

บทที่ 4

การทดลอง

4.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงดังตาราง 4.1

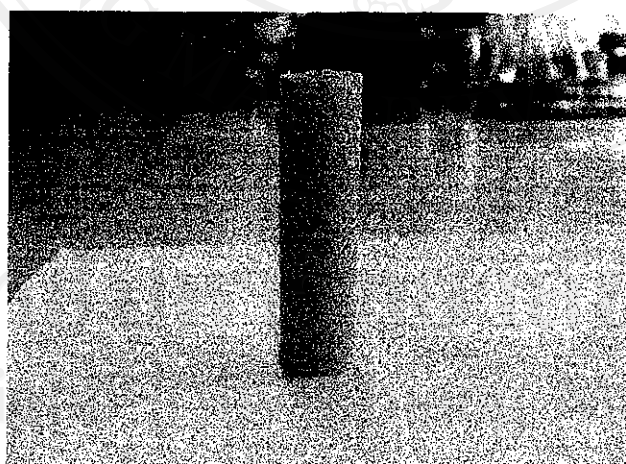
ตาราง 4.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิต	รุ่น (Model)
เครื่องปั่นแบบหลอมขนาดเล็ก (Small - Scale Melt Spinning)	Bradford University Research Ltd.	-
แท่นความร้อน (Heater Block)	Bradford University Research Ltd.	-
ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter ; DSC)	Perkin - Elmer	DSC7
เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine)	LLOYD-Instruments	LRX
เทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer ; TGA)	Perkin - Elmer	TGA7
ตู้อบสุญญากาศ (Vacuum Oven)	Eyela	VOS-300 SD

4.2 การผลิตเส้นใยพอลิเมอร์

ในงานวิจัยนี้ใช้กระบวนการปั่นหลอมในการผลิตเส้นใยโพลีแลคติกของโคพอลิเมอร์ P(LL-co-CL) และเทอร์พอลิเมอร์ P(LL-co-CL-co-G) เพราะเป็นวิธีที่ง่าย ประหยัด และที่สำคัญคือ ไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย จึงไม่มีสารปนเปื้อนหรือตัวทำละลายเข้ามาเกี่ยวข้องกับซึ่งเป็นข้อห้ามสำคัญในการผลิตไหมละลาย โดยมีวิธีการดังนี้

ขั้นตอนแรก เป็นขั้นตอนของการเตรียมแท่งพอลิเมอร์ โดยการใช้แรงอัดให้พอลิเมอร์อัดตัวแน่นเป็นแท่งทรงกระบอก ดังแสดงในรูป 4.1 เพื่อให้มีอากาศภายในน้อยที่สุด ซึ่งเมื่อนำแท่งพอลิเมอร์ไปปั่นหลอมจะไม่เกิดฟองอากาศภายในเส้นใย การอัดพอลิเมอร์ให้เป็นแท่งทำโดยประกอบกระบอก ดังรูป 4.2(ก) โดยที่ปลายกระบอกถูกปิดด้วยจานสปินเนอร์แบบทึบ นำไปตั้ง ณ ตำแหน่ง 1 ในเครื่องปั่นหลอมในรูป 4.3 เปิดสวิตซ์ทำความร้อนที่ตำแหน่ง 6 และเสียบเทอร์โมคัปเปิลที่ฐานกระบอกปั่นหลอม รอให้อุณหภูมิคงที่ที่ 135 และ 110 °C สำหรับโคและเทอร์พอลิเมอร์ตามลำดับ ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่พอลิเมอร์อ่อนตัวลง แต่ยังไม่หลอม และสามารถอัดตัวแน่นภายในกระบอกได้เมื่อได้รับแรงกด ปรับความเร็วของลูกสูบที่ตำแหน่ง 2 ให้เคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็ว 200 mm/min (ramp speed) จะสังเกตเห็นว่าแรงกดจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนไม่สามารถเพิ่มได้อีก ทั้งไว้ประมาณ 30 นาที จึงเลื่อนลูกสูบขึ้น จากนั้นนำแท่งพอลิเมอร์ที่ได้ออกจากกระบอกอัดดังรูป 4.1 เพื่อนำไปผลิตเป็นเส้นใยต่อไป



รูป 4.1 พอลิเมอร์อัดเป็นทรงกระบอก

ขั้นตอนที่สอง เป็นขั้นตอนการผลิตเส้นใย โดยนำแท่งพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากขั้นตอนแรก ใส่ลงในกระบอกปั่นหลอม ดังแสดงในรูป 4.2 (ก) เลือกใช้ wire gross ขนาด 150 mesh กั้นระหว่างพอลิเมอร์กับสปินเนอร์ที่มีรูขนาด 1.0 mm แล้วนำไปไว้ ณ ตำแหน่ง 1 ในเครื่องปั่นหลอม ดังรูป 4.3 เปิดสวิตช์ทำความร้อน และเสียบเทอร์โมคัปเปิลที่ฐานกระบอกปั่นหลอม รอให้อุณหภูมิคงที่ที่ 155 และ 125 °C สำหรับโคและเทอร์พอลิเมอร์ตามลำดับ กดสวิตช์เพื่อเคลื่อนลูกสูบลงมาอัดแท่งพอลิเมอร์ในกระบอกที่กำลังหลอมเหลวให้ลงไปเรื่อย ๆ โดยพอลิเมอร์เหลวจะไหลผ่านรูสปินเนอร์ ด้วยแรงกด 35 กิโลกรัม ปรับความเร็วของลูกสูบให้เคลื่อนที่ด้วยความเร็ว 2.0 mm/min และใช้ปากคีบดึงเส้นใยพอลิเมอร์เหลวที่ออกมาให้ผ่านร่องนำเส้นใยที่อยู่ในอ่างน้ำเย็นอุณหภูมิ 10-15°C ระยะทางระหว่างสปินเนอร์กับน้ำเย็นประมาณ 2-3 cm แล้วผ่านเส้นใยต่อไปยังลูกกลิ้งที่ตำแหน่งที่ 3 และ 4 พันลูกกลิ้งด้วยเส้นใยประมาณ 1-2 รอบ แล้วจึงพันเข้ากระสวยเก็บเส้นใยบนแกนที่ตำแหน่งที่ 5 โดยปรับความเร็วในการเก็บเส้นใยเท่ากับ 0.5-0.7 m/min (take up speed) เส้นใยที่ได้มีลักษณะใส ไม่มีสี ผิวเรียบ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.6-0.8 mm เรียกเส้นใยหลังการผลิตนี้ว่า เส้นใยปั่นหลอม (as-spun fibre) ดังแสดงในรูป 4.4 เก็บเส้นใยปั่นหลอมไว้ใน desiccator เพื่อนำไปศึกษาและปรับปรุงต่อไป ตาราง 4.2 แสดงเงื่อนไขในกระบวนการผลิตเส้นใย



(ก)



(ข)

รูป 4.2 (ก) กระบอกปั่นหลอมที่ประกอบแล้ว

(ข) ส่วนประกอบของกระบอกปั่นหลอม

(1) 15 ml extrusion cylinder

(2) heater block and band heater

(3) copper gasket

(3.1) gasket used between the extrusion cylinder and the heater block

(3.2) gasket used between the heater block and the spinnerette

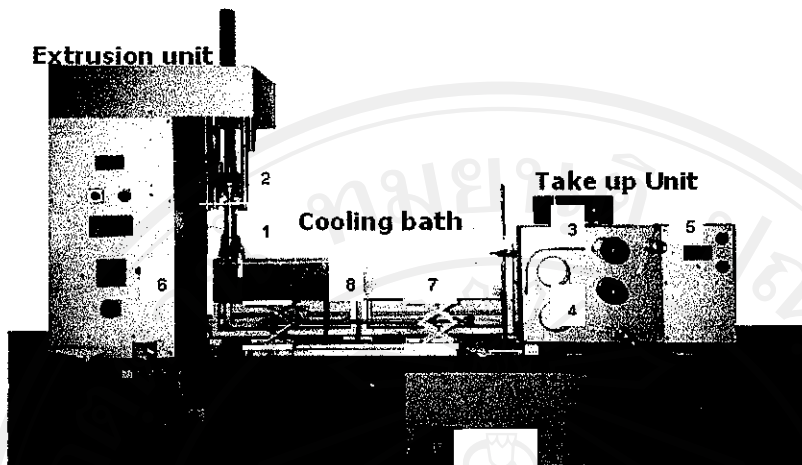
(4) spinnerette (single hole, 1.0 mm diameter)

(5) piston (ram)

(6) cap screws

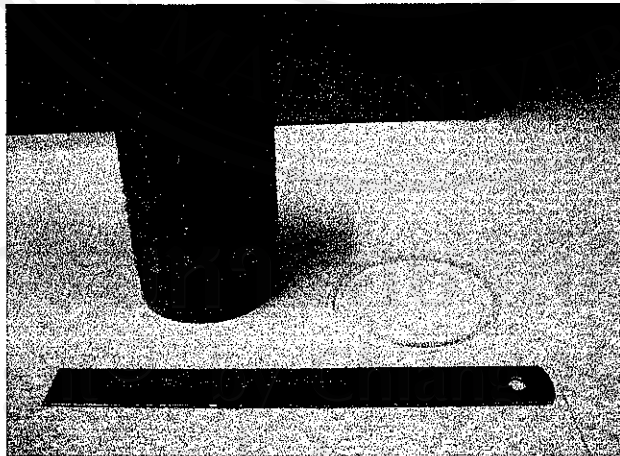
(7) filament guide

(8) final take-up robbin (spool)



รูป 4.3 เครื่องปั่นหลอมขนาดเล็ก (Small - Scale Melt Spinning)

- | | |
|--|--------------------------------|
| (1) ตำแหน่งที่ใส่กระบอกรับปั่นหลอมเส้นใย | (5) แกนใส่กระสวยม้วนเก็บเส้นใย |
| (2) ตำแหน่งลูกสูบ | (6) สวิตช์ทำความร้อน |
| (3) ลูกกลิ้ง | (7) อ่างน้ำเย็น |
| (4) ลูกกลิ้ง | (8) ร่องนำเส้นใย (guide) |



รูป 4.4 เส้นใยปั่นหลอม

ตาราง 4.2 เงื่อนไขการผลิตเป็นเส้นใยโพลีแลคติกและเทอร์พอลิเมอร์

Polymer code	T_{rod} ($^{\circ}C$)	T_{spin} ($^{\circ}C$)	R.S. ($mm.min^{-1}$)	T.S. ($m.min^{-1}$)
P(LL-co-CL)	135	155	2.0	0.5-0.7
P(LL-co-CL-co-G)	110	125	2.0	0.5-0.7

- T_{rod} = อุณหภูมิในการอัดพอลิเมอร์ให้เป็นแท่งทรงกระบอก
 T_{spin} = อุณหภูมิในการปั่นหลอมเส้นใย
 R.S. = อัตราเร็วในการกดอัดพอลิเมอร์หลอมเหลว
 T.S. = อัตราเร็วในการม้วนเก็บเส้นใย

4.3 การหาลักษณะเฉพาะและทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยปั่นหลอม

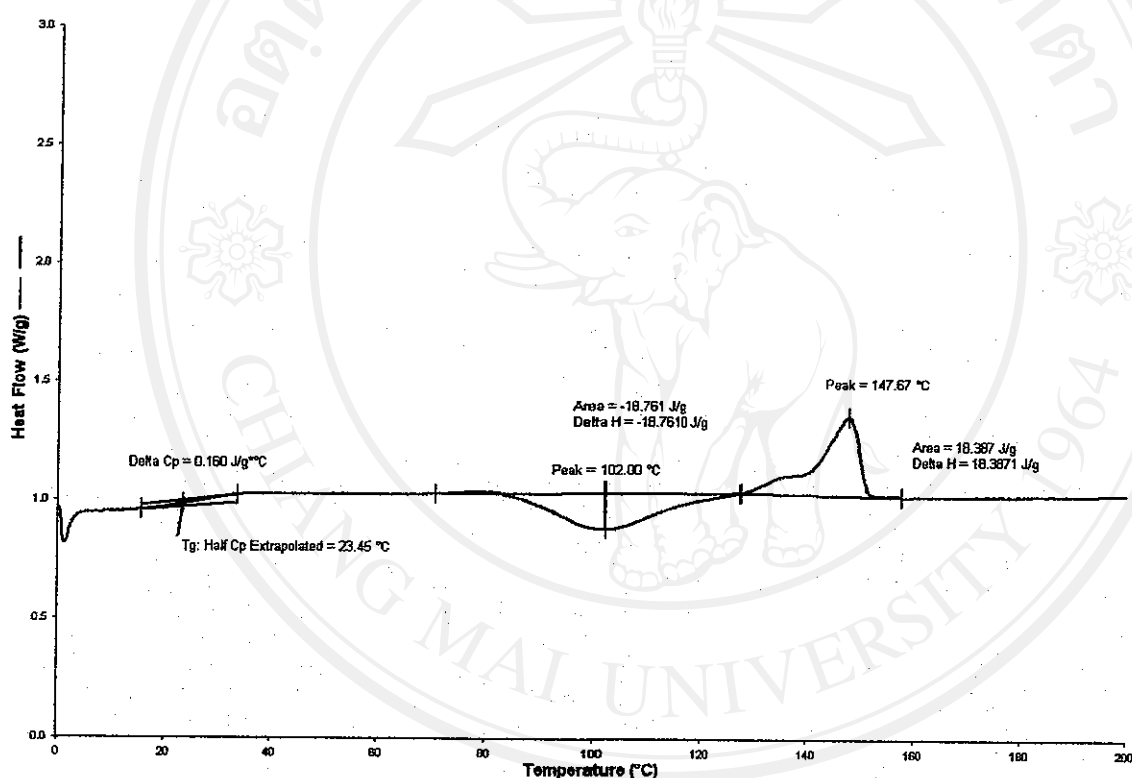
4.3.1 การวิเคราะห์เส้นใยปั่นหลอมด้วยเทคนิค DSC

เทคนิค DSC ถูกใช้เพื่อหาปริมาณความร้อนที่ใช้ในการหลอมผลึก (ΔH_m) เพื่อเปรียบเทียบปริมาณผลึกที่มีอยู่ในเส้นใยหลังการผลิตด้วยเงื่อนไขต่างๆ เช่น เส้นใยปั่นหลอม เส้นใยหลังการดึงยืด เป็นต้น โดยทำดังนี้

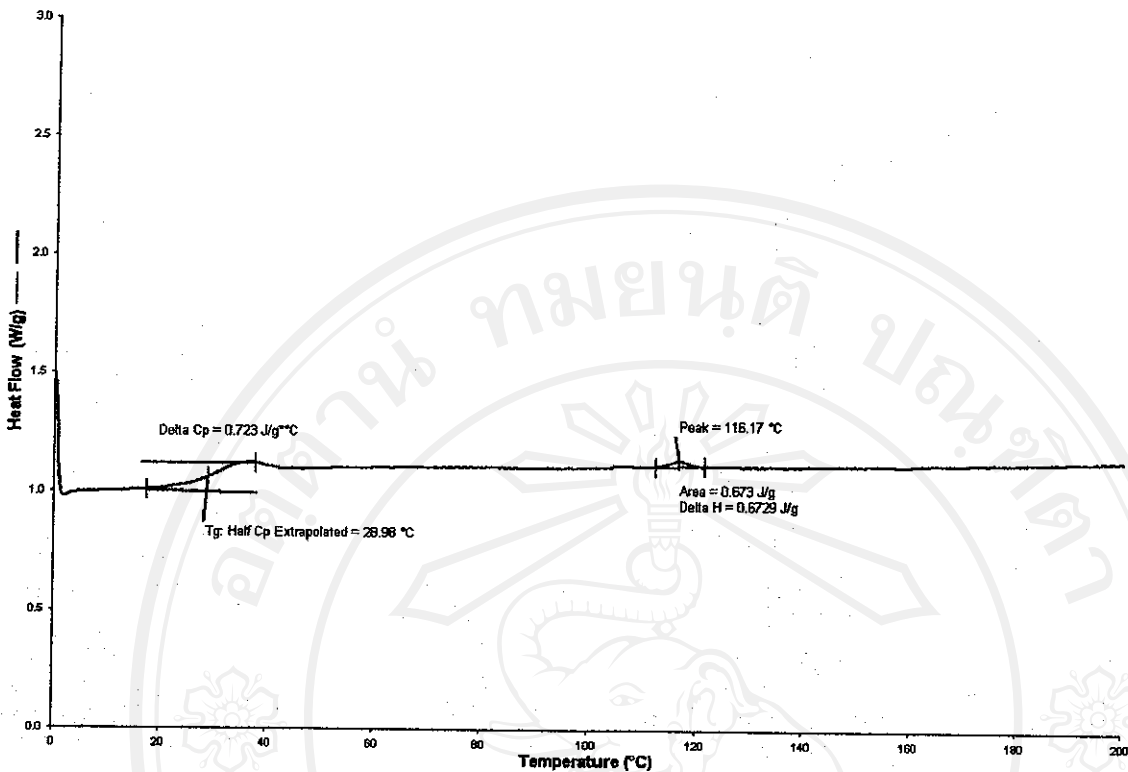
นำเส้นใยตัวอย่างมาม้วนให้เป็นชิ้นเล็กๆ (พยายามหลีกเลี่ยงการตัดเส้นใยเป็นชิ้นเล็กๆ เนื่องจากการตัดเส้นใยเป็นชิ้นเล็กๆ อาจเหนียวนำไปให้เกิดผลึกได้) แล้วบรรจุลงในถาดอลูมิเนียมสำหรับวิเคราะห์ DSC ให้ได้น้ำหนักประมาณ 5 – 8 g ให้ความร้อนเส้นใยตัวอย่างด้วยอัตราเร็ว $10^{\circ}C/min$ จาก $0^{\circ}C$ ถึง $200^{\circ}C$ สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ดังกล่าวนี้ รูป 4.5-4.6 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ในรูปของเทอร์โมแกรมของเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL) และ P(LL-co-CL-co-G) ตามลำดับ และตาราง 4.3 รวบรวมผลการวิเคราะห์จากเทอร์โมแกรมทั้งสอง

All rights reserved

Start temperature	0 °C
Final temperature	200 °C
Scanning rate	10 °C / min
Baseline status	yes
Load temperature	20 °C
N ₂ (High purity) flow rate	20 ml/ min



รูป 4.5 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL)



รูป 4.6 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL-co-G)

ตาราง 4.3 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนของเส้นใยปั่นหลอม โคลและเทอร์พอลิเมอร์

Polymer code	T_g ($^{\circ}\text{C}$)	T_c ($^{\circ}\text{C}$)	ΔH_c (J.g^{-1})	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	ΔH_m (J.g^{-1})
P(LL-co-CL)	23	102	-18.8	148	18.4
P(LL-co-CL-co-G)	29	-	-	116	0.7

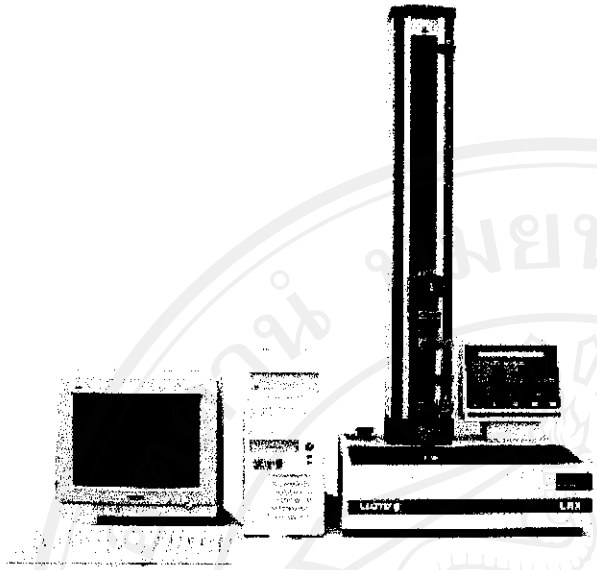
จากผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่า ΔH_m และ ΔH_c ของเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL) มีค่าใกล้เคียงกันมาก ในกรณีเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL-co-G) มีค่า ΔH_m น้อยมาก และไม่ปรากฏ T_c แสดงให้เห็นว่า เส้นใยมีผลึกเกิดขึ้นน้อยมากขณะปั่นหลอม เนื่องจากเส้นใยถูกปั่นลงในน้ำเย็นทำให้สายโซ่โมเลกุลไม่มีเวลาในการจัดเรียงตัวเป็นผลึกได้ทัน โครงสร้างสัณฐานภายในส่วนใหญ่จึงเป็นอสัณฐาน และส่วนที่เป็นอสัณฐานก็อาจเกิดผลึกได้ถ้ามีเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับพอลิเมอร์ชนิดนั้นๆ เช่นกรณีของ P(LL-co-CL) เมื่อได้รับความร้อนในอัตราที่เหมาะสมขณะวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC สามารถเกิดผลึกได้ ขณะที่ P(LL-co-CL-co-G) ไม่

สามารถเกิดผลึกได้ แสดงว่าเทอร์พอลิเมอร์เกิดผลึกได้ช้ากว่า ทั้งนี้เพราะมีปริมาณประมาณ LL เพียง 70 % พร้อมทั้งมี CL และ G ซึ่งมีความแตกต่างทางโครงสร้างโมเลกุลแทรกอยู่อย่างสุ่ม

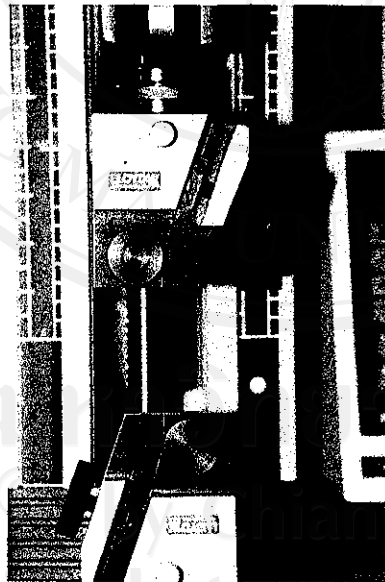
4.3.2 การทดสอบสมบัติเชิงกล

เส้นใยที่ผลิตได้ทุกชั้นตอนรวมถึงเส้นใยปั่นหลอม จะถูกนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล เพื่อหาความแข็งแรงด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine) ของบริษัท LLOYD Instruments รุ่น LRX ดังรูป 4.7 โดยมีรายละเอียดดังนี้

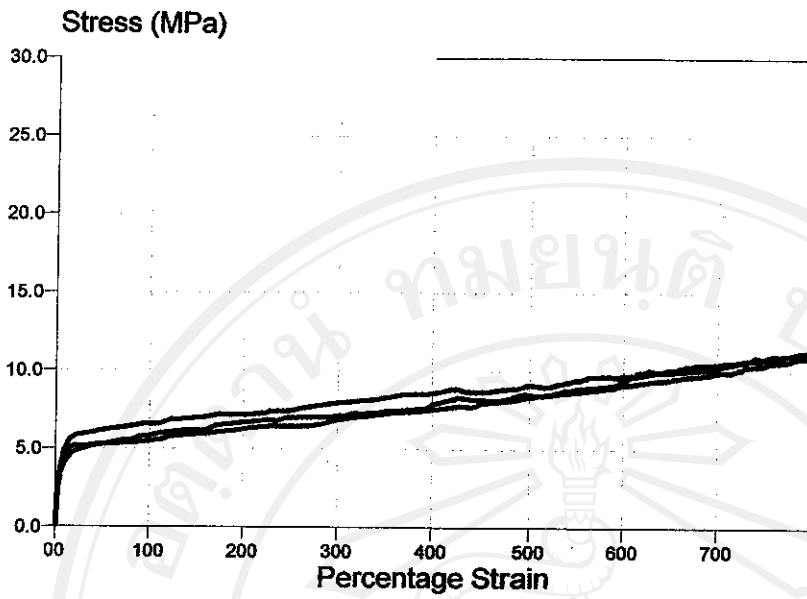
เลือกเส้นใยที่มีผิวเรียบขนาดสม่ำเสมอ ไม่มีฟองอากาศ ตัดให้มีความยาวประมาณ 30 cm วัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยด้วยเวอร์เนีย (vernier) ที่มีความละเอียด 0.001 mm นำเส้นใยมาพันรอบ ballard grips ข้างละ 1 รอบ หนีบเส้นใยที่ปลายทั้งสองให้แน่น โดยกำหนดให้มี initial gauge length (ระยะห่างของ ballard grips) 40 mm ดังแสดงในรูป 4.8 ดึงเส้นใยด้วย load cell ขนาด 100 N ด้วยอัตราเร็วเริ่มต้นในการดึง (cross - head speed) 20 mm/min ซึ่งเส้นใยจะถูกดึงจนขาด ณ บรรยากาศห้องปฏิบัติการ ($\sim 30^{\circ}\text{C}$) ผลการทดสอบแสดงในรูปของเส้นโค้งความเค้น - ความเครียด รูป 4.9-4.10 แสดงผลการทดสอบเส้นใยปั่นหลอมของโพลีเอทิลีนและเทอร์พอลิเมอร์ตามลำดับ จะเห็นได้ว่า เส้นใยปั่นหลอมที่ผลิตได้ไม่แข็งแรง ($\text{stress} < 10 \text{ MPa}$) และมีระยะยืดสูงจนไม่ขาดในระยะของเครื่องทดสอบ ซึ่งต้องปรับปรุงด้วยการดึงยืดและแอนนิล ดังจะกล่าวต่อไป



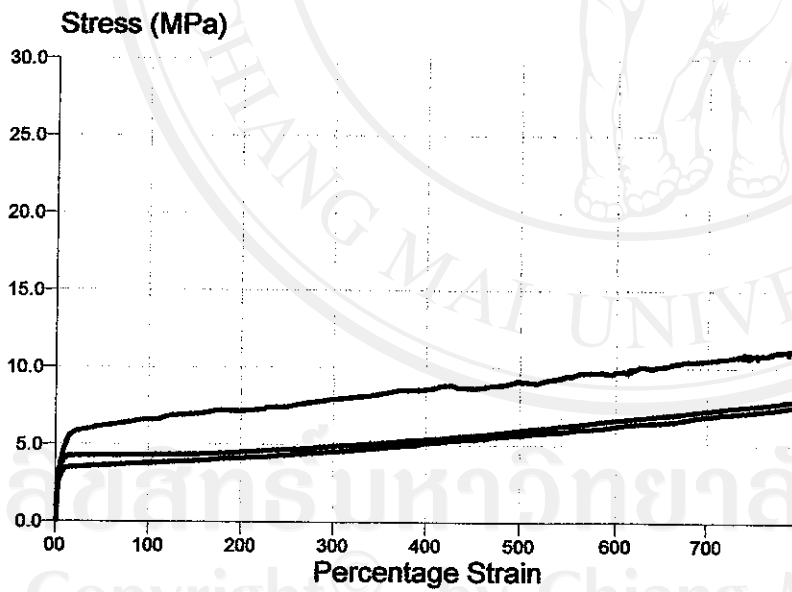
รูป 4.7 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล (Universal Mechanical Testing Machine)



รูป 4.8 ลักษณะการพันเส้นโยบน bollard grips



รูป 4.9 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL)



รูป 4.10 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใยปั่นหลอม P(LL-co-CL-co-G)

