

## บทที่ 6

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### สรุปผลการทดลอง

1. จากการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยที่สำคัญในการสังเคราะห์ซิลิกา-เจลนาโนคอมโพสิต ซึ่งได้แก่ ภาวะความเป็นกรด-ด่าง(น้ำบริสุทธิ์ HCl 0.1 M และ  $\text{NH}_4\text{OH}$  1.0 M)ในวัฏภาคสารละลายน้ำที่ใช้ในการสังเคราะห์ อัตราส่วนเชิงโมลของน้ำต่อเตตระอีทอกซีซิลีน( $r$ )ในช่วง 2 - 20 และปริมาณเจลนาตินที่ใช้ในการสังเคราะห์ในช่วง 1.7-14.0 %โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ในระบบ AOT/ไอโซออกเทน ที่ใช้ความเข้มข้นของ AOT 250 มิลลิโมลาร์ อัตราส่วนเชิงโมลของน้ำต่อAOTคงที่ที่ 30 ตลอดจนการทดลอง สามารถสรุปได้ดังนี้

1.1 อิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่าง: ค่าความเป็นกรด-ด่างมีผลต่อการเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการโซล-เจล

-ในภาวะที่เป็นกลาง(น้ำบริสุทธิ์) ปฏิกิริยารวมในกระบวนการโซล-เจลจะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ ทำให้ไม่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของระบบได้ภายใน 1 วัน

-ในภาวะที่เป็นกรด ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TEOS เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วทำให้เอทานอลที่เกิดขึ้นมีปริมาณมากส่งผลให้เกิดการแยกวัฏภาคขึ้นในระบบที่ใช้ปริมาณเจลนาตินต่ำเป็นวัฏภาคไมโครอิมัลชันที่เสถียรและวัฏภาคของกรดเอทานอลิก-ซิลิก ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการโซล-เจลในภาวะกรดจะมีลักษณะเป็นซิลิกาเจลที่เป็นก้อน (bulk silica gel)

-ในภาวะที่เป็นเบส ปฏิกิริยารวมในกระบวนการโซล-เจลจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วปฏิกิริยาคอนเดนเซชันจะเกิดขึ้นก่อนที่ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเสร็จสมบูรณ์ ในระบบที่ไม่มีเจลนาตินและที่มีปริมาณเจลนาตินต่ำผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเป็นผงอนุภาคสีขาวที่ไม่สามารถเกาะตัวกันเป็นเจลได้

งานวิจัยนี้เลือกใช้ภาวะที่เป็นกรดในการสังเคราะห์ซิลิกา-เจลนาโนคอมโพสิต

1.2 อิทธิพลของค่า  $r$ : จากการทดลองเพิ่มค่า  $r$  ในช่วง 2-20 ในระบบ AOT/HCl/ไอโซออกเทน เจลนาติน 1.7 %โดยน้ำหนักต่อปริมาตร สามารถสรุปได้ว่า ค่า  $r$  ที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและคอนเดนเซชันที่ตามมาเกิดได้เร็วขึ้น ( $r$  ในช่วง 4-15) เมื่อค่า  $r$  เพิ่มขึ้นถึงจุดหนึ่งอัตราการเกิดปฏิกิริยารวมจะลดลง( $r$  ในช่วง 15-20)เนื่องจากความเข้มข้นของ TEOS ที่เจือจางลงมากตามปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้น

1.3 อิทธิพลของปริมาณเจลาติน: จากการทดลองเพิ่มปริมาณเจลาตินในช่วง 1.7-14.0 %โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ในระบบ AOT/ HCl/ไอโซออกเทน ที่ค่า  $r=4$  สามารถสรุปได้ว่า ปริมาณเจลาตินมีผลต่อการแยกวัฏภาคออกเป็นวัฏภาคเจลและวัฏภาคของเหลวโดยงานวิจัยนี้เลือกใช้เจลาติน 8 %โดยน้ำหนักต่อปริมาตร เพื่อไม่ให้เกิดการแยกวัฏภาคในระหว่างการเกิดกระบวนการโซล-เจล

2. จากการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยที่สำคัญในการสังเคราะห์ซิลิกา-เจลาตินนาโนคอมโพสิต ในข้อ 1 งานวิจัยนี้เลือกใช้ปัจจัยดังนี้ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมลาร์ ที่ค่า  $r=4$  และเจลาติน 8%โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลักษณะของวัสดุเมื่อวิเคราะห์พื้นผิวด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่าพื้นผิวค่อนข้างเป็นเนื้อเดียวกันและคล้ายกับออร์แกนเจล เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET พื้นที่ผิวที่วัดได้มีค่าเพียง  $0.29 \text{ m}^2/\text{g}$  จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค  $\text{MAS}^{29}\text{Si NMR}$  โครงสร้างของซิลิกาที่เกิดขึ้นมีอัตราส่วนของ  $Q^2: Q^3: Q^4$  เป็น 1: 5: 2 ซึ่ง  $Q^3$  เป็นสปีชีส์ที่เด่นเป็นสัญลักษณ์ของอะตอมซิลิกอนที่ประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล 3 หมู่และซิลานอล 1 หมู่ ซึ่งแสดงถึงลักษณะของวัสดุซิลิกาค่อนข้างหนาแน่น

3. การศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดในการสังเคราะห์วัสดุซิลิกา-เจลาตินนาโนคอมโพสิตในระบบที่มีปริมาณเจลาตินสูง ( ออร์แกนเจลเด่น ) โดยทำการเพิ่มเบสแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ภายหลังการเร่งปฏิกิริยาด้วยกรดไฮโดรคลอริก 1 ชั่วโมง สรุปได้ว่าเมื่อเบสเพิ่มขึ้นปฏิกิริยารวมจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วสังเกตได้จากอัตราส่วนของ  $Q^3: Q^4$  ที่เพิ่มขึ้น ผลลัพธ์จากกระบวนการโซล-เจลจะค่อยๆเปลี่ยนจากลักษณะที่เป็นสายโพลีเมอร์ที่มีสาขาไปเป็นอนุภาคทำให้วัสดุที่สังเคราะห์ได้เกิดความไม่เป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น

4. การศึกษาสมบัติของซิลิกา-เจลาตินนาโนคอมโพสิตที่ได้เลือกสังเคราะห์ในแง่ของความเสถียรต่อการละลายตัวในน้ำ ตัวทำละลายอินทรีย์และความร้อน(จากข้อที่ 1)เพื่อใช้ในการตรึงเอนไซม์ไลเปส สรุปได้ว่า

4.1 ซิลิกา-เจลาตินนาโนคอมโพสิตมีความเสถียรต่อการละลายตัวในน้ำได้นานเป็นสัปดาห์โดยที่เจลจะบวมตัวประมาณ 2 เท่าแล้วค่อนข้างคงที่ เมื่อแยกเจลออกมาเจลมีลักษณะที่เหนียวถ้าบีบจะละเอียด

4.2 มีความเสถียรต่อการละลายตัวในตัวทำละลายอินทรีย์หลายชนิดได้แก่ ตัวทำละลายอัลเคนหลายชนิดและอะซิโตนโดยเมื่อแช่ไว้ในตัวทำละลาย 5 วันจะขยายตัวขึ้นประมาณ 2 เท่าเมื่อแยกเจลออกมา เจลที่แห้งจะหดตัวลงและมีลักษณะคล้ายกับก่อนที่จะแช่

4.3 มีความเสถียรต่อความร้อน สามารถทนอุณหภูมิได้สูงถึง 1200 องศาเซลเซียส โดยที่เจลาคินส่วนเกินจะถูกหลอมเหลวไปที่ 45 องศาเซลเซียสเท่านั้น เหลือแต่โครงสร้างของซิลิกาซึ่งมีลักษณะของอนุภาคทรงกลมปนอยู่กับเจลที่มีโครงสร้างต่อเนื่อง

5. การศึกษาความเป็นไปได้ในการประยุกต์ใช้วัสดุประเภทซิลิกา-เจลาคินนาโนคอมโพสิตเพื่อเป็นพาหะสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาชีวภาพ สรุปได้ดังนี้

