



การแยกเส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตรจากฟางข้าวด้วยระบบ ออร์แกโนโซล्व-โฮโมจีไนเซชันแรงเฉือนสูง

Separation of Nanoscale Natural Fibers from Rice Straw by Organosolv-High Shear Homogenization System

ศิริธร นาคชำนาญ และ จุฬารัตน์ ครองแถว*

Siritorn Narkchamnan and Chularat Krongtaew*

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ต.ศาลายา อ.พุทธมณฑล จ.นครปฐม 73170

* Corresponding author: egchularat@mahidol.ac.th

Received November 14, 2011

Accepted March 20, 2012

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อผลิตเส้นใยธรรมชาติจากฟางข้าวเจ้า (*Triticum sativum*) ที่มีขนาดระดับนาโนเมตร โดยใช้ระบบออร์แกโนโซล्वร่วมกับโฮโมจีไนเซชันแรงเฉือนสูง โดยฟางข้าวจะผ่านการปรับสภาพในสารละลายเบสที่มีเอทานอลเป็นตัวทำละลาย การออกแบบการทดลองในการวิจัยเป็นแบบ Central composite design (CCD) โดยมีตัวแปรที่มีอิทธิพล ได้แก่ ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำ และระยะเวลาในการปรับสภาพ จากการทดลองพบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการแยกเส้นใยเซลลูโลสจากฟางข้าวเพื่อให้ได้ความบริสุทธิ์สูงสุดและน้ำหนักสูญเสียต่ำสุด ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 20.24% โดยน้ำหนัก สารละลายเอทานอล 37.94% โดยปริมาตร ระยะเวลา 15.39 ชั่วโมง ณ อุณหภูมิห้อง โดยสามารถแยกเซลลูโลสได้ 86.61% โดยน้ำหนัก และน้ำหนักสูญเสียเท่ากับ 44.51% เส้นใยที่ได้หลังผ่านการทำโฮโมจีไนเซชันแรงเฉือนสูงจะนำไปวิเคราะห์ Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) และ Transmission electron microscopy (TEM) โดยพบว่า เส้นใยระดับนาโนเมตรที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 5 – 40 นาโนเมตร

Abstract

The purpose of this study was to produce nanoscale natural fibers from rice straw (*Triticum sativum*) by using organosolv-high shear homogenization system. Rice straw was subjected to alkaline solution in the presence of ethanol as a solvent using a central composite design (CCD). Influencing factors in CCD included sodium hydroxide concentration, volumetric ratio of ethanol to water and treatment duration. Optimization results showed that the optimum condition of cellulose fibers separation for highest purity and minimum weight loss was 20.24%(w/w) sodium hydroxide and 37.94%(v/v) ethanol for 15.39 h at room temperature. The cellulose content from that condition was 86.61%(w/w) and weight loss was 44.51%. Separated fibers after high shear homogenization was

analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) and Transmission electron microscopy (TEM). Diameters of natural fibers were in nanoscale ranging from 5 to 40 nm.

คำสำคัญ : เส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตร ระบบออร์แกนโซลว์ ไฮโมจีในเซชันแรงเฉือนสูง Central composite design (CCD) การหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดด้วยวิธีการศึกษาที่หลายวัตถุประสงค์

Keywords: Nanoscale natural fibers, Organosolv system, High shear homogenization, Central composite design (CCD), Multi-objective optimization

1. บทนำ

ข้าวเป็นพืชเศรษฐกิจและส่งออกเป็นอันดับต้นๆ ของประเทศไทย โดยผลพลอยได้จากกระบวนการแปรรูปข้าว อาทิ รำข้าว แกลบ และฟางข้าว สามารถใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นสำหรับผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้แก่ การผลิตพลาสติกชีวภาพ ปุ๋ยชีวภาพ สารสกัดจากรำข้าว พลังงานทดแทน (1) จากสถิติของการผลิตชีวมวลในประเทศพบว่า ฟางข้าวเจ้าเป็นชีวมวลจากเกษตรกรรมที่มีปริมาณสูงสุด (22.1 ล้านตัน) รองลงมาได้แก่ ชานอ้อย ยอดและใบอ้อย ทางใบและก้านปาล์ม ตามลำดับ (2) ฟางข้าวประกอบด้วย เซลลูโลส (Cellulose) และเฮมิเซลลูโลส (Hemicelluloses) ร้อยละ 34.21 และ 36.84 โดยส่วนประกอบที่เหลือร้อยละ 28.95 ประกอบด้วยลิกนิน (Lignin) ประมาณร้อยละ 20 สารแทรก (Extractives) และเถ้า (Ash) ประมาณร้อยละ 8 (3)

เซลลูโลสจัดเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวางในทางอาหารและยา อาทิ อาหารเสริม สารนำส่งยา เชื้อเชื้อผ่าน และเสริมแรงในพลาสติกชีวภาพ (1, 4) การนำเส้นใยเซลลูโลสจากวัสดุลิกโนเซลลูโลสมาใช้ประโยชน์ต้องผ่านกระบวนการกำจัดลิกนินตลอดจนเฮมิเซลลูโลสหรือเซลลูโลสอสัณฐาน ซึ่งอาจทำได้โดยการปรับสภาพทางกล เคมี กายภาพ และชีวภาพด้วยเอนไซม์และจุลินทรีย์ (3, 5, 6) สำหรับงานวิจัยนี้ นักวิจัยมีแนวคิดใช้ตัวทำละลายอินทรีย์หรือใช้ระบบออร์แกนโซลว์ (Organosolv system) เพื่อช่วยละลายลิกนินซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวประสานระหว่างแมทริกซ์เซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสออกจากฟางข้าว ร่วมกับการเมอเซอร์เซชัน (Mercerization) ในสารละลายเบส โดยตัวทำละลายอินทรีย์ช่วยให้โครงสร้างฟางข้าวไม่ขยายตัวในขั้นตอนการแช่ในสารละลายเบส ทำให้

