

บทที่ 5

การผลิตและปรับปรุงคุณภาพของไหมละลาย

5.1 สารเคมีและอุปกรณ์

5.1.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงในตาราง 5.1

ตาราง 5.1 สารเคมี ความบริสุทธิ์ ลักษณะการใช้งาน และบริษัทผู้ผลิต

ชื่อสารเคมี	ความบริสุทธิ์	ลักษณะการใช้งาน	บริษัทผู้ผลิต
Poly(L-lactide-co- ϵ -caprolactone) 82 : 18 mol %	*	ใช้ผลิตไหมละลาย	สังเคราะห์ตามวิธี ในบทที่ 4
บัฟเฟอร์ pH 4.0 (Buffer pH 4.0)	เกรดสำหรับ วิเคราะห์	ตัวปรับเทียบ pH	BDH
บัฟเฟอร์ pH 7.0 (Buffer pH 7.0)	เกรดสำหรับ วิเคราะห์	ตัวปรับเทียบ pH	BDH
บัฟเฟอร์ pH 9.0 (Buffer pH 9.0)	เกรดสำหรับ วิเคราะห์	ตัวปรับเทียบ pH	BDH
โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตไดไฮเดรต (Sodium di-hydrogen phosphate dihydrate)	99%	สารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4	E.Merck

* ทำให้บริสุทธิ์โดยการละลายในคลอโรฟอร์ม และตกตะกอนใหม่ในเฮกเซน

ตาราง 5.1 (ต่อ)

ชื่อสารเคมี	ความบริสุทธิ์	ลักษณะการใช้งาน	บริษัทผู้ผลิต
ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Di-sodium hydrogen orthophosphate)	98%	สารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4	E.Merck
โซเดียมไฮดรอกไซด์ Sodium hydroxide	เกรดสำหรับ ห้องปฏิบัติการ	ตัวปรับ pH	Fluka AG
น้ำมันซิลิโคน (Silicone oil)	เกรดสำหรับ ห้องปฏิบัติการ	ตัวให้ความร้อน	Fluka AG

5.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงไว้ในตาราง 4.2

ตาราง 5.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิต	รุ่น (Model)
เครื่องปั่นหลอม (Small-Scale Melt Spinning)	Bradford University Research Ltd.	-
ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคัลลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter ; DSC)	Perkin-Elmer	DSC7
เทอร์โมกราวิเมตริก แอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer ; TGA)	Perkin-Elmer	TGA7
เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine)	LLOYD-Instruments	LRX

ตาราง 5.2 (ต่อ)

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิต	รุ่น (Model)
กล้องจุลทรรศน์ (Optical Microscope)	Nikon	Optiplot-2
ตู้อบสูญญากาศ (Vacuum Oven)	Eyela	VOS-300 SD
ตู้อบสูญญากาศ (Vacuum Oven)	Lab-Line Instruments	-
เครื่องฆ่าเชื้อด้วยไอน้ำ (Autoclave)	Hirayama	HL 42 ADY
ตู้ควบคุมอุณหภูมิ (Incubator)	Memmert	-
เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)	Coming	340

5.2 วิธีการผลิตและปรับปรุงคุณภาพของไหมละลาย

กระบวนการผลิตและปรับปรุงคุณภาพของไหมละลายในงานวิจัยนี้ จะแบ่งเป็นขั้นตอนดังต่อไปนี้

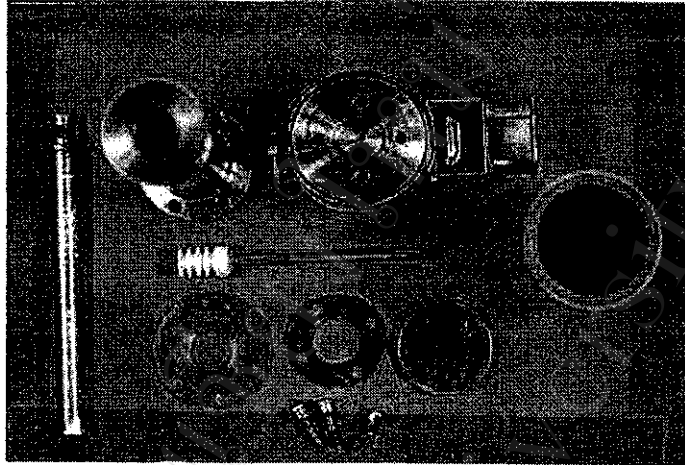
- 5.2.1 การปั่นหลอมเส้นใยและศึกษาลักษณะทางกายภาพ
- 5.2.2 การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใยโดยการดัดยัดและแอนนีล
- 5.2.3 การศึกษาการสลายตัวทางชีวภาพภายนอกร่างกายของเส้นใย

5.2.1 การปั่นแบบหลอมเส้นใยและการศึกษาลักษณะทางกายภาพ

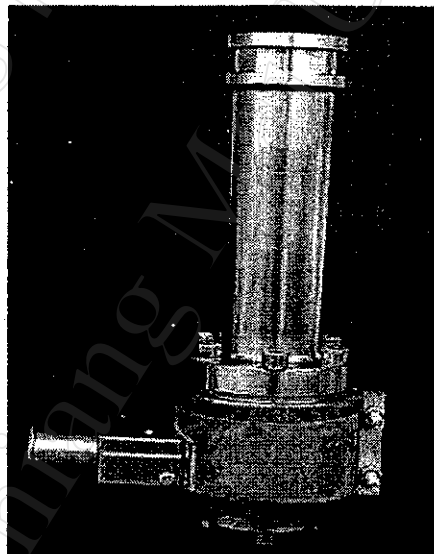
5.2.1.1 วิธีการปั่นหลอมเส้นใย

การปั่นเส้นใยเพื่อผลิตเป็นไหมละลายทำได้โดยกระบวนการปั่นแบบหลอม ซึ่งเป็นกระบวนการที่ไม่มีสารปนเปื้อนอื่นใดเข้ามาเกี่ยวข้อง โดยมีรายละเอียดดังนี้

ประกอบกระบอบปั่นหลอมเส้นใยดังรูป 5.1 โดยที่ก้นกระบอบถูกปิดด้วยจานสปินเนอเร็ตที่มีรูเดียว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร ใส่สารตัวอย่าง P(LLA-co-CL) 8 : 2 ลงในกระบอบปั่นหลอมแล้วนำมาติดตั้งที่ตำแหน่ง 1 บนเครื่องปั่นแบบหลอม ดังแสดงในรูป 5.2 จากนั้นติดตั้งลูกสูบ (piston) ที่ตำแหน่ง 2 เปิดสวิตช์ทำความร้อนที่ตำแหน่ง 6 และเสียบเทอร์โมคัปเปิลที่ฐานกระบอบปั่นหลอม ตั้งอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส (ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ P(LLA-co-CL) 8 : 2 หลอมเหลวได้ความหนืดเหมาะสม ที่จะปั่นออกมาเป็นเส้นใยได้ ดูหัวข้อ 4.2.4) รอให้อุณหภูมิคงที่ แล้วจึงกดสวิตช์เพื่อเลื่อนให้ลูกสูบลงมาอัดพอลิเมอร์ในกระบอบปั่นหลอม ด้วยแรงกด 110-90 กิโลกรัม ปรับความเร็วของลูกสูบให้เคลื่อนที่ด้วยความเร็ว 4 มิลลิเมตรต่อนาที (rate of extrusion หรือ ramp speed) พอลิเมอร์เหลวจะถูกดันออกมาจากรูสปินเนอเร็ต ใช้ปากคีบดึงเส้นใยของพอลิเมอร์ให้ผ่านร่องนำเส้นใย 2 อัน ซึ่งอยู่ในอ่างน้ำเย็นอุณหภูมิ 5-8 องศาเซลเซียส ระยะทางระหว่างสปินเนอเร็ตกับน้ำเย็น ประมาณ 3-5 เซนติเมตร แล้วผ่านเส้นใยต่อไปยังลูกกลิ้งที่ตำแหน่ง 3 และ 4 ประมาณ 3-4 รอบ แล้วพันเข้ากระสวยเก็บเส้นใยบนแกนที่ตำแหน่ง 5 โดยปรับความเร็วในการเก็บเส้นใยเท่ากับ 4 เมตรต่อนาที (take up speed) เส้นใยที่ได้มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.26-0.32 มิลลิเมตร อบเส้นใยที่ปั่นได้ในตู้อบสุญญากาศ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ใน desiccator เพื่อนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะและทดสอบเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลต่อไป



(ก)

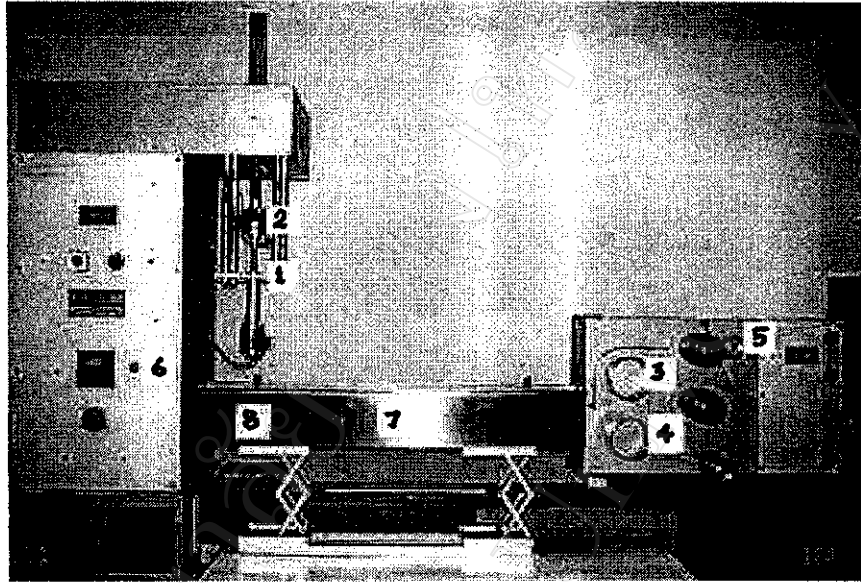


(ข)

รูป 5.1 ชุดอุปกรณ์ประกอบกระบอกปืนหลอมเส้นใย

(ก) ชุดอุปกรณ์สำหรับประกอบเข้ากับกระบอกปืนหลอมเส้นใย

(ข) กระบอกปืนหลอมเส้นใยที่ประกอบสมบูรณ์แล้ว

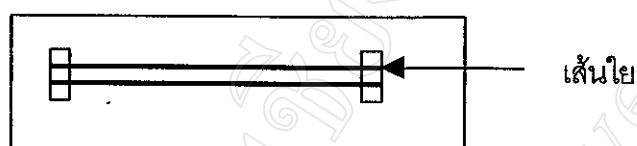


รูป 5.2 เครื่องปั่นแบบหลอม (Small-Scale Melt Spinning)

- | | |
|--------------------------------------|-------------------------------|
| 1. ตำแหน่งที่ใส่กระบอกปั่นหลอมเส้นใย | 5. แกนใส่กระสวยหมุนเก็บเส้นใย |
| 2. ตำแหน่งลูกสูบ | 6. สวิตช์ทำความร้อน |
| 3. ลูกกลิ้ง | 7. อ่างน้ำเย็น |
| 4. ลูกกลิ้ง | 8. ร่องนำเส้นใย (guide) |

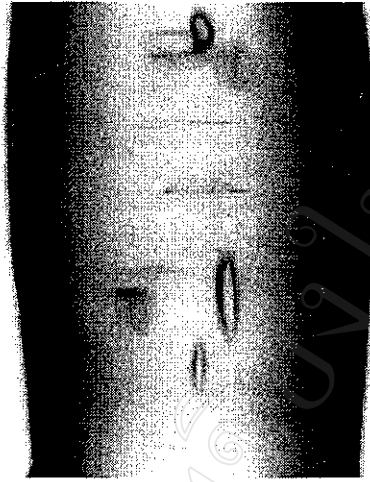
5.2.1.2 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของเส้นใย

การศึกษาลักษณะทางกายภาพของเส้นใย ทำโดยใช้กล้องจุลทรรศน์ (Microscope) ; Nikon รุ่น Optiplot-2 กำลังขยายสูงสุด 600 เท่า โดยวางตัวอย่างเส้นใยบนแผ่นสไลด์ และใช้สก็อตเทปติดกับแผ่นสไลด์ โดยไม่ต้องปิดด้วย cover glass ดังรูป 5.3

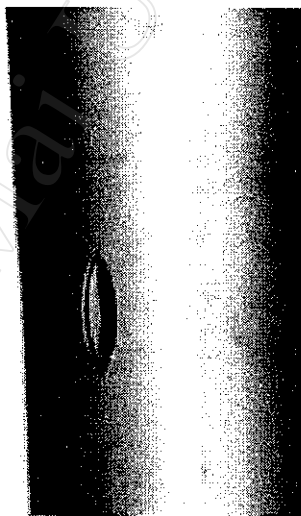


รูป 5.3 ลักษณะการวางเส้นใยบนแผ่นสไลด์

ผลเบื้องต้นที่พบคือ เส้นใยที่ปั่นได้ (as-spun fibre) มีฟองอากาศอยู่ภายในมากมาย รวมทั้งผิวยังไม่สม่ำเสมอ และไม่เรียบพอ เนื่องจากเส้นใยทับกันขณะม้วนเก็บ ดังแสดงในรูป 5.4 แต่อย่างไรก็ตามเมื่อดึงยืดเส้นใยแล้ว (ดูหัวข้อ 5.2.2) ผิวเส้นใยจะเรียบและสม่ำเสมอขึ้น แต่ฟองอากาศยังคงอยู่ในลักษณะที่ถูกยืดยาวออกไป ดังเห็นได้ชัดเจนในรูป 5.4-5.6



(ก)

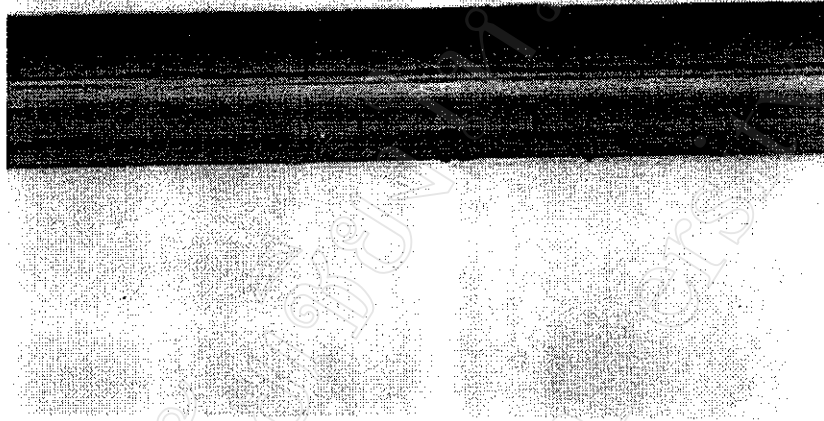


(ข)

รูป 5.4 จุดบกพร่องต่างๆที่พบในเส้นใยที่ปั่นได้ และเส้นใยที่ถูกดึงยึดแล้ว (กล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 100 เท่า)

(ก) (ซ้าย) ความไม่สม่ำเสมอและฟองอากาศของเส้นใยที่ปั่นได้ (ขวา) เส้นใยหลังการดึงยึดแล้ว

(ข) (ซ้าย) รอยที่ผิวของเส้นใยที่ดึงยึดแล้ว (ขวา) ลักษณะฟองอากาศในเส้นใยที่ปั่นได้



(ก)

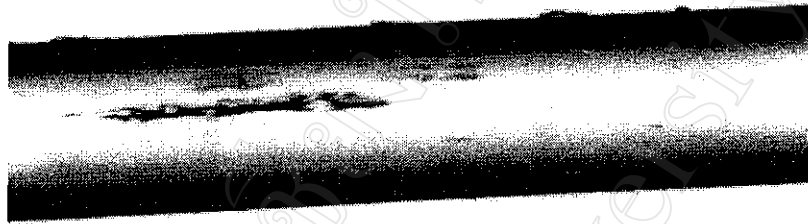


(ข)

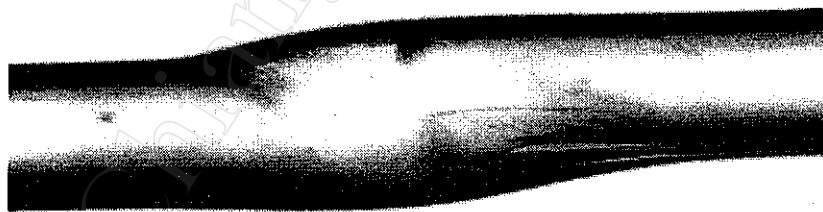
รูป 5.5 จุดบกพร่องต่างๆ ที่พบในเส้นใยที่ผ่านการดัดยัดแล้ว (กล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 100 เท่า)

(ก) เส้นใยที่มีลักษณะเป็นเส้นขาวซึ่งเกิดรอยแตกที่ผิวคล้ายฟองอากาศ

(ข) ฟองอากาศที่ถูกยึดออกมีลักษณะเป็นเส้นยาวๆ ภายในเส้นไหมหลังการดัดยัดแล้ว



(ก)



(ข)

รูป 5.6 จุดบกพร่องที่พบในเส้นใยหลังการดึงยัดแล้ว (กล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 100 เท่า)

(ก) ลักษณะรอยที่ผิวของเส้นใย

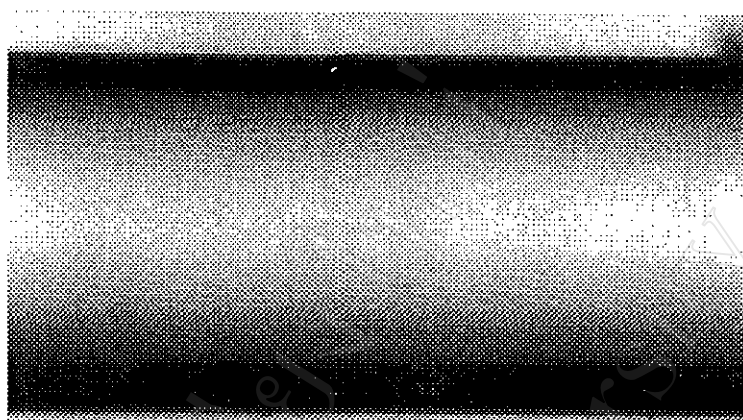
(ข) ลักษณะรอยทับระหว่างม้วนเก็บเส้นใย

จากผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพโดยใช้กล้องจุลทรรศน์ ดังกล่าวข้างต้น นำมาสู่การศึกษาเพิ่มเติมถึงสาเหตุที่เกิดฟองอากาศ เนื่องจากสารพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ จะผ่านการทำให้บริสุทธิ์โดยการละลายในคลอโรฟอร์ม และตกตะกอนใหม่ในเฮกเซน ดังนั้นจึงคาดว่าฟองอากาศอาจเกิดจากตัวทำละลายที่ใช้ในกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ตกค้างอยู่ จึงได้ทำการทดสอบโดยนำโคพอลิเมอร์ที่ตกตะกอนใหม่แล้วนี้มาหลอมบนแผ่นสไลด์ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส และพบว่ามีฟองอากาศเกิดขึ้นดังรูป 5.7 จึงคาดว่าตัวทำละลายที่ตกค้างอยู่น่าจะเป็นสาเหตุของการเกิดฟองอากาศในเส้นใยดังกล่าว

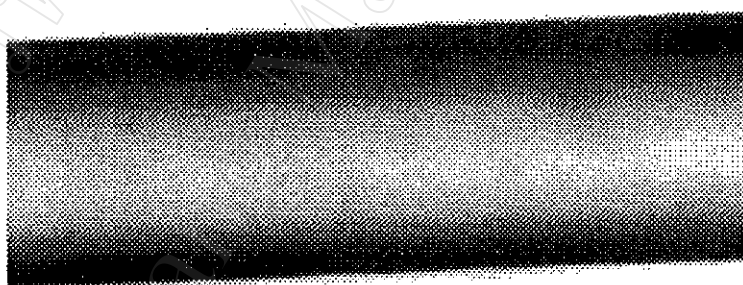


รูป 5.7 ฟองอากาศที่เกิดขึ้นในพอลิเมอร์หลอมบนแผ่นสไลด์ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส (ภาพถ่ายบนกล้องจุลทรรศน์ กำลังขยาย 100 เท่า)

การกำจัดฟองอากาศเหล่านี้ออกจากพอลิเมอร์อาจทำได้โดย นำพอลิเมอร์มาใส่ในปีกเกอร์และให้ความร้อนในอ่างซิลิโคนที่อุณหภูมิ 130-140 องศาเซลเซียส (เลือกอุณหภูมิให้ต่ำกว่าจุดหลอมเหลวประมาณ 10 องศาเซลเซียส) เพื่อปล่อยให้ฟองอากาศที่เกิดขึ้นหมดไปก่อน จากนั้นก็ใช้ spatula บั่นพอลิเมอร์ให้เป็นแท่งทรงกระบอกยาวๆ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ประมาณ 0.5-0.7 เซนติเมตร (ซึ่งเป็นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบอกปั่นหลอมเส้นใย) พยายามทำให้เป็นแท่งยาวๆ ให้มีรอยต่อระหว่างแต่ละแท่งน้อยที่สุด เพื่อนำไปใส่ในกระบอกปั่นหลอมเส้นใยและทำการปั่นหลอม ผลการทดลองพบว่า ฟองอากาศหายไป เส้นใยมีลักษณะใส สม่ำเสมอมากขึ้น และเมื่อดึงยืดแล้วมีผิวเรียบมากขึ้น ดังรูป 5.8



(ก)



(ข)

รูป 5.8 ลักษณะเส้นใยที่ผลิตจากแท่งพอลิเมอร์ซึ่งกำจัดตัวทำละลายที่ตกค้างออก
(กล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 100 เท่า)

(ก) เส้นใยที่ปั่นได้

(ข) เส้นใยที่ถูกดึงยืดแล้วด้วยอัตราส่วนการยืด 4

สำหรับรอยทับขณะม้วนเก็บเส้นใย ได้ถูกแก้ไขโดยการม้วนเก็บแบบเรียงขนานกันแทนการพาดไขว้เส้นใยบนเส้นใยเดิม โดยวิธีนี้เส้นใยที่ได้มีลักษณะผิวเรียบ สม่ำเสมอขึ้น แต่ก็ยังคงมีจุดบกพร่องอยู่บ้าง เช่น ความไม่สม่ำเสมอของเส้นใย ดังนั้นต้องเลือกเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์เพื่อเอาเฉพาะส่วนที่ดีที่สุดเพื่อนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ ต่อไป

5.2.2 การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใยโดยการดึงยืดและแอนนิล

นำเส้นใยที่ได้จากการปั่นหลอมตามหัวข้อ 5.2.1 มาปรับปรุงสมบัติเชิงกลเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานโดยการดึงยืดและแอนนิล โดยศึกษาปัจจัยในกระบวนการดึงยืดและแอนนิลเส้นใยดังต่อไปนี้

5.2.2.1 ศึกษาผลของการแอนนิล

5.2.2.2 ศึกษาผลของอัตราเร็วในการดึงยืดเส้นใย

5.2.2.3 ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการดึงยืด

5.2.2.4 ศึกษาผลของอัตราส่วนการยืด (draw ratio)

5.2.2.5 ศึกษาการผลของการแอนนิลเส้นใยที่ดึงยืด (drawn fibre)

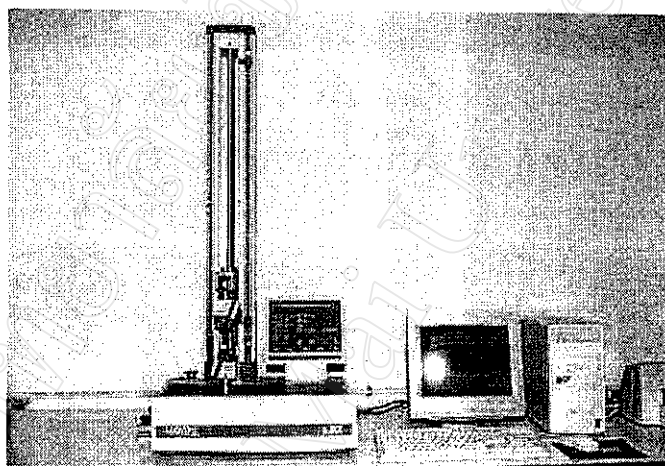
5.2.2.6 ศึกษากระบวนการแอนนิลพร้อมกับการดึงยืดโดยการถ่วงน้ำหนัก

5.2.2.1 ศึกษาผลของการแอนนิล

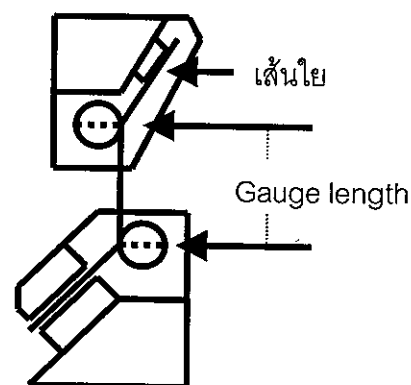
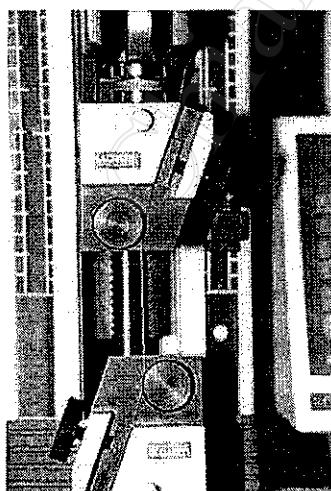
วิธีการทดลอง

- (ก) นำเส้นใยปั่นหลอม (as-spun fibre) ที่ปั่นหลอมทดลองอยู่ (เพื่อให้ความยาวคงที่) ไปแอนนิลในตู้อบสุญญากาศ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืน
- (ข) นำเส้นใยที่แอนนิลแล้วจากข้อ (ก) ไปศึกษาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค DSC (ตามวิธีในหัวข้อ 4.3.4) โดยศึกษาเปรียบเทียบกับเส้นใยปั่นหลอม เทอร์โมแกรมของ DSC แสดงในรูป 5.11 ข้อมูลจากผล DSC แสดงในตาราง 5.3
- (ค) นำเส้นใยไปทดสอบสมบัติเชิงกลเพื่อหาความแข็งแรง เช่น ค่าการทนต่อแรงดึง ค่าระยะยืด (elongation) และโมดูลัส ทำโดยใช้เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine) ของบริษัท LLOYD Instruments รุ่น LRX ดังรูป 5.9 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ตัดเส้นใยให้มีความยาวประมาณ 30 เซนติเมตร วัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเส้นใย ด้วยเวอร์เนีย (vernier) ที่มีความละเอียด 0.01 มิลลิเมตร นำเส้นใยมาพันรอบ ballard grips 1 รอบ หนีบเส้นใยที่ปลายทั้งสองให้แน่น โดยกำหนดให้มี gauge length 40 มิลลิเมตร ดังแสดงใน รูป 5.10 ดึงเส้นใยด้วย Load Cell ขนาด 100 นิวตัน ด้วยความเร็ว 20 มิลลิเมตรต่อนาที การทดสอบเส้นใยทุกตัวอย่างทำที่อุณหภูมิห้อง (ประมาณ 30 องศาเซลเซียส) ผลการทดสอบเส้นใย ทั้งก่อนและหลังการแอนนิล แสดงในรูปของ stress-strain curves ดังรูป 5.12 ตาราง 5.3 แสดงค่าเฉลี่ยของ stress และ strain ที่จุดขาด ที่ได้จากการทดสอบเส้นใย 3-5 ตัวอย่าง



รูป 5.9 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine)



Grips แบบพัน
(ballard grips)

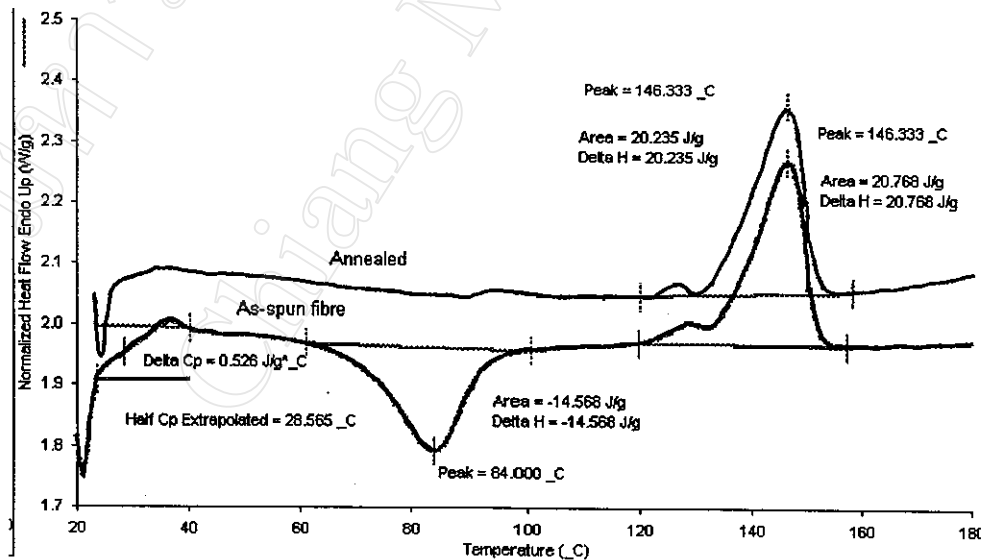
รูป 5.10 ลักษณะการพันเส้นใยบน ballard grips พร้อมไดอะแกรมก่อนการทดสอบ

ผลการทดลอง

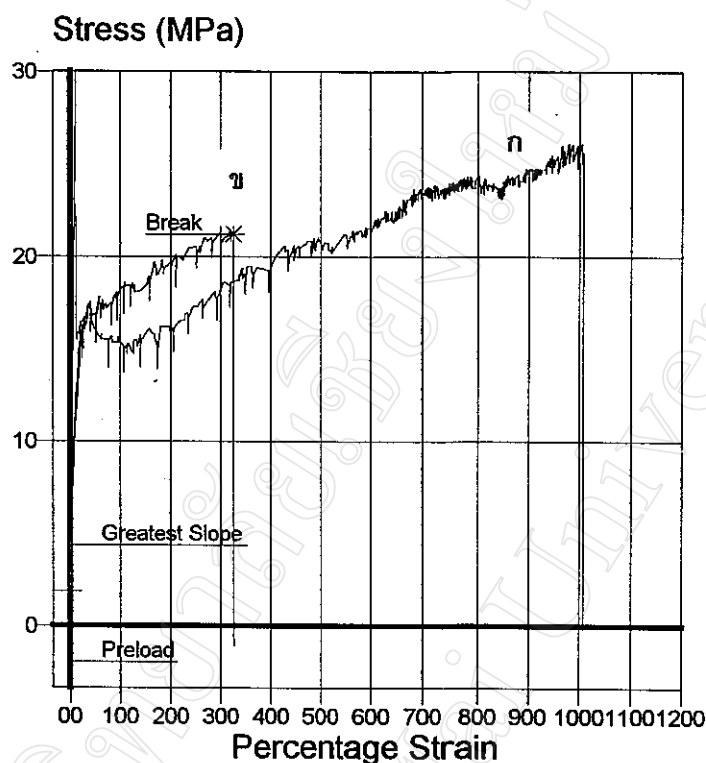
ตาราง 5.3 ผลการศึกษาจาก DSC และสมบัติเชิงกลของเส้นใยปั่นหลอมก่อนแอนนีสและหลังแอนนีสที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสในตู้อบสุญญากาศ 1 คืน

เงื่อนไขการทดลอง	T_g (°C)	T_c (°C)	ΔH_c (J/g)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	Stress at break ⁺ (Mpa)	Strain at break ⁺ (%)
ก่อนแอนนีส	28.56	84.00	14.57	146.33	20.77	25-30	1000-1200
หลังแอนนีส	-	-	-	146.33	20.24	20-30	300-400

หมายเหตุ ⁺ ผลการทดสอบเส้นใย 3-5 ตัวอย่าง เส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของเส้นใย 0.28-0.29 มิลลิเมตร



รูป 5.11 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยปั่นหลอมหลังการแอนนีสที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืน โดยเปรียบเทียบกับ DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยปั่นหลอมก่อนแอนนีส



รูป 5.12 Stress-strain curves สำหรับเส้นใยปั่นหลอม

(ก) ก่อนการแอนนีส

(ข) หลังการแอนนีสที่อุณหภูมิ 80 °C 1 คืน

จากผล DSC พบว่าเส้นใยที่ได้จากการปั่นหลอมจะมีโครงสร้างสัณฐานส่วนใหญ่เป็นอสัณฐาน ($\Delta H_c = -14.6$ J/g และ $\Delta H_m = 20.7$ J/g) ขณะที่เส้นใยหลังการแอนนีสจะเกิดผลึกขึ้นจนไม่สามารถเกิดผลึกได้อีกในกระบวนการให้ความร้อนในเทคนิค DSC ($\Delta H_c = 0$) ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า การแอนนีสที่ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืน เป็นเงื่อนไขที่ก่อให้เกิดผลึกในเส้นใย P(LLA-co-CL) 8 : 2

จากผลการทดสอบแรงดึง พบว่าค่า stress at break (σ_b) ของเส้นใยปั่นหลอมทั้งก่อนและหลังการแอนนีสมีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก แต่ค่า strain at break (ϵ_b) ของเส้นใยหลังการแอนนีสมีค่าลดลงมาก จาก 1200% เป็น 300% ผลการลดลงของ ϵ_b นี้อาจสรุปได้ว่าการแอนนีสที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน สามารถทำให้เกิดผลึกเพิ่มขึ้นในปริมาณมากในเส้นใย และเนื่องจากผลึกมีโครงสร้างคงรูปด้วยแรงที่ยึดกันระหว่างสายโซ่โพลิเมอร์ภายในผลึก จึงทำให้เส้นใยมี

ความสามารถในการยืดน้อยลง ดังนั้นเมื่อได้รับแรงดึง เส้นใยจะขาดที่ระยะยืดน้อยลงอย่างเห็นได้ชัดจากเมื่อก่อนแอนนีลซึ่งมีผลึกอยู่น้อย

การที่มีผลึกเกิดขึ้นภายในเส้นใย และไม่มีการจัดเรียงตัวที่ดี ทำให้เส้นใยเปราะ (ขาดง่าย) เป็นผลให้ทำการปรับปรุงโดยการยืดต่อได้ยาก ทั้งนี้เพราะการมีผลึกในปริมาณที่มากจะขัดขวางการจัดเรียงตัวใหม่ของผลึกเองเมื่อให้แรงดึงเส้นใย ดังนั้นการศึกษาต่อไป จะทำการดึงยืดก่อนแอนนีล ในกรณีเช่นนี้ถึงแม้ว่าเส้นใยจะไม่ถูกแอนนีลแต่การดึงยืดก็สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกขึ้นได้เช่นกัน และขณะเดียวกัน ผลึกก็ถูกจัดเรียงตัวขณะดึงยืดอีกด้วย (ดูหัวข้อ 3.3)

