

## ผลกระทบของขนาดอนุภาคเซลลูโลสที่มีต่อฟิล์มชีวภาพจากเปลือกมะนาว

สิรินทรา โส๊ะกาแก้ว<sup>1</sup> และ ภาณุพงศ์ ใจบาล<sup>1,2\*</sup>

<sup>1</sup>สาขาวิชาเทคโนโลยีพลังงานและการจัดการ คณะวิทยาศาสตร์ พลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า

พระนครเหนือ วิทยาเขตระยอง, ระยอง

<sup>2</sup>โครงการจัดตั้งศูนย์วิจัยเทคโนโลยีควอนตัม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, เชียงใหม่

\*panupongj@kmutnb.ac.th

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลกระทบของขนาดอนุภาคเซลลูโลสของเปลือกมะนาวที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มชีวภาพ ฟิล์มชีวภาพถูกเตรียมโดยเซลลูโลสอนุภาคขนาด 355, 250, 125 และ 75  $\mu\text{m}$  ตามลำดับ การทดสอบด้วยเทคนิค XRD เผยให้เห็น เฟสหลักของเซลลูโลสที่พบในตัวอย่างทั้งหมด การปรากฏของเฟสที่สองไม่มีผลต่อการเตรียมฟิล์มชีวภาพ สเปกตรัม FTIR ระบุขนาดอนุภาคเซลลูโลสที่ลดลงทำให้กลุ่มคาร์บอกซิลและไฮดรอกซิลของผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC) ลดลง อนุภาคเซลลูโลสขนาด 75  $\mu\text{m}$  มีความแข็งแรงของหมู่ไฮดรอกซิลและคาร์บอกซิล งานนี้ช่วยเพิ่มความสามารถในการละลายน้ำของผงคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสขนาดอนุภาค 75  $\mu\text{m}$  และส่งผลให้ฟิล์มชีวภาพมีพื้นผิวที่เรียบและเป็นเนื้อเดียวกัน ช่องว่างแสงของฟิล์มชีวภาพอยู่ที่ประมาณ 4.75-4.88 eV จากผลการศึกษานี้พบว่าอนุภาคเซลลูโลสของมะนาวขนาด 75  $\mu\text{m}$  สามารถผลิตฟิล์มชีวภาพที่มีคุณภาพสูง ซึ่งอาจใช้เป็นทางเลือกสำหรับผลิตภัณฑ์ชีวภาพในอนาคต

**คำสำคัญ:** เปลือกมะนาว, เซลลูโลส, คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (CMC), การสกัด



## The Effects of Cellulose Particle Sizes on Biofilms from Lime Peel

Sirintra Lokakaew<sup>1</sup> and Panupong Jaiban<sup>1,2\*</sup>

<sup>1</sup>Faculty of Science, Energy and Environment, King Mongkut's University of Technology North Bangkok, Rayong Campus, Rayong, 21120, Thailand

<sup>2</sup>Research Center for Quantum Technology, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200, Thailand

\*panupongj@kmutnb.ac.th

### Abstract

The effects of cellulose particle sizes of lime peel on biofilm were studied in this work. The cellulose particle sizes, i.e., 355, 250, 125, and 75  $\mu\text{m}$ , were examined for biofilm preparation. The XRD patterns revealed a main phase of cellulose in all samples. The presence of secondary phase did not affect biofilm preparation. The FTIR spectra indicated that the decrease in cellulose particle size enhanced carboxyl and hydroxyl groups of carboxymethyl cellulose (CMC) powder. The cellulose particle size 75  $\mu\text{m}$  had a strong presence of hydroxyl and carboxyl groups. This contribution significantly promoted high water solubility of CMC powder from 75  $\mu\text{m}$  and high-quality biofilm with smooth surface and homogeneity. The optical band gap of biofilms was about 4.75-4.88 eV. With these results, the investigation here revealed that the lime cellulose particle size 75  $\mu\text{m}$  produced high quality biofilm, which may be alternative bioproduct in the future.

**Keywords:** lime peel, cellulose, carboxymethyl cellulose (CMC), extraction

### 1. บทนำ

ปัจจุบันขยะชีวภาพเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเนื่องจากจำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้นและที่อยู่อาศัยเพิ่มมากขึ้น โดยทั่วไปของเสียชีวภาพจะได้รับการบำบัดโดยใช้วิธีการขุดหลุมฝังกลบหรือการเผา ซึ่งทำให้ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพร่างกายของมนุษย์ ดังนั้นขยะชีวภาพจึงได้รับการพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ชีวภาพที่สามารถใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ [1, 3] เป็นต้น ในงานก่อนหน้านี้นักวิจัยได้ใช้ทางการเกษตร เช่น เปลือกเงาะ [4] เปลือกสับปะรด [5] และเปลือกทุเรียน [6] ถูกผลิตขึ้นเป็นฟิล์มชีวภาพ การศึกษาเหล่านี้ให้ความเป็นไปได้ของการใช้ขยะชีวภาพสำหรับผลิตภัณฑ์ชีวภาพ จากการศึกษาพบว่าของเสียทางชีวภาพจำนวนมากยังไม่ได้รับการพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์จากชีวภาพ ดังนั้นเปลือกมะนาวจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจเนื่องด้วยมะนาวเป็นที่รู้จักและนิยมกันอย่างแพร่หลายในชีวิตประจำวันและหลายอุตสาหกรรม เช่น อาหาร, เครื่องสำอาง และยา ฯลฯ อย่างไรก็ตามการใช้งานส่วนใหญ่เป็นการบริโภคน้ำมะนาว เปลือกมะนาวจึงกลายเป็นขยะชีวภาพ ดังนั้นเราจึงสนใจที่จะผลิตฟิล์มชีวภาพจากเปลือกมะนาวเพื่อลดขยะชีวภาพและเพิ่มเศรษฐกิจทางการเกษตร เปลือกมะนาวประกอบด้วยเซลลูโลส, ลิกนิน, เฮมิเซลลูโลส และเพกติน [7] เซลลูโลส

