Thesis Title Influence of Synthesis Scale on the Reaction Profile in the Bulk Copolymerisation of L-Lactide and ε-Caprolactone

Author Miss Wathuka Booncharoen

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee Asst. Prof. Dr. Winita Punyodom Chairperson

Dr. Robert Molloy Member

Dr. Kanarat Nalampang Member

ABSTRACT

The main aim of this research was to scale-up the bulk ring-opening polymerization (ROP) of L-lactide and ε-caprolactone as an indicator of the potential for commercial development. Poly(L-lactide-*co*-ε-caprolactone), PLC, of 50:50 mole % composition was synthesized via ROP using 0.1 mole % stannous octoate ($SnOct_2$) and 0.01 mole % 1-hexanol as the initiating system. The effects of synthesis scale (25 g, 250 g and 500 g) and reaction conditions such as reaction time, reaction temperature and initiator concentration on the % yield, copolymer composition,

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

molecular weight and thermal properties were studied. The reactions were carried out in a 50 ml round-bottomed flask, a 250 ml flanged reaction flask and a 1000 ml Laboratory reactor. From the results obtained, the reaction time required depends on the reactivity of the monomers, the temperature selected, the initiator concentration and the synthesis scale. For small-scale synthesis (25 g), PLC copolymer with high molecular weight and in high yield could be produced at 120°C using 0.1 mole % $SnOct_2$ and 0.01 mole % 1-hexanol for 48 hours. The molecular weight could be controlled by varying the initiator concentration. Under the same conditions, the medium-scale synthesis (250 g) required a longer reaction time of 96 hours. However, the bulk polymerization presented problems when performed on the large-scale synthesis (500 g) such as poor heat transfer and a reaction mass which solidified during the polymerization and was difficult to remove from the reactor. Scale-up undoubtedly plays an important role in the final outcome of the process and special attention has to be paid to the reactor design. The choice of suitable reaction parameters for each of the different scale reactions was another prime consideration and, from the results obtained, the influence of synthesis scale-up is discussed.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ อิทธิพลของสเกลการสังเคราะห์ที่มีต่อลักษณะของปฏิกิริยาในการโคพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ของแอลแลคไทด์และเอปไซลอนแคโพรแลคโทน

ผู้เขียน นางสาววธุกา บุญเจริญ

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร. วินิตา บุณโยดม ประธานกรรมการ
ดร. โรเบิร์ต มอลลอย กรรมการ
ดร. คณารัฐ ณ ลำปาง กรรมการ

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์หลักของงานวิจัยนี้ คือ การขยายสเกลของการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวงในบัลค์ของแอลแลคไทด์และเอปไซลอนแคโพรแลคโทนเพื่อเป็นตัวบ่งชี้ของประสิทธิภาพในการพัฒนาเชิงพาณิชย์ พอลิ(แอลแลคไทด์-โค-เอปไซลอนแคโพรแลคโทน) พีแอลซี อัตราส่วน 50:50 โดยโมล ถูกสังเคราะห์ผ่านการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง โดยใช้สแตนนัส ออกโทเอท 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยโมลและ 1-เฮกซานอล 0.01 เปอร์เซ็นต์โดยโมล เป็นระบบริเริ่มปฏิกิริยา ได้ทำการศึกษาผลของสเกลการสังเคราะห์ (25 กรัม 250 กรัม และ 500 กรัม) และสภาวะของปฏิกิริยา เช่น เวลาของปฏิกิริยา อุณหภูมิของปฏิกิริยา และความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์ผลผลิต ส่วนประกอบของโคพอลิเมอร์ น้ำหนักโมเลกุลและสมบัติทางความร้อน โดยปฏิกิริยาได้ดำเนินในขวดก้นกลม 50 มิลลิลิตร ขวดก้นแบน 250 มิลลิลิตรและ เครื่องปฏิกรณ์ระดับห้องปฏิบัติการ 1000 มิลลิลิตร จากผลที่ได้พบว่าเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับความว่องไวของมอนอเมอร์ อุณหภูมิที่เลือก ความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยาและสเกลการสังเคราะห์ สำหรับสเกลการสังเคราะห์ขนาดเล็ก (25 กรัม) พบว่าสามารถทำการสังเคราะห์โคพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงและเปอร์เซ็นต์ผลผลิตสูงโดยการพอลิเมอไรเซชันที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ใช้สแตนนัส ออกโทเอท 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยโมลและ 1-เฮกซานอล 0.01 เปอร์เซ็นต์โดย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

โมล เป็นเวลา 48 ชั่วโมง น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถควบคุมได้จากความเข้มข้นของตัวริเริ่มปฏิกิริยา ภายใต้สภาวะการสังเคราะห์เดียวกันพบว่าการสังเคราะห์ในสเกลการสังเคราะห์ขนาดกลาง (250 กรัม) ต้องการเวลาในการทำปฏิกิริยาที่นานกว่าคือ 96 ชั่วโมง อย่างไรก็ตามการพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ในสเกลการสังเคราะห์ขนาดใหญ่ (500 กรัม) มีปัญหาในการสังเคราะห์ เช่น การถ่ายเทความร้อนยาก การแข็งตัวของพอลิเมอร์ระหว่างปฏิกิริยาการพอลิเมอไรเซชัน นำเอาพอลิเมอร์ออกมาจากเครื่องปฏิกรณ์ได้ยาก การขยายสเกลการสังเคราะห์มีบทบาทที่สำคัญต่อผลผลิตที่ได้อย่างไม่ต้องสงสัย อีกทั้งยังต้องการการออกแบบอุปกรณ์การสังเคราะห์ให้มีความเหมาะสมเป็นพิเศษ การเลือกสภาวะการสังเคราะห์ที่เหมาะสมสำหรับสเกลการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันเป็นปัจจัยหนึ่งที่ต้องพิจารณาและจากผลการทดลองได้วิจารณ์อิทธิพลของสเกลการสังเคราะห์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved