รายงานการวิจัย

โครงการวิจัยเรื่อง

การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตของพอลิเมอร์

Electrospinning of polymers

หัวหน้าโครงการวิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พิชญ์ ศุภผล

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
งบประมาณเพื่อการวิจัย ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2545-2547

รายงานการวิจัย

โครงการวิจัยเรื่อง

การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตของพอลิเมอร์

Electrospinning of polymers

หัวหน้าโครงการวิจัย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พิชญ์ ศุภผล

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
งบประมาณเพื่อการวิจัย ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2545-2547

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติที่สนับสนุนงบประมาณเพื่อการวิจัยในงานวิจัยนี้ การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเป็นกระบวนการผลิตหนึ่งที่สามารถผลิตเส้นใยให้มีขนาดเล็กมากระดับนาโนเมตรได้ การศึกษาวิจัยพื้นฐานโดยเริ่มตั้งแต่ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการผลิต จนกระทั่งถึงการนำเส้นใยไปประยุกต์ใช้งานบางประการ ทำให้สามารถที่จะผลิตและนำเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากระดับนาโนเมตรนี้ไปใช้ได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยคาดว่าจะนำไปประยุกต์ใช้ในการผลิตวัสดุที่เป็นประโยชน์เพื่อใช้ในงานวิจัยทางวิชาการและในอุตสาหกรรมต่างๆ ต่อไป

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณวิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การสนับสนุนโครงการนี้ ทั้งทางด้านสถานที่ที่ทำโครงการวิจัย เครื่องมือต่างๆ ที่ใช้ในโครงการ รวมทั้งเจ้าหน้าที่ของวิทยาลัยฯ ทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือ

คณะผู้วิจัย

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทดสอบการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ซึ่งสามารถผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากระดับนาโนเมตรได้ และศึกษาผลของปัจจัยของทั้งสารละลายและกระบวนการผลิตที่มีต่อสัณฐานวิทยาและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยที่ผลิตได้จากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ได้แก่ พอลิเอไมด์ 6 พอลิอะคริโลไนไทรล์ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด และจากการทดสอบสมบัติของสารละลาย ได้แก่ ความหนืด แรงตึงผิว และ ค่าการนำไฟฟ้า พบว่าสมบัติเหล่านี้มีผลต่อสัณฐานวิทยาของเส้นใยอย่างมาก สารละลายที่มีความหนืดมากเพียงพอ จะผลิตได้เส้นใยที่มีลักษณะที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใย และหากความหนืดสูงมากขึ้น เส้นใยที่ผลิตได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้น นอกจากนี้การเลือกใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น มีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดี มีค่าแรงตึงผิวต่ำ เป็นต้น จะส่งผลต่อการปั่นเส้นใยโดยเทคนิคนี้ด้วย ในส่วนของปัจจัยของกระบวนการผลิตพบว่าเมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น สามารถทำให้เส้นใยมีปริมาณเม็ดปมบนเส้นใยลดลง ในขณะที่เมื่อเพิ่มระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใย จะทำให้เส้นใยที่ผลิตได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลง นอกจากนี้เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน ได้นำศึกษาการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ โดยผสมยาลงในสารละลายและนำไปปั่นเป็นเส้นใย แล้วศึกษาอัตราการปลดปล่อยยาออกจากเส้นใย

Abstract

In this work, the electrostatic spinning or electrospinning technique was used to produce ultra-fine polymer fibers. The effects of solution and process parameters on morphological appearance and average diameter of the as-spun fibers of polyamide-6, polyacrylonitrile, poly(vinyl alcohol), and polycarprolactone were investigated by scanning electron microscopy (SEM) techniques. It was shown that the solution properties (i.e. viscosity, surface tension, and conductivity) were important factors characterizing the morphology of the fibers obtained. The solutions with high enough viscosities were necessary to produce fibers without beads, and with higher viscosities could produce fibers with larger diameter. In addition, the suitable solvents (viz. good electrical properties, low surface tension) were necessary for the spinnability of this technique. The reduction of beads on fibers was observed with higher amount of the application of high voltage. The decreasing of fiber diameter was obtained with using longer tip-to-collector distance and smaller spinneret diameter. In this work, electrospun poly(vinyl alcohol) and polycarprolactone fibers were also investigated the biomedical application.

สารบัญ

สารบัญ (ต่อ)

สารบัญ (ต่อ)

รายการตารางประกอบ

รายการภาพประกอบ

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

บทที่ 1
บทนำ

การผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กมาก (Ultra-fine fibers) เป็นการพัฒนาการผลิตเส้นใยอีกแนวทางหนึ่งที่นักวิจัยสนใจศึกษาและพัฒนาขึ้น เพื่อที่จะปรับปรุงเส้นใยให้มีสมบัติที่พิเศษ โดยเฉพาะการเพิ่มพื้นที่ผิวของเส้นใย การเพิ่มความยืดหยุ่นและความแข็งแรง [1] ซึ่งจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างมากมาย การผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กมากนี้สามารถผลิตได้โดยตรงจากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยวิธีทั่วไป ได้แก่ กระบวนการปั่นเส้นใยจากพอลิเมอร์หลอมเหลว (Melt-spinning) และกระบวนการปั่นเส้นใยจากสารละลายพอลิเมอร์ (Solution-spinning) โดยปรับปรุงกระบวนการผลิต เช่น ลดปริมาณของของเหลวที่ออกมาจากหัวฉีด (Spinneret) หรืออาจเพิ่มอัตราเร็วในการดึงยืด (Draw ratio) เป็นต้น นอกจากนี้การผลิตเส้นใยที่ประกอบไปด้วยพอลิเมอร์สองชนิดขึ้นไปภายในเส้นใยเส้นเดียวโดยวิธีการรีด (Extrusion) หลังจากนั้นจึงแยกเอาพอลิเมอร์ที่ต้องการผลิตเป็นเส้นใยออก ก็เป็นอีกกระบวนการหนึ่งที่สามารถผลิตเส้นใยขนาดเล็กตามที่ต้องการได้ สำหรับกระบวนการนี้ เส้นใยที่ประกอบไปด้วยพอลิเมอร์หลายชนิดนี้สามารถผลิตให้มีลักษณะการจัดเรียงตัวของพอลิเมอร์ภายในเส้นใยได้หลายรูปแบบ ได้แก่ Island-in-a-sea type, Separation type และ Multi-layer type สำหรับรูปแบบประเภท Island-in-a-sea สามารถแยกพอลิเมอร์ที่ต้องการผลิตเส้นใยได้โดยละลายพอลิเมอร์ส่วนที่ไม่ต้องการออกด้วยตัวทำละลาย ส่วนประเภท Separation และ Multi-layer สามารถแยกพอลิเมอร์ที่ต้องการผลิตเป็นเส้นใยออกด้วยวิธีการเชิงกล หรือทางเคมี [2]

การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning หรือ Electrostatic spinning) เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่พัฒนาขึ้นเพื่อที่จะผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากนี้ กระบวนการนี้สามารถผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กถึงระดับนาโนเมตรหรือที่เรียกว่านาโนไฟเบอร์ (Nanofibers) ได้ สำหรับเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้มีการพัฒนามานานแล้ว ซึ่งเริ่มตั้งแต่ปี พ.ศ. 2477 โดย A. Formhals ได้ประดิษฐ์อุปกรณ์เพื่อใช้ในการปั่นเส้นใยเซลลูโลสอะซีเทต (Cellulose acetate) โดยใช้กระแสไฟฟ้าสถิต และได้จดลิขสิทธิ์ไว้ [3] ต่อจากนั้นมาก็มีการจดลิขสิทธิ์สำหรับกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตอีกประมาณ 50 ฉบับทั้งในเรื่องอุปกรณ์ที่ใช้ในการผลิต และการประยุกต์ใช้งานของเส้นใยที่ผลิตได้ด้วยกระบวนการนี้ สำหรับกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้เป็นกระบวนการที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน และมีราคาถูก เนื่องจากใช้อุปกรณ์ในการผลิตจำนวนน้อย อีกทั้งปริมาณของพอลิเมอร์ที่นำมาปั่นเส้นใยก็ใช้ในปริมาณที่น้อยอีกด้วย นอกจากนี้ยังใช้ระยะเวลาในการผลิตสั้นเพราะความเร็วในการปั่นเป็นเส้นใยสูง ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้จะมีลักษณะ

เป็นแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอ(Non-woven web) ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้โดยตรง ส่วนสมบัติของนาโนไฟเบอร์ที่ปั่นได้จากกระบวนการนี้จะมีอัตราส่วนของความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลางของเส้นใยสูง มีอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรของเส้นใยสูง และแผ่นผ้าที่ได้มีลักษณะเหมือนเป็นแผ่นเยื่อกั้น (Membrane) ที่มีรูพรุนขนาดเล็กระดับไมโครเมตร (Microporous) มีความเป็นรูพรุนสูง (High porosity) และมีน้ำหนักเบา [4] จากข้อดีดังกล่าวนาโนไฟเบอร์จึงสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างมากมาย ได้แก่ ใช้เป็นวัสดุอุปกรณ์ทางการแพทย์ (เช่น วัสดุตกแต่งแผล วัสดุควบคุมการปลดปล่อยยา เป็นต้น) ใช้เป็นวัสดุทางการเกษตรโดยควบคุมการปลดปล่อยยาฆ่าแมลงให้แก่พืช สามารถนำมาผลิตเป็นเสื้อผ้าที่ป้องกันสารเคมีหรือจุลินทรีย์ได้ (เช่น ชุดที่ใช้ในห้องผ่าตัด ชุดทหารที่ต้องการป้องกันสารเคมี เป็นต้น) ใช้เป็นเส้นใยเสริมกำลัง (Reinforcing fibers) ในวัสดุคอมโพสิท ทำให้ได้วัสดุที่มีน้ำหนักเบาและมีความแข็งแรงสูง และผลิตภัณฑ์อื่นๆ อีกมากมาย [5]

จากข้อดีของกระบวนการผลิตและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต อีกทั้งสมรรถภาพของการนำไปเส้นใยไปประยุกต์ใช้ จึงทำให้นักวิจัยสนใจที่จะศึกษาค้นคว้าวิจัยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตกันมาก ทั้งในเรื่องการพัฒนาเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการผลิตเพื่อที่จะสามารถเพิ่มผลผลิตและนำไปใช้ในเชิงพาณิชย์ ศึกษากลไกการเกิดเส้นใยและการปั่นเส้นใยจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ศึกษาผลของปัจจัยต่างๆ ของกระบวนการที่มีผลต่อโครงสร้าง ขนาดของเส้นใย และสมบัติของเส้นใย รวมทั้งการนำเส้นใยที่ผลิตได้ไปประยุกต์ใช้

สำหรับโครงการวิจัยนี้ กลุ่มผู้วิจัยได้จัดสร้างเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต รวมทั้งอุปกรณ์ประกอบซึ่งใช้ในการจัดเก็บเส้นใยในปริมาณมากได้ และนำเครื่องนี้ไปใช้ในการทดสอบการปั่นเส้นใยจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ได้แก่ พอลิเอไมด์ 6 (Polyamide-6) พอลิอะคริโลไนไทร์ล (Polyacrylonitrile) พอลิสไตรีน (Polystyrene) พอลิเอทิลีนออกไซด์ (Polyethylene oxide) และไคโตซาน (Chitosan) โดยเครื่องปั่นเส้นใยที่จัดสร้างนี้สามารถปั่นเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากระดับนาโนเมตรได้ จากนั้นได้ทำการวิจัยต่อเนื่องเพื่อศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดของเส้นใยและลักษณะของเส้นใยที่ปั่นได้ ซึ่งเป็นสิ่งสำคัญที่ควรศึกษา เพื่อที่จะสามารถผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากตามความต้องการได้ โดยพอลิเมอร์ที่นำมาศึกษาปัจจัยต่างๆ นี้ ได้แก่ พอลิเอไมด์ 6 พอลิอะคริโลไนไทรล์ พอลิไวนิลอัลกอฮอล์ พอลิคาโปรแลคโตน ปัจจัยที่จะศึกษามีทั้งในส่วนของกระบวนการผลิตเอง และในส่วนของสารละลายพอลิเมอร์ที่จะมีผลต่อลักษณะของเส้นใยที่จะได้ และขนาดของเส้นใย ตัวอย่างของปัจจัยที่เกิดจากกระบวนการผลิต เช่น ปริมาณของศักย์ไฟฟ้า ระยะห่างระหว่างหลอดคาปิลลารีถึงแผ่นรองรับเส้นใย เป็นต้น และตัวอย่างในส่วนของปัจจัยที่เกิดจากสมบัติของสารละลายพอลิเมอร์ เช่น ความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย เป็นต้น สำหรับผลที่ได้จากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยนาโนไฟเบอร์

ของพอลิเมอร์ต่างๆ นี้ จะทำให้สามารถหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็กตามความต้องการได้ ซึ่งจะเป็นประโยชน์ในการนำไปประยุกต์ใช้งาน

เมื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการปั่นเส้นใยให้มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตรแล้ว พอลิไวนิลอัลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ จะผลิตเป็นแผ่นผ้าที่ไม่ทอ (Non-woven fabric) ที่มีความหนาเพียงพอเพื่อนำไปทดสอบการประยุกต์ใช้ในทางการแพทย์ โดยมุ่งเน้นการทำเป็นวัสดุปิดแผล และเป็นวัสดุควบคุมการปลดปล่อยยา โดยได้ผสมยาเตตระไซคลินและยาไดโคลฟีแนคโซเดียม ตามลำดับ และศึกษาการปลดปล่อยยา

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อประดิษฐ์เครื่องมือที่ใช้ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่มีประสิทธิภาพ
2. เพื่อผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ
3. เพื่อศึกษารูปร่างและโครงสร้างของเส้นใยที่ผลิตได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต
4. เพื่อศึกษาผลของปัจจัยต่างๆ ของกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่มีต่อขนาด รูปร่างและโครงสร้างของเส้นใย โดยปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบ และระยะทางของการเกิดเส้นใย
5. เพื่อที่จะผลิตแผ่นเยื่อกั้นที่มีรูพรุนจากเส้นใยขนาดเล็ก
6. เพื่อทดสอบสมบัติที่สำคัญต่างๆ ของแผ่นเยื่อกั้นที่มีรูพรุน เพื่อที่จะนำแผ่นเยื่อกั้นนี้ไปใช้ประโยชน์ในทางการแพทย์ และในอุตสาหกรรมต่างๆ

บทที่ 2
ทฤษฎีและการวิจัยที่เกี่ยวข้อง

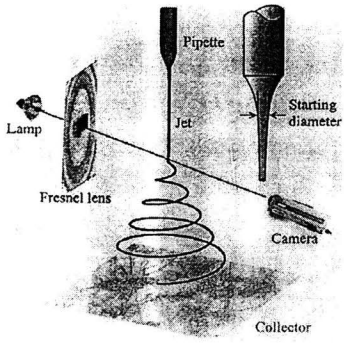
การผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กมาก (Ultra-fine fibers) เป็นการพัฒนาการผลิตเส้นใยอีกเทคโนโลยีหนึ่งที่นักวิจัยสนใจศึกษาและพัฒนาขึ้น การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning หรือ Electrostatic spinning) เป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่สามารถผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กถึงระดับนาโนเมตรหรือที่เรียกกันว่า นาโนไฟเบอร์ (Nanofibers) ได้ โดยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้เป็นกระบวนการที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน และมีราคาไม่แพงมากนัก เนื่องจากใช้อุปกรณ์ในการผลิตที่ง่าย อีกทั้งปริมาณของพอลิเมอร์ที่นำมาปั่นเส้นใยก็ใช้ในปริมาณที่น้อยอีกด้วย นอกจากนี้ยังใช้ระยะเวลาในการผลิตสั้นเพราะความเร็วในการปั่นเป็นเส้นใยสูง ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอ(Non-woven web) ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้โดยตรง ส่วนสมบัติของนาโนไฟเบอร์ที่ปั่นได้จากกระบวนการนี้จะมีอัตราส่วนของความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลางของเส้นใยสูง มีอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรของเส้นใยสูง และแผ่นผ้าที่ได้มีลักษณะเหมือนเป็นแผ่นเยื่อกั้น (Membrane) ที่มีรูพรุนขนาดเล็กระดับไมโครเมตร (Microporous) มีความเป็นรูพรุนสูง (High porosity) และมีน้ำหนักเบา จากข้อดีดังกล่าวนาโนไฟเบอร์จึงสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างมากมาย ได้แก่ ใช้เป็นวัสดุอุปกรณ์ทางการแพทย์ (เช่น วัสดุตกแต่งแผล วัสดุควบคุมการปลดปล่อยยา เป็นต้น) ใช้เป็นวัสดุทางการเกษตรโดยควบคุมการปลดปล่อยยาฆ่าแมลงให้แก่พืช สามารถนำมาผลิตเป็นเสื้อผ้าที่ป้องกันสารเคมีหรือจุลินทรีย์ได้ (เช่น ชุดที่ใช้ในห้องผ่าตัด ชุดทหารที่ต้องการป้องกันสารเคมี เป็นต้น) ใช้เป็นเส้นใยเสริมกำลัง (Reinforcing fibers) ในวัสดุคอมโพสิททำให้ได้วัสดุที่มีน้ำหนักเบาและมีความแข็งแรงสูง และผลิตภัณฑ์อื่นๆ อีกมากมาย

กระบวนการผลิตเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้ สามารถผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางขนาดเล็กถึงระดับนาโนเมตร หรือนาโนไฟเบอร์ได้ โดยเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในช่วง 40 นาโนเมตรถึง 2000 นาโนเมตร [6] ซึ่งการปั่นเส้นใยด้วยวิธีทั่วไปไม่สามารถผลิตได้ พอลิเมอร์ที่ใช้ในการผลิตด้วยวิธีนี้สามารถใช้ได้ทั้งพอลิเมอร์หลอมเหลว (Polymer melts) หรือสารละลายพอลิเมอร์ (Polymer solutions) ก็ได้ โดยพอลิเมอร์ที่เป็นของเหลว (Polymer fluid) เหล่านี้ จะถูกบรรจุอยู่ในภาชนะที่มีลักษณะเป็นหลอดคาปิลลารี ซึ่งอาจมีหลายลักษณะด้วยกัน เช่น เข็มฉีดยา ปิเปต เป็นต้น โดยบริเวณปลายหลอดด้านในควรมีเส้นผ่าศูนย์กลางที่เล็กขนาดประมาณ 1 มิลลิเมตร หรืออาจเล็กกว่าก็ได้ ในกระบวนการผลิตอาจมีระบบควบคุมการไหลเพื่อที่จะควบคุมอัตราการไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวออกจากปลายหลอดคาปิลลารีให้คงที่ ในส่วนของไฟฟ้า

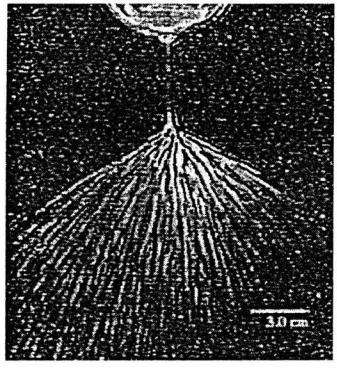
กำลังสูง (High voltage) จะถูกส่งมาจากแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแรงสูง (High voltage power supply) ที่สามารถปรับค่าได้อาจอยู่ในช่วงประมาณ 5 ถึง 25 กิโลโวลต์ และถูกส่งมายังพอลิเมอร์ที่เป็นของเหลวโดยผ่านอิเลคโทรด (Electrode) ซึ่งทำด้วยวัสดุที่เป็นโลหะ เช่น ทองแดง หรือเหล็กไร้สนิม (Stainless steel) เป็นต้น อิเลคโทรดนี้จะจุ่มอยู่ในพอลิเมอร์เหลว โดยสนามไฟฟ้าจะเกิดขึ้นระหว่างปลายของหลอดคาปิลลารี และแผ่นโลหะที่เป็นตัวรองรับเส้นใย (Grounded collector) ซึ่งมีได้หลายลักษณะ เช่น เป็นแผ่นอลูมิเนียม เป็นลูกกลิ้งที่หมุนได้และห่อหุ้มด้วยแผ่นอลูมิเนียม เป็นตะแกรงโลหะ เป็นอ่างน้ำ เป็นต้น

2.1 กลไกการเกิดเส้นใย

สำหรับกลไกการเกิดเส้นใยด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้ จะเริ่มจากการให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง เมื่อใดก็ตามที่ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงที่ป้อนให้กับพอลิเมอร์หลอมเหลวหรือสารละลายพอลิเมอร์สามารถทำให้เกิดแรงทางไฟฟ้า (Electrical force) สูงกว่าแรงตึงผิว (Surface tension) ของพอลิเมอร์ที่เป็นของเหลว จะทำให้หยดของพอลิเมอร์ที่บริเวณปลายหลอดคาปิลลารีเกิดการยืดตัวออก มีลักษณะรูปร่างเป็นรูปทรงกรวย (Cone shape) หรือที่เรียกว่า Taylor cone และเมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าขึ้นไปอีกจะเกิดเป็นเจ็ท (Jet) ที่พุ่งออกจากปลายของกรวยของเหลวนั้น เมื่อเจ็ทออกมาจากปลายกรวย (Cone) เป็นระยะประมาณ 2 ถึง 3 เซนติเมตรแล้ว จากนั้นจะเกิดการเคลื่อนที่ที่ไม่เสถียร (Instability) โดยจะไม่เคลื่อนที่ออกไปเป็นเส้นตรงแต่จะเกิดการโค้งงอ (Bending instability) ในลักษณะที่เกิดการหมุนเป็นรูปทรงกรวย 3 มิติ โดยที่จุดเริ่มต้นของทรงกรวย 3 มิติจะอยู่ที่ปลายของเจ็ทในช่วงที่เป็นเส้นตรง ส่วนเจ็ทด้านท้ายสุดจะเกิดการดึงยืดสูง ทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเล็กมากซึ่งจะไปสะสมอยู่บนแผ่นรองรับเส้นใย เนื่องจากการเคลื่อนที่ของเจ็ทนี้มีความเร็วสูงมาก การสังเกตลักษณะการเคลื่อนที่ของเจ็ทดังที่กล่าวมาแล้วจึงต้องใช้ระบบของกล้องที่มีความเร็วในการถ่ายภาพสูงมาก (High speed camera) [7] แสดงดังในรูปที่ 1.1 แต่ถ้าความเร็วในการถ่ายภาพต่ำ จะทำให้ไม่สามารถเห็นการเคลื่อนที่ของเจ็ทในลักษณะที่หมุนเป็นรูปทรงกรวย แต่จะเห็นเส้นใยจำนวนมากแตกออกจากเจ็ทและสะสมลงบนแผ่นรองรับเส้นใยดังแสดงในรูปที่ 1.2 ซึ่งเหมือนกับกลไกการเกิดเส้นใยที่ได้เสนอไว้ก่อนการใช้กล้องถ่ายภาพความเร็วสูงมากในการสังเกตลักษณะการเคลื่อนที่ของเจ็ท นั่นคือเจ็ทจะแตกออกเป็นเส้นใยเล็กๆ จำนวนมากและไปสะสมลงบนแผ่นรองรับ



รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะการเกิดเจ็ทโดยใช้กล้องถ่ายภาพความเร็วสูงมาก [7]



รูปที่ 2.2 แสดงการเกิดการแตกออกของเจ็ทออกเป็นเส้นใยขนาดเล็กจำนวนมาก [7]

2.2 ปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใย

นอกจากงานวิจัยในการศึกษากลไกการเกิดเส้นใยขนาดเล็กของเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดของเส้นใยและลักษณะของเส้นใยที่ปั่นได้ เป็นสิ่งสำคัญที่ควรศึกษาวิจัยอีกแนวทางหนึ่ง เพื่อที่จะสามารถผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากตามความต้องการได้ และสามารถนำนาโนไฟเบอร์ที่ผลิตได้ไปใช้ประโยชน์ได้นานัปการ ปัจจัยที่จะศึกษามีทั้งในส่วนของกระบวนการผลิตเอง และในส่วนของสารละลายพอลิเมอร์ที่จะมีผลต่อลักษณะของเส้นใยที่จะได้ และขนาดของเส้นใย ตัวอย่างของปัจจัยที่เกิดจากกระบวนการผลิต เช่น ปริมาณของศักย์ไฟฟ้า

ระยะห่างระหว่างหลอดคาปิลลารีถึงแผ่นรองรับเส้นใย เป็นต้น และตัวอย่างในส่วนของปัจจัยที่เกิดจากสมบัติของสารละลายพอลิเมอร์ เช่น ความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ อุณหภูมิของสารลายพอลิเมอร์ ชนิดของตัวทำละลาย เป็นต้น สำหรับงานวิจัยที่ศึกษาผลของปัจจัยที่มีต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยนั้นมีนักวิจัยหลายท่านด้วยกันที่ศึกษาในเรื่องนี้

Baumgarten [8] นับได้ว่าเป็นผู้วิจัยรุ่นแรกๆ ที่ได้ทำการวิจัยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะของเส้นใยและขนาดของเส้นใยที่ปั่นได้ โดยได้ใช้กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในการปั่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ (Polyacrylonitrile) โดยเส้นใยที่ปั่นได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 0.05 ถึง 1.1 ไมโครเมตร ปัจจัยที่ได้ทำการศึกษา ได้แก่ ความหนืดของสารละลายพอลิอะคริโลไนไตรล์ในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (Dimethyl formamide) ก๊าซที่ใช้ในระบบการปั่นเส้นใย อัตราการไหลของสารละลาย ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเมอร์

Fong และคณะ [9] ได้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการเกิดเม็ดปมบนเส้นใย โดยใช้พอลิเอทิลีนออกไซด์ น้ำหนักโมเลกุล 90,000 กรัม/โมล เป็นพอลิเมอร์ที่ใช้ในการศึกษา โดยพบว่าการเพิ่มความหนืดของสารละลาย และการลดแรงตึงผิวของสารละลาย จะทำให้ได้เส้นใยที่มีความเรียบมากยิ่งขึ้น โดยปริมาณเม็ดปมบนเส้นใยจะลดน้อยลง นอกจากนี้การเพิ่มความหนาแน่นของประจุไฟฟ้าโดยการเติมเกลือลงในสารละลายพอลิเมอร์ จะทำให้ผลิตเส้นใยที่มีขนาดเล็กได้ โดยปริมาณเม็ดปมบนเส้นใยจะลดลง

Deitzel และคณะ [10] ได้ทำการวิจัยศึกษาผลของปัจจัยที่สำคัญ ได้แก่ ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเมอร์ และความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ ที่มีต่อสัณฐานวิทยาของนาโนไฟเบอร์ โดยใช้พอลิเอทิลีนออกไซด์ (Poly(ethylene oxide)) น้ำหนักโมเลกุล 400,000 กรัม/โมล ละลายในน้ำเป็นสารละลายพอลิเมอร์ที่นำมาศึกษา ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ที่ศึกษาอยู่ในช่วง 4 ถึง 10 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก และปริมาณของศักย์ไฟฟ้าอยู่ในช่วง 5.5 ถึง 15.0 กิโลโวลต์ จากการวิจัยพบว่าปัจจัยของความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์มีผลขนาดของเส้นใยมากที่สุด โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเพิ่มขึ้นเมื่อสารละลายพอลิเมอร์มีความเข้มข้นสูงขึ้น สำหรับในส่วนของปริมาณศักย์ไฟฟ้านั้น เมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้ามีค่าต่ำ จะก่อให้เกิดเม็ดปม (Bead) บนเส้นใยเพิ่มขึ้น

Demir และคณะ [11] ได้ปั่นเส้นใยของพอลิยูรีเทนยูเรีย (Polyurethaneurea) ที่ผลิตได้จากพอลิเตตระเมทิลีนออกไซด์ไกลคอล (poly(tetramethylene oxide)glycol), ไซโคลอะลิฟาติก ไดไอโซไซยาเนต (cycloaliphatic diisocyanate) และ ไดเอมีน (diamine) และได้ศึกษาผลของสนามไฟฟ้า อุณหภูมิ การนำไฟฟ้า และความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ที่มีต่อสัณฐานวิทยาและสมบัติของเส้นใยที่ปั่นได้ จากการวิจัยพบว่าขนาดของเส้นใยเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายพอลิ

เมอร์ หรือความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ โดยเส้นใยที่ผลิตได้จะอยู่ในช่วง 7 นาโนเมตร ถึง 1.5 ไมโครเมตร นอกจากนี้การเพิ่มอุณหภูมิในการปั่นเส้นใยจะทำให้ได้เส้นใยที่มีความสม่ำเสมอเมื่อเปรียบเทียบกับการปั่นเส้นใยที่อุณหภูมิห้อง

Lee และคณะ [12] ได้ปั่นเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน (poly(ε-caprolactone) โดยได้ศึกษาผลของระบบตัวทำละลาย 3 ระบบด้วยกัน ได้แก่ เมทิลีนคลอไรด์ (Methylene chloride) เพียงอย่างเดียว ตัวทำละลายผสมของเมทิลีนคลอไรด์และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ และตัวทำละลายผสมของเมทิลีนคลอไรด์และโทลูอีน สำหรับในระบบเมทิลีนคลอไรด์เพียงอย่างเดียวสามารถปั่นเส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5500 นาโนเมตร และในกรณีของตัวทำละลายผสมของเมทิลีนคลอไรด์และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ พบว่าเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงเมื่อปริมาณของไดเมทิลฟอร์มาไมด์มากขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องจากสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีของระบบตัวทำละลายนี้ สำหรับในกรณีระบบของตัวทำละลายผสมของเมทิลีนคลอไรด์และโทลูอีนนั้น เมื่อปริมาณของโทลูอีนเพิ่มมากขึ้นจะไม่สามารถปั่นเส้นใยออกมาได้ทั้งนี้อาจเนื่องจากความหนืดของสารละลายสูงและค่าการนำไฟฟ้าต่ำ

บทที่ 3
การดำเนินงานวิจัย

3.1 การจัดสร้างเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

3.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการจัดสร้างเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

เครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตสามารถจัดแบ่งอุปกรณ์ที่ใช้ในการประดิษฐ์ออกเป็น 5 ส่วน ด้วยกัน ได้แก่

เครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูง

อุปกรณ์บรรจุสารละลายพอลิเมอร์

อิเลคโทรด

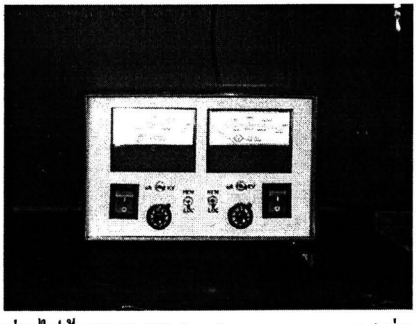
อุปกรณ์ควบคุมการไหลของสารละลายพอลิเมอร์

อุปกรณ์รองรับเส้นใยที่ผลิตได้

การออกแบบ และจัดเตรียมอุปกรณ์ทั้ง 5 ส่วนนี้ มีรายละเอียด ดังนี้

<u>เครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูง</u>

เครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูง (High voltage power supply) รุ่น ES30PN/M692 ของบริษัท Gamma High Voltage Research จำกัด แสดงดังในรูปที่ 3.1 โดยคุณลักษณะของเครื่องรุ่นนี้สามารถปรับค่าได้ตั้งแต่ 0 ถึง 30 กิโลโวลต์ มีศักย์ไฟฟ้าออกเป็นศักย์ไฟฟ้าตรง (DC) และสามารถให้ความต่างศักย์ได้ทั้งบวก (Positive potential) และลบ (Negative potential) นอกจากนี้ขนาดของกระแสที่ออกจากเครื่องมีขนาด 200 ไมโครแอมป์ ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำ เหมาะสมกับการนำมาใช้งาน เนื่องจากจะไม่เป็นอันตรายต่อผู้ใช้งาน ขนาดของเครื่องมีขนาดสูง 5 นิ้ว, กว้าง 8 นิ้ว, ยาว 10 นิ้ว



<u>รูปที่ 3.1</u> ลักษณะของเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูง (High voltage power supply) รุ่น ES30PN/M692 ของบริษัท Gamma High Voltage Research จำกัด

อุปกรณ์บรรจุสารละลายพอลิเมอร์

หลอดฉีดยาชนิดแก้วหรือพลาสติก ขนาดตั้งแต่ 5 ถึง 50 มิลลิลิตร นำมาใช้เป็นหลอดคาปิลลารีซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่ใช้บรรจุสารละลายพอลิเมอร์ โดยถ้าบรรจุสารละลายที่มีตัวทำละลายเป็นน้ำหรือสารที่มีความเป็นกรดหรือด่างไม่รุนแรงมากจะใช้หลอดฉีดยาพลาสติก ซึ่งมีราคาถูกกว่าชนิดแก้ว ปริมาณสารละลายพอลิเมอร์ที่บรรจุในหลอดฉีดยาอยู่ในช่วงประมาณ 10 ถึง 30 มิลลิลิตร ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณของเส้นใยที่ต้องการได้รับ สำหรับแท่นที่ใช้วางหลอดฉีดยานี้ทำจากพลาสติกเพื่อป้องกันการนำไฟฟ้า โดยสามารถปรับการวางหลอดฉีดยาได้ตั้งแต่ 0 ถึง 90 องศา หรือปรับวางจากแนวตั้งเป็นแนวนอนได้ และสามารถปรับระดับความสูงของหลอดฉีดยาจากฐานล่างได้ เพื่อจะได้นำไปศึกษาผลของขนาดเส้นใยที่มีต่อระยะทางระหว่างปลายเข็มฉีดยากับแผ่นรองรับเส้นใย

อิเลคโทรด

อิเลคโทรดทำหน้าที่นำไฟฟ้าจากเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูงไปยังสารละลายพอลิเมอร์ สำหรับในงานวิจัยนี้ใช้เข็มฉีดยาเป็นอิเลคโทรด ขนาดของเข็มฉีดยาที่ใช้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางตั้งแต่ 0.47 ถึง 0.89 มิลลิเมตร หรือเบอร์ 26 ถึง 20 ทั้งนี้การเลือกใช้ขนาดของเข็มฉีดยาขึ้นอยู่กับความหนืดของสารละลาย หากสารละลายมีความหนืดมากควรเลือกใช้เข็มฉีดยาที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางใหญ่ซึ่งจะทำให้สารละลายไหลออกจากปลายเข็มได้สะดวกยิ่งขึ้น แต่ควรพิจารณาถึงขนาดของเส้นใยที่ปั่นได้ด้วยเพราะหากใช้เข็มฉีดยาขนาดเล็ก เส้นใยที่ปั่นได้จะมีขนาดเล็กลงแต่ไม่มากนัก นอกจากนี้ปลายเข็มฉีดยาจะตัดให้มีปลายแบนเพื่อควบคุมลักษณะการหยดของสารละลายพอลิเมอร์ที่ออกจากปลายเข็มฉีดยา และควบคุมลักษณะของสนามไฟฟ้าจากปลายเข็มถึงแผ่นรองรับเส้นใย

อุปกรณ์ควบคุมการไหลของสารละลายพอลิเมอร์

การควบคุมการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ ในงานวิจัยนี้ทำได้โดยการอัดก๊าซไนโตรเจนลงไปในหลอดฉีดยาโดยผ่านอุปกรณ์วัดการไหลของก๊าซ (Flow meter) ซึ่งจะทำให้เกิดแรงดันที่จะขับดันสารละลายให้ออกจากปลายเข็มฉีดยาได้ หากต้องการควบคุมการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ที่ออกจากปลายเข็มฉีดยาให้มีปริมาณที่ถูกต้องอาจใช้ปั๊มที่ต่อกับหลอดฉีดยา (Syringe pump)

อุปกรณ์รองรับเส้นใย

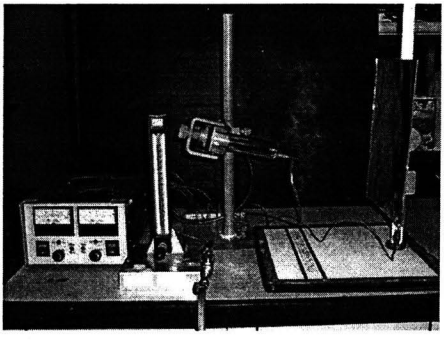
ในงานวิจัยนี้ใช้แผ่นอลูมิเนียมเป็นอุปกรณ์รองรับเส้นใย เนื่องจากมีราคาถูกและจัดหาได้ง่าย โดยตัดให้มีขนาดที่เหมาะสมและติดบนแผ่นพลาสติกเพื่อให้มีความเรียบและสะดวกในการใช้งานมากยิ่งขึ้น แผ่นอลูมิเนียมนี้จะต่อกับสายดินจากเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูงและวางห่างจากปลาย

เข็มฉีดยาตามระยะที่ต้องการ สำหรับแผ่นรองรับเส้นใยนี้จะรองรับเส้นใยให้ได้เป็นแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอมีลักษณะเป็นวงกลมที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางไม่กว้างมากนัก แต่หากต้องการผลิตแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอนี้ให้มีปริมาณมากและได้เป็นแผ่นยาวจะใช้อุปกรณ์รองรับที่ทำเป็นลูกกลิ้งซึ่งสามารถปรับความเร็วรอบในการหมุนได้ และหุ้มลูกกลิ้งที่ทำจากพลาสติกด้วยแผ่นอลูมิเนียม แสดงดังในรูปที่ 3.2

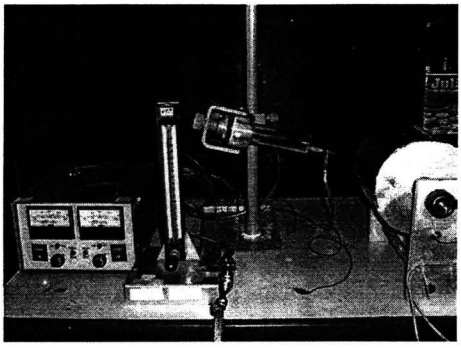
รูปที่ 3.2 อุปกรณ์รองรับเส้นใยที่มีลักษณะเป็นลูกกลิ้ง สามารถปรับความเร็วรอบได้

3.1.2 การประกอบชุดเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

อุปกรณ์ทั้งหมดดังที่กล่าวมาแล้วจะนำมาประกอบเข้าด้วยกัน เพื่อให้ได้เป็นเครื่องปั่นเส้นใยด้วยกระแสไฟฟ้าสถิต แสดงดังในรูปที่ 3.3 และ 3.4



รูปที่3.3 การประกอบชุดอุปกรณ์การปั่นเส้นใยด้วยกระแสไฟฟ้าสถิตโดยมีอุปกรณ์รองรับเส้นใยเป็นแผ่นอลูมิเนียมที่หุ้มบนแผ่นพลาสติก



รูปที่3.4 การประกอบชุดอุปกรณ์การปั่นเส้นใยด้วยกระแสไฟฟ้าสถิตโดยมีอุปกรณ์รองรับเส้นใยเป็นแผ่นอลูมิเนียมที่หุ้มบนลูกกลิ้งที่สามารถปรับความเร็วรอบได้

3.2 การผลิตเส้นใยด้วยเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ

3.2.1 การผลิตเส้นใยจากสารละลายพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ

เครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตได้นำมาทดสอบใช้ในการปั่นเส้นใยจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ เช่น พอลิเอไมด์ 6 (Polyamide-6) พอลิอะคริโลไนไทร์ล (Polyacrylonitrile) พอลิสไตรีน (Polystyrene) พอลิเอทิลีนออกไซด์ (Poly(ethylene oxide)) และไคโตซาน (Chitosan) สำหรับสารละลายพอลิเมอร์แต่ละชนิดจะนำมาละลายด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาบรรจุในหลอดฉีดยาที่มีเข็มฉีดยาเป็นอิเลคโทรด โดยต่ออิเลคโทรดนี้เข้ากับเครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูง และป้อนศักย์ไฟฟ้าในปริมาณที่แตกต่างกัน ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของสารละลาย ส่วนแผ่นรองรับเส้นใยที่เป็นแผ่นอลูมิเนียมต่อกับสายดิน ระยะห่างระหว่างปลายเข็มฉีดยากับแผ่นรองรับเส้นใยจะตั้งไว้ห่างประมาณ 10 เซนติเมตร ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของสารละลายเช่นกัน หลังจากศักย์ไฟฟ้าแรงสูงได้ถูกปล่อยผ่านอิเลคโทรด พบว่าหยดของสารละลายพอลิเมอร์จะเริ่มเปลี่ยนจากลักษณะเป็นทรงกลมเป็นหยดที่มีรูปร่างเป็นทรงกรวยขึ้น และเกิดการพ่นสารละลายพอลิเมอร์ออกเป็นฝอยขนาดเล็กมาก ซึ่งสามารถสังเกตด้วยตาเปล่าค่อนข้างยาก แต่สามารถสังเกตการเกิดของเส้นใยได้จากการเกิดเป็นฟิล์มสีขาวบนแผ่นอลูมิเนียมที่รองรับเส้นใย และเมื่อเวลานานขึ้นฟิล์มสีขาวที่เกิดขึ้นก็จะมีปริมาณมากขึ้น แสดงลักษณะของการเกิดเส้นใยบนแผ่นรองรับอลูมิเนียมได้ดังรูปที่ 3.5

<u>รูปที่ 3.5</u> เส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ผลิตได้บนแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใย โดยสารละลายพอลิเอไมด์ 6 มีความเข้มข้น 20% โดยน้ำหนัก และให้ศักย์ไฟฟ้าปริมาณ 20 กิโลโวลต์ ระยะห่างระหว่างปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นอลูมิเนียมเท่ากับ 10 เซนติเมตร ระยะเวลาในการปั่นเส้นใย 30 วินาที

3.2.2 การศึกษาลักษณะและรูปร่างของเส้นใยที่ผลิตได้

สำหรับลักษณะของเส้นใยที่ปั่นได้จากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ จะสังเกตเห็นได้เมื่อนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่มีกำลังขยายสูง (Optical microscope) แต่เนื่องจากเส้นใยที่ได้ส่วนใหญ่มีขนาดเล็กมากเมื่อใช้กำลังขยายสูงถึง 100 เท่า ยังไม่สามารถเห็นลักษณะได้ชัดเจน ดังนั้นการสังเกตลักษณะของเส้นใยที่ปั่นได้ในงานวิจัยนี้จึงใช้กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) ของ JEOL รุ่นJSM 5200 สำหรับการเตรียมชิ้นตัวอย่างทำได้โดยตัดแผ่นอลูมิเนียมบริเวณที่มีเส้นใยอยู่ขนาดประมาณ 5 x 5 มิลลิเมตร แล้วนำไปติดลงบนแท่นวางชิ้นตัวอย่าง (Stub) จากนั้นนำไปเคลือบทองด้วยเครื่อง Ion Sputtering ของ JEOL รุ่น JFC-1100E

3.3 การศึกษาปัจจัยต่างๆ ของกระบวนการผลิต

ผลของปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยพอลิเมอร์ที่ศึกษาวิจัยในการวิจัยนี้ จะแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มด้วยกัน ได้แก่ ปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์ และปัจจัยของกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยในกลุ่มของปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์ ประกอบไปด้วยปัจจัยต่างๆ ดังนี้

-ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์

-น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์

-อุณหภูมิของสารละลาย

-ระบบของตัวทำละลาย

ในส่วนของปัจจัยของกระบวนการผลิตประกอบไปด้วยปัจจัยต่างๆ ดังนี้

-ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเมอร์

-ระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใย

สำหรับพอลิเมอร์ที่ใช้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ดังที่กล่าวมาแล้ว ประกอบไปด้วย

-พอลิเอไมด์ 6 (Polyamide-6)

-พอลิอะคริโลไนไทร์ล (Polyacrylonitrile)

-พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly(vinyl alcohol))

-พอลิคาโปรแลคโตน (Polycarprolactone)

