

## รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเดิมพันและทดสอบคุณลักษณะของเซลลูล่าโลสเปน โซ่อ็อกซ์ฟอร์ดกับสหภาพการเกษตร

Preparation and Characterization of Cellulose Benzoate from Agricultural by-products

ผู้วิจัย ตั้งกัด  
ดร. สายสมร ล่ำลอง ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

# โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากสำนักงบประมาณ ประจำปีงบประมาณ 2551

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย ม.อบ. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

รายงานโครงการวิจัยทุนนักวิจัยหน้าใหม่ ประจำปีงบประมาณ 2551

ชื่อโครงการวิจัย (ภาษาไทย) การเตรียมและทดสอบคุณลักษณะของเซลลูโลสเบนโซเอตจากวัสดุทางการเกษตร

(ภาษาอังกฤษ) Preparation and Characterization of Cellulose Benzoate from Agricultural by-products

หน่วยงานหลักที่รับผิดชอบ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี  
อ. วารินช์ราบ จ. อุบลราชธานี 34190  
โทรศัพท์ (045) 288379 โทรสาร (045) 288379

คณะผู้วิจัย

ดร. สายสมร สำลອง หัวหน้าโครงการ

## บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมเซลลูโลสและเซลลูโลสเบนโซอेतจากกาบกล้วย ชั่งเซลลูโลสเบนโซอे�ตเตรียมได้จากปฏิกิริยา homogeneous acylation สำหรับการเตรียมสารละลายน้ำของเซลลูโลสทำได้โดยนำเซลลูโลสมาละลายใน lithium chloride/*N,N*-dimethylacetamide (LiCl/DMAc) หลังจากนั้นนำสารละลายน้ำของเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยา acylation กับ benzoyl chloride ภายใต้การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ การวิจัยนี้ศึกษาสภาพที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายน้ำของเซลลูโลสและการเตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ต เช่น ปริมาณ benzoyl chloride กำลังและเวลาในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ จากการทดลองพบว่าสภาพที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมสารละลายน้ำของเซลลูโลสภายใต้การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ คือ 200 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทำปฏิกิริยา acylation ของเซลลูโลส คือ ปริมาณ benzoyl chloride 2 มิลลิลิตร กำลังไฟฟ้าในการให้ความร้อนจากไมโครเวฟ 100 วัตต์ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 1 นาที เซลลูโลสเบนโซอे�ตที่เตรียมได้ค่อนข้างใสและค่อนข้างเหนียวเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าในการกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยา 100 วัตต์ และ 200 วัตต์ จากการศึกษาพบว่าเซลลูโลสเบนโซอे�ตสามารถเตรียมได้จากเซลลูโลสจากกาบกล้วย ชั่งเป็นวัสดุที่มีราคาถูกและหาได้ง่ายในธรรมชาติ ดังนั้นผลจากการวิจัยนี้เป็นข้อมูลสำคัญต่อการผลิตเยื่อเมมเบรนจากวัสดุธรรมชาติ

## Abstract

Cellulose and cellulose benzoate was synthesized from banana stem. Cellulose benzoate was prepared by homogeneous acylation reaction. In order to prepare homogeneous solution, cellulose was dissolved in lithium chloride / *N,N*-dimethylacetamide (LiCl/DMAc). Then the cellulose solution was reacted with benzoyl chloride and heating by using microwave. The suitable conditions for cellulose solution preparation and cellulose benzoate preparation such as the amount of benzoyl chloride and heating conditions (time and power of microwave) were investigated. The results showed that the suitable condition for preparation of cellulose solution under microwave heating was 200 W for 4 minutes. The suitable conditions of acylation reaction were: 2 mL of benzoyl chloride, 100 W-power of the microwave heating and the reaction time 1 minute. The obtained cellulose benzoate dissolved completely in *N,N*-dimethylsulphoxide (DMSO). Cellulose benzoate film was quite clear and quite tough when using 100 W and 200 W-power of the microwave heating. Accordingly, these findings show that cellulose benzoate can be synthesized from banana stem which is low cost and abundance source. This report gave an important data for membrane synthesis from agricultural by-products.

## Keywords

cellulose benzoate; banana stem; microwave

## ความสำคัญและที่มาของโครงการวิจัย

เซลลูโลสเป็นพอลิแซคคาไรด์ที่ประกอบด้วยสายโซ่ต่างของหน่วยกลูโคส (glucose unit) ซึ่งมีเซลลูโลโซส (cellubiose) เป็น repeating unit พับทัวร์ไปในธรรมชาติโดยเป็นส่วนประกอบที่สำคัญของผนังเซลล์พืช ซึ่งในใบของพืชมีเซลลูโลสอยู่ประมาณ 10% (w/w) ในไม้ต่างๆ จะมีเซลลูโลสอยู่ประมาณ 50-60% ส่วนในฝ้ายมีเซลลูโลสอยู่ประมาณ 90-98% โดยปกติแล้วเอนไซม์ของสัตว์ไม่สามารถย่อยเซลลูโลสได้ ต้องอาศัยเอนไซม์จากจุลินทรีย์ เพราะเซลลูโลสตามธรรมชาติมีลักษณะการเรียงตัวแน่นอยู่ในรูปผลึก (crystalline form) ซึ่งเซลลูโลสสามารถนำมารีบิมเป็นอนุพันธ์ต่างๆ เช่น เซลลูโลสไนเตรต (cellulose nitrate) เซลลูโลสอะซิตอเบวิทเรต (cellulose acetate butyrate) เซลลูโลสพรอพิโอนेट (cellulose propionate) ออทิลเซลลูโลส (ethyl cellulose) และเซลลูโลสอะซิตेट (cellulose acetate) สารเหล่านี้เรียกว่าเป็น “เซลลูโลสิก” (cellulosics) ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นพลาสติกที่เหนียวที่สุดพอกหนึ่ง แต่ไม่มีความทนทานต่อสภาพแวดล้อม และไม่ทนต่ออุณหภูมิสูง

เซลลูโลสอะซิเตต เป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลสชนิดหนึ่ง ข้อดี在于กุ่มของเซลลูโลสอะเทอร์ (cellulose ester) สามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาของเซลลูโลสกับอะซิติกแอนไฮไดรค์ (acetic anhydride) โดยใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เซลลูโลสอะซิเตตนามาใช้ประโยชน์ทางด้านอุตสาหกรรม การเกษตร และการแพทย์ เช่น การเตรียมเป็นเยื่อเดือกผ่านเพื่อใช้ในการกรองน้ำและบำบัดน้ำเสีย อวัยวะเทียม เป็นต้น ทำให้ความต้องการเซลลูโลสอะซิเตตมีปริมาณเพิ่มมากขึ้น จึงมีการคิดค้นและปรับปรุงเซลลูโลสอะซิเตตอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้ได้เซลลูโลสอะซิเตตที่มีคุณสมบัติตามที่ต้องการและมีประสิทธิภาพการใช้งานสูงขึ้น เนื่องจากอะซิติกแอนไฮไดรค์เป็นสารควบคุม ทำให้ขั้นตอนในการจัดหาค่อนข้างยุ่งยาก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้benzoyl chloride ในการทำปฏิกิริยาแทนอะซิติกแอนไฮไดรค์ ผลิตภัณฑ์ที่คาดว่าจะเกิดขึ้น คือ เซลลูโลสเบนโซเอต (cellulose benzoate)

วัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร เช่น กากสีวิ ชานอ้อย ฟางข้าว และชังข้าวโพด มีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบสามารถจัดหาได้ง่าย ดังนั้นจึงเกิดความสนใจที่จะนำเซลลูโลสจากเส้นใยธรรมชาติที่เป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรมาเตรียมเป็นเซลลูโลสเบนโซเอต ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกนำเซลลูโลสจากกากสีวิมาเป็นวัตถุดิบหลักในการวิจัยเนื่องจากกลิ่นเป็นพื้ชที่มีมากและมีการนำไปใช้ประโยชน์ค่อนข้างน้อย เซลลูโลสเบนโซเอต สามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น homogeneous acylation และ heterogeneous acylation ซึ่งวิธีhomogeneous acylation จะต้องละลายเซลลูโลสให้อยู่ในรูปของสารละลายเซลลูโลสก่อนทำการปฏิกิริยา เนื่องจากเซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูง จึงจำเป็นต้องเลือกตัวทำละลายที่มีความสามารถในการละลายเฉพาะ เช่น Lithium chloride / N,N-Dimethylacetamide (LiCl/DMAC) หรือ organic ionic liquid ซึ่งมีราคาแพงเพื่อเตรียมให้เซลลูโลสอยู่ในรูปสารละลาย ส่วนวิธี heterogeneous acylation เซลลูโลสไม่ได้ละลายในตัวทำละลาย เพียงแต่กระจายตัวในตัวกลางเท่านั้น จึงเป็นวิธีที่ง่ายกว่า อย่างไรก็ตามการที่เซลลูโลสอยู่ในรูปสารละลายในวิธี homogeneous acylation น่าจะทำปฏิกิริยาได้ดีกว่าวิธี heterogeneous acylation จากการสืบกันของงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการใช้ในโคลเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแทนการให้ความร้อนแบบเดิม (hot plate) ทำให้ปฏิกิริยา homogeneous acylation เกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็ว ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการเตรียมเซลลูโลสเบนโซเอตโดยวิธี homogeneous acylation และใช้ในโคลเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน

### วัตถุประสงค์

- เพื่อเตรียมเซลลูโลสเบนโซไซด์ จากพืชที่เป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร
- เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสม (optimum condition) สำหรับการเตรียมเซลลูโลสเบนโซไซด์ จากการบดล้ำ
- เพื่อศึกษาสมบัติของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์

### เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

#### เครื่องมือและอุปกรณ์

- ขวดก้นกลม
- บีกเกอร์
- แท่งแก้วคนสาร
- กระดาษกรองเบอร์ 1
- เทอร์โมมิเตอร์
- hot plate & stirrer
- ชุดเครื่องร้อน
- ตู้อบ
- เครื่องปั่นกวน
- ไมโครเวฟ
- ตู้อบสูญญากาศ
- เครื่องคัดบดสมุนไพร
- Fourier Transform Infrared (FTIR) spectrophotometer รุ่น spectrum RX I

#### สารเคมี

สารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
1. Acetone	Carlo Erba
2. Benzoyl chloride	Panreac Sintesis
3. Dimethyl sulphoxide (DMSO)	Carlo Erba
4. Glacial acetic acid	Carlo Erba
5. Chloroform	Carlo Erba
6. Lithium chloride (LiCl)	Ajax Finechem
7. Methanol	Carlo Erba
8. N,N-Dimethylacetamide (DMAc)	Carlo Erba
9. Sodium hydroxide (NaOH)	Analar
10.Triethylamine	Carlo Erba

## วิธีการทดลอง

### การเตรียมเชลกูลอส

นำกาบกลีวามาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ อบที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}\text{C}$  หรือตากแดดให้แห้ง นำไปปิดให้ลักษณะเดิม หลังจากนั้นนำผงเชลกูลอสจำนวน 5 กรัม ใส่ลงในบิกเกอร์ เดินสารละลายน้ำ 1 M NaOH จำนวน 150 mL ป่นที่อุณหภูมิ  $80^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำไปล้างด้วยน้ำล้าง pH เป็นกลาง โดยทดสอบน้ำล้างด้วยกระดาษลิตมัส และนำผงเชลกูลอสที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}\text{C}$  จนแห้ง

### การเตรียมสารละลายเชลกูลอส

นำเชลกูลอสหนัก 0.2 g ใส่ลงในขวดก้นกลม เติมสารละลายน้ำ 8% (w/v) LiCl/DMAc ปริมาตร 25 mL แล้วให้ความร้อนด้วยการฉายรังสีไมโครเวฟ กำหนดสภาวะของการเตรียมสารละลายเชลกูลอส ที่กำลังไฟฟ้า 100, 200 และ 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที หลังจากนั้นรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ  $140^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

### การเตรียมเชลกูลอสเบนโซไซอต์ ด้วยวิธี homogeneous acylation

ทำให้สารละลายเชลกูลอสที่อบที่อุณหภูมิ  $50^{\circ}\text{C}$  เดิม triethylamine 6 mL และ benzoyl chloride 2 mL (หยดทีละหยด) แล้วให้ความร้อนด้วยวิธีการฉายรังสีไมโครเวฟ โดยกำหนดสภาวะของการเตรียมเชลกูลอสเบนโซไซอต์ คือ กำลังไฟฟ้า 100, 200, 300 และ 450 วัตต์ เวลา 1 และ 2 นาที และปริมาณของ benzoyl chloride 1, 2 และ 3 mL ตั้งที่ไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วเทของผสมระหว่างน้ำกับเมทานอลเข็นในอัตราส่วน 1:1 ลงไปในขวดก้นกลม กรองและล้างตะกอนที่ได้จากตะกระทั้งน้ำล้างนี้ pH เป็นกลาง อบตะกอนให้แห้ง

### การทดสอบคุณลักษณะของเชลกูลอสเบนโซไซอต์

นำเชลกูลอสเบนโซไซอต์ที่เตรียมได้อบที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  ในตู้อบสูญญากาศ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำเชลกูลอสเบนโซไซอต์มาบดผสมกับ potassium bromide (KBr) ในอัตราส่วน 1:10 จากนั้นชั่งสารผสม 30 mg อัดเป็นแผ่น นำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR โดย scan 16 ครั้ง ในช่วงเลขค่า 4000-400  $\text{cm}^{-1}$

### การละลายของเชลกูลอสเบนโซไซอต์

นำเชลกูลอสเบนโซไซอต์ที่เตรียมได้ 0.2 g ละลายในตัวทำละลาย DMSO 10 mL กวนสารละลายอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง สังเกตการละลายที่เกิดขึ้น จากนั้นเปลี่ยนตัวทำละลายจาก DMSO เป็น glacial acetic acid อะซีโคน คลอโรฟอร์ม และ ไดคลอโรเมเทน/เมทานอล (DCM/methanol) (9:1) แล้วเบรี่ยนเพิ่มความสามารถในการละลายของเชลกูลอสเบนโซไซอต์ในตัวทำละลายแต่ละชนิด

### การขึ้นรูปแผ่นพิล์มของเชลกูลอสเบนโซไซอต์

ละลายเชลกูลอสเบนโซไซอต์ที่เตรียมได้ 0.2 g ในตัวทำละลาย DMSO 10 mL เทสารละลายที่เตรียมได้ลงบนแผ่นอะลูมิเนียมฟอลล์ ระหว่างตัวทำละลายออกโดยนำไปอบที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

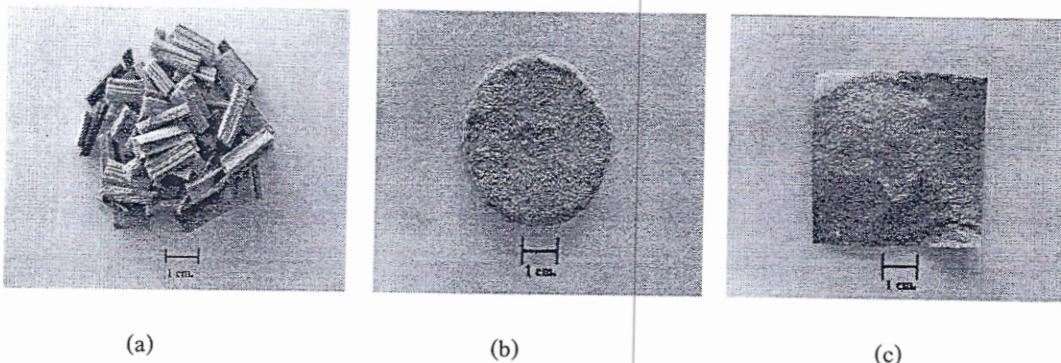
## ผลการศึกษา

ได้เตรียมผงเชลกูลอสจากกาบกลีวายโดยการกำจัดกินนิด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ หลังจากนั้นศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายเชลกูลอส เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมแล้วจึงนำสารละลายเชลกูลอสมาทำปฏิกิริยากับ benzoyl chloride เพื่อเตรียมเป็นเชลกูลอสเบนโซไซอต์ ในการพิสูจน์ว่าสารที่เตรียมได้คือเชลกูลอสเบนโซไซอต์โดยใช้เทคนิค Fourier Transform Infrared spectroscopy (FTIR) หลังนั้นศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเชลกูลอสเบนโซไซอต์โดยการเปลี่ยนแปลงสภาวะ คือ ระยะเวลา กำลังไฟฟ้าของการให้ความร้อนด้วย

ในโครเรฟ บริมาน benzoyl chloride ซึ่งเซลลูโลสเบนโซอีดที่เตรียมได้จะนำไปศึกษาตัวทำละลายที่เหมาะสม และลักษณะทางกายภาพของแผ่นพิมพ์ ซึ่งผลการวิจัยมีดังต่อไปนี้

### 1. การเตรียมเซลลูโลสจากกาบกล้วย

เนื่องจากเซลลูโลสที่มีอยู่ในส่วนต่างๆ ของพืช มีองค์ประกอบอันปนอยู่ด้วย เช่น เอนไซคลูโลส ลิกนิน คิวทิน เพกทิน และซูเบอริน ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่ต้องการ จึงต้องมีการกำจัดองค์ประกอบเหล่านี้ออกไป โดยนำกาบกล้วยมาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ อบที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}\text{C}$  จนแห้ง พนว่ากานบกล้วยมีสีน้ำตาล นุ่มและเหนียวมาก ดังรูปที่ 1(a) หลังจากนั้นนำกานบกล้วยไปบดเพื่อให้ได้ผงสีน้ำตาล ดังรูปที่ 1(b) เมื่อกำจัดลิกนินด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ  $45^{\circ}\text{C}$  จนแห้ง พนว่าเซลลูโลสมีสีเข้มขึ้น ดังรูปที่ 1(c)



รูปที่ 1 ลักษณะทางกายภาพของ (a) กาบกล้วย (b) เซลลูโลสก่อนกำจัดลิกนิน และ (c) เซลลูโลสหลังกำจัดลิกนิน

### 2. การเตรียมสารละลายเซลลูโลสจากกาบกล้วยโดยการให้ความร้อนจากการฉายรังสีในโครเรฟ

#### 2.1 ผลของการล้างไฟฟ้าต่อการเตรียมสารละลายเซลลูโลสและลักษณะทางกายภาพ

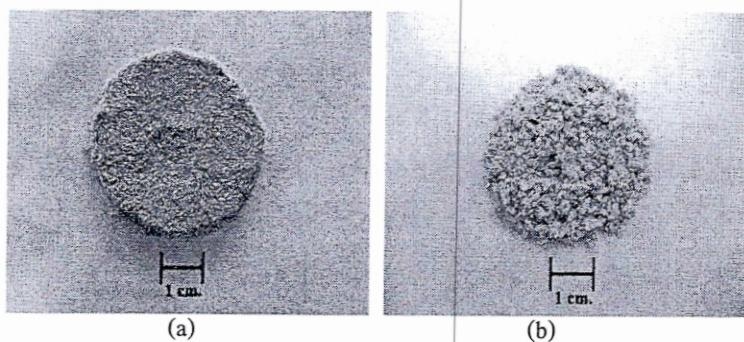
เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายเซลลูโลส จึงศึกษาผลของการล้างไฟฟ้าต่อ ความสามารถในการละลายของเซลลูโลส โดยนำผงเซลลูโลสสามลักษณะใน LiCl/DMAc แล้วให้ความร้อนด้วยการฉายรังสีในโครเรฟที่สภาวะต่างๆ ได้แก่ กำลังไฟฟ้า 100, 200 และ 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที หลังจากนั้นรีฟลักช์ของผงที่อุณหภูมิ  $140^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พนว่าเซลลูโลสละลายได้น้อยเมื่อใช้กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ ทั้งนี้อาจเนื่องจากความร้อนที่ให้ต่ำเกินไป เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าเป็น 200 วัตต์ เซลลูโลสสาม รายการได้ก่อนข้างดีแต่ยังมีเซลลูโลสเหลืออยู่เล็กน้อย และตัวทำละลายระเหยออกไปเพียงเล็กน้อย เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าเป็น 300 วัตต์ เซลลูโลสละลายได้ดีกว่าเมื่อใช้กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ แต่ตัวทำละลายระเหยออกไปมาก เนื่องจากให้ความร้อนมากเกินไป จึงทำให้ได้สารละลายเซลลูโลสที่ก่อนข้างหนืด นั่นคือความหนืดและความเข้มของสีของสารละลายเพิ่มขึ้นเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าในการฉายรังสีเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเกิดการสลายตัวของเซลลูโลสเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าสูงเกินไป ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายเซลลูโลส คือ กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ เวลา 4 นาที ดังตารางที่ 1

## ตารางที่ 1 ความสามารถในการละลายของเชลูโลส

กำลังไฟฟ้า (วัตต์)	ผลการสังเกต
100	เชลูโลสละลายได้น้อย
200	เชลูโลสละลายได้ดี และตัวทำละลายระเหยออกไปน้อย
300	เชลูโลสละลายได้ดี ตัวทำละลายระเหยออกไปมาก สารละลายเชลูโลสที่ได้ค่อนข้างหนืด

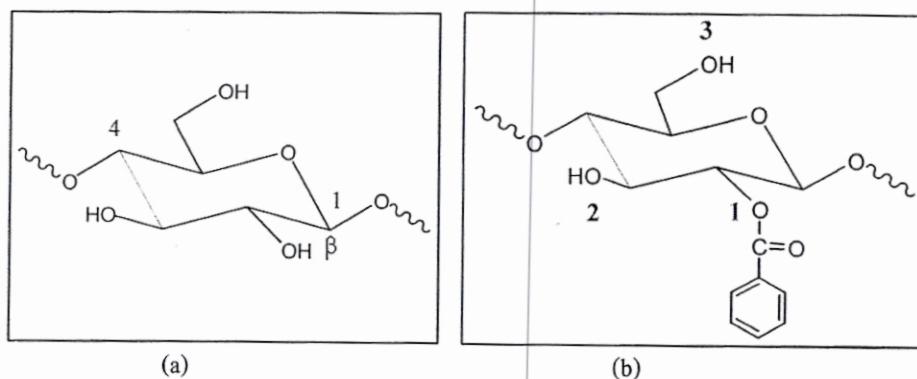
### 3. การเตรียมเชลูโลสเบนโซเอต

เมื่อนำสารละลายเชลูโลสมาทำปฏิกิริยา acylation โดยใช้ benzoyl chloride เป็น acylating agent และมี triethylamine เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงตะกอนสีน้ำตาล ดังรูปที่ 2 (b)



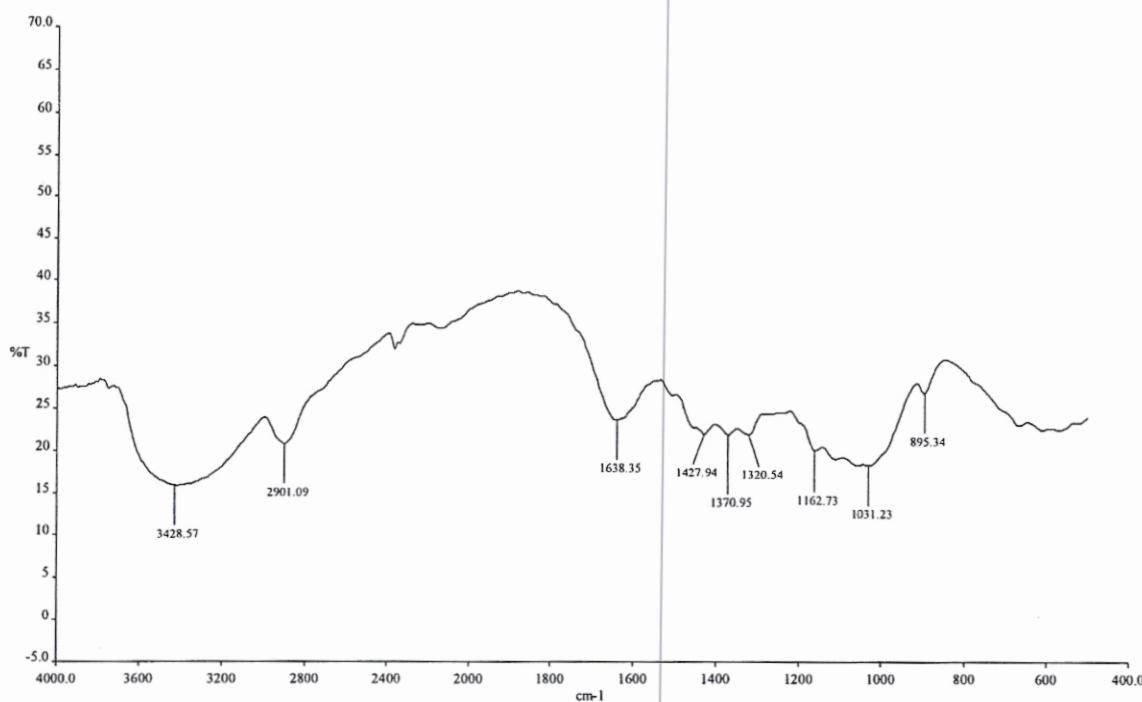
รูปที่ 2 ลักษณะทางกายภาพของ (a) เชลูโลส (b) เชลูโลสเบนโซเอต

เพื่อศึกษาว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นคือ เชลูโลสเบนโซเอต จึงนำเชลูโลสเบนโซเอตมาพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR โดยเปรียบเทียบ IR spectrum ของเชลูโลสกับเชลูโลสเบนโซเอต จากรูปที่ 3 แสดงโครงสร้างของเชลูโลสและเชลูโลสเบนโซเอต ซึ่งคาดว่าเมื่อเกิดปฏิกิริยา acylation ขึ้นจะได้เชลูโลสเบนโซเอตเป็นผลิตภัณฑ์ โดยไส้โครง墩ของหมุนไส้ครองชิลจะถูกแทนที่ด้วยหมู่เบนโซอิล

