



# ผลของบางปัจจัยต่อลักษณะเส้นใยโพลีคาโพรแลคโตนอิเล็กโตรสปินที่ผลิตด้วยเครื่อง KKU drum electrospinning unit

## Effects of some parameters on poly $\epsilon$ -caprolactone electrospun fibers produced by the KKU drum electrospinning unit

พัชรารณ ไชยศรี<sup>1</sup>, เอียน โทมัส<sup>2</sup> และสินีนากู สิริ<sup>1,3\*</sup>

Patcharaporn Chaisri<sup>1</sup>, Ian Thomas<sup>2</sup> and Sineenat Siri<sup>1,3\*</sup>

<sup>1</sup>ภาควิชาชีวเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

<sup>2</sup>ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

<sup>3</sup>ศูนย์นาโนเทคโนโลยีบูรณาการ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

\*Correspondent author: ssinee@kku.ac.th

Received December 28, 2009

Accepted October 27, 2010

### บทคัดย่อ

เครื่อง KKU drum electrospinning unit ถูกผลิตขึ้นทดแทนเครื่อง electrospinning ที่มีราคาสูงและต้องนำเข้าจากต่างประเทศ แต่อย่างไรก็ดียังไม่มีการศึกษาถึงการผลิตเส้นใยและปัจจัยที่มีผลต่อเส้นใยที่ได้ ในการศึกษาครั้งนี้ได้ใช้สารโพลีคาโพรแลคโตน poly ( $\epsilon$ -caprolactone) เป็นโมเดลในการศึกษาผลของบางปัจจัยต่อลักษณะและขนาดของเส้นใย ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย (4, 8, 10 และ 15%) อัตราการไหลของสารละลาย (0.8, 1, 1.5, 2 และ 3 มล./ชม.) ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (4, 8, 10 และ 13 kV) และอัตราเร็วในการหมุนของวัสดุรองรับแบบลือหมุน (0, 65, 88 และ 110 รอบ/นาที) พบว่าความเข้มข้นของสารละลายที่ 4% ต่ำเกินไปและไม่เกิดเส้นใย ความเข้มข้นของสารละลายและอัตราการไหลที่สูงขึ้นทำให้เส้นใยมีขนาดเพิ่มขึ้น ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สูงขึ้นมีผลลดขนาดของเม็ดบีดส์และทำให้ได้เส้นใยขนาดสม่ำเสมอมากขึ้น เมื่อเพิ่มความเร็วรอบของวัสดุรองรับพบว่าขนาดเส้นใยมีแนวโน้มลดลงและมีระเบียบขึ้น ในการศึกษาข้างต้นสภาวะที่เหมาะสมต่อการผลิตเส้นใยจากโพลีคาโพรแลคโตน คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่ 10% อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. ความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV และความเร็วรอบในการหมุน 110 รอบ/นาที

### Abstract

The "homemade" KKU drum electrospinning unit was constructed to replace the high cost and imported electrospinning apparatus. However, fabrication and parameters affecting the fibers have not yet been studied. Thus, in this work, poly( $\epsilon$ -caprolactone) was used as a model polymer to study the effect of some parameters on morphology and sizes of fibers, including polymer concentrations (4, 8, 10 and 15%), flow rates (0.8, 1, 1.5, 2 and 3 มล./ชม.), voltages (4, 8, 10 and 13 kV) and drum rotation rates (0, 65, 88 and 110 rpm). Results showed that the concentration at 4% was too low and could not form fiber. Increased concentrations and flow rates resulted in increasing fiber sizes. Increased voltages could reduce bead sizes and form more homogeneous fibers. Fiber sizes tended to decrease and become more organized when increasing voltages were applied. The optimized condition

to fabricate poly( $\epsilon$ -caprolactone) fiber was at 10% concentration, 0.8 มล./ชม. flow rate, 13 kV voltage and 110 rpm rotation rate.

**คำสำคัญ:** อิเล็กโตรสปินนิง เครื่อง KKKU drum electrospinning unit ลักษณะเส้นใย

**Keywords:** electrospinning, KKKU drum electrospinning unit, fiber morphology

## 1. บทนำ

เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning) เป็นเทคนิคหนึ่งที่มีความสนใจอย่างยิ่งในการผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กตั้งแต่ระดับไมโครเมตรถึงนาโนเมตร (Pham et al., 2006) โดยหลักการ เทคนิคนี้อาศัยแรงทางไฟฟ้าที่เกิดจากศักย์ไฟฟ้าสูง ส่งผลให้สารละลายพอลิเมอร์ที่ปลายเข็มยืดออกเป็นรูปร่างทรงกรวยที่เรียกว่า “กรวยของเทเลอร์” (Taylor’s cone) เมื่อสนามไฟฟ้าที่มีค่ามากถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่ง ซึ่งมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายพอลิเมอร์ จะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายพอลิเมอร์ที่มีประจุพุ่งออกมาเป็นสาย ตกลงสู่แผ่นรองรับที่มีประจุตรงกันข้าม และในระหว่างการเคลื่อนที่ลงสู่แผ่นรองรับ เกิดการระเหยของตัวทำละลาย ทำให้ได้เป็นเส้นใยขนาดเล็ก (Li et al., 2005) จากกลไกดังกล่าว เครื่องอิเล็กโตรสปินนิงจึงมีส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน คือ 1) แหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง 2) หลอดบรรจุสารละลายที่ติดเข็มโลหะขนาดเล็ก และ 3) วัสดุรองรับที่เป็นโลหะ (Venugopal and Ramakrishna, 2005) ทั้งนี้ลักษณะของแผ่นรองรับมีหลายรูปแบบสำหรับการผลิตเส้นใยลักษณะต่างๆ เช่น แผ่นรองรับแบบวงล้อเคลื่อนที่สำหรับใช้ผลิตเส้นใยแบบขนาน (aligned fibers) และแผ่นรองรับแบบระนาบไม่เคลื่อนที่สำหรับใช้ผลิตเส้นใยแบบไม่ถักทอ (non-woven fibers) สำหรับเส้นใยที่ผลิตด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง มีสมบัติที่เด่นชัด คือ 1) เส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กมาก โดยทั่วไปมีขนาดตั้งแต่หลายสิบนานาเมตรจนถึงประมาณ 1-2 ไมโครเมตร จึงมักจะถูกเรียกว่า เส้นใยนาโน (nanofibers) หรือ เส้นใยนาโนอิเล็ก-

