การสังเคราะห์ การพิสูจน์เอกลักษณ์และการทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan จากปฏิกิริยาชิฟเบส

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND PROPERTIES OF *N*-METHOXYBENZYL CHITOSAN BY SCHIFF-BASE REACTION

จันทร์จิรา ฮวยตระกูล

จิรภาส เศวตสกุลานนท์

เจนจิรา บัวแก้ว

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND PROPERTIES OF *N*-METHOXYBENZYL CHITOSAN BY SCHIFF-BASE REACTION

Janjira Huaytrakul
Jirapas Savetsakulanont
Janjira Buakaew

A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสังเคราะห์ การพิสูจน์เอกลักษณ์และการทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan จากปฏิกิริยาชิฟเบส Synthesis, Characterization and Properties of *N*-Methoxybenzyl chitosan by Schiff-base Reaction
ชื่อนักศึกษา	นางสาวจันทร์จิรา ฮวยตระกูล รหัสนักศึกษา 57050386 นายจิรภาส เศวตสกุลานนท์ รหัสนักศึกษา 57050388 นางสาวเจนจิรา บัวแก้ว รหัสนักศึกษา 57050390
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2560
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ณวสิทธิ์ โชติแสง
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร.ภัทธาวุธ มนต์วิเศษ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2560

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์ ประธานกรรมการ	
ดร.การุณย์ สาดอ่อน กรรมการ	
ดร.ณวสิทธิ์ โชติแสง กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	
ผศ.ดร.ภัทธาวุธ มนต์วิเศษ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสังเคราะห์ การพิสูจน์เอกลักษณ์และการทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ N-Methoxybenzyl chitosan จากปฏิกิริยาชิฟเบส
ชื่อนักศึกษา	นางสาวจันทร์จิรา ฮวยตระกูล รหัสนักศึกษา 57050386
	นายจิรภาส เศวตสกุลานนท์ รหัสนักศึกษา 57050388
	นางสาวเจนจิรา บัวแก้ว รหัสนักศึกษา 57050390
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2560
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ณวสิทธิ์ โชติแสง
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร.ภัทธาวุธ มนต์วิเศษ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan ด้วยปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ โดยพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์เข้าทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งหมู่อะมิโนของไคโตซานเกิดเป็นพันธะอิมีน จากนั้นทำให้พันธะเสถียรโดยการทำปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์เกิดเป็นพันธะเอมีนที่มีความเสถียร อนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้ (CPn) มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวมีผลผลิตร้อยละอยู่ในช่วง 50.3 - 68.9 % จากนั้นนำอนุพันธ์มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR และ ^{1}H-NMR พบสัญญาณที่เป็นเอกลักษณ์ของไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ปรากฏบนพีคของอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้ ผลจาก ^{1}H-NMR พบว่าองศาการแทนที่แปรผันตามสัดส่วนโมลของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ โดยร้อยละองศาการแทนที่ของ CP10 และ CP20 เท่ากับ 6.0% และ 7.8% ตามลำดับ เมื่อทดสอบสมบัติการละลายพบว่าอนุพันธ์ไคโตซานสามารถละลายได้น้อยลงใน 1% กรดอะซิติกในน้ำ แต่ละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำลง คือ สามารถละลายได้ใน 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอลและ 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล และเมื่อนำสารละลายอนุพันธ์ไคโตซานมาทดสอบความสามารถในการเปียกตัวของน้ำ โดยการฉีดพ่นลงบนพื้นผิวตัวอย่างพบว่าอนุพันธ์ไคโตซานมีสมบัติช่วยให้น้ำเกิดการเปียกตัวได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับไคโตซานบริสุทธิ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำสำคัญ : ไคโตซาน ปฏิกิริยาชิฟเบส พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ อนุพันธ์ไคโตซาน

Title	Synthesis, Characterization and Properties of *N*-Methoxy benzyl chitosan by Schiff-base reaction		
Students	Miss Janjira	Huaytrakul	Student ID 57050386
	Mr. Jirapas	Savetsakulanont	Student ID 57050388
	Miss Janjira	Buakaew	Student ID 57050390
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2017		
Advisor	Dr. Nawasit Chotsaeng		
Co-advisor	Asst. Prof. Dr. Pathavuth Monvisade		

Abstract

In this research, *N*-Methoxybenzyl chitosan was synthesized by Schiff-base reaction between chitosan and *p*-Methoxybenzaldehyde. The reaction occurred at the amino group of chitosan to form an imine bond which subsequently stabilized by Reductive amination reaction with Sodium borohydride in order to form a stable amine bond. The white solid chitosan derivatives (CPn) were achieved in yield of 50.3 - 68.9 %. Chitosan derivatives characterized by FT-IR and ^{1}H-NMR appeared unique signals of chitosan and *p*-Methoxybenzaldehyde on *N*-Methoxybenzyl chitosan's signals. Degrees of substitution (DS) determined from ^{1}H-NMR spectra were directly varied by mole ratio of *p*-Methoxybenzaldehyde to chitosan. %DS of CP10 and CP20 were 6.0% and 7.8%, respectively. Besides, Solubility test showed that chitosan derivative can less dissolve in 1% acetic acid in water than chitosan but it can dissolve in 0.5% acetic acid in ethanol and 0.5% acetic acid in isopropanol. Wetting ability test showed that chitosan derivative had better wetting ability than chitosan.

Keywords : Chitosan, Schiff-base reaction, *p*-Methoxybenzaldehyde, Chitosan derivative

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานพิเศษเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องจากความช่วยเหลือและกำลังใจจากหลาย ๆ ท่าน ขอขอบพระคุณ ดร.ณวสิทธิ์ โชติแสง และผศ.ดร.ภัทธาวุธ มนต์วิเศษ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานพิเศษ ที่คอยดูแล ให้คำปรึกษาอย่างใกล้ชิดและให้ความช่วยเหลือในทุก ๆ เรื่อง ตลอดจนปรับปรุงแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ในการทำโครงงานพิเศษครั้งนี้จนประสบผลสำเร็จ

ขอขอบพระคุณผศ.ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์ และดร.การุณ สาดอ่อน กรรมการสอบโครงงานพิเศษเล่มนี้ที่ให้คำแนะนำและการแก้ไขข้อผิดพลาดต่าง ๆ ที่สามารถทำให้โครงงานพิเศษเล่มนี้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้เงินทุนสนับสนุนในการทำโครงงานพิเศษครั้งนี้จนสำเร็จ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ประจำภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้ให้ความรู้จากการเรียนทั้งในวิชาเรียนนอกห้องเรียนและคำแนะนำต่าง ๆ ตั้งแต่ผู้วิจัยได้ก้าวเข้ามาเป็นนักศึกษาสาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม จนกระทั่งได้ทำโครงงานพิเศษเล่มนี้ให้บรรลุวัตถุประสงค์

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ปฏิบัติการเคมีและเจ้าหน้าที่ธุรการภาควิชาเคมีที่คอยช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกทั้งสารเคมี อุปกรณ์ต่าง ๆ รวมถึงเครื่องมือที่ใช้ในการทำโครงงานพิเศษเล่มนี้อีกด้วย

ขอขอบพระคุณบิดา - มารดา ที่มอบอนาคตทางการศึกษาในระดับปริญญาตรี ตลอดจนคอยเลี้ยงดูและอบรมสั่งสอน อีกทั้งคอยเป็นกำลังใจ เป็นแรงผลักดันในการใช้ชีวิต การเรียนและการทำโครงงานพิเศษครั้งนี้ให้สำเร็จลุล่วงได้ตามความคาดหมายอย่างดียิ่ง

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณเพื่อน ๆ สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม ภาควิชาเคมี รุ่นที่ 33 ทุกคนที่คอยให้ความช่วยเหลือต่าง ๆ ตลอดจนให้คำปรึกษาในหลาย ๆ เรื่องและเป็นกำลังใจให้ในยามที่ย่อท้อหรือเจออุปสรรคต่าง ๆ มาตั้งแต่ปี 1 จนถึงปี 4 และบุคคลอื่น ๆ ที่ไม่ได้กล่าวมา ผู้วิจัยต้องขอขอบคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

จันทร์จิรา ฮวยตระกูล
จิรภาส เศวตสกุลานนท์
เจนจิรา บัวแก้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ก

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ข

กิตติกรรมประกาศ ..... ค

สารบัญ ..... ง

สารบัญตาราง ..... ซ

สารบัญรูป ..... ฌ

คำย่อ/สัญลักษณ์ ..... ญ

บทที่ 1 บทนำ 1

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย 1

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย 2

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 2

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 3

2.1 ไคตินและไคโตซาน (Chitin and Chitosan) 3

2.1.1 กระบวนการเตรียมไคตินและไคโตซาน 5

2.1.1.1 ขั้นตอนการเตรียมไคติน 5

2.1.1.2 ขั้นตอนการเตรียมไคโตซาน 5

2.1.2 ลักษณะทางกายภาพและเคมีของไคโตซาน 7

2.1.3 สมบัติของไคโตซาน 7

2.1.3.1 การละลาย (Solubility) 7

2.1.3.2 ความหนืด (Viscosity) 7

2.1.3.3 สมบัติพอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolyte properties) 7

2.1.3.4 ระดับการกำจัดหมู่อะเซทิล (Degree of deacetylation) 8

2.1.3.5 การเสื่อมสลาย (Degradation) 8

2.1.3.6 ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยา 9

2.1.4 โครงสร้างและการพิสูจน์เอกลักษณ์ของไคโตซาน 9

2.1.5 การประยุกต์ใช้งานของไคโตซาน 10

2.1.5.1 ด้านการแพทย์ 10

2.1.5.2 ด้านการเกษตร 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.1.5.3 การบำบัดน้ำเสีย 10
2.1.5.4 เทคโนโลยีชีวภาพ 10
2.2 อนุพันธ์ไคโตซาน (Chitosan derivatives) ที่น่าสนใจ 11
2.2.1 *O*-and *N*-Carboxymethylchitosans 11
2.2.2 Chitosan 6-*O*-sulfate 11
2.2.3 *N*-methylene phosphonic chitosans 11
2.2.4 Trimethylchitosan ammonium 11
2.2.5 Carbohydrate branched chitosans 11
2.2.6 Chitosan-grafted copolymers 12
2.2.7 Alkylated chitosans 12
2.2.8 Imine chitosans 13
2.3 พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ (*p*-Methoxybenzaldehyde) 13
2.3.1 การเตรียมพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ 14
2.3.2 ความปลอดภัย 14
2.4 โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride) 15
2.4.1 การเตรียมโซเดียมโบโรไฮไดรด์ 15
2.4.2 ความปลอดภัย 16
2.5 ปฏิกิริยาชิฟเบส (Schiff-base reaction) 16
2.6 ปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชัน (Reductive amination reaction) 17
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 18
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย 20
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ 20
3.2 สารเคมี 20
3.3 วิธีการดำเนินการทดลอง 21
3.3.1 การเตรียมสารเคมี 21
3.3.1.1 การเตรียม 1% กรดอะซิติกในน้ำ 21
3.3.1.2 การเตรียม 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ 21
3.3.1.3 การเตรียม 60% เอทานอลในน้ำ 21
3.3.1.4 การเตรียม 60% เมทานอลในน้ำ 22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.1.5 การเตรียม 60% ไอโซโพรพานอลในน้ำ 22
3.3.1.6 การเตรียม 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล 22
3.3.1.7 การเตรียม 0.5% กรดอะซิติกในเมทานอล 22
3.3.1.8 การเตรียม 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล 22
3.3.1.9 การละลายไคโตซาน 22
3.3.2 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานโดยวิธีบอส์ชรีดักชัน 22
3.3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซาน 24
3.3.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR 24
3.3.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วย ^{1}H-NMR 24
3.3.3.3 การวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ 25
3.3.4 การทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ไคโตซาน 25
3.3.4.1 การทดสอบการละลาย (Solubility) 25
3.3.4.2 การทดสอบความสามารถในการเปียกตัว (Wetting ability) 26
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล 27
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานจากปฏิกิริยาชิฟเบส 27
4.2 ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซาน 28
4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR 28
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วย ^{1}H-NMR 29
4.2.3 ผลการวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ 32
4.3 ผลการทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ไคโตซาน 33
4.3.1 ผลการทดสอบการละลาย (Solubility) 33
4.3.2 ผลการทดสอบความสามารถในการเปียกตัว (Wetting ability) 37
4.3.2.1 ความสามารถในการเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปร 37
4.3.2.1 ความสามารถในการเปียกตัวบนแผ่นพลาสติกใสชนิด PET 38
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ 40
5.1 สรุปผลการวิจัย 40
5.2 ข้อเสนอแนะ 41
เอกสารอ้างอิง 42
ภาคผนวก 44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ภาคผนวก ก ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซาน 45
ภาคผนวก ข ผลผลิตร้อยละ 51
ภาคผนวก ค ร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลาย 53
คำรับรองเล่มโครงงานพิเศษ 54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่ **หน้า**

2.1 ค่า Chemical shift จาก ^{1}H-NMR Spectra ของไคโตซาน 10

2.2 สมบัติบางประการของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ 14

2.3 สมบัติบางประการของโซเดียมโบโรไฮไดรด์ 15

3.1 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ 24

4.1 ผลผลิตร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซาน 28

4.2 ค่าองศาการกำจัดหมู่อะเซทิลและค่าองศาการแทนที่ของไคโตซานและอนุพันธ์ 32

4.3 % ธาตุองค์ประกอบของไคโตซานและอนุพันธ์ 32

4.4 ผลการละลายของไคโตซานและอนุพันธ์ในตัวทำละลายต่าง ๆ 35

4.5 ผลการละลายของไคโตซานและอนุพันธ์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ 36

4.6 ร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่ละลายในตัวทำละลาย 36

ก-1 % ธาตุองค์ประกอบจากการวิเคราะห์ด้วย EA 50

ข-1 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์ 51

ข-2 ปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ 52

ค-1 น้ำหนักสารเริ่มต้นการทดสอบการละลาย 53

ค-2 น้ำหนักสารคงเหลือจากการทดสอบการละลาย 53

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แหล่งที่มาของไคตินและไคโตซาน	3
2.2 โครงสร้างทางเคมีของไคติน ไคโตซาน และเซลลูโลส	4
2.3 ขั้นตอนทั่วไปในการเตรียมไคติน-ไคโตซาน	6
2.4 ^{1}H-NMR spectra ของไคโตซาน	9
2.5 โครงสร้างของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์	13
2.6 โครงสร้างของโซเดียมโบโรไฮไดรด์	15
2.7 สมการปฏิกิริยาชิฟเบส	16
2.8 กลไกปฏิกิริยาชิฟเบส	16
2.9 กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส	17
2.10 กลไกปฏิกิริยารีดักทีปแอมิเนชัน	17
3.1 แผนภาพการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซาน	23
4.1 สมการปฏิกิริยาการสังเคราะห์อนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan	27
4.2 FT-IR spectra ของไคโตซาน พาราเมทอกซีแบนซาลดีไฮด์และอนุพันธ์ไคโตซาน	28
4.3 ตำแหน่งโปรตอนในโครงสร้างอนุพันธ์ไคโตซาน	29
4.4 ^{1}H-NMR spectra ของ CS และ CP10	30
4.5 การเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปร	37
4.6 การเปียกตัวบนแผ่นพลาสติกใสชนิด PET	38
ก-1 FT-IR spectra ของไคโตซาน	45
ก-2 FT-IR spectra ของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์	45
ก-3 FT-IR spectra ของ CP10	46
ก-4 FT-IR spectra ของ CP15	46
ก-5 FT-IR spectra ของ CP20	47
ก-6 FT-IR spectra ของ CP25	47
ก-7 FT-IR spectra ของ CP30	48
ก-8 ^{1}H-NMR spectra ของไคโตซาน	48
ก-9 ^{1}H-NMR spectra ของ CP10	49
ก-10 ^{1}H-NMR spectra ของ CP20	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
CS	Chitosan
PM	*p*-Methoxybenzaldehyde
CP	*N*-Methoxybenzyl chitosan
FT-IR	Fourier-transform infrared spectrophotometer
NMR	Nuclear magnetic resonance spectrometer
EA	Elemental analyzer
δ	Chemical shift
DS	Degree of substitution
DD	Degree of deacetylation
PET	Poly(ethylene terephthalate)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ไคตินเป็นพอลิเมอร์ประเภทพอลิแซคคาไรด์ที่พบได้มากตามธรรมชาติ เช่น พบในเปลือกกุ้ง ปู แกนปลาหมึก ผนังเซลล์ของเห็ด รา เป็นต้น เป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่พบมากเป็นอันดับ 2 รองจากเซลลูโลส เมื่อพิจารณาโครงสร้างของไคติน พบว่าสายโซ่โมเลกุลของไคตินเป็นสายโซ่ยาวที่ไม่มีประจุ ทำให้ไคตินไม่ละลายในเบสเจือจาง แอลกอฮอล์และตัวทำละลายอินทรีย์อื่น ๆ ทำให้การใช้ประโยชน์ของไคตินยังไม่เป็นที่นิยม จึงได้มีการดัดแปลงโครงสร้างทางเคมีของไคตินให้เป็นไคโตซานโดยการเปลี่ยนหมู่อะเซทิลของไคตินให้เป็นหมู่อะมิโนด้วยกระบวนการดีอะเซทิเลชัน

ปัจจุบันไคโตซานนิยมนำมาใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลายเนื่องจากมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพและไม่เป็นอันตรายต่อร่างกายมนุษย์ โดยโครงสร้างของไคโตซานสามารถเกิดเป็นประจุบวกในรูปของแอมโมเนียมไอออนบนสายโซ่ซึ่งมีสมบัติในการจับสารที่มีประจุลบและอิเล็กตรอนอิสระของธาตุไนโตรเจนสามารถจับสารที่มีประจุบวกจึงได้รับความสนใจและมีการพัฒนาไปใช้ประโยชน์ได้อย่างแพร่หลายทั้งในด้านทางการแพทย์ เช่น วัสดุรักษาตกแต่งบาดแผล โดยพบว่าไคโตซานเป็นตัวเร่งกระบวนการรักษาบาดแผล ช่วยยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย สามารถยับยั้งการติดเชื้อและทำให้แผลหายเร็วขึ้นได้ นอกจากนี้ไคโตซานยังมีการนำมาใช้ประโยชน์ในด้านอาหาร เครื่องดื่ม และเกษตรกรรม แต่อย่างไรก็ตามไคโตซานยังมีข้อจำกัดด้านสมบัติการละลาย เนื่องจากไคโตซานมีโครงสร้างที่แข็งแรง เพราะมีการเชื่อมกันด้วยพันธะไฮโดรเจน และการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบในโครงสร้าง ทำให้โมเลกุลของตัวทำละลายแทรกผ่านเข้าไปในโครงสร้างโมเลกุลของไคโตซานได้ยากจึงทำให้ไคโตซานไม่ละลายในตัวทำละลายทั่วไป เช่น น้ำ เบส และตัวทำละลายอินทรีย์

ในปี ค.ศ. 2001 ได้มีงานวิจัยที่สังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานเพื่อปรับปรุงสมบัติการละลายให้ดีขึ้น โดยการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโคซานจากการทำปฏิกิริยาระหว่างไคโตซานกับกรดคลอโรอะซิติกซึ่งมีเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นทำปฏิกิริยาต่อด้วยกรดอะคริลิกเกิดเป็นโคพอลิเมอร์แบบกิ่งที่มีสมบัติละลายน้ำได้ [1] นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่สังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานจากการทำปฏิกิริยาระหว่างไคโตซานกับสารประกอบประเภทอีพอกไซด์ เช่น พรอพิลีนออกไซด์และเอทิลีนออกไซด์ โดยทำให้ไคโตซานบวมตัวด้วยกรดอะซิติกแล้วทำปฏิกิริยากับสารประกอบอีพอกไซด์ในสภาวะเบส ทำให้ได้อนุพันธ์ของไคโตซานที่มีสมบัติการละลายดีขึ้น [2] ซึ่งงานวิจัยที่สังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานส่วนมากจะมุ่งเน้นในเรื่องการปรับปรุงสมบัติด้านการละลายให้สามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่หลากหลายมากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยนี้มีความสนใจที่จะพัฒนาการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซานโดยการทำปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ (*p*-Methoxybenzaldehyde; $C_8H_8O_2$) ได้เป็นอนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan โดยพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์จะทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งหมู่อะมิโนของไคโตซานแล้วเกิดเป็นพันธะอิมีน (Imine) และทำให้เสถียรโดยการทำปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride; $NaBH_4$) ได้เป็นอนุพันธ์ไคโตซานที่มีสมบัติความมีขั้วลดต่ำลงได้ โดยจะศึกษาสมบัติการละลายในตัวทำละลายหลายชนิด ซึ่งผลที่ได้จากการศึกษาสามารถนำไปประยุกต์ใช้กับผลิตภัณฑ์ทางการแพทย์และอุตสาหกรรมต่าง ๆ

