

# ผลของการปรับสภาพชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสด้วยคลื่นอัลตราโซนิก ร่วมกับสารเคมีต่อลักษณะทางสัณฐานของเส้นใยเซลลูโลส

The effect on morphological change of cellulose fibers by  
sonochemical-assisted pretreatment of lignocellulosic biomass

ตะวัน มาดวง<sup>1\*</sup>, อรวรรณ ชุณหชาติ<sup>1</sup> และ รัชพล พะวงศ์รัตน์<sup>1</sup>

Tawan Maduang<sup>1\*</sup>, Orawan Chunhachart<sup>1</sup> and Ratchapol Pawongrat<sup>1</sup>

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิก (ความถี่ 44-48 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็นเวลา 60 นาที) ร่วมกับสารเคมี (สารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 64 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร) ที่มีต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส 9 ชนิด ได้แก่ ฟางข้าว ชานอ้อย ชังข้าวโพด ฐปฤษี ผักตบชวา หญ้าเนเปีย แก่นตะวัน กาบกล้วย และขุยมะพร้าว พบว่าการปรับสภาพมีผลต่อลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส เมื่อทำการวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าโครงสร้างของเส้นใยมีการเปลี่ยนแปลงสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์จากเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) พบว่าทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีที่บ่งบอกถึงองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใย ได้แก่ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน โดยมีการลดลงของหมู่ฟังก์ชันของเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน ดังนั้นการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมีจึงเป็นอีกวิธีการที่น่าสนใจ ที่สามารถนำไปประยุกต์เพื่อเตรียมเส้นใยจากชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสได้ต่อไปในอนาคต

**คำสำคัญ:** การปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมี ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส ลักษณะทางสัณฐาน  
เส้นใยเซลลูโลส

## Abstract

This research aimed to examine the effect of pretreatment of ultrasonic wave (44-48 KHz for 60 minutes) with chemicals solution (64%  $H_2SO_4$  by w/v) to the morphological change of the 9 types of lignocellulosic biomass consisting of rice straw, sugarcane bagasse, corn cob, cattail, water hyacinth, napier grass, artichoke stem, banana stem and coconut husk. The result showed that the morphology of lignocellulosic biomass was changed by sonochemical-pretreatment. The result of scanning electron microscope (SEM) showed that the fiber has changed. Similarly, the results of the Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) showed the chemical structure of the functional groups that indicate the composition of fiber such as cellulose, hemicelluloses and lignin by decreasing

<sup>1</sup> คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์วิทยาเขตกำแพงแสน นครปฐม 73140

<sup>1</sup> Faculty of Liberal Arts and Science, Kasetsart University, Kamphaengsaen Campus, Nakhon Pathom 73140

\* Corresponding author. E-mail: tawan-T@outlook.co.th

hemicelluloses and lignin functional groups. Therefore, pretreatment with ultrasonic waves in combination with chemicals were interesting method for applying to fibers prepared from lignocellulosic biomass in the future.

**Keywords:** sonochemical-assisted pretreatment, lignocellulosic biomass, morphological, cellulose fibers

## บทนำ

ประเทศไทยถือได้ว่าเป็นประเทศเกษตรกรรม ซึ่งในแต่ละปีประเทศไทยมีผลผลิตด้านการเกษตรเป็นจำนวนมากส่งผลให้ภายหลังการเก็บเกี่ยวผลผลิตจะมีเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรในพื้นที่เพาะปลูกเป็นจำนวนมาก เช่น ฟางข้าว แกลบ ชังข้าวโพด ชานอ้อย หรือกากอ้อย เป็นต้น (วิฑูรย์ และ กฤษณเวช, 2554) วัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรหรือวัสดุประเภทลิกโนเซลลูโลส (lignocellulose) เป็นวัสดุที่มีอยู่ในธรรมชาติ ส่วนใหญ่มีเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งเป็นองค์ประกอบภายในของผนังเซลล์ เซลลูโลสจัดว่าเป็นสารพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีจำนวนมากที่สุดในโลก เนื่องจากเป็นองค์ประกอบหลักของเซลล์พืชทุกชนิด ในปัจจุบันการศึกษากาใช้ประโยชน์จากเซลลูโลสที่มาจากพืชซึ่งเป็นไบโอพอลิเมอร์ที่สามารถทดแทนและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมจึงเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว (Hubbe *et al.*, 2008) เนื่องด้วยวัสดุชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสที่มีอยู่มากมายในท้องถิ่น ประกอบกับวัสดุดังกล่าวมีเซลลูโลสในปริมาณมากนั้น จึงทำให้ได้มีการศึกษาวิจัยเพื่อเป็นการเพิ่มทางเลือกในการเพิ่มมูลค่าตัววัสดุเองในหลากหลายด้าน เช่น การนำไปใช้ผลิตน้ำตาลเพื่อผลิตเป็นไบโอเอทานอล การผลิตพลาสติกที่ย่อยสลายได้ หรือแม้กระทั่งทำเป็นเชื้อเพลิงอัดแท่ง (วัชร และ เชนจิรา, 2556) อย่างไรก็ตามปัญหาคำคัญอีกประการหนึ่งคือ ปัจจุบันวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรบางชนิด เช่น แกลบและกากอ้อย

ถูกนำไปใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับโรงงานไฟฟ้าขนาดเล็กมากขึ้น ส่งผลให้ชีวมวลเหล่านี้เริ่มมีราคาแพงและขาดแคลนมากขึ้น ดังนั้นชีวมวลที่ไม่ได้ใช้ทั้ง ฟางข้าว ใบอ้อย ยอดอ้อย ลำต้นข้าวโพด รวมทั้งวัชพืชน้ำ เช่น ผักตบชวา จอก แหน ญูปาเซีย ล้วนเป็นชีวมวลทางเลือกใหม่ที่จะเข้ามามีบทบาทอย่างมากในภาวะขาดแคลนพลังงานในอนาคต (สำนักจัดการคุณภาพน้ำ กรมควบคุมมลพิษ, 2556)

นอกจากนี้ยังพบว่าในการนำชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสมาใช้ประโยชน์เพื่อการผลิตเป็นพลังงานทางเลือกเช่น เอทานอล แก๊สชีวภาพ เป็นต้น จำเป็นต้องมีการปรับปรุงสภาพ (pretreatment) เพื่อกำจัดลิกนิน (lignin) ซึ่งจะขัดขวางการทำงานของเอนไซม์หรือจุลินทรีย์ทำให้การนำชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสไปใช้ประโยชน์ได้อย่างไม่เต็มประสิทธิภาพ โดยการปรับปรุงสภาพมีหลายวิธี เช่น การใช้แรงกล การใช้สารเคมี การใช้จุลินทรีย์ หรือการใช้วิธีที่กล่าวร่วมกัน เพื่อให้ได้องค์ประกอบของเซลลูโลสที่มีคุณภาพ และสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในขั้นตอนการผลิตพลังงานทางเลือกมากขึ้น (รัชพล, 2558)

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาผลของการปรับปรุงสภาพชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส ได้แก่ ฟางข้าว ชานอ้อย ชังข้าวโพด ญูปาเซีย ผักตบชวา ญูเฒ่าเนเปี้ย ลำต้นแค้นตะวัน กากกล้วยและขุยมะพร้าว ด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมีต่อคุณสมบัติทางกายภาพ ทางเคมี เพื่อเป็นอีกทางเลือกหนึ่งใน

การเพิ่มมูลค่าให้แก่ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส และยังเป็นแนวทางในการลดปริมาณเศษวัสดุเหลือทิ้งจากการทำเกษตรกรรมเพื่อลดปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อมในอนาคตต่อไป

### วิธีการศึกษา

#### การเตรียมตัวอย่างชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส

เก็บตัวอย่างชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส จากพืชจำนวน 9 ชนิด ได้แก่ ฟางข้าว ชานอ้อย ชังข้าวโพด ทุปฤาษี ผักตบชวา หญ้าเนเปีย ลำต้นแก่นตะวัน กากกล้วย และขุยมะพร้าว (จากมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน จังหวัดนครปฐม) นำไปล้างให้สะอาดแล้วตากแดดให้แห้ง บดลดขนาด (ประมาณ 1-2 มิลลิเมตร) แล้วอบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักก่อนและหลังการอบ และนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเพื่อหาปริมาณเซลลูโลส วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีโดยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) จากนั้นเก็บตัวอย่างเพื่อใช้ในขั้นตอนต่อไป

#### การฟอกตัวอย่างชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสด้วยด่าง

การฟอกตัวอย่างชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสด้วยด่างโดยวิธีการของ Agustin *et al.* (2014) นำตัวอย่าง 10 กรัม ในบีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 10 (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปริมาตร 140 มิลลิลิตร บ่มที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นกรองแยกส่วนที่ไม่ละลาย (เส้นใย) แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น นำเส้นใยที่ได้ไปแช่สารละลายโซเดียม-

ไฮโปคลอไรต์ความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วปรับค่าพีเอชให้เท่ากับ 5 ด้วยสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นกรองแยกเส้นใยล้างด้วยน้ำกลั่น จนกระทั่งน้ำที่ล้างมีค่าพีเอชเท่ากับ 7 นำเส้นใยไปอบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นเก็บตัวอย่างใส่ถุงพลาสติกเพื่อใช้ในขั้นตอนต่อไป

#### การปรับสภาพเส้นใยเซลลูโลสจากชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสที่ผ่านการฟอกด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับกรด

การปรับสภาพเส้นใยเซลลูโลสจากชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสดัดแปลงมาจากวิธีการของ Bondeson *et al.* (2006) และ Agustin *et al.* (2014) นำเส้นใยที่ผ่านการฟอกแล้วจำนวน 1 กรัม เติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้นร้อยละ 64 (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที จากนั้นหยุดปฏิกิริยาด้วยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 20 (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ผ่านการแช่เย็นปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที แยกส่วนของแข็งไปละลายในน้ำกลั่นที่เย็น นำไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 15,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที จนกระทั่งสารละลายส่วนใสมีค่า pH ประมาณ 6-7 แล้วเก็บส่วนตะกอนที่ได้นำไป ultrasonicate (ยี่ห้อ Ultrasonik รุ่น 104 H, Canada) ที่ความถี่ 44-48 กิโลเฮิร์ตซ์ ในอ่างน้ำแข็งเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เก็บส่วนตะกอนที่ได้ไปทำให้แห้งด้วยเครื่องทำแห้งเยือกแข็ง (freeze dryer)

เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้เส้นใยเซลลูโลส จากนั้นซึ่งนำหนักของตัวอย่างที่ได้วิเคราะห์ค่าสี วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีโดยเครื่อง FT-IR และวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวโดยผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) เปรียบเทียบกับเซลลูโลสทางการค้า (Avicel PH-101, Sigma-Aldrich, Japan)

### วิธีการวิเคราะห์

เส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพจะถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีเพื่อหาปริมาณเซลลูโลส โดยวิธีการของ AOAC (1980) วิเคราะห์ค่าสีโดยเครื่อง color meter (รุ่น NR200, บริษัท 3nh technology, China) วิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวของเส้นใยเซลลูโลสที่เตรียมได้โดยผ่านกล้อง SEM (รุ่น 450 FEI, บริษัท Quanta, USA) วิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีโดยเครื่อง FT-IR โดยใช้เทคนิค Attenuated total reflectance (ATR) และใช้ crystal เป็นเพชร (diamond crystal) โดยสแกนในช่วง  $400-4000\text{ cm}^{-1}$  และ resolution ที่ 4 เซนติเมตร

### การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ

ทำการวิจัยทั้งหมด 3 ซ้ำ วิเคราะห์ข้อมูลโดยใช้แผนการทดลองแบบสุ่มสมบูรณ์ Completely randomized design (CRD) วิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) เปรียบเทียบความแตกต่างของสองชุดข้อมูลโดยวิธี t-test และเปรียบเทียบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยโดยใช้วิธี Duncan ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95.0 ( $P < 0.05$ )

### ผลการศึกษา

#### ผลของการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับกรดต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีและทางกายภาพของชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส

จากการศึกษาผลของการปรับสภาพต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีของชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสจาก (Table 1) พบว่า หลังการปรับสภาพตัวอย่างมีค่าร้อยละขององค์ประกอบเซลลูโลสเพิ่มขึ้น (ร้อยละ 2-22) นอกจากนี้ค่าร้อยละของน้ำหนักตัวอย่างที่หายไปหลังการปรับสภาพเมื่อเทียบกับเริ่มต้นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง โดยลำต้นแถวันมีความมากที่สุด และขุยมะพร้าวมีค่าน้อยที่สุด คือ ร้อยละ  $71.88 \pm 7.00$  และ  $23.03 \pm 5.00$  ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากการปรับสภาพวัตถุด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับกรดจะทำให้มีการกำจัดลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส ลดความเป็นผลึกของเซลลูโลสและเพิ่มความพรุนของวัตถุดิบ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ramadoss and Muthukumar (2014) ทำการปรับสภาพขาน้อยด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมีพบว่า การใช้ร่วมกันส่งผลให้สามารถกำจัดลิกนิน กำจัดเฮมิเซลลูโลสได้ดีกว่าการใช้สารเคมีอย่างเดียวหรือการใช้คลื่นอัลตราโซนิกอย่างเดียว ซึ่งมีค่าร้อยละเซลลูโลสเพิ่มมากขึ้นดังนี้ ชุดควบคุมไม่ผ่านการปรับสภาพ ร้อยละ 38.0 ใช้สารเคมีเพียงอย่างเดียว ร้อยละ 50.4 ใช้คลื่นอัลตราโซนิกเพียงอย่างเดียว ร้อยละ 46.9 และใช้คลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมี ร้อยละ 56.1 และงานวิจัยของ Liurong (2017) และ Coelho *et al.* (2018) ทำการปรับ

สภาพวัตถุประเภทลิกโนเซลลูโลสด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมี พบว่าการปรับสภาพตัววิธีเดียว

**Table 1** The main compositions of lignocellulosic materials after sonochemical-assisted pretreatment

| lignocellulosic materials | compositions of cellulose (%)* |              | weight loss rate (%) |
|---------------------------|--------------------------------|--------------|----------------------|
|                           | before                         | after        |                      |
| rice straw                | 30.01 ± 0.05                   | 52.23 ± 0.05 | 32.22 ± 2.00         |
| bagasse                   | 45.15 ± 0.19                   | 64.30 ± 0.19 | 29.15 ± 3.00         |
| corncoobs                 | 45.15 ± 0.19                   | 50.31 ± 0.59 | 48.16 ± 8.08         |
| cattail                   | 63.15 ± 0.19                   | 67.15 ± 0.19 | 43.03 ± 7.00         |
| water hyacinth            | 24.25 ± 0.84                   | 44.25 ± 0.84 | 57.81 ± 9.00         |
| napier grass              | 29.59 ± 0.82                   | 59.59 ± 0.82 | 49.59 ± 2.00         |
| artichoke stem            | 25.15 ± 0.10                   | 29.15 ± 0.10 | 71.88 ± 7.00         |
| banana leaf               | 50.15 ± 0.02                   | 52.15 ± 0.02 | 55.36 ± 7.00         |
| coconut husk              | 43.30 ± 0.11                   | 53.30 ± 0.11 | 23.03 ± 5.00         |

The results are mean ± standard deviations of duplicate analysis. \*Composition percentages are on a dry-weight basis.

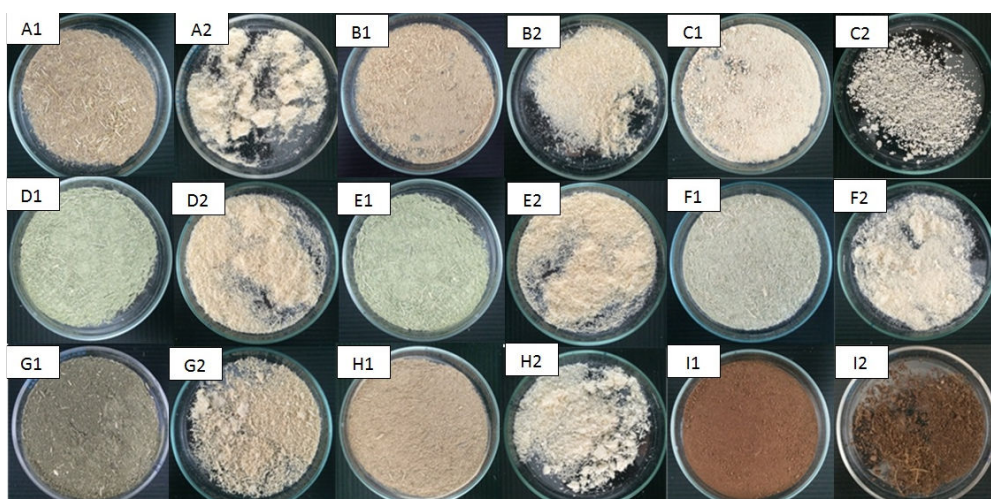
นอกจากนี้การศึกษาผลการปรับสภาพต่อการเปลี่ยนแปลงสีของตัวอย่างจาก (Table 2) พบว่า ตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงสี โดยมีค่าความสว่าง (lightness,  $L^*$ ) เพิ่มขึ้น และการเปลี่ยนสีธรรมชาติ สีแดง/เขียว (red/green,  $a^*$ ) และสีเหลือง/น้ำเงิน (yellow/blue,  $b^*$ ) มีค่าลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับสีเริ่มต้น ( $P < 0.05$ ) (Figure 1 (A-I)) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของดุขุฎีและคณะ (2557) ที่ได้ทำการศึกษากการสกัดและประเมินคุณลักษณะของเซลลูโลสจากชานอ้อย ผักตบชวาและธูปฤๅษี พบว่า หลังจากการนำชานอ้อย ผักตบชวาและธูปฤๅษีมาทำให้แห้งด้วย

ตู้อบลมร้อน ผักตบชวา ธูปฤๅษี และชานอ้อย เปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาลโดยมีความเข้มของสีเรียงตามลำดับจากมากลงมา ส่วนชานอ้อยมีสีเหลืองเล็กน้อย ทำนองเดียวกับงานวิจัยของพิชญุตม์ (2555) ซึ่งได้ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตจุลผลิตภัณฑ์เซลลูโลสจากซังข้าวโพด พบว่า ในขั้นตอนการปรับสภาพด้วยต่างและฟอกสี ส่งผลให้สีของซังข้าวโพดมีการเปลี่ยนแปลงไปจากสีเหลืองเป็นสีขาว และในการปรับสภาพด้วยกรดไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของสีซังข้าวโพด แต่มีผลต่อขนาดและค่าองค์การความเป็นผลิตภัณฑ์ของซังข้าวโพด

**Table 2** The change of colors for lignocellulosic materials after pretreatment.

| lignocellulosic materials | lightness (L*)             | red/green (a*)            | yellow/blue (b*)          |
|---------------------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|
| rice straw                | 69.23 ± 1.31 <sup>d</sup>  | 6.36 ± 0.48 <sup>de</sup> | 23.34 ± 0.56 <sup>c</sup> |
| bagasse                   | 69.75 ± 0.17 <sup>d</sup>  | 7.72 ± 0.38 <sup>b</sup>  | 22.23 ± 0.45 <sup>c</sup> |
| corncoobs                 | 76.37 ± 2.27 <sup>b</sup>  | 5.05 ± 0.46 <sup>f</sup>  | 16.15 ± 0.58 <sup>e</sup> |
| cattail                   | 69.87 ± 0.39 <sup>d</sup>  | 7.71 ± 0.11 <sup>b</sup>  | 26.15 ± 0.18 <sup>a</sup> |
| water hyacinth            | 69.52 ± 3.06 <sup>d</sup>  | 7.26 ± 0.35 <sup>bc</sup> | 20.10 ± 0.47 <sup>d</sup> |
| napier grass              | 73.17 ± 1.20 <sup>c</sup>  | 6.90 ± 0.28 <sup>cd</sup> | 19.79 ± 0.30 <sup>d</sup> |
| artichoke stem            | 62.59 ± 2.07 <sup>e</sup>  | 9.64 ± 0.59 <sup>a</sup>  | 24.61 ± 0.50 <sup>b</sup> |
| banana leaf               | 71.10 ± 0.70 <sup>cd</sup> | 5.96 ± 0.11 <sup>e</sup>  | 19.83 ± 1.03 <sup>d</sup> |
| coconut husk              | 29.64 ± 1.23 <sup>f</sup>  | 10.18 ± 0.14 <sup>a</sup> | 14.54 ± 1.40 <sup>f</sup> |
| Avicel                    | 86.57 ± -0.20 <sup>a</sup> | 1.36 ± 0.01 <sup>g</sup>  | 7.85 ± 0.04 <sup>g</sup>  |

