

Thesis Title	Effects of Processing Variables in the Production of Chitosan Monofilament Fibres via the Wet Spinning Process	
Author	Miss Sorachon Yoriya	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee	Lecturer Dr. Robert Molloy	Chairman
	Lecturer Dr. Nipapan Molloy	Member
	Dr. Pawadee Methacanon	Member

ABSTRACT

In this research project, the effects of some processing variables in the wet spinning of chitosan monofilament fibres have been studied in order to produce fibres of controlled dimensions and properties. The chitosan raw material used was a commercial product and was characterised in terms of its degree of deacetylation (DD = 89.9% from chemical titration, 95.3% from solid-state ^{13}C -NMR), viscosity-average molecular weight ($\bar{M}_v = 3.10 \times 10^5$ from dilute-solution viscometry) and thermal stability (decomposition range = 230-250 °C from thermogravimetry). A 3% w/v chitosan solution in 1% v/v aqueous acetic acid was used as the spin dope. The spin dope was filtered by means of a stainless steel wire gauze and wet spun into a coagulation bath containing 5% w/v sodium hydroxide in a distilled water : ethanol (90 : 10 v/v) mixture. Initially, the wet spinning process was conducted at different ram speeds (5, 10, 15 and 20 mm/min) and take-up speeds but at a constant spin stretch ratio of 1.00. Subsequently, the ram speed was then fixed at 10 mm/min and the take-up speed varied to give spin stretch ratios of 1.00, 1.24, 1.51, 1.76, 2.00 and 2.10. The mesh size of the wire gauze was also varied from 100-, 150-, 180-, 200- and 300-mesh. The

chitosan fibres were washed with distilled water and dried under vacuum at 60 °C for 4 hours. When using different ram and take-up speeds but at the same spin stretch ratio (≈ 1.00), the fibre diameter remained approximately constant (0.170 mm). However, the fibre diameter decreased with increasing spin stretch ratio. It was also found that the fibre diameter was affected by the mesh size of the stainless steel wire gauze which was primarily used as a filter screen but also influenced the internal pressure profile within the system. The fibres were characterised according to their physical appearance (optical microscopy and scanning electron microscopy), morphology (X-ray diffraction) and mechanical properties (tensile testing). The results showed that the fibres were (a) slightly non-circular in cross-section due to compression while wet during take-up, (b) mainly smooth in surface appearance but with some surface defects, (c) semi-crystalline, although the % crystallinity could not be accurately determined, (d) partially molecularly oriented depending on the spin stretch ratio, (e) hard with a relatively high tensile strength (>150 MPa); the fibres with a spin stretch ratio of 1.51 using the 100-mesh wire gauze exhibited a maximum average stress at break of 220 MPa, (f) quite brittle as reflected in their extension at break of only 7.25%. The results obtained from hot-drawing and annealing did not suggest that any significant improvements had been brought about in the fibres mechanical properties. The main reason for this was considered to be energy restrictions on molecular motion due to the inaccessibly high T_g (>200 °C) of chitosan.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	ผลของตัวแปรในการผลิตเส้นใยเดี่ยวโคโคซานโดยกระบวนการปั่นแบบเปียก	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวศรชล โยริยะ	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	อาจารย์ ดร. โรเบิร์ต มอลลอย	ประธานกรรมการ
	อาจารย์ ดร. นิภาพันท์ มอลลอย	กรรมการ
	ดร. ภาวดี เมธะคานนท์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของตัวแปรในกระบวนการปั่นแบบเปียกของเส้นใยเดี่ยวโคโคซานเพื่อที่จะผลิตเส้นใยที่สามารถควบคุมขนาดและสมบัติได้ วัตถุประสงค์โคโคซานที่ใช้เป็นผลิตภัณฑ์เชิงพาณิชย์ซึ่งได้หาลักษณะเฉพาะของโคโคซานหาได้ในรูปของ ดัชนีของการดีอะเซทิเลต (DD จากการไทเทรต = 89.9% จากคาร์บอน-13 เอเนมอาร์ = 95.3%) น้ำหนักโมเลกุล (M_v จากวิสโคเมตริกของสารละลายเจือจาง = 3×10^5) และ ความเสถียรต่อความร้อน (ช่วงของการสลายตัว 230-500 °C จากเทอร์โมกราฟิเมตรี) สปินโคปที่ใช้คือสารละลายโคโคซานเข้มข้น 3% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ในสารละลายกรดอะซิติกในน้ำ 1% โดยปริมาตร จะถูกกรองผ่านแผ่นลวดตาข่ายกรองสแตนเลสและถูกปั่นเป็นเส้นใยลงสู่อ่างตกตะกอนซึ่งบรรจุสารละลายผสมระหว่างสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ (5% น้ำหนัก/ปริมาตร) กับสารละลายเอทานอลในน้ำ (10 : 90 โดยปริมาตร) ในกระบวนการปั่นแบบเปียกขั้นแรกจะใช้อัตราเร็วของการอัด (5 10 15 และ 20 มม/นาทีก) และอัตราเร็วในการม้วนเก็บต่างกันแต่มีอัตราการดึงยึดเท่ากันคือ 1.00 จากนั้นอัตราเร็วในการอัดถูกกำหนดให้คงที่ไว้ที่ 10 มม/นาทีก แล้วเปลี่ยนแปลงอัตราเร็วในการม้วนเก็บเพื่อให้มีอัตราการดึงยึดเป็น 1.00 1.24 1.51 1.76 2.00 และ 2.10 และมีการเปลี่ยนความละเอียดของแผ่นลวดตาข่ายกรองคือเมชนับเบอร์ 100 150 180 200 และ 300 ทำการล้างเส้นใยโคโคซานด้วยน้ำกลั่นและทำให้แห้งโดยการอบภายใต้สูญญากาศที่ 60 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อใช้อัตราเร็วในการ

อัดและอัตราเร็วในการม้วนเก็บต่างกันแต่มีอัตราการดึงยึดเท่ากัน (1.00) จะได้ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเส้นใยที่มีค่าคงที่โดยประมาณ (0.170 มม) อย่างไรก็ตามเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเส้นใยจะลดลงเมื่อเพิ่มอัตราการดึงยึด และยังพบว่าความละเอียดของแผ่นลวดตาข่ายกรองมีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางกลางของเส้นใยและยังมีอิทธิพลต่อลักษณะของความดันภายในของระบบอีกด้วย ได้มีการหาลักษณะเฉพาะของเส้นใยจาก ลักษณะทางกายภาพ (ออปติคัลไมโครสโกปีและสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี) สัมฐานวิทยา (เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน) และ สมบัติเชิงกล (การทดสอบความแข็งแรงเชิงเส้น) ผลที่ได้แสดงว่าเส้นใยมีลักษณะต่อไปนี้ (ก) ไม่ค่อยกลมในแนวหน้าตัดอันเนื่องมาจากแรงกดในการม้วนเก็บขณะเส้นใยเปียก (ข) มีผิวเรียบเป็นส่วนใหญ่แต่ยังคงมีจุดบกพร่องบนผิว (ค) มีลักษณะกึ่งผลึกแม้ว่าไม่สามารถหาค่า %ของความเป็นผลึกได้แน่นอน (ง) มีการจัดเรียงตัวของโมเลกุลบางส่วนซึ่งขึ้นอยู่กับอัตราการดึงยึด (จ) มีความแข็งและมีค่าความแข็งแรงเชิงเส้นค่อนข้างสูง (> 150 เมกะปาสคาล) (เส้นใยที่ได้จากอัตราการดึงยึด 1.51 โดยใช้แผ่นลวดตาข่ายเมชนับเบอร์ 100 มีความเค้น ณ จุดขาดค่าสูงสุดที่ 220 เมกะปาสคาล) (ฉ) มีความเปราะซึ่งเห็นได้จากการถูกดึงยึดได้มากที่สุดเพียง 7.25% จากการดึงยึดขณะร้อนและการแอนนิลไม่ได้มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของสมบัติเชิงกลของเส้นใยแบบมีนัยสำคัญแต่อย่างใด เหตุผลหลักคือข้อจำกัดในขนาดของพลังงานสำหรับการเคลื่อนไหวของโมเลกุล เพราะไคโตซานมีค่า T_g ที่สูงมาก (> 200 °C)