

บทที่ 3

วิธีดำเนินการทดลอง

3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้

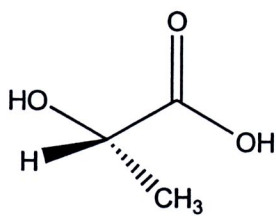
ในการทดลองเตรียมพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติก มีรายละเอียดของอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ดังปรากฏในตารางที่ 3.1- 3.2 และ ภาพที่ 3.1-3.8 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

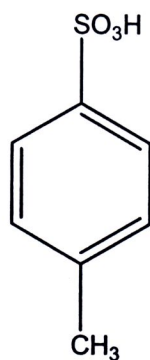
ลำดับที่	เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิต	หน้าที่
1	ปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)	Busch, Germany	ทำสุญญากาศให้แก่ระบบ
2	hot plate	Favorit, Thailand	ให้ความร้อนแก่ระบบ
3	เครื่องหมุนเวียนน้ำ	Wellab, Thailand	หมุนเวียนน้ำเข้าออกระบบเพื่อรักษาอุณหภูมิของระบบให้คงที่
4	อ่างแก้ว	Pyrex, Germany	ใส่ silicone oil
5	condenser 3 ทาง	Pyrex, Germany	ใช้เชื่อมระหว่าง reactor และ condenser ทำความเย็น
6	condenser	Pyrex, Germany	เป็นคอลัมน์ให้ความเย็นกับไอระเหยเพื่อให้ไอระเหยควบแน่น
7	round bottom flask	Pyrex, Germany	ใส่สารเคมีเพื่อทำปฏิกิริยาหรือทำหน้าที่เป็น Reactor
8	เทอร์โมมิเตอร์	Pyrex, Germany	วัดอุณหภูมิ
9	หม้อดูดความชื้น (desiccator)	China	ดูดความชื้นออกจากสาร
10	กระดาษกรองเบอร์ 1,42	Whatman, Germany	กรองสาร
11	nylon micro membrane 0.45 ไมครอน	Whatman, Germany	กรองสาร
12	อุปกรณ์เครื่องแก้ว	-	ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

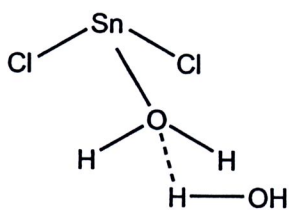
ลำดับที่	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต	หน้าที่
1	lactic acid	90%	Purac biochem, Spain	monomer หรือ สารตั้งต้น
2	lactic acid	85%	Ajax Finechem, New zealand	monomer หรือ สารตั้งต้น
3	p-toluene sulphonic acid	HPLC grade	Fluca, France	เร่งปฏิกิริยา
4	stannous chloride dihydrate	HPLC grade	Sigma, Germany	เร่งปฏิกิริยา
5	dichloromethane	absolute	Lab scan, Thailand	ตัวทำละลาย
6	methanol	absolute	Fisher scientific, UK	ตัวตกตะกอน
7	silica gel	-	-	สารดูดความชื้น
8	silicone oil	-	-	ตัวกลางให้ความร้อน
9	chloroform-D (CHCl ₂ -D)	absolute	-	ตัวทำละลาย
10	tetrahydrofuran (THF)	Lab grade	Lab scan, Thailand	ตัวทำละลาย
11	พอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน	-	Fluka, USA	เปรียบเทียบกับคุณสมบัติกับ พอลิแลกติกที่สังเคราะห์
12	vacuum grease	-	Acc silicone, England	สารป้องกันอากาศ
13	น้ำแข็ง	-	-	สารให้ความเย็น
14	เกลือ	-	-	สารรักษาความเย็น



