

## บทที่ 2 การทดลองและผลการทดลอง

การเตรียมแกลบ ตัวอย่างแกลบที่ใช้ในการทดลองทุกครั้ง ล้างให้สะอาด และผึ่งแดดให้แห้ง

### 2.1 วิธีวิเคราะห์หาความชื้น (moisture) ในแกลบแห้ง

ตัวอย่างแกลบที่สะอาดแล้วตากแดด 2 แดด ชั่งตัวอย่างแกลบ 2 กรัม ใน glass stop weighing bottle ทำให้ตัวอย่างแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ  $60^{\circ} - 80^{\circ} \text{C}$  12 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นใน desiccator จนถึงอุณหภูมิห้อง นำไปชั่ง ทำเช่นนี้ทุก 12 ชั่วโมง จนน้ำหนักคงที่ (ดูตารางที่ 2.1) คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ moisture ในแกลบแห้ง

ตารางที่ 2.1 แสดงน้ำหนักแกลบหลังอบทุก 12 ชั่วโมงที่  $t = 60^{\circ} - 80^{\circ} \text{C}$

| ชั่งครั้งที่ | น้ำหนักแกลบ(กรัม) | ชั่งครั้งที่             | น้ำหนักแกลบ(กรัม) |
|--------------|-------------------|--------------------------|-------------------|
| 1            | ก่อนอบ 2.0000     | 6                        | 1.7902            |
| 2            | 1.8047            | 7                        | 1.7906            |
| 3            | 1.8073            | 8                        | 1.7872            |
| 4            | 1.7978            | 9                        | 1.7917            |
| 5            | 1.7981            | เฉลี่ย<br>(ครั้งที่ 6-9) | 1.7899            |
|              |                   | (น้ำหนักคงที่)           |                   |

หมายเหตุ ใน desiccator ใช้ fused  $\text{CaCl}_2$  เป็นสารดูดความชื้น

### การคำนวณ

$$\text{น้ำหนักความชื้นในแกลบ} = 2.0000 - 1.7899 = 0.2102 \text{ กรัม}$$

$$\% \text{ ความชื้นในแกลบ} = \frac{100 \times 0.2101}{2} = 10.505$$

## 2.2 วิธีวิเคราะห์หา ash ในแกลบ โดยวิธี Tappi standard T211m-58(3)

อบ crucible พร้อมฝาปิดที่อุณหภูมิ  $100^{\circ} - 110^{\circ} \text{C}$  ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักที่ ชั่งตัวอย่างแกลบแห้ง 2 กรัม ใน crucible เติมน้ำตาลทรายขาวฟอสฟอรัส จนตัวอย่างใหม่เป็น carbon (สีดำ) หมด ปิด crucible แล้วเผาใน muffle ที่อุณหภูมิ  $575 \pm 25^{\circ} \text{C}$  7 ชั่วโมง จนกระทั่งได้ ash สีขาว ทิ้งให้เย็นใน desiccator จนถึงอุณหภูมิห้อง ชั่งน้ำหนัก (น้ำหนักที่เพิ่มคือ น้ำหนัก ash) คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ ash

ผลจากการทดลอง 2 ตัวอย่าง ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงปริมาณน้ำหนักของ ash ในแกลบหนัก 2 กรัม

| ตัวอย่างที่ | น้ำหนัก ash (กรัม) |
|-------------|--------------------|
| 1           | 0.3492             |
| 2           | 0.3490             |
| เฉลี่ย      | 0.3491             |

หมายเหตุ ใน desiccator ใช้ fused  $\text{CaCl}_2$  เป็นสารดูดความชื้น

การคำนวณ  $\% \text{ ash ในแกลบ} = \frac{100 \times 0.3491}{(2.0000 - 0.2102)} = 19.50$

(แกลบแห้ง มีความชื้น = 10.505 %)

## 2.3 วิธีวิเคราะห์หา lignin ในแกลบตามวิธี Tappi standard T222 m-54(3)

ชั่งตัวอย่างแกลบที่แห้งและสะอาด 2 กรัม ใส่ thimble extract ด้วย benzene/ethanol(2|1) โดยปริมาตรใน soxhlet extractor 5-6 ชั่วโมง เพื่อกำจัด fat และ oil ฝั่งตัวอย่างใน thimble จนแห้งด้วยอากาศที่อุณหภูมิห้อง แล้วถ่ายใส่ปิกรเกอร์ขนาด 250 ml ที่มี watch glass ปิด เติมน้ำ  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (40 ml) ที่อุณหภูมิ  $12-15^{\circ} \text{C}$  คนด้วย stirring rod แต่ไม่ต้องตลอดเวลา ถ่ายใส่ flask ขนาด 2 ลิตร เติมน้ำกลั่น 1.5 ลิตร แล้ว reflux 4 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้ตก

ตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน กรองและอบตะกอนที่  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  12 ชั่วโมง  
ทำให้เย็นใน desiccator อบและชั่งจนน้ำหนักคงที่

ผลจากการทดลอง 2 ตัวอย่าง ได้ตะกอนเป็นผงละเอียดสีน้ำตาลเข้ม

ตารางที่ 2.3 แสดงปริมาณน้ำหนัก lignin จากตัวอย่างแกลบครั้งละ 2 กรัม

| ตัวอย่าง      | น้ำหนัก lignin (กรัม) |
|---------------|-----------------------|
| 1             | 0.6412                |
| 2             | 0.6576                |
| น้ำหนักเฉลี่ย | 0.6494                |

หมายเหตุ ใน desiccator ใช้  $\text{CaCl}_2$  fused เป็นการดูดความชื้น

การคำนวณ

$$\% \text{ lignin ในแกลบ} = \frac{100 \times 0.6494}{(2.0000 - 0.2102)} = 36.2833$$

$$(\text{แกลบแห้งมีความชื้น} = 10.505 \%)$$

หมายเหตุ การเตรียมน้ำยา 72 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ที่มี specific gravity 1.6371<sup>(8)</sup>

โดยตวง Conc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ขน 96.8 % หรือที่มี specific gravity = 1.84

(665 ml) แล้วทำให้เป็นสารละลาย 1000 ml ในการทดลองครั้งนี้ สารละลาย

72 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ถือเป็น standard solution ในการแยก lignin ในทาง quantitative<sup>(7,8)</sup>

2.4 การแยกและวิเคราะห์หาปริมาณ  $\alpha$ -cellulose จากแกลบ ทำได้ 2 ขั้นตอน

ขั้นที่ 1 ขั้นตอน delignification หรือ chlorination เพื่อกำจัด lignin<sup>(1,5,8)</sup>

นำตัวอย่างแกลบที่สะอาดและแห้ง 10 กรัม มากำจัดพวก fat และ oil โดยใส่ thimble แล้ว extract ด้วย benzene/ethanol 2/1 (v/v) ใน soxhlet extractor 5-6 ชม. แล้วทิ้ง solvent ไป ผึ่งแกลบให้แห้งใน

thimble แล้ว delignify โดยถ่ายแกลบใส่ flask ขนาด 500 ml เติมน้ำกลั่น 160 ml หยด glacial acetic acid 10 หยด เติม sodium chlorite 1.5 กรัม บน water bath ที่  $70-80^{\circ}\text{C}$  1 ชั่วโมง คนด้วย mechanical stirrer ตลอดเวลา ปิด flask หลวม ๆ ด้วย aluminium foil หลังจาก 1 ชั่วโมงแล้ว เติม glacial acetic acid 10 หยด และ sodium chlorite 1.5 กรัม ตมบน water bath อีก 1 ชั่วโมง ทำซ้ำเช่นนี้จนแกลบขาว แต่ทำซ้ำเช่นนี้ไม่เกิน 3 ครั้ง ใส่ให้เย็นในน้ำแข็ง กรองและล้างตะกอนด้วยน้ำจน filtrate ไม่ทำให้ potassium iodide starch paper เกิดสี แล้วล้างด้วย acetone เพื่อช่วยให้ตัวอย่างแห้งเร็ว ผึ่งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 48 ชั่วโมง แล้วผึ่งต่อไปใน desiccator ที่มี fused calcium chloride เป็นสารดูดความชื้น 24 ชั่วโมง ผลการทดลองได้ holocelluloseหนัก 7.3883 กรัม

ขั้นที่ 2 ขั้น alkali extraction เพื่อกำจัด hemicellulose

( $\beta$ -,  $\gamma$ - cellulose) ออกจาก holocellulose

ทำได้ 2 วิธี

วิธีที่ 1 ใช้วิธีตาม Tappi standard T203 OS-74

วิธีที่ 2 ใช้วิธีตาม Ref. ที่ 8 หน้า 418-419

วิธีที่ 1 วิธี Tappi standard T203 OS-74 ทำดังนี้

ชั่งตัวอย่าง holocellulose แห้ง 5 กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด

250 ml เติม 17.5 % NaOH (75 ml) ที่อุณหภูมิ  $25 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  จับเวลาเมื่อเริ่มใส่สารละลาย NaOH คนเพื่อให้กระจายทั้งน้ำยา เติม 17.5 % NaOH อีก (25 ml) คนใน water bath ที่  $25 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 30 นาที แล้วเติมน้ำกลั่น 100 ml แล้วคนต่อไปที่  $25 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  อีก 30 นาที กรองด้วย sintered glass funnel โดยทิ้ง 10-20 ml แรก คุ้ด filtrate 25 ml เติม 0.5N  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (25 ml) แล้วค่อย ๆ เติม Conc  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (50 ml) เขย่าและทิ้งให้สารละลายรอนอยู่ 15 นาที แล้วเติมน้ำกลั่น 50 ml ทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง

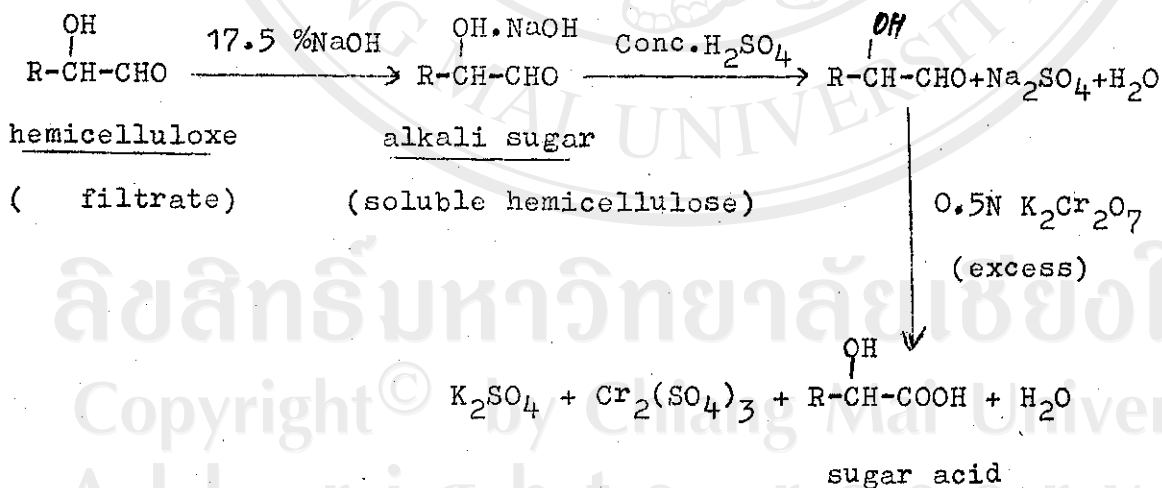
เติม Ferroin indicator 4 หยด แล้วไทเทรตด้วย 0.1N  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$   
จนได้ end point สีน้ำเงินเข้ม ทำ blank titration โดยใช้ 17.5 %NaOH  
(12.5 ml) และน้ำกลั่น (12.5 ml) แพน filtrate (25 ml)

ปรากฏผลการไทเทรตดังตารางที่ 2.4

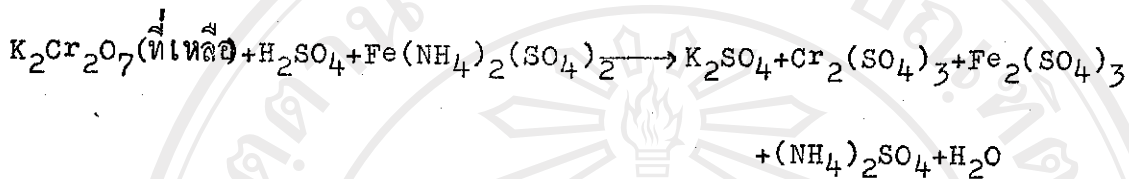
ตารางที่ 2.4 แสดงข้อมูลที่ไดจากการ titrate เพื่อหา %  $\alpha$ -cellulose และ  
Hemicellulose ในแอลบ

| ปริมาตรของ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ ที่ใช้ | ครั้งที่ 1 | ครั้งที่ 2 | ครั้งที่ 3 | เฉลี่ย   |
|-------------------------------------------------------------|------------|------------|------------|----------|
| $V_1$ เมื่อ titrate กับ filtrate                            | 20.5 ml    | 19.5 ml    | 22.5 ml    | 20.83ml  |
| $V_2$ เมื่อ titrate กับ blank                               | 400.5 ml   | 392.3 ml   | 405.5 ml   | 399.43ml |

การคำนวณ โดยการนำ filtrate ไปทำ redox titration ตามวิธีของ  
Tappi standard T203 OS-74 วิธีนี้เกิดปฏิกิริยา Redox ดังนี้



0.5N  $K_2Cr_2O_7$  (excess) เมื่อเกิด complete oxidation  
กับน้ำตาลจะเหลือ  $K_2Cr_2O_7$  อยู่จำนวนหนึ่ง นำไป titrate กับ 0.1N  
 $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  ที่มี ferroin เป็น indicator  $K_2Cr_2O_7$  จะ oxidise  
 $Fe^{2+}$  ให้เป็น  $Fe^{3+}$  ดังสมการ



จากข้อมูลในตารางที่ 2.4 คำนวณหา %  $\alpha$ -cellulose ดังนี้

ml ของ 0.1N  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  ที่ใช้กับ filtrate = 20.83 ml

ml ของ 0.1N  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  ที่ใช้กับ blank = 399.43 ml

จากสมการข้างบน

จำนวน meq ของ  $K_2Cr_2O_7$  ที่เหลือ = meq ของ  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  ที่ใช้ (20.83ml)  
=  $0.1 \times 20.83$

จำนวน meq ของ  $K_2Cr_2O_7$  (excess) = meq ของ  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  ที่ใช้กับ blank  
=  $0.1 \times 399.43$

จำนวน meq ของ hemicellulose = meq ของ  $K_2Cr_2O_7$  ที่ oxidise hemicellulose  
=  $0.1(399.43 - 20.83)$

แต่ mg ของ hemicellulose ต่อ 1 meq ของ  $K_2Cr_2O_7$  = 6.85 (3,17)

∴ น้ำหนักของ hemicellulose ใน filtrate 25 ml นั้น =

$$= 6.85 \times 0.1(399.43 - 20.83)$$

$$= 259.327 \text{ mg}$$

แต่ filtrate 200 ml ได้จาก holocellulose 5 gm หรือ = 5000 mg

∴ " 25 ml "

$$\frac{5000 \times 25}{200} \text{ mg}$$

น้ำหนัก holocellulose  $\frac{5000 \times 25}{200}$  mg มี hemicellulose เท่ากับ 259.327 mg

" 100 mg "  $\frac{259.327 \times 100 \times 200}{500 \times 25}$  mg

$\therefore$  % hemicellulose ใน holocellulose = 41.49

ฉะนั้น %  $\alpha$ -cellulose ใน holocellulose =  $100 - 41.49 = 58.51$

เมื่อนำ residue ( $\alpha$ -cellulose) บน sintered glass funnel ไปล้างให้หมด  
ด้วยด่างด้วย 2N.  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (500 ml) แล้วล้างให้หมดกรด ด้วยน้ำกลั่น ทดสอบ  
ด้วยกระดาษลิตมัส ล้างด้วย acetone อีกครั้งหนึ่ง ผึ่งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง  $27^\circ\text{C}$   
เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ใน desiccator ที่มี fused  $\text{CaCl}_2$  เป็นสารดูด  
ความชื้น 24 ชั่วโมง นำไปชั่งน้ำหนัก

ปรากฏผลจากการชั่งน้ำหนัก  $\alpha$ -cellulose ดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงปริมาณ  $\alpha$ -cellulose ที่แยกจาก holocellulose แห่ง

ครั้งละ 5 กรัม โดยวิธี Tappi standard T203 OS-74

| ครั้งที่ | น้ำหนัก $\alpha$ -cellulose (กรัม) |
|----------|------------------------------------|
| 1        | 2.9456                             |
| 2        | 2.6548                             |
| 3        | 2.6632                             |
| เฉลี่ย   | 2.7545                             |

### การคำนวณหาปริมาณ $\alpha$ -cellulose

จากการวิเคราะห์หาปริมาณ lignin ในตัวอย่างแกลบในหัวข้อ 2.3 พบว่า ในตัวอย่างแกลบมี lignin 36.2833 % หรือตัวอย่างแกลบ 100 กรัม มี holocellulose =  $100 - 36.2833$  กรัม หรือ = 63.7167 กรัม

$\therefore$  holocellulose 67.53 กรัม ได้จากตัวอย่างแกลบ 100 กรัม

$$\begin{array}{ccccccc} 5 & \text{กรัม} & & " & & \frac{100 \times 5}{63.7167} & " \\ & & & & & & \end{array}$$

$$= 7.8472 \text{ กรัม}$$

นั่นคือ ตัวอย่างแกลบ 7.8472 กรัม มี  $\alpha$ -cellulose เท่ากับ 2.7545 กรัม

$$\begin{array}{ccccccc} " & 100 & & " & & \frac{2.7545 \times 100}{7.8472} & \\ & & & & & & \end{array}$$

$$= 35.1016 \text{ กรัม}$$

$\therefore$  มี %  $\alpha$ -cellulose ในตัวอย่างแกลบแห้ง = 35.1016

### หาปริมาณ hemicellulose

น้ำหนักของ holocellulose = น้ำหนักของ  $\alpha$ -cellulose + น้ำหนักของ hemicellulose

แต่ holocellulose ที่ใช้หนัก 5 กรัม และมี  $\alpha$ -cellulose เท่ากับ 2.7545 กรัม

$\therefore$  มี hemicellulose =  $5 - 2.7545 = 2.2455$  กรัม

นั่นคือ ในแกลบตัวอย่าง 7.8472 กรัม มี hemicellulose = 2.2455 กรัม

$$\begin{array}{ccccccc} " & 100 & & " & & \frac{2.2455 \times 100}{7.8472} & \text{กรัม} \\ & & & & & & \end{array}$$

$\therefore$  มี % hemicellulose ในตัวอย่างแกลบ = 28.6153

วิธีที่ 2 หา % $\alpha$ -cellulose โดยวิธีตาม Ref.ที่ 8 ทำดังนี้

นำ holocellulose แห่ง 3 กรัม ซึ่งได้จากตัวอย่างแกลบ 4.7083 กรัม ใส่บีกเกอร์ ขนาด 250 ml วางบีกเกอร์ลงใน water bath ที่  $20 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  ทำให้ชุ่มด้วย 17.5 % NaOH (15 ml) ทิ้งไว้ 1 นาที เติม 17.5 % NaOH (10 ml) ทิ้งไว้ 45 นาที เติม 17.5 % NaOH (10 ml) ทิ้งไว้ 15 นาที แล้วคนสารละลาย เติม 17.5 % NaOH (10 ml) ทิ้งไว้ 10 นาที เติม 17.5 % NaOH (30 ml) ทิ้งไว้ 15 นาที แล้วปิดบีกเกอร์ด้วย watch glass ทิ้งไว้ใน water bath เป็นเวลา 30 นาที เติมน้ำกลั่น 100 ml คนสารละลายด้วย stirring rod 15 นาที กรองสารละลายด้วย suction โดย sintered glass funnel แล้ว rinse บีกเกอร์ด้วย 8.3 % NaOH (25 ml) residue ( $\alpha$ -cellulose) ล้างด้วยน้ำ 400 ml กรองโดย suction เติม 2N  $\text{CH}_3\text{COOH}$  จนเต็ม sintered glass funnel (ไม่ suction) ทิ้งไว้ 3 นาที แล้วจึง suction ล้าง residue ด้วยน้ำจนหมดกรด ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส ฝั่งให้แห้ง ที่อุณหภูมิห้อง 48 ชั่วโมง แล้วผึ่งใน desiccator 24 ชั่วโมง นำไปชั่งจากการทดลอง 3 ครั้ง ได้ผลดังนี้

ตารางที่ 2.6 แสดงปริมาณน้ำหนัก  $\alpha$ -cellulose ที่แยกจาก holocellulose แห่งครั้งละ 3 กรัม โดยวิธีใน Ref.ที่ 8

| ครั้งที่      | น้ำหนัก $\alpha$ -cellulose (กรัม) |
|---------------|------------------------------------|
| 1             | 1.5398                             |
| 2             | 1.6547                             |
| 3             | 1.6361                             |
| น้ำหนักเฉลี่ย | 1.6102                             |

### การคำนวณหาปริมาณ $\alpha$ -cellulose

จากการวิเคราะห์หาปริมาณ lignin ในตัวอย่างแกลบ ในหัวข้อ 2.3 พบว่าในตัวอย่างแกลบมี lignin 36.2833 % หรือตัวอย่างแกลบ 100 กรัม มี

$$\text{holocellulose} = 100 - 36.2833 \text{ กรัม หรือ } = 63.7167 \text{ กรัม}$$

$$\therefore \text{holocellulose } 63.7167 \text{ กรัม ได้จากตัวอย่างแกลบ } 100 \text{ กรัม}$$

$$\begin{array}{ccccccc} & & 3 & & & & \frac{100 \times 3}{63.7167} \\ & & & & & & \\ & & & & & & \end{array}$$

$$= 4.7083 \text{ กรัม}$$

นั่นคือ ตัวอย่างแกลบ 4.7083 กรัม มี  $\alpha$ -cellulose น้ก = 1.6102 กรัม

$$\begin{array}{ccccccc} & & 100 & & & & \frac{1.6102 \times 100}{4.7083} \\ & & & & & & \\ & & & & & & \end{array}$$

$$\therefore \% \alpha\text{-cellulose ในตัวอย่างแกลบ} = 34.1991$$

### การหาปริมาณ hemicellulose

น.น.ของ holocellulose = น.น.ของ  $\alpha$ -cellulose + น.น.ของ hemicellulose

แต่ holocellulose ที่ใช้หนัก = 3 กรัม และมี  $\alpha$ -cellulose น้ก

$$= 1.6102 \text{ กรัม}$$

$$\therefore \text{มี hemicellulose} = 3 - 1.6102 = 1.3898 \text{ กรัม}$$

นั่นคือ ในแกลบตัวอย่าง 4.7083 กรัม มี hemicellulose น้ก = 1.3898 กรัม

$$\begin{array}{ccccccc} & & 100 & & & & \frac{1.3898 \times 100}{4.7083} \\ & & & & & & \\ & & & & & & \end{array}$$

$$\therefore \text{มี \% hemicellulose ในตัวอย่างแกลบ} = 29.5180$$

หมายเหตุ การเตรียมน้ำยาเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ  $\alpha$ -cellulose

ตามวิธี Tappi T203 OS-74 และวิธีตาม Ref.8 หน้า 418-419

All rights reserved

1. 17.5 % NaOH (3,8) ใช้ NaOH 215.6 กรัม ทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตร คายนํ้ากลั่นที่ต้มไล่  $\text{CO}_2$  จะได้สารละลายที่มี specific gravity = 1.192 ที่  $20^\circ\text{C}$  หรือชน 5.21  $\pm$  0.005N

2. 0.5N  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ละลาย  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  24.52 กรัมในน้ำ แล้วทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตร

3. 0.1N  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$  ละลาย  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$  40.5 กรัมในน้ำกลั่นที่ต้มไล่  $\text{CO}_2$  แล้วเติม 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (conc) แล้วทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตร ทำให้เป็น standard solution โดย titrate กับ standard solution ของ 0.1N  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (11)

## 2.5 การเตรียมและศึกษาสมบัติ cellulose acetate จากฝ้ายและเกลบ

### 2.5.1 การเตรียม Primary acetate (Triacetate) จากฝ้ายและเกลบ (2, 8, 12)

วิธีที่ 1 preswelled cotton

วิธีที่ 2 untreated cotton

จุดมุ่งหมายของการทำ 2 วิธีนี้ เพื่อเปรียบเทียบ rate ของการเกิด acetylation และเพื่อคุณสมบัติการละลายของ Primary acetate

ใยฝ้ายที่นำมาศึกษา เป็นใยที่ purify แล้ว โดยวิธีต่อไปนี้

1. remove resin และ wax โดยแช่ใน petroleum ether

2. delignification หรือ chlorination ด้วย Sodium chlorite ( $\text{NaClO}_2$ )

วิธีที่ 1 preswelled cotton

นำใยฝ้าย 1 กรัม ใส่หลอดทดสอบเติม glacial acetic acid จนท่วมใย ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง เอาใยฝ้ายออกจาก acetic acid กดรเพื่อ remove กรรออก แล้วเอาใยฝ้ายใส่ conical flask ขนาด 125 ml ทำให้ flask อยู่ใน ice-water bath แล้วใส่ acetic anhydride 10 กรัม glacial

acetic acid 10 กรัม และ conc sulfuric acid 1 หยด (เริ่มจับเวลา)  
 คน reaction mixture ด้วยเทอร์โมมิเตอร์ หลังเกิด exothermic reaction ปิด flask ด้วยจุก เชย flask จนกระทั่งเย็นโดยค่อย ๆ หายไป ได้ mixture ขนเหนียวหนืด หยดเชยทิ้งไว้ประมาณ 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

ปรากฏผลดังนี้ เกิด exothermic reaction เมื่อเวลาผ่านไป 10 นาที คือ อุณหภูมิของ reaction mixture ลดถึง  $3^{\circ}\text{C}$  แล้วขึ้นมาถึง  $5^{\circ}\text{C}$  แล้วกลับลดลงไปอีก และหลังจากเชย mixture โดยฝ้ายจะหายไปใน 15 นาที ของเหลวที่ได้จะขนเหนียวหนืด ถ้าทิ้งไว้นานกว่า 24 ชั่วโมง จะเกิด gel และสารที่ได้คือ primary acetate ซึ่งละลายได้ใน chloroform แต่ไม่ละลายใน acetone

#### วิธีที่ 2 Untreated cotton

ทำเหมือนวิธีที่ 1 แต่ไม่ผ่านการ preswell (การแช่โดยฝ้ายด้วย glacial acetic acid 1 ชั่วโมง)

ปรากฏผลดังนี้ เกิด exothermic reaction เมื่อเวลาผ่านไป 17 นาทีและอุณหภูมิของ reaction mixture เกิดจาก  $3^{\circ}\text{C}$  เป็น  $4^{\circ}\text{C}$  แล้วกลับลดลงไปอีก และหลังจากเชย reaction mixture โดยฝ้ายจะหายไปหมด ในเวลา 22 นาที ของเหลวที่ได้มีลักษณะเหมือน preswell cotton ละลายใน chloroform แต่ไม่ละลายใน acetone

#### 2.5.2 การเตรียม secondary acetate (diacetate) จากฝ้ายและ

แอลบ (2, 8, 12)

นำ reaction mixture ของ primary acetate มา hydrolyse ด้วย mixture ของ 50 % acetic acid (5 ml) และ conc. sulfuric acid 1 หยด ที่อุณหภูมิไม่เกิน  $40^{\circ}\text{C}$  (8) หรือทิ้งไว้ 72 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง (12)

ปรากฏว่า ได้ reaction mixture ที่ใส แต่ไม่เหนียวหนืดมาก เหมือนตอนเป็น primary acetate สารนี้ละลายได้ใน acetone

### 2.5.3 วิธีแยก primary acetate และ secondary acetate ออกจาก reaction mixture (8,12)

เนื่องจากการเตรียม primary acetate และ Secondary acetate ทำให้ reaction mixture ที่มี conc.acetic acid และ conc.sulfuric acid วิธีล้างสารทั้งสองให้หมดกรดทำได้เหมือนกัน

ใช้บีกเกอร์ขนาด 2 ลิตร ใส่ 10 % acetic acid (1000 ml) คนด้วย magnetic stirrer ใน reaction mixture ของ Primary acetate หรือ secondary acetate ให้เป็นผอยเล็ก ๆ ลงในบีกเกอร์จนหมด คนต่อไปอีก 30 นาที รินน้ำกรด 10 % acetic acid ออก ลงควายน้ำสะอาดอีก 1000 ml คนด้วย magnetic stirrer 30 นาที เปลี่ยนน้ำ ใส่จานเกือบเต็มบีกเกอร์ เช็ดทิ้งไว้ตลอดคืน เปลี่ยนน้ำทุกวัน ทำเช่นนี้ 3 ครั้งจนหมดกลั่นกรด กรองด้วย suction และ sintered glass funnel ผึ่งลมให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 48 ชั่วโมง ปรากฏว่า เมื่อใช้เยื่อ 1 กรัม ให้ yield ดังนี้

|           | primary acetate | secondary acetate |
|-----------|-----------------|-------------------|
| ใยฝ้าย    | 1.630 กรัม      | 1.505 กรัม        |
| เยื่อแกลบ | 1.4021 กรัม     | 1.2243 กรัม       |

ตารางที่ 2.7 แสดงปริมาณสารที่ได้จากการเตรียม cellulose acetate จาก

ใยฝ้ายและแกลบ

### 2.5.4 การวิเคราะห์หา % acyl content ใน cellulose acetate ของฝ้ายและแกลบ โดยวิธี Ebertstadt (8)

ในการ saponification cellulose ester คายสารละลายด่าง (alkali) วิธีนี้ modify มาจากวิธีเริ่มแรกของ Ebertstadt เป็นวิธีที่ได้ผลถูกต้อง (accurate) ที่สุด สำหรับ ester ที่มี acid low molecular weight (acetate-butyrate)

นำ cellulose acetate ที่แห้ง 1 กรัม ใส่ conical flask ขนาด 250 ml เติม 75 % ethanol (40 ml) ปิด flask ด้วย aluminium foil แล้วอบที่ 50-60° C เป็นเวลา 30 นาที เติม 0.5N NaOH (40 ml) แล้วอบที่ 50-60° C ต่อไปอีก 15 นาที ทิ้ง flask ไว้ 48 ชั่วโมง โดยมีการหมุนไปมาบางโอกาส ไตเตรต excess alkali ด้วย 0.5N HCl ที่มีสารละลาย phenolphthalein 3 หยด เป็น indicator เมื่อถึง end point เติม 0.5N HCl ไม่น้อยกว่า 1 ml แล้วทิ้ง flask ไว้ 6 ชั่วโมง เพื่อให้เกิด complete neutralization ของ excess alkali แล้วไตเตรตหา end point เพื่อหาปริมาณ excess acid โดย 0.5N NaOH

ทำ blank จาก 0.5N NaOH (40 ml) + 75% ethanol (40 ml)

โดยผลการทดลองตามตารางที่ 2.8 และตารางที่ 2.9

ตารางที่ 2.8 แสดงข้อมูลที่ไดจากการไตเตรตเพื่อหา % acyl content ใน primary acetate และ secondary acetate ที่ได้จากฝ้าย

| ฝ้าย                         | blank   | primary acetate | secondary acetate |
|------------------------------|---------|-----------------|-------------------|
| end point เมื่อใช้ 0.5N HCl  | 42.1 ml | 21.65 ml        | 28.5 ml           |
| excess 0.5N HCl              | 1.4 ml  | 1.5 ml          | 1.5 ml            |
| end point เมื่อใช้ 0.5N NaOH | 1.15 ml | 0.85 ml         | 0.95 ml           |

ตารางที่ 2.9 แสดงข้อมูลที่ได้จากการไทเทรตเพื่อหา % acyl content ใน  
primary acetate และ secondary acetate ที่ได้จากแอลบ

| แอลบ                         |  | blank   | primary<br>acetate | secondary<br>acetate |
|------------------------------|--|---------|--------------------|----------------------|
| end point เมื่อใช้ 0.5N HCl  |  | 42.5 ml | 24.05 ml           | 29.0 ml              |
| excess 0.5N HCl              |  | 1.5 ml  | 1.5 ml             | 1.5 ml               |
| end point เมื่อใช้ 0.5N NaOH |  | 1.35 ml | 0.85 ml            | 1.05 ml              |