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1) เพื่อศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan โดยการทำปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

2) เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1) สังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานโดยการทำปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์โดยการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลของไคโตซานต่อพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ เป็น 1:1, 1:1.5, 1:2, 1:2.5 และ 1:3

2) ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ โดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier-Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR) นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear magnetic resonance spectroscopy; NMR) และการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ (Elemental Analysis; EA)

3) ทดสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ สมบัติการละลาย และสมบัติการเปียกตัวของอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1) ทราบถึงขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซานด้วยปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

2) สามารถเปลี่ยนสมบัติด้านความมีขั้วให้ลดต่ำลง และมีสมบัติการละลายที่ดีขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

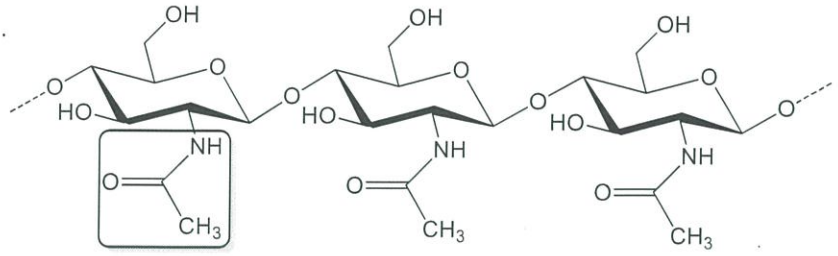
2.1 ไคตินและไคโตซาน (Chitin and Chitosan) [3]

ไคตินเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติ (Natural polymer) ประเภทพอลิแซคคาไรด์ที่มีสายโซ่ยาวมีโครงสร้างคล้ายคลึงกับเซลลูโลส มีชื่อเรียกทางเคมีว่า Poly-β-(1,4)-acetamino-2-deoxy-D-glucose หรือ Poly-*N*-acetyl-glucosamine ซึ่งโมเลกุลของไคตินมีหน่วยย่อยที่เรียกว่า *N*-acetyl-D-glucosamine เป็นอนุพันธ์ของกลูโคสต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิก (Glycosidic bond) แบบ β-1,4 แต่หมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ที่ตำแหน่ง C-2 ของเซลลูโลสจะถูกแทนที่ด้วยกลุ่ม Acetyl amino ($-NHCOCH_3$) มีสูตรทั่วไปเป็น $(C_8H_{13}NO_5)_n$

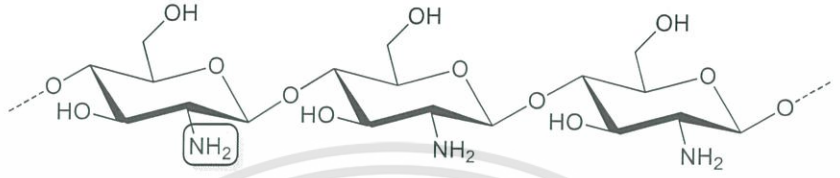
ไคตินพบได้ในโครงสร้างแข็งที่หุ้มร่างกายของสัตว์จำพวก กุ้ง ปู แมลง ผนังเซลล์ของรา ยีสต์ เห็ด และพวกจุลินทรีย์อีกหลายชนิด เมื่อพิจารณาโครงสร้างของไคตินพบว่า ไคตินเป็นโมเลกุลสายโซ่ยาวที่ไม่มีประจุอยู่บนสายโซ่ ทำให้ไคตินไม่ละลายในเบสเจือจาง แอลกอฮอล์ และตัวทำละลายอินทรีย์อื่น ๆ แต่ไคตินละลายได้ในกรดอนินทรีย์ เช่น กรดเกลือ กรดฟอสฟอริก กรดกำมะถัน และกรดฟอร์มิกที่ปราศจากน้ำ ทำให้การใช้ประโยชน์ของไคตินไม่เป็นที่แพร่หลาย จึงมีการดัดแปลงไคตินให้เป็นไคโตซาน เพื่อเพิ่มประโยชน์ในการใช้งานให้มากยิ่งขึ้น

รูปที่ 2.1 แหล่งที่มาของไคตินและไคโตซาน

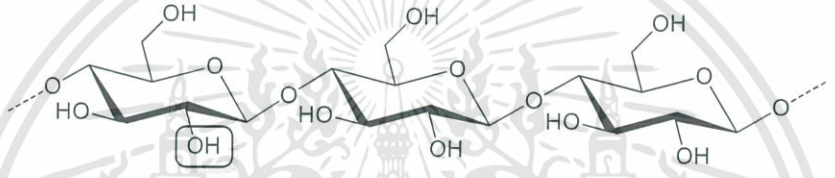
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ไคติน (Chitin)



ไคโตซาน (Chitosan)



เซลลูโลส (Cellulose)

รูปที่ 2.2 โครงสร้างทางเคมีของไคติน ไคโตซาน และเซลลูโลส

จากรูปที่ 2.2 ไคโตซานเป็นอนุพันธ์ของไคติน มีชื่อเรียกทางเคมี คือ Poly-β-(1,4)-2-amino-2-deoxy-D-glucose มีสูตรทั่วไปคือ $(C_8H_{11}O_4N)_n$ ซึ่งเกิดจากการกำจัดหมู่อะเซทิลของไคตินด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ทำให้หมู่อะเซตามิโนหรือหมู่อะเซทิล ($-NHCOCH_3$) ของไคตินเปลี่ยนไปเป็นหมู่อะมิโน ($-NH_2$) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ของหน่วยซ้ำบนสายโซ่พอลิเมอร์ ทำให้ไคโตซานมีส่วนของโมเลกุลที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาหลายหมู่ ซึ่งรวมถึงหมู่ไฮดรอกซิลที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 3 และคาร์บอนตำแหน่งที่ 6

ความแตกต่างของไคตินและไคโตซาน คือ องศาการกำจัดหมู่อะเซทิล (Degree of deacetylation) แต่ปฏิกิริยาการกำจัดหมู่อะเซทิลมักเกิดไม่สมบูรณ์ ทำให้ไคตินและไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ร่วมระหว่าง 2 มอนอมอร์ของ *N*-acetyl-D-glucosamine และ D-glucosamine ในสัดส่วนที่ต่างกัน ถ้าหมู่อะเซทิลถูกตัดไปประมาณร้อยละ 60 ไคตินจะเปลี่ยนไปเป็นไคโตซาน โดยทั่วไปไคโตซานจะมีองศาการกำจัดหมู่อะเซทิลอยู่ประมาณร้อยละ 70 - 95 ซึ่งการตัดหมู่อะเซทิลส่งผลให้สมบัติการละลายเปลี่ยนไป กล่าวคือไคโตซานจะสามารถละลายได้ในกรดอินทรีย์หลายชนิด เช่น สารละลายกรดอะซิติก สารละลายกรดฟอร์มิก เป็นต้น รวมถึงยังสามารถละลายได้เล็กน้อยในกรดอนินทรีย์เจือจาง เช่น กรดไฮโดรคลอริก จึงทำให้ไคโตซานถูกนำมาใช้ประโยชน์มากกว่าไคติน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1 กระบวนการเตรียมไคตินและไคโตซาน [5]

2.1.1.1 ขั้นตอนการเตรียมไคติน

วัตถุดิบที่ใช้ในการสกัดไคตินส่วนมากนำมาจากเปลือกของสัตว์ตระกูลครัสตาเชีย (Class Crustacea) ได้แก่ กุ้ง ปู กั้ง กระดองของหมึก ตระกูลอินเซคตา (Class Insecta) ได้แก่ แมลงปีกแข็ง ด้วง และยังสามารถพบได้ที่บริเวณผนังเซลล์ของเห็ด รา และยีสต์ ซึ่งองค์ประกอบของวัตถุดิบส่วนใหญ่เป็นโปรตีนและแคลเซียมคาร์บอเนต โดยสามารถแยกโปรตีนออกได้ด้วยการต้มกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ส่วนแคลเซียมคาร์บอเนตแยกออกด้วยการต้มกับกรดไฮโดรคลอริกหรือกรดไนตริก ซึ่งการเตรียมไคตินมีขั้นตอนสำคัญ ดังนี้

1) การเตรียมวัตถุดิบ (Material preparation)

การเตรียมวัตถุดิบ เริ่มจากการนำวัตถุดิบได้แก่ เปลือกกุ้ง หรือกระดองปู มาล้างน้ำให้สะอาด จากนั้นนำไปต้มและล้างด้วยสารละลายแอนติออกซิแดนท์แล้วนำไปอบแห้ง อาจมีการบดเพื่อลดขนาด

2) การกำจัดแร่ธาตุ (Demineralization)

การกำจัดแร่ธาตุ จะใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเจือจางเป็นตัวละลายแร่ธาตุ แต่ส่วนใหญ่นิยมใช้กำจัดแคลเซียมคาร์บอเนต นอกจากนี้ยังมีการนำกรดซัลฟูรัสมาใช้ในการกำจัดแร่ธาตุในกระบวนการเตรียมไคตินระดับอุตสาหกรรม เนื่องจากมีข้อดี คือ ลดปฏิกิริยาการสูญเสียสภาพธรรมชาติของไคติน เพราะกรดซัลฟูรัสเป็นกรดอ่อน

3) การกำจัดโปรตีน (Deproteination)

การกำจัดโปรตีน เกิดจากการทำปฏิกิริยากับสารละลายเบส โดยสารละลายที่นิยมใช้คือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งกระบวนการกำจัดโปรตีนอาจทำให้ไขมันบางส่วนและรงควัตถุบางชนิดมีโอกาสที่จะถูกขจัดออกไปด้วย และยังสามารถกำจัดโปรตีนโดยการใช้เอนไซม์ ซึ่งการใช้เอนไซม์จะทำให้ความหนืดของสารละลายไคโตซานลดลง

4) การกำจัดสี (Decoloration)

ในเปลือกของสัตว์ตระกูลครัสเตเชียน มีสารจำพวกคาโรทีนอยด์ ซึ่งไม่สามารถกำจัดออกไปในกระบวนการกำจัดโปรตีนและแร่ธาตุ แต่สามารถกำจัดสีได้ด้วยการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์จำพวกแอลกอฮอล์ หรืออะซิโตน และยังสามารถกำจัดสีออกด้วยวิธีการฟอกขาว โดยการใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต หรือไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เรียกผลิตภัณฑ์ที่ได้ว่าไคติน

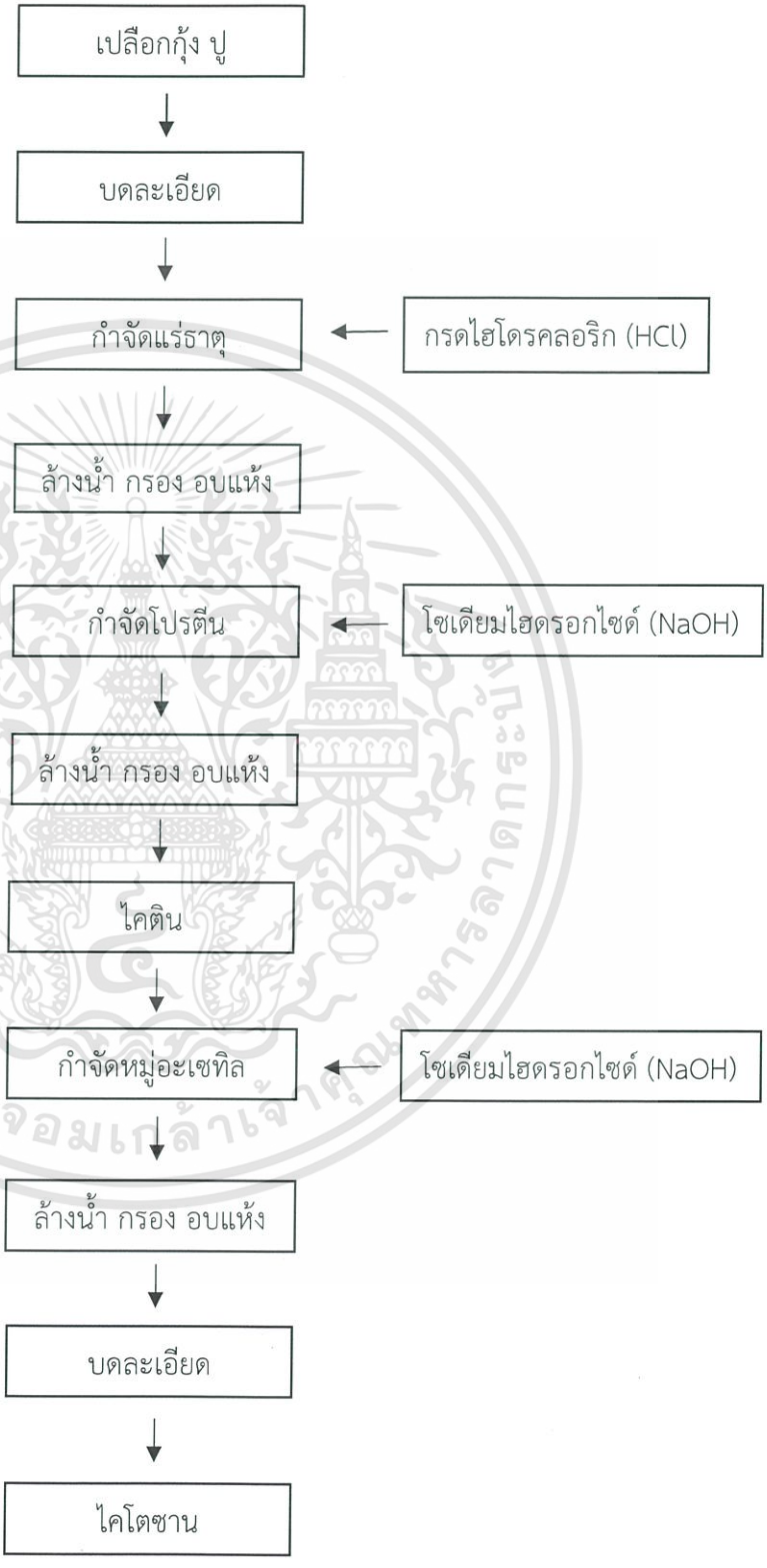
2.1.1.2 ขั้นตอนการเตรียมไคโตซาน

1) การกำจัดหมู่อะเซทิล (Deacetylation)

การเตรียมไคโตซานทำได้โดยการนำไคตินที่เตรียมได้มากำจัดหมู่อะเซทิล ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างเคมีบนโมเลกุลของไคติน เพื่อทำให้เกิดเป็นไคโตซาน โดยสารละลายที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นิยมใช้คือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ซึ่งความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้กำหนดไว้ตั้งแต่ร้อยละ 40 ขึ้นไป



รูปที่ 2.3 ขั้นตอนทั่วไปในการเตรียมไคติน-ไคโตซาน [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 ลักษณะทางกายภาพและเคมีของไคโตซาน

1) ไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ จึงมีความปลอดภัยในการใช้กับมนุษย์ สัตว์ และไม่ส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อม

2) ไคโตซานเป็นสารพอลิเมอร์ที่มีประจุบวก สามารถเกิดปฏิกิริยากับของแข็งอินทรีย์และพื้นผิวเซลล์ที่มีประจุลบได้

3) ไคโตซานมีหมู่อะมิโน และหมู่ไฮดรอกซิลหลายตำแหน่ง สามารถทำปฏิกิริยาเคมีกับสารอื่น ๆ เพื่อเปลี่ยนเป็นสารอนุพันธ์ได้มากมาย ทำให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างแพร่หลาย

4) ไคโตซานสามารถขึ้นรูปได้หลายแบบ เช่น เจล เม็ด เส้นใย ฟิล์ม สารเคลือบ เป็นต้น ทำให้มีการนำไคโตซานไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างแพร่หลาย

2.1.3 สมบัติของไคโตซาน [7]

2.1.3.1 การละลาย (Solubility)

การละลายเป็นการทำให้เกิดพันธะระหว่างตัวถูกละลายกับตัวทำละลาย ดังนั้นการละลายจึงขึ้นอยู่กับการยอมให้โมเลกุลของตัวทำละลายแทรกผ่านไปได้ดีหรือไม่ ซึ่งไคโตซานมีโครงสร้างที่แข็งแรง เนื่องจากโมเลกุลของไคโตซานเชื่อมด้วยพันธะไฮโดรเจนอย่างหนาแน่นและเป็นระเบียบ ทำให้โมเลกุลของตัวทำละลายไม่สามารถแทรกผ่านเข้าไปในโมเลกุลของไคโตซานได้ จึงทำให้ไคโตซานไม่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายทั่ว ๆ ไป รวมถึงไม่สามารถละลายได้ในเบส และตัวทำละลายอินทรีย์ แต่ไคโตซานละลายได้ในสารละลายกรดอินทรีย์เจือจางเกือบทุกชนิดที่มีค่า pH น้อยกว่า 6 เช่น กรดอะซิติก กรดฟอร์มิก และกรดซิตริก นอกจากนั้นยังสามารถละลายได้ในตัวทำละลายกรดอนินทรีย์เจือจางบางชนิด เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดเปอร์คลอริก กรดไนตริก และกรดฟอสฟอริก เป็นต้น

2.1.3.2 ความหนืด (Viscosity)

ความหนืดของสารละลายไคโตซานขึ้นอยู่กับปัจจัยต่าง ๆ เช่น น้ำหนักโมเลกุล ความเข้มข้น ระยะเวลา ค่า pH อุณหภูมิ และระดับการกำจัดหมู่อะเซทิล ความหนืดของสารละลายไคโต-ซานจะเพิ่มขึ้นเมื่อลดอุณหภูมิ นอกจากอุณหภูมิ ชนิดของกรดที่ใช้และการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสาร ไคโตซานก็ส่งผลให้ความหนืดที่ได้แตกต่างกัน

2.1.3.3 สมบัติพอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolyte properties)

ไคโตซานเป็นสายโซ่พอลิเมอร์ของแอนไฮโดรกลูโคซามีน (Anhydroglucosamine) และเป็นสายโซ่พอลิอิเล็กโทรไลต์ที่สภาวะเป็นกรด มีค่า pH คือ 6.5 ไคโตซานเป็นหนึ่งในพวกแคทไอ-ออนิกพอลิอิเล็กโทรไลต์ (Cationic polyelectrolyte) จึงมีศักยภาพในการประยุกต์ใช้งานได้มากกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากเนื้อเยื่อของสิ่งมีชีวิตส่วนใหญ่มีประจุลบ ทำให้ประจุบวกของไคโตซานจับกับผิวที่เป็นประจุลบ ส่งผลให้เป็นกลางบริเวณผิวของจุลินทรีย์ ทำให้การจับกันของไคโตซานกับเซลล์สิ่งมีชีวิตเป็นสมบัติที่สำคัญในการประยุกต์ใช้ทางด้านการแพทย์

2.1.3.4 ระดับการกำจัดหมู่อะเซทิล (Degree of deacetylation)

ระดับการกำจัดหมู่อะเซทิลเป็นตัวบ่งชี้ความเป็นไคตินและไคโตซาน เนื่องจากไคตินและไคโตซานเป็นโคพอลิเมอร์ระหว่างสองมอนอเมอร์ของ *N*-acetyl-D-glucosamine และ D-glucosamine ถ้าสัดส่วนแตกต่างกัน โดยที่มอนอเมอร์ *N*-acetyl-D-glucosamine มากกว่า คือ มีระดับการกำจัดหมู่อะเซทิลต่ำ จะแสดงสมบัติเด่นของไคติน ในทางกลับกันถ้าสัดส่วนของมอนอเมอร์ D-glucosamine มากกว่า คือ มีระดับของการกำจัดหมู่อะเซทิลสูง จะแสดงสมบัติเด่นของไคโตซาน

2.1.3.5 การเสื่อมสลาย (Degradation)

ไคโตซานเมื่อเกิดการเสื่อมสลายจะให้สายโซ่โมเลกุลที่สั้นลง เป็นโอลิโกเมอร์หรือโอลิโก-แซคคาไรด์ และเป็นหน่วยย่อยที่เล็กที่สุด เรียกว่า มอนอเมอร์หรือมอนอแซคคาไรด์

โอลิโกเมอร์ โอลิโกแซคคาไรด์ของไคตินและไคโตซาน คือ *N*-acetylchitooligo saccharide และ Chitooligosaccharide ตามลำดับ ส่วนมอนอเมอร์หรือมอนอแซคคาไรด์ของไคตินและไคโตซาน คือ *N*-acetyl-D-glucosamine และ D-glucosamine ตามลำดับ

1) การเสื่อมสลายโดยกรด (Acid hydrolysis)

การเสื่อมสลายของสายโซ่โมเลกุลของไคโตซานเนื่องจากกรดจะเป็นแบบสุ่ม ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นโอลิโกเมอร์ขนาดต่าง ๆ และมอนอเมอร์ ขึ้นอยู่กับสภาวะที่ใช้ เช่น ชนิดของกรด อุณหภูมิ เวลาชนิดของพอลิเมอร์ เป็นต้น ไคตินสามารถต้านทานต่อการเสื่อมสลายโดยกรดได้ดีกว่าไคโตซาน

