

การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ
และเปลือกกล้วย โดยใช้เออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2559

การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้เอร์เบียมไตรฟลูออโรไมเทนซัลโฟเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Carboxylic acid production by hydrothermal reaction of durian peel
pomelo peel and banana peel using
Erbium tri fluoro methane sulfonate catalyst



THE REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS
FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดเทอร์มัลของเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้เออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซิลโฟ-เนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

โดย นางสาวจรีรัตน์ ชุตีรัตน์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์


.....ประธานกรรมการ
(ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์)


.....กรรมการ
(ผศ.ดร.ญาณิพร พ็ชรวรโชติ)


.....กรรมการ
(ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์)

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนเปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้เอร์เบียมไตรฟลูออโรไมเทนซัลโฟเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
โดย	นางสาวจรีรัตน์ ชุติรัตน์
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2559
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์

บทคัดย่อ

ประเทศไทยมีปริมาณของเหลือทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก ด้วยสาเหตุดังกล่าวจึงเป็นที่มาของการศึกษาการผลิตสารเคมีพื้นฐานจากของเหลือทางการเกษตร เพื่อเพิ่มมูลค่าแก่ของเหลือทางการเกษตร โดยเฉพาะอย่างยิ่งการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก เนื่องจากสามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตพลาสติกย่อยสลายได้ ซึ่งสามารถช่วยแก้ปัญหาปริมาณขยะที่เกิดจากการใช้พลาสติกได้ งานวิจัยนี้ศึกษาการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรคือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเอร์เบียมไตรฟลูออโรไมเทนซัลโฟเนต จากการศึกษาปริมาณองค์ประกอบในเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน พบว่าในเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วยมีปริมาณเซลลูโลส ร้อยละ 35.5 22.9 และ 18.4 ตามลำดับ มีปริมาณเฮมิเซลลูโลสร้อยละ 18.6 19.2 และ 13.6 ตามลำดับ มีปริมาณเคลซอนลิกนิน ร้อยละ 16.6 22.7 และ 27.3 ตามลำดับ และมีปริมาณเถ้าร้อยละ 3.7 3.4 และ 9.4 ตามลำดับ งานวิจัยนี้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยา คือ อุณหภูมิช่วง 150 ถึง 230 องศาเซลเซียส เวลาการทำปฏิกิริยา 0 ถึง 120 นาที ชนิดแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน คือ แก๊สไนโตรเจน หรือ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อของเหลือทางการเกษตร คือ 0.25:1 ถึง 1:1 โดยวิเคราะห์ปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง จากผลการทดลองพบว่าภาวะที่ดีที่สุด คือ การทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ใช้แก๊สไนโตรเจนในการอัดความดัน 5 บาร์ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อของเหลือทางการเกษตรคือ 1:1 และใช้น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร โดยเมื่อใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น พบว่ากรดคาร์บอกซิลิกที่สามารถผลิตได้ คือ กรดแลคติก ร้อยละ 61.97 กรดอะซิติก ร้อยละ 29.45 และพบกรดฟอร์มิก กรดซิตริก กรดซัคซินิก และ 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอรัล ในปริมาณเล็กน้อย โดยปริมาณผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ จะสูงที่สุดเมื่อใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากเปลือกทุเรียนมีปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสสูงที่สุดซึ่งเป็นองค์ประกอบที่สามารถทำปฏิกิริยากลายเป็นกรดคาร์บอกซิลิกได้ ลำดับถัดมาคือเปลือกกล้วย และได้ปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกน้อยที่สุดเมื่อใช้เปลือกส้มโอเป็นสารตั้งต้น

Report	Carboxylic acid production by hydrothermal reaction of durian peel pomelo peel and banana peel using Erbium tri fluoro methane sulfonate catalyst
By	Ms.Jareerat Chutirat
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2016
Advisor	Asst.Prof.Dr. Tanawan Pinnarat

Abstract

Thailand has a lot of agricultural waste. This is a motivation for the study of the production of basic chemicals from agricultural waste. It adds value to agricultural waste. In particular, the production of carboxylic acid because it can be used as a monomer for the production of biodegradable polymers and biodegradable plastic. It can solve the problems caused by using traditional plastic. This research work studied the hydrothermal reaction of agricultural wastes including durian peel, pomelo peel and banana peel to produce carboxylic acids by using an erbium tri fluoro methane sulfonate ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) acid catalysts. From the study of the composition of durian peel, pomelo peel and banana peel, there are three main components including cellulose, hemicellulose and lignin. The amount of cellulose in durian peel, pomelo peel and banana peel were 35.5 %, 22.9 % and 18.4 % respectively. The amount of hemicellulose were 18.6 %, 19.2 % and 13.6 % respectively. The amount of klason lignin were 16.6 %, 22.7 % and 27.3 % respectively, and the amount of ash were 3.7 3.4 and 9.4 respectively. This research work studied variables, which affect to the hydrothermal reaction, temperature of 150 to 230 ° C, reaction time of 0 to 120 minutes, pressure compress to 5 bar using N_2 or CO_2 and mass ratio of catalyst to agricultural waste of 0.25:1 to 1:1. The carboxylic acid product were analyzed using high performance liquid chromatography (HPLC). The optimum condition is the reaction at 190°C, catalyst to durian peel mass ratio of 1, and reaction time of 30 minutes with 5 bar under N_2 . The highest lactic acid and acetic acid yield of 61.97 % and 29.45 %, was obtained respectively when using durian peel as the raw material. Other products in a small amount are formic acid, citric acid, succinic acid and 5-hydroxymethylfurfural. The highest yield of carboxylic acid was obtained when using durian peel as the raw material, because the durian peel contains the highest cellulose and hemicellulose, that can be produced carboxylic acid. The second yield in carboxylic acid production is the banana peel and the lowest yield of carboxylic acid was obtained when using pomelo peel as the raw material.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จไปด้วยดีด้วยความช่วยเหลือจาก ผศ.ดร.ชนวรรณ พิณรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์ ซึ่งท่านได้ให้คำปรึกษา คำแนะนำ คำสอน และให้ข้อคิดเห็นอันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำปริญญาานิพนธ์ อีกทั้งท่านยังมีส่วนช่วยในการแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงาน

ขอขอบคุณคณะกรรมการตรวจปริญญาานิพนธ์ ผศ.ดร.ญาณิพร พัชรวรโชติ และดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์ ที่ได้ให้ความคิดเห็นอันเป็นประโยชน์

ขอขอบคุณ อาจารย์ ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้ให้คำแนะนำ เกี่ยวกับขั้นตอนการทดลอง ให้ความสนับสนุนเรื่องอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ตลอดจนให้ข้อคิดเห็นในการทำปริญญาานิพนธ์ในส่วนของการวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบสารตั้งต้น

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ธงชัย พุ่มทองศิริ รองคณบดี คณะอุตสาหกรรมเกษตร สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง รวมทั้งภาควิชาวิศวกรรมอาหาร ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่อง Autoclave และให้สารเคมีมาตรฐาน สำหรับใช้วิเคราะห์ห้วงค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร

ขอขอบคุณ คุณพิมพ์ใจ ภูชนะกิจ เจ้าหน้าที่บริหารงานทั่วไปของภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือในการทำเอกสารเพื่อยืมใช้อุปกรณ์ในการดำเนินการทำปริญญาานิพนธ์ และคุณพิสันต์ ผลโพธิ์ เจ้าหน้าที่วิจัยของภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่กรุณาให้ความสะดวก และช่วยแก้ไขปัญหาในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมเคมี

ขอขอบคุณ นางสาวชฎาพร ขาวล้ำเลิศ นายณัฐจักร วงศ์คำ และนายธาดา ทรัพย์พิพัฒนา นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ได้ให้คำแนะนำ รวมถึงสอนการใช้อุปกรณ์ และเครื่องมือต่าง ๆ ที่เอื้อต่อการทำปริญญาานิพนธ์ในครั้งนี้

ขอขอบคุณ นายจักรณริน แซ่ก้วย และนางสาวสุกัญญา ลี้มชัยเจริญ เพื่อนร่วมอาจารย์ที่ปรึกษา และขอขอบคุณเพื่อนร่วมภาควิชาวิศวกรรมเคมีทุกท่านที่ได้ให้การช่วยเหลือ และให้กำลังใจเสมอมา

ขอขอบคุณการสนับสนุนทางการเงินจากทุนวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา ประจำปี 2559 และภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ในการทำวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ผู้จัดทำขอขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวที่สนับสนุนทางการศึกษา มาโดยตลอด คอยอยู่เคียงข้างเป็นกำลังใจที่สำคัญที่ทำให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

จรีรัตน์ ชูติรัตน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอญญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูปภาพ	VIII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์	1
1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์	2
1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์	2
บทที่ 2 ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 ลิกลินเซลลูโลส	3
2.1.1 เซลลูโลส	4
2.1.2 เฮมิเซลลูโลส	4
2.1.3 ลิกลิน	4
2.2 การผลิตสารเคมีพื้นฐานจากของเหลือทางการเกษตร	5
2.2.1 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรโดยใช้ตัวเร่ง ปฏิกริยาเอกพันธ์	5
2.2.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรโดยใช้ตัวเร่ง ปฏิกริยาวิวิธพันธ์	7
2.3 การประยุกต์ใช้เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย	11
บทที่ 3 การดำเนินงาน	13
3.1 การเตรียมของเหลือทางการเกษตรก่อนนำไปใช้ในการทดลอง	13
3.1.1 การลดขนาด และการคัดขนาด	14
3.1.2 การสกัดด้วยน้ำร้อน	14
3.1.3 การสกัดด้วยอะซิโตน	14
3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร	14
3.2.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยวิธีเคลซอนลิกลิน	15
3.2.2 การวิเคราะห์เถ้า	16
3.3 การทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น	17
3.4 การวิเคราะห์ปริมาณสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์	18

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล	21
4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร	21
4.2 ปฏิบัติการไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน	22
4.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิ	22
4.2.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิบัติการ	23
4.2.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน	24
4.2.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิบัติการต่อสารตั้งต้น	24
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ	27
5.1 สรุปผลการดำเนินงาน	27
5.2 ข้อเสนอแนะ	27
เอกสารอ้างอิง	28
ภาคผนวก	31
ภาคผนวก ก. การคำนวณสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์	32
ภาคผนวก ข. ข้อมูลการทดลอง	41
ภาคผนวก ค. การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทอนความดันและอุณหภูมิสูง	45
ภาคผนวก ง. การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	48
ภาคผนวก จ. มาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร	58

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตรชนิดต่าง ๆ	3
ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยมีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลักด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ	10
ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยมีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลักด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ	11
ตารางที่ 2.4 องค์ประกอบในเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอและเปลือกกล้วย	12
ตารางที่ 3.1 ภาวะของตัวแปรที่ทำการศึกษาก่อนปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตร	18
ตารางที่ 3.2 ชนิดของคอลัมน์และภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงที่ใช้เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล	20
ตารางที่ 4.1 ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน แต่ไม่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตน	21
ตารางที่ 4.2 ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน และอะซิโตน	21
ตารางที่ 4.3 ปริมาณผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณสารตั้งต้น 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	25
ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดอะซิติก เมื่อคำนวณเทียบกับปริมาณกลูโคส และไซโลสที่มีอยู่ในสารตั้งต้น ของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณสารตั้งต้น 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	26
ตารางที่ 5.1 ตัวแปรที่ศึกษา ขอบเขตและภาวะที่เหมาะสม	27
ตารางที่ ก.1 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง (น้ำหนักสารตั้งต้นคงที่ 0.5 กรัม)	32
ตารางที่ ก.2 จำนวนร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสในสารตั้งต้น	35
ตารางที่ ก.3 จำนวนร้อยละโดยมวลของลิกนินในสารตั้งต้น	36
ตารางที่ ก.4 จำนวนร้อยละโดยมวลของเถ้าในสารตั้งต้น	37
ตารางที่ ข.1.1 ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดที่จะใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ไม่ได้ผ่านการสกัดน้ำร้อน และอะซิโตน	41

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ ข.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	41
ตารางที่ ข.2.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	42
ตารางที่ ข.2.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดันในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	42
ตารางที่ ข.2.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปริมาณเปลือกทุเรียน ที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณสารตั้งต้น 0.5 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	42
ตารางที่ ข.2.5 ความดัน และอุณหภูมิของระบบที่เวลาต่าง ๆ ของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ที่ต้องการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ ในช่วงเพิ่ม และลดอุณหภูมิของระบบ ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	44

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของเซลล์โอส เส้นประแสดงพันธะไฮโดรเจนภายใน และระหว่างสายโซ่	4
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเอมิเซลล์โอส	4
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของลิกนิน	5
รูปที่ 2.4 ปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โอสด้วยตัวเร่งปฏิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดลิวอิส	6
รูปที่ 2.5 ปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โอสด้วยตัวเร่งปฏิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสเตรต	6
รูปที่ 2.7 กลไกการเกิดปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โอสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส	8
รูปที่ 4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิริยาต่อเซลล์โอส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	22
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรด คาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	23
รูปที่ 4.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดันในการทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	24
รูปที่ 4.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิริยาต่อปริมาณเปลือกทุเรียนที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิริยา 30 นาที ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที	25
รูปที่ ก.1 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสโดยเครื่อง HPLC	33
รูปที่ ก.2 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไซโลสโดยเครื่อง HPLC	33
รูปที่ ก.3 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกโดยเครื่อง HPLC	38
รูปที่ ก.4 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแอซิดิกโดยเครื่อง HPLC	38

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ก.5 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดฟอร์มิกโดยเครื่อง HPLC	39
รูปที่ ก.6 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดซิตริกโดยเครื่อง HPLC	39
รูปที่ ก.7 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดซัคซินิกโดยเครื่อง HPLC	40
รูปที่ ก.8 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ HMF โดยเครื่อง HPLC	40
รูปที่ ค.1 แผงควบคุมของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ	47
รูปที่ ค.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบกะ	47
รูปที่ ง.1 สวิตช์ในการเปิด-ปิด Pump Spectra system P 200 และ DEGASYS	49
รูปที่ ง.2 สวิตช์ในการเปิด-ปิด UV Detector	49
รูปที่ ง.3 สวิตช์ในการเปิด-ปิด RI Detector	49
รูปที่ ง.4 การเปิดโปรแกรม CSW32	50
รูปที่ ง.5 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)	50
รูปที่ ง.6 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)	51
รูปที่ ง.7 การตั้งค่าบน UV Detector	51
รูปที่ ง.8 ขวดสำหรับใส่วัฏภาคเคลื่อนที่	52
รูปที่ ง.9 การเตรียมระบบของวัฏภาคเคลื่อนที่	52
รูปที่ ง.10 การตั้งค่าอุณหภูมิของ Column	53
รูปที่ ง.11 การตั้งค่าให้วัฏภาคเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์	53
รูปที่ ง.12 การตั้งค่าให้วัฏภาคเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)	54
รูปที่ ง.13 การตั้งค่าให้วัฏภาคเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)	55
รูปที่ ง.14 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ	55
รูปที่ ง.15 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง	55
รูปที่ ง.16 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)	56

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์

ประเทศไทยมีพื้นที่ประมาณ 320.7 ล้านไร่ จากข้อมูลสถิติการเกษตรของประเทศไทย ปี พ.ศ. 2558 พบว่าพื้นที่เกษตรกรรมมี 149.23 ล้านไร่ คิดเป็นร้อยละ 46.53 ของพื้นที่ประเทศ [1] ส่งผลให้ภาคเกษตรกรรม มีบทบาทสำคัญต่อระบบเศรษฐกิจของประเทศ ผลที่ตามมาหลังการทำเกษตรกรรม และการเก็บเกี่ยว คือ ของเหลือทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก เช่น ฟางข้าว ชังข้าวโพด ชานอ้อย และเปลือกผลไม้ เป็นต้น ซึ่งในปัจจุบันมีวิธีการกำจัดของเหลือทางการเกษตรเหล่านี้ด้วยการฝังกลบ โดยของเหลือทางการเกษตรที่ถูกฝังกลบจะย่อยสลายตัวเองตามธรรมชาติ แต่ด้วยภาวะเร่งรัดทำให้เกษตรกรบางรายเลือกวิธีการกำจัดของเหลือทางการเกษตรด้วยการเผาทำลาย เนื่องจากเป็นทางเลือกที่สะดวก และรวดเร็วที่สุด แต่ในทางกลับกันวิธีนี้จะก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม ส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิต และเป็นหนึ่งในสาเหตุที่ทำให้เกิดภาวะโลกร้อน ซึ่งเป็นปัญหาที่โลกกำลังเร่งแก้ไข ข้อมูลจากบัญชีแก๊สเรือนกระจกของประเทศไทยของสำนักงานนโยบาย และแผนทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม พบว่าภาคการเกษตรปล่อยแก๊สเรือนกระจกคิดเป็น ร้อยละ 22.60 ของปริมาณการปล่อยแก๊สเรือนกระจกทั้งหมดของประเทศ และเป็นภาคที่ปล่อยแก๊สเรือนกระจกมากเป็นอันดับสองรองจากภาคพลังงาน [2] ดังนั้นประเทศไทยจำเป็นต้องตระหนักถึงการลดแก๊สเรือนกระจกจากภาคเกษตรกรรม และเร่งหาแนวทางบรรเทาการปล่อยแก๊สเรือนกระจก ด้วยสาเหตุดังกล่าวจึงเป็นที่มาของการศึกษาค้นคว้าการผลิตสารเคมีพื้นฐานจากของเหลือทางการเกษตร ซึ่งกรดคาร์บอกซิลิกเป็นสารเคมีที่น่าสนใจ และมีราคาสูง เป็นสารตั้งต้นในการผลิตพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ อีกทั้งเป็นการลดปริมาณขยะ และเพิ่มมูลค่าของเหลือทางการเกษตรในอีกทางหนึ่ง

กรดคาร์บอกซิลิก เช่น กรดแลคติก และกรดซัคซินิก ใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตพลาสติกย่อยสลายได้ โดยผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน เวลาย่อยสลายของพลาสติกชนิดนี้ด้วยกระบวนการทางชีวภาพคือ 30 – 90 วัน จึงไม่ก่อให้เกิดมลพิษทางสิ่งแวดล้อม [3] นอกจากนี้ยังสามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตสารเคมีพื้นฐาน เช่น กรดแอสติก กรดอะคริลิก อะซิทัลดีไฮด์ และโพรพิลีนไกลคอล เป็นต้น โดยในปัจจุบันการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก นิยมใช้กระบวนการหมักผลิตผลทางการเกษตร เช่น แป้ง น้ำตาล หรือกลูโคส แต่มักประสบปัญหาเนื่องจากได้ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกในปริมาณที่น้อย ในขณะที่ใช้เวลานาน และยากต่อการแยกสารผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ [4]

การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากของเหลือทางการเกษตร ทำได้โดยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ซึ่งเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพ และใช้อุณหภูมิสูงประมาณ 190 - 300 องศาเซลเซียส [5] เป็นการทำปฏิกิริยาร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้น้ำแตกตัวให้โปรตอน จากนั้นของเหลือทางการเกษตรจะเกิดการสลายโครงสร้าง ซึ่งในโครงสร้างจะมีเซลล์โลสเป็นส่วนประกอบ เมื่อทำให้โมเลกุลของเซลล์โลสมีขนาดเล็กลงจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดคาร์บอกซิลิก โดยทั่วไปตัวเร่งปฏิกิริยาจะแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่ ตัวเร่ง

ปฏิกิริยาเอกพันธ์ และตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ ซึ่งแต่ละประเภทสามารถแบ่งออกได้เป็นชนิดกรด และชนิดเบส

ปริญญานิพนธ์นี้จะทำการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตร ได้แก่ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด เนื่องจากสามารถทำให้ได้ร้อยละผลผลิตโดยมวลที่สูงกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น [6] รวมทั้งศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตของกรดคาร์บอกซิลิกจากการใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกัน

1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์

1. เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้ของเหลือทางการเกษตร คือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ที่มีเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสเป็นส่วนประกอบเป็นสารตั้งต้น และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด
2. ศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก

1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์

1. การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$)
2. ตัวแปรที่ต้องการศึกษาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก
 - 2.1. อิทธิพลของอุณหภูมิ (150 - 230 องศาเซลเซียส)
 - 2.2. อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อของเหลือทางการเกษตร (0.25:1 - 1:1)
 - 2.3. อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (0 - 120 นาที)
 - 2.4. อิทธิพลของชนิดของแก๊สที่ใช้อัดความดัน (แก๊สไนโตรเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์)

บทที่ 2

ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื้อหาในบทนี้กล่าวถึงวัสดุชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส ซึ่งมีสารประกอบเชิงซ้อนของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินเป็นองค์ประกอบหลักทางเคมี รวมถึงวิธีที่ใช้ในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก โดยทั่วไปสามารถแบ่งออกได้เป็นสองวิธีคือ การหมักสารประเภทคาร์โบไฮเดรต เช่น น้ำตาลกลูโคส และ น้ำตาลซูโครส โดยใช้จุลินทรีย์ภายใต้ภาวะที่เหมาะสม แต่อย่างไรก็ตามวิธีการนี้มีข้อจำกัดหลายประการ ได้แก่ ใช้เวลานาน ยากในการทำผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ และไม่สามารถนำไปใช้กับสารตั้งต้นที่เป็นเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสได้โดยตรงโดยปราศจากกระบวนการการแปลงสภาพสารตั้งต้นก่อน อีกวิธีหนึ่งสำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกคือ การสังเคราะห์ทางเคมี ซึ่งนิยมใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสคือ ใช้น้ำร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาในการสลายโครงสร้างโมเลกุลของสารตั้งต้นได้เป็นกรดคาร์บอกซิลิก หากใช้ภาวะอุณหภูมิสูงในการทำไฮโดรไลซิสจะเรียกปฏิกิริยานี้ว่า ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ข้อดีสำหรับวิธีนี้ คือ ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาไม่นาน สามารถควบคุมภาวะในการทำปฏิกิริยาได้ และสามารถใช้ได้กับสารตั้งต้นหลากหลายชนิด เช่น เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ฟืช หรือของเหลือทางการเกษตรที่มีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบ เป็นต้น โดยในปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้จะศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด โดยใช้สารตั้งต้นเป็นของเหลือทางการเกษตรซึ่งเป็นวัสดุชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส

2.1 ลิกโนเซลลูโลส

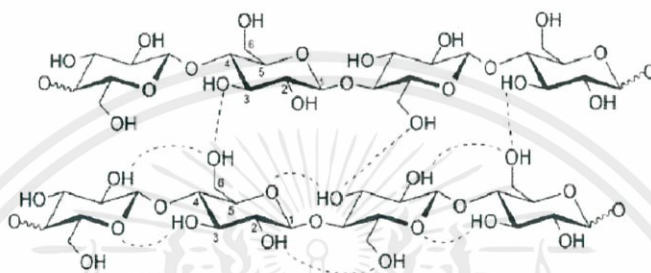
ลิกโนเซลลูโลส คือ สารชีวมวลซึ่งเป็นสารอินทรีย์ที่พบในพืช ประกอบไปด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ตัวอย่างของลิกโนเซลลูโลสที่พบมากในของเหลือทางการเกษตร เช่น เปลือกผลไม้ ซังข้าวโพด และฟางข้าว ซึ่งลิกโนเซลลูโลสแต่ละชนิดจะมีองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตรชนิดต่าง ๆ

ประเภทของวัสดุ	เซลลูโลส (%)	เฮมิเซลลูโลส (%)	ลิกนิน (%)	อ้างอิง
ฟางข้าว	30.0	50.0	15.0	[7]
ใยเมล็ดฝ้าย	80 – 95	5 – 20	0	[7]
ซังข้าวโพด	45.0	35.0	15.0	[7]
ชานอ้อย	9.9	26.5	2.8	[8]
เปลือกส้ม	11.9	14.5	2.2	[8]
เปลือกกล้วย	11.5	25.5	9.8	[8]
เปลือกมะม่วง	9.2	14.5	4.3	[8]

2.1.1 เซลลูโลส

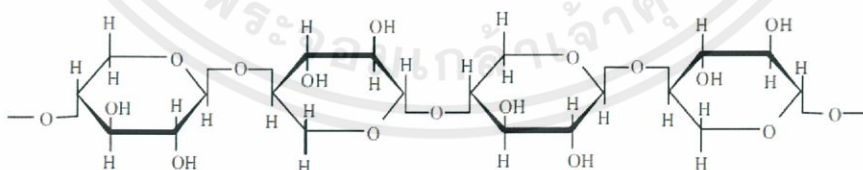
เซลลูโลส เป็นสารเส้นใยธรรมชาติที่เกิดจากการรวมตัวกันของกลูโคสจำนวนมากมาต่อกันเป็นสารโซ่ยาวด้วยพันธะเบต้า 1,4-ไกลโคซิดิก ดังนั้นเซลลูโลสจึงมีลักษณะเป็นเส้นใยยาว โดยจะมีแรงยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะไฮโดรเจนทั้งภายใน และระหว่างสายโซ่ ส่งผลให้เกิดเป็นโครงสร้างผลึกที่มีความแข็งแรง และไม่ละลายน้ำ เซลลูโลสเป็นองค์ประกอบที่สำคัญของผนังเซลล์ของพืช ช่วยทำหน้าที่เพิ่มความแข็งแรงให้แก่ผนังเซลล์ของพืช



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของเซลลูโลส เส้นประแสดงพันธะไฮโดรเจนภายใน และระหว่างสายโซ่ [9]

2.1.2 เฮมิเซลลูโลส

เฮมิเซลลูโลสเป็นเส้นใยคาร์โบไฮเดรตประเภทพอลิแซ็กคาไรด์วิวิธพันธุ์ มีมวลโมเลกุลต่ำกว่าเซลลูโลส โครงสร้างเป็นแบบผสมระหว่างโซ่ตรง และโซ่กิ่ง เกิดจากน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่มีคาร์บอน 5 และ 6 อะตอมประกอบกัน เช่น ไซโลส กลูโคส แอร์บีโนส แมนโนส และกาแลคโตส เป็นต้น ซึ่งพบอยู่ในรูปพอลิเมอร์ไซแลน แมนแนน กาแลคแตน และแอร์บีแนน โดยในพอลิเมอร์ไซแลนพบว่ามีปริมาณของดีไซโลสมากที่สุด [10] โดยไซโลสที่พบจะเชื่อมต่อกันด้วยพันธะเบต้า 1,4-ไกลโคซิดิก พันธะที่เชื่อมระหว่างไซโลสถูกทำลายได้ง่ายกว่าพันธะที่เชื่อมระหว่างกลูโคสในเซลลูโลส เนื่องจากเฮมิเซลลูโลสมีโครงสร้างเป็นโซ่กิ่งจำนวนมาก

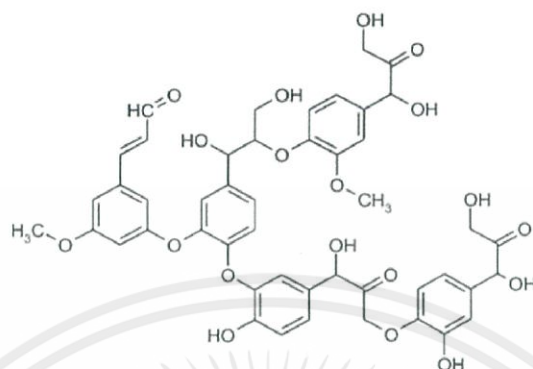


รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส [11]

2.1.3 ลิกนิน

ลิกนินเป็นสารประกอบประเภทอะโรมาติกที่ประกอบด้วยคาร์บอน ออกซิเจน และไฮโดรเจน พบมากบริเวณผนังเซลล์พืช โครงสร้างประกอบด้วยโมเลกุลที่เป็นวงแหวนต่อกันแบบสุ่ม ซึ่งทำให้เกิด

ลักษณะเป็นโครงสร้าง 3 มิติ เนื่องจากความซับซ้อน และลักษณะความไม่มีขั้วของโมเลกุลทำให้ลิกนินมีความทนทานต่อการย่อยสลายด้วยสารเคมี และเอนไซม์ มีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ แข็งแรง และไม่ยืดหยุ่น



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของลิกนิน [12]

2.2 การผลิตสารเคมีพื้นฐานจากของเหลือทางการเกษตร

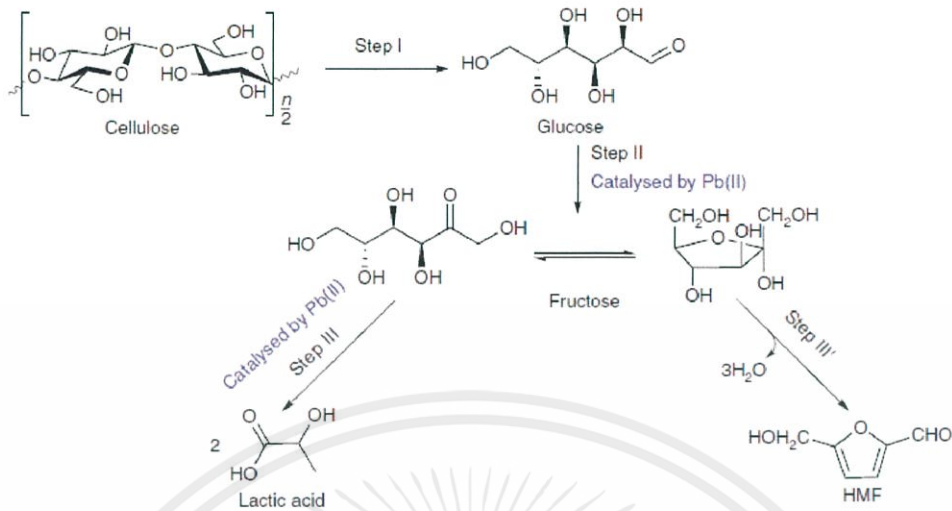
การผลิตสารเคมีพื้นฐานจากของเหลือทางการเกษตรสามารถทำได้โดยการไฮโดรไลซิสสารประเภทลิกโนเซลลูโลส มีวัตถุประสงค์เพื่อทำลายโครงสร้างของเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสให้โมเลกุลมีขนาดเล็กลง นิยมทำที่อุณหภูมิสูง โดยสามารถเรียกปฏิกิริยานี้อีกอย่างหนึ่งว่า ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

2.2.1 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีวัฏภาคเดียวกันหรือเป็นเนื้อเดียวกันกับสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ แบ่งออกเป็นสามชนิด ได้แก่ ตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดกรดลิวอิส (Lewis acid) ตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสเตด (Brønsted acid) และตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดเบสเบรินสเตด (Brønsted base) โดยในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรใช้สารตั้งต้นคือ ของเหลือทางการเกษตร และน้ำ ร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา และความร้อน ผลผลิตที่ได้คือสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ

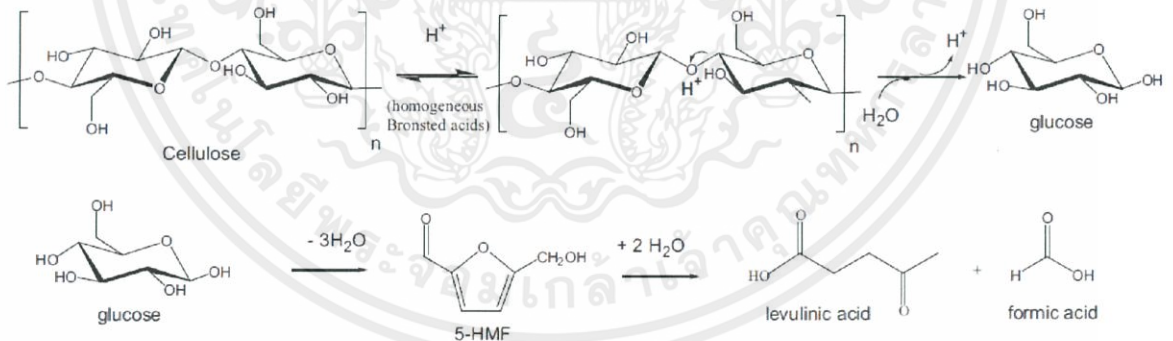
ตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดกรดลิวอิส (Lewis acid) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคุณสมบัติในการรับอิเล็กตรอน เช่น ตะกั่วไอออน (Pb^{2+}) ในน้ำ และอะลูมิเนียมไอออน (Al^{3+}) ในน้ำ เป็นต้น จากการศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดลิวอิส ซึ่งมีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 2.4 โดย Wang และคณะ [13] พบว่าการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ตะกั่วไอออน (Pb^{2+}) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยปริมาณ 0.14 มิลลิโมล ใช้สารตั้งต้นคือ เซลลูโลส ชานอ้อย และรำข้าวปริมาณ 2.5 กรัม น้ำ 100 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 30 บาร์ ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมงสำหรับเซลลูโลส และ 24 ชั่วโมงสำหรับชานอ้อยและรำข้าว จะทำให้ได้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกเท่ากับร้อยละ 68 62 และ 75 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดลิวอิส [13]

ตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสแตด (Brønsted acid) เช่น กรดซัลฟิวริก และกรดไฮโดรคลอริก เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคุณสมบัติคือ เมื่ออยู่ในน้ำ และถูกให้ความร้อนจะแตกตัวได้เป็นไฮโดรเจนไอออน หรือโปรตอน (H^+) ซึ่งมีความสามารถในการทำลายพันธะเบต้า 1,4-ไกลโคซิดิก ส่งผลให้โครงสร้างของเซลลูโลสถูกทำลาย ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคส โดยสามารถเร่งปฏิกิริยาให้กลูโคสเปลี่ยนเป็นผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกได้คือ กรดลิวลินิก และกรดฟอร์มิก [14] ตามกลไกดังรูปที่ 2.5 แต่อย่างไรก็ตามตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดนี้ไม่สามารถเปลี่ยนกลูโคสเป็นกรดแลคติกได้



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสแตด [15]

ตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดเบสเบรินสแตด (Brønsted base) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคุณสมบัติคือ เมื่ออยู่ในน้ำภายใต้ภาวะอุณหภูมิ และความดันสูงจะแตกตัวเป็นไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) ซึ่งมีความสามารถในการทำลายโครงสร้างของเหลือทางการเกษตร ตัวอย่างของตัวเร่งเอกพันธ์ชนิดเบสเบรินสแตด ได้แก่ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น จากงานวิจัยของ Sanchez และคณะ [16] ในการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของซังข้าวโพดบดอบแห้งด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดเบสเบรินสแตดคือ แคลเซียมไฮดรอกไซด์ พบว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อใช้ซังข้าวโพดบดอบแห้ง 1.23 กรัม ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.7 โมลต่อลิตร ในน้ำ 50 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลกติกมากที่สุดคือร้อยละ 44.76 นอกจากนี้ยังพบผลิตภัณฑ์ชนิดอื่น ๆ คือ กรดแอสซิดิก และกรดฟอร์มิกในปริมาณเล็กน้อย

Cristina และคณะ ทำการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเศษขนมปังด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดเบสเบรินสเตรต คือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าเมื่อใช้เศษขนมปังเป็นสารตั้งต้น ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 0.4 โมลต่อลิตร และความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.6 โมลต่อลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลกติก คือ 38.11 และ 34.46 ตามลำดับ [17]

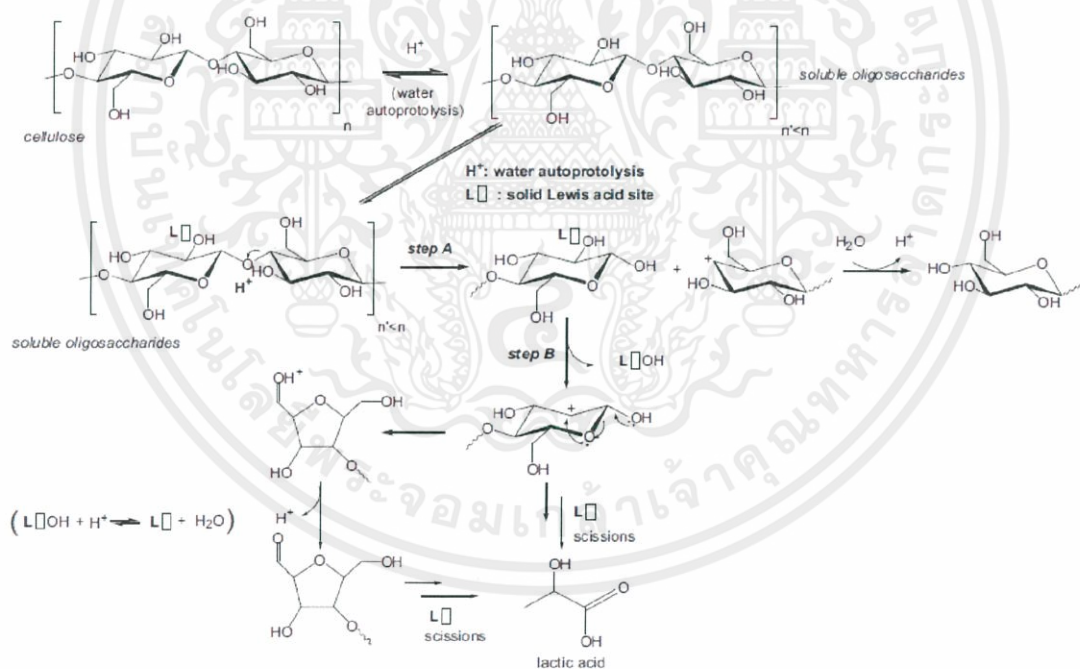
Shiping Zhang และคณะ ทำการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดเบสเบรินสเตรต คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อผลิตกรดแลกติก เปรียบเทียบกับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ร่วมกับสังกะสี นิกเกิล และถ่านกัมมันต์ พบว่าเมื่อทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเซลลูโลส ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2.5 โมลต่อลิตร จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลกติก คือ ร้อยละ 15 แต่เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์ร่วมกับสังกะสี 0.02 กรัม นิกเกิล 0.03 กรัม และถ่านกัมมันต์ 0.07 กรัม ที่ภาวะการทำปฏิกิริยาเดียวกัน จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลกติกสูงที่สุดเท่ากับร้อยละ 42.15 [18]

2.2.2 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์

ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีวิวัฒนาการแตกต่างกับสารตั้งต้น ส่วนใหญ่นิยมใช้ตัวเร่งที่เป็นของแข็งในการเร่งปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นอยู่ในวิวัฒนาการแก๊สหรือของเหลว ซึ่งเหมาะสำหรับการทำปฏิกิริยาภายใต้ภาวะอุณหภูมิ และความดันสูง โดยชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์สามารถแบ่งออกเป็น 4 ชนิดคือ ของแข็งชนิดกรดเบรินสเตรต (Brønsted acid) ของแข็งชนิดเบสเบรินสเตรต (Brønsted base) ของแข็งชนิดกรดลิวอิส (Lewis acid) และของแข็งชนิดเบสลิวอิส (Lewis base) ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์แต่ละชนิดมีคุณสมบัติที่ต่างกักันดังต่อไปนี้ ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดเบรินสเตรตคือ ของแข็งที่ตำแหน่งบนพื้นผิวมีคุณสมบัติเป็นกรด สามารถให้โปรตอนกับสารไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัวได้ ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดเบสเบรินสเตรตมีพื้นผิวที่มีคุณสมบัติเป็นเบส และสามารถรับโปรตอนจากสารอื่นได้ ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิสมีพื้นผิวที่มีคุณสมบัติเป็นกรด สามารถรับอิเล็กตรอนจากสารอื่นได้ และชนิดสุดท้าย คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดเบสลิวอิสมีพื้นผิวที่มีคุณสมบัติเป็นเบส สามารถจ่ายอิเล็กตรอนแก่สารอื่นได้ อย่างไรก็ตามในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อสังเคราะห์กรดแลกติก และกรดคาร์บอกซิลิกต่าง ๆ โดยใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น

เหมาะสมกับตัวเร่งปฏิกิริยาเพียงสองชนิด คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดเบรินสแตด และตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส

จากการศึกษาเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งของแข็งชนิดกรดเบรินสแตด และตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิส โดย Chambon และคณะ [15] พบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งของแข็งชนิดกรดเบรินสแตดคือ $\text{Cs}_2\text{HPW}_{12}\text{O}_{40}$ และ $\text{Cs}_2\text{SnW}_{12}\text{O}_{40}$ ในปริมาณ 0.68 กรัม ร่วมกับสารตั้งต้นเซลลูโลส 1.6 กรัม ในน้ำ 65 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 50 บาร์ และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกเทียบเท่ากับการไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ร้อยละ 5 แต่จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นกรดคาร์บอกซิลิกประเภทอื่น ๆ เพิ่มขึ้น เช่น กรดเลวูลินิก และกรดฟอร์มิก โดยที่ปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิส คือ AlW และ ZrW จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก คือ ร้อยละ 28 และ 19 ตามลำดับ ซึ่งมีร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกมากกว่าปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งของแข็งชนิดกรดเบรินสแตด อย่างไรก็ตามร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกที่ได้ยังมีค่าค่อนข้างต่ำ โดยกลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิสแสดงดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.7 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส [15]

Xing Lei และคณะ [19] ทำการศึกษาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการผลิตกรดแลคติกจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิสคือ เออร์เปียมทริคลอไรด์ (ErCl_3) ปริมาณ 0.05 กรัม ใช้สารตั้งต้นคือเซลลูโลส 0.1 กรัม ในน้ำ 30 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 240

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

องศาเซลเซียส ภายใต้ความดัน 20 บาร์ในโตรเจน ทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 30 นาที พบว่าได้ร้อยละ ผลผลิตของกรดแลคติกสูงถึงร้อยละ 91.1 และพบผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกชนิดอื่น ๆ คือ กรดฟอร์มิก กรดแอสติก และกรดเลวูลินิก นอกจากนี้มีการศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ภายใต้ภาวะเดียวกัน แต่ใช้สารตั้งต้นเป็นของเหลือทางการเกษตรชนิดต่าง ๆ ได้แก่ ลำต้นข้าวโพด ฟางข้าว ลำต้นข้าวสาลี และ เปลือกถั่วลิสง พบว่าได้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก คือ ร้อยละ 58.6 54.8 63.1 และ 45.4 ตามลำดับ

Wang และคณะ [20] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเซลลูโลส โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ของแข็งชนิดกรดลิวอิสทั้งหมด 10 ชนิด เพื่อใช้ผลิตกรดแลคติกให้มีปริมาณมากที่สุด โดยมีตัวเร่งที่ศึกษา ดังนี้ ซีเซียมโทรเฟลท ($Ce(OTf)_3$) แลนทานัมโทรเฟลท ($La(OTf)_3$) พร้าซีโอดิเนียมโทรเฟลท ($Pr(OTf)_3$) อินเดียมโทรเฟลท ($Nd(OTf)_3$) ซามาเรียมโทรเฟลท ($Sm(OTf)_3$) ดายโปรเซียมโทรเฟลท ($Dy(OTf)_3$) โยเมียมโทรเฟลท ($Ho(OTf)_3$) เออร์เบียมโทรเฟลท หรือเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($Er(OTf)_3$) ลูทีเนียมโทรเฟลท ($Lu(OTf)_3$) และอิตเทอร์เบียมโทรเฟลท ($Yb(OTf)_3$) ในการทำปฏิกิริยาใช้ปริมาณ ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.05 กรัม ปริมาณเซลลูโลส 0.3 กรัม น้ำ 30 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ความดัน 20 บาร์ และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จากการศึกษาพบว่า การเกิดปฏิกิริยา จะเพิ่มขึ้นตามการลดลงของรัศมีไอออนของโลหะแลนทาไนด์ และพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้ได้ร้อยละ ผลผลิตโดยมวลของ กรดแลคติกมากที่สุดที่ร้อยละ 62.8 คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมโทรเฟลท ($Er(OTf)_3$) นอกจากนี้มีการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ อุณหภูมิ ปริมาณเซลลูโลส และ เวลาในการทำปฏิกิริยา เมื่อพิจารณาผลของอุณหภูมิพบว่า เมื่อใช้อุณหภูมิสูงกว่า 190 องศาเซลเซียส ร้อยละผลผลิตโดยมวลกรดแลคติกจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากน้ำจะแตกตัวให้โปรตอน (H^+) และช่วยสลาย โครงสร้างของเซลลูโลส แต่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 240 องศาเซลเซียส จะทำให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลกรด แลคติกเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แต่จะเกิดผลผลิตชนิดอื่นเพิ่มมากขึ้น ได้แก่ กรดฟอร์มิก และกรดเลวูลินิก เป็นต้น เมื่อพิจารณาผลของปริมาณเซลลูโลสพบว่า หากใช้เซลลูโลสในปริมาณที่มากเกินไปจะทำให้ร้อยละ ผลผลิตโดยมวลกรดแลคติกต่ำลง เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาอาจไม่สูงพอที่จะทำให้สลาย โครงสร้างเซลลูโลสได้หมด และพบว่าปริมาณเซลลูโลสที่เหมาะสมมีค่าระหว่าง 0.1 - 0.5 กรัม ในน้ำ 30 มิลลิลิตร เมื่อพิจารณาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา พบว่าเมื่อใช้เวลา 30 นาที จะได้กรด แลคติกร้อยละ 75 และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาให้มากกว่า 30 นาที ร้อยละผลผลิตโดยมวลของ กรดแลคติกจะลดลงแต่จะได้ปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกชนิดอื่นเพิ่มขึ้น ได้แก่ กรดฟอร์มิก กรดเลวูลินิก และกรดแอสติก เป็นต้น จากการทดลองทั้งหมดสรุปได้ว่า เมื่อใช้เซลลูโลส 0.1 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา เออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($Er(OTf)_3$) ปริมาณ 0.05 กรัม น้ำ 30 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ความดัน 20 บาร์ และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ผลผลิตของกรด แลคติกสูงที่สุดที่ร้อยละ 89.6 ภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิก โดยมีกรด

แลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลักจากเซลลูโลส และของเหลือทางการเกษตรด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 2.2 และ 2.3 ตามลำดับ

จากการศึกษางานวิจัยต่าง ๆ เกี่ยวกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส และของเหลือทางการเกษตร ในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยมีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลัก พบตัวเร่งปฏิกิริยาที่น่าสนใจสองชนิด ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยารีดิวซ์ชนิดกรดลิวอิส ได้แก่ ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมทริคลอไรด์ และตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสองชนิดนี้สามารถให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกสูง และมีค่าใกล้เคียงกัน คือ ร้อยละ 91.1 และ 89.6 ตามลำดับ อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาในเรื่องของมูลค่าจะพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนตมีราคาสูงกว่า [21] ดังนั้นปริญญาณีพนธ์จึงเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดนี้ ในการศึกษาเพื่อหาร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกจากของเหลือทางการเกษตรชนิดต่าง ๆ และหาภาวะที่เหมาะสมในการดำเนินปฏิกิริยา

ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยมีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลักด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ

ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	ภาวะในการทำปฏิกิริยา			ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก	อ้างอิง
	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (บาร์)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)		
ตะกั่วไอออน (Pb^{2+})	190	30	4	68.0	[13]
$Cs_2HPW_{12}O_{40}$	190	50	24	5.0	[15]
$Cs_2SnW_{12}O_{40}$	190	50	24	5.0	[15]
AlW ทั้งสแตน อะลูมินา	190	50	24	28.0	[15]
ZrW ทั้งสแตน ไสโคไซด์	190	50	24	19.0	[15]
โซเดียมไฮดรอกไซด์	300	ไม่พบข้อมูล	0.083	15.0	[18]
โซเดียมไฮดรอกไซด์ร่วมกับสังกะสี นิกเกิล และถ่านกัมมันต์	300	ไม่พบข้อมูล	0.083	42.2	[18]
เออร์เบียมทริคลอไรด์ ($ErCl_3$)	240	20	0.5	91.1	[19]
เออร์เบียมทรีไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($Er(OTf)_3$)	240	20	0.5	89.6	[20]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตร ในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยมีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลักด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ

สารตั้งต้น	ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา	ภาวะในการทำปฏิกิริยา			ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก	อ้างอิง
		อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (บาร์)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)		
ชานอ้อย	ตะกั่วไอออน (Pb^{2+})	190	30	24	62.0	[13]
รำข้าว	ตะกั่วไอออน (Pb^{2+})	190	30	24	75.0	[13]
ซังข้าวโพด	แคลเซียมไฮดรอกไซด์ ($Ca(OH)_2$)	300	ไม่พบข้อมูล	0.5	44.8	[16]
เศษขนมปัง	โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)	300	ไม่พบข้อมูล	0.5	38.1	[17]
เศษขนมปัง	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	300	ไม่พบข้อมูล	0.5	34.5	[17]
ลำต้นข้าวโพด	เออร์เปียมทริคลอไรด์ ($ErCl_3$)	240	20	0.5	58.6	[19]
ฟางข้าว	เออร์เปียมทริคลอไรด์ ($ErCl_3$)	240	20	0.5	54.8	[19]
ลำต้นข้าวสาลี	เออร์เปียมทริคลอไรด์ ($ErCl_3$)	240	20	0.5	63.1	[19]
เปลือกถั่วลิสง	เออร์เปียมทริคลอไรด์ ($ErCl_3$)	240	20	0.5	45.4	[19]

2.3 การประยุกต์ใช้เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย

ทุเรียน เป็นผลไม้เศรษฐกิจที่สำคัญของประเทศไทย สามารถเพาะปลูกทุเรียนขายได้ตลอดทั้งปี มีปริมาณการบริโภคสูงทั้งในรูปของผลสด และแปรรูป เช่น ทำเป็นทุเรียนทอดกรอบ และทุเรียนกวน โดยในการทำทุเรียนทอดแต่ละครั้ง หากใช้ทุเรียนสด 1 ตัน จะมีเปลือกทุเรียนที่ต้องทิ้งสูงถึงร้อยละ 58.60 ซึ่งทำให้เกิดขยะจำนวนมาก และส่งผลให้เกิดปัญหาในการกำจัดขยะ ปัจจุบันมีการนำเปลือกทุเรียนมาทำเป็นปุ๋ยพืชสด เชื้อเพลิงอัดแท่ง และถ่าน เนื่องจากเปลือกทุเรียนมีเซลลูโลส ที่เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ และมีบทบาทมากในอุตสาหกรรมหลายชนิด เช่น อุตสาหกรรมซักฟอก สิ่งทอ กระดาษ สี อาหาร และยา นอกจากนี้ยังมีการนำเปลือกทุเรียนมาทำเป็นพลาสติกชีวภาพ เริ่มจากการเปลี่ยนเปลือกทุเรียนเป็นเซลลูโลส จากนั้นนำเซลลูโลสที่ได้ไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์เป็นพลาสติกชีวภาพ หรือคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส โดยทำปฏิกิริยากับกรดคลอโรอะซิติกในภาวะต่าง ได้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสร้อยละ 138.12 ของน้ำหนักเซลลูโลสตั้งต้น ละลายน้ำได้ดี มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 95.63 มีลักษณะผงเป็นสีเหลืองอ่อน จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์ม แล้วนำแผ่นฟิล์มที่ได้มาประยุกต์ใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ [22]

ส้มโอ เป็นสินค้าเกษตรของประเทศไทยที่มีศักยภาพการผลิต และส่งออกสูง โดยประเทศไทยสามารถใช้สิทธิประโยชน์ภายใต้การตกลงหุ้นส่วนทางเศรษฐกิจ ไทย - ญี่ปุ่น (JTEPA) ในการส่งออกส้มโอไปญี่ปุ่น ภายในเดือนเมษายน 2560 อันจะเป็นอีกหนึ่งช่องทางที่จะขยายการส่งออกส้มโอสู่ต่างประเทศมากขึ้น นอกจากนี้ตลาดจีน และฮ่องกงนั้นยังมีความต้องการนำเข้าส้มโอเพิ่มสูงขึ้นอีกด้วย [23] โดยที่เปลือกส้มโอมีองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญ คือ เพคติน และเฮมิเซลลูโลส จึงได้มีการนำเปลือกส้มโอมาศึกษาในหลากหลายงานวิจัย เช่น การสกัดเพคตินด้วยเอนไซม์จากเปลือกส้มโอ การศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดเพคตินจากเปลือกส้มโอด้วยกรดชนิดต่าง ๆ และการศึกษาความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระของชาขงจากเปลือกส้มโอ

กล้วย เป็นผลไม้ที่ในปัจจุบันมีการส่งเสริมให้เกษตรกรปลูกในเชิงการค้ามากขึ้น เนื่องจากกล้วยเป็นพืชปลูกง่าย มีการเจริญเติบโต และขยายพันธุ์เร็ว ปลูกได้ทุกภูมิภาคของประเทศไทย และมีการนำกล้วยมาขายในลักษณะแปรรูป เช่น กล้วยฉาบ กล้วยกวน กล้วยทอด ซึ่งจะทำให้มีเปลือกกล้วยจำนวนมากถูกทิ้งอย่างไม่เกิดประโยชน์ ดังนั้นจึงมีการนำเปลือกกล้วยมาประยุกต์ใช้ในงานวิจัย เช่น การพัฒนาผลิตภัณฑ์ชาเปลือกกล้วยน้ำว้าเพื่อสุขภาพ และการผลิตน้ำตาลรีดิวซ์สำหรับการหมักเอทานอลจากเปลือกกล้วยด้วยสารละลายน้ำส้มสายชู เนื่องจากเปลือกกล้วยมีองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญที่จะนำมาผลิตเอทานอล คือ เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส โดยศึกษาการใช้กรดอ่อนอินทรีย์ คือ น้ำส้มสายชู แทนการใช้กรดแก่ อินทรีย์ เพื่อลดต้นทุนการผลิต และลดน้ำเสียที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิต [24]

ตารางที่ 2.4 องค์ประกอบในเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอและเปลือกกล้วย

ประเภทของวัสดุ	เซลลูโลส (%)	เฮมิเซลลูโลส (%)	ลิกนิน (%)	เพคติน (%)	เถ้า (%)	อ้างอิง
เปลือกทุเรียน	30.92	17.99	7.69	ไม่พบข้อมูล	4.01	[24]
เปลือกส้มโอ	9.21	10.5	0.84	42.50	3.50	[25]
เปลือกกล้วย	11.45	25.52	9.82	ไม่พบข้อมูล	11.19	[8]

จากการศึกษาแนวโน้มความต้องการตลาดของทุเรียน ส้มโอ และกล้วย พบว่ามีความต้องการของตลาดสูง อีกทั้งยังเป็นผลไม้ที่เปลือกมีองค์ประกอบทางเคมี คือ เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่สำคัญเหมาะสำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก ในการทำปฏิกิริยานิพนธ์นี้จึงเลือกใช้เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย เป็นสารตั้งต้นในการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ

บทที่ 3

การดำเนินงาน

ปริญญานิพนธ์นี้ศึกษาการผลิตคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตร ได้แก่ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก ปัจจัยที่ศึกษาได้แก่ อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อของเหลือทางการเกษตร เวลาในการทำปฏิกิริยา และชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดัน

3.1 การเตรียมของเหลือทางการเกษตรก่อนนำไปใช้ในการทดลอง

ของเหลือทางการเกษตร ได้แก่ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ก่อนนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีต้องผ่านการสกัดด้วยอะซิโตนเพื่อกำจัดสารไม่มีขั้วออก เช่น น้ำมัน ไขมัน และคลอโรฟิลล์ และสกัดด้วยน้ำร้อนเพื่อสกัดสารมีขั้วออก เช่น น้ำตาลอิสระ ไอออนอิสระ และสารประกอบจำพวกเกลือ ให้เหลือเพียงองค์ประกอบลิกโนเซลลูโลส คือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน โดยมีวิธีเตรียมเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วยก่อนนำไปใช้ในการทดลองดังนี้

วัสดุและอุปกรณ์

1. เครื่องปั่นอาหารแบบโกลแท็ง
2. ชุดตะแกรงร่อนคัดขนาด (Sizing classification) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 425 และ 600 ไมโครเมตร
3. เครื่องสกัดแบบซ็อกเล็ต (Soxhlet extractor)
4. ตู้ดูดควัน
5. ตู้อบสาร
6. จานให้ความร้อน (Plate heater)
7. บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
8. ตัวกวนสารละลายแบบแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
9. ชุดกรองสุญญากาศ (Vacuum filter)
10. กระดาษกรอง
11. กล้องบรรจุซิลิกาเจล

สารเคมี

1. ของเหลือทางการเกษตร ได้แก่ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย
2. อะซิโตน
3. น้ำกลั่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.1 การลดขนาด และคัดขนาด

1. ล้างเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วยด้วยน้ำสะอาดที่อุณหภูมิห้อง และทิ้งไว้จนแห้งสนิท จากนั้นนำไปอบในตู้อบสารที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปล่อยให้อุณหภูมิลดลงเท่ากับอุณหภูมิห้อง
2. นำของเหลือทางการเกษตรที่ได้มาลดขนาดด้วยการตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ จากนั้นนำไปปั่นด้วยเครื่องปั่นอาหารแบบโถแห้งจนมีขนาดเล็กลง
3. นำของเหลือทางการเกษตรที่ได้มาคัดขนาดด้วยชุดตะแกรงร่อนคัดขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 425 และ 600 ไมโครเมตร

3.1.2 การสกัดด้วยน้ำร้อน (Hot-water extraction)

1. เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตรลงในบีกเกอร์ 100 มิลลิลิตร
2. ต้มน้ำกลั่นด้วยงานให้ความร้อน จนได้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
3. นำสารตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3.1.1 ลงในน้ำกลั่นที่ควบคุมอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ใช้แท่งแก้วคนให้สารตัวอย่างกระจายตัว ต้มน้ำกลั่นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง พร้อมปั่นกวนด้วยตัวกวนสารละลายแบบแม่เหล็ก
4. ปิดงานให้ความร้อนแล้วปล่อยให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นกรองแยกสารตัวอย่างด้วยชุดกรองสุญญากาศ ซึ่งประกอบไปด้วยกระดาษกรอง กรวยกรอง และปั๊มสุญญากาศ
5. อบสารตัวอย่างที่กรองได้ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวลง และนำไปเก็บในกล่องบรรจุซิลิกาเจลเพื่อดูดซับความชื้น

3.1.3 การสกัดด้วยอะซิโตน (Acetone extraction)

1. นำสารตัวอย่างที่ได้จากการสกัดด้วยน้ำร้อนมาสกัดด้วยอะซิโตนด้วยเครื่องสกัดแบบซ็อกเก็ต เป็นเวลา 8 ชั่วโมง
2. นำสารตัวอย่างเกลี่ยใส่ถาด ตั้งไว้ในตู้ดูดควันเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อระเหยอะซิโตน
3. อบสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อระเหยอะซิโตนที่เหลือออกจนหมด

3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร

ของเหลือทางการเกษตร ได้แก่ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย เป็นวัสดุชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส ซึ่งมีเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินเป็นองค์ประกอบหลัก ดังนั้นสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีได้โดยวิธีเคิลซอนลิกนิน โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

วัสดุและอุปกรณ์

1. ตู้อบสาร
2. หม้อต้มความดันสูง (Autoclave)
3. กล้องบรรจุซิลิกาเจล
4. กระดาษกรอง
5. ชุดกรองสูญญากาศ
6. แท่งแก้ว
7. ปีกเกอร์
8. ปีเปตขนาด 2 มิลลิลิตร
9. เครื่องชั่งน้ำหนัก 5 ตำแหน่ง
10. ขวดแก้วทนความร้อนขนาด 100 มิลลิลิตร
11. ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
12. เตาเผา (Furnace)
13. ครุชีเบล (Crucible)
14. ที่คืบ
15. ถุงมือกันความร้อน

สารเคมี

1. กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก
2. น้ำกลั่น

3.2.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน เป็นไปตามมาตรฐาน TAPPI T222 om-98 (รายละเอียดตามภาคผนวก จ.) และตามวิธีการของ JUSTIN B. SLUITER และคณะ [26] โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. ชั่งสารตัวอย่างที่ได้จากข้อ 3.1.3 อย่างละ 0.2 กรัม
2. นำสารตัวอย่างที่ชั่งไว้ไปอบในตู้อบสารที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำออกจากตู้อบสาร และทิ้งให้เย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องในกล่องที่บรรจุซิลิกาเจลเพื่อดูดความชื้น
3. เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 72 โดยน้ำหนัก โดยนำกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 66 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นใช้น้ำกลั่นในการปรับปริมาตร (ควรนำขวดวัดปริมาตรใส่ในอ่างน้ำแข็งขณะเตรียมสาร เนื่องจากมีความร้อนจากการละลายเกิดขึ้นสูงมาก)
4. นำสารตัวอย่างที่ได้จากข้อที่ 2 ใส่ลงในปีกเกอร์ จากนั้นปีเปตกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 72 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ใส่ลงในปีกเกอร์ คนสารตัวอย่างและกรดซัลฟิวริกด้วยแท่งแก้วคนสารให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

5. ตวงน้ำกลั่น 75 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์เตรียมรอไว้ เมื่อครบ 2 ชั่วโมง เทน้ำกลั่นบางส่วนลงในบีกเกอร์ที่บรรจุสารตัวอย่าง และกรดซัลฟิวริก เพื่อหยุดปฏิกิริยา และลดความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกลงให้เหลือร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก
6. ถ่ายสารตัวอย่าง และกรดซัลฟิวริกใส่ในขวดแก้วทนความร้อนขนาด 100 มิลลิลิตร ใช้น้ำกลั่นที่เหลือน้ำบีกเกอร์หลาย ๆ ครั้ง และเทใส่ขวดแก้วทนความร้อนด้วยความระมัดระวัง จากนั้นปิดฝาขวดให้สนิท
7. นำขวดแก้วที่บรรจุสารตัวอย่างไปให้ความร้อนในหม้อต้มความดันสูง ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ 121 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
8. เมื่อครบ 1 ชั่วโมง ปล่อยให้หม้อต้มความดันสูงลดอุณหภูมิลง จากนั้นเปิดฝาม้อต้มความดันสูง นำขวดสารตัวอย่างออกมา ทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง
9. กรองของผสมที่ได้จากข้อที่ 8 ด้วยชุดกรองสุญญากาศ เพื่อแยกส่วนที่เป็นอนุภาคของแข็ง และผลิตภัณฑ์ของเหลว
10. อบกระดาษกรองที่มีอนุภาคของแข็งที่กรองได้ ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งให้เย็นตัวลงจนมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องในกล่องที่บรรจุซิลิกาเจลเพื่อดูดความชื้น แล้วชั่งน้ำหนักอนุภาคของแข็งที่เหลืออยู่ เพื่อคำนวณหาปริมาณแคลซียมคลอไรด์ในสารตัวอย่าง รายละเอียดตามภาคผนวก ก.2.1
11. นำของเหลวที่กรองได้มาฉีดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง เพื่อวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลกลูโคส และน้ำตาลไซโลส ซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณเซลลูโลส และเอมิเซลลูโลสตามลำดับ รายละเอียดตามภาคผนวก ก.2.1

3.2.2 การวิเคราะห์เถ้า (Ash analysis)

1. เผาครุชิลเบลเปล่าพร้อมฝาปิดที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังครบระยะเวลาที่กำหนด รอให้ครุชิลเบลเย็นตัวลงเหลือประมาณ 300 องศาเซลเซียส
2. ใช้ที่คีบนำครุชิลเบลเปล่าพร้อมฝาดูออกจากเตาเผา และใส่ในกล่องบรรจุซิลิกาเจล รอจนครุชิลเบลเย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นชั่งน้ำหนักครุชิลเบลเปล่าพร้อมฝาปิด
3. อบสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ (เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย) ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำออกจากเตาอบ และทิ้งให้เย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องในกล่องบรรจุซิลิกาเจล
4. ชั่งน้ำหนักสารตัวอย่าง 0.5 กรัม เทใส่ครุชิลเบลที่ทราบน้ำหนักแล้ว จากนั้นปิดฝา
5. เผาครุชิลเบลที่บรรจุสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบ 4 ชั่วโมง รอให้ครุชิลเบลเย็นตัวลงเหลือประมาณ 300 องศาเซลเซียส
6. ใช้ที่คีบนำครุชิลเบลพร้อมฝาดูออกจากเตาเผา ระวังไม่ให้ฝาดูครุชิลเบลเปิด และปล่อยให้เย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องในกล่องบรรจุซิลิกาเจล และชั่งน้ำหนักครุชิลเบลที่บรรจุเถ้าพร้อมฝาปิด
7. ทำขั้นตอนที่ 5 และ 6 ซ้ำ จนกระทั่งได้น้ำหนักเถ้าที่คงที่

8. นำน้ำหนักครุชชีเบลที่บรรจุแล้ว สบน้ำหนักครุชชีเบลเปล่าพร้อมฝาปิด เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณแก้วในสารตัวอย่าง

3.3 การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น

วัสดุและอุปกรณ์

1. เครื่องปฏิกรณ์ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ และความดันสูง (Autoclave: Amar equipment PVT. LTD.)
2. ปีกเกอร์
3. กระบอกวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
4. เครื่องชั่งน้ำหนัก 5 ตำแหน่ง
5. ซ้อนตักสาร
6. ขวดเก็บสารตัวอย่าง

สารเคมี

1. ของเหลือทางการเกษตร ได้แก่ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย
2. น้ำกลั่น
3. เออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซิลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$)
4. แก๊สไนโตรเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

