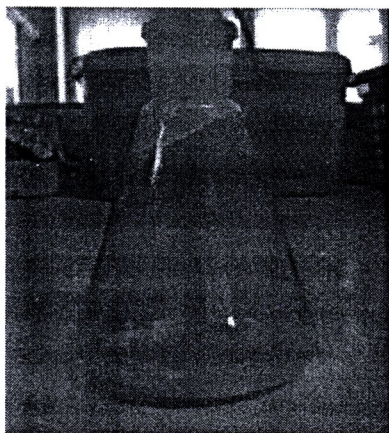


บทที่ 4

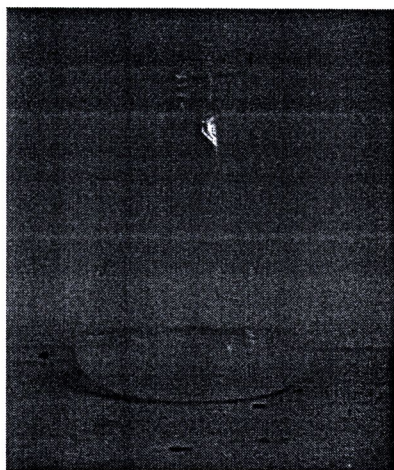
ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

4.1 ลักษณะผลิตภัณฑ์พอลิแล็กติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละขั้นตอน

งานวิจัยนี้ได้ทำการทดลองสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากสารตั้งต้นกรดแล็กติกโดยผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยมีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาและทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ และเวลาต่าง ๆ กัน (ตามที่แสดงในตารางที่ 4.1) เมื่อสิ้นสุดการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยตรง (direct condensation polymerization) ของกรดแล็กติกในงานวิจัยนี้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวถึงสีเหลืองอ่อนดังภาพที่ 4.1 หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องและละลายด้วยไดคลอโรมีเทนจะได้สารละลายเนื้อเดียวค่อนข้างใสดังภาพที่ 4.2

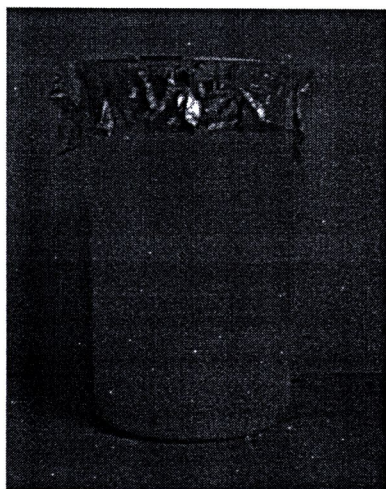


ภาพที่ 4.1 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากกรดแล็กติก

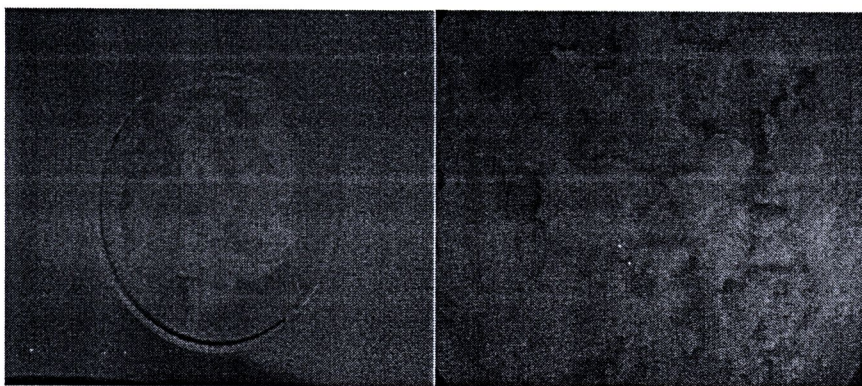


ภาพที่ 4.2 ลักษณะสารละลายจากการละลายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยไดคลอโรมีเทน

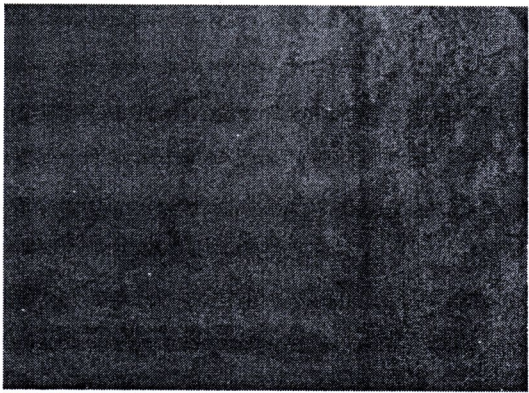
หลังจากนั้นนำไปกรองแยกเพื่อแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกไปด้วย nylon micro membrane 0.45 ไมครอน ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนนี้ยังคงเป็นสารละลายใสแต่ปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ หลังจากนั้นนำไปตกตะกอนโดยการเติมเมทานอลเย็น จะได้ตะกอนสีขาวขุ่นของสารพอลิแลกติกแอซิดแยกตัวออกมาจากตัวทำละลายที่ใช้ดังภาพที่ 4.3 ขั้นตอนถัดไปจะเป็นการกรองแยกพอลิแลกติกแอซิดออกจากตัวทำละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะดังภาพที่ 4.4 ซึ่งผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่ได้จากขั้นตอนนี้เป็นของแข็งสีขาวและยังคงชุ่มไปด้วยตัวทำละลาย ตั้งทิ้งไว้เพื่อให้ตัวทำละลายระเหยแยกออกไปจากผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิด หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อระเหยตัวทำละลายออกจากผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดให้ผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดแห้งปราศจากตัวทำละลายและความชื้น เพราะปัจจัยทั้งสองนี้ทำให้เกิดการสลายตัว (degradation) ของพอลิแลกติกแอซิดทำให้พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำลง ขั้นตอนนี้จะได้ผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่เป็นของแข็งสีขาวซึ่งสามารถนำไปบดให้เป็นผงและเก็บไว้ในขวดสีชาปิดผนึกให้สนิทเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพราะแสงและความชื้นทำให้เกิดปฏิกิริยาการสลายตัวมีผลทำให้น้ำหนักของพอลิเมอร์ลดต่ำลง



ภาพที่ 4.3 ลักษณะของผลิตภัณฑ์จากการตกตะกอนสารละลายในภาพที่ 4.2 ด้วยเมทานอล



ภาพที่ 4.4 ลักษณะผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกรองตะกอนพอลิแลกติกแอซิดในภาพที่ 4.3



ภาพที่ 4.5 ลักษณะผลิตภัณฑ์พอลิแลกดิกแอซิดที่ผ่านการอบ

4.2 ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์พอลิแลกดิกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

จากการทดลองสังเคราะห์พอลิแลกดิกแอซิดจากสารตั้งต้นกรดแลกดิกด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยตรงด้วยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันคือสแตนนัสคลอไรด์ (stannous chloride) และสแตนนัสคลอไรด์ (stannous chloride) ผสมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิด (p-toluene sulphonic acid) ซึ่งทุกสภาวะในการทดลองได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเหมือนกันคือเป็นของแข็งสีขาวและเมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหาร้อยละผลได้ (percent yield) ตามสมการที่ (4.1) (ัญญาภรณ์ เลหาพิบูลรัตน์, 2540) จะได้ผลตามแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าร้อยละผลได้สูงสุด (85.67) ได้จากการสังเคราะห์พอลิแลกดิกแอซิดด้วยสภาวะการทดลองที่ 3 ซึ่งใช้กรดแลกดิกเข้มข้น 90% มีสแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง หากพิจารณาเฉพาะกรณีที่ใช้กรดแลกดิกเข้มข้น 85% พบว่าร้อยละผลได้สูงสุด (65.18) ได้จากสภาวะการทดลองที่ 7 ซึ่งมีสแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของกรดแลกดิกที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาล้วนมีอิทธิพลต่อร้อยละผลได้ทั้งสิ้น โดยอิทธิพลของแต่ละตัวแปรสามารถแยกพิจารณาได้ดังนี้

ร้อยละผลได้ = (น้ำหนักของสารผลิตภัณฑ์ ÷ น้ำหนักของสารตั้งต้น) × 100..... (4.1)

ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลได้ของพอลิแลกดิกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่าง ๆ

สภาวะ	ความเข้มข้นของกรดแลกดิก	ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา (°C)	เวลาใช้ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละผลได้
1	90%	SnCl ₂	140	24	81.33
2				36	82.44
3				48	85.67
4	85%	SnCl ₂	140	24	39.38
5				36	52.83
6				48	49.92

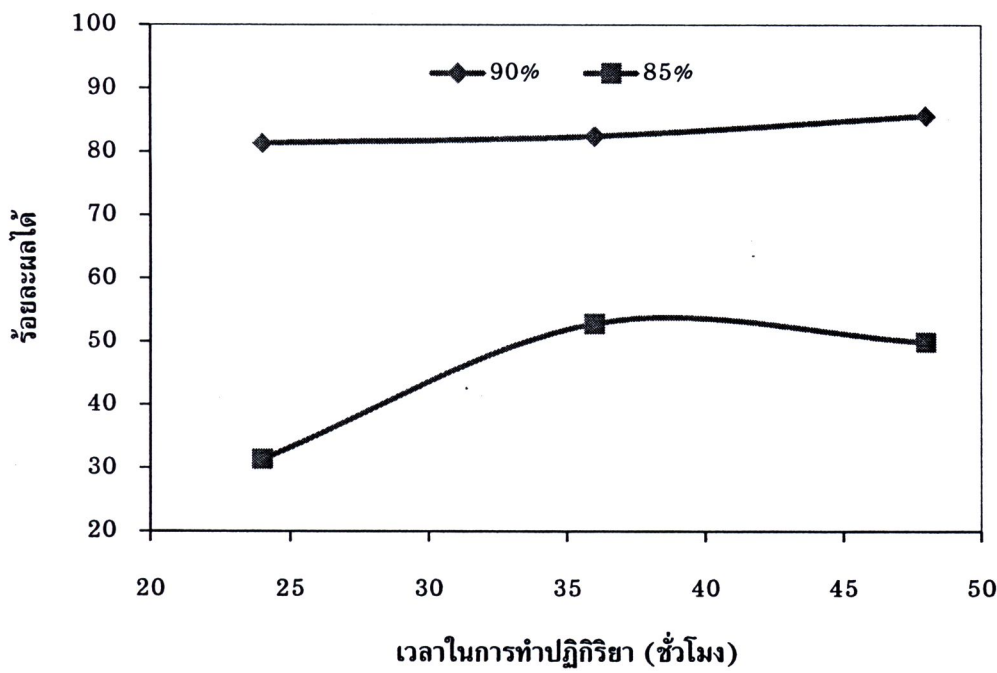
ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลได้ของพอลิแล็กติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่าง ๆ (ต่อ)

สภาวะ	ความเข้มข้น ของกรดแล็กติก	ตัวเร่งปฏิกิริยา	อุณหภูมิ ในการทำปฏิกิริยา (°C)	เวลาใช้ ทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ร้อยละผลได้
7	85%	SnCl ₂	150	24	65.18
8				36	31.17
9				48	42.73
10	85%	SnCl ₂	160	24	30.83
11				36	37.49
12				48	33.37
13	85%	SnCl ₂ +PTSA	140	24	33.13
14				36	44.50
15				48	41.04
16	85%	SnCl ₂ +PTSA	150	24	57.43
17				36	43.00
18				48	38.08
19	85%	SnCl ₂ +PTSA	160	24	47.21
20				36	52.66
21				48	43.47

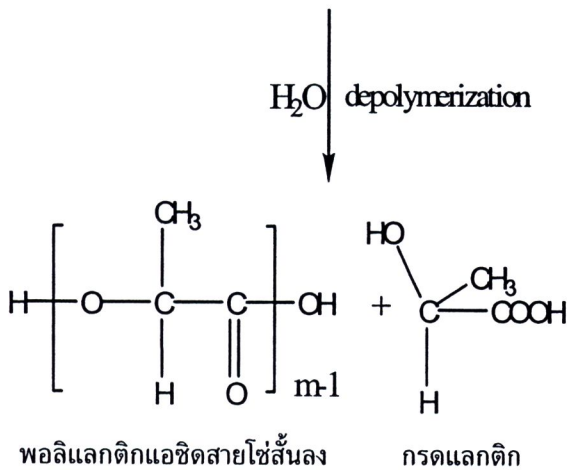
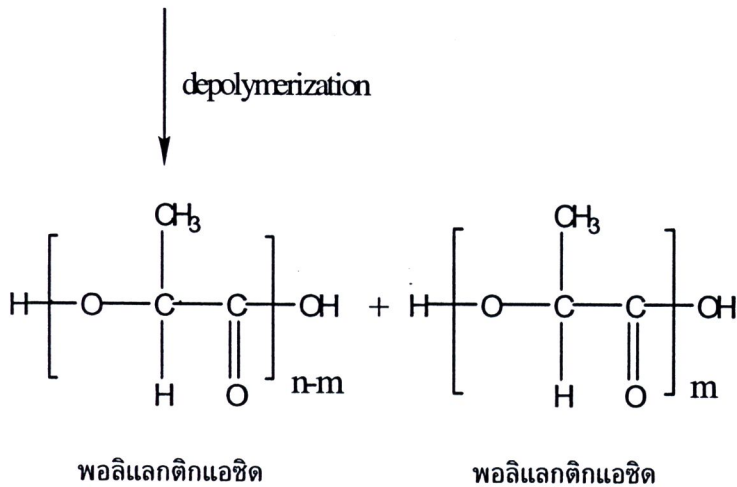
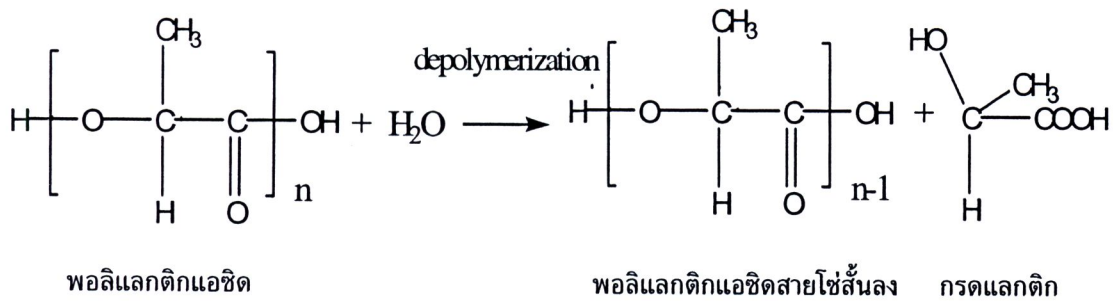
4.2.1 อิทธิพลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นกรดแล็กติกต่อร้อยละผลได้

ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นกรดแล็กติกที่มีต่อร้อยละผลได้ของพอลิแล็กติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดโดยใช้กรดแล็กติกที่มีความเข้มข้นต่างกันคือที่ 85% และ 90% ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกันคือสแตนนัสคลอไรด์ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเดียวกันคือที่ 140 °C ที่เวลาต่างๆ แสดงไว้ในภาพที่ 4.6 พบว่าเมื่อใช้กรดแล็กติกเข้มข้น 90% จะทำให้ได้ร้อยละผลได้มากกว่าเมื่อใช้กรดแล็กติกเข้มข้น 85% ทุกช่วงเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เมื่อใช้กรดแล็กติกเข้มข้น 90% พบว่าเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นร้อยละผลได้จะเพิ่มขึ้นและร้อยละผลได้สูงสุด (85.67) จะเกิดขึ้นที่เวลา 48 ชั่วโมง เมื่อใช้กรดแล็กติกเข้มข้น 85% เป็นสารตั้งต้นพบว่าเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 24 ชั่วโมง เป็น 36 ชั่วโมง ร้อยละผลได้เพิ่มจาก 31.38 เป็น 52.83 เมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดเพิ่มจาก 36 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง ร้อยละผลได้มีแนวโน้มลดลงคือจะลดลงจาก 52.83 เป็น 49.92 จากผลการทดลองชี้ให้เห็นเด่นชัดว่าการใช้กรดแล็กติกที่มีความเข้มข้น 90% จะให้ร้อยละผลได้สูงกว่าเมื่อใช้กรดแล็กติกที่มีความเข้มข้น 85% เสมอไม่ว่าจะเปรียบเทียบที่ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาใดๆ ก็ตาม สาเหตุที่ทำให้ร้อยละผลได้ที่ได้จากการใช้กรดแล็กติกเข้มข้น 90% สูงกว่าร้อยละผลได้ที่ได้จากการใช้กรดแล็กติกเข้มข้น 85% เนื่องมาจากกรดแล็กติกเข้มข้น 90% มีเนื้อของกรดแล็กติกเริ่มต้นในปริมาณที่มากกว่าสารละลายกรดแล็กติกความเข้มข้น 85 % ซึ่งถ้ามีสารตั้งต้นในปริมาณที่มากกว่าก็ย่อมจะได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายในปริมาณที่มากกว่า และเนื่องจากสารละลายกรดแล็กติกที่ใช้ในการวิจัยนี้ทั้งแบบความเข้มข้น 90 % และ 85 % มีน้ำเป็นตัวทำละลายเช่นเดียวกันซึ่งน้ำจะทำให้เกิดปฏิกิริยาย้อนกลับของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (depolymerization) เรียกทั่วไปว่าปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ดังภาพที่ 4.7 ปฏิกิริยานี้จะทำให้

พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นได้นั้นกลับไปเป็นสารตั้งต้นอีกครั้ง (มอนอเมอร์) (ซึ่งในงานวิจัยนี้คือกรดแลกติก) ซึ่งหากมีน้ำในกระบวนการเกิดปฏิกิริยามากจะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายน้อยทำให้ร้อยละผลได้น้อย เพราะฉะนั้นโดยทั่วไปแล้ว ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยตรง มักจะใช้กรดแลกติกความเข้มข้น 90% ขึ้นไป แต่เนื่องจากกระบวนการทำให้กรดแลกติกมีความเข้มข้นสูง ๆ นั้นมีค่าใช้จ่ายที่สูงส่งผลให้ต้นทุนในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดสูงตามไปด้วย ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85 % ซึ่งมีราคาถูกกว่ามาก และหาได้ง่ายทั่วไป โดยจะทำการเปรียบเทียบร้อยละผลได้และคุณสมบัติต่าง ๆ ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 90% และ 85%



ภาพที่ 4.6 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นของสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 90% และ 85% โดยใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140°C

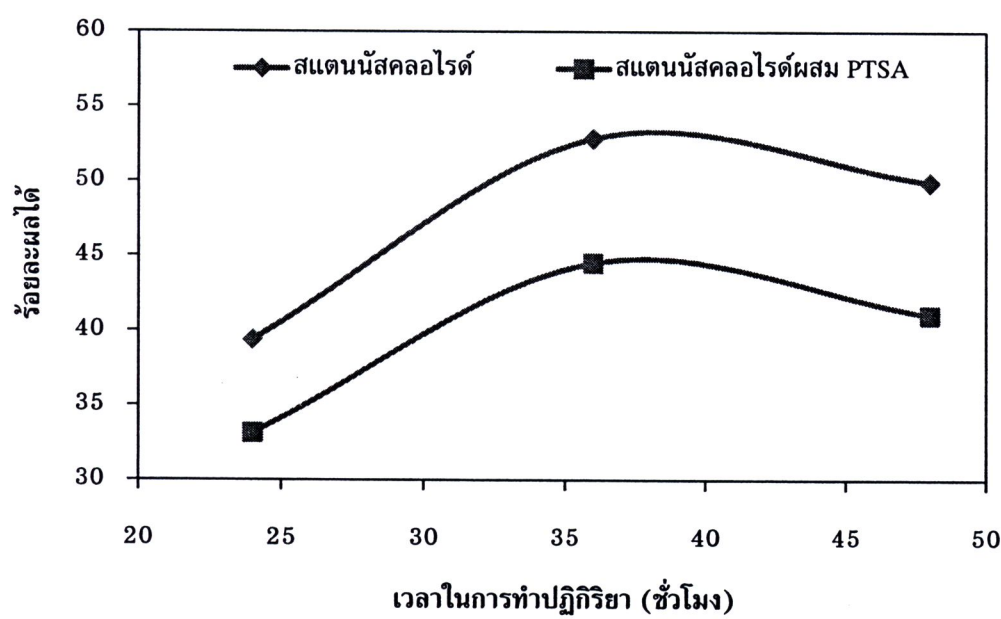


ภาพที่ 4.7 ปฏิกริยา depolymerization ด้วยน้ำ (ปฏิกริยา hydrolysis) ที่สามารถเกิดขึ้นได้ในปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันของกรดแลกติก (ปรับปรุงจากงานวิจัยของ T. Maharana et al., 2009)

4.2.2 อิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้

4.2.2.1 เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 140°C

การศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 140°C ที่เวลาต่างๆ โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.8 พบว่าเมื่อพิจารณาที่ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่เท่ากัน เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์จะได้ร้อยละผลได้สูงกว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเสมอ โดยมี แนวโน้มความสัมพันธ์ของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดและร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเหมือนกัน กล่าวคือเมื่อเวลาในการสังเคราะห์ช่วง 24 ชั่วโมงถึง 36 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จะสูงขึ้นหลังจาก 36 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จะลดต่ำลง เพราะฉะนั้นในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดให้ได้ร้อยละผลได้สูงสุดที่อุณหภูมิ 140°C ด้วยกรดแลกติกเข้มข้น 85% ควรใช้เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

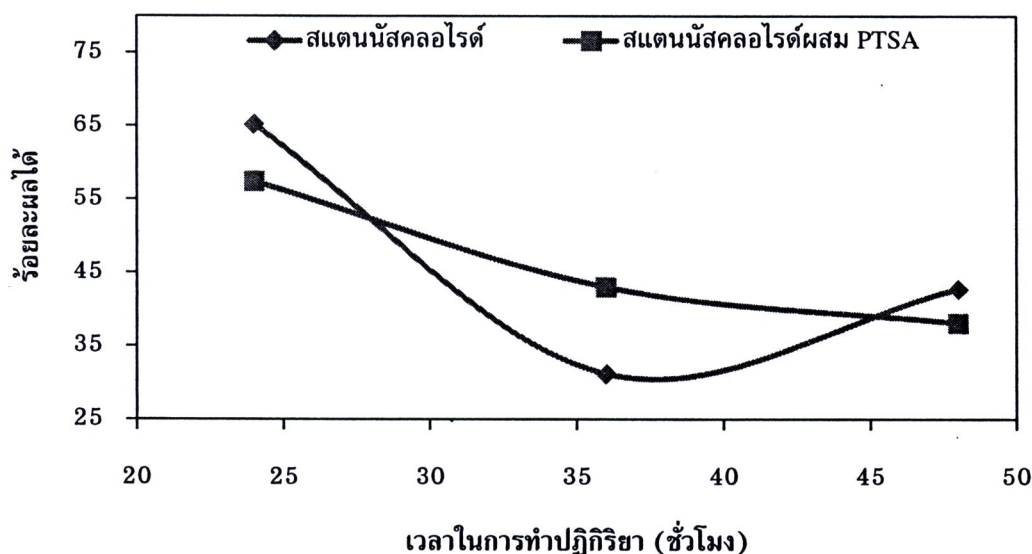


ภาพที่ 4.8 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่างๆของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 140 °C

4.2.2.2 เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 150°C

การศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาในการทำปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 150°C ที่เวลาต่างๆโดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.9 พบว่าเมื่อพิจารณาอิทธิพลที่เกิดจากชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับอิทธิพลของเวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้ ที่เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด 24 ชั่วโมง เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์ได้ร้อยละผลได้สูงกว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์ผสม

พาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิด และเมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 36 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จะลดลงทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่เวลาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดเป็น 36 ชั่วโมง มีร้อยละผลได้จากสแตนนัสคลอไรด์ (31.17) น้อยกว่าร้อยละผลได้ (43.00) เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและ เมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 36 ชั่วโมง เป็น 48 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จะเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ร้อยละผลได้จะลดลงเล็กน้อย โดยที่เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดเป็น 48 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จากการใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากภาพที่ 4.9 พบว่าเมื่อสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้ได้ร้อยละผลได้สูงสุดที่อุณหภูมิ 150°C ควรจะใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 24 ชั่วโมง เพราะเมื่อเวลาในการสังเคราะห์มากขึ้นจะทำให้ได้ร้อยละผลได้ต่ำกว่า โดยที่ที่สภาวะ 24 ชั่วโมง อุณหภูมิ 150°C นี้จะได้อ้อยละผลได้สูงสุดคือ 65.18 และ 57.43 เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาตามลำดับ ดังนั้นที่สภาวะดังกล่าวนี้จึงควรเลือกใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพราะให้ร้อยละผลได้สูงกว่า

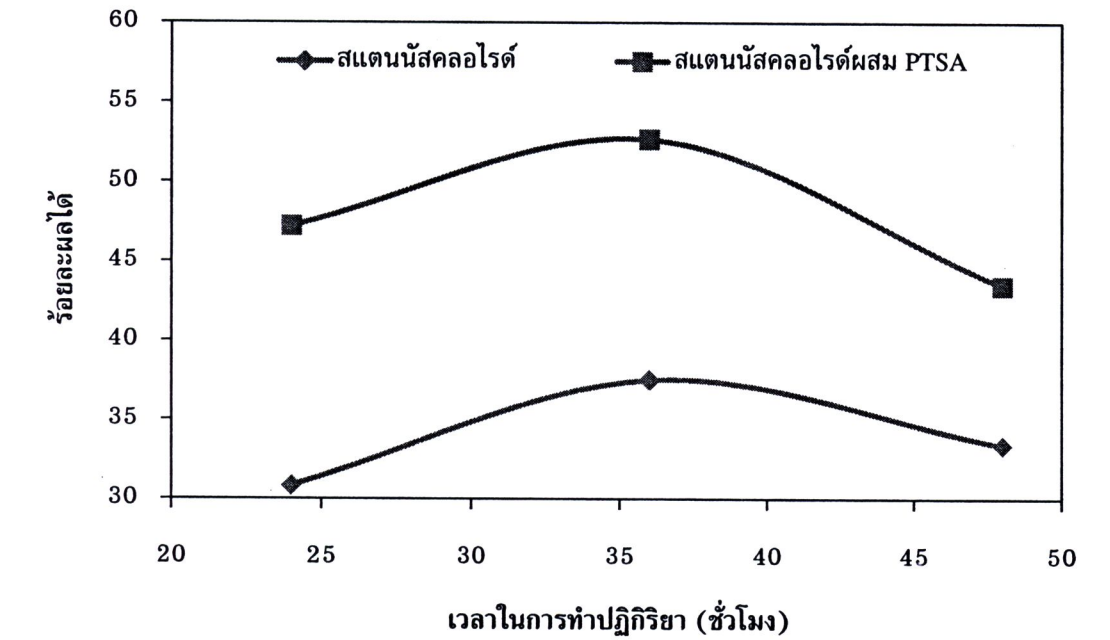


ภาพที่ 4.9 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่างๆของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมโรไลเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150 °C

4.2.2.3 เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 160°C

การศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 160°C ที่เวลาต่างๆ โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.10 พบว่าไม่ว่าจะใช้สแตนนัสคลอไรด์หรือสแตนนัสคลอไรด์ผสมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แนวโน้มความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลได้ที่เวลาในการเกิดปฏิกิริยาต่างๆจะเหมือนกัน

กล่าวคือ เมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 36 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จะเพิ่มขึ้น และเมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 36 ชั่วโมง เป็น 48 ชั่วโมง ร้อยละผลได้จะลดลง เมื่อพิจารณาที่เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่เท่ากันพบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสแตนนิสคลอไรด์จะให้ร้อยละผลได้ต่ำกว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนิสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดทุกช่วงเวลาในการสังเคราะห์ ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิสูง ๆ นั้น พาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดมีส่วนช่วยลดการเกิดปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชัน ที่เกิดจากความร้อน จากภาพที่ 4.10 สามารถสรุปได้ว่าเมื่อต้องการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้ได้ร้อยละผลได้สูง ๆ ที่อุณหภูมิ 160 °C ควรใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 36 ชั่วโมงทั้งกรณีที่ใช้สแตนนิสคลอไรด์และสแตนนิสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



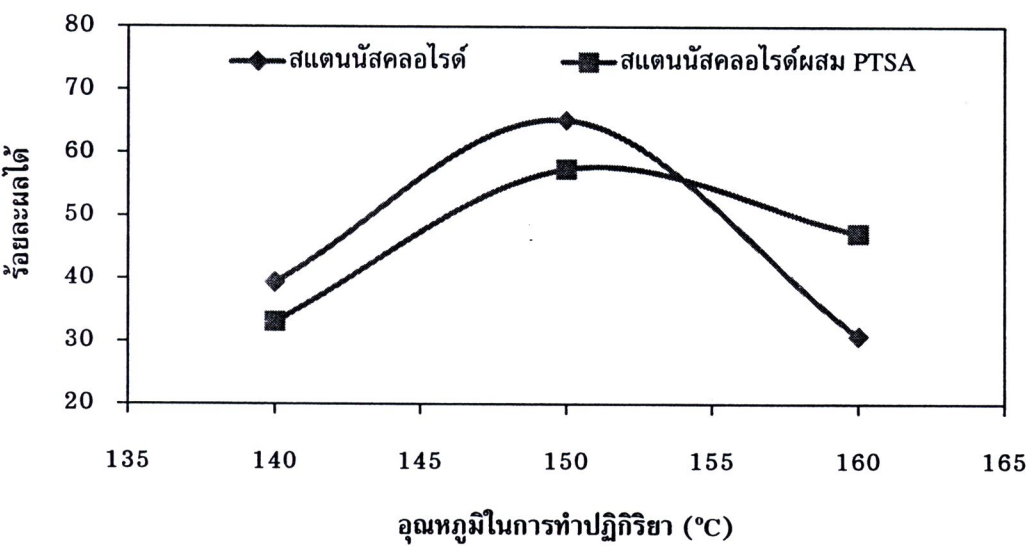
ภาพที่ 4.10 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่างๆของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนิสคลอไรด์และสแตนนิสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 160 °C

4.2.3 การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้

4.2.3.1 เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด 24 ชั่วโมง

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 24 ชั่วโมงเท่ากัน โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.11 เมื่อพิจารณาอิทธิพลที่เกิดจากชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้ พบว่าที่อุณหภูมิ 140 °C เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนิสคลอไรด์จะได้ร้อยละผลได้สูงกว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนิสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิด และเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 140 °C เป็น 150 °C ร้อยละผลได้จะเพิ่มขึ้นทั้งกรณีที่ใช้สแตนนิสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและใช้สแตนนิสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 150 °C มีร้อยละผลได้จากสแตนนิสคลอไรด์มากกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้

สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C ร้อยละผลได้จะลดลงทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 160°C มีร้อยละผลได้จากสแตนนัสคลอไรด์น้อยกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากภาพที่ 4.11 พบว่าเมื่อต้องการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดด้วยกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้ได้ร้อยละผลได้สูงสุด ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง ควรจะทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150°C ทั้งกรณีที่ใช้ สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

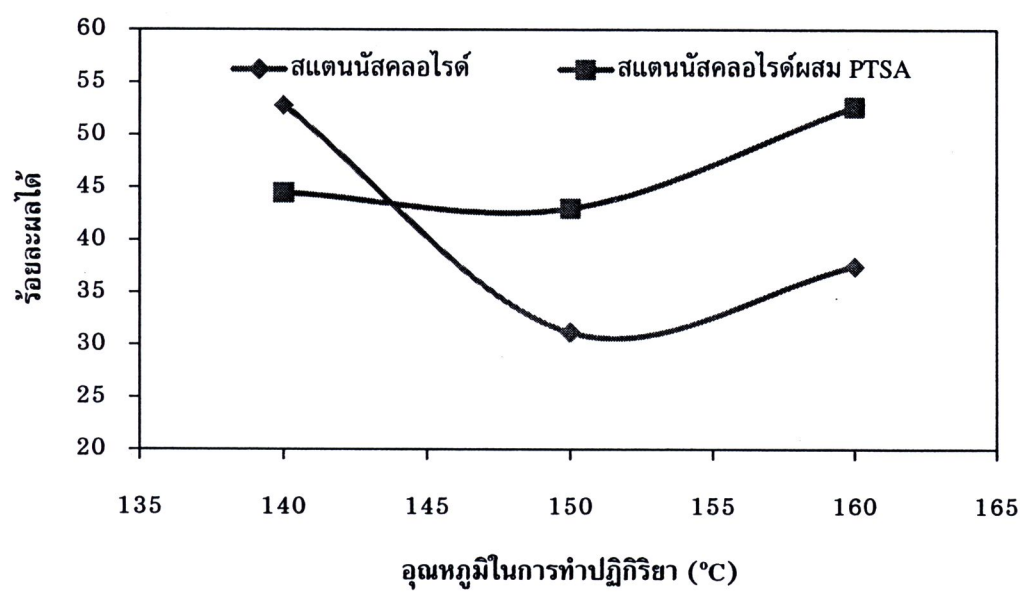


ภาพที่ 4.11 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่อุณหภูมิต่างๆของปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง

4.2.3.2 เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด 36 ชั่วโมง

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 36 ชั่วโมง โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.12 เมื่อพิจารณาอิทธิพลที่เกิดจากชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้ พบว่าที่อุณหภูมิ 140°C เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์จะได้ร้อยละผลได้สูงกว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิด และเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 140°C เป็น 150°C ร้อยละผลได้จะลดลงทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 150°C จะได้ร้อยละผลได้จากสแตนนัสคลอไรด์น้อยกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C ร้อยละผลได้จะเพิ่มขึ้นทั้งที่ใช้ สแตนนัสคลอไรด์และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอิน

ซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 160°C มีร้อยละผลได้จากสแตนนัสคลอไรด์น้อยกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาผลจากการทดลองชี้ให้เห็นว่าหากต้องการให้ได้ร้อยละผลได้สูง ๆ ควรจะใช้อุณหภูมิ 140°C เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและ 160°C เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แต่ที่อุณหภูมิสูง (160°C) จะทำให้สิ้นเปลืองพลังงาน เพราะฉะนั้นสำหรับการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85% ที่เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ควรจะทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 140°C และใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยประหยัดพลังงานกว่า

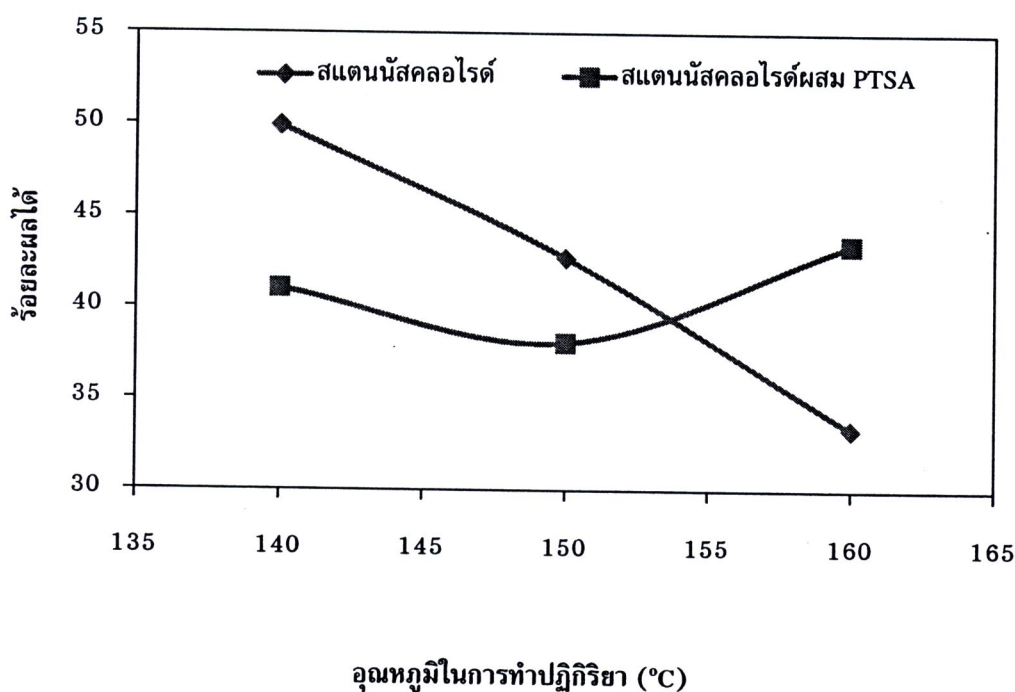


ภาพที่ 4.12 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่อุณหภูมิต่างๆของปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และใช้สแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง

4.2.3.3 เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด 48 ชั่วโมง

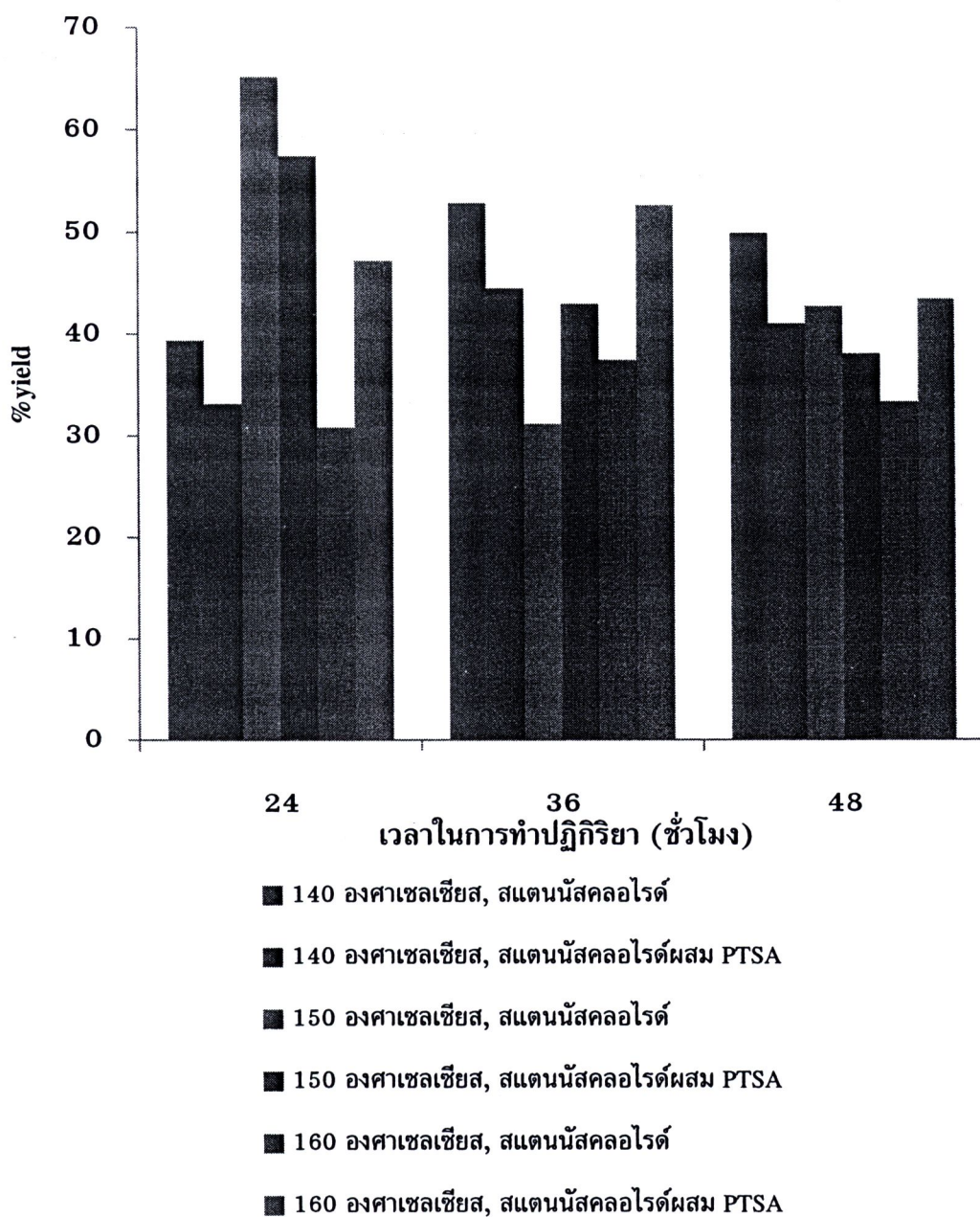
การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 48 ชั่วโมง โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.13 เมื่อพิจารณาอิทธิพลที่เกิดจากชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อร้อยละผลได้พบว่าที่อุณหภูมิ 140°C เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์จะได้ร้อยละผลได้สูงกว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิด และเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 140°C เป็น 150°C ร้อยละผลได้จะลดลงทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 150°C มีร้อยละผลได้จากสแตนนัสคลอไรด์มากกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C ร้อยละผลได้จะลดลงเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แต่ร้อยละผลได้จะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์

ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 160°C มีร้อยละผลได้จากสแตนนัสคลอไรด์น้อยกว่าร้อยละผลได้เมื่อใช้สแตนนัสผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผลจากการทดลองชี้ให้เห็นว่าในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85% ที่เวลาในการสังเคราะห์ 48 ชั่วโมง เพื่อให้ได้ร้อยละผลได้สูงสุดเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาควรจะทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 140°C และ 160°C เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพที่ 4.13 กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่อุณหภูมิต่างๆของปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาในการสังเคราะห์ 48 ชั่วโมง

ภาพที่ 4.14 เป็นการเปรียบเทียบอิทธิพลต่างๆต่อร้อยละผลได้ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดด้วยกรดแลกติก (85%) ให้ได้ร้อยละผลได้สูงสุด (65.18) ควรทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์แบบควบแน่นนั้นควรใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 150°C และใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

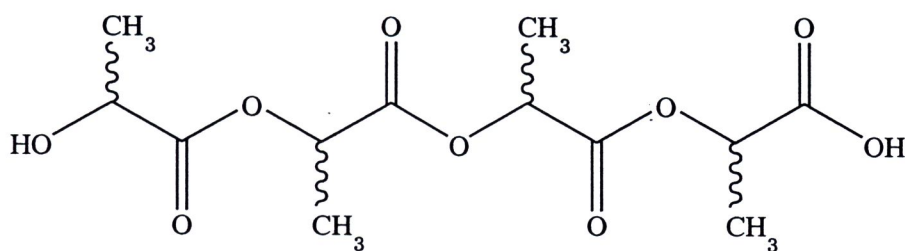


ภาพที่ 4.14 แผนภูมิแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่างๆของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไฮดรอลิซิสแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สเตนเนสคโลไรด์และสเตนเนสคโลไรด์ผสมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิต่างๆ

4.3 การวิเคราะห์คุณลักษณะของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

ในการยืนยันว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไฮดรอลิซิสแบบควบแน่นโดยตรงในงานวิจัยนี้เป็นพอลิแลกติกแอซิดจริง ต้องมีการศึกษาพิสูจน์โครงสร้างของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ซึ่งจำเป็นต้องใช้หลายเทคนิคร่วมกันเพื่อยืนยันโครงสร้างให้ได้อย่างถูกต้องและแม่นยำคือ เทคนิค โปรตอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (^1H -nuclear magnetic resonance spectroscopy: ^1H -NMR)

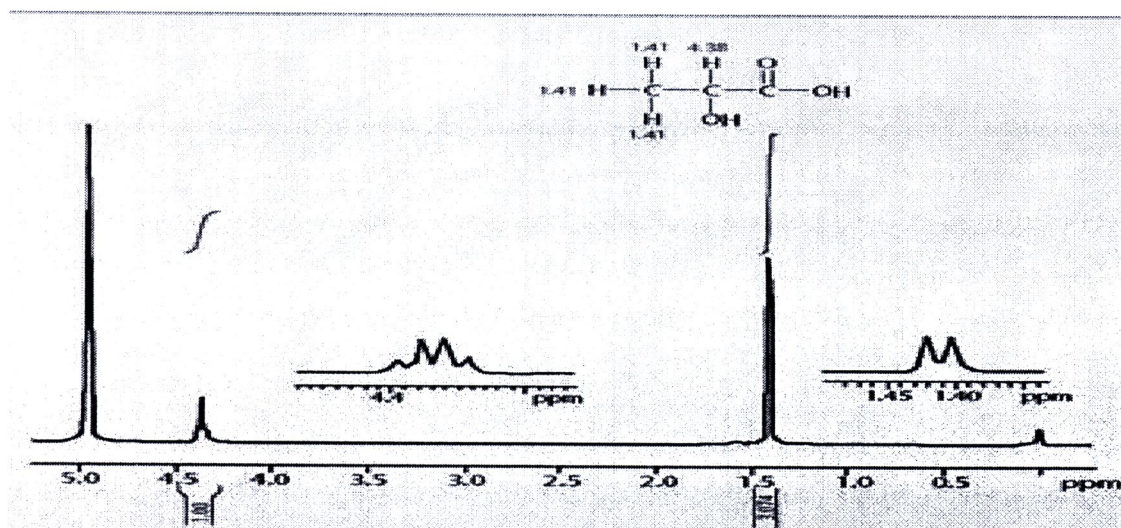
ร่วมด้วยเทคนิคคาร์บอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (^{13}C -nuclear magnetic resonance spectroscopy: ^{13}C -NMR) และเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (fourier transform infrared spectroscopy: FTIR) โดยโครงสร้างของผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดนั้นต้องมีโครงสร้างดังแสดงในภาพที่ 4.15 สเปกตรัมที่ได้จากเทคนิค ^1H -NMR ใช้บอกจำนวนและประเภทของไฮโดรเจนตลอดจนการเชื่อมโยงกับไฮโดรเจนที่อยู่ข้างเคียง ส่วนสเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์สารผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค ^{13}C -NMR ใช้บอกจำนวนคาร์บอน ประเภทและชนิดของคาร์บอนในโมเลกุลของสารที่ต้องการวิเคราะห์หาโครงสร้าง สำหรับโมเลกุลที่มีคาร์บอนที่ไม่สมมาตร จำนวนพีคจะบ่งบอกถึงจำนวนคาร์บอนได้ แต่ถ้าในกรณีโมเลกุลมีคาร์บอนที่สมมาตร จำนวนพีคที่นับได้จะน้อยกว่าจำนวนของคาร์บอนที่มีในโมเลกุล และสเปกตรัมที่ได้จากเทคนิค FTIR สามารถใช้บอกข้อมูลว่าสารที่เราวิเคราะห์นั้นมีหมู่ฟังก์ชันอะไรบ้าง [สมเดช กนกเมธากุล, 2551] และเมื่อเอาข้อมูลทั้ง 3 เทคนิคนี้มาวิเคราะห์ร่วมกันก็เพียงพอที่สามารถนำมาใช้พิสูจน์โครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ว่าเป็นพอลิแลกติกแอซิดจริงหรือไม่



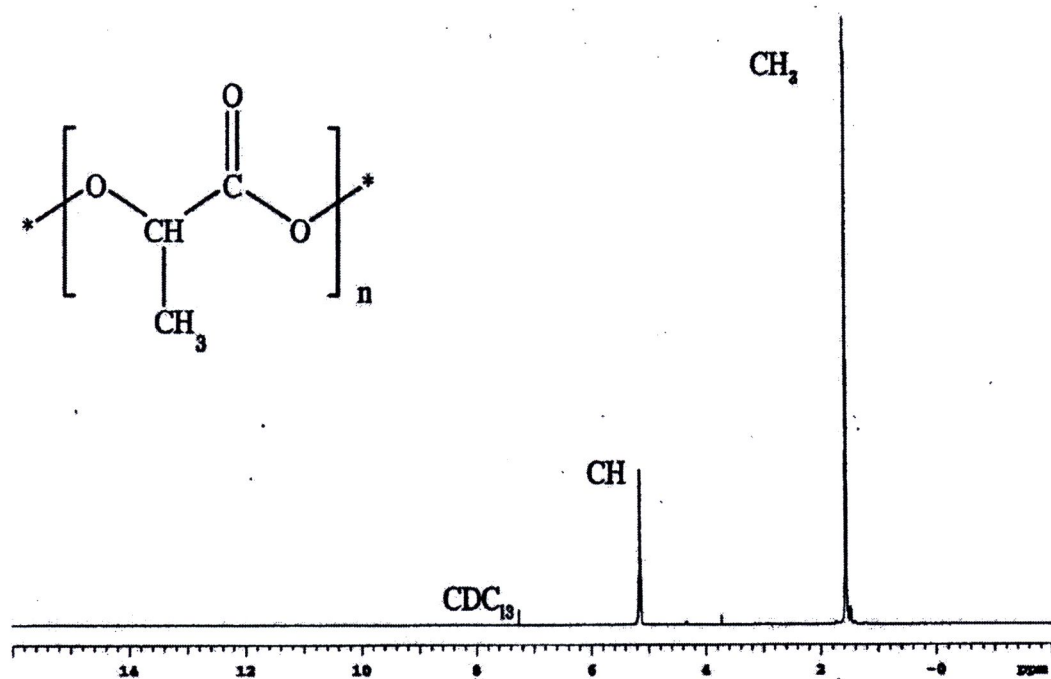
ภาพที่ 4.15 โครงสร้างของพอลิแลกติกแอซิด (Lunt James, 1998)

4.3.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยโปรตอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