พอลิเอไมด์ 6 และพอลิอะคริโลไนไทร์ล พอลิเมอร์ทั้งสองชนิดนี้เป็นพอลิเมอร์ที่ใช้ในการผลิตเส้นใยสิ่งทอทั่วไป และสามารถผลิตได้ในประเทศไทย สำหรับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน ที่ใช้ในการวิจัยนี้ เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ ที่มีวัตถุประสงค์ในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ โดยมุ่งเน้นเป็นวัสดุปิดแผล (Wound Dressing) สำหรับในส่วนของไคโตซาน ที่ได้เสนอไว้ในแผนการดำเนินงาน เพื่อที่จะศึกษาปัจจัยดังกล่าวด้วยนั้น เนื่องจากไคโตซานไม่สามารถปั่นเป็นเส้นใยด้วยกระบวนการนี้ได้ แต่จะผลิตได้เฉพาะเป็นเม็ดเล็กๆ (sphere) ของไคโตซานเท่านั้น จึงยังไม่สามารถดำเนินการวิจัยในส่วนของไคโตซานได้ แต่ได้นำพอลิเมอร์ชีวภาพทั้งสองดังที่กล่าวมาแล้วมาศึกษาการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุปิดแผลแทน

ขั้นตอนในการดำเนินการวิจัยของการศึกษาปัจจัยต่างๆ มีดังนี้

3.3.1 การศึกษาปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์

3.3.1 1 การเตรียมสารละลายและการทดสอบสมบัติของสารละลาย

<u>การเตรียมสารละลาย</u>

พอลิเอไมด์ 6

ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเอไมด์:

พอลิเอไมด์ 6 ที่มีน้ำหนักโมเลกุล 17,000 กรัม/โมล ละลายในกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซนต์ โดยเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นต่างๆ ตั้งแต่ 10 %โดยน้ำหนัก จนถึง 46 %โดยน้ำหนัก โดยในการเตรียมสารละลายควรกวนเล็กน้อยเพื่อช่วยในการละลาย

น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอไมด์ 6:

พอลิเอไมด์ 6 ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่างๆ ได้แก่ 17,000 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล นำมาละลายในกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซนต์ เช่นกัน โดยสารละลายพอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000 และ 20,000 กรัม/โมล เตรียมที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 10 %โดยน้ำหนัก จนถึง 46 %โดยน้ำหนัก

ในขณะที่สารละลายพอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 32,000 กรัม/โมล จะเตรียมที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 10 %โดยน้ำหนัก จนถึง 34 %โดยน้ำหนัก เนื่องจากที่ความเข้มข้นมากขึ้นสารละลายจะหนืดมากจนไม่สามารถละลายได้

อุณหภูมิของสารละลายพอลิเอไมด์ 6:

สารละลายพอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 32,000 กรัม/โมล ที่ความเข้มข้น 26 %โดยน้ำหนัก โดยละลายในกรดฟอร์มิก นำมาบรรจุในหลอดฉีดยาที่เตรียมจะปั่นเส้นใย และให้ความร้อนแก่สารละลายโดยมีท่อที่บรรจุน้ำที่ปรับอุณหภูมิได้ล้อมรอบหลอดฉีดยา โดยอุณหภูมิที่ทำการศึกษาได้แก่ 30, 40, 50 และ 60 องศาเซลเซียส

พอลิอะคริโลไนไทร์ล

ความเข้มข้นของสารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ล

พอลิอะคริโลไนไทร์ลที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไทร์ลที่ใช้ทั่วไปในด้านสิ่งทอ และใช้ไดเมทธิลฟอร์มาไมด์ระดับคุณภาพงานวิจัย (AR) เป็นตัวทำละลาย โดยเตรียมสารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ลที่ความเข้มข้น 2.1, 4.0, 5.9, 7.8, 9.5, 11.2, 12.9, 14.4, 15.9, และ 17.4% โดยน้ำหนัก

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ความเข้มข้นสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์นำมาละลายน้ำ โดยเตรียมความเข้มข้นของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็น 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 และ 16 %โดยน้ำหนัก ตามลำดับ นำสารละลายมากวนจนได้เป็นสารละลายใส

พอลิคาโปรแลคโตน

ความเข้มข้นของสารละลายและระบบของตัวทำละลาย

เตรียมสารละลายพอลิคาโปรแลคโตน (PCL) โดยใช้ เมทธิลีนคลอไรด์ (CH_2Cl_2) เป็นตัวทำละลาย ที่ความเข้มข้น 5 ,10, 13, 15 และ 17% โดยน้ำหนัก ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งพอลิคาโปรแลคโตนละลายในสารละลายจนหมด ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากันจะได้สารละลายใสและหนืด ปิดบีกเกอร์ให้มิดชิด หลังจากนั้นจะเปลี่ยนตัวทำละลายเป็น คลอโรฟอร์ม ($CHCl_3$) โดยใช้อัตราส่วนเดียวกันและวิธีการเตรียมเหมือนข้างต้น

<u>การทดสอบสมบัติของสารละลาย</u>

สารละลายที่เตรียมได้ทั้งหมดจะนำมาทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่ ความหนืด, ค่าแรงตึงผิว และค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย โดยใช้เครื่องมือต่างๆ ดังนี้

ค่าความหนืดของสารละลาย ทดสอบโดย Brookfield รุ่น DV-III Programmable Rheometer

ค่าแรงตึงผิวของสารละลาย ทดสอบโดย Tensiometer รุ่น K10T ของ KRÜSS

ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย ทดสอบโดย Conductivity meter รุ่น 160 ของ Orion

3.3.1.2 การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

หลังจากเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ และทดสอบสมบัติ สำหรับการศึกษาปัจจัยต่างๆ ของสารละลายแล้ว สารละลายพอลิเมอร์ จะนำมาปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยได้ควบคุมสภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการปั่นเส้นใย ได้แก่

พอลิเอไมด์ 6

ในขั้นตอนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตของพอลิเอไมด์ 6 ได้ควบคุมสภาวะต่างๆ ที่ใช้ในการปั่นเส้นใยโดยมีรายละเอียดดังนี้

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเข็มฉีดยา : 0.47 มิลลิเมตร (เบอร์ 26)

ปริมาตรของสารละลายที่บรรจุในหลอดฉีดยา : 10 มิลลิลิตร

ปริมาณของศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลาย : 21 กิโลโวลต์ (ประจุบวก)

ระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใย : 10 เซนติเมตร

ระยะเวลาในการปั่นเส้นใย : 30 วินาที

พอลิอะคริโลไนไทร์ล

สำหรับพอลิอะคริโลไนไทร์ล ได้ใช้สภาวะต่างๆ ในการปั่นเส้นใยดังนี้

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเข็มฉีดยา : 0.47 มิลลิเมตร (เบอร์ 26)

ปริมาตรของสารละลายที่บรรจุในหลอดฉีดยา : 10 มิลลิลิตร

ปริมาณของศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลาย : 20 กิโลโวลต์ (ประจุบวก)

ระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใย : 15 เซนติเมตร

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

สำหรับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ได้ใช้สภาวะต่างๆ ในการปั่นเส้นใยดังนี้

ปริมาตรของสารละลายที่บรรจุในหลอดฉีดยา : 1 มิลลิลิตร

(ใช้หลอดฉีดยาขนาด 5 มิลลิลิตร)

ปริมาณของศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลาย : 8 กิโลโวลต์ (ประจุบวก)

ระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใย : 10 เซนติเมตร

ระยะเวลาในการปั่นเส้นใย : 30 นาที

พอลิคาโปรแลคโตน

สำหรับพอลิคาโปรแลคโตน ได้ใช้สภาวะต่างๆ ในการปั่นเส้นใยดังนี้

ปริมาตรของสารละลายที่บรรจุในหลอดฉีดยา : 1 มิลลิลิตร

(ใช้หลอดฉีดยาขนาด 5 มิลลิลิตร)

ปริมาณของศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลาย : 7.5 กิโลโวลต์ (ประจุบวก)

ระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใย : 10 เซนติเมตร

ระยะเวลาในการปั่นเส้นใย : 1 ชั่วโมง

3.3.2 การศึกษาปัจจัยของกระบวนการผลิต

ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลาย:

พอลิเอไมด์ 6

พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 20,000 กรัม/โมล เตรียมสารละลายให้มีความเข้มข้น 32 % โดยน้ำหนัก โดยละลายในกรดฟอร์มิก 85 เปอร์เซ็นต์ นำไปบรรจุในหลอดฉีดยา แล้วทำการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนให้กับสารละลาย ได้แก่ 15, 18, 21, 24 และ 27 กิโลโวลต์ ตามลำดับ กำหนดระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใยเท่ากับ 10 เซนติเมตร และใช้ระยะเวลาในการปั่นเส้นใย 30 วินาที

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ที่ความเข้มข้น 10 %โดยน้ำหนัก และผสมอัลจิเนต 1-5%โดยน้ำหนัก โดยใช้ระยะทางระหว่างปลายเข็มกับแผ่นอะลูมิเนียมเท่ากับ 10 เซนติเมตรแต่เปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับสารละลายเป็น 10 กิโลโวลต์ และ 15 กิโลโวลต์ ตามลำดับ

พอลิคาโปรแลคโตน

ใช้ความเข้มข้นของสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนเป็น 15% - 17% โดยน้ำหนัก และใช้ระยะทางระหว่างปลายเข็มกับแผ่นอะลูมิเนียมเป็น 10 เซนติเมตร แต่เปลี่ยนค่าศักย์ไฟฟ้าเป็น 7.5 , 8.5 และ 9.5 kV. ตามลำดับ

ระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใย:

พอลิเอไมด์ 6

พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 20,000 กรัม/โมล เตรียมสารละลายให้มีความเข้มข้น 32 % โดยน้ำหนัก โดยละลายในกรดฟอร์มิก 85 เปอร์เซ็นต์ นำไปบรรจุในหลอดฉีดยา แล้วทำการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยเปลี่ยนแปลงระยะทางจากปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใย ได้แก่ 5, 8, 10, 12 และ 15 เซนติเมตร ตามลำดับ และกำหนดปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายเท่ากับ 21 กิโลโวลต์ ใช้ระยะเวลาในการปั่นเส้นใย 30 วินาที

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

โดยใช้ค่าศักย์ไฟฟ้า 8 กิโลโวลต์ และสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ ความเข้มข้น 10 %โดยน้ำหนัก และเปลี่ยนระยะทางเป็น 10 15 และ 20 เซนติเมตร ตามลำดับ

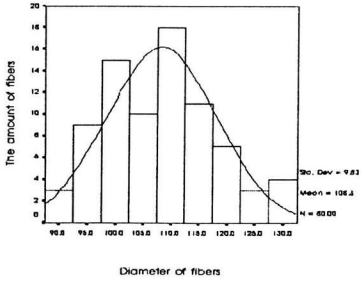
พอลิคาโปรแลคโตน

ทำการศึกษาผลของระยะทางระหว่างปลายเข็มกับแผ่นอะลูมิเนียมที่มีผลต่อขนาดของเส้นใย โดยใช้ค่าศักย์ไฟฟ้า 7.5 kV และความเข้มข้นของโพลิคาโปรแลคโตนที่ 15% - 17% โดยน้ำหนัก แต่ทำการเปลี่ยนระยะทางระหว่างปลายเข็มกับแผ่นอะลูมิเนียมเป็น 10 15 และ 20 เซนติเมตร ตามลำดับ

3.3.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใย

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจะนำมาศึกษาลักษณะและขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) ของ JEOL รุ่น JSM 5200 การเตรียมชิ้นตัวอย่างทำได้โดยตัดแผ่นอลูมิเนียมบริเวณที่มีเส้นใยอยู่ขนาดประมาณ5 x 5 มิลลิเมตร แล้วนำไปติดลงบนแท่นวางชิ้นตัวอย่าง (Stub) จากนั้นนำไปเคลือบทองด้วยเครื่อง Ion Sputtering ของ JEOL รุ่น JFC-1100E

สำหรับการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ได้ ภาพถ่ายของเส้นใยจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดจำนวนหลายภาพ จะนำมาวัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางโดยใช้โปรแกรม SEMAFORE โดยในโปรแกรมจะให้วัดความยาวของเส้นความยาวมาตรฐานที่ปรากฏอยู่ในภาพ แล้วจึงไปวัดขนาดความกว้างของเส้นใย จะทำให้ทราบค่าขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยได้ โดยปริมาณของเส้นใยที่วัดขนาดความกว้างนี้มีจำนวน 80 เส้น หลังจากนั้นนำไปหาค่าเฉลี่ยของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยโดยใช้ฮีสโตรแกรม (Histrogram) ดังแสดงในรูปที่ 3.6



<u>รูปที่ 3.6</u> ตัวอย่างการหาค่าเฉลี่ยของขนาดของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 โดยใช้ฮีสโตรแกรม

3.4 การศึกษาการประยุกต์ใช้นาโนไฟเบอร์เป็นวัสดุปิดแผล

เส้นใยพอลิเมอร์ที่นำมาใช้ในการศึกษาการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุปิดแผล ได้แก่ พอลิคาโปรแลคโตน และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ โดยจะทำการผสมยาไปในเส้นใย และศึกษาอัตราการปลดปล่อยยา รวมทั้งศึกษาสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ผสมยาแล้ว

3.4.1 การเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์ผสมยา

พอลิคาโปรแลคโตน

ผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียมน้ำหนัก 0.01 ,0.03 ,0.05, และ 0.07 กรัม ตามลำดับ ลงในสารละลายโพลิคาโปรแลคโตนที่เลือกสภาวะที่เหมาะสมแล้ว จากนั้นทำการกวนให้เข้ากัน ปิดฝาบีกเกอร์ให้มิดชิด และนำไปเตรียมเป็นเส้นใยด้วยการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ผสมยาเตตระไซคลิน 0.10, 0.15, 0.20, และ 0.25 กรัม ตามลำดับ ลงในสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ที่เลือกสภาวะที่เหมาะสมแล้ว จากนั้นทำการกวนให้เข้ากัน ปิดฝาบีกเกอร์ให้มิดชิด และนำไปเตรียมเป็นเส้นใย

3.4.2 การศึกษาอัตราการปลดปล่อยยา

พอลิคาโปรแลคโตน

เตรียมสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ pH 5.5 ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เทใส่ลงในขวดมีฝาปิด หลังจากนั้นทำการเขย่าด้วยเครื่องเขย่าโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 37 ^{0}C นำขวดมีฝาปิดที่ใส่สารละลายบัฟเฟอร์เรียบร้อยแล้วใส่ลงในเครื่องเขย่าทิ้งไว้ 10 นาที นำแผ่นเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนที่ผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียม ใส่ลงไปในขวดมีฝาปิดแล้วเริ่มจับเวลาทันทีที่แผ่นเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนสัมผัสกับสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ ทุก ๆ 2 นาที จะทำการสุ่มตัวอย่างสารละลายบัฟเฟอร์ไปวัดด้วย เครื่องยูวี สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ โดยวัดที่ความยาวคลื่นสูงสุด (λmax) เท่ากับ 275 นาโนเมตร เมื่อค่าการดูดกลืนแสงเริ่มคงที่จะเปลี่ยนเป็นสุ่มตัวอย่างสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ ไปวัดทุก ๆ 5 นาที 15 นาที 30 นาที และ 60 นาทีตามลำดับ หลังจากนั้นจะนำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไปทำการคำนวณเพื่อหาร้อยละการปลดปล่อยยา

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ตัดเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีขนาด 2 × 2 เซนติเมตร ชั่งน้ำหนักและจดบันทึก นำเส้นใยที่ตัดมาใส่ในถุงเซโลเฟน ผูกปิดด้วยเชือกให้แน่น นำอะซีเตตบัฟเฟอร์ที่มี pH 5.5 ใส่ในขวดประมาณ 50 มิลลิลิตร นำขวดไปแช่เครื่องเขย่าที่ควบคุมอุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส จากนั้น

นำเส้นใยที่อยู่ในถุงเซโลเฟนใส่ในขวด จับเวลาทุก 5 นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำหลอดฉีดยาดูดสารละลาย เพื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ด้วยยูวีสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร บันทึกค่าการดูดกลืนแสง เทสารละลายกลับใส่ขวดเดิม จากนั้นเพิ่มเวลาขึ้นเป็น 10(เป็นเวลา 1 ชั่วโมง), 20(เป็นเวลา 1 ชั่วโมง), 30 นาที(เป็นเวลา 4 ชั่วโมง) และ ทุกๆ 4 ชั่วโมง จนครบ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ

3.4.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ผสมยา

พอลิคาโปรแลคโตน

นำเส้นใยพอลิคารโปรแลคโตน เส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียม และเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียมหลังการทดสอบการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม ที่เตรียมได้จากเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตมาศึกษาสัณฐานวิทยา คือ ขนาดของเส้นใย และลักษณะการเรียงตัวของเส้นใย โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

นำเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เส้นใยพอลิเมอร์ผสมของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับอัลจิเนต เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยาเตตระไซคลินและเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยาเตตระไซคลินที่เคลือบด้วยเส้นใยโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมอัลจิเนตที่เตรียมได้จากสภาวะต่างๆ ไปตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด(SEM)

บทที่ 4
ผลการดำเนินการวิจัย

ในส่วนของผลการดำเนินการวิจัย เมื่อเครื่องมือและชุดอุปกรณ์การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตได้จัดสร้างแล้ว ได้นำพอลิเมอร์หลายชนิดมาทดสอบการปั่นเป็นเส้นใย เมื่อได้ผลเป็นไปตามความต้องการแล้ว จากนั้นได้ศึกษาผลของปัจจัยต่างๆ ที่มีต่อขนาดและสัณฐานวิทยาของเส้นใยที่ผลิตได้ อันประกอบไปด้วย ปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์ และปัจจัยของกระบวนการผลิต โดยได้นำพอลิเมอร์หลายชนิดมาศึกษาปัจจัยต่างๆ เหล่านี้ จากนั้นสารละลายของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และพอลิคาโปรแลคโตน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ ได้นำมาเป็นเส้นใย เพื่อให้ได้เป็นแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอ (Non-woven fabric) ที่มีความหนาเพียงพอที่จะนำไปศึกษาการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ โดยมุ่งเน้นเป็นวัสดุปิดแผล ซึ่งสารละลายพอลิเมอร์ที่นำมาศึกษานี้ได้ผสมยาบางชนิดลงไปด้วย เพื่อที่จะศึกษาการปลดปล่อยยาจากผลิตภัณฑ์เส้นใยที่ได้ รายละเอียดของผลการดำเนินการวิจัยแสดงดังต่อไปนี้

4.1 การผลิตเส้นใยระดับนาโนเมตรด้วยเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ

สารละลายจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ได้แก่ พอลิเอไมด์ 6 (Polyamide-6) พอลิอะคริโลไนไทร์ล (Polyacrylonitrile) พอลิสไตรีน (Polystyrene) พอลิเอทิลีนออกไซด์ (Polyethylene oxide) และไคโตซาน (Chitosan) ได้นำมาทดสอบสมรรถภาพของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ได้จัดสร้างขึ้น มีลักษณะการเกิดเส้นใยที่เปลี่ยนไปตามความเข้มข้นแตกต่างกัน

4.1.1 การปั่นเส้นใยจากพอลิเอไมด์ 6

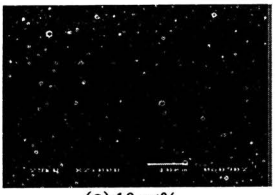
จากภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 4.1เป็นลักษณะของการเกิดเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กมาก จากเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยใช้ศักย์ไฟฟ้าประจุบวก 21 กิโลโวลต์ ป้อนให้กับสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ที่มีน้ำหนักโมเลกุล 20,000 กรัม/โมล ในกรดฟอร์มิกที่ความเข้มข้นต่างๆ ปรับระยะห่างระหว่างแผ่นรองรับเส้นใยกับอิเลคโทรดเป็นระยะทาง 10 เซนติเมตร โดยพบว่าที่สารละลายความเข้มข้นต่ำในช่วงตั้งแต่ 10 ถึง 18 %โดยน้ำหนัก ยังไม่เกิดเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 แต่เกิดการพ่นของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ออกเป็นฝอย เทคนิคการเกิดหยดขนาดเล็กมากของพอลิเอไมด์ 6 ด้วยไฟฟ้าสถิตนี้เป็นเทคนิคหนึ่งที่นำไปประยุกต์ใช้ในการพ่นสารละลายให้เป็นฝอยขนาดเล็กในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมการพิมพ์ ใช้พ่นสารเคมีในทางการเกษตร เป็นต้น ซึ่งการเกิดฝอยของสารละลายนั้น

จะเกิดขึ้นเมื่อสารละลายมีความหนืดต่ำมาก จึงเกิดจากการแตกตัวของเจ็ทจากปลายหยดของสารละลายออกเป็นหยดขนาดเล็กมาก

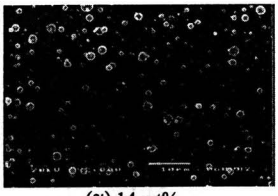
เส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ขนาดเล็กระดับนาโนเมตรนั้นจะเริ่มเกิดขึ้นเมื่อสารละลายมีความหนืดเพิ่มมากขึ้น โดยที่ความเข้มข้น 20 %โดยน้ำหนักเริ่มเกิดเส้นใยปริมาณมาก แต่ยังมีหยดของพอลิเอไมด์ 6 จำนวนมากปนอยู่กับเส้นใย นอกจากนี้ยังพบว่าที่ความหนืดสูงขึ้นจะเกิดปม (Bead) บนเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ผลิตได้อีกด้วย เม็ดบีดที่เกิดขึ้นบนเส้นใยนี้จะมีปริมาณลดลงเมื่อความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์มีค่าสูง และเมื่อสารละลายพอลิเอไมด์ 6 มีความหนืดสูงมากขึ้น จะไม่พบเม็ดบีดบนเส้นใย แต่เส้นใยจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มมากขึ้นตามลำดับดังแสดงในรูปที่ 4.2 สำหรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ผลิตได้อยู่ในช่วงประมาณ 90 ถึง 150 นาโนเมตร

