

การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้
เออร์เบียมไตรเฟลต ด้วยการออกแบบการทดลอง

STUDY OF HYDROTHERMAL REACTION OF CELLULOSE BY USING
Er(OTf)₃ CATALYST WITH DESIGN OF EXPERIMENT



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2560

KMITL-2017-EN-M-230-123

การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้
เออร์เบียมไตรเฟลต ด้วยการออกแบบการทดลอง

STUDY OF HYDROTHERMAL REACTION OF CELLULOSE BY USING
Er(OTf)₃ CATALYST WITH DESIGN OF EXPERIMENT



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2560

KMITL-2017-EN-M-230-123

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STUDY OF HYDROTHERMAL REACTION OF CELLULOSE BY USING
 $\text{Er}(\text{OTf})_3$ CATALYST WITH DESIGN OF EXPERIMENT



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT 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-230-123

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 การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้เออร์เบียมไตรเฟลต
ด้วยการออกแบบการทดลอง

Thesis Title Study of Hydrothermal Reaction of Cellulose by using $\text{Er}(\text{OTf})_3$ Catalyst with
Design of Experiment

นักศึกษา นางสาวชฎาพร ขาวล้ำเลิศ

รหัสประจำตัว 59601275

ปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์

หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2017-EN-M-230-123

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.สมหมาย ผิวสะอาด	
ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์	
ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์	
ผศ.ดร.ญาณิพร พัทธวรโชติ	
ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์	

วัน / เดือน / ปี ที่สอบ วันจันทร์ที่ 17 กรกฎาคม พ.ศ. 2560 เวลา 13.00-15.00 น.
สถานที่สอบ ณ อาคาร A ชั้น 5 ห้องประชุม 1

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

คณะวิศวกรรมศาสตร์ รับรองแล้ว



(รองศาสตราจารย์ ดร. คมสัน มาลีสี)

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

หัวข้อปริญญานิพนธ์	การศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ เออร์เปียมไทรเฟลต ด้วยการออกแบบการทดลอง
นักศึกษา	นางสาวชฎาพร ขาวล้ำเลิศ
รหัสประจำตัว	59601275
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
พ.ศ.	2560
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร. ธนวรรณ พิณรัตน์

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้สังเคราะห์กรดแลคติกจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส ร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เปียมไทรเฟลต ($Er(OTf)_3$) โดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 170 ถึง 210 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 0 ถึง 120 นาที อัตราส่วนโดยมวลของ $Er(OTf)_3$ ต่อสารตั้งต้นคือ 0.1:1 0.25:1 และ 0.4:1 ด้วยการออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology) ชนิด บ็อกซ์ เบห์นเคน (Box-Behnken) จากการศึกษาพบว่า การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น ได้กรดแลคติกเป็นผลิตภัณฑ์หลัก และนอกจากนั้นยังได้ 5-HMF (5-ไฮดรอกซีเมทิลฟูฟูออล) กรดซัคซินิก และกรดฟอร์มิกเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ ซึ่งสมการถดถอย (Regression) ที่ได้จากการออกแบบการทดลองสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสคือ $Y_{lactic} = -752 + 6.95T + 1.134t + 455.7C - 0.01553T^2 - 0.001230 t^2 - 191.0C^2 - 0.00440Tt - 1.474TC - 0.516Ct$ เมื่อ Y_{lactic} คือร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก T คือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (องศาเซลเซียส) t คือระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที) และ C คืออัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส ในการทำนายภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากการออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง ภาวะที่ได้จากการทำนายคือ $T = 203$ องศาเซลเซียส $t = 16$ นาที และ $C = 0.39:1$ โดยจะให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดจากการทำนายคือ ร้อยละ 50.64 และเมื่อทำการทดลองตามภาวะดังกล่าวพบว่า ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ผลิตได้จริงคือร้อยละ 43.96 โดยเฉลี่ย และเมื่อนำสมการถดถอยที่ได้ไปใช้ในการทำนายค่าการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด ไม่สามารถสรุปได้ว่าสมการถดถอยดังกล่าวสามารถทำนายการเกิดปฏิกิริยาของของเหลือทางการเกษตรได้อย่างแม่นยำ เนื่องจากกรดแลคติกสามารถเกิดได้จากเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักที่สำคัญในของเหลือทางการเกษตร ทั้งนี้หากต้องการนำสมการถดถอยไปใช้ควรที่จะศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเฮมิเซลลูโลสเพิ่มเติม เพื่อความแม่นยำในการทำนาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต่ออ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis	Study of Hydrothermal Reaction of Cellulose by using $\text{Er}(\text{OTf})_3$ Catalyst with Design of Experiment
Student	Ms. Chadaporn Khaolumloet
Student ID.	59601275
Degree	Master of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2017
Advisor	Asst. Prof. Dr. Tanawan Pinnarat

Abstract

This work studied lactic acid synthesis using hydrothermal traction of cellulose using $\text{Er}(\text{OTf})_3$ catalyst the temperature range of 170 to 210°C, reaction time 0 to 120 minutes, catalyst to cellulose mass ratio was adjusted in the range of 0.1:1 to 0.4:1 using Response Surface Methodology with Box-Behnken Design. The result showed that lactic acid is the main product and in addition 5-HMF, succinic acid and formic acid were also produced during hydrothermal reaction of cellulose. $Y_{\text{lactic}} = -752 + 6.95T + 1.134t + 455.7C - 0.01553T^2 - 0.001230 t^2 - 191.0C^2 - 0.00440Tt - 1.474TC - 0.516Ct$ is regression equation for hydrothermal reaction of cellulose, Y_{lactic} is yield of lactic acid $T =$ reaction temperature (°C), $t =$ reaction time (min) and $C =$ catalyst to cellulose mass ratio. The optimum condition was predicted to give highest yield of lactic acid of 50.64 at $T = 230$ °C, $t = 16$ min and $C = 0.39:1$. The model was verified with 3 repeated experiments, averaged yield of lactic acid is 43.96. When use the regression model to predict hydrothermal reaction of durian peel and corn cob, it cannot conclude that regression model can predict reaction of agricultural waste practically due to lactic acid can be synthesized from both of cellulose and hemicellulose that are main component in biomass. Therefore, hydrothermal of cellulose should be further studied for more precise model to apply for hydrothermal of biomass.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต่อ!อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดีเนื่องด้วยความอนุเคราะห์และความช่วยเหลือของคณาจารย์และบุคคลหลายฝ่าย ผู้จัดทำใคร่ขอขอบพระคุณทุกท่านที่ช่วยเหลือดังต่อไปนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาที่มอบความรู้ ให้คำแนะนำชี้แนะข้อบกพร่อง รวมถึงช่วยแก้ปัญหาในด้านต่างๆด้วยความอดทนและความทุ่มเทโดยเสมอมา ทั้งนี้ขอขอบคุณทุนสนับสนุนการวิจัยจากเงินงบประมาณรายได้ประจำปี 2559 คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อีกทั้งยังมีผู้ให้ความอนุเคราะห์ท่านอื่นๆ ดังรายนามต่อไปนี้

ขอขอบพระคุณ ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์ ผศ.ดร.ญาณิพร พิชชรวิโชติ รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา และผศ.ดร.พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ซึ่งเป็นคณะกรรมการสอบปริญญาโท ที่ให้คำแนะนำในการทดลองและการเขียนเล่มรายงาน

ขอขอบพระคุณ ดร.อำนาจ เพิ่มทรัพย์สกุล รวมถึงบุคลากรภายในภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ ที่เอื้อเฟื้ออุปกรณ์ในการทดลอง

ขอขอบคุณ คุณณัฐภูมิ รัตนเจียรกุล คุณธาดา ทรัพย์พิพัฒนา คุณณัฐจักร วงศ์คำ นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในการใช้อุปกรณ์ในการทำการทดลอง

ขอขอบคุณ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ คุณพิมพ์ใจ ภูชะนะกิจ และเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี ท่านอื่น คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือด้านเอกสาร และการเบิกใช้อุปกรณ์ทำวิทยานิพนธ์

สำคัญที่สุดที่ขาดไม่ได้ ขอกราบขอบพระคุณครอบครัวและบุคคลใกล้ชิดที่ให้การสนับสนุนและเป็นกำลังใจตลอดการดำเนินงานจนจบการศึกษา

ประโยชน์อันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้จัดทำมอบแต่บุพการี คณาจารย์ และผู้มีพระคุณทุกท่านที่ได้มอบความรู้และการอบรมสั่งสอนแก่ผู้จัดทำ จนสามารถประสบความสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ซึ่งวิทยานิพนธ์เล่มนี้คณะผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่าจะเป็นประโยชน์ต่อการวิจัยและผู้ที่ได้ศึกษาค้นคว้า หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้จัดทำต้องขออภัยและน้อมรับไว้ ณ ที่นี้

ชฎาพร ขาวลำเลิศ

24 กรกฎาคม 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต่อ|||อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญรูปภาพ.....	VII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของวิทยานิพนธ์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์.....	2
1.3 ขอบเขตของวิทยานิพนธ์.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตร.....	3
2.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลในการผลิตกรดแลคติก.....	5
2.2.1 การผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งปฏิกริยาชนิดกรด.....	5
2.2.2 การผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งปฏิกริยาชนิดเบส.....	10
2.3 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเฮมิเซลลูโลสหรือไซแลน.....	13
2.4 การออกแบบการทดลอง (Design of Experiment: DOE).....	14
2.4.1 หลักการพื้นฐานของการออกแบบการทดลอง.....	14
2.4.2 ขั้นตอนการออกแบบการทดลอง.....	14
2.4.3 ชนิดของการออกแบบการทดลอง.....	15
2.4.4 การทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Design).....	17
2.4.5 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยการออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง.....	17
บทที่ 3 การดำเนินงาน	18
3.1 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสและไซแลน.....	18
3.2 การวิเคราะห์ปริมาณสารผลิตภัณฑ์.....	19
3.3 การออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง.....	21
3.3.1 การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน (Box - Behnken).....	21
3.3.2 การวิเคราะห์การถดถอย (Regression).....	22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต่อ1อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล	24
4.1 การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส	24
4.1.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา	24
4.1.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา	25
4.1.3 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา	27
4.2 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยวิธีออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน	28
4.2.1 ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์	28
4.2.2 สมการถดถอยสำหรับค่าร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก	29
4.2.3 ความเหมาะสมของสมการถดถอย	31
4.2.4 การวิเคราะห์ความคลาดเคลื่อนของสมการถดถอย	31
4.2.5 การหาภาวะที่เหมาะสมของปัจจัยที่ส่งผลต่อร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก	32
4.2.6 การทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยสมการถดถอย	34
4.2.7 การทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตรด้วย สมการถดถอย	36
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ	38
5.1 สรุปผลการดำเนินงาน	39
5.2 ข้อเสนอแนะ	40
บรรณานุกรม	41
ภาคผนวก	44
ภาคผนวก ก. การคำนวณสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์	45
ภาคผนวก ข. การเพิ่มอุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง	49
ภาคผนวก ค. การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง	52
ภาคผนวก ง. การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	55
ภาคผนวก จ. การใช้โปรแกรม Minitab สำหรับการออกแบบการทดลองแบบ บ็อกซ์ เบห์นเคน (Box-Behnken)	66
ประวัติผู้เขียน	81

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต่ออ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบในวัสดุและของเหลือทางการเกษตรชนิดต่างๆ.....	4
ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ชนิดกรดเบรินสแตต.....	11
ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ชนิดกรดลิวอิส.....	11
ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ชนิดเบสเบรินสแตต.....	12
ตารางที่ 3.1 ภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	19
ตารางที่ 3.2 ปัจจัยและระดับของปัจจัยสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ด้วยการออกแบบการ ทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน.....	21
ตารางที่ 4.1 การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ของเซลลูโลสและร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์.....	29
ตารางที่ 4.2 ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการวิเคราะห์ Response Optimization.....	34
ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบในเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด.....	38
ตารางที่ ก.1 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง (น้ำหนักเซลลูโลสคงที่ 0.33 กรัม).....	45
ตารางที่ ข.1 การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน สำหรับปฏิกิริยา ไฮโดรเทอร์มัลของไซเลน และร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์.....	78

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างและพันธะเคมีภายในโมเลกุลของเซลลูโลส.....	3
รูปที่ 2.2 โครงสร้างภายในโมเลกุลของไซแลน.....	3
รูปที่ 2.3 โครงสร้างองค์ประกอบของลิกนิน.....	4
รูปที่ 2.4 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกริยาเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสเตรต.....	6
รูปที่ 2.5 กลไกการเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส.....	8
รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลนโดยปราศจากตัวเร่งปฏิกริยา.....	13
รูปที่ 2.7 การทดลองแบบส่วนผสมกลาง	16
รูปที่ 2.8 การทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน.....	16
รูปที่ 4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์.....	24
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์.....	25
รูปที่ 4.3 ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึง อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน อัตราเร็วในการปั่นกวาน 200 รอบต่อนาที.....	26
รูปที่ 4.4 ระดับของอุณหภูมิที่ลดลงในช่วงการลดอุณหภูมิแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส.....	27
รูปที่ 4.5 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกริยาต่อเซลลูโลสที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์.....	28
รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์สมการถดถอยร้อยละผลผลิตกรดแลคติก สำหรับปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	30
รูปที่ 4.7 กราฟการตรวจสอบคุณภาพของข้อมูลการทดลองสำหรับปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	31
รูปที่ 4.8 กราฟคอนทัวร์ (Contour Plot) ของร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ระดับปัจจัยต่างๆ สำหรับปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	32

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.9	กราฟพื้นผิวตอบสนอง (Surface Plot) ของร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ระดับปัจจัยต่างๆสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	33
รูปที่ 4.10	Optimization plot สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส.....	33
รูปที่ 4.11	การเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและจากการทดลอง.....	35
รูปที่ 4.12	ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนที่.....	37
รูปที่ 4.12	ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของซังข้าวโพด.....	37
รูปที่ ก.1	กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC).....	41
รูปที่ ก.2	กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ 5-HMF ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC).....	47
รูปที่ ก.3	กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดอะซิติกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC).....	47
รูปที่ ก.4	กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดซัคซินิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC).....	48
รูปที่ ก.5	กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดฟอร์มิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC).....	48
รูปที่ ข.1	ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 190.....	49
รูปที่ ข.2	ระดับของอุณหภูมิที่ลดลงในช่วงการลดอุณหภูมิแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส.....	50
รูปที่ ข.3	ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ จนถึงอุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส.....	50
รูปที่ ข.4	ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะจนถึงอุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส.....	51
รูปที่ ค.1	แผงควบคุม (Controller) ของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ.....	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต่อ 5 อย่างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ค.2 ส่วนประกอบของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ.....	54
รูปที่ ง.1 สวิตซ์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	55
รูปที่ ง.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	56
รูปที่ ง.3 การเปิดโปรแกรม CSW32.....	56
รูปที่ ง.4 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ).....	57
รูปที่ ง.5 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ).....	57
รูปที่ ง.6 การตั้งค่าบน UV Detector.....	58
รูปที่ ง.7 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่.....	58
รูปที่ ง.8 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ).....	59
รูปที่ ง.9 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ).....	59
รูปที่ ง.10 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ).....	60
รูปที่ ง.11 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์.....	60
รูปที่ ง.12 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ).....	61
รูปที่ ง.13 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ).....	61
รูปที่ ง.14 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ).....	62
รูปที่ ง.15 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ.....	63
รูปที่ ง.16 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง.....	63
รูปที่ ง.17 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ).....	64
รูปที่ ง.18 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ).....	64
รูปที่ จ.1 การเปิดโปรแกรม Minitab 17.....	66
รูปที่ จ.2 การสร้างแบบการทดลองแบบ Response Surface ในเวิร์คชีท.....	67
รูปที่ จ.3 การสร้างแบบการทดลองแบบ Response Surface ในเวิร์คชีท (ต่อ).....	67
รูปที่ จ.4 การสร้างแบบการทดลองแบบ Response Surface ในเวิร์คชีท (ต่อ).....	68
รูปที่ จ.5 การระบุจำนวนปัจจัย.....	68
รูปที่ จ.6 การระบุปัจจัยและระดับของปัจจัย.....	69
รูปที่ จ.7 การทดลองที่ออกแบบได้.....	69
รูปที่ จ.8 การใส่ผลการทดลอง.....	70
รูปที่ จ.9 การวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	70
รูปที่ จ.10 การวิเคราะห์ผลการทดลอง (ต่อ).....	71
รูปที่ จ.11 การวิเคราะห์ผลการทดลอง (ต่อ).....	71

สารบัญรูปร่างภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ จ.12 การสร้างกราฟคอนทัวร์	72
รูปที่ จ.13 การสร้างกราฟคอนทัวร์ (ต่อ).....	72
รูปที่ จ.14 การสร้างพื้นผิวตอบสนอง.....	73
รูปที่ จ.15 การสร้างพื้นผิวตอบสนอง (ต่อ).....	73
รูปที่ จ.16 การหาภาวะที่เหมาะสม.....	74
รูปที่ จ.17 การหาภาวะที่เหมาะสม (ต่อ).....	74
รูปที่ จ.18 การหาภาวะที่เหมาะสม (ต่อ).....	74
รูปที่ จ.19 การทำนายค่า.....	75
รูปที่ จ.20 การทำนายค่า (ต่อ).....	75
รูปที่ จ.21 การทำนายค่า (ต่อ).....	75
รูปที่ ข.1 ผลการวิเคราะห์สมการถดถอยร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสำหรับปฏิกิริยา ไฮโดรเทอร์มัลของไซแลน.....	81

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของวิทยานิพนธ์

พลาสติก เป็นวัสดุที่มีบทบาทสำคัญในชีวิตประจำวัน ความต้องการในการใช้งานพลาสติกมีปริมาณเพิ่มมากขึ้นตามจำนวนประชากร แต่เนื่องด้วยการผลิตพลาสติกต้องใช้ทรัพยากรปิโตรเลียมที่มีจำกัดส่งผลให้เกิดการค้นคว้าวิจัยเพื่อหาทรัพยากรทางเลือกมาทดแทนทรัพยากรปิโตรเลียม นอกจากนี้ขยะพลาสติกยังเป็นขยะที่ย่อยสลายยาก และการกำจัดขยะพลาสติกก่อให้เกิดมลพิษ ซึ่งจะส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม ด้วยสาเหตุดังกล่าวจึงเป็นที่มาของการศึกษาค้นคว้าการผลิตพลาสติกด้วยวัสดุจากธรรมชาติที่สามารถย่อยสลายได้ง่าย และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

พอลิแลคติกแอซิด เป็นพลาสติกที่ผลิตได้จากวัสดุธรรมชาติเช่น พืช หรือของเหลือทางการเกษตร และสามารถย่อยสลายได้ด้วยกระบวนการทางชีวภาพ จึงไม่ก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม พอลิแลคติกแอซิดเกิดจากกระบวนการพอลิเมอไรเซชันของกรดแลคติก ซึ่งกรดแลคติกนั้นสามารถสังเคราะห์ได้จากเซลลูโลสที่เป็นองค์ประกอบสำคัญในพืชหรือของเหลือทางการเกษตรที่สามารถหาได้ง่ายในประเทศไทยซึ่งเป็นประเทศแห่งเกษตรกรรม ดังนั้นการผลิตกรดแลคติกจากเซลลูโลสจึงเป็นหัวข้อที่น่าสนใจ เพราะนอกจากจะได้ผลิตภัณฑ์กรดแลคติกไปใช้ผลิตพลาสติกแล้วยังเป็นการลดปริมาณขยะและเพิ่มมูลค่าให้กับของเหลือทางการเกษตรในอีกทางหนึ่ง

การผลิตกรดแลคติกจากเซลลูโลสสามารถทำได้ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล โดยทำลายสายโซ่ของเซลลูโลสให้มีขนาดโมเลกุลที่เล็กลงจนได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดแลคติก และได้กรดคาร์บอกซิลิกอื่นๆที่มีประโยชน์เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้โดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดหรือเบส ที่อุณหภูมิสูงประมาณ 190 – 300 องศาเซลเซียส ดังนั้นวิทยานิพนธ์นี้จึงต้องการศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด และนำข้อมูลที่ได้จากการทดลอง ไปประยุกต์ใช้ในการทำนายการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตรซึ่งมีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลัก

1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์

- 1.2.1 ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเออร์เปียมไทรเฟลต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$)
- 1.2.3 การทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตร โดยใช้ข้อมูลจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

1.3 ขอบเขตของวิทยานิพนธ์

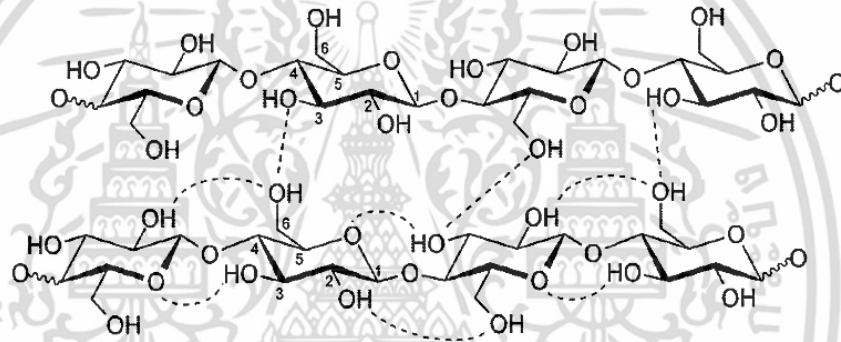
- 1.3.1 เพื่อศึกษาตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส
 - 1.3.1.1 อิทธิพลของอุณหภูมิ (150 – 210 องศาเซลเซียส)
 - 1.3.1.2 อิทธิพลของระยะเวลาการทำปฏิกิริยา (0 – 120 นาที)
 - 1.3.1.2 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น (0.25:1 – 0.5:1)
- 1.3.2 สร้างแบบจำลองอย่างง่ายโดยทำนายผลของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

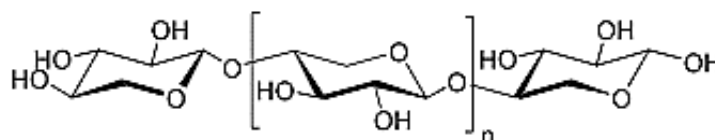
2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตร

องค์ประกอบหลักในของเหลือทางการเกษตรประกอบไปด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และ ลิกนิน ซึ่งเซลลูโลสเป็นโพลิเมอร์ มีลักษณะเป็นสายโซ่ตรงที่เกิดจากการรวมตัวของกลูโคส ด้วยพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง β -(1 → 4) โดยมีความยาวตามธรรมชาติประมาณ 10,000 หน่วย และยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างสายโซ่ดังรูปที่ 2.1 ส่งผลให้เกิดเป็นโครงสร้างที่มีความแข็งแรงและไม่ละลายน้ำ ดังนั้นในการนำเซลลูโลสไปทำปฏิกิริยาจำเป็นจะต้องใช้อุณหภูมิสูงเพื่อทำลายโครงสร้างของเซลลูโลส เพื่อให้เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ



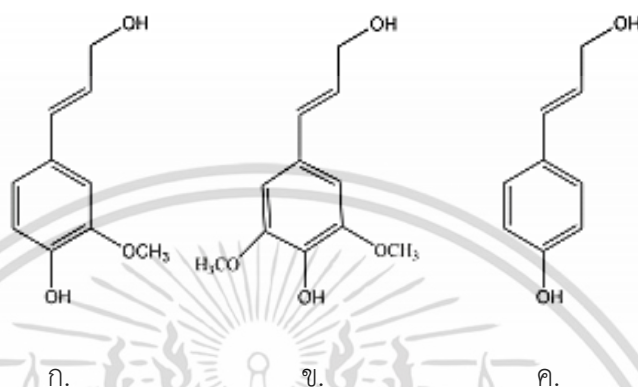
รูปที่ 2.1 โครงสร้างและพันธะเคมีภายในโมเลกุลของเซลลูโลส [1]

เฮมิเซลลูโลสมีลักษณะเป็นสายโซ่ยาวคล้ายกับเซลลูโลสแต่จัดเป็นเฮเทอโรโพลิเมอร์ ที่เกิดจากการรวมตัวของน้ำตาลชนิดต่างๆ เช่น ไซโลส แมนโนส อะราบิโนส และกลูโคส ซึ่งพบอยู่ในรูปของโพลิเมอร์ ไซแลน แมนแนน อะราบิแนน และกลูแคนเป็นต้น โดยโพลิเมอร์ดังกล่าว มีน้ำตาล ไซโลส แมนโนส อะราบิโนส และกลูโคส เป็นองค์ประกอบหลัก ตามลำดับ โดยความยาวเฉลี่ยของเฮมิเซลลูโลสประมาณ 200 หน่วย [2] ซึ่งโพลิเมอร์ไซแลนที่มีน้ำตาลไซโลสเป็นองค์ประกอบหลัก จัดเป็นเฮมิเซลลูโลสชนิดหนึ่งที่พบมาก โครงสร้างของไซแลนแสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างภายในโมเลกุลของไซแลน [2]

ลิกนินเป็นสารประกอบประเภทอะโรมาติก ไม่ละลายน้ำ ประกอบด้วยสารอะโรมาติก 3 ประเภทได้แก่ โคนิเฟอร์ิลชนิดทรานส์ (Trans-coniferyl alcohol) ไชนาพิลชนิดทรานส์ (Trans-p-sinapyl alcohol) และ พี คูมาริลชนิดทรานส์ (Trans-p-coumaryl alcohol) โดยโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 โครงสร้างองค์ประกอบของลิกนิน

ก. โคนิเฟอร์ิลชนิดทรานส์ ข. ไชนาพิลชนิดทรานส์ และ ค. พี คูมาริลชนิดทรานส์ [3]

องค์ประกอบหลักของพืชและของเหลือทางการเกษตรประกอบด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ดังที่กล่าวไปข้างต้น ซึ่งปริมาณขององค์ประกอบแต่ละประเภท ขึ้นกับชนิดของของเหลือทางการเกษตร ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบในของเหลือทางการเกษตรชนิดต่างๆ

ประเภทของชีวมวล	เซลลูโลส (%)	เฮมิเซลลูโลส (%)	ลิกนิน (%)	อ้างอิง
เปลือกถั่ว	49.4	8.1	33.1	[4]
ซังข้าวโพด	47.3	25.4	27.3	[5]
ไผ่	31.3	25.2	3.9	[6]
ฟางข้าวสาลี	36.1	23.8	26.7	[7]
ผักตบชวา	19.2	40.0	4.0	[8]
เปลือกทุเรียน	31.6	15.5	10.9	[9]
ชานอ้อย	41.3	27.4	12.1	[10]
กากกาแฟ	12.4	39.1	23.9	[11]

หมายเหตุ: ร้อยละที่แสดงในตารางเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 ปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลในการผลิตกรดแลคติก

การผลิตกรดแลคติกโดยทั่วไปสามารถแบ่งออกได้เป็นสองวิธี ได้แก่ การใช้จุลินทรีย์และการสังเคราะห์ทางเคมี การผลิตกรดแลคติกด้วยการใช้จุลินทรีย์คือ การหมักน้ำตาลกลูโคส แป้ง หรือสารชีวมวลโดยใช้จุลินทรีย์ที่อยู่ในกลุ่มแลคโตบาซิลัสภายใต้ภาวะที่เหมาะสม ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดแลคติก อย่างไรก็ตามวิธีการนี้มีข้อจำกัดคือ ใช้เวลานาน จุลินทรีย์ไวต่อภาวะในการหมัก [12] ส่วนการผลิตกรดแลคติกด้วยการสังเคราะห์ทางเคมีนิยมใช้ปฏิริยาไฮโดรไลซิส คือใช้น้ำร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิริยาในการสลายโครงสร้างโมเลกุลของสารตั้งต้นจนได้เป็นกรดแลคติก และหากใช้ภาวะอุณหภูมิสูงในการทำปฏิริยาไฮโดรไลซิส (ประมาณ 190 องศาเซลเซียสขึ้นไป) มักเรียกปฏิริยานี้ว่าปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัล ซึ่งวิธีการดังกล่าวมีข้อดีคือ ใช้เวลาในการทำปฏิริยาน้อยกว่าการใช้จุลินทรีย์ และสามารถควบคุมภาวะที่ใช้ในการดำเนินปฏิริยาได้ การทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อผลิตกรดแลคติกนั้นสามารถใช้สารตั้งต้นได้หลายชนิด เช่น เซลลูโลส กลูโคส รวมไปถึงการใช้ของเหลือทางการเกษตรที่มีองค์ประกอบของเซลลูโลสอยู่ด้วยในการทำปฏิริยาโดยตรง โดยในงานวิจัยนี้จะศึกษาการทำปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้สารตั้งต้นเป็นเซลลูโลส ซึ่งสารผลิตภัณฑ์จากปฏิริยาไฮโดรเทอร์มัล สามารถแบ่งออกได้เป็นหลายประเภทขึ้นอยู่กับชนิดของตัวเร่งปฏิริยาที่ใช้ โดยจะกล่าวถึงในหัวข้อถัดไปตามลำดับ

2.2.1 การผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งปฏิริยาชนิดกรด

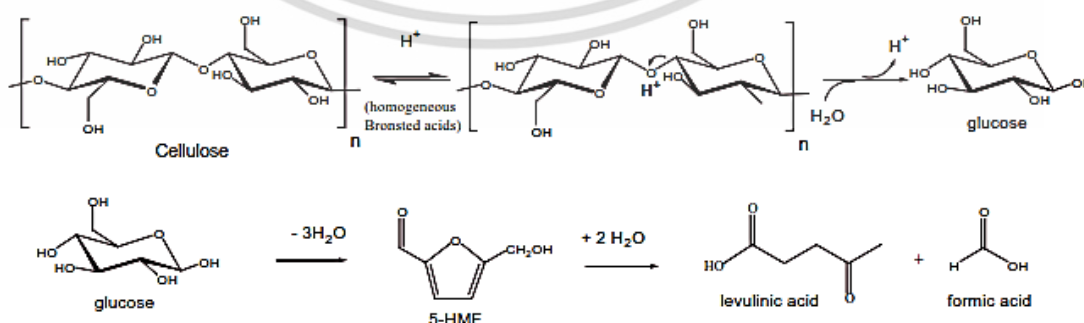
ตัวเร่งปฏิริยาชนิดกรดสำหรับการผลิตกรดแลคติกแบ่งออกเป็นสองชนิดคือ ชนิดกรดลิวอิส (Lewis acid) และ ชนิดกรดเบรินสเตต (Brønsted acid)

Satoshi และคณะ [13] ศึกษาปฏิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิริยาชนิดกรดเบรินสเตต ได้แก่ กรดซัลฟิวริก แนนฟิออน กรดแอมเบอร์ลิส 15 และตัวเร่งปฏิริยาคาร์บอน $\text{CH}_{0.62}\text{O}_{0.54}\text{S}_{0.05}$ โดยใช้ตัวเร่งปฏิริยาปริมาณ 0.3 กรัม เซลลูโลส 25 มิลลิกรัม น้ำ 0.7 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิริยา 3 ชั่วโมง พบว่า เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิริยากรดซัลฟิวริกและ $\text{CH}_{0.62}\text{O}_{0.54}\text{S}_{0.05}$ ให้ร้อยละผลผลิตของกลูโคสเพียงร้อยละ 10 และร้อยละ 4 ตามลำดับ ส่วนตัวเร่งปฏิริยาชนิดอื่น ไม่สามารถเร่งปฏิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสได้ ทั้งนี้เนื่องจากตัวเร่งปฏิริยาของแข็งแนนฟิออน กรดแอมเบอร์ลิส 15 และตัวเร่งปฏิริยาคาร์บอน $\text{CH}_{0.62}\text{O}_{0.54}\text{S}_{0.05}$ มีพื้นที่ผิวและความหนาแน่นของกรดความเป็นกรด (Acid site) ต่ำ และแม้ว่าจะใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิริยา แต่ยังคงให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกต่ำ ทั้งนี้เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ไม่สูงพอสำหรับการเร่งปฏิริยาให้เกิดเป็นกรดแลคติก

Markus และคณะ [14] ได้ทำการทดลองเพื่อเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของซันอ้อย โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า เมื่อใช้ซันอ้อยปริมาณ 0.45 กิโลกรัม กรดซัลฟิวริก 0.035 โมลต่อลิตร อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที ทำปฏิกิริยาในถังปฏิกรณ์แบบกะปริมาตร 20 ลิตร ได้ร้อยละผลผลิตของกลูโคสร้อยละ 88 นอกจากนี้ ยังได้ฟูเฟอร์รัลและน้ำตาลไซโลสเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาชี้ให้เห็นว่า กรดซัลฟิวริกมีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในการผลิตน้ำตาลกลูโคสโดยใช้ซันอ้อย เป็นสารตั้งต้น

Girisuta และคณะ [15] ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากผลการทดลองพบว่า เมื่อใช้เซลลูโลสร้อยละ 1.7 โดยน้ำหนัก ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 1 โมลต่อลิตร อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 150 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 2 ชั่วโมง ให้ร้อยละผลผลิตของกรดลิวูลินิกร้อยละ 44 Yan และคณะ [16] ทดลองการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของซันอ้อย โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 45 นาที อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 4.45 โดยน้ำหนัก ให้ร้อยละผลผลิตกรดลิวูลินิกสูงที่สุดร้อยละ 22.8

จากข้อมูลที่กล่าวมาเบื้องต้นพบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตด (Brønsted acid) ในปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมีความสามารถในการทำลายพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง β -(1 \rightarrow 4) ส่งผลให้โครงสร้างของเซลลูโลสถูกทำลายได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคส สำหรับการทำให้ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลซึ่งใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตด ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้เซลลูโลสเปลี่ยนเป็นกรดแลคติก แต่ได้ผลผลิตเป็น 5-HMF แทนและเมื่อทำปฏิกิริยานานขึ้น 5-HMF จะเกิดปฏิกิริยาต่อ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดลิวูลินิก [17] กลไกการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.4 ดังนั้น ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสเตดจึงไม่ถูกนำไปใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการสังเคราะห์กรดแลคติก



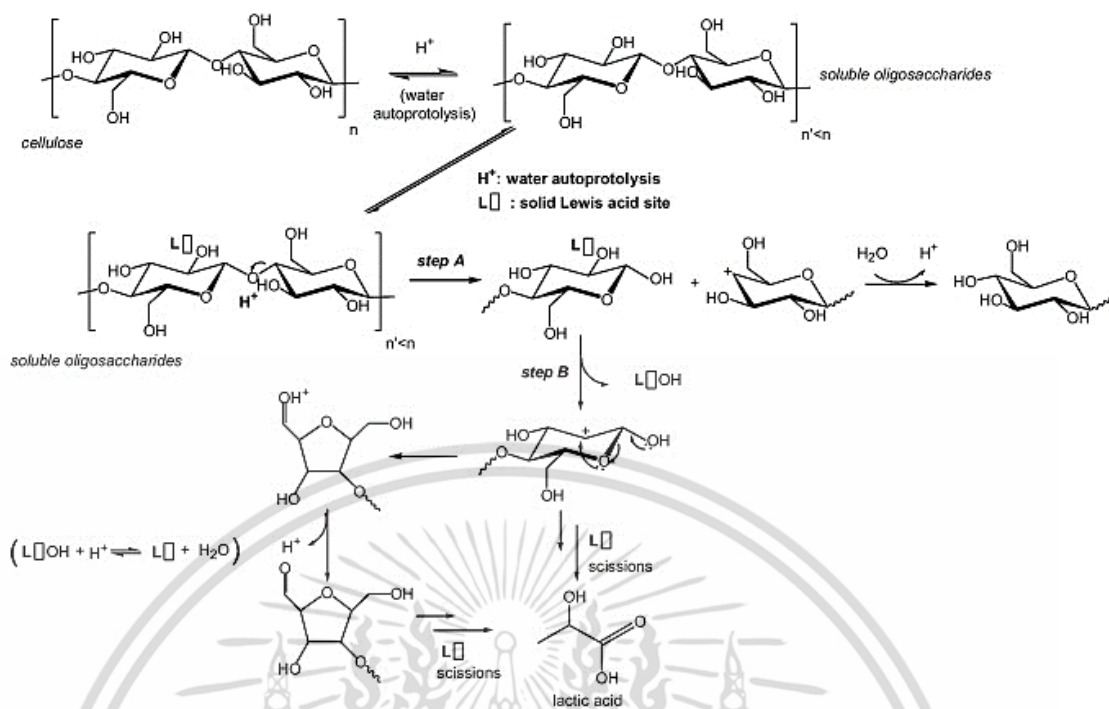
รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดเบรินสเตด [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิวอิส (Lewis acid) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีคุณสมบัติในการรับอิเล็กตรอน Wang และคณะ [19] ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส กลูโคส ไซยานออยล์และรำข้าว ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ชนิดกรดลิวอิสพบว่า การใช้ตะกั่วไอออน (Pb^{2+}) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยปริมาณ 0.14 มิลลิโมล สารตั้งต้น 0.1 กรัม น้ำ 20 มิลลิลิตร ความดัน 30 บาร์ เมื่อทำปฏิกิริยาโดยใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมีค่าร้อยละ 68 เมื่อศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของกลูโคส ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง ได้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกร้อยละ 72 นอกจากนี้ เมื่อใช้ไซยานออยล์และรำข้าวเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง ได้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกร้อยละ 62 และ ร้อยละ 75 ตามลำดับ

Chambon และคณะ [22] ได้ทำการทดลองเพื่อเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งของแข็งชนิดกรดเบรินสแตตและตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิส โดยใช้เซลลูโลสปริมาณ 1.6 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.68 กรัม ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดัน 50 บาร์ เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง พบว่าปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งของแข็งชนิดกรดเบรินสแตตคือ $Cs_2HPW_{12}O_{40}$ และ $Cs_2SnW_{12}O_{40}$ จะให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกเพียงร้อยละ 5 ซึ่งเทียบเท่ากับการไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา แต่จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นกรดอินทรีย์ชนิดอื่นเพิ่มมากขึ้น เช่น กรดลิวลินิกและกรดฟอร์มิก ส่วนปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิสจะให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงกว่าคือร้อยละ 28 และร้อยละ 19 ในกรณีของ AlW และ ZrW ตามลำดับ อย่างไรก็ตามร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกยังมีค่าค่อนข้างต่ำ

กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งของแข็งชนิดกรดลิวอิสแสดงในรูปที่ 2.5 ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง น้ำจะแตกตัวได้เป็นไฮโดรเนียมไอออนซึ่งมีความสามารถในการทำลายพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง $\beta-(1 \rightarrow 4)$ ของเซลลูโลส ส่งผลให้เซลลูโลสสลายตัว เกิดเป็นสารประกอบโพลิไฮดรอกซีคาร์บอเนตที่ละลายน้ำได้ ในขณะที่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งลิวอิส ที่มีความว่องไวและมีความสามารถในการรับอิเล็กตรอน จะเข้าทำปฏิกิริยาบริเวณหมู่ -OH เมื่อสารประกอบโพลิไฮดรอกซีคาร์บอเนตถูกทำลายโครงสร้างต่อไปโดยไฮโดรเนียมไอออน จะได้สารตัวกลางคือหน่วยของกลูโคส จากนั้นตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิสจะทำหน้าที่เร่งปฏิกิริยาการเปลี่ยนหน่วยกลูโคส จนได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็นกรดแลคติก



รูปที่ 2.5 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส [22]

Xing และคณะ [18] ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของสารชีวมวลประเภทคาร์โบไฮเดรตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมคลอไรด์ (ErCl_3) โดยเปรียบเทียบชนิดของสารตั้งต้น ได้แก่ น้ำตาลฟรุคโตส น้ำตาลแมนโนส น้ำตาลกลูโคส เซลโลไบโอส แป้ง อินนูลิน เซลลูโลส ชังข้าวโพด ฟางข้าว ฟางข้าวสาลี เปลือกถั่วลิสง ใบพอปลาร์ (Poplar) และใบเพลน (Platanus) โดยใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.1 กรัม น้ำ 30 มิลลิลิตร ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.05 กรัม อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 30 นาที ความดัน 20 บาร์แก๊สไนโตรเจน พบว่า เมื่อใช้สารตั้งต้นดังที่ได้กล่าวมาข้างต้น จะได้ผลิตภัณฑ์หลักเป็นกรดแลคติก โดยมีกรดฟอร์มิก กรดอะซีติก กรดลิวลินิก และอะซีตัลเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จำนวนเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบปริมาณของกรดแลคติกที่ได้เมื่อใช้สารตั้งต้นต่างชนิดกัน พบว่า ได้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสูงสุด คือร้อยละ 91.1 เมื่อใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น และได้ร้อยละผลผลิตกรดฟอร์มิก กรดอะซีติก กรดลิวลินิก และอะซีตัลมีค่าร้อยละ 0.4 ร้อยละ 0.1 ร้อยละ 3.3 และ ร้อยละ 2.1 เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ตามลำดับ เมื่อใช้น้ำตาลฟรุคโทส น้ำตาลซูโครส (เกิดจากการรวมตัวของน้ำตาลกลูโคสและฟรุคโทส) และอินนูลิน (มีฟรุคโทสเป็นองค์ประกอบหลัก) จะได้กรดแลคติกในปริมาณใกล้เคียงกันคือ ร้อยละ 84.8 ร้อยละ 82.9 และร้อยละ 83.2 ตามลำดับ เมื่อใช้น้ำตาลกลูโคส เซลโลไบโอส และแป้ง เป็นสารตั้งต้น ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกมีค่าร้อยละ 76.2 ร้อยละ 76.7 และร้อยละ 73.7 ตามลำดับ ซึ่งมีค่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ การใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้เผยแพร่ไปยังเว็บไซต์อื่นโดยไม่ได้รับอนุญาตถือว่าผิดกฎหมาย

ใกล้เคียงกัน เนื่องจากโครงสร้างของกลูโคส มีความเสถียรมากกว่าฟรุคโทส จึงทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ยากกว่า แต่เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นเซลลูโลส ได้ปริมาณกรดแลคติกสูงถึงร้อยละ 91.1 เนื่องจาเส้นทางการเกิดปฏิกิริยาของเซลลูโลสอาจจะต่างกับการเกิดปฏิกิริยาของกลูโคสและเซลลูไบโอส

Chun และ Wen [23] ทดลองหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตกรดแลคติกจากเซลลูโลส โดยเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิส 10 ชนิด ได้แก่ แลนทานัมไตรเฟลต ($\text{La}(\text{OTf})_3$) ซีเรียมไตรเฟลต ($\text{Ce}(\text{OTf})_3$) พร้าซีโอติเมียมไตรเฟลต ($\text{Pr}(\text{OTf})_3$) อินเดียมไตรเฟลต ($\text{Nd}(\text{OTf})_3$) ซามาเรียมไตรเฟลต ($\text{Sm}(\text{OTf})_3$) ดายโพรเซียมไตรเฟลต ($\text{Dy}(\text{OTf})_3$) โฮเมียมไตรเฟลต ($\text{Ho}(\text{OTf})_3$) เออร์เบียมไตรเฟลต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) อิตเทอร์เบียมไตรเฟลต ($\text{Yb}(\text{OTf})_3$) และลูทีเทียมไตรเฟลต ($\text{Lu}(\text{OTf})_3$) โดยใช้ปริมาณเซลลูโลส 0.3 กรัม น้ำ 30 มิลลิลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.05 กรัม อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส ความดัน 20 บาร์ และเวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที พบว่าการเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นตามการลดลงของรัศมีไอออนของโลหะแลนทาไนด์ ผลการทดลองที่ได้คือ เออร์เบียมไตรเฟลต ให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดคือ ร้อยละ 62 นอกจากนี้ยังได้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการทำปฏิกิริยา ไฮโดรเทอร์มัล ได้แก่ อุณหภูมิ ปริมาณเซลลูโลส และเวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (สูงกว่า 190 องศาเซลเซียส) ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากน้ำในระบบแตกตัวได้เป็นไฮโดรเนียมไอออน ซึ่งมีความสามารถในการทำลายโครงสร้างของเซลลูโลส เนื่องจากจัดเป็นกรดเบรินสเตตชนิดหนึ่ง ปริมาณของเซลลูโลสเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อร้อยละของกรดแลคติก หากใช้ปริมาณเซลลูโลสมากเกินไป จะทำให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกต่ำ เนื่องจากปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาและเวลาในการทำปฏิกิริยาไม่มากพอสำหรับการเปลี่ยนเซลลูโลสไปเป็นสารผลิตภัณฑ์อย่างสมบูรณ์ โดยจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งชนิดกรดลิวอิสในช่วง 0.1 – 0.5 กรัม ในน้ำ 30 มิลลิลิตร พบว่าเมื่อปริมาณเซลลูโลสลดลงเหลือ 0.1 กรัม จะได้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงร้อยละ 89.6 ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส นอกจากนี้เพื่อให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงสุดจะต้องทำปฏิกิริยาด้วยเวลาที่เหมาะสม เนื่องจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดอินทรีย์หลายชนิด หากทำปฏิกิริยานานเกินไป ส่งผลให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมีค่าลดลง สำหรับการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 30 นาที ให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงกว่าร้อยละ 75 และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 60 90 และ 120 นาที ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกจะลดลงเป็นร้อยละ 62.3 ร้อยละ 62.0 และ ร้อยละ 61.5 ตามลำดับ เนื่องจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้นกรดแลคติกจะสลายตัวได้เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่ละลายน้ำทำให้ร้อยละผลผลิตมีค่าต่ำลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2.2 การผลิตกรดแลคติกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส

ตัวเร่งปฏิกิริยาเบสเบรินสเตต (Brønsted base) เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เมื่ออยู่ในน้ำและได้รับความร้อนจะแตกตัวให้ไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) ซึ่งมีความสามารถในการทำลายโครงสร้างของเซลลูโลส Sanchez และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของซังข้าวโพดอบแห้งบดละเอียดด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเบสเบรินสเตต คือแคลเซียมไฮดรอกไซด์ พบว่า ภาวะที่ดีที่สุดในการผลิตกรดแลคติกคือ ซังข้าวโพดอบแห้งบดละเอียดปริมาณ 1.23 กรัม ความเข้มข้นของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ 0.7 โมลต่อลิตร น้ำ 50 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดร้อยละ 44.76

Xiuyi และคณะ [25] ทดลองหาภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของกลูโคสโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าที่ภาวะดีที่สุดในการทำปฏิกิริยา 300 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 วินาที ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 โมลต่อลิตร ให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกร้อยละ 27 และเมื่อใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ความเข้มข้น 0.32 โมลต่อลิตรให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสูงที่สุดร้อยละ 20 นอกจากนี้เมื่อใช้เซลลูโลสและแป้งเป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส โดยใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.32 โมลต่อลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเมื่อใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น ที่เวลา 90 วินาที ให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสูงที่สุดร้อยละ 19.2 และเมื่อใช้แป้งเป็นสารตั้งต้น เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 วินาที ให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสูงที่สุดร้อยละ 18.7

Ayumu และคณะ [26] ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาของกลูโคสโดยในการผลิตกรดแลคติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ไฮโดรทาลไซต์-โซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 50 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 8 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 600 มิลลิกรัม ปริมาณกลูโคส 25 มิลลิโมลต่อลิตร ให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสูงที่สุดคือร้อยละ 20

จากข้อมูลข้างต้น ภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในการสังเคราะห์กรดแลคติกด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างๆสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 2.2 ตารางที่ 2.3 และตารางที่ 2.4 แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรด เออร์เปียมไทโรเฟลต และเออร์เปียมคลอไรด์มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลในการสังเคราะห์กรดแลคติก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เออร์เปียมไทโรเฟลต เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลและปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตรต

สารตั้งต้น	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ภาวะในการทำปฏิกิริยา		ร้อยละผลผลิต	อ้างอิง
		อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาท)		
เซลลูโลส	กรดซัลฟิวริก	100	180	10 ^a	[13]
เซลลูโลส	CH _{0.62} O _{0.54} S _{0.05}	100	180	4 ^a	[13]
ขานอ้อย	กรดซัลฟิวริก	160	15	88 ^b	[14]
เซลลูโลส	กรดซัลฟิวริก	150	120	44 ^b	[15]
เซลลูโลส	Cs ₂ HPW ₁₂ O ₄₀	190	24	5 ^a	[22]
เซลลูโลส	Cs ₂ SnW ₁₂ O ₄₀	190	24	5 ^a	[22]

หมายเหตุ: a: กรดแลคติก b: น้ำตาลกลูโคส c: กรดลิวลินิก

ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิวอิส

สารตั้งต้น	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ภาวะในการทำปฏิกิริยา		ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก	อ้างอิง
		อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)		
เซลลูโลส	ตะกั่วไอออน (Pb ²⁺)	190	4	68	[19]
กลูโคส	ตะกั่วไอออน (Pb ²⁺)	170	2	72	[19]
ขานอ้อย	ตะกั่วไอออน (Pb ²⁺)	190	24	62	[19]
เซลลูโลส	AlW	190	24	28	[22]
เซลลูโลส	ZrW	190	24	19	[22]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดลิออส (ต่อ)

สารตั้งต้น	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ภาวะในการทำปฏิกิริยา			อ้างอิง
		อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก	
เซลลูโลส	เออร์เปียม ไทรเฟลต (Er(OTf) ₃)	240	0.5	89.6	[23]
เซลลูโลส	เออร์เปียมคลอไรด์ (ErCl ₃)	240	0.5	91.1	[18]

ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบส เบรินสเตต

สารตั้งต้น	ตัวเร่งปฏิกิริยา	ภาวะในการทำปฏิกิริยา		ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก	อ้างอิง
		อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)		
ซังข้าวโพด	แคลเซียมไฮดรอกไซด์	300	0.5	44.76	[24]
กลูโคส	โซเดียมไฮดรอกไซด์	300	0.02	27	[24]
กลูโคส	แคลเซียมไฮดรอกไซด์	300	0.01	20	[24]
เซลลูโลส	แคลเซียมไฮดรอกไซด์	300	0.025	19.2	[24]
แป้ง	แคลเซียมไฮดรอกไซด์	300	0.02	18.7	[24]
กลูโคส	ไฮโดรทัลไซต์-โซเดียมไฮดรอกไซด์	50	8	20	[26]

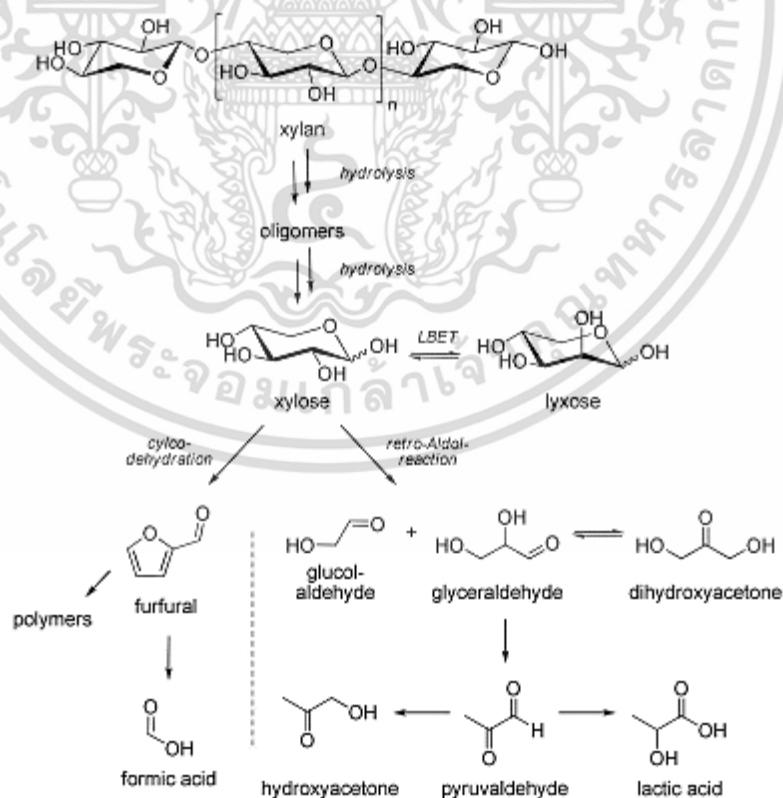
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเฮมิเซลลูโลสหรือไซแลน

การเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลนซึ่งเป็นสารพื้นฐานของเฮมิเซลลูโลส จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นแซคคาไรด์ ฟูเฟอร์รัล กรดคาร์บอกซิลิก แอลดีไฮด์ รวมถึง ดีเฮกเซอ

Hanna และคณะ [27] ได้ศึกษาการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลนโดยปราศจากตัวเร่งปฏิกริยาในช่วงอุณหภูมิ 180 ถึง 300 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกริยา 0 ถึง 30 นาที โดยใช้ไซแลน 2 มิลลิกรัม และน้ำ 100 มิลลิลิตร พบว่าที่ อุณหภูมิ 235 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกริยา 0 นาที (งานนี้ใช้เวลาในการเพิ่มอุณหภูมิให้กับเครื่องปฏิกรณ์ประมาณ 15 นาที) ได้ร้อยละผลผลิตของน้ำตาลไซโลสร้อยละ 36.6 ผลผลิตกรดอะซิติกร้อยละ 18.4 นอกจากนี้ยังเกิดสารผลิตภัณฑ์พลอยได้อื่นๆ เช่น เพอร์รัล กรดคาร์บอกซิลิก แอลดีไฮด์ และ ดีเฮกเซอ ในปริมาณเล็กน้อย

Maria และ Uwe [2] ได้ศึกษาการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซโลสและไซแลน โดยทำปฏิกริยาภายใต้เครื่องปฏิกรณ์แบบไมโครเวฟ โดยปราศจากตัวเร่งปฏิกริยา พบว่า เมื่อใช้สารละลายไซโลสความเข้มข้น 57 มิลลิโมล ปริมาตร 15 มิลลิลิตรเป็นสารตั้งต้น ร้อยละผลผลิตของฟูเฟอร์รัลมีค่าสูงสุดร้อยละ 49 ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และระยะเวลาในการทำปฏิกริยา 60 นาที ส่วนการทำปฏิกริยาโดยใช้ไซแลน 125 กรัมในน้ำ 15 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้น พบว่า ให้ร้อยละผลผลิตของฟูเฟอร์รัลสูงสุดที่ร้อยละ 15 อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ทำปฏิกริยาเป็นเวลา 60 นาที กลไกการเกิดปฏิกริยาของไซแลนแสดงดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลนโดยปราศจากตัวเร่งปฏิกริยา [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.6 กตไกการเกิดปฏิกิริยาของไซแลนคือ ที่อุณหภูมิสูง ไซแลนจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ได้เป็นโอลิโกเมอร์ ซึ่งโอลิโกเมอร์ดังกล่าวจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสต่อไปจนเกิดเป็นน้ำตาลไซโลส ซึ่งเป็นโมโนเมอร์ของไซแลน และน้ำตาลไซโลสจะเกิดปฏิกิริยาต่อไป ได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็นฟูเฟอรัลกรดฟอร์มิก ไฮดรอกซีอะซีโตน ไพรวัลดีไฮด์ และกรดแลคติก

