

การเตรียมน้ำตาลรีดิวซ์จากเซลลูโลสด้วย

กระบวนการพลาสมาม้วนภาคของเหลว

PREPARATION OF REDUCING SUGAR FROM CELLULOSE

BY SOLUTION PLASMA PROCESS

นายก้องภพ บุญวงศ์ รหัส 55361571

นายยอด ทองพิมพ์ รหัส 55361656

นางสาวมลชนก ยอดวิเศษ รหัส 55362691

ป.ญ.๗๒๓

วันที่ออกใบอนุญาตฯ ๒๗ สิงหาคม ๒๕๖๑

เลขที่ใบอนุญาตฯ ๑๙๒๓๘๒๙๔

เลขเรียกหนังสือ.....

ปริญญาอิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาชีวกรรมเคมี ภาควิชาชีวกรรมอุตสาหการ

ประจำ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

ก ๓๕๑

๒๕๖๔

ปีการศึกษา ๒๕๕๘



ใบรับรองปริญญาบัณฑิต

ชื่อหัวข้อโครงการ

การเตรียมน้ำทາลรีดิวซ์จากเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาสมาวัสดุภาค

ของเหลว

ผู้ดำเนินโครงการ

นายก้องภพ บุญวงศ์ รหัส 55361571

นายยอด ทองพิมพ์ รหัส 55361656

นางสาวมลชนก ยอดวิเศษ รหัส 55362691

ที่ปรึกษาโครงการ

ผศ.ดร.อิศราวด ประเสริฐสังข์

สาขาวิชา

วิศวกรรมเคมี

ภาควิชา

วิศวกรรมอุตสาหการ

ปีการศึกษา

2558

คณบดีวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร อนุมัติให้ปริญญาบัณฑิตนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

ที่ปรึกษาโครงการ

(ผศ.ดร.อิศราวด ประเสริฐสังข์)

(รศ.ดร.สมชาย หริัญประดิษฐกุล)

(ดร.วันนันย์ เยาวรัตน์)

ชื่อหัวข้อโครงการ	การเตรียมน้ำตาลรีดิวซ์จากเซลลูโลสตัวยกระดับการพลาสมาวัสดุภาค ของเหลว		
ผู้ดำเนินโครงการ	นายก้องภาพ	บุญวงศ์	รหัส 55361571
	นายยอด	ทองพิมพ์	รหัส 55361656
	นางสาวมลชนก ยอดวิเศษ		รหัส 55362691
ที่ปรึกษาโครงการ	ผศ.ดร.อิศราวด์ ประเสริฐสังข์		
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี		
ภาควิชา	วิศวกรรมอุตสาหการ		
ปีการศึกษา	2558		

บทคัดย่อ

ในปริญานานิพนธ์ฉบับนี้ ได้ทำการศึกษาการประยุกต์ใช้กระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวในการย่อยสลายเซลลูโลสเพื่อเตรียมน้ำตาลรีดิวซ์ โดยใช้กรด 3 ชนิด คือ กรดซัลฟิวริก กรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้นของกรด 0.02 0.04 และ 0.08 มोลาร์ ความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่า 15 22.5 และ 30 กิโลเอิร์ตซ์ เวลาที่ใช้ในการย่อยสลาย 0 ถึง 300 นาที และเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 1:0.05 1:0.075 1:0.1 และ 1:0.2 และวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์โดยวิธีการ Dinitrosalicylic Colorimetric Method (DNS) และวิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสตัวยายน้ำตาลรีดิวซ์โดยเทคนิค X-Ray Diffraction (XRD) จากผลการทดลองพบว่าการย่อยสลายเซลลูโลสตัวยายน้ำตาลรีดิวซ์ที่เหมาะสมที่สุดในการย่อยสลายเซลลูโลสตัวยายน้ำตาลรีดิวซ์คือการใช้กรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้นกรด 0.08 มोลาร์ และความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่า 30 กิโลเอิร์ตซ์ จะให้ร้อยละผลได้เท่ากับ 50 ถึง 55 เปอร์เซ็นต์ และในการเพิ่มไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้าไปในระบบพบว่าช่วยเพิ่มอัตราการย่อยสลายเซลลูโลส โดยอัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เหมาะสมในสภาวะการย่อยสลายคืออัตราส่วน 1:0.075

Title	PREPARATION OF REDUCING SUGAR FROM CELLULOSE BY SOLUTION PLASMA PROCESS		
Author	Mr. Kongphop Boonwong	ID No. 55361571	
	Mr. Yod Thongpim	ID No. 55361656	
	Miss Monchanok Yodwiset	ID No. 55362691	
Advisor	Asst. Prof. Dr. Isarawut Prasertsung		
Major field	Chemical Engineering		
Department	Industrial Engineering		
Year	2558		

Abstract

This research was studied an application of solution plasma process (SPP) for degradation of cellulose to prepare reducing sugar. The effect of degradation conditions on the % yield of reducing sugar were investigated. Various types of acids including sulfuric acid (H_2SO_4), Nitric acid (HNO_3), and Hydrochloric acid (HCl) with concentrations in the range of 0.02 to 0.08M were studied. The applied pulse frequency of bipolar power supply and plasma treatment time were varied at 15 to 30 kHz and 0 to 300 min, respectively. In addition, various mass ratio of cellulose to hydrogen peroxide were added. The amount of total reducing sugar produced by SPP was determined using Dinitrosalicylic Colorimetric Method (DNS) and the cellulose crystalline structure was analyzed by x-ray diffraction (XRD). The results shown that using 0.08M sulfuric acid at high applied pulse frequency provided the highest %yield of reducing sugar of 50 to 55%. Moreover the addition of hydrogen peroxide strongly promoted %yield of reducing sugar. The suitable ratio cellulose to hydrogen peroxide is 1:0.075.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาอิพธบบนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความอนุเคราะห์และความช่วยเหลือเป็นอย่างดีของบุคคลหลายท่าน โดยเฉพาะ พศ.ดร.อิศราฐ ประเสริฐสังข์ อารยที่ปรึกษาโครงงานที่ได้ให้คำปรึกษา ให้ความรู้ คำแนะนำตรวจสอบ คำแนะนำในการค้นคว้าข้อมูล เทคนิคการนำเสนอโครงงานปากเปล่า แก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ และให้กำลังใจในการดำเนินงานด้วยความเอาใจใส่ทุกขั้นตอน ติดตามการดำเนินโครงงานมาโดยตลอด เพื่อให้การเขียนโครงงานปริญญาอิพธบบนี้สมบูรณ์ที่สุด ขอขอบคุณคณะอาจารย์ประจำสาขาวิชาศึกษาระบบทวิภาคีและภาควิชาศึกษาระบบทวิภาคี มหาวิทยาลัยราชภัฏท่านที่ได้ให้ความรู้เพื่อนำมาประยุกต์ใช้ในการทำปริญญาอิพธบบนี้และขอบคุณเงินทุนสนับสนุนการวิจัยจากสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย จนทำให้งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์

นอกจากนี้ขอบคุณผู้ดูแลห้องปฏิบัติการที่เคยให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกในการทำงานวิจัยให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณ ปิดา มารดา ที่เคยให้ความช่วยเหลือ ให้การสนับสนุนในทุกๆ ด้านและให้กำลังใจเสมอมา

คณะผู้ดำเนินโครงงานวิศวกรรม

นายก้องภาพ บุญวงศ์

นายยอด ทองพิมพ์

นางสาวมลชนก ยอดวิเศษ

พฤษภาคม 2559

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
ใบรับรองปริญณานิพนธ์	ก
บทคัดย่อ	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	จ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตโครงการ	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
1.5 สถานที่ในการดำเนินโครงการ	4
1.6 ระยะเวลาในการดำเนินโครงการ	4
1.7 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ	4
บทที่ 2 ทดลองและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 เซลลูโลสและน้ำตาลรีดิวชัน	5
2.2 การย่อยสลายเซลลูโลส	9
2.3 กระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลว (Solution Plasma Process).....	11
2.4 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD	13
2.5 การวัดปริมาณน้ำตาลรีดิวชันด้วยเทคนิค DNS	14
2.6 แนวคิดของงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	15
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	21
3.1 อุปกรณ์และสารเคมี.....	21
3.2 วิธีการทดลอง.....	22
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	23

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล	26
4.1 ผลของชนิดกรดต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์	26
4.2 ผลของความเข้มข้นกรดต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์	28
4.3 ผลของความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่าต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์	29
4.4 ผลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่มีผลต่ออัตราการย่อยสลาย	32
4.5 ผลการทดสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD	35
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	39
5.1 สรุปผลการทดลอง	39
5.2 ข้อเสนอแนะ	39
เอกสารอ้างอิง	40
ภาคผนวก	45

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ	4
ตารางที่ 2.1 องศาของการพอลิเมอร์เรซิ่นและความเป็นผลึกของเส้นใยเซลลูโลส	6
ตารางที่ 4.1 ค่าคงที่อัตราการย่อยสลายเซลลูโลสและค่า R^2	35
ตารางที่ 4.2 แสดง CRYSTALLINE INDEX เมื่อเทียดด้วยความถี่ 30 กิโลเฮิรตซ์ โดยความเข้มข้นกรดที่ต่างกัน	36
ตารางที่ 4.3 แสดง CRYSTALLINE INDEX เมื่อเทียดด้วยความเข้มข้น 0.08 มิลาร์ โดยความถี่ที่ต่างกัน	37
ตารางที่ 4.4 สรุปผลการทดลองและร้อยละผลได้จากการย่อยสลายเซลลูโลส เปรียบเทียบกับงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	38

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส	5
รูปที่ 2.2 โครงสร้างอสัณฐานและผนังของเซลลูโลส.....	6
รูปที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีของกลูโคส	7
รูปที่ 2.4 แสดงอัลฟาดีฟรักโทสซึ่งมีกลุ่ม HEMIKETAL และทำปฏิกิริยากับน้ำซึ่งจะไปทำลายสายโซ่โดยพื้นฐานแล้วจะถูกเปล่งเป็นสารประกอบที่มีหมู่แอลดีไฮด์.....	8
รูปที่ 2.5 กลไกการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยกรด	11
รูปที่ 2.6 ไดอะแกรมของระบบพลาสมาวัฏภาคของเหลว	12
รูปที่ 2.7 แบบจำลองของพลาสมาวัฏภาคของเหลว	13
รูปที่ 2.8 ภาพแสดงลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างผลึก.....	13
รูปที่ 2.9 ตัวอย่าง X-RAY DIFFRACTION SPECTRA ที่แสดงวิธีการใช้จุดสูงสุดของเซลลูโลส	14
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	22
รูปที่ 3.2 การติดตั้งระบบพลาสมาวัฏภาคของเหลว	23
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ที่มีชนิดของกรดและเวลาที่ใช้ในการทรีพลาスマต่างกัน	27
รูปที่ 4.2 กลไกการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส	27
รูปที่ 4.3 แสดงกลไกการย่อยสลายไคโตชาตด้วยหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล	28
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่เวลาต่างๆ โดยใช้ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกที่ต่างกันด้วยความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาasma 15 กิโลเอิร์ตซ์	29
รูปที่ 4.5 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่เวลาต่างๆ โดยใช้ความถี่ที่ต่างกัน (A) ความเข้มข้นกรด 0.02 โมลาร์ (B) ความเข้มข้นกรด 0.04 โมลาร์ (C) ความเข้มข้นกรด 0.08 โมลาร์	31
รูปที่ 4.6 กลไกการย่อยสลายเมื่อไฮโดรเจนออกอนและหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (A) มีปริมาณเหมาะสมกัน (B) มีปริมาณไม่เหมาะสมกัน.....	32

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่เวลาต่างๆ ด้วยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ที่อัตราส่วนต่างๆ.....	33
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงผลการคำนวโนัตราการย์อย่างถาวรโดยใช้ PSEUDO FIRST ORDER KINETICS	34
รูปที่ 4.9 กราฟแสดงผลของการทดสอบตะกอนที่ความถี่ 30 กิโลเฮิรตซ์ โดยใช้ ความเข้มข้นกรดที่ต่างกันด้วยเทคนิค XRD	35
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงผลของการทดสอบตะกอนที่ความเข้มข้น 0.08 มอลาร์ โดยใช้ ความถี่ที่ต่างกันด้วยเทคนิค XRD.....	37



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงงาน

เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของประชากร อุตสาหกรรม การเกษตรและการขนส่ง ทำให้มีความต้องการ พลังงานเพิ่มขึ้น แหล่งพลังงานหลักในปัจจุบันเป็นเชื้อเพลิงจากการทับถมของชาติพืชชาติสัตว์เป็น เวลานาน เช่น แก๊สรромชาติ น้ำมัน และถ่านหิน [1] เนื่องจากมีการใช้พลังงานเป็นจำนวนมากทำให้ ขาดแคลนอีกทั้งยังปล่อยแก๊สร้อนได้ออกไซด์ [2-3] ดังนั้นจึงมีการใช้พลังงานทดแทนซึ่งเป็น พลังงานชีวภาพ เช่น เอทานอล เอทานอลสามารถผลิตได้จากการสังเคราะห์จากระบวนการ ปิโตรเลียมหรือกระบวนการแปรรูปวัสดุชีวภาพโดยใช้จุลินทรีย์ เช่น การหมัก ในปี ค.ศ.1995 การ ผลิตเอทานอลในโลกประมาณ 93 เปอร์เซ็นต์ ผลิตโดยวิธีการหมักและประมาณ 7 เปอร์เซ็นต์ ผลิต โดยวิธีการสังเคราะห์ [4] ในการผลิตเอทานอลโดยวิธีการหมักสามารถดำเนินการได้จากผลิตภัณฑ์ที่มี น้ำตาลและแป้งเป็นส่วนประกอบ เช่น อ้อย ข้าว มันสำปะหลัง ข้าวโพด เป็นต้น [5] อย่างไรก็ตาม ผลิตภัณฑ์ที่มีองค์ประกอบของน้ำตาลและแป้งมีความจำเป็นต้องใช้ในการบริโภคและมีราคาแพง เชลกูลอสจึงเป็นที่น่าสนใจเนื่องจากมีอยู่มากในธรรมชาติซึ่งมีส่วนประกอบของน้ำตาลกลูโคสเชื่อมต่อ กันเป็นสายโซ่ยาวด้วยพันธุ์ β ($1 \rightarrow 4$) ดังนั้นเชลกูลอสจึงสามารถถ่ายตัวเป็นน้ำตาลกลูโคสซึ่ง นำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการกระบวนการหมักจนเกิดเป็นผลิตภัณฑ์เอทานอลได้ เพราะฉะนั้นการย่อย สลายเชลกูลอสถูกพิจารณาเพื่อเตรียมกลูโคสจึงได้ความสนใจเป็นอย่างยิ่งจากนักวิจัย [6-8]

การไฮโดรไลซิสเชลกูลอสเพื่อย่อยสลายเป็นกลูโคสสามารถทำได้โดยหลายวิธีการ อาทิ วิธีการทางเคมีและการย่อยด้วยเอนไซม์ [9-12] วิธีการทางเคมีโดยการใช้กรดเป็นกระบวนการที่สามารถทำได้ ง่าย การไฮโดรไลซิสด้วยกรดสามารถทำได้โดยใช้กรดเจือจางและกรดเข้มข้น [13-15] การไฮโดรไลซิสเชลกูลอสด้วยกรดเจือจางจะต้องใช้อุณหภูมิที่สูงและใช้เวลา [13] การไฮโดรไลซิสด้วยกรด เข้มข้นจะใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าและใช้เวลาที่สั้นกว่า อย่างไรก็ตามการใช้กรดเข้มข้นจะขัดขวางการ เสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์กลูโคสมากกว่าการใช้กรดเจือจาง [16] ข้อเสียของการไฮโดรไลซิสด้วยกรด คือทำให้เกิดสารเคมีที่เป็นของเสียและสารปนเปื้อน สำหรับวิธีการย่อยด้วยเอนไซม์สามารถย่อยสลาย เป็นกลูโคสในปริมาณสูงทำให้เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพอย่างมากในการเตรียมน้ำตาลกลูโคส [17] อย่างไรก็ตามวิธีการนี้ค่อนข้างซับซ้อนและบุ่งยากสำหรับการผลิตในปริมาณมากซึ่งต้องการวิธีการ หลายขั้นตอน อาทิ ตั้งแต่การเตรียมวัตถุดิบ การเตรียมเอนไซม์ และการทำให้ผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์ ยิ่งไป กว่านั้นปัญหาหลักของการใช้เอนไซม์ คือ ต้นทุนสูง [18]

พลาสมาวัสดุภาคของเหลวเป็นวิธีการใหม่ซึ่งมีการนำเสนอโดย Takai O., และคณะ [19] พลาสมาวัสดุ-ภาคของเหลวเป็นวิธีการที่ใช้อย่างกว้างขวางในการสังเคราะห์วัสดุระดับนาโน การปรับสภาพพื้นผิววัสดุ การบำบัดน้ำ การฟื้นฟูเชื้อโรค และการย่อยสลายสารอินทรีย์ [20] ซึ่งระบบพลาสมาสามารถผลิตหมู่ร่วงไวจำนวนมาก เช่น หมู่ไฮดรอกซิลเรติกออล (OH^\bullet) หมู่ไฮดรoperออกซิลเรติกออล (HO_2^\bullet) อิเล็กตรอนอิสระ (e^-) ซูปเปอร์ออกไซด์ไอโอน (O_2^-) และออกซิเจนไอโอน (O^-) ซึ่งเป็นสารที่ชักนำให้เกิดการย่อยสลายสารอินทรีย์ [21] จากรายงานการวิจัยที่ผ่านมาซึ่งประยุกต์ใช้กระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวในการย่อยสลายไคโตไซน์ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชนิดพอลิแซ็ค้าไรด์ พบร่วมความหนืดและน้ำหนักไม่เกลูลของไคโตไซน์ที่ผ่านการทรีทด้วยพลาสมาลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ไม่ผ่านการทรีท เนื่องจากเกิดการย่อยสลายโดยหมู่ร่วงไวไฮดรอกซิลเรติกออลที่ผลิตได้จากการกระบวนการพลาสมานอกจากนั้นยังพบว่าความเป็นผลึกของไคโตไซน์ถูกทำลายเปลี่ยนเป็นโครงสร้างอสัญฐาน [22-23] Pornsunthorntawee O., และคณะ [24] ได้ศึกษาการสลายตัวของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไคโตไซน์และโลหะโดยประยุกต์ใช้กระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวพบว่าสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไคโตไซน์และโลหะที่เป็น Cu^{2+} และ Fe^{2+} ส่งเสริมทำให้อัตราการสลายตัวของไคโตไซน์เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ข้อดีของกระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวคือสามารถดำเนินการภายใต้อุณหภูมิห้องและความดันบรรยายกาศ ดังนั้นกระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวไม่จำเป็นต้องใช้สารเคมีที่รุนแรงซึ่งทำให้ไม่จำเป็นต้องมีการกำจัดสารเคมีที่หลงเหลือออกໄไป

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะประยุกต์ใช้งานพลาสมาวัสดุภาคของเหลวในการย่อยสลายเซลลูโลสเพื่อเตรียมน้ำตาลรีดิวช์ โดยตัวแปรที่ศึกษา คือ เวลาในการย่อยสลาย ชนิดของตัวทำละลาย ความเข้มข้นของตัวทำละลาย และพลังงานที่ใช้ในการผลิตพลาสมา ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา เซลลูโลสผ่านการย่อยสลายโดยกระบวนการพลาสมากลุ่มน้ำก้นนำไปวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีดิวช์โดยวิธีการ DNS และโครงสร้างผลึกโดยเทคนิค XRD น้ำตาลรีดิวช์ที่เตรียมได้จะถูกนำไปใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการผลิตเอทานอล นอกจากนั้นแล้วการย่อยสลายเซลลูโลสเป็นน้ำตาลรีดิวช์โดยกระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวเป็นทางเลือกใหม่ที่สามารถนำมากดแทนวิธีการดั้งเดิมคือการใช้สารเคมีและเอนไซม์ที่มีราคาแพง

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมน้ำตาลรีดิวช์จากเซลลูโลสโดยกระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลว
- 1.2.2 เพื่อศึกษาผลของสภาวะของพลาสมาที่มีต่อการย่อยสลายเซลลูโลส
- 1.2.3 เพื่อศึกษากลไกและอัตราการย่อยสลายตัวของเซลลูโลส

1.3 ขอบเขตโครงการ

- 1.3.1 ติดตั้งเครื่องกำเนิดพลาสมาวัสดุภาคของเหลว
- 1.3.2 เตรียมสารละลายเซลลูโลสหน้าหัก 1 กรัม ในสารละลายกรด 100 มิลลิลิตร และนำไปปั่นอย่างตัวยกระบวนการพลาสม่า โดยมีตัวแปรที่ศึกษาดังนี้
 - 1.3.2.1 ชนิดของสารละลายกรด คือ กรดซัลฟิวริก กรดไฮดรคลอริก และกรดไฮดรคลอริก
 - 1.3.2.2 ความเข้มข้นของสารละลายกรด คือ 0.02 0.04 และ 0.08 มоляร์
 - 1.3.2.3 พลังงานของพลาสม่าโดยปรับความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่า คือ 15 22.5 และ 30 กิโลเฮิรตซ์
 - 1.3.2.4 อัตราส่วนเซลลูโลสต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์โดยมวล คือ 1:0.05 1:0.075 1:0.1 และ 1:0.2
 - 1.3.2.5 เวลาที่ใช้ในการย่อยสลาย 0 ถึง 300 นาที
- 1.3.3 วิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลที่ได้หลังจากการย่อยสลายเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาสมาวัสดุภาคของเหลว
 - 1.3.3.1 ตรวจวัดปริมาณน้ำตาลรีดิวช์ด้วยเทคนิค DNS
 - 1.3.3.2 ตรวจวัดความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD
- 1.3.4 ศึกษากลไกและอัตราการย่อยสลายตัวของเซลลูโลส

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 กระบวนการเตรียมน้ำตาลรีดิวช์แบบใหม่ที่พัฒนาได้สามารถนำไปทดแทนกระบวนการตั้งเติม คือ กระบวนการทางเคมีและการย่อยสลายด้วยเอนไซม์ที่มีต้นทุนสูง
- 1.4.2 น้ำตาลรีดิวช์ได้จากการพลาสมาวัสดุภาคของเหลวสามารถนำไปผลิตเชื้อราanol ซึ่งเป็นพลังงานทดแทนได้

1.5 สถานที่ในการดำเนินโครงการ

ภาควิชาบริหารธุรกิจ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

1.6 ระยะเวลาในการดำเนินโครงการ

เริ่มตั้งแต่ 14 กรกฎาคม 2558 ถึง 26 พฤษภาคม 2559

1.7 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ

ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ

ลำดับ ที่	การดำเนิน โครงการ	ช่วงเวลา											
		ก.ค.	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.	
1.8.1	วางแผน ดำเนิน โครงการ	↔											
1.8.2	ศึกษา ค้นคว้า ข้อมูลใน การทำ โครงการ	↔											
1.8.3	ทำการ ทดลอง	↔											
1.8.4	วิเคราะห์ ผลการ ทดลอง									↔			
1.8.6	สรุปผล การ ทดลอง									↔			
1.8.7	ทำรูปเล่ม รายงาน									↔			

บทที่ 2

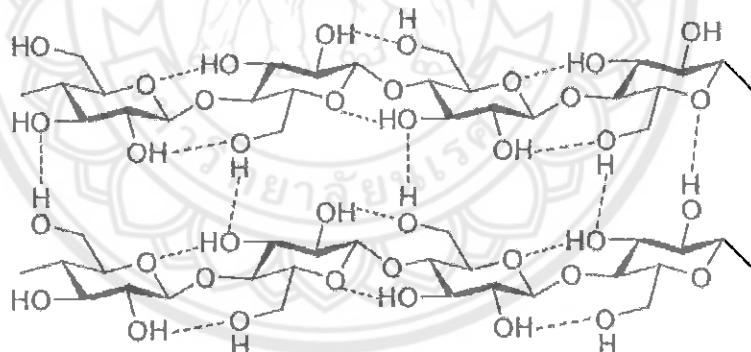
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เซลลูโลสและน้ำตาลรีดิวช์

2.1.1 โครงสร้างของเซลลูโลสและน้ำตาลรีดิวช์

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ประเภทคาร์บอเนตโดยทั่วไปพบเป็นองค์ประกอบหลักของผนังเซลล์ของพืชทุกชนิดมากที่สุด ซึ่งทำหน้าที่ช่วยสร้างความแข็งแรงให้กับผนังเซลล์ของพืช และเซลลูโลสยังเป็นสารอินทรีย์ที่มีความอุดมสมบูรณ์ที่สุดในธรรมชาติ

เซลลูโลสเป็นพอลิแซ็กคาไรต์ประกอบกันเป็นสายยาวด้วยหน่วยของกลูโคส 2,000 – 4,000 หน่วย ที่แข็งแรง โดยหน่วยของกลูโคสทั้งหมดจะเชื่อมต่อกันด้วยพันธะ β -1,4 ไกลโคไซดิก [25] ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ไม่ละลายในน้ำและละลายได้ยากในตัวทำละลายทั่วไป เนื่องจากมีโครงสร้างเป็นผลึกที่ขับข้อนเข้มต่อกันด้วยพันธะไฮโดรเจนและแรงวนเดอร์华尔斯



รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส [31]

เซลลูโลสที่ได้จากแหล่งที่มาและการวิธีในการผลิตจะทำให้โครงสร้างการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเป็นสายโซ่และคุณสมบัติแตกต่างกัน จึงแบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ

โครงสร้างแบบผลึก

จะมีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเป็นสายโซ่แบบเป็นระเบียบจัดทำให้การย่อยสลายของโครงสร้างแบบนี้ก็จะทำได้ยากกว่าโครงสร้างแบบอสัญฐาน ได้แก่ microcrystalline cellulose dissolving pulp และ cotton cellulose [26]

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบการพอลิเมอร์เรซีนและความเป็นผลึกของเส้นใยเซลลูโลส

Fiber	Average Degree of Polymerization [27]	Average Crystallinity (%)
Cotton	9,000 - 15,000	73
Viscose rayon Regular	250 – 450	60
High tenacity	500 - 650	-
High-wet modulus	400 - 500	-
Wood pulp	600 - 1,500	35

โครงสร้างแบบอัมฟูโรส

จะมีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเป็นสายโซ่มีความเป็นระเบียบ จึงทำให้สามารถย่อยสลายได้ง่าย เนื่องจากสารตั้งต้นสามารถแทรกเข้าไปทำปฏิกิริยาได้กับเซลลูโลสที่มีโครงสร้างแบบอัมฟูโรส ดังแสดงในรูปที่ 2.2

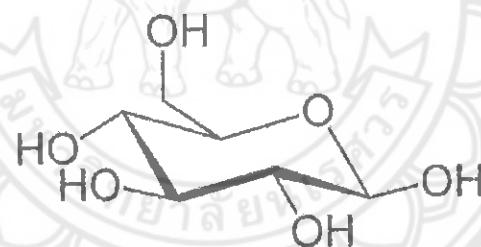


รูปที่ 2.2 โครงสร้างอัมฟูโรสและผนึกของเซลลูโลส [27]

ปัจจุบัน Microcrystalline cellulose ถูกนำมาใช้ในหลายด้านๆ ได้แก่ การปรุงยา เครื่องสำอาง และในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับอาหาร เป็นต้น [28] ซึ่งผลิตมาจากผลพืชเซลลูโลสที่ได้มา จากเยื่อไม้และฝ้าย โดยกระบวนการ Depolymerization จะได้ Microcrystalline cellulose นำไป ทำแห้งก็จะได้เป็น Microcrystalline cellulose ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว ลักษณะโครงสร้างเป็น เซลลูโลสสายสั้นลง ซึ่งสามารถย่อยสลายกลไกเป็นกลูโคสได้ โดยการย่อยสลายด้วยกรดหรือ กระบวนการที่ใช้อ่อนไขม์ รูปแบบของ Microcrystalline cellulose ที่ผลิตขึ้นมาจำหน่ายมี 2 รูปแบบ คือ เซลลูโลสที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดเหมือนแป้ง (Microcrystalline cellulose Powder) และเซลลูโลสที่มีลักษณะเป็น colloidal (Microcrystalline cellulose Colloidal)

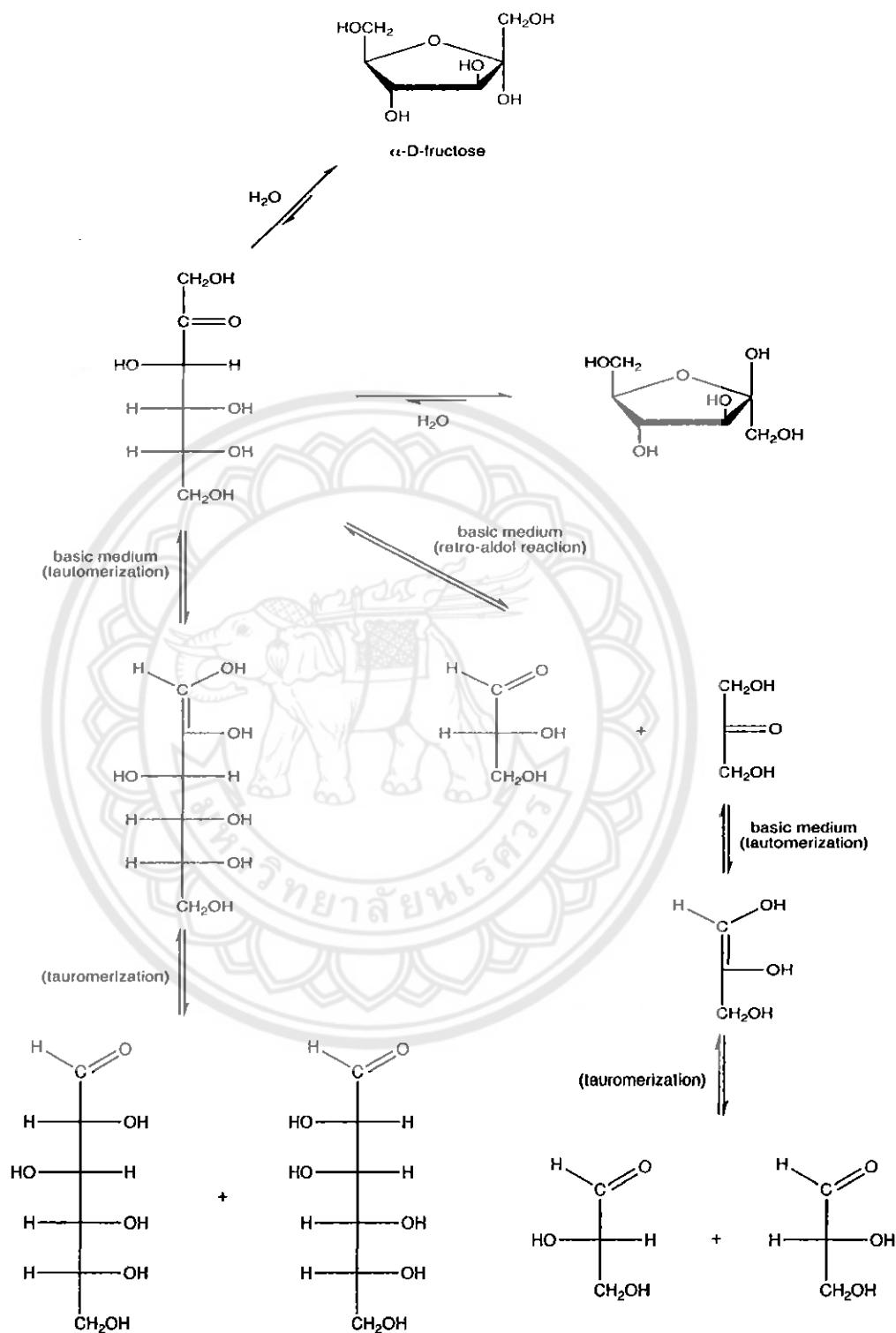
เซลลูโลสที่ได้จากการแบ่งตามความสามารถในการละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์สามารถแบ่งได้ 3 ชนิด คือ แอลfa-เซลลูโลสเป็นเซลลูโลสที่ไม่สามารถละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ เบต้า-เซลลูโลสเป็นเซลลูโลสที่สามารถละลายได้ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิห้องแต่สามารถละลายได้ในสารละลายที่มีสารละลายเป็นกรดและแคมมา-เซลลูโลสเป็นเซลลูโลสที่สามารถละลายได้ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายกรดแต่สามารถละลายได้โดยใช้แอลกอฮอล์ [29]

กลูโคสเป็นคาร์บอไฮเดรตประเภทอนอแข็งค่าไฮดรอฟบมากที่สุดในธรรมชาติ ชื่อกลูโคสโดยทั่วไปจะอยู่ในรูปของน้ำตาลรีดิวซ์ หรือ ดีกกลูโคส โดยเซลลูโลสและกลูโคสองค์ประกอบของพอลิเมอร์ประเภทคาร์บอไฮเดรตเหมือนกัน เซลลูโลสสามารถเปลี่ยนแปลงไปเป็นกลูโคสได้ โดยเกิดจากกระบวนการทางเคมี คือ การย่อยสลายเซลลูโลสที่เป็นไมเลกุลของกลูโคสที่เชื่อมต่อกันเป็นสายยาวให้เหลือเพียงกลูโคสแค่เพียงไมเลกุลเดียว จะได้โครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 โครงสร้างทางเคมีของกลูโคส [31]

น้ำตาลรีดิวซ์คือน้ำตาลทั้งหมดที่มีความสามารถในการทำหน้าที่เป็นตัวเรติวซเนื่องจากมีกลุ่มแอลดีไฮด์อิสระหรือกลุ่มคีโนน มอนोแซ็กคาราดทั้งหมดคือน้ำตาลรีดิวซ์กับไดแซ็กคาราด โอลิโกลาเซ็กคาราดและพอลิแซ็กคาราดบางตัว มอนอแซ็กคาราดสามารถแยกออกได้เป็น 2 กลุ่มคือ แอล-โส ซึ่งมีกลุ่มแอลดีไฮด์และคีโนน ที่มีกลุ่มคีโนน คีโนนต้อง Tautomerize เป็นแอลไดกอสก่อนจึงจะสามารถทำหน้าที่เป็นน้ำตาลรีดิวซ์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.4 มอนอแซ็กคาราดที่พบมากในอาหารที่ปรุงโภค เช่น กากแล็กโทส กลูโคส และฟรักโทส ทั้งหมดนี้คือน้ำตาลรีดิวซ์ [50]



รูปที่ 2.4 แสดงอัลฟาร์กโนสซึ่งมีกลุ่ม Hemiketal และทำปฏิกิริยากับน้ำซึ่งจะไปทำลายสายโซ่โดยพื้นฐานแล้วจะถูกแปลงเป็นสารประกอบที่มีหมู่แอลดีไฮด์ [51]

2.1.2 คุณสมบัติของเซลลูโลสและน้ำตาลรีดิวช์

เซลลูโลสเป็นคาร์บอเนต ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ โดยมีสูตรเคมีทั่วไป คือ ($C_6H_{10}O_5$)_n เป็นองค์ประกอบหลักที่สำคัญที่สุด สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้และย่อยสลายได้ ไม่เป็นผลพิษต่อมนุษย์ สัตว์ และสิ่งแวดล้อม โดยเซลลูโลสและน้ำตาลรีดิวช์สามารถนำมารีดิวช์เป็นสารเคมีและเชือเพลิงเพื่อเป็นพลังงานทดแทนได้

2.1.3 ประโยชน์ของเซลลูโลส [30]

เซลลูโลสเป็นวัสดุที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้หลายๆ ด้าน เป็นวัสดุสมในงานก่อสร้าง ยา อาหาร และผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง และสามารถนำมาดัดแปลงเคมีเพื่อให้อยู่ในรูปของการนำไปใช้งานได้อย่างแพร่หลายในโรงงานอุตสาหกรรมที่แตกต่างกัน เช่น เซลลูโลสอะเซเตดใช้ในการเคลือบสีและทำเยื่อ เซลลูโลสไนเตรทใช้ในการทำเยื่อและระเบิด เซลลูโลสแซนเตตใช้ในงานสิ่งทอ คาร์บอกรูปิเมทิลเซลลูโลสใช้ในการเคลือบสี ทำสี กาว และอุตสาหกรรมเกี่ยวกับยา เมทิลเซลลูโลสใช้ในอุตสาหกรรมฟิล์มสิ่งทอ อาหาร และบุหรี่หรือยาสูบ เอธิลเซลลูโลสใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับยา และไฮดรอกซิเอทิลเซลลูโลสใช้ในอุตสาหกรรมฟิล์ม สี และเครื่องสำอาง

2.2 การย่อยสลายเซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์แบบเส้นตรงประกอบด้วยหน่วยย่อยที่เป็นกลูโคสจำนวนมากเชื่อมต่อด้วยพันธะ β -1,4 ไกลโคจิດิก [31] เนื่องจากภายในโมเลกุลประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิลจำนวนมาก ทำให้เกิดพันธะไฮโดรเจน ภายใต้โมเลกุลของเซลลูโลสจึงทำให้โครงสร้างภายใต้ของเซลลูโลสแข็งแรงเป็นอย่างมาก จึงไม่สามารถละลายน้ำและละลายในสารอินทรีย์ทั่วไปได้ จึงเป็นปัญหาในการละลายเซลลูโลสและไฮโดรไลซิสเป็นกลูโคส สำหรับในไฮโดรไลซิสมี 2 วิธี ที่ได้รับความสนใจและนำมาพิจารณาในการย่อยสลายเซลลูโลส คือ การย่อยสลายด้วยกรด และเอนไซม์

2.2.1 การไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยกรด

การย่อยสลายด้วยกรดโดยทั่วไปจะใช้กรดประเภทออกพันธุ์ เช่น กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) กรดไนโตริก (HNO_3) กรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) กรดฟอฟอริก (H_3PO_4) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) และกรดฟอร์มิก (FA) โดยกรดเหล่านี้มีราคาที่เหมาะสมและเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี แต่ในทางปฏิบัติสามารถควบคุมได้ยากเนื่องจากมีปัญหาเกี่ยวกับการกัดกร่อนของถังปฏิกิริยาน้ำเสียจากการที่และนำกลับมารีไซเคิลได้ไม่ดี และต้องใช้อุณหภูมิสูงในการทำปฏิกิริยา

[31] โดยใช้อุณหภูมิมากกว่า 180 องศาเซลเซียส ซึ่งจะนำไปสู่การย่อยสลายน้ำตาลกลูโคส [32] กลไกการย่อยสลายเซลลูโลสด้วยกรดดังแสดงในรูปที่ 2.5 จะทำให้พันธะไกลโคซิดิกนิต 1,4-บีต้า ของกลูโคส ในโครงสร้างเซลลูโลสแตกออกแล้วเกิดเป็นน้ำตาลกลูโคสหรือเป็นพอลิเมอร์ของน้ำตาลในลักษณะสายโซ่ที่สั้นลงแต่ยังคงมีโครงสร้างพื้นฐานเหมือนเดิม คือบริเวณปลายของสายโซ่เซลลูโลสจะเป็นหมู่แอลดีไฮด์ที่มีสมบัติเป็นตัวเรติวซ (reducing agent) ที่เกิดปฏิกิริยากับกรดได้อย่างรวดเร็ว ทำให้เกิดการสลายพันธะแบบสุ่ม ในการย่อยสลายเซลลูโลสด้วยกรดเจือจางขณะร้อนจะทำให้เซลลูโลสที่อยู่ในลักษณะที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ (hydrocellulose) กลายเป็นพอลิแซคcharideที่ละลายน้ำได้ (soluble polysaccharide) จากนั้นจะถูกย่อยสลายต่อไปเป็นน้ำตาลกลูโคส จากรายงานการศึกษาและเปรียบเทียบประสิทธิภาพการย่อยเซลลูโลสด้วยกรดชนิดต่างๆ เป็นดังนี้ [46]

2.2.1.1 การย่อยเซลลูโลสด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น

การย่อยเซลลูโลสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้นมากกว่า 70 เบอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิห้อง จะทำให้โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสและเยมิเซลลูโลสในธรรมชาติจะถูกย่อยสลายได้อย่างสมบูรณ์ แต่รือการนี้ทำได้ยากในทางการค้า เพราะกรดซัลฟิวริกเข้มข้นมีราคาสูงและจำเป็นต้องมีขั้นตอนของการหมุนเวียนใช้งาน [46]

