

การศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายอินทรีย์และเกลือแอมโมเนียมเฮไลด์  
ที่ใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส



นายกีรทัต มะโมติ  
นางสาวจิตตินันท์ จุฑะกาญจน์  
นายณัฐพล เจริญรัตน์

ปศ.

ก 695 ก

2540

เลขหมู่.....

เลขทะเบียน..... 32043

วัน, เดือน, ปี..... ๖ ก.พ. 2542

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2540

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**Studies on Influences of Organic Solvent and Ammonium Halide  
Salt Used in Carboxymethyl Cellulose Synthesis**



A special Project submitted in Partial Fulfillment of the Requirement for the Degree of Bachelor of Science

Department of Chemistry

Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

1997

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อ ครงงานพิเศษ การศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายอินทรีย์และเกลือแอมโมเนียมเฮไลด์  
ที่ใช้ในการสังเคราะห์ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

นักศึกษา นาย กิรทัต มะโมติ  
น.ศ. จิตตินันท์ จุฑากาญจน์  
นาย ฉัฐพล เจริญรัตน์

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. วีรวัฒน์ มงคลสุวรรณ  
ผศ.ดร. ศักดา ไตรศักดิ์  
ดร. ตะวัน สุขน้อย

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
อนุมัติให้รับ ครงงานพิเศษฉบับนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

  
( ผศ. นงนุช เกตราณวัฒน์ )

หัวหน้าภาควิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบ ครงงานพิเศษ

ประธานกรรมการ

( ดร. สุนิตย์ สุขสำราญ )



กรรมการ

( ดร. สมศักดิ์ วรมงคลชัย )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายอินทรีย์และเกลือแอมโมเนียมเฮไลด์  
ที่ใช้ในการสังเคราะห์ คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

นักศึกษา นาย กิรทัต มะโมติ  
น.ศ. จิตตินันท์ จุฑะกาญจน์  
นาย ณ์ฐพล เจริญรัตน์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. ชีรวัดน์ มงคลอัครวัฒน์  
ผศ.ดร. ศักดา ไตรศักดิ์  
ดร. ตะวัน สุขน้อย

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2540

#### บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ และระยะเวลาในการสังเคราะห์ ซึ่งมีผลในการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส(ซีเอ็มซี) นอกจากนี้ยังศึกษาการนำคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่รู้ค่าองศาการแทนที่ที่แน่นอนแล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันใหม่อีกครั้ง เพื่อเปรียบเทียบค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลง รวมทั้งศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาในระหว่างการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

จากการศึกษาพบว่าการเกิดเจลของเซลลูโลสในไอโซโพรพานอลจะเกิดได้ดีกว่าในเอทานอล โดยเมื่อใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟสทรานสเฟอร์จะเป็นตัวช่วยให้เกิดปฏิกิริยาการแทนที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำให้เกิดการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติกมากขึ้น โดยเฉพาะเมื่อใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย นอกจากนี้พบว่าการเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์จะทำให้ค่าองศาการแทนที่เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title     Studies on Influences of Organic Solvent and Ammonium Halide  
Salt Used in Carboxymethyl Cellulose Synthesis

Name                         Mr. Keeratad     Mamodee  
Miss Jittinun             Choothakan  
Mr. Nattaphol             Charoenrat

Special Project Advisor   Asst.Prof.Dr.Theerawat     Mongkolautsawarat  
Asst.Prof.Dr.Sakda             Trisak  
Dr.Tawan                     Sooknoi

Department                Chemistry

Academic Year             1997

Abstract

In this special project, the effects of organic solvents, concentration of sodium hydroxide solutions, phasetransfer catalysts and the reaction time on production of carboxymethyl cellulose ( CMC ) are studied. In addition, repeating carboxymethylation is also investigated to compare the previous degree of substitution ( D.S. ) . The result from the later experiment provide information on sodium hydroxide hydrolysis and the mechanism of CMC formation.

It is shown that gel formation of cellulose in isopropanol is relatively higher than that in ethanol. Additionally , phase transfer catalysts appears to play a significant role only in the reaction using ethanol as solvent. The hydrolysis of chloroacetic acid is increased by an increase in concentration of sodium hydroxide solution. Moreover, chloroacetic can be converted to glycolic acid in ethanol, that in isopropanol. However, the increasing reaction time for one to two hours do not noticeably increase the degree of substitution.

## กิติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์ และบุคคลหลายฝ่ายที่ให้คำปรึกษาต่างๆ ที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อความสำเร็จของโครงการพิเศษนี้ ทางผู้จัดทำโครงการพิเศษนี้จึงขอขอบพระคุณผู้ให้ความช่วยเหลือ ดังมีรายนามต่อไปนี้

ขอขอบคุณ ผศ.ดร. ชีรวัดน์ มงคลอัครวัฒน์ ที่ให้คำปรึกษา ช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในการทำโครงการพิเศษนี้ตลอดมา

ขอขอบคุณ ผศ.ดร. ศักดา ไตรศักดิ์ ที่ให้คำปรึกษาในการทำโครงการพิเศษครั้งนี้

ขอขอบคุณ ดร. ตะวัน สุขน้อย ที่ให้การช่วยเหลือและคำปรึกษาตลอดจนอำนวยความสะดวกต่างๆในการทำโครงการพิเศษนี้ตลอดมา

ขอขอบคุณ บริษัท ไทยเซลดูโลส จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์เซลดูโลส และอนุญาตในการเยี่ยมชมโรงงาน

ขอขอบคุณ คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษทุกท่าน ที่ช่วยพิจารณาและแก้ไขโครงการพิเศษนี้ให้ถูกต้องและสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณทุกๆท่านที่เกี่ยวข้องและให้ความช่วยเหลือสนับสนุน ตลอดจนกำลังใจต่างๆจนโครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี

นาย กิรทัต มะโมติ

น.ส. จิตตินันท์ จุฑะกาญจน์

นาย ฉัฐพล เจริญรัตน์

2 เมษายน 2541

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
<b>บทที่ 1</b> บทนำ	1
1.1 ประโยชน์และการใช้งานของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	4
1.2 วัตถุประสงค์	7
1.3 ขอบเขตโครงการพิเศษ	7
1.4 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ	8
<b>บทที่ 2</b> ทฤษฎีการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	9
<b>บทที่ 3</b> การดำเนินการวิจัย	15
3.1 แผนงานการดำเนินการวิจัย	15
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย	16
3.3 ขั้นตอนการวิจัย	18
3.3.1 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส	18
3.3.2 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	18
3.3.3 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก	22
3.3.4 การศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชัน ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	24
3.3.5 การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	25

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.6 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ที่ได้จากการสังเคราะห์แล้ว มาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันอีกครั้งหนึ่ง เพื่อหาค่าองค์การแทนที่ที่เปลี่ยนไป	25
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิจารณ์</b>	26
4.1 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส	26
4.2 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ ที่มีต่อค่าองค์การแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	27
4.3 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก	28
4.4 การศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันที่มีต่อค่า องค์การแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	29
4.5 การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์	30
4.6 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ที่ได้จากการสังเคราะห์แล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่ง	33
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b>	34
ภาคผนวก ก การเตรียมสาร	37
ภาคผนวก ข ข้อมูลการทดลอง	38
ภาคผนวก ค ตัวอย่างการคำนวณ	49
ภาคผนวก ง รูปภาพจากการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟส- ทรานสเฟอร์ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส	51
ภาคผนวก จ ข้อมูลและกราฟการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก	55
ภาคผนวก ฉ สัญลักษณ์	67
เอกสารอ้างอิง	68

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า	
ตารางที่ 3.1	ส่วนผสมในแต่ละหลอดการทดลองในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อขนาดการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส	18
ตารางที่ 3.2	อัตราส่วนในการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก	22
ตารางที่ 3.3	อัตราส่วนของสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก	23
ตารางที่ 4.1	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	27
ตารางที่ 4.2	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	31
ตารางที่ 4.3	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์แล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่ง	33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 1.1	โครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลส	1
รูปที่ 1.2	โครงสร้างตามทฤษฎีของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่มีค่าองศาการแทนที่เท่ากับ 3	3
รูปที่ 2.1	แสดงปฏิกิริยาการเกิดคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	10
รูปที่ 2.2	แสดงตำแหน่งของคาร์บอนในหน่วยแอนไฮโดรกลูโคส	12
รูปที่ 2.3	แสดงการดูดประจุของหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาโดยโซเดียมไอออน	13
รูปที่ 4.1	แสดงการเปรียบเทียบการดูดประจุของเทตระเมทิลแอมโมเนียมไอออนกับโซเดียมไอออน	26
รูปที่ 4.2	แสดงเปอร์เซ็นต์การแตกตัวของคลอไรด์ไอออน	28
รูปที่ 4.3	ปฏิกิริยาการแทนที่แบบนิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic substitution)	29
รูปที่ 4.4	แสดงผลของระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่อค่าองศาการแทนที่	30
รูปที่ 4.5	ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	32
รูปที่ 5.1	การบวมตัวของอัลคิลเซลลูโลส	34
รูปที่ 5.2	ปฏิกิริยาการเกิดคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส	35

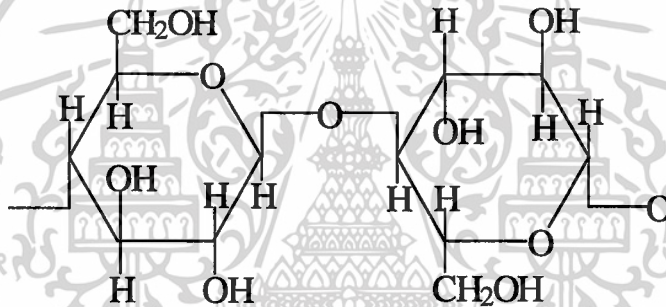
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

เซลลูโลส (Cellulose) เป็นสารประกอบที่มีอยู่ตามธรรมชาติทั้งในพืชขนาดเล็กร่างต่าง ๆ และในไม้ยืนต้น ปริมาณของเซลลูโลสในพืชต่างชนิดกันจะมีปริมาณไม่เท่ากัน นอกจากเซลลูโลสแล้วองค์ประกอบอื่นๆคือลิกนิน (Lignin) และคาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) เป็นส่วนใหญ่

เซลลูโลสเป็นสารประกอบประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharides) ซึ่งมีสูตรโครงสร้างประกอบด้วยกลูโคส (Glucose) ประมาณ 10,000 หน่วยต่อกันเป็นโมเลกุลพอลิเมอร์ ดังรูป



รูปที่ 1.1 โครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลส

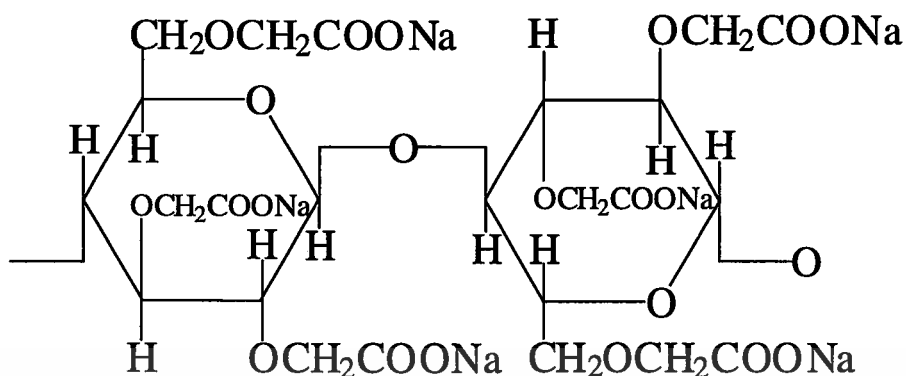
แต่ละหน่วยของเซลลูโลส เรียกว่า แอนไฮโดรกลูโคส (Anhydroglucose ;  $C_6H_{10}O_5$ ) เพราะเกิดการขจัดน้ำออกจากกลูโคส ( $C_6H_{12}O_6$ ) ในแต่ละหน่วยของแอนไฮโดรกลูโคสมีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) อยู่ 3 หมู่ หมู่ไฮดรอกซิลเหล่านี้เป็นตัวที่จะทำปฏิกิริยากับสารอื่นให้เกิดเป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลสที่มีประโยชน์ในทางอุตสาหกรรมต่อไป เซลลูโลสในธรรมชาติมีค่าองศาการเกิดพอลิเมอร์ (Degree of polymerization ; D.P.) แตกต่างขึ้นอยู่กับแหล่งที่มาของวัตถุดิบ ความแตกต่างของค่าองศาการเกิดพอลิเมอร์นั้นเป็นปัจจัยหลักที่มีผลต่อความหนืดของสารละลาย ทั้งนี้เนื่องจากมีโมเลกุลที่ต่างกัน ที่พบในฝ้ายนอกจากจะมีปริมาณแอลฟาเซลลูโลส (Alpha cellulose) สูงที่สุดแล้วยังมีค่าน้ำหนักโมเลกุลสูงสุดคือ มีค่าสูงถึง  $5.7 \times 10^5$  ส่วนที่พบในไม้ยืนต้นและพืชชนิดอื่นมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า  $1.6 \times 10^5$  เนื่องจากเซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่ 3 หมู่ในแต่ละหน่วยที่ซ้ำ ๆ กัน (Repeating unit) ซึ่งสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนได้ มีผลทำให้แรงดึง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดูระหว่างโมเลกุลของเซลลูโลสมีมากประกอบกับการจัดตัวอย่างเป็นระเบียบของหน่วยที่ซ้ำ ๆ กันในโมเลกุลเซลลูโลสจึงมีองศาความเป็นผลึก (Degree of crystallinity) สูงมาก คือ มีค่าประมาณร้อยละ 60 - 80 ทำให้เซลลูโลสทนทานต่อตัวทำละลาย (Solvent) และสารเคมี โดยมีสารเคมีที่มีความสามารถละลายเซลลูโลสได้ไม่กี่ชนิด เช่น กรดกำมะถัน (มากกว่า 68 เปอร์เซ็นต์) กรดเกลือ (มากกว่า 41 เปอร์เซ็นต์) สังกะสีคลอไรด์ สารประกอบแอมโมเนียมจตุรภูมิ (Quaternary ammonium compound) และสารประกอบเชิงซ้อนบางชนิดเป็นเหตุให้เซลลูโลสมีอุณหภูมิหลอมตัวสูงมากและจะสลายตัวก่อนถึงอุณหภูมิการหลอมตัว การที่เซลลูโลสมีความสามารถในการละลายตัวเอง เมื่อพยายามละลายเซลลูโลสในตัวทำละลายที่มีสภาพขั้วสูงรวมทั้งน้ำ เซลลูโลสจะปรากฏได้เพียงการขยายตัวออกหรือการบวมตัวขึ้นเล็กน้อยเท่านั้น ดังนั้นปฏิกิริยาของเซลลูโลสจึงเกิดในสถานะของแข็งซึ่งละลายได้ก็ต่อเมื่อหมู่ฟังก์ชันนัล (Functional group) ของเซลลูโลสทำปฏิกิริยาเปลี่ยนไปเป็นสารแล้วเท่านั้น

เซลลูโลสสามารถผลิตเป็นสารอนุพันธ์ตัวอื่นได้อีกหลายชนิด เช่น เซลลูโลสไนเตรท (Cellulose nitrate) เซลลูโลสอะซิเตท (Cellulose acetate) เซลลูโลสแซนเทท (Cellulose xanthate) เป็นต้น เซลลูโลสอะซิเตทนับว่าเป็นวัตถุดิบสำคัญในอุตสาหกรรมผลิตเส้นใยสังเคราะห์ (Synthetic fibers) และกันกรองของบุนหรี ส่วนเซลลูโลสไนเตรทจะนิยมใช้ ในอุตสาหกรรมผลิตวัตถุระเบิด, ทำสีแห้งโดยกระบวนการระเหยของสารละลาย ได้แก่ แล็กเกอร์ (Lacquer), สีพ่นรถยนต์แห้งเร็ว (ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณไนโตรเจนที่เป็นองค์ประกอบ) สำหรับเซลลูโลสแซนเททใช้ทำเส้นใยสังเคราะห์ที่ใช้ทอเป็นผ้าที่เรียกว่า วิสโคสเรยอน (Viscose rayon) และใช้ในการทำแผ่นฟิล์มเซลโลเฟน (Cellophane) ใช้ประโยชน์ในการห่อของและภาชนะบรรจุอาหาร เป็นต้น

นอกเหนือจากอนุพันธ์ได้ยกตัวอย่างแล้วข้างต้น ยังมีอนุพันธ์ของเซลลูโลสอีกชนิดหนึ่งที่มีบทบาทสำคัญในการใช้เป็นวัตถุดิบเพื่อการผลิตผลิตภัณฑ์ทางอุตสาหกรรมอีกหลายประเภท ได้แก่ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose ; CMC) ซีเอ็มซีเป็นสารพอลิเมอร์กึ่งสังเคราะห์ (Semi-synthetic polymer) เตรียมได้จากเซลลูโลสซึ่งเป็นสารพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีอยู่ในธรรมชาติ ทางด้านการค้าซีเอ็มซีมีชื่อเรียกต่าง ๆ กัน ได้แก่ เซลลูโลสกัม (Cellulose gum) ซีเอ็มซี หรือ โซเดียมเซลลูโลสไกลโคเลต (Sodium cellulose glycolate)



รูปที่ 1.2 โครงสร้างตามทฤษฎีของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่มี