4.1.2 การปั่นเส้นใยจากพอลิอะคริโลไนไทร์ล

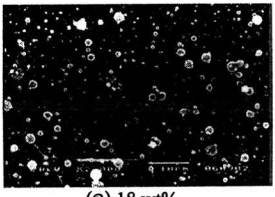
ลักษณะของการเกิดเส้นใยพอลิอะคริโลไนไทรล์แสดงดังในรูปที่ 4.3 สารละลายพอลิอะคริโลไนไทรล์ในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (Dimethyl formamide) ที่มีความเข้มข้นต่างๆ เมื่อปั่นให้ได้เส้นใยขนาดเล็กด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าประจุบวก 20 กิโลโวลต์ ป้อนให้กับสารละลาย และปรับระยะห่างระหว่างแผ่นรองรับเส้นใยกับอิเลคโทรดเป็นระยะทาง 15 เซนติเมตร จากภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 4.3 พบว่าที่สารละลายความเข้มข้น 7.8 %โดยน้ำหนักยังมีเม็ดบีดเกิดขึ้นบนเส้นใยปริมาณมากอยู่ แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเป็น 11.2 %โดยน้ำหนัก ปริมาณของเม็ดบีดที่เกิดขึ้นบนเส้นใยลดปริมาณลง จนเมื่อเพิ่มความเข้มข้น 14.4 %โดยน้ำหนักหรืออีกนัยหนึ่งคือเพิ่มความหนืดของสารละลายจะไม่พบเม็ดบีดที่เกิดขึ้นบนเส้นใย และได้เส้นใยพอลิอะคริโลไนไทรล์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 ถึง 400 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเส้นใยพอลิเอไมด์ 6



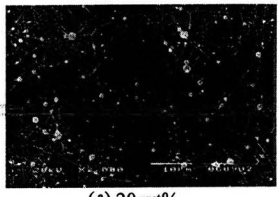
(ก) 10 wt%



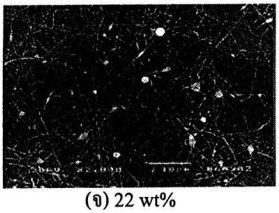
(ข) 14 wt%



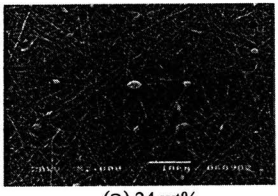
(ค) 18 wt%



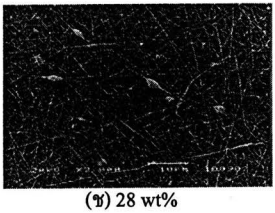
(ง) 20 wt%



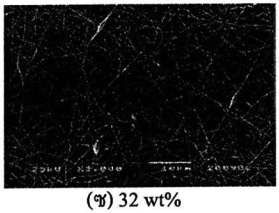
(จ) 22 wt%



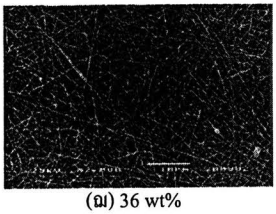
(ฉ) 24 wt%



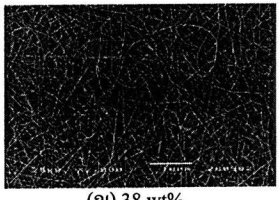
(ช) 28 wt%



(ซ) 32 wt%



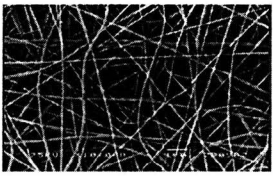
(ฌ) 36 wt%



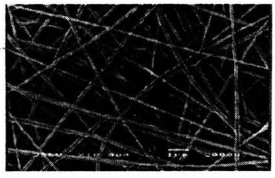
(ญ) 38 wt%

<u>รูปที่ 4.1</u> ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด แสดงการเกิดของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ที่ความเข้มข้นต่างๆ

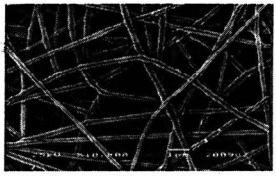
(ก) 32 wt%



(ข) 38 wt%

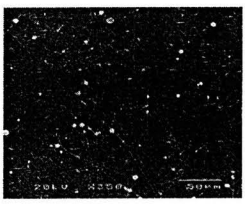


(ค) 42 wt%

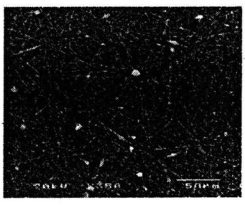


(ง) 46 wt%

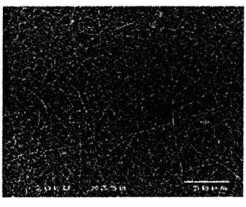
<u>รูปที่ 4.2</u> ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 10,000 เท่า ของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ที่ความเข้มข้นของสารละลายในช่วง 36 ถึง 46 %โดยน้ำหนัก



(ก) 7.8 wt%



(ข) 11.2 wt%

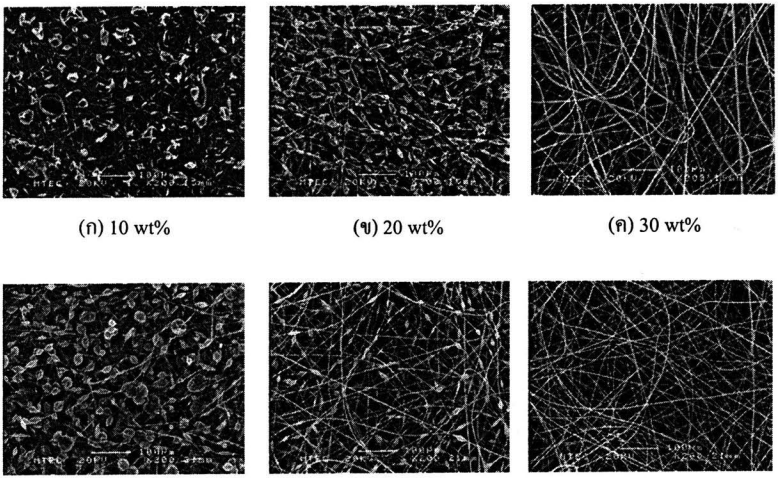


(ค) 14.4 wt%

<u>รูปที่ 4.3</u> ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด แสดงการเกิดของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไทรล์ที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ที่ความเข้มข้นต่างๆ

4.1.3 การปั่นเส้นใยจากพอลิสไตรีน

เส้นใยพอลิสไตรีนได้จากการปั่นสารละลายพอลิสไตรีนในไดคลอโรอีเทน และในไดเมทิลฟอร์มา-ไมด์ ที่ความเข้มข้น 10 ถึง 30 %โดยน้ำหนัก โดยให้ความต่างศักย์แก่สารละลาย 15 กิโลโวลต์ ที่ระยะห่างระหว่างปลายเข็มฉีดยาถึงแผ่นรองรับเส้นใยเป็นระยะ 10 เซนติเมตร จากรูปที่ 4.4 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด พบว่าเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ปริมาณเม็ดบีดจะลดลง และสารละลายพอลิสไตรีนในไดคลอโรอีเทนที่ความเข้มข้น 30 %โดยน้ำหนัก จะไม่พบเม็ดบีดที่เกิดบนเส้นใย และสารละลายพอลิสไตรีนในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ที่ความเข้มข้น 30 %โดยน้ำหนัก ไม่พบเม็ดบีดเช่นเดียวกัน



(ก) 10 wt% (ข) 20 wt% (ค) 30 wt%

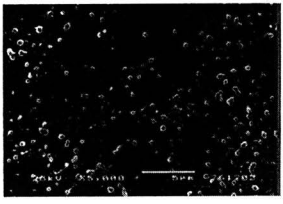
(ง) 10 wt% (จ) 20 wt% (ฉ) 30 wt%

<u>รูปที่ 4.4</u> ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด แสดงการเกิดเส้นใยพอลิสไตรีนในตัวทำละลายไดคลอโรอีเทน (ก-ค) และในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (ง-ฉ) ที่ความเข้มข้นต่างๆ

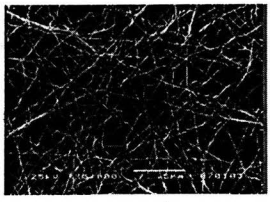
4.1.4 การปั่นเส้นใยจากพอลิเอทิลีนออกไซด์

ลักษณะของการเกิดเส้นใยพอลิเอทิลีนออกไซด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุล 600,000 กรัม/โมล โดยละลายในน้ำที่ความเข้มข้น 5 และ 10 %โดยน้ำหนัก แสดงดังในรูปที่ 4.5 สำหรับการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายพอลิเอทิลีนออกไซด์ในน้ำนี้ใช้ศักย์ไฟฟ้าประจุบวก 20 กิโลโวลต์ และ

ปรับระยะห่างระหว่างแผ่นรองรับเส้นใยกับอิเลคโทรดเป็นระยะทาง 10 เซนติเมตร จะพบว่าที่ความเข้มข้น 5 %โดยน้ำหนักนั้นมีความหนืดต่ำจึงพบแต่ลักษณะการเกิดหยดของพอลิเอทิลีนออกไซด์บนแผ่นรองรับอลูมิเนียม แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 10 %โดยน้ำหนักจะเกิดเป็นเส้นใยพอลิเอทิลีนออกไซด์ที่มีขนาดเล็กประมาณ 50-60 นาโนเมตร



(ก) 5 wt%

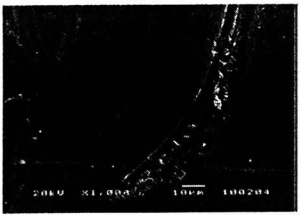


(ข) 10 wt%

<u>รูปที่ 4.5</u> ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด แสดงการเกิดของเส้นใยพอลิเอทิลีนออกไซด์ที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ที่ความเข้มข้น 5 และ 10%โดยน้ำหนัก

4.1.5 การปั่นเส้นใยจากไคโตซาน

ไคโตซานที่มีน้ำหนักโมเลกุล 83,000 กรัม/โมล เมื่อนำมาละลายในกรดอะซิติกเข้มข้น 3% โดยเตรียมที่ความเข้มข้น 1 ถึง 3 %โดยน้ำหนัก และให้ความต่างศักย์แก่สารละลาย 15 กิโลโวลต์ ปรับระยะห่างระหว่างแผ่นรองรับเส้นใยกับอิเลคโทรดเป็นระยะทาง 10 เซนติเมตร แต่สารละลายไคโตซานไม่สามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ถึงแม้ว่าจะทดลองเปลี่ยนสภาวะในการเตรียมสารละลายต่างๆ เช่น เพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย เป็นต้น ในงานวิจัยนี้จึงเปลี่ยนพอลิเมอร์ชีวภาพจากไคโตซานเป็นพอลิคาโปรแลคโตน และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เพื่อนำไปศึกษาการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ ซึ่งทางผู้วิจัยได้ทดสอบแล้วว่าพอลิเมอร์ทั้งสองสามารถปั่นเป็นเส้นใยขนาดเล็กระดับนาโนเมตรได้



<u>รูปที่ 4.6</u> ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด ไม่พบการเกิดเส้นใยไคโตซาน

4.2 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 พอลิอะคริโลไนไทรล์ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน ที่ได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยแบ่งกลุ่มของปัจจัยที่ศึกษาเป็น 2 กลุ่มด้วยกัน ได้แก่ ปัจจัยของสารละลาย และปัจจัยของกระบวนการผลิต ในส่วนของปัจจัยของสารละลาย มีปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ อุณหภูมิของสารละลาย และระบบของตัวทำละลาย ในส่วนของปัจจัยของกระบวนการผลิต มีปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเมอร์ ระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใย

4.2.1 ปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์

4.2.1.1 สมบัติของสารละลายพอลิเมอร์

<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

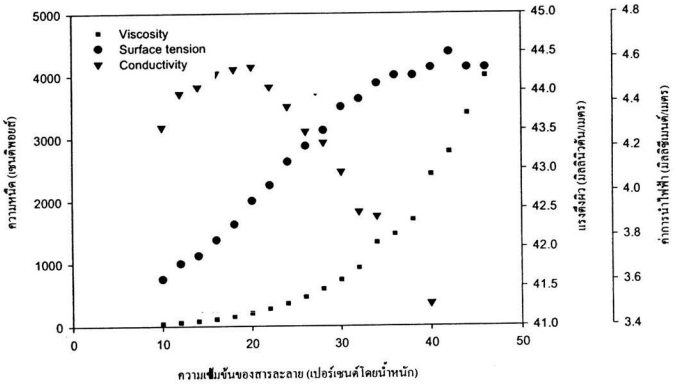
พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000 กรัม/โมล นำมาละลายในกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซนต์ โดยเตรียมที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 10 ถึง 46 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก เมื่อทดสอบสมบัติต่างๆ พบว่า

ค่าความหนืดของสารละลาย มีค่าอยู่ในช่วง 39.2 ถึง 3992 เซนติพอยส์

ค่าแรงตึงผิวของสารละลาย มีค่าอยู่ในช่วง 41.6 ถึง 43.9 มิลลินิวตัน/เมตร

ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย มีค่าอยู่ในช่วง 4.09 ถึง 4.47 มิลลิซีเมนต์/เซนติเมตร

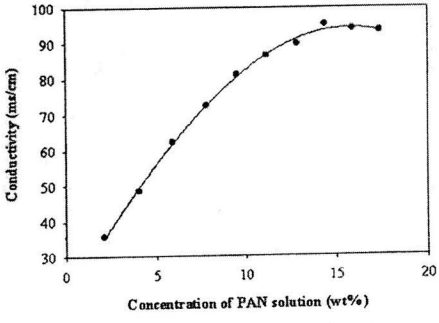
ซึ่งค่าความหนืดของสารละลายมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลาย โดยเมื่อสารละลายเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น ค่าความหนืดของสารละลายจะเพิ่มขึ้นด้วย ส่วนค่าแรงตึงผิวและค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายไม่เปลี่ยนแปลงมากนักเมื่อความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น แสดงดังในรูปที่ 4.7 ค่าความหนืดของสารละลายนี้เป็นสมบัติที่สำคัญในการปั่นเส้นใย โดยถ้าความหนืดต่ำมากจะทำให้เจ็ทที่ได้แตกออกเป็นหยดของสารละลายเล็กๆ ส่วนในกรณีที่ความหนืดสูงจะไม่ทำให้เจ็ทแตกตัว และจะได้เส้นใยขนาดเล็ก ทั้งนี้เนื่องจากสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ในสารละลายพันกันจึงทำให้ป้องกันการแตกตัวออกของเจ็ท และยังมีแรงทางไฟฟ้าที่ช่วยดึง ทำให้เจ็ทยืดตัวยาวขึ้น [13]



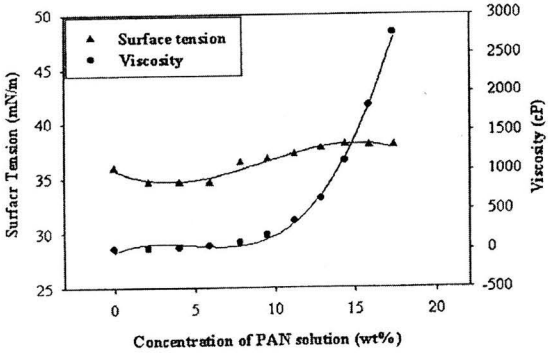
<u>รูปที่ 4.7</u> กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนืด แรงตึงผิว และค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายกับความเข้มข้นของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ที่ความเข้มข้นในช่วงตั้งแต่ 10 ถึง 46 %โดยน้ำหนัก

<u>พอลิอะคริโลไนไทรล์</u>

สารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ลในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้แก่ 2.1, 4.0, 5.9, 7.8, 9.5, 11.2, 12.9, 14.4, 15.9, และ 17.4% โดยน้ำหนัก เมื่อนำมาวัดสมบัติต่างๆ ของสารละลาย ได้แก่ ค่าความหนืด แรงตึงผิว และค่าการนำไฟฟ้า ได้ผลการทดลองดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.8 และ 4.9



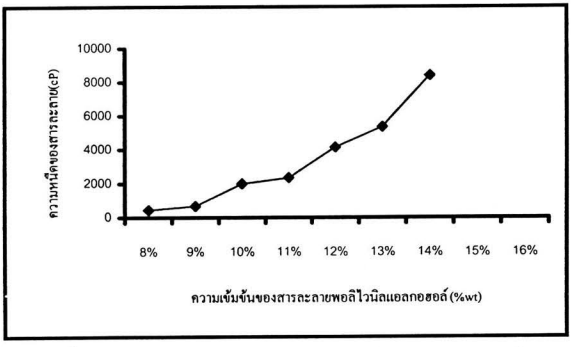
<u>รูปที่ 4.8</u> ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ลในไดเมทธิลฟอร์มาไมด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ



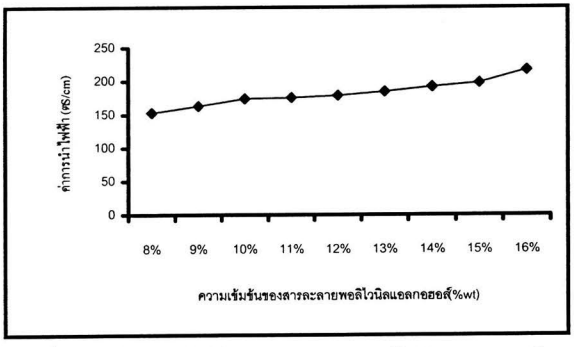
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดและแรงตึงผิวของสารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ลในไดเมทธิลฟอร์มาไมด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

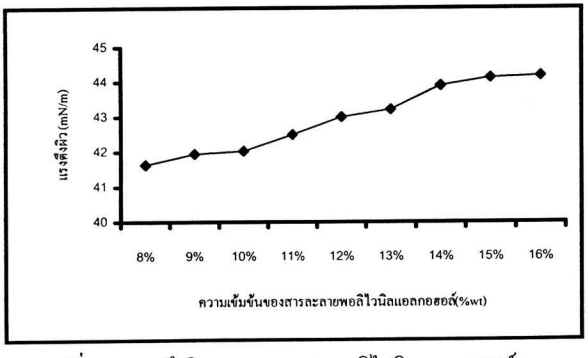
จากผลการทดลองพบว่าความหนืดของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ตามลำดับ ของความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ และเมื่อพิจารณาจากรูปที่ 4.10 พบว่าความเข้มข้นของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 8-9 %โดยน้ำหนัก ความหนืดมีค่าเพิ่มขึ้นไม่มากนัก แต่เมื่อความเข้มข้นของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นในช่วง 10 – 14 %โดยน้ำหนัก ค่าความหนืดจะเพิ่มขึ้นสูงมาก โดยพบว่าสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 8 ถึง 14%โดยน้ำหนัก มีค่าความหนืดอยู่ในช่วง 454 ถึง 8415 เซนติพอยส์ ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 153 ถึง 192 ไมโครซีเมนต์ต่อเซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.11และค่าแรงตึงผิวเพิ่มสูงขึ้นเช่นเดียวกันโดยเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 41.6 ถึง 43.9 มิลลินิวตันต่อเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.10 ความหนืดของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์



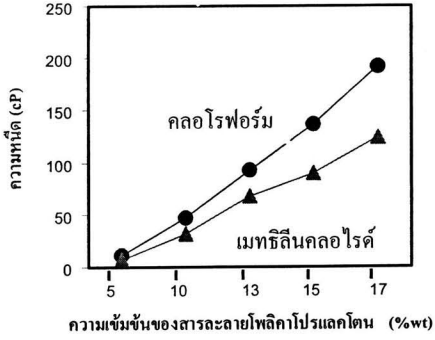
รูปที่ 4.11 ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์



รูปที่ 4.12 แรงตึงผิวของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

<u>พอลิคาโปรแลคโตน</u>

พอลิคาโปรแลคโตนน้ำหนักโมเลกุล 65,000 กรัม/โมล นำมาละลายด้วยตัวทำละลาย 2 ชนิดที่แตกต่างกัน ได้แก่ เมทธิลีนคลอไรด์ และคลอโรฟอร์ม โดยเตรียมที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 5 ถึง 17 %โดยน้ำหนัก พบว่าความหนืดเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น โดยค่าความหนืดเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 11 ถึง 192 เซนติพอยส์ ในตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม และความหนืดเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 7 ถึง 125 เซนติพอยส์ ในตัวทำละลายเมทธิลีนคลอไรด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.13 ส่วนค่าแรงตึงผิวก็เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน โดยเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 16 ถึง 19 มิลลินิวตันต่อเมตร ในตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม และค่าแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 20 ถึง 22 มิลลินิวตันต่อเมตร ในตัวทำละลายเมทธิลีนคลอไรด์



<u>รูปที่ 4.13</u> ความหนืดของสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนที่ความเข้มข้นต่างกันโดยมีคลอโรฟอร์มและเมทธิลีนคลอไรด์เป็นตัวทำละลาย

4.2.1.2 ผลของความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์

<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

<u>การศึกษาสัณฐานวิทยา</u>

จากภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 4.1 แสดงผลของความเข้มข้นของสารละลายที่มีต่อลักษณะของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ปั่นได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ศักย์ไฟฟ้าประจุบวก 21 กิโลโวลต์ ป้อนให้กับสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ในกรดฟอร์มิกที่ความเข้มข้นต่างๆ กำหนดระยะห่างระหว่างแผ่นรองรับเส้นใยกับปลายเข็มฉีดยาเป็นระยะทาง 10 เซนติเมตร จากภาพถ่ายพบว่าที่สารละลายความเข้มข้นต่ำในช่วงตั้งแต่ 10 ถึง 18