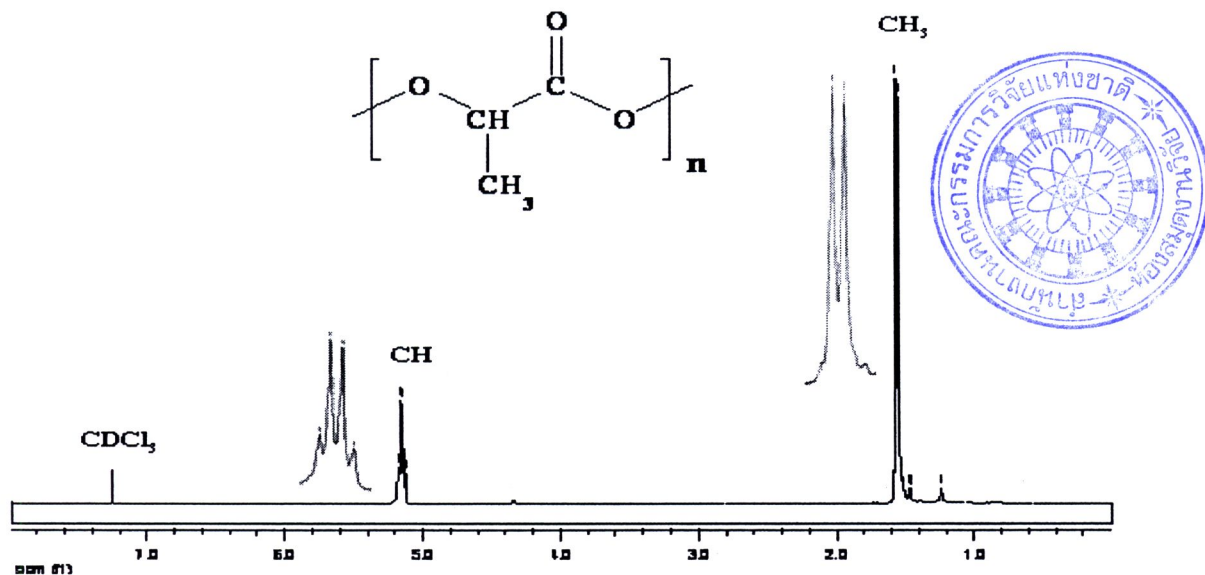
ภาพที่ 4.16 แสดงสเปกตรัมโปรตอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (^1H -NMR) ของกรดแลกติก ภาพที่ 4.17 แสดงสเปกตรัม ^1H -NMR ของพอลิแลกติกแอซิดซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ โดยสเปกตรัม ^1H -NMR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ตามสภาวะต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 มีลักษณะเหมือนกันทุกประการ โดยแต่ละสเปกตรัมปรากฏพีค 2 พีค แสดงว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีไฮโดรเจนในโมเลกุล 2 ชนิดที่มีสิ่งแวดล้อมต่างกัน โดยมีอัตราส่วนอินทิเกรชันเป็น 1:3 ของ CH และ CH_3 เรียงจากสนามแม่เหล็กต่ำไปสูงเมื่อรวมอัตราส่วนจะได้ 4 โปรตอน และจากค่าเคมีคัลชิฟท์ของพีคทั้งสอง คือ ประมาณ 5.16 ppm และ 1.55 ppm แสดงถึงสัญญาณของไฮโดรเจนใน CH ที่ต่อกับ CH_3 และสัญญาณของไฮโดรเจนใน CH_3 ที่ต่อกับ CH ซึ่งมีไฮโดรเจนรวมเท่ากับ 4 ตัวดังที่วิเคราะห์ในข้างต้นซึ่งสอดคล้องกับในงานวิจัยของ G.kister et al.; Donald G.; Bhuvanesh G et al. ดังแสดงในภาพที่ 4.18 โดยได้เปรียบเทียบค่าเคมีคัลชิฟท์ของ CH และ CH_3 ที่ปรากฏในสัญญาณสเปกตรัมพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยนี้และงานวิจัยของผู้อื่น ไว้ในตารางที่ 4.2 โดยภาพที่ 4.19 แสดงค่าเคมีคัลชิฟท์ของ CH และ CH_3 ในโครงสร้างของพอลิแลกติกแอซิดเพื่อง่ายแก่การเข้าใจ



ภาพที่ 4.16 สเปกตรัม ^1H -NMR ของกรดแลกติก (The power of NMR beginning, 2008)



ภาพที่ 4.17 สเปกตรัม ^1H -NMR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้ SnCl_2 +PTSA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)

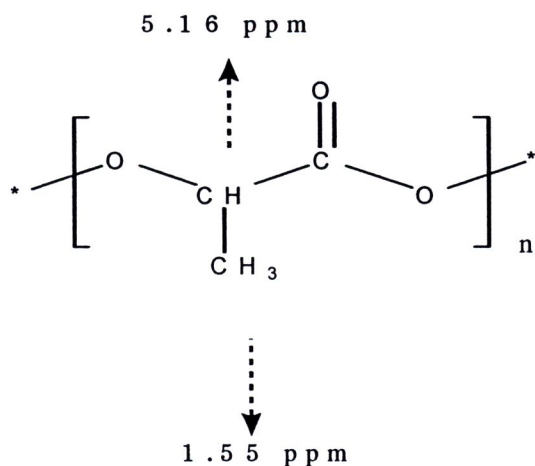


ภาพที่ 4.18 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยของปัทมา เปลี่ยนประเสริฐ (2552)

ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ปรากฏในสัญญาณสเปกตรัมพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์

ชนิดของไฮโดรเจน	CH	CH_3
เคมีคัลชิฟท์ของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยนี้	5.16 ppm	1.55 ppm
เคมีคัลชิฟท์ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยของปัทมา เปลี่ยนประเสริฐ, 2552	5.2 ppm	1.5 ppm

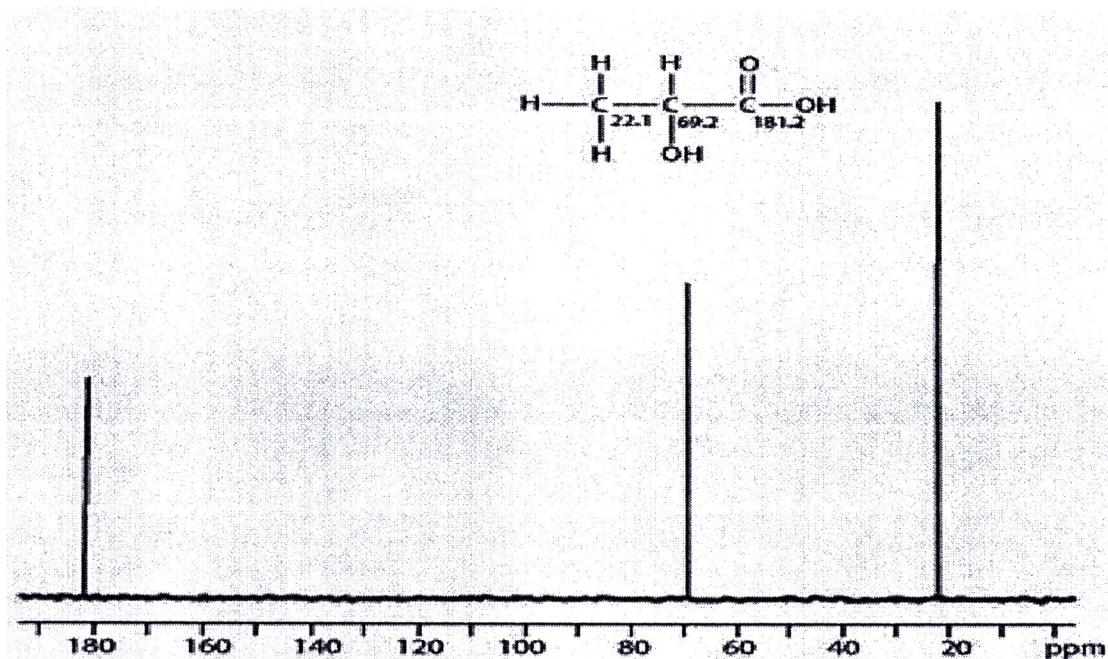
(ปัทมา เปลี่ยนประเสริฐ, 2552)



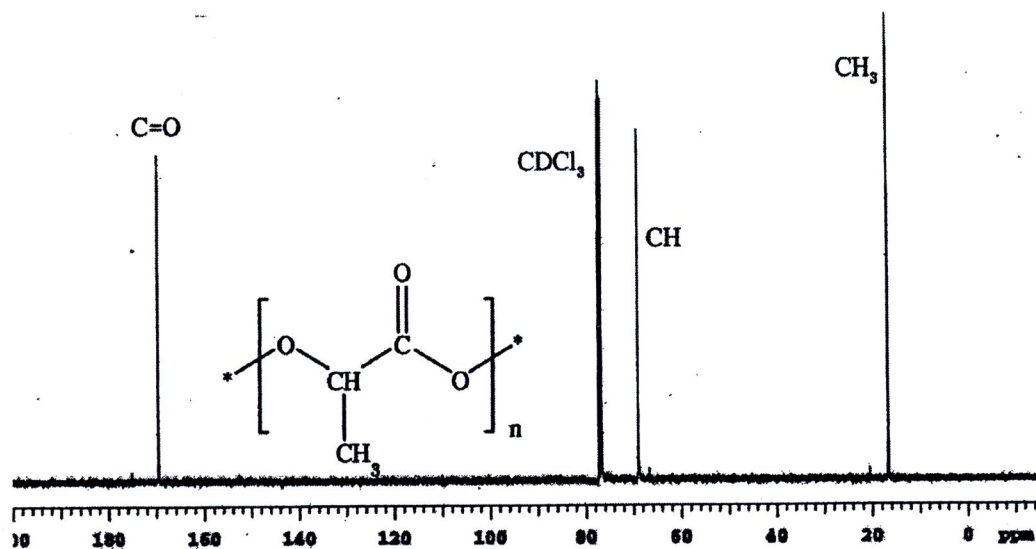
ภาพที่ 4.19 ค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ได้จากสัญญาณสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ CH และ CH_3 ในโมเลกุลพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

4.3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยคาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

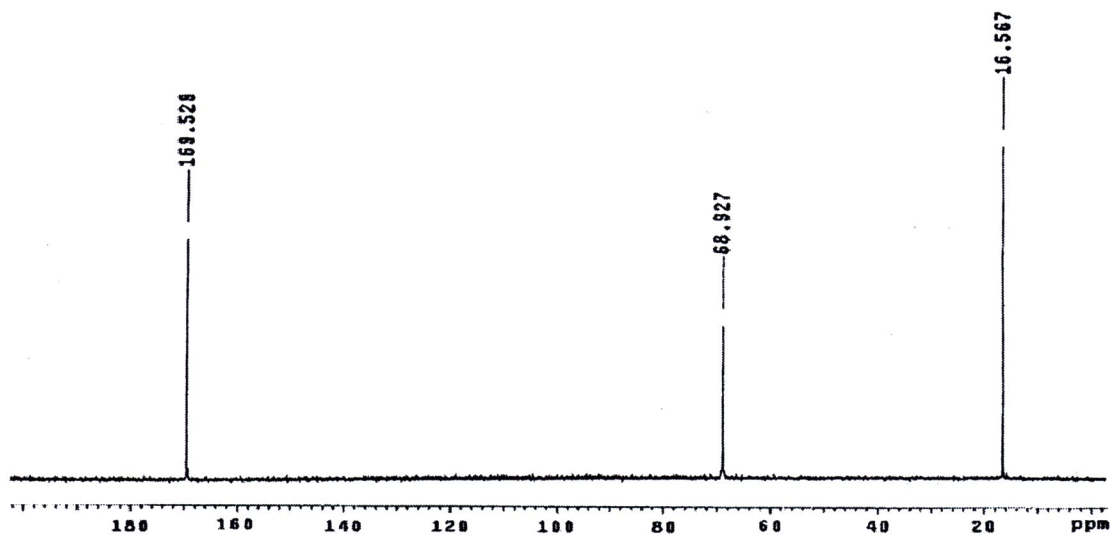
ภาพที่ 4.20 แสดงสเปกตรัมคาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (^{13}C -NMR) ของกรดแลกติก และเมื่อเทียบกับภาพที่ 4.21 ซึ่งแสดงตัวอย่างสเปกตรัม ^{13}C -NMR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยตรง (direct condensation polymerization) ในงานวิจัยนี้โดยพบว่าค่าเคมีคัลชิฟต์เปลี่ยนไปแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนจากกรดแลกติกเป็นสารอื่น ในภาพที่ 4.21 นั้นจะพบว่ามียอด 3 ยอด แสดงว่ามีชนิดของคาร์บอนที่แตกต่างกัน 3 ชนิด เพราะพอลิแลกติกแอซิดเป็นโมเลกุลที่มีคาร์บอนที่ไม่สมมาตร จำนวนยอดจึงสามารถใช้บอกจำนวนชนิดของคาร์บอนได้ และจากค่าเคมีคัลชิฟต์ของแต่ละยอดคือประมาณ 169.56 ppm 68.98 ppm และ 16.60 ppm ตามลำดับเรียงจากสนามแม่เหล็กต่ำไปสูงซึ่งค่าเคมีคัลชิฟต์ที่ 169.56 ppm เป็นของคาร์บอนิลของเอสเทอร์ ($\text{C}=\text{O}$) ค่าเคมีคัลชิฟต์ที่ 68.98 ppm เป็นของมีไธน์ (methine, CH) และค่าเคมีคัลชิฟต์ที่ 16.60 ppm เป็นของเมทิล (methyl, CH_3) ซึ่งสอดคล้องกับในงานวิจัยของ Guang-Xin Chen et al., 2006 ดังแสดงในภาพที่ 4.22 ได้ทำการเปรียบเทียบค่าเคมีคัลชิฟต์ไว้ในตารางที่ 4.3 และเพื่อให้ง่ายแก่การเข้าใจได้แสดงค่าเคมีคัลชิฟต์ของ $\text{C}=\text{O}$ CH และ CH_3 ในโครงสร้างของพอลิแลกติกแอซิด ไว้ในภาพที่ 4.23 สเปกตรัม ^{13}C -NMR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ตามสภาวะต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 มีลักษณะเหมือนกันทุกประการ ดังแสดงตัวอย่างในภาพที่ 4.21



ภาพที่ 4.20 สเปกตรัมของกรดแลกติกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ^{13}C -NMR (The power of NMR beginning, 2008)



ภาพที่ 4.21 ตัวอย่างสเปกตรัม $^{13}\text{C-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้ $\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)

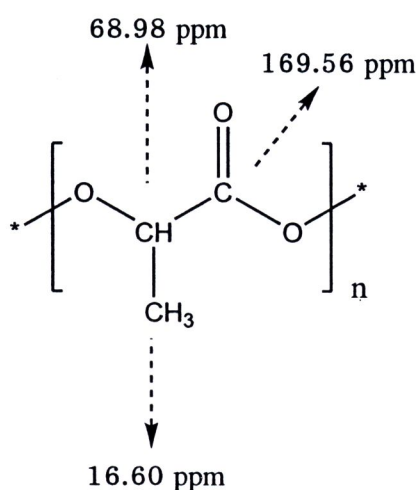


ภาพที่ 4.22 สเปกตรัม $^{13}\text{C-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัย (Guang-Xin Chen et al., 2005)

ตารางที่ 4.3 ค่าเคมีคัลซิฟท์ที่ปรากฏในสัญญาณสเปกตรัมพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์

ชนิดของคาร์บอน	C=O	CH	CH ₃
เคมีคัลซิฟท์ของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยนี้	169.56 ppm	68.98 ppm	16.60 ppm
เคมีคัลซิฟท์ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยของ Guang-Xin Chen et al.	169.53 ppm	68.93 ppm	16.60 ppm

(Guang-Xin Chen et al., 2005)

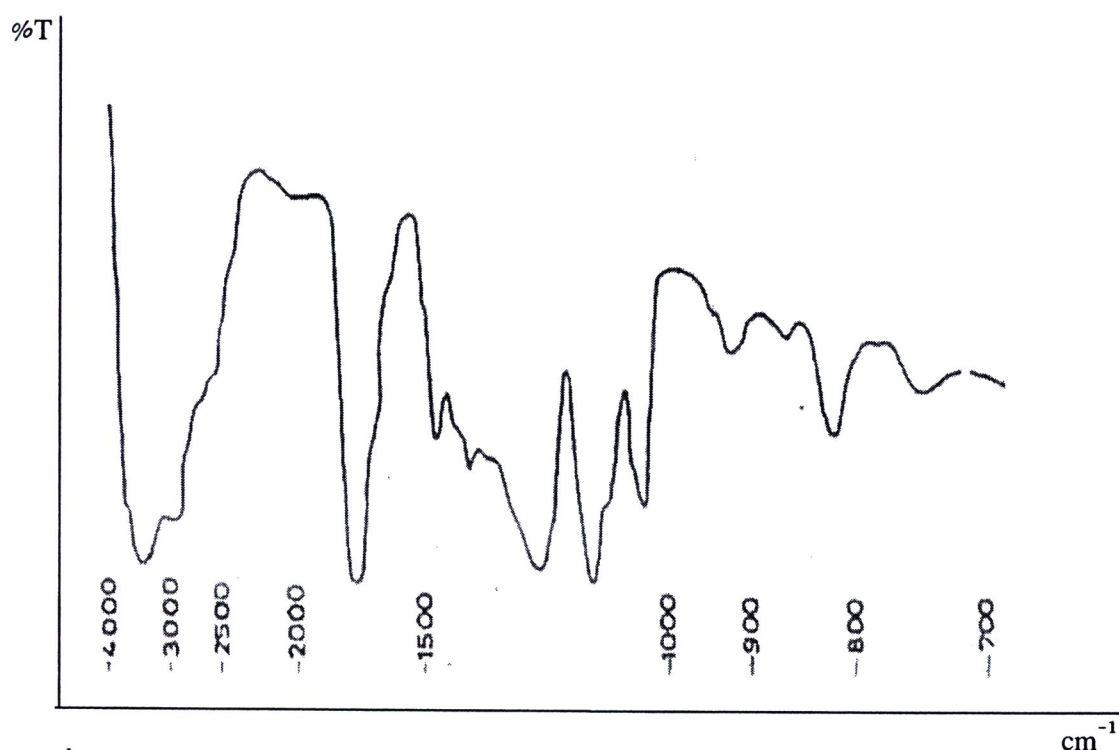


ภาพที่ 4.23 ค่าเคมีคัลซิฟท์ที่ได้จากสัญญาณสเปกตรัม ^{13}C -NMR ของ C=O CH และ CH₃ ในโมเลกุลพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

4.3.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR)

ปกติอะตอมจะเคลื่อนไหวและสั่น (vibrate) อยู่ตลอดเวลา โดยการสั่นแบบพื้นฐานของพันธะเคมีมีอยู่ 2 แบบ คือแบบยืด (stretching) และแบบงอ (bending) ซึ่งมีทั้งแบบสมมาตร (symmetry) และไม่สมมาตร (asymmetry) โดยการสั่นทั้งแบบยืดและแบบงอของอะตอมในพันธะที่ต่างกันจะให้สัญญาณเป็นพีคที่ตำแหน่งแตกต่างกันไป จึงสามารถนำตำแหน่งของสัญญาณที่เกิดจากพันธะของอะตอมที่ต่างกันมาระบุหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ได้ โดยการยืดของพันธะจะใช้พลังงานสูงกว่าการงอของพันธะชนิดเดียวกัน ในภาพที่ 4.24 และตารางที่ 4.4 แสดงสเปกตรัมเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR) ของกรดแลกติกในงานวิจัยของ กัญรัตน์ สุทธภักติ, 2541 จากรูปนี้จะพบพีคที่กว้างที่ประมาณ 3500 cm^{-1} ของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ของหมู่คาร์บอกซิล (HO-CO-) และหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ในแอลกอฮอล์ และมีการยืดของพันธะคาร์บอนิล (C=O) ในหมู่คาร์บอกซิลที่ประมาณ 1735 cm^{-1} ตารางที่ 4.5 แสดงตัวอย่างสัญญาณ IR ที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยของ Donald Garlotta (2001) ภาพที่ 4.25 แสดงสเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นโดยตรง (direct condensation polymerization) ในงานวิจัยนี้ ภาพที่ 4.26 แสดงสเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน เครื่องเดียวกันกับที่วิเคราะห์สัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ในทุกสภาวะการทดลอง โดยตัวอย่างพีคที่ปรากฏในสัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติก

แอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ที่สภาวะการทดลองที่ 1 แสดงในตารางที่ 4.6 รายละเอียดตำแหน่งพิกสัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะการทดลอง ตารางที่ 4.7 แสดงตำแหน่งหมู่ฟังก์ชันของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน จากสัญญาณสเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดทั้งที่สังเคราะห์ขึ้นในงานวิจัยนี้และพอลิแลกติกมาตรฐานนั้นมีพิกที่สำคัญคือ พิกที่ประมาณ 3000 cm^{-1} ของการสั่นแบบยืดของ C-H ทั้งแบบสมมาตรและไม่สมมาตร พิกที่ประมาณ 1757 cm^{-1} ของการสั่นแบบยืดของ C=O ของเอสเทอร์ พิกที่ประมาณ 1458 cm^{-1} ของการสั่นแบบงอของ $-\text{CH}_3$ พิกที่ประมาณ 1385 cm^{-1} และ 1364 cm^{-1} เป็นการงอของ $-\text{CH}-$ ทั้งแบบสมมาตรและไม่สมมาตรและพิกที่ประมาณ 1132 cm^{-1} เป็นพิกที่สำคัญที่ใช้ออกถึง C-O ในเอสเทอร์ เมื่อพิจารณาข้อมูลที่ได้จาก $^1\text{H-NMR}$ $^{13}\text{C-NMR}$ และ FTIR ร่วมกันสามารถยืนยันได้อย่างชัดเจนว่าสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ทุกสภาวะการทดลองนั้น เป็นพอลิแลกติกแอซิดจริง สำหรับสเปกตรัม FTIR ของกรดแลกติกและพอลิแลกติกแอซิดนั้นเมื่อเปรียบเทียบกันแล้วพบว่าในสเปกตรัมของกรดแลกติกนั้นจะปรากฏพิกที่ตำแหน่ง 3500 cm^{-1} ของหมู่ไฮดรอกซี ($-\text{OH}$) แต่ในสเปกตรัมของพอลิแลกติกแอซิดนั้นไม่ปรากฏสัญญาณของพิกนี้หรืออาจปรากฏสัญญาณที่ไม่ชัดเจนของพิกดังกล่าวนี้ เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาของกรดแลกติกไปเป็นพอลิแลกติกแอซิดซึ่งไม่มีหมู่ไฮดรอกซีอยู่ในโมเลกุล และเมื่อเปรียบเทียบพิกของการสั่นแบบยืดของ C=O ในสเปกตรัมของกรดแลกติกและสเปกตรัมของพอลิแลกติกแอซิดจะพบว่าพิกที่ตำแหน่งนี้นั้นเพิ่มจากตำแหน่งประมาณ 1735 cm^{-1} ไปที่ตำแหน่ง 1757 cm^{-1} เนื่องจากหมู่ C=O ในกรดแลกติกเป็นของหมู่คาร์บอกซิลแต่หมู่ C=O ในพอลิแลกติกแอซิดเป็นของเอสเทอร์ (ดูภาพที่ 4.27) จึงเป็นการยืนยันได้ว่าเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของกรดแลกติกไปเป็นพอลิแลกติกแอซิดจริง ซึ่งกลไกของปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของกรดแลกติกไปเป็นพอลิแลกติกแอซิดแสดงดังภาพที่ 4.28 (ใช้พาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา) และภาพที่ 4.29 (ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)



ภาพที่ 4.24 สเปกตรัม FTIR ของกรดแลกติก (กัญรัตน์ สุทธภักติ, 2541)

ตารางที่ 4.4 สัญญาณ FTIR ของกรดแลกติก

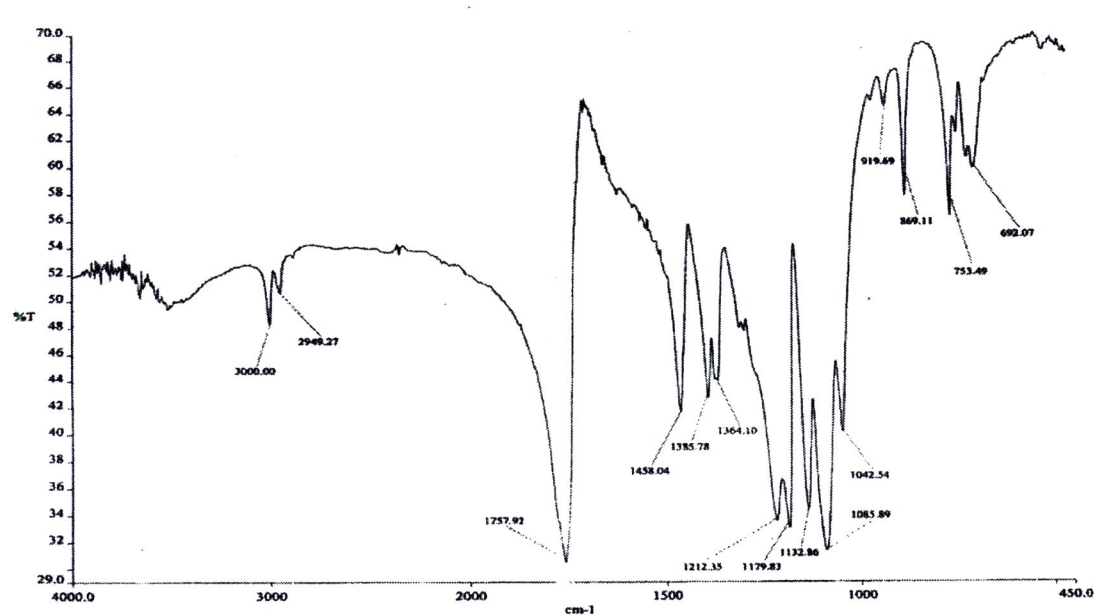
ตำแหน่งของสัญญาณ cm^{-1}	หมู่ฟังก์ชัน
ประมาณ 3500 cm^{-1}	เส้นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซี (-OH)
ประมาณ 3000 cm^{-1}	เส้นแบบยืดของพันธะ C-H
ประมาณ 1735 cm^{-1}	เส้นแบบยืดของพันธะคาร์บอนิล (C=O)

(ปัทิตตา เปลี่ยนประเสริฐ, 2552)

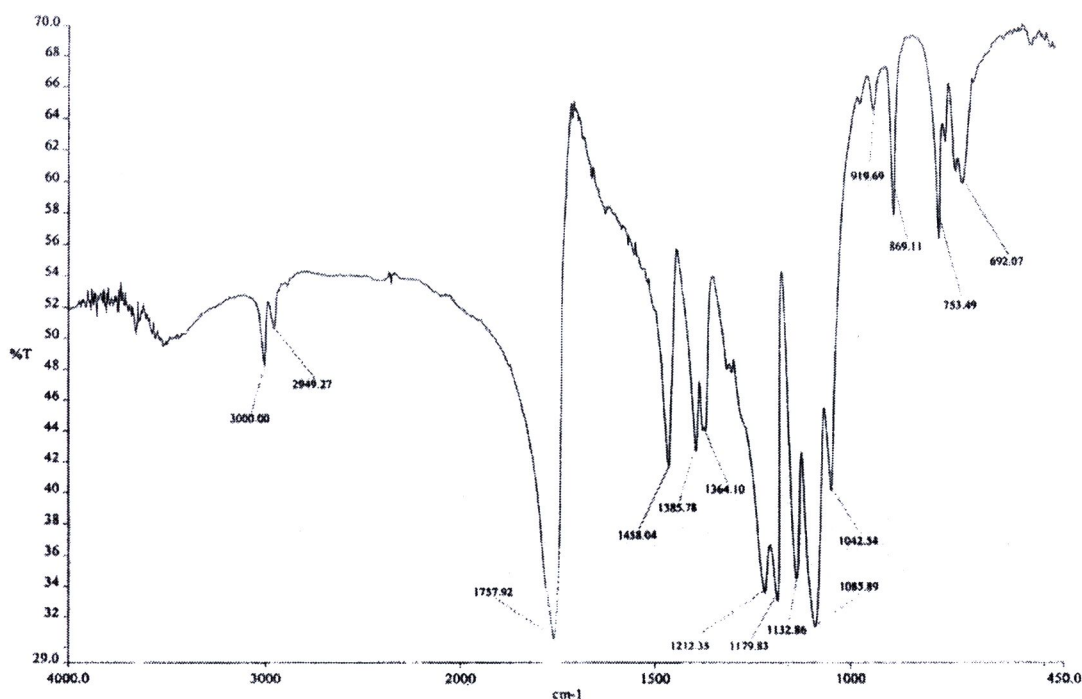
ตารางที่ 4.5 สัญญาณ IR ของพอลิแลกติกแอซิด

หมู่ฟังก์ชัน	ตำแหน่งของสัญญาณ cm^{-1}
การสั่นแบบยืดของ -OH	3571
การสั่นแบบยืดของ -CH-	2995 (แบบไม่สมมาตร) 2944 (แบบสมมาตร)
การสั่นแบบยืดของ -C=O	1759
การสั่นแบบงอของ -CH ₃	1453
การงอทั้งแบบสมมาตรและไม่สมมาตรของ -CH-	1382 และ 1362
การสั่นแบบงอของ -C=O	1268
การสั่นแบบยืดของ -C-O-	1194, 1130 และ 1093
การสั่นแบบงอของ -OH	1047
การสั่นแบบยืดของ -C-C-	926 และ 868

(Donald Garlotta, 2001)



ภาพที่ 4.25 ตัวอย่างสเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 140°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาใช้สารตั้งต้นเป็นกรดแลกติกเข้มข้น 90%)



ภาพที่ 4.26 สเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน

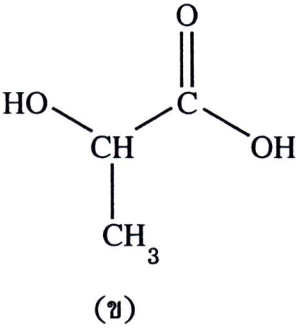
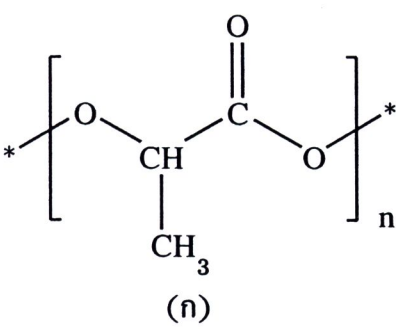
ตารางที่ 4.6 สัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้

(อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา 140°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้สแตนเลสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้สารตั้งต้นเป็นกรดแลกติกเข้มข้น 90%)

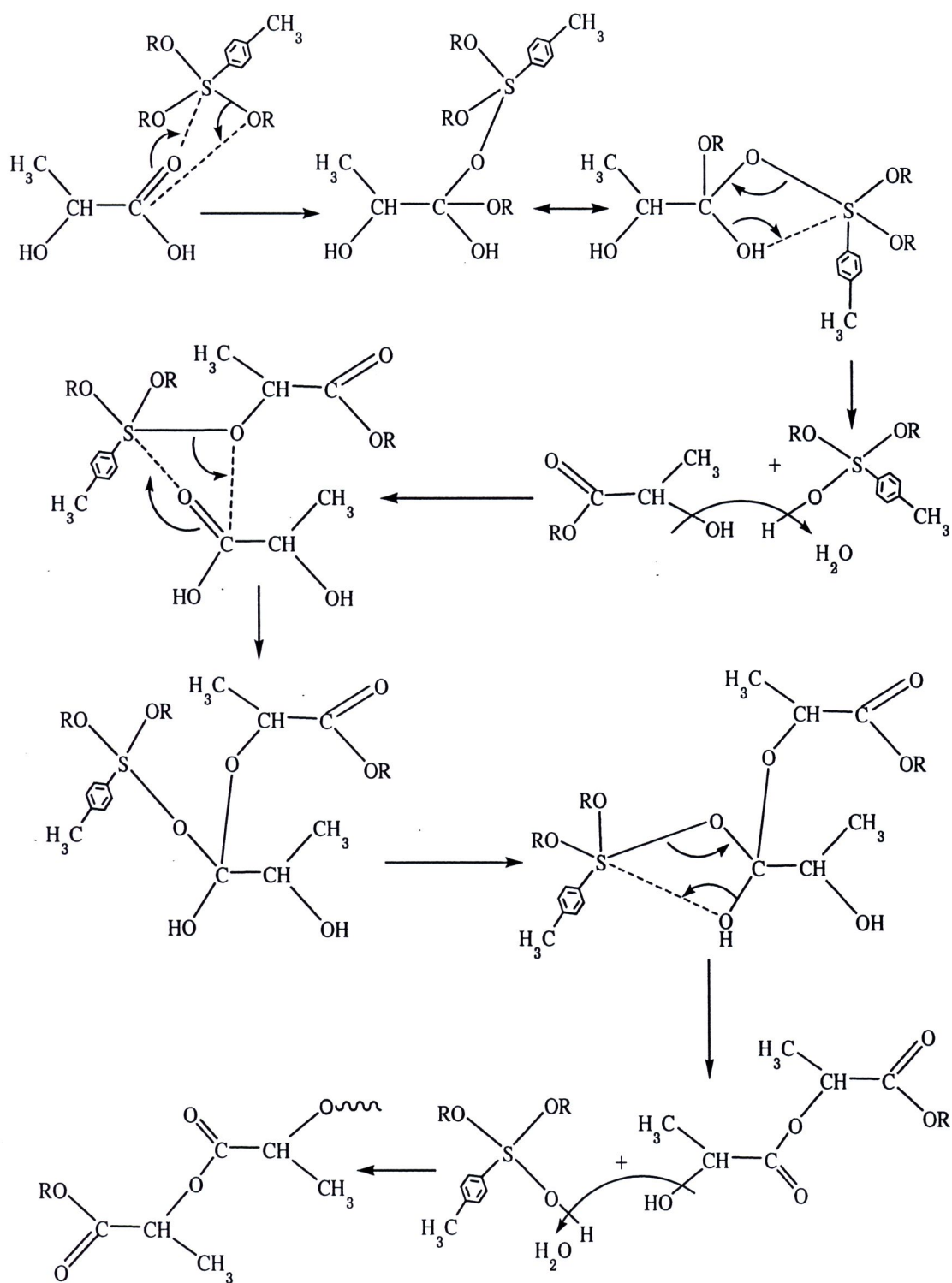
ตำแหน่งของสัญญาณ cm^{-1}	หมู่ฟังก์ชัน
3000	การยืดของ -CH- ใน CH_3 แบบไม่สมมาตร
2949	การยืดของ -CH- ใน CH_3 แบบสมมาตร
1757	การยืดของ -C=O
1458	การงอของ - CH_3
1385	การงอของ -CH-
1364	การงอของ C-H
1212	การยืดแบบไม่สมมาตรของ -C-O- และ C-H
1179	การยืดแบบไม่สมมาตรของ -C-O- และ C-H
1132	การสั่นแบบไม่สมมาตรของ CH_3
1085	การยืดแบบสมมาตรของ -C-O-
1042	การยืดของพันธะ C- CH_3
919	การงอของ CH_3 และ C-C
869	การยืดของพันธะ C-COO
753	การสั่นของ C=O