สามารถย่อยสลายได้โดยการย่อยสลายทางชีวภาพ และไม่เป็นอันตรายต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม เส้นใยเซลลูโลสที่ได้รับผ่านกระบวนการสกัดเพื่อขจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลส [6]

มีหลายวิธีในการใช้เซลลูโลสในผลิตภัณฑ์ชีวภาพ ทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจคือการทำงานของอนุพันธ์เซลลูโลสกับกลุ่มคาร์บอกซีเมทิล ( $-CH_2-COOH$ ) กระบวนการนี้ได้รับการพัฒนาและนำไปใช้ในด้านวัสดุชีวการแพทย์ เช่น คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose, CMC) เป็นต้น CMC เป็นวัสดุเริ่มต้นสำหรับการผลิตฟิล์มชีวภาพเนื่องจากเป็นพอลิเมอร์ประจุลบที่มีความสามารถในการละลายน้ำที่ดีและมีลักษณะในการกักเก็บน้ำ [8] ความสามารถในการละลายของ CMC ส่งผลอย่างมากต่อคุณภาพทางกายภาพของฟิล์มชีวภาพ ฟิล์มชีวภาพที่ผลิตจากวัสดุชีวภาพ มีความสามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ มีคุณสมบัติที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น ใช้เป็นฟิล์มในการถนอมอาหารหรือนำมาใช้งานด้านบรรจุภัณฑ์อาหาร [2] ดังนั้นจึงมีการตั้งสมมติฐานว่าเซลลูโลสที่มีอนุภาคขนาดต่างกันอาจส่งผลต่อ CMC ซึ่งนำไปผลิตเป็นฟิล์มชีวภาพ ในงานวิจัยนี้จึงสนใจสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะนาว โดยอนุภาคเซลลูโลสจะถูกคัดกรองเพื่อให้ได้ขนาดที่แตกต่างกัน จากนั้นจึงเตรียมผง CMC และฟิล์มชีวภาพจากอนุภาคเซลลูโลสขนาดต่างกัน ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างศึกษาโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) สัณฐานวิทยาของผงและโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างทั้งหมดศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และกล้องจุลทรรศน์แบบกระจายพลังงานเอ็กซ์เรย์ (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy, EDS) พันธะเคมีและสมบัติทางแสงของตัวอย่างศึกษาโดยเทคนิคสเปกโทรสโกปีฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และสเปกโทรสโกปี UV-Vis ตามลำดับ ผลกระทบของขนาดอนุภาคเซลลูโลสต่อการเตรียมฟิล์มชีวภาพจากเปลือกมะนาวจะกล่าวถึงในรายละเอียด

## 2. สมมติฐานของงานวิจัย

1. เซลลูโลสที่มีอนุภาคขนาดต่างกันส่งผลต่อ CMC ซึ่งนำไปผลิตเป็นฟิล์มชีวภาพ
2. ขนาดอนุภาคของเซลลูโลส 75  $\mu m$  ส่งผลดีต่อลักษณะและสมบัติทางกายภาพของฟิล์มชีวภาพ

## 3. ตัวแปรที่ใช้ในงานวิจัย

1. ตัวแปรต้น ได้แก่ ขนาดอนุภาคของเซลลูโลส
2. ตัวแปรตาม ได้แก่ ลักษณะของฟิล์มชีวภาพ สมบัติทางกายภาพของฟิล์มชีวภาพ
3. ตัวแปรควบคุม ได้แก่ อุณหภูมิ ความชื้น เวลา ปริมาณและความเข้มข้นของสารตั้งต้น

## 4. วัสดุและวิธีการดำเนินงาน

### 4.1 วัสดุ

เปลือกมะนาวได้มาจากตลาดท้องถิ่นในประเทศไทย สารเชิงพาณิชย์ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) กรดคลอโรอะซิติก ( $ClCH_2COOH$ ) และกรดอะซิติก (acetic acid) ซื้อมาจาก Sigma-Aldrich ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $H_2O_2$ ), ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ( $C_3H_8O$ ), เมทานอล (methanol) และเอทานอล (ethanol) ซื้อมาจาก Merck (Darmstadt, Germany).

### 4.2 การสกัดเซลลูโลสจากเปลือกมะนาว

ขั้นแรกล้างเปลือกมะนาวแล้วหั่นเป็นชิ้นเล็กๆ จากนั้นนำชิ้นส่วนเล็กๆ ไปตากแห้งเป็นเวลา 8 ชั่วโมง นำเปลือกมะนาวแช่ในสารละลาย NaOH (1 M) ที่อุณหภูมิ 80 °C ด้วยการกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นกรองแล้วล้างด้วย



น้ำกลั่น 3 ซ้ำ นำเซลลูโลสที่ได้มาทำการฟอกขาวด้วย  $H_2O_2$  (30%) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเซลลูโลสถูกรองและล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ซ้ำ แล้วทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ  $55\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

#### 4.3 การแยกขนาดอนุภาคเซลลูโลส

เซลลูโลสถูกปั่นละเอียดด้วยเครื่องปั่นกำลังสูง จากนั้นใช้เครื่องเขย่าตะแกรงร่อน ยี่ห้อ Retsch เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อแยกขนาดอนุภาคของเซลลูโลสออก ในการศึกษาขนาดอนุภาคของเซลลูโลสแบ่งออกเป็น 4 ขนาด ได้แก่ 75, 125, 250 และ  $355\text{ }\mu\text{m}$  ตามลำดับ

#### 4.4 การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

เซลลูโลสที่มีขนาดอนุภาคต่างกันถูกกวนผสมในสารละลาย NaOH (40%) ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ปริมาตร 350 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติมกรดคลอโรอะซิติก (18 กรัม) ที่อุณหภูมิ  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  และทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที สารละลายถูกทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ  $55\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง จากนั้นล้างด้วยเมทานอล (70%) และทำให้เป็นกลางโดยเติมกรดอะซิติกและแช่ไว้เป็นเวลา 10 นาที สารถูกรองและล้างด้วยเอทานอล (70%) และแช่ไว้เป็นเวลา 10 นาที สุดท้ายล้างด้วยเอทานอล (99%) เพื่อให้ได้ CMC สำหรับอนุภาคเซลลูโลสแต่ละขนาด

#### 4.5 การเตรียมฟิล์มชีวภาพ

ในงานนี้ฟิล์มชีวภาพถูกเตรียมโดยใช้วิธีแบบการหล่อสารละลาย ชั้นแรกผง CMC ถูกละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 20 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 10 นาที หลังจากสารละลายเย็นตัวลง เทสารละลายลงบนแม่พิมพ์สี่เหลี่ยม ( $4 \times 4\text{ cm}$ ) แล้วนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ  $55\text{ }^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 45 นาที เพื่อให้ได้ฟิล์มชีวภาพจากอนุภาคเซลลูโลสที่แตกต่างกัน

#### 4.6 ลักษณะเฉพาะ

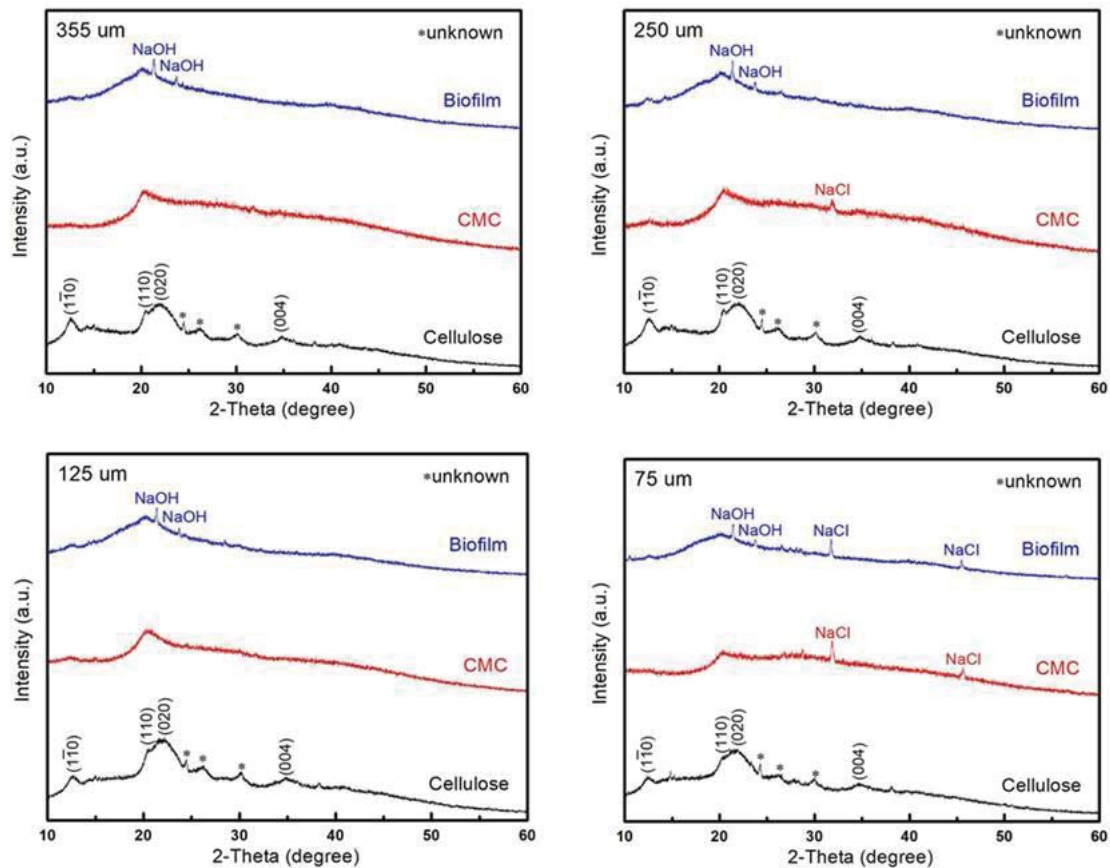
ความเป็นผลึกของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (Rigaku, Smart Lab) ในช่วงมุมเลี้ยวเบนระหว่าง  $10^{\circ}$  ถึง  $60^{\circ}$  กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM Hitachi) และสเปกโตรสโคปีแบบกระจายพลังงาน ถูกนำมาใช้เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเคมีของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพ การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและกลุ่มทางเคมีที่เฉพาะเจาะจงของตัวอย่างทั้งหมดถูกวิเคราะห์โดยเทคนิค FTIR spectrometer (FT-NIR PerkinElmer) ในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่  $400$  ถึง  $4000\text{ cm}^{-1}$  การดูดกลืนแสงของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดถูกวัดโดยใช้เทคนิค UV-Vis (UV2600, SHIMADZU) ในช่วงความยาวคลื่น  $200\text{-}600\text{ nm}$

### 5. ผลการทดลองและการอภิปราย

#### 5.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

รูปแบบ XRD ของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพทั้งหมด ซึ่งเตรียมได้จากขนาดอนุภาคต่างๆ ของเซลลูโลสแสดงในภาพที่ 1 สำหรับขนาดอนุภาคเซลลูโลสทั้งหมด ผลลัพธ์นี้ยืนยันว่าตัวอย่างทั้งหมดมีเฟสเซลลูโลส II ซึ่งสัมพันธ์กับพีการเลี้ยวเบน ( $1\bar{1}0$ ), (110) และ (020) ผลลัพธ์นี้สอดคล้องกับรายงานก่อนหน้า [9, 10] ขั้นตอนหลักของตัวอย่างยังคงเป็นเซลลูโลสเมื่อเซลลูโลสแต่ละขนาดอนุภาคถูกตัดแปลงเป็น CMC และฟิล์มชีวภาพ อย่างไรก็ตาม เฟส NaCl [11, 12] จากภาพที่ 1 ผง CMC และฟิล์มชีวภาพ อยู่ที่ประมาณ  $31.8^{\circ}$  และ  $45.6^{\circ}$  โดยเฉพาะขนาดอนุภาค  $75\text{ }\mu\text{m}$  ขนาดอนุภาคของเซลลูโลสและ CMC ที่ต่างกัน ไม่ส่งผล