The results are mean ± standard deviations of duplicate analysis. Values followed by different letter in a column are significantly different ( $P < 0.05$ ).



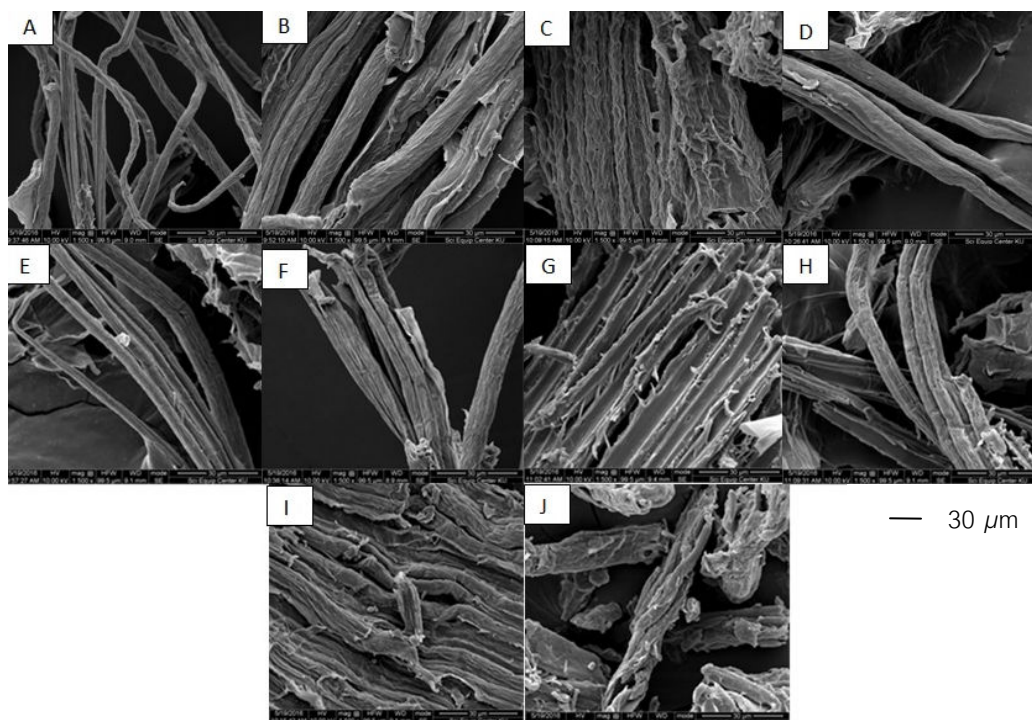
**Figure 1** The color change of lignocellulosic materials before (1) and after (2) pretreatment. (A) rice straw; (B) bagasse; (C) corncoobs; (D) cattail; (E) water hyacinth; (F) napier grass; (G) artichoke stem; (H) banana leaf; (I) coconut husk.

## ผลของการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิก ร่วมกับกรดต่อเปลี่ยนแปลงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสโดยกล้อง SEM

จากการศึกษาผลของการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิก ร่วมกับกรดต่อเปลี่ยนแปลงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยเซลลูโลสโดยกล้อง SEM (Figure 2 (A-J)) พบว่า ตัวอย่างที่นำมาวิจัยมีลักษณะของเส้นใยที่แตกออกมาเป็นเส้น หรือเกาะตัวกันอยู่ และมีส่วนของเส้นใยรวมตัวกันอยู่อย่างชัดเจน ทั้งนี้เนื่องจากลิกนินและเฮมิเซลลูโลสที่ทำหน้าที่เป็นตัวเชื่อมระหว่างเส้นใยในพืชถูกกำจัดออกไป โดยจะให้ผลแตกต่างกันขึ้นอยู่กับตัวอย่างพืช ทำนองเดียวกันกับงานวิจัยของสุธีรา และ วุฒินันท์ (2555) ที่ทำการศึกษาลักษณะเส้นใยเซลลูโลสของฟางข้าวและชานอ้อยโดยใช้เครื่อง SEM พบว่า ลักษณะของเส้นใยเซลลูโลสของฟางข้าวและชานอ้อยมีลักษณะแตกต่างกัน ซึ่งในฟางข้าวเป็นเส้นใยที่แยกออกจากกันชัดเจน ไม่เกาะกลุ่มกัน แต่ในส่วนของชานอ้อยเป็นเส้นใยที่เกาะกลุ่มกันเป็นก้อน และมีขนาดของเส้นใยที่ใหญ่กว่าฟางข้าว เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบลักษณะเส้นใยเซลลูโลสของตัวอย่างพืชทั้ง 9 ชนิดกับ Avicel (ชุดควบคุม) พบว่า ลักษณะเส้นใยของตัวอย่างพืชที่นำมาวิจัยมีขนาดที่ใหญ่กว่าชุดควบคุม และมีลักษณะของเส้นใยเซลลูโลสที่เป็นเส้นใยเกาะกลุ่มกันมากกว่าในชุดควบคุม แต่ในส่วนของฟางข้าวและชานอ้อย จะเห็นเป็นส่วนของเส้นใยชัดเจนกว่าตัวอย่างพืชชนิดอื่น ทั้งนี้อาจขึ้นอยู่กับตัวอย่างพืช

