

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่างพอลิ (แอล-แลคติก แอซิด) และพอลิแคโพรแลคโตน		
ชื่อผู้เขียน	นางสาวสุนิสา สุชาติ		
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี		
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ดร. ธีระพล วงศ์ชนะพิบูลย์		ประธานกรรมการ
	ดร. โรเบิร์ต มอลลอย		กรรมการ
	ดร. ทิวาพร ศิริวิทยากร		กรรมการ

บทคัดย่อ

การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่างพอลิ (แอล-แลคติก แอซิด) (PLLA) และพอลิแคโพรแลคโตน (PCL) เพื่อพัฒนาปรับปรุงใหม่ละลายชนิดโมโนฟีลาเมนต์ชนิดใหม่สำหรับใช้ในงานด้านศัลยกรรม โดยทำการเตรียมพอลิเมอร์เบลนด์ได้ 3 วิธีที่แตกต่างกัน คือ การเบลนด์ทางกายภาพ การเบลนด์โดยทำเป็นสารละลาย และการเบลนด์โดยการหลอมตัวผสมกัน ทำการหาลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างและองค์ประกอบของ PLLA และ PCL เดี่ยวๆ พร้อมกับพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง PLLA และ PCL สามารถทำได้โดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (ไออาร์) โปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ และคาร์บอน 13-เอ็นเอ็มอาร์ น้ำหนักโมเลกุลหาโดยเทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโทกราฟี (จีพีซี) ส่วนสมบัติทางความร้อนหาโดยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมตรี (ดีเอสซี) และเทอร์โมกราวิเมตรี (ทีจี) ส่วนการศึกษาถึงความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง PLLA และ PCL โดยการทำนายความเข้ากันได้ทางทฤษฎีเปรียบเทียบกับผลการทดลอง ซึ่งจากการทำนายความเข้ากันได้ทางทฤษฎีในส่วนที่เป็นอสังฐานทำโดยการคำนวณค่าพารามิเตอร์การละลายและแรงกระทำของพอลิเมอร์ ได้ว่าพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่าง PLLA และ PCL สามารถผสมเข้ากันได้ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เนื่องจากได้ค่าแรงกระทำของ PLLA และ PCL ที่จุดวิกฤต; $(\chi_{\text{PLLA-PCL}})_{\text{SP}}$ มีค่าเท่ากับ 0.0555 ซึ่งค่าที่ได้มากกว่าค่าแรงกระทำของพอลิเมอร์; $\chi_{\text{PLLA-PCL}}$ มีค่าเท่ากับ 0.0477 แต่เมื่อเพิ่มสัดส่วนของ PCL มาก

กว่าหรือเท่ากับ 30 เปอร์เซ็นต์ขึ้นไป ได้ ($\chi_{\text{PLLA-PCL}}^{\text{SP}}$) ที่มีค่าน้อยกว่า $\chi_{\text{PLLA-PCL}}$ จึงทำให้พอลิเมอร์ผสมเข้ากันไม่ได้หรือผสมเข้ากันได้บางส่วน ส่วนการทำนายทางทฤษฎีของพอลิเมอร์เบลนด์ในส่วนที่เป็นผลึกทำได้โดยใช้ทฤษฎีของเฟอร์รี-ฮักกินส์ ได้ว่าค่าแรงกระทำของเฟอร์รี-ฮักกินส์; χ_{12} มีค่าเป็นบวก แสดงว่า พอลิเมอร์เบลนด์ในส่วนที่เป็นผลึกสามารถผสมเข้ากันได้บ้างบางส่วน การตรวจสอบความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์เบลนด์โดยใช้เทคนิคต่างๆ เช่น ออฟดิคคอลไมโครสโคป จีพีซี ดีเอสซี โปรตอน-เอ็นเอ็มอาร์ และคาร์บอน 13-เอ็นเอ็มอาร์ จากการทดลองเตรียมพอลิเมอร์เบลนด์ 3 วิธีได้ว่าในการเบลนด์ทางกายภาพ และการทำเป็นสารละลายไม่สามารถผสมเข้ากันได้ แต่ในการเบลนด์โดยวิธีการหลอมตัวผสมกันของ PLLA และ PCL ในสัดส่วน 90 ต่อ 10 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ทำการหลอมที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง สามารถผสมเข้ากันได้ทุกสัดส่วน ซึ่งยืนยันความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์เบลนด์โดยตรวจสอบด้วยเทคนิค ดีเอสซีมีพีค T_m ของพอลิเมอร์เบลนด์อยู่ระหว่างพีค T_m ของพอลิเมอร์เดี่ยวๆ ส่วนการทดสอบด้วยคาร์บอน 13-เอ็นเอ็มอาร์ มีเส้นสเปกตรัมขึ้นตรงตำแหน่งที่มีค่า chemical shift อยู่ในช่วง 170-175 พีพีเอ็ม เป็นหลักฐานที่แสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ช่วยให้สามารถผสมเข้ากันได้ดีขึ้น แต่พอลิเมอร์เบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการหลอมตัวผสมกันในสภาวะต่างๆ เมื่อทำการแปรสัดส่วน เวลา และอุณหภูมิ ไม่สามารถผสมเข้ากันไม่ได้หรือผสมเข้ากันได้บางส่วน

Thesis Title	Preparation and Characterisation of Poly(L-Lactic Acid) and Polycaprolactone Blends		
Author	Miss Sunisa Suchat		
M.S.	Chemistry		
Examining Committee	Dr. Teerapol	Wongchanapiboon	Chairman
	Dr. Robert	Molloy	Member
	Dr. Tiwaporn	Siriwittayakorn	Member

ABSTRACT

The preparation and characterisation of poly(L-lactic acid) (PLLA) and polycaprolactone (PCL) blends as new biodegradable polymers for potential use in surgery as absorbable monofilament sutures was studied. Polymer blends were prepared by the three different methods of physical blending, solution blending and melt mixing. Together with the respective homopolymers, PLLA and PCL, the PLLA/PCL blends were characterised according to their chemical structure (infrared spectroscopy, IR, and nuclear magnetic resonance spectroscopy, $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$), molecular weight (gel permeation chromatography, GPC) and thermal properties (differential scanning calorimetry, DSC, and thermogravimetry, TG). Theoretical predictions of PLLA and PCL blends compatibility in the amorphous phase were made via calculations of the polymer solubility and interaction parameters. Compatibility is predicted at a PLLA/PCL composition of 80/20% since the value of the specific interaction parameters, $(\chi_{\text{PLLA-PCL}})_{\text{SP}}$, of 0.0555 is higher than the value of the interaction parameters, $\chi_{\text{PLLA-PCL}}$, of 0.0477. However, for compositions where $\text{PCL} \geq 30\%$, $(\chi_{\text{PLLA-PCL}})_{\text{SP}}$ becomes less than $\chi_{\text{PLLA-PCL}}$ and increasing incompatibility is predicted. For the crystalline phase, from the Flory-Huggins theory, the value of the interaction parameter, χ_{12} , is positive, indicating that the two polymers should be only partially compatible in the melt state. Blend compatibility

was determined experimentally by means of techniques such as optical microscopy, GPC, DSC, $^1\text{H-NMR}$ and $^{13}\text{C-NMR}$ and the results compared with the corresponding theoretical predictions. Differences in the results obtained from the three blending methods are discussed. From both physical and solution blending, the blends were incompatible. However, melt mixing at a PLLA/PCL percent composition of 90/10 at 190°C for 20 hours gave a compatible blend. This was confirmed by DSC, which gave a T_m peak of the blend between those of the two homopolymers, and by $^{13}\text{C-NMR}$ which showed small peaks in the 170-175 ppm chemical shift range as evidence of transesterification having occurred during blending. All other conditions gave only partially compatible or incompatible blends irrespective of the method, composition, time, and temperature used.