ตารางที่ 4.7 สัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน

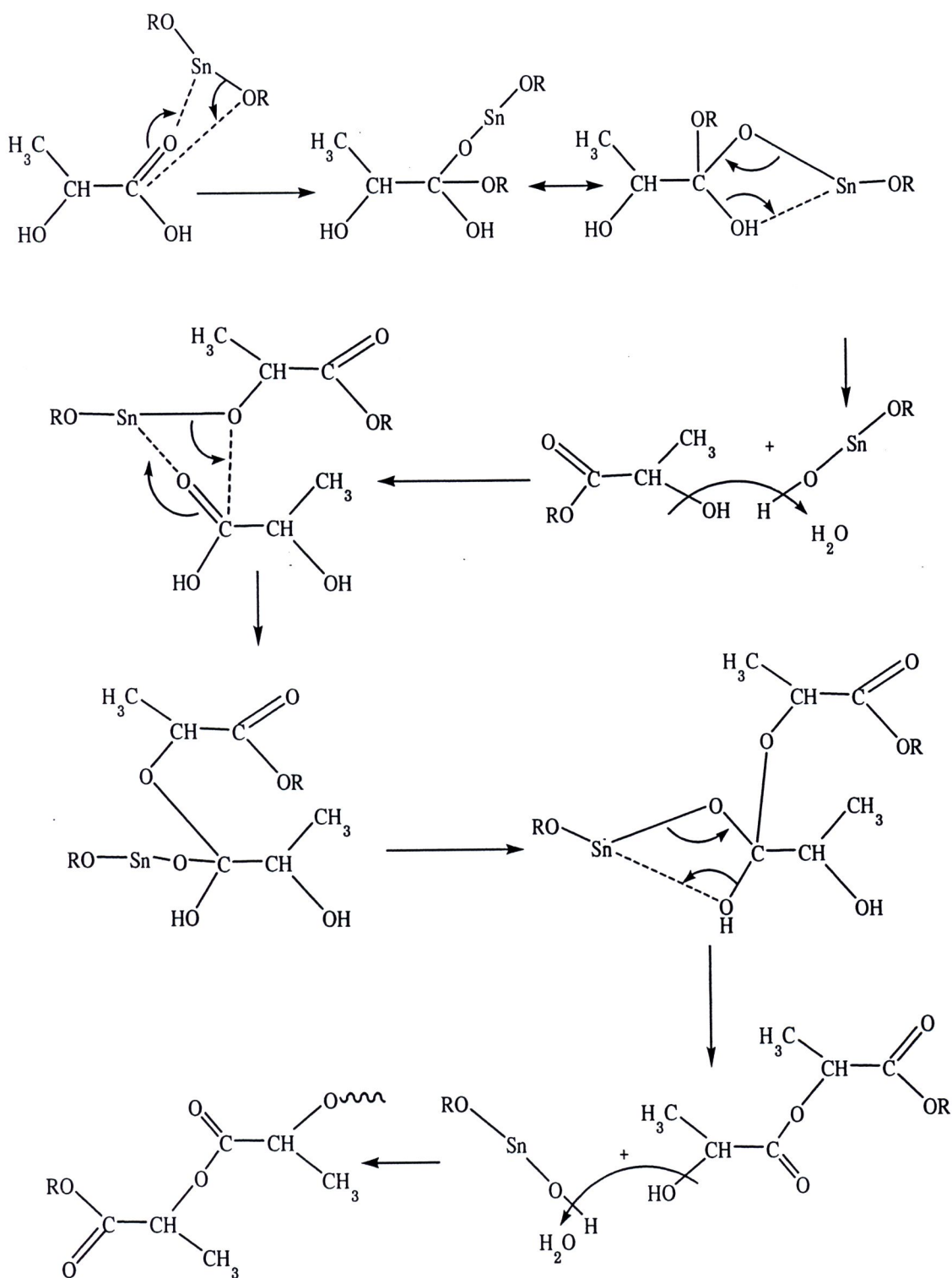
ตำแหน่งของสัญญาณ cm^{-1}	หมู่ฟังก์ชัน
3000	การยืดของ -CH- ใน CH_3 แบบไม่สมมาตร
2949	การยืดของ -CH- ใน CH_3 แบบสมมาตร
1757	การยืดของ -C=O
1458	การงอของ -CH_3
1385	การงอของ -CH-
1364	การงอของ C-H
1212	การยืดแบบไม่สมมาตรของ -C-O- และ C-H
1179	การยืดแบบไม่สมมาตรของ -C-O- และ C-H
1132	การสั่นแบบไม่สมมาตรของ CH_3
1085	การยืดแบบสมมาตรของ -C-O-
1042	การยืดของพันธะ C-CH_3
919	การงอของ CH_3 และ C-C
869	การยืดของพันธะ C-COO
753	การสั่นแบบงอของ C=O



ภาพที่ 4.27 โครงสร้างผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ซึ่งระบุว่าเป็นพอลิแลกติกแอซิดด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ด้วย NMR และ FTIR (ก) และโครงสร้างของกรดแลกติก (ข)



ภาพที่ 4.28 กลไกของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกโดยมีพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ดัดแปลงจาก S.-I. Moon et al., 2001; ปัทิตตา เปลี่ยนประเสริฐ, 2552)

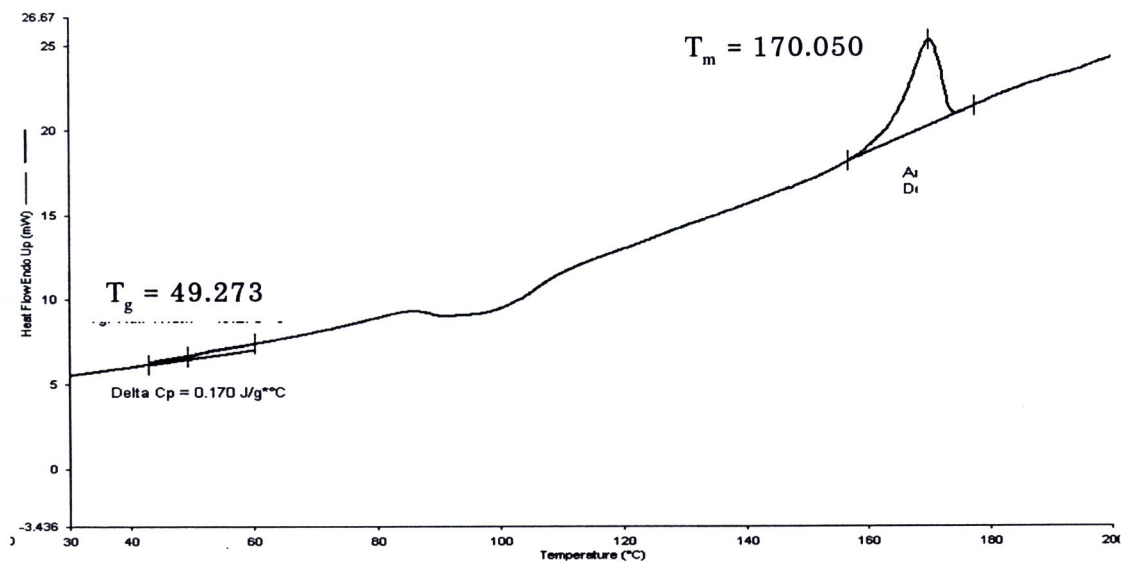


ภาพที่ 4.29 กลไกของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติก มีสแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ดัดแปลงจาก S.-I. Moon et al., 2001; ปัทมดา เปลี่ยนประเสริฐ, 2552)

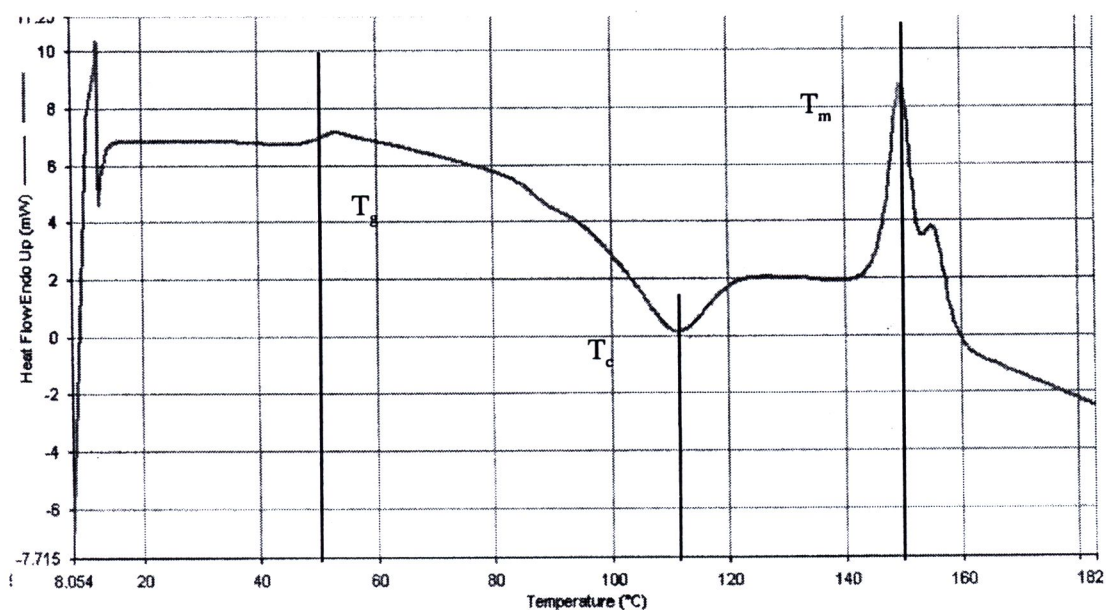
4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลลอรีเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC)

ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลลอรีเมทรี (DSC) เป็นเทคนิคที่นำมาใช้ในการศึกษาสมบัติที่เปลี่ยนตามอุณหภูมิของพอลิเมอร์คือ อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (glass transition temperature, T_g) ซึ่งเป็นคุณสมบัติของพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน (amorphous polymer) อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วเป็นอุณหภูมิที่พอลิเมอร์แสดงสมบัติคล้ายแก้วและสมบัติคล้ายยาง โดยอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วมีค่ามากหรือน้อยขึ้นอยู่กับ น้ำหนักโมเลกุลและการเพิ่มปริมาณการเป็นผลึกของพอลิเมอร์ การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของพอลิเมอร์ที่สำคัญอีกค่าหนึ่งคือ อุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (crystalline melting point temperature, T_m) ซึ่ง อุณหภูมิหลอมเหลวของผลึกเป็นการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างเป็นผลึก ภาพที่ 4.30 แสดงรูปเทอร์โมแกรม (thermogram) ของการวิเคราะห์ด้วย DSC ของสารมาตรฐานพอลิแลกติกแอซิดและภาพที่ 4.31 แสดงตัวอย่างรูปเทอร์โมแกรมของผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (รายละเอียดภาพเทอร์โมแกรมของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะการทดลองต่างๆ ได้รวบรวมและแสดงไว้ในภาคผนวก ง) ซึ่งจากรูปเทอร์โมแกรมของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้นั้น จะปรากฏสัญญาณของอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) อุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (T_m) และอุณหภูมิที่แสดงถึงการคายความร้อนเมื่อพอลิเมอร์ก่อผลึกที่อัตราการตกผลึกมีค่าสูงสุด (crystallization temperature, T_c) ทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ว่าพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ทุกสภาวะการทดลองมีทั้งโครงสร้างที่เป็นผลึกและอสัณฐานเนื่องจากเทอร์โมแกรมแสดงทั้ง อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (glass transition temperature, T_g) อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) และอุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (melting point temperature, T_m) จากผลเทอร์โมแกรมนั้นสามารถอธิบายได้ว่าเมื่อพอลิแลกติกแอซิดซึ่งมีโครงสร้างกึ่งผลึก (semicrystalline) ถูกทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วทันทีทันใดที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ต่ำกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (glass transition temperature, T_g) ของพอลิแลกติกแอซิด ส่วนที่เป็นอสัณฐานจะเกิดการแข็งตัว เมื่อให้ความร้อนกับพอลิแลกติกแอซิดสายโซ่พอลิแลกติกแอซิดจะเริ่มมีพลังงานมากขึ้นและเริ่มมีการสั่นตัวโดยจะมีการสั่นเพิ่มขึ้นตามพลังงานที่ได้รับจากการเพิ่มขึ้นอุณหภูมิ เมื่ออุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว การสั่นของสายโซ่โมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ และแสดงการเปลี่ยนแปลงของสภาวะทรานซิชันเกิดขึ้น เมื่อผ่านสภาวะคล้ายแก้วของพอลิแลกติกแอซิดแล้ว การเพิ่มอุณหภูมิให้พอลิแลกติกแอซิดทำให้พอลิแลกติกแอซิดสามารถเคลื่อนที่ได้มากยิ่งขึ้นและมีการคายพลังงานเพื่อใช้ในการตกผลึกที่ อุณหภูมิการตกผลึกสูงสุด (crystallization temperature, T_c) และเมื่อให้ความร้อนต่อไปความร้อนที่ได้นี้จะถูกโมเลกุลพอลิแลกติกแอซิดนำไปใช้ในการสลายพันธะในส่วนที่เป็นโครงสร้างผลึกและเมื่ออุณหภูมิสูงถึง อุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (T_m) ข้อมูลแสดงค่าอุณหภูมิ T_g และ T_m ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย DSC ที่สภาวะการทดลองต่างๆ ได้รวบรวมไว้ในตารางที่ 4.8 ระหว่างอะตอมก็คาดว่าพันธะระหว่างอะตอมในโครงสร้างผลึกโดนทำลายปฏิกิริยาการสลายพันธะ (การหลอมเหลวของผลึก) จึงเป็นปฏิกิริยาการดูดพลังงาน จะพบว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) และอุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (T_m) ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้โดยสภาวะการทดลองที่ 2 มีค่าสูงสุดคือค่า T_g เท่ากับ 57.3 °C และ T_m เท่ากับ 165 °C ซึ่งน่าจะเนื่องจากพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะการทดลองที่ 2 นี้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) ที่สูงและมีปริมาณผลึกเกิดขึ้นในโครงสร้างมากกว่าเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะอื่นๆ แต่อย่างไรก็ตามค่า T_m ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดก็ยังคงต่ำกว่าค่า T_m ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน ซึ่งชี้ให้เห็นว่า

พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) น้อยกว่าพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐานเพราะโดยทั่วไปแล้วพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะมีอุณหภูมิหลอมเหลวของผลึกสูงตามไปด้วย



ภาพที่ 4.30 ผลการวิเคราะห์ด้วย DSC ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน



ภาพที่ 4.31 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ด้วย DSC ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้ SnCl_2 +PTSA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)

ตารางที่ 4.8 อุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของพอลิแลกติกแอซิด และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก

สภาวะ	ความเข้มข้น ของ กรดแลกติก	ตัวเร่ง ปฏิกิริยา	อุณหภูมิ ในการทำ ปฏิกิริยา (°C)	เวลา ใช้ทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	T _g (°C)	T _m (°C)	Mw
PLA มาตรฐาน					49.3	170.1	51,521
1	90%	SnCl ₂	140	24	50.9	161	22,980
2				36	57.3	165	34,397
3				48	49.5	162	31,555
4	85%	SnCl ₂	140	24	48.5	144.6, 155.4	21,243
5				36	41.6	147.6, 156.8	21,766
6				48	46.2	143.1	11,546
7	85%	SnCl ₂	150	24	41.5	131.5, 141.5	9,953
8				36	53.3	158.3	31,955
9				48	39.2	132.3, 142.3	12,746
10	85%	SnCl ₂	160	24	42.3	143.1, 154.6	19,696
11				36	50.8	152.3, 160.0	32,956
12				48	50.8	149.6	15,678
13	85%	SnCl ₂ +PTSA	140	24	43.1	136.2, 143.9	12,267
14				36	40.8	140.8, 150.8	18,153
15				48	43.3	137.7, 151.5	19,495
16	85%	SnCl ₂ +PTSA	150	24	27.7	111.5	10,795
17				36	44.6	144.6, 154.6	20,607
18				48	51.9	160.7	21,665
19	85%	SnCl ₂ +PTSA	160	24	50.8	141.5, 150.0	18,989
20				36	40.0	137.7, 146.9	12,929
21				48	47.7	158.5	19,712

4.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (Gel permeation chromatography, GPC)

เทคนิคเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยน้ำหนักโมเลกุลที่นิยมศึกษาคือ น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (weight average molecular weight, Mw) ในตารางที่ 4.8 แสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) และอุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (T_m) และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของสารผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่างๆ พบว่าเมื่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นจะมีผลทำให้ อุณหภูมิ T_m และ T_g เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เพราะว่าพอลิแลกติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยสูงกว่าจะมีสายโซ่โมเลกุล