4.4 การปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิเมอร์

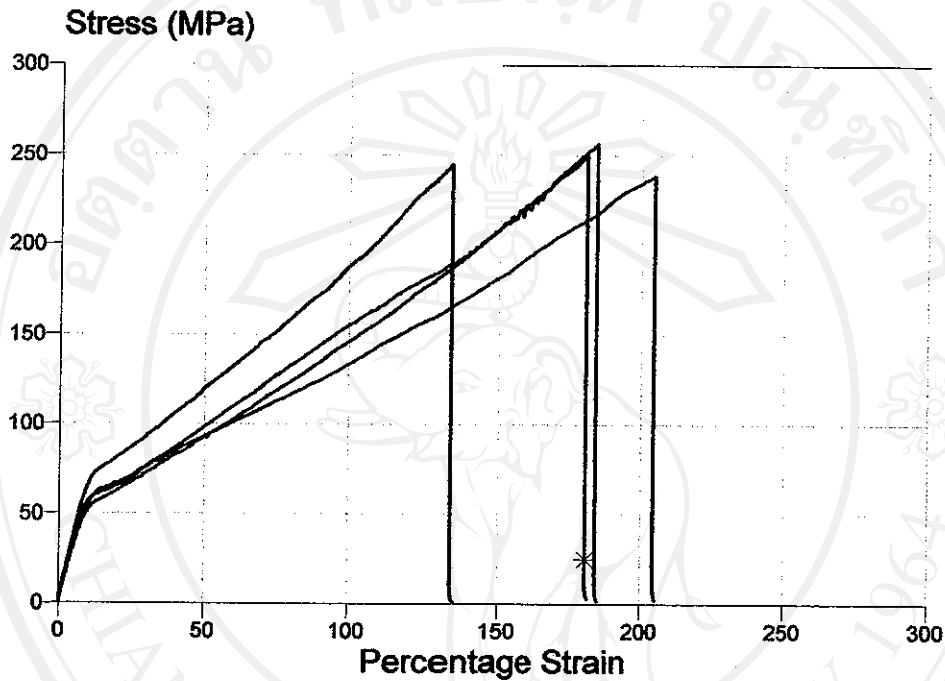
จากผลการทดสอบเส้นใยปั่นหลอมที่ได้ดังรูป 4.9-4.10 ซึ่งจะเห็นได้ว่า มีความยืดหยุ่นสูง ไม่แข็งแรง ยังไม่สามารถนำไปใช้เย็บแผลได้ ทั้งนี้เพราะเส้นใยมีผลึกเกิดขึ้นน้อยมาก (จากผลการวิเคราะห์ DSC ดังตาราง 4.3) จึงไม่ทำให้เส้นใยแข็งแรง จึงต้องปรับปรุงสมบัติเชิงกลโดยวิธีการดึงยืดขณะร้อน และการแอนนิล ทั้งนี้เพราะทั้ง 2 วิธีสามารถทำให้เกิดผลึก และมีการจัดเรียงตัวของโมเลกุลทั้งในส่วนที่เป็นอสัณฐานและผลึกภายในเส้นใยตามแนวแรงดึง ดังกล่าวแล้วในหัวข้อ 2.3 และ 2.4 แต่ผลกระทบจะเป็นอย่างไรขึ้นอยู่กับเงื่อนไขขณะดึงยืด ได้แก่ อุณหภูมิและอัตราเร็วในการดึง และในกรณีของการแอนนิล เงื่อนไขที่สำคัญ คือ อุณหภูมิและเวลาในการแอนนิล ในขั้นตอนของการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใยปั่นหลอมจะเริ่มด้วยการดึงยืดขณะร้อนด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสมก่อนดังนี้

4.4.1 การดึงยืดขณะร้อน

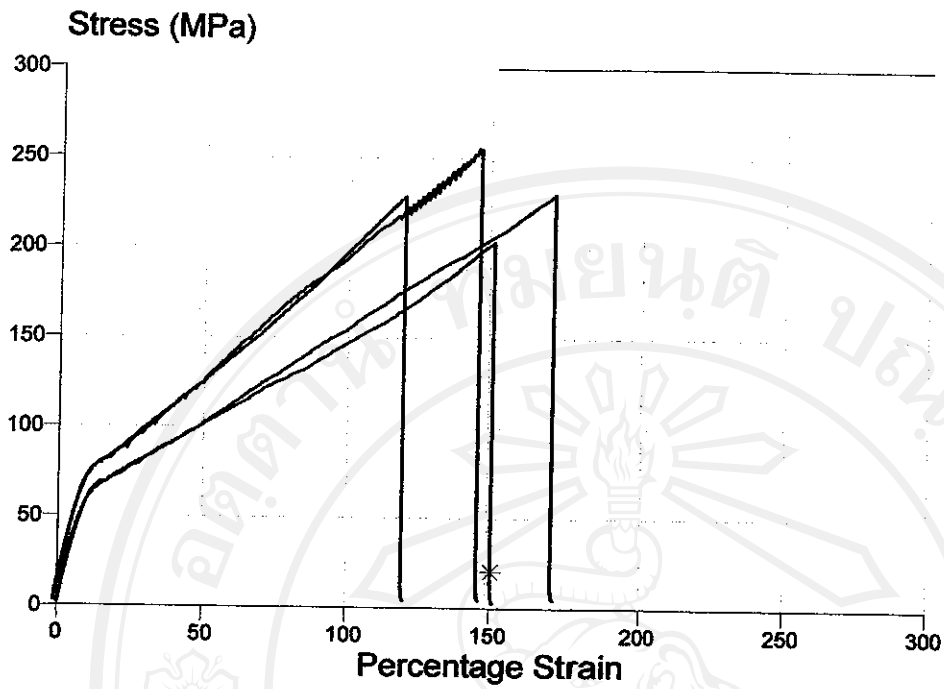
การทดลองเบื้องต้นเป็นการศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการดึงยืดเส้นใยปั่นหลอม โดยการดึงเส้นใยที่อุณหภูมิต่างๆ กัน และพบว่าที่อุณหภูมิ 50-80 °C สามารถดึงยืดเส้นใยที่มีความยาวเริ่มต้น 5 cm ให้มีความยาวอย่างน้อย 30 cm (ทั้งนี้เพราะในการทดสอบสมบัติเชิงกลต้องใช้เส้นใยยาวตั้งแต่ 30 cm ขึ้นไป) สำหรับการดึงยืดที่อุณหภูมิสูงกว่า 80 °C พบว่าเส้นใยอ่อนนุ่มและขาดง่าย ไม่สามารถเก็บเส้นใยได้เลย ในขณะที่ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 50 °C พบว่าเส้นใยแข็งกระด้าง ไม่สามารถยืดออกให้ได้ความยาวที่ต้องการได้ ดังนั้นในการดึงเส้นใยเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลจึงทำที่อุณหภูมิ 50, 60, 70, 80 °C เท่านั้น ด้วยขั้นตอนดังต่อไปนี้

ทำเครื่องหมายบนเส้นใยปั่นหลอมยาวประมาณ 5 cm ให้มีระยะห่างกันช่วงละ 1 cm วางเส้นใยในร่องบนแท่นความร้อนที่ควบคุมอุณหภูมิไว้แล้วจนคงที่เป็นเวลาประมาณ 15 วินาที จากนั้นใช้ปากคีบจับที่ปลายทั้งสองข้าง แล้วดึงเส้นใยให้เร็วที่สุดโดยระวังไม่ให้ขาด พร้อมบันทึกเวลาจากเริ่มต้นจนถึงสิ้นสุดการดึง นำเส้นที่ดึงยืดแล้วมาวางกับพื้นราบติดด้วยเทปกาวให้แน่นทั้งสองข้าง แล้ววัดระยะที่ยืดออกหลังการดึงยืด เพื่อหาอัตราเร็วในการดึงและอัตราส่วนการยืด การดึงยืดทำที่อุณหภูมิ 50, 60, 70 และ 80 °C เส้นใยหลังการดึงยืดถูกนำไปทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยวิธีดังกล่าวแล้วในหัวข้อ 4.3.2 รูป 4.11-4.18 แสดงผลการทดสอบ และรูป 4.19-4.26 แสดงผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนจาก DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) และเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังการดึงยืดที่ 50, 60, 70 และ 80 °C ตาราง 4.4 สรุปข้อมูลผลการทดสอบ

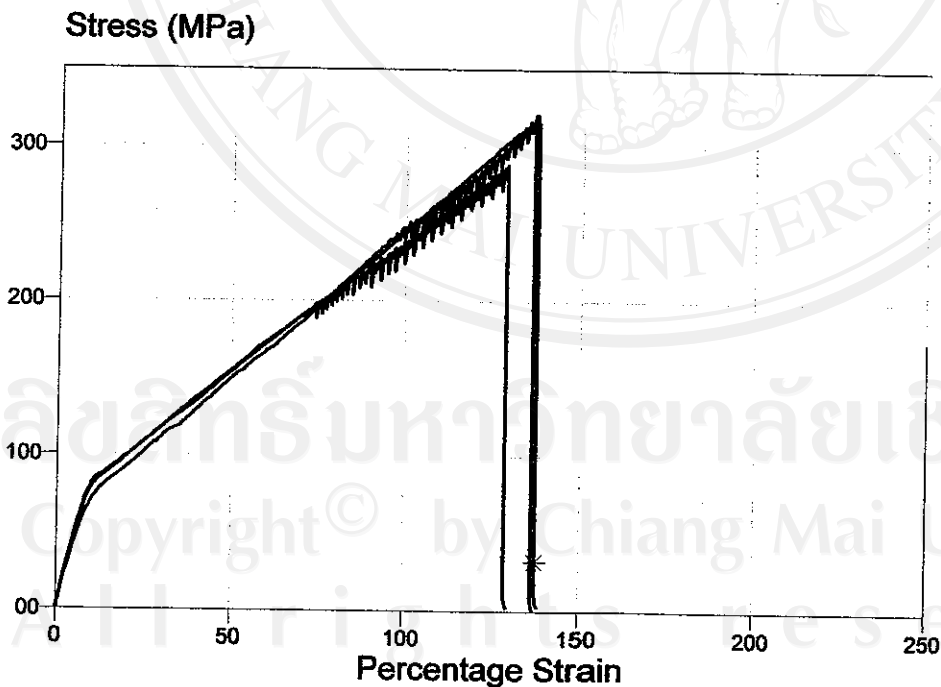
และการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนดังกล่าว โดยผลการทดสอบเลือกจากกราฟที่ให้ค่า stress at break สูงสุด เนื่องจากความแข็งแรงสูงสุด บ่งชี้ถึงผลลัพธ์ที่เป็นไปได้จากกระบวนการปรับปรุงเส้นใย เส้นใยที่แข็งแรงน้อยกว่าอาจสูญเสียความทนแรงดึง เนื่องจากความบกพร่องภายในโครงสร้างของเส้นใยเอง



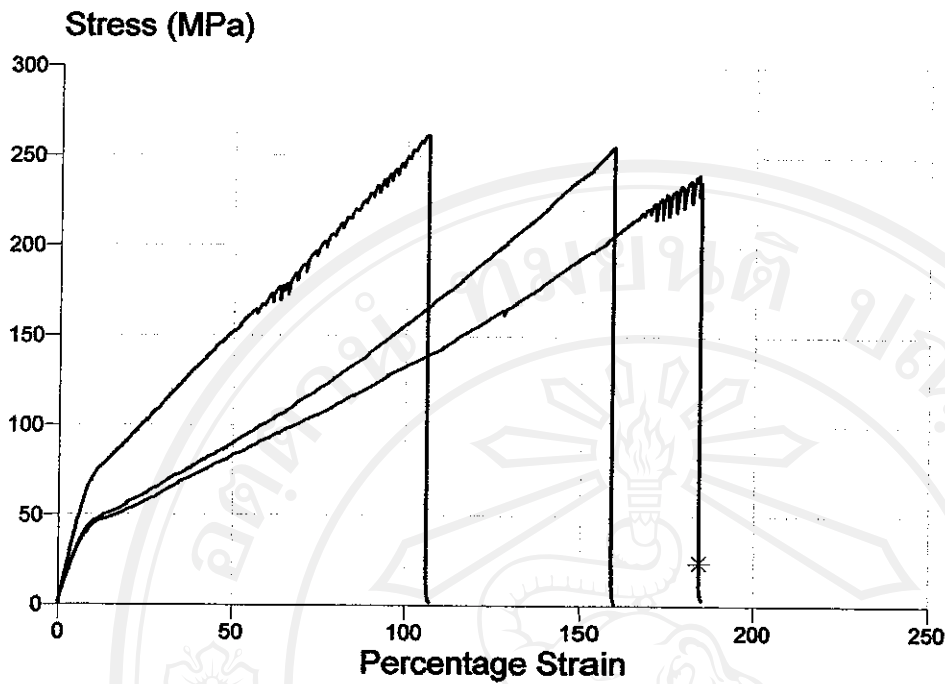
รูป 4.11 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 °C ด้วยอัตราเร็ว 6500-8300 % min⁻¹ จนได้ $\lambda = 6.0-6.7$



