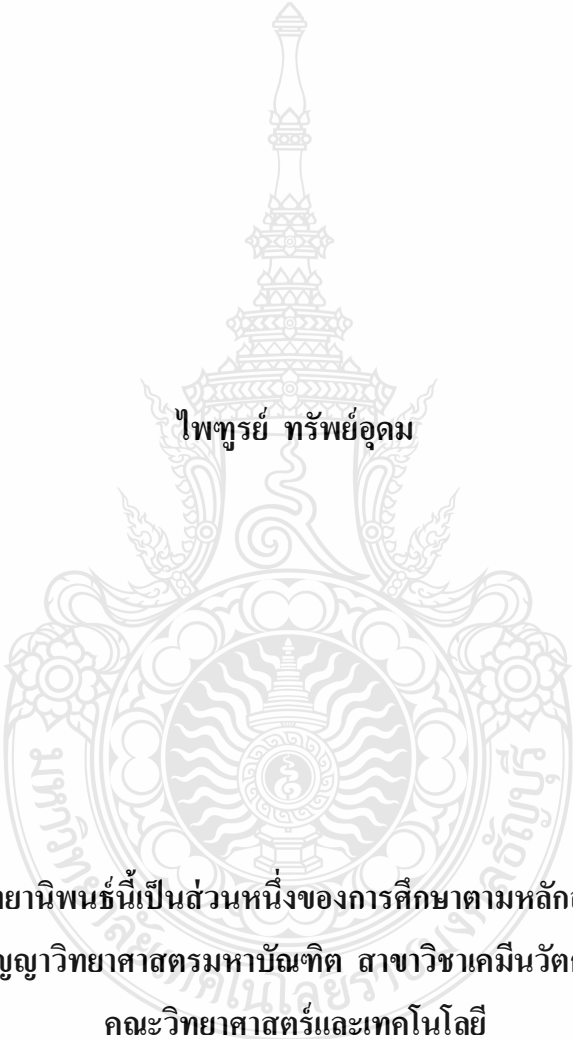


การเตรียมแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน ด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเอง
ของท่อนาโนคาร์บอน

Nanocapillary Column on Self-Assembly Carbon Nanotubes



ไพฑูรย์ ทรัพย์อุดม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีนวัตกรรม
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

การเตรียมแคปซูลสารคัดหลั่งชนิดนาโน ด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเอง
ของท่อนาโนคาร์บอน

ไพฑูรย์ ทรัพย์อุดม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีนวัตกรรม
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การเตรียมแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน ด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเอง
ของท่อนาโนคาร์บอน

Nanocapillary Column on Self-Assembly Carbon Nanotube

ชื่อ-นามสกุล นายไพฑูรย์ ทรัพย์อุดม

สาขาวิชา เคมีนิวตกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์จุฑารัตน์ ศรีดารา, Ph.D.

ปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์เลิศณรงค์ ศรีพนม, Dr.rer.nat.)

..... กรรมการ
(อาจารย์วรรณา เลาวกุล, Ph.D.)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์จุฑารัตน์ ศรีดารา, Ph.D.)

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติ
วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโท

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์สิริแซ พงษ์สวัสดิ์, วท.ค)

วันที่ 3 เดือน กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2558

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมแคปพิลลารีคอลล์มัน์ชนิดนาโน ด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน
ชื่อ-นามสกุล	นายไพฑูรย์ ทรัพย์อุดม
สาขาวิชา	เคมีนวัตกรรม
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์จู่ฮาร์ตัน ศรีคารา, Ph.D.
ปีการศึกษา	2557

บทคัดย่อ

การวิจัยครั้งนี้เป็นการเตรียมแคปพิลลารีคอลล์มัน์ชนิดนาโนด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน (Carbon Nanotubes, CNTs) เพื่อทำหน้าที่เป็นเฟสที่อยู่กับที่สำหรับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยการออกแบบและสร้างระบบสังเคราะห์ขึ้น เพื่อทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองในท่อสแตนเลสสตีล ชนิดแคปพิลลารีด้วยวิธีการตกสะสมไอเคมี (Chemical Vapor Deposition: CVD) และเพื่อศึกษาแหล่งของคาร์บอน สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ และศึกษาประสิทธิภาพของคอลล์มัน์ที่เตรียมได้

จากการศึกษาขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน พบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพื้นที่ผิวภายในท่อสแตนเลสสตีล ใช้อัตราการไหลของอากาศและแก๊สไฮโดรเจนที่ 65 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที เพื่อให้เกิดผลึกโลหะนาโนบนผิวด้านในของท่อ ทำหน้าที่เป็นคะตะลิสต์ และสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แก๊สหุงต้มเป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 35 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที ท่อนาโนคาร์บอนที่ได้เป็นชนิดผนังหลายชั้น (Multi-walled Carbon Nanotubes) มีลักษณะการกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนเป็นแบบไม่ได้วางตัวตั้งฉากกับพื้นผิวของท่อ แต่มีลักษณะการกระจายตัวเบนอนราบไปกับผิวของท่อ มีความหนาประมาณ 0.34 ไมโครเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 22.4-28.2 นาโนเมตร

ประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลล์มัน์ชนิดนาโนที่เตรียมได้(ความยาว 1 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.21 มิลลิเมตร) เมื่อเปรียบเทียบกับคอลล์มัน์ทางการค้า (DB-5 ความยาว 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 มิลลิเมตร) พบว่า มีประสิทธิภาพการแยกสารอินทรีย์ได้หลายกลุ่มโดยเฉพาะกลุ่มแอลกอฮอล์ เช่น เมทานอล เอทานอล โปพานอล และบิวทานอล ได้ดีใกล้เคียงกัน แต่ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่า มีเบสไลน์ (baseline) ที่เสถียร ค่าเพลททางทฤษฎี (Theoretical plates) 119-296 และค่าการแยก (resolution) ≥ 1.5

คำสำคัญ: ท่อนาโนคาร์บอน นาโนแคปพิลลารีคอลล์มัน์ การประกอบตัวขึ้นเอง ผลึกนาโน

Thesis Title Nanocapillary Column on Self-Assembly Carbon Nanotubes
Name-Surname Mr. Paitoon Sub-udom
Program Innovative Chemistry
Thesis Advisor Assistant Professor Chutarat Saridara, Ph.D.
Academic Year 2014

ABSTRACT

This research was aimed to prepare nanocapillary column by means of self-assembled carbon nanotube to be used as gas chromatography stationary phase. A synthesis system was designed and constructed for the synthesis of self-assembled CNTs deposited directly on the inner wall of the stainless steel capillary tube surface by the chemical vapor deposition process (CVD). The carbon sources, the optimum condition of the synthesis, and the efficiency of the prepared column were also studied.

It was found that the optimum condition of the synthesis process of the self-assembled CNTs in preparing the surface condition of the stainless steel capillary tube was that the flow rate of the air and H₂ was 65 mL/min, under the temperature of 500 °C for 45 min. Under this condition, nanocrystals of metal were generated on the stainless steel tube surface and served as the catalyst in the synthesis of the self-assembled carbon nanotubes via the liquefied petroleum gas at 700 °C with the flow rate of 35 mL/min for 60 min. The CNTs deposited were multi-walled carbon nanotubes (MWNTs) and were not vertically aligned but laid flat out on the column surface with the film thickness of 0.34 μm and the average diameter ranging of 22.4-28.2 nm.

Concerning the efficiency of the prepared nanocapillary column of 1-m length and 0.21-mm ID compared with the commercial column of 30-m length and 0.25-mm ID, it was found that the CNT stationary phase was able to separate a wide range of organic compounds and perform enhancing separation for alcohols such as methanol, ethanol, propanol and butanol. This nanocapillary column demonstrated classical chromatography behavior with stable baseline, theoretical plate at 119-296, and high resolution separation of a number of compounds at ≥ 1.5

Keywords: Carbon nanotube, Nanocapillary column, Self- Assembled, Nanocrystals

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยความเมตตาอย่างสูงจากประธานกรรมการผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เลิศณรงค์ ศรีพนม ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จุฑารัตน์ ศรีดารา และผู้ทรงคุณวุฒิ ดร.วรรณ เลาภกุล ที่กรุณาให้คำแนะนำและให้คำปรึกษา ตลอดจนให้ความช่วยเหลือแก้ไขข้อบกพร่อง เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์ ซึ่งผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณทุกท่านเป็นอย่างสูง ไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้ความอนุเคราะห์ช่วยเหลือเรื่องสถานที่ และอำนวยความสะดวกในการทำงานวิจัย ทำให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ขอขอบคุณบุคลากรบัณฑิตวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือตลอดช่วงเวลาของการศึกษา และการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชา บ่มเพาะจนผู้วิจัยสามารถนำเอาหลักการมาประยุกต์ใช้และอ้างอิงในการวิจัยในครั้งนี้ คุณค่าอันพึงมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ขอมอบเพื่อบูชาพระคุณบิดา มารดา ครู อาจารย์ และผู้มีพระคุณทุกท่าน

