

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ



208900



การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแล็กติก
SYNTHESIS OF POLYLACTIC ACID FROM L-LACTIC ACID

นางสาวพรรณกัญญา แพนดา

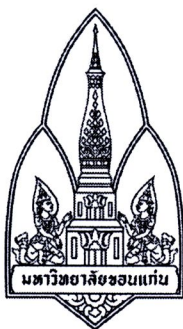
วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

มหาวิทยาลัยขอนแก่น

พ.ศ. 2554



208900



การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแอล-แลกติก
SYNTHESIS OF POLYLACTIC ACID FROM L-LACTIC ACID



นางสาวพรชนก เมฆฉาย

วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
มหาวิทยาลัยขอนแก่น
พ.ศ. 2554

การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแอล-แลกติก

นางสาวพรชนก เมฆฉาย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยขอนแก่น

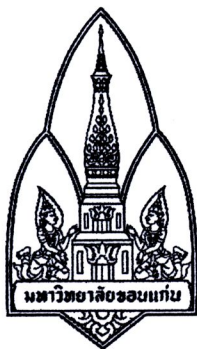
พ.ศ. 2554

SYNTHESIS OF POLYLACTIC ACID FROM L-LACTIC ACID

MISS PANCHANOK MAKCHAY

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS
FOR THE DEGREE OF MASTER OF ENGINEERING
IN CHEMICAL ENGINEERING
GRADUATE SCHOOL KHON KAEN UNIVERSITY**

2011



ใบรับรองวิทยานิพนธ์
มหาวิทยาลัยขอนแก่น
หลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

ชื่อวิทยานิพนธ์: การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแอล-แลกติก

ชื่อผู้ทำวิทยานิพนธ์: นางสาวพรชนก เมฆฉาย

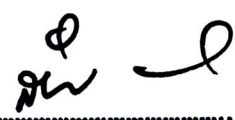
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

รศ.ดร. วรณา กาญจนมยุร
รศ.ดร. สมใจ ขจรชีพพันธุ์งาม
ดร. ทินกร คำแสนา

ประธานกรรมการ
กรรมการ
กรรมการ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์:


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(รศ.ดร. สมใจ ขจรชีพพันธุ์งาม)


.....
(รองศาสตราจารย์ ดร. ลำปาง แมนมัตย์) (รองศาสตราจารย์ ดร. สมนึก อีระกุลพิศุทธิ์)
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยขอนแก่น

พรชนก เมฆฉาย. 2554. การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแอล-แลกติก. วิทยานิพนธ์ปริญญา
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: รศ.ดร.สมใจ ขจรชีพพันธุ์งาม

บทคัดย่อ

208900

ในงานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบ
ควบแน่นโดยใช้กรดแลกติกความเข้มข้นที่ 85 % และ 90% ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 2 ชนิดคือ สแตนนัสคลอไรด์
และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลโฟนิกแอซิด ที่อุณหภูมิต่างๆคือ 140 150 160 องศาเซลเซียส
เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ 24 36 และ 48 ชั่วโมง คุณลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไป
วิเคราะห์ด้วย FT-IR ^{13}C -NMR ^1H -NMR และ DSC วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดที่ได้
ด้วยเทคนิค GPC โดยพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้พอลิแลกติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุล
เฉลี่ยสูงสุด ($M_w=34,397$) การสังเคราะห์ที่ใช้กรดแลกติกเข้มข้น 90% และสแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่ง
ปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140 °C เป็นเวลา 36 ชั่วโมง และค่า T_g และ T_m เท่ากับ 57.3°C และ 165°C ตามลำดับ

Panchanok Makchay. 2011. **Synthesis of Polylactic Acid from L-lactic Acid**. Master of Engineering

Thesis in Chemical Engineering, Graduate School, Khon Kaen University.