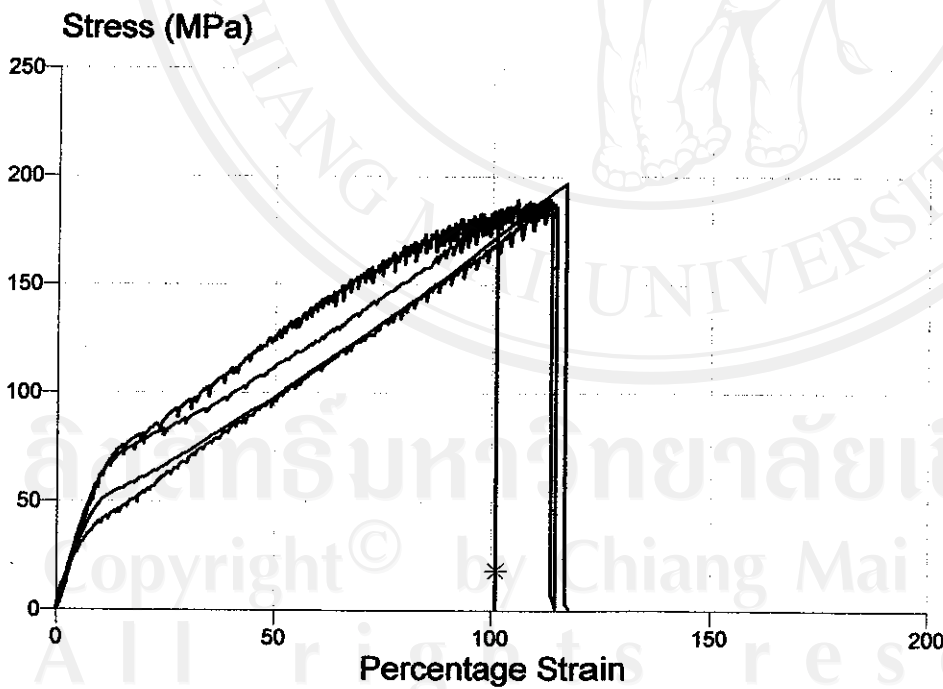
รูป 4.12 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 60°C
ด้วยอัตราเร็ว $8600\text{-}14400\% \text{ min}^{-1}$ จนได้ $\lambda = 7.2\text{-}7.4$



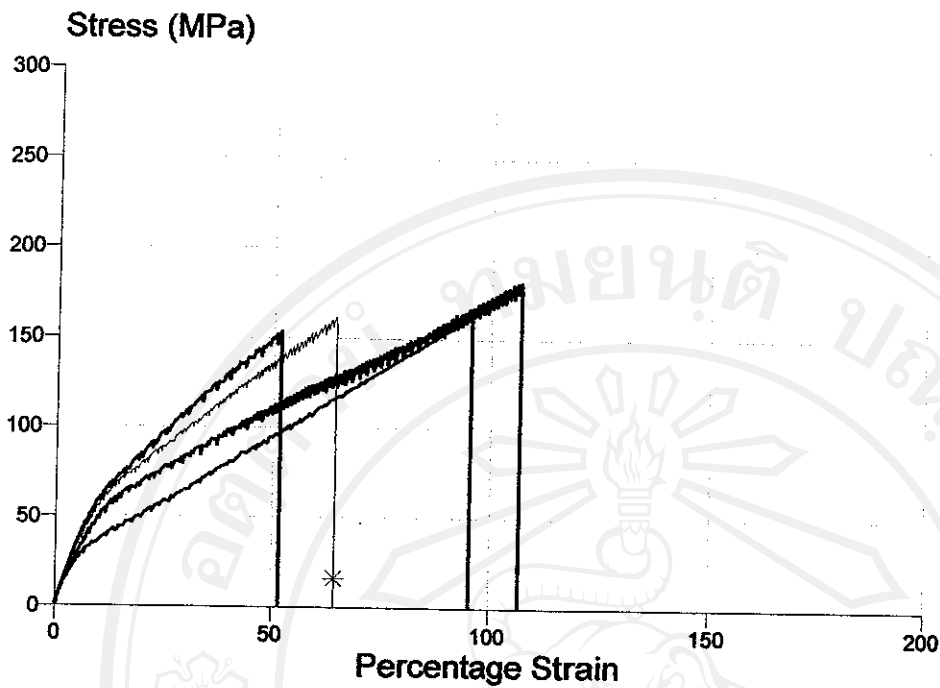
รูป 4.13 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 70°C
ด้วยอัตราเร็วในการดึงยืด $12900\text{-}16500\% \text{ min}^{-1}$ จนได้ $\lambda = 8.5\text{-}9.2$



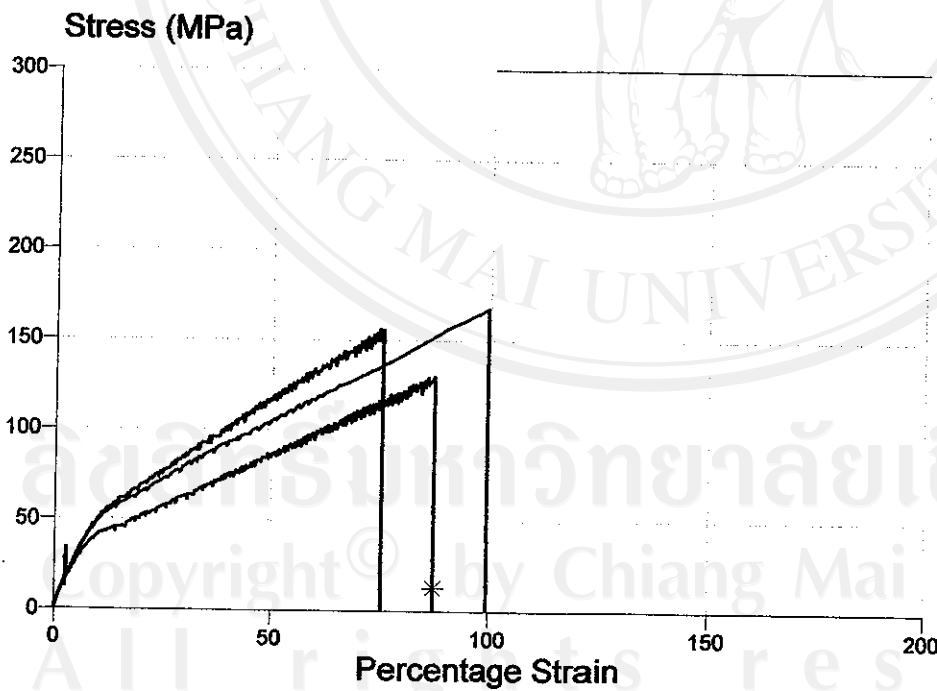
รูป 4.14 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 80 °C ด้วยอัตราเร็ว 16900-21000 % min⁻¹ จนได้ $\lambda = 9.1-9.5$



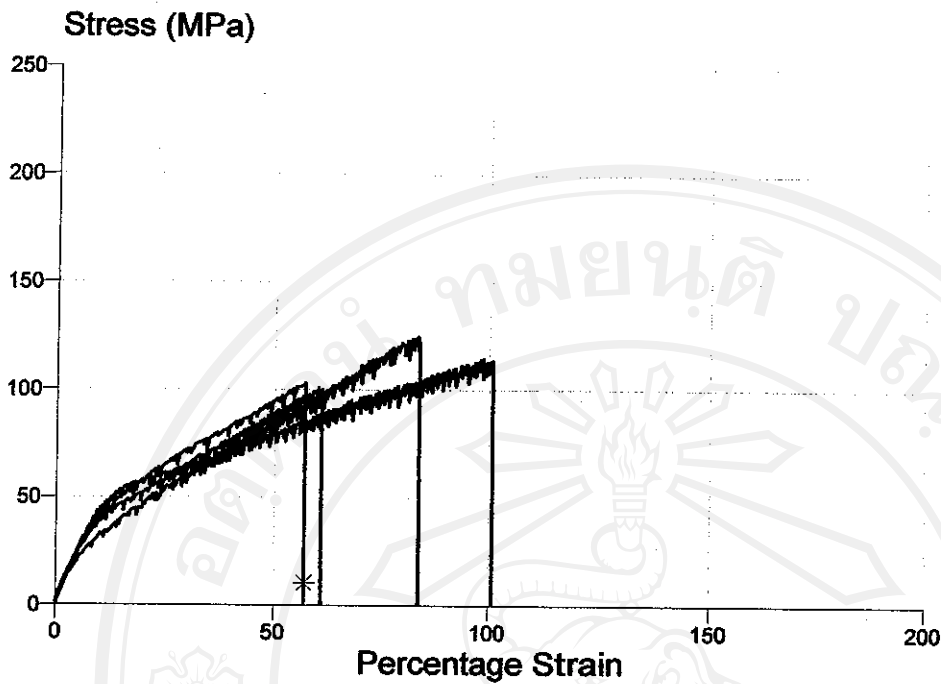
รูป 4.15 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 °C ด้วยอัตราเร็ว 2600-2700 % min⁻¹ จนได้ $\lambda = 6.0-6.3$



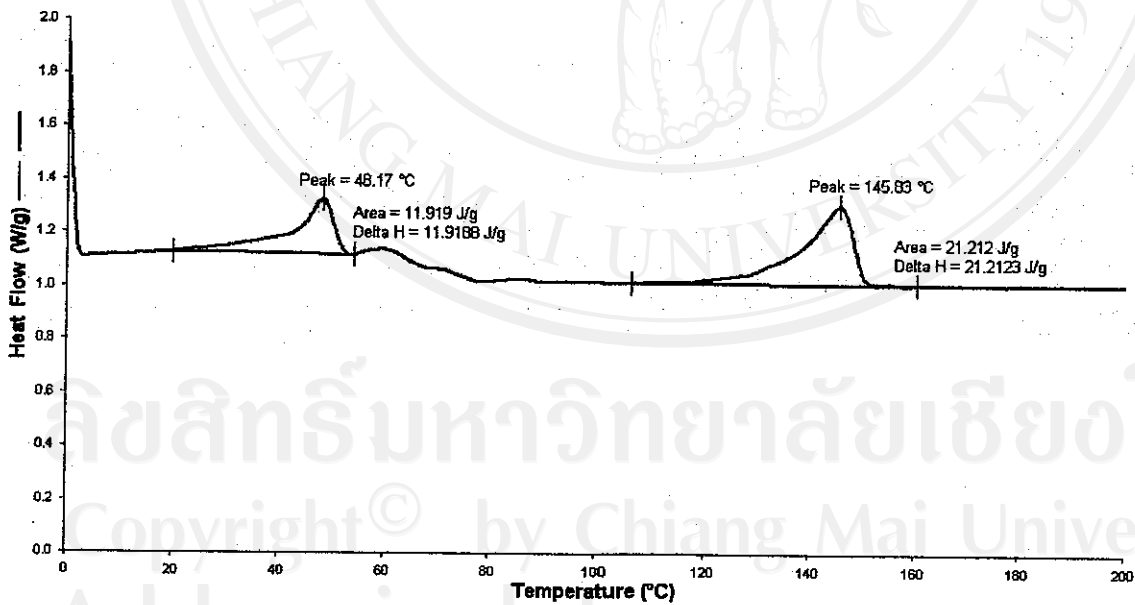
รูป 4.16 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 60°C ด้วยอัตราเร็ว $3600\text{-}3800\% \text{ min}^{-1}$ จนได้ $\lambda = 6.1\text{-}6.4$



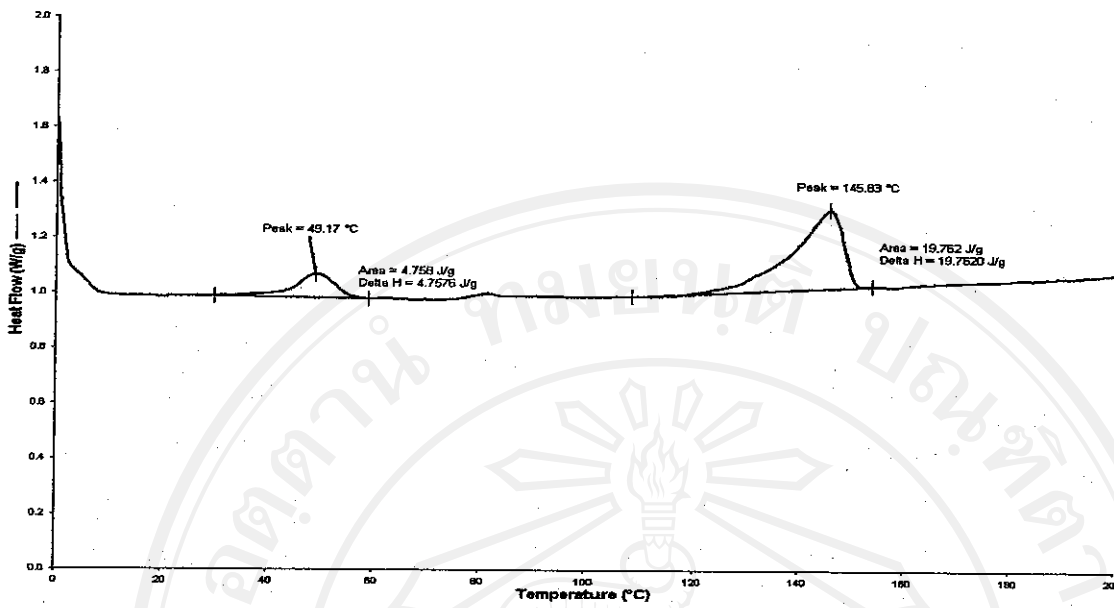
รูป 4.17 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(CL-co-CL-co-G) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 70°C ด้วยอัตราเร็ว $5600\text{-}6400\% \text{ min}^{-1}$ จนได้ $\lambda = 7.4\text{-}7.6$



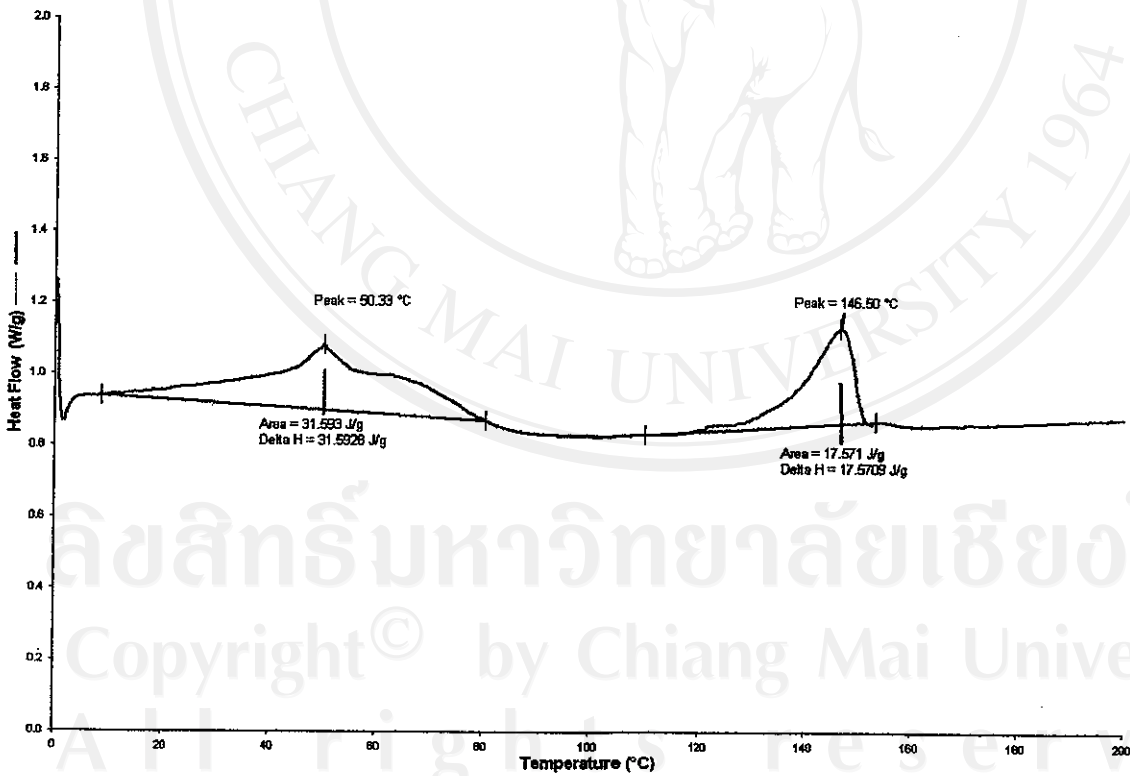
รูป 4.18 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(CL-co-CL-co-G) หลังถูกดึงยึดที่อุณหภูมิ 80 °C ด้วยอัตราเร็ว 7500-8000 % min⁻¹ จนได้ $\lambda = 8.0-8.5$



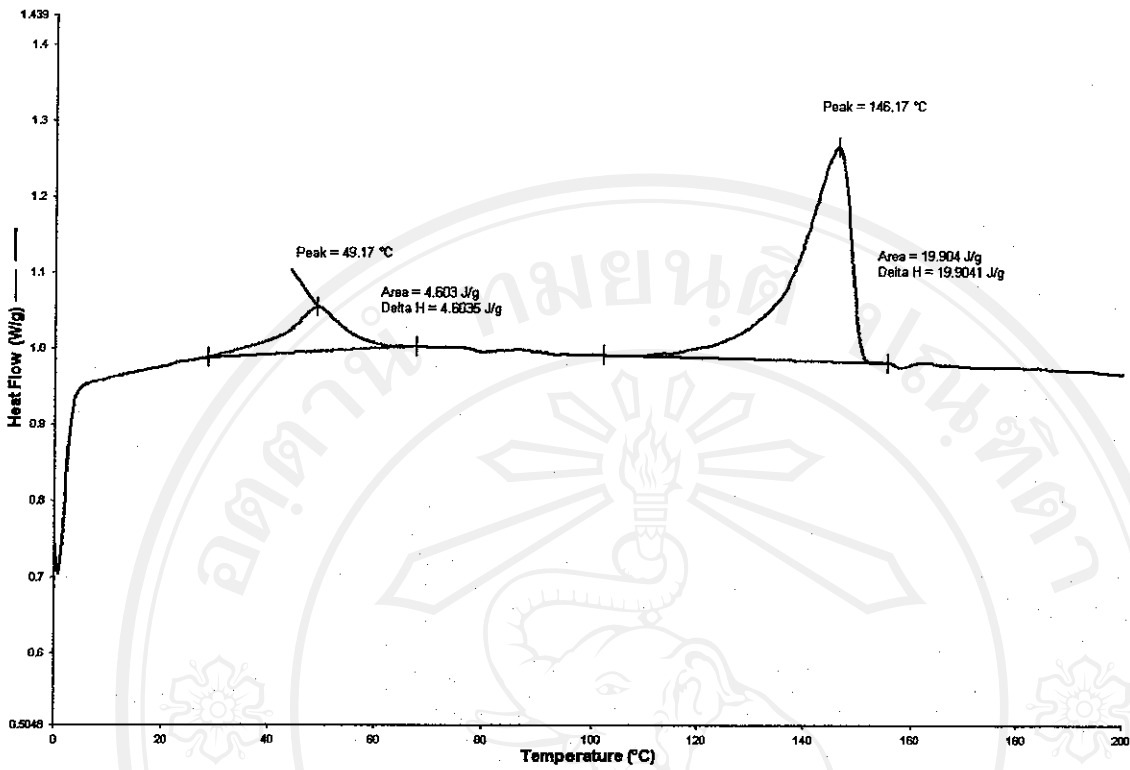
รูป 4.19 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดึงยึดที่อุณหภูมิ 50 °C



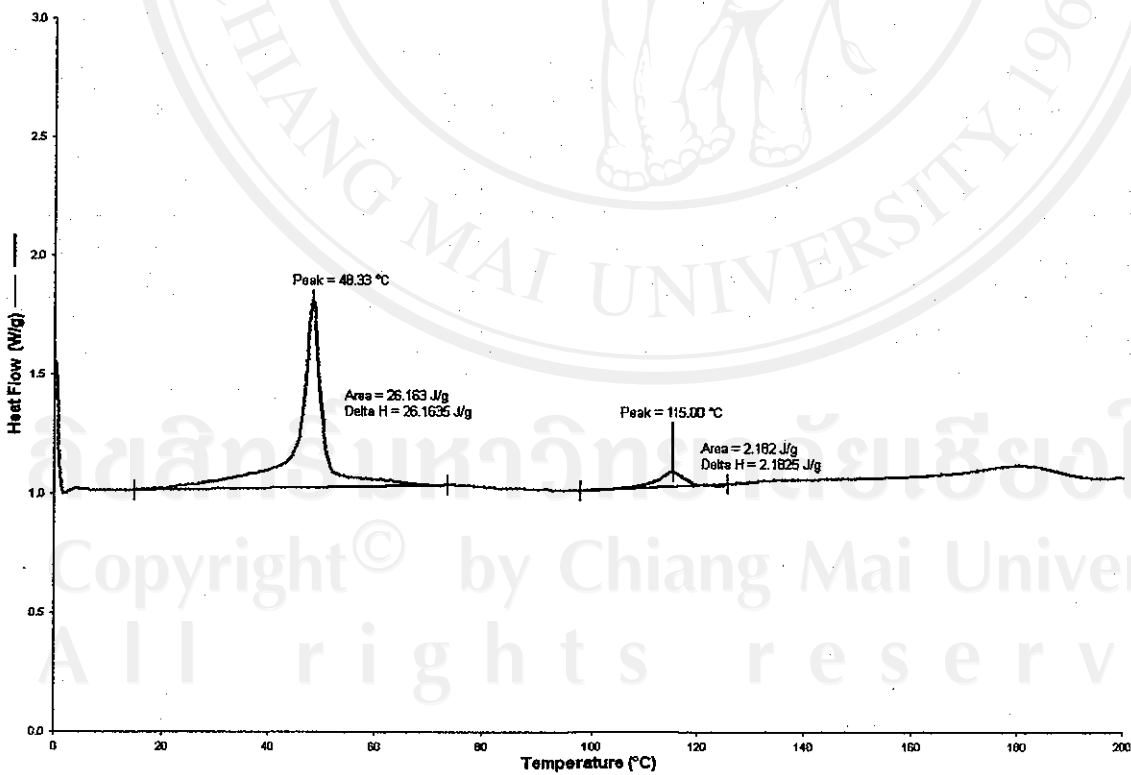
รูป 4.20 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดั่งยัดที่อุณหภูมิ 60 °C



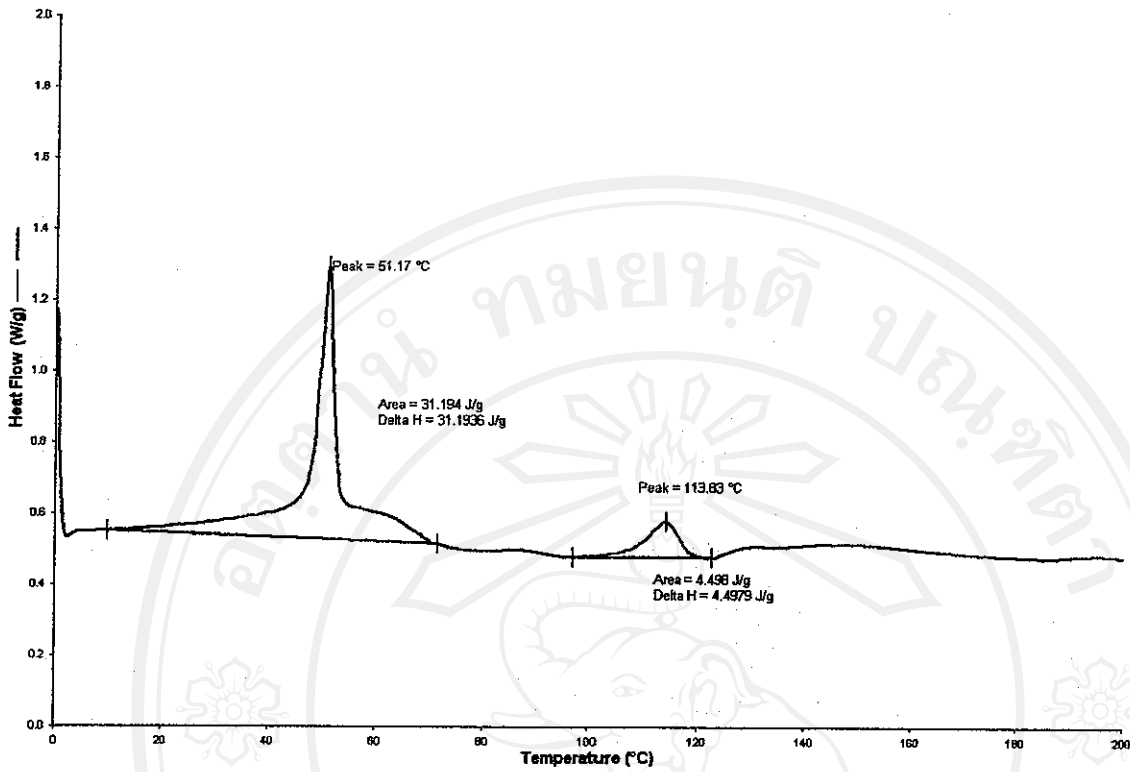
รูป 4.21 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดั่งยัดที่อุณหภูมิ 70 °C



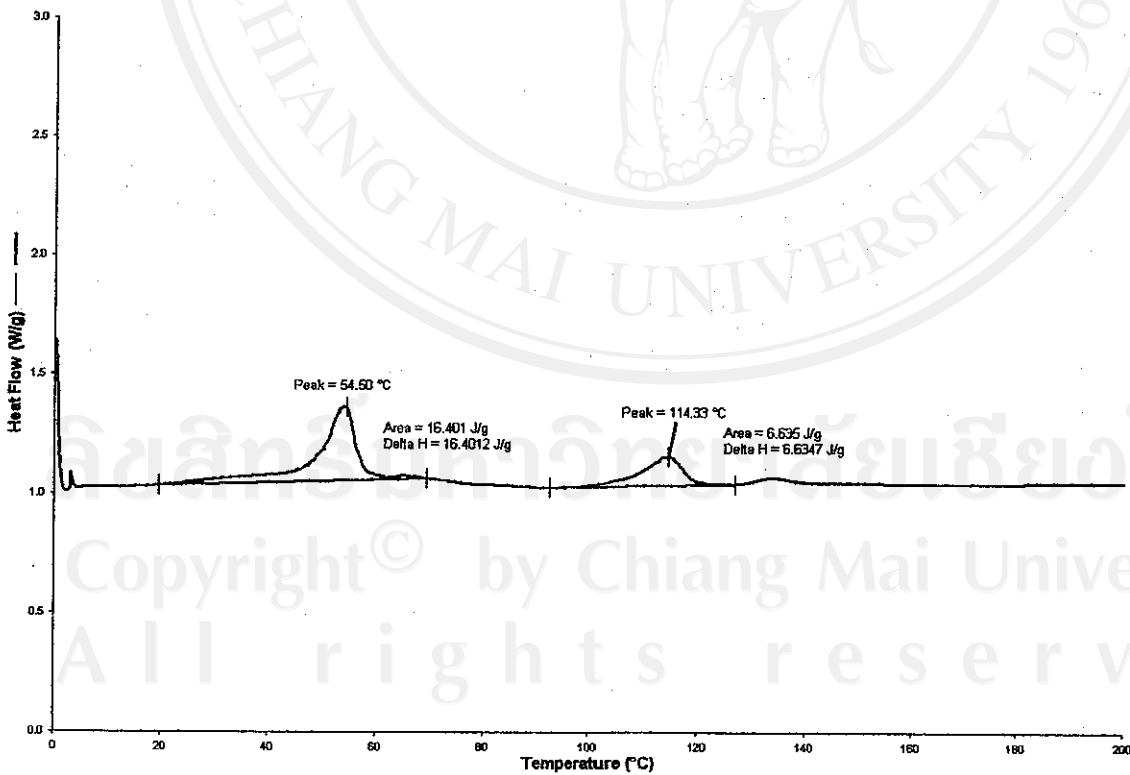
รูป 4.22 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกคั้งยัดที่อุณหภูมิ 80°C



