

บทที่ 3

เครื่องมือ และวิธีการดำเนินการ

3.1 สารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอสเทอร์ฐานชีวภาพพอลิกลีเซอรอลอะซีเลต และทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้ ประกอบด้วยสารเคมีต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สารเคมีต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	บริษัท
1. กรดโอเลอิก ($C_{18}H_{34}O_2$, AR grade)	Panreac, Spain
2. โพแทสเซียมคาร์บอเนต (K_2CO_3 , AR grade)	QRęc, New Zealand
3. โซเดียมเมตาเปอร์ไอโอเดต ($NaIO_4$, AR grade)	Ajax Finechem Pty. Ltd., New Zealand
4. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ($KMnO_4$, AR grade)	Ajax Finechem Pty. Ltd., New Zealand
5. กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4 , AR grade)	QRęc, New Zealand
6. คลอโรฟอร์ม ($CHCl_3$, AR grade)	QRęc, New Zealand
7. เอทิลอะซีเตต ($C_4H_8O_2$, AR grade)	QRęc, New Zealand
8. กรดอะซิลาอิก ($C_9H_{16}O_4$, GC grade)	Fluka, USA
9. กลีเซอรอล ($C_3H_8O_3$, AR grade)	QRęc, New Zealand
10. เมทานอล (CH_2OH , AR grade)	QRęc, New Zealand
11. เตตระไฮโดรฟลูแรน (C_4H_8O , AR grade)	J.T. Baker, USA
12. ดิวทีเรตคลอโรฟอร์ม (CCl_3D , 99.8 atom %)	Sigma-Aldrich, USA
13. โซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$, AR grade)	Ajax Finechem Pty. Ltd., New Zealand
14. โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl , AR grade)	Ajax Finechem Pty. Ltd., New Zealand



ตารางที่ 3.1 สารเคมีต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

สารเคมี	บริษัท
15. โซเดียมคลอไรด์ (NaCl, AR grade)	Loba Chemie Pvt. Ltd., India
16. โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต (KH ₂ PO ₄ , AR grade)	Ajax Finechem Pty. Ltd., New Zealand
17. ไดโซเดียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตไดไฮเดรต (Na ₂ HPO ₄ ·2H ₂ O, AR grade)	Ajax Finechem Pty. Ltd., New Zealand
18. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH, AR grade)	Malinckrodt, USA

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.2.1 ขวดก้นกลมแบบ 2 คอ (Two-necked flask) ขนาด 250 มล.
- 3.1.2.2 ขวดก้นกลมแบบ 2 คอ (Two-necked flask) ขนาด 500 มล.
- 3.1.2.3 เครื่องควบแน่น (Condenser)
- 3.1.2.4 หลอดหยดสาร (Dropper)
- 3.1.2.5 เครื่องกำเนิดความร้อนและกวนสาร (Hot plate and magnetic stirrer) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS 7 ประเทศ Germany
- 3.1.2.6 ชุดควบคุมอุณหภูมิ (Thermocouple rod) ยี่ห้อ IKA รุ่น ETS-D5 ประเทศ Germany
- 3.1.2.7 เครื่องชั่งสาร ยี่ห้อ METTLER TOLEDO ประเทศ USA
- 3.1.2.8 เครื่องชั่งสาร ยี่ห้อ Sartorius ประเทศ Germany
- 3.1.2.9 ชุดอุปกรณ์สำหรับระเหย (Evaporator) ยี่ห้อ Heidolph ประเทศ Germany
- 3.1.2.10 ปัมสุญญากาศ (Vacuum pump) ยี่ห้อ Rocker รุ่น 300 ประเทศ Taiwan
- 3.1.2.11 ตู้อบ (Oven) ยี่ห้อ Binder รุ่น FD-115 ประเทศ Germany
- 3.1.2.12 ตู้อบสุญญากาศ (Vacuum oven) ยี่ห้อ MMM รุ่น Vacucell ประเทศ Germany
- 3.1.2.13 แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar)
- 3.1.2.14 บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50 250 และ 600 มล.



