

การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็ง
เพื่อใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคส



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็ง
เพื่อใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสียของน้ำตาลกลูโคส



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

DESIGN OF SOLID-ACID CATALYST FOR AQUEOUS-PHASE

DEHYDRATION OF GLUCOSE



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

2014

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง

การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็ง
เพื่อใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคส

โดย

นางสาวธัญญา นนทา
นางสาวปัญญาภรณ์ ศรีวงษา

อาจารย์ที่ปรึกษา

ดร.ธีรพร สุธีวงศ์

ปริญญานิพนธ์

วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์



ธีรพร สุธีวงศ์
(ดร.ธีรพร สุธีวงศ์)

ประธานกรรมการ

.....กรรมการ

(รศ.ดร.ดวงกมล ณ ระนอง)

ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์

.....กรรมการ

(ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็ง เพื่อใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำของน้ำตาลกลูโคส	
โดย	นางสาวฐาปณี	นนทา
	นางสาวปัญญาภรณ์	ศรีวงษา
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต	
ภาควิชา	วิศวกรรมเคมี	
ปีการศึกษา	2557	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ธีรพร สุธีวงศ์	

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซิลโฟเนตเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็งในปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำของน้ำตาลกลูโคสโดยสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล จากปฏิกิริยาการควบแน่นร่วมระหว่างสารตั้งต้น 2 ชนิด คือ เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) และเมอร์แคปโตโพรพิลไตรเมทอิลไซโคลเฮกซีน (MPTMS) ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) เป็นตัวกำหนดโครงสร้างของรูพรุน และทำการขยายรูพรุนด้วย 1, 3, 5-ไตรเมทิลเบนซีน (TMB) โดยศึกษาผลของความเข้มข้นโดยปริมาตรของ MPTMS และผลของ TMB (10 25 และ 55 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร) ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จากนั้นเปลี่ยนหมู่ไทออลเป็นหมู่ซิลโฟเนต เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคส เป็น 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-HMF) ตรวจสอบลักษณะและคุณสมบัติของอนุภาคที่เตรียมได้ทั้งก่อนและหลังเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงในน้ำ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยการตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด และการวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน พบว่าปริมาณ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคมีผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพของอนุภาคที่เตรียมได้ จากนั้นทำปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำของกลูโคสโดยใช้อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซิลโฟเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ในตัวทำละลาย 2 ระบบ คือ ตัวทำละลายผสมน้ำและโทลูอีน และน้ำ เมื่อวิเคราะห์หาปริมาณ 5-HMF ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีเหลวความดันสูง พบว่าระบบที่ใช้ตัวทำละลายผสมน้ำและโทลูอีนเกิดปฏิกิริยาให้ 5-HMF มากกว่าระบบที่ใช้น้ำ โดยอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ที่ใช้ MPTMS 25 เปอร์เซ็นต์ ในการสังเคราะห์ให้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากที่สุด คือ 15.45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Report Title Design of Solid-Acid Catalyst for Aqueous-Phase Dehydration of Glucose

By Miss Thapanee Nonta
Miss Punyaporn Sriwongsa

Degree Bachelor of Engineering

Program Chemical Engineering

Year 2014

Advisor Dr. Teeraporn Suteewong

ABSTRACT

This work is to design the solid-acid catalyst from sulfonated mesoporous silica nanoparticles (MSN-SO₃⁻) for dehydration of monosaccharide. Particles were synthesized via co-condensation between 2 types of silica precursors, i.e., tetraethyl orthosilicate (TEOS) and 3-mercaptopropyltrimethoxysilane (MPTMS) using hexadecyl trimethyl ammonium bromide as structure directing agent and 1, 3, 5-trimethylbenzene as pore expander at 40 °C. Effect of amount of MPTMS (10, 25 and 55% by volume of total silane) studied. Resulting particles contains thiol groups, which were further converted to sulfonate groups as acid catalyst for dehydration of monosaccharides to form 5-hydroxymethyl furfural (5-HMF). Prepared MSNs, before and after modification, were characterized using dynamic light scattering technique, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Transmission Electron Microscope (TEM) and Thermogravimetric Analysis Instrument (TGA). It was found that the amount of MPTMS used in the synthesis affected the physical properties of MSNs. Then, dehydration of glucose was performed at 80°C using MSN- SO₃⁻ as solid-acid catalyst. 2 solvent systems, mixture of toluene and water and water, were investigated. Based on the quantitative analysis of 5-HMF using HPLC, it was found that the system using toluene and water gave the higher yield of HMF than that of water. MSN-SO₃⁻-25% by volume provided the highest % yield of 5-HMF (15.45%)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนเงินทุนวิจัยจากเงินรายได้คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปี 2557

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคลากรหลายฝ่าย ทางคณะผู้จัดทำขอขอบคุณ

ดร.ธีรพร สุธีวงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษา ที่ให้ความรู้ คำแนะนำ ความช่วยเหลือ และแนวทางแก้ไขปรับปรุงโครงงาน ทำให้โครงงานฉบับนี้มีความสมบูรณ์

รศ.ดร.ดวงกมล ณ ระนอง และ ดร.ณัฐนนท์ ไพบูลย์ศิลป์ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำ และตรวจแก้ไขโครงงาน ทำให้โครงงานฉบับนี้มีความสมบูรณ์

รศ.ดร.ประกอบ กิจไชยา อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำ และความช่วยเหลือในการจัดหาสารเคมีที่ใช้ในโครงงานนี้

คุณเอกกราช บำรุงไทยไชยชาญ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ และคุณพิมพ์ใจ ภูษณะกิจ นักวิทยาศาสตร์ เจ้าหน้าที่วิจัย และเจ้าหน้าที่บริหารงานทั่วไปประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำ ความช่วยเหลือในการจัดหาอุปกรณ์ และอำนวยความสะดวกตลอดการทำโครงงานนี้

คุณกานันต์ ภัคดีโชติ เจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำ และความช่วยเหลือในการทำทดลอง

สุดท้ายนี้ทางคณะผู้จัดทำขอขอบคุณบุคลากร เพื่อนนักศึกษา และผู้เกี่ยวข้องทุกท่านที่ให้กำลังใจมาโดยตลอด ถ้ามีข้อผิดพลาดประการใด คณะผู้จัดทำขออภัยมา ณ ที่นี้ด้วย

ธำปณี นนทา
ปัญญาภรณ์ ศรีวงษา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานั่น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ.....	I
ABSTRACT	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VIII
สารบัญรูปภาพ.....	IX
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 การเร่งปฏิกิริยา.....	3
2.1.1 การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogeneous catalysis).....	3
2.1.2 การเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (heterogeneous catalysis).....	4
2.2 มวลชีวภาพหรือชีวมวล (biomass).....	4
2.2.1 ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส (lignocellulosic biomass).....	5
2.2.2 การเปลี่ยนมวลชีวภาพเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (saccharification).....	5
2.3 การเกิดอนุพันธ์เฟอฟูรัลจากปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว.....	6
2.3.1 โมโนแซคคาไรด์ (monosaccharide).....	6
2.3.2 น้ำตาลกลูโคส (glucose)	6
2.3.3 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-hydroxymethyl furfural; 5-HMF)	7
2.3.4 ประโยชน์ของ 5-HMF	9
2.4 อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ (mesoporous silica nanoparticles).....	9
2.4.1 คุณสมบัติและลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ	9
2.4.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ	9
2.4.3 ประโยชน์ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ	11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	11
2.5.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ	11
2.5.2 การใช้อุณหภูมิในการเป็นสารเร่งปฏิกิริยา.....	12
2.5.3 ปริมาณเฟอฟูรัลจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดชนิดต่างๆ	12
2.5.4 ผลการศึกษาสารเร่งปฏิกิริยากับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ % Yield 5-HMF	12
2.5.5 ผลการศึกษาอุณหภูมิกับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ % Yield 5-HMF	13
2.5.6 ผลการศึกษาสารละลายกรดชนิดต่างๆ กับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ % Yield 5-HMF ...	14
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน	15
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	15
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือในการทดลอง.....	16
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์.....	17
3.4 วิธีการทดลอง.....	17
3.4.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส.....	17
3.4.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล และเติม TMB ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส.....	18
3.4.3 การหาความเข้มข้นโดยน้ำหนักของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ.....	19
3.4.4 การเปลี่ยนหมู่ไทออล (-SH) ให้เป็นหมู่ซัลโฟเนต (-SO ₃ ⁻) ด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H ₂ O ₂)	20
3.4.5 การหาปริมาณซัลโฟเนตบนอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซัลโฟเนต...	21
3.4.6 การเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสให้กลายเป็นไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-Hydroxymethyl Furfural; 5-HMF).....	21
3.4.7 การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-Hydroxymethyl Furfural; 5-HMF) จากเครื่องมือวิเคราะห์โครมาโทกราฟีเหลวความดันสูง (High Performance Liquid Chromatography; HPLC).....	22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.4.8 การวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ...	23
3.4.8.1 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค และศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ (Dynamic Light Scattering; DLS)	23
3.4.8.2 การวิเคราะห์ ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR)	23
3.4.8.3 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM).....	23
3.4.8.4 การวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA).....	23
3.4.8.5 การวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบธาตุเคมี (Elementary Analysis)	23
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	24
4.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ	24
4.1.1 ขนาดอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซในน้ำ โดยเทคนิคการกระเจิงแสง	24
4.1.2 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซด้วย TEM.....	25
4.1.3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR).....	27
4.1.4 วิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของอนุภาคโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA)	29
4.2 การเปลี่ยนหมู่ไทออล (SH) เป็นหมู่ซัลโฟเนต (SO_3^-) ด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) โดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2).....	30
4.2.1 ขนาดอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ในน้ำ โดยเทคนิคการกระเจิงแสง.....	30
4.2.2 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซด้วย TEM.....	31
4.2.3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR)	33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.4 วิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA)	34
4.2.5 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณซัลโฟเนต (SO ₃ ⁻) ด้วยวิธีการไทเทรตชัน (titration).....	35
4.2.6 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณสารซัลเฟอร์ (Sulfur) ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุ (Elemental Analysis instrument)	36
4.3 การเปลี่ยนน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวให้เป็น 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-Hydroxymethyl furfural; 5-HMF) ด้วยปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำตาลกลูโคส	38
4.3.1 การศึกษาสภาวะและตัวทำละลายที่เหมาะสมในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)	38
4.3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 5-HMF	38
4.3.3 ผลการศึกษาสภาวะและตัวทำละลายที่เหมาะสม	38
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	44
5.1 สรุปผลการทดลอง	44
5.2 ข้อเสนอแนะ	45
เอกสารอ้างอิง	46
ภาคผนวก ก ข้อมูลผลการทดลองและข้อมูลอ้างอิง	48
ภาคผนวก ข วิธีการคำนวณ	60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ตัวอย่าง aldose และ ketose	6
4.1 ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไฮดรอกซิล.....	29
4.2 ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซัลโฟเนต.....	34
4.3 ความเข้มข้นและปริมาณของซัลโฟเนตในอนุภาคจากวิธีไทเทรตซัน.....	35
4.4 เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ที่เตรียมจากอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีปริมาณหมู่ซัลโฟเนตต่างกัน	39
ก.1 อัตราส่วนระหว่างเตตระเอทิลอซิโกลิเกตและเมอร์แคปโตโพรพิลไตรเมทอริกซีไชลีนที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ โดยใช้ปฏิบัติการควบแน่นที่ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส.....	49
ก.2 ขนาดของอนุภาคในน้ำ วัดโดยเครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ.....	50
ก.3 ความเข้มข้นของอนุภาคที่คำนวณได้จากการอบแห้ง โดยใช้ปริมาณสารละลายในการอบแห้ง 2 มิลลิลิตร	50
ก.4 ผลจากเครื่องมือการวิเคราะห์ธาตุเคมี (Elemental Analysis)	54
ก.5 ขนาดของอนุภาคในน้ำ วัดโดยเครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ.....	56
ก.6 ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์เฉลี่ยที่ใช้ในการไทเทรตหาปริมาณซัลโฟเนต.....	56
ก.7 ความเข้มข้นของซัลโฟเนตที่คำนวณได้จากการไทเทรต.....	57
ก.8 ความเข้มข้นของอนุภาคที่คำนวณได้จากการอบแห้ง โดยใช้ปริมาณสารละลายในการอบแห้ง 8 มิลลิลิตร	57
ก.9 เปอร์เซ็นต์ผลได้ของสารละลายตัวอย่าง ที่ความเข้มข้นต่างๆ	59

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1	แผนภาพชีวมวล.....5
2.2	โมเลกุลของน้ำตาลกลูโคส.....7
2.3	ปฏิกิริยาระหว่างน้ำตาลกับกรดเข้มข้น.....8
2.4	ปฏิกิริยาการเกิด 5-HMF จากการสูญเสีย น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว.....8
2.5	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ..... 10
2.6	รูป TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ (surface area =1240 m ² /g, pore size = 2.7 nm)..... 10
2.7	ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF กับสารเร่งปฏิกิริยาต่างๆ..... 13
2.8	ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้ 5-HMF ที่อุณหภูมิต่างๆ..... 13
2.9	ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF กับตัวทำละลายกรดชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง..... 14
3.1	อุปกรณ์การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทฮออล ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส..... 17
3.2	อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ได้หลังจากการอบแห้ง..... 20
3.3	ชุดอุปกรณ์สำหรับการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส .. 22
4.1	ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในน้ำ (nm) กับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์ 25
4.2	รูป TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนที่มีหมู่ไทฮออลที่ความเข้มข้น MPTMS ต่างๆกัน ทั้งที่ไม่เติมและเติม TMB..... 26
4.3	(ก) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทฮออล MSN-SH-10% MSN-SH-25% และ MSN-SH-55% 28
	(ข) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่เติม TMB และมีหมู่ไทฮออล TMB-MSN-SH-10% TMB-MSN-SH-25% และ TMB-MSN-SH-55%..... 28
4.4	(ก) ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในน้ำ (nm) กับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์ 30
	(ข) ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในน้ำ (nm) กับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์..... 31

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.5 รูป TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนที่มีหมู่ซัลโฟเนตที่ความเข้มข้น MPTMS ต่างๆกัน ทั้งที่ไม่เติมและเติม TMB	32
4.6 (ก) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ MSN-SO ₃ ⁻ -10% MSN-SO ₃ ⁻ -25% และ MSN-SO ₃ ⁻ -55%	33
(ข) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีการเติม TMB TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10% TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25% และ TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%	33
4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ซัลเฟอร์ (%sulfur) จากเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุกับ เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์	37
4.8 (ก) โครมาโทแกรมของ MSN-SO ₃ ⁻ -10% MSN-SO ₃ ⁻ -25% และ MSN-SO ₃ ⁻ -55% จากกการวิเคราะห์ด้วย HPLC	40
(ข) โครมาโทแกรมของ TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10% TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25% และ TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55% จากกการวิเคราะห์ด้วย HPLC	40
(ค) โครมาโทแกรมของ MSN-SO ₃ ⁻ -10%-H ₂ O MSN-SO ₃ ⁻ -25%-H ₂ O และ MSN-SO ₃ ⁻ -55%-H ₂ O จากกการวิเคราะห์ด้วย HPLC	41
(ง) โครมาโทแกรมของ TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%-H ₂ O TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25%-H ₂ O และ TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%-H ₂ O จากกการวิเคราะห์ด้วย HPLC	42
(จ) โครมาโทแกรมของ TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%-H ₂ O จากกการวิเคราะห์ด้วย HPLC	42
ก.1 เทอร์โมแกรม ของ MSN-SH-10%	51
ก.2 เทอร์โมแกรม ของ MSN-SH-25%	51
ก.3 เทอร์โมแกรม ของ MSN-SH-55%	52
ก.4 เทอร์โมแกรม ของ TMB-MSN-SH-10%	52
ก.5 เทอร์โมแกรม ของ TMB-MSN-SH-25%	53
ก.6 เทอร์โมแกรม ของ TMB-MSN-SH-55%	53
ก.7 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นสารมาตรฐาน 5-HMF(%) กับพื้นที่ (mV.s)	58
ก.8 โครมาโทแกรมจากการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 5-HMF ความเข้มข้น 0.01 %	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ชีวมวล (biomass) หมายถึง สารอินทรีย์ที่หมุนเวียนและได้มาจากพืช เช่น แป้ง และไซโลส รวมไปถึง ผลผลิตและเศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร เช่น แกลบ ชานอ้อย ชังข้าวโพด กากปาล์ม และเศษไม้ เป็นต้น เนื่องจากปัจจุบันทรัพยากรปิโตรเลียมมีข้อเสีย และข้อจำกัดหลายประการ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการที่ทรัพยากรดังกล่าวมีอยู่อย่างจำกัด ใช้แล้วหมดไป ส่งผลให้เกิดวิกฤติการณ์ในด้านต่างๆ นอกจากนั้นการเผาผลาญปิโตรเลียมในระหว่างกระบวนการผลิต การแปรรูปและการใช้งาน ยังอาจก่อให้เกิดการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเชื่อว่าเป็นปัจจัยหนึ่งส่งผลให้เกิดปัญหาโลกร้อนด้วยเหตุปัจจัยดังกล่าวข้างต้น ชีวมวลจึงจัดเป็นทรัพยากรทางเลือกประเภทหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจและสามารถที่จะหมุนเวียนกลับมาใช้ใหม่ได้ (renewable alternative resources) โดยจะนำชีวมวลมาแปรรูปให้เป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (monosaccharide) เพื่อเปลี่ยนเป็นเฟอฟูรัลและอนุพันธ์เฟอฟูรัล เช่น ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-hydroxymethyl furfural; 5-HMF) ผ่านปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว

5-HMF เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่สำคัญ สามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมวัสดุคาร์บอนและตัวทำละลายเช่น แอลกอฮอล์ ผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด เป็นต้น 5-HMF เป็นสารที่ได้จากผลผลิตทางการเกษตร กรรมวิธีทั่วไปที่ใช้ในการเตรียมคือ นำน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวจำพวกเฮกโซส (hexose) มาทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกซึ่งเป็นสารเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง หลังจากเกิดปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น 5-HMF วิธีการนี้ประสบปัญหาในการแยก 5-HMF ทั้งยังเกี่ยวข้องกับสารเคมีรุนแรง ซึ่งเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม อีกทั้งยังก่อกร่อนเตาปฏิกรณ์ และอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้อง มีความยุ่งยากในการกำจัด มีปัญหาในการนำกรดมาใช้ใหม่ ส่งผลให้มีค่าใช้จ่ายสูงตามมา จากปัญหาดังกล่าว ทำให้มีการพัฒนาวิธีการเตรียม 5-HMF ขึ้นโดยใช้สารเร่งปฏิกิริยาที่เป็นของแข็ง

ในงานวิจัยนี้ สนใจพัฒนาอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซิลโฟเนตเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดของแข็ง โดยทำการปรับปริมาณหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางกายภาพของอนุภาคซิลิกาให้เหมาะสมต่อการเร่งปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคสในตัวทำละลาย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ที่จะพัฒนาวัสดุซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ที่มีหมู่ฟังก์ชันที่เป็นกรดเพื่อแทนที่การใช้สารละลายกรดเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 สังเคราะห์และวิเคราะห์วัสดุซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีสารเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดติดอยู่
- 1.3.2 ศึกษาผลของความเข้มข้นโดยปริมาตรของ MPTMS ในการสังเคราะห์วัสดุซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ที่มีต่อคุณสมบัติของวัสดุที่เตรียมได้
- 1.3.3 ศึกษาประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของวัสดุซิลิกาที่เตรียมได้ โดยใช้ น้ำเป็นตัวทำละลาย ใช้น้ำตาลกลูโคสเป็นสารตั้งต้น และได้ผลิตภัณฑ์เป็น 5-HMF

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 สามารถสังเคราะห์และปรับแต่งอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซให้มีคุณสมบัติทั้งทางกายภาพและเคมีที่เหมาะสม เพื่อใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคส
- 1.4.2 ได้สภาวะและตัวทำละลายที่เหมาะสม ปลอดภัย เพื่อให้ได้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ที่มากที่สุด สำหรับการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสให้กลายเป็น 5-HMF
- 1.4.3 พัฒนาอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ เพื่อนำไปต่อยอดและใช้ในอุตสาหกรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปัจจุบันอุตสาหกรรมการผลิตอนุพันธ์เฟอฟูรัลจากชีวมวล ใช้กรดซัลฟิวริกเป็นสารเร่งปฏิกิริยา ซึ่งกรดซัลฟิวริกก่อให้เกิดปัญหาในด้านต่างๆ อาทิ ปัญหาทางด้านการกัดกร่อนในภาคอุตสาหกรรม อันตรายต่อสุขภาพและสิ่งแวดล้อม ซึ่งปัญหาเหล่านี้เป็นปัญหาที่สำคัญมาก จึงต้องมีการแก้ไขและพัฒนาโดยการใช้ตัวรองรับสารเร่งปฏิกิริยา (catalyst support) เข้ามาแทนที่โดยจะใช้นุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ซึ่งเป็นวัสดุที่มีรูพรุนสูง พื้นผิวมีสมบัติมีขั้ว (hydrophilicity) และมีสมบัติทนต่อความร้อนได้ดี ด้วยลักษณะเด่นดังกล่าว จึงสามารถนำมาใช้เป็นวัสดุรองรับสำหรับสารเร่งปฏิกิริยา ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาการสังเคราะห์และพัฒนาสารเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็ง และปรับปรุงเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำตาลกลูโคสเพื่อเปลี่ยนเป็นอนุพันธ์เฟอฟูรัล (5-HMF)

2.1 การเร่งปฏิกิริยา [1]

ปฏิกิริยาบางประเภทจะเกิดขึ้นได้ช้ามากที่สภาวะปกติ แต่ถ้ามีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ลงไป จะช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น ดังนั้น เราจึงให้ความหมายของตัวเร่งปฏิกิริยาว่า สารที่ทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้นโดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถกลับคืนสู่รูปเดิมได้ ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาอาจจะเข้าทำปฏิกิริยาแล้วเกิดเป็นสารมัธยันตร์ แต่ก็กลับคืนรูปเดิมได้ในปฏิกิริยาย่อยๆ วนไป การเร่งปฏิกิริยาแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ และการเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์

2.1.1 การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogeneous catalysis)

ปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogeneous reaction) คือ ปฏิกิริยาที่ทั้งสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ อยู่ในวัฏภาค (phase) เดียวกัน ดังนั้นการเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีวัฏภาคเดียวกับสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์

- ปฏิกิริยาเอกพันธ์ส่วนมากจะเป็นวัฏภาคของเหลว เช่น การเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดหรือเบสในสารละลายที่เป็นของเหลว
- นอกจากนี้การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์อาจเกิดในวัฏภาคก๊าซก็ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อดีของการเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์

1. การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์มักเกิดขึ้นได้ภายใต้สภาวะปกติ ทำให้ค่าใช้จ่ายในการผลิตต่ำ
2. ลดปัญหาเกี่ยวกับการสลายตัวของสารผลิตภัณฑ์ (สารบางตัวอาจสลายตัวที่อุณหภูมิสูง ซึ่งการเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ)
3. สามารถออกแบบตัวเร่งปฏิกิริยาให้เลือกเร่งเฉพาะปฏิกิริยาที่ต้องการได้
4. ตัวเร่งมีราคาไม่แพงเมื่อเทียบกับโลหะที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ เช่น แพลทินัม (platinum) และทองคำ (gold)

2.1.2 การเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogeneous catalysis)

การเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (heterogeneous catalysis) คือ ปฏิกิริยาที่สารตั้งต้นและตัวเร่งมีวิวัฒนาการต่างกัน ปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ส่วนใหญ่นิยมใช้ตัวเร่งที่เป็นของแข็งในการเร่งปฏิกิริยาที่มีสารตั้งต้นอยู่ในวิวัฒนาการหรือของเหลว ซึ่งปฏิกิริยาจะเกิดที่พื้นผิวของตัวเร่ง

ปฏิกิริยาที่สำคัญ ในอุตสาหกรรมผลิตสารเคมีจะใช้การเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ เช่น การสังเคราะห์แอมโมเนีย การผลิตกรดไนตริก และการผลิตตัวเร่งกำจัดไอเสีย (catalytic converter) เป็นต้น

2.2 มวลชีวภาพหรือชีวมวล (biomass) [2]

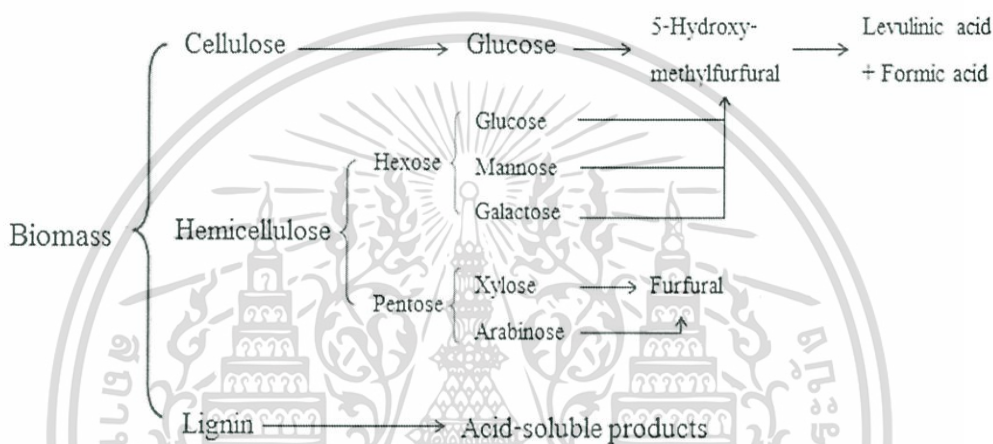
ปัจจุบันการใช้ประโยชน์จากทรัพยากรปิโตรเลียม มีข้อเสียและข้อจำกัดอยู่หลายประการ เช่น การที่ทรัพยากรดังกล่าวมีอยู่อย่างจำกัดและใช้แล้วหมดไป (non-renewable resource) ก่อให้เกิดวิกฤตในด้านต่างๆ และในภาคอุตสาหกรรมเกิดการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเชื่อว่าเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลให้เกิดปัญหาโลกร้อน ด้วยเหตุปัจจัยดังกล่าวข้างต้น จึงก่อให้เกิดความสนใจในการพัฒนาทรัพยากรทางเลือกอื่นที่สามารถหมุนเวียนกลับมาใช้ใหม่ เพื่อใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ เช่น ใช้เป็นแหล่งพลังงาน และเป็นสารตั้งต้นในการผลิตสารเคมีสำหรับอุตสาหกรรมต่อเนื่อง ดังนั้น ชีวมวล (biomass) จึงจัดเป็นทรัพยากรทางเลือกประเภทหนึ่งที่กำลังได้รับความสนใจ

ชีวมวล คือ สารอินทรีย์ที่เป็นแหล่งกักเก็บพลังงานจากธรรมชาติและสามารถนำมาใช้ในผลิตพลังงานได้ เช่น เศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร หรือกากจากกระบวนการผลิตในอุตสาหกรรมการเกษตร เช่น แกลบ ขานอ้อย เศษไม้ กากปาล์ม ชังข้าวโพด สำเหล้า เป็นต้น

2.2.1 ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส (lignocellulosic biomass)

โดยทั่วไปแล้ว ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสได้จากพืช เช่น พืชโตเร็ว ของเหลือจากการเกษตร ของเหลือจากอุตสาหกรรมป่าไม้ ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส ประกอบด้วย เซลลูโลส (40-50%) เฮมิเซลลูโลส (20-30%) และลิกนิน (15-25%) เช่น แกลบ ฟางข้าว กากอ้อย ชังข้าวโพด เป็นต้น

ชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลสต้องทำการย่อยเพื่อเปลี่ยนเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวก่อน จากนั้นจึงนำไปผลิตเป็นผลิตภัณฑ์อื่นๆ ต่อไป ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากชีวมวลประเภทลิกโนเซลลูโลส แสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แผนภาพชีวมวล [2]

2.2.2 การเปลี่ยนมวลชีวภาพเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (saccharification) [3]

การเปลี่ยนมวลชีวภาพให้เป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเปลี่ยนให้เป็นอนุพันธ์เฟอฟูรัล ผ่านปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว ทำได้โดยการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) คาร์โบไฮเดรตโมเลกุลใหญ่ เช่น แป้งหรือเซลลูโลส โดยมีกรดหรือเอนไซม์ทำหน้าที่เป็นสารเร่งปฏิกิริยา ทำให้ได้น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการหมัก (fermentation) การไฮโดรไลซ์ด้วยกรดเป็นการย่อยแบบสุ่ม นอกจากน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวแล้วจะได้โอลิโกแซคคาไรด์ และผลิตภัณฑ์จากการไฮโดรไลซ์น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวเป็นผลิตภัณฑ์ร่วม ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเปลี่ยนเป็นน้ำตาลโดยใช้กรดต้องผ่านการทำให้เป็นกลาง (neutralization) ก่อนจะนำไปหมักย่อยด้วยเอนไซม์ ซึ่งเป็นการตัดสายโซ่แบบจำเพาะเจาะจงโดยเริ่มจากปลายสายโซ่พอลิเมอร์ของคาร์โบไฮเดรต ทำให้ได้น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวเพียงอย่างเดียวในการละลายผลิตภัณฑ์ แม้ว่าการย่อยด้วยเอนไซม์ใช้เวลาานมากกว่าการย่อยด้วยกรดมาก แต่ผลิตภัณฑ์ที่ได้สามารถนำไปหมักได้ทันที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 การเกิดอนุพันธ์เฟอฟูรัลจากปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว [3]

2.3.1 โมโนแซคคาไรด์ (monosaccharide)

โมโนแซคคาไรด์ หรือน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว มีลักษณะเป็นโมเลกุลซึ่งประกอบด้วยธาตุคาร์บอน 3-9 อะตอม สามารถละลายน้ำได้ดี และมีรสหวาน เป็นน้ำตาลที่มีขนาดโมเลกุลเล็กที่สุด ไม่สามารถถูกย่อยให้เล็กลงกว่านี้ได้ ร่างกายสามารถดูดซึมนำไปใช้ได้ทันที น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวสามารถแบ่งได้เป็นหลายชนิด แต่ละชนิดอาจมีสูตรโมเลกุลเหมือนกันแต่มีสูตรโครงสร้างที่แตกต่างกันได้ เช่น กลูโคส กาแลคโตส ฟรักโตส และทากาโตส ที่มีสูตรโมเลกุล $C_6H_{12}O_6$ เหมือนกัน แต่มีสูตรโครงสร้างแตกต่างกัน

โมโนแซคคาไรด์แบ่งได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ คือ

1. กลุ่มอัลโดส (aldoses) ซึ่งเป็น polyhydroxy aldehydes
2. กลุ่มคีโตส (ketoses) ซึ่งเป็น polyhydroxy ketones

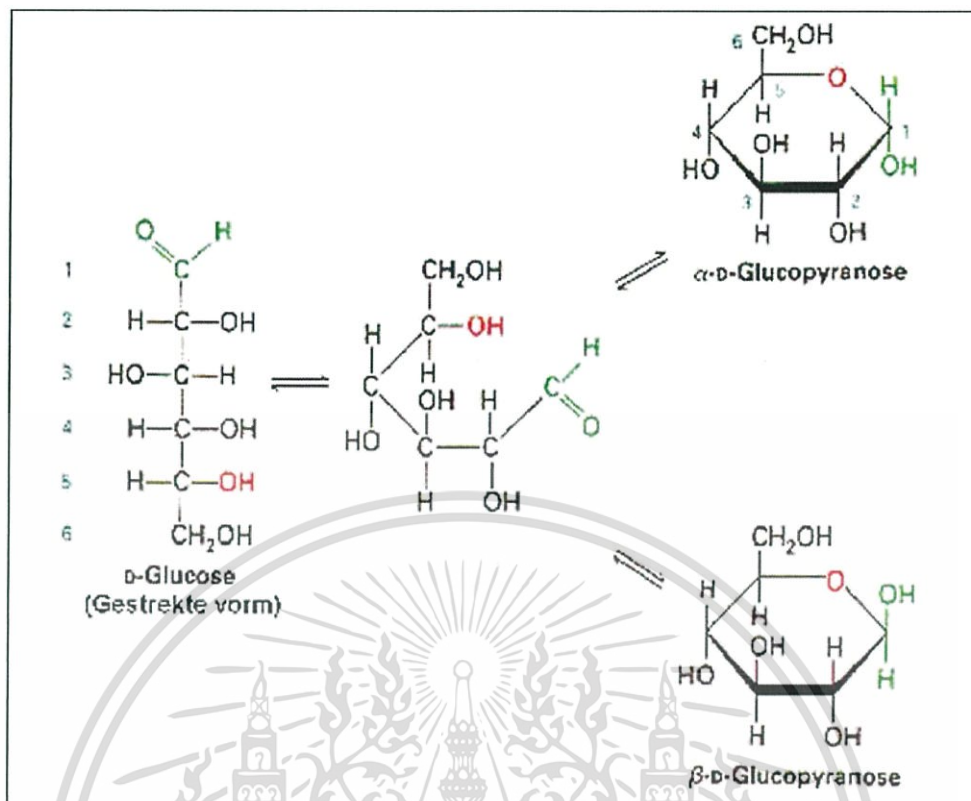
ตารางที่ 2.1 ตัวอย่าง aldose และ ketose [3]

Number of Carbon	Formula	Aldose	Ketose
3	$C_3H_6O_3$	glyceraldehydes	dihydroxyacetone
4	$C_4H_8O_4$	erythrose	erythrulose
5	$C_5H_{10}O_5$	ribose	ribulose
		xylose	xylulose
6	$C_6H_{12}O_6$	glucose	fructose
		galactose	tagatose
7	$C_7H_{14}O_6$	-	sedoheptulose

2.3.2 น้ำตาลกลูโคส (glucose) [4]

กลูโคสเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวที่มีความสำคัญเพราะเป็นน้ำตาลพื้นฐานของคาร์โบไฮเดรตทุกตัว หรือเป็นสารตั้งต้นของการผลิตพลังงาน น้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวทุกตัวจะเปลี่ยนเป็นกลูโคสที่ต่บก่อนจึงจะนำไปใช้ได้ ด้วยเหตุนี้ น้ำตาลกลูโคสจึงเป็นน้ำตาลที่พบมากในร่างกายโดยเฉพาะในเลือด บางครั้งเรียก บลัด ซูการ์ (blood sugar) ระดับน้ำตาลหรือน้ำตาลกลูโคสในเลือดปกติจะประมาณ 70-110 มิลลิกรัมต่อเดซิลิตร เซลล์ในสมองใช้กลูโคสเพียงอย่างเดียวเป็นแหล่งพลังงาน สมองจึงต้องได้รับกลูโคสจากเลือดตลอดเวลา แสดงดังรูปที่ 2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

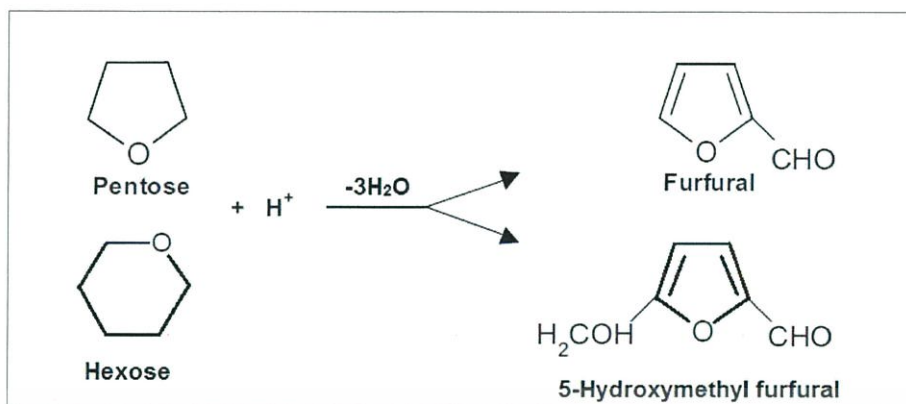


รูปที่ 2.2 โมเลกุลของน้ำตาลกลูโคส [4]

2.3.3 5-ไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-hydroxymethyl furfural; 5-HMF) [5]

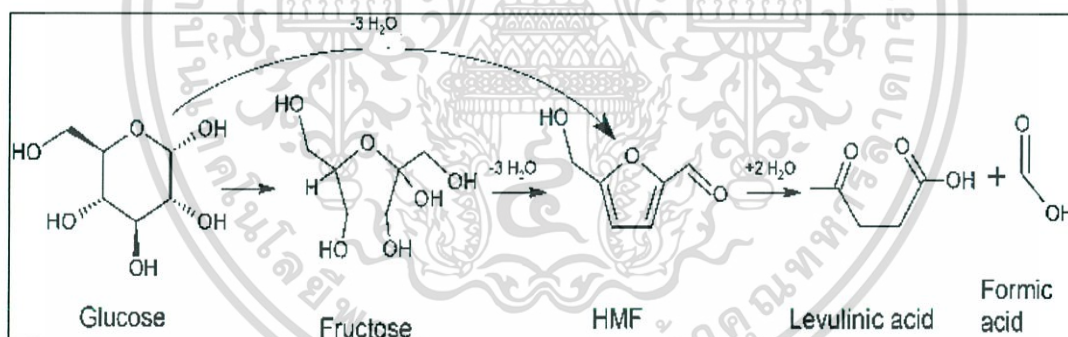
5-hydroxymethyl-2-furfural หรือชื่อทั่วไปว่า 5-hydroxymethyl-2-furancabaldehyde 5-hydroxymethyl-2-furaldehyde และ 5-hydroxymethyl-2-furfural มีโครงสร้างเป็นผลึกมีจุดเดือด 115 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลวที่ 35 องศาเซลเซียส ละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ต่างๆ เช่น เมทานอล เอทานอล ไดเอทิลเอสเทอร์ เบนซีน อะซิโตน เอทิลอะซิเตท และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ เตรียมได้จากการสูญเสียน้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (น้ำตาลที่มีจำนวนคาร์บอน (C) 6 อะตอม) หรือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของซีมวลโดยมีกรดเป็นสารเร่งปฏิกิริยา เมื่อคาร์โบไฮเดรตทำปฏิกิริยากับกรดเข้มข้น พันธะไกลโคซิดิกจะถูกทำลายได้ผลิตภัณฑ์เป็นโมโนแซคคาไรด์ เมื่อน้ำตาลทำปฏิกิริยากับกรดแก่ที่อุณหภูมิสูงจะได้สารประกอบที่มีโครงสร้างเป็นรูปวงแหวน เพราะน้ำตาลเกิดปฏิกิริยาไซโคลเซชัน (cyclization) จากการสูญเสียโมเลกุลของน้ำกลายเป็นสารประกอบอนุพันธ์เฟอฟูรัล (furfural derivative) ปฏิกิริยาระหว่างน้ำตาลกับกรดเป็นไปตามรูปที่ 2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาระหว่างน้ำตาลกับกรดเข้มข้น [3]

จากปฏิกิริยาในรูปที่ 2.3 กรดจะทำหน้าที่ดึงโมเลกุลของน้ำออกจากน้ำตาล กรดที่ใช้เป็นกรดแก่ น้ำตาลเพนโตส (C 5 อะตอม) เมื่อเกิดปฏิกิริยาจะได้เฟอฟูรัล และน้ำตาลเฮกโซส (C 6 อะตอม) จะได้ hydroxymethyl furfural ซึ่งเป็นอนุพันธ์เฟอฟูรัล อัตราเร็วของปฏิกิริยาจะแตกต่างกันออกไปตามชนิดของน้ำตาล อุณหภูมิและความเข้มข้นของกรด



รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาการเกิด 5-HMF จากการสูญเสีย น้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว [6]

จากรูปที่ 2.4 5-HMF เป็นสารที่เกิดจากการสูญเสีย น้ำของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว ที่มีคาร์บอน 6 อะตอม หรือน้ำตาลเฮกโซส เช่น กลูโคส กาแลคโตส ฟรักโตส ทากาโตส เป็นต้น โดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวสูญเสีย น้ำ 3 โมเลกุล จะกลายเป็น 5-HMF และเมื่อ 5-HMF ทำปฏิกิริยากับน้ำ 2 โมเลกุลจะได้กรดเลวูลินิก (levulinic acid) กับกรดฟอร์มิก (formic acid)

2.3.4 ประโยชน์ของ 5-HMF

- ใช้ในการสกัดสารทำละลายในกระบวนการกลั่นปิโตรเลียม
- ใช้เป็นสารทำละลายสำหรับกาวยาง เรซินและสีย้อม และใช้เป็นสีแต่งกลิ่นและสารเคมีตัวกลางในปฏิกิริยาเคมี
- ใช้ในความเข้มข้นที่สูงเพื่อเป็นสารกำจัดวัชพืช และสารกำจัดเชื้อรา
- ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมวัสดุคาร์บอน และเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ตัวทำละลาย เช่น แอลกอฮอล์ เป็นต้น

2.4 อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ (mesoporous silica nanoparticles) [7]

2.4.1 คุณสมบัติและลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

โดยทั่วไปวัสดุรูพรุนสามารถแบ่งออกเป็น 3 กลุ่มใหญ่ๆ ตามขนาดของรูพรุน ได้แก่ รูพรุนชนิดไมโคร (micropore) เมโซ (mesopore) และมาโคร (macropore)

- วัสดุรูพรุนชนิดไมโคร (รูพรุนขนาดเล็กกว่า 2 นาโนเมตร) มีหลากหลายชนิดขึ้นอยู่กับชนิดและการจัดเรียงโครงสร้างของรูพรุน เช่น ซีโอไลต์ (zeolite)
- วัสดุรูพรุนชนิดเมโซ (รูพรุนอยู่ในช่วง 2-50 นาโนเมตร) และมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง ถึง 700-1,500 ตารางเมตรต่อกรัม วัสดุรูพรุนชนิดเมโซมีหลายชนิด เช่น อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซจำพวก MCM-41 เป็นต้น
- วัสดุรูพรุนชนิดมาโคร (รูพรุนใหญ่กว่า 50 นาโนเมตร) พบได้ตามธรรมชาติ เช่น ไม้คอร์ก (cork) ฟองน้ำ (sponges) ดินเบา (diatoms) และเนื้อไม้ (Wood) รวมทั้งสารอนินทรีย์อื่นๆ

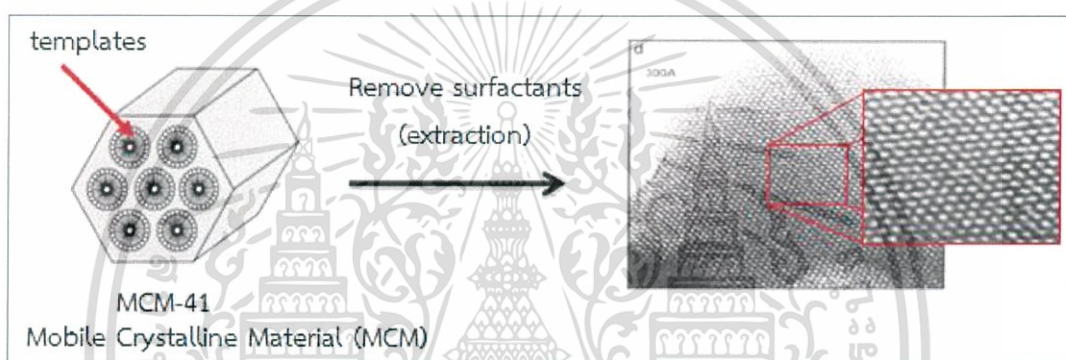
2.4.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซทำได้หลายวิธี เช่น เคมีไมเซลล์ (micelle chemistry) กระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) และการอบแห้งและการเผาที่อุณหภูมิสูง (drying and calcination) โดยมีองค์ประกอบหลักในการสังเคราะห์ 3 ส่วนที่สำคัญ คือ

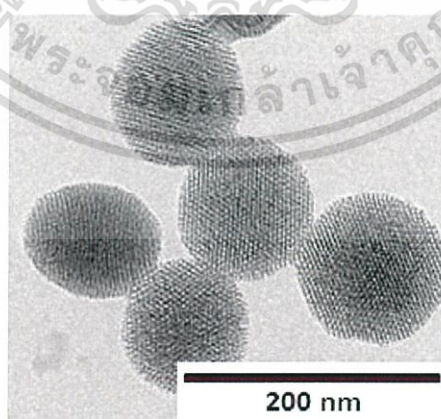
- สารอนินทรีย์ (inorganic compounds) ใช้เป็นสารตั้งต้น เช่น เตตระเอทิลอโทซิลิเกต และเมอร์แคปโตโพรพิวไตรเมท็อกซีไซเลน
- ตัวทำละลาย (solvent) เช่น น้ำ เอทานอล
- สารกำหนดโครงสร้าง (structure directing agents) โดยใช้สารลดแรงตึงผิว เช่น เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซทำได้โดยเตรียมโครงสร้าง (template) จากสารลดแรงตึงผิว ที่ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวสูงกว่าความเข้มข้นวิกฤต (critical micelle concentration) ส่วนที่ไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวจะจับตัวกันเกิดเป็นโครงสร้างที่เรียกว่าไมเซลล์ (micelle) ซึ่งตัวกำหนดโครงสร้าง ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ เมื่อเกิดไมเซลล์ แล้วจึงทำการเติมสารตั้งต้นประเภทซิลิกาเพื่อให้สารตั้งต้นประเภทซิลิกาไปเกาะ และทำปฏิกิริยารอบไมเซลล์เกิดเป็นโครงสร้างที่มีขนาดใหญ่และซับซ้อนขึ้นจนสิ้นสุดปฏิกิริยา หลังจากนั้นจึงกำจัดสารลดแรงตึงผิวออกเพื่อให้เกิดรูพรุนขึ้น การกำจัดสารลดแรงตึงผิวสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การเผา และการใช้กรดเพื่อแลกเปลี่ยนไอออน



รูปที่ 2.5 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ [8]



รูปที่ 2.6 รูป TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ (surface area = 1240 m²/g, pore size = 2.7 nm) [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 ประโยชน์ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

จากคุณสมบัติที่โดดเด่นของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ คือ มีพื้นที่ผิวสูงลักษณะโครงสร้างของรูพรุนเป็นระเบียบ มีขนาดสม่ำเสมอ สามารถควบคุมขนาดของรูพรุนได้ตามต้องการ โดยปรับขนาดหรือชนิดของสารกำหนดโครงสร้างทนต่อความร้อน ทนต่อกระบวนการทางเคมีที่ใช้ในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม จึงมีการนำมาใช้งานอย่างหลากหลาย อาทิ

- ใช้เป็นตัวรองรับสารเร่งปฏิกิริยาพบว่า มีการนำอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซไปใช้สำหรับกระจายสารเร่งปฏิกิริยาที่มีราคาสูงเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาและปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลของสารเร่งปฏิกิริยา