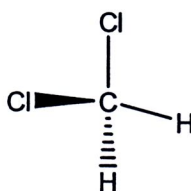
l-lactic acid



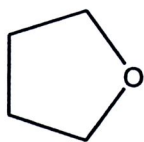
p-toluene sulphonic acid



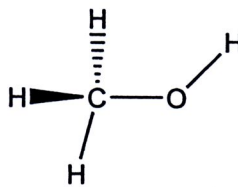
stannous(II) chloride dihydrate



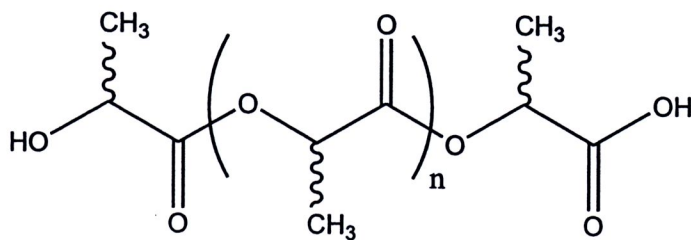
dichloromethane



tetrahydrofuran

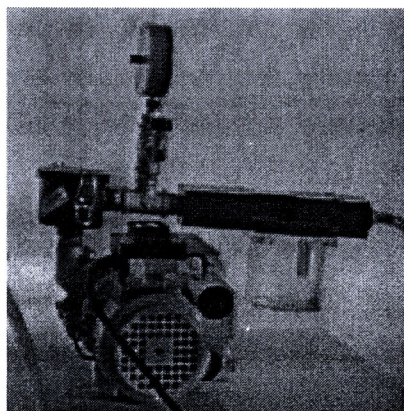


methanol

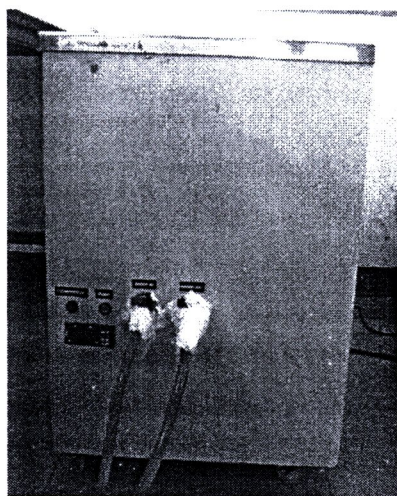


polylactic acid (PLA)

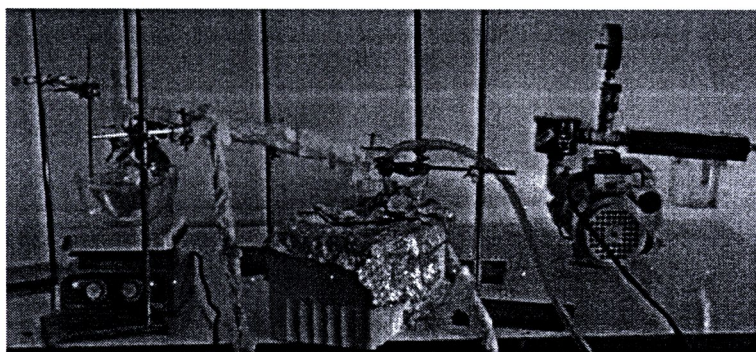
ภาพที่ 3.1 สูตรโครงสร้างของสารเคมีต่างๆที่ใช้ในงานวิจัยนี้



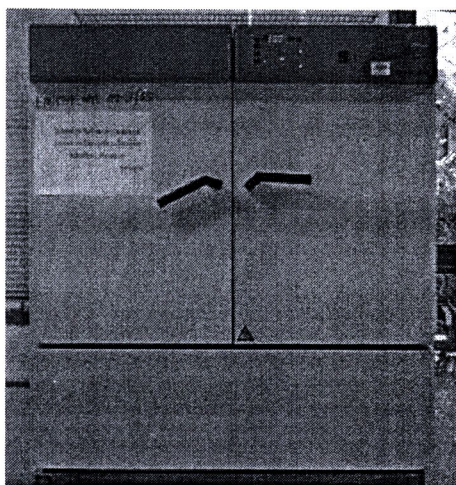
ภาพที่ 3.2 ปัมสุญญากาศที่ใช้ในการทดลองผลิตพอลิแลกติกแอซิด จากกรดแลกติกเพื่อทำสุญญากาศให้แก่ระบบ



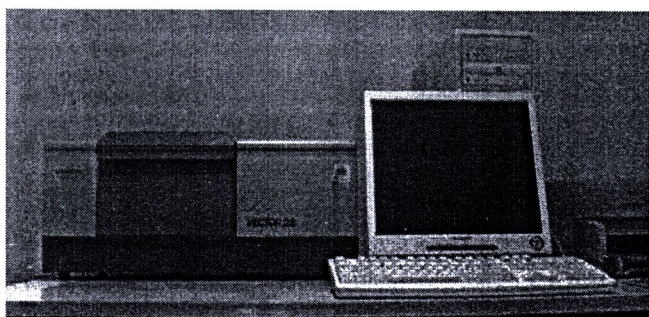
ภาพที่ 3.3 เครื่องหมุนเวียนน้ำเข้าออกระบบที่ใช้ในการทดลองผลิตพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติก เพื่อรักษาอุณหภูมิของระบบให้คงที่