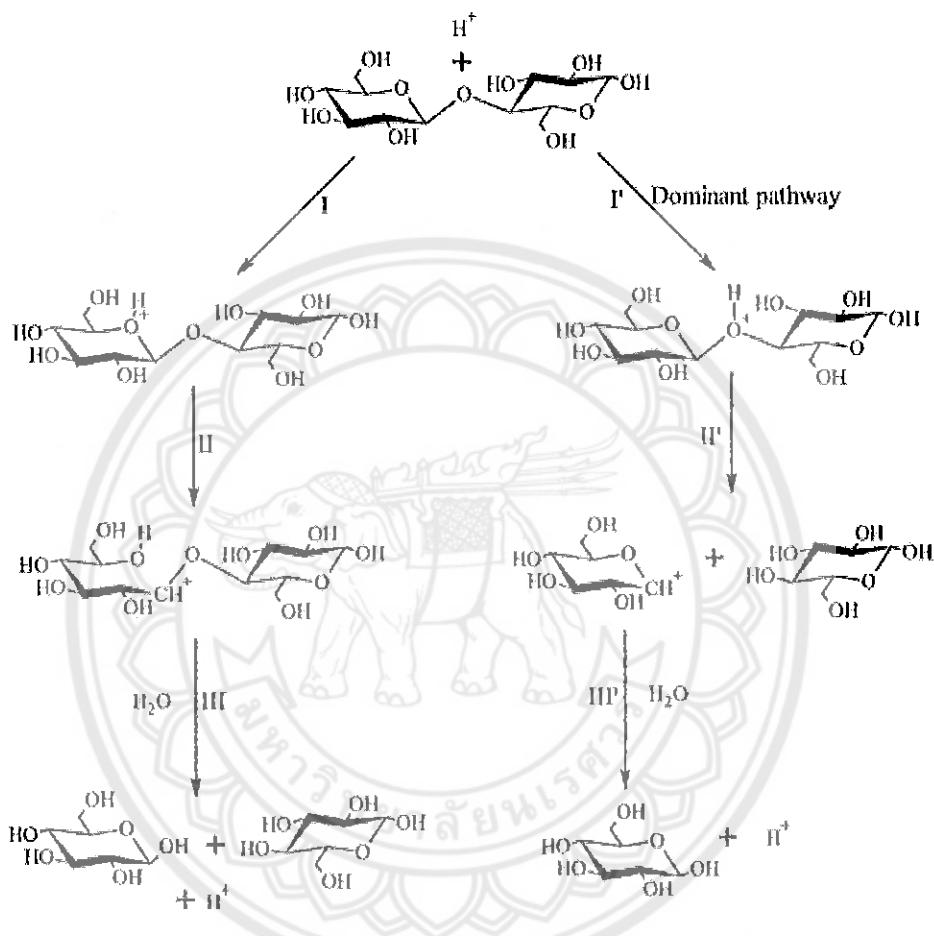
2.2.1.2 การย่อยเซลลูโลสด้วยกรดซัลฟิวริกเจือจาง

กรดซัลฟิวริกเจือจางนิยมนำมาใช้ในการย่อยสลายวัสดุกลุ่มลิกโนเซลลูโลส แต่มักมีข้อจำกัดคือผลผลิตน้ำตาลที่ได้เปริมาณต่ำ แต่อย่างไรก็ตามการเพิ่มอุณหภูมิ ความดันและความเข้มข้นของกรดสามารถเพิ่มอัตราการย่อยสลายให้ได้ปริมาณกลูโคสเพิ่มขึ้นได้ ทั้งนี้ควรคำนึงถึงจุดที่เหมาะสมของความเข้มข้นของกรดและเวลาที่ใช้ในการย่อยสลายด้วย [46]

2.2.2 การไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยเอนไซม์ [31]

การย่อยสลายด้วยเอนไซม์ เป็นเทคโนโลยีทางเลือกที่มักจะใช้ในไฮโดรไลซิสเซลลูโลส โดยเอนไซม์ที่ใช้เช่น เซลลูเลส (cellulases) สามารถได้มาจากการ *Trichoderma reesei Aspergillus niger Aspergillus nidulans* และ *Penicillium funiculosum* ซึ่งได้รับเลือกมากที่สุดและดีที่สุดสำหรับการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสไปเป็นน้ำตาลกลูโคสที่อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ต่ำ อย่างไรก็ตาม การไฮโดรไลซิสด้วยเอนไซม์ของเซลลูโลสเป็นกระบวนการที่ช้า ซึ่งจะทำให้ใช้เวลานานเพื่อให้ได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสที่น้ำพอกใจ ก่อนการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสด้วยเอนไซม์ไปเป็นน้ำตาล

กลูโคสต้องมีการพรีทรีทเพื่อนำเอาเซลลูโลสที่ไม่สามารถย่อยสลายได้หรือย่อยสลายได้ยากออก แต่ข้อเสียของการไฮโดรไลซิสด้วยเอนไซม์ คือ เซลลูโลสมีราคาที่แพงและอัตราการไฮโดรไลซิสสูงจะต้องเพิ่มปริมาณของเซลลูโลส



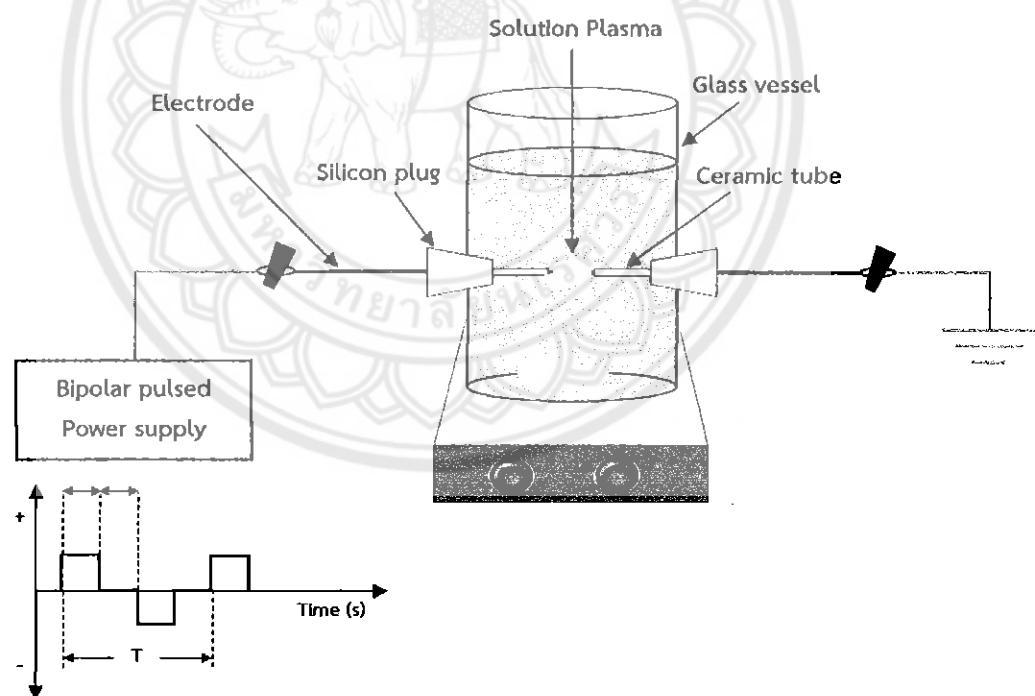
รูปที่ 2.5 กลไกการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสตัวยกรด [49]

2.3 กระบวนการพลาスマวัฏภาพของเหลว (Solution Plasma Process) [34]

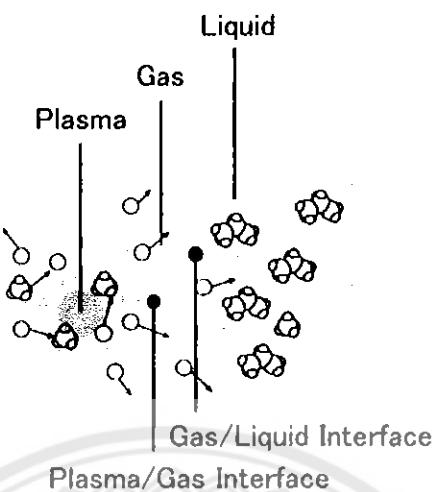
พลาスマวัฏภาพของเหลวเป็นเทคโนโลยีใหม่ที่มีประสิทธิภาพและนำไปใช้อย่างแพร่หลาย เช่น การสังเคราะห์สัดส่วนระดับนาโน การปรับปรุงพื้นผิวของพอลิเมอร์ การบำบัดน้ำเสีย และการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ ซึ่งข้อดีของการวนการพลาスマวัฏภาพของเหลวคือการผลิตอนุภาณ์ที่มีความว่องไวโดยเฉพาะหมู่ไฮดรอกซิลเดติคอล (OH^\bullet) กระบวนการพลาスマวัฏภาพของเหลวสามารถเกิดขึ้นภายในไดอุณหภูมิท้องและความดันบรรยากาศ และไม่ต้องใช้สารเคมีที่มีความรุนแรง ระบบของพลาスマวัฏภาพของเหลวจะแบ่งออกเป็นสองส่วนคือ ส่วนแรกพาวเวอร์ซ์พพลายแบบ Bipolar pulsed ทำหน้าที่จ่ายกระแสไฟฟ้าที่มีทิศทางการไหลสลับขั้วบวกและลบไปยังส่วนที่สองคือ

ถังปฏิกรณ์พลาสม่าที่ทำจากแก้วทรงกระบอกทึบสองด้านจะติดตั้งข้ออิเล็กโทรดที่หุ้มด้วยเซรามิกเพื่อป้องกันความร้อนโดยอิเล็กโทรดทึบสองข้างจะต้องมีระยะห่างประมาณ 0.2 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.6

หลักการทำงานของพลาสมาวัสดุภาคของเหลว คือ พาวเวอร์ซัพพลายแบบ Bipolar pulsed จะส่งกระแสไฟฟ้าผ่านข้ออิเล็กโทรดที่ทำให้เกิดความต่างศักย์ขึ้นระหว่างข้ออิเล็กโทรดทึบสองข้างทำให้จนเกิดพลาasmaซึ่งเกิดจากการแตกตัวของแก๊สกล้ายเป็นอนุภาคที่มีประจุหรือไอออน พลาasmaที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะเป็นแสงสีขาวหรือม่วง พลาasmaจะกระตุนสารหรืออนุภาคทำให้เกิดหมุ่วองไว้ที่สามารถเข้าทำปฏิกิริยาได้เร็วและถูกหมุ่วองไว้ที่เกิดขึ้นจะเคลื่อนตัวไปสู่พื้นที่ที่มีหมุ่วองไว้อยกว่าเนื่องจากการถ่ายโอนมวล จากนั้นสารละลายจะพร่ำเข้ามาในพลาasmaและถูกกระตุนให้แตกตัวเป็นกลาวยเป็นหมุ่วองไวอย่างต่อเนื่อง ดังแสดงในรูปที่ 2.7 โดยการผลิตพลาasmaโดยแรงดันและกระแสไฟฟ้าที่ใช้นั้นจะขึ้นอยู่กับค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายภายในถังปฏิกรณ์พลาasma



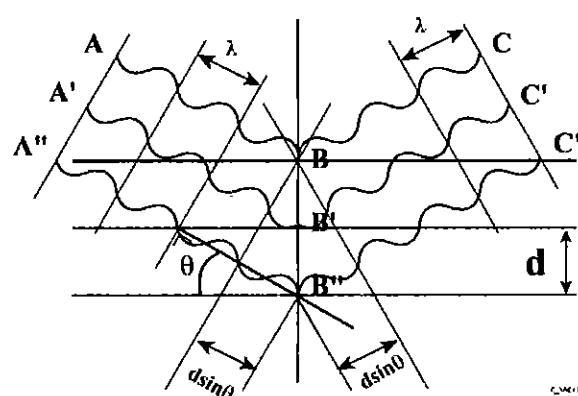
รูปที่ 2.6 ไดอะแกรมของระบบพลาスマวัสดุภาคของเหลว [33]



รูปที่ 2.7 แบบจำลองของพลาสมาวัสดุภาคของเหลว [34]

2.4 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD

เทคนิค XRD หรือ X-Ray Diffraction เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งเป็นรังสีที่มีพลังงานมากและอำนาจในการทะลวงสูงจะมีความยาวคลื่นอยู่ที่ 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร รังสีเอ็กซ์จะถูกยิงไปกระทบตัวอย่างทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับความเป็นผลึกของตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 2.8 จากนั้นตัวรับสัญญาณจะตรวจวัดรังสีที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของตัวอย่างด้วยมุมต่างๆ และนำข้อมูลไปวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบ และความเป็นผลึก แต่เทคนิค XRD นั้นมีข้อเสียคือไม่สามารถใช้กับชิ้นงานที่เป็นโครงสร้างอสัญฐานเพื่อหาปริมาณหรือองค์ประกอบได้เนื่องจากรังสีเอ็กซ์ที่ถูกยิงออกไปจะไม่เกิดการเลี้ยวเบนทำให้ตัวรับสัญญาณไม่สามารถตรวจวัดแสงเลี้ยวเบนได้



รูปที่ 2.8 ภาพแสดงลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างผลึก

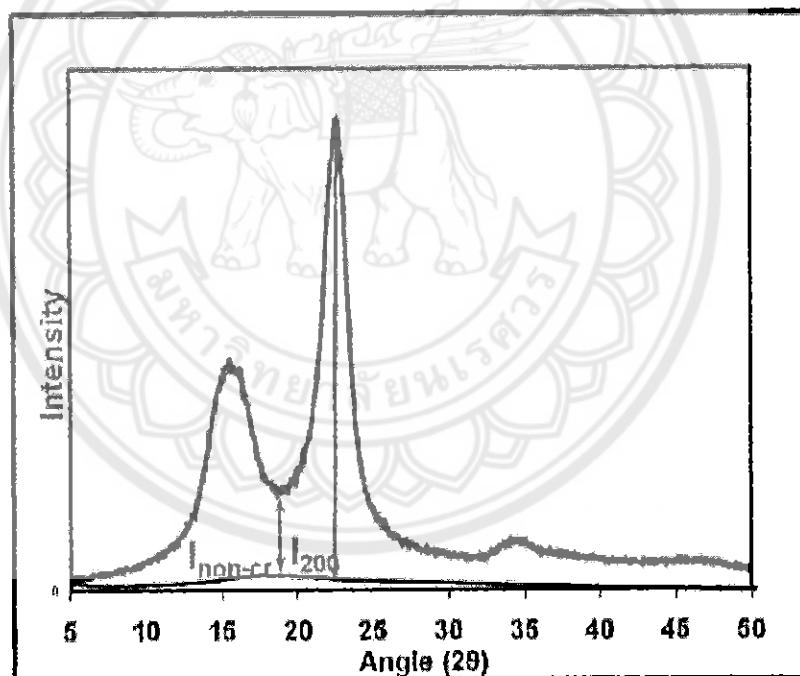
วิธีนี้ได้รับการยอมรับอย่างกว้างขวางเพื่อใช้สำหรับการศึกษาความเป็นผลึกของเซลลูโลส ในวิธีการนี้ได้มีการคำนวณค่าความเป็นผลึกของเซลลูโลสจากอัตราส่วนระหว่างจุดสูงสุดของความเข้มแสงที่สะท้อนของความเป็นผลึกและความเข้มแสงที่แสดงความเป็นอสัมฐานตามสมการที่ 2.1

$$C = 100 \times \frac{I_{200} - I_{\text{non-cr}}}{I_{200}} [\%] \quad (2.1)$$

โดยที่ C คือ ค่าความเป็นผลึกในหน่วยเปอร์เซ็นต์ นิยามจาก Segal [52]

I_{200} คือ ค่าความเข้มแสงที่สะท้อนสูงสุดในตัวอย่างของ Miller indices 200 ที่ 2θ อยู่ระหว่าง 22 ถึง 24 องศา ดังแสดงในรูปที่

$I_{\text{non-cr}}$ คือ ค่าความเข้มแสงที่สะท้อนของการเลี้ยวเบนของวัสดุที่ไม่เป็นผลึกที่มุม 2θ เท่ากับ 18 องศา ดังแสดงในรูปที่



รูปที่ 2.9 ตัวอย่าง X-ray diffraction spectra ที่แสดงวิธีการใช้จุดสูงสุดของเซลลูโลส [52]

2.5 การวัดปริมาณน้ำตาลรีดิวช์ด้วยเทคนิค DNS [35]

การตรวจวัดน้ำตาลรีดิวช์ด้วยเทคนิค DNS โดยใช้สาร Dinitrosalicylic acid Rochelle salt Phenol Sodium bisulfite และ Sodium hydroxide โดยที่สารต่างๆจะมีหน้าที่ต่างกัน Rochelle salt ทำหน้าที่ป้องกันออกซิเจนละลายเข้ากับสารรีเอเจนต์ Phenol ทำหน้าที่เพิ่มความเข้มของสีที่เกิดขึ้น Sodium bisulfite ทำหน้าที่รักษาเสถียรภาพของสีที่เกิดจาก Phenol ซึ่งในการทดลองจะมี

การสูญเสียน้ำตาลกลูโคสเนื่องจากถูกทำลายโดยกระบวนการออกซิเดชัน Modified reagent ที่มีส่วนผสมของ Dinitrosalicylic acid 1 เปอร์เซ็นต์ Phenol 0.2 เปอร์เซ็นต์ Sodium bisulfite 0.5 เปอร์เซ็นต์ Sodium hydroxide 1 เปอร์เซ็นต์ ได้ถูกนำมาทดลองในการทดลอง Modified reagent จะต้องเพิ่ม Rochelle salt วันต่อวัน เพื่อไม่ให้ตัวอย่างเปลี่ยนสี และจะมีปัญหาเกี่ยวกับการออกซิเดชันกับชัลไฟฟ์ซึ่งสามารถแก้ปัญหาได้โดยการเพิ่มชัลไฟฟ์เข้าไปในรีเอเจนต์ และในการทดลองได้ทดลองปรับเปลี่ยนส่วนผสมของรีเอเจนต์ พบว่าความเข้มข้นของ Sulfit จะเพิ่มความเข้มข้นของสีได้มากที่สุดโดยไม่ทำลายน้ำตาลกลูโคสที่ 0.05 เปอร์เซ็นต์ Sodium hydroxide ทำหน้าที่เพิ่มความเข้มสีและทำลายน้ำตาลกลูโคสในเวลาเดียวกันที่ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ จะเพิ่มความเข้มสีมากที่สุดโดยไม่ทำลายน้ำตาลกลูโคส ความเข้มข้นของ Phenol ที่ 0.2 เปอร์เซ็นต์ จะเพิ่มความเข้มข้นของสีได้มากที่สุด และไม่มีผลต่อการทำลายน้ำตาลกลูโคส ความเข้มข้นของ Dinitrosalicylic acid ที่ 1 เปอร์เซ็นต์ จะเพิ่มความเข้มสีได้มากที่สุด และไม่มีผลต่อการทำลายน้ำตาลกลูโคส เช่นเดียวกับ phenol ในบางกรณี เพื่อความสะดวกสบาย เช่น การทดสอบเซลลูโลสเพื่อสร้างน้ำตาลกลูโคสใน carboxymethyl-cellulose-citrate จะใช้ Modified reagent ผสมกับ Rochelle salt 20 เปอร์เซ็นต์ เพื่อป้องกันรีเอเจนต์เกิดกระบวนการออกซิเดชัน โดยไม่ต้องเติม Rochelle salt หลังจากเกิดปฏิกิริยาแล้ว แต่ว่าหลังจากเกิดปฏิกิริยาแล้วสารตัวอย่างจะไม่สามารถเก็บไว้ได้เป็นเวลานาน ซึ่งต่างจากการเติม Rochelle salt หลังเกิดปฏิกิริยา

2.6 แนวคิดของงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ก.ศ. 2011 Fang Z., และคณะ [40] ได้ทำการศึกษาการเตรียมกลูโคสจากการไฮโดรไรซิสเซลลูโลสที่อุณหภูมิ 423 K ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาในรูปแบบอนุภาคนาโน hydrotalcite ที่ถูกสังเคราะห์ด้วย $Mg(NO_3)_{26}H_2O$ และ $Al(NO_3)_{39}H_2O$ โดยในการทดลองได้ทำการปรับสภาพเซลลูโลสด้วยความร้อนจากไมโครเวฟ จากนั้นนำไปไฮโดรไรซิสเซลลูโลสด้วยแคลเซียมไฮดรอกไซด์เป็นเวลา 30 ชั่วโมง พบว่าได้ค่าร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคส 47.4 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลา 24 ชั่วโมง อุณหภูมิ 423 K จากการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่า อนุภาคนาโน hydrotalcite ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการไฮโดรไรซิสด้วยแคลเซียมไฮดรอกไซด์มีประสิทธิภาพที่ดีและตัวเร่งปฏิกิริยามีความเสถียรสำหรับการไฮโดรไรซิส ทั้งนี้เนื่องจากหลังจากการปรับสภาพและไฮโดรไรซิสด้วยแคลเซียมไฮดรอกไซด์ทำให้เกิดแคลเซียมคาร์บอเนตที่ตกตะกอนในสารละลายจากการที่ไฮดรอกซิลไอออนแตกตัวเพิ่มขึ้นแทนที่คาร์บอเนตไอออนในตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งไฮดรอกซิลไอออนจะส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไรซิส

ปี ค.ศ. 2012 Zhang F., และ Fang Z., [39] ได้ศึกษาการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสให้เป็นน้ำตาล กลูโคส โดยใช้ CaFe_2O_4 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกสังเคราะห์ด้วย $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ โดยในการทดลองได้นำไมโครเซลลูโลสมาปรับสภาพด้วย $[\text{AMIM}] \text{Cl}$ (1-allyl-3-methylimidazolium chloride) และไฮโดรไลซิสในตัวเร่งปฏิกิริยา CaFe_2O_4 ด้วยปริมาณของ เซลลูโลสที่ถูกปรับสภาพ 0.45 กรัม ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม และน้ำ 150 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 423 K เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบระหว่างการไฮโดรไลซิสไมโครเซลลูโลสและการไฮโดรไลซิส ร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับสภาพ พบร่วมกับการไฮโดรไลซิสไมโครเซลลูโลส โดยปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ทำให้เกิดกลูโคส สำหรับการไฮโดรไลซิสร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยไม่ ไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับสภาพได้ค่าร้อยละผลได้เป็น 49.8 เปอร์เซ็นต์ แสดงให้เป็นว่าการปรับ สภาพเซลลูโลสด้วย $[\text{AMIM}] \text{Cl}$ และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CaFe_2O_4 ใน การไฮโดรไลซิสส่งเสริมทำให้ร้อย ละผลได้ของน้ำตาลเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการปรับสภาพเซลลูโลสด้วย $[\text{AMIM}] \text{Cl}$ และการบดเป็น ส่วนปุยในการส่งเสริมการทำลายผลึกของเซลลูโลสเพื่อทำให้น้ำและตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าถึงเซลลูโลส เพื่อทำปฏิกิริยาและถลายน้ำพันธะได้มากขึ้น

ปี ค.ศ. 2012 Morales-delaRosa S., และคณะ [38] ได้ทำการศึกษาการเตรียมกลูโคสจากการ ย่อยสลายเซลลูโลส โดยการนำเซลลูโลสละลายในสารละลายไอกอนิก 1-butyl-3-methylimidazolium chloride ($[\text{BMIM}] \text{Cl}$) ที่อุณหภูมิ 408 K เป็นเวลา 15 นาที และทำการ ไฮโดรไลซิสด้วยกรดไฮดรคลอริก ที่อุณหภูมิ 378 K เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นทำการวัดปริมาณ น้ำตาลกลูโคสด้วย HPLC พบร่วมกับค่าร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสเมื่อเทียบกับผลิตภัณฑ์อื่นที่ไม่ ต้องการ 99.6 เปอร์เซ็นต์ จากการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าเซลลูโลสละลายในสารละลายไอกอนิก $[\text{BMIM}] \text{Cl}$ ก่อนนำไปไฮโดรไลซิสจะทำให้ได้ค่าร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสเมื่อเทียบกับผลิตภัณฑ์ อื่นที่ไม่ต้องการสูงโดยใช้เวลาเพียง 3 ชั่วโมง โดยประมาณ ทั้งนี้เนื่องจากการศึกษาพบว่า ธรรมชาติของสารละลาย $[\text{BMIM}] \text{Cl}$ สามารถส่งผลกระทบต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้

ปี ค.ศ. 2013 Ni J., และคณะ [36] ได้ทำการศึกษาวิธีการผลิตกลูโคสจากเซลลูโลสแบบสอง ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกเป็นการปรับสภาพเซลลูโลสเพื่อลดความเป็นผลึกโดยการนำ MCC (Microcrystalline cellulose) จำนวน 30 กรัม ละลายกรดฟอสฟอริกความเข้มข้น 85 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร 200 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จนกระทั่งเซลลูโลสละลายเป็นสารละลาย จากนั้น นำไปให้ความร้อนที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ถึง 4 ชั่วโมง และเติมเอทานอล ปริมาตร 600

มิลลิลิตร ให้เกิดตะกอนเซลลูโลสสีขาวและนำไปล้างกรดฟอสฟอริกออกด้วยน้ำกลั่นประมาณ 3 ครั้ง นำตัวอย่างที่ได้ไปกรองและอบด้วยสุญญากาศที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตะกอนที่ได้จะเป็นผง เรียกว่า cellulose oligomer-X (X เป็นเวลาที่ทำการ Depolymerized ในกรดฟอสฟอริกที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส) และจากนั้นขันที่สองจะนำ oligomer-X จำนวน 5 กรัม ไปไฮโดรไลซิส ด้วยกรดขั้วฟีวิริกความเข้มข้น 0.04 โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากผลที่ได้พบว่าการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการปรับสภาพจะได้ร้อยละ ผลได้ของน้ำตาลกลูโคส 13.7 เปอร์เซ็นต์ แต่สำหรับเซลลูโลสที่ผ่านการปรับสภาพก่อนนำไปไฮโดรไลซิส พบว่าได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสเพิ่มขึ้นเป็น 57.8 เปอร์เซ็นต์ จากการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าการปรับสภาพเซลลูโลสก่อนการไฮโดรไลซิสจะส่งผลต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคส เนื่องจากการปรับสภาพจะเป็นการลดความเป็นผลึกและทำให้ความยานของสายโซ่เซลลูโลสลดลง โดยการละลายในการกรดและนำไปตกตะกอนใหม่ซึ่งความเป็นผลึกและระดับการ Depolymerized ของเซลลูโลสมีผลต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสที่ได้จาก MCC

ปี ค.ศ.2013 Pornsunthorntawee O., และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาการถลายน้ำของสารประกอบเชิงช้อนที่ประกอบด้วยโคโนไซด์และโลหะด้วยกระบวนการพลาスマวัฏภัคของเหลวสารประกอบเชิงช้อนของโคโนไซด์และโลหะจะถลายน้ำด้วยการให้สภาวะที่เป็นกรดเจือจางด้วยกระบวนการพลาasmaโดยการเติมโลหะ Ag^{2+} Zn^{2+} Cu^{2+} และ Fe^{3+} ในสารละลายโคโนไซด์ซึ่งมีอัตราส่วนเชิงโมลของโลหะต่อโคโนไซด์เท่ากับหนึ่งต่อแปด จากการทดลองพบว่าอัตราการถลายน้ำจะขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะที่อยู่ในสารประกอบเชิงช้อนโคโนไซด์ สารประกอบเชิงช้อนโคโนไซด์ที่ประกอบด้วย Cu^{2+} และ Fe^{3+} จะส่งเสริมอัตราการถลายน้ำของโคโนไซด์ อย่างไรก็ตามสารประกอบเชิงช้อนที่ประกอบด้วย Ag^{2+} และ Zn^{2+} ไม่ส่งเสริมอัตราการถลายน้ำเมื่อเทียบกับสารละลายโคโนไซด์ที่ไม่ประกอบด้วย Ag^{2+} และ Zn^{2+} ไม่ส่งเสริมอัตราการถลายน้ำของโคโนไซด์ นอกจากนี้ยังพบว่าโคโนไซด์ที่ผ่านการย่อยถลายน้ำด้วยกระบวนการพลาasmaได้ผลิตภัณฑ์เป็นโคโนไซด์ที่ลีลาียน้ำและไม่ลีลาียน้ำ โดยผลิตภัณฑ์ที่ลีลาียน้ำได้จะเป็นโคโนไซด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ประกอบด้วยโคโนไซด์โอลิโกเมอร์ จากการเปรียบเทียบกับกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดเพียงอย่างเดียวพบว่ากระบวนการพลาasmaวัฏภัคของเหลวจะส่งเสริมประสิทธิภาพการถลายน้ำของโคโนไซด์มากกว่า

ปี ค.ศ.2014 Lee H., และคณะ [41] ได้ศึกษาการย่อยถลายน้ำของเซลลูโลสที่มีไอออนที่ละลายในน้ำให้เป็นน้ำตาลกลูโคส โดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดแบบต่างๆ เช่น H_3PO_4 H_2SO_4 $\text{AC-SO}_3\text{H}$

Amberlyst-15 และ Nafion-NR50 ทำการละลายเซลลูโลสกับ dimethylimidazolium methylphosphite กล้ายเป็นเซลลูโลสที่มีไอออน จากนั้นทำการสลายเซลลูโลสโดยไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกูลูโคส 14.6 เปอร์เซ็นต์และทำการเพิ่มร้อยละผลได้ของเซลลูโลสโดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น sulfonated active carbon (AC-SO₃H) ทำการย่อยสลายที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง จะได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาล กูลูโคส 42.4 เปอร์เซ็นต์ และ 53.9 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จากผลการทดลองพบว่าการสลายตัวของ เซลลูโลสที่มีไอออน โดยที่ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีการปล่อยสารประกอบ dimethylimidazolium methylphosphite ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกสารนี้ ในขณะที่การเติมตัวเร่ง sulfonated active carbon จะได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกูลูโคสที่ต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอกสารนี้เนื่องจากทำให้หมู่ฟอตเฟตถูกปล่อยออกมายอย่างรวดเร็วกว่า จากการศึกษาพบว่าเซลลูโลสที่มี ไอออนแบบใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็น sulfonated active carbon จะได้น้ำตาลกูลูโคสมากกว่าแบบ ไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวเร่งปฏิกิริยานิดเดียว

ปี ค.ศ.2014 Hello K.M., และคณะ [42] ได้ทำการศึกษาการสลายตัวของเซลลูโลสโดยการใช้ Salicylaldehyde phenylhydrazone เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งในการทดลองได้ทำการเปลี่ยนรูปไป เป็นขี้เจ้าชิลิกาจากนั้นนำ PHMP มาทำปฏิกิริยากับชิลิกาจากรูปที่เป็นขี้เจ้าแกลบก็จะกล้ายเป็น RPHMP ที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นำไปตรวจวัดด้วย BET จะได้พื้นที่ผิวเท่ากับ 194 ตารางเมตร นำไป วิเคราะห์ด้วย EDX จะพบในโครงสร้างประกอบอยู่ในโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา และนำไปวิเคราะห์ ด้วย FT-IR spectroscopy จะพบโครงสร้าง -NH และ C=N บนตัวเร่งปฏิกิริยา ประสิทธิภาพของ RPHMP สำหรับการสลายเซลลูโลสทำให้ได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกูลูโคสสูงสุด 82 เปอร์เซ็นต์ ที่ อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ในเวลา 14 ชั่วโมง จากการศึกษานี้สรุปได้ว่าการสลายเซลลูโลสด้วย RPHMP เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้ได้น้ำตาลกูลูโคสมากขึ้น อีกทั้งตัวเร่งปฏิกิริยานี้สามารถเตรียม ได้ง่าย มีความเสถียรระหว่างการย่อยสลายและสามารถใช้งานได้หลายครั้งไม่ทำให้ประสิทธิภาพลดลง

ในปี ค.ศ. 2014 Chimentao R.J., และคณะ [43] ได้ทำการศึกษาการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสที่ ทำการพรีทรีทด้วยกรดเจือจากภายในภายใต้ความร้อนที่ไม่รุนแรง ซึ่งในการทดลองจะทำการพรีทรีทโดยใช้ กรด 2 ชนิด คือ กรดซัลฟิวริกและกรดออกซาลิก จากนั้นจะทำการไฮโดรไลซิสในเตาอบและ ไมโครเวฟ โดยจะทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสที่ทำการพรีทรีท

ด้วยกรดเจือจาง 2 ชนิดนี้และการไฮโดรไอลซิสในเตาอบและไมโครเวฟ พบวาร้อยละผลได้ของกลูโคส เมื่อเทียบกับผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการของการไฮโดรไอลซิสของเซลลูโลสที่ทำการทรีทด้วยกรดชัลฟิวริกมีค่าสูงกว่าการไฮโดรไอลซิสของเซลลูโลสที่ทำการพรีทรีทด้วยกรดออกชาลิก เนื่องจากกรดชัลฟิวริกจะไปทำลายโครงสร้างความเป็นผลึกของเซลลูโลส ในขณะที่กรดออกชาลิกไปทำลายโครงสร้างอสัมฐานของเซลลูโลสและโครงสร้างที่เป็นผลึกไม่ได้ถูกทำลายเลยและการไฮโดรไอลซิสของเซลลูโลสที่ถูกกระตุนด้วยความร้อนจากไมโครเวฟจะทำได้ดีกว่าเตาอบ ซึ่งจะเห็นว่าการไฮโดรไอลซิสของเซลลูโลสที่ทำการทรีทด้วยกรดชัลฟิวริก 6 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไฮโดรไอลซิสในไมโครเวฟจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีองค์ประกอบของคาร์บอนประมาณ 900 มิลลิกรัมต่อลิตร เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ในขณะที่ไฮโดรไอลซิสในเตาอบจะได้ค่าผลิตภัณฑ์ที่มีองค์ประกอบของคาร์บอนรวมประมาณ 300 มิลลิกรัมต่อลิตร เนื่องจากความร้อนของไมโครเวฟช่วยทำให้ประสิทธิภาพในการสัมผัสนั้นระหว่างกรดกับสารตั้งต้นที่เป็นของแข็งจึงทำให้ได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการไฮโดรไอลซิสที่ทำการพรีทรีทด้วยกรดชัลฟิวริกและทำการไฮโดรไอลซิสในไมโครเวฟมีประสิทธิภาพในการทำลายโครงสร้างความเป็นผลึกของเซลลูโลสได้ดีกว่า โดยมีปัจจัยที่ส่งผลต่อปฏิกิริยา คือ ชนิดของกรด อุณหภูมิ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา และการใช้เตาอบและไมโครเวฟระหว่างกระบวนการไฮโดรไอลซิส

ปี ค.ศ.2015 Li X., และคณะ [32] ได้ศึกษาการปรับสภาพเซลลูโลสเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายเซลลูโลสให้เป็นน้ำตาลกลูโคส โดยในการทดลองได้ละลายเซลลูโลส จนได้สารละลายเข้มข้น 50 กรัมต่อลิตร ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 5.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ -20 องศาเซลเซียส เติมกรดไฮดรคลอริก 0.06 โมลาร์ เพื่อให้สารละลายอยู่ในรูปของเซลลูโลสไฮโดร-เจล ทดลองภายใต้การฉายน้ำไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที พบว่าสารละลายเซลลูโลสไฮโดรเจลในกระบวนการไฮโดรไอลซิสภายใต้รังสีไมโครเวฟจะทำให้ไฮโดรเจนไอออนและคลอไรด์ไอออนกระจายตัวได้ง่ายขึ้น รวมทั้งคลอไรด์ไอออนสามารถไปทำลายพันธะไฮโดรเจนที่แข็งแรงของเซลลูโลสได้จึงส่งเสริมอัตราการสลายตัวของเซลลูโลสได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคส 29.1 จากการศึกษานี้สามารถสรุปได้ว่า การปรับสภาพเซลลูโลสโดยการละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์และเติมกรดไฮดรคลอริกจะส่งเสริมประสิทธิภาพการสลายตัวของเซลลูโลส

ปี ค.ศ. 2015 Sun B., และคณะ [37] ได้ทำการศึกษาการเพิ่มผลผลิตของกลูโคสตัวยการไฮโดรไอลซิสเซลลูโลสด้วยรังสีไมโครเวฟโดยใช้กรดชัลฟิวริกเป็นตัวช่วยในการไฮโดรไอลซิส ทำการเตรียมสารละลายเซลลูโลสด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และล้างด้วยน้ำกลั่นในปริมาณมากจนค่า pH

เป็นกลาง จากนั้นเก็บตัวอย่างไว้ในที่ที่เปียกจนกว่าจะถูกน้ำมาใช้ นำส่วนที่ต้องการใช้งานมาไว้ในที่ที่แห้งและอยู่ในอุณหภูมิท้อง จากนั้นนำกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้นต่างๆ และเซลลูโลสเจลหรือผงเซลลูโลส ใส่ในขวดปริมาตร 50 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 11.8 กรัมต่อลิตร และให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ให้ความร้อนอยู่ที่ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปผ่านการกรองและนำไปตรวจวัดร้อยละผลได้ของกลูโคส และนำมาเปรียบเทียบกับเซลลูโลสที่ใช้เพียงรังสีไมโครเวฟในการไฮโดรไลซิส พบร่ว่าเซลลูโลสเจลหรือเซลลูโลสมีร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคสประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ สำหรับเซลลูโลสไฮโดรเจลมีร้อยละผลได้ของน้ำตาลกลูโคส 44.7 เปอร์เซ็นต์จากการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าการใช้กรดในการช่วยไฮโดรไลซิสส่งเสริมทำให้ค่าร้อยละผลได้ของกลูโคสมีค่าเพิ่มขึ้น



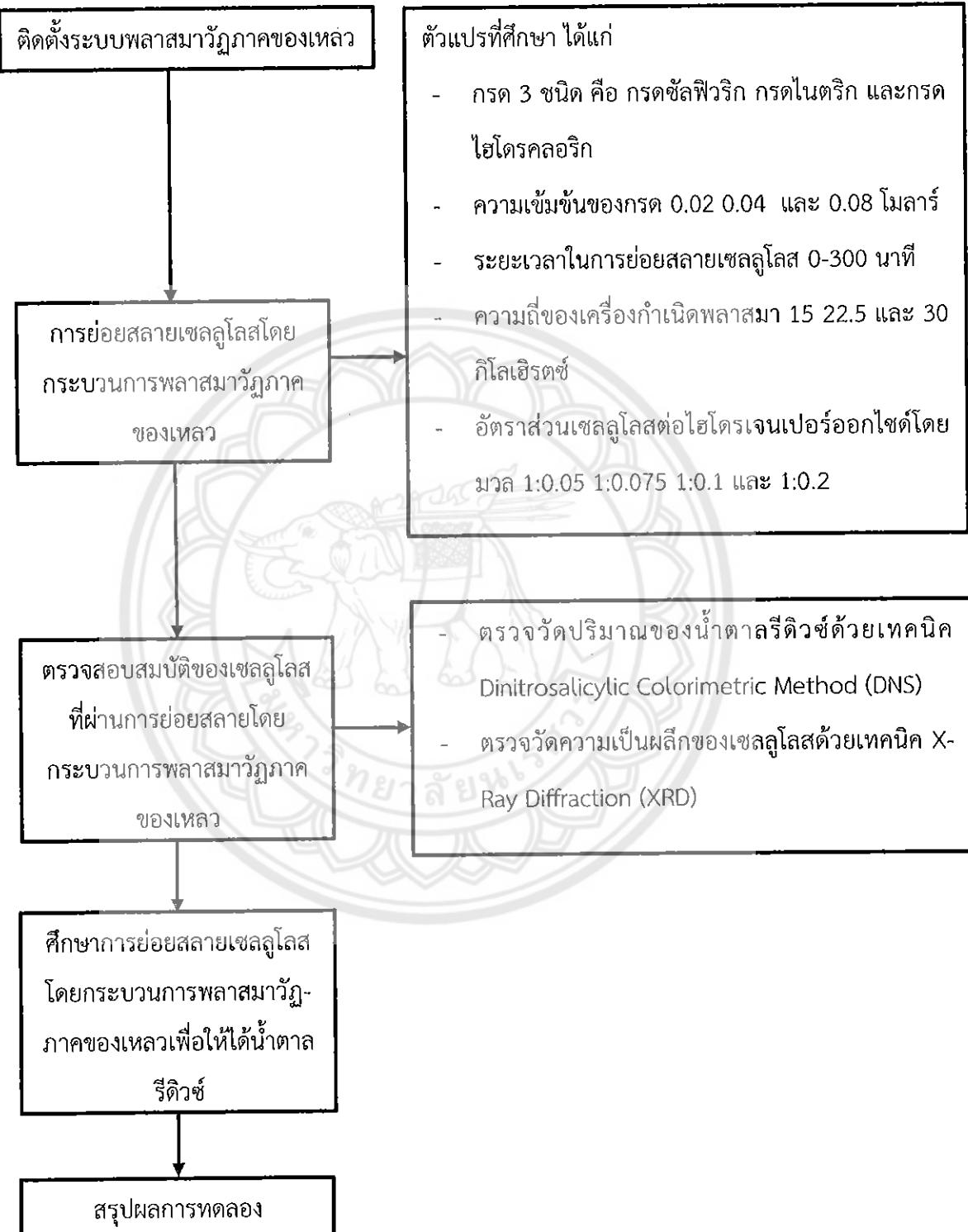
บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