ค่าองศาการแทนที่เท่ากับ 3

ดังที่ได้กล่าวแล้วว่าพอลิเมอร์ของเซลลูโลสประกอบด้วยหน่วยย่อย เรียกว่า แอนไฮโดร-กลูโคส ในแต่ละหน่วยของแอนไฮโดรกลูโคสมี หมู่ไฮดรอกซิลอยู่ 3 หมู่ หมู่ไฮดรอกซิลเหล่านี้เป็นหมู่ฟังก์ชันนัลที่จะทำปฏิกิริยากับสารอื่นให้เกิดเป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลสชนิดต่างๆ สำหรับซีเอ็มซี ที่หมู่ไฮดรอกซิลจะถูกเปลี่ยนเป็น หมูกรด (-OCH<sub>2</sub>COOH) หมุด ซีเอ็มซีที่ได้เรียกว่ามีองศาการแทนที่ (Degree of substitution ; D.S.) มีค่าเท่ากับ 3 แต่เนื่องจากซีเอ็มซีเป็นสาร พอลิเมอร์ซึ่งมีค่าองศาการเกิดพอลิเมอร์เป็นค่าเฉลี่ย ดังนั้นค่าองศาการแทนที่จึงเป็นค่าเฉลี่ยด้วย ซีเอ็มซีที่มีค่าองศาการแทนที่เท่ากับ 3 นี้เป็นไปได้เฉพาะในทางทฤษฎีเท่านั้น แต่ในทางปฏิบัติแล้วยังไม่สามารถเตรียมได้ ปกติซีเอ็มซีที่ขายกันส่วนใหญ่มีค่าองศาการแทนที่อยู่ระหว่าง 0.4 - 1.5 อย่างไรก็ตามคุณภาพของเซลลูโลสที่ใช้ทำอนุพันธ์ไม่ได้ขึ้นอยู่กับส่วนประกอบทางเคมีที่จะวิเคราะห์ออกมาเป็นตัวเลข เช่น ค่าองศาการแทนที่ ความหนืด หรือค่าองศาความบริสุทธิ์ (Degree of refinement) เพียงเท่านั้น คุณภาพของผลิตภัณฑ์ยังขึ้นอยู่กับลักษณะทางกายภาพต่างๆ ของเซลลูโลสด้วย ลักษณะทางกายภาพเหล่านี้รวมถึงรูปร่างลักษณะ (Morphology) ของเส้นใย การจัดตัวของเซลลูโลสในเส้นใยเป็นผลึก หรือเป็นอสัณฐาน (Amorphous) เป็นส่วนใหญ่ ความยากง่ายในการพองตัวของเส้นใย และความยากง่ายในการดูดซึมน้ำยาในการทำปฏิกิริยา ลักษณะทางกายภาพต่างๆ เหล่านี้ถึงแม้จะวัดได้แต่ก็ใช้วิธีการยุ่งยากและเสียเวลามากในการทำโรงงานพิเศษนี้จึงไม่ได้วัดและศึกษาลักษณะทางกายภาพของเซลลูโลส หากแต่จะทดลองเตรียมซีเอ็มซีขึ้นมาและศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.1 ประโยชน์และการใช้งานของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ซีเอ็มซีที่ขายกันโดยทั่วไปอยู่ในรูปของเกลือโซเดียม และมีค่าองศาการแทนที่ประมาณ 0.4 - 1.5 ซึ่งละลายน้ำได้สำหรับ ซีเอ็มซีที่มีค่าองศาการแทนที่ 0.1 - 0.3 จะละลายน้ำได้ไม่หมด ซีเอ็มซีมีอยู่ด้วยกันหลายเกรดทั้งนี้ขึ้นอยู่กับ ค่าองศาการแทนที่ ความสม่ำเสมอของหมู่แทนที่ องศาการเกิดพอลิเมอร์ และองศาความบริสุทธิ์

ประโยชน์ที่ใช้ คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสมีอยู่ด้วยกันหลายชนิด เช่น

### 1. วัสดุชักฟอก

วัสดุชักฟอกเป็นแหล่งใช้ใหญ่สุดของซีเอ็มซี โดยทั่วไปวัสดุชักฟอกจะทำให้สิ่งสกปรกหลุดจากผ้าได้ แต่ไม่สามารถป้องกันไม่ให้สิ่งสกปรกกลับไปเกาะผ้าใหม่ในระหว่างที่ซักอยู่ ถ้าเติมซีเอ็มซีลงในวัสดุชักฟอกเพียงเล็กน้อยประมาณ 0.3 - 1.0 เปอร์เซ็นต์ สิ่งสกปรกที่หลุดออกจากผ้าแล้วจะไม่กลับไปเกาะผ้าใหม่ ทั้งนี้อาจเป็นเพราะ ซีเอ็มซี เกาะผ้าได้โดยพันธะไฮโดรเจน ทำให้บนผ้ามีประจุลบอันเกิดจากหมู่ คาร์บอกซีเมทิล ( $\text{CH}_2\text{COO}^-$ ) ของซีเอ็มซีประจุลบบนผ้าจะผลักสิ่งสกปรกไม่ให้กลับมาเกาะบนผ้าใหม่ เพราะสิ่งสกปรกนี้มีประจุเป็นลบด้วย วัสดุชักฟอกที่มีส่วนผสมของซีเอ็มซียังช่วยลดการกัดผิวหนังในระหว่างใช้ด้วย

### 2. สี

สีอิมัลชัน (Emulsion paint) เป็นสีระบบเนื้อผสมซึ่งประกอบด้วยของเหลว 2 วัฏภาค (Phase) วัฏภาคที่หนึ่งจะถูกกระจาย (Dispersed) ในลักษณะที่เป็นอนุภาค เล็ก ๆ อยู่ในอีกวัฏภาคหนึ่ง วัฏภาคที่สองหรือวัฏภาคหลังนี้จะล้อมรอบด้วยทุกอนุภาคของวัฏภาคแรก ซึ่งเรียกกันว่า วัฏภาคต่อเนื่อง (Continuous phase) วัฏภาคทั้งสองจะต้องไม่ละลาย หรือละลายในกันและกันเป็นเพียงบางส่วนเท่านั้น ในกรณีของสีอิมัลชันน้ำจะเป็นวัฏภาคที่หนึ่ง อีกวัฏภาคหนึ่งจะเป็นน้ำมันชักแห้ง (Drying oil) หรือสารที่แห้งเป็นฟิล์มชนิดอื่น ๆ เช่น อัลคิด์ (Alkyd) หรือ ไวนิลพอลิเมอร์ (Vinyl polymer) โดยปกติจะทำการใส่สารบางตัวในเนื้อสี เพื่อให้เกิดอิมัลชันแบบถาวรในการที่จะทำให้อิมัลชันเกิดความเสถียรเพิ่มขึ้น จำเป็นจะต้องใส่สารที่ช่วยป้องกันการเกิดคอลลอยด์ (Protective colloid) ลงไปในอิมัลชันสารเหล่านี้ไม่มีคุณสมบัติลดแรงตึงผิว แต่มักจะใช้กันในปริมาณที่สูง เพื่อช่วยปรับสภาพความหนืดในวัฏภาคของน้ำ ซึ่งในกรณีของอิมัลชันมีความสำคัญในด้านการใช้งาน เชื่อกันว่าสารที่ช่วยป้องกันการเกิดคอลลอยด์ดังกล่าวจะไปเกิดฟิล์มที่มีความหนืดสูง ฟิล์มนี้จะช่วยให้อิมัลชันทนต่อแรงขมกวนสี (Pigment) และสารเติมแต่ง (Additive) เข้าด้วยกัน สารที่ช่วยป้องกันการเกิดคอลลอยด์ที่นิยมใช้คือ ซีเอ็มซี และอนุพันธ์ของเซลลูโลสตัวใหม่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3. สิ่งทอ

ผ้าที่เคลือบด้วยซีเอ็มซีจะไม่สกปรกง่าย และถ้าสกปรกก็จะล้างออกได้ง่ายกว่าผ้าที่ไม่ทำการเคลือบ นอกจากนี้ซีเอ็มซียังช่วยให้การรีดง่ายด้วย ในอุตสาหกรรมทอผ้ามีคุณสมบัติเหมาะสมมากสำหรับทำน้ำยาชุบเส้นด้ายยีน (Sizing agent) เพราะซีเอ็มซีจะช่วยเคลือบเส้นด้ายให้ลื่นและทนต่อแรงดึงและแรงเสียดสีในระหว่างทอผ้าดีขึ้น หลังจากได้ผ้าที่ทอแล้วน้ำยาที่เคลือบอยู่ ถูกชะล้างออกทำความสะอาดได้ง่าย เพราะซีเอ็มซีที่ใช้ละลายน้ำได้ดี นอกจากนี้ซีเอ็มซียังช่วยลดปัญหาล้างแฉะ เพราะค่าบีโอดี (BOD) ของซีเอ็มซีต่ำมากเมื่อเทียบกับแป้ง ในการใช้ทำสีพิมพ์ผ้า ซีเอ็มซีช่วยควบคุมความเหนียวของสีได้ดี ทำให้ลายผ้าพิมพ์คม เนื่องจากซีเอ็มซีมีความทนทานต่อกรดและด่างในช่วง ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) กว้างซีเอ็มซีจึงเป็นส่วนผสมได้ดีกับสีหลายชนิด

### 4. เกสรภัณฑ์และเครื่องสำอาง

ซีเอ็มซีใช้เป็นตัวปรับความหนืด (Thickener) และสารป้องกันการเกิดคอลลอยด์ในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ เช่น ครีมทาผิว ยาสีฟัน ยาแก้ไอ และยาประเภทครีมต่าง ๆ เป็นต้น นอกจากนี้ซีเอ็มซียังใช้เป็นตัวประสาน (Binder) ในการทำยาเม็ด โดยซีเอ็มซีจะช่วยให้ผงยาเกาะกันแน่น

### 5. อาหาร

ซีเอ็มซีที่บริสุทธิ์เป็นสารที่ไม่มีอันตรายต่อร่างกายในไอศกรีม ซีเอ็มซีช่วยจับน้ำไว้ทำให้เนื้อของไอศกรีมอยู่คงตัวและเก็บไว้ได้นาน โดยไม่เกิดน้ำแข็งผลึกใหญ่ที่จะทำให้คุณภาพของไอศกรีมเสียไป ซีเอ็มซีที่ใช้เป็นส่วนผสมในไอศกรีมนั้น ปกติใช้ปริมาณน้อยมากไม่เกิน 0.2 เปอร์เซ็นต์ ในอาหารที่มีน้ำตาลอยู่มาก เช่น อาหารประเภทน้ำเชื่อมซีเอ็มซีจะช่วยป้องกันการตกผลึกของน้ำตาล สำหรับอาหารแห้งที่เป็นผงซีเอ็มซีช่วยให้การละลายน้ำดีขึ้น ซีเอ็มซีใช้เป็นตัวประสานและตัวปรับความหนืดเพื่อให้ส่วนผสมเข้ากันได้ดีในอาหารหลายประเภท เช่น เยลลี่ สังขยา และ ขนมพุดดิ้ง คุณสมบัติที่เป็นสารป้องกันการเกิดคอลลอยด์ของซีเอ็มซีช่วยให้อาหารจำพวกครีม ไม่ตกตะกอนหรือแยกเป็น 2 ชั้นเมื่อเก็บไว้นาน นอกจากนี้ซีเอ็มซียังช่วยให้อาหารจำพวกเค้กฟู และสตอว์นาน

### 6. สารหล่อลื่นในการขุดเจาะน้ำมัน

ในการขุดเจาะน้ำมัน ต้องคอยเติมสารให้ความหล่อลื่น (Drilling fluid) ลงในรูที่เจาะเพื่อให้เกิดความลื่นในระหว่างเจาะ และช่วยไม่ให้ตัวสว่านร้อนเกินไป นอกจากนี้สารหล่อลื่นยังเป็นตัวช่วยพาเอาเศษสว่านขึ้นมาจากรูด้วย สารหล่อลื่นที่มีส่วนประกอบของซีเอ็มซีทำหน้าที่เหล่านี้ได้ดีมาก เพราะซีเอ็มซีอมน้ำได้ดี ทำให้การระเหยของน้ำช้าลง และให้กำลังหล่อลื่นสูง ซีเอ็มซี

ช่วยให้สารหล่อลื่นไม่ตกตะกอน และเกลือที่อาจเจอในระหว่างเจาะก็ไม่ทำให้สารหล่อลื่นประสิทธิภาพเสียไป เพราะซีเอ็มซีมีความทนทานต่อเกลือมาก

#### 7. ทราย

ซีเอ็มซีใช้เป็นสารเคลือบ (Sizing agent) ในอุตสาหกรรมโดยผสมกับแป้งเพื่อช่วยให้ทรายเหนียวขึ้น มีผิวเรียบและเหมาะสมแก่การใช้พิมพ์หนังสือมากขึ้น ทำให้เสียค่าหมึกพิมพ์น้อยลง เนื่องจากซีเอ็มซีช่วยลดการดูดซึมของทราย นอกจากนี้ซีเอ็มซียังช่วยให้ทรายจับฝุ่นน้อยลงและลดการดูดซึมสิ่งสกปรกประเภทไขมันด้วย สำหรับทรายทำกล่องซีเอ็มซีช่วยให้ทรายทนต่อการเสียดสีมากขึ้น

#### 8. เซรามิก

ซีเอ็มซีใช้เป็นตัวประสานในระหว่างผสมดินเหนียวเพื่อให้เนื้อดินและส่วนผสมอย่างอื่นรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันดีขึ้น

#### 9. กาว

ซีเอ็มซีใช้เป็นตัวปรับความหนืดได้ดีมากในหลายชนิด เช่น กาวติดกระดาษ ดินไม้ และดินผง ในกาวติดกระดาษเพื่อตกแต่งฝาผนัง กาวที่มีซีเอ็มซีเป็นส่วนผสมจะใช้ได้ดีเป็นพิเศษ เพราะให้แรงเกาะดีขึ้นและไม่แห้งเร็วเกินไป จึงช่วยให้เวลาปรับกระดาษให้เข้ากับฝาผนังได้ เนื่องจากซีเอ็มซีละลายได้ในน้ำจึงทำความสะอาดรอยเปื้อนกาวที่เลอะติดอยู่ได้ง่าย

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆที่มีผลในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose ; CMC)
2. ศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาในระหว่างการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose ; CMC)

## 1.3 ขอบเขตโครงการพิเศษ

ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆที่มีผลในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี) ได้แก่ ตัวทำละลายอินทรีย์ ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ (Phasetransfer catalyst , PTC) และระยะเวลาในการสังเคราะห์ นอกจากนี้ยังศึกษาการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่รู้ค่าองศาการแทนที่ (Degree of substitution ,D.S.) ที่แน่นอนแล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชัน (Etherification) ใหม่อีกครั้ง เพื่อเปรียบเทียบค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลง รวมทั้งศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาในระหว่างการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส การศึกษาดังที่กล่าวมาข้างต้น จะใช้เป็นแนวทางในการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสให้มีค่าองศาการแทนที่สูงสุด

#### 1.4 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี) สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาการเกิดอีเทอร์ (อีเทอร์-พีเคชัน) ระหว่างเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์กับกรดคลอโรอะซิติก (Chloroacetic acid) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟสทรานสเฟอร์ (Phasetransfer catalyst , PTC)

การผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในอุตสาหกรรมจะใช้ถึงปฏิกรณ์เคมีขนาดใหญ่เพื่อให้ได้ผลผลิตจำนวนมาก และต้องมีการควบคุมสมบัติของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสให้ได้ตามความต้องการ ดังนั้นจึงต้องมีการศึกษาตัวแปรต่างๆที่มีความสำคัญในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเพื่อให้ทราบถึงสถานะในกระบวนการผลิตที่เหมาะสมในการผลิตคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสให้มีค่าองศาการแทนที่สูงสุด

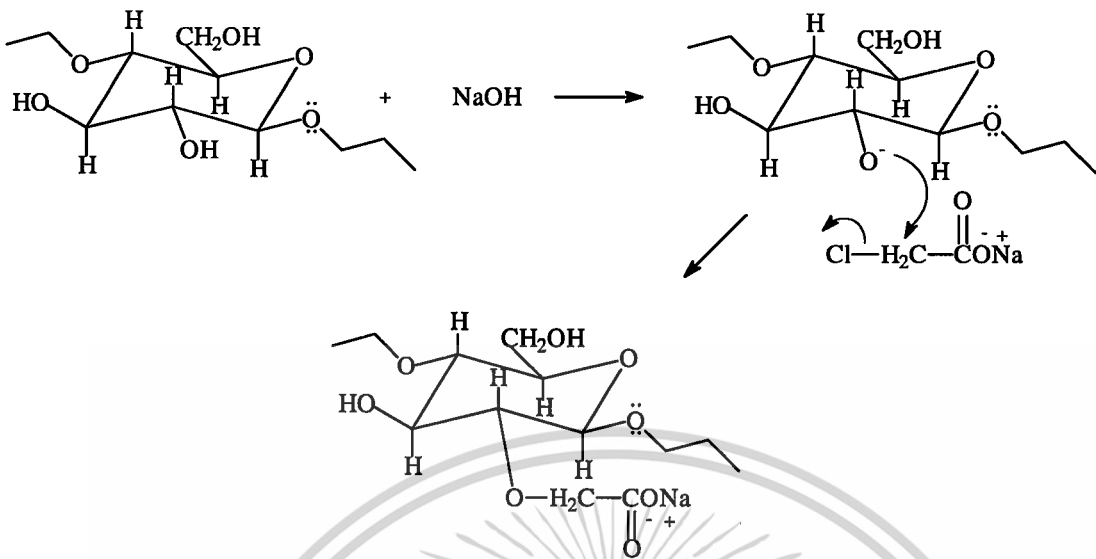
การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสได้มีการศึกษาผลของแรงบิด อัตราการเกิดปฏิกิริยา ตัวแปรต่างๆในการขยายขนาดของถังปฏิกรณ์ ต่อมาได้มีการนำเทคนิคการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟสทรานสเฟอร์เข้ามาใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งคาดว่าจะสามารถลดระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาและปัญหาการเลือกใช้ตัวทำละลาย แต่เนื่องจากปฏิกิริยาสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อยู่ต่างวิธภาคกันจึงจำเป็นต้องมีการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อวิธภาคที่เกิดปฏิกิริยา ในโครงการวิจัยนี้จึงศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟสทรานสเฟอร์ และความเข้มข้นของสารละลายเบสที่มีผลในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส รวมทั้งกลไกการเกิดปฏิกิริยาในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

## บทที่ 2

### ทฤษฎีการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี) ทำได้โดยการทำปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน (Etherification) ระหว่างเซลลูโลสกับกรดคลอโรอะซิติก เนื่องจากเซลลูโลสและกรดคลอโรอะซิติกมีความสามารถในการละลายต่างกัันดังนั้นปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสกับกรดคลอโรอะซิติกจึงจัดเป็นปฏิกิริยาแบบวัฏภาคต่างกัน (Heterogeneous phase) โดยเซลลูโลสซึ่งเป็นสารประกอบพอลิแซคคาไรด์ (Polysaccharides) โครงสร้างประกอบไปด้วยหน่วยของแอนไฮโดรกลูโคส (Anhydroglucose) ต่อกันด้วยพันธะที่เรียกว่า บีต้า 1,4 กลูโคซิดิก ( $\beta$ -1,4 glucosidic) ทั้งสายโซ่ ดังนั้นการจัดเรียงของสายโซ่จึงมีความเป็นระเบียบสูง นอกจากนี้ในแต่ละหน่วยของแอนไฮโดรกลูโคสจะมีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) 3 หมู่ซึ่งจัดว่าเป็นสารประกอบที่มีขั้วค่อนข้างสูง แต่จากการที่มีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่มากและมีความเป็นระเบียบของสายโซ่ทำให้เกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายโซ่หรือภายในสายโซ่เดียวกัน ดังนั้นสายโซ่จึงเกิดการขดตัวเข้าหากันในลักษณะเป็นเกลียวและไม่สามารถละลายในตัวทำละลายที่มีขั้ว เมื่อเซลลูโลสอยู่ในน้ำจะเกิดการบวมตัวเกิดเป็นเจลเท่านั้น การละลายจะเกิดน้อยมาก ส่วนกรดคลอโรอะซิติกละลายได้ในตัวทำละลายที่มีขั้ว เช่น น้ำหรือแอลกอฮอล์ ปฏิกิริยาในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส จึงเป็นปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (Heterogeneous reaction) ระหว่างวัฏภาคที่เป็นของแข็ง (Solid phase) คือ เซลลูโลสกับวัฏภาคที่เป็นของเหลว (Liquid phase) คือ สารละลายกรดคลอโรอะซิติก กรดคลอโรอะซิติกจะสามารถเข้าทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสได้เฉพาะบริเวณที่เซลลูโลสเกิดการบวมตัวเป็นชั้นเจลเท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.1 แสดงปฏิกิริยาการเกิดคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ในการเกิดปฏิกิริยาจำเป็นต้องเพิ่มต้องเพิ่มพื้นที่ผิวในการสัมผัสกันระหว่างเซลลูโลสกับกรดคลอโรอะซิติก กล่าวคือต้องทำให้เซลลูโลสละลายหรือบวมตัวเกิดเป็นเจลในตัวทำละลายได้มาก โดยการเติมสารละลายเบสโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ลงในเซลลูโลสทำให้หมู่ไฮดรอกซิลในเซลลูโลสเปลี่ยนเป็นหมู่อัลคอกไซด์ (Alkoxide) ที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งมีผลทำให้พันธะไฮโดรเจนภายในสายโซ่และระหว่างสายโซ่ของเซลลูโลสลดลง สารมัธยันต์ที่เกิดขึ้นจะทำให้ตัวทำละลายโปรติก (Protic solvent , ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีอะตอมของไฮโดรเจนต่อกับอะตอมที่มี ค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี (Electronegativity) สูงเช่น ออกซิเจน ตัวทำละลายประเภทนี้ได้แก่ น้ำหรือแอลกอฮอล์) เข้ามาล้อมรอบ (Solvating) ไอออนที่มีประจุลบโดยจะเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนของตัวทำละลายกับอะตอมออกซิเจนของเซลลูโลส เกิดการคลายตัวและบวมตัวเพิ่มขึ้น ซึ่งตัวทำละลายและกรดคลอโรอะซิติกในตัวทำละลายจะเคลื่อนที่เข้าทำปฏิกิริยากับสารมัธยันต์ได้มากขึ้น

