



รายงานผลการวิจัย

เรื่อง การเตรียมเซลลูโลสดัดแปรที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร
ภายใต้พลังงานไมโครเวฟ
**Preparation of Biodegradable Modified Cellulose Films from Agricultural Waste
under Microwave Energy**

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2555
จำนวน 150,000 บาท

หัวหน้าโครงการ

นางสาวอุษารัตน์ รัตนคำนวน

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

24 ธันวาคม 2556

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การเตรียมเซลลูโลสดัดแปรที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรภายใต้พลังงานไมโครเวฟ (Preparation of Biodegradable Modified Cellulose Films from Agricultural Waste under Microwave Energy) ได้สำเร็จลุล่วง โดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2555 ผู้วิจัยขอขอบคุณ สาขาวิชาเคมี และสาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีสิ่งทอ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อนุเคราะห์เรื่องสถานที่ และอุปกรณ์บางอย่างที่ใช้ในการดำเนินการวิจัยให้เสร็จสิ้นสมบูรณ์

ผู้วิจัย

(ก)

สารบัญ

	หน้า
สารบัญตาราง	ข
สารบัญภาพ	ค
บทคัดย่อ	1
Abstract	2
คำนำ	3
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
การตรวจเอกสาร	5
อุปกรณ์และวิธีการ	27
ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	34
สรุปผลการวิจัย	57
เอกสารอ้างอิง	59

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 1	แสดงส่วนประกอบเชื้อไขส่วนต่างๆ ของฟางต่างชนิด (% ของสิ่งแห้ง)	22
ตาราง 2	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	27
ตารางที่ 3	ปริมาณเซลลูโลสที่สกัดได้จากเศษฟางข้าว	34
ตารางที่ 4	แสดงค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปร	37
ตารางที่ 5	ค่าเคมีคอลชิฟท์ (Chemical Shift) ของเซลลูโลสลดหรือเซลลูโลสดัดแปร	40
ตารางที่ 6	น้ำหนักของเซลลูโลสก่อนและหลังดัดแปร และร้อยละน้ำหนักเซลลูโลส ดัดแปรที่เพิ่มขึ้นจากการสังเคราะห์โดยใช้วิธีปกติในการให้พลังงานความร้อน	41
ตารางที่ 7	น้ำหนักของเซลลูโลสก่อนและหลังดัดแปร และร้อยละน้ำหนักเซลลูโลส ดัดแปรที่เพิ่มขึ้นจากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟ	42
ตารางที่ 8	ความสามารถในการละลายของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลัง การดัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานความร้อนด้วยวิธีปกติ	47
ตารางที่ 9	ความสามารถในการละลายของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลัง การดัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟ	48
ตารางที่ 10	ค่าพื้นที่หน้าตัด ระยะยัด และค่าแรงดึงของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสดัดแปร ที่สังเคราะห์ได้โดยพลังงานปกติ	54
ตารางที่ 11	ค่าพื้นที่หน้าตัด ระยะยัด และค่าแรงดึงของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสดัดแปร ที่สังเคราะห์ได้โดยพลังงานไมโครเวฟ	54
ตารางที่ 12	ค่าความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุด และค่ามอดูลัสของยัง ของฟิล์มเซลลูโลสดัดแปรที่สังเคราะห์ได้ด้วยการใช้ พลังงานความร้อนปกติ	55
ตารางที่ 13	ค่าความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ของฟิล์มเซลลูโลสดัดแปรที่สังเคราะห์ได้ด้วยการใช้พลังงานความร้อน จากไมโครเวฟ	56

(ก)

สารบัญภาพ

		หน้า
ภาพที่ 1	โมเลกุลของกลูโคสซึ่งเป็นหน่วยที่ซ้ำกันในเซลลูโลส	10
ภาพที่ 2	โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส	10
ภาพที่ 3	โมเลกุลเซลลูโลสซึ่งแสดงพันธะไฮโดรเจนภายในและระหว่างโมเลกุล	11
ภาพที่ 4	โมเลกุลของเซลลูโลสที่ประกอบด้วยปลายสองข้างที่มีลักษณะแตกต่างกัน	12
ภาพที่ 5	ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน โดยทั่วไป	13
ภาพที่ 6	ปฏิกิริยาระหว่างกรดอะซิติกกับเอทานอล	13
ภาพที่ 7	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสในเดรท	14
ภาพที่ 8	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต	15
ภาพที่ 9	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสอะซิเตต	15
ภาพที่ 10	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสโพพรีโอนด์	16
ภาพที่ 11	ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสบิวทิเรต	16
ภาพที่ 12	สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	17
ภาพที่ 13	เปรียบเทียบการกระจายความร้อนระหว่างการให้ความร้อน ด้วยวิธีการปกติกับการใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อน	18
ภาพที่ 14	ขั้นตอนการทดลองโดยรวมของการเตรียมฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรจากฟางข้าว	31
ภาพที่ 15	เซลลูโลสจากเศษฟางข้าว	35
ภาพที่ 16	ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของเซลลูโลส	36
ภาพที่ 17	อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสก่อนการตัดแปรและเซลลูโลส ภายหลังการตัดแปรที่ สังเคราะห์โดยการใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ	38
ภาพที่ 18	¹ H-NMR สเปกตรัมของเซลลูโลสลด	39
ภาพที่ 19	โครงสร้างของเซลลูโลสลด	40
ภาพที่ 20	ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight Increase) ของเซลลูโลสตัดแปรกับระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ จากการให้ความร้อนด้วยวิธีปกติ	44
ภาพที่ 21	ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight increase) ของเซลลูโลสตัดแปรกับระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่พลังงาน 100 วัตต์ จากการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ	44

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 22 เทอร์โมแกรมของเซลล์โลสจากฟางข้าวและเซลล์โลสตัดแปร โดยการใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ	49
ภาพที่ 23 เทอร์โมแกรมของเซลล์โลสจากฟางข้าวและเซลล์โลสตัดแปร โดยการใช้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ	50
ภาพที่ 24 DSC เทอร์โมแกรมของเซลล์โลสจากฟางข้าวก่อนและหลังการตัดแปร	51
ภาพที่ 25 ลักษณะผงเซลล์โลสที่สกัดได้จากฟางข้าวเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า ก่อนการตัดแปรและหลังการตัดแปร	52
ภาพที่ 26 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงเซลล์โลสที่สกัดได้จากฟางข้าว ก่อนการตัดแปร และภายหลังการตัดแปร โดยใช้พลังงานปกติ และการใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อน	53

การเตรียมเซลลูโลสดัดแปรที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากวัสดุเหลือทิ้ง
ทางการเกษตรภายใต้พลังงานไมโครเวฟ

Preparation of Biodegradable Modified Cellulose Films from
Agricultural Waste under Microwave Energy

อุษารัตน์ รัตนค่านวน

Usarat Ratanakamnuan

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จ.เชียงใหม่ 50290

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาหาความเป็นไปได้ในการเตรียมฟิล์มเซลลูโลสจากฟางข้าวซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ภายหลังจากการกำจัดลิกนินและการฟอกขาวเยื่อฟางข้าวแล้ว จะทำการดัดแปรโครงสร้างทางเคมีของฟางข้าวด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันโดยใช้ลอไลลคลอไรด์เป็นสารดัดแปร มีโทลูอินและไพรีดินเป็นตัวทำละลายและตัวเร่งปฏิกิริยาดามลำดับ โดยเปรียบเทียบการใช้พลังงานความร้อนในการทำปฏิกิริยาจากแหล่งความร้อนปกติและใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อน ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรเซลลูโลสในเชิงของอุณหภูมิ พลังงานและระยะเวลาที่ใช้ในการดัดแปร หลังจากนั้นทำการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีและสมบัติต่างๆของเซลลูโลสดัดแปร เช่น ความสามารถในการละลาย ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และสมบัติทางความร้อน ผลการทดลองพบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันของเซลลูโลสจากฟางข้าวโดยใช้พลังงานความร้อนแบบปกติคือที่อุณหภูมิ 60°C ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง เซลลูโลสดัดแปรมีร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นสูงถึงร้อยละ 245.75 ส่วนสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันโดยการใช้ไมโครเวฟในการให้พลังงานความร้อนคือการใช้พลังงาน 100 วัตต์ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที โดยเซลลูโลสดัดแปรมีร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นคือร้อยละ 143.83 ภายหลังจากดัดแปรพบว่าเซลลูโลสเอสเทอร์จากการสังเคราะห์ด้วยพลังงานความร้อนจากทั้งสองแหล่งมีความสามารถในการละลายได้ดีในตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม จึงทำการเตรียมฟิล์มเซลลูโลสเอสเทอร์ด้วยวิธีการหล่อขึ้นรูปด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม และทดสอบความแข็งแรงของฟิล์มเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

คำสำคัญ : วัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร เซลลูโลส เอสเทอร์ริฟิเคชัน ไมโครเวฟ พลาสติที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

Abstract

In this research, the feasibility to obtain cellulose film from rice straw was investigated. After delignification and bleaching of rice straw, the rice straw pulp was treated by acid hydrolysis in order to obtain rice straw cellulose powder. After that, the esterification of rice straw cellulose was carried out by using lauroyl chloride as an esterifying agent, toluene and pyridine as a solvent and a catalyst, respectively, under conventional heating method (hot plate) and microwave irradiation. The optimum condition for esterification was examined in terms of temperature and reaction time. Chemical structure and properties of modified cellulose such as solubility, degree of substitution, morphology characteristics and thermal properties were characterized. For conventional heating, the result showed that the optimum condition for rice straw cellulose esterification was 60 °C for 25 hour of esterification time. The highest percentage of weight increase of modified cellulose was 173.32 %. For microwave heating, the maximum %weight increase of modified cellulose was 143.83% at the 100 W of microwave power for 15 minutes of esterification time. Modified cellulose can be dissolved in organic solvent such as chloroform and the rice straw cellulose film was prepared by casting method with chloroform solvent.

Key words: Agricultural waste, Cellulose, Esterification, Microwave, Biodegradable plastic

คำนำ

ปัจจุบันพลาสติกได้เข้ามามีบทบาทและเป็นส่วนหนึ่งในชีวิตประจำวันของมนุษย์เรา เนื่องจากคุณสมบัติของพลาสติกที่เป็นประโยชน์ต่อการใช้งาน เช่น สามารถแปรรูปและขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างแบบซับซ้อน มีน้ำหนักเบา และมีความแข็งแรง อีกทั้งพลาสติกยังมีราคาถูก ทำให้พลาสติกเป็นที่นิยมมากทั้งในงานที่ต้องการความทนทาน งานบรรจุภัณฑ์หรือผลิตภัณฑ์สำหรับใช้ครั้งเดียวแล้วทิ้ง ในทางตรงกันข้ามก็ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมในปัจจุบันและรวมถึงอนาคต เนื่องจากพลาสติกที่ใช้อยู่ในปัจจุบันส่วนใหญ่ย่อยสลายได้ยากหรือแทบจะไม่ย่อยสลายได้เลยตามธรรมชาติ สถานที่ฝังกลบขยะมูลฝอยอาจไม่สามารถรองรับปริมาณขยะพลาสติกที่เพิ่มขึ้นอย่างมากมาย นอกจากนี้การผลิตพลาสติกส่วนใหญ่จะใช้แหล่งวัตถุดิบจากปิโตรเลียมเป็นหลัก ซึ่งปิโตรเลียมเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเกิดจากการทับถมของซากพืชซากสัตว์เป็นเวลานานภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง ปิโตรเลียมนับเป็นทรัพยากรธรรมชาติที่ใช้แล้วหมดไป ไม่สามารถเกิดขึ้นทดแทนได้ หรือถ้าจะเกิดมาทดแทนได้ก็ต้องใช้ระยะเวลานานมาก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการพัฒนาฟิล์มพลาสติกจากพอลิเมอร์ที่มีในธรรมชาติ เช่น เซลลูโลส เพื่อทดแทนการใช้พลาสติกสังเคราะห์จากปิโตรเลียม โดยทำการสกัดเซลลูโลสจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรคือ ฟางข้าว โดยทำการหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อตัดแปร โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสด้วยปฏิกิริยาเอสเตอร์ฟิเคชันโดยการใช้พลังงานความร้อนแบบปกติและการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อน จากนั้นจึงทำการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีและศึกษาสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติการละลาย สมบัติทางความร้อน ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงเซลลูโลสตัดแปรและศึกษาสมบัติเชิงกลและความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่เตรียมได้

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาความเป็นไปได้และหาวิธีการ รวมทั้งสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตฟิล์มพลาสติกที่ย่อยสลายได้จากฟางข้าว
2. ศึกษาและเปรียบเทียบวิธีการตัดแปรรูปลอกส โดยการใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ (conventional heating) และด้วยพลังงานไมโครเวฟ (microwave heating)
3. ศึกษาสมบัติต่างๆของเซลลูโลสตัดแปรรูปที่เตรียมได้ เช่น ความสามารถในการละลาย ระดับการแทนที่ ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและสมบัติทางความร้อน
4. ศึกษาสมบัติเชิงกลและความสามารถในการสลายตัวทางชีวภาพของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรรูปที่เตรียมได้

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้วิธีการและสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมและผลิตฟิล์มพลาสติกที่ย่อยสลายได้จากฟางข้าว
2. ได้ฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรรูปจากฟางข้าวที่มีความสามารถในการสลายตัวทางชีวภาพเพื่อทดแทนการใช้ฟิล์มจากพอลิเมอร์สังเคราะห์

การตรวจเอกสาร

ความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันพลาสติกได้เข้ามามีบทบาทและเป็นส่วนหนึ่งในชีวิตประจำวันของมนุษย์เรา เนื่องจากคุณสมบัติของพลาสติกที่เป็นประโยชน์ต่อการใช้งาน เช่น ด้านทนต่อสารเคมีและแสงอุลตราไวโอเลต ทำให้พลาสติกเป็นที่นิยมมากทั้งในงานที่ต้องการความทนทาน งานบรรจุภัณฑ์หรือผลิตภัณฑ์สำหรับใช้ครั้งเดียวแล้วทิ้ง ในทางตรงกันข้ามก็ก่อให้เกิดปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมในปัจจุบันและรวมถึงอนาคต เนื่องจากพลาสติกที่ใช้อยู่ในปัจจุบันส่วนใหญ่ย่อยสลายได้ยากหรือแทบจะไม่ย่อยสลายได้เลยตามธรรมชาติ สถานที่ฝังกลบขยะมูลฝอยอาจไม่สามารถรองรับปริมาณขยะพลาสติกที่เพิ่มขึ้นอย่างมากมาข นอกจากนั้นการผลิตพลาสติกส่วนใหญ่จะใช้แหล่งวัตถุดิบจากปิโตรเลียมเป็นหลัก ซึ่งปิโตรเลียมเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเกิดจากการทับถมของซากพืชซากสัตว์เป็นเวลานาน ภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง ปิโตรเลียมเป็นทรัพยากรธรรมชาติที่ใช้แล้วหมดไป ไม่สามารถเกิดขึ้นทดแทนได้ หรือถ้าจะเกิดมาทดแทนได้ก็ต้องใช้ระยะเวลาอย่างมาก

ในงานวิจัยนี้จึงทำการพัฒนาฟิล์มพลาสติกจากพอลิเมอร์ที่มีในธรรมชาติ เช่น เซลลูโลส เพื่อทดแทนการใช้พลาสติกสังเคราะห์จากปิโตรเลียม ปัจจุบันการนำเซลลูโลสมาใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย โดยทำการสกัดจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร เช่น ฟางข้าว เนื่องจากสามารถทำการตัดแปรรูปได้ง่าย และเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ เซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ในโครงสร้างเป็นจำนวนมาก และเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลที่มีจำนวนมากนี้เองทำให้เซลลูโลสสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างโมเลกุล ทำให้เซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูง และส่งผลให้เซลลูโลสมีคุณสมบัติไม่ละลายในตัวทำละลายทั่วไปได้ และนอกจากนั้นความเป็นผลึกของเซลลูโลส ยังส่งผลให้เซลลูโลสมีจุดหลอมเหลวที่สูงมากใกล้เคียงกับอุณหภูมิการสลายตัว จึงไม่สามารถนำเซลลูโลสไปขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ด้วยกระบวนการทางความร้อนได้ ดังนั้นการจะนำเซลลูโลสไปใช้ประโยชน์ได้ จึงต้องมีการตัดแปรรูปโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสก่อน

และจากงานวิจัยที่ผ่านมาการสังเคราะห์พลาสติกโดยนำเซลลูโลสมาตัดแปรรูปสามารถทำได้โดยการให้พลังงานความร้อนโดยใช้วิธีการดั้งเดิม เช่น การให้ความร้อนโดยใช้เตาให้ความร้อน (hot plate) ซึ่งพบว่าใช้เวลาในการสังเคราะห์เป็นเวลานาน (Feng *et al.*, 2008) ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์เซลลูโลสตัดแปรรูปโดยใช้พลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟ ซึ่งจะช่วยให้ใช้เวลาในการสังเคราะห์น้อยกว่าการให้ความร้อนโดยวิธีการดั้งเดิม ซึ่งไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่ง มีลักษณะเหมือนแสงที่เคลื่อนที่เป็นเส้นตรง และสามารถทะลุผ่านสารที่มีความโปร่งใสได้ โดยกลไกการเกิดความร้อนของคลื่นไมโครเวฟจะประกอบด้วยกลไกการ

เหนี่ยวนำเชิงไอออน (ionic conduction) และกลไกชนิดการหมุนของขั้ว (dipolar rotation) (Taylor *et al.*, 2005:1-50)

จากที่กล่าวมาในขั้นต้นงานวิจัยนี้จึงต้องการสังเคราะห์พลาสติกที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ โดยมีแหล่งวัตถุดิบจากวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรคือฟางข้าว โดยนำฟางข้าวมาสกัดเซลลูโลส จากนั้นหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อตัดแปร โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน โดยใช้พลังงานความร้อนแบบปกติและการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อน ทำการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีและศึกษาสมบัติต่างๆเช่น สมบัติการละลาย สมบัติทางความร้อน ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงเซลลูโลสตัดแปรและศึกษาสมบัติเชิงกลและความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่เตรียมได้

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

พลาสติก (Plastic)

พลาสติก เป็นวัสดุสังเคราะห์ที่มนุษย์รู้จักมานาน และนำมาใช้ประโยชน์ แทนโลหะ ไม้ หรือวัสดุธรรมชาติอื่นๆ เช่น ทำเส้นใยสำหรับผลิตสิ่งทอ หล่อเป็นลำเรือ และชิ้นส่วนของยานยนต์ ภาชนะ และวัสดุบรรจุภัณฑ์ต่างๆ รวมทั้งอุปกรณ์ และเครื่องใช้อื่นๆ อีกมาก มนุษย์รู้จักใช้ประโยชน์จากปฏิกิริยาเคมี และทำพลาสติกขึ้นมาใช้ครั้งแรก เมื่อ ค.ศ. 1868 โดย จอห์น เวสลีย์ ไฮแอท (John Wesley Hyatt) นักวิทยาศาสตร์ ชาวอเมริกัน ได้ทำการทดลองผลิตวัสดุชนิดหนึ่ง จากปฏิกิริยาของเซลลูโลสในเทอร์ด ด้วยการบур ผลิตภัณฑ์ดังกล่าว สามารถทำเป็นแผ่นแบนบาง มีความใสคล้ายกระจก แต่ม้วนหรืองอได้ และได้เรียกชื่อตามวัตถุดิบที่ใช้ว่า “เซลลูโลสในเทอร์ด” ต่อมา พลาสติกชนิดนี้ ได้เป็นที่รู้จักแพร่หลาย และเป็นที่นิยม เรียกว่า “เซลลูลอยด์” (celluloid) การพัฒนาผลิตภัณฑ์พลาสติกเชิงอุตสาหกรรมได้ดำเนินไปอย่างรวดเร็ว ทำให้มีพลาสติกชนิดอื่นๆ เกิดขึ้นตามมาอีกมากมาย

อุตสาหกรรมพลาสติกในประเทศไทย เริ่มมีมาตั้งแต่ประมาณ พ.ศ. 2500 ในระยะแรกมีการนำเข้าพลาสติกเรซินจากต่างประเทศ มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์พลาสติกกันประปราย ต่อมาใน พ.ศ. 2506 ได้มีการก่อตั้ง โรงงานอุตสาหกรรมผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติกขนาดใหญ่ขึ้น แต่ยังคงต้องนำเข้า เรซินจากต่างประเทศเช่นกัน จนกระทั่งใน พ.ศ. 2514 ประเทศไทยจึงสามารถผลิตพลาสติกเรซินคือ พีวีซี ได้เองเป็นชนิดแรก ปัจจุบันประเทศไทยสามารถผลิตพลาสติกได้อีกหลายชนิด เช่น พอลิเอทิลีน พอลิโพรพิลีน พอลิสไตรีน และพอลิเอสเตอร์ อย่างไรก็ตามในทุกๆช่วงจังหวะของชีวิตพลาสติกมีบทบาทสำคัญ พลาสติกก็มีทั้งประโยชน์และโทษ ดังที่กล่าวมาในขั้นต้น

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable Plastic)

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable plastic) เป็นพลาสติกย่อยสลายได้ชนิดหนึ่งที่มีกลไกการย่อยสลายด้วยเอนไซม์ และแบคทีเรียในธรรมชาติ เมื่อย่อยสลายหมดแล้วจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำ มวลชีวภาพ ก๊าซมีเทน และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งเป็นสิ่งจำเป็นในการเจริญเติบโตและดำรงชีวิตของพืช ดังนั้นวงจรของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพจึงมีรูปแบบคือมีสมบัติในการใช้งานเช่นเดียวกับพลาสติกโดยทั่วไป แต่จะมีความแตกต่างกันตรงที่เมื่อทิ้งพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพนี้ไปเป็นขยะและอยู่ในสภาวะที่เหมาะสม คือ มีแบคทีเรียและเอนไซม์ พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพนั้นก็จะเกิดการย่อยสลายได้ ซึ่งผู้ใช้พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพบางราย มีความเข้าใจว่า พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพนั้นมีอายุการใช้งานสั้น ทำให้ใช้ประโยชน์ได้น้อยกว่าพลาสติกทั่วไป ซึ่งเป็นความคิดที่ผิดเพราะพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพนั้น จะย่อยสลายได้เมื่อมีแบคทีเรียและเอนไซม์ที่เหมาะสมเท่านั้น จึงจะเกิดกระบวนการย่อยสลายได้ เช่น เมื่อถูกฝังกลบ

ปัจจุบันจึงมีหลายองค์กรทั่วโลกได้ดำเนินการจัดทำมาตรฐานผลิตภัณฑ์ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable plastics) ขึ้น และให้คำจำกัดความของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพซึ่งมีความแตกต่างกันเล็กน้อยไว้ ดังนี้

- ASTM D6400-99 – biodegradable plastic is a degradable plastic in which the degradation results from the action of naturally occurring microorganisms such as bacteria, fungi and algae.

