

การศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ ไนโตรเซลลูโลสจากเส้นใยเซลลูโลสชนิดต่างๆ ภายในประเทศเพื่อนำไปใช้ผลิตเป็นดินส่งกระสุน ในระดับห้องปฏิบัติการ

The Feasibility Study of Nitrocellulose Synthesis by Domestic Cellulose Fibers for Propellant Manufacture in Laboratory

บทคัดย่อ

ไนโตรเซลลูโลส (Nitrocellulose) เป็นส่วนประกอบหลักในการผลิตดินส่งกระสุนทุกชนิด ซึ่งในขบวนการผลิตไนโตรเซลลูโลสในอุตสาหกรรมทางทหารจะใช้การสังเคราะห์จากปฏิกิริยาไนเตรชันระหว่างเส้นใยเซลลูโลส กับกรดไนตริก (HNO_3) โดยมีกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปัจจุบันประเทศไทยมีการผลิตไนโตรเซลลูโลสเพื่อใช้ในการผลิตดินส่งกระสุนไว้ใช้เองในประเทศ โดยการนำเข้าเส้นใยเซลลูโลสซึ่งเป็นวัตถุดิบจากต่างประเทศ งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ไนโตรเซลลูโลสจากเส้นใยเซลลูโลสภายในประเทศ โดยเส้นใยเซลลูโลสภายในประเทศที่นำมาศึกษาคือ ฝ้าย ขานอ้อย นุ่น และสำลี เส้นใยฝ้ายเป็นเส้นใยที่มีปริมาณแอลฟาเซลลูโลส (α -Cellulose) มากที่สุดเมื่อเทียบกับเส้นใยจากอ้อยและเส้นใยจากนุ่น งานวิจัยนี้ได้ศึกษาวิธีการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสก่อนนำไปทำปฏิกิริยาไนเตรชัน พบว่าวิธีการเตรียมเส้นใยมีผลต่อสมบัติของเส้นใยที่จะนำไปทำปฏิกิริยาไนเตรชัน และพบว่าสามารถสังเคราะห์ไนโตรเซลลูโลสจากเส้นใยฝ้ายในประเทศได้ โดยใช้กรดผสมที่มีอัตราส่วนความเข้มข้นดังนี้ HNO_3 24.58% H_2SO_4 59.98% และน้ำ 15.46% ซึ่งเป็นสภาวะการทดลองที่เหมือนกับการสังเคราะห์ไนโตรเซลลูโลสจากเส้นใยเซลลูโลสที่นำเข้าจากต่างประเทศ แต่ที่สภาวะดังกล่าวไม่สามารถสังเคราะห์ไนโตรเซลลูโลสจากเส้นใยขานอ้อยและเส้นใยจากนุ่นได้

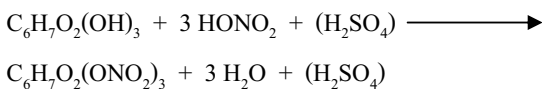
Abstract

Nitrocellulose is the major composition for gun propellant manufacture. The military industrial method for synthesized nitrocellulose is obtained by nitration reaction between cellulose and nitric acid (HNO_3), using sulfuric acid (H_2SO_4) as catalyst. At present, Thai manufactures can produce the nitrocellulose for gun propellant by importing the cellulose fiber. This research studies the feasibility for nitrocellulose synthesis from cellulose fiber in Thailand. The cellulose fibers used in this study are domestic cotton, bagasse, kapok fiber, and cotton wool. Domestic cotton has the highest proportion of α -cellulose when compared with bagasse and kapok fiber respectively. This research revealed that the method for preparation of cellulose fiber prior nitration effect on the properties of cellulose fiber. Moreover, the researchers found that the nitrocellulose could be synthesized from domestic cotton using mixed acid containing 24.58% HNO_3 , 59.98% H_2SO_4 , and 15.46% H_2O which was the same method as imported cotton. However, celluloses from bagasse and kapok fiber could not be used to synthesize nitrocellulose at this condition.