จากการที่ปฏิกิริยาอิเทอร์ริฟิเคชันของเซลลูโลสกับกรดคลอโรอะซิติกจะเกิดในส่วนที่เป็นเจลของเซลลูโลส ด้วยเหตุนี้ความสามารถในการเกิดเจลของเซลลูโลสจึงเป็นตัวแปรที่สำคัญในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส การเกิดเจลของเซลลูโลสจะขึ้นกับตัวแปรต่อไปนี้คือ

### 1. ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวกำหนดการเกิดของสารมัธยันต์ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นสูงจะสามารถก่อให้เกิดสารมัธยันต์ได้ดี แต่ใน

ขณะเดียวกันสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นสูงเกินไปจะทำให้กรดคลอโรอะซิติกเกิดการแตกตัวกลายเป็นโซเดียมไกลคอลเลต (Sodium glycolate:  $\text{HOCH}_2\text{COO}^-\text{Na}^+$ ) ซึ่งไม่สามารถทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสเกิดเป็นคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

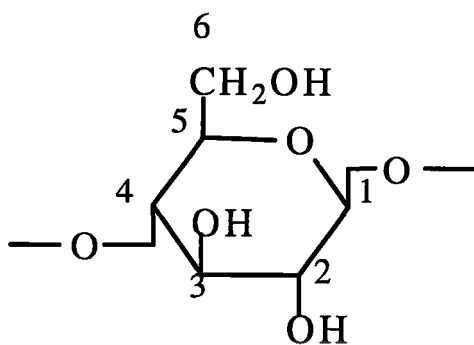
## 2. ชนิดของตัวทำละลาย

ความมีขี้ของตัวทำละลายจะมีผลต่อการเกิดเจลของเซลลูโลส ในการเกิดเจนน้ำจะเข้าล้อมรอบสารมัธยันต์ในชั้นแรกก่อน ชั้นต่อมาจะเป็นตัวทำละลาย ถ้าตัวทำละลายมีขี้สูงจะละลายชั้นเจล (Gel boundary) ที่เกิดขึ้น ขนาดของชั้นเจลจะลดลงทำให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาจะน้อยตามไปด้วย ส่วนในกรณีของตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีความเป็นขี้ต่ำจะละลายชั้นเจลที่เกิดขึ้นน้อยกว่าขนาดของชั้นเจลจึงใหญ่กว่า แต่ถ้ามีความเป็นขี้ของตัวทำละลายน้อยเกินไปจะเกิดการแยกชั้นไม่เกิดเจล

## 3. ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟสทรานสเฟอร์ (Phasetransfer catalysts)

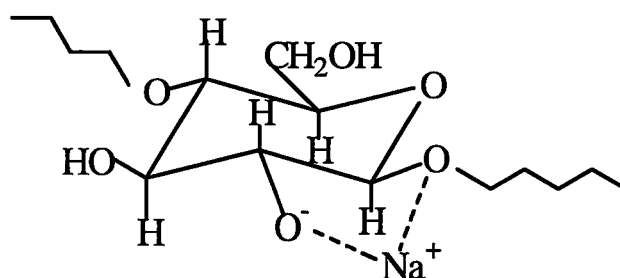
ชั้นเจลและตัวเร่งปฏิกิริยามีผลในการช่วยเพิ่มเสถียรภาพของชั้นเจลที่เกิดขึ้น โดยตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเฟสทรานสเฟอร์ ประกอบไปด้วยส่วนที่มีขี้และส่วนที่ไม่มีขี้จึงมีความสามารถในการละลายทั้งในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์และในชั้นเจล ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์น่าจะทำให้หน้าเสถียรภาพให้กับชั้นเจลโดยการปรับปรุงความแรงไอออนที่เหมาะสมในการเกิดเจลซึ่งจะเห็นผลเฉพาะในตัวทำละลายที่ไม่ช่วยในการเกิดเจลอย่างเอทานอลเท่านั้น

นอกจากการเกิดเจลของเซลลูโลสจะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาของอัลคาไลเซลลูโลสแล้ว ตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลในหน่วยของแอนไฮโดรกลูโคสก็มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเช่นเดียวกัน โดยทั่วไป โครงสร้างของเซลลูโลสประกอบด้วยหน่วยแอนไฮโดรกลูโคสซึ่งมีหมู่ไฮดรอกซิล 3 หมู่ต่อหนึ่งหน่วยแอนไฮโดรกลูโคส หมู่ไฮดรอกซิลเหล่านี้จะมีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาแตกต่างกันขึ้นอยู่กับตำแหน่งที่ติดอยู่



รูปที่ 2.2 แสดงตำแหน่งของคาร์บอนในหน่วยแอนไฮโดรกลูโคส

หมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายเบสเกิดเป็นหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาได้ง่ายที่สุดคือ หมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่ใกล้กับอะตอมของออกซิเจนในวงหกเหลี่ยมของแอนไฮโดรกลูโคส เพราะออกซิเจนมีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตีสูง จึงดึงอิเล็กตรอนเข้าหาตัวได้มาก หมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่ใกล้กับอะตอมออกซิเจนนี้ จะได้รับผลจากการดึงอิเล็กตรอนหรือที่เรียกว่า อินดักทีฟแอฟเฟกต์ (Inductive effect) จึงส่งผลให้หมู่ไฮดรอกไซด์ไอออนที่เติมลงไปจับโปรตอนภายในหมู่ได้ง่ายเกิดเป็นหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา ถ้าสังเกตจากโครงสร้างจะเห็นว่าหมู่ไฮดรอกซิลที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 และ 6 อยู่ห่างจากอะตอมของออกซิเจนในวงแอนไฮโดรกลูโคสเป็นระยะทางเท่าๆกัน น่าจะได้รับผลของอินดักทีฟแอฟเฟกต์ เท่าๆกัน โปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิลที่ตำแหน่งนี้จึงแตกตัวได้ง่ายพอๆกัน นอกจากนี้จะพิจารณาความยากง่ายในการแตกตัวแล้วยังต้องพิจารณาถึงความเสถียรของหมู่ว่องไวที่เกิดขึ้นจะต้องมีความเสถียร คือ มีช่วงชีวิตนานพอที่จะเกิดปฏิกิริยา จากการศึกษาตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลที่มีโอกาส เกิดเป็นหมู่ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาที่มีความเสถียรพบว่าหมู่ไฮดรอกซิลที่เกาะอยู่กับคาร์บอนตำแหน่งที่ 2 จะเกิดเป็นหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาที่มีความเสถียรสูงสุด ทั้งนี้เพราะหมู่ไฮดรอกซิลหมู่นี้ อยู่ใกล้กับอะตอมของออกซิเจนในพันธะกลูโคซิดิก (Glucosidic) ซึ่งมีความสามารถช่วยดุลประจุของไฮเดียมแคตไอออนได้ดี ความเสถียรของหมู่ที่ว่องไวในตำแหน่งนี้จึงมากกว่าหมู่ที่ว่องไวที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 6 ดังนั้นเมื่อเติมสารละลายเบสหมู่ไฮดรอกซิลที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 นี้จึงเกิดเป็นหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาที่มีความเสถียรสูงสุด และ จะเข้าทำปฏิกิริยากับกรดคลอโรอะซิดิกต่อไป



รูปที่ 2.3 แสดงการดูดประจุของหมู่แอลกอฮอล์ที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาโดยโซเดียมไฮดรอกไซด์

จากการที่ปฏิกิริยาในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจัดเป็นปฏิกิริยาแบบวิวิธ-  
 พันธ์ (Heterogeneous reaction) ระหว่างวัฏภาคที่เป็นของแข็ง (Solid phase) คือ เซลลูโลสกับวัฏ-  
 ภาคที่เป็นของเหลว (Liquid phase) คือ สารละลายกรดคลอโรอะซิติก ในการทำปฏิกิริยาจึงจำเป็นต้อง  
 ต้องเพิ่มพื้นที่ผิวในการสัมผัสกันระหว่างเซลลูโลสกับกรดคลอโรอะซิติกโดยการเพิ่มการบวมตัว  
 ของชั้นเจลในเซลลูโลส จึงทำให้เกิดแนวความคิดที่จะนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสซึ่งละลายในน้ำ  
 หรือตัวทำละลายที่มีขั้วสูงอย่างแอลกอฮอล์มาผ่านกระบวนการสังเคราะห์อีกครั้งหนึ่ง เพราะเมื่อ  
 สารตั้งต้นที่ใช้คือคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสซึ่งละลายในตัวทำละลายได้ดีจึงขจัดปัญหาเรื่องวัฏภาค  
 ที่ต่างกันของสารตั้งต้นให้หมดไป ปฏิกิริยาที่จะเกิดขึ้นจึงจัดเป็นปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์  
 (Homogeneous reaction) มากขึ้น โดยในการทดลองจะทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอก-  
 ซ์ดเพื่อเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลที่เหลือ ในแต่ละหน่วยแอนไฮโดรกลูโคสของคาร์บอกซีเมทิล-  
 เซลลูโลสให้เกิดเป็นหมู่แอลกอฮอล์ที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาเพื่อทำปฏิกิริยากับกรดคลอโรอะซิ-  
 ทิกแล้วได้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่มีค่าองศาการแทนที่สูงขึ้นกว่าเดิม อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาที่  
 อาจเกิดพร้อมกับปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ก็คือปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิล-  
 เซลลูโลสโดยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งจะทำให้ค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิล-  
 เซลลูโลสที่ผ่านการสังเคราะห์ใหม่อีกครั้งลดลงจากเดิมก่อนการสังเคราะห์ ตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อ  
 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายเบส ได้แก่ ความเข้มข้นของสาร  
 ละลายเบส อุณหภูมิ และสมบัติทางกายภาพของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

สารละลายเบสมีผลโดยตรงต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไล-  
 ซิสจะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเบสสูงขึ้นซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า เมื่อความเข้มข้น  
 ของสารละลายเบสมากอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะมากขึ้นในช่วงแรกแต่เมื่อความเข้มข้น  
 ของสารละลายเบสมากขึ้นถึงค่าหนึ่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาจะคงที่

อุณหภูมิมีผลช่วยเพิ่มพลังงานให้มีความมากกว่าพลังงานกระตุ้นของปฏิกิริยา ดังนั้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมากตามไปด้วย

สมบัติทางกายภาพของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส คือค่าองศาการเกิดพอลิเมอร์ (Degree of polymerization ,D.P.) ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส หากค่าองศาการเกิดพอลิเมอร์ มีค่าน้อยคือความยาวสายโซ่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสสั้น การบวมตัวจะดีโอกาสที่จะเกิดไฮโดรไลซิสก็จะมากตามไปด้วย นอกจากนี้ค่าองศาการแทนที่ (Degree of substitution , D.S.) หากค่าองศาการแทนที่มากกว่าการละลายของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจะมีมากขึ้นก็จะมีโอกาสเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมากเช่นกัน



## บทที่ 3

### การดำเนินการวิจัย

#### 3.1 แผนงานการดำเนินการวิจัย

3.1.1 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อขนาดการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส

3.1.2 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

3.1.3 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

3.1.4 การศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

3.1.5 การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

3.1.6 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์แล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

#### 3.2.1 สารเคมี

1. เซลลูโลสชนิดผง		
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์	เกรดการค้า	(NaOH)
3. เอทานอล	เกรดวิเคราะห์	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)
4. ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	เกรดวิเคราะห์	((CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHOH)
5. เทตระแอมโมเนียมคลอไรด์	เกรดวิเคราะห์	((CH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> N <sup>+</sup> Cl)
6. กรดคลอโรอะซิติก	เกรดวิเคราะห์	(ClCH <sub>2</sub> COOH)
7. กรดอะซิติก	เกรดวิเคราะห์	(CH <sub>3</sub> COOH)
8. กรดไนตริก	เกรดวิเคราะห์	(HNO <sub>3</sub> )
9. กรดไฮโดรคลอริก	เกรดวิเคราะห์	(HCl)
10. ซิลเวอร์ไนเตรต	เกรดวิเคราะห์	(AgNO <sub>3</sub> )
11. ไดฟีนิลามีน	เกรดวิเคราะห์	((C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NH)
12. แบเรียมไนเตรต	เกรดวิเคราะห์	(Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )
13. สารละลายฟีนอล์ฟทาเลอิน		
14. น้ำกลั่น		

#### 3.2.2 อุปกรณ์

- ชุดเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer) พร้อมแท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- ชุดเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer) พร้อมอ่างควบคุมอุณหภูมิ (Water bath) และแท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- ชุดเครื่องกรองแบบลดความดันพร้อมบูชเนอร์และขวดซัคซีน
- ชุดรีฟลักซ์ (Reflux)
- ชุดเครื่องวัดพีเอชหรือมิลลิโวลต์มิเตอร์ (pH meter)
- ตู้ควบคุมอุณหภูมิ
- เดสซิเคเตอร์ (Desiccator)
- ขั้วซิลเวอร์คอมบิเนชันอิเล็กโทรด (Combination Ag electrode)
- บีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร
- กระบอกตวง ขนาด 100 มิลลิลิตร
- ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

12. กรวยแยก ขนาด 250 มิลลิลิตร
13. บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
14. ปิเปต ขนาด 5,10 และ 25 มิลลิลิตร
15. ขวด 3 คอ ขนาด 250 มิลลิลิตร
16. หลอดทดลองขนาดใหญ่
17. งานเพาะเชื้อ และ กระจกนาฬิกา
18. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
19. ช้อนตักสาร
20. กระจกบอหน้ากลั่น
21. กระจกยลิตมีส
22. กระจกกรอง
23. แท่งแก้วคน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3 ขั้นตอนการวิจัย

3.3.1 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ (PTC) ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส (Alkali cellulose)

ในการศึกษานี้ ทำการผสมสารต่างๆตามตารางลงในหลอดทดลองขนาดใหญ่จำนวน 4 หลอด

ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมในแต่ละหลอดทดลองในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ (PTC) ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส (Alkali cellulose)

หลอดทดลอง	ผงเซลลูโลส (กรัม)	NaOH 36 % (W/W) (กรัม)	<i>i</i> - PrOH (มิลลิลิตร)	EtOH (มิลลิลิตร)	PTC (กรัม)
1	2	5	39	-	0.10
2	2	5	39	-	-
3	2	5	-	30	0.10
4	2	5	-	30	-

สังเกตการเกิดเจลและขนาดของการบวมตัวในแต่ละหลอดทดลอง นำผลที่สังเกตได้มาเปรียบเทียบกัน

3.3.2 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

3.3.2.1 การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส โดยใช้ ไอโซโพรพานอล (Isopropanol) เป็นตัวทำละลาย

3.3.2.1.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

1. ชั่งสารตามอัตราส่วนดังนี้

เซลลูโลส	9.0 กรัม
เททระเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์	0.11 กรัม
ไอโซโพรพานอล	175 มิลลิลิตร

2. เทส่วนผสมลงในขวดสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร ตั้งเครื่องมือในอ่างควบคุมอุณหภูมิ กวนส่วนผสมเป็นเวลา 5 นาที โดยใช้เครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ให้มีความเร็วรอบของเครื่องสูงสุดประมาณ 1,100 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก 22.5 กรัม จากกรวยแยกจนหมดในเวลา 15 นาที กวนที่อุณหภูมิห้อง 20 นาที

4. เริ่มให้ความร้อนจนถึง 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที เติสารละลายกรดคลอโรอะซิติก (ซึ่งกรดคลอโรอะซิติก 9.185 กรัม ละลายในไอโซโพรพานอล 27.5 มิลลิลิตร) ลงในสารละลายทันที ทำการปั่นกวนต่อไปที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลาแล้วทำให้มีอุณหภูมิต่ำกว่า 10 องศาเซลเซียส ทันทีโดยแช่ในน้ำเย็นเพื่อหยุดปฏิกิริยา

5. นำมาปรับความเป็นกรด-ด่าง ให้มีความเป็นกลางด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส (ไม่เปลี่ยนสีแดง) กรองส่วนผสมด้วยเครื่องกรองลดความดันเพื่อแยกไอโซโพรพานอล จะได้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี)

### 3.3.2.1.2 ขั้นตอนการทำให้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสบริสุทธิ์

นำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมมาทำให้บริสุทธิ์ โดยนำมากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันและนำซีเอ็มซีที่สังเคราะห์ได้มาล้างให้หมดเกลือกอลไรต์ด้วยเอทานอล 80 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยนำเอทานอลที่ล้าง 5 หยดสุดท้ายจากกรวยกรองมาหยดด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ) 2-3 หยด จนพบว่าสารละลายไม่มีตะกอนสีขาวของซิลเวอร์คลอไรด์ ( $\text{AgCl}$ ) เกิดขึ้น ล้างอีกครั้งด้วยเอทานอลที่ปราศจากน้ำ กรองให้แห้ง ถ่ายสารจากกรวยกรองลงกระชอนาฬิกา อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสซิกเคเตอร์ ซีเอ็มซีที่ได้จะเป็นสีขาวละลายน้ำได้ดี

### 3.3.2.1.3 การหาค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ชั่งซีเอ็มซีประมาณ 2 กรัม ใส่ลงในเอทานอล 95 เปอร์เซ็นต์ 75 มิลลิลิตร กวนส่วนผสมโดยใช้แท่งแม่เหล็กจนกระทั่งได้ของผสมที่มีการกระจายตัวสูงสุด เดิมกรดไนตริกเข้มข้น 2.5 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนต่อไป 1-2 นาที เริ่มให้ความร้อนกับของผสมและปล่อยให้เดือดเป็นเวลา 5 นาที กวนต่อไปที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10-15 นาที กรองของผสมด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน ถ่ายตะกอนซีเอ็มซีจากกรวยกรองลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร เดิมเอทานอล 95 เปอร์เซ็นต์ ประมาณ 50-100 มิลลิลิตร นำไปปั่นกวนประมาณ 1-2 นาที จากนั้นกรองและล้างซีเอ็มซีที่ได้ให้หมดกรดไนตริกด้วยเอทานอล 80 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทำการทดสอบหาว่ามีปริมาณกรดไนตริกเหลืออยู่หรือไม่โดยนำเอาเอทานอล 5 หยดสุดท้ายที่ไหลผ่านซีเอ็มซีจากกรวยกรองหยดลงกระดาษกรอง จากนั้นหยดสารละลายไดฟีนิลามีน 1 หยดลงบนรอยหยดเอทานอล

บนกระดาษกรอง ถ้ายังมีกรดไนตริกเหลืออยู่สารละลายไคฟิลาไมนที่หยดลงไปจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ทำการล้างตะกอนด้วยเอทานอล 80 เปอร์เซ็นต์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ต่อบริเวณนั้นให้แน่ใจว่าสารละลายไคฟิลาไมนที่หยดลงบนกระดาษกรองไม่เปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าหมดกรดไนตริกแล้ว (ปกติล้างตะกอนประมาณ 4-6 ครั้ง) จากนั้นล้างตะกอนด้วยเมทานอลที่ปราศจากน้ำกรองให้แห้ง ถ่ายตะกอนลงบนกระดาษกรอง นำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปลดออกทิ้งไว้ให้เย็นในเดสซิเคเตอร์ ตะกอนที่ได้จะเป็นซีเอ็มซีรูปกลมมีสีขาว ไม่ละลายน้ำ

ซีเอ็มซีรูปกลมมา 0.5000 กรัมโดยละเอียด (จดบันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้) ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร กวนโดยใช้เครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก เปิดเตาละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.5 นอร์มอล 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ ให้ความร้อนแก่สารละลายจนสารละลายเดือด ปลดปล่อยให้เดือดต่อไปเป็นเวลาประมาณ 15-30 นาที ทำการไทเทรตสารละลายที่ได้ในขณะที่ร้อนด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล โดยใช้ฟีนอล์ฟทาเลอินเป็นอินดิเคเตอร์ จนกระทั่งได้สารละลายที่ใสไม่มีสี (จากเดิมเป็นสารละลายสีชมพูเข้ม) จดบันทึกความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ และจดบันทึกปริมาณของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการไทเทรต เพื่อนำค่าทั้งหมดไปคำนวณหาค่าองค์การแทนที่ต่อไป

3.3.2.2 การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสโดยใช้ เอทานอล (Ethanol) เป็นตัวทำละลาย

#### 3.3.2.2.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

##### 1. ชั่งสารตามอัตราส่วนดังนี้

เซลลูโลส	9.0 กรัม
เทตระเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์	0.11 กรัม
เอทานอล	134 มิลลิลิตร

2. เทส่วนผสมลงในขวดสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร ตั้งเครื่องมือในอ่างควบคุมอุณหภูมิ กวนส่วนผสมเป็นเวลา 5 นาที โดยใช้เครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ให้มีความเร็วรอบของเครื่องสูงสุดประมาณ 1,100 รอบต่อนาที

3. หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก 22.5 กรัม จากกรวยแยกจนหมดในเวลา 15 นาที กวนที่อุณหภูมิห้อง 20 นาที

4. เริ่มให้ความร้อนจนถึง 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที เทสารละลายกรดคลอโรอะซิติก ( ชั่งกรดคลอโรอะซิติก 9.185 กรัม ละลายในเอทานอล 21.0 มิลลิลิตร) ลงในสารละลายทันที ทำการปั่นกวนต่อไปที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลง 20 และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กำหนดเวลาแล้วทำให้มีอุณหภูมิต่ำกว่า 10 องศาเซลเซียส ทันทีโดยเขื่อนน้ำเย็นเพื่อหยุดปฏิกิริยา

5. นำมาปรับความเป็นกรด-ด่าง ให้มีความเป็นกลางด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส (ไม่เปลี่ยนสีแดง) กรองส่วนผสมด้วยเครื่องกรองลดความดันเพื่อแยกเอทานอลจะได้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (ซีเอ็มซี)

### 3.3.2.2.2 ขั้นตอนการทำให้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสบริสุทธิ์

นำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ที่ได้จากขั้นตอนการเตรียม มาทำให้บริสุทธิ์โดยนำมากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน หลังจากนั้นนำซีเอ็มซีมาล้างให้หมดเกลือกอลไรด์ด้วย เอทานอล 80 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยนำเอทานอลที่ล้าง 5 หยดสุดท้ายจากกรวยกรองมาหยดด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ) 2 - 3 หยด จนพบว่าสารละลายไม่มีตะกอนสีขาวของซิลเวอร์คลอไรด์ ( $\text{AgCl}$ ) เกิดขึ้น ล้างอีกครั้งด้วยเอทานอลที่ปราศจากน้ำ กรองให้แห้ง ถ่ายสารจากกรวยกรองลงกระบอกนาฬิกาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดสซิเคเตอร์ ซีเอ็มซีที่ได้จะเป็นสีขาวละลายน้ำได้ดี

### 3.3.2.2.3 การหาค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ซึ่งซีเอ็มซีประมาณ 2 กรัม ใส่ลงในเอทานอล 95 เปอร์เซ็นต์ 75 มิลลิลิตร กวนส่วนผสมโดยใช้แท่งแม่เหล็กจนกระทั่งได้ของผสมที่มีการกระจายตัวสูงสุด เติมกรดไนตริกเข้มข้น 2.5 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนต่อไป 1-2 นาที เริ่มให้ความร้อนกับของผสมและปล่อยให้เดือดเป็นเวลา 5 นาทีที่กวนต่อไปที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10-15 นาที กรองของผสมด้วยเครื่องกรองแบบลดความดัน ถ่ายตะกอนซีเอ็มซีจากกรวยกรองลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมเอทานอล 95 เปอร์เซ็นต์ ประมาณ 50-100 มิลลิลิตร นำไปปั่นกวนประมาณ 1-2 นาที จากนั้นกรองและล้างซีเอ็มซีที่ได้ให้หมดกรดไนตริกด้วยเอทานอล 80 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทำการทดสอบหาว่ามีปริมาณกรดไนตริกเหลืออยู่หรือไม่โดยนำเอาเอทานอล 5 หยดสุดท้ายที่ไหลผ่านซีเอ็มซีจากกรวยกรองหยดลงกระดาษกรอง จากนั้นหยดสารละลายไดฟีนิลามีน 1 หยดลงบนรอยหยดเอทานอลบนกระดาษกรอง ถ้ายังมีกรดไนตริกเหลืออยู่สารละลายไดฟีนิลามีนที่หยดลงไปจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ต้องล้างตะกอนด้วยเอทานอล 80 เปอร์เซ็นต์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ต่อไปอีกจนแน่ใจว่าสารละลายไดฟีนิลามีน ที่หยดลงบนกระดาษกรองไม่เปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน แสดงว่าหมดกรดไนตริกแล้ว (ปกติล้างตะกอนประมาณ 4-6 ครั้ง) จากนั้นล้างตะกอนด้วยเอทานอลที่ปราศจากน้ำ กรองให้แห้ง ถ่ายตะกอนลงบนกระบอกนาฬิกา นำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในเคสซิกเคเตอร์ ตะกอนที่ได้จะเป็นซีเอ็มซีรูปกรด มีสีขาว ไม่ละลายน้ำ

ซีเอ็มซีรูปกรดมา 0.5000 กรัมโดยละเอียด (จดบันทึกน้ำหนักที่ชั่งได้) ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร กวนโดยใช้เครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก ปิดเตา สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.5 นอร์มอล 10 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ ให้ความร้อนแก่สารละลายจนสารละลายเดือด ปล่อยให้เดือดต่อไปเป็นเวลาประมาณ 15-30 นาที ทำการไทเทรตสารละลายที่ได้ในขณะร้อนด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.5 นอร์มอล โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ จนกระทั่งได้สารละลายที่ใสไม่มีสี (จากเดิมเป็นสารละลายสีชมพูเข้ม) จดบันทึกความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ และบันทึกปริมาณของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการไทเทรต เพื่อนำค่าทั้งหมดไปคำนวณหาค่าองศาการแทนที่ต่อไป

### 3.3.3 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

3.3.3.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ และ 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

น้ำหนักโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40.01 กรัม/โมล

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนในการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

ความเข้มข้น (w/w)	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (กรัม)	น้ำกลั่น (กรัม)	ความหนาแน่น (กรัม/มิลลิลิตร)
25%	25	75	1.274
36%	36	64	1.390

3.3.3.2 การเตรียมสารละลายกรดคลอโรอะซิติกในเอทานอล (Ethanol) และ ไอโซโพรพานอล (Isopropanol)

น้ำหนักโมเลกุลของเอทานอล 46.07 กรัม/โมล

น้ำหนักโมเลกุลของไอโซโพรพานอล 60.11 กรัม/โมล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความหนาแน่นของเอทานอล	0.7896	กรัม/มิลลิลิตร
ความหนาแน่นของไอโซโพรพานอล	0.7850	กรัม/มิลลิลิตร

### วิธีการเตรียม

1. โดยทั่วไปการเตรียมสารละลายกรดคลอโรอะซิติกสำหรับการสังเคราะห์คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในโรงงานพิเศษนี้ ทำโดยการชั่งกรดคลอโรอะซิติกจำนวน 9.185 กรัมละลายในตัวทำละลาย ปริมาตร 27.5 มิลลิลิตร
2. แต่สำหรับการศึกษานี้เพื่อความถูกต้องจึงทำการเตรียมโดยชั่งกรดคลอโรอะซิติกจำนวน 33.4 กรัมละลายในตัวทำละลายปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วจึงปิเปตสารละลายกรดคลอโรอะซิติก ปริมาตร 27.5 มิลลิลิตรมาทำการศึกษ
3. ทำการผสมสารละลายตามตารางในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร

**ตารางที่ 3.3** อัตราส่วนของสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ และความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

การทดลอง	NaOH 25% (ml.)	NaOH 36% (ml.)	i-PrOH (ml.)	EtOH (ml.)	ClCH <sub>2</sub> COOH 42% (ml.)	H <sub>2</sub> O (ml.)
1	17.6	-	150	-	27.5	30
2	17.6	-	-	150	27.5	30
3	-	16.2	150	-	27.5	30
4	-	16.2	-	150	27.5	30
5	-	18.0	150	-	27.5	30
6	-	18.0	-	150	27.5	30

**หมายเหตุ** การทดลองที่ 5-6 เป็นการศึกษาที่จำนวนโมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 40 เปอร์เซ็นต์

#### 3.3.3.3 วิธีการวิเคราะห์

1. นำชุดการทดลองแต่ละชุดไปทำการรีฟลักซ์ (Reflux) ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ปั่นกวนตลอดเวลาด้วยเครื่องปั่นกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
2. เมื่อครบเวลา นำสารละลายออกจากขวดก้นกลมและทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง
3. นำสารละลายที่ได้มาปรับให้เป็นกลางโดยใช้กรดไนตริกเข้มข้น 6 โมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ตรวจสอบการแตกตัวของกรดคลอโรซิติคในสารละลายด้วยเทคนิคโพเทนซิโอ-เมตริกไทเทรชัน (Potentiometric titration) ตามวิธีดังต่อไปนี้

- ศึกษาการใช้เครื่องมือลิโวลต์มิเตอร์อย่างถูกต้อง
- จัดอุปกรณ์สำหรับการไทเทรต โดยบรรจุสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.1 โมลาร์ลงในบิวเรตและต่อขั้วอิเล็กโทรดเข้ากับเครื่องมือลิโวลต์มิเตอร์
- เสียบปลั๊กเครื่องวัดและอุ่นเครื่องเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นล้างขั้วอิเล็กโทรดให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น
- ปิเปตสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์จำนวน 10 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นลงไป 75 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น 6 โมลาร์จำนวน 5-6 หยดและแบเรียมไนเตรตจำนวน 0.5 กรัม
- ใส่แท่งแม่เหล็กที่สะอาดลงไป แล้วจุ่มอิเล็กโทรดลงในสารละลายอย่างระมัดระวัง จัดระดับเพื่อไม่ให้แท่งแม่เหล็กมากกระทบปลายขั้วและผนังบีกเกอร์ กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้าให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียว
- อ่านค่าศักย์ไฟฟ้าจากเครื่องวัดก่อนทำการไทเทรต
- ไซไทเทรนต์จากบิวเรตลงไปครั้งละ 0.5 มิลลิลิตรกวนสารละลายให้เข้ากันแล้วอ่านค่าศักย์ไฟฟ้าทุกครั้ง จดค่าศักย์ไฟฟ้าและปริมาตรทุกครั้งที่ได้ลงไป ทำเช่นนี้จนกระทั่งเห็นค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วที่จุดยุติ จึงลดปริมาตรของไทเทรนต์ลงเหลือครั้งละ 0.2 มิลลิลิตร จนกระทั่งเห็นค่าศักย์ไฟฟ้าเริ่มคงที่แล้วไทเทรตต่อไปครั้งละ 0.5 มิลลิลิตร ต่อไป
- ทำการตรวจสอบกับสารละลายอื่นๆต่อไปและตรวจสอบทุกสารละลายอย่างละ 2 ครั้ง
- นำข้อมูลจากการทดลองมาพลอตกราฟระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้า (มิลลิโวลต์) กับปริมาตรของไทเทรนต์ (มิลลิลิตร) และหาจุดสมมูลของปฏิกิริยา
- คำนวณหาความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออน

3.3.4 การศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาอิวเทอร์เฟสชันที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอนกึ่งเมทิลเซลลูโลส

การศึกษานี้จะทำการสังเคราะห์คาร์บอนกึ่งเมทิลเซลลูโลส โดยให้มีระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาอิวเทอร์เฟสชันที่แตกต่างกัน ได้แก่ 1 ชั่วโมงและ 2 ชั่วโมง สำหรับวิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์และหาค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลงนี้เป็นวิธีเดียวกันกับที่ใช้ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอนกึ่งเมทิลเซลลูโลส (หัวข้อ 3.3.2)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลง 24 หาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.5 การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

เป็นการศึกษาผลของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 36 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิต่างกัน ได้แก่ 50 องศาเซลเซียส ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 18.5 และ 22.5 กรัม และที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 22.5 กรัม ทำโดยการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสมาผ่านการทำปฏิกิริยาและหาค่าองศาการแทนที่เช่นเดียวกันกับที่ใช้ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ และ ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส แต่ไม่มีการเติมกรดคลอโรอะซิติก แล้วทำการวัดค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลง

### 3.3.6 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์แล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่งเพื่อหาค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลง

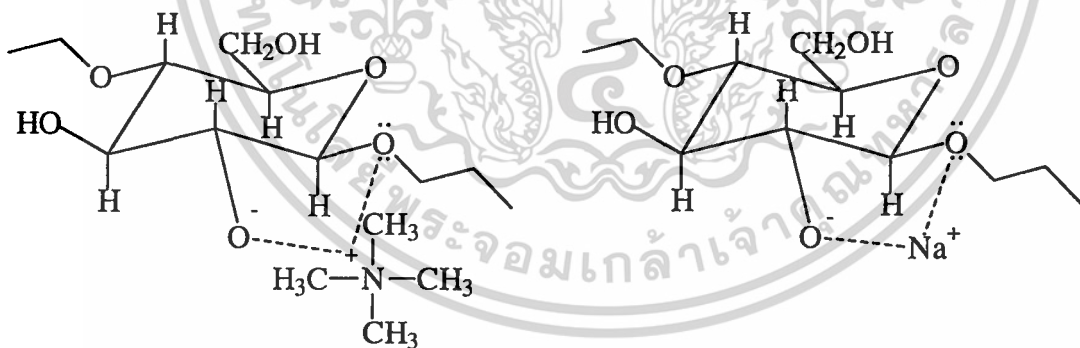
การศึกษานี้จะนำเอาคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่รู้ค่าองศาการแทนที่แล้ว ประมาณ 0.6 - 0.9 ซึ่งนำมาจากโรงงานมาทำการสังเคราะห์ซ้ำอีกครั้งหนึ่ง โดยมีแนวคิดที่จะเพิ่มค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสให้มีค่าสูงขึ้น ตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์นี้ได้แก่ เอทานอลและไอโซโพรพานอล วิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์และหาค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลงนี้เป็นวิธีเดียวกันกับที่ใช้ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (หัวข้อ 3.3.2)

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและวิจารณ์

#### 4.1 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ (PTC) ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส (Alkali cellulose)

จากการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส พบว่าการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลสในไอโซโพรพานอลเกิดขึ้นดีกว่าในเอทานอล เนื่องจากเอทานอลมีความเป็นขี้ผึ้งมากกว่าไอโซโพรพานอลทำให้มีการบวมตัวของชั้นเจลน้อยลง เพราะในชั้นเจลเป็นชั้นที่สารละลายเบสเข้าละลายหมู่ไฮดรอกซิลจากที่มีสารละลายเบสนี้เองทำให้มีความเป็นขี้ผึ้งของชั้นเจลสูง ดังนั้นถ้าตัวทำละลายที่ใช้มีขี้ผึ้งมากจะละลายชั้น เจลที่เกิดขึ้นทำให้การบวมตัวลดลง ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์จะมีผลอย่างมากต่อการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส โดยจะทำหน้าที่เสริมเสถียรภาพให้กับชั้นเจลด้วยการปรับปรุงความแรงไอออนที่เหมาะสมในการเกิดเจล ซึ่งจะเห็นผลเฉพาะในตัวทำละลายที่ไม่ช่วยในการเกิดเจลอย่าง เอทานอลเท่านั้น เพราะว่าขนาดการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลสใน ไอโซโพรพานอลคืออยู่แล้วตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์จึงมีผลไม่มากนัก



#### รูปที่ 4.1 แสดงการเปรียบเทียบการดุลประจุของเทอร์เมทิลแอมโมเนียมไอออนกับโซเดียมไอออน

จากรูปจะเห็นว่าในกรณีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์เทอร์เมทิลแอมโมเนียมไอออนจะเข้าทำการดุลประจุของหมู่ไฮดรอกซิลที่วงไวนแทนโซเดียมไอออน เนื่องจากเทอร์เมทิลแอมโมเนียมไอออนมีขนาดใหญ่กว่าโซเดียมไอออนจึงทำหน้าที่ดุลประจุของหมู่อัลคอกไซด์ที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ว่องไวได้ดีกว่า ชั้นเจลของเซลลูโลสจึงมีขนาดใหญ่กว่าในกรณีที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ และจากคุณสมบัติของเทอร์เมทิลแอมโมเนียมไอออนที่มีทั้งส่วนที่มีขั้วและส่วนที่ไม่มีขั้ว จึงสามารถรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกันกับน้ำในชั้นเจลและตัวทำละลายที่อยู่รอบนอก เมื่อไอออนนี้เข้ามาคลประจุจึงทำให้ความหนาของชั้นเจลเพิ่มขึ้น

#### 4.2 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสนี้ทำในสภาวะที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส และระยะเวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง ได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