ไพฑูรย์ ทรัพย์อุดม



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	(3)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	(4)
กิตติกรรมประกาศ	(5)
สารบัญ	(6)
สารบัญตาราง	(8)
สารบัญภาพ	(9)
บทที่ 1. บทนำ	13
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	13
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย	14
1.3 ขอบเขตการวิจัย	15
1.4 กรอบแนวคิดของการวิจัย	16
1.5 ประโยชน์ที่จะได้รับ	17
บทที่ 2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	18
2.1 แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography; GC)	18
2.2 โครงสร้างของคาร์บอน	30
2.3 ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotubes, CNTs)	31
2.4 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน	34
2.5 การตรวจสอบโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน	39
2.6 การประยุกต์ใช้ท่อนาโนคาร์บอนในด้านต่างๆ	44
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	45

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3. วิธีดำเนินการวิจัย	51
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์	51
3.2 วิธีการทดลอง	52
บทที่ 4. ผลการทดลอง	59
4.1 ผลการสร้างและออกแบบระบบสังเคราะห์ที่ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัว ขึ้นเอง	58
4.2 ผลการศึกษาชนิดของสารตั้งต้นและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ ที่ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเอง	60
4.3 ผลการศึกษาประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน	73
บทที่ 5. สรุปผลการวิจัย	81
บรรณานุกรม	83
ภาคผนวก	87
ประวัติผู้เขียน	95



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบสมบัติที่ต้องการของคอลัมน์แก๊สโครมาโทกราฟีกับ ท่อนาโนคาร์บอน	48
ตารางที่ 4.1 ค่า The number of theoretical plates ของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน.....	78
ตารางที่ 4.2 ค่า Height equivalent to a theoretical plate (H) ของแคปพิลลารีคอลัมน์ ชนิดนาโน	79
ตารางที่ 4.3 ค่า resolution ของสารผสมแอลกอฮอล์ที่อัตราการใช้ของแก๊สตัวพา แตกต่างกัน	80



สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 กลไกการแยกสารแบบดูดซับ [5]	19
ภาพที่ 2.2 กลไกการแยกสารแบบกระจายตัว [5]	19
ภาพที่ 2.3 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี [6]	20
ภาพที่ 2.4 คอลัมน์ชนิดแพ็ค.....	21
ภาพที่ 2.5 แคปพิลลารีคอลัมน์.....	21
ภาพที่ 2.6 โครงสร้างแคปพิลลารีคอลัมน์ทั้ง 3 แบบ.....	22
ภาพที่ 2.7 ภูมิภาคที่อยู่กับที่ที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี [6]	23
ภาพที่ 2.8 การแยกสารผสม 2 ชนิด ด้วยคอลัมน์ของโครมาโทกราฟี (a) และผลที่แสดง ออกมาเป็นโครมาโทแกรม (b) [6]	24
ภาพที่ 2.9 โครมาโทแกรมของการแยกสาร [6]	25
ภาพที่ 2.10 โครมาโทแกรมแสดงการคำนวณประสิทธิภาพการแยก [6]	26
ภาพที่ 2.11 รูปแบบการกระจายตัวของสารแบบ Eddy diffusion [6]	27
ภาพที่ 2.12 อัตราเร็วของภูมิภาคเคลื่อนที่ที่มีผลต่อค่า H [6]	28
ภาพที่ 2.13 โครมาโทแกรมการแยกสารที่มีค่า resolution แตกต่างกัน 3 แบบ [6]	29
ภาพที่ 2.14 โครงสร้างแบบต่างๆของคาร์บอน [7]	30
ภาพที่ 2.15 ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น [8]	31
ภาพที่ 2.16 ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว [9]	32
ภาพที่ 2.17 แผนภาพแสดงทิศทางการม้วนตัวของแผ่นกราฟีน [10]	33
ภาพที่ 2.18 โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดจากการม้วนแบบต่างๆ ของแผ่นกราฟีน [10]	33
ภาพที่ 2.19 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการยิงด้วยอิเล็กตรอน [11]	34
ภาพที่ 2.20 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการยิงด้วยเลเซอร์ [14]	35
ภาพที่ 2.21 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี	35
ภาพที่ 2.22 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอด้วยความร้อน [17]	36

