

บทที่ 2

การศึกษาสมบัติทางกายภาพของผืนผ้าไหม

2.1 ขอบเขตการวิจัย

- ใช้ผ้าไหมทอหลายหนึ่ง ทอด้วยเส้นไหมสายพันธุ์นางน้อย
- เตรียมผืนผ้าไหมใน 2 รูปแบบคือ ผืนผ้าไหมที่ไม่ผ่านการดัดแปรพื้นผิว และผืนผ้าไหมที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน (silane coupling agent)
- ทดสอบสมบัติทางกายภาพของผืนผ้าไหมที่ใช้ในการขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบอีพอกซีเสริมแรงด้วยผืนผ้าไหมดังนี้ ความทนต่อแรงดึง สมบัติทางความร้อน หมูฟิงก์ชั้นทางเคมี และสัณฐานวิทยา

2.2 การทดลอง

2.2.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- ผืนผ้าไหมทอ (silk fabric, SF) แบบหลายหนึ่ง (plain weaving) สายพันธุ์นางน้อย จากกลุ่มแม่บ้านทอผ้า อ. สัมปอญ จ. ศรีสะเกษ
- 3-ามิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (3-aminopropyltriethoxysilane, APTES) (A1100) จากบริษัท Italmar (Thailand) Co., Ltd.
- กรดอะซิติก (acetic acid) analytical grade จากบริษัท Sigma-Aldrich Pte., Ltd.

2.2.2 การเตรียมผืนผ้าไหมแบบไม่ผ่านการแปร (Untreated – Silk Fabric, UT-SF)

- อบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2.2.3 การเตรียมผืนผ้าไหมที่ดัดแปรด้วยสารคู่ควบไซเลน (Silane - Treated Silk Fabric, ST-SF)

- เตรียมสารละลาย 3-ามิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ปรับค่า pH ของสารละลายเป็น 3.5 โดยใช้สารละลายกรดอะซิติกเจือจาง
- ดัดแปรผืนผ้าไหมที่ได้จาก หัวข้อ 2.2.2 ที่ผ่านการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยแช่ผืนผ้าไหมในสารละลายไซเลนที่เตรียมไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้ปริมาณเส้นไหม 1 กรัม ต่อสารละลายไซเลน 10 มิลลิลิตร หลังจากนั้นนำผืนผ้าไหมออกมาล้างด้วยน้ำกลั่น 2-3 ครั้ง แล้วนำผืนผ้าไหมไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2.2.4 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของผืนผ้าไหม

2.2.4.1 การทดสอบความทนต่อแรงดึง (Tensile Test)

ทดสอบความทนต่อแรงดึงด้วยเครื่อง universal testing machine (Lloyds LR-5K) Load cell 5 kN ใช้มาตรฐานการทดสอบ ASTM D5034 ภายใต้ gauge length 7.5 เซนติเมตร และอัตราเร็วในการดึง 300 มิลลิเมตรต่อนาที ทำการทดสอบทั้งในแนวเส้นพุ่ง (weft direction) และเส้นยืน (warp direction) ของผืนผ้าไหมแบบ UT-SF และ ST-SF

2.2.4.2 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

ทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยวิเคราะห์พลังงานภายใต้ความร้อน ด้วยเครื่อง differential scanning calorimeter (Perkin Elmer DSC7) โดยให้ความร้อนแก่ตัวอย่างด้วยอัตราเร็วคงที่ 20 องศาต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 250 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบผืนผ้าไหมทั้งแบบ UT-SF และ ST-SF

ทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน ด้วยเครื่อง thermogravimetric analyzer (TA Instruments SDT 2960) โดยให้ความร้อนแก่ตัวอย่างด้วยอัตราเร็วคงที่ 20 องศาต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 800 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบผืนผ้าไหมแบบ UT-SF และ ST-SF

2.2.4.3 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันเคมี (Chemical Functional Group)

ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันเคมีด้วยเครื่อง ATR Fourier transform Infrared spectrometer (FTIR Bruker Tenser 27) ทดสอบผืนผ้าไหมแบบ UT-SF และ ST-SF ในช่วงเลขคลื่น (wave number) $4000-800\text{ cm}^{-1}$ Resolution 4 cm^{-1} และ scan no. 62

2.2.4.4 การวิเคราะห์ปริมาณซิลิกาของผืนผ้าไหม

วิเคราะห์หาปริมาณซิลิกาจากเถ้าที่ได้จากการเผาผืนผ้าไหมแบบ UT-SF และ ST-SF ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer (Philips, PW2400 K_{α} radiation) ภายใต้ accelerating voltage 80-100 kV และ กระแส 24-30 mA

2.2.4.5 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเส้นไหมด้วยเครื่อง scanning electron microscope (Jeol JSM 6400) ที่ 10 kV โดยศึกษาพื้นผิวของเส้นไหมของผืนผ้าไหมแบบ UT-SF และ ST-SF ชั้นทดสอบถูกเคลือบด้วยทองเพื่อหลีกเลี่ยงการ charge ของอิเล็กตรอน และเพิ่ม contrast

2.3 ผลการทดสอบสมบัติทางกายภาพของผืนผ้าไหม

2.3.1 ความทนต่อแรงดึงของผืนผ้าไหม

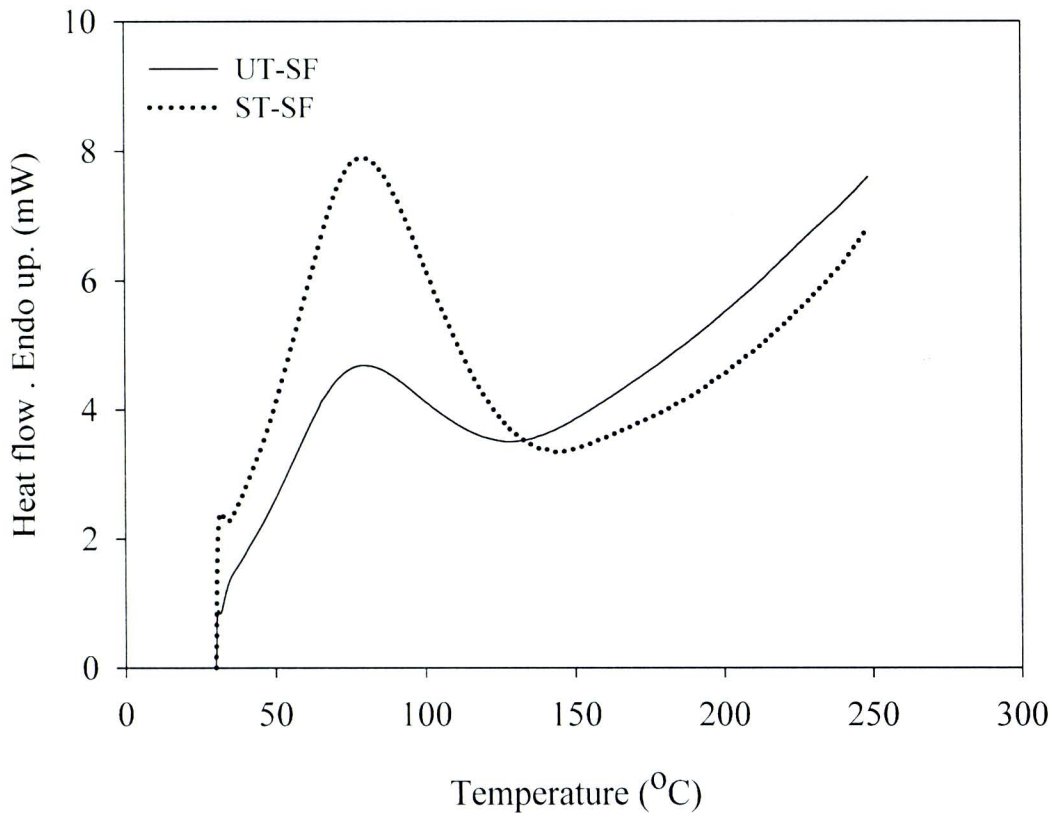
ผืนผ้าไหมมีการทอแบบลายหนึ่ง (plain weaving) มีจำนวนเส้นด้ายเฉลี่ยในแนวเส้นยืน (warp direction) 177 เส้นต่อ 10 เซนติเมตร และในแนวเส้นพุ่ง (weft direction) 201 เส้นต่อ 10 เซนติเมตร ค่าความทนต่อแรงดึงในแนวเส้นยืนและเส้นพุ่งของผืนผ้าไหม คือ 537 และ 555 นิวตันตามลำดับ และผืนผ้าไหมที่ไม่ผ่านการดัดแปร (UT-SF) มีความทนต่อแรงดึง (tensile strength) การยืดตัวก่อนขาด (elongation at break) ต่ำกว่าผืนผ้าไหมที่ผ่านการดัดแปรพื้นผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน (ST-SF) ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติความทนต่อแรงดึงและการยืดตัวก่อนขาดของผืนผ้าไหมแบบ ST-SF และ UT-SF

