



โครงการ
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานและพอลิแล็กติกแอซิดที่ถูกดัดแปร
Composite films of chitosan and modified-PLA

ชื่อนิสิต นางสาวนฤมล ตันติปริญากุล

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2560

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานและพอลิแล็กติกแอซิดที่ถูกดัดแปร

Composite films of chitosan and modified-PLA

โดย

นางสาวนฤมล ตันติปริญญากุล

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2560

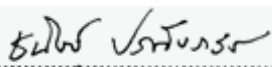
โครงการ फिल्मคอมโพสิตของไคโตซานและพอลิแล็กติกแอซิดที่ถูกดัดแปร

โดย นางสาวนฤมล ตันติปริญญากุล

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนัชฐ์ ปราณินทร์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราวุฒิ ตั้งพสุธาตล)

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร.สกุลสุข อุ่นอรุณทัย)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

..... หัวหน้าภาควิชาเคมี

(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

วันที่ เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2561

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ ดีมาก ดี พอใช้

ชื่อโครงการ ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานและพอลิแล็กติกแอซิดที่ถูกดัดแปร
ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวนฤมล ตันติปริญญากุล เลขประจำตัว 5733111523
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราวุฒิ ตั้งพสุธาตล
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2560

บทคัดย่อ

ไคโตซาน เป็นโมเลกุลทางชีวภาพขนาดใหญ่ที่พบได้ปริมาณมากบนโลก และถูกนำไปใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากคุณสมบัติที่ไม่เป็นพิษ มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ และสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ แต่ฟิล์มจากไคโตซานจะมีความเปราะมาก วิธีหนึ่งในการเพิ่มความทนแรงดึงของฟิล์มไคโตซาน คือการใช้วัสดุเสริมแรง งานวิจัยนี้จึงศึกษาผลของการใช้ผงที่ถูกขูดออกจากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า ในการเสริมแรงฟิล์มจากไคโตซาน โดยเริ่มจากสังเคราะห์ PLA-diCOOH ซึ่งเป็นพอลิแล็กติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ปลายทั้งสองข้างของสายพอลิเมอร์เป็นหมู่คาร์บอกซิลิกและนำมาผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดทางการค้าในอัตราส่วน 30:70 โดยน้ำหนักต่อการนำพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไปขึ้นรูปเป็นแผ่นเส้นใยแบบไม่ถักทอด้วยการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต หลังจากทำการขูดออกมาจะได้ออกมาเป็นผง เพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุเสริมแรงฟิล์มไคโตซาน นำเส้นใยอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกขูดออกมาไปเติมลงในสารละลายไคโตซาน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาคู่ควบระหว่างหมู่คาร์บอกซิลิกของพอลิแล็กติกแอซิดโคคาร์บอกซิลิก และหมู่อะมิโนของไคโตซาน โดยการใช้ 1-เอทิล-3-(3-ไดเมทิลอะมิโนโพรพิล) คาร์โบไดอิมิด (EDC) และ เอ็น-ไฮดรอกซีซัคซินิมิด (NHS) ซึ่งสามารถยับยั้งการเกิดพันธะเอไมด์ใหม่โดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ส่วนลักษณะของฟิล์มและความแข็งแรงจากการใช้วัสดุเสริมแรงจะถูกวัดโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดและการทดสอบแรงดึงตามลำดับ จากผลของการทดสอบความทนแรงดึง พบว่าความทนแรงดึงของฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานที่ประกอบไปด้วย PLA/PLA-diCOOH และ EDC/NHS มีค่าเท่ากับ 530.5 ± 11.8 MPa ซึ่งมีค่าต่ำกว่าฟิล์มจากไคโตซานปกติ (651.4 ± 21.8 MPa) แต่มากกว่าฟิล์มของไคโตซานที่ผสมกับ PLA/PLA-diCOOH โดยไม่ได้เติมสารคู่ควบ (524.9 ± 38.3 MPa)

คำสำคัญ: ไคโตซาน, พอลิแล็กติกแอซิด, เส้นใยอิเล็กทรอนิกส์

Project Title Composite films of chitosan and modified-PLA
Student Name Miss Naruemol Tantiparinyakul Student ID 5733111523
Advisor Name Assistant Professor Varawut Tangpasuthadol, Ph.D.
Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2017

Abstract

Chitosan is an abundant natural biological macromolecule in the world that has been widely used due to its nontoxicity, biocompatibility, and biodegradability. However, films from chitosan have high fragility. One method to improve its tensile strength is to reinforcing materials. In this study, the effect of scraped powder from electrospinning on chitosan film reinforcement was studied. First, PLA- diCOOH which is a low molecular weight PLA (poly(lactic acid)) having carboxylic groups on both polymer chain ends was synthesized. Then PLA- diCOOH was blended with commercial PLA in the ratio of 30:70 by weight. The blend was subsequently fabricated into non-woven fiber mats by using electrospinning technique. After being scraped off the mats, PLA/PLA- diCOOH powder was obtained and used as a filler to reinforce the chitosan film. The scraped electrospun fiber was added into chitosan solution. Coupling between the carboxylic groups of PLA- diCOOH and the amino groups of chitosan was achieved by using 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) carbodiimide (EDC) and N-hydroxysuccinimide (NHS). The newly formed amide linkages were confirmed by FTIR spectroscopy. The film appearance and reinforcing strength was determined by scanning electron microscopy and tensile testing, respectively. Tensile testing showed that tensile strength of the resulting composite film of chitosan with PLA/PLA- diCOOH and EDC/NHS was 530.5 ± 11.8 MPa, which was lower than that of the neat chitosan film (651.4 ± 21.8 MPa) but higher than that of the mixed chitosan film of added with PLA/PLA- diCOOH powder without the coupling agents (524.9 ± 38.3 MPa).

Keywords: Chitosan, Poly(lactic acid), Electrospun Fiber

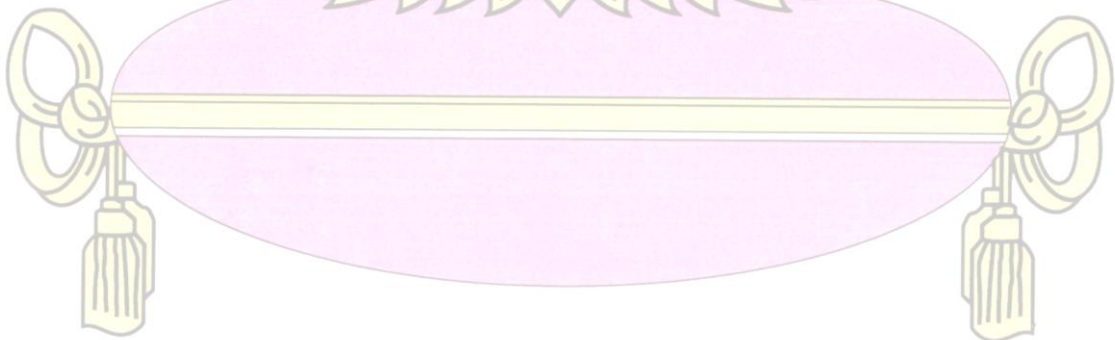
กิตติกรรมประกาศ

การทำโครงการวิจัยครั้งนี้ผู้จัดทำขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วราวุฒิ ตั้งพสุธาตล อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา ถ่ายทอดประสบการณ์ต่างๆ รวมทั้งให้ความอนุเคราะห์สถานที่ห้องปฏิบัติการ พร้อมทั้งเครื่องมือและสารเคมีในการทำวิจัยจนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนิชฐ์ ปราณินรรัตน์ และ อาจารย์ ดร.สกุลสุข อุ่นอรุณทัย ที่กรุณาสละเวลาอันมีค่าให้เกียรติเป็นกรรมการสอบโครงการวิจัยครั้งนี้ ตลอดจนกรุณาให้คำแนะนำ และตรวจสอบการแก้ไขรายงานฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ของฝ่ายวิชาการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และภาควิชาเคมีที่ได้ให้ความสนับสนุน และทุนอุดหนุนในโครงการวิจัยนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณความช่วยเหลือจากพี่ๆ นิสิตปริญญาโท และปริญญาเอกในกลุ่มวิจัยข้างเคียงที่ได้ให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคต่างๆ ในการใช้ และดูแลเครื่องมือ รวมไปถึงให้คำปรึกษาและคำแนะนำต่างๆ และขอขอบคุณความช่วยเหลือจากเพื่อนๆ ภาควิชาเคมีทุกคน ที่ช่วยให้คำแนะนำงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี



สารบัญ

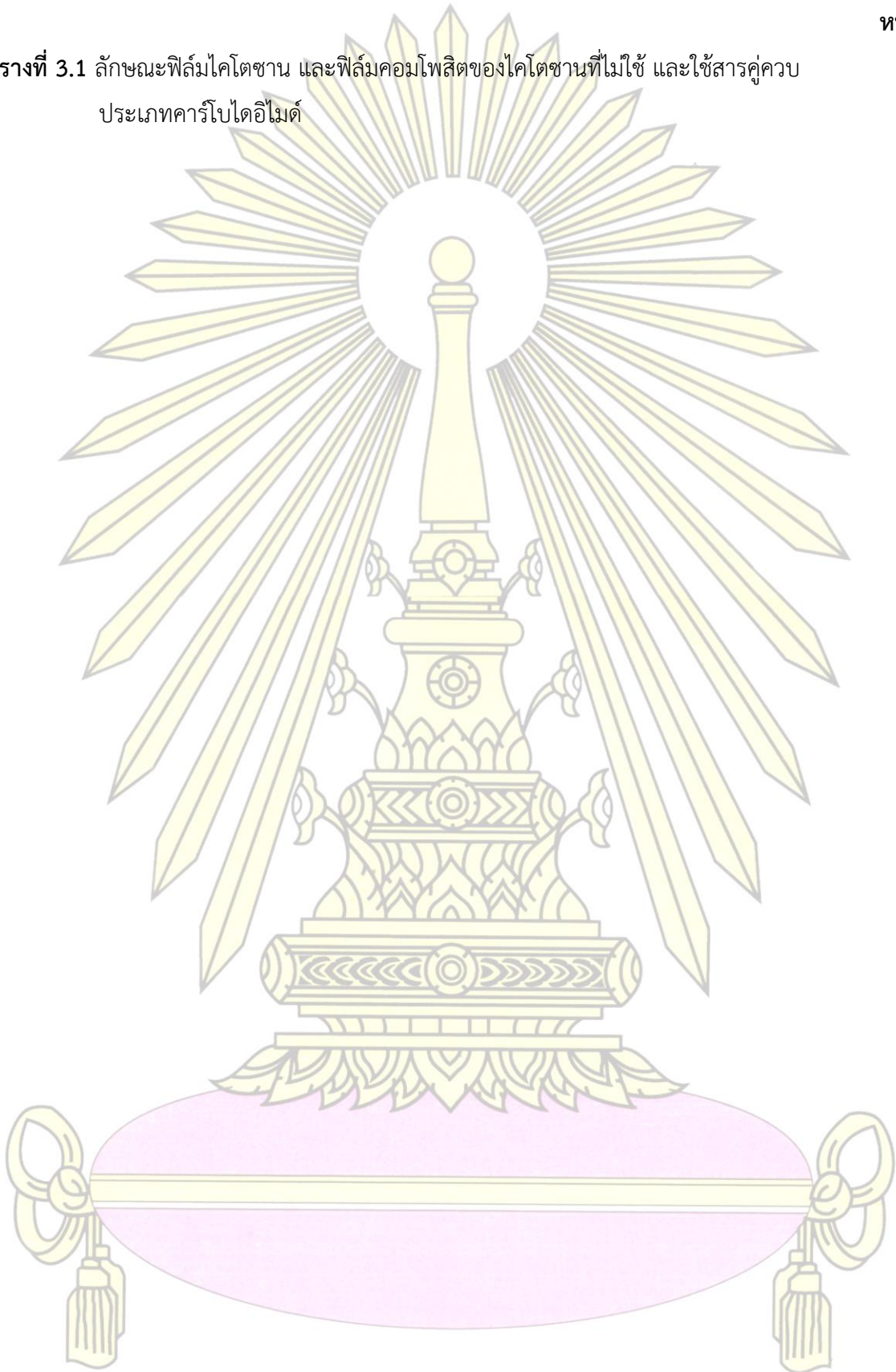
	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย	3
1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	3
1.3.1 ไคโตซาน	3
1.3.2 พอลิแล็กติกแอซิด	4
1.3.3 เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	5
1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
1.5 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย	7
1.6 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัย	7
บทที่ 2 การทดลอง	
2.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์	8
2.2 รายการสารเคมี	8
2.3 วิธีการทดลอง	8
2.1.3.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก (PLA-diCOOH)	8
2.1.3.2 การเตรียมวัสดุเสริมแรงจากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	9
2.1.3.3 การเตรียมฟิล์มของไคโตซานและฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน	10
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	
3.1 การสังเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก	12
3.2 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุเสริมแรง	14
3.3 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน	17
3.4 การทดสอบความทนแรงดึงของฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน	24
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	26
เอกสารอ้างอิง	27
ประวัติผู้วิจัย	28