%โดยน้ำหนัก หรือที่ความหนืดต่ำ (ความหนืดอยู่ในช่วง 39.2 ถึง 157 เซนติพอยส์) ยังไม่พบเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ขนาดเล็ก แต่เกิดการพ่นเจ็ทของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ออกเป็นฝอย ได้เป็นหยดขนาดเล็กๆ บนแผ่นรองรับ (แสดงดังในรูปที่ 4.1 ก-ค) ดังนั้นอาจอธิบายได้ว่า เมื่อสารละลายมีความหนืดต่ำมาก ดังนั้นปริมาณของสายโซ่โมเลกุลพอลิเมอร์ที่พันกันจึงมีน้อย แรงที่จะทำให้เจ็ทคงรูปอยู่ได้จึงไม่มากเพียงพอ เจ็ทจึงเกิดจากการแตกตัวของจากปลายหยดของสารละลายออกเป็นเจ็ทขนาดเล็ก จากนั้นแรงตึงผิวของสารละลายที่อยู่ล้อมรอบจะทำให้เกิดเป็นหยดขนาดเล็ก สำหรับเทคนิคการเกิดหยดขนาดเล็กมากของสารละลายด้วยไฟฟ้าสถิตนี้เป็นเทคนิคหนึ่งที่นำไปประยุกต์ใช้ในการพ่นสารละลายให้เป็นฝอยขนาดเล็กในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมการพิมพ์ ใช้พ่นสารเคมีในทางการเกษตร เป็นต้น

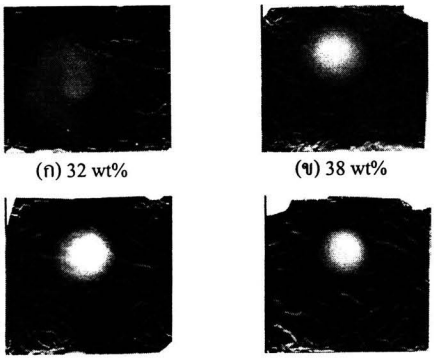
เส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ขนาดเล็กระดับนาโนเมตรนั้น จะเริ่มเกิดขึ้นเมื่อสารละลายมีความหนืดเพิ่มมากขึ้น โดยที่เจ็ทขนาดเล็ก ที่พ่นออกมาจากปลายหยดของสารละลายจะไม่รวมตัวกลายเป็นหยดขนาดเล็กๆ ทั้งนี้เนื่องจากสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ในสารละลายเกิดการพันกันมากขึ้น จึงสามารถป้องกันการเกิดเป็นหยดขนาดเล็กๆ ได้ นอกจากนี้แรงทางไฟฟ้ายังช่วยในการดึงยืดเจ็ทเหล่านั้นให้ได้เป็นเส้นใยขนาดเล็กมากบนแผ่นรองรับเส้นใย แต่หากความหนืดของสารละลายหรือความเข้มข้นที่ไม่มากพอ เช่นที่ความเข้มข้น 20 %โดยน้ำหนัก จะพบหยดของสารละลายจำนวนมากปนอยู่กับเส้นใยที่เริ่มเกิดขึ้น (แสดงดังในรูปที่ 4.1 ง) และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 22 %โดยน้ำหนัก (หรือสารละลายมีความหนืด 277 เซนติพอยส์) พบว่าหยดของสารละลายขนาดเล็กๆ เหล่านั้นหายไป แต่จะพบเม็ดปม (Bead) ที่เกิดขึ้นบนเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ปนอยู่กับเส้นใยที่ไม่มีเม็ดปม (แสดงดังในรูปที่ 4.1 จ) เม็ดปมที่เกิดขึ้นบนเส้นใยนี้จะมีปริมาณลดลงเมื่อสารละลายมีความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้นหรือมีความหนืดเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ลักษณะของเม็ดปมจะมีรูปร่างที่ยาวยืดมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นด้วย (แสดงดังในรูปที่ 4.1 ฉ-ฌ) และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 38 %โดยน้ำหนัก จะไม่พบเม็ดปมที่กล่าวถึงนี้ปนเส้นใย (แสดงดังในรูปที่ 4.1 ญ) โดย Fong [9] ได้ทำการศึกษาการเกิดเม็ดปมบนเส้นใยที่เกิดขึ้นจากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเช่นกัน และพบว่าเมื่อความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น ระยะห่างระหว่างเม็ดปมที่เกิดขึ้นบนเส้นใยจะลดลง และจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเม็ดปมที่มากขึ้นด้วย และเมื่อสารละลายพอลิเอไมด์ 6 มีความหนืดสูงมากขึ้น จะไม่พบเม็ดปมบนเส้นใย แต่เส้นใยจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เพิ่มมากขึ้นตามลำดับ

<u>การวัดขนาดของเส้นใย</u>

เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ปั่นได้จากสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ที่ความเข้มข้นในช่วงตั้งแต่ 30 ถึง 46 %โดยน้ำหนัก นำมาวัดขนาดและหาค่าเฉลี่ย ทั้งนี้เนื่องจากเส้นใยพอลิเอไมด์ 6

ในช่วงความเข้มข้นดังกล่าว มีปริมาณเม็ดปมบนเส้นใยน้อย และบางความเข้มข้นนั้นไม่มีเม็ดปมเกิดขึ้นบนเส้นใยเลย จากรูปที่ 4.2 แสดงภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง 10,000 เท่า ซึ่งจะแสดงขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่เพิ่มมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น หรืออีกนัยหนึ่งเมื่อมีความหนืดเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องจากเมื่อความหนืดเพิ่มขึ้นเจ็ทสามารถต้านทานแรงดึงอันเนื่องมาจากแรงทางไฟฟ้าได้ จึงทำให้พบว่าเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่ขึ้น

นอกจากนี้เมื่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากความเข้มข้นของสารละลายที่เพิ่มมากขึ้น ปริมาณการโค้งงอ (Bending instability) ของเจ็ทจะลดลงไปด้วย ทั้งนี้อาจเนื่องจากเจ็ทที่เกิดจากสารละลายที่มีความหนืดสูง สามารถต้านทานแรงทางไฟฟ้าที่เกิดจากการผลักกันของประจุภายในเจ็ท ซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดการโค้งงอนี้ โดยจากงานวิจัยของคุ้มพงศ์ [14] ได้ศึกษาการโค้งงอของเจ็ทลดลงเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น จากสาระลายพอลิไฮดรอกซีเอทิลเมทาอะคริเลต (Poly(2-hydroxyethyl methacrylate) และพอลิสไตรีน (Polystyrene) โดยใช้กล้องถ่ายภาพความเร็วสูง สำหรับในงานวิจัยนี้จากการนำแผ่นอลูมิเนียมที่รองรับเส้นใยไปแสกนด้วยเครื่องแสกนเนอร์ เพื่อสังเกตลักษณะของแผ่นเยื่อ (web) ของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ผลิตได้บนแผ่นอลูมิเนียม พบว่าขนาดความกว้างของแผ่นเยื่อของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 มีขนาดลดลงเมื่อความเข้มข้นของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.14 ส่วนในรูปที่ 4.15 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 30 ถึง 46 %โดยน้ำหนัก หรือความหนืดของสารละลายในช่วงตั้งแต่ 738 ถึง 3992 เซนติพอยส์ กับค่าเฉลี่ยของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย จากกราฟพบว่าค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเพิ่มขึ้นจาก 66 นาโนเมตร ถึง 231.9 นาโนเมตร ตามลำดับ



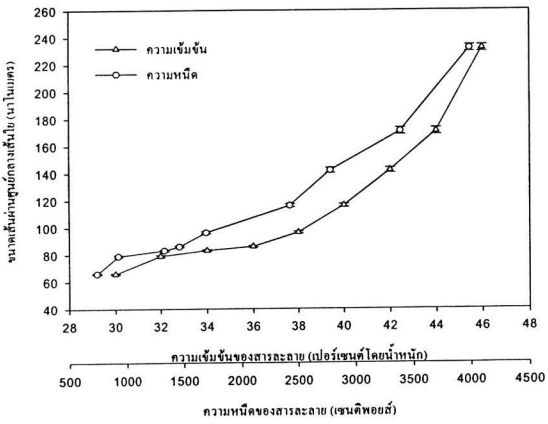
(ก) 32 wt%

(ข) 38 wt%

(ค) 42 wt%

(ง) 46 wt%

รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายแผ่นเยื่อพอลิเอไมด์ 6 ที่ผลิตได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต บนแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใย ที่ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ตั้งแต่ 32 ถึง 46 %โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 และความหนืดของสารละลาย กับค่าเฉลี่ยของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ

<u>พอลิอะคริโลไนไทร์ล</u>

<u>การศึกษาสัณฐานวิทยา</u>

นำสารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ลในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ไปปั่นเส้นใยด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ผลจากการนำเส้นใยที่ได้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด แสดงดังรูปที่ 4.16 ลักษณะการเกิดเส้นใยคล้ายกับพอลิเอไมด์ 6 นั่นคือ เมื่อสารละลายมีความเข้มข้นต่ำหรือมีความหนืดต่ำ จะเกิดเป็นเม็ดเล็กๆ ของสารละลายก่อน และเมื่อเพิ่มความหนืดจะเกิดเป็นเม็ดบีดบนเส้นใย ปริมาณเม็ดบีดนี้จะลดลงเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มมากขึ้น จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด พบว่าที่ความเข้มข้นของสารละลาย 17.4 %โดยน้ำหนัก จะไม่พบเม็ดบีดเกิดขึ้นบนเส้นใยเลย และจะได้เส้นใยพอลิ

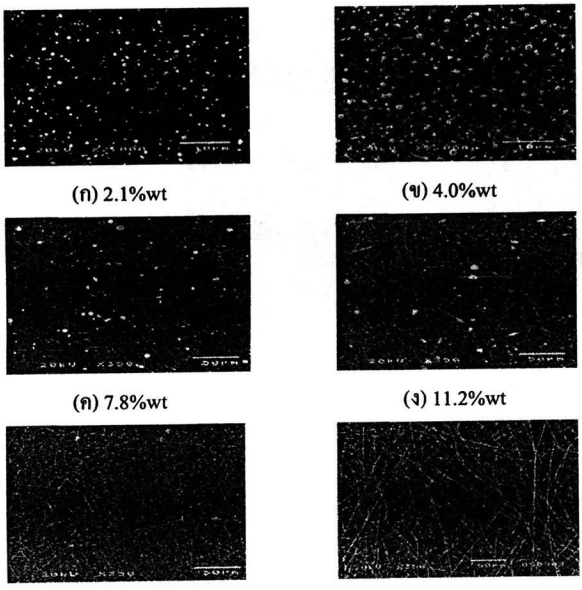
อะคริโลไนไทร์ลที่มีผิวเรียบ

<u>การวัดขนาดเส้นใย</u>

จากการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของเส้นใยอะคริโลไนไทร์ลที่ได้จากการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 2.1 ถึง 17.4 %โดยน้ำหนัก พบว่าเส้นใยมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ในช่วง 69 ถึง 730 นาโนเมตร โดยขนาดเส้นใยเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้นหรืออีกนัยหนึ่งเมื่อความหนืดของสารละลายเพิ่มมากขึ้น แสดงดังในรูปกราฟที่ 4.17

<u>พอลิไวนิลแอลกอฮอล์</u>

จากการทดลองเตรียมเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ โดยใช้ศักย์ไฟฟ้า 8 กิโลโวลต์ ระยะทาง 10 เซนติเมตร เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นตั้งแต่ 8 %โดยน้ำหนัก ถึง 16 %โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าเส้นใยที่เตรียมได้มีขนาดเล็ก และพื้นผิวเรียบ โดยเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้นอยู่ในช่วง 244-549 นาโนเมตรเมื่อความเข้มข้นเพิ่มสูงขึ้นแสดงในรูปที่ 4.18 และรูปที่ 4.19

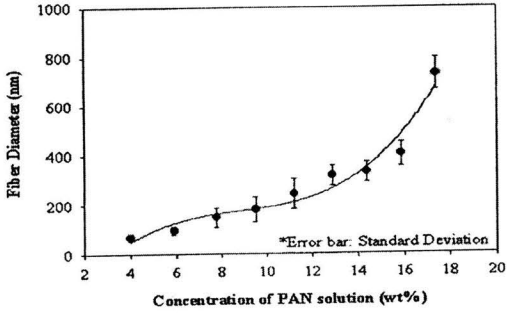


(ก) 2.1%wt (ข) 4.0%wt

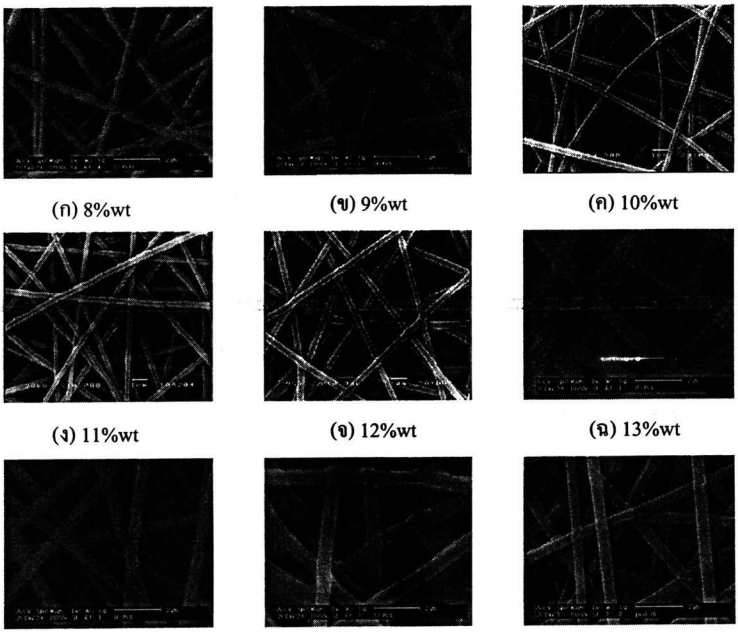
(ค) 7.8%wt (ง) 11.2%wt

(จ) 14.4%wt (ฉ) 17.4%wt

รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 350 เท่าของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไทร์ลในไดเมทธิลฟอร์มาไมด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ



รูปที่ 4.17 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยที่เตรียมจากสารละลายพอลิอะคริโลไนไทร์ลในไดเมทธิลฟอร์มาไมด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

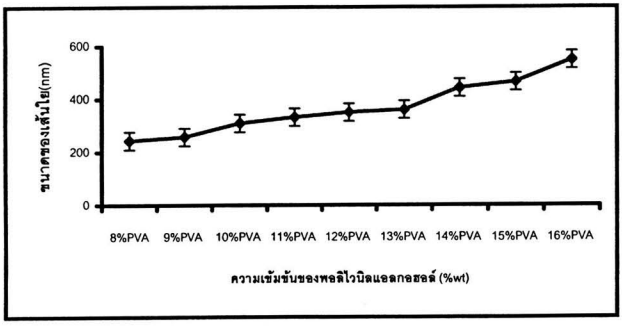


(ก) 8%wt (ข) 9%wt (ค) 10%wt

(ง) 11%wt (จ) 12%wt (ฉ) 13%wt

(ช) 14%wt (ซ) 15%wt (ฌ) 16%wt

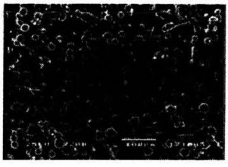
<u>รูปที่ 4.18</u> ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ความเข้มข้นต่างๆ กำลังขยาย 10,000 เท่า



<u>รูปที่ 4.19</u> กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของเส้นใย

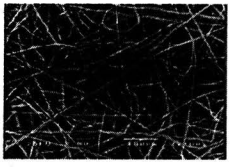
<u>พอลิคาโปรแลคโตน</u>

รูปที่ 4.20 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนที่เตรียมจากสารละลายในเมทธิลีนคลอไรด์ความเข้มข้น 13, 15 และ 17 %โดยน้ำหนัก พบว่าที่ความเข้มข้น 13 %โดยน้ำหนัก จะเกิดเส้นใยจำนวนน้อยมาก ส่วนใหญ่จะเป็นหยดของสารละลายปนกับเส้นใยที่มีเม็ดปม เมื่อความเข้มข้นเพิ่มมากขึ้น จะเกิดเป็นเส้นใยขนาดประมาณ 2.5 ถึง 3 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นเส้นใยที่ขนาดค่อนข้างใหญ่



(ก) 13 %wt

(ข) 15 %wt



(ค) 17 %wt

<u>รูปที่ 4.20</u> ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนที่ความเข้มข้นต่างๆ กำลังขยาย 200 เท่า

4.2.1.3 ผลของน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์

<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

<u>การศึกษาสัณฐานวิทยา</u>

จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดพบว่าขั้นตอนของการเกิดเป็นเส้นใยขนาดเล็กของพอลิเอไมด์ 6 ในแต่ละน้ำหนักโมเลกุลมีรูปแบบที่คล้ายคลึงกัน โดยในรูปที่ 4.21 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุลต่างๆ ที่ความเข้มข้น 10, 20 และ 34 %โดยน้ำหนัก จากภาพถ่ายที่ความเข้มข้น 10 %โดยน้ำหนัก ของน้ำหนักโมเลกุล 17,000 และ 20,000 กรัม/โมล จะพบแต่หยดขนาดเล็กของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 (แสดงดังในรูปที่ 4.21 ก และ 4.21 ง) ในขณะที่พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 32,000 กรัม/โมล จะพบหยดขนาดเล็กๆนี้ปนอยู่กับเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 (แสดงดังในรูปที่ 4.21 ช) เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 20 %โดยน้ำหนัก ที่น้ำหนักโมเลกุล 17,000 และ 20,000 กรัม/โมลจึงจะพบลักษณะดังกล่าวคือมีหยดขนาดเล็กปนอยู่กับเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 (แสดงดังในรูปที่ 4.21 ข และ 4.21 จ) ในขณะที่น้ำหนักโมเลกุล 32,000 กรัม/โมล จะพบแต่เส้นใยขนาดเล็กของพอลิเอไมด์ 6 เท่านั้น(แสดงดังในรูปที่ 4.21 ซ) หลังจากนั้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นมากขึ้นไปอีกคือที่ความเข้มข้น 34 %โดยน้ำหนัก จะพบเส้นใยขนาดเล็กของพอลิเอไมด์ 6 เท่านั้น ที่ทุกน้ำหนักโมเลกุล (แสดงดังในรูปที่ 4.21 ค, 4.21 ฉ และ 4.21

ฌ) ดังนั้นจากการสังเกตลักษณะการเกิดเส้นใยขนาดเล็กนี้ จะพบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น ปริมาณหยดขนาดเล็กของสารละลายหรือปริมาณของเม็ดปมที่เกิดบนเส้นใยจะลดปริมาณลง ในขณะเดียวกันเส้นใยขนาดเล็กที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใยจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่ขึ้น ทั้งนี้อาจอธิบายได้จากความหนืดของสารละลายที่เพิ่มขึ้น ซึ่งส่งผลทำให้สายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์มีการพันกันมากขึ้น สารละลายจึงมีแรงมากพอที่จะต้านแรงทางไฟฟ้าได้

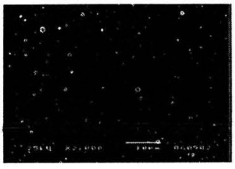
การเกิดเม็ดปมบนเส้นใย และการเกิดเส้นใยที่ไม่มีเม็ดปมเลยนั้น จะสามารถสังเกตลักษณะการเกิดเหล่านี้ได้ ที่ความเข้มข้นที่แตกต่างกัน ของน้ำหนักโมเลกุลทั้งหมดที่นำมาศึกษาวิจัย นั่นคือ ในส่วนของการเกิดเม็ดปมบนเส้นใยนั้น พบว่า พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000, 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล จะเริ่มพบการเกิดเม็ดปมบนเส้นใยที่ความเข้มข้น 22, 20 และ 14 %โดยน้ำหนัก ตามลำดับ และสำหรับการเกิดเส้นใยขนาดเล็กที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใยเลยนั้น พบว่า พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000, 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล จะเริ่มพบการเกิดเส้นใยขนาดเล็กที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใยเลย ที่ความเข้มข้น 34, 34 และ 22 %โดยน้ำหนัก ตามลำดับ แต่หากเปรียบเทียบลักษณะการเกิดเม็ดปมบนเส้นใย และการเกิดเส้นใยที่ไม่มีเม็ดปมเลย ตามความหนืดของสารละลาย ของน้ำหนักโมเลกุลทั้งหมด จะพบว่าความหนืดที่เริ่มพบลักษณะเหล่านั้น จะมีค่าที่ใกล้เคียงกันของแต่ละน้ำหนักโมเลกุล นั่นคือ พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000, 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล จะเริ่มพบการเกิดเม็ดปมบนเส้นใยที่ความหนืด 277, 225 และ 256 เซนติพอยส์ ตามลำดับ และสำหรับการเกิดเส้นใยขนาดเล็กที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใยเลยนั้น พบว่า พอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000, 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล จะเริ่มพบการเกิดเส้นใยขนาดเล็กที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใยเลย ที่ความหนืด 1332, 1390 และ 1150 เซนติพอยส์ ตามลำดับ ดังนั้นจากผลการทดลองที่ได้จะพบว่าปัจจัยที่สำคัญที่ทำให้เกิดลักษณะของเส้นใยในรูปแบบต่างๆ ควรจะเป็นค่าความหนืดของสารละลายมากกว่าความเข้มข้นของสารละลาย

<u>การวัดขนาดของเส้นใย</u>

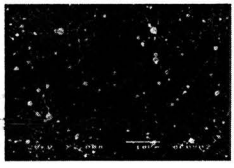
การวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยขนาดเล็กที่ปั่นได้ จะวัดขนาดเมื่อความเข้มข้นของสารละลายผลิตเส้นใยที่มีเม็ดปมบนเส้นใยน้อยหรือไม่มีเม็ดปมบนเส้นใย สำหรับในรูปที่ 4.22 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ของแต่ละน้ำหนักโมเลกุลกับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 จากกราฟ พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 มีความสัมพันธ์กับความหนืดของสารละลาย โดยเฉพาะอย่างยิ่งในช่วงความหนืด 738 ถึง 2191 เซนติพอยส์ โดยความสัมพันธ์นี้สามารถนำเสนอในรูปแบบของสมการการเติบโตแบบเอ็กซ์โพเนนเชียล (Exponential growth) ดังนี้

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)

