บทที่ 4
ผลการทดลองและการอภิปรายผลการทดลอง

4.1 ผลการตรวจสอบสมบัติของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ

4.1.1 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้ ณ สภาวะการทดลองต่าง ๆ

งานวิจัยนี้ศึกษาถึงตัวแปรต่าง ๆ ที่คาดว่าน่าจะส่งผลกระทบต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาแบบควบแน่นโดยตรงในสภาวะบัลค์ ซึ่งตัวแปรที่ศึกษาประกอบไปด้วย ระยะเวลาที่ใช้ในการกำจัดน้ำออกจากกรดแลคติก (dehydration time) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา [amount of catalyst] ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นนับจากเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (reaction time) และขั้นตอนการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst addition step)

ตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็นถึงผลของระยะเวลาที่ใช้ในการกำจัดน้ำ (ณ อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส) ที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุล เฉลี่ยโดยน้ำหนัก (weight average molecular weight, Mw) และเฉลี่ยโดยจำนวน (number average molecular weight, Mn) รวมทั้งผลที่มีต่อการกระจายน้ำหนักโมเลกุล (molecular weight distribution, MWD) ของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

ตารางที่ 4.1 ผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการกำจัดน้ำ (dehydration time) ที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิด

Batch	LA (ml)	TNBT (v/v %)	Dehydration time (h)	Reaction time (h)	Molecular weight (g/mol)		MWD
					Mw	Mn	
D-1	25	0.1	1	12	2667	1721	1.55
D-2	25	0.1	2	12	4614	2585	1.78
D-3	25	0.1	1	24	5325	2819	1.89
D-4	25	0.1	2	24	6703	4892	1.37
D-5	25	0.1	1	48	10108	5283	1.91
D-6	25	0.1	2	48	10928	6346	1.72

จากข้อมูลในตารางที่ 4.1 จะเห็นได้ว่า ระยะเวลาในการกำจัดน้ำมีผลต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ โดยระยะเวลาการกำจัดน้ำ 2 ชั่วโมง จะให้พอลิแลคติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงกว่า และผลที่ได้มีแนวโน้มเดียวกัน ไม่ว่าระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นจะเป็นเท่าใด ส่วนผลของระยะเวลาในการกำจัดน้ำต่อการกระจายน้ำหนักโมเลกุลนั้น ไม่มีแนวโน้มที่ชัดเจน อย่างไรก็ตามทุก ๆ การสังเคราะห์ให้การกระจายน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างแคบ

ตัวแปรที่ทำการศึกษาลำดับถัดมา คือ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยคงระยะเวลาในการกำจัดน้ำไว้ที่ 2 ชั่วโมง ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลของการปรับเปลี่ยนปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา [TNBT (v/v %)] ที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิด

Batch	LA (ml)	TNBT (v/v %)	Dehydration time (h)	Reaction time (h)	Molecular weight (g/mol)		MWD
					Mw	Mn	
C-1	25	0.1	2	12	4614	2585	1.78
C-2	25	0.2	2	12	6326	3553	1.78
C-3	25	0.1	2	24	6703	4892	1.37
C-4	25	0.2	2	24	8802	5147	1.71
C-5	25	0.1	2	48	10928	6346	1.72
C-6	25	0.2	2	48	12048	8827	1.36

ข้อมูลในตารางที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่า ปริมาณตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่สูงขึ้นมีผลให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มีค่าสูงขึ้น และผลที่ได้มีแนวโน้มเดียวกัน ไม่ว่าระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นจะเป็นเท่าใด ส่วนผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีต่อการกระจายน้ำหนักโมเลกุลนั้น ไม่มีแนวโน้มที่ชัดเจน อย่างไรก็ตามทุก ๆ การสังเคราะห์ให้การกระจายน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างแคบ

จากข้อมูลที่กล่าวไปในตารางที่ 4.1-2 จะเห็นได้ว่า ระยะเวลาในการกำจัดน้ำออกจากกรดแลคติกที่เหมาะสม คือ 2 ชั่วโมง และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม คือ 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร (v/v %) ดังนั้นจึงใช้ระยะเวลาการกำจัดน้ำและปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวในการศึกษาถึงผลของระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิด

ผลของระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น ณ อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียสต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น (condensation reaction time) ที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิด

Batch	LA (ml)	TNBT (v/v %)	Dehydration time (h)	Reaction time (h)	Molecular weight (g/mol)		MWD
					Mw	Mn	
RT-1	25	0.2	2	4	3489	2599	1.34
RT-2	25	0.2	2	8	4153	3011	1.38
RT-3	25	0.2	2	12	6326	3553	1.78
RT-4	25	0.2	2	16	7852	4228	1.86
RT-5	25	0.2	2	20	8549	4357	1.96
RT-6	25	0.2	2	24	8802	5147	1.71
RT-7	25	0.2	2	48	12048	8827	1.36

จากผลการทดลองที่แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติก-แอซิดที่สังเคราะห์ได้มีค่าเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น และได้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงสุดเท่ากับ 12,048 กรัมต่อโมล ค่าการกระจายน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 1.36 เมื่อใช้ระยะเวลาในการกำจัดน้ำ 2 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นเท่ากับ 48 ชั่วโมง

ลำดับถัดมาเป็นการศึกษาว่า น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดนั้นสามารถเพิ่มให้สูงขึ้นโดยไม่ต้องเพิ่มระยะเวลาในการสังเคราะห์ให้นานกว่า 48 ชั่วโมงได้หรือไม่ โดยเลือกปฏิกิริยาที่ RT-6 ซึ่งสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ ใช้ระยะเวลาในการกำจัดน้ำ 2 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นเท่ากับ 24 ชั่วโมง และพอลิ-แลคติกแอซิดที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 8,802 กรัมต่อโมล มาเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่ม โดยเติมต่อเนื่องเป็นขั้นที่ 2 และปรับเปลี่ยนระยะเวลาหลังจากเติมตัวเร่งปฏิกิริยาขั้นที่ 2 ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลของการเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (โดยเติมเป็นขั้นที่ 2) และผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นหลังจากเติมตัวเร่งปฏิกิริยาขั้นที่สองที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิด (ระยะเวลาในการกำจัดน้ำเท่ากับ 2 ชั่วโมง)

