

การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนเพื่อประยุกต์ใช้เป็น
ฟิล์มเคลือบบริโภคน้ำดื่ม



บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2560
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF CARBOXYMETHYLCELLULOSE FROM YOUNG COCONUT HUSK FOR
EDIBLE FILM APPLICATION



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2017

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนเพื่อประยุกต์ใช้เป็นฟิล์มเคลือบบริโภคได้
โดย	นายชาриф อินทพันธ์
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. โศรดา กนกพานนท์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร. อภิตา บุญศิริ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ เตชวรสินสกุล)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. สิริรุ่ง ปรีชานนท์)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. โศรดา กนกพานนท์)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(อาจารย์ ดร. อภิตา บุญศิริ)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. วรงค์ ปวรอาจารย์)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อิศราวุธ ประเสริฐสังข์)

ชาریف อินทพันธ์ : การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนเพื่อประยุกต์ใช้เป็นฟิล์มเคลือบบริโภคได้ (SYNTHESIS OF CARBOXYMETHYLCELLULOSE FROM YOUNG COCONUT HUSK FOR EDIBLE FILM APPLICATION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร. โศรดา กนกพานนท์, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: อ. ดร. อภิตา บุญศิริ, 177 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) จากเปลือกมะพร้าวอ่อน เพื่อประยุกต์ใช้เป็นฟิล์มเคลือบบริโภคได้ เปลือกมะพร้าวอ่อนถูกนำมาปอกเปลือกส่วนเขียวออก ล้างในสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ความเข้มข้น 200 พีพีเอ็ม หั่น อบแห้ง บด และคัดด้วยตะแกรงขนาด 60 เมช มีเปอร์เซ็นต์ผลได้ 7.82 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักมะพร้าวสด ได้ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยาบ (RP, ขนาดเฉลี่ย 480.27 ไมครอน) 51 เปอร์เซ็นต์ และบดละเอียด (FP, ขนาดเฉลี่ย 100.55 ไมครอน) 49 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนัก) องค์ประกอบทางเคมีของ RP ประกอบด้วย extractives 10.25 เปอร์เซ็นต์ พอลิแซ็กคาไรด์ 45.77 เปอร์เซ็นต์ ลิกนิน 35.32 เปอร์เซ็นต์ ความชื้น 6.20 เปอร์เซ็นต์ และเถ้า 2.46 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักแห้ง) RP ที่ถูกต้มด้วยด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 4-10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ทำให้ extractives ถูกกำจัดออกไปทั้งหมด และพบว่าลิกนินถูกกำจัดไปมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นของด่างเพิ่มขึ้น โดยประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินสูงสุดเมื่อใช้ NaOH เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นลิกนินถูกกำจัดด้วยสารละลาย NaClO_2 (เข้มข้น 1.0 เปอร์เซ็นต์) สลับกับสารละลาย NaOH (เข้มข้น 0.5 เปอร์เซ็นต์) ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินมีค่า 87.52 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้สารละลาย NaClO_2 สลับกับสารละลาย NaOH แบบ $\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2$ เซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนถูกนำไปสังเคราะห์ CMC โดยใช้สารละลาย NaOH เข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ ในการทำปฏิกิริยาอัลคาไลน์เซชัน ทำให้มีค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชันสูงสุดที่ 1.32 และผลได้ 167.35 เปอร์เซ็นต์ การพัฒนาสูตรสารเคลือบบริโภคได้ใช้สูตรต้นแบบจากสูตรโคโตซาน/เจลาติน โดยใช้ CMC ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าสารเคลือบทั้งหมดมีความหนืดปรากฏในช่วง 15-22 เซนติพอยส์ ฟิล์มของสารเคลือบมีค่าการซึมผ่านไอน้ำในช่วง 0.50×10^{-5} - 10.50×10^{-5} กรัม·เมตร/วัน·เมตร²·ปาสคาล การแพร่ผ่านของออกซิเจนในช่วง 9.17×10^{-7} - 43.70×10^{-7} กรัม/วัน·เมตร·ปาสคาล ความทนแรงดึงสูงสุดในช่วง 1.63-2.91 เมกะปาสคาล และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวในช่วง 57.09-79.21 เปอร์เซ็นต์

ภาควิชา	วิศวกรรมเคมี	ลายมือชื่อนิสิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
ปีการศึกษา	2560	ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5770400921 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORDS: YOUNG COCONUT HUSK / CELLULOSE / CARBOXYMETHYL CELLULOSE / EDIBLE FILM

SHARIF INTHAPHUNT: SYNTHESIS OF CARBOXYMETHYLCELLULOSE FROM YOUNG COCONUT HUSK FOR EDIBLE FILM APPLICATION. ADVISOR: ASST. PROF. SORADA KANOKPANONT, CO-ADVISOR: DR. APITA BUNSIRI, 177 pp.

The objective of this research was to determine the optimal condition for synthesis of carboxymethylcellulose (CMC) from young coconut husk for edible film application. Young coconut husk was peeled the green part off, washed in 200 ppm sodium hypochlorite solution, cut, oven dried, milled and sieved with 60-mesh sieve, resulting in a yield of 7.82% of fresh young coconut's weight. Dried coconut flakes were composed of 51% of the rough powder (RP, average size of 480.27 microns) and 49% (by weight) of fine powder (FP, average size of 100.55 microns). Chemical compositions of the RP were 10.25% extractives, 45.77% polysaccharides, 35.32% lignin, 6.20% moisture and 2.46% ash (dry weight). The RP was boiled in 4-10% (w/v) NaOH. All of the extractives were eliminated. The higher the concentration of NaOH was used, the more lignin content was eliminated. The highest efficiency of delignification was achieved, when 10% NaOH was used. Further delignification process was done by using alternated treatment of 1% NaClO₂ and 0.5% NaOH solutions (NaClO₂/NaOH/NaClO₂/NaOH/NaClO₂). This resulted in 87.52% of delignification. Cellulose from young coconut husk was used to produce CMC, using 30% NaOH for alkalization reaction, leading to the highest degree of substitution at 1.32 and a yield of 167.35%. Various concentrations of CMC were used to prepared edible coating solutions based on the prototyped chitosan/gelatin formula. Apparent viscosities of the edible films ranged from 15-22 cP, water vapor permission ranged from 0.50×10^{-5} - 10.50×10^{-5} g·m/d·m²·Pa, OTR ranged from 9.17×10^{-7} - 43.70×10^{-7} g/d·m·Pa, tensile strength ranged from 1.63-2.91 MPa and percent elongation at break ranged from 57.09-79.21%.

Department: Chemical Engineering Student's Signature

Field of Study: Chemical Engineering Advisor's Signature

Academic Year: 2017 Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

ด้วยพระนามของอัลลอฮ์ผู้ทรงกรุณาปราณี ผู้ทรงเมตตาเสมอ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดีจากบุคคลหลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.โศรดา กนกพานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ อ.ดร.อภิธา บุญศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์ ที่ได้ให้คำแนะนำ ตรวจสอบ และสอนสั่งในการทำงาน วิจัยตลอดจนวิทยานิพนธ์เสร็จสมบูรณ์ ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.สิริรุ่ง ปรีชานนท์ ประธานกรรมการ สอบวิทยานิพนธ์ และ รศ.ดร.วรงค์ ปวรอาจารย์ และ ผศ.ดร.อิสราวุธ ประเสริฐสังข์ กรรมการสอบ วิทยานิพนธ์ ที่ได้คำแนะนำ ตรวจสอบ และอำนวยความสะดวกในการสอบและแก้ไขวิทยานิพนธ์ จนเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณทุนสนับสนุนวิจัยจากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่กรุณาให้ ทุนในงานวิจัยจนสำเร็จลุล่วง ภายใต้ชื่อโครงการ “การพัฒนาสารเคลือบเนื้อสัมผัสโอบริโกลด์ที่มี ส่วนผสมของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน” สัญญาเลขที่ RGD5820004 ประจำปี พ.ศ. 2558

ศูนย์เทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยว ภาควิชาพืชสวน คณะเกษตรกำแพงแสน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน ที่จัดเตรียมแปลงเปลือกมะพร้าวอ่อน และ อนุเคราะห์สถานที่และอุปกรณ์ในการทำการวิเคราะห์การแพร่ผ่านของฟิล์ม และตลอดจนพี่ๆ น้องๆ ในศูนย์ที่ดูแล และให้คำแนะนำเสมอมา

ขอขอบคุณอาจารย์ และพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ห้องปฏิบัติการวิจัยวิศวกรรมชีวเคมีและ ห้องปฏิบัติการวิจัยวิศวกรรมเนื้อเยื่อทุกคนสำหรับคำแนะนำ กำลังใจ และช่วงเวลาดีๆ ในการทำ วิทยานิพนธ์

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา บุคคลในครอบครัวและญาติพี่น้องทุกคนที่ เป็นการช่วยเหลือ กำลังใจ และแรงกระตุ้นผลักดัน รวมถึงการให้สนับสนุนเงินทุนสำรองใน งานวิจัย และที่ขาดมิได้ด้วยประสงค์ของอัลลอฮ์มหาบริสุทธิ์และความสูงส่งยิ่งแต่พระองค์ที่ทำให้ วิทยานิพนธ์เล่มนี้ลุล่วงไปได้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญภาพ	ฅ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 องค์ประกอบของเปลือกมะพร้าวอ่อน	5
2.1.1 สมบัติทางเคมีของวัสดุลิกโนเซลลูโลสที่วิเคราะห์โดยใช้การดูดกลืนด้วยรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)	10
2.1.2 สมบัติทางความร้อน	12
2.2 วิธีการสกัดองค์ประกอบทางเคมีของพืช.....	13
2.2.1 วิธีการแยกองค์ประกอบทางเคมีของพืช	13
2.2.2 วิธีการผลิตเชื้อในระดับอุตสาหกรรม	15
2.2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	16
2.2.4 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง	18
2.3 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	19
2.3.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	21
2.3.2 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง	23

2.4	ฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้ (edible films and coatings).....	24
2.4.1	สารเคลือบบริโภคได้จากไขมัน (lipid-based edible coatings).....	25
2.4.2	สารเคลือบบริโภคได้จากโปรตีน (protein-based edible coatings).....	26
2.4.3	สารเคลือบบริโภคได้จากพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharide based edible coatings).....	27
2.4.4	สารเคลือบบริโภคได้จากไคโตซานและเจลาติน (chitosan and gelatin edible coatings).....	27
2.4.5	สารเคลือบบริโภคได้จากไคโตซานและคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (chitosan and carboxymethylcellulose edible coatings).....	28
บทที่ 3	วัสดุอุปกรณ์ และวิธีการทดลอง.....	30
3.1	สารเคมี.....	30
3.2	อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	30
3.3	แผนผังการทดลอง.....	31
3.4	วิธีการทดลอง.....	32
3.4.1	การสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน.....	32
3.4.2	การทดสอบและวิเคราะห์ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส.....	35
3.4.3	การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน.....	39
3.4.4	การทดสอบคุณสมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน.....	41
3.4.5	การขยายขนาดการผลิต.....	50
3.4.6	การผลิตสารเคลือบบริโภคได้.....	50
3.4.7	การทดสอบและวิเคราะห์สารเคลือบบริโภคได้.....	51
3.5	การวิเคราะห์ทางสถิติ.....	53
3.6	สถานที่ทำงานวิจัย.....	53
บทที่ 4	ผลการทดลอง.....	54

4.1 การสกัดเซลลูโลสจากผงเปลือกมะพร้าวอ่อน.....	54
4.1.1 การเตรียมผงเปลือกมะพร้าวอ่อน.....	54
4.1.2 การต้มด้วยต่าง.....	57
4.1.3 การกำจัดลิกนิน.....	59
4.2 การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส.....	66
4.3 การขยายขนาดการผลิต.....	76
4.4 การพัฒนาสารเคลือบบริโภคน้ำตาลจากคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน.....	79
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	85
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	85
5.2 ประโยชน์ที่ได้รับ.....	86
5.3 งานวิจัยในอนาคต.....	87
รายการอ้างอิง.....	88
ภาคผนวก ก.....	96
การวิเคราะห์หาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส (α - Cellulose Determination).....	96
ภาคผนวก ข.....	106
ผลการหาค่าประกอบทางเคมีด้วยการวิเคราะห์ทางความร้อน.....	106
ภาคผนวก ค.....	114
การวิเคราะห์หมู่การแทนที่หมู่คาร์บอกซิล.....	114
ภาคผนวก ง.....	126
มวลโมเลกุลและความปลอดภัยอาหารของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส.....	126
ภาคผนวก จ.....	138
สมบัติทางกลของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโภคน้ำตาล.....	138
ภาคผนวก ฉ.....	152

อัตราการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส และสารเคลือบ บริโภคได้.....	152
ภาคผนวก ช.....	169
อัตราการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโภคได้ .	169
ภาคผนวก ช.....	174
ต้นทุนการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน 1 กิโลกรัม.....	174
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	177



สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีคิดเป็นร้อยละน้ำหนักแห้งของเส้นใยพีชบางชนิด (Kirby, 1963; Mark, 1986)	9
ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบทางเคมีคิดเป็นร้อยละน้ำหนักแห้งของเปลือกมะพร้าวจากงานวิจัยต่างๆ.....	10
ตารางที่ 2.3 เลขคลื่นที่แสดงการดูดกลืนและองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยลิกโนเซลลูโลสจากการศึกษาด้วย FTIR (Johar และคณะ, 2012; Rosa และคณะ, 2010).....	11
ตารางที่ 2.4 เลขคลื่นระบุโครงสร้างที่สำคัญของ CMC (Pushpamalar และคณะ, 2006).....	12
ตารางที่ 2.5 อุณหภูมิการสลายตัวแสดงองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยลิกโนเซลลูโลส.....	12
ตารางที่ 3.1 ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ที่ใช้ในการทดสอบการต้มด้วยต่าง	32
ตารางที่ 3.2 สรุptionขั้นตอนการกำจัดลิกนินหลังผ่านการต้มด้วยต่าง NaOH ความเข้มข้นที่เหมาะสมจากข้อ ข.	34
ตารางที่ 3.3 ชื่อตัวอย่าง CMC ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20-40 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) และมาจากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนที่คัดเลือกจากกลุ่มตัวอย่าง C และ D (จากตารางที่ 3.2).....	41
ตารางที่ 3.4 เกณฑ์คะแนนลักษณะทางปรากฏของฟิล์ม CMC.....	44
ตารางที่ 3.5 มาตรฐานการทดสอบโลหะหนักใน CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน	49
ตารางที่ 3.6 มาตรฐานการทดสอบการทดสอบเชื้อจุลินทรีย์ก่อโรคของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน.....	50
ตารางที่ 3.7 สูตรสารเคลือบบริโภาคได้ที่ทำการศึกษา.....	51
ตารางที่ 3.8 เกณฑ์คะแนนลักษณะปรากฏของฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้.....	53
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมี ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อน	56
ตารางที่ 4.2 ร้อยละของน้ำหนักคงเหลือและองค์ประกอบทางเคมีจากการวิเคราะห์ TGA ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการต้มด้วยต่าง (NaOH).....	58
ตารางที่ 4.3 ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินหลังการต้มด้วยต่าง	59

ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลได้และองค์ประกอบทางเคมีของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส.....	62
ตารางที่ 4.5 ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธีการต่างๆ.....	62
ตารางที่ 4.6 ผลการตรวจสอบพื้นผิวด้วย SEM ของเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยาบก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส.....	64
ตารางที่ 4.7 ผลการตรวจสอบพื้นผิวด้วย SEM ของเปลือกมะพร้าวอ่อนบดละเอียดก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส.....	64
ตารางที่ 4.8 คุณสมบัติของของสารละลาย CMC ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ในน้ำรีเวอร์สออสโมซิส ที่อุณหภูมิเฉลี่ยในการวัดค่า 25.5 ± 0.5 องศาเซลเซียส ร้อยละผลได้จากการสังเคราะห์ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน และค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (DS) ของ CMC.....	70
ตารางที่ 4.9 มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (Mn) มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยค่า Z (Mz) และ การกระจายตัวของมวลโมเลกุล (Polydispersity) ของ CMC จากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบ C1 และ D2 และ CMC การค้า.....	71
ตารางที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (WVTR) และการซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) อัตราการแพร่ผ่านของออกซิเจน (OTR) และสมบัติทางกลของฟิล์ม CMC จากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนและ CMC การค้า.....	74
ตารางที่ 4.11 คะแนนการประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์ม CMC.....	74
ตารางที่ 4.12 ปริมาณโลหะหนักใน CMC 30-D2	76
ตารางที่ 4.13 ปริมาณเชื้อจุลินทรีย์ในสารละลายความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ของ CMC 30-D2 ที่ผ่านและไม่ผ่านการฆ่าเชื้อ.....	76
ตารางที่ 4.14 ร้อยละผลได้จากการผลิต เปอร์เซ็นต์การละลายและค่าความหนืดปรากฏของ CMC แบบทดลอง (Lab) และแบบขยายการผลิต (6-11) ที่ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ทดสอบที่ 30 องศาเซลเซียส และ 25.0 ± 0.5 องศาเซลเซียส และค่า DS	77
ตารางที่ 4.15 ราคาและคุณสมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเกรดต่างๆในระดับการค้า.....	78

ตารางที่ 4.16 ลักษณะปรากฏ สีเอช และความหนืดปรากฏของสารเคลือบปริโภาคใต้ที่อุณหภูมิ 25.5±0.5 องศาเซลเซียส	80
ตารางที่ 4.17 คะแนนการประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์มสารเคลือบปริโภาคใต้	83
ตารางที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์ WVTR WVP OTR และสมบัติทางกลของฟิล์มสารเคลือบปริโภาคใต้	84
ตารางที่ ก.1 การคำนวณปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส และเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการต้มด้วยด่าง ปริมาตรเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตของตัวอย่างและตัวควบคุม(V1 และ V2) ความเข้มข้นที่แท้จริงของเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (N) ปริมาตรตัวอย่าง (A) น้ำหนักแห้งตัวอย่างที่ใช้ (W)	99
ตารางที่ ก.2 ปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส และเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการต้มด้วยด่าง (n=3)	100
ตารางที่ ค.1 การคำนวณในการวิเคราะห์ค่าการแทนที่หมู่คาร์บอกซิลของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนและ CMC การค้า	116
ตารางที่ จ.1 สมบัติทางกลของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสการค้าและเปลือกมะพร้าวอ่อน	139
ตารางที่ จ.2 สมบัติทางกลของฟิล์มสารเคลือบปริโภาคใต้	140
ตารางที่ จ.3 ค่าเฉลี่ยของค่าการทนแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของฟิล์ม CMC และสารเคลือบปริโภาคใต้	141
ตารางที่ ฉ.1 ผลต่างน้ำหนักในช่วงที่เกิดการสมดุลง (Δw) และ เวลาของช่วงนั้น (Δt) ความหนาเฉลี่ยของฟิล์ม (L) และผลการคำนวณ WVTR และ WVP ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2	154
ตารางที่ ฉ.2 น้ำหนักในช่วงที่เกิดการสมดุลง (Δw) และ เวลาของช่วงนั้น (Δt) ความหนาเฉลี่ยของฟิล์ม (L) และผลการคำนวณ WVTR และ WVP ของทุกตัวอย่าง	154
ตารางที่ ช.1 พื้นที่ใต้กราฟของช่วงค่าที่สมดุลง (Area) พื้นที่จากการเทียบวัดด้วยแก๊ส O ₂ ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตร/ปริมาตร) (Cal) ความเข้มข้นแก๊ส O ₂ ที่สมดุลง (m) ความหนาของฟิล์ม (d) เวลาที่ทำให้เกิดสมดุลง (t) และ OTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2	171

ตารางที่ ข.2 พื้นที่ใต้กราฟของช่วงค่าที่สมดุล (Area) พื้นที่จากการเทียบวัดด้วยแก๊ส O₂ ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตร/ปริมาตร) (Cal) ความหนาของฟิล์ม (d) เวลาที่ทำให้เกิดสมดุล (t) และ OTR ของตัวอย่างฟิล์มทั้งหมด 171



สารบัญภาพ

รูปที่ 2.1 มอนอเมอร์ของลิกนินที่พบในพืชทั้ง 3 แบบ 1. p-coumaryl alcohol 2. Coniferyl alcohol 3. sinapyl alcohol (Pettersen, 1984)	6
รูปที่ 2.2 ตัวอย่างโมเลกุลลิกนินบางส่วนของลิกนินในไม้เนื้ออ่อน (Pettersen, 1984)	6
รูปที่ 2.3 ตัวอย่างโมเลกุลเซลลูโลสบางส่วน (Pettersen, 1984)	7
รูปที่ 2.4 ตัวอย่างมอนอเมอร์ของเฮมิเซลลูโลส (Pettersen, 1984)	8
รูปที่ 2.5 โครงสร้างโมเลกุลเซลลูโลส (ซ้าย) และโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ DS เท่ากับ 1.0 (ขวา) โดยในเส้นสีแดงคือหมู่ฟังก์ชันที่ถูกแทนที่	12
รูปที่ 2.6 กราฟผลการทดสอบเปลือกมะพร้าวที่ผ่านการสกัดด้วยเครื่อง TGA (a) และกราฟอนุพันธ์ ของ TGA (b) (Rosa และคณะ, 2010)	13
รูปที่ 2.7 โมเลกุลคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่มีค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (DS) เท่ากับ 1.0	20
รูปที่ 2.8 แผนภาพวัตถุประสงค์หลักที่ใช้ในการทำฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้	25
รูปที่ 3.1 แผนผังการดำเนินการ	31
รูปที่ 3.2 การเตรียมผงเปลือกมะพร้าวอ่อน	33
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบขยายขนาดการผลิต	35
รูปที่ 3.4 เครื่อง Compact Vibrating Shaker	36
รูปที่ 3.5 ความสัมพันธ์ของมวล (-TG) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้ของตัวอย่างเปลือกมะพร้าวอบแห้งที่ทดสอบด้วย TGA	38
รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน	40
รูปที่ 3.7 ตัวอย่างอุปกรณ์การทดสอบ WVTR และ WVP	46
รูปที่ 3.8 ตัวอย่างกราฟ WVTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2 โดยคำนวณจากค่าความชื้นของเส้นสีแดง	46
รูปที่ 3.9 คอลัมน์แก้วที่ใช้ในการทดสอบ OTR	47
รูปที่ 3.10 อุปกรณ์ในการทดสอบ OTR	48

รูปที่ 3.11 ตัวอย่างกราฟ OTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 40-C1 วัดค่าในช่วงสภาวะอยู่ตัว.....	48
รูปที่ 4.1 ก. เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนัก) น้ำหนักของส่วนต่างๆจากการเตรียมเปลือกมะพร้าวสด ข. ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบ (Rough Powder) ค. แบบละเอียด (Fine Powder).....	54
รูปที่ 4.2 ขนาดและการกระจายตัวของขนาดของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบ (Rough Powder) และแบบละเอียด (Fine Powder).....	55
รูปที่ 4.3 ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนหลังการต้มด้วยต่างความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อ ปริมาตร).....	57
รูปที่ 4.4 ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบหลังการกำจัดลิกนินด้วย NaClO ₂ ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร).....	60
รูปที่ 4.5 ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนหลังการกำจัดลิกนินด้วย NaClO ₂ และ NaOH.....	60
รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์ FTIR แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและเลขคลื่น ของ ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการสกัด (RP และ FP) และหลังการสกัดเซลลูโลส (C1 D2 และ D2 (FP)).....	66
รูปที่ 4.7 CMC ที่สังเคราะห์โดยใช้เซลลูโลสสูตร C1 D2 และ D2(FP) ด้วยความเข้มข้น สารละลาย NaOH ต่างๆ และ CMC การค้าเกรดห้องปฏิบัติการ (Com).....	67
รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อน (C1 D2 และ D2 (FP)) และหลังการสังเคราะห์ CMC (40-C1 30-D2 และ 30-D2 (FP)).....	72
รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของ CMC จากเซลลูโลส D2 ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20-40 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร).....	73
รูปที่ 4.10 ฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส.....	75
รูปที่ 4.11 สารเคลือบบริโกลได้ทุกสูตร.....	81
รูปที่ 4.12 ฟิล์มสารเคลือบบริโกลได้.....	82
รูปที่ ข.1 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผา ไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของผงเปลือกมะพร้าวอบหยาบ (RP).....	107

รูปที่ ข.13 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดละเอียดหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี D2 (FP)..... 113

รูปที่ ง.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC การค้า (Com).... 127

รูปที่ ง.2 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (30-D2)..... 128

รูปที่ ง.3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (40-D2)..... 129

รูปที่ ง.4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (40-C1)..... 130

รูปที่ ง.5 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (30-D2 (FP))..... 131

รูปที่ ง.6 ปริมาณวัตถุเจือปนโลหะหนักในคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนสูตร 30-D2..... 132

รูปที่ ง.7 ปริมาณจุลินทรีย์ก่อโรคของสารละลาย CMC สูตร 30-D2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ยังไม่ผ่านการฆ่าเชื้อ 133

รูปที่ ง.8 ปริมาณจุลินทรีย์ก่อโรคของสารละลาย CMC สูตร 30-D2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ผ่านการฆ่าเชื้อ 134

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มา

มะพร้าวอ่อน (young coconut, *Cocos nucifera* L.) เป็นผลผลิตการเกษตรของไทยที่ได้รับความนิยมในการบริโภคทั้งในและต่างประเทศ การค้ามะพร้าวอ่อนจำเป็นต้องผ่านกระบวนการตัดแต่งผลก่อนการจำหน่าย ดังนั้นจึงทำให้เกิดวัสดุเหลือใช้จากการตัดแต่งมะพร้าวอ่อนเป็นจำนวนมาก ผลมะพร้าวอ่อนสดหนึ่งผลมีส่วนเปลือกที่เหลือทิ้งเมื่อผ่านการตัดแต่งประมาณหนึ่งในสามส่วนของผล และถ้าปอกถึงกะลามะพร้าวส่วนเปลือกที่เหลือคิดเป็นสองในสามส่วนของผล (Siriphanich และคณะ, 2011) ดังนั้นเมื่อคำนึงถึงปริมาณการส่งออกในปี พ.ศ. 2557 ประเทศไทยมีการส่งออกมะพร้าวอ่อน (มะพร้าวผลสด) ประมาณ 60,800 ตัน (สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2558) จะมีวัสดุเหลือทิ้งมากถึงปีละ 30,400 ตัน และเฉลี่ย 2,530 ตันต่อเดือน หรือ 84 ตันต่อวัน เปลือกมะพร้าวอ่อน (young coconut husk) ที่แห้งแล้วนั้นมีความแข็งแรงคงทนต่อน้ำ น้ำทะเล และความชื้น มีความยืดหยุ่น และรับการโค้งงอได้ดี เหมาะสำหรับการนำมาทำเชือก พรหม กระสอบ แพรชนิดต่างๆ อวน ไม้กวาด และเส้นใยสั้นใช้อัดไส้ของที่นอนและเบาะรถยนต์ เป็นต้น (MGR Online, 2557) ในเปลือกมะพร้าวอ่อนมีปริมาณเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบ 36.7 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักแห้ง) (Kirby, 1963; Mark, 1986) เมื่อเปรียบเทียบกับเปลือกทุเรียนที่มีปริมาณเซลลูโลส 31.6 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักแห้ง) (Charoenvai และคณะ, 2011) ซึ่งน้อยกว่าเปลือกมะพร้าวอ่อนและยังสามารถนำมาสกัดเซลลูโลสและสังเคราะห์เป็นสารอนุพันธ์ของเซลลูโลสชนิดหนึ่ง ที่เรียกว่า คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethylcellulose, CMC) (Rachtanapun และคณะ, 2012) ได้ นั่น ผู้วิจัยจึงเล็งเห็นความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อน โดยมีตัวอย่างการสังเคราะห์ CMC จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรจากพืชชนิดอื่น เช่น เยื่อผักกาดฝรั่ง (Togrul และ Arslan, 2003) และลำต้นเทียมของกล้วยหรือกาบกล้วย (Adinugraha และคณะ, 2005) เป็นต้น โดยร้อยละผลได้ของการผลิต CMC จากเปลือกทุเรียนเมื่อคิดเทียบกับเซลลูโลสเริ่มต้นได้ประมาณร้อยละ 165 (Rachtanapun และคณะ, 2012) และเยื่อผักกาดฝรั่งได้ประมาณร้อยละ 170 (Togrul และ Arslan, 2003)

CMC มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวหรือสีคล้ายเซลลูโลสที่ทำการผลิต ปราศจากกลิ่นและรสชาติ ไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม ละลายน้ำได้ดี และเป็นวัสดุย่อยสลายได้ทางธรรมชาติ มีคุณสมบัติในการเพิ่มความหนืด ช่วยในการยึดเกาะและคงสภาพ จึงถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย เช่น อุตสาหกรรมซักฟอก อาหาร เครื่องสำอาง กระดาษ สิ่งทอ ยา สี เหมืองแร่ และการขุดเจาะชั้นหิน (Borsa และ Racz, 1995; Heinze และ Koschella, 2005; Klemm, D. และคณะ,

2001) CMC ยังมีประโยชน์ในการผลิตสารเคลือบบริโภาคได้ จากรายงานของอภิธา และคณะ (2558) นำสารเคลือบบริโภาคได้ (CeloFresh) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ผสมระหว่างไคโตซานและ CMC จากเปลือกทุเรียนเคลือบเนื้อทุเรียนตัดแต่งสดสามารถช่วยยืดอายุการเก็บรักษาเนื้อทุเรียนตัดแต่งสดให้มีปริมาณจุลินทรีย์ที่วัดได้ต่ำกว่ามาตรฐานและมีความปลอดภัยสำหรับการบริโภค ได้นาน 15 วัน ส่วนเนื้อทุเรียนที่ไม่ได้ทำการเคลือบด้วยสารเคลือบนั้นสามารถเก็บรักษาไว้ได้เพียง 10 วัน อภิธา และคณะ (2551) ได้ทำการผลิตสารเคลือบบริโภาคได้ (RediFresh) ซึ่งเป็นสูตรพอลิเมอร์ผสมระหว่างไคโตซาน (chitosan) และเจลาติน (gelatin) สามารถยืดอายุการเก็บรักษาเนื้อส้มโอพันธุ์ขาวน้ำผึ้งพร้อมบริโภาคได้นาน 2 สัปดาห์ แต่เนื่องจากเจลาตินเป็นโปรตีนที่ผลิตจากสัตว์ซึ่งเป็นที่ต้องห้ามสำหรับการบริโภคในบางศาสนา ดังนั้นการทำสารเคลือบบริโภาคได้โดยใช้ CMC เพื่อทดแทนเจลาตินดังเช่นรายงานของ อภิธา และคณะ (2558) ที่พัฒนาสูตรสารเคลือบที่ใช้ CMC แทนเจลาติน จึงเป็นอีกทางเลือกสำหรับการยืดอายุส้มโอพร้อมบริโภาค โดยทั้งการผลิต CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนและการนำ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนมาผลิตสารเคลือบบริโภาคได้ที่ใช้เคลือบส้มโอนั้นยังไม่พบการรายงานมาก่อน

ผู้วิจัยจึงเล็งเห็นประโยชน์จากการเพิ่มมูลค่าของเปลือกมะพร้าวอ่อนโดยการสกัดเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน การสังเคราะห์ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อน การขยายการผลิต CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนและการพัฒนาผลิตสูตรสารเคลือบบริโภาคได้ที่มี CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนเป็นส่วนประกอบ โดยทำการศึกษาหาค่าประกอบทางเคมีจากสมบัติทางความร้อนของเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส ศึกษาคุณสมบัติของ CMC และคุณสมบัติของฟิล์ม CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนเปรียบเทียบกับ CMC ทางการค้าเกรดห้องปฏิบัติการ (Com) ในด้านความทนแรงดึง (tensile strength) เปอร์เซ็นต์การยืดตัว (% elongation at break) อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (water vapor transmission rate, WVTR) การซึมผ่านของของไอน้ำ (water vapor permission, WVP) อัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (oxygen transmission rate, OTR) ทดสอบความปลอดภัยในการบริโภคด้านวัตถุเจือปนอาหารที่เป็นโลหะหนักและจุลินทรีย์ก่อโรคของ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ถูกเลือก ทดสอบคุณสมบัติของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนจากการขยายการผลิต และศึกษาคุณสมบัติของสูตรสารเคลือบบริโภาคได้ที่พัฒนาโดยมีสูตร RediFresh เป็นสูตรต้นแบบเพื่อยืดอายุส้มโอสด

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

เพื่อสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนเพื่อประยุกต์ใช้เป็นฟิล์มเคลือบบริโภาคได้

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาสมบัติของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนหลังขั้นตอนการเตรียมเปลือกมะพร้าวอ่อน
- ก. ร้อยละผลได้ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อน
 - ข. องค์ประกอบทางเคมีด้วยการวิเคราะห์ Thermogravimetric Analysis (TGA)
 - ค. หมู่ฟังก์ชันขององค์ประกอบของเปลือกมะพร้าวอ่อนด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)
 - ง. สภาพพื้นผิวของตัวอย่างด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)
- 1.3.2 ศึกษาร้อยละผลได้และองค์ประกอบทางเคมีด้วยการวิเคราะห์ TGA ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนจาก 1.3.1 หลังการต้มด้วยสารละลายต่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 4-10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร)
- 1.3.3 ศึกษาสมบัติของเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนที่คัดเลือกจาก 1.3.2 หลังการกำจัดลิกนินด้วยชุดของสารละลายโซเดียมคลอไรต์ (NaClO₂) ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) หรือชุดของสารละลาย NaClO₂ ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) และ NaOH ความเข้มข้น 0.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ทำการศึกษาเช่นเดียวกับข้อ 1.3.1
- 1.3.4 ศึกษาสมบัติของ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ตั้งแต่ 20-40 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) หลังผ่านการคัดเลือกเซลลูโลสจาก 1.3.3
- ก. ร้อยละผลได้ของการสังเคราะห์ CMC
 - ข. ค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (degree of substitution, DS)
 - ค. ความบริสุทธิ์ของ CMC
 - ง. ค่าพีเอชและค่าความหนืดปรากฏของสารละลาย CMC
 - จ. หมู่ฟังก์ชันขององค์ประกอบของเปลือกมะพร้าวอ่อนด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)
 - ฉ. สภาพพื้นผิวของตัวอย่างด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)
 - ช. โมลโมเลกุลด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography (GPC)
 - ซ. วัตถุเจือปนอาหารประเภทเป็นโลหะหนักด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)
 - ณ. ปริมาณจุลินทรีย์ก่อโรค

- 1.3.5 ศึกษาสมบัติลักษณะภายนอก อัตราการซึมผ่านและการซึมผ่านของไอน้ำ (WVTR และ WVP) การแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (OTR) และสมบัติทางกลซึ่งได้แก่ ความทนแรงดึง (tensile strength) และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (% elongation at break) ของฟิล์ม CMC
- 1.3.6 ศึกษาสมบัติของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนสูตรที่คัดเลือกจากข้อ 1.3.4 และ 1.3.5 หลังขยายขนาดการผลิต และวิเคราะห์ต้นทุนที่ใช้ในการขยายการผลิต CMC 1 กิโลกรัม
- 1.3.7 ศึกษาสารเคลือบบริโภาคได้ที่พัฒนามาจากพอลิเมอร์ผสมระหว่างโคโตะซานและ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนที่ถูกคัดเลือกจากข้อ 1.3.4 และ 1.3.5 หรือ CMC Com โดยมีสูตร RediFresh เป็นต้นแบบ ทำการศึกษาลักษณะปรากฏของสารละลาย ค่าความหนืดปรากฏ และค่าพีเอช ของสารเคลือบบริโภาคได้ และศึกษาสมบัติของฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้เช่นเดียวกับข้อ 1.3.5

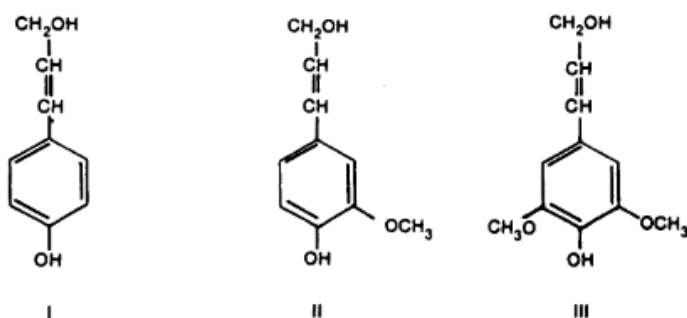
บทที่ 2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 องค์ประกอบของเปลือกมะพร้าวอ่อน

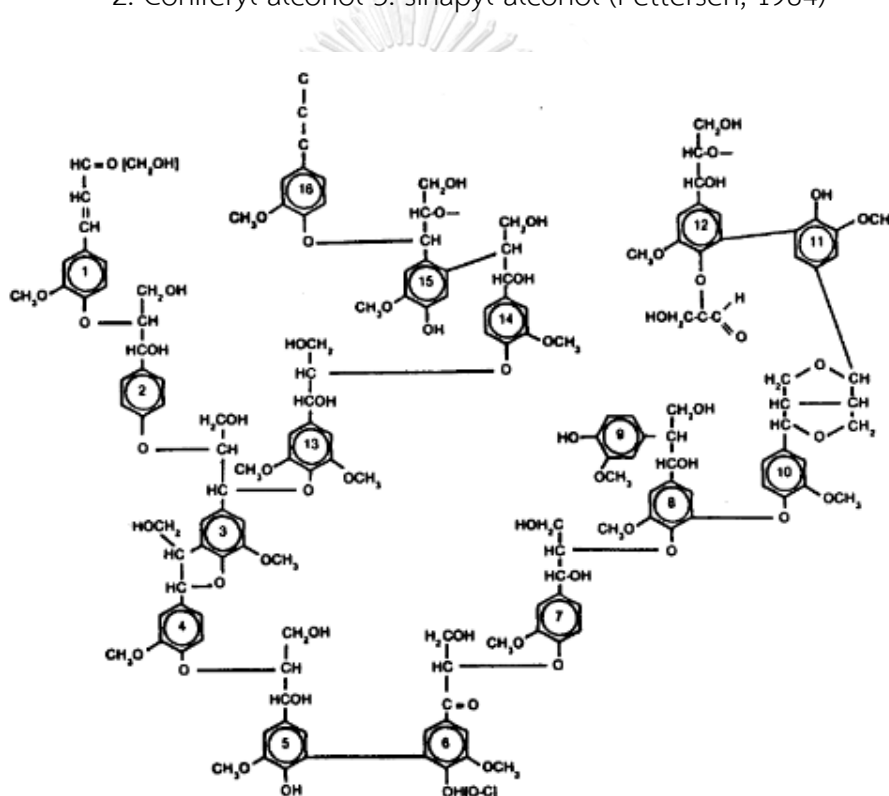
เปลือกมะพร้าวอ่อนเป็นวัสดุลิกโนเซลลูโลส (lignocellulose) ชนิดหนึ่งซึ่งประกอบไปด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน ไขมัน ไซ และส่วนประกอบอื่นๆที่ละลายได้ในน้ำหรือตัวทำละลาย อินทรีย์ เปลือกมะพร้าวอ่อนเป็นวัสดุในกลุ่มลิกโนเซลลูโลสเช่นเดียวกัน โดยส่วนประกอบสามารถ จัดแบ่งได้เป็น 3 กลุ่ม คือ

1. สารสกัดจากตัวทำละลาย (extractives) คือสารที่ไม่ได้อยู่ในผนังเซลล์ ไม่มีผลต่อ โครงสร้างผนังเซลล์ของพืชเป็นสารที่ส่วนใหญ่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่เป็นกลางเช่น น้ำ หรือตัวทำละลายอินทรีย์ และสารในกลุ่มนี้เช่น สารในกลุ่มเรซิน (resin) สารในกลุ่มฟีนอล (phenol) และสารอินทรีย์ เป็นต้น

2. ลิกนิน (lignin) คือสารประกอบเชิงซ้อนของฟีนอล (phenolic substances) ลิกนินเป็น สารประกอบเชิงซ้อนที่มีความซับซ้อน มีลักษณะเป็น อสัณฐาน (amorphous) และเป็นพอลิเมอร์ สามมิติ โดยทั่วไปจะพบในเนื้อไม้ประมาณ 18-35 เปอร์เซ็นต์ เป็นตัวเพิ่มความแข็งแรงให้กับพืช และเซลล์พืช พบได้ทั้งด้านในและนอกเซลล์พืช มอนอเมอร์ของลิกนินมีด้วยกัน 3 แบบคือ 1. p-coumaryl alcohol 2. coniferyl alcohol 3. sinapyl alcohol โดยแบบที่ 1. จะพบเป็นส่วน น้อยในพืชทั้งแบบเนื้อแข็ง (hardwood) และเนื้ออ่อน (soft wood) ในส่วนแบบที่ 2. จะพบมากใน ไม้เนื้ออ่อน และแบบที่ 2. และ 3. จะพบมากในไม้เนื้อแข็ง โดยแสดงรูปร่างตัวอย่างมอนอเมอร์ของทั้ง 3 แบบในรูปที่ 2.1 และตัวอย่างโมเลกุลลิกนินของไม้เนื้ออ่อนในรูปที่ 2.2 การแยกลิกนินทำได้หลาย วิธี ตัวอย่างเช่น การใช้กรดทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะได้ลิกนินที่เรียกว่า เคลสันลิกนิน (Klason Lignin) หรือ ลิกนินที่ไม่ละลายในกรด (Acid insoluble lignin, AIL) ซึ่งมักใช้ในการหาปริมาณ ลิกนิน แต่การสกัดด้วยวิธีนี้อาจทำให้ลิกนินเสียสภาพได้ (Pettersen, 1984)



รูปที่ 2.1 มอนอเมอร์ของลิกนินที่พบในพืชทั้ง 3 แบบ 1. p-coumaryl alcohol
2. Coniferyl alcohol 3. sinapyl alcohol (Pettersen, 1984)



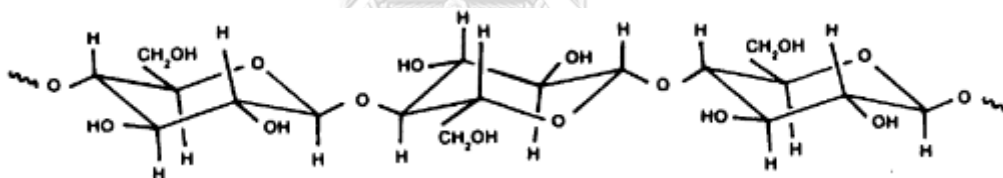
รูปที่ 2.2 ตัวอย่างโมเลกุลลิกนินบางส่วนของลิกนินในไม้เนื้ออ่อน (Pettersen, 1984)

3. พอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharides) ประกอบด้วยเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสเป็นหลัก หรือเรียกรวมกันว่า ไฮโลเซลลูโลส พอลิแซ็กคาไรด์มีอยู่ในเซลล์พืชประมาณ 60-80 เปอร์เซ็นต์ ของ ส่วนประกอบทั้งหมดและมีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ เราสามารถแยกพอลิแซ็กคาไรด์ได้เป็นแอลฟา-เบต้า- และแกมมา-เซลลูโลสด้วยการวิเคราะห์ตามมาตรฐาน TAPPI T 203 cm-99

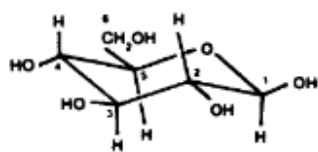
ก. เซลลูโลสหรือแอลฟา-เซลลูโลส (α - Cellulose) เป็นองค์ประกอบหลักของผนังเซลล์ เป็นพอลิเมอร์มวลโมเลกุลสูงของวงน้ำตาลกลูโคสที่เชื่อมกันด้วยพันธะเบต้า 1-4 ไกลโคซิดิก ดัง

ตัวอย่างในรูปที่ 2.3 เซลลูโลสมีความแข็งแรงและทนต่อการทำปฏิกิริยามากกว่าเฮมิเซลลูโลส จากรายงานของ Strunk (2012) อันดับการพอลิเมอไรเซชัน (degree of polymerization, DP) ของเซลลูโลสนั้นมีค่ามากกว่า 200 และมีคุณสมบัติที่ไม่ละลายในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) เซลลูโลสไม่ละลายในตัวทำละลายส่วนใหญ่ และการแยกเซลลูโลสบริสุทธิ์ทำได้ยากเนื่องจากโมเลกุลเซลลูโลสนั้นเชื่อมต่อกับลิกนินและเฮมิเซลลูโลสเข้าด้วยกัน (Pettersen, 1984)

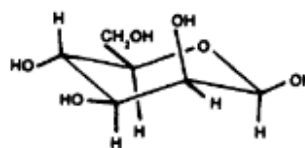
ข. เฮมิเซลลูโลสหรือเบต้า- และแกมมา-เซลลูโลส (β - and γ -cellulose) เป็นพอลิแซ็กคาไรด์ที่มี DP และมวลโมเลกุลน้อยกว่าแอลฟา-เซลลูโลสหรือเซลลูโลส มีความเป็นอนินทรีย์บางส่วนมีรูปร่างเป็นกิ่ง จากรายงานของ Strunk (2012) ค่า DP ของเบต้า-เซลลูโลสน้อยกว่า 200 และละลายในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ แต่ตกตะกอนเมื่อปรับให้สารละลาย NaOH กลายเป็นกลางอีกครั้งหนึ่ง และค่า DP ของแกมมา-เซลลูโลสมีค่าน้อยกว่า 10 ตัวอย่างมอนอเมอร์ของเฮมิเซลลูโลสแสดงในรูปที่ 2.4 เฮมิเซลลูโลสทำหน้าที่เป็นโครงสร้างค้ำจุนเซลล์พืช เพิ่มความแข็งแรง สามารถละลายได้ง่ายในตัวทำละลายต่างและเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ได้ง่ายด้วยเช่นกัน (Pettersen, 1984)



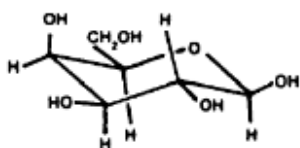
รูปที่ 2.3 ตัวอย่างโมเลกุลเซลลูโลสบางส่วน (Pettersen, 1984)



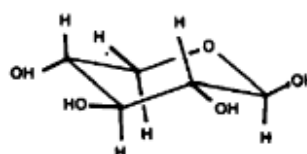
β -D-Glucose
 β -D-Glucopyranose
 β -D-Glup



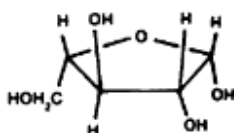
β -D-Mannose
 β -D-Mannopyranose
 β -D-Manp



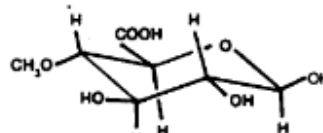
β -D-Galactose
 β -D-Galactopyranose
 β -D-Galp



β -D-Xylose
 β -D-Xylopyranose
 β -D-Xylp



α -L-Arabinose
 α -L-Arabinofuranose
 α -L-Araf



4-O-Methylglucuronic acid
4-O-Methylglucopyranosyluronic acid
4-O-Me- α -D-GlupA

รูปที่ 2.4 ตัวอย่างมอนอเมอร์ของเฮมิเซลลูโลส (Pettersen, 1984)

จากองค์ประกอบทางเคมีต่างๆข้างต้น Kirby (1963) และ Mark (1986) ได้ทำการจำแนกและเปรียบเทียบปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของพืชบางชนิดเทียบกับเปลือกมะพร้าวอ่อนตามตารางที่ 2.1 และทำการเปรียบเทียบปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าวจากรายงานวิจัยต่างๆได้ในตารางที่ 2.2 เพื่อนำมาเป็นแหล่งอ้างอิงในการเปรียบเทียบปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผู้วิจัยได้นำมาทดสอบในรายงานนี้

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีคิดเป็นร้อยละน้ำหนักแห้งของเส้นใยพืชบางชนิด (Kirby, 1963; Mark, 1986)

Plant	Chemical Compositions (wt%)					
	Cellulose	Hemi-cellulose	Pectin	Lignin	Extractives	Fat
Cotton (ฝ้าย)	91.8	6.3	0	0	1.1	0.7
Flax(ลินิน)	71.2	18.5	2.0	2.2	4.3	1.6
Hemp(ปอ)	78.3	5.4	2.5	2.9	0	0
Jute(ปอกระเจา)	71.5	13.3	0.2	13.1	1.2	0.6
Brown Coir (เปลือกมะพร้าวแก่)	35.6	15.4	5.1	32.7	3.0	0
White Coirเปลือก) (มะพร้าวอ่อน)	36.7	15.2	4.7	32.5	3.1	0
Coir pith (กะลามะพร้าว)	19.9	11.9	7.0	53.3	0.3	0
Sisal(นศรนารายณ์)	73.1	13.3	0.9	11.0	1.3	0.3
Abaca(ปอมนิลา)	70.2	21.7	0.6	5.6	1.6	0.2

จากตารางที่ 2.1 พบว่าเปลือกมะพร้าวแก่และอ่อนนั้นมีความแตกต่างขององค์ประกอบทางเคมีเพียงเล็กน้อย และปริมาณเซลลูโลสของมะพร้าวอ่อนนั้นมีปริมาณน้อยเมื่อเทียบกับพืชประเภทปอและฝ้าย แต่เมื่อเปรียบเทียบกับการนำเปลือกทุเรียนที่มีเซลลูโลสเพียง 31.6 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักแห้ง) (Charoenvai และคณะ, 2011) ซึ่งสามารถนำมาสังเคราะห์เป็นคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (carboxymethylcellulose, CMC) ได้ (Rachtanapun และคณะ, 2012) จึงทำให้เปลือกมะพร้าวอ่อนนั้นมีศักยภาพในการสังเคราะห์ CMC เช่นเดียวกัน

จากตารางที่ 2.2 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าวจากแหล่งต่างๆมีความแตกต่างกันมากขึ้นอยู่กับทั้งแหล่งที่มาและอายุของมะพร้าวที่อาจแตกต่างกันมากดังนั้นข้อมูลจากรายงานต่างๆในตารางนี้จึงเป็นเพียงแนวทางในการประมาณปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าว

ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบทางเคมีคิดเป็นร้อยละน้ำหนักแห้งของเปลือกมะพร้าวจากงานวิจัยต่างๆ

Plant	Chemical Compositions (wt%)			
	Polysaccharides		Lignin	Extractives
	Over all Polysaccharides	Cellulose		
Green coconut husk, Brazil (Brigida และคณะ, 2010)	N/A	45.93	43.14	N/A
Coconut husk, Malaysia (Abdul Khalil และคณะ, 2006)	56.3	44.2	32.8	6.4
6-month-old young coconut, Philippines (van Dam และคณะ, 2004)	40	N/A	20	27
7-month-old young coconut husk, Philippines (van Dam และคณะ, 2004)	43	N/A	24	21
11-month-old coconut husk, Philippines (van Dam และคณะ, 2004)	48.7	36.3	32.7	10.9
Coconut husk, Thailand (Rawangkul และคณะ, 2010)	51.5	26.7	35.3	N/A

N/A is not available.

2.1.1 สมบัติทางเคมีของวัสดุลิกโนเซลลูโลสที่วิเคราะห์โดยใช้การดูดกลืนด้วยรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

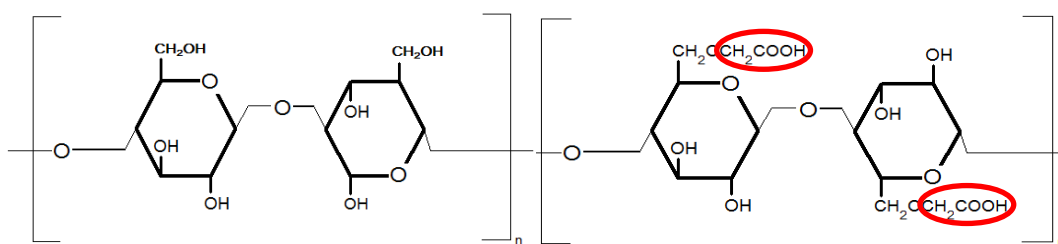
การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีด้วย FTIR เป็นการวิเคราะห์เพื่อหาพันธะทางเคมีและหมู่ฟังก์ชันที่มีสมบัติการดูดกลืนคลื่นแสงแตกต่างกันขององค์ประกอบเคมีแต่ละชนิด จุดยอดหรือพีค (peak) ของการดูดกลืนหรือการปล่อยผ่านแสงในช่วงเลขคลื่น 4000-400 cm^{-1} ที่พบได้ชัดเจนของเซลลูโลส คือ ที่เลขคลื่น 3400 2918 1648 1060 และ 898 cm^{-1} หมายถึง การยึดหดตัวของพันธะ O-H และ C-H การเปลี่ยนรูปของพันธะ O-H ของน้ำ การยึดหดตัวของพันธะ C-O ของเซลลูโลส และการยึดหดตัวของวงกลูโคส ตามลำดับ (Johar และคณะ, 2012; Rosa และคณะ, 2010)

ส่วนที่เป็นของลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้แก่ พีคที่ความยาวคลื่น 1720 และ 771 cm^{-1} หมายถึง การยืดหดตัวของพันธะ C=O ของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส และการเปลี่ยนรูปพันธะ C-H นอกระนาบของลิกนิน ตามลำดับ ต่อมาที่ 1260 และ 1050 cm^{-1} หมายถึงการยืดหดตัวของพันธะ C-O ของทั้งลิกนินและเฮมิเซลลูโลสทั้งสองเลขคลื่น และที่ 1610 และ 1510 cm^{-1} หมายถึงการสั่นของวงอะโรมาติกของลิกนิน (Rosa และคณะ, 2010) และเมื่อรวบรวมเลขคลื่นต่างๆที่เกี่ยวข้องกับการดูโครงสร้างของวัสดุลิกนินเซลลูโลสแล้วจะได้ตามตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 เลขคลื่นที่แสดงการดูดกลืนและองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยลิกนินเซลลูโลสจากการศึกษาด้วย FTIR (Johar และคณะ, 2012; Rosa และคณะ, 2010)

Wavenumber (cm^{-1})	Peak Assignment	Related Chemical Compositions
1720	Stretching of C=O	Lignin and Hemicellulose
1648	Deformation of O-H	H ₂ O
1610	Vibration of aromatic ring	Lignin
1510	Vibration of aromatic ring	Lignin
1260	Stretching of C-O	Lignin and Hemicellulose
1060	Stretching of C-O	Cellulose
1050	Stretching of C-O	Lignin and Hemicellulose
898	Stretching of glucose ring	Cellulose
771	Out of plane deformation of C-H	Lignin

จากตารางความแตกต่างในการวิเคราะห์ระหว่าง CMC และเซลลูโลสพบได้จาก หมู่คาร์บอกซิล (-COO) และหมู่เมทิล (-CH₂) ในหมู่คาร์บอกซีเมทิลที่เข้าไปแทนที่พันธะไฮดรอกไซด์ (-OH) ในสายโซ่เซลลูโลสดังตัวอย่างโครงสร้างโมเลกุลตามรูปที่ 2.5 และเลขคลื่นของหมู่ฟังก์ชันที่ใช้ในการวิเคราะห์ CMC อยู่ในตารางที่ 2.4



รูปที่ 2.5 โครงสร้างโมเลกุลเซลลูโลส (ซ้าย) และโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส
ที่ DS เท่ากับ 1.0 (ขวา) โดยในเส้นสีแดงคือหมู่ฟังก์ชันที่ถูกแทนที่

ตารางที่ 2.4 เลขคลื่นระบุโครงสร้างที่สำคัญของ CMC (Pushpamalar และคณะ, 2006)

Wavenumber (cm^{-1})	Peak Assignments
1600	Stretching of $-\text{COO}$
1420	Scissors vibration of $-\text{CH}_2$
3600-3200	Stretching of $-\text{OH}$

2.1.2 สมบัติทางความร้อน

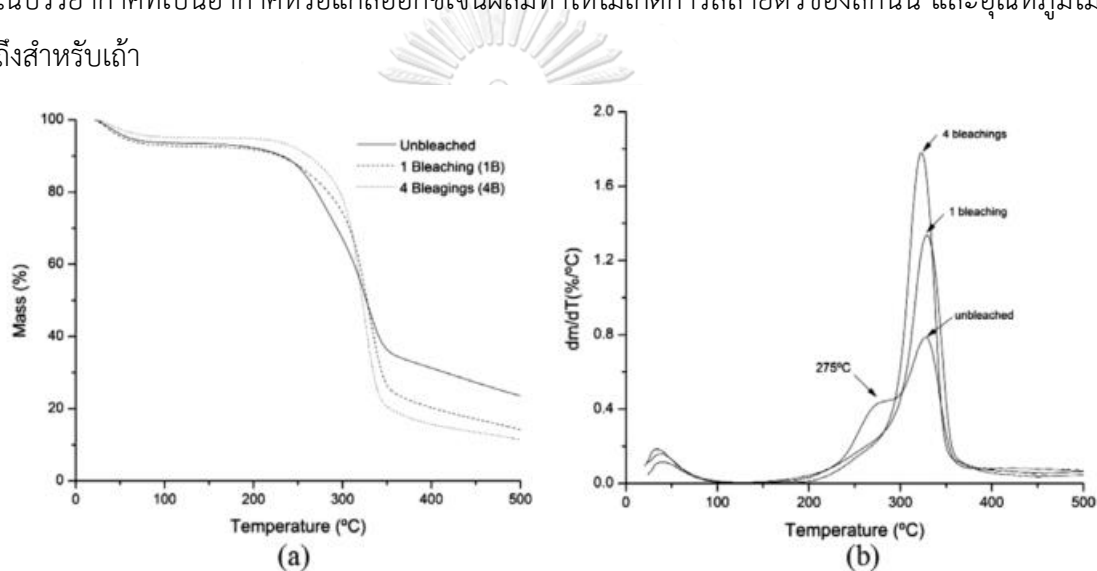
Thermogravimetric Analysis (TGA) เป็นการวิเคราะห์หาช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของสาร (decomposition temperature, Td) และปริมาณการสลายตัว (% Mass) โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนของสารที่มี Td ต่างกันในการแยกชนิดขององค์ประกอบทางเคมีต่างๆในสารตัวอย่าง และความแตกต่างของ Td ช่วยให้เราทราบร้อยละขององค์ประกอบของสารตัวอย่างได้ดังตารางที่

2.5

ตารางที่ 2.5 อุณหภูมิการสลายตัวแสดงองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยลิกโนเซลลูโลส

Decomposition Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Chemical Composition	Reference
< 100	Water	(van Dam และคณะ, 2004)
< 200	Extractives	(van Dam และคณะ, 2004)
280-350	Polysaccharides	(Varma และคณะ, 1986)
> 380	Lignin	(Vázquez-Torres และคณะ, 1992)
> 800	Ash	(Shinde และ Singaravelu, 2014)

จากรูปที่ 2.6 ผลของตัวอย่างการวิเคราะห์ TGA ของเปลือกมะพร้าว (Rosa และคณะ, 2010) หลังผ่านขั้นตอนการต้มในน้ำร้อน 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และต้มในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อพิจารณาที่อัตราการสลายตัวในกราฟ 2.6 b พบจุดยอดของอัตราการสลายตัวของมวลในช่วงอุณหภูมิต่างๆได้แก่ 1. ช่วงอุณหภูมิก่อน 100 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการระเหยของน้ำ และ 2. ช่วงอุณหภูมิ 280-350 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงการสลายตัวของพอลิแซ็กคาไรด์ ที่ไม่พบช่วงของ extractives เนื่องจากตัวอย่างผ่านกระบวนการมาแล้ว และที่ไม่พบลิกนินและเถ้าเนื่องจากไม่ได้ทำการวิเคราะห์ในบรรยากาศที่เป็นอากาศหรือแก๊สออกซิเจนผสมทำให้ไม่เกิดการสลายตัวของลิกนิน และอุณหภูมิไม่ถึงสำหรับเถ้า



รูปที่ 2.6 กราฟผลการทดสอบเปลือกมะพร้าวที่ผ่านการสกัดด้วยเครื่อง TGA (a) และกราฟอนุพันธ์ ของ TGA (b) (Rosa และคณะ, 2010)

2.2 วิธีการสกัดองค์ประกอบทางเคมีของพืช

การจะสกัดเซลลูโลสจากพืชหรือจากเปลือกมะพร้าวอ่อนจำเป็นต้องทำการกำจัดองค์ประกอบทางเคมีชนิดอื่นๆ ดังนั้นกระบวนการการสกัดเซลลูโลสจึงมีวิธีการขึ้นกับส่วนประกอบทางเคมีของตัวอย่างซึ่งได้แก่ สารสกัดจากตัวทำละลาย เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน โดยส่วนใหญ่จะเน้นไปที่การกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสเนื่องจากเป็นส่วนประกอบที่มีการสร้างพันธะและโครงสร้างเชื่อมต่อกันกับเซลลูโลส

2.2.1 วิธีการแยกองค์ประกอบทางเคมีของพืช

ก. การสกัดสารสกัดจากตัวทำละลาย

ตัวทำละลายแบบมีขั้วและไม่มีขั้วถูกใช้ร่วมกันในการกำจัดไขมันหรือไข เช่น โทลูอินและเอทานอล เบนซีนและเอทานอล หรือ คลอโรฟอร์มและเมทานอล ทำการสกัดในชุดเครื่องมือซ็อกท์เล็ท (Soxhlet) และยังมีองค์ประกอบอื่นๆอีกเช่น โพรตีน และสารที่ละลายในน้ำ เป็นต้น Sun และ Tomkinson (2000) ทำการกำจัดไข (dewaxed) ในตัวอย่างที่เป็นฟางและหญ้า ทำโดยการนำตัวอย่างไปผ่านกระบวนการซ็อกท์เล็ท โดยใช้ปริมาณโทลูอินต่อเอทานอล เท่ากับ 2:1 (ปริมาตรต่อปริมาตร) และใช้เวลาในการสกัด 6 ชั่วโมง

ข. การสกัดเซลลูโลสด้วยอัลคาไลน์เปอร์ออกไซด์ (alkaline peroxide)

ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เป็นสารที่นิยมใช้ในกระบวนการฟอกสีกระดาษ โดยนำไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมกับตัวกลางที่เป็นด่างเพื่อให้เกิดไฮดรอกซิลเปอร์ออกไซด์ไอออน (HO_2^-) ขึ้นแล้วทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับลิกนิน ทำให้ลิกนินเปลี่ยนสภาพและสลายพันธะของลิกนิน ดังตัวอย่างจาก Sun และ Tomkinson (2000) ที่ ใช้สารละลาย 2 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) H_2O_2 ที่ 48 องศาเซลเซียส ค่าพีเอช 12.0-12.5 เป็นเวลา 16 ชั่วโมง ในการสกัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสจากตัวอย่างจำพวกฟางข้าว

ค. การกำจัดลิกนินด้วยสารประกอบคลอไรท์

การกำจัดลิกนินโดยใช้สารประกอบคลอไรท์ในตัวกลางที่เป็นกรด โดยใช้โซเดียมคลอไรท์ ($NaClO_2$) ในตัวกลางกรดอะซิติก (acetic acid) อาศัยการทำซ้ำเพื่อกำจัดลิกนินให้มากขึ้น แต่จะมีบางส่วนของพอลิแซ็กคาไรด์หายไปด้วย (Swaddle, 1997) ได้อธิบายว่าวิธีนี้เป็นวิธีที่พัฒนามาจากวิธีการใช้คลอรีนในการฟอกสีเยื่อ แต่การใช้คลอรีนไม่ได้รับความนิยมแล้วเนื่องจากเมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสารอินทรีย์แล้วสามารถกลายเป็นสารออร์กาโนคลอรีน (organochlorine) ที่เป็นอันตรายและเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม Sun และ Tomkinson (2000) ได้ทำการกำจัดลิกนินของตัวอย่างที่เป็นฟางหรือหญ้า โดยใช้ $NaClO_2$ ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในตัวกลางกรดอะซิติก พีเอช 4.2 -4.7

ง. การกำจัดเฮมิเซลลูโลสโดยการใช้ตัวทำละลายอัลคาไลน์

ตัวทำละลายอัลคาไลน์ที่ใช้มีด้วยกันหลายชนิด เช่น โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และ ลิเทียมไฮดรอกไซด์ (LiOH) เป็นต้น แต่ความสามารถของการทำละลายขึ้นอยู่กับความเข้มข้น ชนิดสารละลาย อุณหภูมิและเวลาการทำปฏิกิริยา Sun และ Tomkinson (2000) ได้นำตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดสารสกัดจากตัวทำละลายและการกำจัดลิกนินแล้วไปทำการกำจัดเฮมิเซลลูโลส โดยใช้สารละลาย KOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) หรือ สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 7.5 เปอร์เซ็นต์ โดยทั้งสองแบบผสมกรดบอริก (H_3BO_3) ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ สกัดที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16 ชั่วโมง หรือใช้

สารละลาย KOH ความเข้มข้น 24 เปอร์เซ็นต์ หรือสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมี H_3BO_3 ผสมเช่นเดียวกัน แต่ใช้เวลาในการสกัดเพียง 2 ชั่วโมง และตัวทำละลายอัลคาไลน์ยังสามารถทำละลายลิกนินที่ถูกออกซิไดซ์และไม่ละลายในน้ำให้ออกไปได้หลังลิกนินผ่านขั้นตอนการกำจัดลิกนินแบบต่างๆ (Pulp Paper Mill, 2015)

จ. การสกัดด้วยไอน้ำ

วิธีนี้เป็นการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในสถานะที่ใช้ไอน้ำที่มีอุณหภูมิและความดันสูงจึงทำให้สารบางส่วนโดยเฉพาะเฮมิเซลลูโลสละลายน้ำได้เนื่องจากถูกตัดพันธะไฮโดรเจนทำให้สายโมเลกุลสั้นลง และลดความดันอย่างรวดเร็วเพื่อให้เกิดการระเบิดของเส้นใยเมื่อผ่านขั้นตอนการใช้ไอน้ำที่อุณหภูมิและความดันสูงแล้ว จึงทำการแยกเฮมิเซลลูโลสที่ละลายน้ำได้และลิกนินบางส่วนที่ติดมากับเฮมิเซลลูโลสด้วยน้ำ แต่วิธีนี้จะทำให้ผลึกของเซลลูโลสเปลี่ยนไปและลดขนาดของสายพอลิเมอร์ของเซลลูโลส จากสิทธิบัตรของ Mason (1926) ทำการอบเศษไม้ในหม้ออบไอน้ำที่อุณหภูมิ 285 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 นาที ที่ความดัน 3.5 เมกะปาสคาล ก่อนที่จะเพิ่มความดันอย่างรวดเร็วเป็น 7 เมกะปาสคาล ใช้เวลา 5 วินาที แล้วปล่อยออกทางช่องให้ปะทะกับความดันบรรยากาศจนเศษไม้กลายเป็นเยื่อ

ฉ. การสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

กรดหรือด่างเข้มข้นปริมาณไม่มากถูกนำมาใช้สกัดโดยใช้ระยะเวลาสั้นๆ เพื่อทำการละลายเฮมิเซลลูโลสพร้อมกับลิกนินที่ติดอยู่กับเฮมิเซลลูโลส และใช้ระยะเวลาสั้นเพื่อไม่ให้เกิดการย่อยสลายเซลลูโลส จาก Sun และคณะ (2004) ได้นำตัวอย่างที่ต้องการสกัดเฮมิเซลลูโลสและลิกนินปริมาณ 5 กรัม ผสมกับ 110 มล. ของสารละลายที่มีอัตราส่วนระหว่างสารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 80 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายกรดไนตริก (HNO_3) ความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ เท่ากับ 10:1 (ปริมาตรต่อปริมาตร) ทำปฏิกิริยา 20 นาที ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ 110 หรือ 120 องศาเซลเซียส

การสกัดเซลลูโลสจากวัสดุธรรมชาติไม่สามารถแยกได้ภายในขั้นตอนเดียวเนื่องจากส่วนประกอบบางอย่างที่สามารถแยกได้ยากกว่า หรือวิธีการทำแตกต่างกัน ดังนั้นจำเป็นต้องนำวิธีการที่ได้กล่าวมาใช้ร่วมกันโดยคำนึงถึงวัตถุประสงค์ของแต่ละวิธี ความบริสุทธิ์และร้อยละผลได้ของสารที่ต้องการ

2.2.2 วิธีการผลิตเยื่อในระดับอุตสาหกรรม

ในอุตสาหกรรมกระดาษขั้นตอนการสกัดเซลลูโลสอยู่ในขั้นตอนการผลิตเยื่อ (pulping) และการฟอกเยื่อ (bleaching)

ก. การผลิตเยื่อเชิงกล (mechanical pulping process)

การผลิตวิธีนี้จะใช้พลังงานกลในการบดชิ้นไม้ อาจควบคุมไปกับพลังงานความร้อน ความดัน และสารเคมีร่วมด้วย เพื่อบดชิ้นไม้ให้กลายเป็นเส้นใย แต่เยื่อที่ได้จากการผลิตแบบนี้จะมีองค์ประกอบอื่นๆ เช่น ลิกนิน เกลือแร่ และยางไม้ ปะปนอยู่ และมีลิกนินตกค้างมากทำให้เกิดการกลับสีเร็ว (Paperland Online, 2010)

ข. การผลิตเยื่อกึ่งเคมี (semichemical pulping process)