- 3.1.1 เครื่องปั่นกวน (Magnetic stirrer)
- 3.1.2 เครื่องกำเนิดพลาสม่าวัตถุภาคของเหลว (PEKURIS, Japan)
- 3.1.3 Reactor 100 มิลลิลิตร (บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เจาะรูห้อง 2 ด้าน)
- 3.1.4 ข้ออิเล็กโทรดเหล็ก
- 3.1.5 เครื่องซึ่งสาร 4 ตำแหน่ง
- 3.1.6 เครื่อง XRD (Shimadzu Lab XRD-6000 diffractometer)
- 3.1.7 เครื่อง UV-VIS (HELIOS OMEGA, Thermo Scientific, Thailand)
- 3.1.8 ขวดปรับปริมาตร 100 มิลลิลิตร
- 3.1.9 หลอดทดลอง
- 3.1.10 ไมโครปีเปตขนาด 1-10 ไมโครลิตร (Eppendorf, Germany)
- 3.1.11 ไมโครปีเปตขนาด 100-1,000 ไมโครลิตร (Eppendorf, Germany)
- 3.1.12 ข้อนตักสาร
- 3.1.13 บีกเกอร์ขนาด 100 และ 250 มิลลิลิตร
- 3.1.14 Cellulose powder (HIMEDIA, India)
- 3.1.15 กรดชัลฟิวเริก (RCI Labscan, Thailand)
- 3.1.16 กรดไนตริก (RCI Labscan, Thailand)
- 3.1.17 กรดไฮโดรคลอริก (RCI Labscan, Thailand)
- 3.1.18 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (RCI Labscan, Thailand)
- 3.1.19 โซเดียมโพแทสเซียมทาร์เทต (Ajax Finechem, New Zealand)
- 3.1.20 3,5-dinitrosalicylic acid (SIGMA-ALDRICH, USA)
- 3.1.21 โซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัส (Fisher Chemical, UK)
- 3.1.22 พีนอล (Merck KGaA, Germany)
- 3.1.23 น้ำกลั่น

3.2 วิธีการทดลอง



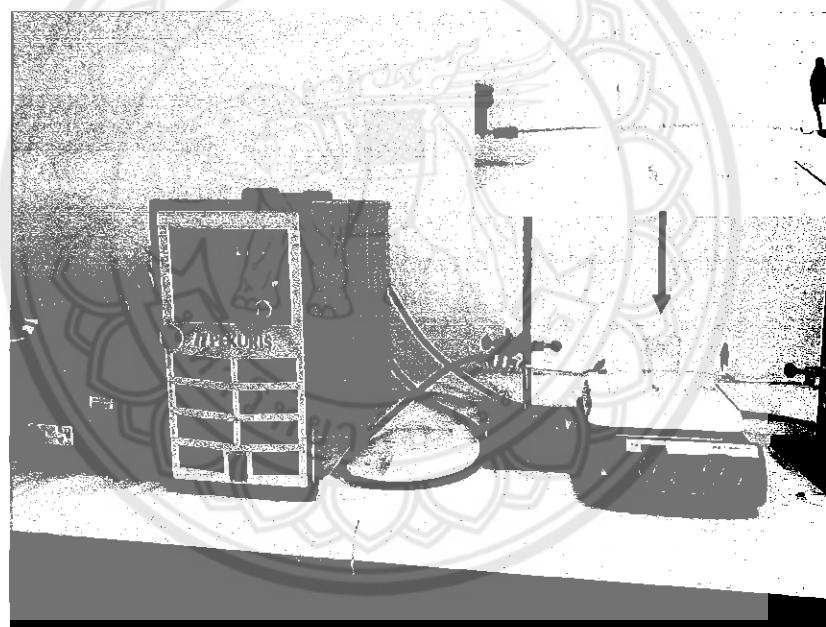
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ในการศึกษาการย่ออิสระไม่เลกุลของเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาสมาวัฏภาคของเหลวสามารถสรุปขั้นตอนดำเนินงานวิจัยได้ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3.1 การติดตั้งระบบพลาสมาวัฏภาคของเหลว

กระบวนการพลาสมาวัฏภาคของเหลวเกิดขึ้นในระบบปิด โดยเครื่องปฏิกรณ์แก้วจะมีขั้วของอิเล็กโตรดเชื่อมต่อห้องสองด้าน อิเล็กโตรดที่ติดตั้งจะห่างกันประมาณ 0.2 มิลลิเมตร ที่ปลายห้องสองด้านของขั้วอิเล็กโตรดจะเชื่อมต่อเข้ากับพาวเวอร์ซัพพลายระบบไฟฟ้ากระแสตรง โดยเครื่องปฏิกรณ์แก้วจะตั้งอยู่ด้านบนของเครื่องปั่นกวน



รูปที่ 3.2 การติดตั้งระบบพลาสมาวัฏภาคของเหลว

3.3.2 การย่ออิสระเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาสมาวัฏภาคของเหลว

เตรียมสารละลายเซลลูโลสที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยนำหัวน้ำก โดยการนำเซลลูโลสหัวน้ำก 1 กรัม ละลายในสารละลายกรด โดยมีการใช้กรด 3 ชนิด คือ กรดซัลฟิวเริก กรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก และใช้ความเข้มข้น 3 ความเข้มข้น คือ 0.02 0.04 และ 0.08 โมลาร์ ปริมาณ 100 มิลลิลิตร ทำการย่ออิสระสารละลายเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาสมาวัฏภาคของเหลว ที่มีความต่างศักย์ 2 กิโลโวลต์ (Kilovolt) ความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาasma 15 22.5 และ 30 กิโลเฮิรตซ์ เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่อัตราส่วน 1:0.05 1:0.075 1:0.1 และ 1:0.2 ความกว้างของพัลล์ (Pulse

Width) 3 ไมโครวินาที (μ s) และชั้วอิเล็กโทรดชนิดเหล็ก โดยตัวแปรที่ทำการศึกษาคือ ชนิดของกรด ความเข้มข้นของกรด ความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่า อัตราส่วนเซลลูโลสต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์โดยมวล และเวลาที่ใช้ในการทรีท 0-300 นาที

3.3.4 วิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสก่อนและหลังการย่อยสลายด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึกของเซลลูโลสสามารถทำได้ด้วยเทคนิค XRD โดยใช้การแผ่รังสี CuK_{α} ที่แรงดัน 40 กิโลโวลต์ และกระแสไฟฟ้า 40 มิลลิแอม培ร์ โดยมุมที่ใช้ระหว่าง 10 ถึง 40 องศา ด้วยความเร็วในการสแกน 2 องศาต่อนาที [45]

3.3.5 วิเคราะห์ปริมาณของน้ำตาลที่ได้จากการย่อยสลายเซลลูโลสโดยกระบวนการพลาスマวัฏภากของเหลว

3.3.5.1 การเตรียม DNS reagent และการทำกราฟมาตรฐาน

การวัดปริมาณของน้ำตาลรีดิวช์ที่ได้จากการย่อยสลายเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาスマวัฏภากของเหลวสามารถทำได้โดยใช้เทคนิค Dinitrosalicylic Colorimetric Method (DNS) การเตรียม DNS reagent ใช้ NaOH 1 กรัม ละลายในน้ำประมาณ 40 มิลลิลิตร จะได้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นเติม Na-K tartrate 30 กรัม ลงไปผสมจนละลาย และเติม 3,5-dinitrosalicylic acid 1 กรัม Na₂SO₃ 0.5 กรัม และ phenol 0.2 กรัม ตามลำดับ ผสมเป็นสารละลายจากนั้นปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร และเก็บไว้ในขวดทึบแสง

กราฟมาตรฐานหรือ Calibration curve จะถูกนำไปใช้เพื่อวัดปริมาณของน้ำตาลรีดิวช์โดยการเปรียบเทียบความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวช์กับค่าความสามารถการดูดกลืนแสง สามารถทำได้โดยการเตรียมสารละลายกลูโคสที่ความเข้มข้นในช่วง 0.1 ถึง 0.9 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร อย่างละ 0.5 มิลลิลิตร จากนั้นผสมด้วย DNS reagent จำนวน 0.5 มิลลิลิตร แล้วนำไปต้มในน้ำเดือดเป็นเวลา 10 นาที เสร็จแล้วนำมาแช่ในน้ำเย็นและเติมน้ำกลิ้น 5 มิลลิลิตร ลงในสารตัวอย่าง นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวัดค่าความสามารถการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร แล้วนำค่าที่ได้ไปพล็อตกราฟโดยให้แกนตั้งเป็นค่าความสามารถการดูดกลืนแสงและแกนนอนเป็นความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

1729829X



3.3.5.2 การวัดปริมาณของน้ำตาลรีดิวช์ด้วยเทคนิค DNS

27 มี.ค. 2561

ตัวอย่างของเซลลูโลสที่ถูกย่อยสลายโดยพลาスマวัฏภากของเหลวที่เวลาต่างๆ จะถูกนำมาวัดปริมาณของน้ำตาลรีดิวช์โดยการนำตัวอย่างปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร ผสมกับ DNS reagent ปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปต้มที่น้ำเดือดเป็นเวลา 10 นาที แล้วนำมาแข็งเย็นเพื่อหยดปฏิกิริยาของ DNS reagent จากนั้นเติมน้ำจำนวน 5 มิลลิลิตร และวัดความสามารถการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร โดยใช้เครื่อง UV-VIS และนำค่าที่ได้ไปเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานเพื่อหาปริมาณของน้ำตาลรีดิวช์



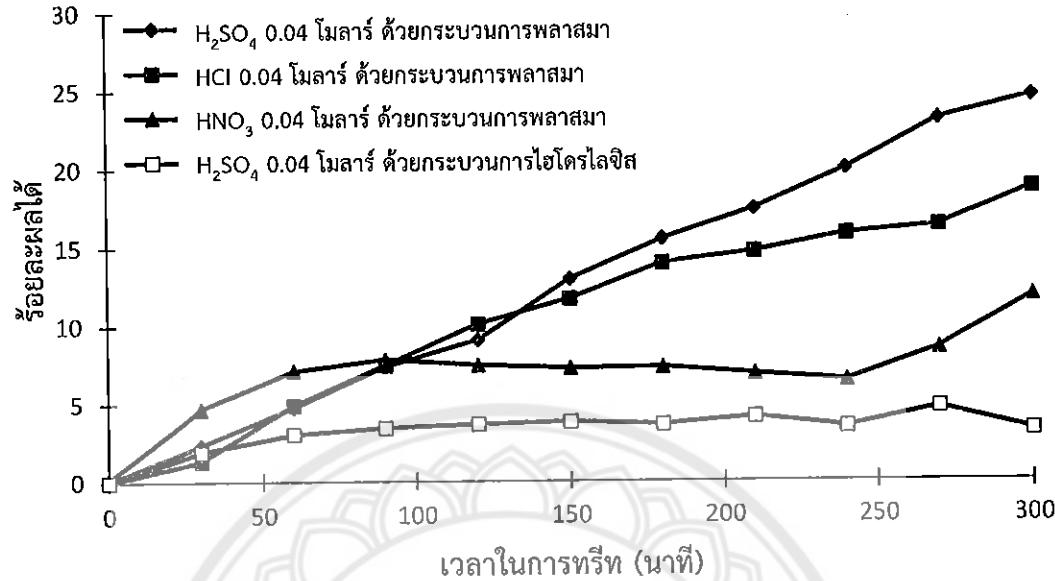
บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

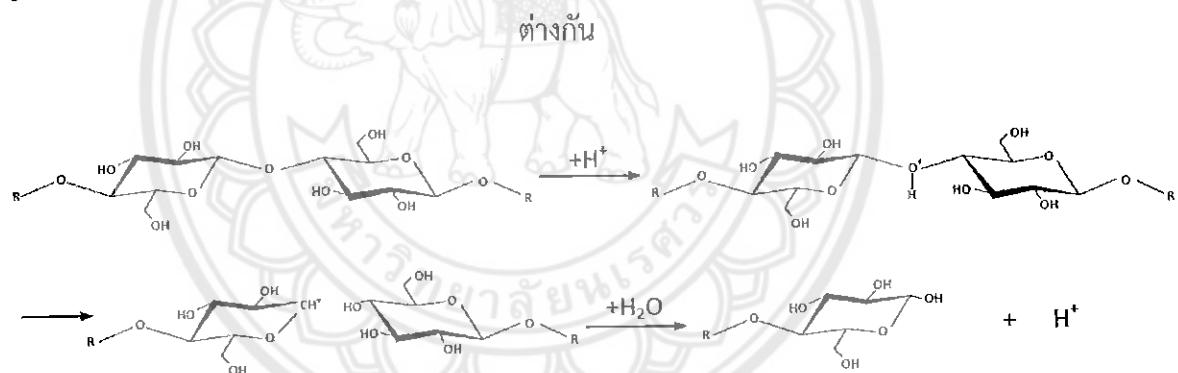
จากการทดลองย่อยสลายเซลลูโลสด้วยกระบวนการพลาสมาวัฏภาชนะห่อหุ้น โดยศึกษาสภาวะต่างๆ ที่เหมาะสมต่อการย่อยสลายเซลลูโลส ได้แก่ ผลของชนิดกรดที่มีต่อร้อยละผลได้ ผลของความเข้มข้นที่มีต่อร้อยละผลได้ ผลของความถี่ที่มีต่อร้อยละผลได้ ผลของการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่มีผลต่อร้อยละผลได้ และความเป็นกรดalkaline จากการย่อยสลาย จะอธิบายดังต่อไปนี้

4.1 ผลของชนิดกรดต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์

จากราฟที่ 4.1 แสดงผลของชนิดของกรดและเวลาที่ใช้ในการทรีทพลาสมาที่มีต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ พบว่าการทรีทด้วยพลาสมาโดยใช้กรดไนโตริก 0.04 โมลาร์ เป็นตัวทำละลายมีแนวโน้มของร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเวลาผ่านไป 100 นาที และคงที่จนกระทั่งเวลาที่ใช้ในการทรีท 250 นาที จากนั้นมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจนกระทั่งนาทีที่ 300 และให้ร้อยละผลได้ 11.8 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปลี่ยนชนิดของกรดเป็นกรดไฮโดรคลอริก 0.04 โมลาร์ และกรดซัลฟิวริก 0.04 โมลาร์ จะให้แนวโน้มของร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งเวลาที่ใช้ในการทรีท 300 นาที กรดไฮโดรคลอริกจะให้ร้อยละผลได้น้อยกว่ากรดซัลฟิวริกที่ 18.7 เปอร์เซ็นต์ และ 24.5 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เนื่องจากชนิดของกรดเป็นตัวแปรที่สำคัญในกระบวนการไฮโดรไลซิสเนื่องจากกระบวนการไฮโดรไลซิสจะดำเนินการโดยการแตกตัวของสารละลายได้ไฮโดรเจนไอออน (H^+) จากนั้นไฮโดรเจนไอออนจะเข้าไปทำปฏิกิริยากับพันธะภายในเชิงในที่นี้คือเซลลูโลสจึงทำให้เซลลูโลสที่เป็นสายโซ่ยาวแตกตัวออกมารูปเป็นสายโซ่ที่สั้นลงจนกลายเป็นน้ำตาลรีดิวช์ในที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 4.2 แสดงกลไกการย่อยสลายเซลลูโลสโดยไฮโดรเจนไอออน จากรูปที่ 4.1 จะเห็นได้วาร้อยละผลได้โดยใช้กรดซัลฟิวริกจะมีร้อยละผลได้มากที่สุดและกรดไฮโดรคลอริกและกรดไนโตริกจะได้ผลได้ร้อยละน้อยลงมา ตามลำดับ เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลของกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) นั้นมีจำนวนของอะtom ไฮโดรเจนอยู่สองอะtom ซึ่งมากกว่ากรดไฮโดรคลอริก (HCl) และกรดไนโตริก (HNO_3) ที่มีไฮโดรเจนอยู่อะtomเดียว จึงทำให้กรดซัลฟิวริกนั้นแตกตัวเป็นไฮโดรเจนไอออนได้มากกว่ากรดอีกสองชนิดเป็นผลให้เกิดการย่อยสลายได้มากกว่า



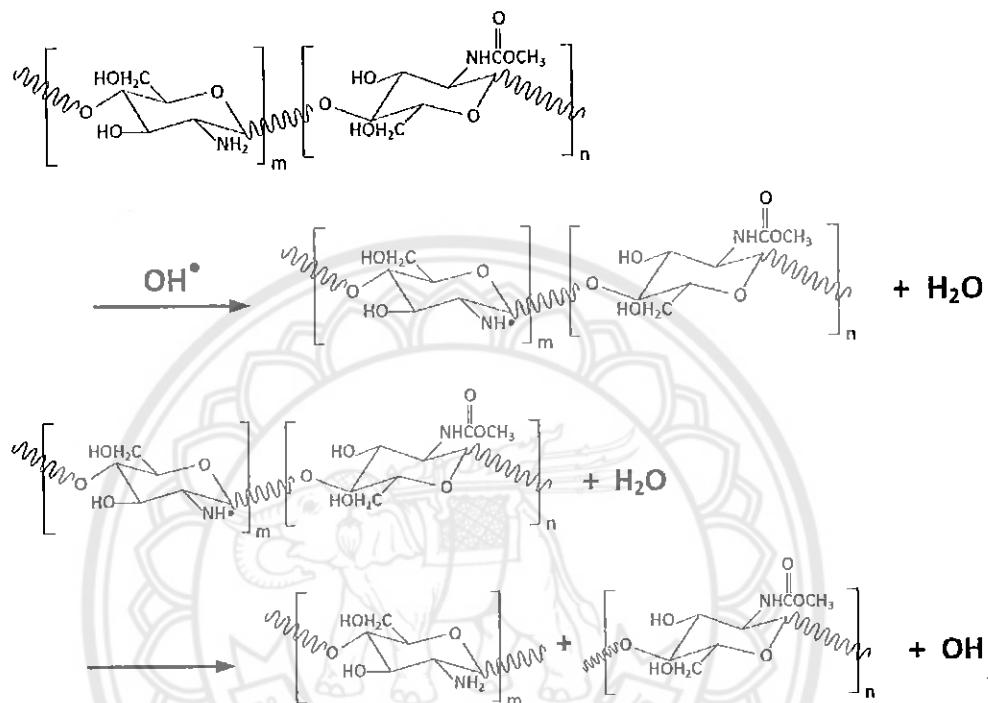
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ที่มีชนิดของกรดและเวลาที่ใช้ในการทรีทพลาสม่า



รูปที่ 4.2 กลไกการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลส [48]

เมื่อเปรียบเทียบการไฮโดรไลซิสด้วยกรดเพียงอย่างเดียวและการประยุกต์ใช้กระบวนการพลาสม่า จะเห็นว่าการย่อยสลายด้วยกระบวนการพลาสมาร่วมกับกรดชัลฟิวเริกจะให้ร้อยละผลได้ 24.5 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมากกว่าการไฮโดรไลซิสเพียงอย่างเดียวได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ 3.2 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากระหว่างการทรีทด้วยกระบวนการพลาสมาก็สามารถผลิตหมู่ว่องไวต่างๆ โดยเฉพาะหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (OH^\bullet) จากรายงานการวิจัยของ Prasertsung O., และคณะ [23] พบว่าหมู่ว่องไวไฮดรอกซิลสามารถทำปฏิกิริยาการย่อยสลายพันธะไกลโคซิດิก ซึ่งเป็นหมู่ที่เชื่อมระหว่างหน่วยกลูโคสในโคโตชาแน ดังแสดงในรูปที่ 4.3 กลไกการย่อยสลายโคโตชาแนด้วยหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล โดยที่หมู่ว่องไวไฮดรอกซิลจะเข้าไปจับหมู่ฟิงก์ชัน NH_2 เพื่อให้ได้ NH^\bullet และน้ำ ทำให้ NH^\bullet

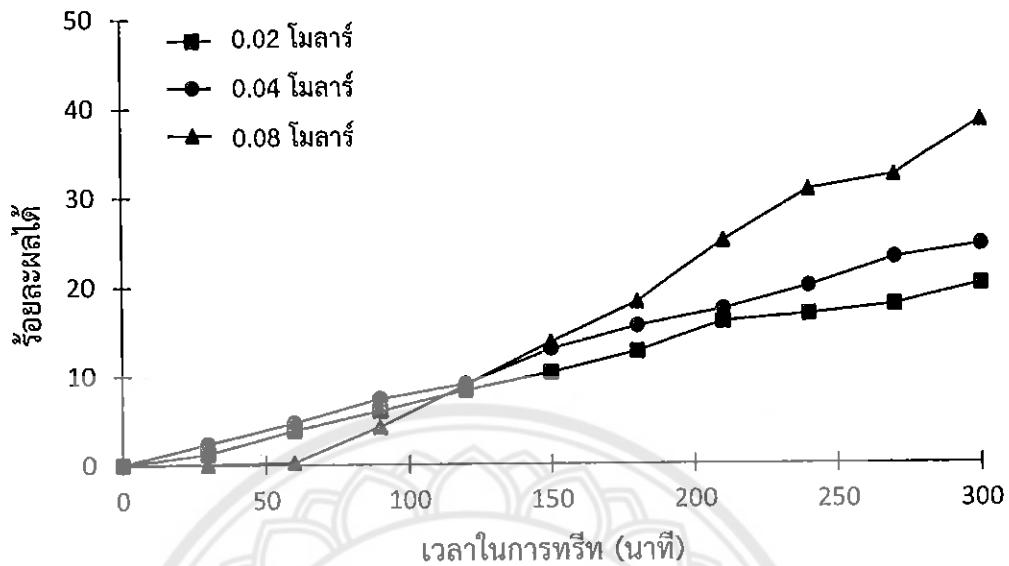
สามารถดึงไฮโดรเจนจากพันธะไกลโคซิติกจึงทำให้สายโซ่ที่เชื่อมต่อ กันด้วยพันธะไกลโคซิติกขาดออก จากกัน ส่งผลทำให้สายโซ่สั้นลง ดังนั้นการใช้พลาสม่าช่วยส่งเสริมให้เกิดการย่อยสลายเซลลูโลสซึ่ง มีโครงสร้างคล้ายคลึงกับไฮโดรเจนไดต์