5.2.2.2 ศึกษาผลของอัตราเร็วในการดึงยืดเส้นใย

ดังกล่าวแล้วข้างต้น การดึงยืดเส้นใยสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกขึ้นได้ พร้อมๆ กับการจัดเรียงสายโซ่โมเลกุลและกลุ่มผลึกให้เป็นไปตามแนวทิศของแรงที่ดึง [10] แต่อย่างไรก็ตาม อัตราการดึงยืดต้องเหมาะสมทั้งนี้เพราะอัตราการดึงยืดที่ต่างกันเป็นการให้เวลาการจัดเรียงตัวของโมเลกุลต่างกัน การทดลองต่อไปนี้จึงเป็นการศึกษาผลของอัตราเร็วในการดึงยืดเส้นใย เพื่อให้ได้เส้นใยที่มีสมบัติเชิงกลตามต้องการ

วิธีการทดลอง

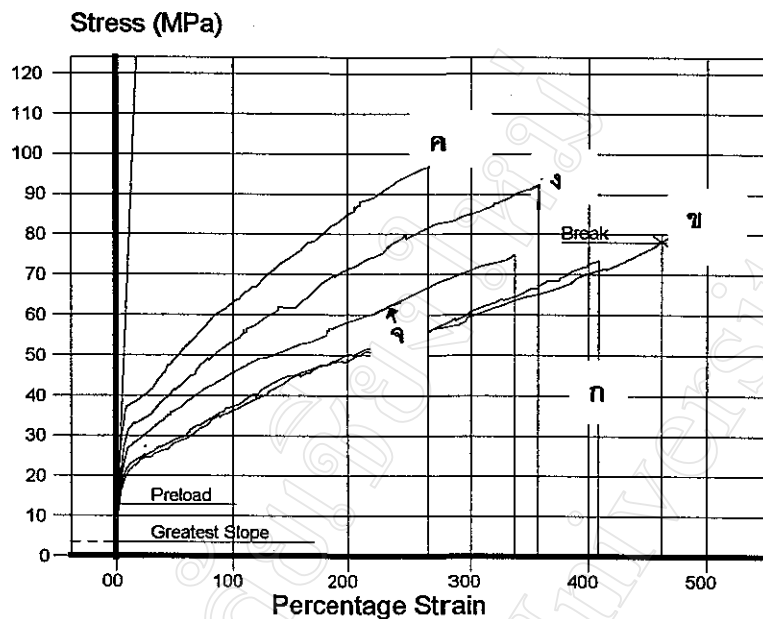
นำเส้นใยปั่นหลอมมาศึกษาผลของอัตราเร็วในกระบวนการดึงยืดเส้นใย ด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine) ดังรูป 5.9 การดึงยืดเส้นใยทำโดยใช้อัตราการดึงยืดต่าง ๆ กัน คือ 20, 40, 60, 80 และ 100 มิลลิเมตรต่อนาที เริ่มจาก gauge length 40 มิลลิเมตร ดึงยืดไปจนเส้นใยมีความยาว 200 มิลลิเมตร และทิ้งให้คงอยู่ที่ระยะนี้ 10 นาที ดังนั้นเส้นใยทุกเส้นจึงมีอัตราส่วนการยืด (λ) เท่ากับ 5 การดึงยืดทำที่อุณหภูมิห้อง (ประมาณ 30 องศาเซลเซียส) จากนั้นนำเส้นใยเหล่านี้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล ด้วยเงื่อนไขและวิธีการดังอธิบายในหัวข้อ 5.2.2.1 (ค) ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลแสดงในรูปของ stress-strain curves ดังรูป 5.13 และตารางที่ 5.4 แสดงค่า stress และ strain ที่จุดขาด

ผลการทดลอง

ตาราง 5.4 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยบัวหลอมที่ถูกดึงยืดด้วยอัตราการดึงยืดต่างๆ กัน จนได้ $\lambda = 5$ ที่อุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียส)

อัตราการดึงยืด (mm min ⁻¹)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (mm)	Stress at break (MPa)	Strain at break (%)
20	0.18	72.78	408.46
40	0.18	78.06	461.71
60	0.18	97.35	267.32
80	0.18	91.87	357.43
100	0.18	74.76	337.36

หมายเหตุ เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยบัวหลอมก่อนการทดสอบการดึงยืดเท่ากับ 0.29 มิลลิเมตร และข้อมูลชุดนี้ได้ทำการทดลอง 1 ครั้ง เพื่อยืนยันผลการทดลองเดิม [39]



รูป 5.13 Stress-strain curves สำหรับเส้นใยที่ถูกดึงด้วยอัตราการดึงยึดต่างๆ กันจนมี $\lambda = 5$ ที่อุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียส)

(ก) อัตราการดึงยึด 20 มิลลิเมตรต่อวินาที (ข) อัตราการดึงยึด 40 มิลลิเมตรต่อวินาที
 (ค) อัตราการดึงยึด 60 มิลลิเมตรต่อวินาที (ง) อัตราการดึงยึด 80 มิลลิเมตรต่อวินาที
 (จ) อัตราการดึงยึด 100 มิลลิเมตรต่อวินาที

ผลการทดสอบจากรูป 5.13 อาจสรุปได้ว่า เส้นใยที่ถูกดึงยึดด้วยอัตราการดึงยึด 60 มิลลิเมตรต่อวินาที ที่อุณหภูมิห้อง มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด กล่าวคือเส้นใยที่ได้มีค่า stress at break สูงที่สุดและระยะยึดที่จุดขาดไม่มากเกินไป การดึงยึดเส้นใยด้วยอัตราการดึงยึดที่ต่างกันมีผลต่อสมบัติเชิงกลได้เนื่องจากขณะดึงยึดสายโซ่โมเลกุลจะจัดเรียงตัวไปตามแนวแรงที่ดึง ถ้าดึงเส้นใยเร็วเกินไปโมเลกุลจะไม่มีเวลาในการจัดเรียงตัวหรือโครงสร้างพื้นฐานเปลี่ยนแปลงไม่ทันตามแรงที่ดึง ในขณะที่ถ้าดึงเส้นใยอย่างช้าเกินไป โมเลกุลจะอ่อนตัวและเกิดการเลื่อนไหล ไม่มีการจัดเรียงตัว จึงมีผลทำให้โครงสร้างพื้นฐานต่างกันได้ [24] ดังนั้นถ้าดึงเร็วหรือช้าเกินไปโครงสร้างพื้นฐานที่ได้ก็อาจไม่เหมาะสมกับการต้านทานแรงดึงภายนอกเมื่อทดสอบหรือใช้งานต่อไป ในการทดลองนี้จึงอาจกล่าวได้ว่าอัตราการดึงยึดที่ 60 มิลลิเมตรต่อวินาที ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส จะให้โครงสร้างพื้นฐานที่เหมาะสมกว่าอัตราการดึงยึดอื่นๆ แต่อย่างไรก็ตามอัตราการดึงยึดที่เหมาะสมยังขึ้นอยู่กับอุณหภูมิขณะดึงยึดอีกด้วย ดังผลการทดลองที่พบในหัวข้อต่อไป

เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลองดึงยืดเส้นใยกับผลของการแอนนิล จากตาราง 5.3 และ 5.4 พบว่าการดึงยืดเส้นใยมีผลทำให้เส้นใยแข็งแรงขึ้นมาก (stress at break ประมาณ 2-3 เท่า) แต่ระยะยืดที่จุดขาดยังมีค่ามากกว่าแต่ก็เพียงเล็กน้อยเท่านั้น เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยปั่นหลอมที่มีผลล็กน้อยมาก แสดงว่าเส้นใยหลังการดึงยืดมีผลล็กมากขึ้น และมีการจัดเรียงตัวที่ดีขึ้น จึงสามารถต้านทานแรงดึงภายนอกขณะทดสอบได้ดีขึ้น แต่ก็อาจสามารถเพิ่มความเป็นผลล็กได้อีก โดยการแอนนิลหลังจากการดึงยืดแล้ว ดังการทดลองในหัวข้อต่อไปนี้

5.2.2.3 ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการดึงยืด

นอกจากอัตราการดึงยืดเป็นปัจจัยสำคัญในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใยแล้ว อุณหภูมิขณะดึงยืดยังเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ต้องศึกษา ทั้งนี้เพราะขณะดึงยืดเส้นใยนั้น สายโซ่โมเลกุลทั้งในส่วนที่เป็นอสัณฐานและกลุ่มผลล็ก จะถูกดึงให้จัดเรียงตัวตามแนวแรง ถ้าการดึงยืดกระทำที่อุณหภูมิสูง โมเลกุลจะมีพลังงานมากพอที่จะหมุนพันธะจนได้การจัดตัวใหม่เพื่อลดความเครียดภายในที่เกิดจากแรงเค้นภายนอก จนได้โครงสร้างสัณฐานที่สามารถรับแรงได้ดีขึ้น (ดูหัวข้อ 3.3) แต่ถ้าการดึงยืดกระทำที่อุณหภูมิต่ำโมเลกุลก็อาจมีพลังงานไม่เพียงพอในการจัดตัวใหม่ ทำให้ได้โครงสร้างสัณฐานที่ไม่เหมาะสม ดังนั้นการทดลองต่อไปนี้จะเป็นการศึกษาหาอุณหภูมิที่ใช้ในการดึงยืดเพื่อให้ได้สมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น

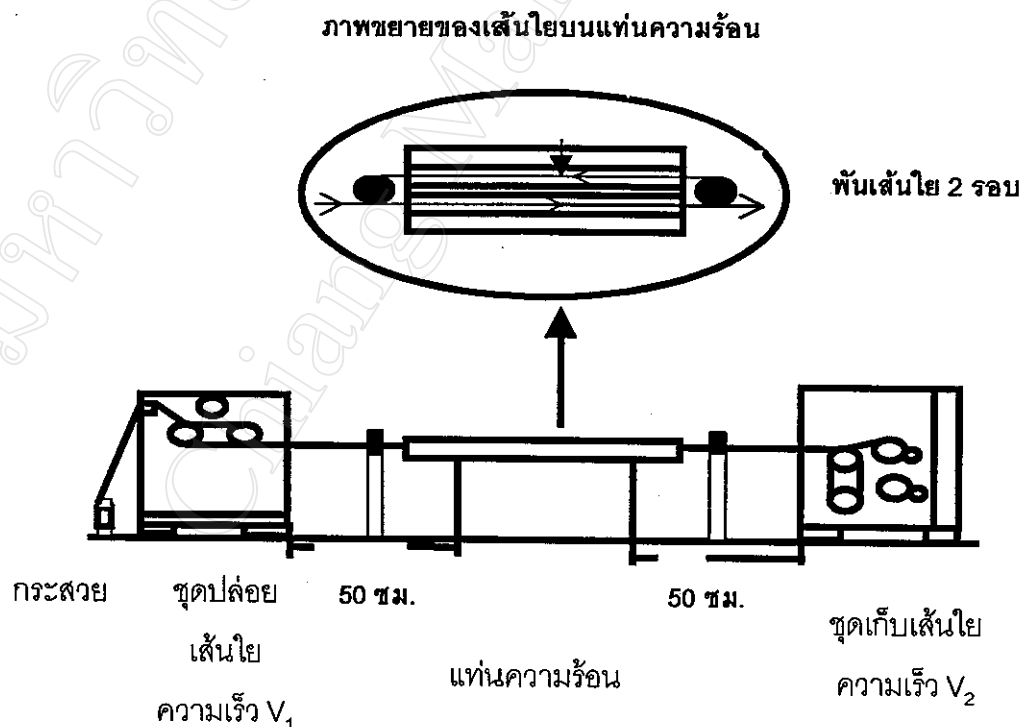
วิธีการทดลอง

- (ก) จัดเครื่องมือชุดทดลองกระบวนการดึงยืดขณะร้อน (Hot drawing) ดังรูป 5.14 โดยมีส่วนประกอบที่สำคัญคือ ชุดปล่อยเส้นใย แท่นความร้อนและชุดเก็บเส้นใย
- (ข) ดึงเส้นใยปั่นหลอมจากกระสวยพาดผ่านลูกกลิ้งในชุดปล่อยเส้นใย (ดูรูป 5.14) ซึ่งมีความเร็วการหมุน 1 เมตรต่อวินาที แล้วดึงผ่านแท่นความร้อน (heating unit) และร่อนนำเส้นใยโดยให้เส้นใยเคลื่อนที่วนอยู่บนแท่นความร้อน 2 รอบ (ดูภาพขยายในรูป 5.14) เพื่อให้เส้นใยได้รับความร้อนนานเพียงพอก่อนที่เส้นใยจะถูกม้วนเก็บในส่วนของชุดเก็บเส้นใย ที่กำลังหมุนด้วยความเร็ว 4 เมตรต่อวินาที ดังนั้นเส้นใยจะถูกดึงยืดจนได้อัตราส่วนการยืด ($\lambda = V_2/V_1$) เป็น 4 และอัตราการดึงยืดคงที่ ซึ่งสามารถคำนวณได้ดังนี้

อัตราการจัดซื้อ = $(L - L_0) / L_0 \times 100\%$ ต่อหน้าที่
 = $(4 - 1) / 1 \times 100\%$ ต่อหน้าที่
 = 300% ต่อหน้าที่

อุณหภูมิของแท่นความร้อนที่ใช้ทดลองคือ 50 , 60 และ 65 องศาเซลเซียส

- (ค) นำเส้นใยที่ผ่านการดัดยัดที่ทุกอุณหภูมิ ไปแอนนิลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน โดยให้ความยาวของเส้นใยคงที่ด้วยการพันบนหลอดทดลอง
- (ง) ศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยจากข้อ (ข) และ (ค) ด้วยเทคนิค DSC ผลการทดลองแสดงในรูป 5.15-5.17 และตาราง 5.5
- (จ) ทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยจากข้อ (ข) และ (ค) ผลการทดสอบแสดงในรูป 5.18-5.19 และตาราง 5.5



รูป 5.14 แผนภาพกระบวนการดึงยืดขณะร้อน (Hot-drawing)

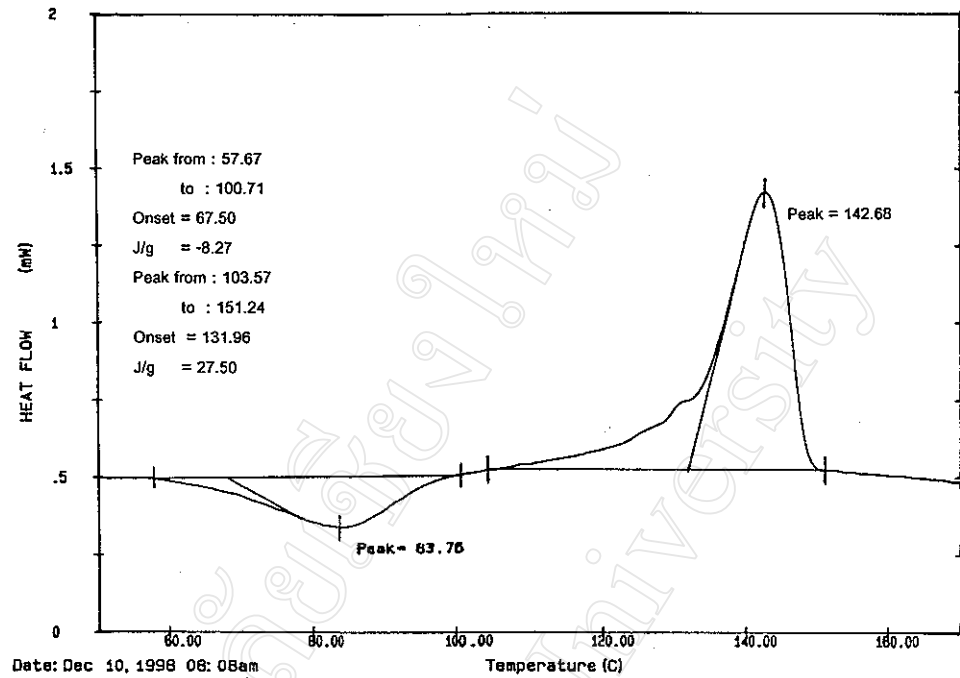
ผลการทดลอง

ตาราง 5.5 ผลการศึกษาจาก DSC และสมบัติเชิงกลของเส้นใยที่ถูกดึงยืดที่อุณหภูมิต่างๆ กัน
ด้วยอัตราการดึงยืดคงที่ที่ 300% ต่อหน้าที่ จนได้ $\lambda = 4$

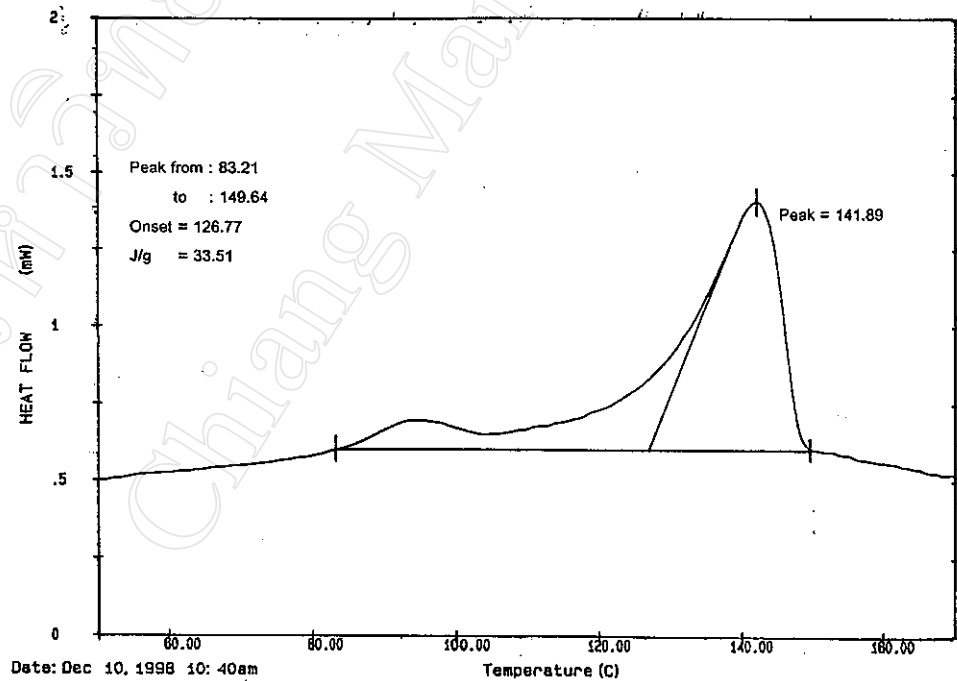
เงื่อนไขการทดลอง	เส้นผ่านศูนย์กลาง (mm)	T_c (°C)	ΔH_c (J/g)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	Stress at break ⁺ (MPa)	Strain at break ⁺ (%)
ดึงยืดที่ 50 °C	0.11-0.13	83.75	8.27	142.68	27.50	100-150	150-200
ดึงยืดที่ 50 °C และแอนนิล*	0.11-0.12	-	-	141.90	33.51	120-150	150-200
ดึงยืดที่ 60 °C	0.12-0.13	-	-	145.33	26.54	150-170	150-200
ดึงยืดที่ 60 °C และแอนนิล*	0.12-0.13	-	-	145.00	27.70	150-170	200-250
ดึงยืดที่ 65 °C	0.09-0.13	-	-	142.20	29.02	120-160	150-200
ดึงยืดที่ 65 °C และแอนนิล*	0.09-0.11	-	-	142.01	34.52	150-160	200-220

หมายเหตุ * แอนนิลเส้นใยที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน ในตู้อบสุญญากาศ

⁺ ค่าของ stress และ strain ที่จุดขาดมาจากการทดสอบเส้นใย 3-5 ตัวอย่าง



(ก)



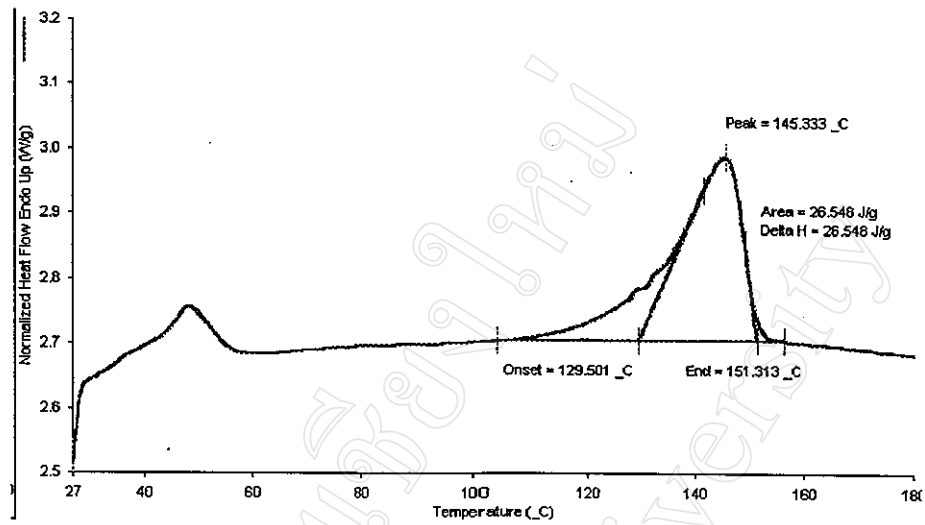
(ข)

รูป 5.15 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ถูกดัดยัดที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ด้วย

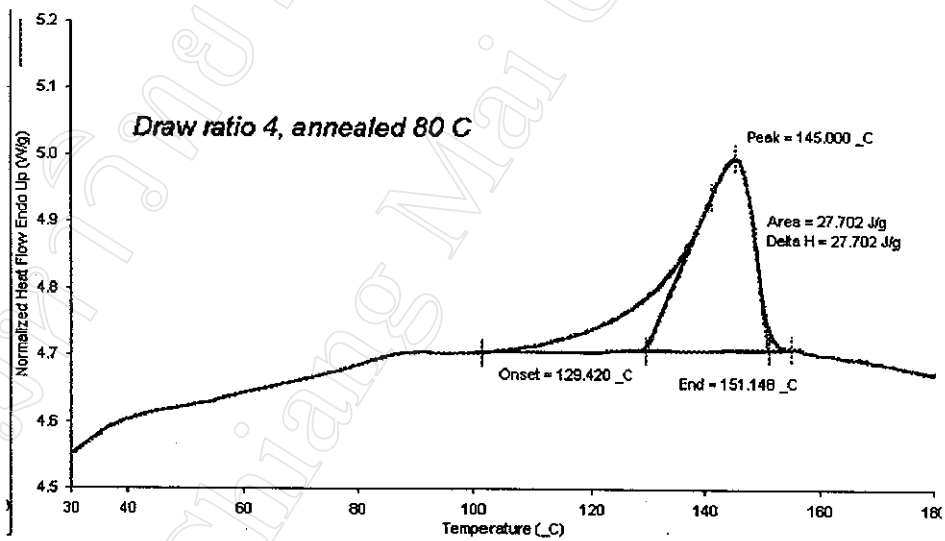
อัตราการดัดยัดคงที่ที่ 300% ต่อเวลาที่ จนได้ $\lambda = 4$

(ก) ก่อนแอนนิล

(ข) หลังแอนนิลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 1 คืน



(ก)

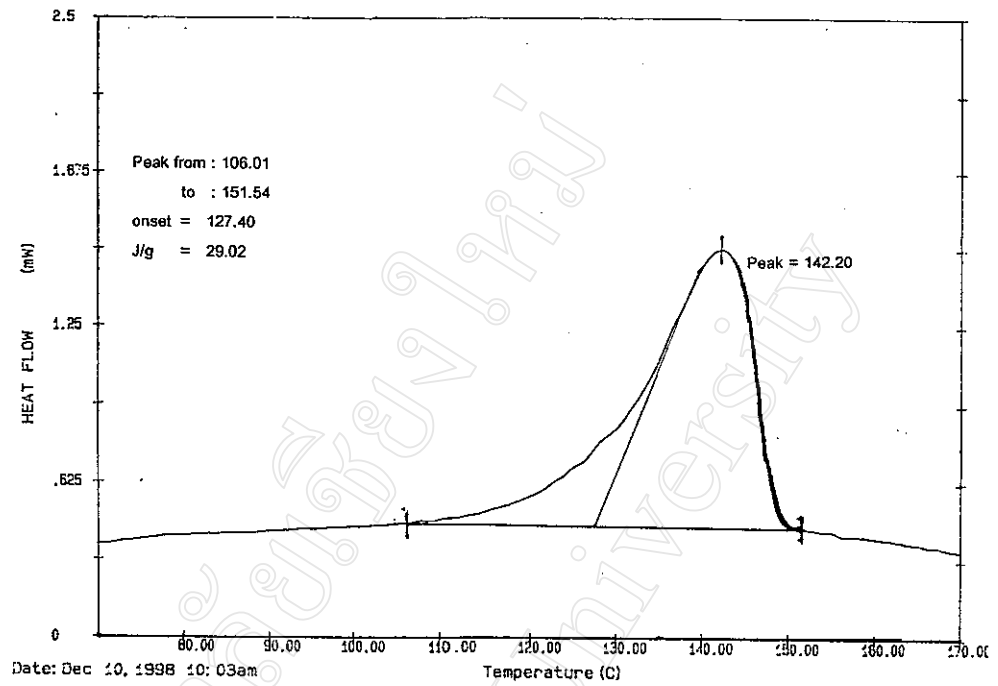


(ข)

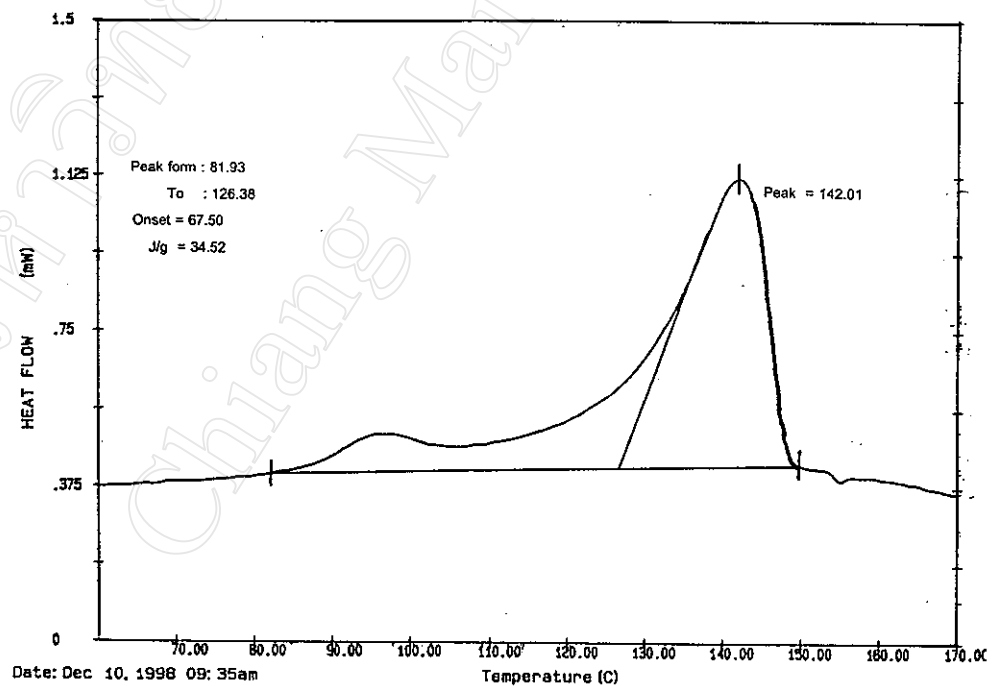
รูป 5.16 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ด้วย อัตราการดึงยืดคงที่ที่ 300% ต่อหน้าที่ จนได้ $\lambda = 4$

(ก) ก่อนแอนนีส

(ข) หลังแอนนีสที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 1 คืน



(ก)



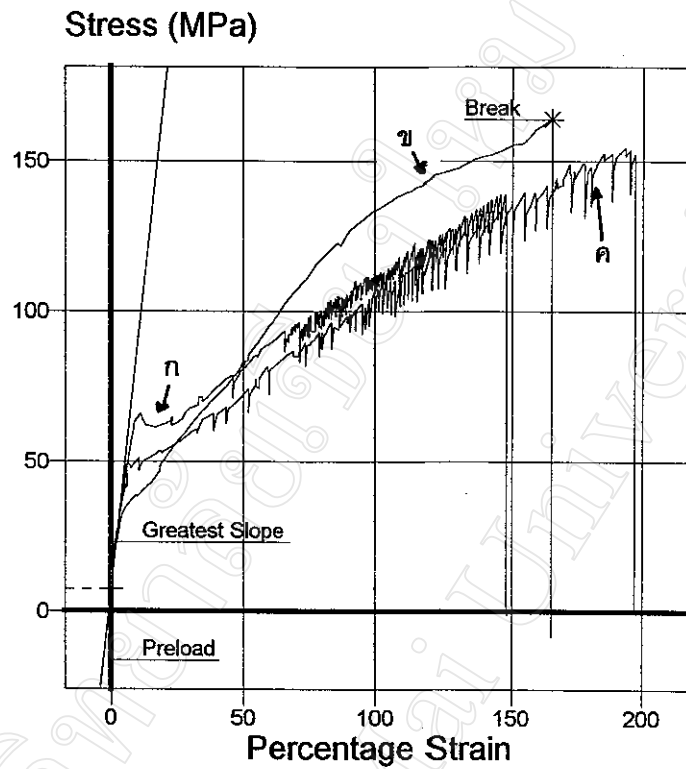
(ข)

รูป 5.17 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ถูกดัดยัดที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ด้วย

อัตราการดัดยัดคงที่ 300% ต่อหน้าที่ จนได้ $\lambda = 4$

(ก) ก่อนแอนนิล

(ข) หลังแอนนิลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 1 คืน

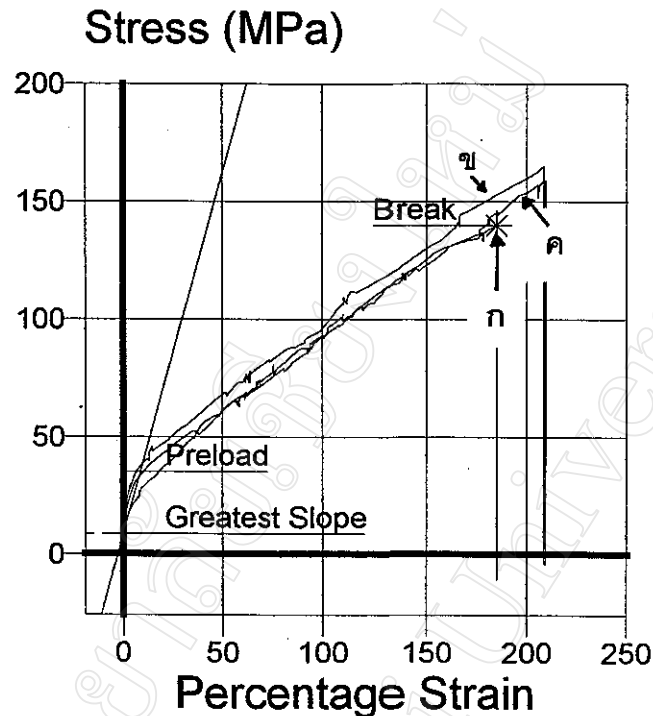


รูป 5.18 Stress-strain curves ของเส้นใยที่ถูกดึงยืดขณะร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ กัน ด้วยอัตราการดึงยืดคงที่ที่ 300% ต่อนาทีจนมี $\lambda = 4$ โดยไม่ผ่านการแอนนิล

(ก) ดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

(ข) ดึงยืดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

(ค) ดึงยืดที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส



รูป 5.19 Stress-strain curves ของเส้นใยที่ถูกดึงยืดขณะร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ กัน ด้วยอัตราการดึงยืดคงที่ที่ 300% ต่อหน้าที่ จมมี $\lambda = 4$ และอุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส 1 คืน

(ก) ดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
 (ข) ดึงยืดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
 (ค) ดึงยืดที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส

จากผลการศึกษาจาก DSC พบว่าเส้นใยดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ปรากฏพีคของการตกผลึก (T_c) ที่อุณหภูมิ 83.73 องศาเซลเซียส แต่พีคนี้หายไปหลังการแอนนิล (ดูรูป 5.15) แสดงว่าการดึงยืดเส้นใยที่ 50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการดึงยืด 300% ต่อหน้าที่นี้ ยังมีผลึกเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ สามารถเกิดผลึกได้อีกในขั้นตอนของการแอนนิล แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิขณะดึงยืดเป็น 60 และ 65 องศาเซลเซียส (รูป 5.16 และ 5.17) พบว่าพีคที่ T_c หายไป แสดงว่าการดึงยืดเส้นใยที่อุณหภูมิ 60 และ 65 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการดึงยืดคงที่ที่ 300% ต่อหน้าที่ สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกได้

แต่อย่างไรก็ตาม ΔH_m มีค่าค่อนข้างแตกต่างกัน ในแต่ละการทดลองของเส้นใยจากเงื่อนไขต่างๆ กัน ดังแสดงในตาราง 5.5 ทั้งๆ ที่ไม่มีการเกิดผลึกในกระบวนการให้ความร้อนในเทคนิค DSC แล้วก็ตาม ($\Delta H_c = 0$) ผลนี้ไม่อาจสรุปได้ชัดเจนว่ามีปริมาณผลึกต่างกัน แต่อาจเป็นผลจากการลากเส้นฐาน (baseline) ในการคำนวณหาพื้นที่ใต้กราฟที่ T_m (ดูรูป 5.15-5.17)

จากผลการทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าการแอนนิลไม่ให้ผลดีขึ้น แต่กลับทำให้ระยะยืดสูงขึ้นอีก อาจเป็นเพราะอุณหภูมิที่แอนนิลไม่เหมาะสม การแอนนิลอาจทำให้ผลึกบางส่วนสลายตัวเป็นอสัณฐาน ขึ้นกับขนาดของผลึกที่มีอยู่เดิม เพื่อเกิดผลึกใหม่ที่มีความหนาแน่นมากขึ้นที่อุณหภูมิขณะแอนนิล (80 องศาเซลเซียส) เพราะความหนาของผลึกจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของการตกผลึก [40] เช่นถ้าตกผลึกที่อุณหภูมิสูงผลึกที่ได้จะหนาแน่นกว่าที่อุณหภูมิต่ำ ดังนั้นการทดลองต่อไป จึงลดอุณหภูมิขณะแอนนิลลงเท่าๆ กับอุณหภูมิขณะดัดยืด ในหัวข้อต่อไป นอกจากนี้การทดลองต่อไป จะเลือกอุณหภูมิขณะดัดยืดที่ 60 องศาเซลเซียส ทั้งนี้เพราะเส้นใยที่ได้จากการดัดยืดที่ 60 องศาเซลเซียส นี้มีแนวโน้มแข็งแรงที่สุด (ดูรูป 5.18-5.19 และตาราง 5.5) สำหรับเส้นใยที่ได้จากการดัดยืดที่ 65 องศาเซลเซียส พบว่าเส้นใยขาดง่ายกว่าขณะดัด

5.2.2.4 ศึกษาผลของอัตราส่วนการยืด

ในหัวข้อนี้เป็นการศึกษาความสัมพันธ์ของอัตราส่วนการยืดต่างๆ กับสมบัติเชิงกลของเส้นใย ที่อุณหภูมิการดึงยืด 60 องศาเซลเซียส

วิธีการทดลอง

- (ก) นำเส้นใยปั่นหลอมมาดึงยืดด้วยเครื่องดึงยืดขณะร้อน (Hot drawing) ดังรูป 5.14 โดยใช้อุณหภูมิของแท่นความร้อน 60 องศาเซลเซียส ความเร็วของลูกกลิ้งชุดปล่อยเส้นใย 1 เมตรต่อนาที และเส้นใยถูกม้วนเก็บด้วยความเร็ว 4, 6, 8, 10 และ 12 เมตรต่อนาที ดังนั้นเส้นใยที่ได้มีอัตราส่วนการยืดเท่ากับ 4, 6, 8, 10 และ 12 จากอัตราการดึงยืดคงที่ที่ 300, 500, 700, 900 และ 1100% ต่อนาที ตามลำดับ (วิธีคำนวณอัตราการดึงยืดดูในหัวข้อ 5.2.2.3 (ข))
- (ข) นำเส้นใยที่มีอัตราส่วนการยืดต่างๆ เหล่านี้ไปทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ผลการทดลองแสดงในรูป 5.20 และตาราง 5.6
- (ค) ทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยจากข้อ (ก) และผลการทดสอบแสดงในรูป 5.21 และตาราง 5.6
- (ง) นำเส้นใยจากข้อ (ก) ที่มีอัตราส่วนการยืดเท่ากับ 4 และเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง 1 วัน มาดึงต่อด้วยมือ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสบนแท่นความร้อนของเครื่องดึงยืดขณะร้อน ด้วยอัตราการดึงยืด 200% ต่อนาที จนมีอัตราส่วนการยืดเท่ากับ 2 ดังนั้นเส้นใยที่ได้มีอัตราส่วนการยืดรวมเป็น 4x2 จากนั้นนำเส้นใยนี้ไปแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 1 คืน โดยให้ความยาวของเส้นใยคงที่ด้วยการพันบนหลอดทดลอง *
- (จ) ศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยในข้อ (ง) ด้วยเทคนิค DSC ผลการทดลองแสดงในรูป 5.23
- (ฉ) ทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยในข้อ (ง) ผลการทดสอบแสดงในรูป 5.22 และตาราง 5.7

หมายเหตุ * เส้นใยชุดนำไปทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพภายนอกร่างกาย

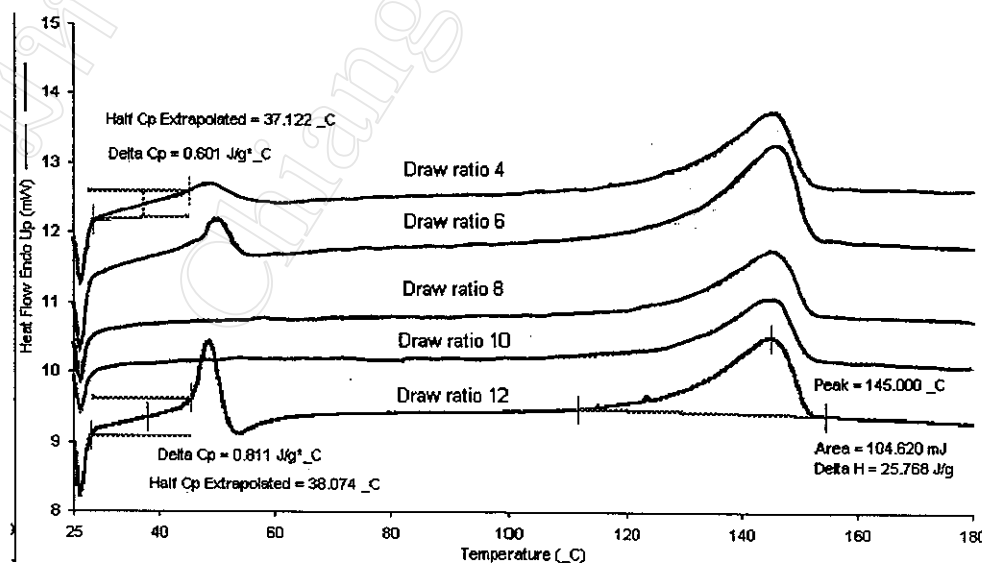
ผลการทดลอง

ตาราง 5.6 ผลการศึกษาจาก DSC และสมบัติเชิงกลของเส้นใยที่ถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนมีอัตราส่วนการยืดต่างๆ กัน

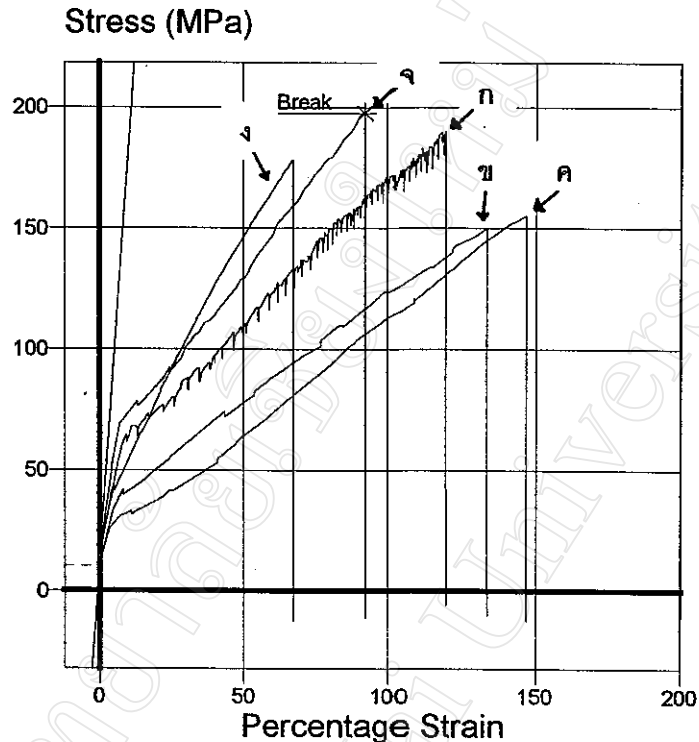
อัตราส่วนการยืด (λ)	เส้นผ่านศูนย์กลาง กลาง (mm)	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	ΔH_m (J/g)	Stress at break ⁺ (MPa)	Strain at break ⁺ (%)
4	0.12-0.13	145.0	25.45	160-180	100-130
6	0.11-0.14	145.7	25.80	150-155	130-150
8	0.10-0.13	145.3	26.82	150-170	130-150
10	0.11-0.12	145.0	26.59	130-180	70-100
12	0.07-0.12 [*]	145.0	25.77	130-190	90-110

หมายเหตุ * เส้นใยมีลักษณะขุ่นขาว เส้นเล็กและบางมาก

+ ผลจากการทดสอบเส้นใย 3-5 ตัวอย่าง



รูป 5.20 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสจนมีอัตราส่วนการยืดต่างๆ กัน



รูป 5.21 Stress-strain curves ของเส้นใยที่มีอัตราส่วนการยืดต่างๆ กัน

- | | |
|------------------------|------------------------|
| (ก) อัตราส่วนการยืด 4 | (ข) อัตราส่วนการยืด 6 |
| (ค) อัตราส่วนการยืด 8 | (ง) อัตราส่วนการยืด 10 |
| (จ) อัตราส่วนการยืด 12 | |

จาก DSC เทอร์โมแกรมในรูป 5.20 พบว่าเส้นใยที่ได้ให้ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนไม่แตกต่างกันเลย นั่นคือ T_m มีค่าประมาณ 145 องศาเซลเซียส และ ΔH_m เฉลี่ยเท่ากับ 26.09 J/g

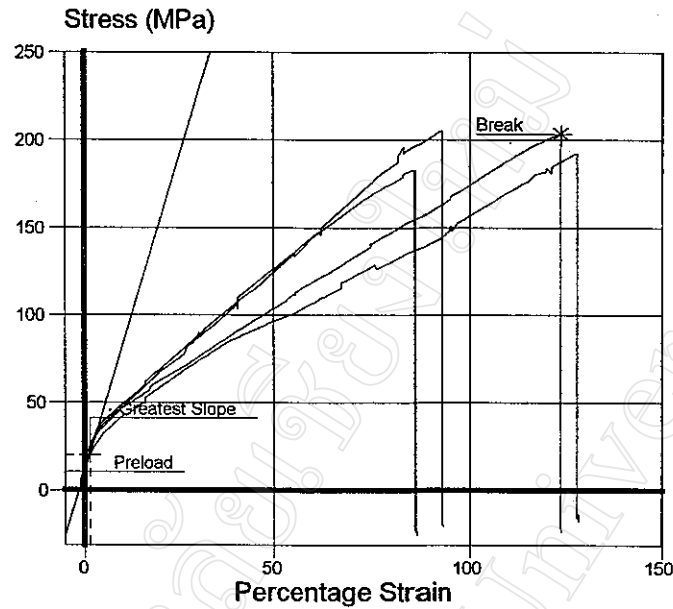
โดยปกติเมื่ออัตราส่วนการยืดสูงขึ้น ความแข็งแรงจะมากขึ้น [41] แต่ผลที่ได้จากการทดลองดังตาราง 5.6 แสดงความแตกต่างไม่ชัดเจน อาจเป็นเพราะอัตราการดึงยืดไม่เหมาะสมกับอุณหภูมิที่ใช้ดึงยืด ดังตัวอย่างเส้นใยที่อัตราส่วนการยืดเท่ากับ 12 ($\lambda = 12$) เมื่อนำมาทดสอบพบว่า เส้นใยขาดง่าย เส้นบางมาก ขนาดไม่สม่ำเสมอ (เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.07-0.12 มิลลิเมตร) ผลการทดสอบให้ค่าไม่สม่ำเสมอ (stress at break = 130-190 MPa) และเมื่อส่องดูเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์ พบว่ามีจุดบกพร่อง (defect) คือมีลักษณะเป็นรอยแตกที่ผิว เป็นเส้นเล็กๆ ตามขวาง บางเส้นก็เกิดเป็นร่องตามยาว อาจเกิดจากเส้นใยถูกดึงเร็วเกินไป ทำให้เส้นใยยืดตามไม่ทัน หรือกล่าวได้ว่าโครงสร้างสัณฐานภายในเส้นใยไม่สามารถเปลี่ยนแปลงได้ตามแรงที่ดึงยืด จึง

เกิดความเครียดภายในจนเป็นจุดบกพร่องที่สามารถมองเห็นได้ ดังนั้นจึงลดปัญหานี้ด้วยการดึง 2 ครั้ง หลังจากดึงครั้งแรกซึ่งถูกทิ้งไว้ 1 วัน (ดังการทดลองที่อธิบายไว้ในข้อ (ง)) เพื่อให้เวลาในการจัดตัวแก๊สโมเลกุลแล้วดึงต่อครั้งที่ 2 ด้วยอัตราการดึง 200% ต่อนาที (เหตุผลที่ต้องดึงช้าลง เพราะดึงยาก เนื่องจากเส้นใยผ่านการดึงยืดมาแล้ว ซึ่งอาจมีผลึกซึ่งคงรูปเกิดขึ้นภายในอยู่มากจนยากแก่การเปลี่ยนแปลง)

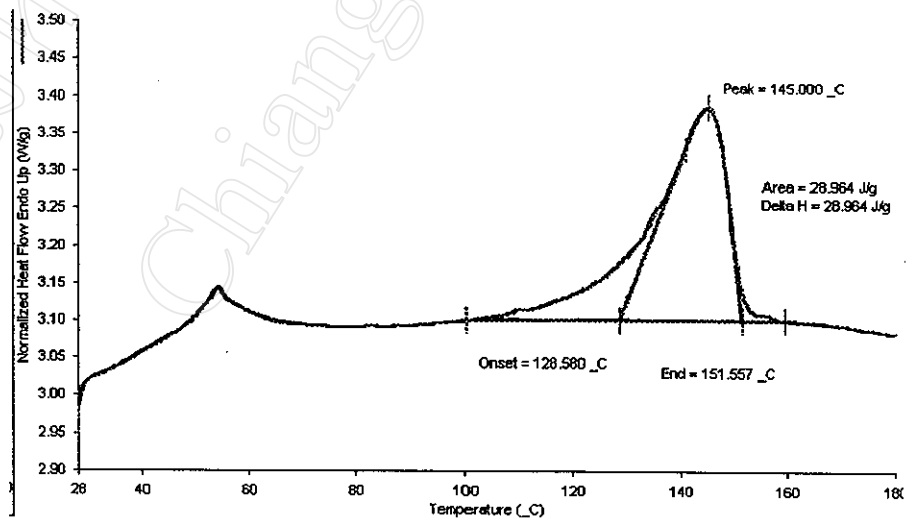
ตาราง 5.7 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยที่ถูกดึงยืด 2 ครั้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนมีอัตราส่วนการยืด 4x2 และแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นาน 1 คืน

ตัวอย่างเส้นใย	Stress at break (MPa)	Strain at break (%)
1	183.01	86
2	205.39	93
3	192.45	127
4	203.53	123
เฉลี่ย	197.00	107

หมายเหตุ เส้นใยมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.09-0.11 มิลลิเมตร



รูป 5.22 Stress-strain curves ของเส้นใยที่ถูกดึงยืด 2 ครั้ง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนมีอัตราส่วนการยืด 4x2 และแอนนัลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน



รูป 5.23 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ถูกดึงยืด 2 ครั้ง ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนมีอัตราส่วนการยืด 4x2 และแอนนัลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน

จากรูป 5.23 เทอร์โมแกรม DSC พบว่า T_m เท่ากับ 145.00 องศาเซลเซียส และ ΔH_m เท่ากับ 28.96 J/g

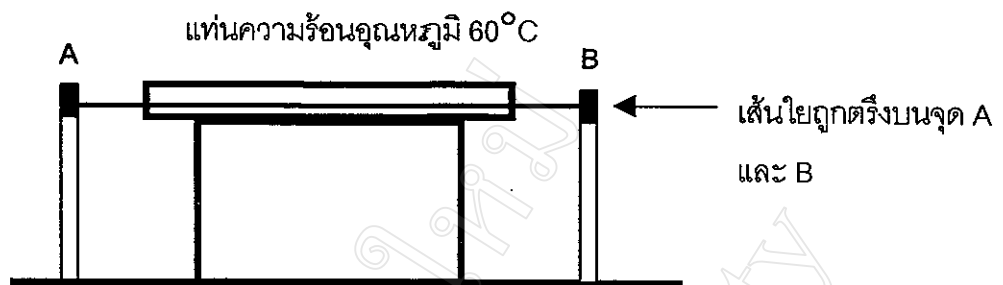
จากผลการทดลองการดึงยืดเส้นใย 2 ครั้ง (ตามวิธีที่อธิบายไว้ในข้อ (ง)) พบว่า ค่า stress at break ดีขึ้น ($\sigma_b = 197$ MPa) และขณะเดียวกัน strain at break ลดลง ($\epsilon_b = 107\%$) stress-strain curves ไม่ปรากฏจุดคราก (yield) ซึ่งหมายความว่าโครงสร้างพื้นฐานได้ถูกเปลี่ยนแปลงแล้วในขั้นตอนของการดึงยืดจนได้โครงสร้างที่มีการจัดตัวตามแนวแรงดึงแล้ว จึงนำเส้นใยชุดนี้ไปทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพภายนอกร่างกายต่อไป ขณะเดียวกันการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใย ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อต่อไป เป็นความพยายามเพื่อให้ได้สมบัติเชิงกลดีขึ้นกว่าที่ได้ขณะนี้ ซึ่งไม่สามารถนำไปศึกษาการสลายตัวทางชีวภาพภายนอกร่างกายได้ เนื่องจากต้องใช้เวลาในการศึกษาการสลายตัวของเส้นใย แต่ผลการปรับปรุงในหัวข้อต่อไปนี้อาจจะเป็นประโยชน์ต่องานวิจัยที่จะทำต่อไปในอนาคต

5.2.2.5 ศึกษาผลของการแอนนิลเส้นใยที่ดึงยืด

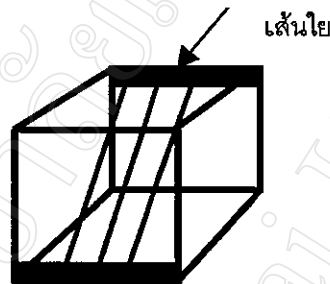
เส้นใยที่ดึงยืดแล้ว อาจปรับปรุงให้มีสมบัติเชิงกลดีขึ้นได้ด้วยการแอนนิล ดังนั้นการทดลองต่อไปนี้ จึงนำเส้นใยที่ดึงยืดไปแอนนิลที่อุณหภูมิต่างๆ ดังนี้

วิธีการทดลอง

- (ก) นำเส้นใยบับหลอมยาว 10 เซนติเมตร มาตั้งบนแท่นความร้อน (heating block) ของเครื่องดึงยืดขณะร้อนด้วยมือ อัตราการดึงยืด 800% ต่อนาที ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนมีอัตราส่วนการยืด เท่ากับ 5
- (ข) นำเส้นใยที่ดึงยืดด้วยมือแล้วจากข้อ (ก) ไปแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยการตรึงไว้บนเครื่องแท่นความร้อนดังรูป 5.24 และอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยการตรึงบนโครงเหล็กดังรูป 5.25 เป็นเวลา 1 วัน และเพื่อศึกษาเปรียบเทียบผลการทดลอง นำเส้นใยที่ดึงยืดจากข้อ (ก) ปริมาณหนึ่งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 1 วัน เช่นกัน



รูป 5.24 การตรึงเส้นใยบนแท่นความร้อน



รูป 5.25 การตรึงเส้นใยบนโครงเหล็ก

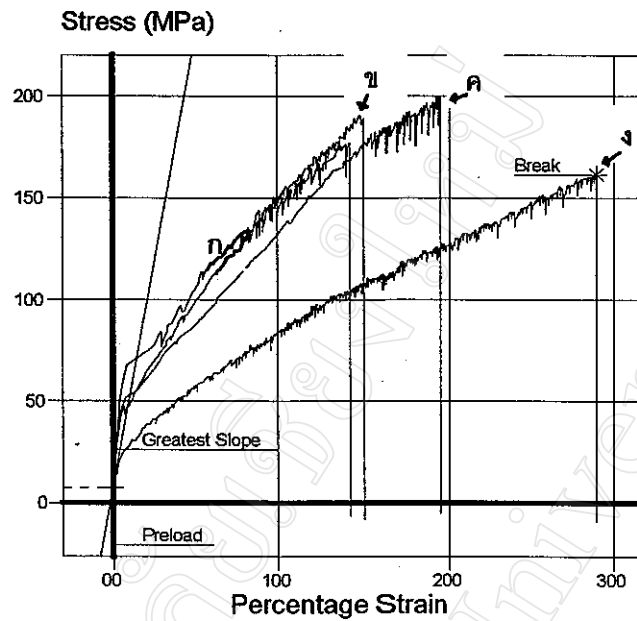
- (ค) นำเส้นใยจากทั้งข้อ (ก) และ (ข) ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ผลการทดลองแสดงในรูป 5.27 และตาราง 5.8
- (ง) ทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยในข้อ (ก) และ (ข) ผลการทดสอบแสดงในรูป 5.26 ตาราง 5.8
- (จ) ตรึงเส้นใยปั่นหลอมที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ดังรูป 5.24 แล้วดึงยืดสลับกับการแอนนิลโดยใช้เวลานานคือ ดึงยืดเส้นใยทุกวันพอตึงมือ (จนเกือบขาด) เป็นเวลา 4 วัน ได้อัตราส่วนการยืดสุดท้ายประมาณ 10 จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC และสมบัติเชิงกล ผลการทดสอบเส้นใยหลังการดึงยืด 1 2 และ 4 วัน แสดงในตาราง 5.9 และรูป 5.28-5.29

ผลการทดลอง

ตาราง 5.8 ผลการศึกษาจาก DSC และสมบัติเชิงกลของเส้นใยที่ดึงยืดหลังการแอนนิล
ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 1 วัน

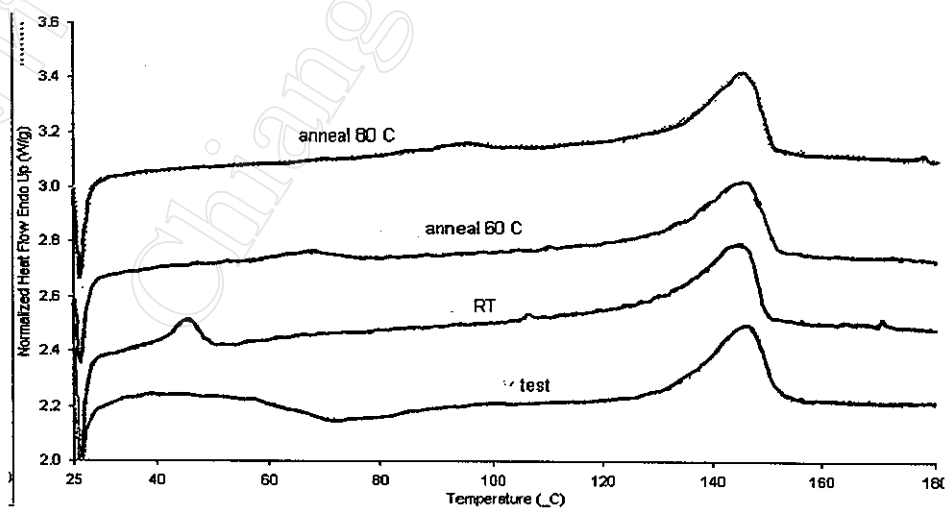
อุณหภูมิของการแอนนิล (°C)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (mm)	T_c (°C)	ΔH_c (J/g)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	Stress at break ⁺ (MPa)	Strain at break ⁺ (%)
-	0.09-0.11	72.3	9.5	146.0	21.29	170-200	100-150
30	0.10-0.11	-	-	144.7	28.55	170-200	120-160
60	0.13	-	-	145.3	29.80	190-200	170-200
80	0.11-0.13	-	-	145.7	26.08	150-170	200-300

หมายเหตุ⁺ ผลการทดสอบมาจากเส้นใย 3-5 ตัวอย่าง



รูป 5.26 Stress-strain curves ของเส้นใยที่ดึงยืดหลังการแอนนีสที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 1 วัน

- (ก) ไม่ผ่านการแอนนีส (ข) ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
(ค) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส (ง) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส



รูป 5.27 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ดึงยืดหลังการแอนนีสที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 1 วัน

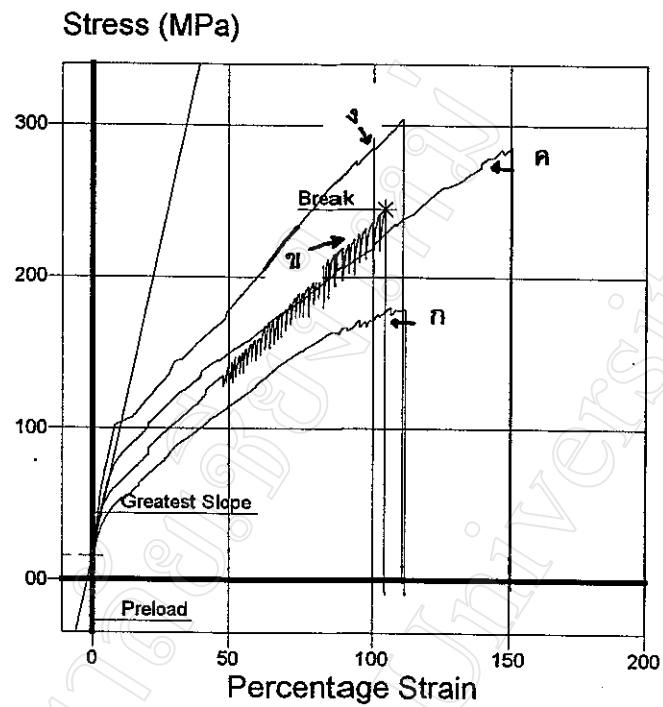
จากการศึกษาผลของการแอนนิลเส้นใยดิงยัด พบว่าเส้นใยที่ไม่ผ่านการแอนนิลเลย หรือนำมาทดสอบทันทีหลังการดิงยัด กับเส้นใยที่ดิงยัดแล้วแต่ถูกทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 1 วัน ให้ผลสมบัติเชิงกลไม่แตกต่างกัน ถึงแม้ว่ามีผลึกเกิดขึ้นเมื่อทิ้งไว้ 1 วัน ที่อุณหภูมิห้องก็ตาม แต่อย่างไรก็ตาม ปริมาณผลึกที่เกิดขึ้นใหม่นี้มีปริมาณไม่มากนัก อาจไม่สามารถให้ผลแตกต่างกันทางสมบัติเชิงกลได้

การแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ได้เส้นใยที่มีสมบัติเชิงกลดีที่สุดคือแข็งแรง ไม่ยืดมาก ขณะที่การแอนนิลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ได้เส้นใยที่ยืดมากเกินไป และไม่แข็งแรง (ดูตาราง 5.8) แสดงว่าอุณหภูมิที่แอนนิล (80 องศาเซลเซียส) นี้สูงเกินไป ซึ่งอาจไปทำลายผลึกที่บางกว่า เพื่อเกิดผลึกที่หนากว่าที่อุณหภูมิของการแอนนิล แต่เวลาอาจไม่เพียงพอในการเกิดผลึกที่หนากว่านี้ จึงทำให้เส้นใยไม่แข็งแรงเพียงพอ [40] ดังนั้นการทดลองต่อไป จึงดิงยัดเส้นใยสลับกับการแอนนิลโดยใช้เวลานานๆ ดังอธิบายไว้ในข้อ (จ)

ตาราง 5.9 ผลการศึกษาจาก DSC และสมบัติเชิงกลของเส้นใยที่ดิงยัดสลับกับการแอนนิล ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลาต่างๆ กัน

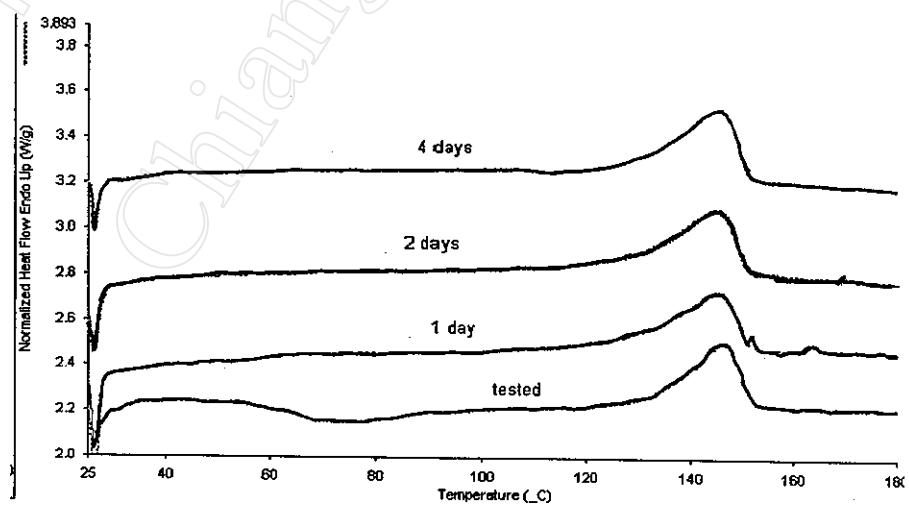
ระยะเวลาของการแอนนิล	T _c (°C)	ΔH _c (J/g)	T _m (°C)	ΔH _m (J/g)	Stress at break ⁺ (MPa)	Strain at break ⁺ (%)
-	72.3	9.5	146.00	21.29	170-200	100-150
1 วัน	-	-	144.70	29.47	200-230	70-115
2 วัน	-	-	145.00	26.38	220-280	120-150
4 วัน	-	-	145.00	26.48	280-305	100-120

หมายเหตุ ⁺ ผลการทดสอบมาจากเส้นใย 3-5 ตัวอย่าง เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย 0.08-0.11 มิลลิเมตร



รูป 5.28 Stress-strain curves ของเส้นใยที่ดัดยัดสลับกับการแอนนัลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ กัน

- (ก) ไม่ผ่านการแอนนัล (ข) เวลา 1 วัน
(ค) เวลา 2 วัน (ง) เวลา 4 วัน



รูป 5.29 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่ดัดยัดสลับกับการแอนนัลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่างๆ กัน

จากผลการทดลองการดึงยืดสลับกับการแอนนิลเส้นใยที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส พบว่าเส้นใยมีความแข็งแรงขึ้นเรื่อยๆ ค่า stress at break สูงขึ้นจาก 170 ถึง 305 MPa และระยะยืดก่อนขาด ก็มีค่าลดลง ทั้งๆ ที่ผลของ DSC ไม่แตกต่างกันมากนัก แสดงว่าผลึกที่เกิดขึ้นมีการเรียงตัวได้ดีขึ้นเรื่อยๆ แต่ต้องใช้เวลา ผลการทดลองนี้ อาจลดขั้นตอนและเวลาลงด้วยการดึงยืดเส้นใยด้วยอัตราการดึงยืดช้ามากๆ และขณะเดียวกันเส้นใยก็เสมือนถูกแอนนิลไปด้วยในตัว คือการใช้ตุ้มน้ำหนักที่เหมาะสมห้อยไว้ที่ปลายข้างหนึ่งของเส้นใยที่พาดบนแท่นความร้อน เพื่อดึงยืดเส้นใยอย่างช้าๆ ตลอดเวลา ทั้งไว้เป็นเวลานานๆ ดังการทดลองในหัวข้อต่อไป

5.2.2.6 ศึกษากระบวนการแอนนิลพร้อมกับการดึงยืดโดยการถ่วงน้ำหนัก

จากผลการทดลองข้างต้นอาจสรุปได้ว่า การแอนนิลต้องใช้เวลาเพียงพอและอุณหภูมิต้องเหมาะสม [42] ขณะเดียวกันการดึงยืดควรทำอย่างช้าๆ เพื่อให้เวลาจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุล ดังนั้นการทดลองต่อไปนี้จะใช้ตุ้มน้ำหนักที่เหมาะสมมาถ่วง เพื่อก่อให้เกิดการดึงยืดเส้นใยอย่างช้าๆ บนแท่นความร้อนเพื่อแอนนิลในขณะเดียวกันการทำเช่นนี้จะทำให้เกิดผลึกภายใต้แรงดึงด้วย

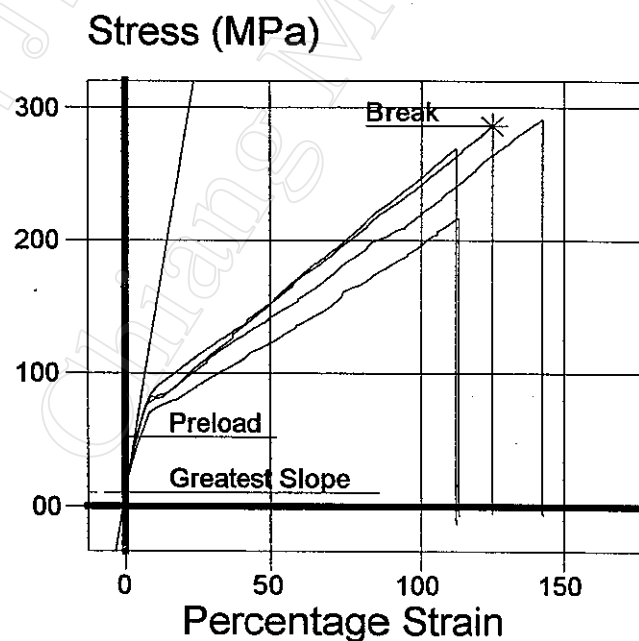
วิธีการทดลอง

- (ก) นำเส้นใยปั่นหลอมมาดึงด้วยมือ ด้วยอัตราการดึงยืด 800% ต่อนาที จนมีอัตราส่วนการยืด ประมาณ 5-6
- (ข) จัดอุปกรณ์ดังรูป 5.24 โดยที่ด้านหนึ่งผูกเส้นใยติดกับ A และอีกด้านหนึ่งก็ถ่วงน้ำหนัก 30 กรัมไว้ ให้อุณหภูมิของแท่นความร้อนเท่ากับ 60 องศาเซลเซียส ทั้งไว้ 1 คืน เส้นใยมีอัตราส่วนการยืดประมาณ 8-9
- (ค) นำเส้นใยในข้อ (ข) ไปทดสอบสมบัติทางความร้อน ด้วยเทคนิค DSC ผลการทดลองแสดงในรูป 5.31
- (ง) นำเส้นใยในข้อ (ข) ไปทดสอบสมบัติเชิงกล ผลการทดสอบแสดงในตาราง 5.14 และรูป 5.30

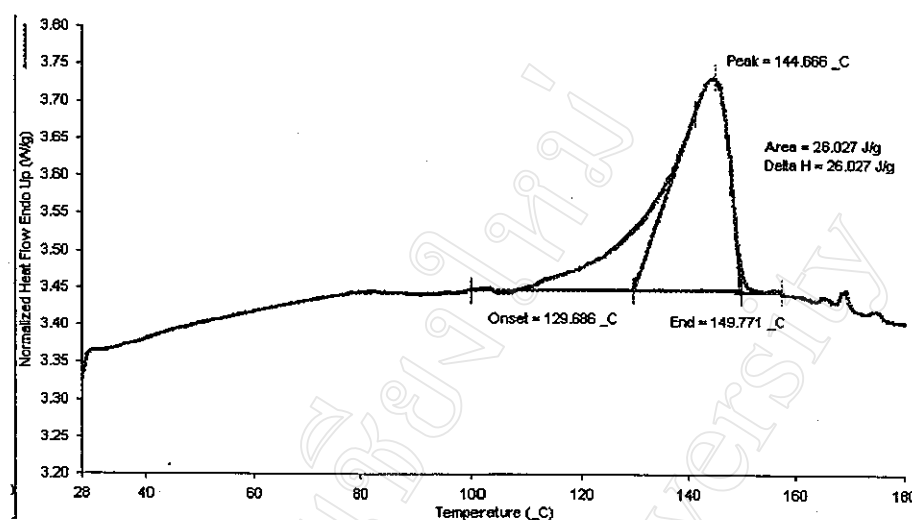
ผลการทดลอง

ตาราง 5.10 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยที่แอนนิลและถ่วงน้ำหนักที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 1 คืน

ตัวอย่างเส้นใย	เส้นผ่านศูนย์กลาง กลาง (mm)	Stress at break (MPa)	Strain at break (%)
1	0.12	216.57	112.98
2	0.11	268.60	112.32
3	0.12	290.81	142.59
4	0.11	285.88	124.94
เฉลี่ย	0.115	265.46	123.21



รูป 5.30 Stress-strain curves ของเส้นใยที่แอนนิลและถ่วงน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 คืน



รูป 5.31 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยที่แอนนิลและถ่วงน้ำหนักที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน

จากเทอร์โมแกรม DSC เส้นใยที่แอนนิลภายใต้การถ่วงน้ำหนัก มี T_m เท่ากับ 144.66 องศาเซลเซียส และ ΔH_m เท่ากับ 26.03 J/g ซึ่งผลนี้ไม่แตกต่างจากการดัดสลับกับการแอนนิล (ดูตาราง 5.9) ผลจากการทดสอบสมบัติเชิงกลก็เช่นกัน เส้นใยมีความแข็งแรงในระดับเดียวกัน (เปรียบเทียบผลในตาราง 5.9 และ 5.10) แต่วิธีนี้ง่าย สะดวก ใช้เวลาสั้นกว่า (1 คืนเท่านั้น) ซึ่งน่าจะเป็นวิธีที่นำไปใช้งานในลักษณะงานประจำได้ดีกว่า