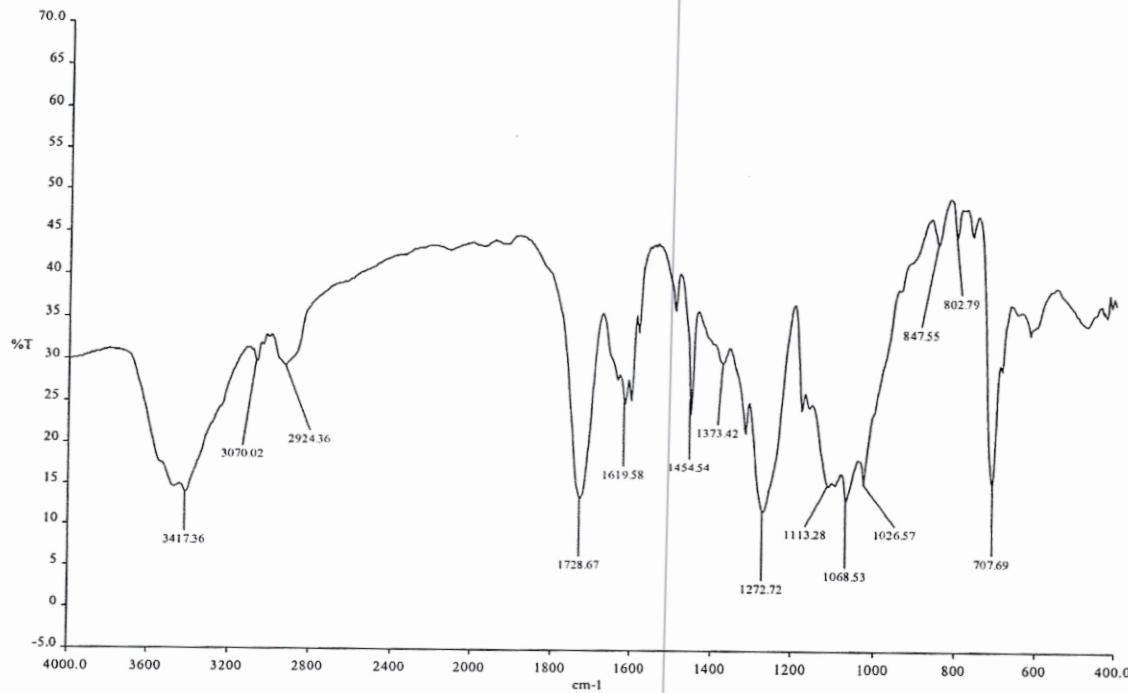


รูปที่ 3 โครงสร้างโมเลกุลของ (a) เชลูโลส (b) เชลูโลสเบนโซเอต

จาก FTIR spectrum ของเซลลูโลสจากกระบวนการกลั่น พบรีกของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH stretching) ที่  $3428\text{ cm}^{-1}$  พีกของ C-H stretching ของหมู่อัลเดน ที่  $2901\text{ cm}^{-1}$  พีกของ C-O-C ของวงกลูโคส ที่  $1162\text{ cm}^{-1}$  พีกของ C-O-C พันธะไกลโคชิดิก ที่  $895\text{ cm}^{-1}$  (ดังรูปที่ 4) สำหรับ FTIR spectrum ของเซลลูโลสเบนโซyletic acidที่เตรียมจากการฉาบรองดีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เป็นเวลา 1 นาที และใช้บริมาณ benzoyl chloride 2 mL พบรีกคาร์บอนิล (C=O stretching) ของเอสเทอร์ ที่  $1726\text{ cm}^{-1}$  พีกของ C-O stretching ของเอสเทอร์ ที่  $1270\text{ cm}^{-1}$  และ  $1068\text{ cm}^{-1}$  พีกของ =C-H stretching ที่  $3063\text{ cm}^{-1}$  พีกของ =C-H bending ที่  $706\text{ cm}^{-1}$  พีกของ C-O-C ของวงกลูโคส ที่  $1173\text{ cm}^{-1}$  พีกของ C-O-C พันธะไกลโคชิดิก ที่  $900\text{ cm}^{-1}$  และพีกของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH stretching) ช่วง  $3200$ - $3700\text{ cm}^{-1}$  (ดังรูปที่ 5) จาก FTIR spectrum ของเซลลูโลสและเซลลูโลสเบนโซyletic จะเห็นได้ว่า FTIR spectrum ของเซลลูโลสเบนโซyletic พบรีกที่สำคัญ คือ พีกการบอนิล (C=O stretching) พีก C-O stretching ของหมู่เอสเทอร์ พีก =C-H stretching และพีก =C-H bending ของวงเบนซิน แต่ไม่พบพีกคั่งกล่าวใน FTIR spectrum ของเซลลูโลส แสดงว่า เซลลูโลสสามารถเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ไฮโดรเจนอะตอมในหมู่ไฮดรอกซิลตัวอย่างบนเซลลูโลส ไม่ได้แทนที่อะตอมไฮโดรเจนในหมู่ไฮดรอกซิลทั้งหมดในเซลลูโลส



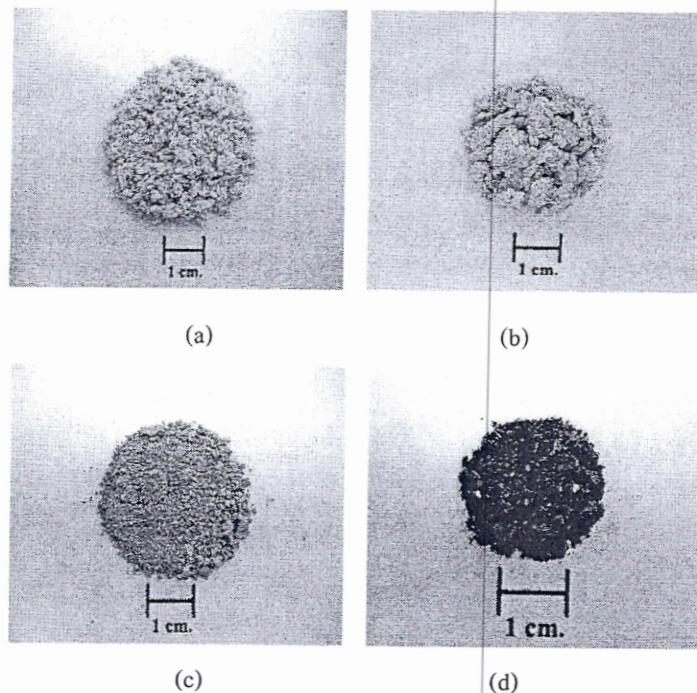
รูปที่ 4 FTIR spectra ของเซลลูโลส



รูปที่ 5 FTIR spectra ของเชลกูลอสเบนโซ่เอต

### 3.1 ผลของกำลังไฟฟ้าต่อสักษณะทางกายภาพของเชลกูลอสเบนโซ่เอต

เพื่อศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าต่อสักษณะทางกายภาพของเชลกูลอสเบนโซ่เอต จึงนำสารละลายน้ำ เชลกูลอสที่เตรียมจากการละลายรังสีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที มาเตรียมเป็นเชลกูลอสเบนโซ่เอตที่สภาวะต่างๆ คือ 100, 200, 300 และ 450 วัตต์ โดยใช้เวลาคงที่ (1นาที) จากรูปที่ 6 (a) พนบ่า เมื่อใช้กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เชลกูลอสเบนโซ่เอตที่ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีน้ำตาลอ่อน เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าเป็น 200 วัตต์ เชลกูลอสเบนโซ่เอตมีลักษณะเป็นผงที่ขับกันเป็นก้อนสีน้ำตาลอ่อน ดังรูปที่ 6 (b) เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าเป็น 300 วัตต์ เชลกูลอสเบนโซ่เอตมีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลเข้ม ดังรูปที่ 6 (c) และเมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าเป็น 450 วัตต์ เชลกูลอสเบนโซ่เอตมีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลเข้มจนถึงดำ ดังรูปที่ 6 (d) ซึ่งจะเห็นได้ว่าสีของเชลกูลอสเบนโซ่เอตที่เตรียมได้มีแนวโน้มเข้มขึ้นเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าหรือให้ความร้อนมากขึ้น เนื่องจากความร้อนที่สูงเกินไปมีผลทำให้เชลกูลอสเบนโซ่เอตเกิดการสลายตัวได้



รูปที่ 6 ลักษณะทางกายภาพของเซลลูโลสเบนโซไซอัตช์กระตุ้นการทำปฏิกิริยาด้วยการฉายรังสีในโครงเวฟที่กำลังไฟฟ้าปริมาณต่างๆ คือ (a) 100 วัตต์ (b) 200 วัตต์ (c) 300 วัตต์ และ (d) 450 วัตต์