ทิศทางการทดสอบ	ผืนผ้าไหม UT-SF		ผืนผ้าไหม ST-SF	
	ความทนต่อแรงดึง (N)	การยืดตัวก่อนขาด (%)	ความทนต่อแรงดึง (N)	การยืดตัวก่อนขาด (%)
เส้นยืน: 177 ends/10 cm	537.00± 0.95	15.22±0.57	813.41±97.40	33.80±45.06
เส้นพุ่ง: 201picks/10cm	555.00± 1.26	16.08±0.86	827.87±116.62	45.05±1.70

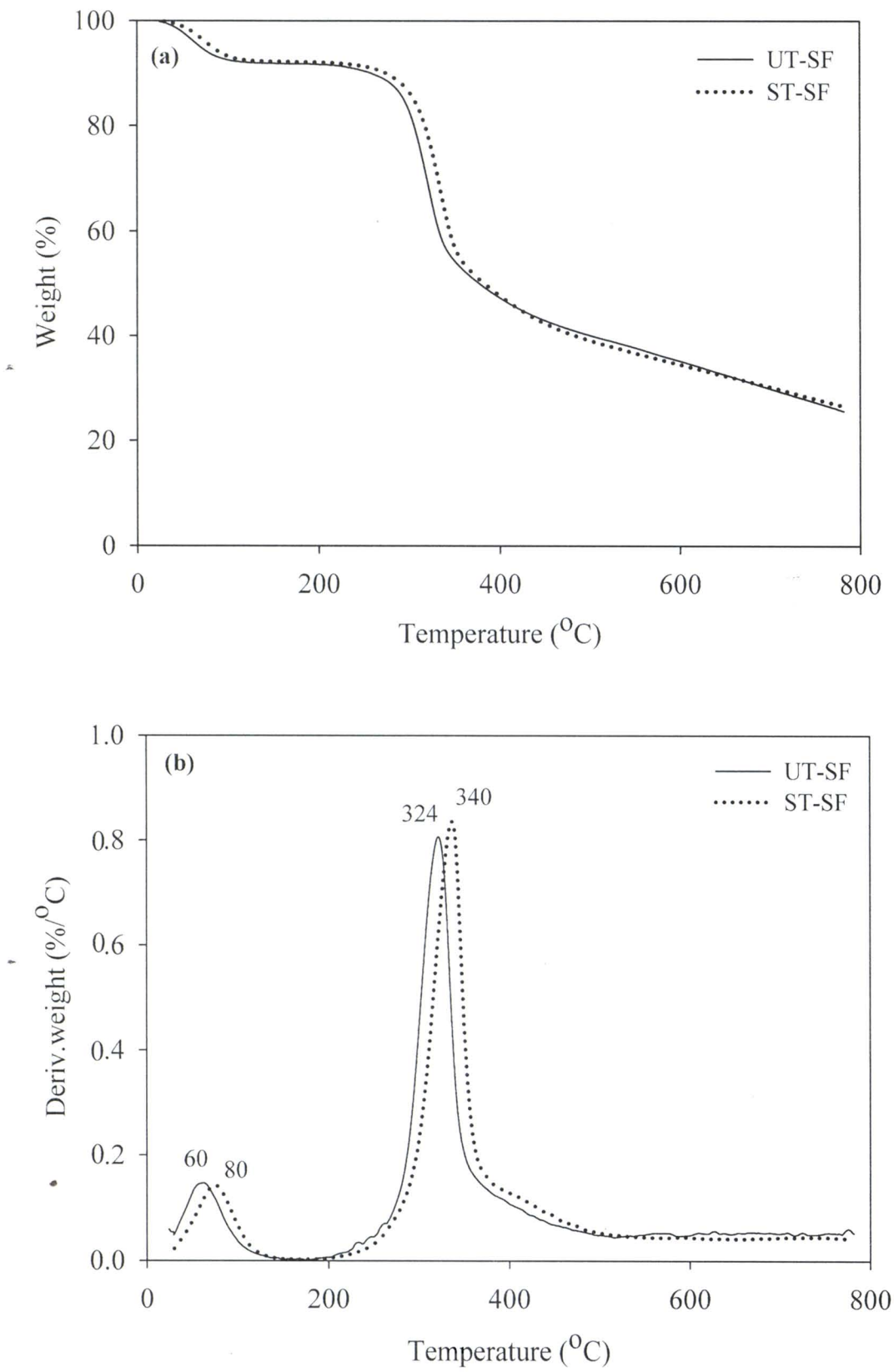
2.3.2 สมบัติทางความร้อนของผิวน้ำไหม

กราฟ DSC thermogram ของ UT-SF และ ST-SF จากการวิเคราะห์พลังงานภายใต้ความร้อน แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบดูดความร้อน ที่ 75 องศาเซลเซียส และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 2.1 เนื่องจากการระเหยออกของความชื้นในเส้นไหม ซึ่งสอดคล้องและใกล้เคียงกับอุณหภูมิการเสื่อมสลายที่หนึ่งจากกราฟ DTGA ของผิวน้ำไหมทั้งสองแบบ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 (b) อย่างไรก็ตามอุณหภูมิทรานซิชันแก้วของเฟอสฟอรัสของไฟโบรอินไม่สามารถสังเกตได้จาก DSC thermogram ของผิวน้ำไหมทั้งสองแบบ



รูปที่ 2.1 กราฟ DSC thermogram ของผิวน้ำไหมแบบ UT-SF และ ST-SF

กราฟ TGA และ DTGA จากการวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อนของผิวน้ำไหม UT-SF และ ST-SF แสดงในรูปที่ 2.2 จากกราฟแสดงให้เห็นการเกิดทรานซิชันเนื่องจากความร้อน (thermal transition) 2 ช่วง อุณหภูมิทรานซิชันที่ 1 (the first transition temperature) ของ UT-SF และ ST-SF เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เนื่องจากการระเหยออกของความชื้นในผิวน้ำไหม ปริมาณความชื้นของผิวน้ำไหมประมาณร้อยละ 7 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิทรานซิชันที่ 2 คือ 324 องศาเซลเซียส และ 340 องศาเซลเซียส เนื่องมาจากการเสื่อมสลายของไฟโบรอินของ UT-SF และ ST-SF ตามลำดับ [1, 2] การดัดแปรพื้นผิวผิวน้ำไหมด้วยสารคู่ควบ APTES ทำให้ผิวน้ำไหมแบบ ST-SF เสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิสูงขึ้นเนื่องจาก APTES เกิดอันตรกิริยาเคมีกับหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวเส้นไหมผ่านหมู่ไฮดรอกซิลของ APTES ส่งผลทำให้มีชั้นของสารคู่ควบปกคลุมที่พื้นผิวเส้นไหม สอดคล้องกับ SEM micrograph ของ เส้นไหมจากผิวน้ำไหมแบบ ST-SF