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพคือ พลาสติกที่ย่อยสลายได้เนื่องมาจากการทำงานของจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ เช่น แบคทีเรีย รา และสาหร่าย

- ISO 472:1998 – Biodegradable plastics are plastic designed to undergo a significant change in its chemical structure under specific environmental conditions resulting in a loss of some properties that may vary as measured by standard test methods appropriate to the plastics and application in a period of time that determines its classification. The change in chemical structure results from the action of naturally occurring microorganisms.

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ คือ พลาสติกที่ถูกออกแบบมาให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีภายใต้สภาวะแวดล้อมที่กำหนดไว้โดยเฉพาะ เป็นสาเหตุทำให้สมบัติต่างๆ ของพลาสติกลดลงภายในช่วงเวลาหนึ่งซึ่งสามารถวัดได้โดยใช้วิธีทดสอบมาตรฐานที่เหมาะสมกับชนิดของพลาสติกและการใช้งาน ผลการทดสอบสามารถนำมาใช้เป็นเกณฑ์ในการจำแนกประเภท

ของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ โดยการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีดังกล่าวต้องเกิดจากการทำงานของจุลินทรีย์ในธรรมชาติเท่านั้น

- BPS Japan (1994) – Biodegradable plastics are polymeric materials which are changed into lower molecular weight compounds where at least one step in the degradation process is through metabolism in the presence of naturally occurring organism.

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ คือ วัสดุพอลิเมอร์ ที่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นสารประกอบที่มีน้ำหนักโมเลกุลลดต่ำลงได้ โดยมีอย่างน้อย 1 ขั้นตอนในกระบวนการย่อยสลายนี้ เกิดผ่านกระบวนการเมแทบอลิซึมของจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ

- DIN FNK103.2 (1993) – A plastic materials is called biodegradable if all its organic compounds undergo a complete biodegradation process environmental condition and rates of biodegradation are to be determined by standardized test methods.

วัสดุพลาสติกจะได้อธิบายว่าเป็นพลาสติกที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ก็ต่อเมื่อสารประกอบอินทรีย์ทั้งหมดถูกย่อยสลายอย่างสมบูรณ์โดยจุลินทรีย์ ที่มีอยู่ในสภาพแวดล้อม และมีอัตราการย่อยสลายอยู่ภายใต้ข้อกำหนดในการทดสอบตามมาตรฐาน

- CEN (1993) – A degradable material in which the degradation results from the action of microorganisms and ultimately materials is converted to water, carbon dioxide and/or methane and a new cell biomass.

วัสดุย่อยสลายได้ คือ วัสดุที่เกิดการย่อยสลายเป็นผลมาจากการทำงานของจุลินทรีย์ทำให้วัสดุเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นน้ำ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ หรือ แก๊สมีเทน และมวลชีวภาพใหม่ เป็นผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนสุดท้าย

ถ้าหากคำว่า biodegradation (หรือการย่อยสลายได้ทางชีวภาพ) ย่อมาจาก biotic degradation ในมาตรฐานต่างๆ มีคำจำกัดความที่ใช้พื้นฐานแนวคิดเดียวกัน คือ เป็นการทำงานของจุลินทรีย์ที่มีต่อชิ้นวัสดุ เป็นผลให้วัสดุเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์หรือแก๊สมีเทนและน้ำ

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพเป็นผลิตภัณฑ์พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ด้วยกระบวนการทางชีวภาพ ซึ่งสามารถแบ่งตามวัตถุดิบที่ใช้ได้ดังนี้

(1) พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ผลิตจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมี (petroleum based biodegradable plastics) คือพลาสติกย่อยสลายได้ โดยผลิตจากปิโตรเคมี ซึ่งปิโตรเคมีคือสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเกิดจากการทับถมของซากพืชซากสัตว์เป็นเวลานาน ภายใต้อุณหภูมิและความดันสูง สารเคมีที่ผลิตจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมโดยผ่านกระบวนการทางเคมีต่างๆ ที่สำคัญ

2 กระบวนการ คือ กระบวนการทำให้บริสุทธิ์ (refinery process) และกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical process) ตัวอย่างเช่น พอลิไวนิล แอลกอฮอล์ (poly (vinyl alcohol)) และ poly (butylene adipate-co-terephthalate) ซึ่งข้อเสียของพลาสติกประเภทนี้คือไม่สามารถสร้างขึ้นทดแทนใหม่ได้ เป็นผลิตภัณฑ์ที่ใช้แล้วหมดไป

(2) พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ผลิตจากวัตถุดิบที่เป็นมวลชีวภาพ (bio-based biodegradable plastics) หรือวัตถุดิบที่สามารถสร้างขึ้นใหม่ได้ (renewable resource) เป็น พลาสติกชีวภาพ (bioplastic) สามารถย่อยสลายได้เป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำได้ด้วย จุลินทรีย์ในธรรมชาติภายหลังจากการใช้งาน ผลิตมาจากวัตถุดิบที่สามารถผลิตทดแทนขึ้นใหม่ได้ ในธรรมชาติ (renewable resource) คือ ผลิตมาจากพืช เช่น ข้าวโพด มันสำปะหลัง และอ้อย เป็นต้น ซึ่งพลาสติกชนิดนี้มีแนวโน้มทางการตลาดที่ดีและมีการผลิตเพื่อใช้เป็นผลิตภัณฑ์ เช่น polylactic Acid (PLA) และ polyhydroxyalkanoates (PHAs) ซึ่งใช้กระบวนการทางเคมีในการเปลี่ยนสภาพจาก แป้งที่ได้จากมันสำปะหลังและข้าวโพดให้เป็นพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

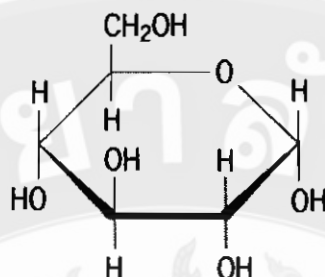
การย่อยสลายทางชีวภาพ (biodegradation) การย่อยสลายของพอลิเมอร์จากการทำงานของ จุลินทรีย์โดยทั่วไปมีกระบวนการ 2 ขั้นตอน เนื่องจากขนาดของสายพอลิเมอร์ยังมีขนาดใหญ่และ ไม่ละลายน้ำ ในขั้นตอนแรกของการย่อยสลายจึงเกิดขึ้นภายนอกเซลล์โดยการปลดปล่อยเอนไซม์ ของจุลินทรีย์ซึ่งเกิดได้จากการใช้เอนไซม์ที่ทำให้เกิดการแตกตัวของพันธะภายในสายโซ่พอลิเมอร์ อย่างไม่เป็นระเบียบ (endo-enzyme) และจากเอนไซม์ที่ทำให้เกิดการแตกหักของพันธะที่ละหน่วย จากหน่วยที่ซ้ำที่เล็กที่สุดที่อยู่ด้านปลายของสายโซ่พอลิเมอร์ (exo-enzyme) เมื่อพอลิเมอร์แตกตัว จนมีขนาดเล็กพอจะแพร่ผ่านผนังเซลล์เข้าไปในเซลล์ และเกิดการย่อยสลายต่อในขั้นที่ 2 ได้ ผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนสุดท้าย (ultimate biodegradation) คือ พลังงาน และ สารประกอบขนาดเล็กที่ เสถียรในธรรมชาติ (mineralization) เช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ แก๊สมีเทน น้ำ กลีเซอรอล แร่ธาตุ ต่างๆ และมวลชีวภาพ (biomass) ซึ่งก็คือ มวลรวมของสารที่เกิดขึ้นจากกระบวนการในการ ดำรงชีวิตและเติบโตของสิ่งมีชีวิต ซึ่งรวมถึงพืช สัตว์ และจุลินทรีย์ (ชนาวดี, 2549)

เซลลูโลส

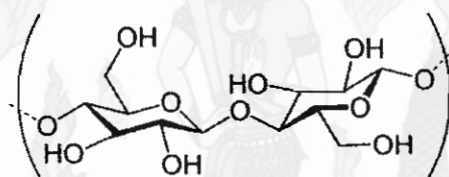
โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ชนิดหนึ่งโดยโครงสร้างของเซลลูโลสประกอบด้วยโมเลกุล ของกลูโคส (D-glucose) ตั้งแต่ 15-40,000 หน่วยต่อกันเป็นเส้นตรง (linear homopolymer) ด้วย พันธะเบต้า-ไกลโคซิดิก ที่คาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่ 1 และ 4 มีสูตรโมเลกุลเป็น $(C_6H_{10}O_5)_n$ มีชื่อ ทางเคมีว่า β -1,4-glucan มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ระหว่าง 300,000-500,000 ดาลตัน โมเลกุลของ

กลูโคสซึ่งเป็นหน่วยที่ซ้ำกันในเซลลูโลส แสดงดังภาพที่ 1 และโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส แสดงดังภาพที่ 2



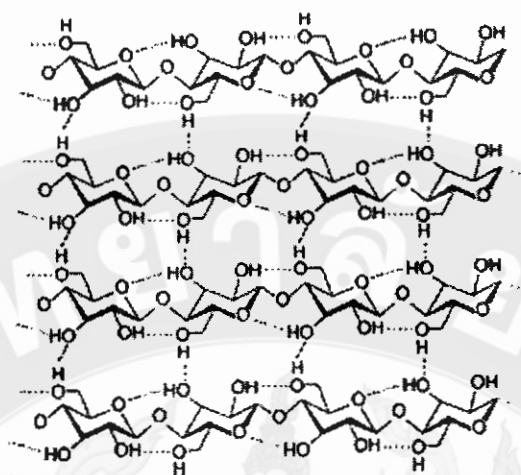
ภาพที่ 1 โมเลกุลของกลูโคสซึ่งเป็นหน่วยที่ซ้ำกันในเซลลูโลส



ภาพที่ 2 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส

เซลลูโลส เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่พบมากที่สุดประมาณ 45% ของสารอินทรีย์ทั้งหมดในธรรมชาติ ส่วนใหญ่สะสมอยู่ที่ผนังเซลล์ในพืชชั้นสูงทุกชนิด ซึ่งมีส่วนประกอบของเซลลูโลสมากกว่า 97-99% จัดว่าเป็นเซลลูโลสบริสุทธิ์ และภายในโมเลกุลเซลลูโลสจึงยึดติดกันแน่น ทำให้เซลลูโลสทำปฏิกิริยากับสารต่างๆ ได้ช้า เซลลูโลสในผนังเซลล์ชั้นแรก ประกอบด้วยกลูโคสยาวประมาณ 2,000 โมเลกุล และ ไม่ต่ำกว่า 14,000 โมเลกุล ในผนังเซลล์ชั้นที่สอง โดยโมเลกุลของเซลลูโลสจะเกาะกันเป็นคู่ตามยาวและเรียงขนานกันเป็นกลุ่ม 40 คู่ เรียกว่า ไมโครไฟบริล (microfibril) เพื่อให้ความแข็งแรงกับผนังเซลล์ของพืช

เซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) เป็นจำนวนมากประกอบด้วยสายโซ่พอลิเมอร์ (polymer chain) เรียงขนานกันยึดกันด้วยแรงระหว่างโมเลกุล (dispersion force) และพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) ดังแสดงในภาพที่ 3 และเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลที่มีจำนวนมากนี้เอง ทำให้เซลลูโลสสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างโมเลกุล ทำให้เซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูง และส่งผลให้เซลลูโลสมีคุณสมบัติไม่ละลายในตัวทำละลายทั่วไปได้และนอกจากนั้น ความเป็นผลึกของเซลลูโลส ยังส่งผลให้เซลลูโลสมีจุดหลอมเหลวที่สูงมากใกล้เคียงกับอุณหภูมิการสลายตัว



ภาพที่ 3 โมเลกุลเซลลูโลสซึ่งแสดงพันธะไฮโดรเจนภายในและระหว่างโมเลกุล

การดัดแปรโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส

การดัดแปรโครงสร้างของเซลลูโลสจะแบ่งเป็น 2 วิธี คือการดัดแปรโครงสร้างทางกายภาพที่ไม่ใช้สารเคมีเข้ามาเกี่ยวข้อง เพื่อไปเปลี่ยนแปลงสมบัติและโครงสร้างทางพื้นผิวของวัสดุ เช่นการใช้กระแสไฟฟ้าในการปรับปรุงในกระบวนการทางกายภาพ และการดัดแปรโครงสร้างของเซลลูโลสอีกวิธีหนึ่งคือการดัดแปรโครงสร้างทางเคมีซึ่งมีการใช้สารเคมีเพื่อปรับปรุงโครงสร้างพันธะทางเคมีของเซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีมากที่สุดเป็นอันดับหนึ่ง เซลลูโลสเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharide) เกิดจากมอนอเมอร์ที่เรียกว่าแอนไฮโดรกลูโคไพราโนส (anhydroglucopyranose) มาต่อดัด้วยพันธะ β -1,4-glycosidic linkage ดังภาพที่ 4 ซึ่งโมเลกุลของเซลลูโลสประกอบด้วยปลายสองข้างที่มีลักษณะแตกต่างกัน หมู่ปลายด้านหนึ่งคือ reducing end หมายถึงปลายโมเลกุลข้างที่มี free α - หรือ β -hydroxyl group เป็น reducing group (C1) และ non-reducing end หมายถึงปลายอีกข้างหนึ่งของ polysaccharide ที่ไม่มี reducing end group

จากโครงสร้างดังกล่าว จะเห็นว่าเซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) เป็นจำนวนมาก เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลที่มีจำนวนมากนี้เองทำให้เซลลูโลสสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างโมเลกุล (intra- and intermolecular hydrogen bonding) ประกอบกับโครงสร้างของเซลลูโลสสามารถเรียงตัวได้อย่างเป็นระเบียบทำให้มีความเป็นผลึกสูง (high crystallinity) ประมาณ 60-80% ซึ่งปัจจัยเหล่านี้ทำให้

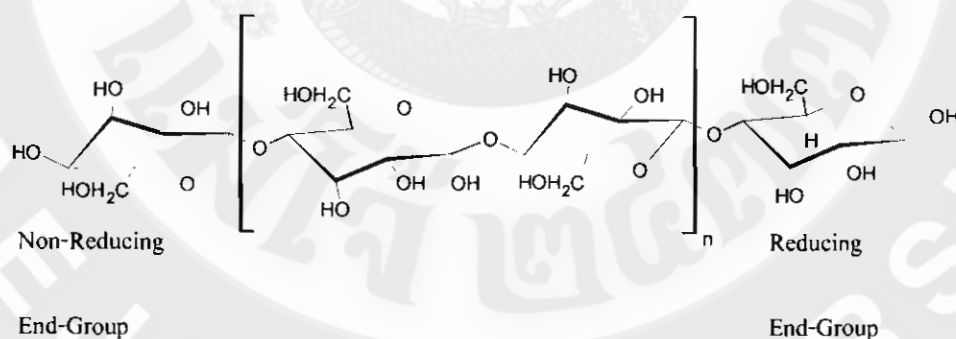
■ เซลลูโลสไม่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายมีขั้วทั่วไป ต่อมาจึงมีการค้นพบตัวทำละลายซึ่งสามารถละลายเซลลูโลสได้ ได้แก่ N-methyl-morpholine-N-oxide, LiCl/DMAc, liquid

$\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{SCN}$, Trifluoroacetic acid/chlorinated alkanes สำหรับสารละลายที่ได้จะเป็น liquid crystalline solution

■ เกิดการขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลกับสารเคมีอื่นๆ ดังนั้นการเข้าทำปฏิกิริยาจึงเป็นไปได้ยาก โดยทั่วไปจะเกิดปฏิกิริยาในส่วนที่เป็น amorphous ก่อน สำหรับส่วนที่เป็นผลึกจะเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวของผลึกเท่านั้น

เนื่องจากโครงสร้างทางกายภาพและทางเคมีของเซลลูโลสค่อนข้างที่จะควบคุมการใช้งานได้ลำบาก ทำให้เซลลูโลสไม่สามารถเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ หรือไหลได้ เมื่อต้องการนำไปขึ้นรูปด้วยวิธีการการฉีด (injection molding) หรือวิธีการหลอมเหลว (melt extrusion) เนื่องจากเซลลูโลสมี จุดหลอมเหลว (melting point) ที่สูงมาก จะเกิดการสลายตัวก่อนที่จะหลอมเหลวและเนื่องจากเซลลูโลสไม่สามารถละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ทั่วไปจึงทำให้ยากที่จะนำมาแปดฟิล์ม หรือปั่นเป็นเส้นใย ดังนั้นวัตถุประสงค์ของการดัดแปรคือ

- (1) เพื่อให้เซลลูโลสสามารถละลายและนำไปผลิตเป็นเส้นใยและฟิล์มได้
- (2) เพื่อให้มีสมบัติเป็นเทอร์โมพลาสติกและเหมาะสมที่จะนำไปขึ้นรูป
- (3) เพื่อปรับปรุง bulk properties โดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงรูปลักษณะทางกายภาพ
- (4) เพื่อปรับปรุงสมบัติทางเคมี



ภาพที่ 4 โมเลกุลของเซลลูโลสที่ประกอบด้วยปลายสองข้างที่มีลักษณะแตกต่างกัน

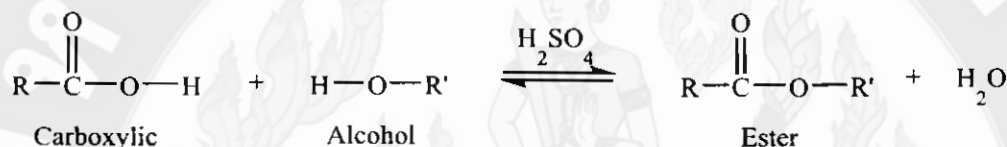
โดยปฏิกิริยาการดัดแปรโครงสร้างทางเคมีที่สำคัญของเซลลูโลสคือ ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน และปฏิกิริยาอีเทอร์ฟิเคชัน โดยปฏิกิริยาทั้ง 2 แบบ จะเกิดการแทนที่อะตอมไฮโดรเจนในหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสด้วยหมู่แอลคิล (R) และเอซิล (CO-R) ตามลำดับ ทำให้เกิดโดยทั่วไปแล้ว กลูโคสซึ่งเป็นหน่วยย่อยของโมเลกุลเซลลูโลสจะมีหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถถูกแทนที่ได้ 3 ตำแหน่ง คือที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2, 3 และ 6 ดังนั้นระดับการแทนที่สูงที่สุดที่จะเกิดได้ต่อหนึ่งหน่วยกลูโคสจึงมีค่าเท่ากับ 3 ซึ่งอาจจะเรียกค่าดังกล่าวว่า degree of substitution (DS)

ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

เอสเทอร์เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่แอลคอกซีคาร์บอนิลเป็นหมู่ฟังก์ชัน มีสูตรทั่วไป

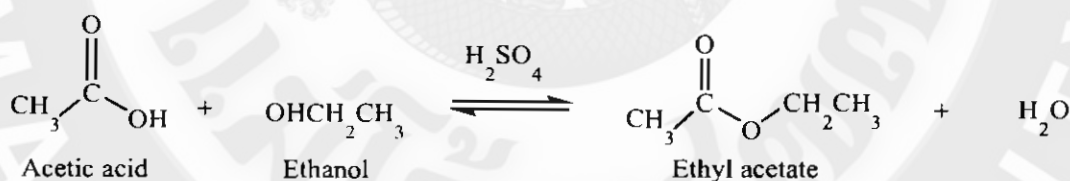
เป็น $\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-\text{R}'$ หรือ $\text{R}'\text{COOR}$ หรือ $\text{R}'\text{CO}_2\text{R}$ เมื่อ R แทนหมู่แอลคิลหรือหมู่เอริลของกรดคาร์บอกซิลิก

เอสเทอร์ เป็นผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างกรดคาร์บอกซิลิกกับแอลกอฮอล์ เรียกปฏิกิริยาการเตรียมเอสเทอร์ว่า “เอสเทอร์ฟิเคชัน” (Esterification) โดยมีปฏิกิริยาทั่วไปดังภาพที่ 5



ภาพที่ 5 ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยทั่วไป

ยกตัวอย่าง เช่น ปฏิกิริยาระหว่างกรดอะซิติกกับเอทานอล ที่อุณหภูมิสูง โดยมีกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังแสดงในภาพที่ 6



ภาพที่ 6 ปฏิกิริยาระหว่างกรดอะซิติกกับเอทานอล

ปฏิกิริยาการเกิดเอสเทอร์นี้เป็นปฏิกิริยาที่ผันกลับได้ ดังนั้น ถ้าต้องการให้ได้ผลผลิตของเอสเทอร์สูงจะต้องพยายามให้สมดุลของปฏิกิริยาเกิดมากเกินไปทางด้านเอสเทอร์ ซึ่งอาจทำได้โดยใช้ปริมาณของสารตั้งต้นสารใดสารหนึ่งให้มากเกินพอ (สารตัวที่มีราคาถูก) หรือแยกผลผลิตตัวใดตัวหนึ่งออกไปจากระบบ

ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของเซลลูโลส

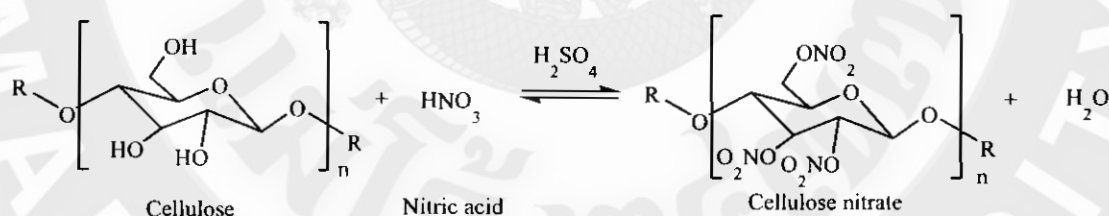
โดยทั่วไปปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันคือปฏิกิริยาเตรียมเอสเทอร์จากกรดคาร์บอกซิลิกกับแอลกอฮอล์ ซึ่งจากโครงสร้างของเซลลูโลสที่มีหมู่ไฮดรอกซิลในหน่วยของแอนไฮโดรกลูโคสถึงสามตำแหน่ง เซลลูโลสจึงเปรียบเสมือน trihydric alcohol ดังนั้นเซลลูโลสจึงสามารถเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับกรดคาร์บอกซิลิก หรืออนุพันธ์ของกรดคาร์บอกซิลิก โดยเกิดการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างของเซลลูโลสด้วยหมู่ทางเคมีอื่นๆ ณ ตำแหน่งนี้ได้ แล้วเกิดเป็นเซลลูโลสเอสเทอร์ (cellulose ester) ขึ้น

การดัดแปร โครงสร้างของเซลลูโลสด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทได้แก่ เอสเทอร์อนินทรีย์ (inorganic ester) และ เอสเทอร์อินทรีย์ (organic ester)

เอสเทอร์อนินทรีย์ (inorganic ester) ยกตัวอย่าง เช่น เซลลูโลสไนเตรต (cellulose nitrate) และเซลลูโลสฟอสเฟต (cellulose phosphate)

เซลลูโลสไนเตรต (cellulose nitrate)

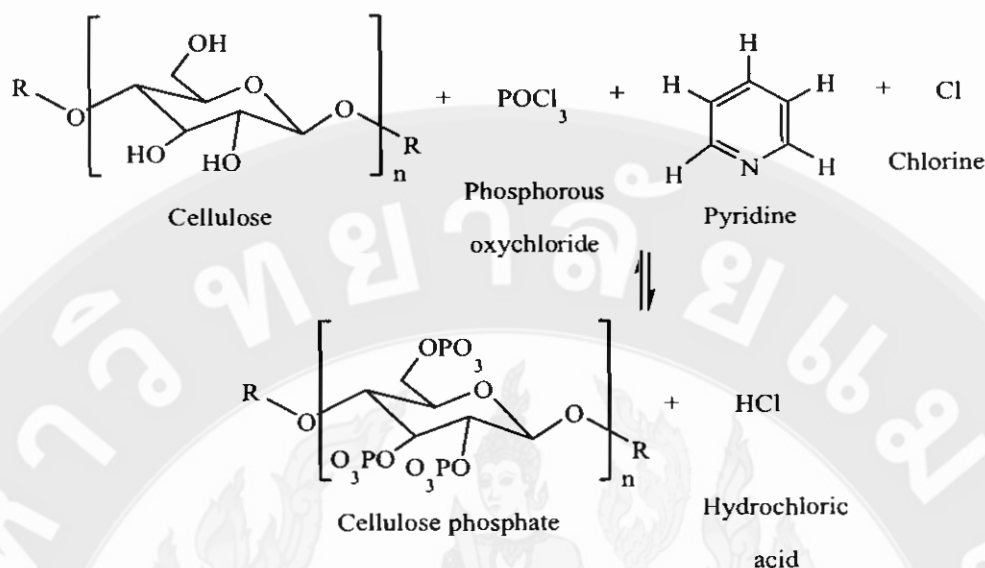
เซลลูโลสไนเตรต นับได้ว่าเป็นเซลลูโลสที่เก่าแก่ที่สุดพบโดยความบังเอิญจากการนำผ้าไปแช่กรดไนตริกและกรดซัลฟูริกที่หกละเทอะจากนั้นนำไปซักน้ำ ปรากฏว่าสมบัติของผ้าเปลี่ยนไป คือสามารถจุดติดไฟได้ง่ายขึ้น เซลลูโลสไนเตรตสามารถเตรียมได้ดังภาพที่ 7



ภาพที่ 7 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสไนเตรต

เซลลูโลสฟอสเฟต (cellulose phosphate)

เซลลูโลสฟอสเฟต สามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสกับ phosphorous oxychloride (POCl_3) ในไพรีดีน และไดคลอรีน หรือได้จากปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสกับกรดฟอสฟอริกและยูเรียดังภาพที่ 8 ที่อุณหภูมิ 150°C ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีสมบัติความทนไฟที่ดีมาก (flame resistant) และมีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange capability)

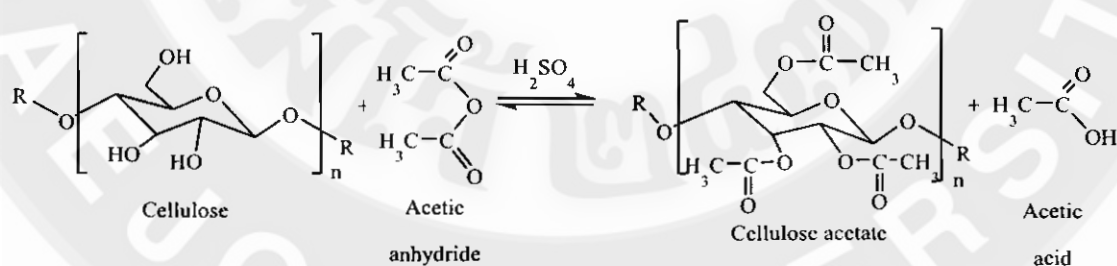


ภาพที่ 8 ปฏิกริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสฟอสเฟต

เอสเตอร์อินทรีย์ (organic ester) ยกตัวอย่าง เช่น เซลลูโลสอะซิเตต (cellulose acetate) เซลลูโลสโพรพิรไอโอเนต (cellulose propionate) เซลลูโลสบิวทิเรต (cellulose butyrate) เป็นต้น

เซลลูโลสอะซิเตต (cellulose acetate)

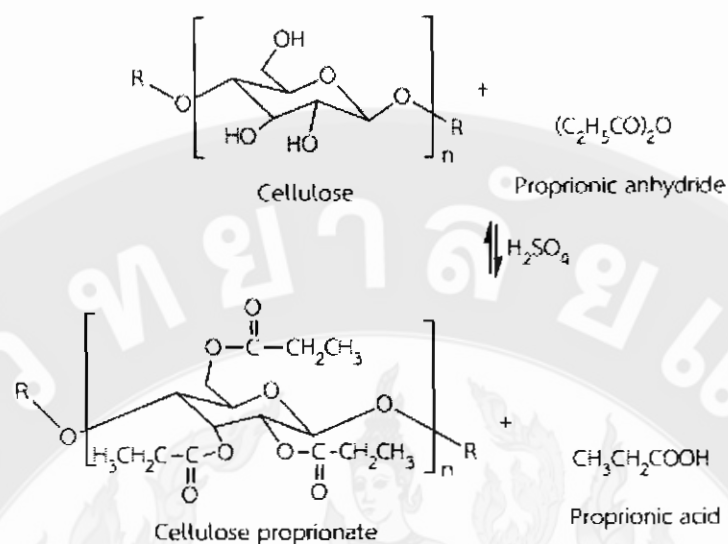
เซลลูโลสอะซิเตตสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสกับอะซิติก แอนไฮไดรด์ (acetic anhydride) โดยมีกรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังภาพที่ 9



ภาพที่ 9 ปฏิกริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสอะซิเตต

เซลลูโลสโพรพิรไอโอเนต (cellulose propionate)

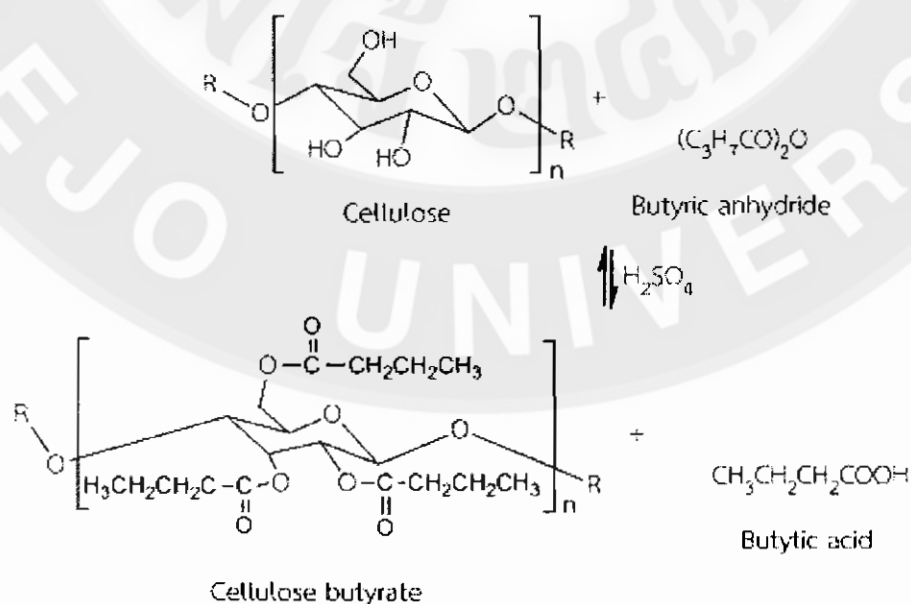
เซลลูโลสโพรพิรไอโอเนตสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสกับ โพรพิรไออิก แอนไฮไดรด์ (propionic anhydride) ดังภาพที่ 10 โดยมีกรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ภายใต้สภาวะที่ใกล้เคียงกับการเตรียมเซลลูโลสอะซิเตตแต่เนื่องจากโพรพิรไออิก แอนไฮไดรด์มีความว่องไวน้อยกว่า อะซิติก แอนไฮไดรด์ จึงจำเป็นต้องเพิ่มความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาให้มากขึ้น



ภาพที่ 10 ปฏิกริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสโพรพิรไอเนต

เซลลูโลสบิวทิเรต (cellulose butyrate)

เซลลูโลสบิวทิเรตสามารถเตรียมได้ระหว่างปฏิกริยาระหว่างเซลลูโลสกับบิวทิริกแอนไฮไดรด์ (butyric anhydride) โดยมีกรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกริยา ทั้งนี้ควรทำเตรียมวัสดุก่อนเปลี่ยนโครงสร้าง (pretreatment) ด้วยน้ำกับกรดบิวทิริกก่อน เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกริยาและประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกริยา ภาพที่ 11 แสดงปฏิกริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสบิวทิเรต



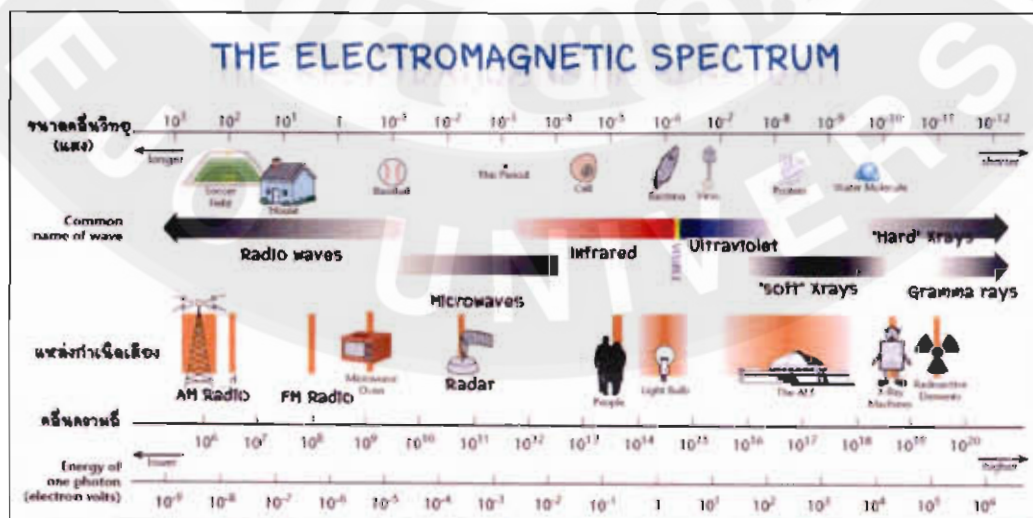
ภาพที่ 11 ปฏิกริยาการสังเคราะห์เซลลูโลสบิวทิเรต

ไมโครเวฟ

ในงานวิจัยนี้ต้องการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เซลล์โอสเอสเทอร์โดยการใช้ความร้อนด้วยวิธีแบบปกติเปรียบเทียบกับการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อน ซึ่งการใช้คลื่นไมโครเวฟเป็นแหล่งกำเนิดในการให้ความร้อนนับเป็นเทคโนโลยีที่มีประสิทธิภาพสูง ประโยชน์ที่ได้รับจากการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟมีหลายประการได้แก่ ทำให้ความร้อนเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว และความร้อนเกิดขึ้นภายในอย่างสม่ำเสมอ จึงเป็นวิธีการให้ความร้อนที่ใช้เวลาน้อยกว่าการให้ความร้อนวิธีอื่นๆ ทำให้ประหยัดเวลาและพลังงานที่ใช้ในการสังเคราะห์สาร นอกจากนี้ยังเป็นพลังงานสะอาด ระบบการทำงานเงียบ ไม่รบกวนสิ่งแวดล้อม

คลื่นไมโครเวฟ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่ง ที่มีความถี่คลื่นอยู่ระหว่าง 300 ถึง 300,000 เมกกะเฮิร์ต เดินทางด้วยความเร็วเท่ากับความเร็วแสงคือ 3×10^8 เมตร/วินาที ดังภาพที่ 12 แสดงถึงสเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า คลื่นไมโครเวฟมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง $10^{-1} - 10^{-3}$ เมตร จะอยู่ระหว่างคลื่นวิทยุกับรังสีอินฟราเรด ไมโครเวฟเป็นคลื่นที่มีความถี่กว้าง (300 ถึง 30 จิกะเฮิร์ต) ซึ่งสามารถนำคลื่นไมโครเวฟมาใช้ประโยชน์ได้ทั้งในระบบสื่อสาร โทรคมนาคมและการให้ความร้อน

ความถี่ของคลื่นไมโครเวฟที่นิยมใช้ในการให้ความร้อนในอุตสาหกรรม จะอยู่ที่ 915 และ 2,450 เมกกะเฮิร์ต การใช้คลื่นไมโครเวฟกับวัสดุพอลิเมอร์นั้น ได้เริ่มขึ้นในช่วงปลาย ค.ศ. 1980 โดยเน้นการใช้ประโยชน์ในการวัลคาไนซ์ยาง และการบ่มอีพอกซีเรซิน การใช้คลื่นไมโครเวฟแทนการให้ความร้อนโดยเตาอบธรรมดาช่วยให้ระยะเวลาในการวัลคาไนซ์ยาง และบ่มเรซิน ลดลง

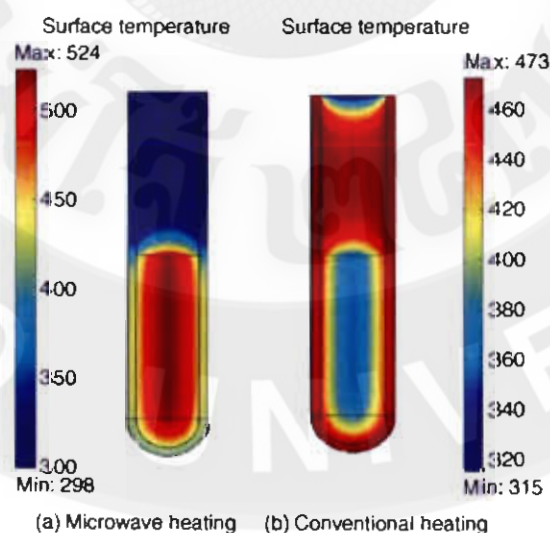


ภาพที่ 12 สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

กลไกการเกิดความร้อนโดยคลื่นไมโครเวฟ

การเกิดความร้อน โดยคลื่นไมโครเวฟจะแตกต่างจากการเกิดความร้อนในระบบปกติทั่วไป โดยการเกิดความร้อนในระบบปกตินั้นจะเกิดจากการที่ความร้อนถ่ายเทจากแหล่งกำเนิดความร้อน ภายนอก เช่น ขดลวดความร้อน แท่งความร้อน เข้าไปสู่ภายในวัสดุ โดยความร้อนจะค่อยๆ ส่งผ่าน จากผิววัสดุภายนอกเข้าไปสู่ภายในเนื้อวัสดุ ความเร็วในการส่งผ่านความร้อนขึ้นกับความสามารถ ในการนำความร้อนของวัสดุนั้นๆ ในขณะที่ความร้อนที่เกิดขึ้นในวัสดุโดยคลื่นไมโครเวฟนั้น จะ เป็นการเกิดขึ้นภายในทั่วถึงทั้งชิ้นวัสดุ การเกิดความร้อนโดยคลื่นไมโครเวฟจึงเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว ตลอดทั้งชิ้นของวัสดุ ความแตกต่างของอุณหภูมิและการถ่ายเทความร้อนของวัสดุที่ได้รับความ ร้อนจากคลื่นไมโครเวฟจะแตกต่างจากวัสดุที่ได้รับความร้อนในระบบปกติทั่วไป กล่าว คือ อุณหภูมิที่เกิดขึ้นภายในเนื้อวัสดุที่ได้รับความร้อน โดยคลื่นไมโครเวฟจะสูงกว่าอุณหภูมิที่ผิว ภายนอกของวัสดุ ดังนั้นความร้อนจะถ่ายเทจากเนื้อวัสดุภายในออกมาสู่ผิวภายนอก ซึ่งตรงข้ามกับ วัสดุที่ได้รับความร้อนในระบบปกติทั่วไป ที่ความร้อนจะถ่ายเทจากผิวนอกเข้าไปสู่ภายในเนื้อวัสดุ

ภาพที่ 13 แสดงการเปรียบเทียบการกระจายความร้อนระหว่างการใช้วิธีการปกติกับการใช้ พลังงานจากไมโครเวฟในการให้ความร้อน จากภาพที่ 13 (a) ซึ่งเป็นการให้ความร้อนด้วยพลังงาน ไมโครเวฟ จะเห็นว่าการกระจายความร้อนอย่างทั่วถึงทั้งตัวอย่าง ตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงเท่ากันทั้ง ชิ้น ต่างจากภาพที่ 13 (b) ซึ่งเป็นการให้ความร้อนด้วยวิธีปกติ จะเห็นว่า ตัวอย่างจะมีอุณหภูมิสูง จากภายนอกเข้าไปภายในชิ้นงาน ซึ่งแตกต่างจากการใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อนอย่างชัดเจน



ภาพที่ 13 เปรียบเทียบการกระจายความร้อนระหว่างการให้ความร้อนด้วยวิธีการปกติกับการใช้ ไมโครเวฟในการให้ความร้อน

จากการศึกษาหลักการเกิดความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟของวัสดุ อธิบายกลไกการเกิดความร้อน (heating mechanism) ในกระบวนการทำความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟนั้นจะต้องอาศัยกลไกการเปลี่ยนแปลงพลังงาน 2 กลไก คือ การเหนี่ยวนำเชิงไอออน (ionic conduction) และกลไกการหมุนของขั้ว (dipolar rotation) โดยมีรายละเอียดดังนี้

กลไกชนิดการเหนี่ยวนำเชิงไอออน (ionic conduction) กลไกการให้ความร้อนแบบนี้จะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่อสารที่ถูกให้ความร้อนนั้นเป็นตัวนำไฟฟ้า ตัวนำประจุเช่น ไอออนหรืออิเล็กตรอน จะเกิดการเคลื่อนที่ภายใต้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าเกิดเป็นกระแสไฟฟ้าขึ้นมา ความร้อนที่เกิดขึ้นจึงเกิดจากความต้านทานของกระแสไฟฟ้า กลไกนี้เริ่มเมื่อประจุไอออนของสารละลายในโมเลกุลของน้ำในวัสดุ เกิดการแตกตัวจากการถูกเร่งด้วยแรงของสนามไฟฟ้าและเคลื่อนที่โดยสนามไฟฟ้าในทิศทางตรงข้ามกับประจุที่มีอยู่แต่ละไอออนการเคลื่อนที่ดังกล่าวทำให้ไอออนชนกับ โมเลกุลของน้ำที่ยังไม่แตกตัว อย่างต่อเนื่องส่งผลให้พลังงานจลน์เพิ่มขึ้นเป็นเหตุให้ไอออนเกิดความเร่งและส่งผลเป็นลูกโซ่ต่อการชนของโมเลกุลอื่นคล้ายกับการชนของลูกบิลเลียด เมื่อค่าประจุเปลี่ยนแปลงไอออนจึงมีความเร่งเพิ่มขึ้นในทิศทางตรงกันข้าม โดยเหตุการณ์ดังกล่าวเกิดด้วยอัตราความถี่สูงนับล้านครั้งต่อวินาที ทำให้มีการชนและถ่ายเทพลังงานเกิดขึ้นในระดับ โมเลกุลอย่างมหาศาล ดังนั้นจึงมีขั้นตอนการเปลี่ยนแปลงของพลังงาน 2 ขั้นตอน คือ พลังงานของสนามไฟฟ้าถูกเปลี่ยนแปลงไปตามพลังงานจลน์ โดยการเหนี่ยวนำแบบบังคับทิศทาง (ordered kinetic energy) ซึ่งถูกเปลี่ยนกลับมาเป็นพลังงานจลน์ โดยการเหนี่ยวนำแบบไร้ทิศทาง (disordered kinetic energy) ณ จุดซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงเป็นพลังงานความร้อนและพลังงานความร้อนที่เกิดขึ้นด้วยกลไกนี้จะไม่ขึ้นอยู่กับระดับของอุณหภูมิหรือความถี่