โตรสปัน (electrospun nanofibers) 2) โครงสร้างจากเส้นใยที่ได้มีอัตราส่วนระหว่างพื้นผิวต่อปริมาตรสูงมากกว่า 1,000 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยในระดับไมโครเมตร และ 3) โครงสร้างจากเส้นใยนาโนที่ได้ มีพรมขนาดเล็กจำนวนมาก ทำให้มีการส่งผ่านของเหลวและแก๊สได้ดี (Nair et al., 2004) จากสมบัติดังกล่าว ทำให้เส้นใยอิเล็กโตรสปันนิงได้รับความสนใจและถูกนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางในปัจจุบัน เช่น 1) ด้านการทหาร เช่น การประดิษฐ์ชุดป้องกันอาวุธเคมีและอาวุธชีวภาพของทหาร 2) ด้านผลิตภัณฑ์เสริมความงาม เช่น เครื่องสำอาง (Lu and Ding, 2008) และ 3) ด้านการแพทย์ เช่น การประยุกต์ใช้ทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อ (tissue engineering) ระบบนำส่งยา (drug delivery system) (Chew et al., 2006) และใช้เป็นวัสดุปิดบาดแผล (wound dressing) (Venugopal and Ramakrishna, 2005) พอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ทั้งจากธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ถูกใช้ในการผลิตเส้นใยนาโนอิเล็กโตรสปันเพื่อวัตถุประสงค์ดังกล่าว แม้ว่าพอลิเมอร์จากธรรมชาติจะมีข้อดี ที่มีความเป็นพิษต่ำ แต่มักทำบริสุทธิ์ได้ยาก มีราคาสูง และผลิตเส้นใยที่มีคุณภาพไม่สม่ำเสมอ พอลิเมอร์สังเคราะห์หลายชนิดจึงได้รับความสนใจ เนื่องจากมีราคาต่ำ หาได้ง่าย ทำให้ได้เส้นใยที่ลักษณะ สม่ำเสมอ และมีคุณภาพคงที่ในการผลิตทุกครั้ง (Tong and Wang, 2007)

แม้ว่าการผลิตเส้นใยนาโนอิเล็กโตรสปันจะมีกระบวนการที่ไม่ยุ่งยากและซับซ้อนนัก แต่เนื่องจากเครื่องอิเล็กโตรสปันนิงมีราคาสูงและต้องนำเข้าจากต่างประเทศ จึงเป็นข้อจำกัดที่ทำให้

มีการศึกษาเส้นใยอิเล็กโตรสปินนิงในประเทศค่อนข้างจำกัด จากเหตุผลข้างต้นจึงเป็นที่มาของการสร้างเครื่อง KKKU drum electrospinning unit จากศูนย์นาโนเทคโนโลยีบูรณาการและภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น โดยอาศัยเทคโนโลยี วัสดุ อุปกรณ์ และบุคลากรภายในประเทศ เครื่อง KKKU drum electrospinning unit นี้ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้าสูง หลอดบรรจุสารละลายที่ควบคุมได้ และวัสดุรองรับที่เป็นแบบวงล้อเคลื่อนที่ (รูปที่ 1) ทั้งนี้ในการใช้เครื่องดังกล่าวในการผลิต เส้นใย จำเป็นต้องมีการศึกษาถึงการทำงานของเครื่องในการผลิตเส้นใย และปัจจัยที่ควบคุมได้จากตัวแปรในระบบ ซึ่งส่งผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใย โดยทั่วไปปัจจัยที่มีความสำคัญต่อการผลิตเส้นใย ได้แก่ ความต่างศักย์ไฟฟ้า อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงวัสดุรองรับ รูปแบบของวัสดุที่ใช้รองรับ ความเร็วรอบของวัสดุรองรับแบบวงล้อหมุน ชนิดของตัวทำ-ละลาย ชนิดของพอลิเมอร์ และความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ ซึ่งปัจจัยเหล่านี้นอกจากมีผลต่อการเกิดเส้นใยแล้ว ยังมีผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใยด้วย (Chew et al., 2006) ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้ จึงมีวัตถุประสงค์ในการศึกษาการผลิตเส้นใยจากเครื่อง KKKU drum electrospinning unit และศึกษาบางปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใยอิเล็กโตรสปินนิง ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ ความต่างศักย์ไฟฟ้า อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ และความเร็วรอบของวัสดุรองรับแบบวงล้อหมุน โดยใช้พอลิเมอร์สังเคราะห์คือ โพลีคาโพรแลคโตน (Poly-(ε-caprolactone)) เป็นโมเดลในการศึกษา เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์ที่สามารถผลิตเป็นเส้นใยได้ง่าย

## 2. วิธีวิจัย

### 2.1 การเตรียมสารละลายพอลิเมอร์

เตรียมสารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตน (Poly-(ε-caprolactone; PCL)) (Aldrich, St. Louis, USA) ในตัวทำละลายผสมระหว่าง Dimethylchloride (DMC) (J.T Baker, Phillipsburg, USA) และ N, N-dimethylformamide (DMF) (MERK, Darmstadt, Germany) ซึ่งใช้อัตราส่วนของ DMC:DMF เท่ากับ 3:1

### 2.2 การผลิตเส้นใยอิเล็กโตรสปินนิง

ใช้เครื่อง KKKU physics electrospinning unit ในการผลิตเส้นใยอิเล็กโตรสปินนิง โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใย ดังนี้

