

วิธีการเตรียมวัสดุตั้งต้น สำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น
ที่มีรูปร่างแบบโมนอลิธจากเส้นใยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลม
ด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสและอัดเส้นใยด้วยความร้อน

PREPARATION OF MONOLITHIC CARBON PRECURSOR WITH
HIERARCHICAL POROUS STRUCTURE FROM DRIED-LUFFA FIBER
(LUFFA CYLINDRICA) BY HYDROLYSIS AND HEAT-PRESSING METHOD

นางสาวกนกวรรณ แวนำ

รหัส 52364834

นางสาวนิธิรัตน์ อรุณวิง

รหัส 52365022

ใ้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์ วันที่รับ..... 5 ส.ค. 2556 /..... เลขทะเบียน..... 16324009 เลขเรียกหนังสือ..... ๗๕. มหาวิทยาลัยนเรศวร ๙125 ๑
--

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

ปีการศึกษา 2555

ชื่อหัวข้อโครงการ	วิธีการเตรียมวัสดุตั้งต้น สำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น ที่มีรูปร่างแบบโมนอลิทจากเส้นใยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลม ด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสและอัดเส้นใยด้วยความร้อน	
ผู้ดำเนินโครงการ	นางสาวกนกวรรณ แวน้ำ	รหัส 52364834
	นางสาวนิธิรัตน์ อรุณวิง	รหัส 52365022
ที่ปรึกษาโครงการ	ดร.อิศราวุธ ประเสริฐสังข์	
ที่ปรึกษาร่วม	ดร.อดิศักดิ์ ไสยสุข	
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี	
ภาควิชา	วิศวกรรมอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2555	

บทคัดย่อ

โครงการวิศวกรรมเคมีนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมวัสดุตั้งต้นที่มีรูปร่างแบบโมนอลิทจากเส้นใยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลมด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสและอัดเส้นใยด้วยความร้อน โดยตัวแปรที่ทำการศึกษาคือชนิดของสารเคมี 3 ชนิด ได้แก่ กรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.2 และ 0.9 โมลาร์ ใช้เวลา 120 นาที โดยหลังจากไฮโดรไลซิสจะอัดเส้นใยด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เวลา 120 นาที เพื่อตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของแท่งโมนอลิท จากผลการทดลองพบว่า สารเคมีและความเข้มข้นที่ให้ผลการขึ้นรูปได้ดีที่สุด คือกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ โดยพบการเชื่อมติดกันของโครงสร้างหลังจากผ่านการขึ้นรูป และเมื่อวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนพบว่า ใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ทำให้อุณหภูมิในการสลายตัวลดลง ซึ่งสอดคล้องกับช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป เมื่อพิจารณาจากโครงสร้างผลึก ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน พบว่าโครงสร้างผลึกของใยบวบ เมื่อถูกไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกมีความเป็นผลึกลดลง หรือมีความเป็นอสัณฐานมากขึ้น ซึ่งช่วยส่งเสริมให้เกิดการเชื่อมติดกันของโครงสร้างใยบวบมากขึ้น เมื่อพิจารณาสมบัติทางเคมี พบว่าการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกไม่ส่งผลให้มีการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีของใยบวบ

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาโทฉบับนี้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือ คำแนะนำและคำปรึกษาอย่างดียิ่ง จาก อาจารย์ ดร.อิศราวุธ ประเสริฐสังข์ และอาจารย์ ดร.อดิศักดิ์ ไสยสุข ที่ปรึกษาปริญญาโททั้งสองท่าน ซึ่งได้ให้ความอนุเคราะห์และคำแนะนำ คำปรึกษา วิธีการแก้ปัญหา รวมถึงข้อคิดเห็นต่างๆ ตลอดจนความดูแลเอาใจใส่อย่างดียิ่ง ติดตามการดำเนินงานมาโดยตลอดระยะเวลาการปฏิบัติงาน ขอขอบคุณคณะอาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยนเรศวรทุกท่าน ที่ได้ให้ความรู้ เพื่อนำมาประยุกต์ใช้ในการทำปริญญาโทฉบับนี้

นอกจากนี้ยังต้องขอขอบคุณครูช่างรัชชัย ชุลบุตร และครูช่างรณภพ แสงผ่อง ที่ได้ช่วยอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือต่างๆ ในอาคารปฏิบัติการวิศวกรรมอุตสาหกรรม

ท้ายนี้ผู้วิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ผู้ให้กำเนิดให้การดูแลอบรมสั่งสอนและให้กำลังใจด้วยดีเสมอมาตลอดการดำเนินโครงการจนสำเร็จการศึกษา และสุดท้ายขอขอบคุณเพื่อนที่คอยช่วยเหลือให้โครงการสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี

คณะผู้ดำเนินโครงการวิศวกรรม

นางสาวกนกวรรณ แวน้ำ

นางสาวนิธิตน์ อรุณวิง

มีนาคม 2555

สารบัญ

	หน้า
ใบรับรองปริญญาโท.....	ก
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ช
สารบัญสัญลักษณ์และอักษรย่อ.....	ซ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	2
1.3 ขอบเขตการดำเนินโครงการ.....	2
1.4 สถานที่ในการดำเนินโครงการ.....	2
1.5 ระยะเวลาในการดำเนินโครงการ.....	3
1.6 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ.....	3
บทที่ 2 หลักการและทฤษฎี.....	4
2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1.1 บวบ.....	4
2.1.2 ลิโมนเซลลูโลส.....	5
2.1.3 เซลลูโลส.....	6
2.1.4 เฮมิเซลลูโลส.....	6
2.1.5 ลิกนิน.....	7
2.1.6 รูปทรงโมโนลิท.....	8
2.1.7 กระบวนการไฮโดรไลซิส.....	8
2.1.8 วัสดุที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น.....	9
2.1.9 ร้อยละความเป็นผลึก.....	10
2.1.10 การทดสอบด้วยน้ำ.....	11

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.2 การสำรวจเอกสารงานวิจัย	11
2.2.1 วิธีการเตรียมวัสดุตั้งต้นและคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น.....	11
2.2.2 การไฮโดรไลซิสวัสดุชีวมวล	13
บทที่ 3 วิธีดำเนินการทดลอง.....	16
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	16
3.1.1 วัตถุประสงค์.....	16
3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	16
3.2 วิธีดำเนินการทดลอง	16
3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมและทำความสะอาดเส้นใย	17
3.2.2 ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสเส้นใย.....	17
3.2.3 ขั้นตอนการอัดเส้นใยด้วยความร้อน	18
3.3 วิธีการตรวจวัดคุณลักษณะ	19
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์	20
4.1 ผลของสารเคมีและความเข้มข้นที่มีผลต่อการขึ้นรูป.....	20
4.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อน.....	21
4.3 เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	26
4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางด้านเคมีด้วยเทคนิค FTIR	28
บทที่ 5 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	30
5.1 บทสรุป	30
5.2 ข้อเสนอแนะ	30
เอกสารอ้างอิง	31
ภาคผนวก ก.....	34

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 ขั้นตอนและแผนการดำเนินโครงการ.....	3
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	16
4.1 แสดงค่าร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส ในผงเซลลูโลสบริสุทธิ์และผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์.....	26
4.2 แสดงค่าร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส ในใยบวบและใยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์.....	27



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 (ก) บวบเหลี่ยม	5
2.1 (ข) บวบงู	5
2.1 (ค) บวบหอมหรือบวบกกลม.....	5
2.2 การจัดเรียงของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินในผนังเซลล์พืช.....	5
2.3 โครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลส	6
2.4 โครงสร้างโมเลกุลของเฮมิเซลลูโลส	6
2.5 โครงสร้างโมเลกุลของลิกนิน.....	7
2.6 รูปทรงโมโนลิท.....	8
2.7 การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดที่เกิดกับโมเลกุลเซลลูโลส	9
2.8 ลักษณะของรูพรุนลำดับชั้น.....	10
2.9 แสดงรูปแบบความเป็นผลึกและความเป็นอสัณฐานของเซลลูโลส	17
3.1 (ก) ไยบวบแห้งที่ยังไม่ได้ตัดแกนออก	17
3.1 (ข) ไยบวบแห้งด้านนอกและแกนด้านใน.....	17
3.1 (ค) ไยบวบแห้งตัดเป็นวงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร	18
3.2 แสดงลักษณะไยบวบก่อนและหลังการไฮโดรไลซิส ขั้นตอนการไฮโดรไลซิส และตัวแปรที่ทำการ- ปรับเปลี่ยนในขั้นตอนการไฮโดรไลซิส	18
3.3 ลักษณะของแห้งอัดและการบรรจุไยบวบภายในแห้งอัด	19
4.1 ภาพไยบวบที่ผ่านการขึ้นรูปเป็นแห้งโมโนลิท โดยผ่านการไฮโดรไลซิส	20
4.2 กราฟ TGA และ DTG ของผงเซลลูโลสและผงเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิส	21
4.3 กราฟ TGA และ DTG ของผงลิกนินและผงลิกนินที่ผ่านการไฮโดรไลซิส	22
4.4 กราฟ TGA และ DTG ของไยบวบแห้งและไยบวบแห้งที่ผ่านการไฮโดรไลซิส.....	23
4.5 แแห้งโมโนลิทของไยบวบแห้ง.....	24
4.6 วงจรกราฟ TGA ของเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และเส้นไยบวบแห้ง.....	25
4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงเซลลูโลสและผงเซลลูโลสที่ตรึงกรดซัลฟิวริก.....	26
4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไยบวบและไยบวบที่ตรึงกรดซัลฟิวริก	27
4.9 สเปกตรัม FTIR ของเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และไยบวบแห้ง	28
4.10 สเปกตรัม FTIR ของไยบวบแห้งและไยบวบแห้งที่ผ่านการไฮโดรไลซิส.....	29

สารบัญสัญลักษณ์และอักษรย่อ

% Cr = % Crystallinity

C.I. = Crystallinity Index



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ

วัสดุคาร์บอนรูพรุน (Carbon Porous Materials) คือวัสดุที่เป็นคาร์บอน ซึ่งมีรูพรุนสูงหรือพื้นที่ผิวจำเพาะสูง สมบัตินี้จึงเหมาะในการนำมาทำเป็นตัวดูดซับ และมีการใช้งานอย่างกว้างขวางในด้านต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นในรูปของถ่านกัมมันต์ (Activated Carbon) และยังรวมถึงวัสดุรูพรุนแบบลำดับชั้น (Hierarchical Porous Materials) โดยวัสดุรูพรุนแบบลำดับชั้นนั้น โดดเด่นในเรื่องการมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่ประกอบไปด้วย ไมโครพอร์ (Micropores) รูพรุนขนาดน้อยกว่า 2 นาโนเมตร มีโซพอร์ (Mesopores) รูพรุนขนาด 2 นาโนเมตร ถึง 50 นาโนเมตร และแมโครพอร์ (Macropores) รูพรุนขนาดใหญ่กว่า 50 นาโนเมตร ที่เชื่อมถึงกัน [1] ลักษณะเด่นนี้ทำให้วัสดุรูพรุนแบบลำดับชั้นถูกนำไปใช้เพื่อเป็นวัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวเก็บประจุ [3] สารดูดซับสมรรถนะสูง และอื่นๆ โดยการสังเคราะห์วัสดุรูพรุนแบบลำดับชั้นสามารถทำได้หลายวิธี ตัวอย่างหนึ่งทำโดยการสังเคราะห์แมโครพอร์โดยใช้แม่แบบ (Template) แล้วใช้การกระตุ้นทางเคมี และการกระตุ้นทางกายภาพในการสังเคราะห์รูพรุนในช่วงมีโซพอร์หรือไมโครพอร์ต่อไป [2, 4]

วัสดุตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์รูพรุนแบบลำดับชั้น โดยมากใช้วัตถุดิบจาก ถ่านหิน (Coal) ปิโตรเลียม (Petroleum) เป็นต้น ซึ่งวัตถุดิบเหล่านี้เป็นสารประเภทเชื้อเพลิงฟอสซิล (Fossil fuel) มีราคาแพงและมีจำกัด ในปัจจุบันจึงให้ความสนใจวัสดุทางธรรมชาติหรือวัสดุชีวมวล (Biomass) เพื่อนำมาเป็นวัตถุดิบสำหรับเตรียมเป็นวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนรูพรุนแบบลำดับชั้น วัสดุชีวมวลทางธรรมชาติที่ได้รับความสนใจในการนำมาทำเป็นวัตถุดิบตั้งต้น เช่น ฟางข้าว [5] ลำต้นฝ้าย [10] เม็ดมะกอก ไยบวบ กะลามะพร้าว เป็นต้น ซึ่งวัสดุทางธรรมชาติ สามารถหาได้ง่าย ราคาถูก [6] และช่วยลดปัญหาสภาพแวดล้อม จากการเหลือทิ้งของวัสดุทางธรรมชาติ [7] การนำวัสดุรูพรุนแบบลำดับชั้นไปใช้งานสามารถให้ได้หลายรูปทรง รูปทรงหนึ่งที่ใช้คือ รูปทรงแบบโมนอลิธ (Monolith) โดยนิยามของโมนอลิธคือรูปทรง 3 มิติ ไม่จำกัดรูปร่าง

ในงานวิจัยนี้ มีความสนใจในการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นที่มีรูปทรงเป็นโมนอลิธ (ทรงกระบอก) โดยวัสดุตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมคือไยบวบแห้ง ไยบวบมีลักษณะโครงสร้างเป็นร่างตาข่าย เพื่อการนำไปใช้ประโยชน์ในด้านการตรึงเอมไซม์เข้าไปในรูพรุน แต่เนื่องจากไยบวบมีรูปร่าง 2 มิติ จึงได้นำมาทำการเรียงต่อกันเพื่อให้ได้รูปทรงแบบโมนอลิธหรือรูปทรง 3 มิติ เพื่อเพิ่มพื้นที่ของรูพรุนที่เชื่อมต่อกันได้มากขึ้น ซึ่งให้ความสนใจเกี่ยวกับอิทธิพลของการไฮโดรไลซิสของสารเคมี 3 ชนิด ได้แก่ กรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ และความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสที่มีผลต่อการขึ้นรูปของเส้นไยบวบให้เป็นรูปทรงแบบโมนอลิธ และทดสอบว่าวัสดุตั้งต้นที่เตรียมได้นั้นสามารถนำไปใช้งานได้จริงต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

เพื่อศึกษาถึงการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนโมนอลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น (Monolith Carbon Precursor with Hierarchical Pore) จากเส้นใยบัวแห้งสายพันธุ์บัวกลม (*Luffa cylindrica*) โดยศึกษาถึงปัจจัย ดังนี้

1.2.1 อิทธิพลของกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid : H_2SO_4) กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid : H_3PO_4) และซิงค์คลอไรด์ (Zinc chloride : $ZnCl_2$) ที่ส่งผลต่อการขึ้นรูปของเส้นใยบัวให้เป็นรูปทรงแบบโมนอลิท