กลไกชนิดการหมุนของขั้ว (dipolar rotation) กลไกการให้ความร้อนแบบนี้เป็นกลไกการให้ความร้อนจากไมโครเวฟซึ่งเกิดกับสารที่มีโมเลกุลมีขั้วหรือโมเลกุลที่สามารถชักนำให้เกิดขั้วได้ เมื่อนำโมเลกุลเหล่านั้นไปวางไว้ในสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีการแกว่งด้วยความถี่ที่เหมาะสม โมเลกุลที่มีขั้วนั้นจะถูกเหนี่ยวนำให้เกิดการเคลื่อนที่และจัดเรียงตัวตามสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีการเคลื่อนที่เปลี่ยนทิศทางกลับไปมา จึงทำให้เกิดแรงเสียดทานระหว่างโมเลกุลและส่งผลให้เกิดความร้อนขึ้นในที่สุด สำหรับโมเลกุลหลายๆ ชนิด เช่น โมเลกุลน้ำซึ่งมีคุณสมบัติเป็นขั้ว (dipole) โดยธรรมชาติหมายถึงโมเลกุลมีสมบัติของการกระจายความจุที่ไม่สมมาตรเมื่อเทียบกับจุดศูนย์กลาง ส่วนโมเลกุลของสารชนิดอื่นจะเกิดความไม่สมมาตรได้หากเกิดการเหนี่ยวนำโดยสนามไฟฟ้าที่ป้อนเข้าไป ทั้งนี้เพราะสนามไฟฟ้าทำให้เกิดหน่วยแรงกดดันภายในโมเลกุลโดยขั้วได้รับอิทธิพลจากกลไกดังกล่าวทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเชิงขั้วอย่างรวดเร็วตามสนามไฟฟ้าที่มากกระทำ ตัวอย่างเช่น คลื่นไมโครเวฟที่ความถี่ 2450 MHz สามารถทำให้มีการเปลี่ยนแปลงของขั้วประจุถึง 4900 ล้านครั้งต่อหนึ่งรอบคลื่น แม้ว่าในตอนแรกที่เริ่มประจุในโมเลกุลจะมีการกระจายตัวอย่างไม่เป็น

ระเบียบหรืออย่างสุ่มก็จะได้รับผลให้มีการจัดเรียงประจุตามทิศทางหรือหัวของสนามไฟฟ้าที่มากระทำอย่างไรก็ตามเมื่อสนามไฟฟ้าที่มากระทำมีค่าลดลงจนมีค่าเป็นศูนย์ทำให้หัวที่เกิดจากการเหนี่ยวนำของสนามไฟฟ้าดังกล่าวเปลี่ยนกลับมามีการกระจายตัวอย่างไม่เป็นระเบียบเช่นเดิม คือการคลายสนาม (relaxes) เช่นกัน เมื่อสนามไฟฟ้ามากระทำในทิศทางตรงกันข้ามดังนั้นการสร้างหรือการจัดเรียง (alignment) และการคลายสนามที่ความถี่หนึ่งจะเกิดขึ้นนับล้านครั้งในหนึ่งวินาที เป็นการแปลงพลังงานสนามไฟฟ้าเป็นศักย์เก็บไว้ในวัสดุแล้วเปลี่ยนเป็นพลังงานจลน์ หรือพลังงานความร้อนนั่นเอง นอกจากนั้นขนาดของโมเลกุลที่ขึ้นอยู่กับเวลาและอุณหภูมิในขณะที่มีการสร้าง หรือการจัดเรียงและการคลายสนามไฟฟ้านั้นจะถูกนิยามเป็นความถี่ของการคลายสนาม โดยโมเลกุลที่มีขนาดเล็ก เช่น น้ำและมอนอเมอร์จะมีค่าความถี่ของการคลายสนามมากกว่าความถี่ของคลื่นไมโครเวฟและมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจึงเป็นเหตุให้การเปลี่ยนพลังงานไปเป็นความร้อนได้ช้าลงในทางตรงกันข้ามกับโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่ เช่น พอลิเมอร์จะมีค่าความถี่ของการคลายสนามน้อยกว่าความถี่ของคลื่นไมโครเวฟมีผลทำให้อุณหภูมิสูงขึ้นได้ในบางสภาวะซึ่งนั่นก็คือมีการแปลงพลังงานไปเป็นความร้อนได้สูงและนำไปสู่การเกิดปรากฏการณ์เทอร์มอลรันอะเวย์ (thermal runaway) ในวัสดุได้ง่าย มีข้อสนับสนุนถึงความจริงอย่างหนึ่งที่ว่าของเหลว เช่น น้ำและมอนอเมอร์จะเป็นตัวดูดซับพลังงานไมโครเวฟได้ดีกว่าพอลิเมอร์เหตุนี้จึงสามารถนำไมโครเวฟไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการอบแห้งที่มีองค์ประกอบเป็นของเหลวและมอนอเมอร์ได้

พฤติกรรมการตอบสนองต่อคลื่นไมโครเวฟของวัสดุ

คลื่นไมโครเวฟนั้นจะมีลักษณะ 3 ประการคือ มีการสะท้อน (reflection) การทะลุผ่าน (transmission) และการดูดกลืน (absorption) ซึ่งลักษณะของคลื่นไมโครเวฟ จะขึ้นกับชนิดและสมบัติทางไดอิเล็กทริกของวัสดุที่คลื่นไปกระทบ โดยแบ่งพฤติกรรมการตอบสนองของคลื่นไมโครเวฟจากวัสดุพบว่าสามารถแบ่งได้ 3 ชนิดดังนี้

วัสดุที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูง (conductor) เช่น โลหะ จะสะท้อนคลื่นไมโครเวฟ ทำให้คลื่นไมโครเวฟไม่สามารถทะลุผ่านวัสดุเหล่านี้ไปได้ ดังนั้นโครงสร้างของเตาไมโครเวฟควรจะทำจากวัสดุที่เป็นโลหะ ซึ่งจะทำหน้าที่ในการป้องกันไม่ให้คลื่นไมโครเวฟผ่านผนังโลหะดังกล่าวออกมาสู่สิ่งแวดล้อม ในขณะที่เดียวกันผนังโลหะดังกล่าวจะทำหน้าที่ในการสะท้อนคลื่นไมโครเวฟและช่วยในการกระจายตัวของคลื่นภายในเตาได้

วัสดุที่มีความเป็นฉนวน (insulator) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำ จะยอมให้คลื่นไมโครเวฟทะลุผ่านได้ ตัวอย่างของวัสดุเหล่านี้มักจะอยู่ในกลุ่มของวัสดุเซรามิกส์และพอลิเมอร์

เช่น อลูมินา แก้ว (ยกเว้นแก้วเจียรนัยที่มีส่วนผสมของตะกั่วซึ่งเป็นโลหะ) เครื่องกระเบื้องเคลือบ พลาสติกบางชนิดที่มีโครงสร้าง โมเลกุลที่ไม่มีขั้ว (non-polar plastic) เช่น พอลิเอทิลีน พอลิโพรพิลีน โพลีเอสเตอร์ฟลูออโรเอทิลีน หรือที่รู้จักกันในชื่อทางการค้าว่า เทฟลอน (TEFLON) บางบางชนิดที่มีโครงสร้าง โมเลกุลที่ไม่มีขั้ว (non-polar rubber) เช่น ยางธรรมชาติ ยางสไตรีนบิวทาไดอิน หรือยางเอสบีอาร์ (SBR) เมื่อวัสดุเหล่านี้ได้รับคลื่นไมโครเวฟ จะยอมให้คลื่นไมโครเวฟทะลุผ่านไป ดังนั้นวัสดุเหล่านี้จึงไม่สามารถถูกทำให้ร้อนขึ้นได้เมื่อได้รับคลื่นไมโครเวฟ ด้วยเหตุนี้เราจึงสามารถใช้ภาชนะที่ทำจากแก้วกระเบื้องเคลือบ พอลิเอทิลีน หรือ พอลิโพรพิลีน ในการทำเป็นภาชนะสำหรับใส่อาหารในเตาไมโครเวฟได้ โดยที่ภาชนะเหล่านี้จะยอมให้คลื่นไมโครเวฟทะลุผ่านไปเพื่อให้ความร้อนกับอาหารที่บรรจุอยู่ภายในได้

วัสดุไดอิเล็กตริก (dielectric) ซึ่งเป็นวัสดุที่ไม่มีความเป็นกลางทางไฟฟ้า มีความเป็นฉนวนที่ต่ำ เช่น คาร์บอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ พลาสติกบางชนิดที่มีโครงสร้าง โมเลกุลที่มีขั้ว (polar plastic) เช่น อีพอกซีเรซิน พอลิเอสเตอร์เรซิน บางบางชนิดที่มีโครงสร้าง โมเลกุลที่มีขั้ว (polar rubber) เช่น ยางไนไครล์ ยางคลอโรพรีน วัสดุเหล่านี้จะสามารถดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟ ทำให้พลังงานของคลื่นลดลง และพลังงานที่ถูกดูดกลืนไว้จะเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อนตามกลไกที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ทำให้วัสดุร้อนขึ้นได้ในที่สุด

ฟางข้าว

ในการสังเคราะห์เซลล์โลสเพื่อใช้ในการเป็นวัตถุดิบตั้งต้นในการเตรียมฟิล์มเซลล์โลส เอสเทอร์ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการสังเคราะห์เซลล์โลสจากฟางข้าว เนื่องจากฟางข้าวจัดเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรที่เหลือจากการเก็บเกี่ยวข้าวซึ่งจะมีปริมาณมากในทุกๆปี

ข้าวจัดเป็นสินค้าเกษตรส่งออกที่สำคัญของประเทศไทย จากข้อมูลของสำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร ปี 2554 พบว่าประเทศไทยมีการส่งออกข้าวประมาณ 6.50 ล้านตัน คิดเป็นมูลค่า 135,000 ล้านบาท จากข้อมูลการส่งออกข้าวดังกล่าวทำให้สามารถประเมินได้ว่าปริมาณฟางข้าวภายหลังการเก็บเกี่ยวข้าวของเกษตรกรมีปริมาณมากและแปรผันตรงกับการเพาะปลูกข้าว ในการเก็บเกี่ยวผลผลิตในแต่ละปีจึงจะมีเศษวัสดุจากพืชเหล่านี้เหลือทิ้งเป็นจำนวนมาก จากรายงานของสถาบันวิจัยและพัฒนาแห่งมหาวิทยาลัย เกษตรศาสตร์พบว่าในแต่ละปีมีปริมาณฟางข้าวประมาณ 6.3 ล้านตัน ถึงแม้ว่าการจัดการกับฟางข้าวเหลือทิ้งมีหลายวิธี เช่น เกษตรกรสามารถใช้ประโยชน์จากฟางข้าว โดยนำมาเป็นอาหารเลี้ยงโคกระบือในยามขาดแคลนอาหารหยาบในช่วงฤดูแล้ง อย่างไรก็ตามฟางข้าวเป็นอาหารหยาบที่มีคุณภาพต่ำ หรือการใช้ฟางข้าวคลุมหน้าดินเพื่อป้องกันการสูญเสียน้ำหรือ ใช้ในการเพาะเห็ด หากแต่เกษตรกรในพื้นที่นาปรังส่วนใหญ่มักใช้

วิธีการเผาฟางข้าว เนื่องจากเป็นวิธีเตรียมพื้นที่สำหรับการทำนาครั้งต่อไป ซึ่งก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศ และส่งผลต่อการเกิดภาวะโลกร้อน จากปัญหาการจัดการฟางข้าวเหลือทิ้งข้างต้น จึงเป็นที่มาของงานวิจัยที่ทำการเพิ่มมูลค่าจากการใช้ประโยชน์ฟางข้าวในรูปแบบงานวิจัยสำหรับผลิตฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากเชื้อฟางข้าว

ส่วนประกอบทางเคมีของฟางข้าว

ฟางข้าวมีส่วนประกอบทางเคมีที่สำคัญคือ เซลลูโลส (cellulose) เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) ลิกนิน (lignin) ซิลิกา (silica) โดยพบว่าในฟางข้าวมีเซลลูโลสในปริมาณที่สูง คือ 33 – 44% ขึ้นอยู่กับชนิดของฟางข้าว ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงส่วนประกอบเชื้อยีสต์ส่วนต่างๆ ของฟางต่างชนิด (% ของสิ่งแห้ง)

ชนิดของฟาง	ปริมาณสาร (%)			
	เซลลูโลส (cellulose)	เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose)	ลิกนิน (lignin)	ซิลิกา (silica)
ฟางข้าว	33	26	7	13
แกลบ	39	14	11	22
ฟางข้าวบาร์เลย์	44	27	7	3
ฟางข้าวสาลี	39	36	10	6
ฟางข้าวโอ๊ต	41	16	11	3
ตอซังข้าวฟาง	31	30	11	3
ชานอ้อย	40	29	13	2

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า มีงานวิจัยหลายงานด้วยกันที่ศึกษาเกี่ยวกับการตัดแปรเซลลูโลสด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชัน โดยวิธีการให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยาแบบปกติ (Conventional Heating) ยกตัวอย่างเช่น

งานวิจัยของ Zhang และ McCormick (1997) ซึ่งเป็นงานวิจัยที่ทำไว้ในปี ค.ศ. 1997 โดยได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยาการเติมหมู่เอซิล (acyl) ลงในหมู่ไฮดรอกซิลของไมโครคริสเตอไลน์เซลลูโลส โดยใช้กรดคาร์บอกซิลิกที่ไม่อิ่มตัวชนิดต่างๆ คือ กรดโครโทนิค

(crotonic acid) กรดเมทาครีลิก (methacrylic acid) กรดไวโนลอะซีติก (vinylacetic acid) และกรดซินนามิก (cinamic acid) เป็นสารคัดแปร ในระบบที่ใช้ตัวทำละลายร่วมของลิเทียมคลอไรด์ (Lithium chloride) และ ไดเมทิลอะซิตาไมด์ (N,N-Dimethylacetamide) จากรายงานผลการวิจัยพบว่า อนุพันธ์ของเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้จากกรดโครโทนิค และกรดเมทาครีลิกมีความสามารถในการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ไม่ดี แต่อนุพันธ์ของเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้จากกรดไวโนลอะซีติกและกรดซินนามิก สามารถละลายได้ในตัวทำละลายไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (Dimethyl sulfoxide)

สามปีหลังจากนั้นในปี ค.ศ. 2000 Fang *et al.* (2000) ได้ทำการศึกษาการคัดแปรเฮมิเซลลูโลสที่ได้จากฟางข้าวสาลีด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน โดยให้เฮมิเซลลูโลสทำปฏิกิริยากับอะซีติกแอนไฮไดรในระบบที่ใช้ตัวทำละลายเนื้อเดียวกันโดยใช้ตัวทำละลายร่วมของลิเทียมคลอไรด์และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และมีไดเมทิลอะมิโนไพรีดีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผลการทดลองที่ได้แสดงให้เห็นว่าระดับการแทนที่ (Degree of Substitution) จะมีค่าอยู่ในช่วง 0.59-1.25 ซึ่งค่าที่ได้จะแปรผันตามสภาวะที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ทีมวิจัยพบว่าภายใต้สภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียสและใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 60 ชั่วโมง การแทนที่ตรงตำแหน่งหมู่ไฮดรอกซิลของเฮมิเซลลูโลสจะมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 75 นอกจากนี้ยังพบว่าภายหลังจากการคัดแปรแล้ว เฮมิเซลลูโลสคัดแปรที่ได้จะมีเสถียรภาพทางความร้อนดีขึ้นอีกด้วย

ภายในปีเดียวกันนั้น Chauvelou *et al.* (2000) ได้ทำการศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมวัสดุทางชีวภาพจากการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร 2 ชนิด คือ รำข้าวสาลี และรำข้าวโพด กับลอโรอิลกลอไรด์ในระบบที่ปราศจากตัวทำละลาย ก่อนการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน คณะวิจัยได้ทำการกำจัดเฮทเทอโรไซเลนและลิกนินที่มีอยู่ในรำข้าวสาลี และข้าวโพดที่ใช้เป็นแหล่งวัตถุดิบในการผลิตเซลลูโลสด้วยวิธีทางเคมี และทำการศึกษาเปรียบเทียบถึงผลของลักษณะทางเคมีและชีวภาพของเซลลูโลสจากแหล่งวัตถุดิบทั้งสอง เช่น ปริมาณเซลลูโลส องศาของการเกิดพอลิเมอร์ (Degree of Polymerization) และความเป็นผลึก (Crystallinity) ภายหลังจากทดลองพบว่าเซลลูโลสเอสเทอร์ที่ได้จากรำข้าวสาลีและรำข้าวโพดมีองค์ประกอบทางเคมีที่คล้ายคลึงกัน และปริมาณเซลลูโลสที่มีอยู่ในแหล่งวัตถุดิบตั้งต้นก็ส่งผลต่อปริมาณเซลลูโลสเอสเทอร์ที่คัดแปรได้ด้วย กล่าวคือในรำข้าวโพดซึ่งมีปริมาณเซลลูโลสที่มากกว่า ก็จะสามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นเซลลูโลสเอสเทอร์ได้มากกว่า นอกจากนี้จากการศึกษาสมบัติของเซลลูโลสภายหลังจากการคัดแปรยังพบว่า เซลลูโลสคัดแปรที่ได้สามารถนำมาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มได้ง่ายขึ้นด้วย

อย่างไรก็ตาม ในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้วิธีการให้ความร้อนแบบปกติ (conventional heating) นั้นต้องอาศัยระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาก่อนข้างนาน จึงมีการนำพลังงานไมโครเวฟเข้ามาช่วยในการให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน ซึ่งนอกจากจะ

สามารถเข้ามาช่วยลดเวลาในการทำปฏิกิริยาแล้วยังช่วยลดพลังงานที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาได้อีกด้วยซึ่งก็มีงานวิจัยหลายงานด้วยกันที่ได้ทำการศึกษาการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันของเซลลูโลสโดยใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อน ยกตัวอย่างเช่น

ในปี ค.ศ. 1999 Gourson *et al.* (1999) ได้พัฒนาการเตรียมฟิล์มพลาสติกจากปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันของไมโครคริสเตอไลน์เซลลูโลส โดยให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยาโดยใช้พลังงานจากคลื่นไมโครเวฟในระบบที่ปราศจากตัวทำละลาย โดยใช้ลอโรอิลคลอไรด์เป็นสารคัดแปรและใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆเช่น ไดมethylอะมิโนไพรีดีน อลูมิเนียมออกไซด์ และโปแตสเซียมคาร์บอเนต ผลการศึกษาพบว่าภายใต้การใช้พลังงานไมโครเวฟที่พลังงาน 750 วัตต์ ปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันนี้สามารถเกิดขึ้นได้ภายในเวลา 9 นาที ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับการให้ความร้อนแบบปกติจะใช้เวลานานถึง 5 ชั่วโมง นอกจากนั้นยังพบว่าเมื่อใช้ไดเมทิลอะมิโนไพรีดีนและอลูมิเนียมออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกันยังสามารถเพิ่มปริมาณผลผลิตขึ้นได้อีกด้วย

ต่อมาในปี ค.ศ.2002 Stage *et al.* (2002) ได้ศึกษาการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันของไมโครคริสเตอไลน์เซลลูโลสกับลอโรอิลคลอไรด์ซึ่งเป็นเอซิลคลอไรด์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวในระบบตัวทำละลายเนื้อเดียวของลิเทียมคลอไรด์กับไดเมทิลอะซิทาไมด์ โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ และใช้ไดเมทิลอะมิโนไพรีดีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผลการศึกษาพบว่าการใช้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟส่งผลให้เวลาในการทำปฏิกิริยาลดลงเป็นอย่างมาก โดยใช้เวลาเพียง 1 นาที เทียบกับการให้ความร้อนแบบปกติซึ่งจะใช้เวลา 30 นาที ถึง 2 วัน นอกจากนี้คณะผู้วิจัยยังได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับระดับการแทนที่ (Degree of Substitution) น้ำหนักของเซลลูโลสคัดแปรที่เพิ่มขึ้น และปริมาณผลผลิตที่ได้จากการทดลอง พบว่าผลที่ได้จากการให้ความร้อนในทั้งสองระบบมีค่าใกล้เคียงกันดังนั้นการใช้คลื่นไมโครเวฟในการให้ความร้อนจึงเป็นวิธีที่ช่วยประหยัดในเรื่องของเวลาและพลังงานได้

สองปีต่อมา ในปี ค.ศ. 2004 Autova *et al.* (2004) ได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตเซลลูโลสเสตียเรด จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์รีฟิเคชันระหว่างเมทิลเสตียเรดและไมโครคริสเตอไลน์เซลลูโลสภายใต้การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ โดยคณะวิจัยได้ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่างๆในการทดลองที่มีต่อระดับการแทนที่ของเซลลูโลสเสตียเรด เช่น อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา และพลังงานไมโครเวฟที่ใช้ ผลการศึกษาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา คือ อัตราส่วนโมลระหว่างเซลลูโลสต่อเมทิลเสตียเรด เท่ากับ 1:3 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ 0.25×10^{-2} โมล ของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเซลลูโลสหนึ่งโมล พลังงานไมโครเวฟที่ใช้คือ 600 วัตต์ เวลาในการทำปฏิกิริยา คือ 10 นาที และมีค่าระดับการแทนที่เท่ากับ 0.95

