

การศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบวงโอลิโกเอสเทอร์ [-อะดิเปต (C-PEA), -ไอโซพทาเลต (C-PEI) และเทรพทาเรต (C-PET)] ทำปฏิกิริยาภายใต้สภาวะสารละลายเจือจางสูง ซึ่งมีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลาย และเวลาในการทำปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์สารประกอบวงที่ได้นำไปวิเคราะห์สมบัติโดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (NMR) เครื่องแมสสเปกโทรมิเตอร์ (MS) เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC) เครื่องเจลเพอมีเอชันโครมาโทกราฟี (GPC) และ Ubbelohde viscometer จากการทดลอง C-PEA สามารถสังเคราะห์ที่อัตราส่วน 1:20 เวลาปฏิกิริยา 5 วัน (51% ผลผลิต) $M_w < 467$, $T_m = 46^\circ\text{C}$ และประกอบด้วยวงมอนอเมอร์ วงไดเมอร์และวงไตรเมอร์ การทดลอง C-PEI สามารถสังเคราะห์ที่อัตราส่วน 1:10 เวลาปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง (44% ผลผลิต) โดย C-PEI ละลายใน THF และ CHCl_3 มี M_w อยู่ในช่วง 380-2550, $T_m = 319-327^\circ\text{C}$ และประกอบด้วยวงมอนอเมอร์และวงไดเมอร์ การทดลอง C-PET สภาวะที่อัตราส่วน 1:40 เวลาปฏิกิริยา 4 วัน มี 81% ผลผลิต C-PET ละลายใน THF และ CHCl_3 มี M_w อยู่ในช่วง 800-2100, $T_m = 225-242^\circ\text{C}$ และประกอบด้วยวงโอลิโกเมอร์ตั้งแต่ 3-9 เมอร์

จากนั้นนำสารประกอบวงไปสังเคราะห์เป็นพอลิเมอร์ (R-PEA, R-PEI และ R-PET) และพอลิเมอร์ร่วม (Co-PEA/PET และ Co-PEI/PET) โดยใช้เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (Ring-opening polymerization, ROP) ภายใต้สภาวะความเข้มข้นสูง โดยมีไดบิวทิลทินออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์สมบัติโดยใช้เทคนิค FTIR, NMR, MS, DSC, GPC และ Ubbelohde viscometer จากการทดลอง R-PEA มีเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ 99 M_w อยู่ในช่วง 5000-60000, $T_m = 46^\circ\text{C}$ การทดลอง R-PEI สังเคราะห์ได้ทุกสภาวะ ที่อุณหภูมิ 290°C เวลาปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง (87% ผลผลิต) $T_m = 429^\circ\text{C}$, $\eta_{inh} = 8.20 \text{ dL/g}$ R-PEI ไม่ละลาย THF และ CHCl_3 การทดลอง R-PET สังเคราะห์ได้ทุกสภาวะ ที่อุณหภูมิ 265°C เวลาปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง (96% ผลผลิต) $\eta_{inh} = 3.98 \text{ dL/g}$, $T_m = 240^\circ\text{C}$ R-PET ไม่ละลาย THF และ CHCl_3 ผล Co-PEA/PET ทำปฏิกิริยาที่ 250°C เวลาปฏิกิริยา 8 ชั่วโมง (97% ผลผลิต) มี $M_w = 46000$ ไม่มี T_m จัดเป็นเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ ผล Co-PEI/PET ทำปฏิกิริยาที่ 290°C เวลาปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง (70% ผลผลิต) มี $T_d = 415^\circ\text{C}$ และ $\eta_{inh} = 28.92 \text{ dL/g}$

This thesis aimed to study the synthesis of some cyclic oligo(ethylene ester)s [-adipate (C-PEA), -isophthalate (C-PEI) and -terephthalate (C-PET)] by cyclo-depolymerization techniques (CDP). The synthesis of cyclic oligomers are carried out by CDP of corresponding polymer under high dilution conditions in the presence of dibutyltin oxide as a catalyst by varying ratio of polymer to solvent and reaction times. The cyclic products are then characterized by the combination of Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR), Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer (NMR), Mass Spectrometer (MS), Differential Scanning Calorimeter (DSC) and Gel Permeation Chromatography (GPC). C-PEA contained the majority of cyclic monomer to cyclic trimer, was conveniently prepared by CDP of poly (ethylene adipate) at 1:20 (polymer: solvent ratio w/v) and reaction time of 5 days with yield of 51%. It had $T_m = 46^\circ\text{C}$ and $M_w < 467$ g/mol. C-PEI contained mostly cyclic dimer, was conveniently prepared by CDP of poly (ethylene isophthalate) at 1:10 and reaction time of 12 hrs with yield of 44%. It had $T_m = 319\text{--}327^\circ\text{C}$ and $M_w = 380\text{--}2550$ g/mol. C-PET contained cyclic trimer upto cyclic nonamer, was prepared by CDP of poly (ethylene terephthalate) at 1:40 and reaction time of 4 days with 81% yield. It had $T_m = 225\text{--}242^\circ\text{C}$ and $M_w = 800\text{--}2100$ g/mol.

The crude cyclic were ring-opening polymerized (ROP) under high concentration conditions in the presence of the same catalyst to yield corresponding polymers (R-PEA, R-PEI and R-PET) and their copolymers (Co-PEA/PET and Co-PEI/PET). The polymers collected were also characterized by FTIR, NMR, MS, DSC, GPC and Ubbelohde viscometer. R-PEA can be obtained in the yield of upto 99% with $M_w = 5000\text{--}60000$ g/mol and $T_m = 46^\circ\text{C}$. R-PEI, obtained under the condition of yield upto 87%, was reaction temperature 290°C and reaction time of 12 hrs. It had intrinsic viscosity, $\eta_{inh} = 8.20$ dL/g and $T_m = 429^\circ\text{C}$. R-PET can be synthesized by the optimize condition of reaction temperature 265°C and reaction time of 12 hrs in yield upto 96%. It had $\eta_{inh} = 3.98$ dL/g and $T_m = 240^\circ\text{C}$. Co-PEA/PET was synthesized at temperature of 250°C and reaction time of 8 hrs with yield 97%. It had $M_w = 46000$ g/mol. Co-PEI/PET was synthesized at reaction temperature of 290°C and reaction time of 12 hrs with yield of 70%. It had $T_d = 415^\circ\text{C}$ and $\eta_{inh} = 28.92$ dL/g.