

Thesis Title	Wet Spinning of Chitosan Fibres and Their Characterisation	
Author	Miss Rungtiwa Chidthong	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee	Lecturer Dr. Robert Molloy	Chairman
	Lecturer Dr. Nipapan Molloy	Member
	Dr. Asira Fuongfuchat	Member

ABSTRACT

In this research project, the preparation of monofilament fibres of chitosan by the wet spinning process has been studied. The chitosan raw material used was a commercial product and was characterised in terms of its degree of deacetylation (DD = 91.2% from chemical titration, 91.8% from solid-state ^{13}C -NMR), molecular weight ($\bar{M}_v = 2.46 \times 10^5$ from dilute-solution viscometry), and moisture content (7.8 - 8.0% by weight). A 3% w/v chitosan solution in 1% v/v aqueous acetic acid was used as the spin dope which needed to be stored in a freezer at $<0^\circ\text{C}$ prior to use in wet spinning in order to minimize random chain scission by acid-catalysed hydrolysis. In the wet spinning process, the spin dope was ejected under pressure as a thin stream into a coagulation bath containing 5% w/v sodium hydroxide in a distilled water : ethanol (90 : 10) mixture. The coagulated fibres were then transferred to a wash bath containing distilled water before being dried in a vacuum oven

at 60°C for 4 hours. A range of ram speeds (5 – 12.9 mm/min) and take-up speeds (1.5 – 6 m/min) were employed giving dried as-spun monofilament fibres with diameters in the range of 0.16 – 0.31 mm (diameter of spinneret = 1 mm). Variations in diameter were within $\pm 2\%$ of the average value. The fibres were characterised according to their physical appearance (scanning electron microscopy), morphology (X-ray diffraction) and mechanical properties (tensile testing). The results showed that the fibres were (a) mainly smooth in surface appearance but with some surface defects, (b) semi-crystalline although the % crystallinity could not be accurately determined, and (c) hard and brittle with relatively low tensile strength (< 100 MPa). With respect to the latter, the tensile strength could be increased by crosslinking with epichlorohydrin while the pliability could be increased by plasticisation with glycerol. These effects of crosslinking and plasticisation were clearly shown in the respective stress-strain diagrams obtained from tensile testing.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การผลิตเส้นใยโคโคซานโดยวิธีการปั่นแบบเปียก และการหาลักษณะเฉพาะ	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวรุ่งทิwa ชิดทอง	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	อ. ดร. โรเบิร์ต มอลลอย	ประธานกรรมการ
	อ. ดร. นิภาพันท์ มอลลอย	กรรมการ
	ดร. อศิรา เพ็ญฟูชาติ	กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมเส้นใยโคโคซานชนิดเดี่ยวโดยขบวนการปั่นแบบเปียก วัสดุคือโคโคซานที่ใช้เป็นผลิตภัณฑ์เชิงพาณิชย์ซึ่งลักษณะเฉพาะของโคโคซานหาได้ในรูปของดีกรีของการดีอะเซทิเลต (ค่า "ดีดี" จากการไทเทรตเท่ากับ 91.2% จากคาร์บอน-13 นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปีเท่ากับ 91.8%) น้ำหนักโมเลกุล (น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยความหนืดเท่ากับ 2.46×10^5) และปริมาณความชื้น (7.8 – 8.0 % โดยน้ำหนัก) สารละลายโคโคซานเข้มข้น 3% โดยน้ำหนักต่อปริมาตรในสารละลายกรดอะซิติก 1% โดยปริมาตรถูกใช้เป็นสปินโคป ซึ่งจะถูกเก็บในช่องแห้งแข็งที่ต่ำกว่า 0°C ก่อนการปั่นเพื่อลดอิทธิพลของการแตกตัวของสายโซ่แบบลุ่มจากการไฮโดรไลซิสของโคโคซานโดยกรดเป็นตัวเร่ง ในกระบวนการปั่นแบบเปียกนั้นใช้แรงดันขับสปินโคปออกเป็นเส้นบางลงไปสู่อ่างตกตะกอนซึ่งบรรจุสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5% โดยน้ำหนักต่อปริมาตรในสารผสมของน้ำกลั่น : เอทานอล (90 : 10) เส้นใยโคโคซานที่แข็งตัวแล้วจะถูกส่งไปยังอ่างล้างซึ่งบรรจุน้ำกลั่น จากนั้นถูกทำให้แห้งโดยการอบภายใต้สูญญากาศที่ 60°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เส้นใยชนิดเดี่ยวที่แห้งแล้วนี้มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.16 – 0.31 มม (เส้นผ่านศูนย์กลางของสปินเนอร์เรตเท่ากับ 1 มม) ซึ่งได้จากการปั่นที่อัตราการอัดรีด 5 - 12.9 มม/นาที่ และอัตราการเก็บ 1.5 – 6 มม/นาที่ ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางมีค่าต่างกันในช่วง $\pm 2\%$

ของค่าเฉลี่ย ลักษณะเฉพาะของเส้นใย ลักษณะทางกายภาพ (สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี) ลัทธิฐานวิทยา (เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน) และสมบัติเชิงกล (การทดสอบความแข็งแรงเชิงเส้น) ผลที่ได้แสดงว่า (ก) เส้นใยที่ได้มีผิวเรียบเป็นส่วนใหญ่แต่ยังคงมีจุดบกพร่องบนผิว (ข) เส้นใยเป็นลักษณะกิ่งผลึกแม้ว่าไม่สามารถหาค่า % ของความเป็นผลึกได้แน่นอน และ (ค) เส้นใยมีความแข็งและเปราะ มีค่าความแข็งแรงเชิงเส้นต่ำ (ต่ำกว่า 100 เมกกะปาสกาล) ซึ่งการปรับปรุงความแข็งแรงเชิงเส้นให้เพิ่มขึ้นทำได้โดยการเชื่อมโยงด้วยอิพิคโลโรไฮคริน ในขณะที่การเพิ่มความอ่อนนุ่มของเส้นใยทำได้โดยการพลาสติกไซซ์ด้วยกลีเซอรอล ผลของการเชื่อมโยงและการพลาสติกไซซ์นั้นแสดงได้อย่างชัดเจนในรูปความสัมพันธ์ของแรงเค้นกับความสามารถในการดึงยืด