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 3.1 ลักษณะฟิล์มโคโตซาน และฟิล์มคอมโพสิตของโคโตซานที่ไม่ใช้ และใช้สารคู่ควบ
ประเภทคาร์โบไดอิมด์

19



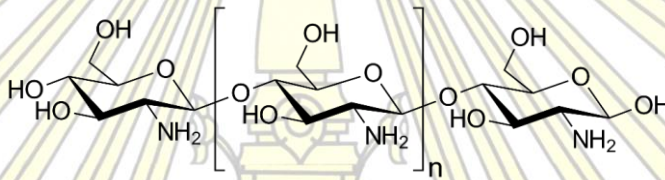
สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1.1 โครงสร้างของโคโตซาน	1
รูปที่ 1.2 โครงสร้างของไคติน	1
รูปที่ 1.3 โครงสร้างของพอลิแล็กติกแอซิด	2
รูปที่ 1.4 โครงสร้างของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก	2
รูปที่ 1.5 ปฏิกริยาการเกิดพันธะเอไมด์ระหว่างหมู่คาร์บอกซิลิกของผง PLA/PLA-diCOOH และหมู่อะมิโนของโคโตซาน	3
รูปที่ 1.6 แผนผังแสดงวิธีการการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด	4
รูปที่ 1.7 กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	5
รูปที่ 1.8 การเกิดปฏิกริยาระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับโคโตซาน โดยใช้สารคู่ควบ 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) carbodiimide (EDC) และ N-Hydroxysuccinimide (NHS)	6
รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์ PLA-diCOOH จากกรดซัคซินิก และกรดแล็กติก	9
รูปที่ 2.2 แผนผังการติดตั้งของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตและพารามิเตอร์	10
รูปที่ 3.1 แสดงกลไกการเกิดปฏิกริยาในการสังเคราะห์ PLA-diCOOH	12
รูปที่ 3.2 แสดง ^1H NMR ของ PLA-diCOOH ในตัวทำละลาย CDCl_3	13
รูปที่ 3.3 แสดงโครงสร้างของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก(PLA-diCOOH)	14
รูปที่ 3.4 โครมาโทแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย GPC ตัวทำละลายเป็น THF	15
รูปที่ 3.5 วัสดุเสริมแรงของ PLA/PLA-diCOOH	16
รูปที่ 3.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ PLA/PLA-diCOOH บนแผ่นอลูมิเนียม	16
รูปที่ 3.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผง PLA/PLA-diCOOH	17
รูปที่ 3.8 แสดง IR spectrum ของผง PLA/PLA-diCOOH	18
รูปที่ 3.9 แสดง IR spectra ของ chitosan film ชนิดต่างๆ	20
รูปที่ 3.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ chitosan film	21
รูปที่ 3.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH	22
รูปที่ 3.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH + EDC/NHS	23
รูปที่ 3.13 กราฟความเค้น-ความเครียดของฟิล์มคอมโพสิตของโคโตซานชนิดต่างๆ	24
รูปที่ 3.14 กราฟแท่งของความเค้นเมื่อฟิล์มขาดของฟิล์มชนิดต่างๆ	25
รูปที่ 3.15 กราฟแท่งของค่า Young's Modulus ของฟิล์มชนิดต่างๆ	25

บทที่ 1 บทนำ

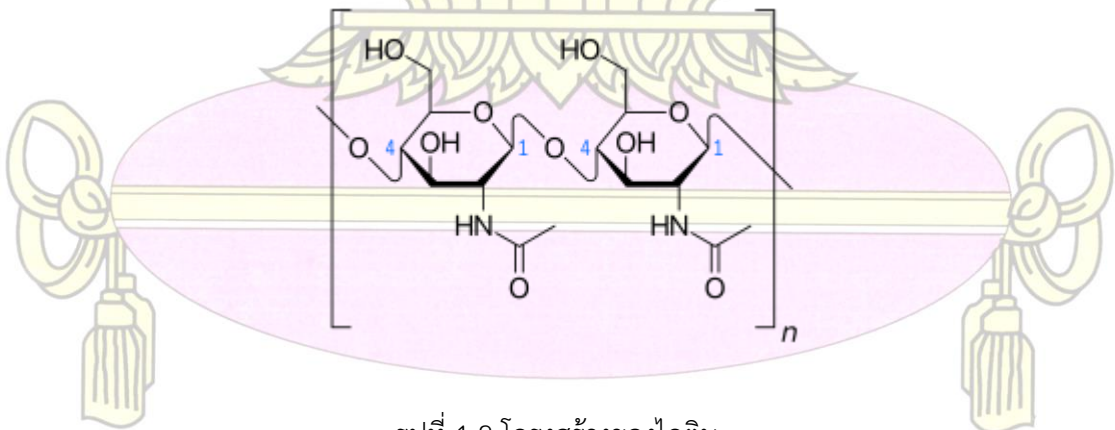
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

ปัจจุบันการศึกษาทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก โดยไคโตซาน (รูปที่ 1.1) เป็นโมเลกุลทางชีวภาพขนาดใหญ่ตามธรรมชาติที่มีปริมาณมากในโลก จึงเป็นที่นิยมในการถูกพิจารณาเพื่อนำมาใช้ประโยชน์ เนื่องจากมีสมบัติที่ไม่เป็นพิษ มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ถูกย่อยสลายได้ง่ายตามธรรมชาติ และมีฤทธิ์ในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียต่าง ๆ [1] ไคโตซานเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ที่มีหมู่อะมิโน ($-NH_2$) อยู่ภายในโครงสร้าง ทำให้สามารถเกิดประจุบวกและสามารถเกิดพันธะได้หลากหลายรูปแบบ โดยสามารถผลิตจากไคติน (รูปที่ 1.2) ด้วยกระบวนการ deacetylation คือ การกำจัดหมู่อะซิetyl ($-COCH_3$) ออกจากโครงสร้าง [2]

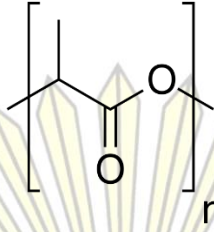


รูปที่ 1.1 โครงสร้างของไคโตซาน

อย่างไรก็ตามฟิล์มที่ได้จากไคโตซานจะค่อนข้างเปราะ ทำให้เป็นข้อจำกัดในการนำไปพัฒนาต่อไป จึงมีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไคโตซาน ผ่านการเติมวัสดุเสริมแรง เช่น chitin whisker ซึ่งเป็นเส้นใยขนาดนาโนเมตรที่ทำมาจากไคตินเพื่อช่วยสนับสนุนให้ฟิล์มจากไคโตซานมีความยืดหยุ่น หรือความทนแรงดึง (tensile strength) มากขึ้น [1] ในงานนี้จึงมีแนวคิดที่จะนำพอลิเมอร์ชนิดอื่นมาเป็นวัสดุเสริมแรงเพื่อช่วยลดความเปราะของฟิล์มไคโตซานลง

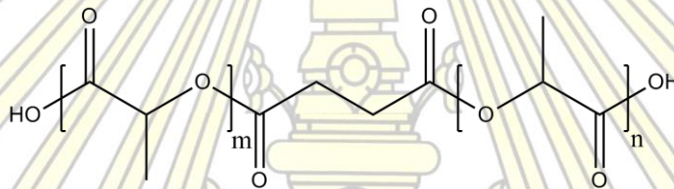


รูปที่ 1.2 โครงสร้างของไคติน



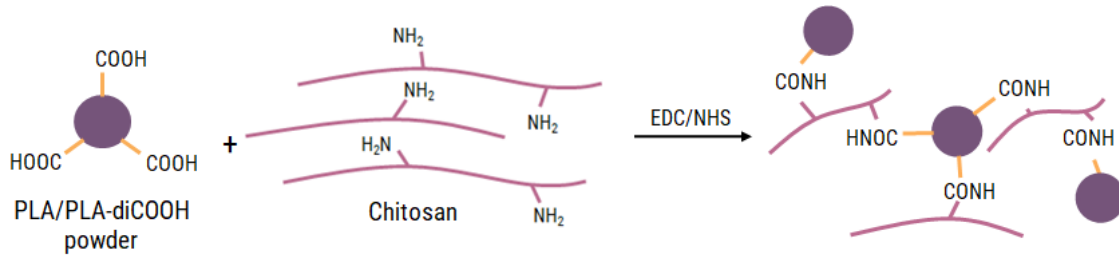
รูปที่ 1.3 โครงสร้างของพอลิแล็กติกแอซิด

พอลิแล็กติกแอซิด (PLA) (รูปที่ 1.3) เป็นพอลิเอสเตอร์ที่สามารถย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติซึ่งได้มาจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของแล็กติกแอซิด [2] ทำให้ถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในด้านของฟิล์มบรรจุภัณฑ์ วิศวกรรมเนื้อเยื่อ ไหมเย็บแผล และวัสดุทางการแพทย์อื่น ๆ เนื่องจากคุณสมบัติย่อยสลายได้ง่ายตามธรรมชาติ [3,4]



รูปที่ 1.4 โครงสร้างของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงสนใจนำผงจากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าของพอลิแล็กติกแอซิดที่ผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก (PLA/PLA-diCOOH) (รูปที่ 1.4) ซึ่งสังเคราะห์มาจากการใช้กรดซัคซินิกเป็นสารริเริ่ม และ กรดแล็กติกเป็นมอนอเมอร์หลักเพื่อให้ได้พอลิเมอร์ที่มีหมู่คาร์บอกซิลิกอยู่ที่ทั้งสองข้างของสายโซ่พอลิเมอร์ จากนั้นจะใช้ประโยชน์จากหมู่คาร์บอกซิลิกดังกล่าวในการเชื่อมต่อกับหมู่อะมิโนของไคโตซาน ซึ่งจะใช้เป็นพอลิเมอร์หลักในการทำเป็นฟิล์ม โดยคาดว่าจะการเชื่อมต่อผ่านการเกิดพันธะเอไมด์ [5] ระหว่างผงของ PLA/PLA-diCOOH และเนื้อฟิล์มไคโตซานนี้ (รูปที่ 1.5) จะทำให้ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานที่ได้มานั้นสามารถทนแรงดึงได้มากขึ้น



รูปที่ 1.5 ปฏิกิริยาการเกิดพันธะเอไมด์ระหว่างหมู่คาร์บอกซิลิกของผง PLA/PLA-diCOOH และหมู่อะมิโนของไคโตซาน

1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย

เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของฟิล์มไคโตซานในด้านความทนแรงดึง โดยการใช้ผงจากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตของพอลิแล็กติกแอซิดที่ผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดไคโตคาร์บอกซิลิก

1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.3.1 ไคโตซาน

ไคโตซาน (chitosan) เป็นพอลิแซ็กคาไรด์ชนิดหนึ่งที่เกิดมาจากไคติน ซึ่งได้มาจากเปลือกกุ้ง และเปลือกปูในอุตสาหกรรมอาหารที่อยู่ในรูปของผงไคโตซาน ผ่านกระบวนการ deacetylation หรือการดึงเอาหมู่อะซิติก (acetyl group) ออกจากโครงสร้าง ทำให้โครงสร้างของมอนอเมอร์จาก N-acetyl glucosamine กลายเป็น Glucosamine ซึ่งมีหมู่อะมิโนอิสระอยู่ (-NH₂ group) ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ ได้วงกว้างมากขึ้น [2,6]

เมื่อไคตินผ่านกระบวนการดึงเอาหมู่อะซิติกออกมากกว่า 50 เปอร์เซ็นต์บนสายพอลิเมอร์ จะทำให้มีหมู่อะมิโนเพิ่มขึ้นบนสายพอลิเมอร์ และถูกเรียกว่าไคโตซาน ไคโตซานนั้นจะสามารถละลายได้ในสารละลายที่เป็นกรดอ่อน โดยที่การละลายนั้นเกิดขึ้นมาจากการเติมโปรตอนลงบนหมู่อะมิโนที่สภาวะที่ pH ต่ำกว่า 6 ทำให้โครงสร้างมีขี้วมมากขึ้นจึงทำให้สามารถละลายในสารละลายที่เป็นกรดอ่อนได้ นอกจากนี้ น้ำหนักโมเลกุลของไคโตซานยังบ่งบอกถึงความยาวของสายพอลิเมอร์ของไคโตซาน ซึ่งส่งผลต่อความหนืดเมื่อถูกละลาย [7]

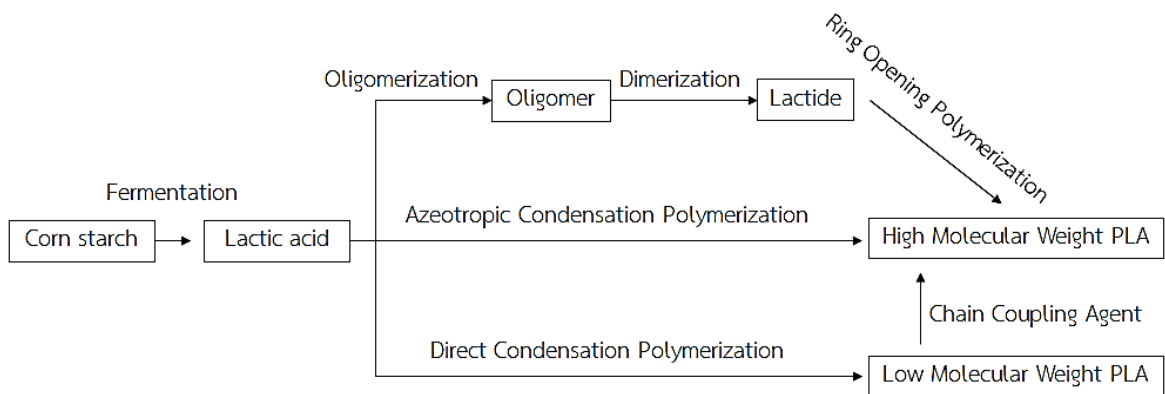
ไคโตซาน เป็นพอลิเมอร์ทางชีวภาพที่มีคุณสมบัติด้านความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติ ไม่มีความเป็นพิษ อีกทั้งยังมีคุณสมบัติในการต้านจุลชีพ และมีการกระตุ้นการตอบสนองต่อภูมิคุ้มกันต่ำ จึงมีศักยภาพที่ยอดเยียมสำหรับการพัฒนาในอนาคต [8]

ไคโตซาน สามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่เป็นกรดอินทรีย์ เช่น กรดอะซิติก กรดฟอร์มิก และกรดแล็กติก โดยตัวทำละลายที่ดีที่สุดสำหรับไคโตซาน คือ กรดฟอร์มิก ที่ในสารละลายนั้นประกอบไปด้วยปริมาณของกรดฟอร์มิก 0.2-100 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร แต่ตัวทำละลายที่ถูกนิยมนำมาใช้มากที่สุด คือ กรดอะซิติก ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรที่ pH เท่ากับ 4 เนื่องจากมีราคาที่ถูกกว่ากรดฟอร์มิก นอกจากนี้ไคโตซานยังสามารถละลายในกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ และกรดไนตริกเจือจาง แต่ไม่สามารถละลายในกรดซัลฟูริก และกรดฟอสฟอริกได้ [8]

1.3.2 พอลิแล็กติกแอซิด [9]

พอลิแล็กติกแอซิด (PLA) เป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ และเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม มีโครงสร้างเป็นพอลิเอสเตอร์สายยาว (aliphatic polyester) ที่ถูกสังเคราะห์มาได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของกรดแล็กติก ซึ่งกรดแล็กติกสามารถผลิตได้จากแหล่งทรัพยากรทดแทน โดยการใช้การหมักของแป้ง หรือน้ำตาลจากพืชที่มีองค์ประกอบของแป้ง และน้ำตาลเป็นองค์ประกอบหลัก เช่น ข้าวโพด มันสำปะหลัง ข้าวสาลี และต้นอ้อย เป็นต้น

การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดแบ่งออกเป็น 2 วิธีการหลัก คือ ผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น (condensation polymerization) ที่จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อย และผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโดยการเปิดวง (ring opening polymerization) ของแล็กไทด์ที่ได้ผลิตภัณฑ์เป็นพอลิแล็กติกแอซิดที่มีมวลโมเลกุลมาก (รูปที่ 1.6)



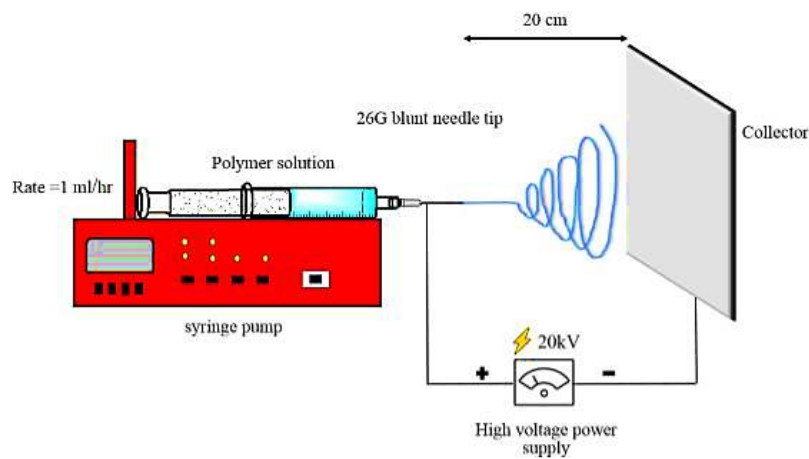
รูปที่ 1.6 แผนผังแสดงวิธีการการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด [9]

สมบัติเชิงกายภาพ อุณหภูมิ และเชิงกล ของพอลิแล็กติกแอซิดและโคพอลิเมอร์ของพอลิแล็กติกแอซิดขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุล การกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล และสัดส่วนของมอนอเมอร์ของสายพอลิเมอร์ โดยที่ตัวพอลิแล็กติกแอซิดจะมีลักษณะแข็ง และเปราะที่อุณหภูมิห้อง จากสมบัติเชิงกลของพอลิแล็กติกแอซิดจะมีค่าความทนแรงดึง (tensile strength) มากกว่าพอลิเอสเตอร์ชนิดอื่น ๆ

พอลิแล็กติกแอซิด มีสมบัติที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ มีความเป็นพิษต่ำ และเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ทำให้ถูกนำมาประยุกต์ใช้กันอย่างแพร่หลายในการแก้ไขปัญหาการกำจัดขยะในสังคม อีกทั้งยังถูกนำไปใช้ในการผลิตบรรจุภัณฑ์อาหาร และผลิตภัณฑ์อุปโภค บริโภคอื่นๆ

1.3.3 เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (electrospinning) [10]

ในปัจจุบัน การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเป็นวิธีการผลิตเส้นใยในระดับนาโนที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก และถูกนำไปใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน โดยเส้นใยที่ได้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 2 นาโนเมตรไปถึงหลายไมโครเมตร โดยอาศัยแรงทางไฟฟ้าที่เกิดจากศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ส่งผลให้เส้นใยมีรูพรุนขนาดเล็กอยู่เป็นจำนวนมาก เส้นใยระดับนาโนถูกนำไปใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ เป็นต้น



รูปที่ 1.7 กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [5]

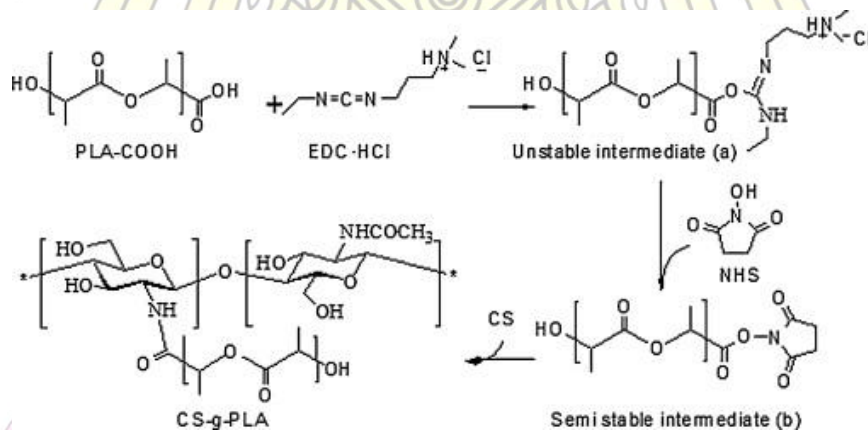
กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เกิดขึ้นเมื่อมีการให้สนามไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์สูงแก่สารละลายพอลิเมอร์ สารละลายเหล่านี้จะเริ่มหลอมเหลวจนเป็นหยดติดที่ปลายเข็มโลหะซึ่งติดอยู่กับหลอดบรรจุสารละลาย จากที่มีลักษณะเป็นครึ่งทรงกลมจะเกิดการเปลี่ยนรูปร่างเป็นทรงกรวยที่เรียกว่า Taylor cone ซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบ เกิดเป็นสนามไฟฟ้าคลุมปลายเข็มโลหะ ส่งผลให้สารละลายมีประจุเกิดขึ้น ทำให้เกิดแรงผลักทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic repulsion) เกิดขึ้นในทิศทางข้ามกับแรงตึงผิวของสารละลาย โดยแรงผลักทางไฟฟ้าสถิตที่เกิดขึ้นนี้จะมีค่ามากกว่าแรงตึงผิว หากสนามไฟฟ้าในระบบมีค่ามากเพียงพอ และเมื่อสนามไฟฟ้าในระบบมีค่ามากขึ้นจนกระทั่งถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่ง จะเกิดแรงดันทำให้สารละลายพุ่งออกไปเป็นลำไปยังวัสดุรองรับ

โดยในช่วงแรกลำของสารละลายจะเคลื่อนที่เป็นแนวเส้นตรง และถูกทำให้เกิดการบิดโค้งที่ไม่มีเสถียรภาพ (blending instability) ขึ้น เนื่องจากการเหนี่ยวนำให้เกิดประจุที่ผิวของสารละลาย และสนามไฟฟ้าภายนอกที่เกิดจากความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงตัววัสดุรับรองที่เป็นตัวนำทั้งสอง ส่งผลให้เกิดลำของประจุขึ้นก่อให้เกิดแรงที่ไม่สมดุล (unbalance force) ทำให้ลำสารละลายที่ยืดออกเกิดเป็นลำสารละลายที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงจนถึงระดับนาโนเมตร อีกทั้งยังทำให้เกิดการระเหยของตัวทำละลายอีกด้วย

1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากงานวิจัยที่ผ่านมาของ Jing Li และคณะ ได้มีการทำปฏิกิริยาควบคู่กันเพื่อให้เกิดพันธะเอไมด์เชื่อมโยกันระหว่างหมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH group) ที่อยู่บนสายพอลิแล็กติกแอซิดกับหมู่อะมิโน (-NH₂ group) ของไคโตซานโดยใช้สารควบคู่ 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl)carbodiimide hydrochloride (EDC) และ N-hydroxysuccinimide (NHS) เมื่อทั้งพอลิแล็กติกแอซิด และไคโตซานอยู่ในรูปของสารละลาย (รูปที่ 1.8) [11]

จากงานวิจัยที่ผ่านมา Bomou Ma และคณะพบว่า การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของไคโตซานเมมเบรนให้มีความทนแรงดึง หรือมีความยืดหยุ่นมากขึ้น โดยการเติม chitin whisker เป็นวัสดุเสริมแรงเพื่อช่วยสนับสนุนเมมเบรนของไคโตซาน โดยการปรับเปลี่ยนสัดส่วนที่หลากหลายระหว่าง chitin whisker และไคโตซาน เทียบกับไคโตซานเมมเบรนปกติ ได้พบว่าเมมเบรนของคอมโพสิตไคโตซานมีค่าความทนต่อแรงดึงที่สูงกว่าไคโตซาน เมมเบรนปกติถึง 2.8 เท่า [1]



รูปที่ 1.8 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับไคโตซาน โดยใช้สารควบคู่ 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) carbodiimide (EDC) และ N-Hydroxysuccinimide (NHS) [11]

1.5 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

1.5.1 สังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก (PLA-diCOOH) ที่มีหมู่คาร์บอกซิลิกที่ปลายทั้งสองข้างของพอลิเมอร์ จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น (condensation polymerization) ของกรดแล็กติก และกรดซัคซินิก

1.5.2 พิสูจน์เอกลักษณ์ วิเคราะห์โครงสร้าง และศึกษาสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์มาได้

1.5.2.1 คำนวณหา %recovery

1.5.2.2 วิเคราะห์โครงสร้างของพอลิเมอร์ที่ได้ด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$

1.5.2.3 วิเคราะห์และคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ได้ด้วยเทคนิค GPC

1.5.3 เตรียมวัสดุเสริมแรงจากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าของพอลิแล็กติกแอซิดที่ผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก

1.5.4 พิสูจน์เอกลักษณ์ และวิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุเสริมแรง

1.5.4.1 วิเคราะห์โครงสร้างของวัสดุเสริมแรงด้วยเทคนิค IR spectroscopy

1.5.4.2 พิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุเสริมแรงด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

1.5.5 เตรียมฟิล์มของไคโตซานและฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานจากวัสดุเสริมแรงที่เตรียมได้ โดยชักนำให้หมู่อะมิโนของไคโตซานเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่คาร์บอกซิลิกของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก โดยใช้สารคู่ควบประเภทคาร์โบไดอิมด์

1.5.6 พิสูจน์เอกลักษณ์ของฟิล์มคอมโพสิตที่ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

