ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การเปรียบเทียบประสิทธิภาพ ของสารประกอบออร์กาโนทิน บางตัวที่ใช้เป็นตัวเริ่มปฏิกิริยาแบบ โคออร์ดิเนชัน-อินเซอร์ชัน ในการเกิดพอลิเมอร์แบบเปิดวงของแอล-แลดไทด์

ชื่อผู้เขียน

นางสาวกัญญรัตน์ สุทธภักติ

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

อาจารย์ คร.โระพล วงศ์ชนะพิบูลย์ อาจารย์ คร.โรเบิร์ต มอลลอย อาจารย์ คร.วินิตา บณโยคม

ประชานกรรมการ กรรมการ กรรมการ

## บทกัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาและเปรียบเทียบประสิทธิภาพของสารประกอบออร์กาโนทิน 4 ชนิด ที่ใช้เป็นตัวเริ่มปฏิกิริยาในการเกิดพอลิเมอร์แบบเปิดวงของแอล-แลคไทด์ โดยสารประกอบออร์กาโนทินที่ ใช้ได้แก่ ไดบิวทิลทิน ไดลอเรท, สแตนนัสออก โตเอต, สแตนนัสออกชาเลต และ ไตรบิวทิลทิน เมทอกไซด์ ซึ่งได้มีการรายงานว่าสามารถนำมาใช้ในการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงของพวกเอสเทอร์ได้ โดยทำการ สังเคราะห์พอลิ(แอล-แลคไทด์) ที่อุณหภูมิ 140°C นาน 72 ชั่วโมง แล้วทำการศึกษาลักษณะเฉพาะของพอลิ (แอล-แลคไทด์) ที่ได้หลังจากทำให้บริสุทธิ์แล้ว ด้วยเทคนิดการวิเคราะห์หลายวิธีร่วมกัน (เทคนิดอินฟราเรคสเปกโทรสโกปี และ โปรตอนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์) และการวิเคราะห์ทางความร้อน (ดิฟเฟอ เรนเซียลสแกนนิ่ง แคลอรีเมตรี และกราวิเมตรี) และทำการศึกษาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ได้ (ด้วย วิธีวัดความหนืดของสารละลายเจืองาง) พบว่าน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าแตกต่างกัน โดยที่น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยความหนืดของพอลิ(แอล-แลคไทด์) ที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้ไดบิวทิลทิน โดลอเรท, สแตนนัส ออกโตเอต, สแตนนัสออกซาเลต และ ไตรบิวทิลทิน เมทอกไซด์ เป็นตัวเริ่มปฏิกิริยามี ค่าเป็น 86000, 99000, 69000, 67000 ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์ทำให้ทราบได้ว่า เมื่อใช้สภาวะในการ

ทดลองที่เหมือนกัน พอลิ(แอล-แลคไทค์) ที่ได้จากการใช้สแตนนัสออกโตเอตเป็นตัวเริ่มปฏิกิริยามีน้ำหนัก โมเลกุลมากที่สุด เมื่อพิจารณาอัตราเร็วของการเกิดปฏิกิริยาในการพอลิเมอไรเซชันพบว่า เมื่อเวลาผ่านไป ความหนืดของสารจะเพิ่มมากขึ้น โดยที่อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาเมื่อใช้สแตนนัสออกโตเอตเป็นตัวเริ่ม ปฏิกิริยา มีอัตราเร็วสูงที่สุด รองลงมาเป็นไดบิวทิลทิน ไดลอเรท, สแตนนัสออกซาเลต และไตรบิวทิลทิน เมทอกไซค์ ตามลำดับ และมีเปอร์เซนต์คอนเวอร์ชันของพอลิ(แอล-แลคไทค์) ที่ได้เมื่อทำให้บริสุทธิ์แล้วอยู่ ในช่วง 82-98% จากงานวิจัยนี้เมื่อทำการพิจารณาผลการทดลองที่ได้เทียบกับทฤษฎีที่มีอยู่ในปัจจุบัน คาด ว่ากลไกในการเกิดปฏิกิริยาในการเกิดพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง จะเป็นแบบโดออร์ดิเนชัน-อินเซอร์ทชัน ดังที่ได้แสดงไว้ในงานวิจัยนี้

Thesis Title

Comparison of the Efficiencies of Some Organotin Compounds as

Coordination-Insertion Initiators for the Ring-Opening Polymerisation of

L-Lactide

Author

Miss Kanyarat Suthapakti

M.S.

Chemistry

**Examining Committee** 

Dr. Teerapol Wongchanapiboon

Chairman

Dr. Robert Molloy

Member

Dr. Winita Punyodom

Member

## ARSTRACT

In this research project, the efficiencies of four organotin compounds as initiators for the ring-opening polymerisation of L-lactide have been studied and compared. The organotin compounds studied were dibutyltin dilaurate (DD), stannous octoate (SnOct<sub>2</sub>), stannous oxalate (SnOx) and tributyltin methoxide (TM), all of which have been reported in the literature as being effective in the ring-opening polymerisation of cyclic esters. Poly(L-lactide) (PLL) was synthesized via the ring-opening polymerisation of L-lactide in bulk at  $140^{\circ}$ C for 72 hours. The PLL samples obtained were first purified and then characterized by a range of analytical techniques combining together spectroscopy (IR and <sup>1</sup>H-NMR), thermal analysis (DSC and TGA) and molecular weight determination (dilute-solution viscometry). The main differences were in molecular weight. The viscosity-average molecular weights ( $\overline{M}_v$ ) of the PLL samples synthesized using DD, SnOct<sub>2</sub>, SnOx and TM as initiator were 86000, 99000, 69000 and 67000 respectively. These results showed that, under the reaction conditions used, SnOct<sub>2</sub> gave

the highest molecular weight. Regarding the kinetics of the polymerisation reaction, visual observations of the increase in viscosity with time suggested that the rates of reaction were in the order of  $SnOct_2 > DD$  > SnOx > TM. The final yields of the purified PLL products were all in the range of 82-98%. The results are discussed within the light of current theories regarding the exact nature of the coordination-insertion ring-opening mechanism via which these organotin compounds are believed to act.