รูปที่ 4.3 แสดงกลไกการย่อยสลายไฮโดรเจนด้วยหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล [23]

4.2 ผลของการเพิ่มขั้นกรดต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์

จากราฟที่ 4.4 แสดงผลของการเพิ่มขั้นของกรดขั้ลฟีวิคและเวลาที่ใช้ในการทรีพลาスマที่มีต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ จากการทดลองพบว่าความเพิ่มขั้นที่ 0.02 มोลาร์ มีแนวโน้มของร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นต่อเนื่องจนกระทั่งนาทีที่ 300 และให้ร้อยละผลได้ 20.1 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มความเพิ่มขั้นเป็น 0.04 มोลาร์ จะให้แนวโน้มของร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นต่อเนื่อง เช่นเดียวกับที่ความเพิ่มขั้น 0.02 มोลาร์ แต่มีแนวโน้มที่สูงกว่า โดยให้ร้อยละผลได้นาทีที่ 300 เท่ากับ 24.5 เปอร์เซ็นต์ และที่ความเพิ่มขั้น 0.08 มोลาร์ จะให้แนวโน้มของร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องและมากกว่าความเพิ่มขั้น 0.02 มोลาร์ และ 0.04 มोลาร์ โดยให้ร้อยละผลได้นาทีที่ 300 เท่ากับ 38.4 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจากความเพิ่มขั้นของกรดที่มากขึ้นทำให้จำนวนโมลของกรดนั้นมากขึ้นด้วยจึงเป็นผลทำให้มีไฮโดรเจนไออ่อน (H^+) เพิ่มมากขึ้นซึ่งส่งเสริมการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสทำให้สลายตัวได้น้ำตาลรีดิวช์ ดังกล่าวที่แสดงในรูปที่ 4.2 [48]



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่เวลาต่างๆ โดยใช้ความเข้มข้นของกรดชัลฟิวริกที่ต่างกันด้วย
ความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่า 15 กิโลเอริตซ์

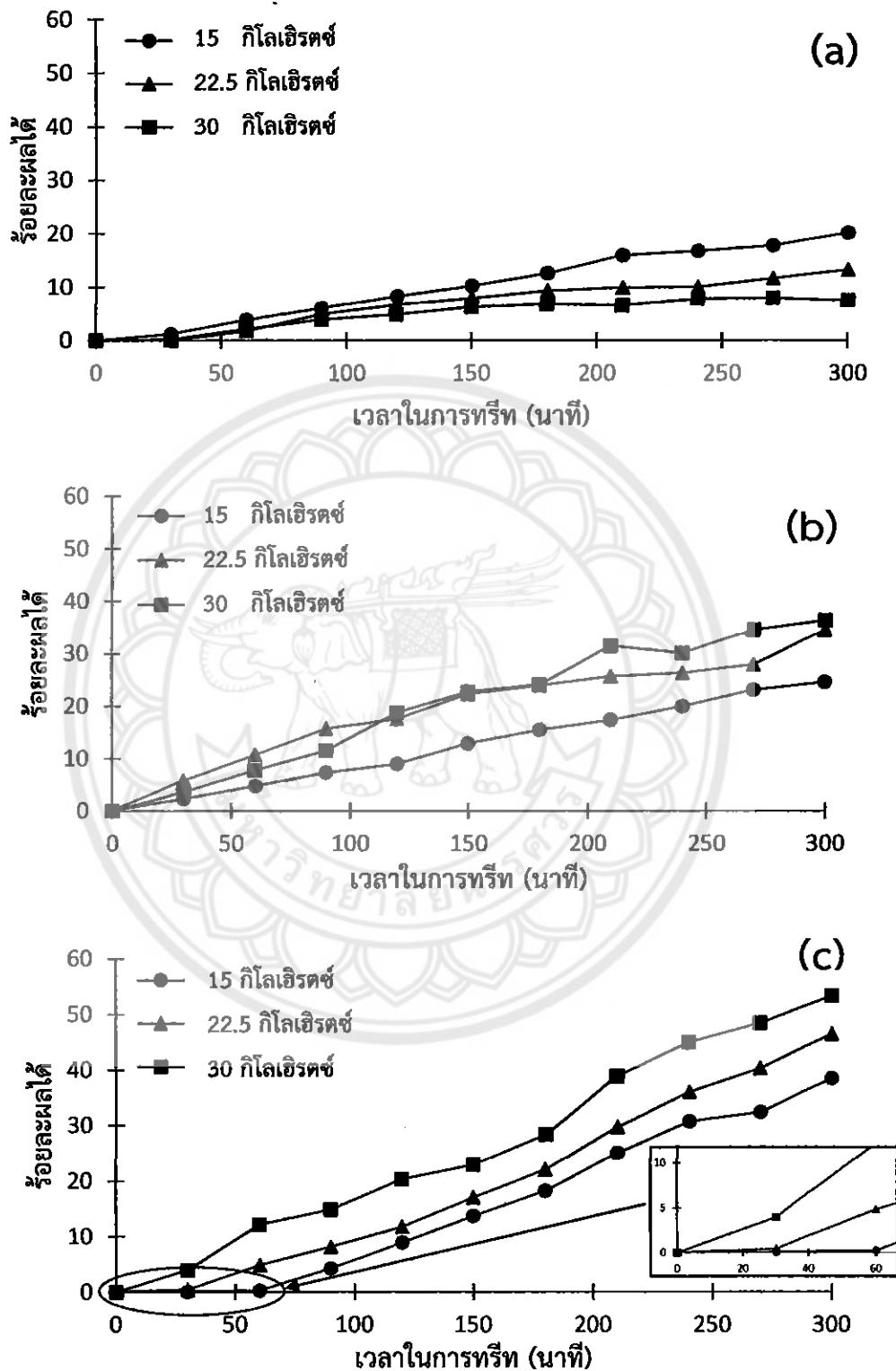
4.3 ผลของความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสม่าต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์

จากรูปที่ 4.6 (a) แสดงผลของความถี่ของพลาสม่าโดยใช้กรดชัลฟิวริกความเข้มข้น 0.02 โน-ลาร์ ที่มีต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์ พบร่วมกับความถี่จากเครื่องกำเนิดพลาสม่า 15 กิโลเอริตซ์ จะให้ร้อยละผลได้มากที่สุด 20.1 เปอร์เซ็นต์ อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 22.5 กิโลเอริตซ์ และ 30 กิโลเอริตซ์ จะได้ร้อยละผลได้ 13.2 เปอร์เซ็นต์ และ 7.5 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จากรูปที่ 4.6 (b) แสดงผลของความถี่ของพลาสม่าโดยใช้กรดชัลฟิวริกความเข้มข้น 0.04 โนลาร์ ที่มีต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์ จากผลการทดลองพบว่าที่ความถี่ 15 กิโลเอริตซ์ จะให้ร้อยละผลได้น้อยที่สุด 24.5 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 22.5 กิโลเอริตซ์ จะให้ร้อยละผลได้มากที่สุด 36.3 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเพิ่มความถี่เป็น 30 กิโลเอริตซ์ จะให้ร้อยละผลได้ 34.4 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจากแนวโน้มของกราฟจะเห็นว่าการย่อยสลายที่ความถี่ 22.5 กิโลเอริตซ์ และความถี่ 30 กิโลเอริตซ์ มีแนวโน้มใกล้เคียงกัน จากรูปที่ 4.6 (c) แสดงผลของความถี่ของพลาสม่าโดยใช้กรดชัลฟิวริกความเข้มข้น 0.08 โนลาร์ ที่มีต่อร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์ จากการทดลองพบว่าที่ความถี่ 15 กิโลเอริตซ์ จะให้ร้อยละผลได้น้อยที่สุด 38.4 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 22.5 กิโลเอริตซ์ และ 30 กิโลเอริตซ์ จะให้ร้อยละผลได้ 46.4 เปอร์เซ็นต์ และ 53.2 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งจากแนวโน้มของกราฟจะเห็นได้ว่าการย่อยสลายที่ความถี่ต่างๆ ให้อัตราการย่อยสลายที่ต่างกัน โดยที่ความถี่ 30 กิโลเอริตซ์ ให้อัตราการ

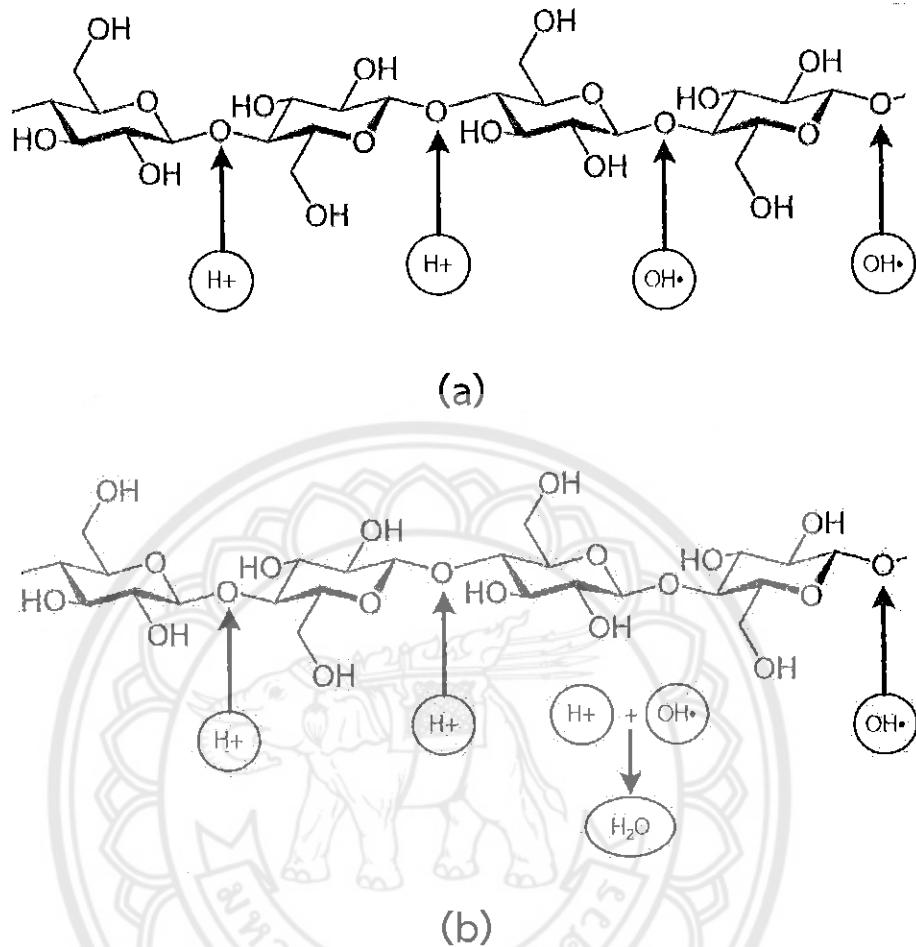
ย่อyle слайมากที่สุด จากรูปที่ 4.6 (a) จะเห็นได้ว่าการเพิ่มความถี่มีผลต่อการแตกตัวของสารละลายน้ำ อย่างไรก็ตามที่ความเข้มข้น 0.02 มิลลิกรัมที่ 15 กิโลเมตรนี้เกิดการย่อyle слайมากที่สุดเมื่อเพิ่มความถี่ทำให้เกิดการย่อyle слайн้อยลง เนื่องจากการเพิ่มความถี่เป็นการเพิ่มพลังงานเข้าไปในระบบเพื่อกระตุ้นการแตกตัวของสารละลายน้ำให้เกิดเป็นไฮโดรเจนไอออนและหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลจากนั้นจะเข้าไปสลายพันธะภายในโครงสร้างเซลลูโลส ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (a) ซึ่งพลังงานที่ให้แก่ระบบมากเกินไปจะทำให้มีหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลในระบบมากเกินไปจากนั้นหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลสามารถจับไฮโดรเจนไอออนและเกิดเป็นน้ำ ดังแสดงในสมการที่ 4.1 [47]



เมื่อพิจารณาจากสมการที่ 4.1 พบว่าปริมาณของไฮโดรเจนไอออนและหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลที่เข้าไปทำการย่อyle слายพันธะภายในเซลลูโลสลดลง ดังนั้นการใช้ความถี่มากเกินไปเป็นการขัดขวางการย่อyle слายหรือการไฮดรอลิกซิส ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (b) อย่างไรก็ตามเมื่อใช้ความเข้มข้นของกรดมากขึ้นจำเป็นต้องใช้ความถี่ที่มากขึ้นเพื่อผลิตไฮโดรเจนไอออนและหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลในปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดการย่อyle слายได้อย่างมีประสิทธิภาพ จากรูปที่ 4.6 (b) จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นกรด 0.04 มิลลิกรัมที่ความถี่ 22.5 กิโลเมตร และ 30 กิโลเมตร จะให้ร้อยละผลได้ใกล้เคียงกันและที่ 15 กิโลเมตรนี้ร้อยละผลได้น้อยที่สุด เนื่องจากมีพลังงานในการกระตุ้นให้สลายหัวหรือความถี่ไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิดการแตกตัวเพื่อผลิตไฮโดรเจนไอออนและหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลในปริมาณที่เหมาะสม โดยจะเห็นได้ชัดจากรูปที่ 4.6 (c) ใช้ความเข้มข้นกรดที่มากขึ้นคือ 0.08 มิลลิกรัม เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพในการแตกตัวของกรดที่มากขึ้นจึงต้องใช้ความถี่หรือพลังงานในการกระตุ้นให้แตกตัวที่มากขึ้น จึงทำให้เห็นได้ชัดว่าที่ความถี่ของเครื่องกำเนิดพลasmaที่ให้ร้อยละผลได้มากที่สุดคือ 30 22.5 และ 15 กิโลเมตร ตามลำดับ จึงสามารถสรุปได้ว่าความถี่นั้นมีผลต่ออัตราการย่อyle слายหรือร้อยละผลได้ แต่มีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นซึ่งถ้าหากความเข้มข้นและความถี่ไม่สัมพันธ์กันจะทำให้การย่อyle слายไม่มีประสิทธิภาพเนื่องจากมีปริมาณของหมู่ว่องไวน้ำไฮดรอกซิลและไฮโดรเจนไอออนไม่เหมาะสมสำหรับกระบวนการย่อyle слาย โดยที่ความเข้มข้นต่ำจะต้องใช้ความถี่ต่ำจึงจะทำให้มีประสิทธิภาพในการย่อyle слายมากที่สุด แต่เมื่อใช้ความเข้มข้นที่มากขึ้นจึงต้องใช้ความถี่ที่มากขึ้นเพื่อให้มีประสิทธิภาพในการย่อyle слายที่มากขึ้น



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่เวลาต่างๆ โดยใช้ความถี่ที่ต่างกัน (a) ความเข้มข้นกรด 0.02 โมลาร์ (b) ความเข้มข้นกรด 0.04 โมลาร์ (c) ความเข้มข้นกรด 0.08 โมลาร์

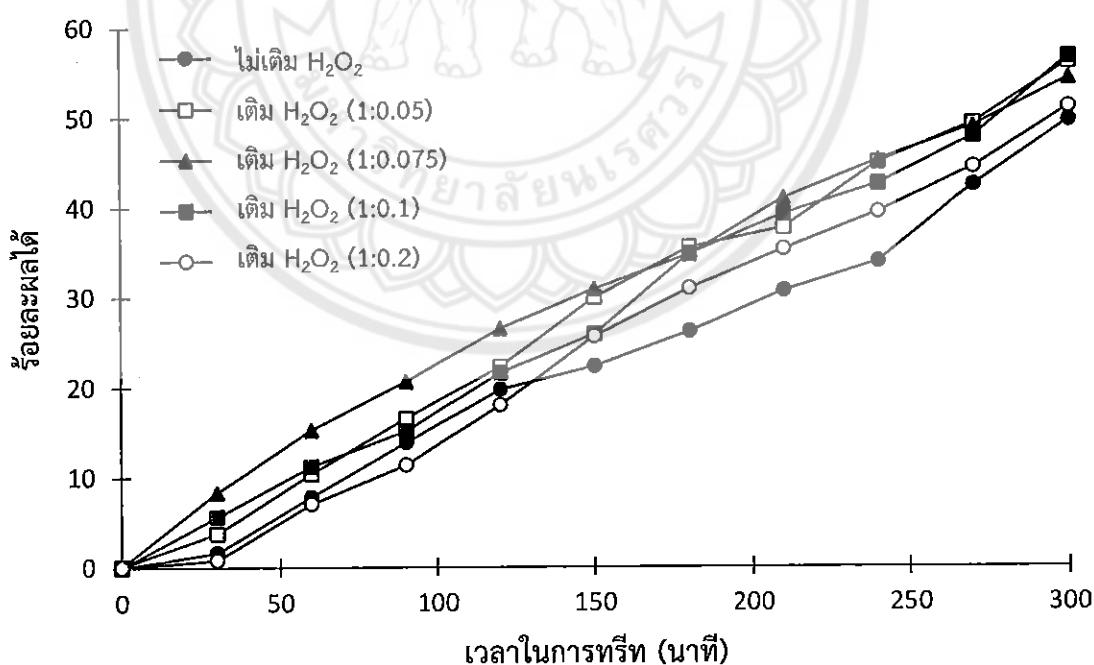


รูปที่ 4.6 กลไกการย่อยสลายเมื่อไฮโดรเจนออกไซด์และหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (a) มีปริมาณเหมาะสมกัน (b) มีปริมาณไม่เหมาะสมกัน

4.4 ผลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่มีผลต่ออัตราการย่อยสลาย

รูปที่ 4.7 แสดงผลของการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ด้วยอัตราส่วนต่างๆ ที่มีผลตอร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ พบร่วมกับแนวโน้มของกราฟลักษณะเดียวกันคือเมื่อเวลาในการทรีทด้วยพลาสมามากขึ้นจะเกิดการย่อยสลายเซลลูโลสมากขึ้น เมื่อพิจารณาตัวอย่างที่ทำการย่อยสลายโดยไม่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์พบว่าร้อยละผลได้ในช่วงแรกจะต่ำและค่อยๆ เพิ่มขึ้นจนกระทั่งได้ร้อยละผลได้ 49.6 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลาในการทรีทด้วยพลาสม่า 300 นาที เมื่อเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในระบบด้วยอัตราส่วน 1:0.05 พบร่วมกับการเพิ่มขึ้นของร้อยละผลได้มากกว่าตัวอย่างที่ไม่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยจะเห็นได้จากแนวโน้มของกราฟที่เพิ่มขึ้นในช่วงแรกและให้ร้อยละผลได้ 56 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลาในการทรีทด้วยพลาสม่า 300 นาที เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1:0.075 พบร่วมกับแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของร้อยละผลได้ในช่วงเวลาในการทรีท 0 ถึง 150 นาทีจะเพิ่มขึ้นอย่างมาก