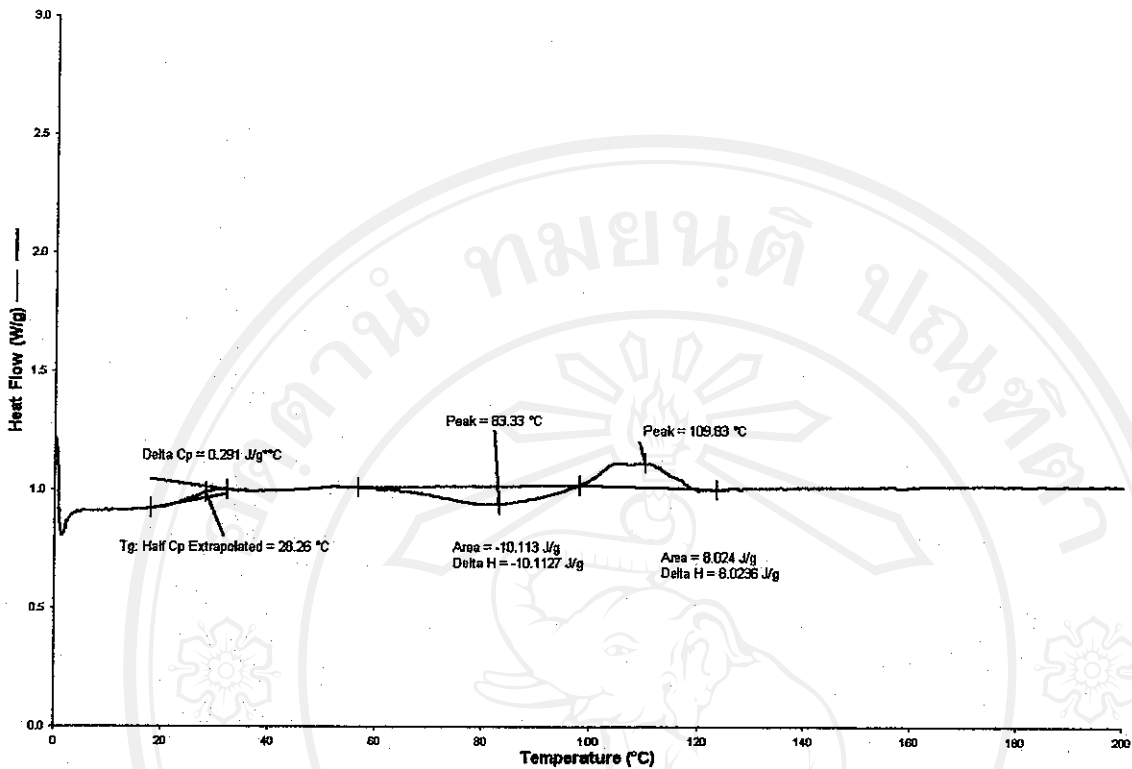
รูป 4.23 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกคั้งยัดที่อุณหภูมิ 50°C



รูป 4.24 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกคั้งยัดที่อุณหภูมิ 60 °C



รูป 4.25 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกคั้งยัดที่อุณหภูมิ 70 °C



รูป 4.26 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 80 °C

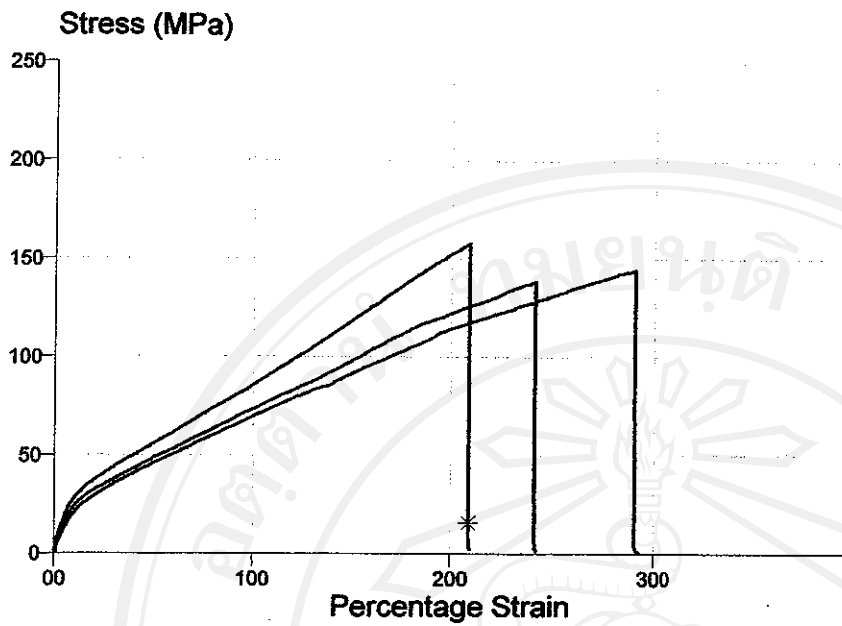
ผลการดึงยืดเส้นใยปั่นหลอมทั้ง P(LL-co-CL) และ P(LL-co-CL-co-G) ที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในตาราง 4.4 พบว่า เส้นใยหลังการดึงยืดขณะร้อน มีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้นประมาณ 3000 % ของเส้นใยปั่นหลอม เพราะมีการจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุลใหม่ตามแนวทิศทางของแรงดึง จนสามารถเกิดผลึก และพบเส้นใยมีความแข็งที่สุดเมื่อดึงยืดที่ 70 °C และ 50 °C สำหรับ โทและเทอร์พอลิเมอร์ตามลำดับ เส้นใยดังกล่าวสามารถปรับปรุงให้แข็งแรงขึ้นได้อีกหากสามารถยืดออกให้มีอัตราส่วนการยืดสูงขึ้น เพราะยิ่งอัตราส่วนการยืดสูงก็จะยิ่งมีการจัดเรียงตัวสูงขึ้น ซึ่งมีผลทำให้ความแข็งแรงมากขึ้น แต่การดึงยืดในครั้งเดียวกันไม่สามารถทำได้ เพราะสายโซ่โมเลกุลพันกันจนขัดขวางการยืดตัวออกจากกันทำให้เส้นใยขาดออก จึงต้องผ่านการแอนนิลเพื่อให้โมเลกุลภายในมีโอกาสเกิดการเคลื่อนตัวและปรับสภาพใหม่ (relaxation) ด้วยการให้อุณหภูมิที่เหมาะสมแล้วจึงจะสามารถดึงยืดต่อไป

4.4.2 การแอนนีส (Annealing)

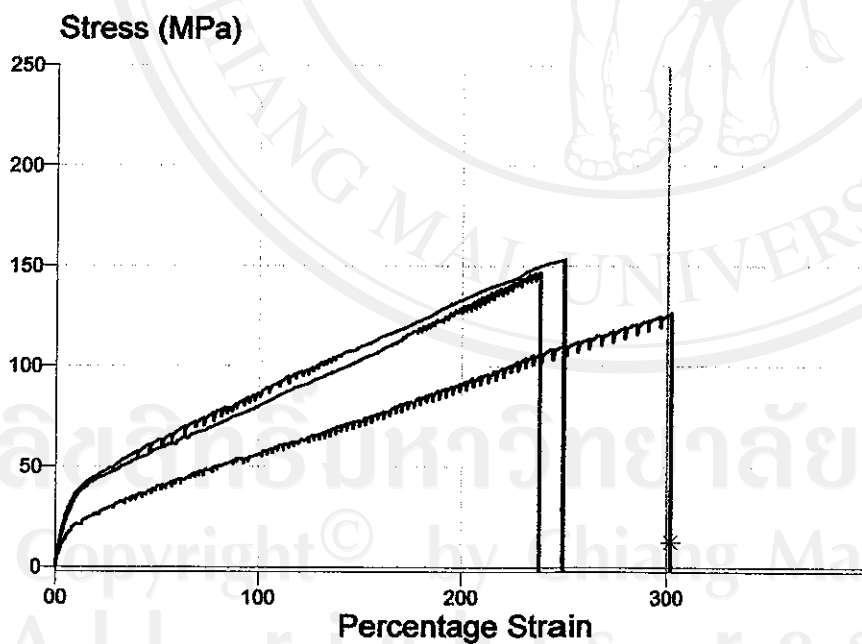
ขั้นตอนนี้จะเป็นการแอนนีสเส้นใยหลังการดึงยืดครั้งแรก เพื่อให้สามารถดึงยืดครั้งต่อไปอีก ให้ได้อัตราส่วนการยืดสูงสุดเท่าที่จะทำได้ ทั้งนี้เพราะจะได้การจัดเรียงตัวดีที่สุด ดังกล่าวแล้วข้างต้น ในการทดลองเบื้องต้น พบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมในการแอนนีสอยู่ที่ประมาณ 60 °C หากสูงกว่านี้เส้นใยจะนิ่ม และถ้าอบเป็นเวลานานมากจะทำให้เส้นใยเกาะติดกับกระดาษ ดังนั้นจึงเลือกแอนนีสเส้นใยที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเลือกเส้นใยหลังการดึงยืดครั้งแรกที่เงื่อนไขการดึงยืด ที่ 50 °C ซึ่งต่ำกว่าอุณหภูมิการแอนนีส

ในการทดลอง ก่อนการแอนนีส ต้องเตรียมเส้นใยหลังการดึงยืดครั้งแรกด้วยเงื่อนไขการดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 °C แล้ววัดความยาวของเส้นใยหลังการดึงยืดครั้งแรกให้คงที่ประมาณ 1 – 2 ชั่วโมง ก่อนพันใส่กระดาษและเก็บไว้ใน desiccator ณ อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงจะนำมาแอนนีสในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทั้งนี้เพราะหากเส้นใยหดตัวจากเดิม การแอนนีสจะทำให้เกิดผลึกที่ไม่มีการจัดเรียงตัวตามแนวเส้นใย แต่เกิดแบบสุ่ม ซึ่งจะไม่เสริมความแข็งแรงของเส้นใยหลังการแอนนีส

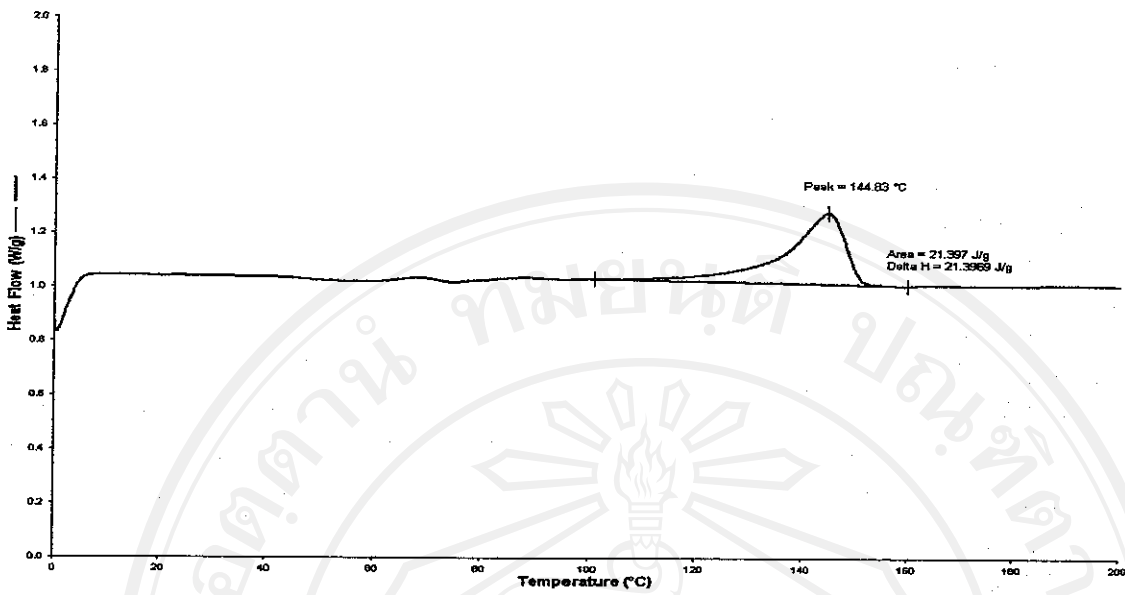
เพื่อติดตามผลการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใย จึงนำเส้นใยหลังการแอนนีสไปทดสอบสมบัติเชิงกล ผลการทดสอบแสดงในรูป 4.27-4.28 และตาราง 4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยเหล่านี้ด้วย DSC แสดงในรูป 4.29-4.30 และตาราง 4.4



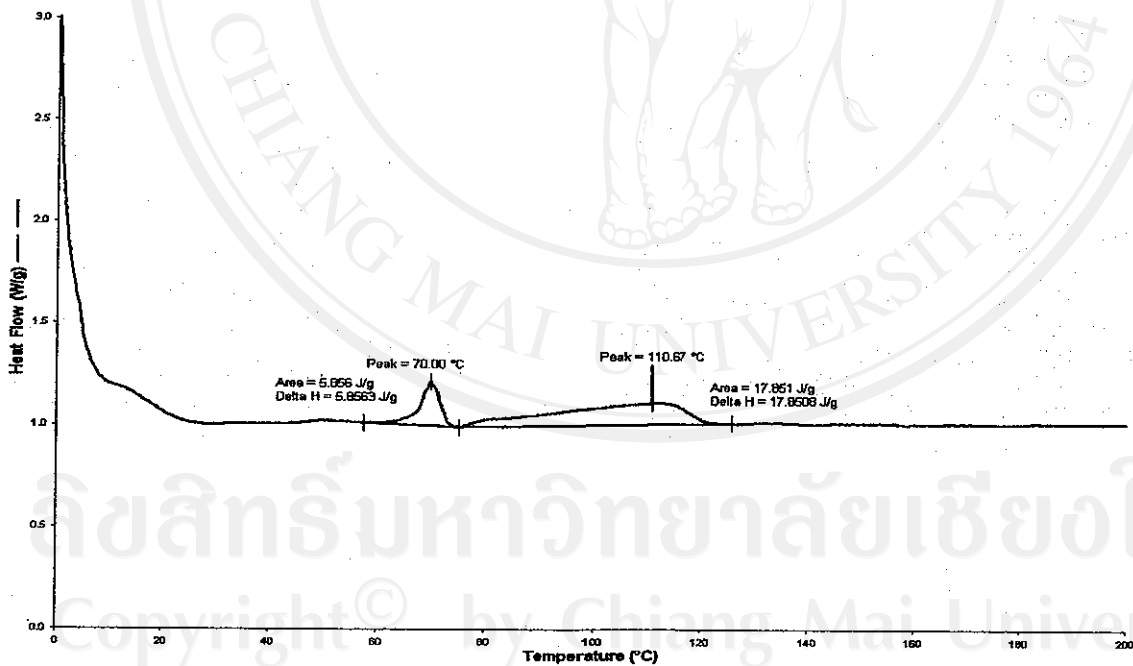
รูป 4.27 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) ที่ถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 °C ด้วยอัตราเร็ว 6800-7600 %min⁻¹ จนได้ $\lambda = 6.4-6.6$ แล้วทำการแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูป 4.28 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกดึงยืดที่อุณหภูมิ 50 °C ด้วยอัตราเร็ว 2600-2800 %min⁻¹ จนได้ $\lambda = 6.2-6.3$ แล้วทำการแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



