC (0.68-0.7). Subsequently, effect of reaction temperature (50, 60, and 70°C) with 40% w/w NaOH on degree of substitution (DS), %yield, viscosity, %solubility, morphology, and functional groups of CMCs were also investigated. The results showed that increasing reaction temperature decreased % yield, DS, % solubility but increased the viscosity of CMCs. The reaction temperature had no effect on FTIR spectra of CMCs which showed the same pattern of peaks with commercial CMC. Morphology of CMC from pineapple showed rough surface with various shapes of CMC. In contrast, morphology of commercial CMC showed the smooth surface and straight shape of CMC molecule.

The optimized conditions for CMC synthesis from peel, core, and pulp of pineapple with high DS of 0.68-0.7 are; concentration of aqueous NaOH 40% w/v, concentration of MCA = 1.25 g/ g died cellulose; reaction time = 3.0 h and temperature = 50°C with isopropyl alcohol as the supporting solvent medium. The % yield of CMC from peel, core, and pulp of pineapple were 134, 136, and 137 % w/w cellulose, respectively.

Keywords: carboxymethyl cellulose, 'Smooth Cayanne' pineapple, systhesis, properties

สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ 2
บทคัดย่อ 5
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ 6
สารบัญ 7
สารบัญตาราง 9
สารบัญภาพ 10
1. บทนำ 11
2. ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง 12
3. วัตถุประสงค์ของงานวิจัย 16
4. ระเบียบวิธีวิจัย 16
5. ผลการวิจัยและวิจารณ์ผล 19
5.1 การเตรียมวัตถุดิบสับปะรดผลสด 19
5.2 การเตรียมเยื่อเซลลูโลสจากตัวอย่างสับปะรดปัตตาเวียแห้ง 19
5.3 ผลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มีต่อค่า DS ของ CMC จากเปลือก แกน และเนื้อสับปะรดปัตตาเวีย 24
5.4 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่มีต่อคุณสมบัติของ CMC จากเปลือก แกน และเนื้อสับปะรดปัตตาเวีย 26
5.5 ลักษณะสัณฐานวิทยา ของ CMC จากเปลือก แกน และเนื้อสับปะรด 31
สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ 33
ปัญหาและอุปสรรคในการทำวิจัย 33
บรรณานุกรม 34
คณะวิจัย 37

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างการเตรียม CMC จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรชนิดต่างๆ สภาวะที่ใช้ และค่า DS ของ CMC ที่ได้ 13

ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบทางเคมีแยกวิเคราะห์ตามส่วนต่างๆ ของสับปะรด (% โดยวัตถุแห้ง) 15

ตารางที่ 2.3 ตารางเปรียบเทียบส่วนประกอบทางเคมีของเศษเหลือสับปะรด (% โดยวัตถุแห้ง) 15

ตารางที่ 5.1 ส่วนประกอบของสับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย ก่อนและหลังอบแห้ง 19

ตารางที่ 5.2 ปริมาณผลผลิต (เปอร์เซ็นต์ผลผลิต) ของเซลลูโลสที่สกัดด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 30, 40, 50 % (w/v) ที่อุณหภูมิ 70°C (24 ชั่วโมง) และที่สกัดด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 30 % (w/v) ที่อุณหภูมิ 120°C (1 ชั่วโมง) 22

ตารางที่ 5.3 สรุปผลการวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส ผลผลิต และคุณสมบัติของ CMC ที่ได้จากเปลือกแกน และเนื้อสับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย 24

ตารางที่ 5.4 การประเมินราคาของ CMC 32

สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างโมเลกุลของ sodium carboxymethylcellulose 12

รูปที่ 5.1 สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย 20

รูปที่ 5.2 ส่วนประกอบของสับปะรดพันธุ์ปัตตาเวียในส่วนแกน เนื้อ และเปลือก ทั้งก่อนอบและหลังอบ 20

รูปที่ 5.3 ลักษณะการสกัดเซลลูโลสจาก แกน เนื้อ และเปลือกสับปะรดแห้งด้วย NaOH ความเข้มข้น 30 (w/v) ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 21

รูปที่ 5.4 ลักษณะเส้นใยเซลลูโลสจากแกน เนื้อ และเปลือกสับปะรดปัตตาเวียแห้งที่สกัดด้วย NaOH ความเข้มข้นต่างๆ (30, 40, 50 % w/v) ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 21

รูปที่ 5.5 ลักษณะเส้นใยเซลลูโลสจากแกน และเปลือกสับปะรดปัตตาเวียแห้ง ที่สกัดด้วย NaOH ความเข้มข้น 30% w/v ที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 23

รูปที่ 5.6 Carboxymethyl cellulose (CMC) จากส่วนเปลือก แกน และเนื้อ สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวียจากการใช้ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH 20-50% (w/v) ในการสังเคราะห์ 25

รูปที่ 5.7 ผลของความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ในการสังเคราะห์ที่มีต่อค่า degree of substitution (DS) ของ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย 26

รูปที่ 5.8 Carboxymethyl cellulose (CMC) จากส่วนแกน เนื้อ และเปลือกสับปะรดพันธุ์ปัตตาเวียจากการใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ 50, 60, 70°C และ CMC ทางการค้า (CMCc) 27

รูปที่ 5.9 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่มีต่อค่า %yield ของ CMC จากเปลือก (peel) เนื้อ (pulp) และแกน (core) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย 28

รูปที่ 5.10 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่มีต่อค่า degree of substitution (DS) ของ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย 28

รูปที่ 5.11 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่มีต่อค่าความหนืด (viscosity) ของ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย เปรียบเทียบกับ CMC ทางการค้า 29

รูปที่ 5.12 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่มีต่อความสามารถในการละลายน้ำ (% water solubility) ของ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย เปรียบเทียบกับ CMC ทางการค้า (CMCc) 29

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 5.13 ลักษณะ FTIR spectra ของ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) 30

รูปที่ 5.14 ผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่อลักษณะ FTIR spectra ของ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย เปรียบเทียบกับ CMCทางการค้า (CMCc) 31

รูปที่ 5.15 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสและ CMC จากเปลือก (peel) แกน (core) และเนื้อ (pulp) สับปะรดพันธุ์ปัตตาเวีย เปรียบเทียบกับ CMC ทางการค้า (CMCc) ที่กำลังขยาย 1000 เท่า (1000x) 32