

บทที่ 5

บทสรุป

5.1 สรุปผลการวิจัย

จุดมุ่งหมายของงานวิจัยนี้ คือ ศึกษาถึง การเตรียมพอลิแลคติกแอซิดจากกรดแลคติกด้วยปฏิกิริยาควบแน่น โดยตรงและเชื่อมต่อสายโซ่พอลิเมอร์ด้วยสารเชื่อมต่อโมเลกุล โดยเริ่มจากการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลทดลองปรับเปลี่ยนตัวแปรต่าง ๆ ของปฏิกิริยาควบแน่น ซึ่งคาดว่าจะส่งผลกระทบต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้ โดยตัวแปรที่ปรับเปลี่ยนนั้น ได้แก่ ระยะเวลาในการกำจัดน้ำออกจากกรดแลคติก ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมบิวทอกไซด์ (titanium (IV) butoxide, TNBT) ระยะเวลาในการดำเนินไปของปฏิกิริยา และขั้นตอนการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้เฮกซะเมทิลีนไดไอโซไซยานเนต (1,6-hexamethylene diisocyanate, HMDI) เป็นสารเชื่อมต่อโมเลกุลของทั้งพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ไม่มีและมีการปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล

จากผลการทดลองพบว่า ทุกตัวแปรที่ศึกษาส่งผลกระทบต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ได้ และสถานะที่ให้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำซึ่งแสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุดเท่ากับ 17,048 กรัมต่อโมล และเปอร์เซ็นต์ของพอลิเมอร์ที่ได้โดยเฉลี่ย (%yield) เท่ากับ 47.93 เปอร์เซ็นต์ คือ การสังเคราะห์แบบที่ใช้ระยะเวลาในการกำจัดน้ำออกจากกรดแลคติกเท่ากับ 2 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโดยรวมเท่ากับ 0.3 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร แบ่งการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 2 ขั้นตอน และระยะเวลาในการสังเคราะห์โดยรวมเท่ากับ 42 ชั่วโมง การตรวจสอบการดำเนินไปของปฏิกิริยาควบแน่น พบว่า ปฏิกิริยาจะเกิดอย่างรวดเร็วในช่วงเวลา 1 ชั่วโมงแรก และหลังจากปฏิกิริยาดำเนินไปเกิน 12 ชั่วโมง ปฏิกิริยาจะเกิดอย่างช้า ๆ ค่ากรดโดยเฉลี่ยของพอลิเมอร์ที่ได้เท่ากับ 10.72 ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) พบลักษณะพิเศษเฉพาะของพอลิแลคติกแอซิดปรากฏที่ตำแหน่งดังนี้ พีคที่ตำแหน่ง 1756 cm^{-1} แสดงหมู่คาร์บอนิล (-C=O) ที่ตำแหน่ง 2998 cm^{-1} ของหมู่ -CH- ที่ตำแหน่ง 1457 cm^{-1} แสดงหมู่เมทิล (-CH_3) และที่ตำแหน่ง 1093 cm^{-1} ของหมู่ -C-O- การตรวจสอบทรานสลิชันทางความร้อนพบว่า พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำมีค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว (T_g) เท่ากับ 47.22 องศาเซลเซียส และมีค่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (T_m) 139.36 องศาเซลเซียส

ส่วนพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลสังเคราะห์ขึ้น โดยเติมไดเอทิลีนไกลคอล (diethylene glycol, DEG) ลงไปในกรดแลคติกที่อัตราส่วนต่าง ๆ กัน และใช้สถานะปฏิกิริยาควบแน่นที่ให้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงที่สุด จากการทดลองพบว่า DEG เท่ากับ $1.5\text{ mol } \%$ เป็นสัดส่วนที่เหมาะสมที่สุด โดย

พอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 10,790 กรัมต่อโมล %yield เท่ากับ 28.66 เปอร์เซ็นต์ ค่ากรดของพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิล เท่ากับ 5.35 ผลจาก FTIR แสดงให้เห็นว่า พอลิแลคติกแอซิดที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลนั้นมีลักษณะสเปกตรัมโดยส่วนใหญ่คล้ายกับพอลิแลคติกแอซิด มีเพียงพีคที่ตำแหน่งประมาณ 3500 cm^{-1} (-OH) เท่านั้นที่ค่อนข้างใหญ่กว่าพีคของพอลิแลคติกแอซิด

พอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI แสดงน้ำหนักโมเลกุลสูงสุดเท่ากับ 32,566 กรัมต่อโมล ที่อัตราส่วนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิล (OH) และหมู่ไอโซไซยานเนต (NCO) เท่ากับ 1:2 ด้วยเวลาการเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมต่อที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เท่ากับ 1 ชั่วโมง ส่วนพอลิแลคติกแอซิดที่เตรียมจากปฏิกิริยาการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นไฮดรอกซิลด้วย HMDI แสดงการแยกขนาดโมเลกุลอย่างชัดเจน โดยพบว่า สภาวะที่ให้พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 93,097 กรัมต่อโมล ในสัดส่วนสูงสุด เท่ากับ 33.66% คือ ที่อัตราส่วน OH/NCO เท่ากับ 1:2 และระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมต่อเท่ากับ 1 ชั่วโมง ผลการตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย FTIR พบว่า มีพีค NH ของหมู่ยูรีเทน ณ ตำแหน่งประมาณ 3400 กับ 1540 cm^{-1} เกิดขึ้น โดยกรณีพอลิแลคติกแอซิดที่เกิดจากการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลมีความชัดเจนของพีค NH มากกว่า การตรวจสอบทรานซิสชันทางความร้อนของพอลิแลคติกแอซิดที่ได้จากการเชื่อมต่อพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำด้วย HMDI พบ อุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว (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

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากผลการศึกษาข้างชี้ว่า พอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลจะมีประสิทธิภาพในการเชื่อมต่อดัวย HMDI ที่ดีกว่า ดังนั้น การศึกษาในอนาคตควรเน้นที่การเตรียมพอลิแลคติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปรับเปลี่ยนหมู่ด้านปลายเป็นหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งอาจทดลองปรับเปลี่ยนการเติม DEG ในช่วงท้ายของระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เพื่อดูผลที่มี

ต่อน้ำหนักโมเลกุลก่อนและหลังเชื่อมต่อด้วย HMDI และเพิ่มสเกลในการสังเคราะห์ สำหรับพัฒนา
เพื่อเป็นแนวทางในการนำไปใช้ในระดับอุตสาหกรรม