



การพัฒนาเครื่องอัดฉีดแบบปั่นหมุนสำหรับเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด



โดย
นายวรพล โรจนสุรีย์พร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การพัฒนาเครื่องอัดฉีดแบบป้อนหมุนสำหรับเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

DEVELOPMENT OF THE ROTATIONAL JET SPINNING MACHINE FOR
POLYLACTIC ACID FIBER



By
MR. Worapon RODCHANASURIPRON

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for Master of Engineering (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Department of MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Graduate School, Silpakorn University

Academic Year 2020

Copyright of Graduate School, Silpakorn University

60402207 : วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท

คำสำคัญ : อัดฉีดแบบปั่นหมุน, เส้นใยแบบไม่ถักทอ

นาย วรพล โรจนสุริย์พร: การพัฒนาเครื่องอัดฉีดแบบปั่นหมุนสำหรับเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศุภกิจ สุทธิเรืองวงศ์

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาเทคนิคการขึ้นรูปเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดแบบไม่ถักทอ โดยเป็นการพัฒนาเทคนิคอัดฉีดแบบปั่นหมุน โดยมีต้นแบบมาจากเครื่องปั่นสายไหม เนื่องจากเครื่องปั่นสายไหมไม่สามารถขึ้นรูปพอลิแลกติกแอซิดได้ ดังนั้นจำเป็นต้องพัฒนาเครื่องปั่นสายไหมให้สามารถขึ้นรูปพอลิแลกติกแอซิดได้ โดยส่วนประกอบต่าง ๆ ของเครื่องปั่นสายไหมที่จำเป็นต้องปรับปรุงได้แก่ หัวปั่นและฝาปิดโดยให้มีท่อคาปิลลารีสำหรับให้พอลิแลกติกแอซิดไหลผ่าน มอเตอร์และระบบควบคุมโดยต้องทำความเร็วไม่ต่ำกว่า 9000 rpm ระบบควบคุมความร้อนโดยการติดตั้งเซ็นเซอร์วัดอุณหภูมิชนิด Pt100 และตัวควบคุมอีกทั้งเพิ่ม Slip ring เพื่อใช้เป็นสะพานให้กับฮีตเตอร์ของหัวปั่น ระบบกักเก็บเส้นใยโดยปรับปรุงให้เป็นแบบแท่งยาวมีช่องว่างระบายอากาศ โครงสร้างและตัวควบคุมโดยปรับปรุงให้มีโครงสร้างที่แข็งแรงรองรับการทำงานที่ความเร็วรอบสูง เมื่อพัฒนาเครื่องอัดฉีดแบบปั่นหมุนได้แล้วต่อไปเป็นการทดสอบระบบความเร็วรอบของมอเตอร์ โดยมอเตอร์ที่ยังไม่ได้ติดตั้งหัวปั่นสามารถหมุนด้วยความเร็วรอบเฉลี่ยสูงสุดคือ 9476 rpm และเมื่อติดตั้งหัวปั่นสามารถหมุนด้วยความเร็วรอบเฉลี่ยสูงสุดคือ 3811 rpm ซึ่งประสิทธิภาพลดลงถึง 60% สำหรับระบบให้ความร้อนและระบบควบคุมสามารถทำความร้อนได้ไม่เกิน 300 องศาเซลเซียสได้ดี ต่อไปคือการทดสอบปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด โดยใช้พอลิแลกติกแอซิด 3 เกรด คือ 3052D, L130 และ Synthesis PLA เพื่อศึกษาปัจจัยของความเร็วรอบและอุณหภูมิที่สำคัญต่อการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดจากการทดลองพบว่า สามารถปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดได้ทุกเกรดและเส้นใยมีพื้นผิวเรียบ โดยขนาดเส้นใยลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและเพิ่มความเร็วรอบ อีกทั้งความหนียังมีผลต่อการปั่นเส้นใยด้วย โดยที่ความหนืดที่สูงหรือต่ำเกินไปจะไม่สามารถปั่นพอลิแลกติกแอซิดออกมาเป็นเส้นใยได้

60402207 : Major (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Keyword : Rotational jet spinning, non-woven fiber

MR. WORAPON RODCHANASURIPRON : DEVELOPMENT OF THE ROTATIONAL JET SPINNING MACHINE FOR POLYLACTIC ACID FIBER THESIS ADVISOR : ASSISTANT PROFESSOR SUPAKIJ SUTRIRUENGWONG

The objective of this research develops the technique of non-woven polylactic acid fiber fabrication by developing a rotational jet spinning (RJS) technique. The prototype of RJS is a cotton candy machine due to a cotton candy machine doesn't spin polylactic acid. Therefore, it is a necessary development for non-woven polylactic acid fiber fabrication. The components of the cotton candy machine that need to be improved are spinneret and cover, a spinneret was added to the capillary tube for polylactic acid flows through the capillary tube. Motor and controller system, the rotational speed not less than 9000 rpm. The heating and controller system was installed Pt100, a temperature controller and a slip ring. The collector system was changed to a collector bar for airflow. The structure and electrical control cabinet was developed for supporting the high rotational speed operation. The rotational speed and heating system was tested. The motor wasn't installed and was installed a spinneret that can rotate with the maximum average rotational speed of 9476 and 3811 rpm, respectively, the efficiency reduce to 60%. The heating system can control the temperature in the range up to 300 as well. Polylactic acid was spun with the various grades as 3052D, L130 and Synthesis PLA. The effect of rotational speed and temperature was investigated. All grade polylactic acid spun into a non-woven fiber completely and it had a smooth surface. The results showed that as the rotational speed or temperature increased, the fiber diameter was decreased. Moreover, the viscosity of polymer melt also affects fiber fabrication, where the viscosity too high or too low, polylactic acid can not be spun.

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัย และวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ต้องขอกราบขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศุภกิจ สุทธิเรืองวงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ดร.มนัส แซ่ด่าน อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ทั้งการสนับสนุนทางด้านวัสดุ อุปกรณ์ในการทำงานวิจัย และองค์ความรู้ต่าง ๆ เพื่อช่วยในการการวิเคราะห์ผลการทดสอบในงานวิจัย ตลอดจนแก้ไขจุดบกพร่องของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นอย่างดี ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ยอดธง ไบมาก ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม สำหรับความอนุเคราะห์ที่เมตตาพลาสติกพอลิแลคติกแอซิดสังเคราะห์สำหรับใช้ในงานวิจัยและ ขอขอบพระคุณ อ.เดชา สุขมา สำหรับคำแนะนำในการหาร้านจัดซื้ออุปกรณ์และการประกอบเครื่อง RJS ให้เสร็จสมบูรณ์ตลอดงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ประจำภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากรทุกท่าน ที่สั่งสอนและให้ความรู้พื้นฐานสำหรับงานวิจัย ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาที่คอยช่วยเหลือด้านเอกสาร ชี้แนะแนวทางในการดำเนินเรื่องที่เกี่ยวข้องนอกเหนือจากการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ สำนักงานบริหารการวิจัย นวัตกรรมและการสร้างสรรค์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่อง Laser cutter เพื่อใช้ในการผลิตชิ้นส่วนสำหรับการทำงานวิจัย

สุดท้ายนี้ต้องขอบคุณเพื่อน ๆ พี่ ๆ น้อง ๆ ทุกท่านที่คอยเป็นกำลังใจในการทำงาน การเรียน และช่วยเหลือการทำวิจัยในครั้งนี้

วรพล โรจนสุรีย์พร

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญรูปภาพ.....	ฉุ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
เทคโนโลยีการขึ้นรูปเส้นใยแบบไม่ถักทอ (Non-woven fiber).....	2
การอัดฉีดแบบปั่นหมุน Rotational jet spinning (RJS).....	2
การผลิตเส้นใยแบบไฟฟ้าสถิต (Electrospinning).....	3
Melt Blowing [10].....	4
ศักยภาพในการใช้งานพอลิเมอร์ไมโครนาโนไฟเบอร์ในด้านต่าง ๆ.....	5
Tissue engineering scaffolds.....	5
Drug delivery.....	5
Wound dressing.....	6
Filter media.....	6
Material reinforcement.....	6
วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	7
แนวคิดของงานวิจัย.....	7
ขอบเขตและข้อจำกัดของงานวิจัย.....	7

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	7
บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	8
การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวผ่านรูคาปิลลารี.....	8
ทฤษฎีการไหลในท่อคาปิลลารี.....	8
ทฤษฎีการเกิดเป็นเส้นใยด้วยเครื่อง Rotational jet spinning	11
Elongation flow	11
Elongation rate (\mathcal{E}).....	12
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	16
แนวทางและขั้นตอนการวิจัย	16
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	16
เครื่องมือที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์และการทดสอบ	16
ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย	17
การปรับปรุงเครื่อง Rotational jet spinning (RJS) ให้มีความเสถียร	18
การทดสอบปั่นเส้นใย	18
คำนวณทางทฤษฎี.....	19
การทดสอบประสิทธิภาพการทำงานของเครื่อง RJS	20
การผสมเม็ดคอมพาวด์ (Compound).....	20
Dynamic Mechanical Analysis (DMA)	20
Gel Permeation Chromatography (GPC).....	21
Scanning Electron Microscopy (SEM) และการวัดขนาดเส้นใย.....	21
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	22
มอเตอร์และหน่วยควบคุมความเร็วรอบ	24
เซ็นเซอร์วัดอุณหภูมิและหน่วยควบคุมอุณหภูมิ	24
Slip ring.....	25

การศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิ	31
การศึกษาปัจจัยของความเร็วรอบ	32
การเกิดปืด.....	34
การทดสอบสมบัติรีออลยีและทดสอบปั่นเส้นใย	42
ผลของน้ำหนักโมเลกุลต่อการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด	46
คำนวณอัตราการไหลและความดัน ความเร็วพอลิเมอร์เจ็ทและขนาดเส้นใย.....	48
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	55
สรุปผลการวิจัย.....	55
ข้อเสนอแนะ	56
ภาคผนวก.....	58
ภาคผนวก ก	59
วิทยานิพนธ์ฉบับภาษาอังกฤษ	59
Chapter 1 Introduction.....	59
Background.....	59
The fabrication technology for non-woven fibers	60
Rotational jet spinning (RJS)	60
Electrospinning.....	61
Melt Blowing [10].....	62
Potential applications of micro-nano fiber polymers in various fields.....	63
Tissue engineering scaffolds.....	63
Drug carrier	63
Wound dressing.....	64
Filter media.....	64
Material reinforcement.....	64

Research of objectives.....	65
Conceptual Framework	65
Research Scope	65
Expect benefits.....	65
Chapter 2 Theory and literature review	66
The flow of the molten polymer through the capillary pipe	66
The flow of molten polymer through the capillary pipe	66
The fiber formation of polymer jet.....	69
Elongational flow.....	69
Elongation rate (ϵ).....	70
Chapter 3 Materials and Methods.....	74
Guidelines and methodology.....	74
Materials.....	74
Characterization.....	74
Methodology.....	75
Stabilization of rotational jet spinning (RJS) improvements.....	76
Fiber spinning testing.....	76
Theory.....	76
Performance testing of the rotational jet spinning (RJS).....	77
PLA Compounding.....	78
Dynamic Mechanical Analysis (DMA)	78
Gel Permeation Chromatography (GPC).....	78
Chapter 4 The results and discussion	80
Motor and control unit.....	82

Sensor and control units	82
Slip ring.....	83
The effect of temperature	89
The effect of rotational speed	90
The bead formation	92
Troubleshooting for slip ring and other problems	93
Rheological testing and spinning testing.....	100
Effect of molecular weight on Polylactic acid fiber spinning	104
Calculation of a flow rate, pressure, the velocity of polymer jet, and fiber diameter	106
Chapter 5 Conclusions and suggestion.....	113
Conclusions.....	113
Suggestions.....	114
ผลการทดสอบต่าง ๆ.....	116
ผลการทดสอบ GPC.....	116
พอลิแลกติกแอซิด 3052D	116
Synthesis PLA	119
3052D/Synthesis PLA 80/20.....	122
3052D/Synthesis PLA 80/20 fiber 2 นาที	125
3052D/Synthesis PLA 80/20 fiber 10 นาที.....	128
ภาคผนวก ข การนำเสนอผลงานวิจัย	131
รายการอ้างอิง	140
ประวัติผู้เขียน	144

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ PLA 3052D.....	33
ตารางที่ 2 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ PLA L130.....	34
ตารางที่ 3 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ Synthesis PLA	34
ตารางที่ 4 แสดงประสิทธิภาพความเร็วรอบที่ลดลงในขณะที่ติดตั้งและไม่ได้ติดตั้งหัวปั่น	41
ตารางที่ 5 สรุปความหนืดตามเวลาของพอลิแลกติกแอซิดในระยะเวลา 30 นาที	44
ตารางที่ 6 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของพอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20%wt และ 50/50%wt	46
ตารางที่ 7 น้ำหนักโมเลกุลของน้ำเม็ดคอมพาวด์ 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 เม็ดเรซินพอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D ก่อนที่จะปั่นเส้นใย และเส้นใยที่ได้จากเครื่อง RJS ในสูตร 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 ในช่วง 2 และ 10 นาที.....	48
ตารางที่ 8 สรุปการคำนวณตัวแปรต่าง ๆ ในกระบวนการปั่นเส้นใยของเครื่องRJS.....	53



สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 1 นาโนไฟเบอร์เทียบกับเส้นผมและเม็ดเกสรดอกไม้, ภาพจาก Elmarco [7].....	1
รูปที่ 2 โครงสร้างรูพรุนของเส้นใยนาโนแบบไม่ถักทอของเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด (a) โครงสร้างที่เป็นรูพรุน, (b) รูพรุนที่มากขึ้นในเส้นใยที่สม่ำเสมอ, (c) ภาพ SEM ของเส้นใย PVP/Ti(OiPr) ₄ , (d) ภาพ TEM ของเส้นใย PVP/Ti(OiPr) ₄ ที่มีรูตรงกลางเส้นใย [8].....	2
รูปที่ 3 ภาพจำลองการปั่นเส้นใยด้วยเทคนิค RJS และเครื่อง RJS ของบริษัท FibeRio รุ่น FibeRio Cyclone™ L1000M [7]	3
รูปที่ 4 แสดงกระบวนการผลิตเส้นใยแบบ Electrospinning [9].....	4
รูปที่ 5 กระบวนการผลิตเส้นใย Melt blowing.....	4
รูปที่ 6 เปรียบเทียบขนาดเส้นใยพอลิเมอร์ที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค RJS กับเทคนิคอื่น ๆ และวัสดุต่าง ๆ ที่ถูกดักจับได้ในอากาศ [7].....	5
รูปที่ 7 จำลองพอลิเมอร์เจ็ทที่ออกมาจากท่อคาปิลลารีและถูกดึงจนยืดยาวเป็นเส้นใยยาว	13
รูปที่ 8 จำลองทิศทางการเร็วแนวเส้นรอบวงของหัวปั่นและทิศความเร็วแนวรัศมีของพอลิเมอร์เจ็ท (u _{ex}).....	14
รูปที่ 9 การเพิ่มขึ้นของ Elongation viscosity ตามระยะเวลาของ PS ที่อุณหภูมิ 170 °C ด้วย Elongation rate คงที่ 0.01(Δ); 0.03 (◇); 0.1(■), 0.3(▽); 1.0(○). [18].....	15
รูปที่ 10 เครื่องปั่นสายไหมที่เป็นเครื่องต้นแบบของเครื่อง Rotational jet spinning (RJS).....	22
รูปที่ 11 เครื่อง RJS เวอร์ชันที่หนึ่งที่ปรับปรุงมาจากเครื่องปั่นสายไหม	23
รูปที่ 12 เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด Synthesis PLA ที่ปั่นด้วยเครื่อง RJS เวอร์ชันที่หนึ่งด้วยสภาวะ 1800 rpm อุณหภูมิ 250 °C.....	23
รูปที่ 13 ยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ (ซ้าย) และ Voltage regulator (ขวา) สำหรับควบคุมความเร็วรอบ 24	
รูปที่ 14 ตำแหน่งติดตั้งของเซ็นเซอร์ Pt 100 (ลูกศรสีแดง) ฮีตเตอร์ (ลูกศรสีขาว) และเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ชนิด PID (ขวา)	25
รูปที่ 15 Slip ring (ลูกศรสีแดง) และแปรงถ่านคาร์บอน (ลูกศรสีขาว)	25

รูปที่ 16 ไบพัตที่ติดตั้งอยู่กับหัวปั่นก่อนถูกนำออกไป (วงกลมสีแดง) ด้านซ้าย และหลังจากนำไบพัต ออกไป ด้านขวา.....	26
รูปที่ 17 เครื่อง RJS เวอร์ชันที่สอง (ซ้าย) และหัวปั่น Slip ring และมอเตอร์ ที่ประกอบเข้าด้วยกัน (ซ้าย).....	26
รูปที่ 18 เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D ที่สภาวะ 1800 rpm อุณหภูมิ 190 °C.....	27
รูปที่ 19 ช่องว่างระหว่างหัวปั่นและฝาปิด วงกลมสีแดง(ภาพซ้าย) และติดตั้งแผ่นวงแหวนเพื่อปิด ช่องว่างดังกล่าว วงกลมสีขาว(ภาพขวา).....	27
รูปที่ 20 ฝาปิดก่อนปรับปรุง (ซ้าย) และหลังปรับปรุง (ขวา).....	28
รูปที่ 21 หัวปั่นก่อนตัดส่วนเกินที่อยู่ใต้หัวปั่น (ซ้าย) และหลังจากตัดส่วนเกินออกและประกอบเข้ากับ ฝาปิดแบบใหม่ (ขวา).....	28
รูปที่ 22 โครงสร้างของเครื่อง RJS ที่ปรับปรุงใหม่ และช่องว่างระหว่าง Collector และหัวปั่นที่ลดลง	29
รูปที่ 23 ตู้ควบคุมการทำงานของเครื่อง RJS ภายนอก(ซ้าย) ภายใน(ขวา).....	29
รูปที่ 24 ร่องขนาด 600 μm บนหัวปั่น (ลูกศรสีขาว)(ซ้าย) และภาพตัดขวางแสดงลักษณะภายใน ของหัวปั่นและทิศทางการเคลื่อนที่ของพอลิเมอร์หลอมเหลวภายในหัวปั่น (ลูกศรสีแดง)(ขวา).....	30
รูปที่ 25 เส้นใย PLA แบบไม่ถักทอที่ได้จากการเตรียม.....	31
รูปที่ 26 ความหนืดของพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D และ L130 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ.....	31
รูปที่ 27 ขนาดของเส้นใย Polylactic acid โดยที่เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยที่ความเร็วรอบคงที่ 650 rpm (a-c) PLA 3052D, (d-e) PLA L130, (g-h) Synthesis PLA.....	32
รูปที่ 28 ขนาดของเส้นใย Polylactic acid โดยที่เปลี่ยนแปลงความเร็วรอบโดยที่อุณหภูมิคงที่ ที่ 190 °C (a-c) PLA 3052D, (d-e) PLA L130, (g-i) Synthesis PLA.....	33
รูปที่ 29 ส่วนกักเก็บเส้นใยที่ทำมาจากอะคริลิค.....	35
รูปที่ 30 ร่องรอยที่เกิดจากการขีดของ slip ring เนื่องจากมีพลาสติกเข้าไปติดด้านใน (วงกลมสีแดง)	36
รูปที่ 31 Slip ring ทองแดง 4 วง (ลูกศรสีแดง) Bakelite (ลูกศรสีเหลือง) และแปรงถ่าน (ลูกศรสี ขาว).....	37

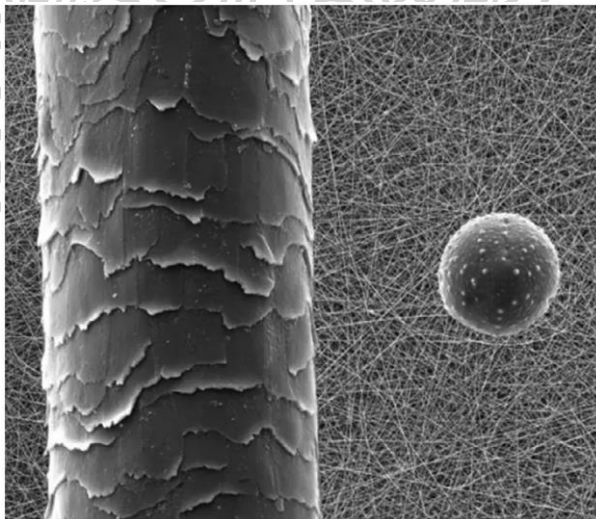
รูปที่ 32 หัวปั่น (Spinneret) และฝาปิดหลังปรับปรุง Top view (ซ้าย) Side view (ขวา).....	37
รูปที่ 33 หัวปั่นเมื่อต่อเข้ากับยูนิเวอร์แซลมอเตอร์และแปลงถ่านคาร์บอนอยู่ด้านล่าง	38
รูปที่ 34 โครงสร้างของเครื่อง RJS ที่ได้ปรับปรุงขึ้นใหม่ ด้านหน้า(ซ้าย) ด้านบน(ขวา).....	38
รูปที่ 35 ภาพตัดขวางแสดงลักษณะภายในของหัวปั่นและทิศทางการเคลื่อนที่ของพอลิเมอร์หลอม เหลวภายในหัวปั่น (ลูกศรสีแดง).....	39
รูปที่ 36 ตำแหน่งสำหรับทดสอบวัดความเร็วรอบของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ แบบไม่ติดตั้งหัวปั่น (บน) แบบติดตั้งหัวปั่น (ล่าง).....	40
รูปที่ 37 กราฟแสดงความเร็วรอบที่แรงดันไฟฟ้าต่าง ๆ โดยเปรียบเทียบกับความเร็วรอบของยูนิเวอร์แซล มอเตอร์และยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ขณะติดตั้ง Spinneret.....	41
รูปที่ 38 แสดงอุณหภูมิของหัวปั่นขณะหมุนด้วยความเร็วรอบต่าง ๆ ด้วยการป้อนแรงดันไฟฟ้า 45 50 55 60 V ตามระยะเวลา.....	42
รูปที่ 39 ความหนืดของพอลิแลกติกแอซิดผสม ณ อุณหภูมิต่าง ๆ	43
รูปที่ 40 ความหนืดของพอลิแลกติกแอซิดผสม ณ เวลาต่าง ๆ	44
รูปที่ 41 ภาพ SEM ของเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D/Syn PLA และการกระจายตัวของ ขนาดเส้นใย ในสัดส่วน 80/20%wt (a) และ 50/50%wt(b).....	45
รูปที่ 42 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D, Synthesis PLA, 3052D/Synthesis PLA 80/20%wt และเส้นใยของ 3052D/Synthesis PLA 80/20%wt 2 และ 10 นาที.....	47
รูปที่ 43 แสดงภาพตัดขวางของหัวปั่นโดยที่ทำให้ใกล้เคียงแบบแรกมากที่สุด ลูกศรสีแดงเส้นทางการ ไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลว.....	53
รูปที่ 44 เส้นใยพอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D ที่ปั่นด้วยสภาวะความเร็วรอบ 3000 rpm อุณหภูมิ 240 °C.....	54

บทที่ 1

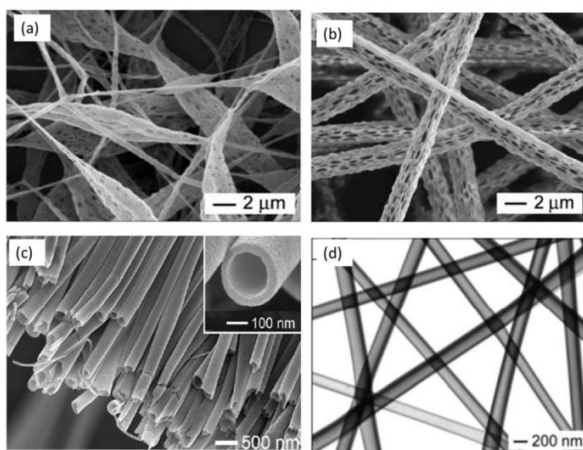
บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เส้นใยพอลิเมอร์กำลังเป็นที่สนใจในตลาดโลกเป็นอย่างมาก จึงทำให้ขนาดของการตลาดของเส้นใยพอลิเมอร์มีขนาดเพิ่มขึ้นจากเดิม โดยเฉพาะเส้นใยพอลิเมอร์ที่เป็นชนิดเส้นใยไมโครนาโน [1-3] สาเหตุที่ทำให้เส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์เป็นที่สนใจในตลาดโลกอย่างมากเพราะว่าเอกลักษณ์ของเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์ที่เฉพาะตัว นั่นคือเส้นใยมีขนาดเล็กระดับไมโครหรือนาโนจึงทำให้มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง [4-6] ส่งผลให้การใช้งานแต่ละด้านมีประสิทธิภาพสูงและหลากหลายมากขึ้นเมื่อเทียบกับเส้นใยปกติ ซึ่งสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย ไม่ว่าจะเป็นทางด้าน Tissue engineering, Drug delivery, wound dressing หรือไม่ว่าจะเป็นตัวกรองอากาศ อีกทั้งยังรวมไปถึงทางด้าน เส้นใยต่าง ๆ จึงทำให้มีงานการคิดค้นกระบวนการในการขึ้นรูปมากมายเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและคุณภาพในการผลิตเส้นใยให้เพียงพอต่อความต้องการแปรรูปต่าง ๆ จากที่แสดงในรูปที่ 1 จะเห็นว่าเส้นใยมีขนาดเล็กกว่าเส้นผม หรือเกสรดอกไม้อย่างมาก นอกจากนี้ในรูปที่ 2 ยังแสดงให้เห็นถึงรูพรุนที่อยู่บนเส้นใยที่เอกลักษณ์เฉพาะของเส้นใยได้เป็นอย่างดี



รูปที่ 1 นาโนไฟเบอร์เทียบกับเส้นผมและเม็ดเกสรดอกไม้, ภาพจาก Elmarco [7]



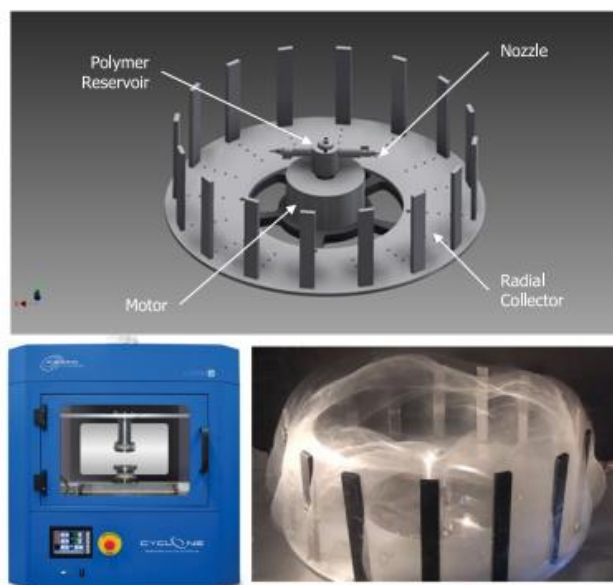
รูปที่ 2 โครงสร้างรูพรุนของเส้นใยนาโนแบบไม่ถักทอของเส้นใยโพลีแลกติกแอซิด (a) โครงสร้างที่เป็นรูพรุน, (b) รูพรุนที่มากขึ้นในเส้นใยที่สม่ำเสมอ, (c) ภาพ SEM ของเส้นใย PVP/Ti(OiPr)₄, (d) ภาพ TEM ของเส้นใย PVP/Ti(OiPr)₄ ที่มีรูตรงกลางเส้นใย [8]

เทคโนโลยีการขึ้นรูปเส้นใยแบบไม่ถักทอ (Non-woven fiber)

การอัดฉีดแบบปั่นหมุน Rotational jet spinning (RJS)

RJS บางที่รู้จักกันในชื่อ Centrifugal spinning, rotor spinning, force spinning เป็นเทคนิคที่มีพัฒนามาจากเครื่องปั่นสายไหมเพื่อรองรับต่อกระบวนการผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ ส่วนประกอบโดยทั่วไปของเครื่อง RJS คือหัวปั่นที่ไว้ใช้บรรจุเม็ดพอลิเมอร์คอมพาวนด์หรือเรซินโดยที่หัวปั่นจะให้ความร้อนจนพอลิเมอร์ที่อยู่ภายในหลอมเหลวกลายเป็นพอลิเมอร์หลอมเหลวและที่หัวปั่นจะมีหรือไม่มีท่อคาปิลลารีก็ได้ซึ่งเป็นทางผ่านให้พอลิเมอร์หลอมเหลวไหลออกจากเครื่อง RJS และเกิดเป็นเส้นใย จากนั้นหัวปั่นจะถูกหมุนด้วยมอเตอร์ความเร็วสูงพอลิเมอร์ที่อยู่ภายในจะไหลออกมาจากหัวปั่นผ่านช่องว่างระหว่างหัวปั่นและฝาปิด หรือท่อคาปิลลารีที่ทำไว้ เมื่อพอลิเมอร์ไหลออกมาสู่ภายนอกหัวปั่นและพุ่งเข้าหาตัวเก็บเส้นใย และเกิดการแข็งตัวเป็นของแข็งจนได้เป็นเส้นใย โดยที่เส้นใยนี้จะเกิดการทับถมและยึดเกาะด้วยตัวเองจนสุดท้ายเป็นเส้นใยแบบไม่ถักทอ

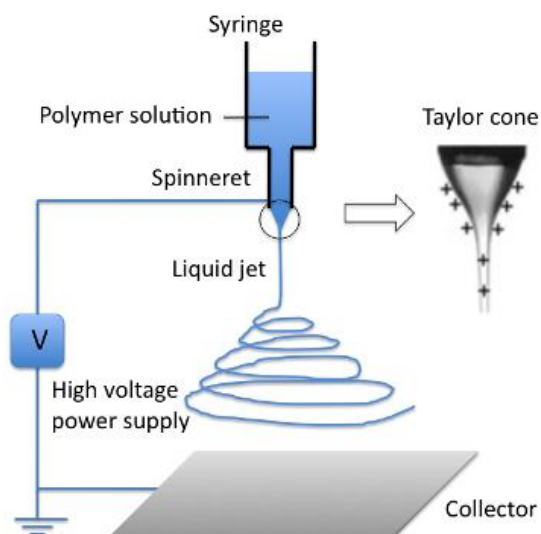
RJS สามารถขึ้นรูปเส้นใยพอลิเมอร์ได้ทั้งในระบบสารละลายและระบบให้ความร้อน ซึ่งในแต่ละระบบมีข้อได้เปรียบแตกต่างกัน กล่าวคือในระบบสารละลายเส้นใยที่ได้จะมีรูพรุนเนื่องจากการระเหยของตัวทำละลายซึ่งเหมาะสมกับการใช้งานทางด้าน Tissue engineering หรือ Drug delivery ในขณะที่ระบบให้ความร้อนสามารถใช้งานได้ง่ายและรวดเร็ว โดยภาพรวมแล้วเครื่อง RJS เป็นเครื่องผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ที่มีอัตราการผลิตสูง ใช้งานง่าย มีต้นทุนการผลิตที่ต่ำอีกทั้งยังสามารถผลิตได้ทั้ง Commercial polymer และ Biopolymer



รูปที่ 3 ภาพจำลองการปั่นเส้นใยด้วยเทคนิค RJS และเครื่อง RJS ของบริษัท FibeRio รุ่น FibeRio Cyclone™ L1000M [7]

การผลิตเส้นใยแบบไฟฟ้าสถิต (Electrospinning)

เป็นกระบวนการในการผลิตเส้นใยที่ใช้แรงทางไฟฟ้าแทนแรงทางกล โดยพอลิเมอร์อาจจะอยู่ในรูปสารละลาย หรือสารหลอมเหลวที่อยู่ในท่อหรือเข็มฉีดยา จากนั้นพอลิเมอร์หลอมเหลวหรือสารละลายจะถูกทำให้เกิดประจุไฟฟ้าที่ผิวหน้าโดยสนามไฟฟ้าความแรงสูง เนื่องจากประจุที่เกิดขึ้นมีขั้วเหมือนกันจึงมีแรงผลักระหว่างประจุเกิดขึ้น (Repulsive Coulombic Force) เมื่อมีแรงผลักเพิ่มมากขึ้นจนชนะแรงตึงผิวของสารละลายพอลิเมอร์ พอลิเมอร์จึงถูกฉีกออกมาแล้วดึงเก็บเป็นเส้นใยพร้อมกับมีการระเหยตัวทำละลายออกไปโดยการถ่ายโอนความร้อน ข้อดีของ Electro spinning คือสามารถผลิตเส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กมาก ซึ่งมีขนาดตั้งแต่หลายสิบนานาเมตรจนถึง 2 ไมโครเมตร จึงเรียกว่าเส้นใยขนาดนาโนหรืออิเล็กทรอนิกส์บนนาโนไฟเบอร์ และเนื่องจากเส้นใยมีขนาดเล็กจึงมีพื้นที่ผิวมากแต่น้ำหนักเบา ทำให้ผ้าที่ได้จากเส้นใยที่ได้จากการผลิตจากกระบวนการนี้จะมีรูพรุนขนาดเล็กจำนวนมาก ทำให้มีการส่งผ่านของเหลวหรือแก๊สได้ดี แต่ก็มีข้อด้อยคือในกระบวนการผลิตนั้นมีการระเหยตัวทำละลายที่มีพิษออกสู่สิ่งแวดล้อมและอัตราการผลิตยังต่ำอีกด้วย



รูปที่ 4 แสดงกระบวนการผลิตเส้นใยแบบ Electrospinning [9]

Melt Blowing [10]

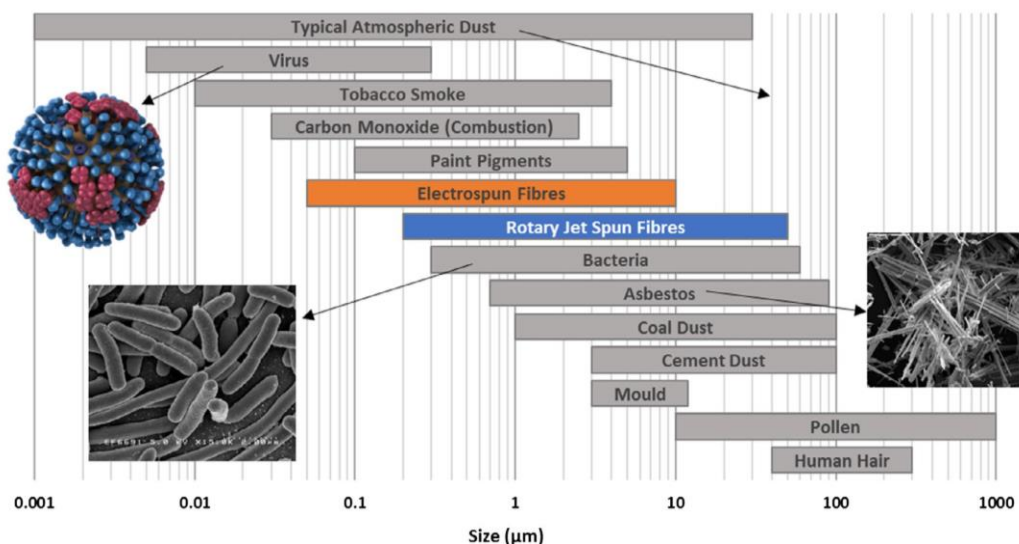
เป็นวิธีการผลิตเส้นใยด้วยวิธีการหลอมพอลิเมอร์ด้วยความร้อนโดยการอัดรีดพอลิเมอร์ผ่านเครื่องอัดรีด (Extruder) เมื่อพอลิเมอร์หลอมเหลวไหลออกมาจาก Extruder จะถูกเป่าด้วยลมแรงจนพอลิเมอร์หลอมเหลวกระจายออกเป็นฝอยและถูกเป่าให้ไปติดอยู่กับ Substrate และเย็นตัว ซึ่งจะเกิดเป็นแผ่นเส้นใยแบบไม่ถักทอตั้งเช่นในรูปที่ 5



รูปที่ 5 กระบวนการผลิตเส้นใย Melt blowing

กระบวนการผลิตเส้นใยแบบไม่ถักทอตั้งที่กล่าวมาข้างต้น มีทั้งข้อดีและข้อเสียแตกต่างกัน นอกจากนี้ขีดจำกัดการผลิตเส้นใยก็ยังคงแตกต่างกันด้วย ทั้งนี้การที่จะผลิตเส้นใยเพื่อใช้ในงานในด้าน

ต่าง ๆ จำเป็นต้องใช้กระบวนการผลิตเส้นใยที่เหมาะสมเพื่อประสิทธิภาพสูงสุดของการนำไปใช้งาน ซึ่งขนาดการผลิตเส้นใยแสดงไว้ในรูปที่ 6 โดยเปรียบเทียบกับวัตถุต่าง ๆ ที่ดักจับได้ในอากาศ



รูปที่ 6 เปรียบเทียบขนาดเส้นใยพอลิเมอร์ที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค RJS กับเทคนิคอื่น ๆ และวัสดุต่าง ๆ ที่ถูกดักจับได้ในอากาศ [7]

ศักยภาพในการใช้งานพอลิเมอร์ไมโครนาโนไฟเบอร์ในด้านต่าง ๆ

Tissue engineering scaffolds

เป็นกระบวนการสร้างเนื้อเยื่อ (regeneration of functional tissues) เพื่อทดแทนหรือซ่อมแซมส่วนที่สึกหรอหรือบาดเจ็บเสียหาย ซึ่งร่างกายมนุษย์ไม่สามารถสร้างขึ้นมาใหม่ได้ ดังนั้นจึงคิดค้นวิธีการสร้างเนื้อเยื่อที่เสียหายเหล่านั้นโดยใช้ Scaffold ที่ใช้เป็นโครงร่างเลี้ยงเซลล์ในจุดที่ต้องการ ซึ่งมีงานวิจัยที่ได้ตีพิมพ์ไว้มากมายเช่น Ren J และคณะ [11] ได้ใช้เทคนิค Melt electro spinning ผลิตเส้นใย PCL-SrBG composite เพื่อทำเป็นวัสดุ Scaffold สำหรับไว้ซ่อมแซมกระดูก, Wang et al. (2011) [12] ปั่นเส้นใย poly(lactic-co-glycolic acid) ด้วยเทคนิค Centrifugal spinning เป็น 3D scaffolds สำหรับ Tissue engineering

Drug delivery

เป็นวิธีการนำส่งยาไปยังบริเวณที่ต้องการ โดยสามารถควบคุมการปลดปล่อยยาให้อัตราส่วนที่ต้องการเพื่อประสิทธิภาพสูงสุด โดยเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์มีพื้นที่ผิวและรูพรุนสูงซึ่งเป็นคุณลักษณะที่ดีในการนำส่งยาโดยมีงานวิจัยที่ได้ตีพิมพ์ไว้เช่น Amalorpavamary and Giri Dev (2016) [13] ปั่นเส้นใย tetracycline ผสม PCL/PVP สำหรับ drug-delivery vehicle

Wound dressing

เป็นวัสดุทำแผล ที่ให้ความชุ่มชื้นแผลที่เหมาะสม สามารถป้องกันเนื้อเยื่อจากการกดทับหรือกระแทกได้ดี อีกทั้งยังสามารถเพิ่มตัวยาเพื่อลดอาการบวม อักเสบและมีฤทธิ์ในการฆ่าเชื้อแก่แผลได้ดีอีกด้วย ซึ่งทำให้ไม่มีความจำเป็นที่จะต้องเปิดปิดผ้าปิดแผลเพื่อใส่ยาให้แก่แผล และไม่จำเป็นต้องเปลี่ยนผ้าปิดแผลบ่อย ตัวอย่างงานวิจัยที่ใช้ would dressing จากเส้นใยพอลิเมอร์เช่น LiuYan และคณะ (2019) [14] ได้ใช้เทคนิค Electro spinning ในการผลิตเส้นใยนาโน โดยใช้พอลิเมอร์หลากหลายชนิด ได้แก่ PGLA, PCL, PVA, Chitosan/PLA, Alginate/PEO/triton x-100 และ Gelatin/hyaluronic acid และใส่ยาและทำเป็นวัสดุปิดแผลเพื่อรักษาบาดแผลที่เท้าที่เกิดจากโรคเบาหวาน

Filter media

เป็นตัวกลางที่ทำหน้าที่ได้หลากหลาย ไม่ว่าจะเป็นการใช้งานในอากาศ ในของเหลว ซึ่งสามารถแยกวัสดุที่กระจายตัวออกจากกันได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับช่องว่างและรูพรุนของวัสดุที่นำมาทำเป็นตัวกลาง เช่นในงานวิจัยของ Y.C.Ahn และคณะ (2006) [15] ได้ผลิตตัวกรองอากาศ High efficiency particulate air (HEPA) โดยผลิตด้วยเทคนิค Electrospinning โดยใช้พอลิเมอร์ชนิด Nylon 6 ซึ่ง HEPA มีประสิทธิภาพในการกรองวัสดุในอากาศได้ถึง 99.97% โดยในการทดลองใช้ความเร็วในการไหลของอากาศ 5 cm/s และอนุภาคที่ใช้มีขนาด 0.3 μm

Material reinforcement

วัสดุเส้นใยนาโนพอลิเมอร์ได้ถูกนำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์หรือแม้แต่กระทั่งวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลสูง อย่างเช่น แก้ว โดยที่เส้นใยพอลิเมอร์ที่นำมาเป็นเสริมแรงนอกจากช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลแล้ว ยังสามารถเพิ่มสมบัติในการดูดซับความชื้นหรือสารอื่น ๆ หรือแม้แต่กระทั่งใช้เพิ่มประสิทธิภาพในการซึมผ่านของน้ำ ออกซิเจน ได้ด้วย อย่างเช่นในการวิจัยของ Muhammad Tausif และคณะ (2017) [16] ได้นำเส้นใยแบบไม่ทักทอจาก polyethylene terephthalate (PET), polyamide (PA) และ polyphenylene terephthalamide (PPTA) เป็นวัสดุเสริมแรงให้กับ polyurethane (TPU) ที่เป็นเมทริกซ์หลัก เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับ TPU

วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- เพื่อพัฒนาเครื่อง Rotational jet spinning machine (RJS) ให้สามารถผลิตเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์และควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 300 °C และความเร็วรอบไม่ต่ำกว่า 9,000 rpm โดยความเร็วรอบและอุณหภูมิมีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกิน $\pm 10\%$
- ศึกษาสมบัติรีโอโลยีของพอลิแลกติกแอซิดน้ำหนักโมเลกุลแตกต่างกัน ที่ส่งผลต่อการผลิตเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์จากเครื่อง Rotational jet spinning machine (RJS)

แนวคิดของงานวิจัย

เครื่อง Rotational jet spinning machine (RJS) ที่พัฒนามาจากเครื่องปั่นสายไหม สามารถผลิตเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์ได้ โดยส่วนประกอบต่าง ๆ ที่ถูกปรับปรุง ได้แก่ มอเตอร์และควบคุมความเร็ว ส่วนควบคุมเซ็นเซอร์และควบคุมอุณหภูมิ ส่วนบรรจุเม็ดพอลิเมอร์ ส่วนกักเก็บเส้นใย และโครงสร้างของเครื่อง RJS และนอกจากนี้ คุณสมบัติของพอลิเมอร์ยังส่งผลต่อการผลิตเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์อีกด้วย

ขอบเขตและข้อจำกัดของงานวิจัย

ขอบเขตของงานวิจัยเป็นดังต่อไปนี้

- ใช้กระบวนการ Rotational jet spinning (RJS) เป็นกระบวนการในการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด โดยใช้เครื่อง RJS ที่ปรับปรุงและพัฒนาขึ้นมาเองโดยมีต้นแบบมาจากเครื่องปั่นสายไหม โดยเปลี่ยนแปลงค่าของความเร็วรอบและอุณหภูมิ
- พอลิเมอร์ที่ใช้ศึกษาสำหรับงานวิจัยนี้คือพอลิแลกติกแอซิด 3 ชนิด ได้แก่
 - พอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D ผลิตโดยบริษัท Nature work USA
 - พอลิแลกติกแอซิด เกรด L130 ผลิตโดยบริษัท Total Corbion Thailand
 - พอลิแลกติกแอซิดสังเคราะห์ สังเคราะห์โดย รศ.ยอดธง ไบมาก มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- สามารถผลิตเครื่อง RJS ที่สามารถผลิตเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์ได้ เพื่อนำไปใช้งานในอุตสาหกรรมเส้นใยพอลิเมอร์
- เพื่อศึกษาคุณสมบัติสำคัญของพอลิเมอร์ต่อการผลิตเส้นใยไมโครนาโนพอลิเมอร์