ที่นำมาทำการศึกษา หรืออาจมีการเพิ่มเติมขั้นตอนการผลิตที่ทำให้ได้เส้นใยเซลลูโลสมีลักษณะที่ต้องการ โดยในงานวิจัยของ Agustin *et al.* (2014) ที่ทำการศึกษากการเตรียมพลาสติกชีวภาพจากฟางข้าวพบว่าเซลลูโลสที่ได้มีลักษณะเป็นท่อน สั้น และขนาดอนุภาคมีเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในช่วง 10-12 นาโนเมตร ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ลดขนาดของอนุภาคโดยใช้เครื่อง Cole Palmer 4710 series ultrasonic homogenizer โดยเครื่องนี้จะผสมสารให้เป็นเนื้อเดียวกันได้อย่างรวดเร็ว และมีคุณสมบัติพิเศษทำให้สารเกิดการแตกตัวจนมีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร ซึ่งจะเกิดการสั่นด้วยคลื่นความถี่สูงเหนือเสียงส่งไปที่ด้านปลายหัวปั่นของเครื่อง ทำให้ผนังเซลล์หรือสารที่เกาะกันเป็นก้อนเกิดการแตกตัวออกจากกันได้ในระดับนาโนเมตร ส่งผลให้สารเข้ากันได้อย่างรวดเร็ว เช่นเดียวกับงานวิจัยของ ศิริธร และ จุฬารัตน์ (2555) และพิชญุตม์ (2555) ที่ทำการศึกษากการแยกเส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตรจากฟางข้าว และจากชังข้าวโพดด้วยระบบอวกาศในไฮโดรไลโซไมล์ในเซชันแรงเฉือนสูง พบว่าการไฮโมจีในเซชันแรงเฉือนสูงสามารถลดขนาดของเส้นใยให้อยู่ในช่วง 5-40 นาโนเมตรได้

ดังนั้นการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิก ร่วมกับกรดส่งผลต่อโครงสร้างทางกายภาพ การกำจัดเฮมิเซลลูโลส และการกำจัดลิกนินได้ดีกว่าวิธีดั้งเดิมที่ใช้สารเคมีเพียงอย่างเดียว ซึ่งวิธีการใช้ร่วมกันอาจจะมีขั้นตอนในการทำงานเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเปรียบเทียบกับผลผลิตที่ได้จะให้ผลผลิตที่สูงกว่า



**Figure 2** The SEM images of pretreated lignocellulosic materials at 1500 magnification. (A) rice straw; (B) bagasse; (C) corncobs; (D) cattail; (E) water hyacinth; (F) napier grass; (G) artichoke stem; (H) banana leaf; (I) coconut husk; (J) Avicel.

### ผลของการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิคร่วมกับการดัดแปลงโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลสด้วยเครื่อง FT-IR

จากการศึกษาผลของการปรับสภาพด้วยคลื่นอัลตราโซนิคร่วมกับการดัดแปลงโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลสด้วยเครื่อง FT-IR โดยศึกษาโครงสร้างทางเคมีของสารประกอบอินทรีย์ด้วยการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดซึ่งโมเลกุลของสารแต่ละชนิดจะให้สเปกตรัมที่เป็นเอกลักษณ์ของพันธะในโมเลกุลนั้นๆ เมื่อพิจารณาจาก (Figure 3) พบว่า ลักษณะของ FT-IR spectrum ที่ปรากฏในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ

จำแนกออกได้ 5 ช่วง ตามหมู่ฟังก์ชันที่เป็นส่วนประกอบของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน และสังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงจุดยอดเมื่อผ่านการปรับสภาพโดยช่วงเลขคลื่น  $3,600-3,200\text{ cm}^{-1}$  แสดงการสั่นของหมู่  $-OH$  และช่วงเลขคลื่น  $3,000-2,800\text{ cm}^{-1}$  แสดงการสั่นของ aliphatic  $-CH_x$  ซึ่งเป็นโครงสร้างของเซลลูโลส จาก (Figure 3) พบว่า ผลของการปรับสภาพทั้ง 2 จุดยังคงปรากฏอยู่แสดงให้เห็นว่าการปรับสภาพไม่มีผลต่อเซลลูโลส ช่วงเลขคลื่น  $1,765-1,715\text{ cm}^{-1}$  แสดงหมู่  $C=O$  ในเฮมิเซลลูโลส พบว่า สามารถสังเกตได้ว่าจุดยอดหลังผ่านการปรับสภาพลดลงอย่างเห็นได้ชัดเจน

แสดงว่ามีการทำลายโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส ทำนองเดียวกันกับที่ช่วงเลขคลื่น  $1,100-1,000\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นช่วงวิเคราะห์ของเฮมิเซลลูโลสแสดงถึงการโค้งงอ (bending) ของหมู่ฟังก์ชัน C-OH ในเฮมิเซลลูโลสซึ่งให้ผลในทางเดียวกันคือมีการทำลายเฮมิเซลลูโลสหลังผ่านการปรับสภาพช่วงเลขคลื่น  $1,250\text{ cm}^{-1}$  แสดงหมู่ C-O-C ใน Arty-alkyl ether ของลิกนิน แสดงให้เห็นว่าการปรับสภาพมีการทำลายลิกนิน จากการผลการศึกษพบว่าตัวอย่างพืชที่ผ่านการปรับสภาพจะให้ผลในทำนองเดียวกัน คือมีปริมาณลิกนินที่ลดลง ซึ่งอาจจะต่างชนิดกันขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบตัวอย่างที่นำมาวิจัยแต่ละชนิดที่ผ่านการปรับสภาพกับ Avicel (ชุดควบคุม) พบว่า ช้างข้าวโพดและธูปฤาษี มีลักษณะของ FT-IR spectrum ที่คล้ายกับ Avicel มากที่สุด และหญ้าเนเปีย มีลักษณะของ FT-IR spectrum ที่คล้ายกับ Avicel น้อยที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของวราภรณ์ (2555) และ Agustin *et al.* (2014) พบว่ากรดซัลฟูริกและการใช้คลื่นความถี่สูงจะส่งผลต่อโครงสร้างทางเคมีของตัวอย่างโดยที่สภาวะเป็นกรดจะส่งผลให้มีการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างทางเคมี ส่งผลให้หมู่ฟังก์ชันที่พบในองค์ประกอบของพืช เช่น เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินมีการเปลี่ยนแปลง

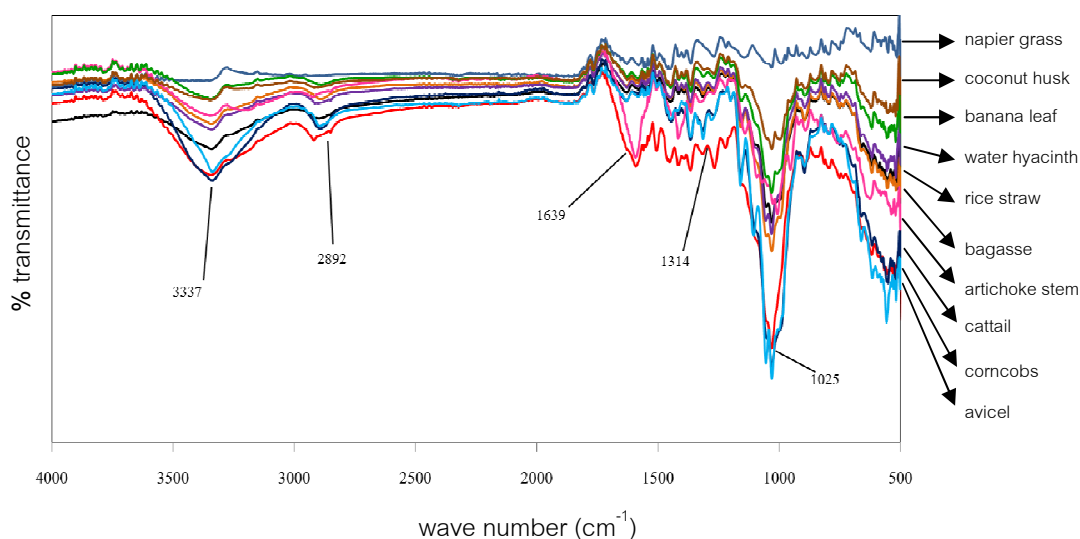


Figure 3 FT-IR spectra for pretreated lignocellulosic materials.

### สรุป

จากการศึกษาผลของการปรับสภาพชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสด้วยคลื่นอัลตราโซนิกร่วมกับสารเคมี ศึกษาองค์ประกอบทางเคมี ทางกายภาพ

และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวอย่างโดยการศึกษาสีที่ได้หลังจากการปรับสภาพด้วยเครื่อง color meter และตาเปล่าพบว่ามีการปรับสภาพมีผลต่อลักษณะของเส้นใยเซลลูโลสซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้

จากกล้อง SEM และเครื่อง FT-IR พบว่า หลังผ่านขั้นตอนการปรับปรุงสภาพแล้วเส้นใยเซลลูโลสที่ได้มีการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชันของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส โดยมีการลดลงของหมู่ฟังก์ชันของเฮมิเซลลูโลสและลิกนินอย่างชัดเจน ดังนั้นอาจจะกล่าวได้ว่าวิธีการปรับปรุงสภาพด้วยด้วยคลื่นอัลตราโซนิกควบคู่กับสารเคมี จึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่มีประสิทธิภาพ ช่วยในการเพิ่มมูลค่าให้แก่ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสและยังเป็นแนวทางในการลดปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อมในอนาคตต่อไป