ขั้นตอนการทดลอง

1. ผสมสารตั้งต้นปริมาณ 0.5 กรัม กับตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมตรีฟลูออโรมีเทนซิลโฟเนตตามปริมาณที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1 ใส่ น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร
2. นำสารตั้งต้นที่เตรียมได้ในข้อ 1 เติมเข้าเครื่องปฏิกรณ์เคมี
3. ปิดฝาเครื่องปฏิกรณ์ และประกอบให้แน่น ตรวจสอบจุดรั่วของเครื่องปฏิกรณ์
4. จากนั้นใช้แก๊สอัดความดัน 5 บรรยากาศเข้าเครื่องปฏิกรณ์ โดยเลือกใช้ชนิดแก๊สอัดความดันที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1
5. ตั้งค่าการปั่นกวนที่ความเร็ว 200 รอบต่อนาที และตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1
6. บันทึกอุณหภูมิที่เวลาต่าง ๆ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นถึงอุณหภูมิที่ต้องการทดลอง เริ่มจับเวลา และทำปฏิกิริยาตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1
7. เมื่อครบระยะเวลาทำปฏิกิริยา ปิดเครื่องปฏิกรณ์ เมื่อสารตัวอย่างมีอุณหภูมิเท่ากับ อุณหภูมิห้องนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องปฏิกรณ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ปริมาณของกรดคาร์บอกซิลิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

ตารางที่ 3.1 ภาวะของตัวแปรที่ทำการศึกษาของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตร

ตัวแปรที่ศึกษา	ภาวะในการทำปฏิกิริยาที่ทำการศึกษา
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	150, 190, 230
อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อของเหลือทางการเกษตร	0.25:1, 0.5:1, 1:1
เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)	0, 30, 60, 120
ชนิดของแก๊สที่ใช้ลดความดัน	แก๊สไนโตรเจน, แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

3.4 การวิเคราะห์สารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์

โดยทั่วไปการวัดปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจะวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ซึ่งจะใช้ชนิดของคอลัมน์ และภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 3.2 โดยการวิเคราะห์สารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

วัสดุและอุปกรณ์

1. หลอดฉีดยา (syringe)
2. ตัวกรองหลอดฉีดยา (syringe filter)
3. เข็มฉีดยาขนาดเล็ก (micro syringe)
4. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC)

สารเคมี

1. 5 มิลลิโมล กรดซัลฟิวริกในน้ำ
2. น้ำปราศจากไอออน

ขั้นตอนการวัดความเข้มข้น

1. เปิดเครื่อง HPLC และเครื่องคอมพิวเตอร์ และเข้าโปรแกรม CSW32 ซึ่งเป็นโปรแกรมควบคุมของเครื่อง HPLC
2. ดูดสารละลายตัวอย่างด้วยหลอดดูดสารผ่านตัวกรอง ปริมาตร 1 มิลลิลิตรใส่ลงในปิเกตอร์
3. ทำความสะอาดเข็มฉีดยาขนาดเล็ก โดยการดูดสารละลายตัวอย่างแล้วฉีดทิ้ง จำนวน 2 - 3 ครั้ง จากนั้นใช้เข็มฉีดยาขนาดเล็กดูดสารละลายตัวอย่างปริมาณ 10 ไมโครลิตร
4. ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าที่แป้นฉีด สับแป้นฉีดลงเป็นเวลาประมาณ 10 วินาที จากนั้นสับแป้นฉีดขึ้น และนำเข็มฉีดยาออกจากแป้นฉีด
5. หน้าจอคอมพิวเตอร์จะแสดงผลเป็นโครมาโทแกรม แสดงพีคพร้อมทั้งพื้นที่พีคของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์หาได้จากการเทียบกับกราฟสอบเทียบมาตรฐาน (Calibration curve) ของสารดังกล่าว ดังแสดงในภาคผนวก ก.2 และ ก.3
6. คำนวณร้อยละน้ำตาลกลูโคส และน้ำตาลไซโลส เพื่อวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส และร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากสมการที่ (3.1) และ (3.2)

$$\% \text{Component} = \frac{C_{\text{composition}} \times V}{W_{\text{substrate}}} \times 100 \quad (3.1)$$

$$\% \text{Yield} = \frac{C_A \times V}{W_{\text{substrate}}} \times 100 \quad (3.2)$$

$C_{\text{composition}}$	คือ ความเข้มข้นขององค์ประกอบในสารตั้งต้นที่ต้องการวิเคราะห์จากเครื่อง HPLC (ppm)
C_A	คือ ความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกที่ต้องการวิเคราะห์จากเครื่อง HPLC (ppm)
$W_{\text{substrate}}$	คือ ปริมาณของสารตัวอย่างก่อนทำปฏิกิริยา (กรัม)
V	คือ ปริมาตรของสารละลายก่อนการทำปฏิกิริยา (มิลลิลิตร)

ตารางที่ 3.2 ชนิดของคอลัมน์ และภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงที่ใช้เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้น และสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

ภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	สารที่ต้องการวิเคราะห์	
	น้ำตาลกลูโคส และน้ำตาลไซโลส (วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบสารตั้งต้น)	กรดคาร์บอกซิลิก (สารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล)
ชนิดคอลัมน์	Phenomenex Rezex RHM-Monosaccharide H+(8%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร	Phenomenex Rezex RHM-Monosaccharide H+(8%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร
การตรวจวัด	ตรวจจับสัญญาณความแตกต่างของดัชนีหักเหแสงระหว่างสารตัวอย่างกับวัฏภาคเคลื่อนที่	ตรวจวัดด้วยรังสียูวีที่ความยาวคลื่น 210 นาโนเมตร
วัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase)	น้ำปราศจากไอออน อัตราการไหล 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที	5 มิลลิโมล กรดซัลฟิวริกในน้ำ อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที
อุณหภูมิคอลัมน์	65 องศาเซลเซียส	40 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล

4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร

การวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีด้วยวิธีเคelsonิกนิน ในของเหลือทางการเกษตร คือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย จะศึกษาปริมาณองค์ประกอบของสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน แต่ไม่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตน และสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน และอะซิโตน และการหาปริมาณเถ้าด้วยวิธีวิเคราะห์เถ้า ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ สำหรับการสกัดด้วยอะซิโตนทำเพื่อกำจัดสารไม่มีชั้วออก และการสกัดด้วยน้ำร้อนทำเพื่อกำจัดสารมีชั้วออก ในทางทฤษฎี องค์ประกอบรวมของสารตั้งต้นควรมีค่าเท่ากับร้อยละ 100 ซึ่งจากการทดลององค์ประกอบรวมของเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย มีค่าไม่เท่ากับร้อยละ 100 เนื่องจากอาจมีองค์ประกอบอื่น ๆ ที่นอกเหนือจากเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส เคelsonิกนิน และเถ้าที่ไม่ได้ทำการวิเคราะห์

ตารางที่ 4.1 ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน แต่ไม่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตน

ชนิดสารตั้งต้น	ร้อยละ เซลลูโลส	ร้อยละ เฮมิเซลลูโลส	ร้อยละ เคelsonิกนิน	ร้อยละเถ้า
เปลือกทุเรียน	40.3	12.9	26.3	6.2
เปลือกส้มโอ	29.0	12.3	35.3	6.1
เปลือกกล้วย	22.7	9.2	44.7	16.5

ตารางที่ 4.2 ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน และอะซิโตน

ชนิดสารตั้งต้น	ร้อยละ เซลลูโลส	ร้อยละ เฮมิเซลลูโลส	ร้อยละ เคelsonิกนิน	ร้อยละเถ้า
เปลือกทุเรียน	35.5	18.6	16.6	3.7
เปลือกส้มโอ	22.9	19.2	22.7	3.4
เปลือกกล้วย	18.4	13.6	27.3	9.4

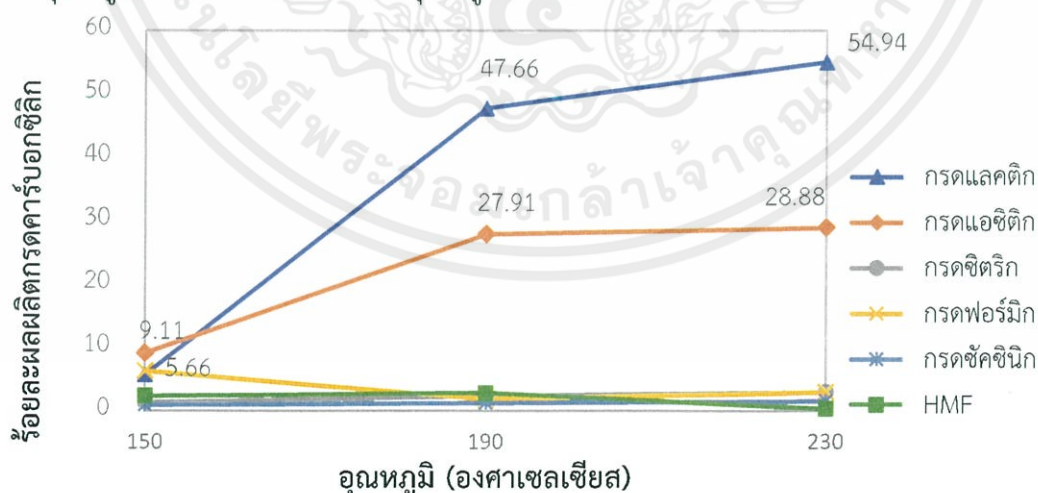
จากผลการทดลองในตารางที่ 4.1 และ 4.2 จะเห็นว่าของเหลือทางการเกษตรแต่ละชนิดจะมีร้อยละองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน โดยในเปลือกทุเรียนจะมีปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสสูงที่สุด คือ ร้อยละ 35.5 และร้อยละ 18.6 ตามลำดับ ซึ่งองค์ประกอบทั้งสองชนิดนี้ เป็นองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญที่สามารถผลิตกรดคาร์บอกซิลิกได้ ดังนั้นจึงเลือกใช้เปลือกทุเรียน (เปลือกทุเรียนที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน แต่ไม่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตน) เป็นสารตั้งต้นหลักในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล เพื่อหาภาวะทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก

4.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียน

การศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิตกรดแลคติกด้วยปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียน (เปลือกทุเรียนที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อน แต่ไม่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตน) จะเริ่มจากการทำปฏิกริยาที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกริยาต่อเซลลูโลส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที จากนั้นจะทำการทดลองโดยเปลี่ยนปัจจัยที่ต้องการ และกำหนดปัจจัยอื่นให้คงที่

4.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิ

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิช่วง 150 - 230 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ได้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอซิดิกร้อยละ 47.66 และร้อยละ 27.91 ตามลำดับ และเกิดผลผลิตอื่น ๆ ในปริมาณเล็กน้อย คือ กรดฟอร์มิก กรดซิติริก กรดซัคซินิก และ 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอร์ฟูรัล (5-hydroxymethylfurfural, HMF) เมื่อลดอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาเป็น 150 องศาเซลเซียส จะมีค่าร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอซิดิกลดลง มีค่าเท่ากับร้อยละ 5.66 และร้อยละ 9.11 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการทำปฏิกริยาที่อุณหภูมิต่ำส่งผลให้ได้รับร้อยละผลผลิตโดยมวลของผลิตภัณฑ์ต่ำลง เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงกว่า 190 องศาเซลเซียส น้ำในระบบอยู่ในภาวะเหนือวิกฤต และแตกตัวได้เป็นไฮดรอกซีเมทิลไอออน ซึ่งมีความสามารถในการทำลายโครงสร้างของ เซลลูโลส และเอมิเซลลูโลส และเมื่อทำปฏิกริยาโดยเพิ่มอุณหภูมิเป็น 230 องศาเซลเซียส จะมีค่าร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอซิดิกเพิ่มขึ้น มีค่าเท่ากับร้อยละ 54.94 และร้อยละ 28.88 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ในการทำปฏิกริยาที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เพื่อความปลอดภัย และลดค่าใช้จ่ายในการผลิต โดยต้องได้รับร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกในปริมาณที่เหมาะสม จึงเลือกทำปฏิกริยาที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส โดยความดันเริ่มต้น คือ 5 บาร์ไนโตรเจน แต่ความดันของระบบระหว่างทำปฏิกริยาที่อุณหภูมิ 150 190 และ 230 องศาเซลเซียส คือ 10 15 23 บาร์ ตามลำดับ โดยข้อมูลความดัน และอุณหภูมิของระบบ ณ เวลาต่าง ๆ ในช่วงเพิ่มอุณหภูมิของระบบ และในช่วงลดอุณหภูมิของระบบ มีรายละเอียดดังแสดงในภาคผนวก ข.3

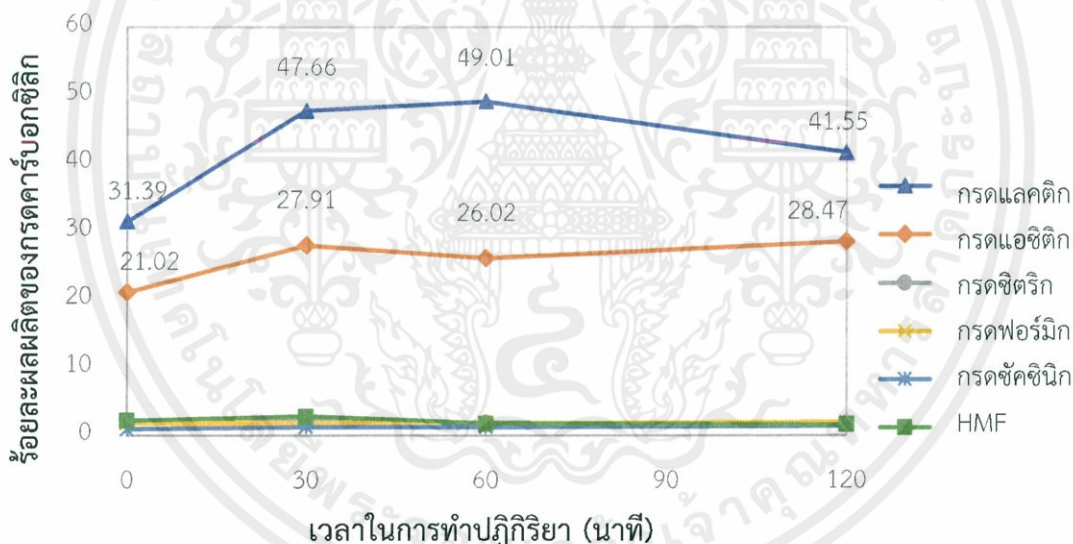


รูปที่ 4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกริยาต่อเซลลูโลส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

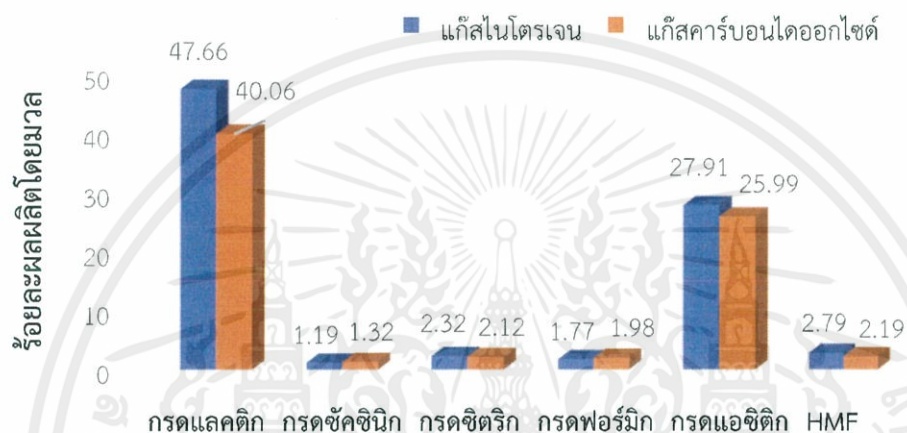
การศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา สนใจศึกษาระยะเวลาที่ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุล สำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากเปลือกทุเรียน เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้คือ 0 30 60 และ 120 นาที โดยที่เวลา 0 นาที หมายถึงระยะเวลาที่เริ่มนับเมื่ออุณหภูมิของสารละลายในเครื่องปฏิกรณ์สูงถึงอุณหภูมิที่ต้องการศึกษา ดังนั้นระหว่างการให้ความร้อนแก่สารละลาย อาจมีปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ ทำให้ที่เวลา 0 นาที มีปริมาณปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกเกิดขึ้น ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่าเมื่อใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักมากที่สุด คือ ร้อยละ 49.01 เมื่อเปรียบเทียบกับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ใช้ระยะเวลา 30 นาที จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก คือ ร้อยละ 47.66 จะเห็นว่าเมื่อใช้ระยะเวลา 30 นาที จะได้ร้อยละผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิกน้อยกว่าที่ระยะเวลา 60 นาทีเล็กน้อย ซึ่งการใช้เวลาน้อยกว่า จะทำให้สิ้นเปลืองพลังงานน้อยกว่า ดังนั้นเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จึงเป็นเวลาที่เหมาะสมในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา คือ 120 นาที พบว่าร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกมีค่าลดลง คือ ร้อยละ 41.55 เนื่องจากเมื่อทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียนถึงจุดหนึ่งระบบจะเข้าสู่สมดุล ทำให้ไม่สามารถเกิดสารผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกได้มากขึ้น หรือถ้าทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลานานเกินไป กรดคาร์บอกซิลิก สามารถสลายตัวเกิดเป็นสารอินทรีย์ชนิดอื่นได้



รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

4.2.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน

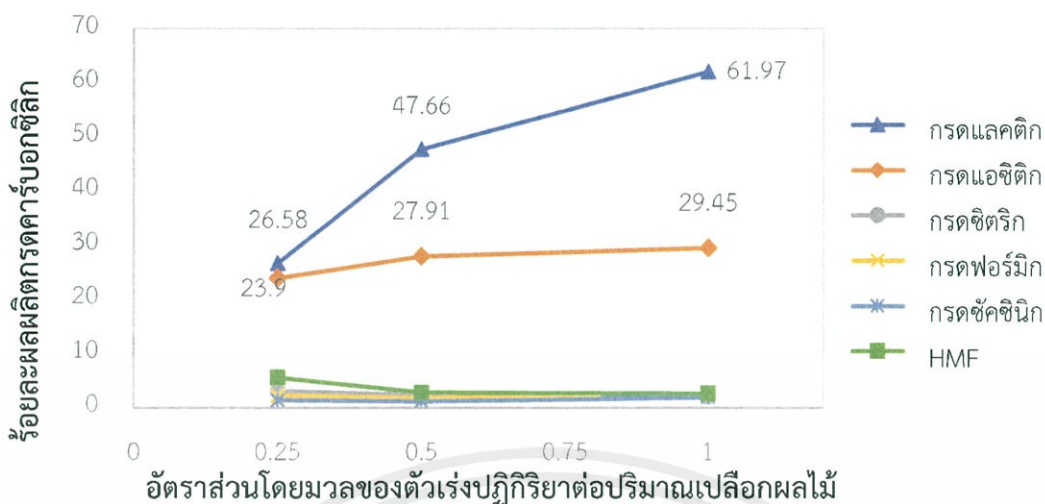
การศึกษาอิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน จะศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียน โดยการอัดความดันเริ่มต้น 5 บาร์ ของแก๊สไนโตรเจน หรือ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ สาเหตุที่สนใจศึกษาอิทธิพลของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เนื่องจากแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นแก๊สเสียที่เกิดขึ้นในโรงงานอุตสาหกรรมต่าง ๆ และเมื่อแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ละลายในน้ำจะเกิดเป็นกรดคาร์บอนิก ซึ่งอาจมีส่วนช่วยในการสลายเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสเป็นผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกที่ต้องการได้ ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าเมื่อใช้แก๊สไนโตรเจนในการอัดความดัน จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติคซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลัก มากกว่าการใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในการอัดความดันเล็กน้อย



รูปที่ 4.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดันในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

4.2.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก จากการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นที่ใช้ คือ เปลือกทุเรียน ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติคซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลัก จะมีค่าเพิ่มมากขึ้น เมื่อทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส คือ 1:1 จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติคสูงที่สุด คือ ร้อยละ 61.97 และร้อยละ 29.45 ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.4 ดังนั้นอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น คือ 1:1 จึงเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล



รูปที่ 4.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปริมาณเปลือกทุเรียนที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

จากผลการทดลองตอนที่ 4.2 พบว่าภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากเปลือกทุเรียน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรโรมีเทนซัลโฟเนต คือ การทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30 นาที และใช้แก๊สไนโตรเจนในการอัดความดันเริ่มต้น 5 บาร์ และความดันสูงสุดของระบบ คือ 15 บาร์ ซึ่งจะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสซิติค คือ ร้อยละ 61.97 และ 29.45 ตามลำดับ โดยเมื่อทำปฏิกิริยาที่ภาวะดังกล่าวโดยใช้เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วยเป็นสารตั้งต้นจะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ ดังตารางที่ 4.3 พบว่าปริมาณผลผลิตของกรดแลคติก และกรดแอสซิติคซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากปฏิกิริยามีค่าสูงที่สุด เนื่องจากเปลือกทุเรียนมีปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสสูงที่สุดซึ่งเป็นองค์ประกอบที่สามารถทำปฏิกิริยาเปลี่ยนเป็นกรดคาร์บอกซิลิกได้ ลำดับถัดมา คือ เปลือกกล้วย และจะได้ปริมาณกรดแลคติก และกรดแอสซิติคน้อยที่สุดเมื่อใช้เปลือกส้มโอเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากเปลือกส้มโอมีปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสต่ำที่สุด

ตารางที่ 4.3 ปริมาณผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณสารตั้งต้น 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

สารตั้งต้น	ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก					ร้อยละผลผลิตโดยมวลของ HMF
	กรดแลคติก	กรดแอสซิติค	กรดฟอร์มิก	กรดซัคซินิก	กรดซิตริก	
เปลือกทุเรียน	61.97	29.45	2.34	1.84	1.99	2.56
เปลือกกล้วย	27.86	11.97	0.56	7.21	0.95	1.58
เปลือกส้มโอ	10.69	5.36	4.84	6.02	2.50	0.17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ทำให้ได้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ ดังที่กล่าวไปข้างต้น ซึ่งได้จากการคำนวณเทียบกับสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย (รายละเอียดแสดงดังภาคผนวก ก.3) และเมื่อคำนวณร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติคเทียบกับปริมาณกลูโคสที่เกิดจากการสลายตัวของเซลลูโลส และปริมาณไซโลสที่เกิดจากการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลสที่มีอยู่ในสารตั้งต้นแต่ละชนิดสามารถแสดงได้ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติค เมื่อคำนวณเทียบกับปริมาณกลูโคส และไซโลสที่มีอยู่ในสารตั้งต้น ของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณสารตั้งต้น 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