Keywords : Nitrocellulose, Nitration

ความเป็นมาของโครงการ

ไนโตรเซลลูโลส (Nitrocellulose, NC) เป็นส่วนประกอบหลักในการผลิตดินส่กระสุนทุกชนิด ซึ่งในขบวนการผลิต NC ในอุตสาหกรรมทางทหารจะใช้การสังเคราะห์จากปฏิกิริยาไนเตรชันระหว่างใยฝ้าย (Cellulose) กับ HNO_3 โดยมี H_2SO_4 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังสมการ



ปัจจุบันประเทศไทยมีการผลิต NC เพื่อใช้ในการผลิตดินส่กระสุนไว้ใช้เองในประเทศโดยหน่วยงานโรงงานวัตถุระเบิดทหาร กรมการอุตสาหกรรมทางทหาร ศูนย์การอุตสาหกรรมป้องกันประเทศและพลังงานทางทหาร ซึ่งโรงงานดังกล่าวเป็นโรงงานที่ได้รับการถ่ายทอดเทคโนโลยีมาจากบริษัท Nobel Company แห่งสหราชอาณาจักร ปัจจุบัน HNO_3 และ H_2SO_4 สามารถผลิตได้ภายในประเทศ แต่สำหรับใยฝ้ายยังจำเป็นต้องจัดหาจากต่างประเทศ เนื่องจากมีคุณสมบัติเฉพาะตรงตามมาตรฐานที่ Technical Know-how ของบริษัท Nobel Company กำหนด

วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

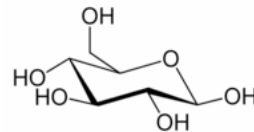
1. ศึกษาข้อมูลเบื้องต้นที่เป็นประโยชน์ในการเลือกเส้นใยที่เป็นวัตถุดิบในประเทศในการผลิตเป็น NC
2. การศึกษาผลของสภาวะของปฏิกิริยาไนเตรชันที่มีผลต่อผลผลิต NC ที่สังเคราะห์ได้เบื้องต้น



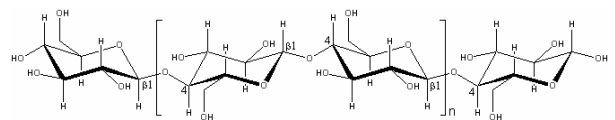
รูปที่ 1 แสดงรูปร่างดินส่กระสุนซึ่งเป็นส่วนประกอบในกระสุนปืนเล็ก

โครงสร้างของเซลลูโลส

เซลลูโลส $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$ เป็นพอลิเมอร์ที่เป็นโซ่ยาวของกลูโคสประมาณ 3,000 - 4,000 หน่วย โดยเกิดจากการจับกันของโมเลกุลกลูโคส และเกิดน้ำ ดังสมการ



รูปที่ 2 แสดงโครงสร้างของกลูโคสโมโนเมอร์



รูปที่ 3 แสดงโครงสร้างของเซลลูโลส

รูปที่ 3 แสดงให้เห็นโครงสร้างส่วนหนึ่งของเซลลูโลส จะเห็นว่ากลูโคสแต่ละหน่วยยึดกันอยู่โดยมีพันธะไกลโคไซด์ ระหว่างคาร์บอนที่ 1 ของวงหนึ่งกับคาร์บอนที่ 4 ของอีกรวงหนึ่ง จำนวนของกลูโคสในโมเลกุลของเซลลูโลสเรียกว่า Degree of Polymerization (DP) และเซลลูโลสที่ใช้ในการผลิต NC สำหรับใช้ในทางทหารจะมี DP ประมาณ 1,000 - 1,500 หน่วย โมเลกุลของเซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ชนิดสายตรงไม่มีแขนง เส้นใยของเซลลูโลสแต่ละเส้นจะประกอบด้วยโมเลกุลของเซลลูโลสที่จัดเรียงขนานกันประมาณ 40 สาย ภายในและระหว่างสายของเซลลูโลส จะเกิดพันธะไฮโดรเจน ทำให้เส้นใยของเซลลูโลส มีความเหนียว และไม่ละลายน้ำ

การแบ่งชนิดของเซลลูโลส จากการศึกษาการละลายของเซลลูโลสในสารละลาย NaOH 17.5% สามารถแบ่งเซลลูโลสได้เป็น 3 ประเภท ได้แก่ แอลฟาเซลลูโลส (α - Cellulose) หรือที่เรียกว่า True Cellulose จะไม่ละลายในสารละลาย NaOH 17.5% สำหรับบีตาเซลลูโลส (β - Cellulose) จะละลายได้หมดในสารละลาย NaOH 17.5% แต่จะตกตะกอนเมื่อทำให้สารละลายเป็นกรดด้วย CH_3COOH แต่สำหรับแกมมาเซลลูโลส (γ - Cellulose) จะละลายได้หมดในสารละลาย NaOH 17.5% เช่นเดียวกัน แต่จะไม่ตกตะกอนเมื่อทำให้สารละลายเป็นกรดด้วย CH_3COOH เซลลูโลสชนิดที่เป็น α - Cellulose เป็นเซลลูโลสที่ใช้ในอุตสาหกรรมการผลิต NC เนื่องจากมีเส้นใยที่เหมาะสมกว่า β - Cellulose นั้นเป็นเซลลูโลสที่มีเส้นใยสั้น และสำหรับ γ - Cellulose ส่วนใหญ่เป็นเฮมิเซลลูโลส ซึ่งมีไม่ใช่เป็นเส้นใยเซลลูโลสที่แท้จริง

เซลลูโลสสำหรับการผลิต NC

แหล่งวัตถุดิบที่สำคัญที่ใช้ในการเตรียมเซลลูโลสสำหรับการผลิต NC คือ ฝ้าย (Cotton) โดยทั่วไปเส้นใยฝ้ายจะประกอบด้วยเซลลูโลส 85 - 97% ฝ้ายปลูกได้ทั้งปีในที่มีอากาศอบอุ่น ขึ้นปานกลาง เช่น อียิปต์ อเมริกาใต้ อินเดีย รัสเซีย จีน โดยทั่วไปต้นฝ้ายจะให้เส้นใยฝ้าย 2 ชนิด ได้แก่

1. ฝ้ายที่มีเส้นใยยาวซึ่งจะใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมสิ่งทอมีขนาดยาว 20 - 50 มิลลิเมตร มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.01 - 0.04 มิลลิเมตร
2. ฝ้ายที่มีเส้นใยสั้นมีขนาดความยาว 10 - 20 มิลลิเมตร มีชื่อว่า Linters เป็นส่วนที่อยู่บนผิวของเมล็ดฝ้าย หลังจากฝ้ายเส้นยาวๆ ถูกปั่นแยกออกไปแล้ว เส้นใยสั้นๆ นี้จะถูกแยกออกจากเมล็ดฝ้าย โดยเครื่องแยก หลังจากนั้นจะนำไปผ่านขบวนการทำให้มีความบริสุทธิ์ (Purify) ต่อไป

การทำให้บริสุทธิ์ของเส้นใยฝ้ายประกอบด้วย การกำจัดสารที่ไม่ได้เป็นเซลลูโลสออกเช่น ไขมัน ลิกนิน โปรตีน คาร์โบไฮเดรต ขบวนการประกอบด้วย ขบวนการแยกทางกายภาพ (Mechanical cleaning) โดยการผ่านเส้นใยฝ้ายเข้าไปยังเครื่องมือที่สามารถแยกส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลส เช่น เมล็ด หรือส่วนที่มีขนาดใหญ่ออกไปได้ หลังจากนั้นเส้นใยจะถูกนำไปผ่านขบวนการทำให้บริสุทธิ์ทางเคมี (Chemical Purification) ซึ่งเป็นการทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีเคมี ภายใต้ความดันใน Autoclave ในสารละลาย NaOH 1 - 3% นาน 2 - 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 105 - 140 องศาเซลเซียส โดยป้องกันไม่ให้อากาศมากเกินไป ในระหว่างการดม้นน้ำมันและไขมันจะถูกไฮโดรไลซิส

(Hydrolysis) และเพคตินจะสลายตัว ในเวลาเดียวกันจะเกิดไฮโดรไลซิสและการละลาย (Dissolution) ของลิกนิน เวลาที่ใช้และอุณหภูมิขึ้นอยู่กับความสะอาดของเส้นใยฝ้าย (Linters) และจะต้องสัมพันธ์กับความหนืด (Viscosity) ของผลผลิตที่ต้องการ ที่อุณหภูมิสูงและเวลาในการต้มานจะทำให้เซลลูโลสมีความหนืดต่ำ ด้วยเหตุนี้ทำให้ NC มีความหนืดต่ำด้วย หลังจากการต้มเสร็จ จะทำการล้างด้วยน้ำจำนวนมากจนไม่มี NaOH เหลืออยู่

เส้นใยฝ้ายที่ผ่านการ Purify แล้วจะมีสีน้ำตาลจาง (Dark Brown) นำไปฟอกกับสารละลายคลอรีน หรือสารละลาย Hypochlorite ที่อุณหภูมิห้อง

