



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและศึกษาสมบัติแผ่นเส้นใยโครงสร้างขนาดนาโนจากสารละลายไหม

ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อการประยุกต์ใช้ในชีววิทยาทางการแพทย์

Preparation and properties of non-woven mats nanofibers from silk solution
with electrospinning method for biomedical applications

โดย

นายสายันต์ แสงสุวรรณ

มิถุนายน 2556



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การเตรียมและศึกษาสมบัติแผ่นเส้นใยโครงสร้างขนาดนาโนจากสารละลายไหม

ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อการประยุกต์ใช้ในชีววิทยาทางการแพทย์

Preparation and properties of non-woven mats nanofibers from silk solution with
electrospinning method for biomedical applications

คณะผู้วิจัย

สังกัด

นายสายันต์ แสงสุวรรณ

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

ประจำปีงบประมาณ 2552-2553

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย ม.อบ. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทสรุปผู้บริหาร

เส้นใยพอลิเมอร์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ระดับมิลลิเมตรลงไปถึงระดับนาโนเมตรมีประโยชน์หลายด้าน เช่น เป็นเส้นใยเสริมแรงในคอมพอสิตเส้นใย เป็นชั้นพื้นผิวป้องกันการเปียกน้ำในเสื้อผ้า เป็นตัวกรองเมมเบรนที่มีประสิทธิภาพสูงและใช้ในวิศวกรรมเนื้อเยื่อ (tissue engineering) เช่น สร้างแผ่นโครงร่างเนื้อเยื่อสำหรับให้เซลล์เจริญเติบโต การปลูกถ่ายเส้นเลือด การตกแต่งบาดแผลและระบบการนำส่งยา เป็นต้น เนื่องจากเส้นใยนาโนมีอัตราส่วนระหว่างปริมาณพื้นผิวต่อปริมาตรสูงจึงทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของเซลล์และการเพิ่มจำนวนอย่างรวดเร็วในกระบวนการการเกิดเนื้อเยื่อ การสร้างแผ่นเส้นใยพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายตัวทางชีวภาพให้มีความเป็นรูพรุนสูง มีหลายวิธีการ/เทคนิคประกอบด้วย การสร้างพันธะกับเนื้อเยื่อ การทำโซลเวนต์แคสตีง การกรองอนุภาค การแยกเฟส การทำให้แห้งโดยวิธีอบเย็นแบบอิมัลชัน การทำก๊าซโฟมมิ่งและเทคนิคการพิมพ์แบบ 3 มิติ อย่างไรก็ตาม พบว่าเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเป็นวิธีการง่ายและไม่ซับซ้อนจึงได้เปรียบและดึงดูดใจอย่างมากสำหรับใช้สร้างแผ่นเส้นใยสำหรับสร้างเนื้อเยื่อ เนื่องจากโครงสร้างที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กที่ได้จากวิธีอิเล็กโตรสปินนิงทำให้อัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงและมีสัณฐานวิทยาคล้ายกับเนื้อเยื่อธรรมชาติ นอกจากนี้แล้วยังพบว่าประจุไฟฟ้าสถิตย์ของเส้นใยที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเมื่อประยุกต์ใช้เป็นตัวกรองเมมเบรนสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการกรองให้ดีขึ้น

ในปัจจุบัน วัสดุชีวภาพทางพอลิเมอร์ที่เข้ากันได้สิ่งมีชีวิตและสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ กำลังได้รับความสนใจในการนำมาขึ้นรูปเป็นแผ่นเส้นใยสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อ วัสดุเหล่านี้ประกอบด้วย คอลลาเจน พอลิแล็กโกลิโคไลด์ โพลีแล็กติกแอซิด โพลีไกลโกลิโคลิกแอซิด และพอลิคาโพรแล็คโทน อย่างไรก็ตาม วัสดุเหล่านี้มักมีสมบัติเชิงกลไม่ดีเพียงพอและมักเหนียวนำไปเกิดการอักเสบขึ้นภายในเนื้อเยื่อ ดังนั้นด้วยคุณสมบัติเชิงกลที่ดีของเส้นใยไหม (อันเนื่องมาจากโครงสร้างบีตาชีท) ทำให้เส้นใยจากไหมมีศักยภาพเป็นตัวแข่งขันที่มีสมบัติเฉพาะตัวสำหรับใช้เป็นวัสดุปลูกในการผลิตเป็นแผ่นเส้นใยสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อจึงทำให้เกิดความสนใจครั้งใหม่ขึ้นในหมู่นักวิจัยในการใช้ประโยชน์จากเส้นใยไหมเพื่อประยุกต์ใช้ในทางชีววิทยาทางการแพทย์เนื่องจากสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมและการย่อยสลายได้เอง ไหมเลี้ยงได้รับความสนใจมายาวนานกว่า 5000 ปี ไม่ใช่เฉพาะเรื่องสมบัติทางเส้นใยในเรื่องของเนื้อผ้า ความคงทน และการย้อมสีเท่านั้น แต่ยังถูกนำไปใช้ในพวกเครื่องสำอางที่เป็นครีม โลชั่น เครื่องแต่งหน้า แป้ง สบู่อาบน้ำและทางด้านยาอีกด้วย และไหมที่ได้จากตัวหนอนไหมยังมีการใช้อย่างกว้างขวางในทางการค้า เช่น เป็นไหมเย็บแผลที่ย่อยสลายได้เองในช่วงหลายทศวรรษที่ผ่านมา

การประยุกต์ใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อเตรียมแผ่นเส้นใยไหมนาโนสำหรับสร้างเนื้อเยื่อที่มีรูพรุนสูงมากมายนั้น มีหลายๆปัจจัยที่ต้องควบคุมและปรับปรุงสำหรับสารละลายตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงไปเพื่อให้ได้สัณฐานวิทยาที่เหมาะสมในการนำไปใช้ประโยชน์ด้านต่างๆ โดยในตอนเริ่มต้นของการทำวิจัยด้านอิเล็กโตรสปินนิงนั้นประสบปัญหาหลายด้าน เช่น การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมและการควบคุมการเปลี่ยนรูปแบบการจัดเรียงตัวของไฟโบรอินในระหว่างการทำอิเล็กโตรสปินนิงโดยตัวทำละลายที่ใช้ในการละลายไหมจะต้องไม่ไปรบกวนการเข้ากันได้เมื่อนำไปใช้ในเซลล์ไม่ว่าจะอยู่ในรูปแบบ *in vitro* หรือ *in vivo* ก็ตาม การคงรูปของโครงสร้างอันดับสอง (เบตาชีท) ของไหมในเส้นใยที่ผลิตโดยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อทำให้ได้สมบัติเชิงกลที่เหมาะสม นอกจากนี้แล้วปัญหาของตัวทำละลายที่อาจจะตกค้างอยู่ในเส้นใยไหมที่เตรียมได้ก็เป็นปัญหาหากว่าต้องนำไปใช้กับเนื้อเยื่อ ในกรณีที่มีการผสมพอลิเมอร์ตัวอื่นลงไปด้วยเพื่อเพิ่มการเป็นเส้นใย นอกจากนี้ แม้ในปัจจุบันนี้จะมีการทำวิจัยการผลิตเส้นใยนาโนจากไหมเพิ่มมากขึ้นก็ตาม แต่ปัญหาเรื่องการหาตัวทำละลายที่ดี การหาวิธีการ/เทคนิคเพื่อให้ได้เส้นใยที่มีความเสมอภาคกัน ยังเป็นโจทย์วิจัยที่นักวิจัยยังต้องทำวิจัยกันอย่างทั้งในเชิงลึกและเชิงกว้างกันอย่างต่อเนื่อง นอกจากนี้แล้วมีหลายงานวิจัยที่ได้รายงานว่าตัวแปรที่มีอิทธิพลอย่างมากต่อขนาดและลักษณะของเส้นใยที่เตรียมได้ คือ ตัวแปรของการขึ้นรูป ซึ่งประกอบไปด้วย ความเข้มข้นของสารละลาย ความหนืดของสารละลาย สนามไฟฟ้า ชนิดของตัวทำละลาย ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นโลหะรองรับ

อัตราการไหลของสารละลายและมุมระหว่างปลายเข็มกับแผ่นโลหะรองรับ ตลอดจนยังพบว่ามีการวิจัยค่อนข้างน้อยที่รายงานความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของเส้นใยนาโนไม่ว่าทั้งในทางตรงและทางอ้อมและโดยเฉพาะในตัวอย่างเส้นใยนาโนของไหม

ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้ จึงสนใจ (1) สร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งอย่างง่าย แต่เป็นเทคโนโลยีใหม่ที่สามารถผลิตเส้นใยนาโนจากทั้งพอลิเมอร์ทั่วไปและพอลิเมอร์ธรรมชาติได้ (2) ต้องการศึกษาวิธีการเตรียมแผ่นเส้นใยโครงร่างขนาดนาโนจากสารละลายโปรตีนจากไหมด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง (3) ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในขบวนการทำอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งจากสารละลายไหมเพื่อสร้างแผ่นเส้นใยโครงร่างสำหรับสร้างเนื้อเยื่อเพื่อประยุกต์ใช้ในทางชีววิทยาการแพทย์ โดยมีวัตถุประสงค์ให้ได้รับเส้นใยในระดับนาโนที่มีขนาดเสมอกันด้วยวิธีการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง และ (4) ศึกษาความสัมพันธ์ของตัวแปรการขึ้นรูปต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยและสมบัติอื่นๆ ของเส้นใย เช่น สมบัติสัมพันธวิทยา สมบัติทางความร้อน เป็นต้น เพื่อใช้เป็นข้อมูลสำหรับการวิจัยขั้นสูงต่อไปสำหรับการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์

1. วัตถุประสงค์หลัก

1. เพื่อสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งเพื่อใช้สำหรับการผลิตเส้นใยนาโน
2. เพื่อศึกษาการขึ้นรูปแผ่นเส้นใยโครงร่างระดับนาโน (non-woven mats) จากสารละลายไหมด้วยวิธีการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งเพื่อใช้สำหรับการประยุกต์ใช้ในชีววิทยาทางการแพทย์
3. เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ในการขึ้นรูปต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหม สัมพันธวิทยา สมบัติทางความร้อน และสมบัติการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเนื่องจากความร้อนของแผ่นเส้นใยไหมระดับนาโนที่เตรียมได้
4. เพื่อศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นเส้นใยไหมระดับนาโนให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางที่มีความเสมอกัน

2. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

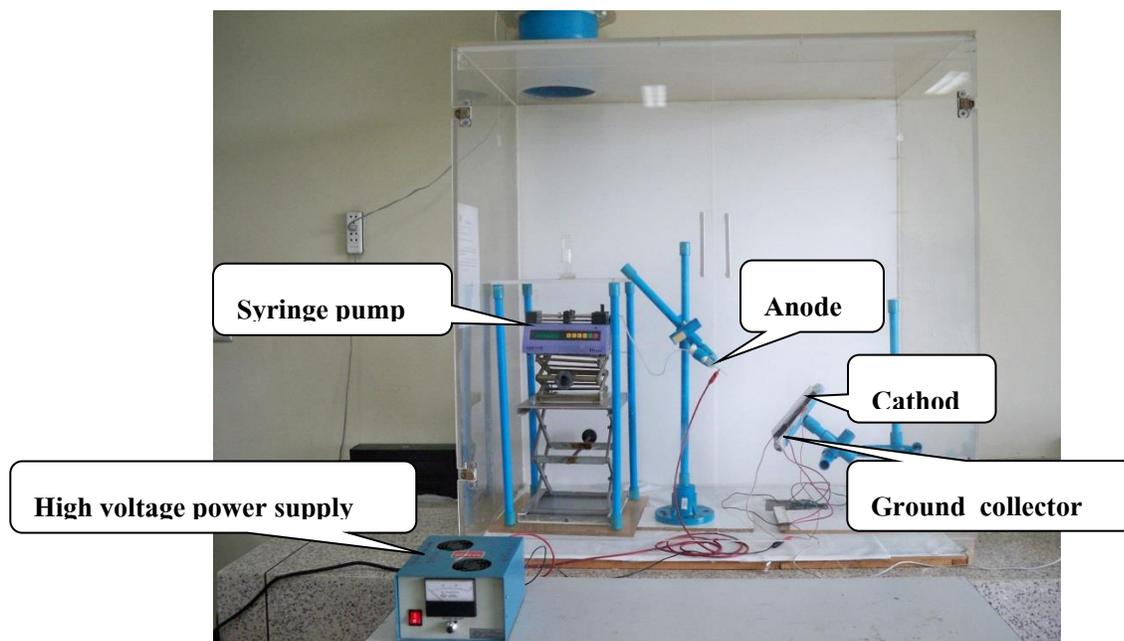
1. ได้เครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง 1 ชุด ประกอบด้วย เครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ไซริงปั๊ม (syringe pump) พร้อมอุปกรณ์ต่อพ่วงกับเข็มฉีดตัวอย่าง แผ่นรองรับ 2 แบบ และ ตู้สำหรับวางเครื่องมือและสร้างเส้นใย ซึ่งจะเป็นประโยชน์อย่างมากสำหรับงานวิจัยทางด้านเส้นใยนาโนในอนาคต โดยเครื่องมือนี้สามารถผลิตเส้นใยระดับนาโนทั้งจากพอลิเมอร์ทั่วไปและจากพอลิเมอร์ธรรมชาติ เช่น โปรตีนไหม พอลิเมอร์ธรรมชาติ เป็นต้น หรือสามารถผลิตเส้นใยนาโนคอมพอสิตในกรณีที่เป็นสารพอลิเมอร์สังเคราะห์หรือสารพอลิเมอร์ธรรมชาติเป็นเมทริกซ์ได้และเส้นใยนาโนที่เตรียมได้จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ต่อไป เช่น สำหรับชีววิทยาทางการแพทย์ ด้านนาโนคอมพอสิต ด้านทางเภสัชเคมี การปลดปล่อยยา เป็นต้น
2. จะได้รับเส้นใยนาโนจากสารละลายไหมซึ่งผลิตโดยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง ซึ่งจะสามารถนำไปวิจัยต่อเนื่องถึงการใช้ประโยชน์ในทางการแพทย์เพื่อเป็นแผ่นโครงสร้างสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อต่อไป
3. ทราบความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของเส้นใยไหมนาโนที่เตรียมด้วยตัวแปรต่าง ๆ กัน อันจะนำไปสู่การช่วยทำนายขนาดและสมบัติของเส้นใยได้ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงสถานะใหม่ได้ ซึ่งจะช่วยทำให้ประหยัดเวลาและสารเคมีในการหาสภาวะที่เหมาะสม
4. สามารถพัฒนานำไปสู่การผลิตในเชิงอุตสาหกรรมได้ในอนาคต อันจะช่วยลดปัญหาการนำเข้าเทคโนโลยีจากต่างประเทศ
5. เพิ่มศักยภาพในการวิจัยให้นักวิจัยและสร้างความเข้มแข็งในทางวิชาการให้กับนักศึกษาปริญญาโท

6. สามารถนำไปใช้เป็นองค์ความรู้ที่จะใช้ในการวิจัยต่อยอดต่อไปในการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ต่อไป

3. แนวทางการทำวิจัย

3.1 การสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์อย่างง่ายเพื่อใช้ผลิตเส้นใยนาโน

1. โดยทำการติดตั้ง power supply source ที่สามารถให้ศักย์ไฟฟ้าได้สูงถึง 30 kV และสามารถปรับแต่งค่าความต่างศักย์ได้ เข้ากับชุดขาตั้งสำหรับยี่ห้อ syringe
2. เตรียมแผ่นรองรับเส้นใยที่เป็นโลหะทองแดง 2 แบบ คือ อยู่นิ่งกับที่ และ แบบหมุนได้
3. เตรียมการจัดวางมุมของ syringe กับแผ่นรองรับ โดยจะวางตัวในแนวตั้ง แนวนอน หรือ ทำมุมกับแผ่นรองรับ 45 องศา โดยจะทำการศึกษาในทั้งสามแบบนี้เพื่อหาว่าแบบใดเหมาะสมสำหรับชุดเครื่องมือที่ติดตั้งขึ้น
4. เตรียมชุด syringe pump ให้สามารถปรับอัตราการไหลด้วยการสั่งงานด้วยการปรับมือ
5. ทำการต่อชุดสายไฟฟ้าต่างๆเข้ากับชุดอุปกรณ์ทั้งหมด เพื่อทดสอบว่าสามารถทำงานได้หรือไม่ หากไม่ได้จะทำการแก้ไขให้สามารถใช้งานได้ต่อไป โดยภาพของเครื่องมือที่ประกอบเสร็จแล้วเป็นดังรูปด้านล่าง โดยได้ทดสอบเครื่องมือจากการขึ้นรูปเส้นใยจากสารละลายพอลิเมอร์ก่อน เมื่อระบบเสถียรแล้วจึงจะนำไปใช้กับตัวอย่างที่เป็นสารละลายใหม่ต่อไป



รูปที่ 1 ภาพชุดเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ที่ประกอบขึ้นในโครงการวิจัย

3.2 การเตรียมสารละลายไหมเพื่อใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโน

1. ทำการลอกกาวไหม (degummed process) เพื่อทำการกำจัดเซรีซิน (กาวไหม) ออกไปก่อน โดยตัวอย่างไหมที่จะนำมาใช้ในการทดลองครั้งนี้ จะมีอยู่ 2 แบบ คือ จากรังไหมโดยตรง และ จากเส้นไหมดิบ
2. โดยสารละลายที่ใช้ในการลอกกาว ก็จะใช้ NaHCO_3 ที่ความเข้มข้น 50 wt% โดยนำไหมดิบไปต้มกับสารละลายดังกล่าว หลังจากนั้นก็นำไหมที่ผ่านการต้มไปล้างน้ำ 4-5 ครั้งเพื่อทำให้เส้นไหมที่ได้มีความเป็นกลางและสะอาดเพื่อเตรียมพร้อมสำหรับการทำเป็นสารละลายไหมต่อไป
3. นำไหมที่ได้จากข้อ 2 ไปละลายในระบบตัวทำละลาย $\text{CaCl}_2/\text{H}_2\text{O}/\text{EtOH}$ (1:8:2), 9.3 LiBr, และ 50wt% CaCl_2 จากนั้นกรองเอาสารละลายที่ได้ใส่ถุง Cellulose tubular membrane แล้วนำไปทำการ dialysis ในน้ำเป็นเวลา 3 วัน โดยทำการเปลี่ยนน้ำใหม่ทุกวัน เพื่อหาระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมผงไหมที่เหมาะสมในการเป็นสารละลายที่เหมาะสมสำหรับการฉีดด้วยอิเล็กโตรสปินนิง
4. จากนั้นกรองเอาสารที่ได้จากการทำ dialysis ไปทำให้แห้งด้วยเครื่อง freeze dryer ซึ่งจะทำให้ได้ผงไหมสำหรับเตรียมเป็นสารละลายสำหรับฉีดต่อไป

3.3 การขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

ทำการละลายผงไหมที่ความเข้มข้นต่างๆ 6-20 % (w/v) ด้วยตัวทำละลายกรด Formic 99% เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายไหมที่เตรียมได้ มาบรรจุลงสายยางที่ต่อกับ glass syringe เพื่อนำไปเตรียมฉีดด้วยเครื่องอิเล็กโตรสปินนิง โดยในการศึกษาครั้งนี้ จะแปรตัวแปรของ

1. ความเข้มข้นของสารละลายไหม
2. ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้
3. ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นภาชนะรองรับ
4. ระบบการฉีด (แนวตั้ง แนวเฉียง และแนวนอน)

นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างไหม (SF) กับ PVP ด้วย โดยเลือกใช้สภาวะที่เหมาะสมจากระบบที่ได้จากการขึ้นรูปเส้นใยไหมมาปรับใช้ โดยจะทำการแปรอัตราส่วนผสมจาก 8:2, 6:4, 5:5, 4:6 และ 8:2 อัตราส่วนโดยน้ำหนัก เพื่อหาอัตราส่วนผสมที่เหมาะสม

3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแผ่นเส้นใยไหมและเส้นใยผสมที่เตรียมได้

1. ทำการศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิค SEM เพื่อหาขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย
2. หาโครงสร้างทางเคมีและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค FTIR และ เทคนิค WAXD ตามลำดับ
3. ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนและความเสถียรต่อความร้อนด้วยเทคนิค DSC และ TG-DTA ตามลำดับ

4. ระยะเวลาทำการวิจัย

ระยะเวลาทำการวิจัย จำนวน 2 ปี เริ่มต้นจาก 1 ตุลาคม 2551 สิ้นสุด 30 กันยายน 2553 และ ได้ขยายเวลา ถึง 28 มิ.ย. 2556

5. งบประมาณการวิจัย

งบประมาณการวิจัยรวมเท่ากับ 904,200 บาท โดยเป็นงบประมาณในปี 2552 จำนวน 484,000 บาท และ ในปีงบประมาณ 2553 จำนวน 420,200 บาท

6. ผลสำเร็จที่ได้

ผลผลิตที่ได้จากงานวิจัยในปีงบประมาณ 2552 คือ ได้ชุดเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ป็นอย่างง่ายจำนวน 1 ชุด สำหรับใช้ขึ้นรูปเส้นใยนาโนต่อไปในอนาคต พร้อมทั้งได้ทดสอบว่าเครื่องมือสามารถทำงานได้ดีเป็นไปตามที่คาดหวัง และได้ตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมผงไหม้วัตถุดิบตั้งต้นในสร้างเส้นใยนาโนไหม คือ ลิเทียมโบรไมด์ (LiBr) ความเข้มข้น 9.3 โมลาร์ และได้ตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับละลายผงไหมให้เป็นสารละลายไหมก่อนที่จะนำไปขึ้นรูป คือ กรดฟอร์มิก 99% เมื่อสิ้นปีที่ 1 ของโครงการวิจัย

ผลผลิตที่ได้จากงานวิจัยในปีงบประมาณ 2553 คือ ได้ทราบถึงอิทธิพลของตัวแปรการขึ้นรูปต่างๆที่มีผลต่อสัณฐานวิทยา ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยที่มีความสม่ำเสมอและมีความเรียบ โดยสภาวะที่เหมาะสมคือ ความเข้มข้นของสารละลายไหมเท่ากับ 15% w/v ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้คือ 15 kV และ ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเท่ากับ 15 cm เมื่อกำหนดให้อัตราการไหลคงที่เท่ากับ 1 mL/h และทำการฉีดในแนวเฉียงมุม 45° และสามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้พร้อมทั้งทราบสมบัติต่างๆของเส้นใย และจะใช้เป็นฐานข้อมูลสำหรับการวิจัยขั้นสูงต่อไป เมื่อสิ้นปีที่ 2 ของโครงการวิจัย

บทคัดย่อ

เป้าหมายของงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์หลักอยู่ 3 ประการคือ 1. การสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ที่ง่ายเพื่อใช้ในการสร้างเส้นใยนาโน 2. การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับขึ้นรูปเส้นใยนาโนของไหมให้มีความสม่ำเสมอและ 3. การสร้างเส้นใยผสมของไหมผสม SF/PVP พร้อมทั้งศึกษาสมบัติต่างๆของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้จากการทดลองพบว่าประสบความสำเร็จในการสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ที่ง่ายจำนวน 1 ชุด และพบว่าระบบการฉีดแนวเฉียงมุม 45 องศาเหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้เตรียมเส้นใยไหม สำหรับระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยไหมไฟโบรอินเพื่อเตรียมเป็นผงไหม (silk sponge) คือ 9.3 M LiBr สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยไหมไฟโบรอินที่มีความสม่ำเสมอประกอบด้วย ความเข้มข้นของสารละลายไหมเท่ากับ 15 % w/v ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้เท่ากับ 15 kV และระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเท่ากับ 15 cm สำหรับการเตรียมเส้นใยผสม SF/PVP พบว่าอัตราส่วนผสมที่เหมาะสมคือ 5:5 และการเติม PVP ลงไปใน SF ช่วยทำให้การขึ้นรูปดีขึ้นและทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยเล็กลงด้วย (236 nm)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างเคมีของเส้นใยที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค FTIR พบว่าเส้นใยไหมมีโครงสร้างทางเคมีคล้ายคลึงกันโดยพบแบนด์การดูดกลืนที่เลขคลื่น 1650 ซึ่งเป็น amide I (C=O stretching) และพบพีคของ amide II (-NH₂ stretching) ที่เลขคลื่น 1564, 1544, 1520 และ 1507 cm⁻¹ ขณะที่พีคของ amide III (β - sheet structure) พบเป็นพีคเล็กๆที่เลขคลื่น 1280 cm⁻¹ สำหรับเส้นใยผสม SF/PVP ก็พบเอกลักษณ์เฉพาะตัวของทั้งส่วนของ SF และ PVP ซึ่งยืนยันว่าสามารถสร้างเส้นใยผสมได้ การศึกษาสมบัติทางโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าเส้นใยไหมและเส้นใยผสมมีลักษณะผลึกเป็นอสัณฐานเป็นส่วนใหญ่ผสมอยู่โครงสร้างผลึกของเบต้าชีทจำนวนเล็กน้อย การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่าเส้นใยไหมที่เตรียมได้ในแต่ละความเข้มข้นมีพฤติกรรมทางความร้อนใกล้เคียงกัน ความเข้มข้นของไหมไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อพฤติกรรมทางความร้อน และการศึกษาสมบัติความเสถียรต่อความร้อนด้วยเทคนิค TGA พบว่าเส้นใยไหมมีความเสถียรต่อความร้อนสูงโดยจะเริ่มเกิดการเสถียรภาพของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิประมาณ 252-257 °C แต่ในของเส้นใยผสม SF/PVP พบว่าการเติม PVP สามารถเพิ่มความเสถียรต่อความร้อนของเส้นใยไหมได้

Abstract

The aims of this work consisted of 3 main proposes: 1. to set-up the simple electrospinning machine for fabricating the nanofibers, 2. to optimize the processing condition of electrospinning of silk fibroin nanofibers and 3. to fabricate the blend nanofibers of silk fibroin (SF) and polyvinyl pyrrolidone (PVP) and determine the properties of SF and SF/PVP nanofibers. The simple electrospinning was successfully set-up in our work. The diagonal way of spinning was suitable for fabricating the silk fibroin nanofibers. The suitable solvent using for making the powder of silk sponge was found to be 9.3 M LiBr. And the optimum conditions for making the uniform nanofibers consisted of silk concentration of 15 % w/v, high voltage power supply of 15 kV and the target to collector distance (TCD) of 15 cm. For blending of SF and PVP, the best composition yielding the smooth and uniform nanofibers was 5:5 by weight. Moreover, it was also found that addition of PVP could help the electrospinning process to be easier and better way as well as reduction of fiber diameter (236 nm).

The chemical structure of the obtained silk nanofibers and its blends was characterized by FTIR. It was found that all SF and SF/PVP nanofibers presented the similar spectra indicating that they have similar chemical structures. The FTIR peaks presented absorption peaks at 1650 cm^{-1} corresponding to amide I (C=O stretching) and amide II peaks (-NH₂ stretching) at 1564, 1544, 1520 and 1507 cm^{-1} . While the small peak of amide III (β – sheet structure) was also found and located at 1280 cm^{-1} . Moreover, the characteristic peaks of both SF and PVP were also found in the FTIR spectra of SF/PVP nanofibers. These evidences confirmed that the SF/PVP blend nanofibers were successfully prepared. From XRD patterns, it was found that SF and SF/PVP nanofibers presented a amorphous material (random coils) combining with a small amount of β – sheet structure. The thermal properties of SF and SF/PVP nanofibers were investigated by DSC technique. And it was found that all nanofibers have a similar behavior. The concentration of silk solution had no effect on the thermal properties. Finally, the thermal stability test of SF and SF/PVP nanofibers were measured using TGA technique. It was found that the obtained nanofibers started to decompose at 252-257 °C. Fortunately, addition of PVP into SF was found to improve the thermal stability of the SF/PVP nanofibers.

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สามารถเสร็จสมบูรณ์ได้เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือจากนักศึกษาปริญญาโท นางสาวศุภลียา ครอบงูญ และนักศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาเคมี ของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี ที่ได้ร่วมกันช่วยทำงานเป็นอย่างดีเป็นส่วนหนึ่งของโครงการพิเศษ (special project) ในหลักสูตรสาขาเคมีซึ่งประกอบด้วย นายไชยา พรหมใส นางสาวพรทิพย์ โพธิสาขา นางสาวกรรณกาญจน์ แก้วนิมิตร นางสาวสุจิตรา วังแก้ว

ขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่/อาจารย์ประจำภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี สำหรับความอนุเคราะห์/สนับสนุนอุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีต่างๆ ในการทำการทดลอง

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.อรัญญา พิมพ์มงคล ที่กรุณาให้คำแนะนำและอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope เพื่อศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใย

ขอขอบคุณ บุคลากร ภาควิชาฟิสิกส์ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่อง X-Ray Diffraction (XRD) เพื่อใช้ศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใย

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณแหล่งทุนที่สนับสนุนให้งานวิจัยนี้เกิดขึ้น คือ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.) และมหาวิทยาลัยอุบลราชธานีที่ได้ให้ทุนสนับสนุนงานวิจัยในครั้งนี้

ผู้วิจัย

สารบัญ

	หน้า
บทสรุปผู้บริหาร.....	iii
บทคัดย่อภาษาไทย.....	v
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	vi
กิตติกรรมประกาศ	vii
บทที่	
1. บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย)	1
1.2 วัตถุประสงค์หลักของโครงการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย.....	3
2. ทฤษฎีและแนวคิด.....	3
2.1 กระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง	3
2.1.1 การขึ้นรูปเส้นใยในระดับไมโครเมตร	3
2.1.2 วิธีการขึ้นรูปเส้นใยนาโน	3
2.1.3 การขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยวิธีอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง	4
2.2 ปัจจัยที่ผลต่อการขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง	7
2.3 เทคนิคในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยนาโน	10
2.4 ไหมและสมบัติของไหม	10
2.4.1 เส้นใยธรรมชาติ	11
2.4.2 ประเภทของไหม	12
2.4.3 ส่วนประกอบของเส้นไหม	13
2.4.4 สมบัติทางเคมีของไหม	15
2.4.5 องค์ประกอบทางโครงสร้างของไหม	17
2.3 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง	18
3. การทดลอง	20
3.1 เครื่องมือ	20
3.2 สารเคมี	20
3.3 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง	21
3.4 การสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งอย่างง่ายเพื่อใช้ผลิตเส้นใยนาโน	21
3.5 การเตรียมสารละลายไหมเพื่อใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโน	21
3.6 การขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง	22
3.7 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแผ่นเส้นใยไหมและเส้นใยนาโนที่เตรียมได้	22
4. ผลการทดลองและวิจารณ์	23
4.1 การสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งอย่างง่าย	23
4.2 การทดสอบระบบเครื่องมือที่สร้างขึ้น	27
4.3 ระบบตัวทำลายที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมผงไหม	31
4.4 การหาสถานะที่เหมาะสมของตัวแปรการขึ้นรูปเส้นใยไหม	34
4.4.1 ผลกระทบของความเข้มข้นสารละลายไหมต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย	34

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4.2 ผลกระทบของศักย์ไฟฟ้าที่ให้ต่อสัณฐานวิทยาและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเส้นใย	40
4.4.3 ผลกระทบของระยะห่างจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับ (TCD) ต่อสัณฐานวิทยาและเส้นผ่านศูนย์กลางกลางเส้นใยนาโนไหม	43
4.5 การขึ้นรูปเส้นใยผสมระหว่างไหม (SF) กับ PVP ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง	47
4.6 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆของเส้นใย	53
4.6.1 การศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยไหมด้วยเทคนิค FTIR	53
4.6.2 การศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยไหมด้วยเทคนิค X-ray diffractions	54
4.6.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC	54
4.6.4 การศึกษาสมบัติความเสถียรทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA	57
4.7 การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยผสม SF/PVP	58
5. สรุปผลการทดลอง	61
เอกสารอ้างอิง	63
ภาคผนวก	66

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

เส้นใยพอลิเมอร์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ระดับมิลลิเมตรลงไปถึงระดับนาโนเมตรมีประโยชน์หลายด้าน เช่น เป็นเส้นใยเสริมแรงในคอมพอสิตเส้นใย เป็นชั้นพื้นผิวป้องกันการเปียกน้ำในเสื้อผ้า เป็นตัวกรองเมมเบรนที่มีประสิทธิภาพสูงและใช้ในวิศวกรรมเนื้อเยื่อ เช่น สร้างแผ่นโครงร่างเนื้อเยื่อสำหรับให้เซลล์เจริญเติบโต การปลูกถ่ายเส้นเลือด การตกแต่งบาดแผลและระบบการนำส่งยาเป็นต้น เนื่องจากเส้นใยนาโนมีอัตราส่วนระหว่างปริมาณพื้นผิวต่อปริมาตรสูงจึงทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของเซลล์และการเพิ่มจำนวนอย่างรวดเร็วในขบวนการการเกิดเนื้อเยื่อ การสร้างแผ่นเส้นใยพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายตัวทางชีวภาพให้มีความเป็นรูพรุนสูง มีหลายวิธีการ/เทคนิคประกอบด้วย การสร้างพันธะกับเนื้อเยื่อ การทำโซลเวนต์แคสตีง การกรองอนุภาค การแยกเฟส การทำให้แห้งโดยวิธีอบเย็นแบบอิมัลชัน การทำก๊าซโฟมมิ่งและเทคนิคการพิมพ์แบบ 3 มิติ อย่างไรก็ตามพบว่าเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเป็นวิธีการง่าย ๆ และไม่ซับซ้อนจึงได้เปรียบและที่ดึงดูดใจอย่างมากสำหรับใช้สร้างแผ่นเส้นใยสำหรับสร้างเนื้อเยื่อ เนื่องจากโครงสร้างที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กที่ได้จากวิธีอิเล็กโตรสปินนิงทำให้มีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงและมีสัญญาณวิทยาล้ายกับเนื้อเยื่อธรรมชาติ นอกจากนี้แล้วยังพบว่าประจุไฟฟ้าสถิตย์ของเส้นใยที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเมื่อประยุกต์ใช้เป็นตัวกรองเมมเบรนสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการกรองให้ดีขึ้น^[1-4]

ในปัจจุบัน วัสดุชีวภาพทางพอลิเมอร์ที่เข้ากันได้สิ่งมีชีวิตและสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพกำลังได้รับความสนใจในการนำมาขึ้นรูปเป็นแผ่นเส้นใยสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อ วัสดุเหล่านี้ประกอบด้วย คอลลาเจน พอลิแลคติก ไทลโคไกลโคไลด์ พอลิแลคติกเอซิด พอลิไกลโคลิกเอซิด และพอลิคาโปรแลคโทน อย่างไรก็ตาม วัสดุเหล่านี้มักมีสมบัติเชิงกลไม่ดีเพียงพอและมักเหนียวนำไปเกิดการอักเสบขึ้นภายในเนื้อเยื่อ ดังนั้นด้วยคุณสมบัติเชิงกลที่ดีของเส้นใยไหม (อันเนื่องมาจากโครงสร้างปีต้าซิท) ทำให้เส้นใยจากไหมมีศักยภาพเป็นตัวแข่งขันที่มีสมบัติเฉพาะตัวสำหรับใช้เป็นวัสดุหลักในการผลิตเป็นแผ่นเส้นใยสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อจึงทำให้เกิดความสนใจครั้งใหม่ขึ้นในหมู่นักวิจัยในการใช้ประโยชน์จากเส้นใยไหมเพื่อประยุกต์ใช้ในทางชีววิทยาทางการแพทย์เนื่องด้วยสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมและการย่อยสลายได้เอง ไหมเลี้ยงได้รับความสนใจมายาวนานกว่า 5000 ปี ไม่ใช่เฉพาะเรื่องสมบัติทางเส้นใยในเรื่องของเนื้อผ้า ความคงทน และการย้อมสีเท่านั้น แต่ยังถูกนำไปใช้ในพวกเครื่องสำอางที่เป็นครีม โลชั่น เครื่องแต่งหน้า แป้งสบู่อาบน้ำและทางด้านยาอีกด้วย และไหมที่ได้จากตัวหนอนไหมยังมีการใช้อย่างกว้างขวางในทางการค้า เช่น เป็นไหมเย็บแผลที่ย่อยสลายได้เองในช่วงหลายทศวรรษที่ผ่านมา^[5-11]

การทำอิเล็กโตรสปินนิงจากรังไหมและจากใยแมงมุมได้ถูกรายงานครั้งแรกโดย Zarkoob และคณะ^[12-14] โดยละลาย 0.23 – 1.2 wt% ไหมใน hexafluoro-2-propanol (HFIP) และสามารถผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 6.5 – 200 nm ซึ่งมีระดับของความเป็นผลึกเทียบเท่ากับเส้นใยธรรมชาติของพวกไหมเอง ต่อมา Jin และคณะ^[2] และ Ohgo และคณะ^[10] ได้ประยุกต์ใช้เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อเตรียมแผ่นเส้นใยไหมนาโนสำหรับสร้างเนื้อเยื่อที่มีรูพรุนสูงมาก ๆ นั่นคือมีเส้นผ่านศูนย์กลางระดับนาโน โดยในตอนเริ่มต้นของการทำวิจัยด้านอิเล็กโตรสปินนิงนั้นประสบปัญหาหลายด้าน เช่น การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสม^[15] และการควบคุมการเปลี่ยนรูปแบบการจัดเรียงตัวของไฟโบรอินในระหว่างการทำอิเล็กโตรสปินนิง โดยตัวทำละลายที่ใช้ในการละลายไหมจะต้องไม่ไปรบกวนการเข้ากันได้เมื่อนำไปใช้ในเซลล์ไม่ว่าจะอยู่ในรูปแบบ in vitro หรือ in vivo ก็ตาม การคงรูปของโครงสร้างอันดับสอง (เบต้าซิท) ของไหมในเส้นใยที่ผลิตโดยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อให้ได้สมบัติเชิงกลที่เหมาะสม Jin ได้ผลิตเส้นใยจากของผสมระหว่าง poly(ethylene oxide) (PEO) และไหมด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงโดยใช้สารละลาย HFIP พบว่าได้เส้นใยที่มีขนาดเท่ากัน (800 ± 100 nm) แต่เนื่องจากใช้ PEO จึงอาจมีผลกระทบต่อสมบัติเชิงกลและการเข้ากันได้กับเนื้อเยื่อ ต่อมา Ohgo ใช้ตัวทำละลาย hexafluoroacetone-hydrate (HFA) สำหรับการเตรียมไหมแบบรีคอมบินেন্টพบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยที่เตรียมได้โดยใช้ตัวทำละลายนี้เท่ากับ 300 nm ซึ่ง HFA-hydrate อาจช่วยทำให้เกิดความเข้ากันได้มากขึ้นและมีการใช้เมทานอลในการชะล้าง

HFA ออกไปซึ่งนำไปสู่การทำให้เส้นใยเกิดการหดตัวเกิดขึ้นและมีผลต่อสมบัติเชิงกลของเส้นใยด้วย นอกจากนี้ในปัจจุบันแม้จะมีการทำวิจัยการผลิตเส้นใยนาโนจากไหมเพิ่มมากขึ้นก็ตาม แต่ปัญหาเรื่องการหาตัวทำละลายที่ดี การหาวิธีการ/เทคนิคเพื่อให้ได้เส้นใยที่มีความเสมอภาคกัน ยังเป็นโจทย์วิจัยที่นักวิจัยยังคงต้องทำวิจัยทั้งในเชิงลึกและเชิงกว้างกันอย่างต่อเนื่อง นอกจากนี้แล้วมีหลายงานวิจัยที่ได้รายงานว่าตัวแปรที่มีอิทธิพลอย่างมากต่อขนาดและลักษณะของเส้นใยที่เตรียมได้ ก็คือ ตัวแปรของการขึ้นรูป (processing parameters) ซึ่งประกอบไปด้วย ความเข้มข้นของสารละลาย ความหนืดของสารละลาย สนามไฟฟ้า ชนิดของตัวทำละลาย ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นโลหะรองรับ อัตราการไหลของสารละลาย^[4] และมุมระหว่างปลายเข็มกับแผ่นโลหะรองรับ^[17] ตลอดจนยังพบว่ามีการวิจัยจำนวนค่อนข้างน้อยที่รายงานความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของเส้นใยนาโนโดยเฉพาะอย่างยิ่งในตัวอย่างเส้นใยนาโนของไหม

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงสนใจสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปinningอย่างง่ายแต่เป็นเทคโนโลยีใหม่ที่สามารถผลิตเส้นใยนาโนจากทั้งพอลิเมอร์ทั่วไปและพอลิเมอร์ธรรมชาติได้และต้องการศึกษาวิธีการเตรียมแผ่นเส้นใยโครงร่างขนาดนาโนจากสารละลายโปรตีนจากไหมด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปinning พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในกระบวนการทำอิเล็กทรอนิกส์สปinningจากสารละลายไหมเพื่อสร้างแผ่นเส้นใยโครงร่างสำหรับสร้างเนื้อเยื่อเพื่อประยุกต์ใช้ในทางชีววิทยาการแพทย์ โดยมีวัตถุประสงค์ให้ได้รับเส้นใยในระดับนาโนที่มีขนาดเสมอภาคกันด้วยวิธีการอิเล็กทรอนิกส์สปinning และทำวิเคราะห์ข้อมูลผลของตัวแปรทางการขึ้นรูปต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย และสมบัติอื่นๆ ของเส้นใย เช่น สมบัติเชิงกล สมบัติสัณฐานวิทยา สมบัติการจัดเรียงตัวระดับโมเลกุล สมบัติทางความร้อน เป็นต้น แล้วหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของแผ่นเส้นใยที่เตรียมได้จากสารละลายไหม และจะใช้เป็นฐานข้อมูลเพื่อการวิจัยขั้นสูงต่อไปสำหรับการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์หลักของโครงการวิจัย

1. เพื่อสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปinning เพื่อใช้สำหรับการผลิตเส้นใยนาโน
2. เพื่อศึกษาการขึ้นรูปแผ่นเส้นใยโครงร่างระดับนาโนจากสารละลายไหมด้วยวิธีการอิเล็กทรอนิกส์สปinningเพื่อใช้สำหรับการประยุกต์ใช้ในชีววิทยาทางการแพทย์
3. เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ในการขึ้นรูปต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหม สัณฐานวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติการจัดเรียงตัวในระดับโมเลกุล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเนื่องจากความร้อนของแผ่นเส้นใยไหมระดับนาโนที่เตรียมได้
4. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแผ่นเส้นใยไหมระดับนาโนให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางที่มีความเสมอภาคกัน
5. เพื่อศึกษาหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของเส้นใยไหมนาโนที่เตรียมได้ (processing/property relationships)

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. สร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปinningเพื่อใช้สำหรับการผลิตเส้นใยนาโน จำนวน 1 ชุด
2. ศึกษาการขึ้นรูปแผ่นเส้นใยโครงร่างระดับนาโนจากสารละลายไหมด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปinningเพื่อใช้สำหรับการประยุกต์ใช้ในชีววิทยาทางการแพทย์ (biomedical)
3. ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ในการขึ้นรูปต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหม สัณฐานวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติการจัดเรียงตัวในระดับโมเลกุล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเนื่องจากความร้อนของแผ่นเส้นใยไหมระดับนาโนที่เตรียมได้
4. ค้นหาสภาวะที่เหมาะสมในการขึ้นรูปแผ่นเส้นใยไหมระดับนาโนให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางที่มีความเสมอภาคกัน
5. ค้นหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของเส้นใยไหมนาโนที่เตรียมได้

บทที่ 2 ทฤษฎีและแนวคิด

2.1 กระบวนการอิเล็กโตรสปินนิง (Electrospinning Process)

ก่อนที่จะกล่าวถึงกระบวนการอิเล็กโตรสปินนิง ขอแนะนำวิธีการขึ้นรูปเส้นใย 2 วิธีก่อน คือ การขึ้นรูปเส้นใยในระดับไมโครเมตรและการขึ้นรูปเส้นใยในระดับนาโนเมตร ดังนี้

2.1.1 การขึ้นรูปเส้นใยในระดับไมโครเมตร (Fabrication of microfibers)

โดยปกติการผลิตเส้นใยสังเคราะห์สามารถเตรียมได้ 3 วิธีการง่ายๆ ที่แตกต่างกัน คือ การปั่นเส้นใยแบบแห้ง (dry spinning)^[18,19], การปั่นเส้นใยแบบเปียก (wet spinning)^[20-23] และการปั่นเส้นใยหลอมเหลว (melt spinning)^[24-26] ซึ่งต้องให้ความร้อนแก่พอลิเมอร์จนหลอมเหลวและมีความหนืดที่เหมาะสมสำหรับการเอ็กซ์ทรูดผ่าน spinnerette ส่วนกระบวนการปั่นเส้นใยแบบสารละลายต้องใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ในการละลายพอลิเมอร์เส้นใยให้เป็นของไหลก่อนที่จะทำการเอ็กซ์ทรูดผ่าน spinnerette ตัวอย่างพอลิเมอร์เส้นใยที่นิยมทำมาปั่นเส้นใยหลอมเหลวประกอบด้วย HDPE, polyesters, nylon และ polyolefins เป็นต้น ส่วนตัวอย่างพอลิเมอร์ที่นิยมปั่นเป็นเส้นใยโดยวิธีตัวทำละลายแห้งเช่น cellulose acetate, cellulose triacetate, acrylic, vinyon และ spandex ในขณะที่เส้นใยที่ปั่นโดยวิธีเปียก ประกอบด้วย acrylic และ modacrylic

ส่วนใหญ่กระบวนการเหล่านี้ขึ้นอยู่กับความดันที่ต้องใช้ในการขับเคลื่อนพอลิเมอร์ของไหลหนืด และเส้นใยที่ผลิตได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 2 - 500 ไมโครเมตร และด้วยกระแสในปัจจุบันของโลหวิทยาศาสตร์ที่กำลังมุ่งไปสู่วัสดุที่เล็กกว่า (นาโนเทคโนโลยี) จึงทำให้นักวิจัยได้คิดวิธีการ/เทคนิคที่จะลดขนาดของวัสดุลงและพยายามค้นหาสมบัติของวัสดุเหล่านี้ในระดับนาโนสเกล การลดระดับขนาดของวัสดุลงไปอยู่ในระดับนาโนจะทำให้สามารถควบคุมสมบัติพื้นฐานของวัสดุโดยไม่ต้องทำการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนทางเคมีของพวกมัน การใช้ประโยชน์ของเทคโนโลยีใหม่เพื่อผลิตเส้นใยนาโน จึงถือเป็นการเปิดโอกาสให้มีการพัฒนาผลิตภัณฑ์ชนิดใหม่ขึ้นพร้อมๆกับนำไปประยุกต์ใช้ในหลายๆด้าน เส้นใยนาโนเป็นวัสดุนาโนที่เป็นของแข็งและมีลักษณะเป็นเส้นตรง โดยถูกจำแนกจากค่า aspect ratio (ค่าความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง) ที่มากกว่า 1000:1 โดยที่อ้างอิงถึงสถาบันวิทยาศาสตร์แห่งชาติ (NSF) ของประเทศสหรัฐฯ ได้ให้นิยามเกี่ยวกับวัสดุขนาดนาโนว่าเป็นวัตถุที่มีอย่างน้อย 1 มิติ (one dimension) ที่มีขนาดน้อยกว่าหรือเท่ากับ 100 นาโนเมตร^[27] ดังนั้นเส้นใยนาโนจึงเป็นเส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่าหรือเท่ากับ 100 นาโนเมตร วัสดุในรูปของเส้นใยจึงมีความสำคัญอย่างมากทั้งในทางทฤษฎีและทางปฏิบัติ การมีคุณสมบัติที่ร่วมกันหลายอย่างของเส้นใยนาโน เช่น การมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ความโค้งงอ การนำความร้อนและการนำไฟฟ้า และความแข็งแรงสูง ทำให้เส้นใยนาโนเป็นรูปแบบที่เหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ ตั้งแต่ใช้เป็นเครื่องนุ่มห่มไปจนถึงเป็นตัวเสริมแรงของยานอวกาศ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้งานด้านฟิลเตอร์ ด้านคอมโพสิทโครงสร้าง ด้านการดูแลสุขภาพ ก้านการกักเก็บพลังงาน และด้านเครื่องสำอาง เป็นต้น

2.1.2 วิธีการขึ้นรูปเส้นใยนาโน (Methods of fabricating nanofibers)

เทคโนโลยีที่ใช้สำหรับการขึ้นรูปเส้นใยนาโนมีอยู่หลายเทคนิค ได้แก่ เทคนิคแม่พิมพ์ (template method)^[28-30] เทคนิคการรวมตัวกัน (self assembly)^[31,32] เทคนิค vapor growth^[33], เทคนิคการแยกเฟส^[34,35] เทคนิคการดึง (drawing)^[36], เทคนิคการเป่าสารหลอมเหลว (melt blowing)^[37,38] เทคนิค multi-component fiber splitting, เทคนิคการปั่น (spinning) และเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning) ลักษณะวิธีการขึ้นรูปเส้นใยแบบดั้งเดิมคล้ายๆกับวิธีการผลิตเส้นใยแบบปั่นแห้งที่ใช้ในอุตสาหกรรมเส้นใยซึ่งสามารถผลิตเส้นใยเดี่ยวนาโนที่มีความยาวมากๆได้ อย่างไรก็ตามข้อเสียของเทคนิคนี้คือ วัสดุที่มีความเป็นวิสโคอิลาสติกเท่านั้นจึงจะสามารถนำมาปั่นเป็นเส้นใยนาโนได้ ส่วนเทคนิคแม่พิมพ์จะใช้แม่เบรนนที่รูพรุนระดับนาโนเป็นแม่แบบในการผลิตเส้นใยนาโน โดยอาจจะอยู่ในรูปของของแข็ง (fibril) และ รูท่อ (hollow) เทคนิคนี้สามารถเตรียมเส้นใยและท่อที่มีขนาดนาโนได้

สำหรับวัสดุพวกพอลิเมอร์นำไฟฟ้า โลหะ เซมิคอนดักเตอร์ และ คาร์บอน แต่ข้อเสียของวิธีนี้ คือ ไม่สามารถผลิตเส้นใยนาโนแบบเดี่ยวได้ ส่วนเทคนิค self-assembly จะใช้สมบัติเฉพาะตัวของวัสดุตั้งต้นเพื่อจัดการตัวมันเองให้อยู่ในรูปแบบและหน้าที่ตามที่เราต้องการ อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้ใช้เวลานานในการเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์นาโนแบบต่อเนื่อง เทคนิคการแยกเฟสเป็นกระบวนการที่หลายขั้นตอนที่เกี่ยวกับการแยกตัว การเกิดเจลและการสกัดโดยใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกัน การทำให้แข็งตัวและทำให้แห้ง โดยจะได้วัสดุที่มีรูพรุนระดับนาโน อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้ใช้เวลายาวนานเช่นกันในการส่งผ่านพอลิเมอร์ในรูปของแข็งไปสู่รูปของโฟมที่มีรูพรุนระดับนาโน เส้นใยที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค melt-blowing จะให้เส้นใยที่มีลักษณะผสมโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ทั้งในระดับซึบไมโครเมตรและระดับไมโครเมตร ซึ่งจะใช้สำหรับพอลิเมอร์ที่เป็นพวกเทอร์โมพลาสติกแต่เส้นใยที่ได้สมบัติเชิงกลไม่ดัดนัก เนื่องมีการจัดเรียงตัวระดับโมเลกุลที่ไม่เป็นระเบียบในขณะที่เกิดการขึ้นรูป อีกทั้งใช้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำนั่นเอง นอกจากนี้แล้ว เส้นใยนาโนยังสามารถเตรียมโดยวิธี multi-component fiber ซึ่งประกอบด้วยพอลิเมอร์ที่ต้องการและพอลิเมอร์ที่สามารถละลายได้โดยพอลิเมอร์ที่สามารถละลายได้จะถูกละลายออกไปจากเส้นใยคอมพอสิตภายหลังการขึ้นรูป ทำให้เส้นใยระดับไมโครเมตรที่ไม่ละลายคงอยู่แต่เทคนิคนี้ให้ผลผลิตในปริมาณที่ต่ำในทางอุตสาหกรรมเนื่องจากว่าสัดส่วนที่สำคัญของ multicomponent fiber จะถูกทำลายเพื่อสร้างเป็นเส้นใยระดับไมโคร

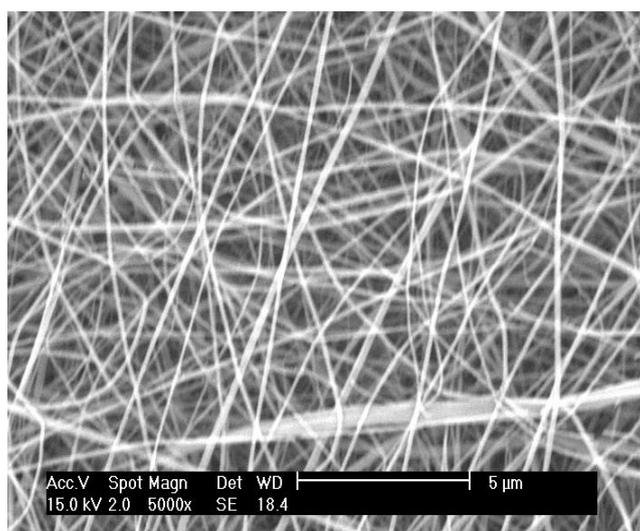
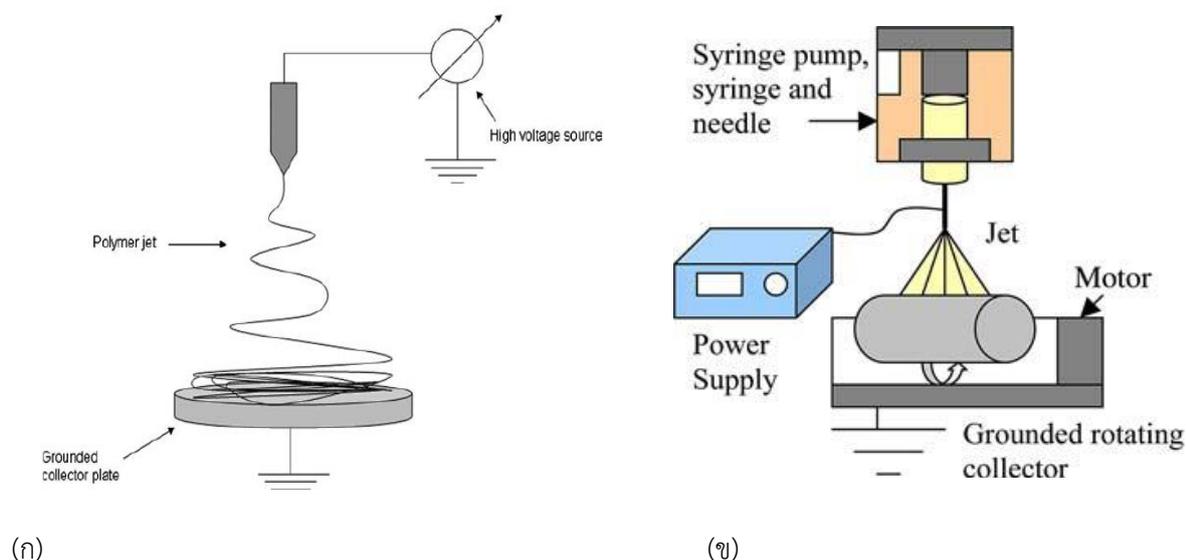
จากที่กล่าวมาแล้ว จะเห็นว่าเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงดูเหมือนจะเป็นวิธีการเดียวที่จะสามารถพัฒนาไปสู่การผลิตในเชิงปริมาณมากๆในระดับอุตสาหกรรมได้สำหรับการผลิตเส้นใยนาโนแบบต่อเนื่องจากพอลิเมอร์ต่างๆ

2.1.3 การขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิง (Electrospinning of nanofibers)

เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเป็นรู้จักมาตั้งแต่ทศวรรษที่ 1930 เป็นเทคนิคที่ง่ายและมีประสิทธิภาพในการผลิตเส้นใยที่มีขนาดระดับนาโนไปจนถึงไมโครเมตร การใช้อิเล็กโตรสปินนิงในการสร้างแผ่นเส้นใยโครงสร้างที่ไม่ได้เกิดจากการทอ (nonwoven) ถูกรายงานครั้งแรกในสิทธิบัตรโดย Formhals A^[39] ในปี ค.ศ. 1934 เทคนิคนี้เกี่ยวข้องกับการสร้างสนามไฟฟ้าที่มีความเข้มสูงระหว่างสารละลายพอลิเมอร์ที่อยู่ในภาชนะกักเก็บเช่น glass syringe ที่ต่ออยู่กับปลายเข็มฉีดยากับภาชนะรองรับที่เป็นโลหะดังรูปที่ 1 โดยเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าเข้าไปจนถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่ง ประจุจะสามารถเอาชนะแรงตึงผิวของหยดพอลิเมอร์ที่อยู่บนปลายเข็มได้จะเกิดลำกระแสของเหลวของสารละลาย (jet) เกิดขึ้น โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของลำกระแสประจุดังกล่าวจะลดลงภายใต้แรง electro-hydrodynamic และภายใต้สภาวะการทดลองที่แน่นอนหนึ่ง ลำกระแสของเหลวนี้อาจเกิดการขดงอภายใต้ความไม่เสถียรของสนามไฟฟ้าในขณะที่วิ่งตรงไปยังภาชนะรองรับโลหะซึ่งทำให้เกิดการยืดออกของเส้นใย^[2] กระบวนการยืดออกของเส้นใยนี้จะเกี่ยวกับการระเหยออกของตัวทำละลาย ซึ่งนำไปสู่การลดลงของเส้นผ่านศูนย์กลางของลำกระแสของเหลว โดยเส้นใยที่แห้งแล้วจะฝังตัวแบบสุ่มหรือจัดเรียงตัวบนผิวของภาชนะโลหะรองรับขึ้นเทคนิคของการรองรับ

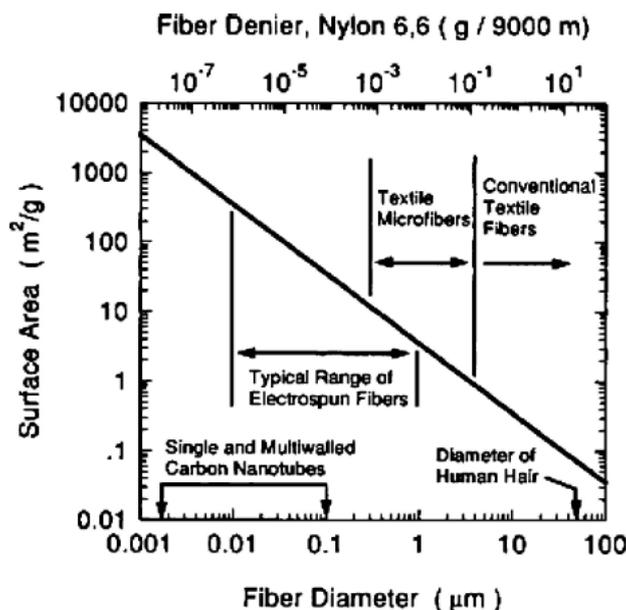
นอกจากนี้ ยังพบว่ามีความก้าวหน้าด้านงานวิจัยนี้อย่างมากในช่วงสิบปีที่ผ่านมาและเทคโนโลยีนี้ถูกนำไปประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆกันอย่างกว้างขวาง โดยงานวิจัยส่วนใหญ่ในปัจจุบันได้มุ่งเน้นไปที่การพยายามทำความเข้าใจในเชิงลึกถึงการเปลี่ยนแปลงลักษณะพื้นฐานหลายอย่างของกระบวนการเพื่อทำให้สามารถควบคุมสัณฐานวิทยาของเส้นใยระดับนาโน โครงสร้าง หน้าที่ของพื้นผิว และกลยุทธ์ในการรวมกันของเส้นใยหรือการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทำอิเล็กโตรสปินนิงของพอลิเมอร์แบบต่างๆและพอลิเมอร์ทางชีวภาพแบบต่างๆ เส้นใยนาโนที่ขึ้นรูปโดยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงนี้สามารถจัดเรียงเพื่อสร้างโครงสร้างระดับนาโนที่มีหน้าที่เฉพาะเจาะจงได้ เช่น นาโนทิวบ์ และ นาโนไวร์^[40-41] เป็นต้น นอกจากนี้สมบัติด้านความแข็งแรง น้ำหนัก ความเป็นรูพรุน หน้าที่ของพื้นผิว (surface functionality) ยังขึ้นอยู่กับชนิดของพอลิเมอร์ที่นำมาใช้ เทคนิคการสปินนิงเส้นใยนี้ยังสามารถผสมพอลิเมอร์ เส้นใยและอนุภาคอื่นๆเข้าไปเพื่อสร้างเป็นชั้นที่มีความบางมากก็ได้ อนุภาคที่ไม่ละลายจำนวนเล็กน้อยสามารถเติมเข้าไปในสารละลายพอลิเมอร์และจะถูกฝังอยู่ในเส้นใยนาโนที่แห้งแล้วด้วย ตัวยาที่สามารถละลายได้หรือสารแบคทีเรียก็สามารถเติมเข้าไปได้และทำการขึ้นรูปด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงให้เป็นแผ่นเส้นใยโครงสร้างสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อหรือรักษาบาดแผลได้^[42] การปรากฏตัวของเส้นใยนาโนทำให้สามารถเชื่อมระหว่างโลกของนาโนสเกลกับโลกของแมโครสเกลได้เนื่องจากเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยอยู่ในระดับช่วงนาโนเมตรและมีความยาวในระดับหลายเมตร

จึงทำให้เส้นใยนาโนมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงมากเมื่อเทียบเส้นใยระดับไมโคร เมตร ดังแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางกับปริมาตรพื้นผิวตามรูปที่ 2

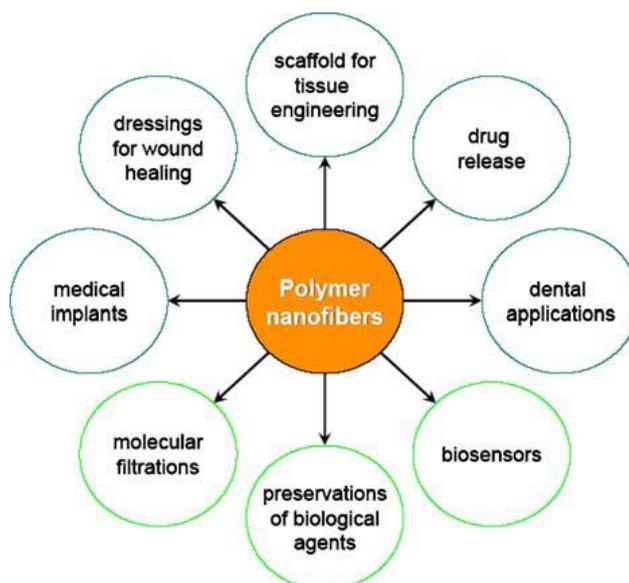


(ค)

รูปที่ 1 (ก) แผนภาพอย่างง่ายของการติดตั้งเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง โดยเส้นใยพอลิเมอร์ที่เตรียมได้สามารถนำไปปรับปรุงต่อเพื่อให้เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ และ (ข) ตัวรองรับเส้นใยที่สามารถหมุนได้ซึ่งจะช่วยให้เส้นใยที่เตรียมเกิดการจัดเรียงตัวที่ดีขึ้น (ค) ภาพตัวอย่างเส้นใยนาโนที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง



รูปที่ 2 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวกับเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไนลอน^[43]



รูปที่ 3 การประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนสำหรับทางชีววิทยาการแพทย์และเทคโนโลยีชีวภาพ^[43]

ดังนั้นความสำคัญของงานวิจัยในปัจจุบันเกี่ยวกับเส้นใยนาโนจึงเป็นการใช้คุณสมบัติดังกล่าวและมุ่งเป้าไปที่การหาสถานะที่เหมาะสมในการขึ้นรูปพอลิเมอร์แบบอเล็กโตรสปินนิ่งสำหรับพอลิเมอร์แบบต่างๆรวมถึงพอลิเมอร์ทางชีวภาพด้วยเพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในท้ายที่สุด เช่น การสร้างเมมเบรนที่มีหน้าที่หลายอย่าง สร้างแผ่นเส้นใยโครงสร้างสำหรับการสร้างเนื้อเยื่อสำหรับวิศวกรรมเนื้อเยื่อการตกแต่งบาดแผล การนำส่งยา การสร้างอวัยวะเทียม การปลูกถ่ายเส้นเลือดเป็นต้น การสร้างเสื้อป้องกันกระสุน ตัวกรองสำหรับอนุภาคระดับต่ำกว่าไมโครเมตรในอุตสาหกรรมการแยก การเสริมแรงในคอมพอสิต และเป็นโครงสร้างในเครื่องมืออเล็กโตรนิกระดับนาโน^[41] การประยุกต์ใช้เส้นใยนาโนสำหรับทางชีววิทยาการแพทย์และเทคโนโลยีชีวภาพนั้นอาจจะสรุปเป็นแผนผังอย่างง่ายได้ดัง

แสดงในรูปที่ 3 ความสนใจในกระบวนการอิเล็กโตรสปินนิงได้เพิ่มขึ้นอย่างมากในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมา^[44,45] รายงานส่วนใหญ่จะหาชนิดของระบบตัวทำละลายพอลิเมอร์ที่จะทำให้ผลิตเส้นใยได้ แต่พบว่ามียารายงานน้อยมากที่รายงานเกี่ยวกับความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรของการขึ้นรูปกับสมบัติของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ไม่ว่าจะเป็นทางตรงหรือทางอ้อมก็ตาม โดยตัวแปรของการขึ้นรูปเส้นใยนาโนจะพิจารณาถึงศักย์ไฟฟ้าที่ให้เข้าไป (applied voltage) อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ (solution flow rate) ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ (polymer concentration) น้ำหนักโมเลกุล ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเส้นใย^[46] และยังพบว่าความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์มีอิทธิพลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย ลักษณะของหยดของเหลวเริ่มต้นและวิถีของลำกระแสของเหลวด้วย (มุมระหว่างปลายเข็มกับภาชนะรองรับ) ซึ่งพบว่า การเพิ่มความหนืดของสารละลายจะเกี่ยวข้องกับการเพิ่มขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย^[47]

Baumgarten^[48] ได้รายงานความสัมพันธ์ระหว่างสภาวะบรรยากาศในขณะที่ทำการสปินนิงกับปรากฏการณ์การเกิดลำกระแสของของเหลว (jet-splaying phenomena) ผลของการกระจายออกได้รายงานโดย Reneker et al.^[44, 47] สำหรับตัวแปรของการขึ้นรูปอื่นๆ (processing variables) เช่น acceleration voltage, electrospinning current และระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับภาชนะรองรับยังไม่ได้รับการศึกษามากนัก แต่ได้มีการนำไปเชื่อมโยงกับสัณฐานวิทยาของเส้นใยและโครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์^[49] จากงานวิจัยพื้นหลังสำหรับทั้งขบวนการอิเล็กโตรสเปรย์และอิเล็กโตรสปินนิงบ่งชี้ว่าสัณฐานวิทยาทางโครงสร้างของผลิตภัณฑ์สุดท้ายจะเป็นอนุภาคหรือเส้นใยซึ่งหาจากผลกระทบร่วมกันของตัวแปรของสารละลายและแรงไฟฟ้าสถิตย์ซึ่งตัวแปรเหล่านี้ คือ ความหนืด ความตึงผิว ความเข้มข้น และสมบัติไดอิเล็กทริกของสารละลาย และตัวแปรทางการขึ้นรูป เช่น อัตราการไหล และการอัตราเร่งการให้สนามความต่างศักย์^[47, 49]

2.2 ปัจจัยที่ผลต่อการขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (Factors Affecting the Process of Electrospinning Nanofibers)

จากที่กล่าวมาข้างต้น เส้นใยนาโนนั้นมีตัวแปรต่างๆเข้ามาเกี่ยวข้องด้วยค่อนข้างมากและแต่ละตัวแปรก็มีอิทธิพลต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ตลอดจนสมบัติอื่นๆ ของเส้นใยด้วย ต่อไปนี้จะกล่าวถึงปัจจัยต่างๆ โดยสรุปที่มีผลกระทบต่อการผลิตเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง โดยมีตัวแปรหลักใหญ่ที่จะต้องพิจารณาแบ่งออกเป็น 2 แหล่งใหญ่ๆ ดังต่อไปนี้

(ก) *ตัวแปรทางระบบ* เช่น น้ำหนักโมเลกุล น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย และโครงสร้างของพอลิเมอร์ สมบัติของสารละลายพอลิเมอร์ เช่น ความหนืด การนำไฟฟ้า และ แรงตึงผิว

(ข) *ตัวแปรของการขึ้นรูป* เช่น ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ อัตราการไหลของสารละลาย ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับภาชนะรองรับ อุณหภูมิ ความชื้น และกระแสลมในห้องทดลอง เป็นต้น และสุดท้าย คือ การเคลื่อนที่ของภาชนะรองรับ ตัวอย่างเช่น สารละลายจะต้องมีความเข้มข้นสูงพอที่จะทำให้พอลิเมอร์เกิดการเกี่ยวพันกันได้ แต่ต้องไม่สูงมากจนไม่สามารถเกิดเคลื่อนที่ได้จากสนามไฟฟ้า สารละลายต้องมีแรงตึงผิวต่ำมากและมีความหนาแน่นประจุสูงพอและความหนืดสูงพอที่จะป้องกันกระแสของของเหลวจากการตกของหยดก่อนที่ตัวทำละลายจะระเหยไป การเปลี่ยนแปลงทางสัณฐานวิทยาสามารถเกิดขึ้นได้ภายใต้การลดระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับภาชนะรองรับ การเพิ่มหรือลดสนามไฟฟ้าทำให้ลดความหนาแน่นของการเกิดเป็นเม็ดๆของพอลิเมอร์ โดยไม่คำนึงถึงความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ สำหรับผลกระทบของตัวแปรของการขึ้นรูปและตัวแปรของสารละลายที่มีต่อเส้นใยที่ผลิตด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ที่ได้ทำการค้นหาจากงานวิจัยของกลุ่มวิจัยต่างๆ สามารถสรุปได้ตามตารางที่ 1 และ 2 ตามลำดับ และตารางที่ 3 แสดงชนิดของพอลิเมอร์ต่างๆที่ได้รับการศึกษานำมาผลิตเป็นเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ซึ่งจะเห็นว่าส่วนใหญ่แล้วจะเป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์มากกว่าที่จะเป็นพอลิเมอร์ที่ได้จากธรรมชาติ อย่างเช่นไหม นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นได้ว่าขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่เตรียมได้จะไม่คงที่ โดยมีขนาดตั้งแต่ระดับนาโนเมตรไปจนถึงระดับไมโครเมตร และตัวทำละลายที่ใช้สำหรับพอลิเมอร์แต่ละชนิดก็แตกต่างกันไปด้วย เป็นต้น^[50]

ตารางที่ 1 ตัวแปรของการขึ้นรูปด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (Electrospinning process parameters)^[50]

Needle to collector distance	Exponentially inverse to the volume charge density (Theron et al., 2004) Inversely proportional to bead formation density (Fong et al., 1999; Gupta & Wilkes, 2003) Inverse to the electric field strength (Fong et al., 1999; Theron et al., 2004) Inversely proportional to fiber diameter (Gupta & Wilkes, 2003)
Flow rate	Directly proportional to the electric current (Theron et al., 2004) Directly proportional to the fiber diameter (Sawicka et al., 2005) Inversely related to surface charge density (Theron et al., 2004) Inversely related to volume charge density (Theron et al., 2004)
Voltage	Inversely proportional to surface charge density (Theron et al., 2004) Direct effect on bead formation (Deitzel et al., 2001) AC potential improved fiber uniformity (Kessick et al., 2004) Inversely related to fiber diameter (Gupta & Wilkes, 2003)

ตารางที่ 2 ตัวแปรของสารละลายสำหรับการขึ้นรูปด้วยอิเล็กโตรสปินนิง^[50]

Concentration of polymer	Directly proportional to the fiber diameter (Gupta & Wilkes, 2003) Power law relation to the fiber diameter (Deitzel et al., 2001) Cube of polymer concentration proportional to diameter (Demir et al., 2002) Parabolic – upper and lower limit relation to diameter (Hsu & Shivkumar, 2004)
Ionic strength	Directly proportional to charge density (Zong et al., 2002) Inversely proportional to bead density (Zong et al., 2002)
Solvent	Effects volume charge density (Theron et al., 2004) Directly related to the evaporation and solidification rate (Theron et al., 2004)
Temperature	Inversely proportional to viscosity (Demir et al., 2002) Uniform fibers with less beading (Demir et al., 2002)
Viscosity	Parabolic relation to diameter, and spinning ability (Hsu & Shivkumar, 2004)

ตารางที่ 3 ตัวอย่างของพอลิเมอร์ที่ได้รับการนำมาผลิตเป็นเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

Polymers	Solvents	Fiber diameter	Year
Polyacrylonitrile (PAN)	Dimethyl formamide (DMF)	0.05-1.1 μm	1971
PEO (polyethylene oxide)		0.05- 2 μm	1981
PEO	Water	0.05- 5 μm	1995
Poly(ethylene terephthalate) PET	Trifluoroacetic acid + Dichloromethane	0.3 - 2 μm	1996
PLLA (poly-L-lactide acid)	Dichloromethane	100 nm- 5 μm	2001
Polycarbonate	Dichloromethane	101 nm- 5 μm	2001
Polyvinylcarbazole	Dichloromethane	102 nm- 5 μm	2001
PLGA (poly(D,L-lactide-co-glycolide); 85:15)	Tetrahydrofuran (THF) + DMF; 1:1	500-800 nm	2002
Fibrinogen (human and bovine)	Hexafluoro-2-propanol (HFIP)	80-700 nm	2002
PAN	DMF	~ 100 nm	2002
Polyamide-6	Formic acid	> 50 nm	2003
Poly(lactide) (PLA)	Dichloromethane	> 50 nm	2003
Poly(ethylene-co-vinyl acetate) PEVA + Bovi	Dichloromethane	5 - 20 μm	2003
Polycaprolactone (PCL)	Chloroform + Methanol (3:1)	0.3 -5 μm	2003
PEO	Methanol	0.08 - 1 μm	2003
Vanadium sol + Poly(vinylacetate)	Ethanol	0.5 -1.5 μm	2003
Poly(vinyl alcohol) PVA + casein	Water + triethanolamine	100 - 500 nm	2003
fibroin silk fibers	formic acid	< 100 nm	2003
natural silks of Bombyx mori and Nephila clavipes	hexafluoro-2-propanol	6.5–200 nm	2004
silk fibroin (SF)	9.3 M LiBr aqueous solution	700 nm	2005
Bombyx mori silk fibers	formic acid	8-379 nm	2005
Bombyx mori silk fibers	water	500 nm-10 μm	2006

2.3 เทคนิคในการพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยนาโน (Characterization techniques for nanofibers)

นักวิทยาศาสตร์ได้ทำงานเกี่ยวกับวัสดุในระดับนาโนมากกว่าร้อยปีแล้วแต่ยังขาดความสามารถในวิเคราะห์ เพื่อให้เข้าใจศักยภาพของมันอย่างเต็มที่ แต่ในช่วงสองสามทศวรรษที่ผ่านมาได้มีการเปลี่ยนแปลงอย่างสิ้นเชิง คือ มีเครื่องมือที่สามารถศึกษาลงไปลึกในระดับไมโครเมตร ทำให้สามารถหาอะตอมแต่ละชนิดได้ โดยทั่วไปสมบัติโครงสร้าง สัณฐานวิทยา การจัดเรียงของกลุ่มเส้นใยนาโนและความเป็นรูพรุน และสมบัติเทนไซล์ของแผ่นเส้นใยนาโนโครงสร้าง (nanofiber mats) สามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคและเครื่องมือดั้งเดิมได้ แต่เทคนิคใหม่บางอย่างจำเป็นต้องมีสำหรับทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยนาโนเดี่ยว (เส้นเดี่ยว) แม้ว่าการวัดสมบัติเชิงกลของแผ่นเส้นใยนาโนโครงสร้าง เช่น เทนไซล์มอดูลัส strength และ elongation จะยากเนื่องจากขนาดเส้นใยมันเล็ก แต่สมบัติเหล่านี้เป็นสิ่งจำเป็น ดังนั้นการปรับแก้ของเครื่องมือปัจจุบันและเทคนิคจึงจำเป็นเพื่อให้เข้าใจวัสดุนาโนได้ดีมากขึ้น เทคนิคที่ใช้ในการพิสูจน์เอกลักษณ์สมบัติของเส้นใยนาโนสามารถแบ่งออกเป็น 3 กลุ่มใหญ่ๆ คือ

- 1) ทางกายภาพ (physical)
- 2) องค์ประกอบหรือเคมี (compositional or chemical) และ
- 3) สมบัติเชิงกล (mechanical)

1. Physical characterization

สมบัติทางกายภาพอันประกอบด้วยลักษณะพื้นผิว, สัณฐานวิทยาและโครงสร้างของวัสดุ การวิเคราะห์ทางพื้นผิวประกอบด้วยเทคนิคมาตรฐาน เช่น x-ray photoelectron spectroscopy (XPS), secondary-ion mass spectrometry (SIMS), scanning tunneling microscopy (STM), scanning electron microscopy (SEM), high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM) และ low energy electron diffraction (LEED) สัณฐานวิทยาของแผ่นเส้นใยนาโนโครงสร้างสามารถหาโดยใช้เทคนิค SEM, HRTEM และ atomic force microscopy (AFM) ส่วนโครงสร้างของเส้นใยนาโนสามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิค wide x-ray diffraction and scattering (WAXD) และ small angle x-ray scattering (SAXS) ซึ่งจะทำให้สามารถหาความเป็นผลึกของวัสดุได้ สมบัติทางการภาพอื่นๆ เช่น อุณหภูมิ glass transition, อุณหภูมิหลอมเหลว และอุณหภูมิการตกผลึกสามารถหาได้จากทั้งเทคนิค differential scanning calorimetry (DSC) และ thermo gravimetric analysis (TGA)

2. Chemical or compositional characterization

สมบัติทางเคมีและองค์ประกอบของเส้นใยนาโนสามารถวิเคราะห์ได้หลากหลายเทคนิค เช่น Raman spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) และ nuclear magnetic resonance (NMR) โดยจะไม่ขอกว่าในรายละเอียดของเทคนิคในที่นี้

3. Mechanical characterization

สมบัติเชิงกลของเส้นใยนาโนสามารถหาได้โดยใช้เครื่องมือหลายตัว เช่น AFM, Kawabata micro-tensile testers (KES) และ dynamic mechanical analyzer (DMA) นอกจากเทคนิค AFM แล้ว เส้นใยนาโนสามารถทำการแยกหรือรวมกันสำหรับการทดสอบเชิงกลได้ โดยแต่ละเทคนิคการทดสอบต้องการการรวมของเส้นใยเหล่านี้ไม่ว่าจะเป็นในรูปแบบของโครงสร้างแบบสุ่ม (random mat) หรือ เส้นใยที่มีการจัดเรียงตัว (aligned yarn)

2.4 ไหมและสมบัติของไหม (*Bombyx mori* Silk and Its Properties)

ไหมเป็นเส้นใยธรรมชาติที่ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในทางการผลิตเครื่องนุ่งห่มเป็นเวลานานกว่า 5 พันปีมาแล้ว นับตั้งแต่สมัยจีนโบราณ และมีกระบวนการผลิตเครื่องนุ่งห่มจากเส้นใยไหมที่ได้รับการพัฒนาเรื่อยมา โดยธรรมชาติแล้ว เส้นใยไหมจะมีความแข็งแรงค่อนข้างมาก มีความยืดหยุ่น/เหนียวสูง แต่มีความอ่อนนุ่ม จึงมีการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมเส้นใยและสิ่งทอ สำหรับผลิตเป็นเครื่องนุ่งห่มอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน นอกจากนี้แล้วยังได้มีการนำไป

เส้นใยไหมไปประยุกต์ใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ เพื่อเพิ่มมูลค่าของสินค้า เช่น ประดิษฐ์เป็นเส้นใยเกราะกันกระสุน เนื่องจากคุณสมบัติทางกายภาพของมันที่มีทั้งความเหนียวและความยืดหยุ่นสูง จึงทำให้มันสามารถรองรับแรงกระแทกและดูดซับแรงได้เป็นอย่างดี ยังสามารถใช้งานได้คล่องตัวสูงด้วยเพราะว่ามีน้ำหนักเบาเมื่อเทียบกับเส้นใยเกราะกันกระสุนที่ทำจากวัสดุที่เป็นโลหะ การแปรรูปเป็นผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางแต่งหน้า/ดูแลผิว แชมพู ครีมอาบน้ำ สบู่ โลชั่นต่างๆโดยทำการย่อยเส้นไหมให้เป็นพอลิเมอร์ขนาดเล็ก อาจจะถูกบรรจุอยู่ในรูปของกรดอะมิโน จากนั้นจึงนำมาผสมเป็นผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางต่อไป ซึ่งนับว่าเป็นผลิตภัณฑ์ที่น่าสนใจมาก ที่จะสามารถเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์ในประเทศให้สูงขึ้นได้อีก ยังมีการนำไปใช้ประโยชน์ในทางการแพทย์อย่างมากอีกด้วย เช่น การประยุกต์แผ่นเส้นใยสำหรับสร้างเนื้อเยื่อวิศวกรรม (tissue-engineered scaffolds), การตกแต่งบาดแผล, ไหมเย็บแผล, ระบบนำส่งยา เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง รวมทั้งมีความแข็งแรง และทนต่อความร้อนและการนำไฟฟ้าได้ดี นอกจากนี้ยังสามารถใช้ผลิตเป็น hydrogel การผลิตเป็นเยื่อเลือกผ่าน ใช้สำหรับผลิตอุปกรณ์ตรวจวัดสารทางชีวโมเลกุล (biological sensor) และใช้ในงานทางด้านพอลิเมอร์ผสม พอลิเมอร์คอมพอสิต เป็นต้น^[51-53]

สำหรับในประเทศไทยจะเน้นการใช้ประโยชน์จากไหมในเรื่องอุตสาหกรรมเครื่องนุ่งห่มเป็นหลักเพราะนอกจากจะนำเงินเข้าประเทศปีละหลายร้อยล้านบาทแล้วยังสร้างงานและสร้างรายได้เป็นอย่างดีให้แก่กลุ่มเกษตรกรตามชนบทอีกเป็นจำนวนมาก จึงทำให้มีหน่วยงานต่างๆส่งเสริมและให้ความรู้แก่เกษตรกร นับตั้งแต่โครงการปลูกหม่อนเลี้ยงไหม ศูนย์หม่อนไหมเฉลิมพระเกียรติ โครงการทอผ้าไหมในพระราชดำริของสมเด็จพระบรมราชินีนาถ หรือแม้จะเป็นกรมส่งเสริมการเกษตร หรือหน่วยงานเอกชนก็เข้ามาลงทุนตรงส่วนนี้มาก และยิ่งปัจจุบัน มีการส่งเสริมโครงการหนึ่งตำบลหนึ่งผลิตภัณฑ์ (OTOP) ก็ยังสร้างงานและรายได้แก่กลุ่มเกษตรกรมากยิ่งขึ้น แต่ในเรื่องการประยุกต์ใช้ไหมสำหรับทางด้านชีววิทยาทางการแพทย์ยังมีการทำงานวิจัยทางด้านนี้น้อยมาก ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่เพิ่มมูลค่าสินค้าไหม และรังไหมที่เหลือทิ้งจากเกษตรกรให้มีประโยชน์มากขึ้นโดยการใช้เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์เข้ามาช่วยในสร้างเส้นใยนาโนจากสารละลายไหม เพื่อการประยุกต์ใช้ในทางชีววิทยาทางการแพทย์ต่อไป

2.4.1 เส้นใยธรรมชาติ

เส้นใยธรรมชาติที่ใช้กันอยู่มีหลายชนิด^[54] และสามารถแบ่งย่อยออกตามองค์ประกอบหลักทางเคมีซึ่งกำหนดโดยแหล่งกำเนิดของเส้นใยนั้นๆ ดังแสดงในตารางที่ 4 โดยเส้นใยที่มีความสำคัญและใช้งานสูงได้แก่ เส้นใยพืชและเส้นใยสัตว์

ตารางที่ 4 การแบ่งชนิดของเส้นใยธรรมชาติ

เส้นใยธรรมชาติ			
เซลลูโลส (เส้นใยพืช)	โปรตีน (เส้นใยสัตว์)	แร่	ยาง
ฝ้าย (cotton)	ขนสัตว์ (wool)	แร่ใยหิน (asbestos)	ยาง (rubber)
ลินิน (linin)	ไหม (silk)		
ปอ (Jute)	ผม (hair)		
รามี่ (ramie)			
ป่าน (hemp)			
นุ่น (kapok)			

a) เส้นใยพืช

เส้นใยพืชมีองค์ประกอบโครงสร้างทางเคมีหลัก คือ เซลลูโลส เส้นใยเหล่านี้ได้จากส่วนต่างๆ ของพืช เช่น เส้นใยที่ได้จากเมล็ด ลำต้น ใบ หรือ ผล เป็นต้น ซึ่งสมบัติโดยทั่วไปของเส้นใยพืชมีความคล้ายคลึงกันดังสรุปในตารางที่ 5 นอกจากสมบัติดังกล่าวแล้ว ยังมีสมบัติทางเคมีที่คล้ายคลึงกัน เช่น ทนต่อกรดอ่อนหรือกรดอินทรีย์ แต่ไม่

ทนต่อกรดแก่ สามารถทนต่อด่างได้ดี ทนต่อสารละลายอินทรีย์ สามารถซักแห้งได้ นอกจากนี้ยังทนต่อสารซักฟอก ข้อเด่นอีกประการหนึ่งของเส้นใยพืช คือ ความสามารถในการรับสีย้อมได้หลายชนิด ทั้งสีรีแอคทีฟ (Reactive dye) สีแว็ต (Vat dye) และสีไดเรกต์ (Direct dye) เป็นต้น

b) เส้นใยสัตว์

เส้นใยสัตว์นับเป็นเส้นใยธรรมชาติที่มนุษย์รู้จักและใช้มาเป็นเวลานาน จัดเป็นเส้นใยสั้นและมีสมบัติที่คล้ายกันหลายประการเพราะมีโครงสร้างทางเคมีเหมือนกัน คือ เป็นพวกโปรตีน ความสำคัญของสมบัติดังกล่าว คือ มีความสามารถในการดูดซึมความชื้นได้ดี มีความคืนตัวดี อีกทั้งเป็นฉนวนความร้อนป้องกันสภาพอากาศที่หนาวเย็นได้ดี ขณะเดียวกันสมบัติที่เป็นจุดอ่อนก็มีคล้ายคลึงกันด้วย เช่น ความแข็งแรงลดลงมากในขณะเปียก มีการหดตัวอย่างรุนแรงเกิดขึ้นเมื่ออยู่ในสภาวะร้อนชื้นและมีแรงกระทำจากภายนอกเข้าเสริม ในประเทศไทยผลิตภัณฑ์ที่ทำมาจากขนสัตว์มีน้อยมาก สินค้าไทยอันเป็นเอกลักษณ์ที่โดดเด่นเป็นเรื่องของไหม ซึ่งถูกจัดอยู่ในกลุ่มเดียวกับเส้นใยสัตว์ ด้วยเหตุผล คือ เป็นเส้นใยที่มีองค์ประกอบทางเคมีคล้ายกันคือ โปรตีน แต่การต่อเรียงกันเป็นสายโซ่ยาวของโมเลกุลโปรตีนมีลักษณะเหยียดยาว ในขณะที่ขนสัตว์โมเลกุลมีการพันตัวกันทำให้การยืดและการคืนตัวของขนสัตว์ดีกว่าไหม ในขณะที่ไหมมีความเรียบลื่น สวยและมัน นอกจากนี้ไหมยังนับเป็นเส้นใยธรรมชาติที่เป็นชนิดเส้นใยยาวชนิดเดียวเท่านั้น เป็นเส้นใยที่มีความเป็นผลึกสูง มีความแข็งแรง อีกทั้งเป็นเส้นใยละเอียด ดูดซึมความชื้นได้ดี สามารถย้อมหรือพิมพ์ด้วยสีหลายชนิด โดยเฉพาะอย่างยิ่งสีที่มีความสดใสมากๆ จึงนับว่าเป็นเส้นใยเศรษฐกิจชนิดหนึ่งที่มีความสำคัญเชื่อมโยงกับภาคเกษตรกรรมอย่างใกล้ชิด

เส้นใยสัตว์หรือเส้นใยโปรตีนทั้งขนสัตว์และไหมมีความแตกต่างในด้านต่างๆ ตามที่ได้กล่าวกันมาบ้างแล้ว เพื่อให้เห็นความชัดเจนสามารถสรุปเป็นตารางเปรียบเทียบได้ ดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ความแตกต่างระหว่างไหมและขนสัตว์

ไหม	ขนสัตว์	ความสำคัญต่อผู้ใช้
ประกอบด้วย C H O N	ประกอบด้วย C H O S	ขนสัตว์จะถูกทำลายได้ด้วยแมลง
โมเลกุลเหยียดยาว	โมเลกุลมีการพันตัว	ขนสัตว์จะมีการยืดตัวและการคืนตัวจากแรงยืดดีกว่า
มีความเป็นผลึกสูง	มีปริมาณอสัณฐานมากกว่า	ไหมมีความแข็งแรง แต่ขนสัตว์จะดูดซึมน้ำได้ดีกว่า
เส้นใยเนื้อเดียวกันตลอด	เส้นใยประกอบด้วยหลายส่วน โดยส่วนนอกสุดเป็นเกล็ด	ขนสัตว์มีการหดตัวสูง
ผิวเรียบ	เส้นใยหยิกงอ และมีผิวเป็นเกล็ดคล้ายเกล็ดปลา	ขนสัตว์ให้ความอบอุ่นกว่า คืนตัวกลับได้มากกว่า ส่วนไหมจะมีความเรียบมันมากกว่า
ปกติเป็นเส้นใยยาว	มีแต่เส้นใยสั้นเท่านั้น	ขนสัตว์จะฟู แต่ไหมจะเรียบ

2.4.2 ประเภทของไหม^[51,55]

โดยทั่วไปสามารถจำแนกได้เป็นสองประเภท คือ

1. ไหมเลี้ยง (Mulberry Silk หรือ *Bombyx mori* silk)

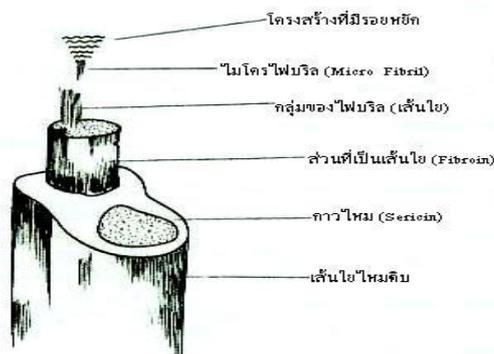
เป็นหนอนไหมที่มนุษย์ทำการเพาะเลี้ยงขึ้นโดยใช้ใบหม่อน (Mulberry Leaves) สดๆ เป็นอาหาร ซึ่งไหมชนิดนี้จะมีสีค่อนข้างขาวและหลังการลอกกาวแล้วจะมีความมันเงามากขึ้น

2. ไหมป่า (Wild silk)

เป็นไหมที่มนุษย์ไม่ได้เพาะเลี้ยงและการทำเป็นเส้นใยจะนำไปสาวเป็นเส้นไหมโดยตรงไม่ได้ การทำเป็นเส้นต้องทำแบบเส้นไหมปั่น (spun silk) ซึ่งไหมป่าจะแยกได้เป็น 2 พวก คือ ไหมที่ใช้ใบไค้คเป็นอาหาร เรียกตัวไหมนี้ว่า "Tussah Silk" โดยปกติไหมทาสาร์จะเป็นกลุ่มตัวแทนที่มีจำนวนมากสำหรับไหมชนิดนี้และมีแหล่งกำเนิดอยู่ที่จีนและอินเดีย กับอีกพวกหนึ่งใช้ใบละหุ่งเป็นอาหารเรียกว่า "Iri silk" ซึ่งไหมป่าทั้งสองแบบจะให้เส้นใยที่มีสีน้ำตาล มีความหยابและไม่สม่ำเสมอเมื่อเทียบกับเส้นใยจากไหมเลี้ยง สำหรับไหมไทยถือว่าเป็นไหมเลี้ยง แต่มีลักษณะที่ต่างจากไหมของภูมิภาคอื่นๆเนื่องจากเส้นใยค่อนข้างหยاب นอกจากนี้ยังพบว่าไหมไทยมีส่วนประกอบที่เป็นกาวไหมปริมาณมากถึง 38% ขณะที่ไหมเลี้ยงชนิดอื่นๆปกติมีกาวไหมเพียง 20-25% เท่านั้น ซึ่งทำให้เส้นใยไหมไทยมีลักษณะเฉพาะตัวเมื่อทอเป็นผ้า

2.4.3 ส่วนประกอบของเส้นไหม^[51]

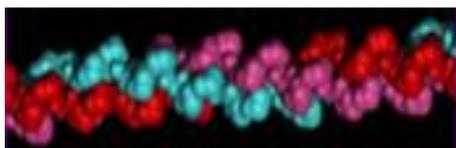
เส้นไหมที่ได้จากไหมเลี้ยงประกอบด้วย protein fibroin, sericin, fats, wax, sand pigments รวมทั้งแร่บางชนิด แต่โดยหลักๆ แล้วเส้นไหม จะประกอบด้วย 2 ส่วนที่สำคัญคือ Fibroin protein และ Sericin ดังแสดงในรูปที่ 3



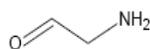
รูปที่ 4 ส่วนประกอบภายในเส้นไหม

Fibroin protein เป็นเส้นใยซึ่งเป็นสารโปรตีนชนิดหนึ่ง ซึ่งประกอบด้วยกรดอะมิโนชนิดต่างๆกันจำนวนมากมายรวมเป็นสายพอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นเกลียวดังแสดงในรูปที่ 5(ก) โครงสร้างของ fibroin มีทั้งส่วนที่เป็นอสัณฐานและส่วนผลึก เนื่องจากส่วนที่เป็น fibrous protein ก็คือ fibroin ซึ่งเป็นส่วนที่ควรศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างภายในเส้นไหมเพื่อจะารู้ถึงปฏิกิริยาของไหมต่อขบวนการต่างๆ โดย fibroin ประกอบด้วยกรดอะมิโนที่สำคัญ 4 ตัวด้วยกันดังแสดงในรูปที่ 5 (ข)

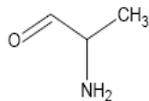
(ก)



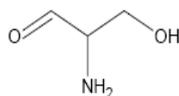
(ข)



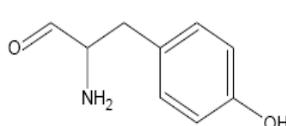
Glycine



Alanine



Serine



Tyrosine

รูปที่ 5 (ก) สายโพลีเมอร์ของไหมที่มีลักษณะเป็นเกลียวและ (ข) โครงสร้างของกรดอะมิโน 4 ตัวหลัก

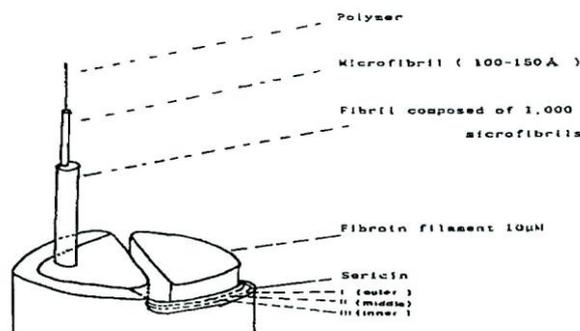
เมื่อทำการศึกษาโดยใช้ enzyme - chymotrypsin ที่อุณหภูมิ 40°C , pH 7.8 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าจะได้ตะกอนของ chymotrypsin และเมื่อนำเอาตะกอนนี้มาศึกษาพบว่าประกอบไปด้วย Polypeptide bond ซึ่งมีการเรียงตัวดังนี้คือ Gly.Ala.Gly.Ala.Gly.(Ser.Gly.Ala.Gly.Ala.Gly)₈ Ser.Gly.Ala.Gly.Tyr. ซึ่งปริมาณของกรดอะมิโนชนิดต่างๆใน Fibroin และ Sericin แสดงดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 Amino acid composition of Fibroin and Sericin (Kirimura, 1972)

% Amino acids	Fibroin	Sericin	% Amino acids	Fibroin	Sericin
Glycine	42.8	8.8	Tyrosine	11.8	4.9
Alanine	32.4	4.0	Serine	14.7	30.1
Leucine	0.7	0.9	Threonine	1.2	8.5
Isoleucine	0.9	0.6	Phenylalanine	1.2	0.6
Valine	3.0	3.1	Glutamic acid	1.7	10.1
Arginine	0.9	4.2	Proline	0.6	0.5
Histidine	0.3	1.4	Methionine	0.2	0.1
Lysine	0.5	5.5	Tryptophan	0.5	0.5
Aspartic acid	1.9	16.8	Cystine	0.1	0.3

เซริซิน (Sericin) เป็นสารที่มีสี แข็งและไม่ยืดหยุ่นตัว ทำหน้าที่เชื่อมเส้นใยยาวทั้งสองเส้น เพื่อป้องกันอันตรายให้กับเส้นใย (Fibroin) เป็นส่วนที่ปิดบังความมันเงาของไฟโบรอิน Sericin ถือว่าเป็นส่วนที่ไม่เป็นระเบียบ และสามารถละลายได้ในน้ำสบู่ร้อน Sericin เป็นสารโปรตีนที่ซับซ้อนประกอบด้วยสามส่วนที่ชัดเจน โดย sericin ส่วนที่สามเป็น interior layer ที่ติดอยู่กับ fibroin core โดยตรง sericin ส่วนที่หนึ่งเป็น outer layer ที่สามารถละลายได้มากที่สุดเมื่อเทียบกับส่วนประกอบทั้งสาม ในขณะที่ sericin ส่วนที่สามละลายได้ยาก เมื่อพิจารณา

ภาพตัดขวางของเส้นไหมจะพบว่าเส้นเดี่ยว (brin) จะมีลักษณะเป็นรูปแท่งสามเหลี่ยมที่มีมุมเท่ากันทั้งสามมุม ดังแสดงในรูปที่ 6



รูปที่ 6 Texture of the silk gland

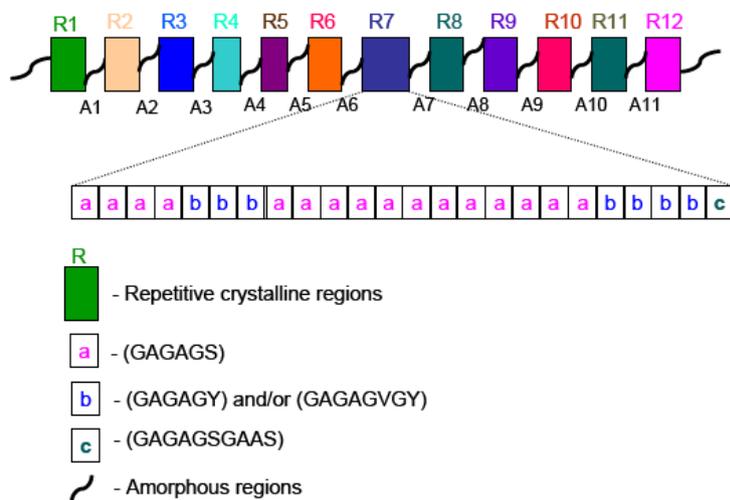
2.4.4 สมบัติทางเคมีของไหม (Chemical properties of silk)

สมบัติเฉพาะเจาะจงของโปรตีนไหมเกิดจากองค์ประกอบของกรดอะมิโนของมันที่ส่งผลต่อการจัดเรียงโครงสร้างที่เฉพาะตัวของเส้นไหม โดยที่แกนกลางของโปรตีนไหมจะประกอบไปด้วยสายโซ่ของกรดอะมิโน ซึ่งกรดแต่ละตัวจะถูกสร้างมาจาก 4 หมู่ฟังก์ชัน โดย 3 หมู่แรกซึ่งประกอบด้วย กลุ่มเอมีน (-NH₂) กลุ่มคาร์บอกซิล (-COOH) และกลุ่มไฮโดรเจน (-H) ซึ่งจะปรากฏอยู่ในกรดอะมิโนทุกตัวและต่ออยู่กับ α -carbon สำหรับกลุ่มที่ 4 ของกรดอะมิโนแต่ละชนิด คือ หมู่ "R" หรือเรียกว่า สายโซ่ข้าง (side chain) ซึ่งจะแตกต่างกันในกรดอะมิโนแต่ละตัว

ความหลากหลายของโปรตีนไหมมาจาก ขนาด รูปร่าง ประจุ ความสามารถในการมีพันธะไฮโดรเจน และความว่องไวที่ต่างกันของแต่ละสายโซ่ข้าง นอกจากนี้อันตรกิริยาระหว่าง R-groups ด้วยกันเองจะได้รับผลกระทบจากการหมุนรอบ α -carbon ของกรดอะมิโน ซึ่งคุณสมบัตินี้ทำให้โมเลกุลไหมเกิดการขดตัวพับไปมาในหลายๆทิศทาง โครงสร้างของกรดอะมิโน 4 ตัวหลักในไหมเลี้ยงแสดงดังในรูปที่ 5 (ข) โดยไหมเลี้ยงจะประกอบด้วยสายโซ่ไฟโบรอินที่มีน้ำหนักเบา (~25 kDa) และน้ำหนักสูง (~350 kDa) ปนกัน สำหรับสายไฟโบรอินที่มีน้ำหนักมากจะประกอบไปด้วยส่วนที่เหมือนกัน (repetitive regions) อยู่ 12 แห่ง ซึ่งเรียกว่า ส่วนผลึก และประกอบด้วยส่วนที่ไม่เหมือนกัน (non repetitive) อีก 11 แห่งซึ่งอยู่ระหว่างส่วนที่เหมือนกันเรียกว่า ส่วนอสัณฐาน องค์ประกอบของกรดอะมิโน 5263 ในไฟโบรอินจะประกอบด้วย (in mol %) 45.9% glycine (G), 30.3% alanine (A), 12.1% serine (S), 5.3% tyrosine (Y), 1.8% valine (V) และ 4.7% กรดอะมิโนอื่นๆ^[56] องค์ประกอบต่างๆของไฟโบรอินสำหรับไหมเลี้ยงแสดงดังตารางที่ 7 และโครงสร้างขั้นต้น (primary structure) ของไหมไฟโบรอินแสดงดังรูปที่ 7 โดยส่วนผลึกจะทำหน้าที่เป็นโครงสร้างอันดับสอง (secondary structure) หรือเรียกว่า anti-parallel β -pleated sheets ของโปรตีน^[57] โดยส่วนผลึกหลักจะทำหน้าที่ให้ความแข็งแรงแก่เส้นไหม ในขณะที่ส่วนที่เป็นอสัณฐานจะเป็นส่วนที่ทำให้ส่วนผลึกสามารถเกิดการจัดเรียงตัวได้ภายใต้การดึง นั่นคือ ทำหน้าที่ในส่วนของความยืดหยุ่นและโค้งงอนั่นเอง และยังช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นไหมอีกด้วย

ตารางที่ 7 สัดส่วนองค์ประกอบกรดอะมิโนของไฟโบรอินสำหรับไหมเลี้ยง^[58]

Amino acid	Symbol	Charge	Hydrophobicity/ hydrophilicity	Amount (g/100g fibroin)
Alanine	Ala	neutral	Hydrophobic	32.4
Glycine	Gly	neutral	hydrophilic	42.8
Tyrosine	Tyr	neutral	hydrophilic	11.8
Serine	Ser	neutral	hydrophilic	14.7
Aspartate	Asp	-	hydrophilic	1.73
Arginine	Arg	+	hydrophilic	0.90
Histidine	His	+	hydrophilic	0.32
Glutamate	Glu	-	hydrophilic	1.74
Lysine	Lys	+	hydrophilic	0.45
Valine	Val	neutral	Hydrophobic	3.03
Leucine	Leu	neutral	Hydrophobic	0.68
Isoleucine	Ile	neutral	Hydrophobic	0.87
Phenylalanine	Phe	neutral	Hydrophobic	1.15
Proline	Pro	neutral	Hydrophobic	0.63
Threonine	Thr	neutral	hydrophilic	1.51
Methionine	Met	neutral	Hydrophobic	0.10
Cysteine	Cys	neutral	Hydrophobic	0.03
Tryptophan	Trp	neutral	hydrophilic	0.36



รูปที่ 7 แผนภาพแสดงโครงสร้างขั้นต้น (primary structure) ของไหมเลี้ยง^[59]

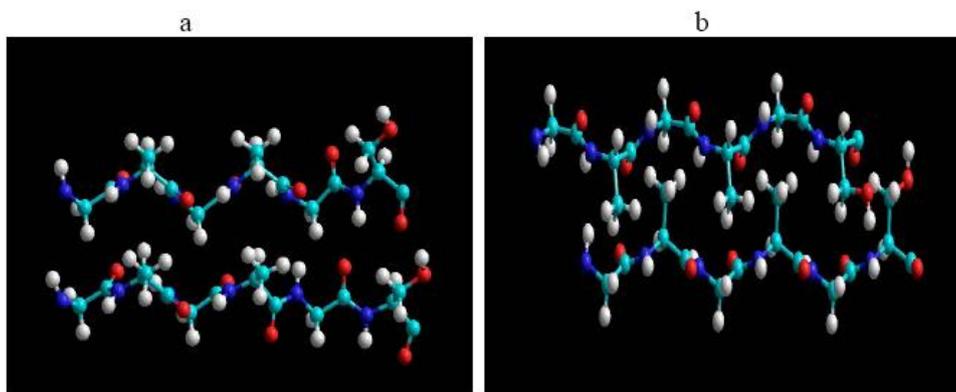
2.4.5 องค์ประกอบทางโครงสร้างของไหม (Structural composition of silks)

โครงสร้างโมเลกุลและผลึกของไหมไฟโบรอินได้รับความสนใจศึกษาวิจัยอย่างมากตลอดศตวรรษที่ผ่านมา ซึ่งพบว่าโครงสร้างของไหมไฟโบรอินจะเป็นการจัดเรียงตัวปกติของแผ่นชีท anti-parallel อย่างไรก็ตามเนื่องจากโมเดลโครงสร้างผลึกนี้ขึ้นกับการประมาณค่าหนึ่งทำให้นักวิจัยหลายกลุ่มไม่เชื่อถือโมเดลนี้^[60-62] และได้พยายามหาโมเดลอธิบายไหมโดยให้มี cell dimensions ที่อ้างอิงจากโมเดลของ polypeptides อย่างเช่น poly(L-Ala-Gly) และ Gly-Ala-Gly-Ala-Gly-Ser โดยในโมเดลใหม่นี้มี 3 conformations ของไหมที่ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิค x-ray และ electron diffraction, NMR และ IR spectroscopy คือ โครงสร้างแบบสุ่ม (random structure, มีความเข้มข้นของไฟโบรอินต่ำ), α -structure (silk I, type II β -turn, ความเข้มข้นสูงเกิดในกรณีไม่มี physical shear), และ β -structure (silk II, antiparallel β -pleated sheet, เกิดจาก physical shear หรือการแช่ในตัวทำละลาย เช่น เมทานอล)^[63] โดย conformations เหล่านี้สามารถเปลี่ยนไปมาหากันได้ขึ้นอยู่กับสภาวะการของการขึ้นรูป เช่น อุณหภูมิ, แรงและลักษณะการดึง, pH, และการแช่ในตัวทำละลาย เป็นต้น

โครงสร้างแบบสุ่มหรือสายโซ่มีความเป็นระเบียบน้อย มีลักษณะเป็นกาวพอลิเมอร์ที่ไม่สามารถปั้นหรือดึงยึดได้^[64] อย่างไรก็ตาม โครงสร้างนี้สามารถเปลี่ยนไปเป็นโครงสร้างแบบ α - และ β -sheet ได้โดยผ่านการดึงเชิงกลและการปรับปรุงในตัวทำละลายอินทรีย์ภายใต้สภาวะของปฏิกิริยาต่างๆ สำหรับโครงสร้างแบบ β -sheet พันธะไฮโดรเจนสามารถเกิดขึ้นได้ระหว่างสายโซ่เปปไทด์ที่อยู่ติดกัน^[65] สายโซ่เปปไทด์อาจจะจัดเรียงตัวแบบเคียงขนานข้างกันหรือจัดแบบ antiparallel direction ได้ใน 4 configurations ที่เป็นไปได้ ดังนี้

- 1). polar-antiparallel sheet ซึ่งเสนอโดย Marsh *et al.*^[66]
- 2). polar-parallel sheet (methyl groups of alanine residues grouped on just one side)
- 3). antipolar-antiparallel sheet (methyl groups pointed alternately to opposite sides of the sheet)
- 4). antipolar-parallel model

รูปที่ 8 แสดงแผนภาพของ 2 configurations ที่เป็นไปได้สำหรับ β -sheet (parallel and anti-parallel) โดยทั้งทิศทางของสายโซ่ที่อยู่ติดกันและความเป็นขั้วของโมเลกุลที่จัดเรียงตัว จะเป็นตัวบ่งชี้ว่าชีทโปรตีนจะวางซ้อนทับกันเป็นผลึกในสามมิติอย่างไร โดย β -sheet จะจัดกันแน่นได้ที่สุดโดยมีระยะห่างระหว่างแผ่นชีทประมาณ 3.5 Å สำหรับ glycine-glycine interactions และ 5.7 Å สำหรับ alanine-alanine interactions [67] ถ้าแผ่นเปปไทด์ชีทขนานกันและไปในทิศทางเดียวกัน พันธะไฮโดรเจนระหว่างแผ่นชีทจะเกิดการบิดเบี้ยวไปห่างกัน 5.27 Å เพราะฉะนั้นพวกมันจะไม่ค่อยเสถียรมากนัก ดังนั้นในแผ่นเปปไทด์ชีทซึ่งขนานกันที่มีพอลิเปปไทด์น้อย 5 หน่วยจะพบน้อยมาก โดยโครงสร้าง β -sheet จะมีโครงสร้างเป็นแบบ polar-antiparallel และจากการที่ Warwicker^[67] ได้



รูปที่ 8 2 configurations ที่เป็นไปได้ของ β -sheet configurations (a) parallel และ (b) anti-parallel

จัดแบ่งโครงสร้าง β -sheet ของไหมออกเป็น 5 กลุ่มตามความยาวของ c-axis ในแต่ละยูนิตเซลล์ พบว่าขนาดของยูนิตเซลล์ของไหมไฟโบรอินเป็น a (9.3 Å), b (9.44 Å) และ c (6.95 Å) อย่างไรก็ตาม ในงานวิจัยปัจจุบันได้แสดงว่า

โครงสร้าง β -sheet ประกอบด้วยซีทโครงสร้าง antipolar-antiparallel สองอันที่จัดเรียงตัวแตกต่างกันตาม crystal sites^[68] ส่วนโครงสร้าง α -structure (silk I, type II β -turn) ยังคงไม่ได้ข้อมูลที่ชัดเจนมากนัก แม้จะมีการศึกษามายาวนานก็ตาม ทั้งนี้เพราะว่ามันสามารถเปลี่ยนไปอยู่ในรูปของ silk II ได้^[69-71] โดยโปรตีนไหมเลี้ยง *B. mori* silk fibroin สามารถอยู่ได้ในสองโครงสร้างที่ต่างกัน คือ ในรูปแบบของแข็ง silk I (ก่อนการสาวใย) และ silk II (หลังการสาวใย) สำหรับโครงสร้างที่สาม (silk III) มีโครงสร้างผลึกเป็น threefold helical crystal structure ซึ่งได้รับการค้นพบโดย Valluzzi *et. al.* (1999) ในตัวอย่างฟิล์มที่เตรียมจากสารละลายไฟโบรอินโดยใช้เทคนิค Langmuir Blodgett^[72] ฟิล์มที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นผลึกที่จัดเรียงตัวในทิศทางเดียว และมีแกนเกลียวจัดเรียงตั้งฉากกับแผ่นฟิล์มหรือแกนเกลียววางตัวอยู่ในแผ่นฟิล์มในตำแหน่ง air-water interface โดยทั้ง ความเป็นผลึกและระดับของการจัดเรียงตัว (crystallinity และ degree of orientation) ของผลึกไหมในรูปของเส้นใย ฟิล์ม และสารละลาย ได้รับการศึกษากว้างขวางในช่วงหลายปีที่ผ่านมา เพราะว่าเป็นปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อสมบัติเชิงกลของตัวเส้นไหมเอง^[73-77]

2.3 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง

ในปี 2001 Koombhongse *et al.*^[78] ได้ทำการศึกษาการติดตั้งเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์แบบดั้งเดิม ดังแสดงในรูปที่ 1 ซึ่งพบว่าข้อได้เปรียบของวิธีการติดตั้งในแนวตั้งนี้คือ จะมีแรงโน้มถ่วงของโลกช่วยในการเกิดการหยดของสารละลายลงไปในแผ่นรองรับ แต่บางกลุ่มวิจัย เช่น Buer *et al.*^[79] และ MacDiarmid *et al.*^[80] ได้ติดตั้งเครื่องมือโดยมีการทำมุมกันระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับ แต่วิธีนี้ต้องใช้ไซริงค์ช่วยเพื่อให้การไหลเป็นไปตามต้องการและในปัจจุบันนี้ยังไม่มีการเปรียบเทียบที่ได้เป็นอย่างดีเป็นระบบระหว่างการติดตั้งเครื่องมือแบบแนวตั้งหรือแนวนอน และขั้วไฟฟ้าคัลล์สูงสามารถจุ่มลงไปในสารละลายหรือหนีบไว้ที่ปลายเข็มก็ได้

Rangpukan and Reneker (2001)^[81] ได้พัฒนาวิธีอิเล็กทรอนิกส์จากพอลิเมอร์หลอมเหลวในสภาวะสูญญากาศ ซึ่งข้อดีคือจะได้สนามไฟฟ้าที่มีความเข้มสูงแม้ในระยะห่างมากๆ และยังสามารถทำได้ในอุณหภูมิที่สูงกว่าในกรณีที่เป็นบรรยากาศปกติ Gupta and Wilkes (2003)^[82] และ Ding's group (2004)^[83] ได้ทำการเสนอเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ชนิดที่มีหัวฉีดหลายหัว โดยกลุ่มของ Ding ยังได้ออกแบบหัวฉีดแบบเคลื่อนที่ได้ซึ่งสามารถทำเป็นแผ่นเมมเบรนที่มีความหนาใกล้เคียงกันได้

ในปี 2003 Li *et al.*^[84] ได้เตรียมเส้นใยที่มีการจัดเรียงในทิศทางเดียวกัน ซึ่งสามารถทำได้โดยอาศัยการใช้แผ่นรองรับที่ประกอบด้วยแผ่นนำไฟฟ้าสองชิ้นที่อยู่ระหว่างกลางของปลายเข็มและแผ่นรองรับโดยให้ทั้งสองแผ่นนี้ห่างกันในระดับหลายร้อยไมโครเมตรไปถึงหลายเซนติเมตร เส้นใยนาโนที่มีประจุจะถูกขับเคลื่อนโดยอันตรกิริยาของไฟฟ้าสถิตย์ทำให้เส้นใยที่ได้มีการยืดออกและแผ่กระจายไปในทิศทางเดียวกัน และ Dersch *et al.*^[85] ได้แสดงการจัดเรียงตัวของเส้นใยนาโนพอลิเอไมด์บนเฟรมโลหะที่ใช้เป็นตัวรองรับซึ่งการจัดเรียงตัวดังกล่าวเชื่อว่าเกิดมาจากลักษณะของพอลิเมอร์เกิดการกระโดดข้ามไปมาระหว่างแต่ละด้านของเฟรมโลหะ เนื่องมาจากผลของประจุไฟฟ้าสถิตย้นั้นเอง ในปี 2004 Sundaray *et al.*^[86] พบว่าเส้นใยเอสปีน (as spun) สามารถจัดเรียงตัวได้เมื่อใช้แท่งฉนวนทรงกระบอกเป็นตัวรองรับที่หมุนด้วยมอเตอร์ประมาณ 2000 rpm

ในปี 2004 Theron *et al.*^[46] ได้รายงานเกี่ยวกับผลกระทบของการเปลี่ยนตัวแปรของวิธีการทำอิเล็กทรอนิกส์หนึ่งของสารละลายของ polyethylene oxide (PEO), polyacrylic acid (PAA), polyvinyl alcohol (PVA), polyurethane (PU) และ polycaprolactone (PCL) ซึ่งพบว่าความหนาแน่นปริมาตรประจุเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลาย แต่ความหนาแน่นประจุบนผิวลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการไหลและกระแสไฟฟ้า โดยกระแสไฟฟ้าในลำกระแสของสารละลายเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราการไหลของสารละลาย PEO, PVA, PAA (2.5×10^5) และ PU แต่ลดลงในตัวอย่าง PCL อัตราการไหลของสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงของ PAA ไม่มีผลกระทบต่อกระแสไฟฟ้า เมื่อเพิ่มอัตราการไหลจะมีประจุของสารละลายเร็วมากที่ปลายเข็มทำให้จำกัดเวลาของสารละลายในการอยู่ในสนามไฟฟ้า จึงทำให้ค่าความหนาแน่นของกระแสปริมาตรลดลงแบบเอกโปเนนเชียล เมื่อระยะทางจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเพิ่มขึ้นซึ่งหมายถึงการลดลงของความเข้มสนามไฟฟ้านั้นเอง

Deitzel et al. 2001^[49] ได้ค้นพบการเกิดปมในเส้นใยและพบว่าศักย์ไฟฟ้าในการสปินนิ่งส่งผลต่อการเกิดปม ขณะที่ความเข้มข้นของพอลิเมอร์มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย โดยจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้น ซึ่งเป็นไปตามกฎ power law ที่ความเข้มข้นสูงจะพบการกระจายตัวแบบสองโหมด

Gupta & Wilkes, 2003^[82] ได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้น ระยะห่างระหว่างปลายเชื่อมกับแผ่นรองรับ ศักย์ไฟฟ้าที่ปลายเชื่อม อัตราการไหล พบว่าเส้นใยเกิดปมขึ้นและมีเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้นเมื่อลดระยะห่างและความเข้มข้นสูงก็ให้เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเพิ่มขึ้น และการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางลดลง เมื่อความเข้มข้นสูงหรือต่ำมากจะไม่เกิดเส้นใยเนื่องจากมีความหนืดสูงมากและความหนืดไม่เพียงพอ ตามลำดับ

Zong et al. 2002^[87] พบว่าการเติมเกลือ 1wt% ลงไปในสารละลายพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ทางธรรมชาติ คือ poly(D,L-lactic acid) ทำให้ได้เส้นใยที่ไม่มีปม (bead-free) ซึ่งการเติมเกลือไปทำให้ประจุไฟฟ้าของลำกระแสของสารละลายเพิ่มขึ้น

Kessick et al., 2004^[88] ได้ศึกษาเปรียบเทียบผิวของเส้นใยสปินนิ่งจากการใช้แหล่งความต่างศักย์ต่างกัน คือแบบศักย์กระแสตรงและศักย์กระแสสลับ พบว่าศักย์แบบกระแสสลับจะเพิ่ม surface coverage บนแผ่นรองรับอย่างมีนัยสำคัญ และจะลดจำนวนเส้นใยที่เกิดการ whipping กันเมื่อใช้ศักย์กระแสตรง

ปัจจุบันเส้นใยนาโนและนาโนคอมพอสิตียังไม่ได้พัฒนาไปถึงระดับอุตสาหกรรมและอยู่ระหว่างการวิจัยและพัฒนาแต่ก็มีศักยภาพสูงที่จะนำไปผลิตในเชิงทางการค้าได้ การนำเส้นใยนาโนพอลิเมอร์ไปประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆ สามารถแบ่งออกเป็น 4 ด้านใหญ่ๆดังนี้ คือ ด้านชีววิทยาการแพทย์ (biomedical applications), ด้านการสังเคราะห์ semiconductor nanowire, ด้านวัสดุสำหรับ structural composite, และการกรอง (filtration)

Fertala et al. 2001^[89] ได้ทำการเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ตามธรรมชาติโดยทำการฉีดลงไปในของเหลวที่เหนียวซึ่งเกิดจากผลึกเพื่อสร้างเป็นแผ่นเส้นใยโครงร่าง (fibrous mat) ทำให้ขาดผลหายเร็วมากขึ้น

Huang et al. 2000^[41] และ Athreya & Martin, 2003^[94] ได้ใช้ nanoscale fibrous scaffolds เป็นแม่แบบที่เหมาะสมเพื่อทำให้เซลล์เกิดขึ้น เคลื่อนที่และเจริญเติบโต นอกจากนี้เส้นใยนาโนจากพอลิเมอร์ที่มีความเข้ากันได้ยังสามารถฝังตัวเป็นแผ่นรูพรุนบางๆเพื่อการปลูกถ่ายอวัยวะในร่างกายมนุษย์ได้

Wnek et al. 2003^[5] ได้ทำการนำเอาวัสดุคอมพอสิตเติมเข้าไปในแผ่นเส้นใยโครงร่างสำหรับสร้างเนื้อเยื่อซึ่งเพิ่มหน้าที่มันตรงตำแหน่งที่ต้องการ โดยพบว่า electrospinning fibrinogen สามารถเป็นคู่แข่งสำคัญสำหรับการสร้างแผ่นโครงร่างสำหรับวิศวกรรมเนื้อเยื่อ การตกแต่งผล homeostatic หรือผลิตภัณฑ์อื่นๆ

Chen C. et al. 2006^[90] ได้ทำการเตรียมแผ่นเส้นใยไหมจากสารละลายไหมมีขั้วที่มีความเข้มข้นสูงโดยไม่มีการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ใดๆ แล้วทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค FTIR, WAXD และ DSC และ tensile testing ซึ่งพบว่า as-spun fiber ที่ได้มีโครงสร้างเป็น random coil conformation และหลังจากทำการปรับปรุงด้วยเมทานอลพบว่าโครงสร้างเปลี่ยนไปเป็นแบบเบต้าชีททำให้มีค่าความแข็งแรงสูงขึ้นอย่างมาก ซึ่งน่าจะเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้ในวิศวกรรมเนื้อเยื่อ

บทที่ 3 การทดลอง

3.1 เครื่องมือ

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือ	ยี่ห้อ/รุ่น
FTIR Spectrometer	Perkin Elmer/FTIR 2000
Scanning Electron Microscope (SEM)	JEOL/JSM 5410 LV
X-Ray Diffraction (XRD)	Philips/X'Pert-MDP
Differential Scanning Calorimeter (DSC)	Mettler toledo/Star ^c SW8.01
Thermalgravimetric Analysis (TGA)	Rigaku/ThermoPlus
Programable syringe pump	Harvard Apparatus/
High voltage power supply	Gamma High Voltage/ES30P-5W
Brookfield viscometer	Brookfield / DV-II+
Freez dryer	Science Engineer International co. Ltd/ Flexi-Dry MP
Conductimeter	Eutech Instruments/Cyber scan 300
Isotemp vacuum oven	Jenway /1000
Cellulose tubular membrane	Membrane Filtration Products, Inc/Cellu-Sep T1

3.2 สารเคมี

ตารางที่ 2 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

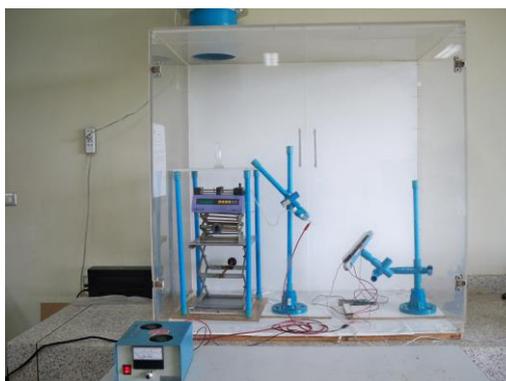
สารเคมี	บริษัท
Ethanol	Carlo Erba
Lithium bromide	ACROS organics
Sodium hydrogen carbonate, 99.5%	Carlo Erba
Hexafluoroacetone	Aldrich
Sodium Hydrogen Phosphate	AJAX chemical
Disodium Hydrogen Phosphate	Carlo Erba
Sodium Chloride	Merck
Hydrochloric	Analar
Acetic acid	Analar
Formic acid 99%	Carlo Erba
Ethanol 99.8%, Analytical grade	Carlo Erba
Isopropyl alcohol, 99.8%, Analytical grd.	Carlo Erba
CaCl ₂ (92%)	Carlo Erba
Polyethylene oxide (PEO), M _w =200,000	ACROS organics
Polyvinyl pyrrolidone (PVP) M _w =1,300,000	ALDRICH

3.3 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

เส้นไหมเลี้ยงดิบ สีเหลือง จากศูนย์ศิลปาชีพในสมเด็จพระนางเจ้าฯ บ้านยางชุมชนน้อย อ. เชิงใน จ. อุบลราชธานี

3.4 การสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์อย่างง่ายเพื่อใช้ผลิตเส้นใยนาโน

1. โดยทำการติดตั้งเครื่อง power supply source ที่สามารถให้ศักย์ไฟฟ้าได้สูงถึง 30 kV และสามารถปรับแต่งค่าความต่างศักย์ได้ เข้ากับชุดขาตั้งสำหรับยึด glass syringe
2. ทำการเตรียมแผ่นรองรับเส้นใยที่เป็นโลหะ โดยคาดว่าจะเตรียมแผ่นรองรับเป็น 2 แบบ คือแบบที่อยู่นิ่งกับที่ และแบบที่สามารถเคลื่อนที่ได้
3. เตรียมการจัดวาง glass syringe ว่าจะวางตัวในแนวตั้ง แนวนอน หรือทำมุมกับแผ่นรองรับ 45 องศา โดยในการศึกษารุ่นนี้ จะทำการศึกษาในทั้งสามแบบนี้เพื่อหาว่าแบบใดเหมาะสมสำหรับชุดเครื่องมือที่ติดตั้งขึ้น
4. เตรียมชุด programmable syringe pump ให้สามารถปรับอัตราการไหลด้วยการสั่งงานด้วยการปรับมือและผ่านโปรแกรมคอมพิวเตอร์ได้ (ถ้าสามารถเขียนโปรแกรมเสร็จทัน)
5. ทำการต่อชุดสายไฟฟ้าต่างๆเข้ากับชุดอุปกรณ์ทั้งหมด เพื่อทดสอบว่าสามารถทำงานได้หรือไม่ หากไม่ได้จะทำการแก้ไขให้สามารถใช้งานได้ต่อไป โดยภาพลักษณะการติดตั้งเครื่องมือเมื่อแล้วเสร็จ น่าจะมีหน้าตาเป็นดังรูปที่ 3.1 โดยในการทดสอบเราจะนำเอาสารละลายพอลิเมอร์มาทดลองขึ้นรูปดูก่อน เมื่อระบบเสถียรแล้วจึงจะนำไปใช้กับตัวอย่างที่เป็นสารละลายใหม่ต่อไป



รูปที่ 3.1 ภาพแสดงชุดเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ที่คาดว่าจะจะเป็น

3.5 การเตรียมสารละลายใหม่เพื่อใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโน

1. ทำการลอกกวไหม (degummed process) เพื่อทำการกำจัดเซรีซิน (กวไหม) ออกไปก่อน โดยตัวอย่างไหมที่จะนำมาใช้ในการทดลองครั้งนี้ จะมีอยู่ 2 แบบ คือ จากรังไหมโดยตรง และ จากเส้นไหมดิบ
2. โดยสารละลายที่ใช้ในการลอกกว ก็จะใช้ NaHCO_3 ที่ความเข้มข้น 50 wt% โดยนำไหมดิบไปต้มกับสารละลายดังกล่าว หลังจากนั้นก็นำไหมที่ผ่านการต้มไปล้างน้ำ 4-5 ครั้งเพื่อให้ไหมที่ได้มีความเป็นกลางและสะอาดเพื่อเตรียมพร้อมสำหรับการทำเป็นสารละลายใหม่ต่อไป
3. นำไหมที่ได้จากข้อ 2 ไปละลายในระบบตัวทำละลาย $\text{CaCl}_2/\text{H}_2\text{O}/\text{EtOH}$ (1:8:2), 9.3 LiBr, และ 50wt% CaCl_2 จากนั้นกรองเอาสารละลายที่ได้ใส่ถุง Cellulose tubular membrane แล้วนำไปทำการ dialysis ในน้ำเป็นเวลา 3 วัน โดยทำการเปลี่ยนน้ำใหม่ทุกๆวัน เพื่อหาระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมผงไหมที่เหมาะสมในการเป็นสารละลายที่เหมาะสมสำหรับการฉีดด้วยอิเล็กทรอนิกส์

4. จากนั้นกรองเอาสารที่ได้จากการทำ dialysis ไปทำให้แห้งด้วยเครื่อง freeze die ซึ่งจะทำได้ผงไหม้สำหรับเตรียมเป็นสารละลายสำหรับฉีดต่อไป

3.6 การขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

ทำการละลายผงไหม้ที่ความเข้มข้นต่างๆ 6-20 % (w/v) ด้วยตัวทำละลายกรด Formic 99% เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายไหม้ที่เตรียมได้ มาบรรจุลงสายยางที่ต่อกับ glass syringe เพื่อนำไปเตรียมฉีดด้วยเครื่องอิเล็กโตรสปินนิง โดยในการศึกษาครั้งนี้ จะแปรตัวแปรของ

1. ความเข้มข้นของสารละลายไหม้
2. ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้
3. ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นภาชนะรองรับ
4. ระบบการฉีด (แนวตั้ง แนวเฉียง และแนวนอน)

นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างไหม้ (SF) กับ PVP ด้วย โดยเลือกเอาสภาวะที่เหมาะสมจากระบบที่ได้จากการขึ้นรูปเส้นใยไหม้มาปรับใช้ โดยจะทำการแปรอัตราส่วนผสมจาก 8:2, 6:4, 5:5, 4:6 และ 8:2 อัตราส่วนโดยน้ำหนัก เพื่อหาอัตราส่วนผสมที่เหมาะสม

3.7 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแผ่นเส้นใยไหม้และเส้นใยผสมที่เตรียมได้

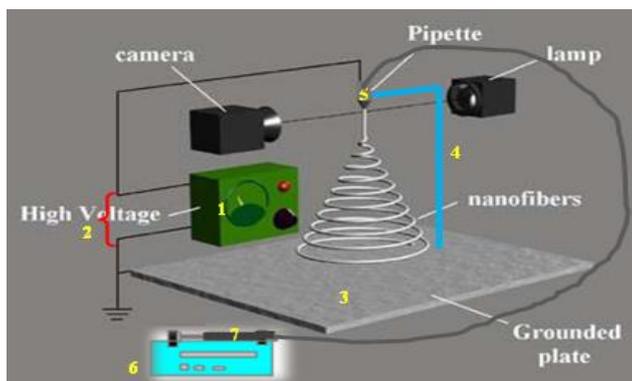
1. ทำการศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิค SEM เพื่อหาขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางและการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย
2. หาโครงสร้างทางเคมีและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค FTIR และ เทคนิค WAXD ตามลำดับ
3. ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนและความเสถียรต่อความร้อนด้วยเทคนิค DSC และ TG-DTA ตามลำดับ

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 การสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์อย่างง่าย

4.1.1 การออกแบบและสร้างประกอบอุปกรณ์ระบบอิเล็กทรอนิกส์เบื้องต้น

ได้ทำการออกแบบสร้างขาตั้งยึดลำกระบอกระบายน้ำโดยเขียนรูปขาตั้งขึ้นมาคร่าวๆก่อนโดยใช้โปรแกรม Paint จากนั้นจึงเลือกวัสดุอุปกรณ์ที่จะใช้ในการประกอบ โดยวัสดุอุปกรณ์ที่เลือกใช้ในการประกอบเป็นชุดอุปกรณ์สำหรับระบบอิเล็กทรอนิกส์เบื้องต้น คือ วัสดุที่ทำมาจากพลาสติกหรือใช้วัสดุท่อ PVC (Polyvinyl chloride) เนื่องจากเป็นฉนวนและไม่นำไฟฟ้าแล้วยังสามารถหาซื้อได้ง่าย ราคาไม่แพง ส่วนประกอบต่างๆของระบบอิเล็กทรอนิกส์เบื้องต้นพื้นฐานแสดงดังรูปที่ 4.1



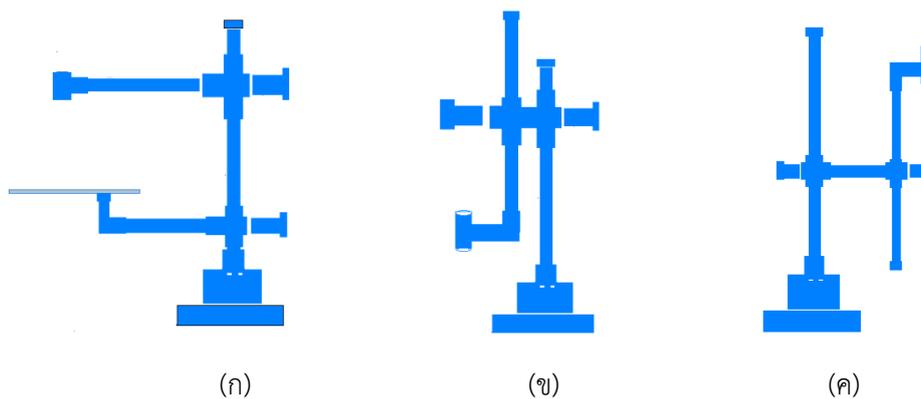
ภาพที่ 4.1 อุปกรณ์.....เตรียมเส้นใยโพลีเมอร์โดยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต^[41] ประกอบด้วยส่วนประกอบต่างๆของระบบอิเล็กทรอนิกส์เบื้องต้น มีดังนี้

1. เครื่องจ่ายไฟฟ้าศักย์สูง
2. ขั้วต่อไฟฟ้าบวกและลบ
3. วัสดุรองรับเส้นใย
4. ขาตั้งยึดลำกระบอกระบายน้ำ
5. Glass syringe
6. อุปกรณ์ควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย และ
7. กระบอกระบายน้ำพลาสติกพร้อมสายยางเชื่อมต่อปั๊ม

4.1.2 การออกแบบสร้างอุปกรณ์ขาตั้งสำหรับการฉีดในระบบแนวตั้ง แนวเฉียงและแนวนอน

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาระบบการฉีดสารละลายเป็นสามแนว คือ แนวตั้ง แนวเฉียง และ แนวนอน ดังแสดงดังรูปที่ 4.2 โดยอุปกรณ์ขาตั้งนี้ต้องสามารถปรับเปลี่ยนแนวการฉีดเป็นได้ทั้งสามแบบจากการปรับเปลี่ยนวิธีการประกอบเท่านั้น สำหรับอุปกรณ์ที่ใช้ในสร้างอุปกรณ์ขาตั้ง ประกอบด้วย

1. หัวชุด PVC หนา 13.5 ไม่มีเกลียว 1/2" 3 ตัว
2. ขั้วต่อ 4 ทิศ PVC 3/4" 2 ตัว
3. ท่อสั้นหน้างาน PVC 1 ตัว
4. คลื่นเข้าที่ PVC 1 ตัว
5. สามทางเกลียวนอกทองเหลือง PVC 1/2" (สี่หุน) 2 ตัว
6. ขั้วต่อเกลียวใน PVC หนา 13.5 1/2"
7. ข้องอ PVC 90 องศา หนา 13.5 1/2" 1 ตัว
8. สามทาง PVC หนา 13.5 1/2" 1 ตัว
9. ท่อ PVC ขนาด 4 และ 6 หุน
10. ขั้วต่อตรง PVC หนา 13.5 1/2"
11. แผ่นอะคริลิกขนาด 8×12 เซนติเมตร
12. แผ่นไม้อัดขนาด 30 × 20 เซนติเมตร
13. น็อต



ภาพที่ 4.2 ภาพจำลองอุปกรณ์ที่ใช้สร้างขาตั้งสำหรับยึด glass syringe ในระบบ (ก) แนวตั้ง (ข) แนวเฉียง และ (ค) แนวนอน

สำหรับภาพอุปกรณ์ที่ประกอบสำเร็จแล้วในการจัดวางแนวการฉีดทั้งสามแบบแสดงดังรูปที่ 4.3



ภาพที่ 4.3 ภาพจริงของอุปกรณ์ขาตั้งสำหรับยึด glass syringe ในระบบ (ก) แนวตั้ง (ข) แนวเฉียง และ (ค) แนวนอน

4.1.3 การออกแบบสร้างอุปกรณ์รองรับเส้นใย

ในการออกแบบอุปกรณ์รองรับเส้นใย (collector screen) ได้ทำการออกแบบให้มีลักษณะดังรูปที่ 4.4 โดยอุปกรณ์ขาตั้งเตรียมจากท่อ PVC เช่นกัน และใช้แผ่นรองรับเป็นแผ่นโลหะทองแดงขนาด $15 \times 15 \text{ cm}^2$ นอกจากนี้แล้วแผ่นรองรับเส้นใยนี้ต้องสามารถปรับเปลี่ยนมุมเพื่อรองรับเส้นใยที่ฉีดมาจากระบบการฉีดทั้งในแนวตั้ง แนวนอนและแนวเฉียงได้ อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมแผ่นรองรับพร้อมขาตั้งประกอบด้วย

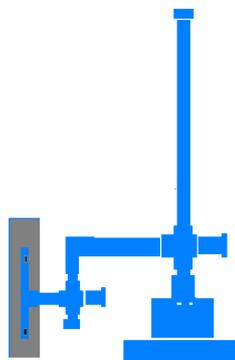
1. หัวอุด PVC หนา 13.5 ไม่มีเกลียว 1/2" 3 ตัว
2. ข้อต่อ 4 ทาง PVC 3/4" 2 ตัว
3. คลีนเอ้าท์ PVC 1 ตัว
4. สามทางเกลียวนอกทองเหลือง PVC 1/2" 2 ตัว
5. ข้อต่อเกลียวใน PVC หนา 13.5 1/2" 2 ตัว
6. ข้องอ PVC 90 องศา หนา 13.5 1/2" 1 ตัว

7. ท่อ PVC ขนาด 4 และ 6 หุน

8. ท่อส้นหน้างาน PVC 1 ตัว

9. น็อต

และภาพอุปกรณ์จริงของแผ่นรองรับเส้นใยแสดงดังรูปที่ 4.5



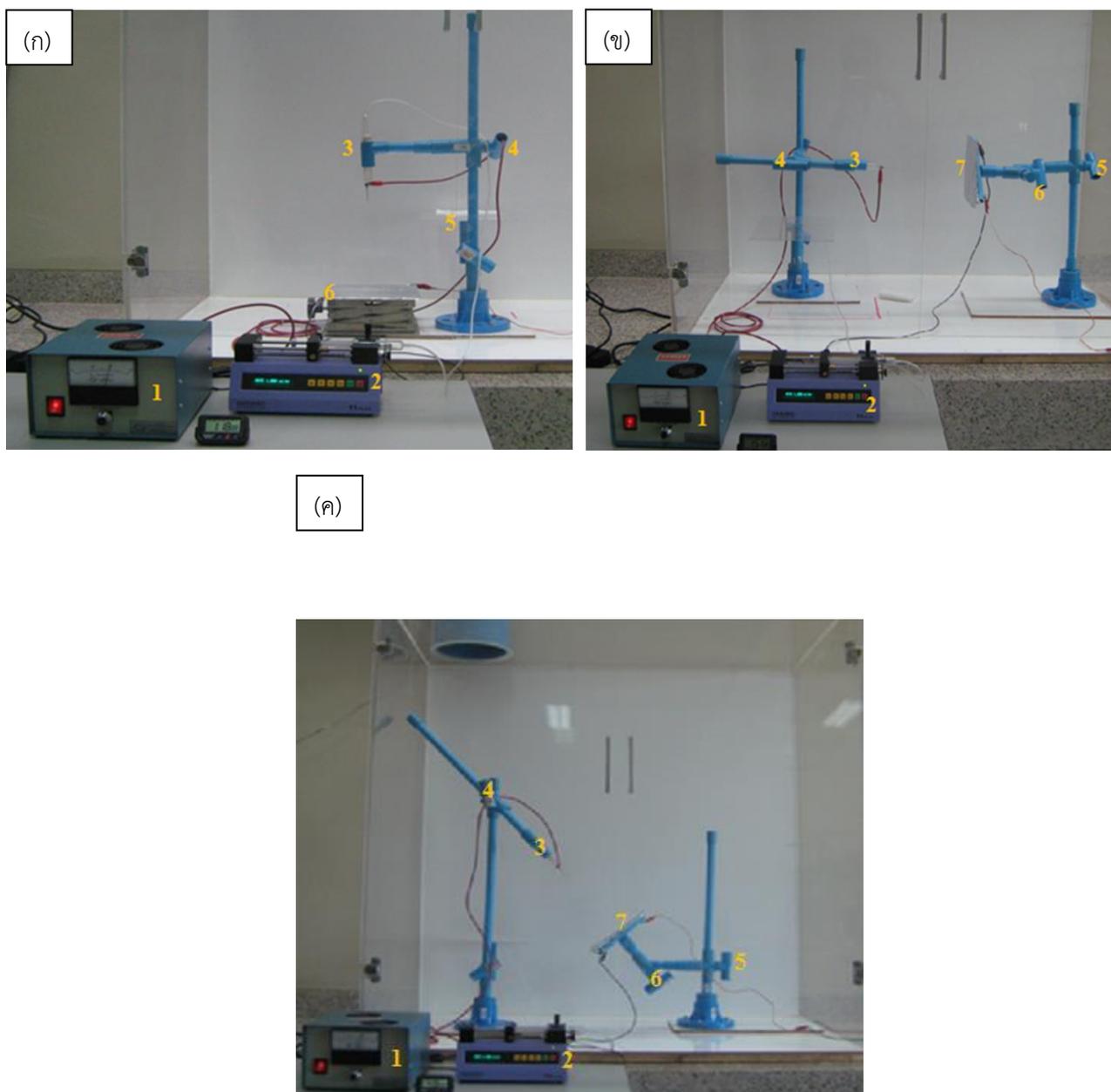
ภาพที่ 4.4 ภาพจำลองอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเป็นวัสดุรองรับเส้นใยที่สามารถปรับมุมได้



ภาพที่ 4.5 ภาพจริงของวัสดุรองรับเส้นใยที่สามารถปรับมุมได้

4.1.4 ชุดเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ที่ประกอบแล้วเสร็จ

ในการศึกษานี้ประสบความสำเร็จในการประกอบชุดเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ขึ้นมาทั้งหมด 3 ระบบ ซึ่งแบ่งตามรูปแบบของการฉีด ดังนี้ ระบบอิเล็กทรอนิกส์ปั่นนิ่งแนวตั้ง ระบบอิเล็กทรอนิกส์ปั่นนิ่งแนวนอน และ ระบบอิเล็กทรอนิกส์ปั่นนิ่งแนวตั้ง ดังแสดงในรูปที่ 4.6ก - 4.6ค ตามลำดับ



รูปที่ 4.6 เครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ป็นระบบการฉีดแบบ (ก) แนวตั้ง (ข) แนวนอน และ (ค) แนวเฉียง ที่เสร็จสมบูรณ์

จากรูปที่ 4.7 จะเห็นว่าองค์ประกอบหลักๆของเครื่องอิเล็กทรอนิกส์ป็นระบบการฉีดประกอบด้วย 3 ส่วนคือ หมายเลข 1 เครื่องจ่ายศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงเพื่อทำให้หยดสารละลายสามารถเอาชนะแรงตึงผิวได้ หมายเลข 2 เครื่องจ่ายแรงดันสารละลายพอลิเมอร์ หรือ Syringe pump ทำให้ควบคุมการไหลของสารละลายให้เป็นตามที่เราต้องการ และหมายเลข 6 (ในรูป 4.6ก) และ หมายเลข 7 (ในรูป 4.6ข-ค) เป็นแผ่นรองรับเส้นใยหรือ collecting screen โดยเราได้ออกแบบให้เข็มฉีดยาไม่ได้ต่อเข้ากับกระบอกฉีดยาทั้งนี้เพื่อป้องกันไม่ให้กระแสไฟกระโดดจากปลายเข็ม (หมายเลข 3) มายังเครื่อง syringe pump อันจะทำให้เครื่องมือเสียหาย แต่ได้ทำการต่อเป็นสายยางที่บรรจุ

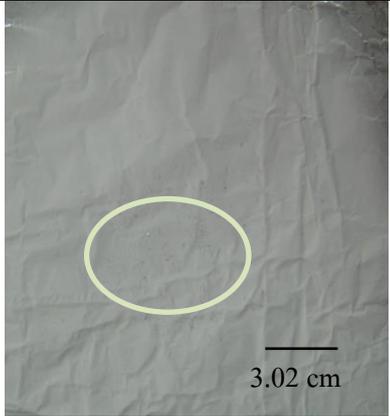
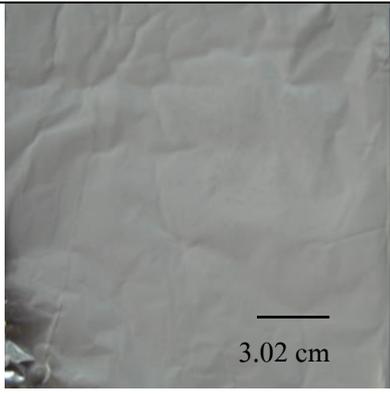
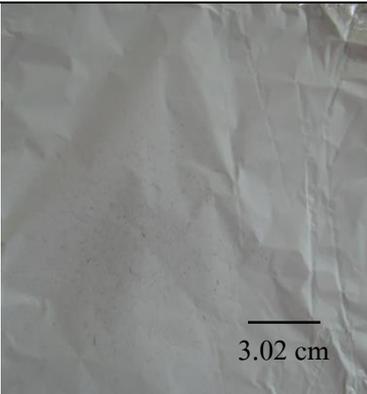
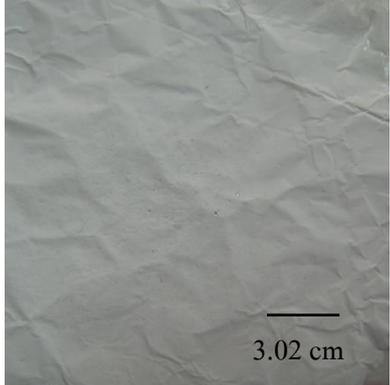
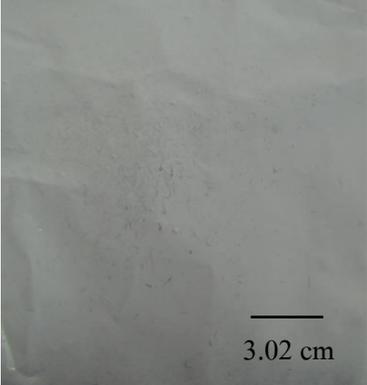
สารละลายพอลิเมอร์แทนและต่อปลายเข็มฉีดยากับปลายสายยางอีกทีหนึ่งซึ่งการออกแบบแบบนี้พบว่าได้ผลดีเป็นที่น่าพอใจของเราเป็นอย่างมาก

4.2 การทดสอบระบบเครื่องมือที่สร้างขึ้น

เพื่อทดสอบระบบอิเล็กทรอนิกส์ทั้งสามระบบที่ประกอบขึ้นมาว่าจะสามารถใช้งานได้ดีแค่ไหนและแบบใดที่จะเหมาะสมนำไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนของไหมต่อไป จึงได้ทำการทดลองกับระบบสารละลายพอลิเมอร์ก่อนเพราะเตรียมได้ง่ายและรู้น้ำหนักโมเลกุลที่แน่นอนและควบคุมคุณสมบัติได้ง่ายกว่าสารละลายไหม ดังนั้นจึงได้ทดสอบขึ้นรูปเส้นใยพอลิเอทิลีนออกไซด์ (Poly(ethylene oxide), PEO) โดยได้เตรียมสารละลาย PEO ที่ความเข้มข้น 6, 10 และ 14 % wt/v โดยใช้โซโพรพานอลและน้ำดีไอ เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วน 7:3 ตามลำดับ และให้ศักย์ไฟฟ้าที่ 20 kV ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ 20 cm และควบคุมอัตราการไหลของสารละลายเป็น 1 mL/h โดยกำหนดเวลาในการเก็บเส้นใยในแต่ละระบบเท่ากับ 1 ชั่วโมง ลักษณะทางกายภาพของเส้นใย PEO ที่เตรียมได้แสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะของแผ่นเส้นใย PEO บนวัสดุรองรับสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยด้วยระบบการฉีดทั้ง 3 แบบที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าในแผ่นรองรับเส้นใยที่ขึ้นรูปจากสารละลาย PEO ความเข้มข้น 6 wt% ในทั้ง 3 แนวการฉีดนั้นปริมาณหยดสารละลายที่หลุดออกจากปลายเข็มฉีดยาเกิดขึ้นปริมาณมากเมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายความเข้มข้นอื่นๆ เนื่องจากสารละลายมีความเข้มข้นต่ำสุดจึงมีการเกี่ยวพันของสายโซ่พอลิเมอร์น้อยและทำให้มีแรงผิวของสารละลายสูง เมื่อทำการขึ้นรูป/ฉีดออกมาเส้นใยที่ได้จึงมีเกิดการขาดและไม่ต่อเนื่องจึงทำให้มีหยดสารละลายเกิดขึ้นมาก และเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณหยดสารละลายที่เกิดขึ้นในทั้งสามระบบพบว่า ระบบการฉีดแนวนอน < แนวเฉียง < แนวตั้ง ตามลำดับ แต่หากเทียบปริมาณเส้นใยที่เกิดขึ้นบนแผ่นวัสดุรองรับพบว่า ระบบการฉีดแนวนอน < แนวเฉียง < แนวตั้ง ตามลำดับ และเมื่อนำตัวอย่างเส้นใยที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบลักษณะทางกายภาพดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.1 ภาพถ่ายแผ่นเส้นใย PEO ที่เกิดขึ้นบนวัสดุรองรับในการทำอิเล็กโตรสปินนิงในแต่ละระบบที่ความเข้มข้น 6, 10 และ 14 wt% โดยใช้ไอโซโพรพานอลและน้ำ DI เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วน 7:3

ระบบ ความเข้มข้น	แนวเฉียง	แนวนอน	แนวตั้ง
6 %wt PEO			
10%wt PEO			
14%wt PEO			

Note: สภาวะที่ใช้ในการขึ้นรูป: ศักย์ไฟฟ้า = 20 kV, ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ = 20 cm และอัตราการไหล = 1 mL/h และเวลาในการเก็บเส้นใย = 1 ชั่วโมง

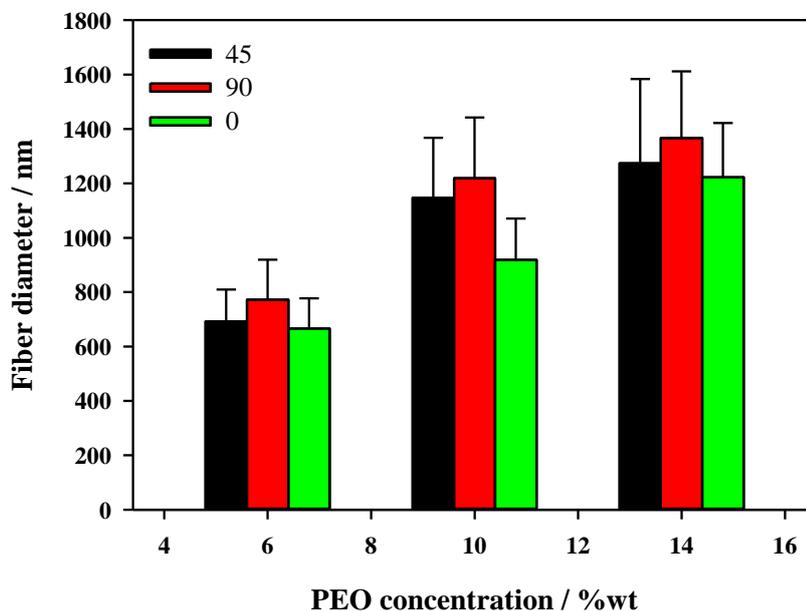
ตารางที่ 4.2 ภาพถ่าย SEM ของแผ่นเส้นใย PEO ที่เกิดขึ้นบนวัสดุรองรับในการทำอิเล็กโตรสปินนิงในแต่ละระบบที่ความเข้มข้น 6, 10 และ 14 wt% โดยใช้ไอโซโพรพานอลและน้ำ DI เป็นตัวทำละลายในอัตราส่วน 7:3

ระบบ / ความเข้มข้น	แนวเฉียง	แนวนอน	แนวตั้ง
6 wt%			
10 wt%			
14 wt%			

Note: สภาพที่ใช้ในการขึ้นรูป: ศักย์ไฟฟ้า = 20 kV, ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ = 20 cm และอัตราการไหล = 1 mL/h และเวลาในการเก็บเส้นใย = 1 ชั่วโมง

จากตารางที่ 4.2 จะเห็นว่าทุกระบบการฉีดสามารถให้เส้นใย PEO ได้คล้ายๆกัน จะมีแต่ความหนาแน่นและความหนาของเส้นใยที่ไม่เท่ากัน โดยพบว่าระบบการฉีดแนวตั้ง (หรือมุม 90°) จะมีความหนาแน่นมากที่สุด รองลงมาเป็นแนวเฉียง (หรือมุม 45°) และระบบการฉีดแนวนอน (หรือมุม 0°) มีความหนาแน่นของแผ่นเส้นใยน้อยที่สุด เนื่องจากเส้นใยบางส่วนไม่สามารถวิ่งไปถึงแผ่นรองรับได้ทั้งหมด นอกจากนี้แล้วเมื่อเพิ่มความเข้มข้นขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางจะมีขนาดเพิ่มขึ้นและเส้นใยจะมีผิวขรุขระมากขึ้นโดยเฉพาะที่ความเข้มข้น 14 wt% (ดูรูปที่ 4.7 ประกอบ) ทั้งนี้เนื่องมาจากความหนืดที่เพิ่มมากขึ้นทำให้เส้นใยเกิดการยืดตัว (stretching) ได้ไม่เต็มที่เพราะมีการเกี่ยวพันของสายโซ่มากเกินไปความแรงของสนามไฟฟ้าจึงไม่แรงเพียงพอที่จะทำให้เกิดการยืดตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ และเมื่อเส้นใย

แข็งตัวขณะเดินทางจากปลายเข็มฉีดยามาถึงแผ่นรองรับจึงทำให้เกิดลักษณะผิวขรุขระและมีลักษณะเป็นเม็ดปมขึ้นได้ในเส้นใย (bead fibers)



รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย PEO กับ ความเข้มข้นของสารละลาย PEO

ดังนั้นจากข้อมูลส่วนที่ 1 ทำให้สามารถสรุปได้ว่า

1. สามารถสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ได้ง่ายได้สำเร็จ จำนวน 1 ชุด
2. เครื่องมือที่สร้างขึ้นสามารถนำมาปั่นเส้นใยจากสารละลายพอลิเมอร์ได้
3. ระบบการฉีดที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้กับการขึ้นรูปเส้นใยนาโนของไหมคือ ระบบการฉีดแนวเฉียง (หรือมุม 45°) เนื่องจากให้ปริมาณของเส้นใยได้ดีและมีเม็ดปด/หยดของพอลิเมอร์ที่หลุดไปติดกับแผ่นรองรับเส้นใยน้อยกว่าแบบแนวตั้ง

ส่วนที่ 2

การประยุกต์ใช้งานเครื่องอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งอย่างง่าย สำหรับขึ้นรูปเส้นใยนาโนจากสารละลายไหม

4.3 ระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมผงไหม (silk sponge)

เพื่อให้ได้สารละลายพอลิเมอร์ที่เหมาะสมสำหรับใช้ในขบวนการขึ้นรูปเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง ระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญอย่างมากที่ต้องได้รับการปรับปรุงให้เหมาะสม ดังนั้นในการศึกษานี้ จึงได้ศึกษาระบบตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับเตรียมผงไหมที่พร้อมที่จะใช้เป็นสารละลายไหมต่อไป โดยได้ทำการศึกษาระบบตัวทำละลายทั้งหมด 3 ระบบ ประกอบด้วย สารละลายโซเดียมคลอไรด์ (50wt% NaCl) สารละลายระบบสามตัวทำละลาย (ternary solvent, $\text{CaCl}_2/\text{H}_2\text{O}/\text{EtOH}$ (1:8:2 mole ratio)) และสารละลายลิเทียมโบรไมด์ (9.3M LiBr) โดยหลังจากนำไหมไปผ่านการกำจัดกาวยูเรซินแล้วจะได้เส้นไหมที่นุ่มและลื่นมันวาว ไม่หยาบกระด้าง เราเรียกไหมในขั้นนี้ว่า degummed silk หรือเรียกว่าไหมไฟโบรอิน silk fibroin (SF) แล้วนำมาตัดเป็นชิ้นเล็กๆแล้วละลายในตัวทำละลายทั้ง 3 ระบบ จากนั้นทำการโตะไลซิสและทำให้แห้งด้วยวิธีไลโอไฟล์ซจะได้ผงไหมมีลักษณะสีเหลืองเข้มจนถึงเหลืองอ่อน เรียกว่า silk fibroin sponge ดังแสดงในรูปที่ 4.8

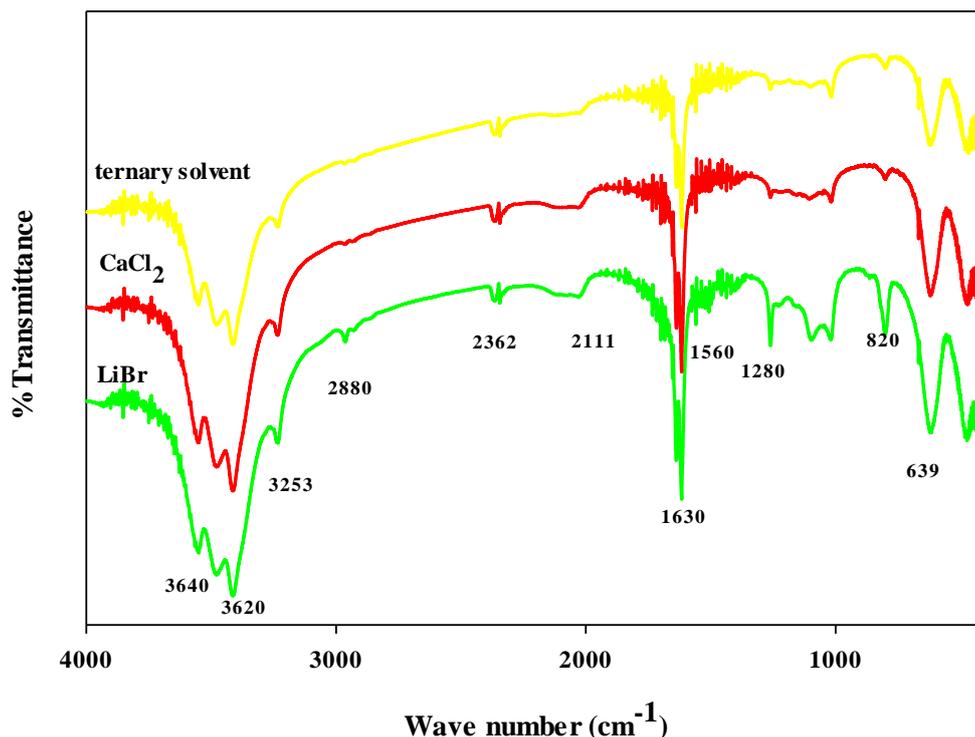


รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายของผงไหม (silk fibroin sponge) ที่ได้จากระบบตัวทำละลาย (ก) LiBr solution, (ข) CaCl_2 solution และ (ค) ternary solvent ($\text{CaCl}_2/\text{H}_2\text{O}/\text{EtOH}$; 1:8:2 อัตราส่วนโมล)

จากรูปที่ 4.8 พบว่าผงไหมที่ได้รับจากระบบตัวทำละลาย 9.3 M LiBr จะค่อนข้างแข็งแต่เปราะแตกง่าย ขณะที่ผงไหมที่ได้รับจากอีกสองระบบที่เหลืองกว่าเป็นผงฝุ่นและมีสีเหลืองจางกว่าผงไหมที่ได้รับจากระบบลิเทียมโบรไมด์ จากนั้นได้ทำผงไหมทั้งสามไปเตรียมเป็นสารละลายไหม (spinning solution) ด้วยตัวทำละลายกรดฟอร์มิก 99% สำหรับปั่นเส้นใยด้วยเครื่องอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง จากการทดลองพบว่าผงไหมที่เตรียมจากตัวทำละลายลิเทียมโบรไมด์จะค่อนข้างเหนียวติดกันและมีความหนืดระดับหนึ่ง ขณะที่สารละลายที่ได้จากอีกสองระบบ พบว่าสารละลายไม่เหนียวติดกันและดูเหมือนจะมีความหนืดน้อยกว่า จากข้อมูลนี้บ่งชี้ว่าน้ำหนักโมเลกุลของผงไหมที่ได้จากระบบตัวทำละลายทั้งสามมีค่าต่างกัน โดยน้ำหนักโมเลกุลที่ได้จากระบบลิเทียมโบรไมด์น่าจะมีค่าสูงกว่าที่ได้จากอีกสองระบบ

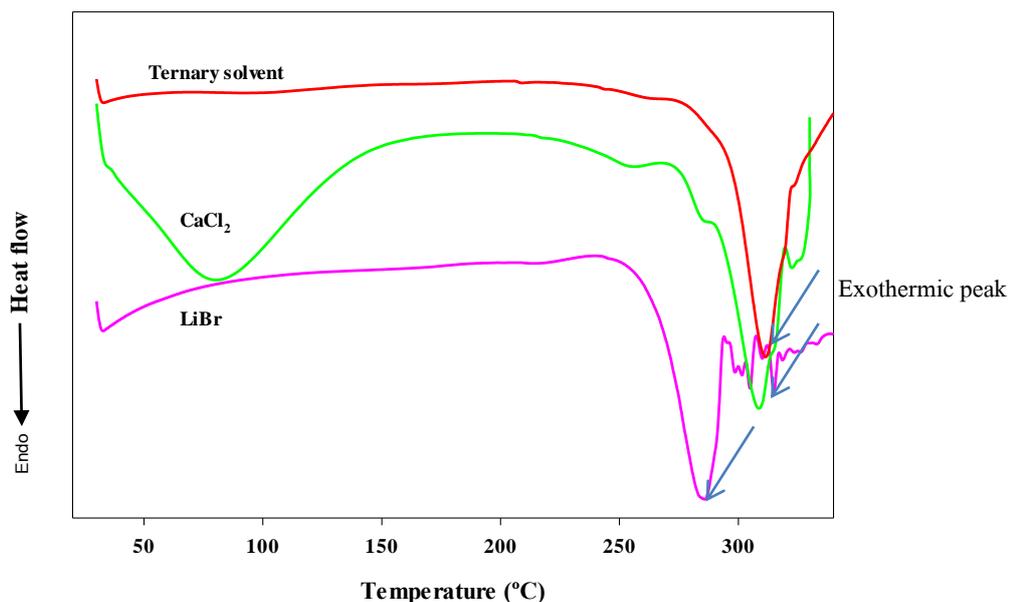
และเมื่อนำสารละลายไหมดังกล่าวไปทดสอบขึ้นรูปเป็นเส้นใยนาโน พบว่ามีเพียงสารละลายไหมที่เตรียมจากผงไหมระบบลิเทียมโบรไมด์เท่านั้นที่ให้เส้นใยไหมที่ดีและมีความเรียบสม่ำเสมอ ทั้งนี้อาจเนื่องจากผงไหมที่ได้จากระบบลิเทียมโบรไมด์มีน้ำหนักโมเลกุลที่เหมาะสมกับขนาดของการเกิดการเกี่ยวพันกันของสายโซ่พอลิเมอร์ (chain entanglements) ในขณะที่อีกสองสารละลายที่เหลืองกว่ามีความหนืดที่ต่ำกว่าเนื่องจากการเกี่ยวพันกันของสายโซ่น้อยกว่า (น้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า) ดังนั้นจึงได้เม็ดกลมของพอลิเมอร์แทนที่จะได้เส้นใยบนแผ่นรองรับ และการที่มีความหนืดต่ำยังเหนียวนำไปเกิดเส้นใยที่มีเม็ดปม (beaded fibers) แทนที่จะได้เส้นใยที่เรียบและสม่ำเสมอ ดังนั้นจากผลการทดลองนี้เราจึงได้เลือกใช้ระบบลิเทียมโบรไมด์ในการเตรียมผงไหมเพื่อเตรียมเป็นสารละลายไหมต่อไป

นอกจากนี้ยังได้วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันทางเคมี สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางโครงสร้างของผงไหมทั้งสามระบบที่เตรียมได้โดยใช้ เทคนิค FTIR, DSC, และ XRD, ตามลำดับ รูปที่ 4.9 แสดงสเปกตรัม FTIR ของผงไหมที่ได้จากทั้งสามระบบ (LiBr, CaCl₂, and ternary solvent systems) และจากสเปกตรัมที่ได้พบว่ามีควมคล้ายคลึง โดยจะมีพีคการดูดกลืนหลักอยู่ที่ 3500 – 3250 cm⁻¹ ซึ่งเป็นส่วนของ O-H stretching, 3200 – 2800 cm⁻¹ ซึ่งเป็นส่วนของ C-H₂ stretching, และ 1675 – 1650 cm⁻¹ ซึ่งเป็นส่วน C=O stretching, ตามลำดับ และพบโครงสร้าง amide I, amide II และ amide III bands อยู่ที่ 1630, 1560 และ 1280 cm⁻¹, ตามลำดับ ผลการศึกษานี้ยืนยันว่าเราประสบความสำเร็จในการเตรียมผงไหม



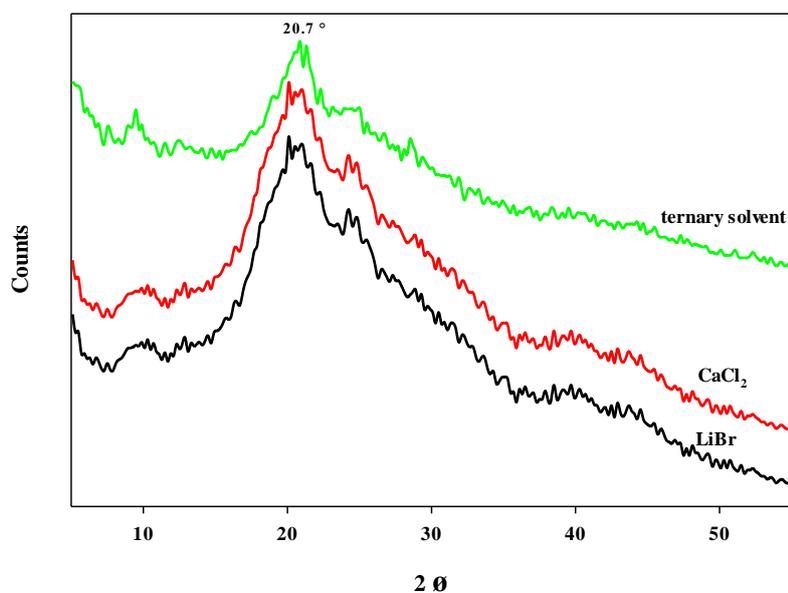
รูปที่ 4.8 FTIR สเปกตรัมของผงไหมที่เตรียมได้จากระบบตัวทำละลาย LiBr, CaCl₂, และ ternary solvent

รูปที่ 4.9 แสดง DSC thermograms ของผงไหมที่เตรียมได้จากระบบตัวทำละลาย LiBr, CaCl₂, และ ternary solvent จากรูปจะเห็นว่า DSC thermogram ของผงไหมที่เตรียมได้จากระบบตัวทำละลาย LiBr แสดงพีคการดูดพลังงานที่ 285 °C ซึ่งบอกถึงการสลายตัวของไหมเลกุลของไหมในส่วนที่เป็นระเบียบ อย่างไรก็ตาม DSC thermogram ของผงไหมที่เตรียมจาก CaCl₂ พบว่าให้พีคการดูดกลืนพลังงาน 2 ตำแหน่งโดยพีคแรกเกี่ยวข้องกับการสลายตัวของความชื้น ราวๆ 80 °C และอีกพีคที่ 306 °C ซึ่งเกี่ยวข้องกับการสลายตัวของไหมเลกุลไหมในส่วนที่เป็นระเบียบ และสุดท้าย DSC thermogram ของผงไหมที่ได้จาก CaCl₂ แสดงเพียงหนึ่งพีคการดูดกลืนที่ 312 °C ซึ่งเป็นการสลายตัวของไหมเลกุลไฟโบรอิน นอกจากนี้เมื่อมองดูแบบใกล้ๆ ในแต่ละเทอร์โมแกรมพบว่าจะมีพีคการคายความร้อนที่เกิดขึ้นก่อนพีคของการสลายตัวเนื่องจากความร้อน ซึ่งพีคการคายพลังงานนี้เกี่ยวข้องกับการเคลื่อนที่ของ random coil ซึ่งเป็นตัวยืนยันว่าผงไหมประกอบด้วย random coil และการจัดเรียงตัวเป็นแบบแอลฟา (α -helix conformation)



รูปที่ 4.9 DSC thermograms ของผงไหมที่ได้จากระบบตัวทำละลาย LiBr, CaCl_2 และ Ternary solvent

สำหรับการศึกษาโครงสร้างผลึกของผงไหมที่เตรียมได้โดยเทคนิค X-Ray diffraction (XRD) ได้ผลดังรูปที่ 4.10 จากรูปจะเห็นว่า XRD patterns ของผงไหมที่ได้จากทั้งสามระบบมีความคล้ายคลึงกัน โดยแสดงเพียงหนึ่งพีค กว้าง (broad peak) ที่ $2\theta = 20.7^\circ$ ในทุก XRD patterns ซึ่งพีคนี้บ่งบอกถึงว่าผงไหมไฟโบรอินบริสุทธิ์ประกอบด้วย random coil และมีการจัดเรียงตัวแบบ α -helix conformations ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้ FTIR และจาก ลักษณะรูปร่างของ XRD patterns แสดงให้เห็นว่าผงไหมที่เตรียมได้อยู่ในสถานะอสัณฐาน (amorphous)



รูปที่ 4.10 XRD patterns ของผงไหมที่ได้จากระบบตัวทำละลาย LiBr, CaCl_2 และ Ternary solvent

4.4 การหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรการขึ้นรูปเส้นใยไหม

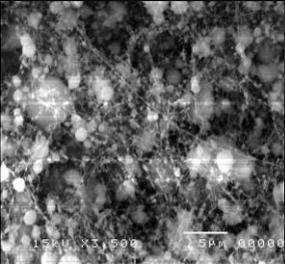
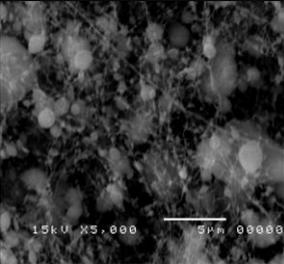
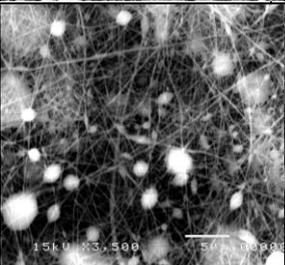
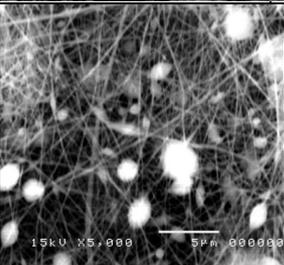
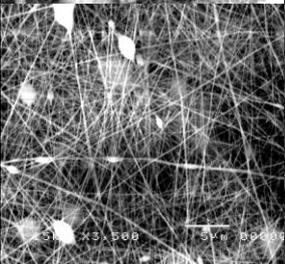
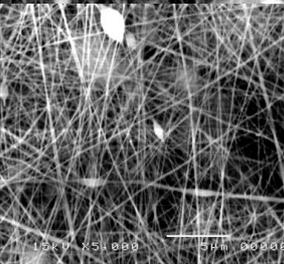
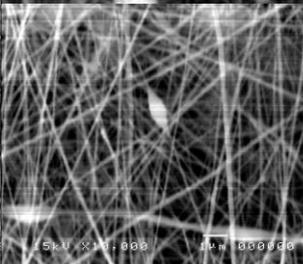
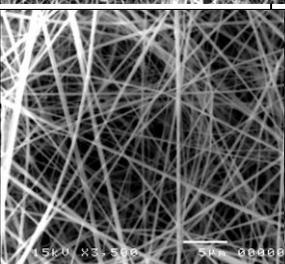
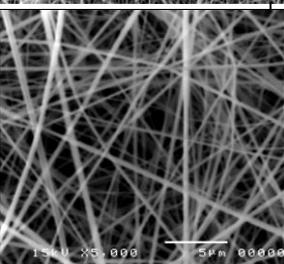
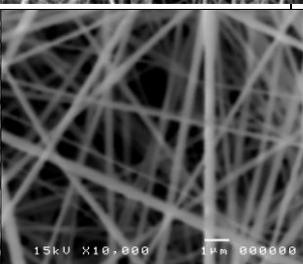
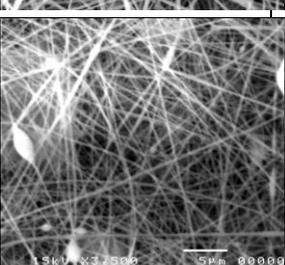
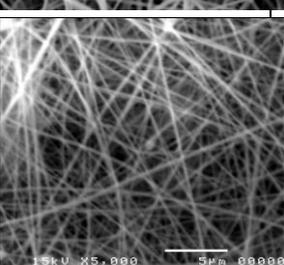
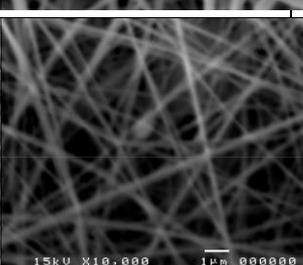
4.4.1 ผลกระทบของความเข้มข้นสารละลายไหมต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย

หลังจากที่ได้สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมผงไหมแล้ว ขั้นตอนต่อไป คือการหาสภาวะที่เหมาะสมในการขึ้นรูปเส้นใยนาโนจากสารละลายไหม ดังนั้นเป้าหมายของส่วนนี้ คือ การศึกษาตัวแปรของการขึ้นรูป (ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์) เพื่อที่จะได้เส้นใยไหมที่มีความสม่ำเสมอด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิ่ง และเพื่อวิเคราะห์อิทธิพลของความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่อขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย ในการศึกษาขึ้นรูปไหมไฟโบรอิน (SF sponge) ละลายในกรดฟอร์มิก 99% เพื่อเตรียมเป็นสารละลายสำหรับปั่นในช่วงความเข้มข้น 6-20 % (wt/v) โดยกำหนดให้สภาวะการขึ้นรูปด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิ่งเป็นดังนี้ ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 15 kV และความเข้มข้นของสารละลายไหมเป็น 6, 8, 10, 12, 14, 15, 16, 18 และ 20 % (wt/v) และกำหนดให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (TCD) เป็น 15 เซนติเมตร (cm) และอัตราการไหลเป็น 1 mL/h

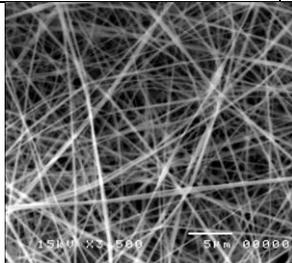
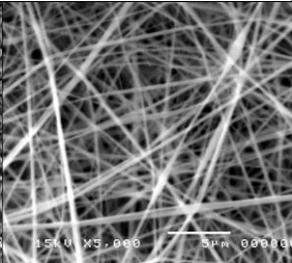
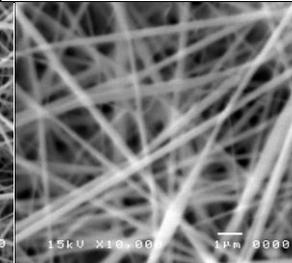
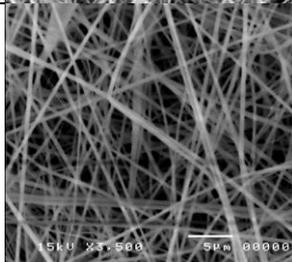
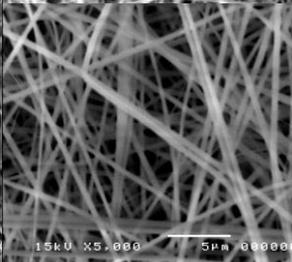
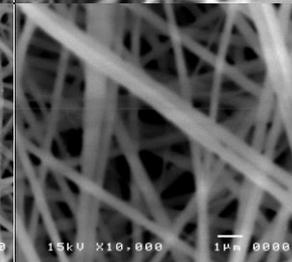
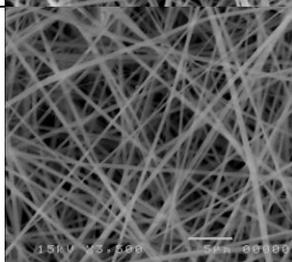
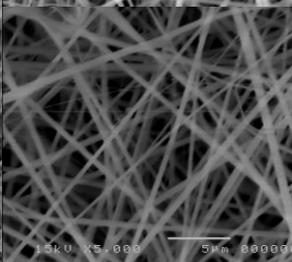
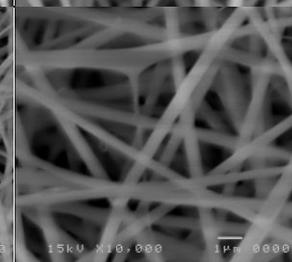
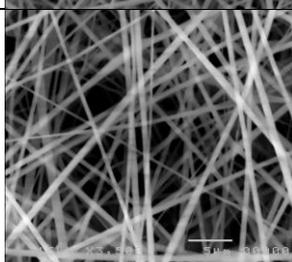
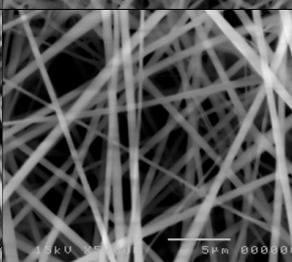
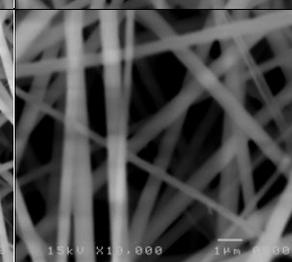
ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนไหมที่ปั่นได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 3500x, 5000x และ 10000x แสดงในรูปที่ 4.11 จากรูปที่ 4.11 จะเห็นว่าเมื่อเส้นใยนาโนไหมเกิดขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม พบว่ามีหยด (droplets) และเส้นใยที่มีเม็ดบวม (beaded along fibers) ที่ตัวอย่างเส้นใยไหมที่เตรียมจากสารละลายไหมความเข้มข้น 6% เหตุผลที่เป็นเช่นนี้เพราะว่าที่ความเข้มข้นนี้มีการเพียวพันกันของสายโซ่น้อยและไม่เพียงพอที่จะป้องกันการเกิดการแตกหักของลำกระแส (jet) ที่ขับเคลื่อนด้วยแรงทางไฟฟ้าและดังนั้นจึงเป็นหยดขึ้นแทนที่จะเป็นเส้นใย ตารางที่ 4.3 แสดงภาพรวมของอิทธิพลของความเข้มข้นต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใย ที่ความเข้มข้น 8% ก็ยังพบเส้นใยและมีหยดพอลิเมอร์บนแผ่นเส้นใยด้วยและเส้นผ่านศูนย์กลางไม่สม่ำเสมอ ที่ความเข้มข้น 10% ก็พบหยดแทนที่จะได้เส้นใยด้วย และพบว่าเส้นใยต่อเนื่องจะเกิดขึ้นเมื่อสารละลายไหมมีความเข้มข้นมากกว่า 12% ทั้งนี้เนื่องจากมีปริมาณการเพียวพันกันของสายโซ่ที่เพียงพอซึ่งป้องกันการแตกหักของลำกระแสที่ขับเคลื่อนทางไฟฟ้าได้และทำให้แรงนี้ทำให้เกิดการยืดออกของลำกระแสเพื่อเกิดเป็นเส้นใย ที่ความเข้มข้น 14% พบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยมีขนาดเล็กกว่าที่ความเข้มข้นอื่นๆแต่ก็ยังมียอดพอลิเมอร์ติดมาด้วยเล็กน้อย ที่ความเข้มข้น 15% พบว่าได้เส้นใยที่เรียบและสม่ำเสมอ (uniform) และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 นาโนเมตร (nm) ที่ความเข้มข้น 16% เส้นใยที่ได้ก็มีความสม่ำเสมอแต่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดใหญ่ขึ้นและใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ความเข้มข้น 14% และสุดท้ายที่ความเข้มข้น 20% พบว่าเกิดเส้นใยดีเช่นกันแต่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่มากกว่าเส้นใยที่ความเข้มข้นต่ำกว่า ซึ่งผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Sukigara และคณะ^[91] และจากการวิเคราะห์เส้นใยด้วยโปรแกรมวัดขนาดเส้นใยจะเห็นว่าขนาดของเส้นใยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อความเข้มข้นมากขึ้นแสดงว่าสารละลายก็จะมีความหนืดมากขึ้นดังนั้นจึงมีความต้านทานต่อการยืดตัวของเส้นใยมากขึ้นจึงทำให้มีเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ความเข้มข้นที่เหมาะสมที่จะให้ได้เส้นใยนาโนไหมที่มีความสม่ำเสมอ เส้นเรียบและมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก คือ ความเข้มข้น 15%

กราฟการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยตั้งแต่ความเข้มข้น 8, 10, 12, 14, 15, 16, 18 และ 20% แสดงในคอลัมน์ด้านขวามือของรูปที่ 4.12 จากรูปจะเห็นว่าเส้นใยนาโนไหมที่เตรียมได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 100 – 800 nm และในแต่ละความเข้มข้น ก็พบเส้นใยบางส่วนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำกว่า 100 nm อีกด้วย

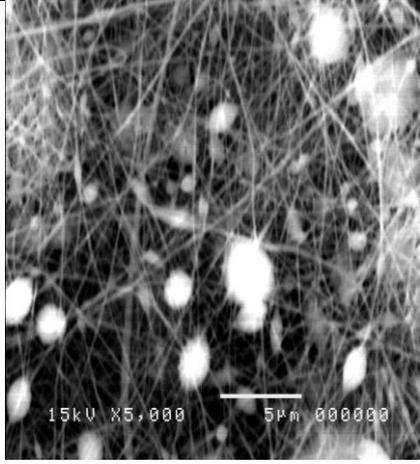
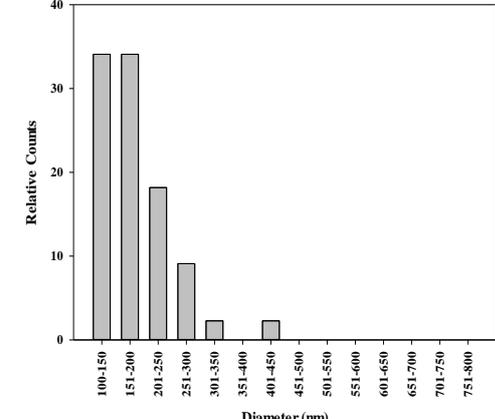
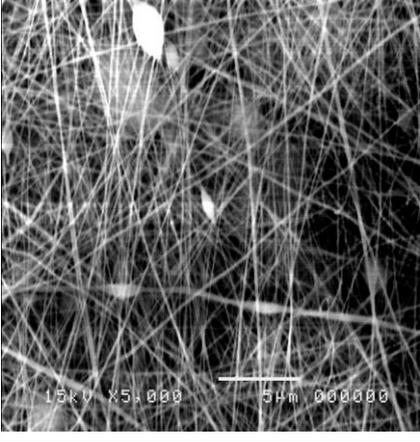
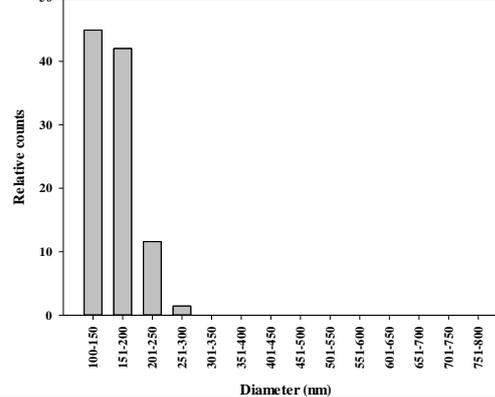
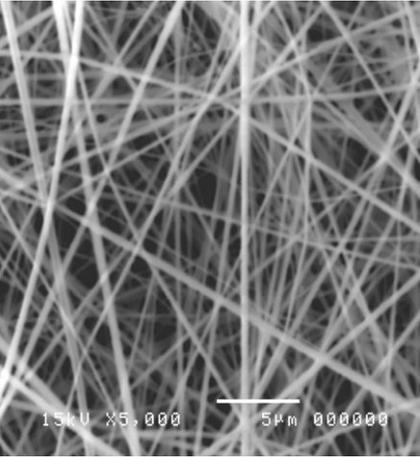
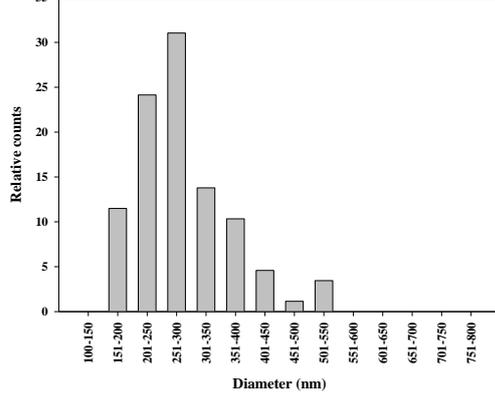
รูปที่ 4.13 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยกับความเข้มข้นของสารละลายไหม จากรูปจะเห็นว่า เมื่อความเข้มข้นของสารละลายไหมเพิ่มสูงขึ้น ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น สาเหตุเนื่องมาจากมีการเพียวพันกันของสายโซ่ที่เพียงพอในสารละลายพอลิเมอร์ทำให้ป้องกันการเกิดการแตกหัก/ฉีกขาดออกจากกันของลำกระแสที่ถูกขับเคลื่อนด้วยแรงทางไฟฟ้า จึงทำให้เกิดการยืดออกของเส้นใย

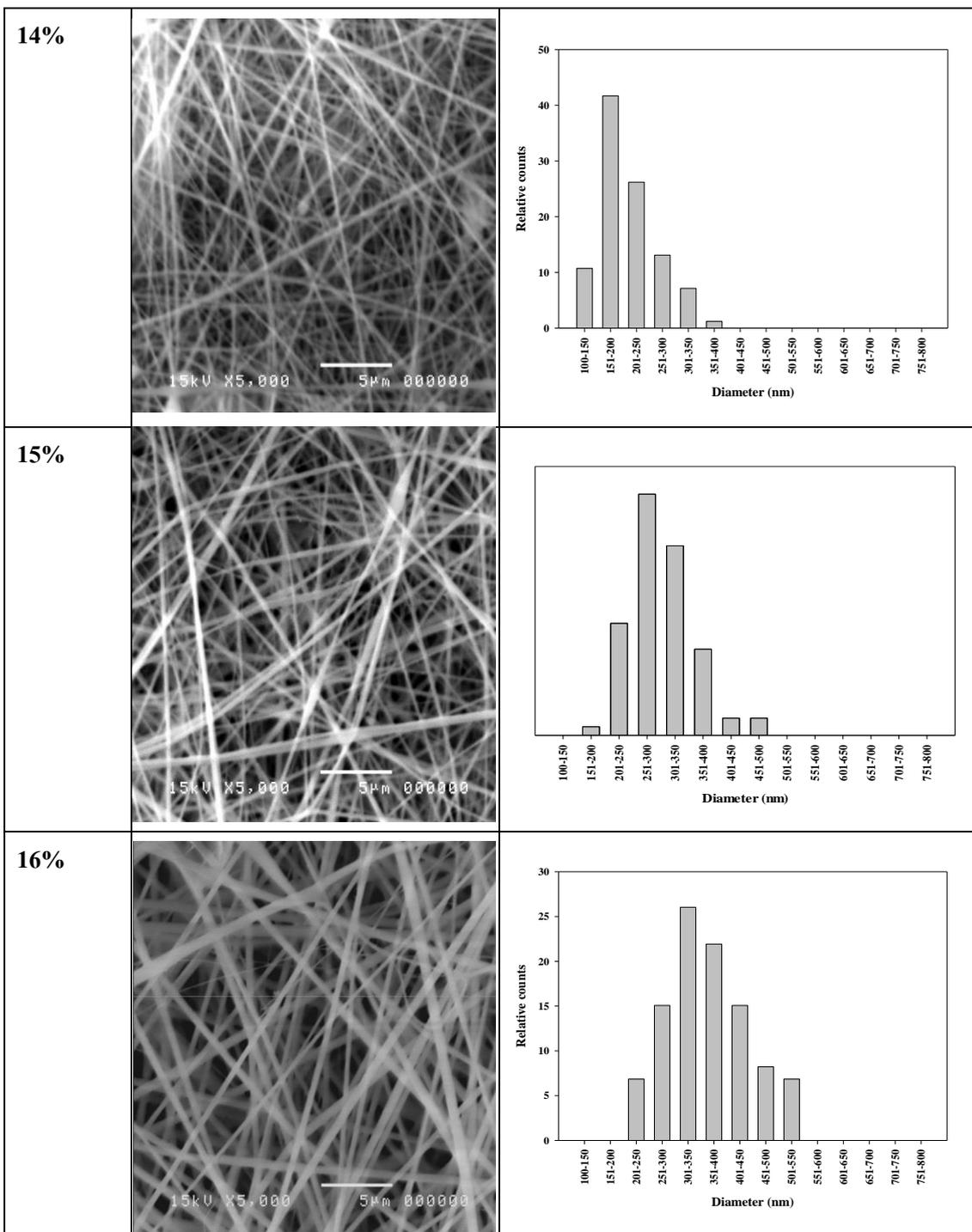
Condi- tion	Magnification			Fiber Diameter (nm)
	3500x	5000x	10000x	
6%				No
8%				AV: 186 STD: 63 Max: 431 Min: 109
10%				AV: 157 STD: 35 Max: 252 Min: 69
12%				AV: 287 STD: 79 Max: 541 Min: 158
14%				AV: 206 STD: 56 Max: 357 Min: 91

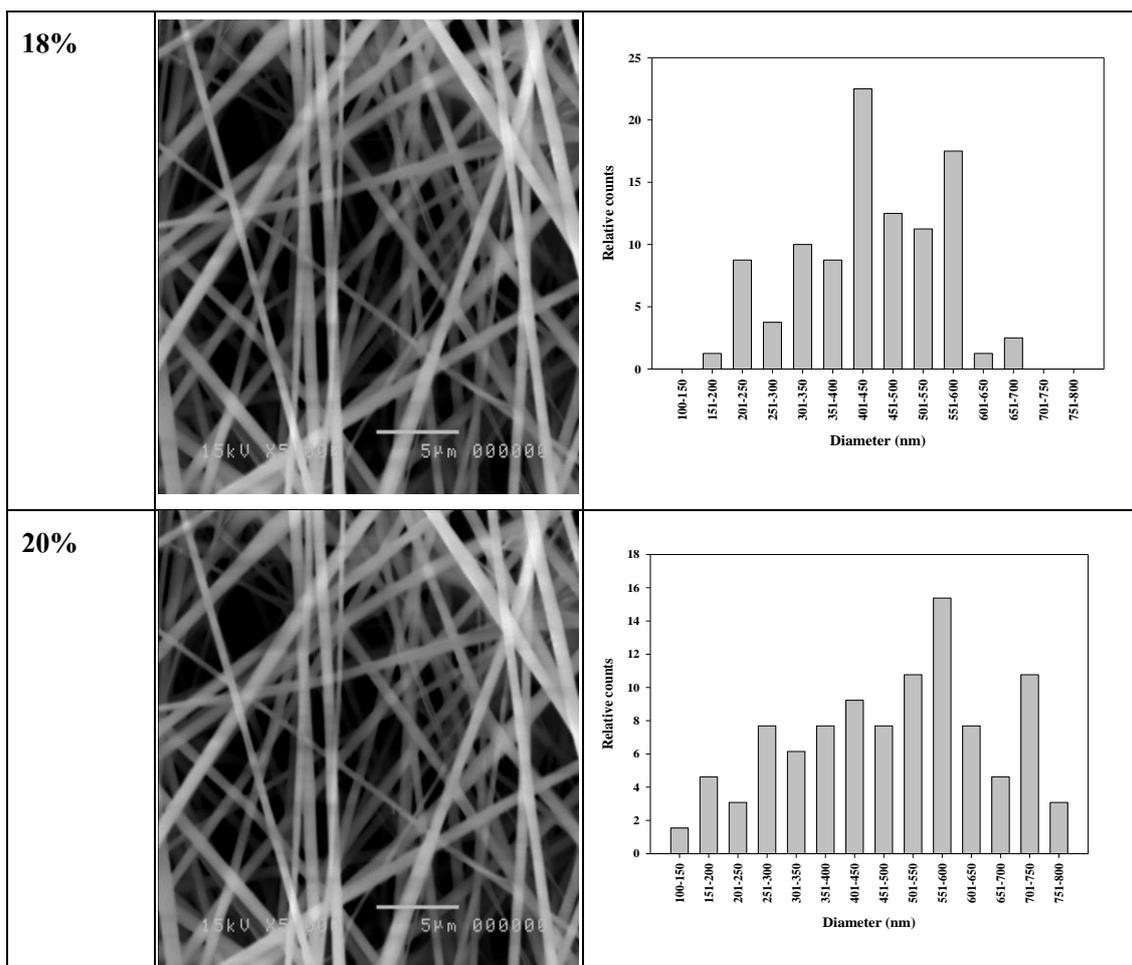
รูปที่ 4.11 สัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ความเข้มข้นต่างๆ (6-20%) ซึ่งขึ้นรูปด้วยสนามไฟฟ้า 15 kV และระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเท่ากับ 15 cm อัตราการไหลเท่ากับ 1 mL/h

Condi tion	Magnification			Fiber Diameter (nm)
	3500x	5000x	10000x	
15%				AV : 302 STD : 53 Max : 460 Min : 197
16%				AV: 412 STD: 78 Max: 592 Min: 264
18wt%				AV: 443 STD: 122 Max: 799 Min: 156
20%				AV: 495 STD: 177 Max: 859 Min: 134

รูปที่ 4.11 สัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ความเข้มข้นต่างๆ (6-20%) ซึ่งขึ้นรูปด้วยสนามไฟฟ้า 15 kV และระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเท่ากับ 15 เซนติเมตร อัตราการไหลเท่ากับ 1 mL/h (ต่อ)

condition	SEM image	Fiber distribution																														
8%		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution Data (8%)</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative Counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>34</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>34</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>18</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>9</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>2</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>0</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>2</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>0</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>0</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>0</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>0</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative Counts	100-150	34	151-200	34	201-250	18	251-300	9	301-350	2	351-400	0	401-450	2	451-500	0	501-550	0	551-600	0	601-650	0	651-700	0	701-750	0	751-800	0
Diameter (nm)	Relative Counts																															
100-150	34																															
151-200	34																															
201-250	18																															
251-300	9																															
301-350	2																															
351-400	0																															
401-450	2																															
451-500	0																															
501-550	0																															
551-600	0																															
601-650	0																															
651-700	0																															
701-750	0																															
751-800	0																															
10%		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution Data (10%)</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>45</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>42</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>12</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>2</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>0</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>0</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>0</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>0</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>0</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>0</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>0</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative counts	100-150	45	151-200	42	201-250	12	251-300	2	301-350	0	351-400	0	401-450	0	451-500	0	501-550	0	551-600	0	601-650	0	651-700	0	701-750	0	751-800	0
Diameter (nm)	Relative counts																															
100-150	45																															
151-200	42																															
201-250	12																															
251-300	2																															
301-350	0																															
351-400	0																															
401-450	0																															
451-500	0																															
501-550	0																															
551-600	0																															
601-650	0																															
651-700	0																															
701-750	0																															
751-800	0																															
12%		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution Data (12%)</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>0</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>12</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>24</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>31</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>14</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>10</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>4</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>1</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>3</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>0</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>0</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative counts	100-150	0	151-200	12	201-250	24	251-300	31	301-350	14	351-400	10	401-450	4	451-500	1	501-550	3	551-600	0	601-650	0	651-700	0	701-750	0	751-800	0
Diameter (nm)	Relative counts																															
100-150	0																															
151-200	12																															
201-250	24																															
251-300	31																															
301-350	14																															
351-400	10																															
401-450	4																															
451-500	1																															
501-550	3																															
551-600	0																															
601-650	0																															
651-700	0																															
701-750	0																															
751-800	0																															

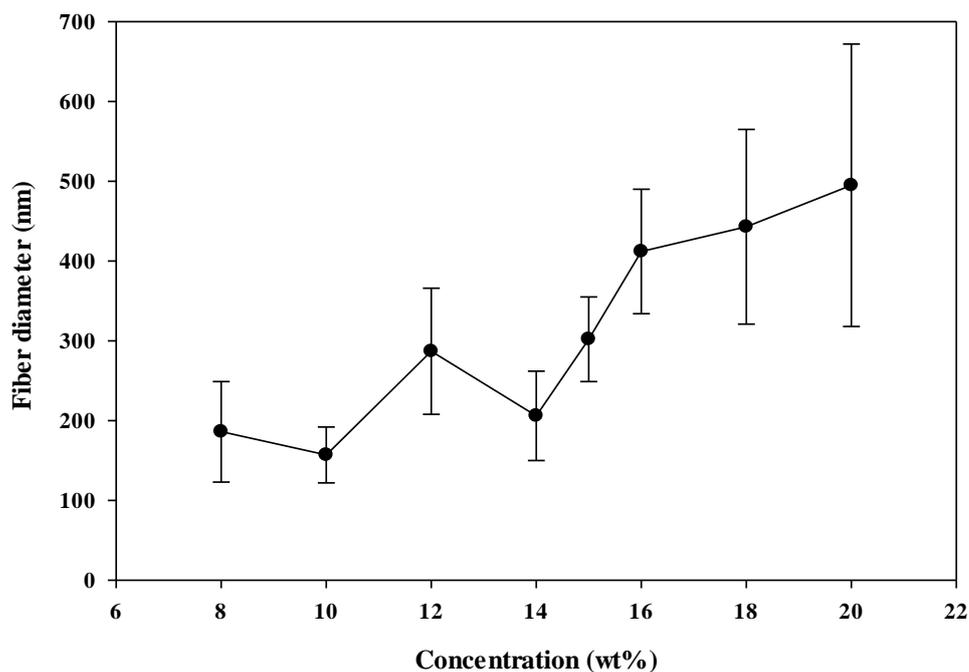




รูปที่ 4.12 การกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหมซึ่งทำการขึ้นรูปที่สนามไฟฟ้า 15 kV และที่ความเข้มข้นของสารละลายไหม 6, 8, 10, 12, 14, 15, 16, 18 และ 20% โดยจำกัดระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองเป็น 15 cm และอัตราการไหลเป็น 1 mL/h

ตารางที่ 4.3 ตารางสรุปผลของความเข้มข้นไหมต่อสัณฐานวิทยาของการเกิดเส้นใยไหม

ความเข้มข้นไหม (%w/v)	สัณฐานวิทยา
6	ไม่มีเส้นใย มีแต่หยดของพอลิเมอร์
8	มีเส้นใยบ้างแต่มีหยดพอลิเมอร์ค่อนข้างเยอะ
10	เริ่มมีเส้นใยเกิดได้ดีมากขึ้นและมีเม็ดปมเยอะ
12	เส้นใยเกิดได้ดี มีขนาดเล็ก แต่ไม่สม่ำเสมอ
14	เส้นใยเกิดได้ดี มีขนาดเล็ก แต่ไม่สม่ำเสมอ มีเม็ดปม
15	เส้นใยเกิดได้ดี มีขนาดเล็ก สม่ำเสมอกันดี มีเม็ดปมน้อย
16	เส้นใยเกิดได้ดี มีขนาดใหญ่ ไม่สม่ำเสมอ
18	เส้นใยเกิดได้ดี มีขนาดใหญ่มากขึ้น ไม่สม่ำเสมอ
20	เส้นใยเกิดได้ดี มีขนาดใหญ่มากขึ้น ไม่สม่ำเสมอ



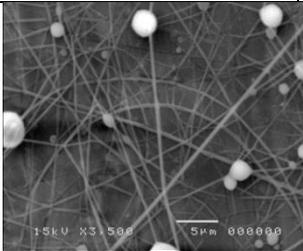
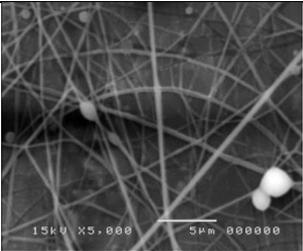
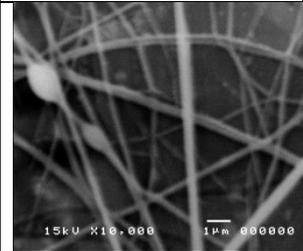
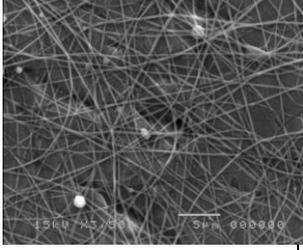
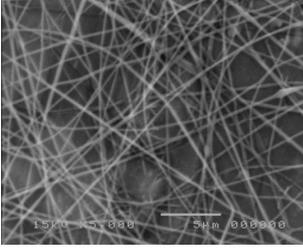
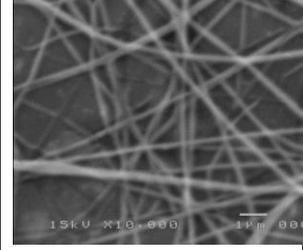
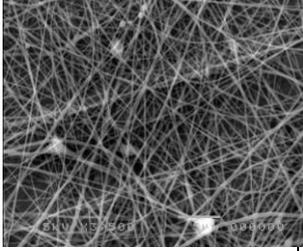
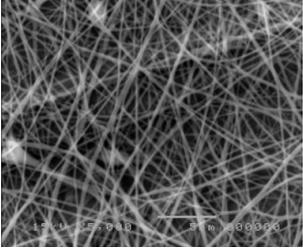
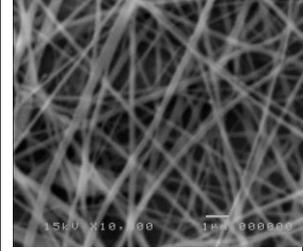
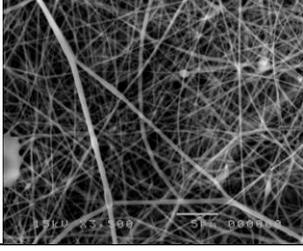
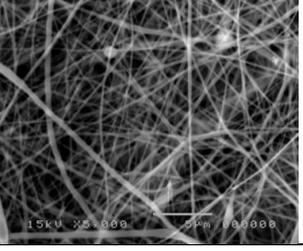
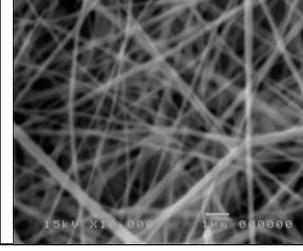
รูปที่ 4.13 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยใหม่กับความเข้มข้นของไหมในช่วง 8-20 % (wt/v)

4.4.2 ผลกระทบของศักย์ไฟฟ้าที่ให้ต่อสัณฐานวิทยาและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย

เพื่อศึกษาผลกระทบของศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ต่อสัณฐานวิทยาและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหมนาโน ได้จำกัดความเข้มข้นของสารละลายไหมที่ 15% (ตามสรุปในหัวข้อ 4.4.1) พร้อมกับทำการกำหนดให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเป็น 15 cm และให้อัตราการไหลของสารละลายเป็น 1 mL/h โดยทำการแปรผันค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการปั่นเส้นใยเป็น 10, 15, 20, และ 25 kV

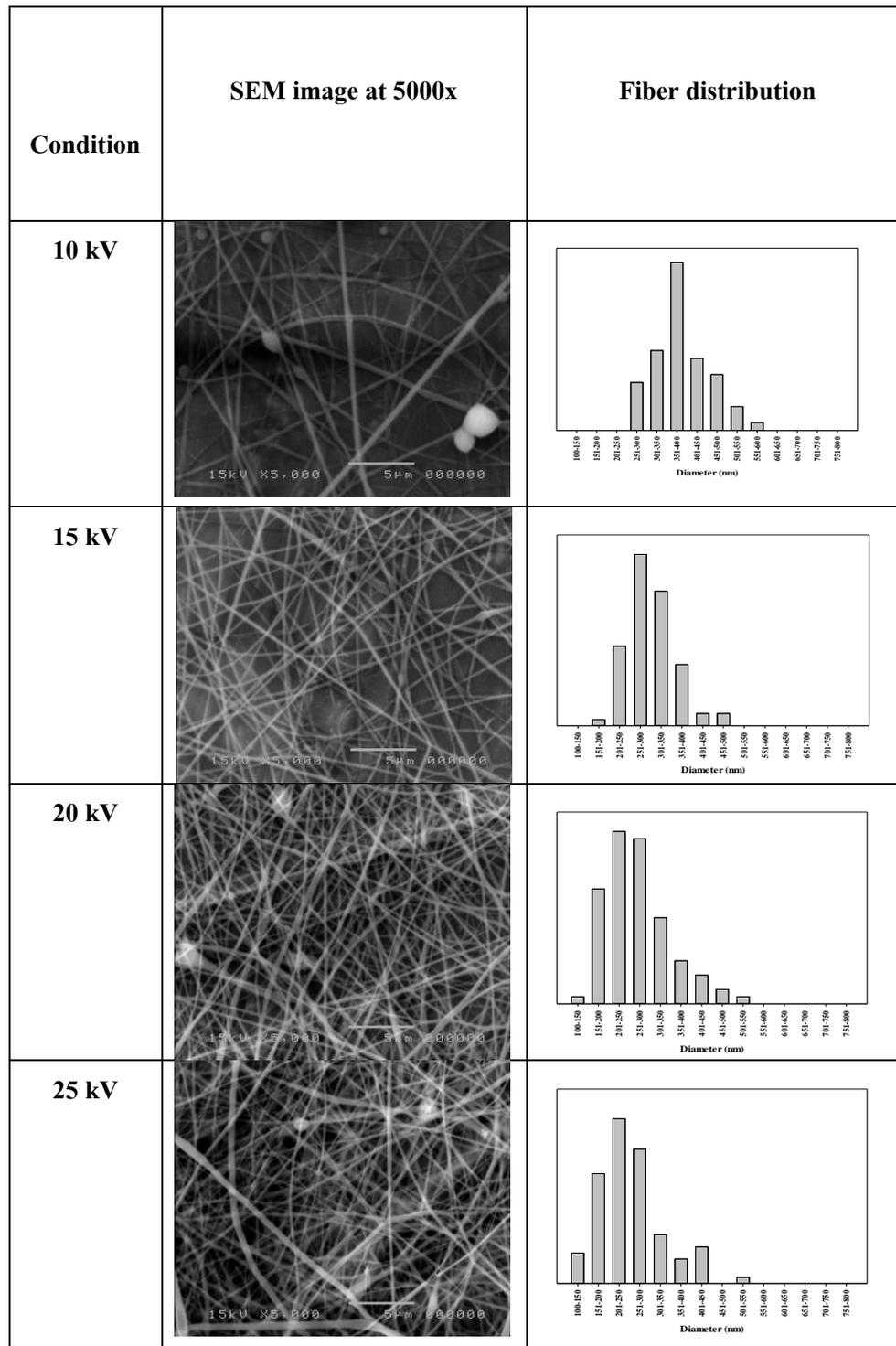
รูปที่ 4.14 แสดงภาพสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนไหมที่กำลังขยายต่างๆ (3500-10000x) ซึ่งขึ้นรูปด้วยการใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 10, 15, 20 และ 20 kV โดยกำหนดให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเป็น 15 cm และให้อัตราการไหลของสารละลายเป็น 1 mL/h จากรูปจะเห็นว่าเมื่อเส้นใยเกิดขึ้นในทุกความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้แต่จำนวนเม็ดปม จำนวนหยดพอลิเมอร์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและปริมาณเส้นใยจะแตกต่างกัน และในคอลัมน์ด้านขวามือยังได้แสดงเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยและค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานรวมถึงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่และเล็กที่สุดไว้ด้วย

ที่ความต่างศักย์ 10 kV ได้เส้นใยที่มีเม็ดปมและมีปริมาณเส้นใยน้อย แต่จะได้หยดของพอลิเมอร์เป็นส่วนใหญ่เนื่องจากกำลังศักย์ไฟฟ้ายังไม่เพียงพอที่จะทำให้เกิดการยึดออกของลำกระแสได้ เมื่อเพิ่มกำลังศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้นเป็น 15 – 25 kV พบว่าได้เส้นใยที่มีเม็ดปม (bead-fibers) ลดลงและเส้นใยที่ได้ก็มีความสม่ำเสมอขึ้นและมีปริมาณเส้นใย/ความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้นเมื่อศักย์ไฟฟ้าสูงมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม พบว่าเราไม่สามารถกำจัดให้เม็ดปมหมดไปได้ในทุกศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ และยังพบว่าเม็ดปมมากขึ้นหากว่าใช้กำลังศักย์ไฟฟ้าเกินค่าวิกฤตไป เช่นที่ 20-25 kV ทั้งนี้เนื่องจากศักย์ไฟฟ้าที่ใช้และสนามไฟฟ้าที่ได้มีผลต่อการยึดตัวและความเร่งของลำกระแส (jet) ดังนั้นจึงมีอิทธิพลต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ได้ เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนไหมที่เตรียมได้ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าจาก 10, 15, 20 และ 25 kV มีค่าเท่ากับ 386 nm, 302 nm, 412 nm และ 273 nm ตามลำดับ

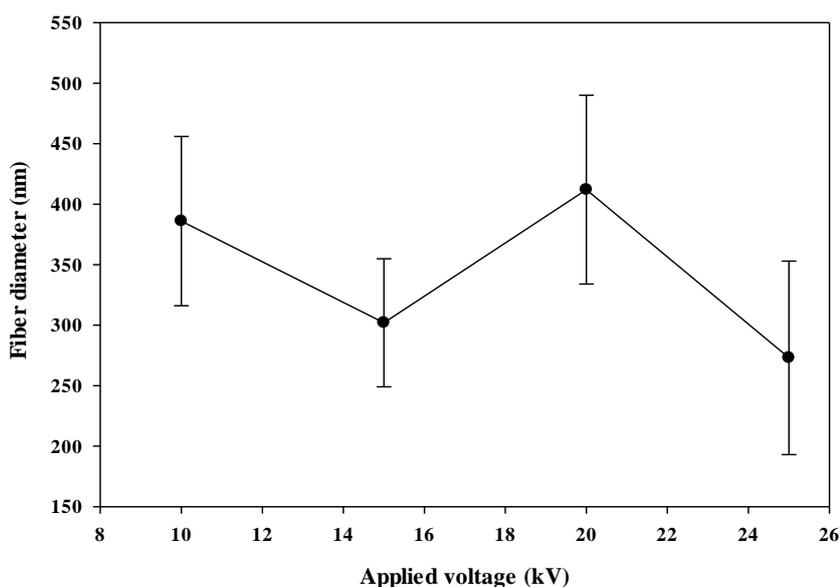
Condi tion	Magnification			Fiber Diameter (nm)
	3500x	5000x	10000x	
10 kV.				AV: 386 STD: 70 Max: 568 Min: 282
15 kV.				AV: 302 STD: 53 Max: 460 Min: 197
20 kV.				AV: 412 STD: 78 Max: 592 Min: 264
25 kV.				AV: 273 STD: 80 Max: 507 Min: 122

รูปที่ 4.14 สัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนไหมที่กำลังขยายต่างๆ (3500-10000x) ซึ่งขึ้นรูปด้วยการใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 10, 15, 20 และ 20 kV โดยกำหนดให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเป็น 15 cm และให้อัตราการไหลของสารละลายเป็น 1 mL/h

รูปที่ 4.15 แสดงกราฟการกระจายตัวของเส้นใยนาโนไหมที่เตรียมได้จากศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกัน จะเห็นว่าที่ ศักย์ไฟฟ้าต่ำและศักย์ไฟฟ้าสูงๆ มีผลทำให้เกิดการกระจายของขนาดเส้นใยที่กว้าง นั่นหมายความว่าได้เส้นใยที่มีขนาดแตกต่างกันมาก/มีความไม่สม่ำเสมอซึ่งเป็นเรื่องที่ไม่ต้องการ ดังนั้นจากรูปกราฟการกระจายตัว ศักย์ไฟฟ้าที่ให้การกระจายตัวของขนาดเส้นใยแคบที่สุด คือ ที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 15 kV และลักษณะเส้นใยที่ได้ยังมีความเรียบและมีเม็ดปมเกิดขึ้นน้อยที่สุดด้วย ดังนั้นจากข้อมูลนี้พอจะสรุปได้ว่า ศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมสำหรับใช้ขึ้นรูปเส้นใยนาโนไหม คือ ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 15 kV



รูปที่ 4.15 การกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ศักย์ไฟฟ้า 10, 15, 20 และ 25 kV เส้นใยขึ้นรูปด้วยการใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 10, 15, 20 และ 20 kV โดยกำหนดให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเป็น 15 cm และให้อัตราการไหลของสารละลายเป็น 1 mL/h



รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยกับศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการขึ้นรูปเท่ากับ 10, 15, 20 และ 25 kV

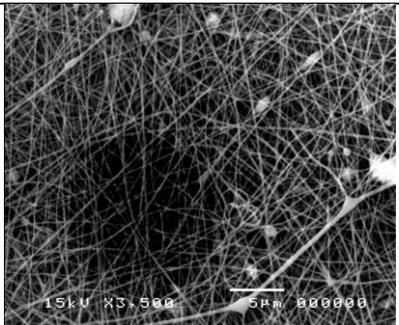
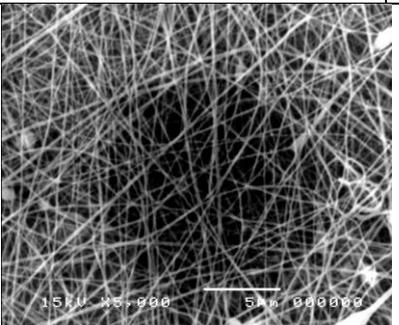
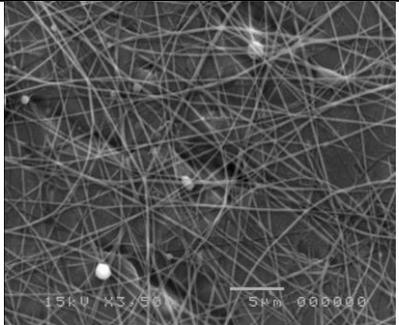
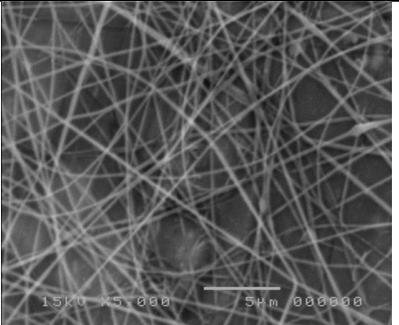
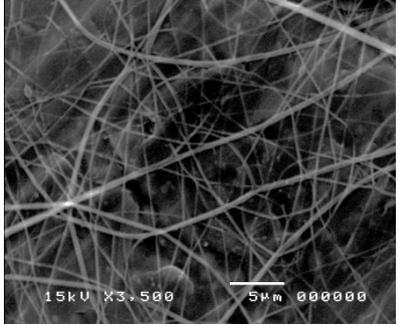
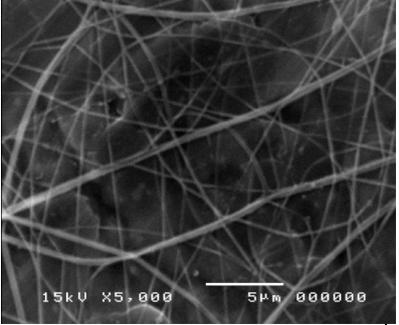
รูปที่ 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยกับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการขึ้นรูป จากรูปจะเห็นว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีแนวโน้มลดลงเมื่อศักย์ไฟฟ้าที่ใช้มากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการยึดตัวออกของลำกระแสได้มากเพราะมีแรงคูลอมบ์บิกมากขึ้นภายในลำกระแสรวมถึงสนามไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้นจึงไปทำให้เกิดการลดลงของขนาดเส้นใยใหม่ที่ได้อีก^[28] และนอกจากนี้ยังช่วยทำให้เกิดการระเหยตัวของตัวทำละลายทำให้ได้เส้นใยที่แห้งมากขึ้นด้วย^[92] ถึงแม้ว่าเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กที่สุดสามารถขึ้นรูปได้โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าที่ 25 kV แต่จากรูปที่ 4.15 พบว่าการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมีความกว้างมากกว่าที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 15 kV ดังนั้นจึงสามารถกล่าวได้ว่าศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมสำหรับใช้ขึ้นรูปเส้นใยนาโนใหม่ให้มีความสม่ำเสมอและเส้นเรียบคือ 15 kV ซึ่งจะใช้สำหรับการปรับปรุงตัวแปรของการขึ้นรูปตัวอื่น ๆ ต่อไป

4.4.3 ผลกระทบของระยะห่างจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับ (TCD) ต่อสัญญาณวิทยาและเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยนาโนใหม่

ในหัวข้อนี้จะศึกษาอิทธิพลของระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเส้นใย (target to collector distance, TCD) เพื่อหาระยะห่างที่เหมาะสมในการขึ้นรูปเส้นใยนาโนจากสารละลายใหม่ โดยได้กำหนดให้ความเข้มข้นของสารละลายใหม่คงที่เท่ากับ 15 wt% (จาก 4.4.1) และศักย์ไฟฟ้าที่ใช้คงที่ เท่ากับ 15 kV (จาก 4.4.2) อัตราการไหลกับ 1 mL/h และได้ทำการแปรผันระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเป็น 10, 15, และ 20 cm ตามลำดับ

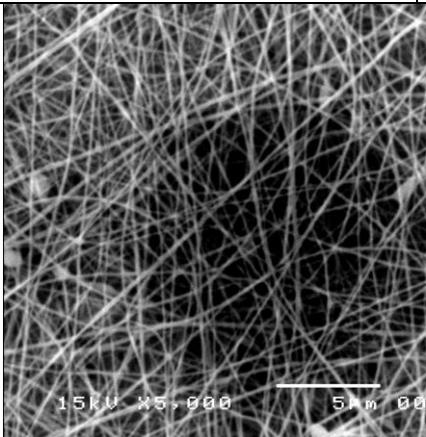
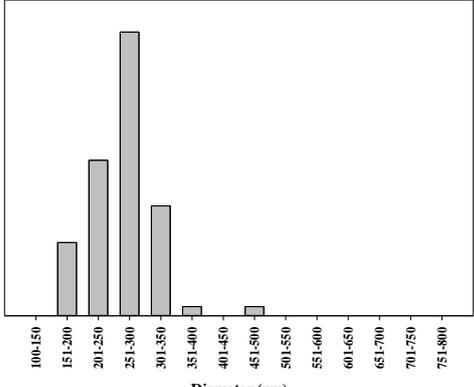
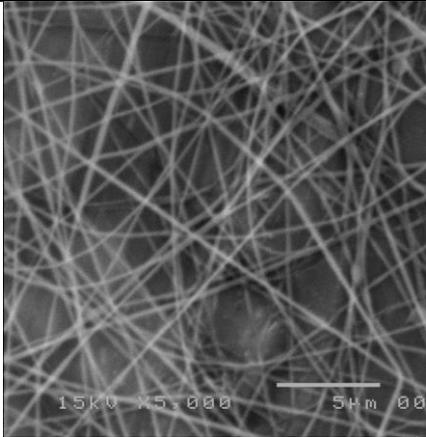
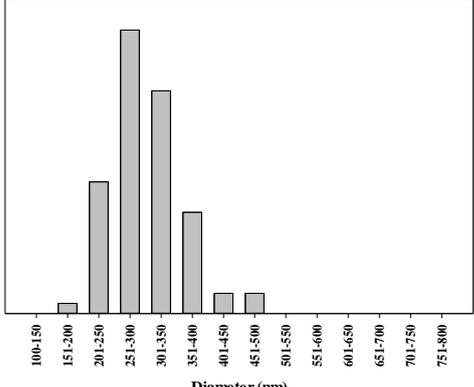
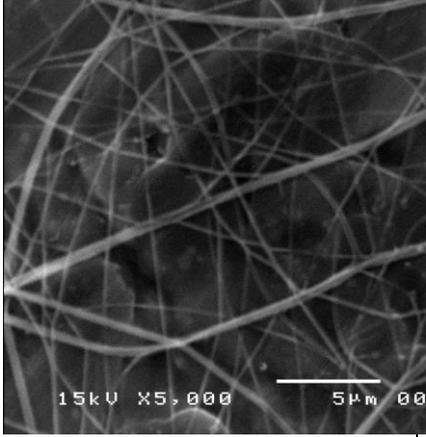
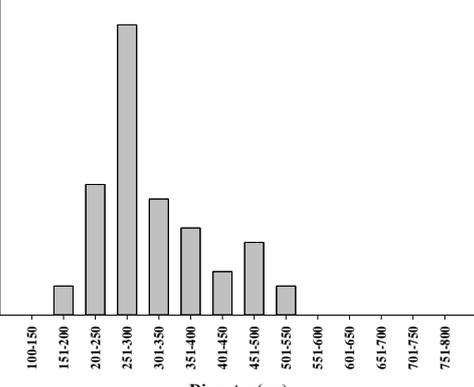
รูปที่ 4.17 แสดงภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 3500x และ 5000x ของเส้นใยนาโนของใหม่ที่ปั่นขึ้นรูปด้วยระยะห่างจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับระยะ 10, 15 และ 20 cm เมื่อกำหนดให้ความเข้มข้นของสารละลายใหม่และศักย์ไฟฟ้าที่ใช้คงที่ จากภาพที่ 4.17 จะเห็นว่าเส้นใยต่อเนื่องเกิดขึ้นในทุกๆ ระยะห่างที่ทำการทดสอบ แต่ที่ระยะห่างเท่ากับ 10 cm พบว่าได้เส้นใยที่มีเม็ดปมเกิดขึ้นจำนวนมากและจำนวนเส้นใยนาโนก็มีความหนาแน่นสูงกว่าระยะอื่นๆ การเกิดเม็ดปมน่าจะมาจากการเพิ่มขึ้นของสนามไฟฟ้าระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (ระยะทางเข้าใกล้กันสนามไฟฟ้าจะสูงขึ้น) และถ้าหากสนามไฟฟ้ามากเกินไปก็จะทำให้อำนาจการรวมกันกลายเป็นเม็ดปมเกิดขึ้น^[93] เมื่อเพิ่มระยะห่างเพิ่มขึ้นจาก 10 เป็น 15 และ 20 cm พบว่ามีเม็ดปมลดลงแต่ความหนาแน่นของเส้นใยก็ลดลงไป

ด้วย และยังสังเกตเห็นหยดพอลิเมอร์ติดไปด้วยในปริมาณหนึ่ง นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นเส้นใยที่มีขนาดไม่สม่ำเสมอกันที่ระยะห่าง 20 cm

TCD	Magnification		Fiber Diameter (nm)
	3500x	5000x	
10 cm			AV: 269 STD: 65 Max: 615 Min: 167
15 cm			AV: 302 STD: 53 Max: 460 Min: 197
20 cm			AV: 319 STD: 85 Max: 505 Min: 189

รูปที่ 4.17 สัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนไหมที่ขึ้นรูปด้วยความเข้มข้น 15% ใช้ศักย์ไฟฟ้าเป็น 15 kV โดยมีการแปรผันระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเป็น 10 15 และ 20 cm

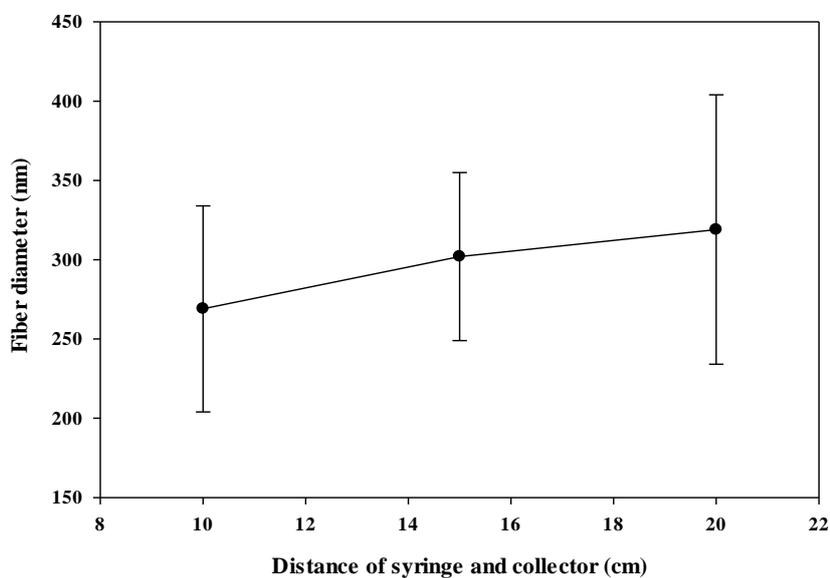
รูปที่ 4.18 แสดงกราฟการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหมที่ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเป็น 10, 15 และ 20 cm จากรูปจะเห็นว่า การกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไหมจะมีแนวโน้มกว้างมากขึ้นเมื่อเพิ่มระยะห่างมากขึ้น อย่างไรก็ตาม การกระจายตัวของเส้นใยที่ระยะห่าง 10 และ 15 cm พบว่าค่อนข้างมีรูปร่างคล้ายคลึงกัน เมื่อระยะห่างมากเกินไป จะไม่มีเส้นใยไปเกาะติดได้นื่องจากแรงทางไฟฟ้ากระโดดข้ามไปไม่ถึงแผ่นรองรับ นอกจากนี้แล้วยังพบว่าที่ระยะห่าง 10 cm ถึงแม้จะมีการกระจายตัวค่อนข้างแคบแต่จะมีปริมาณเม็ดปมเกิดขึ้นค่อนข้างมาก ดังนั้นระยะห่างจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับที่เหมาะสมสำหรับปั่นเส้นใยไหมน่าจะเท่ากับ 15 cm เนื่องจากให้เส้นใยที่มีการกระจายตัวแคบและมีเม็ดปมปริมาณน้อยพร้อมทั้งได้ความหนาแน่นของเส้นใยที่พอเหมาะ

TCD	SEM image at 5000x	Fiber distribution
10 cm		
15 cm		
20 cm		

รูปที่ 4.18 กราฟการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนไหมที่ขึ้นรูปด้วยความเข้มข้น 15% ใช้ ศักย์ไฟฟ้าเป็น 15 kV โดยมีการแปรผันระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเป็น 10 15 และ 20 cm

รูปที่ 4.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยกับระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับ เส้นใยที่ระยะ 10, 15 และ 20 cm จากรูปจะเห็นว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อ ระยะห่างเพิ่มมากขึ้นซึ่งพบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยเป็น 269 nm, 302 nm และ 319 nm เมื่อระยะห่าง

เป็น 10, 15 และ 20 cm ตามลำดับ การเพิ่มขึ้นเล็กน้อยของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเมื่อระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับมากขึ้น เนื่องมาจากการลดลงของความแรงของสนามไฟฟ้าทำให้เส้นใยยืดออกลดลง ดังนั้นดูเหมือนว่าจะต้องมีความแรงของสนามไฟฟ้าที่เหมาะสมที่ยังทำให้ลำกระแสน้ำสามารถยืดออกไปได้จึงจะทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนั้นลดลง หากไม่แล้วก็จะได้เส้นผ่านศูนย์กลางที่เพิ่มมากขึ้นแทน



รูปที่ 4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยกับระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับที่ระยะทาง 10, 15 และ 20 cm

ดังนั้น จากข้อมูล 4.4.1 - 4.4.3 ทำให้สามารถสรุปได้ว่า สภาวะการขึ้นรูปที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยนาโนจากสารละลายใหม่ เป็นดังนี้

ความเข้มข้นของสารละลายใหม่ เท่ากับ 15 % w/v

ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ เท่ากับ 15 kV

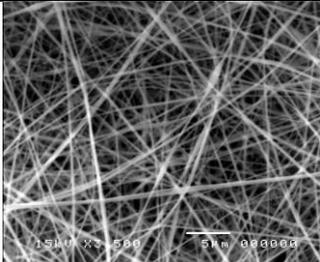
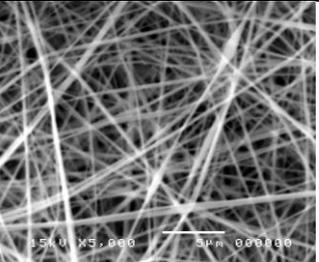
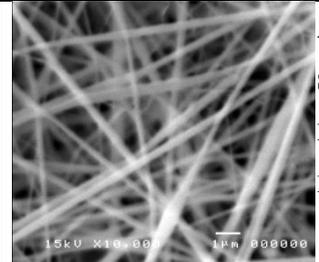
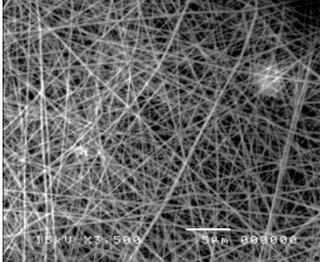
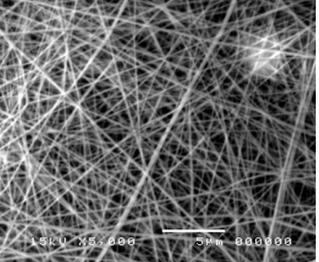
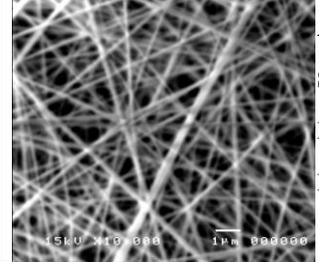
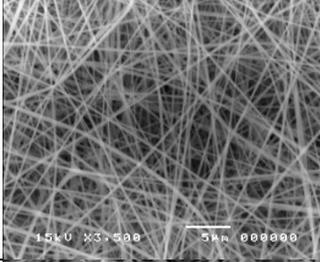
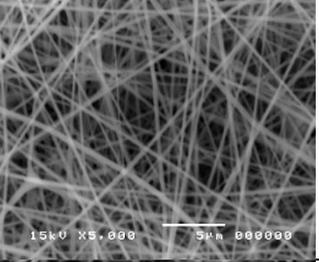
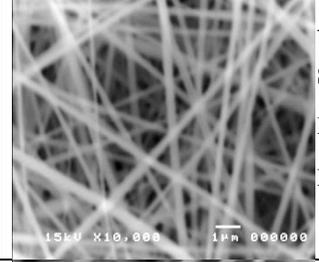
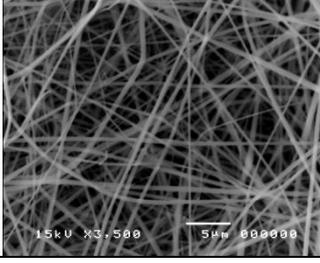
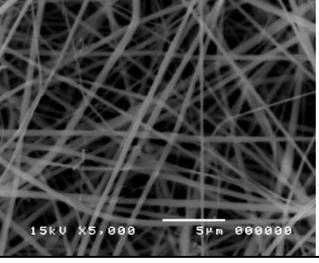
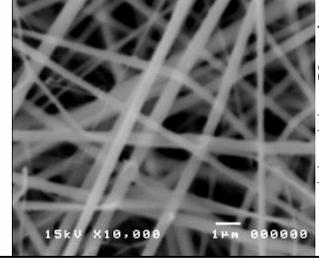
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับ เท่ากับ 15 cm

4.5 การขึ้นรูปเส้นใยผสมระหว่างไหม (SF) กับ PVP ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

