

บทที่ 3

วิธีการที่ใช้ในการศึกษา

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. Sodium chlorite (Lot No. 347336/1 1195, Fluka Chemic)
2. Glacial acetic acid (Lot No. A8401, Labscan)
3. Sodium hydroxide (Lot No. 480507, Carlo Erba Reagenti)
4. Succinic anhydride (Lot No. 3654863, Merck Schuchardt)
5. Avicel PH 102[®] (Lot No. 2155, AMC corporation Ltd.)

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath) (M25B, Deatham)
2. ตู้อบอุณหภูมิสูง (EHRET, Dipl-Ing.W. EHRET GmbH)
3. เครื่องเขย่าเพื่อช่วยในการสกัด (orbital shaker) (REVCO)
4. กระดาษวัด pH (Panpeha, Riedel-deHaen)
5. Magnatic Stirrer (KIKA, RCT-B, Worldko)
6. เครื่องพ่นแห้ง (spray dried) (Spray dry, Niro type Hi-ted, Denmark)
7. Blender (BECTHAI Ltd, Thailand)
8. Homogenizer (silverson L4R, Firmdomestic business)
9. Scanning Electron Microscope (LEO 435 YP, Leo Electron Microscopy Ltd., England)
10. เครื่องมือชุดวิเคราะห์ความชื้น (sartorius MA30, Santoriums, Germany)
11. เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 3 ตำแหน่ง (METTLER, PM 2500, DeltaRange)
12. เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Precisa 300A, BECTHAI Ltd, Thailand)
13. เครื่องระเหยแห้งจากสารสกัดสมุนไพร (MATSON, MARLOW505S, KIA, Thailand)
14. water bath (TER2, IKA)

วิธีการทดลอง

1.การสกัดเซลล์จากเยื่อไม้

- 1.1 นำลำไผ่มาลอกให้ได้เฉพาะส่วนที่เป็นเนื้อไม้สีขาว (wood meal) ต่อกจากนั้นนำเข้าเครื่องย่อยขนาด
- 1.2 นำเยื่อไม้ที่เตรียมได้อบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสจนแห้ง (ใช้เวลาประมาณ 24 ชั่วโมง)

- 1.3 ทดสอบหาปริมาณ Sodium chlorite ที่มีผลต่อการแยกสกัดเซลลูโลส โดยนำเยื่อไม้ที่ได้จากข้อ 1.2 จำนวน 75 กรัม มาสกัดสารพวก lignin โดยใช้สารละลาย Sodium chlorite : เยื่อไม้ในอัตราส่วน 22.5:75, 45:75, 67.5:75 ละลายใน Glacial acetic acid 3 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 1.4 ล้างเยื่อไม้ผ่านการสกัดในข้อ 1.3 ด้วยน้ำ
- 1.5 นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 1.6 นำเยื่อไม้ที่อบแห้งมาสกัดด้วยสารละลาย Sodium hydroxide 12 % w/v แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงด้วยอัตราเร็ว 120rpm เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อกำจัด soluble carbohydrate
- 1.7 นำมาล้างด้วย Sodium hydroxide 7 % w/v ในอัตราส่วนเยื่อไม้ : Sodium hydroxide เท่ากับ 50 กรัม : 1.5 ลิตร
- 1.8 นำไปแช่ใน 10 % v/v acetic acid ในอัตราส่วนเยื่อไม้ : acetic acid เท่ากับ 50 กรัม : 750 มิลลิลิตร ประมาณ 10 นาที
- 1.9 ล้างด้วยน้ำจนกระทั่งมี pH เป็นกลาง
- 1.10 นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 ชั่วโมง
- 1.11 นำไปปั่นด้วยเครื่อง blender เพื่อนำไปทดสอบคุณสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ต่อไป

2. การทำปฏิกิริยา esterification

- 2.1 นำเซลลูโลสที่ผ่านการปั่นด้วยเครื่อง blender 6.5 กรัม กระจายตัวในน้ำ 300 มิลลิลิตร
- 2.2 ปรับ pH ด้วย 3 N Sodium hydroxide จนกระทั่งมี pH เท่ากับ 9
- 2.3 เติม succinic anhydride ปริมาณ 8,16,32 กรัม โดยค่อยๆเติมแล้วควบคุม pH ให้เท่ากับ 9 โดยใช้ 3 N Sodium hydroxide
- 2.4 ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 2.5 นำไปเขย่าด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงด้วยอัตราเร็ว 120 rpm อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 2.6 นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง
- 2.7 นำไปปั่นด้วยเครื่อง blender เพื่อนำไปทดสอบคุณสมบัติทางเคมีฟิสิกส์ต่อไป

3. การพ่นแห้งโดยวิธี spray dry

- 3.1 นำเซลลูโลสที่ยังไม่ผ่านกระบวนการทำให้แห้งปริมาณ 350 กรัม กระจายตัวในน้ำจนกระทั่งมีปริมาตร 2,500 มิลลิลิตร และนำเซลลูโลสที่ผ่านการทำปฏิกิริยา esterification ปริมาณ 6 กรัม แต่ยังไม่ผ่านกระบวนการทำให้แห้ง กระจายตัวในน้ำจนกระทั่งมีปริมาตร 1,500 มิลลิลิตร
- 3.2 นำไปพ่นแห้งโดยวิธี spray dry โดยใช้อัตราเร็วในการ feed sample 5-25 มิลลิลิตรต่อนาที แรงดัน 0.4 บาร์ อุณหภูมิ 93-95 องศาเซลเซียส

4. การทดสอบคุณสมบัติทางเคมีฟิลิกส์

นำเซลลูโลสและเซลลูโลสที่ผ่านการทำปฏิกิริยา esterification ไปทดสอบคุณสมบัติทางเคมีฟิลิกส์ดังนี้

- 4.1 การทดสอบความชื้น โดยเครื่องมือชุดวิเคราะห์ความชื้น
- 4.2 การทดสอบค่าความเป็นกรด-ด่าง โดยใช้กระดาษวัด pH
- 4.3 ลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่างโดยใช้ scanning electron microscope