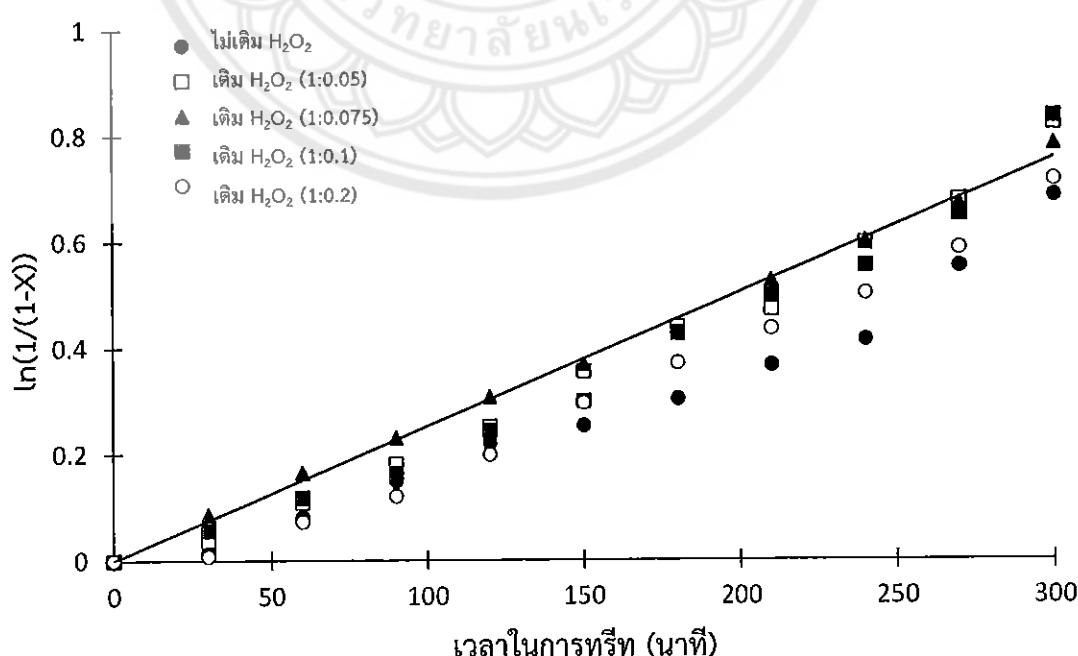
จากนั้นแนวโน้มจะลดลงจนกระทั่งมีแนวโน้มลักษณะเดียวกันกับอัตราส่วนอื่นๆ โดยจะได้ร้อยละผลได้เมื่อใช้เวลาในการทรีทด้วยพลาสม่า 300 นาที ที่ 54.3 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในระบบเป็น 1:0.1 พบว่าแนวโน้มของร้อยละผลได้เมื่อเวลาในการทรีทด้วยพลาสม่าในช่วงแรกน้อยกว่าสภาวะที่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์อัตราส่วน 1:0.05 และ 1:0.075 หลังจากนั้นเมื่อเวลาในการทรีทเพิ่มขึ้นจะให้แนวโน้มมีลักษณะเดียวกันกับสภาวะที่กล่าวมาข้างต้น โดยได้ร้อยละผลได้ 56.6 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเวลาในการทรีทด้วยพลาสม่า 300 นาที เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็น 1:0.2 พบว่าแนวโน้มของร้อยละผลได้ในช่วงแรกต่ำที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับสภาวะอื่น เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นแนวโน้มจะมีลักษณะคล้ายคลึงกับสภาวะอื่นและให้ร้อยละผลได้ 51.1 เปอร์เซ็นต์ ใช้เวลาในการทรีทด้วยพลาสม่า 300 นาที จากผลการทดลองทั้งหมดจะเห็นได้ว่าการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีผลต่อแนวโน้มของร้อยละผลได้ในช่วงแรกของการทรีทด้วยพลาสม่าที่ 0 ถึง 150 นาที และพบว่าอัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1:0.075 ให้แนวโน้มมากที่สุดเมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่นๆ จึงสามารถบอกได้ว่าที่อัตราส่วน 1:0.075 สามารถเพิ่มอัตราการย่อยสลายได้มากที่สุด ในทางกลับกันที่อัตราส่วน 1:0.2 ให้แนวโน้มของร้อยละผลได้เมื่อเวลาในการทรีทผ่านไปน้อยที่สุดเนื่องจากมีอัตราการย่อยสลายในช่วงแรกต่ำที่สุด



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่เวลาต่างๆ ด้วยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่อัตราส่วนต่างๆ

เมื่อนำผลการทดลองไปคำนวณหาอัตราการย่อยสลายโดยใช้ Pseudo first order kinetics ในการคำนวณ ดังแสดงในรูปที่ 4.8 โดยที่ความชันของเส้นกราฟที่สภาวะต่างๆ บ่งบอกถึงค่าคงที่อัตรา

การย่อยสลายซึ่งสรุปในตารางที่ 4.1 จากผลพบว่าในแต่ละอัตราส่วนในการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะให้ความชันของเส้นกราฟหรือค่าคงที่อัตราการย่อยสลายที่ต่างกัน โดยลำดับของค่าคงที่ในการย่อยสลายคือ $1:0.075 > 1:0.05 > 1:0.1 > 1:0.2 >$ ไม่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไปในระบบจะส่งผลต่อการย่อยสลาย โดยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถแตกตัวเป็นหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (OH^\bullet) ซึ่งเป็นส่วนสำคัญในการย่อยสลายดังที่ อธิบายในหัวข้อที่ 4.3 โดยที่อัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ $1:0.075$ มีอัตราการย่อยสลายมากที่สุดเนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่ให้ปริมาณหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (OH^\bullet) เหมาะสมกับไฮโดรเจนไฮอนมากที่สุดและเมื่อเวลาในการทรีทด้วยพลาスマผ่านไปจะทำให้หมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (OH^\bullet) ที่ได้จากการแตกตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ค่อยๆ ลดจำนวนจนหมดจึงทำให้แนวโน้มของร้อยละผลได้ค่อยๆ กลับมาเมื่อกษณะเมื่อ时间กันเมื่อเวลาในการทรีทด้วยพลาasmaผ่านไป ในทางกลับกัน อัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ $1:0.2$ ให้ปริมาณหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (OH^\bullet) มากเกินไปทำให้ หมู่ว่องไวที่มากเกินไปจับตัวกับไฮโดรเจนไฮอนกลายเป็นน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (b) จึงเป็นผลทำให้อัตราการย่อยสลายในช่วงแรกของการทรีทด้วยพลาasmaลดลงและเมื่อเวลาในการทรีทด้วยพลาasma ผ่านไปหมู่ว่องไวไฮดรอกซิล (OH^\bullet) ที่ได้จากการแตกตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ค่อยๆ ลดปริมาณลงจึงทำให้แนวโน้มค่อยเพิ่มขึ้นจนกระทั่งมีกษณะเข่นเดียวกับสภาวะอื่นๆ



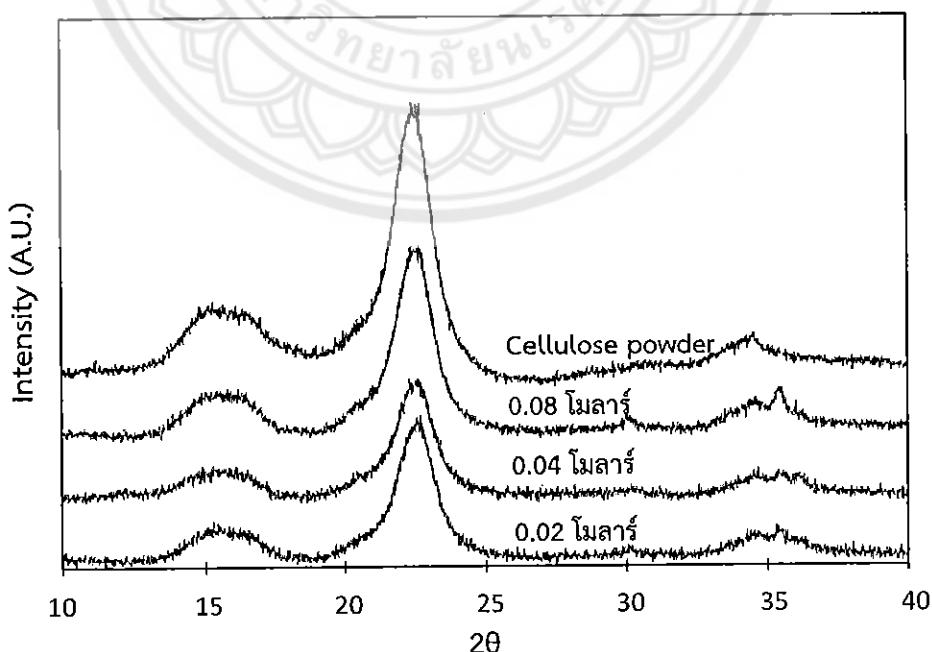
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงผลการคำนวณอัตราการย่อยสลายโดยใช้ Pseudo first order kinetics

ตารางที่ 4.1 ค่าคงที่อัตราการย่อยสลายเซลลูโลสและค่า R^2

อัตราส่วนของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	ค่าคงที่อัตราการย่อยสลายของเซลลูโลส (min^{-1})	ค่า R^2 จากกราฟ (รูปที่ 4.8)
ไม่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	0.0019	0.9508
1:0.05	0.0025	0.9786
1:0.075	0.0025	0.9967
1:0.1	0.0024	0.9674
1:0.2	0.0021	0.9636

4.5 ผลการทดสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD

จากรูปที่ 4.9 กราฟแสดงผลของการทดสอบตะกอนที่ความถี่ 30 กิโลเอิร์ตซ์ โดยใช้ความเข้มข้นกรดชัลฟิวเริกที่ต่างกันด้วยเทคนิค XRD ที่เวลา 300 นาที พบว่าพีคที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 22.5 องศา พีคจะแสดงถึงความเป็นผลึกของเซลลูโลสและพีคที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 18.4 องศา แสดงโครงสร้าง อสุณฐานของเซลลูโลส ตัวอย่างเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการทรีทด้วยพลาสม่าจะมีพีคที่สูงที่สุดเนื่องจากมี ความเป็นผลึกมาก เมื่อนำตัวอย่างไปทรีทด้วยกรดชัลฟิวเริกความเข้มข้น 0.02 มोลาร์ พบว่าพีคที่ได้ ตำแหน่งและความเข้มข้นที่มากขึ้น 0.04 และ 0.08 มोลาร์ พบว่าพีคที่ได้สูงขึ้นตามลำดับ



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงผลของการทดสอบตะกอนที่ความถี่ 30 กิโลเอิร์ตซ์ โดยใช้ความเข้มข้นกรดที่ ต่างกันด้วยเทคนิค XRD

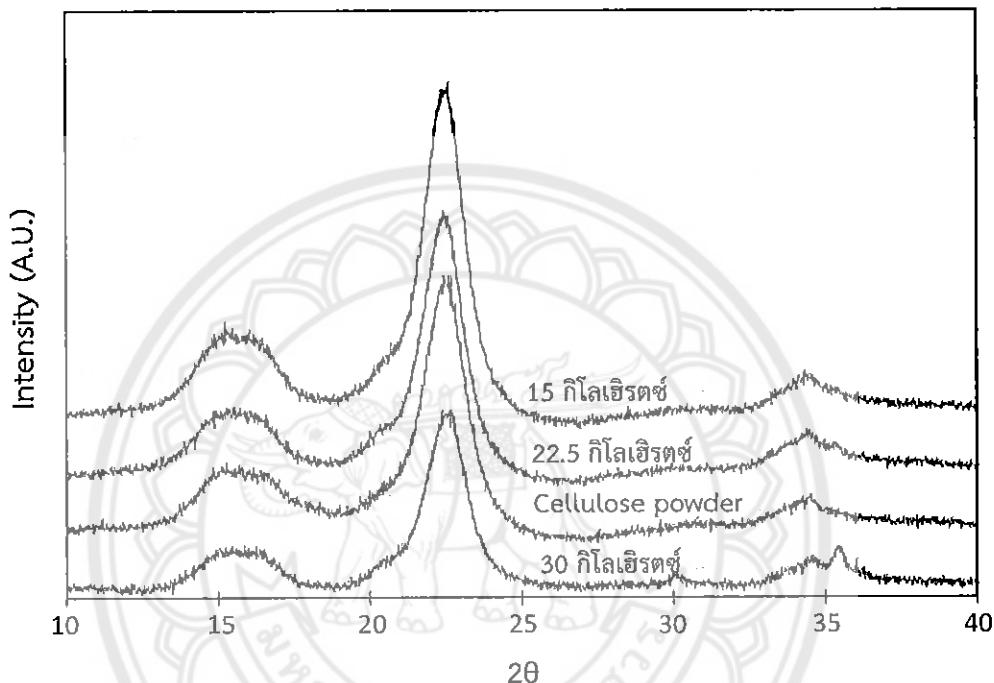
เมื่อนำค่าพีคของส่วนที่เป็นโครงสร้างผลึกและโครงสร้างอสัณฐานมาคำนวนหา Crystalline index ดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการทรีทด้วยพลาสมามีความเป็นผลึก 86.55 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ทรีทด้วยกระบวนการพลาสมาความถี่ 30 กิโลเอร์ตซ์ ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าที่ความเข้มข้นของกรดชัลฟิวริก 0.02 โมลาร์ มีความเป็นผลึกสูงขึ้นถึง 92.90 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากเกิดการย่อยสลายส่วนโครงสร้างอสัณฐานเป็นน้ำตาลรีดิวซ์ ทำให้เหลือแต่โครงสร้างผลึกและเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดชัลฟิวริกเป็น 0.04 และ 0.08 โมลาร์ พบว่ามีความเป็นผลึกสูงขึ้นเนื่องจากโครงสร้างอสัณฐานถูกย่อยเป็นน้ำตาลรีดิวซ์มากขึ้น

ตารางที่ 4.2 แสดง Crystalline index เมื่อทรีทด้วยความถี่ 30 กิโลเอร์ตซ์ โดยความเข้มข้นกรดที่ต่างกัน

สภาวะในการทดลอง	Crystalline index
Cellulose powder	86.55
0.02 โมลาร์	92.90
0.04 โมลาร์	93.88
0.08 โมลาร์	94.65

จากรูปที่ 4.10 กราฟแสดงผลของการทดสอบตะกอนที่ความเข้มข้น 0.08 โมลาร์ โดยใช้ความถี่ที่ต่างกันด้วยเทคนิค XRD ที่เวลา 300 นาที พบร้าพีคที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 22.5 องศา จะแสดงความเป็นผลึกของเซลลูโลสและพีคที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 18.4 องศา แสดงโครงสร้างอสัณฐานของเซลลูโลส พบว่าที่ความถี่ 15 และ 22.5 กิโลเอร์ตซ์ มีพีคสูงกว่าตัวอย่างเซลลูโลสแต่ที่ความถี่ 30 กิโลเอร์ตซ์ จะให้พีคที่ต่ำกว่าเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการทรีทด้วยพลาスマ เมื่อนำค่าพีคของส่วนที่เป็นโครงสร้างผลึกและโครงสร้าง อสัณฐานมาคำนวนหา Crystalline index ดังแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าเซลลูโลสที่ไม่ผ่านการทรีทด้วยพลาสมามีความเป็นผลึก 86.55 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ทรีทด้วยกระบวนการพลาสมาความเข้มข้นกรด 0.08 โมลาร์ ที่ความถี่ต่างๆ พบว่าความถี่ 15 กิโลเอร์ตซ์ มีความเป็นผลึก 93.29 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 22.5 และ 30 กิโลเอร์ตซ์ จะให้ความเป็นผลึกต่างกันที่ 91.84 และ 94.65 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เนื่องจากการย่อยสลายเซลลูโลสด้วยเครื่องกำเนิดพลาasma ที่ความถี่ 15 กิโลเอร์ตซ์ จะทำให้เกิดการย่อยสลายโครงสร้างผลึกเป็นอสัณฐานบางส่วนและย่อยสลายโครงสร้างอสัณฐานส่วนใหญ่เป็นน้ำตาลรีดิวซ์จึงทำให้ความเป็นผลึกสูงขึ้น เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 22.5 กิโลเอร์ตซ์ จึงเป็นการเพิ่มพลังงานเข้าไปในระบบทำให้มีพลังงานเข้า

ไปช่วยย่อยสลายได้มากขึ้นจึงทำให้โครงสร้างที่เป็นผลึกถูกย่อยเป็นโครงสร้าง อสัณฐานก่อนจะถูกย่อยเป็นน้ำตาลรีดิวซ์มากขึ้นจึงทำให้ความเป็นผลึกลดลง เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 30 กิโลเฮิรตซ์ จึงทำให้เกิดการย่อยสลายที่มากขึ้นทำให้โครงสร้างอสัณฐานส่วนใหญ่ถูกย่อยเป็นน้ำตาลรีดิวซ์ทำให้เหลือเพียงโครงสร้างผลึกจึงทำให้ความเป็นผลึกสูงขึ้น



รูปที่ 4.10 กราฟแสดงผลของการทดสอบตะกอนที่ความเข้มข้น 0.08 มอลาร์ โดยใช้ความถี่ที่ต่างกันด้วยเทคนิค XRD

ตารางที่ 4.3 แสดง Crystalline index เมื่อเทียบด้วยความเข้มข้น 0.08 มอลาร์ โดยความถี่ที่ต่างกัน

สภาวะในการทดลอง	Crystalline index
Cellulose powder	86.55
15 กิโลเฮิรตซ์	93.29
22.5 กิโลเฮิรตซ์	91.84
30 กิโลเฮิรตซ์	94.65

จากการทดลองความเข้มข้นของกรดและความถี่ที่มีผลต่อความเป็นผลึกจะเห็นได้ว่าการเพิ่มความเข้มข้นกรดนั้นจะมีผลทำให้เกิดการย่อยสลายส่วนโครงสร้างที่เป็นอสัณฐานมากขึ้นแต่สามารถเปลี่ยนโครงสร้างผลึกให้เป็นโครงสร้างอสัณฐานเพื่อเป็นน้ำตาลรีดิวซ์ต่อไปได้เพียงเล็กน้อยเนื่องจาก

โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสมีพันธะไฮโดรเจนและพันธะไกลโคซิติกจึงยากต่อการย่อยสลายด้วยกรดเพียงอย่างเดียว เมื่อเปรียบเทียบกับผลของความถี่ การเพิ่มความถี่จะเป็นการเพิ่มพลังงานให้ระบบเพื่อลดความเสถียรของพันธะต่างๆ อีกทั้งยังผลิตหมู่ว่องไวที่สามารถเข้าทำการย่อยสลายได้มากขึ้นจึงทำให้การเพิ่มความถี่มีผลต่อการย่อยสลายโครงสร้างผลึกเป็นโครงสร้างอสัณฐาน จึงสรุปได้ว่าการเพิ่มความเข้มข้นของกรดจะสามารถช่วยในการย่อยโครงสร้างอสัณฐานให้เป็นน้ำตาลรีดิวช์แทนไม่สามารถย่อยสลายหรือลดความเป็นผลึกของโครงสร้างลงได้ แต่การเพิ่มความถี่ของเครื่องกำเนิดพลasma จะเป็นการเพิ่มพลังงานลงไปในระบบทำให้เกิดความไม่เสถียรจึงทำให้พันธะต่างๆ ภายในโครงสร้างผลึกของเซลลูโลสนั้นถูกย่อยสลายได้ง่ายขึ้น

ตารางที่ 4.4 สรุปภาวะในการทดลองและร้อยละผลได้ของการย่อยสลายเซลลูโลสเปรียบเทียบกับงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	ภาวะในการทดลอง	ร้อยละผลได้
Jinping Ni, et al (2013) [36]	ปรีทรีทและไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก 0.04 โมลาร์ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	น้ำตาลกลูโคส 57.6%
Binzhe sun, et al (2015) [37]	ไฮโดรไลซิสเซลลูโลสรูปแบบไฮโดรเจลใน ไมโครเวฟด้วยกรดซัลฟิวริก 0.1 โมลาร์ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที	น้ำตาลกลูโคส 44.7 %
Binzhe sun, et al (2015) [32]	ถลายน้ำセルลูโลสด้วย NaOH และตกตะกอน ด้วย HCl จากนั้นไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ด้วยไมโครเวฟ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที	น้ำตาลกลูโคส 36.7 %
การศึกษาปัจจุบัน	ย่อยสลายด้วยกระบวนการพลasma วัสดุภาค ของเหลวในกรดซัลฟิวริก 0.08 โมลาร์ ความถี่ 30 กิโลเฮิรตซ์ 80 องศาเซลเซียส	น้ำตาลรีดิวช์ 53.2 %

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาสภาพต่างๆ ของพลาสมาวัสดุภาคของเหลวและวิเคราะห์ผลการทดลองจึงสามารถสรุปได้ว่าการย่อยสลายเซลลูโลสด้วยพลาสมาวัสดุภาคของเหลวจะช่วยเพิ่มร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์ เนื่องจากการใช้พลาสมาวัสดุภาคของเหลวจะเป็นการช่วยกระตุ้นให้กรดแตกตัวเป็นไฮโดรเจนไอโอนได้มากขึ้นและผลิตหมู่ว่องไวไฮดรอกซิลจึงสามารถย่อยสลายได้มากขึ้น ชนิดของกรดมีผลต่อการย่อยสลายซึ่งกรดชัลฟิวเริกจะให้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์มากที่สุดเนื่องจากกรดชัลฟิวเริกมีอะตอมของไฮโดรเจนสองอะตอมซึ่งมากกว่ากรดไนตริกและกรดไฮโดรคลอริกจึงทำให้แตกตัวเป็นไฮโดรเจนไอโอนได้มากกว่าการเพิ่มความเข้มข้นของกรดจะเป็นเหมือนการเพิ่มปริมาณไฮโดรเจนไอโอนเข้าไปในระบบทำให้มีการย่อยสลายมากขึ้นจึงทำให้ร้อยละผลได้เพิ่มขึ้นตามไปด้วย การเพิ่มความถี่ของเครื่องกำเนิดพลาสมาก็จะเป็นการเพิ่มพลังงานเข้าไปในระบบช่วยกระตุ้นการผลิตหมู่ว่องไวไฮดรอกซิลมากขึ้นแต่ว่าการที่เพิ่มพลังงานมากเกินไปจะทำให้ปริมาณหมู่ว่องไวไฮดรอกซิลส่วนเกินนั้นจะไปขัดขวางการย่อยสลายจึงจำเป็นจะต้องหาความถี่และความเข้มข้นที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวซ์ที่มากที่สุด ซึ่งสภาพที่เหมาะสมที่สุดคือความเข้มข้นกรด 0.08 มอลาร์ และความถี่เครื่องกำเนิดพลาส 30 กิโลเอียร์ตซ์ จะให้ร้อยละผลได้ที่ 50 ถึง 55 เปอร์เซ็นต์ และการเพิ่มไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้าไปในระบบจะเป็นการเพิ่มอัตราการย่อยสลายโดยจะต้องเติมลงไปด้วยอัตราส่วนที่เหมาะสมเพื่อให้ไม่เป็นการขัดขวางการย่อยสลายในระบบโดยที่อัตราส่วน 1:0.075 จะเพิ่มอัตราการย่อยสลายได้มากที่สุด

5.2 ข้อเสนอแนะ

สำหรับงานวิจัยนี้ยังมีปัญหาที่ยังต้องศึกษาเพิ่มเติม อาทิเช่น การพิธีทวีทเพื่อปรับปรุงสภาพของเซลลูโลสที่นำมาทำการย่อยสลายเพื่อเพิ่มร้อยละผลได้ของน้ำตาลและเป็นเพียงการเตรียมน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งสามารถพัฒนาต่อเป็นการเตรียมน้ำตาลกลูโคสซึ่งสามารถนำไปต่อยอด เช่น การนำน้ำตาลกลูโคสไปผลิตเป็นพลังงานทดแทนต่างๆ แต่อย่างไรก็ตามควรจะวิเคราะห์เพิ่มเติมในเรื่องความคุ้มค่า และต้นทุนที่ใช้ในการขยายขนาดให้สามารถนำไปใช้งานได้จริง

ເອກສາຮ້າງອີງ

- [1] Peng H., Li H., Luo H., and Xu J., A novel combined pretreatment of ball milling and microwave irradiation for enhancing enzymatic hydrolysis of microcrystalline cellulose. *Bioresource Technology* 2013; 130:81-87.
- [2] Sarkar N., Ghosh S.K., Bannerjee S., and Aikat K., Bioethanol production from agricultural wastes: an overview. *Renewable Energy* 2012; 37:19–27.
- [3] Laser M., Schulman D., Allen S., Lichwa J., and Antal M., A Comparison of liquid hot water and steam pretreatments of sugar cane bagasse for bioconversion to ethanol. *Bioresource Technology* 2002; 81:33–44.
- [4] Gupta A., and Verma J.P., Sustainable bio-ethanol production from agro-residues: A review. *Renewable Sustainable Energy Review* 2015; 41:550-567.
- [5] Badger P.C., Ethanol From Cellulose: A General Review. *Trend in Crops and New Uses* (ASHS Press, Alexandria, VA) 2002:17-21.
- [6] Taherzadeh and Karimi Bioethanol review. *Bio Resources* 2007; 2: 472- 499.
- [7] Uihlein and Schbek Environmental impacts of a lignocellulosic feedstock biorefinery system: an assessment. *Biomass Bioenergy* 2009; 33:793–802
- [8] Demirbas A., Bioethanol from cellulosic materials: a renewable motor fuel from biomass. *Energy Sources* 2005; 27:327–333
- [9] Wyman C.E., Dale B.E., Elander R.T., Holtapple M., Ladisch M.R., and Lee Y.Y., Comparative sugar recovery data from laboratory scale application of leading pretreatment technologies to corn stover. *Bioresource Technology* 2005; 96:2026–2032.
- [10] Shuai L., and Pan X., Hydrolysis of cellulose by cellulase-mimetic solid catalyst. *Energy & Environmental Science* 2012; 80:1028–1032.
- [11] Yang M., Zhang A., Liu B., Li W., and Xing J., Improvement of cellulose conversion caused by the protection of Tween-80 on the adsorbed cellulase. *Biochemical Engineering Journal* 2011; 56: 125–129.

- [12] Cantero A.D., Bermejo M.D., and Cocero M.J., High glucose selectivity in pressurized water hydrolysis of cellulose using ultra-fast reactors. *Bioresource Technology* 2013; 135:697-703.
- [13] Jones J., and Semrau K., Wood hydrolysis of ethanol production, previous experience and the economics of selected processes. *Biomass* 1984; 5: 109-135.
- [14] Katzen R., Madson P.W., and Monceaux D. A., Use of cellulosic feedstock for alcohol production. In *The Alcohols Textbook*, Lyons T.P., Murtagh J.E. and Kelsall D.R., (eds.), Nottingham University 1995 Press, 37-46.
- [15] Taherzadeh M. J., Eklund R., Gustafsson L., Niklasson C. and Liden G. Characterization and fermentation of dilute acid hydrolyzat from wood. *Industrial Engineering Chemical Research* 1997; 36:4659-4665.
- [16] Iranmahboob J., Nadim F., and Monemi S., Optimizing acid hydrolysis: a critical step for production of ethanol from mixed wood chips. *Biomass Bioenergy* 2002; 22:401-404.
- [17] Jain P., and Vigneshwaran N., Effect of Fenton pretreatment on cotton cellulosic substrates to enhance its enzymatic hydrolysis response. *Bioresource Technology* 2012; 103:219-226.
- [18] Orozco A., Ahmand M., Rooney D., and Walker G., Dilute acid hydrolysis of cellulose and cellulosic bio-waste using a microwave reactor system. *Trans. IChemE. Part B* 2007; 85:446-449.
- [19] Takai O., Solution plasma processing (SPP). *Pure Apply Chemistry* 2008; 80:2003-2011.
- [20] Potocký Š. , Saito N., and Takai O., Needle electrode erosion in water plasma discharge. *Thin Solid Films* 2009; 518:918–923.
- [21] Baroch P., Anita V., Saito N., and Takai O., Bipolar pulsed electrical discharge for decomposition of organic compounds in water. *Journal of Electrostatic* 2008; 66:294-299.
- [22] Prasertsung I., Damrongsakkul S., and Saito N., Degradation of β -chitosan by solution plasma process. *Polymer Degradation and Stability* 2013; 98:2089-2093.

- [23] Prasertsung I., Damrongsakkul S., Terashima C., Saito N., and Takai O., Preparation of low molecular weight chitosan using solution plasma system. *Carbohydrate Polymers* 2011; 87:2745-2749.
- [24] Pornsunthorntawee O., Katepetch C., Vanichvattanadecha C., Saito N., and Rujiravanit R., Depolymerization of chitosan–metal complexes via a solution plasma technique. *Carbohydrate Polymers* 2014; 102:504-512.
- [25] Oyeniyi Y.J., and Itiola O.A., The physicochemical characteristic of microcrystalline cellulose derived from sawdust agricultural waste products. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* 2012; 1:197-200.
- [26] Diana C., Florin C., and Velemtin I.P., Amorphous cellulose-structure and characterization. *Cellulose Chemistry and Technology* 2011; 45(1-2):13-21.
- [27] Joseph M., Introduction to Textile Science. 1986; 5th Edition.
- [28] Laka M., and Chernyavskaya S., Obtaining microcrystalline cellulose from softwood and hardwood pulp. *Bioresources* 2007; 2(3):583-589.
- [29] วรณี แพ่งจันทึก., และ วิชัย เพ็ชรดี., การศึกษาการสกัดเอทานอลจากฟางข้าว. ภาควิชา วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น 2546.
- [30] Swatloski R., Holbrey J., Spear S., and Rogers R., Cellulosic pulps fibers and materials. *Proceeding of the Electrochemical Society* 2002; 19:155.
- [31] Hu L., Lin L., Wu Z., Zhou S., and Liu S., Chemocatalytic hydrolysis of cellulose into glucose over solid acid catalysts. *Applied Catalysis B: Environmental* 2015; 174-175:225-243.
- [32] Sun B., Peng G., Duan L., Xu A., and Li X., Pretreatment by NaOH swelling and then HCl regeneration to enhance the acid hydrolysis of cellulose to glucose. *Bioresource Technology* 2015; 196:454-458.
- [33] Kang J., Li O.L., Saito N., Synthesis of structure-controlled carbon nano spheres by solution plasma process. *Carbon* 2013; 60:292-298.
- [34] Takai O., Solution plasma processing (SPP). *Pure and Applied Chemistry* 2008; 80:2003-201.

- [35] Miller G.L., Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. *Analytical Chemistry* 1959; 31(3): 426–428.
- [36] Ni J., Wang H., Chen Y., She Z., Na H., and Zhu J., A novel facile two-step method for producing glucose from cellulose. *Bioresource Technology* 2013; 137:106-110.
- [37] Sun B., Duan L., Peng G., Li X., and Xu A., Efficient production of glucose by microwave-assisted acid hydrolysis of cellulose hydrogel. *Bioresource Technology* 2015; 192:253-256.
- [38] Morales-delaRosa S., Campos-Martin J.M., and Fierro J.L.G., High glucose yields from the hydrolysis of cellulose dissolved in ionic liquids. *Chemical Engineering Journal* 2012; 181-182:538-541.
- [39] Zhang F., and Fang Z., Hydrolysis of cellulose to glucose at the low temperature of 423 K with CaFe₂O₄-based solid catalyst. *Bioresource Technology* 2012; 124: 440-445.
- [40] Fang Z., Zhang F., Zeng HY., and Guo F., Production of glucose by hydrolysis of cellulose at 423 K in the presence of activated hydrotalcite nanoparticles. *Bioresource Technology* 2011; 102:8017-8021.
- [41] Vo H.T., Widyaya V.T., Jae J., Kim H.S., and Lee H., Hydrolysis of ionic cellulose to glucose. *Bioresource Technology* 2014; 167:484-489.
- [42] Hello K.M., Mihsen H.H., Mosa M.J., and Magtoof M.S., Hydrolysis of cellulose over silica-salicylaldehyde phenylhydrazone catalyst. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 2015; 46:74-81.
- [43] Chimentao R.J., Lorente E., Gispert-Guirado F., Medina F., and Lopez F., Hydrolysis of dilute acid-pretreated cellulose under mild hydrothermal conditions. *Carbohydrate Polymers* 2014; 111:116-124.
- [44] Park J.H., Kumar N., Park D.H., Yusupov M., Neyts E.C., Verlackt C.C.W., Bogaert A., Kang M.H., Uhm H.S., Choi E.H., and Attri P., A comparative study for the inactivation of multidrug resistance bacteria using dielectric barrier discharge and nano-secend pulsed plasma. *Scientific reports* 9 September (2015).

- [45] Chen Q., Wang Q., Mitsumura N., and Niida H., Improved Cellulose by Ionic Liquid Mixture with Solid Acid Catalysis and Its Application in Polyethylene Glycol Liquefaction. *Materials Sciences and Applications* 2013; 4:839-845.
- [46] เสาวนารถ โชคสกุลพร., และคณะ การศึกษาสภาพที่เหมาะสมสำหรับการผลิตน้ำตาลรีดิวช์ จากอ้อยเลา โดยกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด. สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครพนม 2557.
- [47] Winkler B.S., Boulton ME., Gottsch J.D., Sternberg P., Oxidative damage and age-related macular degeneration. 1999 Nov 3; 5:32.
- [48] Kupiainen L., Dilute Acid Catalysed Hydrolysis of Cellulose – Extension to formic acid. *University of Oulu Graduate School, Finland* 2012.
- [49] Vinu R., and SriBala G., Unified Kinetic Model for Cellulose Deconstruction via Acid Hydrolysis. *Industrial & Engineering Chemistry Research* 2014; 53:8714-8725.
- [50] Pratt C., and Cornely K., Essential Biochemistry. Wiley 2013; 626.
- [51] Gunawardena G., The Elements of Organic Chemistry. Pages: 540.
- [52] Segal L., Creely J.J., Martin Jr A.E., and Conrad C.M., An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose using X-ray Diffractometer. *Textile Research Journal* 1959; 29:786-794.



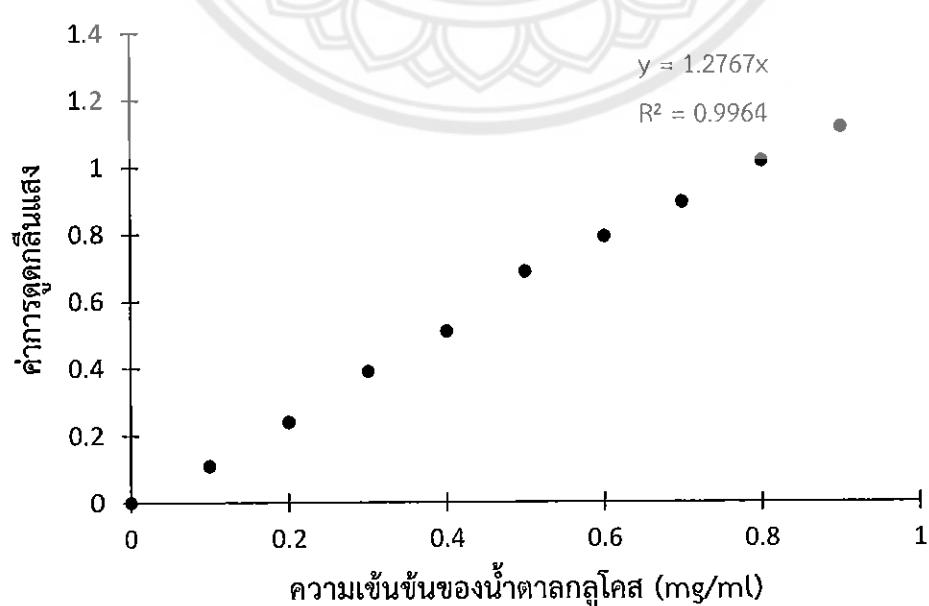
ภาคนวัก

ตัวอย่างการคำนวณ

กราฟมาตรฐานสำหรับการตรวจวัดปริมาณน้ำตาลด้วยเทคนิค DNS

ข้อมูลการวัดปริมาณน้ำตาลด้วยเทคนิค DNS โดยใช้น้ำตาลกลูโคสเป็นสารมาตรฐาน ดัง

แสดง	ความเข้มข้นของน้ำตาลกลูโคส (mg/mL)	ค่าการดูดกลืนแสง ต่อไปนี้
	0	0
	0.1	0.108
	0.2	0.239
	0.3	0.389
	0.4	0.509
	0.5	0.687
	0.6	0.791
	0.7	0.893
	0.8	1.015
	0.9	1.116



จากการจะได้ความชันเท่ากับ 1.2767

ตัวอย่างการคำนวนร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์

ข้อมูลการทريทตัวอย่างเซลลูโลสด้วยกรดซัลฟิวริก 0.08 มอลาร์ 30 กิโลเมตรช์ ครั้งที่ 1 ตั้งแสดงต่อไปนี้

เวลาในการทريท (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง	ปริมาณการ เจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้น ของน้ำตาล (mg/mL)	ร้อยละผลได้
0	0	8	0	0
30	0.063	8	0.3948	3.9477
60	0.194	8	1.2156	12.1563
90	0.237	8	1.4851	14.8508
120	0.325	8	2.0365	20.3650
150	0.366	8	2.2934	22.9341
180	0.452	8	2.8323	28.3230
210	0.552	9	3.8913	38.9128
240	0.638	9	4.4975	44.9753
270	0.687	9	4.8430	48.4295
300	0.756	9	5.3294	53.2936

จากข้อมูลที่นาทีที่ 300 สามารถคำนวนหาร้อยละผลได้ของน้ำตาลรีดิวช์ได้ดังนี้

$$\text{ความเข้มข้นของน้ำตาล} = \frac{\text{ค่าการดูดกลืนแสง}}{\text{ความชันจากการภาพมาตรฐาน}} \times \text{ปริมาณการเจือจาง}$$

$$= \frac{0.756}{1.2767} \times 9 = 5.3294 \text{ mg/ml}$$

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{\text{ผลิตภัณฑ์}}{\text{สารตั้งต้น}} \times \frac{\text{ความเข้มข้นของน้ำตาล}}{\text{ความเข้มข้นของเซลลูโลส}}$$

$$= \frac{5.3294 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}}{\frac{1}{100} \frac{\text{g}}{\text{ml}}} = \frac{5.3294 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}}{\frac{1000}{100} \frac{\text{mg}}{\text{ml}}} = 0.53294 = 53.294\%$$

ตัวอย่างการคำนวน Pseudo first order kinetic

ข้อมูลการทรีทตัวอย่างเซลลูโลสตัวอย่างชั้นพิวเรก 0.08 มิลลิ 30 กิโลเมตร ครั้งที่ 2 ดังแสดงต่อไปนี้

เวลาในการทรีท (นาที)	ค่าการดูดกลืนแสง	ปริมาณการเจือจาง (เท่า)	ความเข้มข้นของน้ำตาล (mg/mL)	ร้อยละผลได้	X	$\ln \frac{1}{1-X}$
0	0	8	0	0	0	0
30	0.026	8	0.1629	1.6292	0.0163	0.0164
60	0.125	8	0.7833	7.8327	0.0783	0.0816
90	0.221	8	1.3848	13.8482	0.1385	0.1491
120	0.315	8	1.9738	19.7384	0.1974	0.2199
150	0.356	8	2.2308	22.3075	0.2231	0.2524
180	0.417	8	2.6130	26.1299	0.2613	0.3029
210	0.435	9	3.0665	30.6650	0.3066	0.3662
240	0.481	9	3.3908	33.9077	0.3391	0.4141
270	0.602	9	4.2438	42.4375	0.4244	0.5523
300	0.704	9	4.9628	49.6279	0.4963	0.6857

หมายเหตุ X คือ conversion

ปฏิกิริยาอันดับที่ 1

เชลูโลส → น้ำตาลรีดิวช์ : A → B

$$\begin{aligned} -\frac{dC}{dt} &= kC^t \\ -\int_{C_0}^C \frac{1}{C} dC &= k \int_0^t dt \\ -(\ln C \Big|_{C_0}^C) &= kt \\ -(\ln C - \ln C_0) &= \ln C_0 - \ln C = kt \\ \ln \frac{C_0}{C} &= \ln \frac{C_0}{C_0(1-X)} = kt \\ \ln \frac{1}{1-X} &= kt \end{aligned}$$

เมื่อ ร้อยละผลได้ = $\frac{\text{ผลิตภัณฑ์}}{\text{สารตั้งต้น}} \times 100\%$

conversion (X) = $\frac{\text{สารตั้งต้นที่เปลี่ยนเป็นผลิตภัณฑ์}}{\text{สารตั้งต้น}} \times 100\%$

กรณี A → B

สารตั้งต้นเปลี่ยนเป็นผลิตภัณฑ์ด้วยอัตราส่วน 1 ต่อ 1

ดังนั้น สารตั้งต้นที่เปลี่ยนเป็นผลิตภัณฑ์ = ผลิตภัณฑ์

$$\text{conversion (X)} = \frac{\text{ผลิตภัณฑ์}}{\text{สารตั้งต้น}} \times \frac{\text{ร้อยละผลได้}}{100}$$

ประวัติผู้จัดทำโครงการ



ชื่อ : นายก้องพง บุญวงศ์
ภูมิลำเนา : 167 หมู่ 6 ต. ห้วยครร อ.แม่สาย จ.เชียงราย

ประวัติการศึกษา :

- จบระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนสามัคคีวิทยาลัย จังหวัดเชียงราย
- ปัจจุบันกำลังศึกษาในระดับปริญญาตรี ชั้นปีที่ 4 สาขาวิชา
วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

E-mail : alanineify@gmail.com



ชื่อ : นายยอด ทองพิมพ์
ภูมิลำเนา : 213/1 หมู่ 6 ต.สระแก้ว อ.เมืองกำแพงเพชร
จ.กำแพงเพชร

ประวัติการศึกษา :

- จบระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนวัชรวิทยา จังหวัดกำแพงเพชร
- ปัจจุบันกำลังศึกษาในระดับปริญญาตรี ชั้นปีที่ 4 สาขาวิชา
วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

E-mail : yodep_@hotmail.com



ชื่อ : นางสาวมลชนก ยอดวิเศษ
ภูมิลำเนา : 154/2 หมู่ 9 ต.บุญเรือง อ.เชียงของ จ.เชียงราย

ประวัติการศึกษา :

- จบระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนกระทุ่มแบบวิเศษสมุทคุณ
จังหวัดสมุทรสาคร
- ปัจจุบันกำลังศึกษาในระดับปริญญาตรี ชั้นปีที่ 4 สาขาวิชา
วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

E-mail : Parn.Monchanok@gmail.com