เซลลูโลสไม่เกิดการสูญเสียมากระหว่างการแยกเซลลูโลสจากฟางข้าว มีงานวิจัยที่ผ่านมาศึกษาการกำจัดลิกนินจากฟางข้าวที่อุณหภูมิสูง (120°C) ในตัวทำละลายบิวทานอล ซึ่งสามารถกำจัดลิกนินได้ถึง 83% รองลงมาคือ เอทานอล ซึ่งสามารถกำจัดลิกนินได้ 75% (7) ต่อมา Yang และ Kokot (8) ศึกษาการแยกองค์ประกอบต่างๆ จากฟางข้าวโดยใช้ตัวทำละลายเอทานอล-น้ำ 80% โดยปริมาตรร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ด้วยสัดส่วนของแข็งต่อของเหลวเป็น 1 ต่อ 10 ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 80°C นาน 10 ชั่วโมงพบว่าตัวทำละลายเอทานอลมีอิทธิพลอย่างมีนัยสำคัญต่อการกำจัดลิกนินจากฟางข้าว อย่างไรก็ตาม งานวิจัยดังกล่าวต้องอาศัยพลังงานจากการให้ความร้อนแก่ฟางข้าวและการใช้สารออกซิเจนทำให้โครงสร้างเซลลูโลสถูกทำลาย จากงานวิจัยที่ผ่านมาของคณะผู้วิจัยพบว่า ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อความบริสุทธิ์ของเซลลูโลสที่แยกได้ (3) งานวิจัยนี้จึงพัฒนาระบบการแยกเซลลูโลสจากฟางข้าวที่อุณหภูมิห้องด้วยระบบออร์แกนโซลว์ โดยใช้ตัวทำละลายเอทานอลและออกแบบการทดลองด้วย Central composite design (CCD) เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการแยกเซลลูโลสบริสุทธิ์โดยมีน้ำหนักสูญเสีย น้อยที่สุด ร่วมกับการใช้ไฮโมจีในเซชันแรงเฉือนสูงเพื่อผลิตเส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตร

2. วิธีการวิจัย

2.1 การแยกเส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตร
ขั้นตอนการแยกเซลลูโลสบริสุทธิ์จากฟางข้าว เริ่มจากนำฟางข้าว 20 กรัม ขนาด 2 มิลลิเมตร มาทำการ

ย่อยด้วยขั้นตอนต่างๆ ดังนี้ 1) แขนในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 20% โดยน้ำหนัก นาน 24 ชั่วโมง กรองและล้างฟางข้าวด้วยน้ำกลั่น 1 ลิตร จากนั้นย่อยด้วยขั้นตอนที่ 2) โดยแขนในกรดไฮโดรคลอริก 1 โมล/ลิตร ในเครื่องอัลตราโซนิก นาน 2 ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิที่ $80 \pm 5^{\circ}\text{C}$ จากนั้นกรองและล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่น 1 ลิตร ขั้นตอนที่ 3) แขนในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2% โดยน้ำหนัก ที่ $80 \pm 5^{\circ}\text{C}$ นาน 2 ชั่วโมง กรองและล้างด้วยน้ำกลั่น จนพีเอชมีค่าเป็นกลาง การลดขนาดเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการแยกให้อยู่ในระดับนาโนเมตร ทำได้โดยใช้เครื่อง Highshear homogenizer ที่ความเร็วรอบ 20,000 รอบ/นาที เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นนำเซลลูโลสระดับ นาโนเมตรไปทำให้แห้งด้วยกระบวนการอบแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze drying) เพื่อรอการวิเคราะห์

ทำการทดลองหาค่าที่เหมาะสมที่สุด (Optimization) ในขั้นตอนการกำจัดลิกนินเพื่อให้ได้เซลลูโลสบริสุทธิ์ (ขั้นตอนที่ 1) โดยใช้วิธีผลตอบสนองเชิงพื้นผิว (Response surface methodology) และเลือกออกแบบการทดลองแบบ CCD โดยมีเป้าหมายให้ได้ปริมาณแอลฟาเซลลูโลสสูงที่สุดและมีน้ำหนักสูญเสียน้อยที่สุด การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการปรับสภาพฟางข้าว เลือก 3 ตัวแปรที่มีนัยสำคัญ แสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1. การออกแบบการทดลองปรับสภาพฟางข้าว โดยใช้ CCD

ตัวแปร / Coded value	-1	0	+1
สัดส่วนโดยปริมาตรเอทานอลต่อน้ำ (%v/v)	10	30	50
ระยะเวลา (ชั่วโมง)	8	16	24
ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (%w/w)	15	20	25

2.2 การออกแบบการทดลองโดยใช้ Central composite design (CCD)

สำหรับการออกแบบการทดลองแบบ CCD ทำได้โดยปรับเปลี่ยนค่าตัวแปรจากจุดกึ่งกลาง (Center point) ซึ่งมี Coded value เท่ากับ 0 ไปยังขอบเขตสูงสุดและต่ำสุดของระดับ ตัวแปรในการทดลอง +1 และ -1 (Coded value) ตามลำดับ จำนวนการทดลองจากวิธีแฟคทอเรียล (2^k) ได้จากการออกแบบการทดลองโดยใช้วิธีแฟคทอเรียล หรือเรียกว่า Factorial points เมื่อ k คือจำนวนตัวแปรที่ศึกษา สำหรับระดับค่าตัวแปร $\pm\alpha$ เป็น

ระดับของตัวแปรที่ปรับเปลี่ยนจากจุดกึ่งกลาง ซึ่งเรียกว่า Star points สามารถคำนวณได้จากสมการที่ (1)

$$\alpha = [\text{จำนวนการทดลองจากวิธีแฟคทอเรียล}]^{1/4} \quad (1)$$

ดังนั้น การออกแบบการทดลองแบบ Full factorial design จะได้ค่าแอลฟาจากสมการที่ (1) เท่ากับ $\alpha = [2^k]^{1/4}$ สำหรับการทดลองนี้ ตัวแปรที่ใช้สำหรับออกแบบการทดลองมีจำนวน 3 ตัวแปร ได้แก่ ระยะเวลา (ชั่วโมง) ปริมาตรเอทานอล (%v/v) และความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (%w/w) ดังนั้นจำนวนการทดลองที่ใช้ในการออกแบบการทดลองแบบแฟคทอเรียลเพื่อใช้สำหรับการระดับตัวแปร ± 1 มีจำนวน 2^3 การทดลอง จะได้ค่าแอลฟาจากสมการที่ (1) เท่ากับ $[2^3]^{1/4}$ หรือ 1.6818 โดย Actual และการ Coded value ของตัวแปรทั้ง 3 ตัวแปร จากการออกแบบการทดลองแบบ CCD แสดงดังตารางที่ 1

การวิเคราะห์ค่าผลตอบสนอง (Responses) เพื่อสร้างแบบจำลองสมการกำลังสอง (Quadratic equation) และผลของการปฏิสัมพันธ์ (Interaction) ระหว่างตัวแปร ระยะเวลา (X_1) ปริมาตรของเอทานอล (X_2) และความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (X_3) สามารถแสดงได้ดังสมการที่ (2) โดย Z คือค่าผลตอบสนองที่สนใจ สำหรับการทดลองนี้ได้แก่ ปริมาณไฮโดรเซลลูโลสในเส้นใย (Z_1) ปริมาณแอลฟาเซลลูโลสในเส้นใย (Z_2) ปริมาณลิกนินในเส้นใย (Z_3) และน้ำหนักสูญเสีย (Z_4) แสดงในหน่วยเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

$$Z = a + bX_1 + cX_2 + dX_3 + eX_1^2 + fX_2^2 + gX_3^2 + hX_1X_2 + iX_1X_3 + jX_2X_3 \quad (2)$$