สารตั้งต้น	ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก	
	กรดแลคติก	กรดแอสติค
เปลือกทุเรียน	242.74	115.35
เปลือกกล้วย	201.40	86.53
เปลือกส้มโอ	78.31	39.27

จากการคำนวณร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติค โดยเทียบกับปริมาณกลูโคสที่เกิดจากการสลายตัวของเซลลูโลส และปริมาณไซโลสที่เกิดจากการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลสที่มีอยู่ในสารตั้งต้นแต่ละชนิด พบว่ามีร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติคที่มีค่ามากกว่าร้อยละ 100 ซึ่งอาจเกิดจากในขั้นตอนการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบของสารตั้งต้นด้วยวิธีเคลซอนิกนิน การไฮโดรไลซิสเซลลูโลสเป็นกลูโคส และการไฮโดรไลซิสเฮมิเซลลูโลสเป็นไซโลสเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ทำให้เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ไม่เกิดการสลายตัวเป็นกลูโคส และไซโลสทั้งหมด นอกจากนี้เฮมิเซลลูโลสมีส่วนประกอบของน้ำตาลหลายชนิด เช่น ไซโลส แอระบิโนส แมนโนส และกาแลคโตส ซึ่งในการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบคำนวณจากไซโลสเพียงชนิดเดียว เนื่องจากไซโลสเป็นองค์ประกอบหลักที่มีปริมาณสูงถึงร้อยละ 83 - 95 ดังนั้นปริมาณกลูโคส และไซโลสในสารตั้งต้นที่วิเคราะห์ได้ อาจจะมีปริมาณน้อยกว่าความเป็นจริง จึงทำให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก และกรดแอสติคมีค่ามากกว่าร้อยละ 100

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินงาน

ปริญญานิพนธ์นี้ศึกษาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการผลิตสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้สารตั้งต้นคือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเออร์เปียมไมโตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต (Er(OTf)₃) โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ได้แก่ อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และชนิดของแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน ผลการดำเนินงานสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 5.1

จากการทดลองพบว่า เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้นที่มีปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสสูงที่สุด คือร้อยละ 35.5 และ 18.6 ตามลำดับ และเมื่อทำปฏิกิริยาโดยใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้นที่ภาวะที่เหมาะสมจะได้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกสูงที่สุด คือ กรดแลคติกร้อยละ 61.97 และกรดแอสติกร้อยละ 29.45 จากนั้นเมื่อทำการศึกษาอิทธิพลที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นจะส่งผลให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกับการเพิ่มอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น สำหรับการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเมื่อถึงจุดหนึ่งปฏิกิริยาจะเข้าสู่สมดุล ดังนั้นเมื่อทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลามากกว่าเวลาที่เกิดจุดสมดุลของปฏิกิริยาจะไม่ทำให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกเพิ่มขึ้น แต่กลับทำให้ร้อยละโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกลดลง เนื่องจากเมื่อทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลานานเกินไปกรดคาร์บอกซิลิกสามารถสลายตัวเกิดเป็นสารอินทรีย์ชนิดอื่นได้

ตารางที่ 5.1 ตัวแปรที่ศึกษา ขอบเขต และภาวะที่เหมาะสม

อิทธิพลที่มีผลต่อปฏิกิริยา	ขอบเขตที่ศึกษา	ภาวะที่เหมาะสม
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	150 – 230	190
อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น	0.25:1 – 1:1	1:1
เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาท)	0 – 120	30
ชนิดของแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน	แก๊สไนโตรเจน และ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์	แก๊สไนโตรเจน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในปริญญานิพนธ์นี้เกิดจากการทดลอง เมื่อใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น ซึ่งเมื่อใช้สารตั้งต้นชนิดอื่น อาจทำให้ได้ภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทำปฏิกิริยาแตกต่างจากการใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากสารตั้งต้นแต่ละชนิด มีปริมาณองค์ประกอบทางเคมีที่แตกต่างกัน ซึ่งอาจมีผลต่อการเกิดปริมาณผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกที่แตกต่างกัน

5.2.2 ผลิตภัณฑ์กรดคาร์บอกซิลิกที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลมีหลายชนิด ดังนั้นควรแยกผลิตภัณฑ์แต่ละชนิดออกจากกัน เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ ได้โดยง่าย ซึ่งมีหลักการการแยกคือ การกลั่น หรือการกลั่นลำดับส่วน และการใช้เมมเบรน เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร. “สถิติการเกษตรของประเทศไทย ปี2558,”. [ออนไลน์].เข้าถึงได้จาก : http://www.oae.go.th/main.php?filename=journal_all. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 19 ตุลาคม 2559).
- [2] โครงการกิจกรรมการเชื่อมโยงงานวิจัยกับภาคนโยบาย. “ภาคการเกษตรกรรมกับบทบาทที่มีต่อภาวะโลกร้อนและภูมิอากาศเปลี่ยนแปลง,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <http://prp.trf.or.th/trf-policy-brief/ภาคการเกษตรกรรมกับบทบาทที่มีต่อภาวะโลกร้อนและภูมิอากาศเปลี่ยนแปลง>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 19 ตุลาคม 2559).
- [3] งานประชาสัมพันธ์ กองกลาง สำนักงาน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. “นักวิจัย มช. นำมันสำปะหลัง ข้าวโพด อ้อย ผลิตพลาสติกชีวภาพย่อยสลายได้,”. [ออนไลน์].เข้าถึงได้จาก: http://www.prcmu.cmu.ac.th/perin_detail.php?perin_id=161. (สืบค้นข้อมูลวันที่:19 ตุลาคม 2559).
- [4] สยามเคมี.คอม แหล่งความรู้สารเคมีและผลิตภัณฑ์เคมี. “กรดแลคติก (Lactic acid),” . [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <http://www.siamchemi.com/กรดแลคติก/>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 9 กันยายน 2559)
- [5] F.-F. Wang, C.-L. Liu, and W.-S. Dong, “Highly efficient production of lactic acid from cellulose using lanthanide triflate catalysts,” *Green Chem.*, vol. 15, no. 8, pp. 2091–2095, Jul. 2013.
- [6] Y. Wang, H. Song, L. Peng, Q. Zhang, and S. Yao, “Recent developments in the catalytic conversion of cellulose,” *Biotechnol. Biotechnol. Equip.*, vol. 28, no. 6, pp. 981–988, Nov. 2014.
- [7] รัชพล พะวงศรีรัตน์, “กระบวนการปรับสภาพเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการผลิตเอทานอลจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรประเภทลิกโนเซลลูโลส,” Science and Techology Silpakorn University, ปีที่ 2, ฉบับ 1, หน้า 145, เดือนมกราคม - มิถุนายน 2558.
- [8] Bioresource. “Fruit residue to etanol,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: https://www.ncsu.edu/bioresources/BioRes_09/BioRes_09_2_1873_Orozco_Lignocellulosic_Fruit_Waste.pdf. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 25 เมษายน 2560) .
- [9] A. Pinkert, K. N. Marsh, S. Pang, and M. P. Staiger, “Ionic Liquids and Their Interaction with Cellulose,” *Chem. Rev.*, vol. 109, no. 12, pp. 6712–6728, Dec. 2009.
- [10] *Food Network Solution.com*. “Hemicellulose,” [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก:<http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/3154/hemicellulose>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 18 พฤศจิกายน 2559).
- [11] *Google Patents*. “Hemicellulose structure,” [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.google.com/patents/US20130030194>. (สืบค้นวันที่ 18 พฤศจิกายน พ.ศ.2559)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] *Clinical Cases Biochemistry For Medics*. “Lignin structure,” [ออนไลน์].เข้าถึงได้จาก: <http://usmle.biochemistryformedics.com/role-of-dietary-fibre/>. (สืบค้นวันที่ 18 พฤศจิกายน พ.ศ.2559).
- [13] Y. Wang *et al.*, “Chemical synthesis of lactic acid from cellulose catalysed by lead(II) ions in water,” *Nat. Commun.*, vol. 4, p. 2141, Jul. 2013.
- [14] W. Deng, Q. Zhang, and Y. Wang, “Catalytic transformation of cellulose and its derived carbohydrates into chemicals involving CC bond cleavage,” *J. Energy Chem.*, vol. 24, no. 5, pp. 595–607, Sep. 2015.
- [15] F. Chambon, F. Rataboul, C. Pinel, A. Cabiach, E. Guillon, and N. Essayem, “Cellulose hydrothermal conversion promoted by heterogeneous Brønsted and Lewis acids: Remarkable efficiency of solid Lewis acids to produce lactic acid,” *Appl. Catal. B Environ.*, vol. 105, no. 1–2, pp. 171–181, Jun. 2011.
- [16] C. Sánchez, I. Egüés, A. García, R. Llano-Ponte, and J. Labidi, “Lactic acid production by alkaline hydrothermal treatment of corn cobs,” *Chem. Eng. J.*, vol. 181–182, pp. 655–660, Feb. 2012.
- [17] C. Sánchez, L. Serrano, R. Llano-Ponte, and J. Labidi, “Bread residues conversion into lactic acid by alkaline hydrothermal treatments,” *Chem. Eng. J.*, vol. 250, pp. 326–330, Aug. 2014.
- [18] S. Zhang, F. Jin, J. Hu, and Z. Huo, “Improvement of lactic acid production from cellulose with the addition of Zn/Ni/C under alkaline hydrothermal conditions,” *Bioresour. Technol.*, vol. 102, no. 2, pp. 1998–2003, Jan. 2011.
- [19] X. Lei, F.-F. Wang, C.-L. Liu, R.-Z. Yang, and W.-S. Dong, “One-pot catalytic conversion of carbohydrate biomass to lactic acid using an ErCl_3 catalyst,” *Appl. Catal. Gen.*, vol. 482, pp. 78–83, Jul. 2014.
- [20] F.-F. Wang, C.-L. Liu, and W.-S. Dong, “Highly efficient production of lactic acid from cellulose using lanthanide triflate catalysts,” *Green Chem.*, vol. 15, no. 8, pp. 2091–2095, Jul. 2013.
- [21] www.sigma.com. “Price of catalyst,” [ออนไลน์].เข้าถึงได้จาก :<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/425672?lang=en®ion=TH>. (สืบค้นวันที่ 24 พฤศจิกายน พ.ศ.2559).
- [22] มติชนออนไลน์. “ภูมิปัญญาไทย นำเปลือกทุเรียนมาเพิ่มมูลค่า เป็นพลาสติกชีวภาพ (ซีเอ็มซี),” [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: http://www.matichon.co.th/news_detail.php?newsid=14204314. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 27 เมษายน 2560).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [23] ประชาชาติ. “ญี่ปุ่น’ ไฟเขียวนำเข้า ‘ส้มโอไทย’ ผลผลิตไม่พอขายต่างชาติแห่ซื้อ,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: http://www.prachachat.net/news_detail.php?newsid=1484488019. (สืบค้นข้อมูล วันที่: 27 เมษายน 2560).
- [24] อับดุลลาตีฟ ดอโรแมสินินาฏ จงคง, “การผลิตน้ำตาลรีดิวซ์จากเปลือกกล้วยด้วยสารละลายน้ำส้มสายชู,” ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2557.
- [25] W. N. Matura Unhasirikul, “Sugar production from durian (*Durio zibethinus* Murray) peel by acid hydrolysis,” vol. 2013.
- [26] JUSTIN B. SLUITER, RAYMOND O. RUIZ, CHRISTOPHER J. SCARLATA, AMIE D. SLUITER, and DAVID W. TEMPLETON, “Compositional Analysis of Lignocellulosic Feedstocks. 1. Review and Description of Methods,” *Natl. Bioenergy Cent.*, 2010.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

การคำนวณสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

ปริญญานิพนธ์นี้ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วยโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ในแต่ละการทดลองจะกำหนดปริมาณของสารตั้งต้น คือ 0.5 กรัม และน้ำ 100 มิลลิลิตร ภายในเครื่องปฏิกรณ์ขนาด 250 มิลลิลิตร และมีการวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดปริมาณด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน

ก.1 การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อกำหนดอัตราส่วนโดยมวล

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจะใช้น้ำหนักสารตั้งต้นคงที่ คือ 0.5 กรัม โดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นที่ต้องการศึกษา ซึ่งตัวอย่างการคำนวณแสดงได้ดังนี้

กำหนดอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น คือ 0.25 : 1

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม)} &= \text{สัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยา} \times \text{ปริมาณสารตั้งต้น (กรัม)} \\ &= 0.25 \times 0.5 = 0.125 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ตารางที่ ก.1 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง (น้ำหนักสารตั้งต้นคงที่ 0.5 กรัม)

อัตราส่วนโดยมวลของ ตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น	น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม)
0.25:1	0.125
0.5:1	0.25
1:1	0.5

ก.2 การคำนวณปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้น

การคำนวณปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้นด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน จะใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.2 กรัม และมีปริมาตรรวมของสารละลายตัวอย่าง คือ 77 มิลลิลิตร ซึ่งประกอบไปด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นร้อยละ 72 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และน้ำกลั่นปริมาตร 75 มิลลิลิตร เพื่อลดความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกเป็นร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก หลังจากกรองสารตัวอย่างจะนำส่วนที่เป็นของเหลวมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) เพื่อหาปริมาณของกลูโคส และไซโลส เพื่อคำนวณเป็นปริมาณเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ตามลำดับ และนำส่วนที่เป็นของแข็งมาวิเคราะห์หาปริมาณลิกนิน โดยมีผลการคำนวณในแต่ละขั้นตอนดังต่อไปนี้

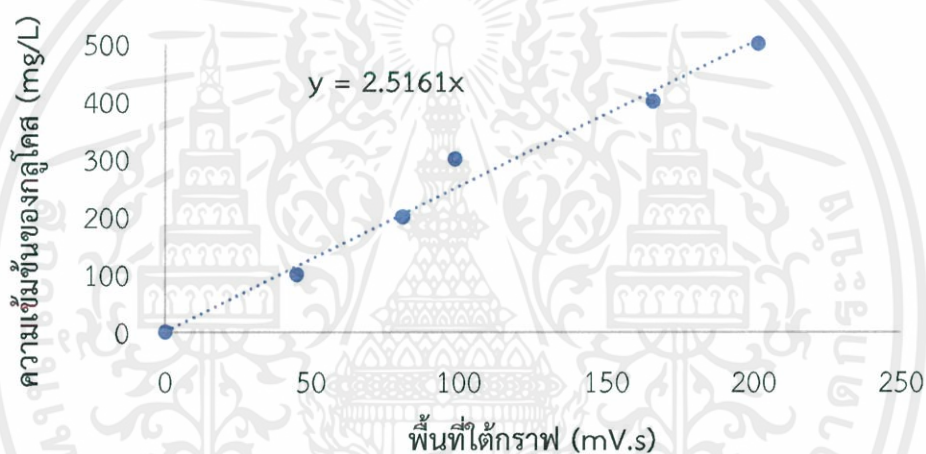
หมายเหตุ: การแสดงวิธีการคำนวณปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้น จะแสดงผลของสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดทั้งน้ำร้อน และอะซิโตนเรียบร้อยแล้ว

ก.2.1 การคำนวณร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และเคลซอนลิกนิน

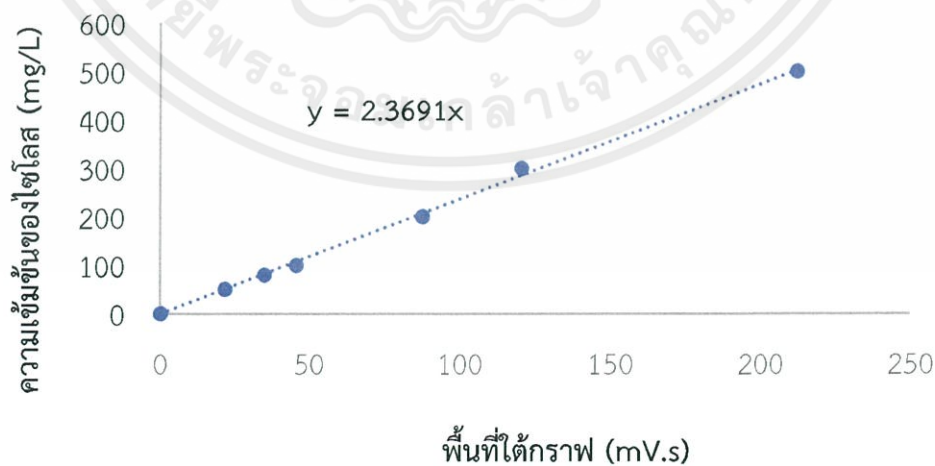
เมื่อนำสารตัวอย่างส่วนที่เป็นของเหลวมาวิเคราะห์ด้วย HPLC จะได้โครมาโทแกรม ซึ่งแสดงพื้นที่พีคของกลูโคส และไซโลส นำพื้นที่พีคเทียบกับกราฟสอบเทียบมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นของกลูโคส และไซโลสในหน่วยหนึ่งส่วนในล้านส่วน (PPM) หรือมิลลิกรัมต่อลิตร โดยการเตรียมสารตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ถูกทำให้เจือจางเพื่อลดความเข้มข้นลงครึ่งหนึ่ง ดังนั้นเมื่อได้ความเข้มข้นของกลูโคส และไซโลสในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตรแล้วต้องคูณ 2 ตามการลดความเข้มข้นด้วยตัวอย่างการคำนวณสามารถแสดงได้ดังนี้

$$\text{ความเข้มข้นของกลูโคสในสารตัวอย่าง (mg/L)} = (2.5161 \times \text{พื้นที่พีคของกลูโคส}) \times 2$$

$$\text{ความเข้มข้นของไซโลสในสารตัวอย่าง (mg/L)} = (2.3691 \times \text{พื้นที่พีคของไซโลส}) \times 2$$



รูปที่ ก.1 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสโดยเครื่อง HPLC



รูปที่ ก.2 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไซโลสโดยเครื่อง HPLC

ก.2.1.1 การคำนวณร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส

ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสสามารถคำนวณได้จากร้อยละโดยมวลของกลูโคสในสารตัวอย่าง ซึ่งมีวิธีการคำนวณดังต่อไปนี้

น้ำหนักกลูโคสในสารตัวอย่าง (g) =

$\frac{\text{ความเข้มข้นกลูโคสในสารตัวอย่าง (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกัน (ml)}}{1,000,000}$

1,000,000

$$\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} = \frac{\text{น้ำหนักกลูโคสในสารตัวอย่าง (g)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกัน (g)}} \times 100$$

ร้อยละโดยมวลเซลลูโลส = (0.9)(ร้อยละโดยมวลกลูโคส)

ซึ่ง 0.9 คำนวณจาก กลูโคส 1 โมเลกุล มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 180 กรัม เมื่อกลูโคส 2 โมเลกุลมีการเชื่อมต่อกันเพื่อเปลี่ยนเป็นเซลลูโลส จะมีน้ำหลุดออกไป 1 โมเลกุล ซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 18 กรัม โดยที่ $180 - 18 = 162$ กรัม ดังนั้นสัดส่วนในการเปลี่ยนกลูโคสเป็นเซลลูโลสคือ $162/180 = 0.9$

ตัวอย่างการคำนวณ: น้ำหนักเปลือกทุเรียน 0.212 กรัม พื้นที่ผิวของกลูโคส 214.583 และปริมาตรสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกัน 77 มิลลิลิตร

$$\text{ความเข้มข้นของกลูโคสในสารตัวอย่าง} = (2.5161 \times 214.583) \times 2 = 1079.825 \text{ mg/L}$$

$$\text{น้ำหนักกลูโคสในสารตัวอย่าง} = (1079.825 \times 77)/1,000,000 = 0.083 \text{ g}$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} = (0.083/0.212) \times 100 = 39.438$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเซลลูโลส} = 0.9 \times 39.438 = 35.494$$

ก.2.1.2 การคำนวณร้อยละโดยมวลของเฮมิเซลลูโลส

ร้อยละโดยมวลของเฮมิเซลลูโลสสามารถคำนวณได้จากร้อยละโดยมวลของไซโลสในสารตัวอย่าง ซึ่งมีวิธีการคำนวณดังต่อไปนี้

น้ำหนักไซโลสในสารตัวอย่าง (g) =

$\frac{\text{ความเข้มข้นไซโลสในสารตัวอย่าง (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกัน (ml)}}{1,000,000}$

1,000,000

$$\text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} = \frac{\text{น้ำหนักไซโลสในสารตัวอย่าง (g)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน (g)}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลส} = (0.88)(\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส})$$

ซึ่ง 0.88 คำนวณจาก ไซโลส 1 โมเลกุล มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 150 กรัม เมื่อไซโลสมีการเชื่อมต่อกันเพื่อเปลี่ยนเป็นเฮมิเซลลูโลส จะมีน้ำหลุดออกไป 1 โมเลกุล ซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 18 กรัม โดยที่ $150 - 18 = 132$ กรัม ดังนั้นสัดส่วนในการเปลี่ยนไซโลสเป็นเฮมิเซลลูโลสคือ $132/150 = 0.88$

ตัวอย่างการคำนวณ: น้ำหนักเปลือกทุเรียน 0.212 กรัม พื้นที่พีคของไซโลส 121.991 และปริมาตรสารตั้งต้นที่นำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน 77 มิลลิลิตร

$$\text{ความเข้มข้นของไซโลสในสารตัวอย่าง} = (2.3691 \times 121.991) \times 2 = 578.018 \text{ mg/L}$$

$$\text{น้ำหนักไซโลสในสารตัวอย่าง} = (578.018 \times 77)/1,000,000 = 0.045 \text{ g}$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} = (0.045/0.212) \times 100 = 21.112$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลส} = 0.9 \times 21.112 = 18.577$$

ตารางที่ ก.2 จำนวนร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลสในสารตั้งต้น

	สารตั้งต้น		
	เปลือกทุเรียน	เปลือกส้มโอ	เปลือกกล้วย
น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ (g)	0.212	0.204	0.201
พื้นที่พีคของกลูโคส (mV.s)	214.583	112.150	105.726
พื้นที่พีคของไซโลส (mV.s)	121.991	70.472	74.784
ความเข้มข้นกลูโคส (mg/L)	1079.825	564.361	532.034
ความเข้มข้นไซโลส (mg/L)	578.018	333.910	354.342
น้ำหนักกลูโคส (g)	0.083	0.043	0.041
น้ำหนักไซโลส (g)	0.045	0.026	0.027
ร้อยละโดยมวลของกลูโคส	39.438	21.347	20.408
ร้อยละโดยมวลของไซโลส	21.112	12.630	13.592
ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส	35.494	19.212	18.367
ร้อยละโดยมวลของเฮมิเซลลูโลส	18.577	11.114	11.961

ก.2.1.3 การคำนวณร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนิน

ในขั้นตอนการกรองสารตัวอย่างจากการวิเคราะห์หึ่งค์ประกอบเคลซอนลิกนิน จะได้ส่วนที่เป็นของแข็ง หรือ เรียกว่า เคลซอนลิกนิน ซึ่งจะติดอยู่กับกระดาษกรอง ดังนั้นในการหาน้ำหนักของเคลซอนลิกนินจะต้องลบน้ำหนักของกระดาษกรองออกก่อน จากนั้นเมื่อได้น้ำหนักของเคลซอนลิกนิน นำไปคำนวณหาร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนินเมื่อเทียบกับน้ำหนักสารตั้งต้นได้ดังนี้

$$\text{ร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนิน} = \frac{\text{น้ำหนักเคลซอนลิกนิน (g)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ในการวิเคราะห์เคลซอนลิกนิน (g)}} \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ: น้ำหนักเปลือกทุเรียน 0.212 กรัม และน้ำหนักของเคลซอนลิกนิน 0.035 กรัม

$$\text{ร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนิน} = (0.035/0.212) \times 100 = 16.672 \text{ g}$$

ตารางที่ ก.3 ค่ามวลร้อยละโดยมวลของลิกนินในสารตั้งต้น

	สารตั้งต้น		
	เปลือกทุเรียน	เปลือกส้มโอ	เปลือกกล้วย
น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ (g)	0.212	0.204	0.201
น้ำหนักของเคลซอนลิกนิน (g)	0.035	0.046	0.055
ร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนิน	16.672	22.724	27.319

ก.2.2 การคำนวณร้อยละโดยมวลของเถ้า

การวิเคราะห์ปริมาณเถ้าสามารถทำได้โดยชั่งสารตั้งต้น 0.5 กรัมใส่ครุชชีเบลนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และทำซ้ำจนน้ำหนักของครุชชีเบลที่บรรจุเถ้าคงที่ โดยการคำนวณร้อยละโดยมวลของเถ้า จะคำนวณจากน้ำหนักเถ้าที่ได้จากการวิเคราะห์เถ้า ดังนั้นจึงต้องลบน้ำหนักครุชชีเบลที่บรรจุเถ้าออกก่อน จากนั้นเมื่อได้น้ำหนักเถ้าแล้วนำไปคำนวณเทียบกับน้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ได้ดังนี้

$$\text{ร้อยละโดยมวลของเถ้า} = \frac{\text{น้ำหนักเถ้า (g)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ในการวิเคราะห์เถ้า (g)}} \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ: น้ำหนักเปลือกทุเรียน 0.212 กรัม และน้ำหนักของเถ้า 0.019 กรัม

$$\text{ร้อยละโดยมวลของเถ้า} = (0.019/0.212) \times 100 = 3.724 \text{ g}$$

ตารางที่ ก.4 คำนวณร้อยละโดยมวลของเถ้าในสารตั้งต้น

	สารตั้งต้น		
	เปลือกทุเรียน	เปลือกส้มโอ	เปลือกกล้วย
น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ (g)	0.503	0.501	0.501
น้ำหนักเถ้า (g)	0.019	0.017	0.047
ร้อยละโดยมวลของเถ้า	3.724	3.432	9.362

ก.3 การคำนวณร้อยละผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิก

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ นั้น จะใช้สารตั้งต้น 3 ชนิด คือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยร้อยละผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิกที่เกิดขึ้นสามารถคำนวณได้ดังนี้

กำหนดให้ไม่มีการสูญเสียของสารในระบบ ดังนั้น ปริมาตรผลิตภัณฑ์ = ปริมาตรสารตั้งต้น

น้ำหนักกรดคาร์บอกซิลิกในสารตัวอย่าง (g)

$$= \frac{\text{ความเข้มข้นกรดคาร์บอกซิลิกในสารผลิตภัณฑ์ (mg/L)} \times \text{ปริมาตรสารผลิตภัณฑ์ (ml)}}{1,000,000}$$

$$\text{ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก} = \frac{\text{น้ำหนักกรดคาร์บอกซิลิกในสารผลิตภัณฑ์ (g)}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล (g)}} \times 100$$

ตัวอย่างการคำนวณ: คำนวณความเข้มข้นของกรดแลคติกในสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยา ไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียนปริมาณ 0.5 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเปลือกทุเรียน คือ 1:1 ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 30 นาที และความเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

จากกราฟสอบเทียบมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์กรดแลคติก จะได้ว่า

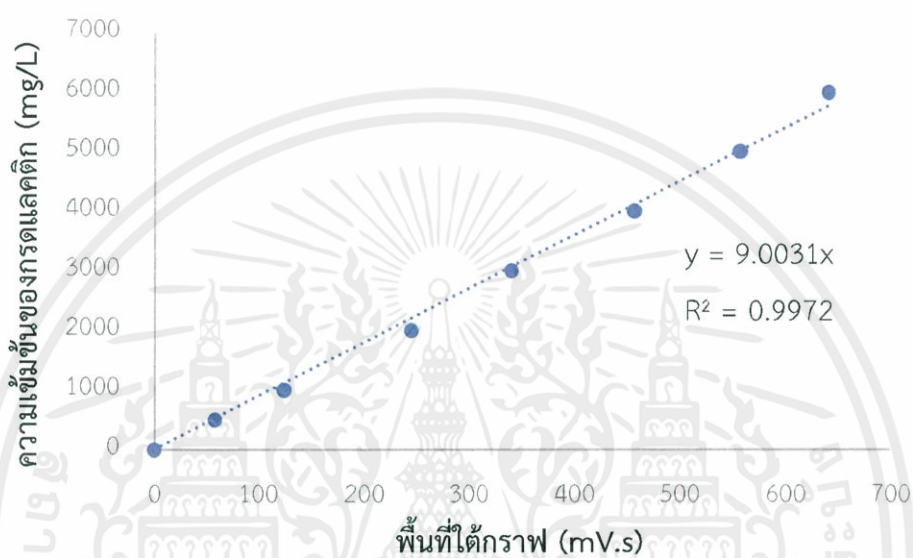
$$\begin{aligned} \text{ความเข้มข้นของกรดแลคติกในผลิตภัณฑ์} &= 9.0031 \times \text{พื้นที่พีคของกรดแลคติก} \\ &= 9.0031 \times 344.184 = 3098.723 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\text{น้ำหนักกรดแลคติกในผลิตภัณฑ์} = (3098.723 \times 100) / 1,000,000 = 0.3098723 \text{ g}$$

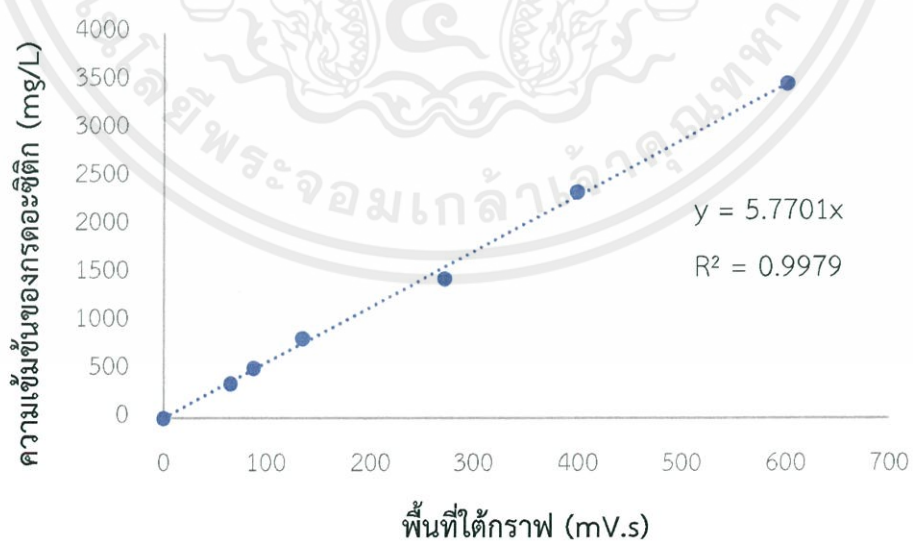
$$\text{ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติก} = (0.3098723 / 0.5) \times 100 = 61.97$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรดคาร์บอกซิลิกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) จะมีหน่วยเป็น ส่วนในล้านส่วน (ppm) หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L) โดยกราฟสอบเทียบมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกชนิดต่าง ๆ ได้แก่ กรดแลคติก กรดแอสซิติค กรดฟอร์มิก กรดซิตริก กรดซัคซินิก และ HMF แสดงได้ดังต่อไปนี้

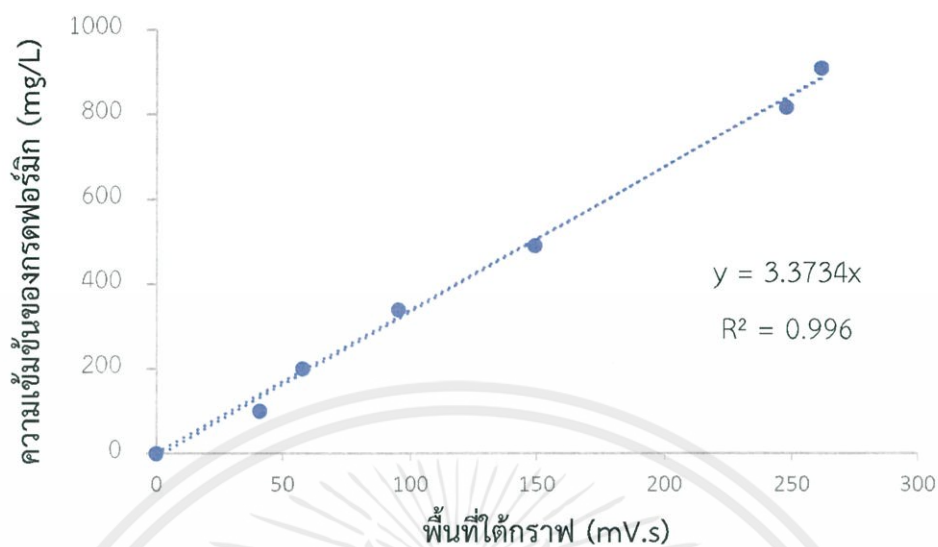


รูปที่ ก.3 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกโดยเครื่อง HPLC

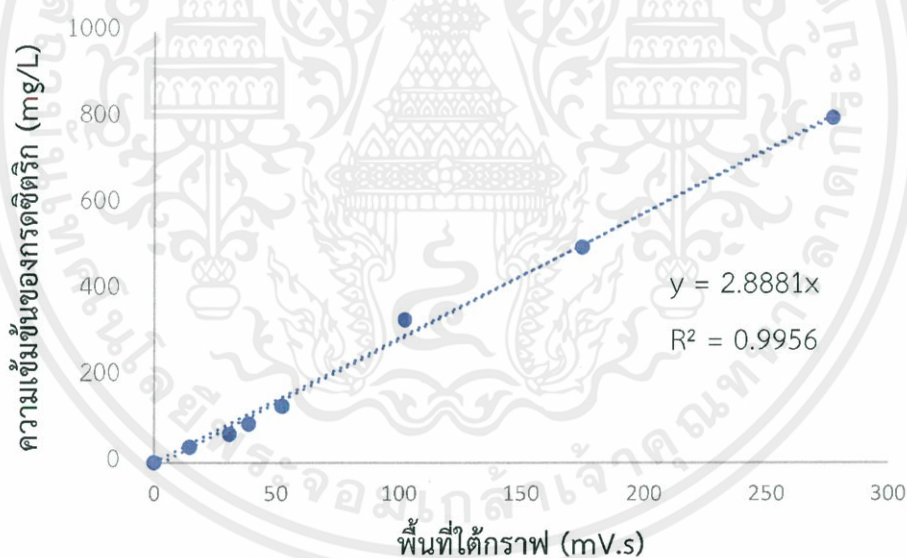


รูปที่ ก.4 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแอสซิติคโดยเครื่อง HPLC

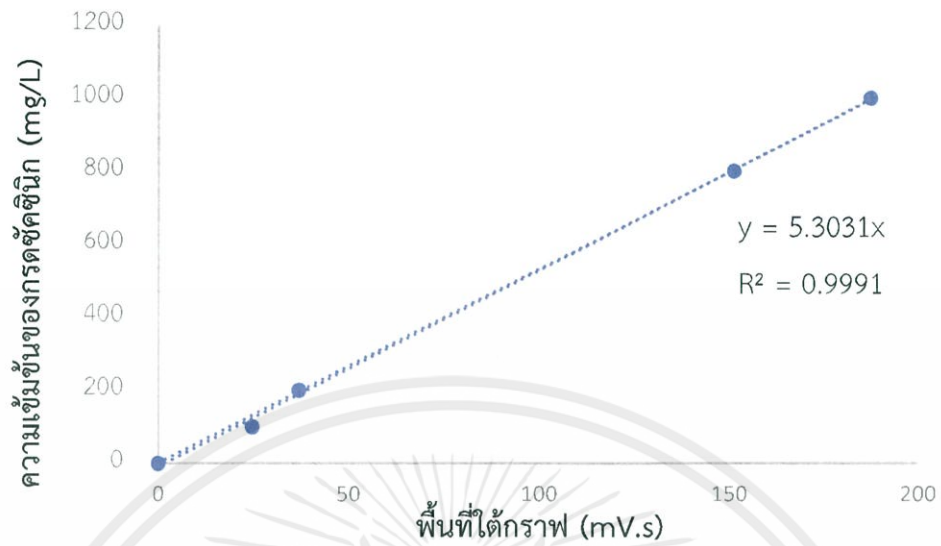
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



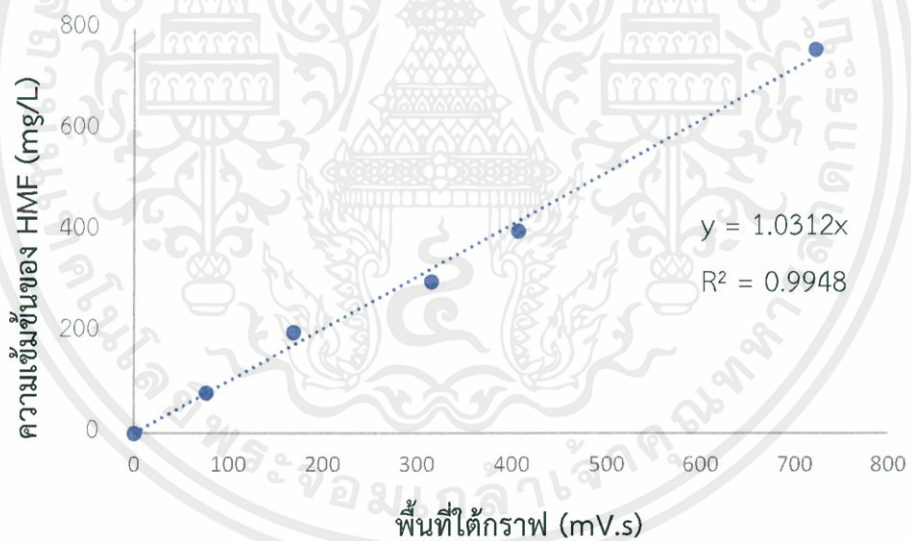
รูปที่ ๕.5 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดฟลูออริกโดยเครื่อง HPLC



รูปที่ ๕.๖ กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดซิดริกโดยเครื่อง HPLC



รูปที่ ก.7 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดซัคซินิกโดยเครื่อง HPLC



รูปที่ ก.8 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ HMF โดยเครื่อง HPLC

ภาคผนวก ข.

ข้อมูลการทดลอง

ข.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร

การวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีด้วยวิธีเคิลซอนิกนินในของเหลือทางการเกษตร คือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นระหว่างสารตั้งต้นที่ไม่ได้ผ่านการสกัดน้ำร้อน และอะซิโตน แสดงดังตาราง ข.1.1

ตารางที่ ข.1.1 ร้อยละขององค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดที่จะใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ไม่ได้ผ่านการสกัดน้ำร้อน และอะซิโตน

ชนิดสารตั้งต้น	ร้อยละ เซลลูโลส	ร้อยละ เอมิเซลลูโลส	ร้อยละ เคิลซอนิกนิน	ร้อยละเถ้า
เปลือกทุเรียน	24.2	10.0	16.9	8.7
เปลือกส้มโอ	9.3	9.1	39.5	8.3
เปลือกกล้วย	13.5	9.4	28.3	18.2

ข.2 การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิก จะใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้นหลักในการศึกษาอิทธิพลจากอุณหภูมิ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และชนิดของแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการทำปฏิกิริยา จากนั้นทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่ได้จากสารตั้งต้น คือ เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ซึ่งร้อยละผลผลิตโดยมวลของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียนของการศึกษาอิทธิพลต่าง ๆ สามารถแสดงได้ดังต่อไปนี้

ตารางที่ ข.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละผลผลิตโดยมวล					
	กรดแลคติก	กรดแอสซิติค	กรดฟอร์มิก	กรดซิตริก	กรดซัคซินิก	HMF
150	5.66	9.11	6.31	1.31	0.88	2.36
190	47.66	27.91	1.77	2.32	1.19	2.79
230	54.94	28.88	2.97	2.9	1.50	0.27

ตารางที่ ข.2.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา (นาที)	ร้อยละผลผลิตโดยมวล					
	กรดแลคติก	กรดแอสซิติค	กรดฟอร์มิก	กรดซิตริก	กรดซัคซินิก	HMF
0	31.39	21.02	1.84	2.27	0.9	2.2
30	47.66	27.91	1.77	2.32	1.19	2.79
60	49.01	26.02	1.73	1.87	1.26	1.74

ตารางที่ ข.2.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดันในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

ชนิดของแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน	ร้อยละผลผลิตโดยมวล					
	กรดแลคติก	กรดแอสซิติค	กรดฟอร์มิก	กรดซิตริก	กรดซัคซินิก	HMF
ไนโตรเจน	47.66	27.91	1.77	2.32	1.19	2.79
คาร์บอนไดออกไซด์	40.06	25.99	1.98	2.12	1.32	2.19

ตารางที่ ข.2.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปริมาณเปลือกทุเรียนที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณสารตั้งต้น 0.5 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเปลือกทุเรียน	ร้อยละผลผลิตโดยมวล					
	กรดแลคติก	กรดแอสซิติค	กรดฟอร์มิก	กรดซิตริก	กรดซัคซินิก	HMF
0.25:1	26.58	23.9	2.18	3.06	1.35	5.58
0.5:1	47.66	27.91	1.77	2.32	1.19	2.79
1:1	61.97	29.45	2.34	1.99	1.84	2.56

ข.3 ความดัน และอุณหภูมิของระบบที่เวลาต่าง ๆ ของปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียน

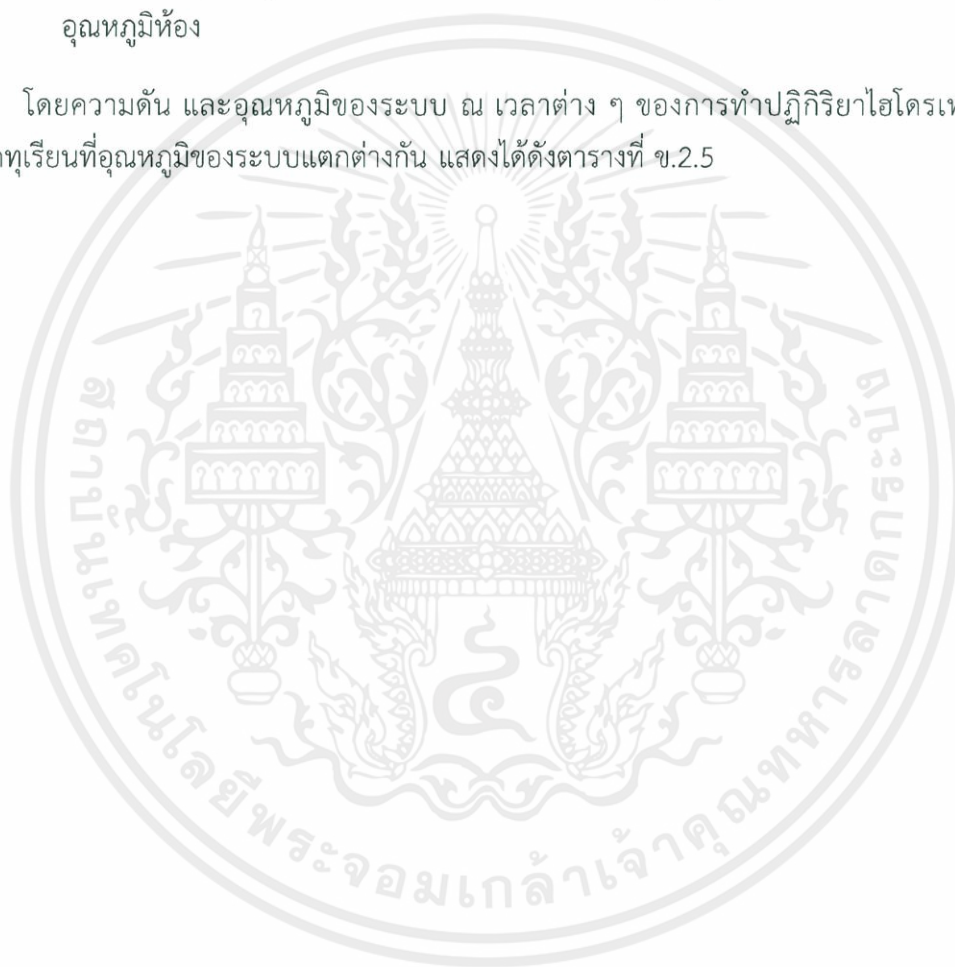
การทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัล ประกอบไปด้วย 3 ช่วง คือ