ในปีเดียวกันนั้นเอง Stage *et al.* (2004) ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ซึ่งผลิตได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันของเซลลูโลสในระบบที่ใช้ตัวทำละลาย โดยนำเอาพลังงานไมโครเวฟมาใช้ในการให้ความร้อน โดยในขั้นตอนแรกนั้น จะละลายไมโครคริสเตอไลน์เซลลูโลสในตัวทำละลายร่วมของลิเทียมคลอไรด์และไดเมทิลอะซิทาไมด์ และดัดแปรไมโครคริสเตอไลน์เซลลูโลสด้วยลอโรอิลคลอไรด์โดยมีไดเมทิลอะมิโนไพรีดีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และทำการวิเคราะห์ ระดับการแทนที่ของเซลลูโลสเอสเทอร์ที่ดัดแปรได้ จากนั้นจึงทำการศึกษาสมบัติของฟิล์มเซลลูโลสที่เตรียมได้ อาทิ สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ จากการทดลองพบว่า การใช้พลังงานไมโครเวฟจะทำให้เวลาในการทำปฏิกิริยาลดลง (1 นาที) ซึ่งน้อยกว่าการให้ความร้อนแบบปกติมาก และพบว่าพลาสติกที่มีระดับการแทนที่เท่ากับ 1.9 จะมีสมบัติเชิงกลดีที่สุด สำหรับการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพนั้นพบว่าฟิล์มเซลลูโลสที่มีค่าระดับการแทนที่เท่ากับ 2.3 จะมีสมบัติเชิงกลลดลงมากที่สุดเมื่อทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพของฟิล์มด้วยวิธีฝังดิน

ต่อมาในปี ค.ศ. 2005 N. Joly *et al.* (2005) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์และผลิตฟิล์มพลาสติกที่สามารถย่อยสลายทางชีวภาพจากเซลลูโลสที่ได้จากขี้เลื่อยของต้นเกาลัด โดยการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันของเซลลูโลสด้วยลอโรอิลคลอไรด์ในระบบตัวทำละลายร่วมของลิเทียมคลอไรด์และไดเมทิลอะซิทาไมด์ ในการทดลองนี้พลังงานจากคลื่นไมโครเวฟได้ถูกนำมาใช้ในการให้ความร้อนแก่ปฏิกิริยา และคณะวิจัยได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบผลของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและไม่ได้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อสมบัติของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการศึกษาได้แก่ ไดเมทิลอะมิโนไพรีดีน และไดเอทิลเอมีนซึ่งจัดเป็นสารอินทรีย์ที่มีสภาพเป็นเบส และโซเดียมคาร์บอเนต และแคลเซียมคาร์บอเนตซึ่งจัดเป็นสารอนินทรีย์ที่มีสภาพเป็นเบส ผลการศึกษาพบว่าชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาไม่มีผลต่อสมบัติทางความร้อนเช่น อุณหภูมิกลาสทรานซิชันและอุณหภูมิการสลายตัวของพลาสติก ในขณะที่เมื่อใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะพบว่าสมบัติเชิงกลของฟิล์มที่เตรียมได้มีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด นอกจากนี้ยังพบว่าฟิล์มพลาสติกที่มีค่าระดับการแทนที่เท่ากับ 2.2 จะแสดงผลการย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์ได้ดีที่สุด กล่าวคือเมื่อทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มดังกล่าวจะพบว่า ความแข็งแรงลดลงไปอย่างมากเนื่องจากฟิล์มมีการย่อยสลายที่ดีเกิดขึ้นนั่นเอง

และในปี ค.ศ. 2008 Xu *et al.* (2008) ได้ศึกษาปฏิกิริยาเอสเทอร์รีฟิเคชันของเฮมิเซลลูโลสจากฟางข้าวสาลีกับเอซิลคลอไรด์ชนิดต่างๆ คือ อะซิทิลคลอไรด์ โพรพิโนอิลคลอไรด์ ออกตาโนอิลคลอไรด์ ลอโรอิลคลอไรด์ พาลมิโทอิลคลอไรด์ สเตียโรอิลคลอไรด์ และโอเลโออิลคลอไรด์ โดยใช้โบรโมซัคซินไมด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์และลิเทียมคลอไรด์เป็นตัวทำละลายร่วม ภายใต้การให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟ คณะวิจัยได้ทำการศึกษาผล

ของเอชิลลอคไรด์ชนิดต่างๆที่มีผลต่อระดับชั้นการแทนที่ของหมู่ไฮดรอกซิลในเฮมิเซลลูโลส และพบว่าค่าระดับชั้นการแทนที่มีค่าสูงถึง 1.34 ภายในระยะเวลาการทำปฏิกิริยาเพียง 5 นาที อย่างไรก็ตามผลวิจัยยังพบว่าการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อนจะทำให้เฮมิเซลลูโลสเกิดการสลายตัวไปบางส่วน และส่งผลให้เฮมิเซลลูโลสดัดแปรมีสมบัติทางความร้อนที่ลดลงเมื่อเทียบกับการใช้พลังงานความร้อนแบบปกติ



อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง ฟางข้าว จำนวน 2,000 กรัม

สารเคมี สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง แสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	สูตรเคมี	ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต
Acetone	CH_3COCH_3	99.5%	RCL Labscan limited
Chloroform	CHCl_3	88.0%	RCL Labscan limited
Dichloromethane	CH_2Cl_2	99.8%	RCL Labscan limited
DMAc	$\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}$	99.0%	Fluca Chemic A.G.
Ethanol	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	99.8%	กรมสรรพสามิต
Hydrochloric acid	HCl	37.0%	RCL Labscan limited
Hydrogen peroxide	H_2O_2	35.0%	QRēC™
Lauroyl chloride	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CClO}$	98.0%	Merck schuchardt
Pyridine	$\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$	99.5%	Merck schuchardt
Sodium hydroxide	NaOH	97.0%	RCL Labscan limited
Toluene	C_7H_8	99.5%	RCL Labscan limited

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. Hot plate and Stirrer
2. ปีกเกอร์ 50 100 250 2,000 และ 5,000 มิลลิลิตร
3. แท่งแก้วคนสาร
4. เทอร์โมมิเตอร์ 100°C
5. กระชกนาฬิกาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 7 เซนติเมตร
6. ตะแกรงร่อนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร
7. ตู้อบ (hotbox oven size 2) รุ่น GALLENKAMP บริษัท ไทยโพลีเมติก จำกัด
8. แท่งแม่เหล็กกวนสารขนาดความยาว 2 และ 5 เซนติเมตร
9. กระดาษกรองเบอร์ 4

10. เตาไมโครเวฟ

11. แม่พิมพ์แก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร

เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบสมบัติต่างๆของผงเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปร

■ เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT - IR) เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทมิเตอร์ที่ใช้คือรุ่น Spectrum RX ซึ่งใช้ในการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันและหาระดับการแทนที่ของหมู่ฟังก์ชัน (Degree of Substitution) ในเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

■ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่นที่ใช้คือ SEM:JEOL:JSM-5410LV ใช้ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

■ เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance, NMR) รุ่นที่ใช้คือ Inova 500 MHz บริษัท Varian ใช้ในการยืนยันหมู่ฟังก์ชันในเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

■ เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC) รุ่นที่ใช้คือ Mettler Toledo DSC822[°] ใช้วิเคราะห์อุณหภูมิการกลายตัวและเสถียรภาพทางความร้อนของเซลลูโลสเทียบกับเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

■ เทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA) รุ่นที่ใช้ Mettler Toledo, TGA/SDTA 851[°] ใช้วิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวและเสถียรภาพทางความร้อนของเซลลูโลสเทียบกับเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบคุณสมบัติของฟิล์มเซลลูโลสดัดแปร

■ เครื่องทดสอบความทนแรงดึง (Universal Testing Machine, UTM) รุ่นที่ใช้คือ MODELL LLOYD LR 10K ใช้ทดสอบความทนแรงดึงของฟิล์มเซลลูโลสดัดแปรที่เตรียมได้

ขั้นตอนการทดลอง

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมเซลลูโลสจากฟางข้าว

- ชั่งฟางข้าวจำนวน 500 กรัม นำฟางข้าวมาตัดให้เป็นชิ้นเล็กๆ

- ทำการกำจัดลิกนินในฟางข้าว (delignification) ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 5% w/v ที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร
- เมื่อได้เยื่อฟางข้าวที่ผ่านการกำจัดลิกนินแล้วก็จะนำไปทำการฟอกขาวด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ความเข้มข้น 10% v/v ที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นกรองแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร
- ทำการไฮโดรไลซิสเยื่อฟางข้าวที่ผ่านการฟอกขาวด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 N ที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อย่อยเยื่อฟางข้าวให้มีขนาดที่เล็กลง เมื่อสิ้นสุดระยะเวลาการไฮโดรไลซิส ทำการล้างผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ได้ด้วยน้ำกลั่น จนน้ำที่ล้างมีฤทธิ์เป็นกลาง (ทดสอบความเป็นกรด-ด่างด้วยกระดาษลิตมัส)
- กรองผงเซลลูโลสที่ได้ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ หลังจากนั้นจึงนำผงเซลลูโลสที่ได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60°C เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
- เก็บผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ได้ในโถดูดความชื้น

ขั้นตอนที่ 2 การดัดแปรผงเซลลูโลสจากฟางข้าวด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

▪ โดยให้ความร้อนแบบวิธีปกติ

- เตรียมสารละลายที่ใช้ในการดัดแปร โครงสร้างของเซลลูโลสได้แก่ ลอโรอิลคลอไรด์ (lauroyl chloride) 10 มิลลิลิตร ตัวเร่งปฏิกิริยาไพริดีน (pyridine) 5 มิลลิลิตร และตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาโทลูอีน (toluene) 15 มิลลิลิตร
- ใส่ผงเซลลูโลส ปริมาณ 2 กรัม ลงไปกวนในสารละลายผสมที่เตรียมได้อย่างต่อเนื่อง
- ในขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน จะทำการควบคุมสภาวะในการทำปฏิกิริยาดังนี้คือ
 - อุณหภูมิ (°C): อุณหภูมิห้อง, 60, 80
 - ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง): 5, 10, 15, 20, 25
- เมื่อปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์จะได้สารละลายเซลลูโลสที่ผ่านการดัดแปรแล้ว จากนั้นจึงนำผงเซลลูโลสที่ได้ไปตกตะกอนและล้างด้วยเอทานอลเพื่อกำจัดตัวทำละลายและสารดัดแปรที่อาจหลงเหลืออยู่ภายหลังการทำปฏิกิริยา
- ทำการกรองเอาผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการดัดแปรแล้ว จากนั้นจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นจึงเก็บผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการดัดแปรแล้วลงในโถดูดความชื้น (desiccators)

■ โดยใช้ไมโครเวฟในการให้พลังงานความร้อน

- ชั่งผงเซลลูโลสที่สกัดได้จำนวน 2 กรัม ละลายผงเซลลูโลสที่ชั่งได้ในตัวทำละลายโทลูอีน (toluene) จำนวน 15 มิลลิลิตร ทำการกวนผงเซลลูโลสตลอดเวลา เป็นเวลา 10 นาที

- เติมไพริดีน (pyridine) 5 มิลลิลิตร และลอโรอิลคลอไรด์ (lauroyl chloride) 10 มิลลิลิตร ลงในเซลลูโลสที่อิมัลชันในตัวทำละลายโทลูอีน คนให้สารละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นจะเริ่มให้พลังงานความร้อนในการทำปฏิกิริยาโดยใช้ไมโครเวฟ โดยควบคุมสภาวะในการทำปฏิกิริยาดังนี้คือ

- พลังงาน (watt): 100 และ 300

- ระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (นาที): 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25 และ 30

- เมื่อปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์จะได้สารละลายเซลลูโลสที่ผ่านการตัดแปรแล้ว จากนั้นจึงแยกผงเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ด้วยการตกตะกอน และล้างด้วยเอทานอล

- ทำการกรองเอาผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการตัดแปรแล้ว จากนั้นจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เก็บผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการตัดแปรแล้วลงในโถดูดความชื้น (desiccators)

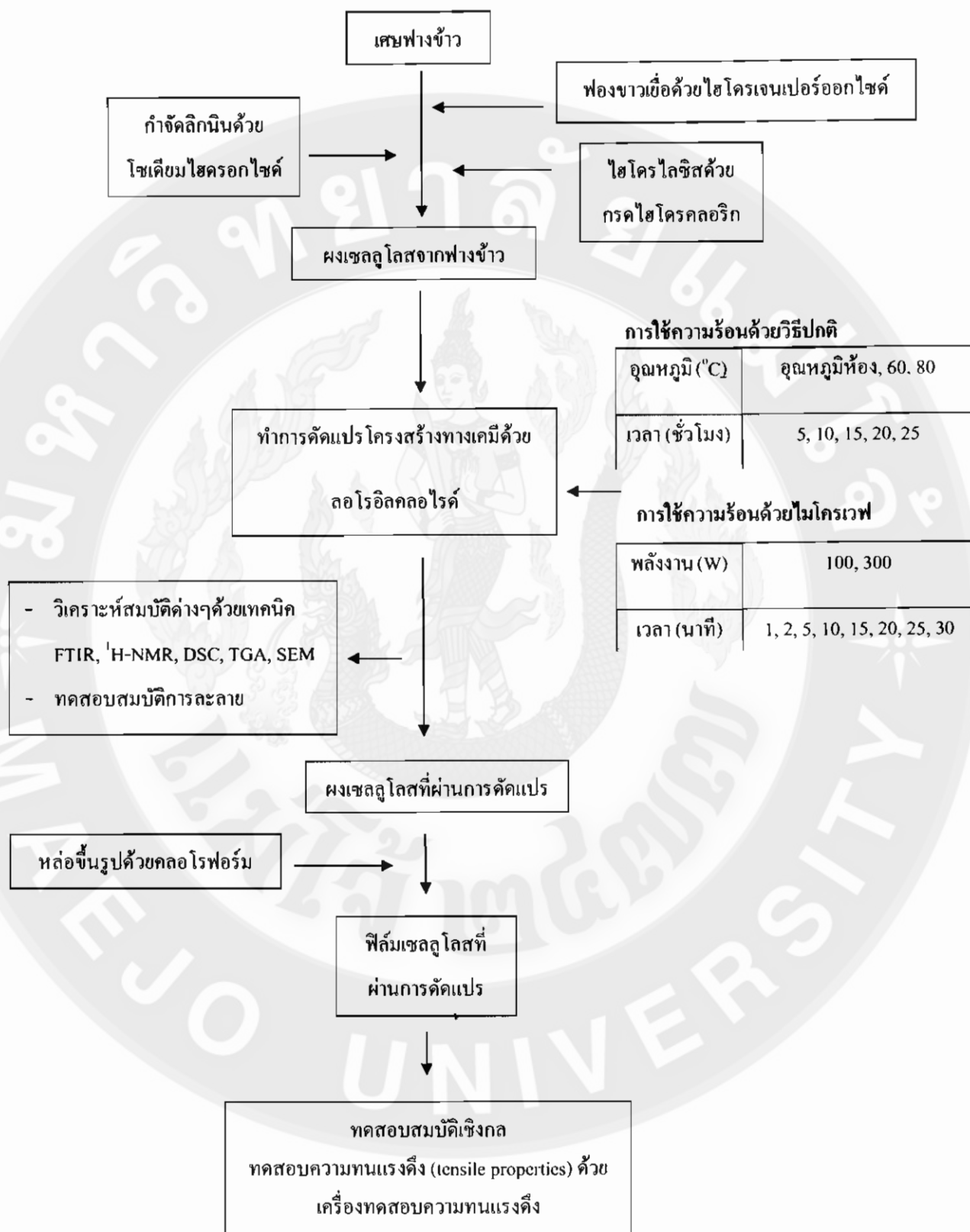
ขั้นตอนที่ 3 การขึ้นรูปแผ่นฟิล์มเซลลูโลสตัดแปร

- ชั่งผงเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการตัดแปรแล้ว 2 กรัม ละลายในตัวทำละลายคลอโรฟอร์มจำนวน 20 มิลลิลิตร คนให้ผงเซลลูโลสตัดแปรละลายในคลอโรฟอร์ม

- ขึ้นรูปแผ่นฟิล์มเซลลูโลสด้วยวิธีการหล่อขึ้นรูป โดยเทสารละลายเซลลูโลสลงในแม่พิมพ์แก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร

- รอให้คลอโรฟอร์มระเหยประมาณ 30 นาที จึงทำการลอกแผ่นฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรออกจากแม่พิมพ์

สำหรับขั้นตอนการทดลองโดยรวมของการเตรียมฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรจากฟางข้าวในงานวิจัยนี้แสดงในภาพที่ 14



ภาพที่ 14 ขั้นตอนการทดลองโดยรวมของการเตรียมฟิล์มเซลลูโลสดัดแปรจากฟางข้าว

การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของผงเซลลูโลสตัดแปรร

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

นำผงเซลลูโลสก่อนการตัดแปรรและที่ผ่านการตัดแปรรแล้วมาบดกับโพแทสเซียมโบรมาด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:9 อัดสารตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ เพื่อให้แสงผ่านได้ จากนั้นนำไปใส่ใน sample holder นำไปวัดด้วยเครื่อง FTIR โดยศึกษาในช่วงความยาวคลื่น $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (NMR)

นำผงเซลลูโลสที่ผ่านการตัดแปรรแล้วมาละลายในด้วย CDCl_3 ใส่ลงในขวดแก้วขนาดเล็ก Stir เพื่อให้เซลลูโลสละลายใน CDCl_3 เตรียมหลอด NMR โดยเติมสารละลายเซลลูโลสลงในหลอด NMR นำไปตรวจวัดด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์

สมบัติการละลายของผงเซลลูโลสตัดแปรร

ทดสอบสมบัติการละลายของเซลลูโลสโดยใช้ตัวทำละลาย 5 ชนิด คือ โทลูอีน (Toluene), คลอโรฟอร์ม (Chloroform), ไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane), อะซิโตน (Acetone) และไดเมทิลอะซิโตนไนโตรเจน (DMAc) โดยใช้ปริมาณของเซลลูโลสตัดแปรร 0.1 กรัม ละลายในตัวทำละลาย 1 มิลลิลิตร โดยทำการละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

อุณหภูมิการสลายตัว

วิเคราะห์และตรวจสอบอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลสตัดแปรรด้วย เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis: TGA) โดยการนำผงเซลลูโลสตัดแปรรที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาทำการให้ความร้อนด้วยอัตราเร็ว 10°C ต่อ นาที โดยให้อุณหภูมิจาก 25°C ไปจนถึง 600°C ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนและทำการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนและช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลสโดยดูจากน้ำหนักที่หายไปของเซลลูโลส

อุณหภูมิกลาสทรานซิชันและอุณหภูมิการหลอมเหลว

วิเคราะห์และตรวจสอบอุณหภูมิกลาสทรานซิชันและอุณหภูมิการหลอมเหลวของเซลลูโลสตัดแปรรด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning

Calorimeter: DSC) โดยใช้ผงเซลลูโลสปริมาณ 5-10 มิลลิกรัมมาบรรจุลงในแพนอะลูมิเนียม จากนั้นจึงทำการทดสอบโดยการให้ความเย็นลงมาถึงอุณหภูมิ 10°C แล้วจึงค่อยๆ ให้ความร้อนต่อไปจนถึง 350°C โดยใช้อัตราในการให้ความร้อน 20°C ต่อ 1 นาที ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน

ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

นำผงเซลลูโลสที่ผ่านการคัดแปรแล้วมาละลายในเอทานอล หยดเซลลูโลสลงบนแท่นติดสารตัวอย่าง นำไปอบเพื่อให้เอทานอล ระเหยออกไปจากนั้นนำไปเคลือบด้วยทองที่มีความหนา 15 นาโนเมตร และทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กระแสน้ำ 5 กิโลโวลต์ ปรับกำลังขยายและความคมชัดของภาพที่แสดงผลบนจอคอมพิวเตอร์ บันทึกภาพที่ได้

การทดสอบสมบัติความทนแรงดึง (Tensile test) ของฟิล์มเซลลูโลสคัดแปร

ทดสอบฟิล์มเซลลูโลสคัดแปรตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D882 โดยใช้ฟิล์มที่มีขนาด 20×1.5 เซนติเมตร ใช้ระยะห่างระหว่างตัวจับขึ้นทดสอบ 10 ซม. และทำการดึงด้วยความเร็ว 1 เซนติเมตรต่อนาทีด้วยแรงดึง 10 นิวตัน แล้วรายงานค่าความทนแรงดึง ค่ามอดุลัสและค่าร้อยละการยืดตัวที่จุดขาดของฟิล์มเซลลูโลส

ขอบเขตของโครงการวิจัย

งานวิจัยนี้เกิดขึ้นเพื่อศึกษาหาแนวทางการสังเคราะห์เซลลูโลสคัดแปรจากเศษฟางข้าว เพื่อนำไปเตรียมเป็นฟิล์มที่มีความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ โดยการคัดแปรโครงสร้างทางเคมีด้วยคลอไรด์ของกรดไขมัน (fatty acid chloride) ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันภายใต้ระบบที่ใช้โทลูอินและไพรีดีนเป็นตัวทำละลายและตัวเร่งปฏิกิริยาตามลำดับ โดยเปรียบเทียบการให้พลังงานความร้อนด้วยวิธีการปกติกับการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อน พร้อมหาสภาวะที่เหมาะสมในการคัดแปรเซลลูโลส อาทิ อุณหภูมิ พลังงาน และระยะเวลาที่ใช้ในการคัดแปร รวมไปถึงทำการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมี สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพของฟิล์มเซลลูโลสคัดแปรที่เตรียมได้

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์เซลลูโลสคัดแปรจากฟางข้าวเพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ โดยในการทดลองนี้เราจะทำการสังเคราะห์เซลลูโลสจากเศษฟางข้าวซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตร จากนั้นนำเซลลูโลสที่สกัดได้ไปคัดแปรโครงสร้างทางเคมีด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันกับลอโรอิลคลอไรด์ โดยใช้พลังงานความร้อน ปกติและการใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อน ทำการหาสภาวะในการคัดแปรโครงสร้างที่เหมาะสมแล้วทำการยืนยันการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสคัดแปรด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) และเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear Magnetic Resonance, NMR) ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยของเซลลูโลสคัดแปรด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมทรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) และเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA) หลังจากนั้นจึงทำการขึ้นรูปเซลลูโลสคัดแปรเป็นแผ่นฟิล์มแล้วทำการทดสอบความแข็งแรงด้วยเครื่องทดสอบความทนแรงดึง (Universal Testing Machine, UTM) และทดสอบความสามารถในการสลายตัวทางชีวภาพของฟิล์มเซลลูโลสคัดแปร โดยผลการทดลองแสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

