

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน

จากการศึกษางานที่เกี่ยวข้องยังไม่พบว่ามีงานวิจัยเกี่ยวกับเส้นใยแมงมุม โดยเฉพาะสายพันธุ์ *Nephila* ที่มีอยู่ในประเทศไทย ซึ่งเป็นที่ทราบกันว่าเส้นใยแมงมุมสายพันธุ์นี้มีความแข็งแรงและมีลักษณะเส้นใยคล้ายคลึงกับเส้นใยไหม ด้วยเหตุผลดังกล่าว ทางคณะผู้วิจัยจึงมีแนวความคิดในการศึกษาสมบัติของใยแมงมุมพันธุ์ *Nephila* เพื่อเป็นฐานความรู้ทางด้านวิทยาศาสตร์ และนำไปประยุกต์ใช้ต่อไป ขั้นตอนการดำเนินงานมีดังนี้

3.1 การเก็บตัวอย่างเส้นใย

ตัวอย่างเส้นใยแมงมุมพันธุ์ *Nephila* ได้กำหนดให้เป็นแมงมุมที่อยู่ในเขตพื้นที่ภาคใต้ของประเทศไทยแต่ไม่จำกัดจังหวัด ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสภาพการมีชีวิตของแมงมุมและความสะดวกในการเก็บเส้นใย รูปที่ 2.1 คือตัวอย่างแมงมุมพันธุ์ *Nephila* ที่อาศัยในพื้นที่ภาคใต้ประเทศไทย การมีชีวิตและเจริญเติบโตของแมงมุมพันธุ์ดังกล่าวอยู่ในช่วงเดือนตุลาคมถึงเดือนเมษายน ในช่วงเวลาอื่นจะไม่เห็นแมงมุมดังกล่าวเลย



รูปที่ 3.1 แมงมุมพันธุ์ *Nephila* ในพื้นที่ภาคใต้ประเทศไทยและเส้นใย

เส้นใยที่จัดเก็บมานั้น เป็นชนิดเส้นใยที่รับแรง (Dragline) เท่านั้น (ดูรูปที่ 2.4) จากรูปที่ 3.2 ตรงที่ถูกสร้อยคือ เส้นใยรับแรงซึ่งเป็นเส้นใยที่แมงมุมปล่อยเส้นใยรับแรงหลายๆเส้นให้ติดกัน จึงเห็นเป็นเส้นใยที่มีขนาดโตกว่าเส้นใยตำแหน่งอื่น อย่างไรก็ตามการเก็บเส้นใยเพื่อการทดสอบ แบ่งกลุ่มเส้นใยเป็น 2 แบบดังต่อไปนี้

- แบบที่หนึ่ง คือเส้นใยที่เก็บโดยวิธีดึงมาจากตัวแมงมุมโดยตรง (ดังลูกสร้อย ในรูปที่ 3.1)
- แบบที่สอง คือเส้นใยได้จากการเก็บมาจากตาข่ายที่แมงมุมสร้างไว้ (ดังลูกสร้อย ในรูปที่ 3.2)



รูปที่ 3.2 เส้นใยรับแรง (Dragline) จากตาข่าย

- การดึงเส้นใยจากแมงมุม

- 1) จับแมงมุมที่เกาะอยู่ที่ตาข่าย
- 2) จับขาแมงทุกขาให้แนบติดกันเพื่อไม่ให้ตัวแมงมุมเคลื่อนไหว
- 3) จับเส้นใยรับแรงซึ่งไหล่ออกจากกันแมงมุมเล็กน้อยเสมอ
- 4) ดึงเส้นใยพันเข้าหลอดทรงกระบอก ในขณะที่หมุนหลอดเส้นใยก็จะถูกดึงจากกันแมงมุม ใช้เวลาดึงประมาณ 5-10 นาทีต่อแมงมุมหนึ่งตัว
- 5) ปล่อยแมงมุมคืนธรรมชาติในบริเวณที่จับมา (หมายเหตุ-แมงมุมสามารถเดินได้ปกติหลังจากปล่อยตัว)
- 6) จัดเก็บหลอดเพื่อนำไปทดสอบต่อไป

3.2 การทดสอบ

3.2.1 การทดสอบ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

เพื่อต้องการหาส่วนประกอบทางเคมีของเส้นใยแมงมุม ใช้เทคนิคการทดสอบแบบ Micro-ATR Technique ดังรูปที่ 3.3 ทดสอบโดย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

Objective : To determine the main chemical composition of the sample.

Instrument : Spectrum Spotlight FT-IR Imaging System (Perkin Elmer)

Test method : Micro-ATR technique

Conditions : Micro-ATR technique, Crystal: Ge

Light source : Middle range infrared (4000-600 cm^{-1})

Resolution : 4 cm^{-1}

Detector : MCT

Sample preparation : The sample is put on the sample holder, and then it is examined using Micro-ATR technique.



Figure 1: Show the image of the “spider silk fiber 02-51”.

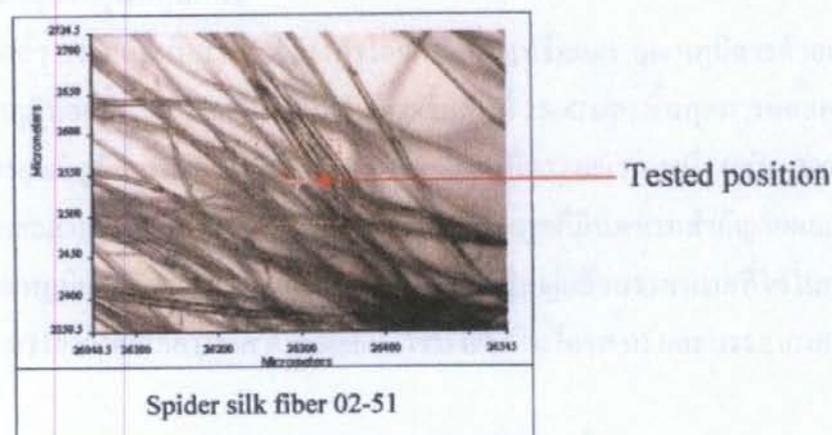


Figure 2: Show the visible image of the “spider silk fiber 02-51”.

รูปที่ 3.3 ตัวอย่างและบริเวณทดสอบ FTIR

3.2.2 การทดสอบด้วยเครื่อง DSC

ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter) หรือที่เรียกกันย่อๆ ว่าเครื่อง DSC เป็นเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน (Thermal Transition) ของสารตัวอย่าง (เช่น พอลิเมอร์) ที่ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงพลังงาน (การดูดหรือคายพลังงาน) ของสารตัวอย่าง เมื่อถูกเพิ่ม (หรือลด) อุณหภูมิ ในบรรยากาศที่ถูกควบคุม

หลักพื้นฐานของ DSC ก็คือ นำถาด 2 ถาด ถาดแรกเป็นถาดที่บรรจุสารตัวอย่าง (Sample Pan) ถาดที่สองเป็นถาดอ้างอิง (Reference Pan) ซึ่งเป็นถาดเปล่า ไปวางอยู่บนอุปรกรณ์ให้ความร้อน (Furnace) ชนิดเดียวกัน ซึ่งวางอยู่ข้าง ๆ กัน เมื่อเริ่มการทดลอง Furnace จะเริ่มให้ความร้อนแก่ถาดทั้งสอง โดยเครื่อง DSC จะควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้คงที่ (เช่น 10 องศาเซลเซียส ต่อ 1 นาที) แต่ที่สำคัญที่สุดก็คือ เครื่อง DSC จะควบคุมให้ Furnace ทั้งสอง (Furnace ของ Sample Pan และของ Reference Pan) เพิ่มอุณหภูมิถาดทั้งสองที่วางแยกกัน ด้วยอัตราการเพิ่มความร้อนที่เท่ากันตลอดทั้งการทดลอง

สาเหตุที่ความร้อนของถาดทั้งสองจะเพิ่มด้วยอัตราที่ไม่เท่ากันก็คือ ถาดทั้งสองมีความแตกต่างกัน นั่นคือ Sample Pan มีตัวอย่างพอลิเมอร์อยู่ข้างใน แต่ Reference Pan ไม่มี การมีสารตัวอย่างอยู่ข้างในทำให้ Sample Pan มีสารในปริมาณที่มากกว่า Reference Pan นั้นหมายความว่า Furnace ต้องให้ความร้อน Sample Pan มากกว่าที่ให้ Reference Pan เพื่อที่จะคงอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้เท่ากัน ดังนั้น Furnace ที่อยู่ใต้ Sample Pan จะต้องทำงานหนักกว่า Furnace ที่อยู่ใต้ Reference Pan คือมันต้องให้ความร้อนมากกว่า และการวัดความแตกต่างของปริมาณความร้อนจาก Furnace ทั้งสองนี้ ก็คือหน้าที่หลักของเครื่อง DSC และเพื่อให้เห็นภาพได้ง่าย เราจะสร้างกราฟ โดยมีแกน X เป็นค่าของอุณหภูมิ และแกน Y เป็นค่าของความแตกต่างของปริมาณความร้อนของ Furnace ทั้งสอง ณ อุณหภูมิใดอุณหภูมิหนึ่ง

โดยปกติแล้ว การทดสอบสารตัวอย่างทำโดยการเพิ่ม (หรือลด) อุณหภูมิสารตัวอย่าง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่คงที่ (เช่น 10°C ต่อ 1 นาที โดยเริ่มต้นที่ 25°C และสิ้นสุดการทดลองที่ 300°C) หรือการรักษาอุณหภูมิสารตัวอย่างไว้คงที่ (Isothermal) เป็นระยะเวลาหนึ่ง (เช่น 200°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมง) และสำหรับการทดลองส่วนใหญ่แล้ว บรรยากาศก็มีบทบาทสำคัญต่อผลการทดลองเช่นเดียวกับอุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ โดยส่วนใหญ่แล้วบรรยากาศที่ใช้ในการทดลองมีสองแบบคือ บรรยากาศเฉื่อย (Inert Atmosphere เช่น แก๊สไนโตรเจน) และบรรยากาศที่มีแก๊สออกซิเจน

DSC เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลาย ตั้งแต่ในอุตสาหกรรมเคมี พลาสติก อิเล็กทรอนิกส์ ยานยนต์ อากาศยาน ไปจนถึงอาหารและยา โดยถูกนำไปประยุกต์ใช้ ทั้งสำหรับการวิเคราะห์คุณภาพผลิตภัณฑ์ และสำหรับงานวิจัย ตัวอย่างของข้อมูลที่สามารถวัดได้จากการใช้เครื่อง DSC เช่น Melting Point (จุดหลอมเหลว) Glass Transition Temperature (Tg, อุณหภูมิ

การเปลี่ยนแปลงสถานะคล้ายแก้ว) Oxidation Stability (ความเสถียรต่อปฏิกิริยาออกซิเดชัน) Reaction Kinetics (จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยา) หรือ Purity (ความบริสุทธิ์)

ซึ่งพอลิเมอร์แต่ละชนิด จะมีข้อมูลต่าง ๆ เหล่านี้เป็นค่าเฉพาะตัว เช่น Low Density Polyethylene (LDPE) มี Melting Point อยู่ที่ประมาณ 110°C และเกิดการตกผลึก (Crystallization) ที่ประมาณ 293°C ในขณะที่ Polyethylene terephthalate (PET) มี Tg ที่ประมาณ 69°C และมี Melting Point อยู่ที่ประมาณ 256°C และเกิด Crystallization ที่ประมาณ 140°C ภาพด้านล่างแสดงตัวอย่างกราฟ DSC (DSC Thermogram) ของ PET ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ใช้ในการผลิตขวดน้ำอัดลม (เรียกกันว่าขวดเพด) ซึ่งเห็นได้ชัดเจนว่ามีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนถึง 3 ลักษณะ โดยที่ Glass Transition และ Melting เป็นการเปลี่ยนแปลงแบบดูดพลังงาน (Endothermic) ในขณะที่ Crystallization เป็นการเปลี่ยนแปลงแบบคายพลังงาน (Exothermic) เครื่องทดสอบดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่อง DSC ยี่ห้อ NETZSCH รุ่น DSC 200 F3 ที่ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ ซึ่งมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