บทที่ 2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวอาศัยความดันที่เกิดจากการหมุนของหัวปั่นเป็นตัวผลักดันให้พอลิเมอร์ หลอมเหลวไหลออกจากหัวปั่นผ่านรูคาปิลลารี จนสุดท้ายพอลิเมอร์หลอมเหลวที่ไหลออกจากหัวปั่นได้จะกลายเป็นพอลิเมอร์เจ็ทซึ่งมีลักษณะเป็นเส้น และแข็งตัวเป็นของแข็งในที่สุด ดังนั้นในกระบวนการผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ด้วยเครื่อง Rotational jet spinning อาศัยทฤษฎีที่จำเป็นสองส่วนคือ การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวผ่านรูคาปิลลารี และการเกิดเป็นเส้นใยของพอลิเมอร์เจ็ท

การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวผ่านรูคาปิลลารี

ในการปั่นเส้นใยพอลิเมอร์ให้สมบูรณ์ได้นั้นจำเป็นต้องหาปัจจัยที่เกี่ยวข้องต่อการปั่นเส้นใยพอลิเมอร์ ไม่ว่าจะเป็น ความหนืด สมบัติวิสโคอีลาสติกของพอลิเมอร์หลอมเหลว น้ำหนักโมเลกุล และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล โดยที่ปัจจัยต่าง ๆ เหล่านี้เป็นสิ่งที่บ่งบอกถึงความสามารถในการปั่นเส้นใย อีกทั้งยังเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการปั่นเส้นใยพอลิเมอร์ต่าง ๆ ด้วยเครื่อง Rotational jet spinning ว่าปัจจัยหรือตัวแปรต่าง ๆ ต้องมากหรือน้อยเพียงใด สำหรับการปั่นเส้นใยตามขนาดและกำลังผลิตตามที่ต้องการ

ทฤษฎีการไหลในท่อคาปิลลารี

สำหรับการปั่นเส้นใยในระบบพอลิเมอร์หลอมเหลว การที่จะเกิดเป็นเส้นใยที่สมบูรณ์ได้นั้นพอลิเมอร์หลอมเหลวจำเป็นต้องไหลผ่านท่อคาปิลลารีภายในหัวปั่น ก่อนที่จะออกจากหัวปั่นด้วยความเร็วและแข็งตัวเป็นเส้นใยในที่สุด ดังนั้นการไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวที่ไหลผ่านท่อคาปิลลารี จำเป็นที่จะต้องศึกษาพฤติกรรมของการไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวภายในท่อคาปิลลารีนี้

การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวในท่อคาปิลลารีจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อมีความดันกระทำกับปลายท่อด้านหนึ่งของท่อคาปิลลารี ซึ่งจะทำให้อัตราการไหลตลอดรูคาปิลลารีเพิ่มขึ้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความดันที่กระทำต่อรูคาปิลลารี โดยตั้งสมมติฐานว่าพอลิเมอร์หลอมเหลวที่ไหลอยู่ภายในท่อคาปิลลารี เป็นของไหลที่มีความหนืดแบบ Newtonian ดังนั้นความสัมพันธ์ของอัตราการไหลและความดันจึงมีความสัมพันธ์ตามสมการ 1 [17]

สมการ 1

$$Q = k\Delta P$$

โดยที่ Q คือ อัตราการไหลเชิงปริมาตรของพอลิเมอร์หลอมเหลว (m^3/s)

ΔP คือ ความดันภายในท่อคาปิลลารี (Pa)

k คือ $\pi r^4/8\mu L$ เมื่อแทนค่าลงในสมการ 1 จะได้สมการ 2

สมการ 2

$$Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8\mu L}$$

โดยที่ r คือ รัศมีของท่อคาปิลลารี (m)

L คือ ความยาวของท่อคาปิลลารี (m)

μ คือ Coefficient of viscosity (Pa·s)

ΔP คือ ความดันที่เกิดขึ้นจากแรงเหวี่ยง (Pa)

จากสมการ 2 เป็นที่รู้จักกันดีว่าเป็น Poiseuille's law สำหรับพอลิเมอร์ที่นำมาศึกษาที่เป็นของไหลที่มีความหนืดแบบ Newtonian ตามสมมติฐานที่ตั้งไว้ จึงทำให้ความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวเป็นอิสระกับ Shear rate ดังนั้นมีความเป็นไปได้ที่จะสามารถคำนวณความหนืดได้จากความชันของกราฟ Q และ P ทั้งนี้การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวยังอยู่ภายใต้สมมติฐานที่ว่าดังนี้

- ความเร็วที่ผนังเป็นศูนย์ ($V_w = 0$)
- ของไหลที่ความหนืดไม่ขึ้นอยู่กัเวลา
- มีลักษณะการไหลเหมือนกันตลอดรูคาปิลลารี
- การไหลเป็นแบบ Isothermal
- ของไหลไม่สามารถกดอัดได้

เพื่อที่จะหาความดันที่เกิดขึ้นภายในท่อคาปิลลารีในระหว่างการปั่นเส้นใย โดยเริ่มจากความเร่งที่เกิดขึ้นจากการเคลื่อนที่แบบหมุน ซึ่งมีความสัมพันธ์เป็น $a = \omega^2 R$ และแรงที่เกิดขึ้นสามารถคำนวณได้จากกฎการเคลื่อนที่ของนิวตัน ข้อที่ 2 ที่ว่า $F = ma$ เมื่อแทนความเร่งของการหมุนในกฎข้อที่ 2 ของนิวตันจะได้

$$F = m\omega^2 R$$

โดยที่ F คือ แรงจากกฎข้อที่ 2 ของนิวตัน (N)

m คือ มวลของหัวปั่น (kg)

ω คือ ความเร็วเชิงมุม (rad/s)

R คือ รัศมีของหัวปั่น (m)

เพื่อที่จะหาความดันของการหมุนสามารถแทนตัวแปร F ได้โดยใช้ความสัมพันธ์ $F=PA$ โดยที่ A คือพื้นที่หน้าตัดของท่อคาปิลลารีจะได้

$$\Delta PA = m\omega^2 R$$

โดยที่ ΔP คือ ความดันภายในท่อคาปิลลารี (Pa)

A คือ พื้นที่หน้าตัดท่อคาปิลลารี (m^2)

m คือ มวลของหัวปั่น (kg)

ω คือ ความเร็วเชิงมุม(rad/s)

R คือ รัศมีของหัวปั่น (m)

จัดรูปสมการใหม่จะได้

$$\Delta P = \frac{\rho V \omega^2 R}{A}$$

โดยที่ $m = \rho V$ ซึ่ง V คือปริมาตร และ ปริมาตรภายในท่อคาปิลลารีหาได้จาก $V = Al$ จะได้

สมการ 3

$$\Delta P = \rho l \omega^2 R$$

ซึ่งความดันที่เกิดขึ้นสามารถคำนวณได้จากสมการ 3

โดยที่ ρ คือ ความหนาแน่นของพอลิเมอร์หลอมเหลวอุณหภูมิ 200 C (kg/m^3)

l คือ ความหนาของพอลิเมอร์หลอมเหลวขณะอยู่ในหัวปั่น (m)

ω คือ ความเร็วเชิงมุม (rad/s)

R คือ รัศมีของหัวปั่น (m)

นอกจากนี้อัตราการไหลและความดัน ยังสามารถเชื่อมโยงไปยังการหาค่า Shear rate และ Shear stress ตามลำดับได้ด้วยซึ่งทั้ง Shear rate และ Shear stress เป็นตัวแปรที่บ่งชี้ถึงความสามารถในกระบวนการผลิตของพอลิเมอร์ โดยที่ความสัมพันธ์ของ อัตราการไหล (Q) กับ

Shear rate ($\dot{\gamma}$) ที่ฝาผนังและความดัน (P) กับ Shear stress (τ) ที่ฝาผนังเป็นดังสมการ 4 และสมการ 5 ตามลำดับ

$$\text{สมการ 4} \quad -\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

$$\text{สมการ 5} \quad \tau_w = \frac{R\Delta P}{2L}$$

จากอัตราการไหล (Q) สามารถหาความเร็วของพอลิเมอร์ไหลออกจากท่อคาปิลลารีได้ตามสมการ 6

$$\text{สมการ 6} \quad Q = AU_{ex}$$

$$u_{ex} = \frac{Q}{A}$$

โดยที่ A คือ พื้นที่หน้าตัดของท่อคาปิลลารี (m²)

u_{ex} คือ ความเร็วของพอลิเมอร์ไหลภายในท่อคาปิลลารี (m/s)

ความเร็วที่คำนวณได้จากสมการ 6 ยังเป็นความเร็วของพอลิเมอร์เจ็ทที่ปลายท่อคาปิลลารีด้านที่ออกจากหัวปั่น สำหรับไว้ใช้ในการคำนวณในหัวข้อถัดไปสำหรับการเกิดเป็นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด

ทฤษฎีการเกิดเป็นเส้นใยด้วยเครื่อง Rotational jet spinning

การเกิดเป็นเส้นใยพอลิเมอร์ด้วยเครื่อง RJS นั้นอาศัยทฤษฎีของ Elongation flow ซึ่งเป็นทฤษฎีการไหลของพอลิเมอร์ไหล ขณะเริ่มออกมาจากหัวปั่น การที่พอลิเมอร์ไหลออกมาที่ปลายอีกด้านของท่อคาปิลลารีด้วยความดัน พอลิเมอร์ไหลจะหลุดออกหัวปั่นและพุ่งออกเป็นแนวเส้นตรงเป็นพอลิเมอร์เจ็ทที่ยังคงสถานะเป็นของไหล ในขณะที่หัวปั่นซึ่งยังหมุนอยู่ตลอดเวลา ได้ดึงเส้นพอลิเมอร์เจ็ทนั้นให้ยืดยาวออกเป็นเส้นใยยาว และสุดท้ายพอลิเมอร์เจ็ทที่พุ่งออกจากหัวปั่นออกไปตามแนวรัศมีที่มากขึ้น เริ่มเปลี่ยนสถานะเป็นของแข็งและพุ่งชนกับส่วนกักเก็บเส้นใย ซึ่งการยืดยาวออกเป็นเส้นใยของพอลิเมอร์เจ็ทสามารถอธิบายได้ด้วยทฤษฎี Elongation flow

Elongation flow

เป็นทฤษฎีที่สามารถอธิบายการยืดยาวของพอลิเมอร์เจ็ท หลังจากที่ถูกดึงออกจากหัวปั่นด้วยความเร็วขาออก (U_{ex}) เมื่อพอลิเมอร์เจ็ทพุ่งออกมาแล้ว Shear stress ที่เคยเกิดขึ้นในท่อคาปิลลารี

ไม่มีผลต่อพอลิเมอร์เจ็ทอีกต่อไป เหลือเพียงแค่การดึงที่เกิดขึ้นขณะที่หัวปืนกำลังหมุน ซึ่งหัวปืนดึงเส้นใยด้วยความเร็วค่าหนึ่ง ทำให้พอลิเมอร์เจ็ทถูกยืดออกไปด้วยความเร็วขนาดของพอลิเมอร์เจ็ทลดลงจากเดิม โดยที่สามารถคำนวณอัตราการยืดออกของพอลิเมอร์เจ็ทได้ด้วย Elongation rate และตัวแปรที่สำคัญนอกจาก Elongation rate ($\dot{\epsilon}$) นั่นคือ Elongation viscosity (λ)

Elongation rate ($\dot{\epsilon}$)

คือ อัตราการดึงยืดพอลิเมอร์เจ็ทที่เกิดขึ้นขณะพอลิเมอร์เจ็ทออกมาจากหัวปืนและคำนวณได้ด้วยสมการ 7 [17]

สมการ 7

$$\dot{\epsilon} = \frac{\ln \frac{u}{u_{ex}}}{t}$$

โดยที่ $\dot{\epsilon}$ คือ elongation rate (1/s)

t คือ เวลาในการดึงยืด (s)

u คือ ความเร็วของพอลิเมอร์เจ็ทในแต่ละเวลา (m/s)

ความเร็วการดึงพอลิเมอร์ (u) เป็นความเร็วของเส้นพอลิเมอร์เจ็ท ณ ขณะใดขณะหนึ่ง โดยสามารถคำนวณหาความเร็วได้โดยใช้สมการ Continuity โดยอยู่ภายใต้สมมติฐานว่าอัตราการไหลของพอลิเมอร์เท่ากันตลอดขณะที่พอลิเมอร์เจ็ทไม่ขาด ซึ่งขนาดของพอลิเมอร์เจ็ทเล็กลงจากขนาดท่อคาปิลลารีเดิมเนื่องจากแรงดึงของหัวปืน ดังนั้นจึงเทียบอัตราการไหลสองจุดคือ จุดที่พอลิเมอร์เริ่มออกมาจากหัวปืนและจุดที่พอลิเมอร์เจ็ทก่อนจะแข็งตัวเป็นเส้นใยโดยเป็นไปตามความสัมพันธ์ตามสมการ 8

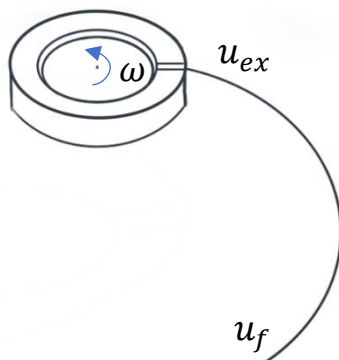
$$Q_{ex} = Q_f$$

สมการ 8

$$A_{ex}u_{ex} = A_fu_f$$

โดยที่ A_{ex} และ u_{ex} คือ พื้นที่หน้าตัดของท่อคาปิลลารี (m^2) และความเร็วขาออกของพอลิเมอร์เจ็ท (m/s) ตามลำดับ

A_f และ u_f คือ พื้นที่หน้าตัดของเส้นใย (m^2) และความเร็วการดึงเส้นใย (m/s) ตามลำดับ



รูปที่ 7 จำลองพอลิเมอร์เจ็ทที่ออกมาจากท่อคาปิลลารีและถูกดึงจนยืดยาวเป็นเส้นใยยาว

นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณหาขนาดเส้นใยและอัตราส่วนดิ่งยืดโดยใช้ความเร็วของพอลิเมอร์เจ็ทขาออกกับความเร็วของหัวปั่นได้ โดยระยะที่หัวปั่นสามารถดึงพอลิเมอร์เจ็ทออกไปเป็นตามระยะ X และความยาวที่พอลิเมอร์เจ็ทสามารถถูกดึงได้จริงคือระยะ Y แต่ว่ามุมที่เกิดขึ้นระหว่าง X และ Y เล็กมาก ๆ เนื่องจากความเร็วของหัวปั่นกับความเร็วพอลิเมอร์เจ็ทขาออกมีค่าแตกต่างกันมากจนสามารถประมาณได้ว่า $X = Y$ ดังนั้นสามารถหาระยะ X ได้โดยใช้สมการความเร็ว

$$X = u_f t$$

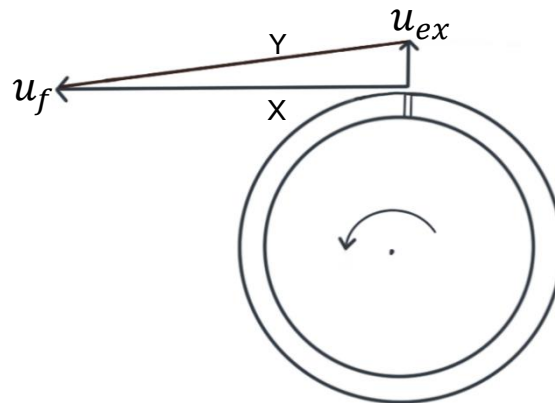
โดยที่ u_f คือ ความเร็วของหัวปั่นในแนวเส้นรอบวง (m/s)

t คือ เวลา (s) เฉลี่ยของพอลิเมอร์เจ็ทแข็งตัวเป็นเส้นใย

สำหรับเวลาสามารถหาจาก ความเร็วขาออกของพอลิเมอร์เจ็ทในแนวรัศมี คำนวณจาก

$$t = \frac{s_c}{u_{ex}}$$

โดยที่ s_c คือ ระยะห่างจากหัวปั่นที่ยังเป็นพอลิเมอร์หลอมเหลว



รูปที่ 8 จำลองทิศทางการเคลื่อนที่ของเส้นรอบวงของหัวปั่นและทิศความเร็วแนวรัศมีของพอลิเมอร์เจล (u_{ex})

จากรูปที่ 8 สามารถคำนวณขนาดเส้นใยได้โดยแทนค่าความเร็ว u_f และ u_{ex} ในสมการที่ 8 และจัดรูปใหม่จะได้เป็น

$$\begin{aligned}
 A_{ex}u_{ex} &= Au_f \\
 \frac{A_{ex}}{A} &= \frac{u_f}{u_{ex}} \\
 \frac{\pi r_{ex}^2}{\pi r^2} &= \frac{u_f}{u_{ex}} \\
 \frac{r}{r_{ex}} &= \sqrt{\frac{u_{ex}}{u_f}}
 \end{aligned}
 \tag{9}$$

โดยที่ r_{ex} คือ รัศมีของท่อคาปิลลารี (m)

r คือ รัศมีของเส้นใย (m)

u_{ex} คือ ความเร็วของพอลิเมอร์ไหลในท่อคาปิลลารี (m/s)

u_f คือ ความเร็วการดึงเส้นใย (m/s)

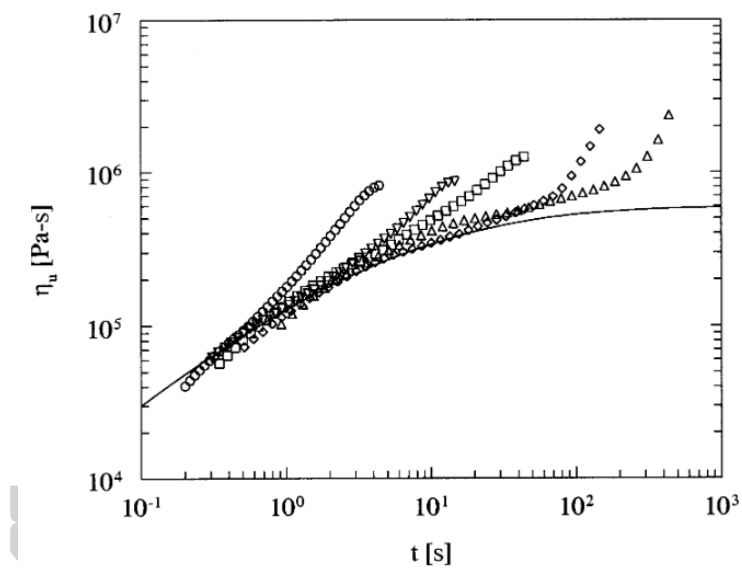
แต่อย่างไรก็ตามในกรณีของพอลิเมอร์ไหลไม่สามารถคิดว่ามีแรงหนืดการดึงต่ำมาก จึงต้องคำนึงถึง Elongation viscosity เสมอ ซึ่ง Elongation viscosity คือ แรงต้านทานการดึงยืดที่เกิดขึ้นขณะพอลิเมอร์เจลถูกดึงด้วยหัวปั่น โดย Elongation viscosity เป็น 3 เท่าของ Shear viscosity (μ) ดังเช่นสมการที่ 10 [17]

$$\lambda = 3\mu \quad (10)$$

โดยที่ λ คือ elongation viscosity (Pa·s)

μ คือ shear viscosity (Pa·s)

พฤติกรรมของ Elongation viscosity เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่เกิดขึ้นคือโดยทั่วไปคือ เมื่อ ดึงยืดของไหลชนิดหนึ่ง ๆ ไว้ด้วย Elongation rate ค่าหนึ่งผลปรากฏว่าค่า Elongation viscosity มีค่าเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาดังที่แสดงในรูปที่ 9 สาเหตุเป็นเพราะว่าของไหลในส่วนที่ถูกดึงยืดนั้นเกิด Hardening ดังนั้นเมื่อต้องรักษาอัตราการดึงยืดให้เท่าเดิมจำเป็นต้องเพิ่มแรงให้มากขึ้น



รูปที่ 9 การเพิ่มขึ้นของ Elongation viscosity ตามระยะเวลาของ PS ที่อุณหภูมิ 170 °C ด้วย Elongation rate คงที่ 0.01(Δ); 0.03 (◇); 0.1(□), 0.3(▽); 1.0(○). [18]

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

แนวทางและขั้นตอนการวิจัย

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อ พัฒนาระบบการผลิตชนิดใหม่โดยสามารถนำมาใช้งานได้จริง โดยเน้นการพัฒนาจากเครื่องมือที่มีการใช้งานจริงในปัจจุบัน โดยในงานวิจัยนี้พัฒนาเครื่องปั่นสายใหม่ เพื่อสามารถผลิตเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดโดยใช้การหมุนเหวี่ยงพอลิเมอร์หลอมเหลวให้ออกมาเป็นเส้นใยพอลิเมอร์ แต่ทว่าเครื่องปั่นสายใหม่แบบดั้งเดิมนั้นไม่สามารถปั่นให้เป็นเส้นใยพอลิเมอร์ จึงจำเป็นต้องปรับปรุงเครื่องปั่นสายใหม่ โดยปรับปรุงในส่วนของมอเตอร์โดยสามารถหมุนด้วยความเร็วรอบที่สูงมากขึ้นและสามารถควบคุมได้ ปรับปรุงระบบควบคุมความร้อน ปรับปรุงโครงสร้างให้มีความแข็งแรงทนทานมากขึ้น โดยใช้ชื่อว่า Rotational jet spinning (RJS)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

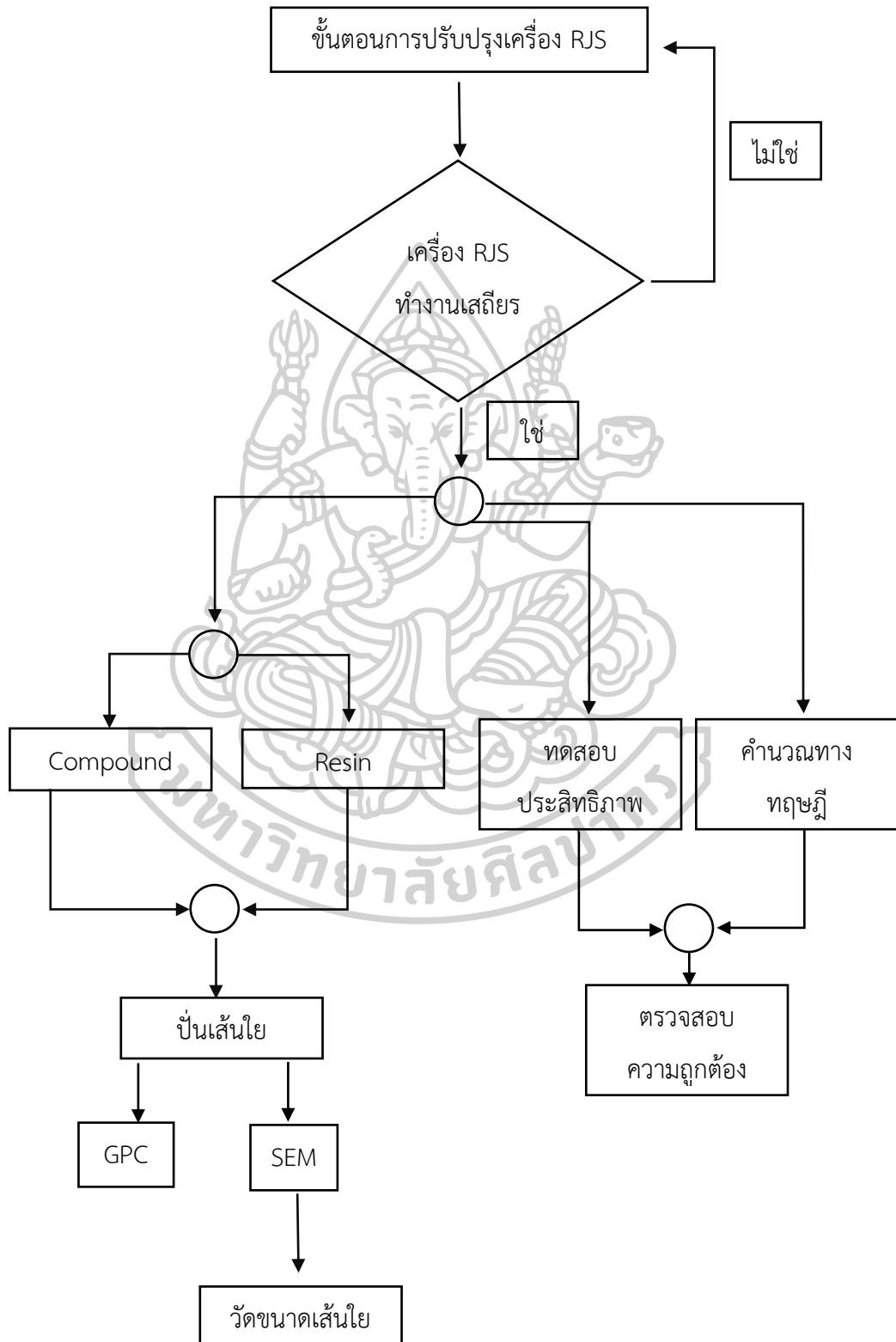
- พอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D ผลิตโดยบริษัท Nature work, USA ความหนาแน่น 1.24 g/cm³, melt temperature 145-160 °C melt flow index (210 °C, 2.16 kg) 14 g/10min
- พอลิแลกติกแอซิดเกรด L130 ผลิตโดยบริษัท Total Corbion Thailand ความหนาแน่น 1.24 g/cm³, melt temperature 175 °C, melt flow index (210 °C, 2.16 kg) 16 g/10min
- พอลิแลกติกแอซิดสังเคราะห์ สังเคราะห์โดย ศ.ยอดธง ไบมาก มหาวิทยาลัยมหาสารคาม melt temperature 167 °C, melt flow index (190 °C, 2.16 kg) ไม่สามารถวัดค่าได้

เครื่องมือที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์และการทดสอบ

- เครื่องศึกษาสมบัติการไหลและสมบัติทางกลเชิงไดนามิกส์ Modular Compact Rheometer รุ่น MCR-302 บริษัท Anton Paar ประเทศเยอรมัน
- เครื่องศึกษาสัณฐานวิทยา Scanning electron microscope (SEM)
- เครื่องวัดดัชนีการไหล Melt flow index
- เครื่องวัดความเร็วรอบแบบอินฟาเรด (Laser Photo Tachometer)

ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยได้แสดงไว้ในแผนผังดังต่อไปนี้



การปรับปรุงเครื่อง Rotational jet spinning (RJS) ให้มีความเสถียร

ปรับปรุงส่วนประกอบต่าง ๆ ให้มีประสิทธิภาพการทำงานให้ดีขึ้นเพื่อปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด ให้มีความเสถียรกล่าวคือ มีอาการสั่นน้อยที่สุดเท่าที่เป็นไปได้ สามารถผลิตเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดได้ และสามารถทำซ้ำหลายครั้งได้ นอกจากนี้ควบคุมอุณหภูมิและความเร็วรอบให้คงที่ โดยปรับปรุงส่วนประกอบต่าง ๆ ดังนี้

1. มอเตอร์และหน่วยควบคุม
2. ฮีตเตอร์ เซ็นเซอร์และหน่วยควบคุม
3. Slip ring
4. หัวปั่นและฝาปิด พร้อมกับเพิ่มท่อคาปิลลารีบนหัวปั่น
5. ระบบเก็บเส้นใย Collector
6. โครงสร้างของเครื่อง RJS

การทดสอบปั่นเส้นใย

ในการทดสอบปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดแต่ละเกรดจะต้องผ่านการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นระยะเวลาข้ามคืน จากนั้นในการทดสอบปั่นเส้นใย ใช้ปริมาณเรซิน 10 กรัม โดยแบ่งเป็นการศึกษาปัจจัยของความเร็วยรอบ และอุณหภูมิ โดยใช้พอลิแลกติกแอซิด 3 ชนิด ได้แก่ 3052D, L130 และ Synthesis PLA

ความเร็วยรอบ : ใช้ความเร็วยรอบในการทดสอบ 650 1700 และ 2800 rpm โดยให้อุณหภูมิคงที่ที่ 190 °C

อุณหภูมิ : ใช้อุณหภูมิในการทดสอบ 190 210 และ 230 °C โดยให้ความเร็วยรอบคงที่ที่ 650 rpm

สำหรับการปั่นเส้นใยด้วยพอลิแลกติกแอซิดผสมระหว่าง 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 และ 50/50 ใช้สำหรับการศึกษาการคำนวณตัวแปรต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยเครื่อง RJS โดยใช้เม็ดคอมพาวด์ปริมาณ 5 กรัม และเริ่มจับเวลาตั้งแต่เริ่มใส่เม็ดจนกระทั่งปั่นจนหมด เพื่อหาอัตราการผลิต

คำนวณทางทฤษฎี

เป็นการคำนวณตัวแปรที่เกี่ยวข้องในการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด ได้แก่

- อัตราการไหลตาม Poiseuille's law เทียบกับการทดสอบจริง จากสมการ

$$Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L} \quad \text{สมการ 2}$$

โดยที่ r คือ รัศมีของท่อคาปิลลารี (m)

L คือ ความยาวของท่อคาปิลลารี (m)

μ v Coefficient of viscosity (Pa·s)

ΔP คือ ความดันที่เกิดขึ้นจากแรงเหวี่ยง (Pa)

$$\Delta P = \rho l \omega^2 R \quad \text{สมการ 3}$$

โดยที่ ρ =คือ ความหนาแน่นของพอลิเมอร์หลอมเหลวอุณหภูมิ 200 C (kg/m³)

l คือ ความหนาของพอลิเมอร์หลอมเหลวขณะอยู่ในหัวปั่น (m)

ω =คือ ความเร็วเชิงมุม (rad/s)

R คือ รัศมีของหัวปั่น (m)

ในสมการหาความดันที่มีตัวแปรความหนาแน่น ซึ่งได้ทำการทดลองเพิ่มโดยใช้การวัดดัชนีการไหลด้วยเครื่อง Melt flow index เพื่อที่หาค่าความหนาแน่น ตามสมการ $\rho = m/v$ ซึ่งทราบค่ารัศมีและความยาวของกระบอกสูบ และชั่งน้ำหนักที่ออกมาจากเครื่อง melt flow index

- ความเร็วขาออก (u_{ex}) ภายในท่อคาปิลลารี จากสมการ $u_{ex} = \frac{Q}{A}$
- ความเร็วการดึงเส้นใย (u_f) ในกรณีที่เป็นของไหลที่มีความหนืดแบบ Newtonian เทียบกับที่เป็นพอลิเมอร์จริง
- ขนาดของเส้นใยเทียบกับขนาดที่ได้จากการวัดขนาดที่ได้จากการทดลองจริง
- Dimensionless number: Re number
- Shear rate ของเครื่อง RJS

การทดสอบประสิทธิภาพการทำงานของเครื่อง RJS

การทดสอบประสิทธิภาพแบ่งเป็นการทำทดสอบความเร็วรอบและระบบให้ความร้อน

การทดสอบความเร็วรอบ : แบ่งเป็นการทดสอบความเร็วรอบในขณะที่ไม่ได้ติดตั้งหัวปั่นและในขณะที่ติดตั้งหัวปั่น โดยเริ่มทดสอบด้วยแรงดันไฟฟ้าต่ำที่สุดที่หัวปั่นเริ่มหมุนโดยใช้เครื่องวัดความเร็วรอบแบบอินฟราเรดเป็นระยะเวลา 5 นาที และเพิ่มแรงดันทีละ 5 V ไปจนกว่าจะถึงขีดจำกัดของเครื่อง RJS

การทดสอบระบบให้ความร้อน : เป็นการทดสอบการทำงานของฮีตเตอร์ เช่น เซอร์และหน่วยควบคุมโดยวัดอุณหภูมิที่ 190 °C ที่หมุนด้วยความเร็วขั้นต่ำที่หัวปั่นหมุนได้เป็นระยะเวลา 5 นาที

การผสมเม็ดคอมพาวด์ (Compound)

ผสมเม็ดพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20%wt และ 50/50%wt โดยใช้ Internal mixer โดยอุณหภูมิ 190 °C ความเร็วสกรู 60 rpm เป็นระยะเวลา 10 นาที

Dynamic Mechanical Analysis (DMA)

ในการทดสอบด้วยเทคนิค DMA เป็นการจำลองสถานการณ์ความหนืดในหัวปั่น โดยเป็นการติดตามความหนืดตั้งแต่เริ่มต้นใส่เม็ดพอลิแลกติกแอซิด จนกระทั่งปั่นเส้นใยจนหมด

ศึกษาความหนืดของพอลิแลกติกแอซิด โดยใช้เครื่อง Modular compact rheometer โดยใช้โหมด temperature sweep และทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 170 - 200 °C ด้วยอัตราเพิ่มอุณหภูมิ 1.5 °C/min โดยนำเม็ดเรซินของพอลิแลกติกแอซิด ได้แก่ 3052D, L130, Synthesis PLA และพอลิเมอร์ผสมระหว่าง พอลิแลกติกแอซิด 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 และ 50/50 มาทดสอบหาสมบัติดังกล่าว

ศึกษาความหนืดเชิงซ้อนของพอลิแลกติกแอซิด โดยใช้เครื่อง Modular compact rheometer โดยใช้โหมด time sweep โดยทดสอบ ณ อุณหภูมิ 190 และ 200 °C เป็นระยะเวลา 30 นาที โดยใช้พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแลกติกแอซิด 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 และ 50/50 มาทดสอบหาสมบัติดังกล่าว

Gel Permeation Chromatography (GPC)

ศึกษาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดก่อนและหลังปั่นเส้นใยโดยการเตรียมสารละลายพอลิแลกติกแอซิด ว่าส่งผลต่อการปั่นเส้นใยด้วยเครื่อง RJS อย่างไรโดยใช้ ตัวอย่างในการทดสอบได้แก่

1. พอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D
2. พอลิแลกติกแอซิดเกรด Synthesis PLA
3. พอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 %wt
4. เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 %wt หลังจากปั่นให้เป็นเส้นใยด้วยเครื่อง RJS 2 นาที
5. เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 %wt หลังจากปั่นให้เป็นเส้นใยด้วยเครื่อง RJS 10 นาที

Scanning Electron Microscopy (SEM) และการวัดขนาดเส้นใย

ถ่ายภาพเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยเครื่อง RJS ในสภาวะต่าง ๆ เพื่อนำไปหาขนาดเส้นใยโดยใช้โปรแกรม Image J ในการวัดขนาดของเส้นใย โดยในการวัดขนาดเส้นใยทำตามขั้นตอนดังนี้

1. Import รูปภาพจากการทดสอบ SEM เข้าสู่โปรแกรม Image J
2. ตีตารางขนาด 1 ตารางนิ้ว จำนวน 36 ช่อง
3. ทำการ calibrate scale กับ scale ในภาพ SEM
4. วัดขนาดเส้นใยโดยการลากเส้นจากขอบของเส้นใยด้านหนึ่งไปยังอีกด้านหนึ่ง จากนั้นโปรแกรมจะคำนวณระยะที่ทำกรวัด ซึ่งเป็นขนาดของเส้นใยแต่ละเส้นที่ทำกรวัด
5. วัดทุกเส้น เส้นละ 2 จุด จนครบ 36 ช่อง และวัดทั้งหมด 3 รูป ในหนึ่งตัวอย่าง
6. หาค่าเฉลี่ยของเส้นใยจากข้อมูลที่วัดได้ และค่า SD จากตัวอย่างที่ทำกรวัด

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยได้ทำการปรับปรุงและพัฒนาส่วนประกอบต่าง ๆ ของเครื่องปั่นสายไหมให้สามารถเตรียมเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดได้โดยใช้ชื่อว่า Rotational jet spinning (RJS) เมื่อปรับปรุงเครื่องปั่นสายไหมให้มีประสิทธิภาพการทำงานที่ดีมากขึ้นแล้ว จึงได้ทดสอบกับพอลิแลกติกแอซิดเพื่อเตรียมเป็นเส้นใยพอลิเมอร์แบบไม่ถักทอ นอกจากนี้ยังหาปัจจัยและคุณสมบัติที่จำเป็นต่อการเตรียมเส้นใยพอลิแลกติก

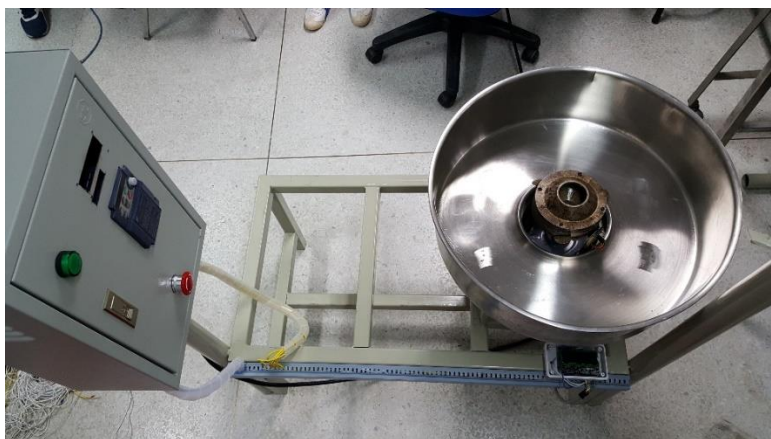
เครื่องปั่นสายไหมเป็นพื้นฐานของเครื่อง Rotational jet spinning ซึ่งแสดงไว้ในรูปที่ 10 โดยทำให้ส่วนประกอบและการทำงานต่าง ๆ นั้นคล้ายคลึงกันเพียงแต่ว่าเครื่องปั่นสายไหมไม่สามารถวัดและควบคุมอุณหภูมิ อีกทั้งมีความเร็วรอบที่ต่ำและยังไม่สามารถควบคุมความเร็วรอบได้ นอกจากนี้ยังไม่สามารถปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดได้จึงทำให้เครื่องปั่นสายไหมไม่เหมาะสมสำหรับการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด ดังนั้น เครื่อง RJS ต้องมีส่วนประกอบต่าง ๆ ให้มีประสิทธิภาพที่มากกว่าเครื่องปั่นสายไหม ซึ่งส่วนประกอบต่าง ๆ ที่ได้พัฒนาให้มีประสิทธิภาพมากขึ้นโดยมีลำดับในการแก้ไขดังต่อไปนี้



รูปที่ 10 เครื่องปั่นสายไหมที่เป็นเครื่องต้นแบบของเครื่อง Rotational jet spinning (RJS)

ในงานวิจัยก่อนหน้านี้ในระดับปริญญาตรี ได้ทำการวิจัยในหัวข้อเรื่อง การศึกษาความเป็นไปได้ของการเตรียมเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดที่เตรียมโดยเครื่องอัดฉีดแบบปั่นหมุน โดยเป็นการปรับปรุงเครื่องปั่นสายไหมให้สามารถผลิตเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด ซึ่งมีการปรับปรุงในส่วนของ มอเตอร์และหน่วยควบคุม เช่น เซอร์ตรวจวัดอุณหภูมิ และส่วนของโครงสร้างของเครื่อง ให้เหมาะแก่การปั่นเส้นใย

พอลิแลกติกแอซิด ซึ่งในส่วนของมอเตอร์ได้ใช้มอเตอร์ชนิด Induction motor ที่ควบคุมด้วยเครื่องควบคุมความเร็วรอบ ซึ่งทำความเร็วรอบได้สูงสุด 1800 rpm ในส่วนของเซ็นเซอร์ได้ใช้เซ็นเซอร์วัดอุณหภูมิแบบอินฟราเรด ที่ควบคุมด้วยโปรแกรม Arduino ในการควบคุมอุณหภูมิ ฝาปิดได้ถูกปรับปรุงให้มีความหนามากขึ้นเป็น 10 mm. เนื่องจากมีการบิดโค้งงอเมื่อใช้งานเป็นระยะเวลานาน และโครงสร้างของเครื่องมีลักษณะดังรูปที่ 11



รูปที่ 11 เครื่อง RJS เวอร์ชันที่หนึ่งที่ปรับปรุงมาจากเครื่องปั่นสายไหม

หลังที่ได้ปรับปรุงเครื่องเรียบร้อยแล้ว ได้ทำการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D แต่ทว่าไม่สามารถปั่นออกมาเป็นเส้นใยได้ จึงได้ใช้พอลิแลกติกแอซิดเกรด Synthesis PLA ที่มีน้ำหนักโมเลกุลและความหนืดต่ำมาทดสอบปั่นแทน ซึ่งผลปรากฏว่าสามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ดังรูปที่ 12



รูปที่ 12 เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด Synthesis PLA ที่ปั่นด้วยเครื่อง RJS เวอร์ชันที่หนึ่งด้วยสภาวะ 1800 rpm อุณหภูมิ 250 °C

หลังจากการปรับปรุงเครื่อง RJS เวอร์ชันแรก ทำให้ทราบว่ายังไม่สามารถป้อนเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด เนื่องจากความเร็วรอบยังต่ำเกินไปและระบบการควบคุมยังไม่ดีพอที่จะสามารถควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ได้ จึงได้ปรับปรุงเครื่อง RJS ให้สามารถป้อนเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดได้โดยเริ่มต้นด้วยการปรับปรุงมอเตอร์และเซ็นเซอร์เป็นลำดับแรก

มอเตอร์และหน่วยควบคุมความเร็วรอบ

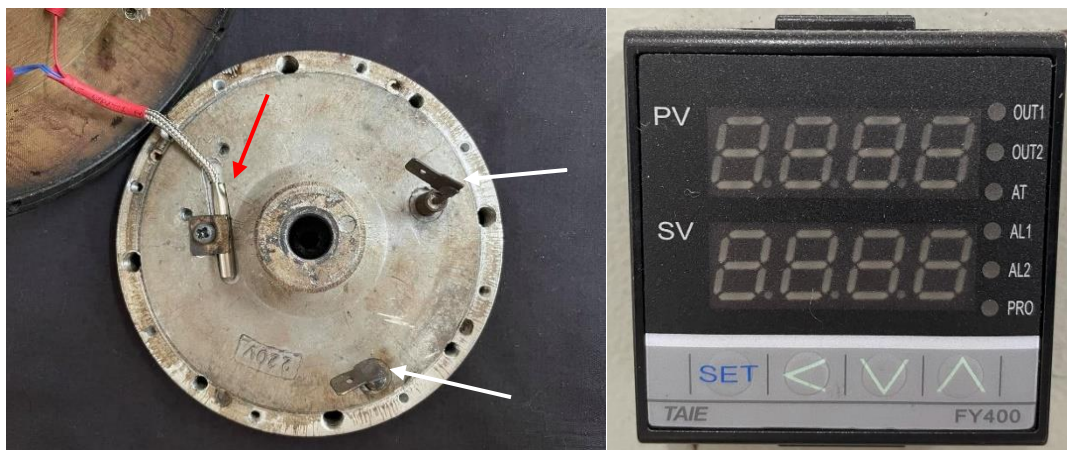
ความเร็วรอบเป็นหนึ่งในปัจจัยที่สำคัญต่อการป้อนเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด ซึ่งจำเป็นที่จะต้องปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพที่ดีเป็นลำดับแรก โดยเปลี่ยนมาใช้มอเตอร์แบบยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ที่สามารถทำความเร็วรอบได้เกินกว่า 10,000 rpm และปรับปรุงส่วนควบคุมโดยเปลี่ยนจากสวิตช์ปรับแรงดันไฟฟ้าเป็น Voltage regulator ที่ปรับแรงดันไฟฟ้าเช่นเดียวกันแต่มีประสิทธิภาพการทำงานที่ดีกว่า ยูนิเวอร์แซลมอเตอร์และ Voltage regulator แสดงไว้ในรูปที่ 13



รูปที่ 13 ยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ (ซ้าย) และ Voltage regulator (ขวา) สำหรับควบคุมความเร็วรอบ

