

การสังเคราะห์กลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส  
โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA และของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub>

SYNTHESIS OF GLUCOSE BY HYDROLYSIS OF CELLULOSE  
USING p-TSA AND IONIC LIQUID [BMIM]HSO<sub>4</sub>



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ.2560

KMITL-2017-EN-M-220-194

การสังเคราะห์กลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส  
โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA และของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub>

SYNTHESIS OF GLUCOSE BY HYDROLYSIS OF CELLULOSE  
USING p-TSA AND IONIC LIQUID ([BMIM]HSO<sub>4</sub>)



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ.2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF GLUCOSE BY HYDROLYSIS OF CELLULOSE

USING p-TSA AND IONIC LIQUID ([BMIM]HSO<sub>4</sub>)

TADA SAPPIPATTANA



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF  
MASTER OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2017

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 การสังเคราะห์กลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา P-TSA และของเหลวไอออนิก [BMIM] HSO<sub>4</sub>

Thesis Title Synthesis of Glucose by Hydrolysis of Cellulose using P-TSA Catalyst and Ionic liquid [BMIM]HSO<sub>4</sub>

นักศึกษา นายธาดา ทรัพย์พัฒนา

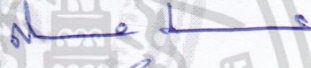

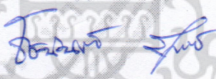

รหัสประจำตัว 58601109

ปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์

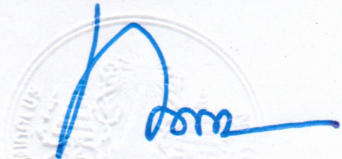
หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2017-EN-M-220-194

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.สมหมาย ผิวสอาด	
รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา	
ดร.ธัชนันต์ สมานมุลย์	
ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์	
ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์	ธนวรรณ พิณรัตน์

วัน / เดือน / ปี ที่สอบ วันพุธที่ 6 ธันวาคม พ.ศ. 2560 เวลา 09.00-11.00 น.  
สถานที่สอบ ณ อาคาร A ชั้น 5 ห้องประชุม 1

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

คณะวิศวกรรมศาสตร์ รับรองแล้ว

  
(รองศาสตราจารย์ ดร. คมสัน มาลีสี)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องแจ้งให้เจ้าของเอกสารทราบก่อนที่มีการนำไปใช้  
วันที่ 6 ธันวาคม พ.ศ. 2560

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์กลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA และของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO <sub>4</sub>
นักศึกษา	นายธาดา ทรัพย์พัฒนา
รหัสประจำตัว	58601109
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2560
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์

### บทคัดย่อ

กลูโคสสามารถผลิตได้จากเซลลูโลสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบกรด ซึ่งเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA: CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>H · H<sub>2</sub>O) อย่างไรก็ตาม เซลลูโลสเป็นส่วนประกอบของวัสดุคิกโนเซลลูโลสที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ จึงจำเป็นต้องใช้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาเพื่อทำลายโครงสร้างของเซลลูโลส งานวิจัยนี้จึงตั้งสมมติฐานว่าในการสลายโครงสร้างเซลลูโลสก่อนการทำปฏิกิริยาอาจทำให้ภาวะที่ใช้ทำปฏิกิริยาสามารถลดลงได้ จึงเลือกใช้ของเหลวไอออนิก (Ionic Liquid) ชนิด [BMIM]HSO<sub>4</sub> มาทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเซลลูโลส โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ช่วงที่ทำการศึกษาคือ ปริมาณน้ำ 0.1-4 มิลลิลิตร เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 1 ถึง 5 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.05-0.2 กรัม และปริมาณของเหลวไอออนิกคือ 0.5-2 กรัม ดำเนินปฏิกิริยาภายในขวดกั้นกลมปริมาตร 10 มิลลิลิตร ผลิตภัณฑ์ที่ได้นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography) จากการศึกษาพบว่า ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์กลูโคสคือ เซลลูโลสเริ่มต้น 0.1 กรัม ปริมาณน้ำที่ใช้ 1 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และปริมาณของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub> 0.5 กรัม ซึ่งให้ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 64.76 นอกจากนี้ทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์กลูโคสจากเปลือกทุเรียนโดยเปรียบเทียบระหว่างเปลือกทุเรียนที่ทำการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนิน และศึกษาผลของขนาดอนุภาคของเปลือกทุเรียนในช่วง 106-850 ไมโครเมตร จากการศึกษาพบว่าภาวะที่เหมาะสมคือ เปลือกทุเรียนที่ไม่สกัดลิกนิน 0.1 กรัม ขนาด 106-150 ไมโครเมตร อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม ซึ่งให้ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 11.97

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Thesis</b>	Synthesis of glucose by hydrolysis of cellulose using p-TSA and ionic liquid ([BMIM]HSO <sub>4</sub> )
<b>Student</b>	Mr.Tada Sappipattana
<b>Student ID.</b>	58601109
<b>Degree</b>	Master of Engineering
<b>Program</b>	Chemical Engineering
<b>Year</b>	2017
<b>Thesis Advisor</b>	Asst.Prof.Dr. Tanawan Pinnarat

### Abstract

Glucose can be produced from cellulose by hydrolysis, using acid catalysts, para-toluenesulphonic acid (p-TSA: CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>H · H<sub>2</sub>O). However, cellulose is not soluble in water, it is necessary to use high reaction temperature to destroy the structure of cellulose. The assumption in this work is that if the cellulose will be broken prior to the reaction, then, mild condition can be used. Ionic Liquid [BMIM]HSO<sub>4</sub> was chosen for hydrolysis of cellulose at 100°C. The parameters range studied were, amount of water 0.1-4 ml, reaction time 1 to 5 hours, amount of catalyst 0.05-0.2 g and amount of ionic liquid 0.5-2 g. The reaction proceeded in a 10 ml round bottom flask. Then, product was analyzed by High Performance Liquid Chromatography (HPLC). The optimal condition for glucose synthesis is at: cellulose 0.1 g, amount of water 1 ml, temperature 100°C, amount of catalyst 0.1 g, reaction time 3 hours and amount of ionic liquid [BMIM]HSO<sub>4</sub> 0.5 g with the %yield of glucose of 64.76. Moreover, this work studied the optimum conditions for the synthesis of glucose from durian peels. The delignification durian peel and nondelignification durian peel was compared. The difference particle size in the range of 106-850 μm was also studied. The study found that the optimal condition was nondelignification durian peel 0.1 g., size of 106-150 micrometers, temperature 100°C, reaction time of 4 hours and catalytic amount of 0.1 g., gave %yield of glucose of 11.97

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต่ออ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดีเนื่องด้วยความอนุเคราะห์และความทุ่มเทจาก ผศ. ดร.ธนวรรณ พิณรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาที่มอบความรู้ ให้อำนาจชี้แนะข้อบกพร่อง รวมถึงช่วยแก้ปัญหาในด้านต่างๆ

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.สมหมาย ผิวสอาด อาจารย์ประจำภาควิชา วิศวกรรมวัสดุและโลหะการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏวชิรญาณบุรี และ รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา ดร.ณัฐนันท์ ไพบูลย์ศิลป์ ดร.ธัชนันต์ สมานมุลย์ อาจารย์ประจำภาควิชา วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง คณะกรรมการสอบปริญญาโท ที่ให้คำแนะนำในการทดลอง และตรวจสอบวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณ รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์เรื่องเครื่องมือวิเคราะห์ และวิจารณ์ผลการทดลอง

ขอขอบคุณชฎาพร ขาวลำเลิศ นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในการใช้อุปกรณ์ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง

ขอขอบคุณ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ และคุณพิมพ์ใจ ภูชนะกิจ เจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือด้านเอกสาร และการเบิกใช้อุปกรณ์เพื่อทำการทดลอง

สำคัญที่สุดที่ขาดไม่ได้ ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวที่ให้การสนับสนุน และเป็นกำลังใจตลอดการดำเนินงานจนจบการศึกษา

ผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่าวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จะเป็นประโยชน์ต่อการวิจัยและ ผู้ที่สนใจศึกษาค้นคว้าประโยชน์อันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้จัดทำขอขอบแต่บุพการี คณาจารย์ และผู้มีพระคุณทุกท่านที่ได้มอบความรู้และการอบรมสั่งสอนแก่ผู้จัดทำ หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้จัดทำต้องขอภัยและน้อมรับไว้ ณ ที่นี้

ธาดา ทรัพย์พิพัฒนา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต่อ!!!อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญรูป.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของวิทยานิพนธ์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์.....	2
1.3 ขอบเขตของวิทยานิพนธ์.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 องค์ประกอบของของเหลือทางการเกษตร.....	4
2.2 การใช้ของเหลือไอออนิกเป็นตัวทำละลายเซลลูโลส.....	4
2.3 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส.....	7
2.3.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยไม่ใช้ของเหลือไอออนิก.....	7
2.3.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์.....	7
2.3.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์.....	9
2.3.2 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยใช้ของเหลือไอออนิก.....	10
2.3.2.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์.....	11
2.3.2.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์.....	13
2.4 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยใช้ของเหลือทางการเกษตร.....	15
บทที่ 3 การดำเนินงาน.....	16
3.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส.....	16
3.2 การวิเคราะห์ปริมาณสารผลิตภัณฑ์.....	18
3.3 การสกัดลิกนินจากเปลือกทุเรียน.....	19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต่อ IV อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล.....	21
4.1 การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส.....	21
4.1.1 อิทธิพลของปริมาณน้ำในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	21
4.1.2 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	22
4.1.3 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA.....	22
4.1.4 เปรียบเทียบอิทธิพลชนิดของเหลวไอออนิกระหว่าง [EMIM]Cl กับ [BMIM]HSO <sub>4</sub> .....	23
4.1.5 อิทธิพลของปริมาณของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO <sub>4</sub> .....	24
4.2 การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเปลือกทุเรียน.....	25
4.2.1 เปรียบเทียบอิทธิพลของชนิดเปลือกทุเรียนที่ผ่านการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนินใน การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	25
4.2.2 อิทธิพลของขนาดอนุภาคของเปลือกทุเรียนต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	26
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงาน.....	27
5.1 การใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้นในการผลิตกลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	27
5.2 การใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้นในการผลิตกลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	28
เอกสารอ้างอิง.....	29
ภาคผนวก.....	33
ภาคผนวก ก. การคำนวณสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์.....	34
ภาคผนวก ข. การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และตัดvอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 การเรียกชื่อแคทไอออนและแอนไอออนที่เป็นองค์ประกอบของของเหลวไอออนิก.....	6
ตารางที่ 3.1 ภาพในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส.....	17
ตารางที่ 4.1 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA.....	23
ตารางที่ 4.2 อิทธิพลของปริมาณของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO <sub>4</sub> .....	23
ตารางที่ 4.3 เปรียบเทียบอิทธิพลของเหลวไอออนิกระหว่าง [EMIM]Cl กับ [BMIM]HSO <sub>4</sub> .....	24
ตารางที่ 4.4 ร้อยละผลได้กลูโคสที่เปลี่ยนแปลงตามขนาดอนุภาคโดยใช้เปลือกทุเรียน 0.1 กรัม.....	26
ตารางที่ 5.1 ภาวะที่เหมาะสมของปริมาณน้ำ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ในการผลิตกลูโคสที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส.....	27



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างและพันธะเคมีภายในโมเลกุลของเซลลูโลส.....	4
รูปที่ 2.2 โครงสร้างน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว.....	4
รูปที่ 2.3 โครงสร้างภายในโมเลกุลของไซแลน.....	5
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของ ก. พาราคูมาริลชนิดทรานส์ ข. โคนิเฟอร์ิลชนิดทรานส์ และ ค. ไชนาฟิลชนิดทรานส์.....	6
รูปที่ 2.5 กลไกการละลายของเซลลูโลสในของเหลวไอออนิก.....	7
รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตต.....	8
รูปที่ 4.1 อิทธิพลของปริมาณน้ำต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	21
รูปที่ 4.2 อิทธิพลของระยะเวลาการทำปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส.....	22
รูปที่ 4.3 การใช้เปลือกทุเรียนโดยผ่านการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนินเป็นสารตั้งต้น.....	25
รูปที่ ก.1 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	35
รูปที่ ก.2 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดฟอร์มิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	35
รูปที่ ก.3 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดอะซิติกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	36
รูปที่ ก.4 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ 5-HMF ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	36
รูปที่ ข.1 สวิตซ์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	37
รูปที่ ข.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง.....	38
รูปที่ ข.3 การเปิดโปรแกรม CSW32.....	38
รูปที่ ข.4 หน้าจอหลักของซอฟต์แวร์ประมวลผล.....	39
รูปที่ ข.5 เส้น Based line เริ่มต้น.....	39
รูปที่ ข.6 ตำแหน่งของปุ่มเปิดเครื่องและปุ่ม purge ของ RI Detector.....	39
รูปที่ ข.7 หัวดูดสารละลายเฟสเคลื่อนที่.....	40
รูปที่ ข.8 ตำแหน่งวาวว สำหรับการ purge สาร.....	40
รูปที่ ข.9 ตำแหน่งของปุ่ม purge.....	41
รูปที่ ข.10 ตำแหน่งปุ่ม stop ของหน้าจอควบคุมวัฏจักรเคลื่อนที่.....	41
รูปที่ ข.11 ตำแหน่งแป้นฉีดสารตัวอย่างเข้าเครื่อง HPLC.....	42

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ข.12 ปุ่ม zero ของเครื่อง RI Detector.....	42
รูปที่ ข.13 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ.....	43
รูปที่ ข.14 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง.....	44
รูปที่ ข.15 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ).....	44
รูปที่ ข.16 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ).....	45



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และตั้ง VIII ่างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญของวิทยานิพนธ์

แต่ละปีทั่วโลกจะมีวัสดุชีวมวลซึ่งเป็นของเหลือทางการเกษตรรวมประมาณ 10-15 พันล้านตัน จึงก่อให้เกิดปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อม เนื่องมาจากไม่สามารถกำจัดวัสดุทางชีวมวลเหล่านี้ให้หมดไป เช่น ชานอ้อย ฟางข้าว [1] ดังนั้นถ้าสามารถนำของเหลือทางการเกษตรเหล่านี้มาใช้ประโยชน์ได้ นอกจากเป็นการลดปริมาณขยะ แก่ปัญหาสิ่งแวดล้อมแล้ว ยังช่วยเพิ่มมูลค่าให้กับของเหลือทางการเกษตรอีกทางหนึ่ง

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของของเหลือทางการเกษตรพบว่าประกอบไปด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งองค์ประกอบทั้งสามสามารถนำมาเปลี่ยนเป็นสารเคมีพื้นฐานต่างๆได้ เช่นการเปลี่ยนเซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคสซึ่งเป็นสารตัวกลาง สามารถนำไปผลิตเป็นสารเคมีมูลค่าสูงหลายชนิด เช่น กรดกลูโคนิก ไฮดรอกซีเมทิลเฟอร์พิวรัล (HMF) เป็นต้น

การผลิตกลูโคสจากเซลลูโลสสามารถทำได้ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยทำลายสายโซ่ของเซลลูโลสที่ตำแหน่ง  $\beta$ -1,4 ไกลโคซิดิก ให้มีขนาดโมเลกุลที่เล็กลงจนได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคส ซึ่งสามารถใช้ เอนไซม์หรือตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี เช่น การใช้เอนไซม์ *Trichoderma reesei* ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส มีข้อดีคือใช้อุณหภูมิที่ไม่สูง แต่ใช้เวลานานถึง 24 ชั่วโมง ได้ร้อยละผลได้ของกลูโคส 65 [2] ส่วนการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบกรดนั้นมีการใช้มากกว่าการใช้เอนไซม์เพราะมีต้นทุนที่ถูกกว่า และปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ดีกว่าเช่น การใช้กรดซัลฟิวริก กรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA) หรือแอมเบอร์ลิส 15 อุณหภูมิที่ใช้คือ 100-150 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้การทำปฏิกิริยา 2-3 ชั่วโมง ซึ่งได้ร้อยละผลได้ของกลูโคส 10-88 [3-5] แต่การใช้กรดซัลฟิวริกก่อให้เกิดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนและเป็นอันตรายต่อผู้ใช้ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้กรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก เพราะมีค่า pKa คือ -2.5 สูงกว่ากรดซัลฟิวริกคือ -6.6 ส่งผลให้การกัดกร่อนน้อยกว่าการใช้กรดซัลฟิวริก

ในภายหลังพบว่าการใช้ของเหลวไอออนิกสามารถช่วยทำให้โครงสร้างของเส้นใยเซลลูโลสอ่อนแอลง โดยของเหลวไอออนิกจะทำปฏิกิริยากับพันธะไฮดรอกไซด์ของเซลลูโลสทำให้โปรตอนของกรดเข้าทำปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้น และทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น [6] เพราะว่าเซลลูโลสจะกลายเป็นสารละลายเซลลูโลส