#### 2.2.1 ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์

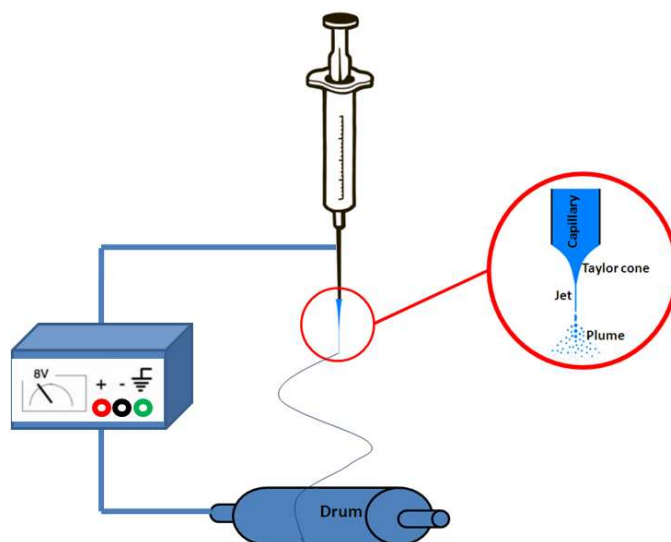
ใช้สารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตน ที่ความเข้มข้น 4, 8, 10 และ 15% (น้ำหนัก/ปริมาตร) ตัวอย่างละ 1 มล. บรรจุในส่วนของหลอดบรรจุสารละลาย โดยควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล. /ชม. และความเร็วรอบในการหมุนของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที

#### 2.2.2 อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์

ใช้สารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตน ที่ความเข้มข้น 10% ผลิตเส้นใยโดยใช้อัตราการไหลของสารละลายที่ 0.8, 1, 1.5, 2 และ 3 มล. /ชม. โดยแต่ละสภาวะใช้สารละลายพอลิเมอร์ 1 มล. ทั้งนี้ได้ควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV และความเร็วรอบในการหมุนของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที

#### 2.2.3 ความต่างศักย์ไฟฟ้า

ใช้พอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตน ที่ความเข้มข้น 10% ผลิตเส้นใยโดยใช้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 4, 8, 10 และ 13 kV โดยแต่ละสภาวะใช้สารละลายพอลิเมอร์ 1 มล. โดยควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. อัตราการไหลของสารละลาย



รูปที่ 1. องค์ประกอบหลักของเครื่อง KKU drum electrospinning unit

0.8 มล./ชม. และความเร็วรอบในการหมุนของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที

#### 2.2.4 ความเร็วรอบของวัสดุรองรับ

ใช้สารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโปรแลคโตนที่มีความเข้มข้น 10% (น้ำหนัก/ปริมาตร) ผลิตเส้นใยโดยใช้ค่าความเร็วรอบของวัสดุรองรับที่ 0, 65, 88 และ 110 รอบ/นาทีโดยแต่ละสภาวะใช้สารละลายพอลิเมอร์ 1 ml ทั้งนี้ได้ควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV และอัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม.

#### 2.3 การศึกษาลักษณะและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย

ตัดแผ่นเส้นใยอิเล็กโตรสปินเป็นวงกลมมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มม. นำไปเคลือบทองด้วยเครื่อง Pularon SC500 sputter coater (Fisons, England) เป็นเวลา 2 นาที นำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปศึกษาภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) (Hitachi S-3000N, Japan) ที่กำลังขยาย 1000, 3000 และ 5000 เท่า จากนั้นวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยโดยสุ่มจาก 300 ตำแหน่ง ของภาพ SEM ที่กำลังขยาย 1,000

เท่า โดยใช้โปรแกรม Nano-VB (ผลิตโดย รศ.ดร. สันติ แม่นศิริ, มหาวิทยาลัยขอนแก่น)

#### 2.4 การวิเคราะห์ทางสถิติ

ในการศึกษานี้ได้เปรียบเทียบความแตกต่างทางสถิติใช้โปรแกรม SPSS for Windows version 11.5 ด้วยวิธี One-way ANOVA โดยเปรียบเทียบค่าที่  $p\text{-value} < 0.05$  ในทุกการทดลอง และผลการวิเคราะห์ทั้งหมดนำเสนอเป็นค่าเฉลี่ย  $\pm$  ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

#### 3. ผลการวิจัยและอภิปราย

##### 3.1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ต่อขนาดเส้นใย

จากการศึกษาการผลิตเส้นใยอิเล็กโตรสปินด้วยเครื่อง KKU drum electrospinning unit โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโปรแลคโตนที่ 4, 8, 10 และ 15% (น้ำหนัก/ปริมาตร) โดยควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. และความเร็วรอบในการหมุนของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที พบว่าเส้นใยอิเล็กโตรสปินที่ได้ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 979, 783, 893 และ 1534 nm

ตามลำดับ (ตาราง 1 และรูปที่ 2) เมื่อใช้สารละลายพอลิเมอร์ที่มีความเข้มข้น 4% พบว่าสารละลายพอลิเมอร์ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นหยดตกลงบนวัสดุรองรับ และมีบางส่วนเท่านั้นที่สามารถเกิดเป็นเส้นใย แต่เกิดขึ้นอย่างไม่สม่ำเสมอและไม่ต่อเนื่อง ทั้งนี้เป็นผลจากความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ที่ต่ำมากเกินไป ทำให้มีความหนืดที่ไม่เหมาะสมต่อการเกิดเป็นเส้นใย สำหรับที่ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ 8, 10 และ 15% พบว่ามีความเหมาะสมต่อการเกิดเป็นเส้นใย โดยที่ความเข้มข้น 8 และ 10% ได้เส้นใยที่มีขนาด

ประมาณ 800 nm แต่ที่ความเข้มข้น 15% พบว่าได้เส้นใยที่ได้มีขนาดใหญ่ คือ มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2000 nm เนื่องจากที่ค่าความเข้มข้นดังกล่าว สารละลายพอลิเมอร์มีความหนืดค่อนข้างสูง ส่งผลให้ควบคุมการไหลของสารละลายได้ไม่สม่ำเสมอ เส้นใยที่ถูกต้องออกมามีขนาดใหญ่ นอกจากนี้ยังมีการระเหยของตัวทำละลายช้า ทำให้มีโอกาสเกิดการรวมตัวกันของเส้นใยหลังตกลงบนวัสดุรองรับ ทำให้เส้นใยที่ได้มีขนาดใหญ่และมีขนาดไม่สม่ำเสมอ ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาของ Doshi และ Reneker