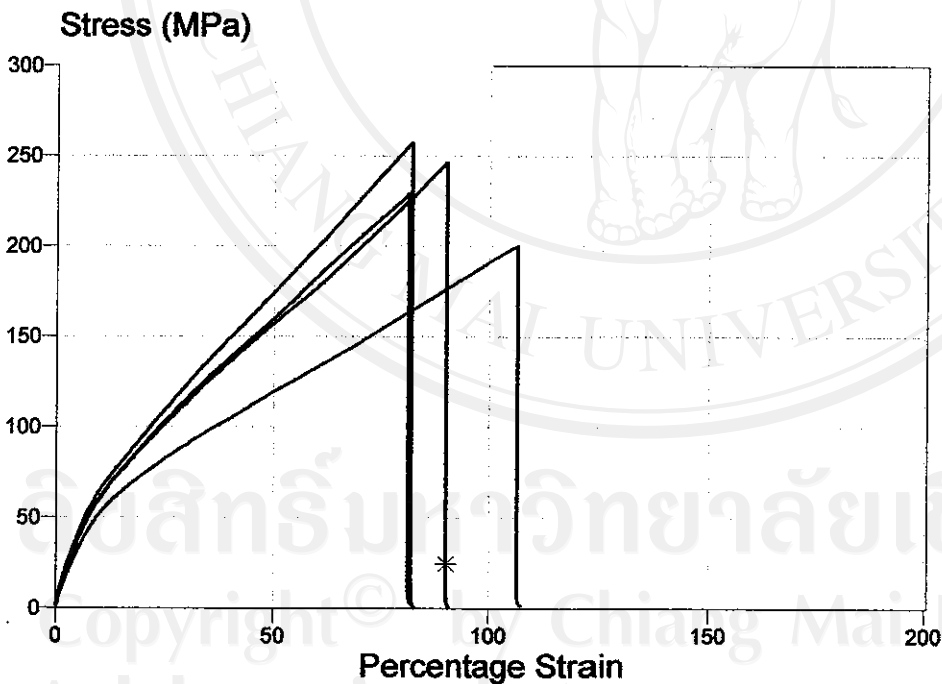
รูป 4.29 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) ถูกคั่งยัดที่อุณหภูมิ 50 °C และทำการแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



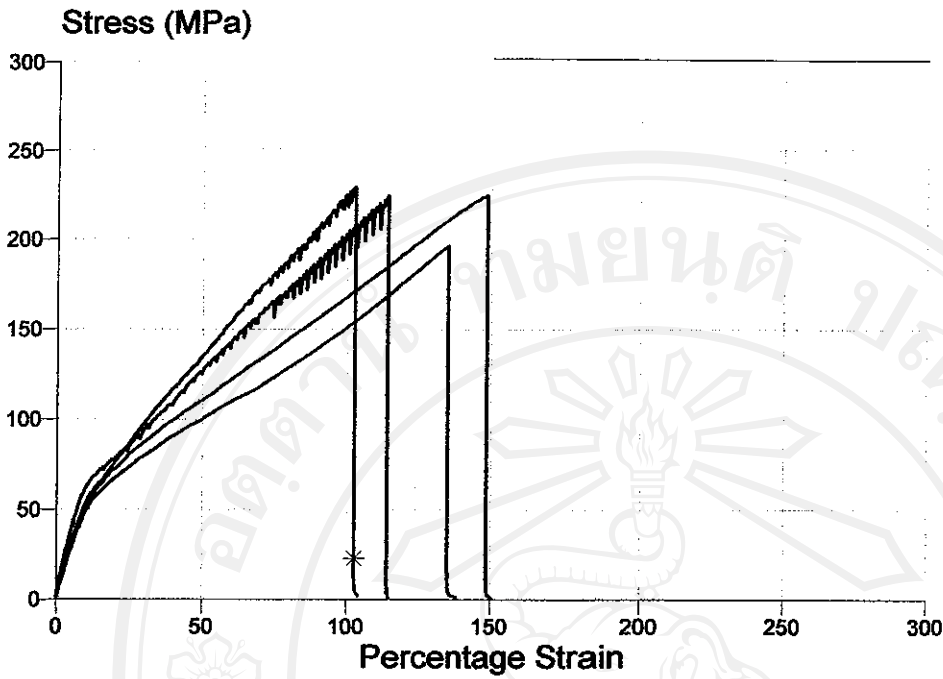
รูป 4.30 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) ถูกคั่งยัดที่อุณหภูมิ 50 และทำการแอนนิล ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

4.4.3 การดึงยืดขณะร้อนหลังการแอนนีส

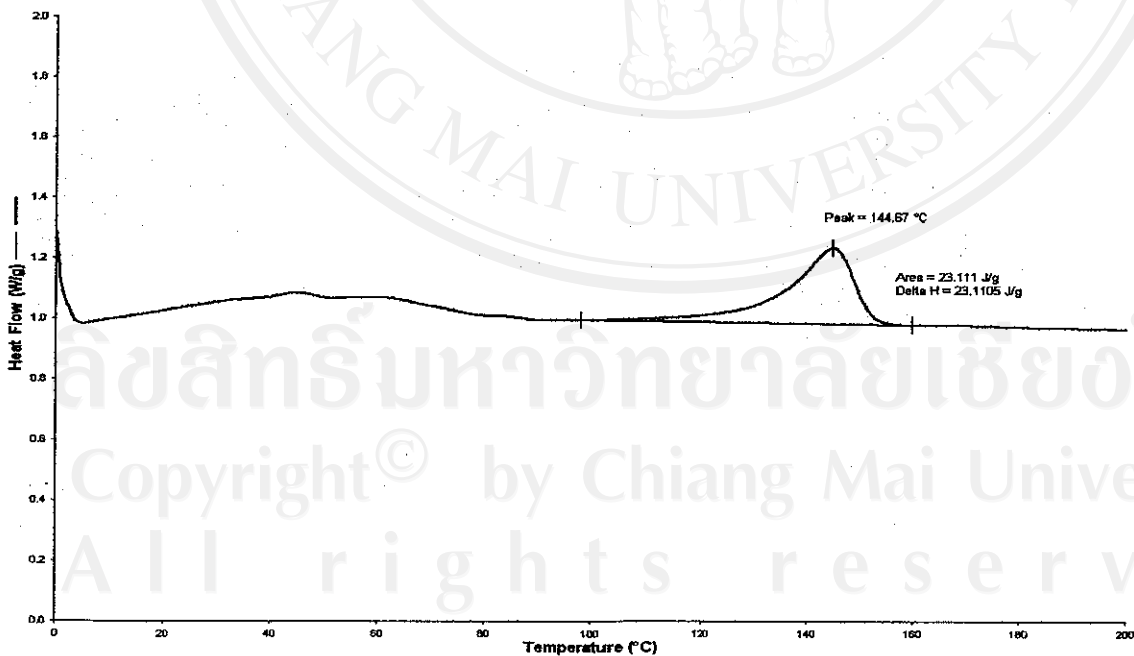
นำเส้นใยที่ผ่านการแอนนีสในหัวข้อ 4.4.2 มาดึงยืดอีกครั้ง เพื่อให้ได้อัตราส่วนการยืดสูงสุด การดึงยืดในครั้งนี้ทำที่อุณหภูมิ 60 °C ในการดึงยืดครั้งที่ 2 นี้เริ่มด้วยการนำเอาเส้นใยหลังแอนนีสมาพักไว้ รอให้เส้นใยมีอุณหภูมิลดลงจนมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง (ใช้เวลาประมาณ 1-2 ชั่วโมง) หลังจากนั้นนำเส้นใยมาวางบนแท่นความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 วินาที แล้วดึงด้วยมือด้วยอัตราเร็วสูงสุดที่ไม่ทำให้เส้นใยขาด วัดความยาวสุดท้ายของเส้นใยที่ดึงได้ เพื่อคำนวณหาอัตราส่วนการยืดสุดท้าย ผลการดึงยืดพบว่า เส้นใยมักจะขาดหรือหลุด ทั้งนี้เพราะเส้นใยมีความกระด้างมากขึ้น เนื่องจากมีผลึกเกิดขึ้นอยู่แล้วเป็นปริมาณมากขึ้นและเส้นใยได้ถูกยืดมาแล้วครั้งหนึ่ง จึงสามารถยืดได้อีกเพียงเล็กน้อย แต่อย่างไรก็ตามเมื่อพยายามดึงให้ได้อัตราส่วนการยืดสูงสุด สุดท้ายได้เส้นใยหลังการดึงยืดครั้งที่ 2 เพียง 3-4 เส้นที่สามารถทดสอบสมบัติเชิงกลได้ ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยวิธีการเดียวกันแสดงในรูป 4.31-4.32 และตาราง 4.4 และผลการวิเคราะห์ด้วย DSC แสดงในรูป 4.33-4.34 และตาราง 4.4



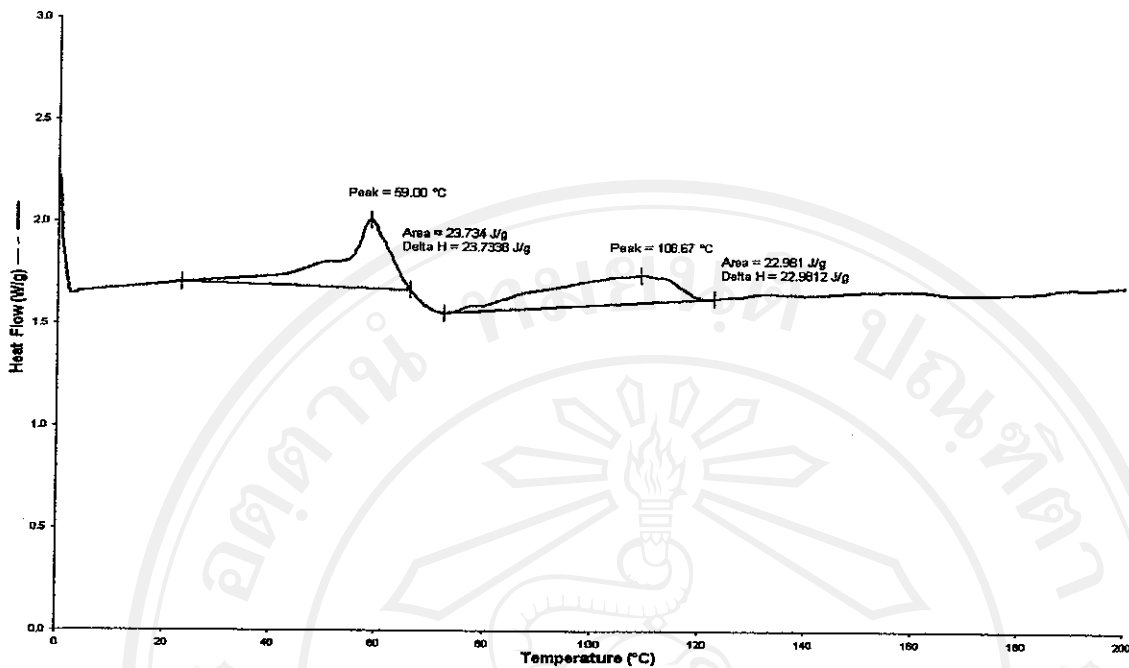
รูป 4.31 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) ถูกดึงยืดครั้งที่ 2 ที่อุณหภูมิ 60 °C ด้วยอัตราเร็ว 4400-4600 %min⁻¹ จนได้ $\lambda = 7.3-7.5$ หลังการแอนนีสที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูป 4.32 เส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) ถูกดึงยืดครั้งที่ 2 ที่อุณหภูมิ 60 °C ด้วยอัตราเร็ว 3700-4000 %/min จนได้ $\lambda = 6.4-6.6$ หลังการแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูป 4.33 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังถูกดึงยืด 2 ครั้ง