- 3.1.2.15 ซ้อนตักสาร
- 3.1.2.16 คอลัมน์แก้วชนิด Dean-Stark (Dean-Stark column)
- 3.1.2.17 จานเพาะเชื้อ (Petri dish)
- 3.1.2.18 สายยาง
- 3.1.2.19 แผ่นสแตนเลสสำหรับขึ้นรูป
- 3.1.2.20 มีด
- 3.1.2.21 กรวยหยดสาร (Dropping funnel)
- 3.1.2.22 กรวยแยก (Separation funnel)
- 3.1.2.23 กรวยกรองแบบสุญญากาศ (Buchner funnel)
- 3.1.2.24 ขวดลดความดัน (Suction flask) ขนาด 250 มล.
- 3.1.2.25 ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 100 และ 1000 มล.
- 3.1.2.26 กระจกบอกรวง ขนาด 10 50 และ 100 มล.
- 3.1.2.27 กระจกตาชกรอง เบอร์ 5 (Qualitative)
- 3.1.2.28 แท่งแก้วคนสาร
- 3.1.2.29 ขวดแก้วพร้อมฝาปิด ขนาด 25 มล.
- 3.1.2.30 หลอด NMR (NMR tube)
- 3.1.2.31 อ่างสังกะสี

3.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.3.1 เครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น FT-IR spectrum RX-I, USA
- 3.1.3.2 เครื่อง Nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR) ยี่ห้อ Bruker รุ่น 400 MHz, USA
- 3.1.3.3 เครื่อง Size exclusion chromatography (SEC) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น LC-10A dvp, Japan
- 3.1.3.4 เครื่องทดสอบแรงดึง (Universal testing machine) ยี่ห้อ INSTRON รุ่น 3366, USA



2898923261

- 3.1.3.5 เครื่องทดสอบสมบัติพลวัต (Dynamic mechanical analyzer, DMA) ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น DMA/SDTA861e, USA
- 3.1.3.6 เครื่อง Thermal gravimetric analysis (TG/DTA) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Pyris Diamond, USA
- 3.1.3.7 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV, Japan

3.2 แนวทางดำเนินการทดลอง

แนวทางการทดลองแบ่งออกเป็น 5 ส่วน คือ

- 3.2.1 การสังเคราะห์กรดอะซิลาอิกผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของกรดโอเลอิก
- 3.2.2 การสังเคราะห์พรีพอลิเมอร์จากกรดอะซิลาอิกกับกลีเซอรอลผ่านปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน
- 3.2.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของพรีพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน
- 3.2.4 การขึ้นรูปแผ่นพอลิเอสเตอร์จากพรีพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้
- 3.2.5 การทดสอบสมบัติเชิงกล เชิงกลพลวัต เชิงความร้อน และการย่อยสลายทางชีวภาพของแผ่นพอลิเอสเตอร์

3.3 การสังเคราะห์กรดอะซิลาอิกผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของกรดโอเลอิก

- 3.3.1 เตรียมสารตั้งต้นโดยทำการชั่งกรดโอเลอิก 0.28 กรัม (1 มิลลิโมล) โพแทสเซียมคาร์บอเนต 0.41 กรัม (3 มิลลิโมล) โซเดียมเมตาเปอร์ไอโอเดต 1.71 กรัม (8 มิลลิโมล) โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 0.02 กรัม (0.13 มิลลิโมล) และน้ำกลั่น 400 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมแบบ 2 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร
- 3.3.2 ต่อกวดก้นกลมแบบ 2 คอ เข้ากับเครื่องควบแน่น และอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิด้วยเครื่องกำเนิดความร้อนและชุดควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กกวนสารด้วยอัตราคงที่จนครบเวลา 20 ชั่วโมง
- 3.3.3 เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย



- 3.3.4 เติมคลอโรฟอร์มปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย จากนั้นทำการกวนผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 3.3.5 นำสารละลายมาแยกชั้นด้วยกรวยแยก จากนั้นนำสารละลายที่ละลายในชั้นของคลอโรฟอร์มไปทำการระเหยด้วยชุดอุปกรณ์สำหรับระเหยที่ต่อกับปั๊มสุญญากาศ
- 3.3.6 นำของแข็งสีขาวที่แยกได้ไปทำการดกผลึกซ้ำด้วยน้ำ และเอทิลอะซิเตต
- 3.3.7 นำผลึกที่ดกผลึกซ้ำไปทำการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักของผลึกของกรดอะซิลาอิกมีค่าคงที่
- 3.3.8 นำผลึกของกรดอะซิลาอิกเก็บใส่ภาชนะบรรจุ เพื่อนำไปใช้งานและวิเคราะห์ต่อไป