ตาราง 1. ผลของความเข้มข้นของสารละลายต่อขนาดและลักษณะของเส้นใย

| Polymer concentration (%) | Average fiber diameter (nm)    | ลักษณะของเส้นใย                                                                                                  |
|---------------------------|--------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 4                         | 979.82 ± 408.14 <sup>b</sup>   | ได้แผ่นฟิล์ม เกิดเส้นใยไม่มาก                                                                                    |
| 8                         | 783.03 ± 366.85 <sup>a</sup>   | เส้นใยมีขนาดเล็ก เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย                   |
| 10                        | 893.30 ± 403.07 <sup>a,b</sup> | เส้นใยมีขนาดเล็ก เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย                   |
| 15                        | 1534.43 ± 601.89 <sup>c</sup>  | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ไม่ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างไม่สม่ำเสมอ พบเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่เพียงเล็กน้อย |

หมายเหตุ: สัญลักษณ์ a, b และ c แสดงถึงความเข้มข้นของสารละลายและขนาดเฉลี่ยของเส้นใยที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่  $p\text{-value} < 0.05$

ตาราง 2. ผลของอัตราการไหลของสารละลายต่อขนาดและลักษณะของเส้นใย

| Flow rate (มล./ชม.) | Average fiber diameter (nm)     | ลักษณะของเส้นใย                                                                                       |
|---------------------|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 0.8                 | 893.30 ± 403.07 <sup>a</sup>    | เส้นใยมีขนาดเล็ก เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย        |
| 1                   | 1226.04 ± 477.72 <sup>c</sup>   | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย |
| 1.5                 | 1465.69 ± 610.72 <sup>d</sup>   | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย |
| 2                   | 1132.25 ± 495.56 <sup>b</sup>   | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่เพียงเล็กน้อย |
| 3                   | 1213.00 ± 565.37 <sup>b,c</sup> | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่เพียงเล็กน้อย |

หมายเหตุ: สัญลักษณ์ a, b, c และ d แสดงถึงอัตราการไหลของสารละลายและขนาดเฉลี่ยของเส้นใยที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่  $p\text{-value} < 0.05$

ที่ผลิตเส้นใยอิเล็กทรอนิกส์จากสารละลายพอลิเมอร์ Polyethylenoxide (PEO) โดยพบว่าหากความหนืดของสารละลายต่ำ จะเกิดหยดของสารละลายในระหว่างกระบวนการผลิตเส้นใย และหากสารละลายมีค่าความหนืดมาก มีผลให้การควบคุมการไหลของสารละลายไม่สม่ำเสมอ ทำให้เส้นใยที่ผลิตได้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ (Doshi and Reneker, 1995) นอกจากนี้มีการรายงานของ Yu และคณะ พบว่าความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ Polyacrylonitrile (PAN) แปรผันตรงกับความหนืด ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญในการกระบวนการผลิตเส้นใย (Yu et al., 2006) ดังนั้นจากการศึกษานี้พบว่าเมื่อให้ปัจจัยข้างต้นลงที่ ค่าความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตน ที่เหมาะสมในการผลิตเส้นใยคือ 8 และ 10%

### 3.2 ผลของอัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ต่อขนาดเส้นใย

จากการใช้สารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตนที่ความเข้มข้น 10% ผลิตเส้นใยโดยใช้อัตราการไหลของสารละลายที่ 0.8, 1, 1.5, 2 และ 3 มล./ชม. โดยควบคุม ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV และความเร็วยรอบในการหมุนของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที พบว่าในทุกสภาวะ สามารถผลิตเป็นเส้นใยได้ โดยได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 893, 1226, 1465, 1132 และ 1213 nm ตามลำดับ (ตาราง 2 และรูปที่ 3) โดยที่สภาวะอัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. พบว่าได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยที่ต่ำสุด คือประมาณ 900 nm เส้นใยที่ได้มีความต่อเนื่องกัน มีการกระจายของเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ มีการกระจายของเม็ดบีดส์ขนาดเล็กสำหรับอัตราการไหลของสารละลายที่ 1, 1.5, 2 และ 3 มล./ชม. เส้นใยที่ได้มีขนาดใหญ่กว่า 1000 nm มีการกระจายของเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่ ซึ่งเกิดจากอัตราการไหลของสารละลายที่สูงเกินไป

ส่งผลให้มีการค้นสารละลายออกมาอย่างรวดเร็ว ทำให้สายของพอลิเมอร์ที่ถูกดันออกมา มีขนาดใหญ่ การระเหยของตัวทำละลายช้า จึงทำให้เส้นใยที่ตกลงมา เกิดการรวมกันมีขนาดใหญ่ขึ้น และขนาดเส้นใยไม่สม่ำเสมอ จากการรายงานของ Megelski และคณะ (Megelski et al., 2002) ที่ศึกษาปัจจัยของอัตราการไหลต่อขนาดและรูพรุนของพอลิเมอร์ Polystyrene พบว่าเมื่ออัตราการไหลของสารละลายเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ขนาดและรูพรุนเพิ่มขึ้นเช่นกัน นอกจากนั้นยังพบว่าอัตราการไหลที่สูงเกินไป ทำให้เกิดเม็ดบีดส์จำนวนมาก เนื่องจากตัวทำละลายระเหยไม่หมดก่อนที่จะตกลงสู่แผ่นรองรับ สำหรับการศึกษาครั้งนี้ พบว่าอัตราการไหลของสารละลายที่เหมาะสมคือ 0.8 มล./ชม.

### 3.3 ผลของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าต่อขนาดเส้นใย

จากการใช้สารละลายพอลิเมอร์โพลีคาโพรแลคโตนที่ความเข้มข้น 10% ผลิตเส้นใยโดยใช้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 8, 10 และ 13 kV โดยควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ คือ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. และความเร็วยรอบในการหมุนของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที พบว่าความต่างศักย์ไฟฟ้าทุกค่า สามารถทำให้เกิด เส้นใยได้ แต่เส้นใยมีความสม่ำเสมอแตกต่างกันอย่างชัดเจน (ตารางที่ 3 และรูปที่ 4) โดยเส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 1173, 893 และ 1162 nm ตามลำดับ จากการศึกษาพบว่าที่ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 8 kV ได้เม็ดบีดส์ขนาดใหญ่จำนวนมากผสมกับเส้นใย แสดงว่าค่าความต่างศักย์ไฟฟ้างดกล่าวต่ำเกินไป ทำให้สารละลายมีการสะสมเป็นหยดขนาดใหญ่ที่ปลายเข็มโลหะ ก่อนที่จะเกิดการหยดออกมาสลับกับการถูกดึงเป็นเส้นใยขนาดเล็กตกลงบนวัสดุรองรับ เมื่อเพิ่มค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าขึ้นเป็น 10 และ 13 kV พบว่าเม็ดบีดส์ที่พบมีขนาดเล็กลง และมีจำนวนน้อยลง ทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอมากขึ้นตามค่าความต่าง