- ใช้ในกระบวนการดูดซับ (adsorption process) พบว่า มีการนำสารที่มีรูพรุนชนิดเมโซไปใช้ในการดูดซับสารที่มีขนาดโมเลกุลตามต้องการ เนื่องจากมีคุณสมบัติในการคัดขนาดและรูปร่าง (size and shape selectivity) ของโมเลกุลที่ผ่านเข้า-ออก ทำให้มีความสามารถในการดูดซับสารที่ต้องการได้ดี เช่น ดูดซับสารจำพวกก๊าซ ของเหลว และของแข็ง

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.5.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

Dias และคณะ [10] ทำการสังเคราะห์และศึกษาผลขนาดรูพรุนของซิลิกาที่มีหมู่ซิลโฟเนตที่มีต่อปฏิกิริยาการสูญเสียไฮโดรเจนของดี-ไซโลสเพื่อเตรียมเพอฟูร์ล พบว่าความเป็นระเบียบของโครงสร้างรูพรุนและขนาดรูพรุนมีผลต่อความจำเพาะของปฏิกิริยา (selectivity) และปริมาณผลิตภัณฑ์ที่ได้

Huh และคณะ [11] ทำการสังเคราะห์อนุภาคที่มีรูพรุนโดยเตรียมแบบการควบแน่นร่วมระหว่างสารตั้งต้นซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชันที่แตกต่างกัน 2 ชนิด พบว่าชนิดและขนาดของหมู่ฟังก์ชัน รวมไปถึงสัดส่วนระหว่างสารตั้งต้น 2 ชนิด มีผลต่อขนาดและโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคที่เตรียมได้นอกจากนี้กลไกการเกิด และคุณสมบัติทางกายภาพของอนุภาคยังขึ้นกับชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้

Bootsma และคณะ [12] ได้ทำการศึกษาการใช้วัสดุซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซิลโฟเนตในการไฮโดรไลซิสโอลิโกแซคคาไรด์จากธัญพืช พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา ประสิทธิภาพของสารเร่งปฏิกิริยาของแข็งซิลิกาดีขึ้น และได้น้ำตาลกลูโคสออกมามากขึ้น แต่มีผลต่อการเสื่อมสลายของน้ำตาลชนิดอื่น เช่น ไฮโลส

2.5.2 การใช้อนุภาคในการเป็นสารเร่งปฏิกิริยา

มีหลายกลุ่มวิจัยที่นำอนุภาคประกอบ (nanocomposite) มาใช้ในการเร่งปฏิกิริยา เช่น

Jia และคณะ [13] ทำการนำตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด Ni/MCM-41 มาสังเคราะห์คาร์บอนไฟเบอร์ (carbon fibers) จากมีเทนโดยปฏิกิริยาไพโรไลซิส (Pyrolysis) Bispo และคณะ [14] ศึกษาลักษณะเฉพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด Fe/MCM-41 และ Fe/ZSM-5 ในการสังเคราะห์สไตรีน (Styrene) Sadaba และคณะ [15] พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาของแข็งประกอบขึ้นจากซิลิกาที่มีรูพรุนที่มีหมู่เอมีนกับ poly (styrenesulfonic acid) โดยอาศัยแรงดึงดูดระหว่างประจุของหมู่เอมีนกับหมู่ซัลโฟเนต พบว่าระบบตัวเร่งประกอบที่เตรียมได้สามารถเร่งปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของไซโลสได้โดยมีการสูญเสีย poly (styrenesulfonic acid) บ้างระหว่างการใช้งาน

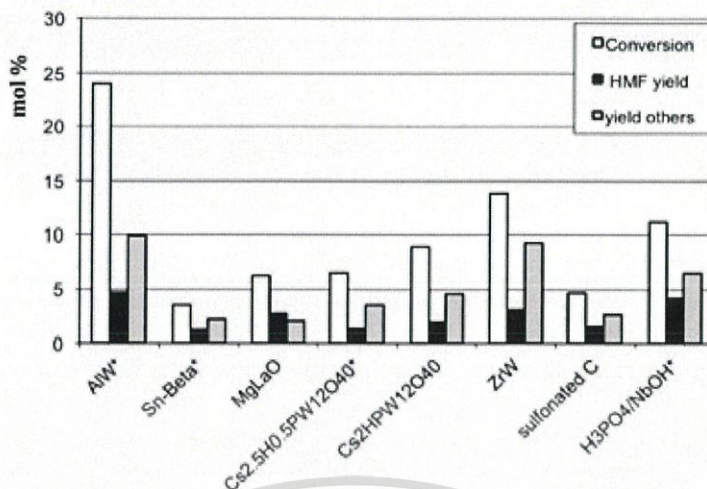
2.5.3 ปริมาณเฟอฟูรัลจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดชนิดต่างๆ

Benchawan และคณะ [16] ได้ทำการศึกษาการลดปริมาณเฟอฟูรัลให้ได้ต่ำที่สุดของการนำขานอ้อยมาผลิตเป็นน้ำตาลด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดชนิดต่างๆ ผลผลิตที่ได้คือน้ำตาลรีดิทซ์ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตเอทานอลและมีสารประกอบเฟอฟูรัลเกิดขึ้น โดยการทดลองในครั้งนี้จะใช้กรดทั้งหมด 4 ชนิด ได้แก่ กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) และกรดไนตริก (HNO_3) ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าปริมาณของเฟอฟูรัลที่ต่ำที่สุดเกิดจากไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ความเข้มข้น 0.02 โมลต่อลิตร อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เวลา 60 นาที ทำให้ได้ความเข้มข้นของปริมาณเฟอฟูรัลต่ำที่สุดคือ 0.6029 มิลลิกรัมต่อลิตรและมีปริมาณน้ำตาลรีดิทซ์ 2.7557 กรัมต่อลิตร ทั้งนี้ขึ้นกับอุณหภูมิ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะได้ปริมาณน้ำตาลมากขึ้น

2.5.4 ผลการศึกษาสารเร่งปฏิกิริยากับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ % Yield 5-HMF

Rodrigo Lopes de Souza และคณะ [17] ได้ศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์ผลได้ 5-HMF โดยใช้กลูโคสเป็นสารตั้งต้น มีกรดอะซิติกและน้ำเป็นตัวทำละลาย ทำปฏิกิริยาที่ 150 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง พบว่าสารเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดมีผลต่อเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF โดยสารเร่งปฏิกิริยา AW ให้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากที่สุด และสารเร่งปฏิกิริยา Sn-Beta ให้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF น้อยที่สุด โดยสารเร่งปฏิกิริยาถือเป็นปัจจัยที่สำคัญอย่างหนึ่ง แสดงดังรูปที่ 2.7

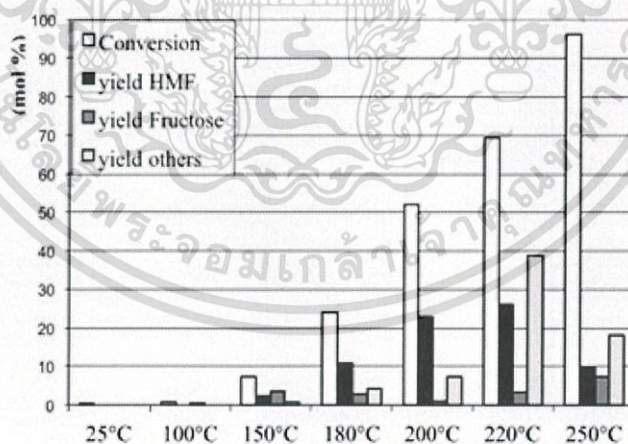
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF กับสารเร่งปฏิกิริยาต่างๆ [17]

2.5.5 ผลการศึกษาอุณหภูมิกับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ % Yield 5-HMF

Rodrigo Lopes de Souza และคณะ [17] ได้ศึกษาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของอนุพันธ์เฟอฟูรัลโดยมีกลูโคสเป็นสารตั้งต้นและน้ำเป็นตัวทำละลาย และไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 25 100 150 180 200 220 และ 250 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 2.8



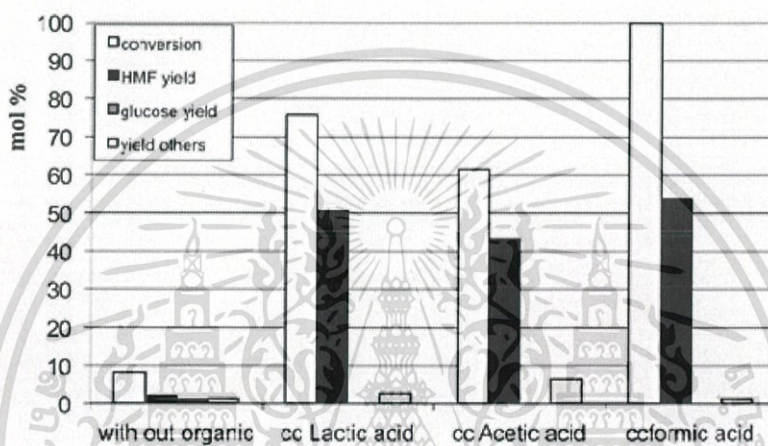
รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้ 5-HMF ที่อุณหภูมิต่างๆ [17]

จากรูปที่ 2.8 พบว่าอุณหภูมิเป็นปัจจัยที่สำคัญ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น ทำให้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากขึ้นด้วย แต่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 250 องศาเซลเซียส การทำปฏิกิริยาจะลดลง เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF จึงมีค่าลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.6 ผลการศึกษาสารละลายกรดชนิดต่างๆ กับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ % Yield 5-HMF

Rodrigo Lopes de Souza และคณะ [17] ได้ศึกษาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF จากฟรักโทส ในสารละลายกรดชนิดต่างๆ ที่มีความสามารถเร่งปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง พบว่าตัวทำละลายเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิด 5-HMF โดยตัวทำละลายแต่ละชนิดเกิดเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ไม่เท่ากัน กรดฟอร์มิก (formic acid) ทำให้เกิด 5-HMF มากที่สุด และตัวทำละลายที่เป็นไม่เป็นกรดอินทรีย์เกิด 5-HMF น้อยที่สุด แสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF กับตัวทำละลายกรดชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง [17]

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์และพัฒนาสารเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดโดยใช้อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซิลโฟเนต เพื่อใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคส โดยสังเคราะห์อนุภาคจากปฏิกิริยาการควบแน่นร่วมระหว่างเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (tetraethyl orthosilicate; TEOS) และเมอร์แคปโตโพรพิลไตรเมท็อกซีซิลเลน (3-mercaptopropyltrimethoxy silane ; MPTMS) ซึ่งเป็นสารที่ทำให้เกิดอนุภาค และใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (hexadecyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) เป็นตัวกำหนดโครงสร้างของรูพรุน และทำการขยายรูพรุนของอนุภาคด้วย 1,3,5-ไตรเมทิลเบนซีน (trimethylbenzenes; TMB) ซึ่งจะทำให้การทดลองทั้งส่วนที่เติม TMB และไม่เติม TMB ที่ความเข้มข้น โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ต่างๆ กัน ทำการสังเคราะห์อนุภาคในสภาวะที่เป็นต่าง ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส แล้วทำการเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลเป็นหมู่ซิลโฟเนต ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการ จากนั้นศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสให้เป็น 5-HMF ซึ่งจะต้องเป็นวิธีที่มีอุณหภูมิและความดันเหมาะสม และมีความปลอดภัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 1) เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (hexadecyltrimethyl ammonium bromide; CTAB)
- 2) เอทิลอะซิเตต (ethyl acetate; EtOAc)
- 3) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide; NH_4OH)
- 4) เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (tetraethyl orthosilicate; TEOS)
- 5) เมอร์แคปโตโพรพิลไตรเมท็อกซีซิลเลน (3-mercaptopropyltrimethoxysilane; MPTMS)
- 6) 1,3,5-ไตรเมทิลเบนซีน (trimethylbenzenes; TMB)
- 7) กรดอะซิติก (acetic acid)
- 8) 5-ไฮดรอกซีเมทิลฟูรัล (5-hydroxymethylfurfural; 5-HMF)
- 9) น้ำตาลกลูโคส (glucose)
- 10) เอทานอล (ethanol)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

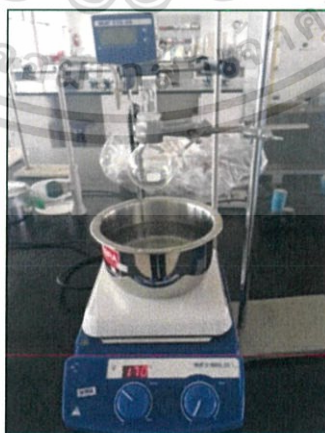
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

- 1) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM)
- 2) การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค และศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ (Dynamic Light Scattering instrument; DLS)
- 3) เครื่องมือวิเคราะห์ ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer; FTIR)
- 4) เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis instrument; TGA)
- 5) เครื่องมือวิเคราะห์หาลองค์ประกอบของธาตุ (Elemental Analysis instrument)
- 6) เครื่องมือวิเคราะห์โครมาโทกราฟีเหลวความดันสูง (High Performance Liquid Chromatography instrument; HPLC)

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

- 1) เตรียมสารละลาย CTAB ความเข้มข้น 54.8 มิลลิโมลาร์ โดยชั่ง CTAB 2 กรัม เทลงในบีกเกอร์ แล้วเติมน้ำ 100 มิลลิลิตร นำไปปั่นจนให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
- 2) จัดเตรียมอุปกรณ์ ดังรูปที่ 3.1 ควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส และปั่นจนให้อุณหภูมิของน้ำเท่ากันทั้งภาชนะ



รูปที่ 3.1 อุปกรณ์การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3) เจือจางสารลดแรงตึงผิวที่เตรียมในข้อ 1) โดยปิเปตสารละลาย CTAB ความเข้มข้น 54.8 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 15 มิลลิลิตร ลงในขวดกั่นกลมที่มีการบรรจุน้ำ 300 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 2 นาที
- 4) เติม EtOAc 2.64 มิลลิลิตร แล้วทำการปั่นกวน 2 นาที จากนั้นเติม NH_4OH 8.1 มิลลิลิตร และเติมสารผสมระหว่าง TEOS และ MPTMS ความเข้มข้น 10% ปริมาตร 1,350:150 ไมโครลิตร ความเข้มข้น 25% ปริมาตร 1,125:375 ไมโครลิตร และความเข้มข้น 55% ปริมาตร 675:825 ไมโครลิตร ตามลำดับ ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 5 นาที
- 5) เจือจางโดยการเติมน้ำกลั่น 110.7 มิลลิลิตร เพื่อลดการจับตัวกันเป็นก้อน ปั่นกวน 10 นาที
- 6) แบ่งสารละลายที่มีอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ใส่ลงในหลอดปั่นเหวี่ยง ขนาด 50 มิลลิลิตร โดยทุกหลอดต้องมีน้ำหนักเท่ากัน
- 7) ทำการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
- 8) เทสารละลายที่ไม่ต้องการออกจากหลอดปั่นเหวี่ยง จากนั้นเติมเอทานอล ลงในหลอดปั่นเหวี่ยงที่มีอนุภาคอยู่ นำไปโซนิเคทเพื่อทำให้อนุภาคกระจายตัว จากนั้นนำไปแยกด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงอีกครั้ง ทำซ้ำอีก 2 รอบ
- 9) นำสารละลายที่ได้มาทำการกำจัดสารลดแรงตึงผิว (CTAB) ออกจากรูพรุนโดยการล้างด้วยกรดอะซิติกปริมาณของกรดที่ใช้เป็น 5-10% โดยปริมาตรของสารละลาย โดยเทสารละลายอนุภาคลงในขวดกั่นกลม ทำการปั่นกวนอย่างน้อย 30-60 นาที จากนั้น ทำซ้ำตามขั้นตอนในข้อ 7) - 8) สุดท้ายจะได้อนุภาคที่มีแต่หมู่ไฮดรอกซิล

3.4.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไฮดรอกซิล และเติม TMB ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

- 1) เตรียมสารละลาย CTAB ความเข้มข้น 54.8 มิลลิโมลาร์ โดยชั่ง CTAB 2 กรัม เติลงในบีกเกอร์ แล้วเติมน้ำ 100 มิลลิลิตร นำไปปั่นกวนให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
- 2) จัดเตรียมอุปกรณ์โดยการนำขวดกั่นกลมที่ยัดไว้ด้วยแคลมป์และชุดขาตั้งอุปกรณ์ จุ่มลงในภาชนะที่มีน้ำตั้งอยู่บนเครื่องปั่นกวน ซึ่งควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส และทำการปั่นกวนเพื่อให้อุณหภูมิของน้ำเท่ากันทั้งภาชนะ
- 3) เจือจางสารลดแรงตึงผิวที่เตรียมในข้อ 1) โดยปิเปตสารละลาย CTAB ความเข้มข้น 54.8 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 15 มิลลิลิตร ลงในขวดกั่นกลมที่บรรจุน้ำ 300 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 2 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) เติม EtOAc 2.64 มิลลิลิตร และเติม TMB ปริมาตร 2.136 มิลลิลิตร เพื่อขยายรูพรุน และทำการปั่นกวน 2 นาที
- 5) จากนั้นเติม NH_4OH 8.1 มิลลิลิตร และเติมสารผสมระหว่าง TEOS และ MPTMS ความเข้มข้น 10% ปริมาตร 1,350:150 ไมโครลิตร ความเข้มข้น 25% ปริมาตร 1,125:375 ไมโครลิตร และความเข้มข้น 55% ปริมาตร 675:825 ไมโครลิตร ตามลำดับ ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 5 นาที
- 6) เจือจางโดยการเติมน้ำกลั่น 110.7 มิลลิลิตร เพื่อลดการจับตัวกันเป็นก้อน ปั่นกวน 10 นาที
- 7) แบ่งสารละลายที่มีอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ ใส่ลงในหลอดปั่นเหวี่ยง ขนาด 50 มิลลิลิตร โดยทุกหลอดต้องมีน้ำหนักเท่ากัน
- 8) ทำการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
- 9) เทสารละลายที่ไม่ต้องการออกจากหลอดปั่นเหวี่ยง จากนั้นเติมเอทานอล ลงในหลอดปั่นเหวี่ยงที่มีอนุภาคอยู่ นำไปโซนิเคทเพื่อทำให้อนุภาคกระจายตัว จากนั้นนำไปแยกด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงอีกครั้ง ทำซ้ำอีก 2 รอบ
- 10) นำสารละลายที่ได้มาทำการกำจัดสารลดแรงตึงผิว (CTAB) ออกจากรูพรุนโดยการล้างด้วยกรดอะซิติกปริมาณของกรดที่ใช้เป็น 5-10% โดยปริมาตรของสารละลาย โดยเทสารละลายอนุภาคลงในขวดก้นกลม ทำการปั่นกวนอย่างน้อย 30-60 นาที จากนั้น ทำซ้ำตามขั้นตอนในข้อ 8) - 9) สุดท้ายจะได้อนุภาคที่มีแต่หมูไทออล

3.4.3 การหาความเข้มข้นโดยน้ำหนักของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

- 1) ชั่งน้ำหนักปั่นเหวี่ยง ขนาด 15 มิลลิลิตร และบันทึกน้ำหนัก
- 2) โซนิเคทสารละลายอนุภาคที่เตรียมได้ แล้วเปิดใส่หลอดปั่นเหวี่ยงตัวอย่างละ 5 มิลลิลิตร
- 3) ทำการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
- 4) เทสารละลายที่ไม่ต้องการออกจากหลอดปั่นเหวี่ยง ปิดฝาหลอดด้วยแผ่นอลูมิเนียมพร้อมเจาะรู
- 5) ออบอนุภาคในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้อนุภาคที่อบแห้งแล้ว แสดงดังรูปที่ 3.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ได้หลังจากการอบแห้ง

- 6) ชั่งน้ำหนักหลอดปั่นเหวี่ยงหลังอบแห้ง และบันทึกน้ำหนัก
- 7) คำนวณหาความเข้มข้นของอนุภาค (น้ำหนักของอนุภาคต่อปริมาตรของสารละลาย)

3.4.4 การเปลี่ยนหมู่ไทออล (-SH) ให้เป็นหมู่ซัลโฟเนต (-SO₃⁻) ด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂)

- 1) เปิดสารละลายอนุภาคลงในหลอดปั่นเหวี่ยง (ปริมาณสารละลายที่ใช้จะมีรายละเอียดตามภาคผนวก ข.2)
- 2) ทำการปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกสารละลายที่ไม่ต้องการออกจากอนุภาคที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที ใช้เวลา 20 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
- 3) เทสารละลายที่ไม่ต้องการออกจากหลอดปั่นเหวี่ยง แล้วเติมเมทานอล (ปริมาณเมทานอลที่ใช้มีรายละเอียดตามภาคผนวก ข.2) จากนั้นโซนิเคทเพื่อให้อนุภาคกระจายตัวในสารละลาย
- 4) จัดเตรียมอุปกรณ์เครื่องมือในการทดลอง โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส
- 5) เทสารละลายลงในขวดก้นกลม ขนาด 100 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็กแล้วทำการปั่นกวน
- 6) ค่อยๆ หยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในขวดก้นกลม (ปริมาณสารที่ใช้จะมีรายละเอียดตามภาคผนวก ข.2)
- 7) ทำการปั่นกวนทิ้งไว้ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 8) จากนั้นเทสารละลายใส่หลอดปั่นเหวี่ยง ขนาด 15 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 9) ทำการปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกสารละลายที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกจากอนุภาค 4,000 รอบ ต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
- 10) เทสารที่ไม่ต้องการออก แล้วเติมเอทานอลลงในหลอดปั่นเหวี่ยงที่มีอนุภาคอยู่ แล้วโซนิเคทให้อนุภาคกระจายตัว
- 11) ทำซ้ำตามขั้นตอนในข้อ 9) - 10) อีก 2 รอบ

3.4.5 การหาปริมาณซัลโฟเนตบนอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซัลโฟเนต

3.4.5.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 0.1 M

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4 กรัม ในบีกเกอร์ ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำกลั่น แล้วเทลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น

3.4.5.2 การไทเทรตหาปริมาณหมู่ซัลโฟเนต

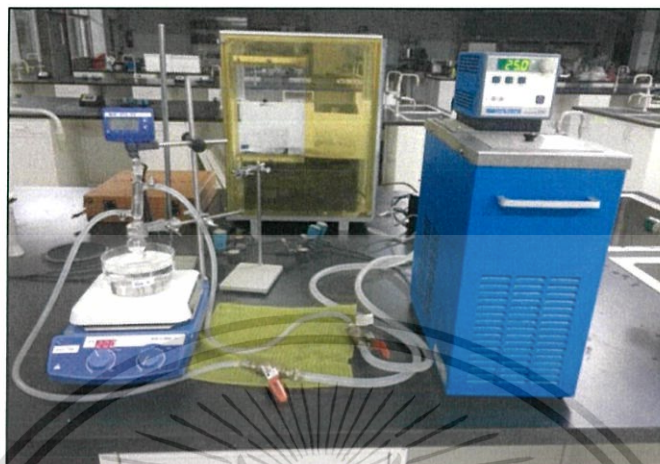
- 1) ปิเปตสารละลายอนุภาค 2 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ ขนาด 100 มิลลิลิตร
- 2) เติมฟีนอล์ฟทาลีน 2-3 หยด
- 3) ไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 M ที่ทราบความเข้มข้น จนถึงจุดยุติ (สารละลายจะเปลี่ยนจากไม่มีสีเป็นสีชมพูอ่อน)
- 4) บันทึกปริมาตรสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรต ทำซ้ำอีก 2 รอบ แล้วหาปริมาตรเฉลี่ย
- 5) คำนวณหาความเข้มข้นของหมู่ซัลโฟเนตบนอนุภาค

3.4.6 การเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสให้กลายเป็นไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-Hydroxymethyl Furfural; 5-HMF)

- 1) ปิเปตสารละลายอนุภาคลงในหลอดปั่นเหวี่ยง ขนาด 15 มิลลิลิตร (ปริมาณสารละลายที่ใช้มีรายละเอียดตามภาคผนวก ข.6)
- 2) ทำการปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกสารละลายที่ไม่ต้องการออกจากอนุภาคที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบ ต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส
- 3) เทสารละลายที่ไม่ต้องการออก แล้วเติมโทลูอีนและน้ำกลั่นเป็นสัดส่วน 0.7 ต่อ 0.3 มิลลิลิตร ตามลำดับ จากนั้นโซนิเคทให้อนุภาคกระจายตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) จัดเตรียมอุปกรณ์เครื่องมือในการทดลอง โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ชุดอุปกรณ์สำหรับการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

- 5) ชั่งน้ำตาลกลูโคสในขวดก้นกลม 30 มิลลิลิตร แล้วใส่แท่งแม่เหล็ก
- 6) เมื่ออุณหภูมิถึงค่าที่ควบคุมไว้ ให้เทสารที่เตรียมได้ตามขั้นตอนในข้อ 3) ลงในขวดก้นกลม
- 7) ทำการปั่นกวนทิ้งไว้ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 8) ปิดชุดการทดลอง แล้วเทสารละลายใส่หลอดปั่นเหวี่ยง ขนาด 15 มิลลิลิตร
- 9) ทำการปั่นเหวี่ยงเพื่อแยก 5-HMF ออกจากอนุภาคที่ความเร็วรอบ 4,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แล้วเท 5-HMF เก็บไว้ในขวดแก้ว
- 10) เติมหอทานอลลงในหลอดปั่นเหวี่ยงที่มีอนุภาคอยู่ แล้วทำการโซนิคเพื่อให้อนุภาคกระจายตัว
- 11) ทำซ้ำตามขั้นตอนในข้อ 9) - 10) อีก 2 รอบ

3.4.7 การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของไฮดรอกซีเมทิลเฟอฟูรัล (5-Hydroxymethyl Furfural; 5-HMF) จากเครื่องมือวิเคราะห์โครมาโทกราฟีเหลวความดันสูง (High Performance Liquid Chromatography; HPLC)

- 1) เตรียมสารละลาย 5-HMF ในที่ 0.045% 0.0225% และ 0.01125%
- 2) ใช้คอลัมน์ Shodex SUGAR KS-801 ในการวิเคราะห์หาน้ำตาล ปรับอุณหภูมิของคอลัมน์เป็น 50 องศาเซลเซียส ใช้ ultraviolet-visible Detector mobile phase 1 มิลลิโมลต่อลิตร H_2SO_4 และ 8 มิลลิโมลต่อลิตร Na_2SO_4 (pH 2.8) อัตราการไหลของวัฏภาคเคลื่อนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1 มิลลิลิตรต่อนาที และทำการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 280 นาโนเมตร
- 3) กรองสารตัวอย่างผ่านกระดาษกรองเพื่อกรองเอาสิ่งสกปรกออก
- 4) ใช้กระบอกฉีดยาคูดสารละลายตัวอย่างที่กรองได้ 1 ไมโครลิตร แล้วฉีดเข้าเครื่อง HPLC

3.4.8 การวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

การวิเคราะห์คุณสมบัติและคุณลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ จะทำการวิเคราะห์ทั้งก่อนและหลังการปรับแต่งหมู่ฟังก์ชัน มีรายละเอียดของเครื่องมือในการวิเคราะห์ ดังนี้

3.4.8.1 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค และศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ (Dynamic Light Scattering; DLS)

การวิเคราะห์อนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ เป็นการศึกษาขนาดของอนุภาคในน้ำ (hydrodynamic size) ทั้งก่อนและหลังจากการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน โดยวิเคราะห์ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ใช้อนุภาคในเอทานอล 3 มิลลิลิตร

3.4.8.2 การวิเคราะห์ ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนอนุภาคเป็นการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคทั้งก่อนและหลังจากการเปลี่ยนเป็นหมู่ซิลโฟเนต โดยวัดค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของตัวอย่าง โดยช่วงของการวิเคราะห์คือ $4,000-800\text{ cm}^{-1}$ ความละเอียดในการเก็บข้อมูล 8 cm^{-1} จำนวนรอบการสแกน 20 รอบ

3.4.8.3 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM)

วิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน ถ่ายภาพทางสัณฐานวิทยา โดยมีรายละเอียดตามภาคผนวก ค.2

3.4.8.4 การวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis instrument; TGA)

การวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคเมื่อได้รับความร้อน โดยการวัดน้ำหนักของอนุภาคที่เปลี่ยนแปลงไปในแต่ละช่วงของอุณหภูมิด้วยเครื่องซึ่งที่มีความไวสูง

3.4.8.5 การวิเคราะห์หองค์ประกอบของธาตุ (Elementary Analysis)

การวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณองค์ประกอบของธาตุเคมีในสารตัวอย่าง โดยจะทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุซัลเฟอร์ในสารตัวอย่าง ซึ่งจะทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างละ 3 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ย

บทที่ 4

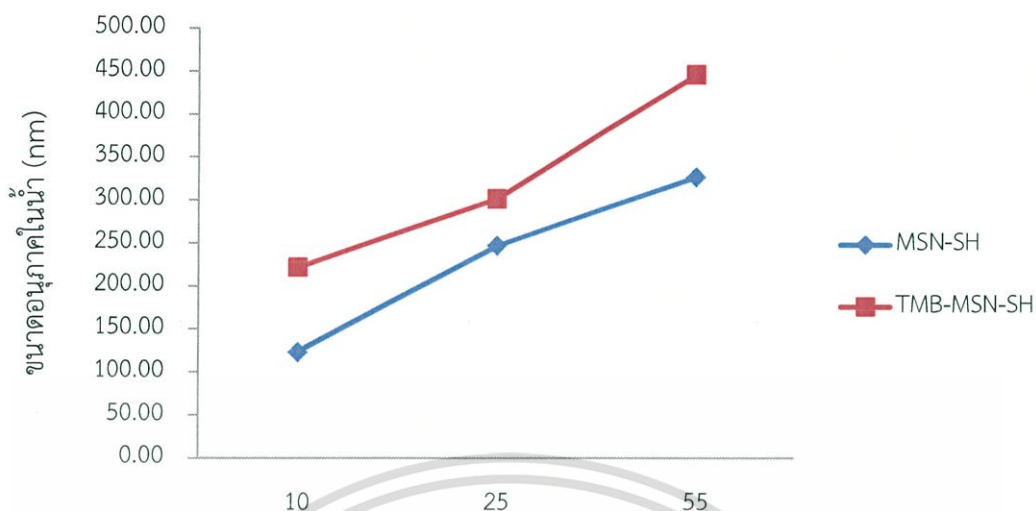
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์อนุภาคที่เติมสารขยายรูพรุนและไม่เติมสารขยายรูพรุน (TMB) ที่ความเข้มข้น 10% 25% และ 55% โดยปริมาตร ในสภาวะที่เป็นต่าง ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และทำการเปลี่ยนหมู่ไทออลเป็นหมู่ซัลโฟเนต ทำการวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอนุภาคทั้งก่อนและหลังการเปลี่ยนเป็นหมู่ซัลโฟเนต โดยวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคแบบการกระเจิงแสงในน้ำ (DLS) วิเคราะห์โครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM) ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (FTIR) และวิเคราะห์ปริมาณสารอินทรีย์โดยใช้เทคนิคการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA) จากนั้นใช้เตรียม 5-HMF จากน้ำตาลกลูโคส ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยศึกษาผลระหว่างตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำ และน้ำอย่างเดียวก่อน เพื่อศึกษาตัวทำละลายที่เหมาะสมที่ให้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากที่สุด (%Yield 5-HMF) โดยวิเคราะห์ปริมาณ 5-HMF ที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

4.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ

4.1.1 ขนาดอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซในน้ำโดยใช้เทคนิคการกระเจิงแสง

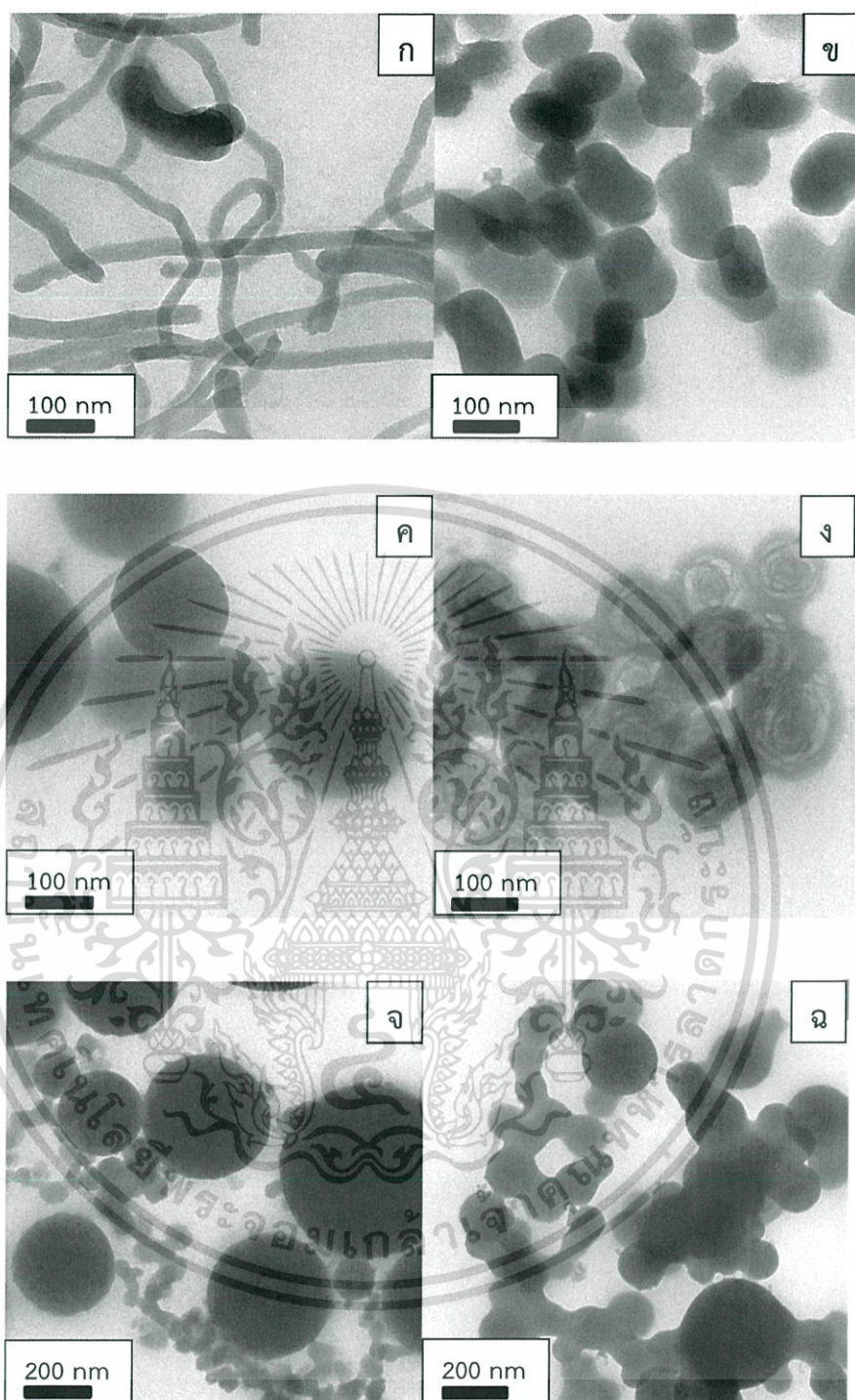
จากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ใช้ปริมาณเมอร์แคปโตโพรพิลไตรเมทอิกซีไฮเลน (MPTMS) ในการสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นต่างๆกัน (10-55%) โดยปริมาตร ทั้งระบบที่มีการเติมและไม่เติม TMB พบว่าอนุภาคที่มีการเติม TMB มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคที่ไม่มีการเติม TMB โดยความเข้มข้นที่มีขนาดอนุภาคมากที่สุดคือ TMB-MSN-SH-55% โดยมีขนาดอนุภาค 444.72 nm และความเข้มข้นที่มีขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดคือ MSN-SH-10% โดยมีขนาดอนุภาค 123.62 nm ขนาดอนุภาคจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ MPTMS ที่มากขึ้นและจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติม TMB ดังแสดงในรูปที่ 4.1



เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์

รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในน้ำ (nm) กับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์

4.1.2 ผลการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซไซท์ด้วย TEM การวิเคราะห์โครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM) ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซไซท์ที่สังเคราะห์โดยที่ความเข้มข้นต่างๆ ของ MPTMS (10% 25% และ 55% โดยปริมาตร) เทียบกับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซไซท์ที่มีการเติม TMB ที่ความเข้มข้นเดียวกัน แสดงดังรูปที่ 4.2 (ก) - (ฉ)



รูปที่ 4.2 รูป TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนที่มีหมู่ไทโอดที่ความเข้มข้น MPTMS ต่างๆกัน ทั้งที่ไม่เติมและเติม TMB (ก) MSN-SH-10% (ข) TMB-MSN-SH-10% (ค) MSN-SH-25% (ง) TMB-MSN-SH-25% (จ) MSN-SH-55% และ (ฉ) TMB-MSN-SH-55%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.2 (ก) พบว่าอนุภาค MSN-SH-10% มีรูปร่างคล้ายท่อทรงกระบอกยาวและแคบกว่ามากเมื่อเทียบ TMB-MSN-SH-10% ที่มีรูปร่างเป็นท่อทรงกระบอกสั้นๆซึ่งไม่สอดคล้องกับขนาดอนุภาค (รูปที่ 4.1) อาจมีผลมาจากเครื่อง TEM นั้นมีอายุการใช้งานมานานจึงทำให้สังเกตลักษณะโครงสร้างได้ไม่ชัดเจน จากรูปที่ 4.2 (ข) สามารถสังเกตเห็นรูพรุนบางส่วนบนอนุภาค

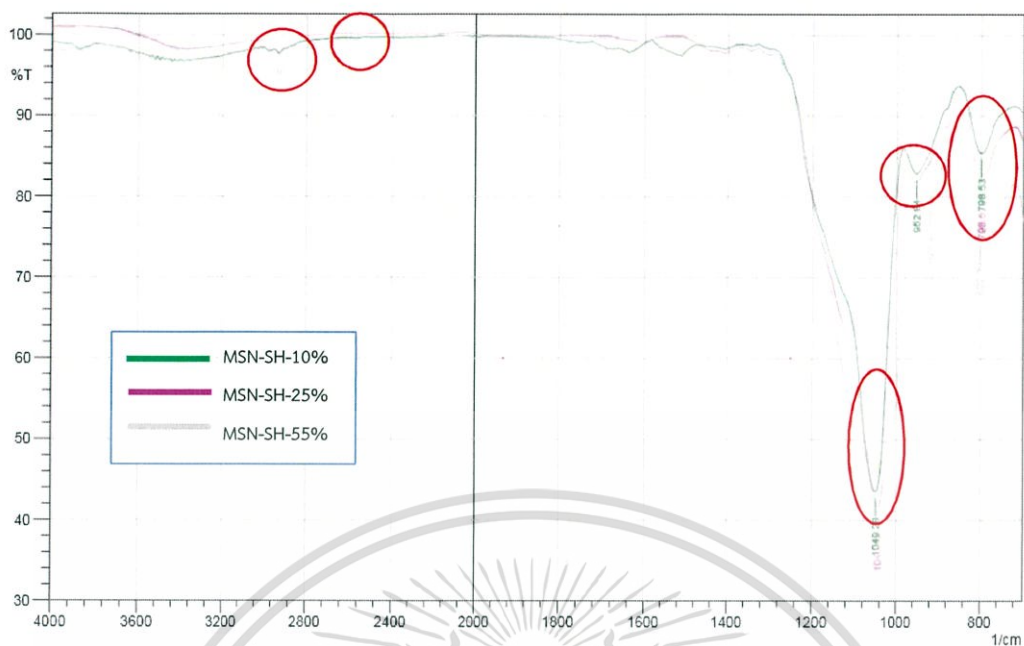
รูปที่ 4.2 (ค) รูปร่างอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ MSN-SH-25% มีลักษณะเป็นทรงกลมแต่ไม่สามารถสังเกตเห็นรูพรุนและการจัดเรียงตัวของรูพรุนได้อย่างชัดเจนอาจเป็นเพราะเกิดจากการล้างอนุภาคด้วยกรดอะซิติกเพื่อกำจัดสารลดแรงตึงผิวนั้นใช้เวลาไม่เพียงพอและกำจัดกรดอะซิติกโดยการปั่นเหวี่ยงนั้นกำจัดออกไม่หมดและมีสิ่งแปลกปลอมเจือปน อาทิ ฝุ่น จึงทำให้โครงสร้างของอนุภาคที่ได้นั้นมีสีดำเห็นรูพรุนได้ไม่ชัดเจน ส่วนรูปที่ 4.2 (ง) TMB-MSN-SH-25% พบว่ามีโครงสร้างและขนาดรูพรุนที่ชัดเจนกว่า MSN-SH-25% โดยมีลักษณะรูพรุนที่กว้าง ไม่เป็นระเบียบ ไม่เป็นรูปทรงเรขาคณิตมีลักษณะซ้อนทับกันจากตรงกลางออกไปรอบนอกในแนวรัศมี จาก TEM รูปที่ 4.2 (ค) - (ง) ขนาดอนุภาค TMB-MSN-SH-25% เล็กกว่า MSN-SH-25% ซึ่งไม่สอดคล้องกับผลจากเทคนิคการกระเจิงแสงในน้ำ

จากรูปที่ 4.2 (จ) อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ MSN-SH-55% มีขนาดใหญ่ การกระจายขนาดกว้างและไม่สามารถสังเกตเห็นรูพรุนอย่างชัดเจน ส่วน TMB-MSN-SH-55% รูปที่ 4.2 (ฉ) อนุภาคเกาะติดกันเป็นก้อน มีการกระจายขนาดที่กว้างไม่สามารถสังเกตเห็นรูพรุนได้

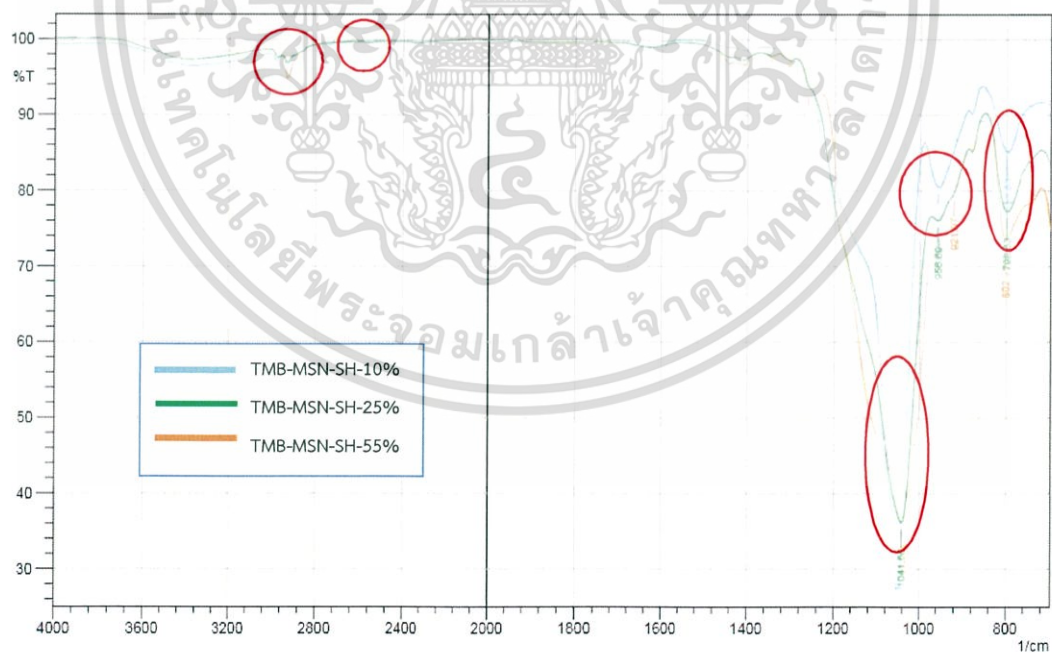
4.1.3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล

โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคทางสเปกโตรสโคปีโดยอาศัยการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด เป็นการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ความเข้มข้น MPTMS 10% 25% และ 55% เทียบกับอนุภาคที่มีการปรับแต่งด้วย TMB ที่ความเข้มข้น MPTMS เดียวกัน ดังรูปที่ 4.3 (ก) - (ข) ตามลำดับ



รูปที่ 4.3 (ก) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่เทอล MSN-SH-10% MSN-SH-25% และ MSN-SH-55%



รูปที่ 4.3 (ข) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่เติม TMB และมีหมู่เทอล TMB-MSN-SH-10% TMB-MSN-SH-25% และ TMB-MSN-SH-55%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.3 (ก) พบว่าอนุภาคที่ทำการวิเคราะห์มีพีคที่ wave number ในช่วง $1149-1041\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างซิลิกา (Si-O-Si) ที่มีลักษณะยืดหด [18] โครงสร้างที่สอดคล้องกับโครงสร้าง Si-OH แสดงพีคที่ wave number ในช่วง $980-910\text{ cm}^{-1}$ ในส่วนของพีคที่แสดงในช่วงของ $810-790\text{ cm}^{-1}$ สอดคล้องกับโครงสร้างซิลิกา (Si-O-Si) มีลักษณะโครงสร้างแบบหักงอและส่วนของโครงสร้าง (C-H) ที่มีลักษณะยืดหดและโครงสร้างของไทออล (S-H) ที่มีลักษณะยืดหดแสดงพีคที่ wave number ในช่วง $3200-2800\text{ cm}^{-1}$ และพีคในช่วง $2600-2550\text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ แสดงว่าอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่สังเคราะห์ได้มีหมู่ไทออลที่ต้องการ เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีการเติม TMB จากรูปที่ 4.3 (ข) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีการเติม TMB (TMB-MSN-SH-10% TMB-MSN-SH-25% และ TMB-MSN-SH-55%) มีลักษณะคล้ายกับสเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซคือมีพีคปรากฏที่ตำแหน่งสอดคล้องกัน ยืนยันว่ามีหมู่ไทออลในอนุภาค

4.1.4 วิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของอนุภาคโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA)

ตารางที่ 4.1 ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ไทออล

ตัวอย่าง	ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาค (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
MSN-SH-10%	19.07
TMB-MSN-SH-10%	13.58
MSN-SH-25%	22.61
TMB-MSN-SH-25%	22.55
MSN-SH-55%	32.89
TMB-MSN-SH-55%	34.13

จากการศึกษาปริมาณสารอินทรีย์ที่อยู่ในอนุภาค (ตารางที่ 4.1) พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของปริมาณสารตั้งต้นไซเลนที่มีหมู่อินทรีย์ในการสังเคราะห์อนุภาคที่ไม่มีการเติม TMB (MSN-SH-10% MSN-SH-25% และ MSN-SH-55%) ปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของสารอินทรีย์ในอนุภาคมีค่าเพิ่มขึ้น กล่าวคือ ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเปอร์เซ็นต์ MPTMS ในการสังเคราะห์ โดยอนุภาค MSN-SH-55% มีปริมาณสารอินทรีย์มากที่สุด (ร้อยละ 32.89 โดยน้ำหนัก) เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคที่มีการเติม TMB (TMB-MSN-SH-10% TMB-MSN-SH-25% และ TMB-MSN-SH-55%)

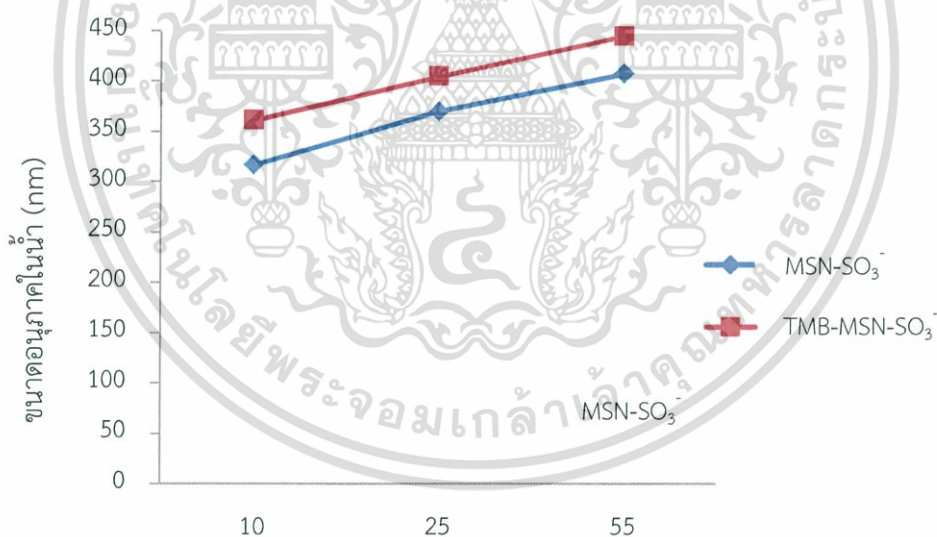
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่ามีความหนาแน่นเดียวกันกับอนุภาคที่ไม่เติม TMB โดยอนุภาค TMB-MSN-SH-55% มีปริมาณสารอินทรีย์มากที่สุดคือ ร้อยละ 34.13 โดยน้ำหนัก ปริมาณหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ที่อยู่ในอนุภาคที่เพิ่มขึ้นนั้น สอดคล้องกับการเพิ่มขนาดของอนุภาค

4.2 การเปลี่ยนหมู่ไทออล (SH) เป็นหมู่ซัลโฟเนต (SO_3^-) ด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) โดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

4.2.1 ขนาดอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซในน้ำโดยใช้เทคนิคการกระเจิงแสง

จากข้อมูลพบว่าความหนาแน่นของขนาดอนุภาคเหมือนกับอนุภาคก่อนทำการเปลี่ยนเป็นหมู่ซัลโฟเนต โดยอนุภาคที่มีการเติม TMB นั้นมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าอนุภาคที่ไม่เติม TMB ความเข้มข้นที่มีขนาดอนุภาคมากที่สุดคือ TMB-MSN- SO_3^- -55% มีขนาดประมาณ 444.85 nm และความเข้มข้นที่มีขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดคือ MSN- SO_3^- -10% โดยมีขนาดประมาณ 317.06 nm ขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ MPTMS ที่มากขึ้นและจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติม TMB ดังแสดงในรูปที่ 4.4 (ก)



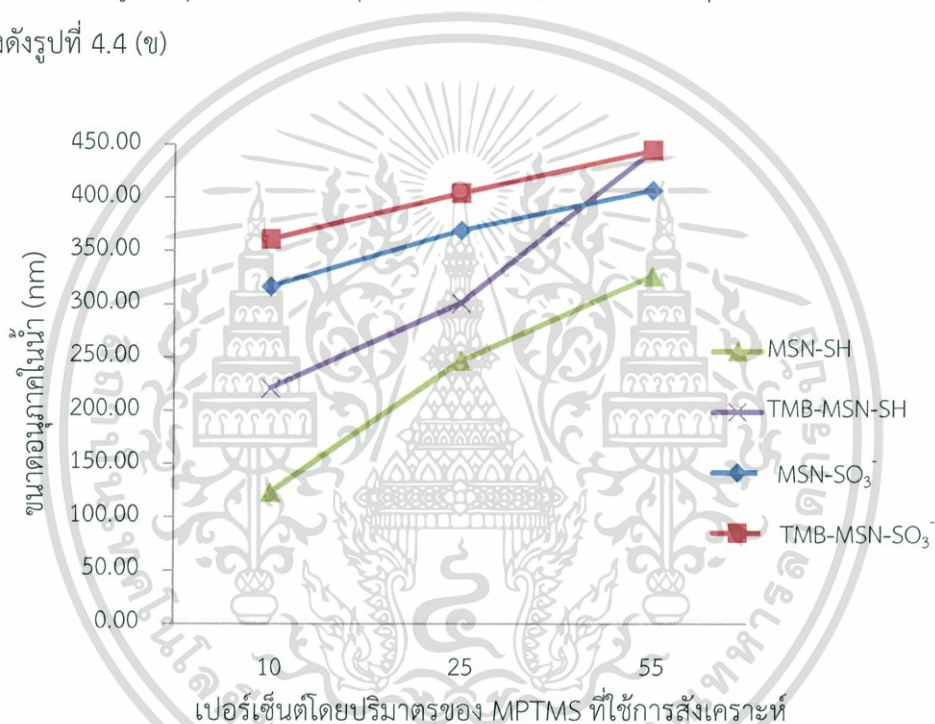
เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์

รูปที่ 4.4 (ก) ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในน้ำ (nm) กับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์

เมื่อเทียบขนาดของอนุภาคก่อนและหลังเปลี่ยนเป็นหมู่ซัลโฟเนต พบว่าขนาดอนุภาคในน้ำมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อมีการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน อาจเป็นไปได้ว่าปฏิกิริยาออกซิเดชัน ทำให้ขนาดอนุภาค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปลี่ยนแปลง รวมไปถึงหมู่ซัลโฟเนตสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนกับโมเลกุลของน้ำได้ดีกว่าหมู่ไฮดรอกซิล ส่งผลให้อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซัลโฟเนตมีโมเลกุลของน้ำมาล้อมรอบมากกว่า ขนาดอนุภาคในน้ำจึงใหญ่กว่า อนุภาคที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่มากที่สุดคือตอนเปลี่ยนเป็นซัลโฟเนต ซึ่งก็คือ TMB-MSN-SO₃⁻-55% โดยมีขนาดอนุภาค 444.85 nm และขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดคือก่อนเปลี่ยนเป็นซัลโฟเนต (ไทออล) ซึ่งก็คือ MSN-SH-10% โดยมีขนาดอนุภาค 123.62 nm จากการเปลี่ยนเป็นซัลโฟเนต อนุภาค TMB-MSN-SO₃⁻-55% นั้นมีค่าใกล้เคียงกับอนุภาค TMB-MSN-SH-55% โดย TMB-MSN-SH-55% มีขนาดอนุภาค 444.72 ซึ่งเป็นไปได้ว่า อนุภาค TMB-MSN-SH-55% มีฝุ่นและสิ่งเจือปนอยู่ในอนุภาคจึงทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ใกล้เคียงกับอนุภาค TMB-MSN-SO₃⁻-55% แสดงดังรูปที่ 4.4 (ข)

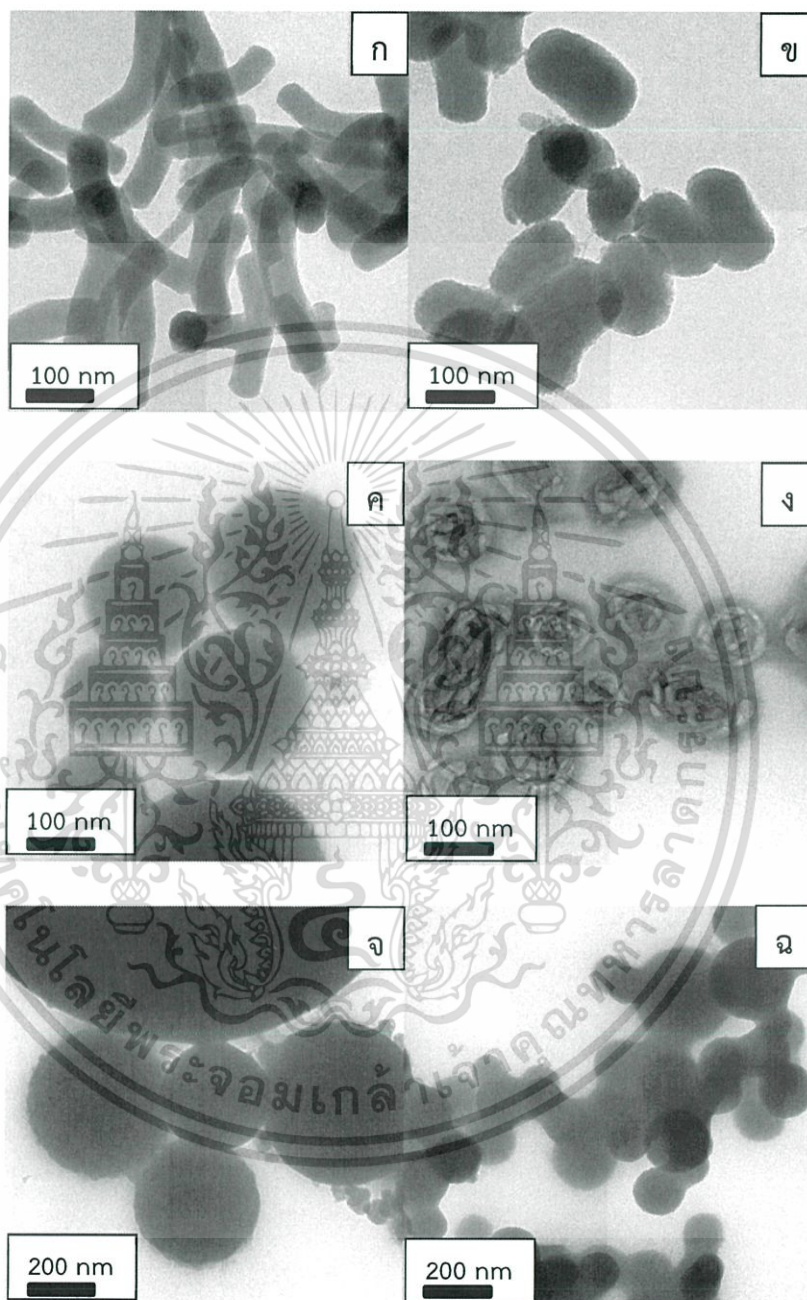


รูปที่ 4.4 (ข) ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคในน้ำ (nm) กับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์

4.2.2 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซด้วย TEM

การวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานของอนุภาคโดยใช้กล้อง TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซหลังปรับแต่งหมู่ฟังก์ชันที่สังเคราะห์โดยที่ความเข้มข้นต่างๆของ MPTMS (10% 25% และ 55% โดยปริมาตร) เทียบกับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีการเติม TMB ที่ความเข้มข้นเดียวกัน ดังรูปที่ 4.5 (ก) - (ฉ) พบว่าเมื่อมีการปรับแต่งหมู่ฟังก์ชันจากหมู่ไทออลเป็นหมู่ซัลโฟเนต ลักษณะสัณฐาน

และขนาดของอนุภาคไม่มีการเปลี่ยนแปลงจากเดิมอย่างมีนัยสำคัญ ยกเว้น MSN-SO_3^- -10% ที่ปริมาณอนุภาคที่เป็นท่อยาวลดลงไป

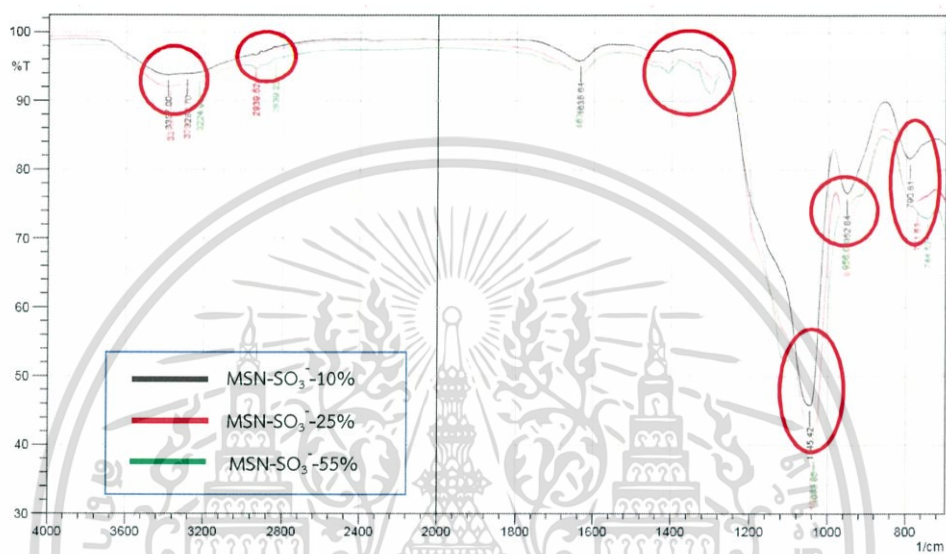


รูปที่ 4.5 รูป TEM ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนที่มีหมู่ซัลโฟเนตที่ความเข้มข้น MPTMS ต่างๆกัน ทั้งที่ไม่เติมและเติม TMB (ก) MSN-SO_3^- -10% (ข) TMB-MSN-SO_3^- -10% (ค) MSN-SO_3^- -25% (ง) TMB-MSN-SO_3^- -25% (จ) MSN-SO_3^- -55% และ (ฉ) TMB-MSN-SO_3^- -55%

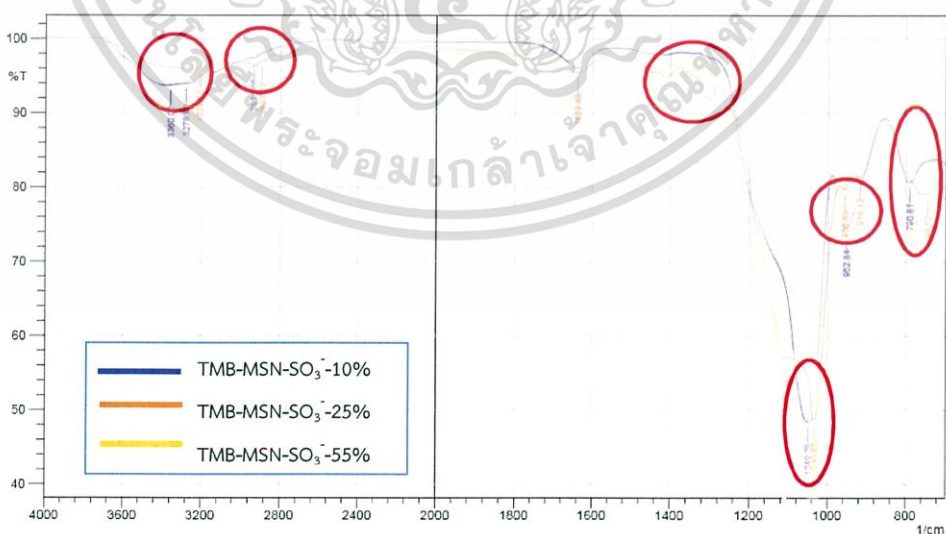
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่โดยใช้ เครื่องวิเคราะห์ตรวจสอบโครงสร้างของสารด้วยการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรด (Fourie Transform Infrared Spectroscopy; FTIR)

รูปที่ 4.6 (ก) - (ข) แสดงผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ
ที่ผ่านการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ด้วยเทคนิค FTIR



รูปที่ 4.6 (ก) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ MSN-SO₃⁻-10% MSN-SO₃⁻-25% และ MSN-SO₃⁻-55%



รูปที่ 4.6 (ข) สเปกตรัม FTIR ของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีการเติม TMB TMB-MSN-SO₃⁻-10% TMB-MSN-SO₃⁻-25% และ TMB-MSN-SO₃⁻-55%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.6 (ก) พบว่าอนุภาคที่ทำการวิเคราะห์มีพีคที่ wave number ในช่วง 1149-1041 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างหมู่ฟังก์ชันโครงสร้างซิลิกา (Si-O-Si) ที่มีลักษณะยึดหด [18] ในช่วงแสดงพีคที่ wave number 1400-1335 cm^{-1} และ ในช่วง 1195-1168 cm^{-1} สอดคล้องกับโครงสร้างของหมู่ฟังก์ชันซัลโฟเนต (S=O) โครงสร้างที่สอดคล้องกับโครงสร้าง (Si-OH) แสดงพีคที่ wave number ในช่วง 980-910 cm^{-1} ในส่วนของพีคที่แสดงในช่วงของ 810-790 cm^{-1} สอดคล้องกับโครงสร้างซิลิกา (Si-O-Si) มีลักษณะโครงสร้างแบบหักงอและในส่วนของโครงสร้าง (C-H) ที่มีลักษณะยึดหด โดยไม่มีพีคที่ 2600-2550 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับหมู่ไทออล พีคที่ wave number ในช่วง 3200-2800 cm^{-1} เป็นการยืนยันว่ามีหมู่ซัลโฟเนตบนอนุภาคที่ทำการวิเคราะห์ โดยไม่มีหรือมีหมู่ไทออลหลงเหลืออยู่น้อยมากจนตรวจสอบด้วย FTIR ไม่ได้ โดยจะเห็นได้ว่าหมู่ฟังก์ชันไทออลนั้นพีคแสดงไม่ค่อยชัดเจนเกิดจากการปรับแต่งหมู่ฟังก์ชันไทออลเป็นหมู่ฟังก์ชันซัลโฟเนต และยังคงเหลือหมู่ฟังก์ชันไทออลอยู่เพราะไม่สามารถเปลี่ยนเป็นหมู่ฟังก์ชันไทออลได้หมด เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีการเติม TMB จากรูปที่ 4.6 (ข) พบว่าอนุภาคที่เติม TMB นั้นมีพีค wave number ที่สอดคล้องกับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ไม่เติม TMB แสดงว่ามีหมู่ซัลโฟเนตบนอนุภาคเช่นเดียวกันและยังคงเหลือหมู่ไทออลอยู่บ้าง

4.2.4 วิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA)

ตารางที่ 4.2 ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีหมู่ซัลโฟเนต

ตัวอย่าง	ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาค (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
MSN- SO_3^- -10%	21.92
TMB-MSN- SO_3^- -10%	-
MSN- SO_3^- -25%	28.03
TMB-MSN- SO_3^- -25%	30.05
MSN- SO_3^- -55%	36.48
TMB-MSN- SO_3^- -55%	38.95

หมายเหตุ: TMB-MSN- SO_3^- -10% ไม่มีไฟล์ข้อมูล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการปรับแต่งหมู่ไทออลเป็นหมู่ซัลโฟเนต เมื่อศึกษาปริมาณสารอินทรีย์ที่อยู่ในอนุภาค พบว่ามีแนวโน้มเดียวกันกับการปรับแต่งหมู่ฟังก์ชัน ดังตาราง 4.2 กล่าวคือ เมื่อเพิ่มสัดส่วนของปริมาณสารตั้งต้นไซเลนที่มีหมู่อินทรีย์ในการสังเคราะห์อนุภาคที่ไม่มีการเติมสารขยายรูพรุน (MSN-SO₃⁻-10% MSN-SO₃⁻-25% และ MSN-SO₃⁻-55%) ปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของสารอินทรีย์ในอนุภาคมีค่าเพิ่มขึ้น แสดงว่าปริมาณของซัลโฟเนตนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นซึ่งสอดคล้องกับหลักทฤษฎี โดยอนุภาค MSN-SO₃⁻-55% มีค่าปริมาณสารอินทรีย์มากที่สุดคือ ร้อยละ 36.48 โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับอนุภาคที่มีการเติม TMB (TMB-MSN-SO₃⁻-10% TMB-MSN-SO₃⁻-25% และ TMB-MSN-SO₃⁻-55%) พบว่ามีแนวโน้มเดียวกันกับอนุภาคที่ไม่เติม TMB โดยอนุภาค TMB-MSN-SO₃⁻-55% มีค่าปริมาณหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์มากที่สุดคือ ร้อยละ 38.95 เมื่อทำการเปรียบเทียบก่อนและหลังการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน พบว่าหลังการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันเป็นซัลโฟเนต ปริมาณสารอินทรีย์ในอนุภาคที่เตรียมที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้นไซเลนที่มีหมู่อินทรีย์เท่ากัน มีค่าสูงขึ้นส่วนหนึ่งเป็นผลมาจากหมู่ซัลโฟเนตมีน้ำหนักโมเลกุลมากกว่าหมู่ไทออล

4.2.5 ผลการหาปริมาณซัลโฟเนต (SO₃⁻) ด้วยวิธีไทเทรตชัน (titration)

การวิเคราะห์หาปริมาณของซัลโฟเนตด้วยวิธีการไทเทรตซึ่งเป็นวิธีการหาปริมาณสารที่ไม่ทราบความเข้มข้น (unknown) ด้วยการวัดปริมาตรของสารละลายจนถึงจุดสมมูล ซึ่งปริมาตรของสารละลายจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณสารที่สนใจ โดยทำปฏิกิริยากับสารที่ทราบปริมาณหรือความเข้มข้นที่แน่นอน สารมาตรฐานที่ใช้ในการไทเทรต คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยมีความเข้มข้น 100 M และใช้ฟีนอล์ฟทาลินเป็นสารบ่งชี้ (indicator) จากการไทเทรตหาปริมาณซัลโฟเนต พบว่าปริมาณซัลโฟเนตเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของ MPTMS ในการสังเคราะห์ ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ความเข้มข้นและปริมาณของซัลโฟเนตในอนุภาคจากวิธีไทเทรตชัน

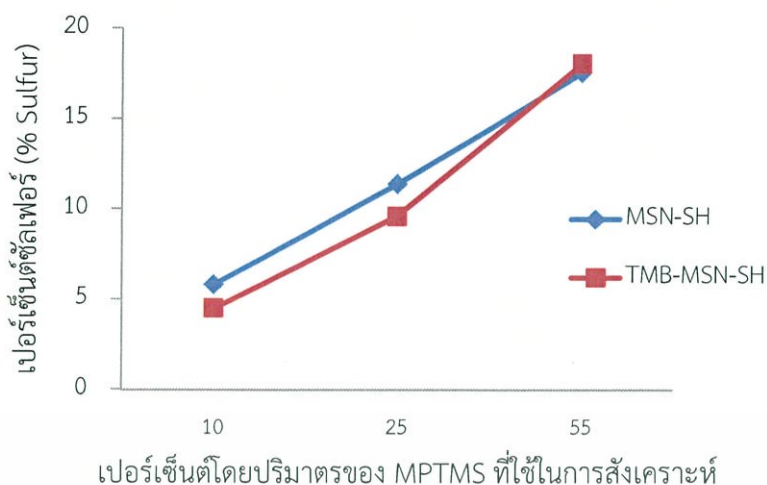
ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของซัลโฟเนต ในอนุภาค (mmol/ml)	ปริมาณของซัลโฟเนตในอนุภาค (meqg ⁻¹)
MSN-SO ₃ ⁻ -10%	5.5	873.02
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%	2.5	625.00
MSN-SO ₃ ⁻ -25%	11	1325.30
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25%	4	1176.47
MSN-SO ₃ ⁻ -55%	18	1525.42
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%	5.5	1746.04

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการหาปริมาณของซัลโฟเนตด้วยวิธีการไทเทรตพบว่า ปริมาณของซัลโฟเนตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น โดยสอดคล้องกับการหาปริมาณของสารอินทรีย์ (ตารางที่ 4.2) โดยตัวอย่างที่มีปริมาณซัลโฟเนตมากที่สุดคือ TMB-MSN-SO₃⁻-55% โดยมีปริมาณของซัลโฟเนต 1746.04 (meqg⁻¹) สอดคล้องกับผลการหาปริมาณสารอินทรีย์ (TGA) ที่ความเข้มข้น TMB-MSN-SO₃⁻-55% มีปริมาณสารอินทรีย์ที่มากที่สุดคือ 38.95% แต่เมื่อเปรียบเทียบระหว่างอนุภาคที่มีการเติม TMB และอนุภาคที่ไม่เติม TMB ที่ความเข้มข้นเดียวกัน จะพบว่าอนุภาคที่ไม่เติม TMB มีปริมาณซัลโฟเนตมากกว่าทั้งนี้อาจเกิดจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารที่เติม TMB ทำปฏิกิริยาได้ดีกว่าอนุภาคที่ไม่เติม TMB เมื่อมีความเข้มข้นที่สูงขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวัดหาปริมาณสารอินทรีย์ก่อนเปลี่ยนเป็นซัลโฟเนต (ตารางที่ 4.2)

4.2.6 ผลการหาปริมาณธาตุซัลเฟอร์ (Sulfur) ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุ (Elemental Analysis Instrument)

การวิเคราะห์ปริมาณธาตุซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุเป็นการตรวจสอบเพื่อหาปริมาณซัลเฟอร์ซึ่งสัมพันธ์กับปริมาณของหมู่เทอลในอนุภาค พบว่าปริมาณซัลเฟอร์นั้นมีค่าเพิ่มขึ้นตามเปอร์เซ็นต์ของความเข้มข้นของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคที่มากขึ้นสอดคล้องกับผล TGA (ตารางที่ 4.2) โดยอนุภาค TMB-MSN-SH-55% นั้นมีปริมาณซัลเฟอร์มากที่สุด 18.05 % แสดงดังภาคผนวก ก.4 แต่เมื่อเทียบระหว่างอนุภาคที่เติม TMB และที่ไม่เติม TMB พบว่าอนุภาคที่ไม่เติม TMB นั้นมีค่าปริมาณซัลเฟอร์มากกว่าอนุภาคที่เติม TMB ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์หาปริมาณสารอินทรีย์ (ก่อนปรับแต่งเป็นหมู่ฟังก์ชันซัลโฟเนต) และผลการหาปริมาณซัลโฟเนตด้วยวิธีการไทเทรตชัน การวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุเป็นการวัดเพื่อตรวจสอบและยืนยันว่าแนวโน้มของปริมาณสารซัลโฟเนตที่ได้จากการไทเทรตนั้นมีแนวโน้มที่ถูกต้อง ซึ่งพบว่าผลมีความสอดคล้องกัน กล่าวคือ TMB-MSN-SH-55% มีปริมาณซัลเฟอร์และปริมาณซัลโฟเนตมากที่สุด โดยอนุภาคที่เติม TMB นั้นมีปริมาณซัลเฟอร์และปริมาณซัลโฟเนตน้อยกว่าอนุภาคไม่เติม TMB ดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ซัลเฟอร์ (%sulfur) จากเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุกับเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของ MPTMS ที่ใช้ในการสังเคราะห์

จากการศึกษาผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาค โครงสร้างสัณฐานหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคและการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของอนุภาค (MSN-SO_3^- -10% MSN-SO_3^- -25% และ MSN-SO_3^- -55%) เทียบกับอนุภาคที่มีการปรับแต่งโดยการเติม TMB ที่ความเข้มข้นเดียวกัน (TMB-MSN-SO_3^- -10% TMB-MSN-SO_3^- -25% และ TMB-MSN-SO_3^- -55%) พบว่าแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของขนาดอนุภาคและปริมาณสารอินทรีย์เพิ่มขึ้นตามเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นที่มากขึ้นและเมื่อเทียบกับอนุภาคที่มีการปรับแต่งโดยการเติม TMB กับอนุภาคที่ไม่เติม TMB พบว่าขนาดของอนุภาคที่มีการเติม TMB มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคที่ไม่เติม TMB และการทำปฏิกิริยาด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพื่อเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันไทอลเป็นหมู่ฟังก์ชันซัลโฟเนตพบว่าอนุภาคที่เติม TMB ทำปฏิกิริยาได้ดีเมื่อมีความเข้มข้นที่สูงขึ้น จากการศึกษาผลที่กล่าวมาจากข้างต้นนั้น อนุภาคที่เตรียมได้มีหมู่ซัลโฟเนตซึ่งจะนำไปทำการเตรียมเป็น 5-HMF ผ่านปฏิกิริยาการสูญเสีย น้ำตาลกลูโคส โดยศึกษาทุกความเข้มข้นของซัลโฟเนตทั้งที่มีการเติม TMB และไม่เติม TMB และเพื่อหาความเข้มข้นใดมีเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากที่สุด (%Yield 5-HMF) โดยวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาด้วยเทคนิค HPLC โดยในงานวิจัยนี้ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง โดยเปรียบเทียบระหว่างตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำ เทียบกับตัวทำละลายที่เป็นน้ำ จากการศึกษาจะทราบถึงผลของตัวทำละลายและความเข้มข้นที่มีผลกับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF

4.3 การเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสให้เป็น 5-HMF ด้วยปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคส

4.3.1 การศึกษาสภาวะและตัวทำละลายที่เหมาะสมในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC)

จากการศึกษาสภาวะและตัวทำละลายที่เหมาะสมในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสให้เป็น 5-HMF จากปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคส โดยในการศึกษานั้นใช้อนุภาคที่มีหมู่ซัลโฟเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าอนุภาคที่มีการเติม TMB และไม่เติม TMB โดยเปรียบเทียบผลของตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำ และตัวทำละลายที่เป็นน้ำอย่างเดียว โดยเลือกใช้อุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียสในการทำปฏิกิริยา ปริมาณของกลูโคส 0.03 g และปริมาณของอนุภาคที่มีหมู่ซัลโฟเนต 0.02 g โดยใช้อัตราส่วนของตัวทำละลายระหว่างโทลูอีนกับน้ำ 0.7:0.3 ml ตามลำดับ เปรียบเทียบกับตัวทำละลายที่เป็นน้ำอย่างเดียว 1 ml ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง จากนั้นวิเคราะห์เพื่อหาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ด้วยเทคนิค HPLC ใช้คอลัมน์ Shodex SUGAR KS-801 ในการวิเคราะห์หาน้ำตาล อุณหภูมิของคอลัมน์ 50 องศาเซลเซียส ใช้ ultraviolet-visible detector (UV-Vis) สารพา 1 mmol/L H₂SO₄ + 8 mmol/L Na₂SO₄ อัตราการไหลของวัฏภาคเคลื่อนที่ 1 มิลลิลิตรต่อนาที และทำการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 280 นาโนเมตร

4.3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 5-HMF

ทำการวิเคราะห์สารมาตรฐาน 5-HMF ที่ความเข้มข้น 0.045 0.0225 และ 0.01125 (g/ml) ด้วยเทคนิค HPLC พบว่าได้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรงในช่วงพื้นที่ 6,000-25,000 (mV.s) โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์อยู่ในเกณฑ์การยอมรับ ($R^2=0.999$) โดยตัวอย่างกราฟมาตรฐานแสดงดังภาคผนวก ก.7

จากสารละลายมาตรฐานของ 5-HMF ที่ความเข้มข้น 0.045 0.0225 และ 0.01125 (g/ml) นำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HPLC โดยมีพื้นที่ใต้กราฟแต่ละความเข้มข้น 24618.226 12499.127 และ 6308.29 (mV.s) ตามลำดับ และแสดงพีคโครมาโตแกรมของ 5-HMF ที่เวลา 19.28 นาที แสดงดังภาคผนวก ก.8

4.3.3 ผลการศึกษาสภาวะและตัวทำละลายที่เหมาะสม

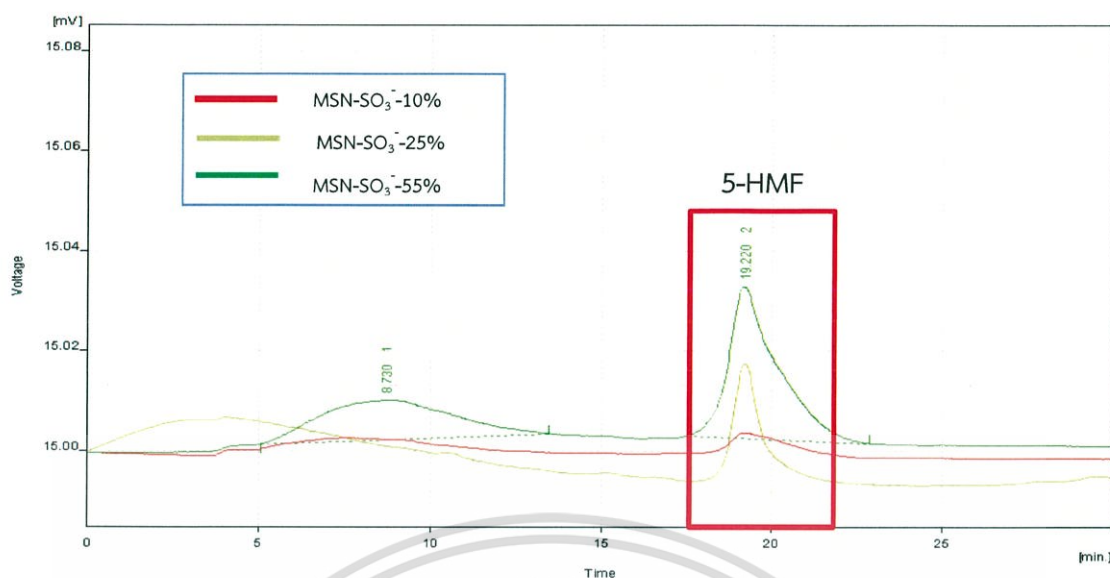
- สภาวะที่ 1 ตัวทำละลายโทลูอีนและน้ำ
- สภาวะที่ 2 ตัวทำละลายน้ำ

สภาวะที่ 1 จากการทำปฏิกิริยาการสูญเสียของน้ำตาลกลูโคสเพื่อเปลี่ยนเป็น 5-HMF โดยใช้ตัวทำละลายเป็นโทลูอีนกับน้ำ อัตราส่วน 0.7:0.3 ml ปริมาณของกลูโคส 0.03 g และ ปริมาณของอนุภาคที่มีหมู่ซัลโฟเนต 0.02 g ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง โดยศึกษาทุกความเข้มข้นทั้งอนุภาคที่เติม TMB และไม่มีการเติม TMB เมื่อนำสารละลายของ 5-HMF ที่ได้ จากแต่ละความเข้มข้นนำมาวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ด้วยเทคนิค HPLC พบว่าเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ที่ความเข้มข้น MSN-SO₃⁻-25% มีค่ามากที่สุดคือ 22.07% และความเข้มข้นที่มีเปอร์เซ็นต์ผลได้น้อยที่สุดคือ MSN-SO₃⁻-10% คือ 6.20% ดังตารางที่ 4.4

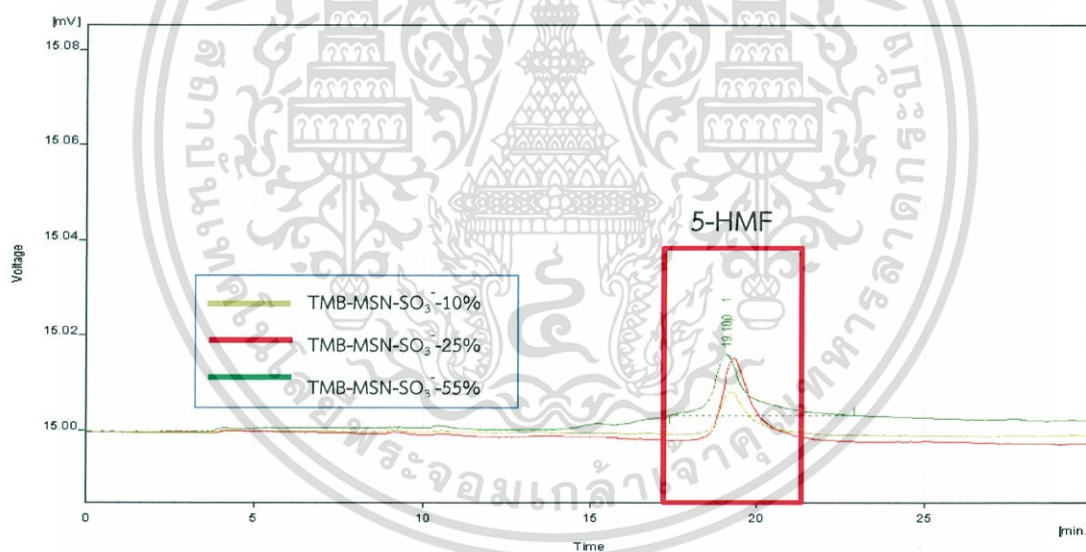
ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ที่เตรียมจากอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่มีปริมาณหมู่ซัลโฟเนตต่างกัน

ตัวอย่าง	พื้นที่ใต้กราฟ (mV.s)	เปอร์เซ็นต์ผลได้ (%Yield 5-HMF)
MSN-SO ₃ ⁻ -10%	16.043	9.49
MSN-SO ₃ ⁻ -25%	45.580	22.07
MSN-SO ₃ ⁻ -55%	47.398	11.96
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%	18.607	6.20
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25%	30.597	13.12
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%	34.975	12.17

จากการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ด้วยเทคนิค HPLC พบว่าเมื่อเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของหมู่ซัลโฟเนตบนอนุภาคมากขึ้น พื้นที่ใต้กราฟมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย โครมาโทแกรมจากการวิเคราะห์ (MSN-SO₃⁻-10% TMB-MSN-SO₃⁻-25% และ MSN-SO₃⁻-55% และ (TMB-MSN-SO₃⁻-10% TMB-MSN-SO₃⁻-25% และ TMB-MSN-SO₃⁻-55%) ปรากฏพีคในช่วง 19.11-19.22 ซึ่งอยู่ในช่วงของกราฟมาตรฐานของ 5-HMF แสดงดังรูปที่ 4.8 (ก) 4.8 (ข) ตามลำดับ



รูปที่ 4.8 (ก) โครมาโทแกรมของ MSN-SO₃⁻-10% MSN-SO₃⁻-25% และ MSN-SO₃⁻-55% จากการวิเคราะห์ด้วย HPLC



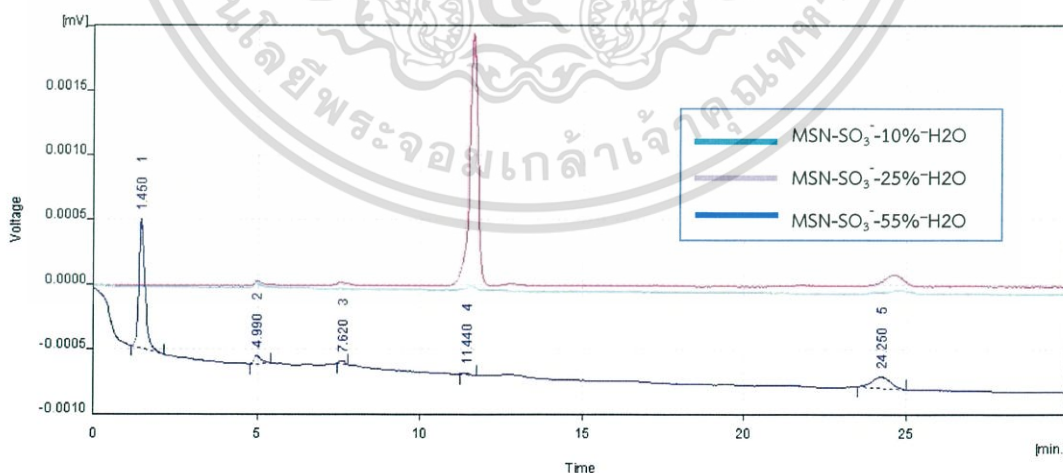
รูปที่ 4.8 (ข) โครมาโทแกรมของ TMB-MSN-SO₃⁻-10% TMB-MSN-SO₃⁻-25% และ TMB-MSN-SO₃⁻-55% จากการวิเคราะห์ด้วย HPLC

จากผลการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF นั้นพบว่า ความเข้มข้นที่ MSN-SO₃⁻-25% นั้นมีค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้มากที่สุดคือ 22.07 % ทั้งนี้ในปฏิกิริยาการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF นั้นเลือกใช้อุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส เพราะเป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างต่ำและปลอดภัยในการทำปฏิกิริยาจากงานวิจัย [17] พบว่าเมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงจะได้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากขึ้น เพราะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

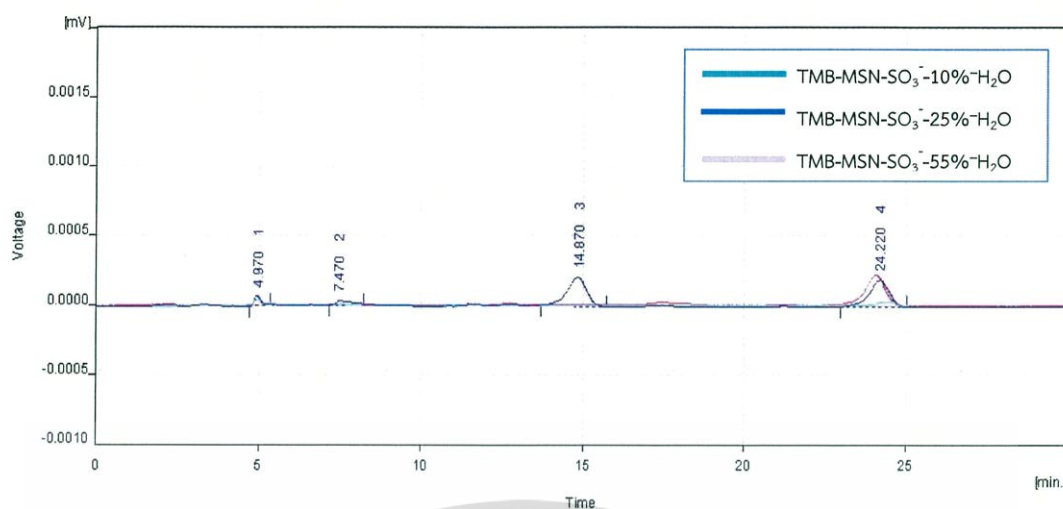
ฉะนั้นอนุกรมจึงเป็นปัจจัยที่สำคัญยิ่ง อีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญคือชนิดของตัวทำละลาย เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ขึ้นอยู่กับชนิดตัวทำละลาย ในการทดลองนี้ใช้โทลูอีนกับน้ำเป็นตัวทำละลาย เหตุผลที่เลือกใช้โทลูอีนกับน้ำเพราะ มีความปลอดภัยและสามารถหาได้ง่าย จากผลการทดลองพบว่าเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นของซัลโฟเนตที่มากขึ้นนั้นได้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากขึ้นตามด้วย จากอนุภาคที่เติม TMB (TMB-MSN-SO₃⁻-55%) ควรจะเป็นไปตามผลการทดลองที่ผ่านมาที่มีปริมาณซัลโฟเนตที่มากที่สุดและควรจะมีเปอร์เซ็นต์ผลได้มากที่สุด แต่เนื่องจากสารละลาย 5-HMF นั้นเป็นสารที่ตกตะกอนเร็วและละลายน้ำได้น้อยมาก เมื่อทิ้งตัวอย่างไว้นานแล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย HPLC จึงทำให้ค่ามีความคลาดเคลื่อนเกิดขึ้น อนุภาคที่ความเข้มข้น MSN-SO₃⁻-25% ที่มีค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้มากที่สุดอาจเป็นเพราะเป็นการสังเคราะห์ใหม่ครั้งที่ 2 แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย HPLC โดยไม่ได้ทิ้งสารตัวอย่างเป็นเวลานานจึงอาจทำค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF นั้นมีค่าที่มากที่สุด

สภาวะที่ 2 จากการทำปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคสเพื่อเปลี่ยนเป็น 5-HMF โดยใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำ ปริมาตร 1 ml ปริมาณของกลูโคส 0.03 g และ ปริมาณของกรด 0.02 g ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง โดยศึกษาทุกความเข้มข้นของซัลโฟเนตบนอนุภาคที่เติม TMB และไม่เติม TMB เมื่อนำสารละลายของ 5-HMF ที่ได้จากแต่ละความเข้มข้นนำมาวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ พบว่าไม่มีพีคที่แสดงการเกิดของ 5-HMF ยกเว้นอนุภาคที่มีการเติม TMB ที่ความเข้มข้น (TMB-MSN-SO₃⁻-10%-H₂O) โดยมีเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF 0.05 % ซึ่งมีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับตัวทำละลายโทลูอีนกับน้ำ แสดงดังรูปที่ 4.8 (ค) และ 4.8 (ง) ตามลำดับ



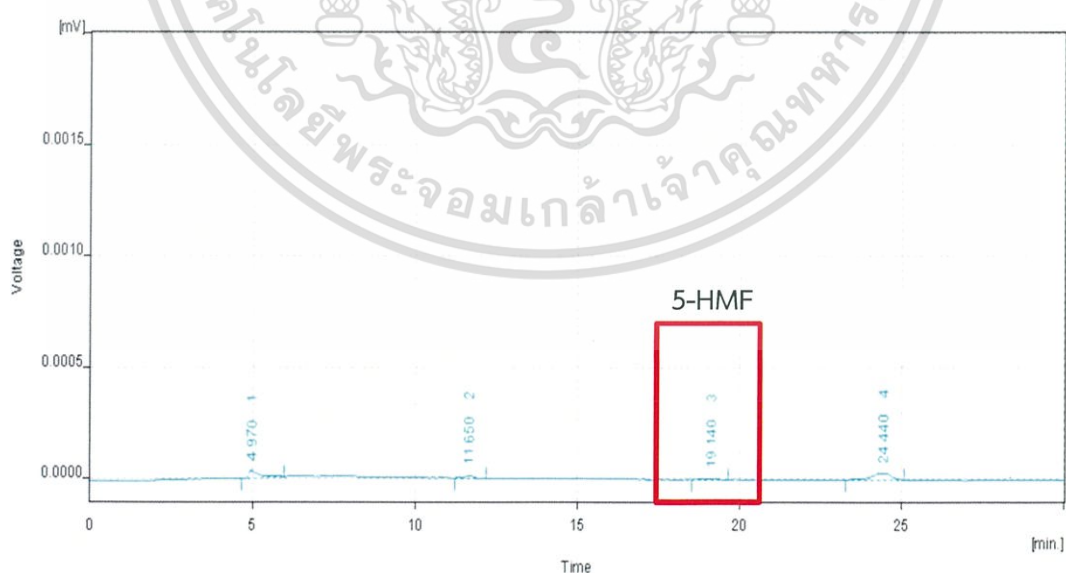
รูปที่ 4.8 (ค) โครมาโทแกรมของ MSN-SO₃⁻-10%-H₂O MSN-SO₃⁻-25%-H₂O และ MSN-SO₃⁻-55%-H₂O จากการวิเคราะห์ด้วย HPLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 (ง) โครมาโทแกรมของ TMB-MSN-SO₃⁻-10%-H₂O TMB-MSN- H₂O และ TMB-MSN-SO₃⁻-55%-H₂O จากการวิเคราะห์ด้วย HPLC

จะเห็นได้ว่ากราฟโครมาโทแกรมของอนุภาคที่เติม TMB และอนุภาคที่ไม่เติม TMB นั้นไม่แสดงพีคการเกิดของ 5-HMF ที่เวลา 19.28 นาที ยกเว้นความเข้มข้นที่ (TMB-MSN-SO₃⁻-10%-H₂O) แสดงพีคการเกิด 5-HMF ที่เวลา 19.14 นาที โดยจะเห็นได้ว่าพีคของ 5-HMF แทบจะไม่มีการเกิดขึ้นเลย โดยมีพื้นที่ใต้กราฟ 0.224 (mV.s) ซึ่งมีค่าน้อยมากเหมือนเปรียบเทียบกับตัวทำละลายที่เป็นโทลูอีนกับน้ำ แสดงดังรูปที่ 4.8 (จ)