โดย X_1, X_2, X_3 เป็นตัวแปรต้น (Independent variables) โดย a เป็นจุดตัดแกน y และ b, c, d, e, f, g, h, i, j เป็นสัมประสิทธิ์ที่ได้จากสมการความสัมพันธ์เชิงถดถอย ซึ่งค่าสัมประสิทธิ์จากสมการที่ (2) สำหรับทุกตัวแปรตอบสนอง ตลอดจนค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Coefficient of determination) หรือ R^2 และ R^2 (adj) สามารถคำนวณได้ด้วยโปรแกรม Microsoft Excel โดยใช้ Regression toolbox

2.3 วิเคราะห์ผล

2.3.1 ปริมาณไฮโดรเซลลูโลสและแอลฟาเซลลูโลส

ตัวอย่างเซลลูโลสที่แยกได้จะถูกนำไปวิเคราะห์ปริมาณไฮโดรเซลลูโลส แอลฟาเซลลูโลสและลิกนิน ด้วยวิธี Gravimetric method (9) TAPPI standard 250 UM-85 และ TAPPI standard T222 om-83 ปริมาณไฮโดรเซลลูโลสและแอลฟาเซลลูโลสมีความสัมพันธ์กันดังสมการที่ (3)

ไฮโดรเซลลูโลส (%โดยน้ำหนัก) = เหมเซลลูโลส + แอลฟาเซลลูโลส (3)

2.3.2 น้ำหนักสูญเสีย

น้ำหนักเซลลูโลส (น้ำหนักแห้ง) ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับน้ำหนักฟางข้าวเริ่มต้นก่อนทำการปรับสภาพ และคำนวณเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียระหว่างการปรับสภาพ

Elmer model 1600) ของตัวอย่างในช่วงเลขคลื่น 4000 – 400 cm^{-1} ที่ความละเอียด 4 cm^{-1} และ 100 scans ทำการวัด 3 ครั้งและหาค่าเฉลี่ยของสเปกตรัม

2.3.4 การวิเคราะห์ลักษณะเส้นใยโดย Transmission Electron Spectroscopy (TEM)

เตรียมสารแขวนลอยเส้นใยฟางข้าวในขั้นตอนหลังจากการตีเคี้ยวด้วยเครื่อง High shear homogenizer โดยหยดลงบนกริด (ที่มีช่องภายในกริด 200 ช่อง) ทิ้งไว้ประมาณ 2-3 นาที แล้วใช้กระดาษซับน้ำออกจากกริด จากนั้นหยดสีย้อมลงบนตัวอย่างบนกริด แล้วทำการซับน้ำออก นำไปวิเคราะห์ด้วย Transmission Electron Spectroscopy (TEM)

3. ผลการวิจัยและอภิปราย

3.1 การแยกเส้นใยจากฟางข้าว (Isolation of fibers from rice straw)

3.1.1 ไฮโดรเซลลูโลส

ตารางที่ 2. แผนการทดลองและระดับสูงสุดและต่ำสุดของตัวแปรต่างๆ ที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบ CCD

การทดลองที่	Coded level (Actual level)		
	X ₁	X ₂	X ₃
	ระยะเวลา (ชั่วโมง)	เอทานอล: น้ำ (%v/v)	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (%w/w)
1	+1 (24)	+1 (50)	-1 (15)
2	+1 (24)	-1 (10)	+1 (25)
3	-1 (8)	+1 (50)	+1 (25)
4	-1 (8)	-1 (10)	-1 (15)
5	-1.68 (4.69)	0 (30)	0 (20)
6	+1.68 (27.31)	0 (30)	0 (20)
7	0 (16)	-1.68 (1.72)	0 (20)
8	0 (16)	+1.68 (58.28)	0 (20)
9	0 (16)	0 (30)	-1.68 (12.93)
10	0 (16)	0 (30)	+1.68 (27.07)
11	0 (16)	0 (30)	0 (20)
12	0 (16)	0 (30)	0 (20)
13	0 (16)	0 (30)	0 (20)
14	0 (16)	0 (30)	0 (20)
15	0 (16)	0 (30)	0 (20)

2.3.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectroscopy

บดตัวอย่างเส้นใยที่ 100 mesh ผสมกับ KBr (อัตราส่วนตัวอย่างต่อ KBr คือ 1 ต่อ 100) และอัดขึ้นรูปเป็น Pellet ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (1,000 บาร์) วัดค่า % Transmission ด้วยเครื่อง Infrared Spectrometer (Perkin-

ปริมาณไฮโดรเซลลูโลสที่แยกได้จากการออกแบบการทดลองแบบ CCD มีผลจากตัวแปรต้นทั้งสามตัวแปร ได้แก่ ระยะเวลา สัดส่วนตัวทำละลายเอทานอล และ ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นไปตามตารางที่ 3 โดยค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจของแบบจำลองสมการกำลังสองที่ได้สำหรับปริมาณไฮโดร

เซลลูโลสมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.05$) ดังแสดงในสมการที่ (4) ในตารางที่ 4 โดยค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจของแบบจำลองสมการกำลังสอง R^2 มีค่าเท่ากับ 0.948 และ R^2 (adj) ซึ่งขึ้นกับองศาอิสระของตัวแปร (Degree of freedom) มีค่าเท่ากับ 0.855 แสดงให้เห็นว่า แบบจำลองมีความสัมพันธ์กับข้อมูลจากการทดลองสำหรับค่าตัวแปรต้นทั้งสามตัวแปรที่ระดับความเชื่อมั่นสูงกว่า 95%

รูปที่ 1 (a, b และ c) แสดงอิทธิพลของระยะเวลาและปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลที่มีผลต่อปริมาณไฮโดรเซลลูโลสที่แยกได้จากฟางข้าว เมื่อความเข้มข้นของไฮโดรอกไซด์เป็น 15% 20% และ 25% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ โดยการปรับสภาพฟางข้าวที่ความเข้มข้นของไฮโดรอกไซด์ระดับต่ำ (15% โดยน้ำหนัก) พบว่าการเพิ่มระยะเวลาการแช่ฟางข้าวในสารละลายเบสทำให้ปริมาณไฮโดรเซลลูโลสที่ได้จากฟางข้าวเพิ่มสูงขึ้นโดยการเพิ่มสัดส่วนตัวทำละลายเอทานอลโดยปริมาตรไม่มีผลต่อปริมาณไฮโดรเซลลูโลสอย่างมีนัยสำคัญ อย่างไรก็ตามการปรับสภาพฟางข้าวในสารละลายเบสเข้มข้น 20-25% โดยน้ำหนัก พบว่าการแยกไฮโดรเซลลูโลสเพื่อให้ได้ความบริสุทธิ์ 96% ต้องการระยะเวลาเพียง 8 ชั่วโมง โดยใช้สัดส่วนตัวทำละลายเอทานอลที่ปริมาณไม่สูง (10-20% โดยน้ำหนัก) เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาเบสมีปริมาณมากเพียงพอสามารถตัดพันธะเอสเทอร์ระหว่างลิกนินและคาร์โบไฮเดรต (Lignin-carbohydrate complexes, LCC) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ (5, 6)