ตาราง 3. ผลของความต่างศักย์ไฟฟ้าต่อขนาดและลักษณะของเส้นใย

| Voltage (kV) | Average fiber diameter (nm)       | ลักษณะของเส้นใย                                                                                         |
|--------------|-----------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 8            | 1240.00 $\pm$ 530.00 <sup>b</sup> | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ไม่ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่กระจายตัวสูง |
| 10           | 1173.81 $\pm$ 483.67 <sup>b</sup> | เส้นใยมีขนาดใหญ่ ไม่เรียบ ไม่ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่กระจายตัวสูง |
| 13           | 893.30 $\pm$ 403.07 <sup>a</sup>  | เส้นใยมีขนาดเล็ก เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ พบเม็ดบีดส์ขนาดใหญ่กระจายตัวสูง  |

หมายเหตุ: สัญลักษณ์ a และ b แสดงถึงค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าของสารละลายและขนาดเฉลี่ยของเส้นใยที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่  $p\text{-value} < 0.05$

ตาราง 4. ผลของความเร็วยรอบของวัสดุรองรับต่อขนาดและลักษณะของเส้นใย

| Rotation rate (rpm) | Average fiber diameter (nm)       | ลักษณะของเส้นใย                                                                                          |
|---------------------|-----------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 0                   | 920.35 $\pm$ 415.30 <sup>a</sup>  | เส้นใยมีขนาดค่อนข้างใหญ่ เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์เล็กเพียงเล็กน้อย   |
| 65                  | 1000.12 $\pm$ 410.34 <sup>b</sup> | เส้นใยมีขนาดเล็ก ไม่เรียบ ไม่ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย |
| 88                  | 1060.20 $\pm$ 430.35 <sup>b</sup> | เส้นใยมีขนาดเล็ก ไม่เรียบ ไม่ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสูง พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย |
| 110                 | 893.30 $\pm$ 403.07 <sup>a</sup>  | เส้นใยมีขนาดเล็ก เรียบ ต่อเนื่อง การกระจายตัวของเส้นใยค่อนข้างสม่ำเสมอ พบเม็ดบีดส์ขนาดเล็กเพียงเล็กน้อย  |

หมายเหตุ: สัญลักษณ์ a และ b แสดงถึงความเร็วยรอบของวัสดุรองรับและขนาดเฉลี่ยของเส้นใยที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่  $p\text{-value} < 0.05$

ศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น จากการศึกษาของ Deitzel และคณะ ที่ผลิตเส้นใยอิเล็กโตรสปินจากสารละลายพอลิเมอร์ PEO (Deitzel et al., 2001) พบว่าค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เข้าไปในระบบส่งผลต่อรูปร่างของกรวยของเทเลอร์ โดยค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำทำให้เกิดหยดที่มีลักษณะเป็น pendent drop และเส้นใยที่ถูกละลายออกมาจะพบเม็ดบีดส์ค่อนข้างสูง แต่เมื่อเพิ่มค่าความต่างศักย์ที่มากพอ ทำให้บริเวณปลายเข็มเปลี่ยนจาก pendent drop เกิดเป็นกรวยของเทเลอร์ ทำให้เกิดเป็นเส้นใย และลดการเกิดเม็ดบีดส์ จาก

การศึกษาครั้งนี้พบว่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมในการผลิตเส้นใยคือ 13 kV

### 3.4 ผลของความเร็วยรอบของวัสดุรองรับกับขนาดของเส้นใย

จากการศึกษาที่ใช้สารละลายพอลิเมอร์โพลี-คาโปรแลคโตนที่ความเข้มข้น 10% ผลิตเส้นใยโดยใช้ค่าความเร็วยรอบของวัสดุรองรับที่ 0, 65, 88 และ 110 รอบ/นาทีโดยควบคุมปัจจัยต่อไปนี้ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV และอัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. พบว่าทุกสภาวะสามารถทำให้เกิดเส้นใย โดยเส้นใยที่ได้มีขนาด

เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 920, 1000, 1060 และ 893 nm ตามลำดับ (ดังแสดงในตารางที่ 4 รูปที่ 5) เมื่อใช้ความเร็วรอบของวัสดุรองรับเพิ่มขึ้นจาก 65, 88 และ 110 รอบ/นาที ตามลำดับ พบว่าค่าความเร็วรอบที่สูงขึ้น ทำให้เส้นใยที่ได้มีขนาดเฉลี่ยลดลง และมีการเรียงตัวที่เป็นระเบียบมากขึ้น จากการรายงานการศึกษาของ Gaumer และคณะ ในการผลิตเส้นใยโพลีแลคโตน พบว่าอัตราเร็วรอบที่เพิ่มขึ้นในช่วงจาก 5,000-16,000 รอบ/นาที มีผลให้ขนาดของเส้นใยมีแนวโน้มลดลงและเส้นใยที่ได้มีการจัดเรียงตัวแบบขนานมากขึ้น (Gaumer et al., 2009) ดังนั้นในการใช้เครื่อง KKKU drum electrospinning unit เพื่อผลิตเส้นใยแบบขนานนั้น จำเป็นต้องพัฒนาให้สามารถเพิ่มความเร็วรอบให้ได้มากขึ้นในระดับ 5,000-16,000 รอบ/นาที

#### 4. สรุป

จากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะและขนาดเส้นใยของพอลิเมอร์โพลีแลคโตน ด้วยเครื่อง KKKU drum electrospinning unit ซึ่งกำหนดให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงวัสดุรองรับคงที่ที่ 9 ซม. พบว่าค่าความเข้มข้นที่เหมาะสม คือ 10% อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 13 kV และความเร็วรอบของวัสดุรองรับแบบหมุน 110 รอบ/นาที นอกจากนั้นยังพบว่าการเพิ่มความเร็วรอบที่สูงขึ้น มีแนวโน้มของเส้นใยที่มีความสม่ำเสมอและการจัดเรียงตัวที่เพิ่มขึ้น การศึกษาปัจจัยข้างต้นที่มีผลต่อลักษณะและขนาดของเส้นใยด้วยพอลิเมอร์โพลีแลคโตนที่ผลิตจากเครื่อง KKKU drum electrospinning unit นี้สามารถใช้เป็นแนวทางในการเลือกหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตเส้นใยจากพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ ต่อไป และพัฒนาเครื่องให้มีประสิทธิภาพสูงขึ้น