สภาวะการสังเคราะห์	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ย
<i>i</i> -PrOH + PTC	1.07
<i>i</i> -PrOH	0.98
EtOH + PTC	0.70
EtOH	0.39

หมายเหตุ ข้อมูลและการคำนวณจากภาคผนวก ข และภาคผนวก ก

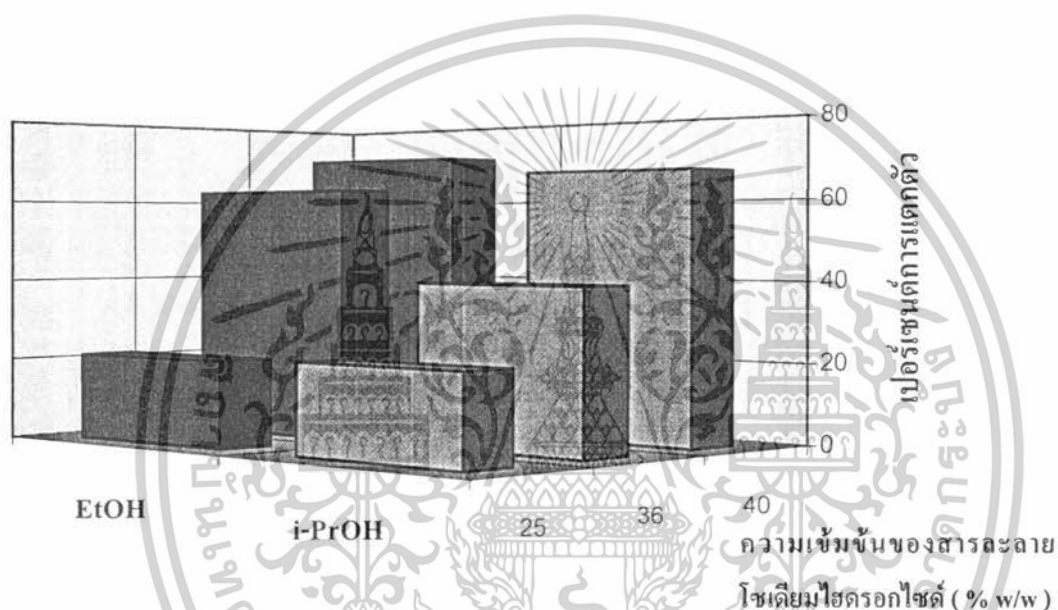
จากการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส พบว่าคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์ในไอโซโพรพานอล ทั้งกรณีที่ใช้ และไม่ใช้ ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ (PTC) จะได้ซีเอ็มซีที่มีค่าองศาการแทนที่สูงกว่าในกรณีที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย เนื่องจากอัลคาไลเซลลูโลสในไอโซโพรพานอลบวมตัวได้ดีจึงมีพื้นที่ในการเข้าทำปฏิกิริยามากกว่าในเอทานอลด้วยเหตุนี้จึงทำให้คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้มีองศาการแทนที่สูงกว่าการสังเคราะห์ในเอทานอล ส่วนผลของตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์จะเห็นว่าในกรณีที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายและใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ ค่าองศาการแทนที่สูงกว่ากรณีที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเพียงเล็กน้อย ส่วนในกรณีที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายและมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซีเอ็มซีที่ได้จะมีค่าองศาการแทนที่สูงกว่าในกรณีที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้เพราะในไอโซโพรพานอลการบวมตัวของเซลลูโลสดีอยู่แล้ว ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์จึงไม่มีผล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากนัก ส่วนในเอทานอลการบวมตัวเกิดไม่ดีเมื่อมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยทำให้การเกิดเจลดี ขึ้นค่าองศาการแทนที่จึงสูงกว่าซึ่งให้ผลสอดคล้องกับผลการทดลองในหัวข้อที่ 4.1

#### 4.3 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

รูปที่ 4.2 แสดงเปอร์เซ็นต์การแตกตัวของคลอไรด์ไอออน



จากการทดลองพบว่า เปอร์เซ็นต์การแตกตัวของคลอไรด์ไอออนในเอทานอลสูงกว่าในไอโซโพรพานอล ทั้งนี้เนื่องมาจากปฏิกิริยาการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติกไปเป็นกรดไกลคลอลิกเกิดผ่านปฏิกิริยาการแทนที่แบบนิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic substitution) ซึ่งจะเกิดได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้วสูง เช่น เอทานอลมากกว่าตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำกว่าอย่างไอโซโพรพานอล ยกเว้นในกรณีที่มีความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งจะเห็นได้ว่าค่าเปอร์เซ็นต์การแตกตัวมีความใกล้เคียงกันมาก เนื่องจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ไอออนต่ำ โซเดียมไฮดรอกไซด์ไอออนจึงละลายได้ดีในทั้งสองตัวทำละลาย ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่ำๆ การแตกตัวของคลอไรด์ไอออนจึงไม่แตกต่างกันไม่ว่าจะใช้ตัวทำละลายใดก็ตาม แต่เมื่อเปรียบเทียบการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติกไปเป็นกรดไกลคลอลิกในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นสูงขึ้นไปพบว่าในเอทานอลมีแนวโน้มแตกตัวสูงกว่า

ในไอโซโพรพานอล ทั้งนี้เนื่องจากความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออนมากขึ้นความเป็นขั้วของตัวทำละลายจึงมีผลต่อการละลายของไฮดรอกไซด์ไอออน โดยไฮดรอกไซด์ไอออนจะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้วมากอย่างเอทานอล ดังนั้นจึงส่งผลให้ไฮดรอกไซด์ไอออนสามารถแสดงความเป็นนิวคลีโอไฟล์ได้มากกว่าในไอโซโพรพานอล



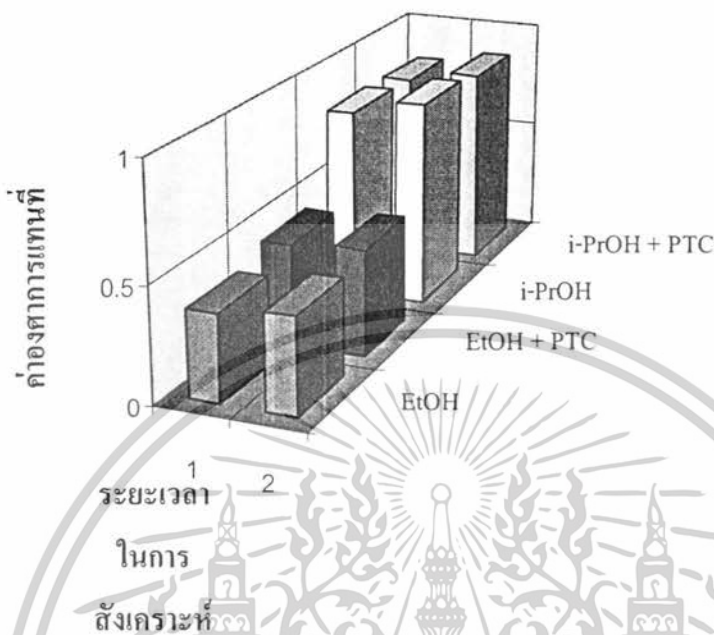
รูปที่ 4.3 ปฏิกริยาการแทนที่แบบนิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic substitution)

นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดการแตกตัวของคลอไรด์ไอออน (Cl<sup>-</sup>) มากขึ้นตามไปด้วย ทั้งนี้เป็นเพราะว่าจำนวน โมลของไฮดรอกไซด์ไอออน (OH<sup>-</sup>) จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เพิ่มขึ้นจะเข้าไปทำปฏิกริยาการแทนที่แบบนิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic substitution) ในกรดคลอโรอะซิติกได้มากขึ้น จึงทำให้เกิดการแตกตัวของคลอไรด์ไอออนมากขึ้นนั่นเอง

#### 4.4 การศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกริยาอิเทอร์ฟิเคชันที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสนี้ทำในสภาวะที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส และระยะเวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมงและ 2 ชั่วโมง

รูปที่ 4.4 แสดงผลของระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่อค่าองศาการแทนที่



จากการศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาเอเทอร์ฟิเคชันที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสพบว่าในกรณีที่เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเป็น 2 ชั่วโมง ค่าองศาการแทนที่มีค่ามากกว่ากรณีที่เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง แต่เมื่อพิจารณาค่าองศาการแทนที่พบว่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เพราะขั้นตอนที่สำคัญในการเกิดปฏิกิริยาคือขั้นการเกิดเจล เมื่อเกิดเป็นเจลแล้วจะเกิดปฏิกิริยาเฉพาะส่วนที่เป็นเจลเท่านั้น เมื่อส่วนที่เป็นเจลเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ไปแล้วกรดคลอโรอะซิติกจึงไม่สามารถเข้าทำปฏิกิริยาได้อีก ดังนั้นจึงไม่มีความจำเป็นที่จะเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์

#### 4.5 การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

จากการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์สภาวะที่อุณหภูมิ 75 และ 50 องศาเซลเซียส และมีปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 22.5 และ 18.5 กรัม ตามลำดับ ได้ผลดังตารางที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

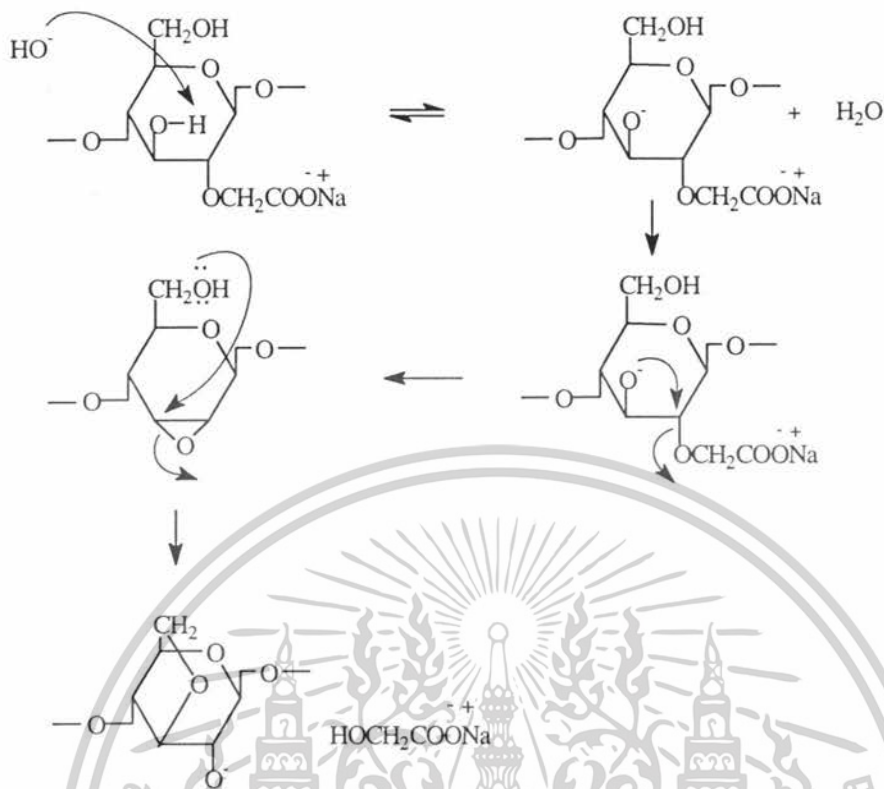
ตัวทำละลายอินทรีย์	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ย		
	NaOH 36 % 22.5 g.		NaOH 36 % 18.5 g.
	อุณหภูมิ 75 °C	อุณหภูมิ 50 °C	อุณหภูมิ 50 °C
Ethanol	0.38	0.44	0.46
Isopropanol	0.36	0.45	0.50

หมายเหตุ 1. ค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสก่อนทำปฏิกิริยามีค่า 0.62

2. ดูข้อมูลและการคำนวณจากภาคผนวก ข และภาคผนวก ค

จากการทดลองพบว่าตัวแปรที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสคืออุณหภูมิและปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออน โดยเมื่อใช้ปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเท่ากันคือ 22.5 กรัมและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาต่างกันทั้งในกรณีที่ใช้เอทานอลและไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายพบว่าที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงคือ 75 องศาเซลเซียสจึงเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้มากที่สุดส่งผลให้ค่าองศาการแทนที่ลดลงมากกว่าที่อุณหภูมิต่ำคือ 50 องศาเซลเซียส ส่วนในกรณีที่ใช้อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากันคือที่ 50 องศาเซลเซียส แต่ปริมาณเบสต่างกันคือ 18.5 และ 22.5 กรัม พบว่าเมื่อลดปริมาณเบสปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดขึ้นน้อยลง ค่าองศาการแทนที่จึงลดลงน้อยกว่า (มีค่าสูงกว่า) ในกรณีที่ใช้ปริมาณเบสเป็น 22.5 กรัม จะเห็นว่าอุณหภูมิมิผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมากกว่าปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนเพราะเมื่อลดอุณหภูมิ ค่าองศาการแทนที่ลดลงมากกว่าเมื่อลดปริมาณเบส และผลของตัวทำละลายต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมิผลน้อยเมื่อเทียบกับผลของอุณหภูมิดังจะเห็นได้จากค่าองศาการแทนที่ ที่ไม่แตกต่างกันมากนักในทุกสภาวะการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

กลไกที่น่าจะเป็นไปได้ของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส<sup>[3]</sup> คือ จะเกิดปฏิกิริยาการแทนที่แบบนิวคลีโอฟิลิกโดยไฮดรอกไซด์ไอออนจะทำหน้าที่ดึงโปรตอนของหมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่ข้างเคียงกับหมู่ไฮดรอกซิลที่เกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันเกิดเป็นหมู่อัลคอกไซด์ (Alkoxide) ที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นนิวคลีโอไฟล์ (Nucleophile) โดยเข้าทำปฏิกิริยากับอะตอมของคาร์บอนข้างเคียงเกิดเป็นวงอีพอกไซด์ (Epoxide ring) และเกิดโซเดียมไกลคอลลอดหลุดออกมา จากนั้นหมู่ไฮดรอกซิลที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 6 อาจจะทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกไซด์ทำให้เกิดหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2 กลับมาอีกครั้งหนึ่ง หมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไวนี้จะเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันกับกรดคลอโรอะซิติกแล้วเปลี่ยนกลับไปเป็นคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสอีกซึ่งจะทำให้ค่าองศาการแทนที่สูงที่สุดเท่าที่เป็นไปได้คือเท่ากับค่าเริ่มต้น แต่เนื่องจากโดยทั่วไปแล้วปฏิกิริยาจะไม่เกิดขึ้นโดยสมบูรณ์ ดังนั้นหลังจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจะลดลงเสมอ

#### 4.6 การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์แล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่ง เพื่อหาค่าองศาการแทนที่ที่เปลี่ยนแปลง

ค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสหลังจากนำมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันใหม่อีกครั้งที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียสและระยะเวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง ได้ผลดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์แล้วมาผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่ง

ตัวทำละลายอินทรีย์	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ย
Ethanol	0.50
Isopropanol	0.35

หมายเหตุ 1. ค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสก่อนทำปฏิกิริยามีค่า 0.62

2. ข้อมูลและการคำนวณจากภาคผนวก ข และภาคผนวก ค

จากการทดลองพบว่าค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสลดลงจากค่าเริ่มต้นทั้งในกรณีที่ใช้เอทานอลและไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย ทั้งนี้เป็นผลมาจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสดังผลในข้อ 4.5 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า เมื่อเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเพื่อเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลที่เหลืออยู่ในแต่ละหน่วยแอนไฮโดรกลูโคสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสให้เป็นหมู่ที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันกับกรดคลอโรอะซิติก พบว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่ได้ทำหน้าที่เปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลให้เป็นหมู่อัลคอกไซด์ที่ว่องไว แต่กลับเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจึงทำให้ค่าองศาการแทนที่ลดลง

อย่างไรก็ตาม พบว่ากรณีที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายจะมีการลดลงของค่าองศาการแทนที่น้อยกว่าในกรณีที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย ทั้งนี้สามารถอนุมานได้ว่าในการทำปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันอีกครั้ง โดยเริ่มจากคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสซึ่งมีความสามารถในการบวมตัวได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้วสูงอย่างเอทานอลมากกว่าตัวทำละลายที่มีขั้วต่ำอย่างไอโซโพรพานอล เมื่อเกิดการบวมตัวมากจึงทำให้มีพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยามากขึ้นตามไปด้วย หมู่ที่ว่องไวอันเกิดจากส่วนที่ถูกไฮโดรไลซิสและหมู่ไฮดรอกซิลที่ทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถเกิดปฏิกิริยากับกรดคลอโรอะซิติกได้ทำให้อัตราเร็วในการเพิ่มหมู่แทนที่ในเอทานอลหลังเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเร็วกว่าในไอโซโพรพานอลและค่าองศาการแทนที่ในเอทานอลลดลงน้อยกว่าในกรณีที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

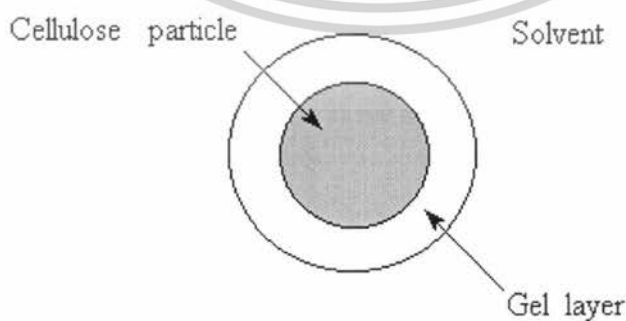
### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

1. การเกิดเจลของเซลลูโลสเป็นขั้นตอนที่สำคัญในการเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ โดยไอโซโพรพานอลจะช่วยทำให้การเกิดเจลดึกกว่าในกรณีที่ใช้ เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ดังผลการทดลองที่ 4.1 และ 4.2 นอกจากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์จะมีผลช่วยเสริมเสถียรภาพให้กับชั้นเจล ทำให้เกิดปฏิกิริยาแทนที่ในกรณีที่ใช้ เอทานอลเป็นตัวทำละลายเท่านั้น เพราะในกรณีที่ใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายเซลลูโลสเกิดเป็นเจลได้ตั้งอยู่แล้ว ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์จึงไม่มีผลช่วยมากนัก

2. ความเข้มข้นของเบสจะมีผลโดยตรงต่อการเกิดเจล แต่ปริมาณเบสที่เพิ่มขึ้นจะทำให้กรดคลอโรอะซิติก เกิดการแตกตัวเป็นกรดไกลคอลลิกเพิ่มขึ้นด้วย ซึ่งกรดไกลคอลลิกไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันกับอัลคาไลเซลลูโลสได้ จึงไม่เกิดเป็นคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส จากผลการทดลองที่ 4.3 จะเห็นได้ว่าการใช้ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลายทำให้เกิดการแตกตัวของกรดไกลคอลลิกลดลง เมื่อเทียบกับการใช้เอทานอลในปริมาณเบสที่เท่ากัน

3. กลไกของการเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์ิฟิเคชันสามารถอนุมานได้จากผลของตัวทำละลายและเบสดังนี้