3.1.2 แอลฟาเซลลูโลส

แบบจำลองสมการกำลังสองที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบ CCD สำหรับปริมาณแอลฟาเซลลูโลสที่แยกจากฟางข้าว เป็นไปดังสมการที่ (5) ในตารางที่ 4 โดยจากการวิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) ของตัวแปรทั้งสามตัวแปรในเทอมต่างๆ ในสมการแบบจำลอง พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ R^2 มีค่าเท่ากับ 0.985 และ R^2 (adj) มีค่าเท่ากับ 0.957 แสดงให้เห็นว่าแบบจำลองมีความสัมพันธ์กับข้อมูลจากการทดลองสำหรับค่าตัวแปรต้นทั้งสามตัวแปรที่ระดับความเชื่อมั่นสูงกว่า 95% ($p < 0.05$) โดยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation) ของแบบจำลองเพื่อใช้ทำนายค่าแอลฟาเซลลูโลสเมื่อทราบค่าของตัวแปรทั้งสามตัวแปร

มีค่าเท่ากับ 1.69 % โดยน้ำหนักของไฮโดรเซลลูโลส

ผลตอบสนองของปริมาณแอลฟาเซลลูโลสที่ได้จากการปรับสภาพฟางข้าวแสดงดังรูปที่ 1 (d, e และ f) จากการสร้างแบบจำลองด้วยการออกแบบการทดลองแบบ CCD พบว่า ที่ระดับความเข้มข้นของไฮโดรอกไซด์เป็น 15% โดยน้ำหนัก จุดที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตแอลฟาเซลลูโลสจากฟางข้าว ได้แก่ การปรับสภาพฟางข้าวในตัวทำละลายเอทานอล 37% นาน 16 ชั่วโมง สำหรับการเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรอกไซด์จาก 15% เป็น 20% และ 25% โดยน้ำหนัก พบว่า ต้องใช้ปริมาณตัวทำละลายเอทานอลเพิ่มขึ้นเพื่อลดการบวมตัวของฟางข้าวกรณีที่ใช้เบสที่มีความเข้มข้นสูงเพื่อป้องกันกลุ่มของเส้นใยเซลลูโลส (Cellulose bundles) จากการแทรกตัวของกรดในขั้นตอนถัดไปสำหรับการทำบริสุทธิ์แอลฟาเซลลูโลส โดยร่วมกับระยะเวลาการแช่ฟางข้าวที่นานขึ้น ซึ่งสภาวะการแช่ฟางข้าวที่นานขึ้นทำให้การกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสออกจากฟางข้าวมีประสิทธิภาพสูงขึ้น ส่งผลให้ได้ปริมาณแอลฟาเซลลูโลสบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น

3.1.3 ลิกนิน

แบบจำลองสมการกำลังสองที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบ CCD สำหรับลิกนิน เป็นไปดังสมการที่ (6) ในตารางที่ 4 โดยค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) แสดงให้เห็นว่าแบบจำลองมีความสัมพันธ์กับข้อมูลจากการทดลองสำหรับค่าตัวแปรต้นทั้งสามตัวแปรที่ระดับความเชื่อมั่นสูงกว่า 95% ($p < 0.05$) เนื่องจากค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ R^2 มีค่าเท่ากับ 0.948 และ R^2 (adj) มีค่าเท่ากับ 0.855 โดยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของแบบจำลองมีค่าเท่ากับ 1.66% โดยน้ำหนักของลิกนิน

จากการวิเคราะห์ผลตอบสนองของตัวแปรทั้งสาม ได้แก่ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเบสหรือไฮโดรอกไซด์ ระยะเวลาการแช่และปริมาตรตัวทำละลายเอทานอล พบว่ามีผลต่อค่าลิกนินที่เหลือในเส้นใยหลังจากกระบวนการปรับสภาพฟางข้าว แสดงดังรูปที่ 1 (g, h และ i) พบว่า เมื่อใช้ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาเบสระดับต่ำ (15% โดยน้ำหนัก) การกำจัดลิกนินออกจากเส้นใยต้องอาศัยการแช่ในระยะเวลาอันยาวนานโดยใช้สัดส่วน

ตัวทำละลายเอทานอลโดยปริมาตรที่ระดับสูง ในขณะที่การเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาเบสหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 20% และ 25% โดยน้ำหนัก ทำให้สามารถลดระยะเวลาในการแช่ฟางข้าวและปริมาณตัวทำละลายเอทานอลที่ใช้เพื่อให้สามารถกำจัดลิกนินได้ในปริมาณเท่ากัน

3.1.4 น้ำหนักสูญเสีย (Weight loss)

แบบจำลองน้ำหนักสูญเสียที่ได้จากการออกแบบ การทดลองแบบ CCD ที่ขึ้นกับความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ สัดส่วนตัวทำละลายเอทานอลโดยปริมาตรและระยะเวลาการปรับสภาพฟางข้าว เป็นไปตามสมการที่ (7) ในตารางที่ 4 โดยค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ R^2 มีค่าเท่ากับ 0.702 และ R^2 (adj) มีค่าเท่ากับ 0.166 โดยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

ของแบบจำลองมีค่าเท่ากับ 6.83% น้ำหนักสูญเสียจากรูปที่ 1 (j, k และ l) ซึ่งแสดงผลตอบสนองเชิงพื้นผิวของน้ำหนักสูญเสียของฟางข้าวหลังการปรับสภาพพบว่าการปรับสภาพฟางข้าวที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 15-20% โดยน้ำหนัก โดยใช้ระยะเวลาการปรับสภาพเพียง 8 ชั่วโมงในสารละลายที่มีเอทานอลเข้มข้น 50% โดยปริมาตร เป็นสภาวะที่ทำให้ได้น้ำหนักสูญเสียต่ำ การลดความเข้มข้นของตัวทำละลายเอทานอลและเพิ่มระยะเวลาการปรับสภาพฟางข้าวเป็น 24 ชั่วโมงทำให้ได้น้ำหนักสูญเสียเพิ่มสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเอทานอลทำให้โครงสร้างของฟางข้าวไม่เกิดการบวมตัว นอกจากนี้ยังเป็นการรักษาโครงสร้างกลุ่มเส้นใยไม่ให้ถูกกรดตัดพันธะระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ในขั้นตอนถัดไปสำหรับการทำวัสดุเทอร์โมพลาสติก