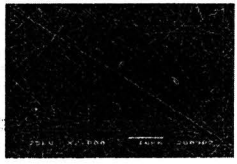
= 88.7 + 0.804exp(0.00137 x ความหนืด (เซนติพอยส์))



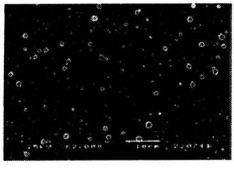
(ก) 10 %wt (Mw 17,000)



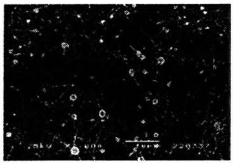
(ข) 20 %wt (Mw 17,000)



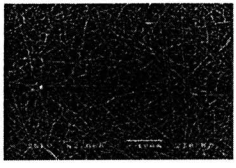
(ค) 34%wt (Mw 17,000)



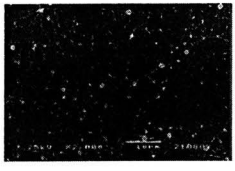
(ฉ) 10 %wt (Mw 20,000)



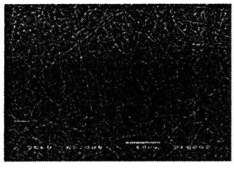
(จ) 20 %wt (Mw 20,000)



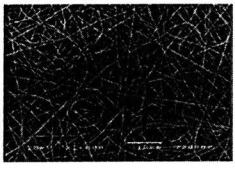
(ง) 34 %wt (Mw 20,000)



(ซ) 10 %wt (Mw 32,000)

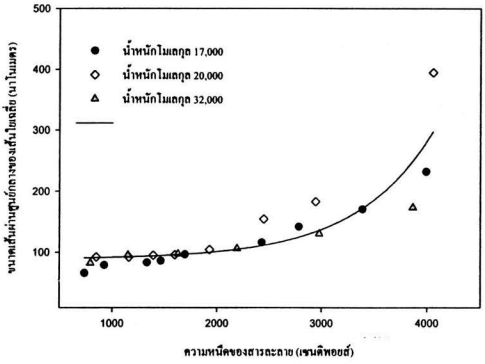


(ฌ) 20 %wt (Mw 32,000)



(ช) 34 %wt (Mw 32,000)

<u>รูปที่ 4.21</u> ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด (กำลังขยาย 2,000 เท่า) แสดงการเกิดเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ความเข้มข้น 10, 20 และ 34 %โดยน้ำหนัก ของแต่ละน้ำหนักโมเลกุลได้แก่ 17,000 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล



<u>รูปที่ 4.22</u> กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดของสารละลายพอลิเอไมด์ 6 กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยโดยเฉลี่ย ที่น้ำหนักโมเลกุล 17,000, 20,000 และ 32,000 กรัม/โมล

4.2.1.4 ผลของอุณหภูมิของสารละลาย

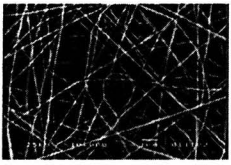
<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

<u>การศึกษาสัณฐานวิทยา</u>

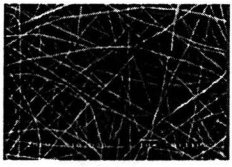
จากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด ของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 จากการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสารละลายเป็น 30, 40, 50 และ 60 องศาเซลเซียส ในขณะทำการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต พบว่าลักษณะของเส้นใยไม่แตกต่างกันมากนัก ดังแสดงในรูปที่ 4.23 โดยจะสังเกตพบเส้นใยที่มีเม็ดปมบนเส้นใยเพียงเล็กน้อย ปนกับเส้นใยที่ไม่มีเม็ดปมเลย แต่อย่างไรก็ตามได้สังเกตพบความแตกต่างได้บ้าง โดยที่อุณหภูมิสูงเส้นใยมีขนาดเล็กลง และมีจำนวนเส้นใยที่สะสมบนแผ่นรองรับมากกว่าที่อุณหภูมิต่ำ

<u>การวัดขนาดของเส้นใย</u>

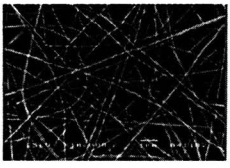
เมื่อเพิ่มอุณหภูมิของสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 พบว่าขนาดของเส้นใยมีค่าลดลง โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเฉลี่ยมีค่าลดลงจาก 98.3, 94.0, 91.8 ถึง 89.7 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจาก 30, 40, 50 ถึง 60 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อกำหนดให้ความเข้มข้นของสารละลายมีค่าคงที่ การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของสารละลายจะส่งผลทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์มีการขยายตัว นั่นคือจะทำให้เกิดการพันกันของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ลดน้อยลงไปด้วย ดังนั้นแรงที่จะต้านทานแรงทางไฟฟ้าจะลดน้อยลงไป เส้นใยจึงเกิดการดึงยืดมากขึ้น จึงทำให้ขนาดของเส้นใยที่ปั่นได้มีขนาดที่เล็กลง หรือขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยลดน้อยลง



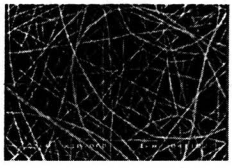
(ก) 30 องศาเซลเซียส



(ข) 40 องศาเซลเซียส



(ค) 50 องศาเซลเซียส



(ง) 60 องศาเซลเซียส

<u>รูปที่ 4.23</u> ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ปั่นได้จากอุณหภูมิของสารละลายต่างๆ ได้แก่ 30, 40, 50 และ 60 องศาเซลเซียส

4.2.1.5 ผลของระบบของตัวทำละลาย

<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

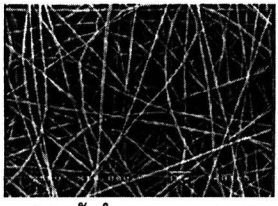
ตัวทำละลายที่ใช้ในการศึกษาปัจจัยในระบบของตัวทำละลายนี้ ได้แก่ กรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซนต์ เมทาครีซอล (*m*-cresol) และตัวทำละลายผสมของกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซ็นต์ และเมทาครีซอลในอัตราส่วนต่างๆ ได้แก่ 90:10, 80:20, 70:30, 60:40 และ 50:50 ปริมาตร/ปริมาตร และนำไปละลายพอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 20,000 กรัม/โมล ที่ความเข้มข้น 32 %โดยน้ำหนัก

<u>การศึกษาสัณฐานวิทยา</u>

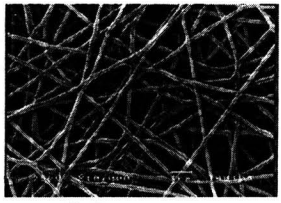
สารละลายพอลิเอไมด์ 6 ในกรดฟอร์มิก สามารถปั่นเป็นเส้นใยด้วยกระบวนการนี้ได้ และได้เส้นใยขนาดเล็กมากเป็นผลิตภัณฑ์ ส่วนพอลิเอไมด์ 6 ที่ละลายในเมทาครีซอลเพียงอย่างเดียว เมื่อนำมาปั่นเส้นใยด้วยกระบวนการนี้ ไม่ได้เส้นใยขนาดเล็กเป็นผลิตภัณฑ์ แต่จะได้เหมือนฟิล์มที่กองอยู่บนแผ่นรองรับ ซึ่งแสดงดังในรูปที่ 4.24 ง ทั้งนี้อาจเป็นเพราะเมทาครีซอลมีจุดเดือดที่สูง (มีค่าเท่ากับ 202 $^{\circ}C$[15])เมื่อเปรียบเทียบกับกรดฟอร์มิก (มีค่าเท่ากับ 101 $^{\circ}C$[16]) ดังนั้นเจ็ทที่เกิดจากสารละลายพอลิเอไมด์ 6 ในเมทาครีซอล จึงแห้งไม่ทัน แล้วเกิดการเชื่อมรวมตัวกันของเจ็ท

สำหรับในระบบของตัวทำละลายผสมพบว่า เส้นใยที่ได้จากการปั่นสารละลายที่มีปริมาณเมทาครีซอลตั้งแต่ 10 ถึง 30 %ปริมาตร/ปริมาตร จะมีผิวที่เรียบและมีขนาดสม่ำเสมอ (แสดงดังในรูปที่ 4.24 ก และ ข) แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของเมทาครีซอลจะทำให้เส้นใยเชื่อมตัวเข้าหากัน (แสดงดังในรูปที่

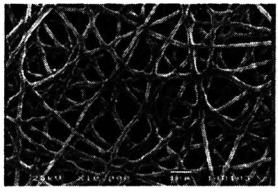
4.24 ค) ซึ่งการเกิดเส้นใยในลักษณะเช่นนี้อาจเป็นการเพิ่มสมบัติเชิงกลแก่เส้นใย ส่วนสาเหตุที่ทำให้เกิดการเชื่อมตัวของเส้นใยนี้อาจเนื่องมาจากจุดเดือดที่สูงของเมทาครีซอลอีกเช่นเดียวกัน



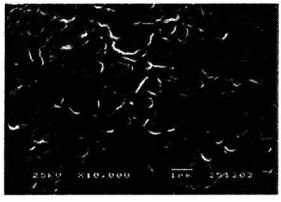
(ข) ตัวทำละลายผสม 90:10 ปริมาตร/ปริมาตร



(ก) ตัวทำละลายผสม 80:20 ปริมาตร/ปริมาตร



(ค) ตัวทำละลายผสม 60:40 ปริมาตร/ปริมาตร



(ง) เมทาครีซอล 100 เปอร์เซ็นต์

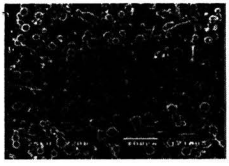
<u>รูปที่ 4.24</u> ภาพแสดงลักษณะของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 เมื่อใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างกรดฟอร์มิกและเมทาครีซอลในอัตราส่วนต่างๆ (ได้แก่ 90:10, 80:20 และ 70:30 ปริมาตร/ปริมาตร) และเมทาครีซอลเป็นตัวทำละลาย 100 %ปริมาตร/ปริมาตร

<u>การวัดขนาดของเส้นใย</u>

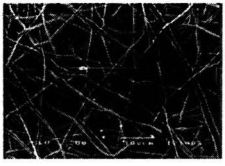
จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 4.24 ยังพบว่าเมื่อปริมาณของเมทาครีซอลในตัวทำละลายผสมเพิ่มมากขึ้น เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น โดยพบว่าเส้นใยจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยโดยเฉลี่ยเพิ่มจาก 93.5 นาโนเมตรสำหรับในกรณีที่ตัวทำละลายเป็นกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซนต์เพียงอย่างเดียว และมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณเมทาครีซอลในตัวทำละลายผสมเพิ่มมากขึ้น จนถึงเมื่อปริมาณเมทาครีซอลเป็น 50 %ปริมาตร/ปริมาตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยโดยเฉลี่ยมีค่า 201.5 นาโนเมตร ซึ่งการเพิ่มขนาดของเส้นใยนี้อาจเนื่องมาจากค่าความหนืดที่เพิ่มขึ้น และค่าการนำไฟฟ้าที่ลดลงของสารละลายพอลิเอไมด์ 6

<u>พอลิคาโปรแลคโตน</u>

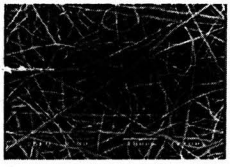
รูปที่ 4.25 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนจากสารละลายความเข้มข้น 13, 15 และ 17 %โดยน้ำหนัก ในตัวทำละลาย 2 ชนิด ได้แก่ เมทธิลีนคลอไรด์ (รูปที่ 4.25 ก-ค) และคลอโรฟอร์ม (รูปที่ 4.25 ง-ฉ) พบว่าเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนสามารถเตรียมได้จากสารละลายในเมทธิลีนคลอไรด์เท่านั้น แต่เมื่อใช้คลอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลายจะพบแต่หยดของสารละลายบนแผ่นรองรับเส้นใย



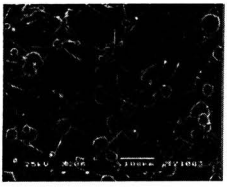
(ก) 13 %wt (CH_2Cl_2)



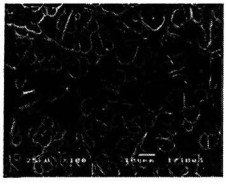
(ข) 15 %wt (CH_2Cl_2)



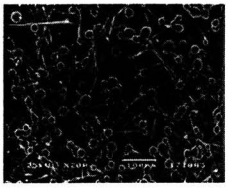
(ค) 17 %wt (CH_2Cl_2)



(ง) 13 %wt ($CHCl_3$)



(จ) 15 %wt ($CHCl_3$)



(ฉ) 17 %wt ($CHCl_3$)

<u>รูปที่ 4.25</u> ภาพแสดงลักษณะของเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน เมื่อใช้เมทธิลีนคลอไรด์และคลอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลาย ที่ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ต่างๆ

4.2.2 ปัจจัยของกระบวนการผลิต

4.2.2.1 ผลของปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเมอร์

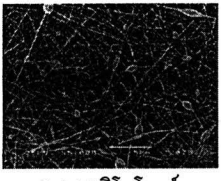
<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

สารละลายพอลิเอไมด์ 6 ที่ใช้ในการศึกษานี้ ได้จากการเตรียมพอลิเอไมด์ 6 น้ำหนักโมเลกุล 17,000 กรัม/โมล ละลายในกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซ็นต์ โดยเตรียมที่ความเข้มข้น 32 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก สารละลายที่เตรียมได้จะบรรจุในหลอดฉีดยา และทำการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่สารละลายผ่านอิเลคโทรด โดยปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายมีค่าเปลี่ยนแปลงไป ได้แก่ 15,

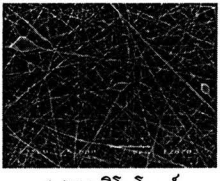
18, 21, 24 และ 27 กิโลโวลต์ กำหนดระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใยมีระยะทาง 10 เซนติเมตร และใช้เข็มฉีดยาเบอร์ 26

จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดในรูปที่ 4.26 แสดงสัณฐานวิทยาของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ปั่นได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเอไมด์ 6 พบว่าเมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้ามีค่าต่ำ นั่นคือที่ 15 กิโลโวลต์ (แสดงดังในรูปที่ 4.26 ก) สามารถสังเกตเห็นปริมาณเม็ดปมบนเส้นใยเกิดขึ้นค่อนข้างมาก แต่เมื่อเพิ่มปริมาณศักย์ไฟฟ้ามากขึ้นไปเป็น 21 กิโลโวลต์ (แสดงดังในรูปที่ 4.26 ข) ปริมาณเม็ดปมลดลง และเมื่อเพิ่มศักย์ไฟฟ้าเป็น 27 กิโลโวลต์ (แสดงดังในรูปที่ 4.26 ค) ส่วนใหญ่จะพบแต่เส้นใยที่ไม่มีเม็ดปมเกิดขึ้นบนเส้นใย เป็นเส้นใยผิวเรียบ อาจอธิบายได้ว่าเมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น ทำให้แรงทางไฟฟ้าที่ให้แก่เจ็ทมีมากขึ้น การพันกันของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ทำให้เกิดเม็ดปมจึงมีน้อยลง

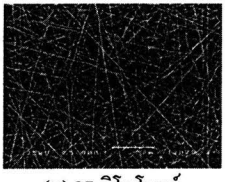
สำหรับในส่วนของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเฉลี่ยที่วัดได้เมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเอไมด์ 6 เพิ่มมากขึ้น จะไม่พบความแตกต่างของขนาดเส้นใยที่มากนักเมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเส้นใยที่ปั่นได้ยังมีปริมาณเม็ดปมเกิดขึ้นค่อนข้างมากอยู่ ซึ่งโดยส่วนใหญ่แล้วการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของเส้นใยจะวัดเมื่อปริมาณเม็ดปมเกิดขึ้นน้อย และจะทำให้เห็นความแตกต่างของขนาดของเส้นใยมากขึ้น สำหรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยที่วัดได้มีค่าอยู่ในช่วง 55 ถึง 65 นาโนเมตร



(ก) 15 กิโลโวลต์



(ข) 21 กิโลโวลต์



(ค) 27 กิโลโวลต์

<u>รูปที่ 4.26</u> ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 จากสารละลายความเข้มข้น 32 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ในกรดฟอร์มิกเข้มข้น 85 เปอร์เซ็นต์ โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลาย 15, 21 และ 27 กิโลโวลต์ ตามลำดับ

<u>พอลิคาโปรแลคโตน</u>

จากการศึกษาผลของความเข้มข้นพบว่าสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนในเมทธิลีนคลอไรด์ความเข้มข้น 15 %โดยน้ำหนัก สามารถผลิตเป็นเส้นใยได้ดีกว่าความเข้มข้นอื่น จึงเลือกสารละลายที่

ความเข้มข้นนี้มาศึกษาการเปลี่ยนแปลงค่าความต่างศักย์ โดยเปลี่ยนเป็น 7.5, 8.5 และ 9.5 ตามลำดับ โดยกำหนดระยะทางจากปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใย เท่ากับ 15 เซนติเมตร และ 20 เซนติเมตร สำหรับที่ระยะทาง 15 เซนติเมตร ขนาดเส้นใยมีค่าอยู่ในช่วง 1,900 – 2,600, 2,000 - 2,500, และ 1,900 – 2,400 ตามลำดับ และที่ระยะทาง 20 เซนติเมตร พบว่าเส้นใยมีขนาดอยู่ในช่วง 2,300 – 3,200, 2,000 – 2,300 และ 1,900 – 2,300 ตามลำดับ ซึ่งจากผลการทดลองจะพบว่า ขนาดเส้นใยไม่มีการเปลี่ยนแปลงมาก เส้นใยยังมีขนาดที่ค่อนข้างอยู่ในช่วงเดียวกัน นอกจากนี้เมื่อดูผลของระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใยที่เปลี่ยนแปลงจาก 15 เป็น 20 เซนติเมตร ก็ไม่พบการเปลี่ยนแปลงมากของขนาดของเส้นใยเช่นเดียวกัน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเส้นใยที่ผลิตได้มีขนาดที่ไม่ค่อยสม่ำเสมอมากนัก จึงทำให้การวัดขนาดเส้นใยค่อนข้างยาก และค่าอาจผิดพลาดไปได้

4.2.2.2 ผลของระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใย

<u>พอลิเอไมด์ 6</u>

จากสารละลายชนิดเดียวกันกับการศึกษาผลของปริมาณศักย์ไฟฟ้า ผู้วิจัยได้เปลี่ยนแปลงระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใยเป็น 5, 7, 10, 12 และ 15 เซนติเมตร ตามลำดับ และกำหนดศักย์ไฟฟ้าเป็น 21 กิโลโวลต์ พบว่าสัณฐานวิทยาของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 ที่ปั่นได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเมื่อเปลี่ยนแปลงระยะทางระหว่างอิเลคโทรดและแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใยไม่มีความแตกต่างกัน แต่จะสามารถสังเกตเห็นขนาดของเส้นใยที่เล็กลงเมื่อระยะทางไกลขึ้น

เมื่อระยะทางระหว่างอิเลคโทรดและแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใยเพิ่มขึ้น จะพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยโดยเฉลี่ยจะมีขนาดเล็กลง ดังแสดงในตารางที่ 4.2 ทั้งนี้อาจอธิบายได้ว่าเมื่อระยะห่างเพิ่มมากขึ้น เจ็ทเกิดการยืดตัวออกไปได้มากขึ้นและเมื่อตัวทำละลายระเหยหมด ทำให้เส้นใยที่สะสมบนแผ่นรองรับมีขนาดเล็กลงด้วย นอกจากนี้เมื่อเจ็ทที่เกิดการยืดตัวออกมีขนาดเล็กลง รวมทั้งเกิดการระเหยของตัวทำละลายออกไป ปริมาณของประจุที่สะสมบนเจ็ทย่อมเพิ่มมากขึ้น จึงส่งผลทำให้เจ็ทบริเวณช่วงปลายเกิดการแตกตัวออก เพื่อลดปริมาณของประจุที่สะสมบนเจ็ท จึงอาจมีผลทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเล็กลง เมื่อระยะทางระหว่างอิเลคโทรดและแผ่นรองรับเส้นใยเพิ่มขึ้น

<u>ตารางที่ 4.2</u> ผลของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 โดยเฉลี่ยเมื่อเปลี่ยนแปลงระยะทางระหว่างอิเลคโทรดและแผ่นรองรับเส้นใย

ระยะห่างระหว่างอิเลคโทรดและแผ่นรองรับเส้นใย (เซนติเมตร)	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเฉลี่ย (นาโนเมตร)
5	97.5 ± 10.9
7	93.4 ± 11.2
10	86.9 ± 10.3
12	86.5 ± 10.7
15	81.0 ± 9.8

<u>พอลิไวนิลแอลกอฮอล์</u>

จากการทดลองเตรียมเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โดยการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยเปลี่ยนแปลงระยะทาง คือ 10, 15 และ 20 cm กำหนดใช้ศักย์ไฟฟ้า 8 กิโลโวลต์ และใช้สารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีความเข้มข้น 10, 11 และ 12 %โดยน้ำหนัก พบว่าเส้นใยมีขนาดเล็กลง แสดงผลดังในตารางที่ 4.3 ซึ่งได้ผลการวิจัยเช่นเดียวกันกับพอลิเอไมด์

<u>ตารางที่ 4.3</u> ผลของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โดยเฉลี่ยเมื่อเปลี่ยนแปลงระยะทางระหว่างอิเลคโทรดและแผ่นรองรับเส้นใย

ความเข้มข้นของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (% โดยน้ำหนัก)	ขนาดของเส้นใย (นาโนเมตร.)		
	10 ซม.	15 ซม.	20 ซม.
10%	310±41	302±35	269±28
11%	333±25	311±22	279±22
12%	351±35	316±26	288±25

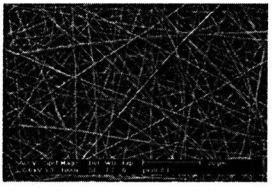
4.3 การศึกษาการประยุกต์ใช้เส้นใยเป็นวัสดุทางการแพทย์

