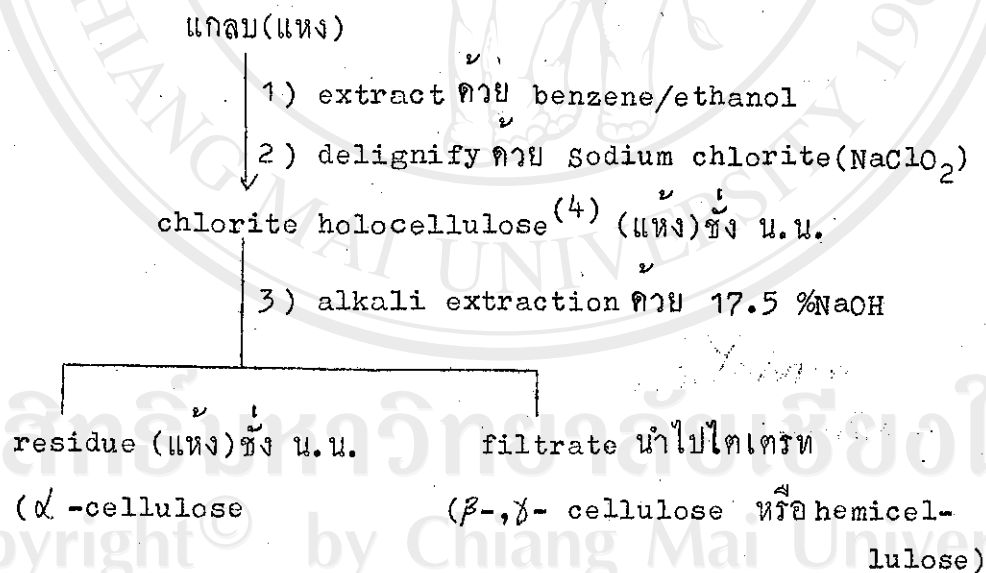


บทที่ 3 สรุปผลการทดลองและวิจารณ์

- 3.1 ผลการวิเคราะห์หา % moisture ในแกลบ ตามหัวข้อ 2.1 เมื่อใช้ตัวอย่าง แกลบแห้งอบแล้วชั่ง ทำหลาย ๆ ครั้งจนน้ำหนักคงที่ ปรากฏว่ามี % moisture ในแกลบ = 10.505
- 3.2 ผลการวิเคราะห์หา % ash ในแกลบ ตามวิธี Tappi standard T222 m-54 ตามหัวข้อ 2.2 โดยนำแกลบแห้ง เติมน้ำให้เป็นสีน้ำตาลอ่อน จนกระทั่งได้ ash สีขาว นำไปชั่ง ปรากฏว่ามี % ash ในแกลบ = 19.50
- 3.3 ผลการวิเคราะห์หา % lignin ในแกลบ ตามวิธี Tappi standard T222 m-54 ตามหัวข้อ 2.3 โดยนำแกลบแห้งมา hydrolyze ด้วย 72 % $H_2SO_4^*$ เอา residue lignin ที่ได้ไป reflux กรองเอาตะกอนแล้วอบในแห้ง จนได้น้ำหนักคงที่ ปรากฏว่ามี % lignin ในแกลบ = 36.470
- 3.4 ผลการแยกและวิเคราะห์หาปริมาณ α -cellulose ในแกลบ ตามหัวข้อ 2.4
- 3.4.1 การแยก α -cellulose จากแกลบแห้ง ทำ 3 ขั้นตอน



*ในการวิเคราะห์หาปริมาณ lignin ใน cell wall ของพืช ถือว่า 72 % H_2SO_4 เป็น standard solution ที่ใช้ในการแยก lignin ในทาง quantitative (7,8)

ในขั้นที่ 1 เป็นการกำจัด fat และ oil ซึ่งมีน้อยมากออกจากแกลบแห้งโดยbenzene/ethanol ขั้นที่ 2 เป็นการกำจัด lignin ใช้ sodium chlorite ปรากฏว่าโดยวิธีนี้ lignin ถูกกำจัดออกไป 2.61 กรัมต่อน้ำหนักแกลบ 10 กรัม แต่เมื่อทำการวิเคราะห์หา lignin โดยวิธี Tappi standard T22 m-54 พบว่ามี lignin 3.628 กรัมต่อน้ำหนักแกลบแห้ง 10 กรัม (ซึ่งถือว่าเป็นน้ำหนัก lignin 100 %) ฉะนั้นคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ของ lignin ที่ถูกกำจัดออกไปในขั้น delignification โดยวิธีนี้

$$= \frac{100 \times 2.61}{3.628} = 71.940$$

ในขั้นที่ 3 เป็นการกำจัด hemicellulose ออกจาก holocellulose โดย 17.5 % NaOH

ในการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ α -cellulose นั้น ทำได้ 2 วิธี(8)

