

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด เร่งปฏิกิริยาด้วย  
เออร์เบียมไตรเฟลต

HYDROTHERMAL REACTION OF CELLULOSE IN IONIC LIQUID CATALYZED  
BY  $\text{Er}(\text{OTf})_3$



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2560

KMITL-2017-EN-M-220-119

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด เร่งปฏิกิริยาด้วย  
เออร์เบียมไตรเฟลต

HYDROTHERMAL REACTION OF CELLULOSE IN IONIC LIQUID CATALYZED  
BY Er(OTf)<sub>3</sub>



ณัฐจักร วงศ์คำ  
NATTAJAK WONGKAM

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี  
คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
พ.ศ.2560

KMITL-2017-EN-M-220-119

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

HYDROTHERMAL REACTION OF CELLULOSE IN IONIC LIQUID CATALYZED  
BY  $\text{Er}(\text{OTf})_3$



NATTAJAK WONGKAM

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF  
MASTER OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
2017

KMITL-2017-EN-M-220-119

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2017

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด เร่งปฏิกิริยา  
ด้วยเออร์เบียมไตรเฟลต  
Thesis Title Hydrothermal Reaction of Cellulose in Ionic Liquid Catalyzed by Er(OTf)<sub>3</sub>  
นักศึกษา นายณัฐจักร วงศ์คำ  
รหัสประจำตัว 58601108  
ปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี  
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์  
หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2017-EN-M-220-119

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์		ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.สมหมาย	ผิวสอาด	
รศ.ดร.ประกอบ	กิจไชยา	
ผศ.ดร.พรสวรรค์	อัครแสงรัตน์	
ผศ.ดร.ญาณิพร	พัชรวิไล	
ผศ.ดร.ธนวรรณ	พิณรัตน์	

วัน / เดือน / ปี ที่สอบ วันจันทร์ที่ 17 กรกฎาคม พ.ศ. 2560 เวลา 08.00-10.00 น.  
สถานที่สอบ ณ อาคาร A ชั้น 5 ห้องประชุม 1

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
KING MONKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

คณะวิศวกรรมศาสตร์ รับรองแล้ว



(รองศาสตราจารย์ ดร. คมสัน มาลีสี)

คณบดี คณะวิศวกรรมศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
วันที่ 17 กรกฎาคม พ.ศ. 2560  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด เร่งปฏิกิริยาด้วยเออร์เบียมไทรเฟลต
นักศึกษา	นายณัฐจักร วงศ์คำ
รหัสประจำตัว	58601108
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
พ.ศ.	2560
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร. ธนวรรณ พิณรัตน์

### บทคัดย่อ

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสสามารถผลิตสารเคมีได้หลายชนิด เช่น กรดแลคติก ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลและกรดเลวูลินิก โดยเฉพาะกรดแลคติกที่สามารถใช้เป็นมอนอเมอร์ผลิตพอลิเมอร์ชนิดย่อยสลายได้ โดยทั่วไปปฏิกิริยาผลิตกรดแลคติกจากเซลลูโลสทำที่อุณหภูมิสูงการศึกษาครั้งนี้จะใช้ไอออนิกลิควิดเข้าช่วยเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 190 องศาเซลเซียส โดยมีเออร์เบียมไทรเฟลตที่มีคุณสมบัติกรดลิวอิสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้ผลิตภัณฑ์เกิดเป็นกรดแลคติก ผลิตภัณฑ์ที่ได้วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง จากการศึกษาพบว่าเมื่อละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดก่อนทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในอัตราส่วน 10 เท่าของน้ำหนักไอออนิกลิควิดต่อเซลลูโลส ระยะเวลาในการละลายเซลลูโลส 16 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเพียงพอให้เซลลูโลสละลายกับไอออนิกลิควิดได้อย่างสมบูรณ์ เมื่อทำปฏิกิริยาส่งผลให้ผลิตภัณฑ์แต่ละชนิดเปลี่ยนไปให้ปริมาณกรดแลคติกที่ลดลง แต่ทำให้ผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลเพิ่มสูงขึ้นอาจเกิดจากการเจือจางของตัวเร่ง ที่ภาวะความดันสูงขึ้นไม่ส่งผลต่อค่าร้อยละผลได้ผลิตภัณฑ์ ชนิดของแก๊สคือคาร์บอนไดออกไซด์ และไนโตรเจนให้ผลต่อปฏิกิริยาใกล้เคียงกัน ชนิดของแคทไอออนและแอนไอออนของไอออนิกลิควิดส่งผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดย 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ละลายน้ำได้ดีและให้ผลผลิตกรดแลคติกที่สูงที่สุดที่ภาวะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เวลา 30 นาที ที่ความดันเริ่มต้น 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไทรเฟลตปริมาณร้อยละ 50ของน้ำหนักเซลลูโลสเริ่มต้นให้กรดแลคติกร้อยละ 55.66และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟตให้ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลสูงที่สุดเนื่องจาก 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟตมีคุณสมบัติเป็นกรดชนิดเบรินสเตรที่มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล

Thesis	Hydrothermal Reaction of Cellulose in Ionic Liquid Catalyzed by $\text{Er}(\text{OTf})_3$
Student	Mr.Nattajak Wongkam
Student ID.	58601108
Degree	Master of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2017
Thesis Advisor	Asst. Prof. Dr. Tanawan Pinnarat

## ABSTRACT

Hydrothermal of cellulose can produce various chemicals such as lactic acid, hydroxymethylfurfural (HMF) and levulinic acid. Especially, lactic acid is a monomer, can be formed biodegradable polymers. The process of producing lactic acid from cellulose usually occurs at high temperature. Ionic liquid is used in this study for the possibility of performing reaction at temperature less than 190 °C by using Erbium triflate, which is lewis acid catalyst to form lactic acid. The products were analyzed by HPLC. The results showed that dissolved cellulose in ionic liquid prior to the hydrothermal reaction in amount of 10 time of cellulose with 16 hours of dissolution time at 120 °C resulting in change in product profile of decreasing lactic acid and increasing hydroxymethylfurfural. This might be because of ionic liquid dilute the catalyst concentration in the solution. Pressure do not affect the product yield and using gases  $\text{CO}_2$  or  $\text{N}_2$ , showed similar results. Moreover, reaction was affected by type of cation and anion of ionic liquid. The highest yield of lactic acid was obtained by using ionic liquid 1-butyl-3-methylimidazolium chloride, which is soluble in both cellulose and water with temperature of 190 °C reaction time of 30 minutes initial pressure of 10 bar  $\text{CO}_2$  Erbium triflate ( $\text{Er}(\text{OTf})_3$ ) 0.5 time cellulose or 50 wt.% cellulose weight, the yield of lactic acid is 55.66 %. 1-butyl-3-methylimidazolium hydrogen sulfate gave high yield of hydroxymethylfurfural because this ionic liquid has bronsted acid property, which help produce HMF.

## กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยความอนุเคราะห์ทุ่มเททั้งร่างกายและแรงใจของอาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์ ผู้ซึ่งคอยให้คำปรึกษาและช่วยแก้ไขปัญหา รวมทั้งใส่ใจให้โอกาสลูกศิษย์ได้ตัดสินใจและเรียนรู้ประสบการณ์การทำงานใหม่ๆอยู่เสมอ เปรียบเสมือนทั้งอาจารย์และมารดา ที่นอกจากจะคอยให้คำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัยแล้ว ยังเป็นห่วงและอบรมสั่งสอนตักเตือนให้ลูกศิษย์เป็นคนดีทั้งต่อผู้มีพระคุณและสังคม ทั้งนี้ขอขอบคุณทุนสนับสนุนการวิจัยจากสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา ปีงบประมาณ 2559 อีกทั้งยังมีผู้มีพระคุณท่านอื่นๆดังรายนามต่อไปนี้

ขอขอบคุณ รศ.ดร. ประกอบ กิจไชยา อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้กรุณาอนุเคราะห์อุปกรณ์ สารเคมีและอุปกรณ์วิเคราะห์ผลการทดลองพร้อมทั้งช่วยชี้แนะและให้คำปรึกษาปัญหาที่เกิดขึ้นในระหว่างทำงานวิจัย

ขอขอบคุณ ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ช่วยให้คำปรึกษาความรู้เกี่ยวกับพฤติกรรมและการเกิดปฏิกิริยาเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ความรู้เกี่ยวกับวิชาเคมีอินทรีย์ รวมถึงอนุเคราะห์สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ขอขอบคุณ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ และคุณพิมพ์ใจ ภูชนะกิจ เจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ให้ความช่วยเหลือในเรื่องการจัดทำเอกสารการยืมเครื่องมือของภาควิชา และแก้ปัญหาอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง ขอขอบคุณเพื่อนๆที่ห้องฯวิศวกรรมเคมีที่คอยเป็นกำลังใจให้เสมอมา

สำคัญที่สุดที่ขาดไม่ได้ ขอขอบคุณ บิดา มารดาที่อบรมสั่งสอนให้มีความอดทนและมุ่งมั่นตั้งใจในการทำงาน สนับสนุนการศึกษา ทุนทรัพย์ และกำลังใจ ซึ่งปริญญานิพนธ์เล่มนี้ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่าจะเป็นประโยชน์ต่อการวิจัยและการศึกษาในอนาคต

ณัฐจักร วงศ์คำ

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ .....	IV
สารบัญตาราง .....	VI
สารบัญรูป .....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ .....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการทดลอง.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 องค์ประกอบของเศษวัสดุชีวมวล .....	3
2.1.1 เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) .....	4
2.1.2 ลิกนิน (Lignin) .....	4
2.1.3 เซลลูโลส (Cellulose) .....	5
2.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	6
2.2.1 ไฮดรอกซีเมทิลฟูรัล(Hydroxymethylfurfural, HMF).....	7
2.2.2 เลวูลินิก (Levulinic).....	8
2.2.3 กรดแลคติก (Lactic acid).....	9
2.3 ไอออนิกลิควิด (Ionic liquid).....	12
2.3.1 ไอออนิกลิควิดกับการละลายเซลลูโลส .....	12
2.3.3 ความเป็นกรดของไอออนิกลิควิด .....	15
2.3.4 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด .....	16
บทที่ 3 วิธีการทดลองและวิธีวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	18
3.1 การทำปฏิกริยาโดยใช้เซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด.....	18
3.1.1 อุปกรณ์.....	18
3.1.2 สารเคมี.....	18
3.1.3 ขั้นตอนการทดลอง .....	18
3.2 การวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	20
3.2.1 อุปกรณ์.....	21
3.2.2 สารเคมี.....	21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.2.3 การวัดความเข้มข้นสารตัวอย่าง.....	21
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและวิเคราะห์ผล.....	23
4.1 ไอออนิกลิควิดกับการละลายเซลล์โลสและการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	23
4.2 อิทธิพลของชนิดแก๊สและความดันต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิด.....	25
4.3 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิด.....	26
4.4 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิด.....	29
4.5 อิทธิพลของชนิดไอออนิกลิควิดที่ต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โลส.....	30
4.5.1 อิทธิพลของชนิดแคทไอออนต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	31
4.5.2 อิทธิพลของชนิดแอนไอออนต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	32
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง ปัญหาและข้อเสนอแนะ.....	36
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	36
5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ.....	36
เอกสารอ้างอิง.....	38
ภาคผนวก ก อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	43
ก.1 อุปกรณ์ในการละลายเซลล์โลสกับไอออนิกลิควิด.....	43
ก.2 เครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนอุณหภูมิและความดันสูง (Auto clave).....	44
ก.3 เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography).....	44
ภาคผนวก ข การคำนวณร้อยละผลได้.....	45
ข.1 ร้อยละผลได้ของกรดแลคติก.....	45
ข.2 ร้อยละผลได้ของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล.....	46
ภาคผนวก ค การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง.....	47
ภาคผนวก ง การใช้เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	49
ภาคผนวก จ ข้อมูลผลการทดลอง.....	62
ประวัติผู้เขียน.....	69

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 ปริมาณองค์ประกอบชีวมวลแต่ละชนิด.....	3
ตารางที่ 2.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาเบสในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของกลูโคส และวัสดุชีวมวลเป็นกรดแลคติก .....	10
ตารางที่ 2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยากรดในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของกลูโคส เซลลูโลส และวัสดุชีวมวลเป็นกรดแลคติก.....	11
ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบงานวิจัยเกี่ยวกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ไอออนิกลิควิดเป็นตัวทำละลายเพื่อผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล .....	17
ตารางที่ 3.1 แสดงชนิดของไอออนิกลิควิดที่ใช้ในการทดลอง .....	19
ตารางที่ 3.2 ภาวะตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ศึกษา .....	20
ตารางที่ 4.1 แสดงอิทธิพลของความดันเริ่มต้นในการทำปฏิกิริยาและชนิดของแก๊ส.....	26
ตารางที่ 4.2 แสดงอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาและไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่อุณหภูมิสูง.....	29
ตารางที่ 4.3 แสดงอิทธิพลของกรดชนิดเบรินสต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	35
ตารางที่ จ.1 แสดงระยะเวลาในการเพิ่มและลดอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	58
ตารางที่ ฉ.1 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอิทธิพลของไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	62
ตารางที่ ฉ.2 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบเวลาในการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	63
ตารางที่ ฉ.3 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบชนิดของแก๊สและความดันต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	64
ตารางที่ ฉ.4 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอุณหภูมิและเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	65
ตารางที่ ฉ.5 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอิทธิพลปริมาณและชนิดตัวเร่งต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	66
ตารางที่ ฉ.6 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอิทธิพลของชนิดไอออนิกลิควิดไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	67
ตารางที่ ฉ.7 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอิทธิพลของกรดเบรินสต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	68

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 องค์ประกอบผนังเซลล์พืช.....	3
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส.....	4
รูปที่ 2.3 โครงสร้างทั่วไปของลิกนิน.....	4
รูปที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างพื้นฐานของลิกนิน.....	5
รูปที่ 2.5 โครงสร้างและองค์ประกอบของเซลลูโลส.....	6
รูปที่ 2.7 กลไกการให้อิเล็กตรอนจากเบสไปยังกรดชนิดลิวอิส.....	7
รูปที่ 2.8 กลไกปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของกลูโคสกลายเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล.....	8
รูปที่ 2.9 เส้นทางการเกิดปฏิกิริยาของกรดเลวูลินิก.....	8
รูปที่ 2.10 กลไกการเกิดปฏิกิริยาของกลูโคสเป็นกรดแลคติกโดยตัวเร่งชนิดเบส.....	10
รูปที่ 2.11 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยตัวเร่งกรดของแข็งชนิดลิวอิส.....	12
รูปที่ 2.15 โครงสร้างไอออนิกลิวิดชนิดอิมิดาโซเลียม.....	14
รูปที่ 2.16 กลไกการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิวิด.....	14
รูปที่ 2.12 ตัวอย่างไอออนิกลิวิดชนิดกรดลิวอิสที่มีความสามารถในการรับอิเล็กตรอนจากแอนไอออน.....	15
รูปที่ 2.13 ตัวอย่างไอออนิกลิวิดที่เกิดจากโปรตอนของแคโทไอออน.....	16
รูปที่ 2.14 ตัวอย่างไอออนิกลิวิดที่เกิดจากโปรตอนของแอนไอออน.....	16
รูปที่ 3.1 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกด้วยเครื่อง HPLC.....	20
รูปที่ 3.2 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลด้วยเครื่อง HPLC.....	21
รูปที่ 4.1 ลักษณะเซลลูโลสหลังจากละลายด้วยไอออนิกลิวิด.....	24
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิวิดต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	24
รูปที่ 4.3 อิทธิพลของเวลาในการการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิวิด.....	25
รูปที่ 4.4 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิวิดต่อ. การเกิดกรดแลคติก.....	28
รูปที่ 4.5 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิวิดต่อ. การเกิดไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล.....	28
รูปที่ 4.6 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิวิดต่อ. การเกิดกลูโคส.....	28
รูปที่ 4.7 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมโทรเฟลตที่มีต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล. ของเซลลูโลส.....	30
รูปที่ 4.8 อิทธิพลแคโทไอออนของไอออนิกลิวิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	31
รูปที่ 4.9 แสดงชนิดของไอออนิกลิวิดที่มีความยาวของหมู่แอลคิลต่างกัน.....	32
รูปที่ 4.10 อิทธิพลแอนไอออนของไอออนิกลิวิดที่มีต่อการเกิดกรดแลคติกและไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล. ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	33
รูปที่ 4.11 อิทธิพลความเป็นกรดในแอนไอออนของไอออนิกลิวิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล.....	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ก.1 อุปกรณ์ในการละลายเซลล์โลสกับไอออนิกลิควิด.....	43
รูปที่ ก.2 เครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนความดันและอุณหภูมิสูง .....	44
รูปที่ ก.3 เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography)..	44
รูปที่ ง.1 สวิตซ์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	49
รูปที่ ง.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	50
รูปที่ ง.3.1 การเปิดโปรแกรม CSW32.....	50
รูปที่ ง.3.2 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ).....	51
รูปที่ ง.3.3 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ).....	51
รูปที่ ง.4 การตั้งค่าบน RI Detector.....	51
รูปที่ ง.5.1 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่.....	52
รูปที่ ง.5.2 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ).....	52
รูปที่ ง.5.3 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ).....	53
รูปที่ ง.5.4 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ).....	53
รูปที่ ง.6.1 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์.....	54
รูปที่ ง.6.2 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ).....	54
รูปที่ ง.6.3 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ).....	55
รูปที่ ง.6.4 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ).....	55
รูปที่ ง.7 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ.....	56
รูปที่ ง.8.1 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง.....	56
รูปที่ ง.8.2 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ).....	57
รูปที่ ง.8.3 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ).....	57
รูปที่ จ.1 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึง อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส.....	58
รูปที่ จ.2 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึง อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส.....	59
รูปที่ จ.3 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึง อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส.....	59
รูปที่ จ.6 ลักษณะของอุณหภูมิที่ลดลงในช่วงการลดอุณหภูมิแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จากอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส.....	61

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญ

ความต้องการใช้วัตถุดิบที่เพิ่มขึ้นตามจำนวนประชากรโลกที่เพิ่มขึ้นและความต้องการใช้ชีวิตสะดวกสบายของมนุษย์ มนุษย์จึงคิดค้นวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่ออำนวยความสะดวกในการใช้ชีวิตและพัฒนาวิถีชีวิตความเป็นอยู่ที่ดี เช่น พลาสติก ซึ่งเป็นสิ่งที่พบได้ทั่วไป นอกจากสามารถนำมาใส่อาหารแล้วยังใช้เป็นองค์ประกอบพื้นฐานของวัสดุและสิ่งอำนวยความสะดวกรอบตัว โดยพลาสติกมีกระบวนการผลิตเริ่มต้นจากสารประกอบไฮโดรคาร์บอนจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ทำให้ความต้องการในการใช้แหล่งพลังงานและวัตถุดิบเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วโดยเฉพาะแหล่งที่ได้จากอุตสาหกรรมปิโตรเลียม ซึ่งเป็นพลังงานและวัตถุดิบที่ใช้แล้วหมดไปไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ หรืออาจใช้เวลานานในการสะสมให้สามารถกลับมาใช้ใหม่ได้ เป็นไปได้ว่าในไม่กี่ปีข้างหน้าแหล่งพลังงานบนโลกอาจจะหมดลงไป

นอกจากปัญหาพลังงานที่ใกล้หมดแล้ว ปัญหาสิ่งแวดล้อมและมลพิษก็เป็นอีกปัญหาที่มีความสำคัญ ปริมาณการปลดปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เพิ่มมากขึ้นจากการใช้ชีวิตประจำวันของมนุษย์ส่งผลให้เกิดภาวะเรือนกระจก อุณหภูมิโลกเพิ่มสูงขึ้น ต้นไม้และสิ่งมีชีวิตไม่สามารถเติบโตได้อย่างปกติ เพื่อแก้ปัญหาเหล่านี้การแทนที่พลังงานหรือวัตถุดิบที่ใช้แล้วหมดไปด้วยวัตถุดิบทดแทนที่ยั่งยืนจึงเป็นตัวเลือกที่น่าสนใจและตอบโจทย์ปัญหา หนึ่งในพลังงานหรือวัตถุดิบทดแทนที่ได้รับความนิยมคือเศษวัสดุชีวมวลหรือเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ซึ่งประเทศไทยเป็นประเทศแห่งเกษตรกรรม โดยในปี 2554-2557 สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตรรายงานว่ประเทศไทยมีพื้นที่เพาะปลูกและใช้ประโยชน์ทางการเกษตรมากถึง 150 ล้านไร่โดยคิดเป็นร้อยละ 40 ของพื้นที่ประเทศไทยทั้งหมด [1] จึงทำให้มีเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรจำนวนมากหากนำมาใช้ให้เกิดประโยชน์ก็จะเกิดความยั่งยืนของพลังงานอีกทั้งยังเพิ่มรายได้ให้เกษตรกรอีกด้วย

ส่วนประกอบหลักของเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรที่พบมากที่สุดคือ เซลลูโลสโดยมีปริมาณเฉลี่ยเกือบร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของวัสดุชีวมวล เซลลูโลสไม่สามารถละลายน้ำได้ เป็นพอลิเมอร์ที่พบมากที่สุดที่ถูกสังเคราะห์โดยธรรมชาติ [2] ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสเป็นปฏิกิริยาที่น่าสนใจที่ผลิตสารเคมีในอุตสาหกรรมที่ใช้เป็นสารตั้งต้น เช่น กรดแลคติกใช้เป็นมอนอเมอร์สำหรับผลิตพอลิเมอร์ชนิดย่อยสลายได้ และวัตถุดิบชีวภาพที่ย่อยสลายได้ เช่น ตัวทำละลายไม่มีพิษซึ่งสามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมยา และอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง [3]

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสจำเป็นต้องใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาก่อนข้างสูงเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการในปริมาณที่มาก การใช้ตัวทำละลายเพื่อให้เซลลูโลสอยู่ในวัฏภาคเดียวกับน้ำจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจในการศึกษา และไอออนิกลิควิดสามารถใช้เป็นตัวทำละลายเซลลูโลสโดยสามารถละลายพันธะพอลิแซคคาไรด์ของเซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคสซึ่งเป็นมอนอแซคคาไรด์ของเซลลูโลสได้ [4] การใช้ไอออนิกลิควิดเป็นตัวทำละลายจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจเพื่อศึกษาอิทธิพลที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

งานวิจัยครั้งนี้สนใจศึกษาอิทธิพลของไอออนิกลิควิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส โดยใช้กรดชนิดลิควิด เออร์เปียมไตรเฟลท ( $\text{Er}(\text{OTf})_3$ ) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการลดอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาเปลี่ยนเซลลูโลสให้กลายเป็นกรดแลคติกซึ่งเป็นสารที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในอุตสาหกรรมพลาสติกชีวภาพชนิดย่อยสลายได้ซึ่งเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โดยปฏิกิริยาจะทำในเครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนความดันและอุณหภูมิสูงและวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาความสามารถในการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิควิด
2. ศึกษาอิทธิพลของความดันและชนิดแก๊สที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด
3. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในไอออนิกลิควิด
4. ศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในไอออนิกลิควิด
5. ศึกษาอิทธิพลของชนิดไอออนิกลิควิดที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

## 1.3 ขอบเขตการทดลอง

1. ละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) โดยศึกษาเวลาละลาย 8 16 และ 24 ชั่วโมงเพื่อสังเกตความสามารถในการละลายและอิทธิพลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล
2. ศึกษาอิทธิพลของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และแก๊สไนโตรเจน ความดัน 5 10 และ 15 บาร์ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์
3. ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ 150-190 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 0-180 นาที ต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์
4. ศึกษาอิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไตรเฟลท ( $\text{Er}(\text{OTf})_3$ ) ร้อยละ 10 30 และ 50 โดยมวลที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์
5. ศึกษาอิทธิพลของชนิดไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส 5 ชนิด คือ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-ethyl-3-methylimidazolium chloride, [EMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-Hexyl-3-methylimidazolium chloride, [HMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต (1-butyl-3-methylimidazolium hydrogen sulfate, [BMIM]HSO<sub>4</sub>) และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมโบรไมด์ (1-butyl-3-methylimidazolium bromide, [BMIM]Br)

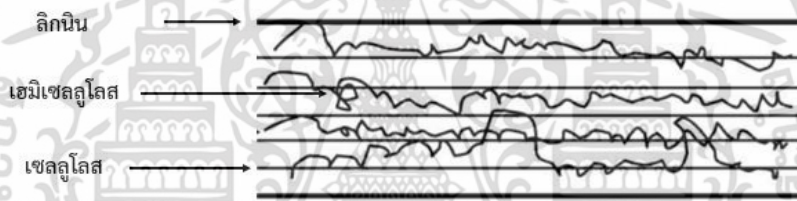
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

# ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 องค์ประกอบของเศษวัสดุชีวมวล

ผนังเซลล์พืชประกอบด้วยสารอินทรีย์ 3 ชนิดคือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน สารประกอบเหล่านี้เป็นองค์ประกอบหลักในวัสดุประเภทลิกโนเซลลูโลสซึ่งมีปริมาณแตกต่างกันตามชนิดของชีวมวลดังแสดงปริมาณองค์ประกอบในตารางที่ 2.1 โดยลักษณะโครงสร้างผนังเซลล์พืชเกิดจากการจัดเรียงโมเลกุลของเซลลูโลสเป็นสายอย่างมีระเบียบในแมทริกซ์ส่วนเฮมิเซลลูโลสจะอยู่ร่วมกับเซลลูโลสแต่มีความเป็นระเบียบที่น้อยกว่าโดยมีลิกนินเป็นกรอบของผนังเซลล์ทำให้ผนังเซลล์พืชมีความแข็งแรง ดังแสดงรูปที่ 2.1 สารองค์ประกอบทั้ง 3 ชนิดเกิดจากองค์ประกอบที่ต่างหาก โมเลกุลส่วนใหญ่ของทั้ง เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน เกิดจากพันธะที่ต่างหากกันระหว่างไฮโดรเจนกับคาร์บอน ทำให้องค์ประกอบผนังเซลล์พืชทั้ง 3 ชนิดมีคุณสมบัติ ความแข็งแรง และการนำไปใช้ประโยชน์ที่ต่างหากกัน



รูปที่ 2.1 องค์ประกอบผนังเซลล์พืช [5]

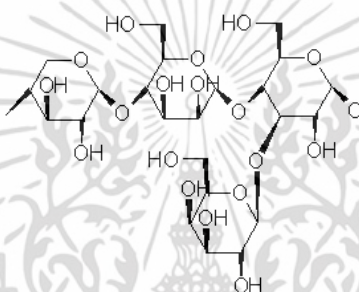
ตารางที่ 2.1 ปริมาณองค์ประกอบชีวมวลแต่ละชนิด

ประเภทของวัตถุดิบ	เซลลูโลส (%)	เฮมิเซลลูโลส (%)	ลิกนิน (%)	อ้างอิง
เปลือกถั่ว	25 – 30	25 – 30	30 – 40	[6]
แกนฝักข้าวโพด	45	35	15	[6]
ทะลายปาล์มเปล่า	41.3–46.5	25.3–33.8	27.6–32.5	[6]
ฟางข้าวสาลี	30	50	15	[6]
ใบไม้	15 – 20	80 – 85	0	[6]
ชานอ้อย	9.9	26.5	2.8	[7]
เปลือกส้ม	11.9	14.5	2.2	[7]
เปลือกกล้วย	11.5	25.5	9.8	[7]
เปลือกมะม่วง	9.2	14.5	4.3	[7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.1 เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose)

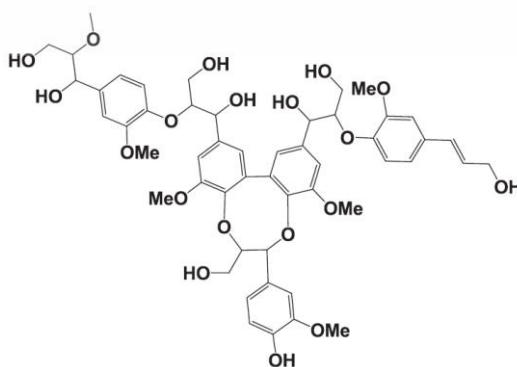
เฮมิเซลลูโลสเป็นหนึ่งในวัสดุหลักที่พบอยู่ในผนังเซลล์ของพืช เป็นพอลิแซคคาไรด์ที่สามารถแยกออกจากเนื้อเยื่อของพืชได้ง่าย ในอดีต Schulze และคณะ [8] รายงานว่าเฮมิเซลลูโลสเป็นผลิตภัณฑ์ที่ยังไม่สมบูรณ์ของเซลลูโลสจึงเรียกว่าเฮมิเซลลูโลสซึ่งเป็นรายงานที่ผิดพลาดแต่ยังใช้เรียกกันทั่วไปในการใช้เพื่ออ้างถึงพอลิแซคคาไรด์ที่ไม่ใช่แป้ง ปัจจุบันงานวิจัยเกี่ยวกับเฮมิเซลลูโลสมีวัตถุประสงค์หลักในการใช้เป็นวัตถุดิบทดแทน โดยศึกษาการเปลี่ยนเฮมิเซลลูโลสให้เป็นสารผลิตภัณฑ์อื่น เช่น น้ำตาล สารเคมีตั้งต้นพลังงาน และแหล่งให้พลังงานความร้อน เป็นต้น เนื่องจากเฮมิเซลลูโลสมีค่าอันดับพอลิเมอร์ไรเซชัน (Degree of polymerization) ที่น้อยกว่าเซลลูโลสดังนั้นจะถูกไฮโดรไลซ์เป็นมอนอแซคคาไรด์ได้ง่ายด้วยน้ำร้อนหรือเบส Aspinall และคณะ [9] ระบุว่าเฮมิเซลลูโลสเป็นพอลิแซคคาไรด์ของ ไซโลส (Xylose) แมนโนส (Mannose) และกลูโคส (Glucose) โดยรูปร่างโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลสแสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส [9]

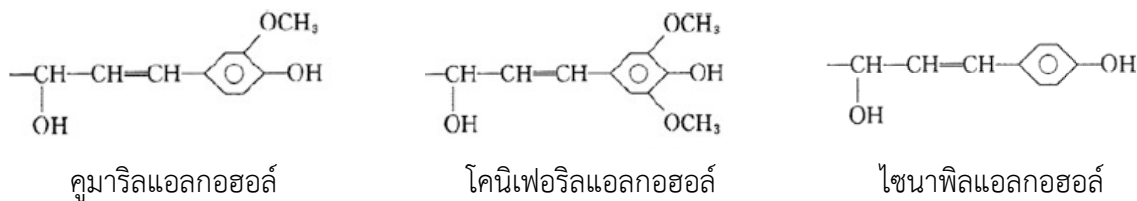
### 2.1.2 ลิกนิน (Lignin)

ลิกนินเป็นหนึ่งในพอลิเมอร์ที่มีปริมาณมากที่สุดถัดมาจากเซลลูโลสและไม่สามารถละลายน้ำได้ พบในเศษวัสดุเหลือทิ้งบางชนิดสูงถึงร้อยละ 40 พบบริเวณผนังเซลล์ของพืชมีโครงสร้างที่ประกอบด้วยโมเลกุลที่เป็นวงแหวนต่อกันแบบสุ่มมีลักษณะเป็นโครงสร้าง 3 มิติ เชื่อมต่อกันด้วยพันธะอีเธอร์หรือพันธะเอสเธอร์หรือคาร์บอนระหว่าง 2 โมเลกุลแสดงดังรูปที่ 2.3 ซึ่งจากการต่อกันของวงแหวนแบบสุ่มนี้ทำให้ผนังเซลล์คนละชั้นของพืชที่แม้แต่อยู่ในไซเลม (Xylem) เดียวกันก็สามารถมีโครงสร้างต่างกันได้ [10] ลิกนินสามารถแบ่งออกเป็น 3 กลุ่มตามมอนอเมอร์ที่ต่างกันได้แก่ คูมาริล (Coumaryl alcohol) โคนิเฟอร์ิล (Coniferyl alcohol) ไชนาพิล (Sinapyl alcohol) ตามรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.3 โครงสร้างทั่วไปของลิกนิน [11]

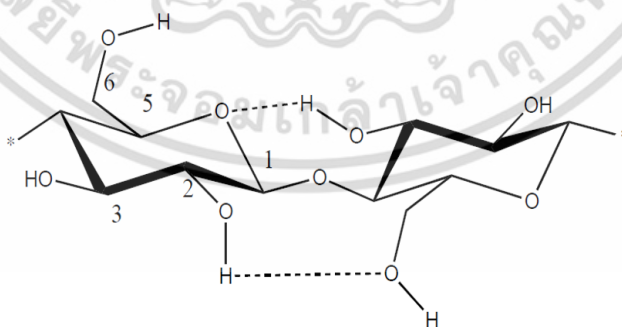
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับงานวิจัยเท่านั้น เมื่อผู้จัดทำให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 หน่วยโครงสร้างพื้นฐานของลิกนิน [12]

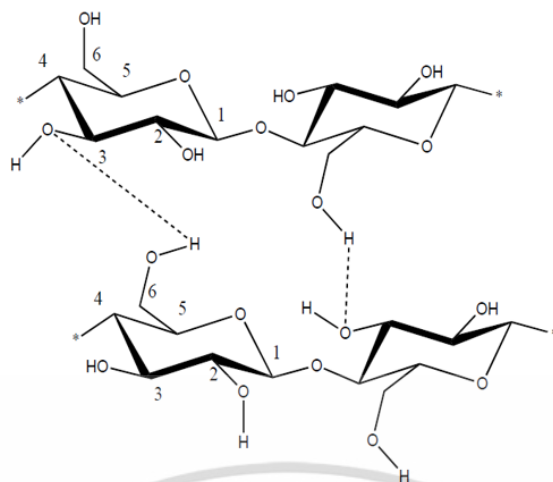
### 2.1.3 เซลลูโลส (Cellulose)

เซลลูโลสเป็นองค์ประกอบที่พบมากที่สุดที่สุดในเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรโดยมีปริมาณเฉลี่ยเกือบร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของวัสดุชีวมวล เซลลูโลสเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ของกลูโคสต่อกันเป็นสายยาว มีสูตรทางเคมี  $(C_6H_{10}O_5)_n$  โดยตัว  $n$  เรียกว่าดีกรีของความเป็นพอลิเมอร์ขึ้นกับปริมาณหน่วยที่ยึดเกาะกันของกลูโคสอาจมีปริมาณ 100 ถึง 10,000 หน่วยขึ้นกับแหล่งกำเนิดของเซลลูโลสและหน่วยของเซลลูโลสที่ประกอบรวมกันเรียกว่าเซลลูไบโอส เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ที่พบมากที่สุดที่ถูกสังเคราะห์โดยธรรมชาติ [2] และไม่สามารถละลายน้ำได้ซึ่งเกิดจากแรงพันธะหมู่ไฮดรอกซิลของพันธะไฮโดรเจนซึ่งเกิดขึ้นจาก 2 ส่วนคือส่วนที่เกิดจากแรงภายในโมเลกุล (Intramolecular) ระหว่างอะตอมของคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 กับตำแหน่งที่ 2 และส่วนที่เกิดจากแรงระหว่างโมเลกุลกับโมเลกุล (Intermolecular) ระหว่างอะตอมคาร์บอนตำแหน่งที่ 3 กับตำแหน่งที่ 6 ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ทำให้เซลลูโลสมีพันธะไฮโดรเจนที่แข็งแรงมาก หากยังมีพันธะไฮโดรเจนจำนวนมาก ยิ่งทำให้ดีกรีของความเป็นพอลิเมอร์สูง ส่งผลให้เซลลูโลสละลายน้ำได้ยากขึ้น อย่างไรก็ตามเซลลูโลสสามารถนำไปทำปฏิกิริยาเพื่อได้ผลิตภัณฑ์ที่เกิดประโยชน์ได้อย่างกว้างขวาง เช่น ปฏิกิริยาไพโรไลซิส (Pyrolysis) ปฏิกิริยาการเผาไหม้ (Combustion) และปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal) เป็นต้น โดยเฉพาะปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่นอกจากสามารถเปลี่ยนเซลลูโลสเป็นสารตั้งต้นที่ใช้ในอุตสาหกรรมได้แล้ว ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสยังสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ในเซลลูโลสที่มีความชื้นสูงโดยไม่จำเป็นต้องผ่านการกระบวนการทำให้แห้ง [13]



ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

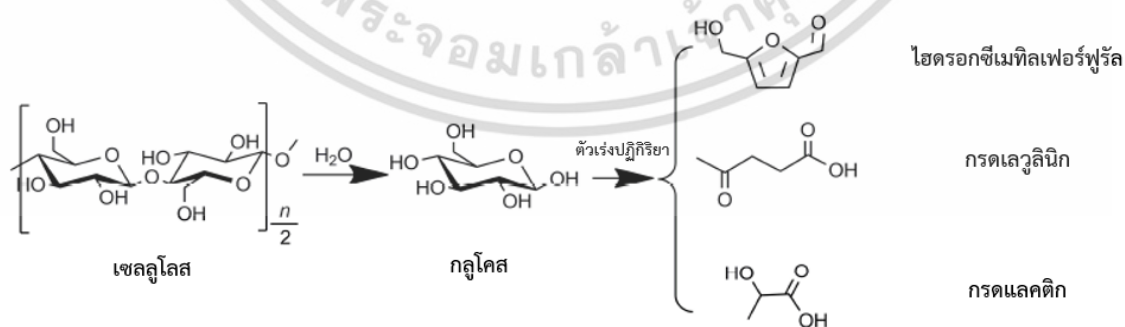


ข

รูปที่ 2.5 โครงสร้างและองค์ประกอบของเซลลูโลส ก) พันธะไฮโดรเจนภายในโมเลกุลระหว่างคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 กับตำแหน่งที่ 2 ข) พันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลระหว่างคาร์บอนตำแหน่งที่ 3 กับตำแหน่งที่ 6 [14]

## 2.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

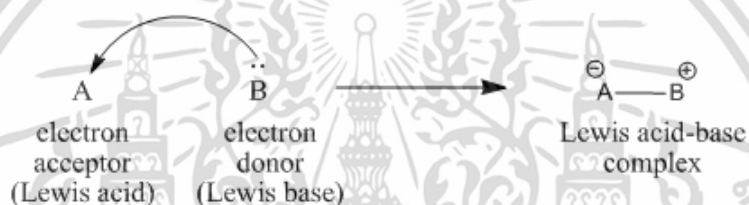
ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส คือการทำปฏิกริยาระหว่างเซลลูโลสกับน้ำ ผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากการทำปฏิกริยา คือ ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (Hydroxymethylfurfural, HMF) กรดเลวูลินิก (Levulinic acid) และกรดแลคติก (Lactic acid) [4] ตามรูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกริยาจะเริ่มจากเกิดปฏิกริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) เซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคสโดยมีน้ำเป็นตัวเร่งปฏิกริยา เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงกว่า 190 องศาเซลเซียส น้ำจะสามารถแตกตัวกลายเป็นโปรตอนเข้าไปทำปฏิกริยากับเซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคส [15,16] จากนั้นกลูโคสจึงถูกทำปฏิกริยาต่อโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาเพื่อเปลี่ยนเป็น ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล กรดเลวูลินิก หรือกรดแลคติก ซึ่งชนิดของตัวเร่งปฏิกริยาจะเป็นตัวกำหนดผลิตภัณฑ์ว่าจะเป็นชนิดใด



รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสสามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิดหลักคือ ปฏิกิริยาที่เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและปฏิกิริยาที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยปฏิกิริยาที่ใช้กรดสามารถแบ่งเป็น 2 ชนิดย่อยคือเป็นปฏิกิริยาที่ใช้กรดชนิดเบรินสเตต (Brønsted acid) และปฏิกิริยาที่ใช้กรดชนิดลิวอิส (Lewis acid) ความแตกต่างของปฏิกิริยาเกิดจากลักษณะเฉพาะตัวของกรดที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยคำนิยามของเบรินสเตตกล่าวไว้ว่ากรดคือสารที่มีความสามารถให้โปรตอนกับเบส เช่น กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ที่สามารถให้โปรตอนกับน้ำได้ เป็นต้น ส่วนคำนิยามของลิวอิสจะพิจารณาความเป็นกรดเบสของสารจากความสามารถในการรับและให้คู่อิเล็กตรอน (Electron pair) ซึ่งกล่าวไว้ว่ากรดหมายถึงสารที่มีความสามารถรับคู่อิเล็กตรอน (Electron pair acceptor) และเบสหมายถึงสารที่มีความสามารถในการให้คู่อิเล็กตรอน (Electron pair donor) แสดงดังรูปที่ 2.7 กรดชนิดลิวอิสที่พบบ่อยที่สุดมักเกิดจากสารประกอบของโลหะทรานส์ซิชัน (Transition metal) [17] เช่น คอปเปอร์ไอออน ( $\text{Cu}^{2+}$ ) ซิงก์ไอออน ( $\text{Zn}^{2+}$ ) และไอออนของแมงกานีส ( $\text{Mn}^{2+}$ ) เป็นต้น



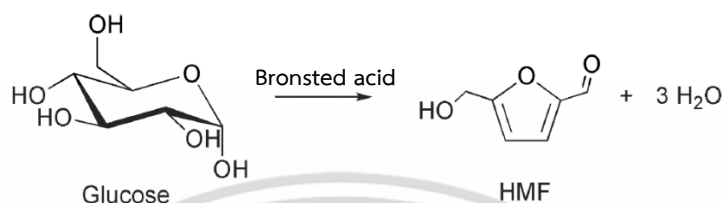
รูปที่ 2.7 กลไกการให้อิเล็กตรอนจากเบสไปยังกรดชนิดลิวอิส [18]

### 2.2.1 ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล (Hydroxymethylfurfural, HMF)

ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล (Hydroxymethylfurfural, HMF) เป็นหนึ่งในวัตถุดิบเฟอร์ฟูรัลที่ได้จากการทำปฏิกิริยาของเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ประกอบด้วยวงแหวนของหมู่แอลกอฮอล์ แอลดีไฮด์ และวงแหวนเฟอร์ฟูรัล ซึ่งไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างหลากหลาย เช่น สามารถนำไปผลิตเป็นเรซิน เป็นมอนอเมอร์ของพอลิเอสเตอร์ (Polyester) ใช้เป็นตัวทำละลาย และใช้เป็นเชื้อเพลิงเหลวที่ใช้ในเครื่องยนต์ขนส่งสินค้า ซึ่งให้ค่าความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าเชื้อเพลิงที่ผสมเอทานอล (Ethanol) ถึงร้อยละ 40 กลไกการเกิดปฏิกิริยาจะเริ่มจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) เซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคสโดยมีน้ำเป็นตัวทำปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิสูงกว่า 190 องศาเซลเซียส น้ำจะสามารถแตกตัวกลายเป็นโปรตอนเข้าไปทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคส [15,16] จากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยให้กลูโคสเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (Dehydration) ให้กลายเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลดังแสดงในรูปที่ 2.8 Nandiwale และคณะ [19] รายงานว่าเมื่อใช้เมโซพอร์รัส HZSM-5 ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งของแข็งมีความสามารถเป็นกรดเบรินสเตตเมื่อนำไปทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสในน้ำสามารถเปลี่ยนเซลลูโลสให้กลายเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส สามารถให้ผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลอยู่ที่ร้อยละ 37 และเมื่อเพิ่มขึ้นเป็น 200 องศาเซลเซียสจะสามารถเพิ่มผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลได้สูงถึงร้อยละ 77 จากงานวิจัยนี้ชี้ให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นจะสามารถทำให้เซลลูโลสถูกไฮโดรไลซ์กลายเป็นกลูโคสได้ดีขึ้นทำให้ปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

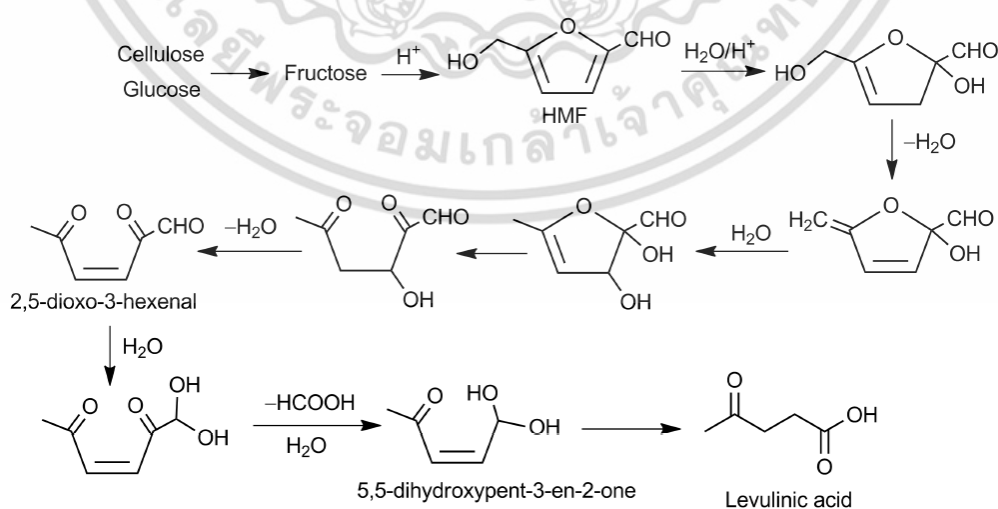
เกิดผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลมากขึ้นตาม อย่างไรก็ตาม Nandiwale และคณะได้รายงาน ภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาสำหรับการผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นพบว่าไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลจะถูกสลายตัวให้กลายเป็นกรดเลวูลินิก และฮิวมินส์ (Humins) แทนซึ่งฮิวมินส์นั้นเป็นสารอินทรีย์ที่ไม่สามารถละลายน้ำและเป็นผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการ



รูปที่ 2.8 กลไกปฏิกิริยาดีไฮเดรชันของกลูโคสกลายเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล [20]

## 2.2.2 เลวูลินิก (Levulinic)

กรดเลวูลินิกเป็นสารที่ประกอบด้วยหมู่คีโตนและคาร์บอกซิลิก มีชื่อเรียกทางเคมีว่า 4-ออกโซเพนทาโนอิก แอซิด (4-oxopentanoic acid) สามารถผลิตได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของน้ำตาลเฮกซอส หรือน้ำตาลคาร์บอน 6 โมเลกุล กรดเลวูลินิกสามารถใช้เป็นสารขั้นต้นในการผลิตสารชนิดอื่นที่มีคุณค่าและมีความสำคัญ (Building Block) รวมไปถึงการนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตพอลิเมอร์ Weingarten และคณะ [21] สามารถผลิตกรดเลวูลินิกจากเซลลูโลส โดยใช้แอมเบอร์ลิส 70 (Amberlyst 70) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาให้ผลผลิตของกรดเลวูลินิกร้อยละ 28 ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง กระบวนการสังเคราะห์กรดเลวูลินิกที่นิยมศึกษาคือการนำกลูโคสหรือเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยาในน้ำ โดยมีกรดชนิดเบรินสเตรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กลูโคสจะถูกดีไฮเดรชันกลายเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลก่อนจะไฮโดรไลส์ กลายเป็นกรดเลวูลินิกและกรดฟอร์มิกตามรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 เส้นทางการเกิดปฏิกิริยาของกรดเลวูลินิก [4]

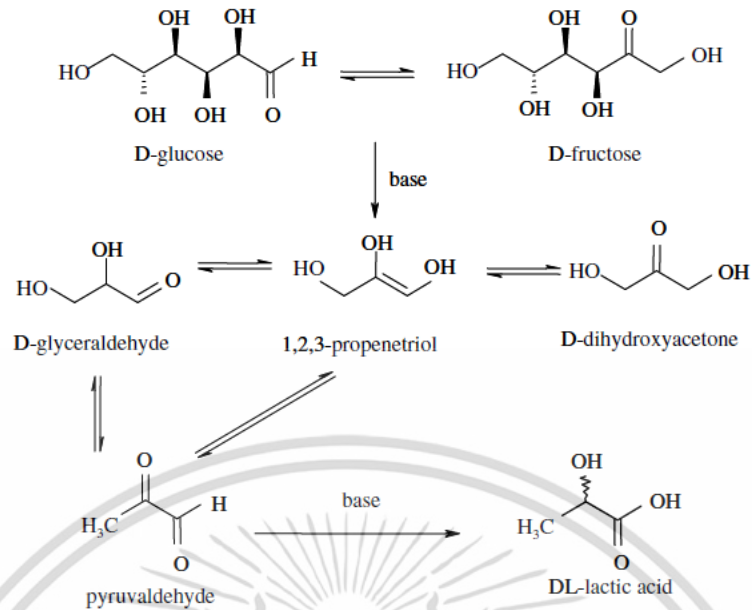
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.2.3 กรดแลคติก (Lactic acid)

กรดแลคติก หรือกรดนม (Milk acid) เป็นกรดคาร์บอกซิลิกของคาร์บอน 3 อะตอม มีชื่อเรียกทางเคมีคือ 2-ไฮดรอกซีโพรพานอิก แอซิด (2-Hydroxypropanoic acid) เป็นของเหลวไม่มีสี ละลายน้ำสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย เช่น ในอุตสาหกรรมอาหารใช้กรดแลคติกในการหมักนมเปรี้ยวและโยเกิร์ต ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางกรดแลคติกถูกนำไปผสมกับผลิตภัณฑ์บำรุงผิว เพื่อเร่งการผลิตผิวใหม่ ให้ความชุ่มชื้น และลดการเกิดสิว และในปัจจุบันนักวิจัยสนใจศึกษาการผลิตกรดแลคติกเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากกรดแลคติกสามารถนำไปใช้เป็นมอนอเมอร์สำหรับผลิตพอลิเมอร์ชนิดย่อยสลายได้ กรดแลคติกสามารถผลิตได้ทั้งจากการหมักของจุลินทรีย์ และวิธีการสังเคราะห์ทางเคมี ซึ่งในปัจจุบันอุตสาหกรรมนิยมใช้การหมักในการเปลี่ยนเซลลูโลสเป็นกรดแลคติก เพราะกระบวนการหมักสามารถใช้เศษวัสดุทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้นและให้ร้อยละผลได้ของกรดแลคติกสูง (มากกว่าร้อยละ 80) [22] อีกทั้งกรดแลคติกที่ได้จากการหมักให้ผลผลิตที่มีความบริสุทธิ์สูงทำให้ประหยัดค่าใช้จ่ายในขั้นตอนการทำให้แลคติกบริสุทธิ์ [23] แต่การเตรียมกรดแลคติกจากการหมักจำเป็นต้องควบคุมอุณหภูมิและค่าความเป็นกรด-ด่าง ให้เหมาะสมต่อการดำรงชีวิตของแบคทีเรียแต่ละชนิด และกระบวนการหมักโดยใช้แบคทีเรียมีข้อเสียคือใช้เวลานานอย่างน้อย 2-8 วัน ในการสังเคราะห์ [24] นักวิจัยจึงศึกษาการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ทางเคมี เพื่อลดระยะเวลาในการผลิตและควบคุมภาวะของกระบวนการที่ง่ายกว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการหมัก

#### 2.2.3.1 การผลิตกรดแลคติกจากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส

กรดแลคติกสามารถผลิตได้ด้วยตัวเร่งชนิดเบสแก่โดยใช้สารตั้งต้นเป็นกลูโคส ซึ่งเป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลส มีกลไกการเกิดปฏิกิริยาตั้งรูปที่ 2.10 โดยเบสแก่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำได้ง่ายและมีราคาถูก จึงทำให้มีนักวิจัยสนใจที่จะนำมาศึกษาดังแสดงในตารางที่ 2.2 Yan และคณะ [25] ทำการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของกลูโคสโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสให้ผลผลิตกรดแลคติกร้อยละ 27 และร้อยละ 20 ตามลำดับ ซึ่งจะพบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบสให้ผลผลิตของกรดแลคติกค่อนข้างต่ำ แม้จะใช้สารตั้งต้นเป็นกลูโคส ซึ่งเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายกว่าเซลลูโลสที่เป็นสารพอลิเมอร์ของกลูโคส อีกทั้งยังจำเป็นต้องใช้เบสที่มีความเข้มข้นสูงในการเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอาจเกิดปัญหาเหลือทิ้งและมลพิษจากตัวเร่งปฏิกิริยาได้ แต่อย่างไรก็ตาม Sanchez และคณะ [26] ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของซังข้าวโพดที่มี เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินเป็นองค์ประกอบ โดยใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นตัวเร่งเบสชนิดของแข็งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าได้ผลผลิตกรดแลคติกร้อยละ 45 ที่อุณหภูมิสูง 300 องศาเซลเซียสซึ่งจากการศึกษาตัวเร่งชนิดเบสแสดงให้เห็นว่าสำหรับผลิตกรดแลคติกยังให้ผลผลิตที่ไม่สูงไม่เหมาะกับการนำมาใช้ทำปฏิกิริยามากนัก



รูปที่ 2.10 กลไกการเกิดปฏิกิริยาของกลูโคสเป็นกรดแลคติกโดยตัวเร่งชนิดเบส [27]

ตารางที่ 2.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาเบสในการทำปฏิกิริยาไฮดรอกซีเมทัลของกลูโคส และวัสดุชีวมวลเป็นกรดแลคติก

สารตั้งต้น	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (ชั่วโมง)	ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา/ปริมาณตัวเร่ง	ร้อยละ ผลได้	อ้างอิง
กลูโคส	300	0.02	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)/ 2.5 โมลต่อลิตร	27	[25]
กลูโคส	50	8.00	ไฮดรอลิไซต์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Hydrotalcite-NaOH)/ 300 มิลลิกรัม	20	[28]
กลูโคส	300	0.02	แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH) <sub>2</sub> )/ 0.32 โมลต่อลิตร	20	[25]
ซังข้าวโพด	300	0.50	แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH) <sub>2</sub> )/ 0.7 โมลต่อลิตร	45	[26]

\*หมายเหตุ : ไม่มีข้อมูลของความดันในการทำปฏิกิริยา

### 2.2.3.2 การผลิตกรดแลคติกจากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด

สำหรับการผลิตกรดแลคติกจากปฏิกิริยาไฮดรอกซีเมทัลของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดสามารถทำได้โดยการใช้ตัวเร่งกรดชนิดลิวอิสดังแสดงในตารางที่ 2.3 Chambon และคณะ [29] ศึกษาปฏิกิริยาของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งทั้งกรดชนิดเบรินสเตดและกรดชนิดลิวอิส พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดเบรินสเตดไม่มีส่วนช่วยในการสลายพันธะพอลิเมอร์ของเซลลูโลสแต่ช่วยเพิ่มไฮโดรเจนไอออน (H<sup>+</sup>) ทำให้ปฏิกิริยาเกิดผลิตภัณฑ์เป็น ไฮดรอกซีลิกเมทิลเฟอฟูรัลและกรดเลวูลินิก แต่ตัวเร่งของแข็งกรดชนิดลิวอิสเกิดกลไกที่แตกต่าง กรดลิวอิสช่วยในการสลายพันธะพอลิเมอร์ของเซลลูโลสและลดปริมาณของออลิโกเมอร์ ชนิดละลายน้ำได้โดยการเปลี่ยนเป็นกรดแลคติกตามรูปที่ 2.11 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Tang และคณะ [30] ผลิตรวดแลคติกจากเซลลูโลสโดยใช้ อลูมินาที่มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งกรดชนิดกรดลิวอิสที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียสให้ร้อยละผลได้กรดแลคติกที่ค่อนข้างต่ำที่ร้อยละ 27 และยังใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่นานถึง 24 ชั่วโมง Wang และคณะ [31] รายงานว่าเออร์เบียมไทรเฟลท (Er(OTf)<sub>3</sub>) สารประกอบของโลหะชนิดแลนทาไนด์ (Lanthanide) ที่มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิวอิส มีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนเซลลูโลสให้เป็นกรดแลคติกใช้เซลลูโลสตั้งต้น 0.1 กรัม น้ำ 30 มิลลิลิตร ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.05 กรัม ความดัน 20 บาร์ ที่เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ได้ผลผลิตกรดแลคติกสูงถึงร้อยละ 89.6 และสามารถนำตัวเร่งปฏิกิริยากลับมาใช้ใหม่ได้ถึง 5 ครั้งโดยที่ไม่มีการสูญเสียประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา Lei และคณะ [32] ศึกษาการทำปฏิกิริยาผลิตรวดแลคติกเพิ่มเติมโดยการใส่วัสดุชีวมวลเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดแลนทาไนด์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมคลอไรด์ (Er(Cl)<sub>3</sub>) สามารถเปลี่ยนเซลลูโลสให้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดแลคติกร้อยละ 91.1 และพบว่าวัสดุชีวมวลเป็นกรดแลคติกได้โดยตรง แต่อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นสำหรับการผลิตรวดแลคติก จากงานวิจัยที่ผ่านมาจำเป็นต้องใช้อุณหภูมิสูงในการทำปฏิกิริยาจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจหากสามารถลดอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาลงได้ งานวิจัยนี้จึงศึกษาความเป็นไปได้ของการผลิตรวดแลคติกจากเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำแต่ยังมีร้อยละผลได้ของผลผลิตที่สูงเป็นที่น่าพอใจ โดยมีแนวคิดที่ว่าหากนำเซลลูโลสมาละลายในตัวทำละลาย ก่อนนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลอาจทำให้การทำปฏิกิริยาและผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้เพิ่มมากขึ้น

### ตารางที่ 2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยากรดในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของกลูโคส เซลลูโลส และวัสดุชีวมวลเป็นกรดแลคติก

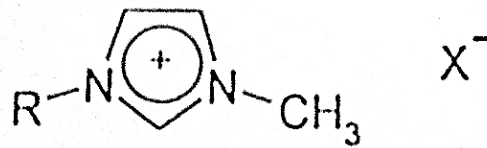
สารตั้งต้น	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) / ความดัน (บาร์)	เวลา (ชั่วโมง)	ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา/ปริมาณตัวเร่ง	ร้อยละผลได้	อ้างอิง
กลูโคส	170/30	2	ตะกั่ว (Pb <sup>2+</sup> )/0.14 มิลลิโมล	71.0	[33]
เซลลูโลส	190/50	24	อะลูมินา (AlW)/ ร้อยละ 42.5 โดยมวลเซลลูโลสเริ่มต้น	27.0	[30]
เซลลูโลส	240/20	0.5	เออร์เบียมไทรเฟลท (Er(OTf) <sub>3</sub> )/ ร้อยละ 50 โดยมวลเซลลูโลสเริ่มต้น	89.6	[31]
เซลลูโลส	240/20	0.5	เออร์เบียมไทรเฟลท (Er(Cl) <sub>3</sub> )/ ร้อยละ 50 โดยมวลเซลลูโลสเริ่มต้น	91.1	[32]
ชานอ้อย	190/30	24	ตะกั่ว (Pb <sup>2+</sup> )/0.14 มิลลิโมล	62.0	[33]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

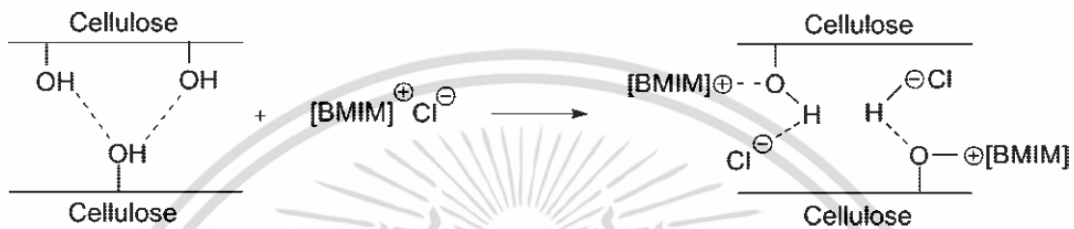


ลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ([BMIM]Cl) สำหรับความสามารถในการละลายเซลลูโลส ในอุณหภูมิต่างๆ พบว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะส่งผลให้เซลลูโลสสามารถละลายในไอออนิกลิควิดได้ดีขึ้น ที่อุณหภูมิ 70 80 และ 100 องศาเซลเซียส 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ([BMIM]Cl) สามารถละลายเซลลูโลส ได้ร้อยละ 3 5 และ 10 โดยมวลตามลำดับ และจะสามารถเพิ่มสูงขึ้นอย่างมากหากทำการละลายเซลลูโลส ในไอออนิกลิควิดด้วยคลื่นไมโครเวฟ โดย 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ([BMIM]Cl) สามารถละลาย เซลลูโลสได้ในปริมาณสูงถึงร้อยละ 25 น้ำหนักโดยมวลของไอออนิกลิควิด นอกจากนี้ Phillips และคณะ [38] ศึกษาเกี่ยวกับความสามารถในการละลายของเซลลูโลสเช่นเดียวกันโดยทำการทดลองละลายใยผ้า ไหม (Bombyx mori Silk Fibroin) กับไอออนิกลิควิดโดยใช้อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสในการละลายโดย ศึกษาแคทไอออน 3 ชนิดได้แก่ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมแคทไอออน (1-ethyl-3-methylimidazolium cation [EMIM]<sup>+</sup>) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมแคทไอออน (1-butyl-3-methylimidazolium cation, [BMIM]<sup>+</sup>) และ 1-บิวทิล-2,3-ไดเมทิลอิมิดาโซเลียมแคทไอออน (1-butyl-2,3-dimethylimidazolium, [DMBIM]<sup>+</sup>) กับ แอนไอออน 5 ชนิดได้แก่ คลอไรด์ไอออน (Cl<sup>-</sup>) โบรไมด์ไอออน (Br<sup>-</sup>) ไอโอดิไดไอออน (I<sup>-</sup>) เตตระฟลูออโร โบเรต (BF<sub>4</sub><sup>-</sup>) และ อะลูมิเนียมเตตระคลอไรด์ (AlCl<sub>4</sub><sup>-</sup>) ผลการทดลองพบว่า ไอออนิกลิควิดชนิด 1-เอทิล-3- เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-ethyl-3-methylimidazolium chloride, [EMIM]Cl) มีความสามารถในการ ละลายมากที่สุดและสูงกว่าชนิด ไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3- methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) แสดงให้เห็นว่าความสามารถในการละลายเซลลูโลสของไอ ออนิกลิควิดมีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อเพิ่มขึ้นของความยาวของสายโซ่แคทไอออนจะทำให้แรงวันเดอร์วาลส์ ภายในโมเลกุลของไอออนิกลิควิดเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ไอออนิกลิควิดมีความสามารถในการละลายเซลลูโลสได้ ลดลง นอกจากนี้การเพิ่มความยาวของสายโซ่ของแคทไอออนจะทำให้เมื่อปริมาณน้ำหนักที่เท่ากันของ ไอออนิกลิควิดชนิดที่สายโซ่สั้นกว่าจะมีปริมาณของคลอไรด์ไอออนที่สูงกว่า ทำให้ไอออนิกลิควิดละลาย เซลลูโลสได้ดีขึ้น เนื่องจากชนิดของแอนไอออนในไอออนิกลิควิดก็มีอิทธิพลต่อความสามารถในการละลาย เซลลูโลสของไอออนิกลิควิดเช่นกัน Liu และคณะ [39] รายงานว่าไอออนลบของไอออนิกลิควิดที่มีขนาด โมเลกุลที่เล็ก และมีพลังงานอิเล็กโตรเนกาติวิตีและความหนาแน่นของประจุสูงจะมีความสามารถในการ ละลายเซลลูโลสสูงกว่าไอออนลบที่มีความหนาแน่นประจุน้อยกว่า โดยทำการทดลองเปลี่ยนชนิดของ แอนไอออนของไอออนิกลิควิดที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส พบว่าความสามารถในการละลายเซลลูโลส เรียกจากมากไปน้อยคือ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมโบรไมด์ (1-butyl-3-methylimidazolium bromide [BMIM]Br) 1- บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต (1-butyl-3-methylimidazolium hydrogen sulfate, [BMIM]HSO<sub>4</sub>) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมเตตระฟลูออโรโบเรต (1-butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate [BMIM]BF<sub>4</sub>) และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมเตตระฟลูออโรโบเรต (1-butyl-3- methylimidazolium hexafluoroborate [BMIM]BF<sub>6</sub>) ตามลำดับ

โดยกลไกในการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิควิดสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.16 ไอออนบวกของ ไอออนิกลิควิดจะทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอน (Electron acceptor) จากอะตอมออกซิเจนจากเซลลูโลส และไอออนลบของไอออนิกลิควิดทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอน (Electron donor) แก่อะตอมของ ไฮโดรเจนจากเซลลูโลส ซึ่งจะเกิดขึ้นที่อะตอมของคาร์บอนตำแหน่งที่ 6 กับ 3 ของเซลลูโลสเท่านั้น [40] ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ไอออนิกลิควิดสามารถละลายเซลลูโลสได้



รูปที่ 2.15 โครงสร้างไอออนิกลิควิดชนิดอิมิดาโซเลียม [4]



รูปที่ 2.16 กลไกการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิควิด [40]

### 3.2.2 ไอออนิกลิควิดกับการละลายน้ำ

นอกจากความสามารถในการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิควิดที่ต้องคำนึงแล้ว ความสามารถในการละลายน้ำก็เป็นสิ่งสำคัญที่ต้องพิจารณาเนื่องจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสเป็นปฏิกิริยาที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบความสามารถละลายน้ำจึงเป็นสิ่งที่สำคัญ เพราะหากไอออนิกลิควิดสามารถละลายน้ำได้ดี ก็จะส่งผลทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้นด้วย กลุ่มนักวิจัยมีข้อขัดแย้งเกี่ยวกับการละลายน้ำของไอออนิกลิควิด เนื่องจากคุณสมบัติของแคตไอออนของไอออนิกลิควิดที่มาจากสารประกอบอินทรีย์ ซึ่งมีคุณสมบัติของความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobicity) Huddleston และคณะ [41] ได้ทำการวิจัยเพื่อศึกษาลักษณะของความชอบน้ำ (Hydrophilicity) และความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobicity) รวมถึงศึกษาผลที่มีต่อคุณสมบัติของไอออนิกลิควิด โดยนำไอออนิกลิควิดที่มีแคตไอออนชนิด 1-แอลคิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียม (1-alkyl-3-methylimidazolium cation, [RMIM]<sup>+</sup>) ซึ่งเป็นไอออนิกลิควิดชนิดที่ได้รับความนิยมในการนำมาวิจัยกับเซลลูโลสมากที่สุด [4] มีโครงสร้างตามรูปที่ 2.15 โดยการเปลี่ยนชนิดของแอนไอออน และเปลี่ยนความยาวของหมู่แอลคิลในแคตไอออน พบว่าชนิดของแอนไอออนจะส่งผลต่อความเข้ากันกับน้ำ (Water miscibility) ของไอออนิกลิควิด และจะส่งผลอย่างมากต่อคุณสมบัติ เช่น จุดหลอมเหลว ความหนาแน่น ความหนืด และแรงตึงผิว เป็นต้น แอนไอออนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic anions) เช่น คลอไรด์ (Chloride, Cl<sup>-</sup>) โบรไมด์ (Bromide, Br<sup>-</sup>) หรือ ไอโอดีน (Iodide, I<sup>-</sup>) จะทำให้ไอออนิกลิควิดสามารถละลายเข้ากับน้ำได้ แต่เมื่อเปลี่ยนสัดส่วนระหว่างน้ำกับไอออนิกลิควิด จะทำให้คุณสมบัติทางกายภาพของไอออนิกลิควิดเปลี่ยนไปอย่างมากในขณะที่แอนไอออนที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophilic anions) เช่น เฮกซะฟลูออโรฟอสเฟต (Hexafluorophosphate, [PF<sub>6</sub>]<sup>-</sup>) หรือเตตระฟลูออโรโบเรต (Tetrafluoroborate, [BF<sub>4</sub>]<sup>-</sup>) การเปลี่ยนสัดส่วนระหว่างน้ำกับไอออนิกลิควิดไม่ส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพมากนัก นอกจากชนิดของแอนไอออนแล้ว ความยาวของหมู่แอลคิลในแคตไอออนก็จะส่งผลต่อความเข้ากันกับน้ำของไอออนิกลิควิดเช่นกัน การเพิ่มความยาวของหมู่แอลคิล จะทำให้คุณสมบัติความไม่ชอบน้ำ และความหนืดของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

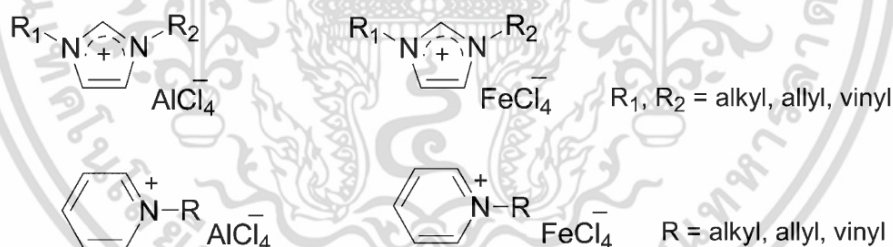
ไอออนิกลิควิดเพิ่มขึ้น แต่จะทำให้ความหนาแน่นและแรงตึงผิวของไอออนิกลิควิดลดลง ดังนั้นการเลือกชนิดของแคโทดไอออนและแอนไอออนสำหรับไอออนิกลิควิด เพื่อนำมาใช้ในการทำปฏิกิริยาต่างๆจึงมีความสำคัญ

### 2.3.3 ความเป็นกรดของไอออนิกลิควิด

ไอออนิกลิควิดนอกจากมีคุณสมบัติในการเป็นตัวทำละลายแล้ว ยังสามารถแสดงคุณสมบัติความเป็นกรดได้อีกด้วยโดยแบ่งออกตามพฤติกรรม ไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิสและไอออนิกลิควิดชนิดกรดเบรินสแตด แบ่งชนิดตามทฤษฎีของกรดคือ ไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิสจะมีความสามารถในการรับคู่อิเล็กตรอน และไอออนิกลิควิดชนิดกรดเบรินสแตดจะมีความสามารถในการจ่ายไฮโดรเจนไอออน หรือโปรตอน

#### 2.3.3.1 ไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิส

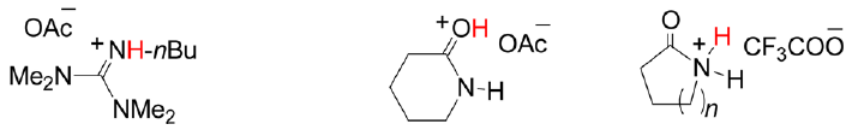
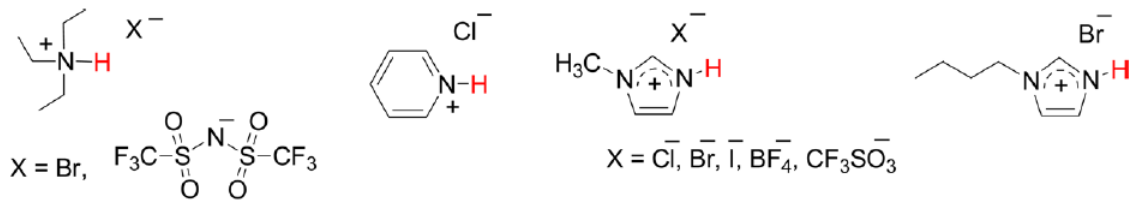
ความสามารถในการรับคู่อิเล็กตรอนของไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิสนั้น สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิดย่อยคือ คุณสมบัติการรับคู่อิเล็กตรอนที่เกิดจากแคโทดไอออนของไอออนิก และคุณสมบัติการรับคู่อิเล็กตรอนที่เกิดจากแอนไอออนของไอออนิกลิควิด ซึ่งโดยส่วนใหญ่คุณสมบัติความเป็นกรดชนิดลิวอิสของไอออนิกลิควิดที่เป็นที่รู้จักคือประเภทที่เกิดจากแอนไอออนของไอออนิกลิควิด เช่น การนำแคโทดไอออนของไอออนิกลิควิดที่มีคุณสมบัติเป็นกลางเช่น 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ มาทำปฏิกิริยากับกรดลิวอิสจำพวกสารประกอบโลหะ (Metal halide) ดังแสดงตัวอย่างไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิสบางชนิดในรูปที่ 2.12 โดย Lungwitz และคณะ [42] รายงานว่า คุณสมบัติความเป็นกรดลิวอิสของไอออนิกลิควิดจะลดลงเมื่อมีส่วนผสมของคลอไรด์ในแอนไอออนเพิ่มขึ้น คุณสมบัติที่นิยมนำมาใช้ของไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิสมีความหนืดค่อนข้างต่ำ และนิยมนำไปใช้ศึกษาเกี่ยวกับการนำไฟฟ้า



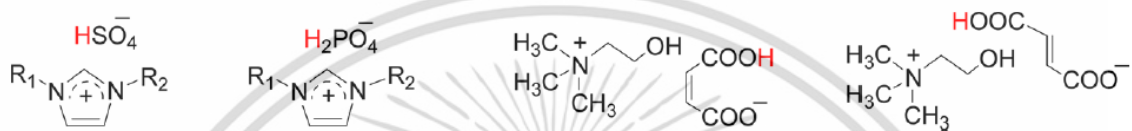
รูปที่ 2.12 ตัวอย่างไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิสที่มีความสามารถในการรับอิเล็กตรอนจากแอนไอออน [42]

#### 2.3.3.2 ไอออนิกลิควิดชนิดกรดเบรินสแตด

สำหรับไอออนิกลิควิดที่มีความสามารถในการแสดงความเป็นกรดชนิดเบรินสแตด มีชื่อเรียกทั่วไปว่า โปรติก ไอออนิกลิควิด (Protic ionic liquid) เป็นชื่อที่ใช้เรียกไอออนิกลิควิดที่มีไฮโดรเจนหรือโปรตอนอยู่ในแคโทดไอออนหรือแอนไอออน ทำให้มีคุณสมบัติเป็นกรดเบรินสแตด ดังแสดงในรูปที่ 2.13 สำหรับไอออนิกลิควิดชนิดกรดเบรินสแตดที่เกิดจากโปรตอนในแคโทดไอออน และรูปที่ 2.14 แสดงไอออนิกลิควิดชนิดกรดเบรินสแตดที่เกิดจากแอนไอออน โดยคุณสมบัติความเป็นกรดของไอออนิกลิควิดจะขึ้นอยู่กับหมู่ฟังก์ชันความเป็นของกรดที่อยู่ในไอออนิกลิควิดชนิดนั้น



รูปที่ 2.13 ตัวอย่างไอออนิกลิควิดที่เกิดจากโปรตอนของแคทไอออน [43]



รูปที่ 2.14 ตัวอย่างไอออนิกลิควิดที่เกิดจากโปรตอนของแอนไอออน [43]

### 2.3.4 ปฏิริยาไฮดรเทอร์มัลของเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด

นักวิจัยนำไอออนิกลิควิดมาศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการไฮดรเทอร์มัลของเซลลูโลส ดังแสดงในตารางที่ 2.4 Kim และคณะ [44] ศึกษาการลดอุณหภูมิสำหรับการทำปฏิริยาเซลลูโลสให้เป็น ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลโดยมีการเติมไอออนิกลิควิด (Ionic liquid) 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-Ethyl-3-methylimidazolium chloride) สามารถลดอุณหภูมิในการทำปฏิริยาเหลือเพียง 120 องศาเซลเซียสเวลาในการทำปฏิริยา 2 ชั่วโมงโดยใช้โครเมียม(II) คลอไรด์ ( $\text{CrCl}_2$ ) ผสมรูทีนัม (III) คลอไรด์ ( $\text{RuCl}_3$ ) ให้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลสูงถึงร้อยละ 60 ซึ่งเมื่อเทียบกับปฏิริยาที่ไม่มีการเติมไอออนิกลิควิดจำเป็นต้องใช้อุณหภูมิในการทำปฏิริยาสูงถึง 190 องศาเซลเซียสเพื่อให้ได้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลใกล้เคียงกับการเติมไอออนิกลิควิด [19] Su และคณะ [45] พบว่าไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลสามารถผลิตได้ที่ 120 องศาเซลเซียสโดยใช้ไอออนิกลิควิดชนิด 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-Ethyl-3-methylimidazolium chloride) เป็นตัวทำละลายเช่นเดียวกันแต่ ใช้โครเมียม (II) คลอไรด์ ( $\text{CrCl}_2$ ) ผสมคอปเปอร์ (II) คลอไรด์ ( $\text{CuCl}_2$ ) เป็นตัวเร่งปฏิริยา ให้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลร้อยละ 57.5 แต่ใช้เวลาทำปฏิริยานานถึง 8 ชั่วโมง Qi และคณะ [46] สามารถลดเวลาในการทำปฏิริยาให้เหลือเพียง 10 นาทีโดยใช้ไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียม คลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) มีโครเมียม (III) คลอไรด์ ( $\text{CrCl}_3$ ) เป็นตัวเร่งปฏิริยา ทำปฏิริยาโดยใช้คลื่นไมโครเวฟ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ให้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลร้อยละ 54 นอกจากนี้ Wang และคณะ [47] ได้ทำการศึกษาปฏิริยาการเกิดไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลจากการใช้วัสดุชีวมวลจริง โดยนำฟางข้าวสาส์เป็นสารตั้งต้น และใช้ไอออนิกลิควิด (Ionic liquid) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-Butyl-3-methylimidazolium chloride) เป็นตัวทำละลายใช้โครเมียม(III) คลอไรด์ ( $\text{CrCl}_3$ ) และลิเทียมคลอไรด์ ( $\text{LiCl}$ ) เป็นตัวเร่งปฏิริยา อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสทำปฏิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยใช้คลื่นไมโครเวฟ เป็นเวลา 15 นาที พบว่าสามารถเปลี่ยนฟางข้าวสาาลีให้เป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลได้โดยตรง และมีผลผลิตสูงถึงร้อยละ 61.4

**ตารางที่ 2.4** เปรียบเทียบงานวิจัยเกี่ยวกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ไอออนิกลิควิดเป็นตัวทำละลาย เพื่อผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล

สารตั้งต้น	ไอออนิกลิควิด	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)/ ความดัน (บาร์)	ตัวเร่ง/ ปริมาณตัวเร่ง	ร้อยละ ผลได้	อ้างอิง
เซลลูโลส	[EMIM]Cl	2	120/ ไม่มีข้อมูล	CrCl <sub>2</sub> /10 wt. %	60.00	[48]
เซลลูโลส	[EMIM]Cl	8	120/ ไม่มีข้อมูล	CrCl <sub>2</sub> -CuCl <sub>2</sub> /6 mol %	57.50	[45]
เซลลูโลส	[BMIM]Cl	0.17	150/ ไม่มีข้อมูล	CrCl <sub>3</sub> /20 mol %	54.00	[46]
ฟางข้าวสาาลี	[BMIM]Cl	0.25	160/ ไม่มีข้อมูล	CrCl <sub>3</sub> -LiCl /100 mol %	61.40	[47]

จากการศึกษาวิจัยยังไม่พบการใช้ไอออนิกลิควิดในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อใช้ในการผลิตกรดแลคติก ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาความเป็นไปได้ในการเกิดผลิตภัณฑ์ดังกล่าว โดยคาดว่า การละลายเซลลูโลสให้อยู่ในวัฏภาคเดียวกันกับน้ำโดยใช้ไอออนิกลิควิดจะสามารถทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้ง่ายขึ้น อาจส่งผลให้ใช้อุณหภูมิต่ำลง โดยในงานวิจัยนี้ได้เลือกตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิอิวอีส เออร์เปียมไทรเฟลต (Er(OTf)<sub>3</sub>) เนื่องจากเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมในการผลิตกรดแลคติกมาศึกษาทั้งปัจจัย อุณหภูมิ ความดัน ชนิดของแก๊สอัดความดัน เวลาในการทำปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่ง รวมไปถึงศึกษาถึงชนิดของไอออนิกลิควิดที่ใช้และเวลาการละลายเซลลูโลสที่เหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

# วิธีการทดลองและวิธีวิเคราะห์ผลการทดลอง

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ไอออนิกลิควิดเป็นตัวทำละลาย การศึกษาแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือขั้นตอนการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิดตัวแปรที่ศึกษา คือ เวลาการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด และขั้นตอนการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิสเออร์เปียมไทรเฟลต ( $\text{Er}(\text{OTf})_3$ ) ตัวแปรที่ศึกษา คือ ความดัน ชนิดของแก๊ส อุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และชนิดของไอออนิกลิควิด

### 3.1 การทำปฏิกิริยาโดยใช้เซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด

#### 3.1.1 อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. ปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร (Beaker)
3. กระจกวัดปริมาตร 100 มิลลิลิตร
4. อ่างน้ำมันสำหรับให้ความร้อน (Oil bath)
5. เครื่องกวนสารให้ความร้อน (Hotplate magnetic stirrer)
6. เครื่องวัดอุณหภูมิและควบคุมอุณหภูมิ (Thermo couple)
7. แท่งแม่เหล็กกวนสารขนาดเล็ก (Magnetic bar)
8. เครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนอุณหภูมิและความดันสูง (Autoclave: Amar equipment PVT)
9. ถุงมือกันความร้อน

#### 3.1.2 สารเคมี

1. เซลลูโลส
2. ไอออนิกลิควิด ([EMIM]Cl, [BMIM]Cl, [HMIM]Cl, [BMIM]HSO<sub>4</sub>, [BMIM]Cl, [BMIM]Br)
3. เออร์เปียมไทรเฟลต ( $\text{Er}(\text{OTf})_3$ )
4. กรดพาราโทลูอีนซัลโฟนิก (Para-Toluenesulfonic acid)
4. แก๊สไนโตรเจน
5. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
6. น้ำกลั่น

#### 3.1.3 ขั้นตอนการทดลอง

##### การทดลองตอนที่ 1 ละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด

1. ให้ความร้อนอ่างน้ำมันผ่านเครื่องกวนสาร โดยใช้เครื่องวัดอุณหภูมิและควบคุมอุณหภูมิที่ 120 องศาเซลเซียส [39]

2. นำไอออนิกลิควิดตามชนิดที่ต้องการศึกษา 5 ชนิดโดยเปลี่ยนชนิดของแคทไอออนโดยเพิ่มความยาวของหมู่แอลคิล และเปลี่ยนชนิดแอนไอออนดังตาราง 3.1 คือ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียม (1-ethyl-

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3-methylimidazolium chloride, [EMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-hexyl-3-methylimidazolium chloride, [HMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต (1-butyl-3-methylimidazolium hydrogen sulfate, [BMIM]HSO<sub>4</sub>) และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมโบรมไนด์ (1-butyl-3-methylimidazolium bromide, [BMIM]Br) ใช้แท่งแม่เหล็กกวนสารขนาดเล็กเพื่อให้ความร้อนกระจายได้ทั่วถึงใส่ปีกเกอร์ให้ความร้อนผ่านอ่างน้ำมัน เพื่อให้ไอออนิกลิควิดที่เป็นของแข็งละลายเป็นของเหลว

ตารางที่ 3.1 แสดงชนิดของไอออนิกลิควิดที่ใช้ในการทดลอง

ไอออนิกลิควิดเปลี่ยนแคทไอออน	ไอออนิกลิควิดเปลี่ยนแอนไอออน
1-ethyl-3-methylimidazolium chloride, [EMIM]Cl	1-butyl-3-methylimidazolium hydrogen sulfate, [BMIM]HSO <sub>4</sub>
1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl	1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl
1-Hexyl-3-methylimidazolium chloride, [HMIM]Cl	1-butyl-3-methylimidazolium bromide, [BMIM]Br

3. ผสมเซลล์สองในไอออนิกลิควิดที่ละลายเป็นของเหลว จับเวลาการละลายตามระยะเวลาที่ศึกษา คือ 8 16 24 ชั่วโมง (ศึกษาเวลาการละลายเฉพาะไอออนิกลิควิด ([BMIM]Cl) และจะใช้เวลาการละลายที่เหมาะสมที่สุดกับไอออนิกลิควิดชนิดอื่นก่อนการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

4. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตรเพื่อลดอุณหภูมิให้อยู่ในอุณหภูมิห้อง ก่อนนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในขั้นต่อไป

### การทดลองตอนที่ 2 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์อส

1. นำสารที่ได้จากการทดลองตอนที่ 1 และตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไตรเฟลท (Er(OTf)<sub>3</sub>) ปริมาณตามที่ศึกษา (ตารางที่ 3.2) เติมน้ำเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนอุณหภูมิและทนความดันสูง

2. ปิดเครื่องปฏิกรณ์และประกอบให้แน่นอัดแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์ ตรวจสอบจุดรั่วของเครื่องปฏิกรณ์ด้วยน้ำสบู่

3. ตั้งค่าอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ตามที่ต้องการศึกษา (ตารางที่ 3.2) และรอบการปั่นกวนที่ความเร็ว 200 รอบต่อนาที

4. บันทึกอุณหภูมิและความดันที่เวลาต่างๆ และเริ่มจับเวลาการทำปฏิกิริยาหลังอุณหภูมิเครื่องปฏิกรณ์ถึงจุดที่ตั้งอุณหภูมิไว้ และทำปฏิกิริยาต่อตามเวลาที่ศึกษา

5. ลดอุณหภูมิเครื่องปฏิกรณ์ให้ถึงอุณหภูมิห้องด้วยน้ำหล่อเย็น จากนั้นเทผลิตภัณฑ์ใส่ปีกเกอร์และวัดปริมาตรของผลิตภัณฑ์

6. นำสารตัวอย่างที่ได้จากการทดลองไปวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมายเหตุ การศึกษาในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อหาภาวะที่ดีที่สุด จะใช้ไอออนิกลิควิด คือ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, ([BMIM]Cl))

ตารางที่ 3.2 ภาวะตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ศึกษา

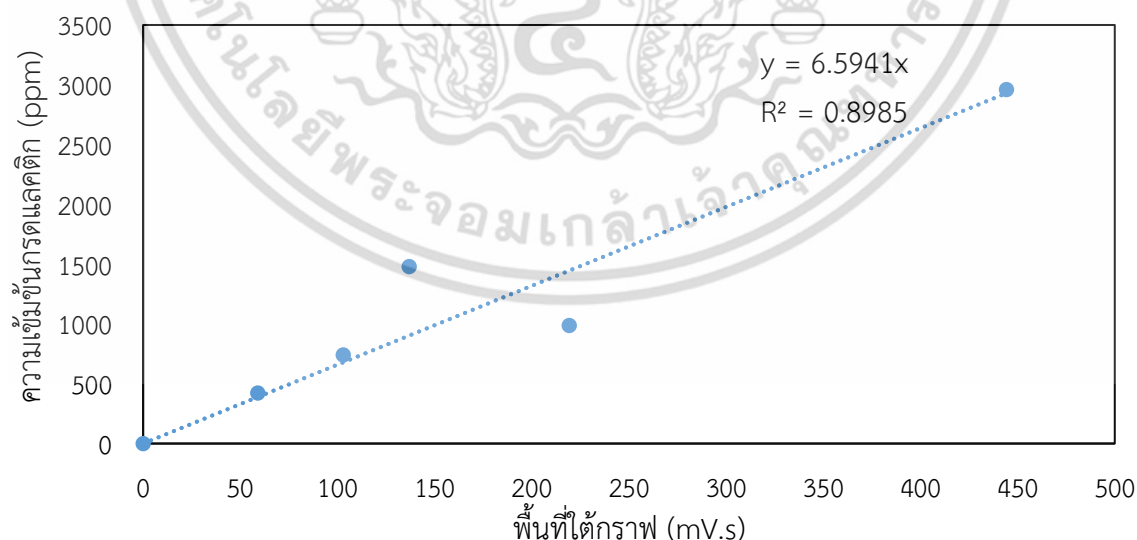
ตัวแปร	ค่าที่ต้องการศึกษา
ความดัน (บาร์)	5 10
ชนิดแก๊สที่อัดในระบบ	ไนโตรเจน คาร์บอนไดออกไซด์
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	150 170 190
เวลา (นาที)	0 30 60 90 120 180
ปริมาณตัวเร่ง $Er(OTf)_3$ (ร้อยละโดยน้ำหนักของสารตั้งต้น)	10 30 50

### 3.2 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยทั่วไปจะวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatography :HPLC) เนื่องจากเป็นวิธีการที่ง่ายและสารผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาสามารถตรวจพบได้ด้วยวิธีนี้ ซึ่งวิธีการคำนวณความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์ แสดงในสมการที่ 3.1 และ 3.2 สำหรับปริมาณกรดแลคติก และไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลตามลำดับ โดยสมการที่ 3.1 และ 3.2 ได้จากการทำกราฟมาตรฐานด้วยเครื่อง HPLC จากรูปที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

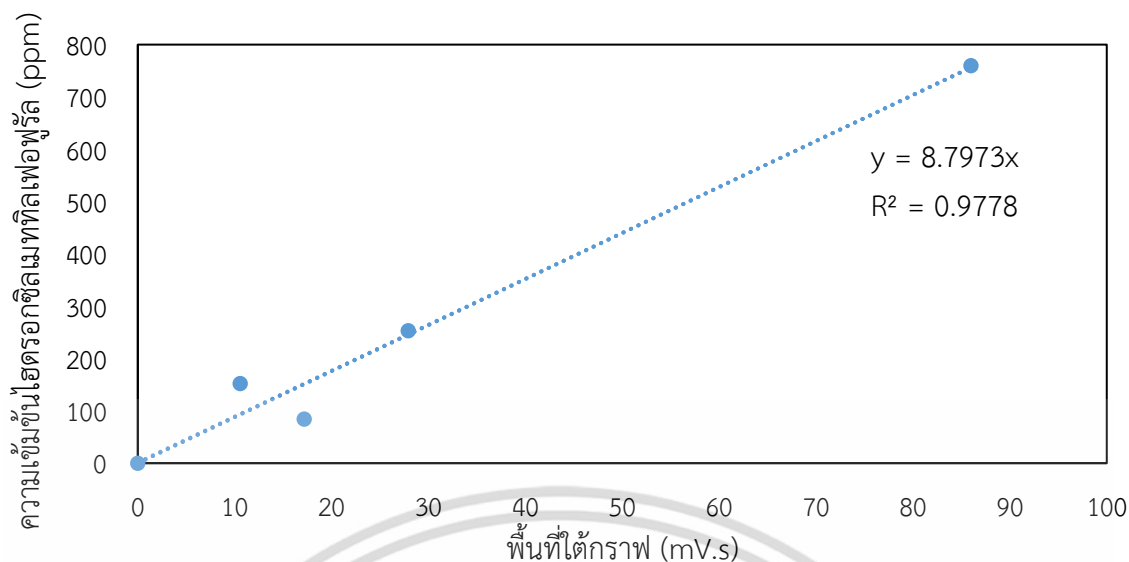
$$\text{ความเข้มข้นกรดแลคติก (ppm)} = 6.5941 \times \text{พื้นที่ใต้กราฟจากเครื่อง HPLC (mV.s)} \quad (3.1)$$

$$\text{ความเข้มข้นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล (ppm)} = 8.7973 \times \text{พื้นที่ใต้กราฟจากเครื่อง HPLC (mV.s)} \quad (3.2)$$



รูปที่ 3.1 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกด้วยเครื่อง HPLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลด้วยเครื่อง HPLC

### 3.2.1 อุปกรณ์

1. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography)
2. เครื่องตรวจวัดสารชนิดวัดดัชนีการหักเห (Refractive index detector)
3. เข็มฉีดยาขนาดเล็ก 100 ไมโครลิตร (Micro syringe)
4. ตัวกรองสารขนาด 0.2 ไมโครเมตร (Syringe filter)
5. หลอดฉีดยา (Syringe)

### 3.2.2 สารเคมี

1. น้ำกลั่นปริมาตร 1 ลิตร ที่ผสมกรดซัลฟิวริก 5 มิลลิโมล
2. น้ำปราศจากไอออน

### 3.2.3 การวัดความเข้มข้นสารตัวอย่าง

ความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง ในหน่วยความเข้มข้นส่วนในล้านส่วน (Part per million : ppm) ใช้วัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase) เป็นน้ำกลั่นผสมกรดซัลฟิวริก 5 มิลลิโมล อัตราการไหลวัฏภาคเคลื่อนที่ 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที ใช้คอลัมน์ Rezex-rhm monosaccharide ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียสและใช้การตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดสารชนิดวัดดัชนีการหักเห

1. เปิดเครื่องคอมพิวเตอร์และเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง พร้อมทั้งตั้งค่าภาวะการทำงานของเครื่อง เช่น ความดัน อัตราการไหล เป็นต้น
2. ตั้งอุณหภูมิเครื่องให้ความร้อนคอลัมน์และรอให้ถึงอุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เริ่มการทำงานของปั๊มให้ทำงานผ่านวัฏภาคของเหลวเข้าคอลัมน์และเครื่องตรวจวัดสาร
3. ล้าง (Purge) เครื่องตรวจวัดสารชนิดวัดดัชนีการหักเหเพื่อให้ค่าดรรชนีหักเหแสงของเซลล์อ้างอิง (Reference cell) กับเซลล์สารตัวอย่าง (Sample cell) มีค่าเท่ากัน

4. ดูดสารละลายตัวอย่างด้วยหลอดฉีดยา กรองสารตัวอย่างลงในขวดแก้วสำหรับบรรจุสารละลายตัวอย่าง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. ทำความสะอาดเข็มฉีดยาขนาดเล็กด้วยเมทานอลตามด้วยสารตัวอย่าง จากนั้นใช้เข็มดูดสารละลายตัวอย่างให้มีปริมาณมากกว่า 20 ไมโครลิตร
6. ฉีดสารจากหลอดขนาดเล็กเข้าในช่องสำหรับทางเข้าสารตัวอย่าง สับแป้นเพื่อให้สารเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์ รอประมาณ 10 วินาทีก่อนสับแป้นคืนแล้วดึงเข็มออก
7. นำพื้นที่ใต้กราฟของพีคที่สนใจมาวิเคราะห์ตามสมการที่ 3.1 และ 3.2
8. คำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยา ด้วยสมการที่ 3.3

$$\% yield = \frac{C_{Product} \times V}{W_{Cellulose}} \times 100 \quad (3.3)$$

โดย

- $C_{Product}$  คือ ความเข้มข้นสารผลิตภัณฑ์ (ส่วนในล้านส่วน หรือมิลลิกรัมต่อลิตร) จากการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟ HPLC
- $V$  คือ ปริมาตรสารละลาย (มิลลิลิตร)
- $W_{Cellulose}$  คือ น้ำหนักเซลลูโลสเริ่มต้น (กรัม)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

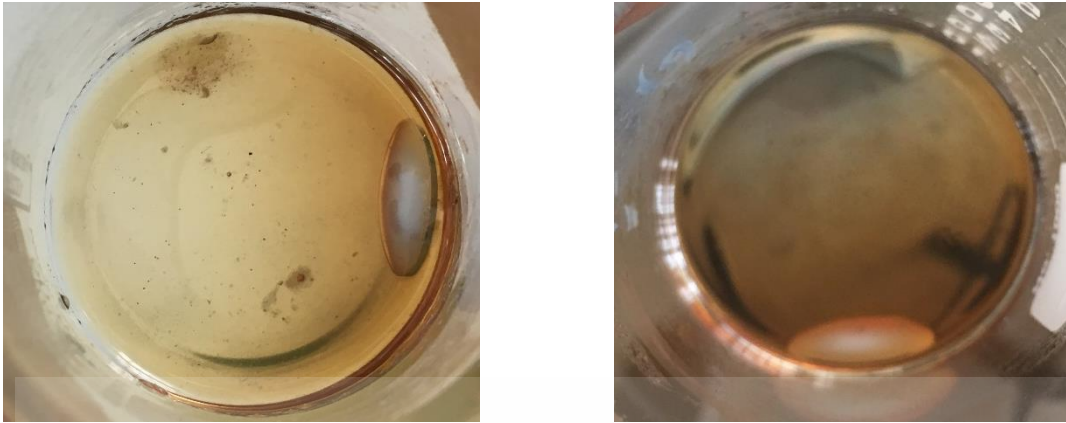
## บทที่ 4

# ผลการดำเนินงานและวิเคราะห์ผล

### 4.1 ไอออนิกลิควิดกับการละลายเซลลูโลสและการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

การศึกษาการละลายไอออนิกลิควิดกับเซลลูโลส ใช้อุณหภูมิละลายที่ 120 องศาเซลเซียสโดยอ้างอิงอุณหภูมิจาก Liu และคณะ [39] โดยใช้เวลาในการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิดอยู่ที่ 8 16 และ 24 ชั่วโมง ใช้อัตราส่วนระหว่างไอออนิกลิควิดกับเซลลูโลส 10 เท่า เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าเวลาในการละลาย 8 ชั่วโมงเซลลูโลสยังมีส่วนที่เป็นตะกอนหรือผงที่ยังไม่เข้าเป็นเนื้อเดียวกับไอออนิกลิควิดบางส่วน แต่ที่ 16 และ 24 ชั่วโมงไอออนิกลิควิดกับเซลลูโลสสามารถละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้อย่างสมบูรณ์ แสดงดังรูปที่ 4.1 และเมื่อนำเซลลูโลสที่ละลายกับไอออนิกลิควิดเป็นเวลา 16 ชั่วโมงไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในเครื่องปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที โดยใช้ตัวเร่ง เออร์เปียมไทรเฟรตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งมีความสามารถเร่งปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสให้เกิดเป็นกรดแลคติก (Lactic acid) พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีปริมาณกรดแลคติกลดลงเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีไม่เติมไอออนิกลิควิดจากร้อยละ 64.99 เหลือร้อยละ 55.66 และปริมาณไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล (HMF) เพิ่มขึ้นจากร้อยละ 10.59 สูงขึ้นเป็นร้อยละ 33.51 ดังแสดงในรูปที่ 4.2 จากผลการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสหลังจากนำไปละลายกับไอออนิกลิควิดทำให้ทราบว่านอกจากไอออนิกลิควิดจะทำหน้าที่ละลายเซลลูโลสให้อยู่ในวัฏภาคของเหลวที่ละลายน้ำได้แล้ว ไอออนิกลิควิดยังส่งผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วย

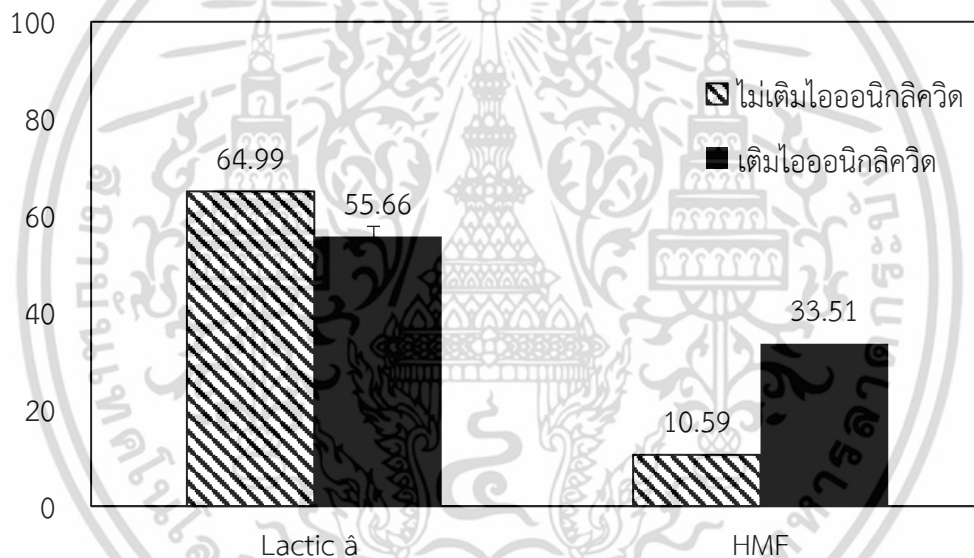
เมื่อนำเซลลูโลสที่ละลายกับไอออนิกลิควิดที่ 8 16 และ 24 ชั่วโมงมาทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล และเปรียบเทียบกันพบว่าร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ทั้งกรดแลคติกและไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่เวลาการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด 8 ชั่วโมงให้กรดแลคติกอยู่ที่ร้อยละ 44.76 และให้ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลร้อยละ 22.79 ส่วนที่เวลาการละลายที่ 16 และ 24 ชั่วโมงให้ผลผลิตที่ใกล้เคียงกันโดยให้กรดแลคติกอยู่ที่ร้อยละ 55.66 สำหรับการละลาย 16 ชั่วโมง และ 55.01 สำหรับการละลาย 24 ชั่วโมง เช่นเดียวกันสำหรับไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลมีปริมาณใกล้เคียงกันที่ร้อยละ 33.51 และ 33.66 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ทั้งนี้เป็นผลเนื่องมาจากไอออนิกลิควิดที่ยังละลายเข้ากับเซลลูโลสไม่สมบูรณ์ซึ่งมีผลให้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลหลังจากละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด 8 ชั่วโมงมีร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์น้อยกว่า 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง ที่เซลลูโลสสามารถละลายเข้ากับไอออนิกลิควิดได้สมบูรณ์โดยมีร้อยละผลได้ที่ใกล้เคียงกันจึงเลือกระยะเวลาในการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิดที่ 16 ชั่วโมงในการศึกษาปัจจัยอื่นที่มีผลต่อปฏิกิริยา



ก

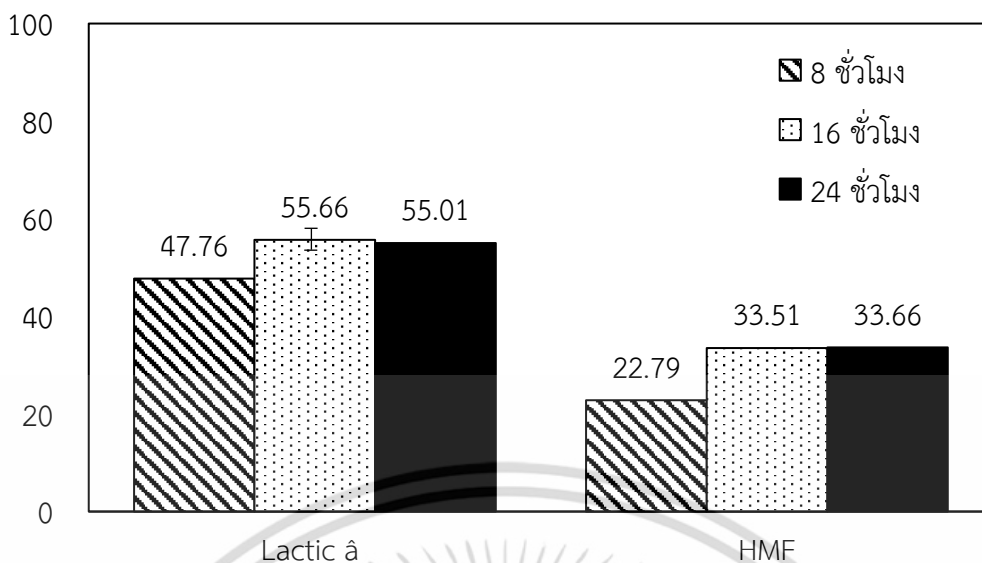
ข

รูปที่ 4.1 ลักษณะเซลลูโลสหลังจากละลายด้วยไอออนิกลิควิด ก) ระยะเวลาละลาย 8 ชั่วโมง ข) ระยะเวลาละลาย 16 ชั่วโมง



รูปที่ 4.2 อิทธิพลของการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลหลังจากละลายเซลลูโลสด้วยไอออนิกลิควิดที่ 120 องศาเซลเซียส 16 ชั่วโมง ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม เออร์เบียมโทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



**รูปที่ 4.3** อิทธิพลของเวลาในการการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด ที่ 120 องศาเซลเซียส ต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม เออร์เบียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

#### 4.2 อิทธิพลของชนิดแก๊สและความดันต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิด

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลศึกษาอิทธิพลของแก๊สโดยใช้แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen) หรือคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) อัตราความดันในเครื่องปฏิกรณ์ก่อนทำปฏิกิริยาโดยคาดว่าความดันด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าไปในระบบอาจสามารถเพิ่มความเข้มข้นของคาร์บอนไดออกไซด์ที่เมื่อละลายน้ำจะกลายเป็นกรดคาร์บอนิก (Carbonic acid) เพื่อช่วยในการทำปฏิกิริยาและศึกษาความดันที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาโดยสันนิษฐานว่าความดันที่เพิ่มสูงขึ้นจะทำให้ปฏิกิริยาอยู่ในวัฏภาคของเหลวได้มากขึ้นและเกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้นเช่นกัน

จากผลการทดลองในตารางที่ 4.1 พบว่าการเพิ่มความดันในการทำปฏิกิริยาไม่ส่งผลอย่างมีนัยสำคัญต่อปริมาณผลิตภัณฑ์ที่ได้ สังเกตได้จากร้อยละผลได้ของกรดแลคติก และไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลแตกต่างกันเพียงเล็กน้อยโดยเมื่อเปรียบเทียบระหว่างการใช้ความดัน 5 10 และ 15 บาร์ ได้ผลผลิตร้อยละ 49.09 51.45 และ 49.79 ตามลำดับ ซึ่งมีร้อยละผลได้แตกต่างกันไม่ถึงร้อยละ 3 เช่นเดียวกันในผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่มีความแตกต่างของผลผลิตไม่ถึงร้อยละ 5 ในการใช้แก๊สไนโตรเจนในการอัดความดัน จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มความดันไม่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสเนื่องจากที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียส ความดันของระบบสูงกว่าความดันอิ่มตัวไอน้ำทำให้ระบบอยู่ในวัฏภาคของเหลวทั้งหมดซึ่งทำให้การเปลี่ยนแปลงความดันในช่วงแคบอาจไม่ส่งผลต่อผลิตภัณฑ์ การเปลี่ยนชนิดแก๊สในการทำปฏิกิริยาพบว่าไม่มีผลต่อปฏิกิริยาเช่นเดียวกัน เมื่อเปรียบเทียบระหว่างแก๊สไนโตรเจนกับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ให้ผลผลิตของผลิตภัณฑ์ไม่แตกต่างกันไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยเฉพาะในกรณีของการทำปฏิกิริยาที่ความดัน 15 บาร์ให้ร้อยละผลได้ของกรดแลคติกที่ 49.79 และ 49.80 สำหรับการใช้แก๊สไนโตรเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ ตามลำดับ เช่นเดียวกับผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่แตกต่างกันไม่ถึงร้อยละ 2 ในการทำปฏิกิริยาที่ 15 บาร์ แสดงให้เห็นว่ากรดคาร์บอนิกที่เกิดจากการอัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไม่ส่งผลต่อปฏิกิริยา ถึงแม้เพิ่มความดันเริ่มต้นในการทำปฏิกิริยาถึง 15 บาร์ อาจเป็นไปได้ว่าที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่สูงความสามารถในการละลายน้ำของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อเป็นกรดคาร์บอนิกลดลง อีกทั้งกรดคาร์บอนิกที่เป็นกรดอ่อนชนิดเบรินสเตรตอาจทำให้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไม่ส่งผลต่อผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส แต่ทั้งนี้การทำปฏิกิริยาที่หลีกเลี่ยงศึกษาการใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในการทำปฏิกิริยา เนื่องจากถึงแม้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะไม่ส่งผลต่อผลิตภัณฑ์แต่การใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ในการทำปฏิกิริยาเป็นหนึ่งทางเลือกในการกำจัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เป็นต้นเหตุของภาวะโลกร้อนได้

ตารางที่ 4.1 แสดงอิทธิพลของความดันเริ่มต้นในการทำปฏิกิริยาและชนิดของแก๊ส

ความดัน (บาร์)		ชนิดแก๊ส	ร้อยละผลได้ (ร้อยละโดยมวล)	
เริ่มต้น	ระหว่างปฏิกิริยา		กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล
5	15	ไนโตรเจน	49.09	36.30
		คาร์บอนไดออกไซด์	52.39	21.13
10	25	ไนโตรเจน	51.45	31.86
		คาร์บอนไดออกไซด์	55.66	33.51
15	ไม่มีข้อมูล	ไนโตรเจน	49.79	34.60
		คาร์บอนไดออกไซด์	49.80	35.72

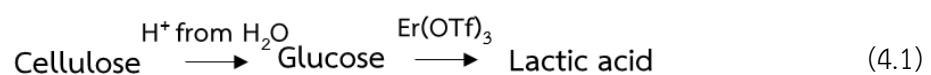
\* หมายเหตุ : ภาวะการทดลองที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม เออร์เปียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) ปริมาตรน้ำ 100 มิลลิลิตร เวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

#### 4.3 อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิด

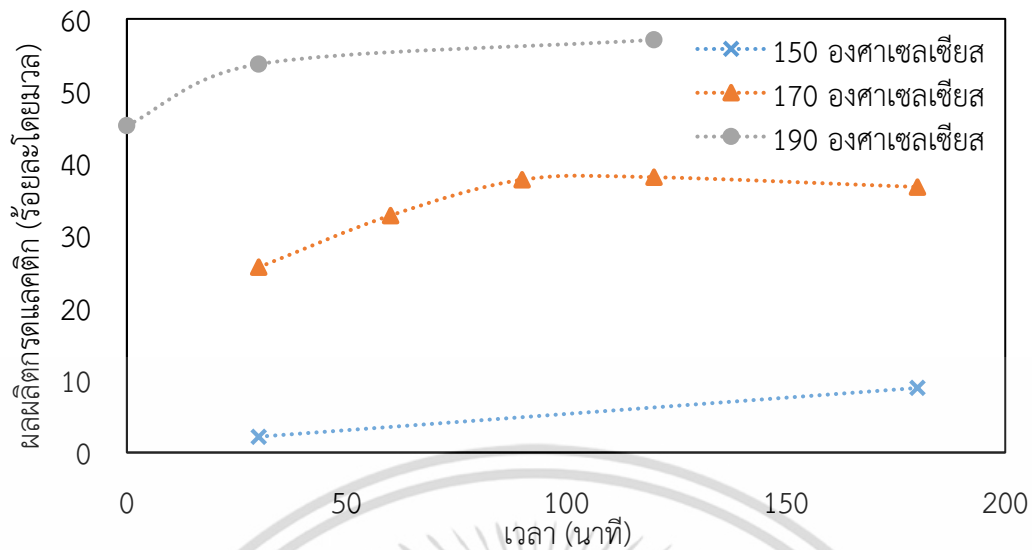
การศึกษาอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาเป็นสิ่งสำคัญ เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดได้เหมาะสม และได้รับผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่สูงที่สุด โดยศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่ 150 170 และ 190 องศาเซลเซียส แสดงร้อยละผลได้ของกรดแลคติกในรูปที่ 4.4 และร้อยละผลได้ของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลในรูปที่ 4.5 พบว่าที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสสามารถเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยโดยเฉพาะร้อยละผลได้ของกรดแลคติกพบร้อยละ 2.19 ที่ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที และเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 8.93 เท่านั้นถึงแม้จะทำปฏิกิริยานานถึง 180 นาที หากใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่สูงขึ้นจะส่งผลทำให้ร้อยละผลได้ของกรดแลคติกเพิ่มมากขึ้นตาม จะเห็นว่าเมื่อเปรียบเทียบกับระหว่างอุณหภูมิ 150 170 และ 190 ร้อยละผลได้ของกรดแลคติกจะสูงที่สุดที่อุณหภูมิ

เอกรังสีอินฟราเรด ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

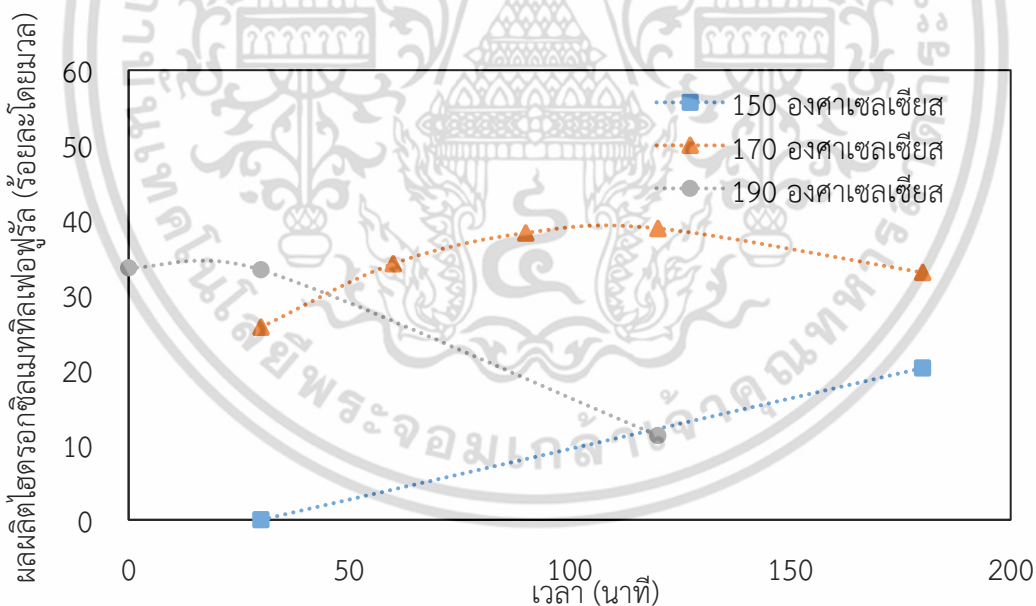
190 องศาเซลเซียส และถึงแม้จะทำปฏิกิริยานานถึง 120 นาทีที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสก็ได้ผลผลิตกรดแลคติกใกล้เคียงกันที่ร้อยละ 55.66 และ 57.11 สำหรับ 30 นาที และ 120 นาทีตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าถึงกรดแลคติกจะมีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง แต่ไม่สามารถเพิ่มผลผลิตมากขึ้นได้จากการทำปฏิกิริยาที่นานขึ้น สอดคล้องกับปริมาณกลูโคสที่เป็นตัวกลางของปฏิกิริยา (Intermediate) แสดงดังสมการ 4.1 และ 4.2 พบว่าที่อุณหภูมิสูงจะมีอัตราการลดลงของกลูโคสที่เร็วโดยเฉพาะที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ที่เวลาทำปฏิกิริยาเพียง 30 นาทีกลูโคสเหลือเพียงประมาณร้อยละ 1 แต่ปริมาณของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลมีลักษณะที่แตกต่างจากกรดแลคติก ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 170 องศาเซลเซียสปริมาณของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลจะค่อยๆเพิ่มมากขึ้นจนถึงเมื่อทำปฏิกิริยาไป 90 นาทีปริมาณของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลจะคงที่ไปจนถึงเวลา 120 นาที โดยจะได้ผลผลิตร้อยละ 38.28 และ 38.88 ตามลำดับ แต่จะลดลงเหลือ 33.01 หากทำปฏิกิริยาต่อไปจนถึง 180 นาที เช่นเดียวกันกับการทำปฏิกิริยาที่ 190 องศาเซลเซียส เมื่อทำปฏิกิริยานานไปจนถึง 120 นาทีจะส่งผลให้ของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลลดลงเหลือร้อยละ 11.25 ทั้งนี้การลดลงของของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลเป็นผลเนื่องมาจากความไม่เสถียรของของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล เมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานจะส่งผลให้ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลกลายเป็นอิวมินส์ ตามที่ Nandiwale และคณะ [19] ได้รายงานไว้ว่าที่อุณหภูมิสูงและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มากขึ้นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล จะสามารถถูกเปลี่ยนให้กลายเป็นอิวมินส์ที่เป็นสารที่ไม่ต้องการได้ จากตารางที่ 4.2 แสดงผลของผลิตภัณฑ์ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิสูง 200 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นว่าเมื่อเทียบปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีการเติมไอออนิกลิควิดกับตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตจะให้ผลผลิตของกรดแลคติกที่น้อยกว่าโดยให้กรดแลคติกร้อยละ 53.11 กับปฏิกิริยาที่เติมเฉพาะตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลต แต่ไม่มีการเติมไอออนิกลิควิดให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก 65.34 ซึ่งเป็นไปได้ว่าไอออนิกลิควิดอาจส่งผลในการเจือจางตัวเร่งของระบบทำให้ผลผลิตกรดแลคติกที่ได้น้อยกว่าเมื่อเทียบกับปฏิกิริยาที่เติมเฉพาะเออร์เปียมไทรเฟลตแต่ไม่เติมไอออนิกลิควิด แต่ในกรณีที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาและไม่เติมไอออนิกลิควิดจะเกิดกรดแลคติกน้อยมากเพียงร้อยละ 1.28 และจะได้ผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลสูงสุดอยู่ที่ร้อยละ 73.04 เนื่องจากไม่มีอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตมาขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาของผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลของเซลลูโลส เส้นทางการเกิดและตัวเร่งปฏิกิริยาของกรดแลคติกกับไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่ต่างกันดังรูปที่ 4.4 เมื่อไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตที่เป็นกรดชนิดลิวอิสสำหรับผลิตกรดแลคติกแล้ว โปรตอนที่มีคุณสมบัติเป็นกรดชนิดเบรินสเกิดจากการแตกตัวของน้ำที่อุณหภูมิสูงและมีคุณสมบัติในการเร่งปฏิกิริยาให้เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล จะแสดงผลของการเร่งปฏิกิริยาที่เด่นกว่าส่งผลให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล



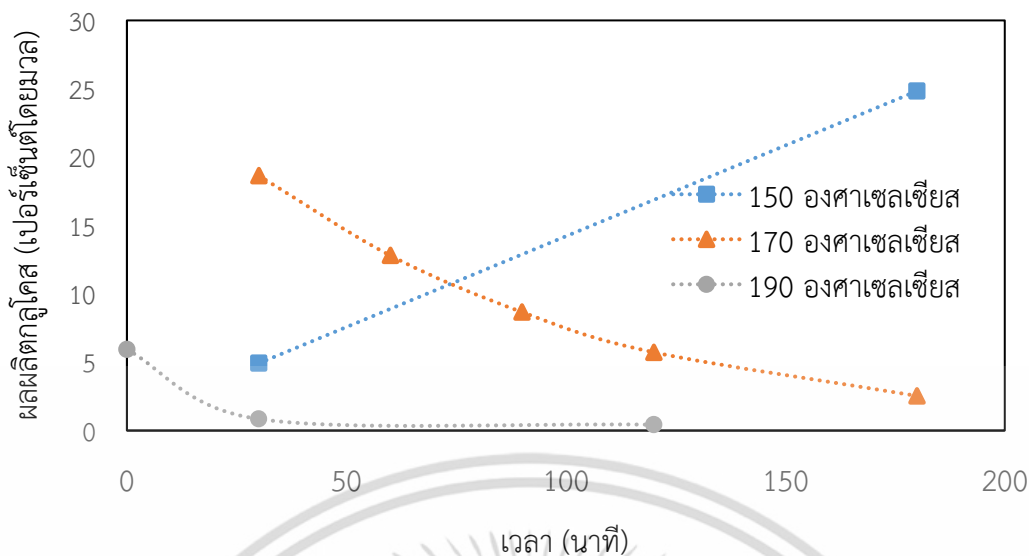
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



**รูปที่ 4.4** อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิคลิควิดต่อการเกิดกรดแลคติกที่ภาวะการทดลอง ความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที



**รูปที่ 4.5** อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิคลิควิดต่อการเกิดไฮดรอกซิลเมทิลเพอร์ออกไซด์ที่ภาวะการทดลอง ความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตรความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที



**รูปที่ 4.6** อิทธิพลของอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดต่อการเกิดกลูโคสที่ภาวะการทดลอง ความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

**ตารางที่ 4.2** แสดงอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาและไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่อุณหภูมิสูง

ภาวะปฏิกิริยา		ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวล)	
ไอออนิกลิควิด	ตัวเร่งปฏิกิริยา	กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล
-	-	1.28	73.04
-	Er(OTf) <sub>3</sub> (50 wt.%)	65.34	6.93
[BMIM]Cl	Er(OTf) <sub>3</sub> (50 wt.%)	53.11	21.04

\* หมายเหตุ : ภาวะการทำปฏิกิริยาเซลลูโลสละลายในไอออนิกลิควิด 16 ชั่วโมง ทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

#### 4.4 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิด

การศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตเพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการลดการใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา และหาปริมาณที่เหมาะสมที่สุดเพื่อประหยัดต้นทุนในการผลิต การศึกษาอิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาทำการทดลองที่ภาวะการละลาย เซลลูโลส 0.33 กรัมที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ละลายในไอออนิกลิควิด 3.3 กรัม 16 ชั่วโมง ก่อนทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลกับน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที และเติมปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (50 wt.%) 0.099 กรัม (30 wt.%) และ 0.033 กรัม (10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

wt.%) เหตุผลที่ไม่ปรับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเนื่องจากอ้างอิงงานวิจัยของ Lei และคณะ [32] ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมคลอไรด์ ( $\text{Er}(\text{Cl})_3$ ) ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในปริมาณร้อยละ 50 ของน้ำหนักเซลลูโลสตั้งต้น สามารถให้ค่าแปรผันทางเคมีปฏิกิริยาของเซลลูโลสเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์

จากผลการทดลองในรูปที่ 4.7 พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตจะส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีปริมาณของกรดแลคติกเพิ่มมากขึ้น แต่ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลลดลง ซึ่งเป็นไปตามกลไกการเกิดปฏิกิริยาการแข่งขันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างกรดแลคติกกับไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตมีความสามารถในการเปลี่ยนเซลลูโลสให้กลายเป็นกรดแลคติก และน้ำที่เติมลงไปในปฏิกิริยาเมื่ออุณหภูมิสูงจะแตกตัวเป็นไฮโดรเนียมไอออน ซึ่งสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลได้ โดยที่ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากขึ้นจะส่งผลให้ผลผลิตกรดแลคติกที่ได้เพิ่มขึ้นและปริมาณไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลลดลง



รูปที่ 4.7 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตที่มีต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส ภาวะการทดลองอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

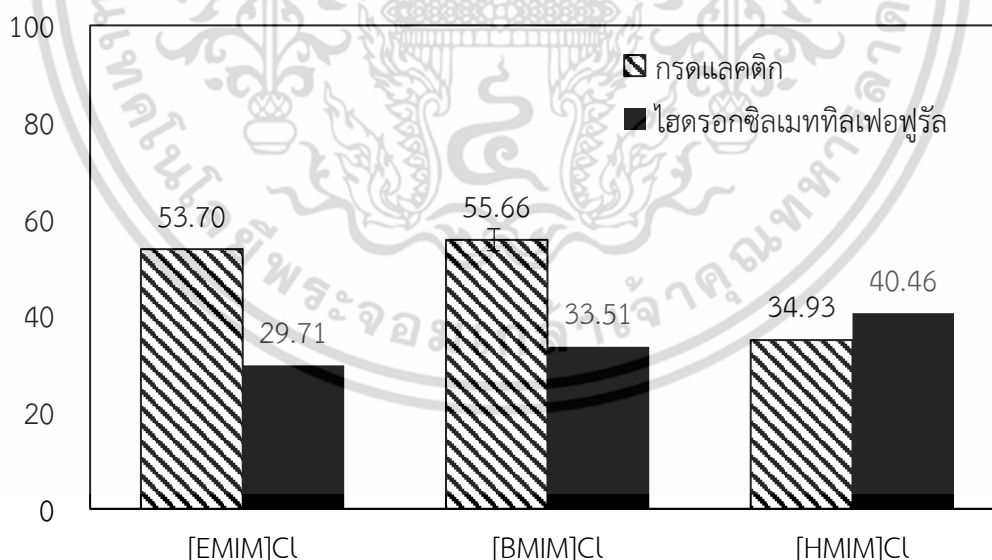
#### 4.5 อิทธิพลของชนิดไอออนิกลิควิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

การศึกษาชนิดของไอออนิกลิควิดในการใช้ละลายเซลลูโลสนอกจากเพื่อศึกษาความสามารถในการละลายแล้ว การเปลี่ยนชนิดไอออนิกลิควิดในการทำปฏิกิริยาเพื่อสังเกตพฤติกรรมของไอออนิกลิควิดแต่ละชนิดที่ส่งผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยทำการศึกษการเปลี่ยนชนิดไอออนิกลิควิด 5 ชนิด คือ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-ethyl-3-methylimidazolium chloride, [EMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-butyl-3-methylimidazolium chloride, [BMIM]Cl) 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ (1-Hexyl-3-methyl-imidazolium chloride, [HMIM]Cl) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต (1-butyl-3-methylimidazolium hydrogen sulfate, [BMIM]HSO<sub>4</sub>) และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมโบรไมด์ (1-butyl-3-methylimidazolium bromide, [BMIM]Br) เพื่อเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปรียบเทียบอิทธิพลของชนิดแคทไอออน (Cation) และแอนไอออน (Anion) ที่นอกจากมีผลในด้านปริมาณและระยะเวลาการละลาย เพราะนอกจากคุณสมบัติในการละลายเซลล์โลสของไอออนิกลิควิดแล้ว ไอออนิกลิควิดบางชนิดยังสามารถแสดงคุณสมบัติความเป็นกรดได้จากการแตกตัวของไอออนิกลิควิดเองด้วย

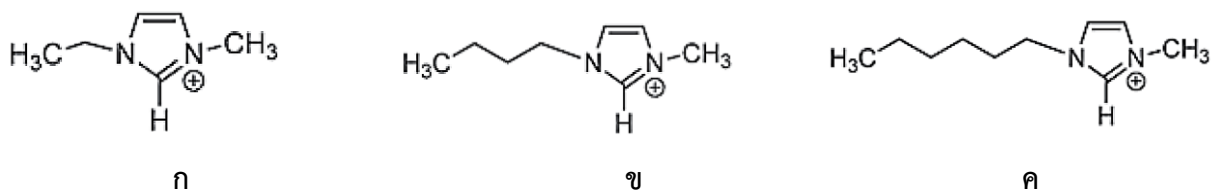
#### 4.5.1 อิทธิพลของชนิดแคทไอออนต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

การเปรียบเทียบชนิดของแคทไอออนจะใช้แอนไอออนชนิดเดียวกันคือ คลอไรด์ และเปลี่ยนชนิดของแคทไอออนโดยจะทำการเปรียบเทียบไอออนิกลิควิด 3 ชนิดคือ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ และ 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.8 พบว่าปฏิกิริยาของ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ให้ปริมาณและอัตราส่วนผลิตภัณฑ์ใกล้เคียงกันซึ่งไอออนิกลิควิดทั้ง 2 ชนิดเป็นไอออนิกลิควิดที่มีความสามารถในการละลายเซลล์โลสที่ดีที่สุด [38] อีกทั้งยังให้ร้อยละผลได้ของกรดแลคติกที่สูงกว่า 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ซึ่งได้ร้อยละผลได้กรดแลคติกเพียงร้อยละ 34.93 เนื่องจากความยาวของหมู่แอลคิลที่เพิ่มมากขึ้นตามรูปที่ 4.10 ซึ่งความยาวของหมู่แอลคิลจะส่งผลให้แรงวัลเดอ์วาลส์ของไอออนิกลิควิดเพิ่มมากขึ้นทำให้ไอออนิกลิควิดมีความสามารถในการละลายเซลล์โลสที่ลดลง ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเกิดได้ยากขึ้น แต่ปริมาณผลิตภัณฑ์ของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ใช้ 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ สูงที่สุดเมื่อเทียบกับอีก 2 ชนิดโดยให้ผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่ร้อยละ 40.46 เป็นไปได้ว่าความสามารถในการละลายเซลล์โลสของ 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ที่น้อยกว่าไอออนิกลิควิดชนิดอื่นทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไทรเฟลตเข้าทำปฏิกิริยาได้ไม่ดี ผลของปฏิกิริยาที่ทำให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลจึงเด่นชัดขึ้น ทำให้ผลิตภัณฑ์เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลได้มากกว่ากรดแลคติก



**รูปที่ 4.8** อิทธิพลแคทไอออน ของไอออนิกลิควิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลล์โลสที่ภาวะการทดลอง อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บาร์ คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลล์โลส 0.33 กรัม เออร์เปียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลล์โลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 แสดงชนิดของไอออนิกลิควิดที่มีความยาวของหมู่แอลคิลต่างกัน ก) 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ข) 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ค) 1-เฮกซิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ [4]

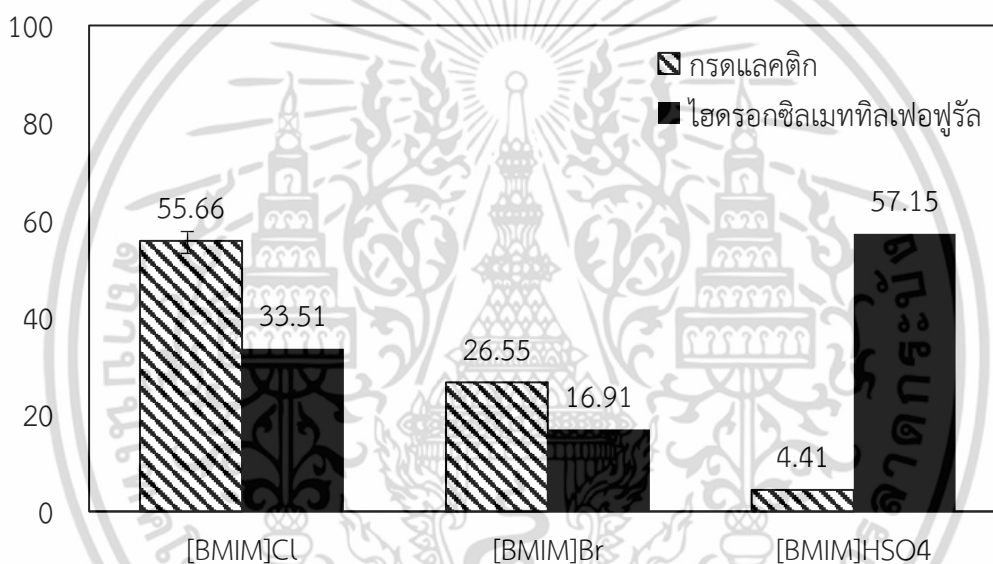
#### 4.5.2 อิทธิพลของชนิดแอนไอออนต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล

การศึกษาอิทธิพลของแอนไอออนศึกษาโดยใช้ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียม ([BMIM]<sup>+</sup>) เป็นตัวหลักของแคทไอออนและเปลี่ยนชนิดของแอนไอออน 3 ชนิด คือ คลอไรด์ (Cl<sup>-</sup>) โบรไมด์ (Br<sup>-</sup>) และไฮโดรเจนซัลเฟต (HSO<sub>4</sub><sup>-</sup>) เพื่อเปรียบเทียบอิทธิพลของแอนไอออนที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลซึ่งโดยทั่วไปแล้วการเปลี่ยนชนิดของแอนไอออนในตัวไอออนิกลิควิดจะมีผลต่อทั้งความสามารถละลายเซลลูโลสและความสามารถในการละลายน้ำของไอออนิกลิควิดแต่เนื่องจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลมีน้ำในปฏิกิริยาในการศึกษาจึงเลือกเฉพาะไอออนิกลิควิดชนิดที่ละลายน้ำได้เพื่อเปรียบเทียบและดูความสามารถของการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิควิด ผลการทดลองจากรูปที่ 4.10 พบว่า 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ ให้กรดแลคติกมากที่สุดตามด้วย 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมโบรไมด์ และ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต โดยให้กรดแลคติกร้อยละ 55.66 26.55 และ 4.41 ตามลำดับ ซึ่งเป็นไปตามงานวิจัยของ Liu และคณะ [39] ที่รายงานว่าอะตอมของแอนไอออนที่มีขนาดเล็กจะสามารถทำให้ไอออนิกลิควิดละลายเซลลูโลสได้ดี นอกจากนั้นเมื่อเทียบเฉพาะชนิดของแอนไอออนเดี่ยวของคลอไรด์ไอออน กับโบรไมด์ไอออน จะพบว่าคลอไรด์ไอออนมีขนาดรัศมีอะตอมที่เล็กกว่าโบรไมด์ไอออนทำให้มีพลังงานอิเล็กโตรเนกาทิวิตีและความหนาแน่นของประจุสูงกว่าโบรไมด์ไอออน ทำให้มีพันธะไฮโดรเจนที่แข็งแรงกว่าส่งผลให้มีความสามารถละลายเซลลูโลสที่ดีกว่าและทำให้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสเกิดได้ดีกว่าซึ่งจากผลการทดลองก็แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ของกรดแลคติกเพิ่มมากขึ้น เช่นเดียวกันผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่มีร้อยละผลได้จากปฏิกิริยาที่ใช้ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ เป็นตัวทำละลายได้มากกว่าปฏิกิริยาของ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมโบรไมด์ ซึ่งอยู่ที่ร้อยละ 33.51 และ 16.91 ตามลำดับตามความสามารถในการละลายเซลลูโลสของไอออนิกลิควิด

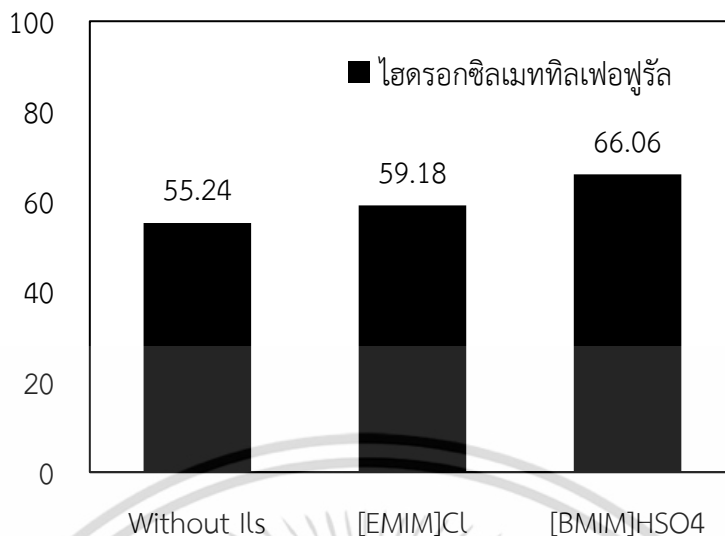
แต่ในกรณีของ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต ที่ให้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลสูงถึงร้อยละ 57.15 ซึ่งเป็นเหตุผลเช่นเดียวกันกับกรณีของแคทไอออนที่เกิดจากกรดชนิดเบรินสเตด แต่แตกต่างกันคือในกรณีของ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต เกิดจากกรดของแอนไอออนที่แตกตัวได้ ไฮโดรเจนซัลเฟต ออกมาทำให้มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทกรดเบรินสเตดทำให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล ซึ่งนอกจากไฮโดรเจนซัลเฟตไอออนแล้ว Elsheikh และคณะ [49] รายงานว่ามีไอออนิกลิควิดหลายชนิดที่สามารถแสดงความเป็นกรดจากไฮโดรเจนที่อยู่ในแอนไอออน เช่น ไฮโดรเจนซัลเฟตไดไฮโดรเจนฟอสเฟต มาเลอิก และฟูมาลิก เป็นต้น

และในรูปที่ 4.11 แสดงให้เห็นถึงความสามารถของ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต ที่นอกจากละลายเซลลูโลสแล้ว ยังสามารถแสดงความเป็นกรดชนิดเบรินสเตดและเพิ่มผลิตภัณฑ์เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของ ผลิตภัณฑ์ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลได้ด้วยโดยเทียบจากผลการทดลองการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไทรเฟลตการใช้ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟตที่มีความเป็นกรดชนิดเบรินสเตด กับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ผ่านการละลายของ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมที่เป็นไอออนิกลิควิดชนิดที่ไม่แสดงความเป็นกรดหรือเบส ที่ภาวะหลังการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิด 16 ชั่วโมง ทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที พบว่าปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ใช้ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต เป็นตัวทำละลายให้ร้อยละผลได้ที่สูงกว่าปฏิกิริยาที่ใช้ 1-เอทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียม เป็นตัวทำละลาย โดยให้ผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล ร้อยละ 66.06 และ 59.18 ตามลำดับ การใช้ 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต เมื่อไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ให้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล 66.06



**รูปที่ 4.10** อิทธิพลแอนไอออนของไอออนิกลิควิดที่มีต่อการเกิดกรดแลคติกและไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม เออร์เบียมไทรเฟลต 0.165 กรัม (ร้อยละ 50 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที



**รูปที่ 4.11** อิทธิพลความเป็นกรดในแอนไอออนของไอออนิกลิควิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยปราศจากการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรเฟลต ภาวะการทดลองอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

จากผลการทดลองที่แสดงให้เห็นถึงความเป็นกรดชนิดเบรินสเตรดของไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟตจึงทำการศึกษอิทธิพลของกรดชนิดเบรินสเตรดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล โดยใช้ไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต ร่วมกับกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก(p-Toluenesulfonic acid, P-TSA) ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นกรดเบรินสเตรดจากผลการทดลองในตารางที่ 4.3 พบว่าปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีการเติมเฉพาะตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิกแต่ไม่มีการใช้ไอออนิกลิควิดให้ผลผลิตผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลในปริมาณที่น้อยกว่าปฏิกิริยาที่มีการเติมทั้งตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิกและไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต โดยให้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลร้อยละ 52.43 กับ 58.43 ตามลำดับ แต่เมื่อเทียบผลของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่เติมเฉพาะตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิก กับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ไม่เติมทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาและไอออนิกลิควิดกลับพบว่า ปฏิกิริยาที่เติมตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิกได้ผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่น้อยกว่า ซึ่งเป็นไปได้ว่าการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดพาราโทลูอินซัลโฟนิกอาจส่งผลให้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเกิดเป็นผลิตภัณฑ์อื่นด้วยสังเกตจากปริมาณกลูโคสที่เหลืออยู่ของปฏิกิริยาที่มีการเติมตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิกน้อยกว่าปฏิกิริยาที่ไม่มีการเติมทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาและไอออนิกลิควิดเช่นเดียวกันเมื่อเทียบปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีการเติมทั้งตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิกและไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต กับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ไม่มีการเติมตัวเร่งแต่ใช้ไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต พบว่าปฏิกิริยาที่มีการเติมตัวเร่งพาราโทลูอินซัลโฟนิกให้ผลผลิตผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่น้อยกว่า โดยให้ผลผลิตผลผลิตไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลร้อยละ 58.43 และ 66.06 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการเติมตัวเร่งกรดชนิดพาราโทลูอิน

ซัลโฟนิกไม่ช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลเพิ่มขึ้นเป็นไปได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาพาราโทลูอินซัลโฟนิกอาจมีความสามารถทำให้ปฏิกิริยาเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ชนิดอื่นได้ด้วย

ตารางที่ 4.3 แสดงอิทธิพลของกรดชนิดเบรินสต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

ภาวะปฏิกิริยา		ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวล)	
ไอออนิกลิควิด	ตัวเร่งปฏิกิริยา	กลูโคส	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล
-	P-TSA	35.23	52.43
[BMIM]HSO <sub>4</sub>	P-TSA	8.14	58.43
[BMIM]HSO <sub>4</sub>	-	4.83	66.06
-	-	41.10	55.24

\* หมายเหตุ : ที่ภาวะอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสความดัน 10 บาร์คาร์บอนไดออกไซด์ ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม กรดพาราโทลูอิน 0.033 กรัม (ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของเซลลูโลส) น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาทำปฏิกิริยา 30 นาที ความเร็วรอบปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการทดลอง ปัญหาและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการทดลอง

การวิจัยครั้งนี้ศึกษาอิทธิพลของไอออนิกลิควิดที่มีต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไทรเฟลต ที่มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของเซลลูโลสให้ผลิตภัณฑ์เกิดเป็นกรดแลคติก พบว่าการใช้ไอออนิกลิควิดเป็นตัวทำละลายเพื่อให้เซลลูโลสละลายและทำปฏิกิริยาได้ดีขึ้น ไม่ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ของกรดแลคติกที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพิ่มมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิดก่อนนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสมีความสามารถในการช่วยให้ผลิตภัณฑ์เกิดเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล เพิ่มมากขึ้นจากการไม่เติมไอออนิกลิควิด และปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสหรือต่ำกว่า ไม่สามารถผลิตกรดแลคติกให้เป็นผลิตภัณฑ์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่ยังสามารถให้ผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล แต่ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่สูงขึ้น เมื่อทำปฏิกิริยาเป็นเวลานานจะทำให้ผลิตภัณฑ์ของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลมีปริมาณลดลงจากการเปลี่ยนไปเป็นฮิวมินัส

อุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ละลายไอออนิกลิควิดโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไทรเฟลต เพื่อให้ได้กรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์จึงต้องทำที่อุณหภูมิสูงกว่า 170 องศาเซลเซียส ความสามารถในการละลายน้ำของไอออนิกลิควิดเป็นสิ่งสำคัญต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส โดยไอออนิกลิควิดชนิด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมคลอไรด์ มีความสามารถในการละลายน้ำที่ดีและได้ผลิตภัณฑ์กรดแลคติกที่สูงที่สุด

นอกจากนี้พบว่าปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ใช้ไอออนิกลิควิดที่มีคุณสมบัติเป็นกรดชนิดเบรินสเตด 1-บิวทิล-3-เมทิลอิมิดาโซเลียมไฮโดรเจนซัลเฟต นอกจากจะสามารถละลายเซลลูโลสได้แล้ว ยังมีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาของเซลลูโลสให้กลายเป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลด้วย

### 5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ

5.2.1 ปัญหาที่พบจากการทดลองปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ผ่านการละลายจากไอออนิกลิควิดคือปริมาณผลิตภัณฑ์กรดแลคติกที่ได้ลดลงจากการที่ไม่เติมไอออนิกลิควิด ปัญหาอาจเกิดจากการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิดทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดผลิตภัณฑ์เป็นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลได้ง่ายขึ้น หากต้องการผลิตภัณฑ์ที่เป็นกรดแลคติกที่มากขึ้นและไม่มีไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลปนกับผลิตภัณฑ์ อาจใช้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการละลายกับไอออนิกลิควิด หรือใช้ไอออนิกลิควิดชนิดกรดลิวอิส ที่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของกรดแลคติกเพิ่มมากขึ้นมาใช้ในปฏิกิริยา

5.2.2 ปัญหาในการแยกผลิตภัณฑ์ออกจากตัวทำละลายไอออนิกลิควิด เนื่องจากหลังการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสที่ละลายด้วยไอออนิกลิควิดแล้วผลิตภัณฑ์ที่ได้จะปนอยู่ด้วยกันกับตัวทำละลาย ปัญหาในการแยกไอออนิกลิควิดที่เป็นตัวทำละลายจึงเป็นสิ่งสำคัญที่ยังต้องศึกษา โดยการศึกษาวิธีการแยกไอออนิกลิควิดออกจากผลิตภัณฑ์มีข้อเสนอแนะหลายวิธี เช่น การปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกชั้นระหว่างไอออนิกลิควิด เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กับสารผลิตภัณฑ์ ทั้งนี้ด้วยทดลองการแยกด้วยวิธีการปั่นเหวี่ยงสารผลิตภัณฑ์ พบว่าสารมีการแยกชั้นเป็นสองชั้นเกิดขึ้น แต่เมื่อนำไปวิเคราะห์ยังพบไอออนกลีโคไซด์อยู่ในสารทั้งสองชั้นแสดงให้เห็นว่ายังไม่สามารถแยกไอออนกลีโคไซด์ออกจากผลิตภัณฑ์ได้อย่างสมบูรณ์ นอกจากวิธีการปั่นเหวี่ยงแล้ว ยังมีวิธีอื่นที่น่าสนใจและแนะนำสำหรับการแยกผลิตภัณฑ์คือ การแยกไอออนกลีโคไซด์ด้วยการกลั่น เนื่องจากไอออนกลีโคไซด์มีความมันไอน้ำและจุดเดือดที่สูงการกลั่นแยกสารผลิตภัณฑ์ออกก็เป็นตัวเลือกที่น่าสนใจในการนำมาใช้ หรือแม้จะเป็นวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสมก็สามารถแยกผลิตภัณฑ์ออกจากไอออนกลีโคไซด์ได้เช่นกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง

- [1] “เอกสารเผยแพร่.” [Online]. Available: [http://www.oae.go.th/main.php?filename=journal\\_all](http://www.oae.go.th/main.php?filename=journal_all). [Accessed: 05-May-2017].
- [2] H. Chen, “Chemical Composition and Structure of Natural Lignocellulose,” in *Biotechnology of Lignocellulose*, Springer Netherlands, 2014, pp. 25–71.
- [3] M. Dusselier, P.V. Wouwe, A. Dewaele, E. Makshina, B.F. Sels, *Energy Environ.Sci.* 6 (2013) 1415–1442.
- [4] Z. Yinghuai, A. Oh, X. Siwei, N. S, and J. A., “Ionic Liquids in Catalytic Biomass Transformation,” in *Applications of Ionic Liquids in Science and Technology*, S. Handy, Ed. *InTech*, 2011.
- [5] Cheng, J., 2009, *Biomass to Renewable Energy Processes*, Taylor and Francis Group, New York.
- [6] “ทบทวนเอกสาร”. ค้นหาคำเมื่อ 29 กันยายน 2558 สืบค้นจาก [http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2552/biot0352at\\_ch2.pdf](http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2552/biot0352at_ch2.pdf)
- [7] “Fruit residue to etanol”. ค้นหาคำเมื่อ 25 เมษายน 2560 สืบค้นจาก [http://www.ncsu.edu/bioresources/BioRes\\_09/BioRes\\_09\\_2\\_1873\\_Orozco\\_Lignocellulosic\\_Fruit\\_Waste.pdf](http://www.ncsu.edu/bioresources/BioRes_09/BioRes_09_2_1873_Orozco_Lignocellulosic_Fruit_Waste.pdf)
- [8] Richards AG (1951) *The Integument of Arthropods*. Univ Minnesota Press, Minneapolis.
- [9] H. Chen, “Chemical Composition and Structure of Natural Lignocellulose,” in *Biotechnology of Lignocellulose*, Springer Netherlands, 2014, pp. 25–71.
- [10] Jiang TD. Lignin. Beijing: *Chemical Industry Press*; 2001.
- [11] K. Tekin, S. Karagöz, and S. Bektaş, “A review of hydrothermal biomass processing,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 40, pp. 673–687, Dec. 2014.
- [12] Wei JH, Song YR. Recent advances in study of lignin biosynthesis and manipulation. *J Integr Plant Biol.* 2001;43(8):771–9.
- [13] Elliott DC. Hydrothermal processing, thermochemical processing of biomass: conversion into fuels. In: Brown RC, editor. *Chemicals and power*. Chichester, UK: *John Wiley & Sons, Ltd.*; 2011. p. 200–31.
- [14] Zugenmaier P. Conformation and packing of various crystalline cellulose fibers. *Prog Polym Sci.* 2001;26(9):1341–417.
- [15] M. Sasaki, T. Adschiri, K. Arai, *AIChE J.* 50 (2004) 192–202.
- [16] C. Luo, S. Wang, H. Liu, *Angew. Chem.* 119 (2007) 7780–7783.
- [17] H. Yamamoto, “Introduction,” in *Lewis Acids in Organic Synthesis*, H. Yamamoto, Ed. Wiley-VCH Verlag GmbH, 2000, pp. 1–7.
- [18] “Concepts of Acids and Bases”. ค้นหาคำเมื่อ 25 กันยายน 2559 สืบค้นจาก <https://employees.csbsju.edu/cschaller/Principles%20Chem/acidity/acid%20lewisABC.htm>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [19] K. Y. Nandiwale, N. D. Galande, P. Thakur, S. D. Sawant, V. P. Zambre, and V. V. Bokade, "One-Pot Synthesis of 5-Hydroxymethylfurfural by Cellulose Hydrolysis over Highly Active Bimodal Micro/Mesoporous H-ZSM-5 Catalyst," *ACS Sustain. Chem. Eng.*, vol. 2, no. 7, pp. 1928–1932, Jul. 2014.
- [20] T. Ståhlberg, M. G. Sørensen, and A. Riisager, "Direct conversion of glucose to 5-(hydroxymethyl)furfural in ionic liquids with lanthanide catalysts," *Green Chem.*, vol. 12, no. 2, pp. 321–325, Feb. 2010.
- [21] R. Weingarten, W. C. Conner, and G. W. Huber, "Production of levulinic acid from cellulose by hydrothermal decomposition combined with aqueous phase dehydration with a solid acid catalyst," *Energy Environ. Sci.*, vol. 5, no. 6, pp. 7559–7574, May 2012.
- [22] P. Gao et al., "Preparation of lactic acid, formic acid and acetic acid from cotton cellulose by the alkaline pre-treatment and hydrothermal degradation," *Ind. Crops Prod.*, vol. 48, pp. 61–67, Jul. 2013.
- [23] T. Ghaffar et al., "Recent trends in lactic acid biotechnology: A brief review on production to purification," *J. Radiat. Res. Appl. Sci.*, vol. 7, no. 2, pp. 222–229, Apr. 2014.
- [24] C. Sánchez, L. Serrano, R. Llano-Ponte, and J. Labidi, "Bread residues conversion into lactic acid by alkaline hydrothermal treatments," *Chem. Eng. J.*, vol. 250, pp. 326–330, Aug. 2014.
- [25] Yan X, Jin F, Tohji K, Kishita A, Enomoto H. Hydrothermal conversion of carbohydrate biomass to lactic acid. *AIChE J*, 2010, 56: 2727–2733
- [26] Sanchez C, Eguees I, Garcia A, Llano-Ponte R, Labidi J. Lactic acid production by alkaline hydrothermal treatment of corn cobs. *Chem Eng J*, 2012, 181–182: 655–660
- [27] A. Onda, T. Ochi, K. Kajiyoshi, and K. Yanagisawa, "Lactic acid production from glucose over activated hydrotalcites as solid base catalysts in water," *Catal. Commun.*, vol. 9, no. 6, pp. 1050–1053, Mar. 2008.
- [28] Onda A, Ochi T, Kajiyoshi K, Yanagisawa K. Lactic acid production from glucose over activated hydrotalcites as solid base catalysts in water. *Catal Commun*, 2008, 9: 1050–1053
- [29] F. Chambon, F. Rataboul, C. Pinel, A. Cabiac, E. Guillon, and N. Essayem, "Cellulose hydrothermal conversion promoted by heterogeneous Brønsted and Lewis acids: Remarkable efficiency of solid Lewis acids to produce lactic acid," *Appl. Catal. B Environ.*, vol. 105, no. 1–2, pp. 171–181, Jun. 2011

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

- [30] Tang Z, Deng W, Wang Y, Zhu E, Wan X, Zhang Q, Wang Y. Transformation of cellulose and its derived carbohydrates into formic and lactic acids catalyzed by vanadyl cations. *ChemSusChem*, 2014, 7: 1557–1567
- [31] F.-F. Wang, C.-L. Liu, and W.-S. Dong, “Highly efficient production of lactic acid from cellulose using lanthanide triflate catalysts,” *Green Chem.*, vol. 15, no. 8, p. 2091, 2013.
- [32] X. Lei, F.-F. Wang, C.-L. Liu, R.-Z. Yang, and W.-S. Dong, “One-pot catalytic conversion of carbohydrate biomass to lactic acid using an  $\text{ErCl}_3$  catalyst,” *Appl. Catal. Gen.*, vol. 482, pp. 78–83, 2014.
- [33] Wang Y, Deng W, Wang B, Zhang Q, Wan X, Tang X, Zhu C, Cao Z, Wang G, Wang Y, Wan H. Chemical synthesis of lactic acid from cellulose catalysed by lead(II) ions in water. *Nat Commun*, 2013, 4: 2141.
- [34] R. P. Swatloski, S. K. Spear, J. D. Holbrey, and R. D. Rogers, “Dissolution of Cellose with Ionic Liquids,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 124, no. 18, pp. 4974–4975, May 2002.
- [35] Kitadume, T.: Ionic liquids, Korona, 2 (2005)
- [36] T. Erdmenger, C. Haensch, R. Hoogenboom, and U.S. Schubert, “Homogeneous tritytion of cellulose in 1-butyl-3-methylimidazolium chloride,” *Macromol Biosci*, vol. 7, no. 4, pp. 440–445, Apr. 2007.
- [37] R. P. Swatloski, S. K. Spear, J. D. Holbrey, and R. D. Rogers, “Dissolution of Cellose with Ionic Liquids,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 124, no. 18, pp. 4974–4975, May 2002.
- [38] D. M. Phillips et al., “Dissolution and Regeneration of Bombyx mori Silk Fibroin Using Ionic Liquids,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 126, no. 44, pp. 14350–14351, Nov. 2004.
- [39] H. R. Liu, H. W. Yu, E. P. Zhou, X. H. Zhang, and X. C. Zhang, “Influence of Anions of Imidazole Ionic Liquids on Dissolution of Cellulose,” *Asian J. Chem.*, vol. 25, no. 15, p. 8266, 2013.
- [40] L. Feng and Z. Chen, “Research progress on dissolution and functional modification of cellulose in ionic liquids,” *J. Mol. Liq.*, vol. 142, no. 1, pp. 1–5, Aug. 2008.
- [41] J. G. Huddleston, A. E. Visser, W. M. Reichert, H. D. Willauer, G. A. Broker, and R. D. Rogers, “Characterization and comparison of hydrophilic and hydrophobic room temperature ionic liquids incorporating the imidazolium cation,” *Green Chem.*, vol. 3, no. 4, pp. 156–164, Jan. 2001.
- [42] Lungwitz, R.; Spange, S. Determination of Hydrogen-Bond-Accepting and -Donating Abilities of Ionic Liquids with Halogeno Complex Anions by means of  $^1\text{H}$  NMR Spectroscopy. *ChemPhysChem* 2012, 13 (7), 1910–1916.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