- 1) ชั่งน้ำหนักของ DSC Pan จดบันทึกค่าไว้
- 2) นำเส้นใยแมงมุมมาใส่ลงไปใน DSC Pan
- 3) นำฝา DSC Pan ไปอัดให้แน่นแล้วนำไปชั่งน้ำหนักอีกครั้ง
- 4) คำนวณหาน้ำหนักของเส้นใยแมงมุมที่อยู่ใน DSC Pan บันทึกค่าไว้ (ในการทดสอบครั้งนี้เส้นใยแมงมุมมีน้ำหนักสุทธิ 3.90 มิลลิกรัม)
- 5) นำไปวางในเครื่อง DSC และใส่ข้อมูลตามที่บันทึกไว้

- 6) รอให้เครื่องทำงานประมาณ 40 นาที
- 7) นำค่าของกราฟที่ได้มาทำการวิเคราะห์



รูปที่ 3.5 เครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง (หน่วยมิลลิกรัม) ยี่ห้อ OHAUS รุ่น Adventurer

3.2.3 การทดสอบ Thermogravimetric Analysis (TGA)

เพื่อต้องการหาเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนัก รูปที่ 3.6 แสดงตัวอย่างและการเตรียมทดสอบ TGA ทดสอบโดย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

Sample : One sample of "Spider fiber 02-51" as specified by customer and shown in the picture below.



Identification no. : No data from the customer
Objective : To determine the percent weight loss of the sample.
Instrument used : Mettler Toledo TGA/SDTA 851°
Test method : Thermogravimetric Analysis (TGA)
Condition : 1. Sample was heated from 30°C to 800°C with a scanning rate of 20°C /min, under nitrogen atmosphere of 20 psi.
 2. Sample was heated from 30°C to 800°C with a scanning rate of 20°C /min, under air atmosphere of 20 psi.

รูปที่ 3.6 เส้นใยและการเตรียมทดสอบ TGA

3.2.4 การทดสอบภาพตามขวางและตามยาวของเส้นใย

3.2.4.1 การทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดธรรมดา ดังรูปที่ 3.7

- ลักษณะภาพตัดขวาง (Cross Section)

- 1) นำเส้นใยที่เตรียมไว้มาทำการร้อยเส้นใยเข้าไปในรูของแผ่น Plate ให้แน่น
- 2) ทำการตัดเส้นใยที่ยื่นออกมาให้เสมอกับแผ่น Plate ทั้งสองด้าน
- 3) นำแผ่น Plate ที่ได้ไปส่องด้วยกล้อง Microscope ที่กำลังเลนส์ขยาย 40X และ 100X
- 4) ทำการถ่ายภาพเก็บไว้
- 5) นำภาพถ่ายมาเข้าโปรแกรม Axiovision เพื่อทำการวัดขนาดของเส้นใยที่ถ่ายภาพไว้
- 6) จดบันทึกค่าและ หาค่าเฉลี่ย
- 7) นำเส้นใยที่เหลือทำตามขั้นตอนที่ (1) ถึง (6) และหาค่าเฉลี่ยอีกครั้ง

- ลักษณะภาพตามยาว (Long Section)

- 1) นำเส้นใยที่เตรียมไว้มาวางลงบนแผ่นกระจก
- 2) หยคน้ำกลั่น หรือ Mineral Oil ลงไปสองหยด
- 3) นำแผ่นกระจกบางมาวางโดยไม่ให้เกิดฟองอากาศ

ภาพ

- 4) นำไปส่องด้วยกล้อง Microscope ที่กำลังเลนส์ขยาย 40X และ 100X และถ่ายภาพ
- 5) นำภาพถ่ายมาเข้าโปรแกรม Axiovision เพื่อทำการวัดขนาดของเส้นใยที่ถ่ายภาพไว้
- 6) จดบันทึกค่าและ หาค่าเฉลี่ย
- 7) นำเส้นใยที่เหลือทำตามขั้นตอนที่ (1) ถึง (6) และหาค่าเฉลี่ยอีกครั้ง



รูปที่ 3.7 เครื่อง Microscope ยี่ห้อ ZEISS รุ่น Primo Star

3.2.4.2 การทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดพิเศษ

เพื่อคุณภาพตามขวางและตามยาวได้ชัดเจนยิ่งขึ้น จึงทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่เรียกว่า Scanning Electron Microscope (SEM) (หน่วยงานทดสอบ – สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย)

3.2.5 การทดลองหาขนาดของเส้นใยแมงมุมในระบบเท็กซ์ (Tex) และดีเนียร์ (Denier)

- 1) เนื่องจากเส้นใยแมงมุมมีขนาดเล็กมาก ในการวัดความยาวแต่ละเส้นทำได้ยากจึงต้องนำแผ่นกระจกใสที่ใช้ในการส่องกล้องจุลทรรศน์มาช่วยในการยึดจับ โดยนำแผ่นกระจกใสไปวัดขนาดความยาว และชั่งน้ำหนัก บันทึกค่าไว้

- 2) นำเส้นใยแมงมุมมาวางลงบนแผ่นกระจกใส และประกบด้วยแผ่นกระจกอีกแผ่น
หนึ่ง
- 3) นำไปชั่งน้ำหนักและคำนวณหาน้ำหนักสุทธิของเส้นใยแมงมุม (รูปที่ 3.5)
 - 4) นำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์เพื่อนับจำนวนเส้นใย
 - 5) คำนวณหาขนาดของเส้นใยทั้งระบบเท็กซ์ (Tex) และ ดีเนียร์ (Denier)
 - 6) ทำซ้ำจาก (1)-(5) สำหรับทุกเส้นใยแมงมุมของแต่ละเดือน

สูตรหาขนาดระบบเท็กซ์ (Tex)

$$\text{เท็กซ์ (Tex)} = \frac{\text{น้ำหนัก (กรัม)} \times 1000(\text{เมตร})}{\text{ความยาวของเส้นใย(เมตร)}}$$

สูตรหาขนาดระบบดีเนียร์ (Denier)

$$\text{ดีเนียร์ (Denier)} = \frac{\text{น้ำหนัก (กรัม)} \times 9000(\text{เมตร})}{\text{ความยาวของเส้นใย(เมตร)}}$$

3.2.6 การทดสอบเผาไหม้ (The Burning Test)

- 1) นำเส้นใยที่ต้องการมาจับด้วยคีม และจุดตะเกียงสำหรับทดสอบ
- 2) ค่อยๆ จ่อเข้าข้างเปลวไฟ (ไม่ให้โดนเปลวไฟ)
- 3) สังเกตดูการเผาไหม้ของเส้นใย
- 4) จ่อเข้าไปในเปลวไฟ แล้วดึงออกจากไฟ
- 5) สังเกตดูการเผาไหม้และ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น
- 6) สังเกตลักษณะของควันและกลิ่น
- 7) สังเกตดูเถ้าหรือ ส่วนที่ไหม้แล้ว
- 8) จดบันทึกข้อมูลที่ได้อ

3.2.7 การทดสอบแรงดึงตามมาตรฐาน ISO 5079:1995(E)

- 1) เตรียมเส้นใยแมงมุม โดยนำเส้นใยตัวอย่างไปติดกับแผ่นทดสอบเส้นใยขนาดยาว 25 มิลลิเมตร
- 2) นำแผ่นเส้นใยที่เตรียมไว้ไปติดตั้งที่เครื่องทดสอบ

- 3) ทำการดึงเส้นใยด้วยอัตราความเร็ว 25 มิลลิเมตรต่อนาที
 - 4) บันทึกค่าที่ได้
 - 5) ทำซ้ำจากขั้นตอนที่ (1) ถึง (4)
 - 6) นำค่าที่ได้มาทำการวิเคราะห์ผล
- ทดสอบโดย - สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมสิ่งทอ