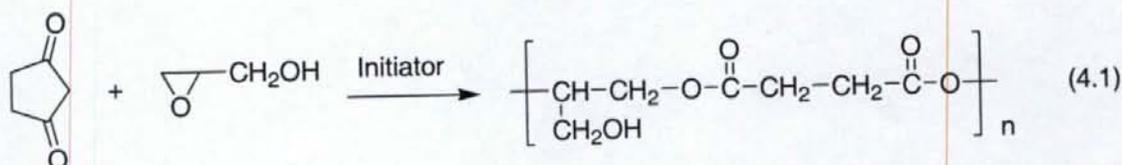


## บทที่ 4

### ผลการดำเนินงาน

#### 4.1 ผลการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ

การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันโดยใช้ซัคซินิกแอนไฮไดรด์กับไกลซิคอล เป็นมอนอเมอร์ และใช้แมกนีเซียมเอททอกไซด์เป็นตัวเริ่มปฏิกิริยา (Initiator) ดังสมการ (4.1)



4.1.1 การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 60, 70, 80, 90 และ 100 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า การสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 60 °C ได้สารที่มีลักษณะเป็นของเหลวใสหนืดและมีของแข็งที่มีลักษณะเป็นผลึกใสปนอยู่ด้วยเล็กน้อย สำหรับการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 70 °C เมื่อทำการสังเคราะห์ไปเป็นเวลา 4 ชั่วโมง 30 นาที สารจะเปลี่ยนจากของเหลวใสหนืดกลายเป็นของแข็งสีใสมีลักษณะเป็นผลึกขนาดใหญ่ที่จับตัวกันเป็นก้อน สำหรับการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 80 °C เมื่อทำการสังเคราะห์ไปเป็นเวลา 3 ชั่วโมง 45 นาที สารจะเปลี่ยนจากของเหลวใสหนืดกลายเป็นของแข็งสีเหลืองอ่อนมีลักษณะเป็นผลึกขนาดใหญ่ที่จับตัวกันเป็นก้อน และมีขนาดใกล้เคียงกับที่อุณหภูมิ 70 °C สำหรับการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 90 °C เมื่อทำการสังเคราะห์ไปเป็นเวลา 1 ชั่วโมง 45 นาที สารจะเปลี่ยนจากของเหลวใสหนืดกลายเป็นของแข็งสีเหลืองอ่อนเหมือนกับที่ อุณหภูมิ 80 °C แต่มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กกว่าที่ อุณหภูมิ 80 °C จับตัวกันเป็นก้อน และมีขนาดใกล้เคียงกับที่ อุณหภูมิ 70 °C สำหรับการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 100 °C เมื่อทำการสังเคราะห์ไปเป็นเวลา 1 ชั่วโมง สารจะเปลี่ยนจากของเหลวใสหนืดกลายเป็นของแข็งสีเหลืองเข้มมีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กกว่าที่ อุณหภูมิ 70, 80, และ 90 °C

จากการทดลองสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ จะได้ผลิตภัณฑ์ที่ อุณหภูมิ 70, 80, และ 90 °C เป็นผลึก และที่ อุณหภูมิ 60 °C จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นของเหลวผสมกับของแข็ง ซึ่งผลิตภัณฑ์ทั้งหมดเป็น เทอร์โมเซต (Thermosets) ซึ่งจะเป็นพอลิเมอร์ที่เกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลทำให้มีโครงสร้างแบบร่างแห (Cross Link) ดังนั้นจึงทำการลดเวลาในการสังเคราะห์จาก 6 ชั่วโมงเป็น 4 ชั่วโมง และเพิ่มจำนวนของแมกนีเซียมเอททอกไซด์จาก 0.1 โมล% เป็น 0.5 โมล% โดยจะทำการทดลองใหม่ที่อุณหภูมิ 60, 70, 80, 90 และ 100 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า

การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวใสหนืดและมีของแข็งที่มีลักษณะเป็นผลึกใสปนอยู่ด้วยเล็กน้อย สำหรับที่อุณหภูมิ  $70, 80,$  และ  $90^{\circ}\text{C}$  ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็น ของเหลวที่มีความหนืดเนื้อเดียวกันมีสีเหลืองใส ส่วนที่อุณหภูมิ  $100^{\circ}\text{C}$  ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองเข้มมีลักษณะเป็นผลึกจับตัวกันเป็นก้อน ดังนั้น จึงทำการตัดการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $60$  และ  $100^{\circ}\text{C}$  ออกเพราะได้ผลิตภัณฑ์เป็น เทอร์โมเซต (Thermosets)

4.1.2 การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ สารละลายโดยใช้โทลูอินเป็นสารละลาย

โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่  $70, 80$  และ  $90^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $70^{\circ}\text{C}$  ได้สารที่มีลักษณะเป็น ของเหลวเนื้อเดียวกันที่มีความหนืดมีสีเหลืองใส สำหรับการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $80^{\circ}\text{C}$  ได้สารที่มีลักษณะเป็น ของเหลวเนื้อเดียวกันที่มีความหนืดมีสีเหลืองใส และการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $90^{\circ}\text{C}$  ได้สารที่มีลักษณะเป็น ของเหลวเนื้อเดียวกันที่มีความหนืดมีสีเหลืองใส ซึ่ง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ  $70, 80$  และ  $90^{\circ}\text{C}$  จะมีลักษณะเป็นของเหลวที่มีความหนืดและสีเหมือนกัน

4.1.3 การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ สารละลายโดยใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นสารละลาย

โดยทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่  $70, 80$  และ  $90^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $70^{\circ}\text{C}$  ได้สารที่มีลักษณะเป็น ของเหลวเนื้อเดียวกันที่มีความหนืดมีสีเหลืองใส สำหรับการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $80^{\circ}\text{C}$  ได้สารที่มีลักษณะเป็น ของเหลวเนื้อเดียวกันที่มีความหนืดมีสีเหลืองใส และการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ  $90^{\circ}\text{C}$  ได้สารที่มีลักษณะเป็น ของเหลวเนื้อเดียวกันที่มีความหนืดมีสีเหลืองใส ซึ่ง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ  $70, 80$  และ  $90^{\circ}\text{C}$  จะมีลักษณะเป็นของเหลวที่มีความหนืดและสีเหมือนกัน

## 4.2 ผลการหาตัวทำละลายที่เหมาะสม

จากการทดลองหาตัวทำละลายที่เหมาะสมมาทำละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วย กระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ ที่อุณหภูมิ  $90$  องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.1 จะสังเกตเห็นว่า สารละลายคลอโรฟอร์ม, สารละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และสารละลายเมทานอล สามารถละลาย ผลิตภัณฑ์ได้เพียงเล็กน้อย สำหรับตัวทำละลาย คลอโรฟอร์ม : เมทานอล (อัตราส่วน 3:1) สามารถละลาย ผลิตภัณฑ์ได้ดี สังเกตเห็นว่า ผลิตภัณฑ์จะละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้เกือบหมดในตัวทำละลาย คลอโรฟอร์ม : เมทานอล (อัตราส่วน 3:1) ดังนั้น ตัวทำละลายที่เหมาะสมในการทำละลายผลิตภัณฑ์ คือ คลอโรฟอร์ม : เมทานอล (อัตราส่วน 3:1)