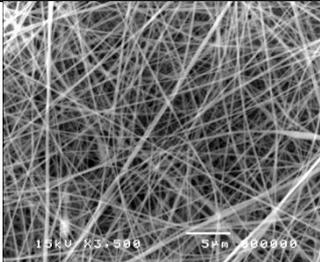
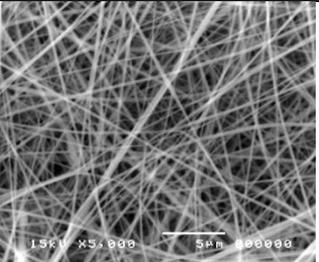
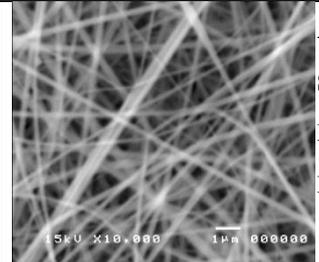
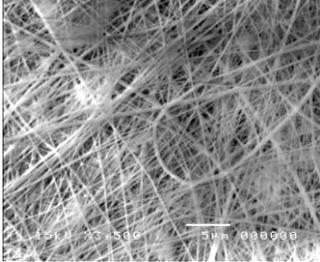
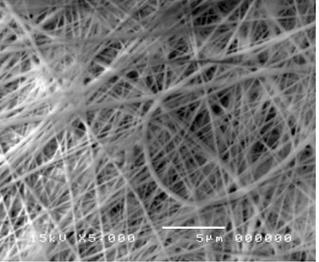
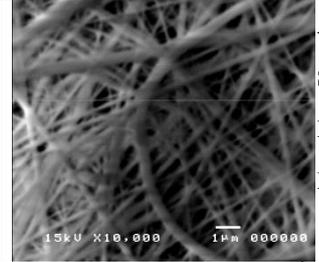
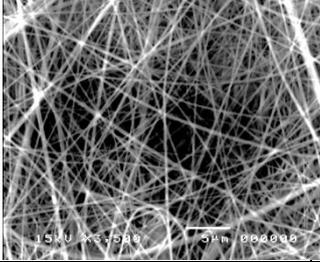
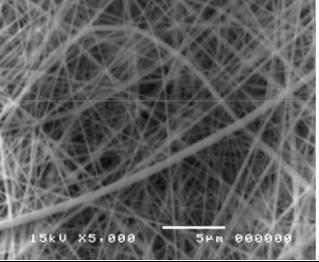
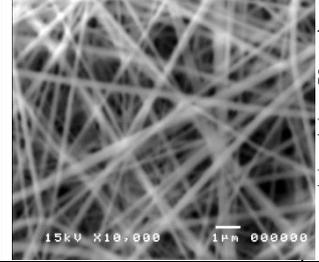
ในหัวข้อนี้ต้องการศึกษาการเตรียมเส้นใยผสมระหว่างไหมไฟโบรอิน (Silk fibroin, SF) กับพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Poly(vinyl pyrrolidone), PVP), ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่พบว่าขึ้นรูปเป็นเส้นใยได้ง่าย และเข้ากันได้กับสิ่งมีชีวิต ดังนั้นจึงได้มีความคิดที่ประดิษฐ์เส้นใยผสมระหว่างสารสองชนิดนี้โดยอาศัยสมบัติที่ขึ้นรูปเป็นเส้นใยที่ดี มีสมบัติที่ดีหลายด้านและไม่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิต^[94] หากจะนำไปประยุกต์ใช้ในด้านทางการแพทย์ต่อไปซึ่งจะขยายการประยุกต์ใช้งานของเส้นใยไหมให้กว้างมากยิ่งขึ้น โดยได้ใช้สภาวะการขึ้นรูปเส้นใยของไหมที่ได้จากหัวข้อที่ 4.4 มาประยุกต์ใช้ โดยจะทำการศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่าง SF กับ PVP ที่ทำให้ขึ้นรูปเส้นใยได้ดีที่สุดและศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางโครงสร้างและสมบัติทางความร้อน

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้สนใจเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ผสม SF/PVP ที่ความเข้มข้นคงที่ 15 % w/v และทำการแปรผันอัตราส่วนผสมเป็น 8/2, 6/4, 5/5, 4/6 และ 2/8 โดยน้ำหนัก พร้อมกับใช้สภาวะในการขึ้นรูปในแต่สัดส่วนเป็นดังนี้ ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 15 kV, ระยะห่างจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเป็น 15 cm และอัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 1 mL/h ทำการฉีดในแนวเฉียงมุม 45° นอกจากนี้ในเบื้องต้นพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ PVP สารละลายผสมจะไหลได้ง่ายขึ้นซึ่งบ่งชี้ว่าความหนืดของสารละลายผสมลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ PVP สังเกตได้จากการหยุดของสารละลายที่ปลายเข็ม และการฉีดของกระแสสารละลายจากปลายเข็มก็พบว่ามีความเรียบและง่ายมากขึ้น ดังนั้นตัวพอลิเมอร์ PVP เองก็สามารถใช้เป็นสารช่วยในการขึ้นรูปได้ (processing aid)

รูปที่ 4.20 แสดงภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 3500x, 5000x และ 10000x ของเส้นใยผสม SF/PVP ระดับนาโนที่ 5 อัตราส่วน; 8:2, 6:4, 5:5, 4:6 และ 2:8, ตามลำดับ จากรูปจะเห็นว่าทุกๆอัตราส่วนของพอลิเมอร์ผสม SF/PVP สามารถให้เส้นใยต่อเนื่องที่เรียบและค่อนข้างสม่ำเสมอไร้เม็ดปมในเส้นใย เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของ 15%SF และ 15%PVP บริสุทธิ์เท่ากับ 302 และ 227 nm, ตามลำดับ สำหรับเส้นใยผสมมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่อัตราส่วน 8:2, 6:4, 5:5, 4:6 และ 2:8 เท่ากับ 291, 384, 236, 262 และ 264 nm ตามลำดับ

Condi tion	Magnification			Fiber diameter (nm)
	3500x	5000x	10000x	
15%SF				AV : 302 STD : 523 Max : 460 Min : 197
15%PVP				AV : 227 STD : 51 Max : 432 Min : 132
SF:PVP 8:2				AV : 291 STD : 78 Max : 529 Min : 143
SF:PVP 6:4				AV : 370 STD : 79 Max : 531 Min : 226

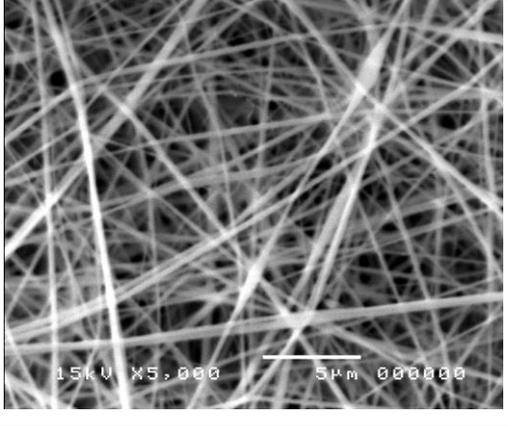
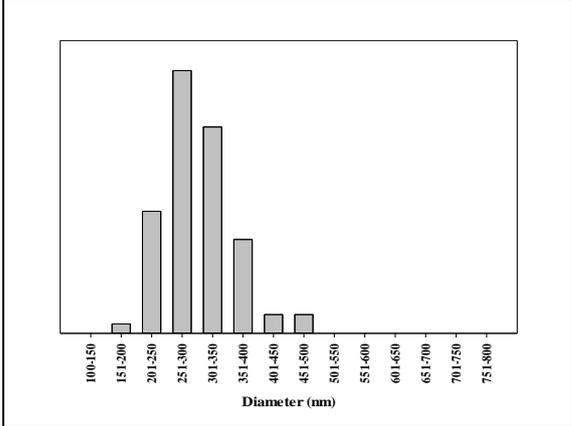
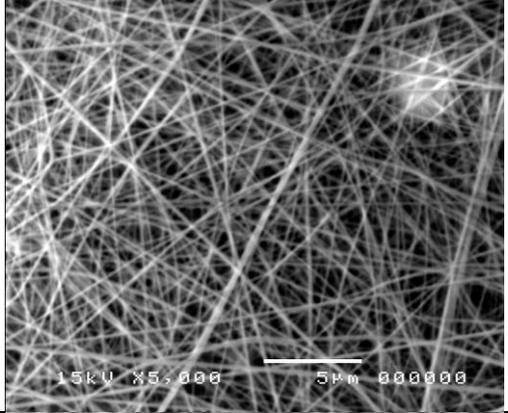
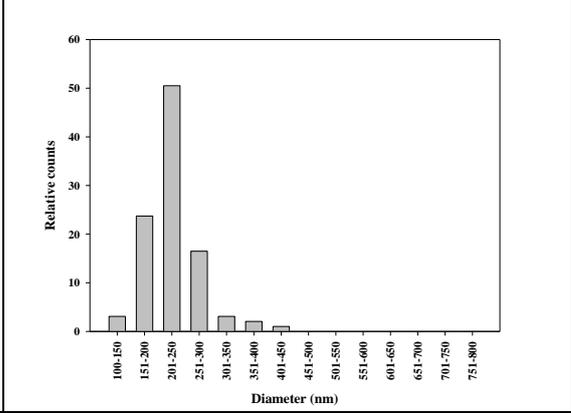
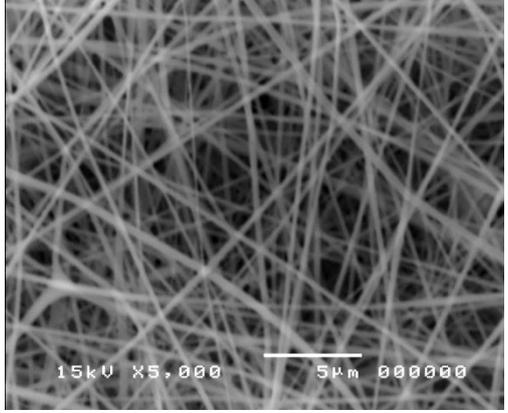
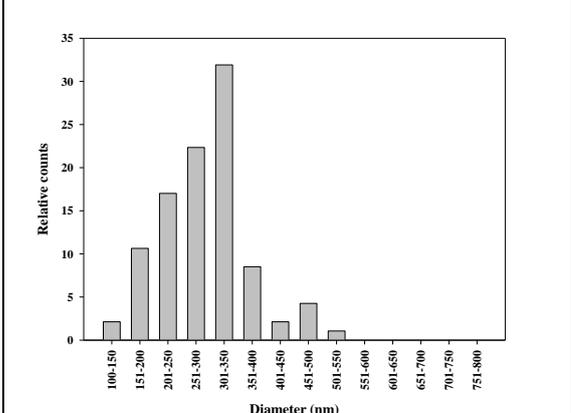
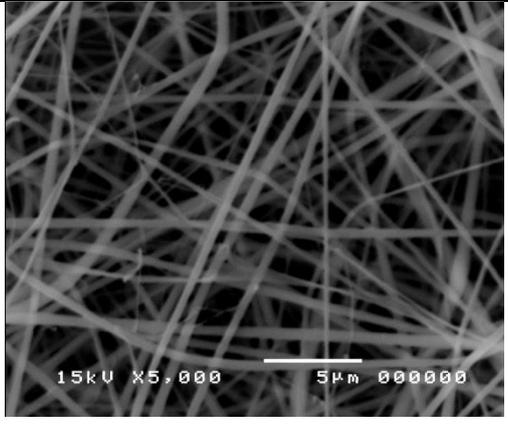
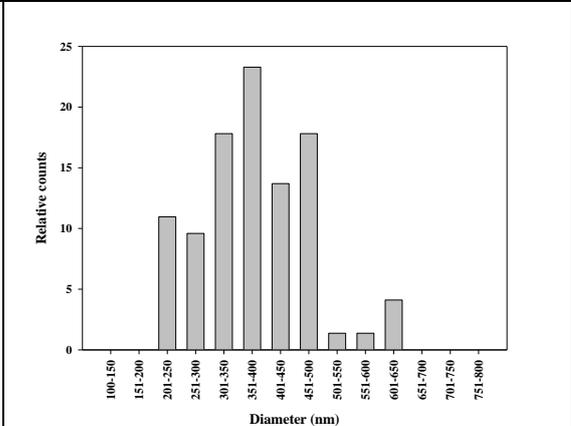
รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยผสม 15% SF/PVP ที่อัตราส่วนต่างๆ 8:2, 6:4, 5:5, 4:6 และ 2:8

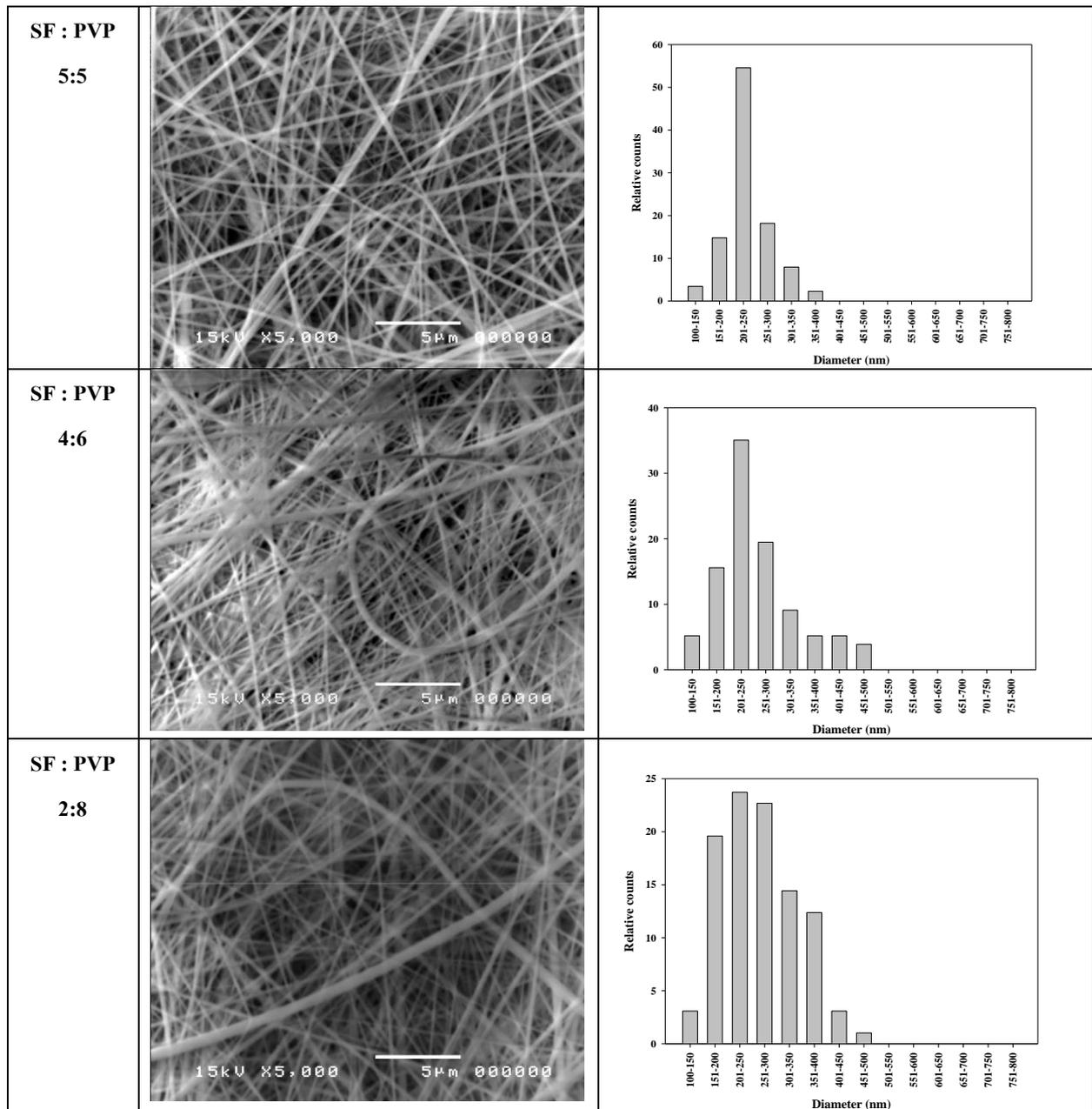
Condi tion	Magnification			Fiber diameter (nm)
	3500x	5000x	10000x	
SF:PVP 5:5				AV : 236 STD : 46 Max : 361 Min : 127
SF:PVP 4:6				AV : 262 STD : 86 Max : 551 Min : 115
SF:PVP 2:8				AV : 264 STD : 73 Max : 455 Min : 135

รูปที่ 4.20 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยผสม 15% SF/PVP ที่อัตราส่วนต่างๆ 8:2, 6:4, 5:5, 4:6 และ 2:8 (ต่อ)

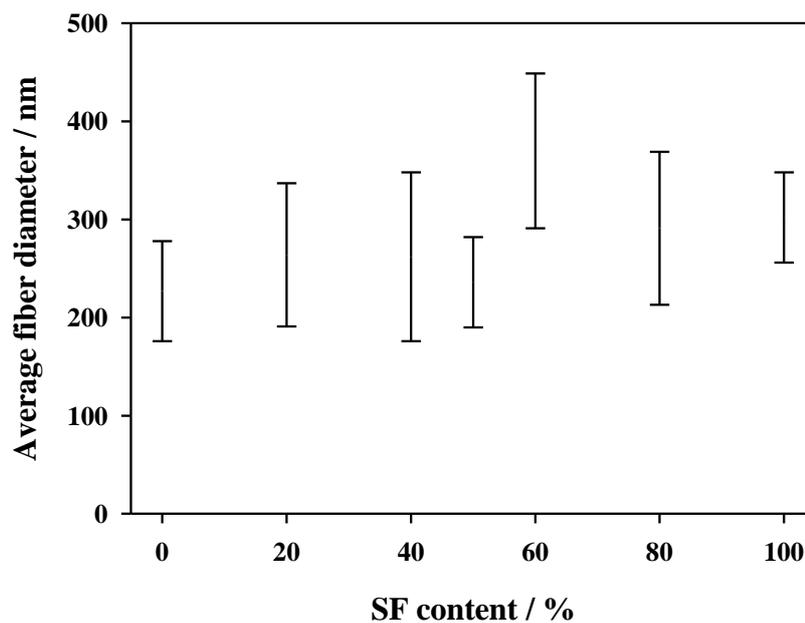
รูปที่ 4.21 แสดงการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยของเส้นผสม SF/PVP ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ จากรูปจะพบว่าเส้นกราฟการกระจายตัวไม่มีแนวโน้มที่แน่นอน อย่างไรก็ตาม ในทางทฤษฎีแล้วในการนำไปใช้ประโยชน์ด้านต่างๆ ต้องการเส้นใยที่มีความสม่ำเสมอกันนั้นคือ ต้องการการกระจายตัวที่แคบ และก็โชคดีที่พบว่า การกระจายตัวของเส้นใยผสม SF/PVP ที่อัตราส่วน 5:5 ให้การกระจายตัวที่แคบที่สุด ขณะที่อัตราส่วนอื่นๆพบว่ามี การกระจายที่กว้างมากกว่า

นอกจากนี้ ยังพบว่า เส้นใยผสม SF/PVP อัตราส่วน 5:5 ให้เส้นใยที่เรียบและสม่ำเสมอกันดีมาก และให้เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยต่ำที่สุดเพียงแค่ว่า 236 nm เท่านั้น ซึ่งจะทำให้มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูง ดังนั้นจากข้อมูลการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยจึงทำให้เลือกอัตราส่วนการผสมที่เหมาะสมสำหรับคู่ผสม SF กับ PVP คือ 5:5 โดยน้ำหนัก

condition	magnification	Fiber distribution																														
15%SF		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution for 15%SF</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>1.5</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>10.5</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>25.5</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>18.5</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>8.5</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>3.5</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>3.5</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0.5</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative counts	100-150	0.5	151-200	1.5	201-250	10.5	251-300	25.5	301-350	18.5	351-400	8.5	401-450	3.5	451-500	3.5	501-550	0.5	551-600	0.5	601-650	0.5	651-700	0.5	701-750	0.5	751-800	0.5
Diameter (nm)	Relative counts																															
100-150	0.5																															
151-200	1.5																															
201-250	10.5																															
251-300	25.5																															
301-350	18.5																															
351-400	8.5																															
401-450	3.5																															
451-500	3.5																															
501-550	0.5																															
551-600	0.5																															
601-650	0.5																															
651-700	0.5																															
701-750	0.5																															
751-800	0.5																															
15%PVP		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution for 15%PVP</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>2.5</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>23.5</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>50.5</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>16.5</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>3.5</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>2.5</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>1.5</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0.5</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative counts	100-150	2.5	151-200	23.5	201-250	50.5	251-300	16.5	301-350	3.5	351-400	2.5	401-450	1.5	451-500	0.5	501-550	0.5	551-600	0.5	601-650	0.5	651-700	0.5	701-750	0.5	751-800	0.5
Diameter (nm)	Relative counts																															
100-150	2.5																															
151-200	23.5																															
201-250	50.5																															
251-300	16.5																															
301-350	3.5																															
351-400	2.5																															
401-450	1.5																															
451-500	0.5																															
501-550	0.5																															
551-600	0.5																															
601-650	0.5																															
651-700	0.5																															
701-750	0.5																															
751-800	0.5																															
SF : PVP 8:2		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution for SF:PVP 8:2</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>2.5</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>10.5</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>16.5</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>22.5</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>31.5</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>8.5</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>2.5</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>4.5</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>1.5</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0.5</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative counts	100-150	2.5	151-200	10.5	201-250	16.5	251-300	22.5	301-350	31.5	351-400	8.5	401-450	2.5	451-500	4.5	501-550	1.5	551-600	0.5	601-650	0.5	651-700	0.5	701-750	0.5	751-800	0.5
Diameter (nm)	Relative counts																															
100-150	2.5																															
151-200	10.5																															
201-250	16.5																															
251-300	22.5																															
301-350	31.5																															
351-400	8.5																															
401-450	2.5																															
451-500	4.5																															
501-550	1.5																															
551-600	0.5																															
601-650	0.5																															
651-700	0.5																															
701-750	0.5																															
751-800	0.5																															
SF : PVP 6:4		 <table border="1"> <caption>Fiber Diameter Distribution for SF:PVP 6:4</caption> <thead> <tr> <th>Diameter (nm)</th> <th>Relative counts</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>100-150</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>151-200</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>201-250</td><td>10.5</td></tr> <tr><td>251-300</td><td>9.5</td></tr> <tr><td>301-350</td><td>17.5</td></tr> <tr><td>351-400</td><td>23.5</td></tr> <tr><td>401-450</td><td>13.5</td></tr> <tr><td>451-500</td><td>17.5</td></tr> <tr><td>501-550</td><td>1.5</td></tr> <tr><td>551-600</td><td>1.5</td></tr> <tr><td>601-650</td><td>4.5</td></tr> <tr><td>651-700</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>701-750</td><td>0.5</td></tr> <tr><td>751-800</td><td>0.5</td></tr> </tbody> </table>	Diameter (nm)	Relative counts	100-150	0.5	151-200	0.5	201-250	10.5	251-300	9.5	301-350	17.5	351-400	23.5	401-450	13.5	451-500	17.5	501-550	1.5	551-600	1.5	601-650	4.5	651-700	0.5	701-750	0.5	751-800	0.5
Diameter (nm)	Relative counts																															
100-150	0.5																															
151-200	0.5																															
201-250	10.5																															
251-300	9.5																															
301-350	17.5																															
351-400	23.5																															
401-450	13.5																															
451-500	17.5																															
501-550	1.5																															
551-600	1.5																															
601-650	4.5																															
651-700	0.5																															
701-750	0.5																															
751-800	0.5																															



รูปที่ 4.21 กราฟการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยผสม SF/PVP ที่อัตราส่วนต่างๆ (15% SF/PVP, ศักย์ไฟฟ้า 15 kV, ระยะห่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับ 15 cm และ อัตราการไหล 1 mL/h)



รูปที่ 4.22 ความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยผสม SF/PVP กับปริมาณของ SF

รูปที่ 4.22 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยผสม SF/PVP กับปริมาณของ SF จากรูปจะเห็นว่าเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยผสมมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของไหมที่เพิ่มขึ้น หรือกล่าวอีกนัยหนึ่งคือ เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาดลดลงเมื่อเติม PVP มากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการเติม PVP ช่วยทำให้สายโซ่เกิดการเคลื่อนที่และยืดออกตามแรงทางไฟฟ้าได้มากขึ้นจึงส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยลดลงนั่นเอง^[11]

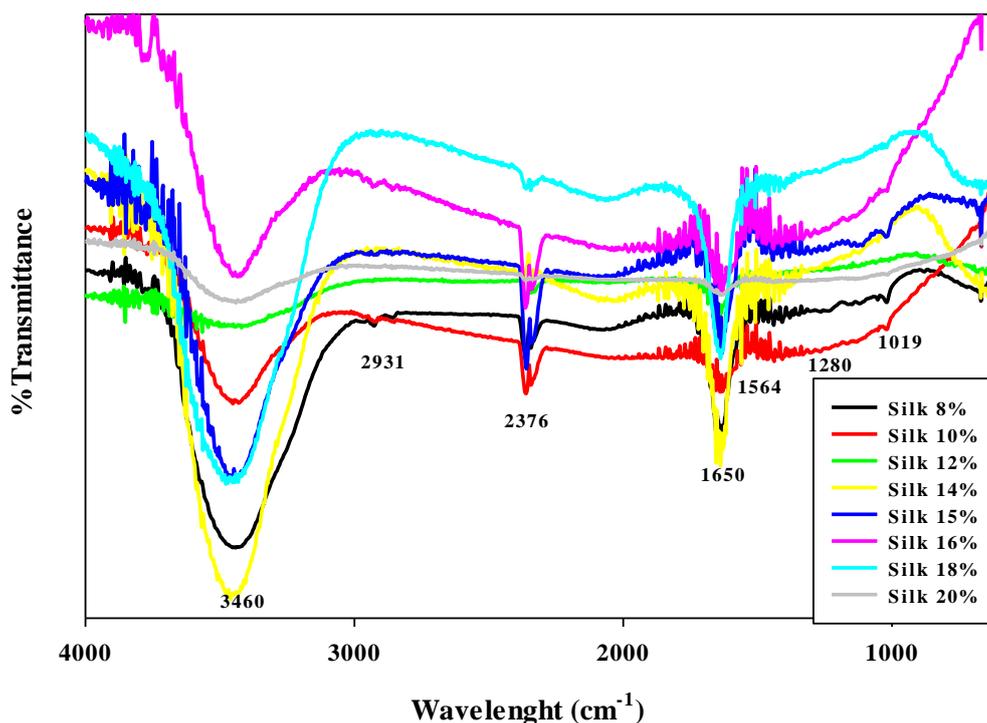
ส่วนที่ 3

การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนไหมและเส้นใยผสม SF/PVP

4.6 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆของเส้นใย

4.6.1 การศึกษาโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยไหมด้วยเทคนิค FTIR

เป็นที่ทราบกันดีว่า โครงสร้างอันดับสองของ *Bombyx mori* silk fibroin (SF) นั้นประกอบด้วยการจัดเรียงตัวหลักๆอยู่ 2 แบบคือ โครงสร้างแบบสุ่มหรือ random coils (silk I) และโครงสร้างเบต้า-ชีท (b-sheet (silk II))^[95] ในงานวิจัยนี้จะได้แยกความแตกต่างระหว่าง random coils กับโครงสร้าง silk I เนื่องจากมีโครงสร้างคล้ายๆกัน โดยเทคนิค FTIR จะถูกใช้ในการติดตามการเปลี่ยนโครงสร้างของไหมระหว่างขบวนการขึ้นรูปในชั้นต่างๆ ซึ่งโดยทั่วไปแล้ว random coils จะปรากฏแบนด์การดูดกลืนที่มีความเข้มสูงที่เลขคลื่น 1665 (amide I), 1540 (amide II), และ 1235 cm^{-1} (amide III) และสำหรับ b-sheets จะแสดงแบนด์การดูดกลืนที่เลขคลื่น 1628 (amide I), 1533 (amide II) และ 1265 cm^{-1} (amide III)^[96] นอกจากนี้ Hino และคณะ 2003^[93] ยังได้รายงานช่วงของเลขคลื่นต่างๆสำหรับโครงสร้างอันดับสองของโปรตีนไว้เพิ่มเติมดังนี้ แบนด์ amide I อยู่ในช่วง 1700-1600 cm^{-1} แบนด์ amide II อยู่ในช่วง 1600-1500 cm^{-1} และ แบนด์ amide III อยู่ในช่วง 1300-1200 cm^{-1}



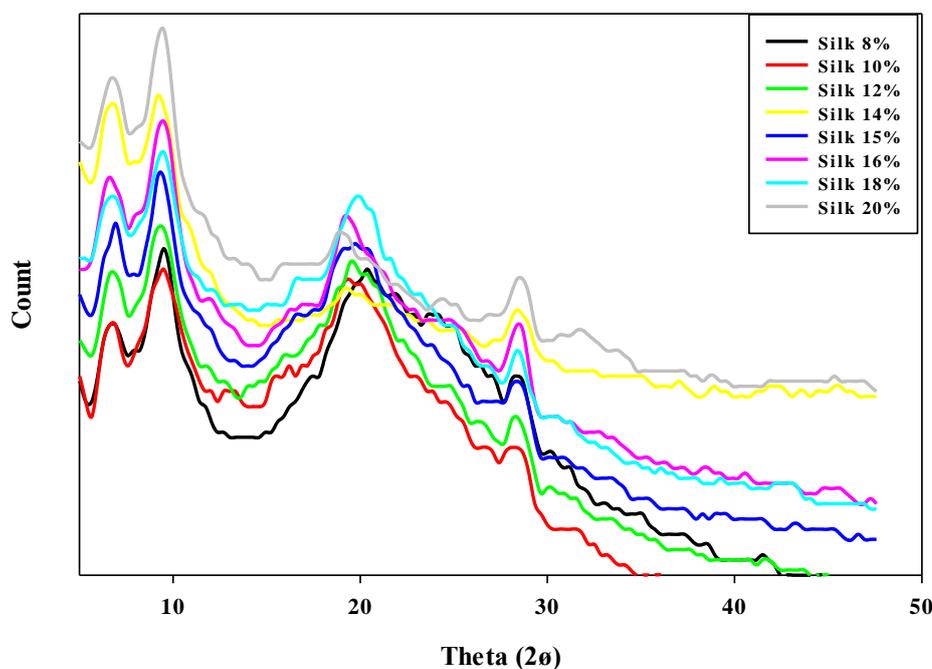
รูปที่ 4.23 FTIR spectra ของเส้นใยนาโนไหมที่ความชื้นชั้นต่างๆ

รูปที่ 4.23 แสดง FTIR spectra ของเส้นใยนาโนไหมที่ได้จากการฉีดที่ความชื้นชั้นต่างๆ จากรูปพบว่า FTIR spectra ของเส้นใยไหมที่ความชื้นชั้นต่างๆ มีลักษณะคล้ายคลึงกันและไม่ได้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งจากข้อมูลส่วนนี้ชี้ให้เห็นว่าเส้นใยไหมที่ได้จากการใช้สารละลายความชื้นชั้นที่แตกต่างกันไม่มีผลต่อโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยไหมที่ได้ อย่างไรก็ตาม พบว่ามีความแตกต่างในเรื่องความเข้มพีค (intensity) เมื่อความชื้นเปลี่ยนแปลงซึ่งสิ่ง

แสดงถึงการเปลี่ยนในส่วนของโครงสร้างอันดับสองหรือความเข้มข้น และพบแบนด์การดูดกลืนหลักๆที่เลขคลื่นประมาณ 3460 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นของ N-H stretching และพีคเล็กๆที่เลขคลื่น 1019 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ C-O stretching และยังพบพีคการสั่นที่เลขคลื่น 1650 ซึ่งเป็น amide I (C=O stretching) และพบพีคของ amide II (-NH₂ stretching) ที่เลขคลื่น $1564, 1544, 1520$ และ 1507 cm^{-1} ขณะที่พีคของ amide III พบเป็นพีคเล็กๆที่เลขคลื่น 1280 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงโครงสร้างของเบต้าชีท (β - sheet structure)

4.6.2 การศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยไหมด้วยเทคนิค X-ray diffractions

ในการศึกษานี้ได้ใช้เทคนิค X-ray diffractions (XRD) ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของไฟโบรอิน (SF) รูปที่ 4.24 แสดง XRD patterns ของเส้นใยไหมนาโนที่ปั่นได้จากความเข้มข้นต่างๆ จากรูปจะเห็นว่าเส้นใยไหมที่ได้แสดง XRD patterns ที่คล้ายคลึงกันโดยปรากฏพีคกว้างที่ $2\theta = 21^\circ$ ซึ่งบ่งบอกว่าเส้นใยที่ได้มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน หรือมีโครงสร้างส่วนใหญ่เป็น random coils นั่นเอง นอกจากนี้ยังพบพีคขนาดเล็กที่ $2\theta = 28^\circ$ ซึ่งบ่งบอกว่ามีโครงสร้างของเบต้าชีทปนอยู่ในโครงสร้างด้วยเล็กน้อย จากข้อมูลนี้ชี้ให้เห็นว่าเส้นใยที่ได้ประกอบด้วยของผสมระหว่างผลึก silk I (random coil) และผลึก Silk II (b-sheet) นั่นคือไม่มีเส้นใยใดที่มีเพียงแค่ผลึกใดผลึกหนึ่ง^[92]



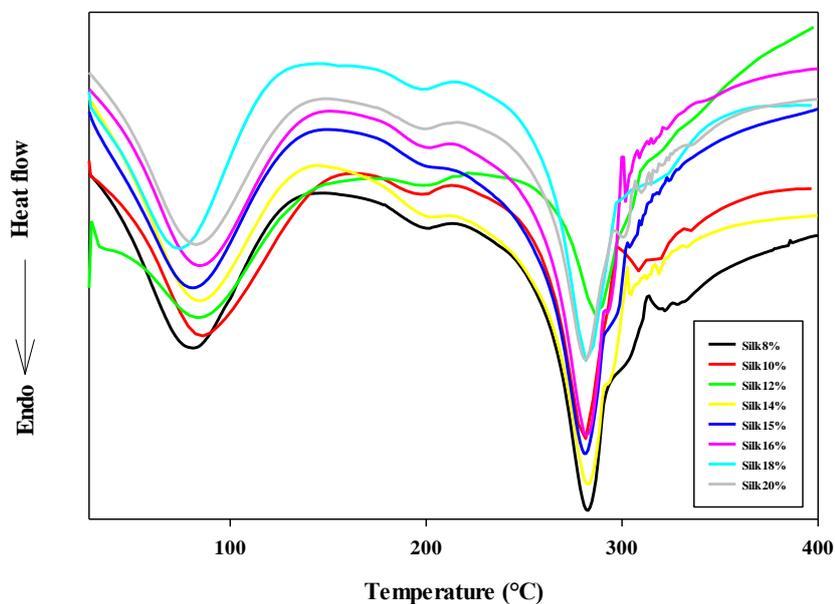
รูปที่ 4.24 XRD patterns ของเส้นใยนาโนไหมที่ความเข้มข้นต่างๆ

4.6.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของแผ่นเส้นใยไหมด้วยเทคนิค DSC ซึ่งได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.25 โดยทำการวิเคราะห์จากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 400°C อัตราการให้ความร้อนเป็น $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งจาก DSC curves ของเส้นใยที่ทุกความเข้มข้นจะเห็นว่า มีลักษณะคล้ายคลึงกัน โดยจะมี 3 endothermic peaks คือที่ประมาณ $77-83, 198-203$ และ $290-295^\circ\text{C}$ ซึ่งสอดคล้องกับพลังงานที่ใช้ในการสลายตัวของความชื้น และพีคของการสลายตัวของไหม ตามลำดับ และจากข้อมูลที่ได้จะเห็นว่าไม่มีความแตกต่าง

อย่างมีนัยสำคัญในตัวอย่างใหม่ที่ถูกความเข้มข้น แสดงให้เห็นว่าไหมที่ได้จากแต่ละความเข้มข้นมีสมบัติทางความร้อนไม่แตกต่างกัน

สำหรับข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.25

Temperature (°C)

DSC

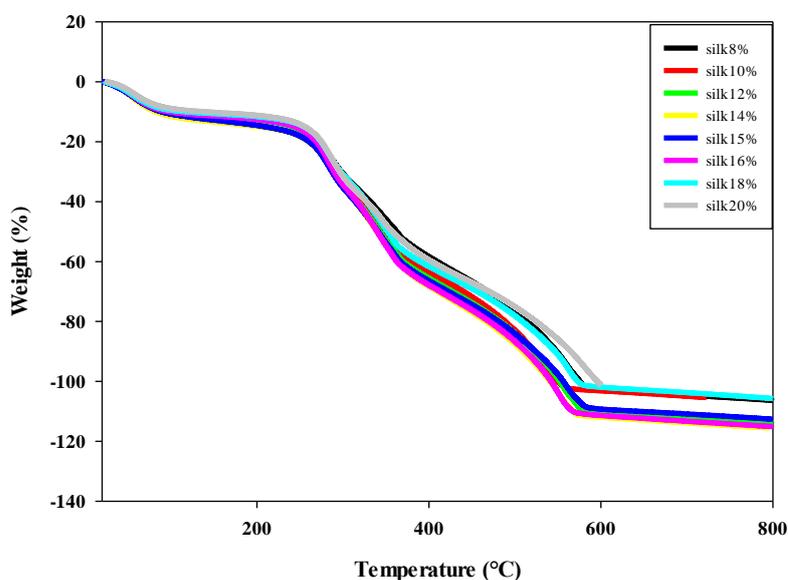
thermograms ของเส้นไหมที่ได้จากความเข้มข้นต่างๆ

ตารางที่ 4.4 ค่าพารามิเตอร์ทางความร้อนของเส้นไหมที่ความเข้มข้นต่างๆ

Concentration/%wt	#Peak	Integra/mJ	T _{onset} /°C	T _{peak} /°C	T _{endset} /°C
8	2	-0.20	198.74	199.45	200.47
	3	-371.45	277.89	289.21	298.81
10	1	-1197.14	26.51	85.34	142.25
	2	-32.59	176.51	194.74	209.04
	3	-563.98	261.11	280.60	296.28
12	1	-208.15	50.85	83.58	114.59
	2	0.60	215.42	216.29	217.48
	3	-315.46	265.70	287.38	302.56
14	3	-103.19	269.92	286.90	298.69
16	2	-15.80	178.60	197.87	213.41
	3	-269.97	265.31	283.05	295.24
18	1	-575.19	37.01	74.55	112.56
	2	-15.14	181.72	196.10	209.05
	3	-296.85	266.32	282.19	296.89
20	1	-160.87	47.87	103.45	135.40
	2	-24.39	170.23	194.78	211.08
	3	-497.25	281.36	284.70	296.02

4.6.4 การศึกษาสมบัติความเสถียรทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

ในการศึกษานี้ได้ทำการศึกษาสมบัติความเสถียรต่อความร้อนของตัวอย่างเส้นใยไหมที่เตรียมได้ที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยทำการวิเคราะห์ตั้งแต่อุณหภูมิห้องไปจนถึงอุณหภูมิ 800 °C อัตราการให้ความร้อนเป็น 10 °C /min ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน รูปที่ 4.26 แสดง TG curves ของเส้นใยที่ความเข้มข้นต่างๆ ซึ่งจากรูปจะเห็นว่า จะมีการสลายตัวหลายขั้นตอนและจะสลายตัวจนหมดเมื่ออุณหภูมิประมาณ 600 °C นอกจากนี้แล้วก็พบว่า TG curves ของเส้นใยในทุกๆความเข้มข้นที่ศึกษามีลักษณะคล้ายคลึงกันซึ่งแสดงว่าความเข้มข้นไม่มีผลต่อความเสถียรทางความร้อนของเส้นใยที่ปั่นได้ โดยในน้ำหนักที่หายไปในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 100 °C เป็นการสลายตัวของความชื้น หลังจากนั้นจะมีการสลายตัวสายโซ่เปปไทด์ที่อยู่สายโซ่โมเลกุลของไฟโบรอินเริ่มต้นที่อุณหภูมิประมาณ 252-257 °C ซึ่งถือว่าเป็นอุณหภูมิการสลายตัวที่สูง สำหรับข้อมูลต่างๆของการสลายตัวทางความร้อนแสดงในตารางที่ 4.5