กระบวนการนี้จะใช้กระบวนการทางเคมีและทางกลเข้าร่วมกัน เริ่มจากการแช่น้ำยา (impregnation) โดยนำชิ้นไม้สับแช่ในน้ำยาที่ประกอบด้วย NaOH โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) และ โซเดียมซัลไฟด์ (Na_2S) และในระหว่างแช่ทำการไล่อากาศด้วยไอน้ำ ตามด้วยการต้มเยื่อ (cooking) ทำการต้มที่ความดัน 10 บาร์ อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที แล้วทำการบดเยื่ออีกครั้งเพื่อแยกเส้นใยหลังผ่านกระบวนการทางเคมีเพื่อเพิ่มความแข็งแรงของเยื่อที่ได้ (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2550)

ค. การผลิตเยื่อเคมี (chemical pulping process)

กระบวนการนี้ใช้พลังงานเคมีและความร้อนในการแยกเส้นใย โดยนำชิ้นไม้ต้มในสภาวะคล้ายกับการผลิตเยื่อกึ่งสารเคมีโดยใช้สารเคมีความเข้มข้นสูง เพื่อละลายลิกนินออกมาและเหลือเพียงเยื่อซึ่งมีเซลลูโลสเป็นจำนวนมาก กระบวนการผลิตแบบนี้มีอยู่ 2 กระบวนการหลัก คือ กระบวนการคราฟท์หรือซัลเฟต (Kraft or Sulphate process) ซึ่งสารเคมีหลักเป็น NaOH Na_2S และ Na_2CO_3 ใช้เวลาในการต้มตั้งแต่ 0.5-2 ชั่วโมง และกระบวนการซัลไฟต์ (Sulfite process) ซึ่งสารเคมีหลักเป็น กรดซัลฟูรัส (H_2SO_3) และ ไบซัลไฟต์ไอออน (HSO_3^-) ใช้เวลาการต้ม 6-8 ชั่วโมง (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2550)

เมื่อผ่านการผลิตเยื่อแล้วในระดับอุตสาหกรรมยังมีกระบวนการฟอกเยื่อเพื่อทำให้เยื่อมีสีขาวเหมาะกับการใช้ทำเป็นกระดาษเพื่อจุดประสงค์ต่างๆ โดยทำการกำจัดลิกนินออกและ/หรือเปลี่ยนสีของลิกนินให้อยู่ในรูปไม่มีสี ทำการฟอกเยื่อโดยใช้สารเคมี การฟอกแบบนี้มีทั้งแบบขั้นตอนเดียวและหลายขั้นตอนตั้งแต่ 3-6 ขั้น ขึ้นกับความขาวที่ต้องการ (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2550)

2.2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ก. การสกัดเซลลูโลสจากชานอ้อย

Sun และคณะ (2004) ทำการสกัดเซลลูโลสจากชานอ้อย โดยเริ่มจากการตากและบดกากอ้อยจนมีขนาดเล็กกว่า 1.0 มิลลิเมตร แล้วสกัดองค์ประกอบภายนอกออกด้วยซ็อกท์เล็ท โดยมีตัวทำละลายเป็นสารผสมระหว่างโทลูอีนและเอทานอล ที่อัตราส่วน 2:1 (ปริมาตรต่อปริมาตร) ใช้เวลาใน

การสกัด 6 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ปราศจากไขมันแล้วจำนวน 10 กรัม มาศึกษาวิธีการสกัดต่างๆ 3 วิธี

1. การสกัดแบบใช้หรือไม่ใช้อัลตราโซนิกก่อนนำไปสกัดต่อด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) แล้วสกัดด้วยชุดของสารละลาย H_2O_2 ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.5-3.0 เปอร์เซ็นต์ และสุดท้ายสกัดด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นทำการกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล แล้วทำการอบแห้ง

2. การสกัดโดยการต้มในน้ำเปล่า 2 ครั้ง แล้วนำไปกำจัดลิกนินในสารละลาย $NaClO_2$ ความเข้มข้น 1.3 เปอร์เซ็นต์ แล้วศึกษาการต้มด้วยต่างด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ หรือสารละลาย KOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ เช่นกัน จากนั้นทำการกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล แล้วทำการอบแห้ง

3. การสกัดด้วยสารละลายผสมระหว่างกรดอะซิติกความเข้มข้น 80 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ปริมาตร 100 มล. และ HNO_3 ความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 10 มล. ทำการสกัดโดยการเขย่าในอ่างน้ำมัน 20 นาที และศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ทำการสกัดที่ 110 หรือ 120 องศาเซลเซียส จากนั้นทำให้หลุดเย็นตัวลงแล้วเติมน้ำปริมาตร 60 มล. แล้วเทส่วนที่เป็นของเหลวออกและล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล แล้วทำการอบแห้ง

วิธีที่ 1 ได้ร้อยละผลได้ของการใช้และไม่ใช้อัลตราโซนิกก่อนกระบวนการอัลคาไลน์เปอร์ออกไซด์เท่ากับ 44.7 และ 45.9 โดยมีปริมาณเฮมิเซลลูโลส 6.0 และ 7.2 เปอร์เซ็นต์ และปริมาณลิกนิน 3.4 และ 3.9 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

วิธีที่ 2 ได้ร้อยละผลได้จากการสกัดด้วยสารประกอบคลอไรท์ที่ใช้สารละลาย NaOH และ KOH เท่ากับ 44.7 และ 44.2 เฮมิเซลลูโลส 5.7 และ 3.7 และลิกนิน 1.6 และ 1.5 ตามลำดับ

วิธีที่ 3 ได้ร้อยละผลได้ของการสกัดที่อุณหภูมิ 110 และ 120 องศาเซลเซียส เท่ากับ 43.6 และ 43.0 เฮมิเซลลูโลส 4.3 และ 3.2 และลิกนิน 0.6 และ 0.2 ตามลำดับ

ข. การสกัดนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยเปลือกมะพร้าวแก่

Rosa และคณะ (2010) ทำการสกัดนาโนเซลลูโลสจากใยเปลือกมะพร้าวแก่ โดยเริ่มต้นจากการบดมะพร้าวให้เล็กกว่าตะแกรงขนาด 40 เมช (mesh) หรือเส้นผ่านศูนย์กลาง 420 ไมโครเมตร จากนั้นนำตัวอย่าง 100 กรัม ไปปั่นในเครื่องปั่นกับน้ำกลั่น 500 มล. ที่ความเร็วสูงสุดเป็นเวลา 10 นาที หลังจากนั้นปั่นกวนที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทำการกรอง นำส่วนที่กรองได้ปั่นกวนซ้ำอีกครั้งหนึ่ง

จากนั้นนำไปปั่นกวนในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปริมาตร 500 มล. ที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น

ทำซ้ำอีกครั้งหนึ่ง แล้วนำตะกอนที่ได้หลังจากล้างแล้วไปอบแห้ง 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ทำการทดสอบการกำจัดลิกนินโดยนำตัวอย่างหลังการอบจำนวน 5 กรัม ผสมกับ สารละลาย NaClO_2 1.5 กรัม ในน้ำกลั่น 150 มล. และกรดอะซิติกเข้มข้น 8-10 หยด ปั่นกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 60-70 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปแช่ในน้ำเย็น ทำการกรองและล้าง ตะกอนด้วยน้ำเย็น ศึกษาการกำจัดลิกนิน 1 ครั้ง เทียบกับ 4 ครั้ง แล้วสุดท้ายทำการสกัดด้วย สารละลาย HNO_3 ความเข้มข้น 0.05 นอร์มอล ที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไป กรองด้วยตะแกรงขนาด 120 ไมโครเมตร แล้วล้างด้วยน้ำปริมาณมาก

จากนั้นทำให้เป็นนาโนเซลลูโลสโดยการนำตัวอย่างที่ผ่านการสกัดรอบสุดท้ายไปแช่ใน สารละลาย H_2SO_4 เข้มข้น 64 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ที่ 45 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราส่วน ตัวอย่างต่อสารละลายตั้งแต่ 1-10 กรัมต่อมิลลิลิตร แล้วทำการศึกษาเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ไฮโดรไลซิสนี้

แต่จากรายงานของ Rosa และคณะ (2010) ไม่มีผลที่บอกปริมาณองค์ประกอบทางเคมีที่ เหลืออยู่อย่างแน่ชัด มีเพียงผลที่เปรียบเทียบกันจากการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (IR) และกราฟการ วิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA ที่บ่งบอกว่าปริมาณลิกนินลดลงเมื่อผ่านขั้นตอนการกำจัดลิกนินมากขึ้น

จากงานวิจัยทั้งสองข้างต้นพบว่ามีการสกัดด้วยสารละลาย NaOH และ NaClO_2 เหมือนกัน ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีความสนใจในการนำสารละลายทั้งสองไปใช้ในขั้นตอนการกำจัดลิกนินใน วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ โดยจากทั้งสองงานวิจัยสามารถสรุปขั้นตอนการต้มด้วยต่างและการกำจัดลิกนินได้

1. ขั้นตอนการต้มด้วยต่างใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2-10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อ ปริมาตร) ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 20-80 องศาเซลเซียส เวลา 2-10 ชั่วโมง และทำการต้ม 1-2 ครั้ง
2. ขั้นตอนการกำจัดลิกนินด้วย NaClO_2 ใช้สารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้นตั้งแต่ 1-1.3 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปรับพีเอชที่ 3.5-4.0 ด้วยกรดอะซิติกปั่นกวนที่อุณหภูมิ 60-75 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 1-2 ชั่วโมง และทำการกำจัด 1-4 รอบ

2.2.4 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง

ก. กรรมวิธีการเตรียมเยื่อเซลลูโลสลำดับน้ำมันเพื่อผลิตไบโอเอทานอล เลขที่สิทธิบัตร 8237

ประมุข และคณะ (2556) ทำการผลิตเยื่อเซลลูโลสจากลำดับน้ำมัน โดยมีวิธีการผลิต ซึ่งประกอบด้วย การเตรียมลำดับน้ำมัน การระเบิดไอน้ำ การสกัดด้วยน้ำร้อน และการสกัดด้วย ต่าง แต่ละขั้นทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเซลลูโลสและปริมาณเซลลูโลสที่พบในแต่ละขั้น ขั้นการ

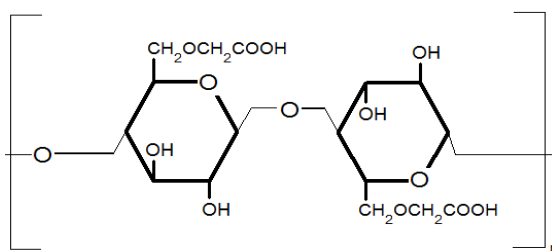
เตรียมขึ้นลำต้นปาล์มมีเซลลูโลส 40.83 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นการระเบิดไอน้ำมี 38.14 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นการสกัดด้วยน้ำร้อนมี 58.83 เปอร์เซ็นต์ และขึ้นการสกัดด้วยด่างมี 87.14 เปอร์เซ็นต์ เยื่อเซลลูโลสมีคุณสมบัติและองค์ประกอบเหมาะสมสำหรับใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตเอทานอลด้วยเอนไซม์และยีสต์

ข. นาโนคอมโพสิตชีวภาพของอนุพันธ์ไคโตซานและอนุพันธ์เซลลูโลส จากเปลือกสับปะรด เลขที่สิทธิบัตร 11980

อำภา และคณะ (2559) ทำการผลิตนาโนคอมโพสิตของ CMC จากเปลือกสับปะรด โดยมีขั้นตอนในการเตรียมเซลลูโลสเพื่อสังเคราะห์ CMC จากเปลือกสับปะรดดังนี้ การต้มเปลือกสับปะรด การต้มเปลือกด้วยสารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้น 0.5-2.0 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 2-4 ชั่วโมง ขึ้นการกรอง การล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล และการอบแห้ง ขึ้นการแช่ด้วยสารละลาย KOH ความเข้มข้น 10-15 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิห้อง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล และอบแห้ง

2.3 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (carboxymethyl cellulose, CMC) คือ เซลลูโลสที่มีหมู่คาร์บอกซีเมทิลมาทำปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชัน (etherification) ที่หมู่ไฮดรอกไซด์บนโมเลกุลกลูโคส ซึ่งหมู่ดังกล่าวบนโมเลกุลกลูโคสนั้นมีอยู่ด้วยกัน 3 ตำแหน่ง ตำแหน่งที่ว่องไวที่สุดคือที่ C(6) รองลงมาอีกสองตำแหน่งคือที่ C(2) และ C(3) (Klemm, D. และคณะ, 2001) ลักษณะของ CMC เป็นพอลิเมอร์ที่มีประจุลบ มีค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (degree of substitution, DS) เป็นตัวบอกถึงค่าเฉลี่ยการเกิดปฏิกิริยานบนโมเลกุลกลูโคส ดังนั้นจึงมีค่าได้ตั้งแต่ 0-3 แต่ในระดับการค้านิยมใช้ CMC ที่มีค่าตั้งแต่ 0.4-1.5 (Heinze และ Koschella, 2005) โดยค่า DS ตั้งแต่ 0.6 ขึ้นไปจะทำให้มีคุณสมบัติการละลายน้ำที่ดี แต่ถ้าค่าต่ำกว่า 0.2 จะไม่ละลายน้ำและยังคงสภาพความเป็นเส้นใยอยู่ (Borsa และ Racz, 1995) การละลายน้ำของ CMC นั้นละลายได้ทั้งน้ำร้อนและน้ำเย็น สารละลาย CMC มีความคงตัวในช่วงค่าพีเอชกว้างประมาณ 4-10 ในช่วงพีเอช 7-9 จะมีความหนืดสูงสุด โดยความหนืดของสารละลาย CMC จะลดลงเมื่อค่าพีเอชลดลงและอุณหภูมิเพิ่มขึ้น ถ้าพีเอชต่ำกว่า 3 อาจทำให้ CMC อยู่ในรูปกรดอิสระและไม่ละลายน้ำ เมื่อพีเอชสูงกว่า 10 มีผลทำให้ความหนืดเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเท่านั้น (Nieto, 2009) โดย CMC เมื่อละลายน้ำจะได้สารละลายหนืดใส ไม่มีกลิ่นและไม่เป็นอันตรายต่อร่างกาย และในรูปที่ 2.7 คือตัวอย่างโครงสร้างคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่มีค่า DS เท่ากับ 1.0



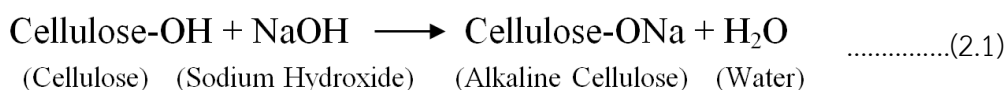
รูปที่ 2.7 โมเลกุลคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่มีค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (DS) เท่ากับ 1.0

การใช้งาน CMC ในปัจจุบันมีการใช้งานหลากหลาย เช่น ตัวเพิ่มความหนา (thickener) ตัวปรับความหนืด (rheology modifier) ตัวช่วยการตรึงน้ำ (water retention aid) ตัวประสาน (binder) ตัวช่วยในการกระจาย (dispersant) ตัวเพิ่มความคงทน (stabilizer) ตัวทำให้เกิดฟิล์ม (film forming) และตัวแลกเปลี่ยนไอออน เราจึงสามารถพบการใช้งาน CMC ในหลากหลายอุตสาหกรรมได้แก่ อุตสาหกรรมซักฟอก อาหาร เครื่องสำอาง กระดาษ สิ่งทอ ยา สี เหมืองแร่ และของเหลวสำหรับการขุดเจาะชั้นหิน (Charpentier และคณะ, 1997; Lamberti, 2015; Methacanon และคณะ, 2003)

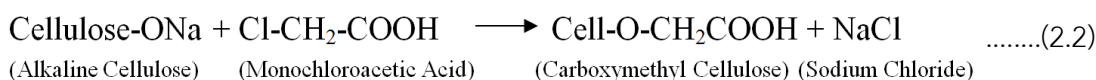
CMC ทางการค้าจะมีค่า DS อยู่ในช่วง 0.4-1.5 มีการแบ่งคุณภาพตามความบริสุทธิ์ (purity) ค่า DS ปริมาณการละลาย และความหนืดปรากฏ (appearance viscosity) การวัดความหนืดวัดสารละลาย CMC ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 1 2 หรือ 4 (กรัมต่อลิตร) น้ำหนักของ CMC ที่จะใช้วัดขึ้นกับปริมาณความหนืด ยิ่งความหนืดมากยิ่งใช้ความเข้มข้นในการวัดน้อยลง หรือขึ้นกับมาตรฐานของผู้ผลิต ช่วงความหนืดของ CMC การค้ามีตั้งแต่ 10 เซนติพอยส์ (cP) จนถึง 100,000 เซนติพอยส์ (The Dow Chemical Company, 2015) การเลือกนำไปใช้งานจะขึ้นกับค่าความหนืดมากที่สุด ส่วนค่า DS จะสนใจแค่ช่วงค่าหนึ่งเท่านั้น

Ambjörnsson และคณะ (2013) ได้อธิบายขั้นตอนการสังเคราะห์ CMC ว่ามีด้วยกัน 3 ขั้นตอน ประกอบด้วยการทำปฏิกิริยา 2 ขั้นตอน และการทำให้บริสุทธิ์ อีก 1 ขั้นตอน

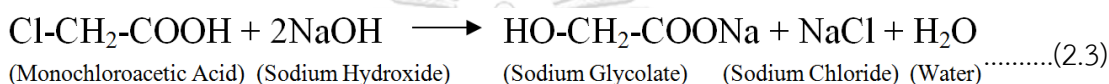
1. ปฏิกิริยาเมอเซอไรเซชัน (mercerization) คือปฏิกิริยาของเซลลูโลสที่ทำกับ NaOH เพื่อให้เกิดการดูดซับไอออนของโซเดียมเข้าไปในเซลลูโลสทำให้เกิดเป็นอัลคาไลน์เซลลูโลส (Cellulose-ONa) ตามสมการที่ 2.1 เมื่อเป็นอัลคาไลน์เซลลูโลสปฏิกิริยาในขั้นต่อไปสามารถเกิดได้ง่ายขึ้น ขั้นตอนนี้ทำในตุ๊กกลางที่เป็นน้ำผสมกับแอลกอฮอล์ เป็นปฏิกิริยาแบบของผสมระหว่างของเหลวกับของแข็ง (slurry) ที่อุณหภูมิห้อง และแอลกอฮอล์ที่ใช้ส่วนใหญ่คือ เอทานอลและไอโซโพรพานอล



2. ปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชัน (etherification) หรือ ปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชัน (carboxymethylation) เป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างอัลคาไลน์เซลลูโลสกับกรดโมโนคลอโรอะซิติก (monochloroacetic acid, MCA) หรือโซเดียมโมโนคลอโรอะซิเตต (sodium monochloroacetate, NaMCA) ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ 2.2



ในขั้นนี้เองมีปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดขึ้นตามสมการที่ 2.3 ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์พลอยได้ได้แก่ โซเดียมไกลโคเลท และโซเดียมคลอไรด์



3. การทำให้บริสุทธิ์ (purification) หลังจากปฏิกิริยาขั้นที่ 2 มักเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้ปะปนอยู่ด้วย ดังนั้นจึงจำเป็นที่จะต้องกำจัดออกไป โดยใช้เอทานอล หรือ เมทานอล เข้มข้นตั้งแต่ 70 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) ทำการล้างซ้ำๆ เพื่อกำจัดผลิตภัณฑ์พลอยได้ออกไปให้มากที่สุด และทำการปรับค่าพีเอชของสารให้เป็นกลางจากสภาพที่เป็นต่าง

2.3.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ก. การผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกทุเรียน

Rachtanapun และคณะ (2012) ได้ทำการทดลองผลิต CMC จากเซลลูโลสเปลือกทุเรียน โดยศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ตั้งแต่ 20-60 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) โดยมีตัวกลางเป็นไอโซโพรพานอล ปริมาตร 450 มล. และสารตั้งต้นเป็นเซลลูโลสจากทุเรียน 15 กรัม ทำการผสมสารตั้งต้น กับสารละลาย NaOH และตัวกลางเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเติม 18 กรัม ของ MCA ลงไป ผสมเป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง และปล่อยให้ทำปฏิกิริยาต่อที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส อีก 3 ชั่วโมง แล้วทำให้บริสุทธิ์โดยการล้างในเมทานอลความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) ปริมาตร 100 มล. ทำให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติก แล้วล้างด้วย 70 เปอร์เซ็นต์ เอทานอลปริมาตร 300 มล. จำนวน 5 ครั้ง แล้วล้างด้วยเมทานอลบริสุทธิ์ ทำการกรองแยกส่วนของแข็ง แล้วนำส่วนของแข็งไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส

ค่า DS ที่ได้มีตั้งแต่ 0.56-0.87 และค่ามากที่สุดที่ NaOH เข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ น้อยที่สุดที่ 20 เปอร์เซ็นต์ และค่า DS มีแนวโน้มลดลงเมื่อสารละลายความเข้มข้นมากกว่า 30 เปอร์เซ็นต์

ค่าร้อยละผลได้ (% yield) และค่าความหนืดได้ผลไปในทางเดียวกับค่า DS โดยค่าความหนืดมีผลจากอุณหภูมิที่วัดด้วยเช่นกัน

ข. การผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเยื่อผักกาดฝรั่ง

Toğrul และคณะ (2003) ทำการสกัดเซลลูโลสจากเยื่อผักกาดฝรั่งและสังเคราะห์เป็น CMC โดยทำการศึกษาดังกล่าวที่ใช้ได้แก่ น้ำ เอทานอล ไอโซโพรพานอล และไอโซบิวทานอล ค่าความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ตั้งแต่ 5-30 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ MCA ที่ใช้ 1.0-3.0 กรัม อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาขั้นสุดท้ายตั้งแต่ 30-70 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยาตั้งแต่ 60-360 นาที โดยทำการผสมเซลลูโลสตั้งต้นปริมาณ 2 กรัม ตัวกลางปริมาตร 100 มล. และสารละลาย NaOH ปริมาตร 20 มล. ผสมกันเป็นเวลา 90 นาที ควบคุมอุณหภูมิที่ 25 องศาเซลเซียส จากนั้นกรองตะกอนที่ได้โดยจะมีน้ำหนักประมาณ 6.5 กรัม แล้วนำตะกอนไปบด 90 นาที เติม MCA ตามปริมาณที่ต้องการศึกษา และบดต่อที่อุณหภูมิและเวลาที่ต้องการศึกษา จากนั้นทำการปรับค่าพีเอชให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติก ทำการกรองและล้างตะกอนด้วยเมทานอลความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ และอบแห้งที่ 70 องศาเซลเซียส

ค่า DS ที่มากที่สุดจากผลการทดลองนี้เท่ากับ 0.6670 โดยมีตัวกลางเป็น ไอโซบิวทานอล สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ น้ำหนัก MCA 3.0 กรัม ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และใช้เวลา 360 นาที (6 ชั่วโมง)

ค. การผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากกากกล้วย

Adinugraha และคณะ (2005) ทำการสังเคราะห์ CMC จากเซลลูโลสของกากกล้วย (Cavendish banana pseudo stem) ทำการผสมเซลลูโลส 5 กรัม กับสารละลาย NaOH 20 มล. ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 5-25 เปอร์เซ็นต์ ในตัวกลางไอโซโพรพานอล 100 มล. เขย่าในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นผสม NaMCA ตั้งแต่ 3-7 กรัม แล้วปรับอุณหภูมิเป็น 55 องศาเซลเซียส ใช้เวลาทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง จากนั้นทำให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติก แล้วทำการกรองและล้างส่วนของแข็งที่ได้ด้วยเอทานอลความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 4 ครั้ง แล้วอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

ค่า DS สูงสุดที่ได้จากการทดลองนี้เท่ากับ 0.75 ที่สภาวะความเข้มข้นสารละลาย NaOH 15 เปอร์เซ็นต์ และอัตราส่วนน้ำหนักเซลลูโลส ต่อ NaMCA เท่ากับ 5:6 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก)

ปัจจุบันยังไม่พบรายงานการสังเคราะห์ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อน แต่พบรายงานการแยกเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าว (Rosa และคณะ, 2010) และก้านใบของต้นมะพร้าว (Zhao และคณะ, 2015) และจากงานวิจัยการสังเคราะห์ CMC ข้างต้นสามารถสรุปปริมาณสารและสภาวะที่พบได้

1. ปริมาณสารและชนิดสารที่ใช้มีอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสต่อ MCA หรือ NaMCA อยู่ในช่วง 4-5:6 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ตัวกลางเป็นไอโซโพรพานอลและไอโซบิวทานอล และใช้ความเข้มข้นของ NaOH ตั้งแต่ 15-30 เปอร์เซ็นต์ อัตราส่วนเซลลูโลส 5 กรัม ใช้ปริมาตรสารละลาย NaOH ตั้งแต่ 17-50 มล. และปริมาตรตัวกลางแอลกอฮอล์ตั้งแต่ 100-250 มล.

2. สภาวะในการทำปฏิกิริยาอัลคาไลน์เซลลูโลสใช้เวลาตั้งแต่ 30-90 นาที อุณหภูมิตั้งแต่ 25-30 องศาเซลเซียส ปฏิกิริยาสังเคราะห์ CMC ใช้เวลาตั้งแต่ 3-6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 55-70 องศาเซลเซียส

2.3.2 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง

ก. นานอคอมโพสิตชีวภาพของอนุพันธ์โคโตซานและอนุพันธ์เซลลูโลส จากเปลือกสับปะรด เลขที่สิทธิบัตร 11980

อำภา และคณะ (2559) ทำการผลิตนานอคอมโพสิตของ CMC จากเปลือกสับปะรด โดยมีขั้นตอนการผลิต CMC จากเปลือกสับปะรดดังนี้ ขั้นการผสมเซลลูโลสกับสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10-20 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 25-75 มล. ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 1-5 ชั่วโมง ขั้นการเติมไอโซโพรพานอลจำนวน 70-200 มล. ขั้นการเติม MCA 10-20 กรัม ขั้นการปั่นกวนที่ 40-60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-4 ชั่วโมง ขั้นการเติมกรดอะซิติก ขั้นการล้างด้วยเอทานอลและอบแห้ง

ข. กระบวนการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสภายใต้สภาวะเบสความเข้มข้นต่ำ เลขที่ประกาศ : 155160

ศุภเกียรติ และคณะ (2559) ทำการผลิต CMC ภายใต้สภาวะต่างเข้มข้นต่ำ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้ ขั้นการทำปฏิกิริยาอัลคาไลน์เซลลูโลสที่มีต่างความเข้มข้นต่ำในแอลกอฮอล์ ขั้นการทำปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน ขั้นการปรับความเป็นกรด-ด่างเพื่อหยุดการทำปฏิกิริยาด้วยกรดอะซิติก และขั้นการทำให้ CMC บริสุทธิ์

ค. New high viscosity carboxymethyl cellulose and method of preparation หมายเลขสิทธิบัตร : WO2011120533 A1

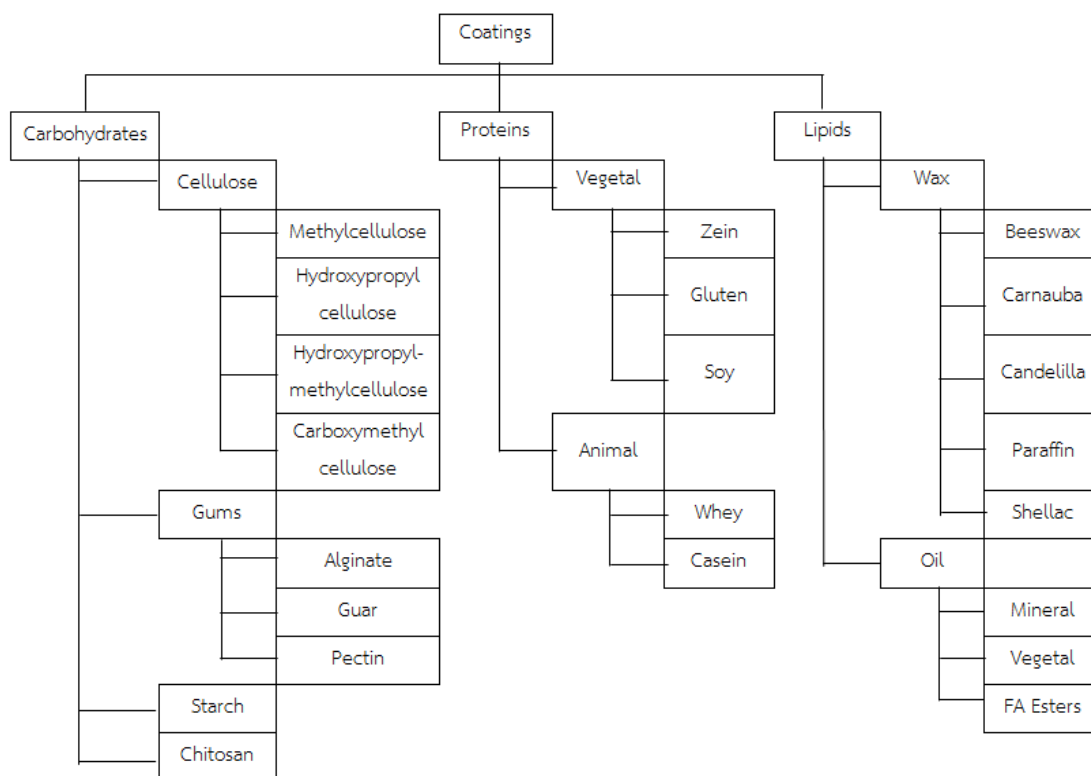
Dow Global Technologies (2011) ทำการผลิต CMC โดยมีขั้นตอนประกอบด้วย ก) ขั้นการทำปฏิกิริยาอัลคาไลน์เซลลูโลสในน้ำและไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ข) ขั้นการทำปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ MCA หรือ NaMCA ที่อัตราส่วนโดยโมลของสารที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาอัลคาไลเซลลูโลสต่อน้ำในขั้น ก) และต่อ MCA หรือ NaMCA เท่ากับ 1.0-1.6:15-30:0.5-0.8 โดยอัตราส่วนนี้เทียบกับหน่วยของน้ำตาลกลูโคส 1 โมล

2.4 ฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้ (edible films and coatings)

ฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้คือวัสดุชนิดใดก็ได้ที่ใช้ในการห่อหุ้มอาหารเพื่อทำการยืดอายุการบริโภค โดยจะเป็นแบบที่บริโภคพร้อมกับอาหารหรือไม่ก็ได้ โดยฟิล์มและสารเคลือบนี้จะทำหน้าที่เป็นชั้นห่อหุ้มพิเศษเพื่อป้องกันการระเหยของน้ำ ควบคุมการถ่ายเทแก๊สที่เกี่ยวข้องกับการหายใจและการสุกของผลไม้เช่น ออกซิเจน (oxygen) คาร์บอนไดออกไซด์ (carbon dioxide) และเอทิลีน เป็นต้น และช่วยป้องกันการสูญเสียองค์ประกอบอื่นๆที่สำคัญในอาหาร (Pavlath และ Orts, 2009)

ฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้ที่ใช้ในการยืดอายุผักและผลไม้ต้องช่วยแก้ปัญหาบางประการหรือทั้งหมดที่จะพบในการเก็บรักษา ดังนี้ 1. การสูญเสียน้ำ 2. ผิวสัมผัส 3. การหายใจ 4. แก๊สเอทิลีน 5. สีที่เปลี่ยนแปลง 6. รสชาติ 7. เชื้อจุลินทรีย์ 8. คุณภาพของสารอาหาร (Olivas และ Barbosa-Canovas, 2009)

สารตั้งต้นหลักที่นำไปใช้ในการผลิตฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้อยู่ในกลุ่มสารทั้งที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ โดยแบบที่ชอบน้ำจะสามารถเกิดเจลได้เมื่ออยู่ในน้ำ (hydrocolloids) ได้แก่ พอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharides) โปรตีน (proteins) และสารประกอบไม่ชอบน้ำ ได้แก่ ไขมัน (lipids) และไข (waxes) แต่ก็สามารถทำการผสมกันได้เป็นสารเคลือบหรือฟิล์มของสารผสมขึ้นมา สามารถแสดงเป็นแผนภาพวัตถุดิบหลักที่ใช้ในการทำฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 แผนภาพวัตถุดิบหลักที่ใช้ในการทำฟิล์มและสารเคลือบบริโภคได้

2.4.1 สารเคลือบบริโภคได้จากไขมัน (lipid-based edible coatings)

คุณสมบัติของสารเคลือบที่มีไขมันเป็นองค์ประกอบคือสามารถป้องกันการสูญเสียน้ำได้เป็นอย่างดีเพราะตัวไขมันนั้นไม่มีขั้ว (Debeaufort และ Voilley, 2009) ฟิล์มจากไขมันจะมีคุณสมบัติทางกลที่ไม่เหมาะสมเนื่องจากไม่มีความยืดหยุ่น เปราะ แตกง่าย และทึบแสง (Falguera และคณะ, 2011) คุณสมบัติของสารเคลือบจะขึ้นอยู่กับลักษณะองค์ประกอบของไขมันนั้นๆ เช่น ความอึด ความยาวสายโซ่ของกรดไขมัน และสภาวะทางกายภาพ เป็นต้น ตัวอย่างเช่น สายโซ่ไขมันเส้นยาวที่มีความอึดสูงสามารถป้องกันการผ่านของน้ำได้มากขึ้นเมื่อเทียบกับสารเคลือบที่ทำมาจากสายโซ่สั้น เนื่องจากความหนาแน่นของโครงสร้างและการเคลื่อนตัวที่ยากลำบากของโมเลกุล เป็นต้น (Olivas และ Barbosa-Canovas, 2009) ตัวอย่างของสารในกลุ่มนี้ได้แก่ กลีเซอไรด์ อะซิโตกลีเซอไรด์ (acetoglycerides) กรดไขมัน คาร์นูบาแว็กซ์ (carnauba wax) ชีผึ้ง (beeswax) และ เชลแลคแว็กซ์ (shellac wax) เป็นต้น

สารที่มักใช้งานในด้านการถนอมผลไม้และผักเพื่อไม่ให้เกิดการสูญเสียน้ำโดยส่วนใหญ่แล้วจะใช้ไข (wax) ตัวอย่างการใช้งานเช่นการนำชีผึ้งหรือ พาราฟินแว็กซ์ (paraffin wax) ไปเคลือบजूไม้

ก๊อบบนขวดไวน์เพื่อป้องกันไม่ให้ไม้ก๊อกเปียกและป้องกันไม่ให้รสชาติของไม้ไปผสมกับไวน์ในขวด (Debeaufort และ Voilley, 2009) Han และคณะ (2006) ได้ทำการทดลองใช้ซีฟู้ดผสมกับแป้งถั่ว (pea starch) แล้วพบว่า การแพร่ผ่านของไอน้ำ (water vapor permeability, WVP) ลดน้อยลงแต่ แก๊สออกซิเจนแพร่ผ่านได้มากขึ้น เมื่อปริมาณซีฟู้ดในส่วนผสมมากกว่า 30 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะของ สารผสมที่ได้มีความเป็นเนื้อเดียวกัน โปร่งแสง แต่ความหนาของสารเคลือบก็เพิ่มขึ้นอย่างมี นัยสำคัญเมื่อเพิ่มปริมาณซีฟู้ด

2.4.2 สารเคลือบโปรตีนได้จากโปรตีน (protein-based edible coatings)

โปรตีนเป็นสารแขวนลอยอีกชนิดหนึ่งที่เหมาะสำหรับการนำไปทำวัสดุพื้นฐานในการทำฟิล์มและสารเคลือบ การกระจายตัวของกรดอะมิโนทั้งแบบที่เป็นประจุ แบบมีขั้วและแบบไม่มีขั้วในสายโปรตีนก่อให้เกิดศักย์เคมี ทำให้เกิดโครงร่างที่ยึดกันอย่างเหนียวแน่น โดยมีแรงระหว่างโมเลกุล และพันธะต่างๆซึ่งช่วยให้เกิดความคงตัวมากยิ่งขึ้น และยิ่งไปกว่านั้นการทำการเชื่อมพันธะระหว่างโมเลกุล (intermolecular cross-links) ยิ่งเสริมสร้างคุณสมบัติของฟิล์มและสารเคลือบจากโปรตีนยิ่งขึ้นไปอีก โดยทั่วไปฟิล์มและสารเคลือบจากโปรตีนมีความโดดเด่นในเรื่องของการควบคุมการถ่ายเทแก๊ส แต่มีสมบัติในการป้องกันการสูญเสียน้ำที่ไม่ดีเนื่องจากเป็นสารที่ชอบน้ำ (hydrophilic) และเมื่อขึ้นฟิล์มจะได้คุณสมบัติฟิล์มที่มีความแข็งแต่เปราะ ตัวอย่างของชนิดโปรตีนที่มีการนำมาใช้งาน ได้แก่ คอลลาเจน เจลาติน โปรตีนจากข้าวโพด (zein protein) โปรตีนจากถั่วเหลือง กลูเต็นจากข้าวสาลี และโปรตีนจากหางนม (whey protein) (Dangaran และคณะ, 2009)

ฟิล์มและสารเคลือบจากโปรตีนจะเตรียมจากสารละลายที่มีส่วนผสมหลัก 3 อย่าง คือ 1. โปรตีน 2. พลาสติไซเซอร์ (plasticizer) 3. ตัวทำละลาย คุณสมบัติของสารเคลือบจะขึ้นกับทั้งปัจจัยภายนอกที่เกี่ยวกับวิธีและกระบวนการผลิตและการขึ้นรูป และปัจจัยภายในได้แก่ สัดส่วนและชนิดของกรดอะมิโน ความเป็นผลึก ความชอบน้ำ ประจุบนพื้นผิว ค่าพีไอ (pI) ขนาดโมเลกุล และรูปทรงสามมิติของตัวโปรตีน การเติมสารพลาสติไซเซอร์หรือสารประกอบที่มีมวลโมเลกุลน้อยช่วยเพิ่มสมบัติทางกลและความยืดหยุ่นของฟิล์มและสารเคลือบ แต่ในขณะเดียวกันยังมีสารพลาสติไซเซอร์มากยิ่งขึ้นทำให้เกิดการแพร่ผ่านของแก๊สและน้ำได้มากขึ้นด้วย ตัวอย่างของพลาสติไซเซอร์นั้นส่วนใหญ่จะเป็นน้ำและสารจำพวกพอลีออล (polyols) เช่น กลีเซอรอล โพรโพลีน ไกลคอล ซอร์บิทอล และซูโครส เป็นต้น (Dangaran และคณะ, 2009)

Caner (2005) ได้ทำการทดลองเคลือบไข่ไก่เกรดเอด้วยโปรตีนหางนม ซึ่งสามารถช่วยยืดอายุการเก็บรักษาไข่ไก่ได้นานขึ้นมากกว่าหนึ่งอาทิตย์เปรียบเทียบกับไข่ไก่ที่ไม่มีการเคลือบโปรตีนหางนม ที่การเก็บรักษาในบรรยากาศห้องทดลอง

2.4.3 สารเคลือบบริโภคได้จากพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharide based edible coatings)

กัมพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharide gums) หรือ สารที่ชอบน้ำและเป็นเจลได้เมื่อละลายในน้ำ (hydrocolloids) ทำหน้าที่ในการเพิ่มความหนาหรือทำให้เป็นเจลได้ซึ่งเป็นผลมาจากการสร้างพันธะไฮโดรเจนกับสารละลาย (น้ำ) เนื่องจากมีสมบัติที่ชอบน้ำทำให้คุณสมบัติในการป้องกันการสูญเสียน้ำของสารประเภทนี้ต่ำ แต่เช่นเดียวกับสารเคลือบจากโปรตีน สารเคลือบพอลิแซ็กคาไรด์ช่วยเพิ่มสมบัติทางกลและความสามารถในการขึ้นฟิล์ม ทั้งนี้สามารถจัดแบ่งสารในกลุ่มนี้ได้เป็น 6 แบบ (Nieto, 2009)

1. โมเลกุลสายตรงไม่มีประจุ มีคุณสมบัติในการขึ้นฟิล์มได้ดีและแข็งแรงที่สุดเนื่องจากไม่มีประจุทำให้การจับตัวกันแน่นที่สุด เช่น เอการ์ (agar) เมทิลเซลลูโลส (methylcellulose) และคอนยัคกัม (konjac gum)

2. โมเลกุลสายตรงมีประจุลบ การเพิ่มประจุลบทำให้ง่ายต่อการละลายมากขึ้น แต่เมื่อมีประจุลบเพิ่มเข้ามาทำให้ความคงตัวของฟิล์มลดลง เนื่องจากแรงผลักรวมของประจุ จึงต้องขึ้นฟิล์มที่มีความหนามากขึ้น สารในกลุ่มนี้เช่น โซเดียมอัลจิเนต (sodium alginate) คาราจีแนน (carrageenan) เพคติน (pectin) และ CMC

3. โมเลกุลสายตรงที่มีประจุบวก ได้แก่ ไคโตซาน (chitosan)

4. โมเลกุลเส้นตรงที่ถูกแทนที่ด้วยน้ำตาลและไม่มีประจุ เช่น กัวกัม (guar gum) ฟีนูกรีก (fenugreek) และทารากัม (taragum)

5. โมเลกุลเส้นตรงที่ถูกแทนที่ด้วยน้ำตาลและมีประจุลบ เช่น แซนแทนกัม (xanthan gum)

6. โมเลกุลเป็นกิ่ง ซึ่งเป็นแบบที่แรงภายนอกโมเลกุลหลงเหลืออยู่น้อยเนื่องจากกิ่งต่างๆนั้นจับตัวกันเอง ทำให้ได้ฟิล์มที่ไม่มีความแข็งแรงและการจะขึ้นฟิล์มต้องทำที่ความเข้มข้นและความหนาของฟิล์มสูง เช่น กัมอาราบิก (gum Arabic) กัมกัตติ (gum ghatti) และ กัมคารายา (gum karaya)

Chien และคณะ (2007) ได้ทำการทดสอบมะม่วงที่หั่นแล้วด้วยสารเคลือบไคโตซาน สารเคลือบไคโตซานช่วยลดการสูญเสียน้ำและการสูญเสียรสชาติ เพิ่มปริมาณของแข็งที่ละลายน้ำได้ ปริมาณกรดที่ไทเทรตได้ เพิ่มปริมาณกรดแอสคอร์บิก และยับยั้งการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์

2.4.4 สารเคลือบบริโภคได้จากไคโตซานและเจลาติน (chitosan and gelatin edible coatings)

สารเคลือบนี้เป็นสารผสมที่มีความนิยมใช้กันอย่างมากในด้านการถนอมอาหาร ด้วยคุณสมบัติของไคโตซานที่มีความสามารถในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อจุลินทรีย์ได้เป็นอย่างดี

และส่วนของเจลาตินทำหน้าที่ในการลดอัตราการสูญเสียน้ำและลดอัตราการหายใจ และทั้งสองชนิดยังเป็นวัสดุที่มีความเข้ากันทางชีวภาพ (biocompatibility) สูง จึงนำไปหุ้มเคลือบยาหรือทำเป็นโครง (scaffold) ในงานทางวิศวกรรมเนื้อเยื่อ

Poverenov และคณะ (2014) ได้ทำการเคลือบพริกหยวกสีแดง (red bell peppers) ด้วยสารเคลือบผสมระหว่างไคโตซานและเจลาติน โดยทดสอบแยกระหว่างสารเคลือบที่มีไคโตซานหรือเจลาตินเพียงอย่างเดียว และแบบสารผสม ผลของสารเคลือบไคโตซานช่วยยับยั้งการเข้าทำลายของจุลินทรีย์และช่วยยืดอายุการเก็บรักษา ส่วนเจลาตินช่วยเพิ่มความแน่นเนื้อ (firmness) แต่ไม่ยืดอายุการเก็บรักษา ส่วนแบบผสมช่วยยืดอายุการเก็บรักษาและเพิ่มสัมผัสของผลไม้อย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อเก็บในที่เย็นสามารถเก็บรักษาไว้ได้นาน 21 วัน และยืดอายุของผลไม้ได้ 14 วัน โดยไม่ส่งผลกระทบต่อความเสียหายและคุณค่าทางโภชนาการ

ยูลักษณ์ (2548) ได้ทำการทดลองผลิตสารเคลือบเนื้อทุเรียนพันธุ์หมอนทองจากไคโตซานเจลาตินโดยมีซอร์บิทอลเป็นพลาสติกไซเซอร์ โดยเนื้อทุเรียนที่มีการเคลือบด้วยสารเคลือบมีการสูญเสียน้ำหนัก อัตราการหายใจและอัตราการผลิตเอทิลีนต่ำกว่ากลุ่มที่ไม่ได้ใช้สารเคลือบ และสูตรของสารผสมที่ดีที่สุดมีส่วนผสมของเจลาติน 2 เปอร์เซ็นต์ ไคโตซาน 1 เปอร์เซ็นต์ ซอร์บิทอล 0.2 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนักต่อปริมาตร) ซึ่งช่วยลดการสูญเสียน้ำหนักของเนื้อทุเรียนลง 36 เปอร์เซ็นต์ ลดอัตราการหายใจ 48.5 เปอร์เซ็นต์ และลดการผลิตเอทิลีน 27.5 เปอร์เซ็นต์ สามารถเก็บรักษาเนื้อทุเรียนได้อย่างน้อย 26 วัน จากการตรวจสอบการปนเปื้อนของจุลินทรีย์ก่อโรค ที่ 5 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ 100 เปอร์เซ็นต์

อภิธา และคณะ (2551) ทดสอบสารเคลือบผสมระหว่างไคโตซานและเจลาตินกับเนื้อส้มโอพันธุ์ขาวน้ำผึ้งเป็นระยะเวลา 3 สัปดาห์ โดยสูตรที่ดีที่สุดมีส่วนประกอบของไคโตซาน 1.5 เปอร์เซ็นต์ เจลาติน 2 เปอร์เซ็นต์ และซอร์บิทอล 0.4 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนักต่อปริมาตร) สามารถยืดอายุการเก็บรักษาเนื้อส้มโอได้ 2 สัปดาห์ จากการตรวจสอบการปนเปื้อนของจุลินทรีย์ก่อโรค ที่อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ 90 เปอร์เซ็นต์ แต่มีลักษณะภายนอกที่ดูดีตลอด 3 สัปดาห์

2.4.5 สารเคลือบบริโภครได้จากไคโตซานและคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (chitosan and carboxymethylcellulose edible coatings)

สารเคลือบประเภทนี้คล้ายคลึงกับสารเคลือบจากไคโตซานและเจลาตินเนื่องจากหน้าที่ของ CMC ที่ใช้การเสริมความแข็งแรง ควบคุมการแลกเปลี่ยนแก๊สและลดการสูญเสียน้ำ ซึ่งคล้ายคลึงกับ

เจลาติน และทั้งสองชนิดยังเป็นวัสดุที่มีความเข้ากันทางชีวภาพ (biocompatibility) จึงมีการประยุกต์ใช้ในงานทางวิศวกรรมเนื้อเยื่อด้วยเช่นเดียวกับสารเคลือบโคโตนและเจลาติน

อภิธา และคณะ (2558) นำ CMC มาทดแทนเจลาตินที่ใช้ในการทำสารเคลือบเนื้อทุเรียน บริโภคได้ของยูลักษ์ณ์ (2548) โดยใช้ CMC ทั้งเกรดการค้า และ CMC ที่ผลิตได้จากทุเรียน ปริมาณ 0.25 เปอร์เซ็นต์ แทนเจลาติน และซอร์บิทอล ทำการพ่นเคลือบเนื้อทุเรียนเปรียบเทียบกับสูตรที่ใช้เจลาตินและไม่พ่นเคลือบ (ชุดควบคุม) เนื้อทุเรียนที่ผ่านการพ่นเคลือบทั้ง 3 แบบนั้น สามารถเก็บรักษาได้นาน 15 วัน ส่วนชุดควบคุมเก็บรักษาได้เพียง 10 วัน ตรวจสอบอายุการเก็บรักษาจากการตรวจสอบการปนเปื้อนของเชื้อจุลินทรีย์ก่อโรค โดยสารเคลือบไม่ทำให้รสชาติเปลี่ยนแปลงไป แต่ทำให้กลิ่นของสารระเหยจากทุเรียนลดลงเล็กน้อยโดยไม่พบกลิ่นและรสผิดปกติเกิดขึ้น

Arnon และคณะ (2014) ทำการทดลองเคลือบผลไม้ในตระกูลส้มด้วยสารเคลือบสองชั้น จาก CMC และโคโตน ในการทำการทดลองโดยเก็บรักษาในสภาพเลียนแบบการจัดเก็บและการจัดจำหน่ายจริง พบว่าผลไม้ที่ใช้สารเคลือบสองชั้น (CMC และโคโตน) ให้ผลความเงางามคล้ายคลึงกับการใช้พอลิเอทิลีนแร็กซ์ที่ใช้กันทางการค้า และความแน่นเนื้อของผลไม้ที่เคลือบด้วยสารเคลือบสองชั้นมีมากขึ้น แต่มีผลในการรักษาน้ำหนักสูญเสียหลังการเก็บเกี่ยวเพียงเล็กน้อย ทั้งการเคลือบด้วยแร็กซ์และสารเคลือบสองชั้นไม่มีความแตกต่างกันของการปล่อยผ่านของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ โดยมีปริมาณแก๊สเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และผลของสารเคลือบทั้งสองแบบไม่ทำให้รสชาติของส้ม (Navel orange) และองุ่น (Star Ruby grapefruit) เปลี่ยนไปแต่ทำให้ส้มแมนดาริน (Or and Mor mandarins) รสชาติเปลี่ยนไป

บทที่ 3 วัสดุอุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

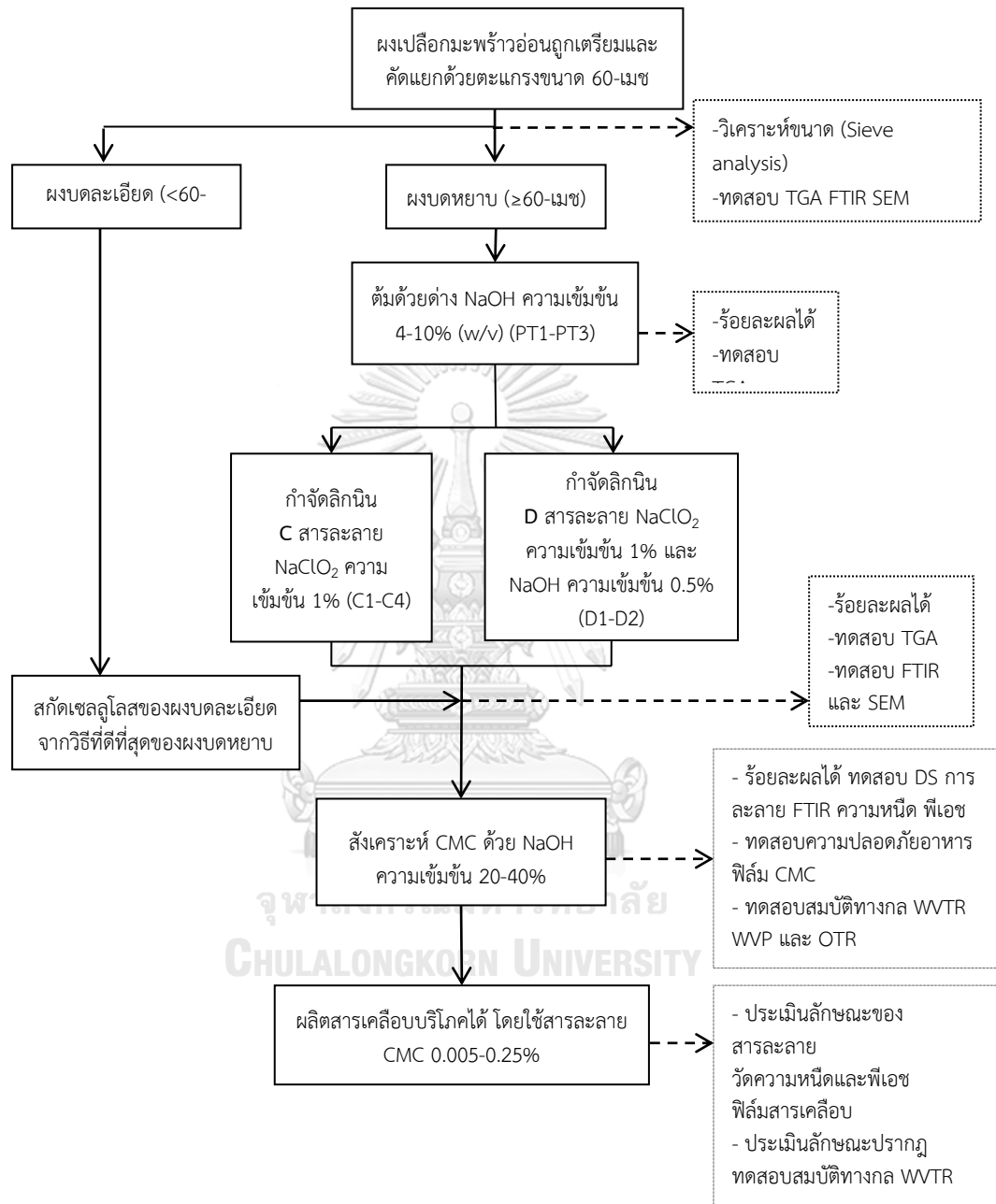
3.1 สารเคมี

- เปลือกมะพร้าวอ่อนของมะพร้าวน้ำหอมอายุ 6 เดือนครึ่ง ถึง 7 เดือน จาก ตำบล
ขุนพิทักษ์ อำเภอดำเนินสะดวก จังหวัดราชบุรี
- Sodium Hydroxide Pellets (NaOH, CAS No. 1310-73-2, Lobachemie, India)
- Hydrogen peroxide 30% (H₂O₂, CAS No. 7722-84-1, QReC, New Zealand)
- Sodium Chlorite Flakes 80% (NaClO₂, CAS No. 7758-19-2 Lobachemie, India)
- Glacial acetic acid (C₂H₄O₂, CAS No. 64-19-7, QReC, New Zealand)
- Chloroacetic acid (ClCH₂CO₂H, CAS No. 79-11-8, Lobachemie, India)
- 2 - Propanol (C₃H₈O, CAS No. 67-63-0, QReC, New Zealand)
- 95% Ethanol (CAS No. 64-17-5 Thai Agro Energy, Thailand)
- Methanol (CH₃OH, CAS No. 67-56-1, QReC, New Zealand)
- Chitosan 220 kDa (CAS No. 9012-76-4, MarineBio Resources, Thailand)
- Citric acid (C₆H₈O₇·H₂O, CAS No. 5949-29-1 Ajax Finechem, Australia)
- Carboxymethylcellulose sodium salt, medium viscosity (CAS No. 9004-32-4,
Sigma-Aldrich, Finland)
- Gelatin (CAS No. 9000-70-8, Ajax Finechem, Australia)
- D-Sorbitol (C₆H₁₄O₆, CAS No. 50-70-4, Asia Pacific Specialty Chemicals,
Australia)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- Mill (Retsch Cross Beater Mill SK 100, Retsch, Germany)
- Hot plate stirrer (Clarkson H3400-HS07, IKA, USA)
- Hot air oven (58/360 LSN11, SNOL, Lithuania)
- Overhead stirrer (EURO-ST P CV, IKA, USA)
- pH meter (SevenEasy pH meter S20, Mettler Toledo, USA)
- Autoclave (WAS-60, Dhilan, Korea)
- Viscometer (SV-10, A&D, Japan)
- Digital Hygro thermometer (HC 520, Anseny, China)

3.3 แผนผังการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนผังการดำเนินการ

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน

ก. การเตรียมเปลือกมะพร้าวอ่อน

ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ได้รับจากศูนย์เทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยว คณะเกษตร กำแพงแสน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน เปลือกมะพร้าวอ่อนถูกปอกเปลือก ส่วนเขียวออก ล้างด้วยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ความเข้มข้น 200 พีพีเอ็ม (ppm) เป็นเวลา 5 นาที ผึ่งให้แห้งแล้วตัดเป็นชิ้นลูกบาศก์ขนาดประมาณ 2 ซม.³ แล้วอบแห้งที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นถูกบดด้วยเครื่องบดละเอียด Retsch® รุ่น SK 100 ครั้งละ 5.5 กิโลกรัม แล้วคัดขนาดด้วยตะแกรงขนาด 60 เมช (mesh) แยกเป็นส่วนที่อยู่บนตะแกรงเรียกว่า ผงเปลือกมะพร้าวหยาบ (rough powder, RP) และส่วนที่ผ่านตะแกรงคือ ผงเปลือกมะพร้าวละเอียด (fine powder, FP) โดยมีขั้นตอนการเตรียมตามรูปที่ 3.2

ข. การต้มด้วยต่าง

ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนถูกสกัดด้วยการต้มด้วยต่างเพื่อกำจัด extractives หรือสารกลุ่ม ฟีนอล ไช และกรดไขมัน และเฮมิเซลลูโลสบางส่วน ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนหนัก 10 กรัม ผสมกับ สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ (PT1) 8 เปอร์เซ็นต์ (PT2) หรือ 10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) (PT3) ปริมาตร 100 มล. ที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ตารางที่ 3.1) แล้วกรองด้วยถุงกรองไนลอนที่มีขนาดรูพรุน 25 ไมโครเมตร แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนฟิเอชเป็น กลาง (Adinugraha และคณะ, 2005; Rachtanapun และคณะ, 2012)

ตารางที่ 3.1 ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ที่ใช้ในการทดสอบการต้มด้วยต่าง

Samples	% Conc. of NaOH (w/v)
PT1	4
PT2	8
PT3	10



รูปที่ 3.2 การเตรียมผงเปลือกมะพร้าวอ่อน

ค. การกำจัดลิกนิน

เยื่อมะพร้าวจากขั้น ข. ถูกนำไปทำการกำจัดลิกนินด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 2 วิธีต่อไปนี้

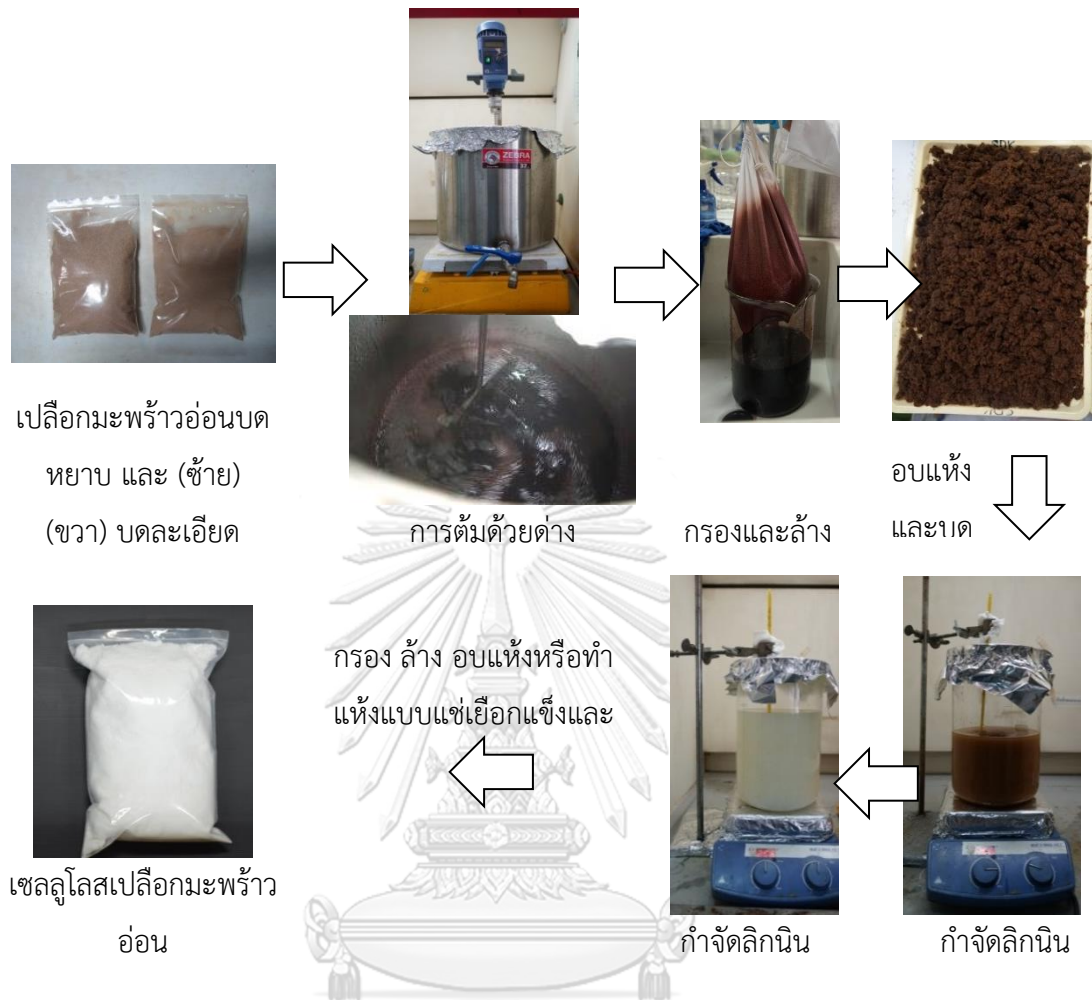
ค.1 เยื่อมะพร้าวที่ผ่านการต้มด้วยด่าง NaOH ที่ความเข้มข้นที่เหมาะสมซึ่งทราบจากข้อ ข. 5 กรัม ถูกนำมาสกัดลิกนินด้วยสารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้น 1.0 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปริมาตร 150 มล. ปรับค่าพีเอชเท่ากับ 4 ด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองด้วยถุงกรองไนลอนแล้วล้างด้วยน้ำเพื่อปรับค่าพีเอชให้เป็นกลาง ทำซ้ำ 1-4 รอบ (C1-C4 ตามลำดับ) (Browning, 1967; Rosa และคณะ, 2010) แล้วนำไปอบแห้งในเตาอบที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดด้วยเครื่องปั่นผสมอาหาร

ค.2 เยื่อมะพร้าวจากข้อ ข. ปริมาณ 5 กรัมถูกนำไปกำจัดลิกนินด้วยชุดของสารละลาย $\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2$ (D1) หรือ $\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2$ (D2) โดยสภาวะการสกัดของ NaClO_2 คือการใช้สารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ปรับค่าพีเอช 4 ด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น ที่ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้อัตราส่วนน้ำหนักเยื่อก่อนการทดสอบต่อสารละลายเท่ากับ 1:30 กรัมต่อมิลลิลิตร กรองและล้าง สภาวะของ NaOH คือการใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่อัตราส่วนน้ำหนักเยื่อก่อนการทดสอบต่อสารละลาย 1:20 กรัมต่อมิลลิลิตร ที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที กรองและล้าง (ประยุกต์จาก Khakimova และ Sinyaev, 2013) แล้วทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze dry) เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (หากใช้การอบจะทำให้ตัวอย่างที่ได้เกาะตัวกันแน่นจนไม่สามารถบดได้หมด) และบดด้วยเครื่องปั่นผสมอาหาร

เก็บตัวอย่างเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผ่านขั้นตอนการกำจัดลิกนินทั้ง 2 วิธีในถุงพลาสติกพอลิโพรไพลีนและเก็บถุงพลาสติกในหม้อดูดความชื้นก่อนนำไปวิเคราะห์หรือวิจัยในขั้นถัดไป ชื่อตัวอย่างและวิธีการกำจัดลิกนินที่ใช้สรุปอยู่ในตารางที่ 3.2 และรูปตัวอย่างการสกัดเซลลูโลสในห้องปฏิบัติการตามรูปที่ 3.3

ตารางที่ 3.2 สรุปขั้นตอนการกำจัดลิกนินหลังผ่านการต้มด้วยด่าง NaOH ความเข้มข้นที่เหมาะสมจากข้อ ข.