รูปที่ 4.8 (จ) โครมาโทแกรมของ TMB-MSN-SO₃⁻-10%-H₂O จากการวิเคราะห์ด้วย HPLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ที่ตัวทำละลายเป็นน้ำเทียบกับตัวทำละลายผสมโทลูอีนกับน้ำ พบว่าตัวทำละลายที่เป็นน้ำ ไม่ก่อให้เกิดฟีด 5-HMF ยกเว้น ความเข้มข้น TMB-MSN-SO₃⁻-10%-H₂O เกิด 5-HMF มีค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้คือ 0.05 % ซึ่งมีค่าน้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับตัวทำละลายโทลูอีนกับน้ำ แสดงว่าการทำปฏิกิริยาที่มีตัวทำละลายเป็นน้ำเกิดปฏิกิริยาได้ไม่ดีเท่ากับตัวทำละลายที่เป็นโทลูอีนกับน้ำ ทั้งนี้ในปฏิกิริยาการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF นั้น เลือกใช้อุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส เพราะเป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างต่ำและปลอดภัยในการทำปฏิกิริยา จากงานวิจัย [17] พบว่าเมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง เช่น 150 องศาเซลเซียส จะได้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากขึ้น เพราะฉะนั้นอุณหภูมิจึงเป็นปัจจัยที่สำคัญอย่างยิ่งต่อการทำปฏิกิริยา อีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญคือชนิดของตัวทำละลาย เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ขึ้นอยู่กับตัวทำละลายแต่ละชนิด ซึ่งสภาวะนี้ใช้น้ำเป็นตัวทำละลายเหตุผลที่เลือกใช้น้ำเพราะมีความปลอดภัยสูงมีความเป็นไปได้ว่าเปอร์เซ็นต์ผลได้จะสูงขึ้น ถ้าใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำแต่เพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้น การที่ใช้น้ำเป็นตัวทำละลายซึ่งไม่เกิดฟีด 5-HMF เป็นไปได้ว่าตัวอย่างในการวิเคราะห์นั้นทิ้งช่วงไว้นานจึงทำให้เกิดการตกตะกอนของ 5-HMF เนื่องจาก 5-HMF ละลายน้ำได้น้อยมาก จึงทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนและเป็นไปได้ว่าอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกิริยานั้นต่ำเกินไปและปริมาณสารในการทำปฏิกิริยามีค่าน้อยเกินไปจึงไม่ทำให้เกิด 5-HMF

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลของการศึกษาการสังเคราะห์และพัฒนาสารเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดชนิดของแข็งที่ใช้ในปฏิกิริยาการสูญเสียน้ำของน้ำตาลกลูโคสเพื่อได้สารเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกิริยาและชนิดของตัวทำละลายที่เหมาะสมและมีความปลอดภัย โดยเทียบชนิดตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำและน้ำในการทำปฏิกิริยาเพื่อให้ได้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF (%Yield 5-HMF) มากที่สุด โดยผลการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและการปรับแต่งหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ความเข้มข้น (MSN-SH-10% MSN-SH-25% และ MSN-SH-55%) เทียบกับอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่เติม TMB ที่ความเข้มข้นเดียวกัน (TMB-MSN-SH-10% TMB-MSN-SH-25% และ TMB-MSN-SH-55% พบว่าการศึกษาผลการวัดขนาดอนุภาคในน้ำจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซที่ใช้ปริมาณ MPTMS ในการสังเคราะห์ที่ความเข้มข้นต่างๆกัน (10-55% โดยปริมาตร) ทั้งระบบที่มีการเติมและไม่เติม TMB พบว่าอนุภาคที่มีการเติม TMB มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคที่ไม่เติม TMB โดยขนาดอนุภาคจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของ MPTMS ที่มากขึ้นและจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติม TMB ซึ่งอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ที่สุดคือ TMB-MSN-SO₃⁻-55% ผลการศึกษาลักษณะพื้นฐานของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซด้วย TEM พบว่าปริมาณของ MPTMS มีผลต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่ได้โดยการปรับแต่งหมู่ฟังก์ชันจากหมู่ไฮดรอกซิลโฟเนต ไม่ทำให้ลักษณะพื้นฐานและขนาดของอนุภาคไม่มีการเปลี่ยนแปลงจากเดิมอย่างมีนัยสำคัญ ยกเว้น MSN-SO₃⁻-10% ที่ปริมาณอนุภาคที่เป็นท่อยาวลดลงไป จากการวิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA) พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนปริมาตรของ MPTMS อนุภาคที่ไม่มีการเติม TMB มีปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของสารอินทรีย์ในอนุภาคเพิ่มขึ้น แสดงว่าปริมาณของซิลโฟเนตนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้น โดยอนุภาค MSN-SO₃⁻-55% มีค่าปริมาณสารอินทรีย์มากที่สุดคือร้อยละ 36.48 โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับอนุภาคที่มีการเติมสาร TMB พบว่ามีแนวโน้มเดียวกับอนุภาคที่ไม่เติม TMB โดยอนุภาค TMB-MSN-SO₃⁻-55% มีค่าปริมาณสารอินทรีย์มากที่สุดคือร้อยละ 38.95 เมื่อมีปริมาณสารอินทรีย์ที่มากกว่าปริมาณซิลโฟเนตที่ได้จะมากขึ้นด้วย จากการหาปริมาณของซิลโฟเนตด้วยวิธีการไทเทรตพบว่าปริมาณของซิลโฟเนตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MPTMS ในการสังเคราะห์ สอดคล้องกับการหาปริมาณของสารอินทรีย์ โดยตัวอย่างที่มีปริมาณซัลโฟเนตมากที่สุดคือ TMB-MSN-SO₃⁻-55% โดยมีปริมาณของซัลโฟเนต 1746.04 (meqg⁻¹) การวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุเป็นการวัดเพื่อตรวจสอบและยืนยันว่าแนวโน้มของปริมาณสารซัลโฟเนตที่ได้จากการไทเทรตนั้นมีแนวโน้มที่ถูกต้อง พบว่าผลความสอดคล้องกัน กล่าวคือ TMB-MSN-SH-55% มีปริมาณซัลเฟอร์และปริมาณซัลโฟเนตมากที่สุด ในส่วนของการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF ผ่านปฏิกิริยาการสูญเสียของน้ำตาลกลูโคส เปรียบเทียบตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำและน้ำ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พบว่าตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำเกิด 5-HMF ได้ดีกว่า โดย MSN-SO₃⁻-25% ให้เปอร์เซ็นต์ผลได้มากที่สุด คือ 22.07% แต่เนื่องจากสารละลาย 5-HMF นั้นเป็นสารที่ตกตะกอนเร็ว และละลายน้ำได้น้อยมาก เมื่อทิ้งตัวอย่างไว้นานก่อนนำมาวิเคราะห์ด้วย HPLC ทำให้ค่ามีความคลาดเคลื่อนสูง อนุภาคที่ความเข้มข้น MSN-SO₃⁻-25% ที่มีค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้มากที่สุดอาจเป็นเพราะทำการสังเคราะห์ใหม่ครั้งที่ 2 แล้วนำมาวิเคราะห์ HPLC ทันที ทำให้ค่าเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มีค่ามากที่สุด โดยปัจจัยที่มีผลกับเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF คืออุณหภูมิ พบว่าเมื่อทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงจะได้เปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF มากขึ้น อีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญคือชนิดของตัวทำละลายเปอร์เซ็นต์ผลได้ของ 5-HMF ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวทำละลาย โดยตัวทำละลายผสมระหว่างโทลูอีนกับน้ำเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าตัวทำละลายน้ำ

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรศึกษาผลของสัดส่วนสารตั้งต้นในการทดลองเพื่อปรับปรุงโครงสร้างของอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ
2. ควรศึกษาผลของหมู่ฟังก์ชันอื่นเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของอนุภาคให้เหมาะสมกับสารรองรับการเร่งปฏิกิริยา
3. ควรศึกษาผลของเวลาที่ใช้ ในการทำปฏิกิริยาสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ
4. การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HPLC ควรวิเคราะห์สารตัวอย่างทันทีหลังจากการเตรียมสารละลาย 5-HMF เพื่อไม่ให้มีความคลาดเคลื่อนเกิดขึ้น
5. ควรศึกษาการละลายของสารละลาย 5-HMF เพราะ 5-HMF นั้นเกิดการตกตะกอนได้เร็วมากและละลายไม่ดีในตัวทำละลายที่เป็นน้ำ
6. ควรศึกษาผลของอุณหภูมิและชนิดตัวทำละลายอื่นๆในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF ผ่านปฏิกิริยาการสูญเสียของน้ำตาลกลูโคส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] ณัฐินี โมพันธ์และคณะ. [Online]. Available: http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/ap-chemistry2/kinetics/kinetics_index.htm
- [2] จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. 2550. การสังเคราะห์และพัฒนาวัสดุพอลิเมอร์ชนิดใหม่โดยใช้สารเคมีที่มาจากชีวมวลนอกกลุ่มอาหารเป็นวัตถุดิบ. [Online]. Available: <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/images/Biomass%20derived%20chamcals.pdf>
- [3] ชัยรัตน์ วามวรรธน์. 2556. บทปฏิบัติการที่ 3 คาร์โบไฮเดรต. [Online]. Available: <http://biochem.flas.kps.ku.ac.th/01402312/01402312lab03carbo156.pdf>
- [4] มุสลิมไทยโพสต์. สูตรเคมีน้ำตาลกลูโคส หน้าที่น้ำตาลกลูโคส กลูโคส สูตรเคมี. [Online]. Available: <http://info.muslimthai.com/main/index.php?page=sub&category=18&id=18495>
- [5] รุ่งทิพย์ วงศ์ต่อม. 2549. การเกิดปฏิกิริยาน้ำตาลในกระบวนการอบแห้งลำไย (*Euphoria longana Lam.*) แบบแห้งผล. [Online]. Available: http://www.thapra.lib.su.ac.th/objects/thesis/fulltext/snamcn/Rungtip_Wongtom/Fulltext.pdf
- [6] Willem Dijkman, et al., 2014, From sugar to coke bottle. [Online]. Available: http://pubs.rsc.org/services/images/RSCpubs.ePlatform.Service.FreeContent.ImageService.svc/ImageService/ArticleImage/2015/RA/c4ra15123b/c4ra15123b-s1_hi-res.gif
- [7] อรอนงค์ จุลพันธ์ และคณะ. 2554. การผลิตวัสดุดูดซับชนิดซิลิกาเมโซพอร์จากกากของเสียจากธรรมชาติ. [Online]. Available: http://www.eng.ku.ac.th/e-journal_th/download.php?name=NwREzYPFri13003.pdf&file_basename=10.pdf
- [8] F. Hoffmann, et al., *Adv Mater*, (2005). J. Ying, et al., *Chem. Angew.* 38, 56 (1999). C. J. Brinker, et al., *Chem. Mater.* 18, 1962 (1996); J. S. Beck, et al., 114, 10834 (1992).
- [9] T. Suteewog, et al., *Chem. J. Mater.* 20, 7807-7814 (2010).
- [10] V. S. Dias, et al., *J. Catal.* 229, 414-423 (2005).
- [11] S. Huh, et al., *Chem. Mater.* 15, 4247-4256 (2003).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] J. A. Bootsma, et al., *Bioresour. Technol.* 99, 5226-5231 (2008).
- [13] J. Jia, et al., *Carbon.* 57.3, 283-289 (2003).
- [14] J. R. C. Bispo, et al., *Chara. Catal.* 142, 517-524 (2002).
- [15] I. Sadaba, et al., *Appl. Catal., B.* 150-151, 421-431 (2014).
- [16] B. Tawilux and K. Songthanasak, 2557. Determination of Optimum Condition for Producing Sugar Production from Bagasse with Low Content of Furfural by Acid Hydrolysis. [Online]. Available: <http://kucon.lib.ku.ac.th/Fulltext/KC5209025.pdf>
- [17] R. L. de Souza, et al., *5-HMF.* 3, 212-232 (2012).
- [18] OChemOnline. 2011. Infrared spectroscopy absorption table. [Online]. Available: http://www.ochemonline.com/Infrared_spectroscopy_absorption_table



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตอนที่ 1 ข้อมูลผลการทดลองก่อนเปลี่ยนเป็นหมู่ซัลโฟเนต (SO_3^-)

ตารางที่ ก.1 อัตราส่วนระหว่างเตตระเอทิลอโทซิลิเกตและเมอร์แคปโตโพรพิลไตรเมทอกรีซิลเลน ที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีรูพรุนชนิดเมโซ โดยใช้ปฏิกิริยาการควบแน่น ที่ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

ตัวอย่าง	CTAB solution (mL)	DI-H ₂ O (mL)	EtOAc (mL)	TMB (mL)	NH ₄ OH (mL)	TEOS (μL)	MPTMS (μL)	Quenching DI-H ₂ O (mL)
MSN-SH-10%	15	300	2.64	-	8.1	1,350	150	110.7
MSN-SH-25%	15	300	2.64	-	8.1	1,125	375	110.7
MSN-SH-55%	15	300	2.64	-	8.1	675	825	110.7
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%	15	300	2.64	2.136	8.1	1,350	150	110.7
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25%	15	300	2.64	2.136	8.1	1,125	375	110.7
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%	15	300	2.64	2.136	8.1	675	825	110.7

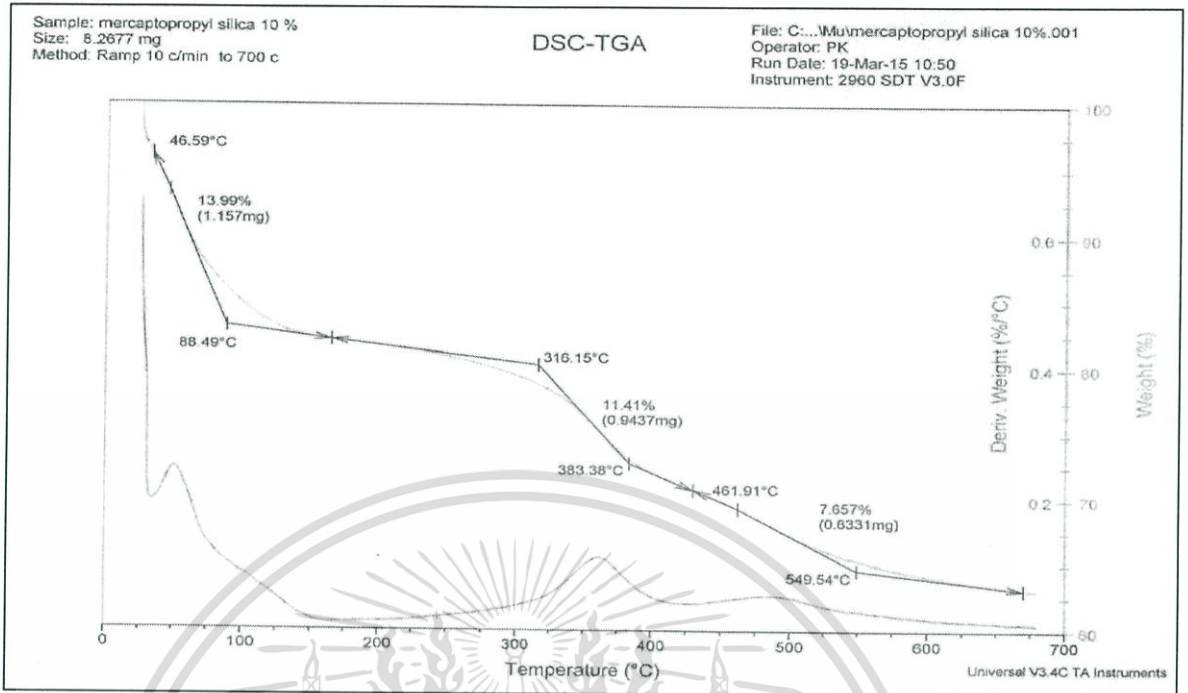
ตารางที่ ก.2 ขนาดของอนุภาคในน้ำ วัดโดยเครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ

ตัวอย่าง	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (nm)
MSN-SH-10%	123.62
MSN-SH-25%	247.22
MSN-SH-55%	326.94
TMB-MSN-SH-10%	221.27
TMB-MSN-SH-25%	301.22
TMB-MSN-SH-55%	444.72

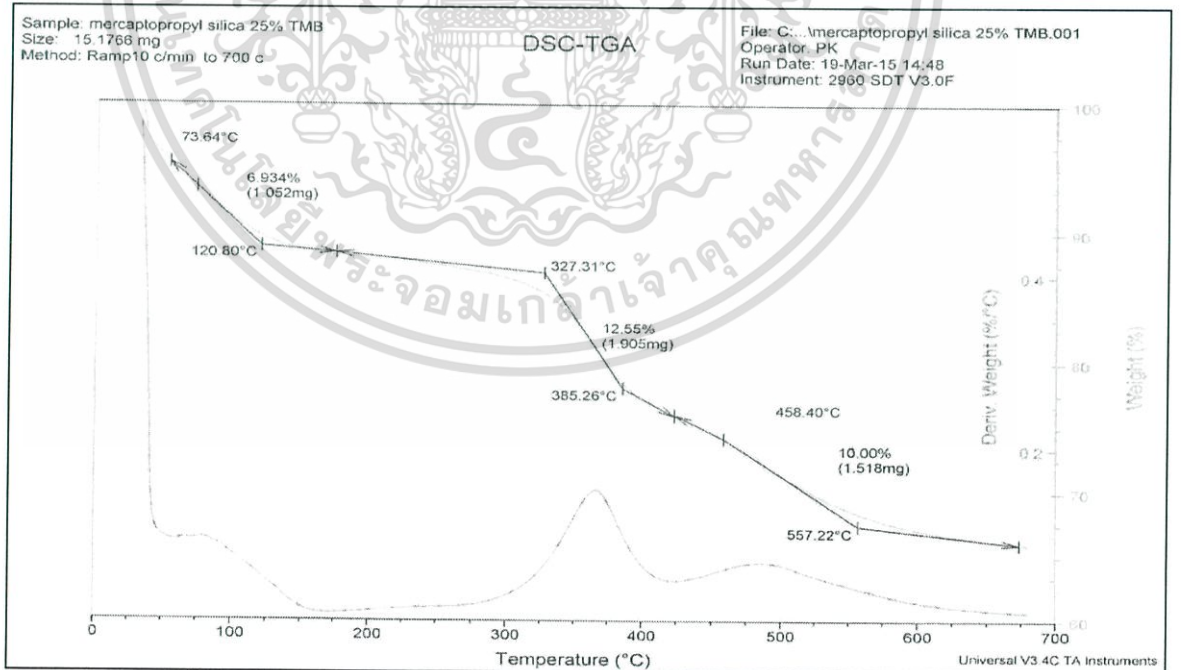
ตารางที่ ก.3 ความเข้มข้นของอนุภาคที่คำนวณได้จากการอบแห้ง โดยใช้ปริมาณสารละลายในการอบแห้ง 2 มิลลิลิตร

ตัวอย่าง	น้ำหนักหลอดปั่นเหวี่ยงเปล่า (g)	น้ำหนักหลอดปั่นเหวี่ยงที่มีอนุภาค หลังอบแห้ง (g)	น้ำหนักอนุภาค (g)	ความเข้มข้นอนุภาค (g/ml)
MSN-SH-10%	6.646	6.712	0.066	0.0132
MSN-SH-25%	6.611	6.753	0.142	0.0284
MSN-SH-55%	6.660	6.738	0.078	0.0156
TMB-MSN-SH-10%	6.659	6.716	0.057	0.0114
TMB-MSN-SH-25%	6.610	6.685	0.075	0.0150
TMB-MSN-SH-55%	6.609	6.684	0.075	0.0150

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

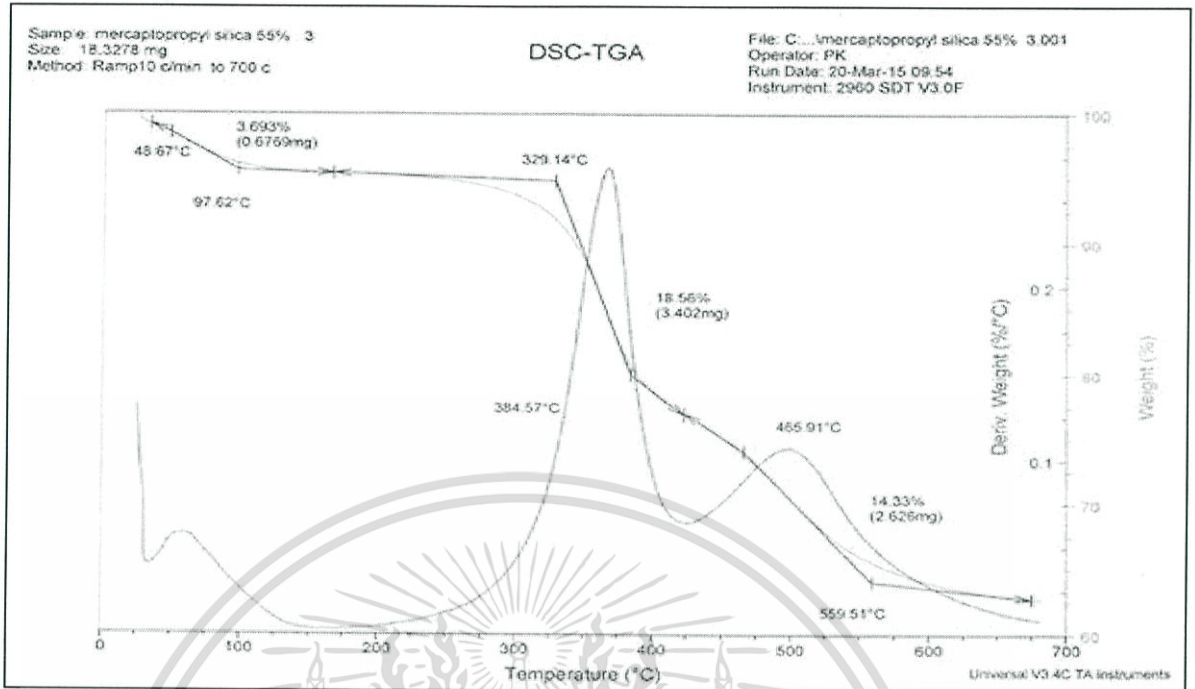


รูปที่ ก.1 เทอร์โมแกรม ของ MSN-SH-10%

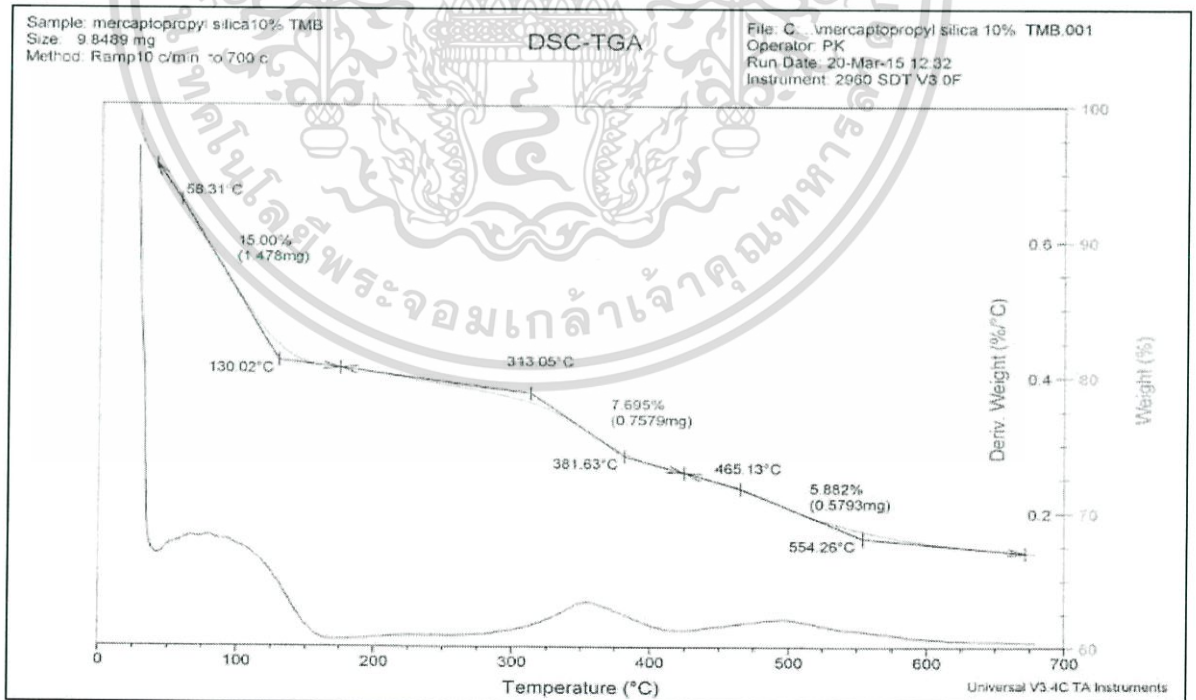


รูปที่ ก.2 เทอร์โมแกรม ของ MSN-SH-25%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