เซ็นเซอร์วัดอุณหภูมิและหน่วยควบคุมอุณหภูมิ

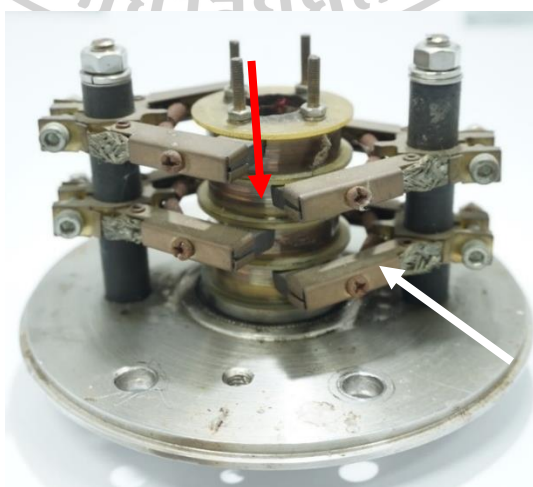
ก่อนหน้านี้ที่เซ็นเซอร์เป็นชนิดอินฟาเรดซึ่งมีการวัดอุณหภูมิได้ไม่ดี มีความคลาดเคลื่อนสูง จึงได้เปลี่ยนเซ็นเซอร์ เป็นชนิด RTD pt100 ซึ่งติดตั้งไว้ใต้หัวปั่น ดังรูปที่ 14 ลูกศรสีแดง โดยที่หัวปั่นนี้ยังมีฮีตเตอร์ที่ถูกฝังอยู่ในหัวปั่นดังรูปที่ 14 ลูกศรสีขาว และควบคุมด้วยเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ชนิด PID ยี่ห้อ TAIE รุ่น FY400 รูปที่ 14 ด้านขวา ซึ่งระบบควบคุมอุณหภูมิที่ติดตั้งใหม่นี้มีความแม่นยำและเสถียรมากกว่าระบบอินฟาเรด เมื่อติดตั้งเซ็นเซอร์ชนิดใหม่นี้ไว้ที่ใต้หัวปั่น ทำให้จำเป็นต้องเปลี่ยนระบบ slip ring ใหม่ เพื่อให้รองรับต่อการทำงานของเครื่อง RJS



รูปที่ 14 ตำแหน่งติดตั้งของเซ็นเซอร์ Pt 100 (ลูกศรสีแดง) ฮีตเตอร์ (ลูกศรสีขาว) และเครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) ชนิด PID (ขวา)

Slip ring

Slip ring เป็นส่วนประกอบที่เหมือนกับสะพานไฟที่เชื่อมต่อระหว่างหัวป้อนที่ติดตั้งเซ็นเซอร์และฮีตเตอร์กับระบบควบคุมอุณหภูมิของเครื่อง RJS มีลักษณะเป็นวงแหวนทำมาจากทองแดงซ้อนกันทั้งหมด 4 ชั้นโดยที่แต่ละชั้นจะนำไฟฟ้าแยกออกจากกัน โดย Slip ring ถูกเชื่อมต่อเข้ากับฮีตเตอร์และเซ็นเซอร์ นอกจากนี้ยังมีแปรงถ่านคาร์บอนที่สามารถนำไฟฟ้าได้จะจับกับ Slip ring และเชื่อมต่อเข้ากับตู้ควบคุมเพื่อรับแหล่งพลังงานจากภายนอก ในการทำงานของหัวป้อนและ Slip ring จะหมุนพร้อมกันโดยที่แปรงถ่านคาร์บอนจะอยู่นิ่ง ซึ่งทำให้สามารถจ่ายไฟฟ้าเข้ากับหัวป้อนที่มีฮีตเตอร์และเซ็นเซอร์อยู่ เพื่อเป็นหน่วยควบคุมอุณหภูมิให้กับเครื่อง RJS โดยที่ Slip ring แสดงไว้ในรูปที่ 15 ลูกศรสีแดงคือทองแดง และลูกศรสีขาวคือแปรงถ่านคาร์บอน



รูปที่ 15 Slip ring (ลูกศรสีแดง) และแปรงถ่านคาร์บอน (ลูกศรสีขาว)

จากการปรับปรุงเพียงแค่ระบบความเร็วและระบบควบคุมความร้อนก็เพียงพอที่จะปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด แล้วแต่ทว่ายังเกิดปัญหาขึ้นคือ การเก็บเส้นใยจึงได้ทำยากเนื่องจาก เส้นใยลอยฟุ้ง เพราะวาล์วที่ติดตั้งไว้ที่หัวปั่นดังรูปที่ 16 ในวงกลมสีแดง จึงได้นำพัดออกไปและนำมอเตอร์ หัวปั่น และ Slip ring มาประกอบเข้าด้วยกัน เป็นเครื่อง RJS เวอร์ชันที่สองดังรูปที่ 17



รูปที่ 16 ไบพัดที่ติดตั้งอยู่กับหัวปั่นก่อนถูกนำออกไป (วงกลมสีแดง) ด้านซ้าย และหลังจากนำไบพัดออกไป ด้านขวา



รูปที่ 17 เครื่อง RJS เวอร์ชันที่สอง (ซ้าย) และหัวปั่น Slip ring และมอเตอร์ ที่ประกอบเข้าด้วยกัน (ซ้าย)

เมื่อปรับปรุงเครื่อง RJS จนได้เวอร์ชันก่อนหน้านี้ จึงได้ปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D ที่สภาวะ 1800 rpm อุณหภูมิ 190 °C ปรากฏว่าสามารถปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดได้ แต่ต้องใช้เวลาประมาณมากกว่า 30 นาที ดังรูปที่ 18



รูปที่ 18 เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D ที่สภาวะ 1800 rpm อุณหภูมิ 190 °C

จากการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดดังกล่าว พบปัญหาที่เกิดขึ้นคือเส้นใยเข้าไปติดข้างในตัวเครื่อง RJS โดยไปติดอยู่บริเวณ Slip ring จนมีปัญหาอาการไฟฟ้าลัดวงจร จึงได้ปรับปรุงปัญหาดังกล่าว โดยติดตั้งแผ่นวงแหวนไว้ที่ช่องว่างระหว่างหัวปั่นและ Collector ดังรูปที่ 19



รูปที่ 19 ช่องว่างระหว่างหัวปั่นและฝาปิด วงกลมสีแดง(ภาพซ้าย) และติดตั้งแผ่นวงแหวนเพื่อปิดช่องว่างดังกล่าว วงกลมสีขาว(ภาพขวา)

อีกปัญหาที่เกิดขึ้นคืออาการสั่นของเครื่อง RJS ซึ่งเป็นอาการสั่นที่เครื่อง RJS เคลื่อนที่ออกจากจุดเดิม ทำให้เป็นปัญหาต่อการทดสอบปั่นเส้นใย เนื่องจากไม่สามารถปั่นเส้นใยด้วยความเร็วรอบสูง ๆ ได้ จึงได้แก้ปัญหาดังกล่าวด้วยการเปลี่ยนฝาปิดใหม่ โดยลดส่วนที่ไม่จำเป็นออกและลดความ

หนาจากเดิม 10 mm. เป็น 5 mm. และตัดส่วนเกินของหัวป้อนออกไปด้วยดังรูปที่ 20 และรูปที่ 21 ตามลำดับ



รูปที่ 20 ฝาปิดก่อนปรับปรุง (ซ้าย) และหลังปรับปรุง (ขวา)



รูปที่ 21 หัวป้อนก่อนตัดส่วนเกินที่อยู่ใต้หัวป้อน (ซ้าย) และหลังจากตัดส่วนเกินออกและประกอบเข้ากับฝาปิดแบบใหม่ (ขวา)

นอกจากนี้ยังได้ปรับปรุงในส่วนของตัวเครื่องให้มีน้ำหนักมากขึ้นเพื่อลดอาการสั่นดังกล่าว โดยตัวเครื่องที่ปรับปรุงใหม่เป็นดังรูปที่ 22



รูปที่ 22 โครงสร้างของเครื่อง RJS ที่ปรับปรุงใหม่ และช่องว่างระหว่าง Collector และหัวปั่นที่ลดลง

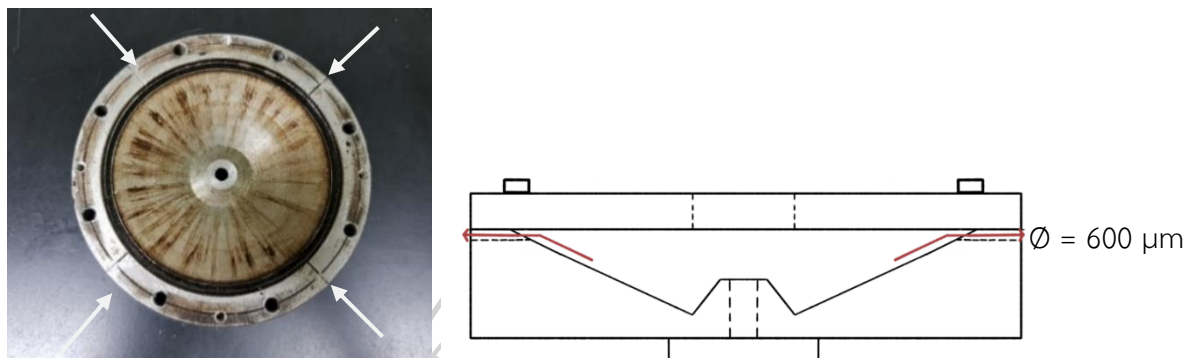
นอกจากนี้ได้ปรับปรุงระบบควบคุมการทำงานของเครื่อง RJS ทั้งหมดเพิ่มเติม เพื่อความปลอดภัยและง่ายต่อการใช้งาน โดยการเพิ่มตู้ควบคุมเพื่อควบคุมการทำงานของเครื่อง RJS ซึ่งประกอบไปด้วยการเปิดปิดเครื่อง RJS เปิดปิดการทำงานของฮีตเตอร์ เปิดปิดการทำงานของมอเตอร์ และปั๊มสุกฉิน โดยแสดงไว้ในรูปที่ 23



รูปที่ 23 ตู้ควบคุมการทำงานของเครื่อง RJS ภายนอก(ซ้าย) ภายใน(ขวา)

ในการปั่นเส้นใยก่อนหน้านี้ พอลิแลกติกแอซิดจะไหลออกมาจากรอยต่อระหว่างหัวปั่นและฝาปิด ซึ่งเส้นใยจะออกมาจากหัวปั่นแบบสุ่ม ทำให้การควบคุมอัตราการผลิตและขนาดเส้นใยทำได้ยาก เพื่อควบคุมมาตรฐานการปั่นเส้นใย จึงได้กัดร่องขนาด $600\ \mu\text{m}$ ไว้ที่หัวปั่นดังรูปที่ 24 (ซ้าย)

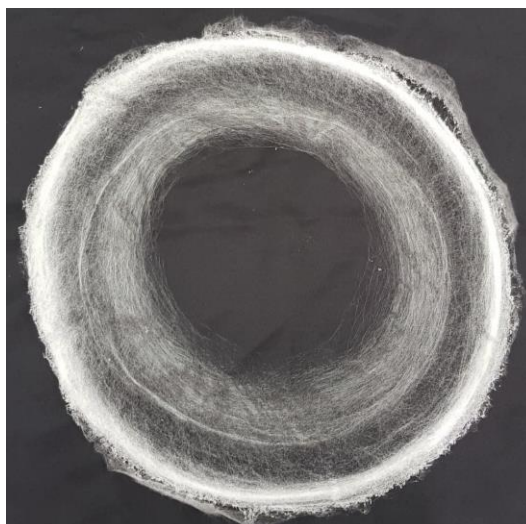
และเมื่อนำฝาปิดประกบเข้ากับหัวปั่นจะเกิดเป็นท่อคาปิลลารีขนาดเล็ก (ลูกศรสีขาว) เพื่อเป็นช่องทางให้พอลิเมอร์ หลอมเหลวไหลผ่านเพื่อออกจากหัวปั่นในกระบวนการปั่นเส้นใย โดยที่พอลิแลกติกแอซิดหลอมเหลวจะไหลผ่านท่อคาปิลลารี เป็นไปตามทฤษฎีที่กล่าวไว้ในบทที่ 2



รูปที่ 24 ร่องขนาด 600 μm บนหัวปั่น (ลูกศรสีขาว)(ซ้าย) และภาพตัดขวางแสดงลักษณะภายในของหัวปั่นและทิศทางการเคลื่อนที่ของพอลิเมอร์หลอมเหลวภายในหัวปั่น (ลูกศรสีแดง)(ขวา)

จากการปรับปรุงครั้งนี้พบว่าเส้นใยยังสามารถเข้าช่องว่างระหว่าง Collector และหัวปั่นได้ แต่มีปริมาณที่น้อยลงมากกว่าเดิม และอาการสั่นของเครื่อง RJS ลดลงอย่างมาก และจากการปรับปรุงเครื่อง RJS ในครั้งนี้พบว่า เครื่อง RJS สามารถหมุนด้วยความเร็วสูงสุด 2800 rpm และสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ถึง 300 $^{\circ}\text{C}$ จึงได้ทดสอบปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด จากนั้นเพื่อศึกษาผลของความเร็วรอบและอุณหภูมิว่ามีผลต่อขนาดเส้นใยอย่างไรบ้าง โดยการศึกษาปัจจัยของความเร็วรอบ โดยใช้ความเร็วได้แก่ 650, 1700 และ 2800 rpm โดยใช้อุณหภูมิคงที่ 190 $^{\circ}\text{C}$ และการศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิ ใช้อุณหภูมิได้แก่ 190, 210 และ 230 $^{\circ}\text{C}$ โดยใช้ความเร็วรอบคงที่ 650 rpm โดยใช้พอลิแลกติก 3 ชนิด ได้แก่ 3052D, L130 และ Synthesis PLA

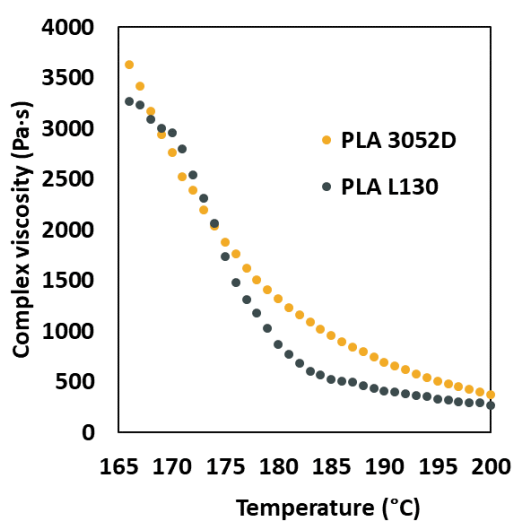
ในการทดสอบการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดทั้งสามเกรดพบว่าสามารถปั่นเส้นใยได้ สมบูรณ์ทั้งหมด ยกเว้นเกรด Synthesis PLA ที่อุณหภูมิ 230 $^{\circ}\text{C}$ ความเร็วรอบ 650 rpm ที่ไม่สามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ แต่มีลักษณะเป็นหยดแทน ซึ่งลักษณะเส้นใยที่ปั่นได้มีลักษณะเป็นแผ่นวงกลมมีรูตรงกลางคล้ายโดนัท พอลิแลกติกแอซิดหลอมเหลวจะไหลออกมาจากหัวปั่นผ่านท่อคาปิลลารีเป็น “พอลิเมอร์เจ็ท” พอลิเมอร์เจ็ทนี้จะเริ่มแข็งตัวเป็นของแข็งและพุ่งออกจากหัวปั่นและมีแรงดึงดูดจากหัวปั่นทำให้เกิดเป็นเส้นใย เส้นใยที่พุ่งออกมาจะเกาะด้วยตัวเองจนเป็นแผ่นบางดังในรูปที่ 25



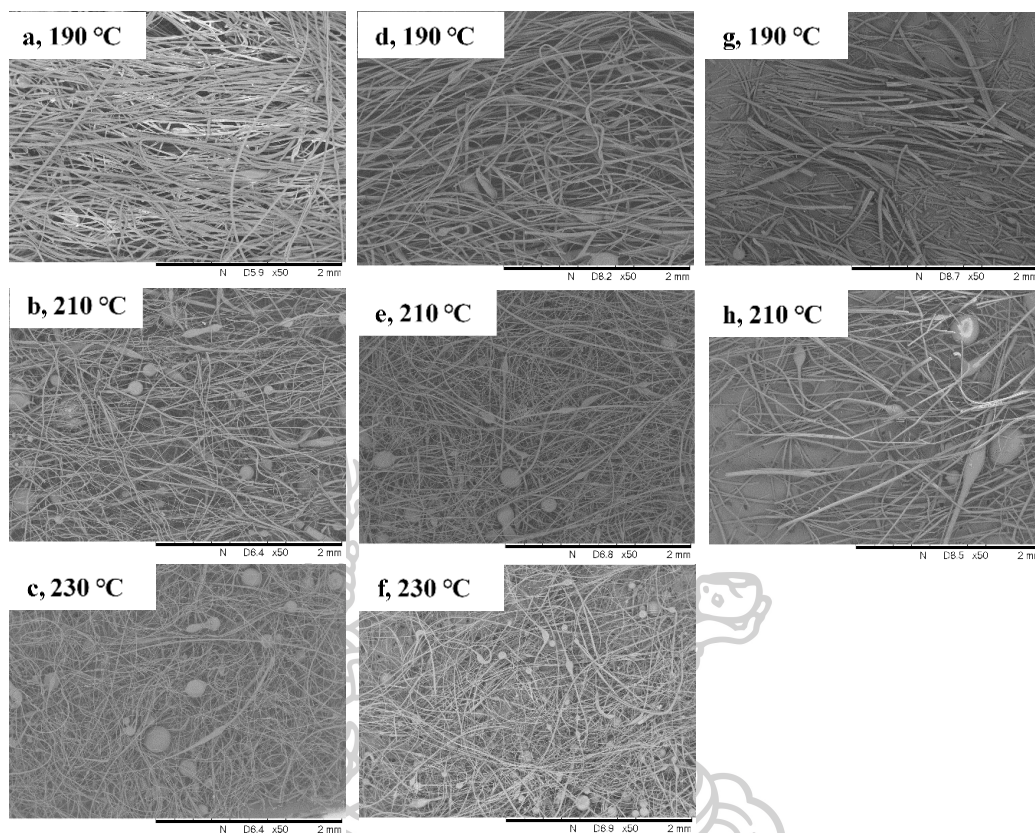
รูปที่ 25 เส้นใย PLA แบบไม่ถักทอที่ได้จากการเตรียม

การศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิ

ผลการทดสอบปั่นเส้นใยโดยเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยที่มีความเร็วรอบคงที่ 650 rpm ขนาดเส้นใยลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเพราะว่าอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวลดลง เช่นเดียวกับกราฟความหนืดในรูปที่ 26 อย่างไรก็ตามถ้าความหนืดน้อยเกินไปจะทำให้ไม่สามารถขึ้นเป็นเส้นใยได้และเกิดเป็นเม็ดปัด และขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ PLA 3052D, L130 และ synthesis PLA แสดงไว้ในตารางที่ 1 ถึงตารางที่ 3 และยิ่งอุณหภูมิมากขึ้นเท่าไรก็ยังมีเม็ดปัดเพิ่มมากขึ้นเท่านั้นโดยภาพของเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด แสดงไว้ในรูปที่ 27



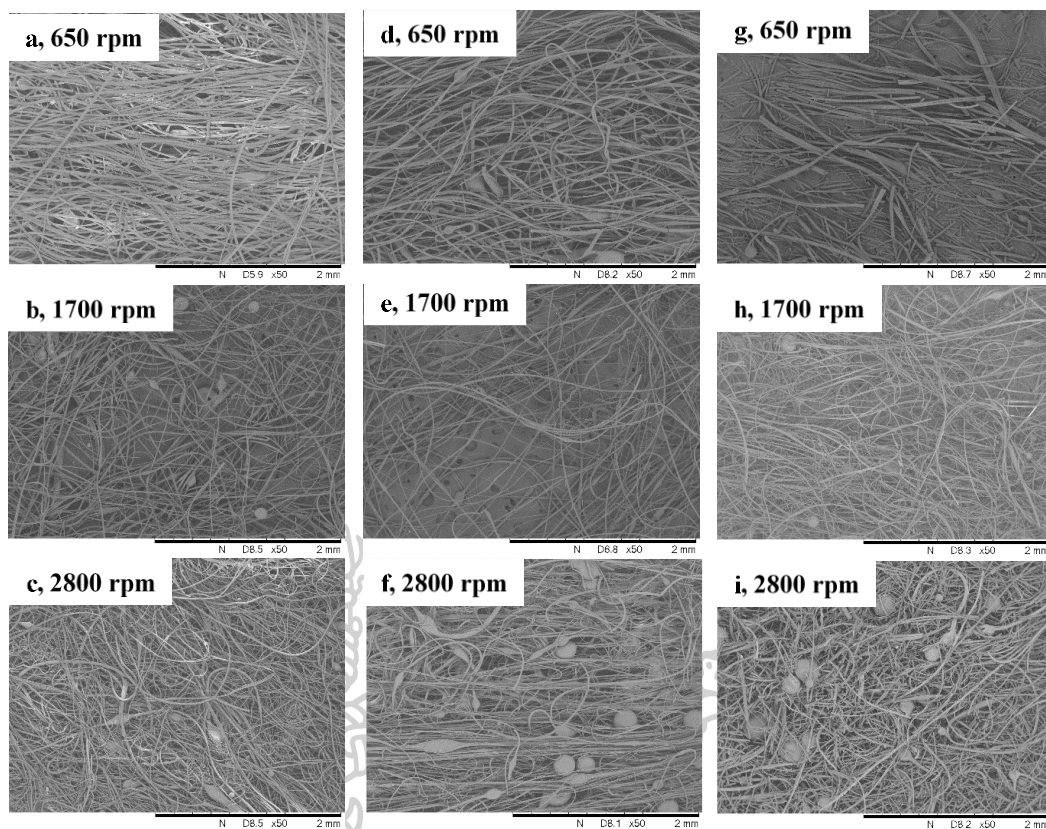
รูปที่ 26 ความหนืดของพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D และ L130 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 27 ขนาดของเส้นใย Polylactic acid โดยที่เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยที่ความเร็วรอบคงที่ 650 rpm (a-c) PLA 3052D, (d-e) PLA L130, (g-h) Synthesis PLA

การศึกษาปัจจัยของความเร็วรอบ

ผลของการทดสอบปั่นเส้นใยโดยเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบโดยที่อุณหภูมิคงที่ 190 °C ขนาดเส้นใยลดลงเมื่อความเร็วรอบเพิ่มขึ้น เพราะว่าความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้นจะทำให้มีความดันที่เพิ่มมากขึ้นตามสมการที่ 3 ในบทที่ 2 ซึ่งจะส่งผลให้อัตราการไหลเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วยอีกทั้งแรงดึงที่เกิดขึ้นจะมีมากขึ้นเช่นเดียวกัน เมื่อแรงดึงเส้นใยมากก็จะทำให้เส้นใยพอลิแลกติกแอซิดมีขนาดเล็กลงตามความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้น แต่ทว่าความเร็วรอบมากกว่า 2800 rpm ทำให้เกิดเม็ดปัดขึ้นระหว่างกระบวนการเนื่องจากแรงดึงที่มากจนเกินไปทำให้พอลิเมอร์เจ็ทไม่สามารถเกิดเป็นเส้นใยได้จึงเกิดเม็ดปัดขึ้น ขนาดเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดแสดงไว้ในตารางที่ 1 ถึงตารางที่ 3 และลักษณะของเส้นใยแสดงไว้ในรูปที่ 28



รูปที่ 28 ขนาดของเส้นใย Polylactic acid โดยที่เปลี่ยนแปลงความเร็วรอบโดยที่อุณหภูมิคงที่ ที่ 190 °C (a-c) PLA 3052D, (d-e) PLA L130, (g-i) Synthesis PLA

ตารางที่ 1 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ PLA 3052D

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	22.30 \pm 5.45	14.73 \pm 3.94	13.28 \pm 3.75
1,700	14.60 \pm 6.55	12.30 \pm 7.06	6.46 \pm 3.11
2,800	7.50 \pm 2.60	7.39 \pm 2.86	7.20 \pm 3.37

ตารางที่ 2 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ PLA L130

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	18.60 \pm 5.36	11.80 \pm 3.55	11.20 \pm 4.75
1,700	15.46 \pm 4.51	13.37 \pm 5.77	11.42 \pm 4.76
2,800	14.16 \pm 5.42	9.65 \pm 4.14	5.50 \pm 2.73

ตารางที่ 3 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของ Synthesis PLA

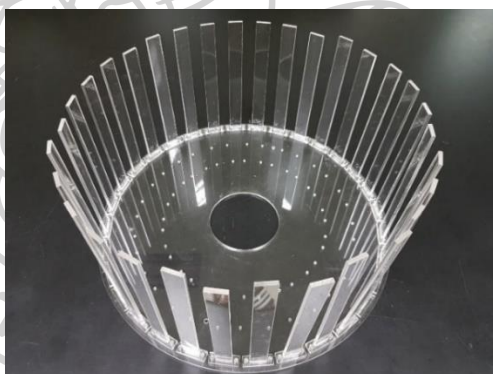
Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	20.91 \pm 7.48	15.90 \pm 7.55	N/A
1,700	14.92 \pm 6.20	7.74 \pm 3.98	N/A
2,800	9.53 \pm 5.91	8.87 \pm 4.30	N/A

การเกิดบิด

เมื่อพอลิแลกติกแอซิดหลอมเหลวไหลผ่านท่อคาปิลลารีออกมาสู่ภายนอก จะถูกเรียกว่าพอลิเมอร์เจ็ท ซึ่งพอลิเมอร์เจ็ทนี้จะถูกดึงให้เป็นเส้นขนาดเล็กกว่าท่อคาปิลลารีด้วยความเร็ว ในขณะที่ถูกดึง โมเลกุลพอลิเมอร์เจ็ทจะจัดเรียงตัวตามแนวแรงดึง จนมีความยาวมากขึ้นและแข็งตัวเป็นเส้นใยแข็งในที่สุด แต่ทว่าถ้าพอลิแลกติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ หรือมีโมเลกุลขนาดเล็กจะทำให้การเกี่ยวพันกันของสายโซ่มีน้อยหรือมี melt strength ต่ำ จนทำให้ไม่สามารถทนต่อแรงดึงของหัวปั่นได้ จนในที่สุดก็ขาด ถ้าพอลิแลกติกแอซิดยังไม่กลายเป็นของแข็ง พอลิเมอร์หลอมเหลวนั้นจะถูกหัวปั่นหมุนให้พอลิเมอร์เจ็ทขาดออกเป็นละอองฝอยทรงกลม ดังเช่นในงานวิจัยของ Tom O'Haire และคณะ[19] และงานวิจัยของ Zander, Nicole E. [20] ที่เกิดเม็ดบิดปะปนไปกับเส้นใยในที่สุด ซึ่ง

สามารถนำกลไกนี้ไปใช้ในการปั่นเส้นใยชนิดอื่น ๆ ได้ไม่ว่าจะเป็น PBS, PET หรือเป็นพอลิเมอร์เกรดอื่น ๆ สำหรับการผลิตเส้นใยพอลิเมอร์ในอนาคต

หลังจากแก้ปัญหาเรื่องอาการสั่นของเครื่องและหัวปั่น ผลปรากฏว่าอาการสั่นของเครื่องยังคงมีอยู่แต่ว่าปัญหาเหล่านั้นลดลงอย่างมาก แต่ว่าได้เกิดปัญหาใหม่ขึ้นคือ เส้นใยเกิดการทับถมที่แผ่นปิดช่องว่างระหว่าง Collector และหัวปั่นทำให้ เมื่อปั่นเส้นใยที่ปริมาณต่อครั้งมากกว่า 10 กรัม จะทำให้เกิดปัญดังกล่าวและเส้นใยเมื่ออยู่ใกล้หัวปั่นก็จะเกิดการหลอมติดกันเป็นก้อนในที่สุด นอกจากนี้ ในบริเวณรอบนอก Collector มีความร้อนสะสมมากขึ้นเมื่อปั่นเส้นใยเป็นระยะเวลาานาน ทำให้เส้นใยที่ออกมาได้หลอมติดกัน จึงทำให้ต้องออกแบบ Collector ใหม่โดยที่จะต้องมีส่วนระบายความร้อนที่จะเกิดขึ้น โดยที่ Collector ที่ออกแบบใหม่ได้เปลี่ยนจากเหล็กที่ระบายความร้อนเป็นอะคริลิก โดยประกอบไปด้วยสองส่วน คือ ฐานวงกลมเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 125 cm. เพื่อใช้เป็นฐานยึดติดกับโครงสร้างหลักและเป็นฐานสำหรับยึดกับเสาอะคริลิก โดยที่เสาอะคริลิกขนาด 25 x 450 mm. ซึ่งเป็นส่วนที่เส้นใยจะมายึดเกาะ โดยเสาอะคริลิกนี้ปรับระยะห่างได้ 3 ระดับ โดยวัดระยะห่างตั้งแต่ขอบของหัวปั่นจนถึงเสาอะคริลิก ได้แก่ 8 13 และ 15 cm ดังรูปที่ 29



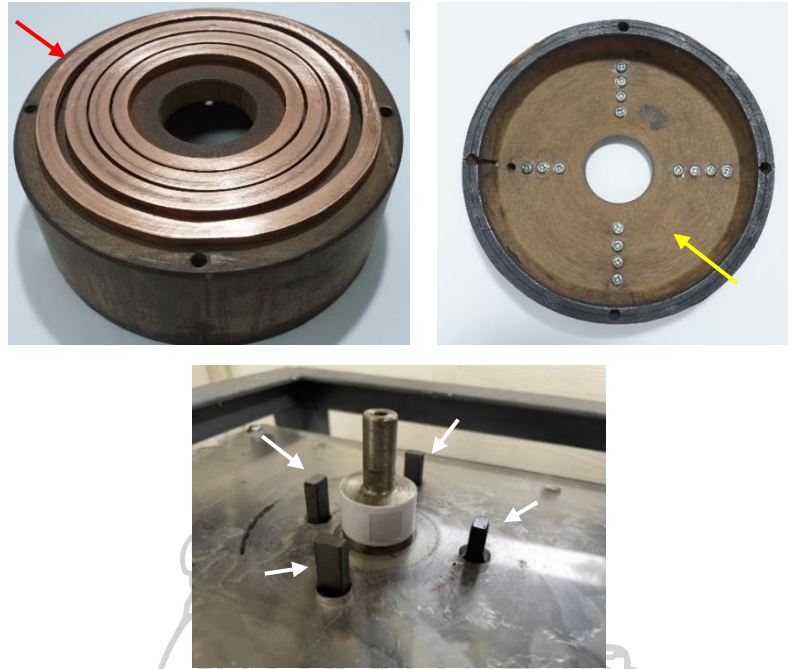
รูปที่ 29 ส่วนกักเก็บเส้นใยที่ทำมาจากอะคริลิก

ปัญหาเรื่องเส้นใยเข้าไปในตัวเครื่องและไปเกาะกับ Slip ring จนทำให้เกิดไฟช็อตและไฟฟ้าลัดวงจรอยู่หลายครั้งดังในรูปที่ 30 นอกจากนี้สายไฟที่เชื่อมต่อระหว่าง Slip ring และฮีตเตอร์ เซ็นเซอร์ เกี่ยวกับส่วนอื่น ๆ ของหัวปั่นจนขาดและอาจจะเกิดอุบัติเหตุได้ในอนาคต



รูปที่ 30 ร่องรอยที่เกิดจากการขีดของ slip ring เนื่องจากมีพลาสติกเข้าไปติดด้านใน (วงกลมสีแดง)

จากปัญหาดังกล่าวทำให้ต้องออกแบบ Slip ring ใหม่เพื่อลดปัญหาไฟขีดและสายไฟเกี่ยวกับโครงสร้างอื่น ๆ ของเครื่อง RJS จึงได้ออกแบบให้ Slip ring ให้อยู่ในแนวนอนเรียกว่า Pancake slip ring โดยยึดติดเข้ากับ Bakelite ซึ่งเป็นฉนวนไฟฟ้าและนอกจากนี้ Bakelite ยังทำหน้าที่ป้องกันสายไฟที่จะไปเกี่ยวพันเข้ากับส่วนอื่น ๆ ของเครื่องและป้องกันการถ่ายเทความร้อนทำบริเวณรอบเซ็นเซอร์ได้อีกด้วย เมื่อออกแบบ Slip ring เป็นแบบ Pancake slip ring ทำให้ต้องเปลี่ยนรูปแบบแปรงถ่านใหม่จากเดิมที่ใช้เป็นแบบกล้ำมปู ต้องเปลี่ยนเป็นแบบยึดติดอยู่กับแผ่นอะคริลิกที่เป็นฉนวนไฟฟ้าหนา 15 mm. โดยใช้แปรงถ่าน 4 ตัว ซึ่งวางไว้ด้านล่างของ Pancake slip ring เมื่อประกอบหัวปั่นเข้ากับยูนิเวอร์ซัลมอเตอร์จะทำให้แปรงถ่านแต่ละตัวเชื่อมต่อเข้ากับ Pancake slip ring โดยที่แต่ละวงจะทำหน้าที่นำไฟฟ้าในแต่ละส่วนแยกออกจากกันระหว่างฮีตเตอร์และเซ็นเซอร์ โดยแสดงไว้ในรูปที่ 31

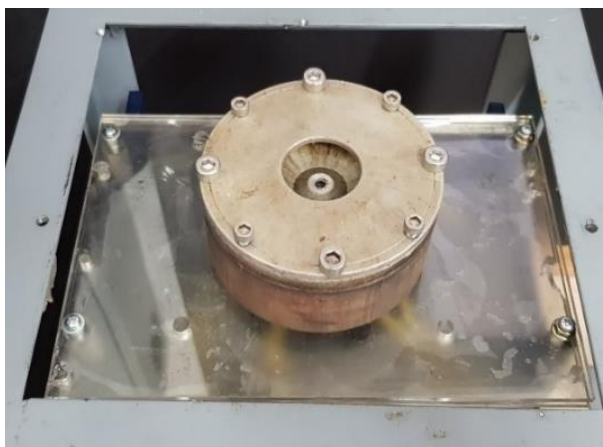


รูปที่ 31 Slip ring ทองแดง 4 วง (ลูกศรสีแดง) Bakelite (ลูกศรสีเหลือง) และแปรงถ่าน (ลูกศรสีขาว)

เมื่อประกอบแต่ละชิ้นส่วนเข้าด้วยกันได้แก่ หัวปั่น ฝาปิด Slip ring ได้แสดงไว้ในรูปที่ 32 และเมื่อนำหัวปั่นมาประกอบเข้ากับตัวเครื่องจะแสดงไว้ในรูปที่ 33



รูปที่ 32 หัวปั่น (Spinneret) และฝาปิดหลังปรับปรุง Top view (ซ้าย) Side view (ขวา)



รูปที่ 33 หัวป้อนเมื่อต่อเข้ากับยูนิเวอร์ซัลมอเตอร์และแปลงถ่านคาร์บอนอยู่ด้านล่าง

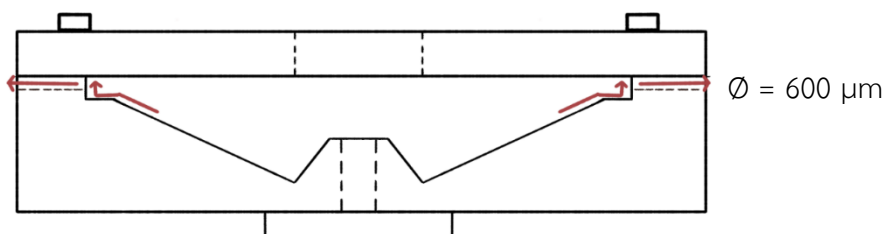
ด้วยการที่ออกแบบ Slip ring ใหม่ทำให้ต้องปรับปรุงโครงสร้างของเครื่อง RJS ใหม่อีกด้วย เนื่องจากความสูงของหัวป้อนกับ Collector ไม่สอดคล้องกัน จึงได้ออกแบบใหม่โดยที่โครงสร้างของเครื่อง RJS แบบใหม่มีลักษณะดังรูปที่ 34



รูปที่ 34 โครงสร้างของเครื่อง RJS ที่ได้ปรับปรุงขึ้นใหม่ ด้านหน้า(ซ้าย) ด้านบน(ขวา)

นอกจากการเปลี่ยนรูปแบบของ Slip ring แล้วยังได้ทำการเปลี่ยนภายในของหัวป้อนด้วยโดยสาเหตุที่เปลี่ยน เนื่องจากสมมติฐานที่ว่าพอลิเมอร์หลอมเหลวสามารถไหลออกจากบริเวณอื่นได้ โดยที่ไม่จำเป็นต้องไหลผ่านท่อคาปิลลารีเพียงอย่างเดียว ดังนั้นจึงได้ปรับปรุงภายในของหัวป้อนใหม่ โดยการกัดร่องของหัวป้อนให้ลึกลงไป 4 mm. จนเปรียบเสมือนเป็นขอบที่สูงขึ้น ทำให้การไหลของ

พอลิเมอร์หลอมเหลวไหลออกจากบริเวณอื่น ๆ ยกเว้นยกเว้นบริเวณใกล้ท่อคาปิลลารี กล่าวคือทำให้พอลิเมอร์หลอมเหลวไหลผ่านเพียงแต่ท่อคาปิลลารีอย่างเดียวดังแสดงใน รูปที่ 35



รูปที่ 35 ภาพตัดขวางแสดงลักษณะภายในของหัวปั่นและทิศทางการเคลื่อนที่ของพอลิเมอร์หลอมเหลวภายในหัวปั่น (ลูกศรสีแดง)

เมื่อปรับปรุงส่วนประกอบต่าง ๆ ของเครื่อง RJS ให้สามารถทำงานได้เสถียร จึงได้ทดสอบประสิทธิภาพการทำงานของความเร็วและการทำงานของของระบบควบคุมความร้อนดังนี้

การทดสอบความเร็วรอบ

ในระบบความเร็วประกอบไปด้วยยูนิเวอร์แซลมอเตอร์และมี Voltage regulator เป็นส่วนควบคุมความเร็วโดยที่ Voltage regulator ปรับไฟฟ้าตามที่กำหนดก่อนที่จะเข้าสู่มอเตอร์ โดยในการทดสอบประสิทธิภาพความเร็วรอบแบ่งเป็นการทดสอบความเร็วของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์และความเร็วรอบยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ในขณะที่ติดตั้งหัว Spinneret

- การทดสอบความเร็วรอบของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ในขณะที่ไม่ได้ติดตั้งหัวปั่น

ยูนิเวอร์แซลมอเตอร์เริ่มทำงานเมื่อเพิ่มแรงดันไฟฟ้าขั้นต่ำที่ 25V สำหรับการทดสอบจากเริ่มทดสอบด้วยแรงดันไฟฟ้าขั้นต่ำ 25V และการทดสอบครั้งถัดไปเพิ่มแรงดันไฟฟ้าทีละ 5V จนสามารถทำความเร็วรอบได้มากกว่า 9000 rpm ซึ่งความเร็วรอบเพิ่มขึ้นเมื่อปรับแรงดันไฟฟ้ามากขึ้นและแรงดันไฟฟ้าที่ 60V เป็นแรงดันไฟฟ้าที่ยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ทำความเร็วรอบเฉลี่ยได้มากกว่า 9000 rpm โดยความเร็วเฉลี่ยที่ทำได้คือ 9476 rpm โดยตำแหน่งสำหรับวัดความเร็วรอบเป็นดังรูปที่ 36 โดยระยะสำหรับทดสอบความเร็วรอบด้วยอินฟาเรดคือ 20 cm.

- การทดสอบความเร็วรอบของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ในขณะที่ติดตั้งหัวปั่น

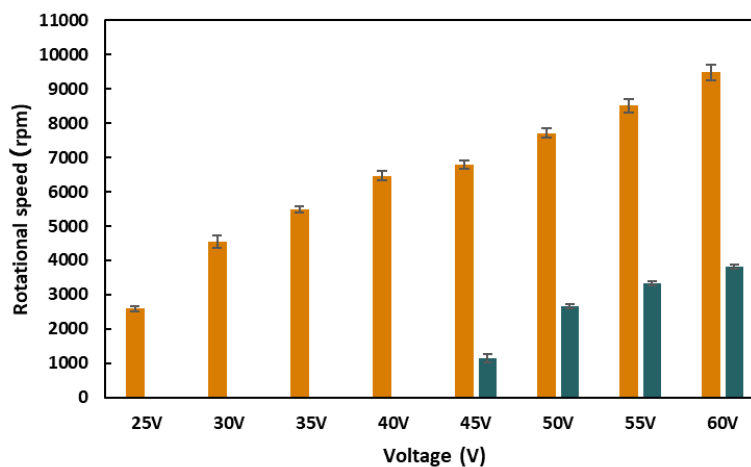
ยูนิเวอร์แซลมอเตอร์เริ่มทำงานเมื่อให้แรงดันไฟฟ้าที่ 45 V โดยทำความเร็วเฉลี่ยได้ 1136 rpm และทำความเร็วเฉลี่ยได้สูงสุดที่ 3810 rpm โดยใช้แรงดันไฟฟ้า 60 V เมื่อเพิ่ม

แรงดันไฟฟ้ามากกว่า 60 V พบว่าเครื่อง RJS สันจนไม่สามารถทำงานต่อได้และเสี่ยงที่จะเกิดอุบัติเหตุในระหว่างการทดสอบผู้วิจัยจึงได้หยุดการทดสอบความเร็วรอบไว้ที่แรงดันไฟฟ้า 60 V และตำแหน่งการทดสอบเป็นดังรูปที่ 36



รูปที่ 36 ตำแหน่งสำหรับทดสอบวัดความเร็วรอบของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ แบบไม่ติดตั้งหัวปั่น (บน) แบบติดตั้งหัวปั่น (ล่าง)

จากการทดสอบวัดประสิทธิภาพการทำงานของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์พบว่าความเร็วของมอเตอร์ลดลงเมื่อติดตั้งหัวปั่นโดยพบว่า แรงดันไฟฟ้าขั้นต่ำที่ต้องป้อนให้กับยูนิเวอร์แซลมอเตอร์เพิ่มขึ้นจาก 25 V เป็น 45 V อีกทั้งในขณะที่ติดตั้งหัวปั่นยังมีแปรปรวนที่เพิ่มแรงเสียดทานในขณะที่ทำงาน เมื่อเปรียบที่แรงดันไฟฟ้า 45 V ในขณะที่ติดตั้งหัวปั่น ความเร็วรอบลดลงสูงสุด 83% ที่แรงดันไฟฟ้า 45 V และเมื่อเพิ่มแรงดันไฟฟ้ามากขึ้นความแตกต่างของความเร็วรอบลดลง ซึ่งความเร็วรอบสูงสุดที่เครื่อง RJS ทำได้ในขณะที่ติดตั้งและไม่ได้ติดตั้งได้สรุปไว้ในรูปที่ 37 และตารางที่ 4



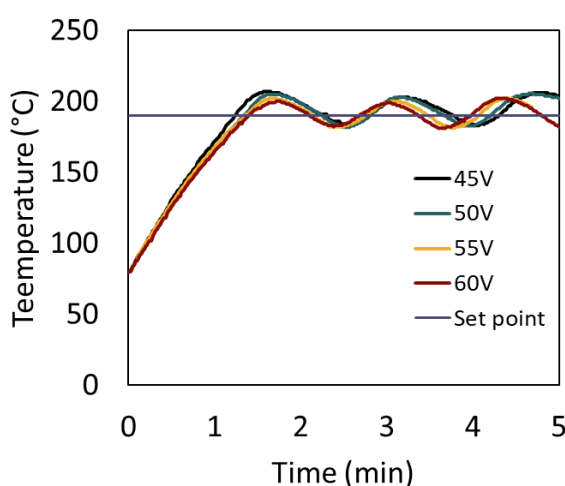
รูปที่ 37 กราฟแสดงความเร็วรอบที่แรงดันไฟฟ้าต่าง ๆ โดยเปรียบเทียบกับความเร็วรอบของยูนิเวอร์แซลมอเตอร์และยูนิเวอร์แซลมอเตอร์ขณะติดตั้ง Spinneret

ตารางที่ 4 แสดงประสิทธิภาพความเร็วรอบที่ลดลงในขณะที่ติดตั้งและไม่ได้ติดตั้งหัวปั่น

แรงดันไฟฟ้า (V)	ความเร็วรอบยูนิเวอร์แซล มอเตอร์ขณะไม่ได้ติดตั้ง หัวปั่น (rpm)		ความเร็วรอบยูนิเวอร์ แซล มอเตอร์ขณะติดตั้ง หัวปั่น (rpm)		ประสิทธิภาพที่ลดลง เทียบกับความเร็วขณะ ไม่ได้ติดตั้งหัวปั่น (%)
	เฉลี่ย	SD	เฉลี่ย	SD	
25	2600	75	-	-	-
30	4547	182	-	-	-
35	5486	97	-	-	-
40	6463	132	-	-	-
45	6791	126	1136	118	83
50	7712	132	2659	56	66
55	8507	192	3322	55	61
60	9476	219	3811	59	60

การทดสอบทำงานของระบบควบคุมความร้อน

การทำงานของระบบให้ความร้อนประกอบไปด้วยฮีตเตอร์ เซ็นเซอร์ชนิด pt100 และเครื่องควบคุมอุณหภูมิ โดยที่ในการทดสอบการทำงานของอุณหภูมิจะทดสอบในสถานะที่ให้ความร้อนพร้อมหมุนหัวปั่นด้วยความเร็วต่าง ๆ ด้วยการป้อนแรงดันไฟฟ้า 45 50 55 และ 60 V ตามลำดับ โดยตั้งค่าอุณหภูมิเป้าหมายไว้ที่ 190 °C โดยที่แสดงลักษณะการเพิ่มและลดของอุณหภูมิไว้ในรูปที่ 38



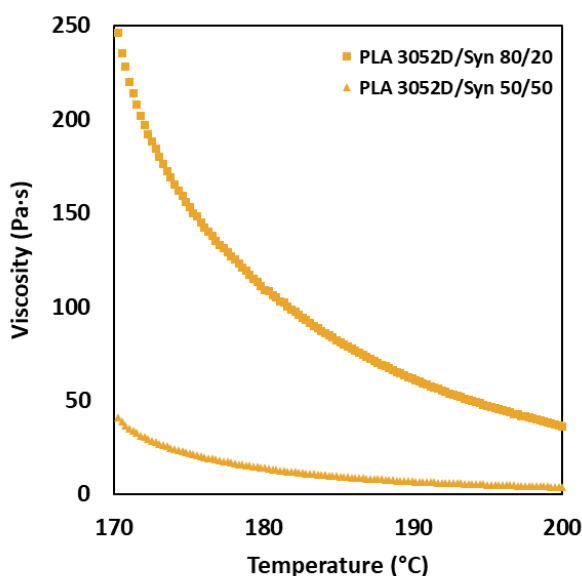
รูปที่ 38 แสดงอุณหภูมิของหัวปั่นขณะหมุนด้วยความเร็วรอบต่าง ๆ ด้วยการป้อนแรงดันไฟฟ้า 45 50 55 60 V ตามระยะเวลา

จากการทดสอบระบบให้ความร้อนโดยในขณะความเร็วรอบต่าง ๆ ด้วยการป้อนแรงดันไฟฟ้า 45 50 55 60 V ให้กับยูนิเวอแซลมอเตอร์พบว่า อุณหภูมิของหัวปั่นเข้าสู่อุณหภูมิเป้าหมายหลังจากผ่านไป 1 นาที แต่พบว่าอุณหภูมิจะขึ้นลงอยู่ในช่วง 185 – 206 °C โดยมีลักษณะเป็นกราฟรูปไซน์ แต่เมื่อความเร็วรอบสูงขึ้นอุณหภูมิของหัวปั่นเข้าสู่อุณหภูมิเป้าหมายช้ากว่าความเร็วรอบต่ำ ซึ่งอุณหภูมิของหัวปั่นที่เหมาะสมกับการใช้งานคือหลังจากผ่านไป 2 นาที เพื่อให้ความร้อนถ่ายเทไปทุกจุดของหัวปั่นได้ทั่วทั้งหมด

การทดสอบสมบัติรีอโลยีและทดสอบปั่นเส้นใย

พอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D และ L130 ที่เคยทดสอบก่อนหน้านี้ไม่สามารถปั่นเป็นเส้นใยภายใต้สภาวะเดียวกันได้ (ความเร็วรอบ 1800 rpm อุณหภูมิ 190 °C) จึงได้เปลี่ยนตัวอย่างการทดสอบโดยใช้พอลิแลกติกผสมระหว่างเกรด 3052D และ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20 และ 50/50 โดยคาดว่าความหนืดของพอลิเมอร์ที่ลดลงจะทำให้ไหลออกจากหัวปั่นได้ หลังจากการทดสอบ

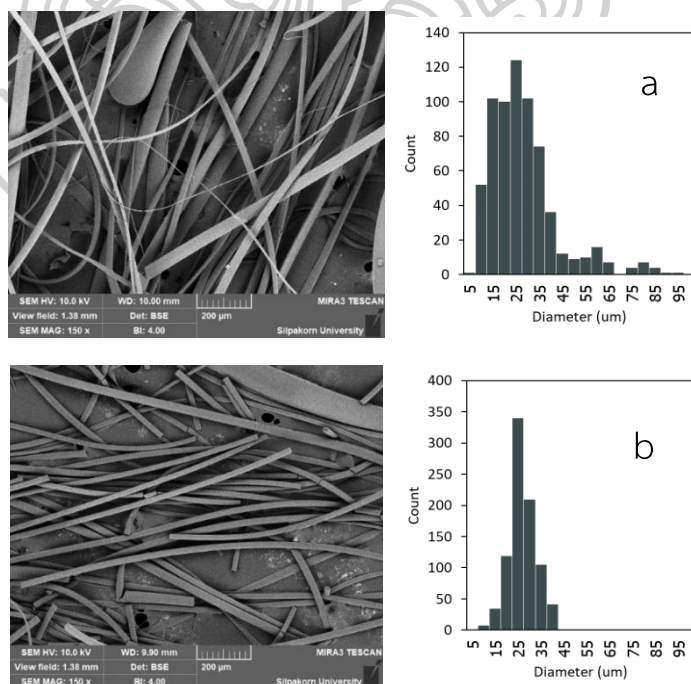
พบว่าพอลิแลกติกแอซิดผสมทั้งสองสัดส่วนสามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ ดังนั้นเพื่อที่จะทราบว่าคุณสมบัติของพอลิแลกติกแอซิดในช่วงเวลาตลอดการปั่นเส้นใยมีความหนืดเป็นอย่างไร ซึ่งตรวจสอบได้โดยการทดสอบด้วยเทคนิค DMA จากการทดสอบในโหมด Temperature scan ตั้งแต่อุณหภูมิ 170 - 200 °C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1.5 °C/นาที โดยจากการทดสอบพบว่าความหนืดลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นโดยความหนืดเป็นไปตามรูปที่ 39



รูปที่ 39 ความหนืดของพอลิแลกติกแอซิดผสม ณ อุณหภูมิต่าง ๆ

เมื่อทราบถึงความหนืดในแต่ละอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบแล้ว อีกหนึ่งปัจจัยที่สำคัญนั้นคือ เวลาที่ใช้ในการปั่นเส้นใย พอลิเมอร์ที่อยู่ในหัวปั่นยิ่งนานมากเท่าไรความหนืดก็จะยิ่งลดลงมากขึ้นเท่านั้น เนื่องจากพอลิแลกติกแอซิดสามารถเสื่อมสภาพที่อุณหภูมิสูงในช่วง 190 และ 230 °C จนสุดท้ายความหนืดจึงลดลงตามเวลาที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นตามการทดสอบด้วย DMA โดยใช้อุณหภูมิตั้งที่ 190 และ 200 °C จากนั้นนำไปทดสอบหาความหนืดด้วยเทคนิค DMA ในโหมด Time scan เป็นระยะเวลา 30 นาที โดยใช้อุณหภูมิ 190 และ 200 °C ซึ่งจากการทดสอบพบว่าความหนืดลดลงตามระยะเวลาที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากพลังงานความร้อนที่สะสมในสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้สายโซ่พอลิแลกติกแอซิดมีพลังงานสูงขึ้นส่งผลให้สายโซ่เคลื่อนไหวได้ง่าย พอลิแลกติกแอซิดผสมในสัดส่วน 50/50 หลังจากผ่านไป 10 นาทีความหนืดมีค่าใกล้เคียงกันเนื่องจากความหนืดในเวลาน้อยอยู่ในช่วงของ Terminal zone ซึ่งความหนืดเปลี่ยนแปลงน้อยมาก เป็นไปตามรูปที่ 40 และตารางที่ 5

หลังจากที่ได้ปรับปรุงหัวปั่นตามรูปที่ 35 และได้ทราบความหนืดของพอลิแลกติกแอซิดที่จะทำการทดสอบ โดยสภาวะที่ใช้ในการทดสอบคือ อุณหภูมิ 200 °C ความเร็วรอบ 2500 rpm ปริมาณ 5 กรัม เริ่มจับเวลาตั้งแต่ที่ใส่เม็ดพอลิเมอร์ในหัวปั่น และเก็บตัวอย่าง ทุก ๆ 2 นาทีเป็นระยะเวลา 10 นาทีพบว่า ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของพอลิแลกติกแอซิดผสมสัดส่วน 80/20%wt และ 50/50%wt มีขนาดเส้นใยเฉลี่ยใกล้เคียงกัน ในตารางที่ 6 อย่างไรก็ตามค่าการกระจายตัวของขนาดเส้นใยแตกต่างกันโดยที่สัดส่วน 80/20%wt มีการกระจายตัวของขนาดเส้นใยที่กว้างกว่าสัดส่วน 50/50 เนื่องจากความหนืดของสัดส่วน 80/20%wt (ความหนืดในช่วง 1-10 นาที อุณหภูมิ 200 °C คือ 30-80 Pa·s) มีค่าสูงกว่าสัดส่วน 50/50%wt (ความหนืดในช่วง 1-10 นาที อุณหภูมิ 200 °C คือ 1-5 Pa·s) จากรูปที่ 40 ประกอบ ทำให้เส้นใยที่ปั่นได้มีช่วงขนาดเส้นใยที่กว้างทำให้ค่า SD มีช่วงกว้างในทางกลับกันถ้าความหนืดต่ำทำให้เส้นใยที่ปั่นได้จะมีขนาดที่สม่ำเสมอส่งผลให้ค่า SD มีช่วงที่แคบที่ความหนืดสูงซึ่งสอดคล้องกับกราฟการกระจายตัวของขนาดเส้นใย ดังนั้นความหนืดจึงเป็นปัจจัยสำคัญสำหรับการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดที่มีขนาดสม่ำเสมอ ซึ่งความหนืดที่สามารถปั่นพอลิแลกติกแอซิดให้เป็นเส้นใยได้มีค่าอยู่ในช่วง 1-30 Pa·s โดยรูปเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดผสมสัดส่วน 80/20%wt, 50/50%wt และตารางสรุปขนาดเส้นใยไว้ในรูปที่ 41 และตารางที่ 6 ตามลำดับ ซึ่งจากรายการปั่นเส้นใยขนาดค่อนข้างคงที่หลังจากผ่านไป 4 นาที



รูปที่ 41 ภาพ SEM ของเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D/Syn PLA และการกระจายตัวของขนาดเส้นใย ในสัดส่วน 80/20%wt (a) และ 50/50%wt(b)

ตารางที่ 6 ขนาดเส้นใยเฉลี่ยของพอลิแลกติกแอซิดผสม 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20%wt และ 50/50%wt

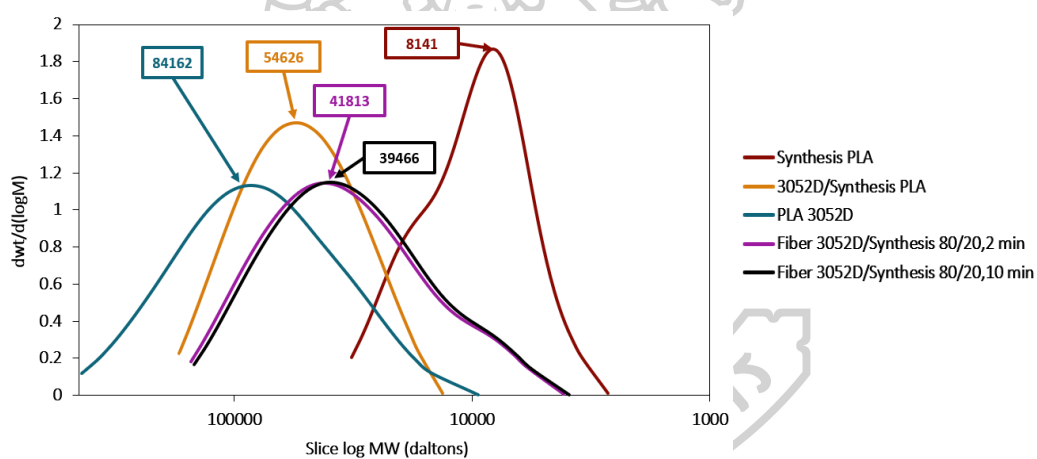
Time of process (min)	3052D/Syn PLA; 80/20%wt		3052D/Syn PLA; 50/50%wt	
	Average fiber diameter (μm)	Standard deviation	Average fiber diameter (μm)	Standard deviation
2	35.3	30.9	27.7	12.0
4	29.0	13.2	23.0	6.6
6	26.8	21.4	28.8	12.5
8	25.9	16.0	24.5	5.7
10	25.9	11.0	24.0	7.6

ผลของน้ำหนักโมเลกุลต่อการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด

ในงานวิจัยยังได้ศึกษาปัจจัยของน้ำหนักโมเลกุลที่มีผลต่อการปั่นเส้นใย โดยได้นำเม็ดคอมพาวด์ 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 เม็ด Synthesis PLA และเม็ดเรซินพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D ก่อนที่จะปั่นเส้นใย และเส้นใยที่ได้จากเครื่อง RJS ในสูตร 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 ในช่วง 2 และ 10 นาที นำไปทดสอบหาน้ำหนักโมเลกุล ด้วยเทคนิค GPC ผลปรากฏใน ตารางที่ 7 และรูปที่ 42 ในการทดสอบน้ำหนักโมเลกุลพบว่าการกระจายของน้ำหนักโมเลกุลแบบปกติ และแบบ Bimodal โดยที่พอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D มีการกระจายตัวแบบปกติกล่าวคือ มีค่าเฉลี่ยคือ 84162 Da เพียงช่วงเดียวซึ่งแตกต่างจาก พอลิแลกติกแอซิดเกรด Synthesis PLA ที่มีการกระจายตัวแบบ Bimodal แสดงว่ามีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยอยู่สองช่วงคือ 8141 Da ซึ่งมีอยู่จำนวนมากและ 17695 Da ซึ่งมีอยู่จำนวนน้อยกว่า แสดงให้เห็นว่าพอลิแลกติกแอซิดเกรด Synthesis PLA มีทั้งน้ำหนักโมเลกุลขนาดใหญ่และขนาดเล็กปะปนกัน เมื่อนำพอลิเมอร์ทั้งสองเกรดผสมกันในสัดส่วน 3052D 80%wt และ Synthesis PLA 20%wt พบว่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลเป็นแบบปกติ เนื่องจากผลจากน้ำหนักโมเลกุลขนาดใหญ่ของเกรด 3052D บดบังโมเลกุลขนาดเล็กของ Synthesis PLA จนเห็นการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลแบบปกติ และน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยลดลงเหลือ 54626 Da เพราะว่า Synthesis PLA ทำหน้าที่เป็นตัวพลาสติกไซต์ทำให้โมเลกุลขนาดใหญ่ของเกรด

3052D มีขนาดเล็กลงและเพิ่มจำนวนมากขึ้น และผลมาจากการสลายตัวทางความร้อนหลังจากที่ผสมใน Internal mixer เป็นระยะเวลา 10 นาที

หลังจากปั่นเส้นใยด้วยเครื่อง RJS โดยใช้พอลิแลกติกแอซิดผสมสัดส่วน 80/20 %wt เป็นตัวทดสอบ โดยเก็บตัวอย่างเส้นใยในช่วงระยะเวลาที่ 2 นาทีและ 10 นาที จากนั้นนำไปทดสอบ GPC พบว่าน้ำหนักโมเลกุลลดลงและมีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลแบบ Bimodal เพราะน้ำหนักโมเลกุลขนาดใหญ่ลดลงเนื่องมีเกิดการสลายตัวทางความร้อนในระหว่างกระบวนการปั่นเส้นใย ทำให้มีโมเลกุลขนาดเล็กเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นจึงเกิดการกระจายตัวแบบ Bimodal แต่ทว่าเมื่อเปรียบเทียบเส้นใยใน 2 นาที และ 10 นาที น้ำหนักโมเลกุลลดลงแต่ลดลงไม่มากเมื่อเทียบกับเม็ดคอมพาวด์กับเส้นใยในช่วง 2 นาที แสดงว่าปัจจัยของการเปลี่ยนแปลง อุณหภูมิมีผลมากกว่าระยะเวลาที่สัมผัสกับความร้อน นอกจากนี้ น้ำหนักโมเลกุลยังส่งผลต่อการปั่นเส้นใยด้วย โดยสังเกตได้จากการที่ไม่สามารถปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D ซึ่งมีโมเลกุลขนาดใหญ่ ด้วยหัวปั่นแบบล่าสุดในรูปที่ 35



รูปที่ 42 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D, Synthesis PLA, 3052D/Synthesis PLA 80/20%wt และเส้นใยของ 3052D/Synthesis PLA 80/20%wt 2 และ 10 นาที

ตารางที่ 7 น้ำหนักโมเลกุลของนำเม็ดคอมพาวด์ 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 เม็ดเรซินพอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D ก่อนที่จะปั่นเส้นใย และเส้นใยที่ได้จากเครื่อง RJS ในสูตร 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 ในช่วง 2 และ 10 นาที

ตัวอย่าง	น้ำหนักโมเลกุล (Mw) (Daltons)	Polydispersity	Distribution
เม็ดเรซินพอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D	84162	1.79	Normal
คอมพาวด์ 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20	54626	1.36	Normal
Synthesis PLA	8141	1.30	Bimodal
เส้นใย 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 ใน 2 นาที	41813	1.79	Bimodal
เส้นใย 3052D/Syn PLA สัดส่วน 80/20 ใน 10 นาที	39466	1.78	Bimodal

คำนวณอัตราการไหลและความดัน ความเร็วพอลิเมอร์เจ็ทและขนาดเส้นใย

ทดลองนี้ได้ใช้พอลิแลกติกคอมพอส 3052D/Syn สัดส่วน 50/50 โดยใช้สภาวะที่ความเร็วรอบ 2500 rpm อุณหภูมิ 200 °C ปริมาณ 5 กรัม โดยใช้หัวปั่นตามรูปที่ 35 โดยเริ่มจับเวลานับตั้งแต่ใส่เม็ดพอลิเมอร์ลงในหัวปั่น การคำนวณในหัวข้อนี้อยู่ภายใต้สมมติฐานที่ว่า พอลิเมอร์หลอมเหลวเป็นของเหลวแบบ Newtonian

อัตราการไหลและความดัน

ซึ่งจากสมการอัตราการไหล สมการที่ 2 ที่ว่า $Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L}$ โดยที่ตัวแปรที่ไว้ใช้สำหรับการคำนวณมีค่าดังต่อไปนี้

$$\text{รัศมีของท่อคาปิลลารี (r)} = 0.0003 \text{ m.}$$

$$\text{ความหนืด (\mu)} = 4 \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

$$\text{ความยาวท่อคาปิลลารี (L)} = 0.01 \text{ m}$$

$$\text{ความดันจากการหมุน (\Delta P)} = \rho l \omega^2 R$$

$$\text{ความหนาแน่น (\rho)} = 1116 \text{ kg/m}^3 \text{ (ขณะหลอมเหลวที่ } 190 \text{ }^\circ\text{C)}$$

$$\text{ความเร็วเชิงมุม (\omega)} = \text{rpm} \cdot \pi / 30 = 261 \text{ rad/s (2500 rpm)}$$

$$\text{รัศมีหัวปั่น (R)} = 0.0625 \text{ m.}$$

$$\text{ความหนาพอลิเมอร์หลอมเหลวในหัวปั่น (l)} = 0.0015 \text{ m.}$$

ดังนั้น ΔP จึงมีค่าเป็น **7170 Pa** แทนค่าความดันที่ได้ในสมการที่ 2

ดังนั้น Q ที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีมีค่าเป็น $5.70 \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{s}$ อัตราการไหลที่คำนวณได้เป็นอัตราการไหลในท่อคาปิลลารีเพียง 1 ท่อ เท่านั้นแต่ในหัวปั่นในงานวิจัยนี้มีอยู่ทั้งหมด 4 ท่อ ดังนั้นอัตราการไหลใหม่ที่ได้มีค่า $2.28 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$

อัตราการไหลที่ได้จากการทดลอง เริ่มต้นด้วยการวัดอัตราการผลิตที่เป็น Mass flow rate จากการปั่นเส้นใยด้านสภาวะข้างต้น อัตราการผลิตที่ได้มีค่า $5 \text{ g}/10 \text{ นาที}$ หรือ $8.33 \times 10^{-6} \text{ kg/s}$ เปลี่ยนจาก Mass flow rate ให้เป็น Volumetric flow rate หรือ อัตราการไหล (Q) มีค่า เป็น $7.47 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$ และอัตราการไหลเพียง 1 ท่อคาปิลลารีคือ $1.86 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$

จากอัตราการไหลที่ได้จากการคำนวณและจากการทดลอง พบว่ามีค่าแตกต่างกันประมาณ 3.2 เท่าเนื่องจากในการทดลองจริงพอลิเมอร์หลอมเหลวยังสามารถไหลออกหัวปั่นบริเวณอื่น ๆ ไม่เพียงแค่บริเวณท่อคาปิลลารีเท่านั้น ซึ่งแตกต่างจากการคำนวณที่พอลิเมอร์หลอมเหลวจะไหลออกจากท่อคาปิลลารีได้เพียงอย่างเดียว นอกจากนี้ตัวแปรที่นำมาคำนวณมีความคลาดเคลื่อนไปจากความเป็นจริง ได้แก่ ตัวแปรความหนาของชั้นพอลิเมอร์ (l) ซึ่งเป็นระยะของกึ่งกลางมวลของชั้นพอลิเมอร์ ซึ่งในความเป็นจริงนั้น ระยะของชั้นพอลิเมอร์มีการเปลี่ยนแปลงตลอดเวลาจากนี้ยังมีตัวแปรความหนาแน่น (ρ) โดยนำค่าความหนาแน่นที่อุณหภูมิ $190 \text{ }^\circ\text{C}$ มาใช้ในการคำนวณ เนื่องจากความหนาแน่นที่อุณหภูมิ $200 \text{ }^\circ\text{C}$ ไม่สามารถทดสอบวัดความหนาแน่นด้วยเครื่องวัดดัชนีการไหล (melt flow indexer) ได้ เนื่องจากมีการรั่วไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวจากกระบอกสูบตลอดเวลา จึงทำให้ต้องทดสอบและนำค่าความหนาแน่นที่อุณหภูมิ $190 \text{ }^\circ\text{C}$ อีกทั้งการวัดความเร็วรอบยังใช้เครื่องมือการวัดที่เป็นแบบอินฟาเรดซึ่งสามารถเกิดความคลาดเคลื่อนจากเครื่องมือได้ นอกจากนี้

การรั่วของพอลิแลกติกในระหว่างการปั่นเส้นใย ทำให้เกิดความแตกต่างของอัตราการไหลระหว่างการทดลองและการคำนวณทางทฤษฎีถึง 3.2 เท่า

ความเร็วดึงเส้นใย

เมื่อพอลิเมอร์เจ็ทพุ่งออกมาจากหัวปั่นด้วยความเร็วขาออก (u_{ex}) พอลิเมอร์เจ็ทจะถูกดึงยึดด้วยหัวปั่น และพอลิเมอร์เจ็ทถูกยึดออกไปด้วยความเร็วซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 8 และพอลิเมอร์เจ็ทที่ถูกยึดออกไปจะอยู่ภายใต้สมมติฐานที่ว่า อัตราการไหลที่ท่อคาปิลลารีและอัตราการไหลของพอลิเมอร์เจ็ทเท่ากันตลอดทั้งเส้น โดยที่อัตราการไหลที่พอลิเมอร์คิดมาจากพื้นที่หน้าตัดที่ได้จากการทดลองของขนาดเส้นใยในตารางที่ 6

จากสมการที่ 8 $A_{ex}u_{ex} = A_f u_f$ สามารถคำนวณหาความเร็วดึงเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดที่ได้โดยแทนค่าตัวแปรต่าง ๆ ดังนี้

ความเร็วขาออกของพอลิเมอร์เจ็ท (u_{ex}) คำนวณจากสมการอัตราการไหลในท่อคาปิลลารี โดยคิดเพียงแคใน 1 ท่อคาปิลลารี

$$u_{ex} = Q/A_{ex}$$

$$\text{พื้นที่หน้าตัดท่อคาปิลลารี } (A_{ex}) = \pi r_{ex}^2 = 9.00 \times 10^{-8} \pi \text{ m}^2$$

อัตราการไหลจากการทดลอง 1 ท่อมีค่า $1.86 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$ จะได้ความเร็วจากการทดลอง $u_{ex} = 0.006 \text{ m/s}$

พื้นที่หน้าตัดขนาดเส้นใย (A_f) ได้จากการทดลองปั่นเส้นใยโดยใช้ขนาดเส้นใยเฉลี่ย $25.9 \mu\text{m}$ จากตารางที่ 6 จะได้ $1.67 \times 10^{-10} \pi \text{ m}^2$ แทนค่าในสมการที่ 8 จะได้ความเร็วดึงเส้นใยดังนี้

$$u_f = \frac{9.00 \times 10^{-8} \pi}{1.67 \times 10^{-10} \pi} \times 0.006$$

$$u_f = 3.54 \text{ m/s}$$

ความเร็วดึงเส้นใยที่คำนวณได้คือ 3.54 m/s แต่ในความเป็นจริงแล้วพอลิเมอร์ยังคงมีปัจจัยของความหนืดอยู่ด้วย ดังนั้นเพื่อที่จะหาปัจจัยของความหนืด ซึ่งเป็นไปตามกฎการเคลื่อนที่ของนิวตันข้อที่ 2 และเป็นไปตาม Elongation viscosity เมื่อรวมทั้ง 2 แนวคิดไว้ด้วยกันจึงเกิดเป็นสมการที่ปัจจัยของความหนืดเข้ามาเกี่ยวข้องดังนี้

$$\lambda A \ln \frac{u_f}{u_{ex}} = \frac{1}{2} Q_m t (u_f - u_{ex}) \quad (6)$$

จากการสังเกตในการทดลองพบว่า หลังจากที่เส้นใยออกมาจากหัวปั่นมากกว่า 3 cm เส้นใยจะแข็งตัว ซึ่งสามารถนำไปหารระยะเวลาที่เส้นใยยังอยู่ในสถานะหลอมเหลวได้ จากสมการความเร็ว $S=vt$ ซึ่งสามารถคำนวณเวลาออกมาได้ คือ 5 วินาที ซึ่งสามารถนำไปคำนวณหาความเร็วที่เกิดจากปัจจัยของความหนืด ได้โดยแทนค่าตัวแปรต่าง ๆ ดังนี้

$$\text{Elongation viscosity } (\lambda) = 12 \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

$$\text{พื้นที่หน้าตัดของท่อคาปิลลารี (A)} = 2.28 \times 10^{-7} \text{ m}^2$$

$$\text{ความเร็วขาออก (} u_{ex} \text{)} = 0.006 \text{ m/s}$$

$$\text{อัตราการไหลเชิงมวล } Q_m \text{ 1 ท่อคาปิลลารี} = 2.08 \times 10^{-6} \text{ kg/s}$$

$$\text{เวลาที่เส้นใยยังมีสถานะหลอมเหลว} = 5 \text{ s}$$

$$\text{ซึ่งจากการคำนวณสามารถคำนวณความเร็ว (} u_f \text{) ได้ } 4.21 \text{ m/s}$$

ความเร็วที่มีปัจจัยของความหนืดมีค่าน้อยกว่าความเร็วที่อยู่ภายใต้สมมติฐานของไหลแบบ Newtonian เนื่องจากความหนืดจะเป็นที่ต้านทานการดึงยึดของหัวปั่นทำให้ความเร็วดึงเส้นใยมีค่าลดลง

นอกจากนี้ความเร็วขาออก (u_{ex}) และ ความเร็วการดึงเส้นใย (u_f) สามารถคำนวณหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของพอลิเมอร์เจ็ทโดยมีปัจจัยของความหนืดเข้ามาเกี่ยวข้อง ได้โดยใช้สมการที่ 9 ดังนี้

$$r = r_{ex} \sqrt{\frac{u_{ex}}{u_f}}$$

$$r = 0.0003 \sqrt{\frac{0.006}{4.21}}$$

$$r = 11.8 \mu\text{m}$$

ดังนั้นขนาดพอลิเมอร์เจ็ทที่คำนวณได้คือ $23.6 \mu\text{m}$ จากขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่คำนวณได้มีค่าใกล้เคียงกับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ได้จากการทดลอง คือ $25.9 \mu\text{m}$ โดย

ความคลาดเคลื่อนที่เกิดขึ้น สามารถเกิดได้ในระหว่างการทำวิจัย เช่น ความคลาดเคลื่อนที่เกิดจากการวัดและการสังเกตที่ไม่ได้ใช้เครื่องมือที่มีความแม่นยำในการตรวจสอบ

นอกจากยังสามารถคำนวณออกมาเป็นค่า Re number ซึ่งเป็นตัวแปรไร้มิติซึ่งสามารถบ่งบอกถึงพฤติกรรมการไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวที่ไหลภายในท่อคาปิลลารีได้ โดยเป็นไปตามสมการคือ

$$Re = \frac{\rho u_{ex} D}{\mu}$$

ความหนาแน่นของพอลิแล็กติกแอซิด (ρ) = 1116 kg/m³ (ขณะหลอมเหลวที่ 190 °C)

ความเร็วขาออกของพอลิแล็กติกแอซิด (u_{ex}) = 0.006 m/s

เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อคาปิลลารี (D) = 0.0006 m.

ความหนืดของพอลิแล็กติกแอซิด (μ) = 4 Pa·s

ซึ่งคำนวณค่า Re ออกมาได้เป็น 0.0011 ซึ่งเป็นการไหลแบบราบเรียบ (Laminar)

นอกจากสามารถคำนวณค่า Re ได้แล้ว ยังสามารถคำนวณหาค่า Shear rate ภายในท่อคาปิลลารีได้ โดยสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$-\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

อัตราการไหล 1 ท่อคาปิลลารีจากการทดลอง (Q) = 1.86x10⁻⁹ m³/s

รัศมีของท่อคาปิลลารี (r) = 0.0003 m

ซึ่งคำนวณค่า Shear rate ออกมาได้เป็น 88 1/s

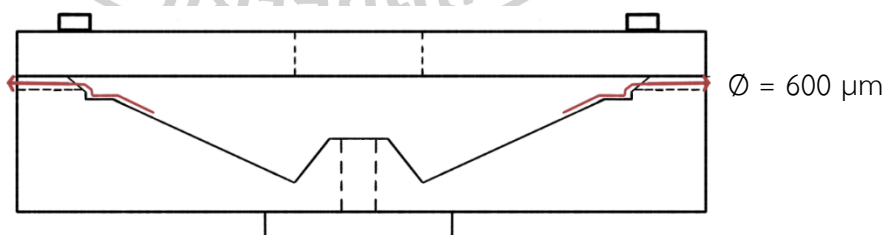
หลังจากปรับปรุงเครื่อง Rotational jet spinning (RJS) ให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น และทดสอบประสิทธิภาพการทำงานของยูนิเวอร์ซัลมอเตอร์และการให้ความร้อนของเครื่อง RJS ซึ่งสรุปการคำนวณตัวแปรต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการปั่นเส้นใยและขนาดเส้นใยที่จะได้จากการคำนวณไว้ในตารางที่ 8

ตารางที่ 8 สรุปการคำนวณตัวแปรต่าง ๆ ในกระบวนการปั่นเส้นใยของเครื่องRJS

อัตราการไหลจากการทดลอง $Q = 1.86 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s} *$	อัตราการไหลจากการคำนวณ $Q = 5.70 \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{s} *$
ความเร็วขาออกจากการทดลอง $u_{ex} = 0.006 \text{ m/s}$	ความเร็วดึงเส้นใย $u_f = 4.21 \text{ m/s}$
เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยจากการคำนวณ = $23.6 \text{ }\mu\text{m}$	เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยจากการทดลอง = $25.90 \text{ }\mu\text{m}$
Shear rate = 88 1/s	Re number = 0.0011

*คิดจาก 1 ท่อคาปิลลารี

สาเหตุหลักที่หัวปั่นในรูปที่ 35 ไม่สามารถปั่นพอลิแลกติกแอซิด 3052D หรือ L130 ได้ เนื่องจาก ความผิดพลาดของเซ็นเซอร์เนื่องจากเซ็นเซอร์ที่ถูกติดตั้งไว้ใต้หัวปั่นและส่วนที่สัมผัสกับอากาศภายนอกทำให้เกิดการถ่ายเทความร้อนสูงที่บริเวณเซ็นเซอร์ ทำให้ระบบควบคุมอุณหภูมิจึงจ่ายกระแสไฟฟ้าให้ฮีตเตอร์ในปริมาณที่มากขึ้นเพื่อควบคุมอุณหภูมิให้ได้ตามที่ตั้งค่าไว้ ทำให้อุณหภูมิจริงมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิที่วัดได้ จึงทำให้การปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดด้วยหัวปั่นในรูปที่ 35 รูปที่ 24 สามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ อีกทั้งยังมีร่องภายในหัวปั่นที่ลึกทำให้ไม่สามารถปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดทั้งสองเกรด หลังจากที่ได้แก้ไขมาเป็นหัวปั่นที่มี Slip ring แบบ Pancake slip ring แล้วตามรูปที่ 32 ปัญหาเรื่องอุณหภูมิจึงได้รับการแก้ไขเพราะว่าเซ็นเซอร์ถูกป้องกันไว้ด้วย Slip ring ทำให้การถ่ายเทความร้อนลดลง ได้ทำการแก้ไขปัญหาร่องภายในหัวปั่นด้วยการกลึงส่วนที่เป็นเหลี่ยมออกเพื่อให้เส้นทางการไหลของพอลิเมอร์ลอมเหลวภายในหัวปั่นไหลง่ายที่สุด โดยที่เมื่อกลึงส่วนที่เป็นเหลี่ยมออกพบว่าหัวปั่นแบบนี้มีลักษณะดังรูปที่ 43



รูปที่ 43 แสดงภาพตัดขวางของหัวปั่นโดยที่ทำให้ใกล้เคียงแบบแรกมากที่สุด ลูกศรสีแดงเส้นทางการไหลของพอลิเมอร์ลอมเหลว

ซึ่งจากหัวปั่นในรูปที่ 43 นี้ได้ทดสอบปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D ซึ่งในสภาวะความเร็วรอบ 1800 rpm อุณหภูมิ 190 °C ยังไม่สามารถปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดเกรด 3052D

แต่เราสามารถปั่นได้ที่สภาวะความเร็วรอบ 3000 rpm อุณหภูมิ 240 °C และเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดแสดงไว้ดัง



รูปที่ 44 เส้นใยพอลิแลกติกแอซิด เกรด 3052D ที่ปั่นด้วยสภาวะความเร็วรอบ 3000 rpm อุณหภูมิ 240 °C



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

สรุปผลการวิจัย

จากการปรับปรุงและพัฒนาเครื่อง RJS พบว่า เครื่อง RJS สามารถทำความเร็วได้สูงสุดโดยที่ไม่ได้ติดตั้งหัวปั่นที่ 9476 rpm และความเร็วขณะติดตั้งหัวปั่นที่ 3811 rpm ซึ่งความเร็วลดลงถึง 60 % และสามารถควบคุมอุณหภูมิในช่วง 300 °C ได้ดี แต่อาการสั่นยังคงเป็นปัญหาเมื่อทำงานที่ความเร็วรอบสูง จึงทำให้เครื่อง RJS ทำงานที่จำกัดไม่เกิน 3000 rpm เพื่อความปลอดภัย นอกจากนี้ตัวเครื่องและส่วนประกอบต่าง ๆ จำเป็นที่จะต้องเหมาะสมและรองรับต่อการทำงานของ RJS ได้ อีกทั้งจำเป็นต้องปรับความหนืด ความเร็วรอบ และอุณหภูมิ เป็นปัจจัยที่สำคัญต่อการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด

เมื่อทดสอบปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิด 3 ชนิดได้แก่ 3052D, L130 และ Synthesis PLA โดยศึกษาปัจจัยของความเร็วรอบและอุณหภูมิพบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิและความเร็วรอบที่สูงขึ้น ขนาดเส้นใยเฉลี่ยจะลดลง โดยที่ปัจจัยของความเร็วรอบส่งผลต่อขนาดเส้นใยมากกว่าอุณหภูมิ ทั้งนี้ขนาดเส้นใยเฉลี่ยตั้งแต่เล็กที่สุดถึงใหญ่ที่สุด อยู่ที่ 5.5-22.30 μm อุณหภูมิในช่วง 190 – 230 °C ความเร็วรอบในช่วง 670 – 2800 rpm นอกจากนี้ ความหนืดที่เหมาะสมต่อการปั่นเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดอยู่ในช่วง 5-30 Pa.s โดยที่ลักษณะของเส้นใยจะเป็นการยึดเกาะด้วยตัวเองจนมีลักษณะเป็นแผ่นมีลักษณะแบบสุ่ม ซึ่งเป็นลักษณะของเส้นใยแบบไม่ถักทอ (Non-woven fiber)

เมื่อทำการปรับปรุงหัวปั่นรอบที่สองและปั่นเส้นใยด้วยสภาวะ 2500 rpm อุณหภูมิ 200 °C โดยใช้พอลิแลกติกแอซิดผสมกับ Synthesis PLA ในสัดส่วน 80/20%wt และ 50/50%wt พบว่าขนาดเส้นใยเฉลี่ยอยู่ที่ 25.9 μm โดยที่ในช่วงระยะเวลา 4 นาทีแรกเส้นใยมีขนาดใหญ่ที่สุดและลดลงเรื่อย ๆ เนื่องจากเป็นผลมาจากความหนืดที่ลดลง

ทั้งนี้สามารถหาสมการความสัมพันธ์ของเครื่อง RJS ได้ดังนี้

$$\text{อัตราการไหลภายในท่อคาปิลลารีจากการทดลอง} \quad Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L}$$

$$\text{ความดันภายในท่อคาปิลลารี} \quad \Delta P = \rho l \omega^2 R$$

$$\text{ความเร็วขาออกของพอลิเมอร์เจ็ท} \quad U_{ex} = \frac{Q}{A}$$

ความเร็วการดึงเส้นใยโดยมีปัจจัยของความหนืด

$$\lambda A \ln \frac{u_f}{u_{ex}} = \frac{1}{2} Q_{mt} (u_f - u_{ex})$$

ขนาดพอลิเมอร์เจ็ท $\frac{r_t}{r_{ex}} = \sqrt{\frac{u_{ex}}{u_f}}$

จากการคำนวณทางทฤษฎีและจากผลการทดลองพบว่ามีค่าสอดคล้องกัน และมีค่าไม่แตกต่างกันมาก ได้แก่อัตราการไหลจากการทดลอง $Q = 1.86 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$ และจากอัตราการไหลจากการคำนวณ $Q = 5.70 \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{s}$ ซึ่งแตกต่างกันเพียง 3.2 เท่า ความเร็วการดึงเส้นใยภายใต้ของไหลที่มีความหนืดแบบ Newtonian และความเร็วดึงเส้นใยที่มีปัจจัยของความหนืด ได้แก่ 3.4 m/s และ 4.21 m/s ตามลำดับ ซึ่งมีค่าสอดคล้องกันที่ว่าความหนืดจะเป็นตัวต้านทานการดึงเส้นใยในเครื่อง RJS ทำให้ความเร็วที่มีปัจจัยของความหนืดจะต่ำกว่าความเร็วดึงเส้นใยภายใต้ของไหลที่มีความหนืดแบบ Newtonian และคำนวณออกมาเป็นขนาดที่มีปัจจัยของความหนืดได้ 23.6 μm ซึ่งใกล้เคียงกับขนาดเส้นใยที่ได้จากการทดลอง

สำหรับการปั่นเส้นใยที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่แตกต่างกันพบว่าน้ำหนักโมเลกุลมีผลต่อการปั่นเส้นใย ซึ่งน้ำหนักโมเลกุลต่ำแปรผันตรงกับความหนืด ซึ่งความหนืดสูงเส้นใยที่ปั่นได้จะมีขนาดใหญ่กว่าความหนืดต่ำ รวมไปถึงการกระจายตัวของขนาดเส้นใยด้วยเช่นกัน และน้ำหนักโมเลกุลหลังจากปั่นเส้นใยลดลงเนื่องจากการสลายตัวของพอลิเมอร์

ข้อเสนอแนะ

ในกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยเครื่อง Rotational jet spinning (RJS) ต้องอาศัยปัจจัยทางรีออลยีของพอลิเมอร์ซึ่งได้แก่ความหนืด และปัจจัยของการปรับสภาวะในการผลิตของเครื่อง RJS ได้แก่ ความเร็วรอบและอุณหภูมิ นอกจากนี้ยังความไปถึงขนาดของท่อคาปิลลารีอีกด้วย ทั้งหมดที่กล่าวมาทั้งหมดนี้เป็นสิ่งสำคัญที่จะสามารถเตรียมเส้นใยพอลิแลกติกแอซิดแบบไม่ถักทอด้วยเครื่อง Rotational jet spinning ที่ได้ปรับปรุงขึ้นมา

1. ควรเพิ่มการติดตั้งกล้องความเร็วสูงเพื่อติดตามการเคลื่อนที่ของพอลิเมอร์เจ็ทและเส้นใยและยังสามารถคำนวณหาความเร็วและขนาดเส้นใยได้แม่นยำมากยิ่งขึ้น
2. ในส่วนของการปรับปรุงเครื่องควรมีทีมงานที่เชี่ยวชาญทางด้านการผลิตชิ้นส่วนและการประกอบเครื่อง ที่มีมาตรฐานเพื่อความปลอดภัยในการทำงานและความเสถียรของเครื่อง RJS เพื่อที่จะสามารถผลิตเส้นใยและทดลองซ้ำ ๆ ได้

3. เครื่อง RJS ในอนาคตสามารถพัฒนาไปเป็นเครื่องแบบผลิตเส้นใยต่อเนื่องเพื่อเข้าสู่อุตสาหกรรมผลิตเส้นใยพอลิเมอร์





ภาคผนวก ก
วิทยานิพนธ์ฉบับภาษาอังกฤษ

Chapter 1
Introduction

Background

Polymer fibers are interesting in the world. The market size of polymer fibers has increased from the past, especially polymer nanofiber. [1-3] The reason why polymer nanofiber is interesting in the world because polymer nanofibers have a small diameter and high surface, so the ratio of surface and volume is high. [4-6] As a result, polymer nanofibers are highly efficient and versatile as compared to normal fibers. Polymer fibers can be used for a wide range of applications, including tissue engineering, drug delivery, wound dressing, filtration, and so on. Therefore, a lot of fabrication processing to increase the efficiency and quality of the production of fiber are very challenging. Fig. 1 shows the nanofiber size in comparison with the pollen grains. It also shows the pores on the fibers, which are very characteristic of the fiber.

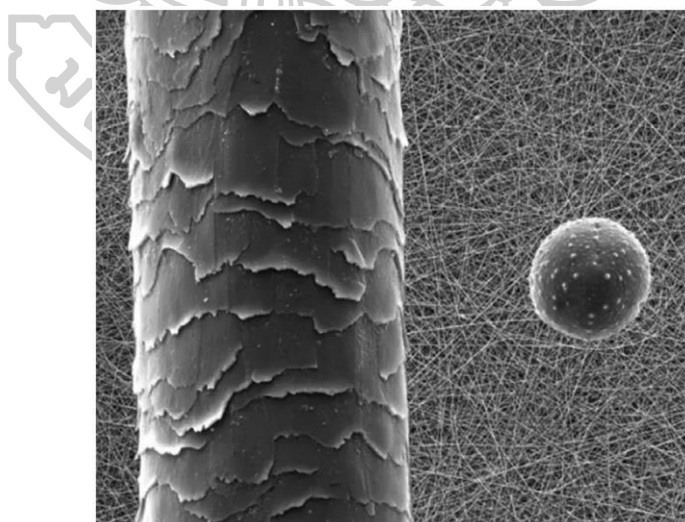


Fig. 1 Nanofibre size (Human hair, pollen grain, nanofibre mat). Photograph of Elmarco [7].