ในระหว่างการฟอก สารที่เกิดขึ้นจะถูกทำลาย และสารที่เกิดจากการสลายตัวของ Cellulose จะถูก Oxidize โดย Chlorine หรือ Hypochlorite

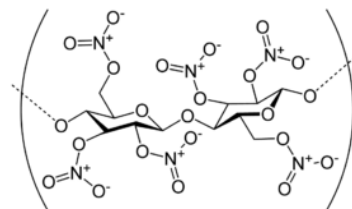
เมื่อฟอกแล้วจะนำไปล้างเพื่อกำจัด Chlorine ที่เหลืออยู่รวมทั้งสารประกอบที่เกิดขึ้นจากการฟอก หลังจากนั้นจึงนำไปทำให้เป็นกลางด้วย H_2SO_4 เจือจาง แล้วล้างด้วยน้ำอีกครั้ง

คุณลักษณะทั่วไปและโครงสร้างของ NC

NC จัดเป็นวัตถุระเบิดแรงสูง (High Explosive) เมื่อทำให้จุดตัวจะสลายตัวด้วยอัตราเร็วสูงมาก พร้อมกับคายพลังงานความร้อนและแก๊สเป็นจำนวนมาก จึงมีคุณสมบัติที่เหมาะสมที่จะนำไปทำดินระเบิด สำหรับ NC ที่มีเปอร์เซ็นต์ปริมาณไนโตรเจน (% Nitrogen content) ในระดับที่เหมาะสม สามารถนำไปใช้เป็นส่วนประกอบสำคัญของดินส่งกระสุน (Propellant) อย่างไรก็ตาม เนื่องจาก NC มีความไวต่อการกระแทก ความร้อน และประกายไฟฟ้า จึงมีความปลอดภัยต่ำ ในการนำไปทำดินระเบิด ต่อมาได้มีการนำ NC ไปผ่านขบวนการ

Gelatinization ทำให้ NC มีความไวลดลง นอกจากนี้อัตราการใช้ไหม้ก็ต่ำลง จึงเหมาะสมที่จะนำไปใช้ทำดินขับหรือดินส่งกระสุน

NC สามารถสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชัน (Esterification) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลส ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเส้นใยฝ้ายกับส่วนผสมของ HNO_3 H_2SO_4 และน้ำ ในอัตราส่วนและสภาวะที่เหมาะสม ซึ่งจะได้ NC ที่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบตั้งแต่ 8 - 14.4%



รูปที่ 4 แสดงสูตรโครงสร้างของ NC

จากรูปจะเห็นได้ว่า ไฮโดรเจนอะตอม (H) ของหมู่ -OH ใน glucose unit ถูกแทนที่ด้วยหมู่ -NO₂ ซึ่งใน 1 glucose unit หมู่ -NO₂ อาจจะเข้าแทนที่ H ของหมู่ -OH ได้ 1, 2 หรือ 3 ตำแหน่งก็ได้ ขึ้นอยู่กับสภาวะที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ผลที่ได้คือ NC ที่มีค่า % Nitrogen Content แตกต่างกัน

สำหรับ NC ที่ใช้ผลิตเป็นดินกระสุน ปกติจะมีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบตั้งแต่ 12.60% ขึ้นไป NC ที่มี % Nitrogen Content ต่ำกว่า 12.60% สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมพลาสติก เช่น Cellulose lacquer เป็นต้น

สามารถคำนวณหา % Nitrogen Content ใน NC ที่เกิดจากการเกาะของหมู่ -NO₂ บน Cellulose ได้ดังนี้

Cellulose Trinitrate (-NO₂ เข้า 3 หมู่)
ค่า % Nitrogen ประมาณ 14.15%

Cellulose dinitrate (-NO₂ เข้า 2 หมู่)
ค่า % Nitrogen ประมาณ 11.11%

Cellulose mononitrate (-NO₂ เข้า 1 หมู่)
ค่า % Nitrogen ประมาณ 6.76%

แต่อย่างไรก็ตาม ในทางปฏิบัติไม่สามารถ
จะผลิต NC ให้มีค่า % Nitrogen Content
เท่ากับทางทฤษฎีได้ เนื่องจาก NC ที่มี % Nitro-
gen content สูง จะสลายตัวได้อย่างรวดเร็ว
และทำให้ได้ NC ที่มี % Nitrogen Content ต่ำ
ลงเหลือประมาณ 13.5% และ NC ที่ได้จากการ
ผลิตจะไม่ใช่สารเนื้อเดียวกันทั้งหมดแต่จะเป็น
ส่วนผสมของผลผลิต NC ที่มีค่า % Nitrogen
content ต่างๆ กัน