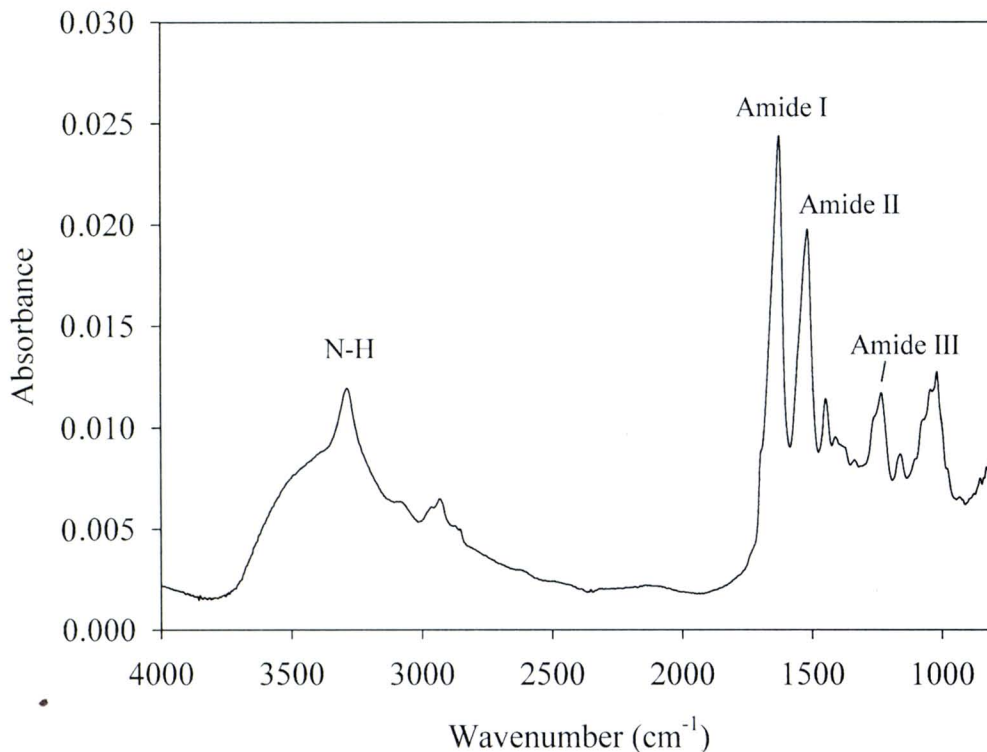


รูปที่ 2.2 กราฟ TGA (a) และ DTGA (b) ของพื้นผ้าไหมแบบ UT-SFและ ST-SF

2.3.3 หมู่ฟังก์ชันเคมีและโครงสร้างของเส้นไหม

จาก ATR FTIR (Fourier transform Infrared) spectrum ของ UT-SF ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ผืนผ้าไหมแสดงการสั่นของ หมู่ N-H, amide I, amide II และ amide III อยู่ในช่วงความยาวคลื่น 3215, 1650, 1530 และ 1238 cm^{-1} ซึ่งหมู่ฟังก์ชันของ amide I, amide II และ amide III ชี้ให้เห็นว่าโครงสร้างของเส้นไหมประกอบด้วยเฟสอสัณฐาน (crystalline phase) และเฟสผลึก (crystalline phase) พีกที่ตำแหน่ง 1650 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของหมู่ฟังก์ชันของไฟโบรอินที่มีโครงสร้างแบบ α -helix ในบริเวณที่เป็นเฟสอสัณฐาน พีกที่ตำแหน่ง 1530 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของหมู่ฟังก์ชันของไฟโบรอินที่มีโครงสร้างแบบ β -sheet ในบริเวณที่เป็นเฟสผลึก สำหรับพีกที่ตำแหน่ง 1238 cm^{-1} เป็นผลมาจากการสั่นของหมู่ฟังก์ชันของไฟโบรอินทั้งแบบ α -helix และ β -sheet การที่ไฟโบรอินของเส้นไหมมีส่วนของ β -sheet อยู่เป็นจำนวนมากนั้น จะส่งผลต่อค่าความทนต่อแรงดึงของเส้นไหมที่เพิ่มขึ้น อันเนื่องมาจากการจัดเรียงตัวของโมเลกุลที่เป็นระเบียบมากขึ้นในเฟสผลึก [3]