ดังนั้นวิทยานิพนธ์นี้จึงศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก และใช้ของเหลวไอออนิกช่วยในการละลายเซลลูโลสให้อยู่ในรูปสารละลายก่อนนำไปทำปฏิกิริยา และนำข้อมูลที่ได้จากการทดลอง ไปประยุกต์ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของของเหลือทางการเกษตรคือ เปลือกทุเรียนเพราะในปัจจุบันยังไม่มีการศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้น ซึ่งเปลือกทุเรียนนั้นมีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบร้อยละ 33 [9]

เนื่องด้วยผลผลิตทางการเกษตรของประเทศไทย มีหลากหลายชนิด เช่น ทุเรียน ซึ่งเป็นผลไม้ที่นิยมอย่างมากในเอเชียตะวันออกเฉียงใต้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในประเทศไทย อินโดนีเซีย มาเลเซีย และฟิลิปปินส์ [4] เศษวัสดุเหลือใช้จากทุเรียนจึงมีปริมาณมากและมีแนวโน้มสูงขึ้น [5] ประโยชน์จากทุเรียนในปัจจุบันมีเพียงการนำเนื้อจากผลไม้ไปรับประทานสด หรือแปรรูปเป็นอาหารหรือขนมต่างๆ ขณะที่ส่วนเปลือกทุเรียนที่เหลือมีจำนวนถึง 408,000 ตันต่อปี [6] แต่ปัจจุบันมีผู้เล็งเห็นถึงประโยชน์จากเปลือกทุเรียนเพิ่มมากขึ้น เช่น การนำไปผลิตเป็นพลาสติกชีวภาพ ผลิตแผ่นยิปซัม สกัดเซลลูโลสเพื่อนำไปใช้ประโยชน์ [1],[10-13] โดยงานวิจัยของ Penjumras และคณะ [7] พบว่าในทุเรียนมีองค์ประกอบของเซลลูโลสมากถึงร้อยละ 33 เมื่อเทียบกับข้าวสาลี และข้าวบาร์เลย์ที่มีเซลลูโลสเพียงร้อยละ 28 และร้อยละ 31 ตามลำดับ [9] ดังนั้นเปลือกทุเรียนจึงเป็นสารตั้งต้นที่เหมาะสมมีส่วนประกอบของเซลลูโลส เพื่อนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคสซึ่งเป็นสารตั้งต้นการผลิตสารเคมีอื่นเช่น กรดแลคติก กรดลิวลินิก หรืออัลคิลกลูโคไซด์ต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์

1. ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Microcrystalline Cellulose: MCC) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก และของเหลวไอออนิก
2. ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเหลือทางการเกษตรคือ เปลือกทุเรียน โดยใช้ข้อมูลจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส

## 1.3 ขอบเขตของวิทยานิพนธ์

1. ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสดังต่อไปนี้
  - 1.1 น้ำต่อการทำปฏิกิริยา (0.1 - 4 มิลลิลิตร)
  - 1.2 ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา (1 - 5 ชั่วโมง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.3 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA (0.05 – 0.2 กรัม)
- 1.4 ชนิดของของเหลวไอออนิกระหว่าง [EMIM]Cl กับ [BMIM]HSO<sub>4</sub>
- 1.5 ปริมาณของของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub> (0.5 – 2 กรัม)
2. ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเปลือกทุเรียน
  - 2.1 เปรียบเทียบการใช้เปลือกทุเรียนแบบที่ผ่านการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนิน
  - 2.2 อิทธิพลของขนาดของอนุภาคเปลือกทุเรียนต่อการทำปฏิกิริยา (106 – 850 ไมโครเมตร)



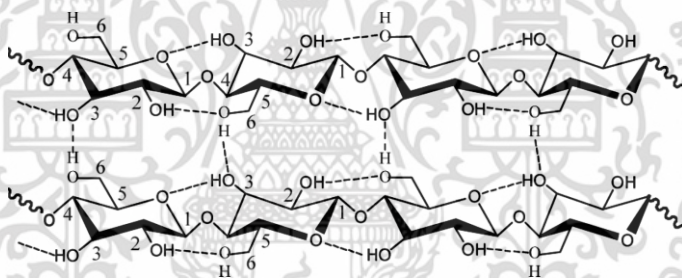
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ทฤษฎีเบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### ทฤษฎีเบื้องต้น

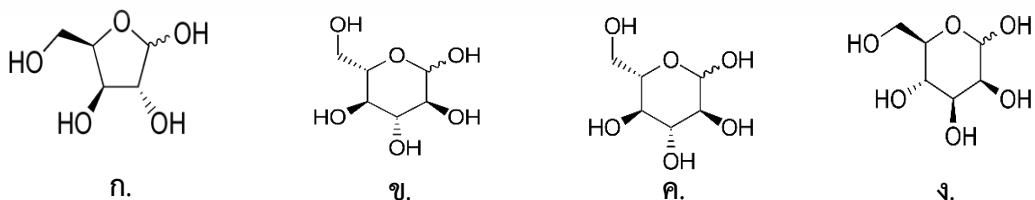
#### 2.1 องค์ประกอบของของเหลือทางการเกษตร

องค์ประกอบหลักของของเหลือทางการเกษตรประกอบไปด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และ ลิกนิน เซลลูโลสเป็นโพลิเมอร์ มีลักษณะเป็นสายโซ่ตรงที่เกิดจากการรวมตัวของกลูโคส ด้วยพันธะไกลโคซิดิกที่ตำแหน่ง  $\beta$ -1,4 ไกลโคซิดิก โดยมีความยาวตามธรรมชาติประมาณ 10,000 หน่วย และ ยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างสายโซ่ดังรูปที่ 2.1 ส่งผลให้เกิดเป็น โครงสร้างที่มีความแข็งแรงและไม่ละลายน้ำ [11] ดังนั้นในการนำเซลลูโลสไปทำปฏิกิริยาจำเป็นต้อง ใช้ อุณหภูมิสูงเพื่อทำลายโครงสร้างของเซลลูโลสเพื่อเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการในนี้คือกลูโคส



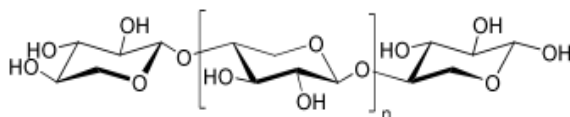
รูปที่ 2.1 โครงสร้างและพันธะเคมีภายในโมเลกุลของเซลลูโลส [11]

เฮมิเซลลูโลสมีลักษณะเป็นสายโซ่ยาวคล้ายกับเซลลูโลสแต่จัดเป็นเฮเทอโรโพลิเมอร์ ที่เกิดจากการ รวมตัวของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว เช่น ไซโลส แมนโนส อะราบิโนส และกลูโคส แสดงดังรูปที่ 2.2 โดย โพลิเมอร์ไซแลนซึ่งมีน้ำตาลไซโลสเป็นองค์ประกอบหลักจัดเป็นเฮมิเซลลูโลสชนิดหนึ่งที่พบมาก ความยาวเฉลี่ยประมาณ 200 หน่วย [12] ซึ่งโครงสร้างของไซแลนแสดงดังรูปที่ 2.3



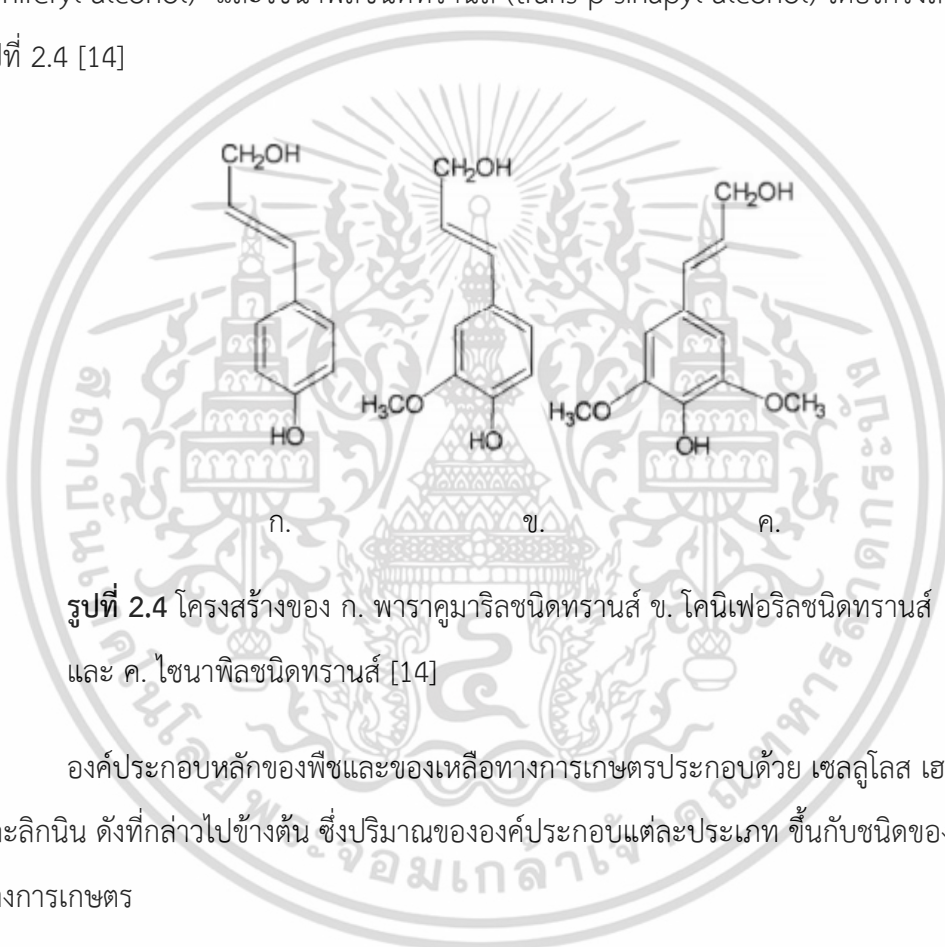
รูปที่ 2.2 โครงสร้างน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว ก. ไซโลส ข. แมนโนส ค. อะราบิโนส ง. กลูโคส [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 โครงสร้างภายในโมเลกุลของไซแลน [12]

ลิกนินเป็นสารประกอบประเภทอะโรมาติก ไม่ละลายน้ำ ประกอบด้วยสารอะโรมาติก 3 ประเภท ได้แก่ พาราคูมาริลชนิดทรานส์ (tran-p-coumaryl alcohol) โคนิเฟอริลชนิดทรานส์ (trans-coniferyl alcohol) และไซนาพิลชนิดทรานส์ (trans-p-sinapyl alcohol) โดยโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.4 [14]



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของ ก. พาราคูมาริลชนิดทรานส์ ข. โคนิเฟอริลชนิดทรานส์ และ ค. ไซนาพิลชนิดทรานส์ [14]

องค์ประกอบหลักของพืชและของเหลือทางการเกษตรประกอบด้วย เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ดังที่กล่าวไปข้างต้น ซึ่งปริมาณขององค์ประกอบแต่ละประเภท ขึ้นกับชนิดของของเหลือทางการเกษตร

## 2.2 การใช้ของเหลวไอออนิกเป็นตัวทำละลายเซลลูโลส

ของเหลวไอออนิก (Ionic Liquids, ILs) เป็นสารประกอบไอออนิกที่เป็นเกลืออินทรีย์ มีจุดหลอมเหลวที่ต่ำกว่าสารประกอบไอออนิกทั่วไป คือ ต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส หรือบางชนิดต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง [18] เมื่อนำมาใช้งานจึงมักอยู่ในสถานะของเหลวและไม่ระเหย นอกจากนี้ ของเหลวไอออนิกยังเป็นสารที่มีความเสถียรต่อความร้อนและปฏิกิริยา มีความหนาแน่นของประจุและค่าความเหนียวนำประจุสูงด้วย ของเหลวไอออนิกถูกนำมาใช้ประโยชน์อย่างหลากหลาย เช่น แบตเตอรี่ ตัวทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ละลายกับสารที่เป็นของแข็ง ของเหลว หรือแก๊ส หรือนำไปใช้สกัดสารที่อยู่ในพืชเพื่อนำมาทำอาหารเสริม หรือเครื่องสำอาง เป็นต้น [16]

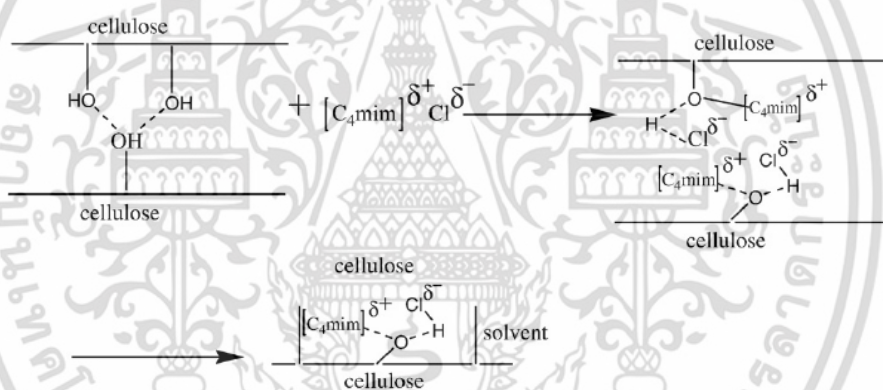
โดยทั่วไปแล้วของเหลวไอออนิกจะประกอบด้วยไอออนบวกหรือแคทไอออน (Cation) ที่มาจากสารประกอบอินทรีย์ และไอออนลบหรือแอนไอออน (Anion) ที่มาจากทั้งสารประกอบอินทรีย์ และสารประกอบอนินทรีย์ [17] และแสดงตัวอย่างของเหลวไอออนิก ดังตารางที่ 2.1 ด้วยเหตุนี้จึงทำให้ของเหลวไอออนิกสามารถละลายได้ทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ รวมถึงสารที่มีโครงสร้างโมเลกุลที่แข็งแรง เช่น เซลลูโลส เป็นต้น

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างแคทไอออนและแอนไอออนที่เป็นองค์ประกอบของของเหลวไอออนิก [18]

ไอออนบวกหรือแคทไอออน (Cation)	ไอออนลบหรือแอนไอออน (Anion)
- แอลคิลอิมิดาโซเลียม (Alkylimidazolium, $[R_1R_2IM]^+$ )	- เฮกซะฟลูออโรฟอสเฟต (Hexafluorophosphate, $[PF_6]^-$ )
- แอลคิลไพริดีเนียม (Alkylpyridinium, $[RPy]^+$ )	- เตตระฟลูออโรโบเรต (Tetrafluoroborate, $[BF_4]^-$ )
- เตตระแอลคิลแอมโมเนียม (Tetraalkylammonium, $[NR_4]^+$ )	- มีเทนซัลโฟเนต (Methanesulfonate, $[CH_3SO_3]^-$ )
- เตตระแอลคิลฟอสโฟเนียม (Tetraalkylphosphonium, $[PR_4]^+$ )	- ไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนต (Trifluoromethane sulfonate, $[CF_3SO_3]^-$ )
	- บิสไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟนิลเอไมด์ (Bis(trifluoromethanesulfonyl)amide, $[Tf_2N]^-$ )
	- ไบซัลไฟต์ (Bisulfite, $[HSO_3]^-$ )
	- ไนเตรต (Nitrate, $[NO_3]^-$ )
	- คลอไรด์ (Chloride, $Cl^-$ )
	- โบรไมด์ (Bromide, $Br^-$ )
	- ไอโอดีน (Iodide, $I^-$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตั้งแต่มีการค้นพบของเหลวไอออนิก จนถึงปัจจุบันนี้มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับของเหลวไอออนิกอย่างหลากหลาย Swatloski และคณะ [20] เริ่มการวิจัยเพื่อศึกษาการทำละลายเซลลูโลสของของเหลวไอออนิก โดยทดลองนำเซลลูโลสมาผสมกับของเหลวไอออนิกในขวดแก้ว และให้ความร้อนจนสารผสมมีอุณหภูมิประมาณ 100 – 110 องศาเซลเซียส พบว่าสารผสมนั้นค่อยๆกลายเป็นของเหลวหนืด แสดงว่าของเหลวไอออนิกสามารถทำละลายเซลลูโลสได้ งานวิจัยของ Feng และ Chen [6] อธิบายกลไกการทำละลายเซลลูโลสของของเหลวไอออนิก ดังรูปที่ 2.5 เซลลูโลสซึ่งเป็นเส้นใยธรรมชาติที่มีโครงสร้างพันธะที่แข็งแรงทั้งภายในและระหว่างสายโซ่โมเลกุล โดยแต่ละสายโซ่โมเลกุลนั้นจะเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group, -OH) ของเหลวไอออนิกจะเข้าไปทำลายพันธะไฮโดรเจน โดยการสร้างพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลและแคทไอออนหรือแอนไอออนของของเหลวไอออนิก ทำให้โครงสร้างของเส้นใยเซลลูโลสอ่อนแอลง จึงสามารถละลายในของเหลวไอออนิกได้



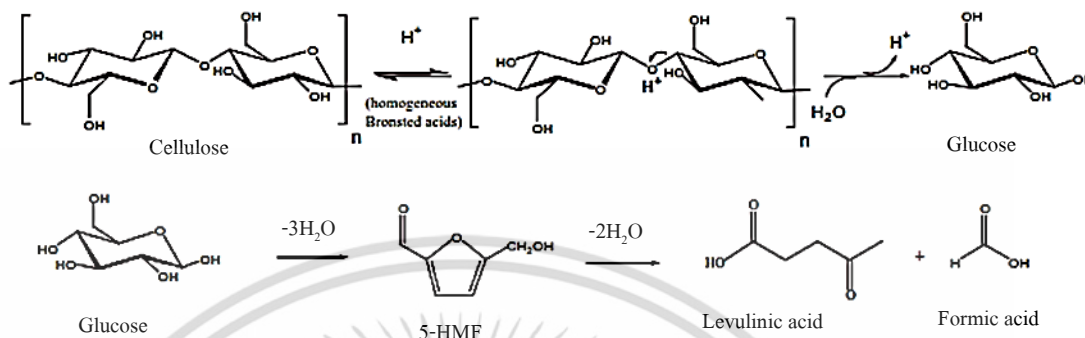
รูปที่ 2.5 กลไกการละลายของเซลลูโลสในของเหลวไอออนิก [6]

### 2.3 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส

การผลิตกลูโคสโดยทั่วไปสามารถแบ่งออกได้เป็นสองวิธี ได้แก่ การใช้เอนไซม์และการสังเคราะห์ทางเคมี การผลิตกลูโคสด้วยการใช้เอนไซม์ภายใต้ภาวะที่เหมาะสมคือ ใช้อุณหภูมิได้ไม่สูง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคส อย่างไรก็ตามวิธีการนี้มีข้อจำกัดคือ ใช้เวลานาน และยากในการทำสารผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ [16] ส่วนการผลิตกลูโคสด้วยการสังเคราะห์ทางเคมีนิยมใช้ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสคือใช้น้ำร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกริยาในการสลายโครงสร้างโมเลกุลของสารเซลลูโลสให้กลายเป็นกลูโคส ใช้ภาวะอุณหภูมิในการทำปฏิกริยา (ช่วง 100 -200 องศาเซลเซียส) เรียกปฏิกริยานี้ว่าปฏิกริยาไฮโดรไลซิสซึ่งถ้าใช้ภาวะที่สูงเกินไปจะส่งผลให้เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงได้คือ 5-ไฮดรอกซี

เมทิลเฟอร์ฟูรัล กรดลิวลินิก กรดพอร์มิก แสดงดังรูปที่ 2.6 ซึ่งวิธีการดังกล่าวมีข้อดีคือ ใช้เวลาในการเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำปฏิกิริยาน้อยกว่าการใช้เอนไซม์ และสามารถควบคุมภาวะที่ใช้ในการดำเนินปฏิกิริยาได้ การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพื่อผลิตกลูโคสนั้นสามารถใช้สารตั้งต้นเป็นของเหลือทางการเกษตรที่มีองค์ประกอบของเซลลูโลสอยู่ด้วยในการทำปฏิกิริยาโดยตรง



รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตต [20]

### 2.3.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยไม่ใช้ของเหลวไอออนิก

ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตต (Brønsted acid) สำหรับการผลิตกลูโคสแบ่งออกเป็นสองรูปแบบคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบพหุวิธพันธ์

#### 2.3.1.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์

การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์นั้นเป็นที่แพร่หลายอย่างมากเพราะมีต้นทุนที่ถูกและใช้ภาวะในการทำปฏิกิริยาไม่สูงมาก แต่มีปัญหาคือเป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมและยากต่อการนำกลับมาใช้ใหม่ได้

Morales และคณะ [4] ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตตได้แก่ กรดซัลฟิวริก กรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก กรดฟอสโฟลิก ซึ่งกรดแต่ละชนิดมีค่า pKa ต่างกันโดยที่กรดซัลฟิวริกมีค่า pKa น้อยสุดอยู่ที่ -6.6 ซึ่งแสดงถึงความแรงของการแตกตัวให้โปรตอนมากที่สุด รองลงมาคือกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิกมีค่า pKa อยู่ที่ -2.5 สุดท้ายคือ กรดฟอสโฟลิกมีค่า pKa อยู่ที่ 2.1 ซึ่งดูจากค่า pKa แล้วกรดฟอสโฟลิกไม่น่ามีศักยภาพมากพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดี พบว่าที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส มีเพียงกรดซัลฟิวริก กับกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก เท่านั้นที่ให้ร้อยละผลได้กลูโคส 12 และ 10 ตามลำดับ ที่ความเข้มข้นกรด 0.2 โมลต่อลิตร เพราะว่ากรด 2 ชนิดนี้มีค่า pKa น้อยกว่า 0 แต่กรดพาราโทลูอินซัลโฟนิกเหมาะแก่การใช้งานมากกว่าเพราะกรดซัลฟิวริกนั้นเป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมมากและกัดกร่อนอุปกรณ์ที่ใช้อีกด้วย ในการทดลองนั้นศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในช่วง 120-160 องศาเซลเซียส โดยใช้กรดซัลฟิวริกความเข้มข้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

0.2 โมลต่อลิตร พบว่าที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลได้กลูโคสเพียง 4 เท่านั้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 140 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลได้กลูโคส 12 และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิมากถึง 160 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลได้กลูโคส 17 แต่จะมีกรดลิวลินิกเพิ่มขึ้นมาเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงร้อยละ 5 แสดงว่าอุณหภูมิส่งผลถึงอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นแต่ถ้ามากเกินไปจะทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงตามมาด้วย และเมื่อปริมาณกรดที่ความเข้มข้น 0.2 เทียบกับ 2.5 โมลต่อลิตร พบร้อยละผลได้กลูโคสต่างกันเล็กน้อยเท่านั้น ที่ความเข้มข้นน้อยไม่เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงในขณะที่เมื่อความเข้มข้นสูงจะเกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงกรดลิวลินิกถึงร้อยละ 60 ชนิดของเซลลูโลสก็ส่งผลต่อร้อยละผลได้ เมื่อเทียบกันระหว่างแบบเป็นผลึกกับเส้นใย โดยแบบผลึกพบว่าทั้งกรดซัลฟิวริกกับกรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก มีร้อยละผลได้เท่ากันคือ 15.6 แต่เมื่อใช้เซลลูโลสเส้นใยร้อยละผลได้ลดเหลือเพียง 11.5 เพราะว่าพื้นที่ผิวของแบบผลึกนั้นมากกว่า

Onda และคณะ [21] ศึกษาการใช้กรดซัลฟิวริกในการสังเคราะห์กลูโคสโดยภาวะที่ใช้คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.05 กรัม เซลลูโลส 0.045 กรัม น้ำ 5 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง ได้ร้อยละผลได้กลูโคสเพียง 39 เท่านั้นแม้จะใช้เวลานานถึง 24 ชั่วโมงก็ตาม เพราะว่ากลูโคสนั้นได้กลายเป็นสารอื่นเช่นกรดลิวลินิก กรดฟอร์มิก ถึงร้อยละ 25

Hara [22] ศึกษาการใช้กรดซัลฟิวริกในการสังเคราะห์กลูโคสโดยภาวะที่ใช้คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.3 กรัม เซลลูโลส 0.025 กรัม น้ำ 0.7 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ร้อยละผลได้กลูโคสเพียง 10 เท่านั้น เนื่องจากสารตั้งต้นน้อยเกินไปเมื่อเทียบกับปริมาณน้ำส่งผลให้ระบบเจือจางสารตั้งต้นมากเกินไปจนทำให้การทำปฏิกิริยาเป็นไปได้ยาก

### 2.3.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์

การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์นั้นยังไม่เป็นที่แพร่หลายเพราะมีต้นทุนที่สูงและภาวะในการทำปฏิกิริยาสูงมากไม่ได้เพราะจะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเสื่อมสภาพ แต่มีข้อดีคือเป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมต่ำ และสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ง่าย

Satoshi และคณะ [23] ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดเบรินสเตต ได้แก่ กรดซัลฟิวริก แนฟฟิออน กรดแอมเบอร์ลิส 15 และตัวเร่งปฏิกิริยาคาร์บอน  $\text{CH}_{0.62}\text{O}_{0.54}\text{S}_{0.05}$  เป็นตัวรองรับหมู่ซัลเฟตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.3 กรัม เซลลูโลส 0.025 กรัม น้ำ 0.7 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง พบว่า เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริกและ  $\text{CH}_{0.62}\text{O}_{0.54}\text{S}_{0.05}$  ให้ร้อยละผลผลิตของกลูโคสเพียงร้อยละ 10 และร้อยละ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4 ตามลำดับ ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่น ไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสได้ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์นั้นจะเกิดปฏิกิริยาได้ยากกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์

Onda และคณะ [21] ศึกษาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรดแอมเบอร์ลิส 15 และตัวเร่งปฏิกิริยาถ่านกัมมันต์ที่มีหมู่ฟังก์ชันซัลเฟตพบว่าการสังเคราะห์กลูโคสโดยภาวะที่ใช้คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.05 กรัม เซลลูโลส 0.045 กรัม น้ำ 5 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง เมื่อไม่ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าได้ร้อยละผลได้เพียง 2 เท่านั้น แต่เมื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยากรดแอมเบอร์ลิส 15 ได้ร้อยละผลได้กลูโคสเพิ่มขึ้นเป็น 26 แต่เมื่อมีการใช้ถ่านกัมมันต์ที่มีหมู่ฟังก์ชันซัลเฟตพบว่าร้อยละผลได้กลูโคสเพิ่มขึ้นเป็น 40.5

Hara [22] ศึกษาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคาร์บอน  $\text{CH}_{0.62}\text{O}_{0.54}\text{S}_{0.048}$  เป็นตัวรองรับหมู่ซัลเฟตในการสังเคราะห์กลูโคสโดยภาวะที่ใช้คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 0.3 กรัม เซลลูโลส 0.025 กรัม น้ำ 0.7 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ร้อยละผลได้กลูโคสเพียง 4 เท่านั้น เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยานั้นต้องทำปฏิกิริยาที่ผิวของตัวเร่งส่งผลให้สารตั้งต้นทำปฏิกิริยาได้ยากเนื่องจากปริมาณน้ำที่ใส่มากเกินไปจนทำให้เซลลูโลสเข้าทำปฏิกิริยาที่ผิวของตัวเร่งนั้นยาก

Zhang และคณะ [5] ศึกษาการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ขึ้นเองคือลิโนซัลโฟเนตเป็นตัวซัพพอร์ตและใช้กรดซัลโฟนิกเป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยาโดยมีการศึกษาการสังเคราะห์กลูโคสจากเซลลูโลสภาวะการทำปฏิกิริยา คือ เซลลูโลส 0.1 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม ปริมาณน้ำ 5 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง โดยมีการศึกษาขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา 3 ช่วงคือ 2-3 3-5 และ 6-8 นาโนเมตร พบว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขนาดรูพรุน 6-8 นาโนเมตรให้ร้อยละผลได้ที่ดีที่สุดคือ 98 รองลงมาคือขนาด 2-3 และ 3-5 นาโนเมตร ให้ร้อยละผลได้คือ 92 สาเหตุที่ขนาดรูพรุน 6-8 นาโนเมตรให้ร้อยละผลได้มากที่สุดเพราะขนาดรูพรุนที่กว้างทำให้โมเลกุลของเซลลูโลสสามารถเข้าไปทำปฏิกิริยากับผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ง่ายกว่ารูพรุนขนาด 2-3 และ 3-5 นาโนเมตร

### 2.3.2 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยใช้ของเหลวไอออนิก

การผลิตกลูโคสโดยใช้ของเหลวไอออนิก ปกติทั่วไปแล้วจะนิยมใช้ของเหลวไอออนิกคือ [BMIM]Cl เป็นส่วนใหญ่ [24-28] ส่วนของเหลวไอออนิกชนิดอื่นมีการใช้ [AMIM]Cl [29] และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[BSO<sub>3</sub>HMIM]HSO<sub>4</sub> [33] และแบ่งการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาออกเป็นสองรูปแบบคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์

### 2.3.2.1 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์

การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์นั้นเป็นที่นิยมใช้ร่วมกับของเหลวไอออนิก เพราะการใช้ของเหลวไอออนิกนั้นสามารถช่วยละลายโครงสร้างเซลลูโลสได้ในระดับหนึ่ง และตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์นั้นยังมีต้นทุนที่ถูกและให้ร้อยละผลได้ที่มากกว่าแบบวิวิธพันธ์ จึงเป็นเหตุผลว่า การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์นั้นพบได้มากกว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์

Lui และคณะ [24] ศึกษาปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ของเหลวไอออนิก 3 ชนิด คือ 1-Butyl-3-methylimidazolium chloride ([BMIM]Cl) 1-Ethyl-3-methylimidazolium chloride ([EMIM]Cl) และ 1-Allyl-3-methylimidazolium chloride ([AMIM]Cl) ปริมาณของเหลวไอออนิกที่ใช้คือ 0.05 กรัม ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคือกรดซัลฟิวริก ตัวแปรที่ทำการศึกษานั้นมีด้วยกัน 3 ตัวแปร คือ เวลาในการทำปฏิกิริยา (0.25-4.5 ชั่วโมง) อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (60-140 องศาเซลเซียส) ปริมาณกรดซัลฟิวริก (0.125-3.75 กรัม) ในส่วนของเวลาการทำปฏิกิริยานั้นของเหลวไอออนิก 3 ชนิด ให้ร้อยละผลได้ที่ดีที่สุดคือที่เวลา 0.5 ชั่วโมง โดยใช้อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เซลลูโลส 1 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.375 กรัม และปริมาณน้ำที่ใช้ 0.58 มิลลิลิตร และหลังจากเวลาผ่าน 0.5 ชั่วโมงจะมีร้อยละผลได้ลดลงเนื่องมาจากกลูโคสนั้นได้กลายเป็นสารชนิดอื่นคือ 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอรัล กรดลิกลินิก มีการศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาพบว่าภาวะอุณหภูมิที่ดีที่สุดของของเหลวไอออนิกแต่ละชนิดนั้นต่างกัน โดยที่ [BMIM]Cl [EMIM]Cl [AMIM]Cl มีอุณหภูมิที่ดีที่สุดคือ 100 90 และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ สาเหตุเนื่องมาจากความหนืดของของเหลวไอออนิกส่งผลต่อการผสมกันของสารตั้งต้นกับตัวเร่งปฏิกิริยาโดยที่ [BMIM]Cl มีความหนืดมากที่สุด รองลงมาคือ [EMIM]Cl และ [AMIM]Cl มีความหนืดน้อยที่สุด และ [AMIM]Cl ให้ร้อยละผลได้มากที่สุดคือ 90 โดยใช้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เซลลูโลส 1 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.375 กรัม ปริมาณน้ำที่ใช้ 0.58 มิลลิลิตร และใช้ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง การศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากรดซัลฟิวริกพบว่า การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ 0.125-0.25 มีการเพิ่มขึ้นของร้อยละผลได้ แต่หลังจากเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาปรากฏว่าร้อยละผลได้กลูโคสนั้นน้อยลงเนื่องมาจากปริมาณของกรดที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้อัตราส่วนของน้ำและของเหลวไอออนิกในระบบน้อยลงทำให้ลดความสามารถในการละลายเซลลูโลสของของเหลวไอออนิกลดลง ดังนั้นปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ 0.25 กรัม โดยที่ร้อยละผลได้กลูโคสที่มากที่สุดคือ 93 โดยใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[BMIM]Cl รองลงมาคือ [AMIM]Cl ได้ที่ร้อยละผลได้กลูโคส คือ 90 และน้อยสุดคือ [EMIM]Cl ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 75 โดยภาวะที่ใช้การทำปฏิกิริยา คือ เซลลูโลส 1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณน้ำที่ใช้ 0.58 มิลลิลิตร และใช้ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 0.5 ชั่วโมง