การตรวจวิเคราะห์ NC ที่ผลิตแล้วเสร็จก่อนนำไป ผลิตเป็นดินสักระสุน

ก่อนที่จะมีการนำ NC ที่ผลิตได้ไปทำการ
ขึ้นรูปผลิตเป็นดินสักระสุนชนิดต่างๆ นั้นจะ
ต้องผ่านการตรวจสอบค่าต่างๆ ได้แก่ เปอร์เซ็นต์
ไนโตรเจน (% Nitrogen Content), เปอร์เซ็นต์
การละลายในตัวทำละลายผสมอีเธอร์และ
แอลกอฮอล์ (% Solubility in Ether Alcohol),
เปอร์เซ็นต์การไม่ละลายในตัวทำละลายอะซีโตน
(% Insolubility in Acetone), เปอร์เซ็นต์เถ้า (%
Ash), ค่าความถาวร (Stability Test) ซึ่งการ
ตรวจสอบดังกล่าวเป็นการทำให้ทราบถึงจำนวน
หมู่ของ -NO₂ ที่เข้าไปแทนที่ -OH ใน glucose
unit 1 unit ซึ่งจะบ่งบอกถึงความเหมาะสมของ
NC ที่จะนำไปผลิตเป็นดินสักระสุนความ

เหมาะสมในการนำ NC ไปขึ้นรูป และ
ค่าความถาวรในการเก็บรักษา

สำหรับงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงความ
เป็นไปได้ในการนำเส้นใยภายในประเทศมาผลิต
เป็น NC และการศึกษาผลของสภาวะของ
ปฏิกิริยาไนเตรชันที่มีต่อผลผลิต NC ที่ได้ โดยมี
รายละเอียดการทดลองดังนี้

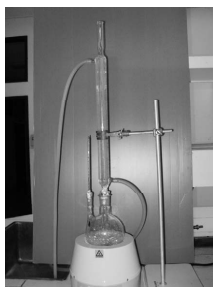
วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมเส้นใย

เส้นใยในประเทศชนิดต่างๆ ที่นำมาศึกษา
ได้แก่ ขานอ้อย ฝ้าย นุ่น โดยทำการศึกษา
เปรียบเทียบกับฝ้ายที่นำเข้าจากต่างประเทศ ซึ่ง
มีวิธีการเตรียมเส้นใยดังนี้

1. แยกสิ่งเจือปนทางกายภาพออกจาก
เส้นใย โดยฝ้ายในประเทศและนุ่นทำการแยกเอา
เมล็ดและสิ่งปนเปื้อนออกจากเส้นใยให้หมด
สำหรับอ้อยทำได้โดยนำอ้อยที่บีบเอาน้ำอ้อยออก
หมดแล้วมาแยกเอาเฉพาะขานอ้อยออกมาจาก
เปลือกอ้อย ส่วนเส้นใยฝ้ายจากต่างประเทศ และ
สำคัญไม่ต้องทำการแยกสิ่งเจือปนทางกายภาพ
เนื่องจากเส้นใยบริสุทธิ์อยู่แล้ว

2. การทำเส้นใยให้บริสุทธิ์โดยใส่สารละลาย
2% NaOH ลงในเส้นใยแล้วนำไปกลั่นไหลกลับ
(Reflux) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา
2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 5 หลังจากนั้นกรองเส้นใย
ด้วยกระดาษกรอง Whatman No.541 โดยใช้
การกรองแบบดูด แล้วล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นจน
หมดความเป็นกรด ตรวจสอบความเป็นกรดด้วย
กระดาษวัดค่า pH ชนิดยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์



รูปที่ 5 แสดงการทำเส้นใยให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีการกลั่นไหลกลับ (Reflux)

3. นำเส้นใยที่ได้ไปฟอกด้วยสารละลายคลอรีนอิ่มตัว โดยนำเส้นใยที่ได้จากข้อ 2 มาใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตรแล้วเติมสารละลายคลอรีนอิ่มตัว 200 มิลลิลิตร คนสารอย่างสม่ำเสมอเป็นเวลา 5 นาทีแล้วเทน้ำทิ้ง ทำซ้ำอีก 1 ครั้ง แล้วล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นจนหมดความเป็นกรด ตรวจสอบน้ำล้างด้วยกระดาษวัดค่า pH ชนิดยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์