รูปที่ 4.1 การทดสอบหาตัวทำละลายที่เหมาะสม

#### 4.3 ผลการแยกมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

จากการทดลองแยกมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ และกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลายโดยใช้โทลูอินหรือเตตระไฮโดรฟูแรนเป็นสารละลาย ผลที่ได้คือ มอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาจะถูกแยกออกจากสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ทำให้ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวเนื้อเดียวกันและมีความหนืดเพิ่มขึ้น

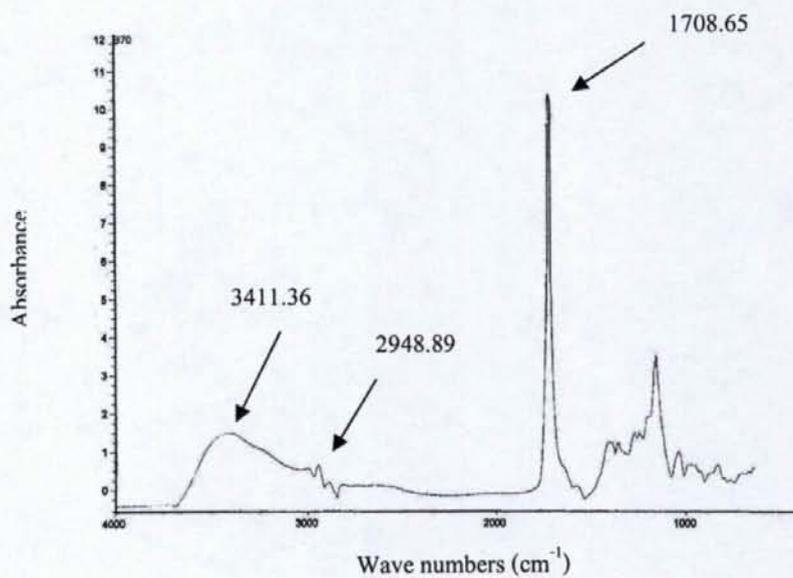
#### 4.4 ผลการตรวจวิเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

4.4.1 การวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์ด้วย เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

จากการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ แล้วนำมาวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันดังตารางที่ 4.1

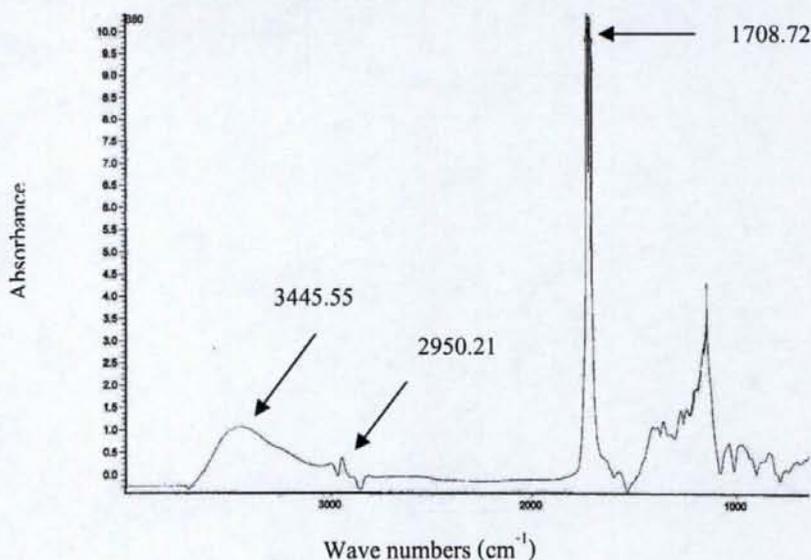
ตารางที่ 4.1 ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดและหมู่ฟังก์ชันของ โคพอลิเอสเทอร์

ช่วงความยาวคลื่น ( $\text{cm}^{-1}$ )	หมู่ฟังก์ชัน
1710-1530	-COO-
3000-2800	-CH <sub>2</sub> -
3500-3250	-OH



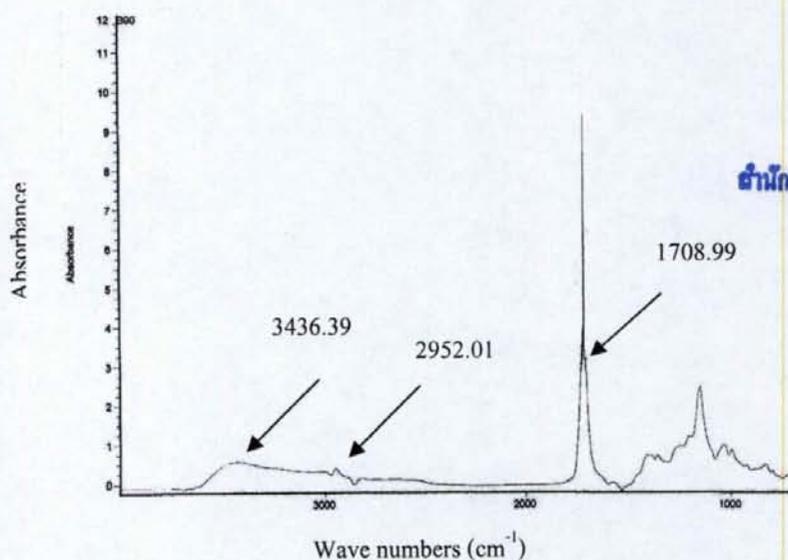
รูปที่ 4.2 แสดงช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ B 70

จากรูปที่ 4.2 เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของ โคพอลิเอสเทอร์ โดยข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็น โคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรด จากกราฟพบว่าช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 1708.65, 2948.89 และ 3411.36  $\text{cm}^{-1}$  ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ -COO-, -CH<sub>2</sub>- และ -OH ตามลำดับ ดังตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.3 แสดงช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ B 80

จากรูปที่ 4.3 เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์ โดยข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็นโคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรด จากกราฟพบว่าช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 1708.72, 2950.21 และ 3445.55  $\text{cm}^{-1}$  ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ  $-\text{COO}-$ ,  $-\text{CH}_2-$  และ  $-\text{OH}$  ตามลำดับ