ทำให้ระนาบต่างกัน เนื่องจากใช้สารตั้งต้นที่เหมือนกัน โดยระนาบที่ได้จะมีลักษณะที่เหมือนกัน แต่จะแตกต่างกันที่ระนาบของสารที่ปนเปื้อน เรียกว่า เฟสเจือปนหรือเฟสทุติยภูมิ และเฟสของ NaCl อาจเป็นผลมาจากปฏิกิริยาเคมีระหว่าง NaOH กับกรดลอโรอะซิติค ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ CMC นอกจากนี้ เฟส NaOH [13] ยังมีอยู่ในฟิล์มชีวภาพทั้งหมด ซึ่งเฟสนี้เกิดจากปฏิกิริยาระหว่าง  $\text{Na}^+$  และ  $\text{OH}^-$  จากน้ำในระหว่างการเตรียมฟิล์มชีวภาพ ซึ่งเหนี่ยวนำให้เกิดเฟสดังกล่าว



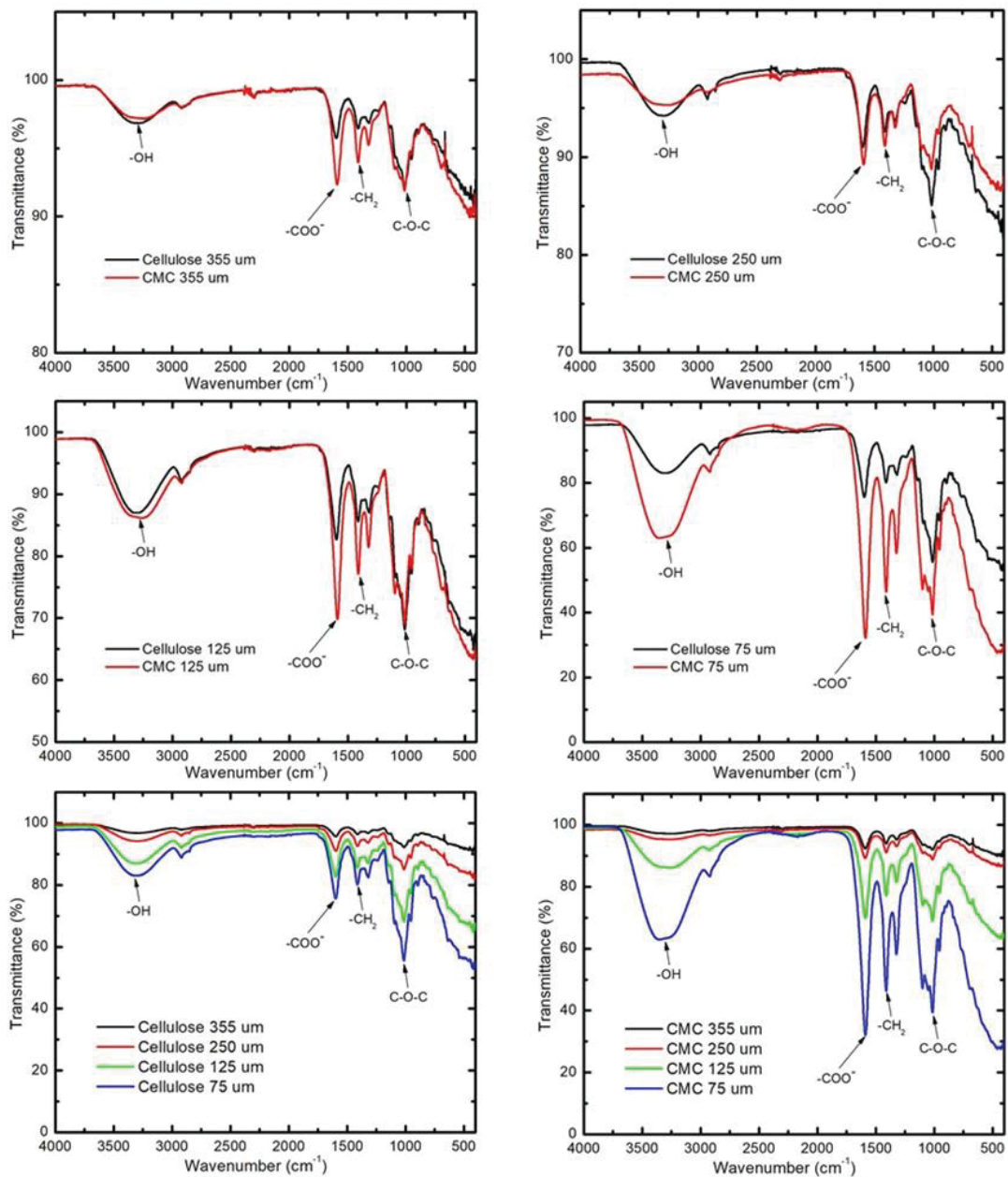
ภาพที่ 1 รูปแบบการเลี้ยวเบน XRD ของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพ

## 5.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

FTIR spectra ของเซลลูโลสและ CMC ซึ่งเตรียมจากอนุภาคขนาดต่างกันของเซลลูโลส แสดงไว้ในภาพที่ 2 และตารางที่ 1 ผลลัพธ์เหล่านี้เซลลูโลสและ CMC ทั้งหมดแสดงคุณลักษณะ FTIR ที่คล้ายคลึงกัน ซึ่งหมายความว่าอนุภาคขนาดต่างกันของเซลลูโลสไม่มีนัยสำคัญที่ส่งผลต่อเฟสเซลลูโลสในตัวอย่าง มีพีคที่ปรากฏทั้งหมด 4 พีคที่สามารถเห็นได้อย่างชัดเจนในตัวอย่างทั้งหมด พีคแรกในช่วงกว้างประมาณ  $3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$  พีคนี้สอดคล้องกับหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลส ( $\text{-OH}$  การยืด) พีคที่สองที่  $1600\text{ cm}^{-1}$  สัมพันธ์กับหมู่คาร์บอกซิล ( $\text{-COO-}$  การยืด) พีคสูงสุดที่สามอยู่ที่  $1423\text{ cm}^{-1}$  พีคนี้สอดคล้องกับหมู่ไฮโดรคาร์บอน ( $\text{-CH}_2$  การสั่น) พีคสุดท้ายที่  $1050\text{ cm}^{-1}$  เป็นของกลุ่มอีเธอร์ ( $\text{C-O-C}$  การยืด) พีคที่สังเกตได้ทั้งหมดยืนยันโครงสร้างเซลลูโลส ซึ่งได้รับยืนยันในงานก่อนหน้า [14] เมื่อเปรียบเทียบการดูดกลืนระหว่างเซลลูโลสกับผง CMC พบว่าผง CMC ดูดกลืนได้ดีกว่าเซลลูโลสในแต่ละขนาดอนุภาคโดย CMC ที่เตรียมจากอนุภาคเซลลูโลสขนาด  $75\text{ }\mu\text{m}$  มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญจาก



เซลลูโลส เนื่องจาก CMC มีค่าการดูดกลืนมากขึ้นส่งผลให้มีปริมาณแสงที่ผ่านออกมาได้น้อย (ปริมาณ %T น้อยลง) โดยที่ค่าการดูดกลืนแสงจะสัมพันธ์กับความสูงของพีคในสเปกตรัม [15] การดูดกลืนสูงสุดของพีค FTIR พบว่ามีหมู่ไฮดรอกซิลและคาร์บอกซิล มีปริมาณอยู่มาก [16] ดังนั้นอนุภาคของเซลลูโลสขนาด 75  $\mu\text{m}$  ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของผง CMC การเปรียบเทียบสเปกตรัม FTIR ระหว่างเซลลูโลสทั้งหมดกับผง CMC ที่มีขนาดอนุภาคต่างกันแสดงไว้ในภาพ การดูดซึมค่อยๆ เพิ่มขึ้นตามขนาดอนุภาคเซลลูโลสที่ลดลง สิ่งที่น่าสนใจคือขนาดอนุภาคต่างๆ มีประสิทธิภาพมากในผง CMC ผลลัพธ์เหล่านี้กล่าวว่าการลดขนาดอนุภาคเซลลูโลสทำให้กลุ่มคาร์บอกซิลและไฮดรอกซิลของเซลลูโลสและผง CMC ลดลงอย่างมีนัยสำคัญ โดยเฉพาะขนาดอนุภาคเซลลูโลส 75  $\mu\text{m}$



ภาพที่ 2 สเปกตรัม FTIR ของเซลลูโลส และ CMC

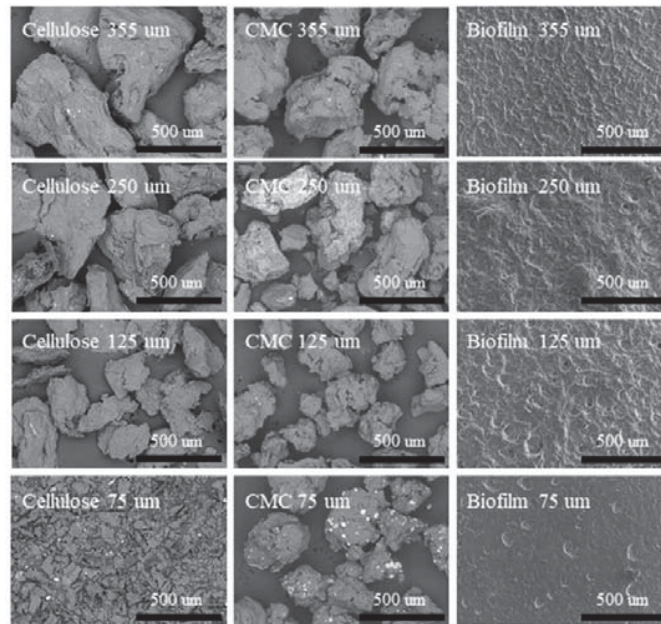


**ตารางที่ 1** ความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ของเซลลูโลส และ CMC

หมู่ฟังก์ชัน	ชนิดสารประกอบ	ช่วงเลขคลื่น, $\text{cm}^{-1}$
-OH	ไฮดรอกซิล	3200-3600
-COO-	คาร์บอกซิล	1600
-CH <sub>2</sub>	ไฮโดรคาร์บอน	1423
C-O-C	อีเธอร์	1050

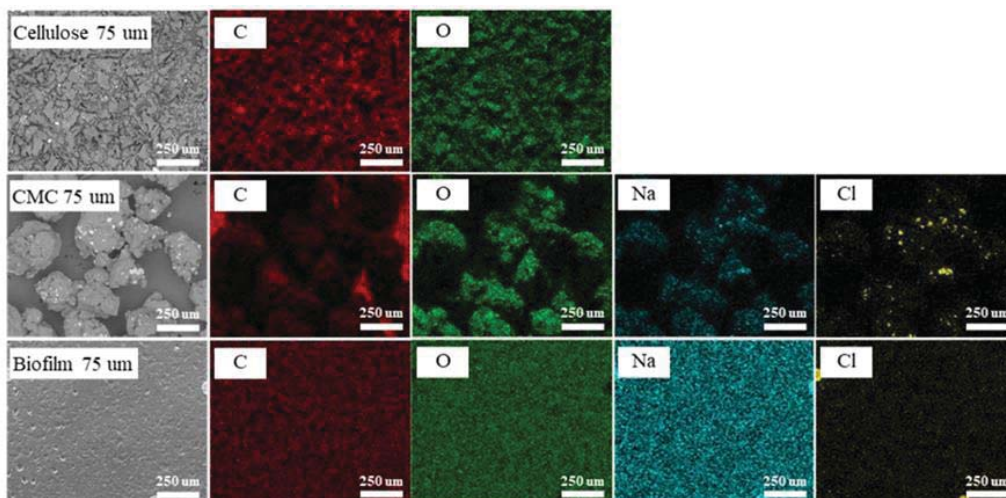
### 5.3 ภาพถ่าย SEM ของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพ

ภาพที่ 3 แสดงภาพ SEM ของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพที่เตรียมจากอนุภาคเซลลูโลสขนาดต่างกัน ภาพ SEM ยืนยันความแตกต่างของขนาดอนุภาคของเซลลูโลส ซึ่งส่วนใหญ่มีขนาดอนุภาค 75  $\mu\text{m}$  และมีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคอื่นๆ เมื่อเซลลูโลสแต่ละอนุภาคถูกสังเคราะห์เป็นผง CMC พบว่าขนาดอนุภาคของผง CMC มีขนาดใหญ่กว่าเซลลูโลส คุณลักษณะนี้เกิดจากการรวมตัวของผงและปฏิกิริยาเคมีระหว่างสารสังเคราะห์ CMC สำหรับขนาดอนุภาคเซลลูโลส 355 และ 250  $\mu\text{m}$  ขนาดอนุภาค CMC เพิ่มขึ้น ~500  $\mu\text{m}$  ในขณะที่เซลลูโลสที่มีขนาดอนุภาค 125 และ 75  $\mu\text{m}$  เพิ่มขึ้น ~300  $\mu\text{m}$  อย่างไรก็ตาม การยากที่จะอธิบายถึงการรวมตัวของเซลลูโลสที่มีขนาดอนุภาคที่แตกต่างกันในผง CMC โดยการสังเกต SEM ทั้งนี้ภาพ SEM แสดงให้เห็นถึงความแตกต่างของลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มที่เตรียมจากเซลลูโลสที่มีขนาดอนุภาคต่างๆ ฟิล์มชีวภาพที่เตรียมโดยอนุภาคเซลลูโลส (355, 250 และ 125  $\mu\text{m}$ ) มีความไม่สม่ำเสมอและพื้นผิวที่ขรุขระ ในขณะที่ฟิล์มชีวภาพที่เตรียมโดยอนุภาคเซลลูโลสขนาด 75  $\mu\text{m}$  มีพื้นผิวเรียบและมีโครงสร้างจุลภาคที่เป็นเนื้อเดียวกัน ในระหว่างการเตรียมฟิล์มชีวภาพการละลายของผง CMC เป็นปัจจัยหลักที่มีผลต่อคุณภาพทางกายภาพของฟิล์มชีวภาพ โดยทั่วไปแล้วอนุภาคขนาดเล็กจะมีพื้นผิวสูง จึงสามารถทำปฏิกิริยากับสารอื่นๆ ได้ดี ทำให้ละลายน้ำได้ดีขึ้นระหว่างการเตรียมฟิล์มชีวภาพ ดังนั้นคุณสมบัติเหล่านี้จึงทำให้ฟิล์มชีวภาพอนุภาคขนาด 75  $\mu\text{m}$  มีลักษณะเรียบและเป็นเนื้อเดียวกัน อีกเหตุผลหนึ่งที่เป็นไปได้คือการมีอยู่ของกลุ่มคาร์บอกซิลในผง CMC (ดู FTIR spectrum ในภาพที่ 2) ผลลัพธ์เหล่านี้ชี้ให้เห็นถึงผลกระทบของขนาดอนุภาคของเซลลูโลสที่มีต่อสัณฐานวิทยาของฟิล์มชีวภาพ ดังนั้นฟิล์มชีวภาพที่เตรียมจากเซลลูโลสขนาดอนุภาค 75  $\mu\text{m}$  จึงเป็นตัวอย่างที่ดีที่สุดของตัวอย่างทั้งหมดสำหรับการศึกษาต่อไป



ภาพที่ 3 ภาพถ่าย SEM ของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพ

องค์ประกอบทางเคมีของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพที่แสดงไว้ในภาพที่ 4 เซลลูโลสประกอบด้วยธาตุคาร์บอน (C) และออกซิเจน (O) ซึ่งธาตุ C และ O เป็นส่วนประกอบหลักของเซลลูโลส อย่างไรก็ตาม การวิเคราะห์ EDS เผยให้เห็นการมีอยู่ของธาตุโซเดียม (Na) และคลอรีน (Cl) ในผง CMC และฟิล์มชีวภาพ องค์ประกอบของธาตุ Cl มาจากการดคลอโรอะซิติกที่เป็นสารประกอบเริ่มต้นในการสังเคราะห์ CMC และที่นำสนใจมีเหตุผลสองเหตุผลที่เป็นไปได้สำหรับรูปแบบทางเคมีของธาตุ Na ใน CMC และฟิล์มชีวภาพ ประการแรกคือองค์ประกอบ Na ในการทำหน้าที่ของอนุพันธ์เซลลูโลส คุณลักษณะนี้ได้รับการพัฒนาและใช้ในวัสดุชีวการแพทย์ ธาตุที่สองคือธาตุ Na ในสารประกอบเคมี ได้แก่ NaCl ผลลัพธ์นี้สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของ XRD ในภาพที่ 1 จากผลลัพธ์นี้เราสามารถเตรียมฟิล์มชีวภาพที่มีผิวเรียบได้จากเปลือกมะนาว แม้ว่าตัวอย่างจะมีเฟสที่ไม่ต้องการ เช่น NaCl ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการมีอยู่ของ NaCl ในตัวอย่างของเราไม่มีผลกระทบอย่างมีนัยสำคัญต่อการเตรียมฟิล์มชีวภาพ



ภาพที่ 4 ภาพถ่าย SEM และ EDS ของเซลลูโลส, CMC และฟิล์มชีวภาพอนุภาคขนาด 75  $\mu\text{m}$