1.5.7 พิสูจน์ความทนแรงดึงของฟิล์มคอมโพสิตที่ได้ด้วยเทคนิค tensile test

1.5.8 วิเคราะห์ข้อมูล ผลการทดลองที่ได้ สรุปผลการทดลอง และจัดทำรายงานรูปเล่ม

1.6 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัย

ได้พัฒนาสมบัติเชิงกลของฟิล์มไคโตซานในแง่ของความทนต่อแรงดึง โดยการใช้วัสดุเสริมแรงจากพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ เพื่อให้สามารถนำฟิล์มไคโตซานไปประยุกต์ใช้ในทางวิศวกรรมเนื้อเยื่อได้ดียิ่งขึ้น

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์

2.1.1 รายการเครื่องมือ อุปกรณ์

- 2.1.1.1 Nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR)
- 2.1.1.2 Gel permeation chromatography (GPC)
- 2.1.1.3 Attenuated total reflectance infrared spectroscopy (ATR-IR)
- 2.1.1.4 Scanning electron microscope (SEM)
- 2.1.1.5 Tensile testing machine (TTM)

2.1.2 รายการสารเคมี

- 2.1.2.1 L-lactic acid solution (LLA, 88 wt%) from Carlo Erba Reagent, France
- 2.1.2.2 Succinic acid (SA), tin (II) chloride dihydrate ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), para-toluene sulfonic acid (p-TSA), from Sigma-Aldrich, USA
- 2.1.2.3 Methanol (MeOH), ethanol (EtOH), chloroform-d, from Merck, Germany
- 2.1.2.4 Commercial PLA, \bar{M}_n 60,000 Da Ingeo™ 4043D from Nature Works LLC
- 2.1.2.5 Chitosan, \bar{M}_n 83,000 Da from Seafresh Chitosan (Lab) Co., Ltd, Thailand
- 2.1.2.6 1-ethyl-3-(3-dimethylaminopropyl) carbodiimide (EDC), N-hydroxysuccinamide (NHS) from TCI Co., Ltd, China

2.1.3 วิธีการทดลอง

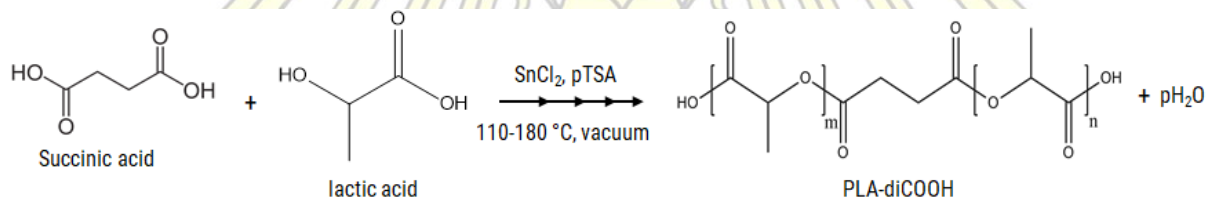
2.1.3.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก (PLA-diCOOH)

ในการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก (PLA-diCOOH) จะถูกทำโดยใช้วิธี condensation polymerization ระหว่างกรดซัคซินิก และกรดแล็กติกโดยใช้ SnCl_2 และ para-toluene sulfonic acid (pTSA) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

โดยที่นำสารละลายแอล-แล็กติกแอซิด 88% โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาณ 10.0 กรัม และซังกรดซัคซินิก 4% โดยโมลของแอล-แล็กติกแอซิด ใส่ลงไปในช่วงก้นกลมชนิดสามคอขนาด 50.0 มิลลิลิตร พร้อมทั้งตั้งชุดกลั่นให้อยู่บนเครื่องกวนสารละลาย จากนั้นจึงทำการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา pTSA ลงไปในช่วงก้นกลมดังกล่าว โดยใส่ลงไปเพียงครั้งหนึ่งในช่วงแรก

จากนั้นปรับอุณหภูมิของเครื่องมือให้ความร้อนโดยใช้เทอร์โมมิเตอร์ในการวัดอุณหภูมิโดยให้อุณหภูมิของระบบอยู่ที่ 110 °C และทำการกำจัดน้ำออกจากระบบ (dehydration) โดยลดความดันของระบบลงมาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของระบบเป็น 140 °C และลดความดันของระบบอย่างช้าๆ ลงอีกเป็นเวลาอีก 70 นาที ถัดไปทำการเพิ่มอุณหภูมิของระบบเป็น 160 °C และค่อยๆ ลดความดันของระบบลงมาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สุดท้ายเติม SnCl₂ และ pTSA ที่เหลือ และเพิ่มอุณหภูมิของระบบเป็น 180 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และค่อยๆ ลดความดันระบบลง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจากนั้นจึงทำการหยุดให้ความร้อนแก่ระบบเพื่อให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้นั้นเย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง

ต่อมาทำการละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์มทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาตกตะกอนด้วยตัวทำละลายเอทานอลเพื่อทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้น จากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปทำการกรองสุญญากาศ แล้วจึงนำไปทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ [5] จะได้ผลิตภัณฑ์ออกมาเป็นผงสีขาวคล้ายๆ แป้ง จากนั้นทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์มาได้ด้วยเทคนิค proton nuclear magnetic resonance spectroscopy (¹H NMR) รวมถึงการคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลและร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์มาได้

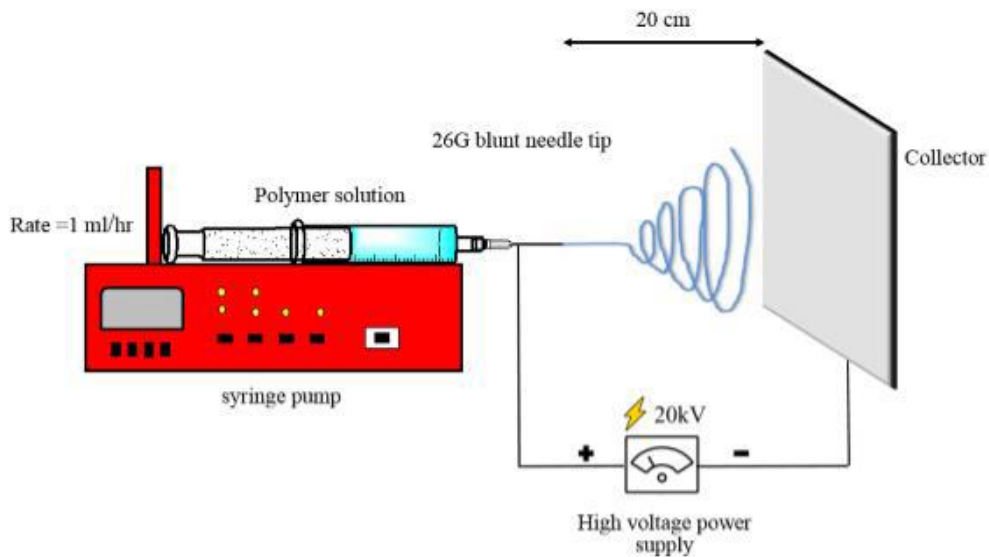


รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์ PLA-diCOOH จากกรดซึกซินิก และกรดแล็กติก

2.1.3.2 การเตรียมวัสดุเสริมแรงจากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

วัสดุเสริมแรง PLA/PLA-diCOOH สามารถเตรียมได้โดยการนำ PLA จากทางการค้ามาผสมกับ PLA-diCOOH ที่สังเคราะห์มาได้ โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ PLA : PLA-diCOOH เป็น 30 : 70 และใช้คลอโรฟอร์มต่อเมทานอล ในอัตราส่วน 3 : 1 โดยปริมาตรเป็นตัวทำละลาย จากนั้นนำสารละลายพอลิเมอร์ที่ได้จำนวน 4 มิลลิลิตร มาบรรจุลงในเข็มฉีดยาขนาด 5 มิลลิลิตร โดยใช้หัวเข็มขนาด 26G ในการฉีดสาร จากนั้นทำการยัดเข็มฉีดยาที่บรรจุสารละลายแล้วลงบน syringe pump และควบคุมอัตราการไหลของสารละลายที่ 1 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง โดยใช้ความต่างศักย์ 20 kV ติดตั้งเครื่องให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับอยู่ที่ประมาณ 20 เซนติเมตร โดยที่แผ่นรองรับเส้นใยที่ใช้ คือแผ่นอลูมิเนียมขนาด 11×11 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.2 เมื่อได้แผ่นของ PLA/PLA-diCOOH มาแล้วจึงนำไปทำการระเหยตัวทำละลายภายใต้สุญญากาศ

ต่อมาทำการชุบวัสดุเสริมแรง PLA/PLA-diCOOH ที่ได้ออกจากแผ่นอลูมิเนียมโดยใช้สเปาตุลา ทำการชุบไปในทิศทางเดียวกัน เพื่อให้ได้ออกมาเป็นผงของวัสดุเสริมแรงจาก PLA/PLA-diCOOH ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของผง PLA/PLA-diCOOH ที่ชุบออกมาได้ด้วยการใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด และ attenuated total reflectance infrared spectroscopy (ATR-IR)



รูปที่ 2.2 แผนผังการติดตั้งของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตและพารามิเตอร์ [5]

2.1.3.3 การเตรียมฟิล์มของไคโตซานและฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน

เริ่มด้วยการทำให้ไคโตซานมีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้นโดยการนำไคโตซานมาละลายในสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เป็นเวลา 4 วัน จากนั้นนำมาตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ เพื่อให้ได้สารที่บริสุทธิ์ยิ่งขึ้น และนำมากรองด้วยผ้าขาวบาง จากนั้นจึงนำไปทำให้แห้งด้วยการแช่เยือกแข็ง

ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานที่ใช้สารควบประเภทคาร์โบไดอิมิด สามารถเตรียมได้โดยการนำไคโตซานที่ตกตะกอนเพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์แล้วมาละลายในสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร โดยตั้งอยู่บนเครื่องกวนสารละลายเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายของไคโตซานที่ได้มากรองด้วยผ้าขาวบาง เพื่อกำจัดไคโตซานที่น้ำหนักโมเลกุลสูงที่อาจจะละลายไม่หมดออกไป เนื่องจากไคโตซานที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะละลายได้ยาก

ต่อมาทำการซึ่งวัสดุเสริมแรง (ผง PLA/PLA-diCOOH) จำนวน 3 % โดยน้ำหนักของโคโตะซาน และทำการเติมน้ำกลั่นปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปทำการ sonicated ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาทีเพื่อให้ผง PLA/PLA-diCOOH สามารถกระจายตัวในน้ำกลั่นได้จนกลายเป็นสารแขวนลอยที่เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นจึงซึ่งสารคู่ควบ EDC และ NHS จำนวน 2 เท่าโดยโมลของหมู่คาร์บอกซิลิกในผง PLA/PLA-diCOOH เพื่อให้มั่นใจว่ามีปริมาณของสารควบคู่มากเกินพอในการชักนำให้หมู่เอมีนของโคโตะซานเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่คาร์บอกซิลิกของ PLA-diCOOH กลายเป็นพันธะเอไมด์ จากนั้นนำสารคู่ควบ EDC และ NHS ดังกล่าวผสมลงไปในสารแขวนลอยของผง PLA/PLA-diCOOH ที่เตรียมไว้

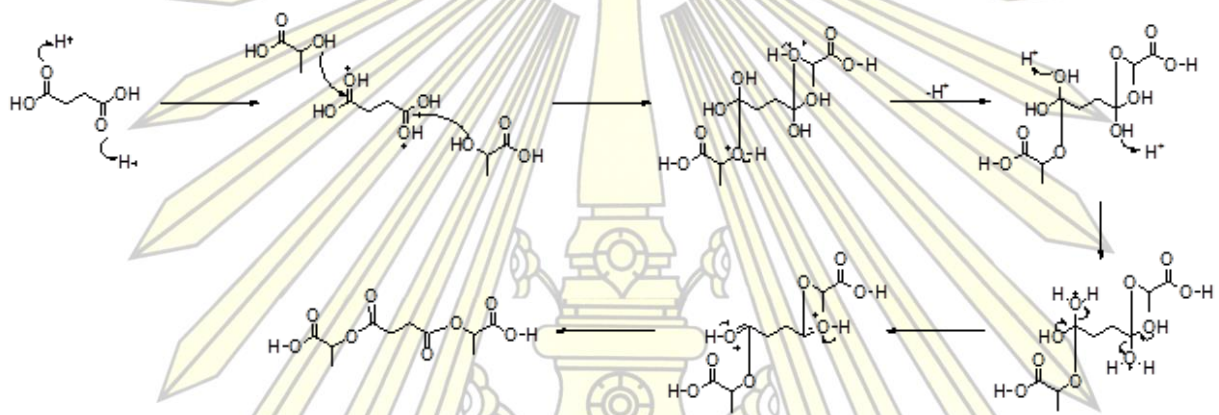
นำสารแขวนลอยของผง PLA/PLA-diCOOH ที่เติมสารคู่ควบ EDC และ NHS แล้ว ไปเติมลงในสารละลายโคโตะซานที่เตรียมไว้ และกวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาควบแน่นขึ้น จากนั้นนำสารละลายที่ได้เทลงบนจานแก้ว (จานเพาะเชื้อ) ขนาดรัศมี 100 มิลลิเมตร และนำไปเข้าตู้อบที่ 40 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด และ ATR-IR ทำซ้ำตามวิธีข้างต้นโดยไม่ใส่สารคู่ควบ EDC และ NHS และทำซ้ำตามวิธีข้างต้นโดยไม่ใส่สารคู่ควบ EDC, NHS, และผง PLA/PLA-diCOOH และมีเฉพาะสารละลายโคโตะซานเพื่อเป็นการเปรียบเทียบ ทดสอบความทนแรงดึงของฟิล์มที่ได้ด้วยเทคนิค tensile test