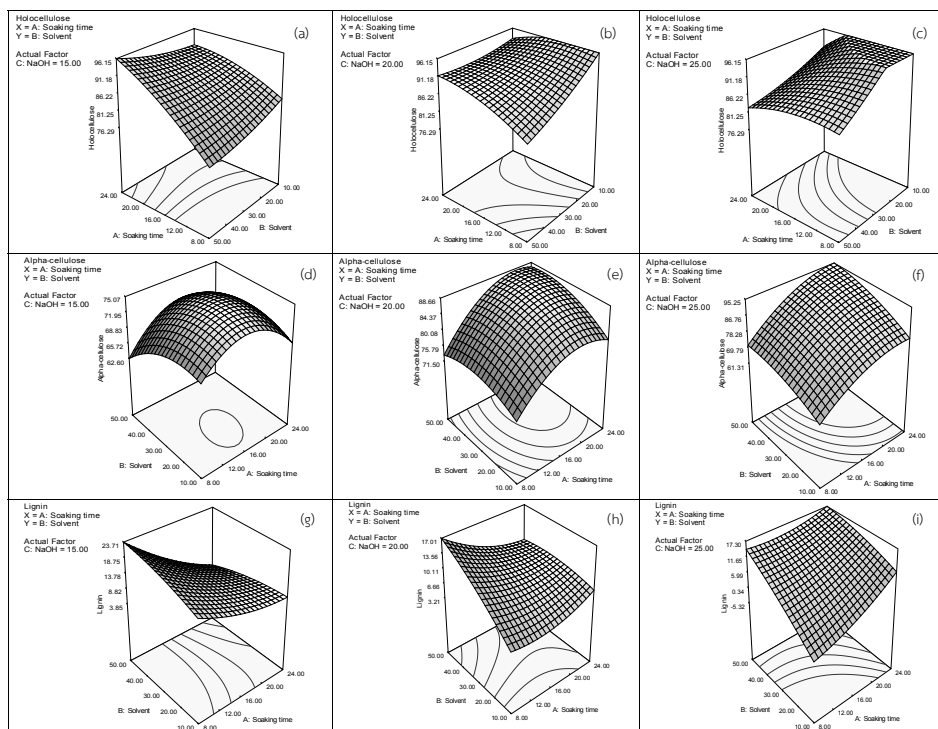
ตารางที่ 3. ผลตอบสนองจากการออกแบบการทดลองแบบ CCD สำหรับขั้นตอนการกำจัดลิกนินในกระบวนการแยกเส้นใยเซลลูโลสจากฟางข้าว

การทดลองที่	ตัวแปรต้น (Factors)			ผลตอบสนอง (Responses)			
	X_1	X_2	X_3	Z_1	Z_2	Z_3	Z_4
	ระยะเวลา	ตัวทำละลายเอทานอล	โซเดียมไฮดรอกไซด์	โซโดเซลลูโลส	แอลฟาเซลลูโลส	ลิกนิน	น้ำหนักสูญเสีย
	ชั่วโมง	%v/v	%w/w	%	%	%	%
1	24.00	50.00	15.00	96.55	65.86	3.45	45.88
2	24.00	10.00	25.00	91.18	78.29	8.82	55.07
3	8.00	50.00	25.00	85.96	70.19	14.04	52.57
4	8.00	10.00	15.00	83.33	67.83	16.67	45.89
5	4.69	30.00	20.00	85.71	68.57	14.29	42.60
6	27.31	30.00	20.00	89.47	84.47	10.53	63.51
7	16.00	1.72	20.00	98.64	78.43	1.36	62.55
8	16.00	58.28	20.00	88.23	85.14	11.77	52.89
9	16.00	30.00	12.93	84.00	67.42	16.00	54.24
10	16.00	30.00	27.07	90.32	82.00	9.68	58.92
11	16.00	30.00	20.00	91.67	85.83	8.33	43.14
12	16.00	30.00	20.00	94.47	85.50	5.53	41.60
13	16.00	30.00	20.00	91.74	85.89	8.26	43.27
14	16.00	30.00	20.00	89.58	85.58	10.42	42.97
15	16.00	30.00	20.00	91.86	86.61	8.14	47.75

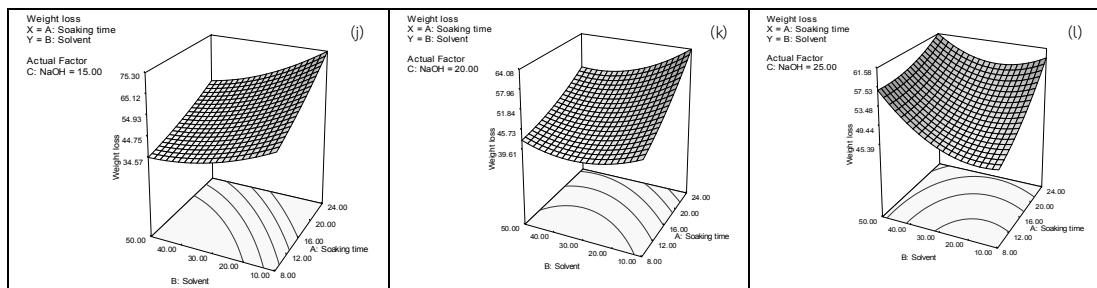
ตารางที่ 4. ค่าสัมประสิทธิ์ของแบบจำลองสมการกำลังสอง สำหรับปริมาณไฮโดรเซลลูโลส แอลฟาเซลลูโลส ลิกนินและ น้ำหนักสูญเสีย

สมการ $Z = a + bX_1 + cX_2 + dX_3 + eX_1^2 + fX_2^2 + gX_3^2 + hX_1X_2 + iX_1X_3 + jX_2X_3$				
ค่าสัมประสิทธิ์ของ สมการความสัมพันธ์เชิง ถดถอย	ไฮโดรเซลลูโลส สมการที่ (4)	แอลฟาเซลลูโลส สมการที่ (5)	ลิกนิน สมการที่ (6)	น้ำหนักสูญเสีย สมการที่ (7)
a	-8.823	-11.215	108.823	108.647
b	3.385	0.717	-3.385	1.975
c	0.019	-0.420	-0.019	-1.877
d	7.012	8.040	-7.012	-5.892
e	-0.029	-0.085	0.029	0.024
f	0.003	-0.007	-0.003	0.009
g	-0.083	-0.255	0.083	0.133
h	0.018	0.009	-0.018	-0.014
i	-0.142	0.122	0.142	-0.070
j	0.033	0.041	0.033	0.068
R ²	0.948	0.985	0.948	0.702
R ² (adj)	0.855	0.957	0.855	0.166
Std. Dev.	1.66	1.69	1.66	6.83
P-value	0.0100	0.0005	0.0100	0.4020