1.2.2 อิทธิพลของความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ในขั้นตอนการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ที่มีต่อการขึ้นรูปทรงแบบโมนอลิทของเส้นใยบัวให้เป็นรูปทรงแบบโมนอลิท

1.3 ขอบเขตในการดำเนินโครงการ

เป็นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ โดยกำหนดตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาและควบคุม ดังนี้

1.3.1 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษา

ศึกษาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ที่ความเข้มข้น 0.2 และ 0.9 โมลาร์ สำหรับการไฮโดรไลซิสเส้นใยบัวแห้ง

1.3.2 ตัวแปรควบคุม

1.3.2.1 ควบคุมน้ำหนักของเส้นใยบัว 5 กรัม ในปริมาตรขนาด 6.25 มิลลิลิตร

1.3.2.2 อุณหภูมิในการทำความสะอาดเส้นใยบัวอยู่ในช่วง 60-65 องศาเซลเซียส

1.3.2.3 อุณหภูมิที่ใช้ในการอบแห้ง 70 องศาเซลเซียส

1.3.2.4 อุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสอยู่ในช่วง 80-85 องศาเซลเซียส

เวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส 120 นาที

1.3.2.5 อุณหภูมิและเวลาในการอัดขึ้นรูป 180 องศาเซลเซียส และ 120 นาที ตามลำดับ

1.4 สถานที่ในการดำเนินโครงการ

1.4.1 อาคารปฏิบัติการวิศวกรรมอุตสาหการ

1.4.2 ห้องปฏิบัติการพื้นฐานวิศวกรรมเคมี

บทที่ 2

หลักการและทฤษฎีเบื้องต้น

การเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น จากเส้นใย บวบแห้งสายพันธุ์บวบกลม มีทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง ดังต่อไปนี้

2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1.1 บวบ (Luffa)

บวบเป็นพืชผักตระกูลแตง (CUCURBITACEAE) ในส่วนใหญ่นิยมนำผลอ่อนมารับประทาน ส่วนผลแก่จะปล่อยให้แห้งเหลือแต่เส้นใยที่เรียกว่า รังบวบ และถูกนำมาใช้ในการอาบน้ำ ชักดูภาชนะ บวบที่สามารถปลูกได้ในประเทศไทย ได้แก่

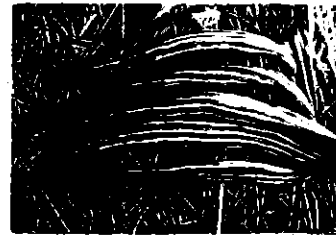
2.1.1.1 บวบเหลี่ยม (*Luffa acutangular Roxb*) ชื่อสามัญคือ Angled Loofah เป็นไม้เถาอายุปีเดียว เถามีความยาว 6-8 เมตร ผลของบวบขนาดแตกต่างกันตามชนิด รูปทรงกระบอกมีเหลี่ยมตามความยาวผล เมล็ดมีลักษณะเป็นวงรี สีดำ ผิวขรุขระ ไม่มีปีกที่เมล็ด เก็บเกี่ยวผลผลิตได้เร็ว นิยมปลูกโดยการหยอดเมล็ดในแปลงปลูก แปลงปลูกควรมีขนาดกว้างเพื่อให้เถาเลื้อยได้สะดวก ทำค้ำเป็นรูปสามเหลี่ยมหรือสี่เหลี่ยม ผูกยึดให้แข็งแรง บวบเหลี่ยมเริ่มเก็บเกี่ยวได้ที่อายุ 45-50 วัน หลังหยอดเมล็ด

2.1.1.2 บวบงู (*Trichosanthes angulina Linn*) ชื่อสามัญคือ Snake Gourd ผลลักษณะกลมยาวปลายผลแหลม ผิวเรียบ มีแถบสีขาวสลับเขียว เมื่อสุกมีสีส้มแดง เมล็ดบวบงูมีขนาดใหญ่ การปลูกจึงหยอดเมล็ดลงในแปลงปลูกโดยตรงหรือเพาะกล้าก็ได้ อายุกล้าประมาณ 15-20 วัน บวบงูจะเลื้อยทอดยอดที่อายุ 30 วันหลังหยอดเมล็ด เริ่มออกดอกที่อายุ 45-50 วัน หลังหยอดเมล็ดและเริ่มเก็บเกี่ยวผลอ่อนที่อายุ 50-60 วัน หลังหยอดเมล็ด

2.1.1.3 บวบหอมหรือบวบกลม (*Luffa cylindrica Roem*) ชื่อสามัญคือ Smooth Loofah ผลอ่อนสีเขียวมีลายเขียวเข้ม ผลแก่สีเขียวออกเหลืองจนถึงสีน้ำตาล มีเส้นใยเหนียว ลักษณะเป็นร่างแห การปลูกสามารถหยอดเมล็ดลงในแปลงปลูกโดยตรง เมื่อต้นกล้าอายุประมาณ 10-14 วัน ถอนแยกให้เหลือต้นที่สมบูรณ์ บวบหอมจะเลื้อยทอดยอดที่อายุ 15-20 วัน หลังหยอดเมล็ด บวบหอมจะเริ่มออกดอกที่อายุ 42-70 วันหลังหยอดเมล็ดและเริ่มเก็บเกี่ยวผลอ่อนที่อายุ 63-91 วัน หลังหยอดเมล็ด



(ก)



(ข)

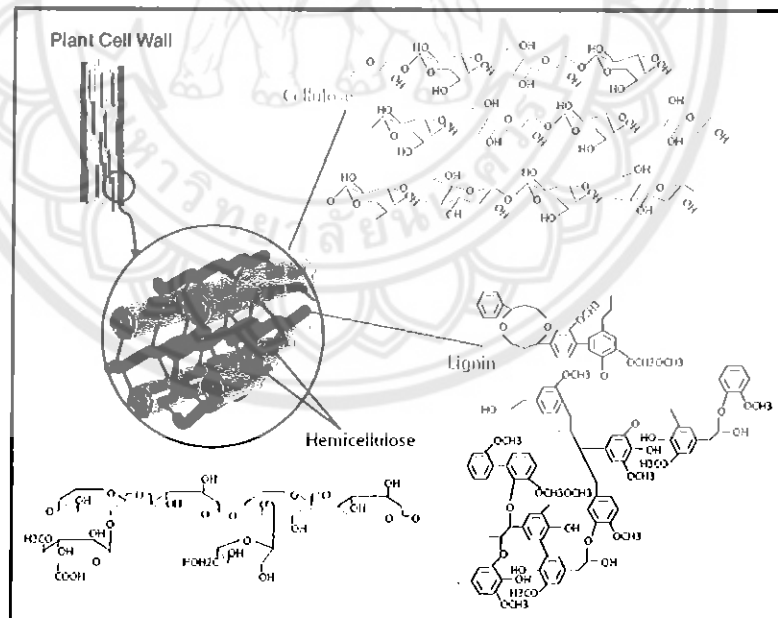


(ค)

รูปที่ 2.1 (ก) บวบเหลี่ยม ที่มา : inandcoseeds.com, (ข) บวบงู ที่มา : thaiseed.co.th
(ค) บวบหอมหรือบวบกลม ที่มา : agric-prod.mju.ac.th

2.1.2 ลิกโนเซลลูโลส (Lignocelluloses)

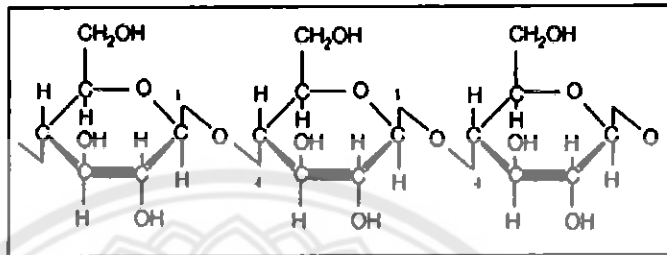
ลิกโนเซลลูโลส เป็นองค์ประกอบหลักของผนังเซลล์พืช เป็นชีวมวลที่ได้รับความสนใจที่จะใช้เป็นวัตถุดิบตั้งต้นสำหรับเชื้อเพลิงและสารเคมีที่มีมูลค่าสูงอย่างมาก เพราะเป็นวัตถุดิบที่สามารถหาได้ไม่ยาก ซึ่งองค์ประกอบของลิกโนเซลลูโลสนั้นประกอบด้วยสามองค์ประกอบหลัก ได้แก่ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 การจัดเรียงของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนินในผนังเซลล์พืช
ที่มา : Biofuel.webgarden.com

2.1.3 เซลลูโลส (Cellulose)

เซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ เป็นองค์ประกอบหลักของผนังเซลล์พืชทุกชนิด โดยเซลลูโลสจะอยู่ชั้นในสุดของผนังเซลล์พืช โครงสร้างของเซลลูโลสประกอบไปด้วยจำนวนโมเลกุลของกลูโคส (Glucose) เป็นสายยาวมากกว่า 2000 โมเลกุล เซลลูโลสมีสูตรโมเลกุลเป็น $(C_6H_{10}O_5)_n$ โครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลสแสดง ดังรูปที่ 2.3



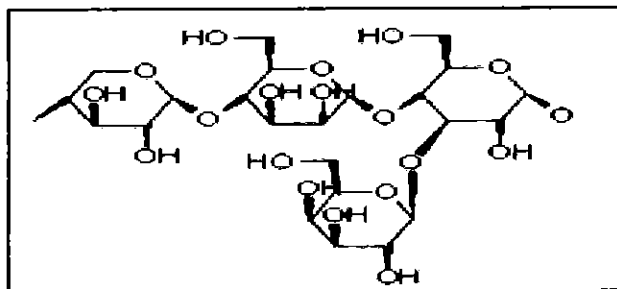
รูปที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลส

ที่มา : จุฑารัตน์ พงษ์โนรี (2547)

2.1.4 เฮมิเซลลูโลส (Hemicelluloses)

เฮมิเซลลูโลสเป็นคาร์โบไฮเดรตประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ ในโมเลกุลของเฮมิเซลลูโลสเป็นแบบเฮเทอโรพอลิแซ็กคาไรด์ (Heteropolysaccharide) ที่ประกอบด้วยน้ำตาลหลายชนิด ได้แก่ น้ำตาลไซโลส (Xylose) น้ำตาลแมนโนส (Mannose) กาแล็กโทส (Galactose) หรือกลูโคส (Glucose) มาต่อกันเป็นโซ่หลักและมีน้ำตาลชนิดอื่นมาต่อกันเป็นโซ่สาขา ได้แก่ น้ำตาลอะราบินโนส (Arabinose) และกรดกลูคูโรนิก (Glucuronic acid)

เฮมิเซลลูโลส เป็นเส้นใยอาหารที่ไม่ละลายน้ำ ไม่สามารถย่อยได้ด้วยเอนไซม์ในระบบทางเดินอาหารของมนุษย์และสัตว์กระเพาะเดี่ยว สามารถละลายได้ในสารละลายต่างเจือจาง และถูกย่อยด้วยสารละลายกรดเจือจาง สามารถละลายได้ดีในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เฮมิเซลลูโลสนั้นมีลักษณะเป็นกิ่งก้านสาขา และมีความยาวของสายโซ่สั้น มีความยาวประมาณ 40 หน่วยกลูโคส

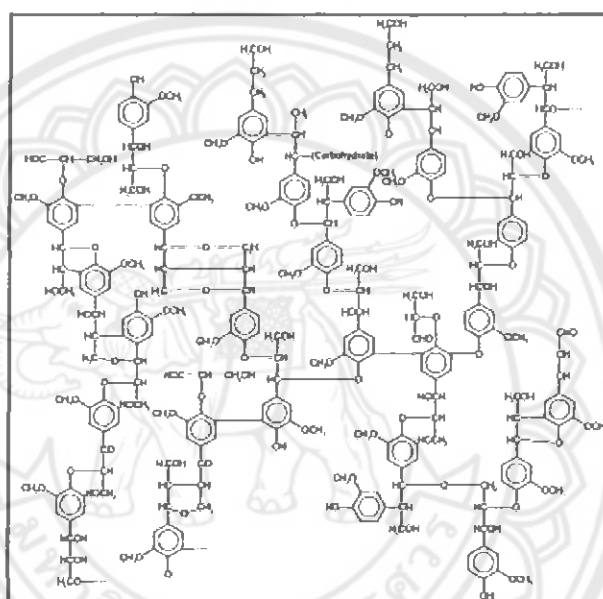


รูปที่ 2.4 โครงสร้างโมเลกุลของเฮมิเซลลูโลส

ที่มา : en.wikipedia.org

2.1.5 ลิกนิน (Lignin)

ลิกนิน เป็นส่วนประกอบที่สำคัญอย่างหนึ่งของพืชในไม้เนื้อแข็ง ซึ่งจะมีสัดส่วนประมาณร้อยละ 17–25 ในไม้เนื้ออ่อนจะมีสัดส่วนประมาณร้อยละ 24–32 ในเส้นใยเปลือกลำต้น เช่น ป่านลิกนิน ป่านมนิลา และปอ มีอยู่เล็กน้อยและแทบจะไม่มีเลยในเส้นใยฝ้าย ลิกนินเป็นสารประกอบพอลิเมอร์ไม่มีรูปผลึก จะเกาะกันอยู่ในชั้นระหว่างเส้นใย ดังรูปที่ 2.2 ซึ่งทำหน้าที่ยึดเกาะเส้นใยเข้าด้วยกัน และมีบางส่วนผสมอยู่ในเส้นใยด้วย โครงสร้างพื้นฐานของลิกนินคือ ฟีนิลโพรแพน (Phenylpropane) หรือสารประกอบไฮโดรคาร์บอน (Hydrocarbon) ที่มี Carbon 9 อะตอม ประมาณร้อยละ 65–67



รูปที่ 2.5 โครงสร้างโมเลกุลของลิกนิน
ที่มา : en.wikipedia.org/wiki/Lignin

ได้มีผู้ศึกษาถึงโครงสร้างของลิกนินได้สูตรเคมีเป็น $C_9H_{8.83}O_{2.37}(OCH_3)_{0.96}$ โดยมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ระหว่าง 3,000 – 30,000 ลิกนินและอนุพันธ์ของลิกนินสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวาง ดังนี้

2.1.5.1 ใช้เป็นสารยึดติด เช่น สารกันซึม สารเชื่อมติด และสารเคลือบ ในอุตสาหกรรมกระดาษ

2.1.5.2 ใช้ในด้านเคมีภัณฑ์เกษตร ได้แก่เคมีภัณฑ์ปรับปรุงดิน เคมีภัณฑ์ควบคุมฝูง ปุ๋ย ยาฆ่าแมลง ยากำจัดวัชพืช ใช้ในการหมัก และเป็นสารเติมแต่งในอุตสาหกรรมอาหารสัตว์ เป็นต้น

2.1.5.3 ใช้ทำเคมีภัณฑ์สำหรับผลิตน้ำให้บริสุทธิ์ และเคมีภัณฑ์ที่ใช้ในการบำบัดน้ำเสีย ได้แก่ สารพวก ion exchange

2.1.5.4 ใช้ผสมในซีเมนต์ เพื่อเพิ่มคุณสมบัติ เช่น ช่วยให้การแข็งตัวของซีเมนต์ดี เพิ่มความแข็งแรงคงทน

2.1.5.5 ใช้ในอุตสาหกรรมขุดเจาะน้ำมัน เช่น เป็น drilling fluids และ oil well sealants

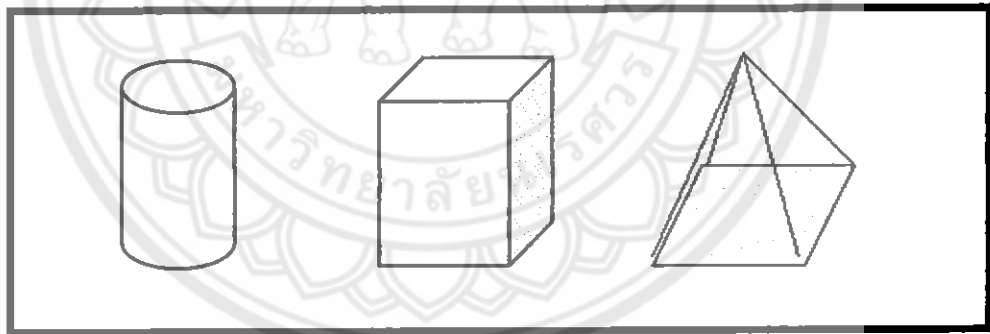
2.1.5.6 ใช้ในอุตสาหกรรมยาง เป็นสารเติมแต่ง สารเร่งปฏิกิริยา สารช่วยให้มีการยึดและสารช่วยให้ความเป็นพลาสติกดีขึ้น

2.1.5.7 ใช้เป็นสารช่วยกระจาย (dispersing agent) มีประโยชน์ในอุตสาหกรรมหลายอย่างเช่น การกำจัดหมึกในอุตสาหกรรมกระดาษ การขูดเคลือบ และอุตสาหกรรมสิ่งทอ ได้แก่ การฟอกย้อม เป็นต้น

2.1.5.8 ใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ เช่น อุตสาหกรรมฟอกหนังและอุตสาหกรรมแบตเตอรี่

2.1.6 รูปทรงแบบโมนอลิธ (Monolith)

รูปทรงแบบโมนอลิธนั้นมีความหมาย คือ รูปทรงแบบสามมิติที่ไม่จำกัดรูปร่าง อาทิเช่น รูปทรงกระบอก รูปทรงคิวบิก พีระมิด ฯลฯ ส่วนแล้วแต่เป็นรูปทรงแบบโมนอลิธ ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมวัสดุตั้งต้นที่ใช้สำหรับผลิตเป็นวัสดุที่มีรูพรุนแบบลำดับขั้นที่มีรูปทรงกระบอก โดยใช้แท่งอัด (ลักษณะของแท่งอัดจะแสดงอยู่ในวิธีการดำเนินการทดลอง) ในการขึ้นรูป



รูปที่ 2.6 รูปทรงโมนอลิธ

2.1.7 กระบวนการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis Process)

กระบวนการไฮโดรไลซิสเป็นปฏิกิริยาที่เป็นการแตกพันธะเคมีโดยการเติมน้ำ ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นระหว่างนิวเคลียสของน้ำ คือ ไฮโดรเจนไอออน (H^+) หรือหมู่ OH^- กับสารเคมีซึ่งจะเกิดการแลกเปลี่ยนกับกลุ่ม OH^- โดยสารประกอบอนุพันธ์ที่ได้จากกรดมักไวต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส [24]

ในงานนี้กระบวนการไฮโดรไลซิสจะเกิดที่ตัวของเซลลูโลส ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของไยบวบ ส่งผลให้โครงสร้างของเซลลูโลสเปลี่ยนแปลงแสดงดังรูปต่อไปนี้

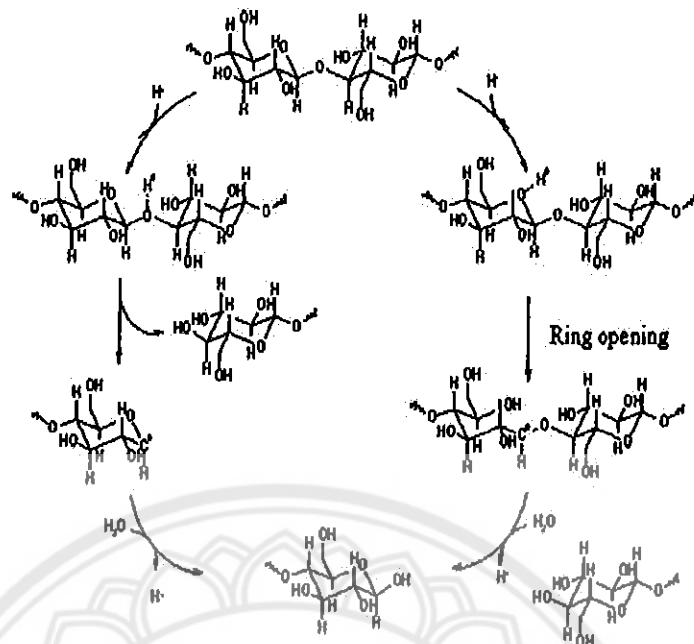


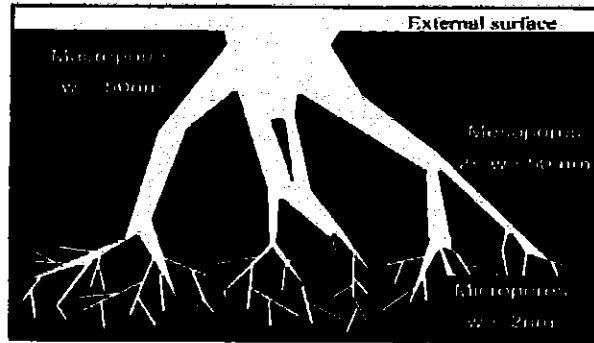
Fig. 1. Proposed mechanism for cellulose hydrolysis [35].

รูปที่ 2.7 การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดที่เกิดกับโมเลกุลเซลลูโลส ที่มา : Amandine Cabiac and groups (2011)

รูปที่ 2.7 แสดงรูปแบบการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ในงานวิจัยนี้ใช้กรดในการไฮโดรไลซิสเส้นใยบวบแห้งที่มีองค์ประกอบหลักเป็นเซลลูโลส โดยกระบวนการไฮโดรไลซิสนั้นเกิดขึ้น 3 ขั้นตอน เริ่มจากการที่ H⁺ จากกรดเข้ามาทำปฏิกิริยากับโครงสร้างเซลลูโลสมาจากกรด ซึ่งจะเหนี่ยวนำให้หมู่ O จับกับ H⁺ แล้วทำให้เกิดอิเล็กตรอนคู่โดดเดี่ยวของหมู่ C ทำให้วงแหวนของเซลลูโลสเปิด [26] เป็นผลให้โครงสร้างของเซลลูโลส จากที่เป็นวงแหวนเมื่อถูกไฮโดรไลซิสทำให้วงแหวนเปิดและโครงสร้างเปลี่ยนไป

2.1.8 วัสดุที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น (Hierarchical porous materials)

วัสดุที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างรูพรุนของไมโครพอร์ (Micropores) มีโซพอร์ (Mesopores) และแมโครพอร์ ที่เชื่อมต่อกัน โดยรูพรุนทั้งสามชนิดที่ได้กล่าวมานั้นเป็นรูพรุนระดับนาโนเมตร ไมโครพอร์เป็นรูพรุนที่มีขนาดน้อยกว่า 2 นาโนเมตร มีโซพอร์ (Mesopores) เป็นรูพรุนที่มีขนาด 2 นาโนเมตร ถึง 50 นาโนเมตร และแมโครพอร์ (Macropores) เป็นรูพรุนที่มีขนาดมากกว่า 50 นาโนเมตร

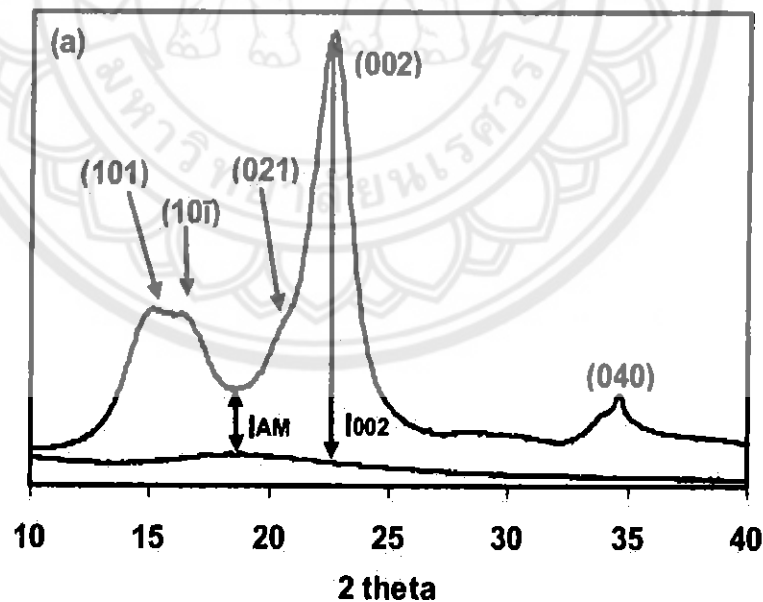


รูปที่ 2.8 ลักษณะของรพูนลำดับชั้น

ที่มา : Teresa J. Bandosz. (2006).

2.1.9 ร้อยละความเป็นผลึก (เซลลูโลส)

ในการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลสสามารถหาได้จาก การที่สารนั้นมีทั้งผลึกและอสัณฐาน (Amorphous) ซึ่งในการหาร้อยละความเป็นผลึกทำได้โดยการอัตราส่วนความเข้มชั้นส่วนที่เป็นผลึก และส่วนที่เป็นอสัณฐาน โดยส่วนที่เป็นผลึก คือส่วนที่มีความสูงของกราฟมากที่สุดหรือเป็นส่วนที่มีความเป็นผลึกสูง ส่วนที่เป็นอสัณฐาน คือส่วนที่ต่ำแหน่งของกราฟมีความแหลมน้อย ไม่เป็นรูปทรงแน่นอน หรือมีความเป็นเป็นอสัณฐาน [27]



รูปที่ 2.9 แสดงรูปแบบความเป็นผลึกและความเป็นอสัณฐานของเซลลูโลส

ที่มา : Sunkyu Park and groups. (2010)

โดยมีสูตรในการคำนวณ ดังนี้ [28]

$$\% \text{ Crystallinity} = \left(\frac{I_{002}}{I_{002} + I_{am}} \right) \times 100 \quad (2.1)$$

$$\text{Crystallinity Index (C.I.)} = \left(\frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \right) \quad (2.2)$$

เมื่อ I_{002} คือ ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งของกราฟแหลมมากที่สุดหรือมีความเป็นผลึกมากที่สุด

โดย 002 คือ ระนาบที่มีตำแหน่งของกราฟแหลมมากที่สุดหรือมีความเป็นผลึกสูง

I_{am} คือ ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งอสัณฐาน โดยในงานวิจัยต่างๆ ใช้ตรงองศาที่ประมาณ 18 [29, 30]

2.1.10 การทดสอบด้วยน้ำ

การทดสอบด้วยน้ำเป็นการทดสอบอย่างง่ายที่สามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่า เพื่อสังเกตการยึดติดของแท่งโมโนลิท ซึ่งแท่งโมโนลิทในงานนี้เป็นวัสดุที่ขึ้นรูปเป็นทรงกระบอก วัสดุดิบที่นำมาขึ้นรูปคือเส้นใยบวบแห้ง เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ต่อในงานตรงเอ็นโซมแบบขึ้นเดียว และเน้นโครงสร้างรูพรุนแบบทะลุถึงกันทั้งแท่ง เพื่อช่วยให้การถ่ายโอนมวลเกิดขึ้นได้มาก

2.2 การสำรวจเอกสารงานวิจัย

2.2.1 วิธีเตรียมวัสดุตั้งต้น และคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น (Preparation of Carbon Precursor with Hierarchical Porous Structure)

วัสดุตั้งต้นที่ใช้สำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นนั้น ในงานวิจัยที่ผ่านมาส่วนมากจะผลิตเป็นวัสดุโพลีเมอร์โดยใช้วัสดุดิบจากน้ำมันปิโตรเลียม ซึ่งน้ำมันปิโตรเลียมนั้นเป็นทรัพยากรที่มีจำกัดและมีค่าใช้จ่ายที่สูง ดังนั้นจึงมีงานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวกับการนำวัสดุชีว-มวล มาใช้เป็นวัสดุดิบตั้งต้นในการผลิตเป็นคาร์บอนรูพรุน ด้วยเหตุผลที่ว่าวัสดุชีวมวลนั้นเป็นวัสดุที่จัดหาได้ง่าย ราคาถูก และวัสดุชีวมวลบางชนิดนั้นก็เป็วัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตร ซึ่งจากการสำรวจเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์คาร์บอนรูพรุนนั้น มีดังนี้

F. Kurosaki และคณะ (2008) [1] ได้พัฒนาการสังเคราะห์การควบคุมรูปร่างของวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนสูงกว่าร้อยละ 80 และมีพื้นที่ผิวจำเพาะ 6,709 ตารางเมตรต่อกรัม โดยการสังเคราะห์จะให้ความร้อนแบบจุดวาบไฟของซีลี้อย (Flash Heating of Sawdust) และภายหลังการเตรียม (Treatment) ด้วยความร้อนอุณหภูมิต่ำ (380 องศาเซลเซียส) โดยการให้ความร้อนแบบจุดวาบไฟ (Flash) คือการเปลี่ยนแปลง

ลักษณะสัณฐานวิทยาของซีลีย์เพื่อสร้างโครงสร้างระดับไมโครของคาร์บอนอสัณฐาน และภายหลังการเตรียมด้วยความร้อนที่เพิ่มขึ้น ทำให้พื้นที่ผิวของส่วนที่ควบคุมรูพรong เพิ่มขึ้นเช่นกัน ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือ การเชื่อมขวาง (Cross-Linked) คาร์บอนที่ประกอบด้วยไมโครพอร์ (ขนาดรูพรongน้อยกว่า 2 นาโนเมตร) และมีโซพอร์ (รูพรongขนาด 5 นาโนเมตรถึง 50 นาโนเมตร) และยังมีแมโครพอร์ด้วย (รูพรongขนาดมากกว่า 50 นาโนเมตร) ซึ่งพบระหว่างการเชื่อมขวาง