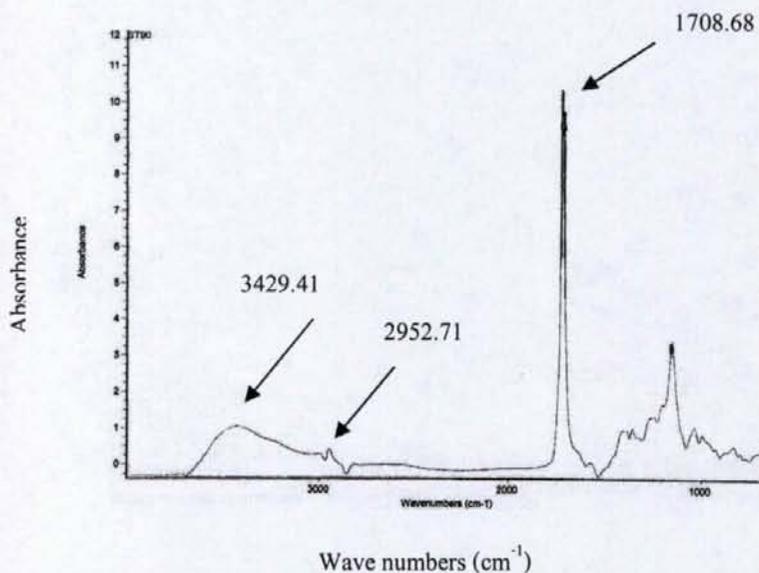


รูปที่ 4.4 แสดงช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ B 90



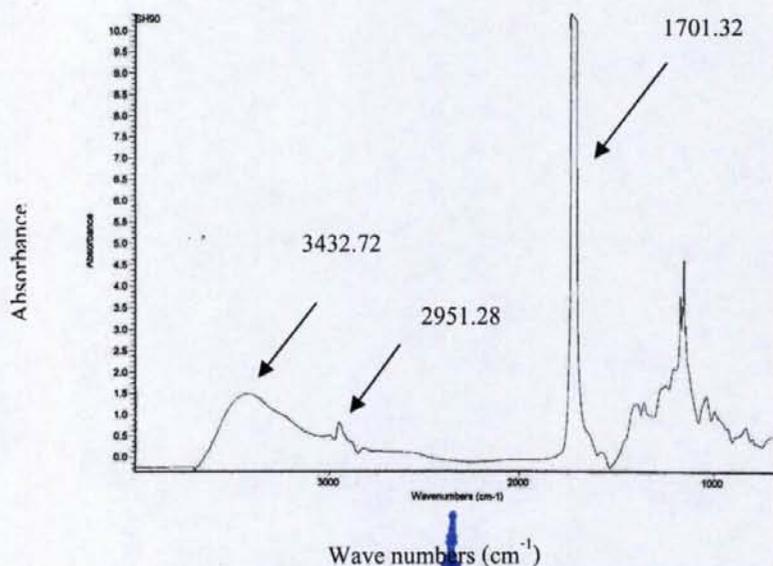
สำนักวิทยบริการและเทคโนโลยีสารสนเทศ

จากรูปที่ 4.4 เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์ โดยข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็นโคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรด จากกราฟพบว่าช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 1708.99, 2952.01 และ 3436.39  $\text{cm}^{-1}$  ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ  $-\text{COO}-$ ,  $-\text{CH}_2-$  และ  $-\text{OH}$  ตามลำดับ



รูปที่ 4.5 แสดงช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ ST 90

จากรูปที่ 4.5 เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์ โดยข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็นโคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรด จากกราฟพบว่าช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 1708.68, 2952.71 และ 3429.41  $\text{cm}^{-1}$  ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ  $-\text{COO}-$ ,  $-\text{CH}_2-$  และ  $-\text{OH}$  ตามลำดับ



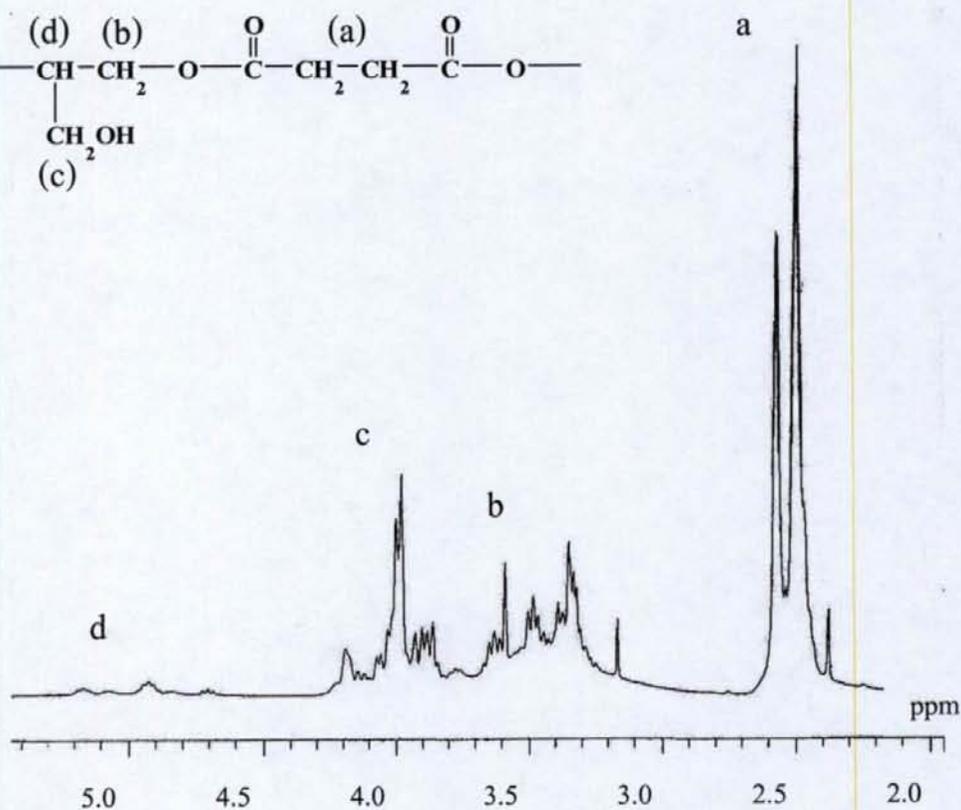
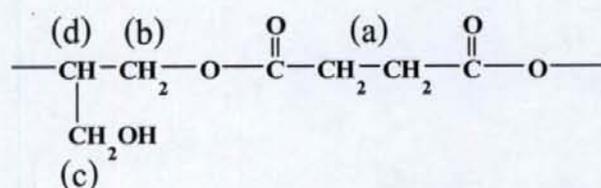
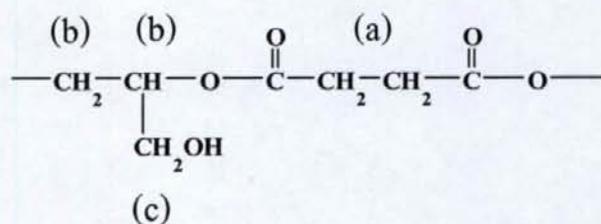
รูปที่ 4.6 แสดงช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของ SH 90



จากรูปที่ 4.6 เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์ โดยข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็นโคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรด จากกราฟพบว่าช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 1701.32, 2951.28 และ 3432.72  $\text{cm}^{-1}$  ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ  $-\text{COO}-$ ,  $-\text{CH}_2-$  และ  $-\text{OH}$  ตามลำดับ