เมื่อนำเซลลูโลสเบนโซไซอัตช์ที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ คือ การกระตุ้นปฏิกิริยาด้วยการฉายรังสีในโครงเวฟที่กำลังไฟฟ้าปริมาณต่างๆ คือ 100, 200, 300 และ 450 วัตต์ เป็นเวลา 1 นาที มาศึกษาด้วยเทคนิค FTIR พบร่องที่สำคัญดังตารางที่ 2

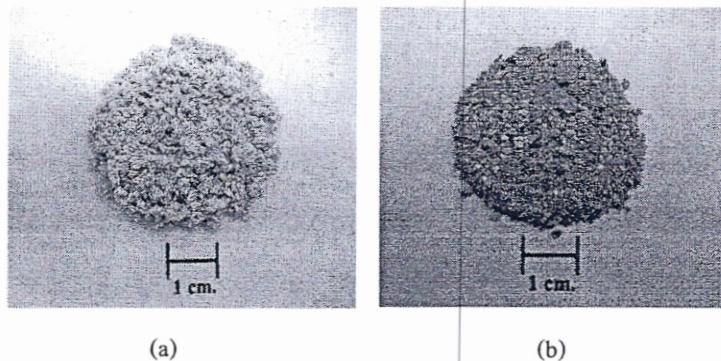
ตารางที่ 2 Band assignment ที่สำคัญของเซลลูโลสเบนโซไซอัตช์โดยกระตุ้นปฏิกิริยาด้วยการฉายรังสี ในโครงเวฟที่กำลังไฟฟ้าปริมาณต่างๆ เป็นเวลา 1 นาที

Band assignment	กำลังไฟฟ้า (วัตต์)			
	100	200	300	450
คาร์บอนไดออกไซด์ (C=O stretching) ของเอสเทอร์ ( $\text{cm}^{-1}$ )	1728	1728	1728	1730
C-O stretching ของเอสเทอร์ ( $\text{cm}^{-1}$ )	1272, 1068	1272, 1068	1270, 1068	1270, 1068
=C-H stretching ( $\text{cm}^{-1}$ )	3070	3070	3063	3068
=C-H bending ( $\text{cm}^{-1}$ )	707	710	709	709
C-O-C ของวงกลุ่มโคไซดิก ( $\text{cm}^{-1}$ )	1177	1177	1173	1173
C-O-C พันธะไกลด์โคไซดิก ( $\text{cm}^{-1}$ )	847	847	844	844
หมู่ไฮดรอกซิล (-OH stretching) ( $\text{cm}^{-1}$ )	3200-3700	3200-3700	3200-3700	3200-3700

จากตารางที่ 2 พบร่องรอยของ C=O stretching ที่ 1752 cm<sup>-1</sup> และ C-H stretching ที่ 2950 cm<sup>-1</sup> แสดงว่า เชลลูโลสสามารถเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ไฮโดรเจนอะตอมในหมู่ไฮดรอกซิลด้วยหมู่บีนโซอิลขึ้นจริง ดังนั้น เชลลูโลสบีนโซอิลสามารถเตรียมได้โดยใช้ความร้อนจากไมโครเวฟไปกระตุ้นเพียง 1 นาที เมื่อใช้กำลังไฟฟ้า 100-450 วัตต์ แต่เนื่องจากสีของเชลลูโลสบีนโซอิลเข้มขึ้นเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าในการฆ่ารังสีในไมโครเวฟเพิ่มขึ้น จึงไม่ควรใช้กำลังไฟฟ้าในการฆ่ารังสีในไมโครเวฟเกิน 200 วัตต์ และจากการวิจัยที่ผ่านมาพบพบร่องรอยของหมู่เอสเทอร์และพึกสำกัญอื่นๆ ที่สอดคล้องกับงานวิจัยนี้ คือ พบร่องรอยของ C=O stretching ที่ 1752 cm<sup>-1</sup> ที่ 1375 cm<sup>-1</sup> ที่ 1235 cm<sup>-1</sup> และพบร่องรอยของ OH stretching ที่มีความเข้มต่ำ ที่ 3411 cm<sup>-1</sup> แต่ในงานวิจัยนี้มีหมู่ R เป็นวงบีนซินที่ต่อ กับหมู่คาร์บอนิล ผลจากการคุณภาพของวงบีนซินทำให้เล็กดื่นในทุกๆ ตำแหน่งลดลง

### 3.2 ผลของเวลาในการฆ่ารังสีในไมโครเวฟต่อลักษณะทางกายภาพของเชลลูโลสบีนโซอิล

เพื่อศึกษาผลของเวลาในการฆ่ารังสีในไมโครเวฟต่อลักษณะทางกายภาพของเชลลูโลสบีนโซอิล จึงนำสารละลายเชลลูโลสที่เตรียมจากการฆ่ารังสีในไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที มาเตรียมเป็นเชลลูโลสบีนโซอิลที่สภาวะต่างๆ คือ 1 นาที และ 2 นาที โดยใช้กำลังไฟฟ้าคงที่ (100 วัตต์) จากรูปที่ 7 (a) พบว่า เมื่อใช้เวลา 1 นาที เชลลูโลสบีนโซอิลมีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลอ่อน แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 2 นาที เชลลูโลสบีนโซอิลมีลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลเข้ม ดังรูปที่ 7 (b) จะเห็นได้ว่าเชลลูโลสบีนโซอิลที่เตรียมได้มีสีเข้มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยามากขึ้น อาจเนื่องมาจากการให้ความร้อนเป็นเวลานานเกินไปจึงมีผลทำให้เชลลูโลสบีนโซอิลเกิดการสลายตัวได้มากขึ้น



รูปที่ 7 ลักษณะทางกายภาพของเชลลูโลสบีนโซอิลที่เตรียมได้โดยการฆ่ารังสีในไมโครเวฟเพื่อกระตุ้นปฏิกิริยา ในเวลาต่างกัน (a) 1 นาที และ (b) 2 นาที ที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์

เมื่อนำเชลลูโลสบีนโซอิลที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ คือ 1 นาที และ 2 นาที โดยใช้กำลังไฟฟ้าคงที่ (100 วัตต์) มาศึกษาด้วยเทคนิค FTIR พบร่องรอยของ C=O stretching ที่ 1752 cm<sup>-1</sup> และ C-H stretching ที่ 2950 cm<sup>-1</sup>

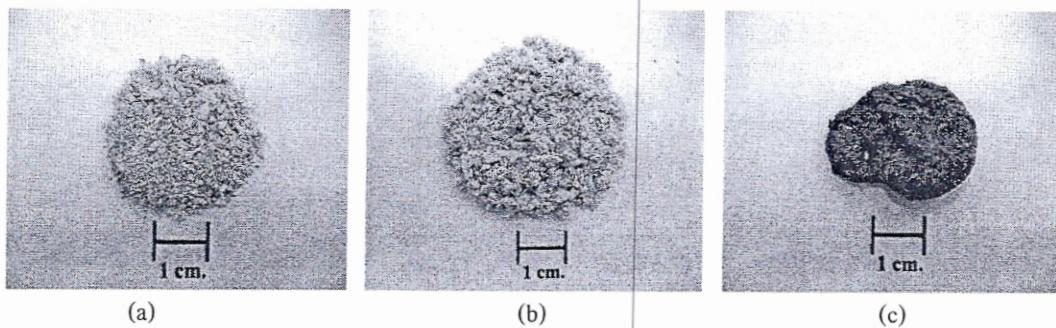
ตารางที่ 3 Band assignment ที่สำคัญของเชลกูลอสเบนโซylet โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานาน 1 นาที และ 2 นาที ที่กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์

Band assignment	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา(นาที)	
	1	2
การบอนนิต ( $\text{C}=\text{O}$ stretching) ของเอสเทอร์ ( $\text{cm}^{-1}$ )	1728	1729
C-O stretching ของเอสเทอร์ ( $\text{cm}^{-1}$ )	1272, 1068	1270, 1068
=C-H stretching ( $\text{cm}^{-1}$ )	3070	3068
=C-H bending ( $\text{cm}^{-1}$ )	707	709
C-O-C ของวงกลุ่มโคส ( $\text{cm}^{-1}$ )	1173	1175
C-O-C พันธะไกลโคชิดิก ( $\text{cm}^{-1}$ )	847	848
หมู่ไฮดรอกซิล (-OH stretching) ( $\text{cm}^{-1}$ )	3200-3700	3200-3700