Naiqin Zhao และคณะ (2012) [2] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรongแบบลำดับชั้นจากโครงสร้างของแกรไฟท์ โดยวิธีการสังเคราะห์นั้นใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เป็นแม่แบบ (Template) และใช้โลหะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นตัวสังเคราะห์ที่มีโซพอร์หรือไมโครพอร์โดยตรง และใช้กลุโคสกับเหล็กเป็นวัสดุตั้งต้นของคาร์บอนรูพรong โดยวิธี Graphitization ในการเร่งปฏิกิริยา ทำการวิเคราะห์การดูดซับ-คายซับของไนโตรเจน (Nitrogen Adsorption-Desorption Analysis) พบว่าอัตราส่วนโมลของวัสดุตั้งต้นที่เป็นโลหะกับวัสดุตั้งต้นที่เป็นคาร์บอน คือ 0.005-0.02 มีพื้นที่ผิวจำเพาะตั้งแต่ 498 ถึง 253 ตารางเมตรต่อกรัม

Kaisheng Xia และคณะ (2008) [3] ได้ศึกษาคาร์บอนที่มีรูพรongแบบลำดับชั้นเตรียมโดยการกระตุ้น (Activation) ด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) โดยนำมาใช้เป็นวัสดุทางไฟฟ้า สำหรับ Supercapacitor ตรวจสอบลักษณะเฉพาะโดยใช้เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และค่าการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจน (Nitrogen Adsorption-Desorption Analysis) ที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน โดยผลของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ทำให้มีการปรับปรุงลักษณะโครงสร้างให้เห็นอย่างชัดเจน พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาณของมีโซพอร์ (Mesopores) และไมโครพอร์ (Micropores) สำหรับตัวอย่างตรงตามคุณสมบัติที่ต้องการนั้น ได้ถูกเตรียมด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลา 6 ชั่วโมง จะให้ประสิทธิภาพที่ดี ได้ทำการตรวจสอบจากการวัดทางไฟฟ้าเคมีแสดงให้เห็นว่า การกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์นั้นนำไปสู่การแสดงประสิทธิภาพการเป็นตัวเก็บประจุ (Capacitive) ซึ่งพฤติกรรมของตัวเก็บประจุนั้นจะถูกนำมาประกอบลำดับชั้นโครงสร้างรูพรong (ไมโครพอร์มาก และการเชื่อมโยงของมีโซพอร์ กับรูพรongขนาด 3 - 4 นาโนเมตร) มีพื้นที่ผิวสูง (2749 ตารางเมตรต่อกรัม) ได้ปริมาตรรูพรongขนาดใหญ่ (2.09 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม) ซึ่งเป็นสมดุลงที่ดีระหว่าง ลักษณะรูพรongแบบไมโครพอร์ และมีโซพอร์

Adisak Siyasukh และคณะ (2008) [4] ได้เตรียมวัสดุคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น โดยใช้ลำดับขั้นตอนการเตรียม 2 ลำดับ ลำดับที่ 1 สังเคราะห์ แมคโครพอร์ที่มีรูพรุนเชื่อมถึงกัน จากกระบวนการโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-Get Polycondensation) โดยศึกษาผลของแม่แบบโซล-เจล ศึกษาความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา และศึกษากำลังของคลื่นอัลตราโซนิค (Ultrasonic Power) ต่อโครงสร้างได้ 624 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรของมีโซพอร์ 0.38 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และปริมาตรของไมโครพอร์ คือ 0.22 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม จากโมโนลิทที่ทำการกระตุ้นที่ 850 องศาเซลเซียส

Feng Zhang และคณะ (2009) [5] ทำการศึกษาเกี่ยวกับวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น (Hierarchical Porous Carbon) โดยใช้วัตถุดิบจากฟางข้าว (Rice Straw) โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่ความเข้มข้น 5, 9, 21 และ 22 โมลต่อลิตร เป็นสารกระตุ้น และทำการกระตุ้นด้วยแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง ผลที่ได้นั้นมีแนวโน้มไปในทางเดียวกัน คือ เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางรู และปริมาตรของรูพรุนนั้นเพิ่มขึ้นด้วย

2.2.2 การไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) วัสดุชีวมวล

การไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) เป็นการย่อยสลายพันธะเคมีโดยการเติมน้ำ ปฏิกิริยาส่วนใหญ่จะเกิดที่โมเลกุลของน้ำกับไอออนของสาร โดยสามารถแบ่งประเภทของการไฮโดรไลซิสได้ 3 ประเภทหลักๆ คือ การไฮโดรไลซิสเกลือ (Salt Hydrolysis) การไฮโดรไลซิสกรด (Acid Hydrolysis) และการไฮโดรไลซิสเบส (Base Hydrolysis) ซึ่งจากการสำรวจเอกสารงานวิจัยนั้น งานวิจัยส่วนมากนิยมใช้กรดในการไฮโดรไลซิส และการสำรวจเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวกับการไฮโดรไลซิสวัสดุชีวมวล ดังนี้

Lili Wang และคณะ (2011) [6] ได้ทำการเตรียมวัสดุตั้งต้นที่เรียกว่า ไฮโดรชาร์ (Hydrochar) โดยวิธีกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกและกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้นต่างกัน สำหรับสังเคราะห์เป็นคาร์บอนรูพรุนที่มีพื้นที่ผิวสูงถึง 2700 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนขนาดใหญ่ประมาณ 1.98 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม โดยไฮโดรชาร์ในที่นี้ คือ แกลบ (Rice Husk) ที่ผ่านการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ด้วยกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid) และกรดฟอสฟอริก (Phosphoric Acid) โดยวิธีดีไฮเดรชัน (Dehydration) พอลิเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) และคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) โดยคาร์บอนรูพรุนที่เตรียมโดยใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก นั้นมีความจุจำเพาะ 130 Fg^{-1} นอกจากนี้การเรียงตัวของอะตอมเหมือนธรรมชาติของแกรไฟต์ (Localized Graphitic Nature) ของคาร์บอนรูพรุนนี้ใช้วิธีตรวจวัดโดยรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

I. Romero และคณะ (2010) [7] ได้กล่าวถึงการประยุกต์ใช้งานของต้นมะกอก ซึ่งเป็นวัสดุชีวมวล เมื่อได้ทำการตัดแต่งกิ่งของต้นมะกอกแล้ว จะนำกิ่งของต้นมะกอกมาบดทิ้งหรือทำการเผา เนื่องด้วยต้นทุนทางเศรษฐกิจ และเรื่องของสิ่งแวดล้อม เนื่องด้วยปัญหานี้จึงได้นำต้นมะกอกมาเป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตน้ำตาล เพื่อเปลี่ยนเป็นเชื้อเพลิงเอทานอลโดยการไฮโดรไลซิสและการหมัก โดยใช้กรดในการไฮโดรไลซิส เพื่อสร้างแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ทำนายปริมาณเส้นใยและผลได้ของน้ำตาล โดยตัวแปรที่จะศึกษาคือความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกในช่วงร้อยละ 0-32 โดยน้ำหนักต่อน้ำหนัก ใช้อุณหภูมิในกระบวนการ 60–90 องศาเซลเซียส และเวลาในการไฮโดรไลซิส 0-240 นาที เพื่อหาสภาวะในการไฮโดรไลซิส โดยจากผลการศึกษาพบว่า ความเข้มข้นของกรดมีผลกับการไฮโดรไลซิสเส้นใยและผลได้ของน้ำตาล

Jun Seokkim และคณะ (2001) [8] ได้ศึกษาจลศาสตร์ของการไฮโดรไลซิสเซลลูโลส ภายใต้สภาวะที่เป็นกรดต่ำ (Extremely Low Acid: ELA) คือร้อยละ 0.07 โดยน้ำหนัก และที่อุณหภูมิมากกว่า 200 องศาเซลเซียส ตรวจสอบจลศาสตร์โดยเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ (Batch Reactor) และเครื่องปฏิกรณ์แบบ Bed-Shrinking FlowThrough (BSFT) จะมีค่าผลผลิตสูงสุดของกลูโคสที่ได้จากเครื่องปฏิกรณ์แบบกะประมาณร้อยละ 60 สำหรับเซลลูโลสที่อุณหภูมิ 205 และ 220 องศาเซลเซียส และค่าผลผลิตกลูโคสสูงสุดจากต้น poplar สีเหลืองในช่วงร้อยละ 26-50 เนื่องจากต้น Poplar สีเหลืองมีกลูโคสจำนวนมาก ปรากฏว่า น้ำตาลกลูโคสจำนวนมากควบแน่นกับสารที่ไม่ใช่กลูโคส ในรูปของของเหลว โดยอัตราการไฮโดรไลซิส กลูแคน (Glucan) ภายใต้สภาวะที่เป็นกรดต่ำจะไวต่ออุณหภูมิในการทดลองสำหรับสามพื้นผิว โดยสิ่งที่เกิดขัดแย้งกับแนวคิดดั้งเดิมของการย่อยสลายเซลลูโลส ซึ่งหมายถึง การไฮโดรไลซิสภายใต้สภาวะที่กรดต่ำ มีอิทธิพล และในการทดลองเครื่องปฏิกรณ์แบบ BSFT ผลผลิตของน้ำตาลได้ร้อยละ 87.5, 90.3 และ 90.8 ที่ได้จากต้น poplar สีเหลือง ที่อุณหภูมิ 205, 220 และ 235 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ซึ่งอัตราการไฮโดรไลซิสของกลูแคน ทั้ง 3 ครั้งเครื่อง BSFT สูงกว่าเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบกะ

P. Lenihan และคณะ (2010) [9] ได้ศึกษาถึงการสร้างเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการไฮโดรไลซิสด้วยกรดของสารชีวมวลที่เป็นเฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) ของเปลือกมันฝรั่ง โดยปฏิกิริยาของการเกิดไฮโดรไลซิสเกิดภายในที่เครื่องปฏิกรณ์แบบกะแรงดันสูง โดยใช้กรดฟอสฟอริกเจือจาง การวิเคราะห์อัตราการไฮโดรไลซิสสารชีวมวล (เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกโนเซลลูโลส) ทำโดยการใช้ HPLC (High-Performance Liquid Chromatography) จากผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยา คือ 5 และ 6 น้ำตาลคาร์บอน ซึ่งพารามิเตอร์ในกระบวนการศึกษา คืออุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์เคมีจาก 135–200 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของกรดจากร้อยละ 2.5-10 โดยน้ำหนักต่อ

น้ำหนัก และการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากเครื่องปฏิกรณ์ทำให้เห็นว่า การเปลี่ยนแปลงจากเซลลูโลสเป็นน้ำตาลกลูโคสสูง และถึงแม้จะมีการเปลี่ยนแปลง Arbinose ค่อนข้างต่ำเนื่องจากความไม่เสถียรภาพทางความร้อน ยังได้ผลผลิตน้ำตาลโดยรวมเป็นร้อยละ 82.5 ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ที่ 135 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของกรดร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อน้ำหนัก โดยการศึกษาครั้งนี้ทำให้ได้ตัวเลือกที่เป็นไปได้ในการผลิตน้ำตาลเพื่อสังเคราะห์เชื้อเพลิงชีวภาพ โดยต้นทุนต่ำและได้ผลผลิตน้ำตาลสูง

Mohamad Anas Nahil และคณะ (2012) [10] ได้ทำการเตรียมแอคติเวเต็ดคาร์บอน (Activated Carbon) จากลำต้นส่วนบนของต้นฝ้าย โดยใช้กรดฟอสฟอริกเป็นตัวกระตุ้น และผ่านกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ผ่านแก๊สไนโตรเจน ที่ความดันบรรยากาศ โดยทำการศึกษากลของอัตราส่วนของกรดฟอสฟอริกต่อต้นฝ้ายในช่วง 0.3–3:1 กรัมต่อกรัม และผลของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิระหว่าง 500–800 องศาเซลเซียส แล้วได้ทำการศึกษการสลายตัวและอัตราการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักที่อุณหภูมิต่างๆ ของวัสดุตั้งต้นในแต่ละอัตราส่วนของกรดฟอสฟอริก โดยผลของอัตราส่วนของกรดฟอสฟอริก และอุณหภูมิในการกระตุ้นกับผลของการดูดซับของแอคติเวเต็ดคาร์บอน ข้อมูลของพื้นที่ผิวได้ผลคือ ที่อัตราส่วน 0.3 และ 0.75 กรัมต่อกรัม เกิดไมโครพอร์จำนวนมาก และที่อัตราส่วน 1.5 และ 3 กรัมต่อกรัม เกิดมีโซพอร์จำนวนมาก และที่อุณหภูมิกระตุ้นสูงน้ำหนักของวัสดุตั้งต้นมีการสูญเสียน้อย

Hsu L.Y และคณะ (2000) [11] ได้ทำการเตรียมแอคติเวเต็ดคาร์บอน (Activated Carbon) จากถ่านหินปิทมัส โดยใช้ตัวกระตุ้นที่แตกต่างกัน ได้แก่ ซิงค์คลอไรด์ กรดฟอสฟอริก และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยได้ศึกษากลของอุณหภูมิที่ใช้ในการกระตุ้น (Activation) พบว่าที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ผลคือได้แอคติเวเต็ดคาร์บอนที่มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่ดีที่สุด คือ 960, 770 และ 3300 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ

จากการสำรวจงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุพรุนแบบลำดับชั้น และการไฮโดรไลซิสวัสดุชีวมวลนั้น ล้วนแล้วแต่เป็นชีวมวลลิกโนเซลลูโลส แต่การสำรวจงานวิจัยบางงานได้มีการเตรียมวัสดุสำหรับผลิตเป็นวัสดุพรุนแบบลำดับชั้นจากวัสดุอื่นๆ ด้วย แต่โดยส่วนมากจะนำวัสดุชีวมวลมาใช้ เนื่องจากมีราคาถูก สามารถจัดหาได้ง่าย และยังช่วยในเรื่องของสิ่งแวดล้อม จึงนำมาสู่งานวิจัยนี้ซึ่งเป็นการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นจากไยบวบแห้ง ซึ่งไยบวบแห้งนั้นจัดเป็นวัสดุลิกโนเซลลูโลส

บทที่ 3

วิธีดำเนินงาน

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

3.1.1 วัตถุดิบ

เส้นใยของใยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลม (*Luffa cylindrica*) ได้จากอำเภอแม่ทะ จังหวัดลำปาง

