**บทที่ 3**

**วิธีดำเนินการวิจัย**

การศึกษาวิจัยครั้งนี้เป็นการศึกษาเชิงทดลองเพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ PLLA-*b*-PBAT โดยมี L-lactide เป็นองค์ประกอบหลักซึ่งมีอัตราส่วน L-lactide/PBAT เป็น 100/0.3, 100/0.6 และ100/1.0 wt% โดยจะมีรายละเอียดแล้ววิธีการดำเนินการดังนี้

* 1. **เครื่องมือและอุปกรณ์**

|  |
| --- |
| * + 1. เครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Hotplate and magnetic stirrer) ยี่ห้อ: JENWAY MODEL รุ่น : 1203
		2. ตู้อบสุญญากาศ (Vacuum oven)ยี่ห้อ : Binder รุ่น : VD23
		3. ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)ยี่ห้อ : BOROMAX
		4. เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum Pump)
		5. เครื่องชั่ง (Balance)
		6. บีกเกอร์ (Beaker)
		7. ขวดก้นกลม (Round-bottomed flask)
		8. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
		9. แท่งแก้วคนสาร (Glass lod)
		10. แม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
		11. ที่ยึดจับและขาตั้ง (Clamp and stand)
		12. อะลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminium foil)
		13. ช้อนตักสาร (spatula)
		14. กระดาษกรอง (whatman filter paper)
		15. อ่างน้ำมัน (Oil bath)
		16. ชามสแตนเลส (Stianless steel trays)
 |

* 1. **สารเคมี**

|  |
| --- |
| * + 1. L-lactide
		2. พอลิบิวทิลีนอะดิเพตเทเรปธาเลต(PBAT)
		3. โทลูอีน (Toluene) AR grade
		4. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen)
		5. Silicone High Vacuum Grease
		6. น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil)
		7. เมทานอล (Methanol) AR grade
		8. คลอโรฟอร์ม(Chloroform) AR grade
		9. Stannons Octoate (Sn(Oct)2)
 |

* 1. **เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์**
		1. เครื่อง Differential Scanning Calorimeter รุ่น 4000 System100-240V/

50-60Hz

 3.3.2 เครื่อง Proton Nuclear Magnetic Resonance (1H-NMR) รุ่น Varian NMR-400MHz

3.3.3 เครื่อง Gel Permeation Chromatography (GPC)

* 1. **การสังเคราะห์ PLLA-*b*-PBAT**

3.4.1 ขั้นตอนการเตรียม

- การเตรียมอัตราส่วนระหว่าง L-lactideและ PBAT

ทำการอบ L-lactide และ PBAT ที่อุณหภูมิ 45 oCด้วยตู้อบสุญญากาศ เป็นเวลา 16 ชั่วโมง แล้วผสม L-lactide และPBAT ในอัตราส่วนคือ L-lactide/PBAT = 100/0.3, 100/0.6 และ 100/1.0 wt% จากนั้นใส่ลงในขวดก้นกลม

- การเตรียมอ่างน้ำมัน (Oil bath)

ใส่น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil) ลงในชามสแตนเลสตั้งไว้บนเครื่°งกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Hotplate and magnetic stirrer) โดยวัดอุณหภูมิด้วยเทอร์โมมิเตอร์ อุณหภูมิ 160 ± 0.5 oC และอุณหภูมิ 160± 0.5 oC

- การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ชั่ง Sn(Oct)2  0.4005g ใส่ลงในขวดvial จากนั้นเติม Toluene 2000 µl นำไปผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer

3.4.2 การสังเคราะห์ PLLA-*b*-PBAT

นำขวดก้นกลมที่มี L-lactide และ PBAT แล้วใส่แม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยา Sn(Oct)2 ในปริมาณ 0.1mol% ของ L-lactide จากนั้นใช้แก๊สไนโตรเจนไล่แก๊สออกซิเจนออก แล้วปิดฝาขวดก้นกลมโดยใช้ Silicone High Vacuum Grease จากนั้นนำขวดก้นกลมไปจุ่มลงในอ่างน้ำมัน (Hotplate and magnetic stirrer) อุณหภูมิ 160 oC เป็นเวลา 4 และ 8 ชั่วโมง

 3.4.3 การทำบริสุทธิ์ของ PLLA-*b*-PBAT

หลังจากเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ตามเวลาที่ศึกษา ปล่อยให้สารในขวดก้นกลมเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องจะได้เป็นพอลิเมอร์ที่อาจมีมอนอเมอร์ปนอยู่จึงต้องทำให้บริสุทธิ์ โดยนำพอลิเมอร์ไปละลายด้วยคลอโรฟอร์ม จากนั้นนำไปทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกตะกอนในเมทานอลเพื่อกำจัดมอนอเมอร์ที่ตกค้างแล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ นำสารที่กรองได้ใส่บีกเกอร์ปิดด้วยอะลูมิเนียมฟอยล์เจาะรูเล็กๆนำไปอบเป็นเวลา 12 ชั่วโมง หรือจนสารแห้งที่อุณหภูมิ 45 oC แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก เก็บสารในขวดปิดฝาให้เรียบร้อย ปฏิกิริยาและโครงสร้างของ PLLA-*b*-PBAT ที่คาดว่าน่าจะเกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 3.1



**รูปที่ 3.1** ปฏิกิริยาและโครงสร้างของ PLLA-*b*-PBAT copolymer ที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

* 1. **การหาปริมาณร้อยละผลผลิต (Yield percent)**

นำพอลิเมอร์ที่อบแห้งแล้วออกจากตู้อบตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปชั่งน้ำหนักพร้อมบันทึกน้ำหนักของพอลิเมอร์ จากนั้นนำน้ำหนักที่บันทึกไว้มาคำนวณหาปริมาณร้อยละผลผลิต

จากสมการต่อไปนี้

 ร้อยละผลผลิต (%) = $\frac{น้ำหนักพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้(กรัม)}{ น้ำหนักL-lactideและ PBAT ก่อนสังเคราะห์ (กรัม)} $x 100 (3.1)

* 1. ***การหาน้ำหนักโมเลกุล***

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography (GPC)

* 1. **การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี**

 พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค Proton Nuclear Magnetic Resonance (1H-NMR) ด้วยเครื่อง NMR รุ่น Varian NMR-400MHz

**3.8 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อน**

พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry รุ่น 4000 System100-240V/50-60Hz โดยให้ความร้อนตัวอย่างอุณหภูมิตั้งแต่ 0-200°C ด้วยอัตรา 10 °C/min โดยทำการวิเคราะห์ค่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (melting temperature; Tm) และร้อยละปริมาณผลึก (percent of crystallinity; χc ซึ่งคำนวณได้จากสมการ 3.2

 Crystallinity; χc (%) = $\frac{∆H\_{m}}{∆H^{°}\_{m × W\_{PLLA}}} $x 100 (3.2)

$∆H\_{m}$ คือ เอนทาลปีการหลอมเหลวของสารตัวอย่าง

$∆H^{°}\_{m} $คือ เอนทาลปีที่หลอมเหลวผลึก PLLA ปริมาณ 100% โดยมีค่าเท่ากับ 93 J/g (Herrera. 2016 : 87-89)

WPLLA คือ สัดส่วนโดยน้ำหนักของ PLLA ในตัวอย่าง

* 1. **การศึกษาสมบัติทางกายภาพของ PLLA-*b*-PBAT โดยการเทฟิล์ม**

ในการศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพของ PLLA-*b*-PBAT โดยการเทฟิล์ม ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ลักษณะความสามารถในการขึ้นรูปของตัวอย่างพอลิเมอร์ สามารถทำได้โดยนำ PLLA-*b*-PBAT ประมาณ 5 กรัม ไปละลายด้วยคลอโรฟอร์ม 50 มิลลิลิตร เทสารละลายของตัวอย่างลงในจานเพาะเชื้อ ทิ้งให้สารละลายคลอโรฟอร์มระเหยจนหมด แล้วสังเกตลักษณะของพอลิเมอร์ที่หลงเหลือว่าสามารถเกิดเป็นแผ่นฟิล์มได้หรือไม่