วิธีที่ 1 โดยการชั่ง α -cellulose แห้งโดยตรงหลังจากผ่าน alkali extraction ปรากฏว่ามี α -cellulose ประมาณ 35 % และมี hemicellulose ประมาณ 28 %

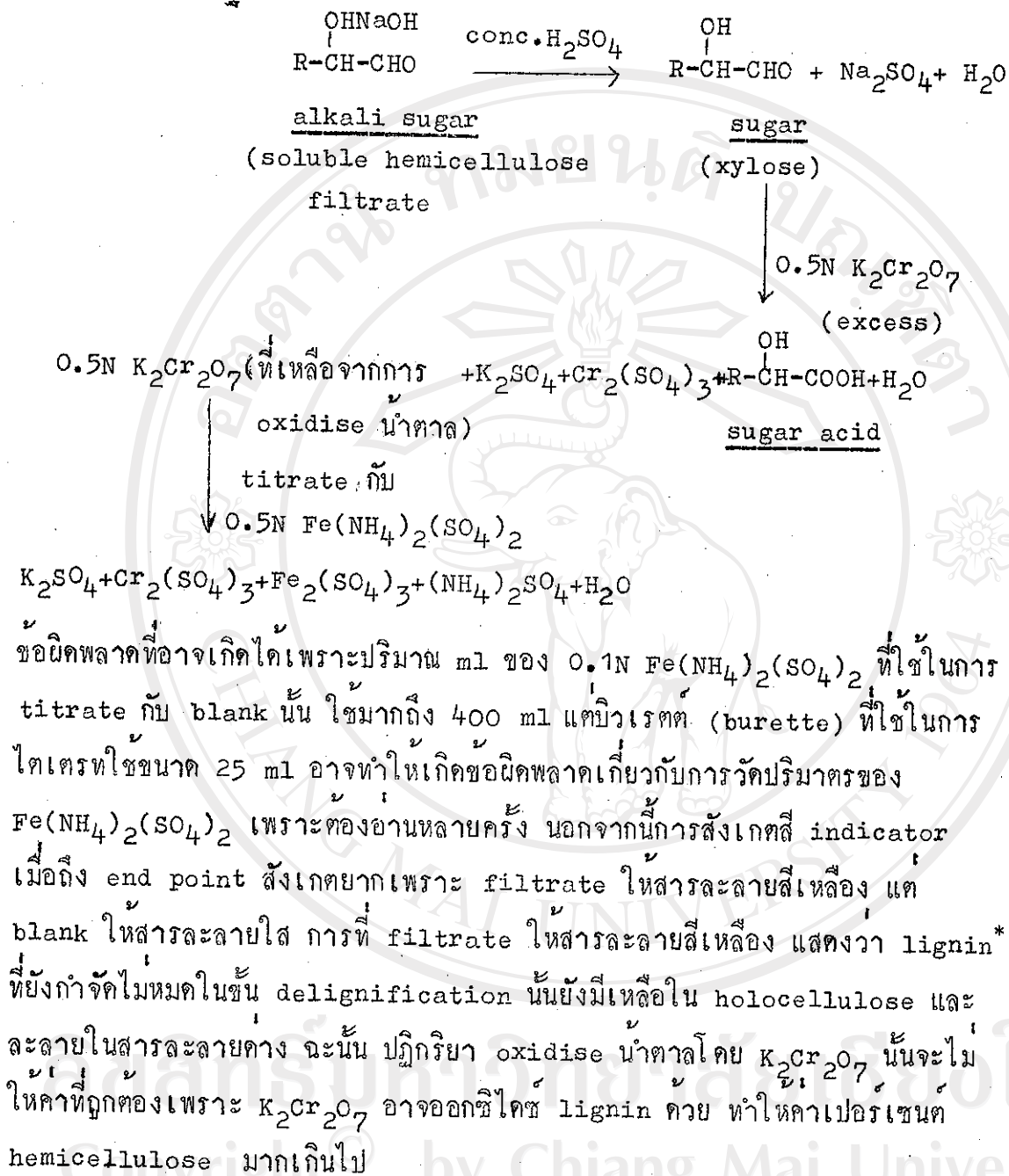
วิธีที่ 2 โดยการนำ filtrate ไปทำ redox titration ตามวิธี Tappi standard T203 os-74 ปรากฏว่ามี α -cellulose ประมาณ 58 % และมี hemicellulose ประมาณ 41 %

จากการหา % α -cellulose และ hemicellulose ทั้ง 2 วิธี
วิธีที่ 2 นั้น น่าจะมีข้อผิดพลาดในขบวนการทดลอง diagram ของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นใน filtrate เป็นดังนี้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved



* hemicellulose (9,10) ประกอบด้วยน้ำตาลหลายชนิด เช่น xylose (pentosan), arabinose galactose, mannose ฯลฯ แต่ส่วนใหญ่เป็น xylose ซึ่งละลายใน

17.5 % NaOH

* lignin ละลายในสารละลายคาง (5,7,8)

ฉะนั้น ในการหาเปอร์เซ็นต์ α -cellulose ในการวิจัยครั้งนี้ การหาปริมาณเปอร์เซ็นต์ α -cellulose นั้น ค่าที่ได้จากการซึ่ง α -cellulose หลังจากผ่าน alkali extraction แล้วทำให้แห้งที่สุดจะเป็นค่าที่ถูกต้องกว่าการหาค่าเปอร์เซ็นต์ α -cellulose โดยวิธี Redox titration

สรุปผลการทดลองจากหัวข้อ 2.1-2.4 นั้น เป็นการวิเคราะห์หาคุณภาพทางเคมีของแกลบว่าจะเหมาะสมที่จะใช้เป็นวัตถุดิบในการเตรียม cellulose derivative หรือไม่ ถ้าพิจารณาตามเกณฑ์วัตถุดิบที่เหมาะสมจะต้องมีปริมาณ⁽¹⁾ ดังต่อไปนี้

1. α -cellulose ไม่น้อยกว่า 29 %
2. lignin ไม่เกิน 22 %
3. ash ไม่เกิน 9 %
4. pentosan * ไม่เกิน 32 %

แต่จากการวิเคราะห์ปริมาณของสารต่าง ๆ ในแกลบในการวิจัยครั้งนี้ พบว่ามี

1. α -cellulose ประมาณ 35 %
2. lignin ประมาณ 36 %
3. ash* ประมาณ 19 %
4. hemicellulose ประมาณ 28 %

จากเกณฑ์ที่กำหนดไว้โดยทั่วไปแล้ว แกลบไม่เหมาะในการนำมาเป็นวัตถุดิบเพื่อใช้ในการเตรียม cellulose derivative ในทางอุตสาหกรรม เพราะมีเปอร์เซ็นต์ของ lignin และ ash สูงเกินไป

pentosan* เป็นน้ำตาลชนิดหนึ่งใน Hemicellulose ซึ่งมีปริมาณมากกว่าน้ำตาลชนิดอื่น ๆ⁽⁹⁾ และละลายได้ดีในด่าง 17 %

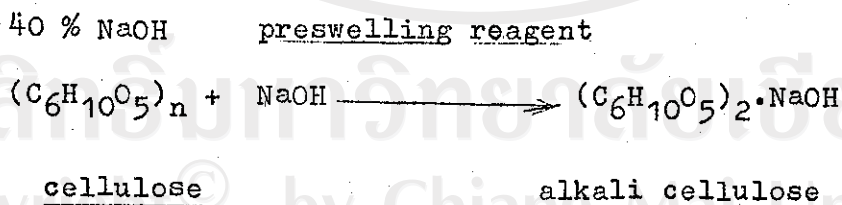
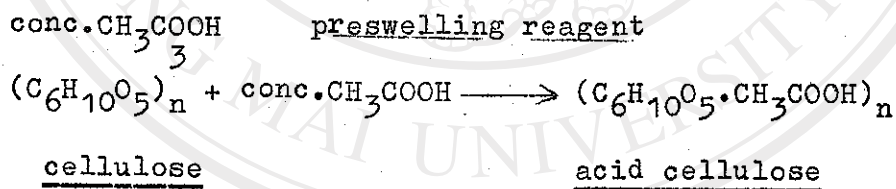
ในการวิจัยเพื่อหาคุณภาพของแกลบครั้งนี้ ไม่สามารถกำจัด ash ออกจากวัตถุดิบที่ใช้เตรียม α -cellulose ก่อนนำไปเตรียม derivatives ได้

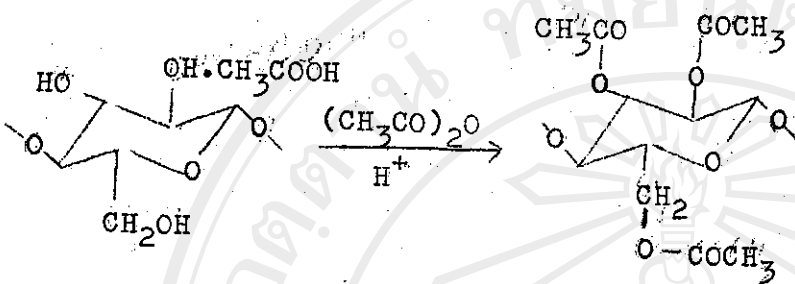
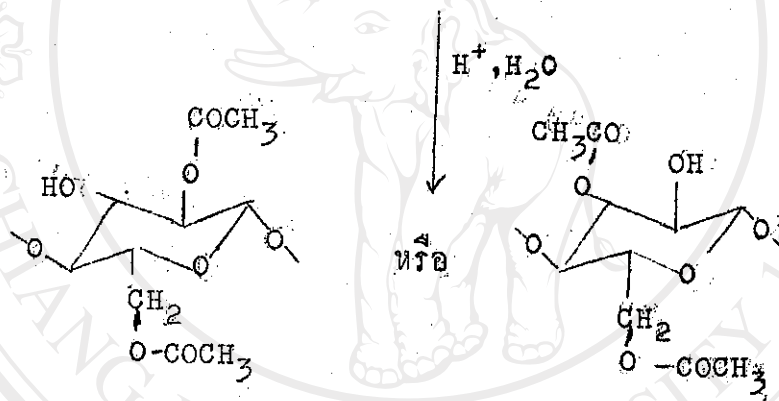
3.5 ผลจากการศึกษา cellulose derivatives จากฝ่ายและแอลบ พบว่า

จากแอลบสามารถนำมาเตรียม derivatives ได้ แต่ derivatives ที่เตรียมได้นั้น ยังมี ash เป็นส่วนประกอบอยู่ ในการวิจัยครั้งนี้ได้เตรียม cellulose esters 2 ชนิด คือ primary acetate (triacetate) การเตรียม หัวข้อ 2.5.1 และ secondary acetate (diacetate) ตามหัวข้อ 2.5.2 และ เตรียม cellulose ether 1 ชนิด คือ carboxymethyl cellulose (CMC) ตามหัวข้อ 2.5.6 ในการศึกษาสมบัติของ derivatives ที่ได้จากเยื่อแอลบนั้นได้ ศึกษาเปรียบเทียบกับ derivatives ที่ได้จากใยฝ้าย จากการทดลองสรุปผลดังนี้

1. การเตรียม cellulose derivatives นั้น จะผ่านการ preswell cellulose ก่อน เพื่อให้ rate ของปฏิกิริยาเร็วขึ้น การ preswell นั้น ใช้ conc. CH_3COOH เพื่อเตรียม cellulose acetate และใช้ 40 % NaOH ในการ เตรียม carboxy methyl cellulose (CMC) ปฏิกิริยาในตอนนี้จึงเป็น intra-crystalline swelling ปฏิกิริยาการเตรียม derivative ต่าง ๆ เป็นดังนี้

addition reaction (5)



Substitution reactioncellulose acetateacid celluloseprimary acetate and triacetatesecondary acetate and diacetatecarboxy methyl cellulosealkali celluloseCMC

2. ปริมาณสารที่ได้จากการเตรียม cellulose acetate เมื่อใช้

α -cellulose 1 กรัม และ acetic anhydride 10 กรัมดังนี้

ฝ่าย primary acetate = 1.630 กรัม secondary acetate = 1.505 กรัม

แอลบ primary acetate = 1.402 กรัม secondary acetate = 1.224 กรัม

3. การศึกษาสมบัติทั่ว ๆ ไปของ cellulose esters ที่เตรียมได้

- ข้อแตกต่างระหว่าง primary acetate และ secondary acetate ทรานโคราย ๆ คือ primary acetate ละลายใน chloroform หรือ methylene chloride แต่ไม่ละลายใน acetone ส่วน secondary acetate ละลายใน acetone

- จากการวิเคราะห์หา % acyl content ใน cellulose acetate จะบอกได้ว่า cellulose acetate ที่เตรียมได้นั้น มี degree of substitution* (DS) เป็นเท่าใด การทราบค่า DS ของ cellulose acetate นั้น จะทำให้ทราบว่า cellulose acetate ที่เตรียมได้นั้นเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในอุตสาหกรรมด้านใด^(12, 18) เช่น DS 2.2-2.3 ใช้เป็น injection moulding, DS 2.9-3.0 ใช้เป็น triacetate fibre และ film

จากค่า % acyl content นำไปหาค่า acetic acid yield* % และค่า degree of substitution ของ cellulose acetate ชนิดนั้น ๆ จากค่าทั้ง 3

* degree of substitution⁽¹⁸⁾ (DS) หรือ degree of esterification หมายถึง จำนวน acetate group ต่อหน่วย glucose

* acetic acid yield⁽¹⁸⁾ หมายถึง น้ำหนักของ acetic acid ที่ถูกกำจัดออกมาเมื่อ cellulose ester ถูก hydrolyte

ค่า equivalent ของ degree of substitution (DS), % acyl content และ % acetic acid yield เทียบได้ดังนี้⁽¹⁸⁾

$$\% \text{ acyl content} = 0.717 \times \text{acetic acid yield } \%$$

$$\text{degree of substitution (DS} = (27 \times \text{acetic acid yield } \%) /$$

$$1000 - (7 \times \text{acetic acid yield } \%)$$

จะบอกได้ว่า cellulose acetate มีสมบัติในการละลายอย่างไร เช่น cellulose acetate ที่มี acyl content % 43.7-44.8 จะมีค่า acetic acid yield % 61-62.5 และมี degree of substitution = 2.9-3.0 สารนี้ละลายได้ใน chloroform และจัดอยู่ใน cellulose triacetate

สำหรับ cellulose acetate ที่เตรียมได้ในการวิจัยนี้ หาค่าต่าง ๆ ได้ดังนี้

จากฝ่าย primary acetate มี % acyl content = 43.107

..acetic acid yield % = 60.122

และ DS = 2.80

secondary acetate มี % acyl content = 28.595

..acetic acid yield % = 39.881

และ DS = 1.493

จากแอลบ primary acetate มี % acyl content = 38.5925

..acetic acid yield % = 53.8245

และ DS = 2.33

secondary acetate มี % acyl content = 28.3805

..acetic acid yield % = 39.5815

และ DS = 1.478

จากค่าเหล่านี้จะเห็นว่า primary acetate จากฝ่ายนี้มีค่า DS ที่แสดงว่า $\text{CH}_3-\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{C}}}-$ แทนที่ H ใน OH group ของ α -cellulose ได้เกือบหมดและค่า DS = 2.80 แสดงว่าได้ triacetate จริง (18) แต่ primary acetate จากแอลบให้ค่า DS เพียง 2.30 แสดงว่า condition ที่ใช้ในการเตรียม primary acetate จากฝ่ายนั้นไม่สามารถใช้เตรียม primary acetate จากแอลบได้ แต่เมื่อ hydrolyse primary acetate ของสารทั้งสอง ปรากฏว่าได้ secondary acetate ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่า DS 1.4 ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำมาก ในทาง

อุตสาหกรรม cellulose acetate ที่นำไปใช้ผลิตสารต่าง ๆ นั้น จะต้องมีความ DS ประมาณ 2.14-2.71⁽¹⁸⁾ และในการวิจัยครั้งนี้ยังไม่สามารถ purify α -cellulose ของแกลบก่อนนำมาเตรียม cellulose acetate ฉะนั้นอาจเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้สมบัติการละลายของสารในตัวทำละลายไม่ตรงกับค่าทาง ๆ ที่คำนวณได้

- การหา relative viscosity ของ primary acetate ของแกลบ เพื่อเปรียบเทียบกับฝ้าย พบว่าค่าความหนืดสัมพัทธ์ = 1.0302 แสดงว่า acetate ที่ได้จากฝ้ายและแกลบ มีความหนืดใกล้เคียงกัน เป็นข้อยืนยันอีกข้อหนึ่งว่า คุณภาพของ α -cellulose จากแกลบสามารถนำมาเตรียม cellulose acetate ได้

- จากการศึกษาสมบัติทาง spectrophotometry ของ cellulose acetate จากแกลบและฝ้ายจะเห็นว่า IR peak ที่สำคัญคือ O-H peak และ C=O peak เกิดที่ตำแหน่งเดียวกัน จะต่างกันตรงที่ว่า cellulose acetate จากแกลบนั้น peak ที่ปรากฏนั้น แสดงว่า สารยังมี impurity และ impurity นั้นก็น่าจะมาจาก ash และ lignin ที่กำจัดออกจาก α -cellulose ไม่หมด เมื่อหาอัตราส่วนของพื้นที่ใต้ peak ของ C=O และ O-H ใน primary และ secondary acetate ของฝ้ายเป็นดังนี้

$$\text{primary acetate อัตราส่วนของพื้นที่ใต้ peak ของ } \frac{C=O}{O-H} = \frac{248}{186} \text{ ของ } = 1.33$$

$$\text{secondary acetate อัตราส่วนของพื้นที่ใต้ peak ของ } \frac{C=O}{O-H} = \frac{90}{166} \text{ ของ } = 0.542$$

จะเห็นว่าอัตราส่วนของพื้นที่ใต้ peak ของ C=O : O-H ใน cellulose esters ทั้งสองนั้น primary acetate มีค่าอัตราส่วนของพื้นที่ใต้ peak มากกว่า secondary acetate แสดงว่าการ hydrolyse จาก primary acetate เป็น secondary acetate เกิดขึ้นจริง แต่อัตราส่วนของพื้นที่ใต้ peak ของ C=O และ O-H ใน primary และ secondary acetate ของแกลบ ปรากฏว่า

พื้นที่ใต้ peak $\frac{C=O}{O-H} = \frac{143}{125}$ ของ = 1.144 และ $\frac{84}{79}$ ของ = 1.063

ตามลำดับ แสดงว่าเกิดการ hydrolyte $CH_3-C(=O)-$ เป็น O-H ใน secondary acetate นั้น relate กับการลดลง แต่เกิดการ hydrolyte น้อยมาก

จาก NMR peak จะเห็นว่า acetyl peak เกิดตำแหน่งเดียวกันหมด แต่จาก integration ของจำนวน proton ใต้ peak เหล่านี้ไม่สามารถพิสูจน์ได้ชัดว่า สารใดเป็น primary acetate หรือ secondary acetate อนึ่ง spectrum ของ cellulose derivative ของแอลบและฝ้ายคล้ายกันมาก แสดงว่า derivatives ที่ได้จากแอลบและฝ้าย มีสมบัติเหมือนกัน

4. จากการเตรียมและศึกษาสมบัติของ CMC สรุปได้ว่า

- ปริมาณสารที่ได้จากการเตรียม CMC เมื่อใช้ α -cellulose

5 กรัม และ chloro acetic acid 6 กรัมคือ

CMC จากแอลบได้ yield 7.19415 กรัม

CMC จากฝ้ายได้ yield 7.67355 กรัม

CMC ที่ได้มีลักษณะเหมือนไม่เปลี่ยนจากสารเดิม คือมีลักษณะเป็นเส้นใย แต่เมื่อเอาไปละลายน้ำจะได้สารลักษณะคล้ายวุ้นในตอนแรก เมื่อคนจะละลายน้ำหมดและสังเกตว่า CMC จากแอลบจะละลายน้ำได้ดีกว่า CMC จากฝ้าย สารตัวนี้เป็นสารสำคัญที่ใช้ในอุตสาหกรรมทำน้ำผลไม้กระป๋อง เพื่อป้องกันการตกตะกอนและอุตสาหกรรมผงซักฟอก

- จากการศึกษา IR(nujol) พบว่า CMC ที่เตรียมจากฝ้ายและแอลบให้ IR peak ลักษณะเหมือนกัน ตำแหน่ง peak ที่สำคัญก็เกิดตำแหน่งเดียวกัน ซึ่งเป็น peak ของ C=O และ O-H แต่ C=O peak ของ CMC ที่ได้จากแอลบ แสดง intensity ดีกว่า CMC จากฝ้าย ทั้งนี้อาจเป็นเพราะว่า α -cellulose ของแอลบมี chain สั้นกว่าฝ้าย (viscosity ของ α -cellulose ต่างกัน) จึงเกิดปฏิกิริยา etherification ได้ดีกว่า α -cellulose ของฝ้าย ซึ่งมี chain ยาว.