#### 5.4 UV-Vis การดูดกลืนแสง

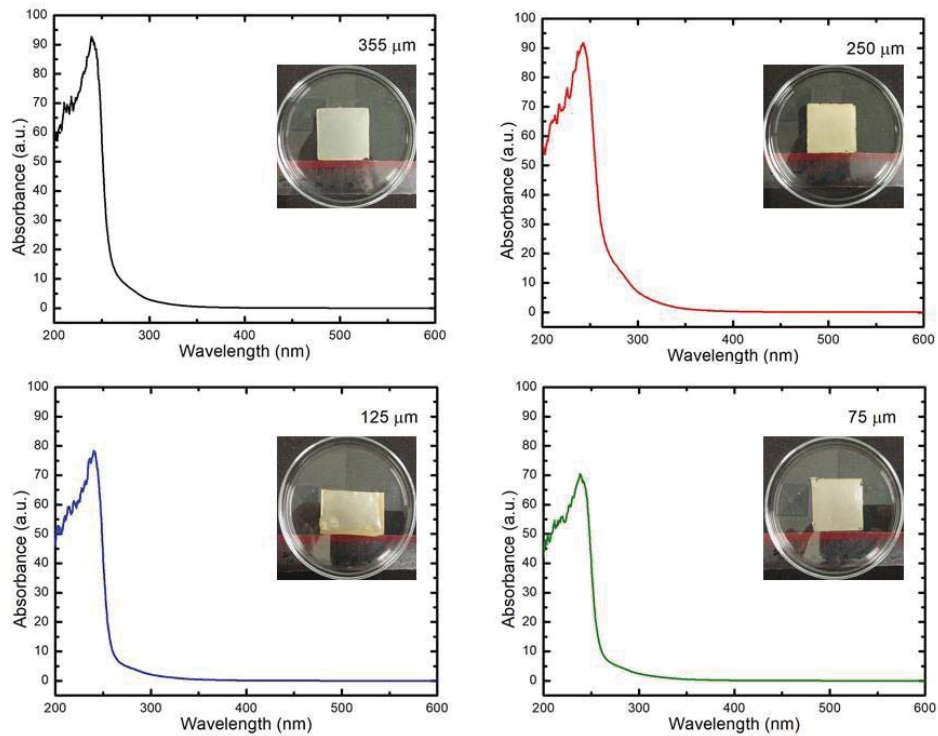
สเปกตรัม UV-Vis ของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดที่เตรียมจากอนุภาคเซลลูโลสขนาดต่างกันแสดงไว้ในภาพที่ 5 นอกจากนี้ภาพถ่ายของฟิล์มชีวภาพแต่ละอนุภาคถูกแสดงไว้ในข้อมูลภาพที่ 5 สังเกตได้ว่าคุณสมบัติของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดมีความทึบแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงพบว่าฟิล์มชีวภาพทั้งหมดมีการดูดซับความยาวคลื่นจาก 200 ถึง 270 nm ซึ่งสัมพันธ์กับบริเวณแสงอัลตราไวโอเล็ต ผลลัพธ์นี้สัมพันธ์กับงานก่อนหน้า [17] ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวัด Bandgap ( $E_g$ ) ของฟิล์มชีวภาพโดยใช้สมการที่ 1 [18]

$$(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - E_g) \quad (1)$$

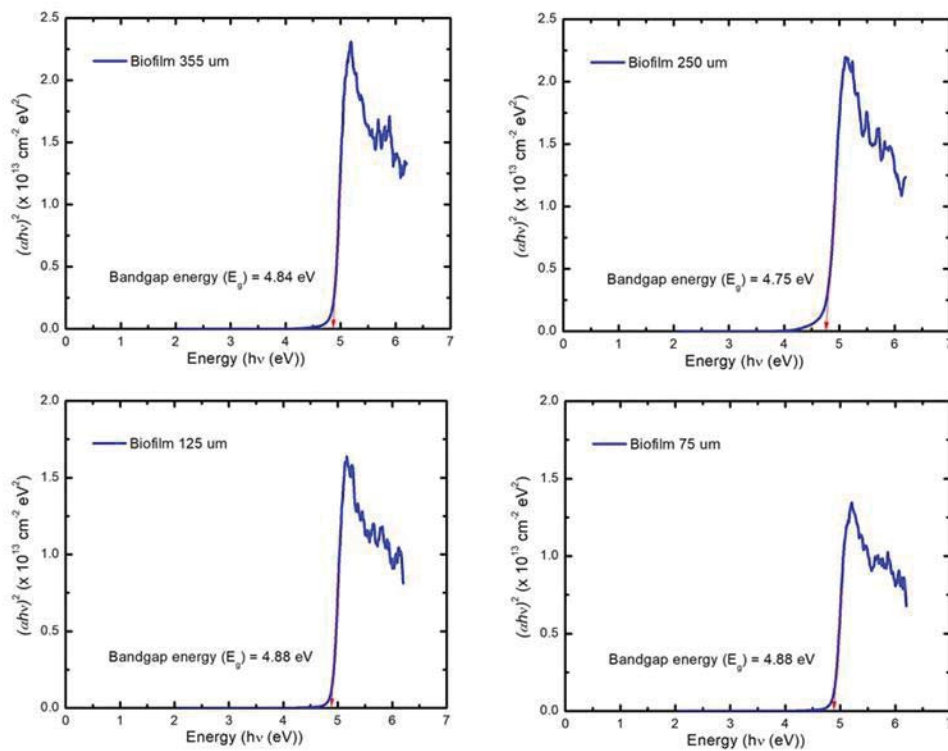
โดยที่  $h$  คือ ค่าคงที่พลังค์ หน่วย J.s,  $\nu$  คือ ความถี่ของโฟตอนตกกระทบ หน่วย Hz,  $A$  คือ ค่าการดูดกลืนแสง และ  $\alpha$  คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่ได้รับจากค่าข้อมูลการส่งผ่าน โดยใช้สมการที่ 2

$$\alpha = -\frac{1}{d} \ln T \quad (2)$$

โดยที่  $d$  คือ ความหนาของฟิล์มชีวภาพ หน่วย mm และ  $T$  คือ การส่งผ่านของแสง ความสัมพันธ์ตามสมการที่ 1 ของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดแสดงไว้ในภาพที่ 6 ค่า  $E_g$  สามารถดึงออกมาจากเส้นตัดขวางแกน x ของกราฟได้ พบว่าค่าช่องว่างแสงของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ฟิล์มชีวภาพจากเปลือกมะนาวมีค่า  $E_g$  ประมาณ 4.75-4.88 eV