Thesis Advisor: Asst. Prof. Dr. Somjai Kajorncheppunngam

ABSTRACT

208900

This research work is a study of the synthesis of polylactic acid (PLA) from lactic acid via condensation polymerization. Lactic acid with concentration of 85% and 90% were used as reactant in this study. Stannous chloride and stannous chloride mixed with p-toluene sulphonic acid were used as catalyst for condensation polymerization reaction. This reaction was performed at three different level of temperature namely 140, 150 and 160°C with reaction time of 24, 36 and 48 hrs. The polymerization product was then analysed by FT-IR, ^{13}C -NMR, ^1H -NMR and DSC. Average molecular weight of PLA was determined by GPC technique. The results were indicated that the optimal condition to synthesize PLA with highest average molecular weight ($M_w=34,397$) was occurred at temperature of 140°C, reaction time of 36 hrs, using stannous chloride as catalyst and 90% lactic acid as reactant. PLA which was produced at this particular condition possessed T_g and T_m of 57.3°C and 165°C respectively.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีด้วยความอนุเคราะห์อย่างยิ่งจาก รองศาสตราจารย์ ดร. สมใจ ขจรชีพพันธุ์งาม อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาแนะแนวทางที่เป็นประโยชน์ ให้คำแนะนำในทุก ขั้นตอนที่ได้ทำการศึกษาวิทยานิพนธ์ การออกแบบการทดลอง กระบวนการศึกษาทดลองเพื่อให้ได้ประสบความสำเร็จ ตลอดจนการเขียนรายงานทางวิชาการเพื่อนำเสนอผลงานวิจัย การตรวจแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ของงานทุกชิ้น รวมทั้งวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ด้วยความเอาใจใส่ด้วยดีตลอดมา รวมทั้งข้อคิดและแนวทางต่าง ๆ ที่เป็นประโยชน์ในการวิจัยและการดำเนินชีวิต

ขอขอบคุณ รศ.ดร.วรรณภา กาญจนมยุร ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และ ดร.ทินกร คำแสน กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ได้ให้คำแนะนำ ข้อคิดเห็น ตรวจ และช่วยแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น ผู้วิจัยซาบซึ้งในความกรุณาเป็นอย่างยิ่ง จึงขอขอบคุณมาด้วย ณ ที่นี้

ขอขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่อำนวยความสะดวก สำหรับสถานที่ดำเนินงานวิจัย รวมถึงเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือ งานวิจัยนี้สำเร็จ ลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณนางสาวนุสวดี พจนานุกิจและนายภัทรพล นามทอง ที่ช่วยประกอบอุปกรณ์ในการวิจัยครั้งนี้ และแก้ปัญหา อุปสรรคต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการทดลองมาโดยตลอด รวมทั้งพี่ ๆ เพื่อน ๆ และน้อง ๆ ภาควิชา วิศวกรรมเคมีที่คอยให้ความช่วยเหลือ ข้อเสนอแนะต่าง ๆ รวมทั้งความห่วงใยและกำลังใจที่มีให้ตลอดมา

ท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนในด้านการเงิน ตลอดจนสมาชิกทุกคนใน ครอบครัว ญาติมิตรทุกคนที่คอยเป็นกำลังใจอันสำคัญยิ่งในการศึกษาและการทำวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ และหาก มีข้อบกพร่องประการใด ๆ ผู้วิจัยขอน้อมรับไว้ด้วยความขอบคุณยิ่ง

พรรณนก เมฆฉาย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.5 วิธีดำเนินงานวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 พอลิเมอร์	4
2.2 พอลิเมอร์ชีวภาพ หรือ พอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biopolymer or Biodegradation polymer)	4
2.3 ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น	5
2.4 เทคนิคพอลิเมอร์ไรเซชันแบบบัลค์ (Bulk polymerization)	5
2.5 กรดแลกติก (Lactic acid)	5
2.6 พอลิแลกติกแอซิดหรือพอลิแลกไทด์ (Polylactic acid or Polylactide)	7
2.7 การผลิตพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกที่ได้จากกระบวนการหมัก	8
2.8 การผลิตพอลิแลกติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูง	12
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	21
บทที่ 3 วิธีดำเนินการทดลอง	24
3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้	24
3.2 วิธีการทดลอง	29
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	33
4.1 ลักษณะผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละขั้นตอน	33
4.2 ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้	35
4.3 การวิเคราะห์คุณลักษณะของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้	45
4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC)	58
4.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเจลเพอเมชันโครมาโทกราฟี (Gel permeation chromatography, GPC)	60