1. การหาปริมาณเซลลูโลสจากเศษฟางข้าว (% conversion)

ในการทดลองนี้ได้ทำการสกัดเซลลูโลสจากเศษฟางข้าวด้วยวิธีการกำจัดลิกนิน การฟอกขาว และการไฮโดรไลซิสโดยใช้เศษฟางข้าวครั้งละ 200 กรัม เพื่หาร้อยละปริมาณเซลลูโลสที่สกัดได้ (% conversion) จากเศษฟางข้าว ผลการสกัดเซลลูโลสจากเศษฟางข้าวจะได้เซลลูโลสที่มีลักษณะเป็นผงสีเหลืองอ่อนๆ มีความละเอียด แสดงดังภาพที่ 15 และปริมาณเซลลูโลสที่สกัดได้จากเศษฟางข้าวแสดงดังตาราง 3

ตารางที่ 3 ปริมาณเซลลูโลสที่สกัดได้จากเศษฟางข้าว

ครั้งที่สกัด	1	2	3	4	5	6	เฉลี่ย
น้ำหนัก	49.78	51.46	52.14	51.74	49.87	50.07	<u>50.84</u>
เซลลูโลส (g)							



ภาพที่ 15 เซลลูโลสจากเศษฟางข้าว

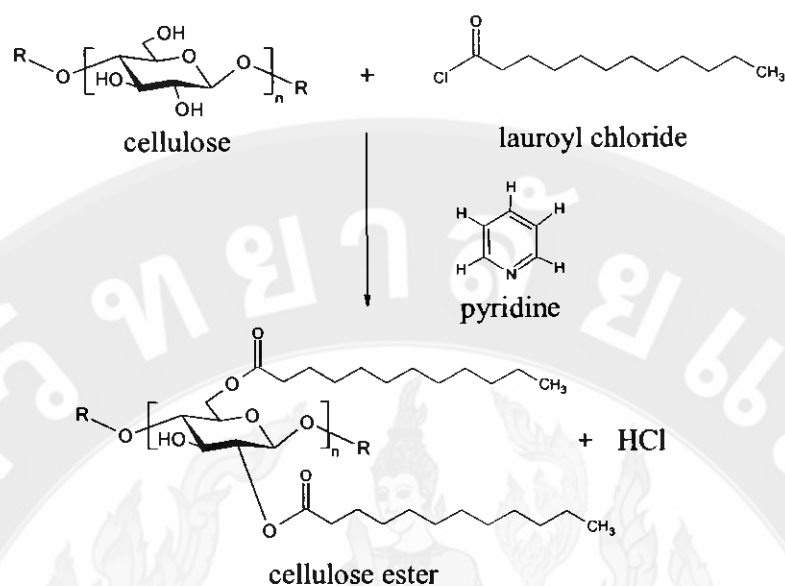
จากนั้นทำการคำนวณหาร้อยละปริมาณเซลลูโลสที่สกัดได้จากฟางข้าว (%yield) ได้เซลลูโลสปริมาณ ร้อยละ 24.99 โดยคำนวณได้จากสมการ (1) ดังนี้

$$\begin{aligned}
 \% \text{ conversion} &= \frac{\text{น้ำหนักผลิตภัณฑ์}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้น}} \times 100 & (1) \\
 &= \frac{50.84 \times 100}{200.00} \\
 &= 25.42
 \end{aligned}$$

ร้อยละปริมาณของเซลลูโลสที่สกัดได้จากเศษฟางข้าว คือ 25.42

2. การเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของเซลลูโลส

งานวิจัยนี้ได้ทำการดัดแปรโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสที่ได้จากเศษฟางข้าวด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับคลอไรด์ของกรดไขมันชนิดลอโรอิลคลอไรด์ ภายใต้ระบบที่ใช้โทลูอินเป็นตัวทำละลายและมีไพรีดินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของเซลลูโลสแสดงดังภาพที่ 16



ภาพที่ 16 ปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของเซลลูโลส

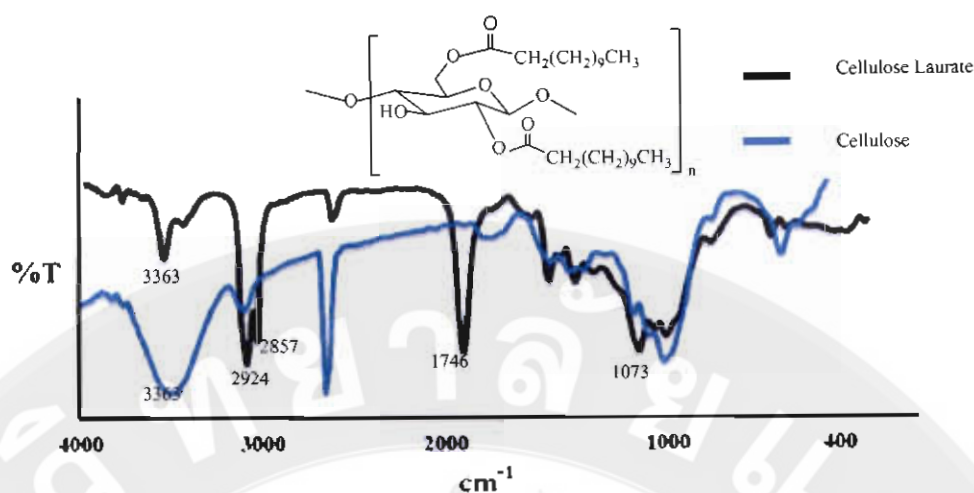
จากปฏิกิริยาจะเห็นได้ว่า หมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสจะถูกแทนที่ด้วยสายโซ่อะลิฟาติกของลอโรอิลคลอไรด์เกิดเป็นเซลลูโลสลอเรต (Cellulose laurate) ซึ่งการแทนที่ของสายโซ่ลอริกนี้จะส่งผลให้น้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรมีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งน้ำหนักของสารผลิตภัณฑ์ที่เพิ่มขึ้นนี้ ย่อมมีค่าแตกต่างกันออกไป ขึ้นอยู่กับสถานะที่ใช้ในการตัดแปรเซลลูโลส เพื่อศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการตัดแปรเซลลูโลสโดยใช้พลังงานความร้อนด้วยวิธีปกติและการใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อน อาทิเช่น อุณหภูมิ พลังงาน และระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา จึงนำไปสู่การหาร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight increase) ซึ่งผลการทดลองจะแสดงในหัวข้อที่ 5

3. การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

การยืนยันโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสลอเรตที่สังเคราะห์ได้ทำได้โดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) ซึ่งเป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีของสารตัวอย่าง โดยใช้หลักการที่ว่า หมู่ฟังก์ชันของสารแต่ละชนิด จะมีความสามารถในการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ความยาวคลื่นแตกต่างกันและมีลักษณะเฉพาะตัว อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนการตัดแปรเทียบกับเซลลูโลสลอเรตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้พลังงานความร้อนแบบวิธีปกติ แสดงดังภาพที่ 17 และค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของเซลลูโลสก่อนการตัดแปรเทียบกับเซลลูโลสลอเรตที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังตาราง 4

ตารางที่ 4 แสดงค่าดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในเซลลูโลสและเซลลูโลสดัดแปร

Wavenumbers (cm^{-1})	Band Assignments
Cellulose	
3363	OH stretching
2924	CH stretching of CH_2
1653	H – O – H bending of absorbed water
1432	CH wagging (in – plan bending)
1372	CH bending (deformation stretch)
1337	OH in – plane bending
1320	CH wagging
1281	CH deformation stretch
1163	Anti – symatric bridge C – O – C stretching
1113	Anti – symatric bridge C – O – C stretching
1059	Anti – symatric in – plane ring stretch
1032	C – O stretching
895	Anti – symatric out – of – phase ring stretch :
707	C1 – O – C4; β - glucosidic bond
668	O – H out of plane bending O – H out of plane bending
Cellulose laurate	
3363	OH stretching
2857, 2924	CH stretching due to CH_2 and CH_3
1746	C = O stretching of ester
1460, 1370	CH_2 bending, C – H bending
1163	C – O stretching
1073	C – C stretchng



ภาพที่ 17 อินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสก่อนการดัดแปรและเซลลูโลสภายหลังการดัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ

จากภาพที่ 17 และตาราง 4 พบว่าค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันของเซลลูโลสหลังผ่านการดัดแปร มีการเปลี่ยนแปลงต่างไปจากเซลลูโลสก่อนการดัดแปร 3 ตำแหน่ง คือ

- พบพิกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1746 cm^{-1} ซึ่งเป็นพิกของหมู่คาร์บอนิล (C=O) ของหมู่เอสเตอร์ที่เกิดจากลอโรอิลคลอไรด์ ซึ่งเป็นสารดัดแปรที่เข้ามาทำปฏิกิริยากับตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลในของเซลลูโลส

- พบพิกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 3363 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลในสเปกตรัมของเซลลูโลส ที่มีความสูงของพิกลดต่ำลง

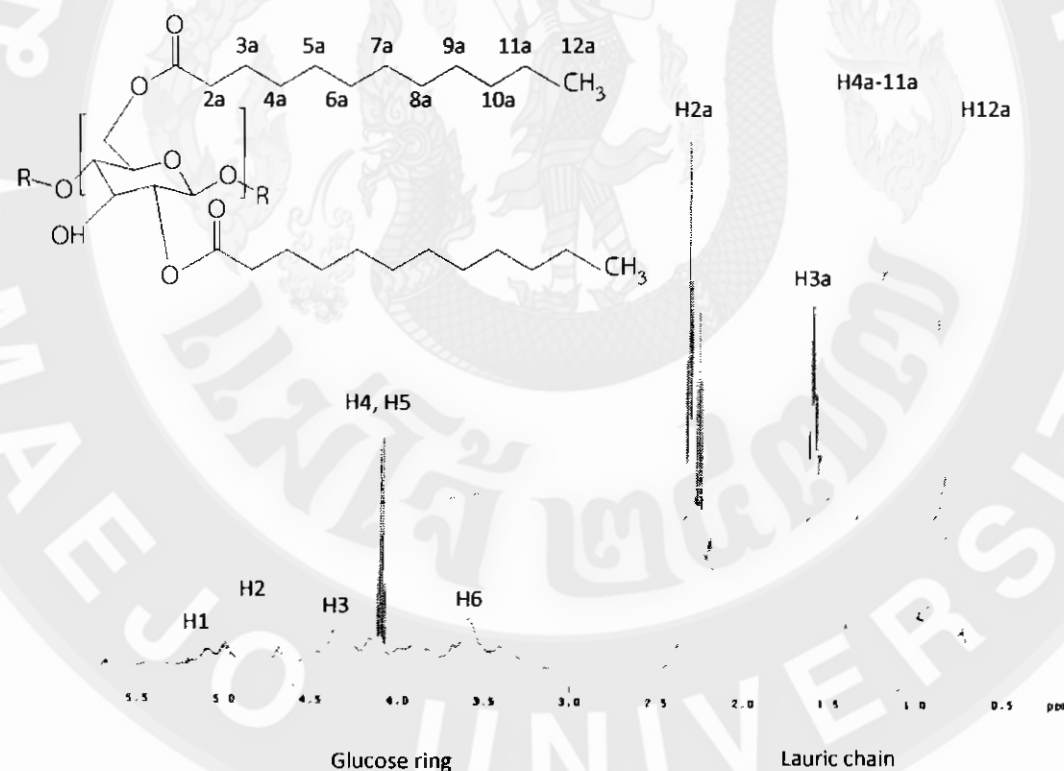
- พบพิกที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2924 cm^{-1} และ 2857 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ C-H stretching ของสายโซ่อะลิฟาติกของลอโรอิลคลอไรด์ในสเปกตรัมของเซลลูโลสภายหลังการดัดแปร

จากจุดเด่นทั้ง 3 ข้อดังที่ได้กล่าวมาแล้วนั้น สามารถยืนยันได้ว่าหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างของเซลลูโลสเกิดการแทนที่ด้วยสายโซ่ของลอโรอิลคลอไรด์ เกิดเป็นเซลลูโลสลอเรต (Cellulose laurate) อย่างไรก็ตามผลการทดลองยังพบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของเซลลูโลสก่อนการดัดแปรและเซลลูโลสภายหลังการดัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟในการให้ความ

ร้อนให้ตำแหน่งพิกัดทั้ง 3 ตำแหน่งที่ใกล้เคียงกัน จึงสามารถสรุปได้ว่าวิธีการให้ความร้อนทั้งแบบปกติ และแบบที่ใช้พลังงานไมโครเวฟนั้นไม่ส่งผลต่อโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสสเตรดที่สังเคราะห์ได้

4. การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันและโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ($^1\text{H-NMR}$)

เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ชนิดโปรตอน (Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy; $^1\text{H-NMR}$) เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจวิเคราะห์ยืนยันโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสดัดแปร โดยในการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสสเตรดด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ นั้นจะใช้ Deuterated Chloroform (CDCl_3) เป็นตัวทำละลาย ซึ่งสเปกตรัมและค่าเคมีคอลลีฟ (Chemical Shift) ของเซลลูโลสสเตรดที่สังเคราะห์ได้แสดงได้ภาพที่ 18 และตาราง 5

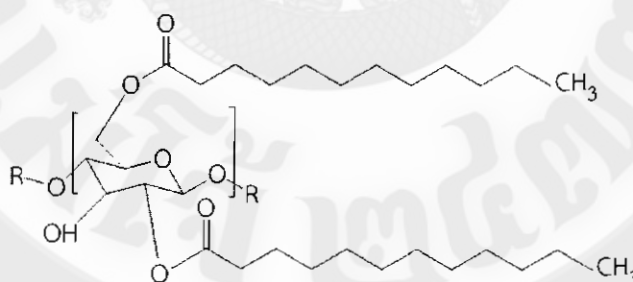


ภาพที่ 18 $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของเซลลูโลสสเตรด

เมื่อพิจารณาสเปกตรัมของเซลลูโลสลดรูปดังภาพที่ 18 ประกอบกับตาราง 5 จึงสามารถวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสลดรูปได้ดังภาพที่ 19 ซึ่งจะพบว่าตำแหน่งที่เป็นไฮโดรเจนของหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสได้ถูกแทนที่ด้วยสารตัดแปรซึ่งเป็นสายโซ่อะลิฟาติกของลอโรอิลคลอไรด์ ดังนั้นจึงเป็นการยืนยันอีกครั้งหนึ่งว่าปฏิกิริยาการตัดแปรเซลลูโลสเกิดขึ้นจริง

ตารางที่ 5 ค่าเคมีคอลชิฟท์ (Chemical Shift) ของเซลลูโลสลดรูปหรือเซลลูโลสตัดแปร

โปรตอนในน้ำตาลกลูโคส		โปรตอนในสายโซ่ลอริก	
ตำแหน่ง	δ (ppm)	ตำแหน่ง	δ (ppm)
H-1	5.031	H2a (CH ₂)	2.490
H-2	4.862	H3a (CH ₂)	1.790
H-3	4.373	H4a-H11a (CH ₂)	1.408
H-4	4.119	H12a (CH ₃)	0.965
H-5	4.090		
H-6	3.586		



ภาพที่ 19 โครงสร้างของเซลลูโลสลดรูป

5. การหาสถานะที่เหมาะสมจากค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight Increase)

การทดลองนี้ได้ทำการตัดแปรโครงสร้างของเซลลูโลสด้วยลอโรอิลคลอไรด์ โดยใช้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันในการตัดแปร โดยในการตัดแปรนั้นจะส่งผลให้เซลลูโลสมีนน้ำหนักเพิ่มขึ้นจากเดิม เนื่องจากโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงไป ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสถานะที่ใช้ในการตัดแปร เช่น

อุณหภูมิ และระยะเวลาในการตัดแปรร และแหล่งในการให้พลังงานความร้อนเป็นต้น โดยน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรรสามารถคำนวณได้จากสมการ (2) ดังนี้

$$\% \text{Weight increase} = \frac{\text{น้ำหนักเซลลูโลสหลังการตัดแปรร} - \text{น้ำหนักเซลลูโลสก่อนการตัดแปรร}}{\text{น้ำหนักเซลลูโลสก่อนการตัดแปรร}} \times 100 \quad (2)$$

จากสมการ (2) สามารถหาค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรรได้โดยผลการทดลองแสดงดังตาราง 6 และตาราง 7 ตามลำดับ ซึ่งตาราง 6 แสดงร้อยละน้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรรที่เพิ่มขึ้นจากการสังเคราะห์โดยใช้วิธีปกติในการให้พลังงานความร้อน และตาราง 7 แสดงร้อยละน้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรรที่เพิ่มขึ้นจากการสังเคราะห์โดยใช้พลังงานไมโครเวฟ

ตารางที่ 6 น้ำหนักของเซลลูโลสก่อนและหลังตัดแปรร และร้อยละน้ำหนักเซลลูโลสตัดแปรรที่เพิ่มขึ้นจากการสังเคราะห์โดยใช้วิธีปกติในการให้พลังงานความร้อน

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)	น้ำหนักเซลลูโลส ก่อนตัดแปรร (กรัม)	น้ำหนักเซลลูโลส หลังตัดแปรร (กรัม)	ร้อยละน้ำหนักเซลลูโลสที่เพิ่มขึ้น (%weight increase)
อุณหภูมิห้อง	5	2.0004	3.5896	79.44
	10	2.0003	4.4062	120.27
	15	2.0008	5.0434	152.06
	20	2.0008	4.3901	119.41
	25	2.0005	4.6007	129.96
อุณหภูมิ 60°C	5	2.0008	6.7552	237.62
	10	2.0007	6.9176	245.75
	15	2.0005	6.4097	220.40
	20	2.0006	6.4478	222.29
	25	2.0009	5.4689	173.32
อุณหภูมิ 80°C	5	2.0005	4.6484	132.36
	10	2.0008	6.6050	230.11
	15	2.0004	6.0148	200.67
	20	2.0002	6.1046	205.19
	25	2.0008	4.0437	102.10

ตารางที่ 7 น้ำหนักของเซลลูโลสก่อนและหลังดัดแปร และร้อยละน้ำหนักเซลลูโลสดัดแปรที่เพิ่มขึ้นจากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟ

พลังงาน (W)	เวลา (min)	น้ำหนัก เซลลูโลสก่อน ดัดแปร (g)	น้ำหนักเซลลูโลส ภายหลังดัดแปร (g)	ร้อยละน้ำหนักเซลลูโลสที่เพิ่มขึ้น (%Weight increase)
100	1.00	2.00	2.9032	45.02
	2.00	2.00	2.9450	47.22
	5.00	2.00	3.2995	64.94
	10.00	2.00	4.6766	133.79
	15.00	2.00	4.8787	143.83
	20.00	2.00	4.4336	121.59
	25.00	2.00	6.6676	233.29
	30.00	2.00	6.6220	231.03
300	1.00	2.00	4.2731	113.56
	2.00	2.00	3.9199	95.94

จากผลการทดลองในตาราง 6 และตาราง 7 เราสามารถนำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าร้อยละน้ำหนักเซลลูโลสดัดแปรที่เพิ่มขึ้นกับสภาวะที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาดังแสดงในภาพที่ 20 และภาพที่ 21 ตามลำดับ

ภาพที่ 20 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight increase, %WI) ของเซลลูโลสดัดแปรกับระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ จากการสังเคราะห์โดยใช้วิธีปกติในการให้พลังงานความร้อน

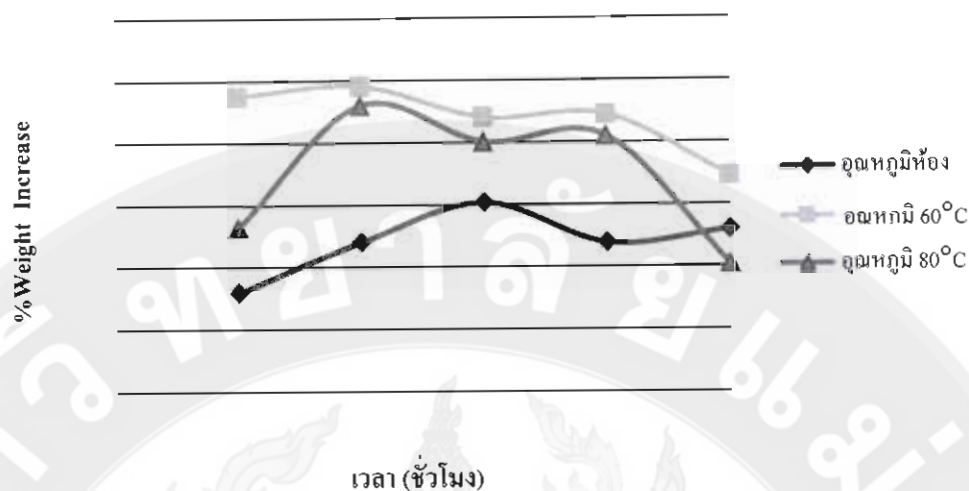
ในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันเซลลูโลสนั้น ภายหลังจากการทำปฏิกิริยา เซลลูโลสจะมีน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น เราได้เป็นค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%weight increase) โดยที่เซลลูโลสดัดแปรแต่ละตัวอย่างจะมีร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นแตกต่างกันไปตามสภาวะในการทำปฏิกิริยา ผลการทดลองแสดงได้ดังภาพที่ 20 ซึ่งเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง ซึ่งก็คือผลของอุณหภูมิและเวลาที่มีต่อน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสดัดแปร

จากภาพที่ 20 พบว่าอุณหภูมิและเวลาในการทำปฏิกริยามีผลต่อน้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรที่เตรียมได้กล่าวคือ เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิคงที่ ถ้าเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกริยาจาก 5 ชั่วโมง ไปเป็น 10 และ 15 ชั่วโมง ค่าร้อยละของน้ำหนักเซลลูโลสตัดแปรจะมีค่าเพิ่ม แต่เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกริยาขึ้นไปอีกจนถึง 25 ชั่วโมง กลับพบว่าเซลลูโลสตัดแปรมีค่าร้อยละของน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นลดต่ำลง และเมื่อพิจารณาที่ระยะเวลาในการทำปฏิกริยาคงที่ อุณหภูมิในการทำปฏิกริยาจะมีผลต่อค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสเช่นเดียวกัน ยกตัวอย่างเช่น ที่เวลา 5 ชั่วโมง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกริยาจากอุณหภูมิห้อง ไปเป็น 60°C น้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรก็จะมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นไปถึง 80°C ค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรกลับมีค่าลดลง

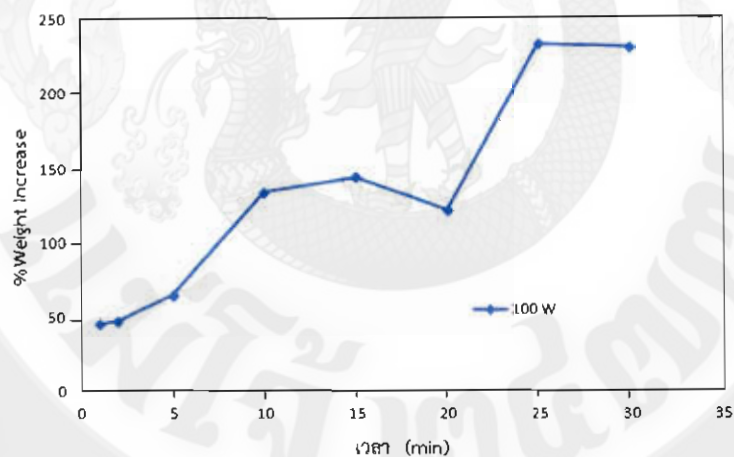
อาจกล่าวได้ว่าเมื่ออุณหภูมิและระยะเวลาในการทำปฏิกริยามากขึ้นจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ในปริมาณเพิ่มขึ้น ค่าร้อยละของน้ำหนักเซลลูโลสตัดแปรที่ได้จะมีค่าเพิ่มขึ้น การที่เซลลูโลสตัดแปรนี้มีน้ำหนักเพิ่มขึ้นเนื่องมาจากหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสจะถูกแทนที่ด้วยสายโซ่อะลิฟาติกของลอโรอิลคลอไรด์ เกิดเป็นเซลลูโลสลอเรต (Cellulose laurate) การแทนที่ของสายโซ่นี้จะส่งผลให้ความแข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนลดลง และส่งผลให้น้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรมีค่าเพิ่มขึ้นนั่นเอง

แต่อย่างไรก็ตามพบว่าในแต่ละอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกริยานั้นเมื่อให้อุณหภูมิหรือเวลาในการทำปฏิกริยานานเกินไปจนถึงจุดจุดหนึ่งจะพบว่าค่าของเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่ได้นั้นจะลดลง ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากเซลลูโลสตัดแปรอาจเกิดการสลายตัว เนื่องจากได้รับความร้อนสูงและมีระยะเวลาในการทำปฏิกริยาที่ยาวนานเกินไป

จากผลการทดลองที่กล่าวมา ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการทำปฏิกริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันของเซลลูโลสจากฟางข้าวซึ่งเป็นสภาวะที่นำผงเซลลูโลสตัดแปรไปขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มคือ ที่อุณหภูมิ 60°C ใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกริยา 10 ชั่วโมง โดยที่สภาวะนี้จะให้ค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปร คือ ร้อยละ 245.75



ภาพที่ 20 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight Increase) ของเซลล์โลสดัดแปร กับระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ จากการให้ความร้อนด้วยวิธีปกติ



ภาพที่ 21 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight increase) ของเซลล์โลสดัดแปร กับระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่พลังงาน 100 วัตต์ จากการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

ภาพที่ 21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น (%Weight increase, %WI) ของเซลล์โลสดัดแปรกับระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่พลังงานต่างๆ จากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟ จากภาพที่ 21 พบว่าพลังงานและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยามีผลต่อน้ำหนักของเซลล์โลสดัดแปรที่เตรียมได้กล่าวคือเมื่อพิจารณาที่พลังงานคงที่ เช่น เมื่อพิจารณาที่พลังงาน 100

วัดต์ ถ้าเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาจาก 1 2 5 10 15 และ 20 นาที ไปจนถึง 25 นาที ตามลำดับ พบว่าค่าร้อยละน้ำหนักเซลลูโลสตัดแปรจะมีแนวโน้มที่มีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่การใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 25 นาที จะให้ร้อยละน้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรเพิ่มขึ้นมากที่สุดคือ ร้อยละ 233.29

และเมื่อพิจารณาที่ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาครั้งที่ พลังงานในการทำปฏิกิริยาจะมีผลต่อค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสเช่นเดียวกัน ยกตัวอย่างเช่น ที่เวลา 1 นาที เมื่อเพิ่มพลังงานในการทำปฏิกิริยาจาก 100 วัดต์ เพิ่มเป็น 300 วัดต์ (ตาราง 7) พบว่าร้อยละน้ำหนักของเซลลูโลสตัดแปรก็จะมีค่าเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 45.022 เป็นร้อยละ 113.56

ทั้งนี้จะพบว่าเซลลูโลสภายหลังกการตัดแปรมีน้ำหนักเพิ่มขึ้นเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสจะถูกแทนที่ด้วยสายโซะอะลิฟาติกของลอโรอิลกลอไรด์ เกิดเป็นเซลลูโลสลอเรต (Cellulose laurate) การแทนที่ของสายโซ่นี้จะส่งผลให้ความแข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนลดลง ส่งผลให้เซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้น้ำหนักเพิ่มขึ้น

แต่อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มระยะเวลา และพลังงานที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไปจนถึงจุดหนึ่ง จะพบว่าค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรมีค่าลดต่ำลง เช่น ที่การใช้พลังงาน 300 วัดต์ ในการทำปฏิกิริยา พบว่าเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาจาก 1 นาที เป็น 2 นาที ค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรลดลงจาก 113.56 เป็นร้อยละ 95.94 ทั้งนี้เนื่องมาจากเซลลูโลสตัดแปรอาจเกิดการสลายตัว เนื่องมาจากได้รับพลังงานความร้อนสูง และมีระยะเวลาในการทำปฏิกิริยามากเกินไป ส่งผลให้เซลลูโลสเกิดการไหม้และทำให้น้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ลดลง

สำหรับการสังเคราะห์โดยการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อนนั้น การทดลองพบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการนำเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้มาขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มนั้น คือ การใช้พลังงานไมโครเวฟ 100 วัดต์ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที โดยที่สภาวะนี้จะให้ค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรมีค่าเป็นร้อยละ 143.83 ซึ่งถึงแม้ว่าจะไม่ใช่สภาวะที่ให้ค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรมากที่สุดก็ตาม แต่เนื่องจากการทำปฏิกิริยาด้วยพลังงานไมโครเวฟยาวนานมากกว่า 15 นาทีขึ้นไป ส่งผลให้ผงเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้เกิดการเปลี่ยนสีจากผงสีขาวกลายเป็นสีน้ำตาลคล้ำอันเนื่องมาจากการได้รับพลังงานความร้อนที่สูงมากเกินไปนั่นเอง ซึ่งจะส่งผลให้ฟิล์มเซลลูโลสที่เตรียมได้มีสีคล้ำตามไปด้วย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้สภาวะในการสังเคราะห์เซลลูโลสตัดแปรจากฟางข้าวโดยใช้พลังงานไมโครเวฟที่พลังงาน 100 วัดต์ และใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที

ผลการทดลองการเปรียบเทียบการใช้พลังงานความร้อนจากทั้งสองแหล่งในการให้ความร้อนนั้น พบว่าค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้จากการให้ความร้อนด้วยวิธีปกติจะมีค่ามากกว่าการใช้พลังงานจากไมโครเวฟถึงเกือบหนึ่งเท่า แต่อย่างไรก็ตามการใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟก็ช่วยย่นระยะเวลาในการสังเคราะห์เซลลูโลสตัดแปรจาก 1 ชั่วโมงเป็นเวลาเพียง 15 นาที ซึ่งช่วยให้ประหยัดเวลาและพลังงานในการสังเคราะห์ลงอย่างมาก

6. การทดสอบสมบัติการละลาย (Solubility Test)

ผลการทดสอบสมบัติการละลายของเซลลูโลสก่อนและหลังตัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานร้อนปกติและพลังงานความร้อนจากไมโครเวฟ โดยมีตัวทำละลาย 5 ชนิด คือ คลอโรฟอร์ม ไดมethylอะเซตาไมด์ (DMAc) โทลูอิน อะซีโตน และไดคลอโรมีเทน (DCM) เป็นตัวทดสอบ แสดงดังตาราง 8 และตาราง 9 ตามลำดับ

จากตาราง 8 จะเห็นได้ว่าเซลลูโลสที่สกัดได้จากฟางข้าวก่อนการตัดแปรด้วยคลอโรอิลลอสไรด์ไม่สามารถละลายในตัวทำละลายใดๆ ได้ ทั้งในตัวทำละลายที่มีขั้ว คือ ไดมethylอะเซตาไมด์ และ อะซีโตน ตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว คลอโรฟอร์ม โทลูอินและไดคลอโรมีเทน เนื่องจากเซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูงทำให้ไม่สามารถในตัวทำละลายทั้งมีขั้วและไม่มีขั้วได้

สำหรับเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการตัดแปรแล้ว ผลการทดลองพบว่าความสามารถในการละลายของเซลลูโลสตัดแปรในตัวทำละลายมีค่าเพิ่มขึ้น โดยพบว่าเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิห้องสามารถละลายในโทลูอินและไดคลอโรมีเทนได้ดี และสามารถละลายในคลอโรฟอร์มได้บางส่วน ส่วนเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 60 °C และ 80 °C พบว่าความสามารถในการละลายในโทลูอิน ไดคลอโรมีเทนและคลอโรฟอร์มได้ดีแต่อย่างไรก็ตามยังพบว่าเซลลูโลสตัดแปรไม่สามารถละลายในอะซีโตนและไดเมทิลอะเซตาไมด์ได้

ตาราง 9 แสดงผลการทดสอบสมบัติการละลายของเซลลูโลสก่อนและหลังตัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟ พบว่าการใช้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟให้ผลการทดลองที่คล้ายคลึงกับเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ สำหรับเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการตัดแปรแล้ว ผลการทดลองพบว่าความสามารถในการละลายของเซลลูโลสตัดแปรในตัวทำละลายเพิ่มขึ้น โดยพบว่าเซลลูโลสตัดแปรที่พลังงาน 100 วัตต์สามารถละลายได้ด้วยโทลูอิน ไดคลอโรมีเทน และคลอโรฟอร์ม ซึ่งตัวทำละลายที่สามารถละลายเซลลูโลสหลังการตัดแปรได้ดีที่สุดคือคลอโรฟอร์ม ส่วนเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ที่พลังงาน 300 วัตต์พบว่าสามารถละลายในโทลูอิน ไดคลอโรมีเทน และคลอโรฟอร์มได้ดี แต่อย่างไรก็ตามยังพบว่า

เซลลูโลสดัดแปรไม่สามารถละลายในอะซิโตนและไดเมทิลอะเซตาไมด์ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีขั้วได้

ตารางที่ 8 ความสามารถในการละลายของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลังการดัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานความร้อนด้วยวิธีปกติ (โดยใช้ปริมาณเซลลูโลส 10 mg ละลายในตัวทำละลาย 1 ml ความหมายสัญลักษณ์ คือ ++ ละลายได้ดี + ละลายบางส่วน และ – ไม่ละลาย)

ตัวอย่าง	อุณหภูมิ(°C)	เวลา (ชั่วโมง)	ตัวทำละลาย				
			Chloroform	DMAc	Toluene	Acetone	DCM
เซลลูโลสก่อนดัดแปร			-	-	-	-	-
เซลลูโลส หลังดัดแปร	อุณหภูมิห้อง	5	+	-	++	-	+
		10	+	-	++	-	+
		15	+	-	++	-	++
		20	+	-	++	-	++
		25	+	-	++	-	++
	60 °C	5	++	-	++	-	++
		10	++	-	++	-	++
		15	++	-	++	-	++
		20	++	-	++	-	++
		25	++	-	++	-	++
	80 °C	5	++	-	++	-	++
		10	++	-	++	-	++
		15	++	-	++	-	++
		20	++	-	++	-	++
		25	++	-	++	-	++

ตารางที่ 9 ความสามารถในการละลายของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลังการดัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟ (โดยใช้ปริมาณเซลลูโลส 10 mg ละลายในตัวทำละลาย 1 ml ความหมายสัญลักษณ์ คือ ++ ละลายได้ดี + ละลายบางส่วน และ - ไม่ละลาย)

ตัวอย่าง	พลังงาน (W)	เวลา (min)	ตัวทำละลาย				
			Chloroform	DMAc	Toluene	Acetone	DCM
เซลลูโลสก่อนดัดแปร	100	-	-	-	-	-	-
		1	+	-	+	-	+
		2	++	-	++	-	++
		5	++	-	++	-	++
		10	+++	-	++	-	++
		15	+++	-	++	-	++
	300	20	+++	-	++	-	++
		25	+++	-	++	-	++
		30	+++	-	++	-	++
		1	++	-	++	-	+
เซลลูโลสหลังดัดแปร	300	2	++	-	++	-	++

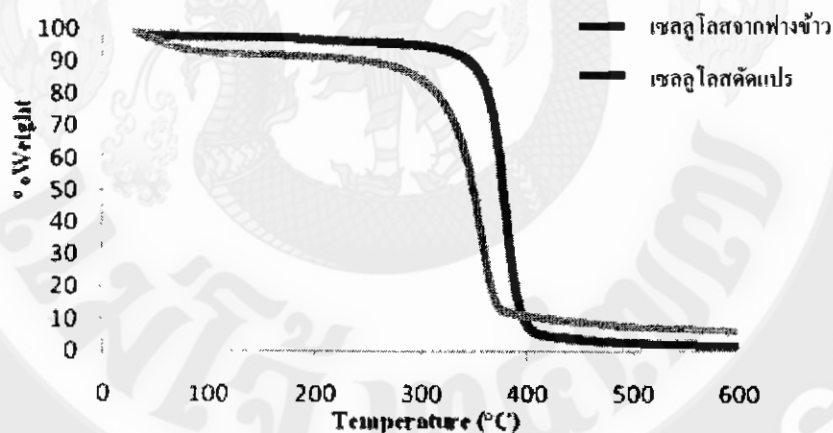
การที่เซลลูโลสดัดแปรมีความสามารถในการละลายในตัวทำละลายอินทรีย์เพิ่มขึ้นเนื่องมาจากการที่เซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นจำนวนมากซึ่งคาดว่าจะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้วแต่เนื่องจากเซลลูโลสเกิดพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างโมเลกุล ทำให้มีความเป็นผลึกสูงไม่สามารถละลายในตัวทำละลายที่มีขั้วได้ เมื่อสามารถทำลายพันธะไฮโดรเจนทั้งภายในและระหว่างโมเลกุลได้ก็จะทำให้เซลลูโลสมีความสามารถในการละลายเพิ่มขึ้น

ส่วนการที่เซลลูโลสดัดแปรไม่สามารถละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดอะซิโตนและไดเมทิลอะเซตาไมด์ได้ก็อาจเนื่องมาจากเซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นจำนวนมากทำให้ความมีขั้วสูงแต่เนื่องจากเมื่อทำการดัดแปร โครงสร้างแล้วหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสลดลงทำให้ความมีขั้วของเซลลูโลสลดน้อยลงจนไม่อาจละลายในตัวทำละลายที่มีขั้วได้ ทำให้เซลลูโลสดัดแปรสามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว

จากผลการทดสอบสมบัติการละลายจึงพบว่าตัวทำละลายที่สามารถละลายผงเซลลูโลส ภายหลังการดัดแปรได้ดีมาก คือ คลอโรฟอร์ม ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้ตัวทำละลาย คือ คลอโรฟอร์ม เพื่อเป็นตัวทำละลายสำหรับใช้ขึ้นรูปฟิล์มเซลลูโลสดัดแปรต่อไป เนื่องจาก คลอโรฟอร์มราคาถูกหาซื้อได้ง่ายและมีความปลอดภัยเมื่อเปรียบเทียบกับโทลูอินและไดคลอโร มีเทน

7. อุณหภูมิการสลายตัว (Degradation Temperature)

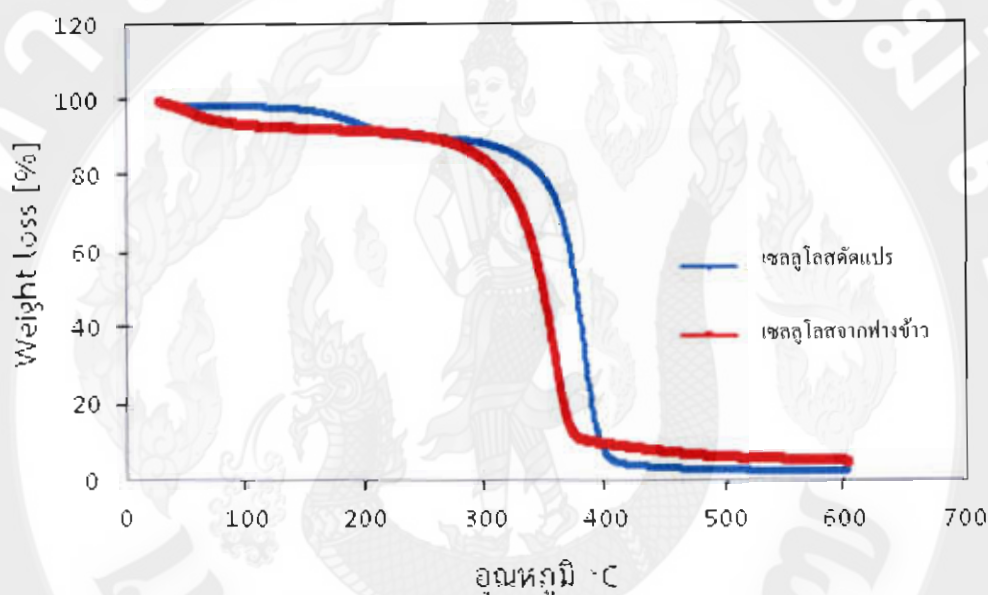
อุณหภูมิการสลายตัว (Degradation Temperature: T_d) ของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนดัดแปรและเซลลูโลสดัดแปร สามารถหาได้จากการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA ซึ่งเทอร์โมแกรมของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลังการดัดแปร โดยการใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ แสดงดังภาพที่ 22 และภาพที่ 23 แสดงเทอร์โมแกรมของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลังการดัดแปรโดยการใช้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ



ภาพที่ 22 เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสจากฟางข้าวและเซลลูโลสดัดแปร โดยการใช้ความร้อนด้วยวิธีปกติ

จากเทอร์โมแกรมภาพที่ 22 พบว่าเซลลูโลสจากฟางข้าวมีการสูญเสียน้ำหนักอยู่สองช่วง คือ ช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 70 - 90°C ซึ่งเป็นช่วงที่ความชื้นที่อยู่ในเซลลูโลสเกิดการสลายตัว และช่วงที่สองคือที่อุณหภูมิประมาณ 320 - 360 °C ซึ่งช่วงนี้เป็นการสลายตัวของเซลลูโลส พบว่า น้ำหนักหายไปประมาณร้อยละ 65 นอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 600 °C เหลือส่วนที่ยังเป็นองค์ประกอบของคาร์บอนอยู่ประมาณร้อยละ 8 กรณีของเซลลูโลสดัดแปรพบว่าการสูญเสีย

น้ำหนักอยู่ช่วงเดียวคือที่อุณหภูมิประมาณ $360 - 390^{\circ}\text{C}$ ซึ่งช่วงนี้เป็นการสลายตัวของเซลลูโลสตัดแปรและพบว่าน้ำหนักหายไปประมาณร้อยละ 80 นอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 600°C เหลือส่วนที่ยังเป็นองค์ประกอบของคาร์บอนอยู่ประมาณร้อยละ 2 อาจกล่าวได้ว่า ภายหลังการตัดแปร เซลลูโลสตัดแปรที่ได้มีอุณหภูมิการสลายตัวที่สูงขึ้นกว่าเซลลูโลสก่อนการตัดแปรประมาณ $30-40^{\circ}\text{C}$



ภาพที่ 23 เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสจากฟางข้าวและเซลลูโลสตัดแปร โดยใช้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

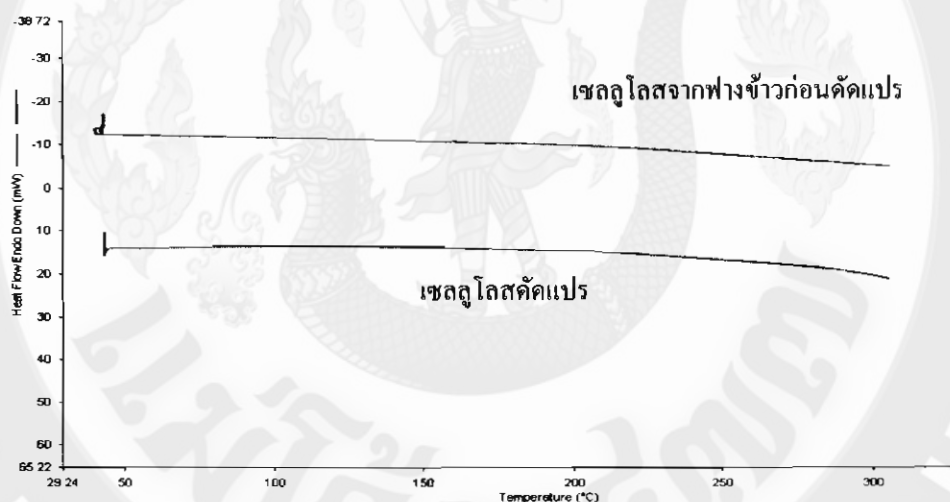
ภาพที่ 23 แสดง TGA เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสจากฟางข้าวที่ผ่านการตัดแปรแล้วโดยใช้พลังงานจากไมโครเวฟ พบว่าจากเทอร์โมแกรมเซลลูโลสตัดแปรแสดงการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 3 ช่วง คือ

- ช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิประมาณ $25 - 65$ องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่ความชื้นที่ยังหลงเหลืออยู่ในเซลลูโลสตัดแปรเกิดการสลายตัว ร้อยละน้ำหนักที่หายไปในช่วงนี้เท่ากับร้อยละ 1.10
- ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ $65 - 250$ องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงที่สายโซ่อะลิฟาติกของสารตัดแปร (lauric chain) เกิดการสลายตัว
- ช่วงที่ 3 ที่อุณหภูมิประมาณ $250 - 600$ ซึ่งเป็นช่วงที่เกิดการสลายตัวของเซลลูโลสตัดแปร ร้อยละน้ำหนักที่หายไปในช่วงนี้เท่ากับร้อยละ 88.00 และพบว่ามีปริมาณองค์ประกอบที่ไม่สลายตัวในช่วงที่ทำการทดสอบหลังเหลืออยู่ร้อยละ 2.50

จากการเปรียบเทียบอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลสตัดแปรโดยใช้พลังงานปกติ และพลังงานไมโครเวฟในการสังเคราะห์ พบว่าเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์จากการใช้พลังงานไมโครเวฟมีสมบัติทางความร้อนที่ลดลง กล่าวคือ เกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่าเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้โดยใช้พลังงานความร้อนด้วยวิธีปกติประมาณ 70°C

8. อุณหภูมิการหลอมเหลวและอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Melting Temperature and Glass Transition Temperature)

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมทรี (DSC) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์หาอุณหภูมิการหลอมเหลว (Melting Temperature: T_m) และอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Glass Transition Temperature: T_g) ของเซลลูโลสจากฟางข้าวและเซลลูโลสตัดแปร



ภาพที่ 24 DSC เทอร์โมแกรมของเซลลูโลสจากฟางข้าวก่อนและหลังการตัดแปร

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมทรี (DSC) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์หาอุณหภูมิการหลอมเหลว (Melting Temperature: T_m) และอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Glass Transition Temperature: T_g) ของเซลลูโลสจากฟางข้าวและเซลลูโลสตัดแปร

จากภาพที่ 24 พบว่าเทอร์โมแกรมของเซลลูโลสก่อนการตัดแปร ไม่พบอุณหภูมิการหลอมเหลว และอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน ทั้งนี้เนื่องมาจากเซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูงมาก อุณหภูมิการหลอมเหลวของเซลลูโลสจึงอาจมีค่าสูงมากใกล้เคียงกับอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลส ดังนั้นจึงทำให้ไม่พบการเปลี่ยนแปลงใดๆ ในช่วง $50 - 300$ องศาเซลเซียส

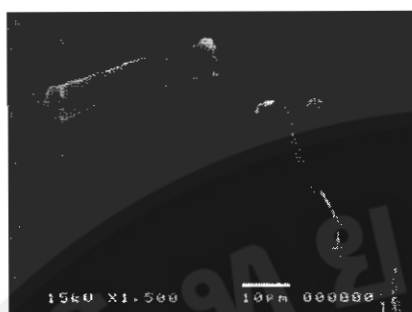
ส่วนเซลล์โลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ทั้งจากการใช้พลังงานปกติและการใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อน ไม่พบอุณหภูมิการหลอมเหลว และอุณหภูมิกลาสรานซิชั่นเช่นเดียวกันกับเซลล์โลสก่อนการตัดแปร คาดว่าเกิดจากเซลล์โลสตัดแปรมีอุณหภูมิในการหลอมเหลวสูงใกล้เคียงกับอุณหภูมิสลายตัว

9. การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา

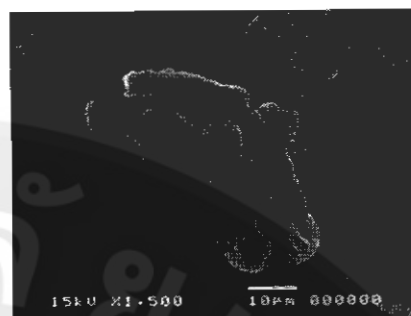
ลักษณะทางกายภาพของเซลล์โลสจากฟางข้าวก่อนการตัดแปรเมื่อนองด้วยดาเปล่าพบว่ามีลักษณะเป็นผงละเอียดสีน้ำตาลอ่อนๆ คลายสีของฟางข้าวดังภาพที่ 25 (ก) ส่วนเซลล์โลสภายหลังการตัดแปร จะมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลืองน้ำตาลอ่อนๆ และมีลักษณะเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนดังภาพ 25 (ข) แต่เมื่อนำตัวอย่างไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเซลล์โลสจากฟางข้าวแตกต่างกันไป ภาพที่ 26 (ก) พบว่าเซลล์โลสจากฟางข้าวมีลักษณะเป็นแท่งเส้นใยสั้นๆ มีขนาดความกว้างเฉลี่ยประมาณ 8 - 10 μm และมีความยาวประมาณ 28 - 30 μm ในขณะที่ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเซลล์โลสสูตรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานปกติและการใช้พลังงานไมโครเวฟ แสดงดังภาพที่ 26 (ข) และ (ค) ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าเมื่อเปรียบเทียบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเซลล์โลสก่อนการตัดแปรกับเซลล์โลสภายหลังการตัดแปรที่ จะพบว่าเซลล์โลสตัดแปรทั้งที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้พลังงานปกติและพลังงานความร้อนจากไมโครเวฟ จะมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนที่มีขนาดใหญ่ขึ้นกว่าก่อนตัดแปร ทั้งนี้เนื่องมาจากการถูกแทนที่ของสารตัดแปรในหมู่ไฮดรอกซิลภายในโครงสร้างของเซลล์โลส ส่งผลให้เซลล์โลสตัดแปรมีลักษณะเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีพื้นผิวที่ขรุขระนั่นเอง



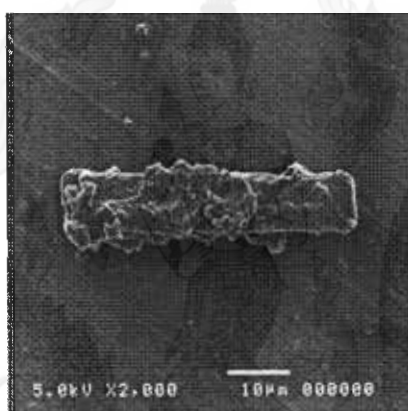
ภาพที่ 25 ลักษณะผงเซลล์โลสที่สกัดได้จากฟางข้าวเมื่อสังเกตด้วยดาเปล่า (ก) ก่อนการตัดแปร (ข) ภายหลังการตัดแปร



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพที่ 26 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงเซลลูโลสที่สกัดได้จากฟางข้าว (ก) ก่อนการตัดแปรรูป และ (ข) ภายหลังการตัดแปรรูปโดยใช้พลังงานปกติ และ (ค) การใช้ไมโครเวฟในการให้ความร้อน

10. การทดสอบสมบัติความทนต่อแรงดึง (Tensile properties test)

การทดสอบความทนต่อแรงดึงเพื่อหาความแข็งแรงของแผ่นฟิล์มที่เซลลูโลสตัดแปรรูป โดยเริ่มจากการนำฟิล์มขนาด 7.5×0.80 เซนติเมตร เข้าเครื่องทดสอบความทนต่อแรงดึง ใช้ระยะห่างระหว่างตัวจับขึ้นทดสอบ 5 เซนติเมตร และทำการดึงด้วยความเร็ว 5 มิลลิเมตรต่อนาทีจนกระทั่งฟิล์มขาดจากกัน จะทำให้ทราบค่าความทนแรงดึง (Tensile Strength) ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด (% Elongation at break) และค่ามอดูลัสของยัง (Young's Modulus) ของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรรูป

การคำนวณหาความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ต้องทำการวัดพื้นที่หน้าตัดของแผ่นฟิล์ม ระยะยืด และค่าแรงดึงแผ่นฟิล์ม โดยพื้นที่หน้าตัดของแผ่นฟิล์ม ระยะยืด และค่าแรงดึงของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรรูปที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีปกติและสังเคราะห์ได้จากการใช้พลังงานไมโครเวฟแสดงดังตาราง 10 และตาราง 11 ตามลำดับ

ตารางที่ 10 ค่าพื้นที่หน้าตัด ระยะยืด และค่าแรงดึงของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้
โดยพลังงานปกติ

ฟิล์มเซลลูโลส	พื้นที่หน้าตัด (m^2)	แรงดึงแผ่นฟิล์ม (N)	ระยะยืด (mm)
1	6.75×10^{-7}	4.99	7.56
2	8.55×10^{-7}	4.69	7.99
3	9.75×10^{-7}	7.53	9.79
4	8.55×10^{-7}	7.34	10.82

ตารางที่ 11 ค่าพื้นที่หน้าตัด ระยะยืด และค่าแรงดึงของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้
โดยพลังงานไมโครเวฟ

ฟิล์มเซลลูโลส	พื้นที่หน้าตัด (m^2)	แรงดึงแผ่นฟิล์ม (N)	ระยะยืด (mm)
1	10.4×10^{-7}	2.68	1.87
2	10.4×10^{-7}	2.76	2.07
3	13.6×10^{-7}	2.70	2.11
4	11.2×10^{-7}	2.76	2.71
5	11.2×10^{-7}	2.34	1.56
6	11.2×10^{-7}	2.49	1.70
7	11.2×10^{-7}	2.30	1.64
8	11.2×10^{-7}	3.14	3.20
9	11.2×10^{-7}	2.76	2.18
10	11.2×10^{-7}	2.33	2.04

จากตาราง 10 และ 11 นำมาคำนวณหาความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ได้ผลการคำนวณ ดังแสดงในตาราง 12 และ 13 ตามลำดับ

ตารางที่ 12 แสดงค่าเฉลี่ยของค่าความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรจากฟางข้าวที่สังเคราะห์ด้วยการใช้พลังงานความร้อนแบบปกติ โดยพบว่าฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่เตรียมได้มีค่าความทนแรงดึง เท่ากับ 7.29 MPa ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด มีค่าเท่ากับร้อยละ 9.04 และค่ามอดูลัสของยัง มีค่าเท่ากับ 206.73 MPa

ตารางที่ 13 แสดงค่าเฉลี่ยของค่าความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรจากฟางข้าวที่สังเคราะห์ด้วยการใช้พลังงานจากไมโครเวฟ โดยพบว่าฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่เตรียมได้มีค่าความทนแรงดึง เท่ากับ 2.08 MPa ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด มีค่าเท่ากับร้อยละ 3.11 และค่ามอดูลัสของยัง มีค่าเท่ากับ 61.45 MPa

ผลจากการเปรียบเทียบการทดสอบสมบัติความทนแรงดึงของฟิล์มเซลลูโลสที่สังเคราะห์โดยใช้แหล่งพลังงานในการให้ความร้อนจากพลังงานปกติโดยใช้แผ่นให้ความร้อน กับฟิล์มเซลลูโลสที่เตรียมได้จากเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานไมโครเวฟ พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีปกติมีค่าสมบัติความทนแรงดึงที่ดีกว่าฟิล์มที่เตรียมได้จากการใช้ไมโครเวฟอย่างมาก

ตารางที่ 12 ค่าความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุด และค่ามอดูลัสของยัง ของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ด้วยการใช้พลังงานความร้อนปกติ

ฟิล์ม เซลลูโลส	ความทนแรงดึง (MPa)	ร้อยละการยืดที่จุด ขาด	มอดูลัสของยัง (MPa)
1	7.39	7.56	220.11
2	5.48	7.99	149.02
3	7.72	9.79	213.07
4	8.58	10.82	244.71
เฉลี่ย	7.29	9.04	206.73

ตารางที่ 13 ค่าความทนแรงดึง ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ของฟิล์มเซลลูโลส
ตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ด้วยการใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟ

ฟิล์ม เซลลูโลส	ความทนแรงดึง (MPa)	ร้อยละการยืดที่จุด ขาด	มอดูลัสของยัง (MPa)
1	2.57	3.73	68.79
2	2.65	4.13	64.17
3	1.98	4.21	46.93
4	2.46	5.41	45.57
5	2.08	3.11	61.45
6	2.22	3.39	65.48
7	2.05	3.28	62.59
8	2.46	4.35	56.53
9	2.08	4.08	51.03
10	2.33	4.21	56.63
เฉลี่ย	2.08	3.11	61.45

สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการพัฒนาฟิล์มพลาสติกจากพอลิเมอร์ที่มีในธรรมชาติ คือเซลลูโลสจากฟางข้าวเพื่อทดแทนการใช้พลาสติกสังเคราะห์จากปิโตรเลียม เซลลูโลสที่สกัดได้มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด เมื่อคำนวณปริมาณร้อยละของผลผลิตเซลลูโลสที่ได้มีค่าเท่ากับร้อยละ 25.42 หลังจากนั้นจึงทำการดัดแปร โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสที่สกัดได้ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันกับลอโรอิลคลอไรด์ ในระบบที่มีโทลูอินเป็นตัวทำละลายและมีไพรีดินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการใช้พลังงานความร้อนในดัดแปรจากสองแหล่งคือ การใช้ความร้อนปกติ และการใช้ไมโครเวฟในการให้พลังงานความร้อน

ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันโดยทำการศึกษาจากค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสภายหลังการดัดแปร จากผลการทดลองสามารถสรุปสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาได้ดังนี้คือ การใช้ความร้อนปกติในการสังเคราะห์เซลลูโลส เอสเทอร์จะใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60°C ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 10 ชั่วโมง โดยสภาวะดังกล่าวมีค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสดัดแปรเท่ากับร้อยละ 245.75 ส่วนการใช้พลังงานไมโครเวฟในการให้ความร้อนพบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่ส่งผลให้เซลลูโลสดัดแปรมีค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นมากที่สุดคือ ที่พลังงานไมโครเวฟ 100 วัตต์ และใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 15 นาที โดยสภาวะดังกล่าวมีค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสหลังผ่านการดัดแปรเท่ากับร้อยละ 143.83

การที่เซลลูโลสดัดแปรมีน้ำหนักเพิ่มขึ้นเนื่องมาจากหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสจะถูกแทนที่ด้วยสายโซ่อะลิฟาติกของลอโรอิลคลอไรด์ เกิดเป็นเซลลูโลสลอเรต (Cellulose laurate) การแทนที่ของสายโซ่นี้จะส่งผลให้ความแข็งแรงของพันธะไฮโดรเจนลดลง และส่งผลให้น้ำหนักของเซลลูโลสดัดแปร มีค่าเพิ่มขึ้น ผลการทดลองการเปรียบเทียบการใช้พลังงานความร้อนจากทั้งสองแหล่งในการให้ความร้อนนั้น พบว่าค่าร้อยละน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของเซลลูโลสดัดแปรที่สังเคราะห์ได้จากการให้ความร้อนด้วยวิธีปกติจะมีค่ามากกว่าการใช้พลังงานจากไมโครเวฟถึงเกือบหนึ่งเท่า แต่อย่างไรก็ตามการใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟก็ช่วยย่นระยะเวลาในการสังเคราะห์เซลลูโลสดัดแปรจาก 1 ชั่วโมงเป็นเวลาเพียง 15 นาที ซึ่งช่วยให้ประหยัดเวลาและพลังงานในการสังเคราะห์ลงอย่างมาก

การดัดแปร โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสจากเศษฟางข้าวแสดงยืนยันได้จากผลของอินฟราเรดสเปกตรัมจากเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ซึ่งแสดงให้เห็นว่าหลังจากเซลลูโลสถูกดัดแปรโครงสร้างด้วยลอโรอิลคลอไรด์แล้ว เซลลูโลสดัดแปรจะแสดงพีกสำคัญที่แตกต่างไปจากพีกเดิมของเซลลูโลสก่อนการดัดแปร นั่นก็คือ จะพบพีกที่ตำแหน่ง 1746 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีกของหมู่เอสเทอร์ใน ลอโรอิลคลอไรด์ที่เข้ามาจับตรงตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลใน

โครงสร้างของเซลลูโลส และยังส่งผลให้ความสูงของพีกที่ตำแหน่ง 3363 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างเซลลูโลสมีความสูงของพีกลดต่ำลง และการขึ้นชั้นโครงสร้างด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ จากสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของเซลลูโลสลดสเปกตรัมที่เป็นของเซลลูโลสจะอยู่ระหว่าง $3.58\text{--}5.03\text{ ppm}$ และ โครงสร้างของหมู่แทนที่ของเซลลูโลสตัดแปรจะอยู่ระหว่าง $0.96\text{--}2.49\text{ ppm}$

เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปรเซลลูโลสแล้ว จึงนำผงเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ได้ไปทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มเซลลูโลสด้วยวิธีการหล่อขึ้นรูปโดยใช้คอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลาย หลังจากนั้นทำการทดสอบสมบัติเชิงกลของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสที่เตรียมได้ ผลการทดลองพบว่าฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรจากฟางข้าวที่สังเคราะห์ด้วยการใช้พลังงานความร้อนแบบปกติมีค่าความทนแรงดึง เท่ากับ 7.29 MPa มีค่าร้อยละการยืดที่จุดขาดเท่ากับร้อยละ 9.04 และค่ามอดูลัสของยังเท่ากับ 206.73 MPa ส่วนฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์ด้วยการใช้พลังงานความร้อนจากไมโครเวฟมีค่าความทนแรงดึงเท่ากับ 2.08 MPa ค่าร้อยละการยืดที่จุดขาดเท่ากับร้อยละ 3.11 และค่ามอดูลัสของยังเท่ากับ 61.45 MPa

ผลจากการเปรียบเทียบการทดสอบสมบัติความทนแรงดึงของฟิล์มเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้วิธีปกติในการให้ความร้อน กับฟิล์มเซลลูโลสที่เตรียมได้จากเซลลูโลสตัดแปรที่สังเคราะห์โดยใช้พลังงานไมโครเวฟ พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีปกติมีค่าสมบัติความทนแรงดึงที่ดีกว่าฟิล์มที่เตรียมได้จากการใช้ไมโครเวฟอย่างมาก

เอกสารอ้างอิง

- ธนาวดี ถีจากภักข. 2549. พลาสติกย่อยสลายได้เพื่อสิ่งแวดล้อม. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีกระทรวงวิทยาศาสตร์: กรุงเทพฯ
- Taylor, M., Atri, S. S., and Minhas, S. 2005. **Developments in Microwave Chemistry.** Evaluesserve: 1-50.
- Zhang, Z. B., and McCormick, C. L. 1997. Structopendant Unsaturated Cellulose Esters via Acylation in Homogeneous Lithium Chloride/*N,N*-Dimethylacetamide Solutions. **J. Appl. Polym. Sci.** 66: 293-305.
- Feng, X.; Jian-Xing, J.; Run-Cang, S.; Da,i S.; Bai, P.; Jin-Xia, S.; John, F.K. 2008. Rapid esterification of wheat straw hemicelluloses induced by microwave irradiation. **Carbohydr. Polym.** 73: 612–620.
- Fang, J. M., Sun, R. C., Tomkinson, J., and Fowler, P. 2000. Acetylation of Wheat Straw Hemicellulose B in a New Non-Aqueous Swelling System. **Carbohydr. Polym.** 41:379-387.
- Chauvelon, G., Gergaud, N., Saulnier, L., Lourdin, D., Buleon, A., Thibault, J.-F., and Krausz, P. 2000. Esterification of Cellulose-Enriched Agricultural By-Products and Characterization of Mechanical Properties of Cellulosic Films. **Carbohydr. Polym.** 42:385-392.
- Gourson, C., Benhaddou, R., Granet, R., Krausz, P., Vermeuil, B., Branland, P., Chauvelon, G., Thibault, J.-F., and Saulnier, L. 1999. Valorization of Maize Bran to Obtain Biodegradable Plastic Films. **J. Appl. Polym. Sci.** 74: 3040-3045.
- Satgé, C., Vermeuil, B., Branland, P., Granet, R., Krausz, P., Rozier, J., and Petit, C. 2002. Rapid Homogeneous Esterification of Cellulose Induced by Microwave Irradiation. **Carbohydr. Polym.** 49: 373-376.
- Antova, G., Vasvasova, P., Zlatanov, M. 2004. Studies upon the Synthesis of Cellulose Stearate under Microwave Heating. **Carbohydr. Polym.** 57: 131-134.
- Satgé, C., Granet, R., Vermeuil, B., Branland, P. and Krausz, P. 2004. Synthesis and Properties of Biodegradable Plastic Films Obtained by Microwave-Assisted Cellulose Acylation in Homogeneous Phase. **Cr. Chim.** 7: 135-142.

- Joly, N., Granet, R., Branland, P., Vermeuil, B., and Krausz, P. 2005. New Methods for Acylation of Pure and Sawdust-Extracted Cellulose by Fatty Acid Derivatives-Thermal and Mechanical Analyses of Cellulose-Based Plastic Films. **J. Appl. Polym. Sci.** 97: 1266-1278.
- Joly, N., Granet, R., and Krausz, P. 2005. Olefin Metathesis Applied to Cellulose Derivatives-Synthesis, Analysis, and Properties of New Crosslinked Cellulose Plastic Films. **J. Polym. Sci. A1.** 43: 407-418.
- Xu, F., Jiang, J-X., Sun, R-C., She, D., Peng, B., Sun, J-X., and Kennedy, J.F. 2008. Rapid esterification of wheat straw hemicelluloses induced by microwave irradiation. **Carbohydr. Polym.** 73: 612-620.