Batch	LA (ml)	1st Step		2nd Step		Molecular weight (g/mol)		MWD
		TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	Mw	Mn	
RT-6	25	0.2	24	-	-	8802	5147	1.71
2S-1	25	0.2	24	0.1	4	9629	6229	1.55
2S-2	25	0.2	24	0.1	8	12821	9352	1.37
2S-3	25	0.2	24	0.1	12	14387	11847	1.21
2S-4	25	0.2	24	0.1	18	17048	12946	1.32
2S-5	25	0.2	24	0.1	19.5	11209	1719	6.26
2S-6	25	0.2	24	0.1	21	10318	1851	5.58
2S-7	25	0.2	24	0.1	22.5	9605	1578	6.09
2S-8	25	0.2	24	0.1	24	6473	2085	3.10

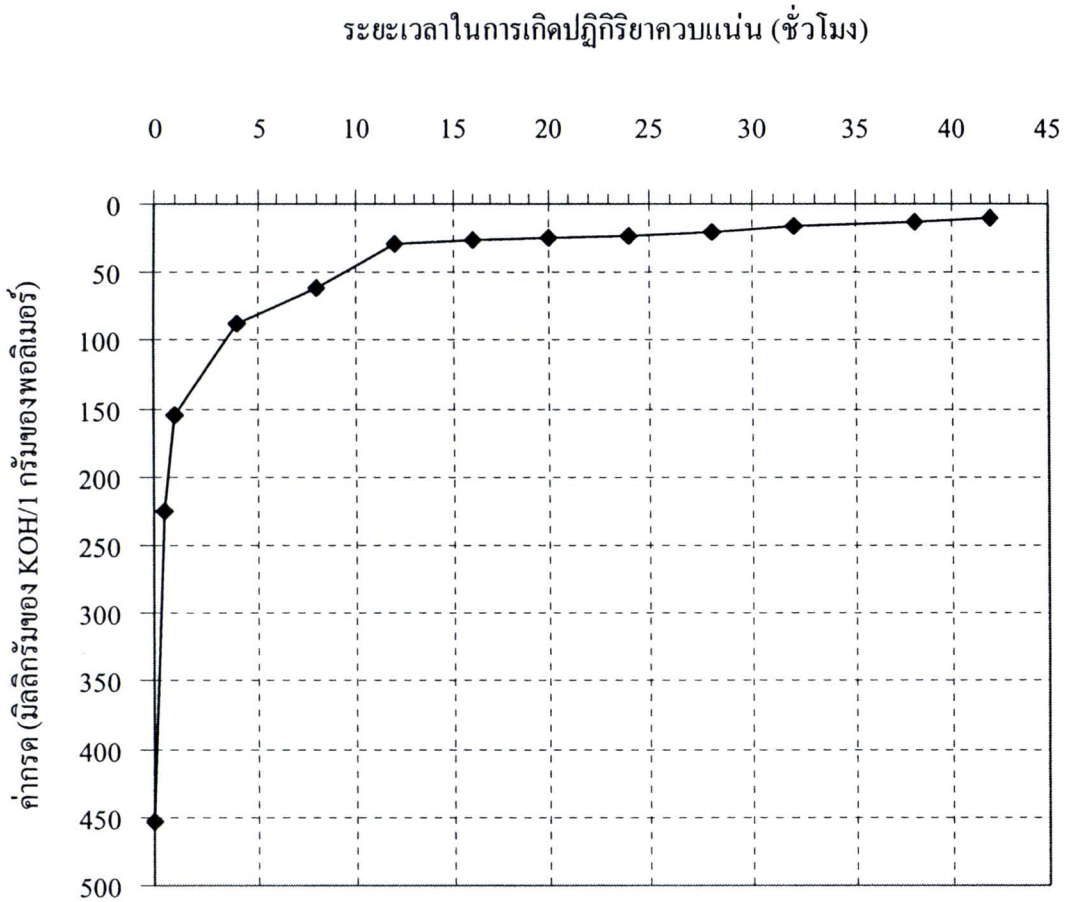
เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้ในตารางที่ 4.4 กับผลที่ได้จากปฏิกิริยาที่ RT-6 (ข้อมูลจากตารางที่ 4.3) จะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาอีก 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และปล่อยให้ปฏิกิริยาการควบแน่นดำเนินไปตามระยะเวลาต่าง ๆ นั้น น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ ตามเวลาที่เพิ่มขึ้นจนกระทั่งระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นขั้นที่ 2 เท่ากับ 18 ชั่วโมง จึงได้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดเท่ากับ 17,048 กรัมต่อโมล แต่เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นต่อไปอีก น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดลดลงเรื่อย ๆ และการกระจายน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างกว้าง ดังนั้น สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำในงานวิจัยนี้ คือ การสังเคราะห์แบบที่ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโดยรวมเท่ากับ 0.3 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร โดยแบ่งการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 2 ขั้น และระยะเวลาในการสังเคราะห์โดยรวมเท่ากับ 42 ชั่วโมง ซึ่งตรงกับปฏิกิริยาที่ 2S-4 ในตารางที่ 4.4

4.1.2 ผลการติดตามการดำเนินไปของปฏิกิริยาที่ให้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด

การติดตามการดำเนินไปของปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่ให้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำซึ่งแสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด (ปฏิกิริยาที่ 2S-4 ในตารางที่ 4.4) ทำโดยตรวจสอบค่ากรด (acid value) ของพอลิเมอร์ ณ เวลาการควบแน่นต่าง ๆ กัน ซึ่ง ค่ากรด หมายถึงปริมาณมิลลิกรัมของโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อจำนวนกรัมของพอลิเมอร์ (mg KOH /g polymer) ที่ได้ ณ เวลาต่าง ๆ ของปฏิกิริยาการควบแน่น โดยแสดงค่ากรดที่ได้ไว้ในตารางที่ 4.5 และแสดงเปรียบเทียบในลักษณะกราฟเส้นตามรูปที่ 4.1