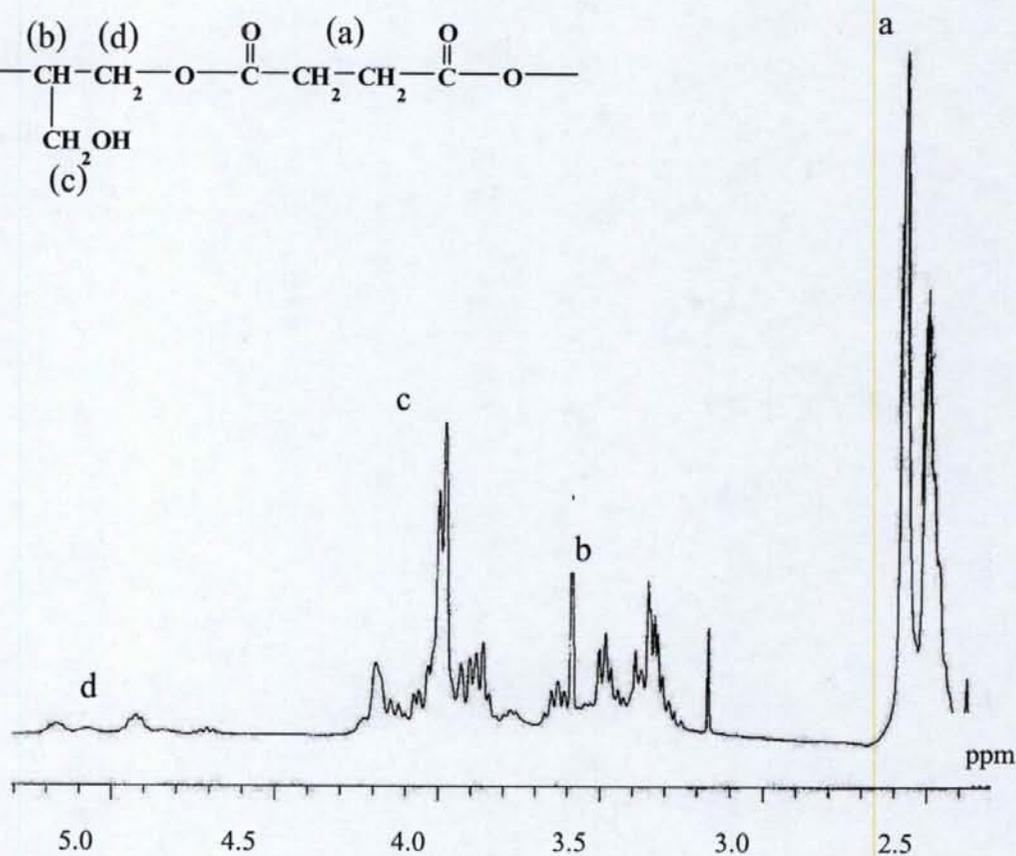
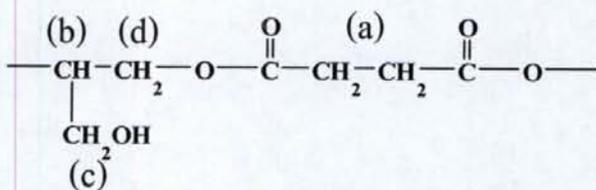
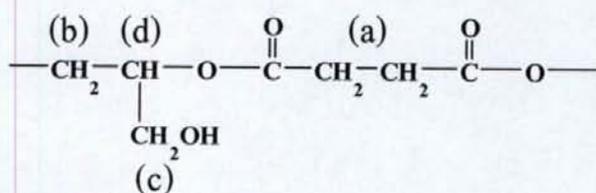
4.4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของโคพอลิเอสเทอร์ด้วย เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนสเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)

จากการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ นำมาวิเคราะห์หาโครงสร้างของ โคพอลิเอสเทอร์ได้ผลดังนี้



รูปที่ 4.7  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของโคพอลิเอสเทอร์ B 70

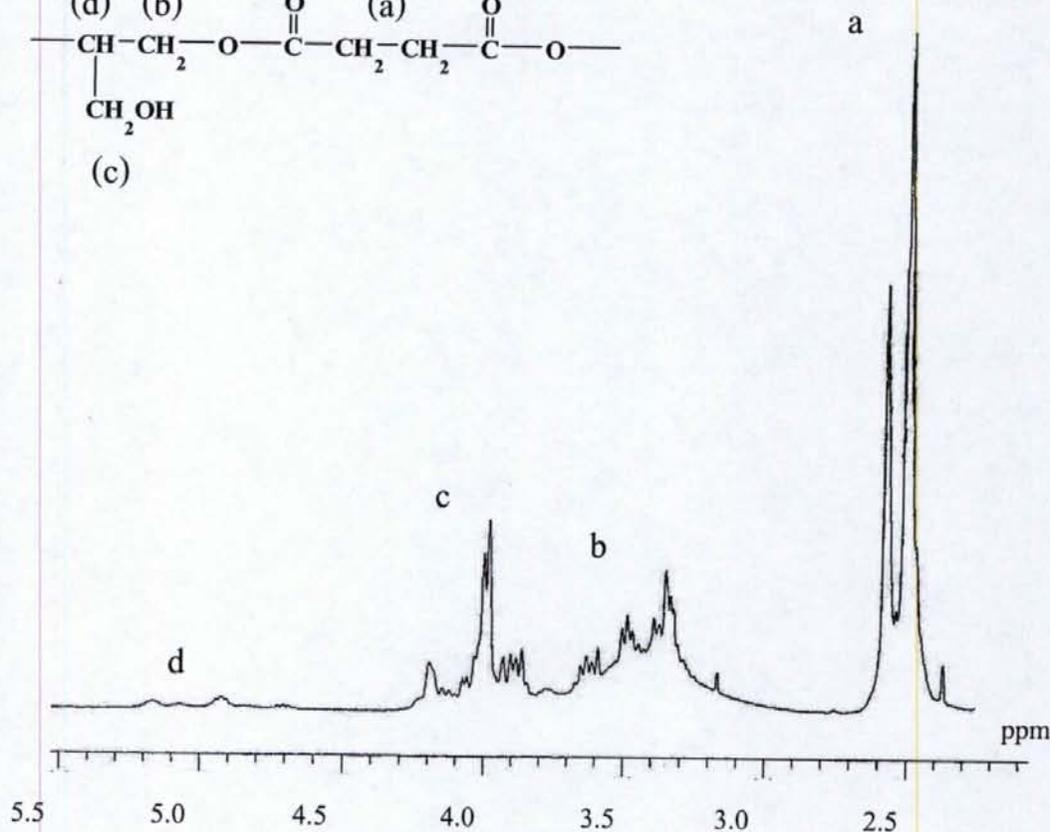
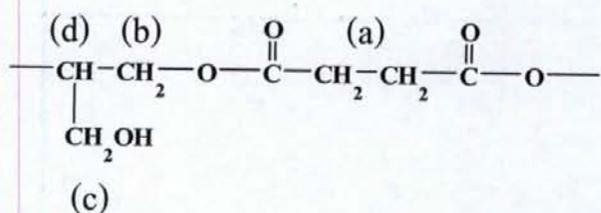
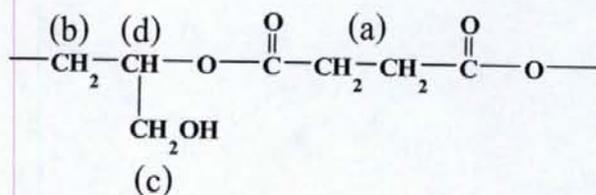
จากรูปที่ 4.7 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.53 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, (สัญญาณ a) สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.38 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ  $\text{CH}_2$ , (สัญญาณ b) สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ  $\text{CH}_2\text{OH}$ , (สัญญาณ c) และสัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ  $\text{CH}_2\text{CH}_2$  ซึ่งจากรูปที่ 4.7 จะมีการเกิดไอโซเมอร์ 2 แบบ แต่ไม่สามารถระบุได้ว่าเป็นแบบใดต้องใช้เครื่องมือที่มีประสิทธิภาพสูงกว่านี้จึงจะสามารถบอกได้ว่าโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้เป็นไอโซเมอร์แบบใด