ที่ยาวกว่าจึงมีการดูดพลังงานเพื่อนำไปใช้ในการทำให้โมเลกุลเกิดการเคลื่อนที่และการสลายพันธะระหว่างโมเลกุล และระหว่างอะตอมมากกว่า จึงส่งผลให้อุณหภูมิ T_g และ T_m สูงกว่า โดยจากตารางที่ 4.8 การสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่สภาวะที่ 2 ซึ่งเกิดจากกระบวนการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดโดยการควบแน่นโดยตรงโดยใช้กรดแลคติกความเข้มข้น 90 % เป็นสารตั้งต้น เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้ 140°C โดยใช้สแตนนัสคลอไรด์ (SnCl_2) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะได้พอลิแลคติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_w) สูงสุดคือ 34,397 ทั้งนี้เนื่องจากพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวของโมเลกุลที่มีความเป็นระเบียบสูงหรือกล่าวอีกนัยหนึ่งคือมีโครงสร้างที่มีความเป็นผลึกสูงสังเกตได้จากมีอุณหภูมิหลอมเหลวของผลึก (T_m) สูงคือ ที่ 165°C ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตามค่า T_m ที่ได้ก็ยิ่งต่ำกว่า T_m ของพอลิแลคติกแอซิดมาตรฐาน ($T_m = 170^\circ\text{C}$) ซึ่งให้เห็นว่าพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกน้อยกว่า (หรืออีกนัยหนึ่งคือมีโครงสร้างที่เป็นอสัณฐานมากกว่า) พอลิแลคติกแอซิดมาตรฐาน และเมื่อพิจารณาจากค่า T_g ของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ ($T_g = 57.3^\circ\text{C}$) จะสูงกว่า T_g ($T_g = 49.3^\circ\text{C}$) ของพอลิแลคติกแอซิดมาตรฐาน ซึ่งสอดคล้องกับผลสรุปที่ว่าพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างอสัณฐานมากกว่าพอลิแลคติกแอซิดมาตรฐานทั้งนี้เพราะค่า T_g จะแปรตัวบ่งชี้ถึงโครงสร้างอสัณฐานในวัสดุพอลิเมอร์ กล่าวคือค่า T_g สูงแสดงว่าโมเลกุลยาวพันกันยุ่งเหยิงไม่มีความเป็นระเบียบหรือมีโครงสร้างเป็นอสัณฐานสูงนั่นเอง

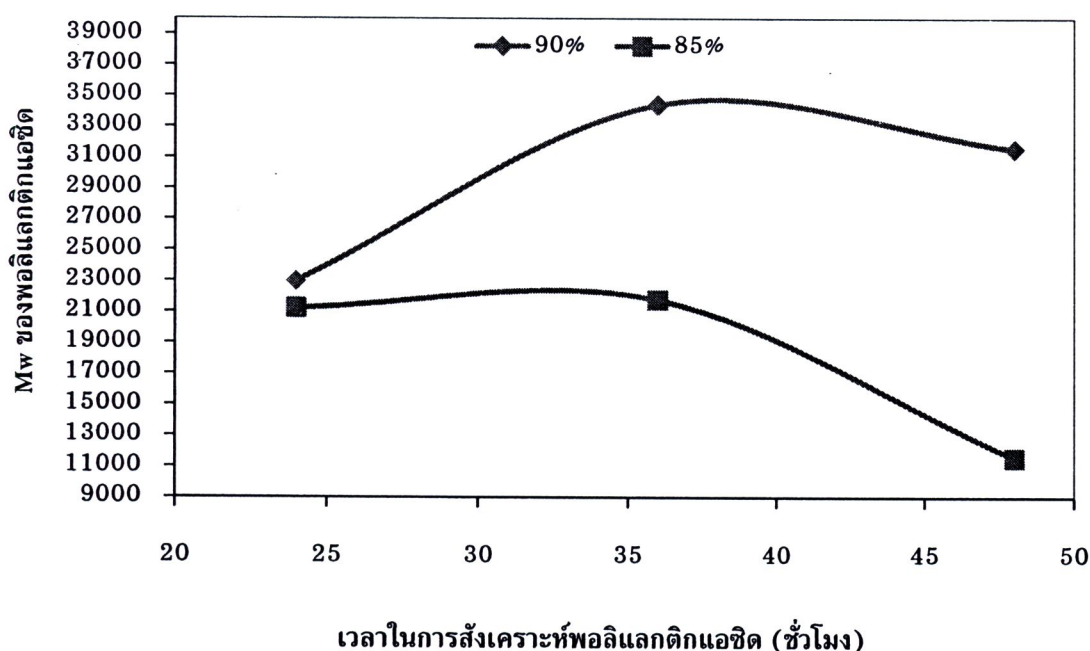
4.6 การศึกษาอิทธิพลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา ความเข้มข้นของกรดแลคติก อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_w) ของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

จากตารางที่ 4.8 ซึ่งแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละสภาวะการทดลอง ทำให้ทราบว่าความเข้มข้นของกรดแลคติกที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ตัวเร่งในการทำปฏิกิริยา และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาล้วนมีอิทธิพลต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดทั้งสิ้น โดยอิทธิพลของแต่ละตัวแปรต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดสามารถแยกพิจารณาได้ดังนี้

4.6.1 อิทธิพลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นกรดแลคติกที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

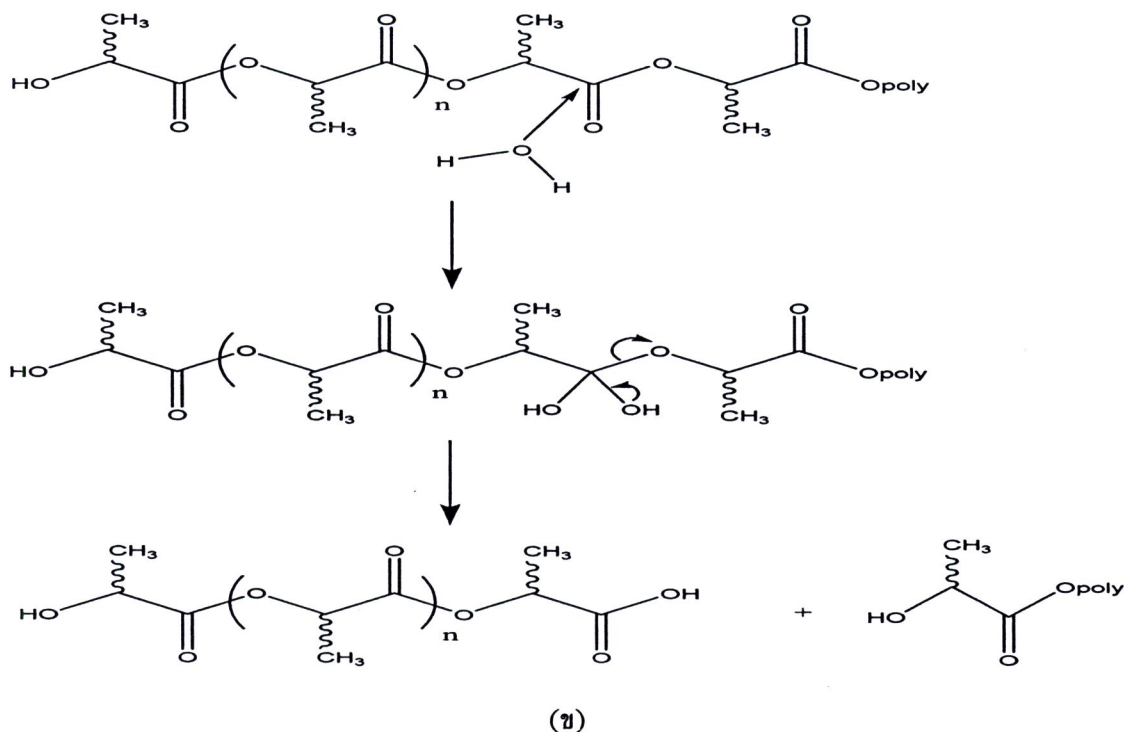
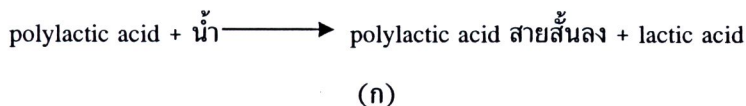
ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นกรดแลคติกที่มีต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดโดยใช้กรดแลคติกที่มีความเข้มข้นต่างกันคือที่ 85% และ 90% ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเดียวกันคือสแตนนัสคลอไรด์ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเดียวกันคือที่ 140°C ที่ระยะเวลาในการทดลองต่างๆ แสดงในภาพที่ 4.32 พบว่าที่อุณหภูมิ 140°C เมื่อใช้กรดแลคติกเข้มข้น 90% จะทำให้สามารถสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยสูงกว่าเมื่อใช้กรดแลคติกเข้มข้น 85% ทุกช่วงเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิด ทั้งนี้เนื่องจากกรดแลคติกเข้มข้น 90%จะมีปริมาณเนื้อกรดมากกว่าหรือน้ำน้อยกว่ากรดแลคติกเข้มข้น 85% ซึ่งการมีน้ำอยู่ในระบบมากเกินไปในขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะทำให้เกิดปฏิกิริยาผันกลับของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันหรือเรียกว่าเกิดปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันโดยน้ำ ซึ่งก็คือปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ดังแสดงในภาพที่ 4.33 ทำให้น้ำไปตัดสายโซ่พอลิแลคติกแอซิดให้มีสายโซ่ที่สั้นลงทำให้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของผลิตภัณฑ์พอลิแลคติกแอซิดต่ำลง จากภาพที่ 4.32 พบว่าเมื่อใช้กรดแลคติกเข้มข้น 90% ที่อุณหภูมิ 140°C และที่เวลา 36 ชั่วโมง จะสามารถสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงสุด

($M_w=34,397$) โดยทั่วไปแล้วพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยสูงจะเป็นพอลิเมอร์ที่มีความแข็งแรง และมีสมบัติทางความร้อน (เช่น T_g และ T_m) ที่สูงกว่าพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยที่ต่ำกว่าและสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ ได้ดีกว่าพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยที่ต่ำกว่า เมื่อพิจารณาเฉพาะสภาวะการทดลองที่ใช้สารตั้งต้นเป็นกรดแลกติกเข้มข้น 85% (ดูตารางที่ 4.8) จะพบว่าสภาวะการทดลองที่เหมาะสมในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดเพื่อให้ได้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยสูงสุด ($M_w=32,956$) คือที่อุณหภูมิ 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง โดยมีสแตนนัสคลอไรด์ (SnCl_2) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (สภาวะการทดลองที่ 11) ซึ่งสภาวะดังกล่าวนี้จะให้ค่า M_w สูงใกล้เคียงกับสภาวะที่ดีที่สุด เมื่อใช้กรดแลกติกความเข้มข้น 90% เป็นสารตั้งต้น (สภาวะที่ 2) แต่เมื่อเทียบร้อยละผลได้แล้วพบว่าสภาวะที่ 2 (ร้อยละผลได้ = 82.44) สูงกว่าสภาวะที่ 11 (ร้อยละผลได้ = 37.49) ค่อนข้างมาก อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาถึงค่า T_g , T_m ร้อยละผลได้ และ M_w ของพอลิแลกติกแอซิดที่ผลิตได้ร่วมกันแล้วจะได้ข้อสรุปว่าเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่มีคุณสมบัติที่ดีกว่าควรสังเคราะห์จากกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 90% แต่หากต้องสังเคราะห์จากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ควรจะต้องมีการพัฒนาปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ต่อไป



ภาพที่ 4.32 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 90% และ 85% ที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่างๆ กัน โดยใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140°C



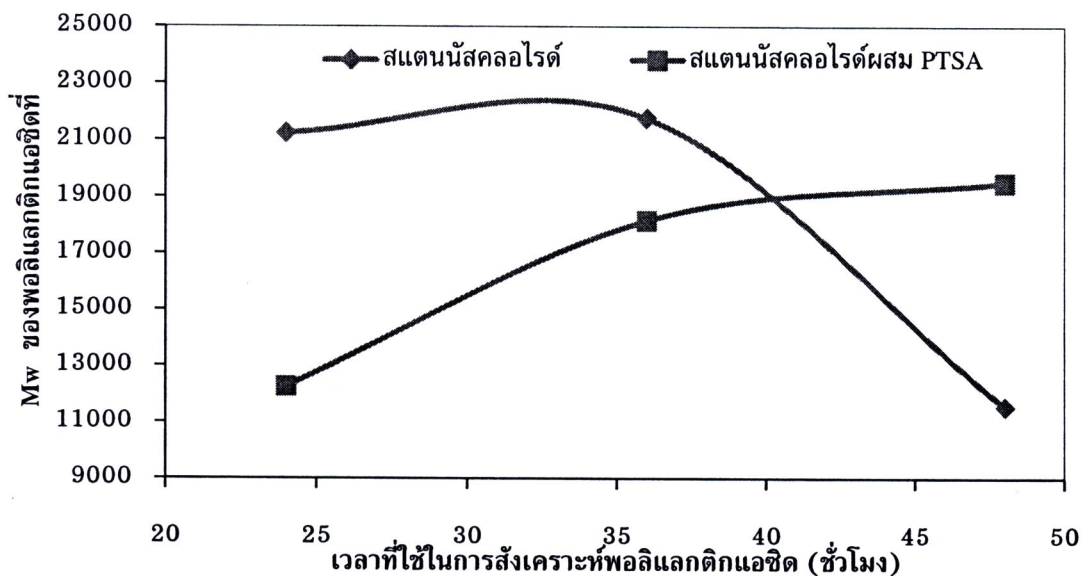


ภาพที่ 4.33 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของพอลิแลคติกแอซิด (ก) และกลไกปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของพอลิแลคติกแอซิด (ข) (T. maharana et al., 2009)

4.6.2 อิทธิพลของตัวเร่งปฏิกริยาต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้

4.6.2.1 เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่ 140°C

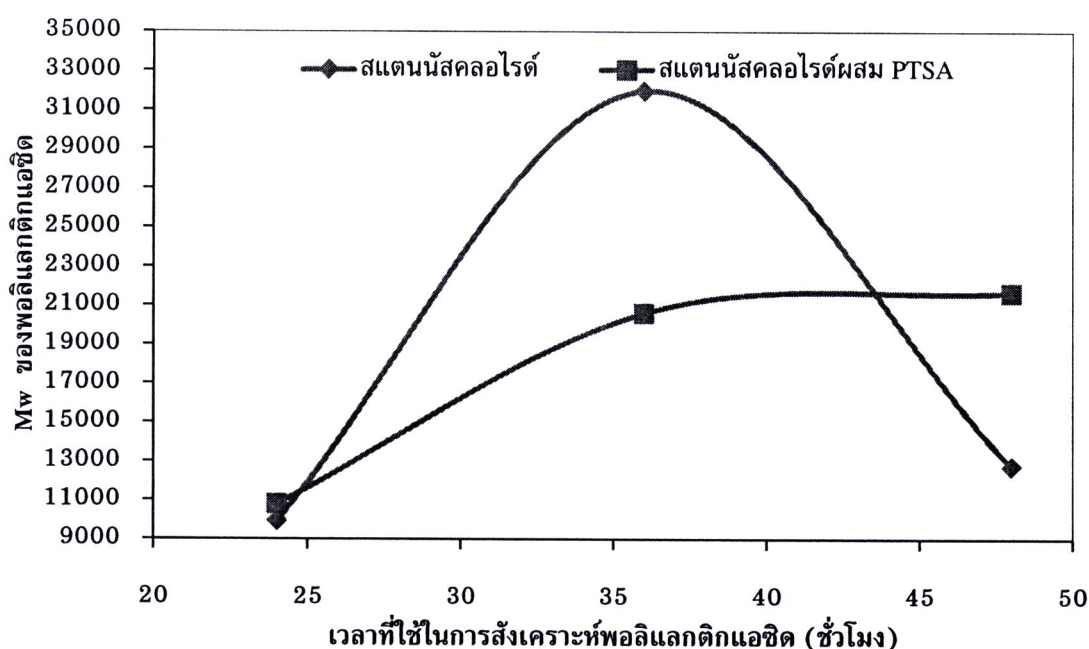
การศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่อุณหภูมิ 140°C และที่เวลาต่างๆ แสดงดังภาพที่ 4.34 พบว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดเพิ่มขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 36 ชั่วโมง น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น ทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลฟอนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกริยา เมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดเพิ่มขึ้นจาก 36 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะลดลง ในขณะที่เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลฟอนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลคติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น จากภาพที่ 4.34 แสดงให้เห็นว่าหากเมื่อต้องการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดจากกรดแลคติกเข้มข้น 85% ที่อุณหภูมิ 140°C ให้ได้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงๆ ควรทำการสังเคราะห์พอลิแลคติกแอซิดที่เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกริยาจะได้ค่า Mw 21,766



ภาพที่ 4.34 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) ของพอลิแลกติกแอซิดที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่าง ๆ กันเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 140°C