ตารางที่ 2.2 แสดงให้เห็นว่าภายหลังการดัดแปรผืนผ้าไหมด้วยสารประสาน APTES มีปริมาณซิลิคอน (silicon) บนผืนผ้าไหมเพิ่มขึ้น ปริมาณซิลิคอนที่เพิ่มขึ้นนี้มาจากซิลิคอนอะตอมที่เป็นองค์ประกอบของสารประสานไฮเลน APTES สารประสาน APTES เกิดอันตรกิริยาเคมีกับหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ตรงพื้นผิวเส้นไหม



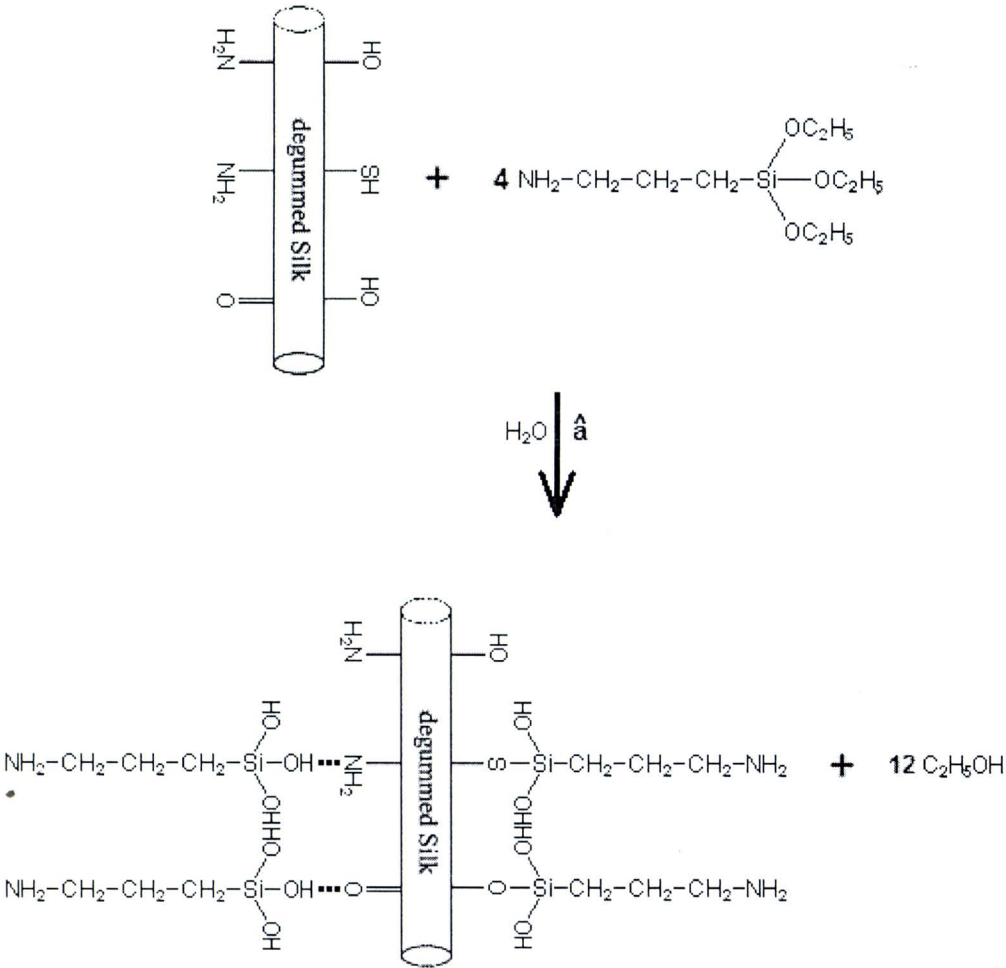
รูปที่ 2.3 ATR FTIR spectrum ของผืนผ้าไหม UT-SF

การปรับปรุงผืนผ้าไหมด้วยสารประสาน APTES เพื่อให้สารประสานไฮเลนทำหน้าที่เป็นสะพานเชื่อมทางเคมี (chemical bridge) ระหว่างอีพอกซีเมทริกซ์และพื้นผิวเส้นไหม พื้นผิวเส้นไหมมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) และ หมู่ไทออล -SH (thiol group) เป็นองค์ประกอบจากหน่วยซ้ำของเซอริน และ ซิสเทอีน และส่วนที่เป็น amino linkage ที่ประกอบ คาร์บอนิล (carbonyl group) และ

เอมีน (amine group) กรดอมิโนที่เป็นองค์ประกอบของเส้นใยไหม คือ ไกลซีน (glycine) อลานีน (alanine) เซอรีน (serine) ซิสเตอีน (cysteine) และ ลิวซีน (leucine)) หมู่เอทอกซี (ethoxy group) ของสารประสาน APTES เกิดไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ในสภาวะที่เป็นกรด ได้เป็นหมู่ไฮลันอล (silanol group) ที่สามารถควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลและไทออล หรือหมู่ไฮลันอลสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bonding) กับ หมู่คาร์บอนิล (carbonyl group) และเอมีน ดังแสดงในแผนภาพที่ 2.1

ตารางที่ 2.2 ปริมาณซิลิคอน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) จากเก้าที่ได้จากการเผาผืนผ้าไหม UT-SF และ ST-SF

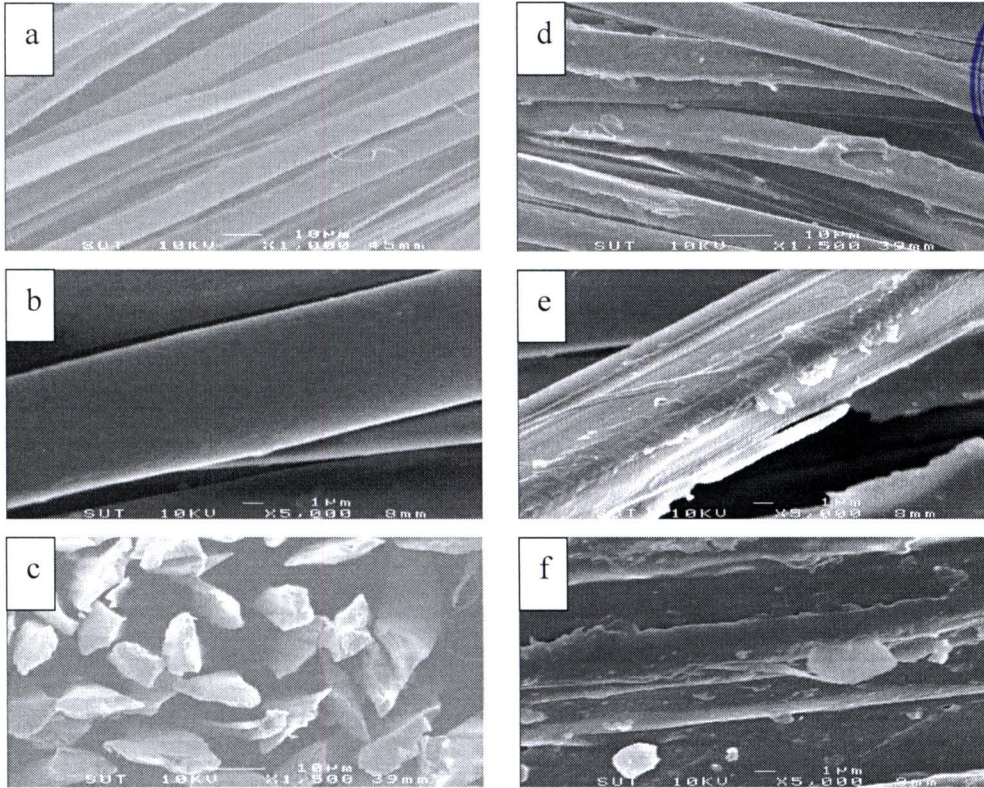
ชนิดผืนผ้าไหม	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)	
	เก้า	ซิลิคอน (Si)
UT-SF	7.3	10.5
ST-SF	9.8	30.3