ตอนที่ 2 การตรวจสอบสมบัติเบื้องต้นของเส้นใยก่อนนำไปผลิตเป็น NC

สมบัติของเส้นใยที่ทำการตรวจสอบได้แก่

1. การละลายในสารละลาย NaOH 7.14% (% Solubility in 7.14% NaOH) โดยมีรายละเอียดการทดลอง ดังนี้

1.1 ชั่งเส้นใยเซลลูโลส 3 กรัม (A)

1.2 นำเส้นใยไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาทำให้เย็นใน Desiccators แล้วนำมาชั่งหาน้ำหนัก ทำซ้ำจนได้น้ำหนักที่แน่นอน (B)

1.3 นำเส้นใยที่ได้น้ำหนักที่แน่นอนใส่ลงในขวดก้นกลมชนิดคอสามทางขนาด 1,000

มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลาย NaOH 7.14% ปริมาตร 300 มิลลิลิตร

1.4 นำสารผสมในขวดก้นกลมไปต้มแบบ Reflux เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

1.5 นำมากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman No.541 โดยใช้การกรองแบบดูดแล้วล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นจนหมดความเป็นกรด ตรวจสอบความเป็นกรดด้วยกระดาษวัดค่า pH ชนิดยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์

1.6 ทิ้งไว้จนแห้งแล้วนำไปชั่งหาน้ำหนัก (C)

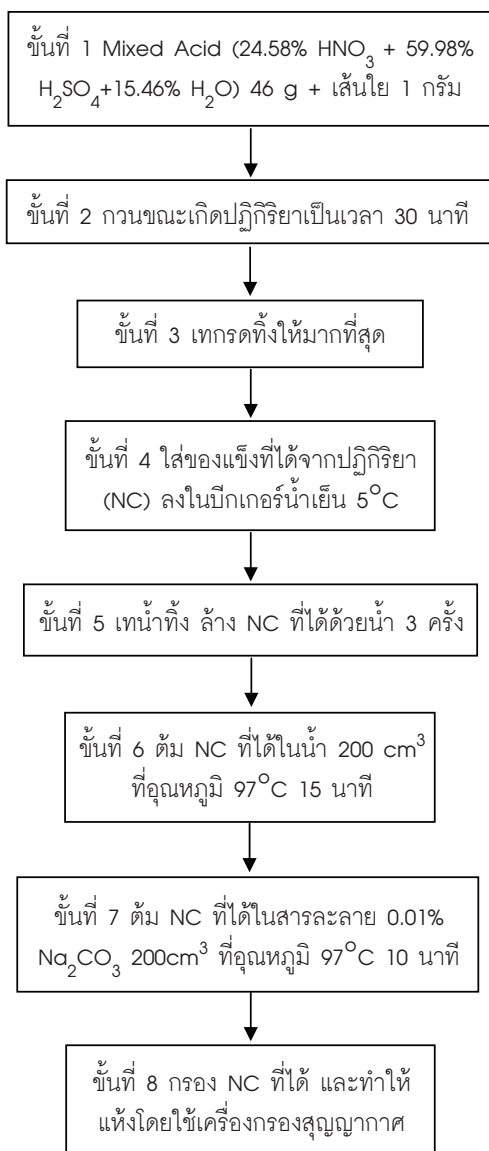
1.7 นำเส้นใยที่ได้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาทำให้เย็นใน Desiccators แล้วนำมาชั่งหาน้ำหนัก ทำซ้ำจนได้น้ำหนักที่แน่นอน (D)

$$\% \text{ Solubility in 7.14 \% NaOH} = \frac{(B - D) \times 100}{B}$$

2. ส่งเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ให้กรมวิทยาศาสตร์บริการวิเคราะห์หาปริมาณ α -Cellulose ปริมาณ β -Cellulose และปริมาณ γ -Cellulose ในเส้นใย

ตอนที่ 3 การทดลองทำปฏิกิริยาไนเตรชันและการทดสอบการติดไฟของผลิตภัณฑ์ที่ได้

นำเส้นใยที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ ผ่านการฟอก และอบจนน้ำหนักคงที่ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ไปทำปฏิกิริยาไนเตรชันด้วยกรดผสมที่มีปริมาณ HNO_3 24.58% H_2SO_4 59.98% และน้ำ 15.46% (% โดยมวล) โดยใช้กรดผสม 46 กรัม ต่อเส้นใยเซลลูโลส 1 กรัม โดยขั้นตอนการทำปฏิกิริยาไนเตรชันแสดงดังแผนภาพที่ 1