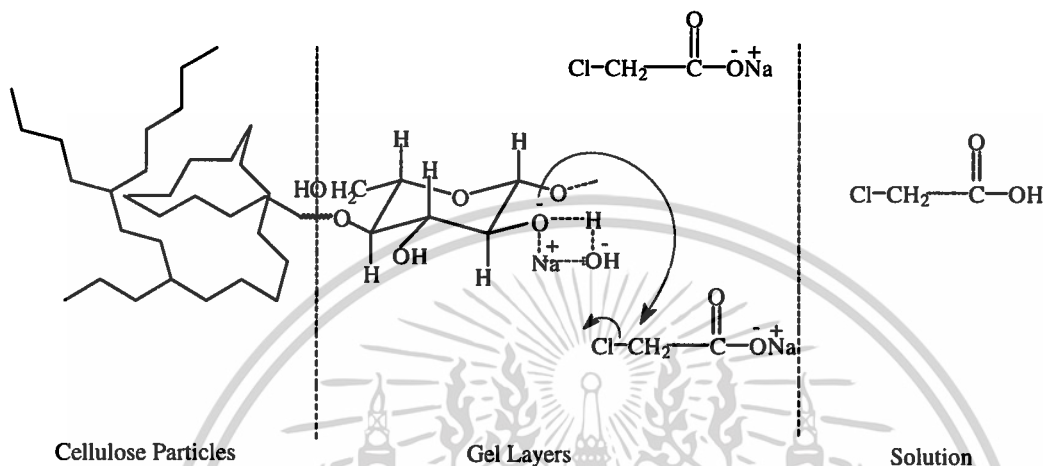
เซลลูโลสจะทำปฏิกิริยากับสารละลายเบสที่อุณหภูมิต่ำ ทำให้พันธะไฮโดรเจนระหว่างสายโซ่เซลลูโลสลดลง และมีโมเลกุลของน้ำมาล้อมรอบทำให้มีลักษณะเป็นเจล โดยความเสถียรและความหนาของชั้นเจลจะถูกควบคุมโดยปริมาณของเบสและตัวทำละลาย



รูปที่ 5.1 การบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชั้นเจลที่หนามจะมี โอกาสเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ด้วยกรดคลอโรอะซิติกได้ดีขึ้น ทั้งนี้ ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นในชั้นน้ำซึ่งเป็นส่วนของเจลระหว่างเซลลูโลสที่ทำปฏิกิริยากับเบสแล้ว และ โซเดียมคลอโรอะซิเตด



รูปที่ 5.2 ปฏิกิริยาการเกิดคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

ถ้าปริมาณเบสน้อยเกินไปการเกิดเจลจะไม่สมบูรณ์ ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นได้ช้า แต่หาก ปริมาณเบสมากเกินไปโซเดียมคลอโรอะซิเตดก็จะไม่เสถียร จากการทดลองที่ผ่านมา ปริมาณเบส ที่เหมาะสมได้แก่ช่วง 30-36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีอัตราส่วนโดยโมลของเบสต่อหน่วย แอนไฮโดรกลูโคสเป็น 3.6 เท่า

ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์น่าจะทำหน้าที่เสริมเสถียรภาพให้กับชั้นเจลโดยการปรับ ประจุความแรงไอออนที่เหมาะสมในการเกิดเจล ซึ่งจะเห็นผลเฉพาะในตัวทำละลายที่ไม่ช่วยในการ เกิดเจลอย่างเอทานอลเท่านั้น ส่วนในตัวทำละลายไอโซโพรพานอลการเกิดเจลคืออยู่แล้วตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ จึงไม่มีผลช่วยมากนัก

4. ผลของปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮ-ดรอกไซด์ พบว่าจะทำให้ค่าองศาการแทนที่ลดลง โดยอุณหภูมิมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไล-ซิสมากกว่าผลของปริมาณเบส และเมื่อพิจารณาผลของตัวทำละลายพบว่าไม่มีความแตกต่างของค่า องศาการแทนที่ระหว่างกรณีที่ใช้เอทานอล หรือ ไอโซโพรพานอลเป็นตัวทำละลาย

5. เมื่อนำคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน (Etherification) อีกครั้ง เพื่อเพิ่มค่าองศาการแทนที่ พบว่าค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสลดลง เนื่องจาก เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสในสารละลายเบส ดังนั้นการทำปฏิกิริยาอี-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงแก้ไข และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทฤษฎีเคชันอีกครั้งจะไม่ช่วยเพิ่มค่าองศาการแทนที่แต่กลับลดค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซี-เมทิลเซลลูโลส

#### ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาหาวิธีการหาค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ที่มีความสะดวก รวดเร็ว และมีความผิดพลาดน้อยกว่าวิธีการล้างด้วยกรด
2. ทำการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในเอทานอลให้ได้ค่าองศาการแทนที่สูงสุด
3. ศึกษาการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสผ่านปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชันอีกครั้ง เพื่อให้ได้ค่าองศาการแทนที่สูงขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อ<sup>36</sup> และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### การเตรียมสาร

1. การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก  
เตรียมจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ 36 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 64 กรัม
2. การเตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลตเข้มข้น 0.25 นอร์มอล  
เตรียมจากโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต 12.7344 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 250 มิลลิลิตร
3. การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.5 นอร์มอล  
เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 9.87 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ไทเทรต  
หาความเข้มข้นที่แน่นอนกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต เข้มข้น  
0.25 นอร์มอล
4. การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.25 นอร์มอล  
เตรียมจากกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 5.2 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วย  
น้ำกลั่นปริมาตร 250 มิลลิลิตร ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนกับสารละลายโซเดียม-  
ไฮดรอกไซด์ 0.5 นอร์มอล
5. การเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.01 โมล/ลิตร  
เตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรต 0.4247 กรัม ละลายในน้ำกลั่น ปรับปริมาตรให้ได้ 250 มิลลิลิตร
6. การเตรียมสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.1 โมล/ลิตร  
เตรียมจากซิลเวอร์ไนเตรต 4.2467 กรัม ละลายในน้ำกลั่น ปรับปริมาตรให้ได้ 250 มิลลิลิตร
7. การเตรียมสารละลายไดฟิลาไมนีน  
เตรียมจากไดฟิลาไมนีน 0.5 กรัม ละลายในกรดซัลฟิวริก 9+2 ปริมาตร 120 มิลลิลิตร  
(กรดซัลฟิวริก 9+2 เตรียมโดยการผสมกรดซัลฟิวริก 9 ส่วนกับน้ำ 2 ส่วน โดยปริมาตร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข  
ข้อมูลการทดลอง

**การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ที่มีต่อค่าองศาการแทนที่  
ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส**

1. การคำนวณหาปริมาณเอทานอลที่ใช้ในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

น้ำหนักโมเลกุลของเอทิลแอลกอฮอล์	46.07	กรัม/โมล
น้ำหนักโมเลกุลของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	60.11	กรัม/โมล
ความหนาแน่นของเอทิลแอลกอฮอล์	0.7896	กรัม/มิลลิลิตร
ความหนาแน่นของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์	0.7850	กรัม/มิลลิลิตร

จำนวนโมลของไอโซโพรพานอล = จำนวนโมลของเอทานอล

การคำนวณหาปริมาณเอทานอลที่ใช้ในการสังเคราะห์

ปริมาณไอโซโพรพานอล 175 มิลลิลิตร	เท่ากับ	2.29	โมล
จำนวนโมลของเอทานอลที่ต้องการ	เท่ากับ	2.29	โมล
จำนวนโมลเอทานอล 2.29 โมล	คิดเป็น	105.34	กรัม

$$\begin{aligned}\text{ปริมาตรของเอทานอล} &= \text{มวลเป็นกรัมของเอทานอล} / \text{ความหนาแน่นของเอทานอล} \\ &= 105.34 \text{ กรัม} / 0.7896 \text{ กรัม/มิลลิลิตร} \\ &= 133.41 \text{ มิลลิลิตร}\end{aligned}$$

∴ ปริมาตรของเอทานอล  $\approx$  134 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## การคำนวณหาปริมาณเอทานอลที่ใช้ในการละลายกรดคลอโรอะซิติก

ปริมาณไอโซโพรพานอล 27.5 มิลลิลิตร เท่ากับ 0.36 โมล

จำนวนโมลของเอทานอลที่ต้องการ เท่ากับ 0.36 โมล

จำนวนโมลเอทานอล 0.36 โมล คิดเป็น 16.56 กรัม

ปริมาตรของเอทานอล = มวลเป็นกรัมของเอทานอล / ความหนาแน่นของเอทานอล

$$= 16.56 \text{ กรัม} / 0.7896 \text{ กรัม/มิลลิลิตร}$$

$$= 20.97 \text{ มิลลิลิตร}$$

∴ ปริมาตรของเอทานอล  $\approx$  21 มิลลิลิตร

## 2. ข้อมูลในการตรวจสอบค่าองค์การแทนที่

ตารางที่ ข.1 พารามิเตอร์สำหรับค่าองค์การแทนที่ โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง

สถานะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH], N	[HCl], N	ปริมาตร HCl (ml.)
<i>i</i> -PrOH + PTC	0.5068	0.4695	0.4836	4.80
	0.4918	0.4695	0.4836	4.70
<i>i</i> -PrOH	0.5236	0.4695	0.4836	5.00
	0.5111	0.4695	0.4836	4.80
EtOH + PTC	0.5011	0.4695	0.4836	6.10
	0.5020	0.4695	0.4836	6.20
EtOH	0.5016	0.4466	0.4700	7.20
	0.4986	0.4466	0.4700	7.30

ตารางที่ ข.2 ค่าองค์การแทนที่จากตารางที่ ข.1

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (ml.)	ค่าองค์การแทนที่
<i>i</i> -PrOH + PTC	4.80	1.02
	4.70	1.12
<i>i</i> -PrOH	5.00	0.94
	4.80	1.02
EtOH + PTC	6.10	0.71
	6.20	0.69
EtOH	7.20	0.40
	7.30	0.38

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก**

**1. การคำนวณหาอัตราส่วนของสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ในการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก**

น้ำหนัก โมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์	40.01	กรัม/โมล
น้ำหนัก โมเลกุลของกรดคลอโรอะซิติก	94.50	กรัม/โมล

ความหนาแน่นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25% (w/w) 1.274 กรัม/มิลลิลิตร

ความหนาแน่นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36% (w/w) 1.390 กรัม/มิลลิลิตร

ในโครงการพิเศษนี้ การสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสจะใช้กรดคลอโรอะซิติก 9.185 กรัม ละลายในตัวทำละลายไอโซโพรพานอล 27.5 มิลลิลิตร และเพื่อความถูกต้องจึงใช้การปิเปตสารละลายแทนวิธีการตามปกติ โดยทำการคำนวณดังนี้

ตัวทำละลาย 27.5 มิลลิลิตร ใช้ละลายกรดคลอโรอะซิติกจำนวน 9.185 กรัม

ตัวทำละลาย 100.0 มิลลิลิตร ใช้ละลายกรดคลอโรอะซิติกจำนวน 33.40 กรัม

เมื่อได้สารละลายกรดคลอโรอะซิติกดังกล่าวแล้ว จึงปิเปตสารละลายปริมาตร 27.5 มิลลิลิตร มาทำการศึกษา

**การหาปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์**

ในโครงการพิเศษนี้ การสังเคราะห์ CMC จะใช้สารละลาย NaOH 36% (w/w) จำนวน 22.5 กรัม ดังนั้นในการศึกษานี้จึงใช้ปริมาณสารละลาย NaOH 22.5 กรัม เป็นหลักในการคำนวณ

**สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก**

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 100 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 25 กรัม

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 22.5 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 5.625 กรัม

มีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 0.1406 โมล

คิดเป็นปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25% ที่ใช้เท่ากับ 22.5/1.274 มิลลิลิตร

คิดเป็นปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25% ที่ใช้เท่ากับ 17.60 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 100 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 36 กรัม  
 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 22.5 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 8.100 กรัม  
 มีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 0.2025 โมล  
 คิดเป็นปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36% ที่ใช้เท่ากับ 22.5/1.390 มิลลิลิตร  
 คิดเป็นปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36% ที่ใช้เท่ากับ 16.20 มิลลิลิตร

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 100 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 40 กรัม  
 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 22.5 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 9.000 กรัม  
 มีโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นจำนวน 0.2250 โมล

จากการทดลองพบว่า การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40% (w/w) ไม่สามารถทำได้เพราะเกิดการละลายแบบไม่สมบูรณ์ ดังนั้นจึงใช้วิธีคิดจำนวน โมลของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 36% (w/w) ให้เท่ากับจำนวน โมลของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40% (w/w) แล้วทำการคำนวณหาปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 36% (w/w) ที่ใช้ดังนี้

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40% (w/w) จำนวน 22.5 กรัมมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.2250 โมล  
 โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.2250 โมลคิดเป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 9 กรัม

จากนั้นนำโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ได้นี้ไปคำนวณปริมาณของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 36% (w/w)

มีโซเดียมไฮดรอกไซด์ 36 กรัมในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 100 กรัม

มีโซเดียมไฮดรอกไซด์ 9 กรัมในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 25 กรัม

ดังนั้น

คิดเป็นปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36% ที่ใช้เท่ากับ 25.0/1.390 มิลลิลิตร

คิดเป็นปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 36% ที่ใช้เท่ากับ 18.00 มิลลิลิตร

ตารางที่ ข.3 แสดงอัตราส่วนโมลระหว่างกรดคลอโรอะซิติกกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้น NaOH (w/w)	จำนวนโมลของ NaOH	จำนวนโมลของ $\text{ClCH}_2\text{COOH}$	โมล NaOH : โมล $\text{ClCH}_2\text{COOH}$
25%	0.140	0.097	1.4 : 1.0
36%	0.203	0.097	2.1 : 1.0
40%	0.225	0.097	2.3 : 1.0

ตารางที่ ข.4 แสดงผลการตรวจสอบปริมาณของกลอไรด์ไอออน

การทดลอง	จุดสมมูล (ml.)	ความเข้มข้นของกลอไรด์ไอออน (M)
<i>i</i> -PrOH + NaOH 25%	10.225	0.10225
<i>i</i> -PrOH + NaOH 36%	18.510	0.18510
<i>i</i> -PrOH + NaOH 40%	31.830	0.31830
การทดลอง	จุดสมมูล (ml.)	ความเข้มข้นของกลอไรด์ไอออน (M)
EtOH + NaOH 25%	9.870	0.09870
EtOH + NaOH 36%	29.140	0.29140
EtOH + NaOH 40%	33.270	0.33270

ในการศึกษานี้ปริมาณของกรดคลอโรอะซิติกที่ใช้เท่ากับ 9.185 กรัมคิดเป็น 0.09719 โมล และแต่ละสภาวะการทดลองจะมีปริมาตรของตัวทำละลาย 207.5 มิลลิลิตร ดังนั้น ในตัวทำละลาย ปริมาตร 207.5 ml. จะมีจำนวนโมลของกรดคลอโรอะซิติก 0.09719 โมล ถ้าในตัวทำละลายปริมาตร 10.0 ml. จะมีจำนวนโมลของกรดคลอโรอะซิติก 0.00468 โมล เพราะฉะนั้นจำนวนโมล 0.00468 โมลที่คำนวณได้จะเป็นจำนวนโมลเริ่มต้นก่อนที่จะเกิดการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติกในสภาวะการทดลองต่างๆ จึงถือเป็นจำนวนโมลอ้างอิงในการหาเปอร์เซ็นต์การแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.5 เปอร์เซ็นต์การแตกตัวของคลอไรด์ไอออนในสภาวะการทดลองต่างๆ

การทดลอง	เปอร์เซ็นต์การแตกตัว (%)
<i>i</i> -PrOH + NaOH 25%	21.85
<i>i</i> -PrOH + NaOH 36%	39.55
<i>i</i> -PrOH + NaOH 40%	66.94
EtOH + NaOH 25%	21.09
EtOH + NaOH 36%	62.26
EtOH + NaOH 40%	71.09

การศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาไฮโดรฟิเคชันที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอนซีเมทิลเซลลูโลส

### 1. ข้อมูลในการตรวจสอบหาค่าองศาการแทนที่ในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.6 พารามิเตอร์ต่างๆสำหรับหาค่าองศาการแทนที่ โดยมีเวลาการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง

สภาวะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH], N	[HCl], N	ปริมาตร HCl (ml.)
<i>i</i> -PrOH + PTC	0.5128	0.4395	0.4899	4.90
	0.5145	0.4395	0.4899	4.90
<i>i</i> -PrOH	0.5100	0.4529	0.5027	5.05
	0.4976	0.4529	0.5027	5.10
EtOH + PTC	0.5014	0.4529	0.5027	6.65
	0.4993	0.4529	0.5027	6.70
EtOH	0.5021	0.4348	0.4913	6.80
	0.5061	0.4348	0.4913	6.70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.7 ค่าองศาการแทนที่ จากตารางที่ ข.6

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (mL)	ค่าองศาการแทนที่
<i>i</i> -PrOH + PTC	4.90	0.81
	4.90	0.81
<i>i</i> -PrOH	5.05	0.82
	5.10	0.83
EtOH + PTC	6.65	0.44
	6.70	0.44
EtOH	6.80	0.37
	6.70	0.39

## 2. ข้อมูลในการตรวจสอบหาค่าองศาการแทนที่ในการสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง

ตารางที่ ข.8 พารามิเตอร์ต่างๆสำหรับหาค่าองศาการแทนที่ โดยมีเวลาการสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง

สถานะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH], N	[HCl], N	ปริมาตร HCl (mL)
<i>i</i> -PrOH + PTC	0.5145	0.4395	0.4899	4.75
	0.5095	0.4395	0.4899	4.70
<i>i</i> -PrOH	0.5036	0.4529	0.5027	5.50
	0.5073	0.4529	0.5027	4.20
EtOH + PTC	0.4944	0.4529	0.5027	6.60
	0.4610	0.4529	0.5027	6.90
EtOH	0.5014	0.4348	0.4913	6.50
	0.5024	0.4348	0.4913	6.60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.9 ค่าองศาการแทนที่ จากตารางที่ ข.8

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (ml.)	ค่าองศาการแทนที่
<i>i</i> -PrOH + PTC	4.75	0.85
	4.70	0.87
<i>i</i> -PrOH	5.50	0.71
	4.20	1.07
EtOH + PTC	6.60	0.46
	6.90	0.46
EtOH	6.50	0.43
	6.60	0.41

ตารางที่ ข.10 ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ยในการศึกษาผลของระยะเวลาในระหว่างเกิดปฏิกิริยาอีเทอร์-พีเคชันที่มีต่อค่าองศาการแทนที่ของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

สถานะการสังเคราะห์	เวลาการสังเคราะห์	ค่าองศาการแทนที่เฉลี่ย
<i>i</i> -PrOH + PTC	1 ชั่วโมง	0.81
	2 ชั่วโมง	0.86
<i>i</i> -PrOH	1 ชั่วโมง	0.82
	2 ชั่วโมง	0.89
EtOH + PTC	1 ชั่วโมง	0.44
	2 ชั่วโมง	0.46
EtOH	1 ชั่วโมง	0.38
	2 ชั่วโมง	0.42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