Sample		Delignification with	
		Cycle of NaClO_2 Treatment	Alternate NaClO_2 - NaOH Treatment
ค1	C1	1	
	C2	2	
	C3	3	
	C4	4	
ค2	D1		$\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2$
	D2		$\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2$



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบขยายขนาดการผลิต

3.4.2 การทดสอบและวิเคราะห์ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส

ตัวอย่างจากชั้น 3.4.1 ข. หรือหลังผ่านการต้มด้วยด่างถูกนำไปอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำมาบดด้วยเครื่องปั่นผสมอาหารก่อนนำไปทำการวิเคราะห์ต่อไป

ก. ขนาดเฉลี่ยของผงเปลือกมะพร้าวโดยใช้วิธีการร่อนตะแกรง (Sieve Analysis)

ตัวอย่างผงเปลือกมะพร้าวอ่อนจำนวน 100 กรัม ใส่ตะแกรงร่อน (sieve) สำหรับตัวอย่างแบบบดหยาบใช้ตะแกรงเบอร์ 20 40 60 80 100 และ 170 เมช (mesh) โดยมีขนาดรูพรุนเท่ากับ 850 425 250 180 150 และ 90 ไมโครเมตร ตามลำดับ และตัวอย่างบดละเอียดใช้เบอร์ 60 80 100 170 230 และ 325 เมช โดยมีขนาดรูพรุนเท่ากับ 250 180 150 90 63 และ 45 ไมโครเมตร ตามลำดับ นำตะแกรงไปเรียงบนเครื่อง Compact Vibrating Shaker (รูปที่ 3.4) ใส่ตัวอย่างใน

ตะแกรงชั้นบนสุด ปิดฝาและเปิดเครื่อง Compact Vibrating Shaker ตั้งไว้ที่ 5 นาที นำไปชั่งน้ำหนักของตัวอย่างในแต่ละชั้น (Retained wt.) แล้วมาคำนวณหาค่าร้อยละของตัวอย่างในแต่ละชั้น (% Retained) ตามสมการที่ 3.1 จากนั้นนำค่าที่ได้ไปหาค่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากค่าเฉลี่ยเลขคณิตแบบแจกแจงความถี่

$$\% \text{ Retained} = \frac{\text{Retained wt.} \times 100}{\text{Total Weight}} \dots\dots\dots(3.1)$$



รูปที่ 3.4 เครื่อง Compact Vibrating Shaker

ข. ร้อยละผลได้ (% Yield)

น้ำหนักของตัวอย่างหลังกระบวนการถูกนำมาคำนวณร้อยละผลได้ตามสมการที่ 3.2 ทำ 3

ซ้ำ

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{product weight}}{\text{initial weight}} \times 100 \dots\dots\dots(3.2)$$

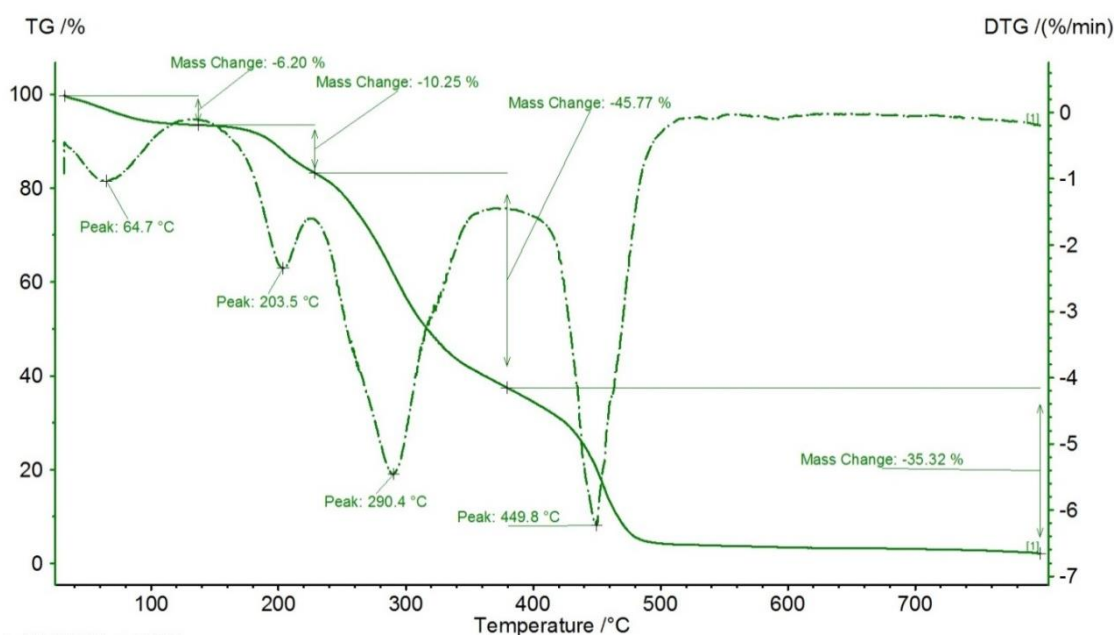
ค. วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว

ตัวอย่างผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลสถูกวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตัวอย่างประมาณ 1 มก. ถูกติดไว้กับสตั๊บ (stub) แบบเรียงเป็นชั้นๆไม่ให้ซ้อนทับกัน แล้วทำการฉาบผิวให้มีประจุทางไฟฟ้าก่อนส่องด้วยเครื่อง SEM (JEOL JSM-6400, JEOL, USA) ด้วยกำลังขยายขนาด 15-750 เท่า แรงดันไฟฟ้าขนาด 15 กิโลโวลต์

ง. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยวิธีทางความร้อน

Thermogravimetric Analysis (TGA) เป็นการวิเคราะห์หาช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของสาร (decomposition temperature, T_d) และปริมาณการสลายตัว (% Mass) โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนขององค์ประกอบทางเคมีในสารตัวอย่างที่แตกต่างกันดังตารางที่ 2.5 และตัวอย่างการวิเคราะห์ด้วย TGA ของเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยาบรูปที่ 3.5 ทำการหาปริมาณมวลที่เปลี่ยนแปลงจากจุดเปลี่ยนเว้า ($f'(x) = 0$) จุดหนึ่งถึงอีกจุดหนึ่งได้เป็นปริมาณการสลายตัวของสาร (ภาคผนวก ข) โดยการเปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิประมาณ 40-120 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของน้ำ (van Dam และคณะ, 2004) จากนั้นที่อุณหภูมิประมาณ 120-220 องศาเซลเซียส เป็นของ extractives (van Dam และคณะ, 2004) ช่วง 220-380 องศาเซลเซียส เป็นของพอลิแซ็กคาไรด์ (Varma และคณะ, 1986) ช่วง 380-800 องศาเซลเซียส เป็นของลิกนิน (Vázquez-Torres และคณะ, 1992) และร้อยละส่วนที่เหลือคือเถ้า (Shinde และ Singaravelu. 2014)

ตัวอย่างถูกส่งวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย การเตรียมตัวอย่างโดยการใส่ตัวอย่างประมาณ 10 มก. ในภาตอลูมิเนียมไม่ให้สูงเกินความสูงของภาตและทำการปิดอัดฝาให้ความร้อนในอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 30-800 องศาเซลเซียส โดยใช้อากาศ (air) เป็นบรรยากาศในการวิเคราะห์ นั่นคือมีแก๊สออกซิเจน (O_2) อยู่ในบรรยากาศที่วิเคราะห์ ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA (TGA 4000 Thermogravimetric Analyzer, PerkinElmer, USA)



รูปที่ 3.5 ความสัมพันธ์ของมวล (-TG) และมวลต่อเวลา (-DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้ของตัวอย่างเปลือกมะพร้าวอบแห้งที่ทดสอบด้วย TGA

จ. ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนิน

หลังการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีด้วย TGA แล้วนำค่าดังกล่าวกลับมาคูณกับค่าร้อยละผลได้ของตัวอย่างเพื่อให้ได้น้ำหนักของลิกนินในตัวอย่าง จากนั้นนำค่าที่ได้มาคำนวณตามสมการ 3.3 โดยคิดน้ำหนักเริ่มต้นของเปลือกมะพร้าวอ่อนอบแห้งหรือละเอียดเป็น 100 กรัม ดังนั้นน้ำหนักลิกนินเริ่มต้นจึงเท่ากับปริมาณลิกนินของเปลือกมะพร้าวอ่อนอบแห้งหรือละเอียด

$$\text{Eff. of Delignification (\%)} = \frac{\text{initial lignin wt.} - \text{final lignin wt.}}{\text{initial lignin wt.}} \times 100\% \dots (3.3)$$

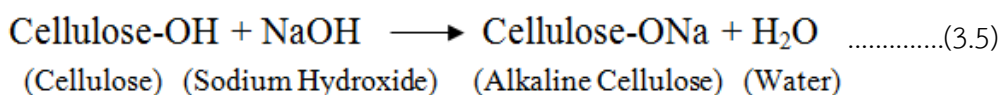
ข. การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยวิธี Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

ตัวอย่างเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดแต่ละขั้นตอนถูกวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีตามตารางที่ 2.3 ตัวอย่างถูกวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ด้วยวิธีส่องผ่าน (Transmission mode) เตรียมโดยใช้โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) อัดให้เป็นแผ่นพร้อมกับตัวอย่างประมาณ 1.0 มก. สแกนเลขคลื่นตั้งแต่ 4000-400 cm^{-1} ด้วยเครื่อง FT-IR Spectrometer (Spectrum One, PerkinElmer, USA) และตรวจสอบเลขคลื่นที่เกี่ยวข้องกับองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าวอ่อนจากตารางที่ 2.3

3.4.3 การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน

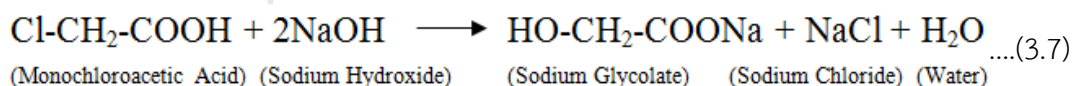
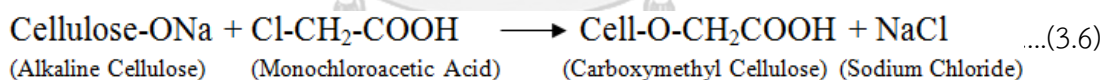
ก. การเปลี่ยนเซลลูโลสเป็นอัลคาไลน์เซลลูโลส

เซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ผ่านการกำจัดลิกนินโดยคัดเลือกจากกลุ่มตัวอย่าง C และ D (จากตารางที่ 3.2) ถูกนำมาทำเป็นอัลคาไลน์เซลลูโลสตามสมการที่ 3.5 เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชันได้ง่ายขึ้น โดยการนำเซลลูโลส 5 กรัม ผสมในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20-40% และไอโซโพรพานอลปริมาตร 17 มล. และ 150 มล. ตามลำดับ ผสมกันเป็นเวลา 60 นาที ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส (Rachtanapun และคณะ, 2012) ชื่อตัวอย่างแยกเป็นเซลลูโลสที่ใช้และความเข้มข้นของ NaOH ที่ใช้ถูกรวบรวมอยู่ในตารางที่ 3.3



ข. การทำปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชัน

สารจากขั้น ก. ถูกนำมาทำปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลเลชันเพื่อสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl Cellulose, CMC) โดยในขั้นตอนนี้จะเกิดปฏิกิริยาขึ้นดังสมการที่ 3.6 และ 3.7 ผสมอัตราส่วนเซลลูโลสต่อกรดโมโนคลอโรอะซิติก (Monochloroacetic Acid หรือ MCA เท่ากับ 5:6 ปั่นกวน 90 นาที ที่อุณหภูมิห้อง 30 องศาเซลเซียส แล้วอบเพื่อทำปฏิกิริยาต่อที่ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (Rachtanapun และคณะ, 2012)



ค. การแยกคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสออกจากผลิตภัณฑ์พลอยได้

ตะกอนจากสารขั้น ข. ถูกกรองและแยกสารละลายออก แล้วทำการล้างผลิตภัณฑ์พลอยได้ซึ่งได้แก่โซเดียมไกลโคเลต (จากสมการ 3.7) และเกลือโซเดียมคลอไรด์ (จากสมการ 3.6 และ 3.7) โดยตะกอนถูกนำไปปั่นกวนในเมทานอลความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) ปริมาตร 40 มล. แล้วปรับพีเอชของสารละลายและ CMC ให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น กรองแล้วปั่นกวนด้วยเอทานอล 70 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) ปริมาตร 100 มล. จำนวน 4 ครั้ง กรองแล้วล้างรอบสุดท้ายด้วยเมทานอลบริสุทธิ์ปริมาตร 100 มล. กรองและนำตะกอนที่ได้ในขั้นสุดท้ายมาอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (Rachtanapun และคณะ, 2012) บด

แล้วนำไปวิเคราะห์หาคุณสมบัติ พร้อมทั้งตรวจสอบคุณสมบัติ CMC ทางการค้ากรองห้องปฏิบัติการ
รูปขั้นตอนการสังเคราะห์ CMC แสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน

ตารางที่ 3.3 ชื่อตัวอย่าง CMC ที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20-40 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) และมาจากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนที่คัดเลือกจากกลุ่มตัวอย่าง C และ D (จากตารางที่ 3.2)

Cellulose from	Sample	% Conc. of NaOH for Synthesis of CMC (w/v)
C	20-C	20
	30-C	30
	40-C	40
D	20-D	20
	30-D	30
	40-D	40

3.4.4 การทดสอบคุณสมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน

ก. การหาร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ (% yield) ในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส เช่นเดียวกับ 3.4.2 ข.

ข. การหาร้อยละการละลายของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน (% dissolving)

CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนถูกนำไปผสมเป็นสารละลาย CMC ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ในน้ำ 30 มล. โดยทำการปั่นผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรองเอาตะกอนด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 4 นำกระดาษไปอบแห้งที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักหาผลต่างของน้ำหนักกระดาษกรองก่อนและหลังการกรอง โดยน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของกระดาษกรองคือส่วนที่ไม่ละลายน้ำของ CMC ทำการทดสอบ 3 ชั่วโมง

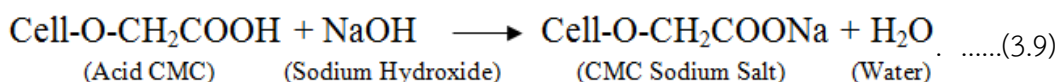
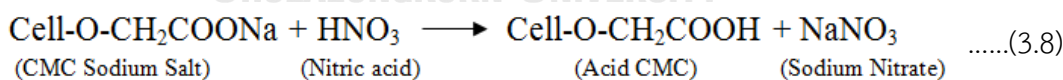
ค. การวิเคราะห์ระดับการแทนที่หมู่คาร์บอกซิล (Degree of Substitution, DS)

การวิเคราะห์ระดับการแทนที่หมู่คาร์บอกซิลทำตามมาตรฐาน ASTM D 1439 - 03 (ภาคผนวก ค) การวัดนี้เป็นการวัดค่าเฉลี่ยการแทนที่หมู่คาร์บอกซิล (-OH) ด้วยหมู่คาร์บอกซีเมทิล (-CH₂COOH) บนสายโซ่เซลลูโลสเพื่อทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาคาร์บอกซีเมทิลชัน ทำโดยการเปลี่ยน CMC เกลือโซเดียมให้กลายเป็น CMC สภาวะกรด (acid CMC) ด้วย HNO₃ ตามสมการ 3.8 แล้วนำไปผสมกับ NaOH มากเกินพออีกครั้งเพื่อให้กลายเป็น CMC เกลือโซเดียมอีกครั้ง

ตามสมการ 3.9 ก่อนนำไปไทเทรตหาปริมาณ NaOH ที่ใช้ไปเพื่อคำนวณหาจำนวนหมู่ฟังก์ชันเฉลี่ยที่กลายเป็นหมู่คาร์บอกซิเมทิลของ CMC

CMC 4.00 กรัม ถูกผสมกับเอทานอลความเข้มข้น 95 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) ปริมาตร 75 มล. แล้วค่อยๆเติม 5 มล. ของ HNO₃ เข้มข้น ปั่นกวนให้เข้ากัน ต้มจนเดือดเป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นปั่นผสมต่ออีก 10 นาที จนได้เป็น CMC สภาวะกรด เนื่องจากกรดไปแทนที่หมู่ฟังก์ชันที่ถูกแทนที่แล้วตามสมการที่ 3.8 กรองเอาตะกอนและล้างตะกอนด้วยเอทานอลความเข้มข้น 80 เปอร์เซ็นต์ จนกว่าจะทดสอบด้วยหยดของไดฟีนีลามีน (diphenylamine) แล้วไม่พบสีน้ำเงิน แล้วล้างด้วยเมทานอลปริมาณเล็กน้อย แล้วนำไประเหยไอของแอลกอฮอล์ในอ่างน้ำร้อน นำตะกอนไปอบแห้งที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำ CMC กรดอบแห้งที่ได้ 1 กรัม ไปผสมกับน้ำ 100 มล. และสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.3 นอร์มอล ปริมาตร 25 มล. เพื่อให้กลายเป็น CMC กลือโซเดียมตามสมการที่ 3.9 ผสมจนเข้ากันและไม่เหลือตะกอน แล้วต้มให้เดือด 15 นาที จากนั้นจึงวัดปริมาณ NaOH ที่เหลือด้วยการไทเทรตด้วยสารละลาย HCl ความเข้มข้น 0.5 นอร์มอล แล้วนำค่าที่ได้มาหาปริมาณการแทนที่ที่เกิดขึ้นจากการเติมกรดเข้าไป DS มีค่าอยู่ในช่วง 0.0-3.0 แล้วคำนวณหา DS ตามสมการที่ 3.10 และ 3.11 ทำทั้งหมด 3 ซ้ำ

สมการที่ 3.10 คือการคำนวณหาปริมาณ NaOH (ต่อกรัมตัวอย่าง) ที่ใช้ไปเพื่อเปลี่ยน CMC สภาวะกรดให้กลายเป็น CMC กลือในสมการเคมีที่ 3.9 ส่วนสมการที่ 3.11 คือการนำปริมาณกรดต่อกรัมตัวอย่าง ที่ถูกใช้ทำปฏิกิริยาไปในตอนแรกเพื่อให้เกิดสมการเคมีที่ 3.8 มาคูณกับมวลโมเลกุลของน้ำตาลปกติและแบบที่ถูกแทนที่ด้วยหมู่คาร์บอกซิเมทิล เพื่อหาอัตราส่วนของน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นโดยเฉลี่ยต่อโมเลกุลว่าคิดเป็นการแทนที่ด้วยหมู่คาร์บอกซิเมทิลกี่หมู่ต่อหนึ่งโมเลกุล



สูตรคำนวณหาค่า DS (Degree of Substitution)

$$A = \frac{(BC-DE)}{F} \dots\dots(3.10)$$

$$DS = \frac{0.162A}{(1-0.0584A)} \dots\dots(3.11)$$

โดยที่

A คือ ปริมาณกรดเทียบเท่าที่ถูกใช้ต่อหนึ่งกรัมของตัวอย่าง

B คือ ปริมาณสารละลาย NaOH ที่ใช้ [มล.]

C คือ ความเข้มข้นหน่วย นอร์มอล ของสารละลาย NaOH

D คือ ปริมาณสารละลาย HCl ที่ใช้ในการไทเทรต [มล.]

E คือ ความเข้มข้นหน่วย นอร์มอล ของสารละลาย HCl

F คือ น้ำหนักของ CMC สภาวะกรดที่ใช้ [กรัม]

DS คือ DS มีค่าได้ตั้งแต่ 0.0-3.0 เนื่องจากการแทนที่หมู่ -OH ด้วยหมู่ -CH₂COOH ของโมเลกุลกลูโคสทำได้ไม่เกิน 3 หมู่เนื่องจากโมเลกุลกลูโคสมีหมู่ -OH 3 หมู่

162 คือ มวลโมเลกุลของหนึ่งหน่วยน้ำตาลกลูโคส

58.4 คือ มวลโมเลกุลที่เพิ่มขึ้นของโมเลกุลน้ำตาลกลูโคสต่อหนึ่งตำแหน่งการแทนที่ของหมู่คาร์บอกซีเมทิล

ง. การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสด้วย FTIR

การวิเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสด้วย FTIR ทำตาม 3.4.2 ข. และดูหมู่ฟังก์ชันตามตารางที่ 2.4

จ. การหามวลโมเลกุลของ CMC

CMC ถูกวิเคราะห์มวลโมเลกุลที่ศูนย์เทคโนโลยีวัสดุแห่งชาติ (MTEC) และตามวิธีการที่ใช้โดย MTEC ทำการละลาย CMC ในสารละลายบัฟเฟอร์ไบคาร์บอเนตความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ ให้ได้สารละลาย CMC ความเข้มข้น 0.2 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) กรองสารละลายด้วยตัวกรองขนาดรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร ก่อนทำการฉีดตัวอย่างเข้าเครื่อง Gel Permeation Chromatography, Waters 600E คอลัมน์ที่ใช้ทดสอบคือ Ultrahydrogel linear 1 column + guard column ซึ่งใช้ทดสอบมวลโมเลกุลในช่วง 1,000-20,000,000 ดาลตัน สารมาตรฐานที่ใช้เปรียบเทียบได้แก่ พูลูลานส์ (Pullulans) ซึ่งใช้สำหรับทดสอบหามวลโมเลกุลของสารประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ วัดค่าออกมาได้เป็น มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (M_n) มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยค่า Z (M_z) และ การกระจายตัวของมวลโมเลกุล (Polydispersity) (ภาคผนวก ง)

ฉ. การวัดค่าความหนืดปรากฏ (Apparent Viscosity) และพีเอช

สารละลาย CMC ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ในน้ำที่ผ่านการรีเวอร์สออสโมซิส (น้ำ RO) ถูกวัดความหนืดปรากฏด้วยเครื่อง A&D Sine-wave Vibro Viscometer

SV-10 ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และวัดพีเอชด้วยเครื่อง Mettler Toledo SevenEasy pH meter S20 ที่ 25 องศาเซลเซียส ทำทั้งหมด 3 ซ้ำ

ข. การขึ้นฟิล์มและคุณสมบัติของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

CMC 3 กรัม ละลายในน้ำ RO 100 มล. เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้ได้สารละลาย CMC ความเข้มข้น 3% นำสารละลายที่ได้ปริมาตร 50 มล. เทลงบนฟิล์มพลาสติกพอลิโพรไพลีน (Polypropylene, PP) ที่วางรองอยู่ในถาดฟิล์มพอลิสไตรีน (Polystyrene, PS) ขนาด 8 x 8 ซม. อบแห้งที่ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนวิเคราะห์หาคุณสมบัติ

ข.1 การประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์ม CMC

ทำการประเมินด้วยสายตา สัมผัส และดมกลิ่น โดยมีเกณฑ์การให้คะแนนตั้งแต่ 1-5 เรียงคะแนนจากลักษณะพึงประสงค์มากไปยังลักษณะไม่พึงประสงค์ ดังตารางที่ 3.4 โดยความเห็นจากผู้ทดสอบ 5 คน และเฉลี่ยคะแนนเป็นเลขหลักเดียว

ตารางที่ 3.4 เกณฑ์คะแนนลักษณะทางปรากฏของฟิล์ม CMC

ลักษณะภายนอก	คะแนนการประเมิน				
	1	2	3	4	5
ความใส	โปร่งใส	มีเศษเล็กน้อยแต่โปร่งใส	ขุ่นเล็กน้อย	ขุ่น	ขุ่นมาก
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น	มีกลิ่นเล็กน้อย	มีกลิ่นชัดเจน	มีกลิ่นฉุน	มีกลิ่นฉุนมาก
ขรุขระ	ลื่น	ขรุขระบางจุด	ขรุขระบางส่วนของฟิล์ม	ขรุขระเล็กน้อยทั่วฟิล์ม	ขรุขระมากทั่วฟิล์ม

ข.2 การทดสอบสมบัติทางกลของฟิล์ม CMC และสารเคลือบบริโภาคได้

ฟิล์มถูกตัดเป็นรูปเลนส์เว้าสองหน้า (Double Concave Lens) ความกว้าง 1 ซม. และยาว 7 ซม. นำไปทดสอบการทนต่อแรงดึง (tensile strength) และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (% elongation) ตามมาตรฐาน ASTM D882-02 (ภาคผนวก จ) ด้วยแรงขนาด 5 นิวตัน และอัตราเร็วในการยืดที่ 3 มิลลิเมตรต่อนาที จนกระทั่งฟิล์มที่ใช้ทดสอบขาดด้วยเครื่อง Universal Testing Machine, SHIMADZU ทำการทดสอบที่ศูนย์วิจัยทันตวัสดุศาสตร์ คณะทันตแพทยศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทำการทดสอบทั้งหมด 5 ซ้ำ

ช.3 การวัดอัตราการซึมผ่านของไอน้ำและการซึมผ่านของไอน้ำ (water vapor transmittance rate, WVTR and water vapor permission, WVP)

ความหนาของแผ่นฟิล์มถูกทำการสุ่มวัด 3 จุดบนฟิล์มแผ่นเดียว ใช้ขวดทรงกระบอกในการทำการทดลอง โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางที่ปากขวด 3.5 ซม. และลึก 6.5 ซม. ใส่ น้ำปราศจากไอออน 15 มล. ให้ได้ความสูงประมาณ 2 ใน 3 ของความลึกทั้งหมด ปิดฝาขวดทรงกระบอกด้วยแผ่นฟิล์ม ซึ่งน้ำหนักตอนเริ่มต้นและทุกหนึ่งถึงสองชั่วโมง เพื่อหาช่วงที่เกิดการสมดุลระหว่างการซึมผ่านของน้ำอย่างสม่ำเสมอ ตามมาตรฐาน ASTM E96/E96M - 10 (ภาคผนวก ฉ) จนครบ 24 ชั่วโมงทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 80 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้สารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) อิมิตัว (ศูนย์เครือข่ายข้อมูลอาหารครบวงจร, 2559) และหาอัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (WVTR) ตามสมการที่ 3.12 และการซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) ตามสมการที่ 3.13 ทำการทดสอบทั้งหมด 5 ซ้ำ ชุดตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองแสดงในรูปที่ 3.7 กราฟตัวอย่างการทดลองอยู่ในรูปที่ 3.8

$$WVTR = \frac{\Delta w}{\Delta t \times A} \dots\dots\dots(3.12)$$

โดย

Δw คือ น้ำหนักน้ำที่เปลี่ยนแปลงไป [กรัม]

Δt คือ เวลาที่เปลี่ยนแปลง [วัน]

A คือ พื้นที่ในการแพร่ผ่านของไอน้ำ (ปากขวด) [เมตร²]

WVTR คือ อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ [กรัม/วัน-เมตร²]

$$WVP = \frac{WVTR \times L}{\Delta P} \dots\dots\dots(3.13)$$

โดย

WVTR คือ อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ [กรัม/วัน-เมตร²]

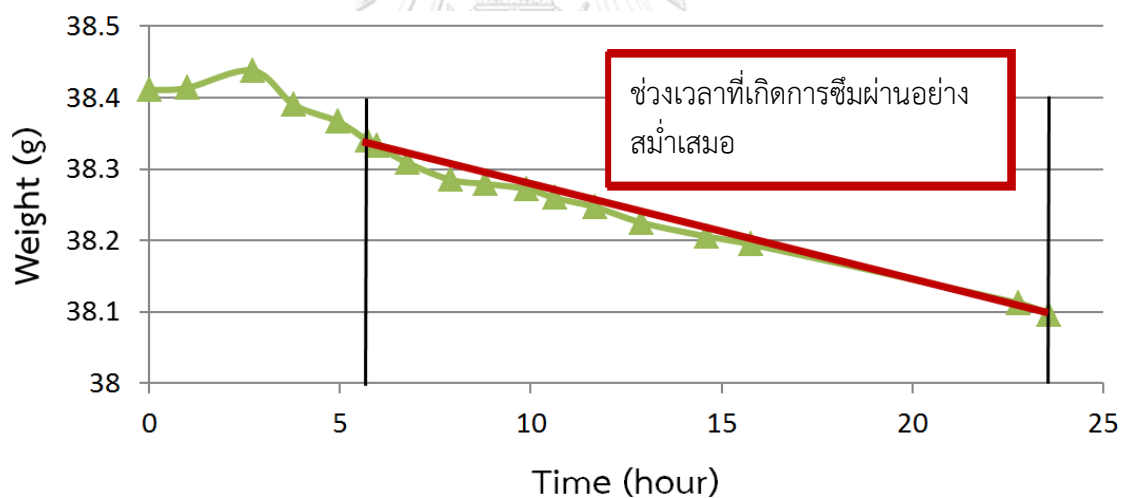
L คือ ความหนาของฟิล์ม [เมตร]

ΔP คือ ผลต่างของความดันไอระหว่างฝั่งที่มีน้ำ (ให้ความชื้นสัมพัทธ์เท่ากับ 100%) และอากาศภายนอกขวด ที่ความชื้นสัมพัทธ์ตามที่กำหนด แล้วหาค่าความดันไอจากความชื้นและอุณหภูมิที่ทำการทดลองแล้วคำนวณหาผลต่างความดันไอ [ปาสคาล]

WVP คือ การซึมผ่านของไอน้ำ [กรัม-เมตร/วัน-เมตร²-ปาสคาล]



รูปที่ 3.7 ตัวอย่างอุปกรณ์การทดสอบ WVTR และ WVP



รูปที่ 3.8 ตัวอย่างกราฟ WVTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2 โดยคำนวณจากค่าความชันของเส้นสีแดง

ช.3 การวัดอัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (oxygen transmittance rate, OTR) การวัดอัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจนถูกดัดแปลงมาจากการศึกษาของ Ayranci และ Tunc (2003) ทำการทดลองในคอลัมน์แก้วที่ทำขึ้นเป็นพิเศษเหมือนกันสองคอลัมน์ ปริมาตรอันละ 500 มล. ตามรูปที่ 3.5 โดยแต่ละคอมลัมน์มีเส้นผ่านศูนย์กลางตรงปากคอลัมน์ยาว 4 ซม. ทดสอบที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 90% ทำการทดสอบโดยการนำฟิล์ม

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5 ซม. ประกอบติดตรงกลางระหว่างคอลัมน์แล้วปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้าทางคอลัมน์หนึ่ง และแก๊สออกซิเจนในอีกคอลัมน์หนึ่ง ที่อัตราการไหลประมาณ 100 มล.ต่อนาที นำแก๊สจากฝั่งไนโตรเจนไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนที่แพร่ผ่านทุกชั่วโมงเพื่อหาเวลาที่แก๊สออกซิเจนเกิดการสมดุล ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (gas chromatography, GC) แล้วทำการวิเคราะห์หาค่าอัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (OTR) ดังสมการที่ 3.14 ทำการทดสอบทั้งหมด 5 ซ้ำ โดยอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบแสดงในรูปที่ 3.9 และ 3.10 และกราฟตัวอย่างการทดลองแสดงในรูปที่ 3.11

$$\text{OTR} = \frac{(m \times 32 / 24465) \times d}{A \times t \times \Delta P} \dots\dots\dots(3.14)$$

โดย

m คือ ความเข้มข้นของออกซิเจน [% (ปริมาตร/ปริมาตร)]

32 คือ มวลโมเลกุลของแก๊สออกซิเจน [กรัม/โมล O₂]

24465 คือ ปริมาตรของแก๊สออกซิเจน 1 โมล ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ความดัน 1 บรรยากาศ [มล./โมล O₂]

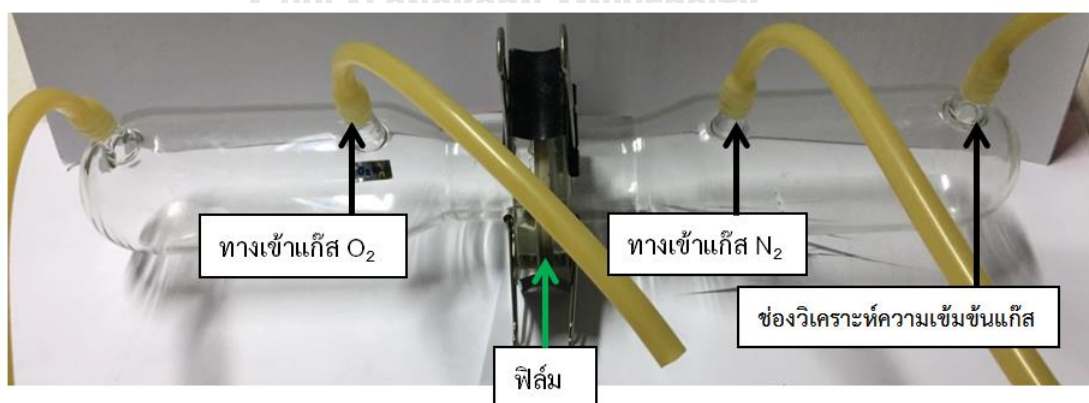
d คือ ความหนาของฟิล์ม [เมตร]

A คือ พื้นที่แพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน [เมตร²]

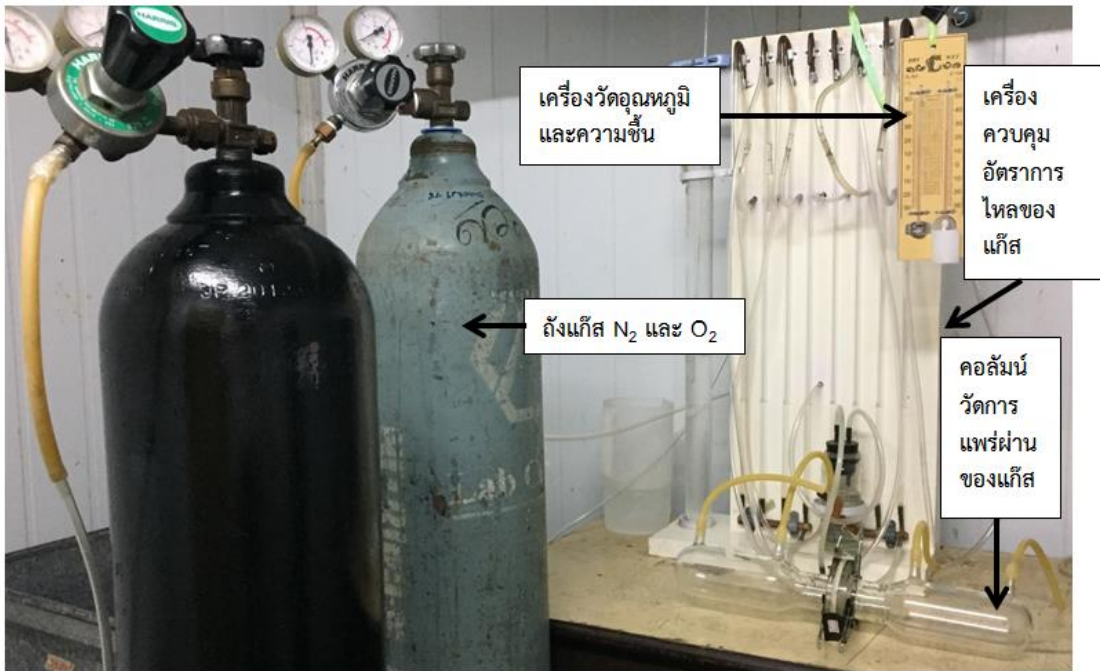
t คือ เวลาที่แก๊สออกซิเจนใช้เพื่อให้เกิดสมดุล [วัน]

ΔP คือ ผลต่างของความดันของแก๊สออกซิเจนจากทั้งสองฝั่ง [103.15×10³ ปาสคาล]

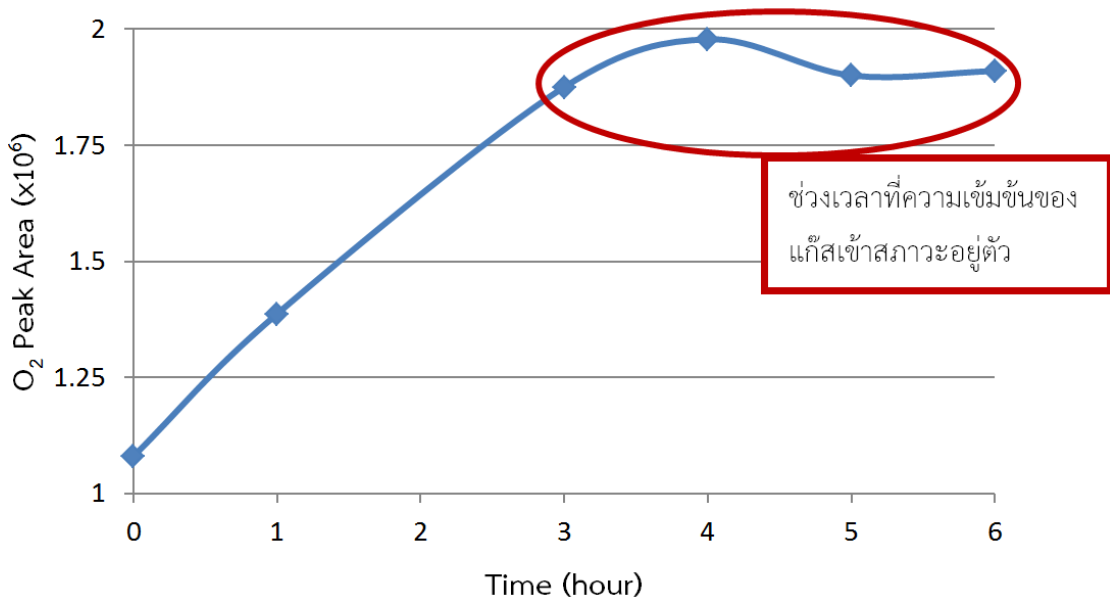
OTR คือ การแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน [กรัม/วัน-เมตร-ปาสคาล]



รูปที่ 3.9 คอลัมน์แก้วที่ใช้ในการทดสอบ OTR



รูปที่ 3.10 อุปกรณ์ในการทดสอบ OTR



รูปที่ 3.11 ตัวอย่างกราฟ OTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 40-C1 วัดค่าในช่วงสภาวะอยู่ตัว

ซ. ปริมาณโลหะหนักและจุลินทรีย์ก่อโรค

ซ.1 การทดสอบโลหะหนักใน CMC

ปริมาณโลหะหนักใน CMC วิเคราะห์โดยห้องปฏิบัติการวิจัยและทดสอบอาหาร คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ด้วยเครื่อง Atomic absorption spectrophotometer (AAS) ด้วยวิธีที่ดัดแปลงและอ้างอิงจากมาตรฐาน AOAC (2012), 999.10 โดยการนำตัวอย่างไปละลายด้วยกรดไนตริก และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ในภาชนะปิดภายใต้แรงดันและให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ทดสอบในเครื่อง AAS โดยมีตัวกลางในเตาเผาเป็น อากาศและอะเซทิลีน หรือไนตรัสออกไซด์ และอะเซทิลีน และใช้เตาเผากราฟไฟท์เมื่อให้ความร้อนในการเผาด้วยไฟฟ้า ทำการทดสอบหาการปนเปื้อนของโลหะหนักตามตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 มาตรฐานการทดสอบโลหะหนักใน CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน

Heavy Metal	Standard (mg/kg)	Reference of
Lead (Pb)	< 1	General Food (กระทรวงสาธารณสุข, 2529)
Arsenic (As)	< 2	General Food (กระทรวงสาธารณสุข, 2529)
Iron (Fe)	< 100	Non-Soda Beverage from Codex No. 14.1.4.1 (กรมวิชาการเกษตร, 2556a)

ซ.2 การทดสอบจุลินทรีย์ก่อโรค

สารละลาย CMC ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) จากเซลล์โลสมง เปลือกมะพร้าวอ่อนที่ถูกคัดเลือกแบบที่มีผ่านกระบวนการและไม่ผ่านกระบวนการนึ่งฆ่าเชื้อ (autoclave) ที่ 121 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ถูกนำไปทดสอบจุลินทรีย์ก่อโรคที่ห้องปฏิบัติการวิจัยและทดสอบอาหาร คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยนำไปตรวจรายการต่างๆตามตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 มาตรฐานการทดสอบการทดสอบเชื้อจุลินทรีย์ก่อโรคของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน

Test	Standard of Food Additive	Reference
Total Plate Count	$\leq 100,000$ (CFU/g)	TISI No. 932253-3 (กรมวิชาการเกษตร, 2556b)
<i>E. coli</i>	≤ 3.0 (MPN/g)	
<i>Salmonella</i> spp.	Not Detected in 25ml.	
Yeast & Mold	≤ 100 (CFU/g)	

3.4.5 การขยายขนาดการผลิต

CMC สูตรที่ถูกคัดเลือกถูกนำไปขยายขนาดการผลิตเพื่อผลิต CMC 1 กิโลกรัม ทำการขยายขนาดการผลิตจากขั้นการทดลองที่ใช้ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนครั้งละ 10 กรัม ในขั้นตอนการต้มด้วยต่าง ขยายเพิ่มเป็นครั้งละ 1 กิโลกรัม ขั้นการกำจัดลิกนินจากครั้งละ 5 กรัม เพิ่มเป็นครั้งละ 100 กรัม ขั้นการสังเคราะห์ CMC จากครั้งละ 5 กรัม เป็น 100-120 กรัม แต่ละครั้งที่ทำการผลิตทำการวิเคราะห์หาร้อยละผลได้ ร้อยละการละลาย DS และความหนืดปรากฏตาม 3.4.4 ก. ข. ค. และ ฉ. เพื่อนำมาเปรียบเทียบกับคุณสมบัติ CMC จากขั้นการทดลอง และหาความสามารถในการทำซ้ำจากการขยายขนาดการผลิต คำนวณหาต้นทุนการผลิตโดยคิดต้นทุนการผลิตจากค่าสารเคมี ค่าพลังงานไฟฟ้า และค่าน้ำสำหรับการผลิต CMC 1 กิโลกรัม

3.4.6 การผลิตสารเคลือบบริโภคได้

ก. การเตรียมสารเคลือบบริโภคได้สูตรเจลาติน

สารเคลือบบริโภคได้จากการรายงานของอภิธา และคณะ (2551) สูตรพอลิเมอร์ผสมระหว่างไคโตซานและเจลาติน (RediFresh) มีส่วนประกอบของไคโตซาน 1.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) กรดซิตริก 6 เปอร์เซ็นต์ เจลาติน 2 เปอร์เซ็นต์ และซอร์บิทอล 0.4 เปอร์เซ็นต์ สารละลายไคโตซานถูกเตรียมโดยการนำกรดซิตริก 6 กรัม ผสมในน้ำ 50 มล. ปั่นผสมที่ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที แล้วเติมไคโตซานปริมาณ 1.5 กรัม ทำการปั่นผสมเป็นเวลา 30 นาที ให้ไคโตซานละลาย แล้วนำไปอบในหม้อนึ่งฆ่าเชื้อ ที่ 106 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที สารละลายเจลาตินถูกเตรียมโดยการผสมเจลาตินและซอร์บิทอลปริมาณ 2 และ 0.4 กรัม ตามลำดับ ในน้ำ 50 มล. ปั่นผสมเป็นเวลา 30 นาที จนเจลาตินละลาย นำสารละลายเจลาตินผสมลงในสารละลายไคโตซาน ปั่นผสมเป็นเวลา 30 นาที ก่อนนำไปอบในหม้อนึ่งฆ่าเชื้อที่ 121 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที

ตารางที่ 3.7 สูตรสารเคลือบบริโภคน้ำดื่มที่ทำการศึกษา

Formular	Chitosan (wt%)	Citric acid (wt%)	Gelatin (wt%)	D-Sorbitol (wt%)	Com (wt%)	40-C1 (wt%)	30-D2 (wt%)	30-D2 (FP) (wt%)	40-D2 (wt%)
RediFresh	1.5	6	2	0.4					
Com-1	1.5	6			0.15				
Com-2	1.5	6			0.25				
40C1-1	1.5	6				0.005			
40C1-2	1.5	6				0.010			
30D2-1	1.5	6					0.10		
30D2-2	1.5	6					0.25		
30D2(FP)-1	1.5	6						0.10	
30D2(FP)-2	1.5	6						0.25	
40D2-1	1.5	6							0.10
40D2-2	1.5	6							0.25

ข. การเตรียมสารเคลือบบริโภคน้ำดื่มสูตรคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

สารละลายไคโตซานถูกเตรียมเช่นเดียวกับสูตร RediFresh ในข้อ ก. เตรียมสารละลาย CMC จาก CMC การค้าเกรดห้องปฏิบัติการ (Com) 0.15-0.25 กรัม หรือ CMC มะพร้าวอ่อนจาก 3.4.3 ตัวอย่าง 40C1 ปริมาณ 0.005-0.010 กรัม หรือ CMC จากตัวอย่าง 30-D2 30-D2 (FP) และ 40-D2 ปริมาณ 0.10-0.25 กรัม ถูกผสมในน้ำ 50 มล. ปั่นผสมจน CMC ละลายเป็นเวลา 30 นาที แล้วค่อยๆนำสารละลาย CMC ไปผสมในสารละลายไคโตซาน ปั่นผสมเป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปอบในหม้อนึ่งฆ่าเชื้อเหมือนการเตรียมสารเคลือบบริโภคน้ำดื่มสูตรเจลาติน ปริมาณสารในแต่ละสูตรดูได้จากตารางที่ 3.7 แล้วนำสารเคลือบบริโภคน้ำดื่มไปทดสอบและวิเคราะห์ตาม 3.4.7

3.4.7 การทดสอบและวิเคราะห์สารเคลือบบริโภคน้ำดื่ม

ก. การประเมินลักษณะปรากฏ

การประเมินความเข้ากันของสารเคลือบบริโภคน้ำดื่มแต่ละสูตร โดยดูลักษณะภายนอกของสารถ้าสารที่ได้เป็นสารละลายเนื้อเดียวอย่างที่ต้องการจึงทำการทดสอบในขั้นต่อไป แต่ถ้าสารที่ได้

เกิดการจับตัวเป็นตะกอนและไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกันและแขวนลอยอยู่ในสารละลายไม่นำไปทำการทดสอบในขั้นต่อไป

ข. ค่าความหนืดปรากฏ (Apparent Viscosity) และพีเอช

ความหนืดปรากฏและพีเอชของสารเคลือบบริโภาคได้ถูกทดสอบเช่นเดียวกับ 3.4.4 ฉ.

ค. การขึ้นฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้

ฟิล์มสารเคลือบบริโภาคถูกขึ้นเช่นเดียวกับฟิล์ม CMC 3.4.4 ข. แต่เปลี่ยนชนิดสารละลายเป็นสารเคลือบบริโภาคได้แต่ละสูตรและใช้ปริมาตร 40 มล.

ค.1 การประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้

การประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์มด้วยสายตา สัมผัส และดมกลิ่น โดยมีเกณฑ์การให้คะแนนตั้งแต่ 1-5 เรียงคะแนนจากลักษณะพึงประสงค์มากไปยังลักษณะไม่พึงประสงค์ ดังตารางที่ 3.11 (อภิธา และคณะ, 2551) โดยความเห็นจากผู้ทดสอบ 5 คน และเฉลี่ยคะแนนเป็นเลขหลักเดียว

ค.2 การทดสอบสมบัติทางกล การวัดอัตราการซึมผ่านของไอน้ำและการซึมผ่านของไอ

น้ำ และการวัดอัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน

ฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้ถูกทดสอบเช่นเดียวกับฟิล์ม CMC 3.4.4 ข.1-3

ตารางที่ 3.8 เกณฑ์คะแนนลักษณะปรากฏของฟิล์มสารเคลือบบริโภคได้

ลักษณะ ภายนอก	คะแนนการประเมิน				
	1	2	3	4	5
ความข้มสี	เหลืองอ่อน จนเกือบไม่มี สี	เหลืองอ่อน	เหลือง	เหลืองเข้ม	เหลืองเข้ม มาก
ความใส	โปร่งใส	ขุ่นเล็กน้อย และมองเห็นทะลุ ได้	ขุ่นแต่มองเห็น ทะลุได้	ขุ่น	ขุ่นมาก
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น	มีกลิ่นเล็กน้อย	มีกลิ่นชัดเจน	มีกลิ่นฉุน	มีกลิ่นฉุนมาก
ความเหนียว ติดมือ	ไม่ติดมือ	ติดมือเมื่อบีบ แรงๆ	ติดมือเมื่อบีบ	ติดมือเมื่อ หยิบจับ	ติดมือและ เหนียวเหนอะ

3.5 การวิเคราะห์ทางสถิติ

การทดสอบทั้งหมดที่มีการทำซ้ำถูกวิเคราะห์ผลความแตกต่างทางสถิติโดยการวิเคราะห์ค่าความแปรปรวน (ANOVA) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ ($P < 0.05$) ในแต่ละการวิเคราะห์ และทำการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยของตัวอย่างในแต่ละการทดสอบเป็นคู่ทั้งหมด (multiple comparison) ด้วยโปรแกรมเอสพีเอสเอส (SPSS 16.0)

3.6 สถานที่ทำงานวิจัย

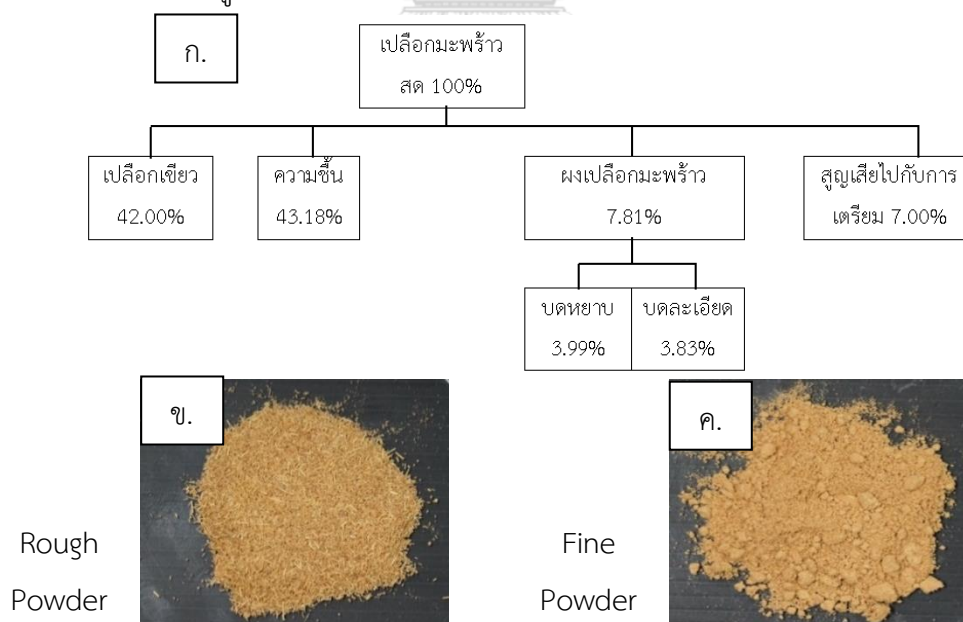
1. ห้องปฏิบัติการวิจัยวิศวกรรมชีวเคมีชั้น 5 และห้องปฏิบัติการวิจัยวิศวกรรมเนื้อเยื่อชั้น 6 ศึกษาศาสตร์บัณฑิตวิทยาลัย คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. ห้องปฏิบัติการวิจัยวิศวกรรมเนื้อเยื่อ ตึก 1 คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. ศูนย์เทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยว คณะเกษตร กำแพงแสน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน

บทที่ 4 ผลการทดลอง

4.1 การสกัดเซลล์โลสจากผงเปลือกมะพร้าวอ่อน

4.1.1 การเตรียมผงเปลือกมะพร้าวอ่อน

ในการบดเปลือกมะพร้าวอ่อนหนึ่งครั้งใช้ปริมาณเปลือกมะพร้าวอ่อน 5.5 กิโลกรัม เปอร์เซ็นต์น้ำหนักของเปลือกมะพร้าวสดสามารถแจกแจงได้ดังรูปที่ 4.1 น้ำหนักของมะพร้าวหลังการปอกเปลือกคิดเป็นประมาณ 51 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักเปลือกมะพร้าวสด ซึ่งประกอบด้วยความชื้นและผงเปลือกมะพร้าว เมื่อผ่านการบดและแยกผงเปลือกมะพร้าวอ่อนด้วยตะแกรงขนาด 60 เมช (ขนาดรูพรุน 250 ไมโครเมตร) มีลักษณะที่ได้ตามรูปที่ 4.1 ลักษณะของผงเปลือกมะพร้าวบดหยาบ (Rough Powder, RP) มีความเป็นเส้นใยและเป็นผงเม็ดเล็ก ส่วนผงบดละเอียด (Fine Powder, FP) มีลักษณะเป็นฝุ่นผงละเอียด และอัตราส่วนผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบบดหยาบต่อบดละเอียดที่ได้ประมาณ 51:49 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ร้อยละผลได้รวมของผงเปลือกมะพร้าวที่นำมาทำการทดสอบต่อเท่ากับ 7.82 ของน้ำหนักมะพร้าวสดเริ่มต้น (รูปที่ 4.1) ทั้งนี้เนื่องจากเปลือกมะพร้าวอ่อนมีส่วนประกอบของน้ำอยู่มากคิดเป็น 43.18 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักเปลือกมะพร้าวสด

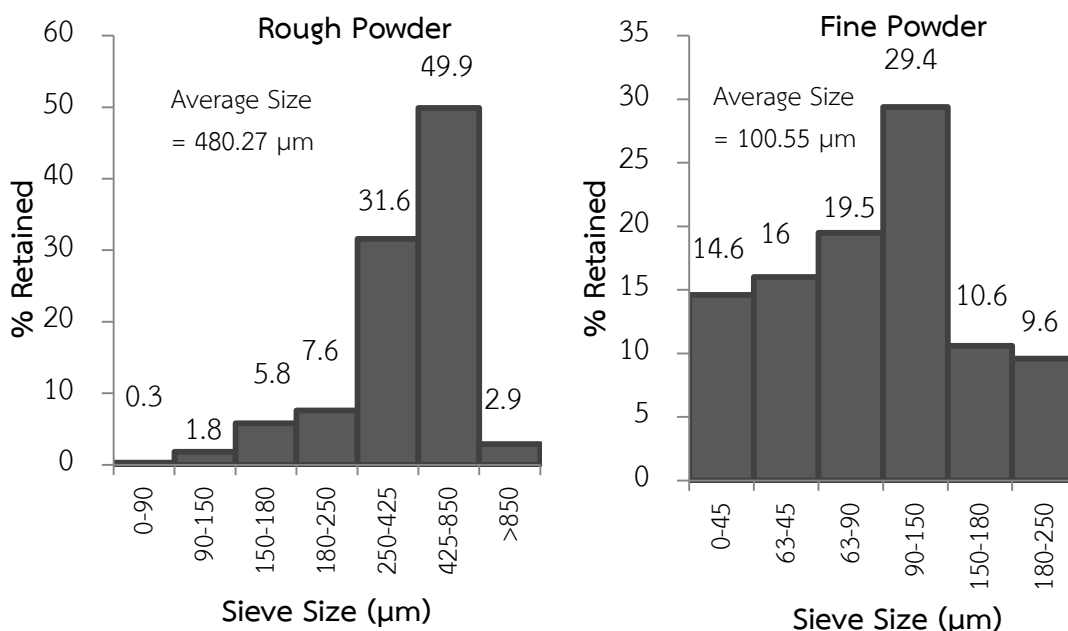


รูปที่ 4.1 ก. เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนัก) น้ำหนักของส่วนต่างๆจากการเตรียมเปลือกมะพร้าวสด ข. ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบ (Rough Powder) ค. แบบละเอียด (Fine Powder)

ก. ผลการวิเคราะห์ขนาดของผงเปลือกมะพร้าวอ่อน

ขนาดและการกระจายตัวของขนาดของผงเปลือกมะพร้าวบดละเอียดและหยาบวิเคราะห์ด้วยวิธีการร่อนตะแกรง (Sieve Analysis) ได้ผลการวิเคราะห์ตามรูปที่ 4.2 ซึ่งขนาดเฉลี่ยของผงบดละเอียดและผงบดหยาบเท่ากับ 100.55 และ 480.27 ไมโครเมตร ตามลำดับ ขนาดเฉลี่ยของผงเปลือกมะพร้าวมีความสำคัญต่อการเลือกผ้ากรองในลอนที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดเซลลูโลส (ซึ่งใช้ขนาดรูพรุนเท่ากับ 25 ไมโครเมตร) ให้เล็กมากพอที่จะกักเก็บผงเปลือกมะพร้าวอ่อนส่วนใหญ่ของแบบผงละเอียดได้แต่ยังมีวัตถุดิบน้อยกว่าร้อยละ 14.6 ที่มีขนาดเล็กกว่า 25 ไมโครเมตร ที่สามารถผ่านไปได้

ปริมาณลิกนินมีผลกับขั้นตอนการสกัดเซลลูโลส โดยยิ่งลิกนินมากยิ่งจำเป็นที่จะต้องใช้กระบวนการที่มีความรุนแรงหรือเพิ่มขึ้นขั้นตอนการสกัดมากขึ้น ขนาดที่เล็กของผงเปลือกมะพร้าวบดละเอียดยิ่งช่วยทำให้เกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้นเนื่องจากมีพื้นที่ผิวสัมผัสในการเกิดปฏิกิริยาที่มากกว่าผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบ ดังนั้นจึงทำการศึกษากระบวนการสกัดเซลลูโลสของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยาบเป็นหลัก ก่อนที่จะนำสถานะที่เลือกจากการสกัดแบบหยาบมาใช้กับผงแบบละเอียดต่อไป



รูปที่ 4.2 ขนาดและการกระจายตัวของขนาดของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบ (Rough Powder) และแบบละเอียด (Fine Powder)

ข. องค์ประกอบทางเคมี

การวิเคราะห์ด้วย Thermogravimetric Analysis (TGA) สามารถแยกแยะองค์ประกอบทางเคมีได้จากอุณหภูมิการย่อยสลายที่แตกต่างกันมากของแต่ละกลุ่มขององค์ประกอบ (van Dam และคณะ, 2004) ผลการทดสอบ TGA ของตัวอย่าง (ภาคผนวก ข) แสดงข้อมูลในตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการสกัดพบว่า RP ประกอบด้วย extractives 10.25 เปอร์เซ็นต์ (โดยน้ำหนักแห้ง) โพลีแซ็กคาไรด์ 45.77 เปอร์เซ็นต์ ลิกนิน 35.32 เปอร์เซ็นต์ ความชื้น 6.20 เปอร์เซ็นต์ และเถ้า 2.46 เปอร์เซ็นต์ และ FP ประกอบด้วย extractives 17.69 เปอร์เซ็นต์ โพลีแซ็กคาไรด์ 48.57 เปอร์เซ็นต์ ลิกนิน 24.51 เปอร์เซ็นต์ ความชื้น 4.43 เปอร์เซ็นต์ และเถ้า 4.80 เปอร์เซ็นต์ van Dam และคณะ (2004) เตรียมเปลือกมะพร้าวส่วนเนื้อเปลือก (pith) มะพร้าวอ่อนอายุ 7 เดือน และส่วนเส้นใย (fibre) เปลือกมะพร้าวอ่อน ด้วยการบดและร่อนผ่านตะแกรงที่มีขนาด 0.5 มิลลิเมตร และศึกษาองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกันของทั้ง 2 ส่วน พบว่าเส้นใยมี extractives 21 เปอร์เซ็นต์ โพลีแซ็กคาไรด์ 43 เปอร์เซ็นต์ และลิกนิน 24 เปอร์เซ็นต์ และส่วนที่เป็นเนื้อเปลือกมี extractives 42 เปอร์เซ็นต์ โพลีแซ็กคาไรด์ 30 เปอร์เซ็นต์ และลิกนิน 19 เปอร์เซ็นต์ จากรายงานดังกล่าวเป็นไปได้ว่า RP มีส่วนประกอบของเส้นใยมากกว่าเนื้อเปลือก และ FP มีส่วนประกอบของเนื้อเปลือกมากกว่าเส้นใย แต่อย่างไรก็ตามองค์ประกอบทางเคมีของเปลือกมะพร้าวจากงานวิจัยนี้มีความแตกต่างกับรายงานดังกล่าวอาจเป็นเพราะแหล่งที่มาของเปลือกมะพร้าวอ่อนที่มีที่มาแตกต่างกัน

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมี ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อน

Sample	Chemical Composition (wt%)				
	Extractives	Polysaccharides	Lignin	Moisture	Ash
RP	10.25	45.77	35.32	6.20	2.46
FP	17.69	48.57	24.51	4.43	4.80
7-month Fibre (van Dam และคณะ, 2004)	21	43	24	N/A	N/A
7-month Pith (van Dam และคณะ, 2004)	42	30	19	N/A	N/A

N/A; data is not available.

4.1.2 การต้มด้วยต่าง

เมื่อผงเปลือกมะพร้าวอ่อนผ่านการต้มด้วยต่างหรือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) พบว่ามีสีน้ำตาลเข้มขึ้น ดังรูปที่ 4.3 โดยเป็นผลมาจากสารละลาย NaOH ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับโมเลกุลที่เป็นตัวให้สีกับเยื่อมะพร้าวอ่อนทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของสีของเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อน (Sjostrom, 2013)



รูปที่ 4.3 ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนหลังการต้มด้วยต่างความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร)

ผลการทดสอบ TGA ของตัวอย่างแสดงข้อมูลในตารางที่ 4.2 เยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนเมื่อผ่านการต้มด้วยต่างแล้วพบว่า extractives ถูกกำจัดจนหมดในทุกตัวอย่าง น้ำหนักคงเหลือของ PT1 มีค่ามากที่สุดที่ 45 เปอร์เซ็นต์ ส่วนน้ำหนักคงเหลือของ PT2 และ PT3 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ จากรายงานของ Rosa และคณะ (2010) ผลการวิเคราะห์ด้วย TGA ของเปลือกมะพร้าวหลังผ่านการทำการสกัดขั้นต้น (pre-treatment) ด้วยน้ำร้อน 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ไม่พบ extractives เช่นกัน

จากตารางที่ 4.3 ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินของตัวอย่าง PT1-PT3 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 55.21-58.32 เปอร์เซ็นต์ เป็นผลมาจากความรุนแรงของปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นจากความเข้มข้นสารละลายตั้งแต่ 4-10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร)

ปริมาณพอลิแซ็กคาไรด์ของทุกตัวอย่างเพิ่มขึ้นเนื่องจากการหายไปของ extractives โดยตัวอย่าง PT2 และ PT3 มีเปอร์เซ็นต์พอลิแซ็กคาไรด์สูงสุดและใกล้เคียงกันที่ 57 เปอร์เซ็นต์ พอลิแซ็กคาไรด์ประกอบไปด้วยเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสเป็นหลัก พอลิแซ็กคาไรด์สามารถจำแนกตามความแตกต่างของอันดับการพอลิเมอไรเซชันเป็น 1. แอลฟา-เซลลูโลส 2. เบต้า-เซลลูโลส 3. แกมมา-เซลลูโลส โดยแอลฟา-เซลลูโลสคือเซลลูโลสและปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสส่งผลต่อการ

สังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethylcellulose, CMC) ส่วนเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสคือเฮมิเซลลูโลสและพอลิแซ็กคาไรด์ตัวอื่น (บทที่ 2 หัวข้อ 2.1 หัวข้อย่อย 3. พอลิแซ็กคาไรด์) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณพอลิแซ็กคาไรด์แต่ละชนิดของตัวอย่างก่อนและหลังการต้มด้วยต่าง (ภาคผนวก ก) พบว่าตัวอย่าง PT3 มีปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสมากกว่าตัวอย่างอื่น ซึ่งแสดงถึงประสิทธิภาพในการกำจัดเฮมิเซลลูโลสของตัวอย่าง PT3

การกำจัดเฮมิเซลลูโลสและลิกนินเป็นผลมาจากการต้มด้วยต่างทำให้เกิดการย่อยสลายพันธะเอสเทอร์และไกลโคซิดิก เป็นผลให้เฮมิเซลลูโลสบางส่วนละลายได้ในน้ำ หรือเปลี่ยนโครงสร้างของลิกนิน หรือทำให้เซลลูโลสวมตัว ดังนั้นความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นของสารละลาย NaOH ทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมากขึ้น ปริมาณเฮมิเซลลูโลสลดลง ปริมาณเซลลูโลสเพิ่มขึ้น และกำจัดลิกนินบางส่วน (Maria และคณะ, 2011) ในส่วนการกำจัด extractives เนื่องจากองค์ประกอบส่วนใหญ่ของ extractives คือ สารจำพวก ไช ไขมัน และสารประกอบฟีนอลในเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อน ดังนั้นเมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายต่างจึงเกิดปฏิกิริยาซาฟอนนิฟิเคชันและหลุดไป (Farmer, 2014) ตัวบ่งชี้การกำจัดองค์ประกอบทางเคมีอีกอย่างหนึ่งคือน้ำหนักคงเหลือ (Residual Weight) ที่ลดลงเมื่อองค์ประกอบทางเคมีถูกกำจัดมากขึ้นน้ำหนักคงเหลือที่ได้จึงลดลง

ถึงแม้ว่าค่าน้ำหนักคงเหลือ เเปอร์เซ็นต์ลิกนิน และเปอร์เซ็นต์พอลิแซ็กคาไรด์ของ PT2 และ PT3 มีค่าไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ แต่จากปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสและประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินที่มากกว่าของตัวอย่าง PT3 จึงเลือกตัวอย่าง PT3 เพื่อใช้ในการทดสอบต่อไป

เมื่อนำผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดละเอียดมาต้มด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10 เเปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) (ตัวอย่าง PT3 (FP)) พบว่ามีน้ำหนักคงเหลือเพียง 17 เเปอร์เซ็นต์ ซึ่งน้อยกว่าเมื่อใช้ RP มาก (ตารางที่ 4.2) สาเหตุอาจจะมีมาจาก 1. พื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาของ FP มีมากกว่าทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่า และ 2. FP มี extractives มากกว่า RP ประมาณ 7 เเปอร์เซ็นต์ (ตารางที่ 4.2) มีเฮมิเซลลูโลสมากกว่า RP ประมาณ 3 เเปอร์เซ็นต์ (ภาคผนวก ก) และลิกนินของ FP น้อยกว่า RP ทำให้ผลได้จากปฏิกิริยาการต้มด้วยมีค่าน้อยกว่า RP มาก

ตารางที่ 4.2 ร้อยละของน้ำหนักคงเหลือและองค์ประกอบทางเคมีจากการวิเคราะห์ TGA ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการต้มด้วยต่าง (NaOH)

Sample	% Residual Weight	Chemical Composition (wt%)				
		Extractives	Polysaccharides	Lignin	Moisture	Ash
RP	N/A	10.25	45.77	35.32	6.20	2.46
PT1	44.92±0.30	0	53.46	35.23	8.79	2.52
PT2	42.67±0.27 ^a	0	57.32	35.00	6.65	1.03
PT3	42.13±0.47 ^a	0	56.87	34.94	6.78	1.41
FP	N/A	17.69	48.57	24.51	4.43	4.80
PT3 (FP)	17.03±0.41	0	64.66	26.03	6.41	2.90

^a Statistically insignificant at $P < 0.05$.

ตารางที่ 4.3 ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินหลังการต้มด้วยต่าง

Sample	Lignin (g)	Eff. of Delignification (%)
RP (initial)	35.32	N/A
PT1	15.82	55.21
PT2	14.93	57.73
PT3	14.72	58.32
FP	24.51	N/A
PT3 (FP)	4.43	81.91

4.1.3 การกำจัดลิกนิน

ก. ลักษณะของเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อน

เยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนทุกตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดลิกนินมีการเปลี่ยนแปลงของสีของตัวอย่างตามรูปที่ 4.4-4.5 จากรูปดังกล่าวพบว่า ตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดลิกนินด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชันหลายชั้นมากกว่าทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสีขาว สว่าง และมีการกระจายตัวของเส้นใยมากกว่า การทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของคลอรีนไดออกไซด์ (ClO₂) ทำให้ได้สารสีขาวขึ้น (Sun และ Tomkinson; 2000) และการกำจัดลิกนินที่อยู่ในเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนทำให้สีของเยื่อขาวสว่างขึ้น (Sjostrom, 2013)



รูปที่ 4.4 ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบหลังการกำจัดลิกนินด้วย NaClO_2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร)



รูปที่ 4.5 ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนหลังการกำจัดลิกนินด้วย NaClO_2 และ NaOH

ข. องค์ประกอบทางเคมี

องค์ประกอบทางเคมีของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยาบและละเอียดจากการทดสอบด้วย TGA ก่อนการสกัดเซลลูโลส หลังการต้มเยื่อด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) (PT3 และ PT3 (FP)) และหลังการกำจัดลิกนินด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรท์ (NaClO_2) และชุดของสารละลาย NaClO_2 และ NaOH แสดงผลในตารางที่ 4.4 โดย extractives ถูกกำจัดจนหมดในทุกตัวอย่างตั้งแต่ผ่านขั้นตอนการต้มด้วยต่างและปริมาณของพอลิแซ็กคาไรด์เพิ่มขึ้นในทุกตัวอย่าง โดยกลุ่มตัวอย่าง C มีปริมาณลิกนิน มากกว่ากลุ่ม D และจากตารางที่ 4.5 กลุ่มตัวอย่าง D มีประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินที่ 88-90 เปอร์เซ็นต์ มากกว่ากลุ่มตัวอย่าง C ที่มีประสิทธิภาพประมาณ 76-82 เปอร์เซ็นต์

จากรายงานของ Khakimova และ Sinyaev (2013) หลังการทำการกำจัดลิกนินของเยื่อของไม้เนื้อแข็งด้วย 3 ขั้นตอนโดยใช้สารละลาย H_2O_2 NaOH และ NaClO_2 ตามลำดับทำให้ปริมาณลิกนินลดลง 77 เปอร์เซ็นต์ การใช้สารละลาย NaOH ระหว่างขั้นตอนการกำจัดลิกนินช่วยกำจัดลิกนินที่ถูกออกซิไดซ์ในขั้นตอนการกำจัดลิกนินก่อนหน้าได้ เพราะลิกนินที่ถูกออกซิไดซ์แล้วไม่ละลายในน้ำแต่สามารถละลายได้ในสารละลายต่างความเข้มข้นต่ำ (Pulp Paper Mill, 2015)

การกำจัดลิกนินกับผงเปลือกมะพร้าวบดละเอียดทำโดยสภาวะเดียวกับตัวอย่าง D2 ได้ร้อยละผลได้ของเซลลูโลสแบบละเอียดประมาณ 9 เปอร์เซ็นต์ และประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินของ D2 (FP) เมื่อเทียบกับขั้น PT3 (FP) เพิ่มขึ้น 11 เปอร์เซ็นต์ การที่ร้อยละผลได้ของผงแบบละเอียดมีค่าเพียง 9 เปอร์เซ็นต์ อาจจะเป็นผลมาจากสภาวะขั้นการต้มด้วยต่างที่มีความรุนแรงจนทำให้ผงเปลือกมะพร้าวเกิดการไฮโดรไลซิสมากเกินไปและกำจัดองค์ประกอบทางเคมีที่ต้องการ

ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลได้และองค์ประกอบทางเคมีของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส

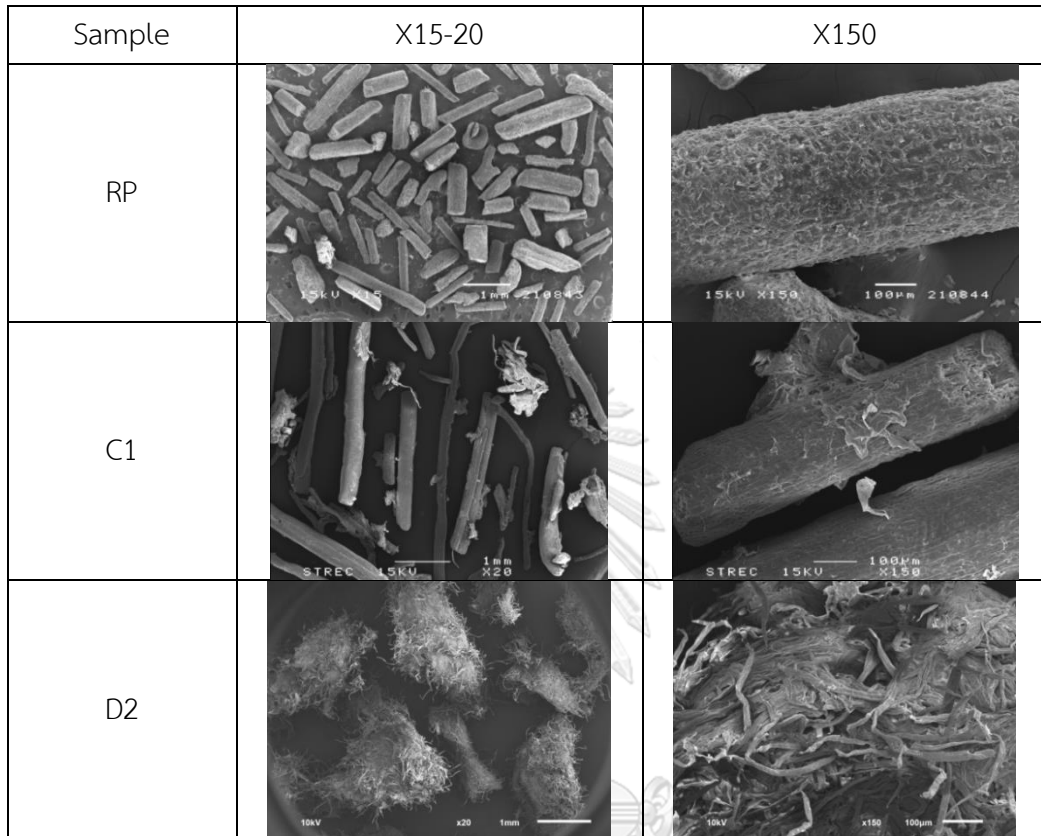
Sample	% Yield (or Retained Wt.)	Chemical Composition (wt%)				
		Extractives	Polysaccharides	Lignin	Moisture	Ash
RP	-	10.25	45.77	35.32	6.20	2.46
PT3	42.13±0.47	-	56.87	34.94	6.78	1.41
C1	38.76±0.03	-	68.49	22.31	5.84	3.30
C2	35.36±0.08	-	72.13	19.16	6.53	2.16
C3	34.41±0.07	-	72.41	19.23	6.48	3.75
C4	32.64±0.12	-	72.88	19.15	6.62	3.43
D1	23.47±1.27	-	78.59	15.38	5.14	0.89
D2	21.87±0.14	-	71.07	20.15	6.20	2.58
FP	-	17.69	48.57	24.51	4.43	4.80
PT3 (FP)	17.03±0.41	-	64.66	26.03	6.41	2.90
D2 (FP)	8.94±0.07	-	76.46	18.38	3.90	1.26

ตารางที่ 4.5 ประสิทธิภาพในการกำจัดลิกนินหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธีการต่างๆ

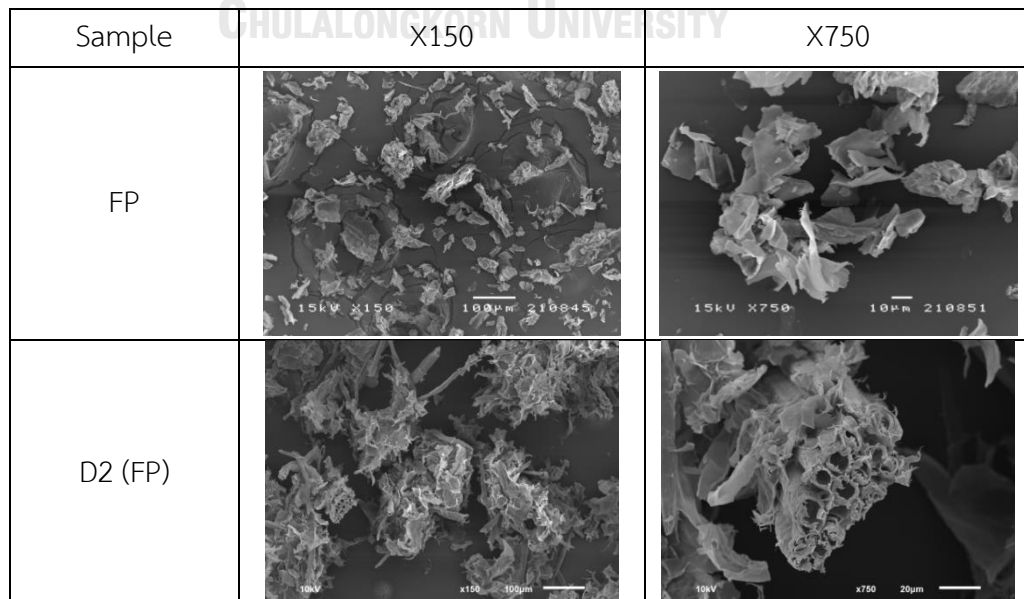
Sample	Lignin (g)	Eff. of Delignification (%)
RP (initial)	35.32	-
PT3	14.72	58.32
C1	8.65	75.52
C2	6.77	80.82
C3	6.62	81.27
C4	6.25	82.30
D1	3.61	89.78
D2	4.41	87.52
FP (initial)	24.51	-
PT3 (FP)	4.43	81.91
D2 (FP)	1.64	93.30

เมื่อตรวจสอบพื้นผิวเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังกระบวนการสกัดเซลลูโลสด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) (ตารางที่ 4.6 และ 4.7) พบว่าผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการสกัด (ตัวอย่าง RP และ FP) มีลักษณะเป็นมัด เส้นใยจับตัวกันแน่นและพื้นผิวเรียบ และตัวอย่างแบบหยาบหลังการกำจัดลิกนินด้วย NaClO_2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) 1 ครั้ง (C1) และหลังการกำจัดลิกนินด้วยชุดของสารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ และสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่มีลำดับเป็น $\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2$ ของตัวอย่างแบบหยาบ (D2) และแบบละเอียด (D2 (FP)) พบว่าเส้นใยที่รวมตัวกันเป็นมัดใหญ่เดิมถูกแยกออกกลายเป็นเส้นใยขนาดเล็กกระจายตัวมากขึ้น เหมือนกับรายงานของ Brígida และคณะ (2010) ที่ศึกษาเส้นใยเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ถูกกำจัดลิกนินด้วยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ (NaOCl) ความเข้มข้น 4-6 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ 30 องศาเซลเซียส และตามด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ ที่ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ Rosa และคณะ (2010) ที่ศึกษากับเส้นใยเปลือกมะพร้าวที่ถูกต้มด้วยด่างด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ 80 องศาเซลเซียสและการกำจัดลิกนินด้วยสารละลาย NaClO_2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 1 หรือ 4 รอบ สาเหตุของการกระจายตัวของเส้นใยเนื่องจากวัสดุลิกโนเซลลูโลส (lignocellulose) มีลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และองค์ประกอบส่วนน้อยอื่นๆยึดเกาะกันแน่นกับเซลลูโลสทำให้เกิดเป็นเส้นใยรวมกันเป็นมัด เมื่อทำการสกัดองค์ประกอบเหล่านี้ออกทำให้เส้นใยที่รวมตัวกันเป็นมัดใหญ่ถูกแยกออกกลายเป็นเส้นใยขนาดเล็กที่กระจายตัวมากขึ้น (Brígida และคณะ, 2010; Rosa และคณะ, 2010) การที่มัดเส้นใยแยกตัวออกนี้ช่วยยืนยันผลการกำจัดลิกนิน

ตารางที่ 4.6 ผลการตรวจสอบพื้นผิวด้วย SEM ของเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยากก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส

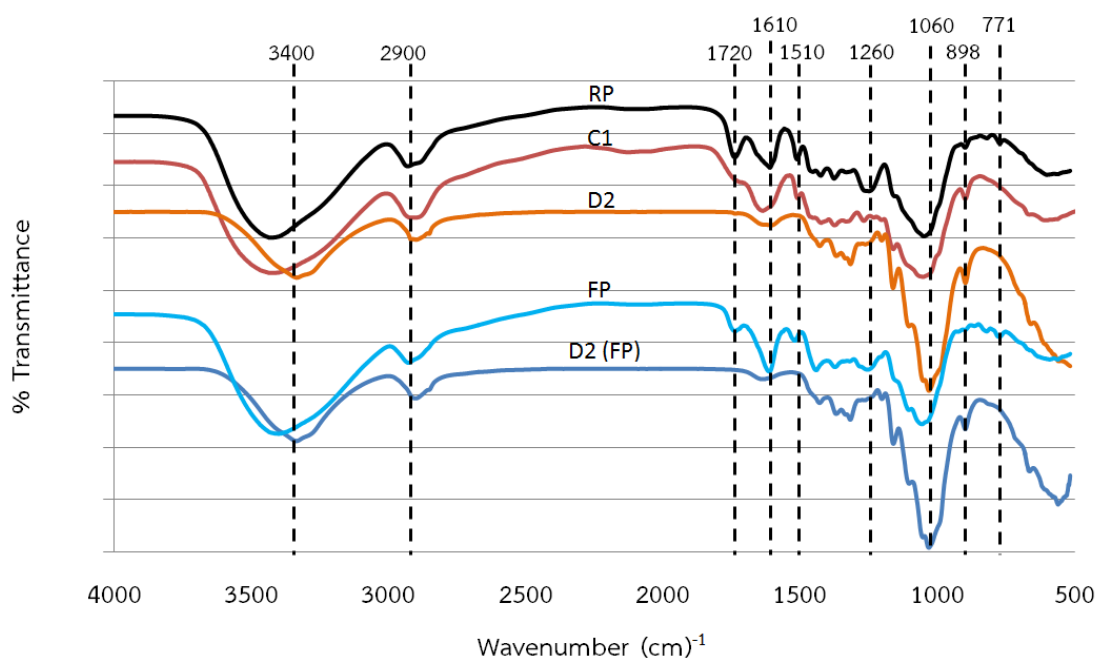


ตารางที่ 4.7 ผลการตรวจสอบพื้นผิวด้วย SEM ของเปลือกมะพร้าวอ่อนบดละเอียดก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส



ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยวิธี Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดเซลลูโลส (รูปที่ 4.6 และตารางที่ 2.3) ช่วยยืนยันผลการทดสอบ TGA ในตารางที่ 4.4 โดยเลขคลื่นที่อธิบายถึงการเปลี่ยนแปลงของลิกนินได้แก่ 1610 และ 1510 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นของวงอโรมาติกซึ่งมีเฉพาะในลิกนิน และ 771 cm^{-1} ซึ่งเป็นการยืดหดตัวออกจากระนาบของพันธะ C-H และเลขคลื่นของลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้แก่ 1720 cm^{-1} เป็นของการยืดตัวของพันธะ C=O ซึ่งไม่พบในเซลลูโลส และ 1260 cm^{-1} คือยอดคลื่นกว้างของการหดตัวของพันธะ C-O ของลิกนินและเฮมิเซลลูโลส เมื่อเปรียบเทียบตัวอย่างทั้งหมดพบว่าตัวอย่าง RP และ FP มีจุดยอดการดูดกลืนที่เลขคลื่นทั้งหมดที่เกี่ยวข้องกับลิกนิน และลิกนินและเฮมิเซลลูโลส แต่ในตัวอย่าง D2 และ D2 (FP) กลับไม่พบจุดยอดที่เลขคลื่น 1720 1510 และ 771 cm^{-1} และพบการดูดกลืนที่ลดลงของจุดยอดที่เลขคลื่น 1610 และ 1260 cm^{-1} ส่วนตัวอย่าง C1 ไม่พบจุดยอดที่เลขคลื่น 771 cm^{-1} ส่วนที่เลขคลื่นอื่นที่เกี่ยวข้องกับลิกนิน และลิกนินและเฮมิเซลลูโลสถึงแม้จะมีการดูดกลืนที่ลดลงจากเดิมแต่พบการดูดกลืนที่บริเวณเลขคลื่น 1720 1610 1510 และ 1260 cm^{-1} ทั้งหมด ซึ่งทำให้เห็นถึงปริมาณของลิกนินและเฮมิเซลลูโลสที่ลดลงในตัวอย่าง C1 แต่ก็ยังมีปริมาณมากกว่าตัวอย่าง D2 ซึ่งการพบเลขคลื่นดังกล่าวนี้ตรงกับกรายงานของ Rosa และคณะ (2010) ที่พบการดูดกลืนที่ลดลงของยอดคลื่นที่เลขคลื่น 1720 1610 1510 และ 1266 cm^{-1} หลังการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวเช่นเดียวกัน

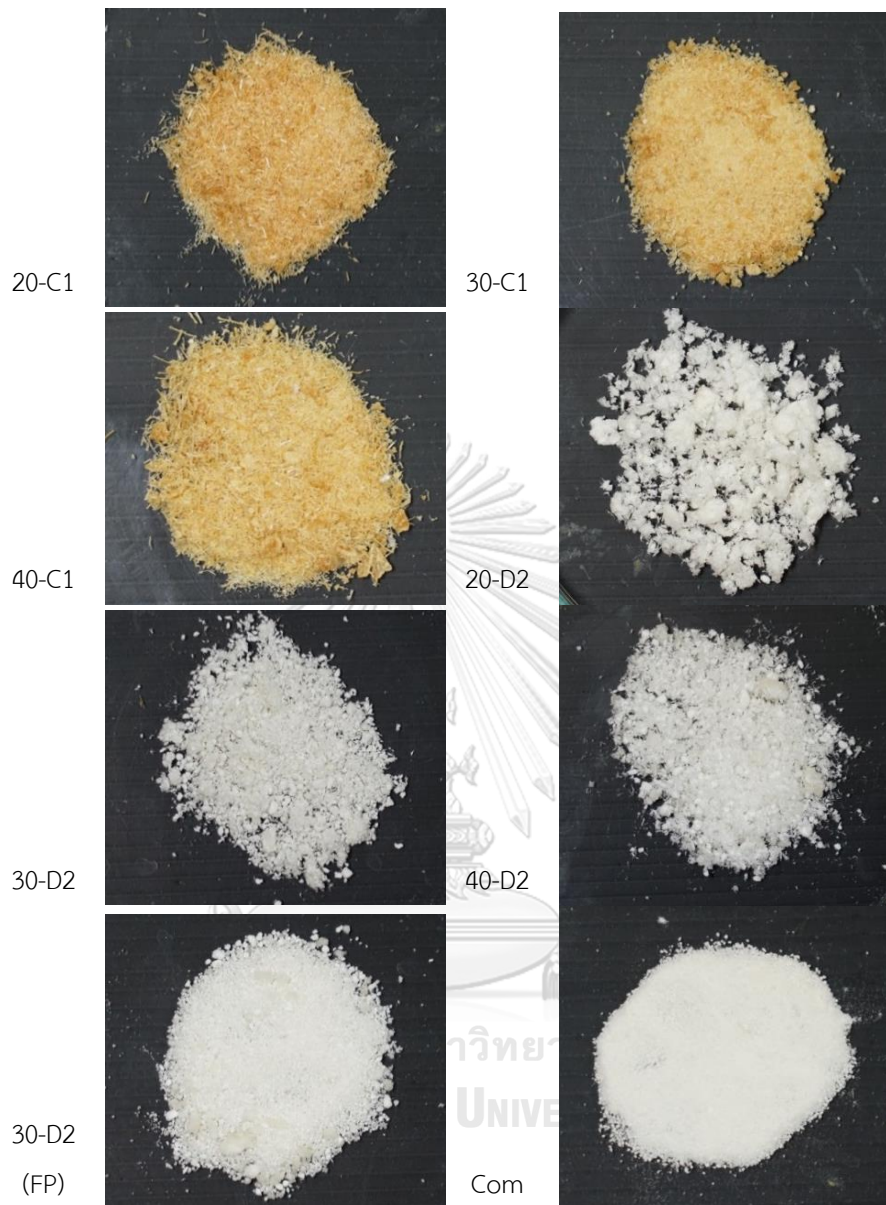
เลขคลื่นที่บอถึงการดูดกลืนของเซลลูโลสได้แก่ 1060 cm^{-1} ซึ่งเป็นยอดคลื่นแหลมของการยืดหดตัวของพันธะ C-O ที่มี และ 898 cm^{-1} ซึ่งเป็นการดูดกลืนของ C¹ บนวงกลูโคสที่เชื่อมระหว่างโมเลกุลน้ำตาลด้วยพันธะเบต้า-ไกลโคซิดิก ตัวอย่าง D2 และ D2 (FP) มีจุดยอดเลื่อนเข้าหาเลขคลื่นดังกล่าวมากกว่าตัวอย่าง RP C1 และ FP เป็นผลมาจากการที่มีปริมาณของเซลลูโลสเพิ่มขึ้น ทำให้ยอดคลื่นที่เลขคลื่นดังกล่าวสามารถเห็นได้ชัดเจนยิ่งขึ้น เหมือนกับรายงานของ Johar และคณะ (2012) เมื่อทำการสกัดเซลลูโลสจากฟางข้าวพบว่าจุดยอดของเลขคลื่นเมื่อเปรียบเทียบกับก่อนการสกัดมีค่าใกล้เคียงมากขึ้นหรือเท่ากับ 1060 และ 898 cm^{-1}



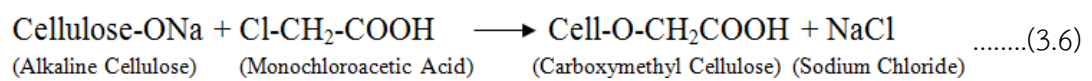
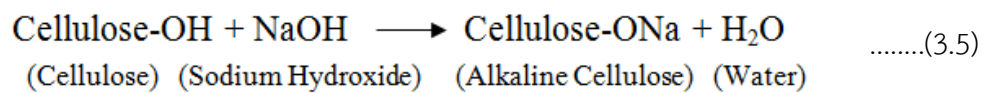
รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์ FTIR แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและเลขคลื่นของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการสกัด (RP และ FP) และหลังการสกัดเซลลูโลส (C1 D2 และ D2 (FP))

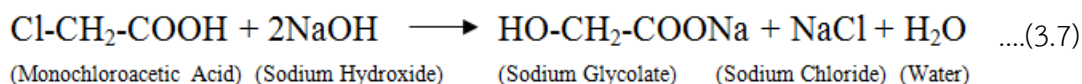
4.2 การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

เซลลูโลส C1 และ D2 ถูกนำมาสังเคราะห์ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน ลักษณะของ CMC ที่ได้มีสีคล้ายกับเซลลูโลสที่เป็นสารตั้งต้นแต่มีสีเหลืองเข้มขึ้น (รูปที่ 4.7) ตัวอย่าง 20-C1 และ 20-D2 ใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ ในการสังเคราะห์ ทั้งสองตัวอย่างมีลักษณะใกล้เคียงกับเซลลูโลสตั้งต้นมากกว่าตัวอย่างที่ใช้ความเข้มข้น 30-40 เปอร์เซ็นต์ ตัวอย่าง 20-C1 สามารถเห็นความเป็นเส้นใยได้อย่างเด่นชัดมากกว่า และตัวอย่าง 20-D2 มีความขาวและความเป็นขุยใกล้เคียงกับเซลลูโลสตั้งต้นมากกว่าแสดงให้เห็นถึงปริมาณ NaOH ที่น้อยเกินไปทำให้การเกิดปฏิกิริยาของการเปลี่ยนเซลลูโลสเป็นอัลคาไลน์เซลลูโลสตามสมการที่ 3.5 ไม่สมบูรณ์ (Adinugraha และคณะ, 2005)



รูปที่ 4.7 CMC ที่สังเคราะห์โดยใช้เซลลูโลสสูตร C1 D2 และ D2(FP) ด้วยความเข้มข้นสารละลาย NaOH ต่างๆ และ CMC การค้าเกรดห้องปฏิบัติการ (Com)



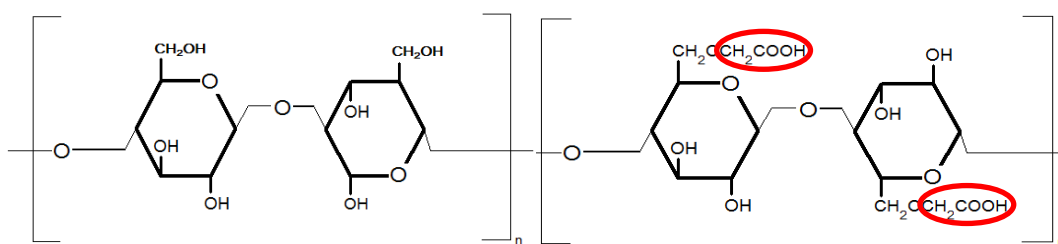


ก. สมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

เซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบละเอียด D2 (FP) ถูกสังเคราะห์เป็น CMC ด้วยสถานะของ 30-D2 เนื่องจากตัวอย่าง 30-D2 มีค่า DS และความหนืดปรากฏ (ตารางที่ 4.8) สูงกว่า 20-D2 และ 40-D2 และมีค่าร้อยละผลได้และร้อยละการละลาย (ตารางที่ 4.8) ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับตัวอย่าง 40-D2

จากตารางที่ 4.8 ค่าร้อยละผลได้ของ CMC ที่สังเคราะห์จากเซลลูโลส C1 และ D2 มีแนวโน้มไปในทางเดียวกันคือเมื่อเพิ่มความเข้มข้นสารละลาย NaOH ค่าร้อยละผลได้มีค่าเพิ่มขึ้น ตัวอย่างที่ใช้ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ และ 40 เปอร์เซ็นต์ (30-C1 40-C1 30-D2 และ 40-D2) ค่าเฉลี่ยร้อยละผลได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นแต่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ CMC จากเซลลูโลสผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดละเอียด (30-D2 (FP)) มีค่าเฉลี่ยร้อยละผลได้น้อยกว่า 30-D2 แต่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ สาเหตุที่ร้อยละผลได้ของทุกตัวอย่างมากกว่า 100 เนื่องจากการคำนวณร้อยละผลได้คำนวณเทียบกับสารตั้งต้นคือ เซลลูโลส แต่ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาการสังเคราะห์ CMC จากสารตั้งต้นคือเซลลูโลสและกรดโมโนคลอโรอะซิติก (Monochloroacetic acid, MCA) โดยเซลลูโลสถูกทำให้เป็นอัลคาไลน์เซลลูโลสตามสมการ 3.5 และอัลคาไลน์เซลลูโลสถูกเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันตามสมการ 3.6 ทำให้มวลโมเลกุลของ CMC น้อยกว่ามวลโมเลกุลของเซลลูโลส (รูปที่ 2.5)

ค่าร้อยละการละลายของสารละลาย CMC ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) มีแนวโน้มเดียวกับค่าร้อยละผลได้คือเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ค่าเฉลี่ยร้อยละการละลาย เพิ่มขึ้น แต่ในส่วนของตัวอย่าง CMC จากเซลลูโลส C1 ค่าเฉลี่ยร้อยละการละลายทั้งหมดไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ส่วน CMC จากเซลลูโลส D2 ค่าเฉลี่ยร้อยละการละลาย ของ 30-D2 และ 40-D2 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ค่าเฉลี่ยร้อยละการละลาย ของ 30-D2 (FP) เมื่อเทียบกับของ 30-D2 มีแนวโน้มเดียวกับค่าร้อยละผลได้ นั่นคือค่าเฉลี่ยของ 30-D2 (FP) น้อยกว่า 30-D2 แต่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ค่าเฉลี่ยร้อยละการละลาย ของตัวอย่าง CMC ทางการค้า (Com) มีค่าสูงสุด แต่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับค่าเฉลี่ยของตัวอย่าง 30-D2 และ 40-D2



รูปที่ 2.5 โครงสร้างโมเลกุลเซลลูโลส (ซ้าย) และโครงสร้างโมเลกุลคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ที่ DS = 1.0 (ขวา) โดยในเส้นสีแดงคือหมู่ฟังก์ชันที่ถูกแทนที่

ค่า DS บ่งบอกระดับการแทนที่หมู่ไฮดรอกไซด์ (-OH) ด้วยหมู่คาร์บอกซีเมทิล (-CH₂COOH) บนเซลลูโลส เมื่อค่า DS มากแสดงถึงความสมบูรณ์ในการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ CMC และความสามารถในการละลายน้ำ การที่ค่า DS เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ NaOH จาก 20 เปอร์เซ็นต์ เป็น 30 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนที่ใช้สังเคราะห์ยังมีสิ่งเจือปนที่ไม่ละลายน้ำเช่นลิกนินประมาณ 22 เปอร์เซ็นต์ (C1) และ 20 เปอร์เซ็นต์ (D2) (ตารางที่ 4.4) NaOH บางส่วนจะทำปฏิกิริยากับสิ่งเจือปน ทำให้การเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกไซด์ของเซลลูโลสแล้วกลายเป็นอัลคาไลน์เซลลูโลส (-ONa) ตามสมการที่ 3.5 น้อยลง ค่า DS จึงน้อยตามไปด้วย เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 30 เปอร์เซ็นต์ ส่งผลให้ปฏิกิริยา 3.5 เกิดได้ดีขึ้นและค่า DS ที่ได้เพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นสูงขึ้นเป็น 40 เปอร์เซ็นต์ สารละลาย NaOH มีความเข้มข้นมากพอที่จะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับเซลลูโลส ทำให้ค่า DS ลดลง และอาจทำให้ปฏิกิริยาข้างเคียง (3.7) เกิดได้มากขึ้นด้วย ผลของการใช้ต่างความเข้มข้นต่างๆนี้สอดคล้องกับการรายงานของ Adinugraha และคณะ (2005) Pushpamalar และคณะ (2006) และ Rachtanapun และคณะ (2012)

ค่าความหนืดปรากฏที่แตกต่างกันของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนเกิดจากมวลโมเลกุลที่แตกต่างกัน มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) จากตารางที่ 4.9 ให้ผลสอดคล้องกับค่าความหนืดปรากฏที่ได้จากตารางที่ 4.7 นั่นคือตัวอย่าง CMC 40-C1 มีค่า M_w มากที่สุดและรองลงมาเป็น 30-D2 (FP) 30-D2 และ 40-D2 ตามลำดับ โดยค่า M_w มีค่าตั้งแต่ 3.2×10^5 จนถึง 9.1×10^5 ตาลตัน ความแตกต่างของความหนืดปรากฏของ CMC เกิดจากเซลลูโลสถูกเตรียมด้วยวิธีการต่างกันเซลลูโลส C1 ผ่านขั้นตอนที่สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้จากขั้นการต้มด้วยต่าง ส่วนเซลลูโลส D2 หลังจากผ่านขั้นตอนการต้มด้วยต่างแล้วต้องทำปฏิกิริยากับสารละลาย NaOH ความเข้มข้นต่ำอีก 2 ครั้งในขั้นตอนการกำจัดลิกนิน ทำให้ถูกไฮโดรไลซิสไปมากกว่า จึงทำให้ความหนืดของ CMC ที่มาจากเซลลูโลส C1 มากกว่า CMC จาก D2 ส่วนตัวอย่าง Com มีวัตถุประสงค์และกระบวนการสกัดและสังเคราะห์ที่แตกต่างกันจึงไม่สามารถเปรียบเทียบกับ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนได้

สารละลาย CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) มีค่าเฉลี่ยค่าพีเอชอยู่ในช่วง 6.45-6.82 ค่าที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับค่าเฉลี่ยพีเอชของตัวอย่าง Com ที่มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 6.73 มีเพียงตัวอย่าง 40-D1 และ 30-D2 (FP) ที่ค่าเฉลี่ยพีเอชแตกต่างกับตัวอย่าง Com อย่างมีนัยสำคัญ

จากรายงานของ Heinze และ Koschella (2005) DS ที่ใช้ในทางการค้ามีช่วงค่าประมาณ 0.4-1.5 และจาก The Dow Chemical Company (2015) ค่าความหนืดปรากฏในทางการค้ามีค่าตั้งแต่ 10-100,000 เซนติพอยส์ (ที่สถานะและความเข้มข้นของสารละลายที่กำหนด) ถึงแม้ CMC จากเซลลูโลสมะพร้าวอ่อนและ CMC การค้าที่ส่วนใหญ่มาจากฝ้าย มีค่าคุณสมบัติแตกต่างกันเนื่องจากลักษณะเซลลูโลสที่ใช้และกระบวนการสกัดและสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน แต่ตัวอย่าง CMC จากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนมีคุณสมบัติโดยรวมที่อยู่ในเกณฑ์ CMC ทางการค้า

เลือกตัวอย่าง CMC ที่สังเคราะห์จากเปลือกมะพร้าวอ่อนจากค่าการละลายที่มากที่สุดซึ่งสามารถบอกคุณภาพและความสมบูรณ์ในการทำปฏิกิริยาของ CMC ได้ เพื่อนำไปวิเคราะห์หามวลโมเลกุลเฉลี่ย สมบัติของฟิล์ม CMC และความปลอดภัยทางอาหาร แล้วนำไปผลิตสารเคลือบบริโภคได้ ดังนั้นจึงเลือกตัวอย่าง 40-C1 จากกลุ่มตัวอย่าง CMC จากเซลลูโลส C1 เลือกตัวอย่าง 30-D2 และ 40-D2 จากกลุ่มตัวอย่าง CMC จากเซลลูโลส D2 และเลือกตัวอย่าง 30-D2 (FP) จากเซลลูโลสที่มาจากผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดละเอียด

ตารางที่ 4.8 คุณสมบัติของของสารละลาย CMC ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ในน้ำรีเวอร์สออสโมซิส ที่อุณหภูมิเฉลี่ยในการวัดค่า 25.5 ± 0.5 องศาเซลเซียส ร้อยละผลได้จากการสังเคราะห์ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน และค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (DS) ของ CMC

Sample	1% CMC solution in RO water at 255.±0.5 °C			% Yield**	DS
	pH	% Dissolving	Apparent Viscosity (cP)		
20-C1	6.70.±502 ^a	55.55±11.49 ^{a, b}	5.72 ±0.03	114.80±2.78 ^a	0.29±0.003
30-C1	6.760.±01 ^a	77.05±2.57 ^a	147 ±0.6	139.70±10.97 ^b	0.81±0.005
40-C1	6.820.±03	82.54±11.29 ^{a, c}	81.3 ±1.40 ^a	141.97±7.91 ^b	0.74±0.003
20-D2	6.70.±502 ^a	45.68±6.71 ^b	2.53 ±0.38	111.20±3.96 ^a	0.97±0.000
30-D2	6.75±0.02 ^a	95.25±3.47 ^{c, d}	27.1 ±0.1	167.35±5.63 ^b	1.32±0.040
40-D2	6.45±0.27 ^{a, b}	97.71±1.49 ^d	13.15 ±0.32	168.00±5.09 ^b	1.25±0.010
30-D2(FP)	650.±0.03 ^b	85.13±5.31 ^c	79.3 ±1.2 ^a	159.65±5.70 ^b	1.37±0.030
Com*	6.730.±02 ^a	99.08±0.08 ^d	57.1 ±0.10	-	0.73±0.024

a, b, c, d

Statistically insignificant at P <0.05 in each column.

*Com is carboxymethylcellulose (medium viscosity from Sigma-Aldrich) made from cotton.

**Yield of CMC synthesis from young coconut husk.

ตารางที่ 4.9 มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (M_n) มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) มวลโมเลกุลเฉลี่ยโดยค่า Z (M_z) และการกระจายตัวของมวลโมเลกุล (Polydispersity) ของ CMC จากเซลล์ลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบ C1 และ D2 และ CMC การค้า

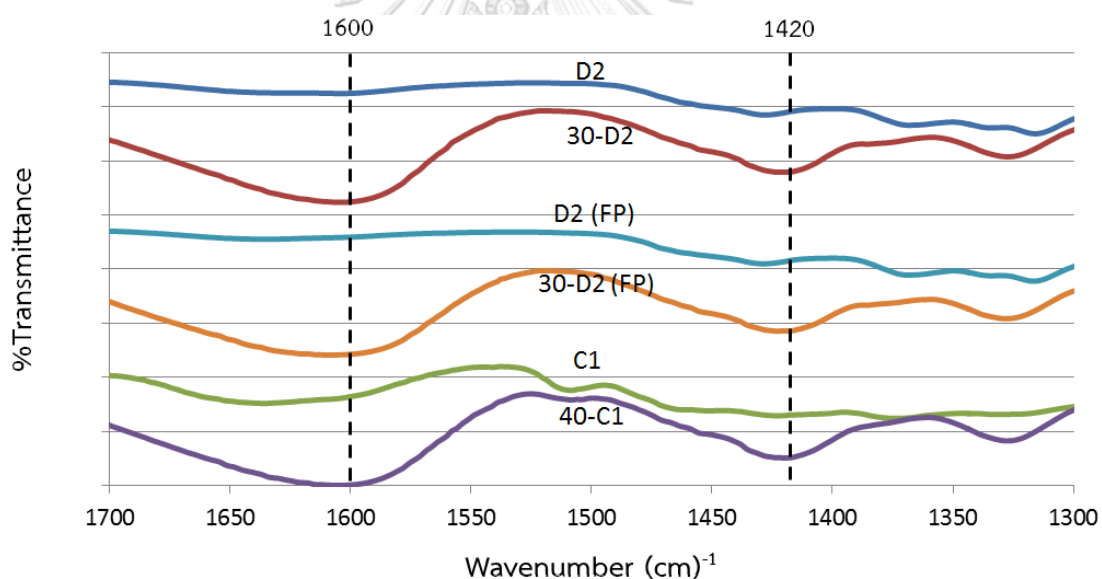
Sample	M _n * (Dalton)	M _w * (Dalton)	M _z * (Dalton)	Polydispersity*
Com	1.4 ×10 ⁵	8.6×10 ⁵	2.6 ×10 ⁶	6.0
30-D2	1.1×10 ⁵	3.9×10 ⁵	1.4×10 ⁵	3.5
40-D2	9.8×10 ⁴	3.2×10 ⁵	1.1×10 ⁵	3.2
40-C1	1.2×10 ⁵	9.1×10 ⁵	2.7×10 ⁶	7.7
30-D2 (FP)	1.9×10 ⁵	8.1×10 ⁵	2.1×10 ⁵	4.4

$$* M_n = \frac{\sum_{i=1}^{\alpha} MiNi}{\sum_{i=1}^{\alpha} Ni}, M_w = \frac{\sum_{i=1}^{\alpha} Mi^2Ni}{\sum_{i=1}^{\alpha} MiNi}, M_z = \frac{\sum_{i=1}^{\alpha} Mi^3Ni}{\sum_{i=1}^{\alpha} Mi^2Ni} \text{ and}$$

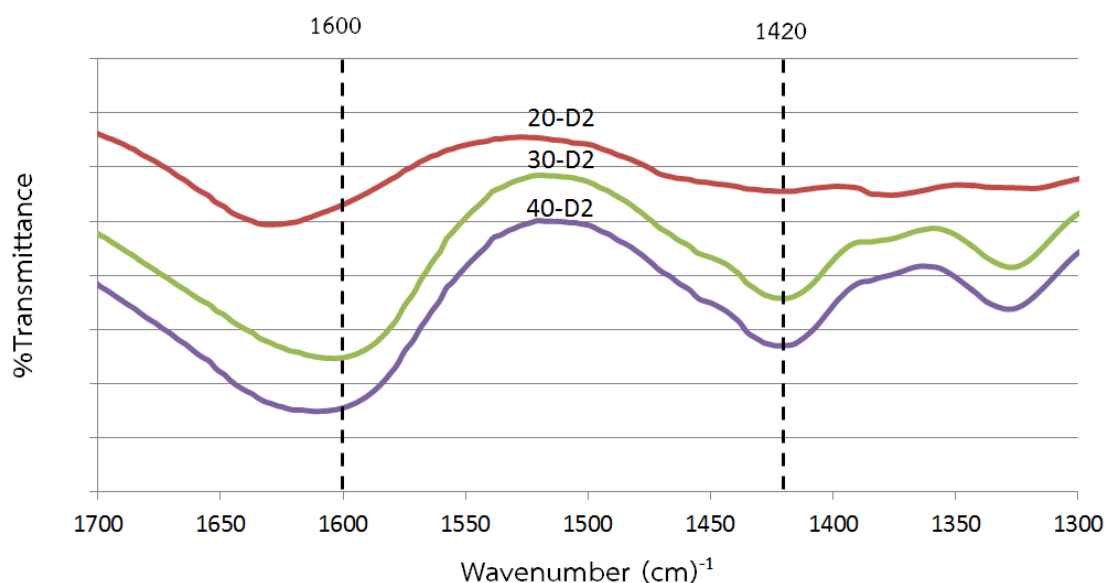
$$\text{Polydispersity} = \frac{M_w}{M_n};$$

Mi = Molecular weight and Ni = A number of polymer having Mi

ผลการวิเคราะห์ FTIR รูปที่ 4.8 และ 4.9 ตัวอย่างที่เป็น CMC (40-C1 30-D2 และ 30-D2 (FP)) มีการดูดกลืนที่บริเวณเลขคลื่น 1600 และ 1420 cm^{-1} ซึ่งเป็นเลขคลื่นที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซี (-COO) และเมทิล (-CH₂) ตามลำดับและตามตารางที่ 2.4 และจากรูปที่ 4.9 ตัวอย่างที่เป็นเซลลูโลสมีการดูดกลืนที่เลขคลื่นดังกล่าวน้อยกว่า ทั้งสองเลขคลื่นบ่งบอกถึงการปรากฏของหมู่คาร์บอกซีเมทิล (-CH₂COOH) แสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยากลายเป็น CMC ของเซลลูโลส และในรูป 4.10 เมื่อเปรียบเทียบตัวอย่าง CMC ที่สังเคราะห์จากเซลลูโลส D2 และสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20-40 เปอร์เซ็นต์ พบว่า 30-D2 และ 40-D2 มีค่าการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1600 และ 1420 cm^{-1} มากกว่าตัวอย่าง 20-D2 ค่าการดูดกลืนนี้สอดคล้องกับร้อยละผลได้ ร้อยละการละลาย DS และค่าความหนืดปรากฏเช่นกัน ซึ่งช่วยยืนยันโครงสร้างที่เปลี่ยนเป็น CMC ของเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน ซึ่งสอดคล้องกับรายงานการสังเคราะห์ CMC จากเปลือกทุเรียนของ Rachtanapun และคณะ (2012) และจากหัวปลีกล้วยของ Adinugraha และคณะ (2005)



รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อน (C1 D2 และ D2 (FP)) และหลังการสังเคราะห์ CMC (40-C1 30-D2 และ 30-D2 (FP))



รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของ CMC จากเซลลูโลส D2 ที่ถูกสังเคราะห์ด้วยสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 20-40 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร)

ข. สมบัติของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

รูปที่ 4.10 และตารางที่ 4.11 แสดงลักษณะของฟิล์ม CMC ฟิล์มทั้งหมดมีลักษณะแข็งและเปราะสักรงเกิดจากการที่เมื่อฟิล์มแห้งแล้วมีการบิดและงอตัวทำให้มีส่วนที่สะท้อนแสงกระจายบนฟิล์ม ทุกตัวอย่างไม่มีกลิ่น ด้านความขุ่นของฟิล์มมีเพียงตัวอย่าง Com และ 30-D2 เท่านั้นที่ฟิล์มมีลักษณะใส รองลงมาเป็น 30-D2 (FP) และฟิล์มของ 40-C1 และ 40-D2 มีความขุ่นมากที่สุด ส่วนความขรุขระของฟิล์มมีผลใกล้เคียงกับความใสของฟิล์มแต่ฟิล์มของ 40-C1 ขรุขระมากที่สุด ฟิล์มที่มีความโปร่งใสและความขรุขระมากที่สุดคือฟิล์มที่มาจากสารละลายที่มีค่าร้อยละการละลายน้อย (ตารางที่ 4.8) ซึ่งร้อยละการละลายที่น้อยกว่าแสดงถึงมีปริมาณสารเจือปนมากกว่า แต่มีเพียงตัวอย่าง 40-D2 ที่มีผลไม่สอดคล้องกันซึ่งจำเป็นต้องทำศึกษาต่อไป

อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (WVTR) และการซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) (ตารางที่ 4.10) ของ 40-D2 มีค่ามากที่สุดเนื่องจากมวลโมเลกุลของ 40-D2 มีค่าน้อยที่สุดจึงทำให้โมเลกุลของน้ำซึมผ่านไปได้ง่ายที่สุด อัตราการแพร่ผ่านของออกซิเจน (OTR) และเปอร์เซ็นต์การยึดตัวไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญในทุกตัวอย่าง การทนแรงดึงสูงสุดของ Com และ 30-D2 มีค่าใกล้เคียงกันและมากกว่าตัวอย่างอื่น เนื่องจากความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายจึงช่วยเพิ่มคุณสมบัติทางกลของฟิล์ม ส่วนในตัวอย่างอื่นฟิล์มของสารละลายยังมีลักษณะขุ่นบงบอกถึงความไม่เป็นเนื้อเดียวกันของฟิล์มทำให้การทนแรงดึงสูงสุดน้อยกว่าเนื่องฟิล์มที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะมีความมีเฟสแยกจากกันและกระจายแรงได้ไม่ตลอดแผ่นฟิล์มเช่นเหมือนฟิล์มที่เป็นเนื้อเดียวกัน และพบว่าการซึมผ่านของไอน้ำของ

ตัวอย่าง Com และ 30-D2 มีค่าใกล้เคียงกันเช่นกัน ถึงแม้มวลโมเลกุลเฉลี่ยและความหนืดของสารละลายจะแตกต่างกันแต่ต่างกันไม่มากพอที่จะส่งผลเมื่อ CMC ละลายเป็นเนื้อเดียวกันกับน้ำ

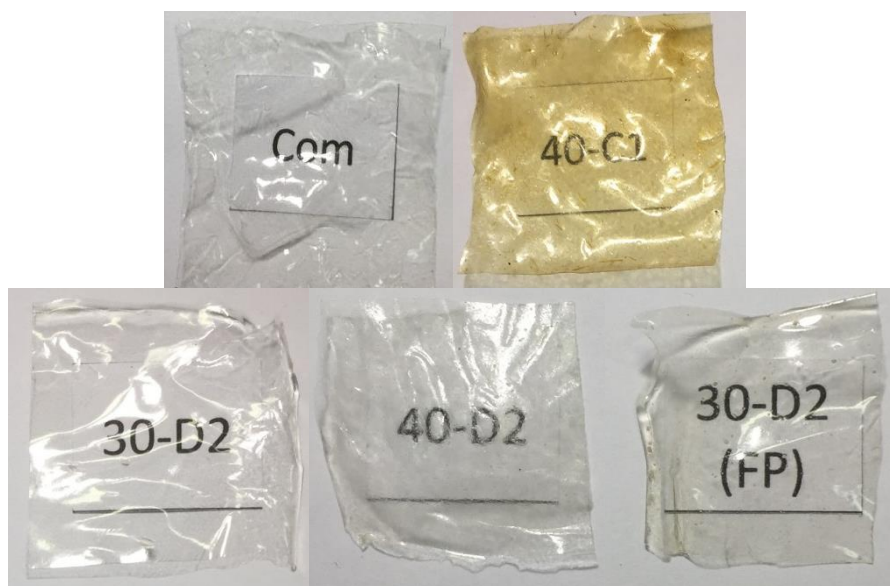
ตารางที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (WVTR) และการซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) อัตราการแพร่ผ่านของออกซิเจน (OTR) และสมบัติทางกลของฟิล์ม CMC จากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนและ CMC การค้า

Sample	WVTR (g/m ² ·day)	WVP (10 ⁵ g·m/ day·m ² ·Pa)	OTR (10 ⁷ g/day ·m·Pa)	OTR (cm ³ ·m/ day·m ² ·kPa)	Tensile Strength (MPa)	% Elongation at Break
Com	107.22±6.96 ^a	2.25±0.36 ^a	4.98±0.8 0	0.38±0.061	65.00±5.89 ^a	6.01±2.15
30-D2	160.62±54.60 ^a	2.77±0.90 ^{a,b}	4.43±1.0 5	0.34±0.080	66.44±5.93 ^a	7.34±1.79
40-D2	319.43±38.36	12.3±2.46	6.27±0.9 6	0.48±0.073	40.09±5.09 ^b	4.22±0.96
30-D2 (FP)	153.03±26.01 ^a	4.45±0.08 ^b	5.41±0.5 9	0.41±0.045	32.22±1.95 ^b	4.24±0.57
40-C1	50.17±15.30	1.05±0.34 ^a	5.95±0.5 5	0.45±0.042	37.20±9.55 ^b	5.50±2.51

^{a, b} Statistically insignificant at P < 0.05 in each column.

ตารางที่ 4.11 คะแนนการประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์ม CMC

Sample	Transparency	Odor	Roughness
Com	1	1	1
40-C1	3	1	5
30-D2	1	1	1
40-D2	3	1	4
30-D2 (FP)	2	1	2



รูปที่ 4.10 फिल्मคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

จากผลการวิเคราะห์สมบัติของ CMC และฟิล์มของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน เลือกตัวอย่าง CMC 30-D2 ไปทำการทดสอบความปลอดภัยทางอาหารและใช้สภาวะนี้ในการขยายขนาดการผลิต เนื่องจากตัวอย่าง 30-D2 มีค่าร้อยละการละลายไม่แตกต่างจากตัวอย่าง Com และสูงกว่าตัวอย่าง CMC จากเซลลูโลส C1 มีค่า DS และความหนืดปรากฏสูงสุดในกลุ่มตัวอย่างจากเซลลูโลส D2 มีคะแนนการประเมินลักษณะภาพของฟิล์มเหมือนกับตัวอย่างของฟิล์ม Com และมีค่า WVTR WVP OTR และสมบัติทางกลไม่แตกต่างกับตัวอย่างฟิล์ม Com อย่างมีนัยสำคัญ

จ. ปริมาณโลหะหนักและจุลินทรีย์ก่อโรค

เนื่องจากเราจะนำ CMC ไปใช้เป็นวัตถุเจือปนในอาหารดังนั้นจึงจำเป็นต้องตรวจสอบสารปนเปื้อนและจุลินทรีย์ก่อโรคตามมาตรฐานอาหารทั่วไป วัตถุเจือปนในอาหาร โดยอ้างอิงจากมาตรฐานตามตารางที่ 4.12 และ 4.13 และคำนึงโอกาสในการปนเปื้อนของสารปนเปื้อนต่างๆในระหว่างขั้นตอนการผลิต และจากตารางที่ 4.12 และ 4.13 CMC สังเคราะห์จากเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนมีค่าปริมาณโลหะหนักและปริมาณจุลินทรีย์ก่อโรคผ่านเกณฑ์มาตรฐาน

ตารางที่ 4.12 ปริมาณโลหะหนักใน CMC 30-D2

Heavy Metal	Result (mg/kg)	Standard (mg/kg)	Reference of
Arsenic (As)	Not detected (>0.34)	< 1	General Food (กระทรวงสาธารณสุข, 2529)
Lead (Pb)	0.39	< 2	
Iron (Fe)	21.01	< 100	Non-Soda Beverage from Codex No. 14.1.4.1 (กรมวิชาการเกษตร, 2556a)

ตารางที่ 4.13 ปริมาณเชื้อจุลินทรีย์ในสารละลายความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ของ CMC 30-D2 ที่ผ่านและไม่ผ่านการฆ่าเชื้อ

Test	Result		Standard of Food Additive	Reference
	Autoclaved	Not Autoclaved		
Total Plate Count	< 1 (cfu/ml)	140 (cfu/ml)	≤ 10,000 (cfu/g)	TISI No. 932-2533 (กรมวิชาการเกษตร, 2556b)
<i>E. coli</i>	Not Detected (in 0.1 ml)	Not Detected (in 0.1 ml)	Not Detected in 0.1 ml.	
<i>Salmonella</i> spp.	Not Detected (in 25 ml)	Not Detected (in 25 ml)	Not Detected in 25 ml.	
Yeast & Mold	< 10 (cfu/ml)	< 10 (cfu/ml)	≤ 100 (cfu/g)	

4.3 การขยายขนาดการผลิต

การขยายขนาดการผลิตจากขั้นการทดลองใช้ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนครั้งละ 10 กรัม ในขั้นตอนการต้มด้วยต่าง ขยายเพิ่มเป็นครั้งละ 1 กิโลกรัม ขั้นการกำจัดลิกนินจากครั้งละ 5 กรัม เพิ่มเป็นการทำครั้งละ 100 กรัม ขั้นการสังเคราะห์ CMC จากครั้งละ 5 กรัม เป็น 100-120 กรัม มีการปรับเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์ CMC ในช่วงการผสมกันระหว่างเซลลูโลส สารละลาย NaOH และไฮโซโพรพานอล จาก 1 ชั่วโมง เป็น 1.5 ชั่วโมง เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้มีค่าความหนืดปรากฏและค่า DS น้อยกว่าขั้นการทดลอง การขยายขนาดการผลิตทำให้ความสามารถในการผสม

ของระบบลดลง และการผสมอย่างสมบูรณ์ (well mixed) เป็นไปได้ยากขึ้นและต้องการเวลามากขึ้น คุณสมบัติของ CMC ที่ได้จากการขยายการผลิตขยายการผลิตยังมีความแตกต่างกับ CMC ในระดับการทดลอง แต่ขั้นตอนการผลิตสามารถทำซ้ำและได้ค่าคุณสมบัติของสารใกล้เคียงกับตัวอย่างที่ผลิตจากกระบวนการเดิม (ตารางที่ 4.14)

ตารางที่ 4.14 ร้อยละผลได้จากการผลิต เเปอร์เซ็นต์การละลายและค่าความหนืดปรากฏของ CMC แบบทดลอง (Lab) และแบบขยายการผลิต (6-11) ที่ความเข้มข้น 1 เเปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ทดสอบที่ 30 องศาเซลเซียส และ 25.0 ± 0.5 องศาเซลเซียส และค่า DS

Lot	% Yield	DS	1% CMC solution in RO water at 25.0 ± 0.5 °C		Note
			Apparent Viscosity (cP)	% Dissolving	
Lab	167.35	1.32 ± 0.040	27.1 ± 0.1	95.25 ± 3.47	Lab Scale (30-D2)
1	154.17	0.69 ± 0.016	10.2 ± 0.06	73.33 ± 3.33	1-h alkalization
6	150.00	0.80 ± 0.017	55.6 ± 0.76	77.78 ± 1.92	1.5-h alkalization
7	145.83	0.8 ± 10.018	$0 \pm 51.3.52$	$79.232 \pm .24$	
8	156.67	0.82 ± 0.015	58.6 ± 0.61	79.49 ± 2.53	
9	150.00	0.77 ± 0.033	$44. \pm 10.51$	78.06 ± 1.16	
10	153.33	0.79 ± 0.017	$50. \pm 50.32$	79.48 ± 2.22	
11	155.83	0.80 ± 0.018	$53. \pm 10.85$	77.94 ± 1.21	

คำนวณต้นทุนวัตถุดิบ ค่าน้ำ และค่าไฟในการผลิต CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนแบบหยาบครึ่งละ 1 กิโลกรัม ในภาคผนวก ข ต้นทุนที่ได้ประมาณ 8,300 บาทต่อกิโลกรัม ซึ่งเป็นราคาที่ยังไม่นับรวมค่าใช้จ่ายในการผลิตอื่นๆเช่น ค่าแรง ค่าขนส่ง และค่าการตลาด เป็นต้น การขยายขนาดการผลิตนี้เป็นการผลิตระดับเล็กและสารที่ใช้ในขั้นตอนการผลิตบางอย่างเช่นแอลกอฮอล์ที่ใช้ล้าง CMC ในขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ จึงยังไม่สามารถเทียบกับราคา CMC ในตลาดปัจจุบันที่แสดงในตารางที่ 4.15 ได้

ตารางที่ 4.15 ราคาและคุณสมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเกรดต่างๆในระดับการค้า

Product Name	Usage and Property	Origin Country	Price (Thai baht/kg.)	Reference
Sodium Carboxymethyl Cellulose Sodium (CMC)	Viscosity of 2200-3000 cP	China	97.39 ¹ (Whole Sale > 1 ton)	(Zauba, 2017)
CMC (Carboxy Methyl Cellulose) (สารทำให้ข้น : (500g	Food Grade	China	368.00	(เคมีภัณฑ์, 2017)
Sodium carboxymethyl cellulose CMC viscosity thickening stabilizer 500g / Bag	Food Grade, Viscosity Thickening, 200-300 cP (1% w/v)	China	3203.52 ²	(Aliexpress, 2017) □
C4888 SIGMA Carboxymethylcellulose sodium salt Medium viscosity	Lab Grade, 400-800 cP (2% w/v)	USA	22,000.00 ²	(Sigma-Aldrich, 2017) □

¹ Indicated that 1 INR equals 34.08 THB. ² Indicated that 1 USD equals 34.08 THB.

4.4 การพัฒนาสารเคลือบบริโภาคได้จากคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน

ก. สมบัติของสารเคลือบบริโภาคได้

CMC สูตรที่ 40-C1 30-D2 40-D2 และ 30-D2 (FP) รวมถึง CMC การค้าเกรดห้องปฏิบัติการ (Com) ถูกนำมาทดสอบผลิตสารเคลือบบริโภาคได้ โดยมีสูตรโคโตซานและเจลาติน (RediFresh) จากรายงานของอภิตา และคณะ (2551) เป็นสูตรต้นแบบ

รูป 4.11 แสดงลักษณะภายนอกของสารละลายที่มีความคล้ายกันเนื่องจากมีปริมาณองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นโคโตซานและกรดซิตริกเหมือนกัน แต่เนื่องจาก 40C1-2 30D2-2 และ 30D2(FP)-2 มีปริมาณ CMC มากและอาจจะเกิดการจับตัวกับโคโตซานได้เป็นสารละลายสีเหลืองขุ่น ทั้งนี้เนื่องจากที่สภาวะสารละลายของสารเคลือบบริโภาคได้มีค่าพีเอชอยู่ในช่วงประมาณ 2.3-2.5 CMC เมื่อละลายแล้วมีสภาพเป็นแอนไอออน ส่วนโคโตซานเมื่อละลายแล้วจะมีลักษณะเป็นแคทไอออนจึงทำให้เกิดการจับตัวกันและเกิดเป็นอนุภาคสีขาวขุ่นได้ ดังนั้นจึงไม่ศึกษาตัวอย่างดังกล่าวต่อเนื่องจากสารละลายไม่เป็นเนื้อเดียวกัน

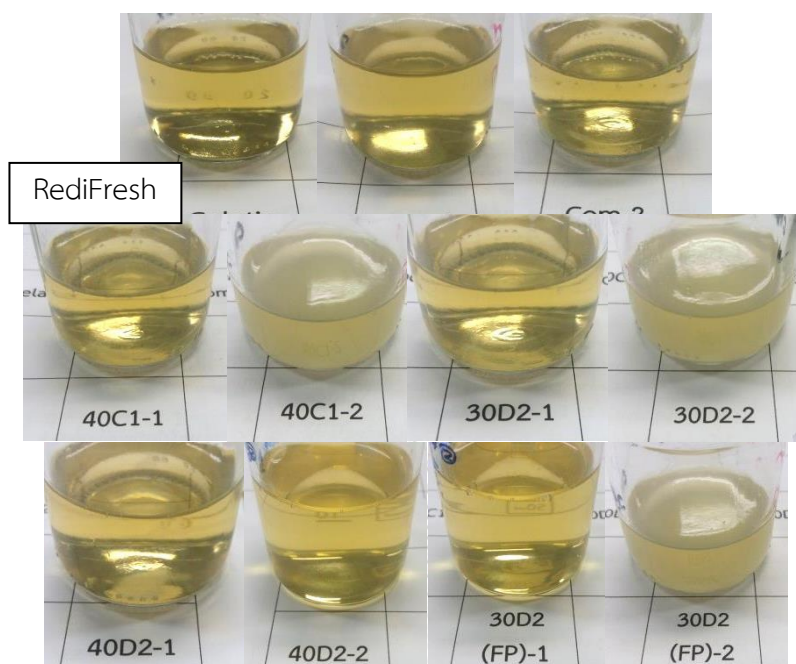
ตารางที่ 4.16 เปรียบเทียบสารละลายที่ใช้ CMC ชนิดเดียวกัน เมื่อปริมาณ CMC เพิ่มขึ้น ความหนืดปรากฏของสารเคลือบก็เพิ่มขึ้นเช่นกัน แต่ในกรณีของสูตร RediFresh ถึงแม้จะมีปริมาณของแข็งละลายน้ำมากกว่าสูตรอื่นแต่เนื่องจากวัตถุดิบที่ใช้แตกต่างกันโดยในสูตร RediFresh มีซอร์บิทอลซึ่งช่วยเพิ่มความหนืดให้กับสารละลาย ดังนั้นค่าความหนืดที่ได้จึงแตกต่างกันไม่ขึ้นอยู่กับแค่ปริมาณของแข็งละลายน้ำ และเมื่อเปรียบเทียบเฉพาะตัวอย่างที่ใช้ CMC สารเคลือบที่ใช้ CMC สูตรที่มีมวลโมเลกุลน้อยค่าความหนืดปรากฏของสารเคลือบก็น้อยตามไปด้วย

สารเคลือบสูตร CMC ที่มีค่าความหนืดปรากฏใกล้เคียงกับสูตร RediFresh ที่สุดได้แก่ 30D2(FP)-1 40D2-1 และ 40D2-2 ส่วนสูตรสารเคลือบที่ใช้ CMC สูตร 30-D2 ซึ่งมีสมบัติของฟิล์ม CMC ใกล้เคียงกับ CMC การค้า (Com) มากที่สุด เมื่อถูกผสมเป็นสารเคลือบบริโภาคได้ค่าความหนืดปรากฏที่ได้ยังคงใกล้เคียงกันกับ CMC การค้ามากที่สุดเมื่อเทียบกับปริมาณ CMC ที่ใช้ของแต่ละตัวอย่าง

ตารางที่ 4.16 ลักษณะปรากฏ สีเอช และความหนืดปรากฏของสารเคลือบบริโคมได้ที่อุณหภูมิ 25.5±0.5 องศาเซลเซียส

Sample	Appearance	pH	Apparent Viscosity (cP)
RediFresh	Clear	2.42±0.01	14.9±0.6 ^a
Com-1	Clear	2.43±0.01	18.6±0.4 ^b
Com-2	Clear	2.45±0.01	20.0±0.8 ^b
40C1-1	Clear	2.28±0.02	21.6±0.2
40C1-2	Opaque	-	-
30D2-1	Clear	2.28±0.01	18.9±0.5 ^b
30D2-2	Opaque	-	-
30D2(FP)-1	Clear	2.31±0.01	16.6±0.4 ^a
30D2(FP)-2	Opaque	-	-
40D2-1	Clear	2.29±0.02	15.6±0.2 ^a
40D2-2	Clear	2.31±0.01	16.2±0.1 ^a

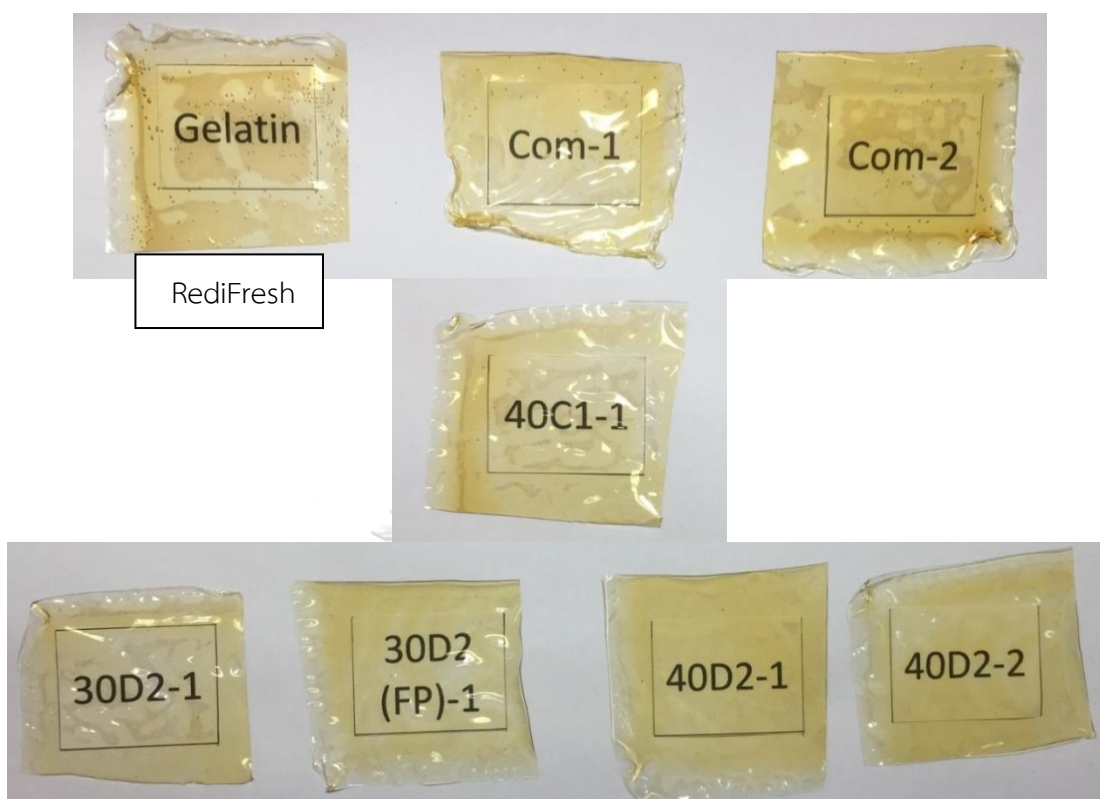
^{a, b} Statistically insignificant at P <0.05.



รูปที่ 4.11 สารเคลือบบริโภาคได้ทุกสูตร

ข. สมบัติของฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้

รูปที่ 4.12 และตารางที่ 4.17 ลักษณะปรากฏของฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้ไม่มีความแตกต่างกันเนื่องจากมีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นโคโตะซานและกรดซิตริกเหมือนกัน และเมื่อตัดเฉพาะสูตรที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันจึงทำให้ความแตกต่างของฟิล์มมีน้อย แต่สิ่งที่แตกต่างชัดเจนคือความเหนียวติดมือของสารเคลือบสูตร RediFresh ที่มีค่าน้อยกว่าสูตรอื่นๆ นั่นคือสูตร RediFresh มีความเหนียวติดมือเมื่อทำการบีบ แต่สูตร CMC มีความเหนียวติดมือเมื่อหยิบจับ เนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้แตกต่างกัน และเนื่องจากปริมาณ CMC (0.005-0.25 เปอร์เซ็นต์) ที่ใส่นั้นมีปริมาณน้อยกว่าเจลาติน (2 เปอร์เซ็นต์) มากดังนั้นปริมาณสารที่ช่วยทำให้ฟิล์มมีความแข็งแรงลดลงจึงทำให้ความคงตัวของฟิล์มลดลง



รูปที่ 4.12 फिल्मสารเคลือบบริโภคได้

จากตารางที่ 4.18 คุณสมบัติของสูตร RediFresh ต้นแบบจากรายงานของอภิธา และคณะ (2551) มีค่าการซึมผ่านไอน้ำ (WVP) ประมาณ 3.4×10^{-5} กรัม-เมตร/วัน-เมตร²-ปาสคาล การแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (OTR) เท่ากับ 9.89 ซม³-เมตร/วัน-เมตร²-กิโลปาสคาล ค่าทนแรงดึงสูงสุดประมาณ 10 เมกะปาสคาล และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ คุณสมบัติที่ได้จากงานวิจัยครั้งนี้ที่เตรียมโดยใช้โคโตะซานจากแหล่งที่มีความแตกต่างกัน (95 เปอร์เซ็นต์ DD เท่ากัน และในงานวิจัยนี้ใช้โคโตะซานมวลโมเลกุล 220 กิโลดาลตัน แต่ไม่ทราบมวลโมเลกุลจากงานของอภิธา และคณะ (2551)) ได้ค่า WVP 0.93×10^{-5} กรัม-เมตร/วัน-เมตร²-ปาสคาล OTR เท่ากับ 0.70 ซม³-เมตร/วัน-เมตร²-กิโลปาสคาล ค่าทนแรงดึงสูงสุด 2.91 เมกะปาสคาล และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว 79.21 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งค่าคุณสมบัติทั้งหมดแตกต่างกันทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากโคโตะซานที่มาจากต่างบริษัทกัน

จากตารางที่ 4.18 WVP มีค่าไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญในบางกลุ่มตัวอย่าง ส่วนเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของฟิล์ม มีค่าไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญในทุกตัวอย่าง โดยในส่วนของ WVP ตัวอย่าง 40C1-1 มีค่าเฉลี่ยสูงสุดที่ 10.50 กรัม-เมตร/วัน-เมตร²-ปาสคาล ค่า OTR ของทุกตัวอย่างอยู่ในช่วงประมาณ 9×10^{-7} - 17×10^{-7} กรัม/วัน-เมตร-ปาสคาล ยกเว้น 40C1-1 ที่มีค่าสูงกว่าประมาณ 2.6 เท่า ค่าทนแรงดึงสูงสุดของทุกตัวอย่างอยู่ในช่วงประมาณ 1.6-2.9 เมกะปาสคาล และ

เปอร์เซ็นต์การยึดตัวของตัวอย่างอยู่ในช่วงประมาณ 57-83 เปอร์เซ็นต์ โดยมีค่าของตัวอย่าง 40C1-1 ที่ถึงแม้จะไม่แตกต่างกับตัวอย่างอื่นอย่างมีนัยสำคัญ แต่มีค่าเฉลี่ยน้อยที่สุดที่ 1.65 เมกะปาสคาล และ 66.92 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เป็นเพราะปริมาณ CMC ของสูตร 40C1-1 มีเพียง 0.005 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ซึ่ง CMC เป็นตัวช่วยให้ฟิล์มสารเคลือบมีความแข็งแรงมากขึ้นและความหนาแน่น ดังนั้นเมื่อมีปริมาณ CMC น้อยจึงทำให้สมบัติการแพร่ผ่านมีค่ามาก และคุณสมบัติทางกลมีค่าน้อย

ตารางที่ 4.17 คะแนนการประเมินลักษณะปรากฏของฟิล์มสารเคลือบปริโกคได้

Sample	Color Intensity	Transparency	Odor	Stickiness
RediFresh	3	2	2	3
Com-1	3	2	2	4
Com-2	3	2	2	4
40C1-1	3	2	2	4
30D2-1	3	2	2	4
30D2(FP)-1	3	2	2	4
40D2-1	3	2	2	4
40D2-2	3	2	2	4

ตารางที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์ WVP OTR และสมบัติทางกลของฟิล์มสารเคลือบบริโภาคได้

Sample	Permeability			Mechanical Property	
	WVP (10^5 g·m/ day·m ² ·Pa)	OTR (10^7 g/ day·m·Pa)	OTR (cm ³ ·m/ day·m ² ·kPa)	Tensile Strength (MPa)	% Elongation at Break
RediFresh (อภิตา และ คณะ, 2551)	3.4	N/A	9.89	10	50
RediFresh	0.93±0.41 ^{a,b}	9.17±0.06	0.70±0.005	2.91±0.36 ^a	79.21±6.43 ^a
Com-1	3.49±0.94 ^c	17.35±0.11	1.33±0.008	2.00±0.20 ^{b,c}	76.25±7.99 ^a
Com-2	1.52±0.70 ^{a,b,c}	15.90±0.04	1.22±0.003	2.12±0.39 ^{b,c}	79.21±7.43 ^a
40C1-1	10.50±4.05 ^d	43.70±0.02	3.30±0.002	1.63±0.13 ^b	57.09±11.40 ^a
30D2-1	0.50±0.13 ^a	13.40±0.07 ^a	1.02±0.005 ^a	2.68±0.14 ^a	74.90±4.69 ^a
30D2(FP)-1	1.87±0.59 ^{b,c}	14.50±0.08	1.11±0.006	1.98±0.30 ^{b,c}	76.57±8.14 ^a
40D2-1	4.51±1.69 ^{a,c,d}	13.58±0.07 ^a	1.04±0.005 ^a	2.24±0.26 ^c	75.84±8.84 ^a
40D2-2	3.76±0.97 ^{a,c,d}	12.90±0.06	0.99±0.005	2.32±0.5 ^c	74.99±9.24 ^a

a-d Statistically insignificant at P <0.05 in each column.

เนื่องจากเป้าหมายในการพัฒนาสูตรสารเคลือบบริโภาคได้คือเพื่อแทนที่สูตรต้นแบบหรือสูตร RediFresh (อภิตา และคณะ, 2551) ซึ่งได้มีการพิสูจน์แล้วว่าเป็นสูตรที่มีลักษณะปรากฏคุณสมบัติในการซึมผ่านของไอน้ำและการแพร่ของแก๊สออกซิเจนและคุณสมบัติทางกลที่เหมาะสมในการยืดอายุการเก็บรักษาส้มโอตัดแต่งสด ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีความเห็นว่าสูตร Com-1 40D2-1 และ 40D2-2 มีค่าการซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) ใกล้เคียงกับสูตรต้นแบบมากที่สุด ซึ่งค่าการซึมผ่านของไอน้ำมีความสำคัญในการลดการคายน้ำของผลไม้ ลดน้ำหนักที่สูญเสียบetweenการเก็บรักษาและชะลอการสุกของผลไม้ตัดแต่งสดได้ หรือสูตร 40C1-1 มีค่าการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (OTR) ใกล้เคียงสูตรต้นแบบมากที่สุด การเคลือบเนื้อผลไม้ตัดแต่งสดเป็นการปรับปรุงบรรยากาศเพื่อชะลอการหายใจซึ่งจะช่วยการยืดอายุผลไม้ตัดแต่งสดได้ อย่างไรก็ตามฟิล์มที่ใช้ต้องยอมให้ออกซิเจนผ่านได้เหมาะสมเพื่อป้องกันการหายใจแบบไม่ใช้ออกซิเจนซึ่งจะมีผลต่อกลิ่นและรสของผลไม้ (จริงแท้ ศิริพานิช, 2549) ดังนั้นจำเป็นต้องมีการทดสอบสูตรสารเคลือบเหล่านี้กับผลไม้ตัดแต่งสดเพื่อหาสูตรที่เหมาะสมต่อไป

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (carboxymethylcellulose, CMC) จากเปลือกมะพร้าวอ่อนเพื่อประยุกต์ใช้เป็นฟิล์มเคลือบบริโภคได้ มีขั้นตอนที่เหมาะสมดังนี้ นำเปลือกมะพร้าวอ่อนของมะพร้าวน้ำหอมซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรมาลอกเปลือกส่วนเขียวออก ล้างในสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ความเข้มข้น 200 พีพีเอ็ม หั่น อบแห้ง บด และคัดด้วยตะแกรงขนาด 60 เมช ได้ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบดหยาบ (rough powder, RP) และบดละเอียด (fine powder, FP) RP มีขนาดเฉลี่ย 480.27 ไมโครเมตร มีองค์ประกอบทางเคมีได้แก่ extractives 10.25 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักแห้ง) พอลิแซ็กคาไรด์ 45.77 เปอร์เซ็นต์ ลิกนิน 35.32 เปอร์เซ็นต์ ความชื้น 6.20 เปอร์เซ็นต์ และเถ้า 2.46 เปอร์เซ็นต์

ผงเปลือกมะพร้าวอ่อนถูกสกัดด้วยขั้นตอนการต้มและปั่นกวนด้วยสารละลายต่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) โดยมีอัตราส่วนผงเปลือกมะพร้าวอ่อน 1 กรัม ต่อสารละลาย 10 มิลลิลิตร ทำการสกัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วตัวอย่างถูกรองและล้างด้วยน้ำปริมาณมาก ต่อจากนั้นเยื่อเปลือกมะพร้าวอ่อนถูกนำไปกำจัดลิกนินในสารละลายโซเดียมคลอไรท์ (NaClO_2) (NaClO_2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) พีเอช 4 ที่ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้เยื่อ 1 กรัม ต่อสารละลาย 30 มิลลิลิตร กรองและล้างด้วยน้ำเปล่า) สลับกับสารละลาย NaOH (NaOH ความเข้มข้น 0.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) โดยใช้เยื่อ 1 กรัม ต่อสารละลาย 20 มิลลิลิตร ที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที กรองและล้างด้วยน้ำเปล่า) แบบ $\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2/\text{NaOH}/\text{NaClO}_2/\text{NaClO}_2$ เยื่อมะพร้าวอ่อนที่ได้ถูกทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze dry) เป็นเวลา 72 ชั่วโมง พบว่าเยื่อมะพร้าวอ่อนบดหยาบที่ผ่านการสกัดในขั้นตอนนี้มีผลได้ร้อยละ 21.87 โดยน้ำหนัก และประกอบด้วย พอลิแซ็กคาไรด์ 71.07 เปอร์เซ็นต์ ลิกนิน 20.15 เปอร์เซ็นต์ ความชื้น 6.20 เปอร์เซ็นต์ และเถ้า 2.58 เปอร์เซ็นต์ ตัวอย่างจากขั้นตอนนี้ถือว่าเป็นเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนที่จะถูกนำไปสังเคราะห์เป็น CMC ต่อไปโดยใช้ตัวอย่าง 5 กรัม ทำปฏิกิริยาในสารละลายผสมระหว่าง NaOH ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 17 มล. และไอโซโพรพานอลปริมาตร 150 มล. เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง ก่อนเติมกรดโมโนคลอโรอะซิติก 6 กรัม แล้วผสมต่ออีก 1 ชั่วโมง 30 นาที ที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปบ่มต่อที่ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังการทำปฏิกิริยา มีการกำจัดสิ่งเจือปนโดยการล้างผลิตภัณฑ์ในเมทานอลความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อ

ปริมาตร) ปรับพีเอชให้เป็นกลางด้วยกรดอะซิติก และล้างด้วยเอทานอลความเข้มข้น 70 เปอร์เซ็นต์ 4 ครั้ง และล้างด้วยเมทานอลอีกครั้ง อบแห้งที่ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และบดก่อน จะเก็บรักษาในถุงพลาสติกพอลิเอทิลีนในหม้อดูดความชื้น ที่อุณหภูมิห้อง

ร้อยละผลได้ของ CMC เทียบกับเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนจากผงเปลือกมะพร้าวอ่อนบด ทยาบที่ใช้ในการสังเคราะห์มีค่าประมาณ 167 ค่าการแทนที่หมู่ฟังก์ชัน (DS) เท่ากับ 1.32 โดย สารละลายความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ในน้ำที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส สามารถละลายได้ 95.25 เปอร์เซ็นต์ และมีความหนืดปรากฏ 27.1 เซนติพ้อยท์ และผลการทดสอบ การดูดกลืนคลื่นรังสีอินฟราเรดช่วยยืนยันการเกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนเป็นคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ในการขยายขนาดการผลิต CMC จากครั้งละ 5 กรัม เป็นครั้งละ 100-120 กรัม มีการเพิ่ม เวลาในการทำปฏิกิริยาอัลคาไลน์เซชันจาก 1 ชั่วโมง เป็น 1.5 ชั่วโมง ถึงแม้การเพิ่มเวลาในการทำ ปฏิกิริยาจะยังไม่ทำให้คุณสมบัติของ CMC ที่ขยายการผลิตเหมือนกับระดับห้องปฏิบัติการแต่สามารถ ทำซ้ำและได้คุณสมบัติใกล้เคียงกันในแต่ละรอบการผลิต และใกล้เคียงกว่าการใช้เวลาทำปฏิกิริยา อัลคาไลน์เซชันเพียง 1 ชั่วโมง

CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนที่ได้ถูกนำไปพัฒนาสูตรสารเคลือบบริโกลได้โดยมีส่วนประกอบ ของไคโตซาน 1.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) กรดซิตริก 6.0 เปอร์เซ็นต์ และ CMC เปลือก มะพร้าวอ่อน 0.10 เปอร์เซ็นต์ โดยมีสมบัติของสารละลายเป็นค่าความหนืดปรากฏของสารเท่ากับ 18.9 เซนติพ้อยท์ และค่าพีเอช เท่ากับ 2.28 และมีสมบัติของฟิล์มของสารเคลือบได้แก่ อัตราการซึม ผ่านของไอน้ำ $8.36 \text{ กรัม/เมตร}^2 \cdot \text{วัน}$ การซึมผ่านของไอน้ำ $3.60 \times 10^{-6} \text{ กรัม-เมตร/วัน-เมตร}^2 \cdot \text{ปาสคาล}$ การแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน $13.40 \times 10^{-7} \text{ กรัม/วัน-เมตร}^2 \cdot \text{ปาสคาล}$ การทนแรงดึงสูงสุด 2.47 เมกะปาสคาล และเปอร์เซ็นต์การยึดตัว 78.11%

5.2 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ผู้วิจัยได้ทราบวิธีการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน โดยมีวิธีการกำจัดลิกนินด้วย การใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (ไม่ลงรายละเอียด) สารละลาย NaClO_2 และการสลับกัน ระหว่างสารละลาย NaClO_2 และ NaOH และพบว่าวิธีที่เหมาะสมในการสกัดผงเปลือกมะพร้าวอ่อน บดทยาบคือ การต้มด้วยต่าง และตามด้วยการกำจัดลิกนินโดยใช้การสลับกันระหว่างสารละลาย NaClO_2 และ NaOH

2. วิธีการสังเคราะห์ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน
3. ได้ศึกษาการผลิตแบบขยายขนาดการผลิต
4. ได้พัฒนาฟิล์มสารเคลือบบริโกลได้ซึ่งมี CMC เปลือกมะพร้าวอ่อนเป็นส่วนประกอบ

5. ได้ทราบคุณสมบัติของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนและหลังการสกัดแต่ละชั้น สมบัติของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน และ CMC การค้าเกรดห้องปฏิบัติการ และสมบัติของสารเคลือบบริโภคได้จาก CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน ซึ่งสามารถนำไปเป็นข้อมูลต่อยอดสำหรับงานวิจัยในอนาคต

5.3 งานวิจัยในอนาคต

1. การศึกษาการสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนแบบ FP โดยใช้สารละลาย NaOH ความเข้มข้นน้อยกว่า 10 เปอร์เซ็นต์ ในขั้นตอนการต้มด้วยต่าง และนำความเข้มข้นที่ได้มาทดสอบกับการสกัดทั้ง RP และ FP พร้อมกัน และสมบัติของ CMC เมื่อนำเซลลูโลสดังกล่าวไปสังเคราะห์ เพื่อลดขั้นตอนการเตรียมและเพิ่มมูลค่า

2. ถึงแม้อุตสาหกรรมกระดาษส่วนใหญ่ยังใช้สารจำพวกคลอไรท์ในการกำจัดลิกนิน แต่มีการรณรงค์และเข้มงวดปริมาณสารประกอบอินทรีย์ของเฮไลด์ (halide) (สารที่มีธาตุหมู่ฮาโลเจน หรือธาตุหมู่ 7 อยู่) มากขึ้น จึงควรลดปริมาณ NaClO_2 ที่ใช้ เช่น การเปลี่ยนจากชั้น D2 มาเป็นชั้น D1 การเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพื่อลดปริมาณการใช้สาร หรือการใช้วิธีทางเลือกอื่นที่ปราศจากคลอรีนเช่น ออกซิเจน โอโซน หรือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

3. เพิ่มขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ของ CMC โดยการนำ CMC ที่ได้ไปละลายและนำเฉพาะส่วนที่เป็นสารละลายไปทำให้แห้งแบบพ่นฝอย (spray dry) แล้วศึกษาคุณสมบัติของ CMC ที่ได้

4. ทำการศึกษาการบดเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อนด้วยเครื่องบดแบบลูกบอล (ball mill) เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ CMC เพื่อให้ได้ CMC ที่มีความบริสุทธิ์สูง โดยไม่ต้องเพิ่มขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์เพิ่ม

5. การศึกษาการลดต้นทุนของการขยายการผลิตโดยการนำแอลกอฮอล์ที่ใช้ในการล้างกำจัดผลิตภัณฑ์พลอยได้จากการสังเคราะห์ CMC มาใช้ซ้ำ

6. การศึกษาประสิทธิภาพของสารเคลือบบริโภคได้ในการรักษาความสดของส้มโอตัดแต่งสด และผลไม้ชนิดต่างๆ

รายการอ้างอิง

- Abdul Khalil, H. P. S., Siti Alwani, M., & Mohd Omar, A. K. (2006). Chemical composition, anatomy, lignin distribution and cell wall structure of Malaysian plant waste fibers. *BioResources*, 1(2), 220-232.
- Adinugraha, M. P., Marseno, D. W., & Haryadi. (2005). Synthesis and characterization of sodium carboxymethylcellulose from Cavendish banana pseudo stem (*Musa cavendishii* LAMBERT). *Carbohydrate Polymers*, 62(2), 164-169.
- Aliexpress. Sodium carboxymethyl cellulose CMC viscosity thickening stabilizer 500 g Bag. Retrieved 13 May 2017, from <https://www.aliexpress.com/item/Sodium-carboxymethyl-cellulose-CMC-viscosity-thickening-stabilizer-500g-Bag/32540130240.html?spm=2114.40010508.4.2.9gy5Ch>
- Ambjörnsson, H. A., Schenzel, K., & Germgård, U. (2013). Carboxymethyl Cellulose Produced at Different Mercerization Conditions and Characterized by NIR FT Raman Spectroscopy in Combination with Multivariate Analytical Methods. *BioResources*, 8(2), 1918-1932.
- Arnon, H., Zaitsev, Y., Porat, R., & Poverenov, E. (2014). Effects of carboxymethyl cellulose and chitosan bilayer edible coating on postharvest quality of citrus fruit. *Postharvest Biology and Technology*, 87, 21-26.
- ASTM International. (2002). ASTM D 882 - 02: Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting.
- ASTM International. (2003). ASTM D 1439 - 03: Standard Test Methods for Sodium Carboxymethylcellulose. Philadelphia.
- ASTM International. (2011). ASTM E96/E96M: Standard Test Method for Water Vapor Transmission of Materials Philadelphia.
- Borsa, J., & Racz, I. (1995). Carboxymethylcellulose of fibrous character - a survey. *Cellulose Chemistry and Technology*, 29(6), 657-663.
- Browning, B. L. (1967). *Methods of wood chemistry* (Vol. II). New York: Interscience Publishers.

- Caner, C. (2005). Whey protein isolate coating and concentration effects on egg shelf life. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85(13), 2143-2148.
- Charpentier, D., Mocanu, G., Carpov, A., Chapelle, S., Merle, L., & Mullera, G. (1997). New hydrophobically modified carboxymethylcellulose derivatives. *Carbohydrate Polymers*, 33(2-3), 177-186.
- Chien, P.-J., Sheu, F., & Yang, F.-H. (2007). Effects of edible chitosan coating on quality and shelf life of sliced mango fruit. *Journal of Food Engineering*, 78(1), 225-229.
- Dangaran, K., Tomasula, P. M., & Qi, P. (2009). Structure and Function of Protein-Based Edible Films and Coatings. In M. E. Embuscado & K. C. Huber (Eds.), *Edible Films and Coatings for Food Applications* (pp. 57-112). New York, NY, USA: Springer Science+Business Media.
- Debeaufort, F., & Voilley, A. (2009). Lipid-Based Edible Films and Coatings. In M. E. Embuscado & K. C. Huber (Eds.), *Edible Films and Coatings for Food Applications* (pp. 135-169). New York, NY, USA: Springer Science+Business Media.
- Dow Global Technologies Inc. (2011). Patent Number WO2011120533 A1
- Falguera, V., Quintero, J. P., Jiménez, A., Muñoz, J. A., & Ibarz, A. (2011). Edible films and coatings: Structures, active functions and trends in their use. *Trends in Food Science & Technology*, 22(6), 292-303. doi: 10.1016/j.tifs.2011.02.004
- Han, J. H., Seo, G. H., Park, I. M., Kim, G. N., & Lee, D. S. (2006). Physical and Mechanical Properties of Pea Starch Edible Films Containing Beeswax Emulsions. *Journal of Food Science*, 71(6), E290-E296.
- Heinze, T., & Koschella, A. (2005). Carboxymethyl Ethers of Cellulose and Starch - A Review. *Macromolecular Symposia*, 223(1), 13-40.
- Johar, N., Ahmad, I., & Dufresne, A. (2012). Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 93-99.
- Kirby, R. H. (1963). *Vegetable fibres : botany, cultivation, and utilization*. London: Leonard Hill.

- Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., & Wagenknecht, W. (2001). 4.5 Etherification of Cellulose *Comprehensive Cellulose Chemistry: Funtionalization of Cellulose, Vol. 2*: Wiley-VCH Verlag GmbH.
- Lamberti. The Carboxymethyl Cellulose (CMC) is produced by chemical modification of cellulose, the most abundant polymer in nature and a major component of wood and cotton. Retrieved 8 August 2015, from <http://www.lamberti.com/technologies/carboxymethylcellulose.cfm>
- Mark, H. F. (1986). *Fiber chemistry, handbook of fiber science and technology: Volume I* (M. Lewin & E. M. Pearce Eds.). New York: Marcel Dekker.
- Mason, W. H. (1926). US1578609 A. USPTO.
- Methacanon, P., Chaikumpollert, O., Thavorniti, P., & Suchiva, K. (2003). Hemicellulosic polymer from Vetiver grass and its physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*, 54(3), 335-342.
- MGR Online. (2557). ประโยชน์ มะพร้าว .Retrieved 8 December, 2015, from <http://www.manager.co.th/Home/ViewNews.aspx?NewsID=9570000084017>
- Nieto, M. B. (2009). Structure and Function of Polysaccharide Gum-Basrd Edible Films and Coatings. In M. E. Embuscado & K. C. Huber (Eds.), *Edible Films and Coatings for Food Applications* (pp. 57-113). New York, NY, USA: Springer Science+Bussiness Media.
- Olivas, G. I., & Barbosa-Cánovas, G. (2009). Edible Films and Coatings for Fruits and Vegetables. In M. E. Embuscado & K. C. Huber (Eds.), *Edible Films and Coatings for Food Applications* (pp. 211-245). New York, NY, USA: Springer Science+Bussiness Media.
- Paperland Online. (2010). กรรมวิธีผลิตกระดาษ .Retrieved 4 May 2016, from <http://www.paperlandonline.com/knowledge.php?ID=7>
- Pavlath, A. E., & Orts, W. (2009). Edible Films and Coatings: Why, What, and How? In M. E. Embuscado & K. C. Huber (Eds.), *Edible Films and Coatings for Food Applications* (pp. 1-24). New York, NY, USA: Springer Science+Bussiness Media.
- Pettersen, R. C. (1984). The Chemical Composition of Wood *The Chemistry of Solid Wood* (Vol. 207, pp. 57-126): American Chemical Society.

- Poverenov, E., Zaitsev, Y., Arnon, H., Granit, R., Alkalai-Tuvia, S., Perzelan, Y., . . . Fallik, E. (2014). Effects of a composite chitosan–gelatin edible coating on postharvest quality and storability of red bell peppers. *Postharvest Biology and Technology*, *96*, 106-109.
- Pulp Paper Mill. (2015). Alkaline extraction stage for pulp bleaching. Retrieved 20 August 2016, from <http://www.pulppapermill.com/alkaline-extraction-stage-for-pulp-bleaching/>
- Pushpamalar, V., Langford, S. J., Ahmad, M., & Lim, Y. Y. (2006). Optimization of reaction conditions for preparing carboxymethyl cellulose from sago waste. *Carbohydrate Polymers*, *64*(2), 312-318.
- Rachtanapun, P., Luangkamin, S., Tanprasert, K., & Suriyatem, R. (2012). Carboxymethyl cellulose film from durian rind. *LWT - Food Science and Technology*, *48*(1), 52-58.
- Rawangkul, R., Khedari, J., Hirunlabh, J., & Zeghmatti, B. (2010). Characteristic and performance analysis of a natural desiccant prepared from coconut coir. *ScienceAsia*, *36*(3), 216.
- Rosa, M. F., Medeiros, E. S., Malmonge, J. A., Gregorski, K. S., Wood, D. F., Mattoso, L. H. C., . . . Imam, S. H. (2010). Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers*, *81*(1), 83-92.
- Sarocho Charoenvai, Joseph Khedari, Jongjit Hirunlabh, & Chanakan Asasutjarit. (2011). *Development of Durian Fiber-based Composite Material*. Paper presented at the The Second TSME International Conference on Mechanical Engineering, Krabi, Thailand.
- Shinde V. B., S. M. (2014). Thermo Gravimetric Analysis of Biomass
- Stalks for Briquetting. *Journal of Environmental Research And Development*, *9*(01), 151-160.
- Sigma-Aldrich. C4888 SIGMA Carboxymethylcellulose sodium salt Medium viscosity. Retrieved 13 May 2017, from

<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/c4888?lang=en®ion=TH>

- Siriphanich, J., Saradhuldhath, P., Romphophak, T., Krisanapook, K., Pathaveerat, S., & Tongchitpakdee, S. (2011). 2 - Coconut (*Cocos nucifera* L.) A2 - Yahia, Elhadi M *Postharvest Biology and Technology of Tropical and Subtropical Fruits* (pp. 8-35e): Woodhead Publishing.
- Strunk, P. (2012). *Characterization of cellulose pulps and the influence of their properties on the process and production of viscose and cellulose ethers*. Umeå, Sweden: VMC-KBC Umeå.
- Sun, J. X., Sun, X. F., Zhao, H., & Sun, R. C. (2004). Isolation and characterization of cellulose from sugarcane bagasse. *Polymer Degradation and Stability*, 84(2), 331-339.
- Sun, R. C., & Tomkinson, J. (2000). Essential guides for isolation/purification of polysaccharides *Encyclopedia of Separation Science* (pp. 4568-4574). Bangor, UK: Academic Press.
- Swaddle, T. W. (1997). Chapter 10 - Sulfur and Sulfur Compounds *Inorganic Chemistry* (pp. 191-203). San Diego: Academic Press.
- Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI). (1999). TAPPI T 203 cm-99: Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp. Atlanta.
- The Dow Chemical Company. Carboxymethylcellulose. Retrieved 8 August 2015, from http://www.dow.com/dowwolff/en/industrial_solutions/polymers/carboxymethylcellulose/
- Togrul, H., & Arslan, N. (2003). Production of carboxymethyl cellulose from sugar beet pulp cellulose and rheological behaviour of carboxymethyl cellulose. *Carbohydrate Polymers*, 54(1), 73-82.
- van Dam, J. E. G., van den Oever, M. J. A., Teunissen, W., Keijsers, E. R. P., & Peralta, A. G. (2004). Process for production of high density/high performance binderless boards from whole coconut husk. *Industrial Crops and Products*, 19(3), 207-216.

- Vázquez-Torres, H., Canché-Escamilla, G., & Cruz-Ramos, C. A. (1992). Coconut husk lignin. I. Extraction and characterization. *APP Journal of Applied Polymer Science*, 45(4), 633-644.
- Varma, D. S., Varma, M., & Varma, I. K. (1986). Thermal behavior of coir fibres. *Thermochimica Acta*, 108, 199-210.
- Zauba. Detailed Import Data of carboxy methyl cellulose. Retrieved 13 May 2017, from <https://www.zauba.com/import-carboxy+methyl+cellulose-hs-code.html>
- Zhao, Y., Xu, C., Xing, C., Shi, X., Matuana, L. M., Zhou, H., & Ma, X. (2015). Fabrication and characteristics of cellulose nanofibril films from coconut palm petiole prepared by different mechanical processing. *Industrial Crops and Products*, 65, 96-101.
- กรมวิชาการเกษตร. (2556a). หลักเกณฑ์และมาตรฐานประกอบการตรวจรับรองสินค้าเกษตรด้านพืช CODEX 14.1.4.1.
- กรมวิชาการเกษตร. (2556b). หลักเกณฑ์และมาตรฐานประกอบการตรวจรับรองสินค้าเกษตรด้านพืช มอก. 932-2533.
- กระทรวงสาธารณสุข. (2529). มาตรฐานอาหารที่มีสารปนเปื้อน ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 98.การประปานครหลวง .ปาอัตราค่าน้ำประ .Retrieved 20 November 2017, from https://www.mwa.co.th/ewt_news.php?nid=303
- การไฟฟ้าส่วนภูมิภาค. ประมาณการค่าไฟฟ้า. Retrieved 20 November 2017, from <https://www.pea.co.th/webapplications/CheckRate/checkrate.html>
- เคมีภัณฑ์. CMC (Carboxy Methyl Cellulose) (สารทำให้ข้น) : 500g. Retrieved 13 November 2017, from <https://www.chemipan.com/home/index.php/635-สินค้า/646-สารเคมีทั่วไป/648-สารเคมีทั่วไป/1063/1063-cmc-carboxy-methyl-cellulose-ซีเอ็มซี-เคมีภัณฑ์-สารเคมี.html>
- จริงแท้ ศิริพานิช. (2549). สรีรวิทยาและเทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยวผักและผลไม้ (พิมพ์ครั้งที่ 1 ed.): มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตกำแพงแสน.
- ประมุข ภระกุลสุขสถิตย์, เกียรติพงษ์ สงพรหม, นิคม สงพรหม, วิรัตน์ วาณิชย์ศรีรัตน, & สาโรจน์ ศิริคันสนียกุล. (2556). เลขที่สิทธิบัตร 8237.
- มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี. (2550). คู่มือฝึกอบรม ผู้เชี่ยวชาญการอนุรักษ์พลังงาน ในอุตสาหกรรมกระดาษ.

- ยวลักษณ์ ศิริพลบุญ, & โศรดา กนกพานนท์. (2548). फिल्मเคลือบบริโภคได้สำหรับยดอายุการเก็บรักษาเนื้อทุเรียนพันธุ์หมอนทอง. (ปริญญาโท), จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ศุภเกียรติ คำบุทอง, พิมพ์อร รุจิชนโรจน์, ปิยพร อารมณดี, มาริสา อยู่คง, ศยามล สมทรัพย์, & สืบทิพย์ พงษ์ไพบูลย์. (2559). เลขที่ประกาศสิทธิบัตร 155160.
- สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. (2558). มะพร้าว,. Retrieved 8 December 2015, from <http://www.oae.go.th/fruits/index.php/2013-01-25-03-34-09?id=152>
- อภิตา บุญศิริ, โศรดา กนกพานนท์, พรชัย ราชตนะพันธุ์, & วรดา สโมสรรุชม. (2558). สารเคลือบบริโภคได้ที่มีส่วนผสมของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกทุเรียนสำหรับเคลือบเนื้อทุเรียน. ศูนย์นวัตกรรมเทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยว, 1-8.
- อภิตา บุญศิริ, โศรดา กนกพานนท์, ศิริพร วิหคโต, & ประกิต โรจน์ปัญญากิจ. (2551). फिल्मเคลือบบริโภคได้จากไคโตซานและเจลาตินสำหรับรักษาคุณภาพและยืดอายุการเก็บรักษาส้มโอพันธุ์ขาวนำฝั่งแปรรูปพร้อมบริโภค. รายงานความฉบับสมบูรณ์สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย.
- อำภา จิมไธสง, นิสากร แซ่วัน, & นางสาวลักษณี วงศ์คม. (2559). เลขที่สิทธิบัตร 11980.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

การวิเคราะห์หาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส (α - Cellulose Determination)



การวิเคราะห์หาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส (α – Cellulose Determination)

การหาปริมาณเซลลูโลสมวลโมเลกุลสูงหรือแอลฟา-เซลลูโลส ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักที่จะถูกสังเคราะห์เป็นคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส การวิเคราะห์นี้ต้องดำเนินการกับตัวอย่างที่ถูกกำจัดลิกนินทั้งหมดหรือโฮโลเซลลูโลส (holocellulose) เนื่องจากลิกนินจะแย่งทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับโมเลกุลน้ำตาล โฮโลเซลลูโลสเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ล้วนที่ประกอบด้วย แอลฟา- เบต้า-และแกมมา-เซลลูโลส หาร้อยละของแอลฟา-เซลลูโลสในโฮโลเซลลูโลสโดยการละลาย เบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) แยกส่วนของแข็งที่เป็นแอลฟา-เซลลูโลสออกแล้วทำการย่อยเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสด้วยสารละลายกรดเข้มข้นให้กลายเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวแล้วทำการไทเทรตหาปริมาณโมเลกุลน้ำตาลของเบต้า- และแกมมา-เซลลูโลสรวมกัน คำนวณร้อยละของเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสแล้วนำไปลบกับ 100 เพื่อหาร้อยละของแอลฟา-เซลลูโลส (TAPPI T 203 cm-99)

ก. การสกัดโฮโลเซลลูโลส (Holocellulose)

การกำจัดลิกนินด้วยโซเดียมคลอไรท์ (sodium chlorite) ให้กลายเป็นโฮโลเซลลูโลสเพื่อไม่ให้ลิกนินไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชันแย่งกับโมเลกุลน้ำตาล โดยนำตัวอย่างไปผสมกับสารละลายโซเดียมคลอไรท์ในตัวกลางกรดอะซิติก ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส รอบละ 1 ชั่วโมง ทำซ้ำอีก 3 ครั้ง จนครบ 4 ชั่วโมง ให้ได้ตัวอย่างสีขาว แล้วนำไปล้างและอบแห้ง (Browning, 1967)

ข. การวิเคราะห์หาแอลฟา-เซลลูโลส

ตัวอย่างโฮโลเซลลูโลส 1.50 กรัม ถูกทำการแยกแอลฟา-เซลลูโลสออกจากเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสด้วยปฏิกิริยากับสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 100 มล. ปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ก่อนที่จะเติมน้ำปริมาตร 100 มล. ให้ความเข้มข้นลดเหลือ 9.45 เปอร์เซ็นต์ คนให้เข้ากันแล้วปล่อยให้ทำปฏิกิริยาต่ออีก 30 นาที จากนั้นทำการกรองและเก็บส่วนของเหลวที่เป็นเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสไว้ นำของเหลวปริมาตร 10 มล. ผสมอย่างช้าๆกับ H_2SO_4 เข้มข้นปริมาตร 30 มล. เพื่อย่อยพอลิแซ็กคาไรด์ส่วนที่เหลือให้กลายเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวทั้งหมด แล้วผสมโพแทสเซียมไดโครเมต (potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$) ความเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาตร 10 มล. เพื่อให้เกิดการออกซิไดซ์กับน้ำตาลในตัวอย่าง ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วไทเทรต (V_1) เพื่อหาปริมาณโพแทสเซียมไดโครเมตที่เหลืออยู่ด้วยเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (ferrous ammonium sulfate) ความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล โดยมีเฟอโรอิน (ferroin) เป็นอินดิเคเตอร์ จนได้สารละลายสีแดงอมม่วง ทำการไทเทรตเทียบกับตัวควบคุม (V_2) โดยผสมสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ และน้ำอย่างละ 5 มล. ทำเทียบกับตัวควบคุมเพื่อหาปริมาณสารที่ใช้ไปในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของโพแทสเซียมไดโครเมตกับน้ำตาล แล้ว

คำนวณหาปริมาณแอลฟา-เซลลูโลสตามสมการ (ก.1) และหาปริมาณเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลส ได้จากสมการ (ก.1) เช่นกันโดยไม่เอาค่าที่คำนวณไปลบกับ 100 จะกลายเป็นสมการ (ก.2)

$$\% \alpha - \text{cellulose} = 100 - \frac{6.85(V_2 - V_1) \times N \times 20}{(A \times W)} \dots\dots\dots(\text{ก.1})$$

โดยที่

6.85 คือ น้ำหนักพอลิแซ็กคาไรด์ที่โพแทสเซียมไดโครเมต 1 มล. ออกซิไดซ์ได้

V_1 คือ ปริมาตรเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ในการไทเทรต [มล.]

V_2 คือ ปริมาตรที่ใช้ในการไทเทรตตัวควบคุม (blank) [มล.]

N คือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต [นอร์มอล]

A คือ ปริมาตรของตัวอย่าง [มล.]

W คือ น้ำหนักแห้งตัวอย่างที่ใช้ [กรัม]

$$\% \beta - \text{ and } \gamma - \text{cellulose} = \frac{6.85(V_2 - V_1) \times N \times 20}{(A \times W)} \dots\dots\dots(\text{ก.2})$$

ผลการทดสอบ

ค่าที่ได้จากการทดสอบการวิเคราะห์แอลฟา-เซลลูโลสตามตารางที่ ก.1 และ โดยประกอบไปด้วยปริมาณเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตของตัวอย่างและตัวควบคุม (V_1 และ V_2) ความเข้มข้นที่แท้จริงของเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (N) ปริมาตรตัวอย่าง (A) น้ำหนักแห้งตัวอย่างที่ใช้ (W) นำมาคำนวณเพื่อให้ได้ปริมาณแอลฟา- และ เบต้า-และแกมมาเซลลูโลส ตามสมการที่ (ก.1) และ (ก.2) ตามลำดับ และค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ได้ยื่นตารางที่ ก.2

ตารางที่ ก.1 การคำนวณปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส และเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสของผงเปลือกมะพร้าวอ่อนก่อนการต้มด้วยด่าง ปริมาตรเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตของตัวอย่างและตัวควบคุม(V1 และ V2) ความเข้มข้นที่แท้จริงของเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (N) ปริมาตรตัวอย่าง (A) น้ำหนักแห้งตัวอย่างที่ใช้ (W)

Sample	V ₁ (ml)	V ₂ (ml)	N (normal)	A (ml)	W (g)	α -Cellulose	β - and γ - Cellulose
Rough Powder	19.30	50.30	0.0994	10	1.5	71.86	28.14
	19.30					71.86	28.14
	19.80					72.31	27.69
PT1	27.25	49.80	0.100	10	1.5	79.32	20.68
	26.90					79.00	21.00
	270					79.09	20.91
PT2	27.90	49.80	0.100	10	1.5	79.92	20.08
	28.20					80.19	19.81
	28.40					80.38	19.62
PT3	30.30	49.40	0.100	10	1.5	82.34	17.66
	29.70					81.79	18.21
	30.00					82.07	17.93
Fine Powder	16.00	49.20	0.102	10	1.5	69.18	30.82
	15.70					68.91	31.09
	16.80					69.93	30.07
PT3 (FP)	35.00	49.20	0.102	10	1.5	86.82	13.18
	34.50					86.36	13.64
	36.00					87.75	12.25

ตารางที่ ก.2 ปริมาณแอลฟา-เซลลูโลส และเบต้า-และแกมมา-เซลลูโลสของผงเปลือกมะพร้าวอ่อน ก่อนการต้มด้วยต่าง (n=3)

Sample	α -Cellulose	β - and γ -Cellulose
Rough Powder	72.00±0.277	28.00±2.201
PT1	79.14±0.165	20.86±0.095
PT2	80.16±0.231	19.84±0.235
PT3	82.00±0.277	18.00±0.142
Fine Powder	69.34±0.528	30.66±1.573
PT3 (FP)	86.97±0.709	13.03±0.108

TAPPI T203 cm-99

T 203 cm-99

TENTATIVE STANDARD - 1931
 OFFICIAL STANDARD - 1932
 REVISED - 1974
 OFFICIAL TEST METHOD - 1983
 REVISED - 1988
 CORRECTED - 1992
 REVISED - 1993
 CLASSICAL METHOD - 1999
 © 1999 TAPPI

The information and data contained in this document were prepared by a technical committee of the Association. The committee and the Association assume no liability or responsibility in connection with the use of such information or data, including but not limited to any liability or responsibility under patent, copyright, or trade secret laws. The user is responsible for determining that this document is the most recent edition published.

CAUTION:

This method may require the use, disposal, or both, of chemicals which may present serious health hazards to humans. Procedures for the handling of such substances are set forth on Material Safety Data Sheets which must be developed by all manufacturers and importers of potentially hazardous chemicals and maintained by all distributors of potentially hazardous chemicals. Prior to the use of this test method, the user should determine whether any of the chemicals to be used or disposed of are potentially hazardous and, if so, must follow strictly the procedures specified by both the manufacturer, as well as local, state, and federal authorities for safe use and disposal of these chemicals.

Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp**1. Scope**

This method for determination of alpha-, beta- and gamma-cellulose can be applied to bleached or delignified pulps only. Unbleached and semi-bleached pulps must be delignified before testing.

2. Summary

Pulp is extracted consecutively with 17.5% and 9.45% sodium hydroxide solutions at 25°C. The soluble fraction, consisting of beta- and gamma-celluloses, is determined volumetrically by oxidation with potassium dichromate, and the alpha-cellulose, as an insoluble fraction, is derived by difference (see Note 6).

3. Significance

3.1 Separation of the cellulose in pulp into alpha-, beta- and gamma-cellulose fractions is an empirical procedure, originally devised by Cross and Bevan (1) around 1900, and has been widely used to evaluate pulps for various purposes, such as aging characteristics and response to refining operations. In a modified form, the method was adopted first as a TAPPI tentative standard in 1931 (2).

3.2 In general, the alpha-cellulose indicates undegraded, higher-molecular-weight cellulose content in pulp; the beta-cellulose indicates that of a degraded cellulose, and the gamma-cellulose consists mainly of hemicellulose (3, 4).

4. Definitions

Alpha-cellulose is the pulp fraction resistant to 17.5% and 9.45% sodium hydroxide solution under conditions of the test. Beta-cellulose is the soluble fraction which is reprecipitated on acidification of the solution; gamma-cellulose is that fraction remaining in the solution.

5. Apparatus

5.1 *Pulp dispersion apparatus* (Fig. 1)¹, consisting of a variable speed motor and a stainless steel stirrer with a shell. The speed of the motor and the angle of the blades should be adjusted so that no air is drawn into the pulp suspension during stirring.

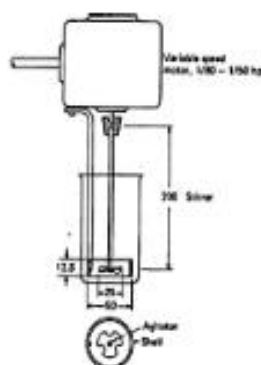


Fig. 1 Pulp dispersion apparatus. (Dimensions are in mm).

- 5.2 *Constant temperature bath*, to maintain a temperature of $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$.
- 5.3 *Timer*, stop watch or electric timer.
- 5.4 *Filtering funnel or crucible*, 50 or 100 mL, with a fritted glass disk of coarse (40 to 60 mm) porosity.
- 5.5 *Other glassware*: beakers, tall-form, 300-mL.; pipets, 10, 25, 50, and 75 mL.; buret 50-mL.; flasks, 250- and 300-mL.; filtering flasks, 250-mL.; graduated cylinders, 25-, 50-, and 100-mL.; glass stirring rods.

6. Reagents

- 6.1 *Sodium hydroxide solution*, 17.5% NaOH by weight, $5.21 \pm 0.005\text{N}$, carbonate free. Prepare a concentrated (about 50%) NaOH solution and let stand until the suspended carbonates have settled. Then decant the clear solution, dilute with CO_2 -free (recently boiled) distilled water, and adjust the normality as specified to $5.21 \pm 0.005\text{N}$.
- 6.2 *Potassium dichromate solution*, 0.5N. Dissolve 24.52 g of $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ in water and dilute to 1000 mL.
- 6.3 *Ferrous ammonium sulfate solution*, 0.1N. Dissolve 40.5 g of $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in water, add 10 mL of concentrated H_2SO_4 , and dilute to 1000 mL. The solution is not stable and the exact normality should be determined daily by titration with 0.100N potassium dichromate standard solution.
- 6.4 *Phenanthroline-ferrous sulfate*. Dissolve 1.5 g of 1, 10-phenanthroline monohydrate, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and 0.7 g of $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ in 100 mL of water. The indicator solution is also available commercially as "Ferrouin."
- 6.5 *Sulfuric acid*, concentrated H_2SO_4 , 96 to 98%, sp gr 1.84.
- 6.6 *Sulfuric acid*, 3N. Add 83.5 mL of concentrated H_2SO_4 to an excess of water and dilute to 1000 mL.

7. Sampling

¹ Names of suppliers of testing equipment and materials for this method may be found on the Test Equipment Suppliers list in the back out of TAPPI Test Methods, or may be available from the TAPPI Technical Operations Department.

3 / *Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp*

T 203 cm-99

7.1 Obtain a representative sample of bleached pulp equivalent to about 5 g oven-dry in accordance with the sampling section of TAPPI T 210 "Weighing, Sampling, and Testing Pulps for Moisture" or another appropriate sampling procedure.

7.1.1 If the sample is a pulp sheet, split it in layers and tear by hand in small pieces about 10 mm across. Do not cut or shred the pulp by mechanical devices.

7.1.2 If the sample is a slush pulp, remove water by filtering and by pressing between blotters. Tear the pulp in small pieces and dry thoroughly in air or in an oven at a temperature not higher than 60°C.

8. **Test specimen**

Allow the sample to come to moisture equilibrium in the atmosphere near the balance, and weigh out two test specimens of 1.5 ± 0.1 g to the nearest 0.1 mg. At the same time weigh out another specimen for moisture determination. See TAPPI T 550 "Determination of Equilibrium Moisture in Paper and Paperboard for Chemical Analysis."

9. **Procedure**

9.1 Place the test specimen in a 300-mL, tall-form beaker and add 75.0 mL of 17.5% NaOH reagent, adjusted previously to $25^\circ \pm 0.2^\circ\text{C}$. Note the time at which the reagent is added.

9.2 Stir the pulp with the apparatus until it is completely dispersed. Avoid drawing air into the pulp suspension during stirring.

NOTE 1: Some pulps can be dispersed readily by stirring and macerating with a glass rod; however, complete dispersion is essential and too high an alpha-cellulose value will be obtained if pulp dispersion is not complete.

9.3 When the pulp is dispersed, raise the stirrer and remove the adhered pulp fibers with a pointed glass rod. Rinse the stirrer with 25.0 mL of 17.5% NaOH reagent, adding it to the beaker, so that exactly 100.0 mL of the reagent have been added to the pulp. Stir the pulp suspension with a rod and place in a bath at $25^\circ \pm 0.2^\circ\text{C}$.

9.4 After a period of 30 min from the first addition of the NaOH reagent, add 100.0 mL of distilled water at $25^\circ \pm 0.2^\circ\text{C}$ to the pulp suspension and stir thoroughly with a rod.

9.5 Leave the beaker in the bath for another period of 30 min so that the total extraction time is 60 ± 5 min.

9.6 At the end of the 60-min period, stir the pulp suspension with a rod and transfer to a filtering funnel. Discard the first 10 to 20 mL of the filtrate, then collect about 100 mL of the filtrate in a clean and dry filtration flask.

CAUTION: Do not rinse or wash the pulp with water and do not draw air through the pulp on the filter.

9.7 *Alpha-cellulose determination*

9.7.1 Pipet 25.0 mL of the filtrate and 10.0 mL of 0.5N potassium dichromate solution into a 250-mL flask. Add cautiously, while swirling the flask, 50 mL of concentrated H_2SO_4 (see Note 3).

9.7.2 Allow the solution to remain hot for 15 min, then add 50 mL of water and cool to room temperature. Add 2 to 4 drops of Ferroin indicator and titrate with 0.1N ferrous ammonium sulfate solution to a purple color.

NOTE 2: If available, an electrometric apparatus such as an automatic titrator may be used instead of the indicator solution to determine the endpoint of the titration, applying standard techniques used with such equipment.

NOTE 3: If the solubility of a pulp is high (alpha-cellulose content low) and the back-titration of dichromate takes less than 10 mL, reduce the volume of the pulp filtrate to 10 mL, and that of the sulfuric acid to 30 mL.

9.7.3 Make a blank titration substituting the pulp filtrate with 12.5 mL of 17.5% NaOH and 12.5 mL of water.

9.8 *Beta- and gamma-cellulose determination*

9.8.1 Pipet 50.0 mL of the pulp filtrate into a 100-mL, graduated cylinder having a ground glass stopper. Add 50.0 mL of 3N H_2SO_4 and mix thoroughly by inverting.

9.8.2 Heat the cylinder submerged in a hot water bath at about 70°-90°C for a few minutes to coagulate the beta-cellulose. Allow the precipitate to settle for several hours, preferably overnight, then decant or filter, if necessary, to obtain a clear solution.

T 203 cm-99

Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp / 4

NOTE 4: A centrifuge may be used for a rapid separation of the beta-cellulose after precipitation.

9.8.3 Pipet 50.0 mL of the clear solution and 10.0 mL of 0.5N $K_2Cr_2O_7$ into a 300-mL flask and add cautiously 90 mL of concentrated H_2SO_4 . Allow the solution to remain hot for 15 min, then proceed with titration as outlined in 9.7.2.

9.8.4 Make a blank titration substituting the solution with 12.5 mL of 17.5% NaOH, 12.5 mL of water and 25 mL of 3N H_2SO_4 .

10. Calculations

10.1 Calculate the alpha-cellulose content in pulp:

$$\text{Alpha-cellulose, \%} = 100 - \frac{6.85 (V_2 - V_1) \times N \times 20}{A \times W}$$

where:

V_1 = titration of the pulp filtrate, mL.
 V_2 = blank titration, mL.
 N = exact normality of the ferrous ammonium sulfate solution
 A = volume of the pulp filtrate used in the oxidation, mL.
 W = oven-dry weight of pulp specimen, g

NOTE 5: Theoretically, 1 milliequivalent of $K_2Cr_2O_7$ corresponds to 6.75 mg of cellulose and other hexosans, and 6.60 mg of pentosans. Under conditions of the test procedure, less oxidant is consumed, and 1 milliequivalent has been found to correspond to 6.85 mg of cellulose and other dissolved carbohydrates.

10.2 Calculate the gamma-cellulose content in pulp:

$$\text{Gamma cellulose, \%} = [6.85 (V_3 - V_4) \times N \times 20] / [25 \times W]$$

where:

V_3 = titration of the solution after precipitation of beta-cellulose, mL.
 V_4 = blank titration, mL.

10.3 Calculate the beta-cellulose content in pulp:

$$\text{Beta-cellulose, \%} = 100 - (\text{alpha-cellulose \%} + \text{gamma-cellulose \%})$$

NOTE 6: In the first oxidation, the total dissolved fraction (beta-cellulose plus gamma-cellulose) is determined, and the alpha-cellulose is calculated as an undissolved fraction by difference between the total pulp specimen (100%) and the dissolved fraction in per cent. In the second oxidation, the gamma-cellulose only is determined, and the beta-cellulose is found by difference between the first and the second oxidations.

11. Report

Report the percentages of alpha-, beta, and gamma-cellulose content, as an average of two determinations, to the nearest 0.1%.

12. Precision

12.1 Repeatability of the alpha-cellulose = 0.4%; reproducibility of the alpha-cellulose = 1.3%; comparability = not known; in accordance with the definition of these terms in T 1206 'Precision Statement for Test Methods.' These values are based on an interlaboratory study conducted by five laboratories on four bleached pulp samples with alpha-cellulose content from 83.8% to 96.8%.

12.2 Repeatability of the beta-cellulose = 9.0%; reproducibility of the gamma-cellulose = 8.5%, as found in one

5 / Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp

T 203 cm-99

laboratory; reproducibility and comparability = not known.

13. Keywords

Pulp, Cellulose, Alpha cellulose, Beta cellulose, Gamma cellulose, Bleached pulps, Hemicellulose

14. Additional information

14.1 Effective date of issue: November 21, 1999.

14.2 Related method: CPPA G.29. TAPPI Useful Method 249 'Delignification of Unbleached Pulp (Chlorine Gas Method)' can also be used for delignification of unbleached pulps.

14.3 This method was reclassified as Classical by committee action in 1999.

References

1. Cross, C.F., and Bevan, E.J., "Researches on Cellulose" Vol. III, Longmans, Green and Co., London, 1912.
2. Willets, W. R., "Determination of Alpha Cellulose," *Tech. Assoc. Papers XIV*: 121 (1931).
3. Ranby, B. G., "The Physical Characteristics of Alpha-, Beta- and Gamma-Cellulose," *Svensk Papperstid.* **55**(4):115 (1952).
4. Wilson, K., Ringstrom, E., and Hedlund, I., "The Alkali Solubility of Pulp," *Svensk Papperstid.* **55**(2):31 (1955).
5. Bray, M.W., and Andrews, T.M., "An Improved Method for the Determination of Alpha-, Beta and Gamma-Cellulose," *Ind. and Eng. Chemistry* **15**(4):377 (1923).
6. Lamer, H.F., "Simplified Volumetric Determination of Alpha, Beta and Gamma Cellulose in Pulps and Papers," *J. of Res. N.B.S.* **18**:333 (1937).
7. Tyden, H., "The Determination of Alpha-, Beta- and Gamma-Cellulose" (Swedish), *Svensk Papperstid.* **43**(12):221 (1940); *B.I.P.C.* **11**(2):45 (1940).

Your comments and suggestions on this procedure are earnestly requested and should be sent to the TAPPI Technical Operations Manager. ■

ภาคผนวก ข

ผลการทองค้ประกอบทางเคมีด้วยการวิเคราะห์ทางความร้อน

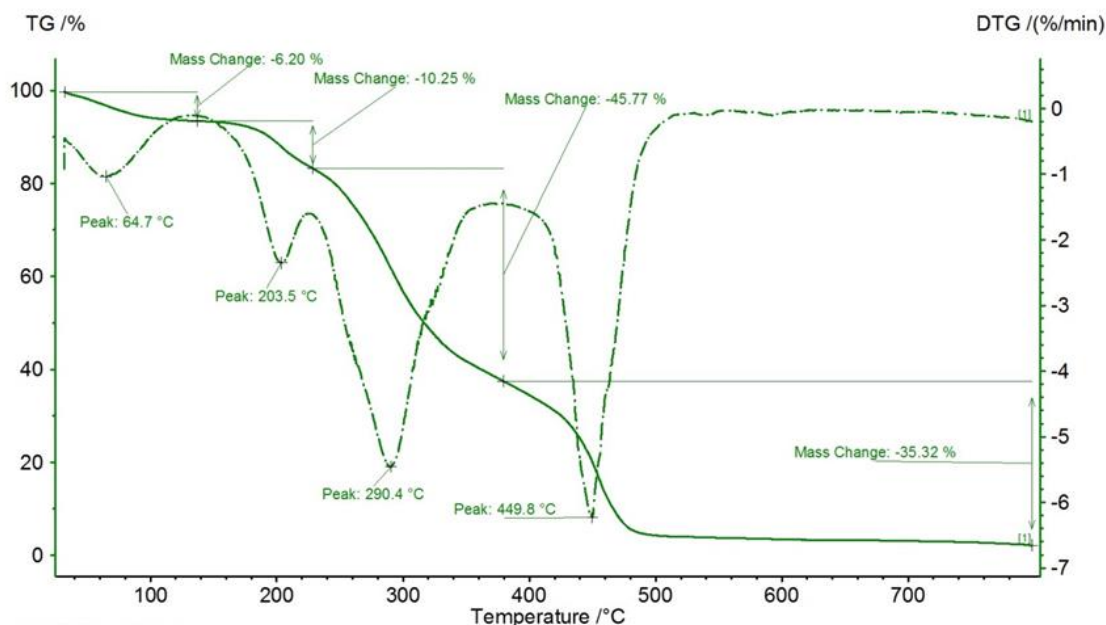


การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยวิธีทางความร้อน

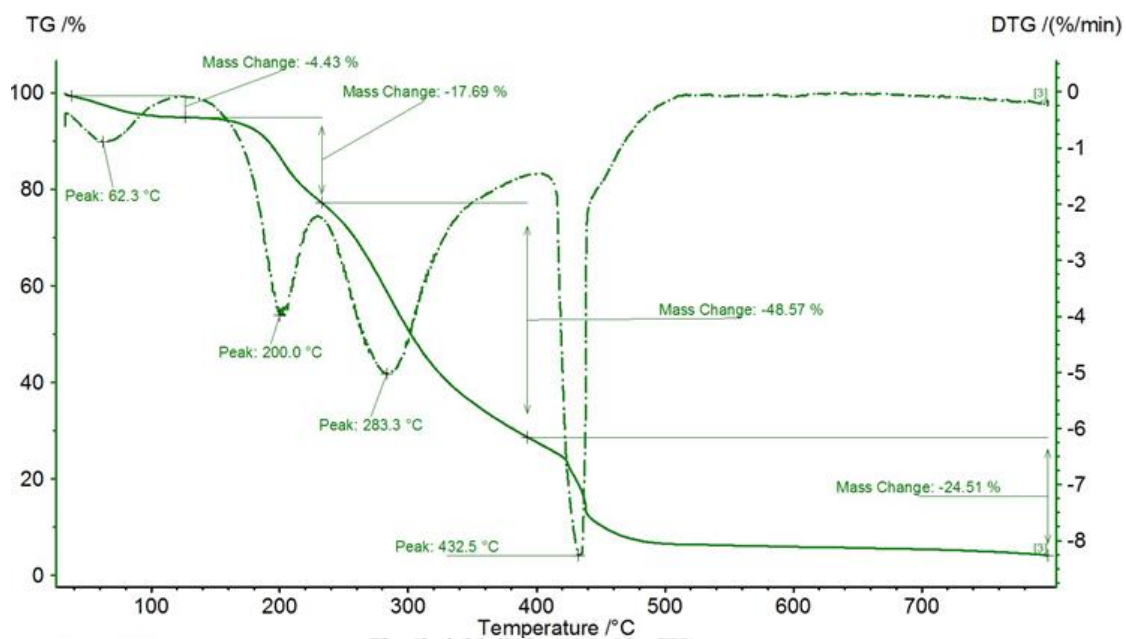
อาศัยคุณสมบัติทางความร้อนหรืออุณหภูมิการสลายตัวของสารขององค์ประกอบทางเคมีในสารตัวอย่างที่แตกต่างกันดังตารางที่ 2.5 โดยผลการวิเคราะห์ Thermogravimetric Analysis (TGA) ของตัวอย่างก่อนและหลังขั้นตอนการสกัดเซลลูโลสต่างๆตามรูปที่ ข.1-ข.13

ตารางที่ 2.5 อุณหภูมิการสลายตัวแสดงองค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยลิกโนเซลลูโลส

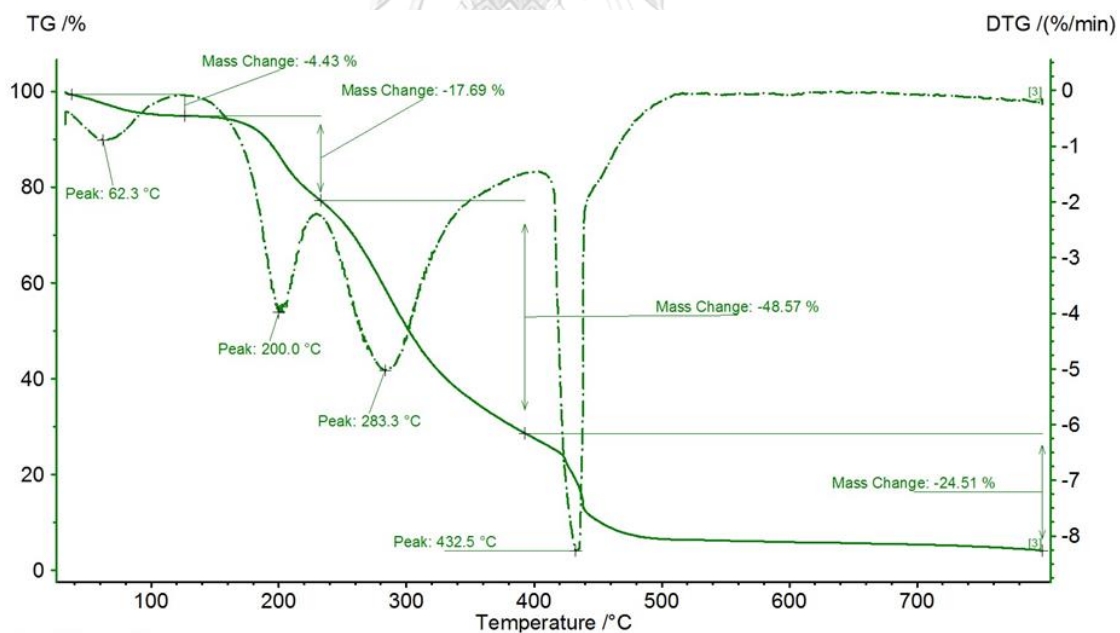
Decomposition Temperature (°C)	Chemical Composition	Reference
< 100	Water	(van Dam และคณะ, 2004)
< 200	Extractives	(van Dam และคณะ, 2004)
280-350	Polysaccharides	(Varma และคณะ, 1986)
> 380	Lignin	(Vázquez-Torres และคณะ, 1992)
> 600-800-	Ash	(Shinde และ Singaravelu, 2014)



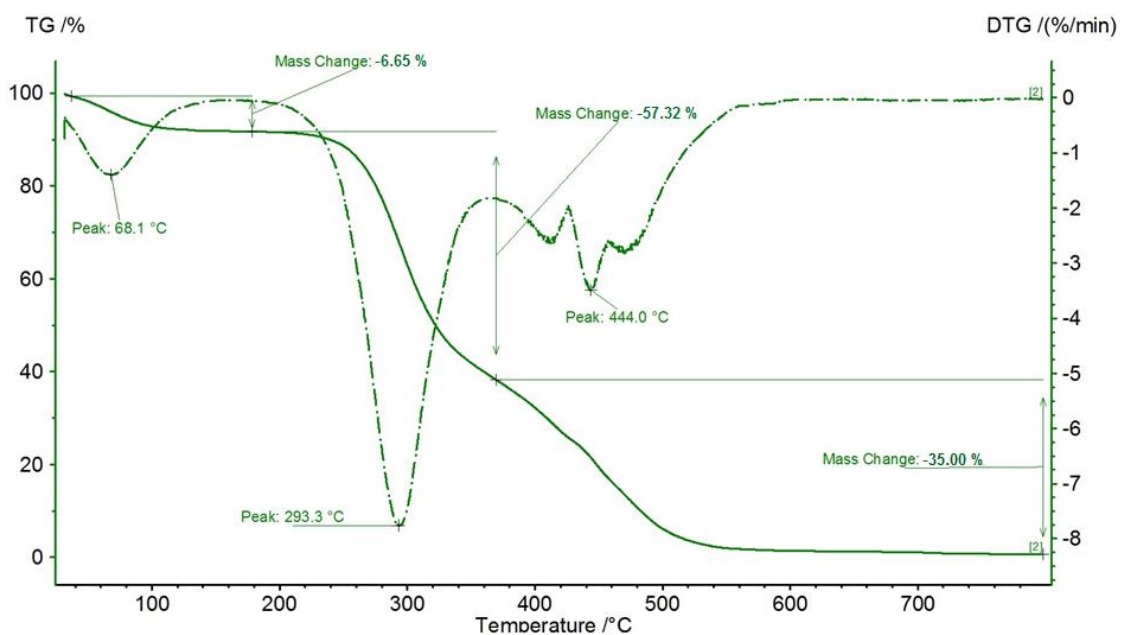
รูปที่ ข.1 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของผงเปลือกมะพร้าวบดหยาบ (RP)



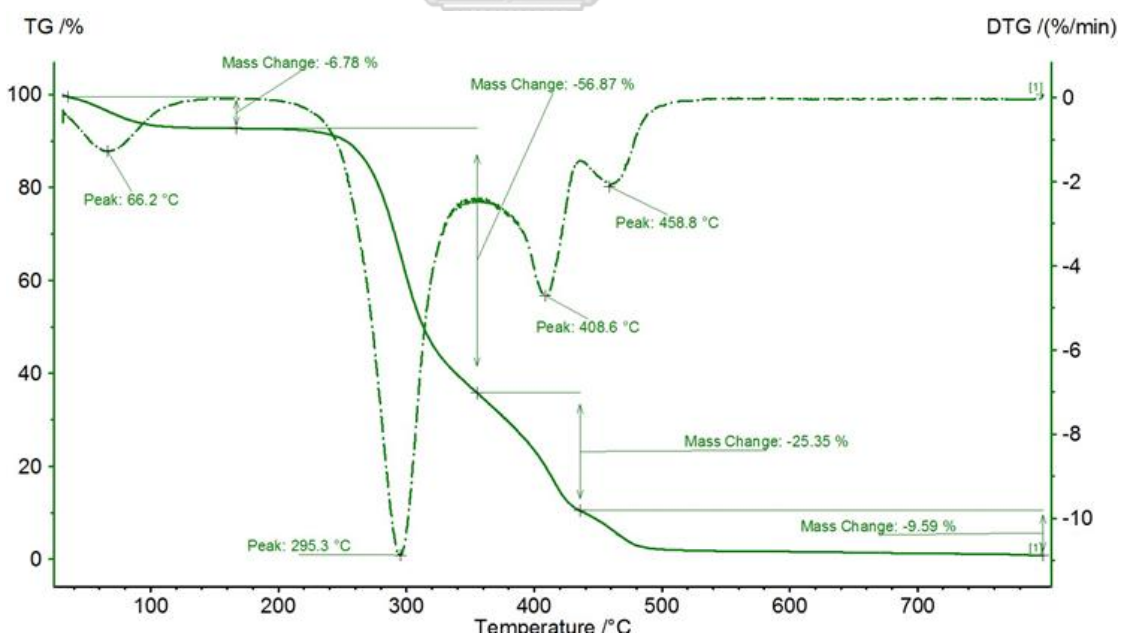
รูปที่ ข.2 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของผงเปลือกมะพร้าวบดละเอียด (FP)



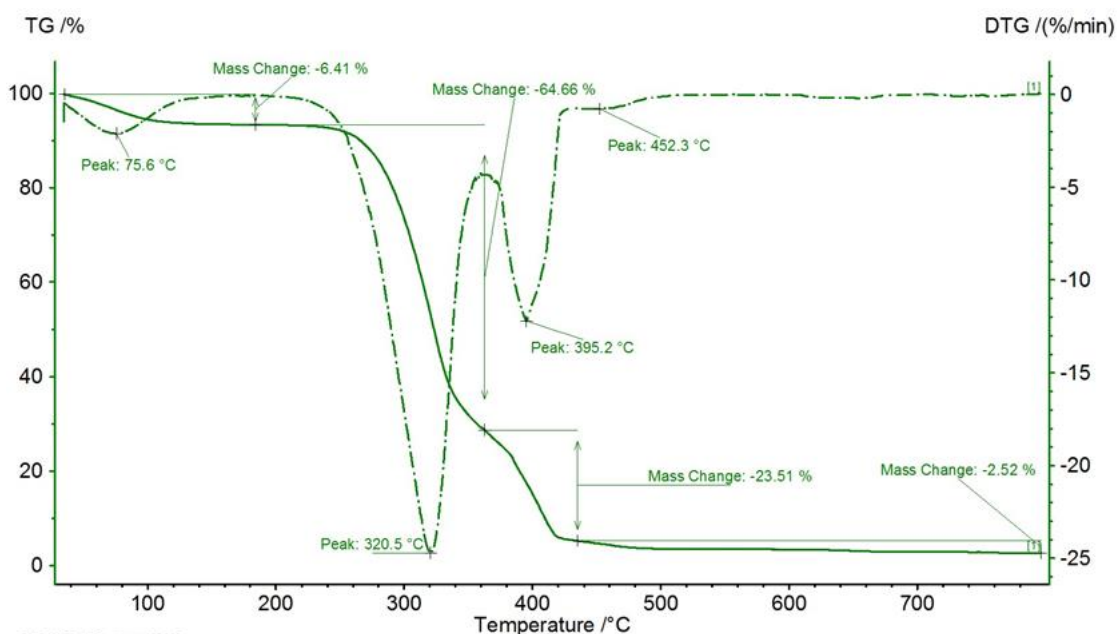
รูปที่ ข.3 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังผ่าน NaOH ความเข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ (PT1)



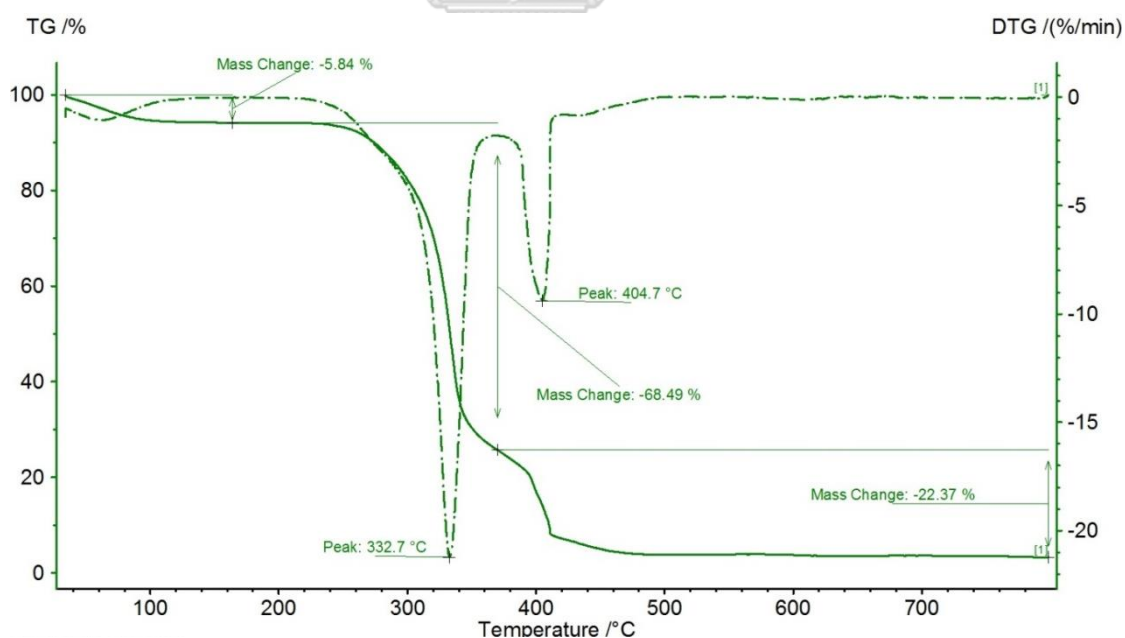
รูปที่ ข.4 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังจากผ่าน NaOH ความเข้มข้น 8 เปอร์เซ็นต์ (PT2)



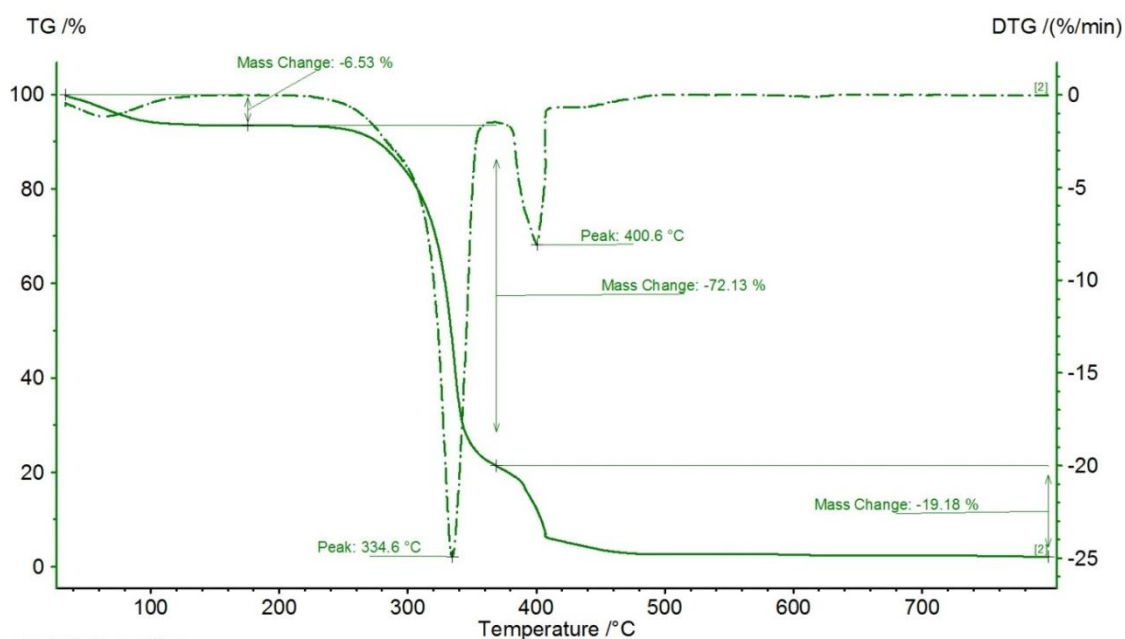
รูปที่ ข.5 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังจากผ่าน NaOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (PT3)



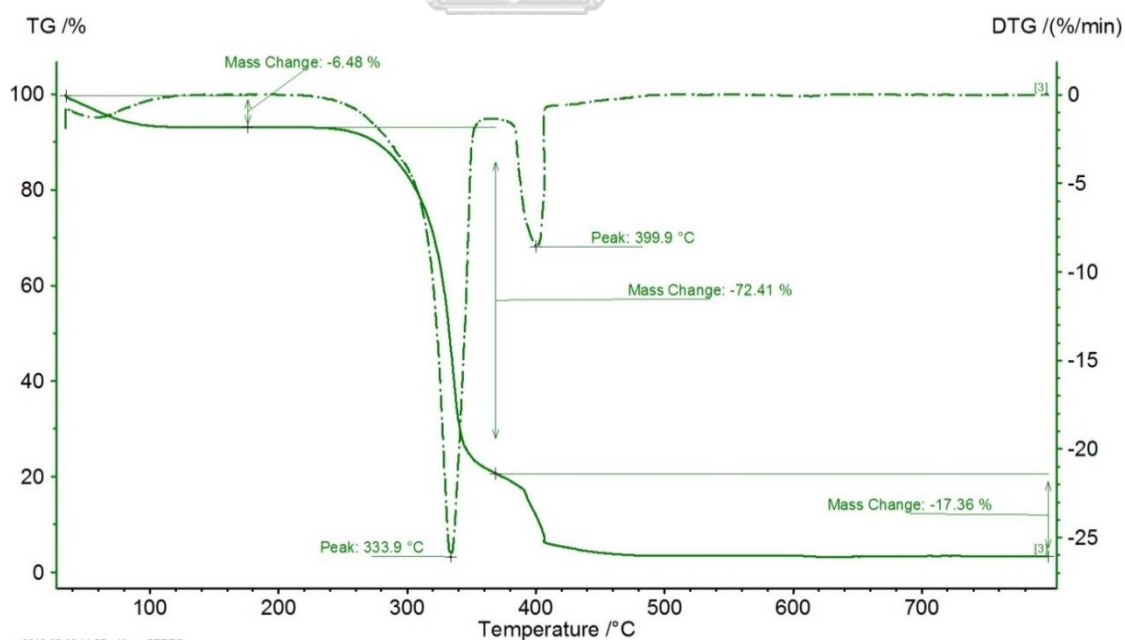
รูปที่ ข.6 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดละเอียดหลังผ่าน NaOH ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ (PT3 (FP))



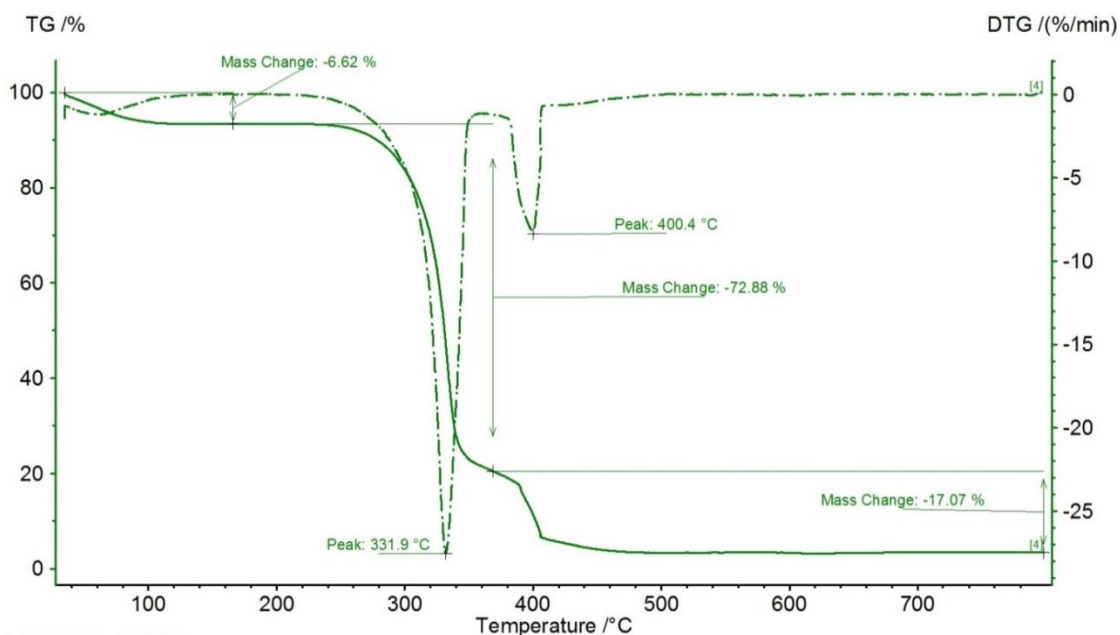
รูปที่ ข.7 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี C1



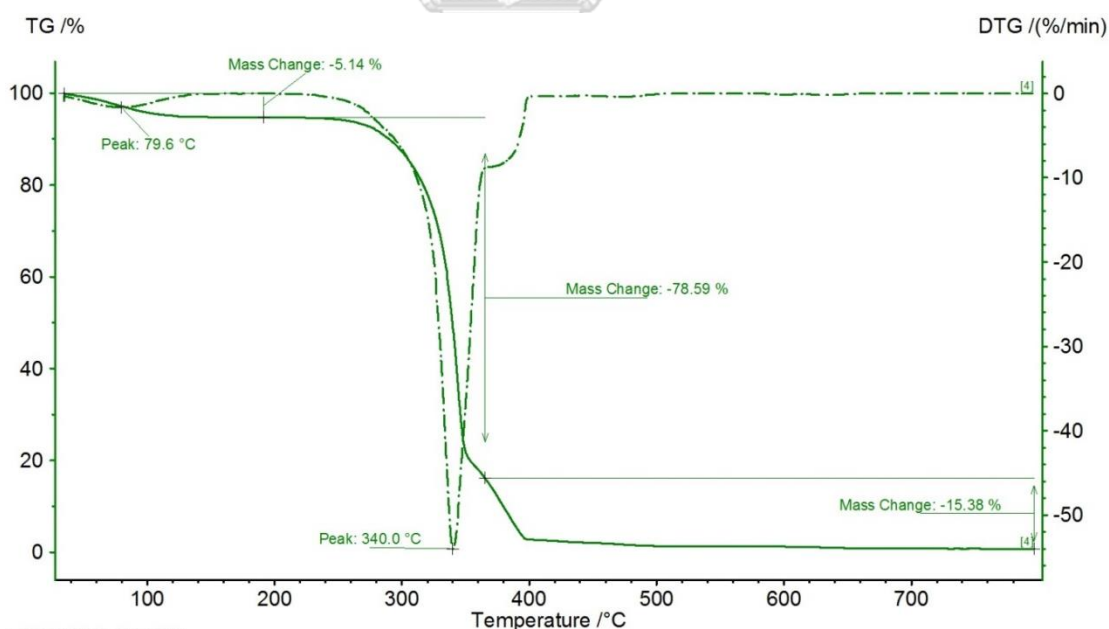
รูปที่ ข.8 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี C2



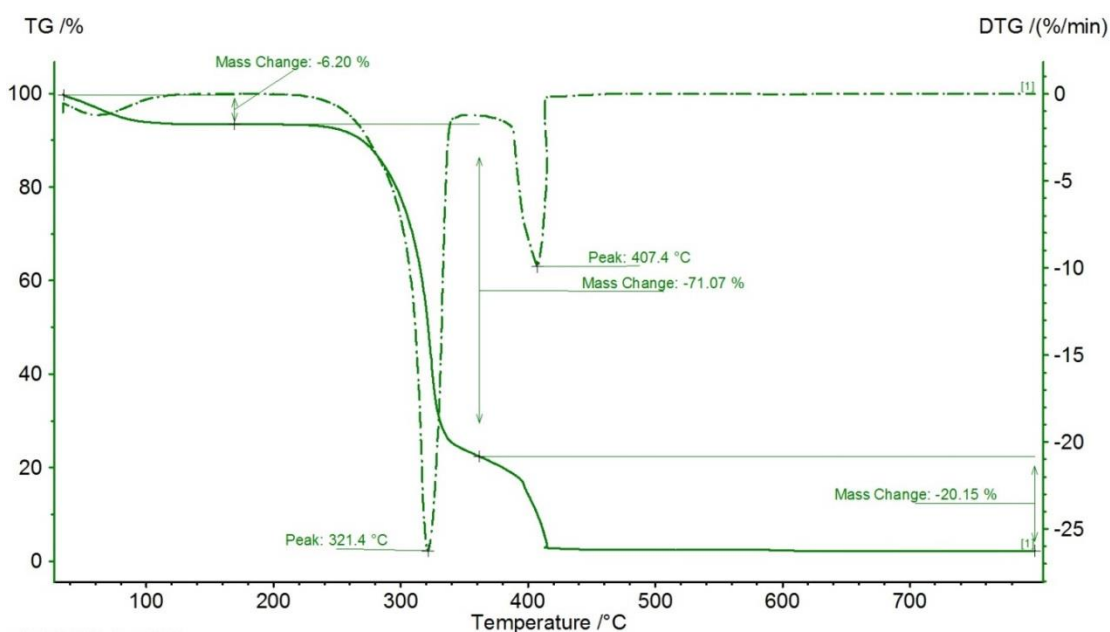
รูปที่ ข.9 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี C3



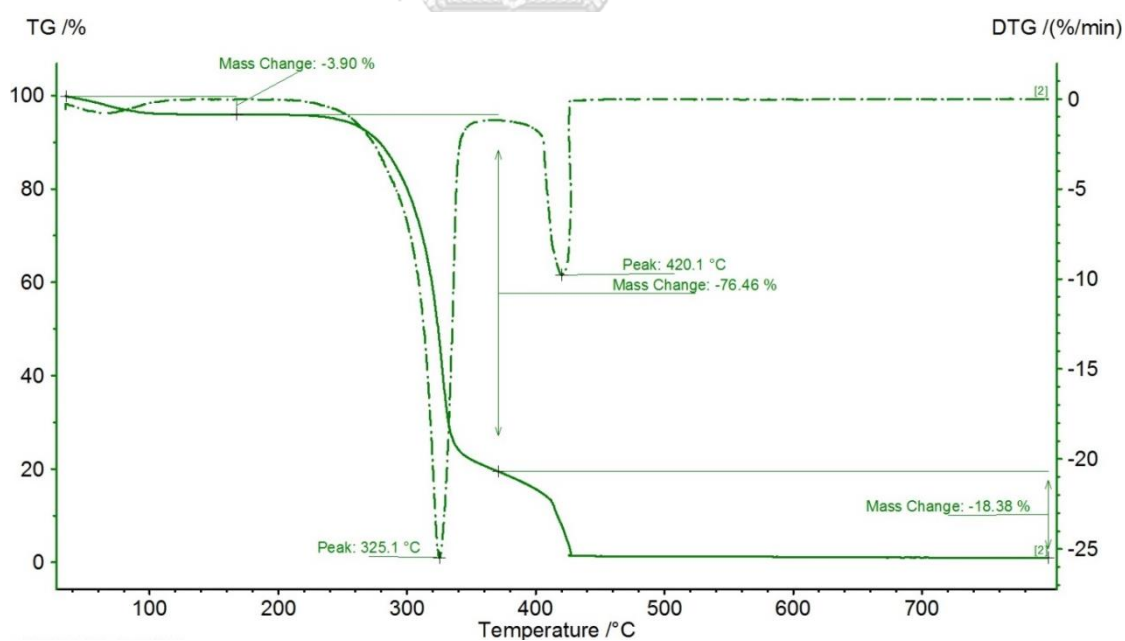
รูปที่ ข.10 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี C4



รูปที่ ข.11 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี D1



รูปที่ ข.12 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดหยาบหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี D2



รูปที่ ข.13 ความสัมพันธ์ระหว่างมวล (-TGA) และมวลต่อเวลา (- • -DTG) กับอุณหภูมิที่ใช้เผาไหม้ด้วยเครื่อง TGA ของเยื่อเปลือกมะพร้าวบดละเอียดหลังการสกัดเซลลูโลสด้วยวิธี D2 (FP)

ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์หมู่การแทนที่หมู่คาร์บอกซิล



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

การวิเคราะห์หมู่การแทนที่หมู่คาร์บอกซิล

คำนวณหาค่าการแทนที่หมู่คาร์บอกซิลตามสมการที่ (3.10) และ (3.11) โดยผลการวิเคราะห์ และค่าตัวแปรต่างๆของแต่ละตัวอย่างอยู่ในตารางที่ ค.1

สูตรคำนวณหาค่า DS (Degree of Substitution)

$$A = \frac{(BC-DE)}{F} \dots\dots\dots(3.10)$$

$$DS = \frac{0.162A}{(1-0.0584A)} \dots\dots\dots(3.11)$$

โดยที่

A คือ ปริมาณกรดเทียบเท่าที่ถูกใช้ต่อหนึ่งกรัมของตัวอย่าง

B คือ ปริมาณสารละลาย NaOH ที่ใช้ [มล.]

C คือ ความเข้มข้นหน่วย นอร์มอล ของสารละลาย NaOH

D คือ ปริมาณสารละลาย HCl ที่ใช้ในการไทเทรต [มล.]

E คือ ความเข้มข้นหน่วย นอร์มอล ของสารละลาย HCl

F คือ น้ำหนักของ CMC สภาวะกรดที่ใช้ [กรัม]

DS คือ DS มีค่าได้ตั้งแต่ 0.0-3.0 เนื่องจากการแทนที่หมู่ -OH ด้วยหมู่

-CH₂COOH ของโมเลกุลกลูโคสทำได้ไม่เกิน 3 หมู่เนื่องจากโมเลกุลกลูโคสมี หมู่ -OH 3 หมู่

162 คือ มวลโมเลกุลของหนึ่งหน่วยน้ำตาลกลูโคส

58.4 คือ มวลโมเลกุลที่เพิ่มขึ้นของโมเลกุลน้ำตาลกลูโคสต่อหนึ่งตำแหน่งการแทนที่

ของหมู่คาร์บอกซีเมทิล

ตารางที่ ค.1 การคำนวณในการวิเคราะห์ค่าการแทนที่หมู่คาร์บอกซิลของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน และ CMC การค้า

Sample	B (ml)	C (normal)	D (ml)	E (normal)	F (g)	A	DS	Average DS
20-C1	15	0.3	7.35	0.5	0.50	1.65	0.30	0.29±0.003
			7.37		0.50	1.63	0.29	
			7.36		0.50	1.64	0.29	
30-C1	15	0.3	5.10	0.5	0.50	3.90	0.82	0.81±0.005
			5.90		0.40	3.875	0.81	
			5.20		0.50	3.80	0.79	
40-C1	15	0.3	5.75	0.5	0.45	3.61	0.74	0.74±0.003
			6.10		0.40	3.63	0.74	
			6.15		0.40	3.56	0.73	
20-D2	12.5	0.3	3.05	0.5	0.50	4.45	0.97	0.97±0.000
			3.05		0.50	4.45	0.97	
			3.05		0.50	4.45	0.97	
30-D2	12.5	0.3	1.90	0.5	0.50	5.60	1.32	1.32±0.040
			2.05		0.50	5.45	1.30	
			2.00		0.50	5.50	1.31	
40-D2	12.5	0.3	2.15	0.5	0.5	5.35	1.26	1.25±0.010
			2.20		0.5	5.30	1.24	
			2.20		0.5	5.30	1.24	
30-D2 (FP)	12.5	0.3	1.80	0.5	0.5	5.70	1.38	1.37±0.030
			1.90		0.5	5.60	1.35	
			1.85		0.5	5.65	1.37	
Com	12	0.5	8.55	0.5	0.50	3.45	0.70	0.73±0.024
			8.40		0.50	3.60	0.74	
			8.40		0.50	3.60	0.74	

ASTM D 1439 – 03



Designation: D 1439 – 03

Standard Test Methods for Sodium Carboxymethylcellulose¹

This standard is issued under the fixed designation D 1439; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript symbol (s) indicates an editorial change since the last revision or approval.

1. Scope

1.1 These test methods cover the testing of sodium carboxymethylcellulose.

1.2 The test procedures appear in the following order:

	Sections
Moisture	4-9
Degree of Etherification:	
Test Method A—Acid Wash	10-17
Test Method B—Nonaqueous Titration	10, 11, 18-23
Viscosity	24-30
Purity	31-38
Sodium Glycolate	39-47
Sodium Chloride	48-55
Density	56-62

1.3 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.4 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific hazard statements, see 15.1 and 20.*

2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards:*²
 D 1347 Test Methods for Methylcellulose⁴
 E 1 Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

3. Purity of Reagents

3.1 Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical

Reagents of the American Chemical Society⁴, where such specifications are available. Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

3.2 Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean distilled water.

MOISTURE

4. Scope

4.1 This test method covers the determination of the volatile content of sodium carboxymethylcellulose.

4.2 The results of this test are used for calculating the total solids in the sample; and, by common usage, all materials volatile at this test temperature are designated as moisture.

5. Significance and Use

5.1 Moisture analysis (along with purity) is used to calculate the amount of active polymer in the material and must be considered when determining the amount of sodium carboxymethylcellulose to use in various formulations.

6. Apparatus

6.1 *Oven*—Gravity convection oven, capable of maintaining a temperature of $105 \pm 3^\circ\text{C}$.

6.2 *Weighing Bottles*, low-form, 50-mm inside diameter by 30-mm height, or equivalent.

6.3 *Analytical Balance*.

7. Procedure

7.1 Weigh 3 to 5 g of the sample to the nearest 0.001 g in a tared and covered weighing bottle.

7.2 Place the bottle in an oven at 105°C for 2 h with the cover removed. Cool the bottle in a desiccator, replace the cover, and weigh.

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D01 on Paint and Related Coatings, Materials, and Applications and are the direct responsibility of Subcommittee D01.76 on Cellulose and Cellulose Derivatives.

Current edition approved Dec. 1, 2005. Published January 2004. Originally approved in 1956. Last previous edition approved in 1997 as D 1439 – 97.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Withdrawn.

⁴ *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analyst Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopoeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

 D 1439 – 03

7.3 Replace the sample in the oven for 30 min, cool, and reweigh.

7.4 Continue this procedure to a mass loss of not more than 5 mg for 30 min drying time.

8. Calculation

8.1 Calculate the percent moisture, M , as follows:

$$M = (A/B) \times 100 \quad (1)$$

where:

A = mass loss on heating, g, and

B = sample used, g.

9. Precision and Bias

9.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory reproducibility test results on samples containing 2 to 10 % moisture indicates a precision of ± 0.2 % absolute at the 95 % confidence level.

9.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring moisture because no suitable reference material exists.

DEGREE OF ETHERIFICATION

10. Scope

10.1 These test methods cover the determination of the degree of etherification (D.E.) of sodium carboxymethylcellulose.

10.2 Two test methods are included as follows:

10.2.1 *Test Method A (Acid Wash)*, for crude grades of sodium carboxymethylcellulose with degrees of etherification up to 0.85. Above 0.85 degree of etherification, slightly low results may be obtained.

10.2.2 *Test Method B (Nonaqueous Titration)*, for purified grades of sodium carboxymethylcellulose of all degrees of etherification. It is not applicable to the crude grades.

Test Method A—Acid Wash

11. Summary of Test Method

11.1 The water-soluble sodium carboxymethylcellulose is converted to the insoluble acid form, purified by washing, dried, and then a weighed sample is reconverted to the sodium salt with a measured excess of sodium hydroxide.

12. Significance and Use

12.1 These test methods determine the amount of substituent groups added to the cellulose backbone. The level can greatly affect solution properties, rheology, viscosity, hygroscopicity, salt tolerance, and many other properties of the polymer.

13. Apparatus

13.1 *Stirrer*, air-driven.

13.2 *Buchner Funnel*, 75-mm, fitted with a 70-mm fine-texture, heavy-duty filter paper. A 60-mm medium-porosity, fritted glass funnel may also be used.

13.3 *Drying Oven*, maintained at 105°C.

14. Reagents

14.1 *Diphenylamine Reagent*—Dissolve 0.5 g of diphenylamine in 120 mL of sulfuric acid (H_2SO_4 , 9 + 2). The reagent

should be essentially water-white. It will give a deep blue coloration with traces of nitrate or other oxidizing agents.

14.2 *Ethyl Alcohol (95 volume %)*—Denatured ethyl alcohol conforming to either Formula 2B, 3A, or 30 of the U. S. Bureau of Internal Revenue.

14.3 *Ethyl Alcohol (80 % by volume)*—Dilute 840 mL of Formula 2B, 3A, or 30 denatured alcohol to 1 L with water.

14.4 *Hydrochloric Acid, Standard* (HCl, 0.3 to 0.5 N).

14.5 *Methanol*, anhydrous.

14.6 *Nitric Acid (sp gr 1.42)*—Concentrated nitric acid (HNO_3).

14.7 *Sodium Hydroxide, Standard Solution* (0.3 to 0.5 N)—Prepare and standardize a 0.3 to 0.5 N solution of sodium hydroxide (NaOH).

14.8 *Sulfuric Acid (9 + 2)*—Carefully mix 9 volumes H_2SO_4 with 2 volumes of water.

15. Procedure

15.1 Weigh approximately 4 g of the sample into a 250-mL beaker and add 75 mL of ethyl alcohol (95 %). Stir the mixture with an air-driven stirrer until a good slurry is obtained. Add 5 mL of HNO_3 , while agitating, and continue agitation for 1 to 2 min. Heat the slurry and boil for 5 min. (**Warning**—Exercise care to avoid fire.) Remove the heat and continue agitation for 10 to 15 min.

15.2 Decant the supernatant liquid through the filter and transfer the precipitate to the filter with 50 to 100 mL of ethyl alcohol (95 %). Wash the precipitate with ethyl alcohol (80 %) that has been heated to 60°C, until all of the acid has been removed.

15.3 Test for the removal of acid and salts (ash) by mixing a drop of the acid carboxymethylcellulose slurry from the filter with a drop of diphenylamine reagent on a white spot plate. A blue color indicates the presence of nitrate and the necessity for further washing. If the first drop of reagent does not produce a blue color, further drops should be added until an excess of reagent is known to be present, noting the color after each drop. Four to six washings will usually suffice to give a negative test for nitrate.

15.4 Finally, wash the precipitate with a small amount of anhydrous methanol and draw air through it until the alcohol is completely removed. Transfer the precipitate to a glass or aluminum weighing dish provided with a cover. Heat the uncovered dish on a steam bath until the odor of alcohol can no longer be detected (in order to avoid fires due to methanol fumes in the oven), then dry the dish and contents, uncovered for 3 h at 105°C. Place the cover on the dish and cool to room temperature in a desiccator.

15.5 The sulfate ash content of the sample at this point should be less than 0.5 % when determined on 0.5 g of the sample by the procedure given in the Ash as Sulfate section of Test Methods D 1347. If the ash content is greater than 0.5 %, rewash the sample with ethyl alcohol (80 %). If necessary, repeat the procedure described in 13.1-13.3 to 13.4.

15.6 Weigh, to the nearest 0.01 g, about 1 to 1.5 g of the dried acid carboxymethylcellulose (depending on the normality of the acid and base to be used) into a 500-mL Erlenmeyer flask. Add 100 mL of water and 25.00 mL of 0.3 to 0.5 N

 D 1439 - 03

NaOH solution, while stirring. Heat the solution to boiling, and boil for 15 to 30 min.

15.7 Titrate the excess NaOH, while the solution is hot, with the 0.3 to 0.5 *N* HCl to a phenolphthalein end point.

16. Calculation

16.1 Calculate the degree of etherification, *G*, as follows:

$$A = (BC - DE)F \quad (2)$$

$$G = 0.162A(1 - 0.0584A) \quad (3)$$

where:

- A = milliequivalents of acid consumed per gram of sample,
- B = NaOH solution added, mL,
- C = normality of the NaOH solution,
- D = HCl required for titration of the excess NaOH, mL,
- E = normality of the HCl,
- F = acid carboxymethylcellulose used, g,
- 162 = gram molecular mass of the anhydroglucose unit of cellulose, and
- 58 = net increase in molecular mass of anhydroglucose unit for each carboxymethyl group substituted.

17. Precision and Bias

17.1 *Precision*—Statistical analysis of intralaboratory (repeatability) test results indicates a precision of ± 0.04 D.E. units at the 95 % confidence level.

17.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring degree of etherification because no suitable reference material exists.

Test Method B—Nonaqueous Titration

18. Summary of Test Methods

18.1 This measurement is based upon a nonaqueous acid-base titration. The sample is refluxed with glacial acetic acid, and the resulting sodium acetate is titrated with a standard solution of perchloric acid in dioxane, to a potentiometric end point. Impurities containing alkaline sodium will also be titrated under these conditions. Sodium chloride does not interfere.

19. Apparatus

19.1 *pH Meter*, equipped with a standard glass electrode and a calomel electrode modified as follows:

19.1.1 Discard the aqueous potassium chloride solution, then rinse and fill with the calomel electrode solution as described in 20.2.

19.1.2 Add a few crystals of potassium chloride and silver chloride or silver oxide to the electrode.

19.2 *Buret*, micro, 10-mL capacity.

20. Reagents

20.1 *Acetic Acid*, glacial.

20.2 *Calomel Electrode Solution*—Add 2 g of potassium chloride (KCl) and 2 g of silver chloride (AgCl) or silver oxide (Ag₂O) to 100 mL of methanol and shake thoroughly to saturate. Use the supernatant liquid.

20.3 *1,4-Dioxane*.

20.4 *Perchloric Acid (0.1 N)*—Add 9 mL of concentrated perchloric acid (HClO₄, 70 % to 1 L of dioxane, with stirring (**Warning**—The solution of perchloric acid in dioxane should never be heated or allowed to evaporate). Store in an amber glass bottle. Any slight discoloration that appears on standing may be disregarded.

20.4.1 Standardize the solution as follows: Dry potassium acid phthalate for 2 h at 120°C. Weigh 2.5 g to the nearest 0.0001 g into a 250-mL volumetric flask. Add glacial acetic acid, shake to dissolve, and then make up to volume and mix thoroughly. Pipet 10 mL into a 100-mL beaker and add 50 mL of acetic acid. Place on a magnetic stirrer and insert the electrodes of the pH meter. Add nearly the required amount of HClO₄ from a buret, then decrease the increments to 0.05 mL as the end point is approached. Record the millilitres of titrant versus millivolts, and continue the titration a few millilitres beyond the end point. Plot the titration curve and read the volume of titrant at the inflection point. Calculate the normality, *N*, as follows:

$$N = (A \times 10 \times 1000) / (B \times 204.22 \times 250) \quad (4)$$

where:

- A = potassium acid phthalate used, g,
- B = HClO₄ added, mL,
- 204.22 = gram molecular mass of potassium acid phthalate,
- 10 = potassium acid phthalate solution added, mL, and
- 250 = glacial acetic acid used to dissolve potassium acid phthalate, mL.

20.5 *Potassium Acid Phthalate*, primary standard, National Institute of Standards and Technology Standard Sample No. 84.

21. Procedure

21.1 Weigh 0.2 g of the sample, to the nearest 0.0001 g, into a 250-mL Erlenmeyer flask with ground-glass joint. Add 75 mL of acetic acid, connect to a water-cooled condenser, and reflux gently on a hot plate for 2 h.

21.2 Cool, and transfer the solution to a 250-mL beaker with the aid of 50 mL of acetic acid. Place on the magnetic stirrer and titrate to a potentiometric end point with 0.1 *N* HClO₄ in accordance with 20.4.

22. Calculation

22.1 Calculate the degree of etherification, *H*, as follows (**Note 1**):

$$M = (AN \times 100) / (G \times (100 - B)) \quad (5)$$

$$H = 0.162 M(1.000 - 0.080 M) \quad (6)$$

where:

- M = milliequivalents of acid consumed per gram of sample,
- A = HClO₄ added, mL,
- N = normality of HClO₄,
- G = sample used, g,
- B = percent moisture, determined on a separate sample, in accordance with Sections 4.7.

 D 1439 - 03

- 162 = gram molecular mass of an anhydroglucose unit of cellulose, and
 80 = net increase in molecular mass of an anhydroglucose unit for each sodium carboxymethyl group added.

Note 1—The result calculated in accordance with Section 18 includes the alkaline sodium from sodium glycolate; however, if the latter is less than 0.5 %, the interference is negligible.

23. Precision and Bias

23.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory test results indicates the precision of this test method as shown below:

Approximate D.E. Level	Precision, D.E. Units (95 % Confidence Level)
0.40	±0.010
0.80	±0.012
1.25	±0.028

23.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring degree of etherification because no suitable reference material exists.

VISCOSITY

24. Scope

24.1 This is an arbitrary test method for determining the viscosity of aqueous solutions of sodium carboxymethylcellulose in the viscosity range from 10 to 10 000 cP at 25°C.

24.2 The concentration to be used for the test should be agreed upon between the purchaser and the seller. It should be such that the viscosity of the solution will fall within the range of this test.

24.3 The results for the viscosity of sodium carboxymethylcellulose by this test method will not necessarily check with results from other types of instruments used for viscosity measurements.

24.4 The determinations are run on a calculated dry basis; that is, the amount of sodium carboxymethylcellulose required for the desired concentration on a dry basis is calculated from the known moisture content.

24.5 This test method is intended for referee purposes. The Brookfield spindles and speeds given in Table 1 are recommended for this purpose, but slight derivations from the table may occasionally be found convenient for individual application.

25. Significance and Use

25.1 This test method determines the relative ability of the polymer to thicken water. This is the primary function of sodium carboxymethylcellulose.

TABLE 1 Viscometer Spindles Required for Given Speeds

Viscosity Range, cP	Spindle No.	Speed, rpm	Scale	Factor
10 to 100	1	80	100	1
100 to 200	1	30	100	2
200 to 1000	2	30	100	10
1000 to 4000	3	30	100	40
4000 to 10000	4	30	100	200

26. Apparatus

26.1 *Viscometer*, Brookfield type.

26.2 *Container*—Glass jar, approximately 64-mm (2½-in.) in diameter and 152 mm (6 in.) deep, unstricted at the top, capacity 340 g (12 oz).

26.3 *Analytical Balance*.

26.4 *Mechanical Stirrer*—Stirrer constructed of stainless steel (Fig. 1) attached to a variable speed motor capable of operating at 900 ± 100 rpm under varying load conditions.

26.5 *Water Bath*, constant-temperature, set at 25°C and capable of maintaining that temperature within ±0.2°C.

26.6 *Thermometer*—ASTM Saybolt Viscosity Thermometer having a range from 19 to 27°C and conforming to the requirements for Thermometer 17C, as prescribed in Specification E 1.

27. Procedure

27.1 Determine moisture in accordance with Sections 4-9.

27.2 Calculate the dry-basis sample mass, M , in grams necessary to make 240 g of test solution as follows:

$$M = 100A/(100 - B) \quad (7)$$

where:

A = desired dry mass of sample, g, and

B = moisture in the sample as received, %.

27.3 Calculate the quantity of distilled water required as follows:

$$V = 240 - S \quad (8)$$

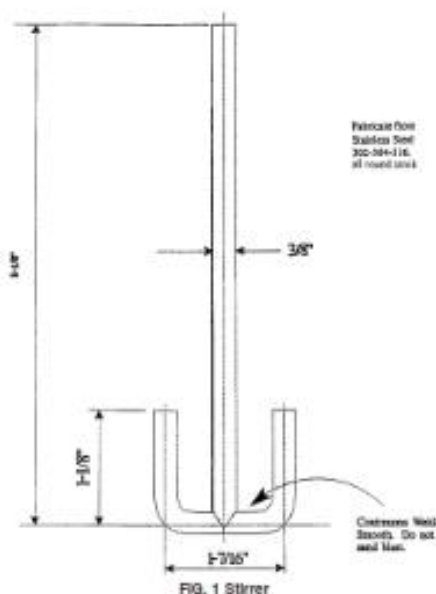


FIG. 1 Stirrer

 D 1439 – 03

where:

V = volume of distilled water, mL, and

S = mass of sample, g.

27.4 Add the calculated quantity of water to the jar. Position the stirrer in the jar allowing minimum clearance between the stirrer and the bottom of the container.

27.5 Begin stirring and slowly add the sodium carboxymethylcellulose specimen. Adjust the stirring speed to approximately 900 \pm 100 r/min and mix for exactly 2 h. Do not allow the stirring speed to exceed 1200 r/min since higher speeds tend to affect viscosity on certain grades of sodium carboxymethylcellulose.

Note 2—If the specimen is added too rapidly, agglomeration will occur. This may prevent complete dissolution within the required mixing time.

27.6 Remove the stirrer and transfer the specimen container to the constant-temperature bath for 1 h. Check the specimen temperature with a thermometer at the end of 1 h to ensure that the test temperature has been reached.

27.7 Remove the specimen container from the bath and shake vigorously for 10 s. Measure the viscosity with the Brookfield viscometer, selecting the proper spindle and speed from Table 1. Allow the spindle to rotate for three min before taking the reading.

28. Calculation

28.1 Calculate the viscosity, V , in centipoises as follows:

$$V = \text{reading} \times \text{factor} \quad (9)$$

29. Report

29.1 Report the results as Brookfield viscosity at 25 C, stating the solution concentration and the spindle and speed used.

30. Precision and Bias

30.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory (reproducibility) test results indicates a precision of \pm 10 % at the 95 % confidence level.

30.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring viscosity because no suitable reference material exists.

PURITY OF CRUDE SODIUM CARBOXYMETHYLCELLULOSE

31. Scope

31.1 This test method covers the determination of purity or percent of active ingredient in crude sodium carboxymethylcellulose containing no phosphate. The test method has been standardized on materials having a degree of etherification of about 0.85 or less.

31.2 For determination of purity of refined sodium carboxymethylcellulose (purity approximately 98 % or higher), analysis for individual or combined impurities and calculation of purity by difference will give more reliable results.

32. Summary of Test Method

32.1 A 3-g sample is stirred mechanically in a beaker for 15 min with each of two 150-mL portions of ethanol (80 % by

volume) at a temperature of 60 to 65°C. The supernatant liquid is decanted through a tared filtering crucible after each treatment. The undissolved matter is transferred quantitatively to the crucible, dried, weighed, and calculated as percent of sodium carboxymethylcellulose. The temperature of the ethanol during the leaching need not be closely controlled, but the concentration of the ethanol must be closely controlled (sp gr within 0.001).

33. Significance and Use

33.1 This test method is intended for use in testing sodium carboxymethylcellulose for applications in which purity is not a critical property. If purity greater than 98 % is required, analysis for individual impurities (sodium chloride and sodium glycolate) is essential.

34. Apparatus

34.1 *Filtering Crucible*, fritted glass, medium-porosity, 50-mL capacity.

34.2 *Mechanical Stirring Motor*, electric or air-driven, with any convenient stirrer of appropriate size.

34.3 *Water Bath*, constant-temperature, maintained at 60 to 65°C.

34.4 *Cover*—A lid to keep a 400-mL beaker substantially covered during mechanical stirring in bath. A flanged lid, preferably of stainless steel, with a slot, wide enough to pass the shaft of the mechanical stirrer, cut from the rim to the center, has been found satisfactory. The center should be cut out somewhat larger than the shaft of the stirrer to permit free rotation of the stirrer. Such a lid serves to weight down the beaker as well as to minimize the evaporation losses during leaching.

35. Reagents

35.1 *Ethanol (95 volume %)*—Undenatured or specially denatured ethanol conforming to Formula 2B (Note 3) of the U. S. Bureau of Internal Revenue.

Note 3—Other grades of denatured alcohol, such as Formula 3A, are not satisfactory for this purpose.

35.2 *Ethanol (80 volume %)*—Dilute 840 mL of 95 % ethanol (30.1) to 1 L with water. The specific gravity should be 0.857 \pm 0.001 at 25/25°C. If necessary, add water or ethanol until the specific gravity is within the specified limits.

35.3 *Ethyl Ether*, anhydrous, ethanol-free.

36. Procedure

36.1 Weigh 3 to 5 g of the sample into a tared low-form, 65-mm diameter glass weighing dish fitted with a cover. Dry to constant mass at 105 \pm 1°C in either a gravity or a mechanical convection oven. Weigh at the end of an initial 2-h heating period; then continue with 30-min heating periods until the change in mass during a 30-min heating period is not more than 0.10 %. If there is an increase in mass of the sample during one or more drying periods, record the lowest mass observed as the mass for use in the calculation of moisture content. Calculate the loss in mass as the percent of moisture in the sample.

36.2 Weigh 3 \pm 0.1 g of the sample, in the "as-received" condition, to the nearest 0.001 g and transfer to a 400-mL beaker.

 D 1439 - 03

36.3 Add 150 mL of ethanol (80 %) that has been heated to between 60 and 65°C, and immediately place the beaker in a constant-temperature water bath maintained at 60 to 65°C. The level of the water in the bath should be somewhat higher than the level of the liquid in the beaker. Cover the beaker as completely as possible with a lid that will permit mechanical stirring. Lower a mechanical stirrer almost to the bottom of the beaker, and stir for 10 min at a rate suitable to provide good agitation without splattering material on the walls of the beaker above the liquid level.

36.4 Stop the stirrer. Allow the undissolved matter to settle with the beaker still in the bath, and then decant the hot supernatant liquid as completely as possible through a tared, fritted-glass filtering crucible.

36.5 Add 150 mL of ethanol (80 %), at 60 to 65°C to the beaker and proceed in accordance with 32.3 and 32.4.

36.6 After decanting the supernatant liquid as completely as possible, transfer the insoluble matter to the crucible with the aid of ethanol (80 %) at 60 to 65°C in a wash bottle, being careful to scrape all insoluble matter from the lid, the stirrer, and the beaker. A total of about 250 mL of ethanol (80 %) will normally be required to transfer the insoluble matter to the crucible and to further wash the insoluble matter in the crucible. During the operations prescribed in this paragraph, apply suction only while filtration is in progress. Make every effort to avoid drying-out of the filter cake. If fines appear to pass through the filter, use only gentle suction.

36.7 Wash the residue in the crucible with 50 mL of ethanol (95 %) at room temperature, and finally with several portions of ether at room temperature (Note 4). Without permitting suction to continue longer than necessary, place the crucible in a beaker or weighing bottle on the steam bath until no odor of ether can be detected.

Note 4—Thorough washing with ether is necessary to remove ethanol completely from the insoluble matter. If ethanol is not completely removed before oven drying, it may not be completely removed during the oven drying.

36.8 Place the crucible in an oven at $105 \pm 1^\circ\text{C}$ for 1 h. Stir the contents of the crucible with a dissecting needle or thin rod (preferably of smooth-surfaced metal) to break up the cake and facilitate complete drying. Again, dry at $105 \pm 1^\circ\text{C}$ for 1 h. Place the crucible in a desiccator. Cover it with a flat glass plate, weighing bottle cover, or other suitable cover to minimize absorption of moisture from the atmosphere in the desiccator; and cool to room temperature (at least 30 min). Weigh the uncovered crucible as rapidly as possible.

36.9 Dry the crucible for additional 1-h periods until the change in mass during a 1-h drying period does not exceed 0.003 g. If increases in mass are observed after such additional drying periods, record the lowest mass observed as the mass of the crucible plus dry sodium carboxymethylcellulose.

37. Calculation

37.1 Calculate the percent sodium carboxymethylcellulose, S , on the dry basis as follows:

$$S = (A \times 10.000) / (B(100 - C)) \quad (10)$$

where:

A = mass of dried residue, g.
 B = mass of specimen used, g, and
 C = moisture in the specimen as received, %.

38. Precision and Bias

38.1 *Precision*—Statistical analysis of interlaboratory (reproducibility) test results indicate a precision of $\pm 0.6\%$ absolute at the 95 % confidence level.

38.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring purity of crude sodium carboxymethylcellulose because no suitable reference material exists.

SODIUM GLYCOLATE

39. Scope

39.1 This test method covers the determination of the sodium glycolate content of purified sodium carboxymethylcellulose containing not more than 2.0 % sodium glycolate.

40. Summary of Test Method

40.1 The sodium carboxymethylcellulose is dissolved in acetic acid (50 %), precipitated with acetone and sodium chloride and the insoluble material filtered off. The filtrate containing the sodium glycolate (as glycolic acid) is treated to remove the acetone and reacted with 2,7-dihydroxy naphthalene. The resulting color is measured at 540 nm with a spectrophotometer calibrated with known solutions.

41. Significance and Use

41.1 This test method (along with moisture and sodium chloride) is used to calculate the amount of active polymer in the material. It must be used when analyzing highly purified (>98 %) grades of sodium carboxymethylcellulose, especially in government-regulated applications (that is, food, pharmaceuticals, cosmetics, etc.).

42. Apparatus

42.1 *Spectrophotometer or Filter Photometer*, suitable for measuring absorbance at 540 nm.

42.2 *Absorption Cells*, for spectrophotometer, 1-cm light path.

42.3 *Aluminum Foil*—Cut to approximately 2-in. (51-mm) squares.

43. Reagents

43.1 *Acetic Acid*, glacial.

43.2 *Acetone*.

43.3 *Dihydroxy Naphthalene Reagent (0.100 g/L)*—Dissolve 0.100 g of 2,7-dihydroxy naphthalene in 1 L of sulfuric acid (H_2SO_4). Before using, allow the solution to stand until the initial yellow color disappears. If the solution is very dark, discard it and prepare a new solution from a different supply of H_2SO_4 . This solution is stable for approximately 1 month if stored in a dark bottle.

43.4 *Glycolic Acid, Standard Solution (1 mg glycolic acid/mL)*—Dry several grams of glycolic acid in a desiccator at room temperature overnight. Accurately weigh 0.100 g of the dried material, dissolve in water, and make up to volume in a

D 1439 - 03

100-mL volumetric flask. This solution will contain 1 mg of glycolic acid/mL. The solution is stable for approximately 1 month.

43.5 *Sodium Chloride* (NaCl).

43.6 *Sulfuric Acid* (sp gr 1.84)—Concentrated H₂SO₄.

44. Preparation of Calibration Curve

44.1 Into a series of five 100-mL volumetric flasks accurately introduce 1, 2, 3, and 4-mL aliquots of the standard glycolic acid solution, reserving the fifth flask for a blank. Add sufficient water to each flask to give a total volume of 5 mL. Add 5 mL of glacial acetic acid, make up to volume with acetone and mix. These solutions will contain 0, 1, 2, 3 and 4 mg of glycolic acid, respectively.

44.2 Pipet 2 mL of each of these solutions into individual 25-mL volumetric flasks. Place the uncovered flasks upright in a boiling water bath for exactly 20 min to remove the acetone. Remove the flasks from the bath and cool.

44.3 To each flask add 20 mL of 2,7-dihydroxy naphthalene reagent as follows: Add 5 mL of reagent initially, mix thoroughly, then add the remaining 15 mL of reagent and mix. Cover the mouth of the flasks with a small piece of aluminum foil and place upright in the boiling water bath for 20 min. Remove from the bath, cool, and make up to volume with H₂SO₄.

44.4 Measure the absorbance of each solution at 540 nm against the blank solution. Plot the milligrams of glycolic acid in the original 100 mL of solution against absorbance to give a calibration curve.

45. Procedure

45.1 Weigh about 0.5 g of the sample (0.2 g for semirefined grades) to the nearest 0.001 g and transfer to a 100-mL beaker. Moisten the specimen thoroughly with 5 mL of acetic acid followed by 5 mL of water, and stir with a glass rod until solution is complete (usually about 15 min is required). Slowly add 50 mL of acetone, stirring during addition, followed by approximately 1 g of NaCl. Stir several minutes to ensure complete precipitation of the carboxymethylcellulose.

45.2 Filter through a soft, open-texture paper, previously wetted with a small amount of acetone, and collect the filtrate in a 100-mL volumetric flask. Use an additional 30 mL of acetone to facilitate transfer of the solids and to wash the filter cake. Make up to volume with acetone and mix.

45.3 Prepare a blank solution containing 5 mL of water and 5 mL of glacial acetic acid in another 100-mL volumetric flask. Make up to the mark with acetone and mix.

45.4 Pipet 2 mL of the solution from the specimen and 2 mL of the blank solution into separate 25-mL volumetric flasks. Develop the color and measure the absorbance in accordance with 44.2 to 44.4.

45.5 Using the observed absorbance, refer to the calibration curve and read the corresponding milligrams of glycolic acid.

46. Calculation

46.1 Calculate the percent sodium glycolate content, *C*, as follows:

$$C = (B \times 12.9) / (W \times (100 - A)) \quad (11)$$

where:

B = glycolic acid, read from the calibration curve, mg,

W = sample used, g,

A = moisture in the sample as received, %, and

12.9 = (gram molecular mass of sodium glycolate per gram molecular mass of glycolic acid) × 10.

47. Precision and Bias

47.1 *Precision*—Statistical analysis of intralaboratory (repeatability) data on material containing less than 0.50 % sodium glycolate indicate a precision of ±0.03 % absolute at the 95 % confidence level.

47.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring sodium glycolate because no suitable reference material exists.

SODIUM CHLORIDE

48. Scope

48.1 This test method covers the determination of the sodium chloride content of purified sodium carboxymethylcellulose.

49. Summary of Test Method

49.1 The sodium carboxymethylcellulose is dissolved in water and titrated with a standard solution of silver nitrate to a potentiometric end point. Hydrogen peroxide is added to reduce the viscosity of the solution.

50. Significance and Use

50.1 This test method (along with moisture and sodium glycolate) is used to calculate the amount of active polymer in the material. It must be used when analyzing highly purified (>98 %) grades of sodium carboxymethylcellulose, especially in government-regulated applications (that is, food, pharmaceuticals, cosmetics, etc.).

51. Apparatus

51.1 *pH Meter*, equipped with a silver electrode and a mercurous sulfate-potassium sulfate electrode.

51.2 *Buret*, micro, 10-mL capacity.

52. Reagents

52.1 *Hydrogen Peroxide* (30 mass %)—Concentrated hydrogen peroxide (H₂O₂).

52.2 *Nitric Acid* (sp gr 1.42)—Concentrated nitric acid (HNO₃).

52.3 *Silver Nitrate, Standard Solution* (0.1 *N*)—Dissolve 17.0 g of silver nitrate (AgNO₃) in 1 L of water. Store in an amber glass bottle. Standardize the solution as follows:

52.3.1 Dry the sodium chloride (NaCl) for 2 h at 120°C. Weigh 0.65 g to the nearest 0.0001 g, into a 250-mL beaker and add 100 mL of water. Place on a magnetic stirrer, add 10 mL of HNO₃, and insert the electrodes of the pH meter. Add nearly the required amount of AgNO₃ solution from a buret, then decrease the increments to 0.05 mL as the end point is approached. Record the millilitres of titrant versus millivolts, and continue the titration a few millilitres beyond the end

D 1439 – 03

point. Plot the titration curve and read the volume of titrant at the inflection point. Calculate the normality, N , as follows:

$$N = (A \times 1000) / (B \times 58.45) \quad (12)$$

where:

- A = NaCl used, g.
 B = AgNO₃ solution added, mL, and
 58.45 = gram molecular mass of NaCl.
 52.4 Sodium Chloride (NaCl).

53. Procedure

53.1 Weigh 5 g of the sample, to the nearest 0.0001 g, into a 250-mL beaker. Add 50 mL of water and 5 mL of H₂O₂ (30 %). Place the beaker on a steam bath, stirring occasionally to achieve a nonviscous solution. If solution is not complete after 20 min, add 5 mL more of H₂O₂, and heat until solution is complete.

53.2 Cool the beaker, add 100 mL of water and 10 mL of HNO₃. Place it on the magnetic stirrer and titrate to a potentiometric end point with 0.1 N AgNO₃ solution in 46.3.

54. Calculation

54.1 Calculate the percent sodium chloride content, C , as follows:

$$C = (AN \times 584.5) / [G \times (100 - B)] \quad (13)$$

where:

- A = AgNO₃ solution added, mL,
 N = normality of AgNO₃ solution,
 G = sample used, g.
 B = moisture, determined on a separate sample, %, in accordance with Sections 4.7, and
 584.5 = gram molecular mass of NaCl \times 10.

55. Precision and Bias

55.1 *Precision*—The precision of this test method is estimated to be ± 0.05 % absolute for material containing less than 0.50 % sodium chloride and ± 0.10 % absolute for material containing greater than 0.59 % sodium chloride.

55.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring sodium chloride because no suitable reference material exists.

DENSITY

56. Scope

56.1 This test method covers the determination of the bulk density of sodium carboxymethylcellulose.

57. Summary of Test Method

57.1 A weighed amount of sodium carboxymethylcellulose is transferred to a 100-mL graduated cylinder and the graduate vibrated to settle the powder.

58. Significance and Use

58.1 The density of the material can relate to dry flow properties, rate of dissolution, lumping, and package and storage space requirements.

59. Apparatus

59.1 *Vibrator*—A magnetic-type electric vibrator attached to the vertical support rod of a ring stand approximately 1 ft (0.3 m) above the base. A condenser clamp of sufficient size to hold a 100-mL graduated cylinder also shall be attached to the above rod. The base of the stand should be weighted.

60. Procedure

60.1 Place 50.0 g of sodium carboxymethylcellulose in a 100-mL graduated cylinder and place it in the condenser clamp. Turn on the vibrator and allow the cylinder to vibrate for 3 min. Record the level (in millilitres) to which the specimen has compacted.

60.2 Alternatively, the specimen may be compacted manually. Tap it on a hard surface by dropping the cylinder repeatedly from a height of about 1 in. (25 mm) until the volume of the specimen remains constant. In order to prevent cylinder breakage, cover the tapping surface with a $\frac{1}{8}$ to $\frac{1}{2}$ -in. (3 to 6-mm) thick rubber sheet or use a plastic graduated cylinder.

61. Calculation

61.1 Calculate the density, D , in grams per millilitre as follows:

$$D = 500 / r \quad (14)$$

where:

- r = observed reading, mL.

62. Precision and Bias

62.1 *Precision*—Statistical analysis of intralaboratory (repeatability) test results indicates a precision of ± 0.04 g/mL at the 95 % confidence level.

62.2 *Bias*—No justifiable statement can be made on the bias of the procedure for measuring density because no suitable reference material exists.

63. Keywords

63.1 degree of etherification; density; moisture; purity; sodium carboxymethylcellulose; sodium chloride; sodium glycolate; viscosity

 D 1439 – 03

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either approved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2950, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

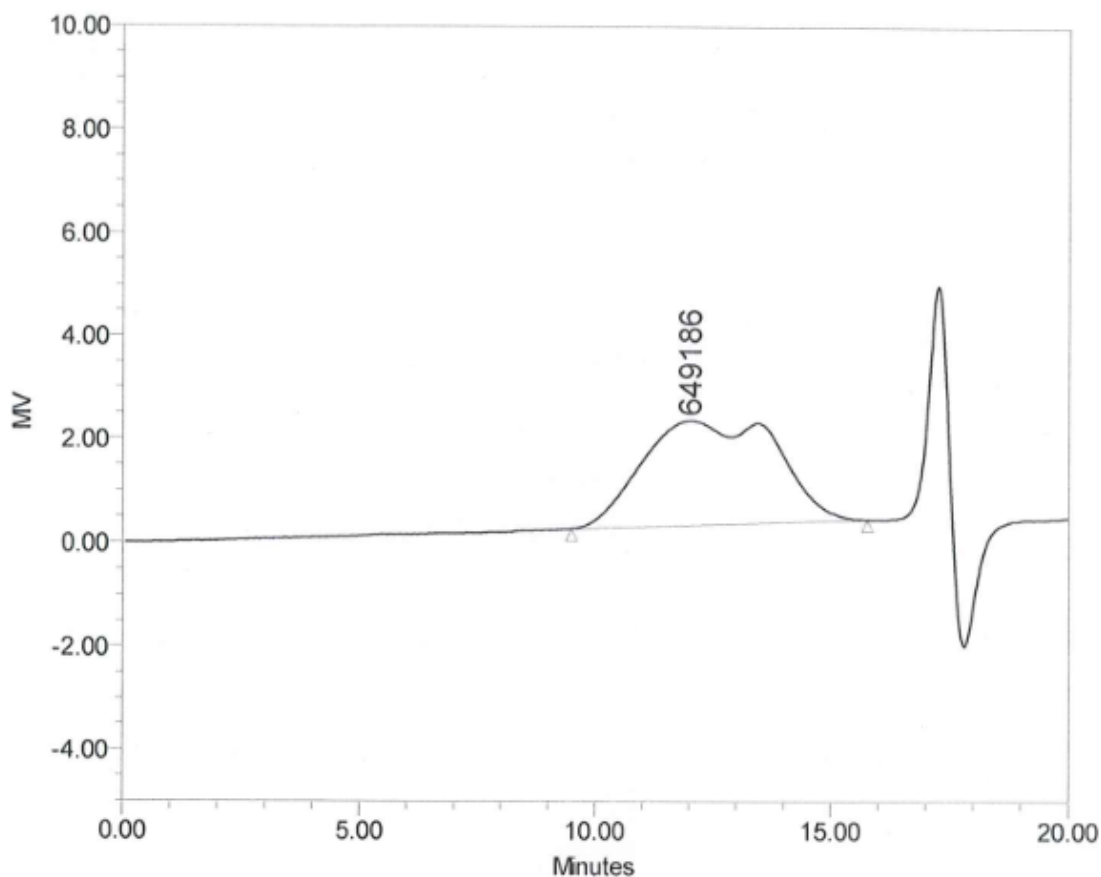
ภาคผนวก ง

มวลโมเลกุลและความปลอดภัยอาหารของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส



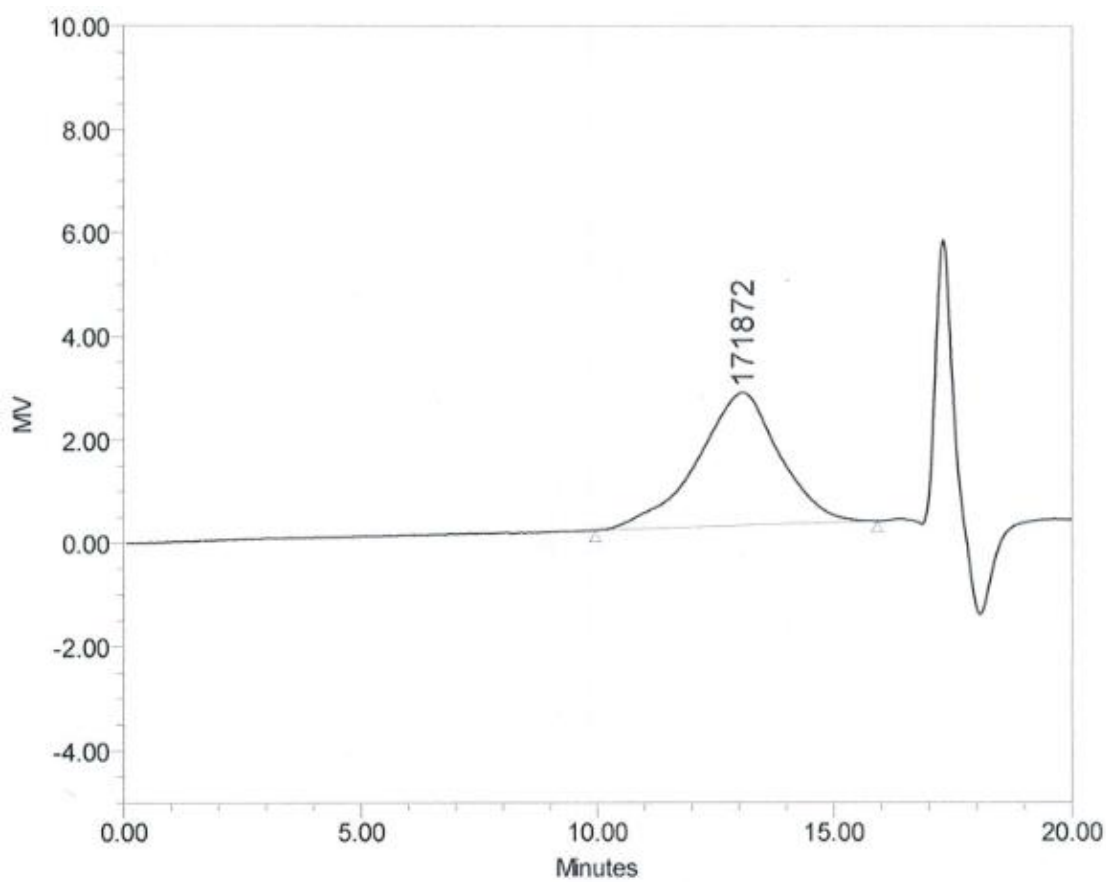
การวิเคราะห์มวลโมเลกุล

ผลการหามวลโมเลกุลของ CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อนสูตรต่างๆ และ CMC การค้าด้วยวิธีการ Gel Permeation Chromatography ตามรูปที่ ง.1-ง.5



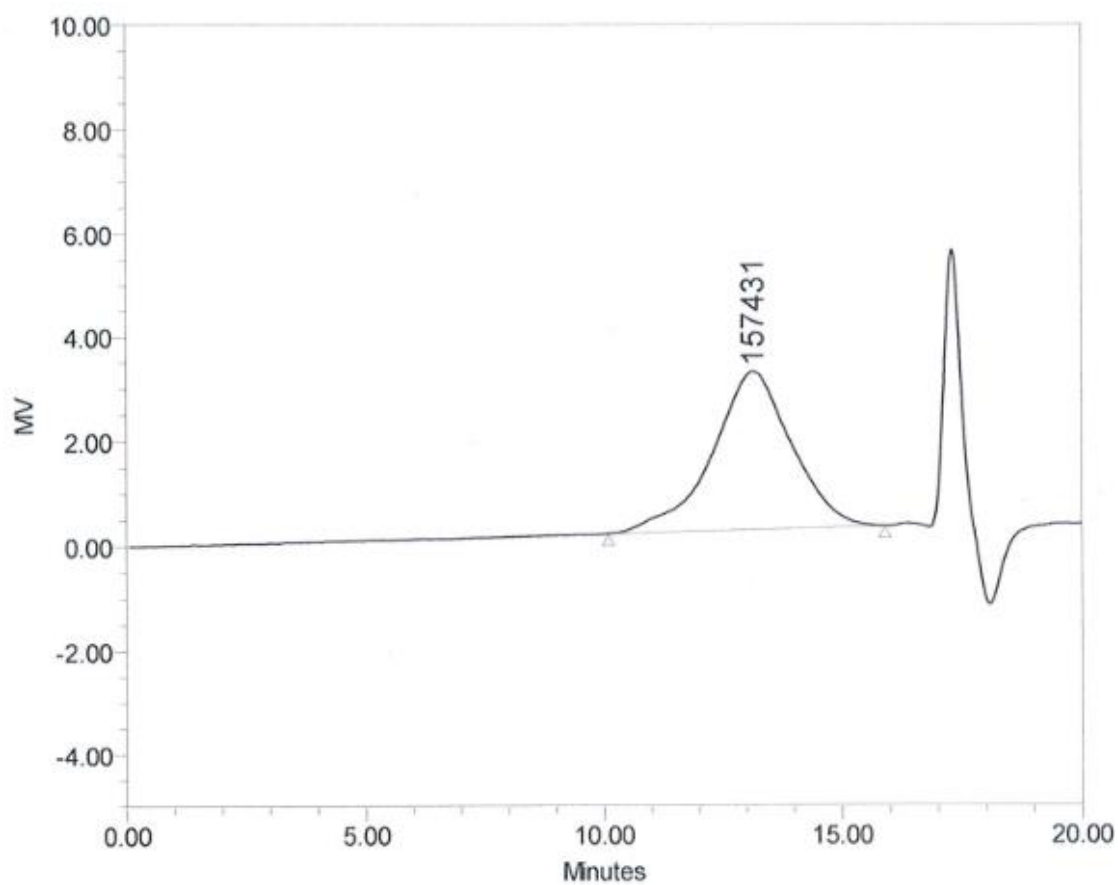
	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity
1	142221	856763	649186	2571816	4114036	6.024181

รูปที่ ง.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC การค้า (Com)



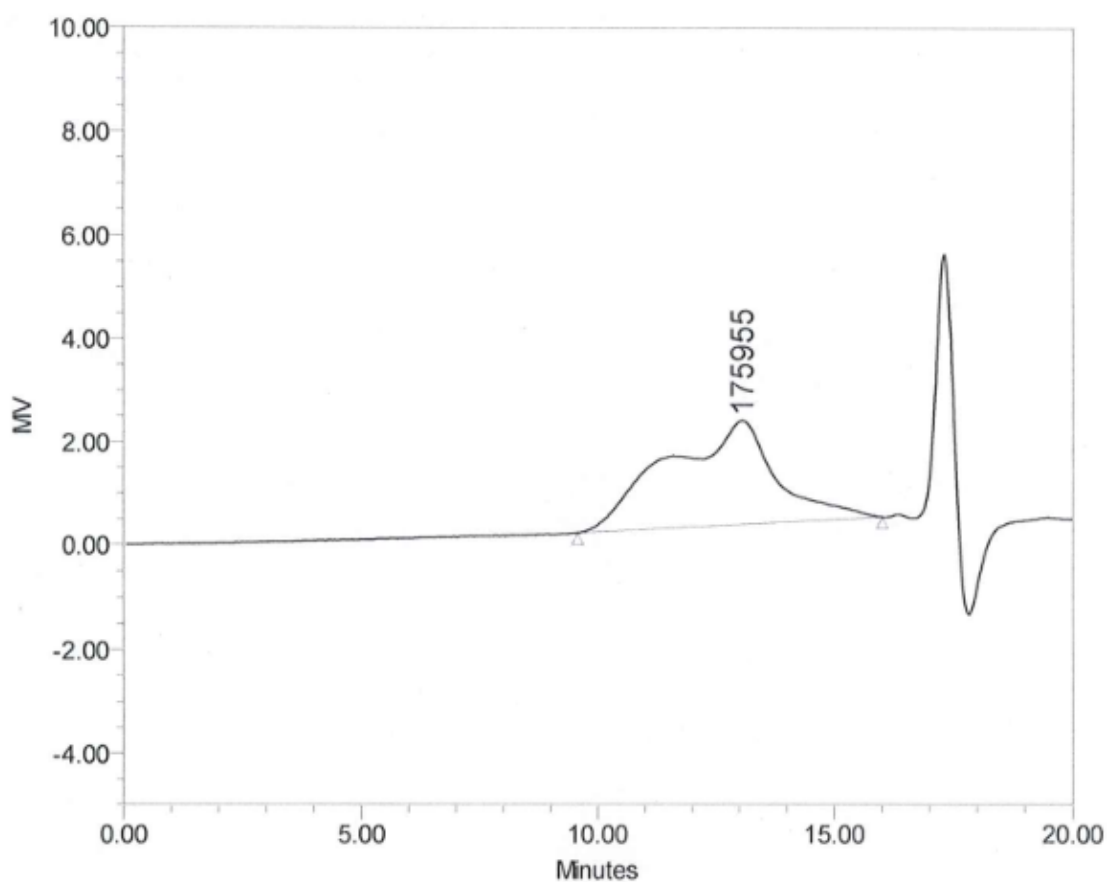
	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity
1	113540	393848	171872	1364122	2838865	3.468802

รูปที่ ง.2 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (30-D2)



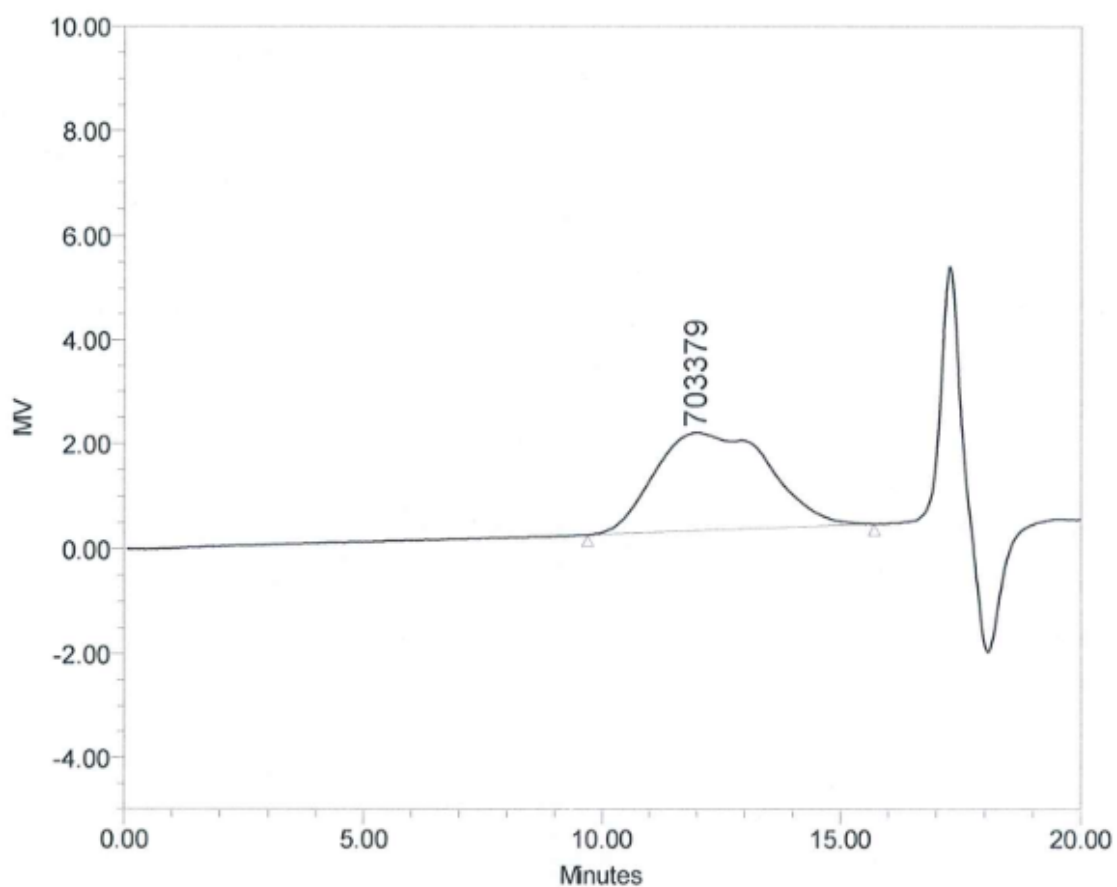
	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity
1	97631	315809	157431	1112264	2386396	3.234733

รูปที่ ง.3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (40-D2)



	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity
1	117575	907370	175955	2712486	4178617	7.717366

รูปที่ ง.4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (40-C1)



	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity
1	185871	810235	703379	2060670	3358155	4.359115

รูปที่ ๓.5 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต่างศักย์ (MV) จากโมเลกุล และเวลาที่โมเลกุลใช้ในการชนตัวรับสัญญาณ (Minutes) ซึ่งแสดงผลเป็นมวลโมเลกุลของ CMC มะพร้าวอ่อน (30-D2 (FP))

ความปลอดภัยของอาหาร

ผลการตรวจสอบวัตถุเจือปนและจุลินทรีย์ก่อโรคของ CMC เปลือกมะพร้าวอ่อน สูตร 30-D2 ในรูปที่ ๓.6-๓.8

ห้องปฏิบัติการวิจัยและทดสอบอาหาร
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ชั้น 16 อาคารมหามกุฏ ถนนพญาไท
ปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330



เลขที่รายงาน : C 0062/17
วันที่รายงาน : 22 กุมภาพันธ์ 2560
รหัสตัวอย่าง : 170642
หน้าที่ 1 ของจำนวน 1 หน้า

----- เริ่มรายงาน -----

รายงานการทดสอบ

ชื่อผู้ให้บริการ : ศูนย์บริการวิชาการแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ผู้ให้บริการ : 254 อาคารวิจัยจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ชั้น 3-4 ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

ชื่อตัวอย่าง/ รายละเอียดตัวอย่าง : Carboxymethyl Cellulose / ผงสีขาวบรรจุในถุงซิปล็อคพลาสติก น้ำหนัก 10 กรัม

ผู้ส่งตัวอย่าง : ผู้ส่งตัวอย่างเป็นผู้ส่งตัวอย่าง
วันที่รับตัวอย่าง : 20 กุมภาพันธ์ 2560
วันที่เริ่มทดสอบ : 21 กุมภาพันธ์ 2560


ผลการทดสอบ


รายการทดสอบ	ผล	วิธีทดสอบ	Detection limit
Arsenic (As)	Not detected	In-house method based on AOAC (2012), 999.10	0.34 mg/kg
Lead (Pb)	0.39 mg/kg		-
Iron (Fe)	21.01 mg/kg		-


หมายเหตุ :-

----- สิ้นสุดรายงาน -----

อนุมัติ โดย

ลงชื่อ 
(นางสาววิไล กัทรปิณทุภาค)
ผู้จัดการด้านวิชาการ
ห้องปฏิบัติการเคมี

ลงชื่อ 
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุเมธ สันตะระเชียร)
รองผู้อำนวยการ

ลงชื่อ 
(ศาสตราจารย์ ดร.ศิริรัตน์ กักผล)
ผู้อำนวยการ

ผลการทดสอบนี้รับรองเฉพาะตัวอย่างที่ได้ทดสอบเท่านั้น
ห้ามนำรายงานการทดสอบนี้ไปประกาศโฆษณาและต้องไม่ถูกทำสำเนา (ยกเว้นทำทั้งฉบับ)
โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากห้องปฏิบัติการ

F-QM-0031/R03

รูปที่ ง.6 ปริมาณวัตถุเจือปนโลหะหนักในคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน
สูตร 30-D2

ห้องปฏิบัติการวิจัยและทดสอบอาหาร
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ชั้น 16 อาคารมหามกุฏ ถนนพญาไท
ปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330



เลขที่รายงาน : M 0225/16
วันที่รายงาน : 15 มีนาคม 2560
รหัสตัวอย่าง : 170836
หน้าที่ 1 ของจำนวน 1 หน้า

----- เริ่มรายงาน -----

รายงานการทดสอบ

ชื่อผู้ขอรับบริการ : ศูนย์บริการวิชาการแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ผู้ขอรับบริการ : 254 ถ. พญาไท แขวงวังใหม่ เขต ปทุมวัน กทม. 10330

ชื่อตัวอย่าง/ รายละเอียดตัวอย่าง : Carboxymethyl cellulose 0.45% (1) / ของเหลวสีขาวขุ่น บรรจุในขวดแก้วโพลีเอทิลีน
ปริมาตรรวม 500 มิลลิลิตร

ผู้ส่งตัวอย่าง : ผู้ส่งตัวอย่างเป็นผู้ส่งตัวอย่าง
วันที่รับตัวอย่าง : 6 มีนาคม 2560
วันที่เริ่มทดสอบ : 7 มีนาคม 2560


ผลการทดสอบ


รายการทดสอบ	ผล	วิธีทดสอบ
Total Plate Count	140 CFU/ml	FDA BAM, Online, 2001 (Chapter 3)
<i>E. coli</i> *	Not detected in 0.1 ml	ISO 7251 : 2005
<i>Salmonella</i> spp.	Not detected in 25 ml	FDA BAM, Online 2014 (Chapter 5)
Yeast & Mold	< 10 CFU/ml	FDA BAM, Online, 2001 (Chapter 18)

หมายเหตุ : * = presumptive *E. coli*

----- สิ้นสุดรายงาน -----

อนุมัติ โดย

ลงชื่อ 
(นางสาวอิจิมา จิพรหม)
ผู้จัดการด้านวิชาการ
ห้องปฏิบัติการจุลชีววิทยา

ลงชื่อ 
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุเมธ ดันตระเชียร)
รองผู้อำนวยการ

ลงชื่อ 
(ศาสตราจารย์ ศิริรัตน์ ก๊กผล)
ผู้อำนวยการ

ผลการทดสอบนี้รับรองเฉพาะตัวอย่างที่ได้ทดสอบเท่านั้น
ห้ามนำรายงานการทดสอบนี้ไปประกาศโฆษณาและต้องไม่ถูกทำสำเนา (ยกเว้นทำทั้งฉบับ)
โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากห้องปฏิบัติการ

F-QM-0031/R03

รูปที่ ง.7 ปริมาณจุลินทรีย์ก่อโรคของสารละลาย CMC สูตร 30-D2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ยังไม่ผ่านการฆ่าเชื้อ

ห้องปฏิบัติการวิจัยและทดสอบอาหาร
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ชั้น 16 อาคารมหามกุฏ ถนนพญาไท
ปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330



เลขที่รายงาน : M 0226/16
วันที่รายงาน : 15 มีนาคม 2560
รหัสตัวอย่าง : 170837
หน้าที่ 1 ของจำนวน 1 หน้า

----- เริ่มรายงาน -----

รายงานการทดสอบ

ชื่อผู้รับบริการ : ศูนย์บริการวิชาการแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ผู้รับบริการ : 254 อ. พญาไท แขวงวังใหม่ เขต ปทุมวัน กทม. 10330

ชื่อตัวอย่าง/ รายละเอียดตัวอย่าง : Carboxymethyl cellulose 0.25% (2) / ของเหลวสีขาวขุ่น บรรจุในขวดแก้วโพลีคาร์บอเนต
ปริมาตรรวม 500 มิลลิลิตร

ผู้ส่งตัวอย่าง : ผู้ส่งตัวอย่างเป็นผู้ส่งตัวอย่าง
วันที่รับตัวอย่าง : 6 มีนาคม 2560
วันที่เริ่มทดสอบ : 7 มีนาคม 2560

ผลการทดสอบ

รายการทดสอบ	ผล	วิธีทดสอบ
Total Plate Count	< 1 CFU/ml	FDA BAM, Online, 2001 (Chapter 3)
<i>E. coli</i> *	Not detected in 0.1 ml	ISO 7251 : 2005
<i>Salmonella</i> spp.	Not detected in 25 ml	FDA BAM, Online 2014 (Chapter 5)
Yeast & Mold	< 10 CFU/ml	FDA BAM, Online, 2001 (Chapter 18)

หมายเหตุ : * = presumptive *E. coli*

----- สิ้นสุดรายงาน -----

อนุมัติ โดย

ลงชื่อ
(นางสาวอัญจมา กำพรหม)
ผู้จัดการด้านวิชาการ
ห้องปฏิบัติการจุลชีววิทยา

ลงชื่อ
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุเมธ ตันตระเชียร)
รองผู้อำนวยการ

ลงชื่อ
(ศาสตราจารย์ ศิริรัตน์ กักผล)
ผู้อำนวยการ

ผลการทดสอบนี้รับรองเฉพาะตัวอย่างที่ได้ทดสอบเท่านั้น
ห้ามนำรายงานการทดสอบนี้ไปประกาศโฆษณาและต้องไม่ถูกทำสำเนา (ยกเว้นทำทั้งฉบับ)
โดยไม่ได้รับความยินยอมเป็นลายลักษณ์อักษรจากห้องปฏิบัติการ

F-QM-0031/R03

รูปที่ ง.8 ปริมาณจุลินทรีย์ก่อโรคของสารละลาย CMC สูตร 30-D2 ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ (น้ำหนักต่อปริมาตร) ที่ผ่านการฆ่าเชื้อ

AOAC 999.10

9.1.08

AOAC Official Method 999.10
Lead, Cadmium, Zinc, Copper, and Iron
in Foods
Atomic Absorption Spectrophotometry
after Microwave Digestion
First Action 1999
NMLK-AOAC Method

[Applicable to determination of Zn, Cu, and Pb in a variety of foods by microwave digestion and flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS), and Cd and Pb by microwave digestion and graphite furnace atomic absorption spectroscopy (GFAAS). Method is capable of determining these elements at concentrations above approximately Pb (0.1), Cd (0.01), Zn (4), Cu (0.2), and Pb (7)

mg/kg. Method is not applicable to foods with a fat content $\geq 40\%$. Not applicable to milk powder. See Table 999.10A for the results of the interlaboratory study supporting the acceptance of the method.]