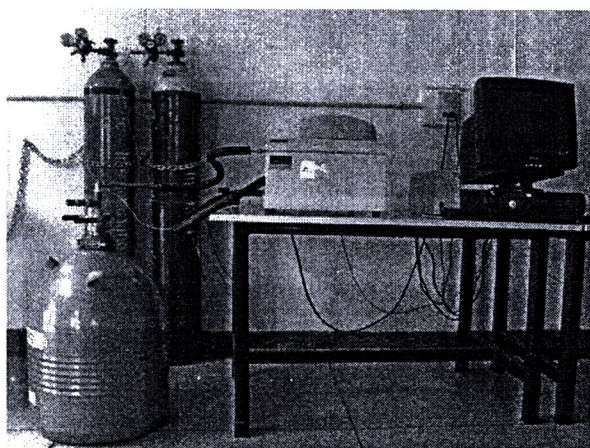
ภาพที่ 3.4 ชุดอุปกรณ์และการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองการผลิตพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติก ในระดับห้องปฏิบัติการ (lab scale)



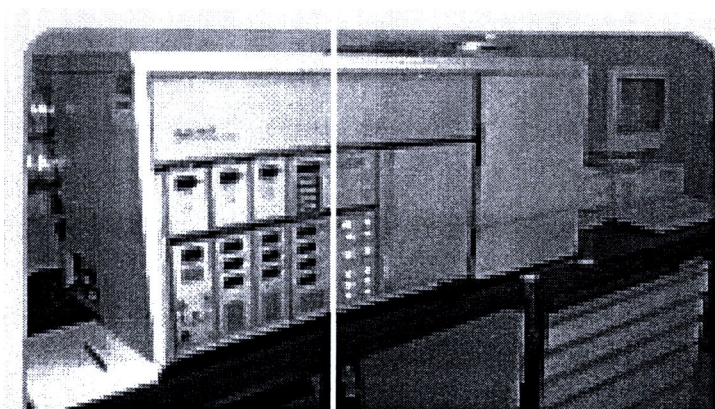
ภาพที่ 3.5 ตู้อบที่ใช้ในการทดลองผลิตพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเพื่อบไล้ความชื้นออกจากสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้



ภาพที่ 3.6 fourier transform infrared spectrophotometer ที่ใช้เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้



ภาพที่ 3.7 differential scanning calorimetry (DSC) ที่ใช้วิเคราะห์หาอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิการเปลี่ยนเนื้อแก้ว (T_g) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้



ภาพที่ 3.8 gel permeation chromatography (GPC) ใช้วิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 ขั้นตอนการกำจัดน้ำที่มีในกรดแลกติก

3.2.1.1 เติมสารตั้งต้นกรดแลกติกความบริสุทธิ์ 90% หรือกรดแลกติกความบริสุทธิ์ 85% (90% lactic acid or 85% lactic acid) อย่างใดอย่างหนึ่งปริมาตร 20 ml ลงในขวดรูปชมพู่

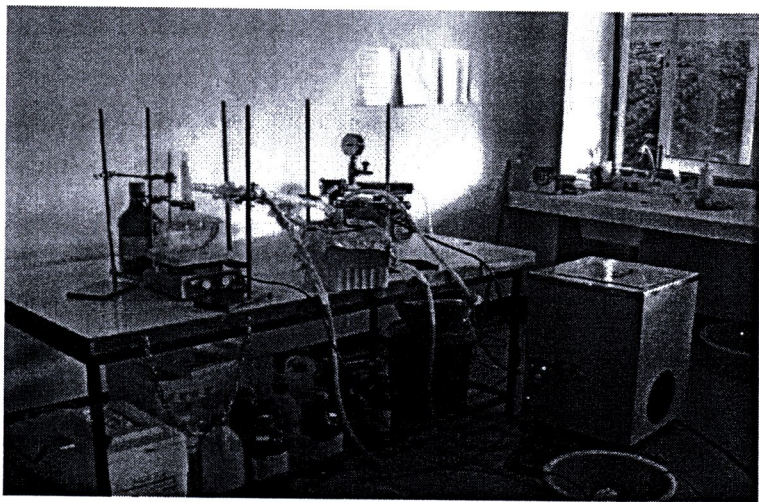
3.2.1.2 ใส่ magnetic bar และต่ออุปกรณ์ดังภาพที่ 3.9 ทำการกลั่นน้ำที่มีอยู่ในกรดแลกติกโดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ความดันสุญญากาศ ปลอ่ยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วเก็บไว้ในตู้เย็น