สารบัญภาพ(ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 2.23 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอด้วยพลาสมา [20]	37
ภาพที่ 2.24 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Hot Filament chemical vapor deposition [21]	37
ภาพที่ 2.25 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Vapor phase growth [22]	38
ภาพที่ 2.26 กลไกการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอน [23]	39
ภาพที่ 2.27 โครงสร้างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [24]	40
ภาพที่ 2.28 โครงสร้างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [24]	41
ภาพที่ 2.29 โครงสร้างของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ [24]	42
ภาพที่ 2.30 โครงสร้างของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม [24]	43
ภาพที่ 3.1 แผนผังการดำเนินงาน.....	52
ภาพที่ 3.2 ระบบการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสม ไอสารเคมี [45]	53
ภาพที่ 3.4 แผนผังการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นบนผิวด้านใน ท่อสแตนเลสสตีล.....	55
ภาพที่ 4.1 ชุดควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของแก๊สด้านหน้า (a) และด้านหลัง (b).....	58
ภาพที่ 4.2 ชุดควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของแก๊สที่ติดตั้งเข้ากับเตาให้ความร้อน (a) และระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสม ไอสารเคมีที่ติดตั้งเสร็จแล้ว (b)	59
ภาพที่ 4.3 พื้นที่ผิวภายในท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 (a) และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert (b) ก่อนทำการเตรียมพื้นที่ผิว.....	60
ภาพที่ 4.4 พื้นที่ผิวภายในท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 (a) และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert (b) หลังทำการเตรียมพื้นที่ผิว.....	61
ภาพที่ 4.5 พื้นที่ผิวด้านในท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 (a) และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert (b) หลังจากสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี.....	62
ภาพที่ 4.6 พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อัตราการไหลของอากาศและ ไฮโดรเจน 65 มิลลิลิตรต่อนาที.....	63

สารบัญญภาพ(ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.7	พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจน 65 มิลลิตรต่อนาที เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี.....	64
ภาพที่ 4.8	พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส	65
ภาพที่ 4.9	พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี.....	66
ภาพที่ 4.10	พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี.....	67
ภาพที่ 4.11	พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 15 มิลลิตรต่อนาที.....	68
ภาพที่ 4.12	พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิตรต่อนาที.....	69
ภาพที่ 4.13	ความหนาของชั้นนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิตรต่อนาที.....	70
ภาพที่ 4.14	พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 50 มิลลิตรต่อนาที.....	71
ภาพที่ 4.15	พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้เวลา 120 นาที.....	72
ภาพที่ 4.16	ความกว้างของท่อนาโนคาร์บอน.....	73
ภาพที่ 4.17	โครมาโทแกรมที่เกิดจากการตรวจสอบ baseline stability.....	74
ภาพที่ 4.18	โครมาโทแกรมการแยกแก๊สมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนน้ำหนักโมเลกุลต่ำของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (a) และคอลัมน์ DB-5 (b)	75
ภาพที่ 4.19	โครมาโทแกรมการแยกแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (a) และคอลัมน์ DB-5 (b).....	76

สารบัญญภาพ(ต่อ)

	หน้า
ภาพที่ 4.20 โครมาโทแกรมการแยกสารอินทรีย์ระเหยของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (a) และ คอลัมน์ DB-5 (b).....	77
ภาพที่ 4.21 กราฟ van deemter ของเมทานอล (a) เอทานอล (b) โปพานอล (c) และบิวทานอล (d)	79