2) การเสื่อมสลายด้วยเบส (Alkaline hydrolysis)

การเสื่อมสลายของสายโซ่โมเลกุลของไคโตซานด้วยเบสจะเริ่มจากปลายสุดของสายโซ่โมเลกุล การเสื่อมสลายนี้เรียกว่า Peeling reaction

3) การเสื่อมสลายโดยเอนไซม์ (Enzymic degradation)

การเสื่อมสลายโดยเอนไซม์ จะมีความจำเพาะเจาะจงมากกว่าการใช้สารเคมี ซึ่งเอนไซม์ที่ใช้ในการย่อยสลายไคตินและไคโตซาน ได้แก่ Chitinase Chitosanase Lysozyme *N*-acetyl glucosaminidase และ *N*-acetylhexosaminidase

4) การเสื่อมสลายโดยใช้ความร้อน (Thermal degradation)

ความร้อนจากเตาอบแบบแห้งที่อุณหภูมิน้อยกว่าหรือเท่ากับ 80 °C มีผลทำให้สายโซ่โมเลกุลมีความยืดหยุ่นมากขึ้น ความสามารถในการละลายเพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิสูงกว่าหรือเท่ากับ 120 °C ความสามารถในการละลายของไคโตซานจะลดลง การอบแบบแห้งโดยใช้ไอร้อน ที่อุณหภูมิ

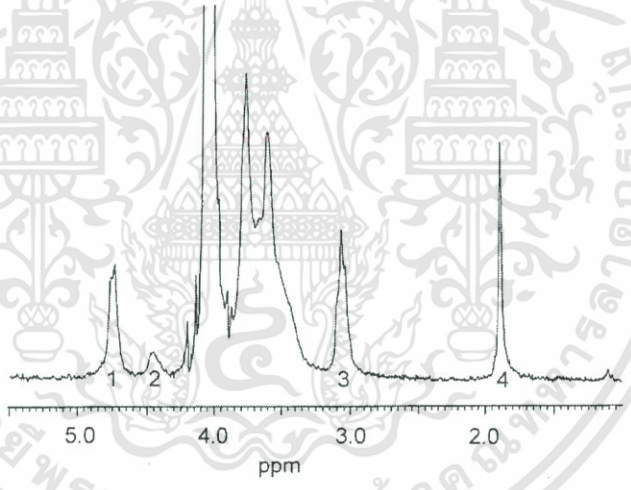
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารนี้ทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากกว่า 120 °C ไคโตซานจะไม่สามารถละลายได้ และที่อุณหภูมิต่ำกว่าหรือเท่ากับ 120 °C จะไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ต่อสมบัติทางกายภาพของไคโตซาน

2.1.3.6 ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยา

ไคโตซานประกอบด้วย 3 หมู่ฟังก์ชันที่มีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยา คือ หมู่อะมิโนหรือหมู่เอมีน ($-NH_2$) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 หมู่ไฮดรอกซิลปฐมภูมิ ($-CH_2OH$) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 6 และหมู่ไฮดรอกซิลทุติยภูมิ (-OH) ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 3 จากโครงสร้างของไคโตซานเห็นได้ว่าหน่วยย่อยกลูโคซามีนบนสายโซ่ไคโตซานประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันคือหมู่อะมิโน หมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งเป็นตำแหน่งที่จะทำปฏิกิริยาได้หลายลักษณะ จึงสามารถปรับปรุงโครงสร้างทางเคมีของไคโตซานได้โดยการทำปฏิกิริยาที่หมู่ฟังก์ชันดังกล่าว ซึ่งทำให้เกิดเป็นวัสดุหลายชนิดที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย

2.1.4 โครงสร้างและการพิสูจน์เอกลักษณ์ของไคโตซาน [8]



รูปที่ 2.4 ^{1}H-NMR spectra ของไคโตซาน

ในสถานะของแข็งไคโตซานมีสัณฐานวิทยาเป็นพอลิเมอร์กึ่งผลึก (Crystalline polymer) โดยผลึกเดี่ยว (Single crystal) ของไคโตซานจะมี Electron diffraction diagram เป็นแบบ Orthorombic ($P2_12_12_1$) และ a = 0.807 nm, b = 0.844 nm, c = 1.034 nm หน่วยเซลล์ (Unit cell) ประกอบด้วยสายโซ่ไคโตซานที่เป็นแบบสวนทางกัน (Antiparallel) แต่ไม่มีโมเลกุลน้ำรวมอยู่

การพิสูจน์เอกลักษณ์ของไคโตซานที่นิยม คือ โปรตอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (^{1}H - Nuclear magnetic resonance spectroscopy) จากรูปที่ 2.4 แสดง ^{1}H-NMR spectra ของไคโตซานที่ละลายใน D_2O, pH = 4, อุณหภูมิทดสอบที่ 85 °C และสารละลายมีความเข้มข้นเท่ากับ 5 กรัม/ลิตร ให้ค่า Chemical shift ดังตารางที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 ค่า Chemical shift จาก ^{1}H NMR spectra ของไคโตซาน [8]

Chemical shift (ppm)	ประเภทของโปรตอน
4.79	H-1 of Glucosamine unit
4.43	H-1 of N-acetyl-glucosamine
3.10	H-2 of N-acetyl-glucosamine
1.95	Acetyl group of N-acetyl-glucosamine

2.1.5 การประยุกต์ใช้งานของไคโตซาน [9]

2.1.5.1 ด้านการแพทย์

เนื่องจากไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ไม่ส่งผลเสียต่อร่างกายมนุษย์จึงได้รับความสนใจและมีการพัฒนาไปใช้ในด้านการแพทย์อย่างกว้างขวาง เช่น สามารถนำมาใช้เป็นวัสดุรักษาหรือตกแต่งบาดแผล โดยพบว่าไคโตซานเป็นตัวเร่งกระบวนการรักษาบาดแผล ช่วยยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรีย สามารถยับยั้งการติดเชื้อ และทำให้แผลหายเร็วขึ้นได้ รวมทั้งยังสามารถนำมาใช้ผลิตเป็นแคปซูลบรรจุยา สารลดคอเลสเตอรอล หนังเทียม สารเชื่อมหรืออุดฟัน เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถนำมาทำผลิตภัณฑ์เสริมความงาม และอาหารเสริมลดน้ำหนักได้อีกด้วย

2.1.5.2 ด้านการเกษตร

ไคโตซานสามารถนำมาใช้เคลือบผิวผลผลิตทางการเกษตร เพื่อยืดอายุการเก็บรักษาผลผลิตและเมล็ดพันธุ์ ใช้ในการยับยั้งเชื้อซึ่งเป็นสาเหตุของโรคพืชโดยผลิตเป็นสารต่อต้านเชื้อราไวรัส และแบคทีเรีย นอกจากนี้ยังสามารถใช้เป็นสารเสริมผสมในอาหารสัตว์ เช่น สุกร โค ไก่ เพื่อเพิ่มปริมาณแบคทีเรียที่เป็นประโยชน์ต่อระบบทางเดินอาหาร และช่วยลดอาการท้องเสียของสัตว์ได้

2.1.5.3 การบำบัดน้ำเสีย

ไคโตซานสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนของโลหะได้หลายชนิด อีกทั้งยังมีสมบัติเป็นตัวตกตะกอนและตัวสร้างตะกอนที่ดี เนื่องจากโมเลกุลของไคโตซานประกอบด้วยหมู่อะมิโนจำนวนมากบนสายโซ่ ซึ่งสามารถจับกับสารที่มีประจุลบ ทำให้เกิดการตกตะกอน โดยกระบวนการดังกล่าวเป็นวิธีการบำบัดน้ำเสียให้ดีขึ้น

2.1.5.4 เทคโนโลยีชีวภาพ

เส้นใยไคโตซานมีความสามารถในการย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ จึงมีการนำมาผลิตเป็นสารห่อหุ้มเอนไซม์และเซลล์ต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 อนุพันธ์ไคโตซาน (Chitosan derivatives) ที่น่าสนใจ [8, 10, 21]

2.2.1 *O*-and *N*-Carboxymethylchitosans [8]

Carboxymethylchitosan เป็นอนุพันธ์ที่ถูกผลิตขึ้นจำนวนมากในกลุ่มอนุพันธ์ของไคโตซาน เป็นแอมโฟเทริกพอลิเมอร์ (Amphoteric polymer) ความสามารถในการละลายขึ้นอยู่กับช่วง pH สำหรับการสังเคราะห์อนุพันธ์ชนิดนี้ภายใต้สภาวะที่มีการควบคุมด้วยโซเดียมมอนอ-คลอโรแอซิเทต (Sodium monochloroacetate) ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้เกิดปฏิกิริยา *O*-carboxymethylation และ *N*-carboxymethylation ปฏิกิริยาดังกล่าวทำให้ช่วง pH ของการละลายกว้างขึ้น คือ pH มากกว่า 7 สามารถละลายน้ำได้ แต่การละลายนั้นเป็นแบบแยกวัฏภาค (Phase separation) เนื่องจากสมดุลของประจุบวกและประจุลบในโครงสร้างของอนุพันธ์อยู่ในช่วง pH 2.5 - 6.5

2.2.2 Chitosan 6-*O*-sulfate [8]

อนุพันธ์ชนิดนี้เป็นสารป้องกันการแข็งตัวของเลือด (Anticoagulant) ถูกเตรียมครั้งแรกเป็นอนุพันธ์ *O*-sulfated chitosan และไม่นานมานี้ถูกเตรียมเป็น *N*-sulfated chitosan

2.2.3 *N*-methylene phosphonic chitosans [8]

อนุพันธ์ชนิดนี้เป็นที่น่าสนใจสำหรับสมบัติอนุพันธ์ที่มีประจุลบ (Anionic derivative) เนื่องจากมีความสามารถในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับประจุบวกของโลหะ เช่น Ca^{2+} และธาตุโลหะทรานซิชันได้ดี ซึ่งช่วยป้องกันการกัดกร่อน (Corrosion) บนพื้นผิวของโลหะได้ อนุพันธ์นี้สามารถดัดแปร (Modified) และต่อกิ่ง (Grafted) ด้วยสายโซ่อัลคิล (Alkyl chain) ที่มีสมบัติแอมฟิ-ฟิลิก (Amphiphilic properties) แล้วนำมาใช้กับผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางได้

2.2.4 Trimethylchitosan ammonium [8]

เป็นอนุพันธ์ที่มีประจุบวก (Cationic derivative) เกิดจากปฏิกิริยา Quaternization ของไคโตซานและเมทิลไอโอไดด์ (Methyl iodide) ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ภายใต้สภาวะควบคุม จะได้อนุพันธ์ที่สามารถละลายน้ำได้ในช่วง pH กว้าง อนุพันธ์ชนิดนี้มีสมบัติการตกตะกอน (Flocculating properties) กับดินขาวได้ดีจึงนิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษ ส่วนอนุพันธ์ Quaternization ชนิดอื่น ๆ มีสมบัติป้องกันไฟฟ้าสถิต (Antistatic properties) ที่ดี

2.2.5 Carbohydrate branched chitosans [8]

คาร์โบไฮเดรตสามารถต่อกิ่งบนสายโซ่ไคโตซานได้ที่ตำแหน่ง C-2 ของไคโตซานโดยเกิดปฏิกิริยารีดักทีฟอัลคิลเลชัน (Reductive alkylation) อนุพันธ์ชนิดนี้สามารถละลายน้ำได้ เริ่มต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มีการเตรียมเป็นกาแลกโทไซเลทไคโตซาน (Galactosylated chitosan) โดยคาร์โบไฮเดรตสามารถเกิดปฏิกิริยาได้โดยไม่ต้องมีการเปิดวงของน้ำตาลที่ตำแหน่ง C-6 อนุพันธ์ชนิดนี้มีการใช้เชิงการแพทย์เพื่อการปลดปล่อยยาตามตำแหน่งที่ต้องการ

2.2.6 Chitosan-grafted copolymers [8]

อนุพันธ์ที่สำคัญ คือ Poly(ethylene glycol)-grafted chitosan มีสมบัติในการละลายน้ำแต่ขึ้นกับองศาการต่อกิ่ง (Degree of grafting) โดย Poly(ethylene glycol) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงทำให้ความสามารถในการละลายดีกว่า Poly(ethylene glycol) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ซึ่ง Poly(ethylene glycol) จะเกิดปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชัน (Reductive amination) กับไคโตซานโดยใช้ Poly(ethylene glycol)-aldehyde

อนุพันธ์อีกชนิดที่เป็นที่นิยม คือ Polypeptide-grafted chitosan เกิดจากปฏิกิริยา N-carboxy anhydrides ระหว่างไคโตซานและกรดอะมิโน (Amino acid) สามารถนำไปใช้เป็นวัสดุทางชีวภาพ (Biomaterial) ได้

2.2.7 Alkylated chitosans [8]

เป็นพอลิเมอร์แอมฟิฟิลิก (Amphiphilic polymer) ที่เกิดจากพอลิแซคคาไรด์ (Polysaccharide) อนุพันธ์แรกที่มีการเตรียม คือ C-10-alkyl glycoside branched chitosan มีองศาการแทนที่ (Degree of substitution) เท่ากับ 1.5 อุณหภูมิการเกิดเจล (Gelling temperature) มากกว่า 50 °C

นอกจากนี้ยังมีอนุพันธ์ที่เกิดจากปฏิกิริยา *N*-palmitoylation และ *O*-palmitoylation จะให้อนุพันธ์ที่มีสายโซ่ยาวของแอลคิล (Alkyl) ต่ออยู่ 2 - 3 สายโซ่ต่อหน่วยมอนอเมอร์ (Monomeric unit) โดยปฏิกิริยาดังกล่าวเกิดขึ้นที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 6 ของไคโตซาน

ส่วนอนุพันธ์ที่เกิดจากปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันเป็นหนึ่งในกลุ่มของอนุพันธ์แอมฟิฟิลิก (Amphiphilic derivative) ที่มีการเตรียมหลากหลายความยาวของสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนตั้งแต่ 3 - 14 คาร์บอนต่อหนึ่งสายโซ่และควบคุมองศาการแทนที่ (Degree of substitution) สามารถเกิดเป็น n-lauryl chain ขึ้น

อนุพันธ์ Alkylated chitosans ที่เตรียมขึ้นมาได้สามารถละลายในสภาวะกรด (pH < 6) ได้ดีและมีสมบัติที่น่าสนใจ ได้แก่

1) พฤติกรรมบริเวณพื้นผิว (Surface activities) เมื่อเปรียบเทียบกับสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) พบว่าอนุพันธ์ Alkylated chitosans ที่มีความยาวของสายโซ่เท่ากัน การลดลงของแรงตึงผิว (Surface tension) ยังคงลดลงต่ำกว่าสารลดแรงตึงผิว แต่มีการปรับปรุงเสถียรภาพของอินเตอร์เฟซ (Interface) ได้ดีกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) ความหนืดของสารละลายสูงขึ้นอย่างมาก เนื่องจากสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนมีสมบัติความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic properties) โดยเฉพาะความยาวของสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนตั้งแต่ 12 คาร์บอนขึ้นไปและสามารถเกิดเป็นเจลได้ในลักษณะทางกายภาพ เนื่องจากการผลักกันระหว่างประจุบวกและส่วนที่ไม่มีขั้วของอนุพันธ์ การเกิดเจลจะขึ้นกับค่า pH และความเข้มข้นของเกลือ

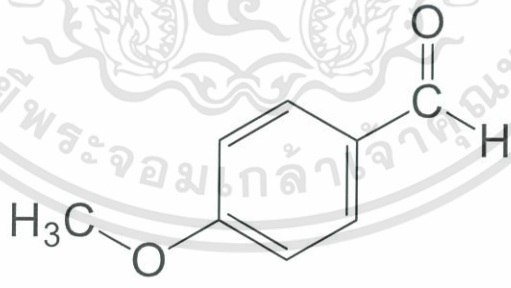
2.2.8 Imine chitosans [10, 21]

Imine chitosans เป็นอนุพันธ์ของไคโตซานที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างไคโตซานสารประกอบแอลดีไฮด์หรือคีโตน ที่ตำแหน่งไนโตรเจนของหมู่อะมิโนในไคโตซานและหมู่คาร์บอนิลในสารประกอบแอลดีไฮด์หรือคีโตน เรียกว่า ปฏิกิริยาชิฟเบส (Schiff-base reaction) หรือปฏิกิริยาการสร้างอิมีน (Imine formation)

อนุพันธ์ชนิดนี้นิยมนำมาใช้งานเกี่ยวกับสมบัติการยับยั้งการเจริญเติบโตและฆ่าจุลินทรีย์ได้หลายชนิด เช่น แบคทีเรียแกรมบวก แกรมลบ เชื้อวัณโรค ไวรัส สปอร์และรา เนื่องจากการเข้าทำปฏิกิริยาของอนุพันธ์ของไคโตซานและโปรตีนในเซลล์จุลินทรีย์ จึงเข้าไปทำลายโปรตีนในเซลล์จุลินทรีย์ส่งผลทำให้ยับยั้งการเจริญเติบโตและฆ่าจุลินทรีย์ได้

อย่างไรก็ตามมีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับอนุพันธ์ชนิดนี้มีอยู่เพียงจำนวนน้อยที่กล่าวถึงผลการเปลี่ยนแปลงขั้วของไคโตซานเพื่อเพิ่มความสามารถของไคโตซานในการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดอื่น ๆ นอกจากกรดอะซิติก ดังนั้นการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมและครัวเรือนจึงยังไม่เป็นที่นิยม

2.3 พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ (*p*-Methoxybenzaldehyde) [11]



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

ชื่อ IUPAC : 4-Methoxybenzaldehyde

ชื่อพ้อง : *p*-Anisaldehyde , *p*-Methoxybenzaldedhyde

สูตรโมเลกุล : $C_8H_8O_2$

น้ำหนักโมเลกุล : 136.16 g/mole

ลักษณะทางกายภาพ : ของเหลวใสไม่มีสี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 สมบัติบางประการของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

สมบัติ	พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์
ความหนาแน่น	1.119 g/ml
จุดหลอมเหลว	-1 °C (30.2 °F)
จุดเดือด	248 °C (478.4 °F)
จุดวาบไฟ	228 °F
ดัชนีหักเห	1.5710 - 1.5740
ความสามารถในการละลายน้ำ	0.5 g/l (25 °C)
เสถียรภาพ	มีเสถียรภาพภายใต้อุณหภูมิและความดันปกติ ระเหยง่ายในไอน้ำ
สภาพการจัดเก็บ	เก็บในที่เย็นและแห้ง
สิ่งที่ต้องหลีกเลี่ยง	วัสดุที่เข้ากันไม่ได้ การสัมผัสกับอากาศ ความร้อนส่วนเกิน
ผลิตภัณฑ์จากการสลายตัวที่เป็นอันตราย	คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2)

2.3.1 การเตรียมพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์สามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของเมทอกซี-โทลูอีน (Methoxytoluene or *p*-Cresyl methyl ether) โดยใช้แมงกานีสไดออกไซด์ นอกจากนี้ยังสามารถผลิตโดยปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Anethole ซึ่งนิยมใช้ทำเป็นสารให้กลิ่นหอมที่พบได้ในเครื่องดื่มแอลกอฮอล์บางชนิด

2.3.2 ความปลอดภัย

อันตรายที่มีผลกระทบต่อสุขภาพที่อาจเกิดขึ้นจากพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ มีดังนี้

ตา : ก่อให้เกิดการระคายเคืองตา

ผิวหนัง : ระคายเคืองต่อผิวหนัง เป็นอันตรายหากดูดซึมผ่านผิวหนัง

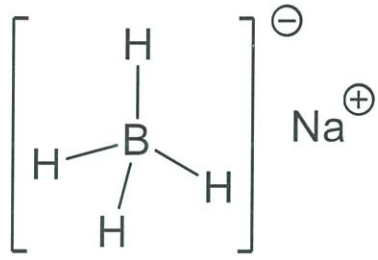
การรับประทาน: เป็นอันตรายหากรับประทาน จะทำให้เกิดการระคายเคืองต่อระบบทางเดินอาหาร

การสูดดม : เป็นอันตรายหากสูดดม จะทำให้เกิดอาการระคายเคืองต่อระบบทางเดินหายใจ

อาการเรื้อรัง : อาจทำให้ตับและไตถูกทำลายได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride) [12]



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของโซเดียมโบโรไฮไดรด์

ชื่อ IUPAC : Sodium tetrahydroborate

สูตรโมเลกุล : $NaBH_4$

น้ำหนักโมเลกุล : 37.83 g/mole

ลักษณะทางกายภาพ : ของแข็งสีขาว

ตารางที่ 2.3 สมบัติบางประการของโซเดียมโบโรไฮไดรด์

สมบัติ	โซเดียมโบโรไฮไดรด์
ความหนาแน่น	1.07 g/ml
จุดหลอมเหลว	> 300 °C
จุดเดือด	500 °C
ดัชนีหักเห	1.5710 - 1.5740
ความสามารถในการละลายน้ำ	500 g/ml (25 °C)
เสถียรภาพ	มีเสถียรภาพภายใต้อุณหภูมิและความดันปกติ ระเหยง่ายในไอน้ำ
สภาพการจัดเก็บ	เก็บในที่เย็นและแห้ง
สิ่งที่ต้องหลีกเลี่ยง	วัสดุที่เข้ากันไม่ได้ การสัมผัสกับน้ำ ความร้อน