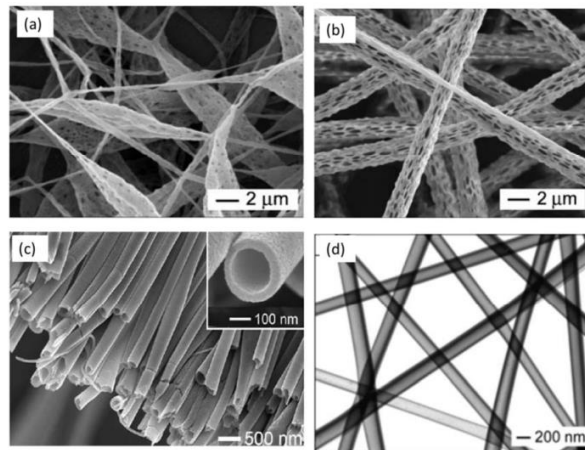


Fig. 2 Porous on the non-woven Polylactic acid nanofiber (a) Structure of pores, (b) More pores in a uniform fiber, (c) SEM image of PVP/Ti(OiPr)₄ fiber, (d) TEM image of PVP/Ti(OiPr)₄ fiber with a hole in the middle. [8]

The fabrication technology for non-woven fibers

Rotational jet spinning (RJS)

RJS was called in many names such as centrifugal spinning, rotor spinning, force spinning. RJS technique was similarly closed to the method which the cotton candy was produced. The composition of RJS includes spinneret that containing polymer compound or polymer resin. The spinneret was heated until polymer compound or polymer resin was melted. Then polymer melt was rotated by a high-speed motor, polymer melt in spinneret was flowed through the gap or capillary tube between spinneret and spinneret's cover. Then polymer melt was ejected through the spinneret and move toward the collector. The polymer melt became a solid along the direction of the spun jet. Finally, the individual fibers collection became non-woven fiber or mat.

RJS can spin polymer fiber in melted systems and solution systems. Each system has its advantages. The polymer was spun by solution system; polymer fibers have porous due to evaporation of solvent that was used in this system. The polymer fibers are suitable for tissue engineering or drug delivery. On the other hand the melted system was easy to use and quick. Overall, the RJS machine is a polymer

fiber processing machine that easy to use, quick, low cost, and RJS can spin commercial polymer and biopolymer.

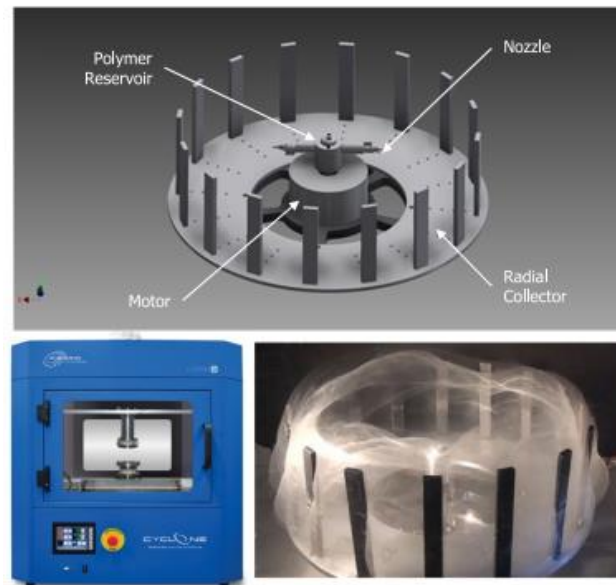


Fig. 3 Simulated picture of spinning fiber of RJS and RJS machine of FibeRio company, model FibeRio Cyclone™ L1000M. [7]

Electrospinning

It is a manufacturing process for fibers spinning that use electrical forces instead of mechanical forces. The polymer may be in solution or molten state, the fluid will be charged to the surface by a strong electric field due to the electric charge with the same polarity has a repulsion between it. When the repulsion force increases, and it overcomes the surface tension of polymer solution then polymer solution is ejected, and it is drawn into a fiber with the solvent evaporated by heat transfer. The advantage of electrospinning is that it can spin a small fiber, with a range in size from tens of nanometers to 2 micrometers therefore that fiber was called electrospun nanofiber. Due to the production of the process is not complicated, it is convenient to adjust parameters to control the production of various fibers, but the disadvantage is that toxic solvent is evaporated into the environment in the process and the production rate is also low.

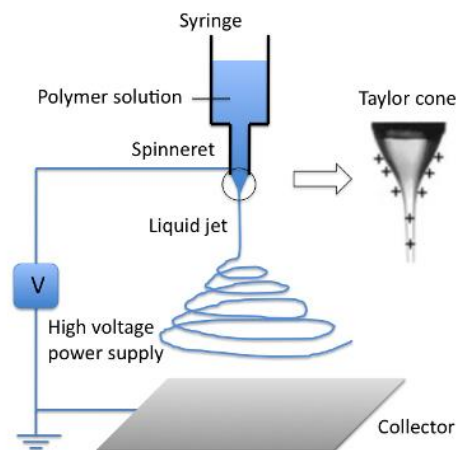


Fig. 4 The spinning process, electrospinning. [9]

Melt Blowing [10]

This is a method for producing fiber by heating the polymer. The polymer is extruded by the extruder. When melted polymer flows out of the extruder, the extrudate was blown by airflow, the extrudate will splash and hold on the substrate, final it makes a non-woven fiber in Fig. 5

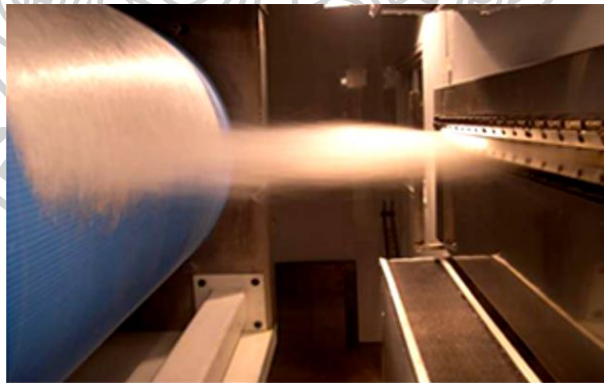


Fig. 5 Melt blowing process.

The nonwoven spinning is mentioned above. There are both advantages and disadvantages. Also, the limits for fiber spinning are different. To spin fibers for a wide range of applications, it is necessary to use a suitable fiber production process for maximum efficiency of the application. The dependence of the fiber diameter with the fabrication method is shown in Fig. 6.

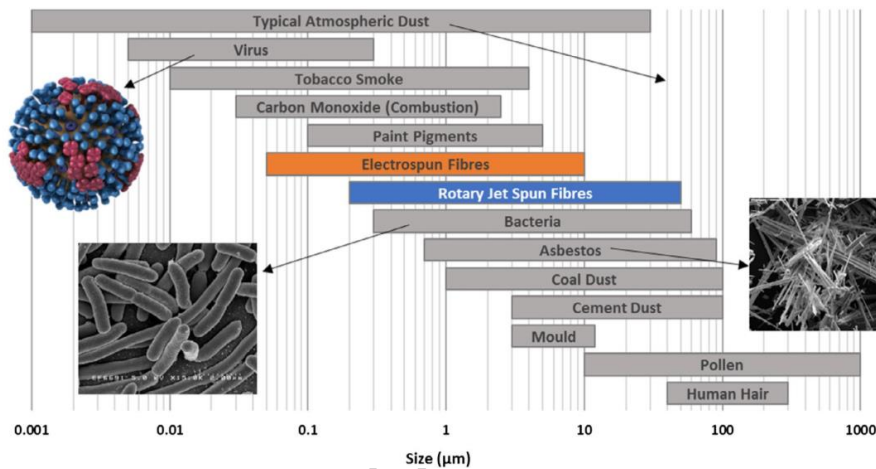


Fig. 6 Comparison of the sizes of typical objects relevant for air filtration with fiber diameters of RJS and electrospun (ES) fibers. [7]

Potential applications of micro-nano fiber polymers in various fields

Tissue engineering scaffolds

Tissue engineering scaffolds is the regeneration of functional tissues, it replaces or repairs a damaged or injured, the human body cannot be recreated. Therefore, the scientist researched, how to regenerate the damaged tissue with the use of a scaffold. There are a lot of published articles, such as Ren J, et al. [11], who used melt electrospinning for PCL-SrBG composite fiber fabrication to make a scaffold material for bone repair. Li Wang, et al. (2011) [12] spun the poly(lacticoglycolic acid) fiber via centrifugal spinning to make 3D scaffolds for tissue engineering.

Drug carrier

Drug delivery is the drug transportation to a target area that can control the release of the drug to the desired ratio for the highest efficiency. There are a lot of published researches, such as Amalorpavamary and Giri Dev (2016) [13], who spun tetracycline/PCL/PVP fiber for a drug-delivery vehicle.

Wound dressing

Wound dressing provides optimal hydration and can protect tissues from pressure or crush. It also adds drugs to reduce edema, inflammation, and a good antiseptic effect on the wound as well. Which makes it unnecessary to open and close the wound dressing to apply medication to the wound and do not need to change the wound dressing frequently. There is a lot of published research, such as Liu Yan, et al. (2019) [14] used electrospinning to prepare various nanofiber PGLA, PCL, PVA, Chitosan/PLA, Alginate/PEO/triton x-100, and Gelatin/hyaluronic acid and add medicine and make a dressing material for treating foot wounds caused by diabetes.

Filter media

Filter media is a medium that performs a variety of functions. It can separate materials that dispersed in liquid and air. This depends on the gaps and porosity of the intermediate material. There is a lot of published research, such as Y.C. Ahn, et al. [15], who produced highly efficient particulate air (HEPA) via electrospinning by using a Nylon 6. HEPA has an efficiency of 99.97% filtration of material in the air, in experiments using an airflow velocity of 5 cm/s and particle size of 0.3 μm .

Material reinforcement

Nanofiber polymer materials are used as reinforcement to polymers or even materials with high mechanical properties such as glass. Not only it can improve the mechanical properties, it can also increase the absorbency properties of moisture or other substances, or even improve the permeability of water and oxygen. There are many published researches, such as M. Tausif, et al. (2017) [16], who used non-woven Polyethylene terephthalate (PET) fiber, Polyamide (PA) fiber, and Polyphenylene terephthalamide (PPTA) fiber as the reinforcing material of Polyurethane (TPU) matrix to enhance the mechanical properties of TPU.

Research of objectives

- To develop the Rotational jet spinning machine (RJS) to be able to spin the micro/nano polymer fiber and to control a temperature with a range in room temperature to 300 °C and rotational speed of at least 9000 rpm which the speed and temperature have a tolerance, not more than $\pm 10\%$.
- To study the rheological properties of different molecular weight of Polylactic acid affect the spinning of micro/nano polymer fiber from a rotational jet spinning machine.

Conceptual Framework

Rotational jet spinning machine (RJS) was modified from a cotton candy machine. It can produce a micro/nano polymer fiber. The improved components of RJS include the motor and control unit, sensor and control unit, spinneret, collector, and body of RJS. In addition, the properties of polymer affecting micro/nano polymer fiber fabrication were collected.

Research Scope

The scope of the research is as follows.

- Rotational jet spinning (RJS) is used as a process for spinning Polylactic acid (PLA) fibers by adjusting the speed and temperature.
- The polymers used in the research were 3 grades of Polylactic acid.
 - Polylactic acid 3052D, Nature work USA.
 - Polylactic acid L130, Total Corbion Thailand.
 - Synthesis PLA by Assoc. Prof. Dr. Yodthong Baimark, MSU

Expect benefits.

- To construct the RJS machine that can prepare the micro/nanofiber polymer for use in the polymer fiber industry.
- To study the properties of polymer that affect polymer fiber fabrication.

Chapter 2

Theory and literature review

To create the fibers from melt polymer through the rotational force, one must understand the mechanism of the fiber formation. Generally, the flow of polymer melt used the pressure that was generated by a rotation of the spinneret. The pressure drives the molten polymer through the capillary pipe. Finally, the molten polymer that it throughout from capillary pipe becomes a polymer jet and it was solidified by ambient, polymer jet became into a fiber. The rotational jet spinning process uses “The flow of molten polymer through the capillary pipe” and “The fiber formation of polymer jet”.

The flow of the molten polymer through the capillary pipe

The completely spinning fiber relies on many related factors such as viscosity, viscoelastic properties, molecular weight, and polydispersity index, etc. These factors indicate the fiber property. Moreover, these factors can also be explored for the efficiency of the spinning of other polymers with a rotational jet spinning machine.

The flow of molten polymer through the capillary pipe

The completely spinning fiber must flow through the capillary pipe with velocity and molten polymer became a solid fiber. Therefore, the flow behavior of molten polymer in the capillary pipe was very important.

The flow of molten polymer is occurred by pressure at end of a capillary pipe and this pressure causes the flow rate along a capillary pipe. Under the hypothesis, the molten polymer that flows inside the capillary pipe is fluid that has a viscosity as a Newtonian fluid, so the relationship between flow rate and pressure is governed by the equation 1. [17]

equation 9

$$Q = k\Delta P$$

where Q is volumetric flow rate of polymer melt (m^3/s)

k is $\pi r^4/8\mu L$ so that equation 1 could be rewritten as equation 2.

ΔP is pressure in capillary pipe (Pa)

equation 10

$$Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L}$$

where r is the radius of capillary pipe (m)

L is the length of capillary pipe (m)

μ is the coefficient of viscosity (Pa·s)

ΔP is the pressure that was occurred by centrifugal force (Pa)

Equation 2 is the mathematical representation of the well-known Poiseuille's law. The viscosity of the polymer was a Newtonian viscosity fluid based on the assumptions; therefore, a viscosity of the polymer was independent of shear rate, it was possible to calculate viscosity from the slope of Q and P plot. In the analysis given here, it is assumed that:

- The velocity of the fluids at the wall of the capillary pipe is zero ($V_w = 0$);
- The fluid is time-independence;
- The flow pattern is constant all along the capillary pipe;
- The flow is isothermal;
- The melt is incompressible.

To determine the pressure in a capillary pipe during the spinning process, from the equation of rotational motion following $a = \omega^2 R$. The force can be calculated from Newton's second law of motion, $F = ma$. From these equations could be rewritten as

$$F = m\omega^2 R$$

Where F is force from Newton's second law (N)

m is mass of spinneret (kg)

ω is angular velocity (rad/s)

R is radius of spinneret (m)

From the equation, the variable F could be substituted with $F = PA$ where A is the cross-section area of a capillary pipe, then we could be rewritten as

$$\Delta P A = m \omega^2 R$$

where ΔP is pressure in capillary pipe (Pa)

A is cross section area of capillary pipe (m^2)

m is mass of spinneret (kg)

ω is angular velocity (rad/s)

R is radius of spinneret (m)

This, when rearranged as

$$\Delta P = \frac{\rho V \omega^2 R}{A}$$

From relationship, $m = \rho V$, where V is volume and relationship of V is $V = Al$, where l is the length of capillary then we could be rewritten as equation 3

equation 11

$$\Delta P = \rho l \omega^2 R$$

where ρ is the density of the molten polymer at 190 °C (kg/m^3)

l is the length of the molten polymer in the spinneret (m)

ω is the angular velocity (rad/s)

R is the radius of the spinneret (m)

Volumetric flow rate and pressure were relationships to shear rate and shear stress. Shear rate and Shear stress are variables that indicate the polymer processing capabilities. Volumetric flow rate (Q) indicates shear rate ($\dot{\gamma}$) at the wall and Pressure (P) indicates shear stress (τ) at the wall following equations 4 and 5 respectively.

equation 12

$$-\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

equation 13
$$\tau_w = \frac{R\Delta P}{2L}$$

Volumetric flow rate (Q) can investigate the exit velocity of the molten polymer from a capillary pipe following equation 6.

$$Q = AU_{ex}$$

equation 14
$$u_{ex} = \frac{Q}{A}$$

where A is the cross-section of a capillary pipe (m^2)

u_{ex} is the exit velocity of the molten polymer in a capillary pipe (m/s)

The exit velocity from equation 6 can be used to calculate in the next theory that the fiber formation of polymer jet.

The fiber formation of polymer jet

The formation of fiber by rotational jet spinning machine uses the theory of elongation flow which is the rheological theory of the molten polymer at the end of a capillary pipe. The molten polymer is ejected by pressure from the spinneret that the molten polymer is called the polymer jet which is still in its molten state. At the same time, the spinneret still rotates, and the polymer jet is pulled by the spinneret, after that the polymer jet is elongated into a long polymer jet. Finally, a long polymer jet become a solid fiber and it is collected at the collector.

Elongational flow

The elongational flow is the theory that describes the elongation of polymer jet after ejected from the spinneret with velocity (u_{ex}). The shear stress that happens in a capillary pipe disappears and there is only the tension acted on the polymer jet. The spinneret pulls the polymer jet with a velocity. After that the polymer jet is elongated until the diameter size of the polymer jet is reduced. The elongation rate is determined by equation 7.

Elongation rate ($\dot{\epsilon}$)

equation 15 [17]
$$\dot{\epsilon} = \frac{\ln \frac{u}{u_{ex}}}{t}$$

where $\dot{\epsilon}$ is elongation rate (1/s)

t is time of elongation (s)

u is the velocity of the polymer jet at any time (m/s)

u variable which is calculated by the continuity equation under the assumption which the elongation rate of polymer jet is equal along with the polymer jet was not broken. Therefore, the flow rate at end of a capillary pipe and the flow rate of the polymer jet before solidification are equal, as in equation 8.

equation 16
$$Q_{ex} = Q_f$$

$$A_{ex}u_{ex} = A_f u_f$$

where A_{ex} is the cross-section area of a capillary pipe (m²)

u_{ex} is the velocity of polymer jet (m/s)

A_f is the cross-section area of fiber (m²)

u_f is the fiber pulling velocity (m/s)

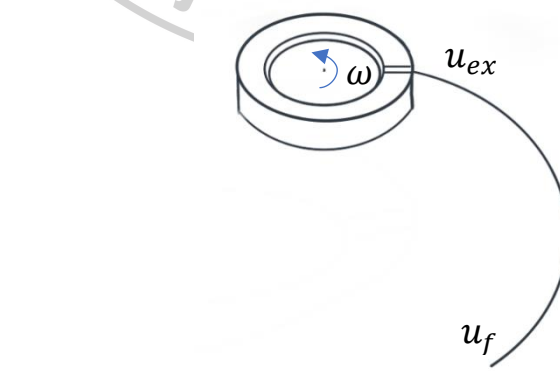


Fig. 7 Schematic representation of polymer jet ejected from a capillary pipe and stretched to a long fiber.

Furthermore, a fiber diameter is calculated by the exit velocity of the polymer jet and angular velocity of the spinneret. The spinneret pulls the polymer jet to a distance equal to X and the real distance that polymer jet is pulled is equal to Y , but an angle between X and Y is very small due to the angular velocity of the spinneret and the exit velocity of the polymer jet is very different, it can be estimated that X is equal to Y . the following expression is for X .

$$X = u_f t$$

Where u_f is the angular velocity of spinneret (m/s)

t is time that polymer became solid fiber (s)

where time was calculated from the equation;

$$t = \frac{s_c}{u_{ex}}$$

Where s_c is the distance between the spinneret and the polymer jet

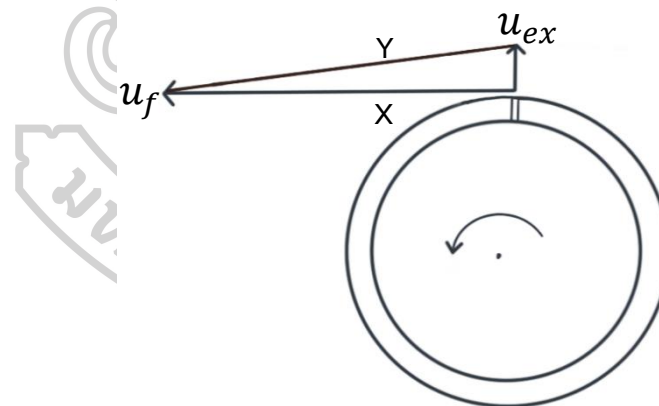


Fig. 8 Schematic representation of a direction of the angular velocity and the exit velocity of polymer jet (u_{ex}).

From Fig.8, one could calculate the fiber diameter with equation 8 as following;

$$A_{ex} u_{ex} = A u_f$$

$$\frac{A_{ex}}{A} = \frac{u_f}{u_{ex}}$$

$$\frac{\pi r_{ex}^2}{\pi r^2} = \frac{u_f}{u_{ex}}$$

where r_{ex} is radius of capillary pipe (m)

r is radius of fiber (m)

After rearranging, equation 9 is found to be the ratio of radius as a function of the square root of the ratio of velocity.

equation 9

$$\frac{r}{r_{ex}} = \sqrt{\frac{u_{ex}}{u_f}}$$

where r_{ex} is radius of capillary pipe (m)

r is radius of fiber (m)

u_{ex} is the velocity of polymer jet (m/s)

u_f is the angular velocity of spinneret (m/s)

However, in the case of real molten polymer could not think about very low viscosity. Therefore, elongation viscosity has to consider. The elongation viscosity was a resistance that occurs when the polymer jet was pulled by the spinneret, where the elongation viscosity is 3 times of shear viscosity (μ), following equation 10 [17].

equation 10

$$\lambda = 3\mu$$

where λ is elongation viscosity (Pa·s)

μ is shear viscosity (Pa·s)

The behavior of elongation viscosity changed with time when stretching a particular fluid with a certain elongation rate appeared that elongation viscosity increased with time which shows in Fig.9 because the fluid was stretched that was hardening. Therefore, to maintain the stretching rate was stable, it necessary to give more force.

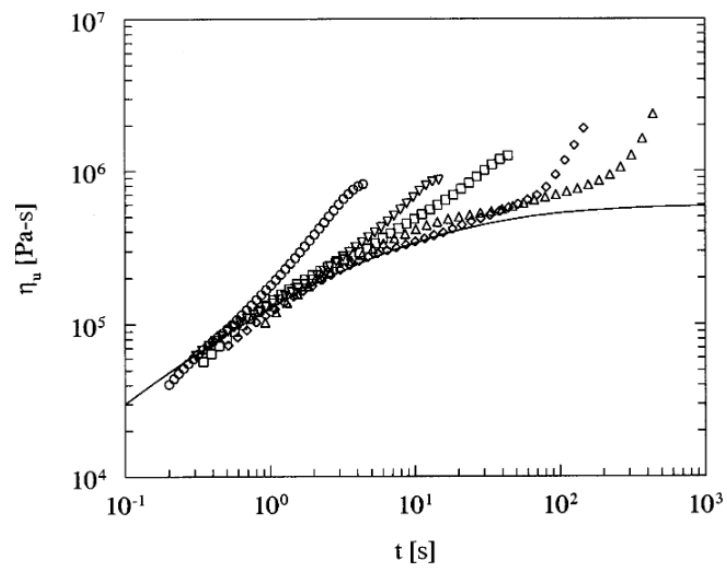
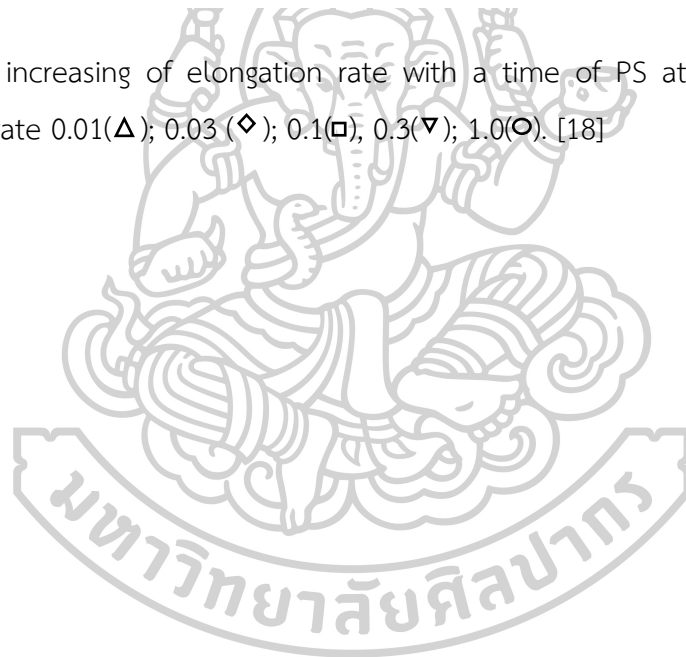


Fig. 9 The increasing of elongation rate with a time of PS at 170 °C with stable elongation rate 0.01(Δ); 0.03 (\diamond); 0.1(\square), 0.3(∇); 1.0(\circ). [18]



Chapter 3

Materials and Methods

Guidelines and methodology

The purpose of this research is improvement the rotational jet spinning process for Polylactic acid fiber. This research improved the rotational jet spinning machine from a cotton candy machine due to a cotton candy machine could not spin Polylactic acid. The improvement of a cotton candy machine includes a motor and control unit, a sensor and control unit, the structure of rotational jet spinning.

Materials

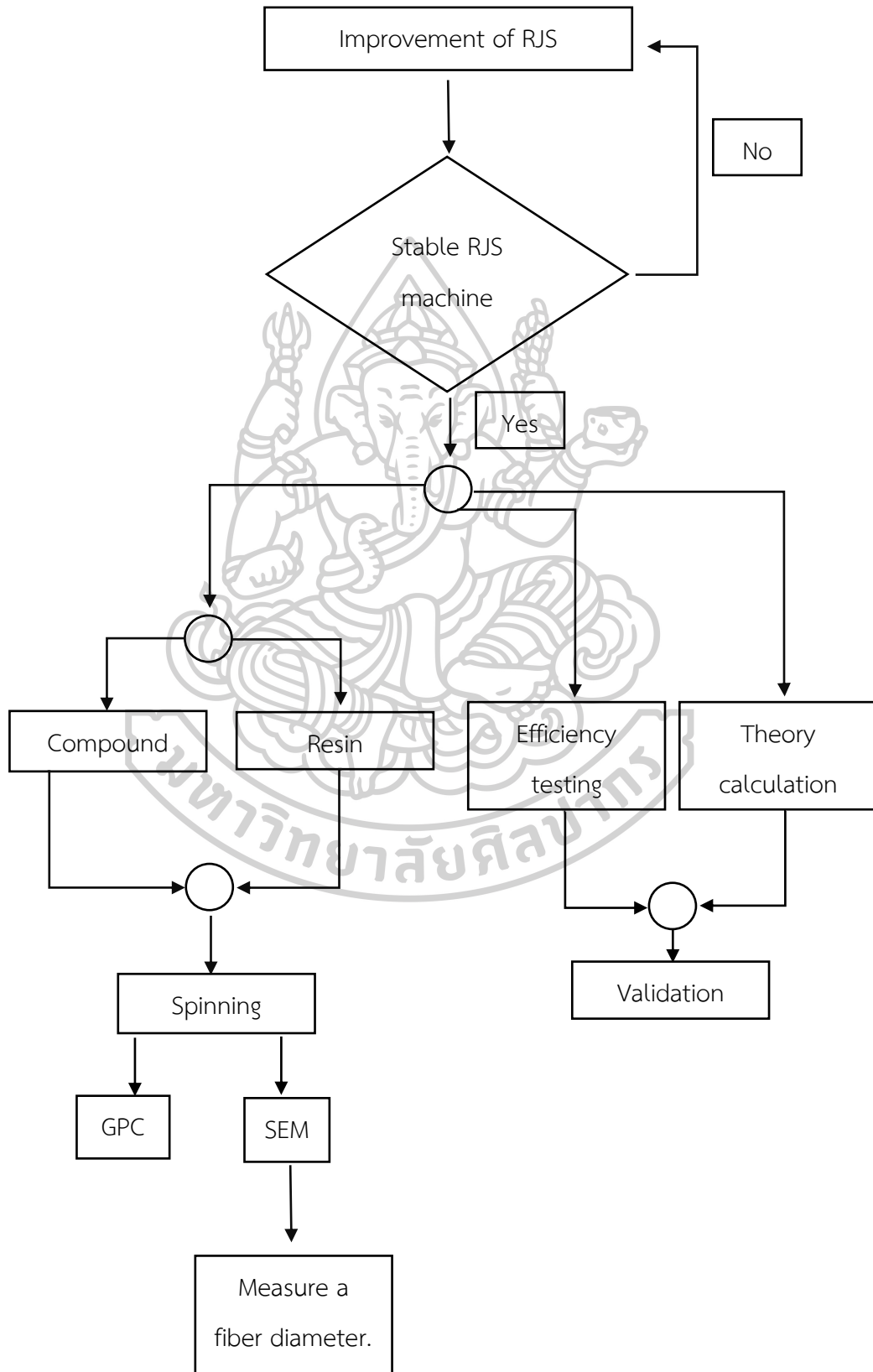
- Polylactic acid 3052D, Nature work corporation, USA, density 1.24 g/cm^3 , melt temperature $145\text{-}160 \text{ }^\circ\text{C}$ melt flow index ($210 \text{ }^\circ\text{C}$, 2.16 kg) 14 g/10min.
- Polylactic acid L130, Total Corbion Thailand, density 1.24 g/cm^3 , melt temperature $175 \text{ }^\circ\text{C}$, melt flow index ($210 \text{ }^\circ\text{C}$, 2.16 kg) 16 g/10min.
- Polylactic acid by Assoc. Prof. Dr. Yodthong Baimark, MSU, melt temperature $167 \text{ }^\circ\text{C}$ melt flow index ($190 \text{ }^\circ\text{C}$, 2.16 kg) is N/A.

Characterization

- Modular Compact Rheometer model MCR-302, Anton Paar, Austria.
- Scanning electron microscope (SEM).
- Melt flow index.
- Laser Photo Tachometer.

Methodology

The methodology follows the flow chart.



Stabilization of rotational jet spinning (RJS) improvements

RJS' components provide better performance for spinning Polylactic acid and provide stability that the vibration of the machine is minimum and Polylactic acid can spin and repeat that. Moreover, RJS can control a rotational speed and temperature that stable. The components of RJS that have been improved are as following.

1. Motor and control unit (รูปที่ 13, in Thai section)
2. Heater sensor and control unit (รูปที่ 14, in Thai section)
3. Slip ring (รูปที่ 31, in Thai section)
4. Slip ring and cover with 4 capillaries (รูปที่ 24, in Thai section)
5. Collector (รูปที่ 29, in Thai section)
6. Structure of rotational jet spinning (รูปที่ 34, in Thai section)

Fiber spinning testing

All Polylactic acid resin was dried at 60 °C overnight. 10 g of dried PLA was weighed and centrifugally spun into fibers.

Rotational speed: 650 1700 and 2800 rpm at constant temperature of 190 °C

Temperature: 190 210 and 230 °C at constant rotational speed of 650 rpm

Polylactic acid 3052D and synthesis PLA was blended with ratio 80/20%wt and 50/50%wt to study of the calculation of the variables in the spinning process with the RJS. All Polylactic acid resin was dried at 60 °C overnight. Dried PLA of 5 g was weighed and centrifugally spun into fibers and timer from starting to put the pellets until the blender is finished to find the production rate.

Theory

Theoretical calculations related to spin parameters as following.

1. The flow rate of Poiseuille's law compared with the experiment as the following equation

$$Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L}$$

where r is the radius of capillary pipe (m)

L is the length of capillary pipe (m)

μ is the coefficient of viscosity (Pa·s)

ΔP is the pressure that was occurred by centrifugal force (Pa)

$$\Delta P = \rho l \omega^2 R$$

where ρ is the density of the molten polymer at 190 °C (kg/m³)

l is the length of the molten polymer in the spinneret (m)

ω is the angular velocity (rad/s)

R is the radius of the spinneret (m)

The pressure equation has a density variable that obtained from the melt flow index experiment via melt flow indexer, following as equation $\rho = m/v$

2. The exit velocity (u_{ex}) in a capillary pipe, following as equation $u_{ex} = \frac{Q}{A}$
3. The fiber pulling velocity (u_f), the viscosity of the fluid as a Newtonian fluid compared with real polymer viscosity.
4. The theory fiber diameter compared with the experiment fiber diameter.
5. Dimensionless number: Re number.
6. The shear rate of rotational jet spinning (RJS).

Performance testing of the rotational jet spinning (RJS)

The performance testing of rotational jet spinning (RJS) was divided into the performance testing of rotational speed and heating system.

The performance testing of rotational speed was a rotational speed testing of RJS with and without installing the spinneret. The initiation of testing started with the lowest voltage that the spinneret was spun, then a rotational speed was measured

by the Infrared tachometer for 5 minutes, and the voltage increased every 5 V until the rotational speed reached the limit of RJS.

The performance testing of the heating system was the experimentation of heater, sensor, and control unit of RJS that was measured at 190 °C and the lowest rotational speed for 5 minutes.

The flow rate of Polylactic acid of the experiment was measured with the compounding of Polylactic acid 3052D and synthesis PLA in a ratio of 80/20%wt with the condition of 200 °C, 2500 rpm, and 5 grams of the compounding.

PLA Compounding

Polylactic acid 3052D and synthesis PLA was mixed in a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt via an internal mixer at 190 °C, the screw speed 60 rpm for 10 minutes.

Dynamic Mechanical Analysis (DMA)

The DMA technique was a viscosity simulation of Polylactic acid in the spinneret during a process.

The viscosity of Polylactic acid was investigated via a modular compact rheometer while temperature sweep mode, at a temperature range of 170 - 200 °C at a rate of 1.5 °C/min. Polylactic acid 3052D, L130, Synthesis PLA, and the compounding of 3052D and synthesis PLA in a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt were investigated.

The viscosity of Polylactic acid was investigated via a modular compact rheometer while time sweep mode at 190 and 200 °C for 10 minutes with the compounding of 3052D and synthesis PLA in a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt.

Gel Permeation Chromatography (GPC)

The molecular weight of Polylactic acid before and after spinning was investigated by the GPC technique.

1. Polylactic acid 3052D
2. Polylactic acid Synthesis PLA
3. The compounding of Polylactic acid 3052D and synthesis PLA in a ratio of 80/20%wt.
4. The fiber of compounding of Polylactic acid 3052D 3052D and synthesis PLA in a ratio of 80/20%wt after the spinning for 2 minutes.
5. The fiber of compounding of Polylactic acid 3052D 3052D and synthesis PLA in a ratio of 80/20%wt after the spinning for 10 minutes.

Scanning Electron Microscopy (SEM) and the fiber measurement

The SEM images of Polylactic acid fiber were measured the diameter by a human via the Image J program following the step as;

1. The SEM image was imported into the Image J program;
2. The 1 square inch grid, 36 squares were drawn on the SEM image;
3. The scale of the Image J program was calibrated with the scale on the SEM image;
4. The range of fiber diameter was drawn from edge to edge of the same fiber then the Image J program calculated a range that was drawn while a range was a fiber diameter;
5. All fibers in 1 square was measured with 2 points until to complete 36 squares;
6. All diameter was calculated the average fiber diameter and standard deviation.

Chapter 4

The results and discussion

This research aimed to improve and develop the rotational jet spinning machine based on the cotton candy machine for Poly(lactic acid) fiber preparation. The new machine used the rotational jet spinning technique (RJS) to generate fibers. The cotton candy machine was improved with a better performance. Poly(lactic acid) was then spun by the RJS machine for non-woven Poly(lactic acid) fiber. Moreover, the condition of the spinning Poly(lactic acid) process was investigated.

The cotton candy machine was the basis of the rotational jet spinning machine as shown in Fig. 10 while the component and operation of the cotton candy machine was similar but the cotton candy machine could not control the rotational speed and temperature moreover, the cotton candy machine could not spin Poly(lactic acid) into the fiber, that the cotton candy machine was not suitable for Poly(lactic acid) and other polymers spinning. Therefore, the component of RJS must be more efficient than the cotton candy machine while the various components of the RJS that have been developed to be more efficient and have the following improvement.



Fig. 10 The cotton candy machine was the basis of the rotational jet spinning machine (RJS).

“Feasibility study of Polylactic acid fibers spun by self-design rotary spinning injection machine” was first conducted. The cotton candy machine was first improved for spinning Polylactic acid fiber. A motor and control unit and sensor and structure of machine were improved for Polylactic acid fiber spinning. In this regard, the motor used a type of induction motor that was controlled by a rotational speed controller which had a maximum speed of 1800 rpm, the sensor used a type of infrared sensor that was controlled by Arduino program, the cover of the spinneret was increased a thickness to 10 mm due to the old cover was chipped after spinning for a long time. The self-design rotary spinning injection is shown in Fig. 11.

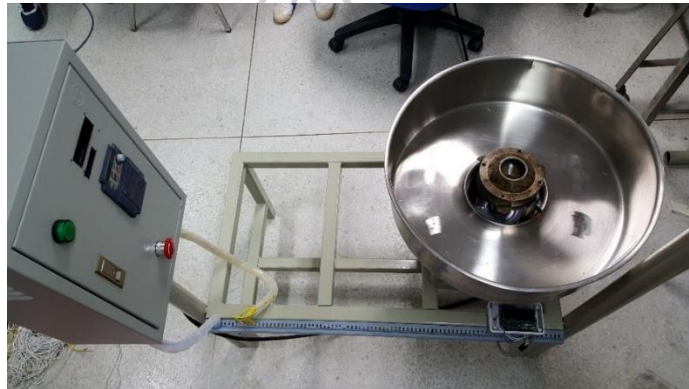


Fig. 11 The self-design rotary spinning injection.

The self-design rotary spinning injection could not spin Polylactic acid 3052D but it could spin the synthesis PLA which had low molecular weight and low viscosity polymer. The synthesis PLA fiber is shown in Fig. 12.



Fig. 12 synthesis PLA fiber spun by the self-design rotary spinning injection, rotational speed 18000 rpm, 250 °C.

Polylactic acid 3052D could not be spun because the self-design rotary spinning injection had low rotational speed and the control system of temperature was not enough. Therefore, the new machine must improve the motor and sensor system first.

Motor and control unit

The rotational speed was the main factor for polylactic fiber spinning which was improved first. The motor had been replaced with a universal motor capable of exceeding 10,000 rpm and the control unit had been replaced with a voltage regulator that high-performance control system. A universal motor (left) and voltage regulator (right) are shown in Fig. 13.



Fig. 13 Universal motor (left) and voltage regulator (right).

Sensor and control units

The sensor of the self-design rotary spinning injection machine was an infrared sensor that high discrepancy. Therefore, the infrared sensor was replaced with a PT100 sensor that was installed under the spinneret. A PT100 sensor is shown in Fig. 14 (red arrow). A heater is embed in the spinneret as shown in Fig. 14 (left, white arrow). The FY400 PID temperature controller is shown in Fig. 14 (right). The PID temperature controller was more accurate than the infrared system. A new type of

sensor that was installed under the spinneret required a new slip ring system for supporting the RJS functionality.

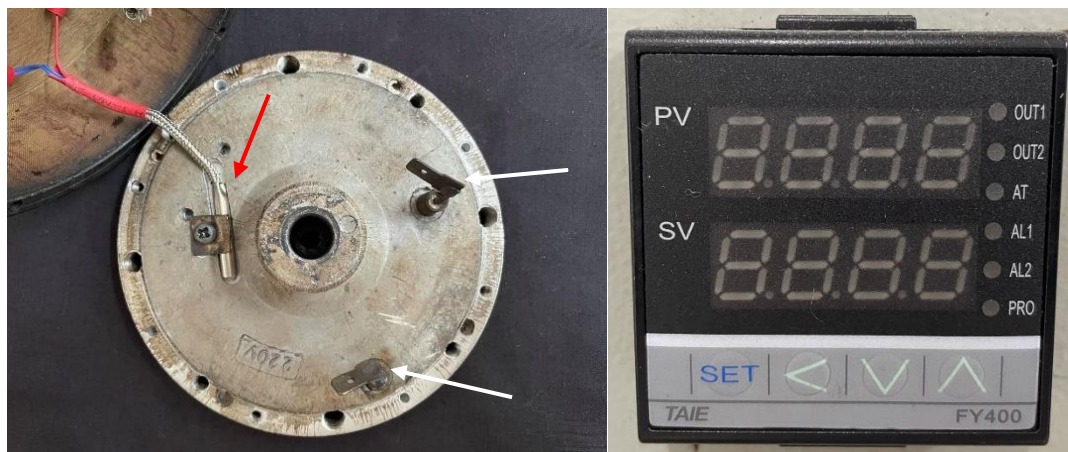


Fig. 14 PT100 sensor position (red arrow), heater (white arrow), and PID temperature controller (right).

Slip ring

A slip ring is a circuit bridge that connection between the spinneret and temperature control system of the RJS. A slip ring is composed of 4 stacks of a copper ring, each copper ring was a conductor of heater and sensor moreover, a carbon brush was a conductor of slip ring and electrical control cabinet. In the process, a slip ring and the spinneret rotate together, allowing the supply of electricity to a heater and sensor. It is shown in Fig. 15 slip ring (red arrow) and carbon brush (white arrow).



Fig. 15 Slip ring (red arrow) and carbon brush (white arrow).

The improvement of the rotational speed system and heating system was sufficient to spin Polylactic acid fibers whereas the problem was also difficult to keep the fiber because the fibers waft in the air due to the propeller installed on the spinneret that is shown in Fig. 16 (red circle, left). Therefore, the propeller was uninstalled then a motor, the spinneret, and a slip ring were assembled as shown in Fig. 17.



Fig. 16 The propeller installed on the spinneret (red circle, left), the propeller uninstalled on the spinneret (right).



Fig. 17 The rotational jet spinning machine (left), slip ring, and a motor were assembled (right).

Polylactic acid 3052D could spin with a condition of 1800 rpm and 190 °C whereas the spinning fiber took more than 30 minutes. Polymeric acid non-woven fiber is shown in Fig. 18.



Fig. 18 Polymeric acid non-woven fiber with a condition of 1800 rpm and 190 °C.

The previous spinning of Polymeric acid fibers had a problem. The fiber entered and stuck at slip ring until a short circuit occurred. The problem was solved by installing a ring plate in the gap between the spinneret and collector as shown in Fig. 19.

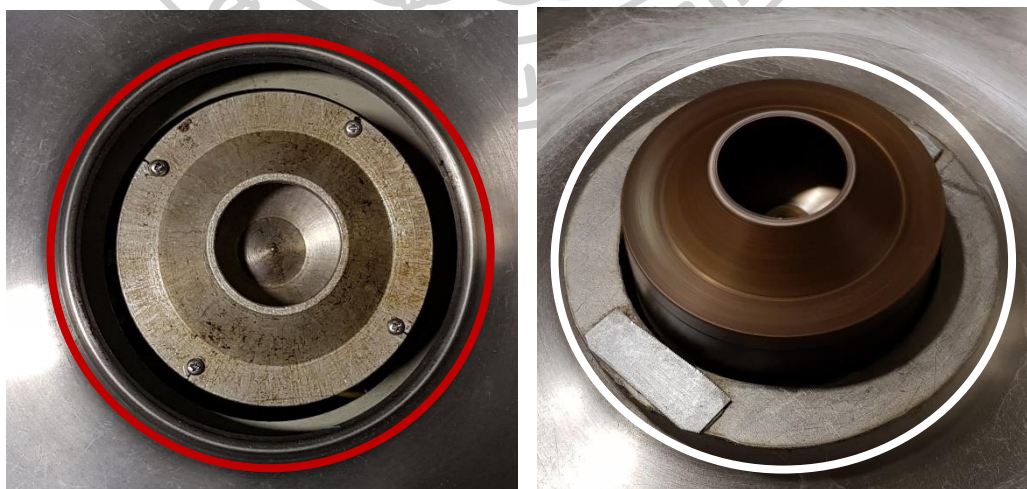


Fig. 19 A gap between the spinneret and collector (red circle, left) and a ring plate was installed (white circle, right).

Another problem was the vibration of RJS due to the spin at a high rotational speed. The problem was solved by reducing the unnecessary heavy part of the spinneret and reducing the thickness of the cover from 10 mm. to 5 mm. as shown in Fig. 20 and Fig. 21.



Fig. 20 The cover before reducing the thickness (left) the cover after reducing the thickness (right).



Fig. 21 The spinneret before reduced the unnecessary part (left) and the spinneret after reduced the unnecessary part (right).

Moreover, the structure of RJS was added weight for reducing the vibration of RJS, the new structure was shown in Fig. 22 and Fig. 23.



Fig. 22 The new structure of RJS.

Moreover, the RJS operation control system was improved for safety and ease to use. The electrical control cabinet was added, the electrical control cabinet as shown in Fig. 23



Fig. 23 The electrical control cabinet, outside (left), inside (right).

In the spinning process, Polylactic acid flows out from the gap between the spinneret and cover which formed random fibers, it controls the production rate and fiber diameter. Therefore, to control the production rate and the fiber diameter, 600 μm capillary pipe was added at 4 positions on the spinneret as shown in Fig. 24 (left).

The cross-section of the spinneret and the polymer pathways which the flow of polymer was according to the theory in chapter 2.