ตารางที่ 4.5 ค่ากรดของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ ณ เวลาต่าง ๆ หลังจากเติมตัวเร่งปฏิกิริยา TNBT

ระยะเวลาการดำเนินไปของปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ค่ากรดที่ได้
0	453.16
0.5	224.91
1	155.52
4	87.64
8	60.71
12	29.08
16	25.70
20	24.13
24	22.99
28	21.13
32	16.70
38	13.33
42	10.72



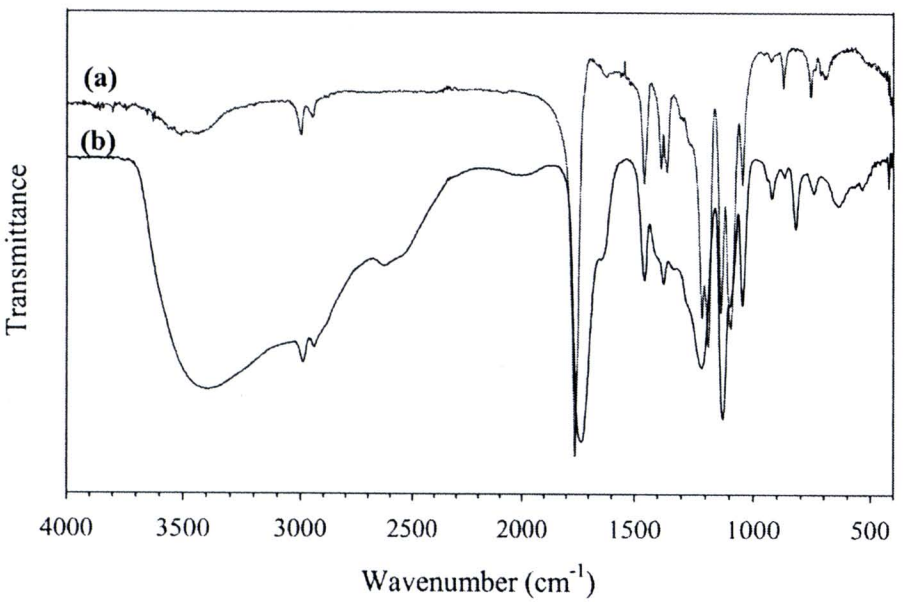
รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่ากรดกับระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นของกรดแลคติก

ผลการตรวจสอบค่ากรดแสดงให้เห็นว่า ค่ากรดลงลงตามการเพิ่มขึ้นของระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น และในช่วงเริ่มต้นของปฏิกิริยา (ในช่วง 1 ชั่วโมงแรก) ค่ากรดลดลงอย่างรวดเร็ว ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณหมู่ฟังก์ชันที่ว่องไวต่อปฏิกิริยามีค่าสูง หลังจากปฏิกิริยาดำเนินไปเกิน 12 ชั่วโมง ค่ากรดลดลงอย่างช้า ๆ ผลที่ได้นี้อาจมีสาเหตุมาจากความหนืดที่สูงขึ้นของระบบและความเข้มข้นของหมู่ฟังก์ชันมีค่าลดลง

4.1.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดด้วยเทคนิค FTIR

รูปที่ 4.2 แสดง FTIR สเปกตรัมของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดเทียบกับสเปกตรัมของกรดแลคติก จะเห็นได้ว่า พีคของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ที่ตำแหน่งประมาณ 3500 cm^{-1} ของพอลิแลคติกแอซิด มีขนาดลดลงจากขนาดพีคของกรดแลคติก และพีค

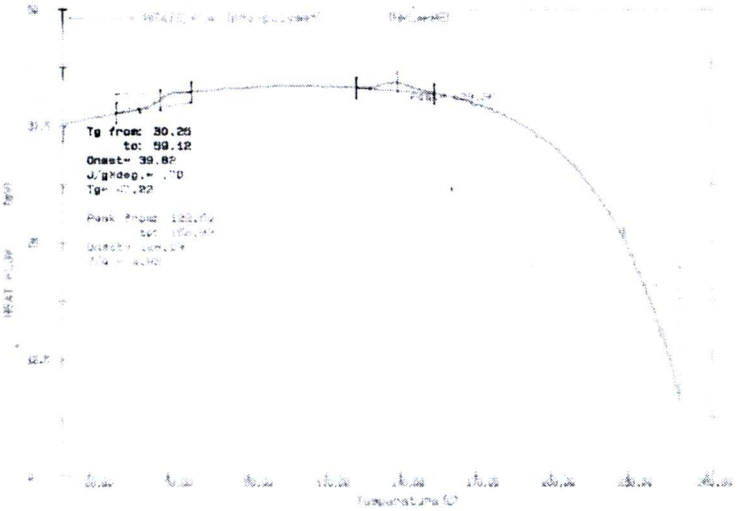
ของหมู่คาร์บอนิล(-C=O) ที่ตำแหน่ง 1756 cm^{-1} ยังต่างกันด้วย ทั้งนี้เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลเกิดปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอกซิลและได้เป็นเอสเทอร์ นอกจากนี้ลักษณะพีคเฉพาะของพอลิแลคติกแอซิดปรากฏที่ตำแหน่งอื่น ๆ อีก ดังนี้ พีค ตำแหน่ง 2998 cm^{-1} คือ stretching ของหมู่ -CH- ตำแหน่ง 1457 cm^{-1} คือ bend ของหมู่เมทิล ($-CH_3$) และตำแหน่ง 1093 cm^{-1} คือ -C-O- stretching



รูปที่ 4.2 FTIR สเปกตรัมของ (a) พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด และ (b) กรดแลคติก