2.4.1 การเตรียมโซเดียมโบโรไฮไดรด์

โซเดียมโบโรไฮไดรด์สามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาของโซเดียมไฮไดรด์กับไตรเมทิล-บอเรตที่อุณภูมิ 250-270 °C และโซเดียมโบโรไฮไดรด์ยังสามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยากันระหว่างโซเดียมไฮไดรด์กับผงโบโรซิลิเกต ดังสมการ

$$B(OCH_3)_3 + 4\ NaH \longrightarrow NaBH_4 + 3\ NaOCH_3$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 ความปลอดภัย

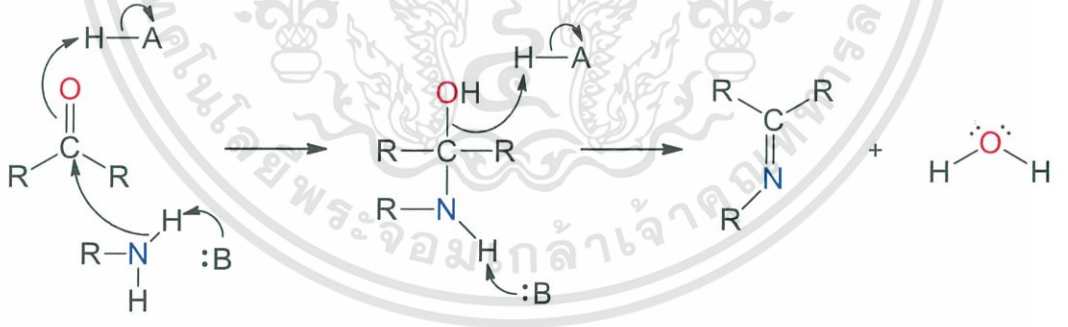
อันตรายที่มีผลกระทบที่อาจเกิดขึ้นได้จากโซเดียมโบโรไฮไดรด์ คือ โซเดียมโบโรไฮไดรด์เมื่อสัมผัสกับน้ำจะปล่อยแก๊สที่ความไวไฟสูง และเป็นพิษเมื่อถูกผิวหนัง หรือกลืนกิน

2.5 ปฏิกิริยาชิฟเบส (Schiff-base) [13 - 14]

ปฏิกิริยาชิฟเบส (Schiff-base) หรือปฏิกิริยาการสร้างอิมีน (Imine formation) เกิดจากคาร์บอนอะตอมที่ตำแหน่งอิเล็กโทรไฟล์ (Electrophilic carbon) ของสารประกอบแอลดีไฮด์ (Aldehyde) หรือสารประกอบคีโตน (Ketone) ถูกกระทำด้วยนิวคลีโอไฟล์ (Nucleophile) ของสารประกอบเอมีน (Amine) เกิดเป็นสารประกอบอิมีน (Imine) ซึ่งมีการขจัดน้ำออก [13] ดังรูปที่ 2.7

รูปที่ 2.7 สมการปฏิกิริยาชิฟเบส [14]

ปฏิกิริยาชิฟเบส (Schiff-base) มีกลไกลการเกิดปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 กลไกปฏิกิริยาชิฟเบส [13]

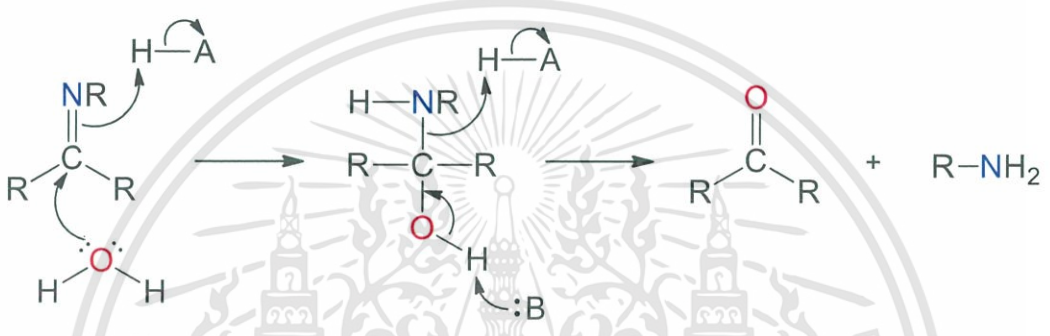
จากรูปที่ 2.8 คาร์บอนอะตอมของหมู่คาร์บอนิล (Carbonyl; C=O) ถูกเข้าทำปฏิกิริยาด้วยไนโตรเจนอะตอมของเอมีน (Amine) ซึ่งทำหน้าที่เป็นนิวคลีโอไฟล์ (Nucleophile) โดยโปรตอนจากกรดเข้ามาทำให้หมู่คาร์บอนิลมีสภาพขาดอิเล็กตอนเพิ่มขึ้น แล้วให้คาร์บินอลเอมีน (Carbinalamine) คือ คาร์บอนอะตอมที่มีหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่เอมีนอยู่ด้วยกัน จากนั้นไนโตรเจนที่อยู่กับหมู่คาร์บอนิลจะผลักให้ออกซิเจนอะตอมหลุดออกและให้อิเล็กตรอนแก่คาร์บอนอะตอมเกิดเป็นพันธะ C=N เรียกว่า อิมีน (Imine)

เอกสารนี้มีลิขสิทธิ์ ห้ามนำไปใช้เพื่อการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ขอสงวนสิทธิ์ในการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ คือ สภาวะกรด เนื่องจากโปรตอนจากกรดทำให้หมู่คาร์บอนิลของสารประกอบแอลดีไฮด์และคีโตนมีสภาพขาดอิเล็กตรอนมากขึ้น (ประจุบวกสูงขึ้น) จึงว่องไวต่อการเข้าทำปฏิกิริยาของนิวคลีโอไฟล์

เสถียรภาพของพันธะอิมีนขึ้นกับชนิดของเอมีน กล่าวคือ แอมโมเนียให้อิมีนที่ไม่เสถียร แอลคิลเอมีนปฐมภูมิให้อิมีนที่ค่อนข้างเสถียรและเอริลเอมีนปฐมภูมิให้อิมีนที่เสถียร

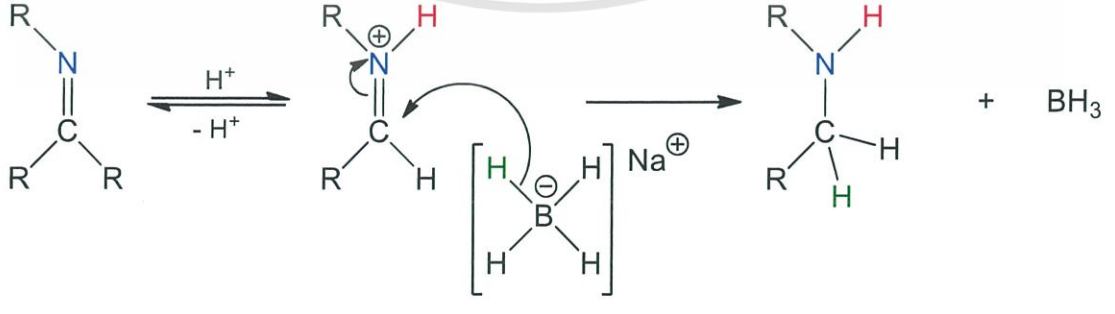
สำหรับปฏิกิริยาย้อนกลับของอิมีน คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis reaction) เป็นปฏิกิริยาที่ทำลายพันธะอิมีนด้วยกรด เกิดเป็นสารประกอบแอลดีไฮด์หรือคีโตน และสารประกอบเอมีน [14] มีกลไกการเกิดปฏิกิริยา ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส [13]

2.6 ปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชัน (Reductive amination reaction) [15 - 16]

ปฏิกิริยารีดักทีฟแอมิเนชัน (Reductive amination reaction) หรือปฏิกิริยารีดักทีฟอัลคิลเรชัน (Reductive alkylation) เป็นการเปลี่ยนพันธะอิมีนที่มีความเสถียรต่ำกลายเป็นพันธะเอมีนที่มีความเสถียรมากขึ้น โดยการทำปฏิกิริยากันระหว่างอิมีนและสารรีดิวซ์ [15] มีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 กลไกปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.10 ในสภาวะกรด อิมีนสามารถถูกโปรโตรเนตแล้วเกิดเป็นกรดคอนจูเกต เรียกว่า อิมิเนียมไอออน (Iminium ion) ซึ่งสามารถถูกรีดิวซ์ด้วยสารรีดิวซ์หรือสารถูกออกซิไดส์ [16] เช่น โซเดียมโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) โซเดียมไซยาโนโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_3CN$) เป็นต้น

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง [17 - 21]

C.K.S. Pillai และคณะ [17] ได้ศึกษาสมบัติการละลายของไคตินและไคโตซานพบว่าไคตินไม่ละลายในสารละลายอินทรีย์ ส่วนไคโตซานสามารถละลายได้ง่ายในสารละลายกรดเจือจางที่ pH ต่ำกว่า 6.0 เนื่องจากไคโตซานเป็นเบสแก่ที่มีหมู่อะมิโนปฐมภูมิ มีค่า pKa เท่ากับ 6.3 จากการที่มีหมู่อะมิโนทำให้ค่า pH เปลี่ยนไปอย่างชัดเจนส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสถานะและสมบัติของไคโตซาน ที่ค่า pH ต่ำ ๆ หมู่เอมีนจะเกิดการโปรโตเนตกลายเป็นประจุบวก ทำให้ไคโตซานเป็นแคตไอออนิก-พอลิอิเล็กโทรไลต์ที่สามารถละลายน้ำได้ ในทางกลับกันเมื่อค่า pH เพิ่มสูงกว่า 6 เอมีนของไคโตซานจะเกิดการดีโปรโตเนตทำให้พอลิเมอร์สูญเสียประจุ ทำให้ไม่สามารถละลายน้ำได้การละลายจะมีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นจากค่า pKa บริเวณช่วง pH ระหว่าง 6 - 6.5 เนื่องจากค่า pKa จะขึ้นอยู่กับระดับของ N-acetylation และความสามารถในการละลายของไคโตซานจะขึ้นอยู่กับองศาการดีอะเซทิเลชันและวิธีการดีอะเซทิเลชัน

Marcin H. Struszczyk [18] ได้ศึกษาสมบัติความหนืดของสารละลายไคโตซาน พบว่าความหนืดของสารละลายไคซานในน้ำ (Semi-dilute chitosan solution) (0.5 หรือ 3% โดยน้ำหนัก) ที่อยู่ในกรดอะซิติกเจือจาง (0.5, 1 หรือ 5%) ขึ้นกับความเข้มข้นของไคโตซานในสารละลาย ค่าองศาการกำจัดหมู่อะเซทิล (%DD) และอัตราแรงเฉือนที่ใช้ ซึ่งสารละลายไคโตซานจะมีค่า pH ที่ต่ำและในช่วงความเข้มข้นส่วนใหญ่สารละลายไคโตซานจะมีพฤติกรรมแบบ Non-Newtonian shear thinning fluids แต่จะมีส่วนน้อยที่มีพฤติกรรมแบบ Newtonian flow เนื่องจากมีค่า %DD สูง และมีความเข้มข้นที่ต่ำ

Mohamed M. El Sadek และคณะ [19] ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซาน โดยผ่านกระบวนการควบแน่น (Condensation) ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานที่ตำแหน่งเอมีนทั้งหมด 5 ชนิด ได้แก่ Chitosan-furan amine, Chitasan-pyrorole amine, Chitasan-triazole, Chitosan-nitrophenyl amine และ Chitosan-bromophenyl amine ด้วยปฏิกิริยาชิฟเบส (Schiff-base) เกิดเป็นพันธะอิมีน (Imine) โดยสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซาน จะใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 70 °C เป็นเวลา 6 - 10 ชั่วโมง และนำอนุพันธ์ที่สังเคราะห์ได้ไปผ่านปฏิกิริยารีดักชันด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) โดยทำการปั่นกวนในอ่างน้ำแข็ง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค FT-IR จะพบการสั่นของพันธะ C=N แบบยืดหด (Stretching) ที่ 1599 - 1642 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคที่สามารถยืนยันการเกิดอนุพันธ์ของไคโตซานด้วยปฏิกิริยาชิฟเบส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Luminita Marin และคณะ [20] ได้เตรียมฟิล์มอนุพันธ์ของไคโตซาน 12 ชนิดโดยใช้ปฏิกิริยาชิฟเบส สภาวะการสังเคราะห์ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ใช้เทคนิค FT-IR ในการพิสูจน์โครงสร้างของอนุพันธ์ที่เตรียมได้พบว่าที่เลขคลื่น (Wave number) 1630 - 1640 cm^{-1} ปรากฏการสั่นของพันธะ C=N แบบยืดหด แสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยาชิฟเบสและการเกิดขึ้นของอนุพันธ์ นอกจากนี้ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray diffraction) พบว่าอนุพันธ์ทั้ง 12 ชนิดมีพีคที่แคบและแหลมอยู่ระหว่าง 4.7 - 8.7 ° นอกจากนี้ยังมีพีคที่มีการกระจายกว้างที่สุดที่ 11 - 15 ° และพีคที่มี intensity สูงสุดที่ 20 ° แสดงว่าอนุพันธ์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นกึ่งผลึก (Semi-crystalline)

Tamer M. Tamera และคณะ [21] ได้สังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานชนิดใหม่ผ่านปฏิกิริยาชิฟเบสโดยใช้ 4-Chloro benzaldehyde และ Benzophenone เพื่อปรับปรุงสมบัติการต้านเชื้อจุลินทรีย์ของไคโตซาน การสังเคราะห์อนุพันธ์ควบคุมที่อุณหภูมิห้อง ใช้เวลา 24 ชั่วโมง โครงสร้างของอนุพันธ์ที่สามารถสังเคราะห์ได้ อธิบายจากผลของเทคนิค FT-IR, Thermogravimetric analysis (TGA) และ Differential scanning calorimetric (DSC) นอกจากนี้ยังใช้เทคนิค Potentiometric titration ในการวิเคราะห์องศาการแทนที่ (Degree of substitution) พบว่ามีค่าประมาณ 7.9% สำหรับ 4-Chloro benzaldehyde และ 4.17% สำหรับ Benzophenone ผลของการต้านเชื้อจุลินทรีย์ของไคโตซาน พบว่าอนุพันธ์ของไคโตซานมีความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อจุลินทรีย์ (Minimum inhibitory concentration; MIC) ที่ 50 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร โดยอนุพันธ์จาก 4-Chloro benzaldehyde สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของ *C. Albicans* ได้ 27.42% และอนุพันธ์จาก Benzophenone สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของ *E. coli*, *Salmonella* sp., *S.aeureus* และ *B. cereus* ได้ดีกว่าไคโตซาน

จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง งานวิจัยนี้จึงมีความสนใจในการพัฒนาสมบัติการละลายของไคโตซาน โดยการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซานจากปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซี-เบนซาลดีไฮด์เกิดเป็นพันธะอิมีน แล้วทำให้พันธะเสถียรโดยการเปลี่ยนพันธะอิมีนให้เป็นพันธะเอมีนด้วยปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันของโซเดียมโบโรไฮไดรด์ จากนั้นนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR เทคนิค ^{1}H-NMR และการวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ (Elemental analysis; EA) และทดสอบสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ การทดสอบสมบัติการละลาย (Solubility) และการทดสอบความสามารถในการเปียกตัว (Wetting ability) ของอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้เพื่อตรวจสอบสมบัติที่เปลี่ยนแปลงไปจากไคโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) บริภัณฑ์เครื่องแก้ว
2) แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
3) เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
4) ช้อนตักสาร
5) ที่คีบ (Forceps)
6) อ่างน้ำ (Water bath)
7) Stand และ Clamp
8) ชุดกรองแบบลดความดัน
9) ยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์ (Universal indicator) จากบริษัท Merck จำกัด
10) กระดาษลิตมัส (Litmas paper) จากบริษัท Precision Laboratories จำกัด
11) Hot plate และ Magnetic stirrer รุ่น MR Hei-Tec (Heidolph)
12) Hot plate และ Magnetic stirrer รุ่น MSH-20D (WiseStir)
13) เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น MS-TS (Metler Toledo)
14) ตู้อบ (Oven) รุ่น UF110 (Memmert)
15) เครื่อง Water bath รุ่น WNB 7-45 (Memmert)
16) เครื่องเขย่า (Shaking) รุ่น SV 14/22 (Memmert)
17) เครื่องอัลตราโซนิเคต (Ultrasonicate) รุ่น Elmasonic S30 (H) (Elma)
18) เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) รุ่น IRTracer-100 (Shimadsu)
19) เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (NMR) รุ่น Advance III HD (Bruker) ความถี่ 500 MHz
20) เครื่อง Elemental analyzer รุ่น FLASH 2000 (FlashSmart)

3.2 สารเคมี

1) ไคโตซาน (Chitosan) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท ELAND CORP จำกัด
2) พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ ($C_8H_8O_2$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Sigma-Aldrich จำกัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) โซเดียมโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals จำกัด
4) กรดอะซิติก (CH_3COOH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท DUKSAN PURE CHEMICAL จำกัด
5) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents S.A.S จำกัด
6) เอทานอล (CH_3CH_2OH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท QREC CHEMICAL จำกัด
7) เมทานอล (CH_3OH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท QREC CHEMICAL จำกัด
8) ไอโซโพรพานอล ($(CH_3)_2CHOH$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท QREC CHEMICAL จำกัด
9) ไดเมทิลซัลฟอกไซด์ ($(CH_3)_2SO$) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents S.A.S จำกัด
10) ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์ ($(CH_3)_2NC(O)H$) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents S.A.S จำกัด
11) แอซิโตไนไตรล์ (CH_3CN) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents S.A.S จำกัด
12) อะซิโตน (CH_3COCH_3) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Thermo Fisher Scientific จำกัด
13) น้ำกลั่น (Distilled water)

3.3 วิธีการดำเนินการทดลอง

งานวิจัยนี้แบ่งเป็นการทดลองเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่

1. การเตรียมสารเคมี
2. การสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานโดยวิธีบอส์ชรีดักชัน (Bosch reduction)
3. การพิสูจน์เอกลักษณ์และการทดสอบสมบัติของไคโตซานและอนุพันธ์

3.3.1 การเตรียมสารเคมี

3.3.1.1 การเตรียม 1% กรดอะซิติกในน้ำ

เติมกรดอะซิติกปริมาตร 1 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 100 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.2 การเตรียม 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 กรัม ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 100 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.3 การเตรียม 60% เอทานอลในน้ำ

เติมเอทานอลปริมาตร 60 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 100 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1.4 การเตรียม 60% เมทานอลในน้ำ

เติมเมทานอลปริมาตร 60 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 100 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.5 การเตรียม 60% ไอโซโพรพานอลในน้ำ

เติมไอโซโพรพานอลปริมาตร 60 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 100 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.6 การเตรียม 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล

เติม 1% กรดอะซิติกในน้ำปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมเอทานอลลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 50 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.7 การเตรียม 0.5% กรดอะซิติกในเมทานอล

เติม 1% กรดอะซิติกในน้ำปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมเมทานอลลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 50 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.8 การเตรียม 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล

เติม 1% กรดอะซิติกในน้ำปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมไอโซโพรพานอลลงไปจนถึงขีดปริมาตรที่ 50 มิลลิลิตร ปิดฝาแล้วเขย่าเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.9 การละลายไคโตซาน

เติมไคโตซาน 1 กรัม ลงในบีกเกอร์ ตามด้วย 1% กรดอะซิติกในน้ำ 100 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นกวนที่ 350 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารละลายไคโตซาน

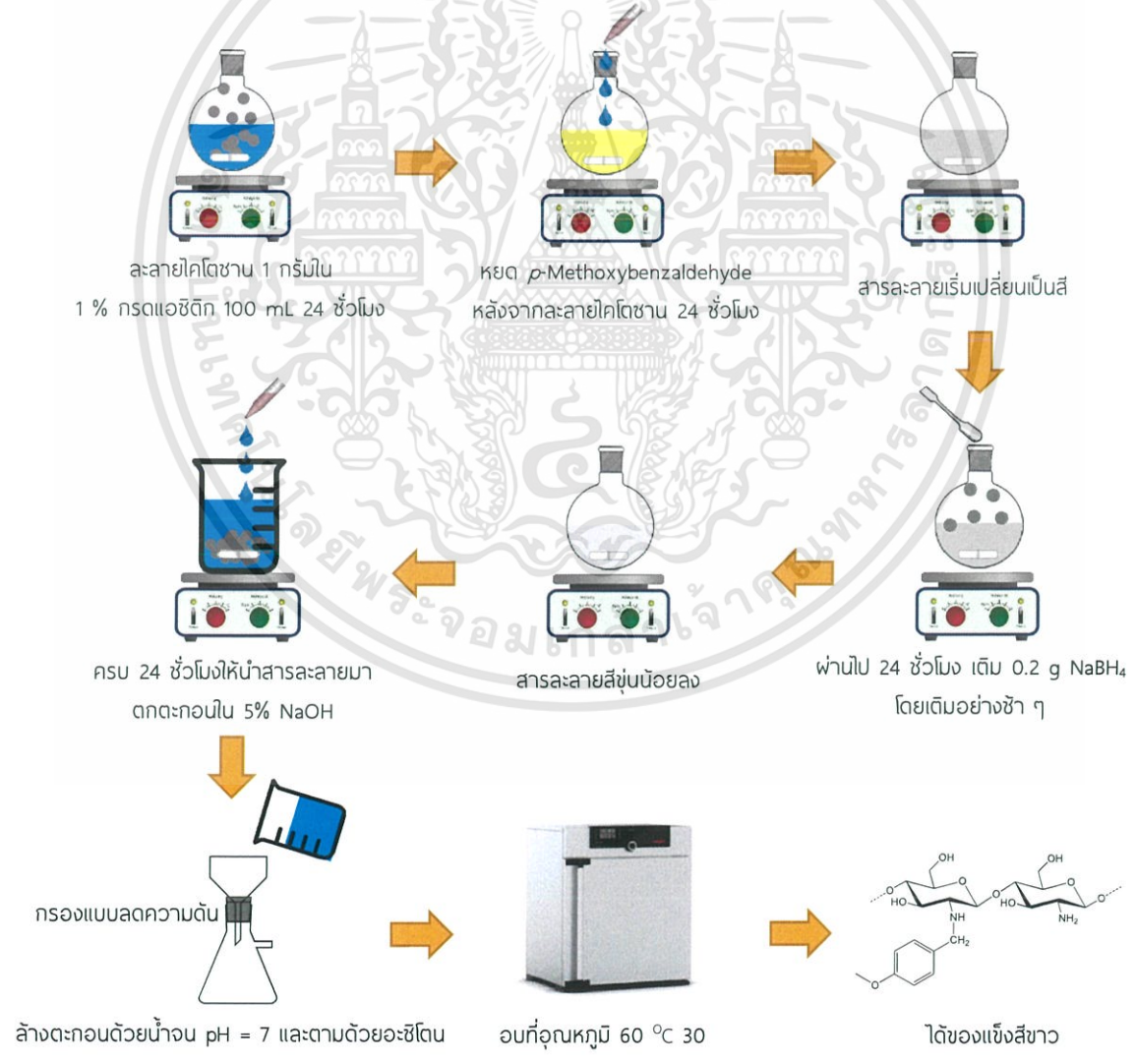
3.3.2 การสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซาน (CPn) โดยวิธีบอส์ชรีดักชัน (Bosch reduction) [19]

นำสารละลายไคโตซาน (CS) ที่เตรียมได้จากขั้นตอนข้างต้น เติมพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ (PM) ปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.1 แล้วปั่นกวนที่ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิห้อง การเปลี่ยนแปลงที่สามารถสังเกตได้ระหว่างการทำปฏิกิริยา คือ สารละลายเปลี่ยนเป็นสีขาวขุ่น แสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและแอลดีไฮด์ เมื่อผ่านไป 24 ชั่วโมงเติมโซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride) 0.2 กรัม โดยเติมอย่างช้า ๆ แล้วปั่นกวนอย่างต่อเนื่องที่ 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อปฏิกิริยาเสร็จสิ้นให้นำสารที่สังเคราะห์มาตกตะกอนใน 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ 350 มิลลิลิตร ปั่นกวน 500 รอบต่อนาที จากนั้นนำตะกอนมากรองแบบลดความดันและล้างตะกอนด้วยน้ำจนตะกอนเป็นกลาง (pH = 7) ตามด้วยอะซิโตนจนกระทั่งตะกอนไม่จับกันเป็นก้อน แล้วนำตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำตะกอนมาชั่งน้ำหนักและคำนวณผลผลิตร้อยละ (% Yield) ดังสมการ

$$\text{ผลผลิตร้อยละ} = \frac{\text{ผลที่ชั่งได้จริง}}{\text{ผลตามทฤษฎี}} \times 100 \qquad (3.1)$$



รูปที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

CPn	อัตราส่วนโมล CS : PM	CS (กรัม)	PM (กรัม)
CP10	1 : 1.0	1	0.8404
CP15	1 : 1.5	1	1.2606
CP20	1 : 2.0	1	1.6808
CP25	1 : 2.5	1	2.1011
CP30	1 : 3.0	1	2.5213

3.3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซาน

3.3.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR

เตรียมตัวอย่างโดยบดสารตัวอย่างให้ละเอียด จากนั้นผสมตัวอย่างกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ลงในโกร่งบดสารแล้วบดสารให้ละเอียดโดยให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นใส่ตัวอย่างที่บดแล้วลงในแม่พิมพ์และนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ทิ้งไว้ 3 นาที ตัวอย่างที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่นกลม ใส จากนั้นนำตัวอย่างมาทดสอบบนเครื่อง FT-IR โหมด Transmission บันทึกผลที่ได้จากการทดสอบในรูป IR Spectra แสดง % การส่องผ่านของแสง (%Transmittance) ในช่วงเลขคลื่น 400 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1}

3.3.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วย ^{1}H-NMR

ชั่งตัวอย่าง 0.01 กรัม ลงในขวดแก้วเล็กจากนั้นหยด 1% ไตรฟลูออโรอะซิติกลงไปประมาณ 0.5 - 0.6 มิลลิลิตร แล้วดูดสารละลายในขวดแก้วเล็กไปใส่ในหลอด NMR ให้สูงประมาณ 3 - 4 เซนติเมตร ปิดด้วยจุกปิดหลอด แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR โหมดโปรตอน (^{1}H-NMR) บันทึกผลที่ได้จากการทดสอบในรูป ^{1}H-NMR Spectra แสดงค่า Chemical shift; δ (ppm) และคำนวณหาเปอร์เซ็นต์องศาการแทนที่ (%DS) และเปอร์เซ็นต์องศาการกำจัดหมู่อะเซทิล (%DD) ได้ดังสมการที่ 3.2 และ 3.5 ตามลำดับ

1) การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์องศาการแทนที่ (%DS)

$$\%DS = \frac{\%DS \text{ in } C_{8,8'} + \%DS \text{ in } C_{9,9'}}{2} \quad (3.2)$$

เมื่อ $$\%DS \text{ in } C_{n,n'} = \frac{1H \text{ of } C_{n,n'}}{\text{Integration of } C_2} \times 100 \quad (3.3)$$

และ $$1H \text{ of } C_{n,n'} = \frac{\text{Integration of } C_{n,n'}}{\text{A number of H in } C_{n,n'}} \quad (3.4)$$

เมื่อ $C_{n,n'}$ คือตำแหน่งของคาร์บอน (ดูรูปที่ 4.3)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์องศาการแทนที่ (%DD)

$$\%DD = 100 - \%Chitin \quad (3.5)$$

เมื่อ $$\%Chitin = \frac{\text{Integration of } C_7 \text{ / A number of H in } C_7}{\text{Integration of } C_2} \times 100 \quad (3.6)$$

3.3.3.3 การวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างในช่วง 5 มิลลิกรัมและห่อด้วยแผ่นดีบุกบาง ๆ เป็นแคปซูล จากนั้นนำไปใส่ในเครื่องสุ่มตัวอย่างอัตโนมัติ (Autosampler) แคปซูลตัวอย่างจะถูกนำไปหย่อนลงในหลอดเผาไหม้ในเครื่อง EA เพื่อทำการเผาไหม้ต่อไป บันทึกผลที่ได้จากการทดสอบเป็น % ธาตุองค์ประกอบและคำนวณหา %DS ได้ดังสมการ

$$\%DS = \frac{\frac{\%C_{CP}}{\%N_{CP}} - \frac{\%C_{CS}}{\%N_{CS}}}{n} \times 1.1667 \times 100 \quad (3.7)$$

เมื่อ $\%C_{CP}$ = % ธาตุคาร์บอนของอนุพันธ์ไคโตซาน $\%C_{CS}$ = % ธาตุคาร์บอนของไคโตซาน

$\%N_{CP}$ = % ธาตุไนโตรเจนของอนุพันธ์ไคโตซาน $\%N_{CS}$ = % ธาตุไนโตรเจนของไคโตซาน

n = จำนวนคาร์บอนที่เพิ่มขึ้นเมื่อเกิดอนุพันธ์

3.3.4 การทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ไคโตซาน

3.3.4.1 การทดสอบการละลาย (Solubility)

การทดสอบการละลายในงานวิจัยนี้มี 2 ขั้นตอน ดังนี้

1) การศึกษาชนิดตัวทำละลายที่เหมาะสม

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างลงในหลอดทดลอง หลอดละ 0.01 กรัม แล้วเติมตัวทำละลาย ได้แก่

(1) น้ำกลั่น

(2) 1% กรดอะซิติกในน้ำ

(3) 60% เอทานอลในน้ำ

(4) 60% เมทานอลในน้ำ

(5) 60% ไอโซโพรพานอลในน้ำ

(6) 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล

(7) 0.5% กรดอะซิติกในเมทานอล

(8) 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล

(9) ไดเมทิลซัลฟอกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(10) ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์

(11) อะซิโตไนไตรล์

โดยใช้ตัวทำละลายชนิดละ 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าที่อุณหภูมิห้อง สังเกตการเปลี่ยนแปลงเมื่อผ่านไป 1 ชั่วโมงและ 24 ชั่วโมง

2) การเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลาย

จากการศึกษาชนิดตัวทำละลายที่เหมาะสม ผู้วิจัยจะเลือกตัวทำละลายที่สามารถละลายตัวอย่างได้ 100% มาศึกษาต่อโดยการทำการละลายตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้

(1) 0.2% สารตัวอย่างในตัวทำละลาย

(2) 0.5% สารตัวอย่างในตัวทำละลาย

(3) 1% สารตัวอย่างในตัวทำละลาย

(4) 2% สารตัวอย่างในตัวทำละลาย

โดยใช้ตัวทำละลายชนิดละ 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปสั่นด้วยคลื่นเสียงโดยใช้เครื่องอัล-ตราโซนิเคต สังเกตการเปลี่ยนแปลงเมื่อผ่านไป 1 ชั่วโมงและ 24 ชั่วโมง หากตัวทำละลายนั้นไม่สามารถละลายอนุพันธ์ได้ทั้งหมดให้นำมากรองและชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำไปหาร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลาย (%Soluble) ดังสมการ

$$\%\text{Soluble} = \frac{(\text{น้ำหนักสารเริ่มต้น} - \text{น้ำหนักสารหลังกรอง})}{\text{น้ำหนักสารเริ่มต้น}} \times 100 \qquad (3.8)$$

3.3.4.2 การทดสอบความสามารถในการเปียกตัว (Wetting ability)

นำสารละลายตัวอย่างพ่นลงบนตัวอย่างทดสอบ 2 ชนิด คือ กระดาษการ์ดโปรและแผ่นพลาสติกใสชนิด PET ฉีดพ่น 5 ครั้ง รอให้แห้งจะเกิดชั้นฟิล์มบางขึ้นบนตัวอย่างทดสอบแล้วหยดน้ำกลั่นลงไป 1 หยดสังเกตการยึดติดของน้ำและการเปียกตัวบนชั้นฟิล์ม

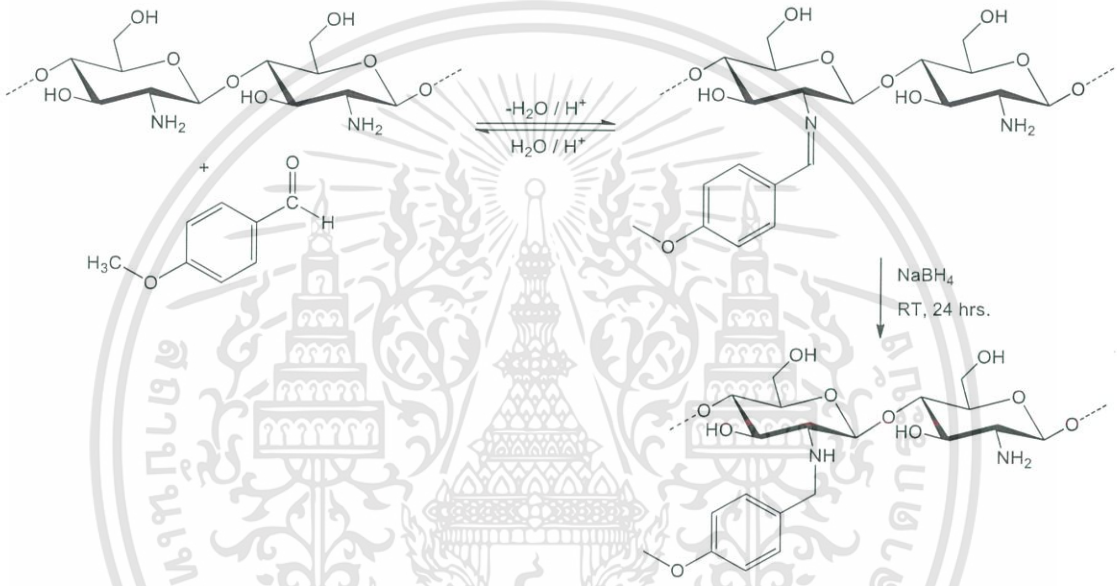
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

4.1 ผลการสังเคราะห์อนุพันธ์ของไคโตซานจากปฏิกิริยาชิฟเบส

การสังเคราะห์อนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan จากปฏิกิริยาชิฟเบส แสดงปฏิกิริยาดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 สมการปฏิกิริยาการสังเคราะห์อนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan

จากการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซานโดยวิธีบอส์ชรีดักชัน (Bosch reduction) พบว่า เมื่อเติมพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ลงไปในสารละลายไคโตซาน สารละลายเกิดการเปลี่ยนแปลงจากไม่มีสีกลายเป็นสารละลายสีขาวขุ่น (Milky solution) และเมื่อเติมโซเดียมโบโรไฮไดรด์สารละลายมีความขุ่นลดลงและเกิดฟองแก๊สบริเวณผิวหน้าของสารละลาย เนื่องจากโซเดียมโบโรไฮไดรด์บางส่วนทำปฏิกิริยากับน้ำและกรดอะซิติกเกิดเป็นแก๊สไฮโดรเจน จากนั้นนำสารละลายไปตกตะกอนใน 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าตะกอนมี pH อยู่ที่ 10 จึงล้างตะกอนด้วยน้ำจน pH เท่ากับ 7 และล้างตะกอนด้วยอะซิโตนเพื่อกำจัดพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออก จะได้ปริมาณสารผลิตภัณฑ์ดังตารางที่ ข-2 และจากสมการที่ 3.1 สามารถคำนวณหาผลผลิตร้อยละของอนุพันธ์ไคโต-ซานที่สังเคราะห์ได้ดังตารางที่ ข-2 และผลผลิตร้อยละโดยเฉลี่ยแสดงดังตารางที่ 4.1 พบว่า เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ส่งผลให้แนวโน้มผลผลิตร้อยละของอนุพันธ์ที่ได้มีค่ามากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำซ้ำ ดัดแปลง เผยแพร่ หรือนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

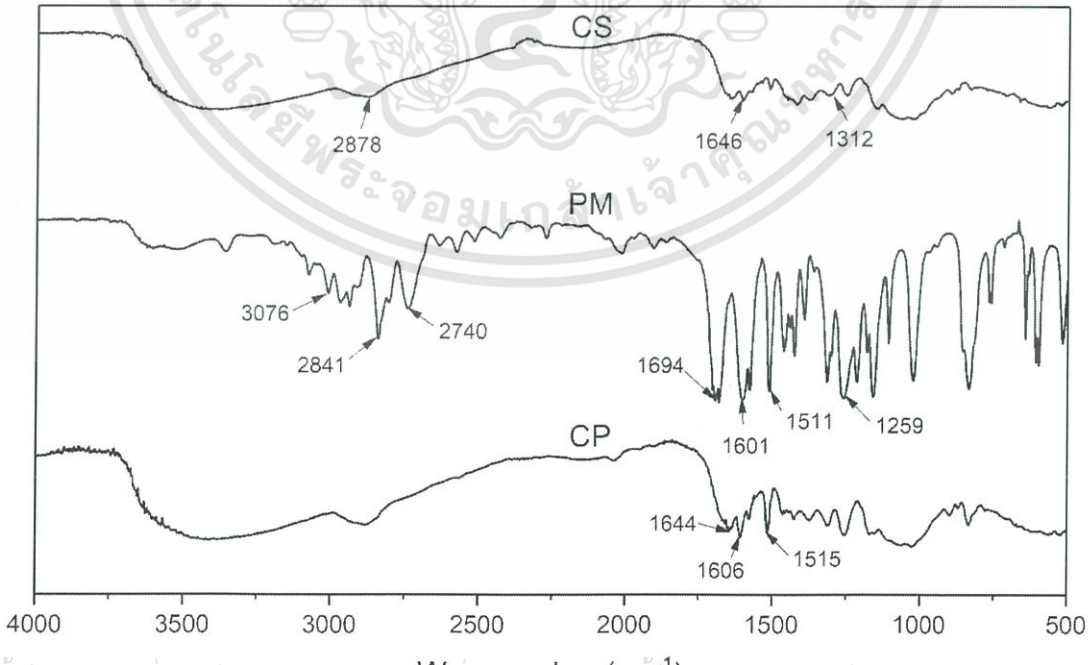
ตารางที่ 4.1 ผลผลิตร้อยละโดยเฉลี่ยของอนุพันธ์ไคโตซาน

อนุพันธ์ของไคโตซาน	ผลผลิตร้อยละ (%)
CP10	50.3
CP15	55.6
CP20	68.2
CP25	68.4
CP30	68.9

แต่อย่างไรก็ตามในขั้นตอนการสังเคราะห์ CP25 และ CP30 เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ความเข้ากันได้ของสารละลายไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ลดลง สารละลายเกิดการแยกชั้นขึ้น เนื่องจากพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์มีขั้วต่ำกว่า 1% อะซิติกในน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายไคโตซานเมื่อปริมาณพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์เพิ่มขึ้นจึงมีความแตกต่างระหว่างขั้วมากขึ้น ส่งผลให้พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ทำปฏิกิริยากับไคโตซานได้ไม่ดี และในส่วนของผลผลิตร้อยละ พบว่า CP25 และ CP30 ไม่แตกต่างจาก CP20 ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือก CP10 และ CP20 ในการพิสูจน์เอกลักษณ์และทำการทดสอบสมบัติต่อไป

4.2 ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซาน

4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR



รูปที่ 4.2 FT-IR spectra ของไคโตซาน พาราเมทอกซีแบนซาลดีไฮด์และอนุพันธ์ไคโตซาน

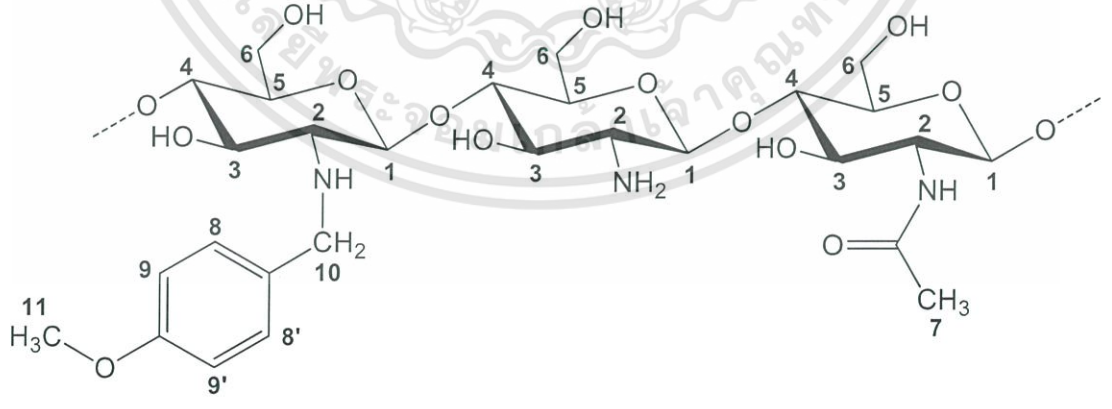
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.2 พบพีคการสั่นที่เป็นสัญญาณของไคโตซาน ได้แก่ O-H stretching ในช่วง 3300-3600 cm^{-1} C-H stretching ที่ 2878 cm^{-1} N-H bending ที่ 1646 cm^{-1} C-H bending 1423 cm^{-1} C-N stretching ที่ 1312 cm^{-1} และ C-O stretching ที่ 1072, 1028 cm^{-1}

พีคการสั่นที่เป็นสัญญาณพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ ได้แก่ aromatic C-H stretching ที่ 3076 cm^{-1} aldehydic C-H stretching ที่ 2841, 2740 cm^{-1} C=O stretching ที่ 1694 cm^{-1} aromatic C=C stretching ที่ 1601, 1511 cm^{-1} C-O stretching of phenolic ที่ 1259 cm^{-1} และ C-O stretching of primary alcohol ที่ 1225 cm^{-1}

อนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้พบพีคการสั่นที่เป็นสัญญาณของไคโตซานและพาราเมทอก-ซีเบนซาลดีไฮด์ ได้แก่ O-H stretching ในช่วง 3300 - 3600 cm^{-1} C-H stretching ที่ 2878 cm^{-1} N-H bending ที่ 1646 cm^{-1} aromatic C=C stretching ที่ 1606, 1515 cm^{-1} C-N stretching ที่ 1312 cm^{-1} C-O stretching of ที่ 1258, 1023 cm^{-1} แสดงให้เห็นว่าไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์สามารถเกิดปฏิกิริยาอิมีนและปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันเป็นพันธะเอมีนได้ อย่างไรก็ตามในกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ (Purification process) อะซิโตนไม่สามารถล้างพาราเมทอกซีเบน-ซาลดีไฮด์ออกได้ทั้งหมด แต่ FT-IR spectra ของอนุพันธ์ไคโตซานไม่พบพีคการสั่นของ aldehydic C-H stretching ที่ 2841, 2740 cm^{-1} และ C=O stretching ในช่วง 1690-1720 cm^{-1} เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยโหมด Transmittance โมเลกุลขนาดเล็ก ได้แก่ พาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์อาจถูกล้อมรอบด้วยโมเลกุลของไคโตซานซึ่งเป็นโมเลกุลขนาดใหญ่ ทำให้ไม่พบสัญญาณการสั่นบริเวณดังกล่าว

4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วย ^{1}H-NMR

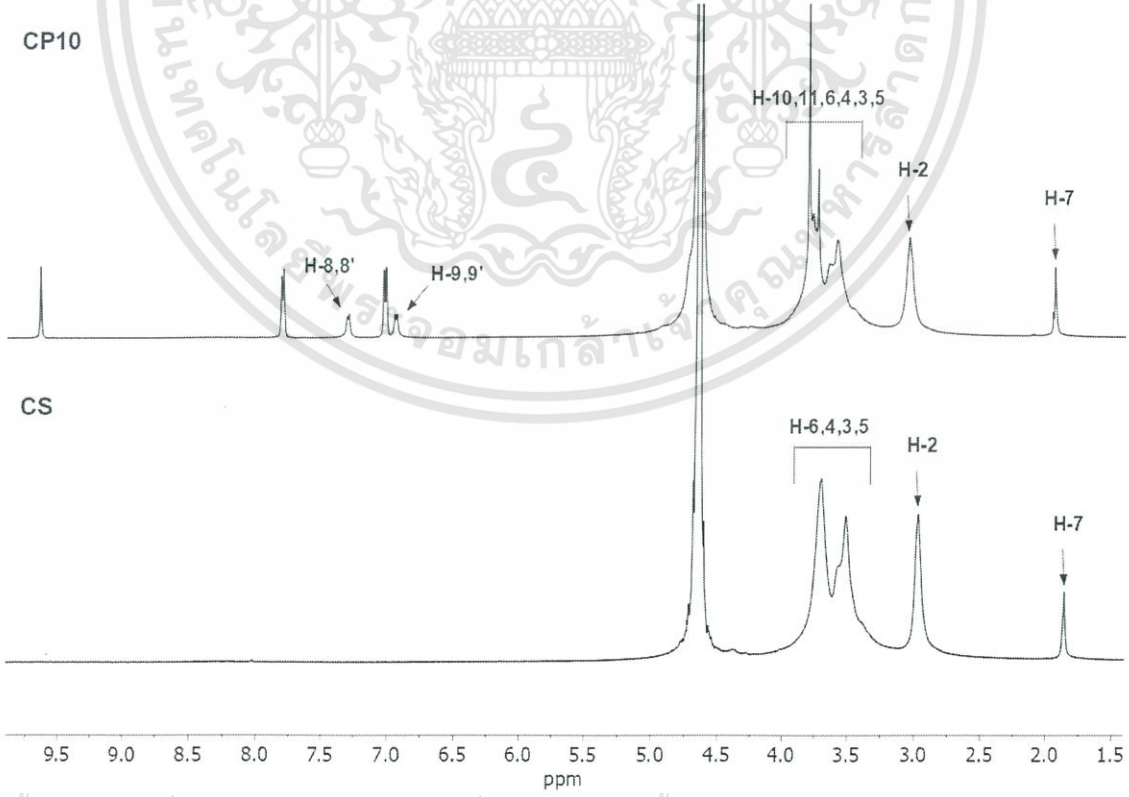


รูปที่ 4.3 ตำแหน่งโปรตอนในโครงสร้างอนุพันธ์ไคโตซาน

จาก ^{1}H-NMR spectra ของ CS พบสัญญาณโปรตอนที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ที่ δ เท่ากับ 3.04 ppm โปรตอนที่ตำแหน่งเมทิลีนและหมู่เมทินิล (H-6,4,3,5) มีค่า δ อยู่ในช่วง 2.97 - 3.70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ppm และสัญญานโปรตอนของหมู่อะเซทิลของไคตินที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 7 ที่ δ เท่ากับ 1.93 ppm [22] แล้วจากการทำปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์จะเกิดการแทนที่ไฮโดรเจนอะตอมของหมู่อะมิโนที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ของไคโตซานด้วยพาราเมทอกซีเบน-ซาลดีไฮด์ โดยใน ^{1}H-NMR ของ CP10 พบสัญญานโปรตอนของอะโรมาติกที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 8,8' ที่ δ เท่ากับ 7.30 ppm ซึ่งจะมีค่า Chemical shift ที่สูงกว่าคาร์บอนตำแหน่งที่ 9,9' ที่มีค่า δ เท่ากับ 6.94 ppm เนื่องจากคาร์บอนตำแหน่งที่ 9,9' อยู่ใกล้หมู่ให้อิเล็กตรอนทำให้โปรตอนมีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนมากขึ้นค่า Chemical shift จึงต่ำกว่าคาร์บอนตำแหน่งที่ 8,8' อย่างไรก็ตาม จาก ^{1}H-NMR ของ CP10 พบค่า Chemical shift ที่ 9.65, 7.80 และ 7.03 เป็นสัญญาณของโปรตอนที่ตำแหน่งคาร์บอนของหมู่คาร์บอกซาลดีไฮด์และตำแหน่งคาร์บอนที่ตำแหน่งอะโรมาติกอีก 2 สัญญาณ แสดงให้เห็นว่ายังคงมีพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ตกค้างอยู่ เนื่องจากในกระบวนการทำให้สารผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ อะซิโตนไม่สามารถละลายพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ออกไปจากสารอนุพันธ์ได้ทั้งหมด นอกจากนี้ยังเห็นได้ว่าค่า Chemical shift ที่คาร์บอนตำแหน่งอะโรมาติกของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์มีค่าสูงกว่าของอนุพันธ์ เนื่องจากโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อเกิดปฏิกิริยา โดยตำแหน่งอะโรมาติกของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์จะต่ออยู่กับหมู่คาร์บอกซาลดี-ไฮด์ (-CHO) เป็นหมู่ดึงอิเล็กตรอนจะเกิดการบดบัง (Shielding) น้อยกว่าตำแหน่งตำแหน่งอะโร-มาติกของอนุพันธ์ซึ่งต่ออยู่กับหมู่อะมิโน ^{1}H-NMR spectra แสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 ^{1}H-NMR spectra ของ CS และ CP10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จาก ^{1}H-NMR spectra ของ CP10 และ CP20 สามารถคำนวณหาร้อยละองศาการแทนที่ (%DS) และร้อยละองศาการกำจัดหมู่อะเซทิล (%DD) ได้ดังนี้

<u>การคำนวณหาร้อยละองศาการแทนที่ (%DS)</u>

1) %DS ของ CP10

จาก (3.2) - (3.4) จะได้ $1H \text{ of } C_{8,8'} = \frac{1.02}{2} = 0.51$

$$\%DS \text{ in } C_{8,8'} = \frac{0.51 \times 100}{8.32} = 6.1\ \%$$

และ $1H \text{ of } C_{9,9'} = \frac{0.96}{2} = 0.48$

$$\%DS \text{ in } C_{9,9'} = \frac{0.48 \times 100}{8.32} = 5.8\ \%$$

ดังนั้น $\%DS_{CP10} = \frac{6.1 + 5.8}{2} = 6.0\ \%$

2) %DS ของ CP20

จาก (3.2) - (3.4) จะได้ $1H \text{ of } C_{8,8'} = \frac{0.52}{2} = 0.26$

$$\%DS \text{ in } C_{8,8'} = \frac{0.26 \times 100}{3.25} = 8.0\ \%$$

และ $1H \text{ of } C_{9,9'} = \frac{0.48}{2} = 0.24$

$$\%DS \text{ in } C_{9,9'} = \frac{0.24 \times 100}{3.25} = 7.5\ \%$$

ดังนั้น $\%DS_{CP20} = \frac{8.0 + 7.5}{2} = 7.8\ \%$

<u>การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์องศาการกำจัดหมู่อะเซทิล (%DD)</u>

1) %DD ของ CS

จาก (3.5) - (3.6) จะได้ $\%Chitin = \frac{0.05 / 3}{0.27} \times 100 = 6.2\ \%$

ดังนั้น $\%DD_{CS} = 100 - 6.2 = 93.8\ \%$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) %DD ของ CP10

จาก (3.5) - (3.6) จะได้ $\%Chitin = \frac{1.78 / 3}{8.32} \times 100 = 7.1\ \%$

ดังนั้น $\%DD_{CP10} = 100 - 7.1 = 92.9\ \%$

3) %DD ของ CP20

จาก (3.5) - (3.6) จะได้ $\%Chitin = \frac{0.62 / 3}{3.26} \times 100 = 6.4\ \%$

ดังนั้น $\%DD_{CP20} = 100 - 6.4 = 93.6\ \%$

ตารางที่ 4.2 ค่าองศาการกำจัดหมู่อะเซทิลและค่าองศาการแทนที่ของไคโตซานและอนุพันธ์

Sample	%DD	%DS
CS	93.8	-
CP10	92.9	6.0
CP20	93.6	7.8

จากตารางที่ 4.2 พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนโมลของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์จะเกิดการแทนที่ไฮโดรเจนอะตอมของหมู่อะมิโนที่คาร์บอนตำแหน่งที่สองของไคโตซานด้วยพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ได้มากขึ้นส่งผลให้องศาการแทนที่เพิ่มขึ้น และจากการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซานด้วยปฏิกิริยาชิฟเบสไม่ส่งผลต่อองศาการกำจัดหมู่อะเซทิล ทราบได้จาก %DD ของ CS ที่ค่าเท่ากับ 93.8 แต่เมื่อเป็นอนุพันธ์ของไคโตซาน %DD มีค่าไม่แตกต่างจาก CS อย่างมีนัยสำคัญ

4.2.3 ผลการวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ

จากการวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบโดยใช้เครื่อง EA สามารถแสดง % ธาตุองค์ประกอบของไคโตซานและอนุพันธ์ของไคโตซานจากปฏิกิริยาชิฟเบส ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 % ธาตุองค์ประกอบของไคโตซานและอนุพันธ์

% Element	CS	CP10	CP20
C	38.94	42.68	48.74
H	6.46	7.07	6.37
N	7.21	6.24	5.43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.3 พบว่า % ธาตุไนโตรเจนมีแนวโน้มลดลงและ % ธาตุคาร์บอนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แสดงว่าเมื่อเพิ่มปริมาณพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ในปฏิกิริยา ไคโตซานและพาราเมทอกซี-เบนซาลดีไฮด์สามารถเข้าทำปฏิกิริยากันได้มากขึ้นและคำนวณหาองศาการแทนที่ (DS) ได้จากสมการที่ 3.2 ดังนี้

1) การคำนวณหา %DS ของ CP10

จาก (3.2) จะได้ $$\%DS = \frac{\frac{42.68}{6.24} - \frac{38.94}{7.21}}{8} \times 1.1667 \times 100 = 21.0\ \%$$

2) การคำนวณหา %DS ของ CP20

จาก (3.2) จะได้ $$\%DS = \frac{\frac{48.74}{5.43} - \frac{38.94}{7.21}}{8} \times 1.1667 \times 100 = 52.1\ \%$$

ดังนั้น %DS ของ CP10 และ CP20 เท่ากับ 21.0 และ 52.1 ตามลำดับ จากการคำนวณ %DS จากเทคนิค ^{1}H-NMR และเทคนิค EA พบว่าอนุพันธ์ไคโตซานมีค่า %DS สูงขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วนของพาราเมทอกซีเบนซาลได้ไฮด์ แต่ %DS จากเทคนิค EA มีค่าสูงกว่า %DS จากเทคนิค ^{1}H-NMR เนื่องจากในกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ไม่สามารถกำจัดพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ที่ตกค้างอยู่ในสารอนุพันธ์ไคโตซานออกได้ทั้งหมด

4.3 ผลการทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ไคโตซาน

4.3.1 ผลการทดสอบการละลาย (Solubility)

จากการทดสอบการละลาย เพื่อหาชนิดตัวทำละลายที่เหมาะสมจากตัวทำละลาย 11 ชนิด ได้แก่ น้ำกลั่น, 1% กรดอะซิติกในน้ำ, 60% เอทานอลในน้ำ, 60% เมทานอลในน้ำ, 60% ไอโซโพร-พานอลในน้ำ, 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล, 0.5% กรดอะซิติกในเมทานอล, 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล, ไดเมทิลซัลฟอกไซด์, ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์และอะซิโตไนไตรล์ พบว่าไคโตซานสามารถละลายได้ดีใน 1% กรดอะซิติกในน้ำ แต่เมื่อเป็นอนุพันธ์ไคโตซานการละลายใน 1% กรดอะซิติกในน้ำนั้นลดลงและไม่สามารถละลายได้ตั้งแต่ CP20 เป็นต้นไป โดยอนุพันธ์ไคโตซานสามารถละลายได้ดีใน 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอลและ 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล เนื่องจากการที่ไคโตซานเกิดปฏิกิริยาชิฟเบสกับพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ ทำให้โครงสร้างของไคโตซานเปลี่ยนแปลงไป คือ ไฮโดรเจนที่หมู่อะมิโนของคาร์บอนตำแหน่งที่ 2 ถูกแทนที่ด้วยหมู่คาร์บอนิลเกิดเป็นพันธะอิมีนและเกิดปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันเป็นพันธะเอมีนทำให้พันธะไฮโดรเจนลดลง นอกจากนี้ยังเป็นผลจากวงเบนซีนในโครงสร้างของอนุพันธ์ของไคโตซานที่ส่งผลให้ความมีขั้วของ

เอกสาร... ไม่ว่า...

อนุพันธ์ไคโตซานนั้นลดต่ำลงและความเกะกะของวงเบนซีนในโครงสร้างที่ผลักให้สายโซ่พอลิเมอร์แยกออกจากกันมากขึ้น ตัวทำละลายจึงสามารถเข้ามาล้อมรอบสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้ละลายได้ แต่อย่างไรก็ตามการละลายยังคงต้องมีส่วนของกรดอินทรีย์อยู่ด้วย เนื่องจากหมู่อะมิโนไม่ได้ถูกแทนที่ด้วยหมู่คาร์บอนิลทุกหน่วยมอนอเมอร์ ดังนั้นยังคงต้องใช้กรดอินทรีย์เพื่อให้หมู่อะมิโนเกิดเป็นไอออนบวกแล้วสร้างพันธะกับไอออนลบในระบบตัวทำละลายเพื่อให้เกิดการละลาย ผลการละลายของไคโตซานและอนุพันธ์แสดงดังตารางที่ 4.4

จากตารางที่ 4.4 พบว่าอนุพันธ์ไคโตซานสามารถละลายได้ใน 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอลและ 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล จึงเลือกนำตัวทำละลาย 2 ชนิดนี้มาทำการละลายอนุพันธ์ไคโตซานที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน ได้แก่ 0.2, 0.5, 1, 2% สารตัวอย่างในตัวทำละลาย ได้ผลการละลายดังตารางที่ 4.5 โดยพบว่าการละลายของอนุพันธ์ไคโตซานในตัวทำละลายทั้งสองชนิดมีความแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย แต่อย่างไรก็ตามสารละลายที่มีปริมาณสารเป็น 1% และ 2% นั้นละลายได้ไม่สมบูรณ์จึงนำมาคำนวณร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลายทั้งสองชนิด แสดงดังตารางที่ 4.6 พบว่าอนุพันธ์ของไคโตซาน CP20 สามารถละลายในตัวทำละลายได้มากกว่า CP10 จึงเลือกนำ 2% CP20 ใน 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอลมาศึกษาความสามารถในการเปียกตัวต่อไป เนื่องจากสามารถละลายได้มากกว่า 90% และเมื่อนำมาพ่นฟิล์มโดยวิธีระเหยตัวทำละลายสามารถเกิดเป็นชั้นฟิล์มอยู่บนพื้นผิวตัวอย่างได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 ผลการละลายของไคโตซานและอนุพันธ์ในตัวทำละลายต่าง ๆ

ตัวทำละลาย	CS		CP10		CP15		CP20		CP25		CP30	
	1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.
น้ำกลั่น	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
1% กรดอะซิติกในน้ำ	+++	+++	0	+++	0	++	-	0	-	0	-	0
60% เอทานอลในน้ำ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60% เมทานอลในน้ำ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
60% ไอโซโพรพานอลในน้ำ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล	-	0	-	+	-	++	0	++	-	+	-	+
0.5% กรดอะซิติกในเมทานอล	-	0	-	+	-	++	-	++	-	+	-	0
0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	-	0	-	+	-	++	0	+++	-	++	-	++
ไดเมทิลซัลฟอกไซด์	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
อะซิโตไนไตรล์	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

หมายเหตุ - คือ ไม่ละลาย, 0 คือ บวมตัว, + คือ ละลายบางส่วน, ++ คือ ละลายส่วนใหญ่, +++ คือ ละลายได้หมด

สถาบันวิทยบริการ พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ตารางที่ 4.5 ผลการละลายของไคโตซานและอนุพันธ์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น (%)	ตัวทำละลาย	CS		CP10		CP20	
		1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.	1 hr.	24 hrs.
2	0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล	-	-	-	+	0	++
	0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	-	-	0	+	0	++
1	0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล	-	-	0	++	0	++
	0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	-	-	0	++	0	+++
0.5	0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล	-	-	0	++	0	++
	0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	-	-	0	++	0	+++
0.2	0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล	-	0	0	++	0	++
	0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	-	0	0	++	0	+++

หมายเหตุ - คือ ไม่ละลาย, 0 คือ บวมตัว, + คือ ละลายบางส่วน, ++ คือ ละลายส่วนใหญ่, +++ คือ ละลายได้หมด

ตารางที่ 4.6 ร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลาย

ความเข้มข้น (%) / ตัวทำละลาย	CP10		CP20	
	1	2	1	2
0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล	79.3 %	45.8 %	80.0 %	90.8 %
0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	64.5 %	48.0 %	98.6 %	95.7 %

4.3.2 ผลการทดสอบความสามารถในการเปียกตัว (Wetting ability)

เมื่อนำสารอนุพันธ์ไคโตซานที่ได้จากการทดสอบการละลายมาทดสอบความสามารถในการเปียกตัวโดยทำการฉีดพ่นลงบนพื้นผิวทดสอบ 2 ชนิด ได้แก่ กระดาษการ์ดโปร และแผ่นพลาสติกใส ชนิด PET หลังจากนั้นหยดน้ำลงบนพื้นผิวทดสอบเพื่อดูความสามารถในการเปียกตัว โดยเปรียบเทียบระหว่างพื้นผิวที่เคลือบด้วยไคโตซาน อนุพันธ์ไคโตซาน และพื้นผิวตัวอย่างทดสอบที่ไม่ได้ทำการเคลือบผิว

4.3.2.1 ความสามารถในการเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปร

ก. ข.

ค.

รูปที่ 4.5 การเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปร
ก. กระดาษการ์ดโปร ข. กระดาษการ์ดโปรที่เคลือบไคโตซาน
ค. กระดาษการ์ดโปรที่เคลือบสาร 2% CP20 ใน 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.5 เมื่อทำการหยดน้ำลงบนกระดาษการ์ดโปรที่เคลือบอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้ (รูปที่ 4.5 ค.) พบว่าน้ำมีความสามารถในการเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปรได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับการเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปรที่ไม่ได้ทำการเคลือบอนุพันธ์ไคโตซาน (รูปที่ 4.5 ก.) และเคลือบด้วยไคโตซาน (รูปที่ 4.5 ข.)

4.3.2.2 ความสามารถในการเปียกตัวบนแผ่นพลาสติกใสชนิด PET

ก. ข.

ค.

รูปที่ 4.6 การเปียกตัวบนแผ่นพลาสติกใส
ก. แผ่นพลาสติกใส ข. แผ่นพลาสติกใสเคลือบไคโตซาน
ค. แผ่นพลาสติกใสเคลือบสาร 2% CP20 ใน 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล

จากรูปที่ 4.6 เมื่อทำการหยดน้ำลงบนแผ่นพลาสติกใสที่เคลือบอนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้ พบว่าน้ำมีความสามารถในการเปียกตัวบนแผ่นพลาสติกใสได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับการเปียกตัวบนแผ่นพลาสติกใสที่ไม่ได้ทำการเคลือบสารผลิตภัณฑ์และเคลือบด้วยไคโตซาน โดยพบว่าแผ่นพลาสติกใสที่ไม่ได้ทำการเคลือบอนุพันธ์ไคโตซาน (รูปที่ 4.6 ก.) และเคลือบด้วยไคโตซาน (รูปที่ 4.6 ข.) หยดน้ำสามารถกลิ้งไปบนแผ่นพลาสติกใสได้คล้ายน้ำกลิ้งบนใบบัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการทดสอบความสามารถในการเปียกตัวบนกระดาษการ์ดโปรและแผ่นพลาสติกใสของอนุพันธ์ไคโตซาน เมื่อนำอนุพันธ์ไคโตซานมาฉีดพ่นขึ้นรูปเป็นฟิล์มเคลือบบนกระดาษการ์ดโปร และแผ่นพลาสติกใส พบว่าเมื่อมีอนุพันธ์ไคโตซานเคลือบบนพื้นผิวตัวอย่างที่ใช้ทดสอบ ทำให้พื้นผิวตัวอย่างทดสอบมีสมบัติในการเปียกตัวด้วยน้ำได้ดีกว่าตัวอย่างทดสอบที่ไม่ได้ทำการเคลือบผิวด้วยอนุพันธ์ไคโตซาน เป็นผลมาจากโครงสร้างอนุพันธ์ไคโตซานนั้นมีขั้วสูงกว่าพื้นผิวตัวอย่างที่ใช้ทดสอบ และเมื่อทำการเปรียบเทียบความสามารถในการเปียกตัวของไคโตซานและอนุพันธ์ไคโตซานพบว่าอนุพันธ์ไคโตซานมีความสามารถในการเปียกตัวดีกว่าไคโตซาน เป็นผลมาจากอนุพันธ์ไคโตซานมีโครงสร้างของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ต่ออยู่ที่ตำแหน่งหมู่อะมิโนของไคโตซานทำให้ระยะห่างระหว่างสายโซ่อนุพันธ์ไคโตซานมากขึ้น พันธะไฮโดรเจนลดลง ทำให้น้ำสามารถแทรกเข้าไปในโครงสร้างได้ดีขึ้น จึงเป็นผลให้อนุพันธ์ไคโตซานมีความสามารถในการเปียกตัวดีกว่าไคโตซาน

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์อนุพันธ์ *N*-Methoxybenzyl chitosan ด้วยปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ โดยพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์จะทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งหมู่อะมิโนของไคโตซานแล้วเกิดเป็นพันธะอิมีน และทำให้เสถียรโดยการทำปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์ เพื่อให้ได้อนุพันธ์ไคโตซานที่มีสมบัติการละลายดีขึ้นในตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำลง แล้วทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซานด้วยเทคนิค FT-IR เพื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน ^{1}H-NMR เพื่อศึกษาโครงสร้าง และการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ

การสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซาน

จากการสังเคราะห์อนุพันธ์ไคโตซานด้วยปฏิกิริยาชิฟเบสระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์เกิดเป็นสารละลายสีขาวขุ่น (Milky solution) แล้วทำปฏิกิริยารีดักทีฟอะมิเนชันด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์เกิดเป็นสารละลายที่มีความขุ่นลดลง นำไปตกตะกอนด้วย 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วทำให้สารบริสุทธิ์โดยการล้างตะกอนด้วยน้ำ เพื่อทำให้ค่าพีเอชเป็นกลาง จากนั้นล้างตะกอนด้วยอะซิโตน เพื่อกำจัดพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ที่ตกค้าง และนำไปอบได้เป็นของแข็งสีขาว เมื่อคำนวณหาผลผลิตร้อยละได้อยู่ในช่วง 50.3 - 68.9%

การพิสูจน์เอกลักษณ์อนุพันธ์ไคโตซาน

การพิสูจน์เอกลักษณ์อนุพันธ์ไคโตซานด้วยเทคนิค FT-IR พบว่าอนุพันธ์ไคโตซานมีพีคการสั่นที่เป็นเอกลักษณ์ของทั้งไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซานดีไฮด์ปรากฏขึ้น ซึ่งแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยากันระหว่างไคโตซานและพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

การพิสูจน์เอกลักษณ์อนุพันธ์ไคโตซานด้วยเทคนิค ^{1}H-NMR เมื่อนำมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์องศาการแทนที่พบว่า CP10 และ CP20 มี %DS เท่ากับ 6.0 และ 7.8 ตามลำดับ สรุปได้ว่าสามารถเกิดเป็นอนุพันธ์ของไคโตซานได้และเมื่อเพิ่มสัดส่วนโมลของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ส่งผลให้องศาการแทนที่มีค่าเพิ่มขึ้น

การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของอนุพันธ์ไคโตซาน พบว่า % ธาตุไนโตรเจนมีแนวโน้มลดลง ส่วน % ธาตุคาร์บอนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มสัดส่วนโมลของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์ แต่ %DS ของอนุพันธ์ไคโตซานที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EA มีค่ามากกว่า %DS ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ^{1}H-NMR

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากมีสารตั้งต้นตกค้างทำให้ค่า %DS จากเทคนิค EA มีค่ามากกว่าความเป็นจริง โดยเมื่อคำนวณหา %DS ของ CP10 และ CP20 มีค่าเท่ากับ 21.0 และ 52.1 ตามลำดับ

การทดสอบสมบัติของอนุพันธ์ไคโตซาน

การทดสอบการละลาย (Solubility)

จากการทดสอบการละลาย โดยปกติไคโตซานจะละลายได้ดีในกรดอะซิติกในน้ำ และไม่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำแต่อนุพันธ์ไคโตซานที่สังเคราะห์ได้ละลายในกรดอะซิติกในน้ำได้ลดลง และละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำลง จากผลการทดสอบการละลายในตัวทำละลายที่ต่างกัน พบว่าอนุพันธ์ไคโตซานสามารถละลายได้ดีใน 0.5% กรดอะซิติกในเอทานอล และ 0.5% กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล และยังสามารถขึ้นรูปเป็นฟิล์มได้ด้วยวิธีการระเหยตัวทำละลาย

การทดสอบความสามารถในการเปียกตัว (Wetting ability)

จากการทดสอบความสามารถในการเปียกตัวของอนุพันธ์ไคโตซานบนพื้นผิวตัวอย่างทั้ง 2 ชนิด คือ กระดาษการ์ดโปรและแผ่นพลาสติกใสชนิด PET พบว่าเมื่อพื้นผิวตัวอย่างมีการเคลือบด้วยอนุพันธ์ไคโตซานทำให้ความสามารถในการเปียกตัวดีขึ้น และอนุพันธ์ไคโตซานมีความสามารถในการเปียกตัวที่ดีกว่าไคโตซาน

5.2 ข้อเสนอแนะ

1) ควรมีการปรับปรุงวิธีการทำให้อนุพันธ์ของไคโตซานบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้น
2) ควรมีการปรับปรุงสภาวะในการสังเคราะห์เพื่อเพิ่มเปอร์เซ็นต์องศาการแทนที่
3) จากสมบัติการเปียกตัวบนพื้นผิว สามารถนำอนุพันธ์ของไคโตซานไปพัฒนาเทคโนโลยีของสี เพื่อเพิ่มสมบัติการยึดติดของสีบนพื้นผิวได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

[1] Wenming, X., Peixin, X. Wei, W. and Qing, L. 2002. "Preparation of Water-Soluble Chitosan Derivatives and Their Antibacterial Activity." *Journal of Applied Polymer science.* 85(7) : 1357-1361.

[2] Javier, M. 1995. " Synthesis and Characterization of Water Soluble Chitosan Derivatives." Ph.D. Thesis of the Louisiana State University and Agricultural and Mechanical College in partial fulfillment of the requirements.

[3] สุพัตรา รักษาพรต. 2547. **การลดความขมในน้ำส้มโดยใช้ไคโตซาน**. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต. สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[4] **ไคติน-ไคโตซาน**. 2556. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : https://guru.sanook.com/2511/

[5] สิริวรรณ กิตติเนาวรัตน์. 2547. **อิทธิพลของสารไคโตซานต่อสมบัติสีย้อมบนผ้าฝ้ายที่ย้อมด้วยสีธรรมชาติที่สกัดจากเปลือกมังคุด.** (รายงานผลการวิจัย). จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[6] ชุดาภัค เกษมโชติช่วง. 2547. **การศึกษาอิทธิพลของปัจจัยสิ่งแวดล้อมและลักษณะเฉพาะของไคโตซานต่อการจับตัวของไคโตซานกับสารแขวนลอยจุลินทรีย์**. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต. สาขาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ.

[7] สิริวรรณ พัฒนาฤดี. 2555. **ผลของสารเชื่อมขวางในสารเคลือบผิวไคโตซานสำหรับกระดาษ**. (รายงานผลการวิจัย). จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

[8] Rinaudo, M. 2006. "Chitin and chitosan: Properties and applications." *Progress in Polymer Science.* 31 : 603-632.

[9] กฤตกานต์ มณีวงศ์วิโรจน์. 2552. **การศึกษาสมบัติของวัสดุที่เตรียมได้จากอนุพันธ์ของยางธรรมชาติและไคโตซาน**. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต. สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร.

[10] Vasak, B.G. 2016. "Synthesis and characterization of new chitosan-based Schiff base compounds." Carbohydrate Polymers. 145 : 37-47.

[11] Science Lab. 2013. **Material Safety Data Sheet *p*-Anisaldehyde MSDS.** [Online]. Available : https://goo.gl/SWGAnj

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[12] Science Lab. 2013. **Material Safety Data Sheet Sodium borohydride MSDS.** [Online]. Available : https://goo.gl/JiZ4AJ

[13] ระวีวรรณ สิทธิโอสถ. 2555. **เคมีอินทรีย์พื้นฐาน Basic Organic Chemistry.** พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง.

[14] Soderberg, T. 2014. **Imine (Schiff base) formation.** [Online]. Available : https://goo.gl/pquzfJ

[15] Soderberg, T. 2017. **Reductive Amination.** [Online]. Available : https://goo.gl/NFvFME

[16] Ashenhurst, J. **Reductive Amination.** [Online]. Available : https://goo.gl/e6FRBL

[17] Pillai, C.K.S. 2009. "Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation." *Progress in Polymer Science.* 34 : 641-678.

[18] Struszczyk, M.H. 2002. "Chitin and Chitosan." *Polimery.* 47 : 316-325.

[19] Sadek, M.M.E. 2015. "Synthesis and Biological Evaluation of New Imine- and Amino-Chitosan Derivatives." *Polymers.* 7 : 2690-2700.

[20] Luminita, M. Daniela, A. Mihai, M. Elena, P. Mariana, C. Valentin, N. and Bogdan, C.S. 2015. "Imino-chitosan biopolymeric films. Obtaining, self-assembling, surface and antimicrobial properties." *Carbohydrate Polymers.* 117 : 762-770.

[21] Tamera, T.M. Hassan, M.A. Omer, A.M. Baset, W.M.A. Hassan, M.E. El-Shafeey, M.E.A.E. and Eldin, M.S.M. 2016. "Synthesis, characterization and antimicrobial evaluation of two aromatic chitosan Schiff base derivatives." *Process Biochemistry.* 51 : 1721-1730.

[22] Xue, Z. Xiaowen, Z. and Lin, Y. 2015. "Synthesis of cationic chitosan hydrogel with long chain alkyl and its controlled glucose-responsive drug delivery behavior." *RSC Advances.* 5 : 230-241.

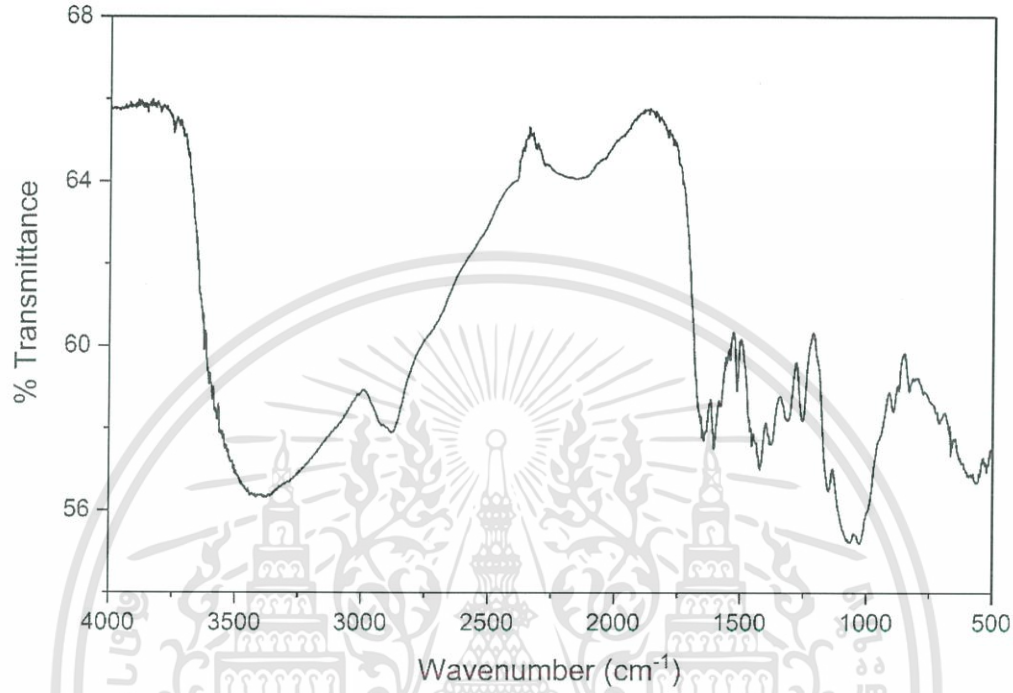
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

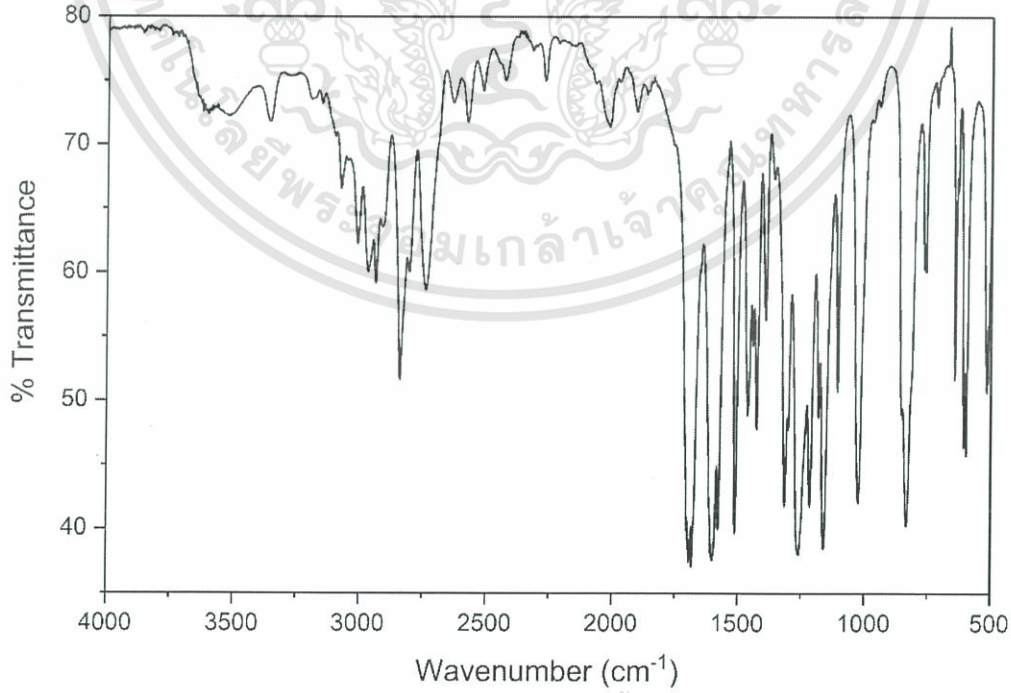
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุพันธ์ไคโตซาน

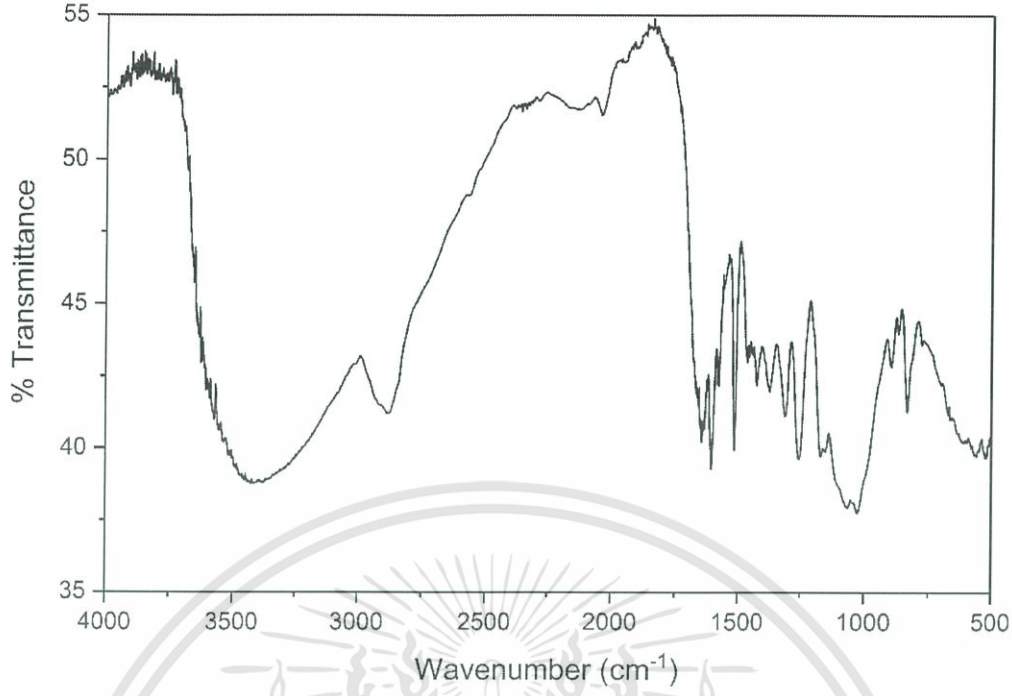


รูปที่ ก-1 FT-IR spectra ของไคโตซาน

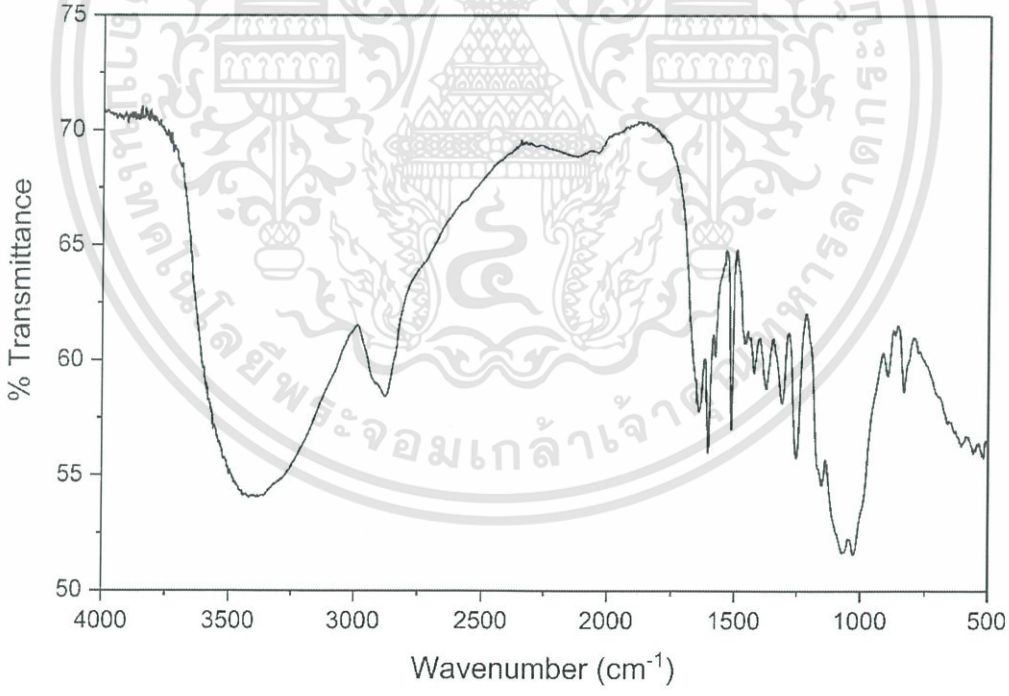


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ ก-2 FT-IR spectra ของพาราเมทอกซีเบนซาลดีไฮด์

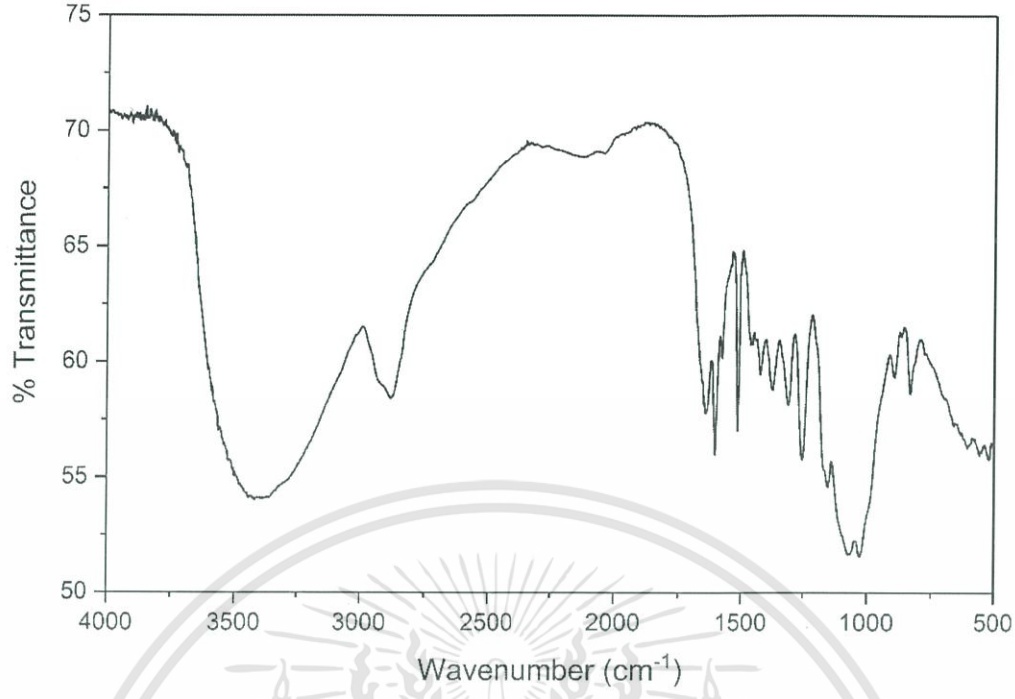


รูปที่ ก-3 FT-IR spectra ของ CP10

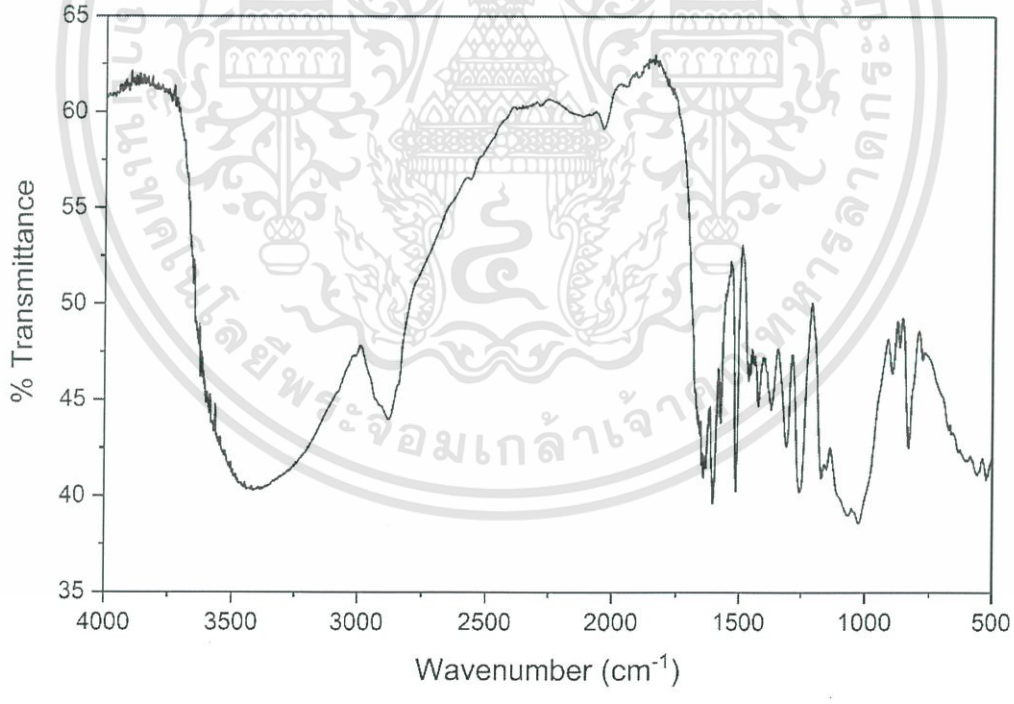


รูปที่ ก-4 FT-IR spectra ของ CP15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

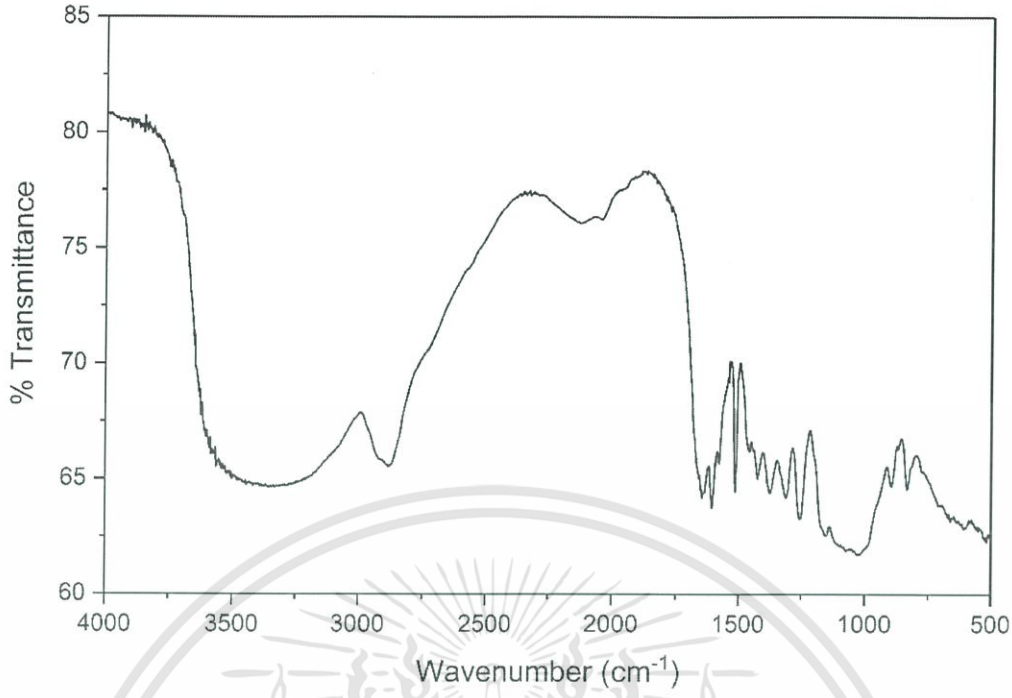


รูปที่ ก-5 FT-IR spectra ของ CP20

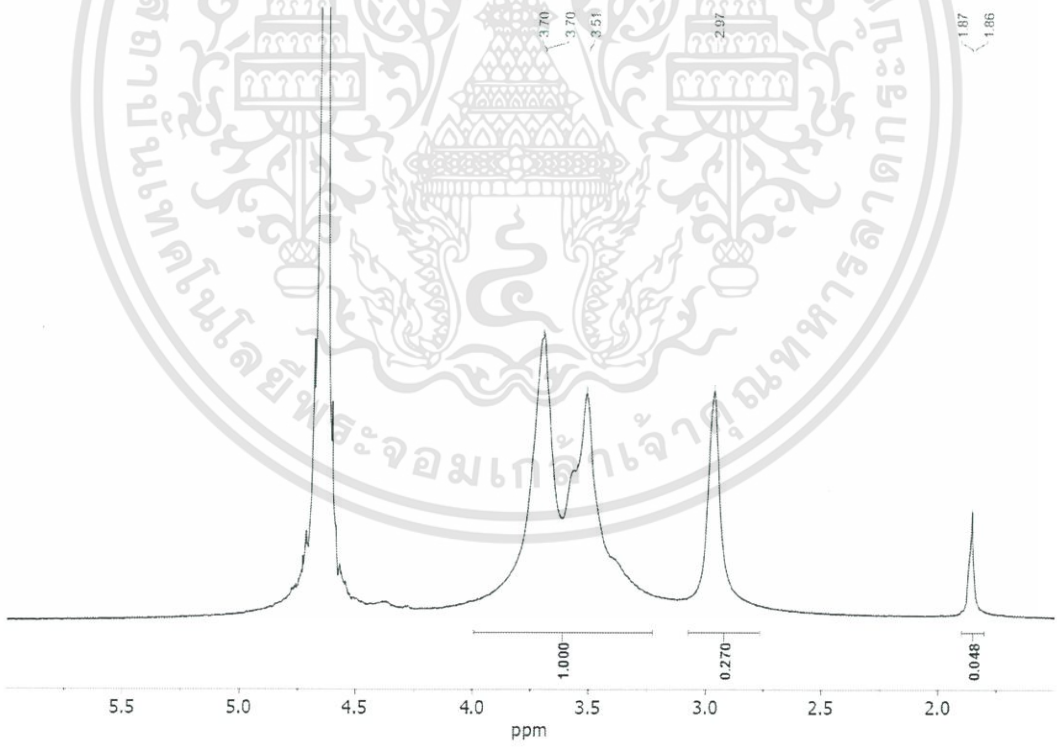


รูปที่ ก-6 FT-IR spectra ของ CP25

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

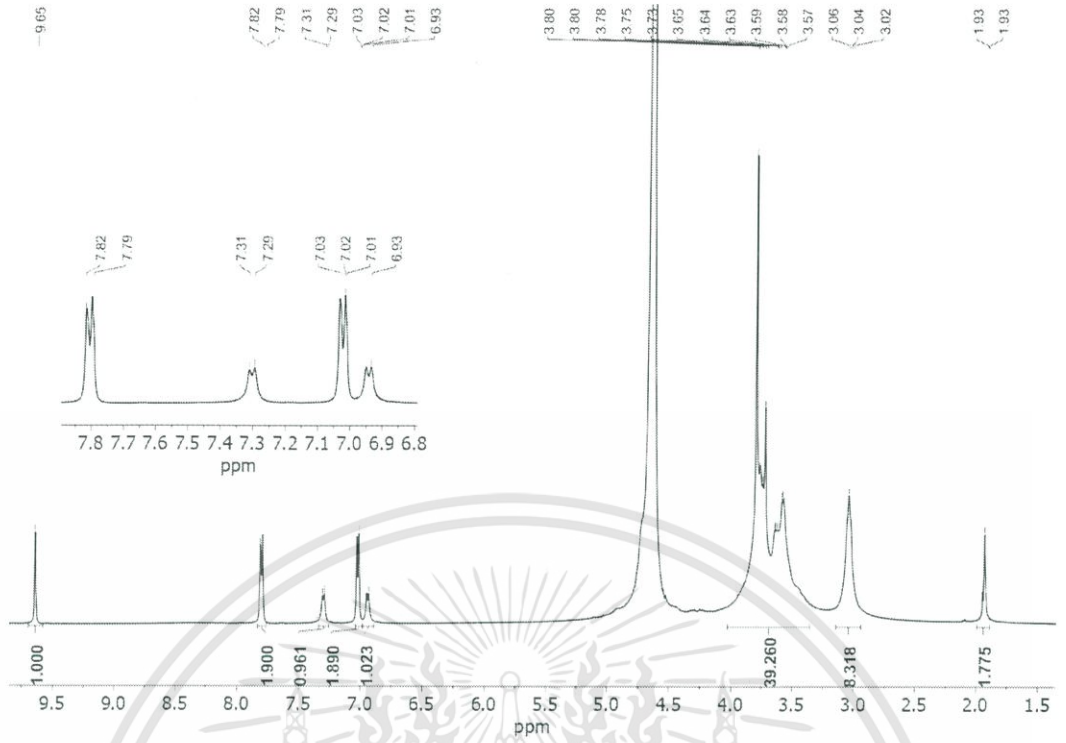


รูปที่ ก-7 FT-IR spectra ของ CP30

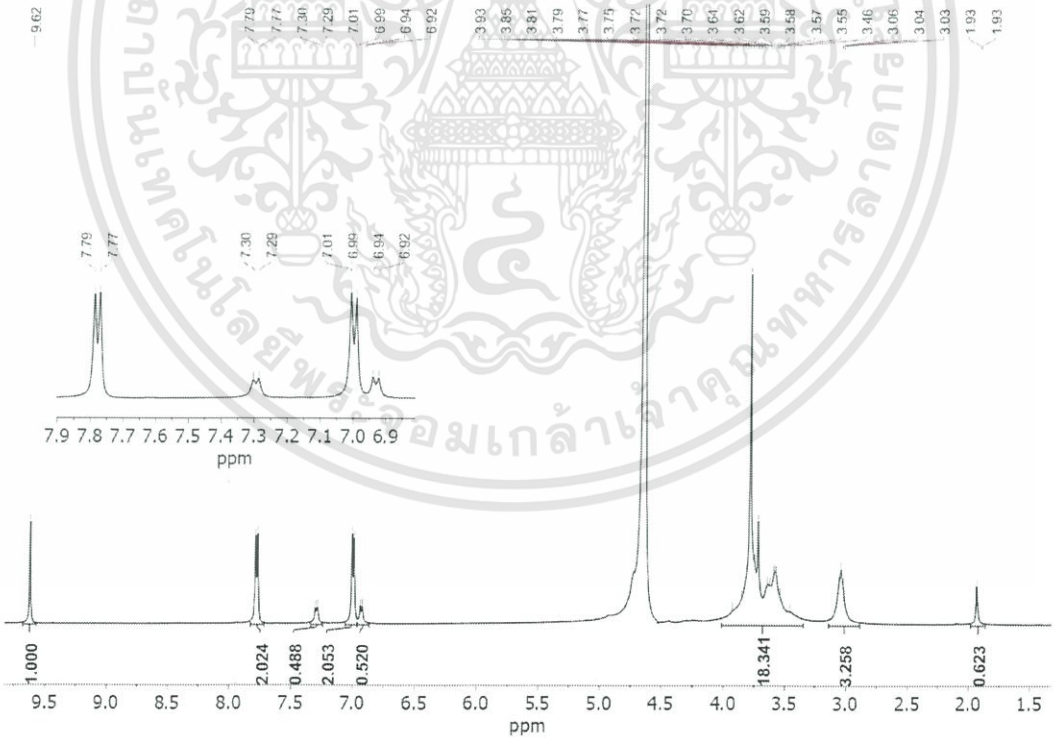


รูปที่ ก-8 ^{1}H-NMR spectra ของไคโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-9 ^{1}H-NMR spectra ของ CP10



รูปที่ ก-10 ^{1}H-NMR spectra ของ CP20

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก-1 % ธาตุองค์ประกอบจากการวิเคราะห์ด้วย EA

ตัวอย่างวิเคราะห์	% Element	% Carbon	% Hydrogen	% Nitrogen
CS	ครั้งที่ 1	38.85	6.42	7.26
	ครั้งที่ 2	39.02	6.49	7.16
	เฉลี่ย	**38.94**	**6.46**	**7.21**
CP10	ครั้งที่ 1	42.70	7.11	6.22
	ครั้งที่ 2	42.72	6.82	6.23
	ครั้งที่ 3	42.61	7.27	6.28
	เฉลี่ย	**42.68**	**7.07**	**6.24**
CP20	ครั้งที่ 1	48.82	6.01	5.38
	ครั้งที่ 2	48.58	6.33	5.43
	ครั้งที่ 3	48.81	6.77	5.47
	เฉลี่ย	**48.74**	**6.37**	**5.43**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

ผลผลิตร้อยละ

ตารางที่ ข-1 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์

อัตราส่วนโมล	ครั้งที่สังเคราะห์	CS (g)	PM (g)	$NaBH_4$ (g)
CP10	ครั้งที่ 1	1.0003	0.8413	0.2008
	ครั้งที่ 2	1.0005	0.8417	0.2012
CP15	ครั้งที่ 1	1.0011	1.2526	0.2002
	ครั้งที่ 2	1.0003	1.2671	0.2014
CP20	ครั้งที่ 1	1.0023	1.6821	0.2011
	ครั้งที่ 2	1.0002	1.6812	0.2017
CP25	ครั้งที่ 1	1.0003	2.1008	0.2017
	ครั้งที่ 2	1.0003	2.1068	0.2006
CP30	ครั้งที่ 1	1.0026	2.5214	0.2018
	ครั้งที่ 2	1.0018	2.5244	0.2009

วิธีการคำนวณ

- การคำนวณหาน้ำหนักตามทฤษฎีของอนุพันธ์ CP10 สังเคราะห์ครั้งที่ 1

เนื่องจาก โมลของ CS = โมลของ CP

จะได้ $\frac{1.0003\ g}{162\ g/mol} = \frac{W_{CP}}{280\ g/mol}$

$$W_{CP} = \frac{1.0003\ g}{162\ g/mol} \times 280\ g/mol$$

ดังนั้น $W_{CP} = 1.7289\ g$

- การคำนวณหาผลผลิตร้อยละของอนุพันธ์ CP10 สังเคราะห์ครั้งที่ 1

จาก (3.1) ผลผลิตร้อยละ $= \frac{\text{ผลที่ชั่งได้จริง}}{\text{ผลตามทฤษฎี}} \times 100$

จะได้ ผลผลิตร้อยละ $= \frac{0.8103\ g}{1.7289\ g} \times 100$

ดังนั้น ผลผลิตร้อยละ = 46.87 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข-2 ปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์

อัตราส่วนโมล	ครั้งที่สังเคราะห์	น้ำหนักตามทฤษฎี (g)	น้ำหนักจริง (g)	ผลผลิตร้อยละ (%)
CP10	ครั้งที่ 1	1.7289	0.8103	46.87
	ครั้งที่ 2	1.7293	0.9302	53.79
	เฉลี่ย			**50.33**
CP15	ครั้งที่ 1	1.7303	0.8002	46.24
	ครั้งที่ 2	1.7289	1.1252	65.08
	เฉลี่ย			**55.66**
CP20	ครั้งที่ 1	1.7324	0.6101	35.21
	ครั้งที่ 2	1.7287	1.7351	100.37
	เฉลี่ย			**67.79**
CP25	ครั้งที่ 1	1.7289	0.6708	38.80
	ครั้งที่ 2	1.7289	1.6950	98.03
	เฉลี่ย			**68.41**
CP30	ครั้งที่ 1	1.7329	1.1352	65.51
	ครั้งที่ 2	1.7315	1.2548	72.47
	เฉลี่ย			**68.99**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

ร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลาย

ตารางที่ ค-1 น้ำหนักสารเริ่มต้นการทดสอบการละลาย

ความเข้มข้น (%) / ตัวทำละลาย	CP10 (กรัม)		CP20 (กรัม)	
	1	2	1	2
0.5 % กรดอะซิติกในเอทานอล	0.1003	0.2010	0.1012	0.2014
0.5 % กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	0.1009	0.2031	0.1002	0.2007

ตารางที่ ค-2 น้ำหนักสารคงเหลือจากการทดสอบการละลาย

ความเข้มข้น (%) / ตัวทำละลาย	CP10 (กรัม)		CP20 (กรัม)	
	1	2	1	2
0.5 % กรดอะซิติกในเอทานอล	0.0208	0.1089	0.0202	0.0184
0.5 % กรดอะซิติกในไอโซโพรพานอล	0.0357	0.1054	0.0013	0.0086

วิธีการคำนวณร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลาย

- การละลายของ 1 % CP10 ใน 0.5 % กรดอะซิติกในเอทานอล

จาก (3.8) $$\% \text{ Soluble} = \frac{(\text{น้ำหนักสารเริ่มต้น} - \text{น้ำหนักสารหลังกรอง})}{\text{น้ำหนักสารเริ่มต้น}} \times 100$$

จะได้ $$\% \text{ Soluble} = \frac{(0.1003 - 0.0208)}{0.1003} \times 100$$

ดังนั้น $$\% \text{ Soluble} = 79.31\ \%$$

ผลการคำนวณร้อยละของอนุพันธ์ไคโตซานที่สามารถละลายในตัวทำละลายแสดงดังตารางที่ 4.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้