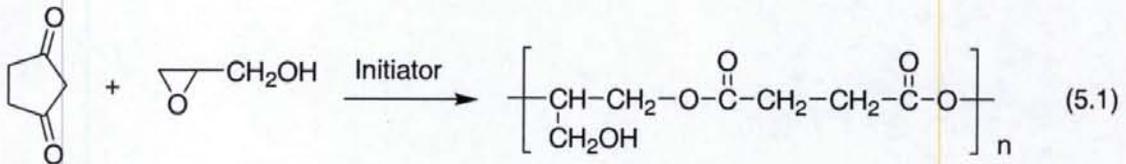


บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ

การสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันโดยใช้ Succinic anhydride และ Glycidol เป็นมอนอเมอร์ และใช้แมกนีเซียมเอทอไซด์ $[Mg_9OEt_2]$ เป็นตัวเริ่มปฏิกิริยา(Initiator) ดังสมการ (5.1)



5.1.1 สรุปผลการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ บัลด์

ปฏิกิริยาโคพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงได้ดำเนินการที่อุณหภูมิต่าง 60, 70, 80, 90 และ 100 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 60 °C ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวใสมีความหนืดเล็กน้อยและมีของแข็งที่มีลักษณะเป็นผลึกใสปนอยู่ด้วย สำหรับที่อุณหภูมิ 70, 80, และ 90 °C ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็น ของเหลวที่มีความหนืดมากขึ้นเป็นเนื้อเดียวกันมีสีเหลืองใส ส่วนที่อุณหภูมิ 100 °C ได้สารผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งสีเหลืองเข้มมีลักษณะเป็นผลึกจับตัวกันเป็นก้อน ดังนั้น จึงเลือกทำการศึกษาการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 70, 80, และ 90 °C เนื่องจากที่อุณหภูมิ 60 °C พอลิเมอร์ที่ได้ยังมีน้ำหนักโมเลกุลไม่สูงพอ และปฏิกิริยาที่ 100 °C พอลิเมอร์ที่ได้อาจเกิดการ Cross-link ที่หมู่ $-\text{CH}_2\text{OH}$ ทำให้เกิดเป็นเทอร์โมเซตพอลิเมอร์ (Thermosetting polymer)

หลังจากสิ้นสุดปฏิกิริยา ตัวทำละลายผสมคลอโรฟอร์มและเอธานอลถูกเติมลงไปเพื่อละลายผลิตภัณฑ์ และนำไปตกตะกอนซ้ำในเฮกเซน จากนั้นระเหยตัวทำละลายที่ค้างอยู่ออกด้วย Evaporator และทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ (Vacuum) ที่ 60 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$ และฟูเรียร์ทรานสฟอร์มสเปกโตรโฟโตเมตรี (FT-IR) และวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography (GPC)

5.1.2 สรุปผลการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ สารละลายโดยใช้โทลูอีนเป็นสารละลาย

ดำเนินการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90 °C โดยใช้ $Mg(OEt)_2$ เป็นตัวเริ่มและใช้ Toluene เป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นของเหลวที่มีความหนืดและสีเหลืองใสเหมือนกับการสังเคราะห์โดยกระบวนการแบบบัลค์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกละลายในตัวทำละลายผสมคลอโรฟอร์มและเอทานอล และนำไปตกตะกอนซ้ำในเฮกเซน จากนั้นระเหยตัวทำละลายที่คงค้างอยู่ออกด้วย Evaporator และทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ (Vacuum) ที่ 60°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

5.1.3 สรุปผลการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบ สารละลายโดยใช้เตตระไฮโดรฟูแรนเป็นสารละลาย

ดำเนินการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90 °C โดยใช้ $Mg(OEt)_2$ เป็นตัวเริ่มและใช้ Tetrahydrofuran (THF) เป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีลักษณะเป็นของเหลวที่มีความหนืดและสีเหลืองใสเช่นเดียวกับการสังเคราะห์โดยกระบวนการแบบบัลค์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกละลายในตัวทำละลายผสมคลอโรฟอร์มและเอทานอล และนำไปตกตะกอนซ้ำ (Reprecipitation) ในเฮกเซน จากนั้นระเหยตัวทำละลายที่คงค้างอยู่ออกด้วย Evaporator และทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ (Vacuum) ที่ 60°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

หมายเหตุ ผลิตภัณฑ์โคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค 1H NMR และฟูเรียร์ทรานสฟอร์มสเปกโตรโฟโตเมตรี (FT-IR) พบว่ามีโครงสร้างตามที่ต้องการ แต่การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิค GPC ไม่สามารถใช้ตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม หรือ เมทานอล หรือ เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF) ได้ ต้องใช้ตัวทำละลายที่มีความเป็นขั้วสูงมาก ซึ่งตัวทำละลายที่มีความเป็นขั้วสูงอาจจะกักร่อนระบบท่อในเครื่อง GPC จึงควรใช้ความระมัดระวังเป็นพิเศษ

5.2 สรุปผลการหาตัวทำละลายที่เหมาะสม

จากการทดลองหาตัวทำละลายที่เหมาะสมมาทำละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ ที่อุณหภูมิ 90°C พบว่าคลอโรฟอร์ม ($CHCl_3$) ไดเมทิลฟอร์มไมด์ (Dimethylformamide, DMF) และเมทานอล (CH_3OH) สามารถละลายผลิตภัณฑ์ได้เพียงเล็กน้อย สำหรับตัวทำละลายผสมคลอโรฟอร์ม : เมทานอล (อัตราส่วน 3:1) สามารถละลายผลิตภัณฑ์ได้ดี

5.3 สรุปผลการแยกมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

จากการทดลองแยกมอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกจากโคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ และกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลายโดยใช้โทลูอีน

หรือเคตระไฮโดรฟูแรนเป็นสารละลาย ผลที่ได้คือ มอนอเมอร์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาจะถูกแยกออกจากสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยการตกตะกอนซ้ำ (Reprecipitation) ในเฮกเซน ทำให้ได้สารผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นของเหลวเนื้อเดียวกันและมีความหนืดเพิ่มขึ้น

5.4 สรุปผลการตรวจวิเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้

5.4.1. สรุปผลการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์ด้วย เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

จากการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ แล้วนำมาวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันดังตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดและหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเอสเทอร์

ช่วงความยาวคลื่น (cm^{-1})	หมู่ฟังก์ชัน
1710-1530	-COO-
3000-2800	-CH ₂ -
3500-3250	-OH

- B70 พบข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็น โคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1708.65, 2948.89 และ 3411.36 cm^{-1} ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ -COO-, -CH₂- และ -OH ตามลำดับ

- B80 พบข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็น โคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1708.72, 2950.21 และ 3445.55 cm^{-1} ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ -COO-, -CH₂- และ -OH ตามลำดับ

- B90 พบข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็น โคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1708.99, 2952.01 และ 3436.39 cm^{-1} ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ -COO-, -CH₂- และ -OH ตามลำดับ

- ST 90 พบข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็น โคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1708.68, 2952.71 และ 3429.41 cm^{-1} ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ -COO-, -CH₂- และ -OH ตามลำดับ

- SH 90 พบข้อมูลสำคัญที่จะบ่งชี้ให้เห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์เป็น โคพอลิเอสเทอร์ คือ ช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1701.32, 2951.28 และ 3432.72 cm^{-1} ทำให้สามารถบอกหมู่ฟังก์ชันของ -COO-, -CH₂- และ -OH ตามลำดับ

5.4.2 สรุปผลการวิเคราะห์โครงสร้างของโคพอลิเอสเทอร์ด้วย เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer, NMR)

จากการสังเคราะห์โคพอลิเอสเทอร์แบบเปิดวงด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบต่างๆ นำมาวิเคราะห์หาโครงสร้างของ โคพอลิเอสเทอร์ได้ผลดังนี้

- B70 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.53 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.38 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2 , สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2OH , และ สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2CH_2

- B 90 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.53 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.37 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2 , สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2OH , และ สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2CH_2

- ST 70 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.54 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.37 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2 , สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2OH , และ สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2CH_2

- ST 90 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.53 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.48 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2 , สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2OH , และ สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.92 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2CH_2

- SH 70 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.54 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.49 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2 , สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2OH , และ สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2CH_2

- ST 90 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค $^1\text{H-NMR}$ พบสัญญาณสำคัญ 4 สัญญาณ คือ สัญญาณของโปรตรอนที่ 2.54 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH, สัญญาณของโปรตรอนที่ 3.50 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2 , สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.00 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2OH , และ สัญญาณของโปรตรอนที่ 4.93 ppm เป็นการเกิด Chemical Shift ของ CH_2CH_2

5.4.3 สรุปผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของโคพอลิเอสเทอร์ ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค 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

5.4.4 สรุปผลการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเทอร์ ด้วยเครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC)

ในการหาสถานะของการสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์ให้น้ำหนักโมเลกุลสูงสุดนั้น ได้ทำการสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์ที่อุณหภูมิต่างๆ และทำการวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเทอร์ ด้วยเครื่องเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC) พบว่าอุณหภูมิมิผลต่อน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอสเทอร์

จากนั้นทำการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อน้ำหนักโมเลกุล เมื่อปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันใช้มอนอเมอร์เริ่มต้นทั้ง 2 ชนิดที่อัตราส่วน 50:50 พบว่าจากการศึกษาปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่อุณหภูมิ 70, 90 °C แนวโน้มของน้ำหนักโมเลกุลที่เพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันดำเนินไป

5.5 ผลการเตรียมแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

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

5.6 ผลการทดสอบสมบัติการทนแรงดึง (Tensile test) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และพอลิเอสเทอร์

เมื่อทำการขึ้นรูปพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นแผ่นฟิล์มแล้ว ทำการตัดชิ้นงานทดสอบการทนแรงดึงเป็นรูปดัมเบลทั้ง 5 อัตราส่วน ได้แก่ 20:80 40:60 50:50 60:40 และ 80:20 ค่าการทดสอบการทนแรงดึงลดลงเรื่อยๆ เมื่อปริมาณพอลิเอสเทอร์เพิ่มขึ้น จนถึงอัตราส่วนระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็น 50:50 เริ่มคงที่

จากนั้นทำการทดสอบสมบัติการยืดขาด (Elongation at Break) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ทั้ง 5 อัตราส่วน ได้แก่ 20:80 40:60 50:50 60:40 และ 80:20 พบว่าค่าการยืดขาดเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อปริมาณพอลิเอสเทอร์เพิ่มขึ้น จนสูงสุดที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเอสเทอร์และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็น 60:40