2.4 การออกแบบการทดลอง (Design of Experiment: DOE)

2.4.1 หลักการพื้นฐานของการออกแบบการทดลอง

การออกแบบการทดลองมีวัตถุประสงค์เพื่อให้ดำเนินการทดลองได้ถูกต้อง มีความน่าเชื่อถือ และลดจำนวนการทดลองให้น้อยลง โดยนำผลการทดลองที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยกระบวนการทางสถิติ โดยหลักการพื้นฐานแบ่งออกเป็น 3 หลักการคือ [23]

1. การสุ่ม (Randomization) ในการทำการทดลองต้องทำการสุ่มลำดับการทดลองเพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการทดลอง
2. การทำการทดลองซ้ำ (Replication) เพื่อให้ผู้ทดลองสามารถประเมินค่าความคลาดเคลื่อนได้โดยใช้ผลการทดลองเป็นตัวชี้วัด
3. การจัดกลุ่ม (Blocking) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการจัดกลุ่ม เพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการทดลอง

2.4.2 ขั้นตอนการออกแบบการทดลอง

การออกแบบการทดลองแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอน ได้แก่

1. การกำหนดปัญหา เพื่อให้ผู้ทดลองสามารถวางแผนการทดลอง ในการศึกษาตัวแปรต่างๆที่เกี่ยวข้องได้อย่างถูกต้อง เพื่อตอบปัญหาที่กำหนดขึ้น
2. การกำหนดตัวแปร (Factor) เพื่อกำหนดจำนวนปัจจัยและระดับของปัจจัยที่ส่งผลต่อผลตอบสนอง (Response)
3. การเลือกการออกแบบการทดลอง โดยชนิดของการออกแบบการทดลองที่เหมาะสมกับจำนวนและระดับของปัจจัย โดยจะกล่าวถึงในลำดับถัดไป
4. การดำเนินการทดลองตามแผนการทดลองที่ได้ออกแบบและศึกษามาข้างต้น
5. การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ เพื่อเป็นแนวทางในการตัดสินใจตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ในปัจจุบันมีโปรแกรมสำเร็จรูปที่ใช้วิเคราะห์ผลทางสถิติ เช่น Minitab, SAS เป็นต้น

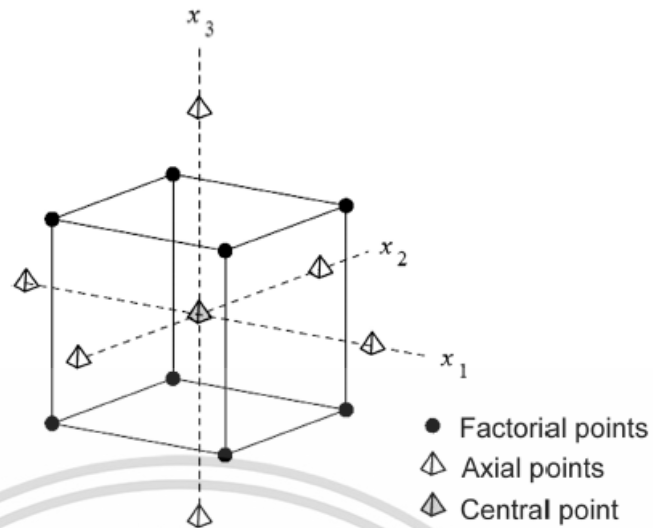
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 ชนิดของการออกแบบการทดลอง

การออกแบบการทดลองแบ่งออกเป็น 4 ประเภท ได้แก่

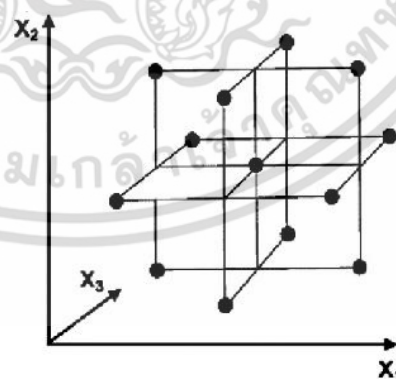
1. การทดลองแบบแฟกทอเรียล (Factorial Design) ใช้เพื่อศึกษาอิทธิพลของหลายๆ ปัจจัยที่เกิดขึ้นในกระบวนการพร้อมกัน โดยการทดลองแบบแฟกทอเรียล แบ่งได้อีกหลายประเภท เช่น การออกแบบเชิงแฟกทอเรียล 2 ปัจจัย แต่ละปัจจัยมีได้หลายระดับ ซึ่งการออกแบบการทดลองแบบแฟกทอเรียลนี้ สมการถดถอยที่ได้จะอยู่ในรูปของสมการเส้นตรง โดยการออกแบบการทดลองชนิดนี้ นิยมใช้ในการคัดกรองปัจจัยที่มีนัยสำคัญสำหรับตัวแปรตอบสนอง
2. การทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Design) ใช้สำหรับหาความสัมพันธ์ระหว่างปัจจัยต่างๆ กับผลตอบสนอง ในรูปสมการพหุนาม สามารถศึกษาผลตอบสนองที่ดีที่สุดและสามารถใช้พิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างปัจจัย ซึ่งการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนองแบ่งออกเป็นสองประเภทคือแบบส่วนผสมกลาง (Central Composite Design) และ แบบบ็อกซ์ เบห์นเคน (Box-Behnken Design)

การทดลองแบบส่วนผสมกลาง (Central Composite Design) [28] เหมาะสำหรับการศึกษาความสัมพันธ์แบบพื้นผิวพหุนามกำลังสอง (Quadratic Surface) และการทดลองแบบส่วนผสมกลางนี้ช่วยในการหาค่าที่เหมาะสมที่สุดของระดับปัจจัยที่ส่งผลต่อผลตอบสนอง สำหรับการทดลอง โดยมีข้อดีคือใช้จำนวนการทดลองน้อย นอกจากนี้ ยังสามารถวิเคราะห์อิทธิพลระหว่างปัจจัย (Interaction) ได้ การทดลองแบบส่วนผสมกลางจะประกอบไปด้วย 3 ส่วนคือ ส่วนแฟกทอเรียล (Factorial Point) ส่วนแกน (Axial Point) ซึ่งในบางครั้ง การทำการทดลองที่จุดแกนทำได้ยาก และ ส่วนศูนย์กลาง (Central Point) โดยการออกแบบการทดลองแบบส่วนผสมกลางแสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 การทดลองแบบส่วนผสมกลาง [29]

การทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน (Box-Behnken Design) จะมีจำนวนครั้งการทดลองที่น้อยกว่าการทดลองแบบส่วนผสมกลาง เหมาะสำหรับการทดลองที่มีจำนวนปัจจัยมากกว่า 2 ปัจจัย และแต่ละปัจจัยมี 3 ระดับ โดยการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคนแสดงดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 การทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน [30]

3. การทดลองแบบผสม (Mixture Design) คือการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนองชนิดหนึ่ง ซึ่งผลิตภัณฑ์หรือผลตอบสนองขึ้นกับร้อยละขององค์ประกอบ และแต่ละปัจจัยไม่เป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อิสระซึ่งกันและกัน ซึ่งการออกแบบการทดลองชนิดนี้มีประโยชน์อย่างมากกับทางอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับสูตร หรือส่วนผสม

4. การทดลองแบบทากูชิ (Taguchi Design) เป็นการออกแบบการทดลองที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการที่ประกอบด้วยหลายปัจจัยแต่ใช้จำนวนการทดลองน้อย

2.4.5 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลด้วยการออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง

Hanna และคณะ [31] ได้ศึกษาการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของฟางข้าวโพดในการผลิตน้ำตาลไซโลสและกลูโคสด้วยตัวเร่งปฏิกริยากรดซัลฟิวริก โดยออกแบบการทดลองด้วยวิธี Doehlert matrix ซึ่งเป็นการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนองชนิดหนึ่ง เพื่อสร้างแบบจำลองและศึกษาผลตอบสนองที่ดีที่สุดของปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัล โดยปัจจัยที่ได้ศึกษา ได้แก่ อุณหภูมิ และระยะเวลาในการทำปฏิกริยา จากการศึกษาจะได้แบบจำลองความเข้มข้นของไซโลสและกลูโคสที่ได้จากปฏิกริยา คือ $Y_x = 58.6 - 6.4x_1 + 7.8x_2 - 20.9x_1^2 - 19.2x_2^2 - 10.6x_1x_2$ และ $Y_G = 176.7 + 20.1x_1 + 29.2x_2 - 30.9x_1^2 - 64.5x_2^2 - 59.2x_1x_2$ ตามลำดับ เมื่อ Y_x และ Y_G คือความเข้มข้นของน้ำตาลไซโลสและน้ำตาลกลูโคส (กรัมต่อกิโลกรัม) x_1 คืออุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) x_2 คือเวลาในการทำปฏิกริยา (นาท) ซึ่งผลผลิตของน้ำตาลไซโลสที่ได้มีค่าสูงสุดคือ 50 กรัมต่อกิโลกรัม ที่อุณหภูมิในช่วง 195 ถึง 212 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกริยา 9.5 ถึง 16.5 นาที ในกรณีของน้ำตาลกลูโคส ความเข้มข้นสูงสุดที่ได้คือ 170 กรัมต่อกิโลกรัม อุณหภูมิในช่วง 245 ถึง 267 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกริยา 6 ถึง 11 นาที

จากการศึกษางานวิจัยที่ได้กล่าวมาข้างต้น เซลลูโลสมีความน่าสนใจในการนำมาเป็นสารตั้งต้นเพื่อผลิตกรดแลคติก โดยในงานวิจัยนี้ มุ่งเน้นศึกษาการทำปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยาชนิดกรดลิอัส เออร์เปียมไทรเฟลต ($Er(OTf)_3$) โดยออกแบบการทดลองด้วยวิธีพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Design) ชนิดบ็อกซ์ เบห์นเคน (Box-Behnken Design) เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ เวลา และปริมาณตัวเร่งปฏิกริยาที่ส่งผลต่อร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกและสารผลิตภัณฑ์พลอยได้ชนิดอื่นๆ และนำแบบจำลองที่ได้ไปประยุกต์ใช้กับการทำนายปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรซึ่งมีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลัก

บทที่ 3

การดำเนินงาน

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาการผลิตกรดแลคติกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เปียมไตรเฟลต เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกรดแลคติก ปัจจัยที่ศึกษาได้แก่อุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1 ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

อุปกรณ์

1. เครื่องปฏิกรณ์ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิและความดันสูง (Autoclave: Amar equipment PVT. LTD.)
2. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 100 มิลลิลิตร
3. กระบอกวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
4. เครื่องชั่งน้ำหนัก 2 ตำแหน่ง
5. ถุงมือกันความร้อน

สารเคมี

1. ผงเซลลูโลส (ความบริสุทธิ์มากกว่า 97%)
2. น้ำกลั่น
3. เออร์เปียมไตรเฟลต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$)
4. แก๊สไนโตรเจน

การทดลอง

1. ผสมเซลลูโลสและตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เปียมไตรเฟลต ($\text{Er}(\text{OTf})_3$) ตามสัดส่วนที่ต้องการ ตามตารางที่ 3.1 กับน้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร และนำสารตั้งต้นที่เตรียมเติมเข้าเครื่องปฏิกรณ์
2. ปิดฝาเครื่องปฏิกรณ์และประกอบให้แน่น อัดความดันโดยใช้แก๊สไนโตรเจน ตรวจสอบจุดรั่วของเครื่องปฏิกรณ์
3. ตั้งค่าการปั่นกวน ที่ความเร็ว 200 รอบต่อนาที และตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการทำการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. บันทึกอุณหภูมิที่เวลาต่างๆ และเริ่มจับเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นถึงอุณหภูมิที่ต้องการทดลอง และทำปฏิกิริยาในเครื่องปฏิกรณ์ตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษา
5. หล่อเย็นสารตัวอย่างจนถึงอุณหภูมิต่ำ นำสารตัวอย่างออกจากเครื่องปฏิกรณ์เคมี เทใส่ปิ๊งเกอร์ นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ปริมาณของกรดแลคติกและสารผลิตภัณฑ์อื่นๆ

ในเบื้องต้นจะศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ เวลาในการทำปฏิกิริยา และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส โดยภาวะในการทำปฏิกิริยาแสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)	0, 30, 60, 90 และ 120
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	150, 175, 190 และ 120
อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส	0.25:1 และ 0.50:1

3.2 การวิเคราะห์ปริมาณสารผลิตภัณฑ์

โดยทั่วไปการวัดปริมาณของกรดแลคติกและสารผลิตภัณฑ์อื่นๆ จะวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ซึ่งวิธีการคำนวณความเข้มข้นของกรดแลคติก กรดซัคซินิก กรดฟอร์มิก กรดอะซิติก และ 5-HMF ในสารละลายตัวอย่าง จะทำการสอบเทียบความเข้มข้นกับกราฟสอบเทียบ (Calibration curve) แสดงในสมการที่ 3.1-3.4 ตามลำดับ

$$\text{ความเข้มข้นกรดแลคติก (ppm)} = 5.0722 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.1)$$

$$\text{ความเข้มข้นกรดซัคซินิก (ppm)} = 5.3031 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.2)$$

$$\text{ความเข้มข้นกรดฟอร์มิก (ppm)} = 3.3734 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.3)$$

$$\text{ความเข้มข้น 5-HMF (ppm)} = 1.0312 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.4)$$

กราฟสอบเทียบของสารผลิตภัณฑ์ต่างๆแสดงในภาคผนวก ก.

อุปกรณ์

1. หลอดฉีดยา (Syringe) ขนาด 3 มิลลิลิตร
2. ตัวกรองหลอดฉีดยา (Syringe Filter) ขนาด 0.22 ไมครอน
3. เข็มฉีดยาขนาดเล็ก (Micro Syringe) ขนาด 100 ไมโครลิตร
4. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC)

สารเคมี

1. น้ำปราศจากไอออน ปริมาณ 1 ลิตร ที่ผสมกรดซัลฟิวริก 5 มิลลิโมล (เฟสเคลื่อนที่ A)
2. น้ำปราศจากไอออน (เฟสเคลื่อนที่ B)
3. สารตัวอย่าง

การวัดความเข้มข้น

ความเข้มข้นขั้นกรดแลคติกในหน่วยส่วนในล้านส่วน (part per million, ppm) วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ที่อุณหภูมิห้อง อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที โดยเฟสเคลื่อนที่ (Mobile Phase) คือน้ำปริมาณ 1 ลิตรที่ผสมกรดซัลฟิวริก 5 มิลลิโมล อุณหภูมิคอลัมน์ 40 องศาเซลเซียส คอลัมน์ที่ใช้คือ Phenomenex (Rezex RHM-Monosaccharide H+(8)%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร และใช้การตรวจวัดด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตที่ความยาวคลื่น 210 นาโนเมตร

1. เปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง จากนั้นเปิดคอมพิวเตอร์และเข้าโปรแกรม CSW32 ซึ่งเป็นโปรแกรมควบคุมของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง
2. ดูดสารละลายตัวอย่างด้วยหลอดฉีดยาพร้อมตัวกรอง ปริมาตร 1 มิลลิลิตรลงในขวดแก้วบรรจุสารละลายตัวอย่าง
3. ทำความสะอาดเข็มฉีดยาขนาดเล็ก (Micro Syringe) ด้วยสารตัวอย่าง จากนั้นใช้เข็มฉีดยา ดูดสารละลายตัวอย่างปริมาณ 20 ไมโครลิตร
4. ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าที่แขนขาเข้าของสารที่ตัวเครื่อง HPLC สับแป้นลงเป็นเวลาประมาณ 6 วินาที สับแป้นขึ้น จากนั้นนำเข็มฉีดยาออกจากแป้น
5. หน้าจอคอมพิวเตอร์จะแสดงพีคพร้อมทั้งพื้นที่พีคของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ โดยความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์ที่ต้องการวิเคราะห์จะคิดได้จากการเทียบกับกราฟสอบเทียบ

ของสารดังกล่าว ด้วยสมการที่ (3.1-3.4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. คำนวณร้อยละผลผลิตโดยมวลของกรดแลคติกและกรดอื่นๆที่วิเคราะห์ได้ ด้วยสมการที่ (3.5)

$$\% \text{ yield} = \frac{C_{\text{product}} \times V}{W_{\text{cellulose}}} \times 100 \quad (3.5)$$

โดย

C_{product} คือ ความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์ (มิลลิกรัมต่อลิตร) จากการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากเครื่อง HPLC

$W_{\text{cellulose}}$ คือ น้ำหนักของเซลลูโลสก่อนทำปฏิกิริยา (มิลลิกรัม)

V คือ ปริมาตรของสารละลาย (ลิตร)

3.3 การออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง

3.3.1 การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน (Box – Behnken Design)

งานวิจัยนี้จะศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการสังเคราะห์กรดแลคติก โดยจะใช้การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน ในการหาภาวะที่เหมาะสมของปัจจัยที่ส่งผลต่อผลผลิตร้อยละของกรดแลคติก ด้วยการศึกษาพื้นผิวตอบสนอง โดยระดับของปัจจัยในการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ปัจจัยและระดับของปัจจัยสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ด้วยการออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน

ปัจจัย	หน่วย	ระดับ		
		ต่ำ	กลาง	สูง
อุณหภูมิ, T	องศาเซลเซียส	170	190	210
เวลา, t	นาที	0	60	120
อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น, C	-	0.1:1	0.25:1	0.4:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การวิเคราะห์การถดถอย (Regression)

การวิเคราะห์การถดถอยเพื่อใช้หาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรตอบสนองและปัจจัยควบคุม โดยจะใช้การวิเคราะห์การถดถอยเชิงพหุซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบฟังก์ชัน Second - Order Response ดังสมการที่ 3.6

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (3.6)$$

- เมื่อ β_0 คือ เทอมชดเชย
 β_i คือ ค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้น
 β_{ii} คือ ผลเชิงเส้นโค้ง
 β_{ij} คือ สัมประสิทธิ์ของความสัมพันธ์ร่วม
 x_i, x_j คือ ตัวแปรอิสระ (ปัจจัยควบคุม)
 ε คือ ค่าความคาดเคลื่อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล

4.1 การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

4.1.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 0 นาที นาที (เวลาที่ 0 นาที หมายถึงระยะเวลาที่เริ่มนับเมื่ออุณหภูมิของสารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่ต้องการศึกษา) ในช่วงอุณหภูมิ 175 190 และ 210 องศาเซลเซียส ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.1 ก. พบว่า ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด คือ จากร้อยละ 28.21 เป็น ร้อยละ 58.98 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 175 เป็น 190 องศาเซลเซียสตามลำดับ ส่วนร้อยละผลผลิต 5-HMF เพิ่มขึ้นเล็กน้อย ในขณะที่กรดซัคซินิกและกรดฟอร์มิกมีปริมาณคงที่ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 210 องศาเซลเซียส พบว่า ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกและ 5-HMF มีปริมาณลดลงเนื่องจากสารผลิตภัณฑ์เกิดการสลายตัว

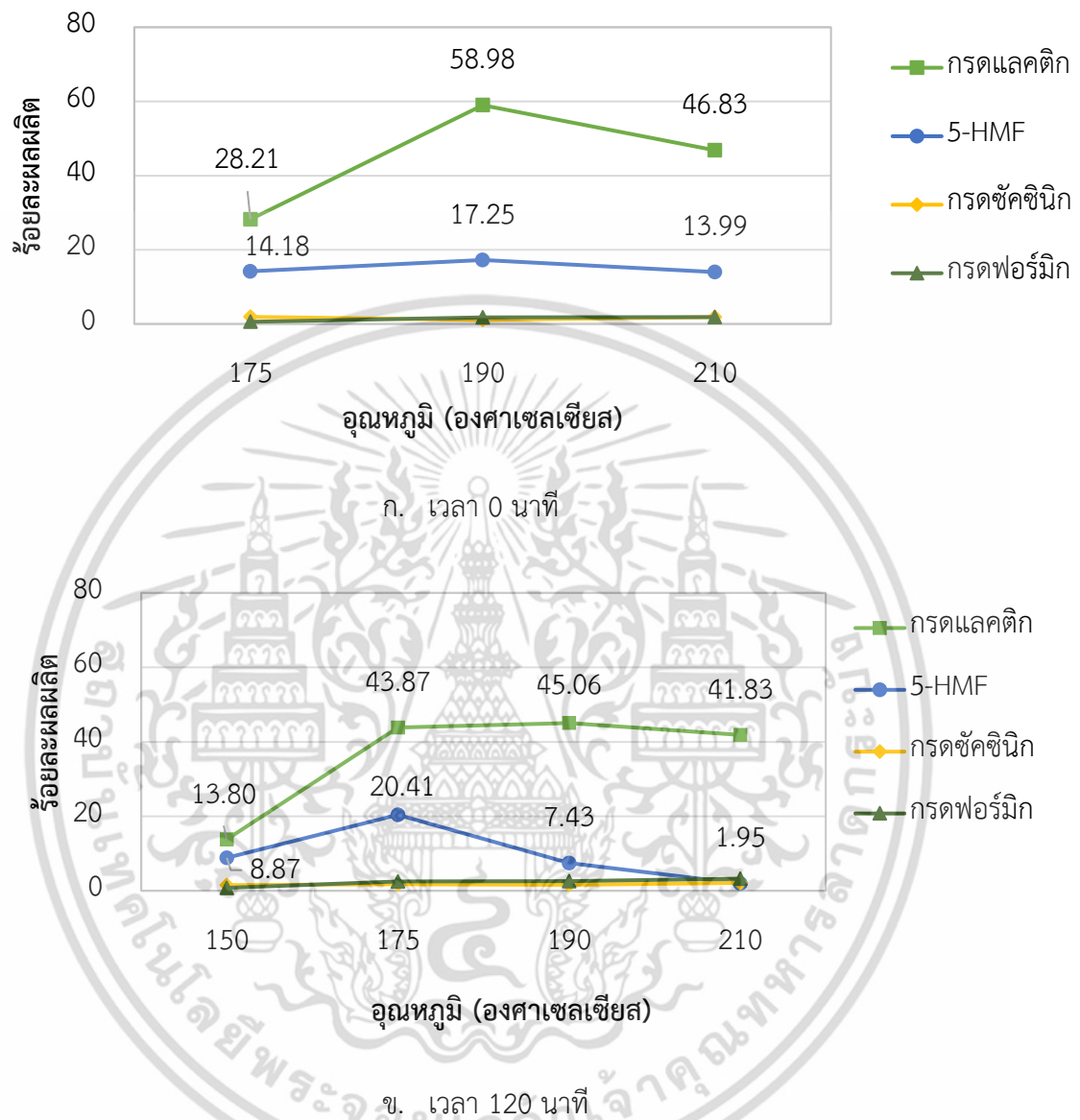
เมื่อศึกษาการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150 175 190 และ 210 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 120 นาที จากรูปที่ 4.1 ข. จะพบว่าปริมาณกรดแลคติกจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ซึ่งในความเป็นจริงอาจเทียบค่าร้อยละผลผลิตกรดแลคติกโดยตรงไม่ได้ เนื่องจากปริมาณกรดแลคติกที่ภาวะนี้อาจไม่ใช่ค่าที่สูงที่สุด และสามารถลดลงได้ที่เวลานานขึ้น แนวโน้มการลดลงนี้คาดว่าจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาด้วย ซึ่งระยะเวลาในการลดลงของกรดแลคติกอาจไม่เท่ากัน

โดยผลการทดลองการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆแสดงดังรูปที่ 4.1 ข. พบว่า ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกและ 5-HMF ประมาณร้อยละ 8.8 แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 175 องศาเซลเซียส ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกและ 5-HMF เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 190 และ 210 องศาเซลเซียส ปริมาณกรดแลคติกมีค่าคงที่ ส่วนร้อยละผลผลิต 5-HMF มีค่าลดลง ในขณะที่กรดซัคซินิกและกรดฟอร์มิก เกิดขึ้นเล็กน้อยและมีปริมาณคงที่อยู่ที่ประมาณร้อยละ 2 จากผลการทดลองที่ได้กล่าวมาชี้ให้เห็นว่า ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงตั้งแต่ 175 องศาเซลเซียสขึ้นไป เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส เนื่องจากน้ำในระบบสามารถแตกตัวได้เป็นไฮโดรเจนไอออนได้เพิ่มมากขึ้น ซึ่งมีความสามารถในการทำลายโครงสร้างของเซลลูโลส ส่งผลให้ได้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกและ 5-HMF สูงกว่าการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ (150 องศาเซลเซียส) แต่หากใช้

อุณหภูมิต่ำกว่า 175 องศาเซลเซียส จะทำให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกและ 5-HMF ลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากจะเพิ่มอัตราการเกิดของปฏิกิริยาข้างเคียง หรือสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จะสลายตัวได้ เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ไม่ละลายน้ำ



รูปที่ 4.1 อิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา ก. 0 นาที ข. 120 นาที

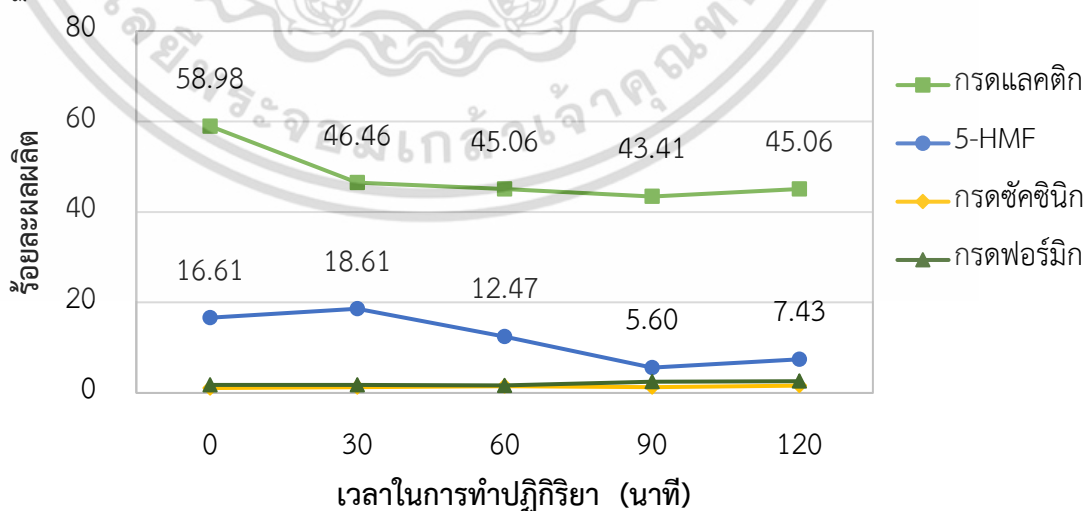
ภาวะในการทำปฏิกิริยา: ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน ปริมาณเซลล์ูโลส 0.33 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลล์ูโลส 0.25:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา

การทดลองในส่วนนี้สนใจศึกษาระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส โดยศึกษาการทำปฏิกิริยาเป็นระยะเวลา 0 30 60 90 และ 120 นาที เวลาที่ 0 นาที หมายถึงระยะเวลาที่เริ่มนับเมื่ออุณหภูมิของสารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ถึงค่าที่ต้องการศึกษา เนื่องจากเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ใช้ระยะเวลาในการให้ความร้อนจนระบบมีอุณหภูมิถึงค่าที่กำหนดไว้ ดังนั้นระหว่างการให้ความร้อนแก่สารละลาย อาจมีปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้

ผลการทดลองอิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่า ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 0 นาที ให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดคือ ร้อยละ 58.98 และร้อยละผลผลิตของ 5-HMF มีค่า 16.61 ซึ่งให้เห็นว่าระหว่างการให้ความร้อนกับเครื่องปฏิกรณ์ สารตั้งต้นบางส่วนเกิดปฏิกิริยาได้เป็นสารผลิตภัณฑ์แล้ว เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 30 นาที ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกลดลงเหลือร้อยละ 46.46 ในขณะที่ปริมาณของ 5-HMF เพิ่มขึ้นเล็กน้อยคือ ร้อยละ 18.61 ส่วนร้อยละผลผลิตกรดฟอร์มิกและกรดซัคซินิกมีปริมาณคงที่ ประมาณร้อยละ 1.75 เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 60 90 และ 120 นาที พบว่าร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมีค่าคงที่อยู่ที่ประมาณร้อยละ 45 แต่ 5-HMF มีแนวโน้มลดลง ในขณะที่ร้อยละผลผลิตของกรดฟอร์มิกและกรดซัคซินิกเพิ่มขึ้นประมาณร้อยละ 1 เนื่องจากเมื่อทำปฏิกิริยาถึงจุดหนึ่งระบบจะเข้าสู่สมดุล ทำให้ปฏิกิริยาไม่สามารถเกิดเป็นกรดแลคติกได้มากขึ้น และถ้าระยะเวลาการทำปฏิกิริยานานเกินไป สารผลิตภัณฑ์สามารถสลายตัวเป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ (Humin) รวมถึงเป็นการเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงได้ผลพลอยได้เป็นผลิตภัณฑ์ชนิดอื่น จึงทำให้ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกและ 5-HMF มีค่าลดลงเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

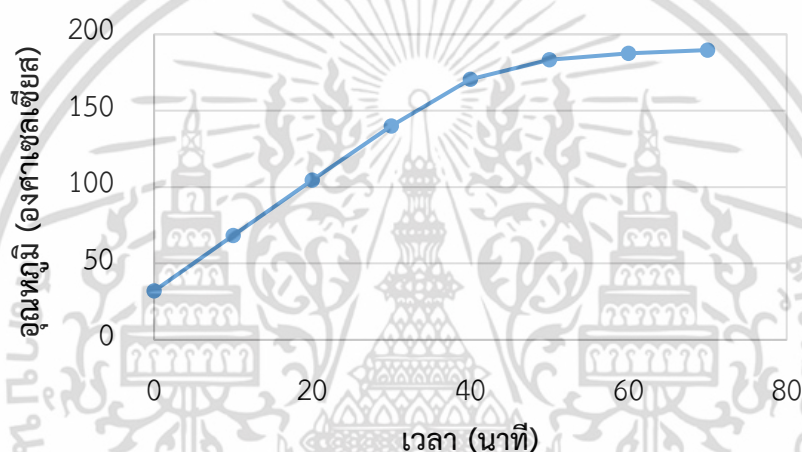


รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

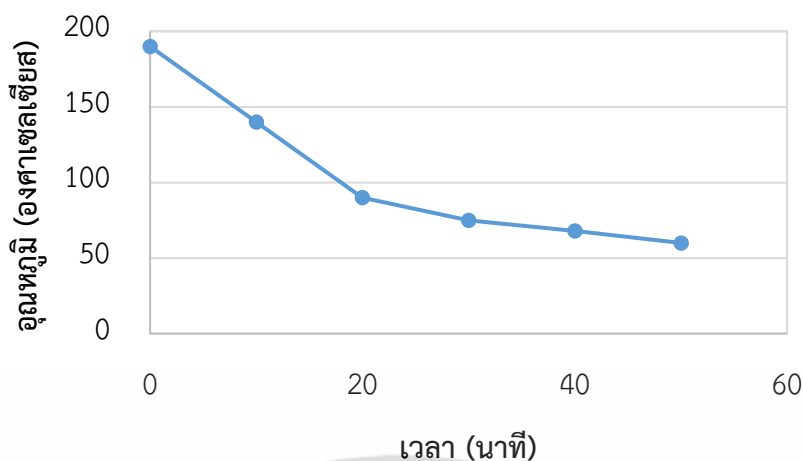
ภาวะในการทำปฏิกิริยา: อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน ปริมาณเซลล์ลอส 0.33 กรัม อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลล์ลอส 0.25:1 น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตรความเร็วรอบของการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

สำหรับระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทอน อุณหภูมิและความดันสูง รวมทั้งระยะเวลาที่ใช้ในการลดอุณหภูมิลงก่อนการนำสารตัวอย่างออกเพื่อทำการวิเคราะห์นั้น แสดงดังรูปที่ 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ ซึ่งจะพบว่าต้องใช้เวลา 70 นาที ในการให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส และต้องใช้เวลา 50 นาทีในการลดอุณหภูมิลงที่ 60 องศาเซลเซียส ซึ่งระยะเวลาส่วนนี้ไม่ได้นำมาใช้คิดเป็นระยะเวลาการทำปฏิกิริยา ดังนั้นการนำข้อมูลจากงานวิจัยนี้ไปใช้งานต้องคำนึงถึงช่วงเวลาดังกล่าวนี้ด้วย



รูปที่ 4.3 ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ จนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน อัตราเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

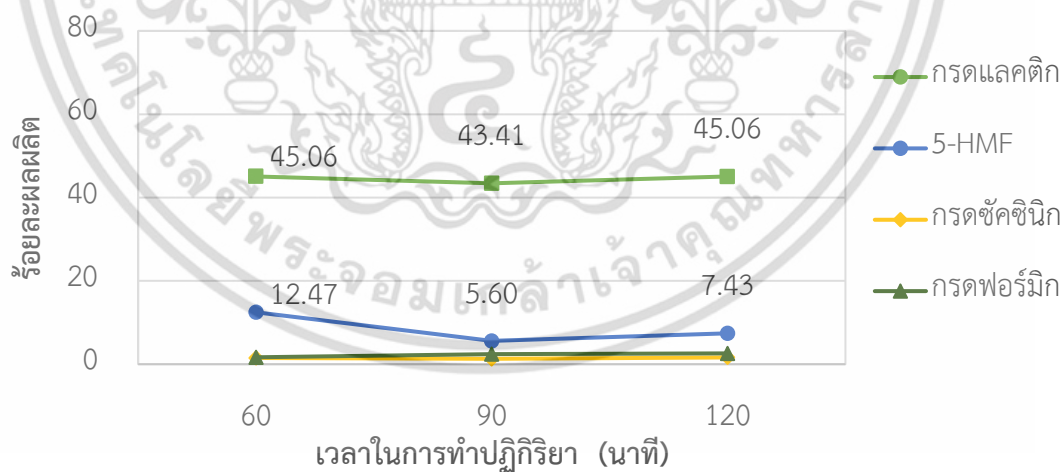
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 ระดับของอูณหภูมิจึงที่ลดลงในช่วงการลดอูณหภูมิจึงแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์ จนถึงอูณหภูมิจึง 60 องศาเซลเซียส

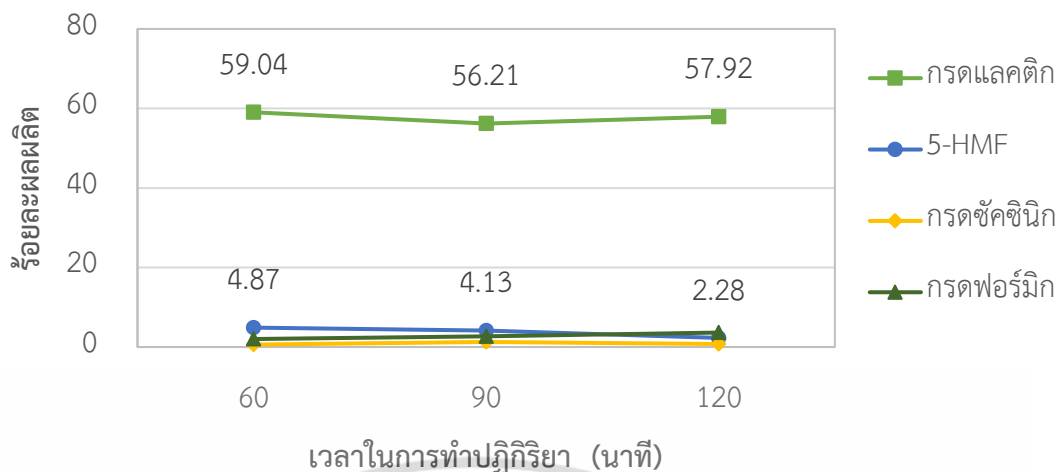
4.1.3 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

การทดลองในส่วนนี้จะศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ โดยผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.5 ก. และ ข. จากการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลสจากอัตราส่วน 0.25:1 เป็น 0.5:1 ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นในขณะที่ร้อยละผลผลิตของ 5-HMF จะลดลงเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนกรดซัคซินิกและกรดฟอร์มิกจะมีปริมาณค่อนข้างต่ำ



ก. อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.25:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ข. อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.50:1

รูปที่ 4.5 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลสที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ ก. อัตราส่วน 0.25:1 ข. อัตราส่วน 0.50:1

ภาวะในการทำปฏิกิริยา: 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 ถึง 120 นาที ความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

4.2 ปฏิกริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยวิธีออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน

4.2.1 ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ - เบห์นเคน ปัจจัยที่ศึกษาคือ อุณหภูมิ 170 190 และ 210 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 0 60 และ 120 นาที และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น 0.1:1 0.25:1 และ 0.4:1 โดยผลผลิตร้อยละของกรดแลคติกและผลิตภัณฑ์พลอยได้อื่นๆจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 การออกแบบการทดลองแบบบล็อกซ์ เบห์นเคน สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสและร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์

ปัจจัย			ร้อยละผลผลิต			
อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	เวลา (นาที)	อัตราส่วน โดยมวลของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	กรด แลคติก	กรด ซักซินิก	กรด ฟอร์มิก	5-HMF
210	0	0.25	46.83	1.71	3.06	11.98
190	120	0.4	38.48	0.67	2.55	4.33
190	0	0.4	48.16	0.34	1.02	22.24
210	60	0.4	44.64	0.57	2.43	3.43
190	60	0.25	46.16	1.42	1.40	13.04
190	120	0.1	33.80	0.89	3.16	12.02
170	0	0.25	16.45	0.65	3.16	3.37
190	0	0.1	24.91	1.69	1.74	24.09
170	60	0.4	40.04	0.34	0.97	24.31
210	60	0.1	37.91	0.81	2.93	5.97
190	60	0.25	44.50	0.65	2.40	12.69
170	120	0.25	32.58	1.18	1.85	23.06
170	60	0.1	15.62	0.52	1.46	20.06
210	120	0.25	41.83	2.62	4.18	2.17
190	60	0.25	44.53	0.00	3.25	11.97

4.2.2 สมการถดถอยสำหรับค่าร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก

สมการถดถอยในการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรตอบสนองคือ ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกกับแต่ละปัจจัยคือ อุณหภูมิ เวลา และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น โดยสมการถดถอยของค่าร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส แสดงดังสมการที่ 4.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ค่าผลกระทบ (Effect) ค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย (Coef) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SE_{coef}) ค่าทางสถิติ (T-value) และความน่าจะเป็น (P-value) สำหรับปัจจัยหลักและอิทธิพลร่วมระหว่างปัจจัย โดยหาได้จากวิธีตัวแปรยกกำลังสองที่มีค่าน้อยที่สุด (Least mean square) แสดงดังรูปที่ 4.6

$$Y_{lactic} = -752 + 6.95T + 1.134t + 455.7C - 0.01553 T^2 - 0.001230t^2 - 191.0C^2 - 0.00440Tt - 1.474TC - 0.516Ct \quad (4.1)$$

เมื่อ	Y_{lactic}	คือ ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก
	T	คือ อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
	t	คือ เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)
	C	คือ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

Analysis of Variance						
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	
Model	9	1525.95	169.550	20.59	0.002	
Linear	3	1002.76	334.254	40.60	0.001	
temp	1	553.24	553.241	67.20	0.000	
time	1	13.38	13.385	1.63	0.258	
cat	1	436.14	436.136	52.98	0.001	
Square	3	247.18	82.392	10.01	0.015	
temp*temp	1	142.47	142.475	17.31	0.009	
time*time	1	72.39	72.393	8.79	0.031	
cat*cat	1	68.22	68.225	8.29	0.035	
2-Way Interaction	3	276.01	92.004	11.18	0.012	
temp*time	1	111.57	111.575	13.55	0.014	
temp*cat	1	78.21	78.208	9.50	0.027	
time*cat	1	86.23	86.230	10.47	0.023	
Error	5	41.16	8.233			
Lack-of-Fit	3	39.36	13.119	14.53	0.065	
Pure Error	2	1.81	0.903			
Total	14	1567.11				
Model Summary						
	S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)		
	2.86927	97.37%	92.65%	59.56%		

รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์สมการถดถอยร้อยละผลผลิตกรดแลคติก สำหรับปฏิกิริยาไฮโดร-เทอร์มัลของเซลลูโลส

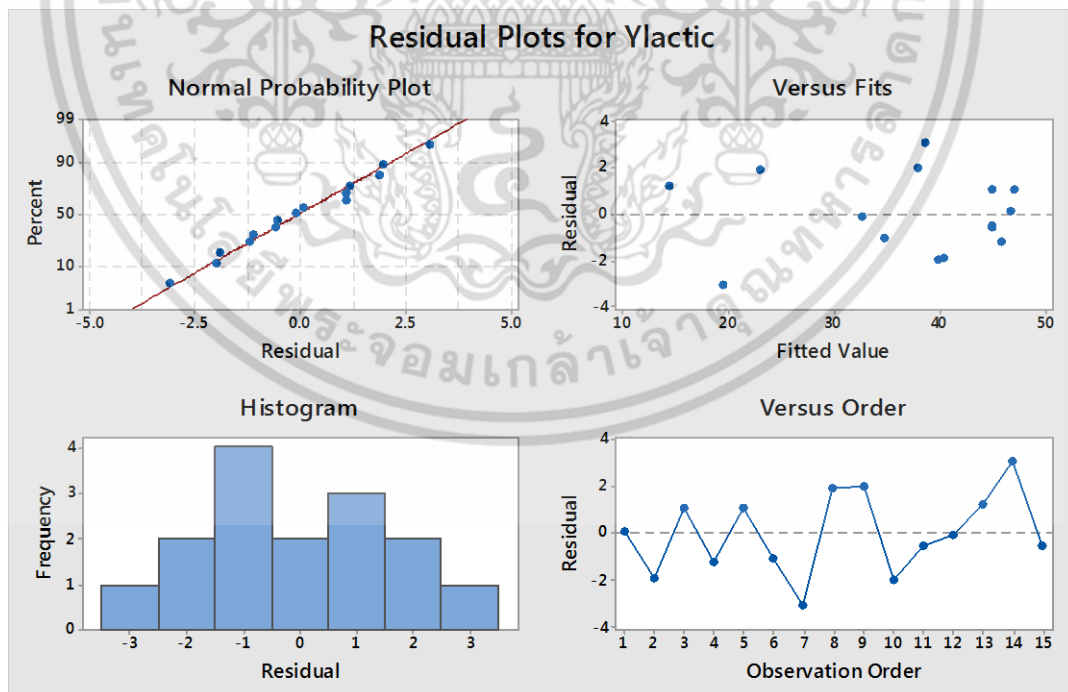
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 ความเหมาะสมของสมการถดถอย

ความเหมาะสมของสมการถดถอยพหุนามอันดับสองสำหรับร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส จากรูปที่ 4.6 พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจที่ปรับค่าแล้ว (R^2 adj) ของสมการถดถอยเท่ากับ 92.65 เปอร์เซ็นต์ แสดงว่า สมการถดถอยตามสมการที่ 4.1 สามารถอธิบายการเปลี่ยนแปลงของตัวแปรตอบสนองได้ถึงร้อยละ 92.65 นอกจากนี้ ค่า P-value ของ Lack of Fit มีค่า 0.065 ซึ่งมากกว่าระดับนัยสำคัญที่ 0.05 ดังนั้นสมการที่ 4.1 มีความเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสในการสังเคราะห์กรดแลคติก

4.2.4 การวิเคราะห์ความคลาดเคลื่อนของสมการถดถอย

การวิเคราะห์ความคลาดเคลื่อนของสมการถดถอยสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส จากกราฟ Residual plot แสดงดังรูปที่ 4.5 จากกราฟการแจกแจงความน่าจะเป็นแบบปกติ (Normal probability) พบว่าลักษณะการกระจายตัวเป็นเส้นตรง แสดงว่าข้อมูลมีการแจกแจงแบบปกติ เมื่อพิจารณากราฟระหว่างค่าความผิดพลาด (Residual) กับค่าเฉลี่ย (Fitted value) พบว่ามีการกระจายตัวรอบแกนและไม่มีรูปแบบ แสดงว่าข้อมูลมีค่าความแปรปรวนคงที่ และตรวจสอบความเป็นอิสระของข้อมูลจากกราฟ และจากกราฟค่าผิดพลาด (Residual) กับ ลำดับการทดลอง (Order) พบว่าค่าผิดพลาดมีการกระจายแบบสุ่มไม่มีรูปแบบ แสดงว่าข้อมูลเป็นอิสระต่อกัน



รูปที่ 4.7 กราฟการตรวจสอบคุณภาพของข้อมูลการทดลองสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของ

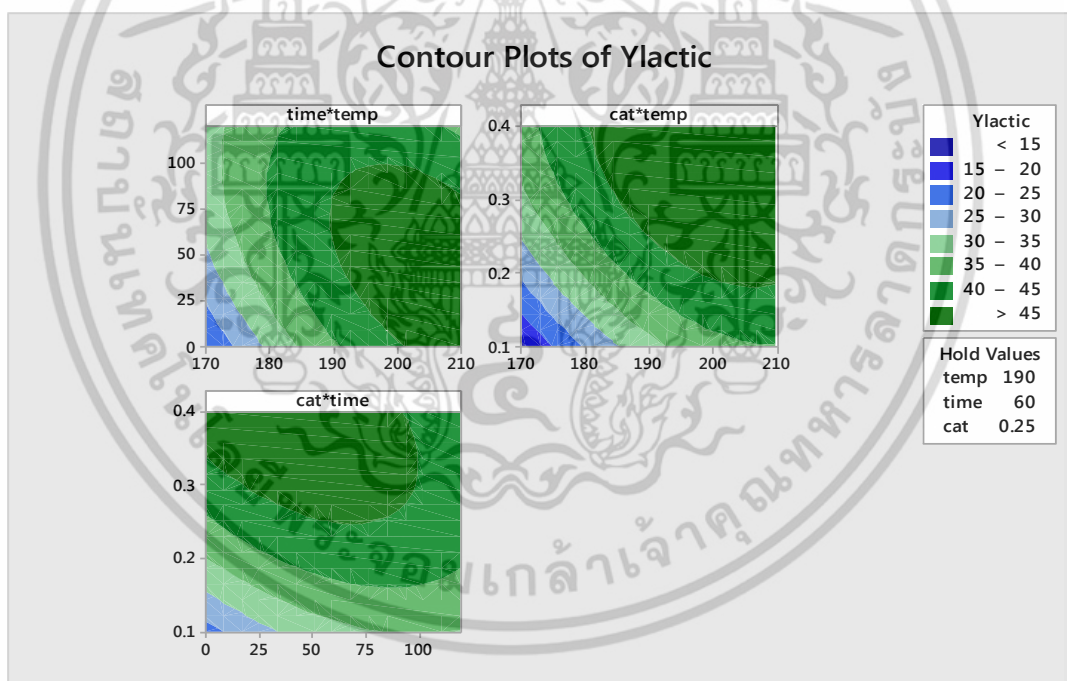
เซลลูโลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สวอนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.5 การหาภาวะที่เหมาะสมของปัจจัยที่ส่งผลต่อร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก

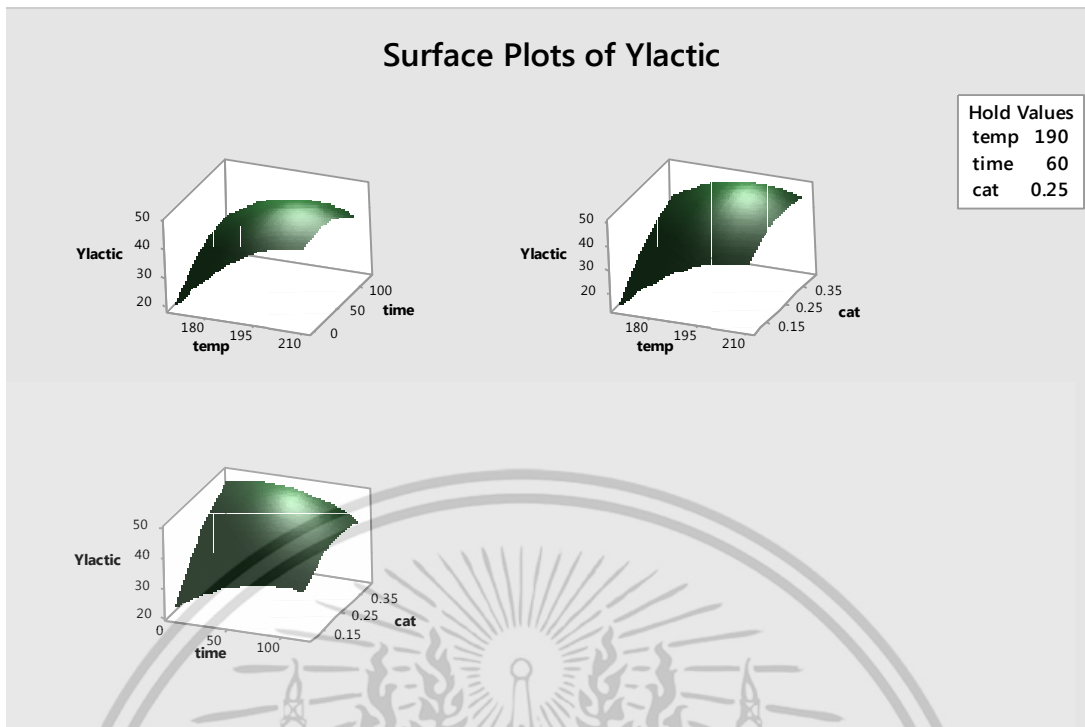
การหาภาวะที่เหมาะสมของปัจจัยที่ส่งผลร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกได้จากการวิเคราะห์พื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology) โดยปัจจัยที่ได้การศึกษาคือ อุณหภูมิ เวลาในการทำปฏิกิริยา และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

การวิเคราะห์พื้นผิวตอบสนองที่ได้จากการออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์-เบห์นเคน สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสแสดงดังรูปที่ 4.6 และ 4.7 เมื่อพิจารณารูประหว่างเวลาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาพบว่า ในช่วงอุณหภูมิ 170 ถึง 190 องศาเซลเซียส แต่ในช่วงอุณหภูมิประมาณ 195 ถึง 210 องศาเซลเซียส เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง แนวโน้มร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกจะมีค่าลดลง เนื่องจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเป็นปฏิกิริยาซีรีส์ (Series Reaction) เมื่อทำปฏิกิริยาที่ภาวะอุณหภูมิสูงและระยะเวลาานาน จะเป็นการเพิ่มอัตราการเกิดของปฏิกิริยาข้างเคียง ส่งผลให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมีค่าต่ำลง และเมื่อพิจารณารูประหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับอุณหภูมิ และกราฟปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับเวลา พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้ได้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงขึ้น



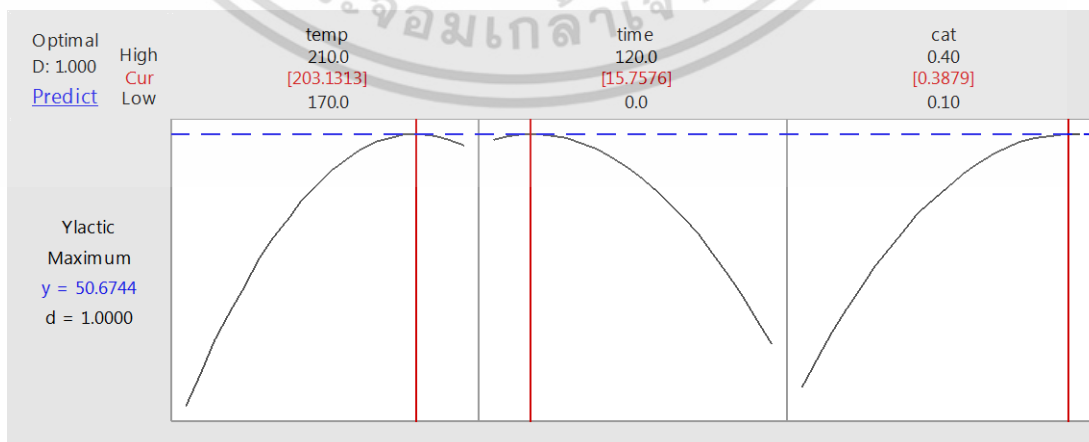
รูปที่ 4.8 กราฟคอนทัวร์ (Contour Plot) ของร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ระดับปัจจัยต่างๆ สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 กราฟพื้นผิวตอบสนอง (Surface Plot) ของร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ระดับปัจจัยต่างๆ สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

ในการหาภาวะที่เหมาะสมของแต่ละปัจจัยที่ส่งผลต่อร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสามารถหาได้จากกราฟวิเคราะห์ Response Optimization แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าถ้าต้องการร้อยละผลผลิตกรดแลคติกสูงที่สุดจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส จะต้องเลือกทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 203 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 16 นาที และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.39:1 ซึ่งเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุด โดยจะให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดคือร้อยละ 50.64 เมื่อใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น



รูปที่ 4.10 Optimization plot สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัล ของเซลลูโลส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลที่ภาวะที่ได้จากการวิเคราะห์ Response Optimization คือที่ ภาวะ อุณหภูมิ 203 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 16 นาที อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.39:1 จะได้ค่าร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดคือร้อยละ 50.68 เมื่อทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้งเพื่อตรวจสอบผลการทำนายที่ได้จากสมการถดถอย พบว่าผลผลิตร้อยละของกรดแลคติกมีค่า ร้อยละ 42.62 ร้อยละ 43.13 และร้อยละ 43.96 โดยค่าเฉลี่ยของกรดแลคติกที่ภาวะในการทำปฏิกิริยานี้มีค่า 43.96 ค่าความคลาดเคลื่อนของการทดลองเทียบกับค่าที่ได้จากสมการถดถอยพบว่า มีค่าความคลาดเคลื่อนร้อยละ 15.27 ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการวิเคราะห์ Response Optimization

ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก				ค่าความคลาดเคลื่อน (%)
ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย	
42.62	43.13	46.12	43.96	15.27

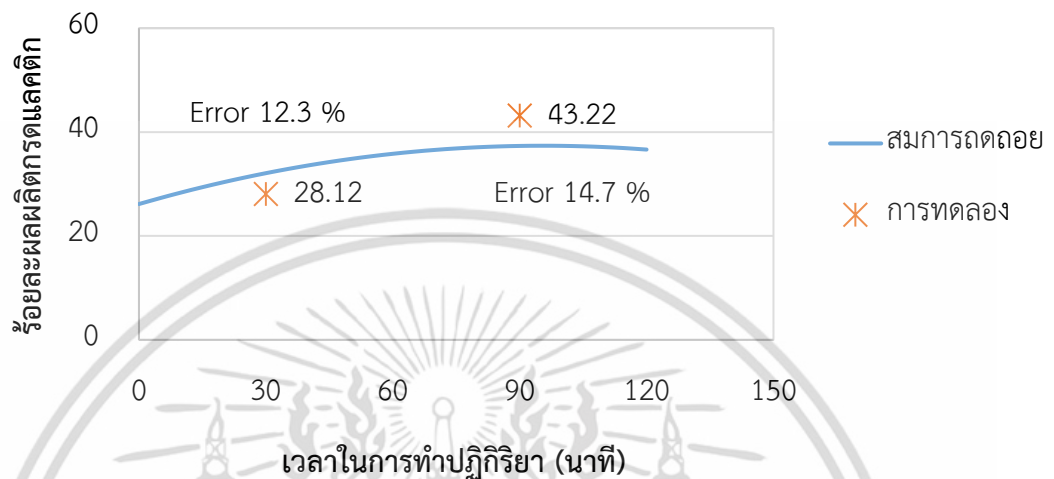
ภาวะในการทำปฏิกิริยา: อุณหภูมิ 203 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.39:1 เวลาในการทำปฏิกิริยา 16 นาที ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตรความเร็วรอบของการปั่นกวน 200 รอบต่อนาที

4.2.6 การทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยสมการถดถอย

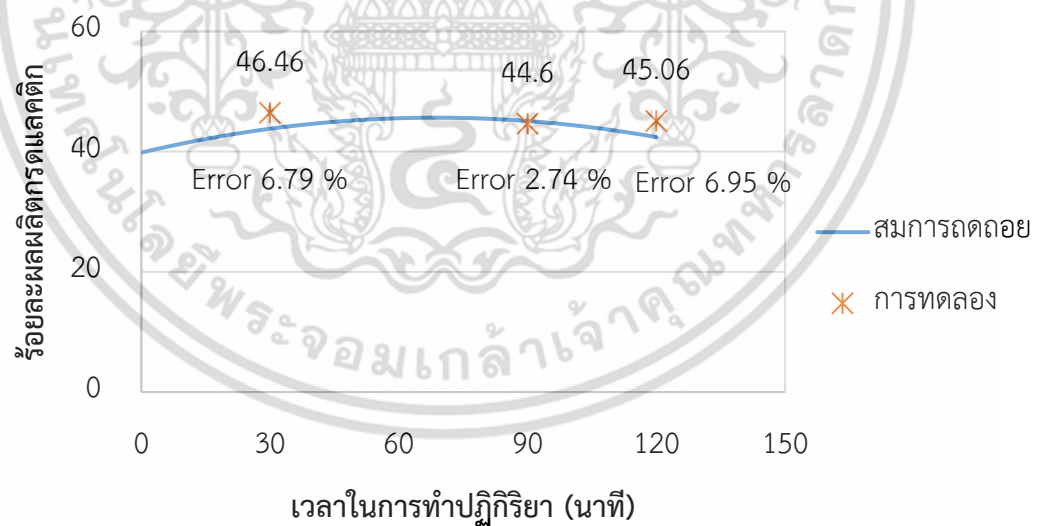
ในการทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยสมการถดถอย ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 175 190 และ 210 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.25:1 พบว่า ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 175 องศาเซลเซียส ที่เวลา 30 และ 90 นาที ค่าความคลาดเคลื่อนระหว่างผลการทดลองกับสมการถดถอยมีค่าร้อยละ 12.3 และร้อยละ 14.7 ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียส เมื่อเทียบร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ได้จากการทดลองกับสมการถดถอย ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 60 และ 120 นาที ความคลาดเคลื่อนมีค่าเป็นร้อยละ 6.79 ร้อยละ 2.74 และร้อยละ 6.95 ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 210 องศาเซลเซียส ที่เวลา 60 และ 120 นาที พบว่าค่าความคลาดเคลื่อนมีค่าร้อยละ 7.34 และร้อยละ 15.48 ตามลำดับ โดยกราฟแสดงการเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการถดถอยและจากการทดลอง และค่าความคลาดเคลื่อน ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 175 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.9

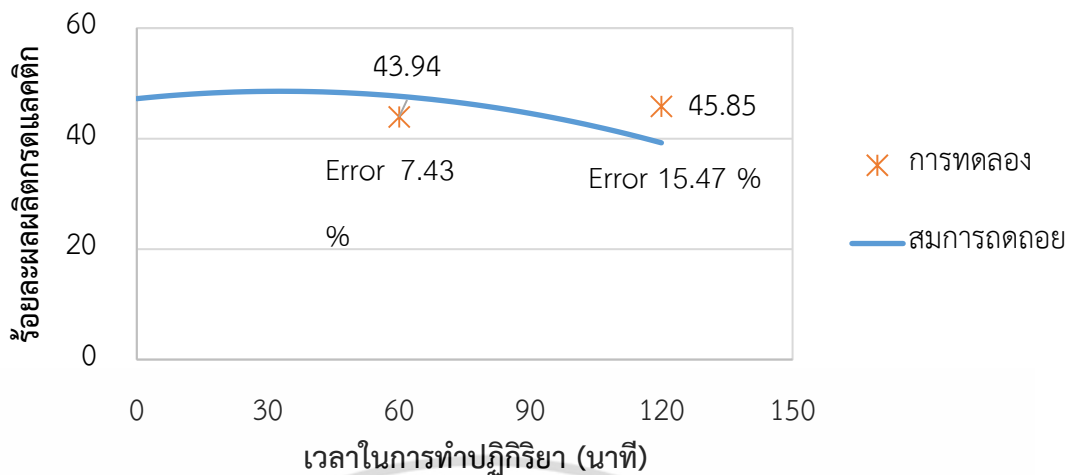


ก. อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส



ข. อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ค. อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.11 การเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและจากการทดลอง

ก. อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ข. อุณหภูมิ 175 องศาเซลเซียส ค. อุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส

ภาวะในการทำปฏิกิริยา: อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.25:1 ความดันเริ่มต้น 5 บาร์ แก๊สไนโตรเจน ปริมาณเซลลูโลส 0.33 กรัม น้ำปริมาตร 100 มิลลิลิตร

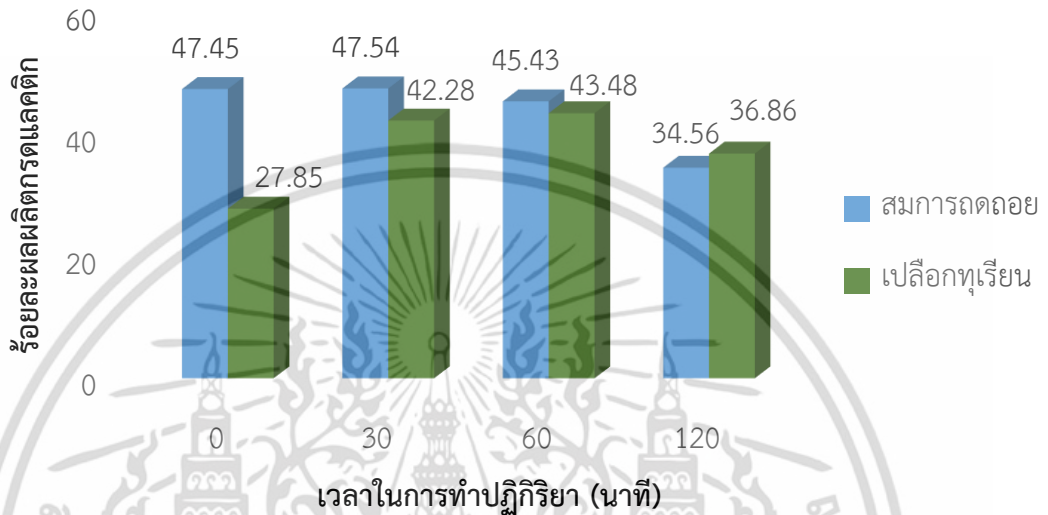
4.2.7 การทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตรด้วยสมการถดถอย

การเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและปฏิกิริยาไฮโดร-เทอร์มัลของเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น 0.5:1 แสดงดังรูปที่ 4.10 และ 4.11 ตามลำดับจากรูปที่ 4.10 และ รูปที่ 4.11 ซึ่งให้เห็นว่า ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยที่บางสถานะเช่น ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 และ 120 นาทีเมื่อใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น มีค่าใกล้เคียงกับผลที่ได้จากการทำนายด้วยสมการถดถอย แต่อย่างไรก็ตาม ไม่สามารถสรุปได้ว่าสมการถดถอยที่ได้ สามารถทำนายร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกได้อย่างแม่นยำ เนื่องจากข้อมูลที่นำมาเปรียบเทียบนี้ สมการถดถอยที่ได้นั้นได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสปริมาณ 0.33 กรัมในแต่ละการทดลอง ส่วนปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด ใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.5 กรัมในแต่ละการทดลอง และนอกจากนี้ ในของเหลือทางการเกษตรจะมีองค์ประกอบหลักที่สำคัญคือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งมีสัดส่วนของแต่ละองค์ประกอบแตกต่างกันไป ขึ้นกับชนิดของของเหลือทางการเกษตร โดยอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้คือ 0.5:1 ซึ่งไม่ใช่สัดส่วนระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นที่แท้จริงในการทำปฏิกิริยา

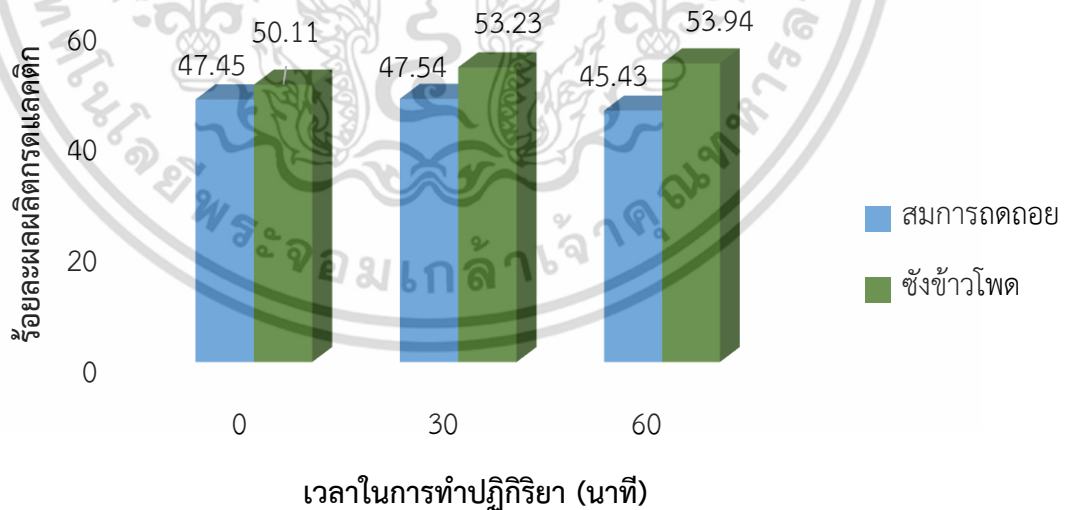
เมื่อใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้นเนื่องจาก ทั้งเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสต่างก็สามารถ

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์ของสถาบันวิจัยและพัฒนาพื้นที่สูง เมื่อเผยแพร่ให้ผู้อื่นใช้โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดแลคติกเช่นเดียวกัน โดยองค์ประกอบของเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด ที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงดังตารางที่ 4.3 ดังนั้น ในทำนายนการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเมื่อใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น จำเป็นที่จะต้องศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเฮมิเซลลูโลสเพิ่มเติม เพื่อเพิ่มความแม่นยำในการทำนายน



รูปที่ 4.12 ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและการทำปฏิกิริยาไฮโดร-เทอร์มัลของเปลือกทุเรียนที่



รูปที่ 4.13 ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยและการทำปฏิกิริยาไฮโดร-เทอร์มัลของซังข้าวโพด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.12 และ รูปที่ 4.13 ชี้ให้เห็นว่า ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยที่บางสภาวะเช่น ที่เวลาในการทำปฏิกิริยา 60 และ 120 นาที เมื่อใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น มีค่าใกล้เคียงกับผลที่ได้จากการทำนายด้วยสมการถดถอย แต่อย่างไรก็ตาม ไม่สามารถสรุปได้ว่าสมการถดถอยที่ได้สามารถทำนายร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกได้อย่างแม่นยำ เนื่องจาก สมการถดถอยที่นำมาเปรียบเทียบบนนั้น ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสปริมาณ 0.33 กรัมในแต่ละครั้งของการทดลอง ส่วนปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด ใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.5 กรัมในแต่ละการทดลอง และนอกจากนี้ในของเหลือทางการเกษตรจะมีองค์ประกอบหลักที่สำคัญคือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งสัดส่วนของแต่ละองค์ประกอบแตกต่างกันไปขึ้นกับชนิดของของเหลือทางการเกษตร อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้คือ 0.5:1 ซึ่งไม่ใช่สัดส่วนระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นที่แท้จริงในการทำปฏิกิริยาเมื่อใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากทั้งเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสต่างก็สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดแลคติกเช่นเดียวกัน โดยองค์ประกอบของเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพดที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงดังตารางที่ 4.3 ดังนั้น ในทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตร จำเป็นที่จะต้องศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเฮมิเซลลูโลสในการผลิตกรดแลคติกเพิ่มเติม เพื่อเพิ่มความแม่นยำในการทำนาย

ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบในเปลือกทุเรียนและซังข้าวโพด

ชนิดของของเหลือทางการเกษตร	เซลลูโลส (%)	เฮมิเซลลูโลส (%)	ลิกนิน (%)
เปลือกทุเรียน	35.5	18.6	16.6
ซังข้าวโพด	28.3	35.9	22.8

หมายเหตุ: ร้อยละที่แสดงในตารางเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก

สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินงาน

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกรดแลคติกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยากรดเออร์เปียมไตรเฟลท ($Er(OTf)_3$) ผลการดำเนินงานสามารถสรุปได้ดังนี้

ศึกษาอิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิ และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส พบว่า การเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาและการเพิ่มปริมาณตัวเร่งส่งผลให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมีค่าเพิ่มมากขึ้น แต่หากใช้อุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มากเกินไป จะส่งผลให้ปริมาณของสารผลิตภัณฑ์ที่มีค่าลดลง เนื่องจากการเพิ่มการเกิดของปฏิกิริยาข้างเคียง รวมถึงสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเกิดการสลายตัวได้เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่ละลายน้ำคือ ฮิวมิน (Humin)

การศึกษากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสด้วยการออกแบบการทดลองแบบบล็อกซ์ เบห์นเคน เพื่อศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก ปัจจัยที่ต้องการศึกษาคือ อุณหภูมิระดับ 170 190 และ 210 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 0 60 และ 120 นาที และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้นในอัตราส่วน 0.1:1 0.25:1 และ 0.4:1 โดยได้ทำการทดลองเพื่อทดสอบความเหมาะสมของรูปแบบสมการถดถอย จากการทดลองและการวิเคราะห์ผล จะได้สมการถดถอยสำหรับร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกในปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสคือ $Y_{lactic} = -752 + 6.95T + 1.134t + 455.7C - 0.01553T^2 - 0.001230 t^2 - 191.0C^2 - 0.00440Tt - 1.474TC - 0.516Ct$ เมื่อ T คืออุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) t คือเวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที) และ C คืออัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส โดยมีค่า R^2 adj ของสมการถดถอยเท่ากับ 92.65 เปอร์เซ็นต์ และการวิเคราะห์ค่า Lack of Fit มีค่า P - value เท่ากับ 0.065 ซึ่งมากกว่าระดับนัยสำคัญที่ 0.05 แสดงว่าสมการถดถอยที่ได้มีความเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส เมื่อพิจารณาภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตกรดแลคติกเมื่อใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้นที่วิเคราะห์ได้จากสมการถดถอยคือ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 203 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 16 นาที และอัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.39:1 ซึ่งเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุด โดยจะให้ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกสูงที่สุดจากการทำนายคือ ร้อยละ 50.64 และเมื่อทำการทดลองตามภาวะที่ได้จากการทำนายพบว่า ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ผลิตได้จริงคือ ร้อยละ 43.96 โดยเฉลี่ย เมื่อเปรียบร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากการทดลองและจากสมการถดถอย ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 170 190 และ 210 องศาเซลเซียส พบค่าความคลาด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เคลื่อนที่ต่ำกว่าร้อยละ 10 ระหว่างผลการทดลองกับจริงกับที่ได้จากสมการถดถอยที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 60 และ 120 นาทีเมื่อ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส 0.25:1 และเมื่อนำสมการถดถอยที่ได้เปรียบเทียบกับผลการทดลองที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้เปลือกทุเรียนและซังข้าวโพดเป็นสารตั้งต้น ไม่สามารถสรุปได้ว่าสมการถดถอยที่ได้มีความเหมาะสมสำหรับนำไปใช้ในการทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเมื่อใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น เนื่องจากกรดแลคติกสามารถเกิดได้จากทั้งปฏิกิริยาของเซลลูโลสเอมิเซลลูโลส ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักในของเหลือทางการเกษตร หากต้องการความแม่นยำในการทำนาย ควรศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลของเอมิเซลลูโลสร่วมด้วย

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรศึกษาการทดลองด้วยวิธีการทดลองชนิดอื่น เช่น 3^k factorial หรือชนิดพื้นที่ผิวตอบสนองแบบผสมกลาง (Central Composite Design) เพื่อเพิ่มความแม่นยำและเพื่อให้ได้การออกแบบการทดลองที่เหมาะสมที่สุดสำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล
2. การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลของเซลลูโลส ควรศึกษาปัจจัยอื่นๆที่คาดว่าจะส่งผลต่อปฏิกิริยาเช่นความดันและชนิดของแก๊ส รวมถึงขยายระดับปัจจัยที่ต้องการศึกษาในขอบเขตที่กว้างขึ้นเช่น ที่อุณหภูมิ 150 ถึง 300 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1:1 ถึง 1:1 เป็นต้น
3. เพื่อความแม่นยำในการทำนายการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเมื่อใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น และควรศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลของไซแลน (สารพื้นฐานของเอมิเซลลูโลส) เพิ่มเติม
4. ควรทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลของของเหลือทางการเกษตร และศึกษาอิทธิพลของปัจจัยและสถานะที่ดีที่สุดจากการออกแบบการทดลอง รวมถึงการนำผลการทดลองที่ได้เปรียบเทียบกับผลการทำนายที่ได้จากการทดลองของปฏิกิริยาที่ใช้เซลลูโลสและไซแลนเป็นสารตั้งต้นโดยตรง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

- [1] A. Pinkert, K. N. Marsh, S. Pang, and M. P. Staiger, "Ionic Liquids and Their Interaction with Cellulose," *Chem. Rev.*, vol. 109, no. 12, pp. 6712–6728, Dec. 2009.
- [2] M. Möller and U. Schröder, "Hydrothermal production of furfural from xylose and xylan as model compounds for hemicelluloses," *RSC Adv.*, vol. 3, no. 44, pp. 22253–22260, Oct. 2013.
- [3] M. N. Mohamad Ibrahim, N. Zakaria, C. S. Sipaut, O. Sulaiman, and R. Hashim, "Chemical and thermal properties of lignins from oil palm biomass as a substitute for phenol in a phenol formaldehyde resin production," *Carbohydr. Polym.*, vol. 86, no. 1, pp. 112–119, Aug. 2011.
- [4] B. Wang and D. Li, "Strong and optically transparent biocomposites reinforced with cellulose nanofibers isolated from peanut shell," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 79, pp. 1–7, Dec. 2015.
- [5] S. Kumar, Y. Singh Negi, and J. Sain Upadhyaya, "Studies On Characterization Of Corn Cob Based Nanoparticles," *Adv. Mater. Lett.*, vol. 1, no. 3, pp. 246–253, Dec. 2010.
- [6] Z. Yang, M. Zhang, D. Xin, J. Wang, and J. Zhang, "Evaluation of aqueous ammonia pretreatment for enzymatic hydrolysis of different fractions of bamboo shoot and mature bamboo," *Bioresour. Technol.*, vol. 173, pp. 198–206, Dec. 2014.
- [7] T. Silva-Fernandes *et al.*, "Biorefining strategy for maximal monosaccharide recovery from three different feedstocks: Eucalyptus residues, wheat straw and olive tree pruning," *Bioresour. Technol.*, vol. 183, pp. 203–212, May 2015.
- [8] A. Singh and N. R. Bishnoi, "Comparative study of various pretreatment techniques for ethanol production from water hyacinth," *Ind. Crops Prod.*, vol. 44, pp. 283–289, Jan. 2013.
- [9] S. R. Masrol, M. H. I. Ibrahim, and S. Adnan, "Chemi-mechanical Pulping of Durian Rinds," *Procedia Manuf.*, vol. 2, pp. 171–180, Jan. 2015.
- [10] X. Yang, H. S. Choi, C. Park, and S. W. Kim, "Current states and prospects of organic waste utilization for biorefineries," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 49, pp. 335–349, Sep. 2015.

- [11] L. F. Ballesteros, J. A. Teixeira, and S. I. Mussatto, “Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin,” *Food Bioprocess Technol.*, vol. 7, no. 12, pp. 3493–3503, Dec. 2014.
- [12] J. Tang, X. Wang, Y. Hu, Y. Zhang, and Y. Li, “Lactic acid fermentation from food waste with indigenous microbiota: Effects of pH, temperature and high OLR,” *Waste Manag.*, vol. 52, pp. 278–285, Jun. 2016.
- [13] S. Suganuma *et al.*, “Hydrolysis of Cellulose by Amorphous Carbon Bearing SO₃H, COOH, and OH Groups,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 130, no. 38, pp. 12787–12793, Sep. 2008.
- [14] M. Neureiter, H. Danner, C. Thomasser, B. Saidi, and R. Braun, “Dilute-acid hydrolysis of sugarcane bagasse at varying conditions,” *Appl. Biochem. Biotechnol.*, vol. 98–100, no. 1–9, pp. 49–58, Mar. 2002.
- [15] B. Girisuta, L. P. B. M. Janssen, and H. J. Heeres, “Kinetic Study on the Acid-Catalyzed Hydrolysis of Cellulose to Levulinic Acid,” *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 46, no. 6, pp. 1696–1708, Mar. 2007.
- [16] L. Yan, N. Yang, H. Pang, and B. Liao, “Production of Levulinic Acid from Bagasse and Paddy Straw by Liquefaction in the Presence of Hydrochloride Acid,” *CLEAN – Soil Air Water*, vol. 36, no. 2, pp. 158–163, Feb. 2008.
- [17] W. Deng, Q. Zhang, and Y. Wang, “Catalytic transformation of cellulose and its derived carbohydrates into chemicals involving CC bond cleavage,” *J. Energy Chem.*, vol. 24, no. 5, pp. 595–607, Sep. 2015.
- [18] X. Lei, F.-F. Wang, C.-L. Liu, R.-Z. Yang, and W.-S. Dong, “One-pot catalytic conversion of carbohydrate biomass to lactic acid using an ErCl₃ catalyst,” *Appl. Catal. Gen.*, vol. 482, pp. 78–83, Jul. 2014.
- [19] Y. Wang *et al.*, “Chemical synthesis of lactic acid from cellulose catalysed by lead(II) ions in water,” *Nat. Commun.*, vol. 4, p. 2141, Jul. 2013.
- [20] E. Taarning, S. Saravanamurugan, M. Spangenberg Holm, J. Xiong, R. M. West, and C. H. Christensen, “Zeolite-Catalyzed Isomerization of Triose Sugars,” *ChemSusChem*, vol. 2, no. 7, pp. 625–627, Jul. 2009.
- [21] R. M. West *et al.*, “Zeolite H-USY for the production of lactic acid and methyl lactate from C₃-sugars,” *J. Catal.*, vol. 269, no. 1, pp. 122–130, Jan. 2010.
- [22] 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.
- [23] F.-F. Wang, C.-L. Liu, and W.-S. Dong, “Highly efficient production of lactic acid from cellulose using lanthanide triflate catalysts,” *Green Chem.*, vol. 15, no. 8, pp. 2091–2095, Jul. 2013.
- [24] C. Sánchez, I. Egüés, A. García, R. Llano-Ponte, and J. Labidi, “Lactic acid production by alkaline hydrothermal treatment of corn cobs,” *Chem. Eng. J.*, vol. 181–182, pp. 655–660, Feb. 2012.
- [25] X. Yan, F. Jin, K. Tohji, A. Kishita, and H. Enomoto, “Hydrothermal conversion of carbohydrate biomass to lactic acid,” *AIChE J.*, vol. 56, no. 10, pp. 2727–2733, Oct. 2010.
- [26] 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.
- [27] H. Pinkowska, P. Wolak, and A. Złocinska, “Hydrothermal decomposition of xylan as a model substance for plant biomass waste – Hydrothermolysis in subcritical water,” *Biomass Bioenergy*, vol. 35, no. 9, pp. 3902–3912, Oct. 2011.
- [28] I. A. W. Tan, A. L. Ahmad, and B. H. Hameed, “Optimization of preparation conditions for activated carbons from coconut husk using response surface methodology,” *Chem. Eng. J.*, vol. 137, no. 3, pp. 462–470, Apr. 2008.
- [29] “A Comparative Study of Artificial Neural Network and Response Surface Methodology for Optimization of Friction Welding of Incoloy 800 H.” [Online]. Available: http://www.amse.org.cn/article/2015/1006-7191-28-7-892.html#outline_anchor_10. [Accessed: 02-Jul-2017].
- [30] “Application of Box-Behnken design and response surface methodology for modeling of some Turkish coals (PDF Download Available),” *ResearchGate*. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/223877407_Application_of_Box-Behnken_design_and_response_surface_methodology_for_modeling_of_some_Turkish_coals. [Accessed: 02-Jul-2017].
- [31] H. Pinkowska, P. Wolak, and E. Oliveros, “Production of xylose and glucose from rapeseed straw in subcritical water – Use of Doehlert design for optimizing the reaction conditions,” *Biomass Bioenergy*, vol. 58, pp. 188–197, Nov. 2013.