บทที่ 3

ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง

3.1 การสังเคราะห์ และพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก

พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิกที่มีหมู่คาร์บอกซิลิกที่ปลายทั้งสองข้างของสายพอลิเมอร์ สามารถสังเคราะห์ได้โดยการใช้กรดซัคซินิกเป็นสารริเริ่ม และกรดแล็กติกเป็นมอนอเมอร์หลัก โดยมี SnCl₂ และ pTSA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 110 °C ถึง 180 °C โดยมีสองขั้นตอน คือ dehydration และ polymerization เกิดขึ้น



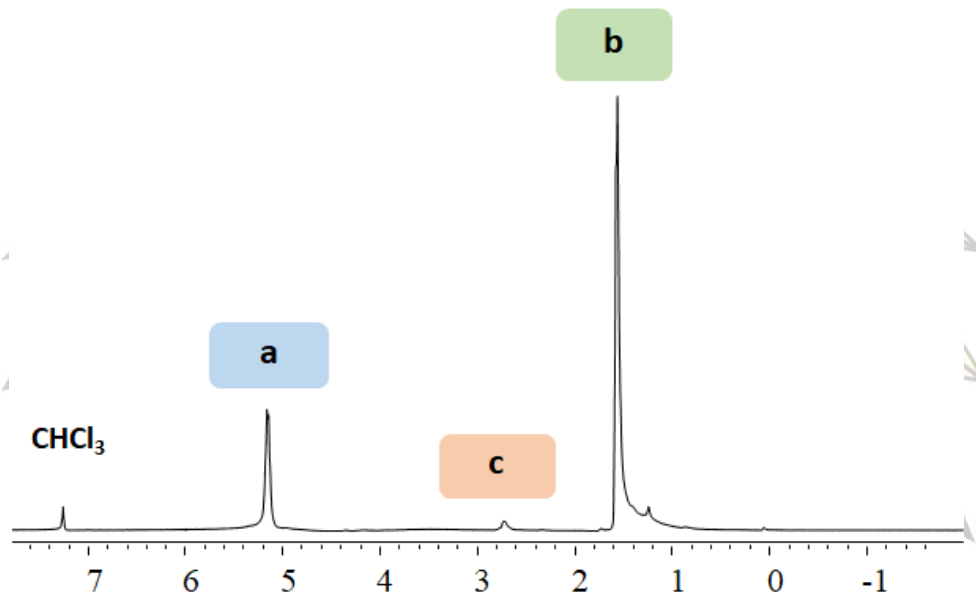
รูปที่ 3.1 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ PLA-diCOOH [5]

จากผลการทดลองสามารถคำนวณร้อยละของผลได้จากการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิกได้ โดยนำน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เทียบกับน้ำหนักของสารตั้งต้น ดังสมการที่ 1

$$\% \text{yield} = \left[\frac{\text{weight of dried PLAdiCOOH powder}}{(\text{mole of succinic acid} \times 84.09 \text{ g}) + (\text{mole of lactic acid} \times 72.05 \text{ g})} \right] \times 100 \quad \text{สมการที่ (1)}$$

ขั้นตอนการสังเคราะห์ PLA-diCOOH เกิดโดยการใช้โมเลกุลของกรดซัคซินิกเป็นโมเลกุลริเริ่ม และทำการต่อสายโซ่ของพอลิเมอร์ให้มีความยาวมากขึ้นโดยใช้โมเลกุลของกรดแล็กติกจากการเชื่อมต่อกันด้วยพันธะเอสเทอร์กับหมู่คาร์บอกซิลิกทั้งสองข้างของกรดซัคซินิก โดยการเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลของกรดแล็กติก ในขณะที่ตัวโมเลกุลของกรดแล็กติกก็สามารถเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกันเองได้ ทำให้สายโซ่ของพอลิเมอร์นั้นยาวมากยิ่งขึ้น

จากนั้นโมเลกุลของกรดซึกซินิกที่มีหมู่คาร์บอกซิลิกในโมเลกุลก็เข้ามาทำปฏิกิริยากับสายพอลิเมอร์ข้างต้นที่มีหมู่ไฮดรอกซิลของกรดแล็กติกอยู่ในโมเลกุล ส่งผลให้ที่ปลายสายของพอลิเมอร์ทั้งสองข้างเป็นหมู่คาร์บอกซิลิกดังที่กล่าวมาข้างต้น สุดท้ายจะได้ผลิตภัณฑ์เป็น PLAdiCOOH ซึ่งสามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิค $^1\text{H NMR}$ (รูปที่ 3.2)

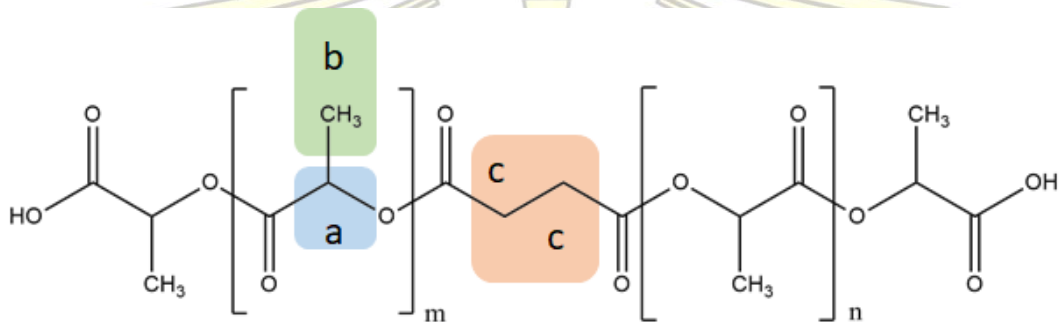


รูปที่ 3.2 แสดง $^1\text{H NMR}$ ของ PLA-diCOOH ในตัวทำละลาย CDCl_3

น้ำหนักโมเลกุลของ PLA-diCOOH สามารถคำนวณได้จาก เทคนิค $^1\text{H NMR}$ โดยสัญญาณที่ 1.6 และ 5.2 ppm คือ methyl protons ($-\text{CH}_3$) (b) และ methine proton ($-\text{CH}-$) (a) จากโมเลกุลของกรดแล็กติกภายในสายโซ่ของพอลิเมอร์ ตามลำดับ และที่สัญญาณที่ 2.8 ppm คือ methylene protons ($-\text{CH}_2-$) (c) ของกรดซึกซินิกใน PLA-diCOOH (รูปที่ 3.2) มวลโมเลกุลของ PLA-diCOOH ที่คำนวณได้จากเทคนิค $^1\text{H NMR}$ โดยใช้สมการที่ 2 เท่ากับ 3,142 Da

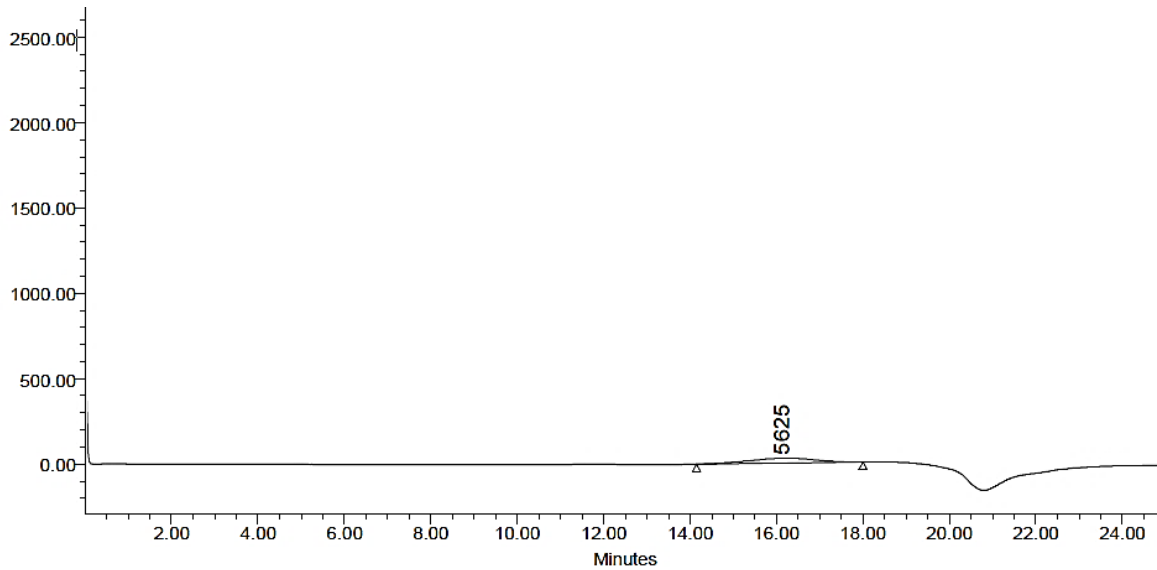
$$\bar{M}_n = \left[\frac{a}{\left(\frac{c}{4}\right)} \times 72 \right] + 262 \quad \text{สมการที่ (2)}$$

เมื่อ a และ c เป็นสัญญาณของ methine proton และ methylene protons ของกรดแล็กติกในสายพอลิเมอร์ PLA-diCOOH (รูปที่ 3.3) ค่า 262 g/mol คือน้ำหนักของโมเลกุลรวมระหว่างกรดซัคซินิกและกรดแล็กติกบนสายพอลิเมอร์ โดยมาจากกรดซัคซินิกที่อยู่กลางสายโซ่ของพอลิเมอร์ (84 g/mol) และน้ำหนักโมเลกุลของกรดแล็กติกที่อยู่บริเวณปลายทั้งสองข้างของสายโซ่พอลิเมอร์ (178 g/mol)



รูปที่ 3.3 แสดงโครงสร้างของพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิกแอซิด (PLA-diCOOH)

และเมื่อนำไปวิเคราะห์เพื่อหามวลโมเลกุลโดยใช้เทคนิค gel permeation chromatography (GPC) พบว่าจะได้มวลโมเลกุลของ PLA-diCOOH อยู่ที่ 5,289 Da, PDI เท่ากับ 1.21 (รูปที่ 3.4) ซึ่งค่า PDI (polydispersity index) จะแสดงถึงความกว้างของกราฟหรือการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ ที่ทำการวิเคราะห์ โดยที่ถ้าค่า PDI นั้นมีค่าเท่ากับ 1 จะหมายถึงพอลิเมอร์ที่ได้นั้นมีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากันทุกโมเลกุล (monodisperse polymer)



Mn (Da)	Mw (Da)	MP (Da)	Mz (Da)	Mz+1 (Da)	PDI
5289	6381	5625	7635	8961	1.21

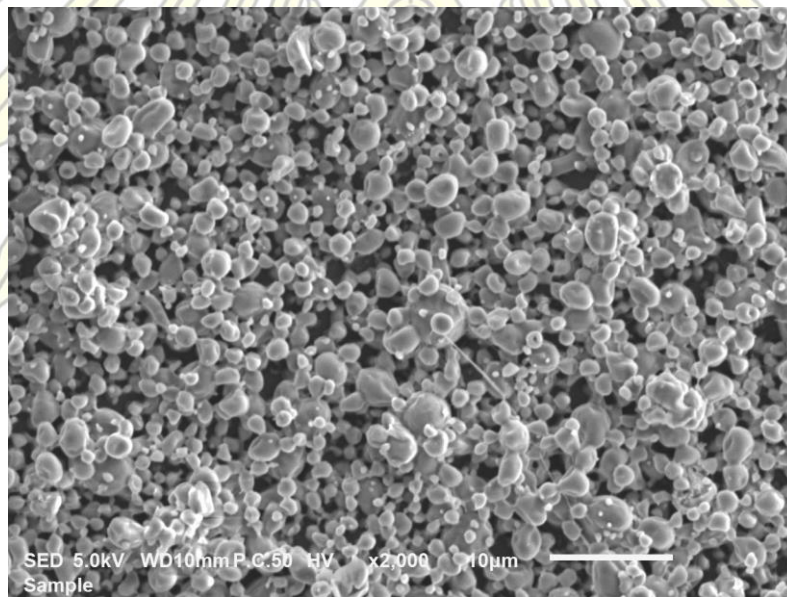
รูปที่ 3.4 โครมาโทแกรมจากการวิเคราะห์ด้วย GPC ตัวทำละลายเป็น THF