3.4 การคำนวณร้อยละผลได้ของกรดอะซิลาอิกผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชัน

นำกรดอะซิลาอิกที่ได้จากการออกซิไดส์กรดโอเลอิกไปชั่งน้ำหนัก จากนั้นทำการคำนวณหาร้อยละผลได้ของกรดอะซิลาอิก จากสมการที่ (3.1)

$$\text{ร้อยละผลได้ของกรดอะซิลาอิก (\% acid yield)} = \frac{M_{A,R}}{M_{A,I}} \times 100 \quad (3.1)$$

โดย $M_{A,R}$ คือ น้ำหนักของกรดอะซิลาอิกที่ได้จากการทำปฏิกิริยา
 $M_{A,I}$ คือ น้ำหนักของกรดอะซิลาอิกที่เกิดขึ้นตามทฤษฎี

3.5 การสังเคราะห์พรีพอลิเมอร์ของกรดอะซิลาอิกกับกลีเซอรอลผ่านปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซนชัน

- 3.5.1 เตรียมสารตั้งต้นโดยทำการชั่งกรดอะซิลาอิก 30.00 กรัม (0.16 โมล) และกลีเซอรอล 14.68 กรัม (0.16 โมล) ลงในขวดก้นกลมแบบ 2 คอ ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 3.5.2 ต่อกววดก้นกลมแบบ 2 คอ เข้ากับเครื่องควบแน่น และอ่างน้ำมันควบคุมอุณหภูมิด้วยเครื่องกำเนิดความร้อนและชุดควบคุมอุณหภูมิที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้กรดอะซิลาอิกละลายเป็นของเหลว พร้อมทั้งกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กกวนสาร



- 3.5.3 ให้ความร้อนผ่านเครื่องกำเนิดความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้สารตั้งต้นทำปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน
- 3.5.4 นำสารละลายออกจากขวดกลมแบบ 2 คอ จากนั้นล้างพรีพอลิเมอร์ด้วยน้ำกลั่นและเมทานอลในอัตราส่วน 9:1 แล้วนำไปแยกชั้นด้วยกรวยแยก เพื่อแยกมอนอเมอร์ที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยาออก
- 3.5.5 แยกพรีพอลิเมอร์ใสในภาชนะบรรจุ เพื่อรอนำไปขึ้นรูปเป็นแผ่นในขั้นตอนต่อไป
- 3.5.6 นำส่วนสารละลายในชั้นน้ำไประเหยน้ำและกรองตะกอนผลึกของกรดอะซิลาอิก
- 3.5.7 นำผลึกของกรดอะซิลาอิกไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จนมีน้ำหนักคงที่และบรรจุใส่ภาชนะบรรจุ เพื่อรอนำไปวิเคราะห์ต่อไป
- 3.5.8 ในการศึกษาผลของอุณหภูมิ ให้ทำซ้ำในขั้นตอนที่ 3.5.1-3.5.7 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเป็น 130 และ 140 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และควบคุมให้อัตราส่วนโดยโมลของกรดอะซิลาอิกและกลีเซอรอลคงที่ ที่อัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1.0:1.0
- 3.5.9 ในการศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของกรดอะซิลาอิกต่อกลีเซอรอลที่อัตราส่วนโดยโมล 1.5:1.0 และ 1.6:1.0 ให้ทำซ้ำในขั้นตอนที่ 3.5.1-3.5.7 โดยเปลี่ยนปริมาณของกลีเซอรอลเป็น 9.79 กรัม (0.11 โมล) และ 9.14 กรัม (0.10 โมล) ตามลำดับ และควบคุมให้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาคงที่เท่ากับ 140 องศาเซลเซียส ตลอดการทำปฏิกิริยา

3.6 การคำนวณร้อยละการเปลี่ยนของกรดอะซิลาอิก และร้อยละผลได้ของพรีพอลิเมอร์ผ่านปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน

นำกรดอะซิลาอิกที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชันไปชั่งน้ำหนัก จากนั้นทำการหาร้อยละการเปลี่ยนของกรดอะซิลาอิก จากสมการที่ (3.2)

$$\text{ร้อยละการเปลี่ยนของกรดอะซิลาอิก (\% Acid conversion)} = \frac{M_{A,S} - M_{A,F}}{M_{A,S}} \times 100 \quad (3.2)$$

โดย $M_{A,S}$ คือ น้ำหนักเริ่มต้นของกรดอะซิลาอิกที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
 $M_{A,F}$ คือ น้ำหนักของกรดอะซิลาอิกที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา

นำพรีพอลิเมอร์ที่แยกมอนอเมอร์แล้วมาทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นหาร้อยละผลได้ของพรีพอลิเมอร์ จากสมการที่ (3.3) และ (3.4)

$$\text{น้ำหนักเริ่มต้นของมอนอเมอร์ (M}_S\text{)} = M_{A,S} + M_{G,S} \quad (3.3)$$

$$\text{ร้อยละผลได้ของพรีพอลิเมอร์ (\% Prepolymer yield)} = \frac{M_P}{M_S} \times 100 \quad (3.4)$$

โดย $M_{A,S}$ คือ น้ำหนักเริ่มต้นของกรดอะซิลาอิกที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
 $M_{G,S}$ คือ น้ำหนักเริ่มต้นของกลีเซอรอลที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
 M_S คือ น้ำหนักเริ่มต้นของมอนอเมอร์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
 M_P คือ น้ำหนักของพรีพอลิเมอร์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยา

3.7 การหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยเชิงจำนวน และเชิงน้ำหนักพรีพอลิเมอร์ผ่านปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน

การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของพรีพอลิเมอร์ ทำได้จากการเตรียมสารละลายพรีพอลิเมอร์ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยมวลต่อปริมาตร โดยใช้เตตระไฮโดรฟลูออเรนเป็นตัวทำละลาย นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Size exclusion chromatography (SEC) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น LC-10A ประเทศ Japan ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส โดยใช้เตตระไฮโดรฟลูออเรนเป็นเฟสเคลื่อนที่ที่อัตราเร็ว 1 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้พอลิสไตรีนเป็นสารละลายมาตรฐาน

3.8 การพิสูจน์หมู่ฟังก์ชันในองค์ประกอบของพรีพอลิเมอร์ มอนอเมอร์ และพอลิเอสเทอร์

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพรีพอลิเมอร์และมอนอเมอร์ ทำได้โดยนำพรีพอลิเมอร์หรือมอนอเมอร์ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟิวริเยร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น FTIR spectrum one RX-I ประเทศ USA ในช่วงความยาวคลื่น 400-4000 เซนติเมตร⁻¹ ด้วยเทคนิคแบบ KBr pellet โดยแต่ละตัวอย่างจะใช้จำนวนสแกนทั้งหมด 16 สแกนต่อตัวอย่าง



3.9 การพิสูจน์โครงสร้าง และร้อยละของสัดส่วนโครงสร้างของพรีพอลิเมอร์

การวิเคราะห์โครงสร้างของพรีพอลิเมอร์ ทำได้โดยนำพรีพอลิเมอร์ ปริมาณ 30 มิลลิกรัม ละลายในตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (NMR) ยี่ห้อ Bruker ประเทศ USA มีตัวทำละลายคลอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลายและเดตระเมทิลไซเลน (TMS) เป็นสารละลายมาตรฐานที่ตำแหน่ง chemical shift เท่ากับ 0.00 พีพีเอ็ม (ppm) โดยเทคนิคโปรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ($^1\text{H-NMR}$) จะใช้คลื่นความถี่ในการทดลองเท่ากับ 400 เมกะเฮิร์ตซ์ และเทคนิคคาร์บอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ ($^{13}\text{C-NMR}$) จะใช้คลื่นความถี่ในการทดลองเท่ากับ 100 เมกะเฮิร์ตซ์

นอกจากการพิสูจน์โครงสร้างแล้วเทคนิคคาร์บอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ยังสามารถใช้ในการหาร้อยละสัดส่วนของแต่ละโครงสร้างได้จากพื้นที่ใต้พีคของโครงสร้างต่างๆ และสัดส่วนในการถูกแทนที่ของกลีเซอรอลหนึ่งโมเลกุลด้วยกรดอะซิลาอิก (Degree of substitution, DS_{avg}) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ (3.5) ถึง (3.9) [23]

$$T_g \% = \frac{T_g}{L_{1,2} + L_{1,3} + T_g + \text{Den}} \times 100 \quad (3.5)$$

$$L_{1,2} \% = \frac{L_{1,2}}{L_{1,2} + L_{1,3} + T_g + \text{Den}} \times 100 \quad (3.6)$$

$$L_{1,3} \% = \frac{L_{1,3}}{L_{1,2} + L_{1,3} + T_g + \text{Den}} \times 100 \quad (3.7)$$

$$\text{Den} \% = \frac{\text{Den}}{L_{1,2} + L_{1,3} + T_g + \text{Den}} \times 100 \quad (3.8)$$

$$\text{DS}_{\text{avg}} = (L_{1,2} \% \cdot 2 + L_{1,3} \% \cdot 2 + T_g \% + \text{Den} \% \cdot 3) / 100 \quad (3.9)$$

โดย T_g คือ พื้นที่ใต้พีคของโครงสร้างแบบ Terminal ของกลีเซอรอลในสายโซ่พอลิเอสเทอร์

$L_{1,2}$ คือ พื้นที่ใต้พีคของโครงสร้างแบบ Linear ที่ตำแหน่งคาร์บอนตัวที่ 1 และ 2 ของกลีเซอรอลในสายโซ่พอลิเอสเทอร์



- $L_{1,3}$ คือ พื้นที่ใต้พีคของโครงสร้างแบบ Linear ที่ตำแหน่งคาร์บอนตัวที่ 1 และ 3 ของกลีเซอรอลในสายโซ่พอลิเอสเทอร์
- Den คือ พื้นที่ใต้พีคของโครงสร้างแบบ Dendritic ของกลีเซอรอลสายโซ่พอลิเอสเทอร์
- $T_g\%$ คือ ร้อยละของสัดส่วนโครงสร้างแบบ Terminal ในสายโซ่พอลิเอสเทอร์
- $L_{1,2}\%$ คือ ร้อยละของสัดส่วนโครงสร้างแบบ Linear ที่ตำแหน่งคาร์บอนตัวที่ 1 และ 2 ของกลีเซอรอลในสายโซ่พอลิเอสเทอร์
- $L_{1,3}\%$ คือ ร้อยละของสัดส่วนโครงสร้างแบบ Linear ที่ตำแหน่งคาร์บอนตัวที่ 1 และ 3 ของกลีเซอรอลในสายโซ่พอลิเอสเทอร์
- Den% คือ ร้อยละของสัดส่วนโครงสร้างแบบ Dendritic ของกลีเซอรอลสายโซ่พอลิเอสเทอร์
- DS_{avg} คือ สัดส่วนในการถูกแทนที่ของกลีเซอรอลหนึ่งโมลด้วยกรดอะซิลาอิก

3.10 การขึ้นรูปแผ่นพอลิเอสเทอร์

นำพรีพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากขั้นตอนการสังเคราะห์พรีพอลิเมอร์ ปริมาณ 25 กรัม เทใส่แผ่นสแตนเลสขนาด 10x10 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร นำแผ่นสแตนเลสและพรีพอลิเมอร์ไปอบในตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อไล่ฟองอากาศก่อนการอบขึ้นรูปด้วยความร้อน จากนั้นนำแผ่นสแตนเลสและพรีพอลิเมอร์ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 หรือ 48 ชั่วโมง แกะแผ่นพอลิเอสเทอร์ออกจากแผ่นขึ้นรูปสแตนเลส เพื่อร่อนนำไปทดสอบต่อไป

3.11 การทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเอสเทอร์

การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลของพอลิเอสเทอร์ ทำได้โดยเตรียมแผ่นพอลิเอสเทอร์ที่มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ตัดขึ้นงานเป็นรูปดัมเบลล์ตาม ISO/DIS 37-2011 type 2 ไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบการต้านแรงดึง (Universal testing machine) ยี่ห้อ INSTRON รุ่น 3366 ประเทศ USA โดยใช้แรงโหลดเซลล์ 10 นิวตัน ความเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่ออนาที ที่อุณหภูมิ 23 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบทั้งหมด 3 ตัวอย่าง แล้วนำผลการทดสอบมาหาค่าเฉลี่ย



3.12 การทดสอบความหนาแน่นของพอลิเอสเทอร์

การวิเคราะห์ความหนาแน่นของพอลิเอสเทอร์ ทำได้โดยนำแผ่นพอลิเอสเทอร์ไปวัดผ่านเครื่อง Electronic densimeter ยี่ห้อ Mirage รุ่น MD-200S ประเทศ Japan โดยวัดทั้งหมด 5 ค่าแล้วทำการหาค่าเฉลี่ย

3.13 การศึกษาการบวมตัวของพอลิเอสเทอร์

การศึกษาการบวมตัวของพอลิเอสเทอร์ทำได้โดยการตัดแผ่นพอลิเอสเทอร์ให้มีขนาด 10x10 มิลลิเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร นำชิ้นงานจุ่มลงในภาชนะที่บรรจุสารละลายเตตระไฮโดรฟลูออเรน ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชิ้นงานที่ผ่านการจุ่มในสารละลายเตตระไฮโดรฟลูออเรนจะถูกซับด้วยกระดาษกรอง หลังจากนั้นชิ้นงานจะถูกล้างด้วยน้ำกลั่น แล้วนำชิ้นงานไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จนมีค่าน้ำหนักคงที่ นำข้อมูลน้ำหนักทั้งหมดที่บันทึกได้ไปคำนวณหาค่าร้อยละการบวมตัว

การคำนวณร้อยละการบวมตัวและร้อยละสัดส่วนโซล ทำได้โดยการนำน้ำหนักของพอลิเอสเทอร์หลังผ่านการแช่ในสารละลายเตตระไฮโดรฟลูออเรนมาคำนวณตามสมการที่ (3.10) และ (3.11) [14]

$$Q = \frac{(M_1 - M_3)}{M_1} \times 100\% \quad (3.10)$$

$$R = \frac{(M_2 - M_3)}{M_3} \times 100\% \quad (3.11)$$

โดย	M_1	คือ น้ำหนักเริ่มต้นของพอลิเอสเทอร์ก่อนเริ่มทดลอง
	M_2	คือ น้ำหนักของพอลิเอสเทอร์หลังแช่ใน THF และซับด้วยกระดาษกรอง
	M_3	คือ น้ำหนักของพอลิเอสเทอร์หลังแช่ใน THF และอบในตู้อบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
	Q	คือ ร้อยละสัดส่วนโซลของพอลิเอสเทอร์
	R	คือ ร้อยละการบวมตัวของพอลิเอสเทอร์ในสารละลาย THF



นอกจากร้อยละการบวมตัวแล้วเราสามารถคำนวณความหนาแน่นการเชื่อมขวาง (Crosslinking density) ของพอลิเอสเทอร์ได้จากค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) และสมการของ Flory-Rehner โดยสมมติให้การเชื่อมขวางที่เกิดขึ้นเป็นแบบ Tetra-functional affine network ซึ่งคำนวณจากสมการที่ (3.12) ถึง (3.15) [12] โดยค่าความสัมพันธ์ระหว่างพอลิเมอร์และตัวทำละลาย (Flory-Huggins parameter) จะได้จากนำค่ามอดูลัสของยังมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย โดยในงานวิจัยนี้จะมีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 0.24

$$n = \frac{1 \ln(1 - v_2) + v_2 + \chi v_2^2}{2 v_1 ((v_2/2) - v_2^{1/3})} \quad (3.12)$$

$$v_2 = [1 + (\frac{M_2 - M_3}{M_3})(\frac{\rho_2}{\rho_1})]^{-1} \quad (3.13)$$

$$n = \frac{E}{3RT} \quad (3.14)$$

$$\frac{E}{3RT} = \frac{1 \ln(1 - v_2) + v_2 + \chi v_2^2}{2 v_1 ((v_2/2) - v_2^{1/3})} \quad (3.15)$$

โดย	n	คือ ความหนาแน่นการเชื่อมขวาง
	v_1	คือ ปริมาตรตัวทำละลาย
	v_2	คือ สัดส่วนโดยปริมาตรของพอลิเมอร์ที่สภาวะการบวมตัวสมดุล
	χ	คือ ค่าความสัมพันธ์ระหว่างพอลิเมอร์และตัวทำละลาย (Flory-Huggins parameter)
	ρ_1	คือ ความหนาแน่นของพอลิเมอร์
	ρ_2	คือ ความหนาแน่นของตัวทำละลาย
	E	คือ ค่ามอดูลัสของยัง
	R	คือ ค่าคงที่ของแก๊ส (Universal gas constant)
	T	คือ อุณหภูมิในการทดสอบสมบัติเชิงกล



3.14 การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตของพอลิเอสเทอร์

การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัตของพอลิเอสเทอร์ ทำได้โดยเตรียมแผ่นพอลิเอสเทอร์ให้มีขนาด 10x10 มิลลิเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Dynamic mechanical analyzer (DMA) ยี่ห้อ METTLER TOLEDO รุ่น DMA/SDTA861e ประเทศ USA โหมด shear โดยทดสอบในช่วงอุณหภูมิ -80 ถึง 100 องศาเซลเซียส ที่อัตรา 2 องศาเซลเซียสต่อนาที และความถี่คงที่เท่ากับ 10 เฮิรตซ์

3.15 การทดสอบสมบัติเชิงความร้อนของพอลิเอสเทอร์

การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนและเสถียรภาพเชิงความร้อนของพอลิเอสเทอร์ ทำได้โดยการนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Thermal gravimetric analyzer (TGA) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Pyris Diamond โดยการเตรียมพอลิเอสเทอร์ปริมาณ 10 มิลลิกรัมบรรจุลงถาดแพลตินัม แล้วนำไปทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 40 ถึง 1000 องศาเซลเซียส ที่อัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และอัตราการป้อนแก๊สไนโตรเจนเท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที

นอกจากอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของพอลิเอสเทอร์ เราสามารถคำนวณหาค่าพลังงานการสลายตัวทางความร้อน (Activation energy for decomposition, E_d) ของพอลิเอสเทอร์ได้จากสมการของ Horowitz และ Metzger [24] โดยค่า E_d จะได้จากค่าความชันเชิงเส้นของกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ดังแสดงในสมการที่ (3.16) – (3.18)

$$\ln[\ln(1-\alpha)^{-1}] = \frac{E_d \theta}{RT_{\max}^2} \quad (3.16)$$

$$\alpha = \frac{M_i - M}{M_i - M_f} \quad (3.17)$$

$$\theta = T - T_{\max} \quad (3.18)$$

โดย	α	คือ อัตราส่วนการสลายตัว (Decomposed factor)
	E_d	คือ พลังงานการสลายตัวทางความร้อน
	R	คือ ค่าคงที่ของแก๊ส (Universal gas constant)

T_{max}	คือ อุณหภูมิ ณ จุดที่มีอัตราการสลายตัวทางความร้อนสูงที่สุด
T	คือ อุณหภูมิ นั้น ๆ
M	คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิ นั้น ๆ
M_I	คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิเริ่มต้น
M_F	คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิลิ้นสุด

3.16 การศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอสเทอร์ด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ [22]

การย่อยสลายด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (PBS) จะทำการศึกษาที่ pH แตกต่างกัน 2 ค่า คือ 7.2 และ 11.5 โดยทำการตัดแผ่นพอลิเอสเทอร์ให้มีขนาด 10x10 มิลลิเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร นำชิ้นงานจุ่มลงในภาชนะที่บรรจุสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ซาไลน์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำไปเก็บในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 วัน โดยทำการเปลี่ยนสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ทุกๆ 10 วันของการทดสอบ และทุก ๆ 5 วันของการทดสอบชิ้นงานที่จุ่มในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์จะนำมาทำการล้างด้วยน้ำกลั่น และนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จนมีค่าน้ำหนักคงที่ แล้วนำน้ำหนักน้ำหนักรายที่ได้ไปคำนวณร้อยละมวลสูญเสียของการย่อยสลายทางชีวภาพ

การเตรียมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ pH 7.2 เตรียมโดยทำการชั่งโซเดียมคลอไรด์ 8 กรัม โพแทสเซียมคลอไรด์ 0.2 กรัม ไดโซเดียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตไดไฮเดรต 1.15 กรัม โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต 0.2 กรัม และน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร ผสมเข้าด้วยกัน จากนั้นเก็บใส่ภาชนะบรรจุที่มีอุณหภูมิห้องก่อนนำไปใช้ในการทดสอบ และสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ pH 11.5 เตรียมโดยชั่งสารโซเดียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟตไดไฮเดรต 7.10 กรัม โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.09 กรัม และน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร ผสมเข้าด้วยกัน

การคำนวณร้อยละมวลสูญเสียของการย่อยสลายทางชีวภาพ ทำได้โดยการนำน้ำหนักของพอลิเอสเทอร์หลังผ่านการแช่ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์มาคำนวณตามสมการที่ (3.19)

$$M\% = \frac{(M_I - M_F)}{M_I} \times 100\% \quad (3.19)$$

โดย	$M\%$	คือ ร้อยละมวลสูญเสีย
	M_I	คือ น้ำหนักเริ่มต้นของพอลิเอสเทอร์ก่อนการทดสอบ
	M_F	คือ น้ำหนักของพอลิเอสเทอร์หลังแช่ในสารละลายและนำไปอบ

นอกจากนี้ยังสามารถหาค่าอัตราการย่อยสลายทางชีวภาพ (Degradation rate) ได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนมวลกับเวลาในการย่อยสลาย [18] แล้วนำมาหาสมการที่ได้จะอยู่รูปแบบสมการเส้นตรงคือ $y=mx+c$ เมื่อ m คือความชัน ซึ่งก็คืออัตราการย่อยสลายนั่นเอง เมื่อได้สมการแล้วสามารถนำสมการไปหาค่าครึ่งชีวิต (Half-life) ของพอลิกลีเซอรอลอะซีเลตที่ย่อยสลายผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสในสารละลาย PBS ได้โดยกำหนดให้ค่า $y = 0.5$ ก็จะได้ค่าครึ่งชีวิตในรูปคำตอบของค่า x นั่นเอง [18]

3.17 การศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอสเทอร์ด้วยวิธีการฝังกลบดิน [22]

การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิเอสเทอร์ด้วยวิธีการฝังกลบดินทำได้โดยเตรียมดินสำหรับใช้ในการฝังกลบให้มีความชื้นร้อยละ 45 โดยน้ำหนัก และมีค่า pH เท่ากับ 7.5 โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.1 M ในการปรับค่า pH เป็นเวลา 1 เดือน จากนั้นนำแผ่นพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ด้วยอัตราส่วนโดยโมลของกรดอะซิลาอิกต่อกลีเซอรอลเท่ากับ 1.0:1.0 ที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 14 ชั่วโมง และผ่านการขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ไปตัดขึ้นรูปเป็นรูปดัมเบลล์ตาม ISO/DIS 37-2011 type 2 จากนั้นทำการฝังลงในดินที่เตรียมไว้ ทำการตรวจวัดและปรับค่าความชื้นและ pH ทุก ๆ 2 อาทิตย์ จนครบ 6 เดือน

3.18 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของพอลิเอสเทอร์ที่ผ่านการย่อยสลายด้วยวิธีฝังกลบ

วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของพอลิเอสเทอร์ก่อนและหลังการย่อยสลายทางชีวภาพโดยการฝังกลบ โดยการตัดแผ่นพอลิเอสเทอร์ให้มีขนาดประมาณ 5×5 มิลลิเมตร จากนั้นนำพอลิเอสเทอร์มาเคลือบผิวด้วยโลหะทองในเครื่องเคลือบโลหะสุญญากาศ เพื่อให้พอลิเอสเทอร์มีสภาพนำไฟฟ้าและทำให้เกิดอิเล็กตรอน หลังจากนั้นนำเข้าเครื่องกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV ประเทศ Japan ที่ความต่างศักย์ 15 กิโลวัตต์