1. ข้อมูลในการตรวจสอบหาค่าองค์การแทนที่ในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส และมีปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 22.5 กรัม

ตารางที่ ข.11 พารามิเตอร์ต่าง ๆ สำหรับค่าองค์การแทนที่

สถานะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH], N	[HCl], N	ปริมาตร HCl (ml.)
EtOH	0.4998	0.4540	0.4960	7.00
	0.5013	0.4540	0.4960	7.10
i- PrOH	0.5022	0.4466	0.4734	7.40
	0.5078	0.4466	0.4734	7.30

ตารางที่ ข.12 ค่าองค์การแทนที่จากตารางที่ ข.11

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (ml.)	ค่าองค์การแทนที่
EtOH	7.00	0.37
	7.10	0.39
i-PrOH	7.40	0.37
	7.30	0.35

2. ข้อมูลในการตรวจสอบหาค่าองค์การแทนที่ในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และมีปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 22.5 กรัม

ตารางที่ ข.13 พารามิเตอร์ต่าง ๆ สำหรับค่าองค์การแทนที่

สถานะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH], N	[HCl], N	ปริมาตร HCl (ml.)
EtOH	0.4829	0.4471	0.4840	6.80
	0.4994	0.4471	0.4840	6.85
i- PrOH	0.5389	0.4471	0.4840	6.50
	0.4977	0.4471	0.4840	6.80

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.14 ค่าองศาการแทนที่จากตารางที่ ข.13

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (ml.)	ค่าองศาการแทนที่
EtOH	6.80	0.46
	6.85	0.43
<i>i</i> -PrOH	6.50	0.47
	6.80	0.44

3. ข้อมูลในการตรวจสอบหาค่าองศาการแทนที่ในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และมีปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 18.5 กรัม

ตารางที่ ข.15 พารามิเตอร์ต่างๆ สำหรับค่าองศาการแทนที่

สถานะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH], N	[HCl], N	ปริมาตร HCl (ml.)
EtOH	0.4948	0.4653	0.4955	6.90
	0.5021	0.4653	0.4955	6.90
<i>i</i> -PrOH	0.4868	0.4653	0.4955	6.70
	0.4989	0.4653	0.4955	7.00

ตารางที่ ข.16 ค่าองศาการแทนที่จากตารางที่ ข.15

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (ml.)	ค่าองศาการแทนที่
EtOH	6.90	0.47
	6.90	0.46
<i>i</i> -PrOH	6.70	0.53
	7.00	0.47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์ในการนำคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่ได้จากการสังเคราะห์  
แล้วมาผ่านปฏิกิริยาเอเทอร์ฟิเคชันใหม่อีกครั้งหนึ่ง

1. ข้อมูลในการตรวจสอบค่าองค์การแทนที่ในการสังเคราะห์ 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 75 องศา  
เซลเซียส

ตารางที่ ข.17 พารามิเตอร์ต่างๆ สำหรับค่าองค์การแทนที่

สถานะการสังเคราะห์	น้ำหนัก (กรัม)	[NaOH] , N	[HCl] , N	ปริมาตร HCl (ml.)
EtOH	0.5235	0.4540	0.4880	6.50
	0.3669	0.4540	0.4880	7.30
i- PrOH	0.5197	0.4540	0.4880	7.20
	0.5086	0.4540	0.4880	7.30

ตารางที่ ข.18 ค่าองค์การแทนที่จากตารางที่ ข.17

สถานะการสังเคราะห์	ปริมาตร HCl (ml.)	ค่าองค์การแทนที่
EtOH	6.50	0.49
	7.30	0.51
i-PrOH	7.20	0.34
	7.30	0.36

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก  
ตัวอย่างการคำนวณ

1. การหาค่าองศาการแทนที่ (D.S.)

$$A = (BC-DE) / F$$

- เมื่อ
- A : กรัมสมมูลของกรดที่ใช้ไปต่อน้ำหนักเป็นกรัมของสารตัวอย่าง
  - B : มิลลิลิตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
  - C : ความเข้มข้นเป็นนอร์มอลของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์
  - D : มิลลิลิตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
  - E : ความเข้มข้นเป็นนอร์มอลของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
  - F : น้ำหนักเป็นกรัมของซีเอ็มซีในรูปกรด

$$\text{องศาการแทนที่} = 0.162A / (1-0.058A)$$

162 : น้ำหนักโมเลกุลของหน่วยแอนไฮโดรกลูโคสของเซลลูโลส

ตัวอย่างการคำนวณ

CMC สังเคราะห์โดยใช้ไอโซโพรพานอลและตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์

B = 10 ml. , C = 0.4695 N , D = 4.85 ml. , E = 0.4826 N , F = 0.5068 g.

ได้ค่า A = 4.6360299 ∴ ค่าองศาการแทนที่เท่ากับ 1.03

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2. การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

ความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออนในการทดลองที่มี *i*-PrOH และ NaOH 25 เปอร์เซ็นต์ เท่ากับ 0.10225 โมลาร์

ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร มีจำนวนโมล 0.10225 โมล

ปริมาตร 10 มิลลิลิตร มีจำนวนโมล 0.0010225 โมล

เพราะฉะนั้นเปอร์เซ็นต์การแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติกคิดได้ดังนี้

$$\text{เปอร์เซ็นต์การแตกตัว} = 100 - \left[ \frac{(\text{จำนวน โมล Cl}^- \text{ อ้างอิง} - \text{จำนวน โมล Cl}^- \text{ ของตัวอย่าง}) \times 100}{\text{จำนวน โมล Cl}^- \text{ อ้างอิง}} \right]$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์การแตกตัว} = 100 - \left[ \frac{(0.00468 - 0.0010225) \times 100}{0.00468} \right]$$

$$\text{เปอร์เซ็นต์การแตกตัว} = 21.85$$

สำหรับการทดลองอื่นทำการคำนวณเช่นเดียวกัน



ภาคผนวก ง

รูปถ่ายจากการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ (PTC) ที่มีต่อขนาดของการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลส (Alkali cellulose)



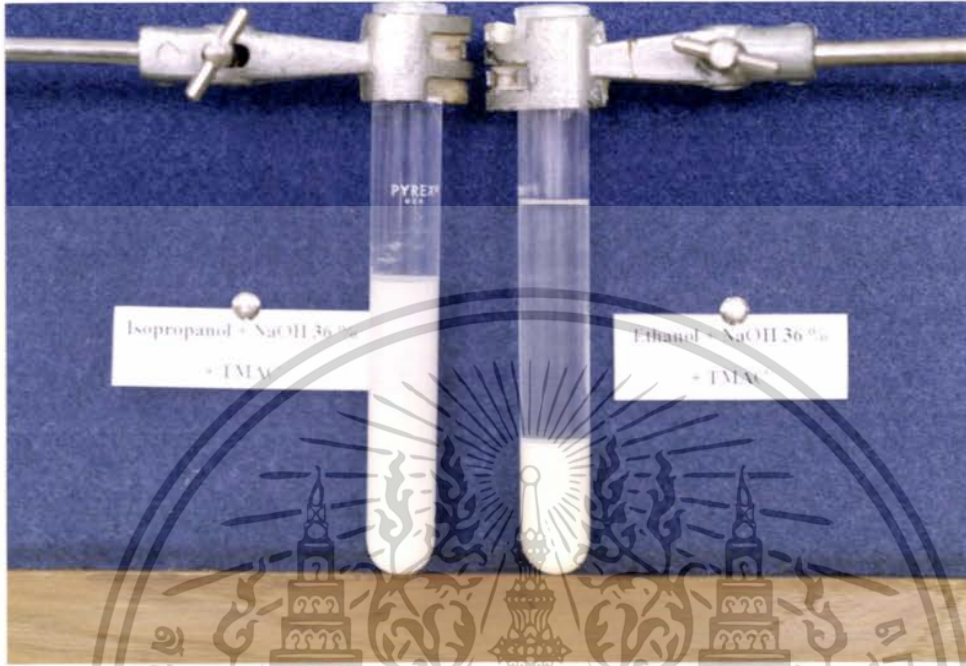
รูปที่ ง.1 รูปแสดงการเปรียบเทียบการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลสในตัวทำละลายไอโซโพรพานอลที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์และไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



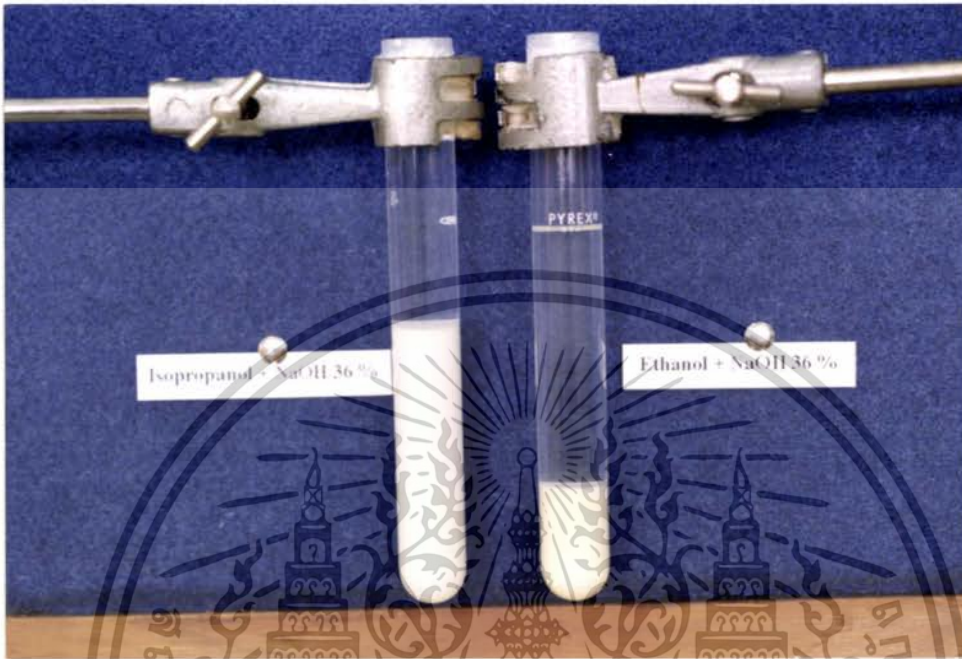
รูปที่ ง.2 รูปแสดงการเปรียบเทียบการบวมตัวของอัลคาไลเซลลูโลสในตัวทำละลายเอทานอลที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาฟอสฟอรัสเฟอรัสและไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาฟอสฟอรัสเฟอรัส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.3 รูปแสดงการเปรียบเทียบการบวมตัวของอัลควาไลเซลลูโลสที่เกิดจากการเค็มตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ระหว่างตัวทำละลายไอโซโพรพานอลกับตัวทำละลายเอทานอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.4 รูปแสดงการเปรียบเทียบการบวมตัวของอิดคาไลเซตลูโดสที่ไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ระหว่างตัวทำละลายไอโซโพรพานอลกับตัวทำละลายเอทานอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก จ

ข้อมูลและกราฟจากการศึกษาผลของตัวทำละลายอินทรีย์และความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อการแตกตัวของกรดคลอโรอะซิติก

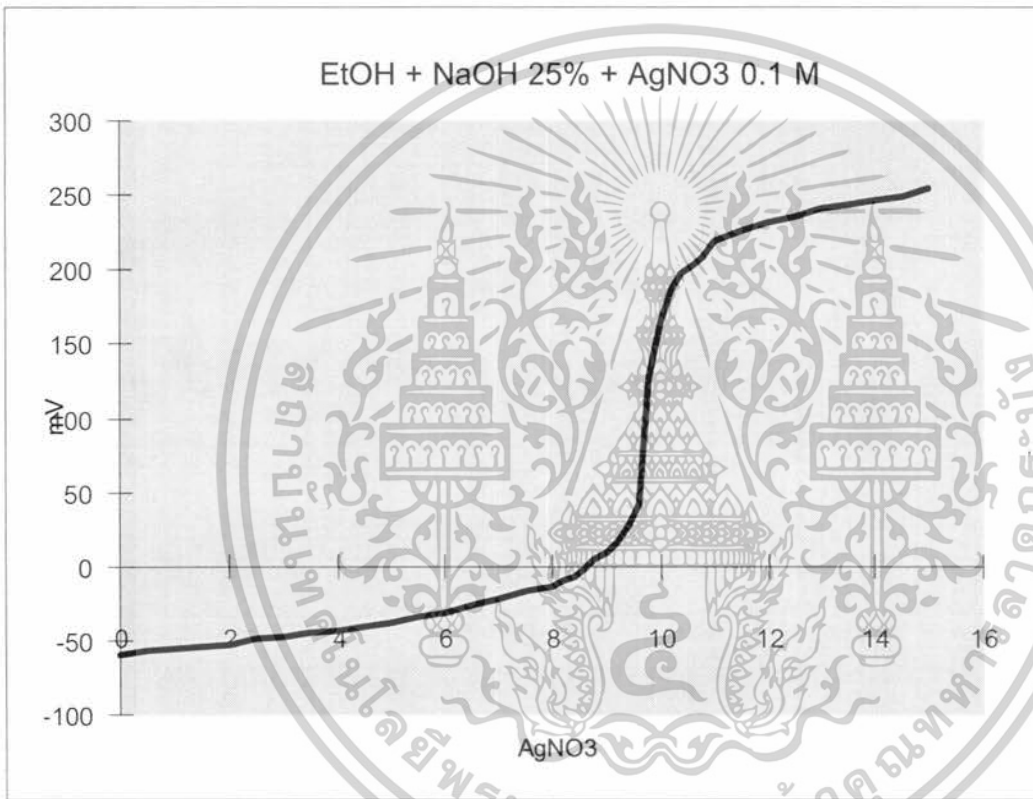
ข้อมูลและกราฟจากการทดลองในตัวทำละลายไอโซโพรพานอลและเอทานอลโดยมีความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



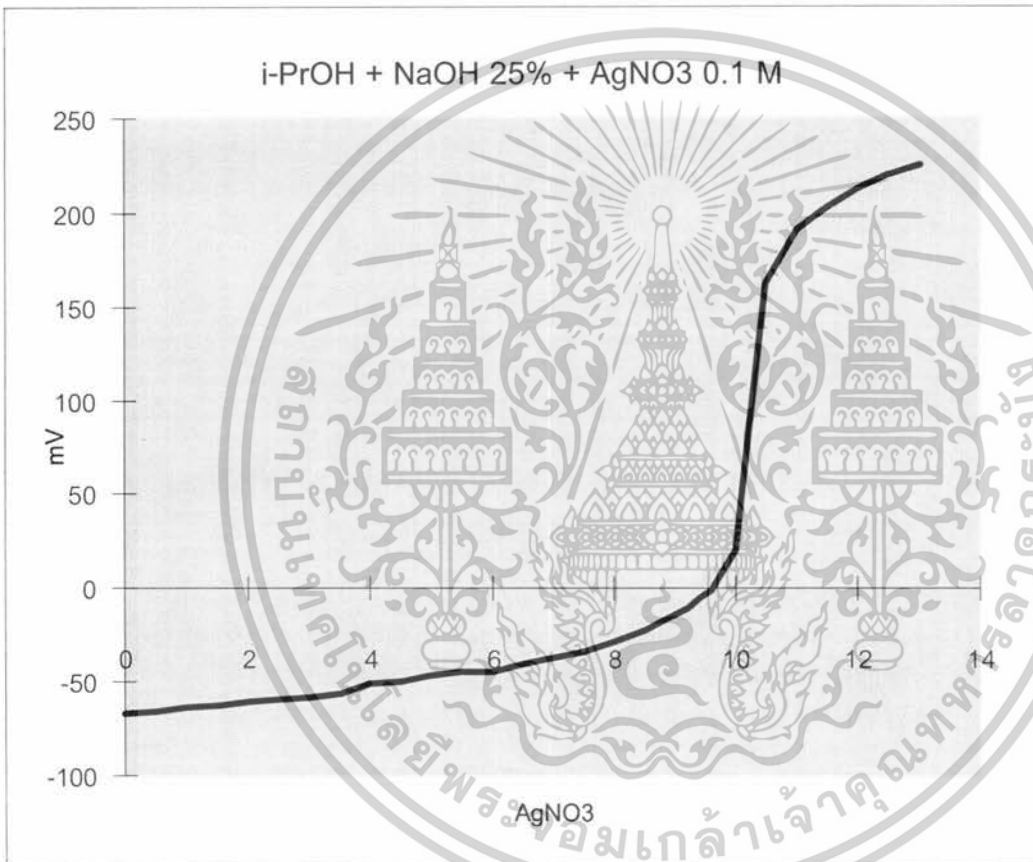
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

EtOH + NaOH 25 % + AgNO <sub>3</sub> 0.1 M				<i>i</i> -PrOH + NaOH 25 % + AgNO <sub>3</sub> 0.1 M			
AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV
0	-59.5	10.8	208.9	0	-74.3	11.5	-34.6
0.5	-56.6	11	219.2	1	-72.3	12	-30.1
1	-55.4	11.5	225.9	2	-71.1	12.5	-23.4
1.5	-54	12	231	3	-69.9	13	-17.4
2	-52.7	12.5	235.7	4	-66.7	13.5	-6.9
2.5	-49.4	13	240.1	5	-64.2	14	9.3
3	-47.3	13.5	243.3	6	-61.2	14.5	128.3
3.5	-45	14	245.8	7	-58	15	184.6
4	-42.8	14.5	248.6	8	-54.3	15.5	199
4.5	-40.3	15	254.3	9	-50.1	16	208.6
5	-37.4			9.1	-49.6		
5.5	-34.5			9.2	-48.6		
6	-30.7			9.3	-48.1		
6.5	-26.4			9.4	-47.8		
7	-21.9			9.5	-47.2		
7.5	-16.4			9.6	-46.5		
8	-13.3			9.7	-46		
8.2	-10			9.8	-45.6		
8.4	-6.6			9.9	-44.6		
8.6	-2.2			10	-44.4		
8.8	5.4			10.1	-43.9		
9	8.5			10.2	-43.4		
9.2	15.9			10.3	-42.8		
9.4	28.5			10.4	-42.3		
9.6	41.5			10.5	-41.5		
9.8	127.5			10.6	-40.9		
10	166.1			10.7	-40.3		
10.2	187.2			10.8	-39.7		
10.4	197.9			10.9	-38.7		
10.6	203.5			11	-38		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปะ 56 เนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