3.2 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุเสริมแรง

เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เป็นเทคนิคที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในการสร้างเส้นใยในระดับนาโนเมตร โดยในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเตรียมวัสดุเสริมแรงโดยทำการดึงยึดพอลิเมอร์ออกจากสารละลายพอลิเมอร์ด้วยไฟฟ้าสถิตลงบนแผ่นรองรับที่ทำจากแผ่นอลูมิเนียมขนาด 11×11 เซนติเมตร จากพอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิกที่สังเคราะห์ได้ที่ผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดทางการค้าที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ PLA : PLA-diCOOH คือ 30:70 โดยใช้ตัวทำละลาย คือ คลอโรฟอร์ม : เมทานอล ในอัตราส่วน 3:1 โดยปริมาตร ซึ่งการใช้ตัวทำละลายผสมนั้น เนื่องจากเมทานอลที่ผสมลงไปในตัวทำละลาย คลอโรฟอร์มจะทำหน้าที่ในการเพิ่มการนำไฟฟ้าให้แก่สารละลายพอลิเมอร์ที่เตรียม และ เมทานอลที่ใช้สามารถระเหยออกจากแผ่นวัสดุเสริมแรงได้ง่าย โดยแผ่นวัสดุเสริมแรงที่เตรียมได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นสีขาว (รูปที่ 3.5) และลักษณะของวัสดุเสริมแรง PLA/PLA-diCOOH บนแผ่นอลูมิเนียมจะถูกนำไปทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด จะพบว่ามึลักษณะเป็นทรงกลม ดังรูปที่ 3.6

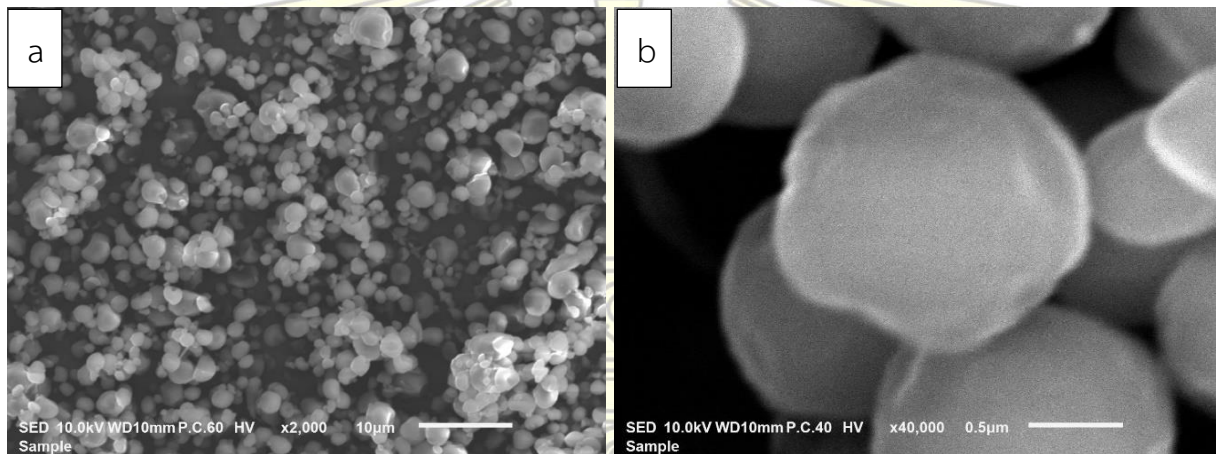


รูปที่ 3.5 วัสดุเสริมแรงของ PLA/PLA-diCOOH ที่อัตราส่วน 30:70 โดยน้ำหนัก



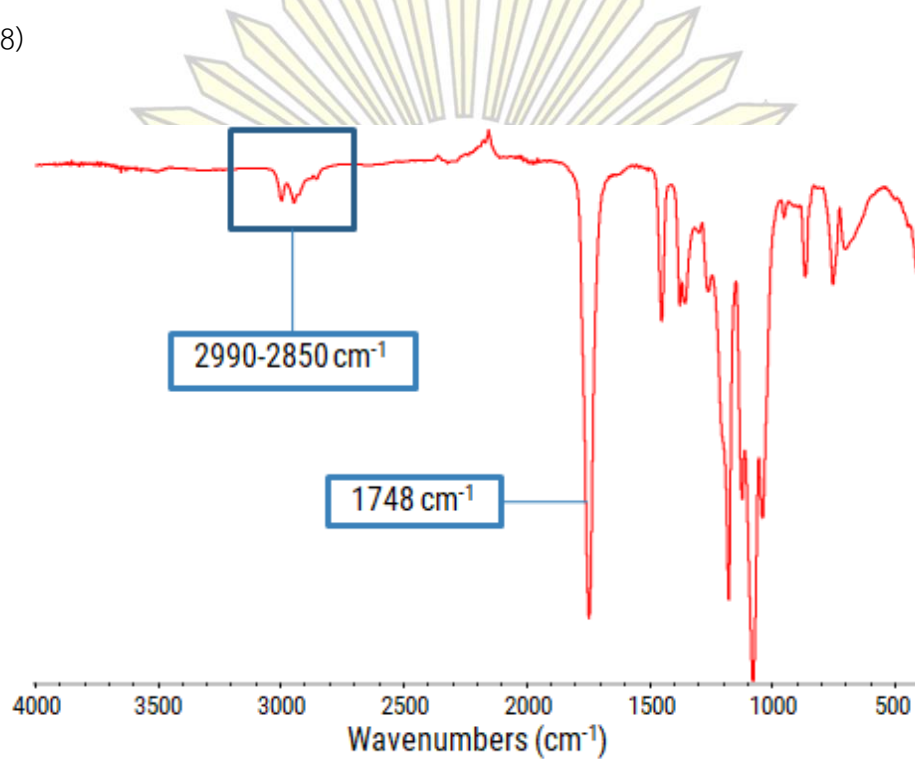
รูปที่ 3.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ PLA/PLA-diCOOH บนแผ่นอลูมิเนียม กำลังขยาย 2000x, scale bar 10 µm

เมื่อทำการชุบวัสดุเสริมแรง PLA/PLA-diCOOH ออกจากแผ่นอลูมิเนียม จะได้เป็นผงสีขาว ลักษณะคล้ายแป้งออกมา และเมื่อนำผงสีขาวนี้ไปทดสอบด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) พบว่า PLA/PLA-diCOOH ที่ชุบออกมาได้มีลักษณะที่ค่อนข้างเป็นทรงกลม และมีขนาดประมาณ 1.5 ไมโครเมตร (รูปที่ 3.7) ซึ่งไม่เป็นไปตามที่คาดหวัง เนื่องจากคาดหวังว่าผลิตภัณฑ์ที่ชุบออกมาได้นั้น จะมีลักษณะเป็นเส้นใย เส้นสั้นๆ ขนาดนาโนเมตร เพื่อที่เมื่อนำไปใช้เป็นวัสดุช่วยสนับสนุนฟิล์มของไคโตซานแล้ว เส้นใยเส้นสั้นๆ นี้จะมีความสามารถในการเข้าไปแทรกภายในเนื้อของฟิล์มไคโตซาน และช่วยเพิ่มความยืดหยุ่น หรือความแข็งแรงของไคโตซานฟิล์มให้มากขึ้น



รูปที่ 3.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของผง PLA/PLA-diCOOH
(a) กำลังขยาย 2000, scale bar 10 µm (b) กำลังขยาย 40000, scale bar 0.5 µm

เมื่อนำไปทดสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี จะพบว่า IR spectrum ของผง PLA/PLA-diCOOH จะพบพีคที่ $2990\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีค C-H stretch ของ methyl และ methine group นอกจากนี้ยังพบพีคที่ 1748 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีค C=O stretch ของ ester group ของผง PLA/PLA-diCOOH ด้วย (รูปที่ 3.8)

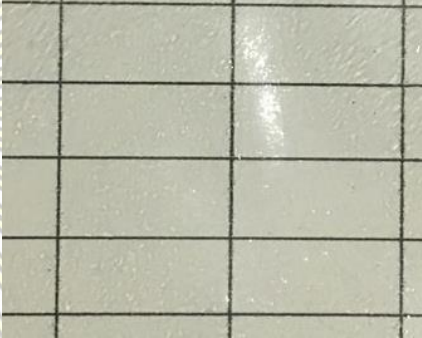
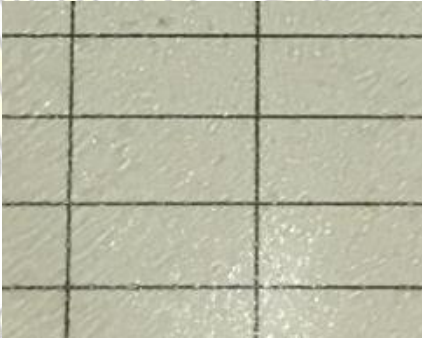
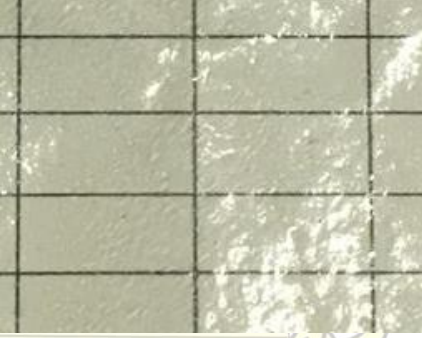


รูปที่ 3.8 แสดง IR spectrum ของผง PLA/PLA-diCOOH ที่อัตราส่วน 30:70 โดยน้ำหนัก

3.3 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ของฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน

ฟิล์มของไคโตซาน และฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานจะถูกเตรียมโดยการละลายไคโตซานลงในตัวทำละลายกรดอะซิติก เนื่องจาก primary amino group (-NH_2) บนโครงสร้างของไคโตซานจะรับโปรตอนมาจากกรดที่เป็นตัวทำละลาย ทำให้หมู่เอมีนนี้ถูกเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของประจุบวก (-NH_3^+) ทำให้ไคโตซานสามารถละลายในตัวทำละลายที่เป็นกรดได้ดี โดยลักษณะของฟิล์มที่เตรียมได้ (ตารางที่ 3.1) ฟิล์มของไคโตซาน (a) มีลักษณะเป็นแผ่นบางใส พื้นผิวของฟิล์มค่อนข้างเรียบ ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน (b) มีลักษณะเป็นแผ่นบางใส และฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานที่ใช้สารคู่ควบ EDC/NHS (c) มีลักษณะเป็นแผ่นบางใสเช่นเดียวกัน

ตารางที่ 3.1 ลักษณะฟิล์มไคโตซาน และฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานที่ไม่ใช้ และใช้สารคู่ควบประเภทคาร์โบไดอิมด์

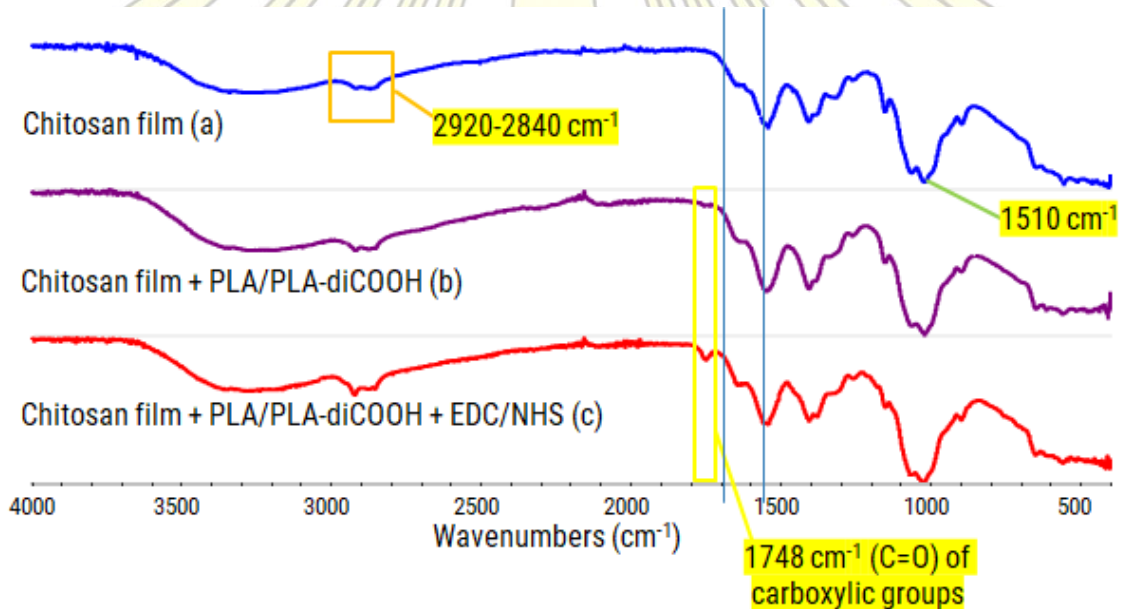
	PLA/PLA-diCOOH	EDC/NHS	ลักษณะของฟิล์ม
Chitosan film (a)	✗	✗	
Chitosan film (b)	✓ 3% โดยน้ำหนักของ ไคโตซาน	✗	
Chitosan film (c)	✓ 3% โดยน้ำหนักของ ไคโตซาน	✓ 2 เท่าของหมู่ คาร์บอกซิลิก ใน PLA/PLA- diCOOH	