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.6 การศึกษาอิทธิพลของชนิดตัวเร่งปฏิกิริยา ความเข้มข้นของกรดแลกติก อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดต่อน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้	61
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	71
บทที่ 6 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไป	72
บรรณานุกรม	73
ภาคผนวก	76
ภาคผนวก ก แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$	77
ภาคผนวก ข แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^{13}\text{C-NMR}$	89
ภาคผนวก ค แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR	101
ภาคผนวก ง เทอร์โมแกรมที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC	113
ภาคผนวก จ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC	125
การเผยแพร่ผลงานวิจัย	147

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1	6
แสดงคุณสมบัติต่าง ๆ ของกรดแลกติก	
ตารางที่ 2.2	11
คุณสมบัติของพอลิแลกติกแอซิดที่เป็นพลาสติกชีว	
ตารางที่ 2.3	12
อิทธิพลของอุณหภูมิต่อการสลายตัวของพอลิแลกติกแอซิดในน้ำ	
ตารางที่ 2.4	14
การเปรียบเทียบข้อดีข้อเสียของแต่ละวิธีในการผลิตพอลิแลกติกแอซิด	
ตารางที่ 3.1	24
เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง	
ตารางที่ 3.2	25
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	
ตารางที่ 3.3	30
สภาวะต่าง ๆ ในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยนี้	
ตารางที่ 4.1	35
ร้อยละผลได้ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะต่าง ๆ	
ตารางที่ 4.2	48
เปรียบเทียบค่าเคมีคัลชีพที่ปรากฏในสัญญาณสเปกตรัมพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์	
ตารางที่ 4.3	51
ค่าเคมีคัลชีพที่ปรากฏในสัญญาณสเปกตรัมพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์	
ตารางที่ 4.4	53
สัญญาณ FTIR ของกรดแลกติก	
ตารางที่ 4.5	53
สัญญาณ IR ของพอลิแลกติกแอซิด	
ตารางที่ 4.6	54
สัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา 140°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้สารตั้งต้นเป็นกรดแลกติกเข้มข้น 90%)	
ตารางที่ 4.7	55
สัญญาณ FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน	
ตารางที่ 4.8	60
อุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลงของพอลิแลกติกแอซิด และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก	

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 ปฏิกริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น	5
ภาพที่ 2.2 สเตอริโอไอโซเมอร์ของกรดแลกติก	6
ภาพที่ 2.3 วิถีทางของกรดแลกติกที่ใช้ข้าวโพดเป็นสารตั้งต้นในการหมัก	6
ภาพที่ 2.4 การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากปิโตรเคมี	9
ภาพที่ 2.5 ขั้นตอนของการผลิตพอลิแลกติกแอซิดจากผลิตภัณฑ์พืชไร่	10
ภาพที่ 2.6 ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของพอลิแลกติกแอซิดด้วยน้ำโดยปราศจากแบคทีเรีย	11
ภาพที่ 2.7 ความสัมพันธ์ในวิถีทางการผลิตพอลิแลกติกแอซิดด้วยวิธีการต่าง ๆ	13
ภาพที่ 2.8 วิธีการและเทคนิคในการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดด้วยวิธีต่าง ๆ	14
ภาพที่ 2.9 ปฏิกริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่นของกรดแลกติกได้พอลิแลกติกแอซิด	16
ภาพที่ 2.10 ปฏิกริยาย้อนกลับของปฏิกริยาพอลิเมอร์ไรเซชันด้วยน้ำทำให้พอลิแลกติกแอซิด น้ำหนักโมเลกุลต่ำลง	17
ภาพที่ 2.11 ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นในการเพิ่มน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดด้วย HDI	17
ภาพที่ 2.12 ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นในการเพิ่มน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดด้วย melt-solid polycondensation	19
ภาพที่ 2.13 ปฏิกริยาการสังเคราะห์วงแลกไทด์จากพอลิแลกติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำ	20
ภาพที่ 2.14 ปฏิกริยาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลสูงจากวงแลกไทด์	21
ภาพที่ 3.1 สูตรโครงสร้างของสารเคมีต่างๆที่ใช้ในงานวิจัยนี้	26
ภาพที่ 3.2 ป้อนสุญญากาศที่ใช้ในการทดลองผลิตพอลิแลกติกแอซิด จากกรดแลกติก เพื่อทำสุญญากาศให้แก่ระบบ	27
ภาพที่ 3.3 เครื่องหมุนเวียนน้ำเข้าออกระบบที่ใช้ในการทดลองผลิตพอลิแลกติกแอซิด จากกรดแลกติกเพื่อรักษาอุณหภูมิของระบบให้คงที่	27
ภาพที่ 3.4 ชุดอุปกรณ์และการติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองการผลิตพอลิแลกติกแอซิด จากกรดแลกติก ในระดับห้องปฏิบัติการ (lab scale)	27
ภาพที่ 3.5 ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองผลิตพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกเพื่อบ่งชี้ความชื้น ออกจากสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้	28
ภาพที่ 3.6 fourier transform infrared spectrophotometer ที่ใช้เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้	28
ภาพที่ 3.7 differential scanning calorimetry (DSC) ที่ใช้วิเคราะห์หาอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิการเปลี่ยนเนื้อแก้ว (T_g) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้	28
ภาพที่ 3.8 gel permeation chromatography (GPC) ใช้วิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย	29
ภาพที่ 3.9 การติดตั้งอุปกรณ์การสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิด	30
ภาพที่ 3.10 โครงสร้างของกรดแลกติกและพอลิแลกติกแอซิด	31

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 4.1	ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากการดแลกติก 33
ภาพที่ 4.2	ลักษณะสารละลายจากการละลายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยไดคลอโรมีเทน 33
ภาพที่ 4.3	ลักษณะของผลิตภัณฑ์จากการตกตะกอนสารละลายในภาพที่ 4.2 ด้วยเมทานอล 34
ภาพที่ 4.4	ลักษณะผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกรองตะกอนพอลิแลกติกแอซิดในภาพที่ 4.3 34
ภาพที่ 4.5	ลักษณะผลิตภัณฑ์พอลิแลกติกแอซิดที่ผ่านการอบ 35
ภาพที่ 4.6	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นของสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 90% และ 85% โดยใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140°C 37
ภาพที่ 4.7	ปฏิกิริยา depolymerization ด้วยน้ำ (ปฏิกิริยา hydrolysis) ที่สามารถเกิดขึ้นได้ในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของกรดแลกติก 38
ภาพที่ 4.8	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140 °C 39
ภาพที่ 4.9	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 150 °C 40
ภาพที่ 4.10	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 160 °C 41
ภาพที่ 4.11	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ของปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง 42
ภาพที่ 4.12	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ของปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติก เข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และใช้สแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมง 43
ภาพที่ 4.13	กราฟแสดงร้อยละผลได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ของปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิแลกติกแอซิดจากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิคแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเวลาในการสังเคราะห์ 48 ชั่วโมง 44

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 4.14 แผนภูมิแสดงร้อยละผลได้ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่าง ๆ	45
ภาพที่ 4.15 โครงสร้างของพอลิแลกติกแอซิด	46
ภาพที่ 4.16 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของกรดแลกติก	47
ภาพที่ 4.17 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้ $\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)	47
ภาพที่ 4.18 สเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัยของปัทมา เปลี่ยนประเสริฐ	48
ภาพที่ 4.19 ค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ได้จากสัญญาณสเปกตรัม $^1\text{H-NMR}$ ของ CH และ CH_3 ในโมเลกุลพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้	48
ภาพที่ 4.20 สเปกตรัมของกรดแลกติกที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^{13}\text{C-NMR}$	49
ภาพที่ 4.21 ตัวอย่างสเปกตรัม $^{13}\text{C-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้ $\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)	50
ภาพที่ 4.22 สเปกตรัม $^{13}\text{C-NMR}$ ของพอลิแลกติกแอซิดในงานวิจัย	50
ภาพที่ 4.23 ค่าเคมีคัลชิฟท์ที่ได้จากสัญญาณสเปกตรัม $^{13}\text{C-NMR}$ ของ C=O CH และ CH_3 ในโมเลกุลพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้	51
ภาพที่ 4.24 สเปกตรัม FTIR ของกรดแลกติก	52
ภาพที่ 4.25 ตัวอย่างสเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาที่ 140°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาใช้สารตั้งต้นเป็นกรดแลกติกเข้มข้น 90%)	53
ภาพที่ 4.26 สเปกตรัม FTIR ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน	54
ภาพที่ 4.27 โครงสร้างผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ซึ่งระบุว่าเป็นพอลิแลกติกแอซิดด้วยเทคนิคการวิเคราะห์ด้วย NMR และ FTIR (ก) และโครงสร้างของกรดแลกติก (ข)	55
ภาพที่ 4.28 กลไกของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกโดยมีพาราโทลูอินซัลโฟนิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	56
ภาพที่ 4.29 กลไกของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิแลกติกแอซิดจากกรดแลกติกมีสแตนนัสคลอไรด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	57
ภาพที่ 4.30 ผลการวิเคราะห์ด้วย DSC ของพอลิแลกติกแอซิดมาตรฐาน	59
ภาพที่ 4.31 ตัวอย่างผลการวิเคราะห์ด้วย DSC ของพอลิแลกติกแอซิดที่สังเคราะห์ได้ (อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา 160°C ระยะเวลา 36 ชั่วโมง ใช้ $\text{SnCl}_2 + \text{PTSA}$ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา)	59

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 4.32 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นกรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 90% และ 85% ที่ระยะเวลา ในการสังเคราะห์ต่าง ๆ กันโดยใช้สแตนนัสคลอไรด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 140°C	62
ภาพที่ 4.33 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของพอลิแลกติกแอซิด (ก) และกลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ของพอลิแลกติกแอซิด (ข)	63
ภาพที่ 4.34 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่าง ๆ กันเมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และ สแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิด เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 140°C	64
ภาพที่ 4.35 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่าง ๆ เมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิด เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 150°C	65
ภาพที่ 4.36 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่ระยะเวลาในการสังเคราะห์ต่าง ๆ เมื่อใช้สารตั้งต้นกรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์ และสแตนนัสคลอไรด์ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิด เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 160°C	66
ภาพที่ 4.37 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้น กรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา 0 ที่เวลา 24 ชั่วโมง	67
ภาพที่ 4.38 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้น กรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เวลา 36 ชั่วโมง	68
ภาพที่ 4.39 กราฟแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นเมื่อใช้สารตั้งต้น กรดแลกติกเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ ผสมพาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เวลา 48 ชั่วโมง	69
ภาพที่ 4.40 แผนภูมิแสดงน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยน้ำหนัก (Mw) ของพอลิแลกติกแอซิด ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น เมื่อใช้สารตั้งต้น กรดแลกติกที่มีความเข้มข้น 85% ใช้สแตนนัสคลอไรด์และสแตนนัสคลอไรด์ร่วมกับ พาราโทลูอินซิลฟินิกแอซิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิต่าง ๆ	70