

การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อยและ
ผักตบชวาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อยและ
ผักตบชวาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต



ปริญญาานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CARBOXYLIC ACID PRODUCTION BY HYDROTHERMAL REACTION OF
CORN COBS, BAGASSES AND WATER HYACINTHS USING ERBIUM
TRIFLUOROMETHANESULFONATE CATALYST



A 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

2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อย และผักตบชวาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต

โดย นายจักกณริน แซ่ก้วย

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

.....
อนาถน พิณรัตน์.....ประธานกรรมการ

(ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์)

.....
Ypr.....กรรมการ

(ผศ.ดร.ณัฐพร พ็ชรวรโชติ)

.....
.....กรรมการ

(ผศ.ดร.กุลนนท์ เกียรติกิตติพงษ์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อย และผักตบชวาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต
โดย	นายจักกณริน แซ่ก้วย
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2559
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์

บทคัดย่อ

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม เมื่อถึงฤดูกาลเก็บเกี่ยวจะก่อให้เกิดขยะจำพวกของเหลือทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก นอกจากนี้ในแหล่งน้ำของประเทศไทยยังมีพืชน้ำ ที่ถือว่าเป็นขยะเป็นจำนวนมากเช่นกัน โดยงานวิจัยนี้สนใจนำของเหลือใช้ทางการเกษตรและพืชเหล่านี้มาใช้ประโยชน์ผลิตสารเคมีพื้นฐาน คือ กรดคาร์บอกซิลิกที่สามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตพลาสติกที่ย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ เนื่องจากชีวมวลเหล่านี้มีองค์ประกอบของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในปริมาณสูง งานวิจัยนี้จึงมีจุดประสงค์เพื่อศึกษาหาภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการผลิตกรดคาร์บอกซิลิก ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา เป็นสารตั้งต้นและใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ร่วมด้วย โดยในส่วนของภาวะที่องค์ประกอบสารตั้งต้นด้วยวิธีเคลซอนิกนิน พบว่า ซังข้าวโพดประกอบด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและเคลซอนิกนินเป็นร้อยละ 28.3 35.9 และ 22.8 ตามลำดับ ชานอ้อยประกอบด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและเคลซอนิกนินเป็นร้อยละ 39.3 25.5 และ 17.9 ตามลำดับ และผักตบชวาประกอบด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและเคลซอนิกนินเป็นร้อยละ 32.6 17.1 และ 15.9 ตามลำดับ งานวิจัยนี้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยา คือ อุณหภูมิช่วง 150 ถึง 230 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น 0.25:1 ถึง 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 0 ถึง 60 นาที ชนิดแก๊สอัดความดัน 5 บาร์ คือ แก๊สไนโตรเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ การวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง สำหรับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกพบว่า ภาวะการทำปฏิกิริยาที่ให้ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกสูงสุดคือ 190 องศาเซลเซียส น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาทีและความดันในเครื่องปฏิกรณ์เริ่มต้น 5 บาร์โดยใช้แก๊สไนโตรเจนอัดความดัน โดยเมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นซังข้าวโพดให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกและกรดแอสติคเป็น 70.0 และ 17.0 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมีผลผลิตอื่นๆในปริมาณที่น้อย ได้แก่ กรดฟอร์มิก กรดซิ-ตริก กรดซัคซินิกและ 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอร์ฟูรัล (HMF) สำหรับสารตั้งต้นชานอ้อยให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกและกรดซัคซินิก คือ 46.1 และ 35.8 ตามลำดับ ส่วนสารตั้งต้นผักตบชวาให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกและกรดซัคซินิก คือ 20.9 และ 20.4 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Report title	Carboxylic acid production by hydrothermal reaction of corn cob, bagasses and water hyacinths using Erbium Trifluoromethane sulfonate catalyst.
By	Mr. Jaknarin Saekuy
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2016
Advisor	Asst. Prof. Dr. Tanawan Pinnarat

Abstract

Thailand is an agriculture country. After the harvesting season, there are a lot of agricultural wastes. Besides, there are some water plants that considered as wastes. This work is interested in carboxylic acid production. The carboxylic acid is a substrate to produce bioplastic. Because the biomass components consist of cellulose and hemicellulose. Therefore, the objective of this research is to find optimum conditions on hydrothermal reaction of 3 biomasses corn cobs, bagasses and water hyacinths using Erbium Trifluoromethanesulfonate ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) as catalyst to obtain maximum carboxylic acid content. The analysis of components in substrates by Klason Lignin method showed that the main components of corn cobs characterization, were 28.3 wt % cellulose, 35.9 wt % hemicellulose and 22.8 wt % klason lignin. The main components of bagasses were 39.3 wt % cellulose, 25.5 wt % hemicellulose and 17.9 wt % klason lignin. The components of water hyacinths consist of 32.6 wt % cellulose, 17.1 wt % hemicellulose and 15.9 wt % klason lignin. In order to determine the optimum conditions in hydrothermal reaction many important variables were studied, which were temperature in the range of 150 to 230 °C, catalyst to substrate mass ratio of 0.25:1 to 1:1, reaction time 0 to 60 min, type of compressed gas under 5 bar N_2 or CO_2 . The substrates and products were analysed using high performance liquid chromatography (HPLC). The maximum contents in carboxylic acids at optimum conditions were 190 °C, 1:1 catalyst to substrate mass ratio, 30 min and 5 bar under N_2 . Carboxylic acid yields that produced using hydrothermal of corn cobs as a substrate consist of 70.0 wt % lactic acid and 17.0 wt % acetic acid. Moreover, there are other by products, which are formic acid, succinic acid, citric acid and 5-hydroxymethylfurfural. Carboxylic acid yields that produced using hydrothermal of bagasses as a substrate consist of 46.1 wt % lactic acid and 35.8 wt % succinic acid. Carboxylic acid yields that produced using hydrothermal of corn water hyacinths as a substrate consist of 20.9 wt % lactic acid and 20.4 wt % succinic acid.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีด้วยความช่วยเหลือจาก ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ ซึ่งท่านได้ให้คำปรึกษา แนะนำและให้ข้อคิดเห็นอันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำปริญญานิพนธ์ อีกทั้งท่านยังช่วยแก้ไขปัญหาต่างๆที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงานด้วย

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ญาณิพร พัทธวรโชติ และ ผศ.ดร.กุลนันท์ เกียรติกิตติพงษ์ คณะกรรมการผู้ตรวจสอบปริญญานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำสำหรับเล่มรายงานให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ธงชัย พุฒทองศิริ รองคณบดี คณะอุตสาหกรรมเกษตร รวมถึงเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการคณะอุตสาหกรรมเกษตร ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่อง Autoclave เพื่อใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตรในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณ ดร.ณัฐนันท์ ไพบูลย์ศิลป์ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมีที่ได้ให้คำแนะนำในส่วนของการวิเคราะห์องค์ประกอบสารตั้งต้นเพื่อปรับปรุงผลการทดลองในปริญญานิพนธ์นี้

ขอขอบคุณ คุณพิมพ์ใจ ภูชนะกิจ และคุณพิสันต์ ผลโพธิ์ เจ้าหน้าที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือในการทำเอกสารเพื่อยืมใช้อุปกรณ์และให้ความสะดวกในการใช้อุปกรณ์ในห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมเคมี

ขอขอบคุณ นายณัฐจักร วงศ์คำ นางสาวชฎาพร ขาวล้ำเลิศ และนายธาดา ทรัพย์พิพัฒนา นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ได้ให้คำปรึกษาและคำแนะนำ รวมถึงสอนการใช้อุปกรณ์และเครื่องมือต่างๆที่เอื้อต่อการทำปริญญานิพนธ์ในครั้งนี้

ขอขอบคุณ นางสาวจรีรัตน์ ชุตีรัตน์ และนางสาวสุกัญญา ลี้มชัยเจริญ เพื่อนร่วมอาจารย์ที่ปรึกษา ตลอดจนเพื่อนๆพี่น้องภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ได้ให้การช่วยเหลือและให้กำลังใจแก่ผู้จัดทำเสมอมา

ขอขอบคุณ การสนับสนุนทางการเงินจากทุนวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา ประจำปี 2559 และภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังในการทำปริญญานิพนธ์ครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ผู้จัดทำขอขอบพระคุณ บิดา มารดาและครอบครัวที่ได้เปิดโอกาสให้ผู้จัดทำได้รับการศึกษาเล่าเรียน คอยสนับสนุนและให้กำลังใจผู้จัดทำจนสำเร็จการศึกษา

นายจักกธริน แซ่ก้วย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูปภาพ	VIII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญาานิพนธ์	1
1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญาานิพนธ์	2
1.3 ขอบเขตของปริญญาานิพนธ์	2
บทที่ 2 ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 ของเหลือทางการเกษตร	3
2.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเซลลูโลสและของเหลือทางการเกษตร	5
บทที่ 3 การดำเนินงาน	10
3.1 การเตรียมสารตั้งต้น	10
3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้นด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน	11
3.3 การทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา	13
3.4 การวิเคราะห์สารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์	15
บทที่ 4 ผลการดำเนินงาน	17
4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบในซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา	17
4.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด	18
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ	25
5.1 สรุปผลการดำเนินงาน	25
5.2 ข้อเสนอแนะ	26

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง	27
ภาคผนวก	29
ภาคผนวก ก. การคำนวณปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์	30
ภาคผนวก ข. ข้อมูลการทดลอง	39
ภาคผนวก ค. การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง	42
ภาคผนวก ง. การใช้เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	44
ภาคผนวก จ. อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	54
ภาคผนวก ฉ. มาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารตั้งต้น	57



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตรชนิดต่างๆ	3
ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรดเบรินสแตต	6
ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรดลิวิอิส	8
ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเบสเบรินสแตต	9
ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและภาวะที่ต้องการศึกษาสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตร	14
ตารางที่ 3.2 รายละเอียดการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) ขององค์ประกอบในสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล	15
ตารางที่ 4.1 ร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบในสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อนอย่างเดียว	17
ตารางที่ 4.2 ร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบในสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตนและน้ำร้อน	17
ตารางที่ 4.3 ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากผงซังข้าวโพด ผงชานอ้อยและผงผักตบชวา ที่ภาวะที่เหมาะสม	24
ตารางที่ 4.4 ผลผลิตกรดแลคติกและกรดแอสซิดิก เมื่อคำนวณเทียบกับปริมาณกลูโคสและไซโลสในสารตั้งต้น ที่ภาวะที่เหมาะสม	24
ตารางที่ 5.1 ตัวแปรที่ศึกษา ขอบเขตและภาวะที่เหมาะสมของแต่ละตัวแปร	25
ตารางที่ ก.1 ผลการฉีดของเหลวที่กรองได้หลังผ่านวิธีเคลซอนลิกนินจากสารตั้งต้นชนิดต่างๆ	30
ตารางที่ ก.2 จำนวนร้อยละโดยมวลเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในสารตั้งต้นของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล	33
ตารางที่ ก.3 จำนวนร้อยละโดยมวลลิกนินในสารตั้งต้นของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล	34

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ ข.1 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ	39
ตารางที่ ข.2 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น	39
ตารางที่ ข.3 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา	40
ตารางที่ ข.4 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของชนิดแก๊สอัดความดัน	40
ตารางที่ ข.5 ความดันและอุณหภูมิของระบบที่เวลาต่างๆ ในช่วงเพิ่มและลดอุณหภูมิของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล	41

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของเซลล์ลูโลส เส้นประแสดงพันธะไฮโดรเจนภายในและระหว่างสายโซ่	4
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเฮมิเซลล์ลูโลส	4
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของลิกนิน	5
รูปที่ 2.4 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์ลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกริยาของเหลวชนิดกรดเบรินสเตต	5
รูปที่ 2.5 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์ลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกริยาของเหลวชนิดกรดลิวอิส	6
รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์ลูโลสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส	7
รูปที่ 2.7 กลไกการเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์ลูโลสและเฮมิเซลล์ลูโลสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาชนิดเบสเบรินสเตต	9
รูปที่ 4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัล	19
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัล	20
รูปที่ 4.3 ระดับการเพิ่มของอุณหภูมิมะหว่างให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส	20
รูปที่ 4.4 ระดับการลดของอุณหภูมิมะหว่างลดความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส	21
รูปที่ 4.5 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดันในการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัล	22
รูปที่ 4.6 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกริยาต่อสารตั้งต้น	23
รูปที่ ก.1 กราฟมาตรฐานสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกลูโคส	31
รูปที่ ก.2 กราฟมาตรฐานสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของไซโลส	31
รูปที่ ก.3 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดแลคติกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	35

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ก.4 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดแอสติคจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	35
รูปที่ ก.5 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดฟอร์มิกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	36
รูปที่ ก.6 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดซัคซินิกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	36
รูปที่ ก.7 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดซิติริกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	37
รูปที่ ก.8 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของ HMF จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	37
รูปที่ ง.1 สวิตช์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	44
รูปที่ ง.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	45
รูปที่ ง.3.1 การเปิดโปรแกรม CSW32	45
รูปที่ ง.3.2 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)	46
รูปที่ ง.3.3 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)	46
รูปที่ ง.4 การตั้งค่าบน UV Detector	47
รูปที่ ง.5.1 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่	47
รูปที่ ง.5.2 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)	48
รูปที่ ง.5.3 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)	48
รูปที่ ง.5.4 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)	49
รูปที่ ง.6.1 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์	49
รูปที่ ง.6.2 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)	50

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ง.6.3 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)	50
รูปที่ ง.6.4 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)	51
รูปที่ ง.7 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ	51
รูปที่ ง.8.1 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง	52
รูปที่ ง.8.2 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)	52
รูปที่ ง.8.3 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)	53
รูปที่ จ.1 เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Bath) สำหรับใช้สกัดด้วยน้ำร้อนและใช้เตรียมเฟสเคลื่อนที่	54
รูปที่ จ.2 ชุดเครื่องแก้วสกัดแบบซ็อกเก็ต (Soxhlet Extractor) สำหรับใช้สกัดด้วยอะซิโตน	54
รูปที่ จ.3 ชุดตะแกรงร่อนคัดขนาด (Sizing Classification) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 425 และ 600 ไมโครเมตร	55
รูปที่ จ.4 หม้อต้มความดันสูง (Autoclave) สำหรับใช้ในวิธีเคลซอนลิกนิน	55
รูปที่ จ.5 ชุดกรองและปั๊มสุญญากาศ	56
รูปที่ จ.6 เตาเผา (Furnace) สำหรับใช้หาปริมาณเถ้าในสารตั้งต้น	56

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์

ประเทศไทย นับตั้งแต่อดีตมาจนถึงปัจจุบัน ประชากรส่วนใหญ่ของประเทศประกอบอาชีพเกษตรกร เช่น ทำนา ทำสวน ทำไร่และเลี้ยงสัตว์ โดยมีเนื้อที่ที่ใช้ประโยชน์ทางการเกษตรกว่าร้อยละ 47 ของเนื้อที่ทั้งหมดของประเทศ [1] แต่อย่างไรก็ตาม รายได้ของเกษตรกรในประเทศกลับไม่ได้สูงตามมูลค่าการส่งออกสินค้าทางการเกษตรไปด้วย [2] และเมื่อฤดูกาลเก็บเกี่ยวผลผลิตทางการเกษตรผ่านพ้นไปในแต่ละครั้ง จะก่อให้เกิดขยะและของเหลือทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก เช่น ฟางข้าว ชังข้าวโพด ชานอ้อยและเปลือกผลไม้ เป็นต้น ซึ่งในปัจจุบันมีการกำจัดของเหลือเหล่านี้ด้วยวิธีที่ถูกต้องเพียงร้อยละ 19 เท่านั้น [3] นอกจากนี้ยังพบว่าแหล่งน้ำในประเทศไทยมีพีชน้ำที่ถือว่าเป็นขยะสร้างปัญหาต่อระบบเศรษฐกิจ สังคมและสิ่งแวดล้อม [4] เป็นจำนวนมาก ได้แก่ ผักตบชวา จอกและเห็บ ด้วยเหตุนี้จึงเป็นที่มาของการศึกษาค้นคว้าการนำของเหลือทางการเกษตรและพีชเหล่านี้มาผลิตเป็นสารเคมีพื้นฐานที่เป็นกลุ่มสารเคมีที่น่าสนใจ เป็นการกำจัดขยะโดยไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม ช่วยให้เกษตรกรมีรายได้เพิ่มขึ้นทางหนึ่งและยังเป็นการเพิ่มมูลค่าของเหลือทางการเกษตรอีกด้วย

กรดแลคติก เป็นสารเคมีพื้นฐานอยู่ในกลุ่มสารเคมีชนิดกรดคาร์บอกซิลิก สามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตพอลิแลคติกแอซิด โดยผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันได้เป็นพลาस्टิกพอลิเอสเทอร์ที่ย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ เป็นทางเลือกใหม่ใช้แทนพลาस्टิกที่มาจากวัสดุปิโตรเคมี โดยในปัจจุบันการผลิตสารเคมีพื้นฐานนี้นิยมใช้กระบวนการหมักแป้ง น้ำตาลหรือกลูโคส แต่มักประสบปัญหาใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่นาน สารตั้งต้นมีราคาแพง และต้องควบคุมค่าพีเอชและอุณหภูมิในการหมักอย่างพิถีพิถัน [5]

กระบวนการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากของเหลือใช้ทางการเกษตรด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเป็นอีกหนึ่งวิธีที่มีประสิทธิภาพ ซึ่งมีความน่าสนใจในการใช้ทดแทนการผลิตแบบดั้งเดิม โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลนี้มีการใช้อุณหภูมิสูงประมาณ 190 - 300 องศาเซลเซียส ด้วยสภาวะอุณหภูมิที่สูงนี้ น้ำจะแตกตัวให้ไฮโดรเนียมไอออน [6] ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากรดสลายโครงสร้างของเหลือทางการเกษตรจนได้เป็นกรดคาร์บอกซิลิก จากคุณสมบัติดังกล่าวของน้ำทำให้ไม่จำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แต่อย่างไรก็ตามการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดจะช่วยให้การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกเกิดได้ไวขึ้นและช่วยเพิ่มผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกให้มากขึ้นอีกด้วย

ประเภทชนิดของกรดมีความสำคัญอย่างมากต่อสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น โดยถ้าเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรดเบรินสเตด (Brønsted Acid) จะให้สารผลิตภัณฑ์หลัก คือ กรดเลวูเลนิกและกรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ฟอร์มิค แต่ถ้าตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นประเภทกรดลิวอิส (Lewis Acid) จะให้สารผลิตภัณฑ์หลัก คือ กรดแลคติก

ดังนั้นปฏิกิริยานี้จึงเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิวอิสเพื่อศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากสารตั้งต้น คือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาได้ผลผลิตเป็นกรดคาร์บอกซิลิกในปริมาณที่มากที่สุด โดยมีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลักที่สนใจ

1.2 วัตถุประสงค์ของปฏิกิริยานี้

เพื่อศึกษาหาภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการผลิตสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ของเหลือทางการเกษตรคือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวาเป็นสารตั้งต้น และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ชนิดกรดเออร์เปียมไตรฟลูออโรโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ร่วมด้วย

1.3 ขอบเขตของปฏิกิริยานี้

ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

1. อิทธิพลของอุณหภูมิ (150 – 230 องศาเซลเซียส)
2. อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น (0.25:1 – 1:1)
3. อิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (0 – 60 นาที)
4. อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน (แก๊สไนโตรเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์)

บทที่ 2

ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การผลิตสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกโดยทั่วไปสามารถแบ่งได้เป็นสองวิธี ได้แก่ กระบวนการหมักและการสังเคราะห์ทางเคมี โดยกระบวนการหมักเป็นวิธีที่ใช้กันแพร่หลาย ใช้สารตั้งต้นเป็นสารจำพวกคาร์โบไฮเดรต เช่น แป้ง น้ำตาล ซิโลสหรือกลูโคส โดยใช้จุลินทรีย์ร่วมด้วย แต่อย่างไรก็ตามกระบวนการหมักมีข้อจำกัดคือ กระบวนการมีความซับซ้อน ใช้เวลานาน กำลังการผลิตจำกัดและต้องควบคุมค่าพีเอชและอุณหภูมิให้เหมาะสมต่อจุลินทรีย์ที่ใช้ในกระบวนการหมัก ส่วนการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยการสังเคราะห์ทางเคมีนิยมใช้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลคือการใช้น้ำร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ภาวะอุณหภูมิที่สูงมากกว่า 190 องศาเซลเซียสในการสลายโครงสร้างของสารตั้งต้นจนได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดคาร์บอกซิลิก ซึ่งปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลนี้จะใช้เวลาน้อยกว่ากระบวนการหมัก สามารถควบคุมภาวะที่ใช้ทำปฏิกิริยาได้และเพิ่มผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิก สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิก สามารถใช้สารตั้งต้นได้หลากหลายชนิด เช่น กลูโคส เซลลูโลสหรือของเหลือทางการเกษตร โดยในปริญญานิพนธ์นี้จะศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น ซึ่งการเกิดของผลิตภัณฑ์ชนิดต่าง ๆ นั้นจะขึ้นกับชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เลือกใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล โดยจะมีรายละเอียดต่างๆในหัวข้อถัดไปดังนี้

2.1 ของเหลือทางการเกษตร

ของเหลือทางการเกษตรหรือวัสดุลิกโนเซลลูโลส เป็นสารชีวมวลที่ประกอบไปด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน โดยองค์ประกอบทั้งสามจะมีปริมาณแตกต่างกันไปตามประเภทของวัสดุ ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารที่มีมลพิษต่ำ มีปริมาณมากและไม่มีความเป็นพิษ จึงสามารถนำมาหมุนเวียนใช้ใหม่ได้ เช่น เปลือกไม้ เศษไม้ เปลือกผลไม้ ชังข้าวโพด หญ้าและฟางข้าว เป็นต้น

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตรชนิดต่างๆ [7]

ประเภทของวัสดุ	ร้อยละของเซลลูโลส	ร้อยละของเฮมิเซลลูโลส	ร้อยละของลิกนิน
ไม้เนื้อแข็ง	40 - 55	24 - 40	18 - 25
ไม้เนื้ออ่อน	45 - 50	25 - 35	25 - 35
เปลือกถั่ว	25 - 30	25 - 30	30 - 40
ชังข้าวโพด	45	35	15
หญ้า	25 - 40	35 - 50	10 - 30
ฟางข้าว	30	50	15
ใยเมล็ดฝ้าย	80 - 95	5 - 20	0
ใบไม้	15 - 20	80 - 85	0

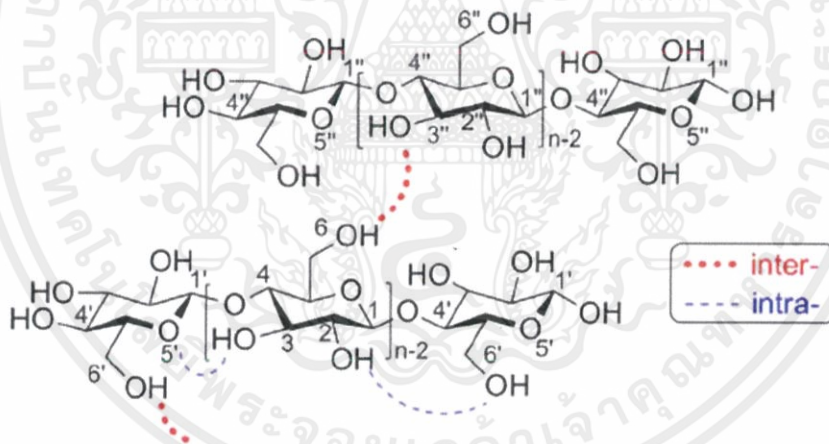
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เซลลูโลสเป็นสารคาร์โบไฮเดรตโมเลกุลใหญ่ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์เอกพันธ์ ซึ่งประกอบด้วยโมเลกุลของกลูโคสเพียงชนิดเดียวมาเรียงต่อกันเป็นพอลิเมอร์ด้วยพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง β -(1-4) โดยมีแรงยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะไฮโดรเจนภายในสายโซ่และระหว่างสายโซ่ดังรูปที่ 2.1 ส่งผลให้เกิดเป็นเส้นใยที่แข็งแรงและไม่ละลายน้ำ โดยเซลลูโลสเป็นโครงสร้างหลักของผนังเซลล์พืช ทำหน้าที่เสริมความแข็งแรงของลำต้นและกิ่งก้านของพืช

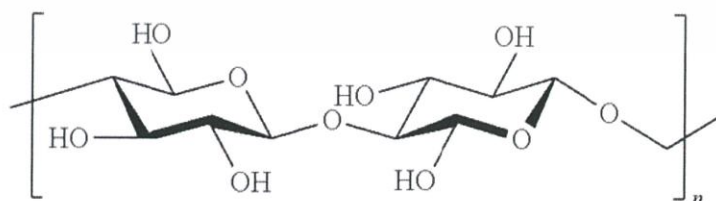
เฮมิเซลลูโลสเป็นสารคาร์โบไฮเดรตประเภทพอลิแซ็กคาไรด์พหุพันธ์คือประกอบด้วยน้ำตาลหลายชนิดมาต่อกัน เช่น ไซโลส กลูโคส แอระบิโนส แมนโนสและกาแลคโตส เป็นต้น ซึ่งพบอยู่ในรูปพอลิเมอร์ไซแลน แมนแนน กาแลคแตนและแอระบิแนน โดยในพอลิเมอร์จะมีปริมาณไซโลสมากที่สุด โดยไซโลสที่พบจะเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง β -(1-4) [8] ดังรูปที่ 2.2

ลิกนินเป็นสารประกอบอะโรมาติกที่ประกอบด้วยคาร์บอน ออกซิเจนและไฮโดรเจนเป็นหลัก โดยมีโครงสร้างดังรูปที่ 2.3 พบมากในผนังเซลล์ของพืช ทำหน้าที่ป้องกันไม่ให้เซลลูโลสถูกย่อยสลาย มีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ มีความแข็งแรงไม่ยืดหยุ่น [9]

จากคุณสมบัติและองค์ประกอบข้างต้น ของเหลือทางการเกษตรจึงจัดเป็นแหล่งผลิตพลังงานวัสดุพอลิเมอร์และสารเคมีพื้นฐานที่สามารถเพิ่มมูลค่าได้ แทนที่จะนำไปกำจัดทิ้งโดยเปล่าประโยชน์



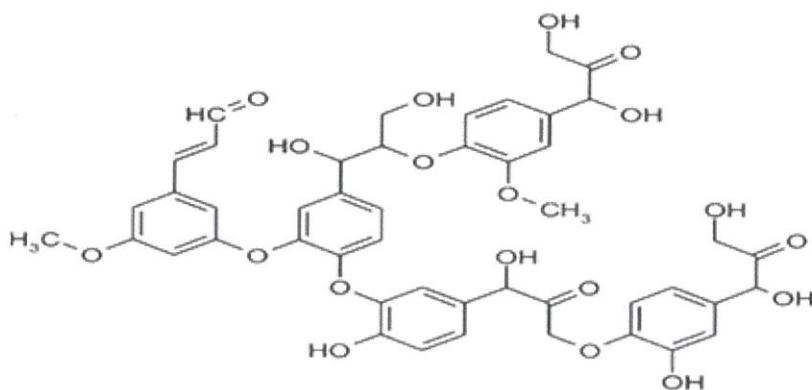
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของเซลลูโลส เส้นประแสดงพันธะไฮโดรเจนภายในและระหว่างสายโซ่ [10]



Hemicellulose

รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส [11]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



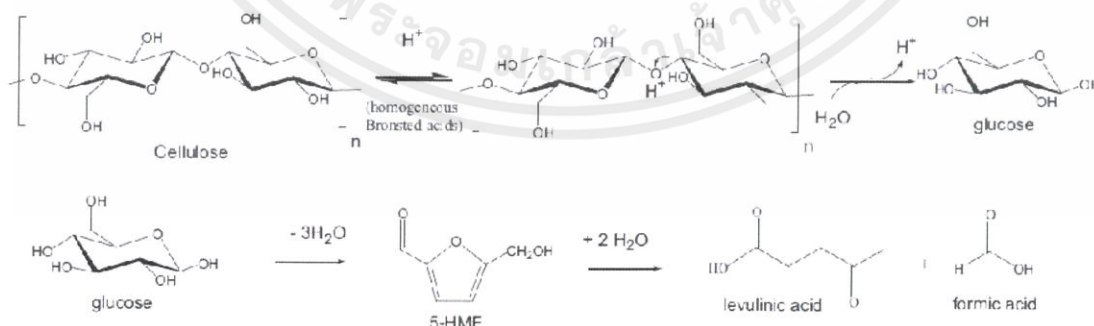
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของลิกนิน [12]

2.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเซลลูโลสและของเหลือทางการเกษตร

ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีสารตั้งต้น คือ เซลลูโลสหรือของเหลือทางการเกษตรและน้ำ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาและความร้อน จะได้ผลผลิต คือ สารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิก ซึ่งชนิดของกรดคาร์บอกซิลิกนั้นจะขึ้นกับองค์ประกอบของเหลือทางการเกษตรและตัวเร่งปฏิกริยาที่ใช้ โดยตัวเร่งปฏิกริยาแบ่งได้เป็นสามชนิด คือ ตัวเร่งชนิดกรดเบรินสเตด (Brønsted Acid) ตัวเร่งชนิดกรดลิวอิส (Lewis Acid) และตัวเร่งชนิดเบสเบรินสเตด (Brønsted Base)

2.2.1 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยากรดเบรินสเตด

ตัวเร่งปฏิกริยาชนิดกรดเบรินสเตด (Brønsted Acid) สามารถแบ่งชนิดตามสถานะ คือ ตัวเร่งของเหลวชนิดกรดและตัวเร่งของแข็งชนิดกรด โดยตัวเร่งของเหลวชนิดกรดเบรินสเตดที่นิยมใช้ได้แก่ กรดซัลฟิวริกและกรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกริยาที่เมื่ออยู่ในน้ำและมีการให้ความร้อนจะแตกตัวให้โปรตอน (H^+) ซึ่งมีความสามารถทำลายพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง β -(1-4) ในเซลลูโลส ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคส ตัวเร่งปฏิกริยาชนิดกรดเบรินสเตดสถานะของเหลวสามารถเปลี่ยนจากกลูโคสได้ผลผลิตเป็นกรดเลวูเลนิกและกรดฟอร์มิก [13] ตามกลไกดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกริยาของเหลวชนิดกรดเบรินสเตด [14]

Chambon และคณะ [14] ได้ศึกษาการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งของแข็งชนิดกรดเบรินสเตด โดยใช้เซลลูโลส 1.6 กรัมในน้ำ 65 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 50 บาร์และใช้เวลาในการทำปฏิกริยา 24 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณตัวเร่งเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับญาติเกินไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดักแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

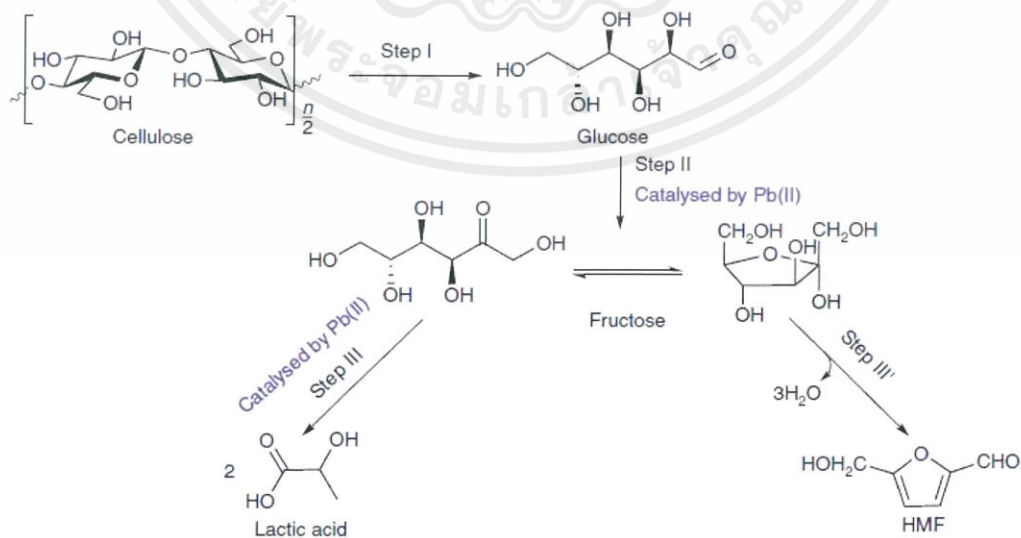
ปฏิกิริยา 0.68 กรัม พบว่า เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดเบรินสเตด คือ $Cs_2HPW_{12}O_{40}$ และ $Cs_2SnW_{12}O_{40}$ จะได้ผลผลิตกรดแลคติกเพียงร้อยละ 5 ซึ่งผลผลิตไม่แตกต่างจากการทำปฏิกิริยาโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แต่จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดแลกติกและกรดฟอร์มิกเพิ่มมากขึ้นแทน

ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรดเบรินสเตด

ชนิดตัวเร่ง	สถานะ	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (บาร์)	เวลา (ชม.)	ผลิตภัณฑ์	ร้อยละผลผลิต	อ้างอิง
HCl	ของเหลว	180	24	0.3	กรดแลกติก	60.0	[15]
HCl	ของเหลว	155	1.7	1.6	กรดแลกติก	70.0	[15]
$Cs_2HPW_{12}O_{40}$	ของแข็ง	190	50	24.0	กรดแลกติก	6.0	[14]
$Cs_2SnW_{12}O_{40}$	ของแข็ง	190	50	24.0	กรดแลกติก	8.0	[14]

2.2.2 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยตัวเร่งปฏิกิริยากรดลิวอิส

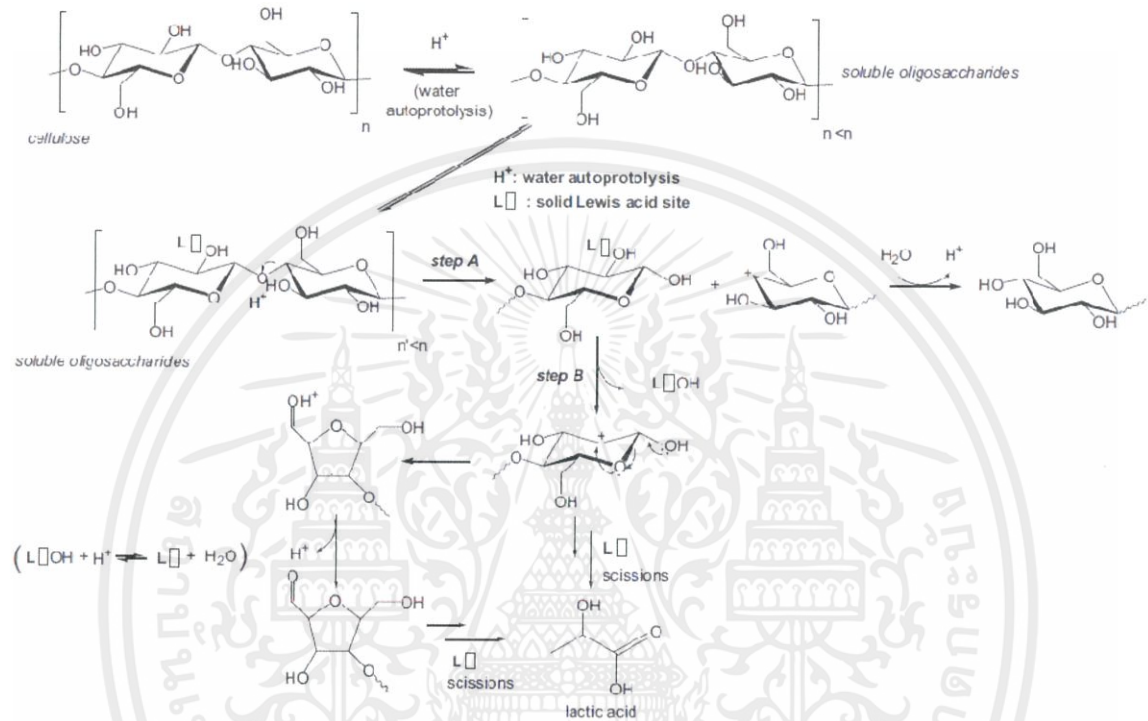
ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิวอิส (Lewis Acid) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคุณสมบัติในการรับคู่อิเล็กตรอน สามารถแบ่งชนิดตามสถานะ คือ ตัวเร่งของเหลวชนิดกรดและตัวเร่งของแข็งชนิดกรด โดยตัวเร่งของเหลวชนิดกรดลิวอิส ได้แก่ ตะกั่วไอออน (Pb^{2+}) ในน้ำและอะลูมิเนียมไอออน (Al^{3+}) ในน้ำ เป็นต้น โดยที่ตัวเร่งของเหลวชนิดกรดลิวอิสสามารถใช้เร่งปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลได้ผลผลิตเป็นกรดแลคติกตามกลไกดังรูปที่ 2.5 และจากงานวิจัยของ Wang และคณะ [16] ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากขานอ้อยและรำข้าวปริมาณ 2.5 กรัมในน้ำ 100 มิลลิลิตรด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาตะกั่วไอออน (Pb^{2+}) ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง พบว่า ได้ผลผลิตกรดแลคติกเป็นร้อยละ 62 และ 75 ตามลำดับ



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาของเหลวชนิดกรดลิวอิส [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิส Chambon และคณะ [14] ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้เซลลูโลส 1.6 กรัมในน้ำ 65 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 50 บาร์และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ALW และ ZrW อย่างละ 0.68 กรัม จะให้ผลผลิตกรดแลคติกคิดเป็นร้อยละ 28 และ 19 ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตามผลผลิตกรดแลคติกยังมีค่าค่อนข้างต่ำ โดยกลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิสแสดงดังรูป 2.6



รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส [14]

จากการศึกษาข้างต้นจะเห็นว่า ตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิสให้ผลผลิตกรดแลคติกในปริมาณที่น้อยอยู่ Wang และคณะ [17] จึงได้ทำการศึกษาหาตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิสเพื่อใช้ผลิตกรดแลคติกให้มีปริมาณมากที่สุดในการปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากเซลลูโลส โดยตัวเร่งที่ใช้เป็นโลหะแลนทาไนด์ 10 ชนิด อย่างละ 0.05 กรัมรวมกับการใช้ปริมาณเซลลูโลส 0.3 กรัม น้ำปริมาตร 30 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ความดัน 20 บาร์และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที พบว่า การเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นตามการลดลงของรัศมีไอออนของโลหะแลนทาไนด์ และเมื่อใช้เออร์เบียมไตรเฟลทเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะให้ผลผลิตกรดแลคติกสูงสุดที่ร้อยละ 62.8 จากผลการศึกษาดังกล่าวยังมีการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อผลผลิตกรดแลคติก ได้แก่ อุณหภูมิ เวลาในการทำปฏิกิริยาและปริมาณเซลลูโลสที่ใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล พบว่า เมื่อใช้อุณหภูมิสูงกว่า 190 องศาเซลเซียส ผลผลิตกรดแลคติกจะเพิ่มสูงขึ้นเนื่องจากน้ำที่ภาวะอุณหภูมิสูงจะแตกตัวให้โปรตอน (H^+) ช่วยสลายโครงสร้างของเซลลูโลสแต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปเกิน 240 องศาเซลเซียส ผลผลิตกรดแลคติกเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยแต่จะเกิดการคาร์บอกซิสิกชนิดอื่นเพิ่มขึ้นเช่นกัน ได้แก่ กรด