#### 5. กิตติกรรมประกาศ

โครงการนี้ได้รับการสนับสนุนจากศูนย์วิจัยนาโนเทคโนโลยีบูรณาการ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

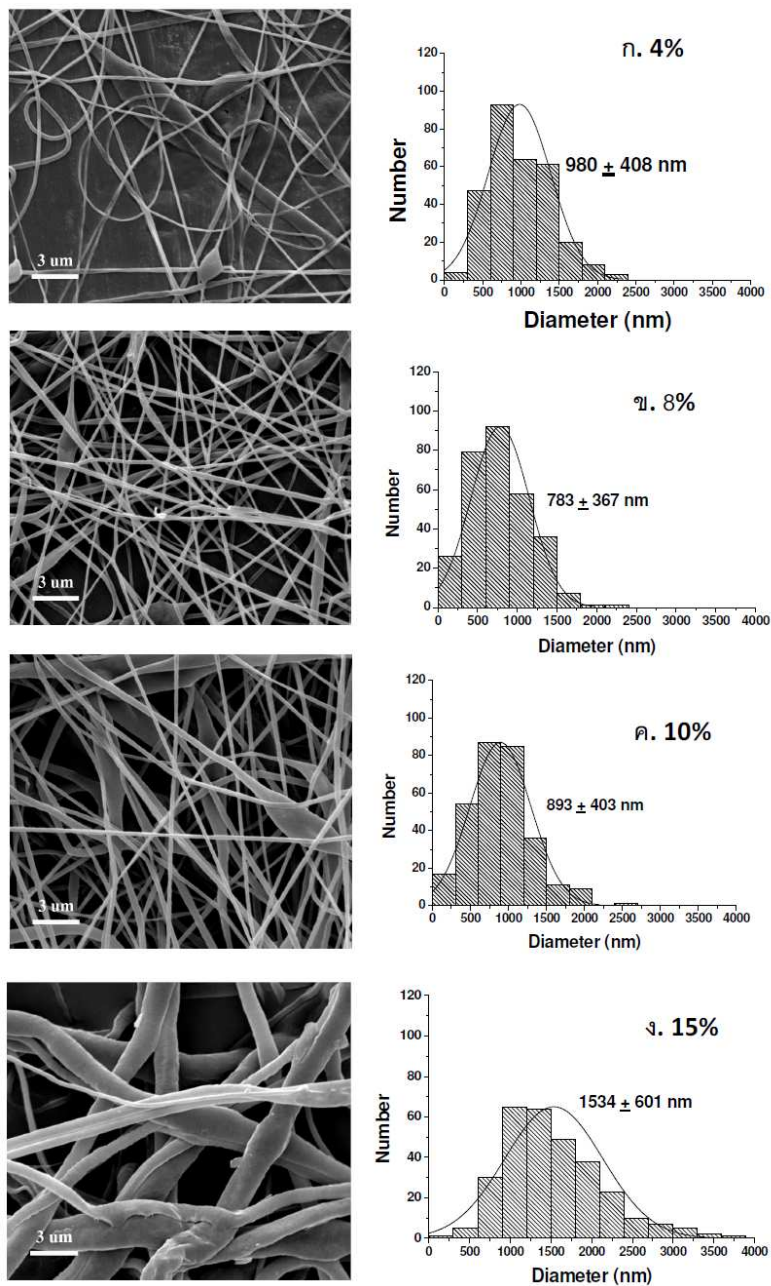
สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ และสำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา โครงการเครือข่ายกลยุทธ์เพื่อการผลิตและพัฒนาอาจารย์ในสถาบันอุดมศึกษา ซึ่งคณะผู้วิจัยขอขอบคุณมา ณ โอกาสนี้ นอกจากนี้ขอขอบคุณ รศ.ดร. สันติ แม้นศิริ ที่อนุเคราะห์โปรแกรม Nano-VB

#### 6. เอกสารอ้างอิง

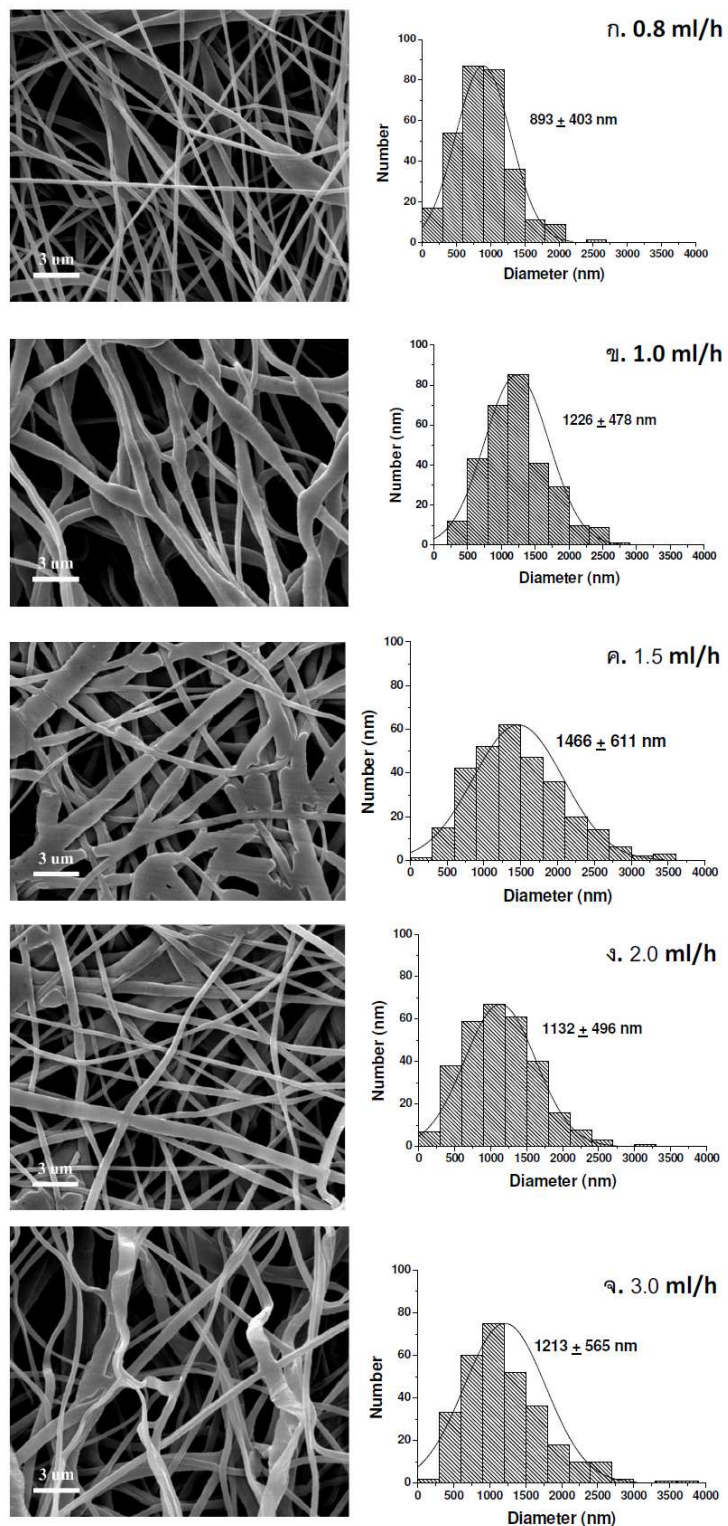
- Chew, S.Y., Wen. Y., Dzenis. Y. and Leong, K.W. 2006. The role of electrospinning in the emerging field of nanomedicine. **Curr Pharm Des.** 12: 4751-4770.
- Deitzel, J., Leinmeyer, J., Harris, D. and Tan, N. 2001. The effect of processing variables on the morphology of electrospun nanofibers and textiles. **Polymer.** 42: 261-272.
- Doshi, J. and Reneker, D. 1995. Electrospinning process and applications of electrospun fibers. **J Electrostatics.** 35: 151-160.
- Gaumer, J., Prasad, A., Lee, D. and Lannutti, J. 2009. Structure-function relationships and source-to-ground distance in electrospun polycaprolactone. **Acta Biomater.** 5: 1552-1561.
- Li, D., Ouyang, G., McCann, J.T. and Xia, Y. 2005. Collecting electrospun nanofibers with patterned electrodes. **Nano Lett.** 5: 913-916.
- Lu, P. and Ding, B. 2008. Applications of electrospun fibers. **Recent Pat Nano-technol.** 2: 169-182.
- Megelski, S., Stephens, J., Chase, D. and Rabolt, J. 2002. Micro and nanostructured surface morphology on electrospun polymer fibers. **Macromolecules.** 35: 5465-5466.



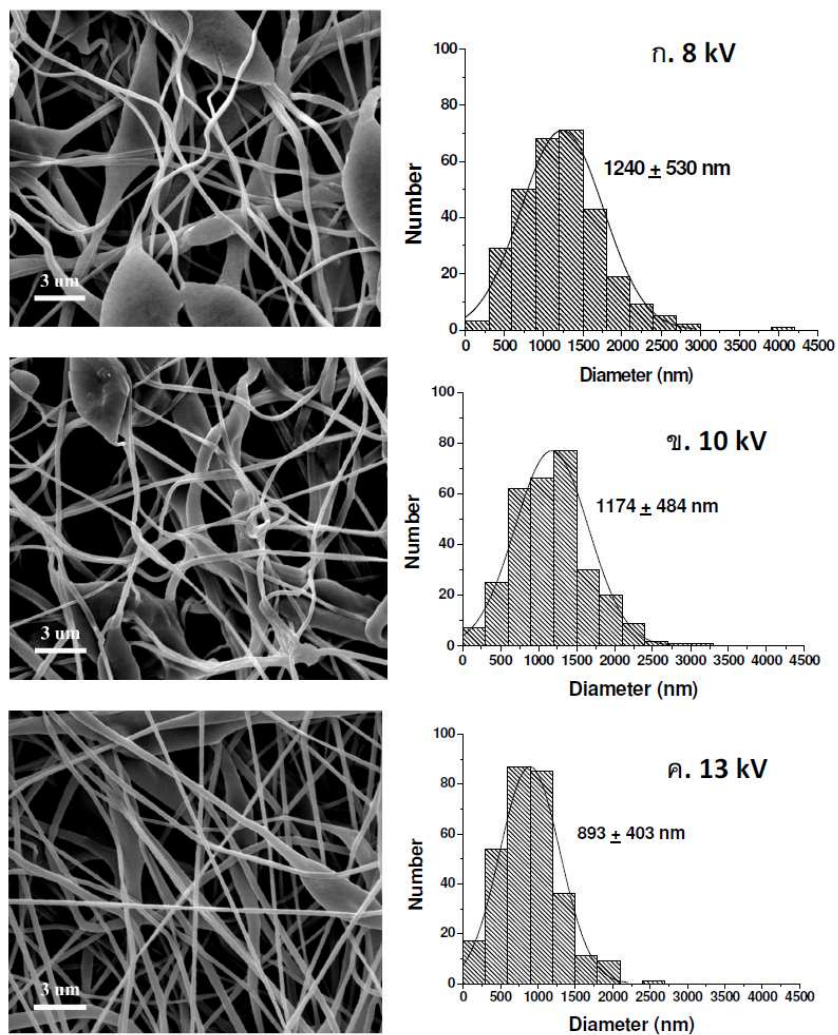
- Nair, L.S., Bhattacharyya, S. and Laurencin, C.T. 2004. Development of novel tissue engineering scaffolds via electrospinning. **Expert Opin Biol Ther.** 4: 659-668.
- Pham, Q.P., Sharma, U. and Mikos, A.G. 2006. Electrospun poly(epsilon-caprolactone) microfiber and multilayer nanofiber/microfiber scaffolds: characterization of scaffolds and measurement of cellular infiltration. **Biomacromolecules.** 7: 2796-2805.
- Tong, H.W. and Wang, M. 2007. Electrospinning of aligned biodegradable polymer fibers and composite fibers for tissue engineering applications. **J Nanosci Nanotechnol.** 7: 3834-3840.
- Venugopal, J. and Ramakrishna, S. 2005. Applications of polymer nanofibers in biomedicine and biotechnology. **Appl Biochem Biotechnol.** 125: 147-158.
- Wan, Y.-Q., He, J.-H., Wu, Y. and Yu, J.-Y. 2006. Vibrorheological effect on electrospun polyacrylonitrile (PAN) nanofibers. **Materials Letters.** 60: 3296-3300.