5.1 การศึกษาความสามารถในการทำงานของเอนไซม์ตรึงรูปด้วยซิลิกา-เจลาคินนาโนคอมโพสิตพบว่าซิลิกา-เจลาคินนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้ขนาดประมาณ 10 ไมซ์สามารถใช้เป็นตัวพุงสำหรับการตรึงเอนไซม์ไลเปสจาก *Candida cylindracea* ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชันระหว่างเรซิมิกเมนทอลและเฮกซิลอะซิเตตได้และให้ค่าอัตราการเร่งปฏิกิริยาเริ่มต้นสูงถึง 100  $\mu\text{mol/ l-hr-g enz.}$  ซึ่งผลจากเอนไซม์อิสระมีค่าเพียง 66  $\mu\text{mol/ l-hr-g enz.}$  และเมื่อทดลองใช้เอนไซม์ตรึงรูปที่มีขนาดเล็กลง (ประมาณ 18 ไมซ์) อัตราการเร่งปฏิกิริยาเริ่มต้นสูงถึง 173  $\mu\text{mol/ l-hr-g enz.}$  แสดงว่าตัวพุงที่มีขนาดใหญ่ขึ้นขั้นตอนการถ่ายเทมวลสารจะกำหนดอัตราเร็วของปฏิกิริยา

5.2 จากการศึกษาความเสถียรของเอนไซม์ตรึงรูปต่อการเก็บ (storage stability) สรุปได้ว่าเอนไซม์ตรึงรูปสามารถรักษาแอกทิวิตี้ไว้ได้ภายหลังจากการเก็บเป็นเวลา 15 และ 35 วันในบรรยากาศโดยพบว่าแอกทิวิตี้เพิ่มขึ้นเป็น 134 และ 70% ตามลำดับ และพบว่าเอนไซม์อิสระสูญเสียแอกทิวิตี้ภายหลังจากการเก็บเป็นเวลา 15 และ 35 วันถึงประมาณ 51 และ 54% ตามลำดับ

### ข้อเสนอแนะ

1. ในการศึกษาถึงอิทธิพลของปัจจัยสำคัญในการสังเคราะห์ซิลิกา-เจลาคินนาโนคอมโพสิตที่มีผลต่อแอกทิวิตี้ของเอนไซม์ตรึงรูป การแปรค่าตัวแปร (เช่น ภาวะความเป็นกรด-ด่าง ค่า  $r$  และปริมาณเจลาคิน) ในการสังเคราะห์แต่ละครั้งหากสามารถทำได้ควรจะตรึงเอนไซม์ไปพร้อม ๆ กัน และนำเอนไซม์ตรึงรูปนั้นไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสม

2. งานวิจัยนี้ศึกษาภาวะความเป็นกรด-ด่างที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุซิลิกา-เจลาตินนาโนคอมโพสิตเพียง 3 ภาวะกว้างๆ เท่านั้น ต่อไปน่าจะมีการศึกษาที่ละเอียดเพิ่มขึ้น และในการสังเคราะห์ที่ใช้เจลาตินความเข้มข้นสูงน่าจะมีการศึกษาที่แปรค่าอัตราส่วนเชิงโมลของน้ำและสารลดแรงตึงผิว ( $W_0$ ) เพิ่มขึ้นถึงประมาณ 60 ซึ่งน่าจะทำให้การละลายของเจลาตินและวัสดุที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติที่ดีขึ้น

3. งานวิจัยนี้เป็นการทดลองเบื้องต้นที่ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ซิลิกา-เจลาตินนาโนคอมโพสิตเป็นตัวพองสำหรับการตรึงเอนไซม์ ซึ่งพบว่าเอนไซม์ตรึงรูปสามารถใช้งานได้ดีพอสมควรซึ่งงานวิจัยนี้มีได้ศึกษาถึงภาวะที่เหมาะสมต่อการทำงานของเอนไซม์ (optimum conditions) ที่น่าจะมีศึกษาต่อไป