4.6.2.2 เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 150°C

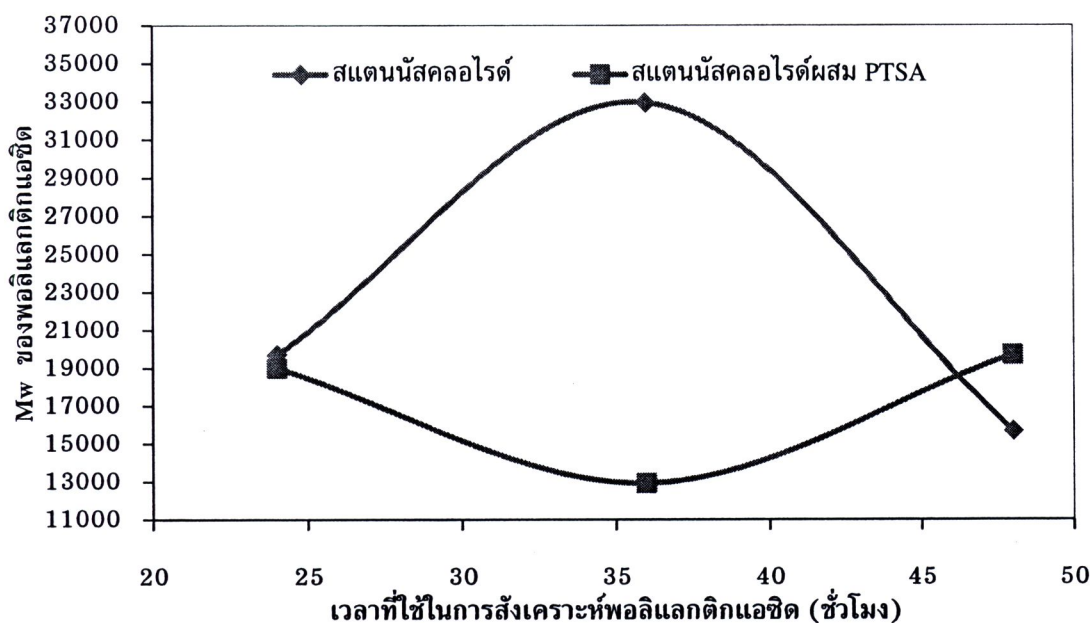
การศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิ 150°C และที่เวลาต่างๆ แสดงดังภาพที่ 4.35 พบว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 36 ชั่วโมง น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น ทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นจาก 36 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะลดลง ในขณะที่เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และพบว่าค่า M_w สูงสุดที่ได้ ($M_w=31,955$) ในกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ในขณะที่ M_w สูงสุดที่ได้ ($M_w=21,665$) เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดขึ้น เมื่อใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ที่นานกว่าคือ 48 ชั่วโมงจากภาพที่ 4.35 พบว่าเมื่อต้องการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดด้วยกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงๆ ที่อุณหภูมิ 150°C ควรทำการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด ที่เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพที่ 4.35 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (M_w) ของพอลิแอลกติกแอซิดที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่างๆเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150°C

4.6.2.3 เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแอลกติกแอซิดที่ 160°C

การศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแอลกติกแอซิดต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่อุณหภูมิ 160°C และที่เวลาต่างๆ แสดงดังภาพที่ 4.36 พบว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแอลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 36 ชั่วโมง เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะลดลง และเมื่อเวลาในการสังเคราะห์พอลิแอลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นจาก 36 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะลดลง ในขณะที่เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้น ที่เวลาในการสังเคราะห์พอลิแอลกติกแอซิด 24 และ 36 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิเดียวกันคือที่ 160°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะสูงกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในขณะที่เมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นเป็น 48 ชั่วโมง น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแอลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะต่ำกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากภาพที่ 4.36 สามารถสรุปได้ว่า การสังเคราะห์พอลิแอลกติกแอซิดด้วยกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้ได้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงๆ ที่อุณหภูมิ 160°C ควรทำการสังเคราะห์ที่เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โดยใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะให้ค่า M_w สูงสุดเท่ากับ 32,956



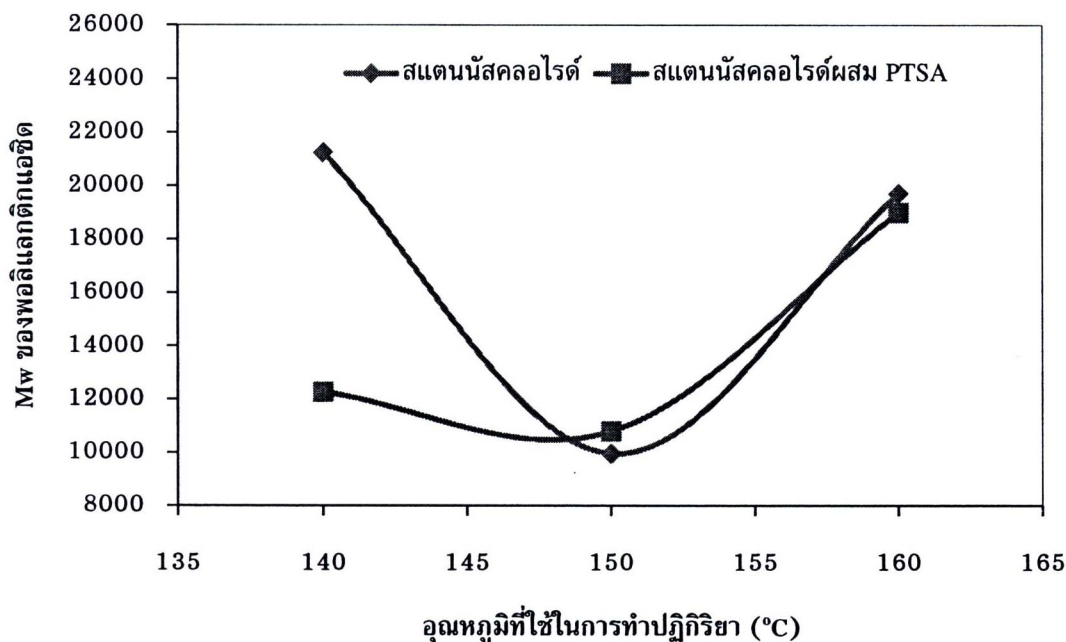
ภาพที่ 4.36 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิดที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่าง ๆ เมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 160°C

4.6.3 อิทธิพลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิตที่สังเคราะห์ได้

4.6.3.1 เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตที่ 24 ชั่วโมง

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตต่อ Mw เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.37 เมื่อพิจารณาอิทธิพลที่เกิดจากชนิดตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักพบว่าแนวโน้มความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิตและอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตเหมือนกันทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กล่าวคือเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตเพิ่มขึ้นจาก 140°C เป็น 150°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิตจะลดลง และเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิตเพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิตที่สังเคราะห์ได้จะเพิ่มขึ้นทั้งที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 140°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิตที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะสูงกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิตที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะต่ำกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่เล็กน้อย เมื่ออุณหภูมิเพิ่มเป็น 160°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิตที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะสูงกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่เล็กน้อย

จากภาพที่ 4.37 พบว่าเมื่อต้องการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดด้วยกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงๆ ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง ควรทำการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิ 140°C ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะได้ Mw สูงสุดเท่ากับ 21,243

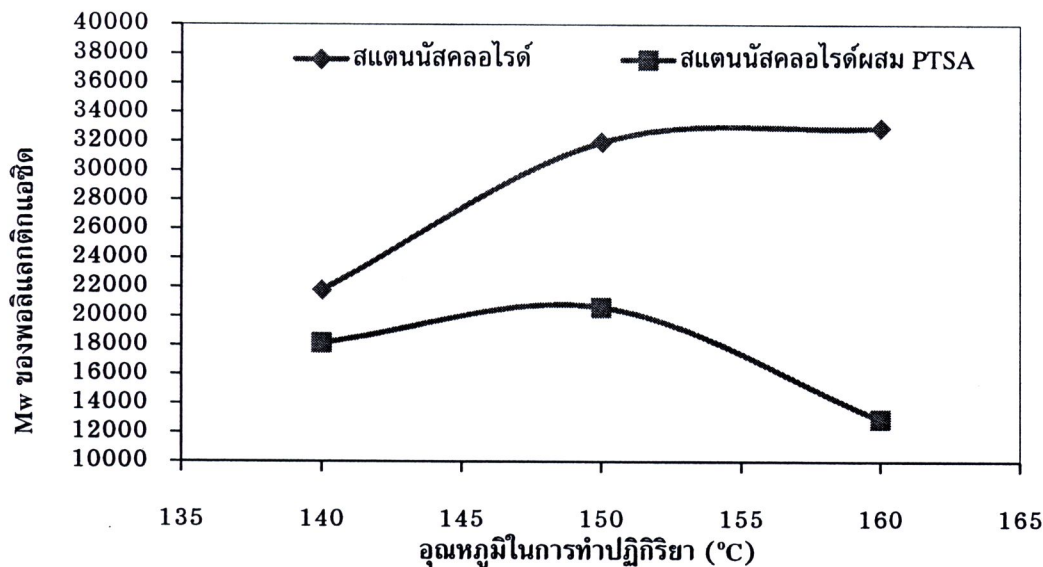


ภาพที่ 4.37 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิต่างๆ ในขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 0 ที่เวลา 24 ชั่วโมง

4.6.3.2 เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 36 ชั่วโมง

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อ Mw เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.38 พบว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำให้ได้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดมากกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทุกช่วงอุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 140°C เป็น 150°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดจะเพิ่มขึ้นทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในขณะที่เมื่อใช้สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะลดลง จากภาพที่ 4.38 แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเข้มข้น 85% ที่เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 160°C

ใช้สแตนนัสคโลไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงสุดเท่ากับ 32,956

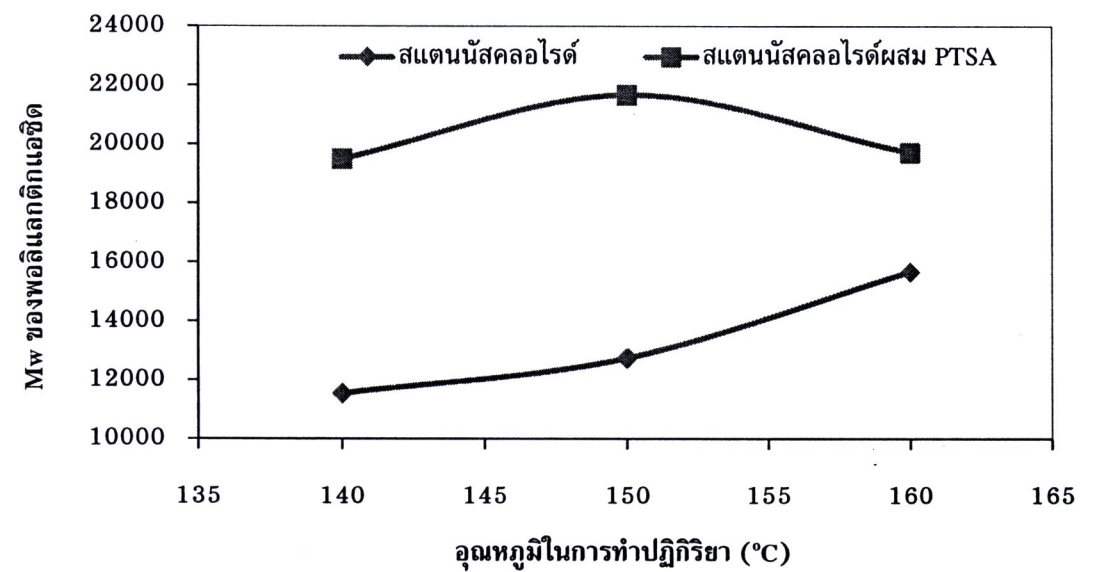


ภาพที่ 4.38 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิต่างๆ ในขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคโลไรด์และสแตนนัสคโลไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เวลา 36 ชั่วโมง

4.6.3.2 เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่ 48 ชั่วโมง

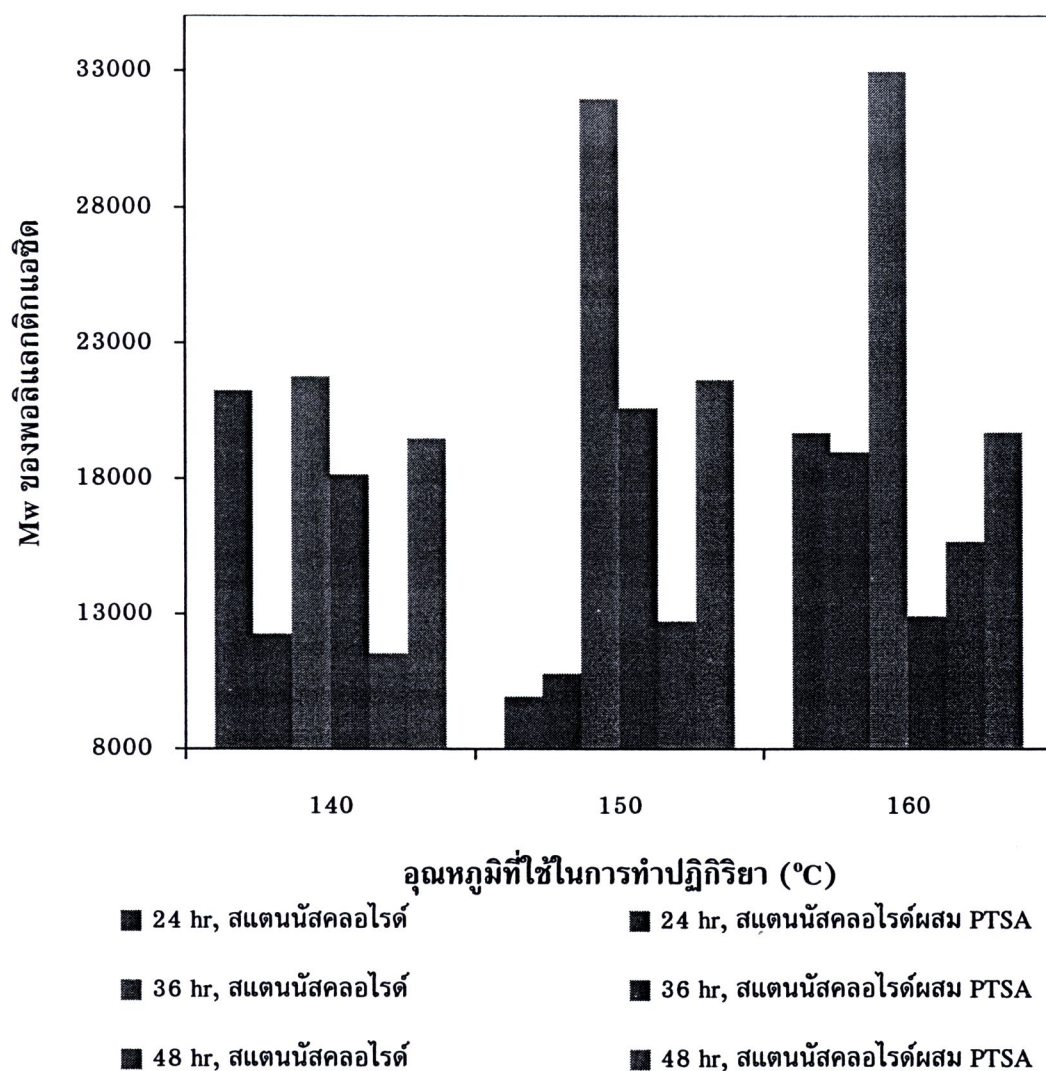
การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อ Mw เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ 48 ชั่วโมง โดยใช้กรดแลกติกเข้มข้น 85% แสดงดังภาพที่ 4.39 พบว่าหากใช้สแตนนัสคโลไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำให้ได้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดมากกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคโลไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทุกช่วงอุณหภูมิที่ทำปฏิกิริยา เมื่อพิจารณาภาพที่ 4.39 จะพบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 140°C เป็น 150°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดจะเพิ่มขึ้นทั้งกรณีที่ใช้สแตนนัสคโลไรด์และสแตนนัสคโลไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้สแตนนัสคโลไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในขณะที่เมื่อใช้สแตนนัสคโลไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 150°C เป็น 160°C จากภาพที่ 4.38 พบว่าเมื่อต้องการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดด้วยกรดแลกติกเข้มข้น 85% ให้ได้น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักสูงๆ ที่เวลาในการสังเคราะห์ 48 ชั่วโมง ควรทำการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิ 150°C โดยใช้สแตนนัสคโลไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นที่น่าสังเกตว่าเมื่อระยะเวลาในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดนานที่สุด (ในที่นี้คือ 48 ชั่วโมง) พบว่าน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนักของพอลิแลกติกแอซิดเมื่อใช้สแตนนัสคโลไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีแนวโน้มลดลงก็ตามแต่ก็ยังมีความสูงกว่าเมื่อใช้สแตนนัสคโลไรด์

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งนี้เนื่องจากพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดมีส่วนช่วยในการลดการเกิดปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันด้วยน้ำ (กลไกการเกิดปฏิกิริยาดีพอลิเมอไรเซชันด้วยน้ำแสดงในภาพที่ 4.33) ที่เกิดขึ้นเมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มมากขึ้น



ภาพที่ 4.39 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแล็กติกแอซิดที่อุณหภูมิต่างๆ ในขณะที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแล็กติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เวลา 48 ชั่วโมง

ภาพที่ 4.40 เป็นการเปรียบเทียบประสิทธิภาพต่างๆ ต่อ Mw ของพอลิแล็กติกแอซิดพบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นด้วยกรดแล็กติก (85%) ให้ได้ Mw ของพอลิแล็กติกแอซิดสูงสุด (32,956) ควรใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่ 36 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 160°C และใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หรือที่อุณหภูมิ 150 °C (ร้อยละผลได้=31,955) ก็สามารถสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดที่มี Mw ไม่ต่างกันมากนัก



ภาพที่ 4.40 แผนภูมิแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแล็กติกแอซิดที่ระยะเวลาต่างๆ ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแล็กติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิต่างๆ