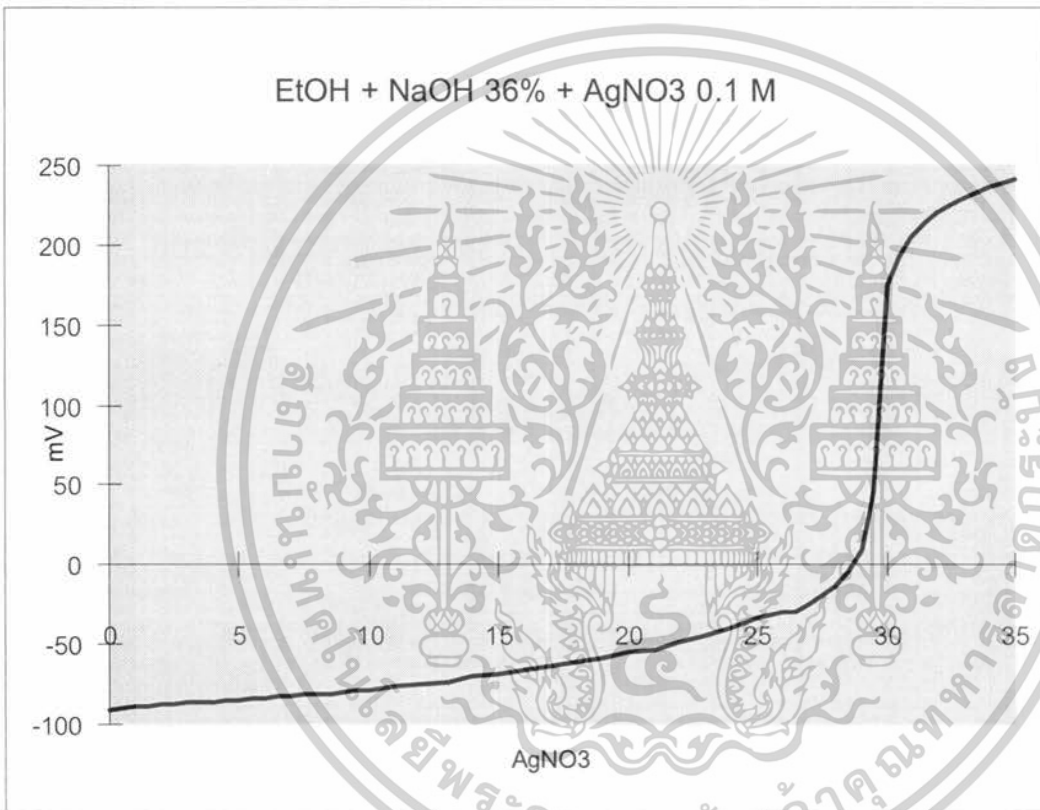
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ข้อมูลและกราฟจากการทดลองในตัวทำละลายไอโซโพรพานอลและเอทานอลโดยมีความเข้มข้น  
ของสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ 36 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก**

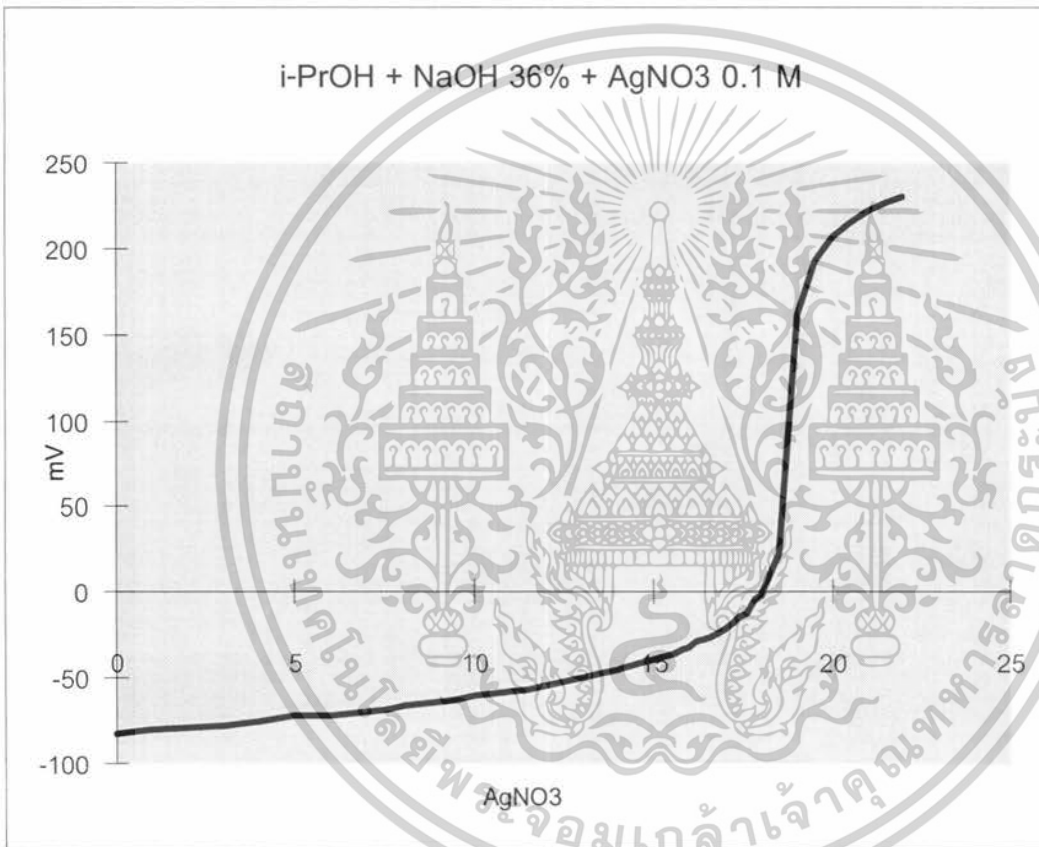


EtOH + NaOH 36% + AgNO <sub>3</sub> 0.1 M				<i>i</i> -PrOH + NaOH 36% + AgNO <sub>3</sub> 0.1 M			
AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV
0	-89.7	25	-30	0	-82.2	15.6	-35.3
1	-88.1	25.2	-29	1	-80.3	15.8	-33.6
2	-87.2	25.4	-27.9	2	-78.8	16	-31.9
3	-86	25.6	-25	3	-77.7	16.2	-29.4
4	-84.7	25.8	-24.2	4	-76	16.4	-28.2
5	-83.5	26	-19.5	5	-72.5	16.6	-26.2
6	-82.2	26.2	-17.5	6	-71.7	16.8	-23.8
7	-81	26.4	-16.5	6.5	-70.4	17	-21.3
8	-79.3	26.6	-12.9	7	-69.1	17.2	-18.3
9	-77	26.8	-11	7.5	-68	17.4	-15
10	-75.6	27	-6.5	8	-66.7	17.6	-12.2
11	-74.5	27.2	-4.4	8.5	-65.5	17.8	-4.7
12	-73.2	27.4	1.4	9	-64.3	18	-2.1
13	-71.5	27.6	5.2	9.5	-62.8	18.5	22.1
14	-68.5	27.8	6.9	10	-60.2	19	161.4
15	-66.6	28	19.6	10.5	-59.7	19.5	193
16	-64.4	28.2	37.2	11	-57.7	20	206.6
17	-61.8	28.4	51.7	11.5	-56.3	20.5	214.8
18	-60.3	28.6	90.8	12	-54.6	21	222
19	-56.7	28.8	179.6	12.5	-52.3	21.5	226.8
20	-53.6	29	203.8	13	-50.3	22	230.4
20.5	-52.1	29.5	210.2	13.5	-48		
21	-51.3	30	215.3	14	-45.6		
21.5	-48.8	30.5	217.5	14.2	-44.5		
22	-46.1	31	223.1	14.4	-43.3		
22.5	-44.1	31.5	224.6	14.6	-42.1		
23	-41.8	32	229.8	14.8	-40.9		
23.5	-39.7	33	236.5	15	-39.5		
24	-36.6	34	242.3	15.2	-38.1		
24.5	-35.1	35	249.6	15.4	-36.8		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



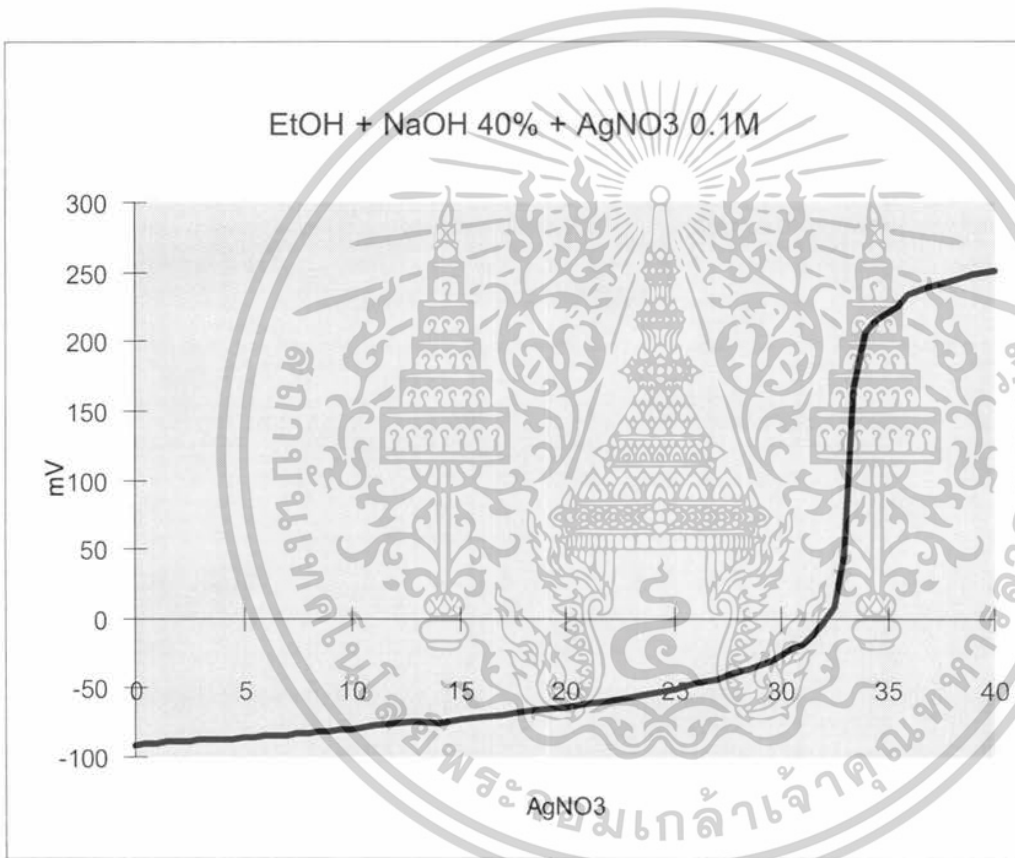
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อมูลและกราฟจากการทดลองในตัวทำละลายไอโซโพรพานอลและเอทานอลโดยมีความเข้มข้น  
ของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

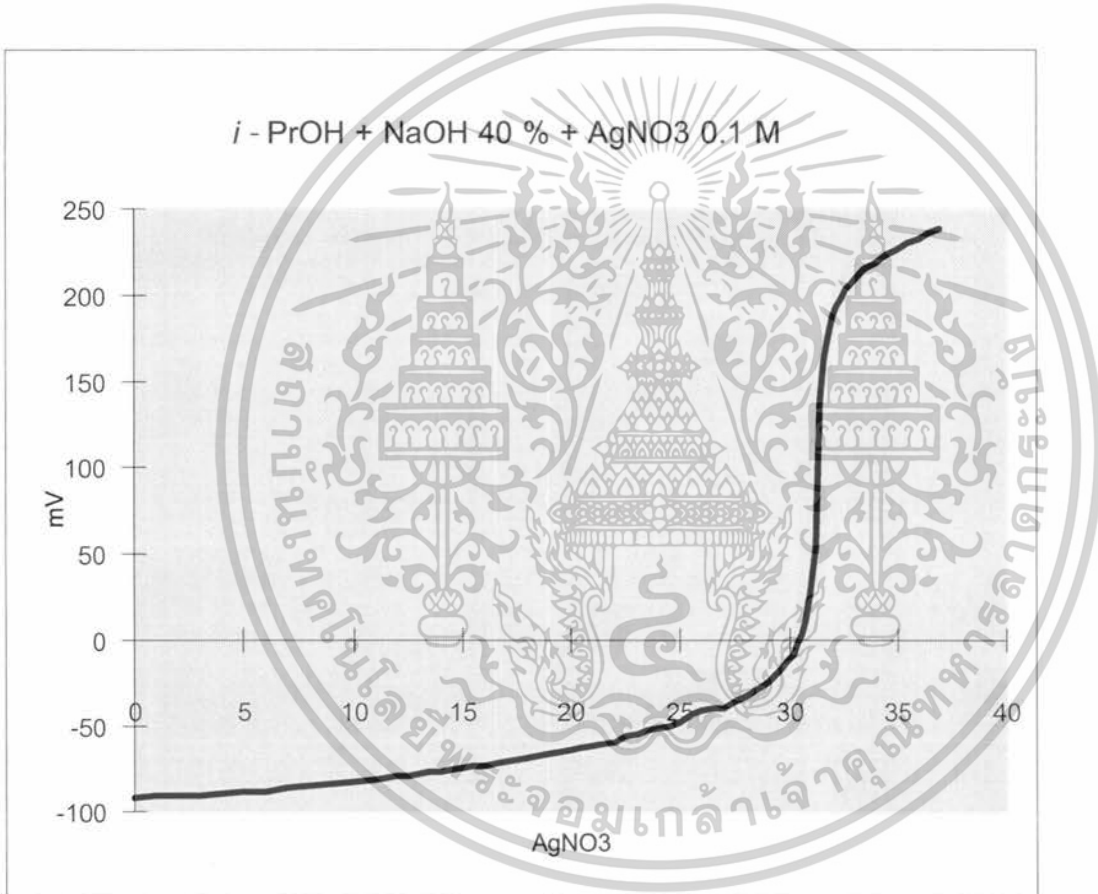


EtOH + NaOH 40 % + AgNO <sub>3</sub> 0.1 M				<i>i</i> -PrOH + NaOH 40 % + AgNO <sub>3</sub> 0.1 M			
AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV	AgNO <sub>3</sub>	mV
0	-90.9	27.5	-40.3	0	-93	15	-75
1	-89.5	28	-38.1	0.5	-93.1	15.5	-74
2	-88.8	28.5	-35.6	1	-93.2	16	-73.3
3	-88.1	29	-33	1.5	-92.9	16.5	-72.4
4	-87	29.5	-30.6	2	-92.5	17	-71.5
5	-85.5	30	-26.8	2.5	-92	17.5	-70.6
6	-84.6	30.5	-22.4	3	-91.5	18	-69.5
7	-83.4	31	-18.7	3.5	-91	18.5	-68.5
8	-82	31.2	-16.7	4	-90.4	19	-67.5
9	-80.6	31.4	-14.4	4.5	-89.9	19.5	-66.4
10	-79.3	31.6	-12.4	5	-89.2	20	-65.3
11	-77.7	31.8	-9.3	5.5	-88.7	20.5	-63.2
12	-76.2	32	-5.9	6	-88.1	21	-62.3
13	-74.7	32.2	-1.5	6.5	-87.6	21.5	-61
14	-73.2	32.4	3.1	7	-86.8	22	-60.2
15	-71.6	32.6	9	7.5	-86.1	22.5	-59
16	-69.8	32.8	14.4	8	-85.4	23	-57.4
17	-68.1	33	25.6	8.5	-84.6	23.5	-56.2
18	-66.4	33.2	46.1	9	-84	24	-55
19	-64.4	33.4	125.8	9.5	-83.9	24.5	-52.9
20	-62.4	33.6	159.7	10	-82.7	25	-51.7
21	-60.2	33.8	181.1	10.5	-82	25.5	-50
22	-57.9	34	189.3	11	-81.2	26	-48.3
23	-55.4	34.5	206.2	11.5	-80.6	26.5	-46.5
24	-52.7	35	216	12	-79.8	27	-44.2
25	-49.8	36	227.1	12.5	-79.1	27.5	-41.7
25.5	-47.9	37	235.3	13	-78.3	28	-39.2
26	-46.2	38	241.6	13.5	-77.3	28.5	-36.6
26.5	-44	39	246.5	14	-76.4	29	-32.2
27	-42.4	40	250.7	14.5	-75.6	29.5	-28.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ฉ

### สัญลักษณ์

<b>M</b>	- โมลาร์ หรือ โมลต่อลิตร
<b>N</b>	- นอร์มอล
<b>% (w/w)</b>	- หน่วยของความเข้มข้นเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
<b>E</b>	- ค่าศักย์ไฟฟ้า
<b>mV</b>	- มิลลิโวลต์เป็นหน่วยของค่าศักย์ไฟฟ้า
<b>ml.</b>	- มิลลิลิตร
<b>g.</b>	- กรัม
<b>°C</b>	- องศาเซลเซียส
<b>PTC</b>	- อักษรย่อของคำว่า Phasetransfer catalysts
<b>TMAC</b>	- เททระเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- 1) กัทรารุช มนต์วิเศษ ; วันชนะ ยินสูตร “ การศึกษาตัวแปรสำคัญในการขยายขนาดปฏิบัติการเคมีในการสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ” วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต ; ภาควิชาเคมี ; คณะวิทยาศาสตร์ ; สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ; 2540.
- 2) กุศลนา การุณยานนท์ ; นุศรา บุญประเสริฐ ; สุนันท์ อินทรปรีชา “ จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการผลิตโซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเฟสทรานสเฟอร์ ” วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต ; ภาควิชาเคมี ; คณะวิทยาศาสตร์ ; สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ; 2540.
- 3) David N. -S. Hon and Nobuo Shiraishi in Wood and Cellulosic Chemistry. pp 483-492 , Marcel Dekker Inc , New York , 1991.
- 4) Tetuo Kanematu , Himeji “ Process for producing Sodium Carboxymethylcellulose ” Japan . US.Pat . 622,391 Jun . 20 , 1984 .
- 5) Mumdouh , T. Ghannam , Nable , M. Esmail “ Rheological Properties of Carboxymethylcellulose ” J. Appl. Polym. Sci. 64 ( 2 ) . ( 1997 ) : 289-301.
- 6) Yehia , Fahmy and Mansour , Olfat “ On Carboxymethylation of cellulose ” Indian Pulp and Paper 21 ( 2 ) . ( 1966 ) : 143-151.
- 7) Yehia , Fahmy and Mansour , Olfat “ On Carboxymethylation of cellulose ” Indian Pulp and Paper 21 ( 7 ) . ( 1967 ) : 449-455.
- 8) Floyd , F.L. Ho and Damil W. Klosiewicz “ Proton NuclearMagnetic Resonance Spectrometry for Determination of Substituents and Their Distribution in Carboxymethylcellulose ” Analytical Chemistry 52 ( 6 ) . ( 1980 ) : 913-916 .
- 9) Hajime Namikoshi and Takeo Ohmiya “ Quaternary Ammonium Salt of Carboxymethylcellulose ” Japan . US.Pat 4,617,385 Oct.14 , 1986 .
- 10) ASTM Committee on Standards “ D 1439 - 83 a<sup>E1</sup> : Standard Methods of Testing Sodium Carboxymethylcellulose ” American Society for Testing and Materials , Philladelphia , 1989

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 11) Eyer , R .W . ; Klug , E.D . ; Floyd Diphuis “ Determination of Degree of Substitution of Sodium Carboxymethylcellulose ” Analytical Chem. 19 ( 1 ) . ( 1947 ) : 24-27.
- 12) Albert , Z. Conner ; Robert , W. Eyer “ Analysis of Sodium Carboxymethylcellulose ” Analytical Chem. 22 ( 9 ) . ( 1950 ) : 1129-1132.
- 13) Bhairab , Ch. Mitra ; Santi , R. Palit “ Determination of Degree of Substitution in Sodium Carboxymethylcellulose by a Reverse Dry Partition Technique ” Analytical Chemistry. 45 ( 9 ) . ( 1973 ) : 1775-1776.