ภาพที่ 5 สเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Vis ของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดที่เตรียมจากอนุภาคเซลลูโลสขนาดต่างกัน



ภาพที่ 6 พลังงาน Bandgap ของฟิล์มชีวภาพทั้งหมดที่เตรียมจากอนุภาคเซลลูโลสขนาดต่างกัน

## 6. บทสรุป

ในการศึกษานี้ฟิล์มชีวภาพจากเปลือกมะนาวที่มีเซลลูโลสขนาดต่างกัน รูปแบบ XRD ยืนยันเฟสของเซลลูโลสในตัวอย่างทั้งหมด ขนาดของเซลลูโลสที่ลดลงทำให้เกิดกลุ่มคาร์บอกซิลและไฮดรอกซิลในผง CMC อย่างมีนัยสำคัญ ผลลัพธ์นี้ช่วยเพิ่มความสามารถในการละลายน้ำของ CMC ซึ่งทำให้พื้นผิวของฟิล์มเรียบและโครงสร้างจุลภาคเป็นเนื้อเดียวกันของฟิล์มชีวภาพ ในผลลัพธ์เหล่านี้อนุภาคเซลลูโลสขนาด 75  $\mu\text{m}$  ทำให้ฟิล์มนั้นมีคุณภาพสูง และฟิล์มชีวภาพจากเปลือกมะนาวมีค่าช่องว่างแสงประมาณ 4.75-4.88 eV

## 7. ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้มีการศึกษาขนาดอนุภาคของเซลลูโลสจากเปลือกมะนาวที่ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพของฟิล์มชีวภาพ ซึ่งควรมีการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติเชิงกลของฟิล์มชีวภาพเพิ่มเติมเพื่อเป็นประโยชน์ในการใช้งานด้านอื่นๆ ต่อไป

## 8. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนจากกองทุนส่งเสริมวิทยาศาสตร์ วิจัยและนวัตกรรม (สทสว.) และมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ สัญญาเลขที่ KMUTNB-FF-65-43 ภาณุพงศ์ ไชยบาล ขอขอบคุณทุนสนับสนุนบางส่วนจากหน่วยบริหารและจัดการทุนด้านการพัฒนากำลังคนและทุนด้านการพัฒนา สถาบันอุดมศึกษาการวิจัยและการสร้างนวัตกรรม [หมายเลขทุน B05F630113]

## เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] Nawab et al. (2017). Mango kernel starch-gum composite films: Physical, mechanical and barrier properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 98, 869-876.
- [2] Li et al. (2020). Preparation and characterization of carboxymethyl cellulose-based composite films reinforced by cellulose nanocrystals derived from pea hull waste for food packaging applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 164, 4104-4112.
- [3] Kanatt, S. R., & Makwana, S. H. (2020). Development of active, water-resistant carboxymethyl cellulose-poly vinyl alcohol-Aloe vera packaging film. *Carbohydrate Polymers*, 227, 115303.
- [4] Yun et al. (2021). Development of chitosan films incorporated with rambutan (*Nephelium lappaceum* L.) peel extract and their application in pork preservation, *International Journal of Biological Macromolecules*, 189, 900-909.
- [5] Rodsamran, P., & Sothornvit, R. (2019). Preparation and characterization of pectin fraction from pineapple peel as a natural plasticizer and material for biopolymer film. *Food and Bioproducts Processing*, 118, 198-206.
- [6] Zhao et al. (2019). Biodegradable and transparent cellulose film prepared eco-friendly from durian rind for packaging application. *Food Packaging and Shelf Life*, 21, 100345.



- [7] Soofi et al. (2021). Preparation of nanobiocomposite film based on lemon waste containing cellulose nanofiber and savory essential oil: A new biodegradable active packaging system. **International Journal of Biological Macromolecules**, 169, 352-361.
- [8] Shui et al. (2017). Synthesis of sodium carboxymethyl cellulose using bleached crude cellulose fractionated from cornstalk. **Biomass and Bioenergy**, 105, 51-58.
- [9] Gong et al. (2017). Research on cellulose nanocrystals produced from cellulose sources with various polymorphs. **Royal Society of Chemistry**, 53, 33486-33493.
- [10] Sharma et al. (2015). Characterization of micro fibrillation process of cellulose and mercerized cellulose pulp. **Royal Society of Chemistry**, 77, 63111-63122.
- [11] Qin, Y., Yu, D., & Zhoy, J. (2017). DNA action on the growth and habit modification of NaCl crystals. **CrystEngComm**, 36, 5356-5360.
- [12] Bao et al. (2017). Novel Synthesis of Plasmonic Ag/AgCl@TiO<sub>2</sub> Continues Fibers with Enhanced Broadband Photocatalytic Performance. **Catalysts**, 7 (4), 117.
- [13] Liu, Y., & Hu, H. (2008). X-ray diffraction study of bamboo fibers treated with NaOH. **Fibers and Polymers**, 9, 735-739.
- [14] Zhang et al. (2011). Preparation and characterization of sodium carboxymethyl cellulose from cotton stalk using microwave heating. **J Chem Technol Biotechnol**, 86 (4), 584-589.
- [15] Michael L. B., Edward P. F., & Larry E. S. (2010). **Clinical Chemistry: Techniques, Principles, Correlations**. Philadelphia, PA: Wolters Kluwer/Lippincott Williams Wilkins.
- [16] Ramli et al. (2015). Formulation and physical characterization of microemulsions based carboxymethyl cellulose as vitamin c carrier. **Malaysian Journal of Analytical Sciences**, 19 (1), 275-283.
- [17] Ergashovich, Y. K., Abdukhalilovich, S. A., & Sharaphovna, R. S. (2018). Bactericidal Hydrogel Based on Sodium-Carboxymethylcellulose Contained Silver Nanoparticles: Obtaining and Properties. **Open Journal of Polymer Chemistry**, 8 (4), 57-69.
- [18] Kumar et al. (2012). Modification of optical and electrical properties of zinc oxide-coated porous silicon nanostructures induced by swift heavy ion. **Nanoscale Research Letters**, 7 (1), 366.