Caution: Digestion vessels must cool for an appropriate time before opening in order to avoid burns from hot and corrosive vapors. Always gently add acid to water. Maintain safe distance from furnaces equipped with Zeeman background correction when the magnet is on. Consult manufacturer's instructions to determine safe distance, which varies for different instruments. See Appendix B, Laboratory Safety, for safe use of compressed gases, inorganic acids, and atomic absorption spectrometer. For disposal of 4% acetic acid solutions, follow local regulations.

Table 999.10A Interlaboratory study results

Metal	Sample	Analyte range, mg/kg	Mean, mg/kg	n ¹	Outliers	s _e		RSD _s , %	RSD _L , %	r	R
						z	z _L				
Pb (GFAAS)	Liver	≥ 0.1	0.130	11	1	0.049	0.055	37	42	0.14	0.15
	Wheat bran		0.155	12	0	0.058	0.091	57	59	0.25	0.26
	Diets ²		0.394	12	0	0.063	0.098	16	25	0.18	0.27
	Bovine muscle		0.398	10	2		0.086		22		0.24
	Fish		0.46	12	0		0.13		27		0.36
	Mushroom		1.62	12	0		0.26		16		0.73
Cd (GFAAS)	Bovine muscle	≥ 0.01	0.0124	12	1		0.0034		28		0.0097
	Liver		0.164	13	0	0.025	0.034	15	20	0.070	0.094
	Wheat bran		0.171	11	2	0.0078	0.022	4.6	13	0.022	0.063
	Fish		0.211	12	0		0.035		17		0.099
	Mushroom		0.482	11	2		0.053		11		0.149
Zn (FAAS)	Diets ²		0.764	12	1	0.050	0.105	6.5	14	0.14	0.294
	Fish	≥ 4	4.50	12	0		0.41		9.1		1.1
	Milk powder		35.3	14	0		3.3		9.3		9.1
	Diets ²		47.6	13	1	1.9	2.5	4.0	5.3	5.4	7.1
	Mushroom		56.9	14	0		3.0		5.3		6.4
	Wheat bran		73.5	13	1	2.5	3.5	3.4	4.8	7.1	9.9
	Bovine muscle		147.3	11	3		2.5		1.7		7.0
Cu (FAAS)	Liver		181.9	12	2	2.8	6.6	1.6	4.8	7.9	25
	Fish	≥ 0.2	0.241	4	0		0.094		39		0.26
	Bovine muscle		2.63	6	0		0.17		6.4		0.47
	Wheat bran		10.14	10	1	0.44	0.61	4.3	7.9	1.2	2.3
	Mushroom		37.7	14	0		2.2		5.7		6.0
Fe (FAAS)	Diets ²		63.42	12	2	0.95	1.9	1.5	3.0	2.7	5.3
	Liver		107.5	14	0	3.3	4.1	3.1	3.6	9.3	12
	Fish	≥ 7	7.4	9	0		1.3		17		3.5
	Bovine muscle		75.0	12	0		6.1		11		23
	Mushroom		105.5	11	0		7.9		7.5		22
	Wheat bran		123.1	12	0	3.9	9.9	3.2	6.1	11	26
Diets ²		203	10	2	12	18	4.0	5.9	33	50	
	Liver		487	12	0	27	31	5.4	6.4	74	88

¹ n = Number of laboratories after outlier elimination. Values for s_e, RSD_s, and r are only available for duplicate or split level determinations.

² Simulated diets E and F.

Table 999.10B Instrumental parameters for PAAS

Metal	Flame type	Wavelength, nm
Zn	Acetylene, oxidizing	213.9
Cu	Acetylene, oxidizing	324.7
Pb	Acetylene, oxidizing	248.3
Fe	N ₂ O-acetylene, oxidizing	248.3

A. Principle

Products are digested with HNO₃ and H₂O₂ under pressure in a closed vessel heated by microwave. Solution is diluted with H₂O. Pb and Cd are determined by GFAAS. Zn, Cu, and Fe are determined by FAAS.

B. Apparatus

(a) Atomic absorption spectrophotometer.—With air-acetylene burner or nitrous oxide-acetylene burner for flame (PAAS; see Table 999.10B) and a graphite furnace for electrothermal (GFAAS; see Table 999.10C) determinations, with appropriate background (nonatomic) correction.

(b) Hollow cathode or electrodeless discharge lamps.—For Pb, Cd, Zn, Cu, and Fe.

(c) Microwave oven.—Designed for laboratory use, e.g., MDS-2000, CEM Corp., PO Box 200, Matthews, NC 28106-2000 USA. Microwave oven should be regularly checked for delivered power. If the measured effect does not agree with the specification, adjust the program. Fill a plastic beaker (polypropylene or Teflon) with 1,000 kg water (room temperature) and measure temperature (T₁). Place beaker in microwave oven and heat water at full power for 2 min. Take beaker out of oven, stir water, and measure temperature (T₂). The delivered power in watts:

$$P = 35 \times (T_2 - T_1)$$

(d) Teflon digestion vessels.—100 mL, withstanding a pressure of at least 1.4 MPa.

(e) Volumetric flasks.—25 and 1,000 mL.

(f) Funnel.—Glass or plastic.

(g) Plastic bottles.—e.g., Polystyrene bottles with tightly fitting lids, 50–100 mL.

(h) Drying oven.—Or equipment for freeze-drying.

All glassware and plasticware should be carefully cleaned and rinsed, e.g., with HNO₃ or HCl, in order to avoid metal contamination.

C. Reagents

Reagents should be of at least analytical reagent grade (p.a.), preferably ultrapure (suprapur) or equivalent.

(a) Water.—Redistilled or deionized, ≥18 MΩ cm.

(b) Nitric acid.—65% (w/w).

(c) Nitric acid.—0.1M. Dilute 7 mL concentrated HNO₃ (b), with water to 1 L.

(d) Nitric acid.—3M. Dilute 200 mL concentrated HNO₃ (b), with water to 1 L.

(e) Hydrogen peroxide.—30% (w/w).

(f) Zinc standard solution.—1 mg/l. Dissolve 1,000 g Zn in 14 mL water + 7 mL nitric acid, (b), in 1 L volumetric flask. Dilute to volume with water. [Note: Commercially available standard solutions for AAS (e.g., BDH Chemicals Ltd., Poole, UK) may be used for all metal standard solutions.]

(g) Copper standard solution.—1 mg/mL. Dissolve 1,000 g Cu in 7 mL nitric acid, (b), in 1 L volumetric flask. Dilute to volume with water.

(h) Iron standard solution.—1 mg/mL. Dissolve 1,000 g Fe in 14 mL water + 7 mL nitric acid, (b), in 1 L volumetric flask. Dilute to volume with water.

(i) Lead standard solution.—1 mg/mL. Dissolve 1,000 g Pb in 7 mL HNO₃ (b), in 1 L volumetric flask and dilute to volume with water.

(j) Cadmium standard solution.—1 mg/mL. Dissolve 1,000 mg Cd in 14 mL water + 7 mL HNO₃ (b), in 1 L volumetric flask and dilute to volume with water.

(k) Working standard solutions.—(1) For flame analysis.—Dilute standard, (f)–(j), with 0.1M HNO₃ (c), to a range of standards that covers the concentration of the element to be determined. (2) For graphite furnace analysis.—Dilute standard solutions, (f)–(j), with 0.1M HNO₃ (c), to a range of standards that covers the linear range of the element to be determined.

D. Procedures

(a) Cleaning procedure.—(1) For glass and plasticware.—Acid solution: 500 mL concentrated HNO₃, C(b), + 450 mL deionized water, C(a). Wash first with water and detergent. Rinse with tap water, followed by deionized water, then with acid solution. Finally rinse 4–5 times with deionized water. (2) For Teflon digestion vessels.—Rinse with acetone, wash with deionized water, keep vessels covered with 0.1M HNO₃, C(c), for at least 30 min, rinse with deionized water, and let vessels dry.

Use separate vessels for different applications, depending on the concentration of metals. If, however, the same digestion vessels are used for heavily contaminated products, e.g., sludge, it may be necessary to use a more severe cleaning procedure, e.g., heating vessels together with concentrated HNO₃, C(b). The instrument manual usually provides detailed instructions for such cleaning procedures.

(b) Pre-treatment.—If product is to be analyzed fresh, proceed to (d). Homogenization. Otherwise, continue at (c). Drying.

(c) Drying.—Dry to constant weight in drying oven at 105°C, or freeze-dry. Freeze-drying is usually preferable because it renders the product less compact and easier to homogenize. If final result is based on fresh weight, weigh test portion before and after drying to obtain water content:

$$H_2O = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

where H₂O, % = water content of the test portion (%); W₁ = weight of the test portion (g); W₂ = weight after drying (g).

(d) Homogenization.—Homogenize products using noncontaminating equipment. Check for leached metals if the apparatus consists of metal parts.

Table 999.10C Instrumental parameters for GFAAS

Metal	Wavelength, nm	Temperature (°C)/temp-hold (s)		Cleaning out step (°C)
		Ashing step	Atomization step	
Pb	283.3	850/15-10	1900/0-4	2500
Cd	228.8	350/15-10	1200/0-4	2500

Table 999.10D Parameters for microwave oven program

Step	Power (watts)	Duration (min)
1	250	3
2	500	5
3	500	22
4	0	15

(u) *Digestion*.—Weigh 0.2–0.5 g dry material into digestion vessel. If water-containing materials are used, maximum weight is restricted to 2 g, but dry matter content must never exceed 0.5 g. For example, if product has a water content of 50%, take a maximum of 1 g (=0.5 g dry matter). If a product has a water content of 95%, take 2 g (=0.5 g dry matter). When unknown products are digested, too much solids may cause the safety membrane in the digestion vessel to rupture.

Add 5 mL HNO₃, C(b), and 2 mL 30% H₂O₂, C(e). Close vessels, place vessels in holder, place vessel holder in microwave oven, and close door. Set oven program according to the parameters given in Table 3 and start program.

The program is valid only when 12 vessels are being digested simultaneously. If fewer are being digested, the remaining vessels must be filled with reagent blank. When a microwave oven other than the one given as an example is used, it may be necessary to use a slightly different time/power program.

Remove digestion vessels from microwave oven and let cool thoroughly before opening them. Open vessel and rinse down lid and walls into container. Transfer solution to 25 mL volumetric flask and dilute to mark with deionized water. Then, transfer solution to plastic container. Treat blanks in the same way as tests. One blank should be included in every set.

(f) *Dilution*.—If test solution needs to be further diluted (due to high metal concentrations), dilute with 3M HNO₃, C(d), in order to maintain same acid concentration prior to metal determination, (g).

High acid concentration is environmentally undesirable and may depress the analytical signal. Reduce acid strength by diluting the test solution \bar{x} with 0.1M nitric acid and standard solutions \bar{y} with 3M nitric acid. The tests and standards are thereby brought to the same acid concentration. Matching of acid concentrations is important when a calibration curve is used.

(g) *Atomic absorption spectrophotometry*.—Use of flame or graphite furnace technique is determined by the concentration of the metal to be determined. Flame technique should be used as far as possible, since this technique is less sensitive to interference than the GFAAS. The most appropriate wavelength, gas mixture/temperature program, and other instrumental parameters for each metal are found in the manual provided with the instrument. Always use background correction.

Measurements must be within the linear range when the method of standard addition is used. A standard addition curve consists of at least 3 points, of which at least 2 are standards. The concentration of the highest standard should be 5–5 times the concentration in the test solution. The lower standard should have a concentration approximately half of the highest standard. A simplified version of the method of standard addition is to use a matrix-matched standard curve, which is applicable to products with the same matrix: The test and standard solutions are mixed and used to make a standard addition curve. This curve is then parallel transferred to origin and is used as the standard

curve for the tests that followed and that have been diluted in the same proportions. The matrix-matched standard curve and the test solutions will thus have the same matrix concentration. On most modern instruments, this function is included in the software.

(f) *Flame technique*.—The concentration of Zn, Cu, and Pb are usually at levels suitable for determination by FAAS. When calibration curve is to be used, standards and test solutions must have the same acid concentration.

Since Pb may be strongly affected by interferences from the matrix, use either the method of standard addition or matrix-matched standards. When experiencing severe interferences, an oxidizing nitrous oxide acetylene flame may be an alternative.

(2) *Graphite furnace technique*.—This technique is generally required for determination of Pb and Cd in foods. Use pyrolytically coated tubes with platforms. Since the method results in a fairly large dilution of the analyte, it may frequently be needed also for the determination of, e.g., Cu. The method of standard addition or matrix-matched standards should always be used unless shown to be unnecessary (i.e., no significant difference between the slopes of calibration curves of pure working standard and standard addition curves of the test product). Measurements must be made in the linear range when the method of addition is used.

Program the autosampler to deliver a volume that gives as large an absorbance as possible within the linear range and producing a background absorbance not larger than approximately 0.5 absorbance units. Multiple injection may enhance the absorbance at very low concentrations. Evaluate each new matrix by means of ash- and atomization-curves in order to optimize the graphite furnace parameters.

E. Calculations and Evaluation of Results

Calculate the concentration (C) of metal in the test sample according to the formula:

$$C = \frac{X}{m}$$

where C = concentration in the test sample (mg/kg); a = concentration in the test solutions (mg/L); dl = dilution factor; b = mean concentration in the blank solutions (mg/L); m = weight of the test portion (g).

If (a–b) is lower than the detection limit, DL, then (a–b) is replaced by DL for calculation of the limit of detection in the test sample.

If the test solution has been diluted, the dilution factor (dl) has to be taken into account. If the test portion was dried and the result should be based on fresh weight, correct according to the following:

$$C_{fw} = C \times \frac{100}{100 - H_2O\%}$$

where C_{fw} = concentration in the test portion corrected to fresh weight (mg/kg); H₂O% = the water content of the test portion (%).

When running replicates, the average of the results should be given with 3 significant figures.

Detection limit.—The DL for each metal is calculated as DL = 3 × standard deviation of the mean of the blank determinations (n = 20). A large number of blanks must be analyzed before DL can be established. A DL is not static and will need to be re-evaluated from time to time in accordance with changes in the blank levels.

Reference: J. AOAC Int. 83, 1109(2000)

Revised: March 2002

ภาคผนวก จ

สมบัติทางกลของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโภาคใต้



สมบัติทางกลของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโภาคได้

ผลการทดสอบสมบัติทางกลแสดงแรงรับสูงสุด (Max Force) ระยะยืดสูงสุด (Max Disperse) การทนต่อแรงดึงสูงสุด (Tensile Strength) และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (%Elongation at Break) ของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในตารางที่ จ.1 และของสารเคลือบบริโภาคได้ในตารางที่ จ.2 และค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่าการทนแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของทั้งฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโภาคได้

ตารางที่ จ.1 สมบัติทางกลของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสการค้าและเปลือกมะพร้าวอ่อน

Sample	Max Force (N)	Max Disperse (mm)	Tensile Strength (MPa)	%Elongation at Break
Com	20.13	1.23	20.46	1.80
	62.23	2.91	60.83	4.55
	87.98	4.94	69.16	7.60
	63.33	3.12	63.83	4.77
	27.22	2.33	25.39	2.78
30-D2	61.86	3.72	27.57	5.73
	80.53	5.68	70.64	8.60
	78.75	3.95	62.25	6.07
	55.58	1.44	39.25	2.25
	83.25	1.81	46.11	2.79
40-D2	67.83	2.73	34.26	4.27
	61.02	2.25	42.45	3.52
	71.48	2.76	36.54	4.25
	75.61	2.82	39.96	4.48
	80.83	2.99	47.27	4.60
30-D2 (FP)	69.58	2.88	30.84	4.65
	43.82	2.38	33.61	3.84
	17.80	1.19	11.01	1.83
	44.32	2.48	34.44	4.00
	25.33	1.75	22.14	2.98
40-C1	42.32	1.86	20.36	3.06
	50.39	2.49	30.43	3.72
	53.21	2.80	23.59	4.25
	94.33	4.44	43.97	7.27
	57.20	3.11	31.22	5.61

ตารางที่ จ.2 สมบัติทางกลของฟิล์มสารเคลือบบริโกลได

Sample	Max Force (N)	Max Disperse (mm)	Tensile Strength (MPa)	%Elongation at Break
Gelatin	5.18	61.73	3.69	93.31
	3.82	52.89	2.59	73.00
	4.84	59.52	3.42	88.23
	4.16	55.10	2.87	78.08
	4.12	54.88	2.78	77.55
Com-1	2.50	44.11	2.23	85.00
	1.93	36.12	1.78	67.49
	2.35	42.11	2.11	80.62
	2.07	38.12	1.89	71.87
	2.23	41.21	2.01	74.55
Com-2	5.05	47.22	2.48	69.44
	4.96	49.07	2.15	81.79
	3.30	53.16	1.58	87.14
	4.26	51.15	2.29	78.45
	4.12	52.28	2.17	80.21
40C1-1	4.43	27.74	1.54	44.74
	3.25	38.57	1.62	59.33
	2.87	54.71	1.50	84.17
	4.76	49.25	1.94	79.44
	3.45	41.12	1.77	67.21
30D2-1	4.19	58.27	1.81	85.07
	5.01	43.96	2.53	71.14
	5.80	54.69	2.69	81.59
	5.98	47.54	2.86	74.62
	5.56	45.63	2.65	72.24
30D2(FP)-1	4.74	45.54	2.33	72.11
	4.46	57.73	1.80	85.48
	3.83	41.48	1.67	67.65
	4.36	53.66	2.11	81.02
	4.45	54.22	2.23	82.26
40D2-1	7.65	52.98	2.53	85.53
	5.83	40.34	1.96	66.15
	7.19	49.82	2.38	80.68
	6.28	43.50	2.10	71.00
	6.35	44.11	2.23	73.56

Sample	Max Force (N)	Max Disperse (mm)	Tensile Strength (MPa)	%Elongation at Break
40D2-2	7.68	43.45	2.21	70.08
	7.97	36.85	2.55	60.41
	8.25	57.26	2.99	92.35
	6.05	52.25	2.22	85.65
	7.82	42.24	2.31	69.23

ตารางที่ จ.3 ค่าเฉลี่ยของค่าการทนแรงดึงสูงสุดและเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของฟิล์ม CMC และสารเคลือบบริโภคได้

Sample	Tensile Strength (MPa)	%Elongation at Break
Film CMC	Com	65.00±5.89
	30-D2	66.44±5.93
	40-D2	40.09±5.09
	30-D2 (FP)	32.22±1.95
	40-C1	37.20±9.55
Edible Film	Gelatin	3.14±0.50
	Com-1	2.00±0.20
	Com-2	2.12±0.39
	40C1-1	1.65±0.20
	40C1-3	1.63±0.23
	40C1-4	1.65±0.39
	30D2-1	2.47±0.46
	30D2(FP)-1	1.98±0.30
	40D2-1	2.24±0.26
	40D2-2	2.49±0.37



Designation: D 882 – 02

Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting¹

This standard is issued under the fixed designation D 882; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

These test methods have been approved for use by agencies of the Department of Defense to replace Method D113 of Federal Test Method Standard 406.

1. Scope ϵ

1.1 This test method covers the determination of tensile properties of plastics in the form of thin sheeting, including film (less than 1.0 mm (0.04 in.) in thickness).

*Note 1—*Film has been arbitrarily defined as sheeting having nominal thickness not greater than 0.25 mm (0.010 in.).

*Note 2—*Tensile properties of plastics 1.0 mm (0.04 in.) or greater in thickness shall be determined according to Test Method D 638.

1.2 This test method may be used to test all plastics within the thickness range described and the capacity of the machine employed.

1.2.1 *Static Weighing, Constant-Rate-of-Grip Separation Test*—This test method employs a constant rate of separation of the grips holding the ends of the test specimen.

1.3 Specimen extension may be measured in these test methods by grip separation, extension indicators, or displacement of gage marks.

1.4 A procedure for determining the tensile modulus of elasticity is included at one strain rate.

*Note 3—*The modulus determination is generally based on the use of grip separation as a measure of extension; however, the desirability of using extensometers, as described in 5.2, is recognized and provision for the use of such instrumentation is incorporated in the procedure.

1.5 Test data obtained by this test method is relevant and appropriate for use in engineering design.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values in parentheses are provided for information only.

1.7 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

*Note 4—*This test method is similar to ISO 527-3, but is not considered

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee D20 on Plastics and are the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved April 10, 2002. Published June 2002. Originally published as D 882 – 46 T. Last previous edition D 882 – 01.

technically equivalent. ISO 527-3 allows for additional specimen configurations, specifies different test speeds, and requires an extensometer or gage marks on the specimen.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 618 Practice for Conditioning Plastics for Testing²

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics²

D 4000 Classification System for Specifying Plastic Materials³

D 5947 Test Methods for Physical Dimensions of Solid Plastic Specimens⁴

D 6287 Practice for Cutting Film and Sheeting Test Specimens⁴

E 4 Practices for Force Verification of Testing Machines⁵

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method⁶

2.2 ISO Standard:

ISO 527-3 Plastics—Determination of Tensile Properties—Part 3: Test Conditions for Films and Sheets⁷

3. Terminology

3.1 *Definitions*—Definitions of terms and symbols relating to tension testing of plastics appear in the Annex to Test Method D 638.

3.1.1 *line grips*—grips having faces designed to concentrate the entire gripping force along a single line perpendicular to the direction of testing stress. This is usually done by combining one standard flat face and an opposing face from which protrudes a half-round.

3.1.2 *tear failure*—a tensile failure characterized by fracture initiating at one edge of the specimen and progressing across the specimen at a rate slow enough to produce an anomalous load-deformation curve.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.02.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁷ Available from American National Standards Institute, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

¹A Summary of Changes section appears at the end of this standard.

Copyright © ASTM International, 100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2898, United States.



4. Significance and Use

4.1 Tensile properties determined by this test method are of value for the identification and characterization of materials for control and specification purposes. Tensile properties may vary with specimen thickness, method of preparation, speed of testing, type of grips used, and manner of measuring extension. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled. This test method shall be used for referee purposes, unless otherwise indicated in particular material specifications. For many materials, there may be a specification that requires the use of this test method, but with some procedural modifications that take precedence when adhering to the specification. Therefore, it is advisable to refer to that material specification before using this test method. Table 1 in Classification D 4000 lists the ASTM materials standards that currently exist.

4.2 Tensile properties may be utilized to provide data for research and development and engineering design as well as quality control and specification. However, data from such tests cannot be considered significant for applications differing widely from the load-time scale of the test employed.

4.3 The tensile modulus of elasticity is an index of the stiffness of thin plastic sheeting. The reproducibility of test results is good when precise control is maintained over all test conditions. When different materials are being compared for stiffness, specimens of identical dimensions must be employed.

4.4 The tensile energy to break (TEB) is the total energy absorbed per unit volume of the specimen up to the point of rupture. In some tests this property has been referred to as *toughness*. It is used to evaluate materials that may be subjected to heavy abuse or that might stall web transport equipment in the event of a machine malfunction in end-use applications. However, the rate of strain, specimen parameters, and especially flaws may cause large variations in the results. In that sense, caution is advised in utilizing TEB test results for end-use design applications.

4.5 Materials that fail by tearing give anomalous data which cannot be compared with those from normal failure.

5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant rate-of-crosshead-movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—A set of grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member of the testing machine; grips can be either the fixed or self-aligning type. In either case, the gripping system must minimize both slippage and uneven stress distribution.

5.1.3.1 *Fixed grips* are rigidly attached to the fixed and movable members of the testing machine. When this type of grip is used, care must be taken to ensure that the test specimen is inserted and clamped so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of pull through the center line of the grip assembly.

5.1.3.2 *Self-aligning grips* are attached to the fixed and movable members of the testing machine in such a manner that they will move freely into alignment as soon as a load is applied so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.3 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grips lined with thin rubber, crocus-cloth, or pressure-sensitive tape as well as file-faced or serrated grips have been successfully used for many materials. The choice of grip surface will depend on the material tested, thickness, etc. Line grips padded on the round face with 1.0 mm (40 mil) blotting paper or filter paper have been found superior. Air-actuated grips have been found advantageous, particularly in the case of materials that tend to "neck" into the grips, since pressure is maintained at all times. In cases where samples frequently fail at the edge of the grips, it may be advantageous to increase slightly the radius of curvature of the edges where the grips come in contact with the test area of the specimen.

5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member. The velocity shall be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen held by the grips. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5). Unless a suitable extensometer is used (see 5.2), the motion of the weighing system shall not exceed 2% of the specimen extension within the range being measured. The load indicator shall determine the tensile load applied to the specimen with an accuracy of $\pm 1\%$ of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

5.1.6 *Crosshead Extension Indicator*—A suitable extension-indicating mechanism capable of showing the amount of change in the separation of the grips, that is, crosshead movement. This mechanism shall be essentially free of inertial lag at the specified rate of testing (see Note 5) and shall indicate the crosshead movement with an accuracy of $\pm 1\%$ of the indicated value, or better.

5.2 *Extensometer (Optional)*—A suitable instrument may, if desired, be used for determining the distance between two designated points on the test specimen as the specimen is stretched. This apparatus, if employed, shall be so designed as to minimize stress on the specimen at the contact points of the specimen and the instrument (see 8.3). It is desirable that this instrument automatically record the distance, or any change in it, as a function of the load on the test specimen or of the elapsed time from the start of the test, or both. If only the latter is obtained, load-time data must also be taken. This instrument must be essentially free of inertial lag at the specified speed of testing (see Note 5).

 D 882

5.2.1 Modulus of Elasticity and Low-Extension Measurements—Extensometers used for modulus of elasticity and low-extension (less than 20 % elongation) measurements shall, at a minimum, be accurate to $\pm 1\%$ and comply with the requirements set forth in Practice E 83 for a Class C instrument.

5.2.2 High-Extension Measurements—Instrumentation and measuring techniques used for high-extension (20 % elongation or greater) measurements shall be accurate to $\pm 10\%$ of the indicated value, or better.

NOTE 5—A sufficiently high response speed in the indicating and recording system for the load and extension data is essential. The response speed required of the system will depend in part on the material tested (high or low elongation) and the rate of straining.

5.3 Thickness Gage—A dead-weight dial micrometer as prescribed in Method C of Test Methods D 5947, or an equivalent measuring device, reading to 0.0025 mm (0.0001 in.) or less.

5.4 Width-Measuring Devices—Suitable test scales or other width measuring devices capable of measuring 0.25 mm (0.010 in.) or less.

5.5 Specimen Cutter—For the apparatus and techniques for cutting film and sheeting used in this test method, refer to Practice D 6287.

5.5.1 Devices that use razor blades have proven especially suitable for materials having an elongation-at-fracture above 10 to 20 %.

5.5.2 The use of punch press or striking dies are not recommended because poor and inconsistent specimen edges may be produced.

6. Test Specimens

6.1 The test specimens shall consist of strips of uniform width and thickness at least 50 mm (2 in.) longer than the grip separation used.

6.2 The nominal width of the specimens shall be not less than 5.0 mm (0.20 in.) or greater than 25.4 mm (1.0 in.).

6.3 A width-thickness ratio of at least eight shall be used. Narrow specimens magnify effects of edge strains or flaws, or both.

6.4 The utmost care shall be exercised in cutting specimens to prevent nicks and tears which are likely to cause premature failures (Note 6). The edges shall be parallel to within 5 % of the width over the length of the specimen between the grips.

NOTE 6—Microscopical examination of specimens may be used to detect flaws due to sample or specimen preparation.

6.5 Wherever possible, the test specimens shall be selected so that thickness is uniform to within 10 % of the thickness over the length of the specimen between the grips in the case of materials 0.25 mm (0.010 in.) or less in thickness and to within 5 % in the case of materials greater than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness but less than 1.00 mm (0.040 in.) in thickness.

NOTE 7—In cases where thickness variations are in excess of those recommended in 6.5, results may not be characteristic of the material under test.

6.6 If the material is suspected of being anisotropic, two sets of test specimens shall be prepared having their long axes respectively parallel with and normal to the suspected direction of anisotropy.

6.7 For tensile modulus of elasticity determinations, a specimen gage length of 250 mm (10 in.) shall be considered as standard. This length is used in order to minimize the effects of grip slippage on test results. When this length is not feasible, test sections as short as 100 mm (4 in.) may be used if it has been shown that results are not appreciably affected. However, the 250-mm gage length shall be used for referee purposes. The speed of testing of shorter specimens must be adjusted in order for the strain rate to be equivalent to that of the standard specimen.

NOTE 8—Two round robin tests³ have shown that, for materials of less than 0.25-mm (10-mil) thickness, line grips padded on the round side with 1.0-mm (40-mil) blotting paper give the same results with a 100-mm test section as a 250-mm test section produces with flat-face grips.

NOTE 9—Excessive jaw slippage becomes increasingly difficult to overcome in cases where high modulus materials are tested in thicknesses greater than 0.25 mm (0.010 in.).

7. Conditioning

7.1 Conditioning—Condition the test specimens at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Practice D 618 unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference pre-test conditioning, to settle disagreements, shall apply tolerances of $\pm 1^\circ\text{C}$ (1.8°F) and $\pm 2\%$ relative humidity.

7.2 Test Conditions—Conduct the tests at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity unless otherwise specified by contract or the relevant ASTM material specification. Reference testing conditions, to settle disagreements, shall apply tolerances of $\pm 1^\circ\text{C}$ (1.8°F) and $\pm 2\%$ relative humidity.

8. Number of Test Specimens

8.1 In the case of isotropic materials, at least five specimens shall be tested from each sample.

8.2 In the case of anisotropic materials, at least ten specimens, five normal and five parallel with the principal axis of anisotropy, shall be tested from each sample.

8.3 Specimens that fail at some obvious flaw or that fail outside the gage length shall be discarded and retests made, unless such flaws or conditions constitute a variable whose effect is being studied. However, jaw breaks (failures at the grip contact point) are acceptable if it has been shown that results from such tests are in essential agreement with values obtained from breaks occurring within the gage length.

NOTE 10—In the case of some materials, examination of specimens, prior to and following testing, under crossed optical polarizers (polarizing films) provides a useful means of detecting flaws which may be, or are, responsible for premature failures.

³ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1058.

 D 882

9. Speed of Testing

9.1 The speed of testing is the rate of separation of the two members (or grips) of the testing machine when running idle (under no load). This rate of separation shall be maintained within 5% of the no-load value when running under full-capacity load.

9.2 The speed of testing shall be calculated from the required initial strain rate as specified in Table 1. The rate of grip separation may be determined for the purpose of these test methods from the initial strain rate as follows:

$$A = BC \quad (1)$$

where:

- A = rate of grip separation, mm (or in.)/min,
 B = initial distance between grips, mm (or in.), and
 C = initial strain rate, mm/mm-min (or in./in.-min).

9.3 The initial strain rate shall be as in Table 1 unless otherwise indicated by the specification for the material being tested.

Note 11—Results obtained at different initial strain rates are not comparable; consequently, where direct comparisons between materials in various elongation classes are required, a single initial strain rate should be used. For some materials it may be advisable to select the strain rate on the basis of percent elongation at yield.

9.4 In cases where conflicting material classification, as determined by percent elongation at break values, results in a choice of strain rates, the lower rate shall be used.

9.5 If modulus values are being determined, separate specimens shall be used whenever strain rates and specimen dimensions are not the same as those employed in the test for other tensile properties.

10. Procedure

10.1 Select a load range such that specimen failure occurs within its upper two thirds. A few trial runs may be necessary to select a proper combination of load range and specimen width.

10.2 Measure the cross-sectional area of the specimen at several points along its length. Measure the width to an accuracy of 0.25 mm (0.010 in.) or better. Measure the thickness to an accuracy of 0.0025 mm (0.0001 in.) or better for films less than 0.25 mm (0.010 in.) in thickness and to an accuracy of 1% or better for films greater than 0.25 mm (0.010 in.) but less than 1.0 mm (0.040 in.) in thickness.

10.3 Set the initial grip separation in accordance with Table 1.

10.4 Set the rate of grip separation to give the desired strain rate, based on the initial distance between the grips, in

accordance with Table 1. Zero the calibrated load weighing system, extension indicator(s) and recording system.

Note 12—Extensometers may be used for modulus of elasticity determinations with the expectation of obtaining more accurate values than may be obtained using grip separation as the effective gage length. Precautions should be taken to ensure that extensometer slippage and undue stressing of the specimen do not occur. Refer also to 6.7.

10.5 In cases where it is desired to measure a test section other than the total length between the grips, mark the ends of the desired test section with a soft, fine wax crayon or with ink. Do not scratch these marks onto the surface since such scratches may act as stress raisers and cause premature specimen failure. Extensometers may be used if available; in this case, the test section will be defined by the contact points of the extensometer.

Note 13—Measurement of a specific test section is necessary with some materials having high elongation. As the specimen elongates, the accompanying reduction in area results in a loosening of material at the inside edge of the grips. This reduction and loosening moves back into the grips as further elongation and reduction in area takes place. In effect, this causes problems similar to grip slippage, that is, exaggerates measured extension.

10.6 Place the test specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to minimize slipping of the specimen during test.

10.7 Start the machine and record load versus extension.

10.7.1 When the total length between the grips is used as the test area, record load versus grip separation.

10.7.2 When a specific test area has been marked on the specimen, follow the displacement of the edge boundary lines with respect to each other with dividers or some other suitable device. If a load-extension curve is desired, plot various extensions versus corresponding loads sustained, as measured by the load indicator.

10.7.3 When an extensometer is used, record load versus extension of the test area measured by the extensometer.

10.8 If modulus values are being determined, select a load range and chart rate to produce a load-extension curve of between 30 and 60° to the X axis. For maximum accuracy, use the most sensitive load scale for which this condition can be met. The test may be discontinued when the load-extension curve deviates from linearity.

10.9 In the case of materials being evaluated for secant modulus, the test may be discontinued when the specified extension has been reached.

TABLE 1 Crosshead Speeds and Initial Grip Separation

Percent Elongation at Break	Initial Strain Rate, mm/mm-min (in./in.-min)	Initial Grip Separation		Rate of Grip Separation	
		mm	in.	mm/min	in./min
Modulus of Elasticity Determination					
	0.1	250	10	25	1.0
Determinations other than Elastic Modulus					
Less than 20	0.1	125	5	12.5	0.5
20 to 100	0.5	100	4	50	2.0
Greater than 100	1.0	50	2	500	20.0

 D 882

10.10 If tensile energy to break is being determined, some provision must be made for integration of the stress-strain curve. This may be either an electronic integration during the test or a subsequent determination from the area of the finished stress-strain curve (see Annex A2).

11. Calculation

11.1 Toe compensation shall be made in accordance with Annex A1 unless it can be shown that the toe region of the curve is not due to the take-up of slack, seating of the specimen, or other artifact, but rather is an authentic material response.

11.2 *Breaking Factor* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum width of the specimen. The result shall be expressed in force per unit of width, usually newtons per metre (or pounds per inch) of width, and reported to three significant figures. The thickness of the film shall always be stated to the nearest 0.0025 mm (0.0001 in.).

Example—Breaking Factor = 1.75 kN/m (10.0 lbf/in.) of width for 0.1300-mm (0.0051-in.) thickness.

Note 14—This method of reporting is useful for very thin films (0.13 mm (0.005 in.) and less) for which breaking load may not be proportional to cross-sectional area and whose thickness may be difficult to determine with precision. Furthermore, films which are in effect laminar due to orientation, skin effects, nonuniform crystallinity, etc., have tensile properties disproportionate to cross-sectional area.

11.3 *Tensile Strength* (nominal) shall be calculated by dividing the maximum load by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures.

Note 15—When tear failure occurs, so indicate and calculate results based on load and elongation at which tear initiates, as reflected in the load-deformation curve.

11.4 *Tensile Strength at Break* (nominal) shall be calculated in the same way as the tensile strength except that the load at break shall be used in place of the maximum load (Note 15 and Note 16).

Note 16—In many cases tensile strength and tensile strength at break are identical.

11.5 *Percent Elongation at Break* shall be calculated by dividing the extension at the moment of rupture of the specimen by the initial gage length of the specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation; otherwise the distance between the grips shall be used. The result shall be expressed in percent and reported to two significant figures (Note 15).

11.6 *Yield Strength*, where applicable, shall be calculated by dividing the load at the yield point by the original minimum cross-sectional area of the specimen. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch). This value shall be reported to three significant figures. Alternatively, for materials that exhibit Hookean behavior in the initial part of the curve, an offset yield strength may be obtained as described in the Appendix of Test

Method D 638. In this case the value should be given as “yield strength at —% offset.”

11.7 *Percent Elongation at Yield*, where applicable, shall be calculated by dividing the extension at the yield point by the initial gage length of specimen and multiplying by 100. When gage marks or extensometers are used to define a specific test section, only this length shall be used in the calculation. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. The results shall be expressed in percent and reported to two significant figures. When offset yield strength is used, the elongation at the offset yield strength may be calculated.

11.8 *Elastic Modulus* shall be calculated by drawing a tangent to the initial linear portion of the load-extension curve, selecting any point on this tangent, and dividing the tensile stress by the corresponding strain. Before calculating, correct the extension for “toe compensation” as described in Annex A1. For purposes of this determination, the tensile stress shall be calculated by dividing the load by the average original cross section of the test section. The result shall be expressed in force per unit area, usually megapascals (or pounds-force per square inch), and reported to three significant figures.

11.9 *Secant Modulus*, at a designated strain, shall be calculated by dividing the corresponding stress (nominal) by the designated strain. Elastic modulus values are preferable and shall be calculated whenever possible. However, for materials where no proportionality is evident, the secant value shall be calculated. Draw the tangent as directed in A1.3 and Fig. A1.2 of Annex A1, and mark off the designated strain from the yield point where the tangent line goes through zero stress. The stress to be used in the calculation is then determined by dividing the load at the designated strain on the load-extension curve by the original average cross-sectional area of the specimen.

11.10 *Tensile Energy to Break*, where applicable, shall be calculated by integrating the energy per unit volume under the stress-strain curve or by integrating the total energy absorbed and dividing it by the volume of the original gage region of the specimen. As indicated in Annex A2, this may be done directly during the test by an electronic integrator, or subsequently by computation from the area of the plotted curve. The result shall be expressed in energy per unit volume, usually in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch). This value shall be reported to two significant figures.

11.11 For each series of tests, the arithmetic mean of all values obtained shall be calculated to the proper number of significant figures.

11.12 The standard deviation (estimated) shall be calculated as follows and reported to two significant figures:


$$s = \sqrt{(\sum X^2 - n\bar{X}^2)/(n - 1)} \quad (2)$$

where:

- s = estimated standard deviation,
- X = value of a single observation,
- n = number of observations, and
- \bar{X} = arithmetic mean of the set of observations.

12. Report

12.1 Report the following information:

 D 882

12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, previous history, and orientation of samples with respect to anisotropy (if any).

12.1.2 Method of preparing test specimens.

12.1.3 Thickness, width, and length of test specimens.

12.1.4 Number of specimens tested.

12.1.5 Strain rate employed.

12.1.6 Grip separation (initial).

ments were taken by five laboratories. The relative precision obtained in this interlaboratory study is in Table 2.

13.1.1 In deriving the estimates in Table 2, statistical outliers were not removed, in keeping with Practice E 691.⁹

13.1.2 The within-lab standard deviation of a mean value, $S_{\bar{x}}$, in each case was determined from the standard deviation, S_x , of the five individual specimens as follows: $S_{\bar{x}} = S_x / (5)^{1/2}$. The S_x values were pooled among laboratories for a given material to obtain the within-lab standard deviation, S_x , of a

TABLE 2 Precision Data for Modulus

Material	Thickness, mils	Tangent Modulus			
		Average, 10^3 psi	S_x , 10^3 psi	$S_{\bar{x}}$, 10^3 psi	$S_{\bar{x}}$, 10^3 psi
LDPE	1.4	53.9	1.81	8.81	24.8
HDPE	1.6	191	5.47	16.2	45.9
PP	1.1	425	10.3	31.5	89.1
PET	0.9	672	13.8	55.5	157.1
Secant Modulus					
LDPE	1.4	48.0	2.11	3.43	9.70
HDPE	1.6	190	3.29	9.58	27.1
PP	1.1	372	4.66	26.5	74.9
PET	0.9	640	10.0	27.5	77.8

12.1.7 Crosshead speed (rate of grip separation).

12.1.8 Gage length (if different from grip separation).

12.1.9 Type of grips used, including facing (if any).

12.1.10 Conditioning procedure (test conditions, temperature, and relative humidity if nonstandard).

12.1.11 Anomalous behavior such as tear failure and failure at a grip.

12.1.12 Average breaking factor and standard deviation.

12.1.13 Average tensile strength (nominal) and standard deviation.

12.1.14 Average tensile strength at break (nominal) and standard deviation.

12.1.15 Average percent elongation at break and standard deviation.

12.1.16 Where applicable, average tensile energy to break and standard deviation.

12.1.17 In the case of materials exhibiting "yield" phenomenon: average yield strength and standard deviation; and average percent elongation at yield and standard deviation.

12.1.18 For materials which do not exhibit a yield point: average —% offset yield strength and standard deviation; and average percent elongation at —% offset yield strength and standard deviation.

12.1.19 Average modulus of elasticity and standard deviation (if secant modulus is used, so indicate and report strain at which calculated), and

12.1.20 When an extensometer is employed, so indicate.

13. Precision and Bias

13.1 Two interlaboratory tests have been run for these tensile properties. The first was run for modulus only, in 1977, in which randomly drawn samples of four thin (~ 0.025 mm (0.001-in.)) materials were tested with five specimens in each laboratory. Elastic (tangent) modulus measurements were made by six laboratories, and secant (1%) modulus measure-

ment result (mean of five specimens). See 13.3-13.3.2 for definitions of terms in the tables.

13.2 An interlaboratory test was run for all the other tensile properties except modulus in 1981, in which randomly drawn samples of six materials (one of these in three thicknesses) ranging in thickness from 0.019 to 0.178 mm (0.00075 to 0.007 in.) were tested in seven laboratories. A test result was defined as the mean of five specimen determinations. However, each laboratory tested eight specimens, and the $S_{\bar{x}}$ was determined from $S_x = S_x / (5)^{1/2}$, as above. This was done to improve the quality of the statistics while maintaining their applicability to a five-specimen test result. The materials and their thicknesses are identified in Tables 3-7, each of which contain data for one of the following properties: tensile yield stress, yield elongation, tensile strength, tensile elongation at break, and tensile energy at break (see Note 17).¹⁰

Note 17—Subsequent to filing the research report, examination of the LDPE used in this study between crossed polarizers revealed longitudinal lines representing substantial widthwise variation in molecular orientation that probably was not successfully randomized out of the between-lab component of variance.

Note 18—Caution: The following explanations of f_y and f_b (13.3-13.3.3) are only intended to present a meaningful way of considering the Approximate precision of this test method. The data in Table 2 should not be rigorously applied to the acceptance or rejection of material, as these data are specific to the round robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories. Users of this test method should apply the principles outlined in Practice E 691 to generate data specific to their laboratory and materials, or between specific laboratories. The principles of 13.3-13.3.3 would then be valid for such data.

⁹ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1064.

¹⁰ Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR: D20-1101.



D 882

TABLE 3 Precision Data for Yield Stress

Material	Thickness, mils	Average, 10 ³ psi	(S _y) ^A , 10 ³ psi	(S _y) ^B , 10 ³ psi	(r) ^C , 10 ³ psi	(R) ^D , 10 ³ psi
LDPE	1.0	1.40	0.051	0.13	0.14	0.37
HDPE	1.0	4.33	0.084	0.16	0.24	0.44
PP	0.75	6.40	0.13	0.52	0.37	1.46
PC	4.0	8.59	0.072	0.29	0.20	0.82
GTA	5.3	11.4	0.12	0.50	0.34	1.43
PET	4.0	14.3	0.12	0.23	0.24	0.66
PET	2.5	14.4	0.14	0.54	0.40	1.52
PET	7.0	14.4	0.13	0.26	0.37	1.03

^A S_y is the within-laboratory standard deviation of the average.

^B S_y is the between-laboratory standard deviation of the average.

^C r = 2.83 S_y

^D R = 2.83 S_y

TABLE 4 Precision Data for Yield Elongation

Material	Thickness, mils	Average, %	(S _y) ^A , %	(S _y) ^B , %	(r) ^C , %	(R) ^D , %
PP	0.75	3.5	0.15	0.41	0.42	1.2
PET	2.5	5.2	0.26	0.82	0.74	2.6
PET	4.0	5.3	0.25	0.80	0.71	1.7
PET	7.0	5.4	0.14	1.05	0.40	3.0
GTA	5.3	5.4	0.19	0.99	0.54	2.8
PC	4.0	6.9	0.24	0.98	0.88	2.8
HDPE	1.0	8.8	0.32	1.82	0.91	5.2
LDPE	1.0	10.0	0.35	3.41	1.56	9.6

Note 1—See Table 3 for footnotes explanation.

TABLE 5 Precision Data for Tensile Strength

Material	Thickness, mils	Average, 10 ³ psi	(S _y) ^A , 10 ³ psi	(S _y) ^B , 10 ³ psi	(r) ^C , 10 ³ psi	(R) ^D , 10 ³ psi
LDPE	1.0	3.42	0.14	0.53	0.40	1.5
HDPE	1.0	6.67	0.27	0.81	0.78	2.3
PC	4.0	12.0	0.34	0.93	0.96	2.6
GTA	5.3	14.6	0.20	1.37	0.57	3.9
PP	0.75	28.4	1.57	4.56	4.4	12.9
PET	4.0	28.9	0.65	1.27	1.6	3.6
PET	7.0	30.3	0.83	1.32	2.3	3.7
PET	2.5	30.8	1.22	2.64	3.4	7.5

Note 1—See Table 3 for footnotes explanation.

TABLE 6 Precision Data for Elongation at Break

Material	Thickness, mils	Average, %	(S _y) ^A , %	(S _y) ^B , %	(r) ^C , %	(R) ^D , %
GTA	5.3	26.4	1.0	4.3	3	12
PP	0.75	57.5	4.4	12.7	12	38
PET	2.5	120	6.0	14.6	23	41
PET	7.0	132	5.8	10.6	16	30
PET	4.0	134	4.4	12.2	12	35
PC	4.0	155	5.4	17.1	15	48
LDPE	1.0	205	24.4	73.3	69	210
HDPE	1.0	370	26.0	91.7	74	260

Note 1—See Table 3 for footnotes explanation.

13.3 For the purpose of compiling summary statistics, a test result has been defined to be the average of five replicate measurements of a property for a material in a laboratory, as specified in this test method. Summary statistics are given in Table 3. In each table, for the material indicated, $S(r)$ is the pooled within-laboratory standard deviation of a test result, $S(R)$ is the between-laboratory standard deviation of a test result, where r equals $2.83 \times S(r)$ (see 13.3.1) and R equals $2.83 \times S(R)$ (see 13.3.2).

13.3.1 *Repeatability, I*, (Comparing two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day)—The two test results should be judged not equivalent if they differ by more than the I value for that material.

13.3.2 *Reproducibility*—In comparing two mean values for the same material obtained by different operators using different equipment on different days, either in the same

 D 882

TABLE 7 Precision Data for Tensile Energy to Break

Material	Thickness, mils	Average, 10^3 $n=76_{(5,2)}$	$(S_y)^2/10^3$ $n=76_{(5,2)}$	$(S_x)^2/10^3$ $n=76_{(5,2)}$	$(y)^2/10^3$ $n=76_{(5,2)}$	$(R)^2/10^3$ $n=76_{(5,2)}$
CTA	5.0	3.14	0.14	0.70	0.4	2.0
LDPE	1.0	5.55	0.84	2.47	2.4	7.0
PP	0.75	11.3	1.10	3.11	3.4	8.0
PC	4.0	12.9	0.50	1.55	1.7	4.4
HDPE	1.0	26.0	1.87	5.02	5.3	14.2
PET	2.5	26.1	2.13	4.20	6.0	15.9
PET	4.0	27.1	1.42	2.75	4.0	7.8
PET	7.0	28.4	1.71	2.72	4.8	7.7

Note 1—See Table 3 for test-to-test explanation.

laboratory or in different laboratories, the means should be judged not equivalent if they differ by more than the R value for that material.

13.3.3 Any judgment made in accordance with 13.3.1 and 13.3.2 would have an approximate 95 % (0.95) probability of being correct.

13.3.4 For further information, see Practice E 691.

13.4 Bias—The systematic error which contributes to the difference between a test result and a true (or reference) value.

There are no recognized standards on which to base an estimate of bias for these test methods.

14. Keywords

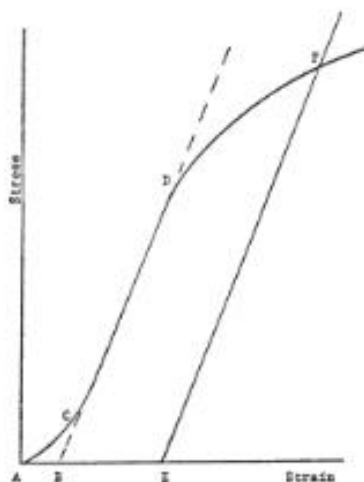
14.1 modulus of elasticity; plastic film; plastic sheeting; tensile properties; tensile strength; toughness; yield stress

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. TOE COMPENSATION

A1.1 In a typical stress-strain curve (Fig. A1.1) there is a



Note 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.

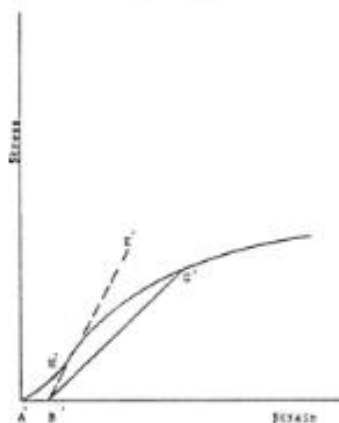
FIG. A1.1 Material with Hookean Region

toe region, AC , which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a takeup of slack, and alignment or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

A1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. A1.1), a continuation of the linear (CD) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection (B) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset (BE), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at any point along the line CD (or its extension) by the strain at the same point (measured from point B , defined as zero-strain).

A1.3 In the case of a material that does not exhibit any linear region (Fig. A1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (H). This is extended to intersect the strain axis at point B' , the corrected zero-strain point. Using point B' as zero strain, the stress at any point (G) on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of line $B'G$). For those materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.

D 882



Note 1—Some chart recorders plot the mirror image of this graph.
 FIG. A1.2 Material with No Hookean Region

A2. DETERMINATION OF TENSILE ENERGY TO BREAK

A2.1 Tensile energy to break (TEB) is defined by the area under the stress-strain curve, or

$$\text{TEB} = \int_0^{\epsilon_r} S \, d\epsilon \quad (\text{A2.1})$$

where S is the stress at any strain, ϵ , and ϵ_r is the strain at rupture. The value is in units of energy per unit volume of the specimen's initial gage region. TEB is most conveniently and accurately measured with a tension tester equipped with an integrator. The calculation is then:

$$\text{TEB} = \frac{(IK)}{(\text{full scale load})(\text{chart speed})(\text{crosshead speed}/\text{chart speed})} \\ \frac{(\text{mean caliber})(\text{specimen width})(\text{gage length})}{(\text{mean caliber})(\text{specimen width})(\text{gage length})} \quad (\text{A2.2})$$

where I is the integrator count reading and K is the maximum possible count per unit time for a constant full scale load. This whole calculation is typically done electronically. The results are best expressed in megajoules per cubic metre (or inch-pounds-force per cubic inch).

A2.2 Without an integrator, the area under the recorded stress-strain curve can be measured by planimeter, counting

squares, or weighing the cut-out curve. These techniques are time-consuming and likely to be less accurate, since the load scale on some chart paper is not in round-number dimensions. Moreover, if the curve coordinates are in terms of force and extension instead of stress and strain, the calculated energy, corresponding to the measured area, must be divided by the product of gage length, specimen width, and mean caliber:

$$\text{TEB} = \frac{(\text{curve area})(\text{force per unit chart scale})}{(\text{extension per unit chart travel})} \\ \frac{(\text{extension per unit chart travel})}{(\text{mean caliber})(\text{specimen width})(\text{gage length})} \quad (\text{A2.3})$$

A2.3 For example, if the area under a force-extension curve is 60 000 mm², the load coordinate is 2.0 N/mm of chart scale, the extension coordinate is 0.25 mm of extension per mm of chart travel, and the specimen dimensions are 0.1 mm caliber, 15 mm width and 100 mm gage length, then the calculation for tensile energy to break is:

$$\text{TEB} = \frac{(60\,000 \text{ mm}^2)(2.0 \text{ N/mm})(0.25 \times 10^{-3} \text{ m/mm})}{(0.1 \times 10^{-3} \text{ m})(15 \times 10^{-3} \text{ m})(100 \times 10^{-3} \text{ m})} \quad (\text{A2.4})$$

$$\text{TEB} = 200 \text{ MJ/m}^3$$



D 882

SUMMARY OF CHANGES

This section identifies the location of selected changes to this test method. For the convenience of the user, Committee D20 has highlighted those changes that may impact the use of this test method. This section may also include descriptions of the changes or reasons for the changes, or both.

D 882 – 02:

(1) Revised 7.1 and 7.2.

D 882 – 01:

(1) Section 5.5 rewritten.

(2) Note 6 deleted.

(3) Added Practice D 6287 to Referenced Documents section.

D 882 – 00:

(1) Added 11.1.

D 882 – 97:

(1) Note 3 rewritten and moved.

(2) ISO equivalency statement changed in Note 4.

(3) ISO reference changed in 2.2.

(4) Apparatus section (Section 5) rewritten.

(5) Table 1 deleted. Table 2 renumbered as Table 1.

(6) Sections 10.3 and 10.4 rewritten.

(7) Note 13 deleted. New Note 12 added.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reports (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-8585 (phone), 610-832-8555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

ภาคผนวก ฉ

อัตราการซึมผ่านและการซึมผ่านของไอน้ำของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส
และสารเคลือบบริโกลด์



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

การคำนวณอัตราการซึมผ่านและการซึมผ่านของไอน้ำของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโภคน้ำได้

ฟิล์มถูกวัดความหนาเฉลี่ย 3 จุด (L) ซึ่งน้ำหนักขูดเปล่า ขวดและน้ำ และขวด น้ำ และฟิล์ม จากนั้นทำการทดลองซึ่งน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปได้ผลการทดสอบฟิล์ม CMC 30-D2 ตามรูปที่ 3.5 ในช่วงที่การเข้าออกของน้ำใกล้เคียงกันในภาวะสมดุลแล้วหาความแตกต่างของน้ำหนักตอนต้นและตอนปลาย (Δw) และเวลาของช่วงดังกล่าว (Δt) พื้นที่ในการแพร่ผ่านของไอน้ำ (A) มีค่าคงที่ที่ 7.77×10^{-4} เมตร² เนื่องจากขนาดภาชนะเท่ากัน และผลต่างของความดันไอ (ΔP) มีค่าเท่ากันที่ 628 ปาสคาล เนื่องจากความดันที่ความชื้นสัมพัทธ์ 80 เปอร์เซ็นต์ เท่ากับ 2512 ปาสคาล และที่ 100 เปอร์เซ็นต์ 3140 ปาสคาล เพื่อหาอัตราการซึมผ่านของไอน้ำ (WVTR) ตามสมการที่ 3.12 และการซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) ตามสมการที่ 3.13 ตัวอย่างการคำนวณของผลจากรูปที่ 3.8 คำนวณตามตารางที่ ฉ.1 และข้อมูลของตัวอย่างทั้งหมดอยู่ในตารางที่ ฉ.2

$$WVTR = \frac{\Delta w}{\Delta t \times A} \dots\dots\dots(3.12)$$

โดย

Δw คือ น้ำหนักน้ำที่เปลี่ยนแปลงไป [กรัม]

Δt คือ เวลาที่เปลี่ยนแปลง [วัน]

A คือ พื้นที่ในการแพร่ผ่านของไอน้ำ (ปากขวด) [เมตร²]

WVTR คือ อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ [กรัม/วัน-เมตร²]

$$WVP = \frac{WVTR \times L}{\Delta P} \dots\dots\dots(3.13)$$

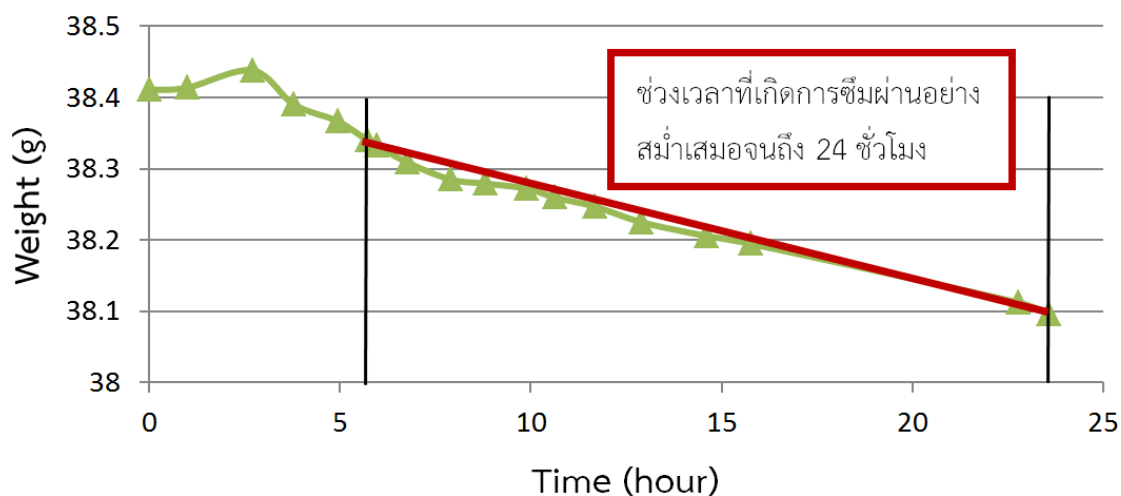
โดย

WVTR คือ อัตราการซึมผ่านของไอน้ำ [กรัม/วัน-เมตร²]

L คือ ความหนาของฟิล์ม [เมตร]

ΔP คือ ผลต่างของความดันไอระหว่างฝั่งที่มีน้ำ (ให้ความชื้นสัมพัทธ์เท่ากับ 100%) และอากาศภายนอกขวด ที่ความชื้นสัมพัทธ์ตามที่กำหนด แล้วหาค่าความดันไอจากความชื้นและอุณหภูมิที่ทำการทดลองแล้วคำนวณหาผลต่างความดันไอ [ปาสคาล]

WVP คือ การซึมผ่านของไอน้ำ [กรัม-เมตร/วัน-เมตร²-ปาสคาล]



รูปที่ 3.8 ตัวอย่างกราฟ WVTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2 โดยคำนวณจากค่าความชันของเส้นสีแดง

ตารางที่ ฉ.1 ผลต่างน้ำหนักในช่วงที่เกิดการสมดุล (Δw) และ เวลาของช่วงนั้น (Δt) ความหนาเฉลี่ยของฟิล์ม (L) และผลการคำนวณ WVTR และ WVP ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2

Δw (g)	Δt (h)	Δt (day)	L (m)	WVTR (g/day·m ²)	WVP (g·m/day·m ² ·Pa)
0.0129	2.00	0.08	$1.075^4 \cdot 10^x$	199.23	$3.41 \cdot 10^5$

ตารางที่ ฉ.2 น้ำหนักในช่วงที่เกิดการสมดุล (Δw) และ เวลาของช่วงนั้น (Δt) ความหนาเฉลี่ยของฟิล์ม (L) และผลการคำนวณ WVTR และ WVP ของทุกตัวอย่าง

Sample	Δw (g)	Δt (h)	L (m)	WVTR (g/day·m ²)	WVP (g·m/day·m ² ·Pa)
Com	0.0114	3.14	$1.12^4 \cdot 10^x$	112.14	$1.99 \cdot 10^5$
	0.0104	3.14	$1.53^4 \cdot 10^x$	102.30	$2.50 \cdot 10^5$
	0.0112	3.14	$1.15^4 \cdot 10^x$	111.22	$2.22 \cdot 10^5$
	0.0108	3.14	$1.62^4 \cdot 10^x$	104.36	$2.13 \cdot 10^5$
	0.0105	3.14	$1.44^4 \cdot 10^x$	103.32	$2.46 \cdot 10^5$
30-D2	0.0129	2.00	$1.08^4 \cdot 10^x$	199.23	$3.41 \cdot 10^5$
	0.0079	2.00	$1.10^4 \cdot 10^x$	122.01	$2.14 \cdot 10^5$
	0.0103	2.00	$1.13^4 \cdot 10^x$	175.06	$2.62 \cdot 10^5$
	0.0106	2.00	$1.28^4 \cdot 10^x$	179.23	$3.01 \cdot 10^5$
	0.0085	2.00	$1.20^4 \cdot 10^x$	142.01	$2.34 \cdot 10^5$

Sample	Δw (g)	Δt (h)	L (m)	WVTR (g/day·m ²)	WVP (g·m/day·m ² ·Pa)
40-D2	0.0230	2.00	2.55 ⁴ 10×	346.55	1.41 ⁴ 10×
	0.0194	2.05	2.28 ⁴ 10×	292.31	1.06 ⁴ 10×
	0.0201	2.05	2.44 ⁴ 10×	325.55	1.25 ⁴ 10×
	0.0199	2.05	2.35 ⁴ 10×	298.05	1.08 ⁴ 10×
	0.0242	2.05	2.39 ⁴ 10×	330.63	1.40 ⁴ 10×
30-D2 (FP)	0.0111	2.00	1.65 ⁴ 10×	171.43	4.50 10× ⁵
	0.0119	2.73	2.05 ⁴ 10×	134.64	4.39 10× ⁵
	0.0132	2.73	1.75 ⁴ 10×	155.26	4.48 10× ⁵
	0.0115	2.73	2.10 ⁴ 10×	162.23	4.42 10× ⁵
	0.0141	2.73	1.68 ⁴ 10×	135.59	4.40 10× ⁵
40-C1	0.0040	3.14	1.30 ⁴ 10×	39.35	8.15 10× ⁶
	0.0062	3.14	1.33 ⁴ 10×	60.99	1.29 10× ⁵
	0.0052	3.14	1.37 ⁴ 10×	42.55	9.77 10× ⁶
	0.0039	3.14	1.34 ⁴ 10×	55.63	1.18 10× ⁵
	0.0077	3.14	1.32 ⁴ 10×	47.26	1.05 10× ⁵
RediFresh	0.0114	3.14	1.12 ⁴ 10×	20.42	⁶ 10×2.80
	0.0104	3.14	1.53 ⁴ 10×	76.94	⁵ 10×1.38
	0.0112	3.14	1.15 ⁴ 10×	48.77	⁶ 10×8.54
	0.0108	3.14	1.62 ⁴ 10×	57.66	⁶ 10×1.08
	0.0105	3.14	1.44 ⁴ 10×	34.33	⁵ 10×5.68
Com-1	0.0129	2.00	1.08 ⁴ 10×	55.75	⁵ 10×4.27
	0.0079	2.00	1.10 ⁴ 10×	16.69	⁶ 10×6.35
	0.0103	2.00	1.13 ⁴ 10×	36.22	⁵ 10×2.45
	0.0106	2.00	1.28 ⁴ 10×	40.23	⁵ 10×3.75
	0.0085	2.00	1.20 ⁴ 10×	19.87	⁶ 10×8.67
Com-2	0.0230	2.00	2.55 ⁴ 10×	38.14	⁵ 10×2.72
	0.0194	2.05	2.28 ⁴ 10×	9.74	⁶ 10×1.64
	0.0201	2.05	2.44 ⁴ 10×	23.94	⁵ 10×1.44
	0.0199	2.05	2.35 ⁴ 10×	18.09	⁶ 10×8.65
	0.0242	2.05	2.39 ⁴ 10×	28.16	⁵ 10×2.25
40C1-1	0.0111	2.00	1.65 ⁴ 10×	82.96	⁵ 10×17.67
	0.0119	2.73	2.05 ⁴ 10×	6.72	⁵ 10×3.35
	0.0132	2.73	1.75 ⁴ 10×	44.84	⁵ 10×10.50
	0.0115	2.73	2.10 ⁴ 10×	65.26	⁵ 10×15.22
	0.0141	2.73	1.68 ⁴ 10×	20.17	⁵ 10×7.16
30D2-1	0.0040	3.14	1.30 ⁴ 10×	16.01	⁶ 10×6.26
	0.0062	3.14	1.33 ⁴ 10×	0.71	⁶ 10×1.04

Sample	Δw (g)	Δt (h)	L (m)	WVTR (g/day·m ²)	WVP (g·m/day·m ² ·Pa)
30D2-1	0.0040	3.14	$1.30^4 \cdot 10 \times$	8.36	$6^{-} 10 \times 3.62$
	0.0062	3.14	$1.33^4 \cdot 10 \times$	13.04	$6^{-} 10 \times 5.11$
	0.0052	3.14	$1.37^4 \cdot 10 \times$	4.05	$6^{-} 10 \times 2.17$
30D2(FP)-1	0.0040	3.14	$1.30^4 \cdot 10 \times$	80.32	$5^{-} 10 \times 2.51$
	0.0062	3.14	$1.33^4 \cdot 10 \times$	6.24	$6^{-} 10 \times 1.94$
	0.0052	3.14	$1.37^4 \cdot 10 \times$	42.28	$5^{-} 10 \times 1.35$
	0.0039	3.14	$1.34^4 \cdot 10 \times$	59.65	$5^{-} 10 \times 1.75$
	0.0077	3.14	$1.32^4 \cdot 10 \times$	30.66	$5^{-} 10 \times 8.64$
40D2-1	0.0114	3.14	$1.12^4 \cdot 10 \times$	143.86	$5^{-} 10 \times 7.34$
	0.0104	3.14	$1.53^4 \cdot 10 \times$	53.20	$5^{-} 10 \times 1.60$
	0.0112	3.14	$1.15^4 \cdot 10 \times$	98.53	$5^{-} 10 \times 4.47$
	0.0108	3.14	$1.62^4 \cdot 10 \times$	125.34	$5^{-} 10 \times 6.22$
	0.0105	3.14	$1.44^4 \cdot 10 \times$	67.23	$5^{-} 10 \times 2.83$
40D2-2	0.0129	2.00	$1.08^4 \cdot 10 \times$	104.92	$5^{-} 10 \times 5.22$
	0.0079	2.00	$1.10^4 \cdot 10 \times$	63.42	$5^{-} 10 \times 2.18$
	0.0103	2.00	$1.13^4 \cdot 10 \times$	84.17	$5^{-} 10 \times 3.70$
	0.0106	2.00	$1.28^4 \cdot 10 \times$	95.22	$5^{-} 10 \times 4.75$
	0.0085	2.00	$1.20^4 \cdot 10 \times$	74.13	$5^{-} 10 \times 2.82$



Designation: E96/E96M - 10

Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials¹

This standard is issued under the fixed designation E96/E96M; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or approval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 These test methods cover the determination of water vapor transmission (WVT) of materials through which the passage of water vapor may be of importance, such as paper, plastic films, other sheet materials, fiberboards, gypsum and plaster products, wood products, and plastics. The test methods are limited to specimens not over 1/4 in. (32 mm) in thickness except as provided in Section 9. Two basic methods, the Desiccant Method and the Water Method, are provided for the measurement of permeance, and two variations include service conditions with one side wetted and service conditions with low humidity on one side and high humidity on the other. Agreement should not be expected between results obtained by different methods. The method should be selected that more nearly approaches the conditions of use.

1.2 The values stated in either SI units or inch-pound units are to be regarded separately as standard. The values stated in each system may not be exact equivalents; therefore, each system shall be used independently of the other. Combining values from the two systems may result in non-conformance with the standard. However, derived results can be converted from one system to the other using appropriate conversion factors (see Table 1).

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety problems, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

C168 Terminology Relating to Thermal Insulation

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee C16 on Thermal Insulation and are the direct responsibility of Subcommittee C16.33 on Insulation Properties and Methods.

Current edition approved Oct. 1, 2010. Published February 2011. Originally approved in 1955. Last previous edition approved in 2006 as E96-06¹. DOI: 10.1520/E096-10.

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

D449 Specification for Asphalt Used in Dampproofing and Waterproofing

D2301 Specification for Vinyl Chloride Plastic Pressure-Sensitive Electrical Insulating Tape

E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

3. Terminology

3.1 Definitions of terms used in this standard will be found in Terminology C168, from which the following is quoted:

*“water vapor permeability—*the time rate of water vapor transmission through unit area of flat material of unit thickness induced by unit vapor pressure difference between two specific surfaces, under specified temperature and humidity conditions.

*Discussion—*Permeability is a property of a material, but the permeability of a body that performs like a material may be used. Permeability is the arithmetic product of permeance and thickness.

*water vapor permeance—*the time rate of water vapor transmission through unit area of flat material or construction induced by unit vapor pressure difference between two specific surfaces, under specified temperature and humidity conditions.

*Discussion—*Permeance is a performance evaluation and not a property of a material.

3.2 *water vapor transmission rate—*the steady water vapor flow in unit time through unit area of a body, normal to specific parallel surfaces, under specific conditions of temperature and humidity at each surface.”

4. Summary of Test Methods

4.1 In the Desiccant Method the test specimen is sealed to the open mouth of a test dish containing a desiccant, and the assembly placed in a controlled atmosphere. Periodic weighings determine the rate of water vapor movement through the specimen into the desiccant.

4.2 In the Water Method, the dish contains distilled water, and the weighings determine the rate of vapor movement through the specimen from the water to the controlled atmosphere. The vapor pressure difference is nominally the same in both methods except in the variation, with extremes of humidity on opposite sides.