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

วัสดุนาโนได้ถูกนำมาใช้งานในหลายรูปแบบ เนื่องจากเป็นเทคโนโลยีที่เกิดจากการสังเคราะห์วัสดุหรืออุปกรณ์ในระดับของอะตอมหรือโมเลกุล ด้วยขนาดที่เล็กในระดับนาโนเมตรจึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้มากมาย เช่น เซลล์พลังงานแสงอาทิตย์ (solar cell) ที่ผลิตจากวัสดุนาโนซึ่งทำให้มีขนาดเล็กลงแต่มีประสิทธิภาพที่ดียิ่งขึ้น วัสดุนาโนชนิดหนึ่งที่นิยมนำมาใช้งานคือ ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotubes, CNTs) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีสมบัติที่ดีทางด้านเชิงกล คือ มีความแข็งแรง มีคุณสมบัติที่แข็งแกร่งกว่าเหล็กกล้า แต่ในขณะเดียวกันก็มีความยืดหยุ่นและน้ำหนักเบาจึงนิยมนำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงโดยนำมาผสมในวัสดุชนิดต่างๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและความทนทานของวัสดุ เป็นวัสดุที่มีสภาพเป็นสารกึ่งตัวนำหรือสามารถนำไฟฟ้าได้จึงนำมาประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์โดยนำมาต่อเข้ากับระบบตรวจวัดสามารถทำเป็นตัวตรวจวัดทางไฟฟ้า (Nanosensor) เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวมาก มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง ซึ่งสมบัติที่สำคัญในด้านนี้อีกอย่างคือ ท่อนาโนคาร์บอนมีความสามารถในการดูดซับ (adsorption) ได้ดีและแถมมีการคายซับ (desorption) ได้สูง สามารถดูดซับสารที่มีสถานะเป็นก๊าซและของเหลวได้ดี ซึ่งเหมาะที่จะใช้งานเป็นตัวดูดซับทางเคมี เพราะสามารถดูดซับสารเคมีได้มากและมีประสิทธิภาพในการคายสารที่ถูกดูดซับไว้ได้ดี สามารถนำมาใช้ในการเตรียมสารก่อนการวิเคราะห์ (preconcentration) โดยนำมาทำเป็นตัวดักจับไอสาร (microtrap) เพื่อนำมาใช้ต่อเข้าเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC) ในการวิเคราะห์สารโดยตรง (online system) และนำมาใช้เป็น Solid Phase Extraction (SPE), Solid Phase Micro Extraction (SPME), Micro-Solid Phase Extraction (μ -SPE) หรือ Membrane Extraction ในการวิเคราะห์สารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย (Volatile organic compound) ทางด้านสิ่งแวดล้อม

เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวสูงมากและทนต่อความร้อนได้ดีสามารถใช้งานได้ในพื้นที่อุณหภูมิสูงโดยไม่มีการเสียดสภาพ จึงมีการนำท่อนาโนคาร์บอนไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ (stationary phase) โดยนำท่อนาโนคาร์บอนมาบรรจุลงในคอลัมน์เพื่อใช้เป็นคอลัมน์ชนิดแพ็ค (packed column) สำหรับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีโมเลกุลเล็ก แต่พบว่าคอลัมน์ดังกล่าวมีข้อเสีย คือ เมื่อถูกใช้งานบ่อยครั้ง ท่อนาโนคาร์บอนที่บรรจุลงไปจะมีการจับตัวเป็นก้อนทำให้เกิดการอุดตันขึ้น อัตราการไหลของก๊าซจึงไม่สม่ำเสมอ ดังนั้นจึงมีการพัฒนาแคปซิลลารีคอลัมน์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ เพื่อนำมาใช้เป็นคอลัมน์ของเครื่อง