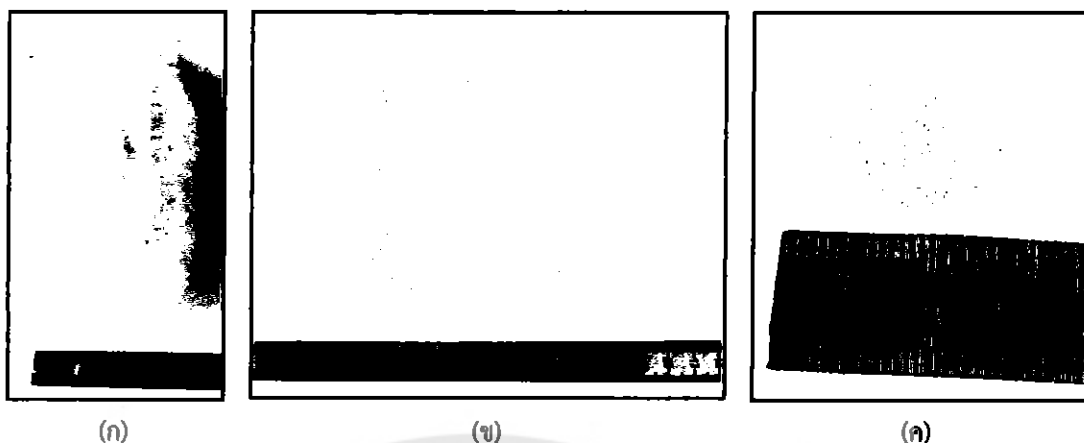
3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต / ความบริสุทธิ์	ใช้สำหรับ
H ₂ SO ₄ 96%	RCI LABSCAN LIMITED / 96%	การไฮโดรไลซิสเส้นใยบวบ
H ₃ PO ₄ 85%	Merck / 85%	การไฮโดรไลซิสเส้นใยบวบ
ZnCl ₂	Ajax Finechem Pty Ltd / 98%	การไฮโดรไลซิสเส้นใยบวบ
Sodium lauryl sulphate ; CH ₃ (CH ₂) ₁₁ OSO ₃ Na	Ajax Finechem Pty Ltd	ทำความสะอาดเส้นใยบวบ
Cellulose powder ; (C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	HIMEDIA	วิเคราะห์เปรียบเทียบคุณสมบัติของเส้นใยบวบในขั้นตอนไฮโดรไลซิส
Lignin, alkali	ALDRICH	วิเคราะห์เปรียบเทียบคุณสมบัติของเส้นใยบวบในขั้นตอนไฮโดรไลซิส
Hemicellulose	-	วิเคราะห์เปรียบเทียบคุณสมบัติของเส้นใยบวบในขั้นตอนไฮโดรไลซิส

3.2 วิธีดำเนินการทดลอง

ในการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับขั้นที่มีรูปร่างแบบโมนอลิทจากเส้นใยบวบแห้งด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสและอัดเส้นใยด้วยความร้อน สามารถแบ่งวิธีการทดลองได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ การเตรียมและทำความสะอาดเส้นใย (Pretreatment) การไฮโดรไลซิสเส้นใย (Hydrolysis) และการอัดเส้นใยด้วยความร้อน มีวิธีการโดยละเอียดดังนี้



รูปที่ 3.1 (ก) โยบวบแห้งที่ยังไม่ได้ตัดแกนออก

(ข) โยบวบแห้งด้านนอกและแกนด้านใน

(ค) โยบวบแห้งตัดเป็นวงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมและทำความสะอาดเส้นใย (Pretreatment)

มีลำดับขั้นตอน ดังนี้

3.2.1.1 นำโยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลมดังรูปที่ 3.1(ก) มาตัดแกนข้างในออก ดังรูปที่ 3.1(ข) ซึ่งจะใช้เฉพาะส่วนที่เป็นเส้นใยด้านนอกของโยบวบเท่านั้น

3.2.1.2 นำโยบวบที่ตัดแกนออกแล้วมาตัดให้เป็นวงกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 2 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.1(ค)

3.2.1.3 เตรียมสารละลายโซเดียมลอริลซัลเฟต (Sodium lauryl sulphate)

โดยชั่งสารโซเดียม ลอริล ซัลเฟต 0.2 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เพื่อนำมาทำความสะอาดโยบวบแห้ง

3.2.1.4 นำเส้นโยบวบแห้งมาใส่ในสารละลายโซเดียมลอริลซัลเฟต ให้ความร้อนโดยการต้มควบคุมอุณหภูมิที่ 60-65 องศาเซลเซียส

3.2.1.5 ล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นจนฟองของโซเดียมลอริลซัลเฟตหมดไป

3.2.1.6 อบแห้งโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 70 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่

3.2.2 ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสเส้นใย (Hydrolysis)

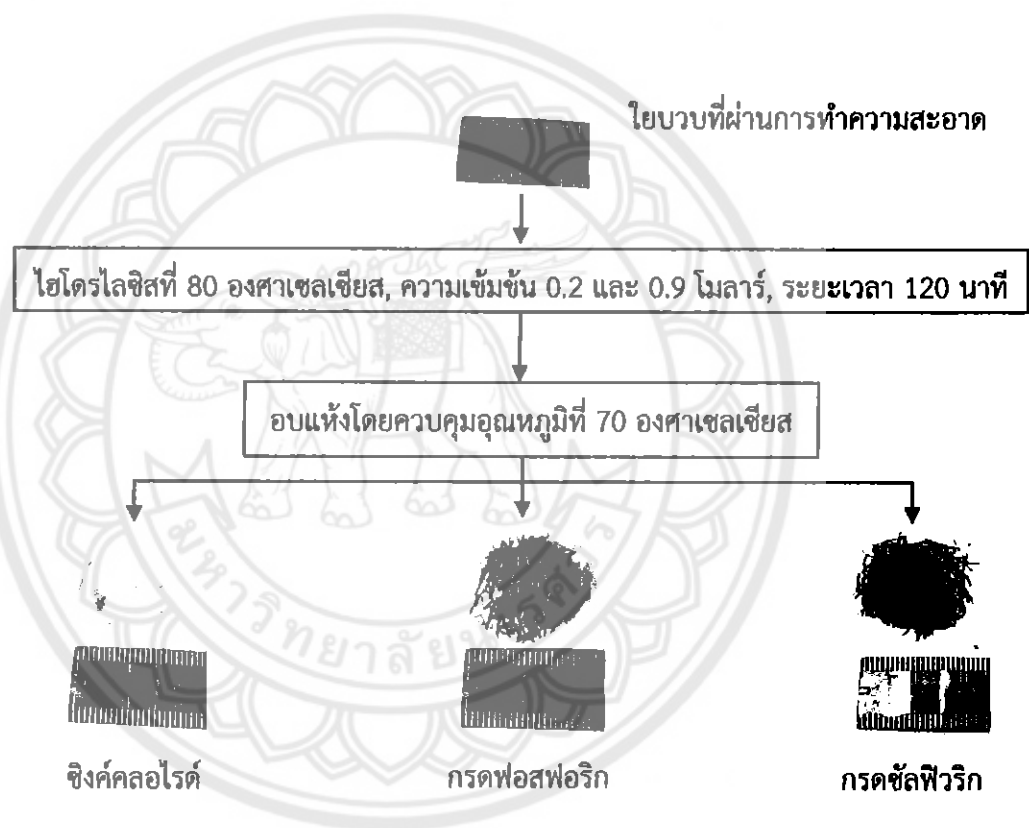
การไฮโดรไลซิสเส้นใยเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญต่อการเตรียมวัสดุตั้งต้น โดยมีขั้นตอนดังนี้

3.2.2.1 เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ โดยเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้น 0.2 และ 0.9 โมลาร์

3.2.2.2 ชั่งใยบวบที่ผ่านการทำความสะอาดแล้ว 5 กรัม นำสารละลายที่เตรียมไว้ใส่ในใยบวบ แล้วให้ความร้อนโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 80–85 องศาเซลเซียส ระยะเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส คือ 120 นาที ทำการไฮโดรไลซิสที่ความเข้มข้น 0.2 และ 0.9 โมลาร์

3.2.2.3 นำใยบวบมาใส่ในภาตสแตนเลส โดยเรียงใยบวบให้กระจายสม่ำเสมอทั่วทั้งภาต เพื่อที่ใยบวบจะได้แห้งโดยทั่วถึง แล้วนำไปอบแห้งในเตาอบ (Oven) จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ โดยควบคุมอุณหภูมิในการอบแห้งที่ 70 องศาเซลเซียส

ซึ่งลักษณะใยบวบก่อนการไฮโดรไลซิส ขั้นตอนการไฮโดรไลซิส และลักษณะของใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสแล้ว แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะใยบวบก่อนและหลังการไฮโดรไลซิส ขั้นตอนการไฮโดรไลซิส รวมถึงตัวแปรที่ทำการปรับเปลี่ยนในขั้นตอนการไฮโดรไลซิส

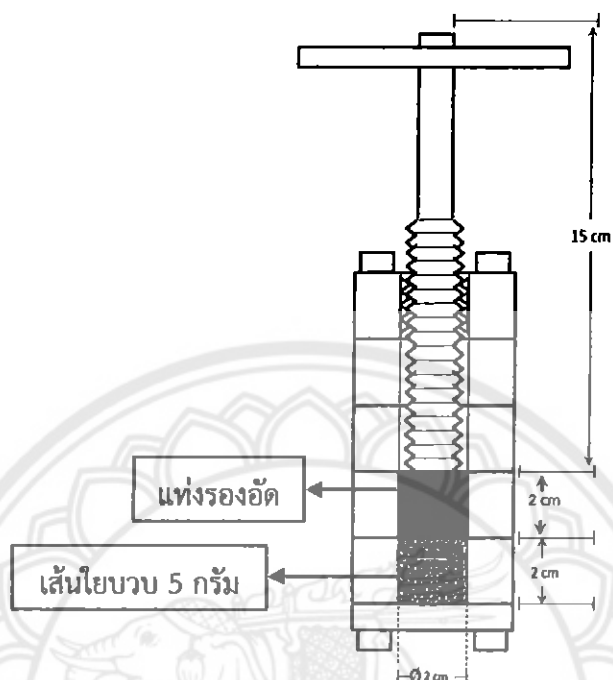
3.2.3 ขั้นตอนการอัดเส้นใยด้วยความร้อน

การอัดเส้นใยด้วยความร้อนนั้นเป็นขั้นตอนที่ขึ้นรูปเส้นใยให้เป็นโมโนลิท โดยมีการดำเนินงานดังนี้

3.2.3.1 ชั่งใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิส และอบแห้งแล้ว 5 กรัม

3.2.3.2 ใส่ใยบวบที่ชั่งลงในแท่งอัดที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร ระยะเวลาที่อัดลงไปให้ได้ความสูงของใยบวบเป็น 2 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.3

3.2.3.3 นำไปอบในเตาอบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการอบ 120 นาที นำแห้งใยบวบออกจากแท่งอัด



รูปที่ 3.3 ลักษณะของแท่งอัดและการบรรจุใยบวบภายในแท่งอัด

3.3 วิธีการตรวจวัดคุณลักษณะ (Characterization)

3.3.1 เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FT-IR)

ใช้สำหรับวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยบวบก่อนทำความสะอาด ก่อนการไฮโดรไลซิส (หรือหลังทำความสะอาด) หลังการไฮโดรไลซิส หลังการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน ซึ่งได้ทำการวิเคราะห์โดยเทคนิค KBr disc ที่ความยาวคลื่น $4,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$

3.3.2 เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffraction; XRD)

ใช้เพื่อการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกที่มีอยู่ในวัสดุตั้งต้น

3.3.3 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA)

ใช้สำหรับวิเคราะห์ลักษณะการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักในแต่ละช่วงอุณหภูมิ เพื่อศึกษาความเสถียรภาพของวัสดุตั้งต้น

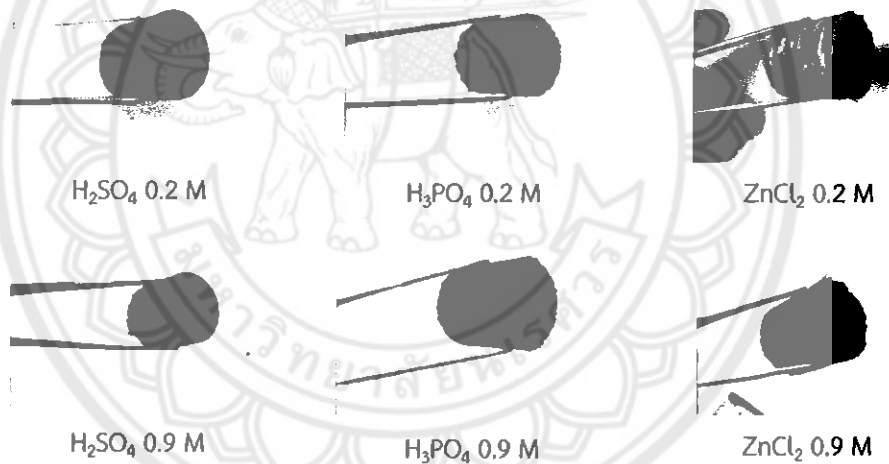
บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์

ในการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนรูพรุนลำดับขั้นรูปร่างเป็นโมนอลิท จากเส้นใยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลม โดยทำการไฮโดรไลซิสเส้นใยบวบก่อนนำมาอัดขึ้นรูปเส้นใยให้เป็นโมนอลิท โดยใช้ความร้อนในการอัดขึ้นรูป ผลการทดลองแบ่งออกเป็นส่วนๆ ดังต่อไปนี้

4.1 ผลของสารเคมีและความเข้มข้นที่มีผลต่อการขึ้นรูป

ในการทดลองได้ทำการไฮโดรไลซิสด้วยสารเคมีต่างชนิด 3 ชนิด คือกรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ ที่ความเข้มข้น 0.2 และ 0.9 โมลาร์ สารเคมีแต่ละชนิดและแต่ละความเข้มข้น ส่งผลต่อการขึ้นรูปที่ไม่เหมือนกัน สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 4.1



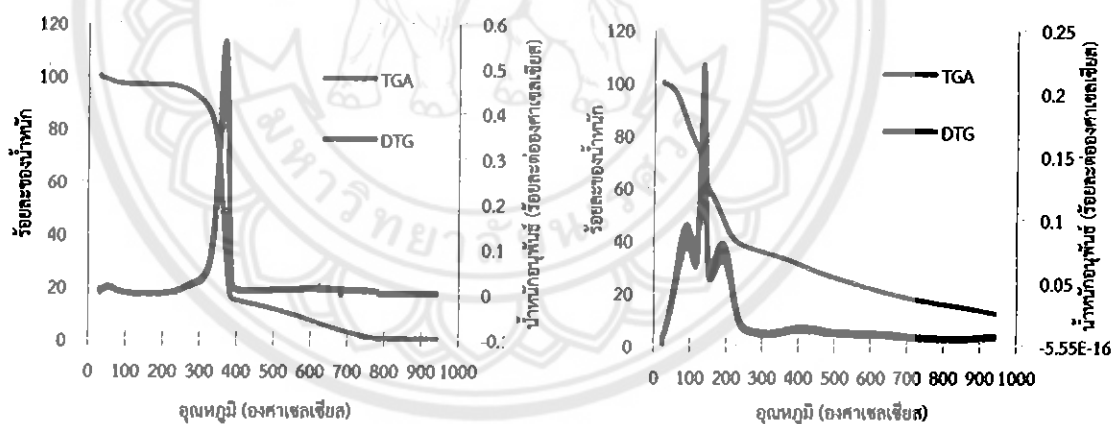
รูปที่ 4.1 ภาพใยบวบที่ผ่านการขึ้นรูปเป็นแท่งโมนอลิท โดยผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ ที่ความเข้มข้น 0.2 และ 0.9 โมลาร์

จากรูปที่ 4.1 แสดงให้เห็นผลจากการขึ้นรูปใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยสารเคมีต่างชนิดกัน ซึ่งในการทดลองที่ความเข้มข้นของสารเคมี 0.2 โมลาร์ เมื่อผ่านการขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส พบว่าในตัวอย่างที่เป็นซิงค์คลอไรด์สามารถขึ้นรูปได้ แต่โครงสร้างภายในไม่เกิดการเชื่อมติดกัน ซึ่งสังเกตเห็นจากใยบวบเกิดการอัดตัวกันเท่านั้นแต่ไม่เกิดการเชื่อมติดกัน และเมื่อทดสอบด้วยการแช่น้ำ พบว่าใยบวบเกิดการแตกออกจากกันและเสียรูป กรณีการใช้กรดฟอสฟอริก สามารถขึ้นรูปได้แต่ไม่สมบูรณ์เนื่องจากมีการแตกหักในบางตัวอย่างและในกรณีการใช้กรดซัลฟิวริกให้ผลการขึ้นรูปที่ดี การขึ้นรูปโดยใช้กรดที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ ของสารเคมีทั้ง 3 ชนิด ให้ผลการขึ้นรูป

ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้น 0.2 โมลาร์ อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาสมบัติทางกายภาพและความสามารถในการทำซ้ำ พบว่ากรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ สามารถขึ้นรูปโมโนลิทได้ดีที่สุด เนื่องจากเกิดการเชื่อมติดของโครงสร้างขึ้น ดังนั้นตัวอย่างที่ผ่านการขึ้นรูปเป็นแท่งโมโนลิทโดยการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ จะถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ต่อไป เช่น สมบัติทางด้านเคมี สมบัติทางด้านความร้อน และความเป็นผลึก เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการเป็นวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น โดยคุณสมบัติของแท่งโมโนลิทที่เตรียมได้นั้นภายในจะต้องเชื่อมติดกัน เนื่องจากต้องการนำไปประยุกต์ใช้ต่อเพื่อเป็นตัวรองรับรูปเอนไซม์ขึ้นเดี่ยว เน้นโครงสร้างรูพรุนแบบทะลุถึงกันทั้งแท่ง เพื่อช่วยให้การถ่ายโอนมวลเกิดขึ้นได้มาก

4.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อน

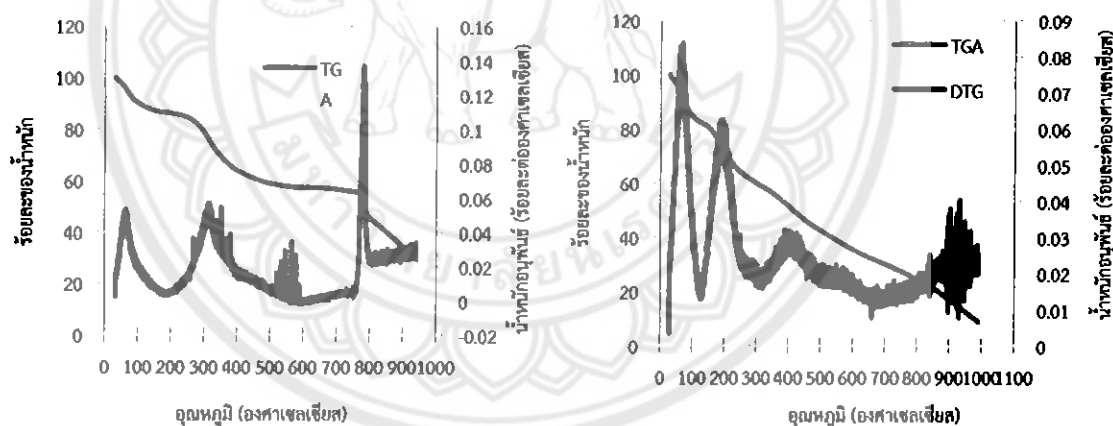
จากผลของการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA ภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจน อัตราการให้ความร้อนของเครื่องวิเคราะห์คือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ทำให้ได้ผลการวิเคราะห์ และสร้างกราฟ TGA (Thermogravimetric Analysis) และกราฟ DTG (Differential Thermal Analysis) ซึ่งเป็นกราฟอนุพันธ์ของกราฟ TGA ได้ดังรูปต่อไปนี้



รูปที่ 4.2 กราฟ TGA และ DTG ของ (ซ้าย) ผงเซลลูโลส และ (ขวา) ผงเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

รูปที่ 4.2 เป็นกราฟ TGA และ DTG ของผงเซลลูโลส และผงเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ พิจารณากราฟของผงเซลลูโลส ร้อยละของน้ำหนักเริ่มเกิดการลดลงในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส ที่ประมาณ 50 องศาเซลเซียส ร้อยละของน้ำหนักที่ลดลงนี้เป็นการเอาความชื้นออก [23] ที่ช่วงอุณหภูมิ 320 - 400 องศาเซลเซียส มีการลดลงของร้อยละของน้ำหนักเท่ากับร้อยละ 77 ของน้ำหนัก ซึ่งเป็นผลของการเสื่อมสลายของพันธะไฮโดรเจนภายในโมเลกุลของเซลลูโลส [23] พิจารณากราฟของผงเซลลูโลสที่ได้ผ่านการไฮโดรไลซิส

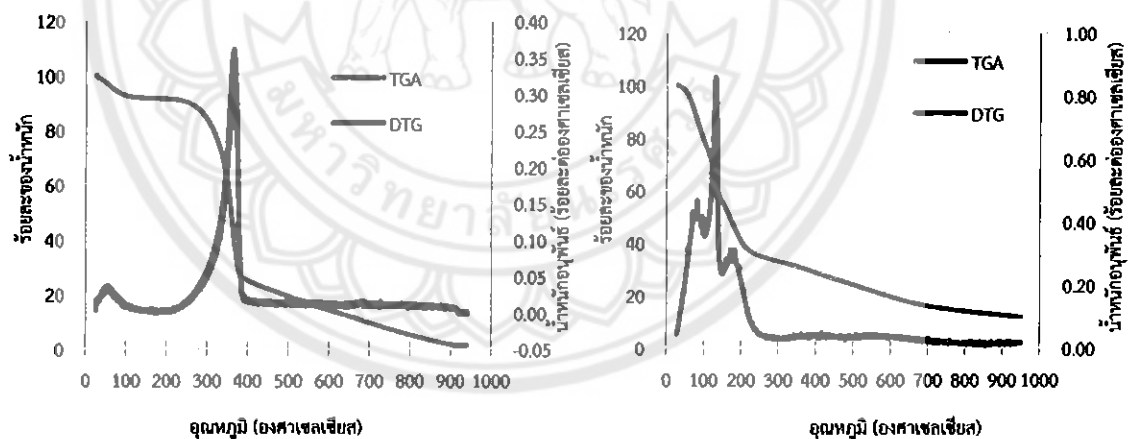
การเปลี่ยนแปลงของร้อยละของมวลนั้นเกิดขึ้นที่หลายๆ ช่วงอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สูงกว่าผงเซลลูโลส เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของร้อยละน้ำหนักในช่วงอุณหภูมินี้เป็นการเอาความชื้นออก ผงเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดฟอสฟอริกนั้นมีความชื้นที่มากกว่าผงเซลลูโลสธรรมดา ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักในช่วงอุณหภูมินี้ของผงเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสจึงใช้อุณหภูมิที่มากกว่าผงเซลลูโลสธรรมดา ในการเปลี่ยนแปลงร้อยละของน้ำหนัก คือ ที่อุณหภูมิ 150-180 องศาเซลเซียส เป็นการเสื่อมสลายของพันธะไฮโดรเจนที่อยู่ภายในโมเลกุลของเซลลูโลส ซึ่งอุณหภูมิของผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสนั้นต่ำกว่าอุณหภูมิของผงเซลลูโลสธรรมดา แสดงให้เห็นว่าเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดนั้นมีการเสื่อมสลายของพันธะไฮโดรเจนที่อุณหภูมิต่ำกว่า และการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนัก 180-240 องศาเซลเซียส เป็นการเสื่อมสลายขององค์ประกอบต่างๆ ที่อยู่ภายในโมเลกุลของเซลลูโลส ซึ่งอาจจะประกอบไปด้วยองค์ประกอบของเซลลูโลส และสารเคมีที่สามารถแทรกเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของ และอุณหภูมิหลังจากนั้นเซลลูโลสได้เกิดการเสถียรภาพทางความร้อน [23] การเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักจึงเกิดน้อยมากหรืออาจไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเลย ซึ่งผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสในช่วงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ยังคงเหลือร้อยละ 15 ของน้ำหนัก ส่วนผงเซลลูโลสธรรมดามีเหลือเพียงร้อยละ 0.1 เท่านั้น ซึ่งเป็นยืนยันว่าเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสนั้นมีเสถียรภาพทางความร้อนที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.3 กราฟ TGA และ DTG ของ (ซ้าย) ผงลิกนิน และ (ขวา) ผงลิกนินที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

รูปที่ 4.3 กราฟ TGA และกราฟ DTG ของผงลิกนิน และผงลิกนินที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ พิจารณากราฟของผงลิกนินธรรมดา เริ่มมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักที่อุณหภูมิ 40-140 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 10 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 200-400 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 30 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 500-600 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละน้ำหนักเพียงเล็กน้อย และที่อุณหภูมิ 80-800 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 30 ของน้ำหนัก ซึ่งการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักแต่ละ

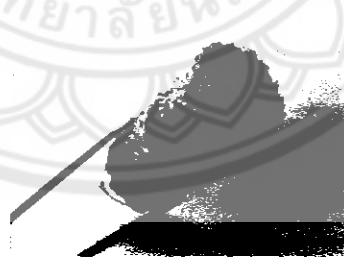
ช่วงของอุณหภูมิมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักที่สม่ำเสมอและเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่อง ในการพิจารณากราฟของผลิกนินที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก 0.9 โมลาร์ มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละของน้ำหนักเช่นเดียวกับผลิกนินธรรมดา โดยเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักที่อุณหภูมิ 40-140 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับผลิกนินธรรมดา มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 12 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 140-300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิที่ต่ำกว่าผลิกนินธรรมดา มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 22 ของน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 300-500 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่ต่ำกว่าผลิกนินธรรมดา มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 10 ของน้ำหนัก และที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เริ่มมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักที่น้อยมากหรืออาจไม่มีการเปลี่ยนแปลงเลย หากพิจารณาทั้งสองกราฟควบคู่กันแล้ว จะเห็นการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักของลิกนินอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอทั้งคู่ แต่อุณหภูมิของการเปลี่ยนแปลงของร้อยละน้ำหนักของลิกนินที่ผ่านการไฮโดรไลซิสใช้อุณหภูมิต่ำกว่าผลิกนินธรรมดา แสดงให้เห็นว่าการไฮโดรไลซิสด้วยกรดนั้นทำให้อุณหภูมิการเสื่อมสลายของลิกนินลดลง แต่หากดูภาพรวมของกราฟทั้งสองจะเห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงร้อยละของน้ำหนักที่สม่ำเสมอ และในช่วงสุดท้ายของอุณหภูมิ ผลิกนินธรรมดายังคงเหลือร้อยละ 30 ของน้ำหนัก ส่วนผลิกนินที่ผ่านการไฮโดรไลซิสยังคงเหลืออยู่ร้อยละ 10 ของน้ำหนัก ซึ่งเป็นผลมาจากที่โครงสร้างโมเลกุลของลิกนินนั้นเป็นโครงสร้างที่ซับซ้อน [22] ยกต่อการเสื่อมสลาย



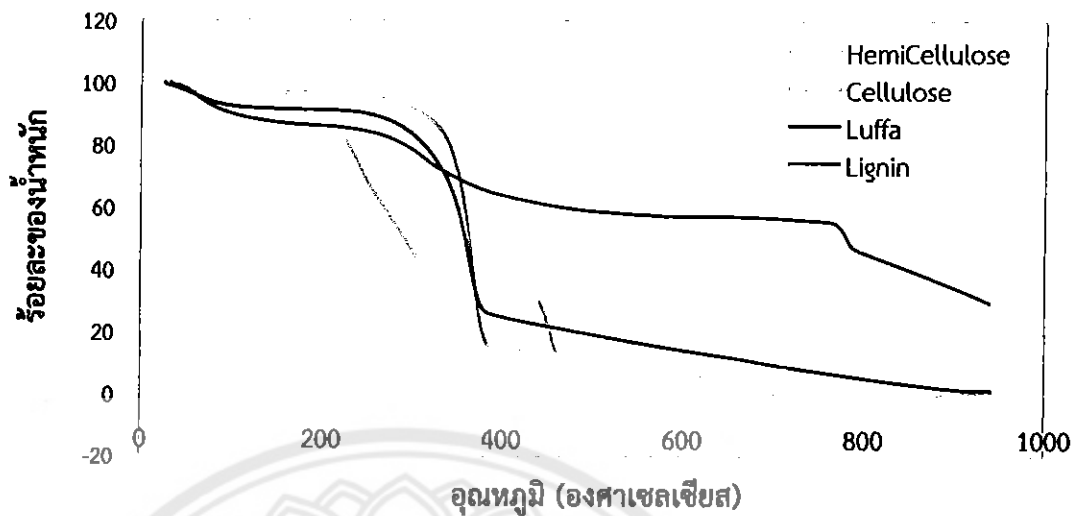
รูปที่ 4.4 กราฟ TGA และ DTG ของ (ซ้าย) โยบวบแห้ง และ (ขวา) โยบวบแห้งที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

รูปที่ 4.4 กราฟ TGA และ DTG ของเส้นโยบวบแห้ง และเส้นโยบวบแห้งที่ผ่านการไฮโดรไลซิส พิจารณากราฟโยบวบแห้งธรรมดา มีการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักในหลายช่วงอุณหภูมิ ที่ช่วงอุณหภูมิ 40-100 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 10 ของน้ำหนัก เป็นการเอาความชื้นออก ที่ช่วงอุณหภูมิ 220-390 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงร้อยละ 60 ของน้ำหนัก เป็นช่วงของการเสื่อมสลายของพันธะไฮโดรเจน และช่วงอุณหภูมิหลังจากนั้นโยบวบแห้งมีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของ

น้ำหนักเพียงเล็กน้อย แสดงถึงไยบวบเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงร้อยละของน้ำหนักเพียงเล็กน้อย ในการนำไยบวบแห้งมาทำการขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส พบว่าโครงสร้างหลังจากขึ้นรูปไม่สมบูรณ์ คือมีการแตกหักของแท่งโมนอลิทและไม่เกิดการยึดติดของโครงสร้าง ซึ่งอธิบายได้ว่าอุณหภูมิที่ใช้ขึ้นรูปต่ำกว่าอุณหภูมิที่ไยบวบมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ ซึ่งทำให้ไม่สามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกันหรือผสานกันได้ ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ต่อมาพิจารณากราฟไยบวบแห้งที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ มีการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 30 - 100 องศาเซลเซียส 100-180 องศาเซลเซียส และ 180-300 องศาเซลเซียส ซึ่งหากเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.2 กราฟ TGA และ DTG ของผงเซลลูโลส และผงเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ จะเห็นว่ากราฟของเซลลูโลสและไยบวบแห้งมีแนวโน้มที่ค่อนข้างคล้ายกัน ซึ่งเป็นผลที่ยืนยันว่าไยบวบนั้นมีองค์ประกอบของเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลัก ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงของไยบวบในแต่ละช่วงอุณหภูมิจึงมีการเปลี่ยนแปลงที่คล้ายกับเซลลูโลส พิจารณาในช่วงอุณหภูมิของการเปลี่ยนแปลงของร้อยละของมวล ช่วงที่เกิดการเปลี่ยนแปลงมวลของไยบวบมากที่สุดอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เห็นได้ว่าการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกจะส่งผลต่อเสถียรภาพทางความร้อนของไยบวบ กล่าวคือทำให้อุณหภูมิที่เกิดการย่อยสลายลดลงจาก 390 องศาเซลเซียส เหลือ 180 องศาเซลเซียส เมื่อนำไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกไปอัดขึ้นรูปเป็นแท่งโมนอลิท โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูป คือ 180 องศาเซลเซียส จะทำให้ได้แท่งโมนอลิทที่เกิดจากการยึดติดของโครงสร้างภายในได้เป็นอย่างดี เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูปคือ 180 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับอุณหภูมิไยบวบเริ่มเกิดการย่อยสลาย เมื่อทำการอัดแท่งขึ้นรูปจะทำให้โครงสร้างภายในแท่งโมนอลิทของไยบวบเกิดการยึดติดกันได้ดีขึ้น



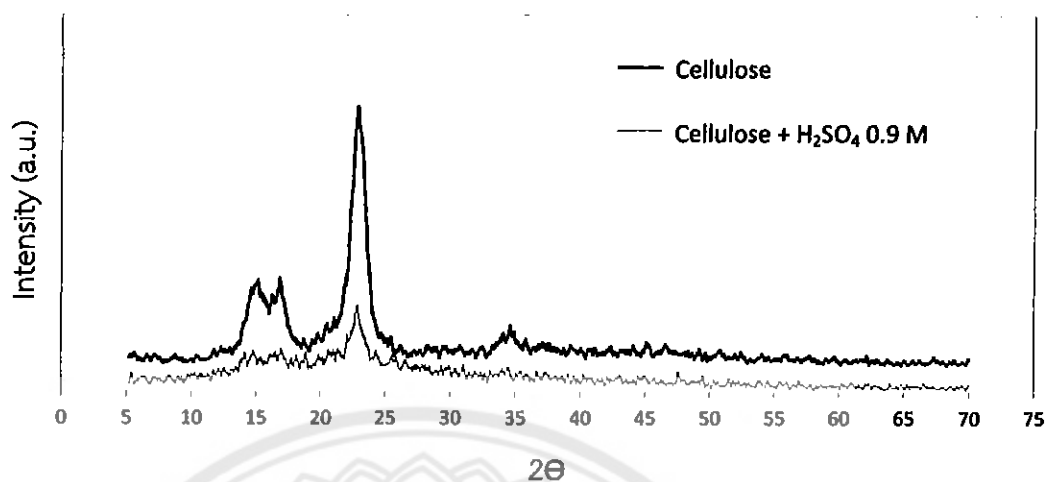
รูปที่ 4.5 แท่งโมนอลิทของไยบวบแห้ง



รูปที่ 4.6 กราฟ TGA ของเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และเส้นใยบวบแห้ง

จากรูปที่ 4.6 แสดงการเปรียบเทียบผล TGA ของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน และเส้นใยบวบแห้ง โดยเส้นใยบวบแห้งมีองค์ประกอบเป็น เซลลูโลสร้อยละ 60 เฮมิเซลลูโลสร้อยละ 30 และ ลิกนินร้อยละ 10 ขององค์ประกอบของใยบวบทั้งหมด [18] ผลการทดลองพบว่า ลิกนินมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ต่ำที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และเส้นใยบวบ กราฟ TGA ของเส้นใยบวบมีลักษณะคล้ายคลึงกับเซลลูโลส ที่อุณหภูมิเดียวกันเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสเกิดการย่อยสลายมากกว่าใยบวบ แสดงให้เห็นว่าเส้นใยบวบมีความเสถียรภาพทางความร้อนมากกว่าเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ซึ่งเป็นผลมาจากใยบวบมีองค์ประกอบของลิกนิน ลิกนินมีความเสถียรภาพทางความร้อนสูง จึงส่งผลทำให้เส้นใยบวบแห้งนั้นมีการเปลี่ยนแปลงของลักษณะกราฟที่คล้ายกับเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส แต่มีความเสถียรภาพที่ดีกว่าเพราะมีส่วนประกอบของลิกนินด้วย

4.3 เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

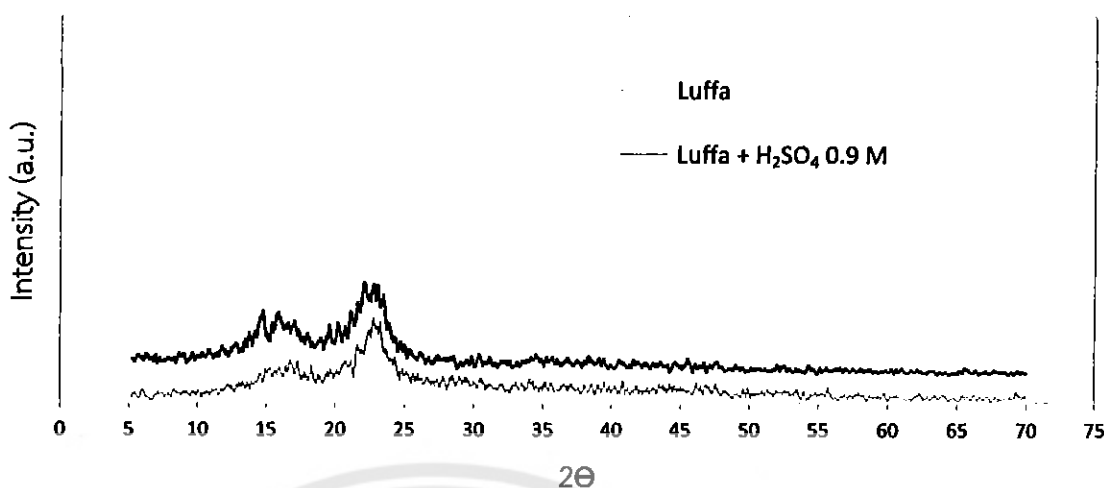


รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผงเซลลูโลส และผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

จากผลการวิเคราะห์พบว่า ตัวอย่างที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนแตกต่างจากผงเซลลูโลสบริสุทธิ์ องค์การที่เกิดการเลี้ยวเบนแสดงเพียงตำแหน่งองค์การที่ 22.75 ซึ่งสามารถบอกได้ว่า การไฮโดรไลซิสส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเซลลูโลส โดยสามารถดูได้จากร้อยละความเป็นผลึกที่เปลี่ยนไป ดังตารางที่ 4.1 ที่ร้อยละความเป็นผลึกของผงเซลลูโลสบริสุทธิ์ มีความเป็นผลึกถึงร้อยละ 93.13 แต่สำหรับผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ มีร้อยละความเป็นผลึกเพียง 85.48 เนื่องจากการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ ส่งผลให้โครงสร้างบางส่วนของเซลลูโลสเปลี่ยนแปลงหรือมีการสลายตัวของโครงสร้างบางส่วน ซึ่งเป็นผลให้โครงสร้างความเป็นผลึกของเซลลูโลสลดลง หรือเปลี่ยนเป็นอสัณฐานนั่นเอง

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส ในผงเซลลูโลสบริสุทธิ์และผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

ตัวอย่าง	% Crystallinity (% Cr)	Crystallinity Index (C.I.)
ผงเซลลูโลสบริสุทธิ์	93.13	0.93
ผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์	85.48	0.83



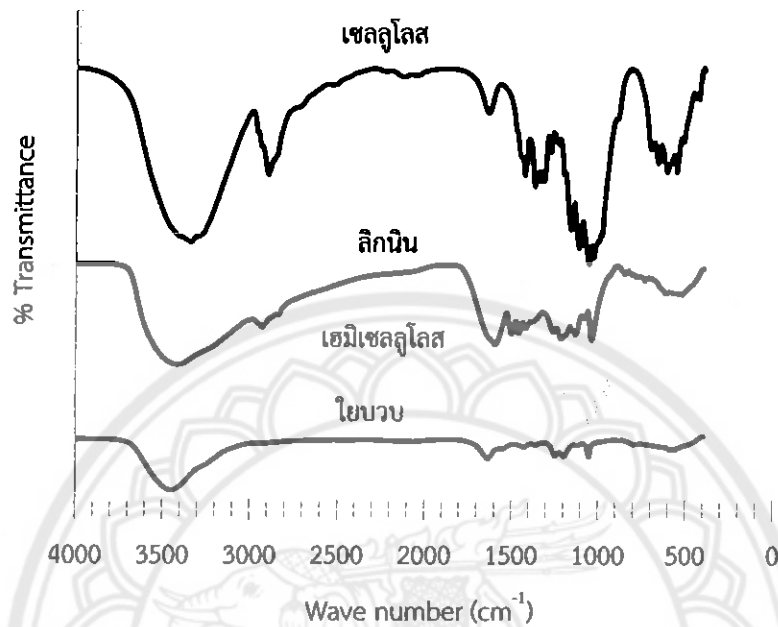
รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของไยบวบ และไยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

จากการวิเคราะห์พบว่า เมื่อพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สำหรับไยบวบและไยบวบที่ตรึงกรดซัลฟิวริก ในรูปที่ 4.8 พบว่าไยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ มีการเปลี่ยนแปลงต่างจากไยบวบธรรมดาตรงที่องศาต่างๆ หายไป หรือมีค่าเข้มของรังสีเอ็กซ์ลดลง อาจเป็นผลมาจากความเป็นผลึกของโครงสร้างหลักลดลง โดยโครงสร้างหลักของไยบวบคือเซลลูโลส จะแสดงได้ดังตาราง 4.2 ซึ่งแสดงร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส ทำให้เห็นชัดว่าความเป็นผลึกของโครงสร้างหลักในไยบวบลดลงจาก 82.24 เป็น 77.85 เมื่อถูกไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ ซึ่งเป็นผลมาจากความเป็นผลึกของโครงสร้างไยบวบ ที่มีส่วนประกอบหลักเป็นเซลลูโลส ลดลงหรือเปลี่ยนเป็นอสัณฐาน ซึ่งเป็นผลทำให้ เมื่อนำไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสแล้วไปขึ้นรูป จะสามารถทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันเพราะความเป็นผลึกของโครงสร้างลดลง กลายเป็นรูปแบบที่เหมาะสมสำหรับการอัดขึ้นรูป เนื่องด้วยการที่อะตอมแต่ละอะตอมจับกันเป็นโครงสร้างที่ไม่แน่นอน ทำให้มีโอกาสในการจับตัวกับอะตอมอื่น และทำให้เกิดการยึดติดกันใหม่ หลังจากผ่านการอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ได้

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส ในไยบวบและไยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

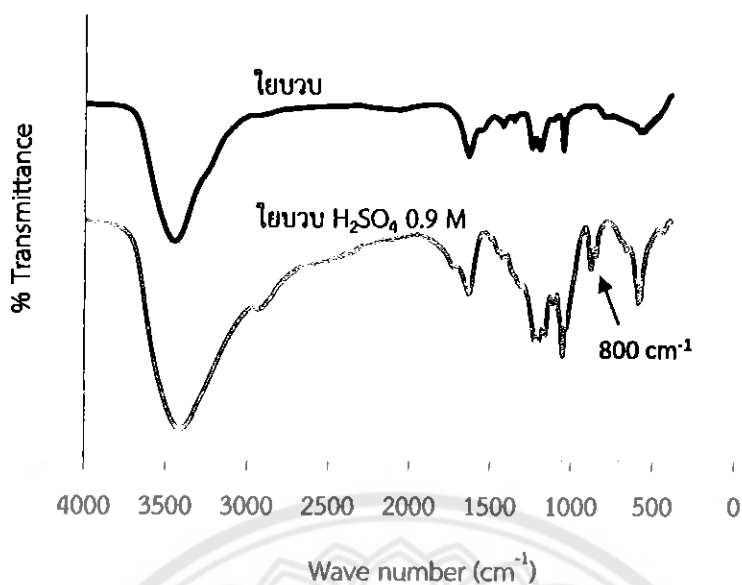
ตัวอย่าง	% Crystallinity (% Cr)	Crystallinity Index (C.I.)
ไยบวบ	82.24	0.78
ไยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์	77.85	0.71

4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางด้านเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์



รูปที่ 4.9 สเปกตรัม FTIR ของเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และไยบบวแห้ง

รูปที่ 4.9 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์พบว่า สเปกตรัมของเซลลูโลส ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส และไยบบวประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน คือ หมู่ไฮดรอกซี (O-H) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3500 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ O-H ของแอลกอฮอล์ เนื่องจากมีพีคร่วมที่ 1250 - 1050 cm^{-1} ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2900 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C-H ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1680 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C=C ของอัลคีน และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1050-1300 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C-O ซึ่งเส้นสเปกตรัมทั้งสี่เส้นมีพีคที่เป็นองค์ประกอบหลักที่เหมือนกัน ซึ่งชี้ให้เห็นว่าไยบบวมีองค์ประกอบของเซลลูโลส ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส



รูปที่ 4.10 สเปกตรัม FTIR ของโอบวบแห้ง และโอบวบแห้งที่ทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

รูปที่ 4.10 แสดงการวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ของโอบวบแห้งและโอบวบแห้งที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ พบว่าสเปกตรัมของโอบวบแห้งและโอบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน คือ หมู่ไฮดรอกซี (O-H) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3500 cm^{-1} ซึ่งเป็น O-H ของแอลกอฮอล์ เนื่องจากมีพีคร่วมที่ 1250–1050 cm^{-1} ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2900 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C-H ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2900 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C-H ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1680 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C=C ของอัลคีน และที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1050–1300 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ C-O ซึ่งเส้นสเปกตรัมทั้งสองเส้นมีช่วงพีคองค์ประกอบหลักที่เหมือนกัน แต่ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 800 cm^{-1} ของกราฟโอบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสเป็นพีคที่ไม่เกิดในโอบวบแห้งธรรมดา แสดงว่าการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกนั้นไม่ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางองค์ประกอบทางด้านเคมี แต่การไฮโดรไลซิสนั้นทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางด้านโครงสร้าง

บทที่ 5

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินโครงการ

จากการศึกษาการขึ้นอัดขึ้นรูปแท่งโมนอลิท โดยศึกษาถึงผลของสารเคมี ความเข้มข้นของสารเคมี โดยใช้ สารเคมี 3 ชนิด คือ กรดซัลฟิวริก กรดฟอสฟอริก และซิงค์คลอไรด์ ที่ 2 ความเข้มข้นคือ 0.2 และ 0.9 โมลาร์ เมื่อศึกษาทางลักษณะกายภาพ และความสามารถในการทำซ้ำของตัวอย่างสามารถสรุปได้ว่ากรดซัลฟิวริก ที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์ ให้ผลในการอัดขึ้นรูปด้วยความร้อนดีที่สุด และแท่งโมนอลิทที่ได้จากการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกเกิดการเชื่อมติดกันของโครงสร้างภายในได้ดีที่สุด โดยการเชื่อมติดกันภายในโครงสร้างเป็นผลจากการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ส่งผลให้อุณหภูมิในการย่อยสลายของโอบวบลดลง ซึ่งสอดคล้องกับอุณหภูมิที่ใช้ในการอัดขึ้นรูป คือ 180 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดการเชื่อมติดกันของโครงสร้าง ผลการวิเคราะห์ของเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน พบว่าการไฮโดรไลซิสส่งผลทำให้ความเป็นผลึกของโอบวบลดลง หรือมีความเป็นอสัณฐานมากขึ้น ซึ่งทำให้สามารถขึ้นรูปได้ดีกว่าโครงสร้างที่เป็นผลึกประกอบกัน และการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีพบว่า การไฮโดรไลซิสไม่ทำให้องค์ประกอบทางเคมีของโอบวบเปลี่ยนแปลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 เนื่องจากโอบวบแห้งที่ใช้ทำการทดลองต้องใช้โอบวบที่เหมือนกัน เพราะฉะนั้นการจัดหาโอบวบแห้งในแต่ละครั้งนั้น ต้องจัดหาคราวละมากๆ ซึ่งอาจทำให้เกิดความชื้นขึ้นได้ ส่งผลทำให้โอบวบแห้งเสียหาย ดังนั้นจึงต้องเก็บโอบวบแห้งไว้ในที่ที่แห้ง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Kurosaki, F., Koyanaka, H., Tsujimoto, M. and Imamura, Y. (2008). Shapecontrolled multi-porous carbon with hierarchical micro-meso-macro pores synthesized by flash heating of wood biomass. *Carbon*, 46, 850–857.
- [2] Zhao, N., Wu, S., He, C., Shi, C., Liu, E., Du, X. and Li, J. (2012). Hierarchical porous carbon with graphitic structure synthesized by a water soluble template method. *Materials Letters*, 87, 77–79.
- [3] Xia, K., Gao, Q., Jiang, J. and Hu, J. (2008). Hierarchical porous carbons with controlled micropores and mesopores for supercapacitor electrode materials. *Carbon*, 46, 1718–1726.
- [4] Siyasukh, A., Maneeprom, P., Larpkittaworn, S., Tonanon, N., Tanthapanichakoon, W., Tamon, H. and Charinpanitkul, T. (2008). Preparation of a carbon monolith with hierarchical porous structure by ultrasonic irradiation followed by carbonization, physical and chemical activation. *Carbon*, 46, 1309–1315.
- [5] Feng, Z., Kai-Xue, W., Guo-Dong, L. and Jie-Sheng, C. (2009). Hierarchical porous carbon derived from rice straw for lithium ion batteries with high rate performance. *Electrochemistry Communications*, 11, 130–133.
- [6] Wang, L., Guo, Y., Zou, B., Rong, C., Ma, X., Qu, Y., Li, Y. and Wang, Z. (2011). High surface area porous carbons prepared from hydrochars by phosphoric acid activation. *Bioresource Technology*, 102(2), 1947–1950.
- [7] Romero, I., Ruiz, E., Castro, E. and Moya, M. (2010). Acid hydrolysis of olive tree biomass. *Chemical engineering research and design*, 88, 633–640.
- [8] Kim, J. S., Lee, Y. Y. and Torget, R. W. (2001). Cellulose Hydrolysis Under Extremely Low Sulfuric Acid and High-Temperature Conditions. **Humana Press Inc.**
- [9] Lenihan, P., Orozco, A., O'Neill, E. O., Ahmad, M. N. M., Rooney, D. W. and Walker, G. M. (2010). Dilute acid hydrolysis of lingocellulosic biomass. *Chemical Engineering Journal*, 156, 395–403.
- [10] Nahil, M. A. and Williams, P. T. (2012). Pore characteristics of activated carbons from the phosphoric acid chemical activation of cotton stalks. *Biomass and Bioenergy*, 37, 142–149.

- [11] Hsu, L.Y. and Teng, H. (2000). Influence of different chemical reagents on the preparation of activated carbons from bituminous coal. *Fuel Processing Technology*, 64, 155–166.
- [12] Bandosz, T. J., (2006). Activated Carbon Surface in Environmental. ELSEVIER.
- [13] Kim, S. H. (2011). Cellulose in plant cells and lignocellulosic biomass. Department of Chemical Engineering.
- [14] สิริกุล วะสี. (2548). นิทรรศการวิชาการในงานวันเกษตรแห่งชาติ: เกษตรนำชาติ ศาสตร์ที่ยั่งยืน คีรติพยากรสู่ชุมชน. ศูนย์วิจัยพืชผักเขตร้อน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- [15] Howard, G.L., Abotsi, E., Rensburg, J. V. and Howard, S. (2003). Lignocellulose Biotechnology: Issues of bioconversion and enzyme production. *African Journal of Biotechnology*, 2.
- [16] จุฑารัตน์ พงษ์โนรี. (2547). การสกัดเซลลูโลสจากซังข้าวโพด. วิทยานิพนธ์ปริญญาโท วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาอุตสาหกรรมเกษตร บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยนเรศวร.
- [17] John, P. (1992). Biosynthesis of the Major Crop Products. New York: John Wiley and Sons.
- [18] Ghali, L., Msahli, S., Zidi, M. and Sakli, F. (2009). Effect of Pre-treatment of Luffa fibres on the structural properties. *Materials Letters*, 63, 61–63.
- [19] อนุกุล จันท์แก้ว, ตะวัน ฉัตรสูงเนิน และธวัชชัย จิตจาง. (2551). การผลิตเอทานอลจากการย่อยสลายวัสดุเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมแปรรูปไม้ จังหวัดแพร่. สาขาเทคโนโลยีชีวภาพ มหาวิทยาลัยแม่โจ้-แพร่ เฉลิมพระเกียรติ.
- [20] ผศ.ดร.พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์ และศ.ดร.นิธิยา รัตนาปนนท์. (2553). *เฮมิเซลลูโลส*. Food Network Solution.
- [21] Sing, A. And Mishra, P. (1995). *Microbial Pentose Utilization: Current Application in Biotechnology*. Amsterdam: Elsevier Science B.V.
- [22] ธิติ เขียวชาญวิทย์. (2544). ลิกนิน. *กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี*.
- [23] Zun-li, M., Zhong-li, Z., Hong, C., Gui-ping, N. and Hua-feng, S. (2009). Heterogeneous preparation of cellulose–polyaniline conductive Composites with cellulose activated by acids and its electrical properties. *Carbohydrate Polymers*, 75, 662.
- [24] คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. อินดิเคเตอร์ กลีโคและสารละลายบัฟเฟอร์, มหาวิทยาลัยกรุงเทพ.

- [25] Cabiac, A., Guillona, E., Chambon, F., Pinel, C., Rataboul, F. and Essayem, N. (2011). Cellulose reactivity and glycosidic bond cleavage in aqueous phase by catalytic and non catalytic transformations, **Applied Catalysis A : General**, 402, 1–10.
- [26] Xiang, Q., Lee, Y. Y., Pettersson, P. O. and Torget, R. W. (2003). Heterogeneous Aspects of Acid Hydrolysis of α -Cellulose. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, 107, 505-513.
- [27] Scintag, Inc. (1999). **Basics of X-ray Diffraction**. Retrieved March 1, 2013, from www.scintag.com.
- [28] Chauhan, A. and Kaith, B. (2011). X-Ray Diffraction Studies and Assessment of Roselle Graft-Copolymers. **Malaysian Polymer Journal**, 6, 155-164.
- [29] Park, S., Baker, J. O., Himmel, M. E., Parilla, P. A. and Johnson, D. K. (2010). Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance. **Biotechnology for Biofuels**, 3, 10.
- [30] Gurgel, L. V. A., Marabezi, K., Ramos, L. A. and Curvelo, A. A. S. (2012). Characterization of depolymerized residues from extremely low acid hydrolysis (ELA) of sugarcane bagasse cellulose: Effects of degree of polymerization, crystallinity and crystallite size on thermal decomposition. **Industrial Crops and Products**, 36, 560–571.



ภาคผนวก ก
ตัวอย่างการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส

ตัวอย่างการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลส

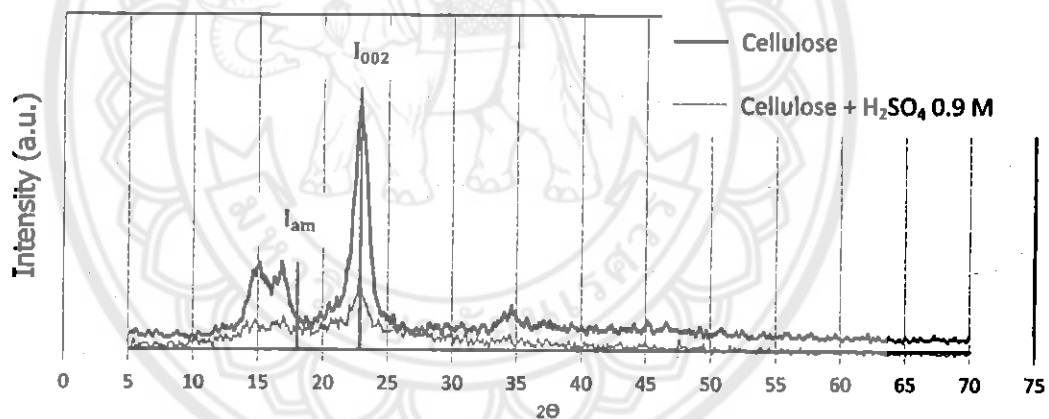
การคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของเซลลูโลสสามารถทำได้จากวิธีของกราฟ โดยหาค่า I_{am} และ I_{002} จากกราฟ แล้วนำค่าที่ได้มาคำนวณในสูตรการคำนวณดังนี้ [27]

$$\% \text{ Crystallinity (\% Cr)} = \left(\frac{I_{002}}{I_{002} + I_{am}} \right) \times 100 \quad (\text{ก.1})$$

$$\text{Crystallinity Index (C. I.)} = \left(\frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \right) \quad (\text{ก.2})$$

เมื่อ I_{002} คือ ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งของกราฟแหลมมากที่สุดหรือมีความเป็นผลึกมากที่สุด โดย 002 คือ ระนาบที่มีตำแหน่งของกราฟแหลมมากที่สุดหรือมีความเป็นผลึกสูง

I_{am} คือ ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งออสันฐาน โดยในงานวิจัยต่างๆ ใช้ตรงองศาที่ประมาณ 18 [28, 29]



รูปที่ ก.1 กราฟแสดงวิธีการหาตำแหน่งผลึกและตำแหน่งออสันฐานของ

เริ่มจากปรับฐานกราฟที่องศาเริ่มต้นให้เท่ากัน ให้สามารถเปรียบเทียบความสูงได้ หลังจากนั้นแนวฐานเพื่อหา ตำแหน่ง I_{002} เป็นจุดสูงสุดของกราฟแล้วหาตำแหน่ง I_{am} โดยในการหาตำแหน่งออสันฐานนี้จำเป็นที่จะต้องหาหลายจุดเนื่องจากข้อมูลมีความถี่ ทำให้เห็นกราฟได้ไม่ชัดเจน จึงต้องใช้ข้อมูลหลายจุดในการคำนวณหาตำแหน่งออสันฐานแล้วจึงหาค่าเฉลี่ย ในทุกตัวอย่างจะใช้วิธีเดียวกันในการคำนวณ จะได้ข้อมูลดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ ก.1 แสดงข้อมูลการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของผงเซลลูโลส

peak	a	b	c	d	e	sum	average	SD
I_{am} (cm)	0.4	0.3	0.25	0.4	0.5			
I_{002} (cm)	5	5	5	5	5			
% Cr	92.59	94.34	95.24	92.59	90.91	465.67	93.13	1.69
C.I.	0.92	0.94	0.95	0.92	0.90	4.63	0.93	0.02

ตารางที่ ก.2 แสดงข้อมูลการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของผงเซลลูโลสที่ไฮโดรไลซิส
ด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

Peak	a	b	c	d	e	sum	average	SD
I_{am} (cm)	0.3	0.2	0.35	0.3	0.3			
I_{002} (cm)	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7			
% Cr	85.00	89.47	82.93	85.00	85.00	427.40	85.48	2.41
C.I.	0.82	0.88	0.79	0.82	0.82	4.15	0.83	0.03

ตารางที่ ก.3 แสดงข้อมูลการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของไยบวบ

peak	a	b	c	d	e	sum	average	SD
I_{am} (cm)	0.5	0.3	0.25	0.4	0.35			
I_{002} (cm)	1.65	1.65	1.65	1.65	1.65			
% Cr	76.74	84.62	86.84	80.49	82.50	411.19	82.24	3.88
C.I.	0.70	0.82	0.85	0.76	0.79	3.91	0.78	0.06

ตารางที่ ก.4 แสดงข้อมูลการคำนวณร้อยละความเป็นผลึกของไยบวบที่ไฮโดรไลซิส
ด้วยกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.9 โมลาร์

peak	a	b	c	d	e	sum	average	SD
I_{am} (cm)	0.4	0.7	0.35	0.5	0.5			
I_{002} (cm)	1.7	1.7	1.7	1.7	1.7			
% Cr	80.95	70.83	82.93	77.27	77.27	389.26	77.85	4.62
C.I.	0.76	0.59	0.79	0.71	0.71	3.56	0.71	0.08

โดยที่ตำแหน่ง a, b, c, d และ e ของทุกกราฟ คือตำแหน่งอสมฐานของแต่ละกราฟ ซึ่งอยู่ในช่วงประมาณองศาที่ 18 แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย