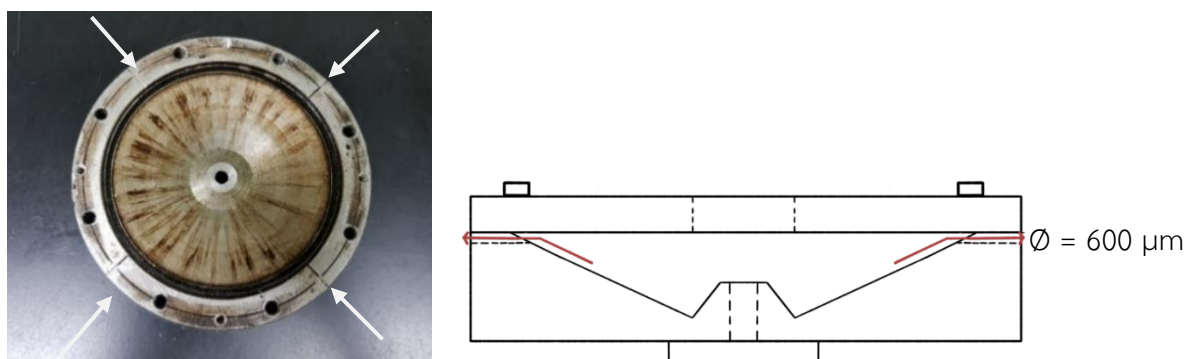


Fig. 24 600 μm capillary diameter on the spinneret (white arrow, left) and cross-section the spinneret (right) and direction of polymer pathways (red arrow).

After the improvement, Polylactic acid fiber could still enter the inside of the RJS machine, but the quantity of the fiber reduced, and the vibration of RJS was greatly reduced. The maximum rotational speed was 2800 rpm and the RJS could control the temperature up to 300 $^{\circ}\text{C}$. Therefore, the spun Polylactic acid was tested to study the effect of rotational speed and temperature on fiber diameter. The factor of rotational speed was 650, 1700, and 2800 rpm at a constant temperature of 190 $^{\circ}\text{C}$. The factor of temperature was 190, 210, and 230 $^{\circ}\text{C}$ at a constant rotational speed of 650 rpm. Three types of Polylactic acid were used: 3052D, L130, and synthesis PLA.

All commercial PLA resins could be prepared into fibers completely. At 230 $^{\circ}\text{C}$ whereas the fibers could not be prepared when using synthesis PLA. The feature of Polylactic acid fiber was a circular disc with a hole in the middle of the fiber, like a donut as shown in Fig. 25.

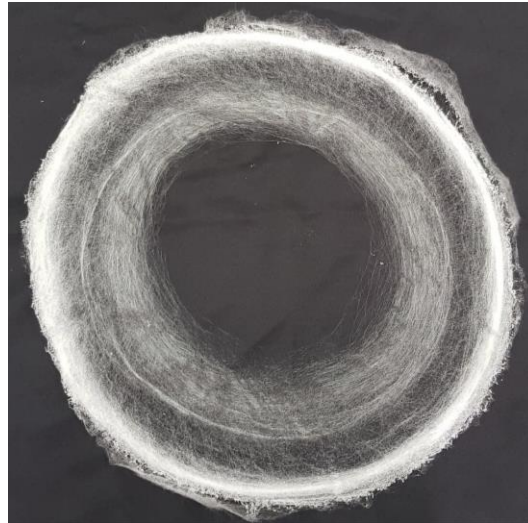


Fig. 25 Non-woven PLA fiber.

The effect of temperature

The effect of temperature and the rotational speed at 650 rpm. The fibers diameter decreased when the temperature increased because the higher temperature reduced the polymer viscosity as shown in Fig. 26. However, when the polymer viscosity is very low, the polymer jet could not form fiber but could form the bead. The average fiber diameter is represented in Table. 1-Table. 3 and the morphology of the fibers are shown in Fig. 27.

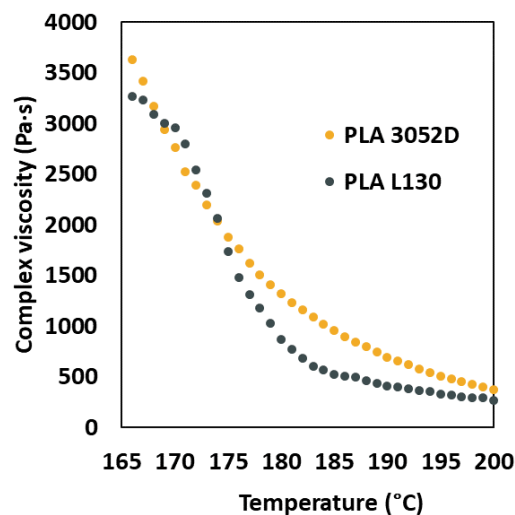


Fig. 26 The viscosity of PLA 3052D and PLA L130. PLA, Polylactic acid.

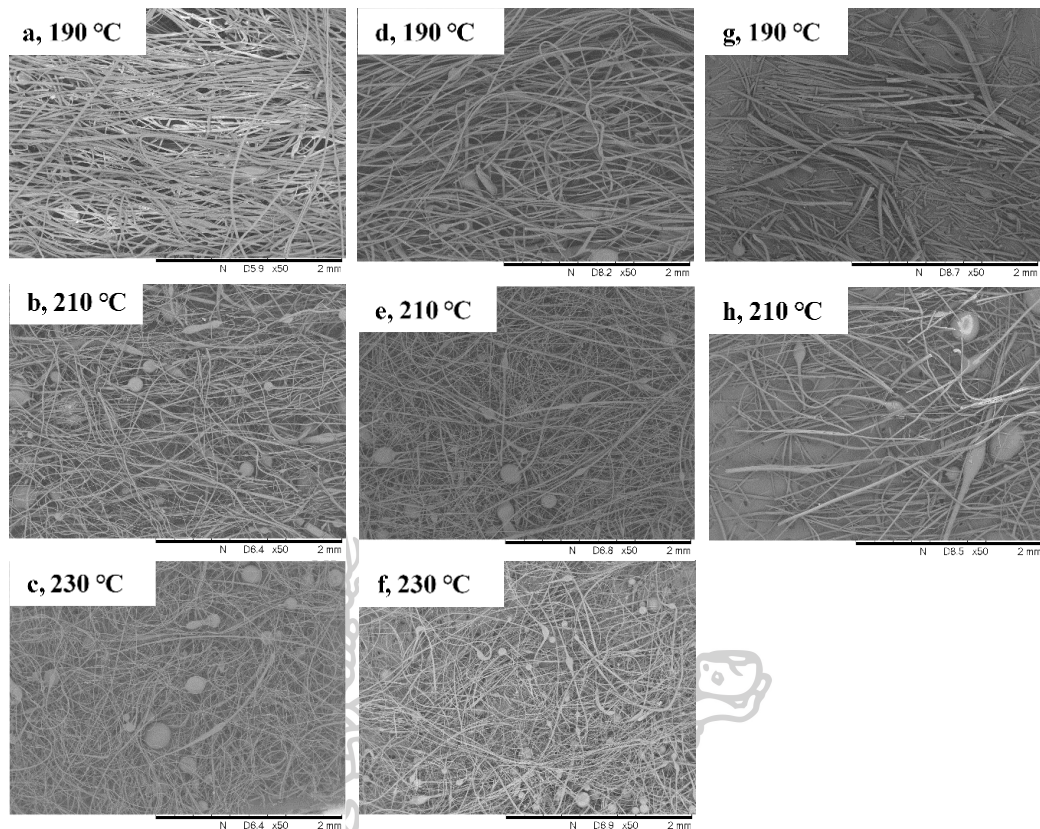


Fig. 27 Morphology of non-woven PLA fibers on the effect of temperature of (a-c) PLA 3052D, (d-e) PLA L130, and (g-h) synthesis PLA at a rotational speed of 650 rpm.

The effect of rotational speed

The effect of rotational speed and the fixed temperature at 190 °C, the diameter decreases with increasing the rotational speed. The higher rotational speed increased the pressure that is shown in equation 3. The increasing pressure leads to more flow rate in a capillary pipe and the extension force as well. On the other hand, if the rotational speed is more than 2800 rpm, the beads are formed during the process. The average fiber diameter is represented in Table. 1-Table. 3 and the morphology of the fibers are shown in Fig. 28.

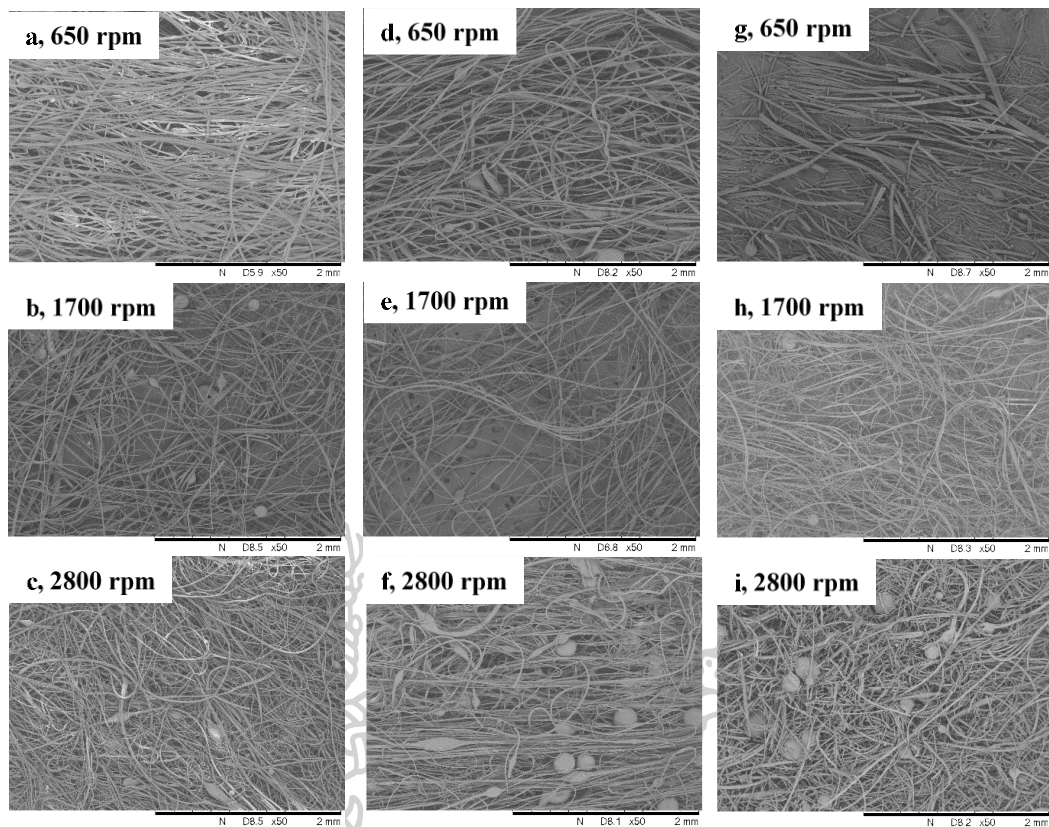


Fig. 28 Morphology of non-woven PLA fibers on the effect of rotational speed on (a-c) PLA 3052D, (d-e) PLA L130, and (g-i) synthesis PLA at a temperature of 190 °C.

Table. 1 The fiber diameter of Polylactic acid 3052D

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	22.30 ± 5.45	14.73 ± 3.94	13.28 ± 3.75
1,700	14.60 ± 6.55	12.30 ± 7.06	6.46 ± 3.11
2,800	7.50 ± 2.60	7.39 ± 2.86	7.20 ± 3.37

Table. 2 The fiber diameter of Polylactic acid L130

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	18.60 \pm 5.36	11.80 \pm 3.55	11.20 \pm 4.75
1,700	15.46 \pm 4.51	13.37 \pm 5.77	11.42 \pm 4.76
2,800	14.16 \pm 5.42	9.65 \pm 4.14	5.50 \pm 2.73

Table. 3 The fiber diameter of synthesis PLA.

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	20.91 \pm 7.48	15.90 \pm 7.55	N/A
1,700	14.92 \pm 6.20	7.74 \pm 3.98	N/A
2,800	9.53 \pm 5.91	8.87 \pm 4.30	N/A

The bead formation

The molten polymer flows through a capillary pipe that is called the polymer jet. The polymer jet is drawn to a fiber that smaller than the capillary pipe diameter. The polymer jet arranges itself along with the extension force then the polymer jet coagulates and becomes a fiber. However, the low molecular weight polymer or small molecule polymer is weak entanglement of the polymer chain or low melt strength until it is unable to resist the extension force of the spinneret. Finally, the polymer jet breaks, if the polymer jet does not coagulate, it is formed a sphere due to the surface tension of the molten polymer that is called a bead as a research of Tom O' Harie, et, al [19] and a research of Nicole E. Zander [20]. This mechanism can be obtained with other polymers such as PBS, PET, etc.

Troubleshooting for slip ring and other problems

Troubleshooting the vibration of RJS which this vibration is greatly reduced. However, there was a new problem. The fibers are deposited on a ring plate, causing those fibers to melt and stick. Moreover, the fiber stuck on the collector because of the heat evolved during spinning the fibers for a long time. The collector was remodeled to increase the heat transfer, which was changed from steel to acrylic. The new collector had 2 components, a 125 cm diameter circular base and 25 x 450 mm of poles acrylic, which was attached to the fibers. The collector can be adjusted in 3 levels: 8, 13, and 15 cm as shown in Fig. 29.

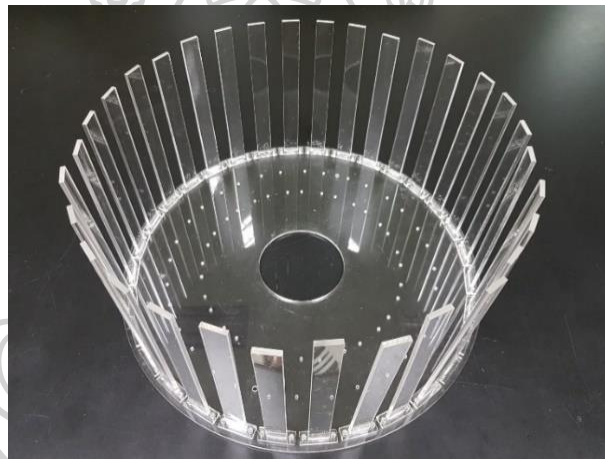


Fig. 29 Acrylic collector.

The problem of the fiber entered the inside of the RJS machine which has caused several electric shocks and short circuits as shown in Fig. 30. Moreover, the wires connecting the slip ring, the heater, and the sensor were intertwined with the other parts of RJS, which will cause an accident in the future.

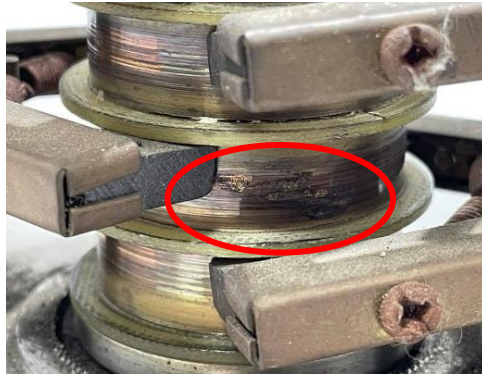


Fig. 30 Evidence of a short circuit on the ring (red circle).

To solve this problem, the slip ring was remodeled. The slip ring to be horizontally called the pancake slip ring which is held to a Bakelite that an insulator. Bakelite also protects wires that can interfere with other parts of the device and prevents heat transfer around the sensor. When designing a slip ring as a pancake slip ring, it was replaced with a new carbon brush from the old one. The new carbon brush was held with 15 mm. acrylic as an insulator shown in Fig. 31 (white arrow). Four carbon brushes were under the pancake slip ring. The carbon brush conduct electricity to the heater and sensors as shown in Fig. 31.

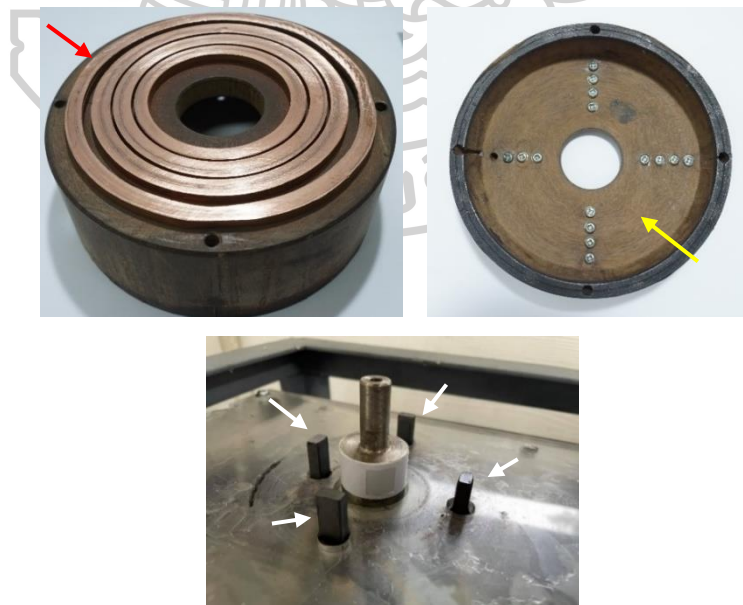


Fig. 31 Slip ring, 4 copper rings (red arrow), Bakelite (yellow arrow), and carbon brushes (white arrow).

When the individual parts were assembled, the spinneret, the slip ring, and cover are shown in รูปที่ 32, and when the slider is attached to the unit, it is shown in Fig. 33.



Fig. 32 The spinneret and a cover, top view (left), side view (right).



Fig. 33 Spinneret connected to universal motor and carbon brush underneath the spinneret (red arrow).

The new slip ring affects the RJS structure due to inconsistent spinneret heights and collectors. Therefore, it was redesigned the structure of the RJS machine as shown in Fig. 34.



Fig. 34 The new structure of RJS, front view (left), top view (right)

In addition, the improvement of a slip ring changed the inside of the spinneret because the molten polymer can flow out of another area without passing through the capillary pipe. Therefore, the improvement of the inside of the spinneret was lathed to depth of 4 millimeter, it forced the molten polymer to flow only through capillary channels as shown in Fig. 35

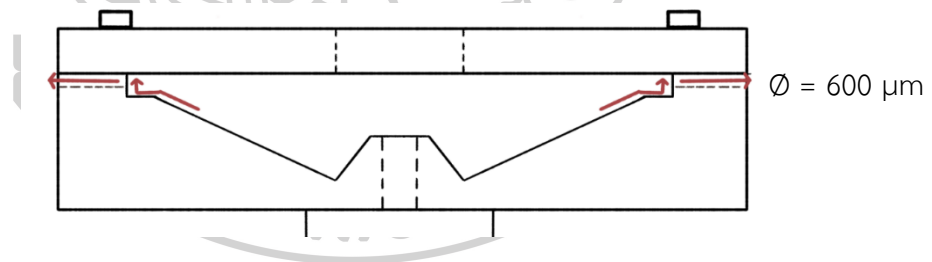


Fig. 35 Cross-section of the spinneret and direction of polymer pathways (red arrow).

The rotational speed testing

The rotational speed system includes a universal motor and voltage regulator that control a rotational speed. The voltage regulator adjusts a voltage that enters the universal motor which a voltage is the power source of the universal motor that the universal motor rotates. The rotational speed testing provides the rotational speed testing with the spinneret and without the spinneret.

- The rotational speed testing without the spinneret.

The universal motor rotated initiatively with a minimum voltage of 25V which the voltage increased 5V increments until rotational speed more than 9000 rpm. From the testing, the maximum voltage that caused the maximum rotational speed was 60 V, and the average rotational speed was 9476 rpm. The position testing is shown in Fig. 36 (top), and the distance of the tachometer and the motor is 20 centimeters.

- The rotational speed testing with the spinneret.

The universal motor rotated initiatively with a minimum voltage of 45V which the voltage increased 5V increments until rotational speed more than 9000 rpm. From the testing, the maximum voltage that caused the maximum rotational speed was 60 V due to the RJS machine was vibration and it will be an accident soon and the average rotational speed was 3810 rpm. The position testing is shown in Fig. 36 (bottom).



Fig. 36 The position testing, without the spinneret (top), with the spinneret (bottom).

The rotational speed performance testing showed that the average maximum rotational speed with the spinneret decreased in comparison with the average maximum rotational speed without the spinneret. The minimum voltage of rotational speed with the spinneret increased from 25 V to 45 V due to the spinner was resisted by 4 carbon brushes and a mass of a new slip ring. The rotational speed with the spinneret decreased up to 83% with a voltage of 45 V. As the voltage increased, the difference in rotational speed with and without the spinneret was decreased. The summary of an average rotational speed is shown in Fig. 37 and Table. 4 respectively.

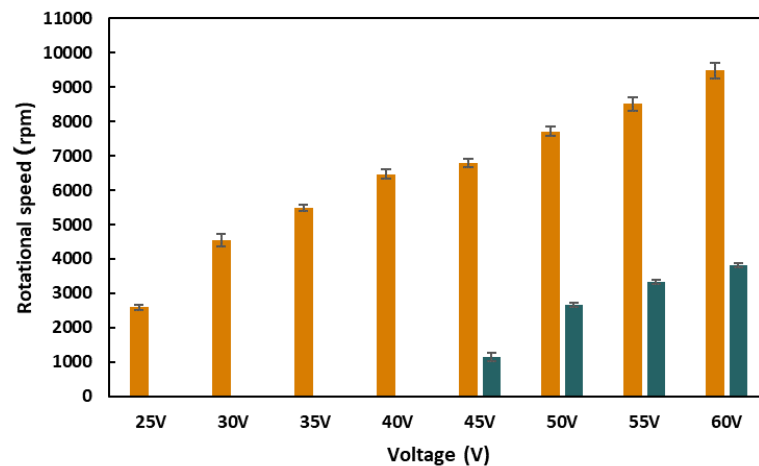


Fig. 37 Summary of the voltage and rotational speed of the universal motor with and without the spinneret.

Table. 4 Reduced efficiency of rotational speed with and with the spinneret.

Voltage (V)	The rotational speed without the spinneret (rpm)		The rotational speed with the spinneret (rpm)		Reduced efficiency compared to the rotational speed without the spinneret (%)
	Average	SD	Average	SD	
25	2600	75	-	-	-
30	4547	182	-	-	-
35	5486	97	-	-	-
40	6463	132	-	-	-
45	6791	126	1136	118	83
50	7712	132	2659	56	66
55	8507	192	3322	55	61
60	9476	219	3811	59	60

The heating system testing

The heating system includes 2 heaters, a pt100 sensor, and a temperature controller. The heating system was investigated while heating and spinning simultaneously. The spinneret was rotated with a voltage of 45, 50, 55, and 60 V respectively, and a setpoint temperature was 190 °C. The graph of temperature with time is shown in Fig. 38.

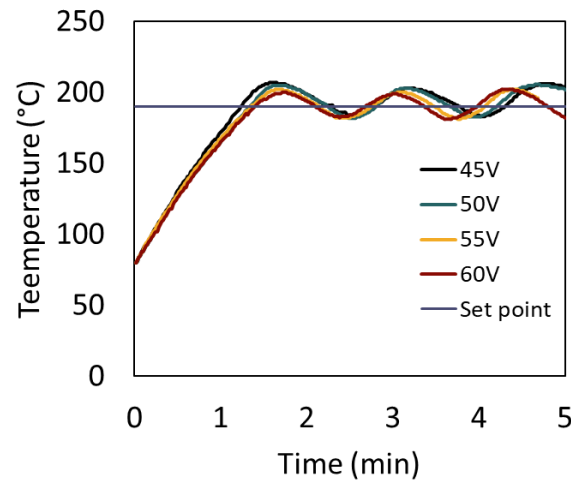


Fig. 38 Temperature of the spinneret rotated with a voltage of 45, 50, 55, and 60 V respectively.

The result of the heating system testing that the temperature after spinning 1 minute revealed that the detected temperature of the spinneret was in a range of 185-206 °C. However, the high rotational speed caused the temperature toward the target temperature slower than the low rotational speed. The suitable temperature for the spinning process was the temperature after 2 minutes for the heat was transferred all the spinneret.

Rheological testing and spinning testing.

Polylactic acid 3052D and L130 could not spin under the same condition (1800 rpm and 190 °C). These polymers were changed to the blend of Polylactic acid 3052D and synthesis PLA with a ratio of 80/20%wt and 50/50% that the viscosity was decreased and flown out of the spinneret. After that, the polymer blend could spin into fiber thus the viscosity was investigated by the DMA technique with temperature scan mode, 170-200 °C with a rate of 1.5 °C/minute as shown in Fig. 39.

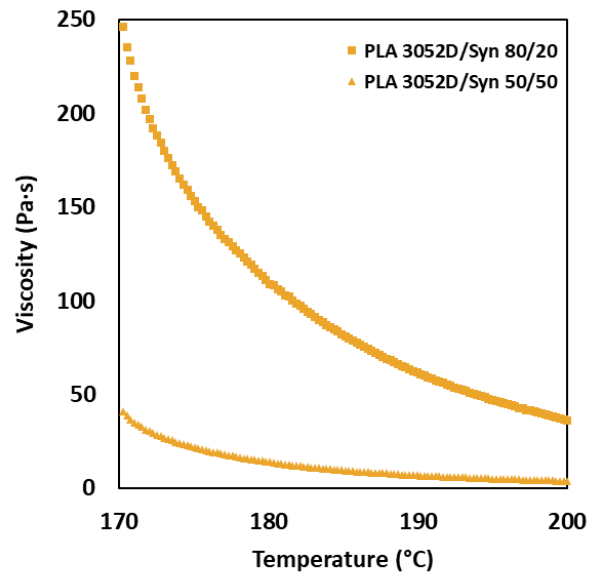


Fig. 39 The viscosity of Poly(lactide-co-glycolide) blend at various temperature.

When the viscosity is known at each temperature, another important factor is the time of spinning. When Poly(lactide-co-glycolide) gets more heat, the viscosity was lowered because Poly(lactide-co-glycolide) was degraded by higher temperature in the range 190-230 °C. Finally, the viscosity decreases with increasing time, which was followed by the DMA test using constant temperatures 190 and 200 °C then the viscosity was investigated by the DMA technique with time scan mode for 30 minutes at constants temperature 190 and 200 °C. The result as the viscosity decreased as time increased as Poly(lactide-co-glycolide) received higher energy because of the heat energy within the polymer chain, making chains easy to move. For the ratio of 50/50%wt of polymer blend, the viscosity after 10 minutes of spinning stayed the same because the viscosity was in the terminal zone Which the viscosity changes very small as shown in Fig. 40 and Table. 5.

After the improvement of the spinneret according to Fig. 35 and the viscosity of Polylactic acid was investigated. The next stage was the fiber spinning test with a condition; 200 °C and 2500 rpm and 5 g of polymer. The samples were collected every 2 minutes for 10 minutes. According to the test, the average fiber diameter of Polylactic acid blend with a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt were similar to that shown in Table. 6. However, the fiber diameter distribution was different. The fiber diameter distribution of 80/20%wt are broader than 50/50%wt due to the higher viscosity of 80/20%wt (the viscosity in the range of 1-10 minutes at 200 °C was 30-80 Pa·s) compared to 50/50%wt (the viscosity in the range of 1-10 minutes at 200 °C was 1-5 Pa·s) as shown in Fig. 40, affecting the large sizes of fibers fiber diameter and broad distribution. As a result, the SD value was in a broad range. On the other hand, the lower viscosity affected the uniform spun fiber diameters, causing a narrow SD value. Therefore, the viscosity was an important factor for the fiber spinning. The suitable viscosity for spinning is 1-30 Pa·s. The fiber of Polylactic acid blend with a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt and the summary of fiber diameter are shown in Fig. 41 and Table. 6. The fiber diameter was stable after spinning for 4 minutes.

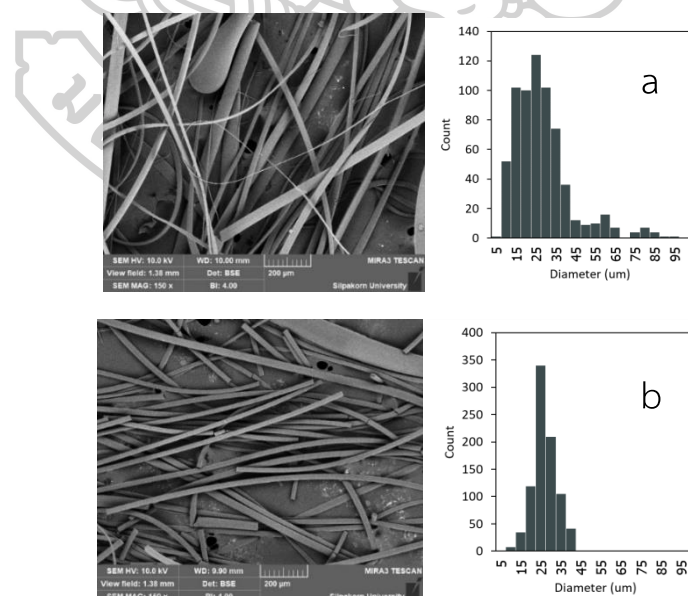


Fig. 41 SEM image of Polylactic acid blend of 3052D and synthesis PLA and a fiber diameter distribution, 80/20%wt (a) and 50/50%wt (b).

Table. 6 Average fiber diameter of Polylactic acid blend of 3052D and synthesis PLA with a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt.

Time of process (min)	3052D/Syn PLA; 80/20%wt		3052D/Syn PLA; 50/50%wt	
	Average fiber diameter (μm)	Standard deviation	Average fiber diameter (μm)	Standard deviation
2	35.3	30.9	27.7	12.0
4	29.0	13.2	23.0	6.6
6	26.8	21.4	28.8	12.5
8	25.9	16.0	24.5	5.7
10	25.9	11.0	24.0	7.6

Effect of molecular weight on Polylactic acid fiber spinning

Polylactic acid blend with a ratio of 80/20%wt, Synthesis PLA resin, Polylactic acid 3052D resin was studied. The fiber of Polylactic acid blend with a ratio of 80/20%wt between 2 and 10 minutes were collected for the molecular weight analysis using GPC. The results are summarized in Table. 7 and Fig. 42. The molecular weight distribution was a normal and bimodal curve. The molecular weight distribution of Polylactic acid 3052D was a normal distribution curve with an average molecular weight of 84162 Da. On the other hand, synthesis PLA molecular weight distribution showed a bimodal curve, where two average molecular weights with 8141 Da and 17695 Da were observed. The molecular weight results of synthesis PLA revealed the mixture of the large molecular weights and low molecular weights fractions. When Polylactic acid 3052D 80%wt, and synthesis PLA 20%wt were mixed, the molecular weight distribution was a mono modal curve due to the effect of large molecular weight of 3052D, which could dominate the effect of little molecular weight of synthesis PLA. As a result, the molecular weight distribution was a normal

mono modal curve and the average molecular weight was reduced to 54626 Da because the synthesis PLA acted the plasticizer of the polymer blend, the large molecular weight was reduced and increased the among of little polymer chains and the degradation of the polymer after mixing in the internal mixer for 10 minutes and the spinning process of the RJS machine together.

Polylactic acid blend between 3052D and synthesis PLA with a ratio of 80/20%wt was spun at 2 and 10 minutes. The fibers were collected for the molecular weight analysis by GPC. The molecular weights was decreased and the molecular weight distribution was a bimodal curve because the large molecular weight distribution was reduced as the lower molecular weights was increased by the possible degradation during the spinning process. However, the molecular weight of Polylactic acid fiber at 2 and 10 minutes was similar compared to those of the polymer compound (before spinning) and the spun fibers at 2 minutes. Therefore, the temperature factor affected the molecular weight more than the time factor, Moreover, a large molecular weight of Polylactic acid 3052D affected the fiber spinning process. This was also shown in Fig. 35.

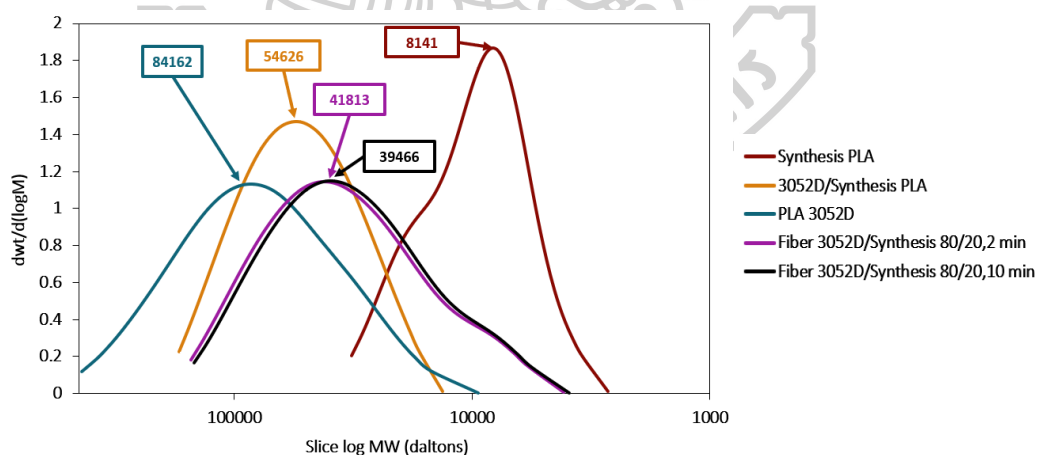


Fig. 42 Molecular weight of Polylactic acid 3052D, synthesis PLA, 3052D/synthesis PLA 80/20%wt, and fiber of 3052D/Synthesis PLA 80/20%wt spun 2 and 10 minutes.

Table. 7 Molecular weight of Polylactic acid before and after spinning fiber

Samples	Molecular weight (Mw) (Daltons)	Polydispersity	Distribution
Polylactic acid 3052D	84162	1.79	Normal
Polylactic acid 3052D/synthesis PLA blend with a ratio 80/20%wt	54626	1.36	Normal
Synthesis PLA	8141	1.30	Bimodal
The fiber of 3052D/Syn PLA with a ratio of 80/20%wt, 2 minutes	41813	1.79	Bimodal
The fiber of 3052D/Syn PLA with a ratio of 80/20%wt, 10 minutes	39466	1.78	Bimodal

Calculation of a flow rate, pressure, the velocity of polymer jet, and fiber diameter

In this experiment, 5 g of 50/50%wt of 3052D/synthesis PLA was spun with a condition, 2500 rpm and 200 °C on the spinneret is shown in Fig. 35. The calculations on this topic are based on the assumption that the molten polymer is a Newtonian liquid.

A flow rate and pressure

From the second equation of flow rate, $Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L}$. Where the variable used for calculations has the following values

The radius of a capillary (r) = 0.0003 m.

The viscosity (μ) = 4 Pa·s

The length of a capillary (L) = 0.01 m

The pressure (ΔP) = $\rho l \omega^2 R$

The density (ρ) = 1116 kg/m³ (190 °C)

The angular velocity (ω) = rpm· π /30 = 261 rad/s (2500 rpm)

The radius of the spinneret (R)= 0.0625 m.

The thickness of molten polymer in the spinneret (l)= 0.0015 m.

The pressure (ΔP) is equal to **7170 Pa**.

Therefore, the theoretical flow rate (Q) is equal to 5.70x10⁻¹⁰ m³/s. The calculated flow rate is the flow rate in only one capillary pipe but in this research, there are 4 pipes, thus the flow rate is **2.28x10⁻⁹ m³/s**.

The flow rate obtained from the experiment started by measuring the mass flow rate of the fibers spinning on the above conditions. The mass flow rate on the experiment is 5 g/ 10 minutes or **8.33x10⁻⁶ kg/s** or **7.47x10⁻⁹ m³/s** and the flow rate of one capillary is **1.86x10⁻⁹ m³/s**.

The flow rate of experimental and theory are 3.2 times different due to the experiment, the molten polymer could flow from the spinneret in another area which the theory, the molten could flow from the capillary only moreover, the variable to be calculated was an error: the thickness of molten polymer in the spinneret (l) is an average thickness of the molten polymer that was constant but in the real process, the thickness changes over time. The density (ρ) of calculation is the density at a temperature of 190 °C due to the density at a temperature of 200 °C could not investigate by melt flow indexer due to the leakage of molten polymer from the cylinder. Therefore, the density value must be tested and taken at 190 °C. The tachometer was measured the rotational speed by infrared which could occur

the discrepancy of the instrument. Moreover, Polylactic leakage during fiber spinning resulted in a 3.2 times difference in the flow rate between the experiments and theoretical calculations.

Fiber pulling velocity

The polymer jet flowed out from the spinneret, it was stretch by the spinneret with the velocity that could calculate by equation 8. The stretched polymer jet is assumed that the flow rate at a capillary and the polymer jet flow rate are the same across the line. The area variables are shown in Table. 6.

From equation 8 $A_{ex}u_{ex} = A_f u_f$, we can calculate the pulling velocity of the obtained Polylactic acid fibers by substituting the following variables.

The exit velocity of the polymer jet (u_{ex}) calculate from the one capillary flow rate equation

$$u_{ex} = Q/A_{ex}$$

$$\text{Cross-section area of a capillary } (A_{ex}) = \pi r_{ex}^2 = 9.00 \times 10^{-8} \pi \text{ m}^2$$

The flow rate from one experiment pipe is $1.86 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$ which the experiment velocity is $u_{ex} = 0.006 \text{ m/s}$.

The cross-section area of a fiber (A_f) = The average experiment fiber diameter is $25.9 \mu\text{m}$ from Table. 6 that is $1.67 \times 10^{-10} \pi \text{ m}^2$ which substitute this area in equation 8, the pulling velocity is obtained;

$$u_f = \frac{9.00 \times 10^{-8} \pi}{1.67 \times 10^{-10} \pi} \times 0.006$$

$$u_f = 3.54 \text{ m/s}$$

The pulling velocity is 3.54 m/s but in the real polymer, the effect of viscosity affects the flow rate in a capillary pipe. Therefore, the viscosity factor is according to second law of Newton's law of motion and it is according to elongation viscosity.

Combining these two concepts, an equation with which the viscosity factor is involved is:

$$\lambda A \ln \frac{u_f}{u_{ex}} = \frac{1}{2} Q_m t (u_f - u_{ex}) \quad (6)$$

From the experimental observation, it was found that the polymer jet ejected from the spinneret more than 3 centimeters, the polymer jet became the solid fiber. This could calculate the length of time the fibers remain in a molten state from the equation; $S=vt$ which time is 5 second. The velocity can then be determined as following;

The elongation viscosity (λ) = 12 Pa·s

The cross-section a capillary (A) = $2.28 \times 10^{-7} \text{ m}^2$

The exit velocity (u_{ex}) = 0.006 m/s

The one capillary mass flow rate (Q_m) = $2.08 \times 10^{-6} \text{ kg/s}$

The molten time of the polymer jet = 5 s

The pulling velocity that the viscosity factor is involved (u_f) is equal to 4.21 m/s.

The pulling velocity with viscosity factor is less than the pulling velocity based on the assumption Newtonian liquid because the viscosity resists the flow of the molten polymer.

Moreover, the exit velocity (u_{ex}) and the pulling velocity (u_f) could calculate the polymer jet diameter that the viscosity factor is involved as following equation 9

$$r = r_{ex} \sqrt{\frac{u_{ex}}{u_f}}$$

$$r = 0.0003 \sqrt{\frac{0.006}{4.21}}$$

$$r = 11.8 \mu\text{m}$$

The polymer jet diameter is 23.6 μm . The calculated polymer jet diameter and the experiment fiber diameter are similar. The inaccuracies that can occur during research such as measurement errors and non-instrumental observations with precision in the investigation are possible.

Moreover, the Re number could calculate. The Re number indicates the flow behavior of the molten polymer in a capillary as the following equation;

$$Re = \frac{\rho u_{ex} D}{\mu}$$

The density of Polylactic acid (ρ) = 1116 kg/m^3 (190 $^{\circ}\text{C}$)

The exit velocity of Polylactic acid (u_{ex}) = 0.006 m/s

The diameter of a capillary (D) = 0.0006 m .

The viscosity of Polylactic acid (μ) = 4 $\text{Pa}\cdot\text{s}$

The Re is equal to 0.0011, the flow in a capillary pipe is laminar.

Moreover, the shear rate in a capillary pipe could calculate as the following equation;

$$-\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3}$$

The one capillary flow rate (Q) = 1.86×10^{-9} m^3/s

The radius of a capillary (r) = 0.0003 m

The shear rate is equal to 88 $1/\text{s}$

After improving the Rotational jet spinning (RJS) machine and testing the performance of the universal motor and heating of the RJS, all parameters were summarized in Table. 8.

Table. 8 Summary of variables for the spinning process by RJS machine.

Experimental flow rate $Q = 1.86 \times 10^{-9} \text{ m}^3/\text{s} *$	Theoretical flow rate $Q = 5.70 \times 10^{-10} \text{ m}^3/\text{s} *$
Experimental exit velocity $u_{\text{ex}} = 0.006 \text{ m/s}$	Pulling velocity $u_f = 4.21 \text{ m/s}$
Calculated fiber diameter = $23.6 \text{ }\mu\text{m}$	Experiment fiber diameter = $25.90 \text{ }\mu\text{m}$
Shear rate = 88 1/s	Re number = 0.0011

*calculated from one capillary channel

The main reason that the spinneret in Fig. 35 could spin Poly(lactic acid) 3052D and L130 due to a sensor malfunction because the sensor installed under the spinneret has a lot of exposure to the outside which the sensor had a high heat transfer at the sensor area. The temperature control system supplied a greater amount of electricity to regulate the setpoint temperature. The actual temperature was higher than the measured temperature. Therefore, the spinning of Poly(lactic acid) fiber with the spinneret in Fig. 24 and Fig. 35 could spin Poly(lactic acid) fibers. The spinneret had a deep groove inside the spinneret that prevented the spinning of both grades of Poly(lactic acid). After the improvement, the slip ring formed a pancake slip ring as in รูปที่ 32, the temperature problem was solved because the sensor was protected by a slip ring which also reduced the heat transfer at the sensor area. Moreover, the problem of grooving within the spinneret was also made by turning out the angular part to simplify the flow path of the molten polymer within the spinneret as shown in Fig. 43.

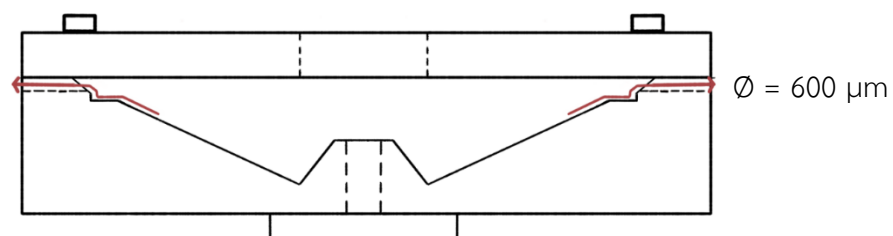
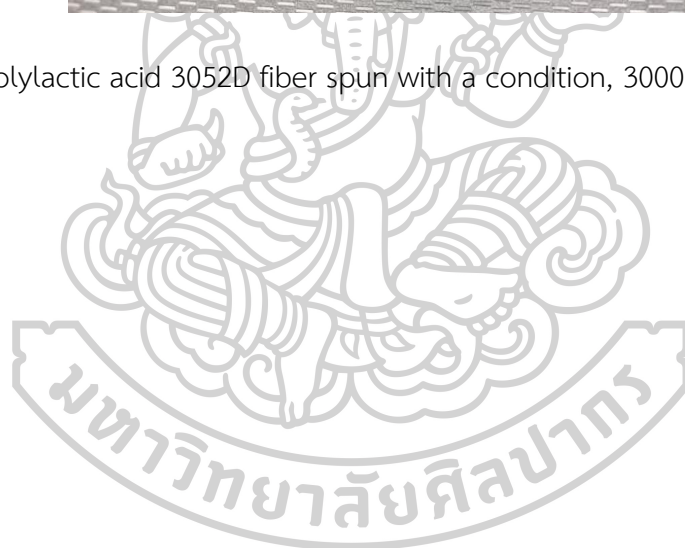


Fig. 43 The cross-section of the spinneret was as close as possible to the first version. The red arrow is the molten polymer pathways.

From the spinneret in Fig. 4 3 , Polylactic acid 3052D could spin with a condition of 1800 rpm and 190 °C however, a condition of 3000 rpm and 240 °C could spin and show in Fig. 44



Fig. 44 Polylactic acid 3052D fiber spun with a condition, 3000 rpm, and 240 °C.



Chapter 5

Conclusions and suggestion

Conclusions

As a result of the improvement and development of the RJS, the maximum rotational speed without the spinneret is 9476 rpm and the rotational speed with the spinneret was 3811 rpm. The rotational speed drops to 60% as a result. The RJS was able to control the temperature at 300 °C, but the vibration was still a problem when working at high speed. Therefore, the RJS machine had a limit of 3000 rpm for safety. Moreover, the structure and components need to be suitable and compatible with RJS. The viscosity, speed, and temperature are important factors for the spinning of Polylactic acid fibers.