Jiao และคณะ [29] มีการใช้ของเหลวไอออนิก [AMIM]Cl ทำหน้าที่ละลายเซลลูโลส และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในเวลาเดียวกัน โดยมีการศึกษาอัตราส่วนของปริมาณน้ำต่อของเหลวไอออนิก อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ซึ่งอัตราส่วนของปริมาณน้ำต่อของเหลวไอออนิก ได้ทำการศึกษาในช่วง 0.125-0.625 อัตราส่วนโดยน้ำหนัก พบว่าที่อัตราส่วน 0.375 ให้ร้อยละผลได้กลูโคสที่ดีที่สุดคือ 77 ใช้อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส และใช้เวลาการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง สาเหตุเนื่องจากเมื่ออัตราส่วนของปริมาณน้ำต่อของเหลวไอออนิกต่ำกว่า 0.375 ส่งผลทำให้ของเหลวไอออนิกมีความหนืดที่สูงเกินไปทำให้สารตั้งต้นนั้นผสมกันได้ยากขึ้นส่งผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา แต่เมื่ออัตราส่วนของปริมาณน้ำต่อของเหลวไอออนิกสูงกว่า 0.375 ก็ส่งผลทำให้ร้อยละผลได้ต่ำลงเช่นกัน สาเหตุเนื่องจากปริมาณน้ำที่มีมากเกินไปทำให้ความเข้มข้นของเหลวไอออนิกต่ำลงซึ่งทำให้การละลายเซลลูโลสนั้นยากขึ้น และยังส่งผลเสียต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอีกด้วยเพราะในการทดลองนี้ใช้ของเหลวไอออนิกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนต่อมาเป็นอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาศึกษาในช่วง 140-160 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาการทำปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิ 140 และ 150 องศาเซลเซียส ให้ร้อยละผลได้กลูโคสต่างกันไม่มากคือ 50 และ 55 ตามลำดับ เนื่องจากปฏิกิริยายังเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ แต่เมื่อใช้อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส พบว่าร้อยละผลได้กลูโคสสูงถึงร้อยละ 77 เพราะอุณหภูมิส่งผลถึงอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่มากขึ้นและทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้มากขึ้น ส่วนของเวลาการทำปฏิกิริยามีการใช้เวลา 4 6 และ 8 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าที่ 4 และ 6 ชั่วโมงให้ร้อยละผลได้ 50 และ 57 ตามลำดับ แต่เมื่อใช้เวลาการทำปฏิกิริยาที่ 8 ชั่วโมงทำให้ร้อยละผลได้สูงสุดคือ 77 เพราะเวลาที่เวลา 8 ชั่วโมง ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้มากขึ้น

Jiang และคณะ [30] ศึกษาการสังเคราะห์กลูโคสจากเซลลูโลสโดยใช้ของเหลวไอออนิก 5 ชนิดคือ  
 1-butyl-3-methylimidazolium chloride ([BMIM]Cl)  
 1-carboxyethyl-3-methylimidazolium chloride ([C<sub>1</sub>COOHMIM]Cl)  
 1-butyl-3-methylimidazolium hydrogensulfate ([BMIM]HSO<sub>4</sub>)  
 1-butyl sulfonic acid-3-methylimidazolium chloride ([C<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>HMIM]Cl)  
 1-butyl sulfonic acid-3-methylimidazolium hydrogensulfate ([C<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>HMIM]HSO<sub>4</sub>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้มีการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของของเหลวไอออนิกแต่ละชนิดโดยภาวะที่ใช้คือ เซลลูโลสปริมาณ 0.4 กรัม และใช้ของเหลวไอออนิก ([BMIM]Cl) ช่วยในการละลายเซลลูโลสปริมาณ 8 กรัม และใช้ของเหลวไอออนิกที่กล่าวไปในข้างต้นทั้ง 5 ชนิด เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 1 มิลลิลิตร ปริมาณน้ำที่ใช้คือ 0.08 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้ 100 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง จากผลการทดลองพบว่าของเหลวไอออนิก [BMIM]Cl [C<sub>1</sub>COOHMIM]Cl และ [BMIM]HSO<sub>4</sub> ไม่ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์เป็นกลูโคสเพราะว่าของเหลวไอออนิกทั้ง 3 ชนิดนี้มีความเป็นกรดอ่อน แต่เมื่อใช้ของเหลวไอออนิก [C<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>HMIM]Cl และ [C<sub>4</sub>SO<sub>3</sub>HMIM]HSO<sub>4</sub> พบว่าให้ร้อยละผลได้กลูโคส 50 และ 47 ตามลำดับ เนื่องมาจากว่าของเหลวไอออนิกทั้ง 2 ชนิดนี้มีหมู่ฟังก์ชัน -SO<sub>3</sub>H ที่ทำหน้าที่เป็นกรดเป็นองค์ประกอบอยู่ ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสขึ้นได้

Dee และ Bell [31] ศึกษาการสังเคราะห์กลูโคสโดยใช้ภาวะในการทดลองคือ ปริมาณเซลลูโลส 750 มิลลิกรัม ใช้ของเหลวไอออนิก [BMIM]Cl ละลายเซลลูโลสปริมาณ 15 มิลลิลิตร ปริมาณน้ำ 10 มิลลิลิตร อุณหภูมิในการทดลอง 90 องศาเซลเซียส และระยะเวลาการทดลองคือ 10 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากรดที่ใช้คือ 1.5 กรัม ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคือกรด H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> CH<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>H CF<sub>3</sub>COOH ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 33 32 38 ตามลำดับ แต่ระยะเวลาที่ให้ร้อยละผลได้ที่ดีที่สุดต่างกันคือ 1.65 1.76 3.46 ชั่วโมง ตามลำดับ สาเหตุที่ระยะเวลานั้นมากขึ้นเพราะว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดมีค่า pKa ต่างกันโดยที่กรดซัลฟิวริก มีค่า pKa น้อยที่สุดคือ -6.6 กรดมีเทนซัลโฟนิกรองลงมาคือ -1.9 ส่วน กรดไตรฟลูออโรอะซิติก มากที่สุดคือ 1.0

### 2.3.2.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์

การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์ร่วมกับการใช้ของเหลวไอออนิกนั้นยังไม่เป็นที่นิยมเมื่อเทียบการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ เพราะตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์นั้นมีขั้นตอนการสังเคราะห์ที่ซับซ้อน และให้ร้อยละผลได้น้อยเมื่อเทียบกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธุ์ แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ง่ายได้ [25],[32]

Lui และคณะ [25] มีการศึกษาถึงการใช้ของเหลวไอออนิกชนิด [BMIM]Cl และมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีตัวซัพพอร์ต 3 ชนิด ซัลโฟเนตคาร์บอนในรูปแบบของอนุพันธ์ซูโคส (Sulfonated sucrose-derived carbon :SSC) และอนุพันธ์กลูโคส (sulfonated glucose-carbon :SGC) และถ่านกัมมันต์ที่ได้จากเปลือกของผลไม้ (Nut shell activated carbon :NSAC) เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 3 ชนิดมาทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสังเคราะห์กลูโคสจากเซลลูโลสที่ภาวะเดียวกัน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คือ ปริมาณเซลลูโลส 0.025 กรัม และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.0125 ปริมาณน้ำ 0.025 มิลลิลิตร อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 120 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ NSAC ให้ร้อยละผลได้กลูโคสเพียง 5.5 เท่านั้นซึ่งเทียบกับการที่ไม่ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วมากกว่าเพียงร้อยละ 2.5 สาเหตุเพราะว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบ NSAC มีปริมาณหมู่ฟังก์ชัน  $-SO_3H$  ที่น้อย ซึ่งส่งผลถึงค่าความเป็นกรดที่ต่ำลงด้วยทำให้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นได้ไม่ดี ส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยา SSC และ SGC ให้ร้อยละผลได้ไม่ต่างกันมากคือ 36 และ 31 เพราะเมื่อดูจากกราฟ FTIR แล้วพบว่าปริมาณหมู่ฟังก์ชัน  $-SO_3H$  ที่มากกว่า NSAC อย่างมีนัยสำคัญ การเพิ่มปริมาณน้ำตามเวลาที่ผ่านไปทุก 10 นาที นาน 90 นาที พบว่าเมื่อเพิ่มน้ำไม่ช่วยในการทำให้ร้อยละผลได้กลูโคสเพิ่มขึ้น แต่กลับทำให้ร้อยละผลได้ลดลงเพราะว่าปริมาณน้ำที่มากเกินไปทำให้ปริมาณกรดเจือจางลงส่งผลให้ค่าความเป็นกรดในระบบลดลง อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา คือ 1 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าที่เวลา 1 ชั่วโมง ให้ร้อยละผลได้ 36 แต่เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 3 ชั่วโมง ร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นเป็น 53 และที่ 4 ชั่วโมงได้มากที่สุดคือร้อยละ 57 และอิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 100 120 และ 140 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส การเกิดปฏิกิริยาจะเกิดได้น้อยมาก ร้อยละผลได้กลูโคสเพียงแค่ 8 แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 120 องศาเซลเซียส ทำให้ร้อยละผลได้กลูโคสเป็น 57 แต่เมื่ออุณหภูมิเป็น 140 องศาเซลเซียส ร้อยละผลได้กลูโคสจะลดลงเหลือเพียง 35 เพราะว่ามี 5-ไฮดรอกซีเมทิลเพอร์ฟิวรัล จะเพิ่มมากขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ทำให้ปริมาณกลูโคสน้อยลง

Zhang และ Fang [32] ศึกษาการสังเคราะห์กลูโคสที่เวลาการทำปฏิกิริยา 4-24 ชั่วโมง อุณหภูมิในช่วง 150-170 องศาเซลเซียส ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งคือ  $CaFe_2O_4$  ซึ่งมีความเป็นแม่เหล็กอยู่ด้วย โดยใช้ของเหลวไอออนิกคือ [AMIM]Cl (1-allyl-3-methylimidazolium chloride) โดยภาวะที่ใช้ในการทดลองคือ เซลลูโลส 0.45 กรัม ของเหลวไอออนิก 9 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม และปริมาณน้ำที่ใช้คือ 150 มิลลิลิตร อัตราการปั่นกวน 400 รอบต่อนาที เมื่อทำการศึกษถึงเวลาการทำปฏิกิริยาพบว่าร้อยละผลได้นั้นเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 4 ชั่วโมง จนถึง 24 ชั่วโมง ร้อยละผลได้ที่เวลา 24 ชั่วโมง คือ 36.9 และได้ทำการเปรียบเทียบอุณหภูมิต่อการทำปฏิกิริยา คือ 150 160 และ 170 องศาเซลเซียส ที่เวลา 24 ชั่วโมง พบว่าร้อยละผลได้คือ 36.9 21.9 และ 14.0 ตามลำดับ สาเหตุที่ร้อยละผลได้ลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเพราะว่ามีผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการเพิ่มมากขึ้นคือร้อยละ 49.8 58.2 และ 65.3 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.4 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสโดยใช้ของเหลือทางการเกษตร

ของเหลือทางการเกษตรนั้นเป็นสารตั้งต้นที่สามารถหาได้ง่าย และมีองค์ประกอบของเซลลูโลสซึ่งสามารถนำมาผลิตเป็นกลูโคสได้

Markus และคณะ [33] ทำการทดลองเพื่อเปรียบเทียบการทำปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของขานอ้อย โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกริยา พบว่า เมื่อใช้ขานอ้อยปริมาณ 0.45 กิโลกรัม กรดซัลฟิวริก 0.035 โมลต่อลิตร อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกริยา 15 นาที ทำปฏิกริยาในถังปฏิกรณ์แบบกะปริมาตร 20 ลิตร ได้ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 88

Yan และคณะ [34] ทดลองทำปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของหญ้าสวิตซ์แกรส โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกริยา ภาวะการทำปฏิกริยาที่ดีที่สุดคือ ใช้สารตั้งต้น 0.5 กรัม ตัวเร่งปฏิกริยา 0.005 กรัม ปริมาณน้ำที่ใช้ 10 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกริยา 0.25 ชั่วโมง อุณหภูมิที่ใช้คือ 180 องศาเซลเซียส ได้ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 31.5

Orozco และคณะ [35] ทดลองทำปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของซีเลื้อย โดยใช้กรดฟอสฟอริกเป็นตัวเร่งปฏิกริยา เมื่อใช้อุณหภูมิที่ 140-160 องศาเซลเซียสพบว่ายังคงเหลือเซลลูโลสอยู่ร้อยละ 80 และ 55 ซึ่งยังถือว่ามากอยู่ ซึ่งอุณหภูมิที่ทำให้เซลลูโลสเหลือเพียงเล็กน้อยร้อยละ 12.1 นั้นคือ 180 องศาเซลเซียส โดยใช้ระยะเวลา 1 ชั่วโมง และอัตราการเกิดปฏิกริยาจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิ 200 และ 220 องศาเซลเซียส และเซลลูโลสจะสลายหมดภายใน 30 และ 10 นาที ตามลำดับ ภาวะการทำปฏิกริยาที่ดีที่สุดคือ ใช้สารตั้งต้น 70 กรัม ตัวเร่งปฏิกริยา 3.5 กรัม ปริมาณน้ำที่ใช้ 950 มิลลิลิตร ระยะเวลาการทำปฏิกริยา 5 และ 1 นาที อุณหภูมิที่ใช้คือ 200 และ 220 องศาเซลเซียส ได้ร้อยละผลได้กลูโคสคือ 32.4 และ 42.8 ตามลำดับ ถ้าใช้ระยะเวลาการทำปฏิกริยามากกว่านี้จะส่งผลให้ร้อยละผลได้ลดลงเพราะกลายเป็นสารชนิดอื่น

## บทที่ 3

### การดำเนินงาน

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาการผลิตกลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากัดพาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA:  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกลูโคส ปัจจัยที่ศึกษาได้แก่ปริมาณน้ำที่ใช้การทำปฏิกิริยา เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณของเหลวไอออนิก และการใช้เปลือกทุเรียนซึ่งเป็นตัวแทนของเหลือทางการเกษตรในการสังเคราะห์กลูโคส ซึ่งวิธีการสังเคราะห์กลูโคสนั้นจะใช้วิธีไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยน้ำโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและมีการใช้ของเหลวไอออนิกช่วยในการทำปฏิกิริยา ซึ่งจะอธิบายรายละเอียดในส่วนต่อไป

#### 3.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส

##### อุปกรณ์

1. เครื่องให้ความร้อน (Hot Plate)
2. ปีกเกอร์ (beaker)
3. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
4. ไมโครปิเปต
5. ขวดกั้นกลมขนาด 10 มิลลิลิตร
6. เครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง
7. เครื่องควบแน่น (Reflux condenser)
8. เครื่องคัดขนาดอนุภาคเปลือกทุเรียน (Sieve shakers)

##### สารเคมี

1. ไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Microcrystalline cellulose :MCC)
2. น้ำกลั่น
3. กรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA:  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )
4. ของเหลวไอออนิกชนิด [BMIM]HSO<sub>4</sub> และ [EMIM]Cl
5. เปลือกทุเรียน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### การทดลอง

1. ผสมสารตั้งต้น (เซลลูโลส หรือเปลือกทุเรียน) และตัวเร่งปฏิกิริยากรดพาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA:  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub> ตามสัดส่วนที่ต้องการศึกษา ตามตารางที่ 3.1 กับน้ำตามปริมาตรที่ต้องการศึกษา และนำสารตั้งต้นที่เตรียม เติมใส่ขวดก้นกลมขนาด 10 มิลลิลิตร
2. ใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร แล้วติดตั้งเครื่องควบแน่น
3. ตั้งค่าอุณหภูมิที่ 100 องศาเซลเซียส และเริ่มจับเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาหลังจากอุณหภูมิสูงถึงอุณหภูมิที่ต้องการทดลอง และทำปฏิกิริยาตามระยะเวลาที่ต้องการศึกษา
4. นำสารตัวอย่างออกจากขวดก้นกลมขนาด 10 มิลลิลิตร เทใส่ปิกรเกอร์ นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ปริมาณของกลูโคส

ตารางที่ 3.1 ภาวะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส

ตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อปฏิกิริยา	ปริมาณที่ศึกษา
ปริมาณน้ำ (มิลลิลิตร)	0.02 0.05 0.1 0.5 1 2 และ 4
เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	1 2 3 4 และ 5
ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม)	0.05 0.1 และ 0.2
ชนิดของเหลวไอออนิก	[BMIM]HSO <sub>4</sub> และ [EMIM]Cl
ปริมาณของเหลวไอออนิก (กรัม)	0.5 1 และ 2
ขนาดเปลือกทุเรียน (µm)	106-150 150-425 425-600 และ 600-850

หมายเหตุ ทุกการทดลองใช้สารตั้งต้นปริมาณ 0.1 กรัม และอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส

กรณีที่เป็นเปลือกทุเรียนทำการเตรียมด้วยวิธีต่อไปนี้

1. เริ่มจากนำเปลือกทุเรียนมาหั่นออกจากหนามใช้เฉพาะเปลือกส่วนที่เป็นสีขาวด้านใน
2. นำเปลือกที่ได้ไปปั่นเพื่อลดขนาด
3. หลังจากนั้นนำไปอบแห้งด้วยอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำไปคัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องเขย่าคัดแยกอนุภาคด้วยตะแกรงร่อน (Sieve shakers)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.2 การวิเคราะห์ปริมาณสารผลิตภัณฑ์