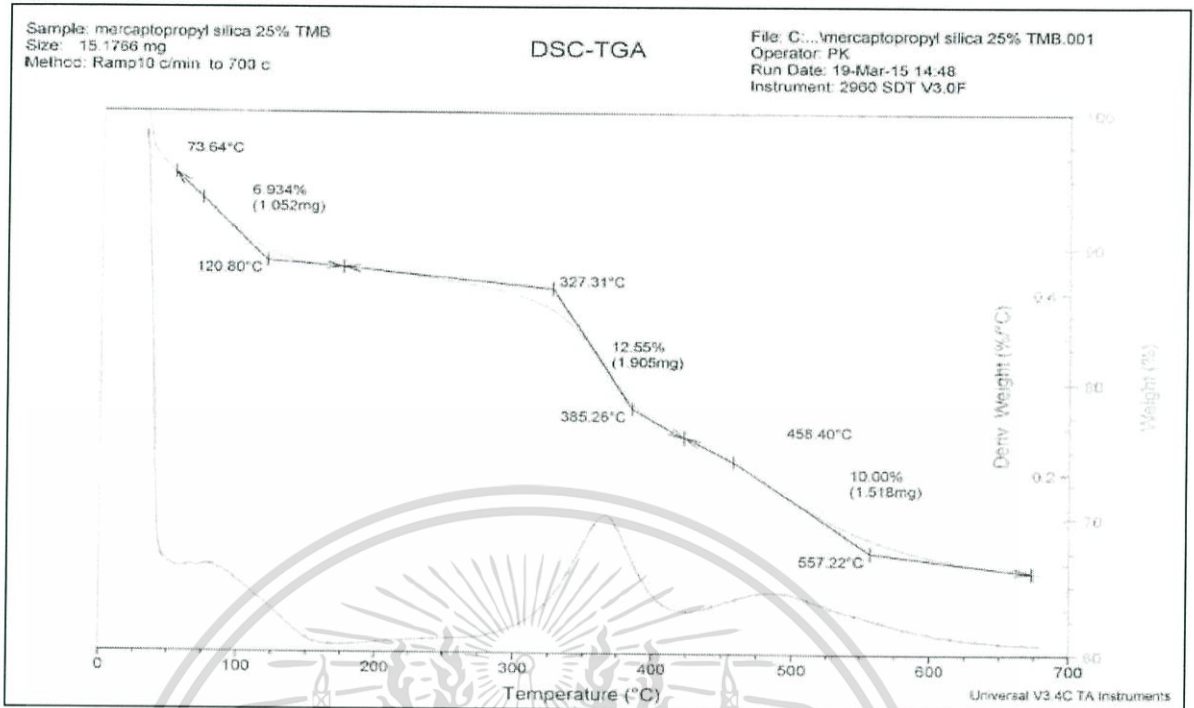


รูปที่ ก.3 เทอร์โมแกรม ของ MSN-SH-55%

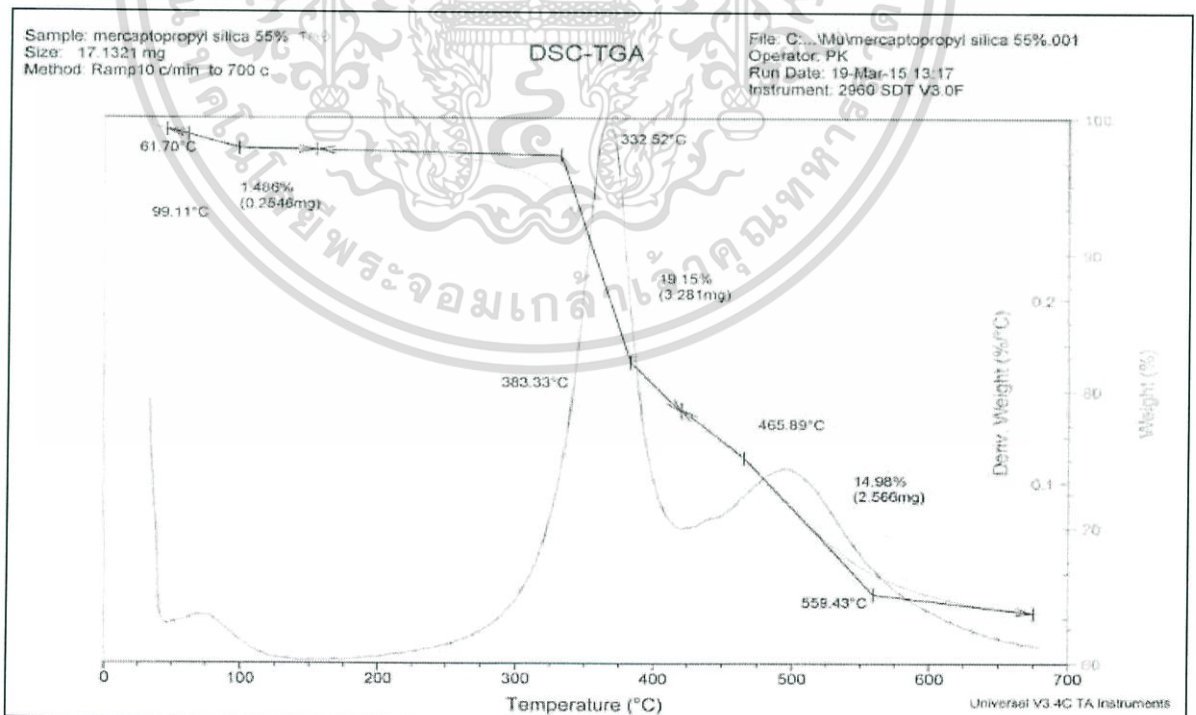


รูปที่ ก.4 เทอร์โมแกรม ของ TMB-MSN-SH-10%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.5 เทอร์โมแกรม ของ TMB-MSN-SH-25%



รูปที่ ก.6 เทอร์โมแกรม ของ TMB-MSN-SH-55%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.4 ผลจากเครื่องมือการวิเคราะห์ธาตุเคมี (Elemental Analysis)

Sample	S [%]
MSN-SH-10%	5.738
MSN-SH-10%	5.907
MSN-SH-10%	5.796
Mean value	5.814
Deviation, abs.	0.086
Deviation, rel. [%]	1.480
Delta [%]	0.169
MSN-SH-25%	11.274
MSN-SH-25%	11.485
Mean value	11.380
Deviation, abs.	0.149
Deviation, rel. [%]	1.310
Delta [%]	0.211
MSN-SH-55%	17.666
MSN-SH-55%	17.617
MSN-SH-55%	17.401
Mean value	17.561
Deviation, abs.	0.141
Deviation, rel. [%]	0.804
Delta [%]	0.266
TMB-MSN-SH-10%	4.519
TMB-MSN-SH-10%	4.460
TMB-MSN-SH-10%	4.494
Mean value	4.491
Deviation, abs.	0.030

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.4 ผลจากเครื่องมือการวิเคราะห์ธาตุเคมี (Elemental Analysis) [ต่อ]

Sample	S [%]
Deviation, rel. [%]	0.662
Deviation, rel. [%]	0.662
Delta [%]	0.059
TMB-MSN-SH-25%	9.299
TMB-MSN-SH-25%	9.70
TMB-MSN-SH-25%	9.800
Mean value	9.602
Deviation, abs.	0.267
Deviation, rel. [%]	2.779
Delta [%]	0.502
TMB-MSN-SH-55%	17.860
TMB-MSN-SH-55%	18.058
TMB-MSN-SH-55%	18.231
Mean value	18.050
Deviation, abs.	0.186
Deviation, rel. [%]	1.029
Delta [%]	0.371

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตอนที่ 2 ข้อมูลผลการทดลองหลังเปลี่ยนเป็นหมู่ซัลโฟเนต (SO_3^-)

ตารางที่ ก.5 ขนาดของอนุภาคในน้ำ วัดโดยเครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและศักย์ที่ผิวของอนุภาคโดยเทคนิคการกระเจิงของแสงในน้ำ

ตัวอย่าง	เส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ย (nm)
MSN- SO_3^- -10%	317.06
MSN- SO_3^- -25%/	369.90
MSN- SO_3^- -55%	407.66
TMB-MSN- SO_3^- -10%	361.12
TMB-MSN- SO_3^- -25%	404.73
TMB-MSN- SO_3^- -55%	444.85

ตารางที่ ก.6 ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์เฉลี่ยที่ใช้ในการไทเทรตหาปริมาณซัลโฟเนต

ตัวอย่าง	ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (ml)			เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
MSN- SO_3^- -10%	0.11	0.11	-	0.11
MSN- SO_3^- -25%	0.24	0.22	0.21	0.22
MSN- SO_3^- -55%	0.24	0.24	-	0.24
TMB-MSN- SO_3^- -10%	0.07	0.07	-	0.07
TMB-MSN- SO_3^- -25%	0.10	0.10	-	0.10
TMB-MSN- SO_3^- -55%	0.10	0.12	0.11	0.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

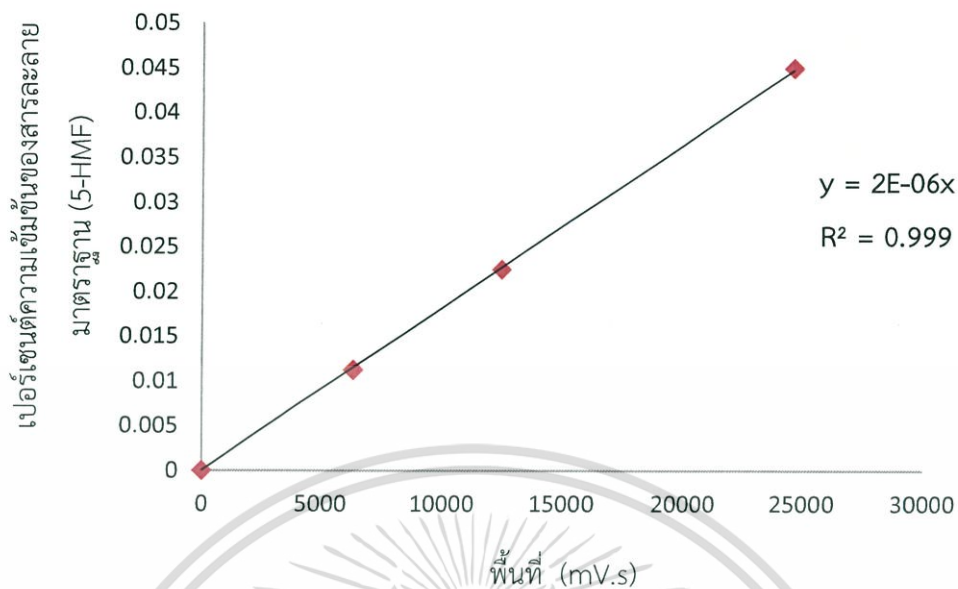
ตารางที่ ก.7 ความเข้มข้นของซัลโฟเนตที่คำนวณได้จากการไทเทรต

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของซัลโฟเนต (mol/ml)
MSN-SO ₃ ⁻ -10%	0.0055
MSN-SO ₃ ⁻ -25%	0.0110
MSN-SO ₃ ⁻ -55%	0.0180
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%	0.0025
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25%	0.0040
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%	0.0055

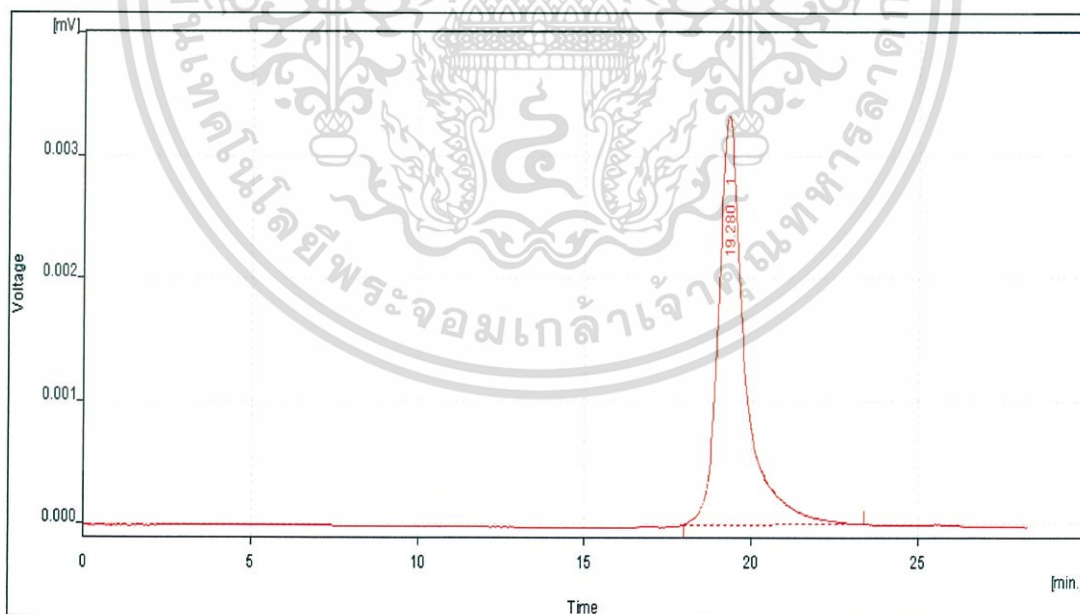
ตารางที่ ก.8 ความเข้มข้นของซัลโฟเนตที่คำนวณได้จากการอบแห้งโดยใช้ปริมาณสารละลายในการอบแห้ง 8 มิลลิลิตร

ตัวอย่าง	น้ำหนักหลอด ปั่นเหวี่ยงเปล่า (g)	น้ำหนักหลอดปั่นเหวี่ยง ที่มีอนุภาคหลังอบแห้ง (g)	น้ำหนัก อนุภาค (g)	ความเข้มข้น ซัลโฟเนต (g/ml)
MSN-SO ₃ ⁻ -10%	5.542	5.593	0.051	0.0063
MSN-SO ₃ ⁻ -25%	5.426	5.493	0.067	0.0083
MSN-SO ₃ ⁻ -55%	5.500	5.594	0.094	0.0118
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -10%	5.443	5.507	0.064	0.0080
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -25%	5.447	5.501	0.054	0.0068
TMB-MSN-SO ₃ ⁻ -55%	5.461	5.512	0.051	0.0063

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.7 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ความเข้มข้นสารมาตรฐาน 5-HMF(%) กับพื้นที่ (mV.s)

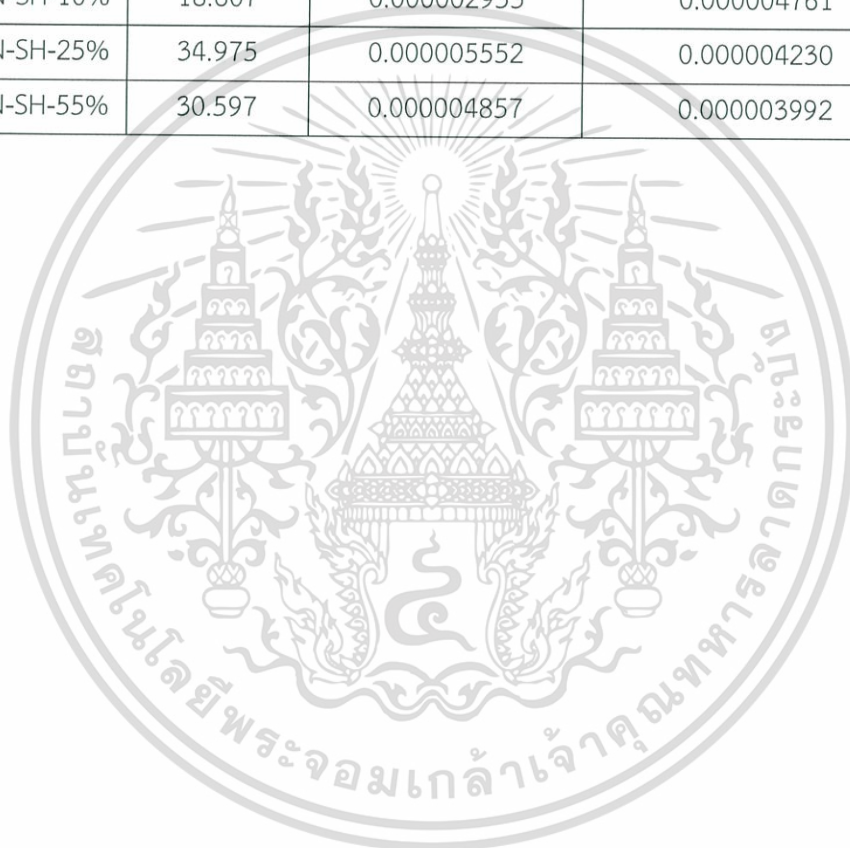


รูปที่ ก.8 โครมาโทแกรมจากการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 5-HMF ความเข้มข้น 0.01 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.9 เปอร์เซ็นต์ผลได้ของสารละลายตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่างๆ

ตัวอย่าง	พื้นที่ใต้กราฟ (mV.s)	5-HMF จากปฏิกิริยา (M)	glucose ในการทำปฏิกิริยา (M)	เปอร์เซ็นต์ ผลได้ 5-HMF
MSN-SH-10%	16.043	0.000002547	0.000002683	9.49
MSN-SH-25%	45.58	0.000007235	0.000003278	22.07
MSN-SH-55%	47.398	0.000007523	0.000006289	11.96
TMB-MSN-SH-10%	18.607	0.000002953	0.000004761	6.20
TMB-MSN-SH-25%	34.975	0.000005552	0.000004230	13.12
TMB-MSN-SH-55%	30.597	0.000004857	0.000003992	12.17



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข.1 การหาความเข้มข้นของอนุภาค

$$\text{ความเข้มข้นของอนุภาค} = \frac{\text{น้ำหนักหลอดปั่นเหวี่ยงที่มีอนุภาค} - \text{น้ำหนักหลอดปั่นเหวี่ยงเปล่า}}{\text{ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการการอบแห้ง}}$$

จากตารางที่ ก.3 เป็นผลของการคำนวณหาความเข้มข้นของอนุภาค จากการนำสารละลายไปปั่นเหวี่ยงแล้วเทสารที่ไม่ต้องการออกจากอนุภาค แล้วนำอนุภาคที่เหลือในหลอดไปอบแห้ง

ตัวอย่างการคำนวณ

จากตารางที่ ก.3 ตัวอย่าง MSN-SH-10%

$$\text{ความเข้มข้นของอนุภาค} = \frac{5.476 - 5.454}{2} = 0.0110 \text{ กรัม/มิลลิลิตร}$$

ข.2 การคำนวณหาปริมาณสารต่างๆ ที่ใช้ในการเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกไซด์เป็นหมู่ซิลโฟเนต

ตัวอย่างการคำนวณ

ค่าความเข้มข้นของอนุภาคจากตารางที่ ก.3 ตัวอย่าง MSN-SH-10% ;

1. เทียบ ใน 1 มิลลิลิตร จะมีอนุภาค 0.011 กรัม
ถ้าอนุภาค 1 กรัม จะใช้สารละลาย $1/0.011 = 90.91$ มิลลิลิตร
ถ้าอนุภาค 0.25 กรัม จะใช้สารละลาย $0.25 \times 90.91 = 22.73$ มิลลิลิตร
2. ถ้าอนุภาค 1 กรัม จะใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 2.5 มิลลิลิตร
ถ้าอนุภาค 0.25 กรัม จะใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ $2.5 \times 0.25 = 0.625$ มิลลิลิตร
3. ใช้เมทานอลเป็น 3 เท่าของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ $3 \times 0.625 = 1.875$ มิลลิลิตร

ข.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานไฮดรอกไซด์ (NaOH) 0.1 M

จากสูตร
$$n = \frac{m}{M_w}$$

จะได้
$$m = nM_w$$

เมื่อ n = จำนวนโมล

m = น้ำหนักของสาร

M_w = มวลโมเลกุล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณ

$$m = 0.1 \times 40$$

$$m = 4 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4 กรัม ละลายในน้ำ 100 มิลลิลิตร

ข.4 การคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย ที่นำไปไทเทรต

จากสูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ C_1 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

C_2 = ความเข้มข้นของสารละลายที่นำไปไทเทรต

V_1 = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน

V_2 = ปริมาตรของสารละลายที่นำไปไทเทรต

ตัวอย่างการคำนวณ

จากตารางที่ ก.7 ตัวอย่าง MSN-SH-10% ;

แทนค่า

$$0.1 \times 0.11 = C_2 \times 2$$

$$C_2 = 0.055 \text{ โมล/มิลลิลิตร}$$

ข.5 การคำนวณหาปริมาณซัลโฟเนต จากความเข้มข้นที่คำนวณได้ในข้อ ข.4 และตารางที่ ก.8

ตัวอย่างการคำนวณ

ตัวอย่าง MSN-SH-10% ;

ความเข้มข้นที่คำนวณได้จาก ข.4 = 5.5 มิลลิโมล/มิลลิลิตร

ความเข้มข้นของอนุภาคที่คำนวณได้จากการอบแห้ง = 0.0063 กรัม/มิลลิลิตร

จะได้ ปริมาณซัลโฟเนต $5.5/0.0063 = 873.02$ มิลลิโมล/กรัม

ข.6 การคำนวณหาปริมาณสารละลายที่จะต้องใช้ในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็น 5-HMF

ตัวอย่างการคำนวณ

จากตารางที่ ก.9 ตัวอย่าง MSN-SH-10% ความเข้มข้นของซัลโฟเนต คือ 0.0063 กรัม/มิลลิลิตร

$$\text{ถ้าต้องการใช้อินนุภาค 0.02 กรัม จะต้องใช้สารละลาย } \frac{0.02}{0.0063} = 3.175 \text{ มิลลิลิตร}$$

ข.7 การคำนวณหาร้อยละเปอร์เซ็นต์ผลได้ของสารละลายตัวอย่าง ที่ความเข้มข้นต่างๆ

$$\text{จาก } \frac{\text{ผลผลิตจริง}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี}} \times 100\%$$

ตัวอย่างการคำนวณ จากตารางที่ ก.10

จากตัวอย่าง MSN-SO₃⁻-10%

$$\frac{0.000002547}{0.000002683} \times 100\% = 9.49\%$$