หมายเหตุ การเตรียมน้ำยา<sup>(11)</sup>

1. เตรียม standard 0.5N NaOH ใช้ A.R sodium hydroxide 21.0 กรัม ทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตร ในน้ำกลั่นที่ต้มไล่ carbon-dioxide แล้วนำไป standardize กับ 0.1N potassium hydrogen phthalate โดยใช้ phenolphthalein เป็น indicator

2. เตรียม standard 0.5N HCl ใช้ A.R. hydrochloric acid ที่มี specific gravity 1.18 (45 ml) ทำให้เป็นสารละลาย 1 ลิตร ในน้ำกลั่นที่ต้มไล่ carbon dioxide แล้วนำไป standardize กับ 0.5N NaOH ที่เตรียมแล้วในข้อ 1 โดยใช้ phenolphthalein เป็น indicator

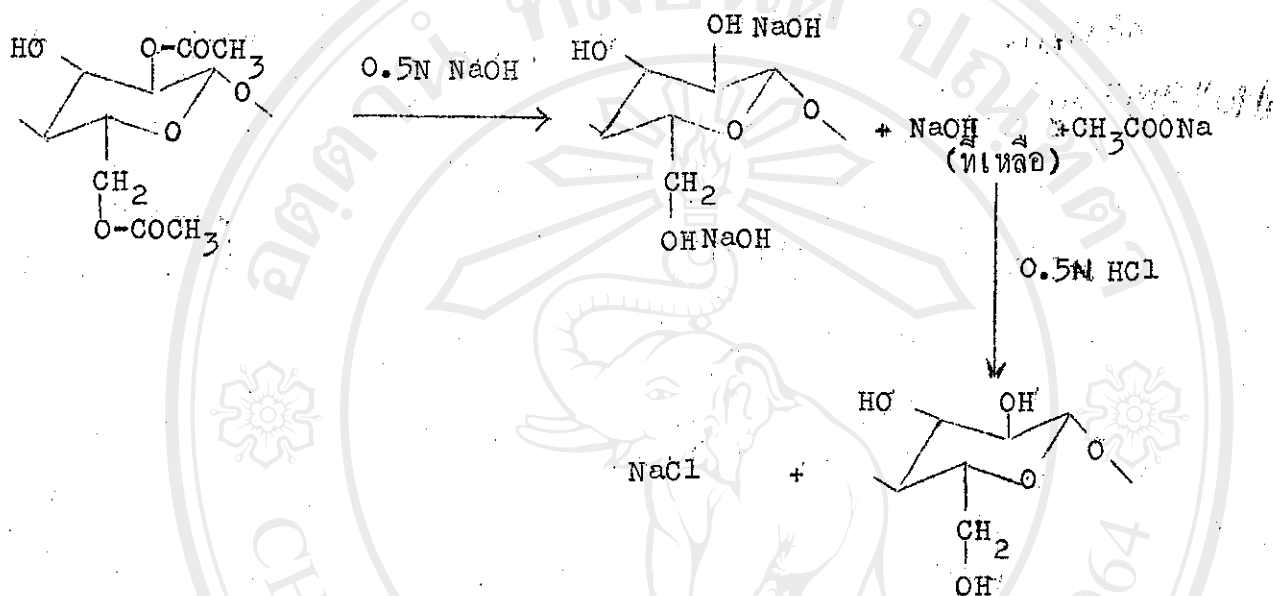
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved

### การคำนวณ

ในการไตเตรทเกิดปฏิกิริยาตามหัวข้อ 2.5.4 และไอโซมอลตามตารางที่ 2.8 และตารางที่ 2.9 ดังนี้



จากสมการข้างบน หา % acyl content ใน primary acetate ที่ได้จากฝ่าย  
(ตารางข้อมูลที่ 2.8)

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ทั้งหมดที่ใช้ saponification} &= (42.1 + 1.4 - 1.15) \times 0.5 \\ &= 21.175 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่เหลือจาก saponification} &= (21.65 + 1.5 - 0.85) \times 0.5 \\ &= 11.15 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่ใช้ใน saponification} &= 21.175 - 11.15 = 10.025 \\ &= \text{จำนวน meq ของ acyl group} \\ &\quad \text{ใน primary acetate} \end{aligned}$$

$$\therefore \text{น้ำหนักของ acyl group} = 10.025 \times 43 = 431.075 \text{ mg}$$

แต่ในการทดลองใช้ cellulose acetate ครึ่งละ 1 g หรือ 1000 mg

$$\therefore \% \text{ acyl content ใน primary acetate} = \frac{431.075 \times 100}{1000} = 43.1075$$

หา % acyl content ใน secondary acetate ที่ได้จากฝ่าย

(ตารางข้อมูลที่ 2.8)

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ทั้งหมดที่ใช้ saponification} &= (42.1 + 1.4 - 1.15) \times 0.5 \\ &= 21.175 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่เหลือจาก saponification} &= (28.5 + 1.5 - 0.95) \times 0.5 \\ &= 14.525 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่ใช้ใน saponification} &= 21.175 - 14.525 \\ &= 6.65 \\ &= \text{จำนวน meq ของ acyl} \\ &\quad \text{group ใน secondary} \\ &\quad \text{acetate} \end{aligned}$$

$$\therefore \text{น้ำหนักของ acyl group} = 6.65 \times 43 = 285.95 \text{ mg}$$

แต่ในการทดลองใช้ cellulose acetate ครึ่งละ 1 g หรือ 1000 mg

$$\therefore \% \text{ acyl content ใน secondary acetate} = \frac{285.95 \times 100}{1000} = 28.595$$

หา % acyl content ใน primary acetate ที่ได้จากแอลบ

(ตารางข้อมูลที่ 2.9)

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ทั้งหมดที่ใช้ saponification} &= (42.5 + 1.5 - 1.35) \times 0.5 \\ &= 21.325 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่เหลือจาก saponification} &= (24.05 + 1.5 - 0.85) \times 0.5 \\ &= 12.350 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \therefore \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่ใช้ใน saponification} &= 21.325 - 12.350 \\
 &= 8.975 \\
 &= \text{จำนวน meq ของ acyl group ใน primary acetate}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \therefore \text{น้ำหนักของ acyl group ใน primary acetate} &= 8.975 \times 43 \\
 &= 385.925 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

แต่ในการทดลองใช้ cellulose acetate ครั้งละ 1 g หรือ 1000 mg

$$\therefore \% \text{ acyl content ใน secondary acetate} = \frac{385.925 \times 100}{1000} = 38.5925$$

หา % acyl content ใน secondary acetate ที่ได้จากแอล

(ตารางข้อมูลที่ 2.9)

$$\begin{aligned}
 \text{จำนวน meq ของ NaOH ทั้งหมดที่ใช้ saponification} &= (42.5 + 1.5 - 1.35) \times 0.5 \\
 &= 21.325
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่เหลือจาก saponification} &= (29.0 + 1.5 - 1.05) \times 0.5 \\
 &= 14.725
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{จำนวน meq ของ NaOH ที่ใช้ใน saponification} &= 21.325 - 14.725 \\
 &= 6.600 \\
 &= \text{จำนวน meq ของ acyl group ใน secondary acetate}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \therefore \text{น้ำหนักของ acyl group ใน secondary acetate} &= 6.600 \times 43 \\
 &= 283.800 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

แต่ในการทดลองใช้ cellulose acetate ครั้งละ 1 g หรือ 1000 mg

$$\therefore \% \text{ acyl content ใน secondary acetate} = \frac{283.80 \times 100}{1000} = 28.380$$

acyl content หมายถึง น้ำหนัก acyl radical ( $\text{CH}_3\text{-C}(=\text{O})\text{-}$ ) ใน cellulose acetate

### 2.5.5 การ purify cellulose acetate จากฝ้ายและแอลกอฮอล์เพื่อศึกษาสมบัติทาง spectrophotometry และหา relative viscosity

นำ cellulose acetate ที่แห้ง (ของฝ้ายหรือแอลกอฮอล์) 1 กรัม ใส่ บีกเกอร์ขนาด 250 ml เติม  $\text{CHCl}_3$  (100 ml) คนสารละลายด้วยแท่งแก้ว คนจน cellulose acetate ละลายหมด ถ้าละลายไม่หมดเหลือเพียงเล็กน้อย กรองด้วย glass wool เติม 0.01N  $\text{NaHCO}_3$  (100 ml) ถ่าย solution mixture ลงใน กรวยแยกขนาด 250 ml เขย่าหลาย ๆ ครั้ง แล้วปล่อยให้แยกชั้น ไซเออาของเหลว ชั้นล่างออก ทดสอบด้วยลิตมัสให้มีสภาพเป็นด่าง ถ้ายังมีสภาพเป็นกรดเติม 0.01N  $\text{NaHCO}_3$  (100 ml) อีกครั้ง ทำเช่นนี้จน solution mixture ชั้นล่างเป็นด่าง เติมน้ำกลั่น 100 ml เขย่าหลาย ๆ ครั้งแล้วปล่อยให้แยกชั้น ไซเออาของเหลวชั้น ล่างออก ทดสอบด้วยลิตมัสจนมีสภาพเป็นกลาง ถ้ายังมีสภาพเป็นด่าง เติมน้ำกลั่นอีก 100 ml ทำเช่นนี้ จน solution mixture มีสภาพเป็นกลาง เติม magnesium sulfate 10 กรัม เพื่อคุดน้ำออก คน mixture กรอง mixture ด้วย glass wool แล้วกรองด้วยกระดาษกรอง จนได้สารละลายใส เทสารละลายลงใน round bottle flask เพื่อระเหย solvent ออกภายใต้ความดันต่ำ เมื่อ solvent ระเหยไปหมดแล้วจะได้ฟิล์มของ cellulose acetate นั้น ๆ

ฟิล์มของ cellulose acetate ที่ได้นำไปศึกษา relative viscosity และศึกษาสมบัติทาง spectrophotometry

### 2.5.6 การหา relative viscosity ของ primary acetate ของ แอลกอฮอล์เปรียบเทียบกับของฝ้าย

#### การทดลอง (15)

นำ primary acetate ของแอลกอฮอล์และฝ้ายที่ purify แล้ว 0.1318 กรัม ละลายใน 10 ml  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  แล้วนำไปหา viscosity โดยใช้ ostwald-viscosimeter โดยจับเวลาการไหลของ primary acetate solution ที่  $25^\circ\text{C}$  ปรากฏผลดังนี้

ตารางที่ 2.10 แสดงข้อมูล flow-time ของ cellulose acetate จากแอลกอฮอล์และฝ้าย เพื่อหา relative viscosity

|                                                 | ครั้งที่ 1 | ครั้งที่ 2 | ครั้งที่ 3 | เฉลี่ย |
|-------------------------------------------------|------------|------------|------------|--------|
| flow-time ของ $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ (นาฬิกา) | 2.48       | 2.48       | 2.48       | 2.48   |
| flow-time ของ Primary acetate (แอลกอฮอล์)       | 10.18      | 10.18      | 10.20      | 10.19  |
| flow-time ของ Primary acetate (ฝ้าย)            | 10.54      | 10.45      | 10.50      | 10.49  |