การวัดปริมาณของกลูโคสและสารผลิตภัณฑ์ที่คาดว่าจะสามารถเกิดขึ้นได้ จะวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ซึ่งวิธีการคำนวณความเข้มข้น ในสารละลายตัวอย่าง จะทำการสอบเทียบความเข้มข้นกับกราฟสอบเทียบ (calibration curve) แสดงในสมการที่ 3.1-3.4 ตามลำดับ

$$\text{ความเข้มข้นกลูโคส (ppm)} = 2.5643 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.1)$$

$$\text{ความเข้มข้นกรดฟอร์มิก (ppm)} = 3.3734 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.2)$$

$$\text{ความเข้มข้นกรดอะซิติก (ppm)} = 5.7701 \times (\text{พื้นที่ใต้กราฟที่อ่านค่าได้จากเครื่อง HPLC}) \quad (3.3)$$

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

#### อุปกรณ์

1. หลอดฉีดสาร (syringe)
2. ตัวกรองหลอดฉีดสาร (syringe filter)
3. เข็มฉีดขนาดเล็ก (micro syringe)
4. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

#### สารเคมี

1. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
2. สารตัวอย่าง

#### การวัดความเข้มข้น

ความเข้มข้นกลูโคสในหน่วยส่วนในล้านส่วน (part per million, ppm) และผลิตภัณฑ์ข้างเคียงอื่นๆ วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง โดยวัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase) คือน้ำปราศจากไอออน อัตราการไหล 0.7 มิลลิลิตรต่อนาที คอลัมน์ที่ใช้คือ Phenomenex (Rezex RHM-Monosaccharide H+(8)%) ขนาด 300 x 7.8 มิลลิเมตร อุณหภูมิคอลัมน์ 80 องศาเซลเซียส และใช้การตรวจวัดด้วยการตรวจจับแบบสัญญาณความแตกต่างของดรรชนีหักเห (refractive index, RI)

1. เปิดเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง จากนั้นเปิดคอมพิวเตอร์ และเข้าโปรแกรม

CSW32 ซึ่งเป็นโปรแกรมควบคุมของเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ดูดสารละลายตัวอย่างด้วยหลอดฉีดยาสารพร้อมตัวกรอง ปริมาตร 1 มิลลิลิตรลงใน ขวดแก้วบรรจุสารละลายตัวอย่าง
3. ทำความสะอาดเข็มฉีดยาขนาดเล็ก (micro syringe) ด้วยสารตัวอย่าง จากนั้นใช้เข็มฉีดยาดูดสารละลายตัวอย่างปริมาณ 20 ไมโครลิตร
4. ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าที่แผ่นฉีด สับแผ่นฉีดลงเป็นเวลาประมาณ 2 วินาที สับแผ่นฉีดขึ้น จากนั้นนำเข็มฉีดยาออกจากแผ่นฉีด
5. หน้าจอคอมพิวเตอร์จะแสดงพีคพร้อมทั้งพื้นที่พีคของสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ โดยความเข้มข้นของกลูโคสจะคิดได้จากพื้นที่พีคที่เวลาประมาณ 8.43 นาที ด้วยสมการที่ (3.1)
6. คำนวณร้อยละผลผลิตโดยมวลของกลูโคสและผลิตภัณฑ์อื่นๆที่วิเคราะห์ได้ ด้วยสมการที่ (3.5)

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

โดย

$C_{\text{product}}$  คือ ความเข้มข้นของสารผลิตภัณฑ์ (ppm หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร)

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

$V$  คือ ปริมาตรของสารละลาย (ลิตร)

### 3.3 การสกัดลิกนินจากเปลือกทุเรียน

วิธีการสกัดลิกนินออกจากเปลือกทุเรียนนั้นนำมาจากงานวิจัยของ Lu และคณะ [36] ในงานวิจัยได้กล่าวถึงการสกัดเซลลูโลสจากฟางข้าวโดยการแยกลิกนินออก ซึ่งมีขั้นตอนการทำดังนี้

1. นำเปลือกทุเรียนมาทำให้เหลือความยาว 4-5 เซนติเมตร
2. ล้างเปลือกทุเรียนที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ล้างด้วยน้ำอุ่น 3-4 ครั้งเพื่อล้างคราบสกปรกออก
3. หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปบดให้เป็นผง
4. ทำการเตรียมโซเดียมคลอไรด์ให้มีความเป็นกรดร้อยละ 1.4 โดยการนำโซเดียมคลอไรด์ปริมาณ 14 มิลลิลิตร ใส่ในน้ำกลั่น 250 มิลลิลิตร
5. นำสารละลายจากขั้นตอนที่ 4 ปริมาณ 115 มิลลิลิตร ปรับค่า pH ด้วยกรดอะซิติกให้เหลือ pH ประมาณ 4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. นำเปลือกทุเรียนที่ได้จากขั้นตอนที่ 3 ใส่ลงในสารละลายจากขั้นตอนที่ 5 และให้ความร้อน 70 องศาเซลเซียส พร้อมปั่นกวน เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากผ่านไป 5 ชั่วโมง ทำการแยกสารละลายลิกนินกับเปลือกทุเรียนออกจากกัน
7. นำเปลือกทุเรียนจากขั้นตอนที่ 6 ล้างน้ำจนกระทั่งเป็นกลาง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

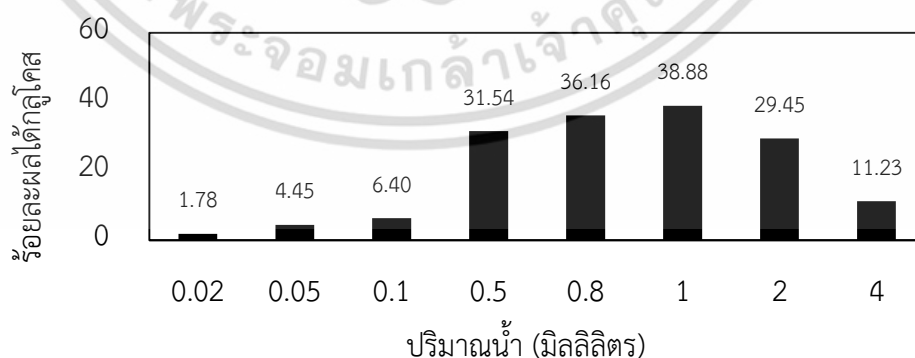
## ผลการดำเนินงานและการวิเคราะห์ผล

### 4.1 การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส

การสังเคราะห์กลูโคสจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสนั้นจะมีตัวแปรซึ่งมีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนแปลงของร้อยละผลได้กลูโคสในที่นี้จะศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำ อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยา อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA และอิทธิพลของปริมาณเหลวไอออนิก

#### 4.1.1 อิทธิพลของปริมาณน้ำในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

จากการศึกษาพบว่าที่ปริมาณน้ำในช่วง 0.02-0.1 มิลลิลิตร ร้อยละผลได้ของกลูโคสมีปริมาณที่น้อยมาก สาเหตุอาจเนื่องมาจากปริมาณน้ำยังไม่เพียงพอในการทำปฏิกิริยาให้ผลิตภัณฑ์อยู่ในรูปกลูโคสที่มีความเสถียรตามกลไกการเกิดปฏิกิริยา [11] แต่เมื่อปริมาณน้ำอยู่ในช่วง 0.5-1 มิลลิลิตร พบว่าร้อยละผลได้ของกลูโคสมีปริมาณเพิ่มขึ้นมากที่สุดถึง 38.88 ที่ปริมาณน้ำ 1 มิลลิลิตร ณ ภาวะนี้ความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA มีค่า 0.58 โมลาร์ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณน้ำในช่วง 2-4 มิลลิลิตรพบว่าร้อยละผลได้ของกลูโคสลดลงจนเหลือ 11.23 ที่ปริมาณน้ำ 4 มิลลิลิตร การทดลองใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาคงที่ดังนั้นความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA จึงลดลงตามไปด้วยเหลือ 0.14 โมลาร์ สาเหตุเพราะปริมาณน้ำมากเกินไปจนทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA ถูกเจือจางลง ส่งผลให้การเข้าทำปฏิกิริยาของโปรตอนของกรดเพื่อสลายพันธะ  $\beta$ -1,4 ไกโคซิดิก นั้นเป็นไปได้ยากขึ้น ดังนั้นปริมาณน้ำที่เหมาะสมที่สุดคือ 1 มิลลิลิตร แสดงดังรูปที่ 4.1



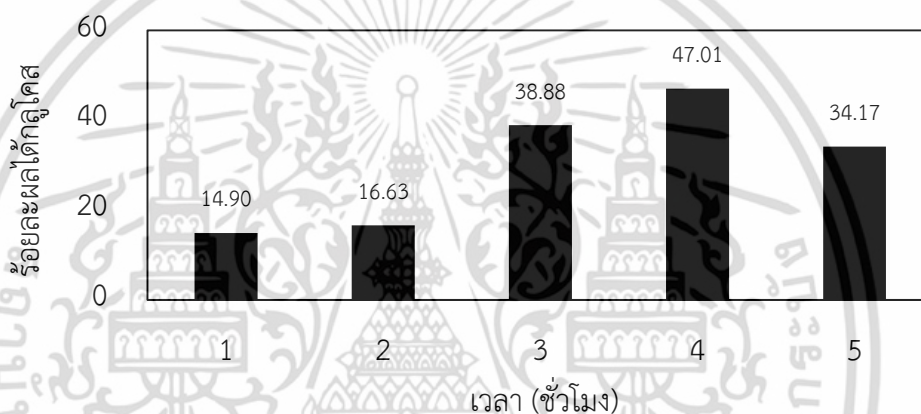
**รูปที่ 4.1** อิทธิพลของปริมาณน้ำต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ที่ภาวะเซลลูโลส 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA 0.1 กรัม ปริมาณของเหลวไอออนิก 1 กรัม และระยะเวลาการทำ

ปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.2 อิทธิพลของเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

จากรูปที่ 4.2 พบว่าที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาที่ช่วง 1-2 ชั่วโมง มีร้อยละผลได้กลูโคสน้อย เพราะอัตราการเกิดปฏิกิริยายังไม่สูงในช่วงเวลานี้ แต่เมื่อเวลา 3-4 ชั่วโมงพบว่าร้อยละผลได้กลูโคสเพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก แต่เมื่อทำปฏิกิริยานานถึง 5 ชั่วโมงพบว่าร้อยละผลได้น้อยลงเหลือเพียง 34.17 สาเหตุเนื่องมาจากกลูโคสที่เกิดขึ้นนั้นสามารถกลายเป็นสารผลิตภัณฑ์ตัวอื่นเช่น 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอรัลพิวรีล (5-HMF) กรดเลวูลินิกและกรดฟอร์มิกแต่จากการวิเคราะห์สำหรับงานวิจัยนี้ไม่พบสารดังกล่าว ดังนั้นเวลาที่เหมาะสมที่สุดคือ 3 ชั่วโมง เพราะที่เวลา 4 ชั่วโมง คาดว่าปฏิกิริยานั้นสามารถกลายเป็นกลูโคสได้มากที่สุด และถ้าศึกษาใกล้จุดนี้ทำให้อาจจะไม่เห็นอิทธิพลของตัวแปรอื่น



**รูปที่ 4.2** อิทธิพลของระยะเวลาการทำปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ที่ภาวะเซลล์ลูโลส 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA 0.1 กรัม ปริมาณของเหลวไอออนิก 1 กรัม และปริมาณน้ำ 1 มิลลิลิตร

#### 4.1.3 อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA

ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นส่งผลต่อการเพิ่มของปริมาณร้อยละผลได้กลูโคสแสดงดังตารางที่ 4.1 เพราะว่าตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA ที่เพิ่มขึ้นส่งผลถึงอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่มากขึ้นเพราะโปรตอนที่ได้จากการแตกตัวของกรด p-TSA ซึ่งเป็นกรดเบรินสเตรมมีมากขึ้นด้วย โดยที่ร้อยละผลได้กลูโคสเพิ่มมากที่สุดถึง 47.59 ที่ปริมาณ p-TSA 0.2 กรัม (ความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา 1.16 โมลาร์) แต่เมื่อคำนึงถึงความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์แล้วการใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาถึง 2 เท่าของสารตั้งต้น 0.2 กรัม นั้นมากเกินไปเพราะใช้สารตั้งต้นเพียง 0.1 กรัม จะส่งผลให้สารตั้งต้นมีลักษณะที่ไหม้เกิดขึ้น และเมื่อเทียบราคาระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยากับกลูโคสนั้นราคาตัวเร่งปฏิกิริยามีราคาที่สูงกว่าถึง 7 เท่า จึง

เลือกใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.1 กรัม หรือคิดเป็นความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา 0.58 โมลาร์ เพื่อศึกษาเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถึงปัจจัยตัวแปรอื่นในระบบโดยคาดว่า การใช้ของเหลวไอออนิกชนิดกรดเบรินสเตรดจะช่วยเร่งปฏิกิริยาอีกทางหนึ่ง

**ตารางที่ 4.1** อิทธิพลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA ที่ภาวะเซลล์โลส 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณของเหลวไอออนิก 1 กรัม ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และปริมาณน้ำ 1 มิลลิลิตร

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA (กรัม)	ความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA (โมลาร์)	ร้อยละผลได้กลูโคส
0.05	0.29	24.24
0.1	0.58	38.88
0.2	1.16	47.59

#### 4.1.4 เปรียบเทียบอิทธิพลชนิดของเหลวไอออนิกระหว่าง [EMIM]Cl กับ [BMIM]HSO<sub>4</sub>

จากผลการศึกษาที่กล่าวมาข้างต้นเป็นการทดลองที่ปริมาณของเหลวไอออนิกคงที่ 1 กรัม แต่เนื่องจากชนิดของเหลวไอออนิกที่เลือกใช้นอกจากช่วยในการละลายเซลล์โลสแล้วยังมีฤทธิ์เป็นกรดเบรินสเตรดจึงคาดว่าน่าจะสามารถทำการเร่งปฏิกิริยาด้วย ดังนั้นปริมาณของเหลวไอออนิกจึงเป็นอีกปัจจัยที่ควรศึกษา จึงทำการศึกษาที่ค่าน้อยกว่าและมากกว่า 1 จากตารางที่ 4.2 พบว่า การใช้ของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub> ทำให้ร้อยละผลได้กลูโคสลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของเหลวไอออนิก สาเหตุอาจเนื่องมาจากเมื่อเพิ่มของเหลวไอออนิกเป็นการเพิ่มปริมาณสารในระบบทำให้ตัวเร่งหลัก p-TSA เจือจางลงและอัตราส่วนของน้ำลดลงส่งผลให้ของเหลวไอออนิกนั้นมีความหนืดเพิ่มมากขึ้น ทำให้โปรตอนของตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าทำการสลายพันธะ  $\beta$ -1,4 ไกลโคซิดิกได้ช้าลง จึงส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดช้าลง [37]

**ตารางที่ 4.2** อิทธิพลของปริมาณของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub> ที่ภาวะเซลล์โลส 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา P-TSA 0.1 กรัม ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และปริมาณน้ำ 1 มิลลิลิตร

ปริมาณของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO <sub>4</sub> (กรัม)	ร้อยละผลได้กลูโคส
0	57.26
0.5	64.76
1	38.88
2	19.46

#### 4.1.5 อิทธิพลของปริมาณของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub>

ในการทดลองครั้งนี้มีการเปรียบเทียบของเหลวไอออนิก 2 ชนิด ซึ่งเป็นของเหลวไอออนิกชนิด [EMIM]Cl และ [BMIM]HSO<sub>4</sub> มีหน้าที่ช่วยการสลายโครงสร้างเซลลูโลสเช่นเดียวกัน เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาให้สูงขึ้นเพราะโดยปกติแล้วปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสทำโดยใช้ตัวเร่งแบบกรดเบรินสเตด สิ่งที่แตกต่างกันคือความหนืดซึ่งส่งผลถึงการถ่ายโอนมวลสารและหุ้มฟังก์ชันการแตกตัว ซึ่ง [EMIM]Cl มีความหนืดที่มากกว่าส่งผลทำให้ น้ำและตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าทำปฏิกิริยาากกว่าการใช้ [BMIM]HSO<sub>4</sub> [24] และค่า pKa ของ Cl<sup>-</sup> น้อยกว่า HSO<sub>4</sub><sup>-</sup> ซึ่งได้มีการทดลองเพื่อพิสูจน์สมมติฐานตามตารางที่ 4.3 โดยการไม่ใส่ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA ร้อยละผลได้ของกลูโคสที่ได้จากการใช้ [EMIM]Cl น้อยกว่าการใช้ [BMIM]HSO<sub>4</sub> และเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA เข้าร่วมในการทำปฏิกิริยายังคงให้แนวโน้มเดียวกันตามตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.3 เปรียบเทียบอิทธิพลของเหลวไอออนิกระหว่าง [EMIM]Cl กับ [BMIM]HSO<sub>4</sub> ที่ภาวะเซลลูโลส 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณของเหลวไอออนิก 1 กรัม ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และปริมาณน้ำ 1 มิลลิลิตร โดยไม่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA

ชนิดของเหลวไอออนิก (กรัม)	ร้อยละผลได้กลูโคส
[EMIM]Cl	0.61
[BMIM]HSO <sub>4</sub>	4.18

ตารางที่ 4.4 เปรียบเทียบอิทธิพลของเหลวไอออนิกระหว่าง [EMIM]Cl กับ [BMIM]HSO<sub>4</sub> ที่ภาวะเซลลูโลส 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา P-TSA 0.1 กรัม ปริมาณของเหลวไอออนิก 1 กรัม ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง และปริมาณน้ำ 1 มิลลิลิตร

ชนิดของเหลวไอออนิก (กรัม)	ร้อยละผลได้กลูโคส
[EMIM]Cl	58.43
[BMIM]HSO <sub>4</sub>	64.76

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

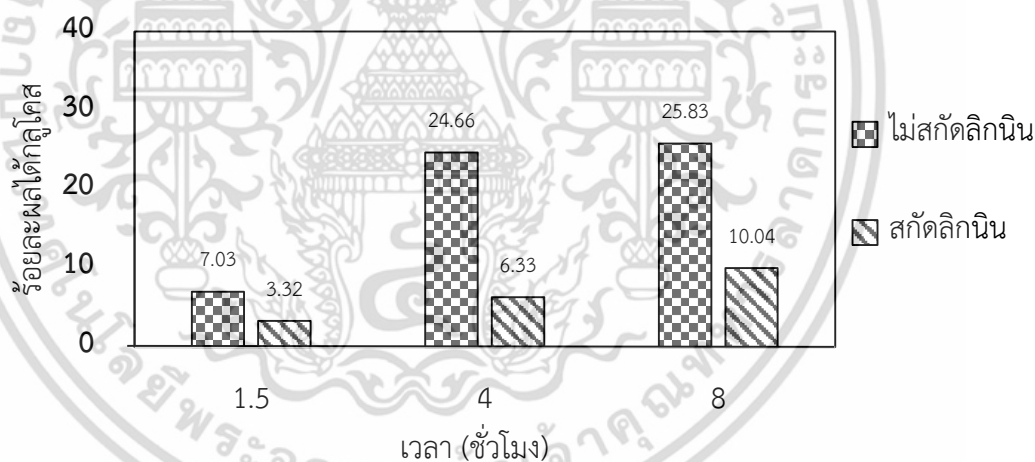
## 4.2 การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเปลือกทุเรียน

การใช้ของเหลือทางการเกษตรเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา จะได้สารผลิตภัณฑ์ในปริมาณน้อยลง เนื่องจากเซลลูโลสในของเหลือทางการเกษตรไม่ได้อยู่ในรูปบริสุทธิ์แต่เป็นโครงสร้างที่ซับซ้อนและประกอบด้วย เฮมิเซลลูโลสและลิกนินซึ่งเป็นองค์ประกอบร่วมในของเหลือทางการเกษตรที่อาจส่งผลต่อการทำปฏิกิริยา ซึ่งองค์ประกอบของเปลือกทุเรียนประกอบด้วยเซลลูโลสร้อยละ 40.3 เฮมิเซลลูโลสร้อยละ 12.9 เคลซอนลิกนินร้อยละ 26.3 เถ้าร้อยละ 9.2 [38]

### 4.2.1 เปรียบเทียบประสิทธิภาพของชนิดเปลือกทุเรียนที่ผ่านการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนินใน

#### การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

การสกัดลิกนินนั้นเป็นการนำส่วนประกอบที่ไม่เกี่ยวข้องกับการทำปฏิกิริยาคือลิกนินนั้นออก เพื่อให้สารตั้งต้นเหลือเป็นเซลลูโลสบริสุทธิ์ โดยคาดว่าลิกนินเป็นสารที่อาจยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาทำให้ปฏิกิริยาช้าลง ดังนั้นถ้าเหลือแต่เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้นอาจทำให้ปฏิกิริยาเกิดง่ายขึ้น แต่จากผลการทดลองพบว่าหลังจากสกัดลิกนินออกแล้วทำให้ร้อยละผลได้กลูโคสลดลงอย่างมาก



รูปที่ 4.3 การใช้เปลือกทุเรียนโดยผ่านการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนินเป็นสารตั้งต้น ที่ภาวะเปลือกทุเรียน 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา P-TSA 0.2 กรัม และปริมาณน้ำ 2 มิลลิลิตร

#### 4.2.2 อิทธิพลของขนาดอนุภาคของเปลือกทุเรียนต่อการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

ขนาดของอนุภาคนั้นมีผลต่อพื้นที่ผิวสัมผัสของสารต่อการเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากเมื่ออนุภาคขนาดเล็กส่งผลต่อพื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้น แต่จากผลการทดลองพบว่าขนาดของอนุภาคนั้นส่งผลต่อร้อยละผลได้เพียงเล็กน้อย ซึ่งอนุภาคในช่วง 600-850 และ 106-150 ไมโครเมตร มีร้อยละผลได้กลูโคสต่างกันเพียง 1.87 ตามตารางที่ 4.5

**ตารางที่ 4.5** ร้อยละผลได้กลูโคสที่เปลี่ยนแปลงตามขนาดอนุภาคโดยใช้เปลือกทุเรียน 0.1 กรัม อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นตัวเร่งปฏิกิริยา p-TSA 0.58 โมลาร์ และระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาคของเปลือกทุเรียน ( $\mu\text{m}$ )	ร้อยละผลได้กลูโคส
106-150	11.97
150-425	11.61
425-600	10.16
600-850	10.10

## สรุปผลการดำเนินงาน

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตกลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาพาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA:  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) และใช้ของเหลวไอออนิก ผลการดำเนินงานสามารถสรุปได้เป็นสองส่วน ส่วนแรกคือใช้สารตั้งต้นเป็นเซลลูโลส และส่วนที่สองการใช้สารตั้งต้นเป็นเปลือกทุเรียน

### 5.1 การใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้นในการผลิตกลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

ศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำ (0.02-4 มิลลิลิตร) ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (1-5 ชั่วโมง) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (0.05-0.2 กรัม) ชนิดของเหลวไอออนิก ([BMIM]HSO<sub>4</sub> และ [EMIM]Cl) และปริมาณของเหลวไอออนิก (0-2 กรัม) ที่มีผลต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส พบว่า การเพิ่มปริมาณของปริมาณน้ำ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ส่งผลช่วยให้ร้อยละผลได้มีค่าสูงขึ้น แต่ถ้าเพิ่มปริมาณมากเกินไปจะทำให้ร้อยละผลได้นั้นน้อยลงหรือไม่คุ้มค่าโดยแสดงภาวะที่เหมาะสมดังตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 ภาวะที่เหมาะสมของปริมาณน้ำ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา ในการผลิตกลูโคสที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส

ตัวแปร	ภาวะที่เหมาะสม
ปริมาณน้ำ (มิลลิลิตร)	1
ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	3
ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม)	0.1

ส่วนของปริมาณของเหลวไอออนิกนั้นพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของเหลวไอออนิกในระบบ ยิ่งทำให้ร้อยละผลได้นั้นลดลง ซึ่งการใช้ของเหลวไอออนิกชนิด [BMIM]HSO<sub>4</sub> นั้นดีกว่า [EMIM]Cl โดยร้อยละผลได้นั้นคือ 64.67 และ 58.43 ตามลำดับ แต่ถ้าเทียบกับการไม่ใช้ของเหลวไอออนิกแล้วนั้น การใช้ [BMIM]HSO<sub>4</sub> เข้าร่วมทำปฏิกิริยาที่ปริมาณ 0.5 ให้ร้อยละผลได้ของกลูโคส 64.76 เพิ่มขึ้นจากการไม่ใช้ของเหลวไอออนิกซึ่งให้ร้อยละผลได้กลูโคส 57.26 เพียงเล็กน้อยเท่านั้น ดังนั้นถ้าพิจารณาความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์การใช้ของเหลวไอออนิกอาจไม่จำเป็นในภาวะที่ศึกษาเบื้องต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 5.2 การใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้นในการผลิตกลูโคสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

การใช้เปลือกทุเรียนเป็นสารตั้งต้นนั้นได้ทำการศึกษาปัจจัยการทำปฏิกิริยาด้วยกัน 2 ปัจจัย คือ เปรียบเทียบอิทธิพลของการเตรียมสารตั้งต้นต่อการทำปฏิกิริยาระหว่างการสกัดลิกนินและไม่สกัดลิกนิน และขนาดอนุภาคของเปลือกทุเรียนซึ่งพบว่า การสกัดลิกนินนั้นให้ร้อยละผลได้น้อยกว่าการไม่สกัดลิกนิน เมื่อเปรียบเทียบที่เวลาการทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง การสกัดลิกนินให้ร้อยละผลได้เพียง 6.33 ส่วน การไม่สกัดลิกนินให้ร้อยละผลได้ 24.66 และเมื่อเทียบเป็นสารตั้งต้นเป็นเซลลูโลสร้อยละ 40 ในเปลือกทุเรียนจะคำนวณร้อยละผลได้กลูโคสคือ ร้อยละ 40 ให้ร้อยละ 61.65 สำหรับกรณีการสกัดและไม่สกัดลิกนินตามลำดับ

ส่วนของขนาดอนุภาคของเปลือกทุเรียนได้ทำการศึกษาขนาดของเปลือกทุเรียน 4 ช่วงคือ 106-150 150-425 425-600 และ 600-850 ไมโครเมตร จากผลการทดลองพบว่าขนาดทั้ง 4 ช่วงนั้นให้ร้อยละผลได้ที่ใกล้เคียงกัน



## เอกสารอ้างอิง

- [1] อัญชลี เบญจโลหพันธ์, “การพัฒนาแผ่นยับยั้งจากเปลือกทุเรียน,” มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, vol. 2546.
- [2] A. P. Dadi, S. Varanasi, and C. A. Schall, “Enhancement of cellulose saccharification kinetics using an ionic liquid pretreatment step,” *Biotechnol. Bioeng.*, vol. 95, no. 5, pp. 904–910, Dec. 2006.
- [3] Z. Zhang *et al.*, “Kinetic study of acid-catalyzed cellulose hydrolysis in 1-butyl-3-methylimidazolium chloride,” *Bioresour. Technol.*, vol. 112, pp. 151–155, May 2012.
- [4] S. Morales-deLaRosa, J. M. Campos-Martin, and J. L. G. Fierro, “Optimization of the process of chemical hydrolysis of cellulose to glucose,” *Cellulose*, vol. 21, no. 4, pp. 2397–2407, Aug. 2014.
- [5] X. Zhang, Z. Zhang, F. Wang, Y. Wang, Q. Song, and J. Xu, “Lignosulfonate-based heterogeneous sulfonic acid catalyst for hydrolyzing glycosidic bonds of polysaccharides,” *J. Mol. Catal. Chem.*, vol. 377, pp. 102–107, Oct. 2013.
- [6] L. Feng and Z. Chen, “Research progress on dissolution and functional modification of cellulose in ionic liquids,” *J. Mol. Liq.*, vol. 142, no. 1, pp. 1–5, Aug. 2008.
- [7] Booncherm, P., Siriphanich, J., “Postharvest Physiology of Durian Pulp and Husk,” *Kasetsart J.*, vol. 1991, no. 25, pp. 119–125.
- [8] คณะกรรมการการเกษตรและสหกรณ์ วุฒิสภา, “แนวทางในการพัฒนาผลไม้ไทยอย่างยั่งยืน กรณีศึกษา ทุเรียน เงาะ มังคุด ลองกอง.” 2552.
- [9] กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์, “เอกสารวิชาการทุเรียน.” .
- [10] เพ็ญพิชญา เตียว, “แผ่นฟิล์ม..เปลือกทุเรียน ลดปัญหาขยะ รักษาสิ่งแวดล้อม,” *www.thairath.co.th*. [Online]. Available: <https://www.thairath.co.th/content/12182>. [Accessed: 28-May-2017].

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11] A. Xu, J. Wang, and H. Wang, "Effects of anionic structure and lithium salts addition on the dissolution of cellulose in 1-butyl-3-methylimidazolium-based ionic liquid solvent systems," *Green Chem.*, vol. 12, no. 2, pp. 268–275, Feb. 2010.
- [12] 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.
- [13] "Monosaccharides: Definition, Structure & Examples - Video & Lesson Transcript," *Study.com*. [Online]. Available: <http://study.com/academy/lesson/monosaccharides-definition-structure-examples.html>. [Accessed: 02-Oct-2017].
- [14] 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.
- [15] ศศิวิมล ชุมแวงวาปี และสินีนากู ตีรี, "การสังเคราะห์ของเหลวไอออนิก AmimCl และ HmimCl สำหรับผลิตโครงสร้างโฟม เซลลูโลส-โคโคโตซาน," *การประชุมมหาดใหญ่วิชาการ ครั้งที่ 4*, vol. 2556, 10 พฤษภาคม.
- [16] K. Ghandi, "A Review of Ionic Liquids, Their Limits and Applications," *Green Sustain. Chem.*, vol. 04, Jan. 2013.
- [17] R. P. Swatloski, S. K. Spear, J. D. Holbrey, and R. D. Rogers, "Dissolution of Cellulose with Ionic Liquids," *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 124, no. 18, pp. 4974–4975, May 2002.
- [18] 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.
- [19] M. Katz and E. T. Reese, "Production of glucose by enzymatic hydrolysis of cellulose," *Appl. Microbiol.*, vol. 16, no. 2, pp. 419–420, Feb. 1968.
- [20] X. Lei, F.-F. Wang, C.-L. Liu, R.-Z. Yang, and W.-S. Dong, "One-pot catalytic conversion of carbohydrate biomass to lactic acid using an ErCl<sub>3</sub> catalyst," *Appl. Catal. Gen.*, vol. 482, no. Supplement C, pp. 78–83, Jul. 2014.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [21] A. Onda, T. Ochi, and K. Yanagisawa, "Selective hydrolysis of cellulose into glucose over solid acid catalysts," *Green Chem.*, vol. 10, no. 10, pp. 1033–1037, Oct. 2008.
- [22] M. Hara, "Biomass conversion by a solid acid catalyst," *Energy Environ. Sci.*, vol. 3, no. 5, pp. 601–607, May 2010.
- [23] "Hydrolysis of Cellulose by Amorphous Carbon Bearing SO<sub>3</sub>H, COOH, and OH Groups." [Online]. Available: <http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ja803983h>. [Accessed: 05-Sep-2017].
- [24] Z. Liu, L. Li, C. Liu, and A. Xu, "Saccharification of cellulose in the ionic liquids and glucose recovery," *Renew. Energy*, vol. 106, pp. 99–102, Jun. 2017.
- [25] M. Liu, S. Jia, Y. Gong, C. Song, and X. Guo, "Effective Hydrolysis of Cellulose into Glucose over Sulfonated Sugar-Derived Carbon in an Ionic Liquid," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 52, no. 24, pp. 8167–8173, Jun. 2013.
- [26] Y. Liu, W. Xiao, S. Xia, and P. Ma, "SO<sub>3</sub>H-functionalized acidic ionic liquids as catalysts for the hydrolysis of cellulose," *Carbohydr. Polym.*, vol. 92, no. 1, pp. 218–222, Jan. 2013.
- [27] T. Erdmenger, C. Haensch, R. Hoogenboom, and U. S. Schubert, "Homogeneous tritylation of cellulose in 1-butyl-3-methylimidazolium chloride," *Macromol. Biosci.*, vol. 7, no. 4, pp. 440–445, Apr. 2007.
- [28] K. Ishida *et al.*, "Hydrolysis of cellulose to produce glucose with solid acid catalysts in 1-butyl-3-methyl-imidazolium chloride ([bmIm][Cl]) with sequential water addition," *Biomass Convers. Biorefinery*, vol. 4, no. 4, pp. 323–331, Dec. 2014.
- [29] T. Jiao Xu, J. Yang Chen, and Y. Mei Ji, "Hydrolysis of Cellulose to Produce Glucose in Ionic Liquid-Water Mixtures," *Adv. Mater. Res.*, vol. 634–638, pp. 873–876, Jan. 2013.
- [30] F. Jiang, Q. Zhu, D. Ma, X. Liu, and X. Han, "Direct conversion and NMR observation of cellulose to glucose and 5-hydroxymethylfurfural (HMF) catalyzed by the acidic ionic liquids," *J. Mol. Catal. Chem.*, vol. 334, no. 1, pp. 8–12, Jan. 2011.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [31] S. J. Dee and A. T. Bell, "A study of the acid-catalyzed hydrolysis of cellulose dissolved in ionic liquids and the factors influencing the dehydration of glucose and the formation of humins," *ChemSusChem*, vol. 4, no. 8, pp. 1166–1173, Aug. 2011.
- [32] F. Zhang and Z. Fang, "Hydrolysis of cellulose to glucose at the low temperature of 423K with  $\text{CaFe}_2\text{O}_4$ -based solid catalyst," *Bioresour. Technol.*, 2012.
- [33] 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.
- [34] L. Yan, A. A. Greenwood, A. Hossain, and B. Yang, "A comprehensive mechanistic kinetic model for dilute acid hydrolysis of switchgrass cellulose to glucose, 5-HMF and levulinic acid," *RSC Adv.*, vol. 4, no. 45, pp. 23492–23504, Jun. 2014.
- [35] A. M. Orozco, A. H. Al-Muhtaseb, A. B. Albadarin, D. Rooney, G. M. Walker, and M. N. M. Ahmad, "Dilute phosphoric acid-catalysed hydrolysis of municipal bio-waste wood shavings using autoclave parr reactor system," *Bioresour. Technol.*, vol. 102, no. 19, pp. 9076–9082, Oct. 2011.
- [36] P. Lu and Y.-L. Hsieh, "Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from rice straw," *Carbohydr. Polym.*, vol. 87, no. 1, pp. 564–573, Jan. 2012.
- [37] Y.-B. Huang and Y. Fu, "Hydrolysis of cellulose to glucose by solid acid catalysts," *Green Chem.*, vol. 15, no. 5, pp. 1095–1111, Apr. 2013.
- [38] นางสาวจรีรัตน์ ชูศิริรัตน์, "การผลิตกรดคาร์บอกซิลิกด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มัลของเปลือกทุเรียนเปลือกส้มโอ และเปลือกกล้วย โดยใช้เอร์เบียมไตรฟลูออโรมีเทนซัลโฟเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา," *สจล.*, 2559.



# ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก.

### การคำนวณสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์

วิทยานิพนธ์นี้ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยากรด-พาราโทลูอินซัลโฟนิก (p-TSA:  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ของเหลวไอออนิก [BMIM]HSO<sub>4</sub> ในขวดกันกลมปริมาตร 10 มิลลิลิตร ในแต่ละการทดลองจะกำหนดปริมาณของเซลลูโลส 0.1 กรัม และอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ให้เท่ากัน

#### ก.1 การคำนวณร้อยละผลผลิตของสารผลิตภัณฑ์

การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพื่อให้ได้กลูโคสนั้นจะใช้เซลลูโลสเป็นสารตั้งต้น ดังนั้นร้อยละผลผลิตของกลูโคสที่เกิดขึ้นนั้นจะหาได้จากสมการ ก.1 และ ก.2

$$\text{ร้อยละผลได้ของกลูโคส} = \frac{\text{มวลของกลูโคสที่ได้ (มิลลิกรัม)}}{\text{มวลของเซลลูโลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้น (กรัม)}} \times 100 \quad (\text{ก.1})$$

โดยที่

มวลของกลูโคสที่ได้ = ความเข้มข้นของกลูโคสในผลิตภัณฑ์ (มิลลิกรัมต่อลิตร)  $\times$  ปริมาตรผลิตภัณฑ์ (ลิตร)

จะได้ว่า

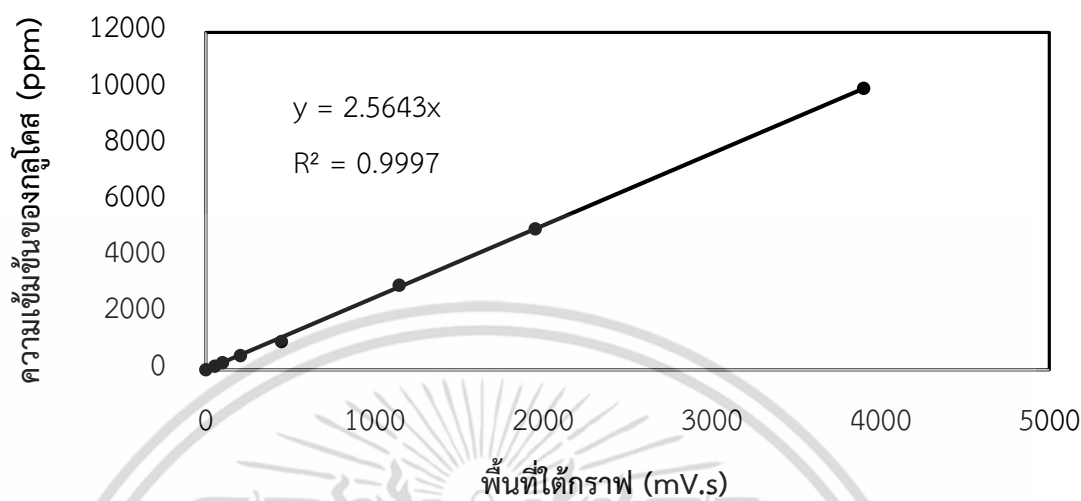
$$\text{ร้อยละผลได้ของกลูโคส} = \frac{\text{ความเข้มข้นกลูโคสในผลิตภัณฑ์ (มิลลิกรัมต่อลิตร)} \times \text{ปริมาตรผลิตภัณฑ์ (ลิตร)}}{\text{มวลของเซลลูโลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้น (มิลลิกรัม)}} \times 100 \quad (\text{ก.2})$$

กลูโคสซึ่งได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) จะมีหน่วยเป็น ส่วนในล้านส่วน (ppm) หรือ มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L) โดยกราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสแสดงดังรูปที่ ก.1 และวิเคราะห์ปริมาณสารที่จะอาจเกิดขึ้นได้เช่น กรดฟอร์มิก กรดอะซิติก และ 5-HMF แสดงดังรูปที่ ก.2-ก.4 ตามลำดับ

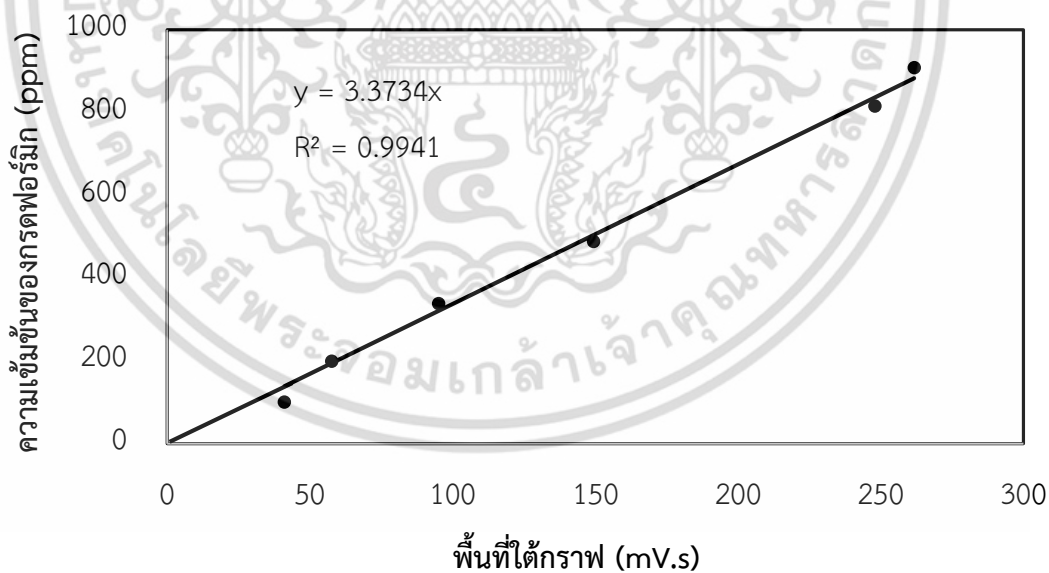
ในส่วนของการเลือกทุเรียนนั้นจะใช้มวลของเซลลูโลสเป็นร้อยละ 40 ของมวลทั้งหมดเนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี Klason lignin จากงานวิจัยของคุณจริรัตน์ [38] พบว่าในเปลือกทุเรียนมีเซลลูโลสอยู่ร้อยละ 40 แสดงดังสมการที่ ก.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\text{ร้อยละผลได้ของกลูโคส} = \frac{\text{ความเข้มข้นกลูโคสในผลิตภัณฑ์ (มิลลิกรัมต่อลิตร)} \times \text{ปริมาตรผลิตภัณฑ์ (ลิตร)}}{\text{มวลของสารตั้งต้น (มิลลิกรัม)} \times 0.4} \times 100 \quad (\text{ก.3})$$

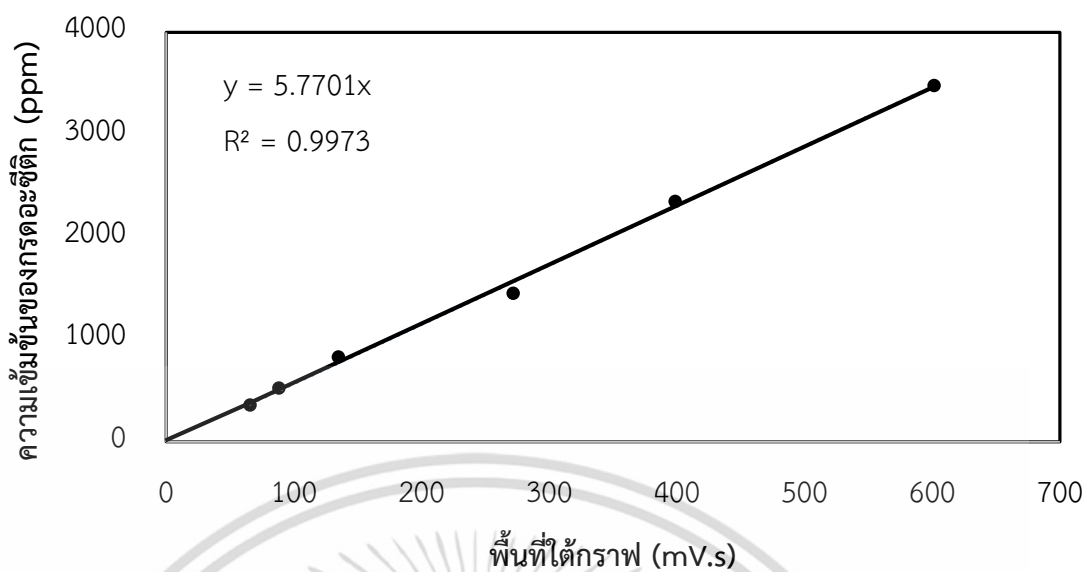


รูปที่ ก.1 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกลูโคสด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

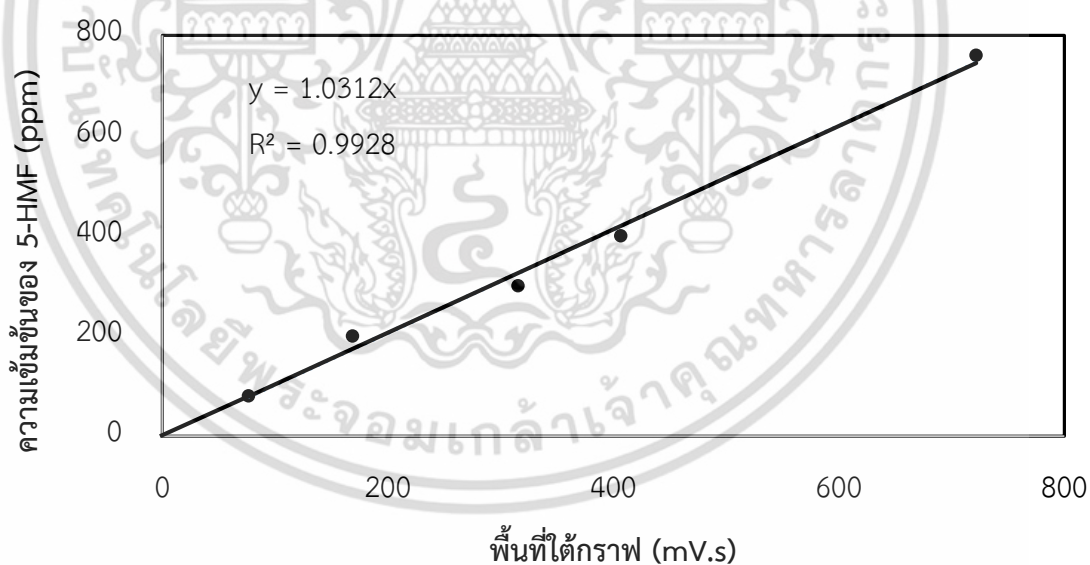


รูปที่ ก.2 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรพอร์มิกด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.3 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณกรดอะซิติคด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง



รูปที่ ก.4 กราฟสอบเทียบสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ 5-HMF ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ข.

# การใช้เครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ในวิทยานิพนธ์นี้จะใช้คอลัมน์แบบ ion exclusion ซึ่งมีขั้นตอนการใช้ดังต่อไปนี้

### 1. การเตรียมวัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase)

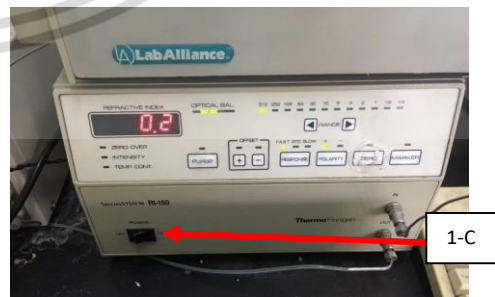
- 1) นำสารละลายที่จะใช้เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่คือน้ำปราศจากไอออน (DI water) เทใส่ขวดใส่ที่สะอาดขนาด 1 ลิตร
- 2) ไล่ฟองอากาศในสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ด้วยเครื่อง ultrasonic bath ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

### 2. การเตรียมสารตัวอย่างที่จะฉีดเข้าเครื่อง HPLC

- 1) ดูดสารตัวอย่างในบีกเกอร์ด้วยหลอดฉีดยาปริมาณ 5 มิลลิลิตร
- 2) นำหลอดฉีดยาต่อกับตัวกรอง (syringe filter) ขนาด 0.22 ไมครอน แล้วฉีดสารตัวอย่างผ่านตัวกรองใส่ภาชนะที่สะอาด

### 3. การเปิดระบบเครื่อง HPLC

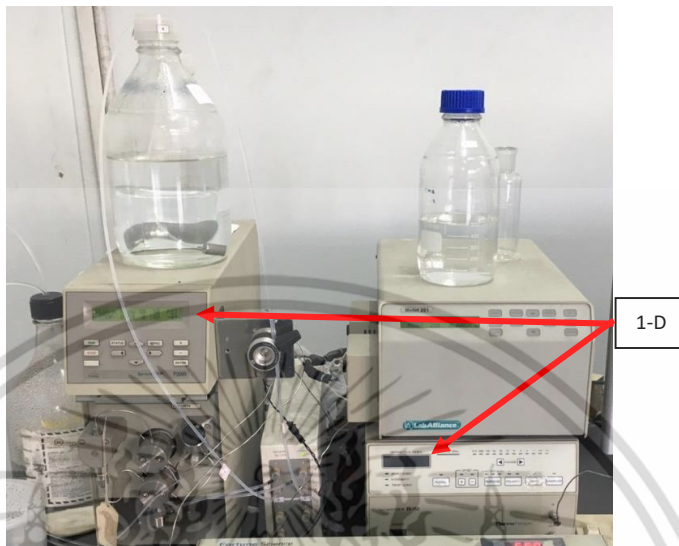
- 1) เปิด Pump Spectra system P 200 กดสวิตช์ ON (1-A)
- 2) เปิด DEGASYS กดสวิตช์ ON (1-B)
- 3) เปิด Detector กดสวิตช์ ON (1-C) ซึ่งจะอยู่ด้านหน้าของเครื่อง RI Detector



### รูปที่ ข.1 สวิตซ์ในการเปิด-ปิดเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

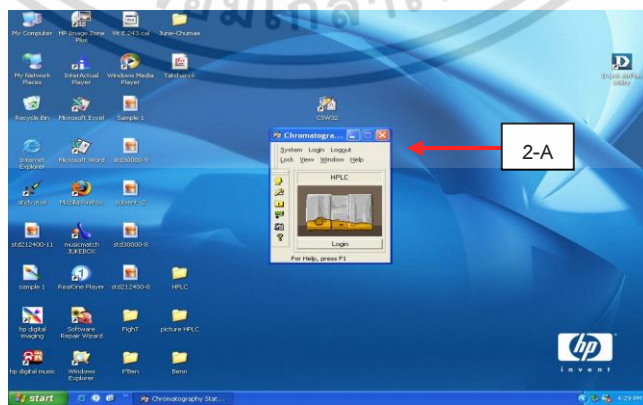
- 4) รอประมาณ 1 นาที จนหน้าจอของ Pump Spectra system P 200 และ Detector ขึ้นสถานะ Ready (1-D) ตามรูปที่ ข.2
- 5) เปิดคอมพิวเตอร์



รูปที่ ข.2 ด้านหน้าของเครื่องโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

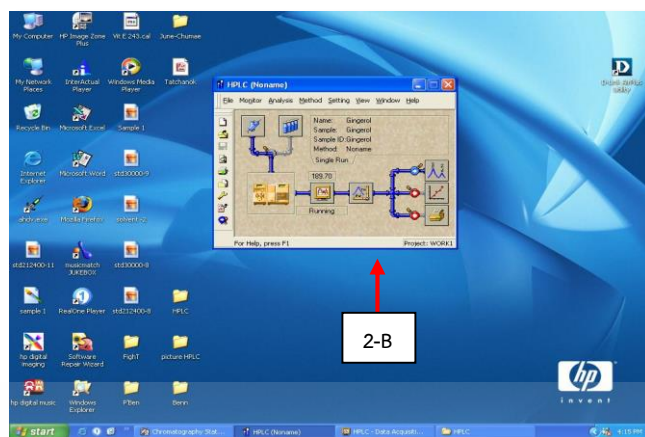
#### 4. การเปิดโปรแกรม CSW32

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

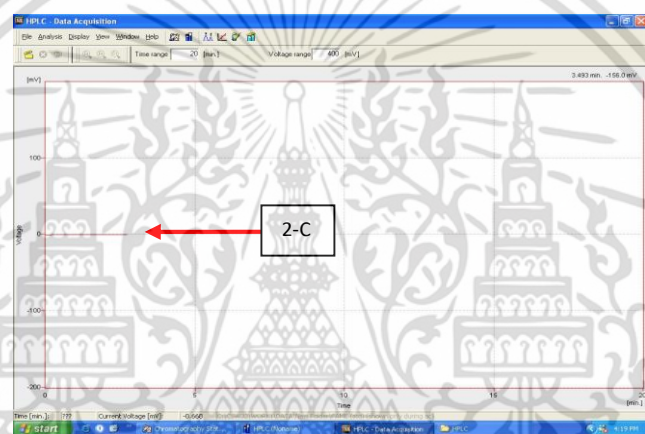


รูปที่ ข.3 การเปิดโปรแกรม CSW32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



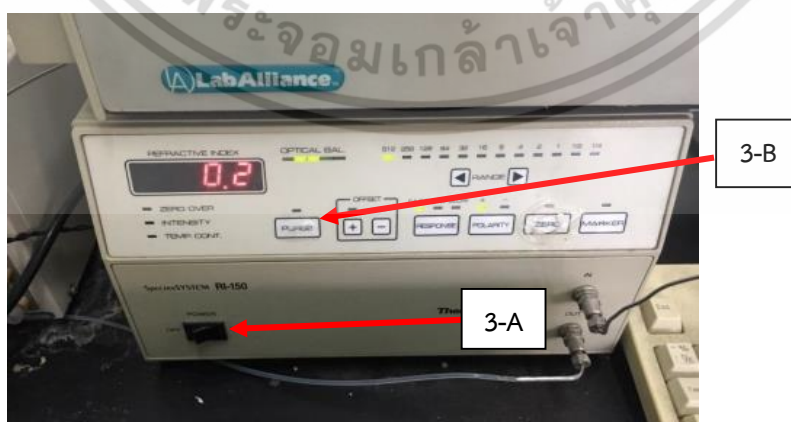
รูปที่ ข.4 หน้าจอหลักของซอฟต์แวร์ประมวลผล



รูปที่ ข.5 เส้น Based line เริ่มต้น

## 5. การตั้งค่าบน RI Detector

- 1) กดปุ่มเปิดเครื่อง (3-A) แล้วกดปุ่ม purge (3-B) ตามรูป ข.6

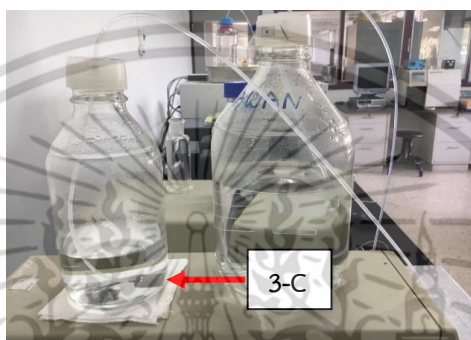


รูปที่ ข.6 ตำแหน่งของปุ่มเปิดเครื่องและปุ่ม purge ของ RI Detector

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

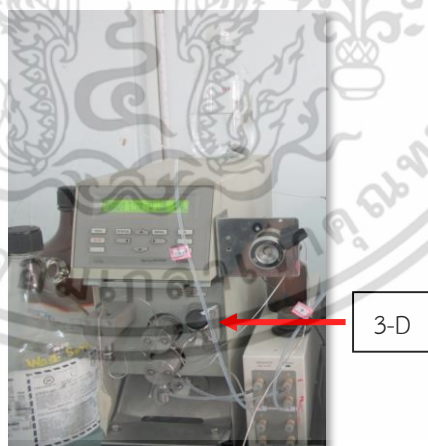
## 6. การเตรียมระบบของวัฏภาคเคลื่อนที่

- 1) นำสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่ที่ใส่ฟองอากาศแล้วมาเทแบ่งใส่กระบอกตวงขนาด 25 มิลลิลิตร
- 2) นำเอาหัวดูดวัฏภาคเคลื่อนที่ (3-C) จากขวดวัฏภาคเคลื่อนที่สาย A (ตรวจสอบสายที่ออกจากเครื่อง DEGASYS สาย A ให้ตรงกับสายยางเส้น A) ใส่ลงในขวดใส่สารเคมีที่มีวัฏภาคเคลื่อนที่ ตามรูปที่ ข.7 เพื่อทำการล้างหัวดูดให้สะอาดและแน่ใจว่าไม่มีสารอื่นที่ถูกรบกวนก่อนหน้านี้เจือปน



รูปที่ ข.7 หัวดูดสารละลายวัฏภาคเคลื่อนที่

- 3) คลายวาล์วสีดำ (3-D) เพื่อทำการ Purge ออกนอกระบบตามรูปที่ ข.8 โดยหมุนทวนเข็มนาฬิกาประมาณ 3 รอบ



รูปที่ ข.8 ตำแหน่งวาล์ว สำหรับการ purge สาร

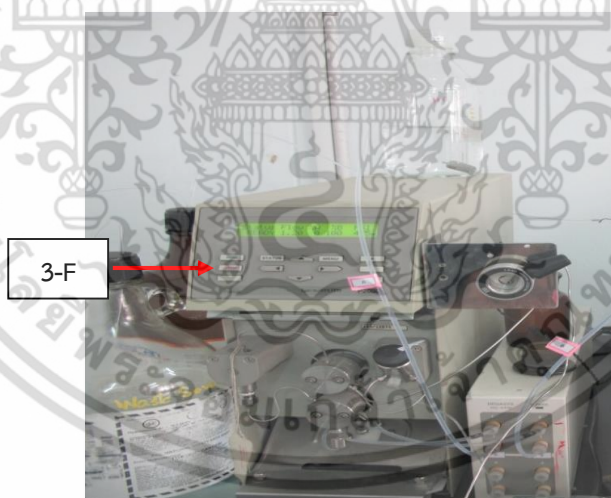
- 4) กดปุ่ม PURGE (3-E) แล้วหน้าจอจะแสดงสถานะว่า PURGE ถ้าไม่เป็นสาย A ให้ทำการกดปุ่ม “<” หรือ “>” เพื่อเปลี่ยนเป็นสาย A และกดปุ่ม “+” หรือ “-” เพื่อเพิ่มหรือลด %A และ %B ตามรูปที่ ข.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.9 ตำแหน่งของปุ่ม purge

- 5) กดปุ่ม Enter อีก 2 ครั้ง pump จะดูดสารละลายวิภูภาคเคลื่อนที่ทิ้ง เพื่อไล่สารละลายเก่าที่ค้างอยู่ในหัวดูด ปล่อยให้ pump ดูดสารละลายจากขวดใส่สารเคมีทิ้ง ประมาณ 10 นาที (ห้ามไม่ให้ระดับของเหลวต่ำกว่าหัวดูด)
- 6) กดปุ่ม Stop (3-F) ตามรูป ข.10 นำเอาหัวดูดออกจากกระบอกตวง มาใส่ในขวดสารละลายวิภูภาคเคลื่อนที่ที่เตรียมไว้



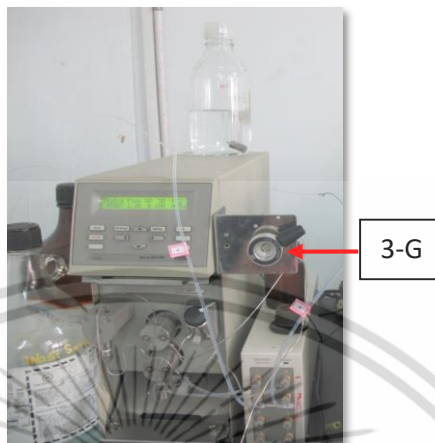
รูปที่ ข.10 ตำแหน่งปุ่ม stop ของหน้าจอบควบคุมวิภูจักรเคลื่อนที่

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 7. การนำวัฏภาคเคลื่อนที่เข้า Column และ Detector

- 1) หมุนวาล์วสี่ตำแหน่ง (3-D) ตามเข็มนาฬิกาให้แน่นตามเดิม ตามรูปที่ ข.8
- 2) กดปุ่ม Menu (3-G) ตามรูปที่ ข.11 แล้วกดปุ่ม Enter 5 ครั้ง จะเห็นหน้าจอแสดง Time %A %B



รูปที่ ข.11 ตำแหน่งแป้นกดปุ่ม Menu (3-G) ของเครื่อง HPLC

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

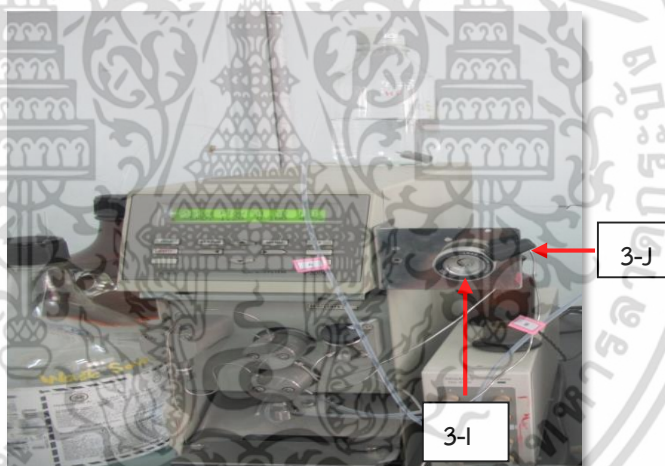


รูปที่ ข.12 ปุ่ม zero ของเครื่อง RI Detector

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 8. การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

- 1) ล้างหลอดฉีดสารด้วยเมทานอลอย่างน้อย 3 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง โดยการดูดเมทานอลมาปริมาตร 100 ไมโครลิตร แล้วฉีดทิ้ง
- 2) ล้างหลอดฉีดสารด้วยสารตัวอย่างอย่างน้อย 2 ครั้งก่อนทำการฉีดสารตัวอย่าง
- 3) ดูดสารตัวอย่าง มาปริมาณ 100 ไมโครลิตร (ห้ามมีฟองอากาศในหลอดฉีด)
- 4) เสียบหลอดฉีดสารไปที่แป้นหัวฉีด (3-I) กดก้านหลอดฉีด เพื่อฉีดสารเข้าไป และให้หลอดฉีดสารยังคงเสียบไว้ตามรูปที่ ข.13
- 5) สับก้านฉีดที่แป้นฉีดลง (3-J) ค้างไว้เป็นเวลาประมาณ 2 วินาที แล้วค่อยสับก้านฉีดขึ้น จากนั้นดึงหลอดฉีดสารออกจากแป้นฉีดตามรูปที่ ข.13
- 6) ที่จอคอมพิวเตอร์จะมีหน้าต่าง HPLC - Data Acquisition ขึ้นมา (2-C) เพื่อแสดงโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่เราฉีดเข้าไป

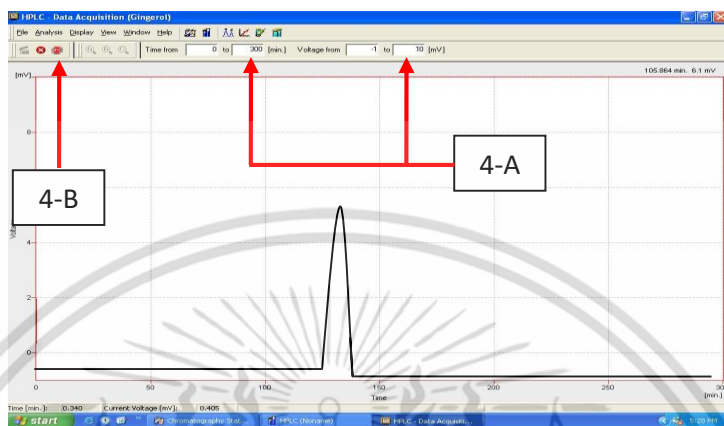


รูปที่ ข.13 การฉีดสารตัวอย่างเข้าระบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

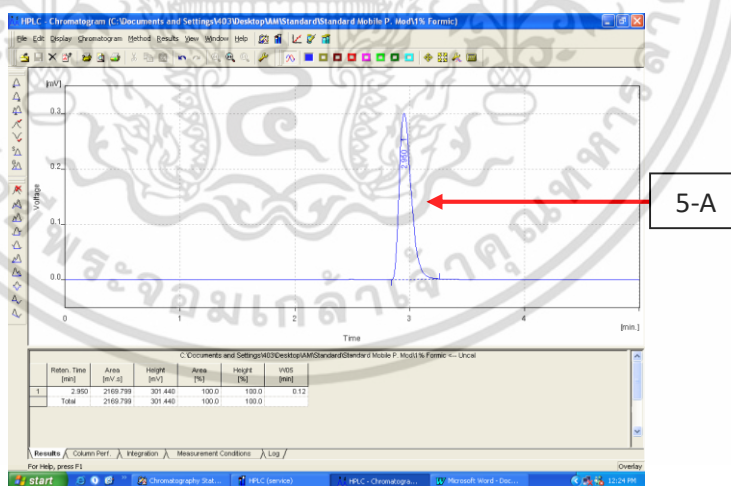
## 9. Chromatogram

- 1) ปรับเปลี่ยนแกนค่าความต่างศักย์ (แกน Y) และแกนเวลาในการเคลื่อนที่ของสารตัวอย่าง (แกน X) บนหน้าจอ (4-A) ตามรูป ข.14



รูปที่ ข.14 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง

- 2) เมื่อครบเวลาที่ตั้งไว้หรือต้องการหยุดการวัดค่า ให้กด STOP (4-B) บนหน้าจอคอมพิวเตอร์ แล้วหน้าจอจะตัดไปที่หน้าจอวิเคราะห์ผล HPLC – Chromatogram (5-A) ตามรูป ข.15 ห้ามกด X ข้างปุ่ม stop เพราะจะส่งผลให้ผลที่วิเคราะห์นั้นถูกยกเลิก และข้อมูลจะหายไป



รูปที่ ข.15 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

- 3) บันทึกผลการวิเคราะห์ โดยคลิกที่เมนู File >> Save As >> เลือก Folder ที่เก็บไฟล์ >> ตั้งชื่อไฟล์ >> OK
  - 4) ทำการฉีดสารตัวอย่างตัวต่อไป โดยกลับไปเริ่มทำหัวข้อที่ 8 ใหม่อีกครั้ง
- เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5) แต่ถ้าไม่ฉีดสารตัวอย่างแล้ว ให้หยุดการทำงานของ pump โดยกดปุ่ม STOP (3-F) ตามรูป ข.16



รูปที่ ข.16 Chromatogram ที่ได้จากสารตัวอย่าง (ต่อ)

## 10. การล้าง Column และ Detector

ทำเหมือนข้อ 7 แต่ให้เลือกสายที่เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสมกับคอลัมน์ที่ใช้โดยตรวจสอบจากคู่มือของคอลัมน์ (น้ำปราศจากไอออน) (สาย B) ตั้งค่าให้ผ่านคอลัมน์ และ Detector โดยอัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที

## 11. การปิดเครื่อง

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

## 12. กรณีการทำความสะอาดคอลัมน์ที่ใช้งานมานาน

- 1) ไม่จำเป็นต้องใส่กาดคอลัมน์ แล้วกลับทิศทางการไหลของคอลัมน์
- 2) ดำเนินงานโดยใช้วัฏภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสมกับคอลัมน์ คือน้ำปราศจากไอออนผ่านคอลัมน์โดยตรง โดยใช้อัตราการไหล 0.4 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้ 85 องศาเซลเซียส ใช้เวลาดำเนินงานอย่างน้อย 12 ชั่วโมง
- 3) หลังจากการทำความสะอาดคอลัมน์เสร็จ ทำการกลับด้านคอลัมน์ให้อยู่ในทิศทางการไหลปกติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้