E96/E96M - 10

TABLE 1 Metric Units and Conversion Factors^{A,B}

Multiply	by	To Obtain (for the same test condition)
WVT		
g/h·m ²	1.43	grains/h·ft ²
grains/h·ft ²	0.687	g/h·m ²
Permeance		
g/Pa·m ²	1.75×10^7	1 Perm (inch-pound)
1 Perm (inch-pound)	5.72×10^{-8}	g/Pa·m ²
Permeability		
g/Pa·m	8.86×10^9	1 Perm Inch
1 Perm Inch	1.45×10^{-9}	g/Pa·m

^A These units are used in the construction trade. Other units may be used in other standards.

^B All conversions of mm Hg to Pa are made at a temperature of 0°C.

5. Significance and Use

5.1 The purpose of these tests is to obtain, by means of simple apparatus, reliable values of water vapor transfer through permeable and semipermeable materials, expressed in suitable units. These values are for use in design, manufacture, and marketing. A permeance value obtained under one set of test conditions may not indicate the value under a different set of conditions. For this reason, the test conditions should be selected that most closely approach the conditions of use. While any set of conditions may be used and those conditions reported, standard conditions that have been useful are shown in Appendix X1.

6. Apparatus

6.1 **Test Dish**—The test dish shall be of any noncorroding material, impermeable to water or water vapor. It may be of any shape. Light weight is desirable. A large, shallow dish is preferred, but its size and weight are limited when an analytical balance is chosen to detect small weight changes. The mouth of the dish shall be as large as practical and at least 4.65 in.² (3000 mm²). The desiccant or water area shall be not less than the mouth area except if a grid is used, as provided in 12.1, its effective area shall not exceed 10 % of the mouth area. An external flange or ledge around the mouth, to which the specimen may be attached, is useful when shrinking or warping occurs. When the specimen area is larger than the mouth area, this overlay upon the ledge is a source of error, particularly for thick specimens. This overlay material should be masked as described in 10.1 so that the mouth area defines the test area. The overlay material results in a positive error, indicating excessive water vapor transmission. The magnitude of the error is a complex function of the thickness, ledge width, mouth area, and possibly the permeability. This error is discussed by Joy and Wilson (1)¹ (see 13.4.3). This type of error should be limited to about 10 to 12 %. For a thick specimen the ledge should not exceed 1/8 in. (19 mm) for a 10-in. (254-mm) or larger mouth (square or circular) or 1/4 in. (3 mm) for a 5-in. (127-mm) mouth (square or circular). For a 3-in. (76-mm) mouth (square or circular) the ledge should not exceed 0.11 in. (2.8 mm) wide. An allowable ledge may be interpolated for intermediate sizes or calculated according to Joy and Wil-

son.¹ A rim around the ledge (Fig. X2.1) may be useful. If a rim is provided, it shall be not more than 1/8 in. (6 mm) higher than the specimen as attached. Different depths may be used for the Desiccant Method and Water Method, but a 1/8-in. (19-mm) depth (below the mouth) is satisfactory for either method.

6.2 **Test Chamber**—The room or cabinet where the assembled test dishes are to be placed shall have a controlled temperature (see Note 1) and relative humidity. Some standard test conditions that have been useful are given in Appendix X1. The temperature chosen shall be determined according to the desired application of the material to be tested (see Appendix X1). The relative humidity shall be maintained at 50 ± 2 %, except where extremes of humidities are desired, when the conditions shall be 100 ± 1.8 % (38 ± 1 °C) and 90 ± 2 % relative humidity. Both temperature and relative humidity shall be measured frequently⁴ or preferably recorded continuously. Air shall be continuously circulated throughout the chamber, with a velocity sufficient to maintain uniform conditions at all test locations. The air velocity over the specimen shall be between 0.066 and 1 ft/s (0.02 and 0.3 m·s⁻¹). Suitable racks shall be provided on which to place the test dishes within the test chamber.

Note 1—Simple temperature control by heating alone is usually made possible at 90°F (32°C). However, it is very desirable to enter the controlled space, and a comfortable temperature is more satisfactory for that arrangement. Temperatures of 73.4°F (23°C) and 80°F (26.7°C) are in use and are satisfactory for this purpose. With cyclic control, the average test temperature may be obtained from a sensitive thermometer in a mass of dry sand. The temperature of the chamber walls facing a specimen over water should not be cooler than the water to avoid condensation on the test specimen.

6.3 **Balance and Weights**—The balance shall be sensitive to a change smaller than 1 % of the weight change during the period when a steady state is considered to exist. The weights used shall be accurate to 1 % of the weight change during the steady-state period (Note 2). A light wire sling may be substituted for the usual pan to accommodate a larger and heavier load.

6.4 **Thickness-Measuring Gage**—The nominal thickness of the specimen shall be determined using a thickness-measuring gage with an accuracy of ± 1 % of the reading or 0.0001 in. (0.0025 mm), whichever is greater.

Note 2—For example: 1-paum (57 ng·Pa⁻¹·s⁻¹·m²) specimen 10 in. (254 mm) square at 80°F (26.7°C) passes 8.6 grains or 0.56 g/day. In 10 days of steady state, the transfer is 10 g. For this usage, the balance must have a sensitivity of 1 % of 10 g or 0.1 g and the weights must be accurate to 0.1 g. If, however, the balance has a sensitivity of 0.2 g or the weights are no better than 0.2 g, the requirements of this paragraph can be met by continuing the steady state for 36 days. An analytical balance that is much more sensitive will permit more rapid results on specimens below 1-paum (57 ng·Pa⁻¹·s⁻¹·m²) when the assembled dish is not excessively heavy.

7. Materials

7.1 Desiccant and Water:

7.1.1 For the Desiccant Method, anhydrous calcium chloride in the form of small lumps that will pass a No. 8

¹ The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this standard.

⁴ The minimum acceptable is to perform this measurement each time the sample is weighed.

 E96/E96M - 10

(2.36-mm) sieve, and free of fines that will pass a No. 30 (600- μm) sieve, shall be used (Note 3). It shall be dried at 400°F (200°C) before use.

Note 3—If CaCl_2 will react chemically on the specimen, an adsorbing desiccant such as silica gel, activated at 400°F (200°C), may be used, but the moisture gain by this desiccant during the test must be limited to 4%.

7.1.2 For the Water Method, distilled water shall be used in the test dish.

7.2 *Sealant*—The sealant used for attaching the specimen to the dish, in order to be suitable for this purpose, must be highly resistant to the passage of water vapor (and water). It must not lose weight to, or gain weight from, the atmosphere in an amount, over the required period of time, that would affect the test result by more than 2%. It must not affect the vapor pressure in a water-filled dish. Molten asphalt or wax is required for permeance tests below 4 perms (230 $\text{ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$). Sealing methods are discussed in Appendix X2.

8. Sampling

8.1 The material shall be sampled in accordance with standard methods of sampling applicable to the material under test. The sample shall be of uniform thickness. If the material is of nonsymmetrical construction, the two faces shall be designated by distinguishing marks (for example, on a one-side-coated sample, "T" for the coated side and "U" for the uncoated side).

9. Test Specimens

9.1 Test specimens shall be representative of the material tested. When a product is designed for use in only one position, three specimens shall be tested by the same method with the vapor flow in the designated direction. When the sides of a product are indistinguishable, three specimens shall be tested by the same method. When the sides of a product are different and either side may face the vapor source, four specimens shall be tested by the same method, two being tested with the vapor flow in each direction and so reported.

9.2 A slab, produced and used as a laminate (such as a foamed plastic with natural "skins") may be tested in the thickness of use. Alternatively, it may be sliced into two or more sheets, each being separately tested and so reported as provided in 9.4, provided also, that the "overlay upon the cup ledge" (6.1) of any laminate shall not exceed $\frac{1}{8}$ in. (3 mm).

9.3 When the material as used has a pitted or textured surface, the tested thickness shall be that of use. When it is homogeneous, however, a thinner slice of the slab may be tested as provided in 9.4.

9.4 In either case (9.2 or 9.3), the tested overall thickness, if less than that of use, shall be at least five times the sum of the maximum pit depths in both its faces, and its tested permeance shall be not greater than 5 perms ($= 300 \text{ ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$).

9.5 For homogeneous (not laminated) materials with thickness greater than $\frac{1}{8}$ in., the overall nominal thickness of each specimen shall be measured with an accuracy of $\pm 1\%$ of the reading at the center of each quadrant and the results averaged.

9.6 When testing any material with a permeance less than 0.05 perms ($3 \text{ ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$) or when testing a low permeance material that may be expected to lose or gain weight throughout the test (because of evaporation or oxidation), it is strongly recommended that an additional specimen, or "dummy," be tested exactly like the others, except that no desiccant or water is put in the dish. Failure to use this dummy specimen to establish modified dish weights may significantly increase the time required to complete the test. Because time to reach equilibrium of water permeance increases as the square of thickness, thick, particularly hygroscopic, materials may take as long as 60 days to reach equilibrium conditions.

10. Attachment of Specimen to Test Dish

10.1 Attach the specimen to the dish by sealing (and clamping if desired) in such a manner that the dish mouth defines the area of the specimen exposed to the vapor pressure in the dish. If necessary, mask the specimen top surface, exposed to conditioned air so that its exposure duplicates the mouth shape and size and is directly above it. A template is recommended for locating the mask. Thoroughly seal the edges of the specimen to prevent the passage of vapor into, or out of, or around the specimen edges or any portion thereof. The same assurance must apply to any part of the specimen faces outside their defined areas. Suggested methods of attachment are described in Appendix X2.

Note 4—In order to minimize the risk of condensation on the interior surface of the sample when it is placed in the chamber, the temperature of the water prior to preparation of the test specimen should be within $\pm 2^\circ\text{F}$ ($\pm 1^\circ\text{C}$) of the test condition.

11. Procedure for Desiccant Method

11.1 Fill the test dish with desiccant within $\frac{1}{8}$ in. (6 mm) of the specimen. Leave enough space so that shaking of the dish, which must be done at each weighing, will mix the desiccant.

11.2 Attach the specimen to the dish (see 10.1) and place it in the controlled chamber, specimen up, weighing it at once. (This weight may be helpful to an understanding of the initial moisture in the specimen.)

11.3 Weigh the dish assembly periodically, often enough to provide eight or ten data points during the test. A data point is the weight at a particular time. The time that the weight is made should be recorded to a precision of approximately 1% of the time span between successive weighing. Thus, if weighings are made every hour, record the time to the nearest 30 s; if recordings are made every day, a time to the nearest 15 min would be allowed. At first the weight may change rapidly; later a steady state will be reached where the rate of change is substantially constant. Weighings should be accomplished without removal of the test dishes from the controlled atmosphere, but if removal is prescribed necessary, the time the specimens are kept at different conditions, temperature or relative humidity, or both, should be kept to a minimum. When results of water vapor transmission are expected to be less than 0.05 perm ($3 \text{ ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$), a dummy specimen is strongly recommended. Such a dummy specimen should be attached to an empty cup in the normal manner. The environmental effects of temperature variation and buoyancy variability due to

barometric pressure fluctuation can be arithmetically tared out of the weighing values. This precaution permits earlier and more reliable achievement of equilibrium conditions. Analyze the results as prescribed in 13.1.

11.4 Terminate the test or change the desiccant before the water added to the desiccant exceeds 10 % of its starting weight. This limit cannot be exactly determined and judgement is required. The desiccant gain may be more or less than the dish weight-gain when the moisture content of the specimen has changed.

NOTE 5—The WVT of some materials (especially wood) may depend on the ambient relative humidity immediately before the test. An apparent hysteresis results in higher WVT if the prior relative humidity was above the test condition and vice versa. It is therefore recommended that specimens of wood and paper products be conditioned to constant weight in a 50 % relative humidity atmosphere before they are tested. Some specimens may be advantageously preconditioned to minimize the moisture that the specimen will give up to the desiccant. This applies when the specimen is likely to have high moisture content or when it is coated on the top (vapor source) side.

12. Procedure for Water Method

12.1 Fill the test dish with distilled water to a level $\frac{1}{8} \pm \frac{1}{16}$ in. (19 ± 6 mm) from the specimen. The air space thus allowed has a small vapor resistance, but it is necessary in order to reduce the risk of water touching the specimen when the dish is handled. Such contact invalidates a test on some materials such as paper, wood, or other hygroscopic materials. The water depth shall be not less than $\frac{1}{8}$ in. (3 mm) to ensure coverage of the dish bottom throughout the test. However, if the dish is of glass, its bottom must be visibly covered at all times but no specific depth is required. Water surges may be reduced by placing a grid of light noncorroding material in the dish to break the water surface. This grid shall be at least $\frac{1}{8}$ in. (6 mm) below the specimen, and it shall not reduce the water surface by more than 10 %.

NOTE 6—For the Water Method, baking the empty dish and promptly coating its mouth with sealant before assembly is recommended. The water may be added most conveniently after the specimen is attached, through a small sealable hole in the dish above the water line.

12.2 Attach the specimen to the dish (see 10.1). Some specimens are likely to warp and break the seal during the test. The risk is reduced by preconditioning the specimen, and by clamping it to the dish ledge (if one is provided).

12.3 Weigh the dish assembly and place it in the controlled chamber on a true horizontal surface. Follow the procedure given in 11.5. If the test specimen cannot tolerate condensation on the surface, the dish assembly shall not be exposed to a temperature that differs by more than 5°F (3°C) from the control atmosphere to minimize the risk of condensation on the specimen. When results of water vapor transmission are expected to be less than 0.05 perm ($3 \text{ ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$), a dummy specimen is strongly recommended. Such a dummy specimen should be attached to an empty cup in the normal manner. The environment effects of temperature variation and buoyancy variability due to barometric pressure fluctuation can be arithmetically tared out of the weighing values. This

precaution permits earlier and more reliable achievement of equilibrium conditions. Analyze the results as prescribed in 13.1.

12.4 Where water is expected to be in contact with the barrier in service, proceed as in 11.3 except place the dish in an inverted position. The dish must be sufficiently level so that water covers the inner surface of the specimen despite any distortion of the specimen due to the weight of the water. With highly permeable specimens it is especially important to locate the test dish so that air circulates over the exposed surface at the specified velocity. The test dishes may be placed on the balance in the upright position for weighing, but the period during which the wetted surface of the specimen is not covered with water must be kept to a minimum.

13. Calculation and Analysis of Results

13.1 The results of the rate of water vapor transmission may be determined either graphically or numerically.

13.1.1 *Dummy Specimen*—If a dummy specimen has been used to compensate for variability in test conditions, due to temperature or barometric pressure, or both, the daily recorded weights can be adjusted by calculating the weight change from initial to time of weighing. This adjustment is made by reversing the direction of the dummy's weight change, relative to its initial weight, and modifying all the appropriate specimen weight(s) recorded at this time. This permits earlier achievement of equilibrium conditions. An alternate procedure, particular for tests of long duration and more than six weighings, is to subtract the arithmetic mean slope of the rate of weight change of the dummy specimen from the arithmetic mean slope of each similar specimen to get an effective rate of weight change. These procedures are also desirable if the specimen is changing weight due to a curing process while under test.

13.1.2 *Graphic Analysis*—Plot the weight, modified by the dummy specimen when used, against elapsed time, and inscribe a curve that tends to become straight. Judgment here is required and numerous points are helpful. When a straight line adequately fits the plot of at least six properly spaced points (periodic weight changes matching, or exceeding 20 % of the multiple of 100 times the scale sensitivity), a nominally steady state is assumed, and the slope of the straight line is the rate of water vapor transmission.

13.1.3 *Numerical Analysis*—A mathematical least squares regression analysis of the weight, modified by the dummy specimen when used, as a function of time will give the rate of water vapor transmission. An uncertainty, or standard deviation of this rate, can also be calculated to define the confidence band. For very low permeability materials, this method can be used to determine the results after 30 to 60 days when using an analytical balance, with a sensitivity of ± 1 mg, even if the weight change does not meet the 100 times the sensitivity requirement of 6.3. These specimens must be clearly identified in the report.

13.2 Calculate the water vapor transmission, WVT, and permeance as follows:

13.2.1 *Water Vapor Transmission:*

$$\text{WVT} = G/A = (G/A)A \quad (1)$$

where:

In inch-pound units:

G = weight change, grains (from the straight line),
 t = time during which G occurred, h,
 G/t = slope of the straight line, grains/h,
 A = test area (cup mouth area), ft², and
 WVT = rate of water vapor transmission, grains/h-ft².

In metric units:

G = weight change (from the straight line), g,
 t = time, h,
 G/t = slope of the straight line, g/h,
 A = test area (cup mouth area), m², and
 WVT = rate of water vapor transmission, g/h-m².

13.2.2 Permeance:

$$\text{Permeance} = \text{WVT}/\Delta p = \text{WVT}/(R_1 - R_2) \quad (2)$$

where:

In inch-pound units:

Δp = vapor pressure difference, in. Hg,
 S = saturation vapor pressure at test temperature, in. Hg,
 R_1 = relative humidity at the source expressed as a fraction (the test chamber for desiccant method; in the dish for water method), and
 R_2 = relative humidity at the vapor sink expressed as a fraction.

In metric units:

Δp = vapor pressure difference, mm Hg (1.333×10^2 Pa),
 S = saturation vapor pressure at test temperature, mm Hg (1.333×10^2 Pa),
 R_1 = relative humidity at the source expressed as a fraction (the test chamber for desiccant method; in the dish for water method), and
 R_2 = relative humidity at the vapor sink expressed as a fraction.

13.2.3 In the controlled chamber the relative humidity and temperature are the average values actually measured during the test and (unless continuously recorded) these measurements shall be made as frequently as the weight measurements. In the dish the relative humidity is nominally 0 % for the desiccant and 100 % for the water. These values are usually within 3 % relative humidity of the actual relative humidity for specimens below 4 perms ($230 \text{ ng-Pa}^{-1}\text{-s}^{-1}\text{-m}^2$) when the required conditions are maintained (no more than 10 % moisture in CaCl_2 and no more than 1 in. (25 mm) air space above water).

13.3 The calculation of permeability is optional and can be done only when the test specimen is homogeneous (not laminated) and not less than $\frac{1}{8}$ in. (12.5 mm) thick, calculate its average permeability as follows:

$$\text{Average permeability} = \text{Permeance} \times \text{Thickness} \quad (3)$$

13.4 Corrections—It is important that all applicable corrections be made to all measurements that result in permeance value more than 2-perm ($114 \text{ ng-Pa}^{-1}\text{-s}^{-1}\text{-m}^2$). Corrections for materials with permeance value below 2-perm ($114 \text{ ng-Pa}^{-1}\text{-s}^{-1}\text{-m}^2$) are insignificant and need not be done. The procedures for making various corrections, as summarized below, are found in the literature. (2,3,4,5)

13.4.1 Buoyancy Correction—The duration for one set of measurements can be many days or weeks. The atmospheric pressure may significantly change during such periods. If the test specimen is highly vapor resistant, the changes in mass due to vapor transport may be overshadowed by the apparent gravimetric changes observed. In such cases, all gravimetric data should be corrected to vacuum or any base line pressure. The following equation (2) can be used for buoyancy correction.

$$\frac{m_2}{m_1} = 1 + \frac{\rho_s(\rho_1 - \rho_2)}{\rho_1(\rho_1 - \rho_s)} \quad (4)$$

where:

m_1 = mass recorded by balance, kg,
 m_2 = mass after buoyancy correction, kg,
 ρ_s = density of air, kg m⁻³,
 ρ_1 = density of material of balance weights, kg m⁻³, and
 ρ_2 = bulk density of test assembly, kg m⁻³.

13.4.1.1 The density of air can be calculated using the ideal gas law for the measured atmospheric pressure and ambient temperature.

13.4.1.2 The buoyancy correction is important (6) when measured mass changes are in the range of 0 to 100 mg.

13.4.2 Corrections for Resistance due to Still Air and Specimen Surface—In general, if the material is highly permeable, these corrections are more significant. With known thickness of the still air layer in the cup, the corresponding vapor resistance can be calculated using the following equation (3) for permeability.

$$\delta_s = \frac{2.306 \times 10^{-4} P_s}{R_s T P} \left(\frac{T}{273.15} \right)^{1.41} \quad (5)$$

where:

δ_s = permeability of still air, kg m⁻¹ s⁻¹ Pa⁻¹,
 T = temperature, K,
 P = ambient pressure, Pa,
 P_s = standard atmospheric pressure, that is, 101325 Pa, and
 R_s = ideal gas constant for water, that is, 461.5 J-K⁻¹ kg⁻¹.

13.4.2.1 In the absence of any measured data, the surface resistances (that is, inside and outside surfaces of the specimen) may be approximated using Lewis' relation (4). For cup methods that follow this standard, the total surface resistance (Hansen and Lund (5)) should be $= 4 \times 10^7 \text{ Pa-s-m}^2\text{-kg}^{-1}$.

13.4.3 Edge Mask Correction—The following equation (Joy and Wilson (1)) is to be used to correct the excess WVT effect due to edge masking:

$$\text{Percent excess WVT} = \frac{400t}{3S_s} \log \left(\frac{2}{1 + e^{-1000t}} \right) \quad (6)$$

where:

t = specimen thickness, m,
 b = width of masked edge, m, and
 S_s = four times the test area divided by the perimeter, m.

13.4.3.1 If the cup assembly includes any edge masking this correction shall be made.

13.5 Metric units and conversion factor are given in Table 1.

E96/E96M - 10

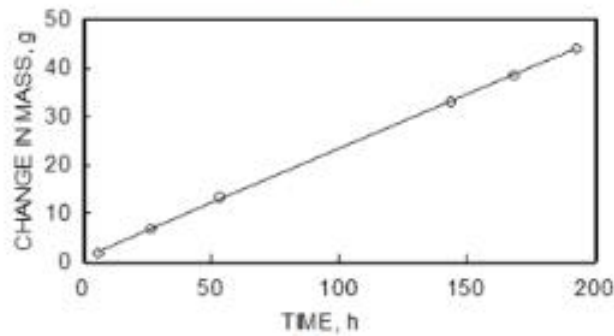


FIG. 1

13.6 Example (in SI unit)—In a desiccant test on a sample of medium density glass fiber insulation the following results were recorded.

Thickness of the specimen = 25.81 mm
 Test area = 0.01642 m²
 Mass of the test specimen = 20.44 g
 Mass of the desiccant = 554.8 g
 Initial mass of the test assembly = 1.257810 kg
 Thickness of air layer in the cup = 15 mm

Elapsed Time (h)	Mass of the Test Assembly (g)	Change in Mass (g)	Chamber Temperature (°C)	Chamber RH (%)	Barometric Pressure mm Hg (kPa)
0.000	1257.810	0.000	22.83	52.90	744.7 (99.27)
6.067	1259.469	1.659	22.84	52.6	741.11 (98.79)
26.635	1264.009	6.199	22.76	52.2	744.41 (99.23)
55.150	1271.042	13.232	22.82	52.1	743.21 (99.07)
143.767	1290.773	32.963	22.74	52.3	757.69 (101.00)
168.283	1296.380	38.570	22.76	52.1	749.81 (99.95)
192.883	1301.953	44.143	22.70	52.1	758.44 (101.10)

13.6.1 Buoyancy Correction—As mentioned in 13.4.1, the buoyancy effect will be insignificant for this set of readings as recorded changes of mass are all above 100 mg. However, for example, the corrected mass of the test assembly weight 1257.810 g (1st reading) can be calculated using Eq 4.

$$\begin{aligned}
 m_1 &= \text{mass recorded by balance, kg} = 1257.810 \times 10^{-3} \text{ kg} \\
 P &= \text{Barometric pressure, Pa} = 99.27 \times 10^3 \text{ Pa} \\
 R &= \text{Gas constant for dry air} = 287.055 \text{ J / (kg K)} \\
 T &= \text{Chamber temperature} = 22.83 + 273.15 = 295.98 \text{ K} \\
 \rho_a &= \text{Density of air, kg m}^{-3} = P / (RT) = 1.1654 \text{ kg m}^{-3} \\
 \rho_s &= \text{density of material of balance weights, kg m}^{-3} = 8000 \text{ kg m}^{-3} \\
 h_1 &= \text{height of the test assembly, m} = 44.7 \times 10^{-3} \text{ m} \\
 d_1 &= \text{diameter of the test assembly, m} = 108.0 \times 10^{-3} \text{ m} \\
 \rho_2 &= \text{bulk density of test assembly, kg m}^{-3} \\
 &= \frac{4 \times m_1}{\pi \times d_1^2 \times h_1} = 1269.4 \text{ kg m}^{-3}
 \end{aligned}$$

$$m_2 = \text{mass after buoyancy correction} = 1256.78 \times 10^{-3} \text{ kg}$$

13.6.2 A graphic analysis of the data, according to 13.1.2 is shown in Fig. 1.

13.6.3 A linear least-squares analysis of the data according to 13.1.3 gives the slope of the straight line as $0.225 \pm 0.002 \text{ g} \cdot \text{h}^{-1}$, with a linear regression coefficient > 0.998.

$$\begin{aligned}
 \text{WVT} &= 0.225 \text{ g h}^{-1} / 0.01642 \text{ m}^2 \\
 &= 13.955 \text{ grams h}^{-1} \cdot \text{ft}^{-2} (= 3.81 \times 10^6 \text{ ng m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}) \\
 S &= 2775.6 \text{ Pa} \\
 R_0 &= 0.523 \\
 R_D &= 0 \\
 \text{Permeance} &= 3.81 \times 10^6 \text{ ng} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} / (2775.6 \text{ Pa} \times 0.523) \\
 &= 2630 \text{ ng} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}
 \end{aligned}$$

13.6.4 Corrections for Resistance due to Still Air and Specimen Surface:

$$\begin{aligned}
 \text{Permeability of still air layer (Eq 5)} \\
 &= \frac{2.306 \times 10^{-12} \times 101325}{481.5 \times (22.79 + 273.15) / 39880} \left(\frac{22.79 + 273.15}{273.15} \right)^{1.81} \\
 &= 198 \text{ ng} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Permeance of 15 mm still air layer} \\
 &= (198) / (0.015) \text{ ng} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \\
 &= 13200 \text{ ng} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}
 \end{aligned}$$

Hence, the 15 mm air layer offers a vapor resistance = $1 / (13200) \text{ m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa} \cdot \text{ng}^{-1} = 7.6 \times 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa} \cdot \text{kg}^{-1}$

Surface resistance (see 13.4.2)

$$= 4.0 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa} \cdot \text{kg}^{-1}$$


Total correction for resistance due to still air and specimen surface = $(7.6 \times 10^{-5} + 4.0 \times 10^{-7}) \text{ m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa} \cdot \text{kg}^{-1}$

13.6.5 Edge Mask Correction—The test assembly used does not include any edge masking. However, for example, if it includes an edge mask of width 5 mm then the following correction is to be made (see 13.4.3).

$$\begin{aligned}
 l &= \text{specimen thickness, m} = 25.81 \times 10^{-3} \text{ m} \\
 b &= \text{width of masked edge, m} = 5 \times 10^{-3} \text{ m} \\
 \text{Test area} &= 0.01642 \text{ m}^2 \\
 \text{Perimeter} &= 0.4541 \text{ m} \\
 S_1 &= \text{four times the test area divided by the perimeter} \\
 &= \frac{4 \times 0.01642}{0.4541} = 0.1446 \text{ m}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Percent excess WVT} \\
 &= \frac{400 \times 25.81 \times 10^{-3}}{\pi \times 0.1446} \log_2 \left(\frac{2}{1 + e^{-10 \times (1 - 10^{-10}) \times (25.81 - 10^{-3})}} \right) \\
 &= 2.88 \%
 \end{aligned}$$

13.6.6 The applicable corrections required for the analysis of the test results in this case are due to resistance of still air and specimen surface.


E96/E96M - 10
TABLE 2 Results on Precision from Interlaboratory Testing

For Desiccant Method at 23°C			Repeatability			Reproducibility		
Material	Thickness (mm) ^A	Mean Permeance (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	s (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	CV (%)	LSD (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	s (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	CV (%)	LSD (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B
A	0.0254	34.7	0.95	2.7	2.7	5.6	16.2	15.9
B	0.1397	0.74	0.16	21.7	0.46	0.31	42.6	0.92
C	12.7	3.51	0.25	7.2	0.69	1.06	30.2	2.8
D	25.4	44.8	1.5	3.3	4.2	3.5	7.8	10.0
E	0.3956	2.64	0.13	5.0	0.40	0.31	11.7	0.86
For Water Method at 23°C			Repeatability			Reproducibility		
Material	Thickness (mm) ^A	Mean Permeance (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	s (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	CV (%)	LSD (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	s (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B	CV (%)	LSD (ng m ⁻² s ⁻¹ Pa ⁻¹) ^B
A	0.0254	40.91	0.77	1.9	2.2	8.9	21.8	25.2
B	0.1397	0.90	0.13	14.0	0.35	0.12	13.4	0.34
C	12.7	5.55	0.31	5.7	0.92	1.1	20.1	3.1
D	25.4	59.5	1.1	1.8	3.1	12.4	20.9	35.5
E	0.3956	3.40	0.19	5.7	0.57	0.47	13.8	1.3

^A 1 in. = 25.4 mm^B 1 perm (inch-pound) = 57.2 ng m⁻² s⁻¹ Pa⁻¹**Legend:**

s = standard deviation

CV = percent coefficient of variation (s × 100/ Mean)

LSD = least significant difference between two individual test results based on a 95 % confidence level = 2√2s

Non. 1—Material B was Teflon[®] FTFE fluorocarbon resin brand of tetrafluoroethylene. It was extremely difficult to provide a seal to this sample, which accounts for the poor repeatability.

Water vapor resistance of the test specimen + corrections
 = 1 / Permeance = (1 / 2630) m² s Pa ng⁻¹
 = 3.80 × 10⁸ m² s Pa kg⁻¹

The water vapor resistance of the test specimen
 = (3.80 × 10⁸ - (7.6 × 10⁷ + 4.0 × 10⁷)) m² s Pa kg⁻¹
 = 2.64 × 10⁸ m² s Pa kg⁻¹

Permeance of the test specimen
 = 1 / (2.64 × 10⁸ m² s Pa kg⁻¹)
 = 3.79 × 10⁻⁹ kg m⁻² s⁻¹ Pa⁻¹
 = 3790 ng m⁻² s⁻¹ Pa⁻¹

Permeability
 = 3790 ng m⁻² s⁻¹ Pa⁻¹ × 0.02561 m
 = 97.8 ng m⁻¹ s⁻¹ Pa⁻¹

14. Report

14.1 The report shall include the following:

14.1.1 Identification of the material tested, including product thickness for homogeneous materials (not laminated) greater than 1/8 in.,

14.1.2 Test method used (desiccant or water),

14.1.3 Test temperature,

14.1.4 Relative humidity in the test chamber,

14.1.5 Permeance of each specimen in perms (to two significant figures),

14.1.6 The side of each specimen on which the higher vapor pressure was applied. (The sides shall be distinguished as "side A" and "side B" when there is no obvious difference between them. When there is an obvious difference, this difference shall also be stated, such as "side A waxed" and "side B unwaxed."),

14.1.7 The average permeance of all specimens tested in each position,

14.1.8 The permeability of each specimen (as limited by 13.3), and the average permeability of all specimens tested,

14.1.9 Include a portion of the plot indicating the section of the curve used to calculate permeability, and

14.1.10 State design of cup and type or composition of sealant.

15. Precision and Bias

15.1 *Precision*—Table 2 is based on interlaboratory tests conducted in 1988 and 1991.³ In 1988 four materials (A, B, C, D) were tested using the desiccant method and the water method in triplicate. Fifteen laboratories contributed data, with full results secured from four laboratories. In 1991 ten laboratories contributed data for material E, using triplicate specimens, again using both the desiccant method and the water method. Tables 3 and 4 are based on another interlaboratory test conducted in 1995–96.⁽⁷⁾ One material at a nominal thickness of 1 in. (25 mm) was tested by ten participating laboratories. Results from only nine laboratories were used in the analyses because of the presence of severe outliers (see Practice E691) in the observation of tenth laboratory.

15.1.1 Test results were analyzed using Practice E691.

15.2 *Bias*—This test method has no bias because water vapor transmission of materials is defined in terms of this test method.**16. Keywords**

16.1 permeability; plastics (general); plastic sheet and film; sheet material; thermal-insulating materials; thermal insulation permeability films; water vapor transmission (WVT)

³ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR-C16-1064.


 E96/E96M - 10

TABLE 3 Results on Precision from Interlaboratory Testing—Dry Cup Measurements on Expanded Polystyrene

Lab	Permeability ($\text{ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$) ^a			\bar{x}	s	d	h	k
	Spec #1	Spec #2	Spec #3					
1	2.54	2.46	2.21	2.40	1.72E-01	-7.01E-01	-1.50	1.06
2	2.65	2.87	2.68	2.73	1.19E-01	-3.71E-01	-0.79	0.73
3	3.79	3.49	3.65	3.64	1.50E-01	5.39E-01	1.15	0.92
4	2.77	2.73	2.69	2.73	4.00E-02	-3.74E-01	-0.80	0.25
5	2.67	2.66	2.79	2.71	7.23E-02	-3.98E-01	-0.85	0.44
6	3.26	3.36	3.29	3.31	6.24E-02	2.06E-01	0.44	0.36
7	3.05	3.72	3.33	3.37	3.37E-01	2.62E-01	0.56	2.07
8	3.76	3.53	3.87	3.72	1.73E-01	6.16E-01	1.31	1.07
9	3.24	3.48	3.26	3.33	1.33E-01	2.22E-01	0.47	0.82
			\bar{x}		s		h	k
			3.10		1.63E-01		4.69E-01	4.87E-01

^a 1 perm in. = 1.45 ($\text{ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$)

Note 1—The average of the cell averages gives the permeability for the round robin material, according to the dry cup measurements, as $3.10 \text{ ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

Note 2—The repeatability standard deviation is $1.6 \times 10^{-1} \text{ ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

Note 3—The reproducibility standard deviation is $4.9 \times 10^{-1} \text{ ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

TABLE 4 Results on Precision from Interlaboratory Testing—Wet Cup Measurements on expanded polystyrene

Lab	Permeability ($\text{ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$) ^a			\bar{x}	s	d	h	k
	Spec #1	Spec #2	Spec #3					
1	2.90	3.14	2.94	2.99	1.29E-01	-3.58E-01	-0.94	0.77
2	3.50	3.46	3.52	3.49	3.06E-02	1.43E-01	0.37	0.18
3	4.23	3.76	3.65	3.86	3.08E-01	5.29E-01	1.39	1.84
5	3.32	3.29	2.97	3.19	1.94E-01	-1.58E-01	-0.41	1.16
6	2.61	2.62	2.80	2.74	1.16E-01	-6.08E-01	-1.59	0.69
7	3.53	3.18	3.41	3.37	1.77E-01	1.92E-02	0.05	1.06
8	3.30	3.42	3.29	3.34	7.23E-02	-1.42E-02	-0.04	0.43
9	3.75	3.97	3.67	3.80	1.56E-01	4.46E-01	1.17	0.93
			\bar{x}		s		h	k
			3.35		1.67E-01		3.62E-01	4.05E-01

^a 1 perm in. = 1.45 ($\text{ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$)

Legend:

\bar{x} = Cell average or the average from one laboratory

s = Cell standard deviation, or the standard deviation for one laboratory

\bar{x} = Average of the Cell averages

d = Cell deviation or the difference ($\bar{x} - \bar{x}$)

s_r = Repeatability standard deviation (within a laboratory)

s_R = Reproducibility standard deviation (between the laboratories)

h = the between-laboratory consistency statistic

k = the within-laboratory consistency statistic

Note 1—The average of the cell averages gives the permeability for the round robin material, according to the wet cup measurements, as $3.35 \text{ ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

Note 2—The repeatability standard deviation is $1.7 \times 10^{-1} \text{ ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

Note 3—The reproducibility standard deviation is $4.1 \times 10^{-1} \text{ ng m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$.

APPENDIXES

(Nonmandatory Information)

XI. STANDARD TEST CONDITIONS

- | | |
|---|--|
| XI.1 Standard test conditions that have been useful are: | XI.1.4 Procedure C—Desiccant Method at 90°F (32.2°C). |
| XI.1.1 Procedure A—Desiccant Method at 73.4°F (23°C). | XI.1.5 Procedure D—Water Method at 90°F (32.2°C). |
| XI.1.2 Procedure B—Water Method at 73.4°F (23°C). | XI.1.6 Procedure E—Desiccant Method at 100°F (37.8°C). |
| XI.1.3 Procedure BW—Inverted Water Method at 73.4°F (23°C). | |

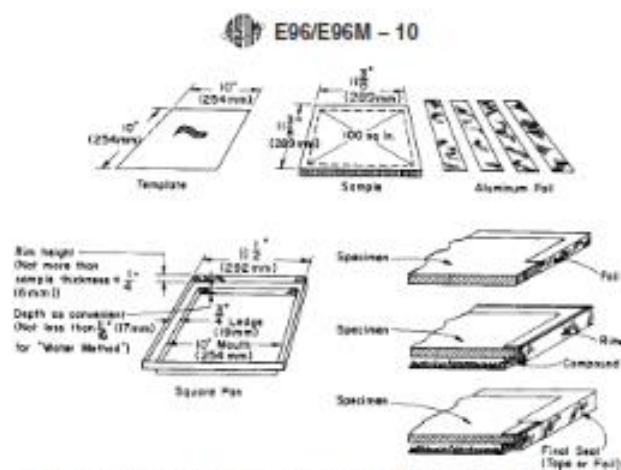


FIG. X2.1 Apparatus for Water Vapor Transmission Tests of Large Thick Specimens

X2. CUP DESIGN AND SEALING METHODS

X2.1 An ideal sealing material has the following properties:

X2.1.1 Impermeability to water in either vapor or liquid form.

X2.1.2 No gain or loss of weight from or to the test chamber (evaporation, oxidation, hygroscopicity, and water solubility being undesirable).

X2.1.3 Good adhesion to any specimen and to the dish (even when wet).

X2.1.4 Complete conformity to a rough surface.

X2.1.5 Compatibility with the specimen and no excessive penetration into it.

X2.1.6 Strength or pliability (or both).

X2.1.7 Easy handleability (including desirable viscosity and thermal of molten sealant).

X2.1.8 Satisfactory sealants possess these properties in varying degrees and the choice is a compromise, with more tolerance in items at the beginning of this list for the sake of those at the latter part of the list when the requirements of 7.2 are met. Molten asphalt or wax is required for permeance tests below 4 perms ($240 \text{ ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$). Tests to determine sealant behavior should include:

X2.1.8.1 An impervious specimen (metal) normally sealed to the dish and so tested, and

X2.1.8.2 The seal normally assembled to an empty dish with no specimen and so tested.

X2.2 The following materials are recommended for general use when the test specimen will not be affected by the temperature of the sealant:

X2.2.1 Asphalt, 180 to 200°F (82 to 93°C) softening point, meeting the requirements of Specification D449, Type C. Apply by pouring.

X2.2.2 Beeswax and rosin (equal weights). A temperature of 275°F (135°C) is desirable for brush application. Pour at lower temperature.

X2.2.3 Microcrystalline wax^a (60%), mixed with refined crystalline paraffin wax (40%).

X2.3 The materials listed in X2.3.1 are recommended for particular uses such as those shown in Fig. X2.1. The suggested procedure described in X2.3.2 applies to an 11 1/2-in. (289-mm) square specimen if its permeance exceeds 4 perms ($240 \text{ ng}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}$) (limited by evaporation of sealants).

X2.3.1 *Materials:*

X2.3.1.1 Aluminum foil, 0.005 in. (0.125 mm) minimum thickness.

X2.3.1.2 Tape, meeting the requirements of Specification D2301, vinyl chloride plastic pressure-sensitive, electrical insulating tape.

X2.3.1.3 Cement, contact bond, preferably rubber base.

X2.3.2 *Procedure:*

X2.3.2.1 *Step 1*—Seal aluminum foil around edges of specimen, leaving a 100-in.² (0.0654-m²) exposed test area on each side. Use contact bond cement as directed by the manufacturer.

X2.3.2.2 *Step 2*—Spread sealant on inside of rim and ledge. Place desiccant (dry), or water and surge control material (wet) in pan. Press specimen in place. Avoid squeezing compound into the test area.

^a The sole source of supply of the microcrystalline wax known to the committee at this time is E. I. DuPont de Nemours & Co., Inc., Polymer Products Dept., Wilmington, DE 19880. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,¹ which you may attend.

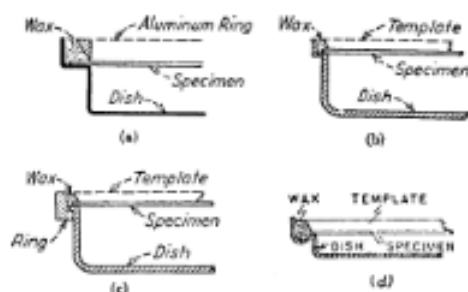


FIG. X2.2 Several Types of Dishes for Water Vapor Transmission Tests of Materials in Sheet Form

X2.3.2.3 *Step 3*—Coat outside of rim and bottom of ledge with contact bond cement, and place foil strips from edge of template, around rim, and bottom of ledge.

X2.4 A method of using hot asphalt, as applied to a 10-in. (254-mm) square-mouth dish with ledge and rim, is as follows:

X2.4.1 *Apparatus*:

X2.4.1.1 *Template*—A square frame of brass or steel, $\frac{1}{16}$ in. (5 mm) thick and $\frac{1}{8}$ in. (19 mm) deep. The $\frac{1}{16}$ -in. (5-mm) thickness is tapered to zero at the bottom of the frame where it will touch the test specimen and maintain a 10-in. (254-mm) square test area.

X2.4.1.2 *Sealant*—Asphalt (see X2.3.1) used at the proper pouring consistency of 375 to 450°F (179 to 232°C).

X2.4.1.3 *Melting Pot*, for the asphalt, electrically heated, with one dimension greater than 11 $\frac{1}{2}$ in. (289 mm).

X2.4.1.4 *Small Ladle*, for pouring.

X2.4.2 *Procedure*—Mark the 11 $\frac{1}{2}$ -in. (289-mm) square specimen with a line at an equal distance from each edge, so that the area enclosed by the lines is as nearly as possible a 10-in. (254-mm) square. The template may be used for marking. Dip each edge of the specimen in molten asphalt up to the line, so that the test area is defined and all edges are coated with a heavy layer of asphalt. Place the specimen over the pan containing water or desiccant. Lightly oil the template or coat with petroleum jelly on its outer side, and place on the specimen. Pour molten asphalt into the space between the template and the rim of the pan. After the asphalt has cooled for a few minutes, the template should be easily removable.

X2.5 Hot wax may be applied like asphalt. It may also be applied (freely) with a small brush. Its lower working temperature may be advantageous when a specimen contains moisture.

X2.6 Several designs for dishes with supporting rings and flanges are shown in Fig. X2.2. Various modifications of these designs may be made provided that the principle of prevention of edge leakage by means of a complete seal is retained. The dishes may be constructed of any rigid, impermeable, corrosion-resistant material, provided that they can be accommodated on the available analytical balance. A lightweight metal, such as aluminum or one of its alloys, is generally used



FIG. X2.3 Template Suitable for Use in Making the Wax Seals on Test Dishes

for larger-size dishes. In some cases when an aluminum dish is employed and moisture is allowed to condense on its surface, there may be appreciable oxidation of the aluminum with a resulting gain in weight. Any gain in weight will ordinarily depend on the previous history of the dish and the cleanness of the surface. An empty dish carried through the test procedure as a control will help to determine whether any error may be expected from this cause. When aluminum dishes are used for the water methods, a pressure may develop inside the assembly during a test due to corrosion. This can cause seal failure or otherwise affect the result. Where this is a problem, it can be overcome by providing inside the dish a protective coating of baked-on epoxy resin or similar material. Dishes with flanges or rings that project from the inner walls of the dish are to be avoided, as such projections influence the diffusion of the water vapor. The depth of the dish for the water procedures is such that there is a 0.80 ± 0.20 -in. (20 ± 5 -mm) distance between the water surface and the under surface of the specimen, with a water depth of about 0.20 in. (5 mm).

X2.6.1 For the desiccant-in-dish procedures, the dishes need not be as deep as those required for the water-in-dish procedures. The desiccant is within $\frac{1}{8}$ in. (6 mm) of the under surface, and a minimum depth of only $\frac{1}{8}$ in. (12 mm) of desiccant is required.

X2.6.2 The dishes shown in Fig. X2.2 require a molten seal.

X2.6.3 A template such as is shown in Fig. X2.3 is usually used for defining the test area and effecting the wax seal. It consists of a circular metal dish $\frac{1}{8}$ in. (3.18 mm) or more in thickness with the edge beveled to an angle of about 45°. The diameter of the bottom (smaller) face of the template is approximately equal to, but not greater than, the diameter of the effective opening of the dish in contact with the specimen. Small guides may be attached to the template to center it automatically on the test specimen. A small hole through the template to admit air, and petrolatum applied to the beveled edge of the template facilitate its removal after sealing the test specimen to the dish. In use, the template is placed over the test specimen and when it is carefully centered with the dish opening, molten wax is flowed into the annular space surrounding the beveled edge of the template. As soon as the wax has solidified, the template is removed from the sheet with a twisting motion. The outside flange of the dish should be high enough to extend over the top of the specimen, thus allowing the wax to completely envelop the edge.

 E96/E96M - 10

X2.6.4 Gasketed types of seals are also in use on appropriately designed dishes. These simplify the mounting of the specimen, but must be used with caution, since the possibility of edge leakage is greater with gasketed seals than with wax seals. Gasketed seals are not permitted for the measurement of permeance less than 4 perms ($240 \text{ ng} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$). As a further precaution when gasketed seals are used instead of preferred sealants, a blank test run is suggested using glass or metal as a dummy specimen.

X2.6.5 A suitable weighing cover consists of a circular disk of aluminum $\frac{1}{32}$ to $\frac{1}{16}$ in. (0.8 to 2.4 mm) in thickness provided with a suitable knob in the center for lifting. The cover fits over the test specimen when assembled and makes contact with the inside beveled surface of the wax seal at, or just above, the plane of the specimen. The cover is free of sharp edges that might remove the wax and is numbered or otherwise identified to facilitate its exclusive use with the same dish.

X3. PROCEDURE TO CALCULATE DEPENDENCY OF WATER VAPOR TRANSMISSION RATE ON RELATIVE HUMIDITY

X3.1 The dependency of the water vapor transmission (WVT) rate of materials on relative humidity (RH) can be determined using a combination of desiccant and water method (8).

X3.2 Procedure

X3.2.1 Dry cup tests with *desiccant method* test set up but also with additional chamber RH levels other than 50% are carried out. Three chamber RH levels: 50%, 70%, and 90% shall be selected.

X3.2.2 Wet cup measurements with water method test set up but at two chamber RH levels are to be carried out. Two chamber RH levels, 70% and 90% shall be selected.

X3.3 Data Analysis

X3.3.1 From the slope of the time versus mass change data plot, for each chamber RH levels, the rate of WVT for the corresponding test specimen at a specific chamber RH level is determined according to 13.2.1.

X3.3.2 The WVT rate is plotted against the chamber RH. This results in two separate but intersecting plots.

X3.3.2.1 If the plots are linear and intersect at 50% chamber RH, it is concluded that the material under consideration is nonhygroscopic and the rate of WVT does not depend on the local chamber RH.

X3.3.2.2 For the hygroscopic material the intersection of the plots will be at a chamber RH greater than 50% and water method may yield a nonlinear dependency.

X3.3.3 For hygroscopic materials the sum of the rate of WVT from dry and wet cup measurements at the 90% chamber

RH represents theoretically the dry cup measurements for WVT rate done at 100% chamber RH.

X3.3.4 Similarly for hygroscopic materials the sum of the rate of WVT from dry and wet cup measurements at the 70% chamber RH represents theoretically the dry cup measurements for WVT rate done at 100% chamber RH. If this calculated value of WVT rate at 100% chamber RH differs from the same calculated in centilitres X3.3.3 by more than 10% then the whole test procedure should be repeated.

X3.3.5 The calculated dry cup WVT rate at 100% chamber RH, as shown above, is combined with the directly measured dry cup measurements data at 50%, 70% and 90% chamber RH to generate a set of WVT rate values spanned over the entire range of chamber RH (that is, 0 to 100%). These values of WVT rate when plotted against the corresponding chamber RH would define the dependency of WVT rate on RH.

X3.3.6 The algebraic expression of the best-fitted curve that passes through the origin from the WVT rate versus chamber RH is to be used to determine the derivative of the plot at any given local RH.

X3.3.7 The water vapor permeance of the material at a specific chamber RH is derived from the following expression.

$$\text{Water Vapor Permeance (WVP)} = \quad (X3.1)$$

$$\left(\frac{(\text{Magnitude of derivative}) \times 100}{(\text{Saturation water vapor pressure at } 73.4^{\circ}\text{F } (23^{\circ}\text{C}))} \right)$$

X3.3.8 All normal required corrections (13.4) are applicable to X3.3.7.


E96/E96M - 10
REFERENCES

- (1) Joy, F. A., and Wilson, H. G., "Standardization of the Dish Method for Measuring Water Vapor Transmissions," National Research Council of Canada, Research Paper 279, January 1966, p. 203.
- (2) McLaughlin, M. L., "Physico-Chemical Quantities and Units," Royal Institute of Chemistry Monographs for Teachers, No. 15, 1971, p. 8.
- (3) Schürmer, K. ZVDI, Beihft Verfahrenstechnik, Nr. 6, S.170, 1938.
- (4) Pedersen, C. R., Ph.D thesis, Thermal Insulation Laboratory, The Technical University of Denmark, 1990, p. 10.
- (5) Hanson, K. K. and Land, H. B., "Cup Method for Determination of Water Vapor Transmission Properties of Building Materials: Sources of Uncertainty in the Methods," Proceedings of the 2nd Symposium, Building Physics in the Nordic Countries, Trondheim, 1990, pp. 291-298.
- (6) Lackey, J. C., Marchand, R. O., and Kumaran, M. K., "A Logical Extension of the ASTM Standard E96 to Determine the Dependence of Water Vapor Transmission on Relative Humidity," Insulation Materials: Testing and Applications; 3rd Volume, ASTM STP 1320, R. S. Graves and R. K. Zan, Eds., American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 1997, pp. 456-470.
- (7) Kumaran, M. K., "Interlaboratory Comparison of the ASTM Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials (E96-95)," Journal of Testing and Evaluation, JTEVA, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, Vol 26, No. 2, March 1998, pp. 83-88.
- (8) Kumaran, M. K., "An Alternative Procedure for the Analysis of Data from the Cup Method Measurements for Determination of water Vapor Transmission Properties," Journal of Testing and Evaluation, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, Vol. 26, No. 6, November 1998, pp. 575-581.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either approved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2099, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 810-832-9885 (phone), 810-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/COPYRIGHT).

ภาคผนวก ข

อัตราค่าเช่าผ่านของแก๊สออกซิเจนของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบ
บริโภคได้



การคำนวณอัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจนของฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสและสารเคลือบบริโกลได้

ความหนาฟิล์ม (d) ถูกวัดเฉลี่ย 3 จุด ก่อนนำฟิล์มไปติดที่อุปกรณ์วัดการผ่านเข้าออก หา ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของแก๊สออกซิเจน (O₂) ทุกชั่วโมง ทำการทดลองจนกว่าความเข้มข้นในชั่วโมงถัดไปเริ่มคงที่ ทำการเทียบวัดความเข้มข้นของแก๊ส O₂ ก่อนทำการทดสอบด้วยแก๊ส O₂ ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตรต่อปริมาตร) เพื่อหาค่าเฉลี่ยเปรียบเทียบความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้กราฟที่เครื่อง Gas Chromatography (GC) อ่านได้จากการทดลอง ตัวอย่างผลการทดสอบของฟิล์ม CMC 30-D2 ตามรูปที่ 3.11 หาช่วงค่าที่การผ่านเข้าออกของแก๊สเกิดความสมดุล ทำการวิเคราะห์หาค่าอัตราการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน (OTR) ดังสมการที่ 3.14 คำนวณค่าพื้นที่หน้าตัดการแพร่แก๊ส (A) คงที่ที่ 1.25×10³ เมตร² ผลต่างความดันของแก๊ส O₂ คงที่ที่ 101325 ปาสคาล เนื่องจากฝั่งหนึ่งมีการปล่อยแก๊ส O₂ ตลอดเวลาส่วนอีกฝั่งมีการปล่อยแก๊สไนโตรเจนตลอดเวลา ตัวอย่างการคำนวณตามตารางที่ ซ.1 และข้อมูลที่ใช้ในการคำนวณทั้งหมดอยู่ในตารางที่ ซ.2

$$OTR = \frac{(m \times 32 / 24465) \times d}{A \times t \times \Delta P} \dots\dots\dots(3.14)$$

โดย

m คือ ความเข้มข้นของออกซิเจน [% (ปริมาตร/ปริมาตร)]

32 คือ มวลโมเลกุลของแก๊สออกซิเจน [กรัม/โมล O₂]

24465 คือ ปริมาตรของแก๊สออกซิเจน 1 โมล ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ความดัน 1 บรรยากาศ [มล./โมล O₂]

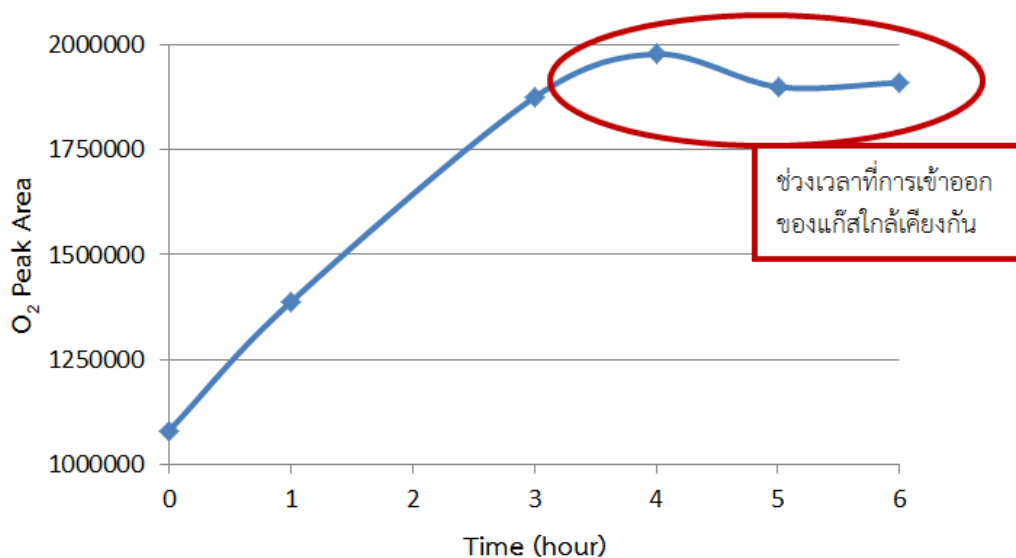
d คือ ความหนาของฟิล์ม [เมตร]

A คือ พื้นที่แพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน [เมตร²]

t คือ เวลาที่แก๊สออกซิเจนใช้เพื่อให้เกิดสมดุล [วัน]

ΔP คือ ผลต่างของความดันของแก๊สออกซิเจนจากทั้งสองฝั่ง [103.15×10³ ปาสคาล]

OTR คือ การแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจน [กรัม/วัน-เมตร-ปาสคาล]



รูปที่ 3.11 ตัวอย่างกราฟ OTR ของตัวอย่าง CMC 30-D2

ตารางที่ ข.1 พื้นที่ใต้กราฟของช่วงค่าที่สมดุล (Area) พื้นที่จากการเทียบวัดด้วยแก๊ส O₂ ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตร/ปริมาตร) (Cal) ความเข้มข้นแก๊ส O₂ ที่สมดุล (m) ความหนาของฟิล์ม (d) เวลาที่ทำให้เกิดสมดุล (t) และ OTR ของตัวอย่างฟิล์ม CMC 30-D2

Area	Cal	m (%v/v)	d (m)	t (h)	t (day)	OTR (g/day·m·Pa)
1900486	58842	64.50	$1.75 \cdot 10^{-4}$	5	0.208	$7 \cdot 10^{-5} \cdot 5.57$

ตารางที่ ข.2 พื้นที่ใต้กราฟของช่วงค่าที่สมดุล (Area) พื้นที่จากการเทียบวัดด้วยแก๊ส O₂ ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ (ปริมาตร/ปริมาตร) (Cal) ความหนาของฟิล์ม (d) เวลาที่ทำให้เกิดสมดุล (t) และ OTR ของตัวอย่างฟิล์มทั้งหมด

Sample	Area	Cal	d (m)	t (h)	OTR (g/day·m·Pa)
Com	1855458	58842	$1.42 \cdot 10^{-4}$	5	$4.42 \cdot 10^{-5}$
	1895968	58842	$1.38 \cdot 10^{-4}$	4	$5.60 \cdot 10^{-5}$
	1875910	58842	$1.21 \cdot 10^{-4}$	5	$5.55 \cdot 10^{-5}$
	1889823	58842	$1.33 \cdot 10^{-4}$	5	$4.82 \cdot 10^{-5}$
	1902112	58842	$1.54 \cdot 10^{-4}$	5	$4.77 \cdot 10^{-5}$
30-D2	1779213	58842	$1.42 \cdot 10^{-4}$	4	$3.69 \cdot 10^{-5}$
	1860036	58842	$1.32 \cdot 10^{-4}$	4	$5.18 \cdot 10^{-5}$

Sample	Area	Cal	d (m)	t (h)	OTR (g/day·m·Pa)
30-D2	1889738	58842	$2.00^4 \cdot 10^x$	4	$4.22^7 \cdot 10^x$
	1841035	58842	$1.46^4 \cdot 10^x$	4	$3.87^7 \cdot 10^x$
	1850536	58842	$1.35^4 \cdot 10^x$	4	$4.88^7 \cdot 10^x$
40-D2	1889823	58842	$1.55^4 \cdot 10^x$	4	$5.59^7 \cdot 10^x$
	1902112	58842	$1.65^4 \cdot 10^x$	4	$6.95^7 \cdot 10^x$
	1900486	58842	$2.02^4 \cdot 10^x$	4	$6.52^7 \cdot 10^x$
	1913121	58842	$1.47^4 \cdot 10^x$	4	$5.88^7 \cdot 10^x$
	1909596	58842	$1.35^4 \cdot 10^x$	4	$6.22^7 \cdot 10^x$
30-D2 (FP)	1775693	58842	$1.52^4 \cdot 10^x$	4	$5.80^7 \cdot 10^x$
	1810747	58842	$1.63^4 \cdot 10^x$	4	$4.99^7 \cdot 10^x$
	1793220	58842	$1.85^4 \cdot 10^x$	4	$5.12^7 \cdot 10^x$
	1833285	58842	$1.44^4 \cdot 10^x$	4	$5.35^7 \cdot 10^x$
	1785050	58842	$2.10^4 \cdot 10^x$	4	$5.52^7 \cdot 10^x$
40-C1	1900486	58842	$1.75^4 \cdot 10^x$	5	$^7 10^x \cdot 5.57$
	1913121	58842	$1.98^4 \cdot 10^x$	5	$6.34^7 \cdot 10^x$
	1909596	58842	$2.01^4 \cdot 10^x$	5	$6.01^7 \cdot 10^x$
	1916646	58842	$1.47^4 \cdot 10^x$	5	$5.82^7 \cdot 10^x$
	1894681	58842	$1.35^4 \cdot 10^x$	5	$5.72^7 \cdot 10^x$
RediFresh	1935458	58842	$2.33^4 \cdot 10^x$	4	$9.23 \cdot 10^x^7$
	1975968	58842	$2.40^4 \cdot 10^x$	4	$9.11 \cdot 10^x^7$
	1955910	58842	$3.12^4 \cdot 10^x$	4	$9.17 \cdot 10^x^7$
	1939823	58842	$2.24^4 \cdot 10^x$	4	$9.13 \cdot 10^x^7$
	1992112	58842	$2.55^4 \cdot 10^x$	4	$9.20 \cdot 10^x^7$
Com-1	2055458	58842	$2.40^4 \cdot 10^x$	5	$17.46^7 \cdot 10^x$
	2095968	58842	$2.55^4 \cdot 10^x$	5	$17.24^7 \cdot 10^x$
	2075910	58842	$3.10^4 \cdot 10^x$	5	$17.35^7 \cdot 10^x$
	2089823	58842	$2.41^4 \cdot 10^x$	5	$17.33^7 \cdot 10^x$
	2102112	58842	$2.20^4 \cdot 10^x$	5	$17.38^7 \cdot 10^x$
Com-2	2075693	58842	$3.21^4 \cdot 10^x$	5	$15.86^7 \cdot 10^x$
	2010747	58842	$2.98^4 \cdot 10^x$	5	$15.94^7 \cdot 10^x$
	2093220	58842	$2.82^4 \cdot 10^x$	5	$15.90^7 \cdot 10^x$
	2033285	58842	$3.10^4 \cdot 10^x$	5	$15.92^7 \cdot 10^x$
	2085050	58842	$3.05^4 \cdot 10^x$	5	$15.88^7 \cdot 10^x$
40C1-1	2275693	58842	$4.10^4 \cdot 10^x$	6	$43.56^7 \cdot 10^x$
	2210747	58842	$3.93^4 \cdot 10^x$	6	$43.84^7 \cdot 10^x$
	2293220	58842	$4.02^4 \cdot 10^x$	6	$43.70^7 \cdot 10^x$
	2275235	58842	$3.98^4 \cdot 10^x$	6	$43.78^7 \cdot 10^x$

Sample	Area	Cal	d (m)	t (h)	OTR (g/day·m·Pa)
40C1-1	2202112	58842	$4.05^4 \cdot 10^x$	6	$43.62^7 \cdot 10^x$
30D2-1	2089823	58842	$2.21^4 \cdot 10^x$	5	$13.93^7 \cdot 10^x$
	2002112	58842	$2.02^4 \cdot 10^x$	5	$13.02^7 \cdot 10^x$
	2000486	58842	$1.98^4 \cdot 10^x$	5	$13.73^7 \cdot 10^x$
	1993121	58842	$2.13^4 \cdot 10^x$	5	$13.26^7 \cdot 10^x$
	1999596	58842	$2.23^4 \cdot 10^x$	5	$13.48^7 \cdot 10^x$
30D2(FP)-1	2075693	58842	$3.11^4 \cdot 10^x$	5	$15.12^7 \cdot 10^x$
	2010747	58842	$2.42^4 \cdot 10^x$	5	$13.93^7 \cdot 10^x$
	2093220	58842	$2.56^4 \cdot 10^x$	5	$14.22^7 \cdot 10^x$
	2033285	58842	$2.72^4 \cdot 10^x$	5	$14.56^7 \cdot 10^x$
	2085050	58842	$3.01^4 \cdot 10^x$	5	$14.89^7 \cdot 10^x$
40D2-1	2032458	58842	$2.31^4 \cdot 10^x$	5	$13.65^7 \cdot 10^x$
	2062968	58842	$2.11^4 \cdot 10^x$	5	$13.51^7 \cdot 10^x$
	2055910	58842	$2.42^4 \cdot 10^x$	5	$13.58^7 \cdot 10^x$
	2049823	58842	$1.99^4 \cdot 10^x$	5	$13.54^7 \cdot 10^x$
	2092112	58842	$2.32^4 \cdot 10^x$	5	$13.60^7 \cdot 10^x$
40D2-2	2075693	58842	$1.90^4 \cdot 10^x$	5	$13.30^7 \cdot 10^x$
	2010747	58842	$1.82^4 \cdot 10^x$	5	$12.50^7 \cdot 10^x$
	2093220	58842	$1.95^4 \cdot 10^x$	5	$12.82^7 \cdot 10^x$
	2033285	58842	$2.04^4 \cdot 10^x$	5	$13.02^7 \cdot 10^x$
	2085050	58842	$1.77^4 \cdot 10^x$	5	$12.41^7 \cdot 10^x$

ภาคผนวก ข

ต้นทุนการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเปลือกมะพร้าวอ่อน 1 กิโลกรัม



การคำนวณต้นทุนการผลิต

คำนวณต้นทุนการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) จากเปลือกมะพร้าวอ่อน ครั้งละ 1 กิโลกรัม ที่มาจากกระบวนการของตัวอย่าง 30-D2 คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสกัดและการสังเคราะห์คิดจากมะพร้าวอ่อนบดหยาบ (RP) ต้นทุนคิดจากค่าสารที่ใช้ในการสกัดและสังเคราะห์ ค่าน้ำ และค่าไฟฟ้า (ตารางที่ ซ.1) ให้แต่ละขั้นตอนทำในอุปกรณ์ที่ใหญ่เพียงพอที่จะทำปฏิกิริยาแต่ละครั้งในอุปกรณ์เดียว แสดงปริมาณสาร น้ำ และไฟฟ้า และคำนวณต้นทุนแต่ละขั้นในตารางที่ ซ.2 โดยคำนวณจากการสกัดเซลลูโลส 1 กิโลกรัม แล้วนำไปสังเคราะห์ CMC ได้ 1.5 กิโลกรัม แล้วคิดบัญชีได้ตรงๆ ให้เป็นการผลิต CMC 1 กิโลกรัม

ตารางที่ ซ.1 ค่าสารเคมี น้ำ และไฟฟ้าต่อหน่วยที่ใช้ในการคำนวณต้นทุนการผลิต

Raw Material/ Utility	Cost	Grade
Water Supply	27 ฿/m ³	Industry (การประปานครหลวง, 2017)
RO Water	1 ฿/L	Commerce
Electricity	3.62 ฿/Unit	Industry (การไฟฟ้าส่วนภูมิภาค, 2017)
NaOCl	80 ฿/kg	Commerce
NaOH	400 ฿/kg	Commerce
NaClO ₂	320 ฿/kg	Commerce
Isopropanol	60 ฿/L	Commerce
MCA	2,033 ฿/kg	Lab
Acetic Acid	1,000 ฿/30 kg	Commerce
95% Methanol	700 ฿/20 L	Commerce
95% Ethanol	1,200 ฿/20 L	Commerce

ตารางที่ ซ.2 รายละเอียดการคำนวณและประเมินต้นทุนวัตถุดิบและพลังงานในการผลิต CMC จากเปลือกมะพร้าวอ่อน 1 กิโลกรัม

Steps	Yield	Material used	Cost (baht)	Energy used	Cost (baht)	Total Cost (baht)
1) Young coconut Preparation from 125.57 kg. of fresh weight						197.68
	3.98% (dry wt.)	NaOCl 9.13 g	0.73	12-h Oven Drying at 100°C (4 kW)	173.76	
		Water 456.62 L	12.33	1-h Grinding (3 kW)	10.86	
2) Cellulose Extraction						3,520.80
	20%	NaOH 5.4 kg	216.00	23-h Heating at 70-80°C (5 kW)	385.89	
		NaClO ₂ 9 kg	720.00	23-h Stirring (0.5 kW)	37.58	
		Acetic Acid 6.3 kg	210.00	12-h Freezing at -20°C (0.175 kw)	7.60	
		RO Water 1350 L	1,350.00	72-h Vaccum Drying (2.267 kW)	393.91	
		Supply Water 7400 L	199.80			
3) CMC Synthesis						8,747.20
	150%	NaOH 1.2 kg	48.00	5.25-h Stirring (0.22 kW)	2.59	
		Isopropanol 30 L	1,800.00	15-h Oven Heating/ Drying (2 kW)	108.60	
		MCA 1.2 kg	2,439.60	0.25-h Grinding (1.1 kW)	1.00	
		Acetic Acid 0.315 kg	10.50			
		95% Methanol 27 L	945.00			
		95% Ethanol 56 L	3,360.00			
		RO Water 30.33 L	30.33			
Total Cost per 1.50 kg of CMC						12,465.70
Total Cost per 1 kg of CMC						8,310.45

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายชาریف อินทพันธ์ เกิดเมื่อวันที่ 8 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2535 ที่เขตบางคอแหลม จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับชั้นประถมและมัธยมศึกษาที่โรงเรียนกรุงเทพคริสเตียน วิทยาลัย จังหวัดกรุงเทพมหานคร โดยสำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมปลายเมื่อปีการศึกษา 2552 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต ภาควิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2556

การเผยแพร่วิทยานิพนธ์ทางสื่อสิ่งพิมพ์และอิเล็กทรอนิกส์

1. ชาریف อินทพันธ์, อภิตา บุญศิริ และ ไศรดา กนกพานนท์. (2559). การสกัด เซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อนเพื่อสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเพื่อใช้ในการผลิตสารเคลือบบริโภคได้. การประชุมวิชาการ วิทยาการหลังการเก็บเกี่ยวแห่งชาติ ครั้งที่ 14, 48.

2. ไศรดา กนกพานนท์, ชาریف อินทพันธ์ และอภิตา บุญศิริ. (2559). การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน. การประชุมวิชาการพืชสวนแห่งชาติ ครั้งที่ 15, สงขลา, 9-12 พฤศจิกายน 2559.

3. ไศรดา กนกพานนท์, ชาریف อินทพันธ์ และอภิตา บุญศิริ. (2560). การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน. วารสารพืชศาสตร์สงขลานครินทร์, 4(4).

รางวัลที่ได้รับ

รางวัลชมเชยโปสเตอร์ ที่การประชุมวิชาการพืชสวนแห่งชาติ ครั้งที่ 15 ระหว่างวันที่ 9-12 พฤศจิกายน 2559 ณ โรงแรมลีการ์เดินส์ อ.หาดใหญ่ จังหวัดสงขลา

ทุนการศึกษาที่ได้รับ

ทุนสนับสนุนวิจัยจากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ภายใต้ชื่อโครงการ “การพัฒนาสารเคลือบเนื้อส้มโอบริโภคได้ที่มีส่วนผสมของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจากเปลือกมะพร้าวอ่อน” สัญญาเลขที่ RGD5820004 ประจำปี พ.ศ. 2558