หมายเหตุ Z เป็นตัวแปรตาม ได้แก่ ไฮโดรเซลลูโลส (% โดยน้ำหนัก) แอลฟาเซลลูโลส (% โดยน้ำหนัก) ลิกนิน (% โดย น้ำหนัก) และน้ำหนักสูญเสีย (% โดยน้ำหนัก) แทนด้วย Z_1 , Z_2 , Z_3 และ Z_4 ตามลำดับ; a คือจุดตัดแกน (Interception coefficient); b, c, d, e, f, g, h, i, j คือสัมประสิทธิ์ของสมการความสัมพันธ์เชิงถดถอย (Regression coefficients); X_1 , X_2 , X_3 เป็นค่าจริง (Actual level) ของระยะเวลา (ชั่วโมง) ปริมาณตัวทำละลายเอทานอล (%โดยปริมาตร) และความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ (% โดยน้ำหนัก) ตามลำดับ



รูปที่ 1. ผลตอบสนองเชิงพื้นผิวสำหรับปริมาณไฮโดรเซลลูโลส (a, b และ c) แอลฟาเซลลูโลส (d, e และ f) ลิกนิน (g, h และ i) และน้ำหนักสูญเสีย (j, k และ l) ต่อปริมาตรตัวทำละลายเอทานอล (Solvent) และระยะเวลา (Soaking time) ที่เปลี่ยนไป ที่ระดับความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 15, 20 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ



รูปที่ 1. ผลตอบสนองเชิงพื้นที่สำหรับปริมาณไฮโดรเซลลูโลส (a, b และ c) แอลฟาเซลลูโลส (d, e และ f) ลิกนิน (g, h และ i) และน้ำหนักสูญเสีย (j, k และ l) ต่อปริมาตรตัวทำละลายเอทานอล (Solvent) และระยะเวลา (Soaking time) ที่เปลี่ยนไป ที่ระดับความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 15, 20 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ (ต่อ)

3.2 การหาค่าที่เหมาะสมที่สุดด้วยวิธีการศึกษา ที่หลายวัตถุประสงค์ (Multi-objective optimization) สำหรับการแยกเส้นใยธรรมชาติจากฟางข้าว (14)

จากแบบจำลองสมการกำลังสอง สมการที่ (5) ในตารางที่ 4 สำหรับปริมาณแอลฟาเซลลูโลส (Z_2) และแบบจำลองสมการกำลังสอง สมการที่ (7) ในตารางที่ 4 สำหรับค่าน้ำหนักสูญเสีย (Z_4) ที่ขึ้นกับตัวแปรต้น 3 ตัวแปร ได้แก่ ระยะเวลา (X_1) ปริมาณตัวทำละลายเอทานอล (X_2) และ ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ (X_3) ทำการคำนวณค่าฟังก์ชันความพึงพอใจ (Individual desirability function value, d_i) ของปริมาณแอลฟาเซลลูโลส (Z_2) โดยปริมาณแอลฟาเซลลูโลสสูงสุด (Alpha-cellulose maximum) ที่ต้องการจากการหาค่าที่เหมาะสมที่สุดจะให้ค่า $d_i = 1$ ดังสมการที่ (8)

$$d_i = \left(\frac{\hat{z} - z_{\min}}{z_{\max} - z_{\min}} \right)^{w_i} \quad z_{\min} \leq \hat{z} \leq z_{\max} \quad (8)$$

$$d_i = 1 \quad \hat{z} \geq z_{\max}$$

$$d_i = 0 \quad \hat{z} \leq z_{\min}$$

เมื่อ d_i คือค่าฟังก์ชันความพึงพอใจของแต่ละผลตอบสนอง $\hat{z}$ คือค่าผลตอบสนองหรือในที่นี้คือปริมาณแอลฟาเซลลูโลสที่คำนวณได้จากสมการสหสัมพันธ์เชิงถดถอย สมการที่ (5) ในตารางที่ 4 ซึ่งอยู่ระหว่างค่า และ โดย คือ v น้ำหนัก (Weight) ที่ใช้ในการหาค่าที่เหมาะสมที่สุด (14)

สำหรับการหาสถานะที่เหมาะสมที่สุดเพื่อให้ได้จุดต่ำสุดของน้ำหนักสูญเสีย (Z_4) แสดงดังสมการที่ (9) โดยค่า $\hat{z}$ คือค่าผลตอบสนองหรือในที่นี้คือน้ำหนัก

สูญเสียที่คำนวณได้จากสมการสหสัมพันธ์เชิงถดถอย สมการที่ (7) ในตารางที่ 4 โดยน้ำหนักสูญเสียต่ำที่สุด (Weight loss minimum) ที่ต้องการ จากการหาค่าที่เหมาะสมที่สุดจะให้ค่า $d_i = 1$

$$d_i = \left(\frac{z - z_{\max}}{z_{\min} - z_{\max}} \right)^{w_i} \quad z_{\min} \leq z \leq z_{\max}$$

$$d_i = 1 \quad z \leq z_{\min} \quad (9)$$

$$d_i = 0 \quad z \geq z_{\max}$$

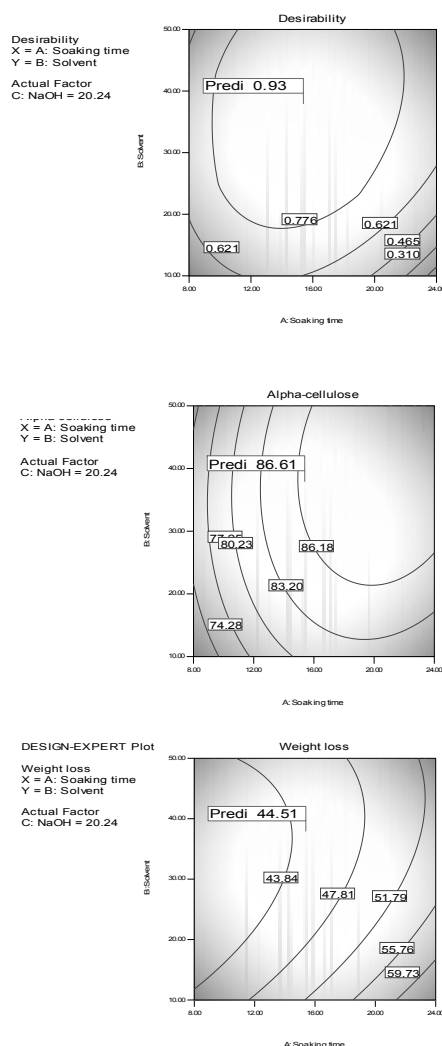
นำค่าฟังก์ชันความพึงพอใจของแต่ละผลตอบสนอง (d_i) ซึ่งได้แก่ปริมาณแอลฟาเซลลูโลสและน้ำหนักสูญเสียจากทั้ง 15 สถานะที่ใช้ในการทดลอง ที่ให้ค่าน้ำหนักเป็น 1 มาคำนวณค่าฟังก์ชันความพึงพอใจโดยรวม (Overall or global desirability function value, D) จากสมการที่ (10)