3.2.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติก

3.2.2.1 เติมตัวเร่งปฏิกิริยาระบบใดระบบหนึ่งต่อไปนี้คือ stannous chloride (SnCl_2) หรือ p-toluene sulphonic acid (PTSA) ผสมกับ stannous chloride (SnCl_2) 1% โดยมวลต่อปริมาตรลงในขวดรูปชมพู่ที่มีกรดแลกติก 20 มิลลิลิตร บรรจุไว้แล้ว และใส่ magnetic bar ลงไปเพื่อช่วยในการคนให้เกิดการผสมเข้ากันได้ดียิ่งขึ้นในขณะเกิดปฏิกิริยาเคมี

3.2.2.2 นำอุปกรณ์ขวดรูปชมพู่ในข้อ 3.2.2.1 ไปตั้งบนแผ่นให้ความร้อน แล้วต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น (condenser) และปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) และเครื่องหมุนเวียนน้ำ รายละเอียดชิ้นส่วนอุปกรณ์และการต่อชิ้นส่วนต่างๆแสดงในภาพที่ 3.9

3.2.2.3 ปรับเพิ่มอุณหภูมิของ hot plate และความดันของปั๊มให้ระบบเป็นสุญญากาศ แล้วปลอ่ยให้เกิดปฏิกิริยาตามเวลาที่กำหนดตามตารางที่ 3.3



ภาพที่ 3.9 การติดตั้งอุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด

ตารางที่ 3.3 สภาวะต่างๆในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยนี้

สภาวะ	ความเข้มข้น ของกรดแลกติก	ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ ในการทำปฏิกิริยา (°C)	เวลาใช้ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
1	90%	SnCl_2	140	24
2				36
3				48
4	85%	SnCl_2	140	24
5				36
6				48
7	85%	SnCl_2	150	24
8				36
9				48
10	85%	SnCl_2	160	24
11				36
12				48
13	85%	$\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$	140	24
14				36
15				48
16	85%	$\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$	150	24
17				36
18				48
19	85%	$\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$	160	24
20				36
21				48

3.2.2.4 ปิด hot plate ป้อนสุญญากาศและเครื่องหมุนเวียนน้ำ แล้วปล่อยให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง

3.2.2.5 ทำการละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้ในข้อ 3.2.2.4 ด้วยตัวทำละลายไดคลอโรมีเทน 50 มิลลิลิตรแล้วปล่อยให้ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วกรองด้วย nylon membrane 0.45 ไมครอน เพื่อกำจัดตัวเร่งปฏิกิริยาออก

3.2.2.6 เติมนีโตนอลอุณหภูมิประมาณ 4 °C ลงในสารละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้เมทานอลประมาณ 1,000 มิลลิลิตร เพื่อตกตะกอนสารละลายให้ได้พอลิแลกติกแอซิดออกมาหลังจากนั้นปล่อยให้ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมงเพื่อให้สารตกตะกอนอย่างสมบูรณ์

3.2.2.7 นำสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากข้อ 3.2.2.6. มากรองเพื่อแยกตะกอนของแข็งออกจากสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1

3.2.2.8 นำตะกอนแข็งที่กรองได้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

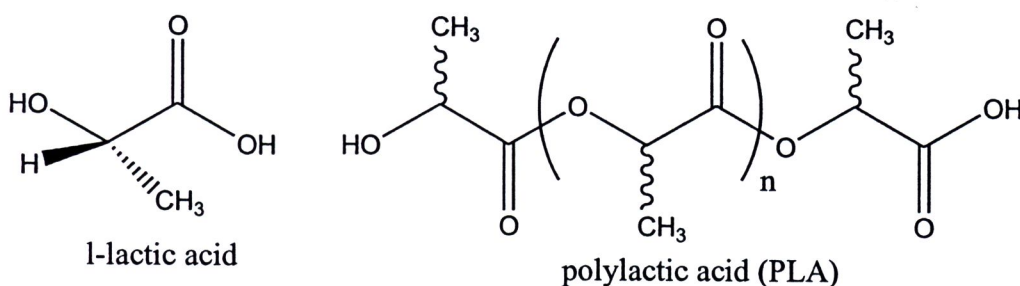
3.2.2.9 นำสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการอบไปชั่งน้ำหนัก แล้วบรรจุลงในขวดสี่ขาปิดฝาและปิดด้วยแผ่นซิลิโคนให้สนิทก่อนนำไปเก็บในหม้อดูดความชื้น (desiccator)

3.2.2.10 นำผลิตภัณฑ์ในข้อ 3.2.2.9. ไปวิเคราะห์ตรวจสอบคุณลักษณะของผลิตภัณฑ์สังเคราะห์ได้

3.2.3 การวิเคราะห์คุณลักษณะของสารผลิตภัณฑ์

3.2.3.1 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)