แก๊สโครมาโทกราฟี โดยการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่เรียกว่า การประกอบตัวขึ้นเองของท่อ นาโนคาร์บอน (Self-Assembly carbon nanotube) ลงบนผิวด้านในของท่อโลหะขนาดเล็ก ซึ่งเป็นการ สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกสะสมไอสารเคมี (Chemical Vapor Deposition ; CVD) แต่ไม่จำเป็นต้อง ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากอาศัยการปรับสภาพพื้นที่ผิวภายในท่อ โลหะที่มีองค์ประกอบเป็น เหล็ก โคบอลต์ นิกเกิล หรือแมงกานีส ซึ่งสามารถกระตุ้นให้เกิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ได้ แล้วจึง สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้สารที่เป็นแหล่งของคาร์บอน เช่น มีเทน เอทิลีน หรือแอลกอฮอล์ เป็นสารตั้งต้นในปฏิกิริยาและทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง เกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนบนผิวด้านใน ของท่อโลหะขนาดเล็กที่มีความยาว 1-3 เมตร มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.21 - 0.53 มิลลิเมตร ได้เป็น คอลัมน์ที่เรียกว่า แคปิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (Nanocapillary column) ซึ่งคอลัมน์ดังกล่าวไม่มี ปัญหาเรื่องการอุดตันภายในคอลัมน์ และสามารถแยกสารได้อย่างมีประสิทธิภาพ ในการสังเคราะห์ ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีนี้สภาวะที่ใช้และสารที่เป็นแหล่งของคาร์บอนจะมีผลต่อรูปร่างและขนาด ของท่อนาโนคาร์บอน จึงจำเป็นต้องมีการศึกษาปัจจัยดังกล่าวต่อไป

งานวิจัยครั้งนี้ จึงศึกษาการเตรียมแคปิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน เพื่อใช้ในเครื่องแก๊สโคร มาโทกราฟี โดยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของคอลัมน์ ดังกล่าวในการวิเคราะห์สารที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก สามารถนำมาใช้กับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีและ นำไปประยุกต์ใช้ในภาคสนามได้ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 เพื่อออกแบบและสร้างระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธี ตกสะสมไอสารเคมี (CVD)

1.2.2 เพื่อศึกษาชนิดของสารตั้งต้นและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน แบบประกอบตัวขึ้นเอง

1.2.3 เพื่อทำการศึกษาประสิทธิภาพของแคปิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน

1.3 ขอบเขตการวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอนซึ่งเป็นการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมี (CVD) โดย

1.3.1.1 ออกแบบและติดตั้งระบบการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน

1.3.1.2 ศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน

(1) ชนิดของท่อสแตนเลสสตีลที่ใช้เป็นวัสดุรองรับการประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน

(2) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของท่อสแตนเลสสตีลที่ใช้

(3) สภาพที่เหมาะสม เช่น อุณหภูมิ เวลา อัตราการไหลของแก๊ส

1.3.2 ศึกษาประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมได้

1.3.2.1 ศึกษาขนาด การจัดเรียงตัวของท่อนาโนคาร์บอนที่อยู่ภายในแคปพิลลารีคอลลัมน์ชนิดนาโน โดยการนำไปทดสอบด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy , SEM) และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy ; TEM)

1.3.2.2 ศึกษาประสิทธิภาพของคอลลัมน์ที่เตรียมได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยทำการศึกษา

(1) Baseline stability

(2) Resolution

(3) The number of theoretical plates (N)

(4) Height equivalent to a theoretical plate หรือ plate height (H)