$$D = (d_1^{p_1} * d_2^{p_2} * \dots * d_n^{p_n})^{\frac{1}{n}} \quad (10)$$

เมื่อค่า p คือการให้ระดับความสำคัญของค่าฟังก์ชันความพึงพอใจ โดยระดับความสำคัญที่น้อยที่สุด (Least importance) มีค่าเท่ากับ 1 ($p_i=1$) และระดับความสำคัญสูงสุด (Most importance) มีค่าเท่ากับ 5 ($p_i=5$)

จากผลการคำนวณหาสถานะที่เหมาะสมที่สุดที่ทำให้ได้ปริมาณแอลฟาเซลลูโลสสูงสุดและน้ำหนักสูญเสียน้อยที่สุดโดยหาค่าฟังก์ชันความพึงพอใจของแต่ละผลตอบสนอง d_i ของทั้งสองวัตถุประสงค์เมื่อใช้ค่าน้ำหนักเป็น 1 เท่ากัน แล้วนำมาคำนวณค่าฟังก์ชันความพึงพอใจโดยรวม (D) โดยให้ความสำคัญสูงสุดเท่า

กันเป็น $p_i=5$ จากนั้นเลือกสภาวะที่ให้ค่า D สูงสุด พบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับทั้งสองวัตถุประสงค์ คือ การปรับสภาพฟางข้าวด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 20.24% โดยน้ำหนัก ในสารละลายเอทานอล 37.94% โดยปริมาตร เป็นระยะเวลา 15.39 ชั่วโมง สามารถแยกแอลฟาเซลลูโลสในปริมาณสูงสุดเป็น 86.61% โดยน้ำหนัก ที่น้ำหนักสูญเสียน้อยที่สุดเท่ากับ 44.51% โดยน้ำหนัก ซึ่งสภาวะนี้เป็นสภาวะที่ให้ค่า D สูงสุด โดยมีค่าเท่ากับ 0.93 แผนภาพแสดงความสัมพันธ์ของปริมาณแอลฟาเซลลูโลสและน้ำหนักสูญเสียที่จุดที่เหมาะสมที่สุด (Optimal condition) แสดงดังรูปที่ 2

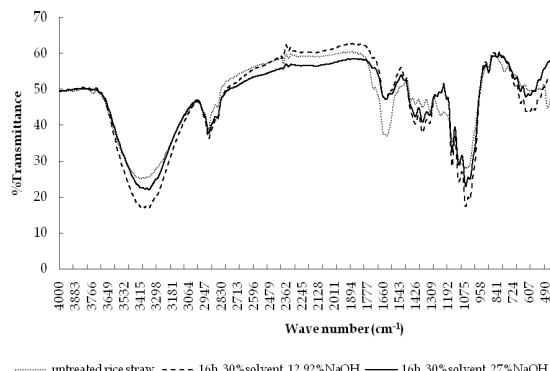


รูปที่ 2. ปริมาณแอลฟาเซลลูโลสและน้ำหนักสูญเสียที่จุดที่เหมาะสมที่สุด (Optimal condition) ที่ระดับ Desirability (D) = 0.93

3.3 การวิเคราะห์หึ่งค์ประกอบทางเคมีด้วย

Fourier transforms infrared (FT-IR) spectroscopy

การเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยจากฟางข้าวที่ผ่านการปรับสภาพด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12.92% และ 27% โดยน้ำหนักในตัวทำละลายเอทานอล ปริมาตร 30% โดยปริมาตร ที่ระยะเวลา 16 ชั่วโมงเปรียบเทียบกับฟางข้าวที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ วิเคราะห์ได้จาก การดูดกลืนแสงอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น 4000-400 cm^{-1} ดังรูปที่ 3 จากสเปกตรัมพบว่า พีคในช่วงเลขคลื่น 3600 และ 2800 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการดูดกลืนแสงของ หมู่ฟังก์ชัน C-H และ O-H มีความเข้มเพิ่มสูงขึ้น แสดงถึงปริมาณไฮโดรเซลลูโลสที่เพิ่มสูงขึ้นในตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดลิกนินในสารละลายเบส โดยในช่วงเลขคลื่นดังกล่าวจะอยู่ในช่วงคาบเกี่ยว (Overlapping bands) กับ พีคในช่วง 3700 และ 3100 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันที่ชอบน้ำ (Hydrophilic groups) หรือหมู่ไฮดรอกซิลของ ฟางข้าวที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับสภาพ (10-13)



รูปที่3. สเปกตรัมจากการวิเคราะห์การแสงส่งผ่านของอินฟราเรด ในช่วงคลื่น 4000 – 400 cm^{-1} สำหรับฟางข้าวที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ (untreated rice straw) และฟางข้าวที่ผ่านการปรับสภาพด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12.92% และ 27% โดยน้ำหนัก ในตัวทำละลายเอทานอล 30% โดยปริมาตร นาน 16 ชั่วโมง

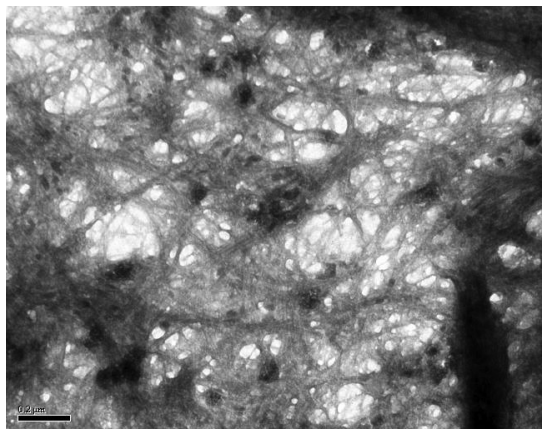
สำหรับพีคที่มีการดูดกลืนแสงอินฟราเรดสูงในช่วงใกล้เคียงเลขคลื่น 1735 cm^{-1} ที่พบในฟางข้าวที่ไม่ผ่านการปรับสภาพเป็นผลมาจากการดูดกลืนแสงของ CH_3 ที่พบในหมู่อะซิติล (acetyl groups) และหมู่เอสเทอร์ของกรดยูโรนิก (uronic ester groups) ซึ่งเป็นโมเลกุล