✓ ใส่สารนั้นๆ

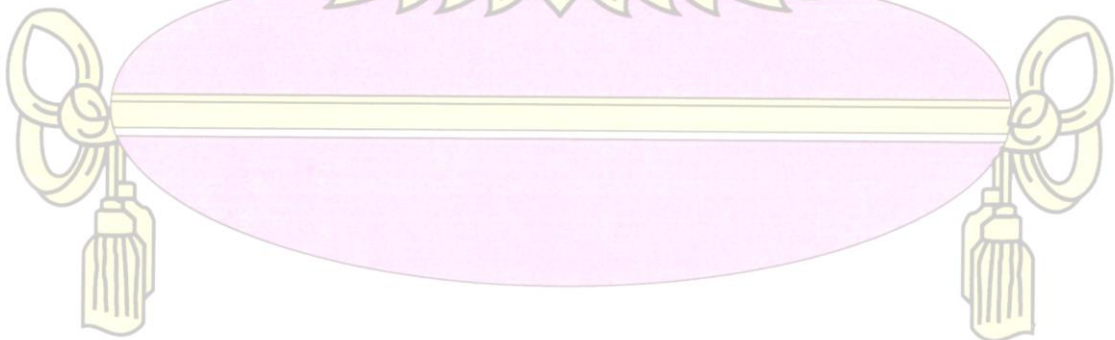
✗ ไม่ใส่สารนั้นๆ

จากรูปที่ 3.9 แสดงถึง IR spectrum ของ फिल्मคอมโพสิตทั้ง 3 ชนิดที่ได้เตรียมไว้ โดย chitosan film (a) จะพบพีคที่ $2920-2840\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคของ C-H stretch ของ methylene และ methine groups, และพบพีคที่ 1015 cm^{-1} เป็นพีคของ C-O stretch ของไคโตซาน ในขณะที่ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH (b) และ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH + EDC/NHS (c) จะพบพีคที่ 1748 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคของ ester group (C=O group) ของ PLA/PLA-diCOOH ที่ได้ทำการเติมลงไป แต่มีความเข้มของสัญญาณที่ค่อนข้างต่ำ เนื่องจากปริมาณของ PLA/PLA-diCOOH ที่ทำการเติมลงไปมีปริมาณน้อยเมื่อเทียบกับไคโตซาน

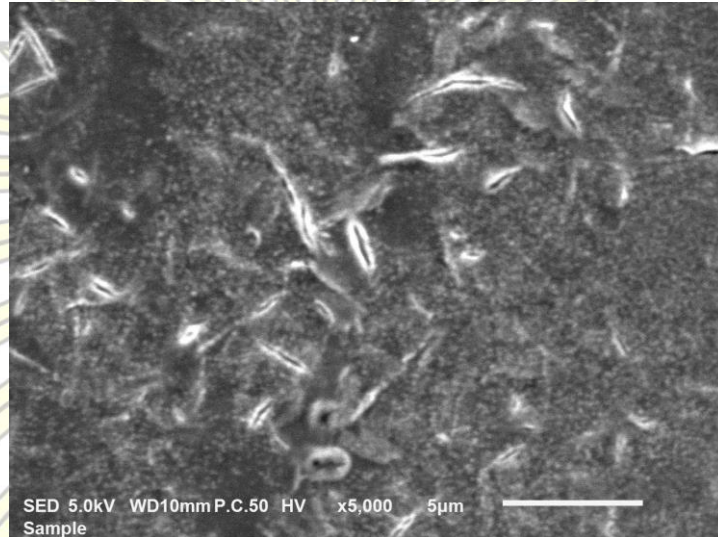
และจาก IR spectrum ของ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH + EDC/NHS (c) ไม่พบพีคของ หมู่อไมด์ (ที่ 1651 และ 1577 cm^{-1}) อย่างชัดเจน เนื่องจากปริมาณของ PLA/PLA-diCOOH ที่ใช้นั้นปริมาณน้อยมาก และการทำปฏิกิริยาในลักษณะที่ไม่ได้เป็นสารเนื้อเดียวกัน (heterogeneous) จะทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาควบคู่เพื่อให้เกิดการเชื่อมกันของหมู่คาร์บอกซิลิกบน PLA/PLA-diCOOH กับหมู่อะมิโนของไคโตซานเป็นพันธะเอไมด์ได้ยาก จึงไม่พบสัญญาณของหมู่อไมด์ที่เกิดขึ้นเพิ่มเติม



รูปที่ 3.9 แสดง IR spectra ของ chitosan film (a) chitosan film ที่ผสมกับ PLA/PLA-diCOOH (b) และ chitosan film ที่ผสมกับ PLA/PLA-diCOOH ที่ใช้สารควบคู่ประเภทคาร์โบไดอิมิด (c)

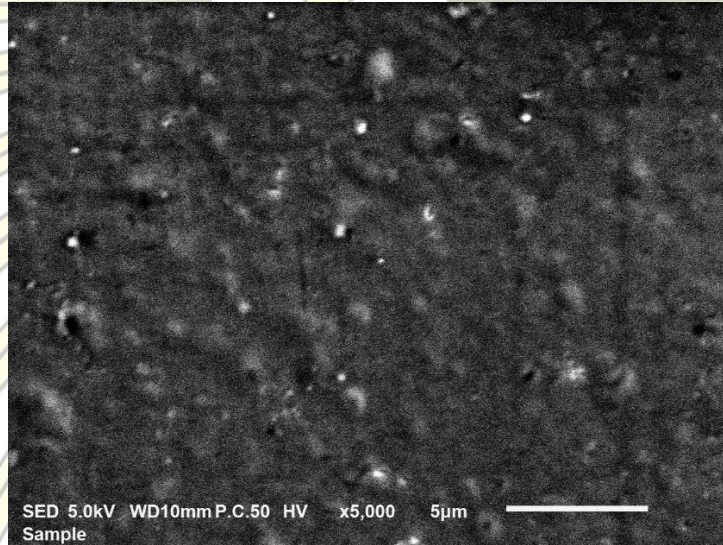


เมื่อนำฟิล์มที่เตรียมได้ทั้ง 3 ชนิดไปเคลือบโลหะทองเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าของตัวอย่าง และนำไปทดสอบด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด พบว่า ไคโตซานฟิล์มปกติ (รูปที่ 3.9) จะมีลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่ค่อนข้างเรียบ และมีรอยแตกของฟิล์มเป็นแนวสั้นๆ กระจายตัวอยู่ทั่วไปบนเนื้อฟิล์ม



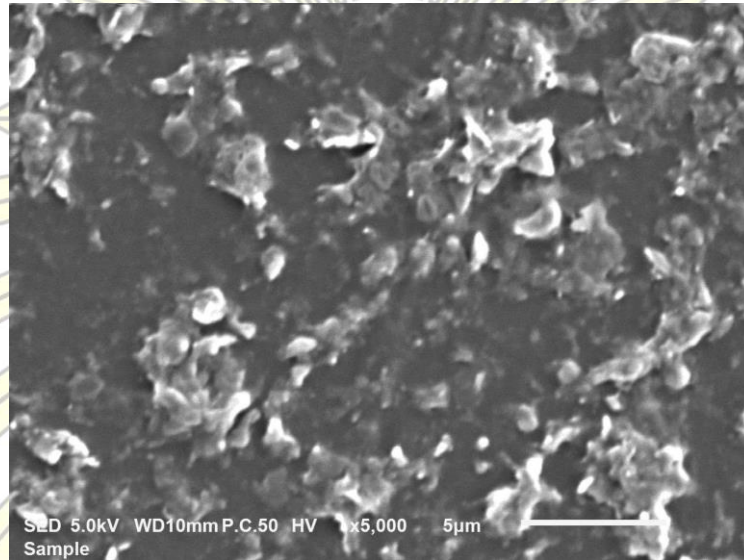
รูปที่ 3.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ chitosan film
กำลังขยาย 5000x, scale bar 5 μm

ในขณะที่ฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานจากการผสมกับผง PLA/PLA-diCOOH ที่เป็นวัสดุเสริมแรง (รูปที่ 3.11) พื้นผิวของฟิล์มจะมีลักษณะที่ขรุขระมากขึ้นเทียบกับฟิล์มไคโตซานปกติในรูปที่ 3.10 เนื่องจากผง PLA/PLA-diCOOH ที่ผสมลงไปนั้นกระจายตัวในสารละลายไคโตซาน แต่ไม่ละลายรวมเป็นเนื้อเดียวกัน ทำให้อะไรฟิล์มขรุขระมากขึ้น แต่ไม่พบรอยแตกภายในเนื้อฟิล์ม จึงสามารถบอกได้ว่าภายในฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานจากการผสมกับผง PLA/PLA-diCOOH นั้นมีผง PLA/PLA-diCOOH กระจายตัวอยู่ภายในเนื้อฟิล์มจริง



รูปที่ 3.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH กำลังขยาย 5000x, scale bar 5 µm

และจากภาพถ่ายของฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานจากการผสมกับผงของ PLA/PLA-diCOOH และสารคู่ควบ EDC/NHS (รูปที่ 3.12) พบว่าฟิล์มมีลักษณะที่ค่อนข้างขรุขระมากขึ้น เมื่อเทียบกับฟิล์มทั้ง 2 ชนิดก่อนหน้า (รูปที่ 3.10 และ 3.11) จากการเติมผง PLA/PLA-diCOOH ลงไปภายในเนื้อฟิล์ม เช่นเดียวกับฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานจากการผสมกับผงของ PLA/PLA-diCOOH

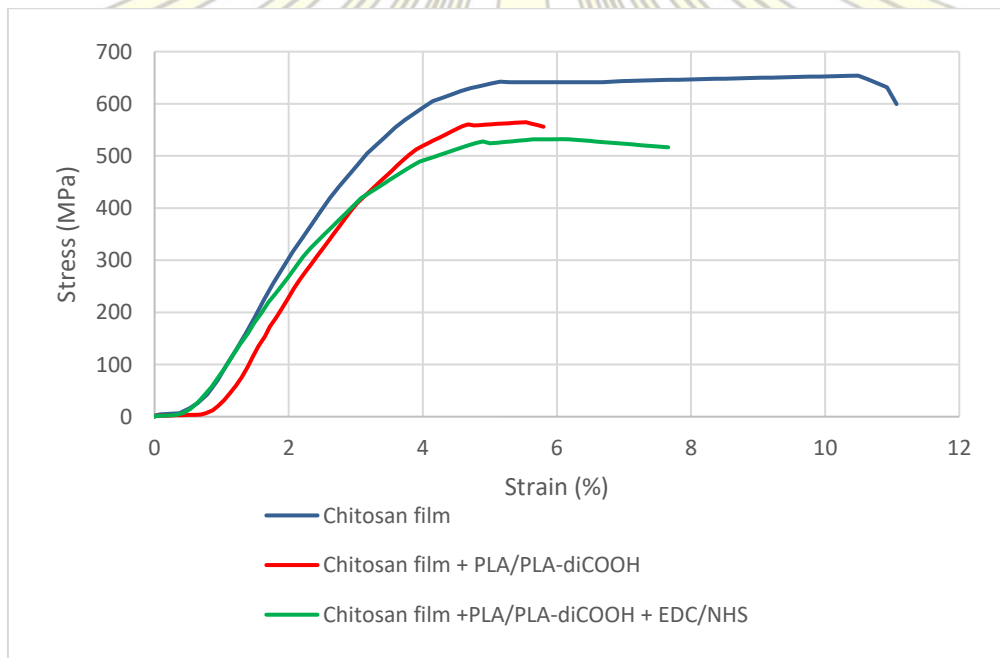


รูปที่ 3.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของ chitosan film + PLA/PLA-diCOOH + EDC/NHS กำลังขยาย 5000x, scale bar 5 µm

3.4 การทดสอบความทนแรงดึงของฟิล์มคอมโพลีเมอร์ของไคโตซาน

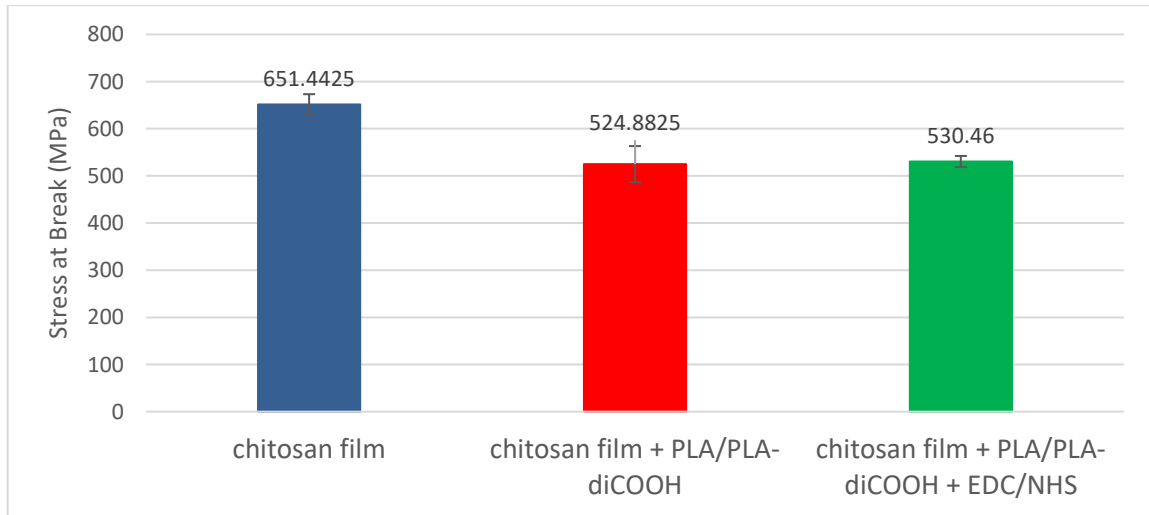
จากการทดสอบความทนแรงดึงของฟิล์มคอมโพลีเมอร์ของไคโตซานที่เตรียมได้ทั้ง 3 ชนิด แสดงอยู่ในรูปของกราฟ ความเค้น-ความเครียด (รูปที่ 3.13) กราฟแท่งของความเค้นเมื่อฟิล์มขาด (รูปที่ 3.14) และกราฟแท่งของของค่า Young's Modulus (รูปที่ 3.15)

โดยจะพบว่าฟิล์มคอมโพลีเมอร์ของไคโตซานที่ผสมกับผง PLA/PLA-diCOOH และ สารคู่ควบ EDC/NHS จะมีค่าความทนแรงดึงอยู่ที่ 530.5 ± 11.8 MPa และฟิล์มคอมโพลีเมอร์ของไคโตซานที่ผสมกับ PLA/PLA-diCOOH เพียงอย่างเดียว (524.9 ± 38.3 MPa) ซึ่งมีค่าน้อยกว่าฟิล์มของไคโตซานปกติที่มีค่าความทนแรงดึงอยู่ที่ 651.4 ± 21.8 MPa แสดงว่าการเติมผงของ PLA/PLA-diCOOH และสารคู่ควบ EDC/NHS นั้นไม่สามารถที่จะเพิ่มความทนแรงดึงของฟิล์มจากไคโตซานได้ตามที่ตั้งสมมุติฐานไว้



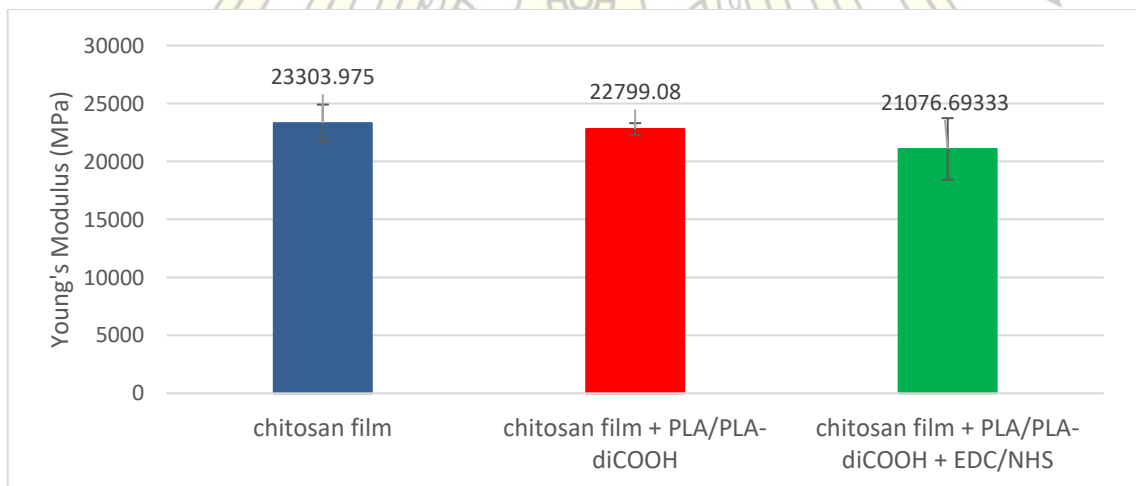
รูปที่ 3.13 แสดงกราฟความเค้น-ความเครียดของคอมโพลีเมอร์ฟิล์มของไคโตซานชนิดต่างๆ

ซึ่งอาจมาจากขนาดของผง PLA/PLA-diCOOH ที่ทำการผสมลงไปในฟิล์มนั้นมีขนาดที่ค่อนข้างใหญ่ (ประมาณ $1.5 \mu\text{m}$) และมีลักษณะเป็นทรงกลม ทำให้ไม่สามารถกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกันกับฟิล์มได้ จึงส่งผลให้ฟิล์มคอมโพลีเมอร์นี้มีค่าความทนแรงดึงที่ลดลง เพราะบริเวณที่มีผง PLA/PLA-diCOOH อยู่ภายในเนื้อฟิล์มอาจจะได้รับความเครียด (strain) ที่เข้าไปได้มากกว่าบริเวณที่ฟิล์มคอมโพลีเมอร์มีความเรียบ จึงทำให้เกิดการขาดของฟิล์มได้ง่ายกว่าบริเวณที่ฟิล์มมีความเรียบ



รูปที่ 3.14 กราฟแท่งของความเค้นเมื่อฟิล์มขาดของฟิล์มชนิดต่างๆ

และเมื่อพิจารณาฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซานที่เติมทั้งผง PLA/PLA-diCOOH และสารคู่ควบ EDC/NHS ลงไปจะพบว่าไม่สามารถทำให้ค่าความทนแรงดึงเพิ่มขึ้นได้เช่นเดียวกัน เนื่องจากไม่พบสัญญาณของพันธะเอไมด์ จากการทำปฏิกิริยาคู่ควบโดยใช้สารคู่ควบ EDC/NHS ใน IR spectrum



รูปที่ 3.15 กราฟแท่งของค่ายังมอดูลัสของฟิล์มชนิดต่างๆ

และจากกราฟแท่งของค่ายังมอดูลัส (รูปที่ 3.15) จะพบว่าฟิล์มจากไคโตซานปกติจะมีค่ายังมอดูลัสสูงที่สุด คือ 23303.98 ± 1603.55 MPa ซึ่งมากกว่าฟิล์มคอมโพสิตที่เติมผง PLA/PLA-diCOOH เพียงอย่างเดียว (22799.08 ± 506.68 MPa) และฟิล์มคอมโพสิตที่เติมทั้งผง PLA/PLA-diCOOH และสารคู่ควบ EDC/NHS ที่มีค่าอยู่ที่ 21076.69 ± 2657.74 MPa แสดงว่าฟิล์มจากไคโตซานปกตินั้นมีความสามารถในการทนทานต่อแรงกระทำได้มากที่สุด และเสียรูปร่างได้ยากที่สุด

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

พอลิแล็กติกแอซิดไดคาร์บอกซิลิก (PLA-diCOOH) เป็นพอลิเมอร์ที่มีหมู่คาร์บอกซิลิกอยู่ที่ปลายสายโซ่ของพอลิเมอร์ทั้งสองข้าง ซึ่งสามารถสังเคราะห์มาจากการใช้กรดซัคซินิกเป็นสารริเริ่ม และใช้กรดแล็กติกเป็นมอนอเมอร์เพื่อก่อให้เกิดสายโซ่พอลิเมอร์ โดยใช้ SnCl_2 และ pTSA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

วัสดุเสริมแรงเตรียมได้จากพอลิแล็กติกแอซิด (PLA) ทางการค้าผสมกับ PLA-diCOOH ที่สังเคราะห์มาได้ โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ PLA : PLA-diCOOH เป็น 30:70 โดยน้ำหนัก และใช้ตัวทำละลายคลอโรฟอร์มต่อเมทานอลในอัตราส่วน 3:1 เมื่อนำมาชูดจะได้อลักษณะเป็นผงคล้ายแป้ง สีขาว เมื่อนำไปทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดพบว่า มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดประมาณ $1.5 \mu\text{m}$

การเตรียมฟิล์มคอมโพสิตของไคโตซาน เมื่อนำไปทดสอบด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี พบว่าไม่พบพันธะเอไมด์ที่เกิดขึ้นใหม่เพิ่มขึ้น เนื่องจากปริมาณของผง PLA/PLA-diCOOH ที่เติมลงไปค่อนข้างน้อย และการทำปฏิกิริยาแบบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ทำให้เกิดปฏิกิริยาควบคู่กันได้ยาก

เมื่อทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด พบว่าฟิล์มคอมโพสิตทั้งสองชนิดมีพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้นจากการเติมผง PLA/PLA-diCOOH ลงไป

และจากการทดสอบความทนแรงดึง พบว่าสารคู่ควบ EDC/NHS ไม่สามารถที่จะช่วยเพิ่มความทนแรงดึงของฟิล์มจากไคโตซานได้ เนื่องจากไม่พบสัญญาณของพันธะเอไมด์ที่เกิดขึ้นใหม่เพิ่มเติมใน IR spectrum และขนาดของผง PLA/PLA-diCOOH นั้นใหญ่เกินกว่าที่จะกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกับฟิล์มได้

ดังนั้นในอนาคตจึงต้องทำการศึกษาเพิ่มเติมในด้านของขนาด และปริมาณของผง PLA/PLA-diCOOH ที่ใช้ เพื่อให้สามารถแก้ไขปัญหาด้านความเปราะของฟิล์มจากไคโตซานได้ดียิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Bomou, M.; Aiwen, Q.; Xiang, L.; Xinzhen, Z.; Chunju, H. Structure and properties of chitin whisker reinforced chitosan membranes. *International Journal of Biological Macromolecules*. **2014**, *64*, 341-346.
- [2] Chi, C. L.; Shu, J. F.; Yu, C. L.; I, K. Y.; Yesong, G. Chitosan-coated electrospun PLA fibers for rapid mineralization of calcium phosphate. *International Journal Biological Macromolecules*. **2014**, *68*, 39-47.
- [3] Schaub, N. J.; Britton, T.; Rajachar, R.; Gillbert, R. J. Engineered nanotopography on electrospan PLLA microfibers modifies raw 264.7 cell response. *Applied Materials and Interfaces*. **2013**, *5*, 10173-10184.
- [4] Bhattarai, S. R.; Bhattarai N.; Viswanathamurthi, P.; Ho K. Y.; Pyoung H. H.; Hak Y. K. Hydrophilic nanofibrous structure of polylactide; fabrication and cell affinity. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. **2006**, *78A*, 247-257.
- [5] Kaewprasertsri, W. Positively charged poly(lactic acid) fiber mat and biological response. *Master's Thesis, Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University*. **2015**.
- [6] Shigehiro, H. Chitin and chitosan as novel biotechnology materials. *Polymer International*. **1999**, *48*, 732-734.
- [7] Marguerite, R. Chitin and chitosan: properties and applications. *Progress in Polymer Science*. **2006**, *31*, 603-632.
- [8] C.K.S, P.; Willi, P.; Chandra, P. S. Chitin and chitosan polymers: chemistry, solubility, and fiber formation. *Progress in Polymer Science*. **2009**, *34*, 641-678.
- [9] Xuan, P.; Xuili, Z.; Zhaohui, T.; Xuesi, C. Polylactic acid (PLA): Research, development and industrialization. *Biotechnology Journal*. **2010**, *5*, 1125-1136.
- [10] Tantithumrongwut, A. Preparation and properties of electrospun chitosan/poly(lactic acid) nanofiber for potential application as wound dressing. *Master's Thesis, Polymer Science and Engineering, Faculty of Engineering, Silpakorn University*. **2012**.
- [11] Jing, L.; Ming, K.; Xiao, J. C.; Jing, J. L.; Wei, F. L.; Xi, G. C. A facile method preparing biodegradable chitosan derivatives with low grafting degree of poly(lactic acid). *International Journal of Biological Macromolecules*. **2011**, *49*, 1016-1021.

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวนฤมล ตันติปริญากุล เกิดเมื่อวันที่ 18 เดือนธันวาคม พ.ศ. 2538 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนสายปัญญาในพระบรมราชินูปถัมภ์ จังหวัด กรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2556 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะ วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2557

ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 35 ซอย สมเด็จพระเจ้าพระยา 11 ถนน สมเด็จพระเจ้าพระยา แขวง คลองสาน เขต คลองสาน จังหวัด กรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10600

อีเมล naruemol.tanti@hotmail.com