Three types of Polylactic acid (3052D, L130, and Synthesis PLA) were selected to study the factors of rotational speed and temperature. It was found that temperature and rotational speed increased the average fiber diameter is decreased. The rotational speed affects fiber diameter than temperature. The average fiber diameter from smallest to largest is 5.5-22.30 μm with the condition 190 - 230 °C, rotational speed in the range of 670 – 2800 rpm. The suitable viscosity for polylactic acid fiber spinning is 5-30 Pa·s. The characteristics of the fibers are the adhesion with each fibers until the appearance of a mat, which is the characteristic of non-woven fiber.

Polylactic acid blend of 3052D and synthesis PLA with a ratio of 80/20%wt and 50/50%wt could spin with a condition of 2500 rpm and 200 °C and it was found that the average fiber diameter was 25.9 μm, where during the first 4 minutes the fibers were the largest and gradually decreased as a result of reduced viscosity.

The relative equation of RJS can be found as follows:

The experiment flow rate in a capillary pipe $Q = \frac{\pi r^4 \Delta P}{8 \mu L}$

The pressure in a capillary $\Delta P = \rho l \omega^2 R$

The exit velocity of polymer jet $U_{ex} = \frac{Q}{A}$

The pulling velocity which the viscosity factor is involved

$$\lambda A \ln \frac{u_f}{u_{ex}} = \frac{1}{2} Q_m t (u_f - u_{ex})$$

The diameter of the polymer jet $\frac{r_t}{r_{ex}} = \sqrt{\frac{u_{ex}}{u_f}}$

From the theoretical calculations and the experimental, it was found that the values were consistent and there was not much difference such as the experimental flow rate (Q) = 1.86×10^{-9} m³/s and the theoretical flow rate (Q) = 5.70×10^{-10} m³/s. Both flow rates are 3.2 times different. The pulling velocity based on the assumption that the molten polymer is a Newtonian liquid and the pulling velocity that the viscosity factor is involved in are 3.4 m/s and 4.21 m/s, respectively. The corresponding value is that viscosity is a fiber elongation resistance in RJS, resulting in velocity with a factor of viscosity lower than the pulling velocity fiber under Newtonian viscosity fluid. The polymer jet diameter is calculated that 23.6 μm which the calculated diameter is similar to the experiment fiber diameter.

For the spinning of fibers with different molecular weights, it was found that the molecular weight affected the spinning of fibers which low molecular weight polymers are directly proportional to their viscosity. In another word, high viscosity polymers, spun fibers diameter are larger than low viscosity polymers, including the fiber diameter distribution and the molecular weight after fiber spinning was reduced due to polymer degradation.

Suggestions

Rotational jet spinning (RJS) in the fiber spinning process requires polymer rheological factors including the viscosity and the adjustment factors for the RJS production conditions, the rotational speed and temperature. Moreover, a capillary diameter is much involved. It is therefore important to be able to prepare nonwoven Polylactic acid fibers or mats with the improved rotational jet spinning machine.

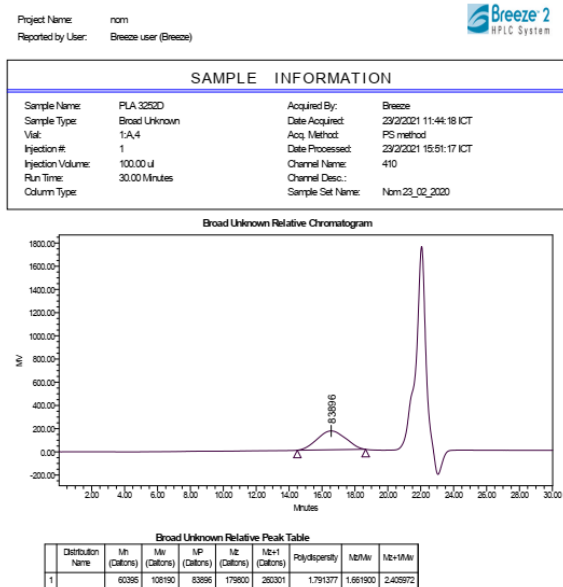
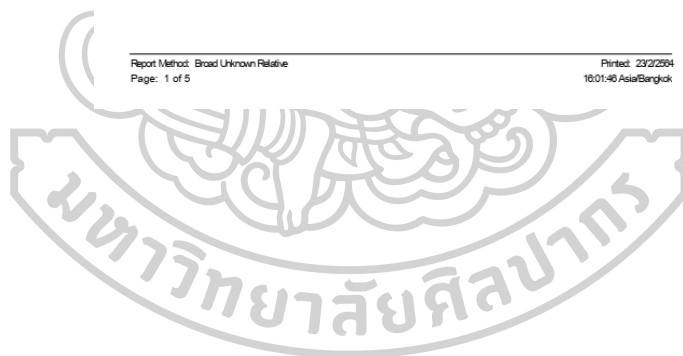
1. The RJS machine must have install the high-speed camera for detection of the polymer jet and calculation the velocity and the fiber diameter are more accurate.
2. The RJS must require an expert mechanical engineer for improvement for the safety of the user and the stability of the RJS machine to be able to produce fibers and experiment repeatedly.
3. RJS machine can improve into a continuous filament machine to enter the future polymer fiber industry.



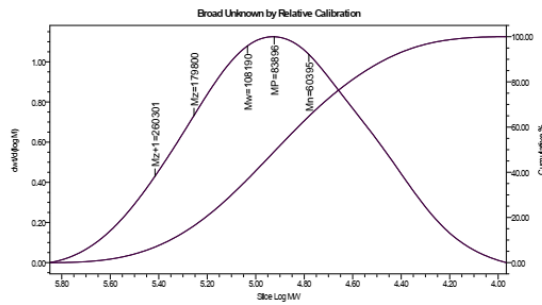
ผลการทดสอบต่าง ๆ

ผลการทดสอบ GPC

พอลิแลกติกแอซิด 3052D

Report Method: Broad Unknown Relative
Page: 1 of 5Printed: 23/2/2024
10:01:46 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 838.98 Name: 1

Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (ml)	Slice Area	dW/d(logM)	Cumulative %	Outside V _o -V _t	
1	438028	5.639495	14.954	195136	0.119162	1.00	No
2	379919	5.575204	15.096	195136	0.189346	2.00	No
3	338875	5.530039	15.195	195136	0.248240	3.00	No
4	312030	5.494197	15.275	195136	0.303406	4.00	No
5	292994	5.463994	15.342	195136	0.356204	5.00	No
6	277716	5.437300	15.401	195136	0.395470	6.00	No
7	261932	5.413473	15.454	195136	0.429864	7.00	No
8	246429	5.391709	15.503	195136	0.470287	8.00	No
9	232292	5.371607	15.547	195136	0.512823	9.00	No
10	219362	5.352982	15.589	195136	0.547692	10.00	No
11	216384	5.335225	15.629	195136	0.585020	11.00	No
12	208225	5.318533	15.666	195136	0.612991	12.00	No
13	200785	5.302888	15.702	195136	0.643911	13.00	No
14	193892	5.287561	15.736	195136	0.673396	14.00	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 2 of 5

Printed: 23/2/2564
 16:01:46 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 838.98 Name: 1

Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (ml)	Slice Area	dW/d(logM)	Cumulative %	Outside V _o -V _t	
15	167525	5.273089	15.768	195136	0.701730	15.00	No
16	161601	5.259118	15.799	195136	0.729081	16.00	No
17	176070	5.245596	15.829	195136	0.755339	17.00	No
18	170883	5.232598	15.859	195136	0.780775	18.00	No
19	165999	5.221106	15.887	195136	0.805365	19.00	No
20	161392	5.207883	15.914	195136	0.828961	20.00	No
21	157036	5.196000	15.941	195136	0.851417	21.00	No
22	152996	5.184397	15.967	195136	0.872937	22.00	No
23	148967	5.173089	15.993	195136	0.893417	23.00	No
24	145213	5.162006	16.018	195136	0.912992	24.00	No
25	141635	5.151170	16.042	195136	0.931697	25.00	No
26	138205	5.140523	16.066	195136	0.949673	26.00	No
27	134922	5.130084	16.089	195136	0.966997	27.00	No
28	131767	5.119809	16.113	195136	0.982640	28.00	No
29	128733	5.109688	16.135	195136	0.997734	29.00	No
30	125812	5.099721	16.158	195136	1.011857	30.00	No
31	122992	5.089876	16.180	195136	1.025115	31.00	No
32	120269	5.080153	16.202	195136	1.037592	32.00	No
33	117637	5.070544	16.224	195136	1.049195	33.00	No
34	115088	5.061031	16.245	195136	1.060079	34.00	No
35	112617	5.051605	16.265	195136	1.070201	35.00	No
36	110222	5.042269	16.287	195136	1.079500	36.00	No
37	107896	5.033006	16.308	195136	1.088047	37.00	No
38	105635	5.023807	16.329	195136	1.095793	38.00	No
39	103434	5.014665	16.349	195136	1.102737	39.00	No
40	101293	5.005578	16.370	195136	1.108930	40.00	No
41	99206	4.996536	16.390	195136	1.114254	41.00	No
42	97170	4.987531	16.411	195136	1.118860	42.00	No
43	95183	4.978559	16.431	195136	1.123037	43.00	No
44	93243	4.969614	16.451	195136	1.126835	44.00	No
45	91347	4.960693	16.471	195136	1.129132	45.00	No
46	89493	4.951788	16.491	195136	1.131135	46.00	No
47	87678	4.942893	16.511	195136	1.132855	47.00	No
48	85902	4.934004	16.531	195136	1.133107	48.00	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 3 of 5

Printed: 23/2/2564
 16:01:46 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



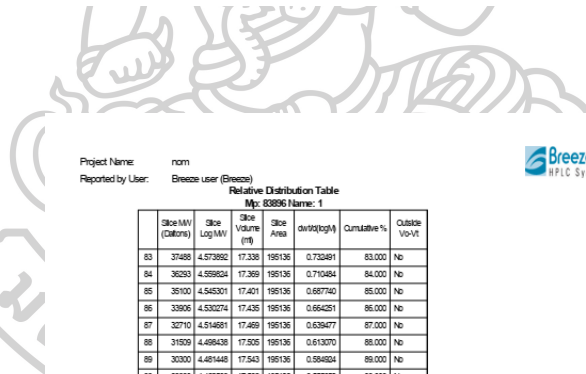
Relative Distribution Table

Mp: 83896 Name: 1

	Site MW (Caltone)	Site Log MW	Site Volume (m)	Site Area	dw90(gh)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
48	84162	4.825115	16.581	195136	1.133131	48.000	No
49	82456	4.916222	16.571	195136	1.132496	50.000	No
51	82782	4.927319	16.581	195136	1.132321	51.000	No
52	79141	4.888403	16.611	195136	1.129417	52.000	No
53	77530	4.889469	16.632	195136	1.128984	53.000	No
54	78947	4.880509	16.662	195136	1.128955	54.000	No
55	74391	4.871519	16.672	195136	1.120063	55.000	No
56	72861	4.862484	16.692	195136	1.119543	56.000	No
57	71356	4.853429	16.713	195136	1.110466	57.000	No
58	69674	4.844319	16.733	195136	1.104541	58.000	No
59	68414	4.835148	16.754	195136	1.097867	59.000	No
60	66976	4.825917	16.774	195136	1.090471	60.000	No
61	65557	4.816620	16.795	195136	1.083207	61.000	No
62	64158	4.807280	16.816	195136	1.073406	62.000	No
63	62775	4.797786	16.836	195136	1.063896	63.000	No
64	61428	4.788231	16.859	195136	1.053699	64.000	No
65	60209	4.778579	16.881	195136	1.042896	65.000	No
66	59123	4.768810	16.903	195136	1.032447	66.000	No
67	57400	4.758913	16.925	195136	1.021370	67.000	No
68	56091	4.748991	16.947	195136	1.010265	68.000	No
69	54792	4.738717	16.970	195136	0.998122	69.000	No
70	53504	4.728387	16.993	195136	0.972963	70.000	No
71	52228	4.717902	17.017	195136	0.957366	71.000	No
72	50959	4.707219	17.041	195136	0.941115	72.000	No
73	49701	4.696362	17.065	195136	0.924347	73.000	No
74	48449	4.685286	17.090	195136	0.906984	74.000	No
75	47207	4.674006	17.115	195136	0.889203	75.000	No
76	45970	4.662478	17.141	195136	0.870022	76.000	No
77	44743	4.650721	17.167	195136	0.850328	77.000	No
78	43519	4.638679	17.194	195136	0.830206	78.000	No
79	42303	4.626399	17.221	195136	0.814216	79.000	No
80	41093	4.613789	17.249	195136	0.798467	80.000	No
81	39887	4.600928	17.278	195136	0.774533	81.000	No
82	38686	4.587847	17.308	195136	0.753361	82.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 4 of 5

Printed: 23/2/2014
 16:01:46 Asia/Bangkok



Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 83896 Name: 1

	Site MW (Caltone)	Site Log MW	Site Volume (m)	Site Area	dw90(gh)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
83	37486	4.573862	17.338	195136	0.732481	83.000	No
84	36293	4.569624	17.369	195136	0.710484	84.000	No
85	35100	4.545301	17.401	195136	0.687740	85.000	No
86	33906	4.530274	17.435	195136	0.664251	86.000	No
87	32710	4.514681	17.469	195136	0.639477	87.000	No
88	31509	4.498438	17.505	195136	0.613270	88.000	No
89	30300	4.481448	17.543	195136	0.584824	89.000	No
90	29090	4.463599	17.582	195136	0.555053	90.000	No
91	27841	4.444679	17.624	195136	0.523206	91.000	No
92	26578	4.424528	17.668	195136	0.488416	92.000	No
93	25290	4.402770	17.716	195136	0.450325	93.000	No
94	23971	4.379963	17.769	195136	0.408933	94.000	No
95	22613	4.355433	17.828	195136	0.363984	95.000	No
96	20999	4.329172	17.892	195136	0.314283	96.000	No
97	19330	4.298236	17.970	195136	0.258599	97.000	No
98	17409	4.240769	18.068	195136	0.198210	98.000	No
99	14968	4.175169	18.209	195136	0.123175	99.000	No
100	9436	3.974786	18.633	195136	0.002548	100.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 5 of 5

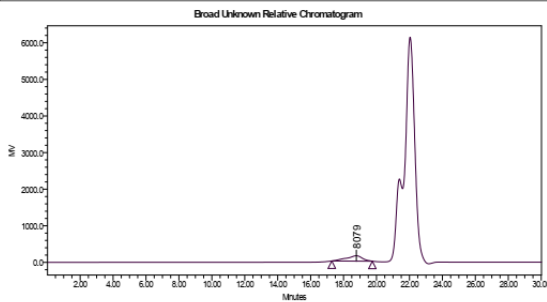
Printed: 23/2/2014
 16:01:46 Asia/Bangkok

Synthesis PLA

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)

Breeze 2
HPLC System

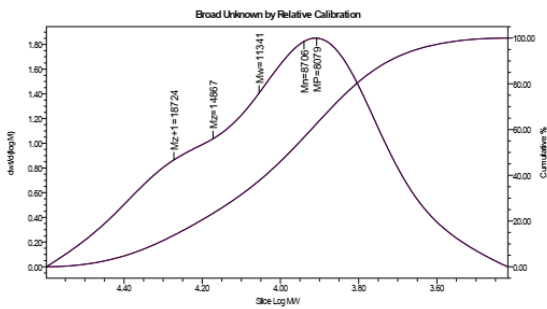
SAMPLE INFORMATION			
Sample Name:	9 min Synthesis PLA	Acquired By:	Breeze
Sample Type:	Broad Unknown	Date Acquired:	23/2/2021 12:46:53 ICT
Visi:	1A,6	Acq. Method:	PS method
Injection #:	1	Date Processed:	23/2/2021 15:52:04 ICT
Injection Volume:	100.00 µl	Channel Name:	410
Run Time:	30.00 Minutes	Channel Desc.:	
Column Type:		Sample Set Name:	Nom_23_02_2020



Distribution Name	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity	Mz/Mw	Mz+1/Mw
1	8706	11341	8079	14607	18724	1.302819	1.310892	1.650996

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)

Breeze 2
HPLC System



Relative Distribution Table						
Mp: 8079 Name: 2						
Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (nl)	Slice Area	dwt/(log M)	Cumulative %	
1	31983	4.504914	17.491	98019	0.208100	1.000
2	26288	4.466669	17.575	98019	0.304801	2.000
3	27438	4.438355	17.638	98019	0.386649	3.000
4	28011	4.415162	17.698	98019	0.459348	4.000
5	24829	4.398137	17.732	98019	0.524473	5.000
6	23842	4.377346	17.771	98019	0.582380	6.000
7	22967	4.361111	17.807	98019	0.634469	7.000
8	22185	4.348054	17.840	98019	0.681501	8.000
9	21476	4.331944	17.870	98019	0.723661	9.000
10	20834	4.318558	17.900	98019	0.762129	10.000
11	20221	4.308807	17.927	98019	0.796912	11.000
12	19657	4.299517	17.954	98019	0.828110	12.000
13	19127	4.281636	17.980	98019	0.853174	13.000
14	18625	4.270287	18.005	98019	0.877393	14.000

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mr: 8079 Name: 2

	Slice MV (Caltons)	Slice Log MV	Slice Volume (nl)	Slice Area	dw/dV(log)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
15	18149	4.258843	18.029	98019	0.899215	15.00%	No
16	17695	4.247840	18.053	98019	0.919400	16.00%	No
17	17261	4.237070	18.076	98019	0.938584	17.00%	No
18	16846	4.226484	18.099	98019	0.955980	18.00%	No
19	16448	4.216100	18.121	98019	0.972192	19.00%	No
20	16065	4.205882	18.143	98019	0.985291	20.00%	No
21	15697	4.195820	18.165	98019	1.004392	21.00%	No
22	15344	4.185931	18.186	98019	1.020604	22.00%	No
23	15004	4.176211	18.207	98019	1.033220	23.00%	No
24	14676	4.166663	18.227	98019	1.059697	24.00%	No
25	14364	4.157265	18.247	98019	1.076116	25.00%	No
26	14062	4.148096	18.267	98019	1.097036	26.00%	No
27	13774	4.138048	18.286	98019	1.119333	27.00%	No
28	13497	4.130226	18.305	98019	1.143333	28.00%	No
29	13231	4.121592	18.324	98019	1.168383	29.00%	No
30	12976	4.113147	18.342	98019	1.194469	30.00%	No
31	12732	4.104880	18.359	98019	1.221600	31.00%	No
32	12497	4.096822	18.376	98019	1.249702	32.00%	No
33	12273	4.088937	18.393	98019	1.278597	33.00%	No
34	12057	4.081233	18.409	98019	1.308006	34.00%	No
35	11850	4.073703	18.425	98019	1.337943	35.00%	No
36	11650	4.066342	18.441	98019	1.368223	36.00%	No
37	11459	4.059141	18.456	98019	1.398967	37.00%	No
38	11274	4.052093	18.471	98019	1.429100	38.00%	No
39	11097	4.045188	18.485	98019	1.459237	39.00%	No
40	10925	4.038420	18.500	98019	1.489599	40.00%	No
41	10760	4.031806	18.514	98019	1.519996	41.00%	No
42	10600	4.025338	18.527	98019	1.549930	42.00%	No
43	10445	4.018919	18.541	98019	1.579622	43.00%	No
44	10295	4.012630	18.554	98019	1.608641	44.00%	No
45	10149	4.006433	18.567	98019	1.638026	45.00%	No
46	10008	4.000355	18.580	98019	1.667036	46.00%	No
47	9871	3.994367	18.592	98019	1.695997	47.00%	No
48	9737	3.988430	18.605	98019	1.697761	48.00%	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 3 of 5

Printed: 23/2/2014
 15:59:28 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mr: 8079 Name: 2

	Slice MV (Caltons)	Slice Log MV	Slice Volume (nl)	Slice Area	dw/dV(log)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
49	9607	3.982568	18.617	98019	1.719434	49.00%	No
50	9480	3.976796	18.632	98019	1.739682	50.00%	No
51	9356	3.971063	18.641	98019	1.759765	51.00%	No
52	9235	3.965415	18.653	98019	1.778727	52.00%	No
53	9116	3.959803	18.665	98019	1.797185	53.00%	No
54	9000	3.954244	18.676	98019	1.807851	54.00%	No
55	8886	3.948716	18.688	98019	1.821256	55.00%	No
56	8774	3.943219	18.699	98019	1.833446	56.00%	No
57	8665	3.937763	18.711	98019	1.842869	57.00%	No
58	8557	3.932323	18.722	98019	1.851165	58.00%	No
59	8451	3.926898	18.733	98019	1.859178	59.00%	No
60	8346	3.921493	18.744	98019	1.865844	60.00%	No
61	8243	3.916091	18.755	98019	1.872091	61.00%	No
62	8141	3.910692	18.767	98019	1.877025	62.00%	No
63	8041	3.905289	18.778	98019	1.880931	63.00%	No
64	7941	3.899876	18.789	98019	1.883116	64.00%	No
65	7842	3.894463	18.800	98019	1.883885	65.00%	No
66	7745	3.889050	18.812	98019	1.881701	66.00%	No
67	7648	3.883624	18.823	98019	1.878237	67.00%	No
68	7551	3.878201	18.834	98019	1.873239	68.00%	No
69	7455	3.872485	18.846	98019	1.867871	69.00%	No
70	7360	3.866961	18.857	98019	1.862096	70.00%	No
71	7265	3.861211	18.869	98019	1.855901	71.00%	No
72	7169	3.855468	18.881	98019	1.849298	72.00%	No
73	7074	3.849680	18.893	98019	1.842577	73.00%	No
74	6979	3.843799	18.905	98019	1.835859	74.00%	No
75	6884	3.837835	18.917	98019	1.829047	75.00%	No
76	6788	3.831729	18.929	98019	1.822191	76.00%	No
77	6691	3.825507	18.942	98019	1.815200	77.00%	No
78	6594	3.819199	18.955	98019	1.808169	78.00%	No
79	6496	3.812868	18.968	98019	1.801172	79.00%	No
80	6397	3.806592	18.982	98019	1.794194	80.00%	No
81	6297	3.799101	18.996	98019	1.787260	81.00%	No
82	6194	3.791595	19.011	98019	1.780342	82.00%	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 4 of 5

Printed: 23/2/2014
 15:59:28 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mj: 8079 Name: 2

	Site MV (Caltons)	Site Log MV	Site Volume (t#)	Site Area	dw19(pjM)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
83	6090	3.784843	19.026	98019	1.374219	83.000	No
84	5984	3.777008	19.041	98019	1.322000	84.000	No
85	5876	3.769046	19.057	98019	1.266716	85.000	No
86	5764	3.760708	19.074	98019	1.208346	86.000	No
87	5649	3.751935	19.092	98019	1.146973	87.000	No
88	5529	3.742861	19.111	98019	1.082993	88.000	No
89	5405	3.733509	19.131	98019	1.016440	89.000	No
90	5275	3.722940	19.152	98019	0.948495	90.000	No
91	5138	3.710787	19.175	98019	0.879888	91.000	No
92	4993	3.698404	19.200	98019	0.797986	92.000	No
93	4838	3.686633	19.228	98019	0.711927	93.000	No
94	4675	3.675300	19.258	98019	0.623910	94.000	No
95	4496	3.664377	19.293	98019	0.534760	95.000	No
96	4302	3.653897	19.333	98019	0.445192	96.000	No
97	4095	3.643834	19.382	98019	0.359118	97.000	No
98	3776	3.634971	19.442	98019	0.300731	98.000	No
99	3427	3.628496	19.524	98019	0.201340	99.000	No
100	2676	3.62282	19.733	98019	0.012236	100.000	No

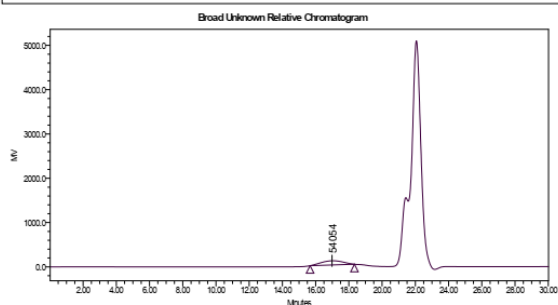


3052D/Synthesis PLA 80/20

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



SAMPLE INFORMATION			
Sample Name:	PLA/Syn 8020	Acquired By:	Breeze
Sample Type:	Broad Unknown	Date Acquired:	23/2/2021 12:15:36 ICT
Visi:	1A,5	Acq. Method:	PS method
Injection #:	1	Date Processed:	23/2/2021 15:51:40 ICT
Injection Volume:	100.00 µl	Channel Name:	410
Run Time:	30.00 Minutes	Channel Desc.:	
Column Type:		Sample Set Name:	Nm 23_02_2020



Broad Unknown Relative Peak Table

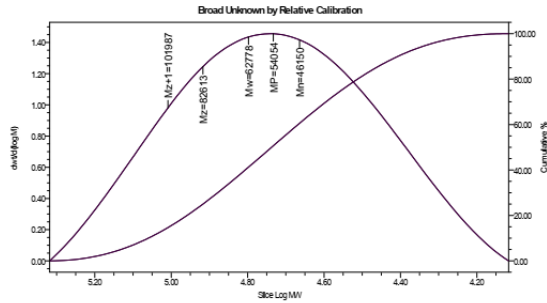
Distribution Name	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity	Mz/Mw	Mz+1/Mw
1	46150	62776	54054	82613	101987	1.360306	1.315946	1.624554

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 1 of 5

Printed: 23/2/2021
 16:01:16 Asia/Bangkok



Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 54054 Name: 1

Size MW (Daltons)	Size Log MW	Size Volume (µl)	Size Area	dwt/(kgwt)	Cumulative %	Outside Vo-Vt	
1	17028	5.23260	15.859	8690	0.226743	1.00	No
2	15757	5.19788	15.937	8690	0.338071	2.00	No
3	14838	5.172130	15.995	8690	0.420598	3.00	No
4	14142	5.150671	16.043	8690	0.484113	4.00	No
5	13654	5.131953	16.085	8690	0.559205	5.00	No
6	13379	5.115209	16.123	8690	0.617908	6.00	No
7	12889	5.098883	16.157	8690	0.672305	7.00	No
8	12189	5.085681	16.189	8690	0.722300	8.00	No
9	118136	5.072382	16.219	8690	0.769460	9.00	No
10	11475	5.059846	16.248	8690	0.813654	10.00	No
11	11181	5.047968	16.274	8690	0.855107	11.00	No
12	10878	5.036870	16.300	8690	0.894386	12.00	No
13	10636	5.026997	16.325	8690	0.931315	13.00	No
14	10360	5.019192	16.349	8690	0.966598	14.00	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 2 of 5

Printed: 23/2/2004
 18:01:18 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 54054 Name: 1

Size MW (Daltons)	Size Log MW	Size Volume (µl)	Size Area	dwt/(kgwt)	Cumulative %	Outside Vo-Vt	
15	101175	5.005073	16.371	8690	1.002036	15.00	No
16	98917	4.996270	16.383	8690	1.020179	16.00	No
17	96770	4.985739	16.415	8690	1.032641	17.00	No
18	94727	4.974475	16.436	8690	1.0391496	18.00	No
19	92779	4.967450	16.456	8690	1.118718	19.00	No
20	90913	4.959625	16.476	8690	1.144599	20.00	No
21	89122	4.949984	16.495	8690	1.169132	21.00	No
22	87400	4.941511	16.514	8690	1.192402	22.00	No
23	85742	4.933194	16.533	8690	1.214485	23.00	No
24	84145	4.925029	16.551	8690	1.235604	24.00	No
25	82603	4.916996	16.570	8690	1.255933	25.00	No
26	81111	4.909032	16.587	8690	1.274458	26.00	No
27	79667	4.901277	16.605	8690	1.292203	27.00	No
28	78266	4.893673	16.622	8690	1.309209	28.00	No
29	76900	4.886260	16.639	8690	1.324708	29.00	No
30	75584	4.878430	16.656	8690	1.339292	30.00	No
31	74298	4.870977	16.673	8690	1.352963	31.00	No
32	73046	4.863894	16.690	8690	1.365806	32.00	No
33	71825	4.856275	16.706	8690	1.377710	33.00	No
34	70634	4.849015	16.723	8690	1.388815	34.00	No
35	69472	4.841808	16.739	8690	1.399129	35.00	No
36	68336	4.834651	16.755	8690	1.408767	36.00	No
37	67226	4.827539	16.771	8690	1.417872	37.00	No
38	66140	4.820467	16.787	8690	1.426582	38.00	No
39	65078	4.813432	16.803	8690	1.433289	39.00	No
40	64037	4.806429	16.818	8690	1.439823	40.00	No
41	63017	4.799454	16.834	8690	1.445666	41.00	No
42	62016	4.792504	16.850	8690	1.450862	42.00	No
43	61036	4.785576	16.865	8690	1.456073	43.00	No
44	60071	4.778665	16.881	8690	1.460689	44.00	No
45	59124	4.771767	16.896	8690	1.464698	45.00	No
46	58194	4.764881	16.911	8690	1.468127	46.00	No
47	57280	4.758003	16.927	8690	1.469981	47.00	No
48	56381	4.751132	16.942	8690	1.467343	48.00	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 3 of 5

Printed: 23/2/2004
 18:01:18 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze User (Breeze)



Relative Distribution Table
 Mj: 54054 Name: 1

	Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (nl)	Slice Area	dn/dn(log)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
49	55496	4.744284	16.998	86940	1.469123	48.000	No
50	54626	4.737396	16.973	86940	1.469213	50.000	No
51	53768	4.730526	16.988	86940	1.467658	51.000	No
52	52924	4.723693	17.004	86940	1.466486	52.000	No
53	52091	4.716765	17.019	86940	1.464559	53.000	No
54	51271	4.709888	17.035	86940	1.461881	54.000	No
55	50461	4.702985	17.050	86940	1.458505	55.000	No
56	49662	4.696022	17.066	86940	1.454578	56.000	No
57	48873	4.689066	17.081	86940	1.449930	57.000	No
58	48093	4.682096	17.097	86940	1.444680	58.000	No
59	47323	4.675076	17.113	86940	1.438866	59.000	No
60	46562	4.668034	17.128	86940	1.432102	60.000	No
61	45810	4.660987	17.144	86940	1.424583	61.000	No
62	45065	4.653941	17.160	86940	1.417129	62.000	No
63	44328	4.646898	17.176	86940	1.409840	63.000	No
64	43599	4.639873	17.192	86940	1.399892	64.000	No
65	42876	4.632212	17.208	86940	1.389691	65.000	No
66	42159	4.624892	17.225	86940	1.377479	66.000	No
67	41448	4.617927	17.241	86940	1.363389	67.000	No
68	40743	4.610392	17.258	86940	1.348407	68.000	No
69	40044	4.602820	17.274	86940	1.332706	69.000	No
70	39349	4.594907	17.291	86940	1.316464	70.000	No
71	38659	4.587204	17.308	86940	1.300698	71.000	No
72	37973	4.579405	17.326	86940	1.285430	72.000	No
73	37292	4.571503	17.343	86940	1.270569	73.000	No
74	36614	4.563489	17.361	86940	1.256115	74.000	No
75	35939	4.555383	17.379	86940	1.238232	75.000	No
76	35264	4.547095	17.397	86940	1.217964	76.000	No
77	34599	4.538672	17.416	86940	1.196533	77.000	No
78	33934	4.530091	17.435	86940	1.173905	78.000	No
79	33269	4.521331	17.454	86940	1.150188	79.000	No
80	32604	4.512386	17.474	86940	1.125907	80.000	No
81	31939	4.503239	17.494	86940	1.099750	81.000	No
82	31274	4.493876	17.515	86940	1.072786	82.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 4 of 5

Printed: 23/2/2004
 16:01:18 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table
 Mj: 54054 Name: 1

	Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (nl)	Slice Area	dn/dn(log)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
83	30496	4.484247	17.536	86940	1.044714	83.000	No
84	29809	4.474343	17.558	86940	1.019212	84.000	No
85	29117	4.464151	17.581	86940	0.994184	85.000	No
86	28419	4.453602	17.604	86940	0.969413	86.000	No
87	27712	4.442865	17.628	86940	0.916706	87.000	No
88	26996	4.431296	17.653	86940	0.880073	88.000	No
89	26287	4.419411	17.679	86940	0.841575	89.000	No
90	25584	4.406941	17.707	86940	0.800870	90.000	No
91	24764	4.393815	17.735	86940	0.758061	91.000	No
92	23981	4.379871	17.766	86940	0.712232	92.000	No
93	23170	4.364929	17.798	86940	0.662797	93.000	No
94	22324	4.348764	17.834	86940	0.609104	94.000	No
95	21427	4.330960	17.873	86940	0.552740	95.000	No
96	20489	4.311989	17.916	86940	0.493991	96.000	No
97	19415	4.289133	17.966	86940	0.411929	97.000	No
98	18205	4.262022	18.026	86940	0.301284	98.000	No
99	16890	4.222463	18.108	86940	0.228094	99.000	No
100	13300	4.136836	18.317	86940	0.012599	100.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 5 of 5

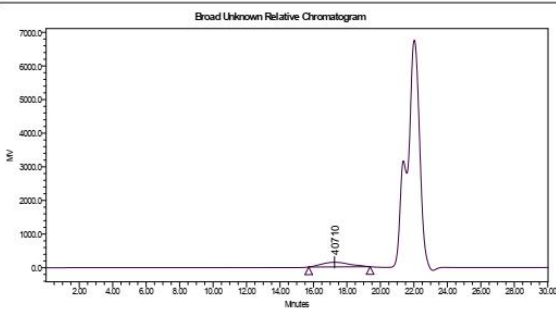
Printed: 23/2/2004
 16:01:18 Asia/Bangkok

3052D/Synthesis PLA 80/20 fiber 2 นาที

Project Name: nom
Reported by User: Breeze user (Breeze)

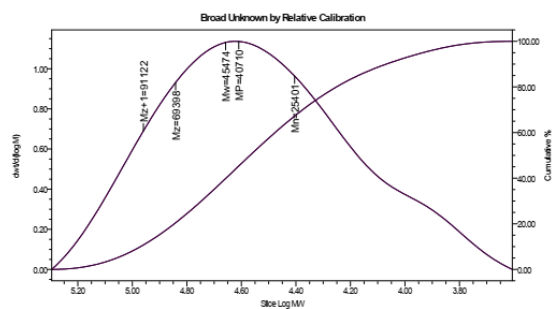


SAMPLE INFORMATION			
Sample Name:	2 min8020 fiber	Acquired By:	Breeze
Sample Type:	Broad Unknown	Date Acquired:	23/2/2021 13:40:27 ICT
Visi:	1A8	Acq. Method:	PS method
Injection #:	1	Date Processed:	23/2/2021 15:52:35 ICT
Injection Volume:	100.00 µl	Channel Name:	410
Run Time:	30.00 Minutes	Channel Desc.:	
Column Type:		Sample Set Name:	Nom23_02_2020



Distribution Name	Mn (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity	Mw/Mn	Mz+1/Mw
1	25401	45474	40710	69398	91122	1.790223	1.526114	2.003827

Project Name: nom
Reported by User: Breeze user (Breeze)



	Size MW (Daltons)	Size Log MW	Size Volume (nl)	Size Area	dV/d(logM)	Cumulative %	Outside Vol-%
1	152164	5.182313	15.972	161830	0.180307	1.000	No
2	137701	5.139936	16.069	161830	0.270884	2.000	No
3	127919	5.109933	16.142	161830	0.342906	3.000	No
4	120375	5.080535	16.201	161830	0.404695	4.000	No
5	114208	5.057696	16.252	161830	0.459963	5.000	No
6	108959	5.037261	16.299	161830	0.509408	6.000	No
7	104386	5.019640	16.340	161830	0.554570	7.000	No
8	100318	5.001361	16.379	161830	0.596451	8.000	No
9	96656	4.985228	16.416	161830	0.635233	9.000	No
10	93324	4.969994	16.450	161830	0.671303	10.000	No
11	90295	4.955523	16.483	161830	0.704913	11.000	No
12	87428	4.941699	16.514	161830	0.736181	12.000	No
13	84806	4.928425	16.544	161830	0.765798	13.000	No
14	82343	4.915528	16.573	161830	0.793988	14.000	No

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 40710 Name: 2

	Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (ml)	Slice Area	dw/d(logM)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
15	80027	4.903237	16.601	161830	0.819978	15.000	No
16	77848	4.891247	16.627	161830	0.844631	16.000	No
17	75762	4.879568	16.654	161830	0.867962	17.000	No
18	73822	4.869168	16.679	161830	0.889786	18.000	No
19	71957	4.857074	16.704	161830	0.910547	19.000	No
20	70176	4.846200	16.729	161830	0.930305	20.000	No
21	68476	4.835542	16.753	161830	0.949125	21.000	No
22	66848	4.825091	16.776	161830	0.966959	22.000	No
23	65284	4.814857	16.799	161830	0.983670	23.000	No
24	63783	4.804706	16.822	161830	0.999412	24.000	No
25	62337	4.794747	16.844	161830	1.014242	25.000	No
26	60942	4.784917	16.867	161830	1.028253	26.000	No
27	59597	4.775228	16.889	161830	1.041289	27.000	No
28	58297	4.765647	16.910	161830	1.053614	28.000	No
29	57038	4.756167	16.931	161830	1.065259	29.000	No
30	55820	4.746789	16.952	161830	1.076111	30.000	No
31	54638	4.737501	16.973	161830	1.086265	31.000	No
32	53482	4.728288	16.994	161830	1.095645	32.000	No
33	52377	4.719144	17.014	161830	1.105266	33.000	No
34	51293	4.710062	17.034	161830	1.114141	34.000	No
35	50238	4.701040	17.054	161830	1.117221	35.000	No
36	49211	4.692065	17.075	161830	1.123653	36.000	No
37	48209	4.683131	17.095	161830	1.128667	37.000	No
38	47232	4.674234	17.114	161830	1.133467	38.000	No
39	46277	4.665368	17.134	161830	1.137604	39.000	No
40	45345	4.656531	17.154	161830	1.142036	40.000	No
41	44434	4.647712	17.174	161830	1.143296	41.000	No
42	43542	4.638906	17.193	161830	1.145008	42.000	No
43	42669	4.630106	17.213	161830	1.145917	43.000	No
44	41813	4.621312	17.232	161830	1.146196	44.000	No
45	40974	4.612513	17.252	161830	1.145759	45.000	No
46	40152	4.603706	17.272	161830	1.144654	46.000	No
47	39345	4.594887	17.291	161830	1.142924	47.000	No
48	38552	4.586049	17.311	161830	1.140398	48.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 3 of 5

Printed: 23/2/2004
 15:57:52 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table

Mp: 40710 Name: 2

	Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (ml)	Slice Area	dw/d(logM)	Cumulative %	Outside Vo-Vt
49	37774	4.577190	17.331	161830	1.137644	49.000	No
50	37009	4.568304	17.350	161830	1.134075	50.000	No
51	36256	4.559382	17.370	161830	1.129766	51.000	No
52	35516	4.550422	17.390	161830	1.124718	52.000	No
53	34787	4.541416	17.410	161830	1.118932	53.000	No
54	34069	4.532361	17.430	161830	1.112382	54.000	No
55	33362	4.523260	17.450	161830	1.105034	55.000	No
56	32664	4.514107	17.471	161830	1.096934	56.000	No
57	31976	4.504880	17.491	161830	1.088057	57.000	No
58	31298	4.495517	17.512	161830	1.078321	58.000	No
59	30629	4.486128	17.532	161830	1.072367	59.000	No
60	29967	4.476647	17.553	161830	1.062332	60.000	No
61	29314	4.467072	17.574	161830	1.051995	61.000	No
62	28669	4.457399	17.596	161830	1.040740	62.000	No
63	28030	4.447620	17.617	161830	1.028669	63.000	No
64	27397	4.437709	17.639	161830	1.016363	64.000	No
65	26772	4.427676	17.661	161830	1.003304	65.000	No
66	26153	4.417518	17.683	161830	0.989568	66.000	No
67	25538	4.407192	17.706	161830	0.975187	67.000	No
68	24930	4.396717	17.729	161830	0.960094	68.000	No
69	24328	4.386070	17.752	161830	0.944444	69.000	No
70	23728	4.375222	17.776	161830	0.927940	70.000	No
71	23130	4.364185	17.800	161830	0.909530	71.000	No
72	22537	4.352956	17.825	161830	0.890113	72.000	No
73	21947	4.341534	17.850	161830	0.871391	73.000	No
74	21359	4.329976	17.876	161830	0.851045	74.000	No
75	20773	4.317496	17.902	161830	0.829635	75.000	No
76	20187	4.305077	17.929	161830	0.807817	76.000	No
77	19602	4.292303	17.957	161830	0.784891	77.000	No
78	19017	4.279143	17.986	161830	0.760319	78.000	No
79	18430	4.265530	18.015	161830	0.735048	79.000	No
80	17841	4.251422	18.045	161830	0.709914	80.000	No
81	17250	4.236777	18.077	161830	0.682039	81.000	No
82	16656	4.221633	18.110	161830	0.654520	82.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 4 of 5

Printed: 23/2/2004
 15:57:52 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table
 Mq: 40710 Name: 2

	Slice MW (Calore)	Slice Log MW	Slice Volume (%)	Slice Area	dw90(log)	Cumulative %	Outside V0-V1
83	16055	4.206623	18.144	161830	0.626272	83.000	Nb
84	15451	4.188970	18.180	161830	0.597446	84.000	Nb
85	14842	4.171494	18.217	161830	0.568306	85.000	Nb
86	14226	4.153071	18.255	161830	0.539443	86.000	Nb
87	13604	4.133680	18.298	161830	0.511267	87.000	Nb
88	12978	4.113194	18.341	161830	0.484045	88.000	Nb
89	12347	4.091576	18.387	161830	0.458042	89.000	Nb
90	11715	4.068725	18.436	161830	0.433195	90.000	Nb
91	11084	4.044697	18.487	161830	0.411790	91.000	Nb
92	10456	4.019384	18.540	161830	0.391346	92.000	Nb
93	9834	3.992746	18.596	161830	0.371434	93.000	Nb
94	9218	3.964825	18.655	161830	0.351059	94.000	Nb
95	8605	3.934729	18.717	161830	0.330507	95.000	Nb
96	7987	3.902371	18.784	161830	0.300712	96.000	Nb
97	7349	3.868246	18.859	161830	0.264837	97.000	Nb
98	6663	3.823677	18.946	161830	0.216778	98.000	Nb
99	5847	3.768951	19.052	161830	0.148487	99.000	Nb
100	4120	3.614930	19.367	161830	0.005673	100.000	Nb

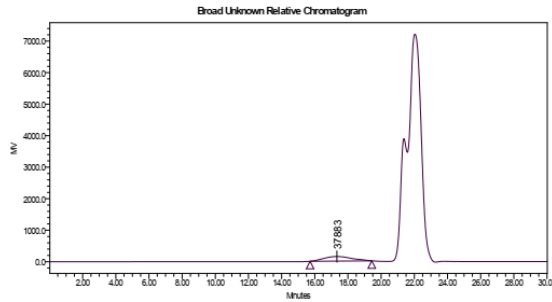


3052D/Synthesis PLA 80/20 fiber 10 นาที

Project Name: nom
Reported by User: Breeze user (Breeze)



SAMPLE INFORMATION			
Sample Name:	10 min 8020 fiber	Acquired By:	Breeze
Sample Type:	Broad Unknown	Date Acquired:	23/2/2021 13:18:10 ICT
Val:	1A,7	Acq. Method:	PS method
Injection #:	1	Date Processed:	23/2/2021 15:02:16 ICT
Injection Volume:	100.00 ul	Channel Name:	410
Run Time:	30.00 Minutes	Channel Desc.:	
Column Type:		Sample Set Name:	Nom_23_02_2020

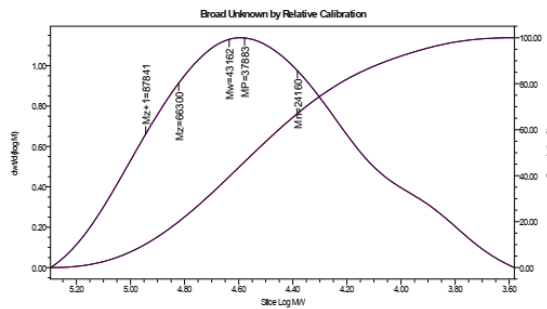


Distribution Name	ln (Daltons)	Mw (Daltons)	MP (Daltons)	Mz (Daltons)	Mz+1 (Daltons)	Polydispersity	Mz/Mw	Mz+1/Mw
1	24160	43162	37883	66300	87841	1.786504	1.536066	2.036136

Report Method: Broad Unknown Relative
Page: 1 of 5

Printed: 23/2/2024
15:08:48 Asia/Bangkok

Project Name: nom
Reported by User: Breeze user (Breeze)



MP: 37883 Name: 2							
Slice MW (Daltons)	Slice Log MW	Slice Volume (nl)	Slice Area	dw(%) (g/g)	Cumulative %	Outside VO-VI	
1	147254	5.168067	15.004	170420	0.167734	1.000	Nb
2	132399	5.121883	15.108	170420	0.256695	2.000	Nb
3	122531	5.088244	15.184	170420	0.328595	3.000	Nb
4	115042	5.060695	15.245	170420	0.390294	4.000	Nb
5	108948	5.037219	15.299	170420	0.446035	5.000	Nb
6	103804	5.018215	15.345	170420	0.495988	6.000	Nb
7	99335	4.997101	15.389	170420	0.541303	7.000	Nb
8	95377	4.979442	15.429	170420	0.583292	8.000	Nb
9	91820	4.962938	15.465	170420	0.623032	9.000	Nb
10	88594	4.947405	15.501	170420	0.659900	10.000	Nb
11	85637	4.932863	15.534	170420	0.692267	11.000	Nb
12	82907	4.919589	15.566	170420	0.720665	12.000	Nb
13	80371	4.907100	15.596	170420	0.745628	13.000	Nb
14	78002	4.896107	15.626	170420	0.767633	14.000	Nb

Report Method: Broad Unknown Relative
Page: 2 of 5

Printed: 23/2/2024
15:08:48 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table
 Mix: 37883 Name: 2

	Size MW (Daltons)	Size Log MW	Size Volume (nl)	Size Area	dw/(logV)	Cumulative %	Outside V0-Vt
15	75778	4.879543	16.654	170420	0.806291	15.000	No
16	73683	4.867370	16.681	170420	0.833431	16.000	No
17	71706	4.855566	16.708	170420	0.857107	17.000	No
18	69628	4.844027	16.734	170420	0.879885	18.000	No
19	68046	4.832803	16.759	170420	0.900760	19.000	No
20	66344	4.821805	16.784	170420	0.920262	20.000	No
21	64723	4.811060	16.808	170420	0.940196	21.000	No
22	63169	4.800505	16.832	170420	0.959897	22.000	No
23	61681	4.790153	16.855	170420	0.979866	23.000	No
24	60252	4.779971	16.878	170420	0.992344	24.000	No
25	58876	4.769938	16.900	170420	1.007899	25.000	No
26	57553	4.760007	16.922	170420	1.022198	26.000	No
27	56275	4.750319	16.944	170420	1.035989	27.000	No
28	55041	4.740867	16.966	170420	1.049144	28.000	No
29	53849	4.731176	16.987	170420	1.060844	29.000	No
30	52695	4.721766	17.008	170420	1.072196	30.000	No
31	51576	4.712644	17.029	170420	1.082721	31.000	No
32	50490	4.703833	17.050	170420	1.092482	32.000	No
33	49436	4.695407	17.070	170420	1.101340	33.000	No
34	48412	4.687465	17.090	170420	1.109305	34.000	No
35	47416	4.679921	17.111	170420	1.116514	35.000	No
36	46445	4.672697	17.131	170420	1.122917	36.000	No
37	45499	4.665800	17.151	170420	1.128591	37.000	No
38	44576	4.659104	17.171	170420	1.133389	38.000	No
39	43676	4.652642	17.190	170420	1.137841	39.000	No
40	42796	4.646406	17.210	170420	1.141820	40.000	No
41	41936	4.640292	17.230	170420	1.145371	41.000	No
42	41096	4.634374	17.249	170420	1.148590	42.000	No
43	40272	4.628607	17.269	170420	1.151322	43.000	No
44	39466	4.622924	17.288	170420	1.153713	44.000	No
45	38676	4.617439	17.308	170420	1.155786	45.000	No
46	37901	4.612137	17.327	170420	1.157594	46.000	No
47	37140	4.607008	17.347	170420	1.159174	47.000	No
48	36394	4.602028	17.367	170420	1.160539	48.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 3 of 5

Printed: 23/3/2594
 15:58:48 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table
 Mix: 37883 Name: 2

	Size MW (Daltons)	Size Log MW	Size Volume (nl)	Size Area	dw/(logV)	Cumulative %	Outside V0-Vt
49	35661	4.592188	17.396	170420	1.142021	49.000	No
50	34840	4.583304	17.406	170420	1.136947	50.000	No
51	34032	4.574429	17.425	170420	1.132062	51.000	No
52	33238	4.565499	17.445	170420	1.128370	52.000	No
53	32449	4.556528	17.465	170420	1.123975	53.000	No
54	31674	4.547508	17.485	170420	1.119743	54.000	No
55	31029	4.538434	17.505	170420	1.115682	55.000	No
56	30383	4.529302	17.525	170420	1.111309	56.000	No
57	30037	4.520108	17.545	170420	1.096992	57.000	No
58	29570	4.470548	17.565	170420	1.087363	58.000	No
59	28941	4.461507	17.587	170420	1.078866	59.000	No
60	28319	4.452085	17.607	170420	1.069149	60.000	No
61	27706	4.442578	17.628	170420	1.059044	61.000	No
62	27100	4.432977	17.649	170420	1.048258	62.000	No
63	26501	4.423292	17.671	170420	1.036719	63.000	No
64	25908	4.413434	17.692	170420	1.024451	64.000	No
65	25321	4.403489	17.714	170420	1.011582	65.000	No
66	24740	4.393466	17.736	170420	0.998041	66.000	No
67	24164	4.383175	17.759	170420	0.983727	67.000	No
68	23594	4.372798	17.781	170420	0.968796	68.000	No
69	23027	4.362243	17.804	170420	0.953054	69.000	No
70	22465	4.351505	17.828	170420	0.936378	70.000	No
71	21906	4.340573	17.852	170420	0.918775	71.000	No
72	21350	4.329404	17.876	170420	0.901117	72.000	No
73	20797	4.318010	17.901	170420	0.882692	73.000	No
74	20246	4.306329	17.926	170420	0.863515	74.000	No
75	19696	4.294376	17.952	170420	0.843600	75.000	No
76	19147	4.282200	17.979	170420	0.822980	76.000	No
77	18599	4.269846	18.006	170420	0.793320	77.000	No
78	18049	4.257446	18.034	170420	0.763616	78.000	No
79	17498	4.244982	18.063	170420	0.733892	79.000	No
80	16945	4.232307	18.093	170420	0.714194	80.000	No
81	16389	4.219463	18.125	170420	0.694503	81.000	No
82	15831	4.199500	18.157	170420	0.674835	82.000	No

Report Method: Broad Unknown Relative
 Page: 4 of 5

Printed: 23/3/2594
 15:58:48 Asia/Bangkok

Project Name: nom
 Reported by User: Breeze user (Breeze)



Relative Distribution Table
 My_07883 Name: 2

	Size MV (Cubons)	Size Log MV	Size Volume (m)	Size Area	div(10log)	Cumulative %	Outside Vp-Vt
83	15268	4.183783	18.191	170420	0.634161	83.000	No
84	14701	4.167341	18.226	170420	0.605475	84.000	No
85	14129	4.150709	18.263	170420	0.576921	85.000	No
86	13551	4.133976	18.301	170420	0.547945	86.000	No
87	12968	4.117275	18.342	170420	0.519598	87.000	No
88	12382	4.092778	18.385	170420	0.493201	88.000	No
89	11792	4.071578	18.430	170420	0.467713	89.000	No
90	11200	4.048236	18.477	170420	0.443206	90.000	No
91	10610	4.025702	18.527	170420	0.420695	91.000	No
92	10021	4.000927	18.579	170420	0.399648	92.000	No
93	9437	3.974819	18.633	170420	0.379484	93.000	No
94	8854	3.947121	18.689	170420	0.360346	94.000	No
95	8270	3.917814	18.753	170420	0.331036	95.000	No
96	7678	3.885269	18.819	170420	0.303531	96.000	No
97	7063	3.848984	18.894	170420	0.262570	97.000	No
98	6394	3.808794	18.983	170420	0.212644	98.000	No
99	5592	3.747384	19.101	170420	0.143827	99.000	No
100	3887	3.589670	19.417	170420	0.005273	100.000	No



ภาคผนวก ข
การนำเสนอผลงานวิจัย

Materials Today Sustainability 10 (2020) 100046



Contents lists available at ScienceDirect

Materials Today Sustainability

journal homepage: <https://www.journals.elsevier.com/materials-today-sustainability>



Properties of non-woven polylactic acid fibers prepared by the rotational jet spinning method



W. Rodchanasuripron^a, M. Seadan^b, S. Suttiruengwong^{a,*}

^a Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University Sanamchandra Palace Campus, Nakhon Pathom, 73000, Thailand

^b Department of Physics, Faculty of Science, Silpakorn University Sanamchandra Palace Campus, Nakhon Pathom, 73000, Thailand

ARTICLE INFO

Article history:

Received 30 December 2019

Received in revised form

1 June 2020

Accepted 16 June 2020

Available online 26 June 2020

Keywords:

Centrifugal spinning

Non-woven fiber

Polylactic acid

Biopolymer

Wettability

ABSTRACT

The preparation of non-woven polylactic acid (PLA) fibers was carried out by the rotational jet spinning method. The polymers were melted in a heat chamber and centrifuged with a high speed to obtain the fibers with the high productivity. The viscosity of polymers was an important factor for the quality and quantity of the non-woven fiber. In this work, a commercial grade and synthesized PLA were used to prepare the non-woven fiber. The non-woven PLA fibers were produced at different temperatures of 190–230 °C with rotational speed between 650 and 2800 rpm. The morphology of non-woven PLA was investigated by scanning electron microscopy. The effect of temperature was investigated by thermogravimetric analysis (TGA). The non-woven PLA had a smooth surface along the fibers. The result showed that as the temperature or rotational speed increased, the fiber diameter was decreased. The fiber diameters of PLA 3052D, L130, and synthesized PLA (at 650 rpm) decreased to 40%, 40%, and 24%, respectively, when increasing the temperature. The high temperature in the process led to generate the beads. The fiber diameter of PLA 3052D, L130, and synthesized PLA (at 190 °C) decreased to 66%, 23%, and 56%, respectively, with the higher rotational speed. T_{onset} of TGA showed that the thermal degradation of PLA fibers was reduced compared with PLA resin, but it was still considered to be insignificant after spinning. The wettability of the samples was determined by the mean of the water evaporation. The results showed that the weight of the water in the sample decreased rapidly compared with control cotton, indicating more hydrophobic nature of the fibers obtained at the high rotational speed and temperature.

© 2020 Published by Elsevier Ltd.

1. Introduction

In the last decade, the rotational jet spinning (RJS) technique has been considered as an efficient approach to producing micro and even nanofiber of polymers from the thermoplastic polymers. It can eliminate some problems of electrospinning, such as low production rate, high voltage, and the requirement of specific and difficult installation tools [1]. In addition, RJS is appropriate for both melting and solution systems depending on the applications. The fibers of some polymers that are difficult to find solvents can be easily prepared. The major advantages of RJS technique are the high production rate [2], low cost, easy to use and handle. The rotating of spinneret is determining the flow of fluid through a spinneret nozzle, the centrifugal force, and the viscous resistance [3,4]. These

parameters are mostly considered when producing the fibers or mats in this technique. The centrifugal force induces the melt polymer inside the spinneret to flow through the nozzle [5]. The operation of RJS consists of 4 main parts which are the (1) motor and control unit to drive the spinneret, (2) heater, sensor, and control unit for melting the polymer in the spinneret, (3) spinneret for containing the polymer resin, and (4) collector for collecting the non-woven fiber after the spun process [6]. The rotational speed, temperature, and viscosity of polymer melt are essentially all important factors that control the fiber diameter and quality of non-woven fibers.

Some polymers have been reported using this technique such as polypropylene and polyvinylpyrrolidone (PVP)–triacetone copolymer for fiber adsorbents [3], polycaprolactone (PCL)–PVP for drug delivery vehicles [4], polyethylene oxide [2], PCL for biomedical applications [7], and polyethylene terephthalate for studying of the RJS process [8]. Polylactic acid (PLA) is one of the

* Corresponding author.

E-mail address: suttiruengwong_s@su.ac.th (S. Suttiruengwong).

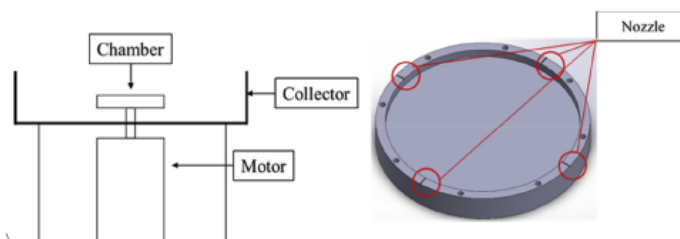


Fig. 1. Schematic of the rotational jet spinning machine (RJS) and spinneret head with 4 nozzles.

biopolymers that were spun by the RJS method or fiber spinning process. PLA fibers are typically melt spun at approximately 185–240 °C [9]. The critical concentration of PLA is an important factor when using PLA solution for spinning. Because PLA is sensitive to moisture and heat, the application of RJS in melt spinning process can lead to the thermal degradation and undesired properties. To understand the nature of the RJS process and the resulting PLA fibers, in this work, RJS equipment was constructed and used to prepare the non-woven PLA fiber. The effect of the temperature and rotational speed on the quality of the fibers was studied. The morphology and the wettability, as well as the thermal properties, of fibers were performed to understand the nature of the fibers in relation to the processing parameters.

2. Experimental

2.1. Materials

PLA resin 3052D (density 1.24 g/cm³) was purchased from NatureWorks LLC, USA. PLA resin L130 (density 1.24 g/cm³) was

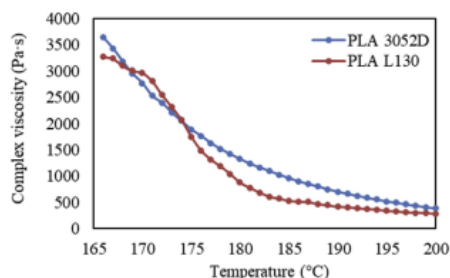


Fig. 2. Complex viscosity of PLA 3052D and PLA L130. PLA, polylactic acid.

Table 1
Summary of the complex viscosity of PLA.

Temperature (°C)	Complex viscosity (Pa-s)		
	3052D	L130	Synthesized PLA
190	695	411	N/A
210 ^a	173	154	N/A
230 ^a	45	31	N/A

PLA, polylactic acid.

^a Complex viscosity from prediction.

kindly supplied by Corbion Purac. Synthesized PLA was kindly supplied by Assoc. Prof. Dr. Yodthong Baimak (Mahasarakham University).

2.2. Spinning process

The production of fiber was performed in a batch process. PLA resins were first dried at 60 °C overnight. Dried PLA of 10 g was weighed and centrifugally spun into fibers over a temperature range of 190–230 °C. The production process used the temperatures 190, 210, and 230 °C and the rotational speed between 650, 1700 and 2800 rpm. The nozzle diameter is 600 μm, with four nozzles as shown in Fig. 1.

2.3. The wettability of non-woven fibers

The wettability of fiber mats can be realized by the adsorption of water due to the hydrophilicity of polymers. In this experiment, instead of the direct measurement of the water adsorption, the

Table 2
The average fiber diameters of non-woven PLA fiber (3052D).

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	22.3 ± 5.4	14.7 ± 3.9	13.2 ± 3.7
1700	14.6 ± 6.5	12.3 ± 7.0	6.4 ± 3.1
2800	7.5 ± 2.6	7.4 ± 2.8	7.2 ± 3.3

PLA, polylactic acid.

Table 3
The average fiber diameters of non-woven PLA fiber (L130).

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	18.6 ± 5.3	11.8 ± 3.5	11.2 ± 4.7
1700	15.4 ± 4.5	13.3 ± 5.7	11.4 ± 4.7
2800	14.1 ± 5.4	9.6 ± 4.1	5.5 ± 2.7

PLA, polylactic acid.

Table 4
The average fiber diameters of non-woven PLA fiber (synthesized PLA).

Rotational speed (rpm)	Average fiber diameter (μm)		
	190 °C	210 °C	230 °C
650	20.9 ± 7.4	15.9 ± 7.5	N/A
1700	14.9 ± 6.2	7.7 ± 3.9	N/A
2800	9.5 ± 5.9	8.8 ± 4.3	N/A

PLA, polylactic acid.

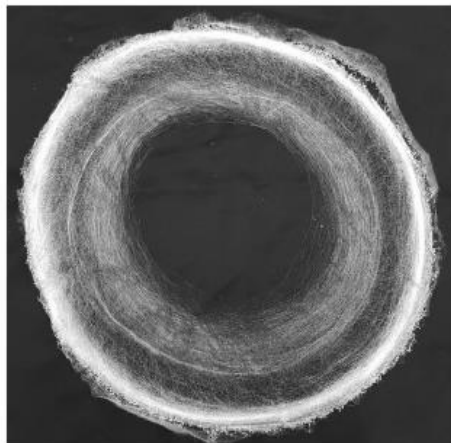


Fig. 3. Non-woven PLA fiber mat from the spinning process.

water and left to dry in an oven at 30 °C. The fibers were weighted every 2 h.

2.4. Characterization

The viscosity of PLA resins (3052D, L130, and synthesized PLA) was analyzed by dynamic mechanical analysis (DMA) on a parallel plate in temperature scan mode (165–200 °C). The morphology of fibers was analyzed by scanning electron microscopy (SEM). The thermal degradation of fibers was analyzed by thermogravimetric analysis (TGA) at about 50–550 °C, with a heating rate of 10 °C/min.

3. Results and discussion

3.1. The viscosity of polymer melt

The major condition for preparing non-woven fibers was viscosity. Viscosity of polymer melt depends on temperature. Therefore, viscosity of polymer melt was investigated by DMA. Fig. 2 showed the viscosity of PLA 3052D and PLA L130. It found that viscosity of polymer melt was decreased as temperature increased. The limit of temperature on DMA was 200 °C, so temperature at 210 and 230 °C was predicted from the trend line of the graph. The viscosity at process temperature is summarized in Table 1. The complex viscosity of synthesized PLA could not be analyzed owing to its too low viscosity.

3.2. Spinning of non-woven PLA fibers

All commercial PLA resins could be prepared into fibers completely. At 230 °C, the fibers could not be prepared when

evaporation of the water saturation mats was measured. Non-woven PLA and the control cotton samples of 0.3 g each were immersed in excess water for 2 h. The fibers were taken out of the

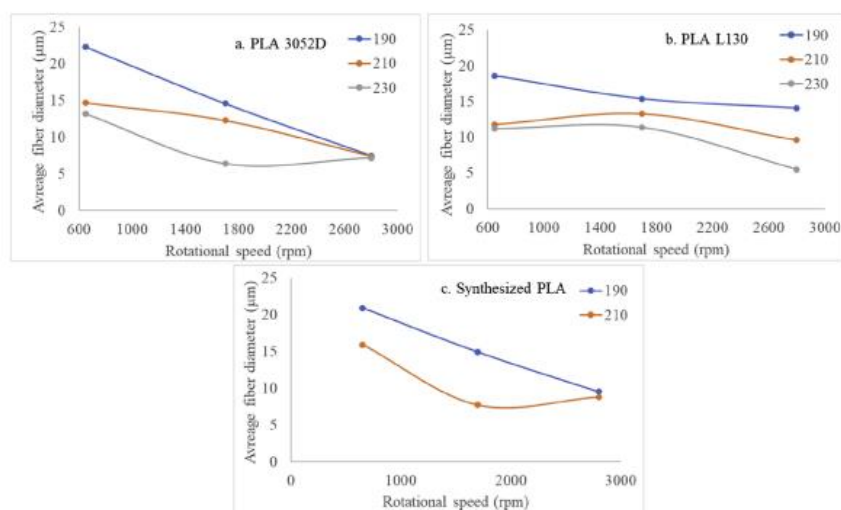


Fig. 4. Relationship between the temperatures and rotational speed on the average fiber diameters for different types of PLA. PLA, polylactic acid.

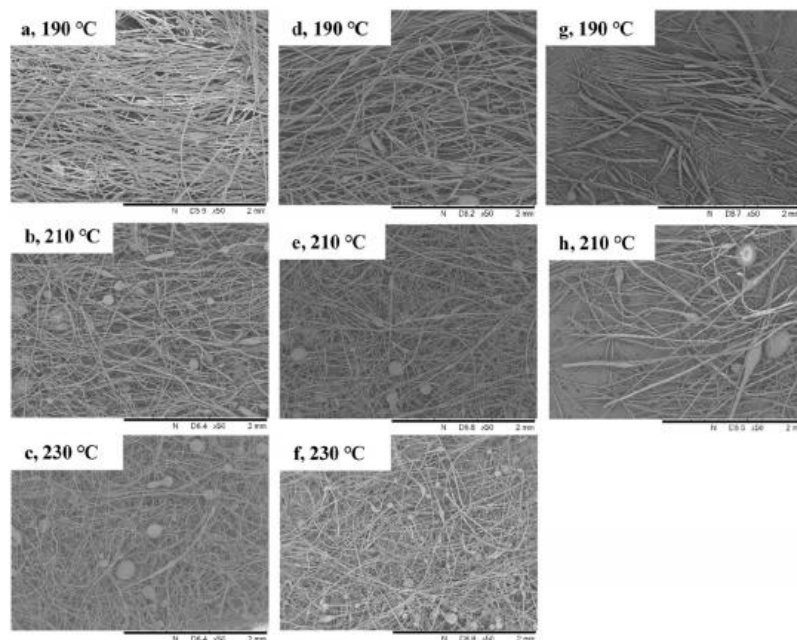


Fig. 5. Morphology of non-woven PLA fibers on the effect of temperature of (a–c) PLA 3052D, (d–e) PLA L130, and (g–h) synthesized PLA at a rotational speed of 650 rpm.

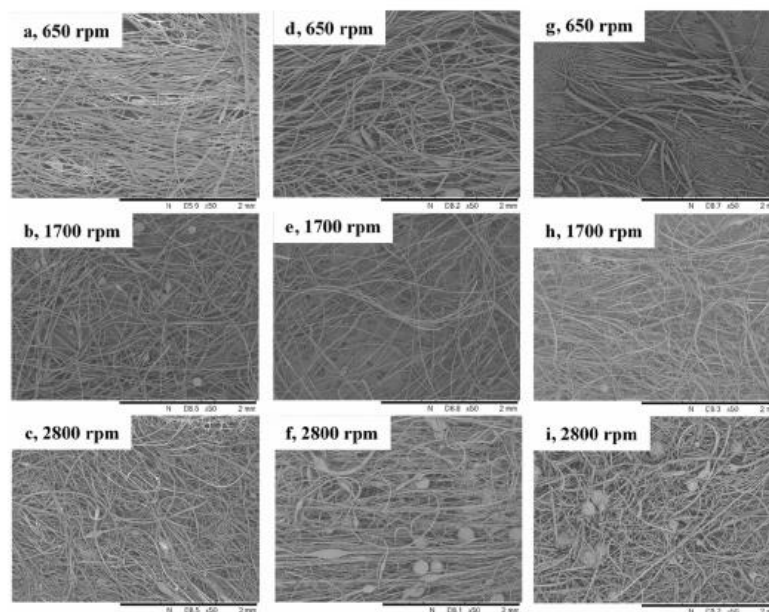


Fig. 6. Morphology of non-woven PLA fibers on the effect of rotational speed on (a–c) PLA 3052D, (d–e) PLA L130, and (g–i) synthesized PLA at a temperature of 190 °C. PLA, polylactic acid.

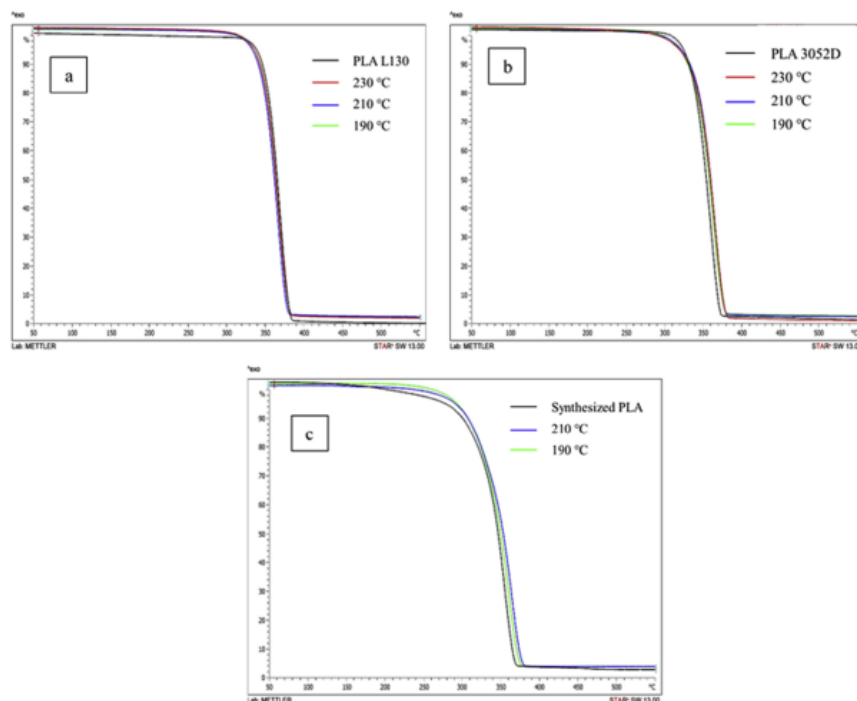


Fig. 7. TGA thermograms of PLA resin and non-woven PLA fiber of (a) 3052D, (b) L130, and (c) synthesized PLA.

using synthesized PLA. The fiber diameter was measured by SEM images using Image J program. The average and standard deviation values of 50 data were analyzed and reported. Tables 2–4 show the summary of average fiber diameters for all processing conditions. The polymer melted was jetted from the spinneret and generated the fibers, and finally, a thin mat was formed. The mat fibers were self-supporting with enough strength to handle as shown in Fig. 3.

3.2.1. Effect of temperature and rotational speed

The effect of temperature and the rotational speed at 650 rpm is represented in Fig. 5. The diameter of the fibers decreased when the temperature increased because the higher temperature reduced the polymer viscosity [3]. This is also in good agreement with the rheology data obtained in Fig. 2.

However, when the polymer viscosity is very low, the polymer jet could not develop to form fiber. The polymer jet tends to form beads instead as seen in Fig. 5. When the processing temperature is more than 210 °C, some beads are formed [3]. For the synthesized PLA, when the temperature of process exceeds 230 °C, the continuous fibers could not be produced. The particles with irregular shapes are obtained.

The average fiber diameters of PLA 3052D, L130, and synthesized PLA are summarized in Tables 2–4. The fiber diameters of

PLA 3052D, L130, and synthesized PLA (at 650 rpm) decrease to 40%, 40%, and 24%, respectively, upon increasing the temperature. The high temperature in the process tends to generate beads. The diameter of the fibers decreases when the temperature increases. These have also been reported elsewhere [7]. The higher temperature reduces the viscosity of the melted polymers, consequently the smaller diameters of jet evolved.

When the spun temperature is fixed at 190 °C, the diameter decreases with increasing the rotational speed. The higher rotational speed increases the centrifugal force, allowing the polymer melt to flow easily through the nozzle. On the other hand, if the rotational speed is more than 2800 rpm, the beads are formed during the process. At the high spun speed, the polymer jet receives high centrifugal force, and the polymer jet could not form into fibers [3,10] as shown in Fig. 6. The number of beads increases with the rotational speed. For each PLA type by the same temperature and rotational speed, the fiber diameters of PLA changes differently as shown in Fig. 4, which demonstrates the effect of fiber diameter on temperature and rotational speed. As mentioned previously, due to the viscosity response to different temperature as discussed in Fig. 2, the rotational speed is more influential to the fiber diameter than the temperature. At the constant temperature of 190 °C (blue line), the curve shows the steep linear relationship between the rotational speed and the average fiber diameters. The higher the rotational

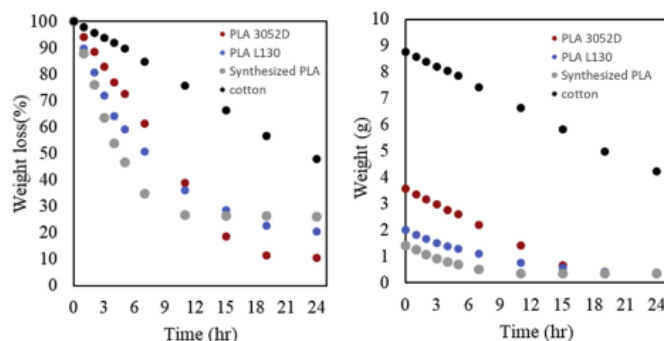


Fig. 8. Dependence of the percentage weight loss (left) and weight (right) at time interval for 24 h.

speed, the smaller the average fiber diameters. However, when the temperature is increased to 210 and 230 °C (orange and gray lines, respectively), the effect of varying rotational speed on the fiber diameter was less pronounced. At the higher temperature, the polymers are subjected to severe degradation, the lower fiber diameters could be realized, but the continuity of the fibers is very poor. It is observed that the fiber fractures and short-length fibers are formed (data not shown). This is consistent with SEM micrographs discussed earlier. The beads are formed because of possible low viscosity and flow discontinuity. It should be also pointed out that for the synthesized PLA and PLA 3052D grade, spinning at the highest speed and the temperature results in the similar average fiber diameters. The reason for this is unknown.

The rotational speed affects the fiber diameter more than temperature as shown in Tables 2–4. The fiber diameter of PLA 3052D, L130, and synthesized PLA (at 190 °C) decreases to 66%, 23%, and 56%, respectively, with the higher rotational speed. The diameter of the fibers decreases with the rotational speed as reported by other research groups [3,5,8]. The higher rotational speed results in the high shear velocity, even at low temperature.

3.3. Thermal degradation

The TGA thermograms of PLA resins and non-woven fibers on varying temperatures are represented in Fig. 7. T_{onset} of the thermal degradation of PLA is reduced when compared with the polymer resin, but it is still considered to be insignificant. The high throughput rate might be responsible for the low thermal degradation. Therefore, the temperature effect on the thermal decomposition of fibers is very small. However, if the polymer melt is left in the chamber for a longer resident time, the thermal degradation can be significant. In this case, the continuous loading with shorter resident time can be an important factor for the uniform production.

3.4. The wettability of non-woven fibers

One of the indirect ways to study the surface interaction between polymer and water is the water absorption and evaporation. In this study, the water evaporation is investigated for the non-woven fiber mats. Fig. 8 represents the water evaporation testing of non-woven PLA fibers and the control cotton. The initial amount of water absorbed by the PLA fibers (Fig. 8 right) is less

than that of the control cotton sample. The weight loss of PLA specimens reaches the equilibrium after 12 h. These are faster rates than those of the cotton samples, due to the fact that the cotton fibers have strong hydrogen bonding with water, hence the slower evaporation time. The evaporation of the water from PLA fibers is faster than that of the control cotton. That result shows that PLA fibers possessed more hydrophobic properties.

4. Conclusions

All PLA resins are successfully spun with the RJS method. The fiber diameter of non-woven PLA fibers is in the range of 5–22 μm . The fiber diameter of PLA decreases as the rotational speed and temperature increase. The rotational speed affects the fiber with the maximum fiber size. The average fiber diameters are decreased by 66%, while the temperature causes the decrease of the average fiber diameters only by 40%. Therefore, the rotational speed is influential to the fiber diameter adjustment more significantly than the temperature. The temperature greater than 210 °C and the rotational speed greater than 1700 rpm cause the formation of the beads during the process. The thermal degradation of the fibers is insignificant after the jet spun process as observed by the small decrease in T_{onset} . The evaporation of the water from PLA fibers is faster than that of the control cotton fiber, implying the hydrophobic nature of PLA fibers.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this article.

Acknowledgments

The authors would like to gratefully thank the Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Thailand for financial supports, Assoc. Prof. Dr. Yodthong Baimark for supplying the synthesized PLA, and Assoc. Prof. Dr. Kalyanee Sirisinha for thermal degradation experiment.

References

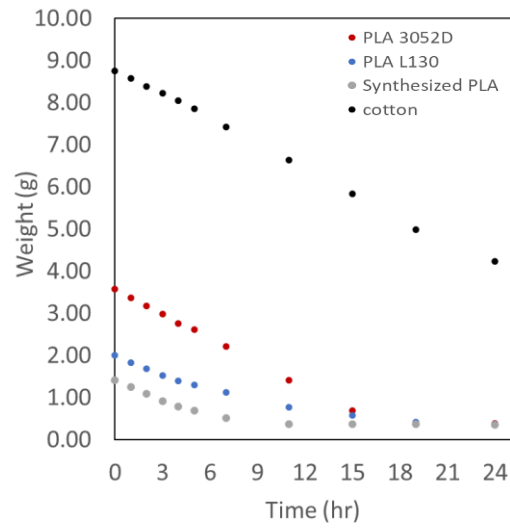
- [1] M. Huttunen, M. Kellomäki, A simple and high production rate manufacturing method for submicron polymer fibres, *J. Tissue Eng. Regen. Med.* 5 (2011) e239–e243, <https://doi.org/10.1002/jerm.421>.
- [2] A.F. Simon Padron, Dumitru Caruntu, Karen Lozano, Experimental study of nanofiber production through forspinning, *J. Appl. Phys.* 113 (2013), <https://doi.org/10.1063/1.4769886>.
- [3] T. O'Haire, S.J. Russell, C.M. Carr, Centrifugal melt spinning of poly-vinylpyrrolidone (PVP)/triacetene copolymer fibres, *J. Mater. Sci.* 51 (2016) 7512–7522, <https://doi.org/10.1007/s10853-016-0030-5>.
- [4] L.A. Mary, et al., Centrifugal spun ultrafine fibrous web as a potential drug delivery vehicle, *Express Polym. Lett.* 7 (2013) 238–248, <https://doi.org/10.3144/expresspolymlett.2013.22>.
- [5] M.R. Badrossamay, et al., Nanofiber assembly by rotary jet-spinning, *Nano Lett.* 10 (2010) 2257–2261, <https://doi.org/10.1021/nl101355x>.
- [6] P. Mellado, et al., A simple model for nanofiber formation by rotary jet-spinning, *Appl. Phys. Lett.* 99 (2011), <https://doi.org/10.1063/1.3662015>.
- [7] N.E. Zander, Formation of melt and solution spun polycaprolactone fibers by centrifugal spinning, *J. Appl. Polym. Sci.* 132 (2015), <https://doi.org/10.1002/app.46072/10.1002/app.41269>.
- [8] H. Chen, et al., Effective method for high-throughput manufacturing of ultrafine fibres via needleless centrifugal spinning, *Micro & Nano Lett.* 10 (2015) 81–84, <https://doi.org/10.1049/mnl.2014.0479>.
- [9] L. Fambri, et al., Biodegradable fibres of poly(L-lactic acid) produced by melt spinning, *Polymer* 38 (1997) 79–85, [https://doi.org/10.1016/S0032-3861\(96\)00486-7](https://doi.org/10.1016/S0032-3861(96)00486-7).
- [10] X.L. Chengdong Xiong, Hou Teng, Yan Bin, Stability and spinnability of modified melamine–formaldehyde resin solution for centrifugal spinning, *J. Appl. Polym. Sci.* 135 (2018) 46072, <https://doi.org/10.1002/app.46072>.

ผลการทดสอบการดูดน้ำของเส้นใยเกรดต่าง ๆ เทียบกับสำลี

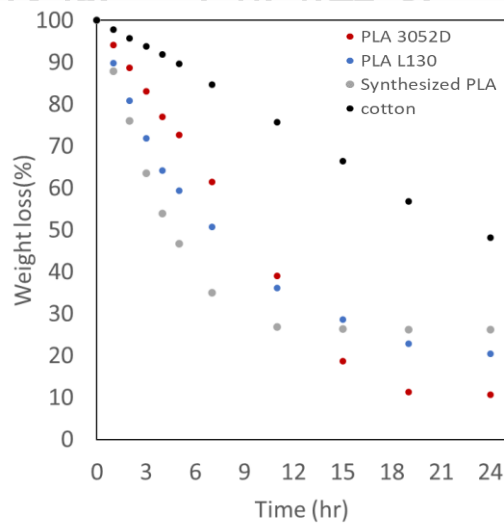
Time (hr)	Weight (g) Synthesized PLA					Weight (g) cotton				
	Sample	Sample	Sample	mean	sd	Sample	Sample	Sample	mean	sd
	1	2	3			1	2	3		
0	1.79	1.09	1.37	1.42	0.35	8.44	8.83	9.01	8.76	0.29
1	1.65	0.93	1.18	1.25	0.37	8.26	8.61	8.86	8.57	0.30
2	1.51	0.78	0.99	1.09	0.38	8.03	8.42	8.71	8.39	0.34
3	1.35	0.64	0.78	0.92	0.37	7.84	8.25	8.58	8.22	0.37
4	1.22	0.51	0.65	0.79	0.38	7.65	8.04	8.44	8.05	0.40
5	1.12	0.41	0.55	0.69	0.38	7.47	7.86	8.26	7.86	0.39
7	0.83	0.33	0.38	0.52	0.28	7.00	7.41	7.86	7.42	0.43
11	0.40	0.33	0.37	0.37	0.03	6.17	6.58	7.17	6.64	0.50
15	0.38	0.33	0.37	0.36	0.03	5.32	5.70	6.47	5.83	0.58
19	0.38	0.33	0.37	0.36	0.02	4.37	4.86	5.70	4.98	0.67
24	0.37	0.33	0.37	0.36	0.02	3.58	4.05	5.05	4.22	0.75

Time (hr)	Weight (g) 3052D					Weight (g) L130				
	Sample	Sample	Sample	mean	sd	Sample	Sample	Sample	mean	sd
	1	2	3			1	2	3		
0	3.53	3.14	4.07	3.58	0.47	2.76	2.06	1.19	2.01	0.78
1	3.29	2.94	3.87	3.37	0.47	2.62	1.88	1.00	1.83	0.82
2	3.11	2.75	3.67	3.18	0.46	2.51	1.72	0.81	1.68	0.85
3	2.91	2.56	3.45	2.98	0.45	2.38	1.57	0.63	1.53	0.87
4	2.67	2.37	3.25	2.76	0.44	2.26	1.44	0.49	1.40	0.88
5	2.56	2.21	3.06	2.61	0.43	2.17	1.33	0.42	1.31	0.87
7	2.19	1.80	2.64	2.21	0.42	1.94	1.02	0.39	1.12	0.78
11	1.30	1.08	1.87	1.42	0.41	1.45	0.48	0.39	0.77	0.59
15	0.41	0.54	1.11	0.69	0.37	0.97	0.38	0.39	0.58	0.34
19	0.38	0.37	0.47	0.41	0.06	0.48	0.38	0.39	0.42	0.06
24	0.37	0.36	0.40	0.38	0.02	0.38	0.37	0.35	0.37	0.01

กราฟแสดงน้ำหนักของน้ำที่เส้นใยดูดเข้าไป



กราฟของน้ำหนักที่หายไปเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์



รายการอ้างอิง

1. Partners, T.I. *Nanofiber Market to 2025 - Global Analysis and Forecasts by Material (Polymer Nanofiber, Carbon Nanofiber, Ceramic Nanofiber, Composite Nanofiber, and Glass Nanofiber); and Application (Industrial, Defense & Security, Consumer, Electronics, Energy, Medical Life Science & Pharmaceutical, and Chemical & Environmental)*. 2019; Available from: <https://www.theinsightpartners.com/reports/nanofiber-market>.
2. research, G.v. *Nanofibers Market Size, Share & Trends Analysis Report By Product (Polymer, Carbon, Composite, Cellulose, Metallic), By Application (Electronics, MCE, Energy, MLP), By Region, And Segment Forecasts, 2017 - 2024*. 2016; Available from: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/nanofibers-market>.
3. (MRFR), M.R.F. *Polymer Nanofiber Market Research Report: Information by Method [Electrospinning, Thermal Induced Phase Separation (TIPS), Drawing, Template, and Others], Application (Filtration, Medical, Biotechnology, Energy Storage, and Others), End-Use Industry (Pharmaceutical, Food & Beverage, Electronics, Biomedical, and Others), and Region (Asia-Pacific, North America, Europe, Latin America, and Middle East & Africa) - Global Forecast till 2025*. 2021 [cited 2021]; Available from: <https://www.marketresearchfuture.com/reports/polymer-nanofiber-market-4416>.
4. Dahlin, R.L., F.K. Kasper, and A.G. Mikos, *Polymeric nanofibers in tissue engineering*. Tissue engineering. Part B, Reviews, 2011. 17(5): p. 349-364.
5. Ramakrishna, S., et al., *Electrospun nanofibers: solving global issues*. Materials Today, 2006. 9(3): p. 40-50.
6. Bhardwaj, N. and S.C. Kundu, *Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique*. Biotechnol Adv, 2010. 28(3): p. 325-47.
7. Rogalski, J.J., C.W.M. Bastiaansen, and T. Peijs, *Rotary jet spinning review – a potential high yield future for polymer nanofibers*. Nanocomposites, 2017. 3(4): p. 97-121.

8. Lv, D., et al., *Green Electrospun Nanofibers and Their Application in Air Filtration*. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2018. 303: p. 1800336.
9. Kurian, S., et al., *Preparation and Characterisation of PVA+TiO₂ Nanofiber by Electrospinning Technique*. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019. 577: p. 012077.
10. Zhang, X. and Y. Lu, *Centrifugal Spinning: An Alternative Approach to Fabricate Nanofibers at High Speed and Low Cost*. *Polymer Reviews*, 2014. 54.
11. Ren, J., et al., *Melt-electrospun polycaprolactone strontium-substituted bioactive glass scaffolds for bone regeneration*. *J Biomed Mater Res A*, 2014. 102(9): p. 3140-53.
12. Wang, L., et al., *Fabrication of polymer fiber scaffolds by centrifugal spinning for cell culture studies*. *Microelectronic Engineering*, 2011. 88: p. 1718-1721.
13. Amalorpavamary, L. and V.R. Giri Dev, *Development of biocomposites by a facile fiber spinning technique for nerve tissue engineering applications*. *Journal of Industrial Textiles*, 2015. 46(2): p. 372-387.
14. Liu, Y., et al., *Electrospun nanofibers as a wound dressing for treating diabetic foot ulcer*. *Asian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2019. 14(2): p. 130-143.
15. Ahn, Y.C., et al., *Development of high efficiency nanofilters made of nanofibers*. *Current Applied Physics*, 2006. 6(6): p. 1030-1035.
16. Tausif, M., et al., *Mechanical Properties of Nonwoven Reinforced Thermoplastic Polyurethane Composites*. *Materials*, 2017. 10.
17. Brydson, J.A., *Flow properties of polymer melts*. 2nd ed. 1981, 1-3 Pemberton Row, Fleet Street, London EC4P 4HL: George Godwin Limited 226.
18. Venerus, D., S.H. Zhu, and H. Öttinger, *Stress and birefringence measurements during the uniaxial elongation of polystyrene melts*. *Journal of Rheology - J RHEOL*, 1999. 43.
19. O'Haire, T., S. Russell, and C. Carr, *Centrifugal melt spinning of polyvinylpyrrolidone (PVP)/triacontene copolymer fibres*. *Journal of Materials Science*, 2016. 51.
20. Zander, N.E., *Formation of melt and solution spun polycaprolactone fibers by*

centrifugal spinning. Journal of Applied Polymer Science, 2015. 132(2).





ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	วรพล โรจนสุรีย์พร
วัน เดือน ปี เกิด	22 มกราคม 2538
สถานที่เกิด	กาญจนบุรี
วุฒิการศึกษา	พ.ศ.2555 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาจากโรงเรียนเฉลิมพระเกียรติสมเด็จพระศรีนครินทร์ กาญจนบุรี พ.ศ.2559 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์ พ.ศ.2560 ศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์
ที่อยู่ปัจจุบัน	8/1 ทิวาลัยวิลล่า ต.สนามจันทร์ อ.เมือง จ.นครปฐม 73000
ผลงานตีพิมพ์	W. Rodchanasuripron a, M. Seadan b, S. Suttiruengwong, "Properties of non-woven polylactic acid fibers prepared by the rotational jet spinning method", Materials Today Sustainability, 10 (2020) 100046.