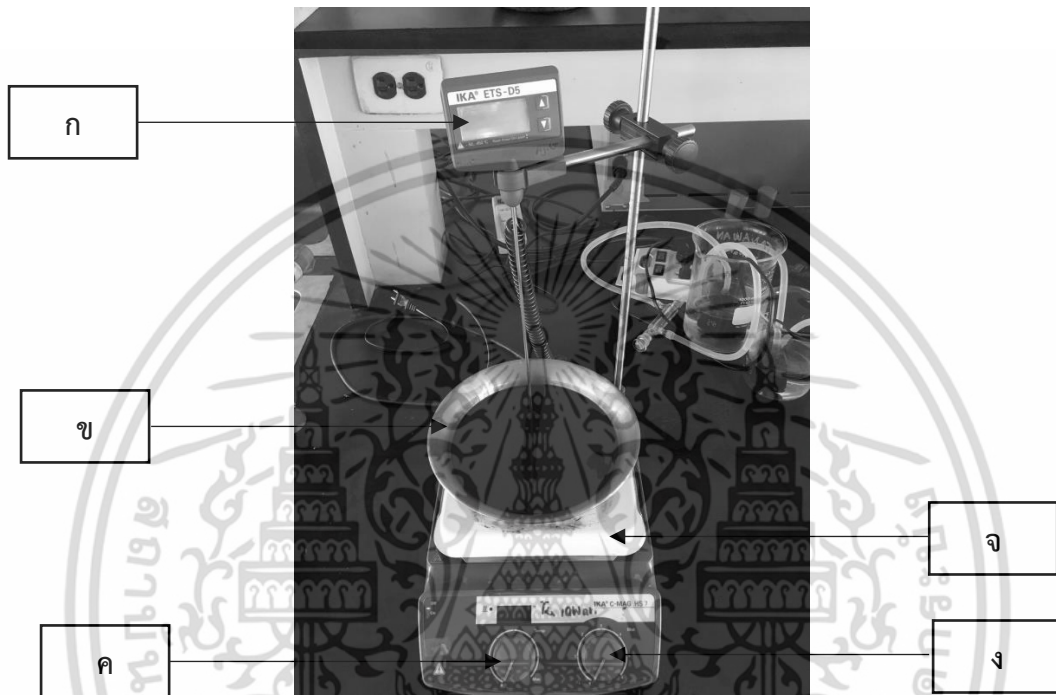
- [43] A. S. Amarasekara, "Acidic Ionic Liquids," *Chem. Rev.*, vol. 116, no. 10, pp. 6133–6183, May 2016.
- [44] B. Kim, J. Jeong, D. Lee, S. Kim, H.-J. Yoon, Y.-S. Lee, and J. K. Cho, "Direct transformation of cellulose into 5-hydroxymethyl-2-furfural using a combination of metal chlorides in imidazolium ionic liquid," *Green Chem.*, vol. 13, no. 6, pp. 1503–1506, Jun. 2011.
- [45] Su Y, Brown HM, Huang X, Zhang ZC. Single-step conversion of cellulose to 5-hydroxymethylfurfural (HMF), a versatile platform chemical. *Appl Catal A Gen*, 2009, 361: 117–122
- [46] Qi X, Watanabe M, Aida TM, Smith Jr RL. Fast transformation of glucose and di-/polysaccharides into 5-hydroxymethylfurfural by microwave heating in an ionic liquid/catalyst system. *ChemSusChem*, 2010, 3: 1071–1077
- [47] Wang P, Yu H, Zhan S, Wang S. Catalytic hydrolysis of lignocellulosic biomass into 5-hydroxymethylfurfural in ionic liquid. *Bioresour Technol*, 2011, 102: 4179–4183
- [48] Kim Z, Jeong J, Lee D, Sangyong K, Yoon HJ, Lee YS, Cho JK. Direct transformation of cellulose into 5-hydroxymethyl-2-furfural using a combination of metal chlorides in imidazolium ionic liquid. *Green Chem*, 2011, 13: 1503–1506
- [49] Elsheikh, Y. A.; Man, Z.; Bustam, M. A.; Yusup, S.; Wilfred, C. D. Brønsted Imidazolium Ionic Liquids: Synthesis and Comparison of their Catalytic Activities as Pre-Catalyst for Biodiesel Production through Two Stage Process. *Energy Convers. Manage.* 2011, 52 (2), 804–809.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

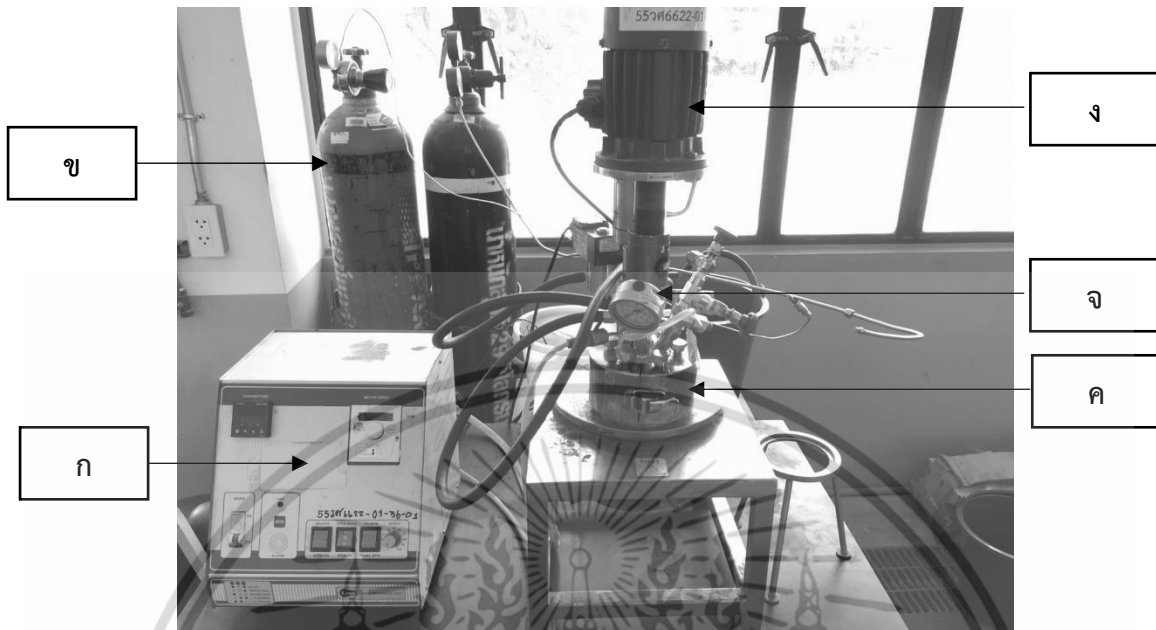
#### ก.1 อุปกรณ์ในการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด



รูปที่ ก.1 อุปกรณ์ในการละลายเซลลูโลสกับไอออนิกลิควิด ก) หน้าจอบควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ข) อ่างน้ำมัน (Oil bath) ค) ปุ่มปรับอัตราให้ความร้อน ง) ปุ่มปรับความเร็วรอบปั่นกวน จ) แผ่นให้ความร้อน (Hotplate)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ก.2 เครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนอุณหภูมิและความดันสูง (Auto clave)



รูปที่ ก.2 เครื่องปฏิกรณ์ชนิดทนความดันและอุณหภูมิสูง ก) ตัวควบคุมอุณหภูมิและความเร็วรอบปั่นกววน (Controller) ข) แก๊สที่ใช้ในการอัดความดัน ค) บริเวณบรรจุสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา ง) มอเตอร์สำหรับขับใบปั่นกววน จ) อุปกรณ์วัดความดันระบบ (Pressure gauge)

## ก.3 เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography)



รูปที่ ก.3 เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography) ก) ขวดบรรจุวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase) ข) ปั๊ม (Pump) ค) ตัวตรวจวัดสาร (Detector) ง) เครื่องให้ความร้อนคอลัมน์ จ) หน้าจอแสดงผล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข

### การคำนวณร้อยละผลได้

#### ข.1 ร้อยละผลได้ของกรดแลคติก

1. นำพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟฟีชนิดของเหลวสมรรถนะสูง ที่มีพื้นที่ใต้กราฟตรงกับสารละลายมาตรฐานของกรดแลคติกเทียบกับกราฟสอบเทียบมาตรฐานของกรดแลคติกเพื่อคำนวณความเข้มข้น

$$\text{ความเข้มข้นกรดแลคติก (ppm)} = 6.5941 \times \text{พื้นที่ใต้กราฟจากเครื่อง HPLC (mV.s)} \quad (\text{ข.1})$$

2. นำความเข้มข้นกรดแลคติกที่ได้มาคำนวณในสมการ

$$\% \text{yield} = \frac{C_{\text{Product}} \times V}{W_{\text{Cellulose}}} \times 100 \quad (\text{ข.2})$$

โดย

$C_{\text{Product}}$  คือ ความเข้มข้นสารผลิตภัณฑ์ (ส่วนในล้านส่วน หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร)

$V$  คือ ปริมาตรสารผลิตภัณฑ์ (มิลลิลิตร)

$W_{\text{Cellulose}}$  คือ น้ำหนักเซลลูโลสเริ่มต้น (กรัม)

#### ตัวอย่างการคำนวณกรดแลคติก

พื้นที่ใต้กราฟจากเครื่องโครมาโทกราฟฟีชนิดของเหลวสมรรถนะสูง = 278.569 มิลลิโวล.วินาที (mV.s)

$$\begin{aligned} \text{จะได้ความเข้มข้นกรดแลคติก} &= 6.5941 \times 278.569 \\ &= 1836.88 \text{ (ppm หรือ mg/l)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{คิดเป็นผลผลิตกรดแลคติก (\%)} &= \frac{1836.88 \text{ (mg / l)} \times 100 \text{ (ml)}}{0.33 \text{ (g)}} \left| \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \right| \left| \frac{1 \text{ l}}{1000 \text{ ml}} \right| \times 100 \\ &= 55.66 \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ข.2 ร้อยละผลได้ของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล

1. นำพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟฟีชนิดของเหลวสมรรถนะสูง ที่มีพื้นที่ใต้กราฟตรงกับสารละลายมาตรฐานของกรดแลคติกเทียบกับกราฟสอบเทียบมาตรฐานของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลเพื่อคำนวณความเข้มข้น

ความเข้มข้นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล (ppm) =  $8.7973 \times$  พื้นที่ใต้กราฟจากเครื่อง HPLC (mV.s) (ข.3)

2. นำความเข้มข้นไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัลที่ได้มาคำนวณในสมการ

$$\%yield = \frac{C_{Product} \times V}{W_{Cellulose}} \times 100 \quad (\text{ข.2})$$

โดย

$C_{Product}$  คือ ความเข้มข้นสารผลิตภัณฑ์ (ส่วนในล้านส่วน หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร)

$V$  คือ ปริมาตรสารผลิตภัณฑ์ (มิลลิลิตร)

$W_{Cellulose}$  คือ น้ำหนักเซลลูโลสเริ่มต้น (กรัม)

### ตัวอย่างการคำนวณของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล

พื้นที่ใต้กราฟจากเครื่องโครมาโทกราฟฟีชนิดของเหลวสมรรถนะสูง = 125.7 มิลลิโวล.วินาที (mV.s)

$$\begin{aligned} \text{จะได้ความเข้มข้นของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล} &= 8.7973 \times 125.7 \\ &= 1105.82 \text{ (ppm หรือ mg/l)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{คิดเป็นผลผลิตของไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล (\%)} &= \frac{1105.82 \text{ (mg / l)} \times 100 \text{ (ml)}}{0.33 \text{ (g)}} \left| \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \right| \left| \frac{1 \text{ l}}{1000 \text{ ml}} \right| \times 100 \\ &= 33.50 \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ค.

### การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสนั้นจะเกิดขึ้นในสภาวะอุณหภูมิ 150 – 200 องศาเซลเซียส และความดันเริ่มต้น 5 บรรยากาศ จึงจำเป็นต้องใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง (autoclave) ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อเตรียมเข้าเครื่องปฏิกรณ์
2. เติมน้ำใส่ถังหล่อเย็น 2 ถัง (หล่อเย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ และหล่อเย็นอุปกรณ์) ถึงละประมาณ 4 ลิตร หรือให้ระดับน้ำสูงกว่าปั๊มพอสสมควร จากนั้นวางปั๊มหล่อเย็นให้จมลงในถังทั้งสอง
3. ใช้น้ำทำความสะอาดตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ และส่วนหัวของเครื่องซึ่งมีอุปกรณ์เช่น ไบพัตกวน ท่อแก๊สขาเข้า และท่อแก๊สขาออก แล้วเช็ดให้สะอาดเพื่อป้องกันสารเจือปน
4. นำสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ ใส่ลงในตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นนำไปวางที่ฐานของเครื่องซึ่งมีอุปกรณ์ให้ความร้อนอยู่ แล้วนำส่วนหัวมาประกบไว้ด้านบนของตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์
5. ประกอบแจ็คเก็ต (jacket) เพื่อให้เครื่องปฏิกรณ์สามารถทนความดันสูงได้เมื่อทำปฏิกิริยา โดยกดล็อก และขันน็อตให้แน่น
6. เชื่อมต่อส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์กับมอเตอร์ของเครื่องปั่นกวน และหมุนประกบทั้งสองส่วนให้แน่น
7. เชื่อมต่อท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก และท่อระบายความดัน กับส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์ แล้วใช้ประแจเลื่อนขันให้แน่น หลังจากนั้นทำการตรวจสอบการรั่วไหล (check leak) โดยอัดแก๊สไนโตรเจนเข้าไปภายในเครื่องปฏิกรณ์แล้วปิดวาล์วแก๊สขาเข้า ปิดวาล์วแก๊สขาออก และเปิดวาล์วเกจวัดความดัน จากนั้นใช้น้ำสบู่ฉีดบริเวณข้อต่อของท่อและวาล์วต่างๆ และสังเกตว่ามีฟองอากาศเกิดขึ้นหรือไม่ ถ้ามีฟองอากาศแสดงว่าเกิดการรั่วไหลที่บริเวณนั้น ให้เปิดวาล์วแก๊สขาออกให้ความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์ลดลง จากนั้นจึงถอดบริเวณที่มีการรั่วไหลแล้วเชื่อมต่อใหม่ให้สนิท
8. ถ้าไม่มีการรั่วไหล ให้ปรับความดันเริ่มต้นของระบบตามต้องการ แล้วทำการเปิดแผงควบคุม (controller) ของเครื่องปฏิกรณ์ เปิดปั๊มหล่อเย็นเฉพาะตัวที่หล่อเย็นอุปกรณ์ เปิดสวิตช์เครื่องให้ความร้อน (Heater) เปิดสวิตช์มอเตอร์ปั่นกวน (Panel RPM) และหมุนปรับความเร็วรอบของมอเตอร์ตามต้องการ เปิดสวิตช์ระบบหล่อเย็นเป็นแบบอัตโนมัติ (Cool Auto) ปรับตั้งค่าอุณหภูมิตามสภาวะที่ต้องการที่แผงควบคุม โดยเพิ่มอุณหภูมิขึ้นเป็นลำดับขั้น ขั้นละ 50 องศาเซลเซียส (สมมติว่าที่อุณหภูมิเริ่มต้นคือ 25 องศาเซลเซียส ให้ตั้งค่าอุณหภูมิครั้งแรกที่ 75 องศาเซลเซียส) เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจนต่างกับค่าที่ตั้งไว้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส (55 องศาเซลเซียส) ให้ปรับค่าอุณหภูมิเพิ่มขึ้นอีกขั้น (125 องศาเซลเซียส) ทำเช่นนี้ไปจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ
9. หลังจากทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว ทำการปิดสวิตช์เครื่องให้ความร้อน ปิดสวิตช์มอเตอร์ปั่นกวน และสับสวิตช์ระบบหล่อเย็นเป็นแบบควบคุมเอง (Manual) จากนั้นเปิดปั๊มหล่อเย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ เมื่ออุณหภูมิลดลงเหลือประมาณ 50 องศาเซลเซียส จึงเริ่มถอดอุปกรณ์เพื่อนำสารผลิตภัณฑ์ออกได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. ปิดแผงควบคุมเครื่องปฏิกรณ์ และปั๊มหล่อเย็น แล้วเริ่มถอดอุปกรณ์โดยเริ่มจากท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก ท่อระบายความดัน ปลดมอเตอร์ปั่นกววน และแจ๊คเก็ท จากนั้นยกส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์ ออก ยกตัวถังออกจากฐาน แล้วเทสารผลิตภัณท์ใส่ปิกเกอร์เพื่อนรอการวิเคราะห์ต่อไป

11. ทำความสะอาดส่วนประกอบต่างๆของเครื่องปฏิกรณ์ให้เรียบร้อย และเช็คให้แห้ง ถอดปลั๊กไฟฟ้าออกให้หมด นำน้ำหล่อเย็นในถังไปทิ้ง ตรวจสอบความเรียบร้อยของอุปกรณ์ รวมทั้งวาล์ว ทั้งหมดต้องปิดให้เรียบร้อย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ง.

## การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ในปริญญาโทครั้งนี้จะใช้คอลัมน์แบบ reverse phase ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

## 1. การเตรียมเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase)

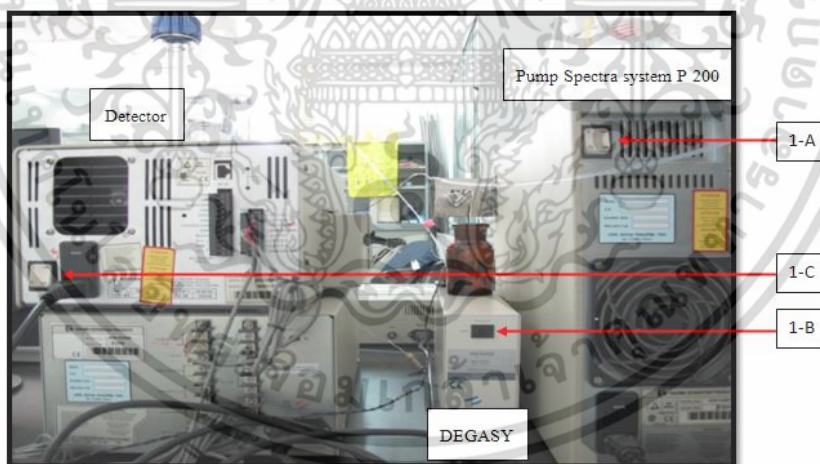
1. นำสารละลายที่จะใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่ที่ใส่ขวดใส่ที่สะอาดขนาด 1 ลิตร
2. ใส่ฟองอากาศในสารละลายเฟสเคลื่อนที่ด้วยเครื่อง ultrasonic bath ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

## 2. การเตรียมสารตัวอย่างที่จะฉีดเข้าเครื่อง HPLC

1. ดูดสารตัวอย่างในปิเปตอร์ด้วยหลอดฉีดสารปริมาณ 5 มิลลิลิตร
2. นำหลอดฉีดสารต่อเข้ากับตัวกรอง (syringe filter) ขนาด 0.2 หรือ 0.45 ไมครอน แล้วฉีดสารตัวอย่างผ่านตัวกรองใส่ภาชนะที่สะอาด

## 3. การเปิดระบบเครื่อง HPLC

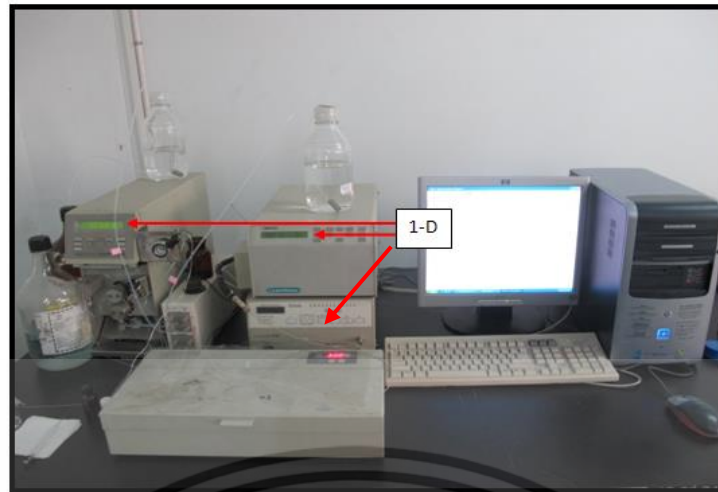
1. เปิด Pump Spectra system P 200 กดสวิตช์ ON (1-A)
2. เปิด DEGASYS กดสวิตช์ ON (1-B)
3. เปิด Detector กดสวิตช์ ON (1-C)



รูปที่ ง.1 สวิตช์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

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

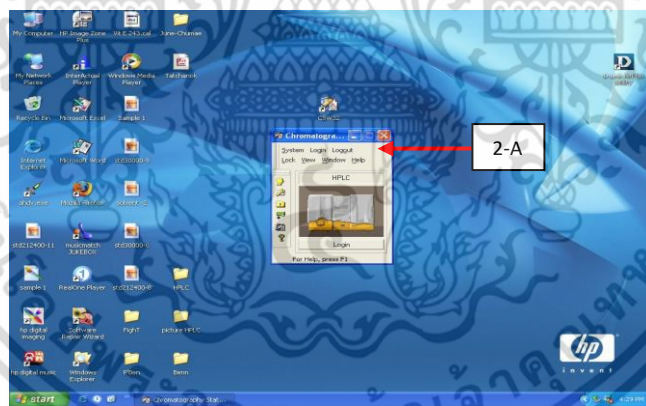
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

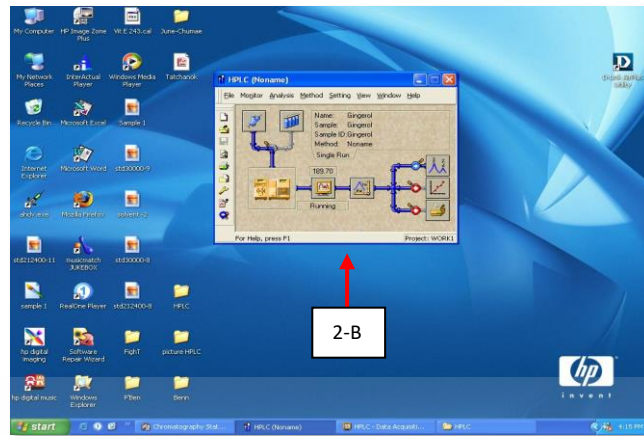
#### 4. การเปิดโปรแกรม CSW32

1. ดับเบิลคลิก เลือกไอคอน CSW32
2. เมื่อหน้าต่างชื่อ Chromatogram ขึ้นมา (2-A) กด Login แล้วใส่รหัส “HPLC” แล้วกด OK
3. จากนั้นจะมีหน้าต่าง HPLC (NONAME) ขึ้นมา ให้คลิกที่ Detector Signal (2-B)
4. หน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมาเพื่อแสดง base line (2-C)
- 5.