ภาคผนวก



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

การคำนวณสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

วิทยานิพนธ์นี้ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเออร์เบียมไตรเฟลท (Erbium triflate, $\text{Er}(\text{OTf})_3$) ในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ในแต่ละการทดลองจะกำหนดปริมาณของเซลลูโลสและน้ำให้เท่ากันคือ 0.33 กรัม และ 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ ภายในเครื่องปฏิกรณ์ขนาด 250 มิลลิลิตร

ก.1 การคำนวณปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อกำหนดอัตราส่วนโดยมวล

ตัวอย่างการคำนวณนี้จะใช้อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลสเป็น 0.5:1 สามารถหาได้โดยนำอัตราส่วนโดยมวลไปคูณกับปริมาณเซลลูโลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้น (0.33 กรัม) จะได้ว่า

$$\text{น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม)} = 0.5 \times (0.33 \text{ กรัม}) = 0.16 \text{ กรัม}$$

ตารางที่ ก.1 น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการทดลอง (น้ำหนักเซลลูโลสคงที่ 0.33 กรัม)

อัตราส่วนโดยมวลของ ตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลส	น้ำหนักตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม)
0.1:1	0.03
0.25:1	0.08
0.4:1	0.13
0.5:1	0.16

ก.2 การคำนวณร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์

การทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลเพื่อให้ได้กรดแลคติกนั้นจะใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น ดังนั้นร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่เกิดขึ้นนั้นจะหาได้จาก

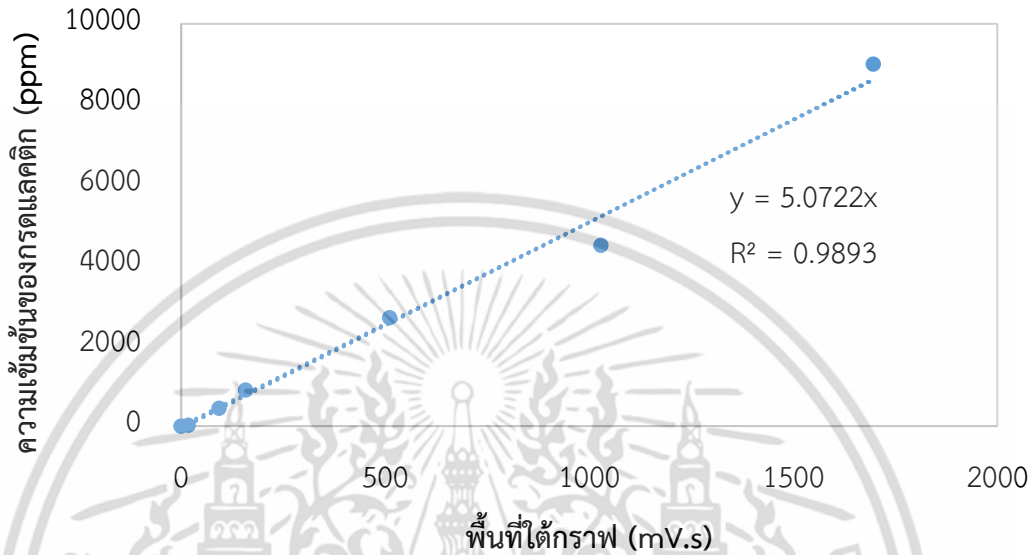
$$\text{ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก} = \frac{\text{มวลของกรดแลคติกที่ได้}}{\text{มวลของเซลลูโลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้น}} \times 100\% \quad (\text{ก.1})$$

โดยที่

$$\text{มวลของกรดแลคติกที่ได้} = \text{ความเข้มข้นของกรดแลคติกในผลิตภัณฑ์} \times \text{ปริมาตรผลิตภัณฑ์} \quad (\text{ก.2})$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรดแลคติกซึ่งได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) จะมีหน่วยเป็นส่วนในล้านส่วน (ppm) หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L) โดยกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกแสดงดังรูปที่ ก.1



รูปที่ ก.1 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดแลคติกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

เมื่อกำหนดให้ไม่มีการสูญเสียของสารในระบบ จะได้ว่า

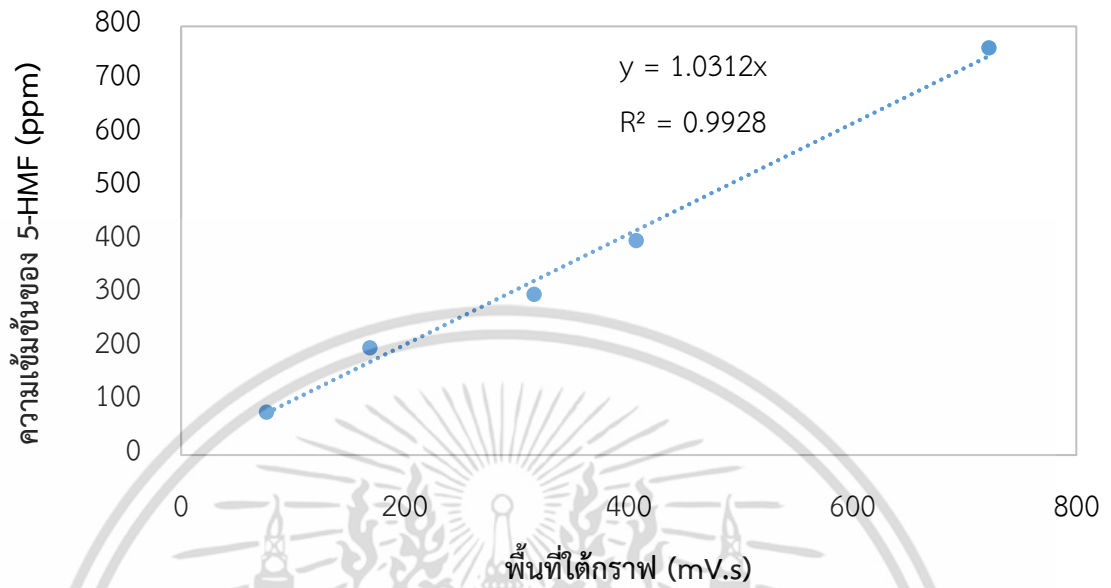
$$\text{ปริมาณผลิตภัณฑ์} = \text{ปริมาณสารตั้งต้น}$$

ดังนั้น

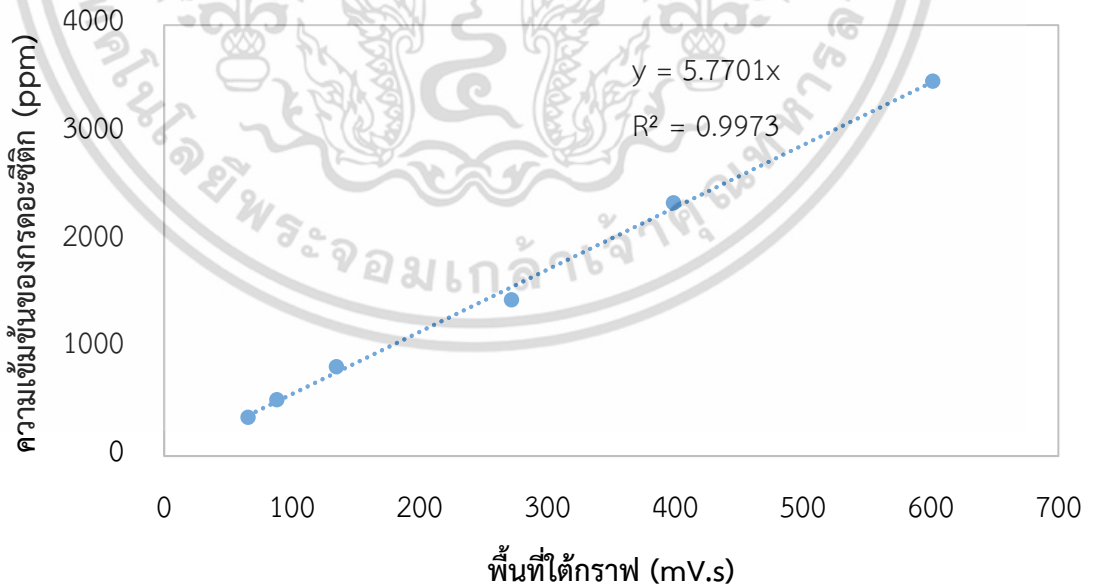
$$\begin{aligned} \text{ร้อยละผลผลิต} &= \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดแลคติกในผลิตภัณฑ์} \times \text{ปริมาณสารตั้งต้น}}{\text{มวลของเซลล์โลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้น}} \times 100\% \\ &= \frac{\text{ความเข้มข้นของกรดแลคติกในผลิตภัณฑ์}}{\text{มวลของเซลล์โลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้น} / \text{ปริมาณสารตั้งต้น}} \times 100\% \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการวิเคราะห์ร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์อื่นสามารถคิดได้เช่นเดียวกันกับวิธีข้างต้น แต่กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสารผลิตภัณฑ์อื่นแสดงดังต่อไปนี้

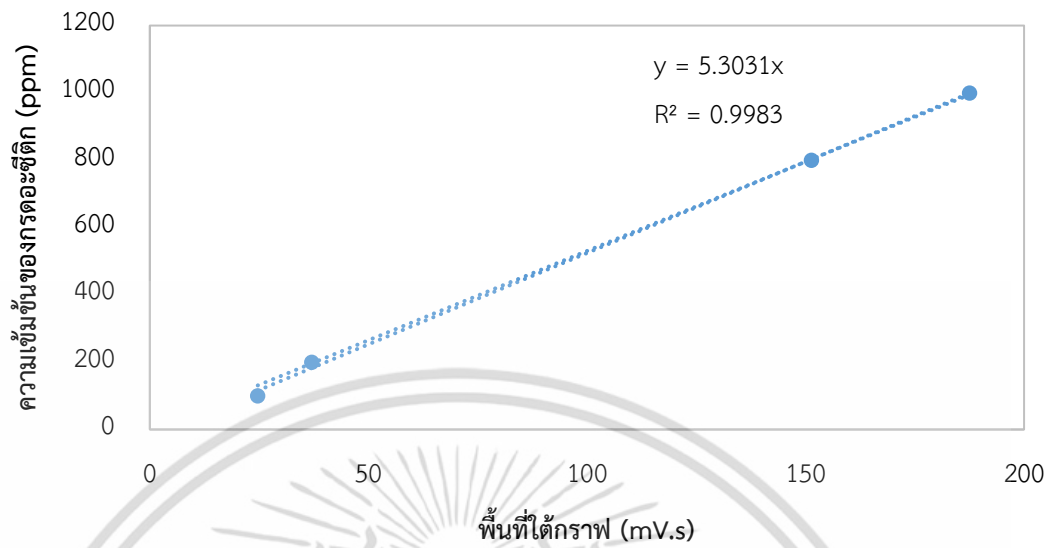


รูปที่ ก.2 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ 5-HMF ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

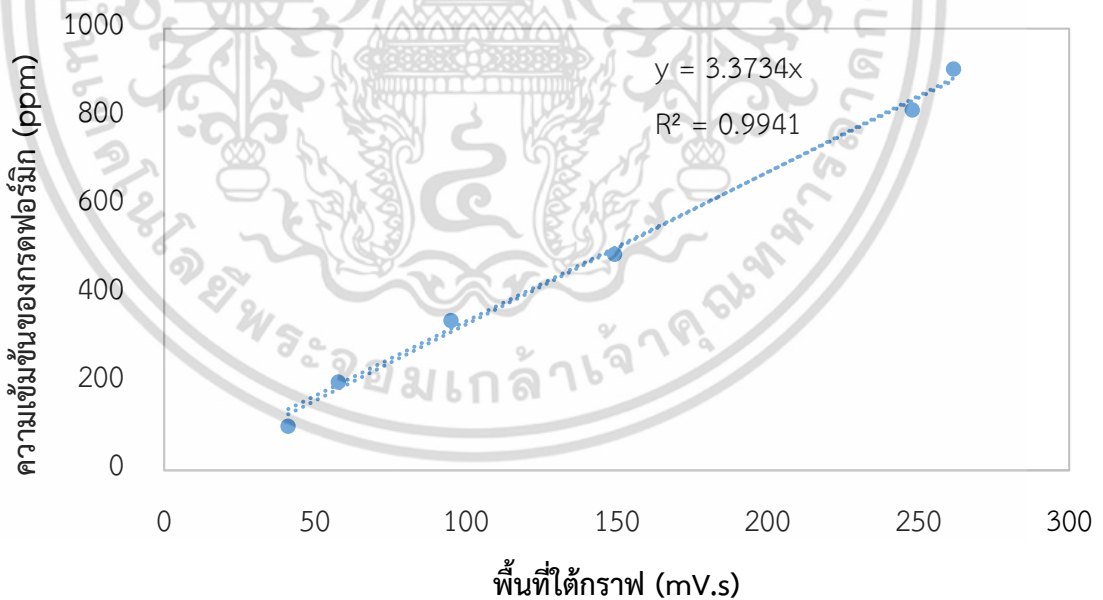


รูปที่ ก.3 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดอะซีติกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.4 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดซัคซินิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)



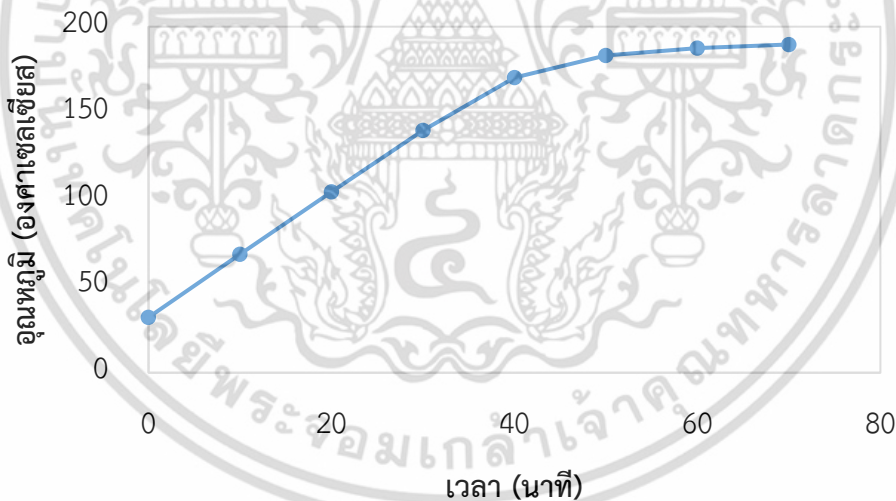
รูปที่ ก.5 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดฟอร์มิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

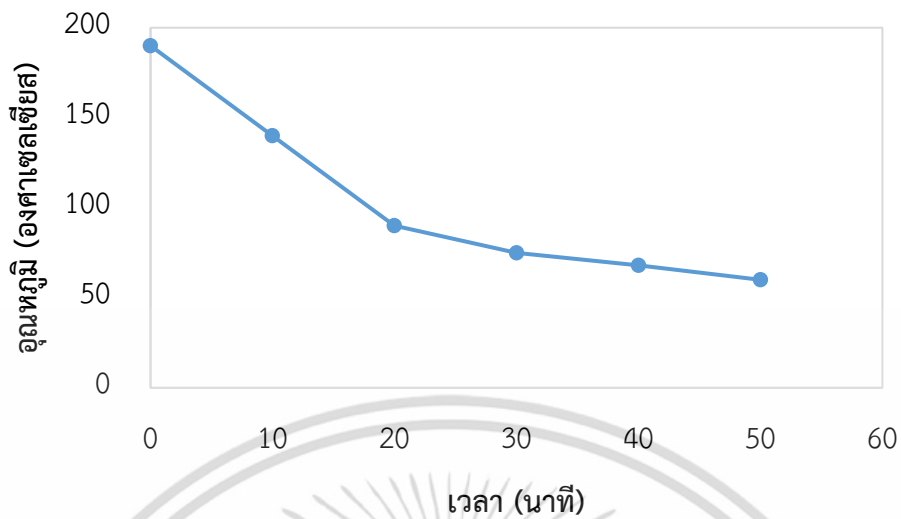
ภาคผนวก ข.

การเพิ่มอุณหภูมิให้กับเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดัน และอุณหภูมิสูง

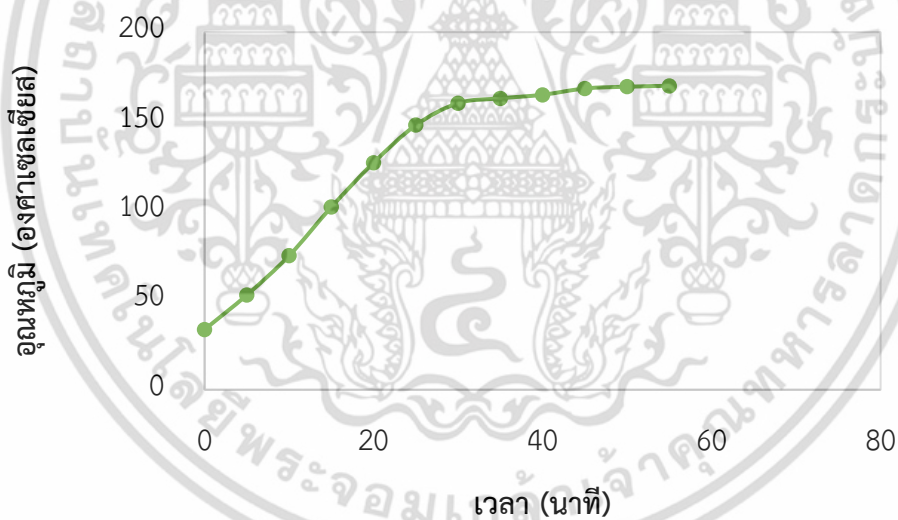
ระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนอุณหภูมิและความดันสูง รวมทั้งระยะเวลาที่ใช้ในการลดอุณหภูมิลงก่อนการนำสารตัวอย่างออกจากเครื่องปฏิกรณ์ เพื่อทำการวิเคราะห์นั้น แสดงดังรูปที่ ค1 และ ค2 ตามลำดับ ซึ่งจะพบว่าต้องใช้เวลา 70 นาที ในการให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส และต้องใช้เวลา 50 นาทีในการลดอุณหภูมิลงที่ 60 องศาเซลเซียส ซึ่งระยะเวลาส่วนนี้ไม่ได้นำมาใช้คิดเป็นระยะเวลาการทำปฏิกิริยา ดังนั้นการนำข้อมูลจากวิทยานิพนธ์นี้ไปใช้งานต้องคำนึงถึงช่วงเวลาดังกล่าวนี้ด้วย และระยะเวลาในการเพิ่มอุณหภูมิให้กับเครื่องปฏิกรณ์แบบกะที่อุณหภูมิ 170 และ 210 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ ข4 และ ข5 ตามลำดับ



รูปที่ ข.1 ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะจนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน อัตราเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

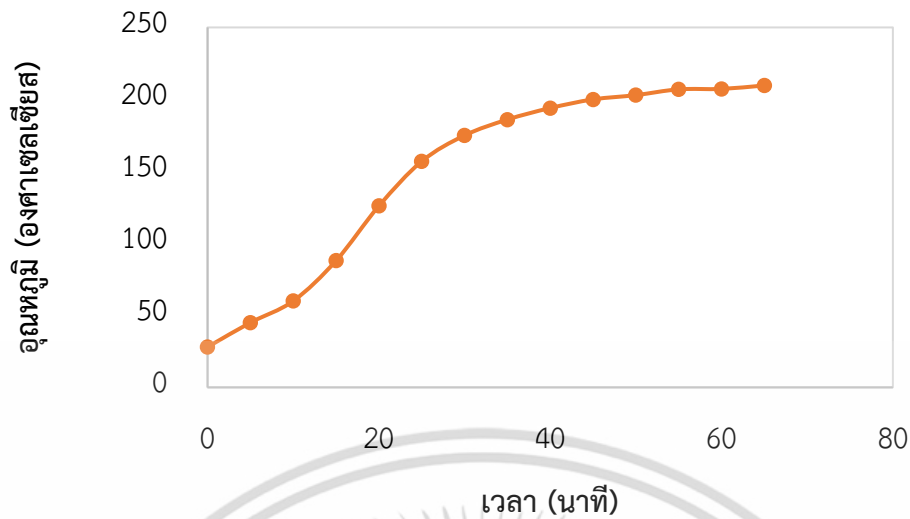


รูปที่ ข.2 ระดับของอุณหภูมิที่ลดลงในช่วงการลดอุณหภูมิแก๊สละลายในเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส



รูปที่ ข.3 ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก๊สละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะจนถึงอุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน อัตราเร็วในการปั่นกววน 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.4 ระดับของอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในช่วงการให้ความร้อนแก่สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะจนถึงอุณหภูมิ 210 องศาเซลเซียส ความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน อัตราเร็วในการปั่นกว 200 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค.

การใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสนั้นจะเกิดขึ้นในภาวะอุณหภูมิ 170 – 200 องศาเซลเซียส และความดันเริ่มต้น 5 บาร์แก๊สไนโตรเจน จึงจำเป็นต้องใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันและอุณหภูมิสูง (Autoclave) ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยา และน้ำกลั่น ในปริมาณที่ต้องการศึกษา เพื่อเตรียมเข้าเครื่องปฏิกรณ์
2. เติมน้ำใส่ถังหล่อเย็น 2 ถัง (หล่อเย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ และหล่อเย็นอุปกรณ์) ระดับน้ำสูงกว่าปั๊มพอสสมควรวางปั๊มหล่อเย็นให้จมลงในถัง
3. ทำความสะอาดตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ และส่วนหัวของเครื่องซึ่งมีอุปกรณ์เช่น ไบพัดกวน ท่อแก๊สขาเข้า และท่อแก๊สขาออก แล้วเช็ดให้สะอาดเพื่อป้องกันการเจือปน
4. นำสารตั้งต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ ใส่ลงในตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์ จากนั้นนำไปวางที่ฐานของเครื่องซึ่งมีอุปกรณ์ให้ความร้อนอยู่ แล้วนำส่วนหัวมาประกบไว้ด้านบนของตัวถังของเครื่องปฏิกรณ์
5. ประกอบแจ็คเก็ต (Jacket) เพื่อให้เครื่องปฏิกรณ์สามารถทนความดันสูงได้เมื่อทำปฏิกิริยา โดยกดคล็อก และขันน็อตให้แน่น
6. เชื่อมต่อส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์กับมอเตอร์ของเครื่องปั่นกวน และหมุนประกบทั้งสองส่วนให้แน่น
7. เชื่อมต่อท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก และท่อระบายความดัน กับส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์แล้วใช้ประแจขันให้แน่น โดยเปิดวาล์วเกจวัดความดัน ปิดวาล์วแก๊สขาเข้า ปิดวาล์วแก๊สขาออกและอัดแก๊สไนโตรเจนเข้าไปภายในเครื่องปฏิกรณ์แล้ว ปรับความดันจนอ่านค่าความดันจากเกจได้เท่ากับ 5 บาร์ จากนั้นใช้น้ำสบู่ฉีดบริเวณข้อต่อของท่อและวาล์วต่างๆ และสังเกตว่ามีฟองอากาศเกิดขึ้นหรือไม่ ถ้ามีฟองอากาศ แสดงว่าเกิดการรั่วไหลที่บริเวณนั้น ให้เปิดวาล์วแก๊สขาออกให้ความดันภายในเครื่องปฏิกรณ์ลดลง จากนั้นจึงถอดบริเวณที่มีการรั่วไหลแล้วเชื่อมต่อใหม่ให้สนิทหลังจากนั้นทำการตรวจสอบการรั่วไหล (Check Leak)
8. ถ้าไม่มีการรั่วไหล ให้ทำการเปิดแผงควบคุม (Controller) ของเครื่องปฏิกรณ์ เปิดปั๊มหล่อเย็นเฉพาะตัวที่หล่อเย็นอุปกรณ์ เปิดสวิตช์เครื่องให้ความร้อน (Heater) เปิดสวิตช์มอเตอร์ปั่นกวน (Panel RPM) และหมุนปรับความเร็วรอบของมอเตอร์ตามต้องการ เปิดสวิตช์ระบบหล่อเย็นเป็นแบบอัตโนมัติ (Cool Auto) ปรับตั้งค่าอุณหภูมิตามภาวะที่ต้องการที่แผง

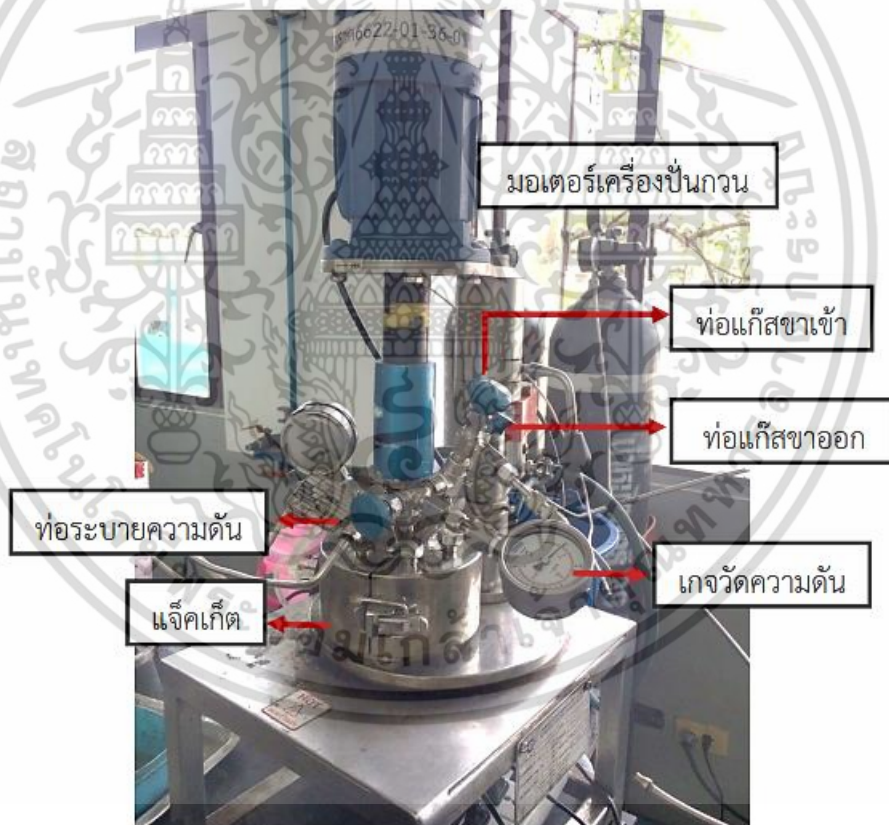
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ควบคุม โดยเพิ่มอุณหภูมิขึ้นเป็นลำดับขั้น ขั้นละ 10 องศาเซลเซียส (สมมติว่าที่อุณหภูมิ เริ่มต้นคือ 25 องศาเซลเซียส ให้ตั้งค่าอุณหภูมิครั้งที่ 100 องศาเซลเซียส) เมื่ออุณหภูมิ เพิ่มขึ้นจนต่างกับค่าที่ตั้งไว้ประมาณ 20 องศาเซลเซียส (80 องศาเซลเซียส) ให้ปรับค่า อุณหภูมิเพิ่มขึ้นอีกขั้น (200 องศาเซลเซียส) หรือตามปรับอุณหภูมิตามที่ต้องการ เช่น 170 องศาเซลเซียส

9. หลังจากทำปฏิกิริยาเสร็จแล้ว ทำการปิดสวิตซ์เครื่องให้ความร้อน และสับสวิตซ์ระบบหล่อ เย็นเป็นแบบควบคุมเอง (Manual) จากนั้น เติมขวดน้ำแข็งลงในถังหล่อเย็น และเปิดปั๊มหล่อ เย็นสารในเครื่องปฏิกรณ์ เมื่ออุณหภูมิลดลงเหลือประมาณ 60 องศาเซลเซียส จึงเริ่มถอด อุปกรณ์เพื่อนำสารผลิตภัณฑ์ออกได้
10. ปิดแผงควบคุมเครื่องปฏิกรณ์ และปั๊มหล่อเย็น ถอดปลั๊กไฟฟ้าออกให้หมด แล้วเริ่มถอด อุปกรณ์โดยเริ่มจากท่อแก๊สขาเข้า ท่อแก๊สขาออก ท่อระบายความดัน ปลดมอเตอร์ปั่นกววน และแจ๊คเก็ท จากนั้นยกส่วนหัวของเครื่องปฏิกรณ์ออก ยกตัวถังออกจากฐาน แล้วเทสาร ผลิตภัณฑ์ใส่บีกเกอร์เพื่อรอการวิเคราะห์ต่อไป
11. ทำความสะอาดส่วนประกอบต่างๆของเครื่องปฏิกรณ์ให้เรียบร้อย และเช็ดให้แห้ง
12. นำน้ำหล่อเย็นในถังไปทิ้ง ตรวจสอบความเรียบร้อยของอุปกรณ์ รวมทั้งว่าลวทั้งหมดต้องปิด ให้เรียบร้อย



รูปที่ ค.1 แผงควบคุม (controller) ของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ



รูปที่ ค.2 ส่วนประกอบของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง.

การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

1. การเตรียมเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase)

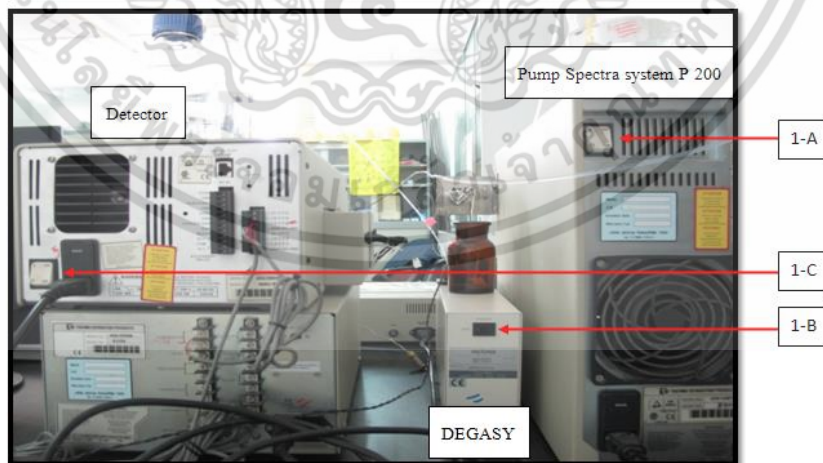
- 1) นำสารละลายที่จะใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่ที่ใส่ขวดใส่ที่สะอาดขนาด 1 ลิตร
- 2) ใส่ฟองอากาศในสารละลายเฟสเคลื่อนที่ด้วยเครื่อง ultrasonic bath ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

2. การเตรียมสารตัวอย่างที่จะฉีดเข้าเครื่อง HPLC

- 1) ดูดสารตัวอย่างในบีกเกอร์ด้วยหลอดฉีดยาปริมาณ 3 มิลลิลิตร
- 2) นำหลอดฉีดยาต่อกับตัวกรอง (syringe filter) ขนาด 0.22 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)

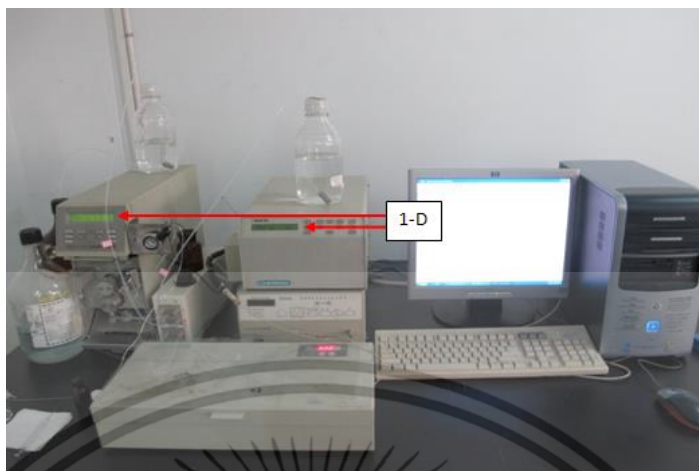


รูปที่ ง.1 สวิตช์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

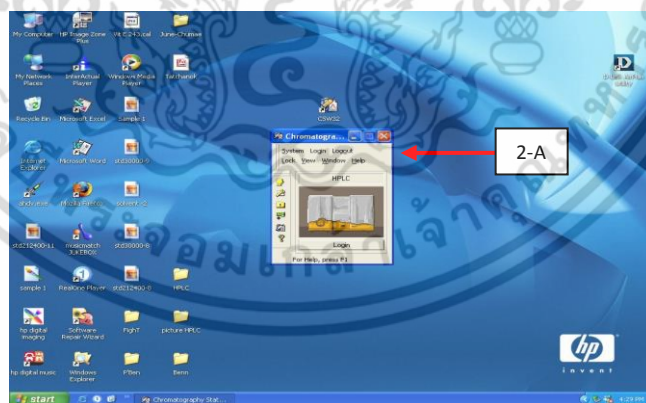
5) เปิดคอมพิวเตอร์



รูปที่ ง.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

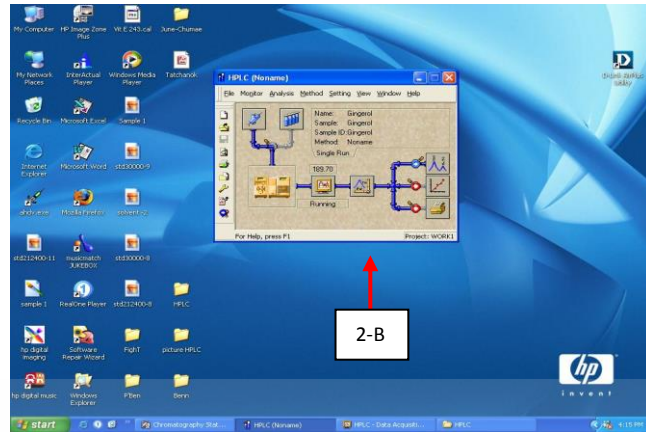
4. การเปิดโปรแกรม CSW32

- 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)

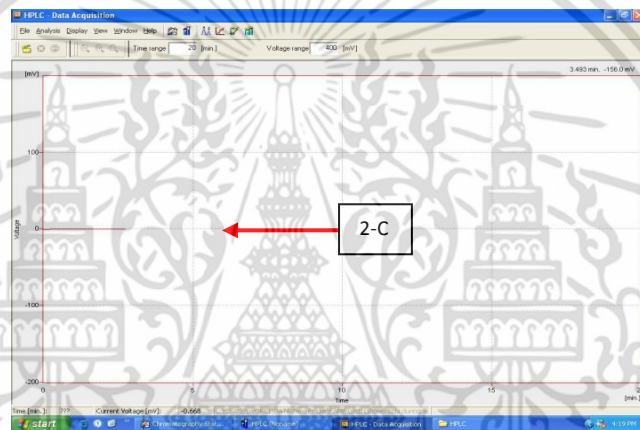


รูปที่ ง.3 การเปิดโปรแกรม CSW32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.4 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)



รูปที่ ง.5 การเปิดโปรแกรม CSW32 (ต่อ)

5. การตั้งค่าบน UV Detector

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

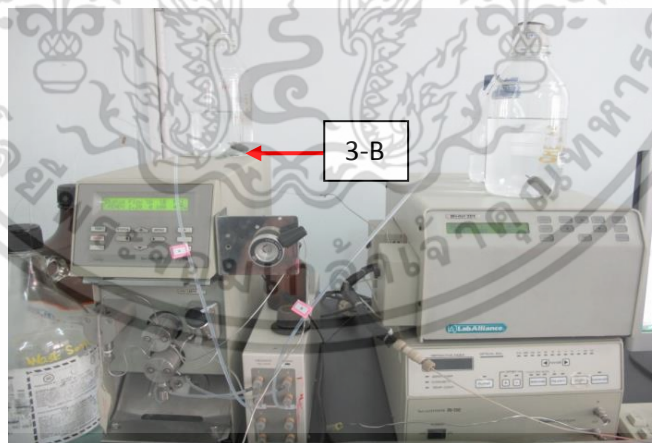


รูปที่ ง.6 การตั้งค่าบน UV Detector

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

6. การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่

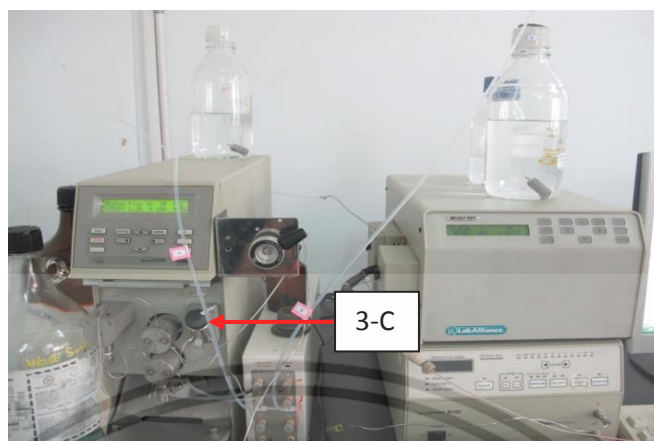
- 1) นำสารละลายเฟสเคลื่อนที่ที่ไล้ฟองอากาศแล้วมาเทแบ่งใส่กระบอกตวงขนาด 25 มิลลิลิตร
- 2) นำเอาหัวดูดเฟสเคลื่อนที่ (3-B) จากขวดเฟสเคลื่อนที่สาย A (ดูสายที่ออกจากเครื่อง DEGASYS สาย A ให้ตรงกับสายยางเส้น A) ใส่ลงในกระบอกตวงที่มีเฟสเคลื่อนที่ไว้



รูปที่ ง.7 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่

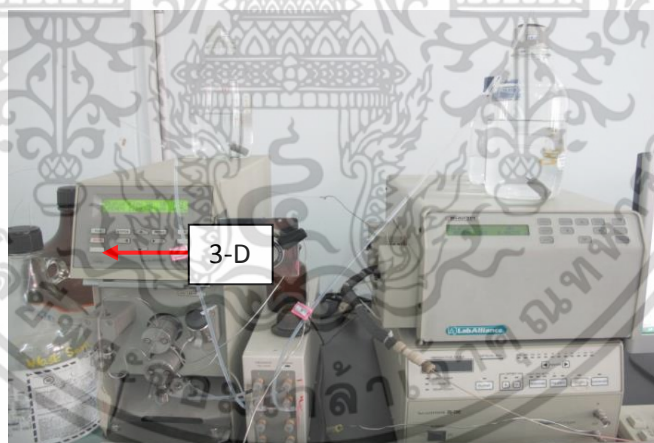
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) คลายวาล์วสีดำ (3-C) โดยหมุนทวนเข็มนาฬิกาประมาณ 3 รอบ



รูปที่ ง.8 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

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



รูปที่ ง.9 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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.10 การเตรียมระบบของเฟสเคลื่อนที่ (ต่อ)

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

7. การดูดเฟสเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector

- 1) หมุนวาล์วสีดำ (3-C) ตามเข็มนาฬิกาให้แน่นตามเดิม



รูปที่ ง.11 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์

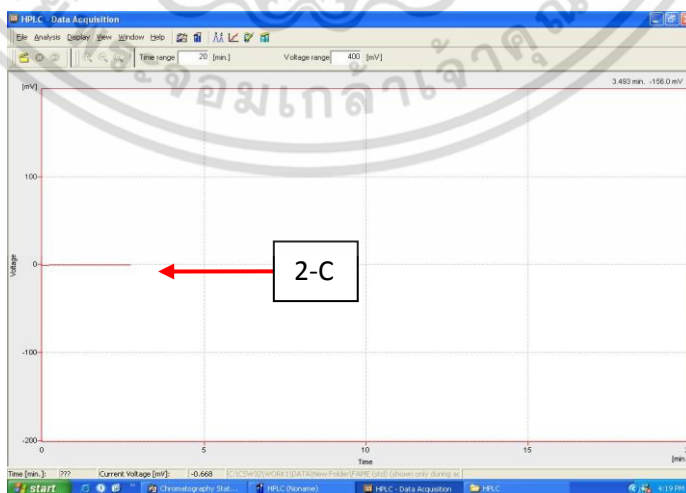
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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



รูปที่ ง.12 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

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



รูปที่ ง.13 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



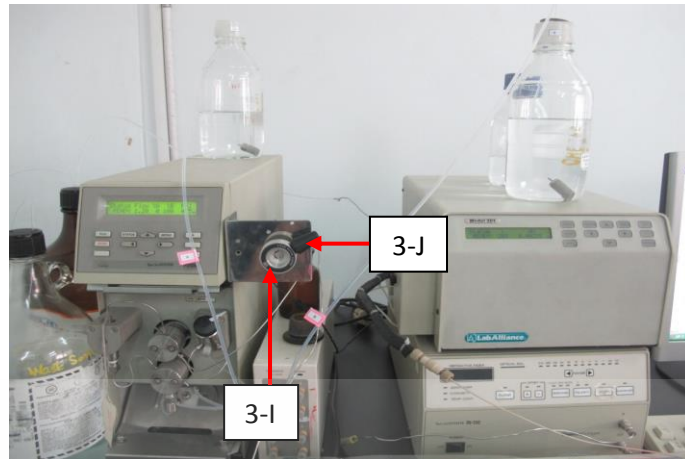
รูปที่ ง.14 การตั้งค่าให้เฟสเคลื่อนที่เข้าคอลัมน์ (ต่อ)

หมายเหตุ: ก่อนทำการทดลองต้องตรวจสอบขวดทิ้ง Waste ว่ายังมีพื้นที่ว่างพอสำหรับบรรจุเฟสเคลื่อนที่ ที่ออกจากเครื่อง

8. การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

- 1) ล้างหลอดฉีดสารด้วยเมทานอลอย่างน้อย 3 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง โดยการดูดเมทานอลมาปริมาณ 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) ที่จอคอมพิวเตอร์จะมีหน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมา (2-C) เพื่อแสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ฉีดเข้าไป

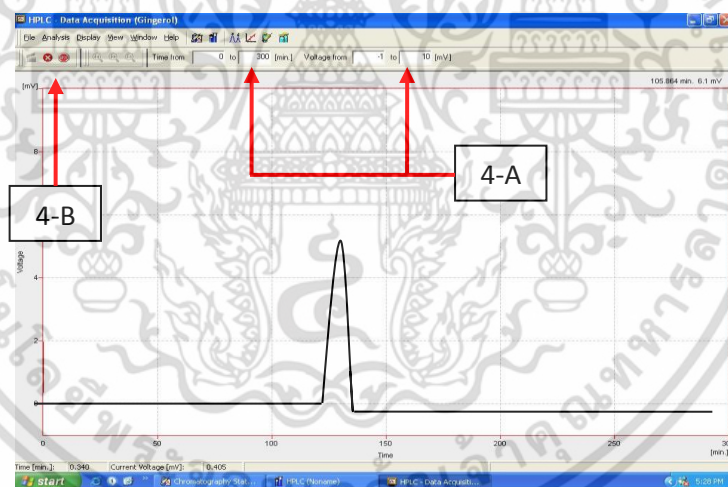
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.15 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

9. Chromatogram

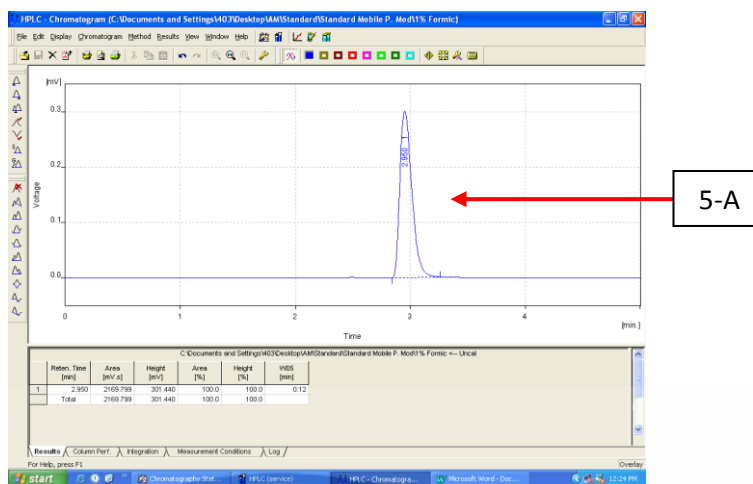
- 1) ปรับเปลี่ยนแกนค่าความต่างศักย์ (แกน Y) และแกนเวลาในการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง (แกน X) บนหน้าจอ (4-A)



รูปที่ ง.16 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ง.17 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.18 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

10. การล้าง Column และ Detector

ทำเหมือนข้อ 7 แต่ให้เลือกสายที่เป็นน้ำ DI (สาย B) ตั้งค่าให้น้ำ DI ผ่าน Column และ Detector โดย Flow 0.5 ml/min เป็นเวลา 30 นาที

ข้อควรระวัง: คอลัมน์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ต้องล้างด้วยน้ำ DI เท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

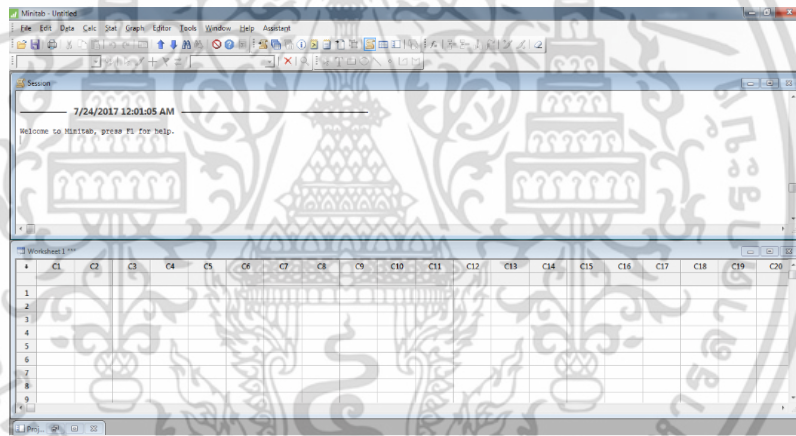
ภาคผนวก จ.

การใช้โปรแกรม Minitab สำหรับการออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน (Box-Behnken)

สำหรับการออกแบบการทดลองในงานวิจัยนี้จะใช้โปรแกรม Minitab 17 ซึ่งวิธีการใช้จะกล่าวในลำดับถัดไป

1. การสร้างแบบการทดลอง

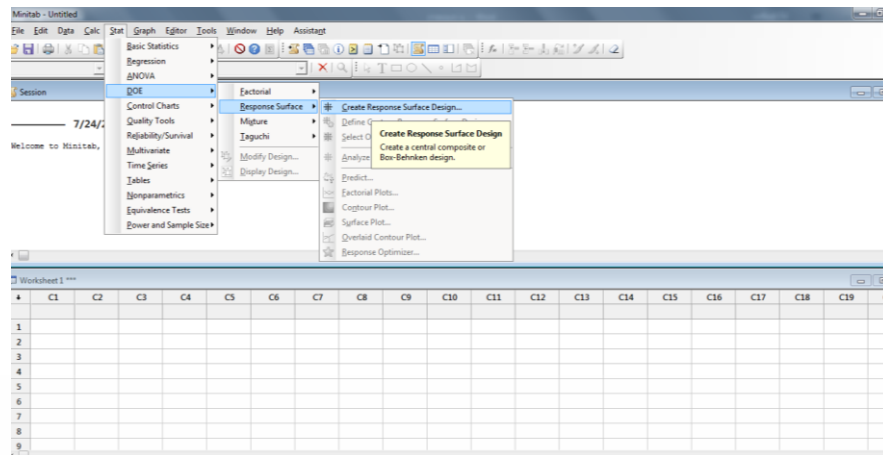
- 1) เปิดโปรแกรม Minitab 17 ขึ้นมาโดยกดเลือกไอคอน  Minitab® 17 จะปรากฏหน้าต่างขึ้นมาดังรูปที่ จ.1



รูปที่ จ.1 การเปิดโปรแกรม Minitab 17

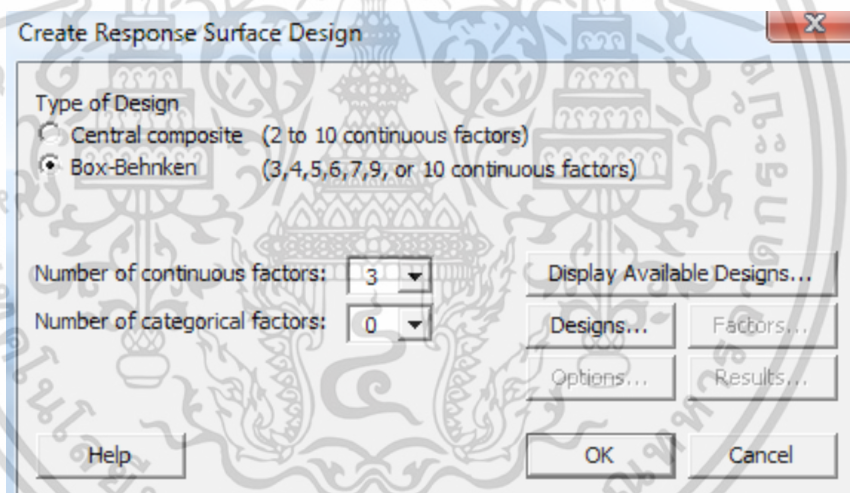
- 2) สร้างแบบการทดลองในเวิร์คชีท (Work Sheet) จากเมนู Stat > DOE > Response Surface > Create Response Surface Design (ในงานวิจัยนี้เลือกออกแบบการทดลองด้วยวิธี Response Surface)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.2 การสร้างแบบการทดลองแบบ Response Surface ในเวิร์คชีท

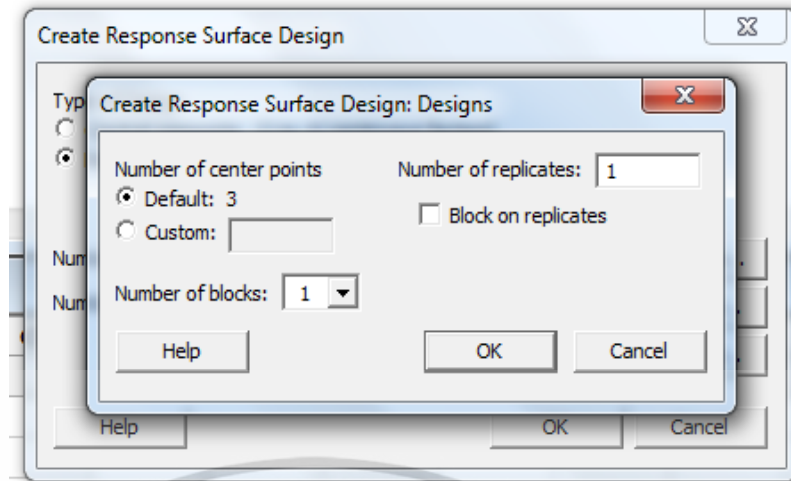
- 3) เมื่อปรากฏหน้าต่างดังรูปที่ จ.3 ให้กดเลือกที่การทดลองแบบ Box-Behnken และระบุ Number of continuous factors เป็น 3 ตัวแปร และกดปุ่ม Designs



รูปที่ จ.3 การสร้างแบบการทดลองแบบ Response Surface ในเวิร์คชีท (ต่อ)

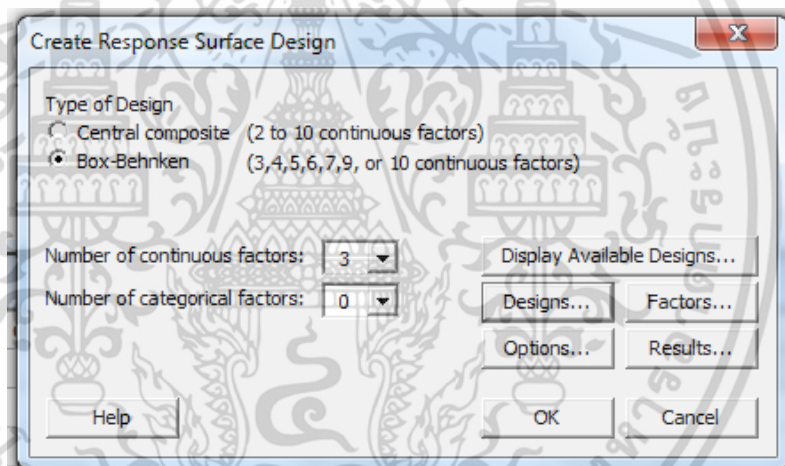
- 4) เมื่อกดปุ่ม Designs จะปรากฏหน้าต่างเพื่อระบุจำนวนครั้งในการทำซ้ำที่จุด center และระบุจำนวนครั้งในการทำซ้ำ ในที่นี้เลือกการทำซ้ำที่จุด center 3 ครั้ง และ Number of replicates 1 ตามค่าพื้นฐานที่โปรแกรมกำหนดมาให้ จากนั้นกด OK

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.4 การสร้างแบบการทดลองแบบ Response Surface ในเวิร์คชีท (ต่อ)

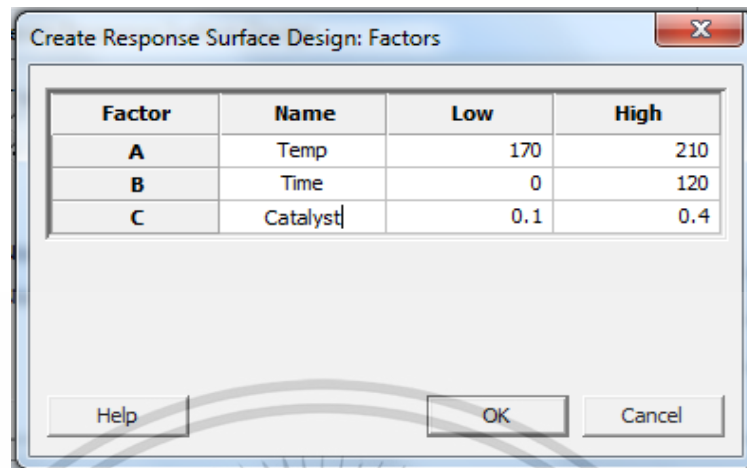
- 5) กดปุ่ม Factors เพื่อระบุตัวแปรและระดับของตัวแปรแต่ละตัว



รูปที่ จ.5 การระบุจำนวนปัจจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6) ระบุตัวแปรและระดับของตัวแปร > OK > กด OK ซ้ำอีกครั้งหนึ่ง



รูปที่ จ.6 การระบุปัจจัยและระดับของปัจจัย

7) โปรแกรมจะสร้างแบบการทดลองออกมา ซึ่งประกอบไปด้วยการทดลองทั้งหมด 15 ครั้ง

Run	StdOrder	RunOrder	PtType	Blocks	temp	time	cat
1	2	1	2	1	210	0	0.25
2	12	2	2	1	190	120	0.40
3	11	3	2	1	190	0	0.40
4	8	4	2	1	210	60	0.40
5	13	5	0	1	190	60	0.25
6	10	6	2	1	190	120	0.10
7	1	7	2	1	170	0	0.25
8	9	8	2	1	190	0	0.10
9	7	9	2	1	170	60	0.40
10	6	10	2	1	210	60	0.10
11	14	11	0	1	190	60	0.25
12	3	12	2	1	170	120	0.25
13	5	13	2	1	170	60	0.10
14	4	14	2	1	210	120	0.25
15	15	15	0	1	190	60	0.25

รูปที่ จ.7 การทดลองที่ออกแบบได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

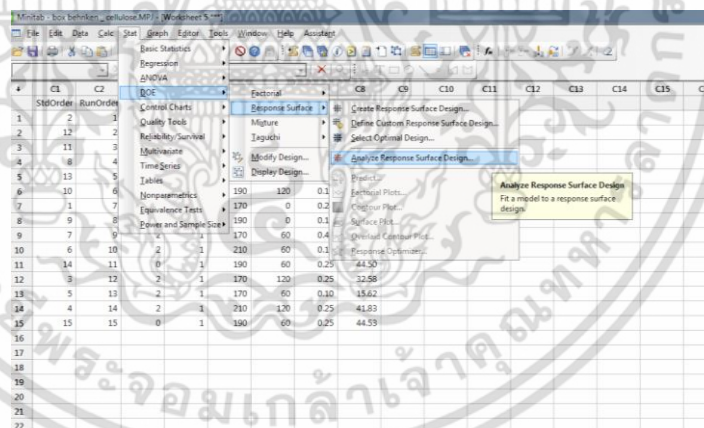
8) เมื่อทำการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง ให้นำค่าร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกมาใส่

	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8	C9	C10	C11	C12	C13	C14
	StOrder	RunOrder	PtType	Blocks	temp	time	cat	Ylactic						
1	2	1	2	1	210	0	0.25	46.83						
2	12	2	2	1	190	120	0.40	38.48						
3	11	3	2	1	190	0	0.40	48.16						
4	8	4	2	1	210	60	0.40	44.64						
5	13	5	0	1	190	60	0.25	46.16						
6	10	6	2	1	190	120	0.10	33.80						
7	1	7	2	1	170	0	0.25	16.45						
8	9	8	2	1	190	0	0.10	24.91						
9	7	9	2	1	170	60	0.40	40.04						
10	6	10	2	1	210	60	0.10	37.91						
11	14	11	0	1	190	60	0.25	44.50						
12	3	12	2	1	170	120	0.25	32.58						
13	5	13	2	1	170	60	0.10	15.62						
14	4	14	2	1	210	120	0.25	41.83						
15	15	15	0	1	190	60	0.25	44.53						
16														
17														
18														
19														
20														

รูปที่ จ.8 การใส่ผลการทดลอง

2. การวิเคราะห์ผลการทดลอง

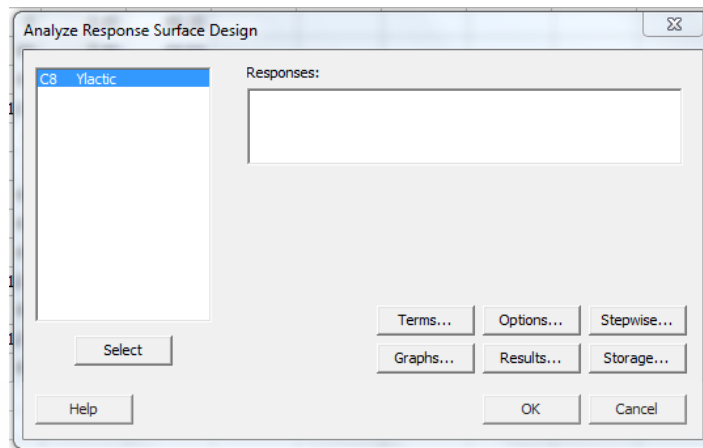
1) กด Stat > DOE > Response Surface > Analyze Response Surface



รูปที่ จ.9 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

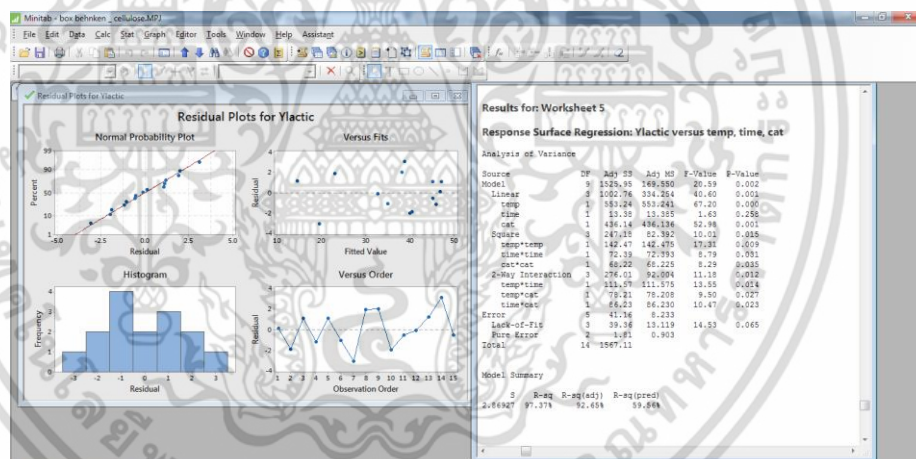
2) กดเลือกผลตอบสองที่ต้องการวิเคราะห์ ในที่นี้คือ Ylactic (ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก) > กด Select > กด OK

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.10 การวิเคราะห์ผลการทดลอง (ต่อ)

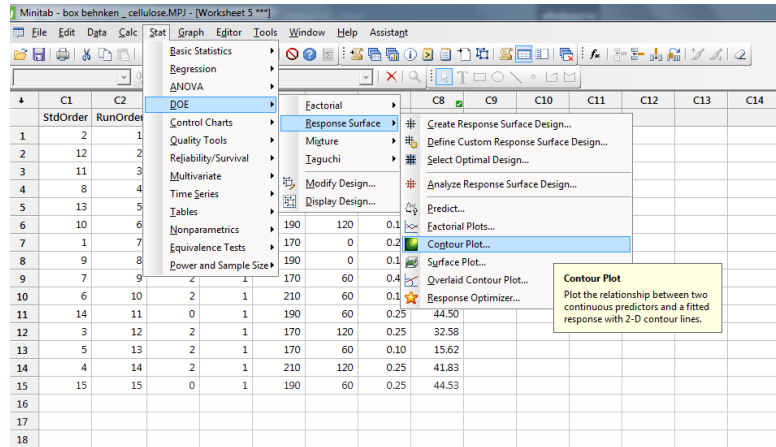
- 3) หน้าจอจะปรากฏผลการวิเคราะห์ ได้แก่ Residue Plot ค่า P-value ของปัจจัยต่างๆ และ สมการถดถอย (Regression)



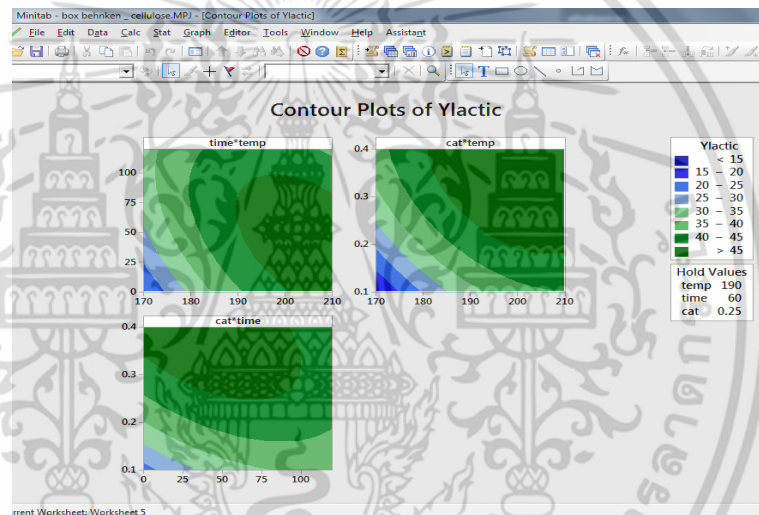
รูปที่ จ.11 การวิเคราะห์ผลการทดลอง (ต่อ)

- 4) กดเลือกเมนู Stat > DOE > Response Surface > Contour Plot > OK จะได้กราฟคอนทัวร์ระหว่างผลผลิตกรดแลคติกกับปัจจัยต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



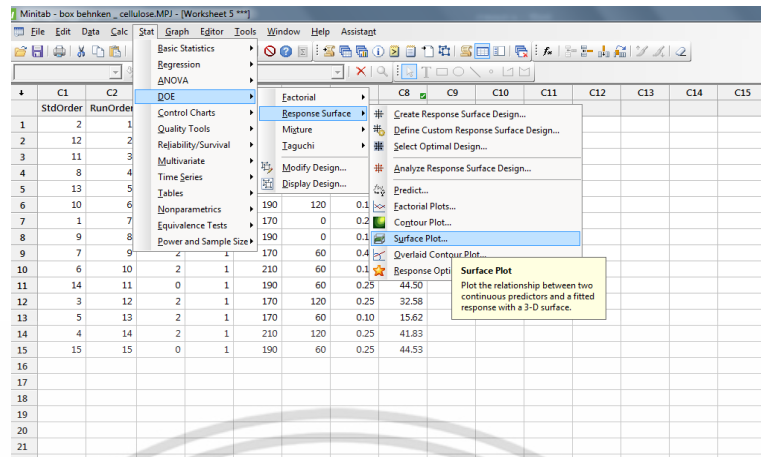
รูปที่ จ.12 การสร้างกราฟคอนทัวร์



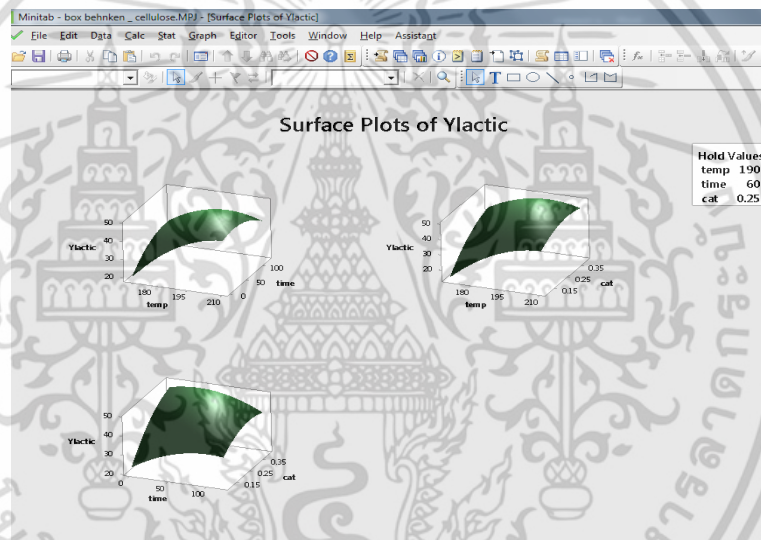
รูปที่ จ.13 การสร้างกราฟคอนทัวร์ (ต่อ)

- 5) กดเลือกเมนู Stat > DOE > Response Surface > Surface Plot > OK จะได้กราฟพื้นผิวตอบสนอง (Surface Plot)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.14 การสร้างพื้นผิวตอบสนอง

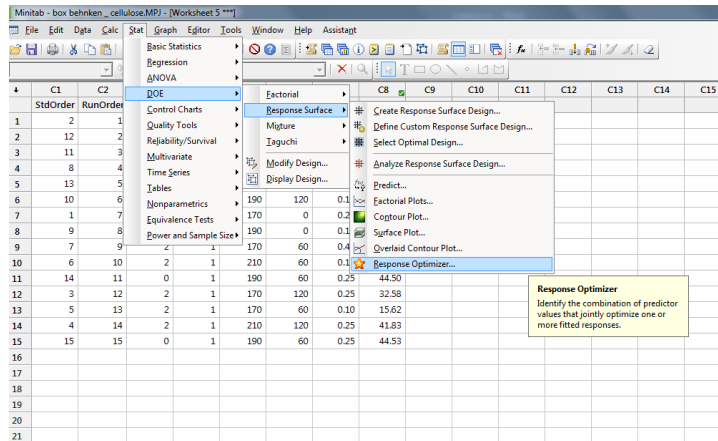


รูปที่ จ.15 การสร้างพื้นผิวตอบสนอง (ต่อ)

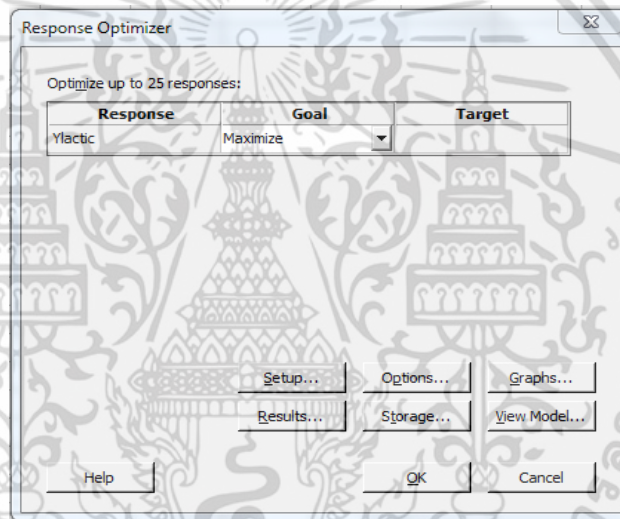
3. การหาสภาวะที่เหมาะสม

- 1) กดเลือกเมนู Stat > DOE > Response Surface > Response Optimizer
- 2) กดเลือก Goals ให้เป็น Maximize > กด OK

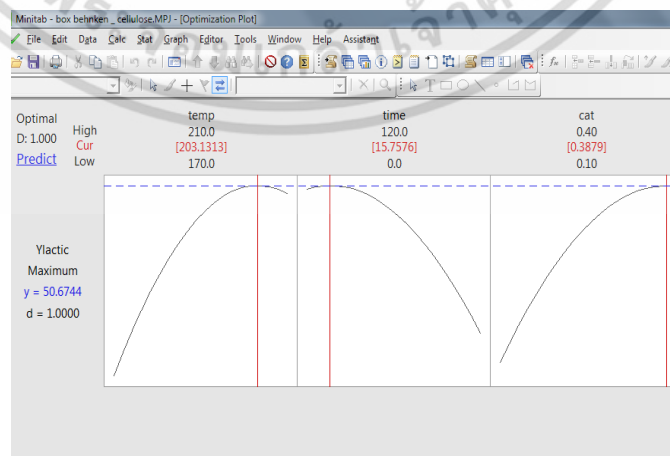
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ จ.16 การหาภาวะที่เหมาะสม



รูปที่ จ.17 การหาภาวะที่เหมาะสม (ต่อ)

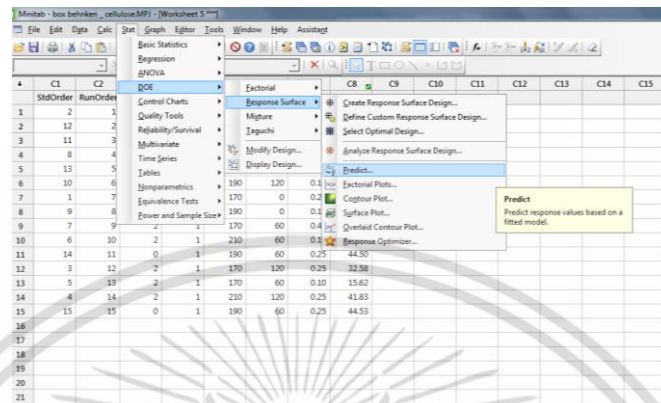


รูปที่ จ.18 การหาภาวะที่เหมาะสม (ต่อ)

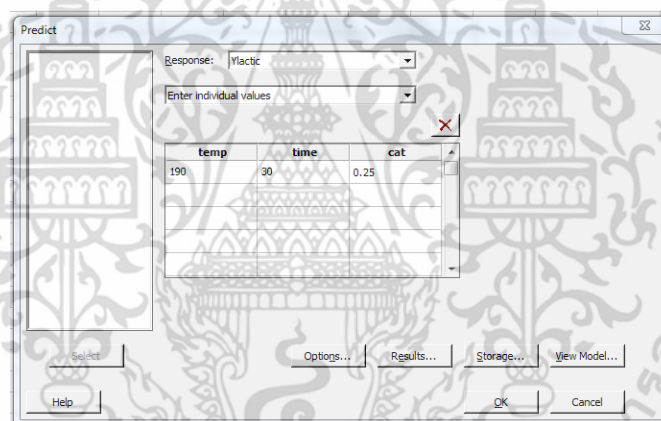
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. การทำนายค่า

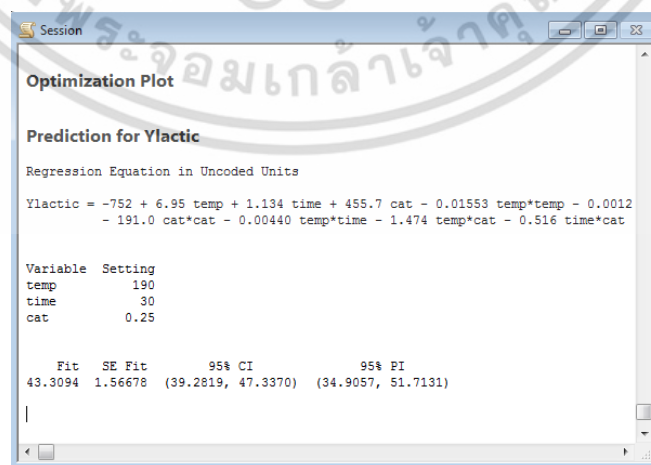
- 1) กดเลือกเมนู Stat > DOE > Response Surface > Predict
- 2) ระบุสถานะที่ต้องการทำนาย > กด OK



รูปที่ จ.19 การทำนายค่า



รูปที่ จ.20 การทำนายค่า (ต่อ)



รูปที่ จ.21 การทำนายค่า (ต่อ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ฉ.

การออกแบบการทดลอง

สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส

1. สมการถดถอยสำหรับสารผลิตภัณฑ์พลอยได้

สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลสนอกจากจะได้กรดแลคติกเป็นสารผลิตภัณฑ์หลักแล้ว ยังได้กรดฟอร์มิก กรดซัคซินิกและ 5-HMF เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ ซึ่งเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยการออกแบบการทดลองแบบพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology) เพื่อหาสมการถดถอยสำหรับทำนายปริมาณสารผลิตภัณฑ์พลอยได้ดังกล่าว โดยสมการถดถอยสำหรับร้อยละผลผลิตของกรดซัคซินิกและกรดฟอร์มิกและแสดงดังสมการที่ ฉ.1 และ ฉ.2 ตามลำดับ

$$Y_{\text{succinic}} = 21.2 - 0.229 T - 0.0404 t + 6.2 C + 0.000644 T^2 + 0.000165 t^2 - 17.2 C^2 + 0.000078 Tt - 0.006 TC + 0.0313 Ct \quad (\text{ฉ.1})$$

$$Y_{\text{formic}} = 25.0 - 0.253 T - 0.1061 t + 13.0 C + 0.00067 T^2 + 0.000122 t^2 - 29.9 C^2 + 0.000507 Tt - 0.001 TC + 0.0032 Ct \quad (\text{ฉ.2})$$

เมื่อ Y_{succinic} , Y_{formic} คือ ร้อยละผลผลิตของกรดซัคซินิกและกรดฟอร์มิก
T คือ อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
t คือ เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)
C คือ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

จากการวิเคราะห์ความแปรปรวนของสมการถดถอยสำหรับกรดซัคซินิกและกรดฟอร์มิกพบว่าสมการถดถอยของกรดซัคซินิก ค่า P-value ของ Lack of Fit มีค่า 0.620 และมีค่า 0.715 สำหรับสมการถดถอยของกรดฟอร์มิก ซึ่งมาค่ามากกว่าระดับนัยสำคัญที่ 0.05 ดังนั้นแสดงว่าสมการที่ได้มีความเหมาะสม

หมายเหตุ: ค่า P-value ของ Lack of Fit สำหรับสมการถดถอยของ 5-HMF มีค่าต่ำกว่า 0.05 จึงไม่ได้กล่าวถึงในส่วนนี้

2. การเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยกับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของของเหลือทางการเกษตร

ในการทำนายปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส สมการถดถอยที่ได้คิดได้จากการทดลองที่ใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.33 กรัม น้ำ 100 มิลลิลิตร แต่ในกรณีที่ใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้น จะใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.5 กรัมในการทำปฏิกิริยา และน้ำ 100 มิลลิลิตร

ตัวอย่างการคำนวณ ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 190 องศาเซลเซียส เวลา 60 นาที อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น 0.5:1

- 1) ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอย
จากสมการถดถอยที่ภาวะดังกล่าว ร้อยละผลผลิตกรดแลคติกมีค่าร้อยละ 45.43 (จากสมการที่ 4.1 หรือใช้การทำนายจากโปรแกรม Minitab 17 ดังแสดงในภาคผนวก จ ซึ่งในที่นี้ได้จากการทำนายด้วยโปรแกรม Minitab 17)
- 2) ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากการใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น
พื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC มีค่า 428.63 mV.s และเมื่อนำไปเทียบกับกราฟสอบเทียบของกรดแลคติก ด้วยสมการสอบเทียบ สมการที่ 3.1
จะได้ว่า ความเข้มข้นของกรดแลคติก = 5.0722×428.63
= 2,174.10 ppm (มิลลิกรัม/ลิตร)
ปริมาตรสารตั้งต้น = 100 มิลลิลิตร
= 0.1 ลิตร
น้ำหนักของสารตั้งต้น (เปลือกทุเรียน) = 0.5 กรัม
= 500 มิลลิกรัม

ดังนั้น ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากเปลือกทุเรียนมีค่า

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละผลผลิตกรดแลคติก} &= \frac{2,174.10 \times 0.1}{500} \times 100 \\ &= 43.48 \end{aligned}$$

จะได้ว่า ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติกที่ได้จากสมการถดถอยมีค่าร้อยละ 45.43 ส่วนร้อยละผลผลิตกรดแลคติกที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนมีค่าร้อยละ 43.48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข.

การออกแบบการทดลอง

สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลน

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ไซแลนเป็นสารตั้งต้นในการผลิตกรดแลคติกด้วยการออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน เช่นเดียวกับการศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเซลลูโลส จากการศึกษาสมการถดถอยแสดงดังสมการที่ ข.1 และผลการทดลองแสดงดังตารางที่ ข.1

$$Y_{\text{lactic}} = -1525 + 15.08T + 4.10t + 515C - 0.0361T^2 - 0.00467t^2 - 473C^2 - 0.01768Tt - 1.09TC - 0.912 tC \quad (\text{ข.1})$$

เมื่อ Y_{lactic} คือ ร้อยละผลผลิตของกรดแลคติก
 T คือ อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
 t คือ เวลาในการทำปฏิกิริยา (นาที)
 C คือ อัตราส่วนโดยมวลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารตั้งต้น

ตารางที่ ข.1 การออกแบบการทดลองแบบบ็อกซ์ เบห์นเคน สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลน และร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์

ปัจจัย			ร้อยละผลผลิต			
อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	เวลา (นาที)	อัตราส่วน โดยมวลของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	กรด แลคติก	กรด ซัคซินิก	กรด ฟอร์มิก	5-HMF
210	0	0.25	88.86	1.13	5.42	4.13
190	120	0.4	43.21	3.72	3.85	0.00
190	0	0.4	81.35	1.73	4.72	5.10
210	60	0.4	72.59	2.29	4.38	0.00
190	60	0.25	95.78	0.00	5.87	23.23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ข.1 การออกแบบการทดลองแบบบล็อกซ์ เบห์นเคน สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลนและร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์ (ต่อ)

ปัจจัย			ร้อยละผลผลิต			
อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	เวลา (นาทีก)	อัตราส่วน โดยมวลของ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	กรด แลคติก	กรด ซักซินิก	กรด ฟอร์มิก	5-HMF
190	120	0.1	72.60	3.89	5.98	0.00
170	0	0.25	31.81	0.00	7.09	1.96
190	0	0.1	77.89	0.24	0.86	9.51
170	60	0.4	92.78	1.71	7.92	5.03
210	60	0.1	55.98	0.00	0.00	0.00
190	60	0.25	95.16	0.00	0.00	0.00
170	120	0.25	83.47	1.41	7.52	4.83
170	60	0.1	63.10	1.03	1.85	11.62
210	120	0.25	55.65	2.74	3.91	0.00
190	60	0.25	97.67	2.20	9.39	2.75

สำหรับปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลน จากรูปที่ ข.1 เมื่อพิจารณาค่า P-value ของ Lack of Fit พบว่ามีค่า 0.003 ซึ่งมีค่าน้อยกว่าระดับนัยสำคัญที่ 0.05 ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสมการถดถอยที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของไซแลนไม่เหมาะสมสำหรับข้อมูลที่ได้จากการทดลองนี้

Analysis of Variance						
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	
Model	9	4193.40	465.93	1.52	0.336	
Linear	3	130.15	43.38	0.14	0.931	
temp	1	0.46	0.46	0.00	0.971	
time	1	77.93	77.93	0.25	0.636	
cat	1	51.76	51.76	0.17	0.698	
Square	3	1950.01	650.00	2.12	0.216	
temp*temp	1	771.58	771.58	2.52	0.174	
time*time	1	1042.55	1042.55	3.40	0.125	
cat*cat	1	418.01	418.01	1.36	0.296	
2-Way Interaction	3	2113.24	704.41	2.30	0.195	
temp*time	1	1800.74	1800.74	5.87	0.060	
temp*cat	1	42.75	42.75	0.14	0.724	
time*cat	1	269.75	269.75	0.88	0.391	
Error	5	1533.77	306.75			
Lack-of-Fit	3	1530.35	510.12	298.91	0.003	
Pure Error	2	3.41	1.71			
Total	14	5727.17				

Model Summary				
S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)	
17.5144	73.22%	25.01%	0.00%	

รูปที่ ข.1 ผลการวิเคราะห์สมการถดถอยร้อยละผลผลิตกรดแลคติก สำหรับปฏิกิริยาไฮโดร-เทอร์มัลของไซแลน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวชฎาพร ขาวล้ำเลิศ
วัน เดือน ปีเกิด	19 ธันวาคม 2536
ที่อยู่	7/1 หมู่ 9 แขวงคลองสีบสอง หนองจอก กรุงเทพมหานคร 10530
อีเมลล์	chadapornk19@gmail.com
โทรศัพท์	083-883-5622

ประวัติการศึกษา

- มัธยมศึกษา โรงเรียนมัธยมวัดหนองจอก กรุงเทพมหานคร พ.ศ.2555
- หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วศ.บ.) สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2559
- หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต (วศ.ม.) สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง พ.ศ. 2560

ประสบการณ์การฝึกงานและผลงานวิจัย

- ฝึกงานในตำแหน่ง วิศวกรเคมี บริษัท เอ็กโคแล็บ จำกัด .
ระหว่าง 1 มิถุนายน – 31 กรกฎาคม 2558
- ทำปริญญานิพนธ์ในระดับปริญญาตรีเรื่อง: Hydrothermal of Cellulose with $\text{Er}(\text{OTf})_3$ Solid Catalyst and [BMIM]Cl Ionic Liquid

ผลงานทางวิชาการระหว่างศึกษาระดับปริญญาโท

- “Hydrothermal of Cellulose with $\text{Er}(\text{OTf})_3$ Acid Catalyst” นำเสนอแบบปากเปล่าในการประชุมวิชาการ The 6th Thai Institute of Chemical Engineering and Applied Chemistry (TIChE) International Conference 2016 ณ อุทยานวิทยาศาสตร์ จังหวัดปทุมธานี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้