4.1.4 ผลการวิเคราะห์ทรานสิชันทางความร้อนของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดด้วยเครื่อง DSC

ผลการวิเคราะห์ทรานสิชันทางความร้อนของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำแสดงไว้ในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ลักษณะกราฟ DSC ของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด

จากรูปที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่สังเคราะห์ได้ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ที่ประมาณ 17000 กรัม/โมล นั้น แสดงอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว (T_g) และ อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) โดยมีค่า T_g เท่ากับ 47.22 องศาเซลเซียส และ มีค่า T_m ประมาณ 139.36 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตามอุณหภูมิหลอมเหลวของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำไม่ชัดเจนนัก

4.1.5 ผลการตรวจสอบการผลิตได้ซ้ำ (repeatability) ของวิธีการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด

เพื่อตรวจสอบว่าวิธีการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ให้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด (Batch ที่ 2S-4) นั้น สามารถผลิตได้ซ้ำหรือไม่และเปอร์เซ็นต์พอลิเมอร์ที่ได้เป็นอย่างไร จึงได้ทำการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดด้วยสภาวะที่ให้น้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดเป็นจำนวน 12 ครั้ง ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.6

ห้องสมุดงานวิจัย

ตารางที่ 4.6 ผลการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดด้วยสภาวะที่ให้น้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดจำนวน 12 ครั้ง

Batch	LA (ml)	1st Step		2nd Step		Molecular weight (g/mol)		MWD	Yield (%)
		TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	Mw	Mn		
2S-4-1	25	0.2	24	0.1	18	17712	12910	1.37	47.25
2S-4-2	25	0.2	24	0.1	18	16916	12386	1.37	48.15
2S-4-3	25	0.2	24	0.1	18	15332	10942	1.40	49.23
2S-4-4	25	0.2	24	0.1	18	16364	12510	1.31	47.34
2S-4-5	25	0.2	24	0.1	18	17443	13204	1.32	48.64
2S-4-6	25	0.2	24	0.1	18	17974	13709	1.31	47.98
2S-4-7	25	0.2	24	0.1	18	14957	10332	1.45	47.82
2S-4-8	25	0.2	24	0.1	18	15915	12455	1.28	47.75
2S-4-9	25	0.2	24	0.1	18	15913	12635	1.26	47.34
2S-4-10	25	0.2	24	0.1	18	17252	13747	1.26	47.28
2S-4-11	25	0.2	24	0.1	18	17316	13704	1.27	48.09
2S-4-12	25	0.2	24	0.1	18	15316	12028	1.27	48.25
Average						**16534**	**12547**	**1.32**	**47.93**
Standard Deviation						**1035**	**1065**	**0.06**	**0.60**
%Relative Standard Deviation						**6.26**	**8.49**	**4.69**	**1.26**

จากผลที่แสดงไว้ในตารางที่ 4.6 จะเห็นได้ว่าสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดนั้น เป็นวิธีที่ให้ผลซ้ำ (repeatability) ดังนั้น จัดได้ว่าเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่เชื่อถือได้

4.2 ผลการตรวจสอบสมบัติของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลนั้น สังเคราะห์ขึ้นเพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเชื่อมต่อสายโซ่ด้วยไดไอโซไซยาเนตกับพอลิแลคติกแอซิดที่ไม่ผ่านการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลาย การสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่

ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลนั้นใช้สภาวะการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำซึ่งให้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด ตัวแปรที่มีการปรับเปลี่ยน คือ ปริมาณของไดเอทิลีนไกลคอล (diethylene glycol, DEG) คิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยโมลของกรดแลคติกที่ใช้

4.2.1 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

ข้อมูลน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งสังเคราะห์ได้จากการปรับเปลี่ยนปริมาณของไดเอทิลีนไกลคอลแสดงไว้ในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ผลการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วยสภาวะการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด และปรับเปลี่ยนโมลเปอร์เซ็นต์ของไดเอทิลีนไกลคอล (ปริมาณกรดแลคติกที่ใช้เท่ากับ 25 มิลลิลิตร)

Batch	DEG (mol %)	1st Step		2nd Step		Yield (%)	Molecular weight (g/mol)		MWD
		TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	TNBT (v/v %)	Reaction time (h)		Mw	Mn	
DEG-1	0.5	0.2	24	0.1	18	41.32	9222	5195	1.78
DEG-2	1.0	0.2	24	0.1	18	35.58	9327	5801	1.61
DEG-3	1.5	0.2	24	0.1	18	28.80	9838	6622	1.49
DEG-4	2.0	0.2	24	0.1	18	27.19	8824	6429	1.37
DEG-5	2.5	0.2	24	0.1	18	20.35	8757	6802	1.29

จากผลการทดลองที่แสดงไว้ในตารางที่ 4.7 จะเห็นได้ว่า การเติมไดเอทิลีนไกลคอลลงไปในปฏิกิริยาควบแน่นกรดแลคติกแอซิดนั้น มีผลให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ได้ลดลงเมื่อเทียบกับกรณีที่ใช้เพียงกรดแลคติกเพียงอย่างเดียว (Batch ที่ 2S-4 พอลิแลคติกแอซิดที่ได้มี Mw = 17048 และ Mn = 12946) และโดยทั่วไป น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ได้มีแนวโน้มลดลงตามปริมาณที่เพิ่มขึ้นของไดเอทิลีนไกลคอล ผลที่ได้นี้เป็นเรื่องปกติเนื่องจากการมีหมู่ไฮดรอกซิลมากเกินพอจะมีผลให้ปฏิกิริยาควบแน่นหยุดเร็วขึ้น และมีผลให้เปอร์เซ็นต์พอลิเมอร์ที่ได้ (% yield) ลดลงด้วยเช่นกัน

4.2.2 ค่ากรด (acid value) ของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