ฟอร์มิคและกรดเลวูเลนิก เป็นต้น สำหรับเวลาในการทำปฏิกิริยาเมื่อใช้เวลามากกว่า 30 นาที พบว่า ผลผลิตกรดแลคติกลดลงสลายตัวไปเป็นกรดคาร์บอกซิลิกชนิดอื่น ได้แก่ กรดฟอร์มิคและกรดแอสिटิก เป็นต้น และสำหรับปริมาณเซลลูโลส เมื่อเพิ่มปริมาณจาก 0.1 กรัมเป็น 0.5 กรัมกลับทำให้ผลผลิตกรดแลคติกลดลงไปอย่างมากเนื่องจากปริมาณเซลลูโลสที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้พลังงานที่ใช้สลายโครงสร้างไม่เพียงพอและทำให้มีปริมาณเซลลูโลสที่ไม่ทำปฏิกิริยาเพิ่มตามไปด้วย จากการศึกษาตั้งที่กล่าวมาทั้งหมดสรุปได้ว่า เมื่อใช้เซลลูโลส 0.1 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรเฟลท (Er(OTf)₃) ปริมาณ 0.05 กรัม ปริมาตรน้ำ 30 มิลลิลิตร ที่ภาวะอุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ความดัน 20 บาร์และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ผลผลิตกรดแลคติกสูงที่สุดที่ร้อยละ 89.6

ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรดลิวอิส

ชนิดตัวเร่ง	สถานะ	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (บาร์)	เวลา (ชม.)	ผลิตภัณฑ์	ร้อยละผลผลิต	อ้างอิง
ตะกั่วไอออน (Pb ²⁺)	ของเหลว	190	30	4.0	กรดแลคติก	68.0	[16]
AlW	ของแข็ง	190	50	24.0	กรดแลคติก	28.0	[14]
ZrW	ของแข็ง	190	50	24.0	กรดแลคติก	19.0	[14]
เออร์เบียมไตรเฟลท (Er(OTf) ₃)	ของแข็ง	240	20	0.5	กรดแลคติก	89.6	[17]

2.2.3 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยตัวเร่งปฏิกิริยาเบสเบรินสเตด

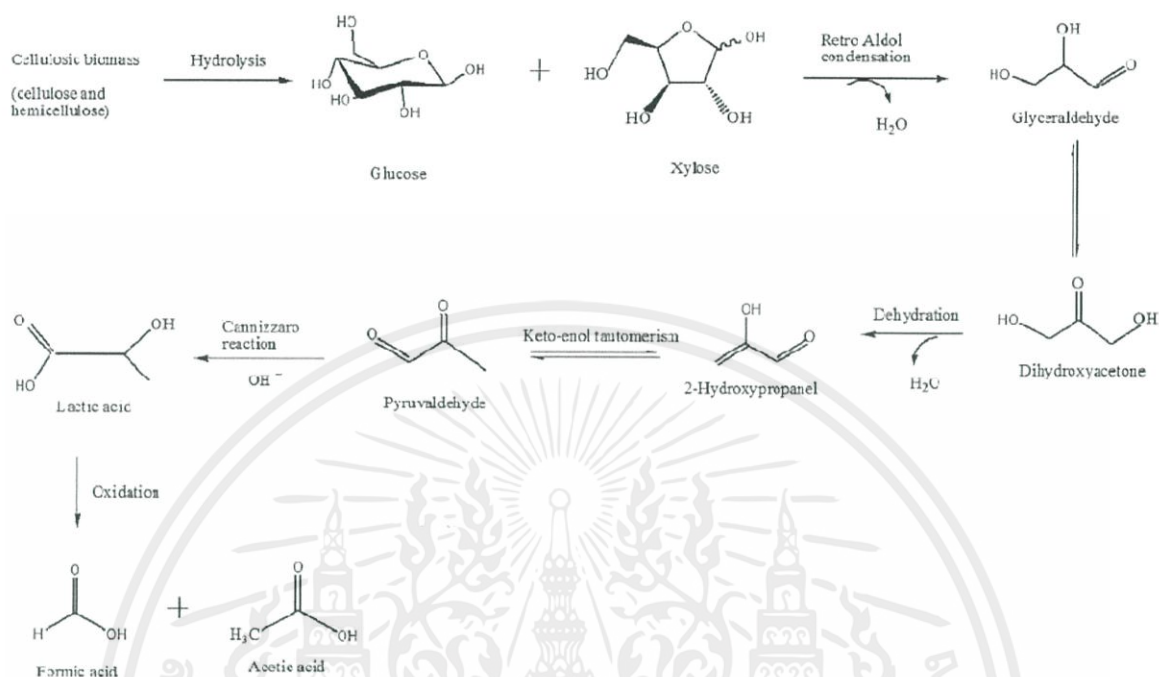
ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสเบรินสเตด (Brønsted Base) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคุณสมบัติในการรับโปรตอน (H⁺) ได้แก่ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น โดยตัวเร่งชนิดนี้เมื่ออยู่ในน้ำภายใต้ภาวะอุณหภูมิสูง จะแตกตัวเป็นไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) ซึ่งมีความสามารถในการทำลายโครงสร้างของเส้นทางการเกษตรให้ผลผลิตเป็นกรดคาร์บอกซิลิกได้

Sanchez และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกรดแลคติกจากซังข้าวโพดโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสโซเดียมไฮดรอกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ พบว่า เมื่อใช้ซังข้าวโพดบดอบแห้ง 1.23 กรัม ในน้ำปริมาตร 50 มิลลิลิตร ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเบสแคลเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.7 โมลต่อลิตรที่ภาวะอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ผลผลิตกรดแลคติกมากที่สุดอยู่ที่ร้อยละ 44.76

นอกจากนี้ Younas และคณะ [19] ได้ทำการศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกรดแลคติกจากฟางข้าวโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสโซเดียมไฮดรอกไซด์ร่วมกับการใช้แผ่นนาโนของนิกเกิลออกไซด์เพื่อช่วยย่อยสลายเซลลูโลสในฟางข้าว พบว่า เมื่อใช้ฟางข้าว 4 กรัมในน้ำ 60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มีผลผลิตด้วยตัวเร่งโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์และใช้แผ่นนาโนของนิกเกิลออกไซด์ 0.052 กรัม ที่ภาวะอุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียสและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง จะให้ร้อยละ ผลผลิตกรดแลคติกเป็น 58.8 และมีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮดรเทอร์มัลของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติก โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสเบรินสเตรต [19]

ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตรในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเบสเบรินสเตรต

ชนิดตัวเร่ง	สารตั้งต้น	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความดัน (บาร์)	เวลา (ชม.)	ผลิตภัณฑ์	ร้อยละ ผลผลิต	อ้างอิง
แคลเซียมไฮดรอกไซด์	ซังข้าวโพด	300	ไม่พบ ข้อมูล	0.5	กรดแลคติก	44.8	[18]
โซเดียมไฮดรอกไซด์	ฟางข้าว	260	125	2.0	กรดแลคติก	58.8	[19]

จากการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับปฏิกิริยาไฮดรเทอร์มัลสำหรับผลิตกรดคาร์บอกซิลิก พบว่า เออร์เปียมไตรเฟลท (Er(OTf)₃) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ผลผลิตกรดแลคติกที่เป็นผลิตภัณฑ์หลักสูงที่สุดถึงร้อยละ 89.6 จึงเลือกใช้ตัวเร่งชนิดนี้มาใช้ในการงานวิจัยนี้ เพื่อทำการผลิตกรดแลคติกจากของเหลือทางการเกษตรที่มีมากในประเทศไทย

บทที่ 3

การดำเนินงาน

ปริญญาานิพนธ์นี้ศึกษาการผลิตสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดร-เทอร์มัลโดยใช้สารตั้งต้น คือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ร่วมด้วย เพื่อหาภาวะที่ดีที่สุดในการผลิตสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกที่มีกรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลัก โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลกระทบ ได้แก่ อุณหภูมิ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและชนิดของแก๊สที่ใช้อัดความดัน

3.1 การเตรียมสารตั้งต้น

3.1.1 อุปกรณ์

1. เครื่องปั่นผลไม้ชนิดโถแห้ง
2. ตู้อบสาร
3. ชุดตะแกรงร่อนคัดขนาด (Sizing Classification) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 425 และ 600 ไมโครเมตร
4. ปีกเกอร์
5. กระจกกรอง
6. กรวยกรอง
7. บีมสเปกโตรเมทรี
8. ชามกระเบื้อง
9. เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Bath)
10. ชุดเครื่องแก้วสกัดแบบซ็อกเล็ต (Soxhlet Extractor)

3.1.2 สารเคมี

1. ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา
2. น้ำกลั่น
3. อะซิโตน

3.1.3 ขั้นตอนการปฏิบัติ

ตอนที่ 1 การลดขนาดและคัดขนาดสารตั้งต้น

1. นำซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวาที่ทำความสะอาดแล้วมาอบในตู้อบสารที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบ 24 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งไว้ให้อุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- นำสารตั้งต้นในข้อ 1 มาปั่นลดขนาดด้วยเครื่องปั่นผลไม้ชนิดโถแห้ง จากนั้นนำไปคัดขนาดด้วยชุดตะแกรงร่อนคัดขนาดซึ่งสัมพันธ์กับอนุภาคขนาด 425 และ 600 ไมโครเมตรตามลำดับ แล้วนำสารตั้งต้นที่อยู่บนตะแกรงขนาด 425 ไมโครเมตรมาใช้ต่อไป

ตอนที่ 2 การสกัดด้วยอะซิโตนและน้ำร้อน

- นำสารตั้งต้นจากตอนที่ 1 มาสกัดด้วยอะซิโตนในชุดเครื่องแก้วสกัดแบบซ็อกเล็ต (Soxhlet Extractor) เพื่อสกัดสารประกอบที่ไม่มีขั้วออกจากสารตั้งต้นเป็นเวลา 8 ชั่วโมง
- จากนั้นนำสารตั้งต้นในข้อ 1 ไประเหยอะซิโตนออกในตู้ดูดควันเป็นเวลา 12 ชั่วโมง และอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมงเพื่อระเหยอะซิโตนที่อาจตกค้างอยู่ออก แล้วทิ้งไว้จนถึงอุณหภูมิห้อง
- นำสารตั้งต้นในข้อ 2 มาสกัดด้วยน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสใช้ในภาชนะปิดและวางบนเครื่องอัลตราโซนิกเพื่อสกัดสารประกอบที่มีขั้วออกจากสารตั้งต้น โดยใส่สารตั้งต้นลงในบีกเกอร์จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปให้ท่วมสารพอประมาณ
- นำบีกเกอร์สารจากข้อ 3 ใส่ลงเครื่องล้างอัลตราโซนิกที่มีน้ำสำหรับให้ความร้อนอยู่ กัดตั้งค่าอุณหภูมิเป็น 60 องศาเซลเซียส เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการจึงจับเวลา 1 ชั่วโมง
- เมื่อครบกำหนดเวลา นำสารตั้งต้นมากรองแล้วนำเอาน้ำทิ้งด้วยชุดกรองสุญญากาศ แล้วนำสารตั้งต้นที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้จนอุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นเก็บไว้ในภาชนะปิดฝาใส่ไว้ในกล่องบรรจุซิลิกาเจล รอใช้เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้นและใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลต่อไป

3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้นด้วยวิธีเคลซอนลิกนิน

การวิเคราะห์องค์ประกอบของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนินที่มีในสารตั้งต้น คือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา สามารถทำได้โดยวิธีเคลซอนลิกนิน โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.2.1 อุปกรณ์

- หม้อต้มความดันสูง (Autoclave)
- บีกเกอร์
- เครื่องชั่งน้ำหนัก 5 ตำแหน่ง
- กระดาษกรอง
- กรวยกรอง
- ปั๊มสุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7. ปีเปต ขนาด 2 มิลลิลิตร
8. กระบอกตวง ขนาด 100 มิลลิลิตร
9. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
10. ขวดแก้วทนความร้อน
11. ขวดรูปชมพู่
12. เตาเผา (Furnace)
13. ครุชีเบิล (Crucible)

3.2.2 สารเคมี

1. ซังข้าวโพด ขานอ้อยและผักตบชวา
2. กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้นร้อยละ 98 โดยมวล
3. น้ำกลั่น

3.2.3 ขั้นตอนการปฏิบัติของวิธีเคelsonิกนิน

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบด้วยวิธีเคelsonิกนินเป็นไปตามมาตรฐาน TAPPI ตามรายละเอียดภาคผนวก ฉ. โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. นำผงซังข้าวโพด ขานอ้อยและผักตบชวาที่ผ่านการเตรียมสารตั้งต้นเรียบร้อยแล้ว มาชั่งอย่างละ 0.2 กรัมจากนั้นนำไปใส่ขวดแก้วนำไปอบในตู้อบสารที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีความชื้นเหลืออยู่ในผงสารตัวอย่าง
2. เมื่อทำการอบครบ 4 ชั่วโมง นำสารตัวอย่างออกจากตู้อบ ปิดฝาขวดแก้วให้สนิท แล้วนำไปเก็บในกล่องที่บรรจุซิลิกาเจลเพื่อดูดความชื้น
3. จากนั้นเตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 72 จากความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยมวลในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร โดยปรับปริมาตรโดยใช้น้ำกลั่น
4. นำสารตัวอย่างที่เตรียมไว้จากข้อ 2 ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นปีเปตสารละลายกรดเข้มข้นร้อยละ 72 โดยมวล ปริมาตร 2 มิลลิลิตรใส่ลงในบีกเกอร์แล้วทำการคนด้วยแท่งแก้วคนสารเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. จากนั้นเติมน้ำกลั่นปริมาตร 75 มิลลิลิตรลงในบีกเกอร์เพื่อปรับความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟิวริกให้เป็นร้อยละ 3 จากนั้นนำสารตัวอย่างที่ละลายในสารละลายกรดเติมลงในขวดแก้วทนความร้อนปิดฝาให้สนิท
6. นำขวดที่บรรจุสารตัวอย่างในข้อ 5 ใส่ในหม้อต้มความดันสูง (Autoclave) ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ 121 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาที่กำหนดให้รอจนอุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นค่อยเปิดฝานำขวดสารตัวอย่างออกมา
7. นำสารตัวอย่างจากข้อ 6 มากรองอนุภาคของแข็งออกด้วยกระดาษกรอง โดยมีอุปกรณ์ช่วยเป็นปั๊มสุญญากาศ จากนั้นนำกระดาษกรองที่มีอนุภาคของแข็งเกาะอยู่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลานำไปเก็บไว้ในกล่องที่บรรจุซิลิกาเจลเพื่อดูดความชื้น ก่อนจะนำมาชั่งเครื่องชั่งเพื่อหาน้ำหนักของอนุภาคของแข็งที่เหลืออยู่ เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของเคลซอนลิกนินในสารตัวอย่าง

- ส่วนที่เป็นของเหลวที่ถูกกรองผ่านกระดาษกรองนั้นจะนำมาฉีดในเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง เพื่อวิเคราะห์หาองค์ประกอบที่เป็นเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในสารตัวอย่างซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณกลูโคสและไซโลสที่วิเคราะห์ได้ตามลำดับ (วิธีการคำนวณตามภาคผนวก ก.)

3.2.4 ขั้นตอนการปฏิบัติการวิเคราะห์เถ้าในสารตั้งต้น

- เผาครุชชีเบลเปล่าพร้อมฝาปิด ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังครบระยะเวลาที่กำหนด รอให้ครุชชีเบลเย็นตัวลงเหลือประมาณ 300 องศาเซลเซียส
- ใช้ที่คีบนำครุชชีเบลเปล่าพร้อมฝาออกจากเตาเผา และใส่ในกล่องบรรจุซิลิกาเจล รอจนครุชชีเบลเย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นชั่งน้ำหนักครุชชีเบลเปล่าพร้อมฝาปิด
- อบผงซังข้าวโพด ซานอ้อยและผักตบชวาที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นรอให้อุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง
- ชั่งสารตั้งต้นอย่างละ 0.5 กรัม ใส่ในครุชชีเบลที่ทราบน้ำหนักแล้ว จากนั้นปิดฝา
- เผาครุชชีเบลที่บรรจุสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด รอให้ครุชชีเบลเย็นตัวลงเหลือประมาณ 300 องศาเซลเซียส
- ใช้ที่คีบนำครุชชีเบลพร้อมฝาออกจากเตาเผา ระวังไม่ให้ฝาครุชชีเบลเปิด และปล่อยให้เย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องในกล่องบรรจุซิลิกาเจล และชั่งน้ำหนักครุชชีเบลที่บรรจุเถ้าพร้อมฝาปิด
- ทำขั้นตอนที่ 5 และ 6 ซ้ำ จนกระทั่งได้น้ำหนักเถ้าที่คงที่
- นำน้ำหนักครุชชีเบลที่บรรจุเถ้าที่มีน้ำหนักคงที่ ลบน้ำหนักครุชชีเบลเปล่าพร้อมฝาปิด เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเถ้าในสารตั้งต้น

3.3 การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ซานอ้อยและผักตบชวา

3.3.1 อุปกรณ์

- เครื่องปฏิกรณ์ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและความดันสูง (Autoclave: Amar Equipment PVT. LTD.)
- บีกเกอร์
- กระบอกตวง ขนาด 100 มิลลิลิตร
- เครื่องชั่งน้ำหนัก 5 ตำแหน่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 สารเคมี

1. ผงซังข้าวโพด ผงชานอ้อยและผงผักตบชวา ขนาดอนุภาค 425 – 600 ไมโครเมตร
2. น้ำกลั่น
3. เออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$)

3.3.3 การทดลอง

1. ผสมสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนตในอัตราส่วนตามที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1 กับน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร ในปิกเกอร์
2. นำสารตั้งต้นในข้อ 1 เติมลงในเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นปิดฝาประกอบเข้ากับหัวปั่นกวนชั้นนีโอทให้แน่นและตรวจสอบจุดรั่วของเครื่องปฏิกรณ์โดยผ่านแก๊สอัดความดันเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์แล้วเช็คจุดรั่วไหลที่ข้อต่อต่างๆ
3. ตั้งค่าความเร็วที่ใช้ในการปั่นกวนเป็น 200 รอบต่อนาที ตั้งค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาตามที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1 และอัดแก๊สตามชนิดที่ต้องการศึกษาจนมีความดันเริ่มต้นของระบบเป็น 5 บาร์
4. บันทึกอุณหภูมิและความดันที่เวลาต่างๆ และเริ่มจับเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นถึงอุณหภูมิที่ต้องการทำการทดลอง และทำปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์ตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษาตามตารางที่ 3.1
5. ปิดสวิตซ์ให้ความร้อนแล้วเปิดสวิตซ์น้ำหล่อเย็นเพื่อลดอุณหภูมิในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิห้องพร้อมกับบันทึกอุณหภูมิและความดัน จากนั้นนำสารตัวอย่างเทใส่ขวดเก็บตัวอย่าง
6. นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณของกรดคาร์บอกซิลิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและภาวะที่ต้องการศึกษาสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากของเหลือทางการเกษตร

ตัวแปร	ภาวะที่ต้องการศึกษา
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	150, 190, 230
อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อของเหลือทางการเกษตร	0.25:1, 0.5:1, 1:1
เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (นาที)	0, 30, 60
ชนิดของแก๊สอัดความดัน	แก๊สไนโตรเจน, แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การวิเคราะห์สารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์

โดยทั่วไปการวัดปริมาณองค์ประกอบของสารตั้งต้นและปริมาณสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจะวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

3.4.1 อุปกรณ์

1. หลอดฉีดยา (Syringe)
2. ตัวกรองหลอดฉีดยา (Syringe Filter)
3. เข็มฉีดยาขนาดเล็ก (Micro Syringe)
4. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

3.4.2 การวัดความเข้มข้น

ความเข้มข้นในหน่วยส่วนในล้านส่วน (Part Per Million, PPM) ขององค์ประกอบในสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) โดยมีรายละเอียดดังตารางที่ 3.2 และมีขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) ขององค์ประกอบในสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

สารที่วิเคราะห์	ภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง
กลูโคสและไซโลส (วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้น)	คอลัมน์ Phenomenex Rezex RHM-Monosaccharide H ⁺ (8%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส วัฏภาคเคลื่อนที่ น้ำปราศจากไอออน อัตราการไหล 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที การตรวจวัด ตรวจจับสนุญาณความแตกต่างของดัชนีหักเหแสงระหว่างสารตัวอย่างกับวัฏภาคเคลื่อนที่
กรดคาร์บอกซิลิก (สารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล)	คอลัมน์ Phenomenex Rezex RHM-Monosaccharide H ⁺ (8%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส วัฏภาคเคลื่อนที่ กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 5 มิลลิโมลในน้ำปราศจากไอออน อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที การตรวจวัด รั้งสัญญาณความยาวคลื่น 210 นาโนเมตร

1. เปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) จากนั้นเปิดคอมพิวเตอร์และเข้าโปรแกรม CSW32 ซึ่งเป็นโปรแกรมควบคุมของเครื่องดังกล่าว
2. ดูดสารละลายตัวอย่างด้วยหลอดฉีดยาสารพร้อมตัวกรอง ปริมาตร 1 มิลลิลิตรลงในขวดแก้วบรรจุสารละลายตัวอย่าง
3. ทำความสะอาดเข็มฉีดยาขนาดเล็ก (Micro Syringe) ด้วยสารละลายตัวอย่าง จากนั้นใช้เข็ม ฉีดดูดสารละลายตัวอย่างปริมาณ 10 ไมโครลิตร
4. ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าที่แป้นฉีด สับแป้นฉีดลงเป็นเวลาประมาณ 10 วินาที จากนั้นสับแป้นฉีดขึ้น จากนั้นนำเข็มฉีดออกจากแป้นฉีด
5. หน้าจอคอมพิวเตอร์จะแสดงพีคพร้อมทั้งพื้นที่พีคของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ โดยความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์หาได้จากกราฟเทียบ (Calibration Curve) ของสารดังกล่าวตามภาคผนวก ก.
6. คำนวณร้อยละประกอบในสารตั้งต้นและร้อยละผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิกที่ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยสมการที่ (3.1) และ (3.2)

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

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

โดย

$C_{\text{component}}$

คือ ความเข้มข้นขององค์ประกอบสารตั้งต้นที่ต้องการวิเคราะห์จากเครื่อง HPLC (มิลลิกรัมต่อลิตร)

C_{product}

คือ ความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการวิเคราะห์จากเครื่อง HPLC (มิลลิกรัมต่อลิตร)

$W_{\text{substrate}}$

คือ ปริมาณของสารตั้งต้นที่ใช้ทำการทดลอง (กรัม)

V

คือ ปริมาตรของสารละลายก่อนการทำปฏิกิริยา (มิลลิลิตร)

บทที่ 4

ผลการดำเนินงาน

4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบในซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา

การวิเคราะห์องค์ประกอบของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและเคลซอนลิกนินที่มีในสารตั้งต้น คือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวาโดยวิธีเคลซอนลิกนิน ผลการวิเคราะห์โดยการสกัดน้ำร้อนเพียงอย่างเดียว ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.1 จะเป็นการกำจัดเฉพาะส่วนที่มีขี้วอกจากสารชีวมวล ถ้าทำการสกัดด้วยอะซิโตนและน้ำร้อน จะเป็นการกำจัดสารไม่มีขี้และมีขี้ที่ไม่ต้องการออก ซึ่งเมื่อพิจารณาผลของกรณีสกัดด้วยอะซิโตนและน้ำร้อน ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.2 คือ ซังข้าวโพดมีร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส เคลซอนลิกนินและเถ้าเป็น 28.3 35.9 22.8 และ 2.6 ตามลำดับ ชานอ้อยมีร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส เคลซอนลิกนินและเถ้าเป็น 39.3 25.5 17.9 และ 3.8 ตามลำดับ และผักตบชวามีร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส เคลซอนลิกนินและเถ้าเป็น 32.6 17.1 15.9 และ 5.3 ตามลำดับ จากผลข้างต้น พบว่า ผลรวมของร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนินในซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวาไม่ถึงร้อยละ 100 เนื่องจากอาจมีองค์ประกอบอื่นที่นอกเหนือจากเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนินที่ยังไม่ได้ทำการวิเคราะห์ เช่น น้ำตาลชนิดอื่นที่อยู่ในเฮมิเซลลูโลสนอกจากไซโลส เพกตินและแป้ง [20]

ตารางที่ 4.1 ร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบในสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดด้วยน้ำร้อนอย่างเดียว

ชนิดสารตั้งต้น	ร้อยละ เซลลูโลส	ร้อยละ เฮมิเซลลูโลส	ร้อยละ เคลซอนลิกนิน	ร้อยละ เถ้า
ซังข้าวโพด	35.8	19.7	35.5	3.1
ชานอ้อย	42.4	17.1	35.7	4.2
ผักตบชวา	33.1	8.8	16.5	5.4

ตารางที่ 4.2 ร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบในสารตั้งต้นที่ผ่านการสกัดด้วยอะซิโตนและน้ำร้อน

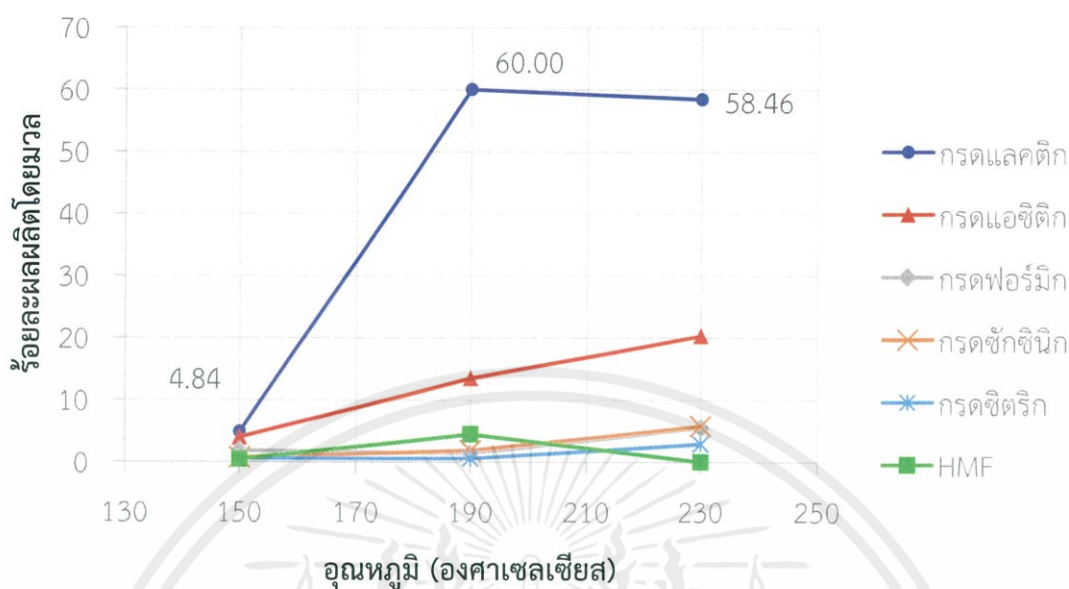
ชนิดสารตั้งต้น	ร้อยละ เซลลูโลส	ร้อยละ เฮมิเซลลูโลส	ร้อยละ เคลซอนลิกนิน	ร้อยละ เถ้า
ซังข้าวโพด	28.3	35.9	22.8	2.6
ชานอ้อย	39.3	25.5	17.9	3.8
ผักตบชวา	32.6	17.1	15.9	5.3

4.2 ปฏิบัติการไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด

การศึกษาการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยปฏิบัติการไฮโดรเทอร์มัลจากสารตั้งต้นคือ ผงซังข้าวโพด ผงชานอ้อยและผงผักตบชวาซึ่งมีขนาด 425 – 600 ไมโครเมตร ตัวเร่งปฏิบัติการ คือ เออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต จะเริ่มจากการทำปฏิบัติการที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้นเป็น 5 บาร์ ของแก๊สไนโตรเจน อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิบัติการต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เมื่อใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.5 กรัม ปริมาตรน้ำ 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิบัติการ 30 นาที ความเร็วรอบในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที จากนั้นจะทำการทดลองโดยเปลี่ยนปัจจัยที่ต้องการศึกษาและกำหนดให้ปัจจัยอื่นคงที่ โดยเริ่มศึกษาจากซังข้าวโพด

4.2.1 อิทธิพลของอุณหภูมิ

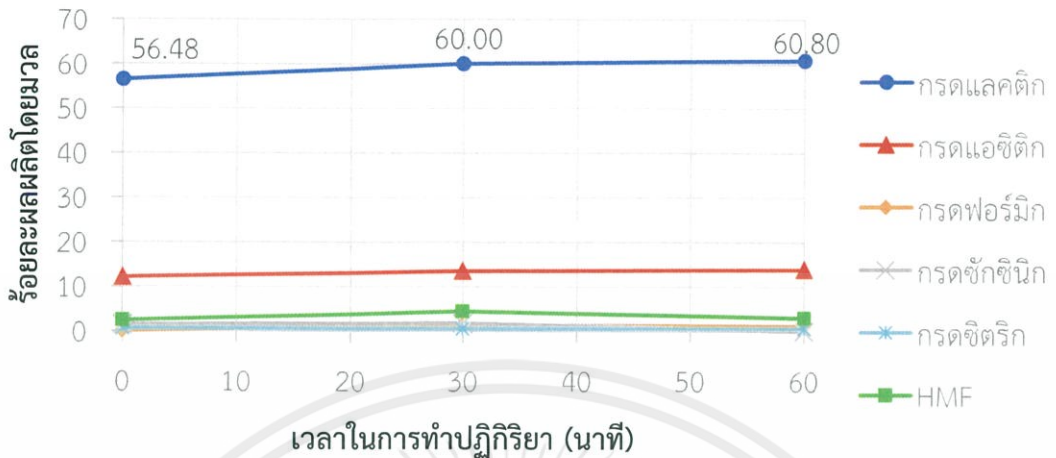
การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ จะใช้สารตั้งต้นเป็นผงซังข้าวโพดและสังเกตความเปลี่ยนแปลงของผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกในช่วงอุณหภูมิ 150 ถึง 230 องศาเซลเซียส พบว่า ที่อุณหภูมิ 150 190 และ 230 องศาเซลเซียส จะให้ร้อยละโดยมวลผลผลิตกรดแลคติกซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักเป็น 4.84 60.00 และ 58.46 ตามลำดับ จะสังเกตเห็นว่า เมื่ออุณหภูมิของน้ำที่ 190 องศาเซลเซียส น้ำเกิดการแตกตัว ทำให้การสลายพันธะของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในซังข้าวโพดเกิดได้ง่ายขึ้นจึงส่งผลให้คาร์บอนผลผลิตกรดแลคติกสูงขึ้นอย่างมาก และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 230 องศาเซลเซียส ปริมาณกรดแลคติกที่ผลิตได้กลับลดลง อาจเนื่องจากการกรดแลคติกสลายตัวเกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์อื่น เช่น กรดแอซิดิกและกรดฟอร์มิก ตามกลไกดังรูปที่ 2.7 และปริมาณร้อยละผลผลิตกรดดังกล่าวที่เพิ่มขึ้นแสดงตามรูปที่ 4.1 ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เป็นภาวะอุณหภูมิที่ให้ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกที่สูงที่สุดและนำไปศึกษาปัจจัยอื่นต่อไป โดยความดันเริ่มต้นคือ 5 บาร์ และความดันของระบบระหว่างทำปฏิบัติการที่อุณหภูมิ 150 190 และ 230 องศาเซลเซียส คือ 8 15.5 และ 25 บาร์ ตามลำดับ



รูปที่ 4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละโดยมวลผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณผงซังข้าวโพด 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

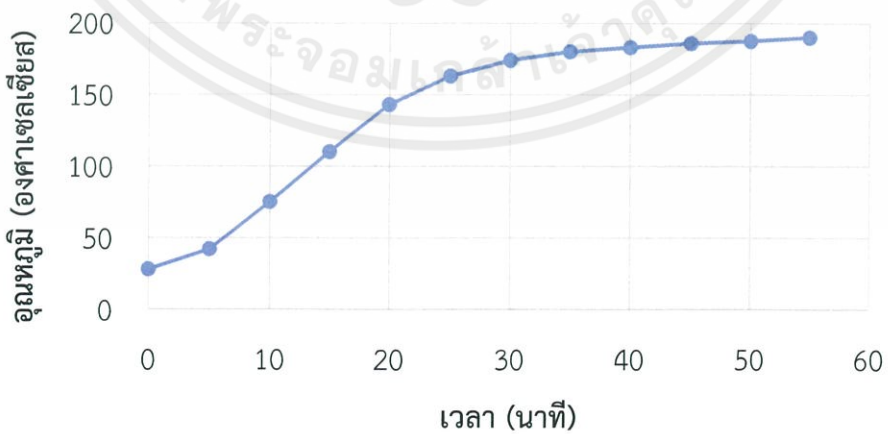
4.2.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากสารตั้งต้นคือ ผงซังข้าวโพด เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปจนถึงจุดหนึ่งที่ระบบเข้าสู่สมดุลจะทำให้ไม่สามารถผลิตกรดคาร์บอกซิลิกได้มากขึ้น ดังนั้นการทดลองในส่วนนี้จึงสนใจระยะเวลาในการทำให้ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิก ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่า เมื่อใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาทีจะให้ผลผลิตกรวดแลคติกซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักมากที่สุดถึงร้อยละ 60.8 แต่เมื่อเปรียบเทียบกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ใช้ระยะเวลา 30 นาที จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรวดแลคติกเป็นร้อยละ 60.0 แต่ใช้เวลาน้อยกว่าและพลังงานน้อยกว่า ดังนั้น ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาทีจึงเป็นเวลาที่เหมาะสมในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล



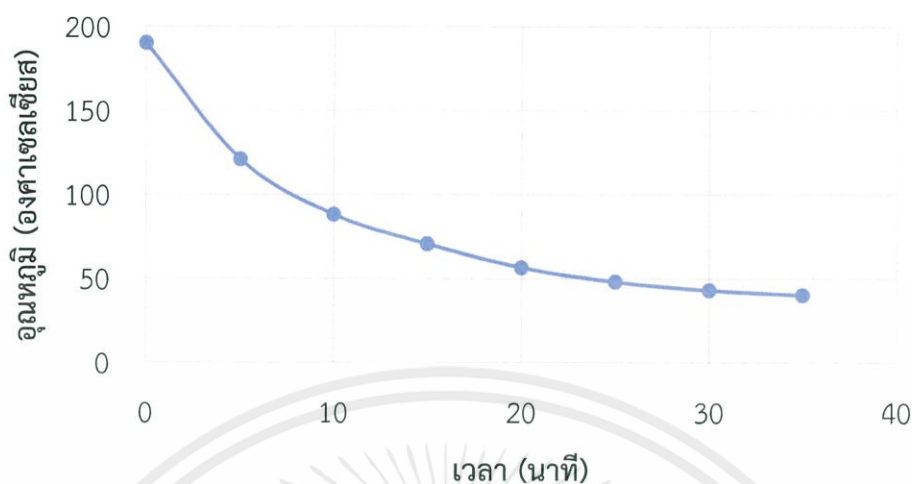
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละโดยมวลผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณผงซังข้าวโพด 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน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

สำหรับระยะเวลาในการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทอนอุณหภูมิและความดันสูง และระยะเวลาที่ใช้ในการลดอุณหภูมิสารละลายลงก่อนนำออกจากเครื่องปฏิกรณ์เพื่อนำไปวิเคราะห์นั้น แสดงดังรูปที่ 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ ซึ่งพบว่าต้องใช้เวลา 55 นาที ในการให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส และต้องใช้เวลา 35 นาทีในการลดอุณหภูมิลงจนเหลือ 40 องศาเซลเซียส โดยระยะเวลาในส่วนนี้ไม่นำมาคิดรวมเป็นระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาแต่อาจมีปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้สารผลิตภัณฑ์ในช่วงดังกล่าว ดังนั้นการนำข้อมูลจากปริญญานิพนธ์ฉบับนี้ไปใช้ต้องพิจารณาในส่วนนี้ด้วย



รูปที่ 4.3 ระดับการเพิ่มของอุณหภูมิระหว่างให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส

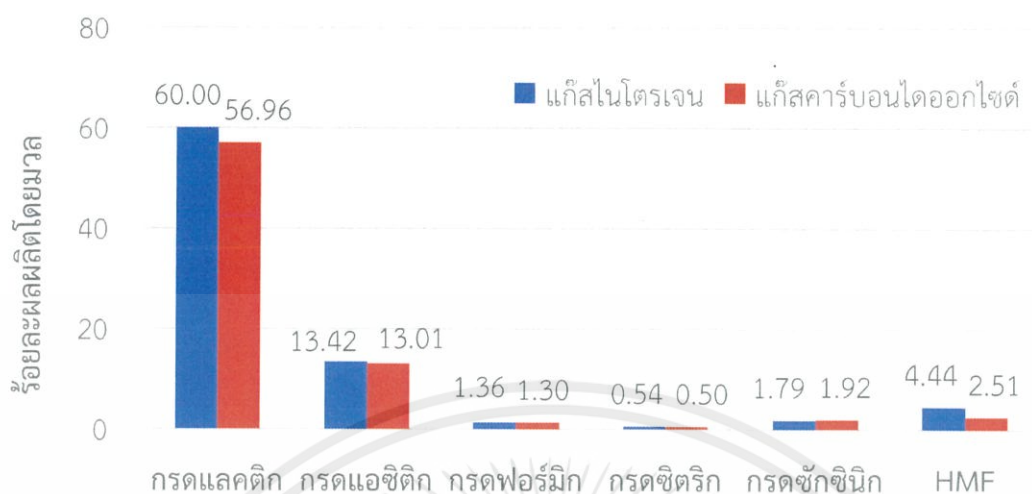
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 ระดับการลดของอุณหภูมิระหว่างลดความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

4.2.3 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดัน

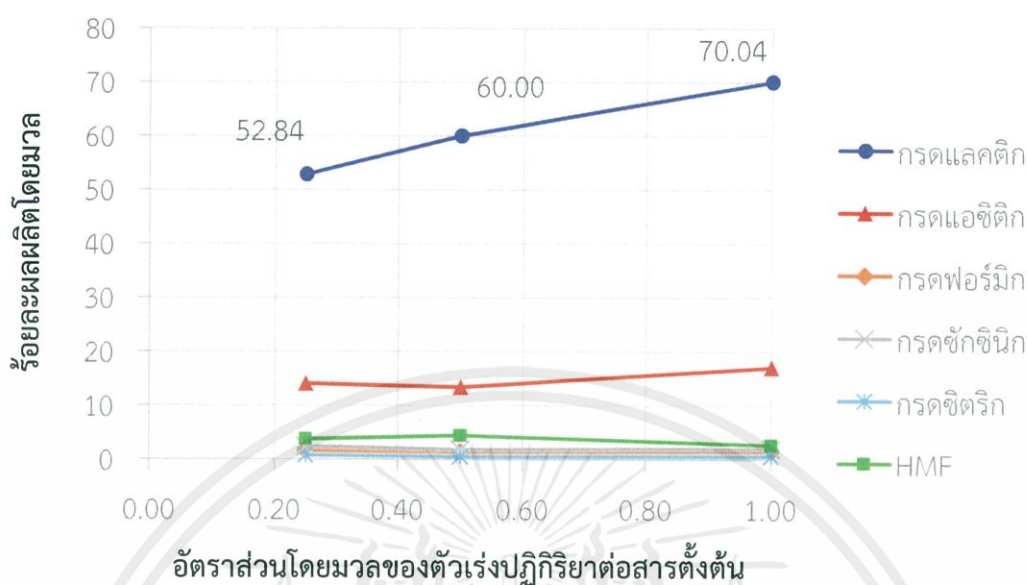
การศึกษาอิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดัน โดยแก๊สที่ใช้ในการทดลอง คือ แก๊สไนโตรเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ เนื่องจาก มีแนวคิดที่จะนำแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เป็นแก๊สเสียจากอุตสาหกรรมมาใช้ประโยชน์และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์สามารถละลายน้ำได้ ให้กรดคาร์บอนิก ซึ่งอาจมีความสามารถเป็นกรดอ่อนช่วยในการเร่งปฏิกิริยา ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่า เมื่อใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สอัดความดันที่ความเริ่มต้น 5 บาร์ จะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกที่มากกว่าการใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นแก๊สอัดให้ความดันเพียงเล็กน้อย ดังนั้น ความสามารถในการมีฤทธิ์เป็นกรดของคาร์บอนไดออกไซด์อาจมีน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเออร์เบียม ไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาหลัก จึงทำให้ไม่ส่งผลกระทบต่อระบบ



รูปที่ 4.5 อิทธิพลของชนิดแก๊สที่ใช้อัดความดันในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ ปริมาณผงขังข้าวโพด 0.5 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

4.2.4 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

การทดลองในส่วนนี้จะศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละโดยมวลผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิก โดยผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.6 พบว่า เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นที่ใช้คือ ผงขังข้าวโพด ร้อยละโดยมวลผลผลิตกรดแลคติกซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักจะมีค่าเพิ่มขึ้น และที่อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 ให้ร้อยละโดยมวลผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกสูงที่สุด ซึ่งเป็นไปตามความสามารถในการรับอิเล็กตรอนที่เพิ่มมากขึ้นตามปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง ดังนั้น อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 จึงเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล



รูปที่ 4.6 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นที่มีผลต่อร้อยละโดยมวลผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิก ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ของแก๊สไนโตรเจน ปริมาณผงซังข้าวโพด 0.5 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

จากผลการทดลองตอนที่ 4.2 จะพบว่า ภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากสารตั้งต้น คือ ผงซังข้าวโพด ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต คือ อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 1:1 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 30 นาที และใช้แก๊สอัดความดันเป็นแก๊สไนโตรเจนที่ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ จะได้ผลผลิตโดยมวลกรดแลคติกที่เป็นผลิตภัณฑ์หลักถึงร้อยละ 70.04 ดังนั้น จึงใช้ภาวะเดียวกันนี้ในการศึกษาสารตั้งต้นของเหลือทางการเกษตรชนิดอื่น คือ ผงขานอ้อยและผงผักตบชวา จะให้ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกแสดงดังตารางที่ 4.3 พบว่า เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นผงขานอ้อยจะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกและกรดซัคซินิกเป็น 46.10 และ 35.81 ตามลำดับ และเมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นผงผักตบชวาจะให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกและกรดซัคซินิกเป็น 20.92 และ 20.37 ตามลำดับ

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

สารตั้งต้น	ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิก					ร้อยละโดยมวล HMF
	กรดแลคติก	กรดแอสติติก	กรดฟอร์มิก	กรดซัคซินิก	กรดซิตริก	
ซังข้าวโพด	70.04	17.01	1.49	1.96	0.62	2.66
ชานอ้อย	46.10	4.43	0.38	35.81	0.35	4.04
ผักตบชวา	20.92	10.36	0.46	20.37	0.92	1.61

สำหรับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา ดังตารางที่ 4.3 ข้างต้น ทำการคำนวณร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกโดยเทียบกับมวลของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา (รายละเอียดแสดงดังภาคผนวก ก.2) และเมื่อคำนวณร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกและกรดแอสติติกซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักเทียบกับปริมาณกลูโคสที่ได้จากการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสและปริมาณไซโลสที่ได้จากการไฮโดรไลซิสของเฮมิเซลลูโลสที่มีอยู่ในสารตั้งต้นแต่ละชนิด จะให้ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลผลิตกรดแลคติกและกรดแอสติติก เมื่อคำนวณเทียบกับปริมาณกลูโคสและไซโลสที่มีอยู่ในสารตั้งต้น ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา 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	กรดแอสติติก
ซังข้าวโพด	96.97	23.50
ชานอ้อย	63.46	6.09
ผักตบชวา	37.56	18.60

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินงาน

ปริญญาานิพนธ์นี้ศึกษาหาภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการผลิตสารเคมีพื้นฐานชนิดกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้สารตั้งต้นคือ ซิงค์ซัลไฟด์ ซิงค์ซัลไฟด์ ซิงค์ซัลไฟด์ และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเออร์เบียมไตรฟลูออโรโรมาเทนซัลโฟเนต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ร่วมด้วย ผลการดำเนินงานสามารถสรุปได้ดังนี้

ปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ได้แก่ อุณหภูมิ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและชนิดของแก๊สที่ใช้อัดความดัน โดยขอบเขตและภาวะที่เหมาะสมแสดงดังตารางที่ 5.1

จากการทดลองพบว่า สารตั้งต้นที่มีองค์ประกอบของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในปริมาณที่สูงจะให้ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกที่สูง จากนั้นเมื่อทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิส่งผลให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกเพิ่มขึ้น เนื่องจาก ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส น้ำในระบบจะแตกตัวให้ไฮโดรเนียมไอออนช่วยสลายโครงสร้างของเหลือทางการเกษตรเป็นกรดคาร์บอกซิลิก แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงถึง 230 องศาเซลเซียสจะทำให้กรดแลคติกที่เป็นผลิตภัณฑ์หลักสลายตัวเป็นกรดแอซิติกและกรดฟอร์มิก ส่วนการเพิ่มอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นส่งผลให้ร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดคาร์บอกซิลิกเพิ่มขึ้น เช่นเดียวกับการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

ตารางที่ 5.1 ตัวแปรที่ศึกษา ขอบเขตและภาวะที่เหมาะสมของแต่ละตัวแปร

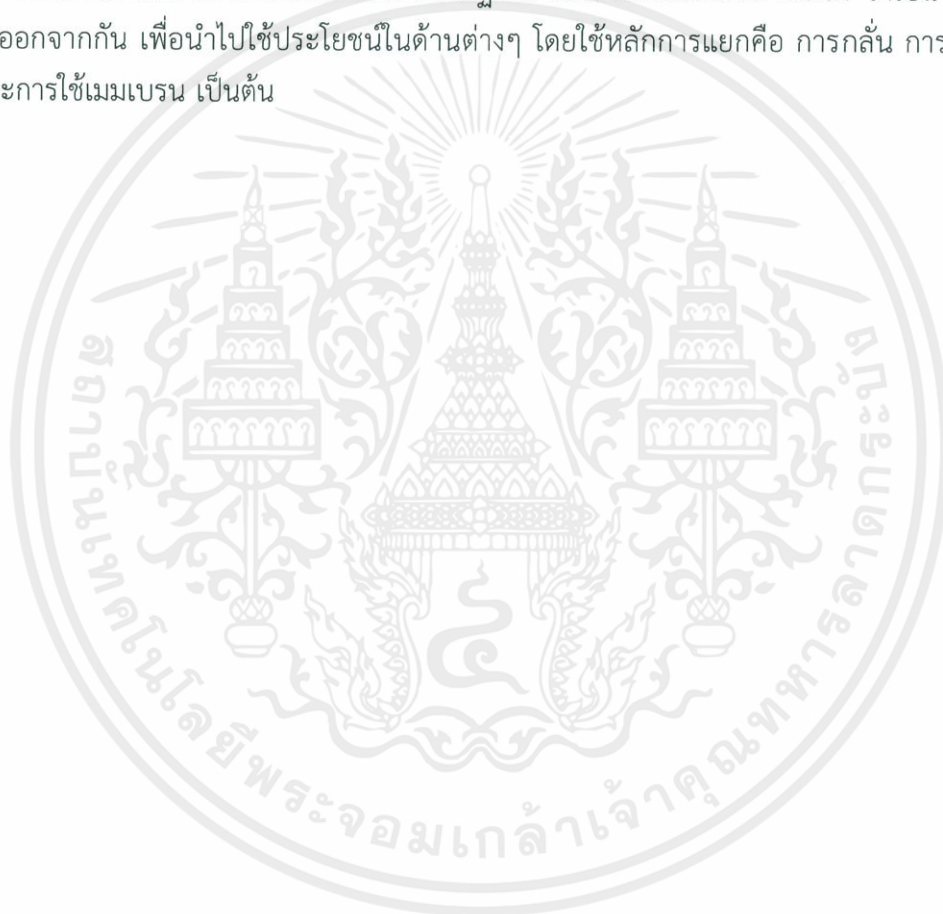
ตัวแปร	ขอบเขตที่ศึกษา	ภาวะที่เหมาะสม
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	150 – 230	190
อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น	0.25:1 – 1:1	1:1
เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)	0 – 60	30
ชนิดของแก๊สอัดความดัน	ไนโตรเจนและคาร์บอนไดออกไซด์	ไนโตรเจน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในปฏิยานิพนธ์นี้เกิดจากการทดลองเมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นซังข้าวโพด ซึ่งเมื่อใช้สารตั้งต้นอื่นอาจจะได้ภาวะที่เหมาะสมแตกต่างกับซังข้าวโพด

5.2.2 ต้องพิจารณาการนำตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนตกลับมาใช้ใหม่อีกครั้งเนื่องจากมีราคาแพง โดยอาจต้องให้ตัวเร่งเกาะอยู่บนตัวรองรับ ใช้หลักการกลั่นสุญญากาศและใช้ไดเอทิลอีเทอร์ร่วมด้วย

5.2.3 ผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลมีหลายชนิด จำเป็นจะต้องแยกแต่สารออกจากกัน เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ โดยใช้หลักการแยกคือ การกลั่น การกลั่นลำดับส่วนและการใช้เมมเบรน เป็นต้น



เอกสารอ้างอิง

- [1] สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร. “สถิติทางการเกษตรของประเทศไทย ปี ๒๕๕๘,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: http://www.oae.go.th/download/download_journal/2559/yearbook58.pdf. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 11 ตุลาคม 2559)
- [2] Pantip. “คุณเคยรู้ไหม เกษตรกรเขามีรายได้เท่าไร?”, [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <http://pantip.com/topic/33923520>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 16 ตุลาคม 2559).
- [3] กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม. “สถานการณ์มลพิษของประเทศไทย ปี 2556,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <http://www.pcd.go.th/Public/News/GetNewsThai.cfm?task=lt2014&id=17119>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 24 ตุลาคม 2559).
- [4] สุธีรา ชูบัณฑิต. “ผักตบชวาปัญหาระดับชาติ,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: http://www.senate.go.th/w3c/senate/pictures/comm/71/file_1408422840.pdf. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 23 เมษายน 2560).
- [5] 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.
- [6] 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 ErCl₃ catalyst,” *Appl. Catal. Gen.*, vol. 482, pp. 78–83, Jul. 2014.
- [7] R. Pawongrat, “กระบวนการปรับสภาพเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการผลิตเอทานอลจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรประเภทลิกโนเซลลูโลส / Pretreatment processes for enhancing the efficiency of ethanol production from lignocellulosic- agricultural wastes,” *Veridian E-J. Sci. Technol. Silpakorn Univ.*, vol. 2, no. 1, pp. 143–157, Jun. 2015.
- [8] Food Network Solution ศูนย์เครือข่ายข้อมูลอาหารครบวงจร. “Hemicellulose,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/3154/hemicellulose>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 19 พฤศจิกายน 2559).
- [9] สำนักงานวิจัยและพัฒนาสิ่งแวดล้อมโรงงาน. “Lignin-Tannin,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <http://www2.diw.go.th/research/index.asp>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 19 พฤศจิกายน 2559).
- [10] ResearchGate Advance your search. “Cellulose,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: https://www.researchgate.net/figure/283836343_fig5_Fig-5-Extensive-inter-and-intra-molecular-hydrogen-bonding-of-native-cellulose. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 17 พฤศจิกายน 2559).
- [11] Google Patents. “Hemicellulose structure,”. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <https://www.google.com/patents/US20130030194>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 19 พฤศจิกายน 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/>. (สืบค้นข้อมูลวันที่: 19 พฤศจิกายน 2559).
- [13] S. V. de Vyver *et al.*, “Catalytic production of levulinic acid from cellulose and other biomass- derived carbohydrates with sulfonated hyperbranched poly(arylene oxindole)s,” *Energy Environ. Sci.*, vol. 4, no. 9, pp. 3601–3610, Aug. 2011.
- [14] F. Chambon, F. Rataboul, C. Pinel, A. Cabiac, 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.
- [15] H. Lin *et al.*, “High yield production of levulinic acid by catalytic partial oxidation of cellulose in aqueous media,” *Energy Environ. Sci.*, vol. 5, no. 12, pp. 9773–9777, Nov. 2012.
- [16] 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.
- [17] 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.
- [18] 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.
- [19] R. Younas *et al.*, “Lactic acid production from rice straw in alkaline hydrothermal conditions in presence of NiO nanoplates,” *Catal. Today*, vol. 274, pp. 40–48, Oct. 2016.
- [20] S. Reshamwala, B. T. Shawky, and B. E. Dale, “Ethanol production from enzymatic hydrolysates of AFEX-treated coastal bermudagrass and switchgrass,” *Appl. Biochem. Biotechnol.*, vol. 51–52, no. 1, p. 43, Sep. 1995.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

การคำนวณปริมาณองค์ประกอบในสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

ปริญญานิพนธ์นี้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนตเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ โดยมีการวิเคราะห์องค์ประกอบในสารตั้งต้นแต่ละชนิดปริมาณ 0.2 กรัมก่อนเริ่มทำการทดลองด้วยวิธีเคลซอนลิกนินส่วนการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกในแต่ละการทดลองจะกำหนดปริมาณสารตั้งต้น น้ำและความดันที่อัดในเครื่องปฏิกรณ์ให้เท่ากันคือ 0.5 กรัม 100 มิลลิลิตรและ 5 บาร์ ตามลำดับ ภายในเครื่องปฏิกรณ์ขนาด 250 มิลลิลิตร

ก.1 การคำนวณปริมาณองค์ประกอบโดยมวลในสารตั้งต้น

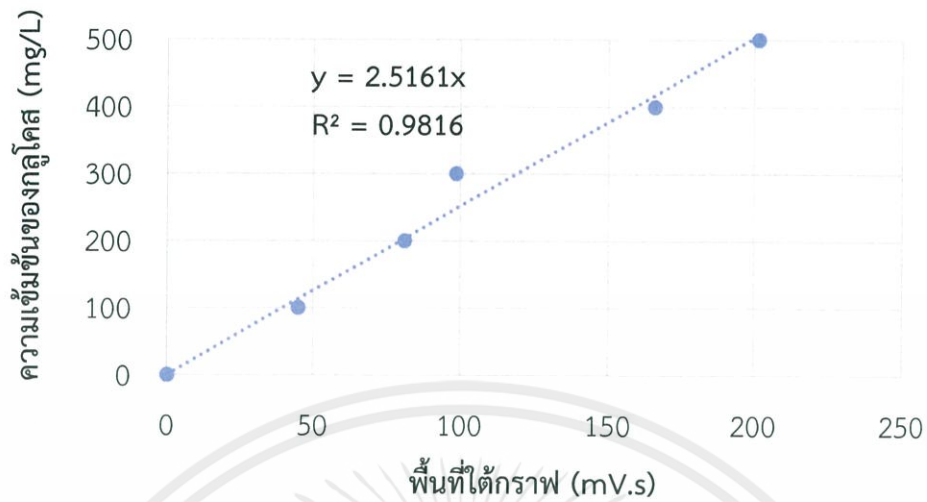
การคำนวณปริมาณองค์ประกอบโดยมวลในสารตั้งต้นหนัก 0.2 กรัม ทำได้โดยการฉีกของเหลวที่ได้จากการกรองหลังผ่านวิธีเคลซอนลิกนินด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงหาปริมาณของกลูโคสและไซโลสเพื่อเปลี่ยนกลับมาเป็นปริมาณเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส ตามลำดับ และในส่วน

ของแข็งที่กรองได้จะนำมาวิเคราะห์หาปริมาณลิกนิน โดยผลการคำนวณแต่ละขั้นตอนเป็นดังนี้

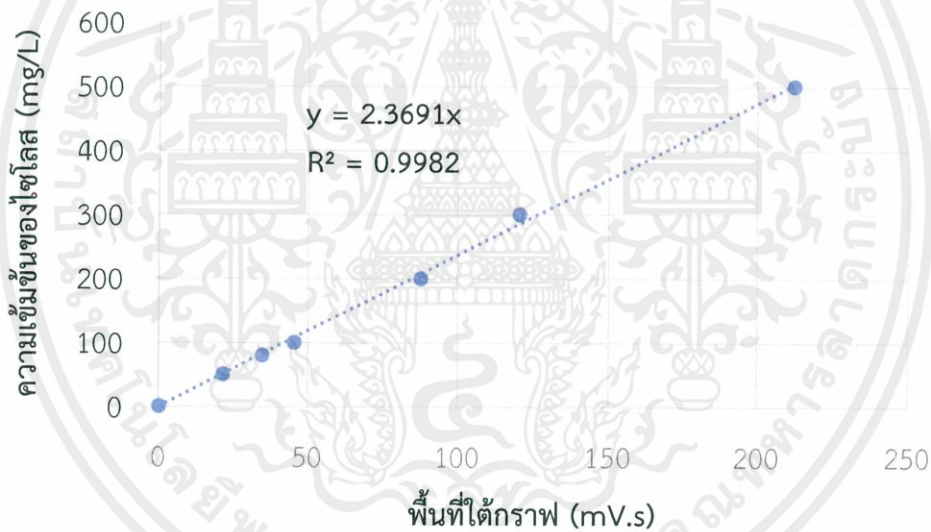
ตารางที่ ก.1 ผลการฉีกของเหลวที่กรองได้หลังผ่านวิธีเคลซอนลิกนินจากสารตั้งต้นชนิดต่างๆ

ชนิดสารตั้งต้น	พื้นที่ใต้กราฟของกลูโคส (mV.s)	พื้นที่ใต้กราฟของไซโลส (mV.s)
ซังข้าวโพด	164.491	226.045
ชานอ้อย	227.274	160.293
ผักตบชวา	188.886	107.580

จากนั้น นำพื้นที่ใต้กราฟของกลูโคสและไซโลสที่ได้ไปเทียบกับกราฟสอบเทียบมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นของกลูโคสและไซโลสในหน่วยหนึ่งในล้าน (PPM) หรือมิลลิกรัมต่อลิตร ตามรูปที่ ก.1 และ ก.2



รูปที่ ก.1 กราฟมาตรฐานสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกลูโคส



รูปที่ ก.2 กราฟมาตรฐานสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของอินซูลิน

เมื่อได้ความเข้มข้นของกลูโคสในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตรแล้ว ทำการคูณ 2 ตามการลดความเข้มข้นก่อนฉีดเข้าเครื่องโครมาโทกราฟีด้วยการเติมน้ำปริมาตร 2 มิลลิลิตรเท่ากับปริมาตรสารที่ปีเปตมา แล้วคูณด้วยปริมาตรสารละลายเริ่มต้นและค่าเปลี่ยนหน่วย $(77)/(1,000,000)$ g.L/mg จะได้ปริมาณของกลูโคสและอินซูลินในหน่วยกรัม จากนั้นหารด้วยผลของมวลของกลูโคสและอินซูลินด้วยการหารปริมาณสารตั้งต้นคูณด้วย 100 แล้วเปลี่ยนจากร้อยละของกลูโคสเป็นร้อยละของเซลล์ลูโลสด้วยการคูณ 0.9 (กลูโคสมีมวลโมเลกุล 180 กรัมต่อโมล เมื่อกลูโคสมาต่อกันน้ำหลุด 1 โมเลกุลเหลือ 162 ; $162/180 = 0.9$) และเปลี่ยนจากร้อยละของอินซูลินเป็นร้อยละของฮีโมเซลลูโลสด้วยการคูณ 0.88 (อินซูลินมีมวลโมเลกุล 150 กรัมต่อโมล เมื่ออินซูลินมาต่อกันน้ำหลุด 1 โมเลกุลเหลือ 132 ; $132/150 = 0.88$)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{ความเข้มข้นกลูโคส} = (2)(\text{ความชันกราฟกลูโคส})(\text{พื้นที่ใต้กราฟกลูโคส}) \text{ มิลลิกรัมต่อกรัม} \quad (\text{ก.1})$$

$$\text{น้ำหนักกลูโคส} = \frac{(\text{ความเข้มข้นกลูโคส})(\text{ปริมาตรสารละลายเริ่มต้น})}{1,000,000} \text{ กรัม} \quad (\text{ก.2})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} = \frac{(\text{น้ำหนักกลูโคส})}{(\text{น้ำหนักสารตั้งต้น})} \times 100 \quad (\text{ก.3})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเซลลูโลส} = (0.9)(\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส}) \quad (\text{ก.4})$$

$$\text{ความเข้มข้นไซโลส} = (2)(\text{ความชันกราฟไซโลส})(\text{พื้นที่ใต้กราฟไซโลส}) \text{ มิลลิกรัมต่อกรัม} \quad (\text{ก.5})$$

$$\text{น้ำหนักไซโลส} = \frac{(\text{ความเข้มข้นไซโลส})(\text{ปริมาตรสารละลายเริ่มต้น})}{1,000,000} \text{ กรัม} \quad (\text{ก.6})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} = \frac{(\text{น้ำหนักไซโลส})}{(\text{น้ำหนักสารตั้งต้น})} \times 100 \quad (\text{ก.7})$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลส} = (0.88)(\text{ร้อยละโดยมวลไซโลส}) \quad (\text{ก.8})$$

แสดงตัวอย่างการคำนวณดังนี้

$$\text{ซังข้าวโพด } 0.20241 \text{ กรัม ; กลูโคสมีความเข้มข้น} = 2(2.5161)(164.491) = 827.75 \text{ มิลลิกรัม/ลิตร}$$

$$\text{กลูโคสมีน้ำหนัก} = \frac{(827.75)(77)}{1,000,000} = 0.06374 \text{ กรัม}$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลกลูโคส} = \frac{0.06374}{0.20241} \times 100 = 31.49$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเซลลูโลส} = (0.9)(31.49) = 28.34$$

$$\text{ไซโลสมีความเข้มข้น} = 2(2.3691)(226.045) = 1,071.05 \text{ มิลลิกรัม/ลิตร}$$

$$\text{ไซโลสมีน้ำหนัก} = \frac{(1,071.05)(77)}{1,000,000} = 0.08247 \text{ กรัม}$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลไซโลส} = \frac{0.08247}{0.20241} \times 100 = 40.74$$

$$\text{ร้อยละโดยมวลเฮมิเซลลูโลส} = (0.88)(40.74) = 35.85$$

ตารางที่ ก.2 คำนวณร้อยละโดยมวลเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในสารตั้งต้นของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

	ซังข้าวโพด	ชานอ้อย	ผักตบชวา
ความเข้มข้นกลูโคส (mg/L)	827.75	1,143.69	950.51
ความเข้มข้นไซโลส (mg/L)	1,071.05	759.50	509.74
น้ำหนักกลูโคส (g)	0.06374	0.08806	0.07319
น้ำหนักไซโลส (g)	0.08247	0.05848	0.03925
ร้อยละโดยมวลของกลูโคส	31.49	43.65	36.25
ร้อยละโดยมวลของไซโลส	40.74	28.99	19.44
ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลส	28.34	39.28	32.63
ร้อยละโดยมวลของเฮมิเซลลูโลส	35.85	25.51	17.11

ในส่วนของแข็งที่ได้จากการกรองหลังจากวิธีเคลซอนลิกนินเป็นส่วนของเคลซอนลิกนิน ต้องหักน้ำหนักกระดาษกรอง แล้วจึงคิดร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนิน ส่วนการวิเคราะห์ปริมาณเถ้าสามารถทำได้โดยชั่งสารตั้งต้น 0.5 กรัมใส่ครุชชีเบลนำไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้ปริมาณร้อยละโดยมวลของเถ้า

$$\text{ร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบ} = \frac{\text{น้ำหนักองค์ประกอบ}}{\text{น้ำหนักของสารตั้งต้น}} \times 100 \quad (\text{ก.9})$$

แสดงตัวอย่างการคำนวณดังนี้

$$\begin{aligned} \text{ซังข้าวโพด } 0.20241 \text{ กรัม ;} & \quad \text{น้ำหนักกระดาษกรอง} = 0.81004 \text{ กรัม} \\ & \quad \text{น้ำหนักกระดาษกรอง + เคลซอนลิกนิน} = 0.85623 \text{ กรัม} \\ & \quad \text{เคลซอนลิกนิน} = 0.04619 \text{ กรัม} \\ \text{ร้อยละโดยมวลของเคลซอนลิกนิน} & = \frac{0.04619}{0.20241} \times 100 = 22.82 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{วิเคราะห์เถ้า ;} & \quad \text{น้ำหนักซังข้าวโพดเริ่มต้น} = 0.50079 \text{ กรัม} \\ & \quad \text{น้ำหนักครุชชีเบลเปล่า} = 25.49655 \text{ กรัม} \\ & \quad \text{น้ำหนักครุชชีเบล + ซังข้าวโพด} = 25.99734 \text{ กรัม} \\ & \quad \text{น้ำหนักครุชชีเบล + เถ้าหลังเผา} = 25.50959 \text{ กรัม} \\ & \quad \text{น้ำหนักเถ้าหลังเผา} = 0.01304 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{ร้อยละโดยมวลของเถ้า} = \frac{0.01304}{0.50079} \times 100 = 2.60$$

ตารางที่ ก.3 จำนวนร้อยละโดยมวลลิกนินในสารตั้งต้นของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

	ซังข้าวโพด	ชานอ้อย	ผักตบชวา
น้ำหนักเคลซอนลิกนิน	0.04619	0.03603	0.03210
ร้อยละโดยมวลเคลซอนลิกนิน	22.82	17.86	15.90
น้ำหนักเถ้า	0.01304	0.01930	0.02808
ร้อยละโดยมวลของเถ้า	2.60	3.81	5.33

ก.2 การคำนวณร้อยละโดยมวลของผลผลิตกรดคาร์บอกซิลิกจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดคาร์บอกซิลิกโดยใช้สารตั้งต้นคือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา ดังนั้นร้อยละผลผลิตของกรดคาร์บอกซิลิกที่ผลิตได้หาได้จาก

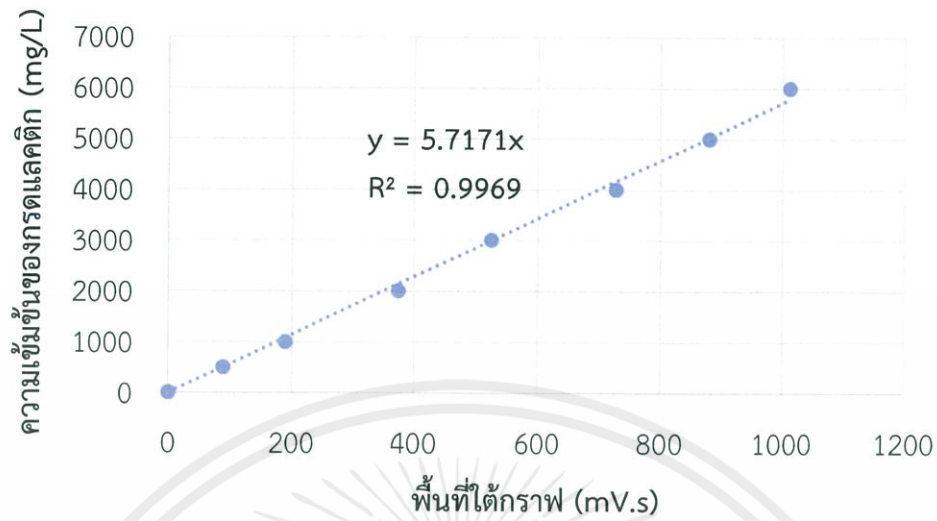
$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{มวลของกรดคาร์บอกซิลิกที่ได้}}{\text{มวลของสารตั้งต้น}} \times 100 \quad (\text{ก.10})$$

โดยที่

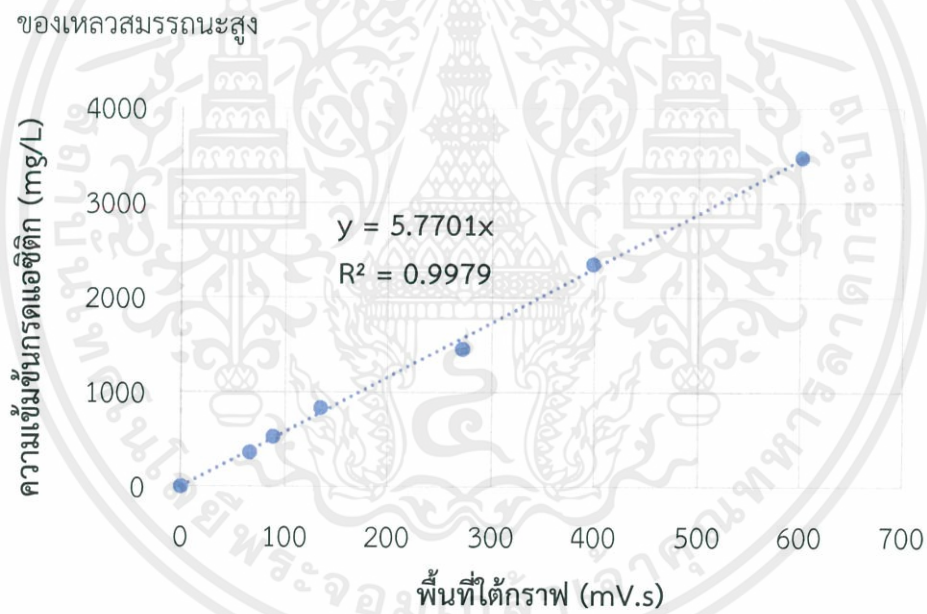
มวลของกรดคาร์บอกซิลิกที่ได้ = ความเข้มข้นของกรดคาร์บอกซิลิกในผลิตภัณฑ์ × ปริมาตรผลิตภัณฑ์
จะได้ว่า

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดคาร์บอกซิลิกในผลิตภัณฑ์} \times \text{ปริมาตรผลิตภัณฑ์}}{\text{มวลของสารตั้งต้น}} \times 100 \quad (\text{ก.11})$$

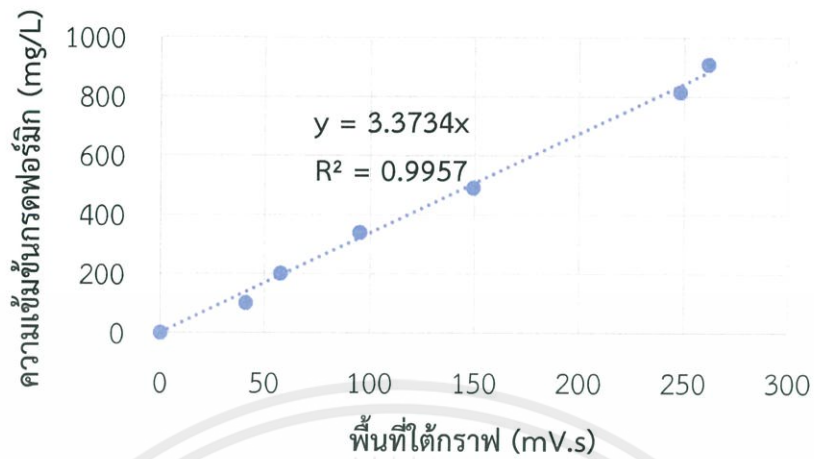
กรดคาร์บอกซิลิกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) จะมีหน่วยเป็น หนึ่งในล้านในล้านส่วน (PPM) หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L) โดยกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกแต่ละชนิดแสดงดังนี้



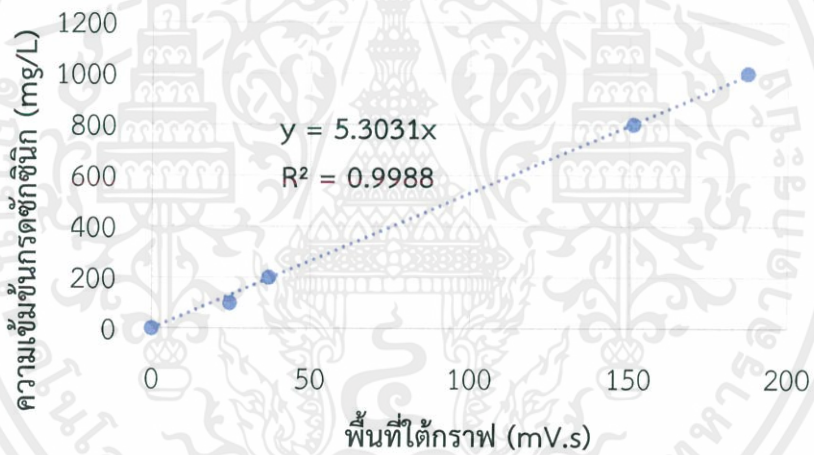
รูปที่ ก.3 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดแลคติกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง



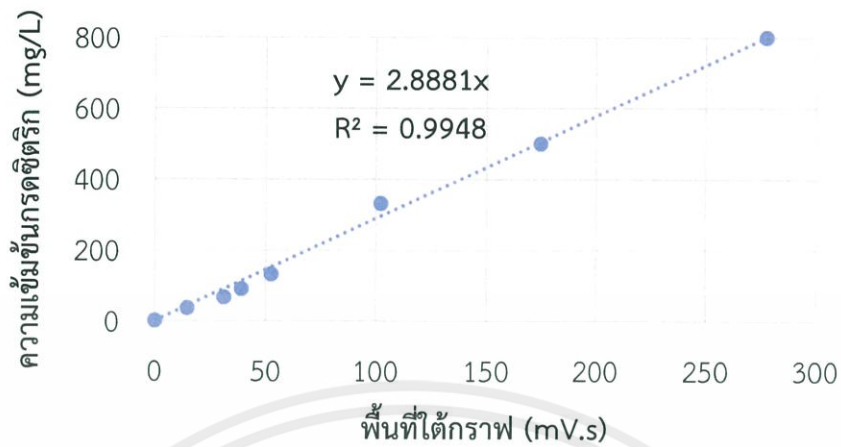
รูปที่ ก.4 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดแอสซิติคจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง



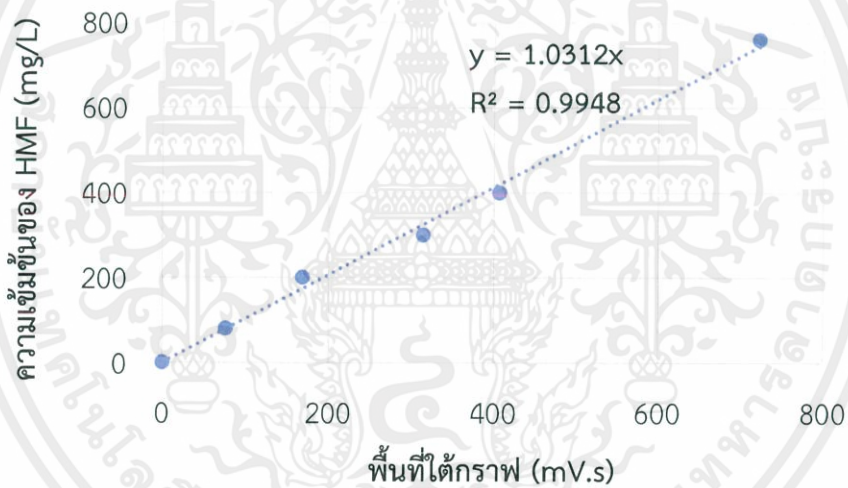
รูปที่ ก.5 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดพอรึมกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง



รูปที่ ก.6 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดซึกซินิกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง



รูปที่ ก.7 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของกรดซิดริกจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง



รูปที่ ก.8 กราฟสำหรับสอบเทียบความเข้มข้นของ HMF จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

เมื่อกำหนดให้ไม่มีการสูญเสียของสารในระบบ จะได้ว่า

$$\text{ปริมาตรสารตั้งต้น} = \text{ปริมาตรผลิตภัณฑ์}$$

ดังนั้น

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดคาร์บอกซิลิกในผลิตภัณฑ์} \times \text{ปริมาตรสารตั้งต้น}}{\text{มวลของสารตั้งต้น}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดคาร์บอกซิลิกในผลิตภัณฑ์}}{\text{มวลของสารตั้งต้น/ปริมาตรสารตั้งต้น}} \times 100$$

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดคาร์บอกซิลิกในผลิตภัณฑ์ (mg/L)}}{\text{ความเข้มข้นของสารตั้งต้น (mg/L)}} \times 100 \quad (\text{ก.13})$$

ตัวอย่างการคำนวณ

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากผงซังข้าวโพดที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส

ซังข้าวโพด 0.5014 กรัม ; กรดแลคติกมีความเข้มข้น = (5.7171)(526.179) = 3,008.22 มิลลิกรัม/ลิตร

$$\begin{aligned} \text{กรดแลคติกมีน้ำหนัก} &= \frac{(3,008.22)(100)}{1,000,000} = 0.3008 \text{ กรัม} \\ \text{ร้อยละโดยมวลกรดแลคติก} &= \frac{0.3008}{0.5014} \times 100 = 60.00 \end{aligned}$$

ภาคผนวก ข.

ข้อมูลการทดลอง

ตารางที่ ข.1 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ

การทดลอง	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละโดยมวล กรดแลคติก	ร้อยละโดยมวล กรดแอสิติก	ร้อยละโดยมวล กรดฟอร์มิก	ร้อยละโดยมวล กรดซัคซินิก	ร้อยละโดยมวล กรดซิตริก	ร้อยละโดยมวล HMF
1	150	4.84	3.93	1.79	0.75	0.54	0.40
2	190	60.00	13.42	1.36	1.79	0.54	4.44
3	230	58.46	20.30	5.54	5.77	2.89	0.00

*เมื่อทำการทดลองโดยใช้สารตั้งต้นเป็นซังข้าวโพดหนัก 0.5 กรัม นำปริมาตร 100 มิลลิลิตร อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความดันเริ่มต้นที่ 5 บาร์และใช้แก๊สอัดความดันเป็นแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ ข.2 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

การทดลอง	อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น	ร้อยละโดยมวล กรดแลคติก	ร้อยละโดยมวล กรดแอสิติก	ร้อยละโดยมวล กรดฟอร์มิก	ร้อยละโดยมวล กรดซัคซินิก	ร้อยละโดยมวล กรดซิตริก	ร้อยละโดยมวล HMF
4	0.25:1	52.84	14.08	1.61	2.41	0.77	3.80
5	0.5:1	60.00	13.42	1.36	1.79	0.54	4.44
6	1:1	70.04	17.01	1.49	1.96	0.62	2.66

*เมื่อทำการทดลองโดยใช้สารตั้งต้นเป็นซังข้าวโพดหนัก 0.5 กรัม นำปริมาตร 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความดันเริ่มต้นที่ 5 บาร์และใช้แก๊สอัดความดันเป็นแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ ข.3 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

การทดลอง	เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)	ร้อยละโดยมวลกรดแลคติก	ร้อยละโดยมวลกรดแอสซิดิก	ร้อยละโดยมวลกรดฟอร์มิก	ร้อยละโดยมวลกรดซัคซินิก	ร้อยละโดยมวลกรดซิตริก	ร้อยละโดยมวล HMF
7	0	56.48	12.10	0.00	1.46	0.61	2.39
8	30	60.00	13.42	1.36	1.79	0.54	4.44
9	60	60.08	13.84	1.11	0.00	0.66	3.03

*เมื่อทำการทดลองโดยใช้สารตั้งต้นเป็นซึ่งข้าวโพดหนัก 0.5 กรัม นำปริมาตร 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 ความดันเริ่มต้นที่ 5 บาร์และใช้แก๊สอัดความดันเป็นแก๊สไนโตรเจน

ตารางที่ ข.4 ผลการทดลองศึกษาอิทธิพลของชนิดแก๊สอัดความดัน

การทดลอง	ชนิดแก๊สอัดความดัน	ร้อยละโดยมวลกรดแลคติก	ร้อยละโดยมวลกรดแอสซิดิก	ร้อยละโดยมวลกรดฟอร์มิก	ร้อยละโดยมวลกรดซัคซินิก	ร้อยละโดยมวลกรดซิตริก	ร้อยละโดยมวล HMF
10	แก๊สไนโตรเจน	60.00	13.42	1.36	1.79	0.54	4.44
11	แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์	56.96	13.01	1.30	1.92	0.50	2.51

*เมื่อทำการทดลองโดยใช้สารตั้งต้นเป็นซึ่งข้าวโพดหนัก 0.5 กรัม นำปริมาตร 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นเป็น 0.5:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาทีและความดันเริ่มต้นที่ 5 บาร์

ตารางที่ ข.5 ความดันและอุณหภูมิของระบบที่เวลาต่างๆ ในช่วงเพิ่มและลดอุณหภูมิของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

เวลา (นาที)	150						190						230					
	ช่วงเพิ่มอุณหภูมิ			ช่วงลดอุณหภูมิ			ช่วงเพิ่มอุณหภูมิ			ช่วงลดอุณหภูมิ			ช่วงเพิ่มอุณหภูมิ			ช่วงลดอุณหภูมิ		
	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน	อุณหภูมิ	ความดัน
0	28.0	5.0	150.0	8.0	28.0	5.0	190.0	15.0	30.0	5.0	230.0	25.0						
5	40.5	5.0	97.6	5.5	42.0	5.0	121.0	7.5	42.9	5.2	153.3	9.5						
10	73.9	5.0	72.9	5.3	75.0	5.5	88.0	6.5	78.1	5.8	121.2	7.5						
15	110.5	5.5	57.1	5.0	110.0	6.5	70.5	6.0	115.8	7.0	92.5	6.0						
20	126.2	6.5	48.3	5.0	143.0	8.0	56.5	5.5	147.5	8.7	74.5	6.0						
25	138.0	7.0	40.5	5.0	163.0	9.5	48.0	5.0	174.0	9.2	59.3	5.5						
30	144.2	7.5	36.1	5.0	174.0	11.5	43.0	5.0	192.8	15.0	47.8	5.2						
35	145.2	7.7	-	-	180.0	12.5	40.0	5.0	199.8	19.2	41.9	5.0						
40	149.0	8.0	-	-	183.0	13.5	-	-	208.6	21.0	37.0	5.0						
45	150.0	8.0	-	-	186.0	14.5	-	-	216.0	24.0	-	-						
50	-	-	-	-	187.5	15.0	-	-	221.4	24.5	-	-						
55	-	-	-	-	190.0	15.5	-	-	224.3	24.5	-	-						
60	-	-	-	-	-	-	-	-	227.6	25.0	-	-						
65	-	-	-	-	-	-	-	-	230.0	25.0	-	-						

*อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) และความดัน (บาร์)

ภาคผนวก ค.

การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลจากสารตั้งต้นคือ ซังข้าวโพด ชานอ้อยและผักตบชวา นั้นทำการทดลองในภาวะอุณหภูมิ 150 – 230 องศาเซลเซียส และความดันเริ่มต้น 5 บาร์ จึงจำเป็นต้องใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง (autoclave) ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อเตรียมเข้าเครื่องปฏิกรณ์
2. เติมน้ำใส่ถังหล่อเย็น 2 ถัง (หล่อเย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ และหล่อเย็นอุปกรณ์) ถึงละประมาณ 4 ลิตร หรือให้ระดับน้ำสูงกว่าปั๊มพอสสมควร จากนั้นวางปั๊มหล่อเย็นให้จมลงในถังน้ำทั้งสอง
3. ใช้น้ำทำความสะอาดตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ และส่วนหัวของเครื่องซึ่งมีอุปกรณ์ได้แก่ ไบพัสกวน ท่อแก๊สขาเข้า และท่อแก๊สขาออก แล้วเช็ดให้สะอาดเพื่อป้องกันสารเจือปน
4. นำสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ ใส่ลงในตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นนำไปวางที่ฐานของเครื่องซึ่งมีอุปกรณ์ให้ความร้อนอยู่ แล้วนำส่วนหัวมาประกบไว้ด้านบนของตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์
5. ประกอบแจ็คเก็ต (jacket) เพื่อให้เครื่องปฏิกรณ์สามารถทนความดันที่สูงระหว่างทำปฏิกิริยาได้ โดยกดล็อก และขันน็อตทั้ง 6 ตัวด้วยประแจให้แน่นตามทิศทางแฉงมุม
6. เชื่อมต่อส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์กับมอเตอร์ของเครื่องปั่นกวน และหมุนประกบทั้งสองส่วนให้แน่น
7. เชื่อมต่อท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก และท่อระบายความดัน กับส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์ แล้วใช้ประแจขันให้แน่น หลังจากนั้นทำการตรวจสอบการรั่วไหล (check leak) โดยอัดแก๊สเข้าไปภายในเครื่องปฏิกรณ์แล้วปิดวาล์วแก๊สขาเข้า ปิดวาล์วแก๊สขาออก และเปิดวาล์วเกจวัดความดัน จากนั้นใช้น้ำสบู่ฉีดบริเวณข้อต่อของท่อและวาล์วต่างๆ และสังเกตว่ามีฟองอากาศเกิดขึ้นหรือไม่ ถ้ามีฟองอากาศ แสดงว่าเกิดการรั่วไหลที่บริเวณนั้น ให้เปิดวาล์วแก๊สขาออกให้ความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์ลดลง จากนั้นจึงถอดบริเวณที่มีการรั่วไหลแล้วเชื่อมต่อใหม่ให้สนิท
8. ถ้าไม่มีการรั่วไหล ให้ปรับความดันเริ่มต้นของระบบตามต้องการ แล้วทำการเปิดแผงควบคุม (controller) ของเครื่องปฏิกรณ์ เปิดปั๊มหล่อเย็นเฉพาะตัวที่หล่อเย็นอุปกรณ์ เปิดสวิตช์เครื่องให้ความร้อน (Heater) เปิดสวิตช์มอเตอร์ปั่นกวน (Panel RPM) และหมุนปรับความเร็วรอบของมอเตอร์ตามต้องการ (สำหรับการทดลองนี้ คือ 200 รอบต่อนาที) เปิดสวิตช์ระบบหล่อเย็นเป็นแบบอัตโนมัติ (Cool Auto) ปรับตั้งค่าอุณหภูมิตามภาวะที่ต้องการศึกษาที่แผงควบคุม
9. หลังจากทำปฏิกิริยาเสร็จตามเวลาที่ต้องการศึกษาแล้ว ทำการปิดสวิตช์เครื่องให้ความร้อน (heater) และสับสวิตช์ระบบหล่อเย็นเป็นแบบควบคุมเอง (Manual) จากนั้นเปิดปั๊มหล่อเย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ เมื่ออุณหภูมิลดลงเหลือประมาณ 40 องศาเซลเซียส จึงเริ่มถอดอุปกรณ์เพื่อนำสารผลิตภัณฑ์ออกได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. ปิดสวิตช์ระบบหล่อเย็น มอเตอร์ปั่นกววน แผงควบคุมเครื่องปฏิกรณ์ และปั๊มหล่อเย็น จากนั้นค่อยๆเปิดวาล์วแก๊สขาออก จนแน่ใจว่าแก๊สออกไปหมดแล้วเริ่มถอดอุปกรณ์โดยเริ่มจากท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก ท่อระบายความดัน ปลดมอเตอร์ปั่นกววน และแจ็คเก็ต จากนั้นยกส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์ออก ยกตัวถังออกจากฐาน แล้วเทสารผลิตภัณฑ์ใส่ปิกเกอร์เพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป
11. ทำความสะอาดส่วนประกอบต่างๆของเครื่องปฏิกรณ์ให้เรียบร้อย และเช็ดให้แห้ง
12. ถอดปลั๊กไฟฟ้าออกให้หมด นำน้ำหล่อเย็นในถังไปทิ้ง ตรวจสอบความเรียบร้อยของอุปกรณ์รวมทั้งวาล์วทั้งหมดต้องปิดให้เรียบร้อย



ภาคผนวก ง.

การใช้เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ในปริิณญาณิพนธ์นี้จะใช้คอลัมน์แบบ reverse phase ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

1. การเตรียมเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase)

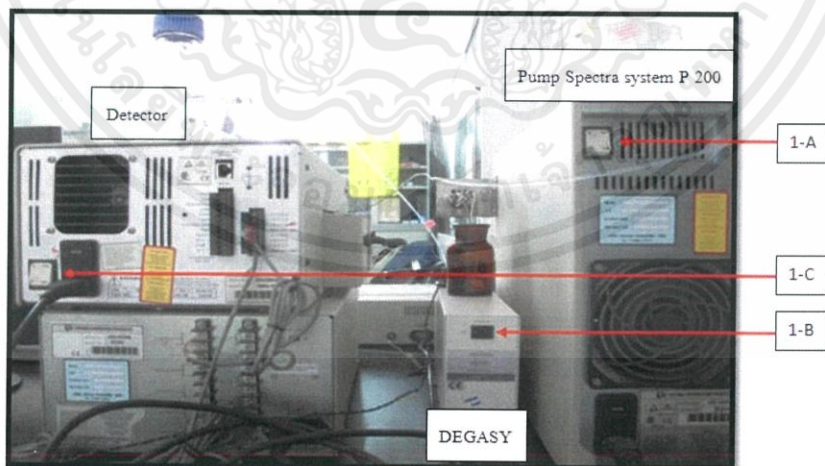
- 1) นำสารละลายที่จะใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่เทใส่ขวดใสที่สะอาดขนาด 1 ลิตร
- 2) ใส่ฟองอากาศในสารละลายเฟสเคลื่อนที่ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Bath) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

2. การเตรียมสารตัวอย่างที่จะฉีดเข้าเครื่อง HPLC

- 1) ดูดสารตัวอย่างในบีกเกอร์ด้วยหลอดฉีดยาปริมาณ 5 มิลลิลิตร
- 2) นำหลอดฉีดยาต่อกับตัวกรอง (syringe filter) ขนาด 0.2 ไมครอน แล้วฉีดสารตัวอย่างผ่านตัวกรองลงสู่บีกเกอร์ที่สะอาด

3. การเปิดระบบเครื่อง HPLC

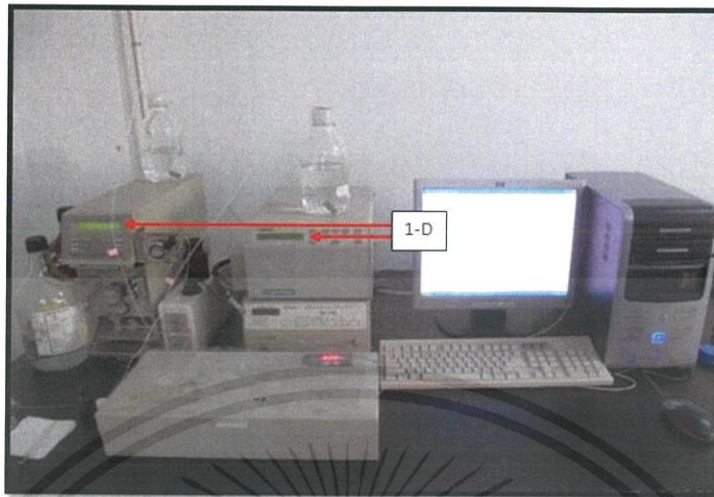
- 1) เปิด Pump Spectra system P 200 กดสวิตช์ ON (1-A)
- 2) เปิด DEGASYS กดสวิตช์ ON (1-B)
- 3) เปิด Detector กดสวิตช์ ON (1-C)



รูปที่ ง.1 สวิตช์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

- 4) รอประมาณ 1 นาที จนหน้าจอของ Pump Spectra system P 200 และ Detector ขึ้นสถานะ Ready (1-D)
- 5) เปิดคอมพิวเตอร์

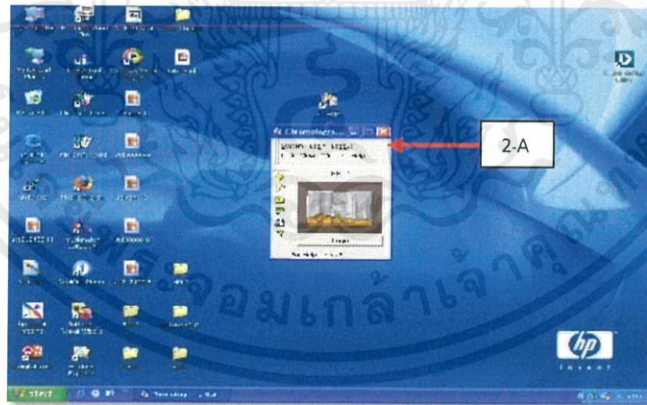
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



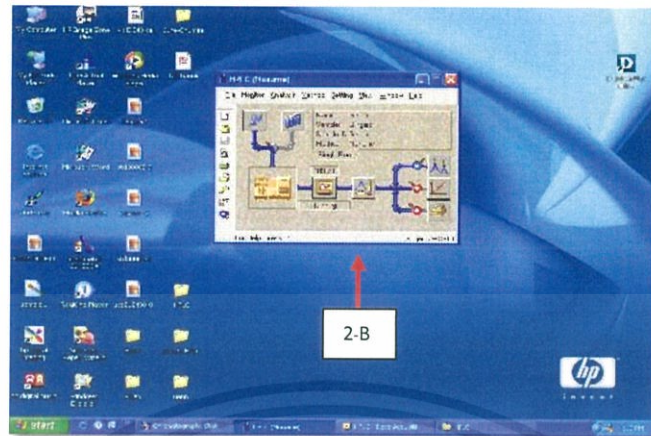
รูปที่ ง.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

4. การเปิดโปรแกรม CSW32

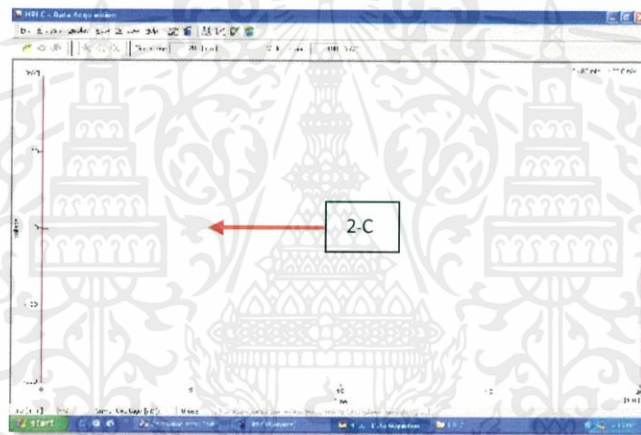
- 1) ดับเบิลคลิก เลือกไอคอน CSW32
- 2) เมื่อหน้าต่างชื่อ Chromatogram ขึ้นมา (2-A) กด Login แล้วใส่รหัส "HPLC" แล้วกด OK
- 3) จากนั้นจะมีหน้าต่าง HPLC (NONAME) ขึ้นมา ให้คลิกที่ Detector Signal (2-B)
- 4) หน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมาเพื่อแสดง base line (2-C)



รูปที่ ง.3.1 การเปิดโปรแกรม CSW32



รูปที่ ง.3.2 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)

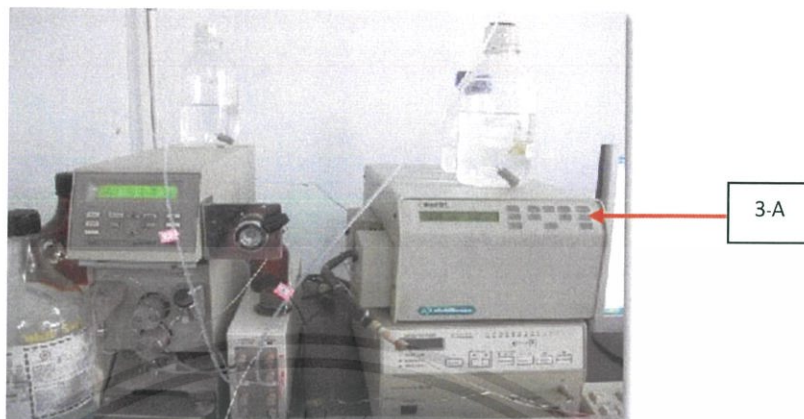


รูปที่ ง.3.3 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)

5. การตั้งค่าบน UV Detector

- 1) กดปุ่ม Menu (3-A) แล้วกดปุ่ม Enter 3 ครั้ง จะพบการตั้งค่าความยาวคลื่นและค่าการดูดกลืนแสง จากนั้นปรับค่าความยาวคลื่นและค่าการดูดกลืนแสงตามต้องการ โดยกดปุ่ม "<" หรือ ">" เพื่อเลื่อนหลักของความยาวคลื่น และกดปุ่ม "+" หรือ "-" เพื่อเพิ่มหรือลด ค่าการดูดกลืนแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

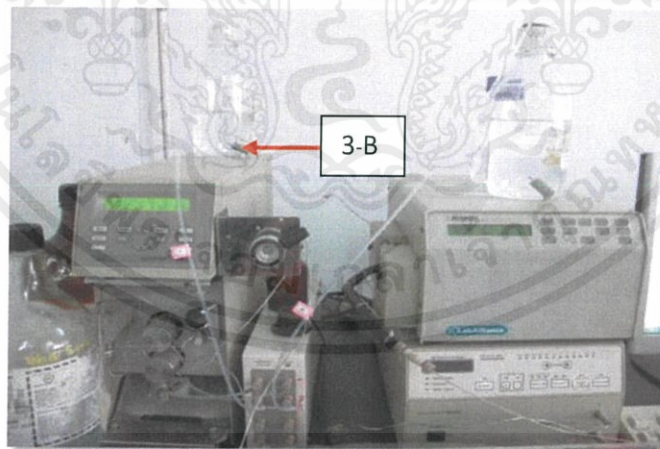


รูปที่ ง.4 การตั้งค่าบน UV Detector

- 2) กดปุ่ม Enter อีก 8 ครั้ง จะเจอคำว่า “Load File”
- 3) กดปุ่ม Enter อีก 1 ครั้ง หน้าจอจะขึ้นคำว่า File download หน้าจอจะแสดงสถานะ Ready และความยาวคลื่นที่ตั้งไว้