### คำขอบคุณ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากหน่วยวิจัยจุลินทรีย์เพื่อการเกษตร คณะศิลปศาสตร์และวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน

### เอกสารอ้างอิง

- คุชฎี สุริยพรรณพงศ์, ศุจินันต์ วัฒนวิเชียร, จิตติมา มานะกิจ และ ดวงรัตน์ ชูวิสิฐกุล. 2557. การสกัดและประเมินคุณลักษณะของเซลลูโลสจากชานอ้อยฝักดิบขาวและธูปฤๅษี. รายงานการวิจัย. มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ, กรุงเทพฯ.
- พิชญุตม์ รัตนพันธ์. 2555. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตจุลผลึกเซลลูโลสจากชังข้าวโพดเพื่อการลงทุนในอุตสาหกรรมยา. วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ.
- รัชพล พะวงศ์รัตน์. 2558. กระบวนการปรับปรุงสภาพเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการผลิตเอทานอลจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรประเภทลิกโนเซลลูโลส. *Veridian E-Journal SU*. 2(1): 143-157.
- วัชรวิ คตินนท์กุล และ เจนจิรา ภูริรักษ์พิติกร. 2556. การปรับปรุงสภาพเปลือกข้าวโพดและเปลือกมะพร้าวด้วยของเหลวไอออนิกเพื่อเพิ่มผลผลิตน้ำตาลกลูโคส. *Bulletin of Applied Science* 2(2): 26-34.
- วราภรณ์ ภูกิจดาว. 2555. การพัฒนากระบวนการผลิตเซลลูโลสทรงกลมที่มีรูพรุนจากชังข้าวโพดเพื่อใช้เป็นสารดูดซับในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง. วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ.
- วิทวัส จิรัฐพงศ์ และ กฤษณเวช ทองธนศักดิ์. 2554. การศึกษาปริมาณเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินจากของเหลือทิ้งจากพืชเพื่อใช้ในการผลิตแผ่นฟิล์มชีวภาพ. น. 1-4. ใน: การประชุมวิชาการนานาชาติวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 21, 10-11 พฤศจิกายน 2554. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, สงขลา.
- สุธีรา วิทยากาญจน์ และ วุฒินันท์ คงทัด. 2555. การเตรียมผลึกนาโนเซลลูโลสจากฟางข้าวและชานอ้อยเพื่อใช้เสริมแรงในแผ่นฟิล์มวัสดุเชิงประกอบระดับนาโนเมตรของไคโตซาน. รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ.
- สำนักจัดการคุณภาพน้ำ กรมควบคุมมลพิษ. 2556. วิธีการจัดการฟางข้าวที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและประโยชน์ที่ได้รับ. (ระบบออนไลน์). แหล่งข้อมูล: <http://wqm.pcd.go.th/water/images/agriculture/journal/2556/straw57.pdf> (20 มกราคม 2559).
- ศิริธร นาคชำนาญ และ จุฬารัตน์ ครองแถว. 2555. การแยกเส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตรจากฟางข้าวด้วยระบบออสโมซิส-ไฮโมจีโนเซชันแรงเฉือนสูง. *KKU Research Journal* 17(2): 267-277.
- AOAC (Association of Official Analytical Chemists). 1980. Official methods of analysis. 13<sup>th</sup> ed. AOAC, Washington, DC.
- Agustin, M.B., B. Ahmmad, S.M.M. Alonzo and F.M. Patriana. 2014. Bioplastic based on starch and cellulose nanocrystals from rice straw. *Journal*

*of Reinforced Plastics and Composites* 33(24): 2205-2213.

- Bondeson, D., A. Mathew and K. Oksman. 2006. Optimization of the isolation of nanocrystals from microcrystalline cellulose by acid hydrolysis. *Cellulose* 13: 171-180.
- Coelho, C.C.S., M. Michelin, M.A. Cerqueira, C. Gonçalves, R.V. Tonon, L.M. Pastrana, O. Freitas-Silva, A.A. Vicente, L.M. Cabral and J.A. Teixeira. 2018. Cellulose nanocrystals from grape pomace: Production, properties and cytotoxicity assessment. *Carbohydrate Polymers* 192: 327-336.
- Hubbe, M.A., O.J. Rojas, L.A. Lucia and M. Sain. 2008. Cellulosic nanocomposites: A review. *BioResources* 3(3): 929-980.
- Liurong, H., X. Ding, C. Dai and H. Ma. 2017. Changes in the structure and dissociation of soybean protein isolate induced by ultrasound-assisted acid pretreatment. *Food Chemistry* 232: 727-732.
- Ramadoss, G. and K. Muthukumar. 2014. Ultrasound assisted ammonia pretreatment of sugarcane bagasse for fermentable sugar production. *Biochem. Eng. J.* 83: 33-41.