5.2.3 การศึกษาการสลายตัวของชีวภาพภายนอกร่างกายของเส้นใย

การนำเส้นใยสังเคราะห์ไปใช้ทำเป็นไหมเย็บแผลชนิดละลายได้ จำเป็นต้องทดสอบสมบัติต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการสลายตัวของเส้นใยก่อนนำไปใช้งานจริง เช่นเส้นใยจะมีความแข็งแรงเพียงพอที่จะยึดให้แผลติดกันจนกว่าแผลจะหายสนิทหรือไม่ และสลายตัวหมดจนได้ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการสลายตัวที่ไม่เป็นพิษต่อร่างกาย และสามารถขับถ่ายออกจากร่างกายได้ในที่สุด งานวิจัยนี้จึงต้องศึกษาการสลายตัวของชีวภาพภายนอกร่างกายโดยการแช่เส้นใยในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิร่างกาย (37 องศาเซลเซียส) เพื่อทดสอบสมบัติเชิงกลและหาน้ำหนักที่หายไปของเส้นใยเทียบกับเวลา แต่เนื่องจากการสลายตัวใช้เวลานาน จึงทำการศึกษาการสลายตัวที่อุณหภูมิสูง [43] ซึ่งเป็นการเร่งการสลายตัวเพื่อศึกษาผลในระยะเวลาที่สั้นลง ดังรายละเอียดต่อไปนี้

วิธีการทดลอง

- (ก) ออบอุปกรณ์เครื่องแก้วทุกชนิดที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ก่อนใช้ทดลองด้วยหม้อนึ่งไอน้ำมาเชื้อ (Autoclave) เป็นเวลา 30 นาที
- (ข) เตรียมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 7.4 ซึ่งเตรียมโดยละลาย Na_2HPO_4 หนัก 17.2481 กรัม และ $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ หนัก 12.2468 กรัม ในน้ำกลั่น 1000 ml และปรับ pH ด้วยสารละลาย 2 M NaOH
- (ค) นำเส้นใยที่เตรียมได้จากหัวข้อ 5.2.2.4 ตัดให้ยาวเส้นละประมาณ 60 เซนติเมตร แต่ละเส้นนำไปชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด แล้วนำมาแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ที่เตรียมไว้ในข้อ (ข) ที่อุณหภูมิ 37, 50, 60 และ 70 องศาเซลเซียส ในตู้ควบคุมอุณหภูมิ (Incubator) เป็นเวลา 8 สัปดาห์ (ยกเว้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส พบว่าใช้เวลาเพียง 12 วันเท่านั้น เพราะเส้นใยสลายตัวเร็วมาก)
- (ง) นำเส้นใยที่แช่ในสารละลายบัฟเฟอร์หลังจากเวลา 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 สัปดาห์ออกมาศึกษาน้ำหนักที่หายไป โดยการกรองด้วย sintered glass filter เบอร์ 4 อบในตู้สุญญากาศ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง นำออกมาชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดอย่างน้อย 3 ครั้ง จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ พร้อมกับวัด pH ที่เปลี่ยนไปของสารละลายบัฟเฟอร์ทุกสัปดาห์ ผลการทดลองแสดงใน ตาราง 5.11-5.14

- (จ) นำเส้นใยจากข้อ (ง) มาศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 100 เท่า ทุกสัปดาห์ ผลการทดลองอธิบายในหัวข้อ 5.2.3.1
- (ฉ) นำเส้นใยจากข้อ (ง) มาทดสอบสมบัติเชิงกล ผลการทดสอบแสดงในรูป 5.36 และ 5.39 ตาราง 5.11-5.12 (ทดสอบได้เฉพาะอุณหภูมิ 37 และ 50 องศาเซลเซียส)
- (ช) นำเส้นใยจากข้อ (ง) มาศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ผลการทดสอบแสดงในรูป 5.37 และ 5.40 ตาราง 5.11-5.12

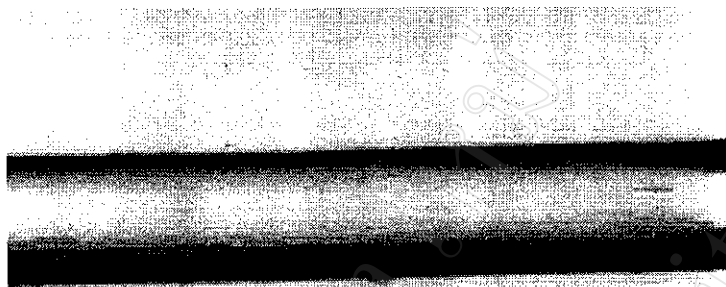
ผลการทดลอง

5.2.3.1 ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพของเส้นใยหลังจากการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิต่างๆ

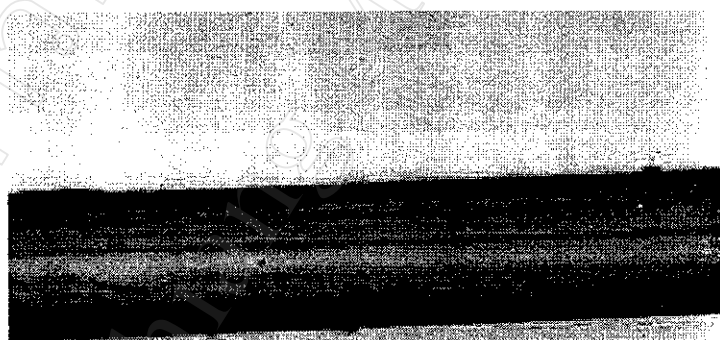
จากการศึกษาลักษณะทางกายภาพของเส้นใยหลังจากการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยกล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 100 เท่า ได้ผลดังนี้

- (ก) ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส ลักษณะภายนอกของเส้นใยไม่มีการเปลี่ยนแปลงตลอดระยะเวลา 6 สัปดาห์ สัปดาห์ที่ 7 และ 8 ผิวภายนอกเริ่มขุ่นและขาว
- (ข) ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ลักษณะผิวภายนอกของเส้นใยเริ่มขุ่นขาวตั้งแต่สัปดาห์แรกและมากขึ้นเรื่อยๆ จนสัปดาห์ที่ 3 เริ่มแตกออกเป็นท่อนๆ
- (ค) ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เริ่มสูญเสียสภาพผิวภายนอกตั้งแต่สัปดาห์แรก และเส้นใยจะเริ่มขาดเป็นท่อนๆ ตั้งแต่สัปดาห์ที่ 2 เป็นต้นไป
- (ง) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส สภาพผิวภายนอกของเส้นใยเริ่มสูญเสีย ตั้งแต่วันที่ 4 และเส้นใยขาดเป็นท่อนๆ ตั้งแต่สัปดาห์แรกเป็นต้นไป

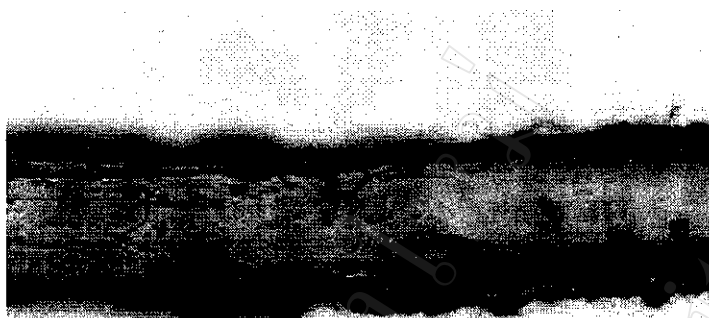
รูป 5.32-5.35 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 เป็นเวลา 1 สัปดาห์ ที่อุณหภูมิ 37, 50, 60 และ 70 องศาเซลเซียส ตามลำดับ



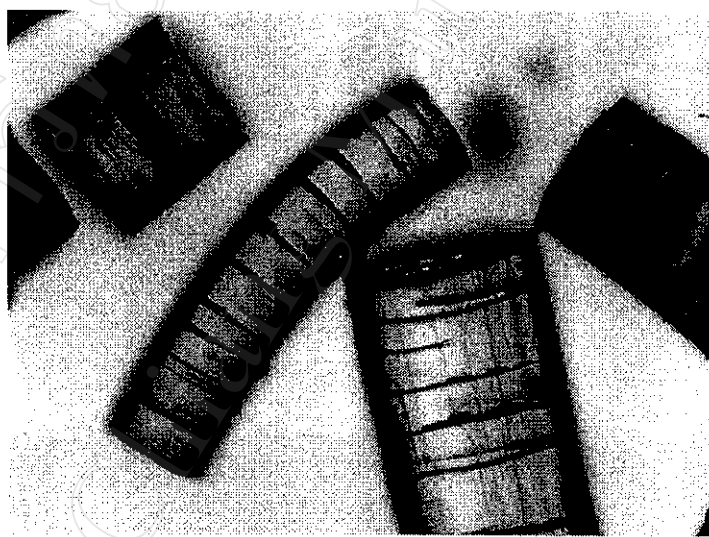
รูป 5.32 ลักษณะของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 สัปดาห์ (กำลังขยาย 100 เท่า)



รูป 5.33 ลักษณะของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 สัปดาห์ (กำลังขยาย 100 เท่า)



รูป 5.34 ลักษณะของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 สัปดาห์ (กำลังขยาย 100 เท่า)



รูป 5.35 ลักษณะของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 สัปดาห์ (กำลังขยาย 100 เท่า)

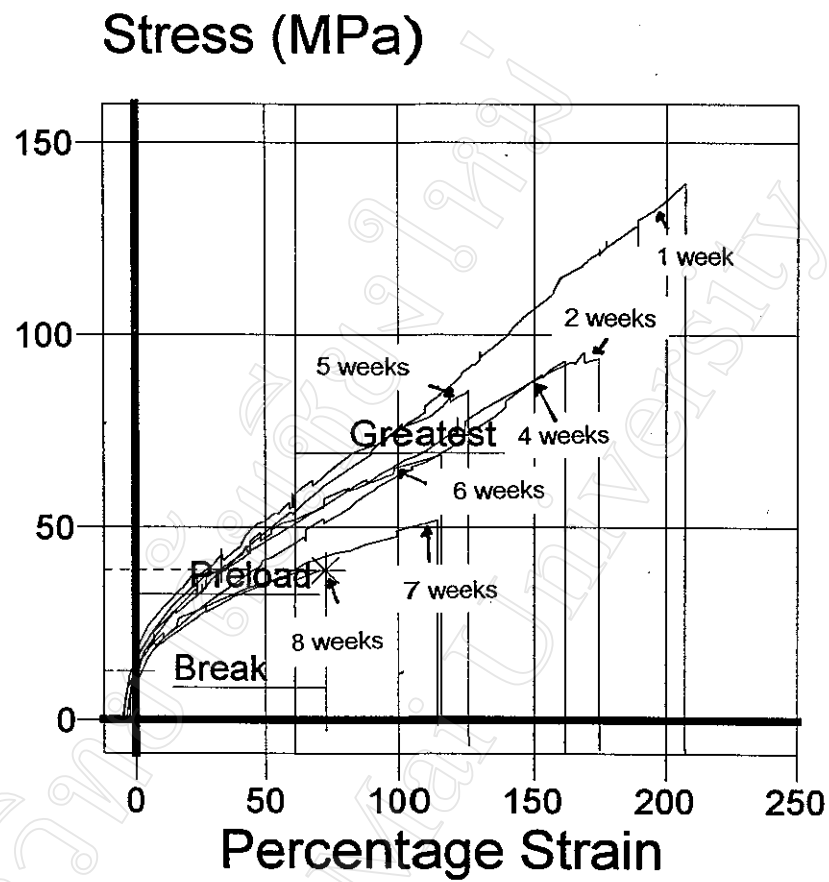
5.2.3.2 ผลการทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพภายนอกร่างกายของเส้นใยที่อุณหภูมิ ต่างๆ

(ก) อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส

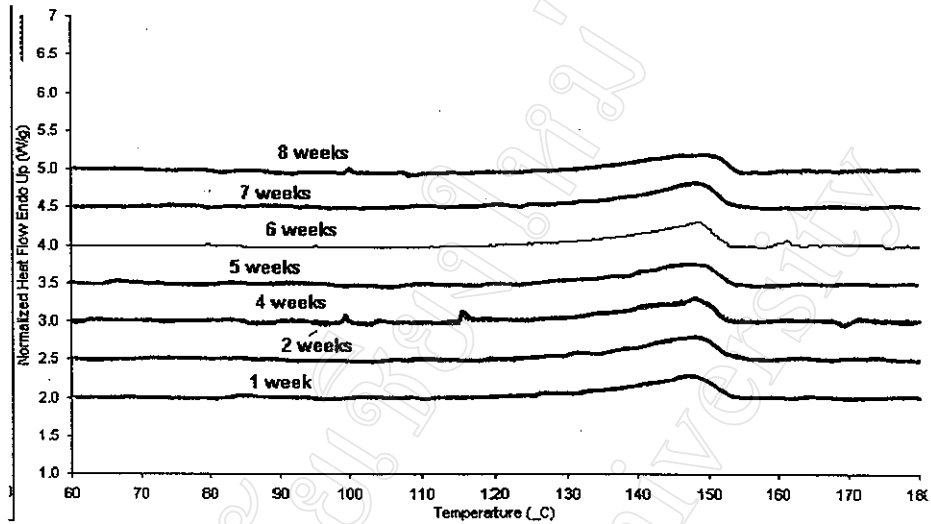
ตาราง 5.11 ผลการทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพภายนอกร่างกายของเส้นใยที่อุณหภูมิ 37
องศาเซลเซียส

เวลา (week)	σ_B (MPa)	ϵ_B (%)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	น้ำหนักที่ หายไป (%)	pH
1	139.35	207.19	149.0	27.5	0.00	7.37
2	93.07	161.81	147.67	26.36	0.00	7.33
4	91.87	154.56	148.33	22.45	0.00	7.34
5	85.53	125.37	147.67	23.64	0.00	7.35
6	68.71	114.87	148.33	25.10	0.00	7.26
7	51.76	113.36	148.67	26.38	0.00	7.25
8	38.76	72.93	147.33	22.38	0.00	7.25

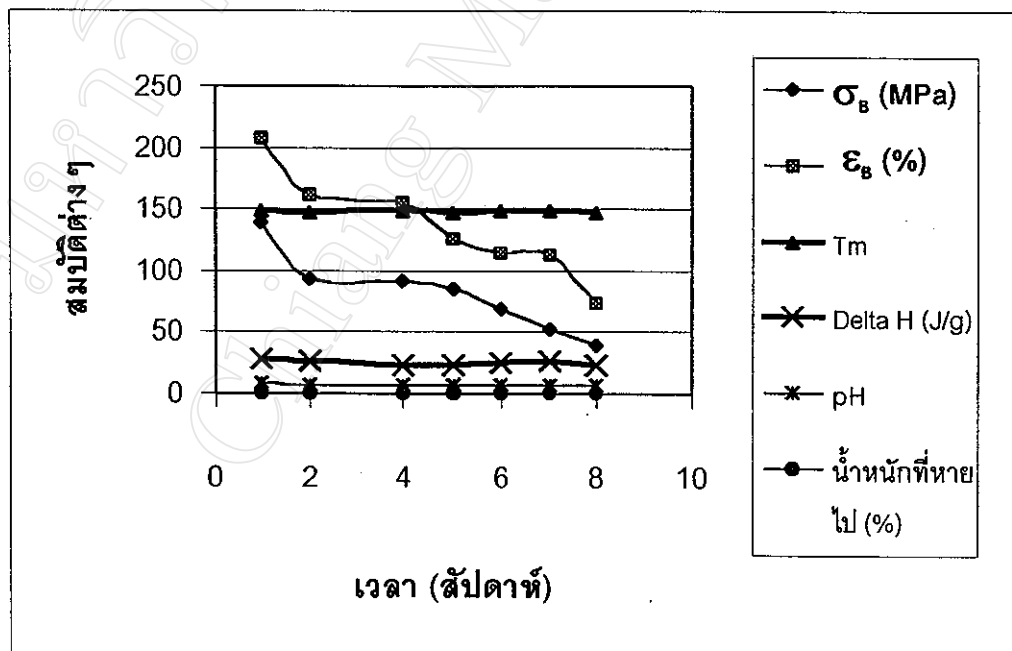
หมายเหตุ เส้นใยก่อนการทดสอบมีค่า $\sigma_B = 197$ MPa



รูป 5.36 Stress-strain curves ของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่ อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส



รูป 5.37 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส

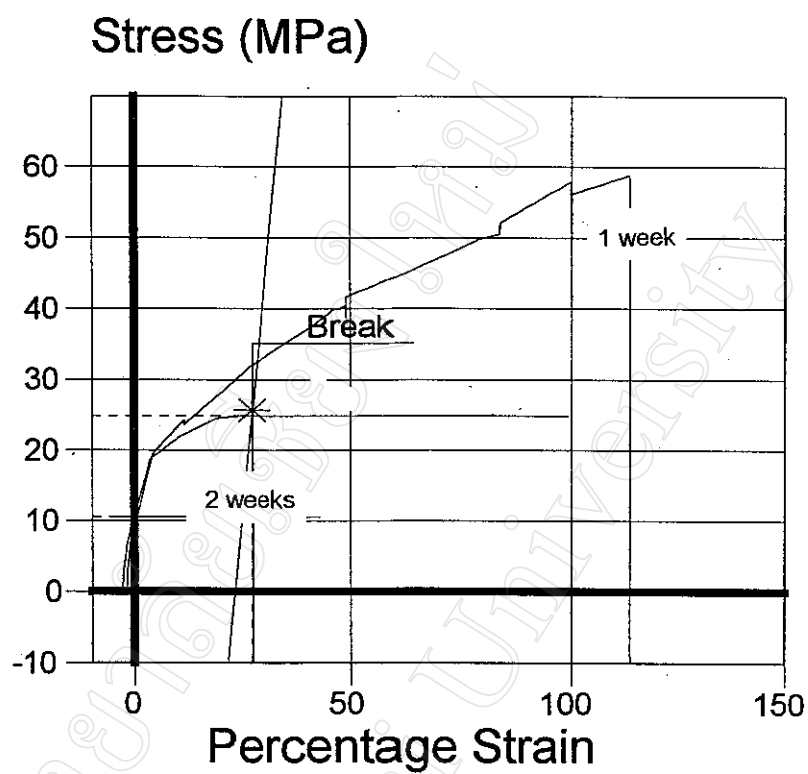


รูป 5.38 ผลการทดสอบเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส

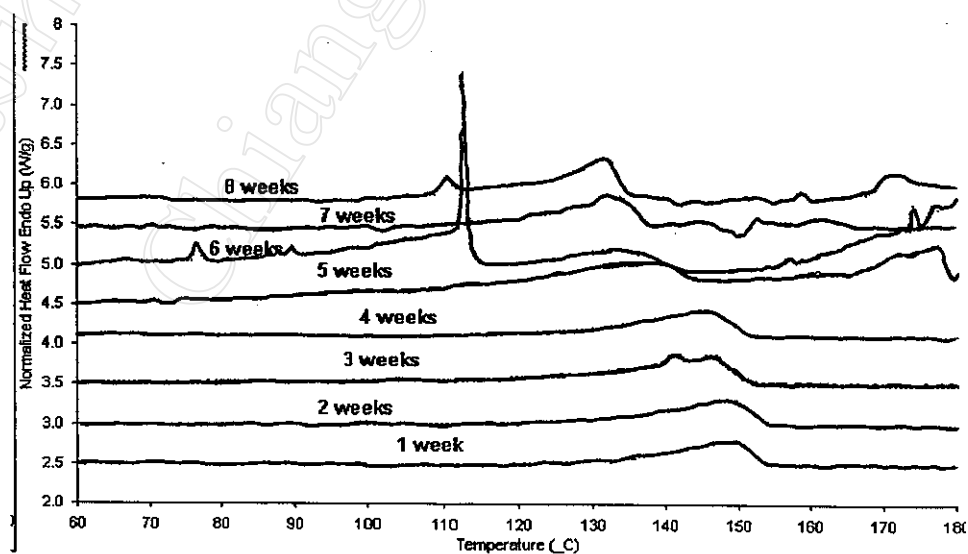
(ข) อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

ตาราง 5.12 ผลการทดสอบการสลายตัวของชีวภาพภายนอกร่างกายของเส้นใยที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

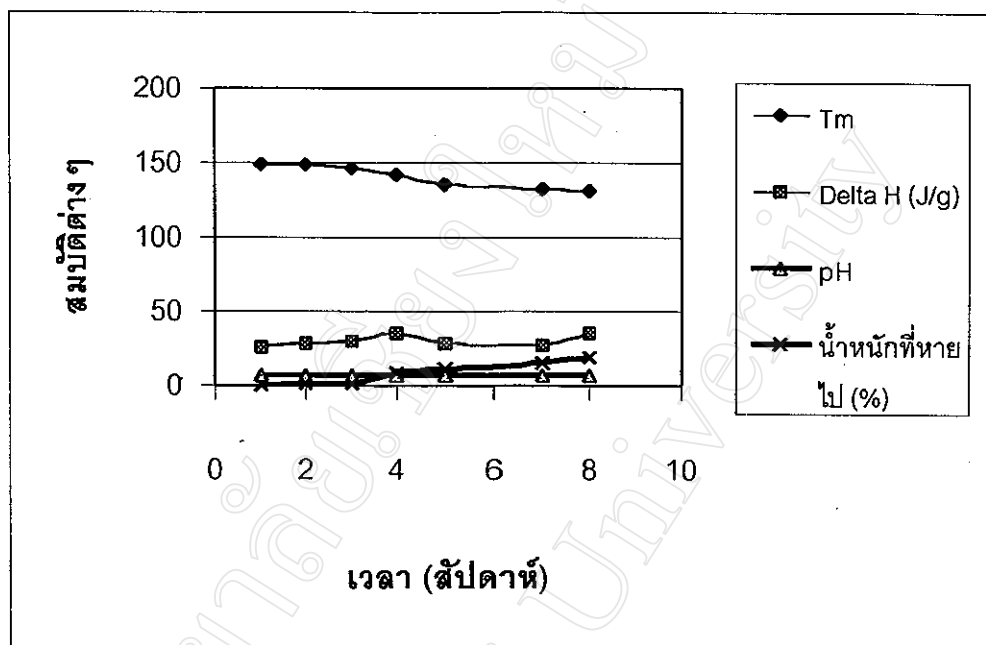
เวลา (week)	σ_B (MPa)	ϵ_B (%)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	น้ำหนักที่ หายไป (%)	pH
1	58.85	113.64	148.67	26.09	0.00	7.37
2	25.67	27.77	148.67	27.89	1.15	7.32
3	-	-	145.67	29.91	1.91	7.33
4	-	-	141.33	34.91	8.04	7.27
5	-	-	135.00	28.84	10.33	7.20
6	-	-	-	-	13.10	7.20
7	-	-	-	-	14.77	7.20
8	-	-	-	-	19.28	7.20



รูป 5.39 Stress-strain curves ของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส



รูป 5.40 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

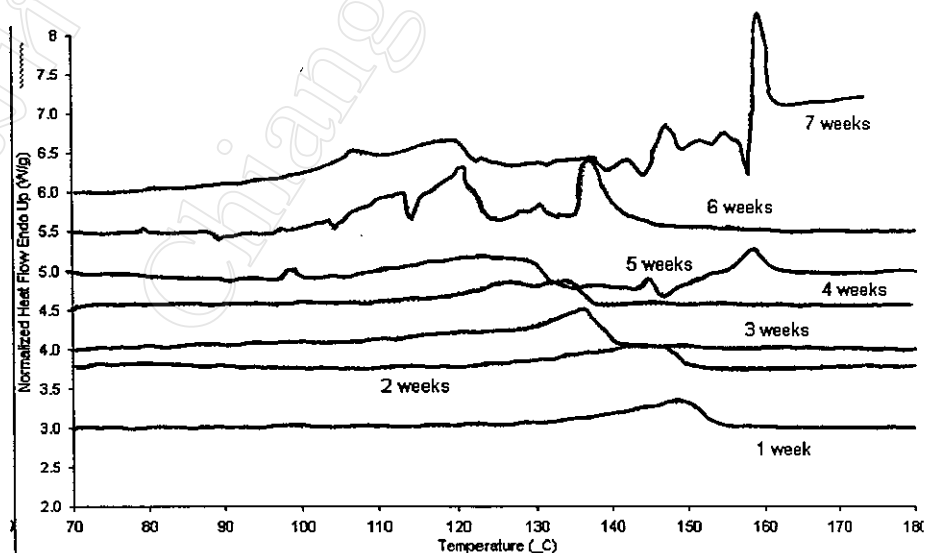


รูป 5.41 ผลการทดสอบเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

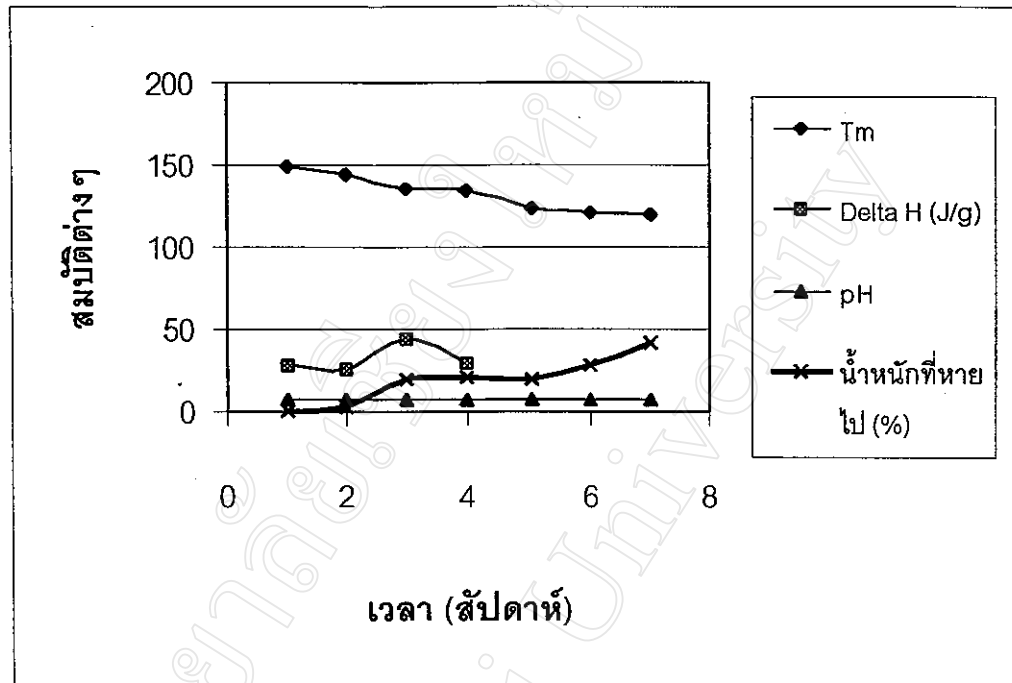
(ค) อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

ตาราง 5.13 ผลการทดสอบเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

เวลา (สัปดาห์)	σ_B (MPa)	ϵ_B (%)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	น้ำหนักที่ หายไป (%)	pH
1	-	-	149.0	27.53	0.00	7.37
2	-	-	144.33	26.16	2.5	7.30
3	-	-	135.67	43.70	19.42	7.27
4	-	-	134.00	28.83	20.19	7.23
5	-	-	-	-	20.00	7.19
6	-	-	-	-	28.43	7.18
7	-	-	-	-	41.82	7.14



รูป 5.42 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

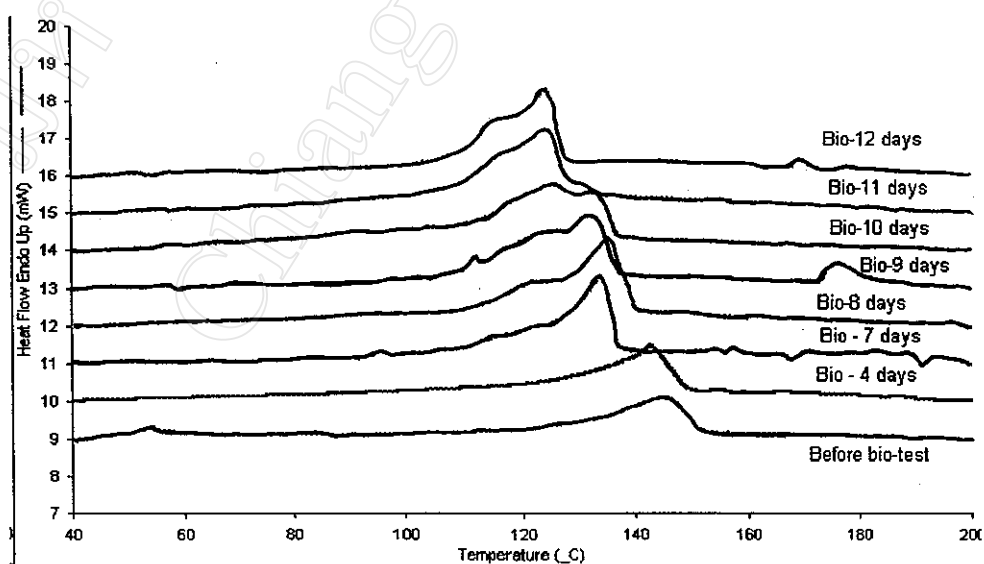


รูป 5.43 ผลการทดสอบเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

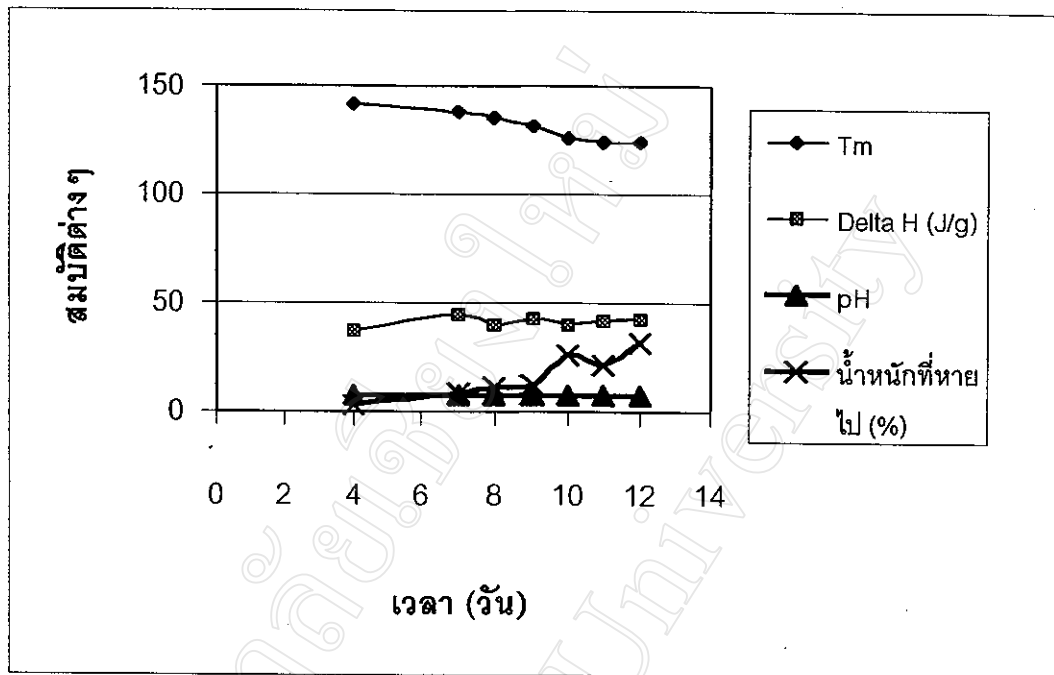
(ง) อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส

ตาราง 5.14 ผลการทดสอบเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส

เวลา (วัน)	σ_B (MPa)	ϵ_B (%)	T_m (°C)	ΔH_m (J/g)	น้ำหนักที่ หายไป (%)	pH
4	-	-	142.00	37.35	2.7	7.4
7	-	-	138.33	44.89	8.16	7.4
8	-	-	135.33	39.55	10.72	7.4
9	-	-	131.67	42.34	11.82	7.39
10	-	-	125.67	40.00	26.05	7.36
11	-	-	124.33	41.27	21.28	7.35
12	-	-	124.00	42.97	31.45	7.33



รูป 5.44 DSC เทอร์โมแกรมของเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส



รูป 5.45 ผลการทดสอบเส้นใยหลังการแช่ในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส

ผลทดสอบการสลายตัวของเส้นใยในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7.4 พบว่าเส้นใยสูญเสียความแข็งแรงอย่างรวดเร็ว กล่าวคือลดลง 50% ภายใน 4 สัปดาห์ ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส และลดลงอย่างรวดเร็วมากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ขณะที่ลักษณะเฉพาะอื่นๆ เช่น T_m และ ΔH_m น้ำหนักรวมและ pH ของสารละลายค่อนข้างคงที่จนถึง 8 สัปดาห์ ที่ 37 องศาเซลเซียส (ดูรูป 5.38) แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น สมบัติเหล่านี้เริ่มเปลี่ยนแปลง กล่าวคือ T_m มีค่าลดลง ขณะเดียวกัน ΔH_m ไม่สามารถวัดค่าได้เพราะเส้นใยสลายตัว ดังปรากฏใน DSC เทอร์โมแกรม (ดูรูป 5.40 และ 5.42) ในที่สุดน้ำหนักรวมมีค่าลดลง ในขณะที่ pH ก็มีค่าลดลงด้วยเช่นกัน (การสลายตัวของเส้นใยที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสให้ผลทำนองเดียวกัน แต่ใช้เวลานานกว่ามาก การทดลองจึงสามารถทำได้เพียงในสัปดาห์แรกเท่านั้น)

จากลักษณะทางกายภาพอาจชี้ให้เห็นว่าการสูญเสียสมบัติเชิงกล เกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่ผิวก่อน โดยกระบวนการไฮโดรไลซิสซึ่งก่อให้เกิดความเครียดที่ผิวจนนำไปสู่การแตกร้าวลึกเข้าไปในเส้นใย (ดูรูป 5.35) นำไปสู่การลดขนาดของโมเลกุล (การหาน้ำหนักโมเลกุลสามารถใช้เป็นหลักฐานเสริมคำกล่าวนี้) ดังนั้นโครงสร้างพื้นฐานจึงถูกเปลี่ยนไป มีผลทำให้ความแข็งแรงลดลงอย่างเห็นได้ชัดเจนในระยะแรก

สิ่งที่เปลี่ยนแปลงต่อมาคือ ค่า T_m การลดลงของ T_m ชี้ให้เห็นว่าผลึกที่มีอยู่ได้เปลี่ยนแปลงขนาดหรือความหนา ซึ่งอาจเกิดขึ้นได้เมื่อพอลิเมอร์ทั้งผลึกถูกทิ้งไว้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าที่ผลึกนั้นๆ สามารถอยู่ได้ จึงเกิดการเปลี่ยนแปลง [40] จนได้โครงสร้างผลึกใหม่ที่เสถียรที่อุณหภูมิลดลงนั้นๆ ขณะเดียวกัน ΔH_m เปลี่ยนแปลงแต่ไม่สามารถวัดค่าได้ เนื่องจากเส้นใยสลายตัว

สุดท้ายสิ่งที่เปลี่ยนแปลงคือ น้ำหนักรวมพร้อมๆ กับ pH ของสารละลายมีค่าลดต่ำลง ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า เมื่อเกิดไฮโดรไลซิสจะได้โมเลกุลเล็กที่สามารถละลายออกไปในสารละลายแล้วให้ฤทธิ์เป็นกรด (ดังปฏิกิริยาการสลายตัวในหัวข้อ 2.5) โมเลกุลเล็กๆ เหล่านี้จะละลายเข้าสู่ระบบขับถ่ายและถูกกำจัดออกจากร่างกายต่อไป