ช่วงที่ 1 คือ ช่วงก่อนทำปฏิริยา จะเป็นช่วงที่อุณหภูมิของระบบค่อย ๆ เพิ่มขึ้นจนมีค่าเท่ากับอุณหภูมิที่ต้องการศึกษา

ช่วงที่ 2 คือ ช่วงการทำปฏิริยาตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษา

ช่วงที่ 3 คือ ช่วงหลังจากทำปฏิริยาเรียบร้อยแล้ว จะเป็นช่วงที่อุณหภูมิของระบบมีค่าลดลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง

โดยความดัน และอุณหภูมิของระบบ ณ เวลาต่าง ๆ ของการทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเปลือกทุเรียนที่อุณหภูมิของระบบแตกต่างกัน แสดงได้ดังตารางที่ ข.2.5



ตารางที่ ข.2.5 ความดัน และอุณหภูมิของระบบที่เวลาต่าง ๆ ของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ต้องการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในช่วงเพิ่ม และลดอุณหภูมิของระบบ ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ไนโตรเจน ปริมาณเปลือกทุเรียน 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลล์ลอส 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

เวลา	อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล (องศาเซลเซียส)											
	150				190				230			
	ช่วงเพิ่มอุณหภูมิ		ช่วงลดอุณหภูมิ		ช่วงเพิ่มอุณหภูมิ		ช่วงลดอุณหภูมิ		ช่วงเพิ่มอุณหภูมิ		ช่วงลดอุณหภูมิ	
	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน
0	26.5	5.0	150.0	9.5	27.1	5.0	190.0	16.0	28.5	5.0	230.0	24.0
5	50.2	5.5	143.0	9.0	43.1	5.5	132.4	8.5	35.5	5.0	149.4	21.0
10	76.5	7	131.5	8.0	70.2	5.5	89.4	6.0	68.5	5.5	107.1	16.5
15	102.8	7.4	121.4	7.0	111.0	6.5	73.3	5.5	110.1	7.0	83.0	7.5
20	121.3	7.8	100.0	6.5	141.8	8.0	56.9	5.2	148.6	8.5	66.2	5.2
25	137.2	8	85.1	6.0	165.5	10.0	49.9	5.1	168.5	11.5	52.4	5.0
30	141.0	8.9	55.0	5.0	175.8	12.0	45.4	5.0	184.5	15.0	44.6	5.0
35	146.4	9	45.2	5.0	180.7	13.0	38.7	5.0	200.0	18.0	39.2	5.0
40	147.3	9	37.0	5.0	183.7	13.5	34.4	5.0	211.2	22.0	-	-
45	148.6	9.5	30.2	5.0	186.7	14.5	29.8	5.0	216.9	22.0	-	-
50	150.0	10	-	-	188.2	15.0	-	-	221.7	22.5	-	-
55	-	-	-	-	190.0	15.0	-	-	224.7	22.5	-	-
60	-	-	-	-	-	-	-	-	224.9	23.0	-	-
65	-	-	-	-	-	-	-	-	228.5	23.0	-	-
70	-	-	-	-	-	-	-	-	228.6	23.0	-	-
75	-	-	-	-	-	-	-	-	230.0	23.0	-	-

หมายเหตุ: อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) และความดัน (บาร์)

ภาคผนวก ค.

การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตรเกิดขึ้นในภาวะอุณหภูมิ 150 – 230 องศาเซลเซียส และความดันเริ่มต้น 5 บาร์ โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดัน และอุณหภูมิสูง (autoclave) ซึ่งมีขั้นตอนการใช้งานดังต่อไปนี้

เตรียมสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยา น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร เพื่อเตรียมเข้าเครื่องปฏิกรณ์ โดยตำแหน่งของอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ ค.1 และรูป ค.2

เติมน้ำใส่ถังหล่อเย็น 2 ถัง สำหรับหล่อเย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ และอุปกรณ์ โดยให้ระดับน้ำสูงกว่าปั๊มพอสมควร จากนั้นวางปั๊มหล่อเย็นให้จมลงในถังทั้งสอง

ใช้น้ำทำความสะอาดตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ และส่วนหัวของเครื่อง โดยมีอุปกรณ์ คือ ไขพัตกวน ท่อแก๊สขาเข้า และท่อแก๊สขาออก แล้วเช็ดให้สะอาดเพื่อป้องกันสารเจือปน

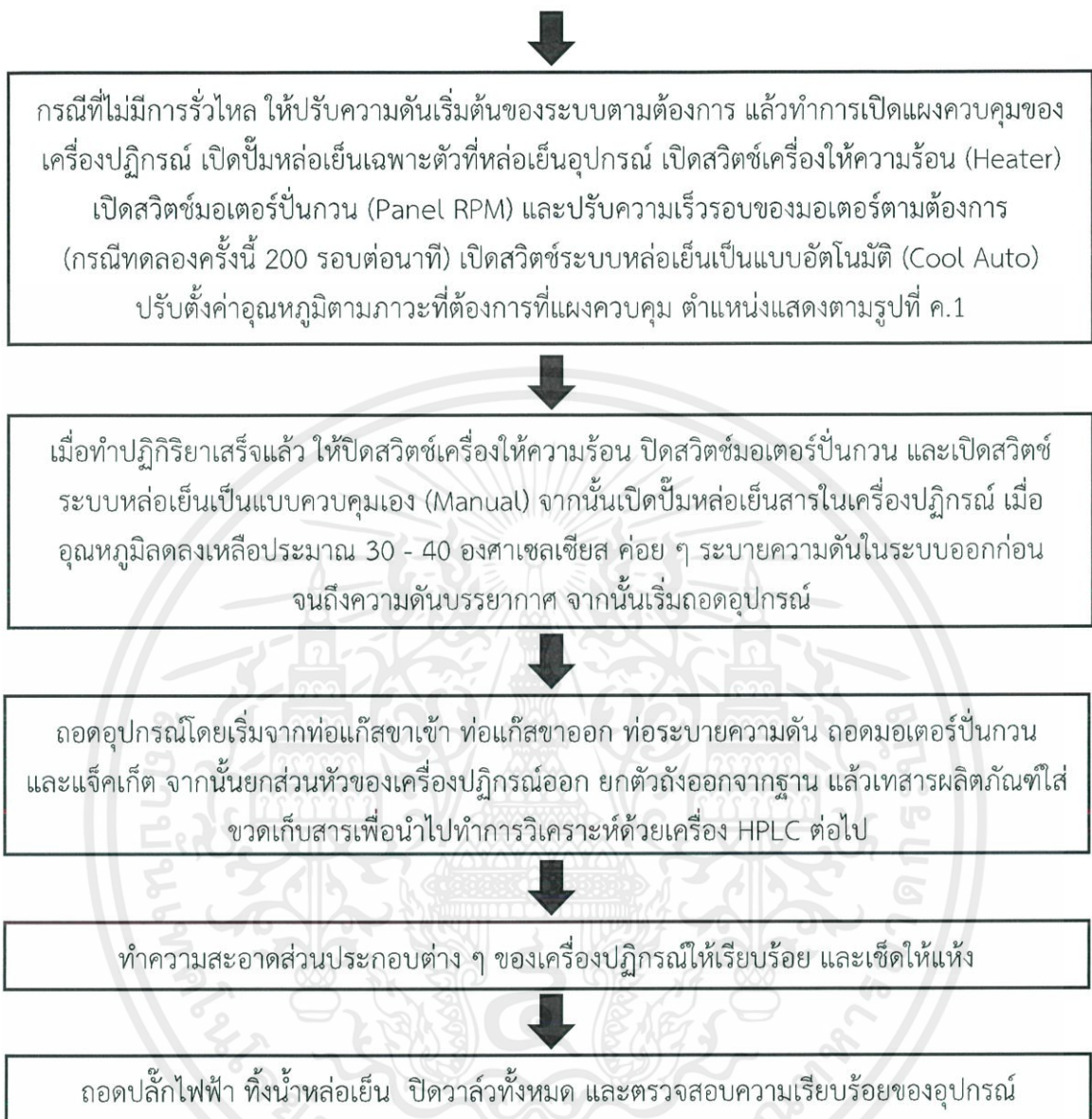
นำสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ ใส่ลงในตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นนำไปวางที่ฐานของเครื่องปฏิกรณ์ แล้วนำส่วนหัวมาประกอบไว้ด้านบนของตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์

ประกอบแจ็คเก็ต (jacket) เพื่อให้เครื่องปฏิกรณ์สามารถทนอุณหภูมิ และความดันสูงได้เมื่อทำปฏิกิริยา โดยกดล็อก และขันน็อตให้แน่น เพื่อป้องกันการรั่วซึมของสารขณะทำปฏิกิริยา

เชื่อมต่อส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์กับมอเตอร์ของเครื่องปั่นกวน และประกอบทั้งสองส่วนให้แน่น

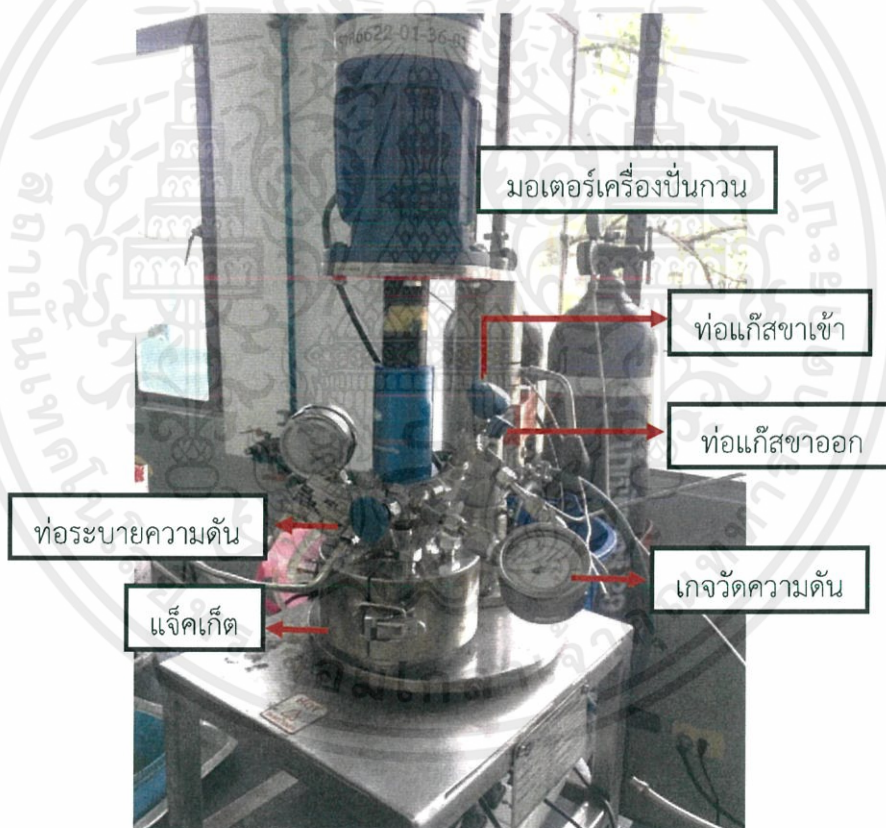
เชื่อมต่อท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก และท่อระบายความดัน กับส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์ แล้วใช้ประแจเลื่อนขันให้แน่น

ตรวจสอบการรั่วไหล (check leak) โดยอัดแก๊สชนิดที่ต้องการศึกษา เข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์แล้วปิดวาล์วแก๊สขาเข้า และขาออก จากนั้นเปิดวาล์วเกจวัดความดัน ใช้น้ำสบู่ฉีดบริเวณข้อต่อของท่อ และวาล์วต่าง ๆ ถ้ามีฟองอากาศเกิดขึ้น แสดงว่าเกิดการรั่วไหลที่บริเวณนั้น ให้เปิดวาล์วแก๊สขาออกให้ ความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์ลดลง จากนั้นจึงถอดบริเวณที่มีการรั่วไหลแล้วเชื่อมต่อใหม่ให้สนิท





รูปที่ ค.1 แผงควบคุมของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ



รูปที่ ค.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง.

การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ในปริญญานิพนธ์นี้จะใช้คอลัมน์ Phenomenex Rezex RHM-Monosaccharide H+(8) % ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร โดยจะแบ่งการวิเคราะห์ผลการทดลองเป็น 2 ส่วน คือ การวิเคราะห์น้ำตาลกลูโคส และน้ำตาลไซโลสเพื่อวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบในเปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย และการวิเคราะห์กรดคาร์บอกซิลิก ซึ่งเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ซึ่งมีขั้นตอนการวิเคราะห์ผลการทดลองดังต่อไปนี้

1. การเตรียมวัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase)

1. นำสารละลายที่จะใช้เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ที่ใส่ขวดใส่ที่สะอาดขนาด 1 ลิตร ไล่ฟองอากาศในสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ด้วยเครื่องโซนิคที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

2. การเตรียมสารตัวอย่างที่ต้องการทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC

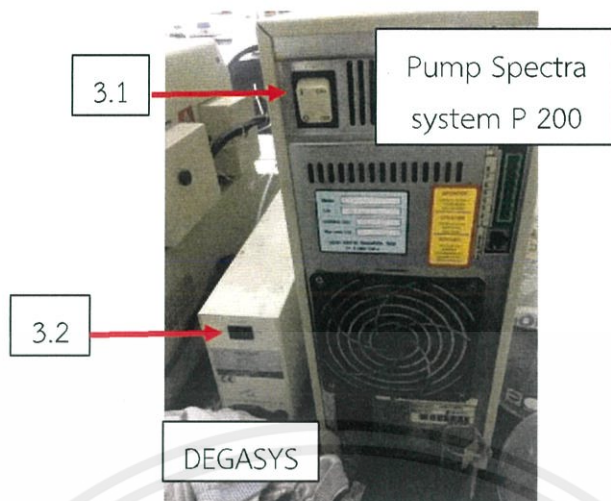
1. ดูดสารตัวอย่างด้วยหลอดฉีดสารปริมาณ 5 มิลลิลิตร ใส่ปิเปตเตอร์
2. นำหลอดฉีดสารต่อเข้ากับตัวกรอง (syringe filter) ขนาด 0.2 หรือ 0.45 ไมครอน แล้วฉีดสารตัวอย่างผ่านตัวกรองใส่ปิเปตเตอร์อีกอันหนึ่ง

3. การเปิดระบบเครื่อง HPLC

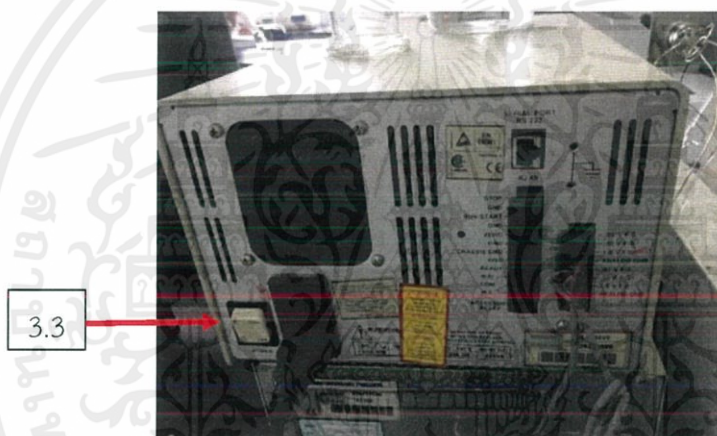
การเปิดระบบเครื่อง HPLC มีส่วนประกอบต่าง ๆ ที่ต้องเปิดก่อนการใช้งาน คือ

- Pump Spectra system P 200 กดสวิตช์ (3.1) ดังแสดงในรูปที่ ง.1
- DEGASYS กดสวิตช์ (3.2) ดังแสดงในรูปที่ ง.1
- UV Detector กดสวิตช์ (3.3) ดังแสดงในรูปที่ ง.2
- RI Detector กดสวิตช์ (3.4) ดังแสดงในรูป ง.3

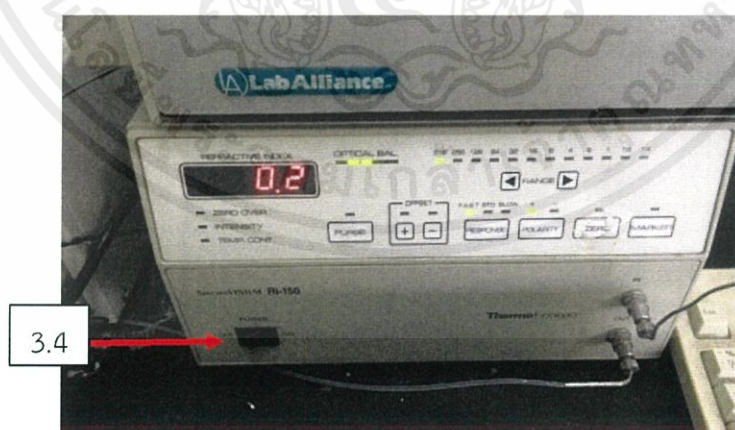
เมื่อเปิดสวิตช์เรียบร้อยแล้ว รอประมาณ 1 นาที จนหน้าจอของ Pump Spectra system P 200 และ Detector ขึ้นสถานะ Ready พร้อมใช้งาน จากนั้นเปิดเครื่องคอมพิวเตอร์



รูปที่ ๓.1 สวิตซ์ในการเปิด-ปิด Pump Spectra system P 200 และ DEGASYS



รูปที่ ๓.2 สวิตซ์ในการเปิด-ปิด UV Detector



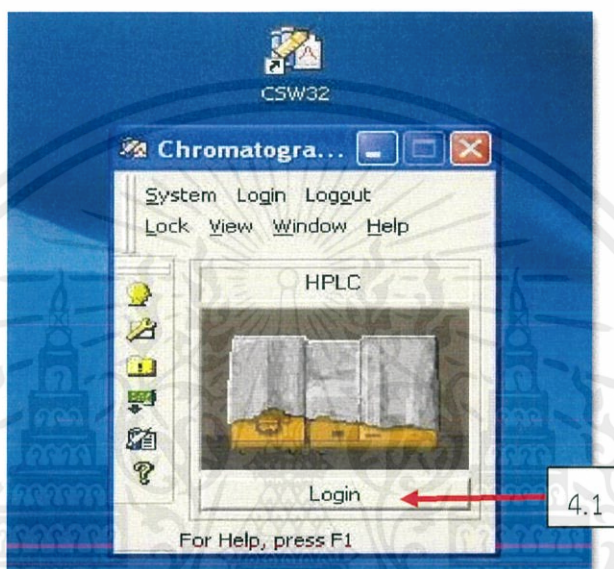
รูปที่ ๓.3 สวิตซ์ในการเปิด-ปิด RI Detector

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

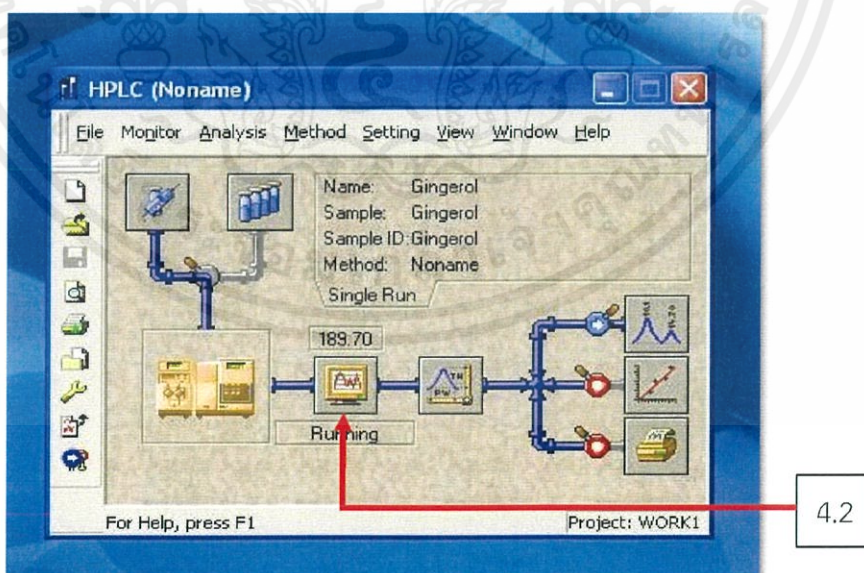
4. การเปิดโปรแกรม CSW32



1. เปิดโปรแกรม CSW32 เมื่อคอมพิวเตอร์พร้อมใช้งาน โดยดับเบิลคลิกที่ไอคอน CSW32
2. เมื่อหน้าต่างชื่อ Chromatogram ขึ้นมา (4.1) ดังแสดงในรูป ง.4 จากนั้นกด Login แล้วใส่รหัส "HPLC" แล้วกด OK
3. เมื่อหน้าต่าง HPLC (NONAME) แสดงขึ้นมาที่หน้าจอ ให้คลิกที่ Detector Signal (4.2) ดังแสดงในรูป ง.5
4. หน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมาเพื่อแสดง base line (4.3) ดังแสดงในรูป ง.6

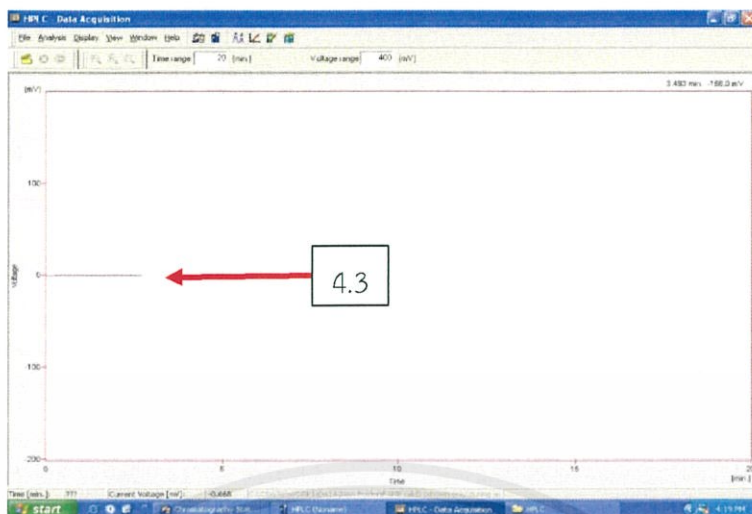


รูปที่ ง.4 การเปิดโปรแกรม CSW32



รูปที่ ง.5 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)