เทคนิคนี้เป็นที่นิยมในการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน (functional group) ต่าง ๆ ของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ ซึ่งถ้าเป็นหมู่ฟังก์ชันที่แตกต่างกันจะปรากฏสัญญาณที่ความถี่ของอินฟราเรดสเปกตรัมต่างกัน สูตรโครงสร้างทางเคมีของกรดแลกติก (lactic acid) และพอลิแลกติกแอซิด (polylactic acid) แสดงดังภาพที่ 3.10



ภาพที่ 3.10 โครงสร้างของกรดแลกติกและพอลิแลกติกแอซิด (Bhuvanesh Gupta et al., 2007)

ดังนั้นหากผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นพอลิแลกติกแอซิด เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR จะต้องแสดงหมู่ฟังก์ชัน (functional group) ต่าง ๆ ตามที่ปรากฏในภาพที่ 3.24 เช่น หมู่ฟังก์ชัน C=O stretching, C-H stretching หรือ C-O stretching เป็นต้น การเตรียมสารเพื่อการวิเคราะห์โดยเทคนิค FTIR นั้นเริ่มจากการนำพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ประมาณ 2 มิลลิกรัม ผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) บดให้ละเอียดแล้วอัดเม็ด จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน (functional group) ของสารด้วยเทคนิค FTIR

3.2.3.2 Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

1) ^1H -NMR spectroscopy

เทคนิคนี้เป็นที่นิยมในการวิเคราะห์เพื่อศึกษาชนิดของไฮโดรเจน (H) โดยถ้ามีไฮโดรเจนที่มีสิ่งแวดล้อมแตกต่างกันจะให้สัญญาณแตกต่างกันและเมื่อวิเคราะห์ผลร่วมกับผลที่ได้จาก FTIR และ ^{13}C - NMR spectroscopy จะสามารถวิเคราะห์โครงสร้างของสารอินทรีย์ได้

2) ^{13}C - NMR spectroscopy

เทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์หาจำนวนคาร์บอนที่มีหมู่อะตอมข้างเคียงแตกต่างกันได้ โดยสัญญาณของคาร์บอนที่ต่อกับหมู่อะตอมข้างเคียงที่แตกต่างกันจะมีสัญญาณแตกต่างกัน และเมื่อใช้ผลการวิเคราะห์จาก FTIR และ ^1H - NMR spectroscopy ร่วมกันจะสามารถวิเคราะห์โครงสร้างของสารที่นำมาวิเคราะห์ได้แม่นยำขึ้น ในการเตรียมสารก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR ทั้ง ^{13}C - NMR spectroscopy และ ^1H - NMR spectroscopy เหมือนกันคือนำผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ละลายด้วยตัวทำละลาย chloroform-D แล้วนำไปบรรจุลงในหลอดทดลองก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง NMR

3.2.3.3 Differential Scanning Calorimetry (DSC)

DSC เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารที่เราต้องการศึกษาซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นการศึกษาหาอุณหภูมิการเปลี่ยนเนื้อแก้ว (glass transition temperature, T_g) และอุณหภูมิของการหลอมเหลว (melting temperature, T_m) ของสารที่เราศึกษาซึ่งในช่วงอุณหภูมิดังกล่าวนี้ พอลิเมอร์จะมีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (thermal transition) ของตัวมันเองอย่างชัดเจนในการเตรียมสารก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ทำดังนี้คือ บดสารผลิตภัณฑ์ของแข็งที่ต้องการวิเคราะห์ให้ละเอียดแล้วนำไปบรรจุลงในจานอลูมิเนียม ปิดฝาให้สนิทแล้วชั่งน้ำหนักสารให้ได้ปริมาณ 0.65 มิลลิกรัม นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC โดยตั้งโปรแกรมการให้ความร้อนแก่สารที่ทำการวิเคราะห์ดังนี้คือ ให้ความร้อนแก่สารจากอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสจนถึง 180 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ($10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$)

3.2.3.4 Gel Permeation Chromatography (GPC)

GPC เป็นเทคนิคที่ใช้หลักการแยกสารละลายของผลิตภัณฑ์ด้วยคอลัมน์ที่บรรจุวัสดุที่มีรูพรุนต่าง ๆ กันเพื่อวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของพอลิเมอร์ ในการเตรียมสารก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC ทำได้โดยการละลายสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ในเตตระไฮโดรฟูราน (tetrahydrofuran) และกรองสารละลายที่ได้ด้วย filter membrane nylon (pore size $0.45\text{ }\mu\text{m}$) ก่อนทำการฉีดเข้าเครื่อง โดยตั้งอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์ไว้ที่ $30\text{ }^\circ\text{C}$ และใช้พอลิสไตรีน polystyrene เป็นสารมาตรฐาน