จากตารางที่ 3 พบรูปการบอนนิต ( $\text{C}=\text{O}$  stretching) พิก C-O stretching ของหมู่เอสเทอร์ พิก =C-H stretching และพิก =C-H bending ของวงบนชีน แต่ไม่พบพิกดังกล่าวใน FTIR spectrum ของเชลกูลอส แสดงว่า เชลกูลอสสามารถเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ได้โดยเร่งด้วยหมู่เบนโซylet อย่างชัดเจน ดังนั้น เชลกูลอสเบนโซyletสามารถเตรียมได้โดยการให้ความร้อนจากไมโครเวฟไปกรอบด้านเพียง 100 วัตต์ เมื่อใช้เวลา 1 นาที และ 2 นาที แต่เมื่อจากสีของเชลกูลอสเบนโซylet เปลี่ยนเป็นสีเข้มเมื่อใช้เวลาในการชายรังสีไมโครเวฟเพิ่มขึ้น จึงไม่ควรใช้เวลาในการชายรังสีนานเกิน 1 นาที

### 3.3 ผลของปริมาณ benzoyl chloride ต่อสักษณะทางกายภาพของเชลกูลอสเบนโซylet

เพื่อศึกษาผลของปริมาณ benzoyl chloride ต่อสักษณะทางกายภาพของเชลกูลอสเบนโซylet จึงนำสารละลายน้ำที่เตรียมได้จากการชายรังสีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาทีมาเตรียมเป็นเชลกูลอสเบนโซylet โดยใช้ benzoyl chloride ปริมาณต่างๆ คือ 1, 2 และ 3 mL ที่กำลังไฟฟ้าคงที่ (100 วัตต์) เวลาคงที่ (1 นาที) จากรูปที่ 8 (a) เมื่อใช้ปริมาณ benzoyl chloride 1 mL เชลกูลอสเบนโซylet ที่ได้มีสักษณะเป็นผงและแผ่นผอมกันมีสีน้ำตาลอ่อน เมื่อเพิ่มปริมาณ benzoyl chloride เป็น 2 mL ได้เชลกูลอสเบนโซylet เป็นผงจับกันเป็นก้อนขนาดเล็กๆ มีสีน้ำตาลอ่อน ดังรูปที่ 8 (b) เมื่อเพิ่มปริมาณ benzoyl chloride เป็น 3 mL ได้เชลกูลอสเบนโซylet จับกันเป็นก้อนขนาดใหญ่ สีน้ำตาลงาม ดังรูปที่ 8 (c) ซึ่งจะเห็นได้ว่าสารกราฟฟิตเมลกูลอสเบนโซylet ที่ปริมาณ benzoyl chloride 1 mL และ 2 mL ได้แต่การใช้ปริมาณ benzoyl chloride 3 mL เชลกูลอสเบนโซylet ที่ได้จับตัวเป็นก้อนขนาดใหญ่และแข็ง จึงยกต่อการนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ดังนั้นในการเตรียมเชลกูลอสเบนโซylet จึงไม่ควรเตรียมโดยใช้ปริมาณ benzoyl chloride 3 mL



รูปที่ 8 ลักษณะทางกายภาพของเซลลูโลสเบนโซเอตที่เตรียมได้โดยใช้ benzoyl chloride ปริมาณต่างๆ (a) 1 mL  
(b) 2 mL และ (c) 3 mL

เมื่อนำเซลลูโลสเบนโซเอตที่เตรียมได้จากการใช้ benzoyl chloride ปริมาณต่างๆ คือ 1, 2 และ 3 mL โดยใช้กำลังไฟฟ้าคงที่ (100 วัตต์) เวลาคงที่ (1 นาที) มาศึกษาด้วยเทคนิค FTIR พบรีกที่สำคัญ ดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 Band assignment ที่สำคัญของเซลลูโลสเบนโซเอต โดยใช้ปริมาณ benzoyl chloride 1 mL, 2 mL และ 3 mL โดยใช้กำลังไฟฟ้าคงที่ (100 วัตต์) เวลาคงที่ (1 นาที)

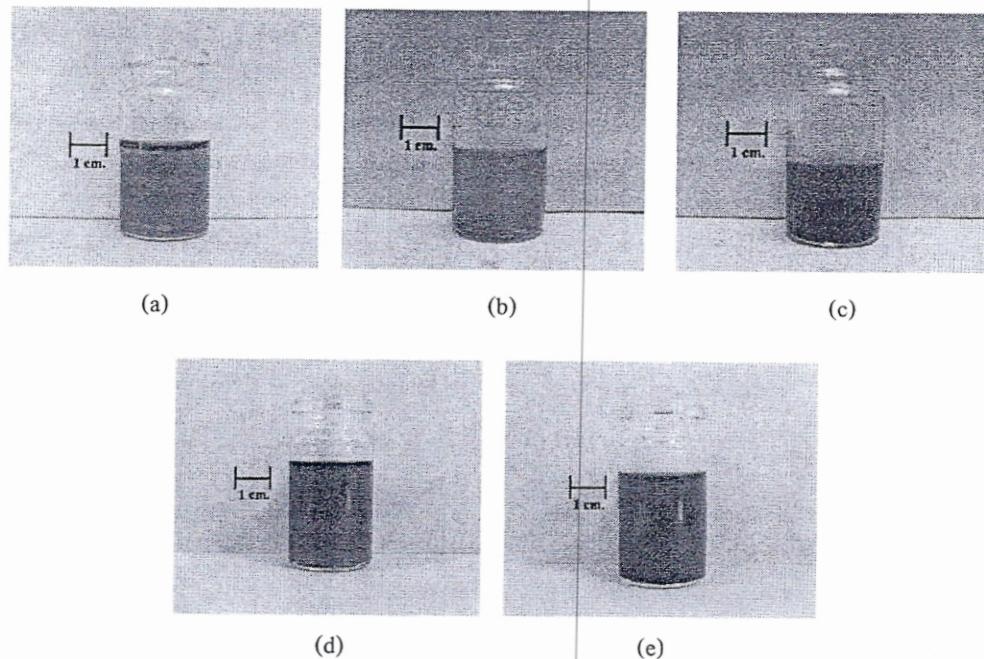
Band assignment	ปริมาณ benzoyl chloride		
	1 mL	2 mL	3 mL
การบอนนิล (C=O stretching) ของอะสเตอเร (cm <sup>-1</sup> )	1726	1728	1721
C-O stretching ของอะสเตอเร (cm <sup>-1</sup> )	1274, 1070	1272, 1068	1274, 1068
=C-H stretching (cm <sup>-1</sup> )	3063	3070	3063
=C-H bending (cm <sup>-1</sup> )	711	707	713
C-O-C ของงอกูโคล (cm <sup>-1</sup> )	1173	1173	1173
C-O-C พันธะไกลโคลโคซิติก (cm <sup>-1</sup> )	847	847	847
หนี้ไฮดรอกซิล (-OH stretching) (cm <sup>-1</sup> )	3200-3700	3200-3700	3200-3700

จากตารางที่ 4 พบรีกการบอนนิล (C=O stretching) พบรีก C-O stretching ของหมู่อะสเตอเร พบรีก =C-H stretching และพบรีก =C-H bending ของวงบนชีน แต่ไม่พบพบรีกดังกล่าวใน FTIR spectrum ของเซลลูโลส แสดงว่า เซลลูโลสสามารถเกิดปฏิกิริยาการแทนที่ไฮดรอกซิลในหมู่ ไฮดรอกซิลด้วยหมู่เบนโซอิลขึ้นจริง ดังนั้น เซลลูโลสเบนโซเอตสามารถเตรียมได้โดยการให้ความร้อนจากการกระตุ้นด้วยไมโครเวฟเพียง 100 วัตต์ ในเวลา 1 นาที โดยใช้ benzoyl chloride ปริมาณ 1, 2 และ 3 mL

#### 4. ความสามารถในการละลายของเซลลูโลสเบนโซเอต

เนื่องจากงานวิจัยนี้ต้องการเตรียมเซลลูโลสเบนโซเอตให้อยู่ในรูปแผ่นพิล์มเพื่อนำไปใช้เป็นเยื่อเดือก พ่าน ดังนั้น จึงศึกษาหาตัววิเคราะห์ที่สามารถละลายเซลลูโลสได้ดีที่สุด ซึ่งตัววิเคราะห์ที่เลือกศึกษานี้ 5 ชนิด ได้แก่ dimethylsulphoxide (DMSO) glacial acetic acid ไดคลอโรเมธิлен/เมทานอล (9:1) อะซีโตน และ

คลอโรฟอร์ม พนว่า เชลกูลอสเบนโซไซด์สามารถละลายได้ดีใน DMSO แต่ละลายได้น้อยใน glacial acetic acid ไดคลอโรเมเทน / เมทานอล (9:1) อะซีติโน และ คลอโรฟอร์ม ดังรูปที่ 9