การคำนวณ<sup>(15)</sup>

relative viscosity ของสารละลาย cellulose acetate เมื่อเทียบกับตัวทำละลาย (solvent)

$$= \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0}$$

เมื่อ  $\eta$ ,  $t$  = ความหนืด (viscosity) , flow-time ของสารละลาย cellulose acetate

$\eta_0$ ,  $t_0$  = ความหนืด (viscosity) , flow-time ของตัวทำละลาย (solvent)

∴ อัตราส่วนความหนืดของสารละลาย primary acetate (แอลกอฮอล์) เมื่อเทียบกับตัวทำละลาย

$$= \frac{10.19}{2.48} = 4.10$$

∴ อัตราส่วนความหนืดของสารละลาย primary acetate (ฝ้าย) เมื่อเทียบกับตัวทำละลาย

$$= \frac{10.49}{2.48} = 4.23$$

∴ relative viscosity ของแอลกอฮอล์เมื่อเปรียบเทียบกับฝ้าย =  $\frac{4.10}{4.23} = 1.0302$

#### 2.5.5 การศึกษาสมบัติ cellulose acetate ของแอลกอฮอล์และฝ้ายทาง spectrophotometry

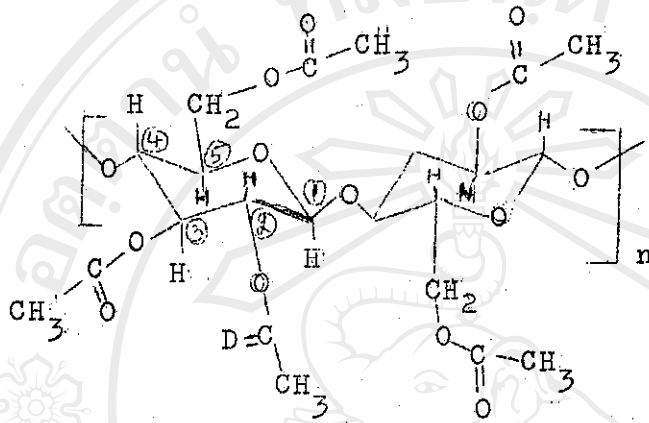
IR รูป 2.1 และรูป 2.2 เป็น IR spectrum ของ Primary acetate ฝ้ายและแอลกอฮอล์ตามลำดับ

รูป 2.3 และรูป 2.4 เป็น IR spectrum ของ secondary acetate ฝ้ายและแอลกอฮอล์ตามลำดับ

ทั้ง 4 รูป ปรากฏ  $\text{C}=\text{O}$  stretching ที่  $1800-1700 \text{ cm}^{-1}$

$\text{O}-\text{H}$  stretching ที่  $3600-3200 \text{ cm}^{-1}$

NMR รูป 2.5 และรูป 2.6 เป็น NMR spectrum ของ Primary acetate  
ฝ่ายและแถบตามลำดับ ปรากฏ peak ที่สำคัญเกิดตำแหน่งเดียวกันก็มี  
ลักษณะ peak จะแตกต่างกัน



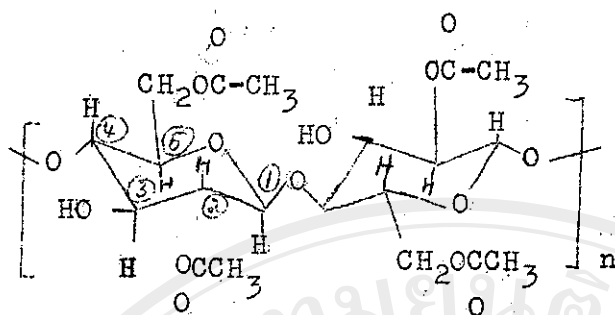
รูปที่ 2.9 structural formular ของ primary acetate แสดง

ตำแหน่ง Proton ใน NMR spectrum

|               |           |                 |                      |
|---------------|-----------|-----------------|----------------------|
| ที่ 2.00-2.40 | multiplet | เป็น proton ของ | $\text{-C(=O)-CH}_3$ |
| ที่ 3.00-4.00 | "         | "               | H-4, H-5             |
| ที่ 4.10-5.50 | "         | "               | H-1, H-2, H-3, H-6   |

รูปที่ 2.7 และรูปที่ 2.8 เป็น NMR spectrum ของ secondary acetate  
ของฝ่ายและแถบมีลักษณะ peak ต่างกันแต่ตำแหน่ง peak ที่สำคัญเกิดตำแหน่ง  
เดียวกันและเป็นตำแหน่งเดียวกันกับ primary acetate

Copyright © by Chiang Mai University  
All rights reserved



รูปที่ 2.10 structural formular ของ secondary acetate แสดง

ตำแหน่ง Proton ใน NMR spectrum

|                 |           |                 |                      |
|-----------------|-----------|-----------------|----------------------|
| δ ที่ 2.00-2.40 | multiplet | เป็น proton ของ | $\text{-C(=O)-CH}_3$ |
| δ ที่ 3.00-4.00 | "         | "               | H-4, H-5             |
| δ ที่ 4.10-5.50 | "         | "               | H-1, H-2, H-3, H-6   |

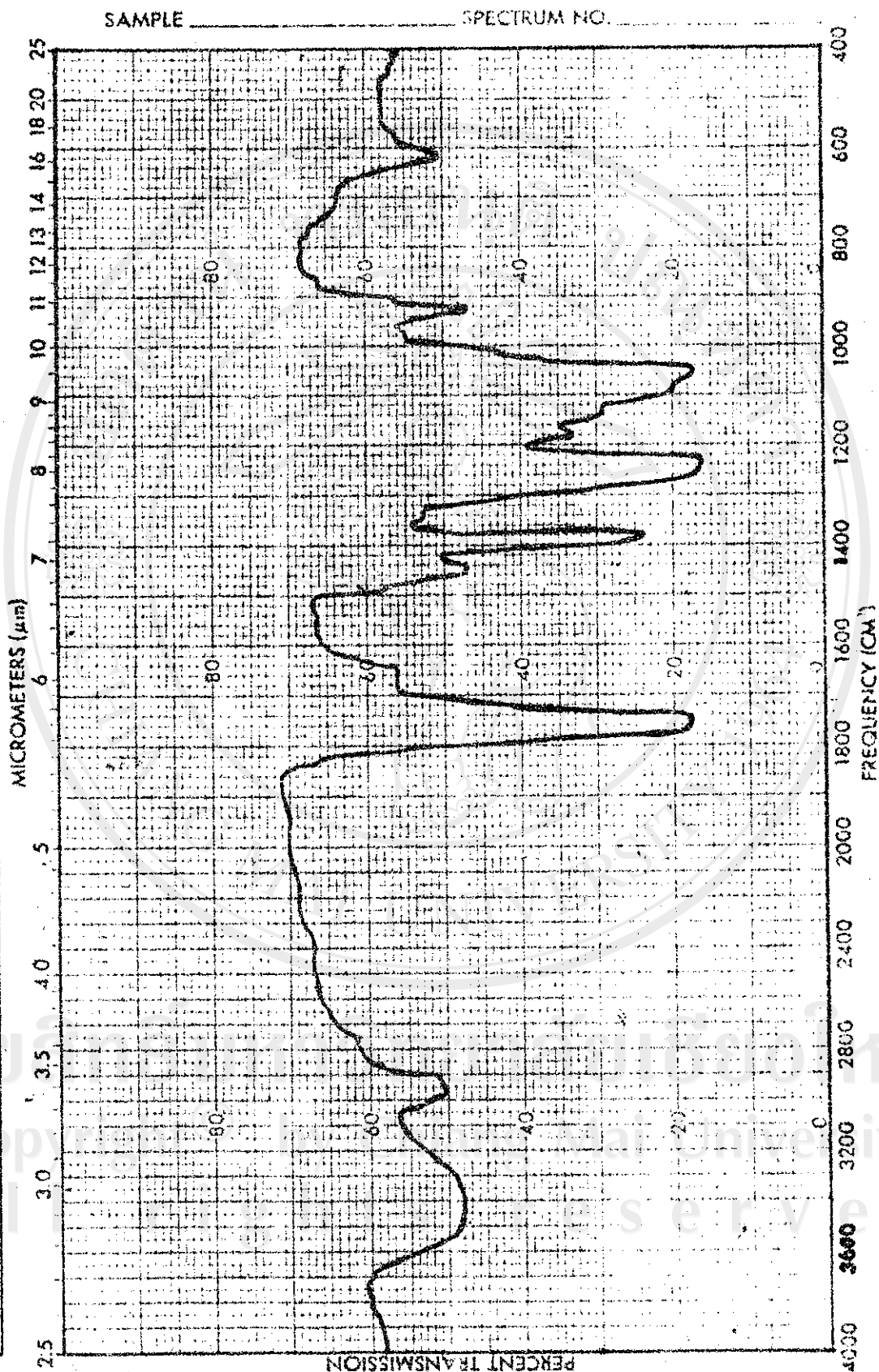
หมายเหตุ IR spectrum ทุกรูป ความคลาดเคลื่อนของเครื่องมือประมาณ  $-50 \text{ cm}^{-1}$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

