

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

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

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.1.1 เครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Hotplate and magnetic stirrer)
ยี่ห้อ: JENWAY MODEL รุ่น : 1203
- 3.1.2 ตู้อบสูญญากาศ (Vacuum oven)ยี่ห้อ : Binder รุ่น : VD23
- 3.1.3 ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)ยี่ห้อ : BOROMAX
- 3.1.4 เครื่องกรองสูญญากาศ (Vacuum Pump)
- 3.1.5 เครื่องชั่ง (Balance)
- 3.1.6 บีกเกอร์ (Beaker)
- 3.1.7 ขวดก้นกลม (Round-bottomed flask)
- 3.1.8 เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)
- 3.1.9 แท่งแก้วคนสาร (Glass rod)
- 3.1.10 แม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.1.11 ที่ยึดจับและขาตั้ง (Clamp and stand)
- 3.1.12 อะลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminium foil)
- 3.1.13 ช้อนตักสาร (spatula)
- 3.1.14 กระดาษกรอง (whatman filter paper)
- 3.1.15 อ่างน้ำมัน (Oil bath)
- 3.1.16 ชามสแตนเลส (Stainless steel trays)

3.2 สารเคมี

- 3.2.1 L-lactide
- 3.2.2 พอลิบิวทิลีนอะดิเพตเทเรพธาลेट(PBAT)
- 3.2.3 โทลูอีน (Toluene) AR grade
- 3.2.4 แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen)
- 3.2.5 Silicone High Vacuum Grease
- 3.2.6 น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil)
- 3.2.7 เมทานอล (Methanol) AR grade

3.2.8 คลอโรฟอร์ม (Chloroform) AR grade

3.2.9 Stannous Octoate ($\text{Sn}(\text{Oct})_2$)

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter รุ่น 4000 System 100-240V/50-60Hz

3.3.2 เครื่อง Proton Nuclear Magnetic Resonance ($^1\text{H-NMR}$) รุ่น Varian NMR-400MHz

3.3.3 เครื่อง Gel Permeation Chromatography (GPC)

3.4 การสังเคราะห์ PLLA-*b*-PBAT

3.4.1 ขั้นตอนการเตรียม

- การเตรียมอัตราส่วนระหว่าง L-lactide และ PBAT

ทำการอบ L-lactide และ PBAT ที่อุณหภูมิ $45\text{ }^\circ\text{C}$ ด้วยตู้อบสุญญากาศ เป็นเวลา 16 ชั่วโมง แล้วผสม L-lactide และ PBAT ในอัตราส่วนคือ L-lactide/PBAT = 100/0.3, 100/0.6 และ 100/1.0 wt% จากนั้นใส่ลงในขวดก้นกลม

- การเตรียมอ่างน้ำมัน (Oil bath)

ใส่น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil) ลงในขามสแตนเลสตั้งไว้บนเครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Hotplate and magnetic stirrer) โดยวัดอุณหภูมิด้วยเทอร์โมมิเตอร์ อุณหภูมิ $160 \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ และอุณหภูมิ $160 \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$

- การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

ชั่ง $\text{Sn}(\text{Oct})_2$ 0.4005g ใส่ลงในขวด vial จากนั้นเติม Toluene 2000 μl นำไปผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer

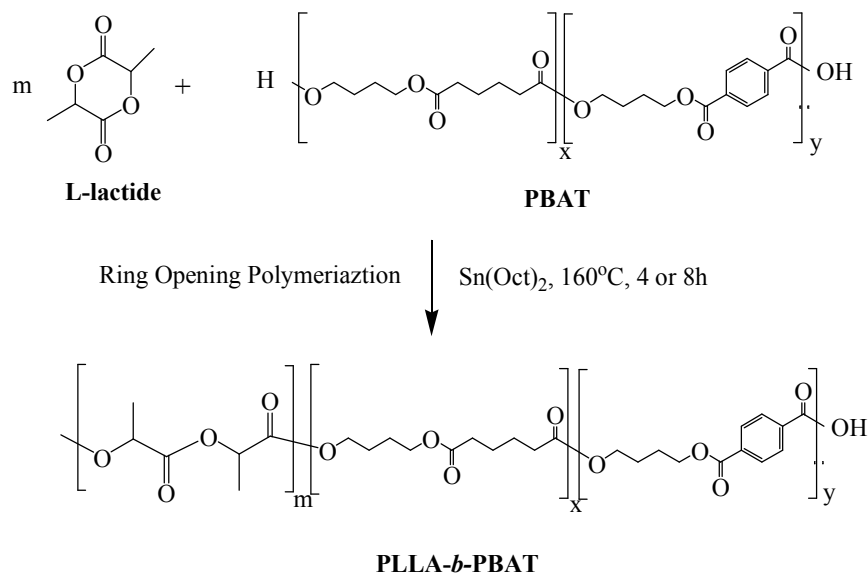
3.4.2 การสังเคราะห์ PLLA-*b*-PBAT

นำขวดก้นกลมที่มี L-lactide และ PBAT แล้วใส่แม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar) และเติมตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{Sn}(\text{Oct})_2$ ในปริมาณ 0.1mol% ของ L-lactide จากนั้นใช้แก๊สไนโตรเจนไล่แก๊สออกซิเจนออก แล้วปิดฝาขวดก้นกลมโดยใช้ Silicone High Vacuum Grease จากนั้นนำขวดก้นกลมไปจุ่มลงในอ่างน้ำมัน (Hotplate and magnetic stirrer) อุณหภูมิ $160\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 4 และ 8 ชั่วโมง

3.4.3 การทำบริสุทธิ์ของ PLLA-*b*-PBAT

หลังจากเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ตามเวลาที่ศึกษา ปล่อยให้สารในขวดก้นกลมเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องจะได้เป็นพอลิเมอร์ที่อาจมีมอนอเมอร์ปนอยู่จึงต้องทำให้บริสุทธิ์ โดยนำพอลิเมอร์ไปละลายด้วยคลอโรฟอร์ม จากนั้นนำไปทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกตะกอนในเมทานอลเพื่อกำจัดมอนอเมอร์ที่ตกค้างแล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ นำสารที่กรองได้ใส่ปีกเกอร์ปิดด้วย

อะลูมิเนียมฟอยล์เจาะรูเล็กๆนำไปอบเป็นเวลา 12 ชั่วโมง หรือจนสารแห้งที่อุณหภูมิ 45 °C แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก เก็บสารในขวดปิดฝาให้เรียบร้อย ปฏิกริยาและโครงสร้างของ PLLA-*b*-PBAT ที่คาดว่าจะเกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 3.1



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

3.5 การหาปริมาณร้อยละผลผลิต (Yield percent)

นำพอลิเมอร์ที่อบแห้งแล้วออกจากตู้อบตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปชั่งน้ำหนักพร้อมบันทึกน้ำหนักของพอลิเมอร์ จากนั้นนำน้ำหนักที่บันทึกไว้มาคำนวณหาปริมาณร้อยละผลผลิตจากสมการต่อไปนี้

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

3.6 การหาน้ำหนักโมเลกุล

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิค Gel Permeation Chromatography (GPC)

3.7 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี

พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จะถูวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค Proton Nuclear Magnetic Resonance ($^1\text{H-NMR}$) ด้วยเครื่อง NMR รุ่น Varian NMR-400MHz

3.8 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อน

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

$$\text{Crystallinity; } \chi_c (\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_m^\circ \times W_{\text{PLLA}}} \times 100 \quad (3.2)$$

ΔH_m คือ เอนทาลปีการหลอมเหลวของสารตัวอย่าง

ΔH_m° คือ เอนทาลปีที่หลอมเหลวผลึก PLLA ปริมาณ 100% โดยมีค่าเท่ากับ 93 J/g (Herrera. 2016 : 87-89)

W_{PLLA} คือ สัดส่วนโดยน้ำหนักของ PLLA ในตัวอย่าง

3.8 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของ PLLA-*b*-PBAT โดยการเทฟิล์ม

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