รูปที่ 2. ผลความเข้มข้นของสารละลายต่อขนาดของเส้นใย เมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลาย เท่ากับ 4, 8, 10 และ 15% (ก-ง ตามลำดับ) อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. ค่าความตึงศักย์ 13 kV ความเร็วของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที และ ระยะทางระหว่างเข็มวัสดุรองรับ 9 ซม.

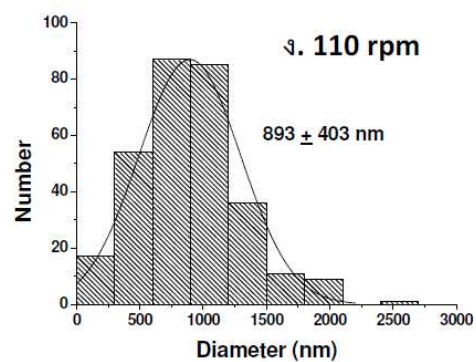
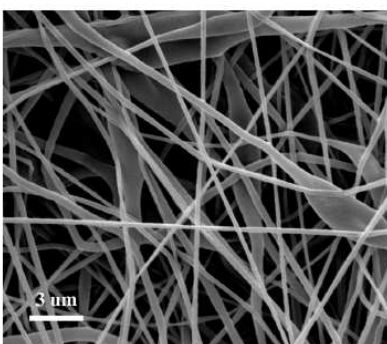
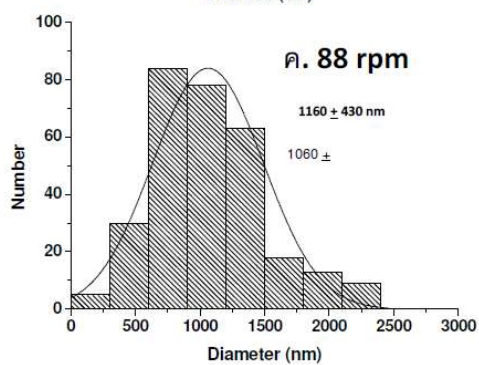
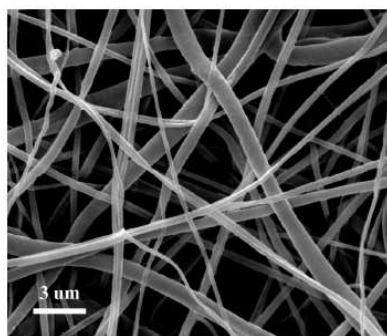
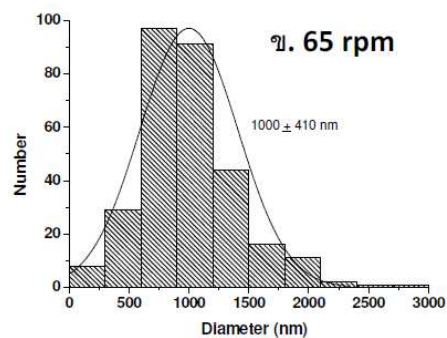
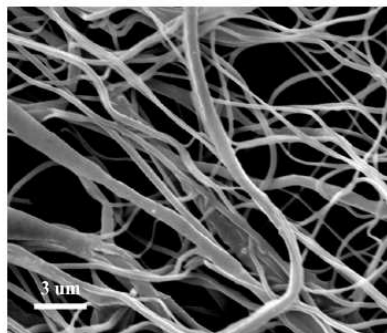
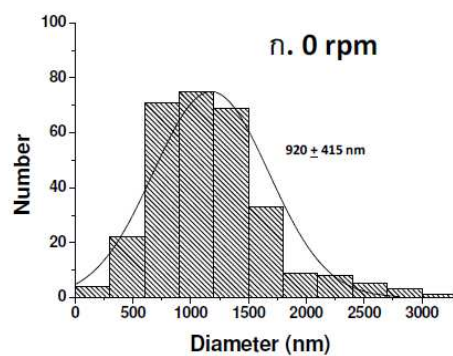
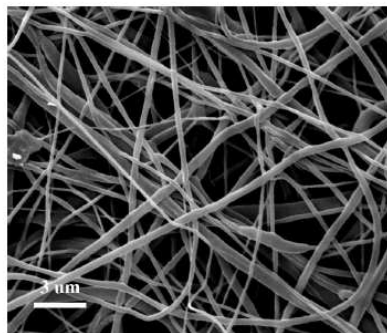


รูปที่ 3. ผลของอัตราการไหลของสารละลายต่อขนาดของเส้นใย เมื่อใช้อัตราการไหลเท่ากับ 0.8, 1, 1.5, 2 และ 3 มล./ชม. (ก-จ ตามลำดับ) ความเข้มข้นของสารละลาย 10% ค่าความต่างศักย์ 13 kV ความเร็วของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที และระยะทางระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม.



รูปที่ 4. ผลของความต่างศักย์ต่อขนาดของเส้นใย เมื่อใช้ค่าความต่างศักย์ เท่ากับ 8, 10 และ 13 kV (ก-ค ตามลำดับ) ความเข้มข้นของสารละลาย 10% อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. ความเร็วของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที และระยะทางระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม.





รูปที่ 5. ผลของความเร็วยรอบของวัสดุรองรับกับขนาดของเส้นใย เมื่อความเร็วยรอบ เท่ากับ 0, 65, 88 และ 110 รอบ/min (rpm) (ก-ง ตามลำดับ) ความเข้มข้นของสารละลาย 10% อัตราการไหลของสารละลาย 0.8 มล./ชม. ความเร็วของวัสดุรองรับ 110 รอบ/นาที และระยะทางระหว่างเข็มถึงวัสดุรองรับ 9 ซม.