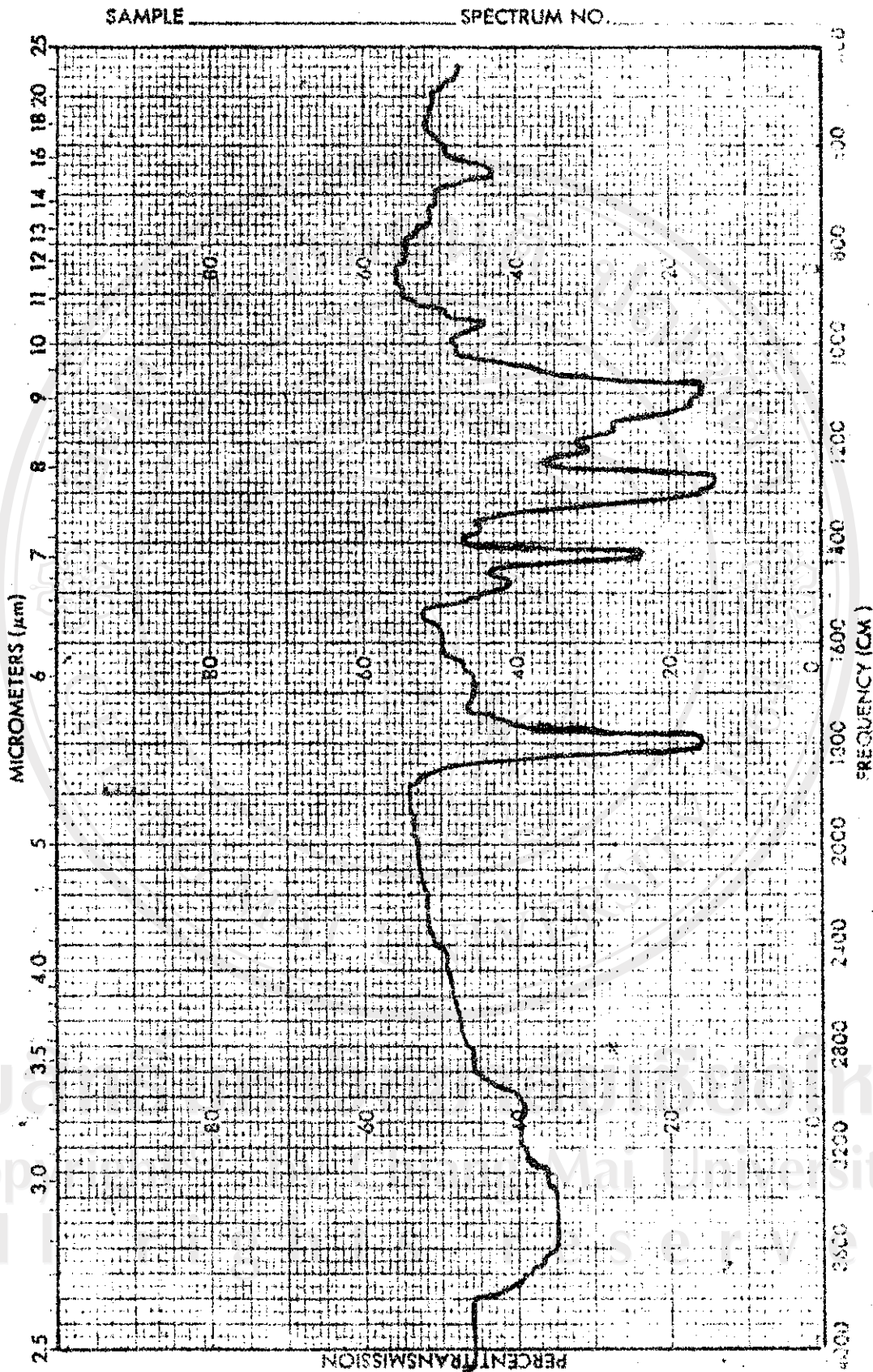
All rights reserved

|                                     |  |                                                              |  |
|-------------------------------------|--|--------------------------------------------------------------|--|
| CONCENTRATION _____                 |  | SPECTRUM NO. _____                                           |  |
| THICKNESS _____                     |  | SAMPLE <i>Primary acetate (JSP)</i>                          |  |
| F IASE <i>Film</i>                  |  | ORIGIN _____                                                 |  |
| REMARKS <i>Not all min Film</i>     |  |                                                              |  |
| SCAN MODE                           |  | SURVEY <input type="checkbox"/> CAL <input type="checkbox"/> |  |
| ACCY. <input type="checkbox"/>      |  | HI ENERGY <input type="checkbox"/>                           |  |
| RESOLUTION <input type="checkbox"/> |  | DATE <i>24 Nov 63</i>                                        |  |
| OPERATOR _____                      |  |                                                              |  |

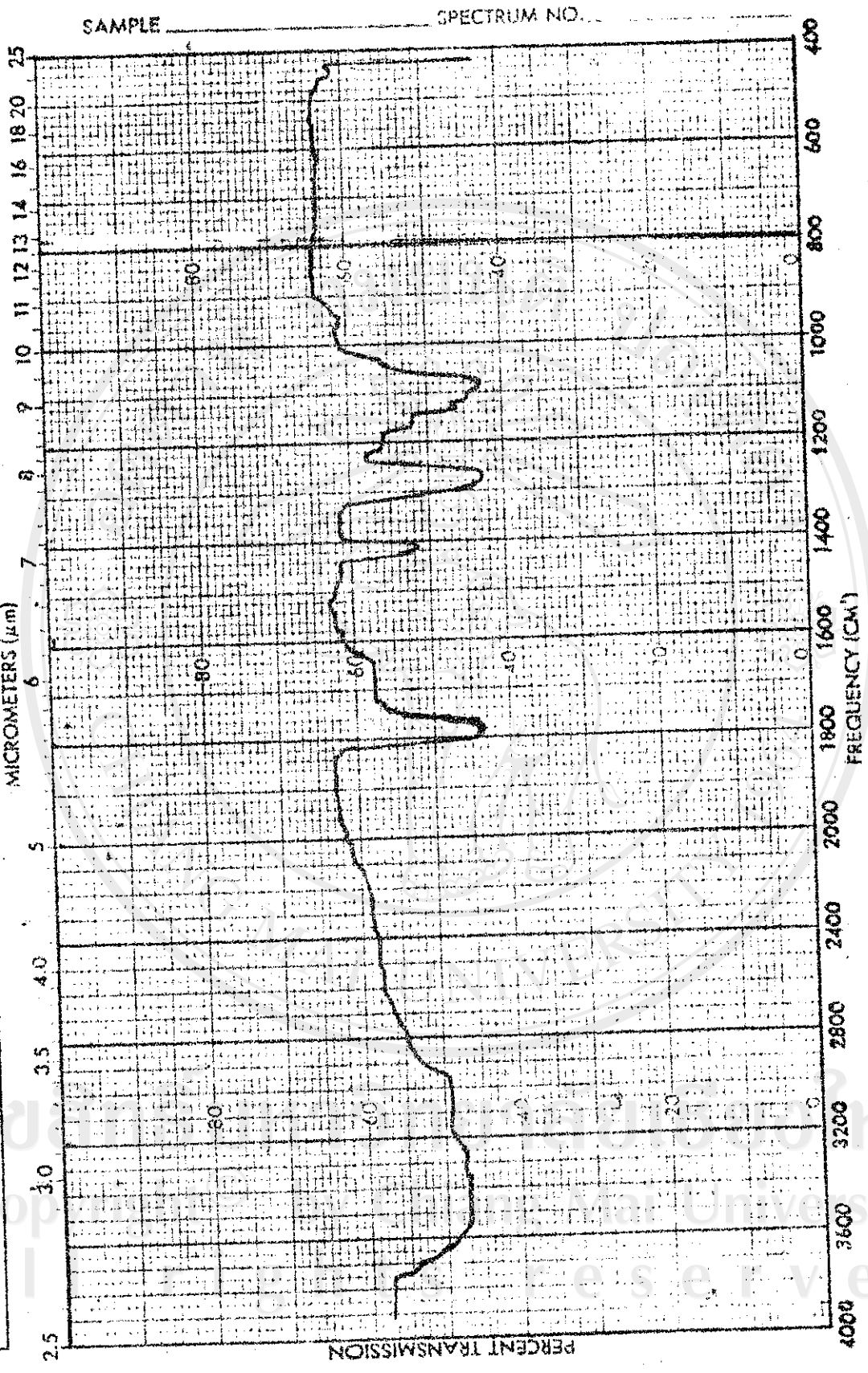


# 1,2,2-Infrared spectrum of primary acetate

|                                     |  |                                       |  |
|-------------------------------------|--|---------------------------------------|--|
| CONCENTRATION _____                 |  | SPECTRUM NO. _____                    |  |
| THICKNESS _____                     |  | SAMPLE <u>Primary acetate (1100V)</u> |  |
| PHASE <u>Film</u>                   |  | ORIGIN _____                          |  |
| REMARKS <u>Not all in Film</u>      |  | DATE <u>12 Nov 53</u>                 |  |
| OPERATOR _____                      |  | SURVEY <input type="checkbox"/>       |  |
| SCAN MODE _____                     |  | CAL <input type="checkbox"/>          |  |
| ACCY. <input type="checkbox"/>      |  | HI ENERGY <input type="checkbox"/>    |  |
| RESOLUTION <input type="checkbox"/> |  |                                       |  |



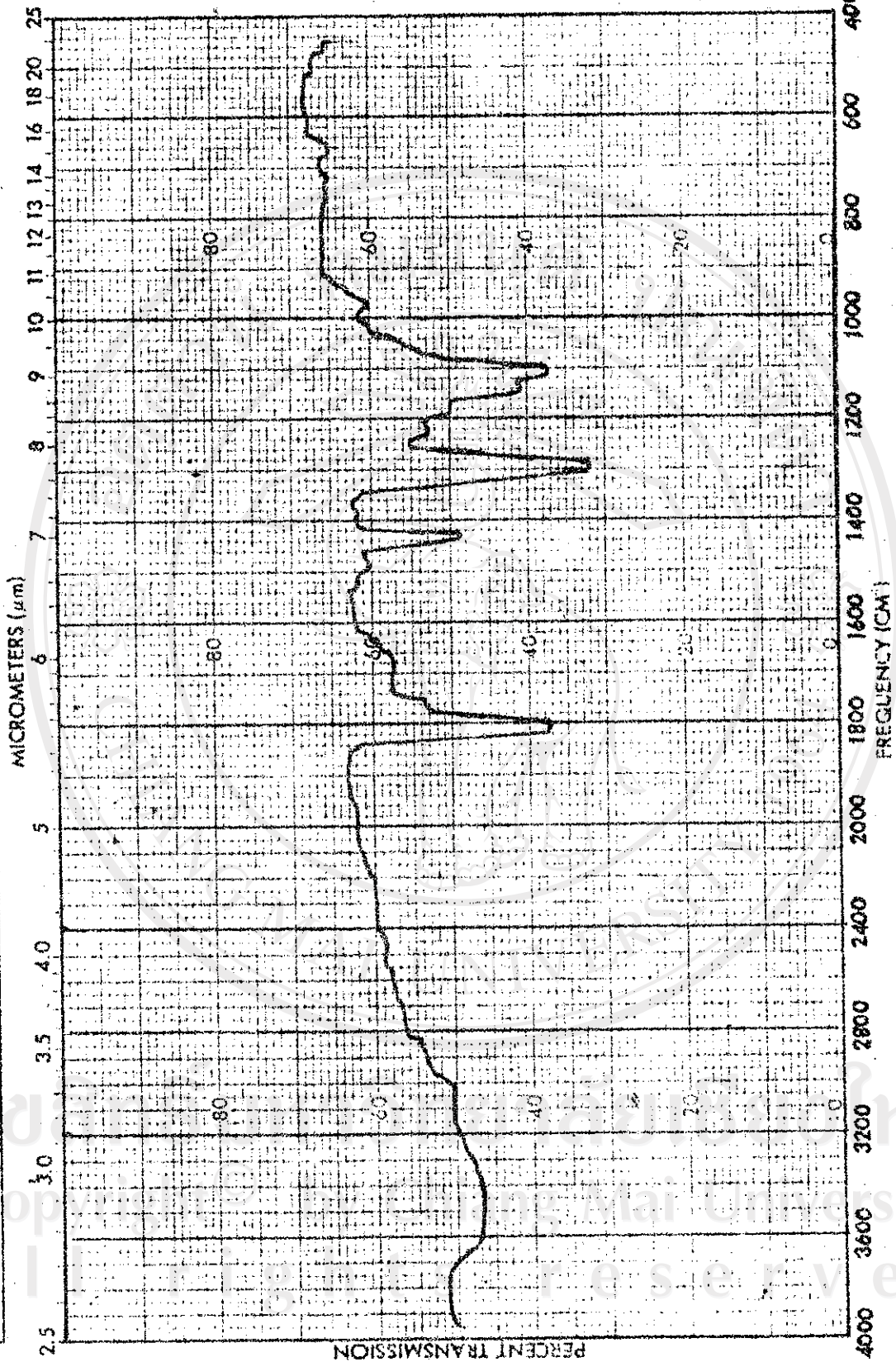
|                                                                                                       |  |                                                              |  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|--------------------------------------------------------------|--|
| CONCENTRATION _____                                                                                   |  | SPECTRUM NO. _____                                           |  |
| THICKNESS _____                                                                                       |  | SAMPLE <u>secondary acetate (c/c)</u>                        |  |
| F-1ASE _____                                                                                          |  | ORIGIN _____                                                 |  |
| REMARKS <u>Red oil mly Film</u>                                                                       |  | DATE <u>5.11.13</u>                                          |  |
| OPERATOR _____                                                                                        |  | SURVEY <input type="checkbox"/> CAL <input type="checkbox"/> |  |
| ACCY. <input type="checkbox"/> HI ENERGY <input type="checkbox"/> RESOLUTION <input type="checkbox"/> |  | SCAN MODE _____                                              |  |



11/12.4 Infrared spectrum 22V secondary acetate 17000000

SAMPLE \_\_\_\_\_ SPECTRUM NO. \_\_\_\_\_

|                                     |  |                                    |  |
|-------------------------------------|--|------------------------------------|--|
| CONCENTRATION _____                 |  | SPECTRUM NO. _____                 |  |
| THICKNESS _____                     |  | SAMPLE Secondary acetate (1100V)   |  |
| F-1ASE _____                        |  | ORIGIN _____                       |  |
| REMARKS NaCl cell 17000000          |  | DATE 8/11/23                       |  |
| OPERATOR _____                      |  | SURVEY <input type="checkbox"/>    |  |
| SCAN MODE _____                     |  | CAL. <input type="checkbox"/>      |  |
| ACCY. <input type="checkbox"/>      |  | HI ENERGY <input type="checkbox"/> |  |
| RESOLUTION <input type="checkbox"/> |  |                                    |  |



สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

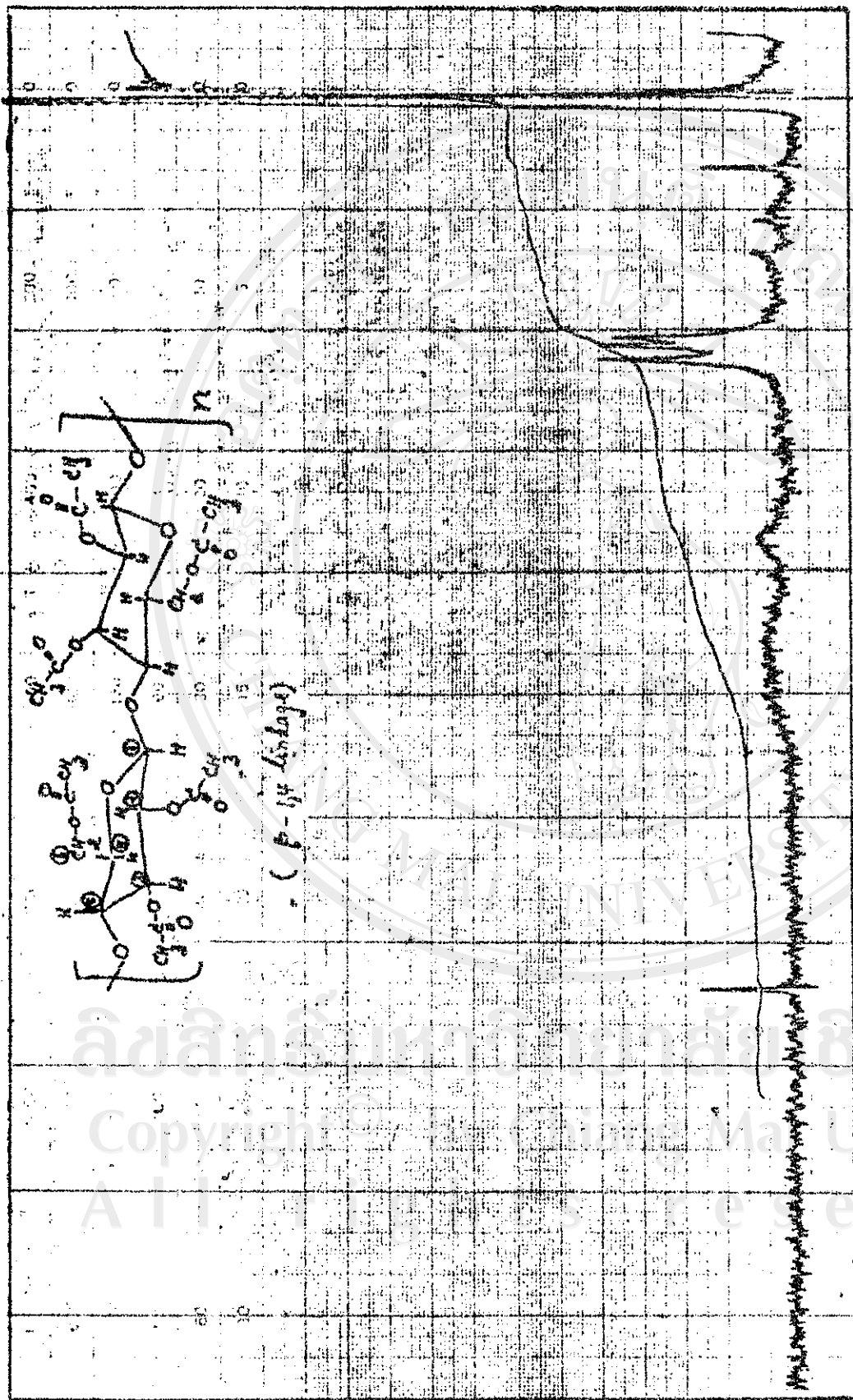
Figure 2.5 NMR spectrum and primary acetate (drawn)

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER

END OF SWEEP

START OF SWEEP

START OF SWEEP



SAMPLE PRIMARY ACETATE (50) ACETATE 100X9

DATE 45 49 83

SPECTRUM NO.

DATE 45 49 83

SAMPLE NO. 10

END OF SWEEP

FROM 05

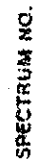
SOLVENT: CDCl<sub>3</sub>

DATE 45 49 83

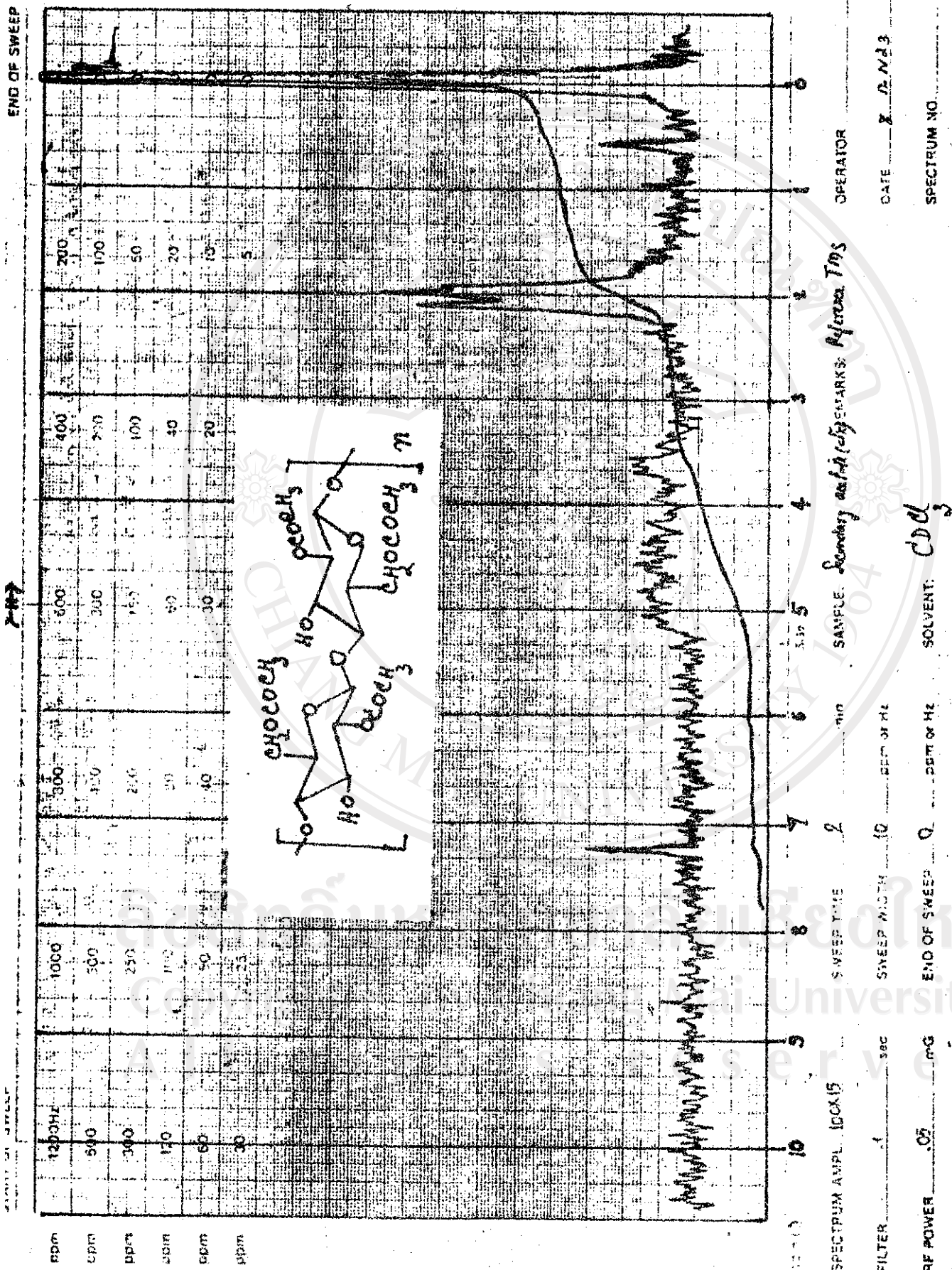
SAMPLE NO. 10

END OF SWEEP

FROM 05

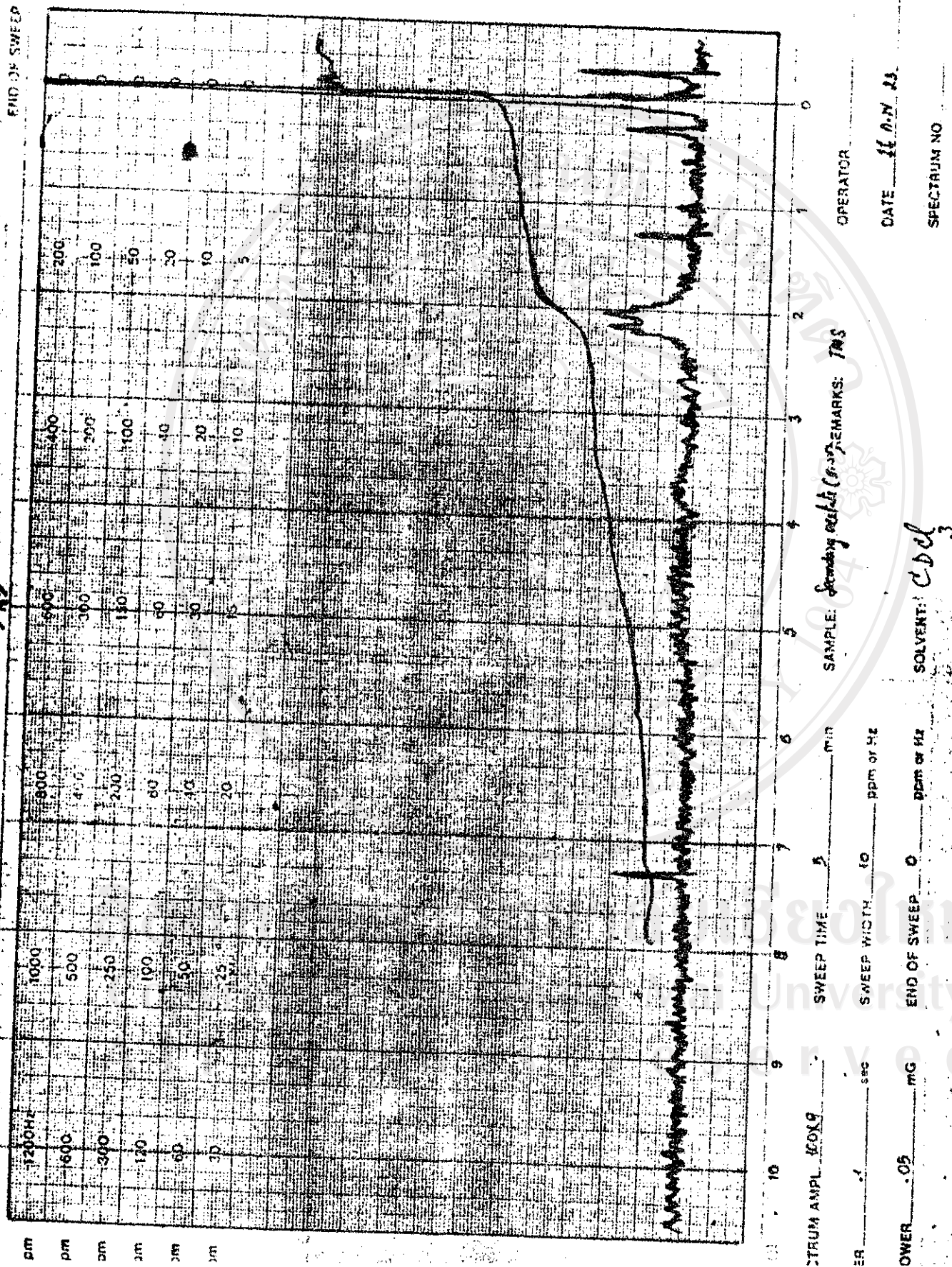


EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



2.8 NMR spectrum of secondary acetate

EM-360 60 MHz NMR SPECTROMETER



## 2.5.6 การเตรียมและศึกษาสมบัติของ Carboxymethyl cellulose จากฝ้ายและเกลบ

### การเตรียม CMC จากฝ้ายและเกลบ ดังนี้

นำ  $\alpha$ -cellulose ของเกลบหรือฝ้ายที่แห้ง (air dried) 15 กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติม isopropyl alcohol (450 ml) คน mixture ด้วยแท่งแก้วคน แล้วเติม 40 % NaOH (50 ml) คน mixture ด้วยแท่งแก้วคน 30 นาที เติม chloro acetic acid 18 กรัม คนต่อไปอีก 30 นาที ปิดปิกเกอร์ด้วย aluminium foil แล้วเอาเข้าอบที่  $55^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 3.5 ชั่วโมง รินส่วนที่เป็นของเหลวออก ส่วนที่เป็น fibre product คนใน 70 %  $\text{CH}_3\text{OH}$  (100 ml) ทำให้เป็นกลางด้วย 90 % acetic acid ทดสอบด้วยลิตมัสกรองเอา fibre ออก ล้างด้วย 70 %  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  (300 ml) 6 ครั้ง โดยแต่ละครั้งทิ้งไว้ 10 นาที จึงกรองโดย suction เอา fibre ออกมาล้างด้วย absolute methanol แล้วทำให้แห้งโดยอบที่  $60^{\circ}\text{C}$  แล้วนำไปชั่ง

ผลปรากฏว่าเมื่อเสร็จสิ้น process จะดูเหมือนว่า fibre ไม่เปลี่ยนแปลง แต่เมื่อเอา product ที่ได้นี้ 1 ช้อน (spatula เล็ก) ละลายในน้ำ 25 ml เมื่อคนจะละลายน้ำจนหมด

ตารางที่ 2.11 แสดงน้ำหนัก CMC ที่เตรียมจากฝ้ายและเกลบ เมื่อใช้  $\alpha$ -cellulose

ครั้งละ 5 กรัม

จะได้ yield ดังนี้

| ครั้งที่ | เกลบ(กรัม) | ฝ้าย(กรัม) |
|----------|------------|------------|
| 1        | 7.0605     | 6.8452     |
| 2        | 7.3278     | 8.5019     |
| เฉลี่ย   | 7.19415    | 7.67355    |

### การศึกษาสมบัติ CMC ทาง Spectrophotometry

IR spectrum รูปที่ 13 และ 14 ปรากฏ peak ที่สำคัญดังนี้

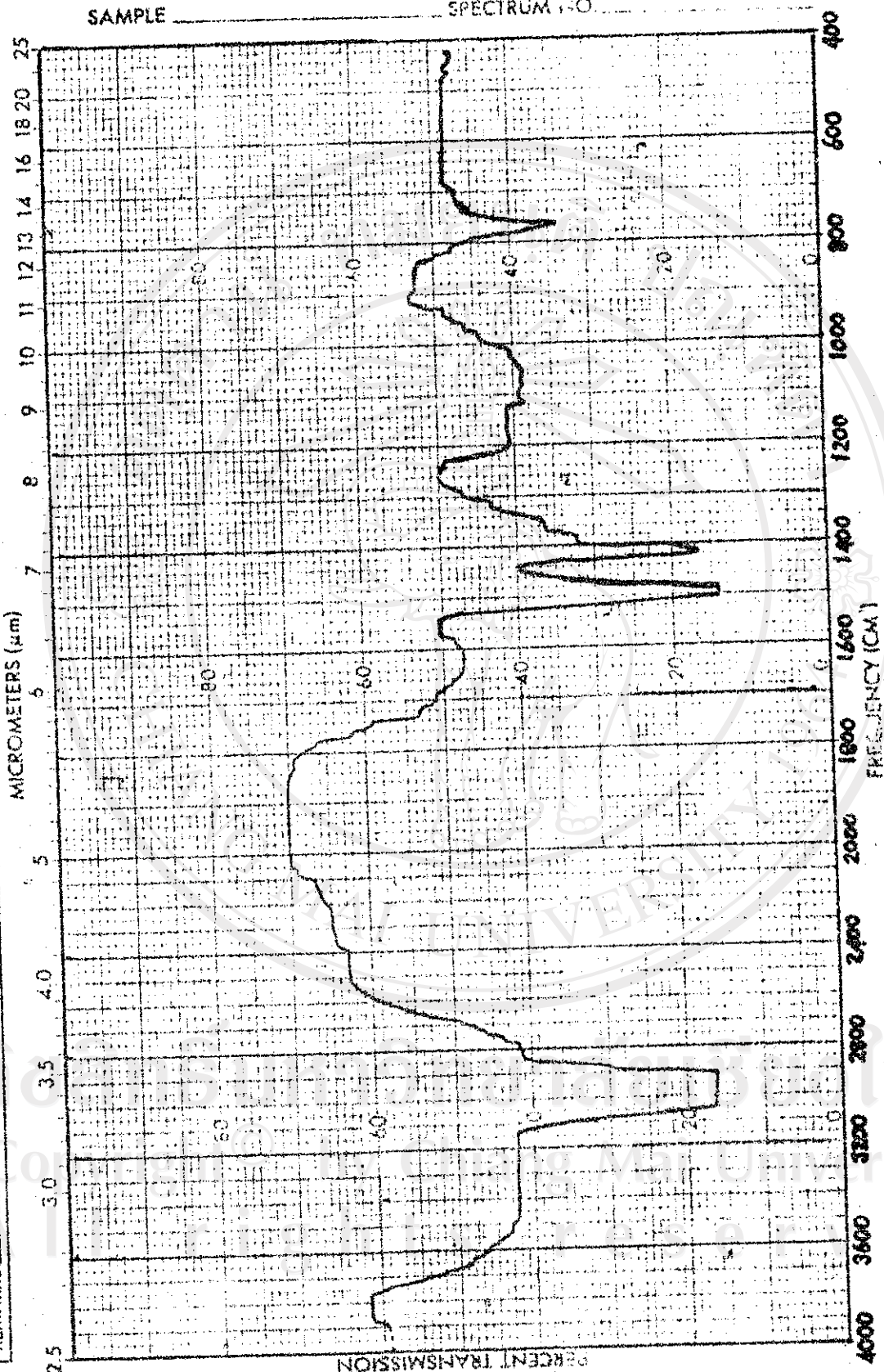
C = O stretching เกิดที่  $1800\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$

O - H stretching เกิดที่  $3600\text{--}2800\text{ cm}^{-1}$

2.11 Infrared spectrum of CMC พื้จากผ้าม

SAMPLE SPECTRUM 150

|                                                                                                       |         |                                                               |  |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|---------------------------------------------------------------|--|
| CONCENTRATION                                                                                         |         | SPECTRUM NO. <u>CMC (C50)</u>                                 |  |
| THICKNESS                                                                                             |         | SAMPLE                                                        |  |
| PHASE <u>Nujol</u>                                                                                    | REMARKS | ORIGIN                                                        |  |
| OPERATOR                                                                                              |         | DATE <u>6.11.23</u>                                           |  |
| SCAN MODE                                                                                             |         | SURVEY <input type="checkbox"/> CAL. <input type="checkbox"/> |  |
| ACCY. <input type="checkbox"/> HI ENERGY <input type="checkbox"/> RESOLUTION <input type="checkbox"/> |         |                                                               |  |



|                                       |  |                                      |  |
|---------------------------------------|--|--------------------------------------|--|
| THICKNESS <u>                    </u> |  | SAMPLE <u>CMC (inov)</u>             |  |
| P-HASE <u>                    </u>    |  | ORIGIN <u>                    </u>   |  |
| REMARKS <u>                    </u>   |  | DATE <u>5 Nov 83</u>                 |  |
| SCAN MODE                             |  | OPERATOR <u>                    </u> |  |
| HI ENERGY <input type="checkbox"/>    |  | CAL <input type="checkbox"/>         |  |
| RESOLUTION <input type="checkbox"/>   |  |                                      |  |

