

Thesis Title	Optimization of the Processing Variables in the Melt Spinning of Monofilament Fibres for Use as Absorbable Surgical Sutures	
Author	Mrs. Anodar Charuchinda	
Ph.D.	Chemistry	
Examining Committee	Dr. Robert Molloy	Chairman
	Dr. Nipapan Molloy	Member
	Assoc. Prof. Dr. Jintana Siripitayananon	Member
	Assoc. Prof. Dr. Udom Sriyotha	Member
	Assoc. Prof. Dr. Werasak Udomkichdecha	Member

ABSTRACT

This research project has focussed its attention on a highly specialized area of application of polymers, namely, absorbable surgical sutures. Synthetic aliphatic co- and terpolyesters based on the 3 cyclic ester monomers of L-lactide (L), ϵ -caprolactone (C) and glycolide (G) were synthesized, characterised and processed by melt spinning into monofilament fibres. Their molecular design, with L-lactide as the main component and ϵ -caprolactone and glycolide as property modifiers, was based on previous work carried out within the Chiang Mai University Polymer Research Group. A random copolymer, P(LC) 80:20 (mol %), random terpolymers, P(LCG) 70:20:10, and a segmented triblock terpolymer, P(LG-b-LC-b-LG) also with a composition of L:C:G = 70:20:10, were synthesized via ring-opening polymerisation in bulk under previously established conditions. Product yields were near-quantitative (>95%) with final product

compositions very similar (differences < 5%) to the initial monomer feeds. Polymer characterisation was carried out by a combination of analytical techniques, namely: FT-IR (structural analysis), $^1\text{H-NMR}$ (compositional analysis), $^{13}\text{C-NMR}$ (monomer sequencing), DSC (temperature transitions, crystallinity), TG (thermal stability), dilute-solution viscometry (intrinsic viscosity) and GPC (mol. wt. averages and distribution). Melt spinning of the synthesized materials into monofilament fibres was preceded by melt spinning trials on a model commercial polyester, poly(ϵ -caprolactone), the main purpose of which was to study and become familiar with the effects of the various processing variables which were associated with the small-scale melt spinning apparatus. The knowledge and experience gained from this study was then utilised in the melt spinning of the synthesized materials. In order to observe the effects of each processing variable more clearly and, at the same time, exert more control over the development of the fibres oriented semi-crystalline morphology, the spinning process was divided into 2 distinct stages: (1) melt spinning with minimal on-line drawing to produce as-spun fibres with as little molecular orientation and crystallinity as possible, and (2) off-line hot-drawing and annealing to develop the required oriented semi-crystalline morphology in the final products. These morphological changes were monitored by a combination of DSC, mechanical (tensile) testing and, in a special case study, X-ray diffraction (XRD). The DSC, tensile and XRD results obtained were able to be correlated and, in so doing, afforded an insight into the effects that each stage in the processing operation had on the fibres overall properties. While the emphasis in this work was on processing, the importance of chemical microstructure (from synthesis) on melt rheology was also clearly demonstrated. This is an obvious area for further study as is enhancement of the polymer molecular weight. Work in these areas is continuing under the research program of which this Ph.D. project has been a part.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรในกระบวนการปั่นแบบหลอมสำหรับไหมเย็บแผลแบบเส้นเดี่ยวชนิดละลายได้	
ชื่อผู้เขียน	นางอโนดาธ์ จารุจินดา	
วิทยาศาสตร์ดุษฎีบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ดร. โรเบิร์ต มอลลอย	ประธานกรรมการ
	ดร. นิภาพันท์ มอลลอย	กรรมการ
	รศ.ดร. จินตนา สิริพิทยานานนท์	กรรมการ
	รศ.ดร. อุดม ศรีโยธา	กรรมการ
	รศ. ดร. วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา	กรรมการ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มุ่งความสนใจการประยุกต์นำพอลิเมอร์ไปใช้งานเฉพาะด้านสำหรับเป็นไหมเย็บแผลชนิดละลาย ได้มีการสังเคราะห์โพลีฟาทิกโคพอลิเอสเทอร์และเทอร์พอลิเอสเทอร์ จากวงเอสเทอร์มอนอเมอร์ 3 ตัวคือ แอล-แลคไทด์ (L) เอปซิลอน-คาโพรแลคโตน (C) และ ไกลคอลไลด์ (G) มีการหาลักษณะเฉพาะ และการขึ้นรูปโดยวิธีปั่นแบบหลอมเป็นเส้นใยโมโนฟิลาเมนต์ การออกแบบโมเลกุลโดยมีแอลแลคไทด์เป็นองค์ประกอบหลักและมีเอปซิลอน-คาโพรแลคโตนกับไกลคอลลิดเป็นตัวปรับปรุงสมบัติ โดยมีพื้นฐานมาจากการที่ได้ทำมาก่อนหน้านี้ในหน่วยวิจัยพอลิเมอร์ที่มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ โคลิเมอร์แบบสุ่ม P(LC) 80:20 (โมล%) เทอร์พอลิเมอร์แบบสุ่ม P(LCG) 70:20:10 และ เซคเมนต์เทคไตรบลิคเทอร์พอลิเมอร์ P(LG-b-LC-b-LG) ที่มีองค์ประกอบของ L:C:G = 70:20:10 เหมือนกันนั้น ได้ถูกสังเคราะห์ โดยผ่านกระบวนการบัลด์พอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง ภายใต้สภาวะที่ถูกกำหนดมาแล้วก่อนหน้านี้ ผลผลิตที่ได้มีปริมาณสูง (>95%) โดยมีองค์ประกอบใกล้เคียงกันมากกับองค์ประกอบของมอนอเมอร์เริ่มต้น (แตกต่างกันน้อยกว่า 5%) การหาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ทำโดยอาศัยเทคนิคการวิเคราะห์หลายวิธีร่วมกัน

คือ FT-IR (การวิเคราะห์หาโครงสร้าง) $^1\text{H-NMR}$ (การวิเคราะห์หาองค์ประกอบ) $^{13}\text{C-NMR}$ (การหาลำดับการจัดเรียงตัวของมอนอเมอร์) DSC(การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและความเป็นผลึก) TG (ความเสถียรทางความร้อน) การหาค่าความหนืดของสารละลายเจือจาง (ค่าความหนืดอินทรีนสิก) และ GPC (การหาค่าเฉลี่ยและการกระจายของน้ำหนักโมเลกุล) ก่อนทำการบ่มหลอมของวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นมาให้เป็นเส้นใยโมโนฟีลาเมนต์ได้ทำการทดลองบ่มหลอมกับพอลิเอสเทอร์ทางการค้าที่เป็นต้นแบบ พอลิ(เอปซิลอน-คาโพรแลกโตน) วัตถุประสงค์หลักคือเพื่อให้มีความคุ้นเคยต่อผลกระทบของตัวแปรต่างๆในการขึ้นรูปที่เกี่ยวข้องกับเครื่องบ่มหลอมขนาดเล็ก ความรู้และประสบการณ์ที่ได้จากการศึกษานี้ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในการการบ่มหลอมวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นมาในการที่จะสังเกตผลกระทบของตัวแปรในการขึ้นรูปให้มีความชัดเจนมากขึ้นและในขณะเดียวกันก็สามารถควบคุมการพัฒนาเมอร์โฟโลยีของเส้นใยให้มีการจัดเรียงตัวเป็นแบบกึ่งผลึก จึงได้แยกการบ่มหลอมออกเป็นสองขั้นตอน: (1) การบ่มหลอมที่มีการดัดยัดในระบบน้อยที่สุดเพื่อที่จะผลิตเส้นใยแอส-สแปนที่มีการจัดเรียงตัวของโมเลกุลและความเป็นผลึกให้น้อยที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ และ (2) การดัดยัดแบบให้ความร้อนนอกระบบและการแอนนิล เพื่อที่จะปรับปรุงให้ได้ผลผลิตสุดท้ายที่มีเมอร์โฟโลยีที่เรียงตัวแบบกึ่งผลึกตามที่ต้องการ การเปลี่ยนแปลงเมอร์โฟโลยีสามารถติดตามได้โดยใช้เทคนิครวมของ ดีเอสซี การทดสอบเชิงกล (เทนซาย) และในกรณีการศึกษาพิเศษใช้ เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ผลของDSC เทนซาย และ XRD สามารถนำมาสัมพันธ์กัน และส่งผลกระทบต่อความเข้าใจต่ออิทธิพลของแต่ละขั้นตอนในกระบวนการขึ้นรูปที่มีต่อสมบัติโดยรวมของเส้นใย ในขณะที่การให้ความสำคัญของงานนี้ได้มุ่งไปที่ขบวนการขึ้นรูปก็แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนของ ความสำคัญของโครงสร้างทางเคมี (จากการสังเคราะห์) ต่อรีโอโลยี ซึ่งเป็นที่แน่นอนว่าจะเป็นส่วนที่จะต้องมีการศึกษาต่อไปเช่นเดียวกับการเพิ่มน้ำหนักโมเลกุล งานวิจัยในแนวทางการนี้จะคงดำเนินต่อไปภายใต้โครงการวิจัยซึ่งมีการศึกษาระดับปริญญาเอกเป็นส่วนหนึ่ง