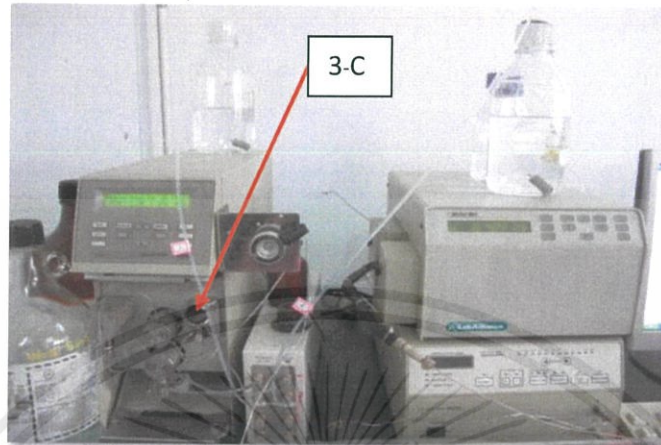
6. การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่

- 1) นำสารละลายเฟสเคลื่อนที่ที่ใส่ฟองอากาศแล้วมาเทแบ่งใส่กระบอกตวงขนาด 25 มิลลิลิตร
- 2) นำเอาหัวดูดเฟสเคลื่อนที่ (3-B) จากขวดเฟสเคลื่อนที่สาย A (ดูสายที่ออกจากเครื่อง DEGASYS สาย A ให้ตรงกับสายยางเส้น A) ใส่ลงในกระบอกตวงที่มีเฟสเคลื่อนที่ไว้



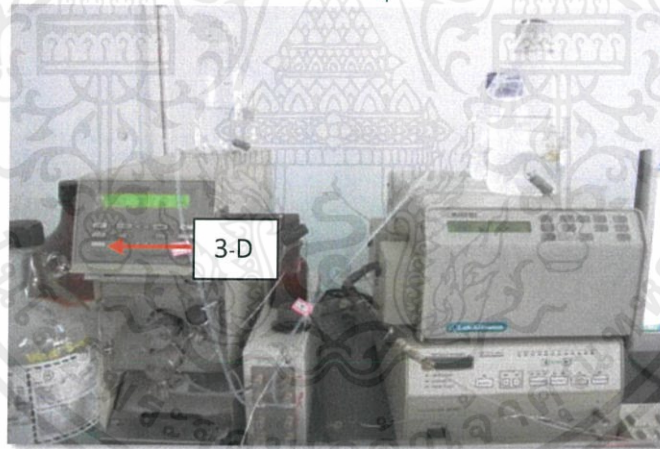
รูปที่ ง.5.1 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่

- 3) คลายวาล์วสี่ดำ (3-C) โดยหมุนทวนเข็มนาฬิกาประมาณ 3 รอบ



รูปที่ ๖.5.2 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

- 4) กดปุ่ม PURGE (3-D) แล้วหน้าจอจะแสดงสถานะว่า PURGE ถ้าไม่เป็นสาย A ให้ทำการกดปุ่ม “<” หรือ “>” เพื่อเปลี่ยนเป็นสาย A และกดปุ่ม “+” หรือ “-” เพื่อเพิ่มหรือลด %A และ %B



รูปที่ ๖.5.3 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

- 5) กดปุ่ม Enter อีก 2 ครั้ง pump จะดูดสารละลายเฟสเคลื่อนที่ทิ้ง เพื่อไล่สารละลายเก่าที่ค้างอยู่ในหัวดูด ปล่อยให้ pump ดูดสารละลายจากกระบอกตวงทิ้ง ประมาณ 10 นาที (ห้ามไม่ให้ระดับของเหลวต่ำกว่าหัวดูด)
- 6) กดปุ่ม Stop (3-E) นำเอาหัวดูดออกจากกระบอกตวง มาใส่ในขวดสารละลายเฟสเคลื่อนที่ที่เตรียมไว้

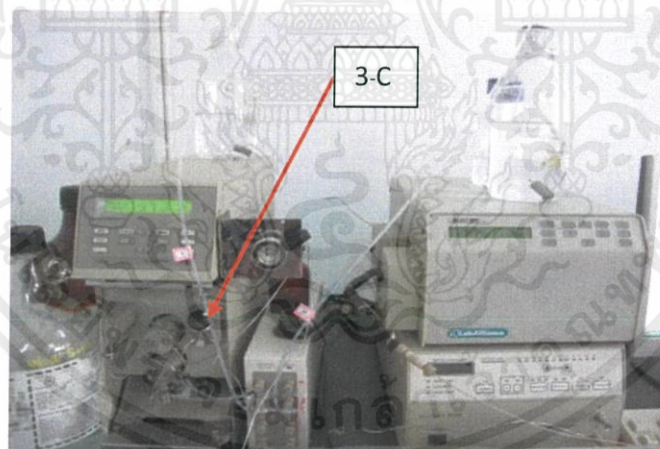


รูปที่ ๖.๕.๔ การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

- 7) ทำการไล่ฟองอากาศในสายยางเส้น A ออกให้หมด โดยกดปุ่ม PURGE (3-D) แล้วกด Enter รอประมาณ 30 นาที (ถ้ายังมีฟองอากาศให้ไล่ฟองอากาศจนหมด)

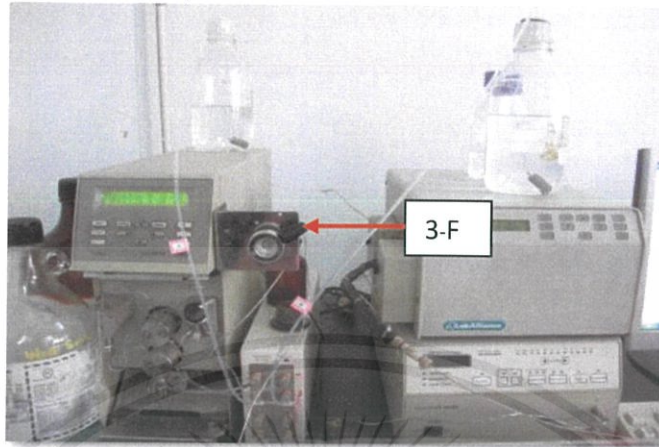
7. การดูเฟสเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector

- 1) หมุนวาล์วสีดำ (3-C) ตามเข็มนาฬิกาให้แน่นตามเดิม



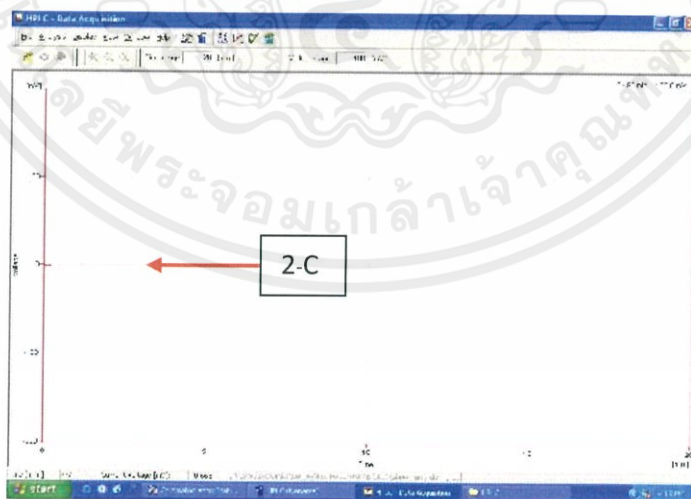
รูปที่ ๖.๖.๑ การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์

- 2) กดปุ่ม Menu (3-F) แล้วกดปุ่ม Enter 5 ครั้ง จะเห็นหน้าจอแสดง Time %A %B Flow



รูปที่ ง.6.2 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

- 3) ตั้งค่า %A เป็น 100 และ %B เป็น 0 และ Flow ตามสถานะที่ใช้ในการวิเคราะห์ โดยการกดปุ่ม “+” หรือ “-” เพื่อปรับเพิ่มหรือลด
- 4) เมื่อตั้งค่าได้ตามที่ต้องการแล้ว ให้กดปุ่ม Enter อีก 5 ครั้ง จนหน้าจอปรากฏคำว่า “Load File” กดปุ่ม Enter อีก 1 ครั้ง หน้าจอจะแสดงผล *File Download* ซึ่งจะแสดงค่าที่ตั้งไว้
- 5) Pump จะดูดเฟสเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector จากนั้นออกไปยังขวดทิ้ง Waste
- 6) ที่จอคอมพิวเตอร์ หน้าต่าง HPLC – Data Acquisition จะแสดงเส้น base line สีแดง (2-C) ให้รอจนกว่าเส้น base line คงที่ แล้วกดปุ่ม Zero (3-H) บนเครื่อง UV Detector จนเส้น base line นิ่งระนาบกับแนวแกน X



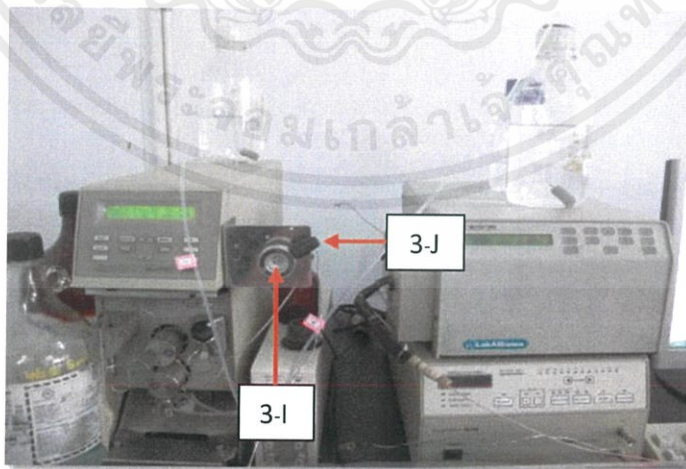
รูปที่ ง.6.3 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)



รูปที่ ๖.๔ การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

8. การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

- 1) ล้างเข็มฉีดยาขนาดเล็กด้วยสารละลายตัวอย่างอย่างน้อย 3 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง โดยการดูดสารละลายตัวอย่างปริมาตร 100 ไมโครลิตร แล้วฉีดทิ้ง
- 2) ล้างเข็มฉีดยาขนาดเล็กด้วยสารตัวอย่างอย่างน้อย 2 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง
- 3) ดูดสารตัวอย่าง มาปริมาณ 100 ไมโครลิตร (ห้ามมีฟองอากาศในเข็มฉีดยา)
- 4) เสียบเข็มฉีดยาไปที่แป้นหัวฉีด (3-I) กดก้านเข็มฉีดยา เพื่อฉีดสารเข้าไป และให้เข็มฉีดยายังคงเสียบไว้
- 5) สับก้านฉีดที่แป้นฉีดลง (3-J) ค้างไว้เป็นเวลาประมาณ 6 วินาที แล้วค่อยสับก้านฉีดขึ้น จากนั้นดึงเข็มฉีดยาออกจากแป้นฉีด
- 6) ที่จอคอมพิวเตอร์จะมีหน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมา (2-C) เพื่อแสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่เราฉีดเข้าไป

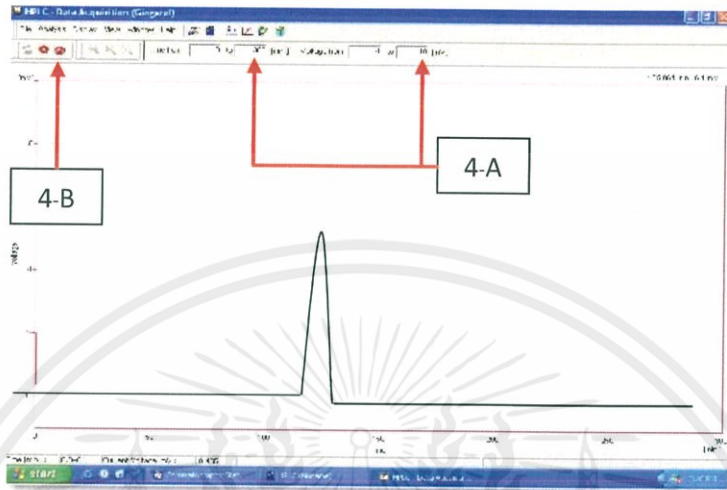


รูปที่ ๖.๗ การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

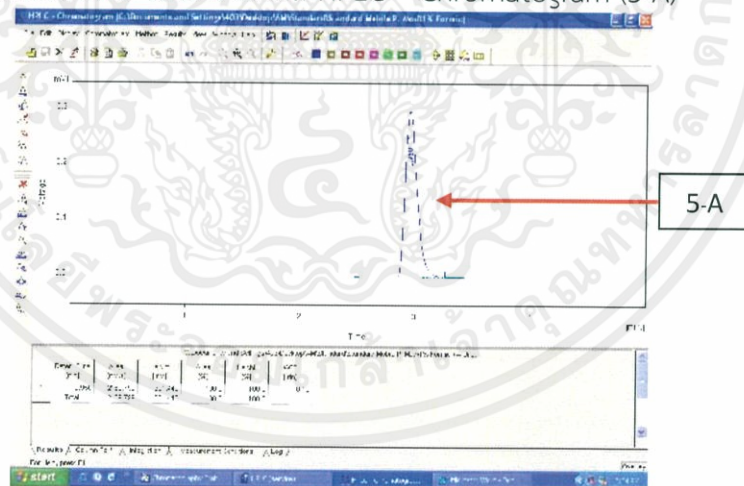
9. Chromatogram

- 1) ปรับเปลี่ยนแกนค่าความต่างศักย์ (แกน Y) และแกนเวลาในการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง (แกน X) บนหน้าจอ (4-A)



รูปที่ ๙.8.1 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง

- 2) เมื่อครบเวลาที่ตั้งไว้หรือต้องการหยุดการวัดค่า ให้กด STOP (4-B) บนหน้าจอคอมพิวเตอร์ แล้วหน้าจอจะตัดไปที่หน้าจอวิเคราะห์ผล HPLC – Chromatogram (5-A)



รูปที่ ๙.8.2 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

- 3) บันทึกผลการวิเคราะห์ โดยคลิกที่เมนู File >> Save As >> เลือก Folder ที่เก็บไฟล์ >> ตั้งชื่อไฟล์ >> OK
- 4) ทำการฉีดสารตัวอย่างตัวต่อไป โดยกลับไปเริ่มทำข้อที่ 9 ใหม่อีกครั้ง
- 5) แต่ถ้าไม่ฉีดสารตัวอย่างแล้ว ให้หยุดการทำงานของ pump โดยกดปุ่ม STOP (3-E)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.8.3 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

10. การล้าง Column และ Detector

ทำเหมือนข้อ 7 แต่ให้เลือกสายที่เป็นเมทานอล (สาย B) ตั้งค่าให้เมทานอลผ่าน Column และ Detector โดย Flow 1.00 ml/min เป็นเวลา 30 นาที

11. การปิดเครื่อง

- 1) ปิดหน้าต่างของ Chromatogram ทุกหน้าต่างที่ปรากฏอยู่บนหน้าจอคอมพิวเตอร์
- 2) ปิดคอมพิวเตอร์
- 3) กดปิดสวิตช์ Pump Spectra system P 200 (1-A)
- 4) กดปิดสวิตช์ DEGASYS (1-B)
- 5) กดปิดสวิตช์ Detector (1-C)

ภาคผนวก จ.

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ จ.1 เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic Bath) สำหรับใช้สกัดด้วยน้ำร้อนและใช้เตรียมเฟสเคลื่อนที่



รูปที่ จ.2 ชุดเครื่องแก้วสกัดแบบซ็อกเก็ต (Soxhlet Extractor) สำหรับใช้สกัดด้วยอะซิโตน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.3 ชุดตะแกรงร่อนคัดขนาด (Sizing Classification) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 425 และ 600 ไมโครเมตร

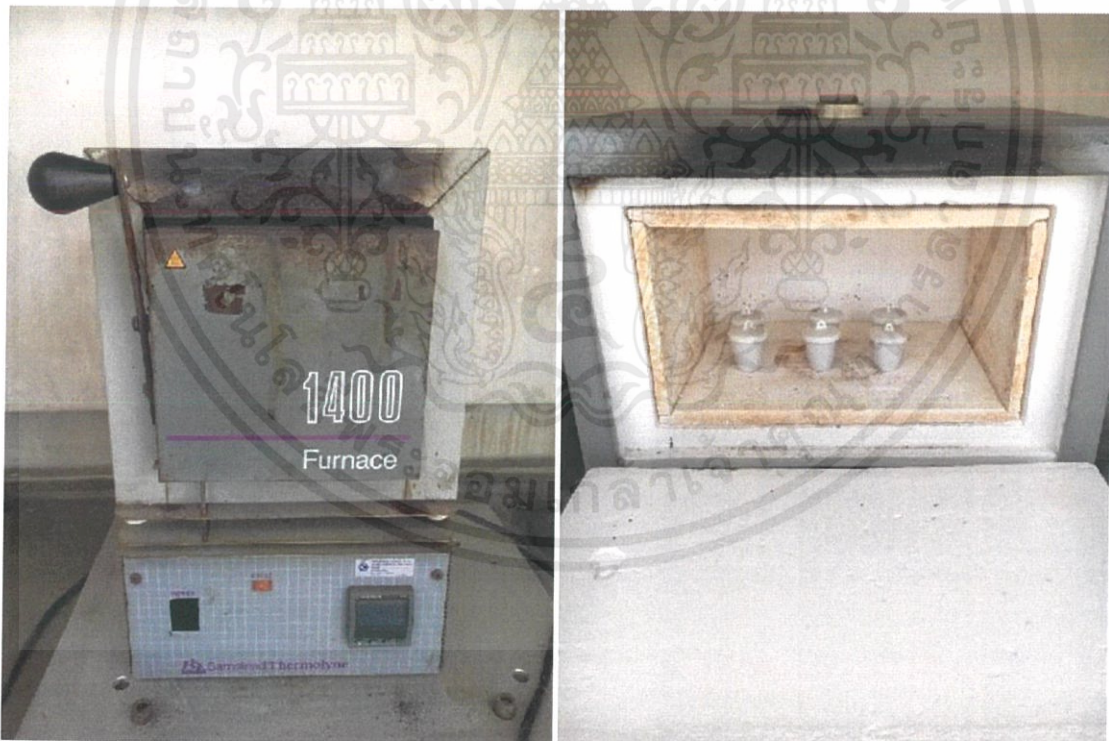


รูปที่ จ.4 หม้อต้มความดันสูง (Autoclave) สำหรับใช้ในวิธีเคลซอนลิกนิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.5 ชุดกรองและบ่มสุญญากาศ



รูปที่ จ.6 เตาเผา (Furnace) สำหรับใช้หาปริมาณเถ้าในสารตั้งต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฉ.

มาตรฐานที่ใช้วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารตั้งต้น

การวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของสารตั้งต้น คือ ชั่งข้าวโพด ชานอ้อย และ ผักตบชวา ทำโดยใช้วิธีเคลซอนลิกนิน ซึ่งวิเคราะห์ตามวิธีการมาตรฐานของ The Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI) ซึ่งมาตรฐาน TAPPI มีรายละเอียด ดังนี้

- 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 และสารละลายเฮมิเซลลูโลส วิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ตามวิธีการของ Daniel Montane และคณะ (Daniel, 1997)