(5) Van deemter

1.4. กรอบแนวคิดของการวิจัย

เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่นิยมใช้ในปัจจุบันมีอยู่ด้วยกัน 3 เทคนิค ได้แก่ การยิงด้วยเลเซอร์ (Laser ablation) การยิงด้วยอิเล็กตรอน (Electron arc discharge) และการตกสะสมไอสารเคมี (Chemical Vapor Deposition ; CVD) ซึ่ง 2 เทคนิคแรก เป็นวิธีการผลิตท่อนาโนคาร์บอนที่เหมาะสมสำหรับใช้ในทางอุตสาหกรรมที่ต้องการผลผลิตเป็นจำนวนมาก ใช้เครื่องมือที่มีราคาแพงและปรับเปลี่ยนสภาวะได้ยาก ส่วนเทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีเป็นวิธีที่เหมาะสมที่จะสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนในห้องปฏิบัติการ เพราะอุปกรณ์ที่ใช้มีราคาไม่แพง สามารถเปลี่ยนสภาวะ สารเคมีและวัสดุรองรับในการสังเคราะห์ได้ง่าย ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ มีทั้งแบบที่เป็นท่อนาโนคาร์บอนที่มีผนังชั้นเดียว (Single-walled Carbon Nanotubes , SWCNTs) และท่อนาโนคาร์บอนที่มีผนังหลายชั้น (Multi-walled Carbon Nanotubes , MWCNTs) ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนทั้ง 2 แบบ มีสมบัติที่ดีมากมายทั้งทางเชิงกล ทางไฟฟ้า และทางเคมี ซึ่งสมบัติทางเคมีที่สำคัญของท่อนาโนคาร์บอนคือ มีพื้นที่ผิวสูง มีความแข็งแรง ทนทาน จึงมีการนำไปประยุกต์ใช้ทางเคมี เป็นตัวดูดซับ เช่น Solid Phase Extraction (SPE), Micro-Solid Phase Extraction (μ -SPE), Solid Phase Micro Extraction (SPME) นอกจากนี้ท่อนาโนคาร์บอนยังสามารถทนต่ออุณหภูมิสูงได้ จึงเหมาะที่จะนำมาใช้เป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ในก๊าซโครมาโทกราฟี ซึ่งการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยทั่วไป จำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเนื่องจากในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนจะเกิดอยู่บนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่วางอยู่บนวัสดุรองรับ ขนาดของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเล็กหรือใหญ่ ขึ้นอยู่กับขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยา ถ้าตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็กจะทำให้สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่มีขนาดเล็ก มีพื้นที่ผิวมาก ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนดังกล่าวสามารถนำมาบรรจุลงในคอลัมน์เพื่อทำเป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ในคอลัมน์ชนิดแพ็คเกจเพื่อใช้ในเครื่องก๊าซโครมาโทกราฟีโดยเหมาะที่จะใช้แยกสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก ซึ่งจะเกิดการแยกสารจากการถูกดูดซับอยู่ในวัสดุภาคที่อยู่กับที่ในคอลัมน์ ถ้าวัสดุภาคที่อยู่กับที่มีพื้นที่ผิวมากจะเป็นการเพิ่มพื้นที่ในการดูดซับสารทำให้มีประสิทธิภาพการแยกที่ดี แต่จากการศึกษาพบว่าคอลัมน์ดังกล่าวมักมีปัญหาในการแยกสารเมื่อถูกใช้งานไปนานๆ เนื่องจากการท่อนาโนคาร์บอนที่บรรจุลงไปจะเกิดการจับตัวเป็นก้อน จึงเกิดการอุดตันภายในคอลัมน์เพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ ทำให้ประสิทธิภาพในการแยกสารลดลง

ดังนั้นเพื่อแก้ไขปัญหาดังกล่าว จึงมีการพัฒนาคอลัมน์ในการแยกสารดังกล่าวจากคอลัมน์ชนิดแพ็คเกจมาเป็นแคปพิลลารีคอลัมน์ซึ่งเตรียมขึ้นจากการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอนซึ่งเป็นการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีแต่ไม่ต้องเติมตัวเร่งปฏิกิริยาลงไป ดังนั้นจึงสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนลงบนผิวด้านในของท่อสแตน

เลสสตีลที่นำมาใช้เตรียมเป็นคอลลัมน์ได้โดยตรง โดยใช้การปรับสภาพพื้นผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีส่วนผสมของ เหล็ก โคบอลต์ และนิกเกิลให้กลายเป็นผลึกนาโน (nanocrystals) ที่มีขนาดอนุภาคเล็กๆ ซึ่งมีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แล้วจึงทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีโดยการผ่านไอของสารที่เป็นแหล่งของคาร์บอนเข้าไปเพื่อให้สารดังกล่าวเกิดการแตกตัวและตกลงบนผิวของผลึกนาโนแล้วก่อตัวเป็นท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งจากการศึกษาพบว่า ชนิดของโลหะที่เป็นองค์ประกอบในท่อสแตนเลสสตีล สภาวะและแหล่งของคาร์บอนที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อท่อนาโนคาร์บอน เมื่อปรับเปลี่ยนชนิดโลหะที่เป็นส่วนผสมของท่อสแตนเลสสตีลและสารที่ใช้เป็นแหล่งของคาร์บอนจะทำให้เกิดท่อนาโนคาร์บอนที่มีขนาดและรูปแบบของท่อนาโนคาร์บอนไม่เหมือนกัน และเมื่อปรับเปลี่ยนสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์พบว่าจะมีผลต่อปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนและชนิดของท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นฟิล์มติดอยู่ทั่วพื้นที่ผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล สามารถใช้เป็นคอลลัมน์ในการแยกสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็กๆ ได้ดี