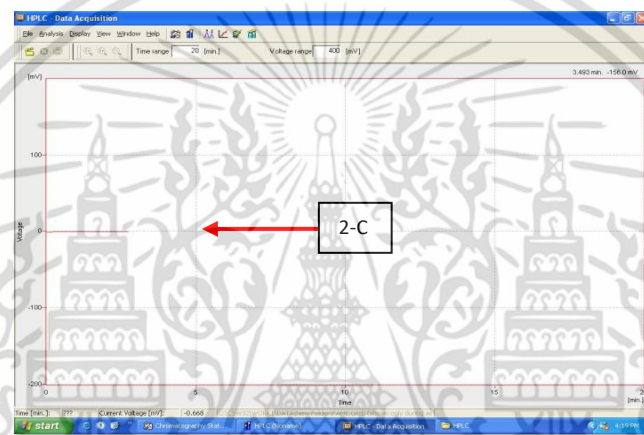


รูปที่ ง.3.1 การเปิดโปรแกรม CSW32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๓.๓.๒ การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)



รูปที่ ๓.๓.๓ การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)

## 5. การตั้งค่าบน RI Detector

1. เปิดสวิตซ์เครื่อง RI Detector ปุ่ม (3-A)



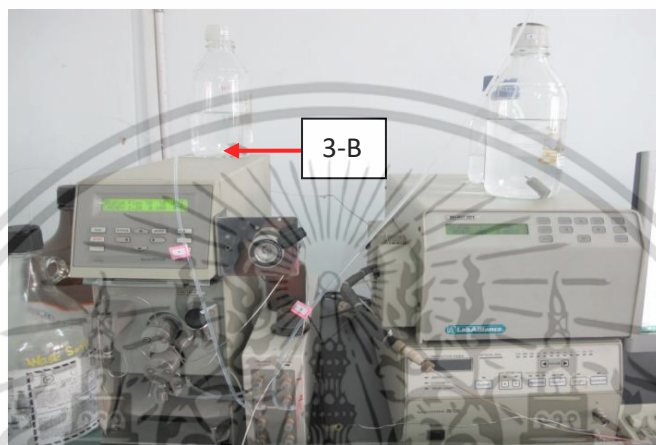
รูปที่ ๓.๔ การตั้งค่าบน RI Detector

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ตรวจสอบสถานะของเครื่อง RI Detector ให้ตรงกับภาพการวิเคราะห์ที่ต้องการ ปรับค่าความเร็วการตอบสนองของสัญญาณ และช่วงของสัญญาณตามที่ต้องการ
3. กดปุ่ม Purge เพื่อเตรียมพร้อมการรับสัญญาณจากเฟสเคลื่อนที่

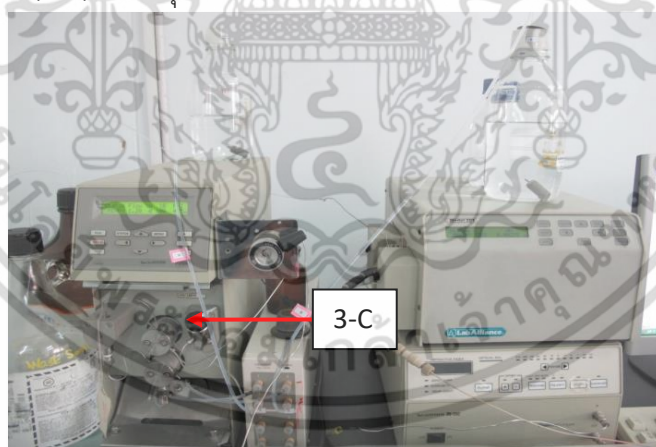
#### 6. การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่

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



รูปที่ ๕.๕.๑ การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่

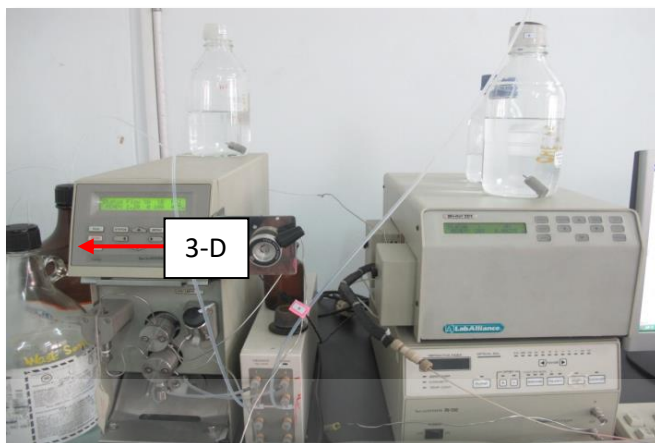
3. คลายวาล์วสีดำ (3-C) โดยหมุนทวนเข็มนาฬิกาประมาณ 3 รอบ



รูปที่ ๕.๕.๒ การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๕.๕.๓ การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

5. กดปุ่ม Enter อีก 2 ครั้ง pump จะดูดสารละลายเฟสเคลื่อนที่ทิ้ง เพื่อไล่สารละลายเก่าที่ค้างอยู่ในหัวดูด ปล่อยให้ pump ดูดสารละลายจากกระบอกตวงทิ้ง ประมาณ 10 นาที (ห้ามไม่ให้ระดับของเหลวต่ำกว่าหัวดูด)
6. กดปุ่ม Stop (3-E) นำเอาหัวดูดออกจากกระบอกตวง มาใส่ในขวดสารละลายเฟสเคลื่อนที่ที่เตรียมไว้
7. ทำการไล่ฟองอากาศในสายยางเส้น A ออกให้หมด โดยกดปุ่ม PURGE (3-D) แล้วกด Enter รอประมาณ 30 นาที (ถ้ายังมีฟองอากาศให้ไล่ฟองอากาศจนหมด)

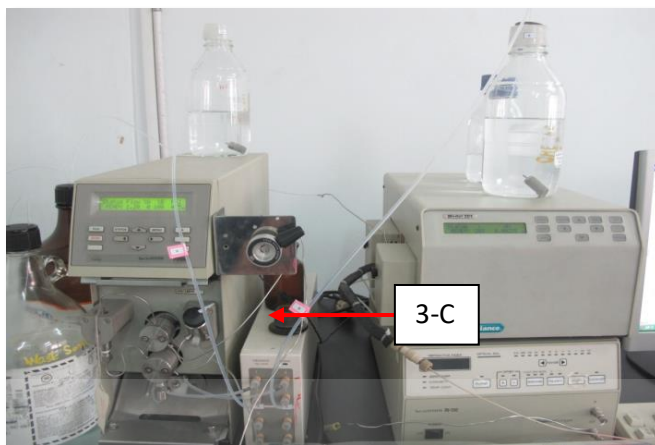


รูปที่ ๕.๕.๔ การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

## 7. การดูดเฟสเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector

1. หมุนวาล์วสี่ตำแหน่ง (3-C) ตามเข็มนาฬิกาให้แน่นตามเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๖.๑ การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์

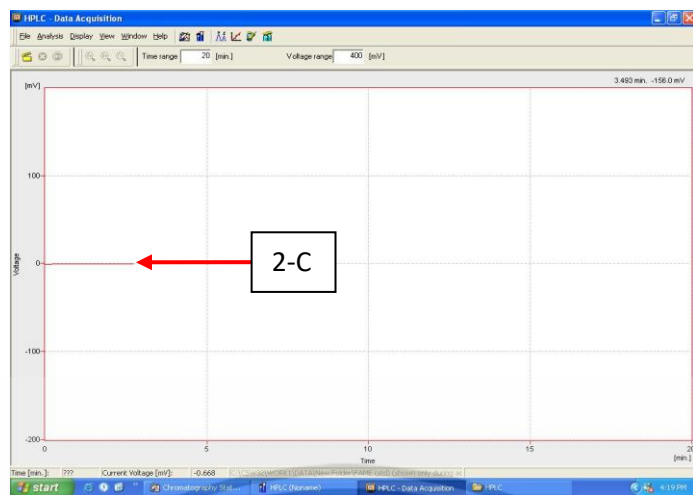
- กดปุ่ม Menu (3-F) แล้วกดปุ่ม Enter 5 ครั้ง จะเห็นหน้าจอแสดง Time %A %B Flow



รูปที่ ๖.๒ การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.6.3 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

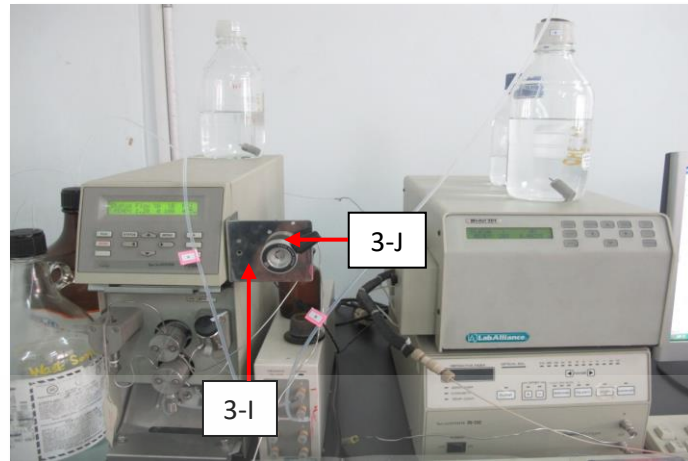


รูปที่ ง.6.4 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

#### 8. การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

1. ล้างหลอดฉีดสารด้วยเมทานอลอย่างน้อย 3 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง โดยการดูดเมทานอลมาปริมาตร 100 ไมโครลิตร แล้วฉีดทิ้ง
2. ล้างหลอดฉีดสารด้วยสารตัวอย่างอย่างน้อย 2 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง
3. ดูดสารตัวอย่าง มาปริมาณ 100 ไมโครลิตร (ห้ามมีฟองอากาศในหลอดฉีด)
4. เสียบหลอดฉีดสารไปที่แป้นหัวฉีด (3-I) กดก้านหลอดฉีด เพื่อฉีดสารเข้าไป และให้หลอดฉีดสารยังคงเสียบไว้
5. สับก้านฉีดที่แป้นฉีดลง (3-J) ค้างไว้เป็นเวลาประมาณ 6 วินาที แล้วค่อยสับก้านฉีดขึ้น จากนั้นดึงหลอดฉีดสารออกจากแป้นฉีด
6. ที่จอคอมพิวเตอร์มีหน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมา (2-C) เพื่อแสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่เราฉีดเข้าไป

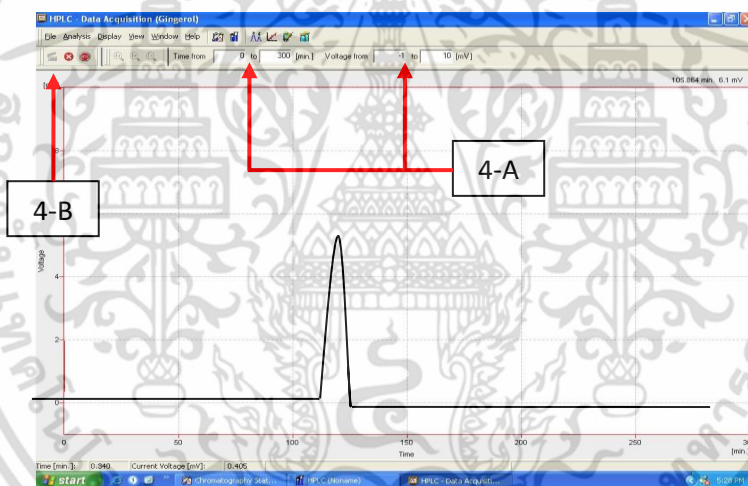
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.7 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

## 9. Chromatogram

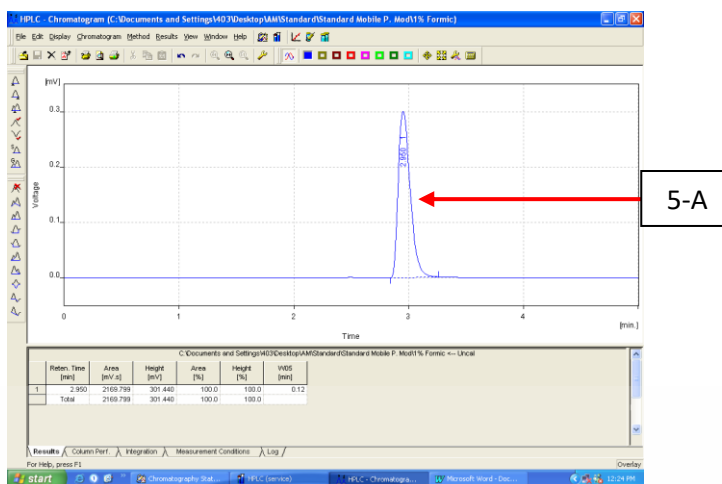
1. ปรับเปลี่ยนแกนค่าความต่างศักย์ (แกน Y) และแกนเวลาในการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง (แกน X) บนหน้าจอ (4-A)



รูปที่ ง.8.1 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.8.2 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

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



รูปที่ ง.8.3 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

## 10. การล้าง Column และ Detector

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

## 11. การปิดเครื่อง

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

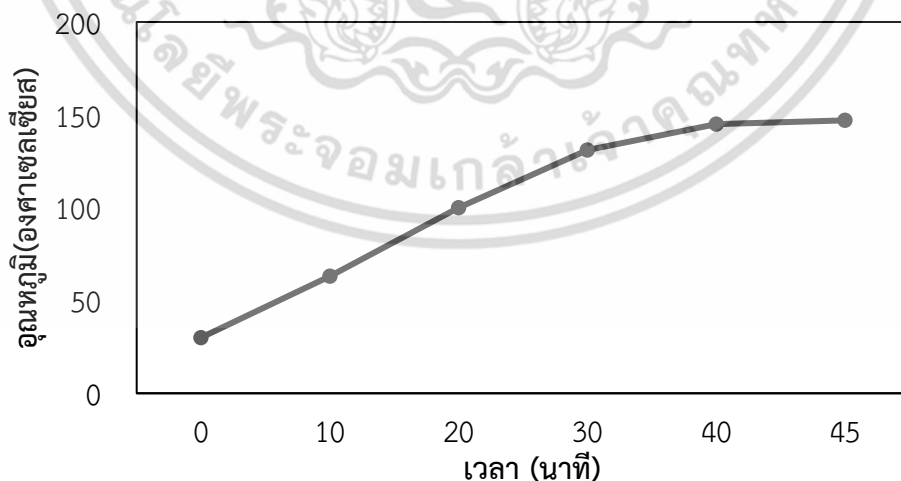
## ภาคผนวก จ

# การเพิ่มและลดอุณหภูมิให้กับเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทอนความดันและอุณหภูมิสูง

ระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทอนอุณหภูมิและความดันสูง รวมทั้งระยะเวลาที่ใช้ในการลดอุณหภูมิลงก่อนการนำสารตัวอย่างออกเพื่อทำการวิเคราะห์นั้น ในแต่ละอุณหภูมิที่ทำการทดลองมีเวลาเพิ่มและลดความร้อนไม่เท่ากัน แสดงดังตาราง จ.1 และกราฟแสดงลักษณะการเพิ่มลดอุณหภูมิแต่ละอุณหภูมิในรูปที่ จ.1 จ.2 จ.3 และ จ.4 สำหรับที่อุณหภูมิ 150 170 190 และ 200 องศาเซลเซียสตามลำดับ และกราฟแสดงลักษณะการลดอุณหภูมิในรูปที่ จ.5 ซึ่งระยะเวลาส่วนนี้ไม่ได้นำมาใช้คิดเป็นระยะเวลาการทำปฏิกิริยา ดังนั้นการนำข้อมูลจากปริญญานิพนธ์นี้ไปใช้งานต้องคำนึงถึงช่วงเวลาดังกล่าวนี้ด้วย

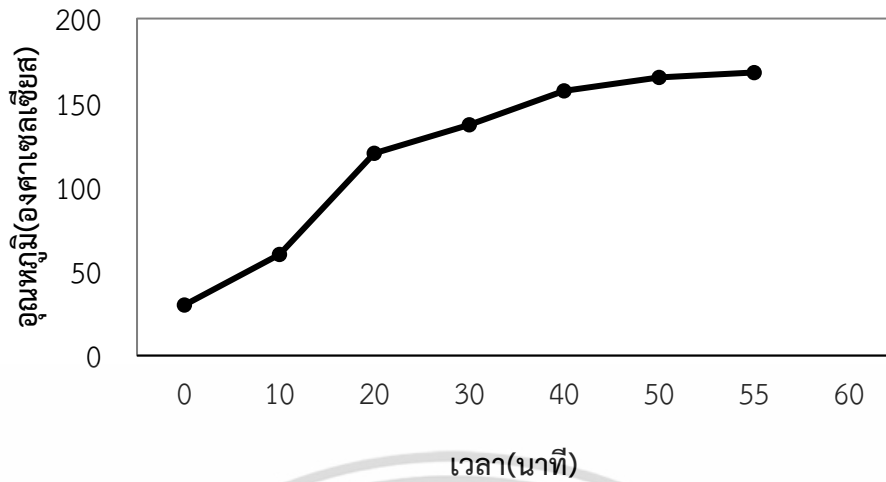
ตารางที่ จ.1 แสดงระยะเวลาในการเพิ่มและลดอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิปฏิกิริยา (องศาเซลเซียส)	ระยะเวลาเพิ่มความร้อน (นาที)	ระยะเวลาลดความร้อน (นาที)
150	45	40
170	55	45
190	65	50
200	65	50

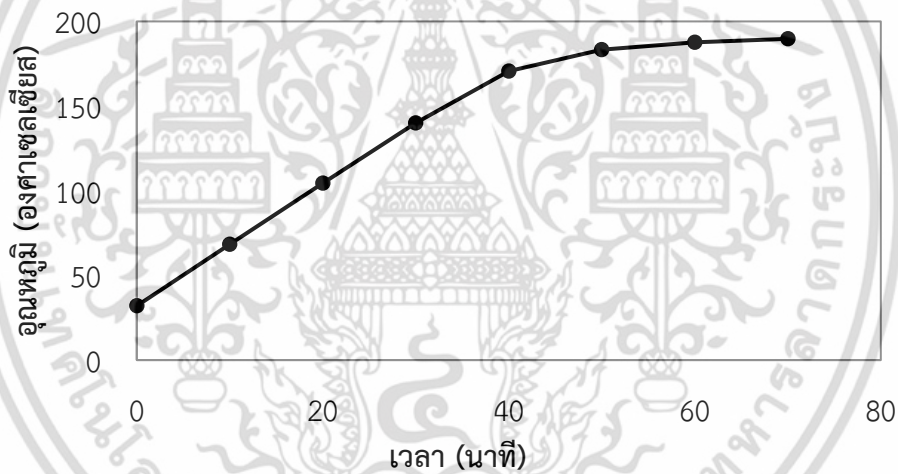


รูปที่ จ.1 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ จนถึงอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บรรยากาศ อัตราเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

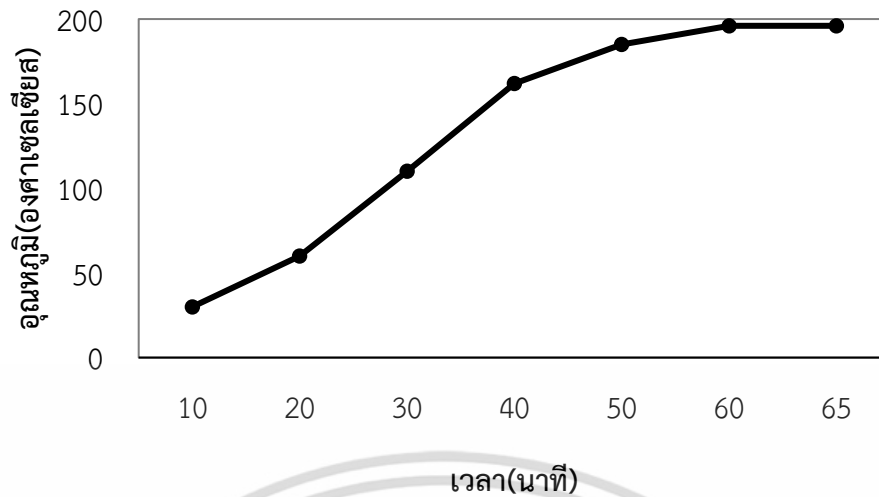


รูปที่ จ.2 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ จนถึงอุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บรรยากาศ อัตราเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

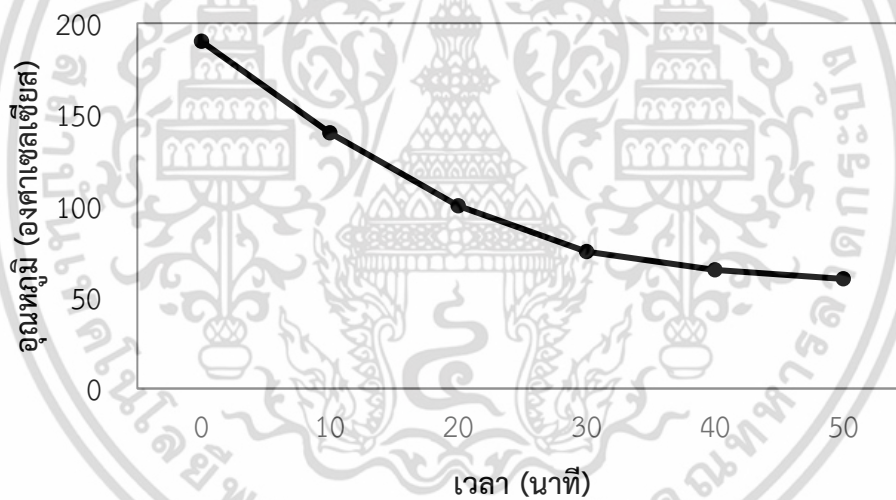


รูปที่ จ.3 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ จนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บรรยากาศ อัตราเร็วในการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

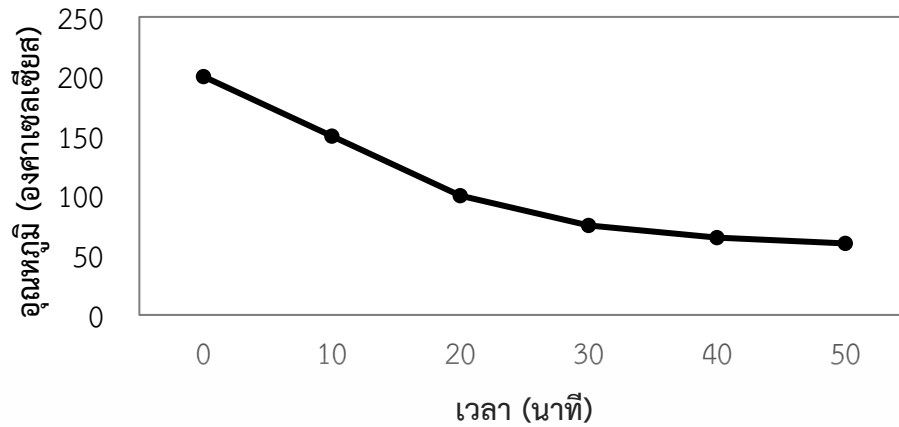


รูปที่ จ.4 ลักษณะของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ จนถึงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ความดัน 10 บรรยากาศ อัตราเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที



รูปที่ จ.5 ลักษณะของอุณหภูมิที่ลดลงในช่วงการลดอุณหภูมิแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จากอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียสจนถึงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.6 ลักษณะของออกซิเจนที่ลดลงในช่วงการลดออกซิเจนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จากออกซิเจน 200 องศาเซลเซียสจนถึงออกซิเจน 60 องศาเซลเซียส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฉ

ข้อมูลผลการทดลอง

ตารางที่ ฉ.1 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพของไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอ ฟูรัล	
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	-	-	54.99	10.59	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.36, 55.66, 53.73	33.50, 33.50, 33.35	1.23, 0.09
200	-	-	30	10 CO <sub>2</sub>	-	-	-	73.08, 71.00	1.47
200	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	-	-	65.34	6.93	-
200	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.11	21.04	-

ตารางที่ ๑.2 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบเวลาในการละลายเซลลูโลสในไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กรดแลคติก	ไฮดรอกซีลเมทิลเฟอ ฟูรัล	
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	-	8	54.99	10.59	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.36, 55.66, 53.73	33.50, 33.50, 33.35	1.23, 0.09
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	24	55.01	33.66	-



ตารางที่ ๓.3 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบชนิดของแก๊สและความดันต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล	
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	5 N <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	49.09	36.30	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	5 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	52.39	21.13	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 N <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	51.45	31.86	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.36, 55.66, 53.73	33.50, 33.50, 33.35	1.23, 0.09
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	15 N <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	49.79	34.60	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	15 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	49.80	35.72	-

ตารางที่ ๓.4 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอุณหภูมิและเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล	
150	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	2.19	0.00	-
150	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	180	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	8.93	20.24	-
170	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	25.63	25.70	-
170	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	60	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	32.80	34.18	-
170	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	90	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	37.75	38.28	-
170	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	120	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	38.09	38.88	-
170	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	180	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	36.74	33.01	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	0	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	45.24	33.62	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.36, 55.66, 53.73	33.50, 33.50, 33.35	1.23, 0.09
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	120	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	57.11	11.25	-

ตารางที่ ๘.5 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพปริมาณและชนิดตัวเร่งต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล	
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	31.66	54.73	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	30	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	46.29	38.14	-
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	10	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.36, 55.66, 53.73	33.50, 33.50, 33.35	1.23, 0.09

ตารางที่ ๘.6 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพของชนิดไอออนิกลิควิดไอออนิกลิควิดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กรดแลคติก	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล	
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[EMIM]Cl	16	53.70, 49.14	29.71, 30.52	3.22, 0.57
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Cl	16	53.36, 55.66, 53.73	33.50, 33.50, 33.35	1.23, 0.09
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[HMIM]Cl	16	33.66, 34.93	33.75, 40.46	0.90, 4.73
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]Br	16	26.55, 21.07	16.91, 12.13	3.87, 3.38
190	Er(OTf) <sub>3</sub>	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]HSO <sub>4</sub>	16	5.39, 4.41	54.93, 57.15	0.69, 1.57
190	-	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[EMIM]Cl	16	-	59.18	-
190	-	50	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]HSO <sub>4</sub>	16	-	66.06	-

ตารางที่ ๗. 7 ข้อมูลผลการทดลองเปรียบเทียบอรรถิพลของกรดเบรินสตัดต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ชนิด ตัวเร่ง	ตัวเร่งปฏิกิริยา (ร้อยละโดยมวลของ เซลลูโลสตั้งต้น)	เวลาทำ ปฏิกิริยา (นาที)	ความดัน (บาร์)	ชนิดไอออนิก ลิควิด	เวลา ละลาย เซลลูโลส (ชั่วโมง)	ผลิตภัณฑ์ (ร้อยละโดยมวลของเซลลูโลสตั้งต้น)		ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
							กลูโคส	ไฮดรอกซิลเมทิลเฟอฟูรัล	
190	P-TSA	10	30	10 CO <sub>2</sub>	-	-	35.23	52.43	-
190	P-TSA	10	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]HSO <sub>4</sub>	16	8.14	58.43	-
190	-	10	30	10 CO <sub>2</sub>	[BMIM]HSO <sub>4</sub>	16	4.83	66.06	-
190	-	10	30	10 CO <sub>2</sub>	-	-	41.10	55.24	-

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	ณัฐจักร วงศ์คำ
วัน เดือน ปีเกิด	3 กันยายน 2535
ที่อยู่	253 ตำบลกุดลาด อำเภอเมือง จังหวัดอุบลราชธานี 34000
ประวัติการศึกษา	2558 วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ผลงานทางวิชาการ	“การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ไอน้ำกึ่งวิกฤตเป็นตัวทำละลาย” งานประชุมวิชาการ สมาคมวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 2



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้