เชื่อมต่อระหว่างโมเลกุลกลูโคสกับเฮมิเซลลูโลสและเป็นโครงสร้างหลักของอะราบินอกลูคูโรโนแซแลน (O-acetyl-arabinoglucuronoxylan) ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเฮมิเซลลูโลสที่พบในฟางข้าว (5, 6) โดยหุ้ฟงักซันดังกล่าวพบว่าปริมาณลดลงในตัวอย่างฟางข้าวที่ผ่านการปรับสภาพในปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่เร่งปฏิกิริยาด้วยเบส ที่ความเข้มข้นทั้ง 2 ระดับ แสดงดังรูปที่ 3

3.4 การวิเคราะห์ลักษณะเส้นใยโดย

Transmission Electron Spectroscopy (TEM)

รูปที่ 4 แสดงลักษณะโครงสร้างของเส้นใยเซลลูโลสที่แยกได้จากฟางข้าวด้วยการปรับสภาพทางเคมีกายภาพ (Physico-chemical pretreatment) ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 20.24% โดยน้ำหนัก ในสารละลายเอทานอล 37.94% โดยปริมาตร เป็นเวลานาน 15.39 ชั่วโมง โดยหลังผ่านการไฮโมจิไนเซชันแรงเฉือนสูง จะได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยฟางข้าวอยู่ในช่วง 5–40 นาโนเมตร สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในทางอาหารและยา อาทิ อาหารเสริม สารนำส่งยา พลาสติคชีวภาพ เป็นต้น



รูปที่ 4. ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยธรรมชาติระดับนาโนเมตร ที่ได้จากการแยกด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 20.24% โดยน้ำหนัก ในสารละลายเอทานอล 37.94% โดยปริมาตร เป็นเวลานาน 15.39 ชั่วโมง ร่วมกับการ ไฮโมจิไนเซชันแรงเฉือนสูง

4. สรุป

จากการศึกษาการแยกเส้นใยธรรมชาติจากฟางข้าวโดยการปรับสภาพในตัวทำละลายอินทรีย์ได้แก่เอทานอล และเร่งปฏิกิริยาด้วยเบส พบว่าอัตราส่วนเอทานอลโดยปริมาตร ระยะเวลาการปรับสภาพและความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มสูงขึ้นมีอิทธิพลต่อการเพิ่มความบริสุทธิ์ของเส้นใยเซลลูโลส อัตราส่วนตัวทำละลายเอทานอลที่เพิ่มสูงขึ้นส่งผลต่อการลดปริมาณกลูโคสที่เหลือในเส้นใยโดยการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในช่วง 15-25% โดยน้ำหนักไม่มีผลต่อการกำจัดกลูโคสอย่างมีนัยสำคัญ ในขณะที่ระยะเวลาและความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลต่อน้ำหนักสูญเสียของเส้นใยที่แยกได้ ที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่ทำให้ได้เส้นใยเซลลูโลสปริมาณสูงสุด 86.61% โดยน้ำหนัก และน้ำหนักสูญเสียต่ำสุดเท่ากับ 44.51% คือ การแยกฟางข้าวด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 20.24% โดยน้ำหนัก ในตัวทำละลายเอทานอล 37.94% โดยปริมาตร ที่ระยะเวลา 15.39 ชั่วโมง การไฮโมจิไนเซชันแรงเฉือนสูงสามารถลดขนาดเส้นใยให้อยู่ในช่วง 5–40 นาโนเมตร

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากทุนส่งเสริมนักวิจัยรุ่นใหม่ มหาวิทยาลัยมหิดล ประจำปีงบประมาณ 2553

6. เอกสารอ้างอิง

- (1) William JO, Shey J, Syed HI, Grgory M, Glenn ME, Jean FR. Application of cellulose microfibrils in polymer nanocomposites. J Polym Environ. 2005;13:301-6.
- (2) Department of Alternative Energy Development and Efficiency Ministry of Energy. Biomass Potential of Thailand 2550/2551. Bangkok 2009.

- (3) Narkchamnan S, Krongtaew C. Natural fiber from rice straw for bio-plastic reinforcement. Proceedings of the 20th National Grad Research Conference; 2011 Feb 2-3, Putthamonthon, Thailand.
- (4) Alemdar A, Sain M. Biocomposites from wheat straw nanofibers: Morphology, thermal and mechanical properties. *Compos Sci Technol.* 2008;68(2):557-65.
- (5) Krongtaew C, Messner K, Ters T, Fackler K. Characterization of key parameters for biotechnological lignocellulose conversion assessed by FT-NIR spectroscopy. Part I: Qualitative analysis of pretreated straw. *Biores.* 2010;5(4):2063-80.
- (6) Krongtaew C, Messner K, Ters T, Fackler K. Characterization of key parameters for biotechnological lignocellulose conversion assessed by FT-NIR spectroscopy. Part II: Quantitative analysis by partial least square regression. *Biores.* 2010;5(4):2081-96.
- (7) Ghose TK, Panni Selvam PV, Ghosh P. Catalytic solvent delignification of agricultural residues: Organic catalysis. *Biotechnol Bioeng.* 2004;25:2557-90.
- (8) Yang P, Kokot S. Studies on isolation of components from rice straw with recyclable mixed solvent. *Technol Eng.* 2010;3:307-19.
- (9) Zobel B, McElvee R. Variation of cellulose in loblolly pine. *Tappi.* 1966;49(9):383-7.
- (10) Xio B, Sun XF, Sun RC. Chemical, structural, and thermal characterization of alkali-soluble lignin and hemicelluloses, and cellulose from maize stems, rye straw, and rice straw. *Polym Degrad Stab.* 2001;74:307-19.
- (11) Khajeheian MB, Charani PR. Study on cellulose degradation during organosolv delignification of wheat straw and evaluation of pulp properties. *Iran Polym J.* 2007;16:83-96.
- (12) Sain M, Panthapulakkal S. Bioprocess preparation of wheat straw fibers and their characterization. *Ind Crops Prod.* 2006;23(1):1-8.
- (13) Sun XF, Xu F, Sun RC, Fowler P, Baird MS. Characteristics of degraded cellulose obtained from steam-exploded wheat straw. *Carbohydr Res.* 2005;340(1):97-106.
- (14) Sivakumar T, Manavalan R, Valliappan K. Global optimization using Derringer's desirability function: Enantioselective determination of ketoprofen in formulations and in biological matrices. *Acta Chromatogr.* 2007;19:29-47.