จากสมบัติที่ดีของเส้นใยที่ผลิตได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้ เช่น เส้นใยมีขนาดเล็กมากระดับนาโนเมตร มีพื้นที่ผิวสูง ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตได้จะมีลักษณะเป็นแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอที่สามารถนำไปใช้งานได้โดยตรง และมีรูพรุนขนาดเล็ก จึงเหมาะสมในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ โดยมุ่งเน้นไปที่การผลิตเป็นวัสดุปิดแผล สำหรับในงานวิจัยนี้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และพอลิคาโปรแลคโตน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ ได้นำมาใช้ในการศึกษาการทำเป็นวัสดุปิดแผล โดยได้ศึกษาผลของปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยเพื่อเลือกสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเป็นเส้นใย จากนั้นนำมาผสมยาเตตระไซคลินซึ่งเป็นยารักษาการติดเชื้อ และผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียมซึ่งเป็นยารักษาอาการปวดและการอักเสบ ตามลำดับ และศึกษาการปลดปล่อยยาออกจากแผ่นเส้นใย

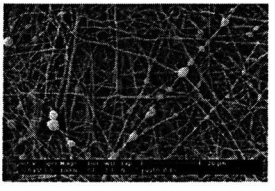
4.3.1 ผลการเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์ผสมยา

4.3.1.1 เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยาเตตระไซคลิน

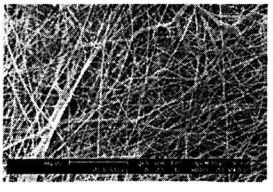
จากการทดลองนำสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีความเข้มข้น 10 %โดยน้ำหนัก มาผสมยาเตตระไซคลิน 0.1, 0.15, 0.2 และ 0.25 กรัม ตามลำดับ แล้วนำมาเตรียมเป็นเส้นใย ได้ผลการทดลอง แสดงดังรูปที่ 4.27



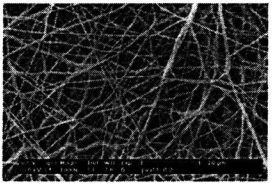
(ก) 0.1 กรัม



(ข) 0.15 กรัม



(ค) 0.2 กรัม



(ง) 0.25 กรัม

<u>รูปที่ 4.27</u> ลักษณะของเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยาเตตระไซคลิน 0.1, 0.15, 0.2 และ 0.25 กรัม ตามลำดับ

จากรูปที่ 4.27 เมื่อนำพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มาผสมยาเตตระไซคลินในปริมาณ 0.10, 0.15, 0.20 และ 0.25 กรัม เตรียมเป็นเส้นใย และนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาจากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด(SEM) พบว่าเส้นใยที่ได้เป็นเส้นใยสีขาว พื้นผิวเรียบ ไม่สามารถมองเห็นการเกาะตัวของยาเตตระไซคลินบนเส้นใย สาเหตุอาจเนื่องมาจากโพลิไวนิลแอลกอฮอล์และยาเตตระไซคลิน ละลายน้ำเป็นสารละลายเนื้อเดียว เมื่อเตรียมเป็นเส้นใย ยาอาจผสมอยู่ในเส้นใย

จากตารางที่ 4.4 เมื่อผสมยาเตตระไซคลินที่ใส่ลงในพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ปริมาณ 0.10, 0.15, 0.20 และ 0.25 กรัม พบว่าเส้นใยที่เตรียมได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้น อาจมีสาเหตุเนื่องจากตัวยาเข้าไปผสมในเส้นใยทำให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น

<u>ตารางที่ 4.4</u> เส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยาเตตระไซคลินในปริมาณ 0.10, 0.15, 0.20 และ 0.25 กรัม กับขนาดเส้นใย

เส้นใย PVA + ยาเตตระไซคลิน	ขนาดเส้นใย (นาโนเมตร)
0.10 กรัม	330±40
0.15 กรัม	361±74
0.20 กรัม	441±108
0.25 กรัม	561±155

4.3.1.2 เส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียม

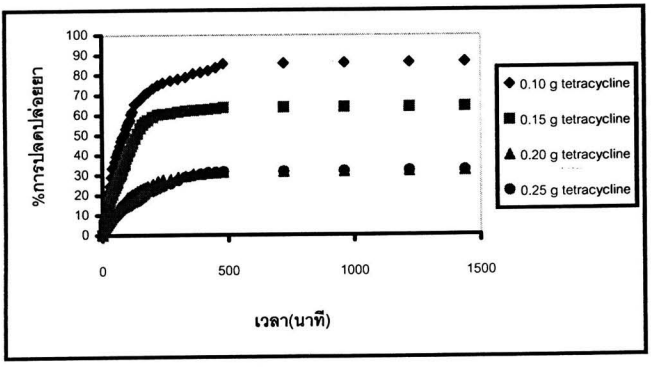
จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดและผลการวัดขนาดของเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน ทำให้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใย คือ สารละลายพอลิคาโปรแลคโตนโดยใช้เมทธิลีนคลอไรด์ เป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 15 %โดยน้ำหนัก ศักย์ไฟฟ้า 7.5 กิโลโวลต์. และระยะทางระหว่างปลายเข็มกับฉากรองรับเส้นใยเท่ากับ 15 เซนติเมตร. หลังจากนั้นทำการผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.01, 0.03 , 0.05 และ 0.07 กรัม ลงไปตามลำดับ และทำการเตรียมเส้นใยของสารละลายโพลิคาโปรแลคโตนที่ผสมยาแล้วโดยเทคนิคการเตรียมเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.3.2 การศึกษาการปลดปล่อยยา

4.3.2.1 การปลดปล่อยยาเตตระไซคลินจากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

จากการทดลองนำเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยาเตตระไซคลิน 0.1, 0.15, 0.2 และ 0.25 กรัม มาตัดเป็นชิ้นงานตัวอย่างที่มีขนาด 2×2 เซนติเมตร จากนั้นนำชิ้นงานตัวอย่างใส่ในถุง

ไดอะไลซิส แล้วนำไปวัดค่าการปลดปล่อยยาของเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ในสารละลายอะซีเตตบัพเฟอร์ที่มี pH เท่ากับ 5.5 โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 37 องศาเซลเซียส แล้วนำสารละลายบัพเฟอร์ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยยูวีสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.28 และตารางในภาคผนวก

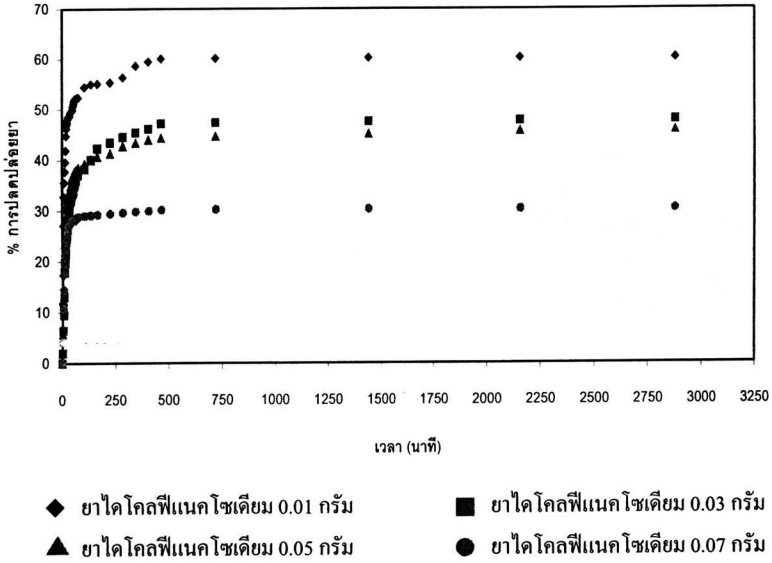


รูปที่ 4.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณยาเตตระไซคลินที่ถูกปลดปล่อย(%) กับ เวลา(นาที) ของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมยา 0.1, 0.15, 0.20 และ 0.25 g

จากผลการทดลองการปลดปล่อยยา พบว่าปริมาณยาเริ่มต้นที่เติมลงไป 0.1 กรัม จะมีเปอร์เซ็นต์การปลดปล่อยออกของยาสูงที่สุดเท่ากับ 87% ส่วนปริมาณยา 0.15, 0.20 และ 0.25 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การปลดปล่อยออกของยาเท่ากับ 64%, 32% และ 32% ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่าเปอร์เซ็นต์การปลดปล่อยออกของยาจะลดลงเมื่อปริมาณยาเริ่มต้นเพิ่มขึ้น

4.3.2.2 การปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียมจากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เมื่อผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.01, 0.03 , 0.05 และ 0.07 กรัม ลงไปในสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนในเมทธิลีนคลอไรด์ และศึกษาการปลดปล่อยยา แสดงผลดังในรูปที่ 4.29 และตารางในภาคผนวก

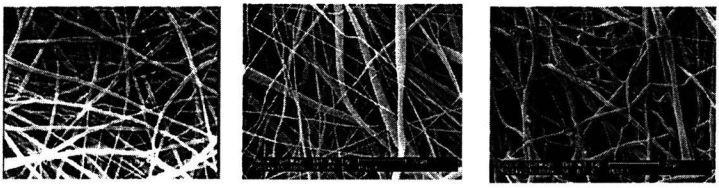


รูปที่ 4.29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ปริมาณยาไดโคลฟีแนคโซเดียมที่ถูกปลดปล่อย(%) กับ เวลา(นาที) ของพอลิคาโปรแลคโตนผสมยา 0.01, 0.03, 0.05 และ 0.07 กรัม

ผลการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียมจากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน จะแปรผันตามเวลา กล่าวคือ เมื่อเวลาสูงขึ้นการปลดปล่อยยาจะเพิ่มสูงขึ้นตามลำดับ แต่เมื่อถึงระยะเวลาหนึ่งจะพบว่าการปลดปล่อยยาจะเริ่มคงที่และหยุดลงอาจจะถึงจุดสมดุลของการปลดปล่อยยา ปริมาณยาที่ใส่ลงในสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนมีผลต่อการปลดปล่อยยา กล่าวคือ ถ้าใส่ยาลงไปปริมาณน้อย คือ 0.01 กรัม การปลดปล่อยยาจะสูงถึง 60.22% แต่เมื่อเพิ่มปริมาณยาลงไปเป็น 0.03, 0.05 และ0.07 กรัม ตามลำดับ เปอร์เซ็นต์การปลดปล่อยยาจะลดลงเรื่อยๆ เป็น 47.91% 45.87% และ 30.40% ตามลำดับ อาจเกิดจากเมื่อปริมาณยามากจะเข้าไปลดพื้นที่ผิวของเส้นใยทำให้การปลดปล่อยยาลดลง หรืออาจเกิดจากการที่ยาเข้าไปกระจายตัวอยู่ในเส้นใยทำให้ไม่สามารถเกิดการปลดปล่อยยาออกมาได้

4.3.3 การศึกษาลักษณะของเส้นใยหลังการใส่ยา

เส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนก่อนและหลังใส่ยาไดโคลฟีแนคโซเดียมได้ศึกษาลักษณะของเส้นใยด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด แสดงผลดังในรูปที่ 4.30



(ก) ก่อนใส่ยา (ข) หลังใส่ยา 0.01 กรัม (ค) หลังปลดปล่อยยา

รูปที่ 4.30 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตนก่อนใส่ยา หลังใส่ยา และหลังจากปลดปล่อยยาออกจากเส้นใย

เมื่อเปรียบเทียบเส้นใยที่ผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียมก่อนการทดสอบการปลดปล่อยยา (รูป 4.30 ข) กับเส้นใยที่ผ่านการทดสอบการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม (รูป 4.30 ค) พบว่าลักษณะของเส้นใยทั้งสองรูปจะมีความแตกต่างกัน กล่าวคือ หลังการทดสอบปลดปล่อยยาเส้นใยจะเกิดการฉีกขาดเสียรูปร่างไปจากเดิม ซึ่งอาจเนื่องจากเส้นใยเกิดการสลายตัวหรือไม่อาจเกิดจากการปลดปล่อยยา และจากการวัดขนาดของเส้นใยโพลิคาโปรแลคโตนก่อนการผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียมและหลังจากการผสมยานั้น พบว่าขนาดของเส้นใยก่อนการผสมยาเฉลี่ยจะอยู่ในช่วง 1,900 – 2,600 นาโนเมตร แต่เมื่อผสมยาแล้วขนาดของเส้นใยจะใหญ่ขึ้นอยู่ในช่วง 1,500 - 3,400 นาโนเมตร ซึ่งอาจเนื่องจากมีอนุภาคของยามาเกาะที่ผิวของเส้นใยทำให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น

บทที่ 5
สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้จัดสร้างชุดอุปกรณ์การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต อันประกอบด้วย เครื่องจ่ายไฟฟ้าแรงสูง ชุดอุปกรณ์บรรจุสารละลายพอลิเมอร์ อิเลคโทรด ชุดอุปกรณ์ควบคุมการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ และชุดอุปกรณ์รองรับเส้นใยที่ผลิต ซึ่งมีลักษณะเป็นลูกกลิ้งที่สามารถควบคุมความเร็วรอบได้ โดยได้ทำการทดสอบการปั่นเส้นใยกับสารละลายพอลิเมอร์หลายชนิด ได้แก่ พอลิเอไมด์ 6 พอลิอะคริโลไนไทร์ล พอลิสไตรีน พอลิเอทิลีนออกไซด์ และไคโตซาน เนื่องจากเส้นใยมีขนาดเล็กมากจึงศึกษาลักษณะและขนาดของเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราดโดยพบว่า เส้นใยพอลิเอไมด์ 6 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วงประมาณ 90 ถึง 150 นาโนเมตร เส้นใยพอลิอะคริโลไนไทรล์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 ถึง 400 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเส้นใยพอลิเอไมด์ 6 เส้นใยพอลิเอทิลีนออกไซด์มีขนาดเล็กประมาณ 50-60 นาโนเมตร ส่วนไคโตซานยังไม่สามารถผลิตเป็นเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากได้ ดังนั้นจะพบว่าขนาดของเส้นใยที่ผลิตได้จากสารละลายพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ มีขนาดที่ไม่เท่ากัน ขึ้นอยู่กับระบบของสารละลายพอลิเมอร์นั้นๆ แต่เส้นใยพอลิเมอร์ที่ผลิตได้นับว่าอยู่ในช่วงขนาดที่เล็กมากระดับนาโนเมตร

เมื่อได้ทำการทดสอบการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตแล้ว ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์ที่มีต่อสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยที่ผลิตได้ โดยพอลิเมอร์ที่นำมาศึกษาในการศึกษาปัจจัยนี้ได้แก่ พอลิเอไมด์ 6 พอลิอะคริโลไนไทรล์ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน โดยแบ่งกลุ่มของปัจจัยที่ศึกษาเป็น 2 กลุ่มด้วยกัน ได้แก่ ปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์ และปัจจัยของกระบวนการผลิต ในส่วนของปัจจัยของสารละลาย มีปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ อุณหภูมิของสารละลาย และระบบของตัวทำละลาย ในส่วนของปัจจัยของกระบวนการผลิต มีปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ปริมาณศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายพอลิเมอร์ และระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นอลูมิเนียมรองรับเส้นใย

ในส่วนของการศึกษาปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์นั้น สารละลายที่นำมาปั่นเส้นใยจะทำการศึกษาสมบัติของสารละลายที่สำคัญต่อการปั่นเส้นใยด้วยเทคนิคไฟฟ้าสถิต ในแต่ละสภาวะอีกด้วย ซึ่งสมบัติเหล่านี้ ได้แก่ ความหนืดของสารละลาย แรงตึงผิว และค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย สมบัติเหล่านี้มีผลสำคัญต่อลักษณะของเส้นใยที่ผลิตได้ โดยเฉพาะอย่างยิ่งค่าความหนืด และเมื่อปั่นได้เส้นใยขนาดเล็กแล้ว จะนำมาศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด

จากการศึกษาวิจัยในส่วนของปัจจัยของสารละลายพอลิเมอร์ พบว่าสารละลายที่มีความหนืดสูงเพียงพอจะผลิตเส้นใยที่ไม่มีเม็ดปมบนเส้นใยได้ นอกจากนี้เมื่อความหนืดเพิ่มมากขึ้น เส้นใยที่ผลิตได้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่ขึ้น ในกรณีที่ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ที่เท่ากัน พบว่าพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะสามารถผลิตได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดใหญ่ แต่จากความสัมพันธ์ระหว่างเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยของพอลิเอไมด์ 6 ที่น้ำหนักโมเลกุลต่างๆ กับค่าความหนืดของสารละลาย พบว่าเป็นการเติบโตแบบเอกซโปเนนเชียล ในกรณีที่เพิ่มอุณหภูมิของสารละลายในระหว่างที่ทำการปั่นเส้นใยมีผลทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยลดลงด้วยอัตราการสะสมเส้นใยที่สูง และในกรณีที่ใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างเมทาครีซอลกับกรดฟอร์มิกเป็นตัวทำละลายพอลิเอไมด์ 6 จะมีผลทำให้ได้สารละลายที่มีความหนืดเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ปั่นได้จึงมีขนาดใหญ่ขึ้น ส่วนสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนจะสามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ดีเมื่อใช้ตัวทำละลายเมทธิลีนคลอไรด์ แต่หากใช้คลอโรฟอร์มเป็นตัวทำละลายจะไม่สามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ ดังนั้นจะพบว่าชนิดของตัวทำละลายมีผลต่อการปั่นเป็นเส้นใยด้วยกระบวนการนี้เช่นเดียวกัน สำหรับในส่วนของปัจจัยของกระบวนการผลิตพบว่าเมื่อปริมาณศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น สามารถทำให้เส้นใยมีปริมาณเม็ดปมบนเส้นใยลดลง ในขณะที่เมื่อเพิ่มระยะทางระหว่างปลายอิเลคโทรดถึงแผ่นรองรับเส้นใย จะทำให้เส้นใยที่ผลิตได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลง

เมื่อได้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใยจากพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ แล้ว สารละลายของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และพอลิคาโปรแลคโตน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ ได้นำมาปั่นเป็นเส้นใยด้วยสภาวะที่เหมาะสม เพื่อให้ได้เป็นแผ่นผ้าที่ไม่ได้ทอ (Non-woven fabric) ที่มีความหนาเพียงพอ โดยสารละลายพอลิไวนิลอัลกอฮอล์เตรียมที่ความเข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก และใช้สนามไฟฟ้าที่ 8 กิโลโวลต์ต่อ 10 เซนติเมตร ส่วนพอลิคาโปรแลคโตนเตรียมที่ความเข้มข้น 15 % โดยน้ำหนัก และใช้สนามไฟฟ้าที่ 7.5 กิโลโวลต์ต่อ 15 เซนติเมตร จากนั้นนำไปศึกษาการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ โดยมุ่งเน้นเป็นวัสดุปิดแผล ซึ่งสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ได้ผสมยาเตตระไซคลินซึ่งเป็นยารักษาการติดเชื้อ ส่วนสารละลายพอลิคาโปรแลคโตนผสมยาไดโคลฟีแนคโซเดียมซึ่งเป็นยารักษาอาการปวดและการอักเสบ และศึกษาการปลดปล่อยยาออกจากแผ่นเส้นใยในสภาวะอะซิเตตบัฟเฟอร์ที่ pH 5.5 และควบคุมอุณหภูมิที่ 37 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่องยูวีสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ พบว่า ในช่วงแรกปริมาณยาจะแปรผันตามเวลาและเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจนถึงจุดสมดุลและปริมาณยาจะเริ่มคงที่ โดยปริมาณยาเตตระไซคลิน 0.01 กรัม ปลดปล่อยออกมาได้สูงสุดเท่ากับ 86.5 % ส่วนยาไดโคลฟีแนคโซเดียม ปลดปล่อยออกมาได้สูงสุด 60 %

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในส่วนของไคโตซานซึ่งกลุ่มผู้วิจัยตั้งวัตถุประสงค์ในช่วงแรกเพื่อที่จะปั่นเป็นเส้นใยขนาดเล็กระดับนาโนเมตรเพื่อที่นำไปใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์เช่นเดียวกัน แต่ยังไม่สามารถผลิตเป็นเส้นใยในงานวิจัยนี้ได้ จึงควรปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันของไคโตซาน หรือหาตัวทำละลายที่เหมาะสม เพื่อให้เตรียมสารละลายที่มีสมบัติที่เหมาะสมในการปั่นเป็นเส้นใยด้วยกระบวนการนี้ได้ เนื่องจากที่กล่าวมาแล้วว่า สมบัติของสารละลายพอลิเมอร์อันได้แก่ ความหนืด แรงตึงผิว และค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย เป็นปัจจัยสำคัญที่จะส่งผลให้สามารถปั่นเส้นใยได้ตามต้องการ

และจากผลการวิจัยในส่วนของการศึกษาปัจจัยต่างๆ ของสาระลายพอลิเมอร์และกระบวนการผลิต ทำให้สามารถทราบถึงสภาวะที่สามารถผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ ที่ได้จากการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต ให้มีขนาดเล็กลงได้และได้เส้นใยที่มีความสม่ำเสมอ ถ้าเส้นใยมีขนาดเล็กจะทำให้แผ่นใยที่ไม่ได้ทอที่ผลิตได้มีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นด้วย จึงนำไปประยุกต์ใช้งาน เช่น เป็นแผ่นกรองอนุภาคขนาดเล็ก ใช้เป็นวัสดุทางการแพทย์ เป็นต้น ได้ดียิ่งขึ้น จากการวิจัยพบว่าสภาวะของสารละลายที่ใช้ในการศึกษาปัจจัยของสารละลายเพื่อทำให้ได้เส้นใยขนาดเล็กมากนี้อาจไม่เหมือนกันในพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ เช่น ระบบของตัวทำละลาย ความเข้มข้นที่เหมาะสมในการผลิตเส้นใยเพื่อไม่ให้เกิดปมบนเส้นใย เป็นต้น ดังนั้นอาจต้องมีการวิจัยต่อเนื่องเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเส้นใยขนาดเล็กสำหรับพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆต่อไป

บรรณานุกรม

[1] T. Hongu, and G.O. Phillips, *New Fibers*, 2nd ed., Woodhead Publishing: London (1997).

[2] T. Nakajima, K. Kajiwara and J.E. McIntyre, *Advanced Fiber Spinning Technology*, Woodhead Publishing: London (1994).

[3] US Patent 1,975,504, inv. A. Formhals (1934).

[4] H. S. Gibson, *I.F.J.*, October, 48-50 (1998).

[5] J. Doshi, D.H. Reneker, J. Electrostatics, 35, 151-160 (1995).

[6] D.H. Reneker and I. Chun, *Nanotechnology*, 7, 216-223 (1996).

[7] D.H. Reneker, A.L. Yarin, H. Fong, and S. Koombhongse, *J. Appl. Phys.*, 87(9), 4531-4546 (2000).

[8] P.K. Baumgarten, *J. Colloid Interf. Sci.*, 36, 71-79 (1971).

[9] H. Fong, I. Chun, and D.H. Reneker, *Polymer*, 40, 4585-4592 (1999).

[10] J.M. Deitzel, J. Kleinmeyer, D.Harris and N.C. Beck Tan, *Polymer*, 42, 261-272 (2001).

[11] M.M. Demir, I. Yilgor, E. Yilgor, and B. Erman, *Polymer*, 43, 3303-3309 (2002).

[12] K.H. Lee, H.Y. Kim, M.S. Khil, Y.M. Ra, and D.R. Lee, *Polymer*, 44, 1287-1294 (2003).

[13] C.J. Buchko, L.C. Chen, Y. Shen, and D.C. Martin, *Polymer*, 40, 7397-7404 (1999).

[14] S. Koombhongse, *PhD Dissertation*, University of Akron, Akron, Ohio (1997).

[15] http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/c5456.htm

[16] http://www.jtbaker.com/msds/englishhtml/f5956.htm

ภาคผนวก ก

การศึกษาการปลดปล่อยยาเตตระไซคลินจากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ตารางที่ 1 แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.1 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	8.00	7.61	7.30	7.64	0.35
10	10.00	10.15	10.10	10.08	0.08
15	18.00	13.96	15.50	15.82	2.04
20	21.60	15.23	18.20	18.34	3.19
25	24.00	19.80	21.00	21.60	2.16
30	28.00	21.32	24.34	24.55	3.35
35	34.00	24.87	28.50	29.12	4.59
40	40.00	25.89	34.42	33.44	7.11
45	40.00	27.92	35.50	34.47	6.11
50	42.00	30.72	37.45	36.72	5.68
55	44.00	34.52	39.87	39.46	4.75
60	45.20	36.55	41.75	41.17	4.35
65	45.60	38.59	42.35	42.30	3.51
70	48.00	40.61	45.21	44.61	3.73
75	50.00	43.65	47.45	47.03	3.19
80	52.00	45.18	49.65	48.94	3.46
85	52.00	45.69	51.24	49.64	3.44
90	54.00	46.70	52.00	50.90	3.77
95	56.00	49.75	54.25	53.33	3.22
100	58.00	51.27	56.20	55.16	3.48
105	58.80	53.29	57.81	56.63	2.94
110	60.00	53.87	58.64	57.50	3.22
115	66.00	54.57	60.89	60.49	5.73

<u>ตารางที่ 1(ต่อ)</u> แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.1 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
120	67.20	55.33	62.65	61.73	5.99
130	72.80	56.35	67.50	65.55	8.39
140	74.00	57.62	68.45	66.69	8.33
150	75.20	58.38	70.02	67.87	8.61
160	76.00	59.40	72.31	69.24	8.72
170	77.20	60.66	73.80	70.55	8.73
180	78.80	60.91	74.25	71.32	9.29
200	80.00	64.47	75.65	73.37	8.01
220	82.00	65.48	76.98	74.82	8.47
240	84.80	65.99	77.53	76.11	9.49
270	85.60	67.26	78.60	77.15	9.25
300	86.40	68.02	79.40	77.94	9.28
330	88.00	68.53	80.05	78.86	9.79
360	92.00	69.29	80.75	80.68	11.35
390	92.80	69.80	81.50	81.37	11.50
420	93.20	71.06	82.59	82.28	11.07
450	93.60	73.60	83.65	83.62	10.00
480	97.20	75.13	84.56	85.63	11.07
720	97.22	75.25	84.97	85.81	11.01
960	97.42	75.47	85.32	86.07	10.99
1220	97.62	75.55	85.65	86.27	11.04
1440	98.00	75.61	85.90	86.50	11.21

ตารางที่ 2 แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.15 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	2.69	5.43	4.99	4.37	1.47
10	5.78	7.92	7.82	7.17	1.21
15	8.86	12.23	10.20	10.43	1.69
20	10.59	14.13	13.56	12.76	1.90
25	12.72	17.66	15.89	15.42	2.50
30	15.41	17.93	18.00	17.11	1.48
35	17.34	20.65	20.20	19.40	1.79
40	18.30	21.74	21.54	20.53	1.93
45	19.27	24.46	23.80	22.51	2.83
50	20.23	26.09	25.12	23.81	3.14
55	22.35	27.18	26.10	25.21	2.54
60	24.57	27.18	27.10	26.28	1.48
65	25.33	30.57	29.71	28.54	2.81
70	26.97	31.53	30.87	29.79	2.46
75	28.42	32.17	31.75	30.78	2.05
80	29.38	35.33	34.42	33.04	3.21
85	31.31	36.96	35.87	34.71	2.99
90	31.36	38.05	37.31	35.57	3.67
95	34.68	40.77	39.55	38.33	3.22
100	35.65	42.13	41.56	39.78	3.59
105	37.86	44.16	43.21	41.74	3.39
110	38.54	45.12	44.30	42.65	3.59
115	39.50	47.29	47.00	44.60	4.42

ตารางที่ 2 (ต่อ) แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.15 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
120	41.43	48.92	47.75	46.03	4.03
130	42.87	51.64	50.60	48.37	4.79
140	44.70	54.36	53.32	50.79	5.30
150	46.72	57.08	56.65	53.48	5.86
160	47.39	59.79	58.78	55.32	6.89
170	48.17	61.31	60.54	56.67	7.37
180	48.36	62.51	61.45	57.44	7.88
200	50.58	63.66	62.84	59.03	7.32
220	51.16	65.23	64.40	60.26	7.89
240	51.45	65.23	64.97	60.55	7.88
270	51.54	66.05	65.24	60.94	8.15
300	51.64	66.59	66.50	61.58	8.61
330	52.02	67.27	66.93	62.07	8.71
360	52.04	67.68	67.29	62.34	8.91
390	52.12	67.95	67.84	62.64	9.11
420	52.22	68.22	68.04	62.83	9.18
450	52.60	68.49	68.40	63.16	9.15
480	53.95	68.77	68.75	63.82	8.55
720	54.15	68.80	68.75	63.90	8.44
960	54.34	68.85	68.80	63.99	8.36
1220	54.36	68.87	68.85	64.03	8.37
1440	54.43	69.00	68.85	64.09	8.37

<u>ตารางที่ 3</u> แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.2 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	2.54	1.96	1.80	2.10	0.39
10	4.23	3.21	3.15	3.53	0.61
15	5.59	4.14	4.00	4.58	0.88
20	5.67	5.33	5.20	5.40	0.24
25	6.14	6.42	6.39	6.32	0.15
30	7.63	7.25	7.20	7.36	0.24
35	8.26	8.29	8.15	8.23	0.07
40	8.68	9.32	9.28	9.09	0.36
45	9.92	10.36	10.25	10.18	0.23
50	10.17	11.40	10.82	10.80	0.62
55	11.02	11.91	11.89	11.61	0.51
60	11.86	13.37	13.30	12.84	0.85
65	13.39	14.51	14.46	14.12	0.63
70	13.56	15.33	14.98	14.62	0.94
75	14.41	15.47	15.30	15.06	0.57
80	15.04	15.65	15.65	15.45	0.35
85	16.10	16.58	16.40	16.36	0.24
90	16.95	17.10	16.90	16.98	0.10
95	18.00	17.62	17.72	17.78	0.19
100	19.15	18.65	18.50	18.77	0.34
105	19.32	18.91	18.92	19.05	0.23
110	19.41	19.07	19.10	19.19	0.19
115	19.49	20.21	20.15	19.95	0.39

<u>ตารางที่ 3 (ต่อ)</u> แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.2 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
120	19.70	20.72	20.74	20.39	0.59
130	20.13	21.66	21.50	21.10	0.84
140	20.34	22.86	22.45	21.88	1.35
150	20.76	23.83	23.67	22.75	1.73
160	20.76	24.77	24.65	23.39	2.28
170	21.19	25.29	25.25	23.91	2.36
180	21.39	25.91	25.84	24.38	2.59
200	23.73	25.91	27.24	25.63	1.77
220	24.58	28.00	28.15	26.91	2.02
240	24.79	29.00	28.79	27.53	2.37
270	25.00	29.12	29.15	27.76	2.39
300	25.42	30.67	30.79	28.96	3.07
330	26.27	31.09	31.00	29.45	2.76
360	26.36	32.39	32.50	30.42	3.51
390	26.44	32.39	32.76	30.58	3.55
420	26.53	33.27	33.20	31.00	3.87
450	26.69	33.42	33.45	31.19	3.89
480	26.91	33.78	33.94	31.54	4.01
720	27.12	33.89	33.94	31.65	3.92
960	27.29	33.99	33.97	31.75	3.86
1220	27.48	34.10	33.99	31.86	3.79
1440	27.96	34.20	34.00	32.05	3.55

<u>ตารางที่ 4</u> แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.25 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	1.67	2.46	2.36	2.16	0.43
10	3.89	3.70	3.81	3.80	0.09
15	5.00	4.63	4.50	4.71	0.26
20	5.83	4.94	4.87	5.21	0.54
25	7.33	5.55	5.65	6.18	1.00
30	7.77	6.17	6.20	6.71	0.92
35	8.88	6.48	6.55	7.30	1.37
40	9.44	6.91	6.97	7.77	1.44
45	10.00	7.41	7.39	8.27	1.50
50	11.11	8.02	8.12	9.08	1.76
55	11.67	8.33	8.46	9.49	1.89
60	12.22	9.26	9.25	10.24	1.71
65	13.22	9.88	9.60	10.90	2.01
70	14.44	10.19	10.20	11.61	2.45
75	15.56	10.41	10.57	12.18	2.93
80	16.67	10.99	11.13	12.93	3.24
85	17.11	11.11	11.54	13.25	3.35
90	17.67	11.85	11.89	13.80	3.35
95	17.78	12.04	12.09	13.97	3.29
100	18.33	12.35	12.45	14.38	3.42
105	18.89	12.38	12.57	14.61	3.70
110	19.89	12.96	12.91	15.25	4.02
115	20.00	13.58	13.64	15.74	3.69

ตารางที่ 4 (ต่อ) แสดงการปลดปล่อยยาเตตระไซคลิน 0.25 g จากเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เวลา (นาที)	ปริมาณยาที่ถูกปลดปล่อย(%)			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
120	20.56	13.58	13.75	15.96	3.98
130	21.11	14.07	14.10	16.43	4.06
140	22.22	14.20	14.64	17.02	4.51
150	22.14	15.93	15.75	17.94	3.64
160	24.44	16.05	16.14	18.88	4.82
170	25.56	17.28	17.30	20.05	4.77
180	28.33	18.21	18.24	21.59	5.83
200	29.05	18.52	18.65	22.07	6.04
220	30.00	19.75	19.64	23.13	5.95
240	31.00	20.99	21.00	24.33	5.78
270	32.22	22.53	22.50	25.75	5.60
300	33.05	24.38	24.64	27.36	4.93
330	33.89	26.54	26.87	29.10	4.15
360	34.44	27.16	27.20	29.60	4.19
390	34.44	28.39	28.40	30.41	3.49
420	35.67	29.01	29.00	31.23	3.85
450	35.83	29.14	29.20	31.39	3.85
480	36.11	29.32	29.40	31.61	3.89
720	36.20	29.57	29.55	31.77	3.83
960	36.40	29.80	29.75	31.98	3.83
1220	36.44	30.20	29.87	32.17	3.70
1440	36.67	30.25	30.05	32.32	3.76

ภาคผนวก ข

การศึกษาการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียมจากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

ตารางที่ 1 แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.01 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.000
2	12.5	11.23	11.77	11.83	0.637
4	17.65	17.58	16.92	17.38	0.403
6	27.98	26.44	26.96	27.13	0.783
8	34.23	31.34	32.86	32.81	1.446
10	36.75	34.30	35.63	35.56	1.226
12	38.27	37.75	37.25	37.76	0.510
14	40.79	38.18	39.87	39.61	1.324
16	42.79	40.97	41.87	41.88	0.910
18	45.52	43.86	44.86	44.75	0.836
20	46.88	45.68	45.93	46.16	0.633
22	47.23	46.44	47.12	46.93	0.428
24	47.87	46.88	47.48	47.41	0.499
26	48.26	47.36	48.21	47.94	0.506
28	48.56	48.34	48.44	48.45	0.110
30	48.56	48.63	48.70	48.63	0.070
32	48.58	48.63	48.72	48.64	0.071
34	48.58	48.63	48.71	48.64	0.066
36	48.58	48.63	48.73	48.65	0.076
38	50.08	48.63	49.05	49.25	0.746
40	50.26	48.63	49.56	49.48	0.818
42	50.29	48.63	49.78	49.57	0.850
44	50.45	48.82	49.81	49.69	0.821

<u>ตารางที่ 1(ต่อ)</u> แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.01 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
46	50.48	48.82	49.87	49.72	0.840
48	50.78	49.32	49.93	50.01	0.733
50	51.26	49.96	50.46	50.56	0.656
52	51.83	49.96	50.68	50.82	0.943
54	51.89	50.78	50.97	51.21	0.594
56	52.28	51.27	51.23	51.59	0.595
58	52.87	51.27	51.48	51.87	0.870
60	53.02	51.27	51.95	52.08	0.882
65	53.02	51.27	52.26	52.18	0.878
70	53.02	51.27	52.78	52.36	0.949
75	53.02	51.27	52.78	52.36	0.949
105	55.15	53.71	54.55	54.47	0.723
135	55.12	55.18	54.87	55.06	0.164
165	55.23	55.18	55.02	55.14	0.110
225	55.52	55.18	55.46	55.39	0.181
285	58.23	55.57	55.32	56.37	1.613
345	58.54	59.57	57.86	58.66	0.861
405	59.36	60.06	59.04	59.49	0.522
465	60.17	60.06	60.02	60.08	0.078
1440	60.26	60.17	60.11	60.18	0.075
2880	60.28	60.23	60.15	60.22	0.066

<u>ตารางที่ 2</u> แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.03 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	2.43	1.32	2.25	2.00	0.60
4	7.02	6.30	5.98	6.43	0.53
6	10.79	8.21	9.87	9.52	1.31
8	13.50	11.92	13.69	13.04	0.97
10	19.17	16.57	17.89	17.88	1.30
12	20.79	18.54	19.80	19.71	1.13
14	22.14	19.89	20.57	20.87	1.15
16	22.68	20.92	21.78	21.80	0.88
18	24.03	23.67	23.56	23.75	0.25
20	24.84	24.36	24.87	24.64	0.29
22	24.97	25.16	25.87	25.33	0.47
24	25.05	25.95	26.08	25.70	0.56
26	25.92	26.48	26.48	26.30	0.32
28	26.86	28.47	27.49	27.61	0.81
30	26.99	31.11	29.56	29.22	2.08
32	27.54	31.64	30.56	29.91	2.13
34	27.81	31.78	31.89	30.49	2.32
36	29.43	32.31	32.08	31.27	1.60
38	29.56	33.10	32.89	31.85	1.99
40	29.83	33.24	33.05	32.04	1.92
42	29.87	33.56	33.25	32.23	2.05
44	30.24	33.63	33.56	32.48	1.94

<u>ตารางที่ 2(ต่อ)</u> แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.03 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
46	30.78	34.43	33.98	33.06	1.99
48	31.05	34.96	34.07	33.36	2.05
50	31.18	34.97	34.36	33.50	2.04
52	31.18	35.22	34.76	33.72	2.21
54	31.18	35.75	35.08	34.00	2.47
56	31.86	36.81	35.69	34.79	2.60
58	31.86	37.08	36.07	35.00	2.77
60	31.86	37.61	36.43	35.30	3.04
65	32.53	38.25	37.08	35.95	3.02
70	34.56	38.25	37.86	36.89	2.03
75	34.69	38.93	37.99	37.20	2.23
105	36.18	39.72	38.79	38.23	1.84
135	38.07	42.37	39.52	39.99	2.19
165	38.88	45.02	42.89	42.26	3.12
225	40.23	46.35	43.69	43.42	3.07
285	40.77	47.14	45.69	44.53	3.34
345	41.85	47.42	46.87	45.38	3.07
405	43.47	47.67	47.09	46.08	2.28
465	44.55	48.99	47.96	47.17	2.32
1440	44.86	49.14	48.74	47.58	2.36
2880	45.02	49.68	49.02	47.91	2.52

<u>ตารางที่ 3</u> แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.05 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	4.83	6.61	5.96	5.80	0.90
4	10.96	13.22	12.58	12.25	1.16
6	12.21	14.08	13.56	13.28	0.97
8	16.52	19.25	18.98	18.25	1.50
10	20.11	21.55	20.87	20.86	0.72
12	23.71	23.56	23.22	23.50	0.25
14	25.14	23.56	24.56	24.42	0.80
16	28.30	25.86	26.49	26.88	1.27
18	29.45	28.74	28.46	28.88	0.51
20	30.17	30.89	30.25	30.44	0.39
22	30.75	31.32	30.89	30.99	0.30
24	31.61	31.61	31.05	31.42	0.32
26	32.33	32.18	32.05	32.19	0.14
28	33.05	32.47	32.56	32.70	0.31
30	33.76	32.76	33.05	32.86	0.51
32	34.05	33.05	33.59	33.56	0.50
34	34.48	33.33	33.25	33.69	0.69
36	34.77	33.33	33.89	34.00	0.73
38	35.20	33.62	34.26	34.36	0.79
40	35.49	34.48	34.99	34.99	0.51
42	35.63	34.77	35.05	35.15	0.44
44	35.92	35.49	35.36	35.59	0.29

<u>ตารางที่ 3(ต่อ)</u> แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.05 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
46	36.64	36.21	35.96	36.27	0.34
48	37.07	36.49	36.87	36.81	0.29
50	37.07	36.78	37	36.95	0.15
52	37.07	37.07	37.04	37.06	0.02
54	37.21	37.50	37.23	37.31	0.16
56	37.21	37.50	37.35	37.35	0.15
58	37.21	37.93	37.49	37.54	0.36
60	37.28	38.00	38.06	37.78	0.43
65	37.28	38.51	38.23	38.01	0.64
70	37.36	38.65	38.63	38.21	0.74
75	37.79	38.72	38.97	38.49	0.62
105	38.79	39.79	39.04	39.21	0.52
135	39.51	40.80	40.2	40.17	0.65
165	40.23	41.09	40.78	40.70	0.44
225	40.52	41.67	41.63	41.27	0.65
285	41.24	44.25	42.69	42.73	1.51
345	42.24	44.32	43.56	43.37	1.05
405	43.10	44.83	43.98	43.97	0.87
465	43.39	45.11	44.36	44.29	0.86
1440	45.26	45.19	44.82	45.09	0.24
2880	46.55	45.69	45.36	45.87	0.61

ตารางที่ 4 แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.07 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	4.67	3.69	4.05	4.14	0.50
4	11.26	10.12	10.97	10.78	0.59
6	15.66	13.24	14.56	14.49	1.21
8	19.61	15.29	17.89	17.60	2.17
10	21.15	16.67	20.58	19.47	2.44
12	22.94	18.84	21.98	21.25	2.14
14	24.04	20.14	22.64	22.27	1.98
16	24.31	20.84	23.87	23.01	1.89
18	26.44	21.30	24.59	24.11	2.60
20	26.65	21.88	25.08	24.54	2.43
22	26.92	22.32	25.78	25.01	2.40
24	27.40	22.68	26.89	25.66	2.59
26	28.16	23.33	27.08	26.19	2.54
28	28.37	23.84	28.04	26.75	2.53
30	28.50	23.91	28.53	26.98	2.66
32	28.78	23.93	28.69	27.13	2.77
34	28.85	23.93	28.96	27.25	2.87
36	28.88	24.06	29.08	27.34	2.84
38	29.26	24.13	29.11	27.50	2.92
40	29.26	24.49	29.53	27.76	2.84
42	29.26	24.56	29.62	27.81	2.82
44	29.26	24.63	29.62	27.84	2.78

ตารางที่ 4(ต่อ) แสดงการปลดปล่อยยาไดโคลฟีแนคโซเดียม 0.07 กรัม จากเส้นใยพอลิคาโปรแลคโตน

เวลา (นาที)	% การปลดปล่อยยา			ค่าเฉลี่ย	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3		
46	29.26	24.63	29.73	27.87	2.82
48	29.60	24.63	29.82	28.02	2.94
50	29.60	24.63	29.93	28.05	2.97
52	29.70	24.71	29.93	28.11	2.95
54	29.70	24.71	29.93	28.11	2.95
56	29.74	24.71	29.95	28.13	2.97
58	29.84	24.71	29.95	28.17	2.99
60	29.84	24.78	29.98	28.20	2.96
65	30.49	25.07	30.02	28.53	3.00
70	30.63	25.12	30.43	28.73	3.13
75	30.70	25.18	30.56	28.81	3.15
105	30.70	25.65	30.62	28.99	2.89
135	30.84	25.79	30.72	29.12	2.88
165	30.87	26.09	30.81	29.26	2.74
225	30.88	26.45	30.92	29.42	2.57
285	31.04	26.88	30.95	29.62	2.38
345	31.32	26.88	31.26	29.82	2.55
405	31.46	27.03	31.33	29.94	2.52
465	31.87	27.17	31.43	30.16	2.60
1440	31.92	27.24	31.67	30.28	2.63
2880	31.96	27.28	31.95	30.40	2.70