แผนภาพที่ 2.1 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวเส้นไหมและสารประสาน APTES

2.3.4 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นไหม

จากภาพ SEM micrograph ของเส้นไหมของ UT-SF จะเห็นได้ว่า เส้นไหมมีพื้นผิวที่เรียบ และภาพตัดขวางของเส้นไหมมีรูปร่างเป็น irregular shape ดังแสดงในรูปที่ 2.4 (a, b, c) สำหรับเส้นไหมของ ST-SF จะมีพื้นผิวขรุขระ ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 2.4 (d, e, f) เป็นหลักฐานการบ่งชี้ว่าเส้นใยถูกปกคลุมด้วยสารคู่ควบไซเลน APTES โดยอาศัยหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ของสารคู่ควบไซเลนเกิดเป็นพันธะซิลลอกเซน (siloxane, Si-O-Si)



รูปที่ 2.4 SEM micrographs ของเส้นไหม UT-SF (a, b, c) และ ST-SF (d, e, f)



2.4 สรุปผลการศึกษา

- ผืนผ้าไหมมีจำนวนเส้นด้ายเฉลี่ยในแนวเส้นยืน (warp direction) 177 เส้นต่อ 10 เซนติเมตร และในแนวเส้นพุ่ง (weft direction) 201 เส้นต่อ 10 เซนติเมตร มีค่าความทนต่อแรงดึงในแนวเส้นยืน 537 นิวตัน และในแนวเส้นพุ่ง 555 นิวตัน
- โครงสร้างเส้นไหมของผืนผ้าไหมประกอบด้วยเฟสอสัณฐานและเฟสผลึก ปริมาณความชื้นของผืนผ้าไหมประมาณร้อยละ 7 โดยน้ำหนัก
- ผืนผ้าไหมแบบ UT-SF เสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 324 องศาเซลเซียส การดัดแปรพื้นผิวผ้าไหมด้วยสารคู่ควบไซเลนทำให้ผืนผ้าไหมแบบ ST-SF เสื่อมสลายด้วยความร้อนที่อุณหภูมิสูงขึ้นเท่ากับ 340 องศาเซลเซียส
- เส้นไหมของ UT-SF มีพื้นผิวที่ราบเรียบ ในขณะที่เส้นไหมของ ST-SF มีสารเคลือบอยู่ที่พื้นผิวดูเหมือนเป็นชั้นของสารคู่ควบที่ควบแน่นบนพื้นผิวเส้นไหม

เอกสารอ้างอิง

1. S.M. Lee, D. Cjp, W.H. Park, S.G. Lee, S.O. Han, and L. T. Drzal. *Comp. Sci. Tech.*. **65**: 647-657. 2005.
2. A. Das, C.N. Saikia, and S. Hussain, *J. Appl. Polm. Sci.*, **81**: 2633-2641. 2001.
3. D. Sargunamani and N. Selvakumar. *Polym. Degrad. Stab.*, **91**: 2644-2653. 2006.