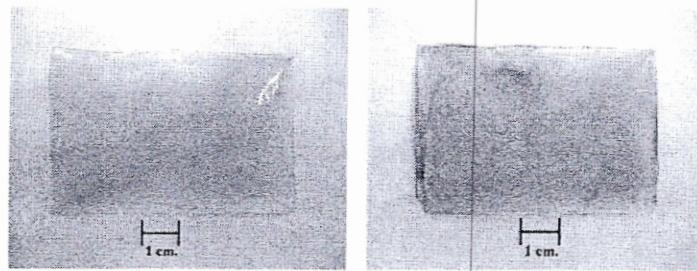


รูปที่ 9 ความสามารถในการละลายของเชลกูลอสเบนโซไซด์ในตัวทำละลายชนิดต่างๆ คือ (a) DMSO (b) glacial acetic acid (c) ไดคลอโรเมเทน / เมทานอล (9:1) (d) อะซีติโน และ (e) คลอโรฟอร์ม

## 5. ศึกษาการขึ้นรูปเป็นแผ่นพิล์มและลักษณะทางกายภาพของแผ่นพิล์มเชลกูลอสเบนโซไซด์

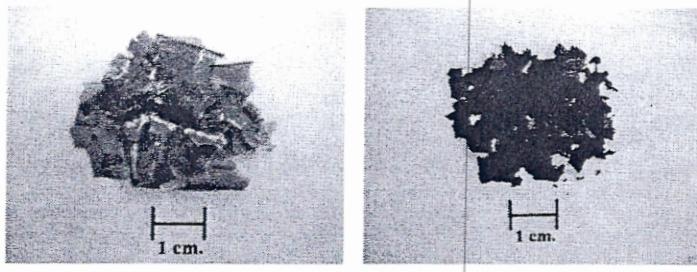
### 5.1 ผลของการทำละลายไฟฟ้าต่อลักษณะทางกายภาพของแผ่นพิล์มเชลกูลอสเบนโซไซด์

เพื่อศึกษาผลของการทำละลายไฟฟ้าที่มีต่อลักษณะทางกายภาพของแผ่นพิล์มเชลกูลอสเบนโซไซด์ จึงนำสารละลายเชลกูลอสเบนโซไซด์ที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ คือ ทำละลายไฟฟ้า 100 วัตต์ 200, 300 และ 450 วัตต์ จากการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาด้วยการชาบรังสีไมโครเวฟมาเทลงในอะซูนิเนย์มฟอลล์บ แล้วนำไปประหมายตัวทำละลายออก พนว่า เมื่อใช้ทำละลายไฟฟ้า 100 วัตต์ แผ่นพิล์มที่ได้มีลักษณะใส สีน้ำตาลอ่อน และเหนียว ดังรูปที่ 10 (a) เมื่อเพิ่มทำละลายไฟฟ้าเป็น 200 วัตต์ แผ่นพิล์มที่ได้มีลักษณะขุ่น สีน้ำตาล และเหนียว ดังรูปที่ 10 (b) เมื่อเพิ่มทำละลายไฟฟ้าเป็น 300 วัตต์ แผ่นพิล์มที่ได้มีลักษณะใส สีน้ำตาล และมีความประภะสูง ดังรูปที่ 10 (c) เมื่อเพิ่มทำละลายไฟฟ้าเป็น 450 วัตต์ แผ่นพิล์มที่ได้มีลักษณะขุ่น สีดำ และมีความประภะสูง ดังรูปที่ 10 (d) แสดงว่าเมื่อใช้ทำละลายไฟฟ้าในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยา 100 วัตต์ และ 200 วัตต์ ได้แผ่นพิล์มที่มีความเหนียว แต่การใช้ทำละลายไฟฟ้าในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยา 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ แผ่นพิล์มมีความประภะสูงมาก และความเข้มสีของแผ่นพิล์มเชลกูลอสเบนโซไซด์มากขึ้น เมื่อใช้ทำละลายไฟฟ้าในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยา 300 วัตต์ อาจเนื่องมาจากความร้อนที่สูงเกินไป (ใช้ทำละลายไฟฟ้าสูง) มีผลทำให้เกิดการสลายตัวของเชลกูลอสเบนโซไซด์ได้ ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเชลกูลอสเบนโซไซด์ คือ การใช้ทำละลายไฟฟ้าในการทำปฏิกิริยา 100 วัตต์



(a)

(b)



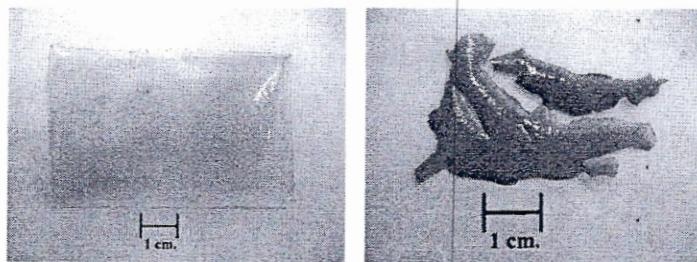
(c)

(d)

รูปที่ 10 แผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์ที่เตรียมได้ เมื่อใช้กำลังไฟฟ้าในการกระตุ้นการทำปฏิกิริยาปริมาณต่างๆ คือ (a) 100 วัตต์ (b) 200 วัตต์ (c) 300 วัตต์ และ (d) 450 วัตต์

### 5.2 ผลของเวลาต่อลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์

เพื่อศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าต่อลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์ จึงนำสารละลายเซลลูโลสเบนโซไซด์ที่เตรียมได้จากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 นาที และ 2 นาที เทลงในอะกูมิเนียมฟอลล์แล้วนำไประเหยตัวละลายออก พบว่า เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 นาที แผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะใส สีน้ำตาลอ่อน และเหนียว ดังรูปที่ 11 (a) เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 2 นาที แผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะขุ่น สีน้ำตาล และมีความ perseะสูง ดังรูปที่ 11 (b) แสดงว่าเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 นาที ได้แผ่นฟิล์มที่มีความเหนียว แต่เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 นาที ได้แผ่นฟิล์มที่มีความ perseะสูงมาก และความเข้มสีของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์มากขึ้นเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้น อาจเนื่องมาจากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานเกินไปจึงมีผลทำให้เกิดการสลายตัวของเซลลูโลสเบนโซไซด์ ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลลูโลสเบนโซไซด์ คือ การใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 นาที

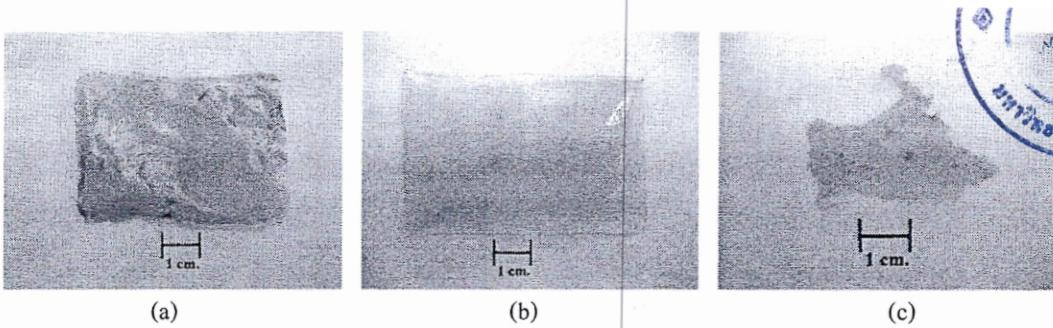


(a)

(b)

รูปที่ 11 แผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์ที่เตรียมได้ โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานาน (a) 1 นาที และ (b) 2 นาที

5.3 ผลของปริมาณ benzoyl chloride ต่อลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์  
 เพื่อศึกษาผลของปริมาณ benzoyl chloride ต่อลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์  
 จึงนำสารละลายเซลลูโลสเบนโซไซด์ที่เตรียมได้จากการใช้ปริมาณ benzoyl chloride ในการทำปฏิกิริยาจำนวน 1,  
 2 และ 3 mL เทลงในอะซูนีไนย์ฟอยล์ แล้วนำไปประเหดตัวทำละลายออก พบว่า เมื่อใช้ปริมาณ benzoyl chloride  
 ในการทำปฏิกิริยา 1 mL แผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะขุ่น สีน้ำตาลอ่อน และเหนียว แต่ผิวน้ำของแผ่นฟิล์มไม่เรียบ  
 ดังรูปที่ 12 (a) เมื่อเพิ่มปริมาณ benzoyl chloride ในการทำปฏิกิริยาเป็น 2 mL แผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะใส สีน้ำตาล  
 อ่อน และเหนียว ดังรูปที่ 12 (b) เมื่อเพิ่มปริมาณ benzoyl chloride ในการทำปฏิกิริยาเป็น 3 mL แผ่นฟิล์มที่ได้มี  
 ลักษณะขุ่น สีน้ำตาลอ่อน และมีทั้งส่วนที่เหนียวและเปราะ ดังรูปที่ 12 (c) แสดงว่าการเตรียมแผ่นฟิล์มสามารถ  
 เตรียมได้เมื่อใช้ปริมาณ benzoyl chloride ในการทำปฏิกิริยา 1 mL และ 2 mL แต่การใช้ปริมาณ benzoyl chloride  
 1 mL ได้แผ่นฟิล์มที่ผิวไม่เรียบ และความเข้มสีของแผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์ที่ใช้ benzoyl chloride จำนวน  
 1-3 mL ไม่แตกต่างกันมากนัก ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลลูโลสเบนโซไซด์ คือ การใช้ปริมาณ benzoyl  
 chloride ในการทำปฏิกิริยา 2 mL



รูปที่ 12 แผ่นฟิล์มเซลลูโลสเบนโซไซด์ที่เตรียมได้จากการใช้ระบบตัวทำละลาย LiCl/DMAc โดยใช้ benzoyl chloride ในการทำปฏิกิริยาปริมาณต่างๆ คือ (a) 1 mL (b) 2 mL และ (c) 3 mL

#### สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมเซลลูโลสเบนโซไซด์ด้วยวิธี homogeneous system โดยเตรียมจากการกลั่วชั่งเป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร เนื่องจากเซลลูโลสมีโครงสร้างห้องส่วนที่เป็นผลึก และส่วนที่เป็นอสัมฐาน ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาของเซลลูโลสในส่วนที่เป็นอสัมฐานสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายกว่าส่วนที่เป็นผลึก การทำปฏิกิริยา acylation ด้วยวิธี homogeneous system จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยา เพราะการทำปฏิกิริยาด้วยวิธีนี้จะต้องละลายเซลลูโลสจนเกิดเป็นสารละลายก่อน แล้วจึงนำไปทำปฏิกิริยากับ benzoyl chloride โดยมี triethylamine เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สารละลายเซลลูโลสเตรียมได้โดยใช้ lithium chloride/dimethylacetamide (LiCl/DMAc) ซึ่งได้ข้อสรุปดังนี้

1. สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายเซลลูโลสโดยให้ความร้อนจากการชาบังสีไมโครเวฟ คือ กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าและเวลาทำให้สารละลายเซลลูโลสมีความหนืดสูงขึ้นและมีสีเข้มขึ้น
2. สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลลูโลสเบนโซไซด์ คือ การทำปฏิกิริยาที่ใช้กำลังไฟฟ้า 100 วัตต์ เป็นเวลา 1 นาที และใช้ปริมาณ benzoyl chloride 2 mL

3. ความสามารถในการละลายเซลลูโลสเบนโซไซด์ในตัวทำละลายชนิดต่างๆ พบว่า เซลลูโลสเบนโซไซด์สามารถละลายได้ดีใน dimethylsulphoxide (DMSO) แต่ละลายได้น้อยใน glacial acetic acid ไดคลอโรเมเทน/เมทานอล (9:1) อะซีโตน และกลอโรฟอร์ม

ดังนั้นเซลลูโลสเบนโซไซด์สามารถเตรียมได้จากผงเซลลูโลสที่มาจากการถักด้วย โอดิวิชี homogenous acylation ซึ่งสารละลายเซลลูโลสสามารถเตรียมได้โดยใช้ตัวทำละลาย LiCl/DMAc การฉาบรองสีไมโครเวฟทำให้ลดระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา งานวิจัยนี้เป็นการให้ข้อมูลเพื่อนฐานสำหรับการนำກากลัวยซึ่งเป็นวัสดุจากธรรมชาติมาเตรียมเป็นเซลลูโลสเบนโซไซด์เพื่อใช้ในการเตรียมเป็นเยื่อเลือกผ่าน

## ภาคผนวก

### การนำเสนอผลงาน

ได้นำอาชีวศึกษาที่ได้จากการนี้ไปนำเสนอผลงานโดยมีการเผยแพร่ผลงานวิจัยในการประชุมวิชาการระดับชาติ ดังนี้

#### การประชุมวิชาการระดับชาติ

1. อ่อนทัย คาดอง และ สายสมร สำล่อง การเตรียมเซลลูโลสเบนโซอेटด้วยปฏิกิริยาอะซิลเลชันในระบบที่เป็นเฟสเดียว (Preparation of Cellulose Benzoate by Acylation Reaction in Homogeneous Phase) การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ครั้งที่ 34 ระหว่างวันที่ 31 ตุลาคม – 2 พฤศจิกายน 2551 ณ ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ กรุงเทพ (นำเสนอแบบโปส्टเมอร์)

2. อ่อนทัย คาดอง และ สายสมร สำล่อง การเตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ตจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร (Preparation of Cellulose Benzoate from Agricultural by-products) การประชุมวิชาการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติครั้งที่ 8 ระหว่างวันที่ 25-27 มีนาคม 2551 ณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา (นำเสนอแบบบรรยาย)

3. พีไลลักษณ์ ภานบดี และ สายสมร สำล่อง การเตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ต โดยอาศัยการฉายรังสีในไมโครเวฟ (Preparation of Cellulose Benzoate using Microwave Irradiation) การประชุมวิชาการน.m.ob. วิจัย ครั้งที่ 3 การพัฒนาวิธีชีวิตที่ยั่งยืนด้วยการวิจัยสาขาวิชาการ ระหว่างวันที่ 28-29 กรกฎาคม 2552 ณ โรงแรมสุนีร์ แกรนด์ แอนด์ คอนเวนชัน เซ็นเตอร์ จ.อุบลราชธานี (นำเสนอแบบโปส्टเมอร์)

กิจกรรมที่เกี่ยวข้องกับการนำเสนอผลงานจากโครงการไปใช้ประโยชน์

1. ผลการศึกษาที่ได้สามารถนำไปแสดง/บรรยายในที่ประชุมวิชาการที่เกี่ยวข้องในประเทศไทย

ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์ กิจกรรมที่วางแผนไว้ กิจกรรมที่ดำเนินการมาและผลที่ได้รับตลอดโครงการ

#### วัตถุประสงค์

1. เตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ต จากพืชที่เป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร
2. ศึกษาสภาพที่เหมาะสม (optimum condition) สำหรับการเตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ต จากงานกล้วย
3. ศึกษาสมบัติของผ่านฟิล์มเซลลูโลสเบนโซอे�ต

กิจกรรม	ผลที่ได้รับตลอดโครงการ
1. เตรียมเซลลูโลส	1. ทำให้ทราบสภาพที่เหมาะสมในการเตรียมผงเซลลูโลสจากงานกล้วย
2. เตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ตและนำมารวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR spectroscopy	2. ได้ทราบว่าสามารถเตรียมเซลลูโลสเบนโซอे�ตด้วยวิธี homogeneous acylation ได้

3. ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียม เชลกูลอสเบนโซเอต	3. ได้สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเชลกูลอสเบนโซเอต คือ ละลายน้ำในไครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 200 วัตต์ เป็นเวลา 1 นาที ปริมาณของ benzoyl chloride 2 mL
4. การเตรียมแผ่นฟิล์มเชลกูลอสเบนโซเอต	4. ได้ทราบตัววัสดุที่เหมาะสมของเชลกูลอสเบนโซเอตและสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเชลกูลอสเบนโซเอตเพื่อให้สามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มได้
5. วิเคราะห์และสรุปผล	5.1 ได้พัฒนางานวิจัยพื้นฐานและอาจนำไปสู่การวิจัยประยุกต์ได้ในอนาคต อีกทั้งยังมีศักยภาพในการพัฒนาไปสู่ชุมชน และภาคอุตสาหกรรมในอนาคต 5.2 มีการเสนอผลงานในการประชุมวิชาการระดับชาติ

### ประโยชน์ได้รับ

- ทำให้ทราบถึงการเตรียมพองเชลกูลอสจากกระบวนการกลั่น และการนำผงเชลกูลอสที่เตรียมได้มาใช้ในการเตรียมเป็นอนุพันธ์ของเชลกูลอส คือ เชลกูลอสเบนโซเอต
- ผลที่ได้จากการทดลองนี้จะเป็นข้อมูลสำคัญที่สามารถใช้เสนอแนะการนำอาวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรชนิดอื่นๆ มาเตรียมเป็นอนุพันธ์ของเชลกูลอส เพื่อนำไปใช้เป็นเชื้อเมนเบรน
- เป็นการพัฒนางานวิจัยพื้นฐานและอาจนำไปสู่การวิจัยประยุกต์ได้ในอนาคต อีกทั้งยังมี ศักยภาพในการพัฒนาไปสู่ชุมชน และภาคอุตสาหกรรม
- เป็นการสร้างนักวิจัยรุ่นใหม่
- มีการเสนอผลงานในการประชุมวิชาการระดับชาติ