

## ภาคผนวก

### ก. การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมี

#### (1) การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมี

นำตัวอย่างไม้ที่ได้ไปตากให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง สุ่มตัวอย่างไม้ที่แห้งแล้วนำไปบดด้วยเครื่องบดไม้จนได้ผงละเอียด ร่อนผงไม้ผ่านตะแกรงขนาด 60 mesh แล้วเก็บส่วนที่ผ่านตะแกรงขนาด 60 mesh ไว้ นำส่วนที่ผ่านตะแกรงขนาด 60 mesh มาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 80 mesh อีกครั้ง แล้วเก็บเฉพาะตัวอย่างที่ค้างบนตะแกรงขนาด 80 mesh ไว้เพื่อวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบเคมีต่างๆ

#### (2) การหาปริมาณความชื้นในตัวอย่าง ตามมาตรฐาน ASTM D4442

ทำความสะอาดครุชชีเบล แล้วอบแห้ง ชั่งน้ำหนักให้แน่นอน ชั่งผงตัวอย่างใส่ครุชชีเบล ตัวอย่างละ  $2 \pm 0.1$  กรัม นำไปอบที่อุณหภูมิ  $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำตัวอย่างออกจากเตาอบใส่ไปในโถดูดความชื้นทิ้งไว้ให้ครุชชีเบลเย็น และชั่งน้ำหนักทำซ้ำเช่นนี้จนน้ำหนักตัวอย่างอบแห้งคงที่ คำนวณปริมาณความชื้นได้จาก

$$\% \text{ ปริมาณความชื้น} = \frac{(w_1 - w_2)100}{w_2}$$

โดย  $w_1$  = น้ำหนักผงตัวอย่างสด

$w_2$  = น้ำหนักผงตัวอย่างแห้ง

#### (3) การเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมี ตามมาตรฐาน ASTM D 1105-56

อุปกรณ์และเครื่องมือ

- เครื่องมือสกัดสารแทรก (Soxhlet extraction)
- ชุดกรองแบบสุญญากาศ
- ขวดรูปชมพู่ขนาด 1,000 มิลลิลิตร

สารเคมี

- เอทานอล 95%
- สารผสมเอทานอล-เบนซีน 1:2 โดยปริมาตร

วิธีการ

ชั่งตัวอย่างที่ทราบน้ำหนักอบแห้งหนัก 20 กรัม โดยเทียบน้ำหนักอบแห้งแล้วใส่ลงในถ้วยกรอง (extraction thimble) บรรจุใส่ในเครื่องมือสกัดสารแทรก สกัดด้วยสารผสมเอทานอล-เบนซีน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยรักษาระดับการชะล้างไม่น้อยกว่าชั่วโมงละ 4 ครั้งกรองตัวอย่างโดยเทลงในชุดกรองแบบสุญญากาศ เพื่อกำจัดตัวทำละลาย ล้างถ้วยกรองและผงตัวอย่างด้วยเอทานอลเพื่อกำจัดเบนซีน ใส่ตัวอย่างลงในถ้วยกรอง และบรรจุใส่ในเครื่องมือสกัดสารแทรกอีกครั้ง สกัดด้วยเอทานอล เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จนกระทั่งเอทานอลไม่มีสี ถ่ายตัวอย่างออกจากถ้วยกรอง ผึ่งตัวอย่างให้แห้งในอากาศ ถ่ายตัวอย่างลงในชุดกรองแบบ

สุญญากาศ เพื่อกำจัดตัวทำละลาย ล้างด้วยกรองและตัวอย่างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดเอทานอล ถ่ายตัวอย่างลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 1,000 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นที่กำลังเดือด 500 มิลลิลิตร ให้ความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมงในอ่างน้ำร้อน รักษาที่จุดเดือด กรองตัวอย่างด้วยชุดกรองแบบสุญญากาศ และล้างด้วยน้ำกลั่นที่เดือด จำนวน 500 มิลลิลิตร ผึ่งตัวอย่างทิ้งไว้ในอากาศจนแห้ง คลุกเคล้าตัวอย่างและเก็บไว้ในภาชนะปิด วิเคราะห์ปริมาณความชื้นของวัตถุดิบที่ปราศจากสารแทรก และนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปใช้ในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี

การหาปริมาณความชื้นของวัตถุดิบที่ปราศจากสารแทรก โดยชั่งน้ำหนักตัวอย่างที่เตรียมได้ประมาณ 2 กรัม ลงในขวดชั่ง อบแห้งเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในตู้อบที่อุณหภูมิ  $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$  ทำให้เย็นในโถดูดความชื้น ชั่งให้ได้น้ำหนักคงที่ แล้วคำนวณปริมาณความชื้น

#### (4) การหาปริมาณลิกนิน ตามมาตรฐาน ASTM D1106-56

##### เครื่องมือ

- เครื่องมือสกัดสารแทรก (Soxhlet extraction)
- ครุชีเบิลแบบกรอง (Gooch crucibles)
- ชุดกรองแบบสุญญากาศ
- ขวดรูปชมพู่ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
- บีกเกอร์

##### สารเคมี

- สารผสมเอทานอล-เบนซีน 1:2 โดยปริมาตร
- กรดซัลฟิวริก 72%

##### วิธีการ

ชั่งตัวอย่าง 1 กรัม อบแห้งเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในตู้อบที่อุณหภูมิ  $100-105^{\circ}\text{C}$  ทำให้เย็นในโถดูดความชื้น ชั่งให้ได้น้ำหนักคงที่ คำนวณปริมาณความชื้น บรรจุตัวอย่างแห้งใส่ในเครื่องมือสกัดสารแทรก สกัดด้วยเอทานอล เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จนกระทั่งเอทานอลไม่มีสี กรองตัวอย่างโดยเทลงในชุดกรองแบบดูด เพื่อกำจัดตัวทำละลาย ถ่ายตัวอย่างลงในบีกเกอร์ เติมน้ำกลั่นร้อน 400 มิลลิลิตร ให้ความร้อนเป็นเวลา 3 ชั่วโมงในอ่างน้ำร้อนที่จุดเดือด กรองตัวอย่างด้วยชุดกรองแบบดูด และล้างด้วยน้ำกลั่นร้อน จำนวน 100 มิลลิลิตร แล้วล้างด้วยเอทานอล 50 มิลลิลิตร ผึ่งตัวอย่างทิ้งไว้ในอากาศจนแห้ง วางบีกเกอร์ลงในอ่างน้ำแข็ง แล้วค่อยๆ เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 72 ที่เย็น ( $12-15^{\circ}\text{C}$ ) 15 มิลลิลิตร พร้อมคนให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ จนกระทั่งผงตัวอย่างละลายหมด เมื่อตัวอย่างกระจายดีแล้วปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา นำมาตั้งทิ้งไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ  $18-20^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พร้อมคนสารละลายอย่างสม่ำเสมอทุกๆ 15 นาที จนแน่ใจว่ามีการละลายสมบูรณ์ เติมน้ำกลั่น 300-400 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่อีกใบแล้วเทสารละลายที่มีสารตัวอย่างลงในขวดรูปชมพู่ด้วย เติมน้ำกลั่นลงไปอีกเพื่อให้กรดมีความเจือจางลงจนเหลือความเข้มข้นร้อยละ 3 จนถึงได้สารละลายปริมาตร 560 มิลลิลิตร รีฟลักซ์สารละลายเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วย

การรักษาปริมาตรสารละลายในภาชนะให้คงที่ กรองตะกอนด้วยครุชิวีลแบบกรอง ล้างตะกอนลิกนินด้วยน้ำร้อน 500 มิลลิลิตร อบตะกอนลิกนินที่ปราศจากกรด ที่อุณหภูมิ 100-105°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จนได้น้ำหนักคงที่ โดยเก็บไว้ในโถดูดความชื้นให้เย็นและชั่งน้ำหนักที่แน่นอน นำตะกอนลิกนินเผาที่อุณหภูมิ 900°C เพื่อกำจัดปริมาณเถ้าในตะกอน

$$\% \text{ ลิกนิน} = \frac{100w_3}{Pw_2}$$

โดยที่  $w_2$  = น้ำหนักผงตัวอย่างแห้ง

$w_3$  = น้ำหนักแห้งของตะกอนลิกนิน

P = สัดส่วนปริมาณความชื้น

#### (5) การหาปริมาณไฮโดรเซลลูโลส ตามมาตรฐาน ASTM D1104-56

อุปกรณ์และเครื่องมือ

- ครุชิวีลแบบกรอง (Gooch crucibles)

สารเคมี

- เอทานอล 95%

- สารผสมเอทานอล-มอนอเอทานอลามีน 97:3 โดยปริมาตร

- เอทิลอีเทอร์

- แก๊สคลอรีน

วิธีการ

ชั่งตัวอย่างที่ปราศจากสารแทรก 2 กรัม ลงในครุชิวีลแบบกรอง เติมน้ำกลั่นที่มีอุณหภูมิ 10°C เพื่อให้ตัวอย่างเปียกชุ่ม แล้วกรองเพื่อดูคือน้ำส่วนเกินออก ผ่านแก๊สคลอรีนไปยังตัวอย่างที่เปียกชื้น เป็นเวลา 3 นาที คนตัวอย่างให้ทั่ว จากนั้นนำตัวอย่างผ่านแก๊สคลอรีนอีกครั้ง เติมเอทานอลเพื่อกำจัดแก๊สคลอรีนที่มากเกินไป ทิ้งไว้ 1 นาที ก่อนดูคือน้ำส่วนเกินออก จากนั้นเติมสารผสมเอทานอล-มอนอเอทานอลามีนให้ท่วมตัวอย่าง คนตัวอย่างให้ทั่ว ทิ้งไว้ 2 นาที แล้วจึงดูคือน้ำส่วนเกินออก ปรับสภาพด้วยตัวทำละลายซ้ำอีกครั้ง แล้วล้างด้วยเอทานอลซ้ำ 2 ครั้ง และล้างอีก 2 ครั้งด้วยน้ำกลั่นเย็น ทำซ้ำตั้งแต่การผ่านแก๊สคลอรีนจนตัวอย่างมีสีขาวเมื่อผ่านแก๊สคลอรีน และไม่มีสีเมื่อเติมสารผสมเอทานอล-มอนอเอทานอลามีนที่ร้อน ล้างด้วยเอทานอล 2 ครั้ง และล้างด้วยน้ำกลั่นเย็น 2 ครั้ง ล้างด้วยเอทานอลอีกครั้ง จากนั้นล้างด้วยเอทิลอีเทอร์ ผึ่งตัวอย่างให้แห้งในอากาศ แล้วอบที่อุณหภูมิ 105°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จนได้น้ำหนักคงที่ โดยเก็บไว้ในโถดูดความชื้น และชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

$$\% \text{ ไฮโดรเซลลูโลส} = \frac{100w_4}{Pw_2} - \% \text{ แอลฟาเซลลูโลส}$$

โดยที่  $w_2$  = น้ำหนักผงตัวอย่างแห้ง

$w_4$  = น้ำหนักแห้งของตะกอนไฮโดรเซลลูโลส

P = สัดส่วนปริมาณความชื้น

(6) การหาปริมาณแอลฟาเซลลูโลส ตามมาตรฐาน ASTM D1103-60

อุปกรณ์และเครื่องมือ

- ครูซิเบิลแบบกรอง (Gooch crucibles)

สารเคมี

- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% wt
- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 8.3% wt
- กรดอะซิติกเข้มข้น 10% v