แผนภาพที่ 1 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ NC

จากแผนภาพที่ 1 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ NC นั้น

ขั้นตอนที่ 1 เป็นการเตรียมกรดผสมตามคู่มือการผลิตของโรงงานวัดสระเบ็ดทหาร กรมการอุตสาหกรรมทหาร ศูนย์การอุตสาหกรรมป้องกันประเทศและพลังงานทหาร จังหวัดนครสวรรค์

ขั้นตอนที่ 2 เป็นขั้นตอนการทำปฏิกิริยาไนเตรชัน โดยกวนของผสมระหว่างกรดผสมและเส้นใยเซลลูโลสเป็นเวลา 30 นาที ตามคู่มือการผลิตของโรงงานวัดสระเบ็ดทหารฯ เพื่อให้กรดผสมทำปฏิกิริยากับเส้นใยเซลลูโลสอย่างทั่วถึง

ขั้นตอนที่ 3 เป็นการแยกกรดที่เหลือจากปฏิกิริยาออกจากผลิตภัณฑ์

ขั้นตอนที่ 4 เพื่อหยุดปฏิกิริยาและเป็นการล้างกรดที่เหลือด้วย

ขั้นตอนที่ 5 และ 6 เป็นการล้างกรดออกให้มากที่สุด

ขั้นตอนที่ 7 เป็นการกำจัดกรดที่เหลือในเส้นใยด้วยสารละลายเบสอ่อน เพื่อให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความเป็นกรดน้อยที่สุด ซึ่งจะทำให้ NC ที่สังเคราะห์ได้มีความถาวรสูง

ขั้นตอนที่ 8 เป็นการทำให้ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้แห้งเร็วขึ้น

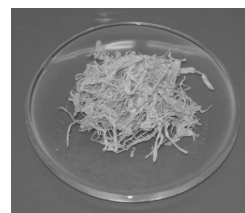
หลังจากสังเคราะห์ NC จากเส้นใยชนิดต่างๆ ได้แล้ว นำ NC ที่ได้ไปทดสอบคุณสมบัติการติดไฟ

ผลการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมเส้นใย

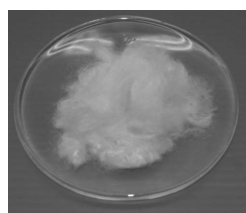


เริ่มต้น



หลังจากผ่านขั้นตอนการเตรียมเส้นใย

(ก) เส้นใยจากขานอ้อย



เริ่มต้น

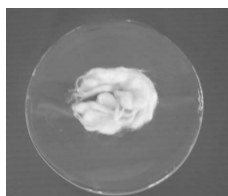


หลังจากผ่านขั้นตอนการเตรียมเส้นใย

(ข) เส้นใยจากป่านุ่น

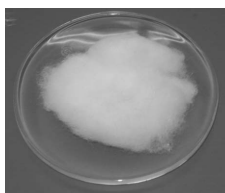


เริ่มต้น

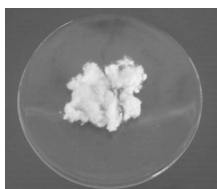


หลังจากผ่านขบวนการเตรียมเส้นใย

(ค) เส้นใยจากฝ้ายในประเทศ



(ง) สำลี



(จ) เส้นใยจากต่างประเทศที่ใช้การผลิต NC ในปัจจุบัน

รูปที่ 6 แสดงเส้นใยเซลลูโลสชนิดต่างๆ ก่อน และหลังจากผ่านขบวนการเตรียมเส้นใย

ตอนที่ 2 การตรวจสอบสมบัติเบื้องต้นของเส้นใย

ตารางที่ 1 แสดงค่าการละลายในสารละลาย 7.14% NaOH ของเส้นใยชนิดต่างๆ

ชนิดของฝ้าย	Solubility in 7.14 % NaOH (%)
ฝ้ายต่างประเทศ	3.49
ฝ้ายในประเทศ	5.27
นุ่น	6.29
อ้อย	5.66
สำลี	3.81

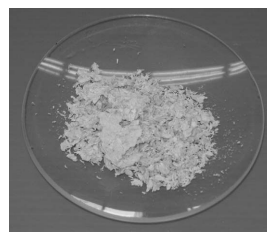
ตารางที่ 2 แสดงปริมาณ α -Cellulose, β -Cellulose และ γ -Cellulose ของเส้นใยชนิดต่าง ๆ