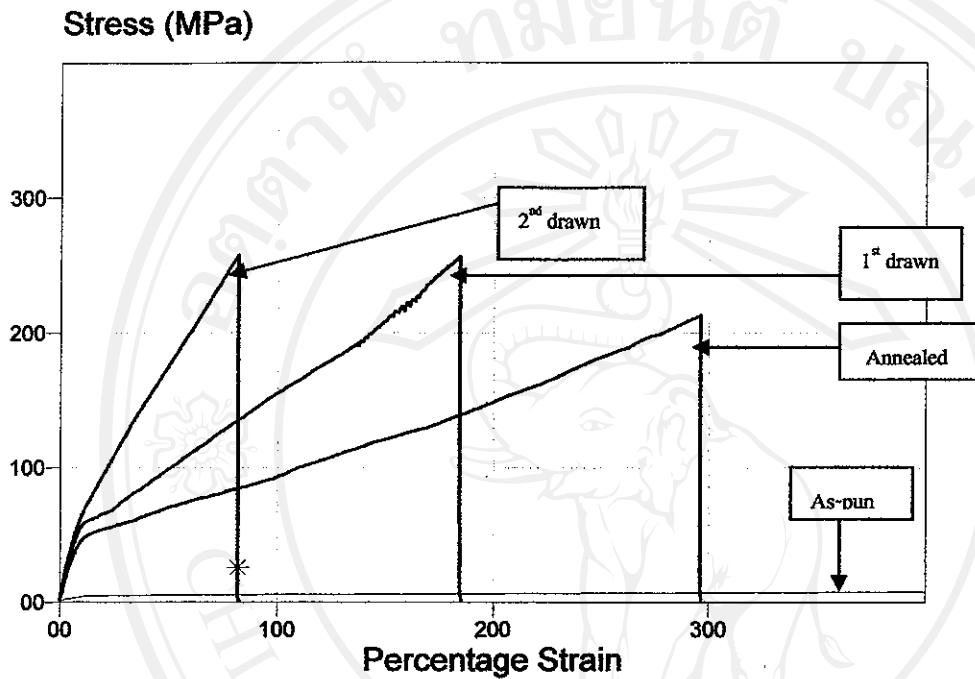


รูป 4.34 เทอร์โมแกรม DSC ของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังถูกคั้งยี้ด 2 ครั้ง

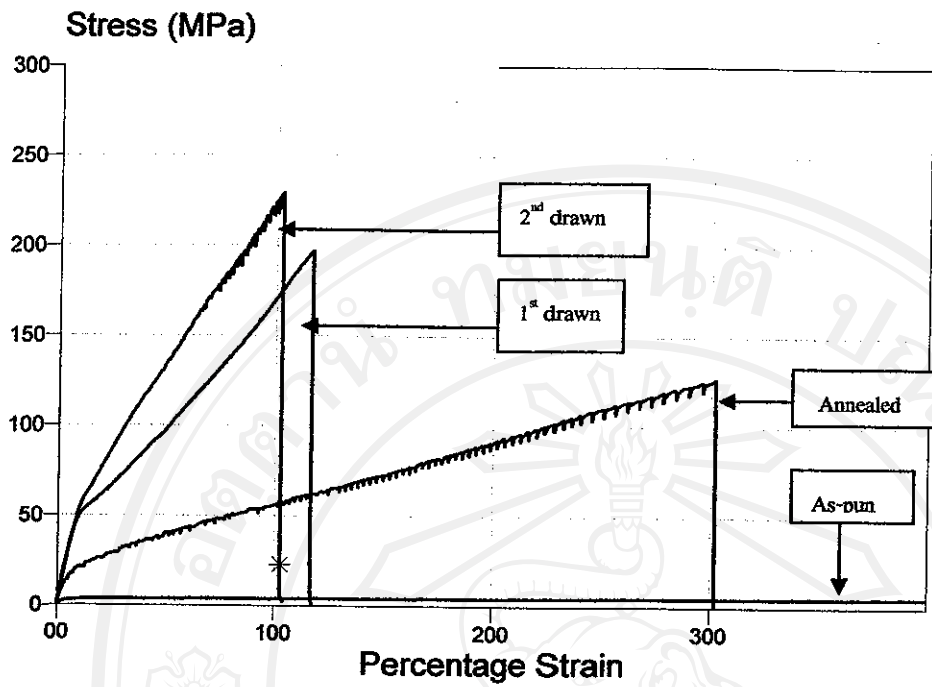
รูป 4.35-4.36 แสดงการเปรียบเทียบผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใย โคลและเทอร์พอลิเมอร์หลังการปรับปรุงสมบัติเชิงกลในแต่ละขั้นตอน จะเห็นได้ว่าการคั้งยี้ดเส้นใยขณะร้อนครั้งแรกที่อุณหภูมิ 50°C ทำให้เส้นใยมีความแข็งแรงมากขึ้นมาก เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยปั่นหลอม (ประมาณ 3000 %) หลังจากนั้นเมื่อนำเส้นใยไปแอนนิลที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทำให้เส้นใยมีความอ่อนนุ่มลง โดยมีความแข็งแรงลดลงและมีระยะยืดมากขึ้น และเมื่อทำการคั้งยี้ดขณะร้อนอีกครั้งหลังการแอนนิลที่อุณหภูมิเดียวกัน (60 °C) ทำให้เส้นใยมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นได้อีก โดยการทดสอบสอดคล้องกันทั้งโคลและเทอร์พอลิเมอร์ แต่เทอร์พอลิเมอร์แสดงผลชัดเจนกว่า จึงสามารถกล่าวได้ว่า วิธีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลด้วยการคั้งยี้ดขณะร้อนสลับกับการแอนนิล เพื่อให้ได้อัตราส่วนการยืดสูงขึ้น สามารถใช้เป็นแนวทางในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของเส้นใยให้แข็งแรงขึ้นได้

รูป 4.37 แสดงการเปรียบเทียบเส้นโค้งความเค้น-ความเครียดกับไหมละลายเชิงพาณิชย์ ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท Peters Surgical Co. Ltd. ซึ่งทำบรรจุภัณฑ์ไหมละลายในประเทศไทยได้ส่งมอบไหมละลายขนาด USP 6-0 และ 3-0 เพื่อการทดลองเปรียบเทียบ ผลการทดสอบพบว่าเส้นใยโคลและเทอร์พอลิเมอร์ ที่ผลิตขึ้น สามารถทนแรงดึงได้ ประมาณ 50 % และ 43 % ของไหมละลายเชิงพาณิชย์ที่มีขนาดใกล้เคียงกัน (USP 3-0) ตามลำดับ ในรูป 4.38 แสดงเส้นโค้งแรง-

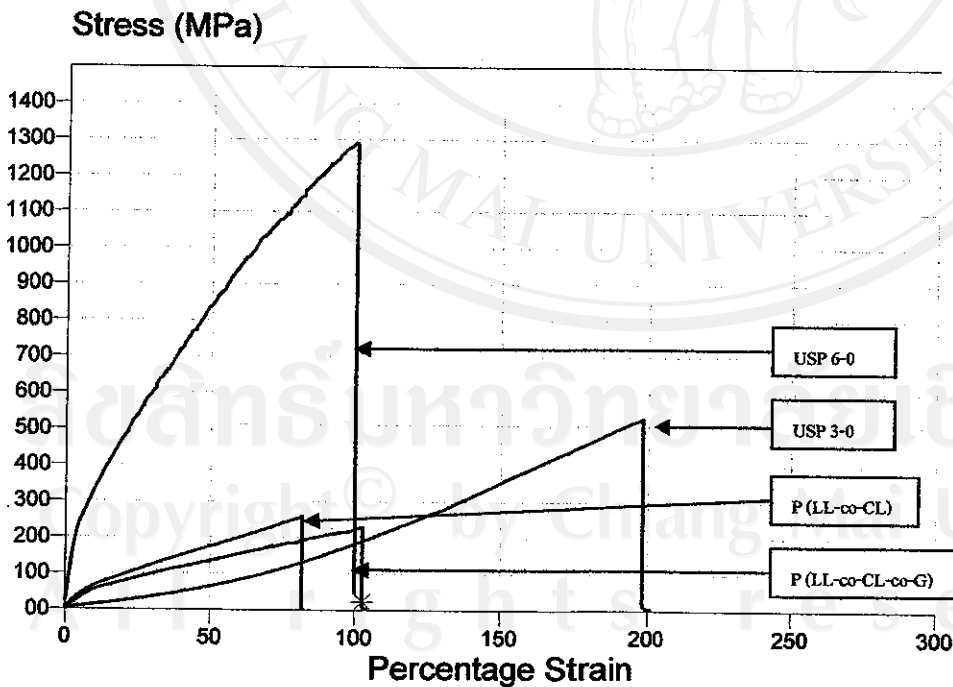
ความเครียด ที่สอดคล้องกับเส้นใยความเค้น-ความเครียดในรูป 4.37 เพื่อแสดงข้อมูลความสามารถในการรับแรงได้มากขึ้นเพียงใดขณะยืดแผล



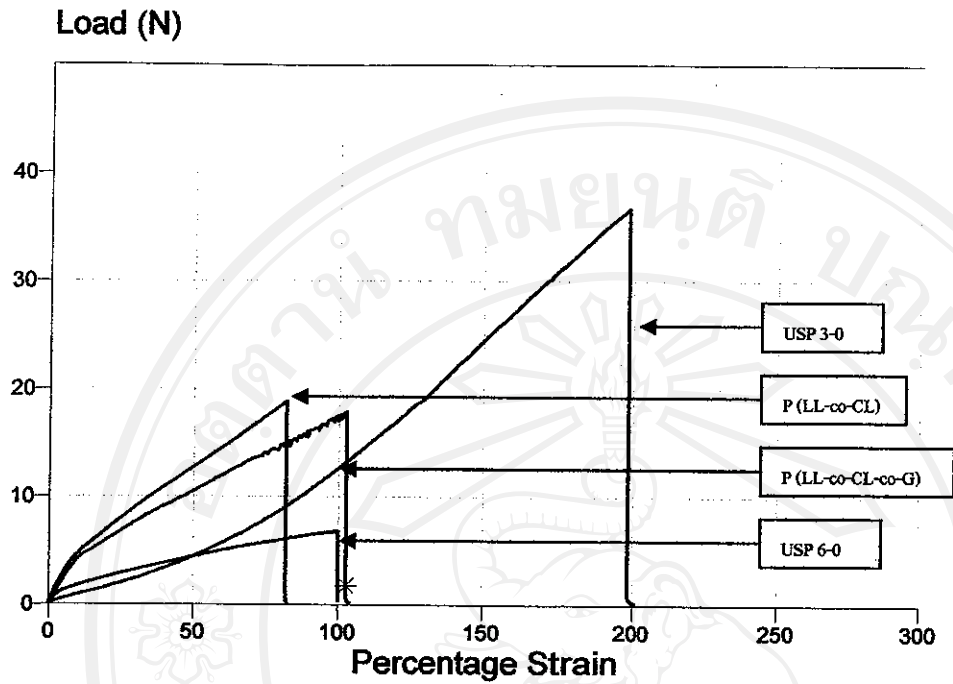
รูป 4.35 การเปรียบเทียบเส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL) หลังการปรับปรุงสมบัติเชิงกลในแต่ละขั้นตอน



รูป 4.36 การเปรียบเทียบเส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใย P(LL-co-CL-co-G) หลังการปรับปรุงสมบัติเชิงกลในแต่ละขั้นตอน



รูป 4.37 การเปรียบเทียบเส้นโค้งความเค้น-ความเครียดของเส้นใยที่ผลิตได้จากไหมละลายเชิงพาณิชย์



รูป 4.38 การเปรียบเทียบเส้น โกงแรง-ความเครียดของเส้นใยที่ผลิตได้จากไหมละลายเชิงพาณิชย์

ตาราง 4.4 ผลการทดสอบและการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของโพลีเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง

เงื่อนไขการปรับปรุง	Rate (%/min)	λ	DSC							สมบัติเชิงกล			
			T_g (°C)	T_{stress} (°C)	T_m (°C)	T_c (°C)	ΔH_c^1 (J.g ⁻¹)	ΔH_m^1 (J.g ⁻¹)	ΔH_m^2 (J.g ⁻¹)	Stress * at break (MPa)	% strain at break (%)	Young's modulus (MPa)	
As-spun P(LL-co-CL)	-	-	23	-	148	102	-18.8	-	-	18.4	9	>1160	360
หลังการดึงยืดที่ 50 °C	6500-8300	6.0-6.7	-	48	146	-	-	11.9	-	21.2	256	184	750
หลังการดึงยืดที่ 60 °C	8600-14400	7.2-7.4	-	49	146	-	-	4.8	-	19.8	253	145	800
หลังการดึงยืดที่ 70 °C	12900-16500	8.5-9.2	-	50	146	-	-	31.6	-	17.6	320	136	900
หลังการดึงยืดที่ 80 °C	16500-21000	9.1-9.5	-	49	146	-	-	4.6	-	19.9	262	106	840
หลังการแอนนิลที่ 60 °C	6800-7600	6.4-6.6	-	-	145	-	-	-	-	21.4	158	209	450
หลังการดึงยืดครั้งที่ 2 ที่ 60 °C	4400-4600	7.3-7.5	-	-	145	-	-	-	-	23.1	257	82	700
As-spun P(LL-co-CL-co-G)	-	-	29	-	116	-	-	-	-	0.7	8	>1260	400
หลังการดึงยืดที่ 50 °C	2600-2700	6.0-6.3	-	48	115	-	-	26.2	-	2.2	196	116	730
หลังการดึงยืดที่ 60 °C	3600-3800	6.1-6.4	-	51	114	-	-	31.2	-	4.5	181	106	660
หลังการดึงยืดที่ 70 °C	5600-6400	7.4-7.6	-	54	114	-	-	16.4	-	6.6	167	99	720
หลังการดึงยืดที่ 80 °C	7500-8000	8.0-8.5	28	-	109	83	-10.1	-	-	8.0	124	83	800
หลังการแอนนิลที่ 60 °C	2700-2800	6.2-6.3	-	70	111	-	-	5.9	-	17.9	153	249	660
หลังการดึงยืดครั้งที่ 2 ที่ 60 °C	3700-4000	6.4-6.6	-	59	109	-	-	23.7	-	23.0	229	102	680

* ค่าสูงสุดของการทดสอบทั้งหมด

T_{stress} = อุณหภูมิการเกิด stress relaxation ภายในโมเลกุลของเส้นใย