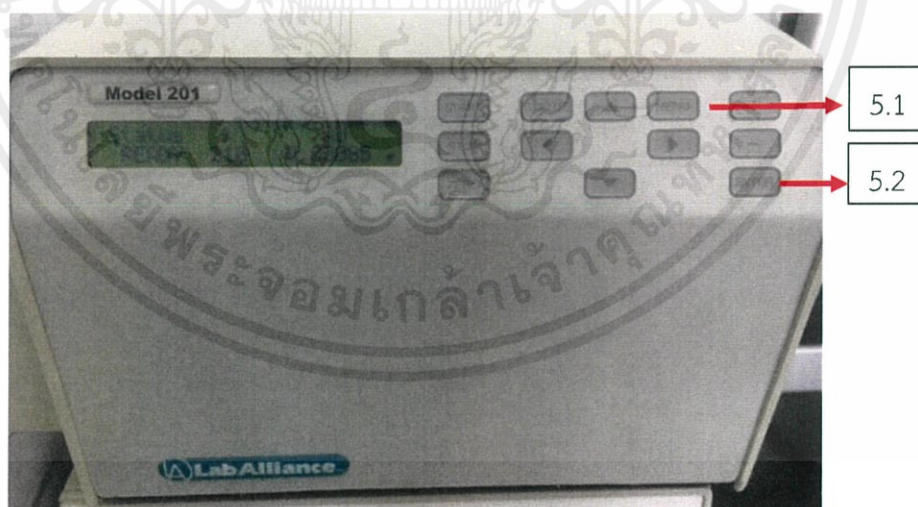
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.6 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)

5. การตั้งค่า UV Detector

1. กดปุ่ม Menu (5.1) แล้วกดปุ่ม Enter (5.2) 3 ครั้ง ดังแสดงในรูป ง.7 จะพบการตั้งค่าความยาวคลื่น และค่าการดูดกลืนแสง จากนั้นปรับค่าความยาวคลื่น และค่าการดูดกลืนแสงตามต้องการ โดยกดปุ่ม “<” หรือ “>” เพื่อเลื่อนหลักของความยาวคลื่น และกดปุ่ม “+” หรือ “-” เพื่อเพิ่ม หรือ ลดค่าการดูดกลืนแสง
2. จากนั้นกดปุ่ม Enter 8 ครั้ง จะเจอคำว่า “Load File”
3. กดปุ่ม Enter อีก 1 ครั้ง จะเจอคำว่า “File download” หน้าจอจะแสดงสถานะ Ready และค่าความยาวคลื่นที่ตั้งไว้



รูปที่ ง.7 การตั้งค่าบน UV Detector

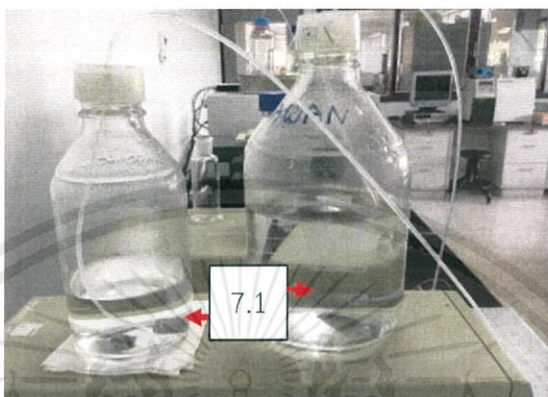
6. การตั้งค่า RI Detector

RI Detector เป็นตัวตรวจวัดสัญญาณความแตกต่างของดรรชนีหักเห (Refractive Index, RI) ระหว่างภูมิภาคเคลื่อนที่ กับสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งหลังจากเปิดเครื่องแล้วไม่ต้องการตั้งค่าใด ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

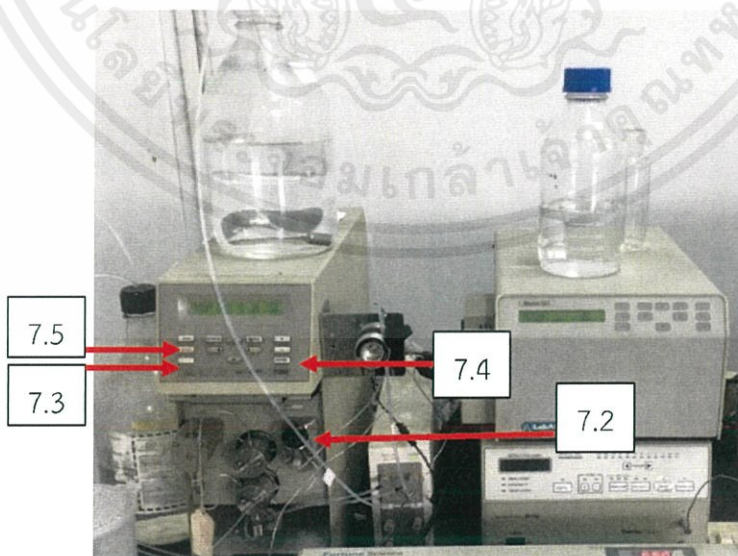
7. การเตรียมระบบของวัฏภาคเคลื่อนที่

1. นำสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ที่ใส่ฟองอากาศแล้วมาเทแบ่งใส่ขวด เพื่อใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง
2. นำหัวดูดวัฏภาคเคลื่อนที่ (7.1) จากขวดวัฏภาคเคลื่อนที่สาย A (ดูสายที่ออกจากเครื่อง DEGASYS สาย A ให้ตรงกับสายยางเส้น A) ใส่ลงในขวดที่บรรจุวัฏภาคเคลื่อนที่



รูปที่ 7.8 ขวดสำหรับใส่วัฏภาคเคลื่อนที่

3. หมุนวาล์วสีดํา (7.2) โดยหมุนทวนเข็มนาฬิกาประมาณ 3 รอบ เพื่อคลายวาล์วออก จากนั้น กดปุ่ม PURGE (7.3) แล้วหน้าจอจะแสดงสถานะว่า PURGE โดยทำการกดปุ่ม “<” หรือ “>” เพื่อเปลี่ยนเป็นสาย A และกดปุ่ม “+” หรือ “-” เพื่อเพิ่มหรือลด %A และ %B
4. กดปุ่ม Enter (7.4) อีก 2 ครั้ง ปุ่มจะดูดสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ทิ้ง เพื่อไล่สารละลายเก่าที่ค้างอยู่ในหัวดูดออก ทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที
5. กดปุ่ม Stop (7.5) จากนั้นทำการไล่ฟองอากาศในสายยางเส้น A ออกให้หมด โดยกดปุ่ม PURGE แล้วกด Enter รอประมาณ 30 นาที หรือจนกว่าฟองอากาศหมด
6. หมุนวาล์วสีดําตามเข็มนาฬิกาให้แน่นตามเดิม

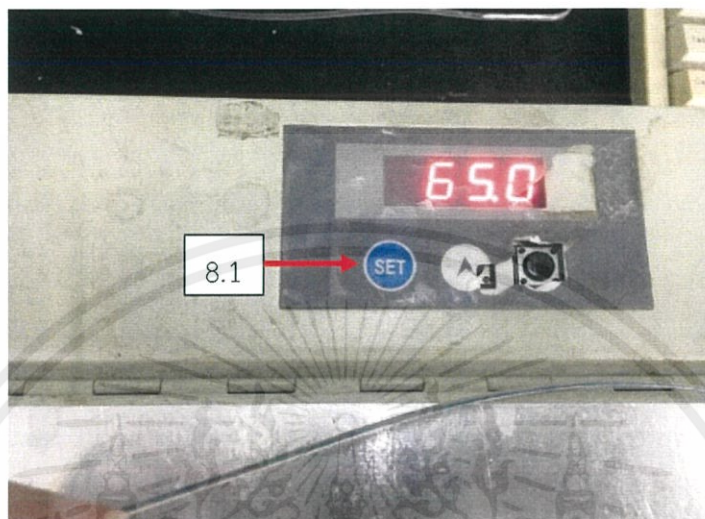


รูปที่ 7.9 การเตรียมระบบของวัฏภาคเคลื่อนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. การตั้งค่าอุณหภูมิของ Column

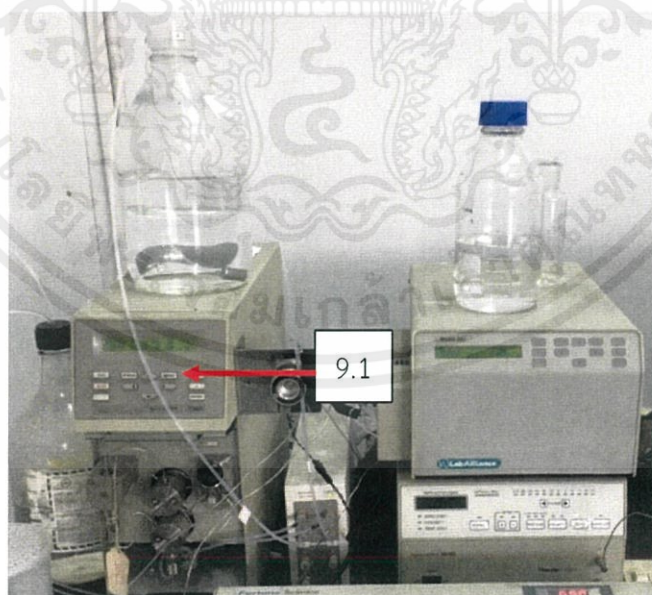
ตั้งค่าอุณหภูมิของ Column ในหน่วยองศาเซลเซียสที่แผงควบคุมอุณหภูมิ โดยกดที่ปุ่ม Set (8.1) จากนั้น กด “^” เพื่อเพิ่มอุณหภูมิ หรือ “v” เพื่อลดอุณหภูมิ เมื่อได้อุณหภูมิตามที่ต้องการให้ กดปุ่ม Set อีกครั้งหนึ่ง



รูปที่ ง.10 การตั้งค่าอุณหภูมิของ Column

9. การตรวจวัดคุณภาพเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector

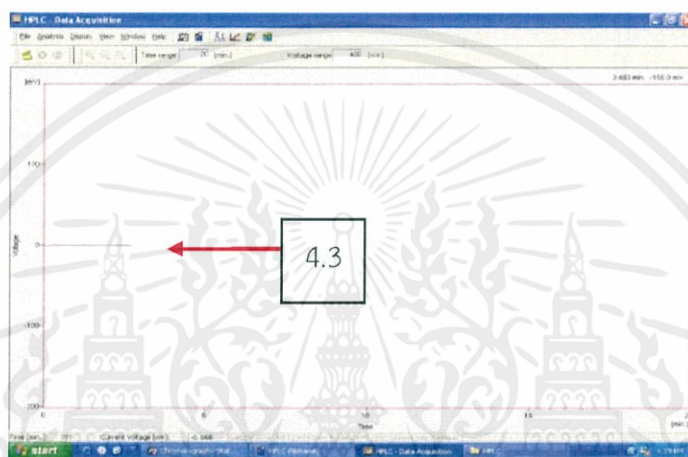
1. กดปุ่ม Menu (9.1) แล้วกดปุ่ม Enter 5 ครั้ง จะเห็นหน้าจอแสดง Time %A %B Flow



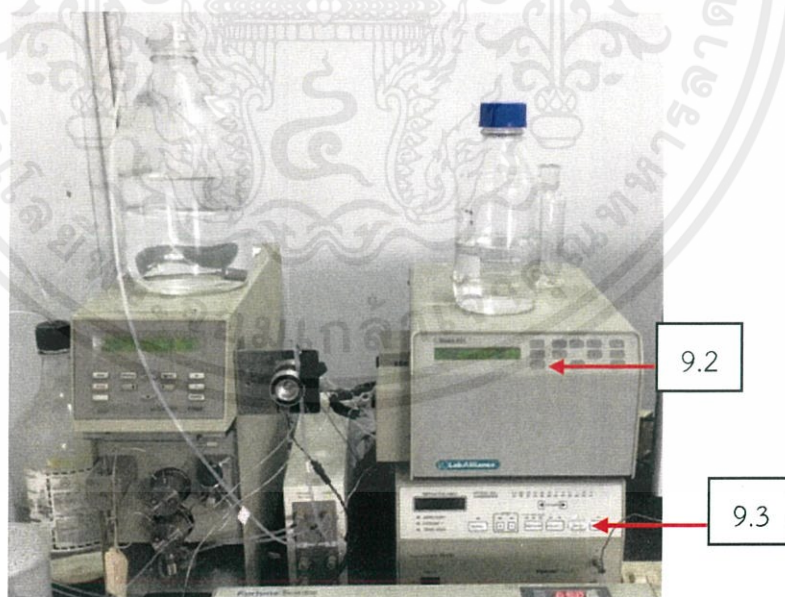
รูปที่ ง.11 การตั้งค่าให้วัดคุณภาพเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ตั้งค่า %A เป็น 100 และ %B เป็น 0 และ Flow ตามภาวะที่ต้องการใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง โดยการกดปุ่ม “+” หรือ “-” เพื่อปรับเพิ่มหรือลด
3. เมื่อตั้งค่าได้ตามที่ต้องการแล้ว ให้กดปุ่ม Enter 5 ครั้ง หน้าจอจะปรากฏคำว่า “Load File” กดปุ่ม Enter อีก 1 ครั้ง หน้าจอจะแสดงผล *File Download* ซึ่งจะแสดงค่าที่ตั้งไว้
4. บีมจะดูตัวภูมิภาคเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector จากนั้นออกไปยังขวดทิ้ง Waste
5. ที่จอคอมพิวเตอร์ หน้าต่าง HPLC – Data Acquisition จะแสดงเส้น base line สีแดง (4.3) ให้รอจนกว่าเส้น base line คงที่ แล้วกดปุ่ม Zero (9.2) บนเครื่อง UV Detector หรือปุ่ม Zero (9.3) บนเครื่อง RI Detector จนเส้น base line หนึ่งระนาบกับแนวแกน X



รูปที่ ง.12 การตั้งค่าให้ภูมิภาคเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

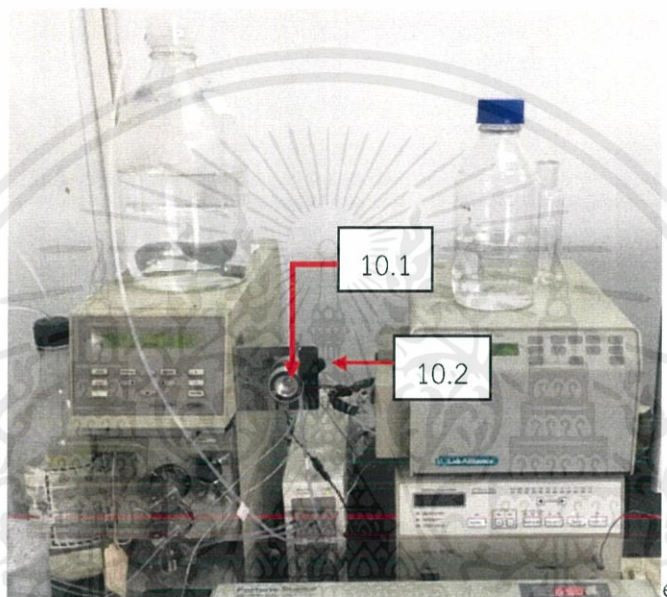


รูปที่ ง.13 การตั้งค่าให้ภูมิภาคเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. การฉีดสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์เข้าระบบ

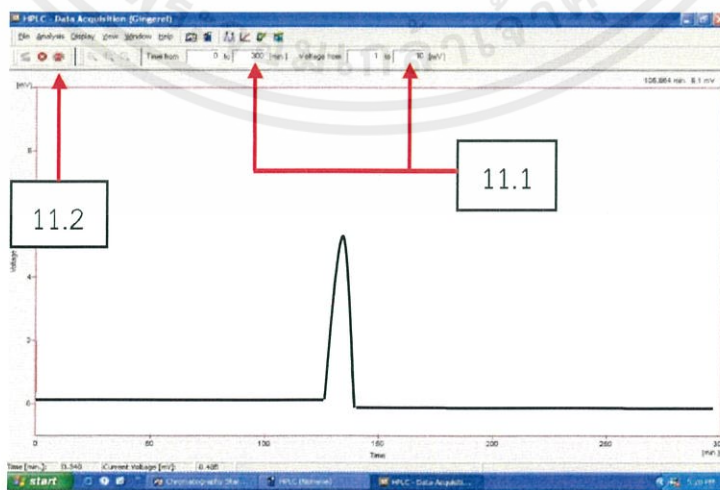
1. ล้างเข็มฉีดยาขนาดเล็กด้วยสารตัวอย่างอย่างน้อย 2 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง
2. ดูดสารตัวอย่างมาปริมาณ 100 ไมโครลิตร โดยจะต้องไม่มีฟองอากาศในเข็มฉีดยาขนาดเล็ก
3. เสียบเข็มฉีดยาขนาดเล็กไปที่แป้นหัวฉีด (10.1) ค้างไว้
4. สับก้านฉีด (10.2) ที่แป้นฉีดลง และค้างไว้เป็นเวลาประมาณ 10 วินาที จากนั้นสับก้านฉีดขึ้น และดึงหลอดฉีดสารออกจากแป้นฉีด
5. จอคอมพิวเตอร์จะมีหน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมา เพื่อแสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ฉีด



รูปที่ 10.14 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

11. Chromatogram

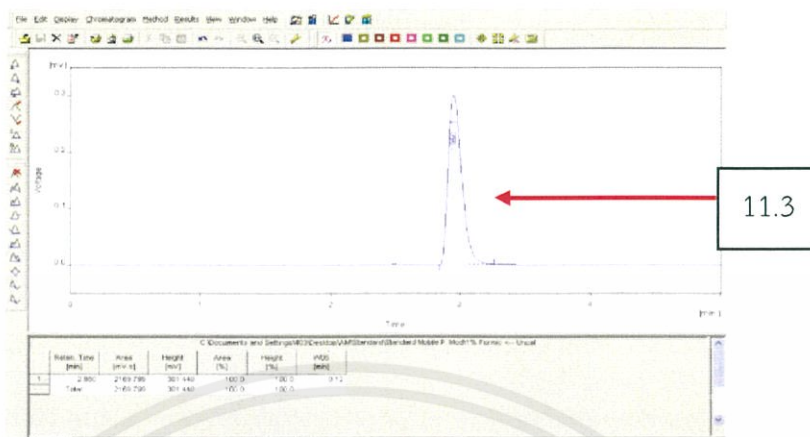
1. ปรับเปลี่ยนแกนค่าความต่างศักย์ (แกน Y) และแกนเวลาในการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง (แกน X) บนหน้าจอ (11.1)
2. เมื่อครบเวลาที่ตั้งไว้หรือต้องการหยุดการวัดค่า ให้กด STOP (11.2) บนหน้าจอคอมพิวเตอร์



รูปที่ 11.15 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. จากนั้นหน้าจอคอมพิวเตอร์จะปรากฏหน้าจอดีกรีผล HPLC – Chromatogram (11.3)



รูปที่ 11.16 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

4. บันทึกผลการวิเคราะห์ โดยคลิกที่เมนู File >> Save As >> เลือก Folder ที่เก็บไฟล์ >> ตั้งชื่อไฟล์ >> OK
5. ฉีดสารตัวอย่างชนิดต่อไปที่ต้องการวิเคราะห์ โดยเริ่มทำข้อที่ 10 ใหม่อีกครั้ง
6. เมื่อฉีดสารตัวอย่างเสร็จแล้ว ให้หยุดการทำงานของปั๊ม โดยกดปุ่ม STOP (7.5)

12. การปิดระบบการทำงานของเครื่อง

1. ล้าง Column และ Detector โดยปล่อยให้วัฏภาคเคลื่อนที่เคลื่อนที่ผ่าน Column และ Detector โดยใช้ Flow 1 ml/min เป็นเวลา 30 นาที หรือจนกว่า Base line ที่แสดงบนหน้าจอเครื่องคอมพิวเตอร์จะนิ่ง
2. ปิดหน้าต่างของ Chromatogram ทุกหน้าต่างที่ปรากฏอยู่บนหน้าจอคอมพิวเตอร์
3. ปิดคอมพิวเตอร์
4. กดปิดสวิตช์ Pump Spectra system P 200 (3.1) DEGASYS (3.2) UV Detector (3.3) และ RI Detector (3.4)
5. ถอดปลั๊กไฟให้เรียบร้อย

ภาคผนวก จ.

มาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของเหลือทางการเกษตร

การวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น คือ เปลือกทุเรียน เปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย ทำโดยใช้วิธีเคลซอนลิกนิน ซึ่งวิเคราะห์ตามวิธีการมาตรฐานของ The Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) ซึ่งมาตรฐาน TAPPI มีรายละเอียดดังนี้

- เถ้า (Ash) วิเคราะห์ตาม TAPPI T211 om-93
- สารแทรก (Extractive) ที่ละลายในเอทานอล-เบนซิน วิเคราะห์ตาม TAPPI 204 om-97
- เพนโตแซน (Pentosan) วิเคราะห์ตาม TAPPI 223 om-84
- เคลซอนลิกนิน (Klason) วิเคราะห์ตาม TAPPI T222 om-98
- โฮโลเซลลูโลส (Holocellulose) วิเคราะห์ตามวิธีของ Browing ใน Method of Wood Chemistry
- แอลฟาเซลลูโลส (Alphacellulose) วิเคราะห์ตาม TAPPI T-203 OS-74
- การวิเคราะห์น้ำตาลโมโนแซคคาไรด์ และสารละลายเอมิเซลลูโลส วิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ตามวิธีการของ Daniel Montane และคณะ (Daniel, 1997)