ชนิดของเส้นใย	% α cellulose	% β cellulose	% γ cellulose
ฝ้ายต่างประเทศ	99.1	0.5	0.4
ฝ้ายในประเทศ	89.1	9.9	1.0
นุ่น	71.1	16.5	12.4
สำลี	98.3	0.4	1.3

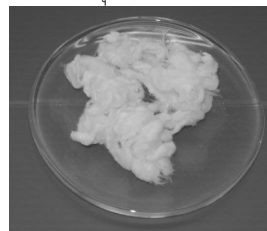
ตอนที่ 3 การทดลองทำปฏิกิริยาไนเตรชัน และการทดสอบการติดไฟของผลิตภัณฑ์ที่ได้



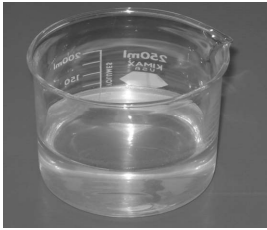
(ก) ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยจากขานอ้อยกับกรดผสม



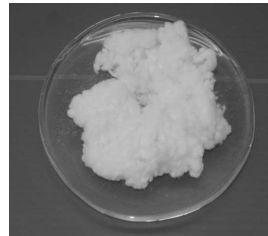
(ข) ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยจากนุ่นกับกรดผสม



(ค) ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยจากฝ้ายในประเทศกับกรดผสม



(ง) ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาระหว่างสาลีกับกรดผสม



(จ) ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังจากทำปฏิกิริยาระหว่างเส้นใย
จากต่างประเทศกับกรดผสม

รูปที่ 7 แสดงผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการทำปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยชนิดต่างๆ กับกรดผสม

หลังจากนำผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาในเตรชันไปทำให้แห้งแล้วทดสอบคุณสมบัติการติดไฟ พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างฝ้ายในประเทศกับกรดผสมมีความสามารถในการติดไฟใกล้เคียงกับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาของฝ้ายจากต่างประเทศกับกรดผสม สังเกตได้จากการติดไฟในปริมาณที่เท่ากัน พบว่าติดไฟเร็วมากจนไม่สามารถจับเวลาได้เหมือนกัน ในขณะที่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างขานอ้อยกับกรดผสมและนุ่นกับกรดผสมติดไฟยาก

สรุปผลการทดลอง

1. จากการศึกษพบว่าสาลีมีปริมาณ α - Cellulose มากที่สุด และใกล้เคียงกับปริมาณ α - Cellulose ที่พบในใยฝ้ายต่างประเทศ แต่อย่างไร

ก็ตามไม่สามารถสังเคราะห์ NC จากสาลีได้ เนื่องจากสาลีละลายหมดในกรดผสม ซึ่งอาจจะเป็นไปได้ว่า α - Cellulose ที่พบในสาลีเกิดการเสถียรภาพ (Degradation) เนื่องจากขบวนการผลิต ซึ่งเป็นเรื่องที่ต้องศึกษาต่อไป

2. เส้นใยฝ้ายในประเทศมีปริมาณ α - Cellulose ในเส้นใยรองลงมาจากสาลี และจากการทดลองพบว่าสามารถสังเคราะห์ NC จากเส้นใยฝ้ายในประเทศได้ ในขณะที่นุ่นและขานอ้อยมีปริมาณ α - Cellulose น้อยกว่าปริมาณ α - Cellulose ในเส้นใยฝ้ายต่างประเทศมาก ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองที่ยังไม่สามารถสังเคราะห์ NC จากนุ่น และขานอ้อยได้ในสภาวะการทดลองที่เหมือนกับการสังเคราะห์ NC จากเส้นใยฝ้ายต่างประเทศ

บรรณานุกรม

วิทยา บัณสุวรรณ, การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุระเบิดที่ไม่ใช่สำหรับอุตสาหกรรมเยื่อและกระดาษ, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
Ab Bofors, Nobelkrut. (1974). *Analytical methods for powders and explosives*, Bofors, Sweden.
Ministry of Defense. (1989). *Plant managers guide propellants plant*, Nobel's Explosives Co.Ltd.

Ministry of Defense. (1989). *Project analytical method book methods*, Nobel's explosives Co.Ltd.
Ministry of Defense. (1989). *Project analytical method book specifications*, Nobel's explosives Co.Ltd.
Urbanski, T. (1986). *Chemistry and technology of explosives vol.1-2*, Technical University Poland. New York.