

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์และการผลิตเส้นใยพอลิเอสเตอร์สลายตัวทางชีวภาพเพื่อให้มีศักยภาพในการใช้เป็นไหมละลายชนิดเส้นเดี่ยว

ผู้เขียน

นางสาวสุภาพ บุญเกิด

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต(เคมี)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ. ดร. จินตนา สิริพิทยานานนท์

บทคัดย่อ

โคและเทอร์พอลิเมอร์แบบผสมของ แอล-แลคไทด์ (LL) แอปซิลอน-คาโพรแลคโทน (CL) และ ไกลคอลไคด์ (G) สังเคราะห์ได้โดยผ่านกระบวนการวัลด์ พอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง โดยใช้เตตนนัสแอซิดเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ พบว่าโคพอลิเมอร์ P(LL-co-CL) มีอัตราส่วน LL : CL เท่ากับ 75 : 25 โมลเปอร์เซ็นต์ และเทอร์พอลิเมอร์ P(LL-co-CL-co-G) มีอัตราส่วน LL : CL : G เท่ากับ 73 : 16 : 11 โมลเปอร์เซ็นต์ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคคาร์บอน-เอ็นเอ็มอาร์ พบว่าพอลิเมอร์ที่ได้มีความยาวของบล็อก LL เฉลี่ย เท่ากับ 6 และ 4 สำหรับโคและเทอร์พอลิเมอร์ ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี พบว่าโคพอลิเมอร์ \bar{M}_n มีค่าเท่ากับ 10760 \bar{M}_w เท่ากับ 28400 มีการกระจายน้ำหนักโมเลกุล (\bar{M}_w/\bar{M}_n) เท่ากับ 2.64 ขณะที่เทอร์พอลิเมอร์มีค่า \bar{M}_n เท่ากับ 12670 และ \bar{M}_w เท่ากับ 24850 มีการกระจายน้ำหนักโมเลกุล (\bar{M}_w/\bar{M}_n) เท่ากับ 1.96 ค่าความหนืดอินทรีนสิก $[\eta]$ ของพอลิเมอร์ทั้งสองชนิด เท่ากับ 0.59 ในเตตระไฮโดรฟลูอเรนที่อุณหภูมิ 40 °C โดยแสดงอุณหภูมิหลอมเหลว ($T_m, peak$) เท่ากับ 144 °C และ 120 °C (จากดีเอสซี) และมีอุณหภูมิเริ่มสลายตัว (T_d) เท่ากับ 262 °C และ 251 °C (จากทีจีเอ) สำหรับโคและเทอร์พอลิเมอร์ ตามลำดับ

โคและเทอร์พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ถูกปั่นหลอมเป็นเส้นใยโมโนฟิลาเมนต์ลงในน้ำเย็น 10-15 °C ได้เส้นใยปั่นหลอมมีโครงสร้างภายในเป็นอสัณฐาน ไม่แข็งแรง แต่หลังการปรับปรุงสมบัติเชิงกลด้วยการดึงยืดอัตราเร็วสูงสุด ที่อุณหภูมิ 70 °C (โคพอลิเมอร์) และ 50 °C (เทอร์พอลิเมอร์) ได้เส้นใยที่แข็งแรงขึ้น โดยมีความเค้นขณะขาด เท่ากับ 320 MPa สำหรับโคพอลิเมอร์และความเค้นขณะขาด = 196 MPa สำหรับเทอร์พอลิเมอร์ ความแข็งแรงของเส้นใยสามารถเพิ่มขึ้นได้อีกด้วยการดึงยืดสลับกับการแอนนิล ซึ่งพบว่าหลังการดึงยืดครั้งแรกที่อุณหภูมิ 50 °C แล้วนำไปแอนนิลแบบตริงภายใต้สูญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ได้เส้นใยที่มีความแข็งแรงลดลงแต่มีความยืดหยุ่นมากขึ้น เนื่องจากเกิดการผ่อนคลายโมเลกุลภายใน โครงสร้าง จากนั้นถ้าทำการดึงยืดอีกครั้งที่อุณหภูมิ 60 °C พบว่าเส้นใยมีความแข็งแรงขึ้นอีกความเค้นขณะขาด เท่ากับ 257 MPa และ 229 MPa สำหรับโคและเทอร์พอลิเมอร์ ผลการศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าทั้งเส้นใยโคและเทอร์พอลิเมอร์ที่ผลิตได้ทนแรงดึง 50 % และ 43 % ของไหมละลายเชิงพาณิชย์ที่มีขนาดใกล้เคียงกัน ตามลำดับ

Thesis Title	Synthesis and Fibre Processing of Biodegradable Polyesters for Potential Use as Absorbable Monofilament Surgical Sutures
Author	Miss Suparp Bunkird
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Assoc. Prof. Dr. Jintana Siripitayananon

Abstract

Random co- and terpolymers of L-lactide (LL), ϵ -caprolactone (CL) and glycolide (G) were synthesized via ring-opening bulk polymerization using stannous acetate as the initiator at 120 °C for 48 hrs. From ¹H-NMR, the random copolymer, P(LL-co-CL), had a composition of LL : CL = 75 : 25 mol % while the random terpolymer, P(LL-co-CL-co-G), had a composition of 73 : 16 : 11 mol %. From ¹³C-NMR, the average LL sequence lengths were 6 and 4 for the co- and terpolymer respectively. From GPC analysis the copolymer had values of $\overline{M}_n = 10760$, $\overline{M}_w = 28400$ and $PD (\overline{M}_w/\overline{M}_n) = 2.64$, while for the terpolymer the values were $\overline{M}_n = 12670$, $\overline{M}_w = 24850$ and $PD (\overline{M}_w/\overline{M}_n) = 1.96$. The intrinsic viscosity $[\eta]$ of both the co- and the terpolymer was 0.59 dL/g in THF as solvent at 40 °C. The peak melting temperatures (T_m peak) were 144 °C and 120 °C (from DSC) and the initial weight loss temperatures (T_d) were 262 °C and 251 °C (from TG) for the co- and terpolymer respectively.

The random co- and terpolymers were melt spun as monofilament fibres into an ice-cooled water bath (10-15 °C). The as-spun fibres obtained were amorphous and very weak. However, after hot-drawing at 70 °C (copolymer) and 50 °C (terpolymer) at maximum draw

rate, the mechanical properties improved to a stress at break = 320 MPa for the copolymer and a stress at break = 196 MPa for the terpolymer. Further increases in strength could be obtained by alternate hot-drawing and annealing. It was found that, after the first hot-drawing at 50 °C, fixed annealing under vacuum at 60 °C for 5 hrs decreased the strength of the fibres but increased their flexibility due to molecular relaxation. Then if the fibres were hot-draw for the second time at 60 °C, they become stronger again (stress at break = 257 and 229 for co- and terpolymers). The results of this study have shown that copolymer and terpolymer fibres can be produced which have tensile strength of 50 % and 43 % respectively of that of commercial PDS sutures of comparable size.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved