บทที่ 3
วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัตถุดิบ

เส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน อำเภอเหนือคลอง จังหวัดกระบี่ ด้วยความอนุเคราะห์จาก ดร. จรีรัตน์ รวมเจริญ

3.1.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลส

1. Sodium hydroxide, NaOH (analytical grade, RFCL Limited)
2. Calcium hypochlorite, $Ca(ClO)_2$ (commercial grade ความเข้มข้น 60%w/w, คาโอ อินดัส เตรียล (ประเทศไทย) จำกัด)
3. Oxalic acid, $C_2H_2O_4$ (analytical grade, Ajax Finechem)

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใย

1. Sulfuric acid, H_2SO_4 (analytical grade ความเข้มข้น 95.0-98.0%, Mallinckrodt chemicals)
2. Benzene, C_6H_6 (analytical grade ความเข้มข้น 99.7%, RFCL Limited)
3. Ethanol, C_2H_5OH (analytical grade ความเข้มข้น 99.9%, Merck KGaA)
4. Acetic acid, CH_3COOH (Glacial grade ความเข้มข้น 80.0%, Mallinckrodt chemicals)
5. Ethyl ether, $C_2H_5OC_2H_5$ (analytical grade ความเข้มข้น 98%, J.T.Baker)
6. Potassium permanganate, $KMnO_4$ (commercial grade)
7. Hydrochloric acid, HCl (analytical grade ความเข้มข้น 36.0%, Mallinckrodt chemicals)
8. Mono-ethanolamine, C_2H_7N (analytical grade ความเข้มข้น 98%, Fisher Scientific)

3.1.3 วัสดุอุปกรณ์

1. เครื่องแก้วพื้นฐาน
2. ชุดสกัด Soxhlet
3. ชุดกรองแบบปั๊มสุญญากาศ
4. หม้อนึ่งความดันสูง (Pressure Steam Sterilizers)
5. High intensity Ultrasonic processors, VCX750, Sonics & Materials, Inc., USA
6. Mechanical stirrer, C-MAG HP 7, IKA, Germany

7. Centrifuge, Centurion, 1000 Series, Labquip, England
8. Hot air oven, UN55, Memmert, Germany
9. Hot plate stirrer, HS-115, HL instrument, Korea
10. Muffle furnace, 6000, Thermolyne, USA
11. Grinder, SM 100, F. Kurt Retsch GmbH & Co., Germany
12. pH meter, 220, Metler, England
13. Balance, LIBOR.AGE-220, Shimadzu, Japan
14. Filter paper, Whatman No. 1
15. Microscope, SMZ-140, Motic, Hong Kong
16. Fourier Transform Infrared spectrometer, Tensor 27 spectrometer, BRUKER, USA
17. Differential Scanning Calorimeter, DSC7, Perkin Elmer, USA
18. Thermogravimetric Analyzer, TGA7, Perkin Elmer, USA
19. Scanning electron microscope (SEM), JSM-5800 LV, JEOL, Japan
20. Transmission electron microscope (TEM), JEM-2010, JEOL, Japan
21. X-ray diffractometer (XRD) รุ่น X'Pert MPD, บริษัท Philips, the Netherland

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

3.2.1 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพของเส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน

3.2.1.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน ได้แก่ แอลฟาเซลลูโลส (ASTM D1103-60) เฮมิเซลลูโลส (ASTM D1106-56) ลิกนิน (ASTM D1104-56) และความชื้น (ASTM D4442)

3.2.1.2 ศึกษาสัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของเส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน โดยส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์

3.2.2 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน

3.2.2.1 การเตรียมเส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน

นำเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันตากแดดให้แห้งสนิท ประมาณ 2-3 วัน ตัดเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันเป็นชิ้นเล็กๆ ให้มีความยาวของเส้นใยประมาณ 3 เซนติเมตร

3.2.2.2 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลส โดยการใช้คลื่นอัลตราโซนิคความเข้มสูง (ดัดแปลงวิธีของ Chen *et al.*, 2011)

นำเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันแห้งน้ำหนัก 10 กรัม แช่ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 2, 4 และ 6 โดยน้ำหนัก ใช้อัตราส่วนระหว่างเส้นใยต่อสารละลายเท่ากับ 1:30 เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (Abraham *et al.*, 2011) แล้วล้างเส้นใยด้วยน้ำจนสะอาด นำเส้นใยที่ได้ไปต้มด้วยสารละลายโซเดียม

ไฮดรอกไซด์โดยใช้ความเข้มข้นเท่าเดิม ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ต้มเส้นใยซ้ำ 2 ครั้ง ล้างด้วยน้ำจนสะอาดแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้งสนิท จากนั้นฟอกเส้นใยโดยใช้สารละลายแคลเซียมไฮโปคลอไรต์ เข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 75°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟอกซ้ำ 3 ครั้ง (Deepa *et al.*, 2011) แล้วล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นจนมีค่า pH เป็นกลาง นำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้งสนิท นำเส้นใยที่ผ่านการฟอกแล้วไปกระจายตัวในน้ำกลั่น โดยมีปริมาณเส้นใยที่อยู่ในสารละลายประมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก โดยมีปริมาตรของเหลวรวม 120 มิลลิลิตร แล้วนำไปผ่านคลื่นอัลตราโซนิคความเข้มสูงที่ความถี่ 20 kHz เป็นเวลา 30 นาทีในอ่างน้ำแข็งโดยใช้กำลัง 800, 1000 และ 1200 วัตต์ เก็บนาโนเซลลูโลสที่ได้ในรูปของสารละลาย

3.2.2.3 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลส โดยการระเบิดด้วยไอน้ำ (ดัดแปลงวิธีของ Deepa *et al.*, 2011)

นำเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันแห้งน้ำหนัก 10 กรัม แช่ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 2, 4 และ 6 โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วนระหว่างเส้นใยต่อสารละลายเท่ากับ 1:30 นำไปให้ความร้อนในหม้อนึ่งอัดความดัน ภายใต้ความดัน 15 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วปล่อยความดันออก ล้างเส้นใยด้วยน้ำให้สะอาด นำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้งสนิท นำเส้นใยที่ได้ไปฟอกขาวโดยใช้สารละลายแคลเซียมไฮโปคลอไรต์เข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 75°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟอกซ้ำ 3 ครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่นและอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้งสนิท นำเส้นใยไประเบิดด้วยไอน้ำในหม้อนึ่งอัดความดัน โดยใช้สารละลายกรดออกซาลิคเข้มข้นร้อยละ 5 และ 11 โดยน้ำหนัก โดยค่อยๆ เพิ่มความดันจนถึง 15 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว รักษาระดับความดันให้คงที่เป็นเวลา 15 นาที แล้วปล่อยความดันออก เพิ่มและปล่อยความดันเช่นนี้ซ้ำ 5 ครั้ง นำเส้นใยออกมาล้างด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด และทดสอบด้วยสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต นำเส้นใยไปปั่นกวนในน้ำเป็นเวลา 4 ชม. จนเส้นใยนาโนเซลลูโลสกระจายตัวสม่ำเสมอ เก็บนาโนเซลลูโลสที่ได้ในรูปของสารละลาย

3.2.3 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมี กายภาพ และสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่แยกได้แต่ละขั้นตอน

3.2.3.1 การวิเคราะห์เส้นใยหลังจากการปรับสภาพด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพระหว่างการปรับสภาพ และการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของเส้นใยหลังการปรับสภาพ วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยหลังการปรับสภาพ ได้แก่ แอลฟาเซลลูโลส (ASTM D1103-60) เฮมิเซลลูโลส (ASTM D1106-56) ลิกนิน (ASTM D1104-56) และความชื้น (ASTM D4442) ศึกษาสัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของเส้นใยหลังการปรับสภาพ โดยส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์

3.2.3.2 การวิเคราะห์เส้นใยหลังจากการฟอกขาว

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพระหว่างการฟอกขาว และการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของเส้นใยหลังการฟอกขาว วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยหลังการฟอก ได้แก่ แอลฟาเซลลูโลส (ASTM D1103-60) เฮมิเซลลูโลส (ASTM D1106-56) ลิกนิน (ASTM D1104-56) และความชื้น

(ASTM D4442) ศึกษาสัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของเส้นใยหลังการฟอกขาว โดยส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์

3.2.3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้

ศึกษาลักษณะทางกายภาพ และความขุ่นของสารแขวนลอยนาโนเซลลูโลสที่แยกได้จากกระบวนการต่างๆ ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่แยกได้ โดยการวิเคราะห์ด้วย Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) ศึกษาสัณฐานวิทยาและลักษณะพื้นผิวของเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และส่องกราด (SEM) และสมบัติเชิงความร้อนของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่แยกได้ โดยใช้เทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) และ Thermo gravimetric analysis (TGA)

3.2.4 การเพิ่มปริมาณเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันเริ่มต้น

นำเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันตากแดดให้แห้งสนิท ประมาณ 2-3 วัน ตัดเส้นใยต้นปาล์มน้ำมันเป็นชิ้นเล็กๆ ให้มีความยาวของเส้นใยประมาณ 3-5 เซนติเมตร จากนั้นนำไปแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลส โดยวิธีการระเบิดด้วยไอน้ำ (ดัดแปลงวิธี Deepa *et al.*, 2011) ดังนี้

นำเส้นใยต้นปาล์มน้ำมัน 500-1,000 กรัม แช่ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ที่อัตราส่วนระหว่างเส้นใยต่อสารละลายเท่ากับ 1:30 นำไปให้ความร้อนในหม้อนึ่งอัดความดันภายใต้ความดัน 15 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วปล่อยความดันออก ล้างเส้นใยด้วยน้ำสะอาด นำไปอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้ง นำเส้นใยไปฟอกขาวโดยใช้สารละลายแคลเซียมไฮโปคลอไรต์เข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 75°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ฟอก 3 ครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่นและอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้งสนิท จากนั้นระเบิดด้วยไอน้ำในหม้อนึ่งอัดความดันโดยใช้สารละลายกรดออกซาลิคเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ค่อยๆ เพิ่มความดันจนถึง 15 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว รักษาระดับความดันให้คงที่เป็นเวลา 15 นาที แล้วปล่อยความดันออก เพิ่มและปล่อยความดันเช่นนี้ซ้ำ 5 ครั้ง นำเส้นใยออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น และทดสอบด้วยสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต แล้วปั่นกวนเส้นใยในน้ำเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จนเส้นใยนาโนเซลลูโลสกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ กรองเส้นใยนาโนเซลลูโลสผ่านกระดาษกรองไนลอน 0.45 μm และอบที่อุณหภูมิ 50°C จนแห้งสนิท นำไปวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพ ได้แก่ องค์ประกอบทางเคมี สัณฐานวิทยา ความเป็นผลึก และสมบัติเชิงความร้อน