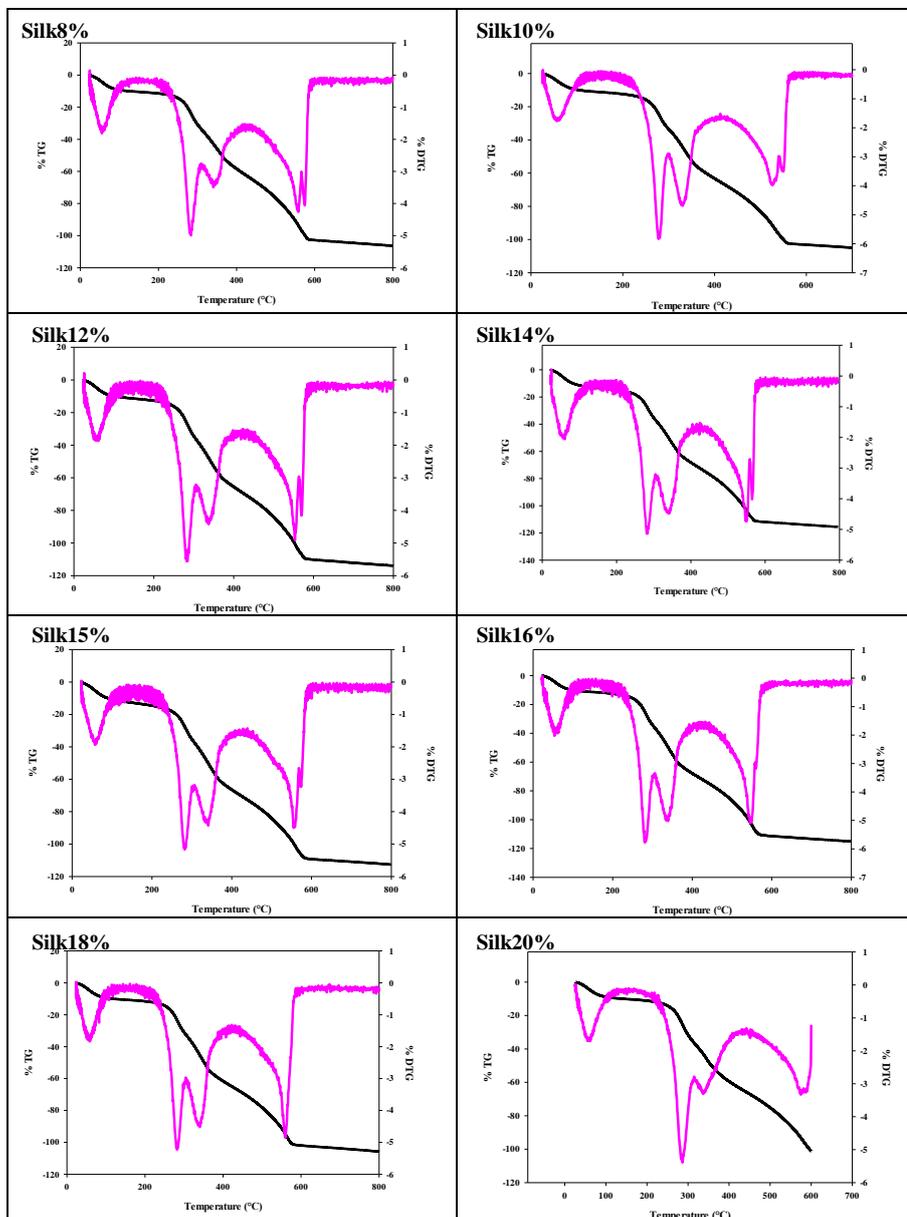


รูปที่ 4.25 TG curves ของเส้นใยไหมที่ความเข้มข้นต่างๆ

ตารางที่ 4.5 ค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ได้จาก TG และ DTG curves

Concentration (wt)	T _{d5} /°C	T _{d10} /°C	T _{onset} /°C	T _{max1} , T _{max2} , T _{max3} , T _{max4} , T _{max5}
8%	59.3	125.3	252.6	56.1, 282.9, 346.1, 558.2, 575.2
10%	60.1	104.9	252.7	56.9, 278.8, 330.0, 525.9, 549.8
12%	57.8	100.9	253.6	54.0, 282.4, 338.7, 553.0, 571.0
14%	54.6	83.1	256.3	54.9, 282.5, 338.3, 547.9, 566.0
15%	56.2	89.5	253.1	56.3, 281.3, 340.8, 558.0, 574.3
16%	57.6	99.5	253.9	53.3, 280.5, 338.3, 546.9, 560.7
18%	59.0	118.1	254.8	55.2, 282.5, 340.3, 559.6
20%	62.8	142.5	257.2	57.0, 286.9, 340.7, 582.7

เพื่อให้เห็นถึงกลไกการสลายตัวทางความร้อนเป็นกักขั้นตอน เราสามารถดูข้อมูลเพิ่มเติมได้จากข้อมูล DTG ดังแสดงในรูปที่ 4.26 ซึ่งจากรูปก็เห็นว่ากลไกในการสลายตัวของเส้นใยไหมนาโนมีลักษณะคล้ายคลึงกัน นั่นคือประกอบด้วยอย่างน้อย 4 ขั้นตอนโดยมีอุณหภูมิที่มีอัตราการสลายตัวเร็วที่สุดในแต่ละขั้น (T_{max}) ประมาณ 55, 282, 340, และ 555 °C ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.5

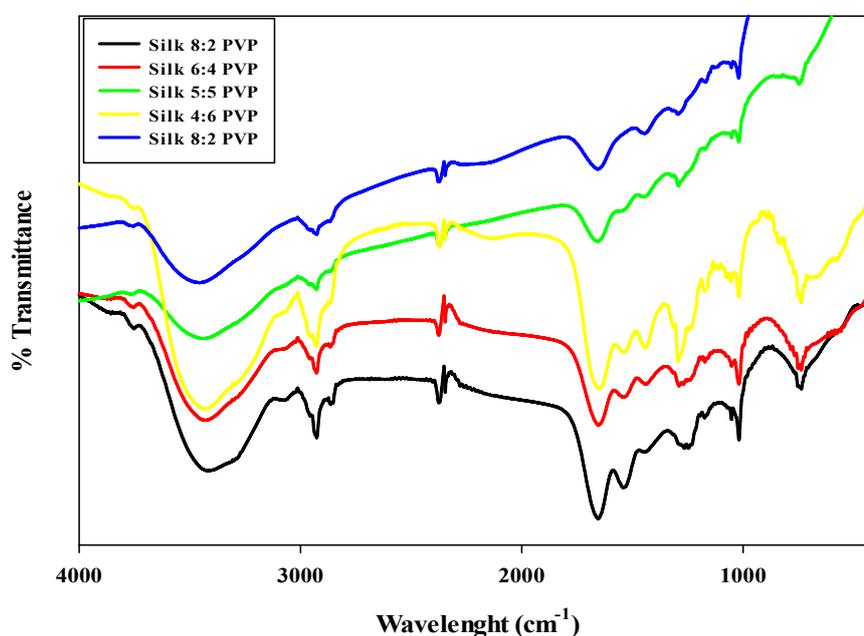


รูปที่ 4.26 ความสัมพันธ์ระหว่าง %TG กับ DTG Curves ของเส้นใยไหมที่ความชื้นต่างกัน

4.7 การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยผสม SF/PVP

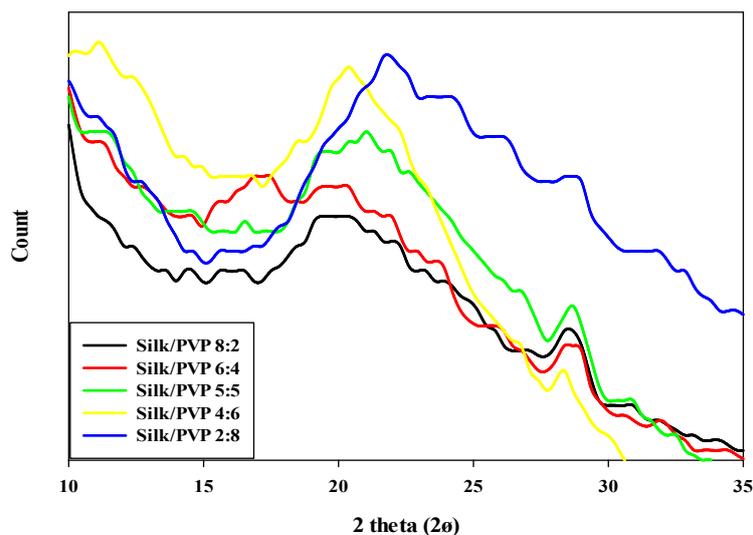
ในส่วน of เส้นใยผสมระหว่างไหมไฟโบรอิน (SF) กับ polyvinyl pyrrolidone (PVP) หรือ เส้นใยผสม SF/PVP ก็ได้มีการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างเคมี โครงสร้างผลึก สมบัติทางความร้อนและสมบัติความเสถียรต่อความร้อนด้วยเช่นกัน ดังแสดงต่อไปนี้

รูปที่ 4.27 แสดง FTIR ของเส้นใยผสม SF/PVP ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ จากรูปจะเห็นว่าแต่ละอัตราส่วนผสมจะมี FTIR spectra ที่คล้ายคลึงกันแต่จะแตกต่างกันเฉพาะส่วนที่เป็นความเข้มของพีค โดยก็จะพบพีคที่แสดงเอกลักษณ์ของไหมและของ PVP ในทุกสเปกตรัม ซึ่งในส่วนพีคเอกลักษณ์ของ silk fibroin จะพบพีคการสั่นของหมู่ฟังก์ชันที่เป็นเอกลักษณ์ของไหม 3 พีคสำคัญได้แก่ ที่เลขคลื่น $\sim 1630\text{ cm}^{-1}$, $\sim 1520\text{ cm}^{-1}$ และ $\sim 1240\text{ cm}^{-1}$ เป็นพีคที่แสดงเอกลักษณ์ของ amide I, amide II และ amide III ตามลำดับ และในส่วนพีคเอกลักษณ์ของ PVP จะพบพีคเอกลักษณ์ที่สำคัญ 3 พีค คือ ที่ $\sim 2995\text{ cm}^{-1}$ เป็นพีคการสั่นของหมู่ C-H stretching ที่ $\sim 1655\text{ cm}^{-1}$ เป็นพีคการสั่นของหมู่ C=O stretching และที่ $\sim 1290\text{ cm}^{-1}$ เป็นพีคการสั่นของหมู่ C-N stretching ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างของ PVP จากข้อมูลนี้ยืนยันได้ว่าเส้นใยผสมที่ปั่นได้เป็นเส้นใยผสมของ SF และ PVP



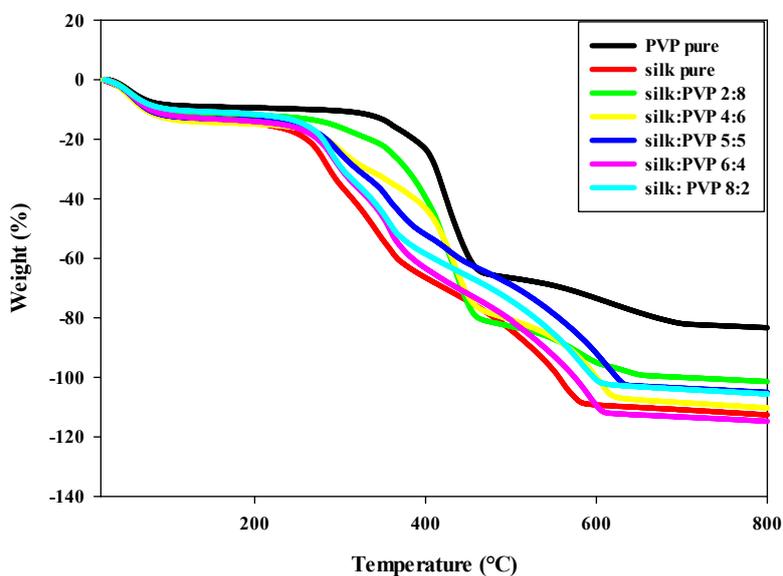
รูปที่ 4.27 FTIR ของเส้นใยผสม SF/PVP ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ (8:2, 6:4, 5:5, 4:6, 2:8 โดยน้ำหนัก)

รูปที่ 4.28 แสดง XRD patterns ของเส้นใยผสม SF/PVP ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ จากรูปจะเห็นว่า XRD patterns ของเส้นใยผสมมีพีคกว้างหนึ่งพีคที่ $2\theta = 21-23^\circ$ (random coil) และมีพีคเล็กที่ $2\theta = 27-28^\circ$ (silk I structure) ซึ่งจากลักษณะของ XRD patterns ที่ได้จะเห็นว่า มีลักษณะคล้ายคลึงกันในทุกอัตราส่วน และบ่งชี้ว่าเส้นใยผสมที่ได้มีโครงสร้างผลึกเป็นอสัณฐานเป็นส่วนใหญ่



รูปที่ 4.28 XRD patterns ของเส้นใยผสม SF/PVP ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ

รูปที่ 4.29 แสดง TG thermograms ของเส้นใยผสมที่อัตราส่วนต่างๆ จากรูปจะเห็นว่า TG thermograms มีลักษณะคล้ายคลึงกันและกลไกการสลายตัวเป็นแบบหลายขั้นตอน (multi-step decomposition) (ประมาณ 4 ขั้นตอน) และยังพบการเติม PVP เข้าไปในพอลิเมอร์ผสมทำให้เส้นใยผสมมีความเสถียรต่อความร้อนที่สูงขึ้นกว่าเส้นใยไหมที่ไม่เติม PVP เพราะฉะนั้นการเติม PVP นอกจากจะช่วยให้ขึ้นรูปได้ง่ายแล้วยังช่วยเพิ่มสมบัติความเสถียรต่อความร้อนให้สูงขึ้นด้วย



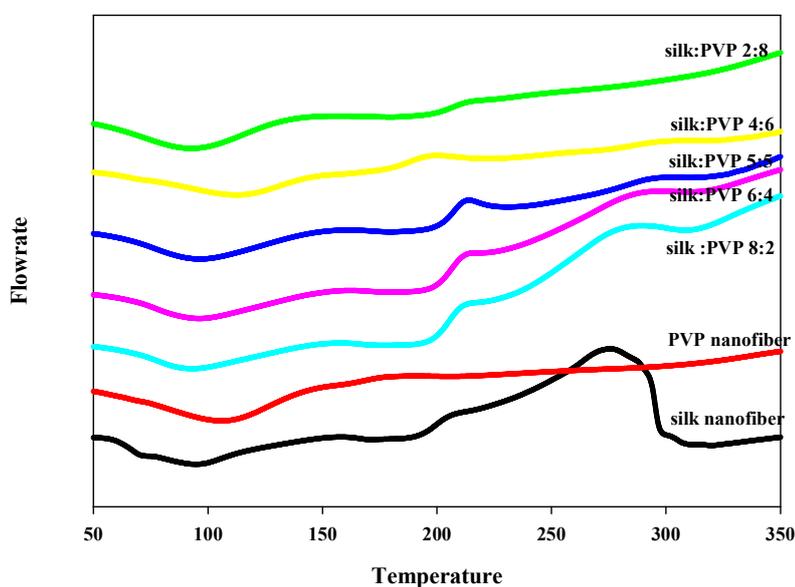
รูปที่ 4.29 TG thermograms ของเส้นใยผสมที่อัตราส่วนต่างๆ

สำหรับข้อมูลต่างๆที่ได้จาก TG thermograms แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ได้จาก TG thermograms ของเส้นใยผสมอัตราส่วนต่างๆ

Concentration (wt)	$T_{d5}/^{\circ}\text{C}$	$T_{d10}/^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{onset}}/^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{max1}}, T_{\text{max2}}, T_{\text{max3}}, T_{\text{max4}}, T_{\text{max5}}$
2:8	56.9	92.5	330.0	54.3, 305.0, 424.1, 438.8, 582.2, 640.5
4:6	51.6	71.3	266.7	52.7, 297.2, 435.1, 605.7
5:5	54.5	75.1	258.5	56.4, 293.2, 364.2, 426.0, 615.8
6:4	55.1	77.5	268.4	56.9, 289.8, 354.6, 587.5
8:2	56.7	103.5	261.9	53.3, 287.9, 352.9, 588.2

รูปที่ 4.30 แสดง DSC thermograms ของเส้นใยผสมที่อัตราส่วนต่างๆ จากรูปพบว่า DSC curves ของทุกอัตราส่วนผสมมีลักษณะคล้ายคลึงกัน โดยในช่วงอุณหภูมิประมาณ 85-100 °C เป็นส่วนของความขึ้นที่มีในตัวอย่างและเกิดการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 275-300 °C ซึ่งจากข้อมูลนี้ช่วยยืนยันกับข้อมูล XRD ว่าเส้นใยผสมที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นอสัณฐานเป็นหลัก



รูปที่ 4.30 DSC thermograms ของเส้นใยผสมที่อัตราส่วนต่างๆ

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยมีจุดประสงค์เพื่อสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์พินนิ่งอย่างง่ายเพื่อใช้ในการสร้างเส้นใยนาโน และประยุกต์ใช้เครื่องมือที่ประกอบสร้างขึ้นนี้ทำการเตรียมและศึกษาเส้นใยนาโนของไหม และเส้นใยผสมของไหมผสม SF/PVP พร้อมทั้งศึกษาสมบัติต่างๆของเส้นใยที่เตรียมได้ จากผลการทดลองทั้งหมดสามารถสรุปได้ดังนี้

1. ประสบความสำเร็จในการสร้างเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์พินนิ่งอย่างง่ายสำหรับสร้างเส้นใยนาโนได้จำนวน 1 ชุด พร้อมทั้งได้ออกแบบติดตั้งระบบการฉีดเป็น 3 ระบบคือ ระบบการฉีดในแนวนอน แนวตั้ง และแนวเฉียงมุม 45 องศา (มุมระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับ)
2. เมื่อทำการทดสอบเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์พินนิ่งที่สร้างขึ้นโดยทดสอบการปั่นเส้นใยของ PEO พบว่าเครื่องมือที่สร้างขึ้นสามารถปั่นเส้นใยได้จริง และพบว่าระบบการฉีดในแนวตั้งสามารถให้ความหนาของแผ่นเส้นใยได้มากที่สุดที่ระยะเวลาในการปั่นเท่ากัน ส่วนระบบการฉีดในแนวนอนพบว่าให้ความหนาของแผ่นเส้นใยน้อยที่สุด แต่อย่างไรก็ตามพบว่าระบบการฉีดที่เหมาะสมที่จะนำไปประยุกต์ใช้สำหรับฉีดเส้นใยไหมนาโน คือ ระบบการฉีดแนวเฉียงมุม 45 องศา เนื่องจากได้ความหนาของแผ่นค่อนข้างมาก และมีปริมาณหยดของพอลิเมอร์ที่หลุดออกมาจากปลายเข็มบนแผ่นเส้นใยน้อยกว่าในกรณีการฉีดแนวตั้ง และยังให้การกระจายของเส้นใยที่สม่ำเสมออีกด้วย
3. สำหรับการศึกษาการขึ้นรูปเส้นใยนาโนของไหม ในการศึกษาได้เริ่มต้นตั้งแต่การศึกษาระบบของตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการละลายเส้นใยไหมไฟโบรอินเพื่อเตรียมเป็นผงไหม (silk sponge) สำหรับนำไปทำเป็นสารละลายสำหรับฉีดในระบบอิเล็กทรอนิกส์พินนิ่ง โดยได้ทำการศึกษาระบบของตัวทำละลาย 3 ระบบ คือ ระบบ 50%CaCl₂, 9.3 M LiBr และ ระบบ ternary solvent (CaCl₂/EtOH/H₂O 1:2:8) และจากการศึกษาพบว่า ระบบตัวทำละลาย 9.3 M LiBr เหมาะสมสำหรับเป็นตัวทำละลายเส้นไหมเป็นผงไหม (silk sponge)
4. หลังจากได้ตัวอย่างผงไหมที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเป็นสารละลายสำหรับฉีดในระบบอิเล็กทรอนิกส์พินนิ่งแล้ว ได้ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยไหมให้มีความเรียบและสม่ำเสมอมากที่สุด โดยได้ทำการศึกษาตัวแปรความเข้มข้นของสารละลายไหม ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการขึ้นรูปและระยะห่างระหว่างปลายเข็มฉีดยากับแผ่นรองรับ ซึ่งจากการทดลองพบว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูปเส้นใยนาโนไหมให้มีความสม่ำเสมอและมีความเรียบ คือ
ความเข้มข้นของสารละลายไหม เท่ากับ 15 % w/v
ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ เท่ากับ 15 kV
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงแผ่นรองรับ เท่ากับ 15 cm
5. ในการศึกษาครั้งนี้ยังได้ทำการศึกษาแนวทางการใช้งานของไหมให้กว้างมากยิ่งขึ้น โดยเราพบว่าการขึ้นรูปด้วยเส้นใยไหมเดียวนั้นทำได้ค่อนข้างยาก จึงได้คิดเตรียมเป็นเส้นใยผสมระหว่างไหมไฟโบรอิน (SF) กับ PVP ทั้งนี้เนื่องจาก PVP นั้นมีสมบัติในการฉีดเป็นเส้นใยได้ดีและยังช่วยเพิ่มความยืดหยุ่นให้กับสารโฆพอลิเมอร์ด้วย โดยจากการทดลองพบว่าการเติม PVP ช่วยทำให้การฉีดขึ้นรูปเส้นใยไหมทำได้ง่ายมากขึ้นและยังช่วยลดขนาดของเส้นใยให้มีขนาดเล็กลงด้วยพร้อมกับทั้งได้เส้นใยที่มีความสม่ำเสมอกันดีและอัตราส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยผสมให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กและการกระจายตัวแคบที่สุดคืออัตราส่วน 5:5 โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 236 nm ซึ่งเหมาะสมสำหรับนำไปประยุกต์ใช้งานต่อทางด้านทางการแพทย์ชีวภาพ
6. จากการวิเคราะห์สมบัติโครงสร้างเคมีของเส้นใยที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค FTIR พบว่า FTIR spectra ของเส้นใยไหมที่ความเข้มข้นต่างๆ มีลักษณะคล้ายคลึงกันและไม่ได้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งจากข้อมูลส่วนนี้ชี้ให้เห็นว่าเส้นใยไหมที่ได้มีโครงสร้างทางเคมีคล้ายคลึงกันโดยพบพีการดูดกลืนหลักที่

เลขคลื่นประมาณ 3460 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นของ N-H stretching และพีคเล็กๆที่เลขคลื่น 1019 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นของหมู่ C-O stretching และยังพบพีคการสั่นที่เลขคลื่น 1650 ซึ่งเป็น amide I (C=O stretching) และพบพีคของ amide II (-NH₂ stretching) ที่เลขคลื่น $1564, 1544, 1520$ และ 1507 cm^{-1} ขณะที่พีคของ amide III พบเป็นพีคเล็กๆที่เลขคลื่น 1280 cm^{-1} ซึ่งบ่งบอกถึงโครงสร้างของเบต้าชีท (β - sheet structure) ในส่วนของโครงสร้างทางเคมีของเส้นใยผสม SF/PVP ก็พบเอกลักษณ์เฉพาะตัวของทั้งส่วนของ SF และ PVP ซึ่งยืนยันว่าสามารถสร้างเส้นใยผสมได้

7. จากการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD เส้นใยไหมที่ได้และเส้นใยไหมผสม (SF/PVP) พบว่าเส้นใยไหมที่เตรียมได้มีลักษณะผลึกเป็นอสัณฐานเป็นส่วนใหญ่และมีส่วนน้อยที่เป็นโครงสร้างผลึกของเบต้าชีทผสมอยู่ โดยปรากฏพีคกว้างที่ $2\theta = 21^\circ$ (random coil) และพีคขนาดเล็กที่ $2\theta = 28^\circ$ (silk II, β -sheet)
8. จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่าเส้นใยไหมที่เตรียมได้ในแต่ละความเข้มข้นมีพฤติกรรมทางความร้อนใกล้เคียงกัน ความเข้มข้นของไหมไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญต่อพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยไหมที่เตรียมได้ ในส่วนของเส้นใยผสมก็ได้ผลคล้ายๆกัน
9. จากการศึกษาสมบัติความเสถียรต่อความร้อนด้วยเทคนิค TGA พบว่าเส้นใยไหมมีความเสถียรต่อความร้อนสูงโดยจะเริ่มเกิดการเสถียรภาพของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิประมาณ $252-257^\circ\text{C}$ แต่ในของเส้นใยผสม SF/PVP พบว่าการเติม PVP สามารถเพิ่มความเสถียรต่อความร้อนของเส้นใยไหมได้

เอกสารอ้างอิง

1. Bognitzki M, Czado W. *Adv Mater* 2001;13(1):70–2.
2. Jin HJ, Fridrikh SV, Rutledge GC, Kaplan DL. *Biomacromolecules* 2002;3:1233–9.
3. Cai Q, Yang J, Bei J, Wang S. *Biomaterials* 2002;23:4483–92.
4. Shin YM, Hohman MM. *Polymer* 2001;42:9955–67.
5. Wnek GE, Carr ME, Simpson DG, Bowlin GL. *Nano Lett* 2003;3(2):213–6.
6. Altman GH, Diaz F, Jakuba C, Calabro T, Horan RL, Chen J, Lu H, Richmond J, Kaplan DL. *Biomaterials* 2003;24:401–16.
7. Benito B. *Trends Biotechnol* 2002;20(5):189.
8. Service RF. *Science* 2002;295(5554):419–20.
9. Lazaris A, Arcidiacono S, Huang Y, Zhou JF, Duguay F, Chretien N, Welsh EA, Soares JW, Karatzas CN. *Science* 2002;295(5554):472–6.
10. Ohgo K, Zhao C, Kobayashi M, Asakura T. *Polymer* 2003;44:841–6.
11. Brooks G. *Drug Cosmet Ind* 1989;145(4):32–6.
12. Zarkoob S, Reneker DH, Eby RK, Hudson SD, Ertley D, Adams WW. *Polym Preprints* 2003;39(2):244–5.
13. Zarkoob S. PhD Dissertation, University of Akron; 1998.
14. Zarkoob S, Reneker DH, Ertley D, Eby RK, Hudson SD. U.S. Patent 6,110,590: August 29,2000.
15. Cappello J, McGrath KP. In: Kaplan D, Wade Adams W, Farmer B, Viney C, editors. *Silk polymers, materials science and biotechnology*. 1994. Chapter 26.
16. Supaphol P.; <http://pioneer.chula.ac.th/~spitt/pitt.htm>, 2550
17. Maensiri S.; http://ora.kku.ac.th/res_kku/Expertise/ExpertiseView.asp?QID=4620, 2550
18. Gogolewski, S.; Pennings, A. J. *Polymer* 1985, 26, 1394-1400.
19. Leenslag, J. W.; Pennings, A. J. *Polymer* 1987, 28, 1695-1702.
20. Lock, R. L. US patent 5,252,285, 1993.
21. O'Brien, J. P.; Fahnestock, S. R.; Termonia, Y.; Gardner, K. H. *Adv. Mater.* 1998, 10, 1185-1195.
22. Liivak, O.; Blye, A.; Shah, N.; Jelinski, L. W. *Macromolecules* 1998, 31, 2947-2951.
23. Cappello, J.; McGrath, K. P. In *Silk Polymers*; Kaplan, D., Adams, W. W., Farmer, B. and Viney, C., Eds.; *Materials Science and Biotechnology*; American Chemical Society: D.C, 1994.
24. Eling, B.; Gogolewski, S.; Pennings, A. J. *Polymer* 1982, 23, 1587-1593.
25. Yamane, H.; Terao, K.; Hiki, S.; Kimura, Y. *Polymer* 2001, 42, 3241-3248.
26. Wu, G.; Li, H.; Wu, Y.; Cuculo, J. A. *Polymer* 2002, 43, 4915-4922.
27. Rocco, M. C.; William, R. S.; Alivisatos, P. 1999.
28. Allcock, H.; Lampe, F. In *Contemporary Polymer Chemistry*; Prentice Hall: Engelwood Cliffs, N.J, 1990.
29. Martin, C. R. *Chem. Mater.* 1996, 8, 1739-1746.
30. Feng, L.; Li, S.; Li, H.; Zhai, J.; Song, Y.; Jiang, L. *Angew Chem Int Ed* 2002, 41, 1221-1223.

31. Liu, G. J.; Ding, J. F.; Qiao, L. J.; Guo, A.; Dymov, B. P.; Gleeson, J. T. *Chem-A European J.* 1999, 5, 2740-2749.
32. Whitesides, G. M.; Grzybowski, B. *Science* 2002, 295, 2418-2421.
33. Fan, Y. Y.; Cheng, H. M.; Wei, Y. L.; Su, G.; Shen, Z. H. *Carbon* 2000, 38, 789.
34. Hongu, T.; Phillips, G. O., Eds.; In *New Fibers*; Woodhead Publishing Limited: Cambridge, England, 1997.
35. Ma, P. X.; Zhang, R. J. *Biomed. Mat. Res.* 1999, 46, 60-72.
36. Ondarcuhu, T.; Joachim, C. *Europhys. Lett.* 1998, 42, 215-220.
37. Fabbicante, A.; Ward, G.; Fabbicante, T. U.S Patent 6,114,017, 2000.
38. Torobin, L.; Findlow, R. U.S Patent 6,183,670, 2001.
- [39] Formhals A. U.S. Patent, 1,975,504; 1934.
40. Dzenis, Y. *Spinning continuous fibers for nanotechnology. Science*, 2004, 304, 1917–1919.
41. Huang, Z. M., Zhang, Y. Z., Kotaki, M., and Ramakrishna, S. *Compos. Sci. Technol.*, 2003, 63, 2223–2253.
42. Frenot, A. and Chronakis, I. S. *Polymer nanofibers assembled by electrospinning. Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, 2003, 8, 64–75.
43. Zhang Y., Lim C. T., Rammakrishna S., and Huang Z-M. *J Mat Sci: Mat Med* **16** (2005) 933– 946.
44. Reneker, D. H. and Chun, I. *Nanotechnology*, 1996, 7, 216–223.45.
45. Xu, C. Y., Inai, R., Kotaki, M., and Ramakrishna, S. *Aligned biodegradable nanofibrous structure: a potential scaffold for blood vessel engineering. Biomaterials*, 2004, 25, 877–886.
46. Theron, S. A., Zussman, E., and Yarin, A. L. *Experimental investigation of the governing parameters in the electrospinning of polymer solutions. Polymer*, 2004, 45, 2017–2030.
47. Reneker, D. H., Yarin, A. L., Fong, H., and Koombhongse, S. *Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning. J. Appl. Phys.*, 2000, 87, 4531–4547.
48. Baumgarten, P. K. J. *Colloid Interface Sci.*, 1971, 36, 71–79.
49. Deitzel, J. M., Kleinmeyer, D., Harris, D., and Beck Tan, N. C. *The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. Polymer*, 2001, 42, 261–272.
50. Sawicka K.M., and Gouma P. *Electrospun composite nanofibers for functional applications. Journal of Nanoparticle Research* (2006) 8:769–781.
51. <http://www.Athaisilk.netfirms.com>.
52. *Colour way*. ปีที่ 2 (ฉบับที่ 12); มีนาคม – เมษายน 2540.
53. <http://www.Daae.go.th/Plat/mhon.htm>.
54. *Colour way*. Vol 32, มกราคม – กุมภาพันธ์ 2544.
55. ดร.ประดุง สนวนพุด. “พลาสมาเทคโนโลยี เทคโนโลยีเพื่อพัฒนาผ้าไทย และสิ่งทอไทยสู่ระดับโลก” *Colour way*. ปีที่ 10 (ฉบับที่ 55) : หน้า 37-40 ; พฤศจิกายน- ธันวาคม 2547.
56. Yang, Y.; Shao, Z.; Chen, X.; Zhou, P. *Biomacromolecules* 2004, 5, 773-779.
57. Pauling, L.; Corey, R. B. *Proc. Natl. Acad. Sci.* 1953, 39, 253-256.
58. Tanaka, T.; Magoshi, J.; Magoshi, Y.; Inoue, S.; Kobayashi, M.; Tsuda, H.; Becker, M. A.; Nakamura, S. *J. Therm. Anal. Cal* 2002, 70, 825-832.
59. Asakura, T.; Seguno, R; Yao, J; Takashima, H; Kishore, R. *Biochemistry* 2002, 41, 4415-4424.
60. Lotz, B.; Keith, H. D. *J. Mol. Biol.* 1971, 61, 201-15.

61. Lotz, B.; Colonna Cesari, F. *Biochimie* 1979, 61, 205-14.
62. Canetti, M.; Seves, A.; Secundo, F.; Vecchio, G. *Biopolymers* 1989, 28, 1613-24.
63. Jin, H. J.; Kaplan, D. L. *Nature* 2003, 424, 1057-61.
64. Craig, C. L. *Annu. Rev. Entomol.* 1997, 42, 231-267.
65. Nelson, D. L.; Cox, M. M. In *The Three Dimensional Structure of Proteins*; Ryan, M., Strange, L. and Neal, V., Eds.; *Lehninger Principles of Biochemistry*; Worth Publishers: New York, 2000; Vol. 3, 159-170.
66. Marsh, R. E.; Corey, R. B.; Pauling, L. *Biochim. Biophysic. Acta.* 1955, 16, 1-34.
67. Warwicker, J. O. *J. Mol. Biol.* 1960, 2, 350-362.
68. Takahashi, Y.; Gehoh, M.; Yuzuriha, K. *International Journal of Biological Macromolecules* 1999, 24, 127-138.
69. Asakura, T.; Kuzuhara, A.; Tabeta, R.; Saito, H. *Macromolecules* 1985, 18, 1841-1845.
70. Fossey, S. A.; Nemethy, G.; Gibson, K. D.; Scheraga, H. A. *Biopolymers* 1991,31, 1529.
71. Asakura, T. *Makromol. Chem. , Rapid Commun.* 1986, 7, 755.
72. Valluzzi, R.; Gido, S. P.; Muller, W.; Kaplan, D. L. *Int. J. Biol. Macromol.* 1999, 24, 237-42.
73. Iizuka, E. *Biorheology* 1965, 3, 1-8.
74. Freddi, G.; Pessina, G.; Tsukada, M. *Int. J. Biol. Macromol.* 1999, 24, 251-63.
75. Valluzzi, R.; He, S. J.; Gido, S. P.; Kaplan, D. *Int. J. Biol. Macromol.* 1999, 24,227-36.
76. Um, I. C.; Kweon, H. Y.; Park, Y. H.; Hudson, S. *Int. J. Biol. Macromol.* 2001,29, 91-7.
77. Ha, S. W.; Park, Y. H.; Hudson, S. M. *Biomacromolecules* 2003, 4, 488-96.
78. Koombhongse S., W. Liu & D.H. Reneker, 2001. *J. Polym. Sci.Polym. Phys. Ed.* 39, 2598.
79. Buer A., S.C. Ugbolue & S.B. Warner, 2001. *Textile Res J.* 71,323.
80. MacDiarmid A.G., W.E. Jones & I.D. Noris, 2001. *Synth. Met.* 119, 27.
81. Rangpukan R. & D.H. Reneker, 2001. *J. Textile App. Technol. Manage.* 2001, Vol.1 Special issue: The Fiber Society Spring 2001 Conference, Raleigh, NC.
82. Gupta P. & G.L. Wilkes, 2003. *Polymer* 44, 6353.
83. Ding B., E. Kimura, T. Sato, S. Fujita & S. Shiratori, 2004. *Polymer* 45, 1895.
84. Li D., Y. Wang & Y. Xia, 2003. *Nano. Lett.* 3, 1167.
85. Dersch R., T. Liu, A.K. Schape & A. Greiner, 2003. *J. Polym. Sci. B* 41, 545.
86. Sundaray B., V. Subramanian & T.S. Natarajan, 2004. *Appl. Phys. Lett.* 84, 1222.
87. Zong X., K. Kim, D. Fang, S. Ran, B.S. Hsiao & B. Chu, 2002. *Polymer* 43, 4403.
88. Kessick R., J. Fenn & G. Tepper, 2004. *Polymer* 45, 2981.
89. Fertala A., W.B. Han & F.K. Ko, 2001. *J. Biomed. Mater. Res.* 57, 48.
90. Chen C., Chuanbau C., Xilan M., Yin T., Hesun Z. *Polymer* 2006;47:6322-9327.
91. Sukigara S. et al. **Polymer** 2003; 44:5821-5727.
92. Ayutsede J., Gandhi M.,Sukigara S., Micklus M. Chend H., Ko F. *Polymer* 2006; 46:1625-1634.
93. Ramakrishna S. et al., *An introduction to Electrospinning and nanofibers*, Worls Scientific Pub. Co.Pte. Ltd. 2005.
94. Folttmann H., Quadir A. *Drug delivery technology* 2008; June: 8, No. 6
95. Chen X., Shao Z., Marinkovic N.S., Miller L.M., Zhou P. *Biophys Chem* 2001;89(1) :25-34.
96. Um I.C., Kweon H.Y., Lee K.G., Park Y.H. *Int Biol Macromol* 2003; 33: 203-13.

ภาคผนวก

1. การนำผลงานไปเผยแพร่

- แบบ Poster ในงานประชุมวิชาการนานาชาติ PURE AND APPLIED CHEMISTRY INTERNATIONAL CONFERENCE 2012 (PACCON 2012), เรื่อง FABRICATION OF SILK (SF) / POLYVINYLPIRROLIDONE (PVP) BLENDS NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING TECHNIQUE
- Proceeding in PACCON 2012 เรื่อง FABRICATION OF SILK (SF) / POLYVINYLPIRROLIDONE (PVP) BLENDS NANOFIBERS BY ELECTROSPINNING TECHNIQUE, 1794-1796.
- Effects of Processing Parameters on Morphology and Properties of Electrospun Thai-Silk Nanofiber Mats (in Preparation)

2. การผลิตนักศึกษาจากโครงการวิจัยนี้

1. นักศึกษาระดับปริญญาตรี จำนวน 4 คน (ประกอบด้วยนายไชยา พรหมโส นางสาวพรทิพย์ โพธิสาขา นางสาวรองกาญจน์ แก้วนิมิตร และ นางสาวสุจิตรา วังแก้ว)
2. ระดับนักศึกษาระดับปริญญาโท จำนวน 1 คน (ประกอบด้วย นางสาวศัทธิยา ครองยุทธ)