รูปที่ 4.8  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของโคพอลิเอสเทอร์ B 90

จากรูปที่ 4.8 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.53 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, (สัญญาณ a) สัญญาณของ

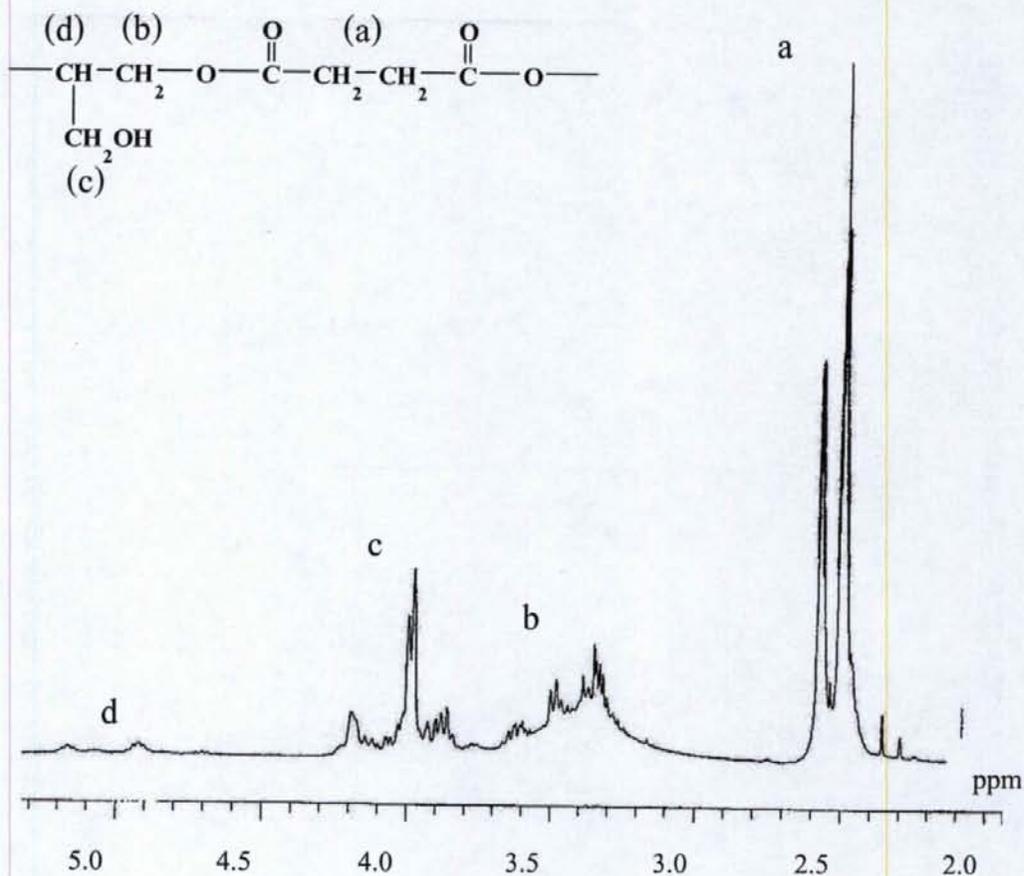
โปรตรอนที่ 3.37 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>, (สัญญาณ b) สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>OH, (สัญญาณ c) และสัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> ซึ่งจากรูปที่ 4.8 จะมีการเกิดไอโซเมอร์ 2 แบบ แต่ไม่สามารถระบุได้ว่าเป็นแบบใดต้องใช้เครื่องมือที่มีประสิทธิภาพสูงกว่านี้จึงจะสามารถบอกได้ว่าโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้เป็นไอโซเมอร์แบบใด



รูปที่ 4.9 <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของโคพอลิเอสเทอร์ ST 70

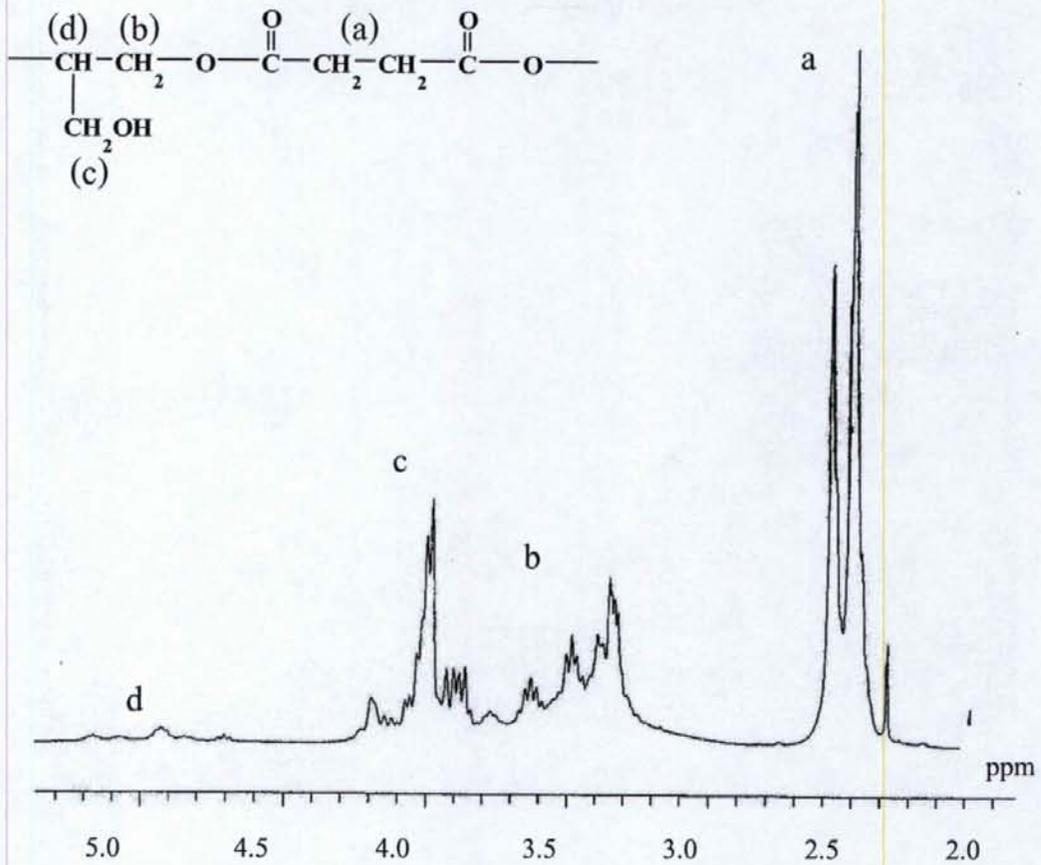
จากรูปที่ 4.9 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค <sup>1</sup>H-NMR พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.54 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, (สัญญาณ a) สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.37 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>, (สัญญาณ b) สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>OH, (สัญญาณ c) และสัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> ซึ่งจากรูปที่ 4.9 จะมีการเกิดไอโซเมอร์ 2 แบบ แต่ไม่สามารถระบุ

ได้ว่าเป็นแบบใดต้องใช้เครื่องมือที่มีประสิทธิภาพสูงกว่านี้จึงจะสามารถบอกได้ว่าโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้เป็นไอโซเมอร์แบบใด



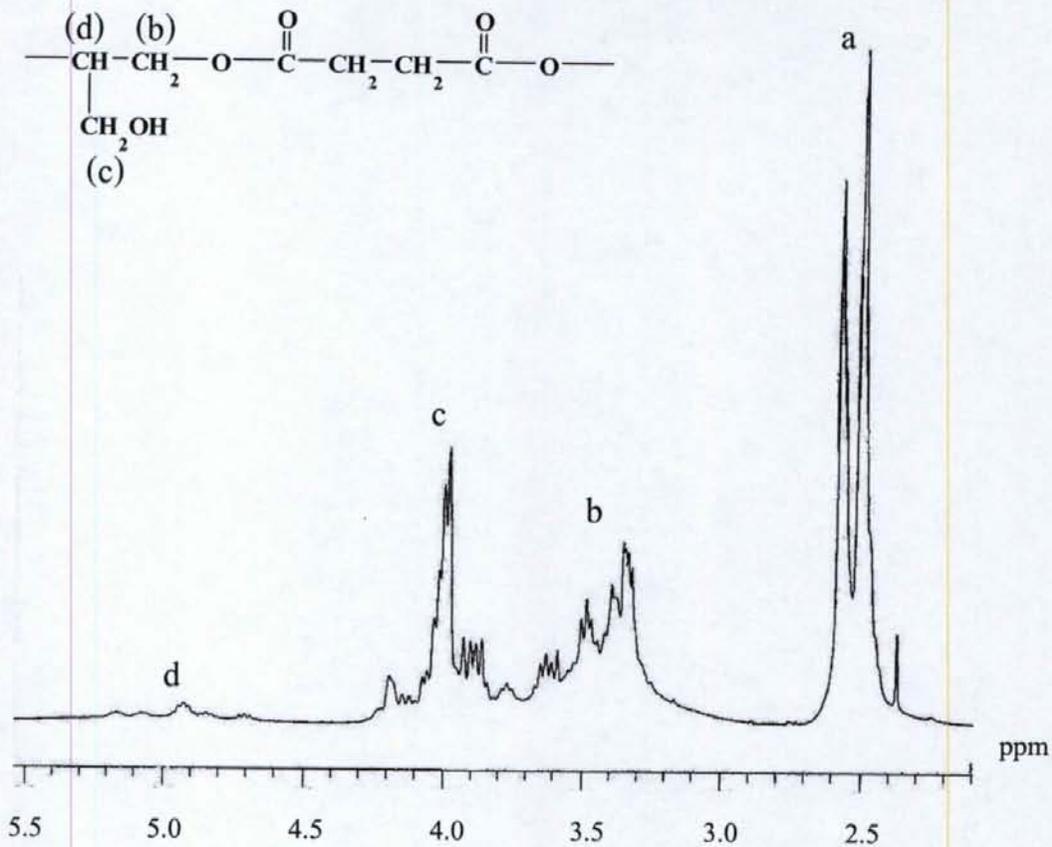
รูปที่ 4.10 <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของโคพอลิเอสเทอร์ ST 90

จากรูปที่ 4.10 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค <sup>1</sup>H-NMR พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.53 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, (สัญญาณ a) สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.48 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>, (สัญญาณ b) สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>OH, (สัญญาณ c) และสัญญาณของโปรตรอนที่ 4.92 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> ซึ่งจากรูปที่ 4.10 จะมีพีค (Peak) ที่หายไปตรงบริเวณ สัญญาณ b จาก 4 จุดยอด (Peak) เหลือเพียง 3 จุดยอด (Peak) ซึ่งแสดงว่ามีการเกิด ไอโซเมอร์เพียงแบบเดียว



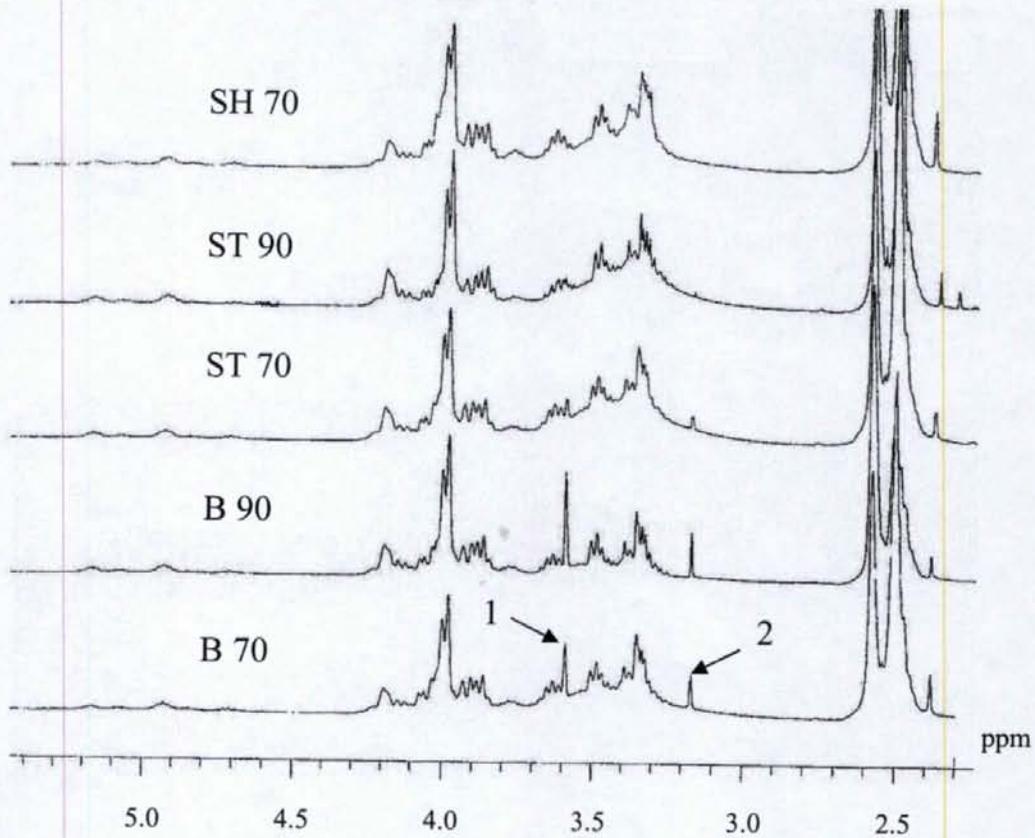
รูปที่ 4.11 <sup>1</sup>H-NMR สเปกตรัมของ โคลพอลิเอสเทอร์ SH 70

จากรูปที่ 4.11 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค <sup>1</sup>H-NMR พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.54 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, (สัญญาณ a) สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.49 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>, (สัญญาณ b) สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>OH, (สัญญาณ c) และสัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> ซึ่งจากรูปที่ 4.11 จะมีพีค (Peak) ที่หายไปตรงบริเวณ สัญญาณ b จาก 4 จุดยอด (Peak) เหลือเพียง 3 จุดยอด (Peak) ซึ่งแสดงว่ามีการเกิด ไอโซเมอร์เพียงแบบเดียว



รูปที่ 4.12  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของ โคพอลิเอสเทอร์ SH 90

จากรูปที่ 4.12 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค  $^1\text{H-NMR}$  พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.54 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, (สัญญาณ a) สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.50 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ  $\text{CH}_2$ , (สัญญาณ b) สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ  $\text{CH}_2\text{OH}$ , (สัญญาณ c) และสัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ  $\text{CH}_2\text{CH}_2$  ซึ่งจากรูปที่ 4.12 จะมีพีค (Peak) ที่หายไปตรงบริเวณ สัญญาณ b จาก 4 จุดยอด (Peak) เหลือเพียง 3 จุดยอด (Peak) ซึ่งแสดงว่ามีการเกิด ไอโซเมอร์เพียงแบบเดียว

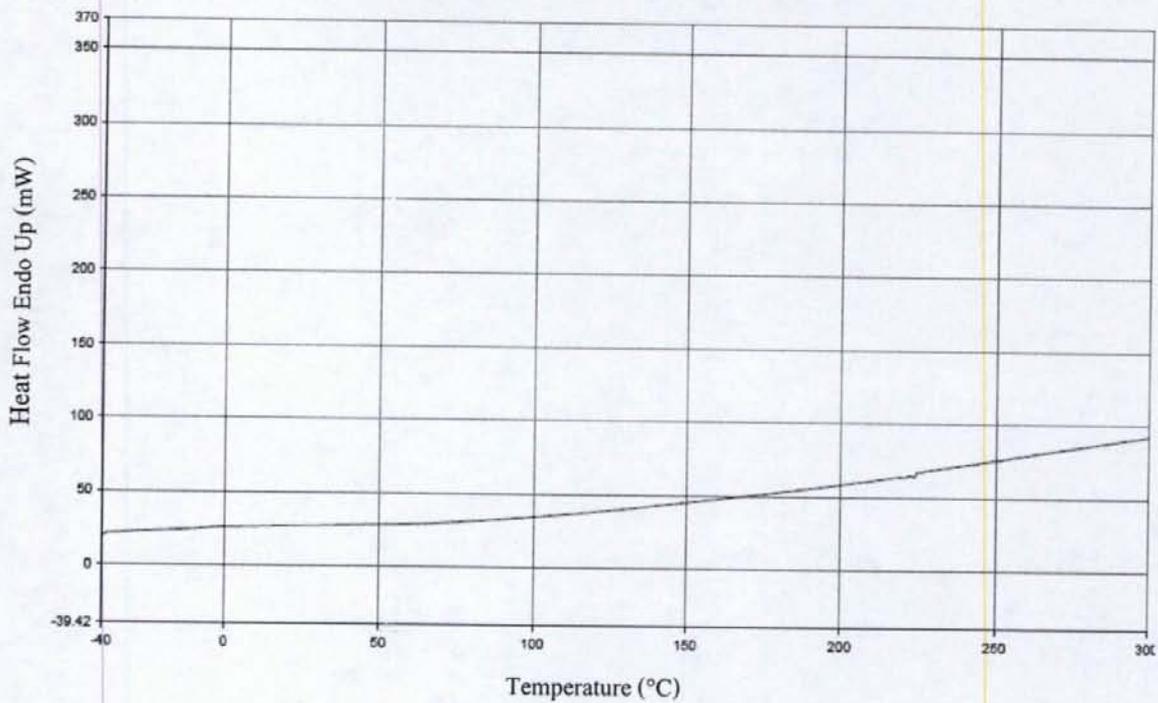


รูปที่ 4.13 การเปรียบเทียบ  $^1\text{H-NMR}$  สเปกตรัมของ โคพอลิเอสเทอร์

จากรูปที่ 4.13 จะมีการเกิดไอโซเมอร์ 2 แบบ ในตอนที่มียูรีดิล (Peak) ตรงบริเวณ สัญญาณ 1 และ สัญญาณ 2 แต่เมื่อยูรีดิล (Peak) ตรงบริเวณ สัญญาณ 1 และ สัญญาณ 2 หายไปจะมีการเกิด ไอโซเมอร์เพียงแบบเดียว

4.4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ โคพอลิเอสเทอร์ ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

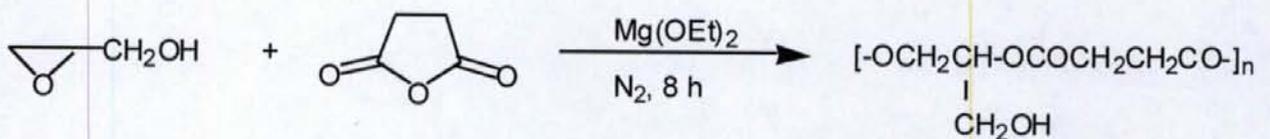
จากการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ นำมาวิเคราะห์หาสมบัติทางความร้อนเพื่อหาอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก ( $T_m$ ) ของโคพอลิเอสเทอร์ได้ผลดังนี้



รูปที่ 4.14 การวิเคราะห์หาอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก ( $T_m$ )

จากรูปที่ 4.14 เป็นการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ซึ่งจากกราฟไม่เกิดจุดยอด (peak) ทำให้ไม่สามารถหาอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก ( $T_m$ ) ได้ เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่นำมาวิเคราะห์มีลักษณะเป็นของเหลวหนืด ดังนั้น ณ อุณหภูมิห้องจึงนิ่มและค่อนข้างเหลว จึงทำให้ไม่พบค่าอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก ( $T_m$ ) แต่ในช่วง 200-250°C เกิดจุดยอด (peak) ขึ้นเพียงเล็กน้อย ดังนั้นอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก ( $T_m$ ) น่าจะอยู่ในช่วง 200-250°C

4.4.4 การวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเตอร์ ด้วยเครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC)

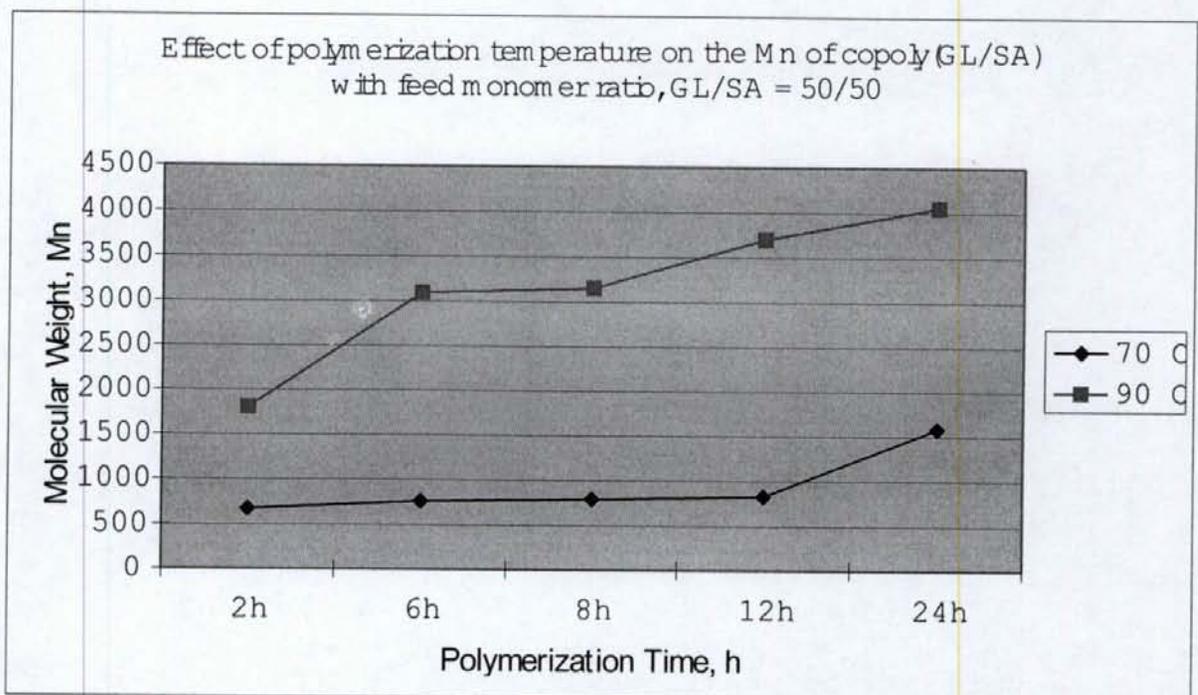


จากสมการข้างต้น เป็นการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ ได้ทำการสังเคราะห์พอลิเอสเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ จากนั้นทำการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเตอร์ ด้วยเครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC) ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 2 ผลการหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเตอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography

Run	Temp. (°C)	Yield (%)	Mn <sup>a</sup> (x 10 <sup>3</sup> )	Mw <sup>b</sup> (x 10 <sup>3</sup> )	Mw/Mn	Composition (GI/SA)
1	70	95	1.8	4.7	2.6	57/43
2	80	96	2.3	6.3	2.8	50/50
3	90	95	4.0	21.4	5.4	55/45
4	90	90	4.9	96.2	19.5	50/50
5	90	95	4.5	32.4	7.3	51/49

จากนั้นทำการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อน้ำหนักโมเลกุล เมื่อปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันใช้มอนอเมอร์เริ่มต้นทั้ง 2 ชนิดที่อัตราส่วน 50:50 จากกราฟที่ 4.15 ทำการศึกษาปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่อุณหภูมิ 70, 90 °C เพื่อดูแนวโน้มของน้ำหนักโมเลกุลที่เพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันดำเนินไป



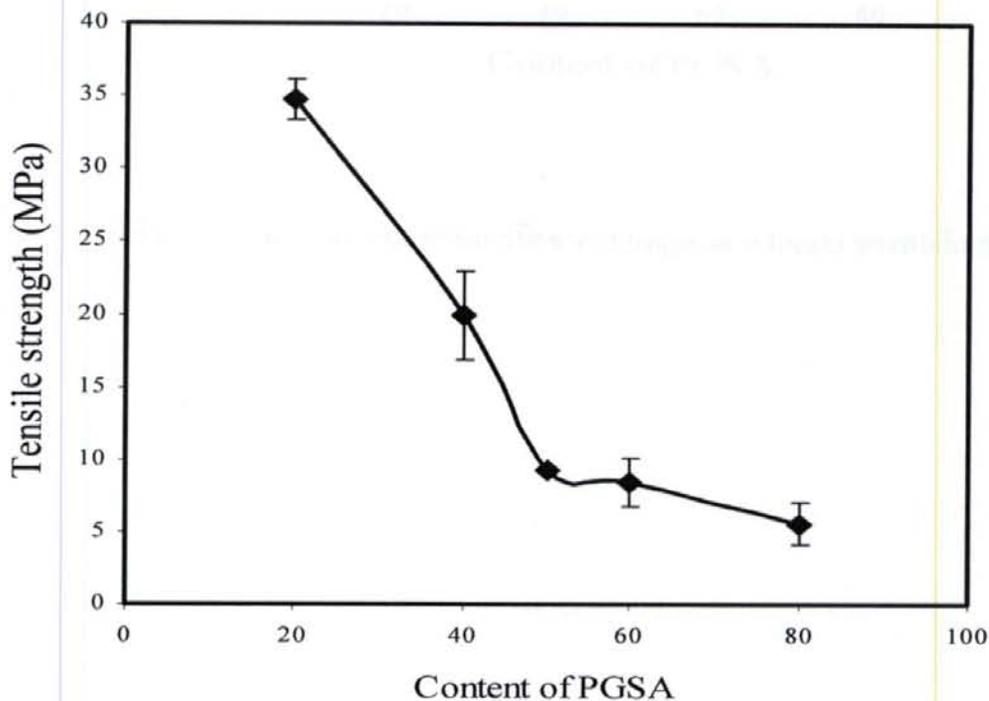
รูปที่ 4.15 ผลของอุณหภูมิต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเตอร์ที่อุณหภูมิ 70, 90 °C

#### 4.5 ผลการเตรียมแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

จากการเตรียมพอลิเอสเทอร์ 100 เปอร์เซ็นต์ จะได้ลักษณะเหลืองอ่อนใสละลายน้ำได้ดี สามารถขึ้นเป็นแผ่นฟิล์มได้ มีความหนืด แข็งช้า ส่วนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ มีลักษณะใสละลายน้ำได้ดีเช่นกัน ขึ้นเป็นแผ่นฟิล์มได้ง่าย แข็งเร็ว สำหรับพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่อัตราส่วนต่างๆ เข้าเป็นเนื้อเดียวกันได้ดี

#### 4.6 ผลการทดสอบสมบัติการทนแรงดึง (Tensile test) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และพอลิเอสเทอร์

เมื่อทำการขึ้นรูปพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นแผ่นฟิล์มแล้ว ทำการตัดชิ้นงานทดสอบเป็นรูปคัมเบลทั้ง 5 อัตราส่วนได้แก่ 20:80 40:60 50:50 60:40 และ 80:20 ได้ผลการทดสอบดังรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 กราฟแสดงการทดสอบการทนแรงดึง (Tensile test) ของพอลิเมอร์ผสม

จากนั้นทำการทดสอบสมบัติการยืดขาด (Elongation at Break) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ทั้ง 5 อัตราส่วนได้แก่ 20:80 40:60 50:50 60:40 และ 80:20 ได้ผลการทดสอบดังรูปที่ 4.17