บทที่ 3
วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 การสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำและพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

ในงานวิจัยนี้ พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำและพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล สังเคราะห์ขึ้นด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบควบแน่นโดยตรงด้วยสภาวะบัลค์ (bulk polymerization) วัสดุที่ใช้และรายละเอียดการสังเคราะห์มีดังนี้

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

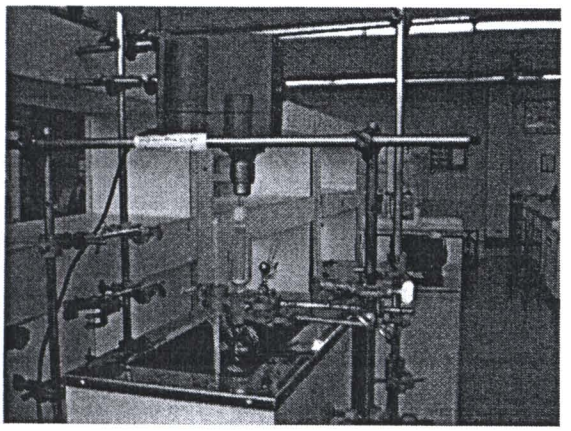
รายละเอียดและที่มาของวัสดุที่ใช้ในการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ชนิด หน้าที่ และแหล่งที่มาของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

วัสดุ	หน้าที่ / แหล่งที่มา
กรดแลคติก [80%-L-lactic acid, LA]	มอนอเมอร์เริ่มต้น /Aldrich
ไทเทเนียมบิวทอกไซด์ [99%-titanium (IV) butoxide, TNBT]	ตัวเร่งปฏิกิริยา / Acros
ไดเอทิลีนไกลคอล [99%-diethylene glycol, DEG]	โคมอนอเมอร์ / Acros
เมทานอล [methanol]	สารตกตะกอนพอลิเมอร์ / Carlo

3.1.2 กระบวนการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ

การสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำทำในขวดแก้วทำปฏิกิริยาชนิด 3 คอ ขนาด 100 มิลลิลิตร การสังเคราะห์เริ่มจากการเติมกรดแลคติกจำนวน 25 มิลลิลิตร ลงในขวดแก้วทำปฏิกิริยา ติดตั้งอุปกรณ์ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ

กำจัดน้ำออกจากกรดแลคติก ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 หรือ 2 ชั่วโมง หลังจากกำจัดน้ำแล้วเพิ่มอุณหภูมิไปที่ 170 องศาเซลเซียส และเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (0.1 หรือ 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร) ให้ปฏิกิริยาควบแน่นดำเนินไปตามเวลาที่กำหนดภายใต้ความดันบรรยากาศเท่ากับ 800 มิลลิบาร์

พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ต้องการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลนั้น สังเคราะห์โดยใช้มอนอเมอร์ผสมระหว่างกรดแลคติกกับไดเอทิลีนไกลคอลในขวดแก้วทำปฏิกิริยาชนิด 3 คอ ขนาด 100 มิลลิลิตร สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์เหมือนกับสภาวะการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำซึ่งให้น้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด โดยตัวแปรที่มีการปรับเปลี่ยน คือ ปริมาณของไดเอทิลีนไกลคอล ที่คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยโมลของกรดแลคติกที่ใช้

3.2 การสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิด

การสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดในงานวิจัยนี้ ใช้วิธีการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วยสารเชื่อมต่อสายโซ่ ซึ่งสารที่ใช้ คือ เฮกซาเมทิลีนไดไอโซไซยาเนต [1,6-hexamethylene diisocyanate, HMDI] จากบริษัท Acros

การสังเคราะห์เริ่มจากนำพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำหรือพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล ในปริมาณ 10 กรัม มาหลอมในหลอดแก้วที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นจึงเติม HMDI โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณของ HMDI และ/หรือ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.3 การตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ของพอลิแลคติกแอซิด

3.3.1 การหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิด

น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้นั้น วิเคราะห์โดยใช้เครื่องเจลเพอมิ-เอเบิลโครมาโตกราฟี (GPC/Agilant series) ใช้คลอโรฟอร์มเป็นสารชะ อัตราการไหลของสารชะ คือ 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที คงอุณหภูมิของคอลัมน์ไว้ที่ 40 องศาเซลเซียส ส่วนอุณหภูมิของเครื่องวิเคราะห์ผล (detector) เท่ากับ 35 องศาเซลเซียส ใช้พอลิสไตรีนมาตรฐาน (Shodek standard) ที่มีน้ำหนักโมเลกุล 6.59×10^4, 2.86×10^4, 9.68×10^3, 2.96×10^3 และ 1.30×10^3 กรัมต่อโมล สร้างกราฟมาตรฐาน เตรียมตัวอย่างพอลิแลคติกแอซิดโดยละลายในคลอโรฟอร์มที่ความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร และกรองก่อนที่จะนำไปฉีด

3.3.2 การตรวจสอบค่ากรด (acid value) ของพอลิแลคติกแอซิด

ค่ากรดในงานวิจัยนี้ หมายถึง น้ำหนักในหน่วยมิลลิกรัมของโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำให้ตัวอย่างพอลิเมอร์ 1 กรัม มีสมบัติเป็นกลางด้วยวิธีการไทเทรท การตรวจสอบทำโดยนำพอลิเมอร์ตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 1 กรัม มาละลายในตัวทำละลายผสมระหว่างคลอโรฟอร์มกับเมทานอล (อัตราส่วนผสมเท่ากับ 80:20) ปริมาณ 25 มิลลิลิตร แล้วไทเทรทด้วยสารละลายโปแตสเซียมไฮ-ดรอกไซด์ในเมทานอล เข้มข้น 0.01 N และใช้ฟีนอล์ฟทาลีน (phenolphthalein) เป็นตัวบ่งชี้การเปลี่ยนแปลงค่าพีเอช และคำนวณค่ากรดได้ตามสมการที่ 3.1

$$\text{mgKOH} = \frac{(V_{KOH} - V_{blank})(\text{ml}) \times MW_{KOH}(56.1056\ \text{g/N}) \times N_{KOH}(\text{N/l})}{Wt_{sample}} \qquad 3.1$$

โดย V_{KOH} คือ ปริมาตรในหน่วยมิลลิลิตรของสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรทสารละลายพอลิเมอร์ตัวอย่าง V_{blank} คือ ปริมาตรในหน่วยมิลลิลิตรของสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรทตัวทำละลายซึ่งไม่มีพอลิเมอร์ตัวอย่างอยู่ N_{KOH} คือ ความเข้มข้นของสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ในหน่วยนอร์มอล MW_{KOH} คือ น้ำหนักโมเลกุลของโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ และ Wt_{sample} คือ น้ำหนักของตัวอย่างในหน่วยกรัม

3.3.3 การตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของพอลิแลคติกแอซิด

นำพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ด้วยเทคนิคฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรสโคปี [Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) (Perkin-Elmer

/SPECTRUM GX] โดยเตรียมตัวอย่างอยู่ในรูปของเม็ดโปแตสเซียมโบรไมด์ (KBr pellet technique) ช่วงการบันทึกสเปกตรัมอยู่ในช่วงเลขคลื่น 400-4000 cm^{-1} และความละเอียดเท่ากับ 4 cm^{-1}

3.3.4 การวิเคราะห์ทรานซิชันทางความร้อนของพอลิแลคติกแอซิด

นำพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 10 มิลลิกรัม ไปใส่จานอะลูมิเนียม ตรวจหาทรานสิชันทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอรีเมตรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC, Perkin-Elmer DSC 7) โดยตรวจสอบที่อุณหภูมิตั้งแต่ 25 ถึง 250 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที