

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เม็ดพลาสติกพอลิไวนิลแอลกอฮอล์
2. ไกลซิดอล (Glycidol)
3. ซักซินิกแอนไฮไดรด์ (Succinic anhydride)
4. ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ แมกนีเซียมเอทอกไซด์ (Magnesium ethoxide)
5. เมทานอล (Methanol)
6. คลอโรฟอร์ม (Chloroform)
7. โทลูอีน (Toluene)
8. เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF)
9. ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethylformamide, DMF)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องระเหยตัวทำละลายแบบหมุน (Rotary evaporator) ยี่ห้อ BUCHI รุ่น ROTAVAPOR R-114
2. เครื่องอัลตราโซนิค ยี่ห้อ BRANSON รุ่น 5510
3. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ SARTORIUS รุ่น BP 2215
4. เครื่องให้ความร้อนชนิดแผ่น (Hot Plate)
5. เครื่องปฏิกรณ์แก้ว สำหรับสังเคราะห์พอลิเมอร์
6. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FTIR) รุ่น 1760X
7. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสสเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)
8. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)
9. เครื่องทดสอบการทนแรงดึง (Tensile Testing Machine) ของบริษัท Instron Calibration Laboratory)
10. เครื่องปั๊มชิ้นงานคัมเบลของพลาสติก ของบริษัท Ceast รุ่น 6051
11. เครื่องวัดความหนา (เวอร์เนียคาร์ลิปเปอร์)

3.3 แผนการดำเนินงาน

1. ศึกษาค้นคว้าหาข้อมูลจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง
2. รวบรวมข้อมูล เพื่อนำมาจัดทำแผนการวิจัย
 - 2.1 ข้อมูลในการสังเคราะห์ฟังก์ชันนัล โคลพอลิเอสเทอร์
 - 2.2 ข้อมูลของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีสมบัติเหมาะสมในการเตรียมพลาสติกผสม โดยพิจารณาน้ำหนักโมเลกุล สมบัติทางเคมี และสมบัติทางกายภาพ
 - 2.3 ข้อมูลการทดลองและการวิเคราะห์สมบัติของพลาสติกที่นำมาใช้ทางการแพทย์ที่เป็นพลาสติกที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ
 - 2.4 ข้อมูลในการเตรียมตัวอย่าง เพื่อทำการทดสอบ และวิเคราะห์
 - 2.5 จัดทำแผนการวิจัย แผนการประเมินผล และแผนการสรุปผลการงานวิจัย
 - 2.6 จัดทำแผนการคำนวณผลการทดสอบ โดยกระบวนการทางสถิติ
 - 2.7 จัดทำแผนการถ่ายทอดเทคโนโลยีสู่กลุ่มเป้าหมาย
3. ดำเนินการจัดหาวัสดุ และอุปกรณ์ในการทำงานวิจัย
4. เตรียมชิ้นงานทดสอบ (พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับ โคลพอลิเอสเทอร์)
 - 4.1 สังเคราะห์ฟังก์ชันนัล โคลพอลิเอสเทอร์
 - 4.2 เตรียมพอลิเมอร์ผสมตามอัตราส่วน และเงื่อนไขของการทดลองต่าง ๆ
 - 4.3 ขึ้นรูปพอลิเมอร์ผสมตามข้อกำหนดมาตรฐานของการทดสอบและการวิเคราะห์ชิ้นงาน
5. ทดสอบสมบัติทางเคมี และการทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพของโคลพอลิเอสเทอร์ โดยเครื่องมือ FT-IR, NMR, DSC และ GPC
6. ทดสอบสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสม คือ ทดสอบการทนแรงดึง (Tensile Test)
7. รวบรวม และคำนวณผลการทดสอบ
8. วิเคราะห์ วิจัย และสรุปผลการทดสอบ
9. จัดทำรูปเล่มรายงาน

3.4 การสังเคราะห์โคลพอลิเอสเทอร์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ

3.4.1 การสังเคราะห์โคลพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ นำซังคีนิกแอนไฮไดรด์ (0.25 โมล), กลีซีคอล (0.25 โมล) และ แมกนีเซียมเอททอกไซด์ (0.1 โมล %) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร (อัตราส่วน 1:1 โดยมวล) แล้วต่อเข้ากับชุดอุปกรณ์ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ทำการกวนโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 60, 70, 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นหยุดปฏิกิริยาและปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

โดยกำหนดให้ B60, B70, B80, B90 และ B100 เป็นโคลพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ ที่อุณหภูมิ 60, 70, 80, 90 และ 100 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

3.4.2 การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ สารละลายโดยใช้โทลูอินเป็นสารละลาย

นำซัคซินิกแอนไฮดรายด์ (0.25 โมล), กลีซีคอล (0.25 โมล) และ แมกนีเซียมเอททอกไซด์ (0.5 โมล %) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร (อัตราส่วน 1:1 โดยมวล) และใส่สารละลายโทลูอิน 20 มิลลิลิตร แล้วต่อเข้ากับชุดอุปกรณ์ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ทำการกวนโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นหยุดปฏิกิริยาและปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

โดยกำหนดให้ ST 70, ST 80 และ ST 90 เป็นโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์แบบเปิดวงด้วย กระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลายโดยใช้โทลูอินเป็นสารละลายที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

3.4.3 การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ สารละลายโดยใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นตัวทำละลาย

นำซัคซินิกแอนไฮดรายด์ (0.25 โมล), กลีซีคอล (0.25 โมล) และ แมกนีเซียมเอททอกไซด์ (0.5 โมล %) ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร (อัตราส่วน 1:1 โดยมวล) และใส่สารละลายเตตระ ไฮโดรฟูแรน 20 มิลลิลิตร แล้วต่อเข้ากับชุดอุปกรณ์ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ทำการกวนโดยควบคุม อุณหภูมิที่ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นหยุดปฏิกิริยาและปล่อยให้เย็นที่ อุณหภูมิห้อง

โดยกำหนดให้ SH 70, SH 80 และ SH 90 เป็นโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์แบบเปิดวงด้วย กระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลายโดยใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นสารละลาย ที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

3.5 การหาตัวทำละลายที่เหมาะสม

การหาตัวทำละลายที่เหมาะสมเพื่อนำไปสกัดมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยากลายเป็นพอลิเมอร์ ออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ตัวทำละลายต่างๆ ดังนี้

1. เมทานอล (Methanol)
2. คลอโรฟอร์ม (Chloroform)
3. ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethylformamide, DMF)
4. คลอโรฟอร์ม : เมทานอล (อัตราส่วน 3:1)

นำโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มา 5 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดลองและใส่ตัวทำละลาย 10 มิลลิลิตร สังเกตการละลาย เลือกตัวทำละลายที่สามารถละลายได้ดีที่สุดมาเป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการ แยกมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

3.6 การแยกมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

นำโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 วิธี มาละลายในตัวทำละลายที่ได้จากข้อ 4.2 ซึ่งตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ คลอโรฟอร์ม : เมทานอล (อัตราส่วน 3:1) แล้วนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำมาระเหยเอาตัวทำละลายออกและทำให้แห้ง ด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายแบบหมุน (Rotary Evaporator)

3.7 การตรวจวิเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้โดย

3.7.1. การหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) รุ่น 1760X

การเตรียมสารตัวอย่างในการวิเคราะห์ดังนี้

นำสารตัวอย่างที่ผ่านการทำให้แห้งจากข้อที่ 3.6 มาใส่ลงในแผ่นวางตัวอย่างที่ทำจากโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วเกลี่ยให้เป็นฟิล์มบางๆ แล้วทำการวิเคราะห์

3.7.2 การหาโครงสร้างด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrophotometer, NMR)

การเตรียมสารตัวอย่างในการวิเคราะห์ดังนี้

นำสารตัวอย่างใส่ในหลอดทดสอบ แล้วเติมตัวทำละลาย DMSO- d_6 (Dimethylsulfoxide- d_6) จากนั้นนำไปวิเคราะห์ที่ความถี่ 400 MHz

3.7.3 การหาสมบัติทางความร้อนของโคพอลิเอสเทอร์ ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

เตรียมตัวอย่างโดยนำสารตัวอย่างที่ผ่านการทำให้แห้งจากข้อที่ 3.6 มาใส่ในแผ่นวางชิ้นงานที่ทำจาก อลูมิเนียม

สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์

| | | |
|----------------------------------|---|-------------|
| ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์ | : | -40 -300 °C |
| อัตราการให้ความร้อน | : | 10 °C/min |
| อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน | : | 20 ml/min |
| ปริมาณสารตัวอย่าง | : | 12.59 mg |

3.7.4 การหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเทอร์ ด้วยเครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC)

เตรียมตัวอย่างโดยนำสารตัวอย่างที่ผ่านการทำให้แห้งจากข้อที่ 3.6 มาละลายด้วยสารละลายเตตระไฮโดรฟูแลนด

3.8 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

นำเม็ดพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มาใส่ในน้ำที่อุณหภูมิ 60°C กวนจนละลายหมด จากนั้นเติมพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ในอัตราส่วนดังตารางที่ 3.1 เมื่อพอลิเมอร์ทั้ง 2 ชนิดเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน เทลงบนถาดสแตนเลส ให้มีความหนาประมาณ 0.3 มิลลิเมตร นำเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และพอลิเอสเทอร์

| พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (% โดยน้ำหนัก) | พอลิเอสเทอร์ (% โดยน้ำหนัก) |
|--------------------------------------|--------------------------------|
| 20 | 20 |
| 40 | 60 |
| 50 | 50 |
| 60 | 40 |
| 80 | 20 |

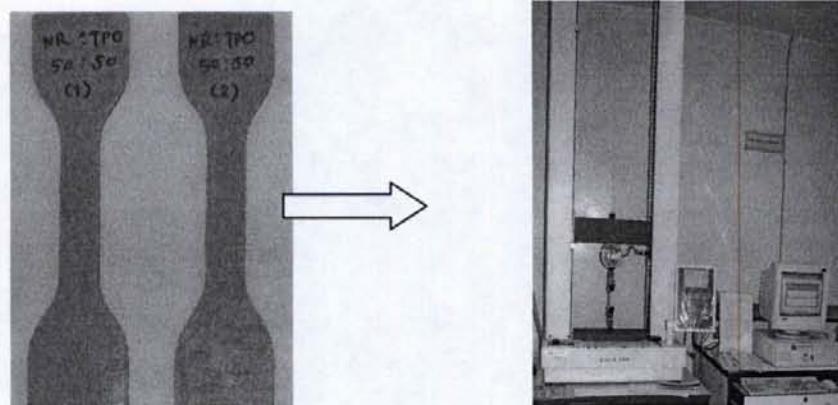
3.9 ทดสอบการทนแรงดึง (Tensile strength) ตามมาตรฐาน ASTM D2240 D 638

สภาวะทดสอบ

- ชิ้นงานทดสอบ ลักษณะเป็นรูปคัมเบลขนาด A ความยาว 115 มิลลิเมตร ความกว้างของระยะ Grip 65 มิลลิเมตร หนา 2.5 มิลลิเมตร

- ความเร็วในการทดสอบความเร็ว 500 มม./นาที แรง (Load Rang) 500 นิวตัน

นำชิ้นงานดังกล่าวยึดด้วยตัวหนีบ (Grips) ในตำแหน่งแนวตั้งจับให้แน่นโดยไม่ให้เลื่อน และตั้งความเร็วในการทดสอบ ขณะที่เครื่องทำงานชิ้นงานยึดออกเครื่องจะบันทึกค่าแรง (Load)



รูปที่ 3.1 แสดงการทดสอบการทนแรงดึง (Tensile strength)

สูตรการคำนวณ

$$\text{Tensile strength, kg / mm}^2 = \frac{\text{tensile at break (kg)}}{\text{sample cross section area (mm}^2)}$$

$$\text{Elongation, \%} = \frac{\text{extened length (mm)}}{\text{originallength (mm)}} \times 100$$