การตรวจสอบว่าหมู่คาร์บอกซิลด้านปลายของสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดถูกปรับเปลี่ยนเป็นหมู่ไฮดรอกซิลนั้น ทำโดยหาค่ากรดของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยการเติมไดเอทีลีนไกลคอลลงในปฏิกิริยาควบแน่นของกรดแลคติกเทียบกับพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาควบแน่นกรดแลคติกเพียงอย่างเดียว ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ค่ากรดของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาควบแน่นไดเอทิลีนไกลคอลร่วมกับกรดแลคติกเทียบกับค่ากรดของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาควบแน่นกรดแลคติกเพียงอย่างเดียว (ปริมาณกรดแลคติกเท่ากับ 25 มิลลิลิตร)

Batch	DEG (mol %)	1st Step		2nd Step		Acid value (mg KOH/g polymer)
		TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	
2S-4	-	0.2	24	0.1	18	10.72 ± 0.14
DEG-1	0.5	0.2	24	0.1	18	9.63 ± 0.20
DEG-2	1.0	0.2	24	0.1	18	8.18 ± 0.28
DEG-3	1.5	0.2	24	0.1	18	5.35 ± 0.09
DEG-4	2.0	0.2	24	0.1	18	4.05 ± 0.31
DEG-5	2.5	0.2	24	0.1	18	1.64 ± 0.07

จากผลที่แสดงไว้ในตารางที่ 4.8 จะเห็นได้ว่า ค่ากรดมีค่าลดลงเรื่อย ๆ ตามการเพิ่มขึ้นของไดเอทิลีนไกลคอล การลดลงของค่ากรดบ่งชี้ว่า หมู่คาร์บอกซิลด้านปลายของสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดถูกปรับเปลี่ยนเป็นหมู่ไฮดรอกซิลเพิ่มมากขึ้น

เมื่อพิจารณาจากเปอร์เซ็นต์พอลิเมอร์ที่ได้ (%yield) ค่ากรด และน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลแล้ว พบว่าสภาวะการเตรียมตาม Batch ที่ DEG-3 ซึ่งใช้ DEG เท่ากับ 1.5 mol % นั้น มี %yield และค่ากรดอยู่ในระดับกลางเมื่อเทียบกับสภาวะอื่น ๆ และน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ได้ไม่ต่ำจนเกินไปนัก ดังนั้นจึงเลือกใช้ปริมาณ DEG = 1.5 mol % สำหรับเตรียมพอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลในปริมาณเพิ่มขึ้นและนำไปเชื่อมต่อด้วยไดไอโซไซยาเนตต่อไป ตารางที่ 4.9 แสดงผลการสังเคราะห์พอลิ-

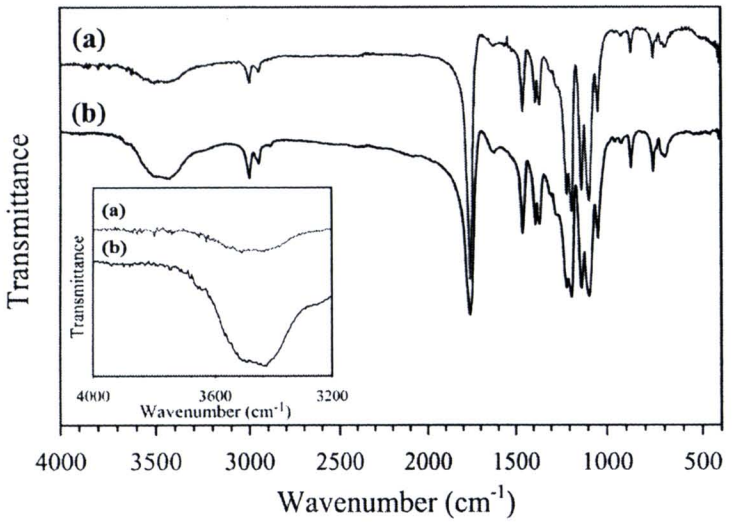
แลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งใช้ปริมาณ DEG = 1.5 mol % จำนวน 5 ครั้ง

ตารางที่ 4.9 ผลการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลโดยใช้ปริมาณ DEG = 1.5 mol %

Batch	LA (ml)	1st Step		2nd Step		Molecular weight (g/mol)		MWD	Yield (%)
		TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	TNBT (v/v %)	Reaction time (h)	Mw	Mn		
DEG-3-1	25	0.2	24	0.1	18	9559	7749	1.28	29.81
DEG-3-2	25	0.2	24	0.1	18	10772	8581	1.26	25.46
DEG-3-3	25	0.2	24	0.1	18	11465	8923	1.28	28.88
DEG-3-4	25	0.2	24	0.1	18	9964	8042	1.13	29.16
DEG-3-5	25	0.2	24	0.1	18	12191	9105	1.28	30.00
Average						10790	8480	1.24	28.66
Standard Deviation						1074	575	0.06	1.84
%Relative Standard Deviation						9.95	6.78	4.84	6.42

4.2.3 ผลการตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วยเทคนิค FTIR

รูปที่ 4.4 แสดง FTIR สเปกตรัมของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลเทียบกับพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยสภาวะเดียวกัน



รูปที่ 4.4 FTIR สเปกตรัมของ (a) พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ (b) พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

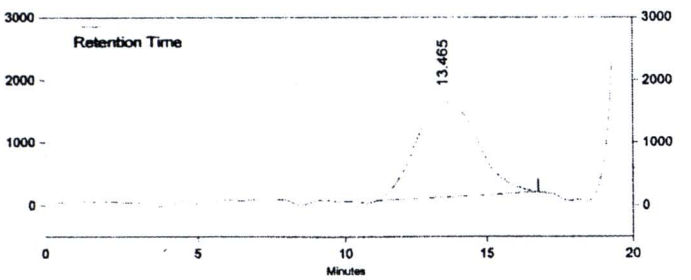
ผล FTIR ที่แสดงไว้ในรูปที่ 4.4 ชี้ให้เห็นว่า พอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลนั้น มีลักษณะสเปกตรัมโดยส่วนใหญ่คล้ายกับพอลิแลคติกแอซิด มีเพียงพีคตำแหน่งประมาณ 3500 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคที่แสดงการ stretching ของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) เท่านั้นที่ค่อนข้างใหญ่กว่าพีคของพอลิแลคติกแอซิด แสดงให้เห็นถึงการเพิ่มขึ้นของหมู่ไฮดรอกซิล

4.3 ผลการตรวจสอบสมบัติของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วยเฮกซาเมทิลีนไดไอโซไซยาเนต (Hexamethylene diisocyanate, HMDI)

ในการวิจัยนี้ ศึกษาถึงการเตรียมพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงด้วยการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด (Mw โดยเฉลี่ยเท่ากับ 16534 กรัม/โมล) หรือเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI โดยทำปฏิกิริยาในหลอดแก้ว ณ อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส และกวนด้วยความเร็วประมาณ 100 รอบต่อนาที ตัวแปรที่ศึกษาประกอบไปด้วย ระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อ และอัตราส่วนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลกับหมู่ไอโซไซยาเนต

4.3.1 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยาเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI

ตัวอย่าง GPC โครมาโตแกรมของพอลิแลคติกแอซิดที่เชื่อมต่อด้วย HMDI แสดงไว้ในรูปที่ 4.5 และผลสรุปน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกที่เตรียมได้จากปฏิกิริยาการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ณ สภาวะต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 4.10



รูปที่ 4.5 GPC โครมาโตแกรมของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยาการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI ด้วยอัตราส่วนระหว่าง OH/NCO เท่ากับ 1:2 และเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อเท่ากับ 1 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.10 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่เตรียมได้จากปฏิกิริยาการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิ-แลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI

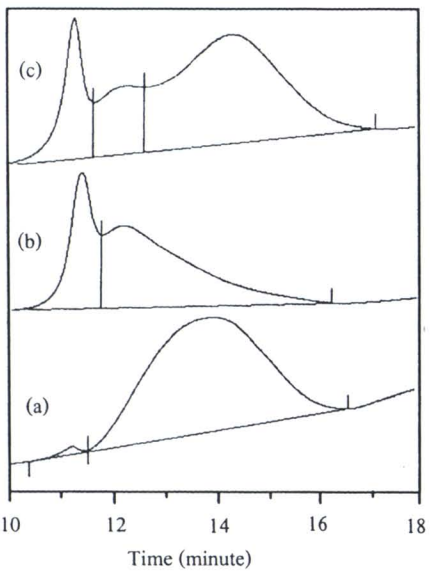
Batch	OH/NCO	Linking time (min)	Molecular weight (g/mol)		MWD
			Mw	Mn	
PLA-1:1-1	1:1	30	22499	16329	1.38
PLA-1:1-2	1:1	45	24180	18227	1.33
PLA-1:1-3	1:1	60	24575	19152	1.28
PLA-1:2-1	1:2	30	30499	22329	1.36
PLA-1:2-1	1:2	45	31499	22329	1.41
PLA-1:2-1	1:2	60	32566	23413	1.39
PLA-1:2-1	1:2	120	20749	13353	1.55

ผลการทดลองที่ได้ตามตารางที่ 4.10 แสดงให้เห็นว่า น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอัตราส่วนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิล (OH) และไอโซไซยาเนต (NCO) และที่อัตราส่วน OH/NCO คงที่ น้ำหนักโมเลกุลมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามการเพิ่มขึ้นของ

ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อ การกระจายน้ำหนักโมเลกุลของทุกสภาวะอยู่ในช่วงที่ค่อนข้างแคบ อย่างไรก็ตาม ถึงแม้ว่าน้ำหนักโมเลกุลจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาในการทำปฏิกิริยา แต่ถ้าใช้เวลานานเกินไปก็อาจมีผลให้น้ำหนักโมเลกุลลดลง ดังเช่น กรณีที่ใช้อัตราส่วน OH/NCO เท่ากับ 1:2 การเพิ่มเวลาจาก 1 ชั่วโมงเป็น 2 ชั่วโมง มีผลให้น้ำหนักโมเลกุลลดลงและการกระจายน้ำหนักโมเลกุลมีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งสายโซ่พอลิเมอร์อาจถูกตัดให้สั้นลงเมื่อได้รับความร้อนเป็นเวลานานเกินไป ดังนั้น ในการวิจัยนี้ สภาวะการทดลองที่ให้น้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด (Mw = 32566 กรัม/โมล) คือ การใช้อัตราส่วนระหว่าง OH/NCO เท่ากับ 1:2 และระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อเท่ากับ 1 ชั่วโมง แต่พอลิแลคติก-แอซิดที่ได้ยังมีน้ำหนักโมเลกุลสูงไม่เพียงพอต่อการนำไปใช้งานในกรณีทำเป็นผลิตภัณฑ์โดยตรง

4.3.2 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยาเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI

จากผลการทดลองตามที่กล่าวไปในหัวข้อ 4.3.1 ระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อที่เหมาะสม คือ 1 ชั่วโมง ดังนั้น ในการศึกษานี้ จึงคงเวลาของปฏิกิริยาเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI ไว้ที่ 1 ชั่วโมง และปรับเปลี่ยนอัตราส่วน OH/NCO รูปที่ 4.6 แสดง GPC โครมาโตแกรมของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้ ณ สภาวะการทดลองต่าง ๆ



รูปที่ 4.6 GPC โครมาโตแกรมของพอลิแลคติกแอซิดที่เตรียมจากปฏิกิริยาการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI ที่อัตราส่วน OH/NCO เท่ากับ (a) 1:1 (b) 1:2 และ (c) 1:2.5

ผล GPC โครมาโตรแกรมแสดงให้เห็นว่า เมื่อเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล โดยทำปฏิกิริยาในหลอดแก้ว ณ อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส นั้นมีแนวโน้มได้พอลิแลคติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงซึ่งสอดคล้องกับพีคแรกที่ปรากฏบน GPC แต่สัดส่วนของพอลิเมอร์น้ำหนักโมเลกุลสูงที่ได้จะเปลี่ยนไปเมื่อเปลี่ยนอัตราส่วน OH/NCO น้ำหนักโมเลกุลที่สูงที่สุดและสัดส่วนของพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลนั้น ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 น้ำหนักโมเลกุลที่สูงที่สุดและสัดส่วนของพอลิแลคติกแอซิดที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลนั้น ๆ จากปฏิกิริยาการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI

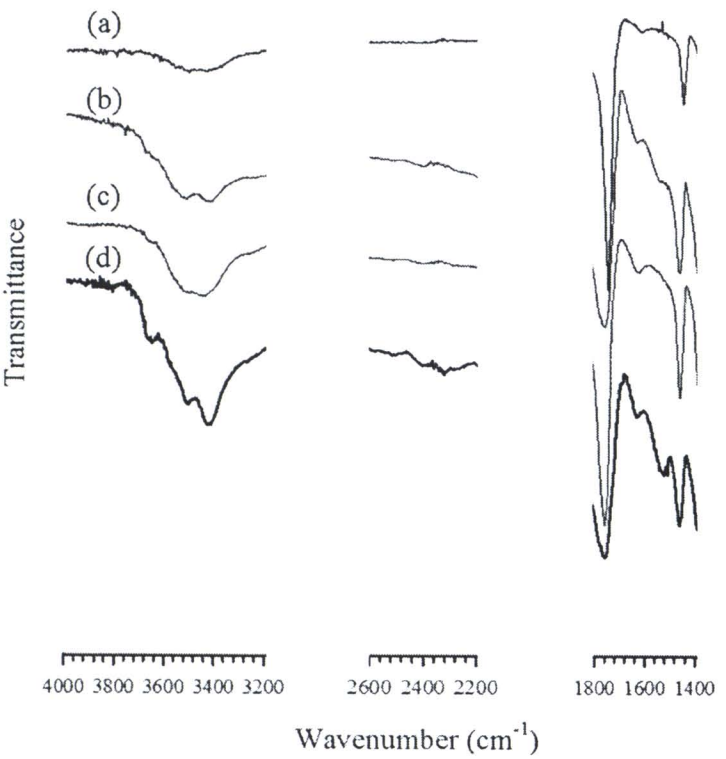
Batch	OH/NCO	Linking time (min)	Molecular weight (g/mol)		Polymer with the highest MW (%)
			Mw	Mn	
PLA-DEG-1:1	1:1	60	126,606	121,249	1.07
PLA-DEG-1:2	1:2	60	93,097	90,295	33.66
PLA-DEG-1:2.5	1:2.5	60	99,062	95,898	18.24

จากผลการทดลองที่แสดงไว้ในตารางที่ 4.11 จะเห็นได้ว่า สัดส่วน OH/NCO ที่ให้สัดส่วนของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงมากที่สุด คือ 1:2 ดังนั้นอัตราส่วนนี้จึงเหมาะสมที่สุดในการเตรียมพอลิแลคติกแอซิดจากการเชื่อมต่อสายโซ่ด้วย HMDI นอกจากนี้ยังชี้ให้เห็นอีกด้วยว่า การเปลี่ยนหมู่ด้านปลายของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำเป็นหมู่ไฮดรอกซิลจะให้ประสิทธิภาพการเชื่อมต่อสูงกว่ากรณีไม่เปลี่ยน เมื่อเปรียบเทียบกับผลการทดลองที่ได้ในหัวข้อ 4.3.1

การเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่มีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล ด้วยวิธีที่ไม่ยุ่งยากที่ใช้ในงานวิจัยนี้ มีแนวโน้มที่จะสามารถผลิตพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงได้โดยเพิ่มเทคนิคการแยกตามน้ำหนักโมเลกุลเข้ามา

4.3.3 เปรียบเทียบ FTIR สเปกตรัมของพอลิแลกติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิ - แลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI

รูปที่ 4.7 แสดงการเปรียบเทียบ FTIR สเปกตรัมของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล กับพอลิแลคติกซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI (OH/NCO = 1:2 และระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อเท่ากับ 1 ชั่วโมง)



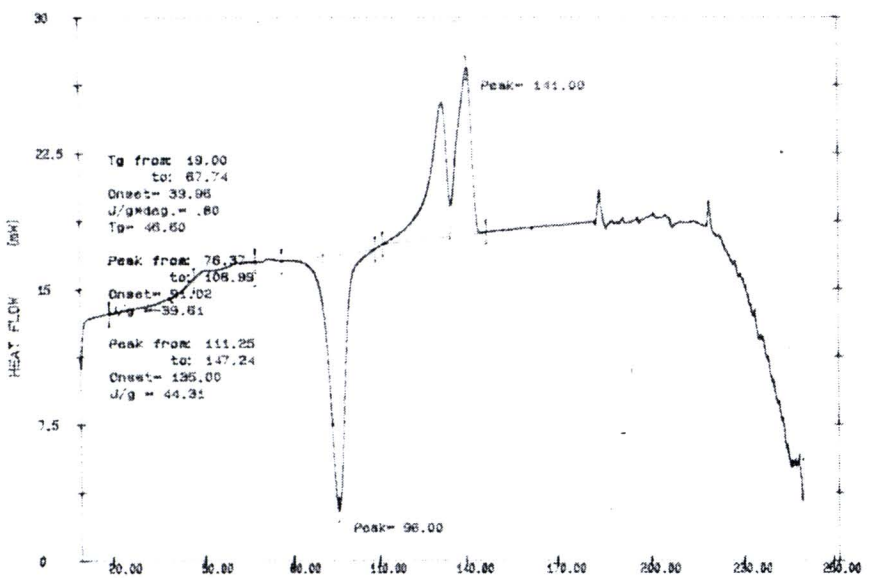
รูปที่ 4.7 FTIR สเปกตรัมของ (a) พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ (b) พอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI (c) พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล และ (d) พอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นไฮดรอกซิลด้วย HMDI

ผล FTIR ที่ได้ตามรูป 4.7 แสดงให้เห็นว่า เมื่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำทำปฏิกิริยากับ HMDI พีคในช่วง 3600 -3300 cm^{-1} มีความกว้างโดยรวมเพิ่มมากขึ้น ความกว้างของพีคที่เพิ่มขึ้นเกิดจากการซ้อนทับกันของพีค ณ ตำแหน่ง 3500 cm^{-1} ที่แสดงการยืด (stretching) ของหมู่ไฮ-

ดรอกซิล (-OH) และพีค NH ของหมู่ยูรีเทน ณ ตำแหน่งประมาณ 3400 cm^{-1} การปรากฏพีค NH ของหมู่ยูรีเทนยืนยันการเกิดปฏิกิริยาของ HMDI กับพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ เมื่อเปรียบเทียบรูปที่ 4.7(b) และ 4.7(d) จะเห็นได้ว่า พีค NH ของหมู่ยูรีเทนที่ตำแหน่ง 3400 cm^{-1} และ 1540 cm^{-1} ของพอลิ-แลคติกแอซิดที่เกิดจากการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI จะมีความชัดเจนของพีคมากกว่ากรณีการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล นอกจากนี้พอลิแลคติกแอซิดชนิดดังกล่าวนี้ยังแสดงให้เห็นพีค ณ ตำแหน่งประมาณ 2360 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคการยืด (stretching) ของหมู่ NCO ด้วย ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำเป็นหมู่ไฮดรอกซิลมีผลให้ประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยากับ HMDI สูงขึ้น

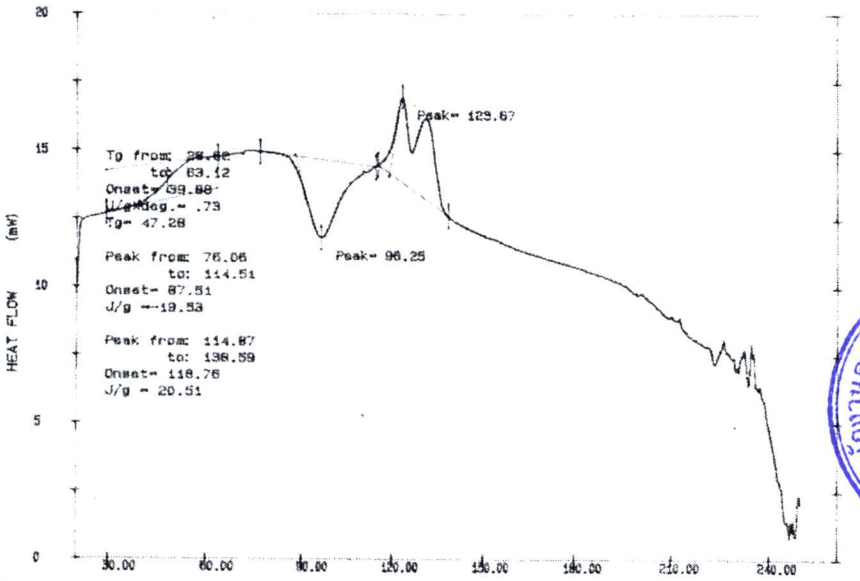
4.3.4 ผลการวิเคราะห์ทรานสิชันทางความร้อนของพอลิแลกติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสาย-โซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDIด้วยเครื่อง DSC

ผลการวิเคราะห์ทรานสิชันทางความร้อนของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลด้วย HMDI ที่อัตราส่วนระหว่าง OH/NCO เท่ากับ 1:2 เวลาการเชื่อมต่อเท่ากับ 1 ชั่วโมง แสดงไว้ในรูปที่ 4.8



(a)

รูปที่ 4.8(a) ลักษณะกราฟ DSC ของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI



(b)

รูปที่ 4.8(b) ลักษณะกราฟ DSC ของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นไฮดรอกซิลด้วย HMDI

จากรูปที่ 4.8 จะเห็นได้ว่าพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ แสดงอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว (T_g) อุณหภูมิ cold crystallization (T_{cc}) และ อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) ซึ่งมี T_{m1} และ T_{m2} โดยพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI แสดง T_g, T_{cc} T_{m1} และ T_{m2} ที่อุณหภูมิ 46.60, 96.00, 130.00 และ 141.00 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ส่วนพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นไฮดรอกซิลด้วย HMDI แสดง T_g, T_{cc} T_{m1} และ T_{m2} ที่อุณหภูมิ 47.28, 96.25, 123.67 และ 133.00 องศาเซลเซียส ตามลำดับ T_g และ T_{cc} ของพอลิแลคติคแอซิดทั้งสองไม่แตกต่างกัน แต่ลักษณะ T_{m1} และ T_{m2} ของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI มีค่าสูงกว่า ทั้งนี้อาจจะเป็นเพราะว่า พอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นไฮดรอกซิลด้วย HMDI นั้นมีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์เป็นสองส่วน (ดูรูปที่ 4.6 (b) และน้ำหนักโมเลกุลที่เปรียบเทียบไว้ในตารางที่ 4.12) จึงทำให้การเกิดผลึกต่างจากพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI

ตารางที่ 4.12 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (PLA-1:2-1 และ PLA-DEG-1:2 ตามลำดับ) ด้วย HMDI ที่อัตราส่วน OH/NCO = 1:2 เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อเท่ากับ 60 นาที

Batch	First molecular weight (g/mol)			Second molecular weight (g/mol)		
	Mw	Mn	MWD	Mw	Mn	MWD
PLA-1:2-1	32566	23413	1.39	-	-	-
PLA-DEG-1:2	93097	90295	1.03	39321	27740	1.42