วิธีการ

ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งจนน้ำหนักคงที่แล้ว จำนวน 2 กรัม โดยตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดสารแทรกออกตามวิธีมาตรฐาน ASTM D1105 จากนั้นกำจัดลิกนินตามวิธีมาตรฐาน ASTM D1104 จะได้ตัวอย่างที่เหลือเพียงไฮโลเซลลูโลส นำไฮโลเซลลูโลสที่แห้งใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ครอบด้วยกระดาษฟิวส์ ค่อยๆ เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 17.5 ที่มีอุณหภูมิ 20°C จำนวน 10 มิลลิลิตรลงไป คนสารละลายจนเกิดการกระจายอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นทุกๆ 5 นาที เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพิ่ม 5 มิลลิลิตร จนครบ 25 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิอีก 30 นาที เติมน้ำกลั่นที่มีอุณหภูมิ 20°C ลงในสารละลายจำนวน 33 มิลลิลิตร แล้วคนด้วยแท่งแก้ว ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง กรองสารละลายด้วยครูซิเบิลแบบกรองล้างตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 8.3% อุณหภูมิ 20°C ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นที่มีความเย็น 20°C จนกระทั่งเป็นกลาง ใช้แท่งแก้วคนค่อยๆ แยกเซลลูโลสออกจากกัน เติมกรดอะซิติก 10% ที่อุณหภูมิห้อง ปริมาตร 15 มิลลิลิตร แช่ทิ้งไว้ 3 นาที ล้างตะกอนครั้งสุดท้ายด้วยน้ำกลั่นจนน้ำที่ล้างไม่เป็นกรด อบเส้นใยที่อุณหภูมิ 100-105°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำออกมาเก็บในโถดูดความชื้น และชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

$$\% \text{ แอลฟาเซลลูโลส} = \frac{(w_5 - w_6)100}{Pw_2}$$

โดยที่  $w_2$  = น้ำหนักผงตัวอย่างแห้ง

$w_5$  = น้ำหนักแห้งของแอลฟาเซลลูโลส

$w_6$  = น้ำหนักของเซลลูโลส

P = สัดส่วนปริมาณความชื้น

ข. การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลสด้วยเทคนิคต่าง ๆ

(1) การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวด้วยเครื่อง ATR-FTIR

นำสารตัวอย่างอบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น จากนั้นนำสารตัวอย่างประมาณ 1 mg ใส่ในช่องใส่ตัวอย่าง ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ATR-FTIR

(2) การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) ใช้วิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยไม่ทำลายตัวอย่าง รังสีเอกซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึก คำนวณระยะห่างระหว่างระนาบผลึกได้จากสมการของ Bragg เทคนิคนี้นิยมใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุล เช่น สารประกอบอินทรีย์ ดีเอ็นเอ โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติ รวมถึงวัสดุต่าง ๆ

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ใช้สมบัติของโครงสร้างผลึกซึ่งเป็นไปตามสมการของ Bragg ดังนี้

$$n\lambda = 2d\sin \theta$$

เมื่อ  $n = 1, 2, 3, \dots$

$\lambda$  = ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

$d$  = ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

$\theta$  = มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก

นำสารตัวอย่างที่แห้งไปอัดให้แน่นในที่ใส่ตัวอย่างโดยอัดให้ผิวหน้าตัวอย่างมีความเรียบ นำตัวอย่างวางในเครื่อง XRD แล้วฉายด้วยรังสีเอกซ์ บันทึกมุม ( $2\theta$ ) และความเข้มของรังสีที่เลี้ยวเบนลงในคอมพิวเตอร์เพื่อประมวลผลต่อไป

(3) การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM

สารตัวอย่างต้องแห้งและนำไฟฟ้า ถ้าตัวอย่างไม่นำไฟฟ้าต้องนำมาเคลือบด้วยทองคำ เพื่อช่วยลดการสะสมของประจุ (Charge-up) และเพิ่มปริมาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิ โดยใช้เทคนิคสเปตเตอร์ (Sputtering) ในระบบที่บรรจุด้วยแก๊สเฉื่อย ความหนาของทองคำที่ใช้เคลือบผิวหน้าตัวอย่างประมาณ 7.5-30 nm ในกรณีสารตัวอย่างเป็นตัวอย่างพืชหรือเส้นใยธรรมชาติที่มีความหนาหรือไม่เป็นผงละเอียด ต้องนำตัวอย่างไปแช่ไนโตรเจนเหลว แล้ววัดให้เป็นผงละเอียด นำไปกระจายบนที่ใส่ตัวอย่างแล้วนำไปเคลือบทองคำ จากนั้นจึงนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM เริ่มจากการผ่านลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิไปบนผิวหน้าตัวอย่างแล้ววัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิหรืออิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับเทียบกับตำแหน่งของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ตำแหน่งของตัวอย่างทำให้เกิดความแตกต่างหรือคอนทราสต์ (Contrast) คือส่วนของผิวหน้าที่หันไปทางตัวตรวจวัดสว่างกว่าส่วนของผิวหน้าที่อยู่ตรงข้ามกับตัวตรวจวัด อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับจากส่วนที่ลึกลงจากผิวหน้า ให้ข้อมูลเกี่ยวกับสัณฐานวิทยาหรือลักษณะผิวหน้าและลักษณะของตัวอย่าง

#### (4) การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วยกล้อง TEM

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM ทำได้โดยการผสมสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยกับเอทานอล ทำให้กระจายตัวดีด้วยเครื่องอัลตราโซนิก แล้วหยดของผสมลงบนตะแกรงทองแดง เมื่อสารตัวอย่างแห้งดีแล้ว นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM ทั้งนี้สารตัวอย่างไม่จำเป็นต้องนำไฟฟ้า เนื่องจากใช้ตะแกรงทองแดงขนาดเล็ก (Copper grid) เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 mm เป็นตัวนำไฟฟ้าเพื่อยึดหรือกระจายสารตัวอย่างที่มีความบางมาก ในกรณีสารตัวอย่างเป็นนาโนเซลล์โลส ต้องนำสารแขวนลอยตัวอย่างเข้มข้นประมาณร้อยละ 0.001 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร หยดลงบนตะแกรงทองแดงขนาดเล็กแล้วย้อมสีด้วยสารละลาย uranyl acetate เข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก เพื่อเพิ่มความคอนทราสต์ของตัวอย่างเส้นใย เครื่อง TEM ใช้ลำอิเล็กตรอนในการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของตัวอย่างเช่นเดียวกับเครื่อง SEM แต่หัววัดของเครื่อง TEM จะบันทึกอิเล็กตรอนที่ส่องผ่านสารตัวอย่าง โดยภาพถ่ายจากกล้อง TEM มีลักษณะคอนทราสต์เนื่องจากการดูดกลืนอิเล็กตรอนที่ต่างกันของธาตุในสารตัวอย่าง

**ค. การเผยแพร่ผลงานวิจัย**

- (1) Chotisuwan, S., Chaisuwan, S., Wannarit, K., Chaisuksan, Y., and Roumjaroen, J. 2014. Isolation of nanocellulose fibres from oil palm trunk fibres by steam explosion and high intensity ultrasonication. The 8<sup>th</sup> Pure and Applied Chemistry International Conference. The Centara Convention Center, Khon Kaen, January 8, 2014. p 209. (Poster presentation)

# Isolation of Nanocellulose Fibres from Oil Palm Trunk Fibres by Steam Explosion and High-Intensity Ultrasonication

Saowapa Chotisuwan<sup>1\*</sup>, Saowanit Chaisuwan<sup>1</sup>, Kreepol Wannarit<sup>1</sup>, Yupadee Chaisuksan<sup>1</sup>, Jareerat Roumjaroen<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani, Thailand 94000

\*E-mail: csaowapa@bunga.pn.psu.ac.th

Nanocellulose fibres were isolated from oil palm trunk fibres by steam explosion and high-intensity ultrasonication. The chemical composition of raw oil palm trunk fibres consists of  $\alpha$ -cellulose 40.4%, hemicellulose 22.9 %, lignin 18.7 %, extractives 5.7 %, and moisture 12.5 % of dry weight. Dried oil palm trunk fibres were prehydrolysis treated with sodium hydroxide solution followed by oxidizing or bleaching with calcium hypochlorite solution. The isolation of nanocellulose fibres was performed by using high-intensity ultrasonication (20 kHz at 800-1200 W) and steam explosion at pressure 15 lb incorporating with oxalic acid hydrolysis. After bleaching, the chemical compositions of cellulose fibres such as  $\alpha$ -cellulose, hemicellulose, lignin, extractives and moisture content were 93.9-94.7%, 0.5-0.7 %, 0.4-0.7 %, 0.1-0.3 %, and 4.2-4.6 % of dry weight, respectively. It was found that the optimum condition for hydrolysis the oil palm trunk fibres was hydrolysis with 2 % wt sodium hydroxide solution. The isolation of nanocellulose fibres by using high-intensity ultrasonication gave higher percentage yield of nanocellulose fibres than steam explosion process. The isolated nanocellulose fibres from both processes were similar in the structure.

**Keywords** Nanocellulose; Oil palm trunk fibres; Steam explosion; High-intensity ultrasonication

## ISOLATION OF NANOCELLULOSE FIBRES FROM OIL PALM TRUNK FIBRES BY STEAM EXPLOSION AND HIGH-INTENSITY ULTRASONICATION

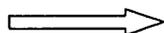
Saowapa Chotisuwan<sup>1\*</sup>, Saowanit Chaisuwan<sup>1</sup>, Kreepol Wannarit<sup>1</sup>, Yupadee Chaisuksan<sup>1</sup>, Jareerat Roumjaroen<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani, Thailand 94000

\*E-mail: csaowapa@bunga.pn.psu.ac.th



Nanocellulose Isolation



Nanocellulose fibres with 93.9-94.7%  $\alpha$ -cellulose, 0.5-0.7 % hemicellulose, and 0.1-0.3 % lignin were successfully isolated from oil palm trunk fibres by steam explosion and high-intensity ultrasonication.

**Keywords** Nanocellulose; Oil palm trunk fibres; Steam explosion; High-intensity ultrasonication

- (2) บทความวิจัยฉบับร่างที่กำลังดำเนินการเพื่อส่งตีพิมพ์ 1 เรื่อง คือ Isolation and characterization of cellulose nanofibers from oil palm trunk by high-intensity ultrasonication

## **Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers from Oil Palm Trunk by High-Intensity Ultrasonication**

Saowapa Chotisuwan<sup>\*</sup>, Saowanit Chaisuwan, Kreepol Wannarit, Yupadee Chaisuksan, Jareerat Ruamjaroen

Department of Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani, Thailand 94000

\*Corresponding author: E-mail: [csaowapa@bunga.pn.psu.ac.th](mailto:csaowapa@bunga.pn.psu.ac.th); Tel: +6673313928-50 ext. 1845; Fax: +6673335130

### **Abstract**

Cellulose nanofibers were successfully isolated from oil palm trunk by high-intensity ultrasonication. Chopped oil palm trunk fibres were chemically pretreated with 2-6 %wt sodium hydroxide solution followed by bleaching with 3 %wt calcium hypochlorite solution. The isolation of nanocellulose fibers was finally performed by using high-intensity ultrasonication at 20 kHz with 800-1200 Watts. The chemical compositions of raw oil palm trunk fibers and cellulose nanofibers were analysed according to ASTM methods and characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), and thermogravimetric analysis (TGA). The  $\alpha$ -cellulose percentage of cellulose nanofibers increased up to 94-95 %, with 0.6-0.7 % hemicellulose, 0.5-0.7 % lignin, and 0.1-0.2% remaining of dry weight. The nanocellulose fibers showed 40-50 nm diameters with 41-65% crystallinity index, and higher thermal stability than raw oil palm trunk fiber.

**Keywords** Cellulose nanofibers; Oil palm trunk; High-intensity ultrasonication