1.5 ประโยชน์ที่จะได้รับ

1.5.1 ทราบวิธีการเตรียมท่อนาโนคาร์บอนชนิดประกอบตัวขึ้นเองบนผิวด้านในของท่อขนาดเล็ก เพื่อใช้เป็นคอลลัมน์ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีได้

1.5.2 ได้ท่อนาโนคาร์บอนชนิดประกอบตัวขึ้นเองบนผิวด้านในของท่อขนาดเล็ก เพื่อใช้เป็นคอลลัมน์ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีได้ และทราบถึงประสิทธิภาพในการแยกสารของคอลลัมน์ที่เตรียมได้

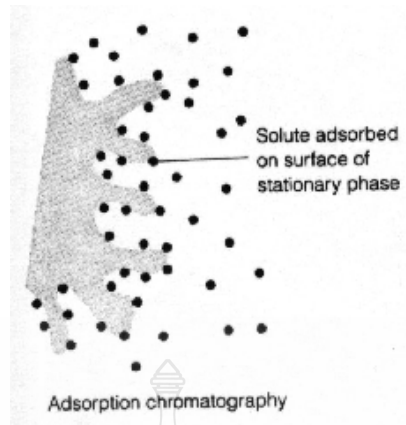
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography; GC)

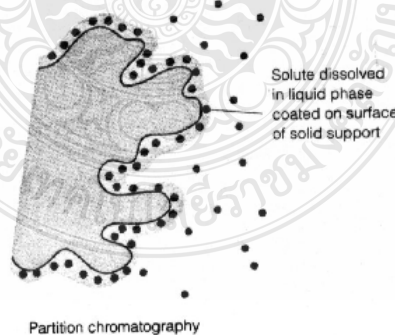
แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์สารทางสิ่งแวดล้อม เนื่องจากใช้เวลาในการวิเคราะห์ที่รวดเร็ว สารที่ใช้ในการวิเคราะห์มีปริมาณน้อย ได้ผลที่มีความถูกต้อง แม่นยำ สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นแก๊สหรือสารอินทรีย์ระเหย [1-4] เทคนิคนี้ทำการแยกสารโดยใช้วัฏภาคเคลื่อนที่ (mobile phase) ซึ่งเป็นแก๊สพาสารที่ต้องการจะแยกเข้าสู่วัฏภาคที่อยู่กับที่ (stationary phase) ที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์ เทคนิคนี้สามารถจำแนกตามชนิดของวัฏภาคที่อยู่กับที่ได้ 2 แบบ คือ ถ้าวัฏภาคที่อยู่กับที่เป็นของแข็ง จะเรียกว่า แก๊สโครมาโทกราฟีแบบของแข็ง (Gas-solid Chromatography; GSC) แต่ถ้าวัฏภาคที่อยู่กับที่เป็นของเหลว จะเรียกว่า แก๊สโครมาโทกราฟีแบบของเหลว (Gas-liquid Chromatography; GLC)

การวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยแก๊สโครมาโทกราฟีแบบของแข็ง วัฏภาคเคลื่อนที่จะเป็นแก๊สที่ไม่เกิดปฏิกิริยากับสารที่ต้องการแยก เช่น ไนโตรเจน หรือฮีเลียม เรียกว่า แก๊สตัวพา (carrier gas) ส่วนวัฏภาคที่อยู่กับที่จะเป็นของแข็งที่มีรูพรุน หรือมีพื้นที่ผิวมาก เช่น โพลีเมอร์ที่มีรูพรุน อลูมินา หรือซิลิกาเจล โดยกลไกการแยกสารจะเกิดแบบดูดซับ (adsorption chromatography) ซึ่งเป็นกลไกของการแยกสารที่ใช้หลักของการเกิดอันตรกิริยา (interaction) บนผิวของตัวดูดซับที่เป็นวัฏภาคที่อยู่กับที่กับสารที่ต้องการแยก ดังภาพที่ 2.1 โดยกลไกการดูดซับจะเกิดที่พื้นผิวของวัฏภาคที่อยู่กับที่และอัตราการแยกของสารจะขึ้นกับสมดุลของสารนั้นเมื่ออยู่ในวัฏภาคที่อยู่กับที่และวัฏภาคเคลื่อนที่ เทคนิคนี้จึงเหมาะสำหรับการวิเคราะห์แก๊สที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำหรือสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก เนื่องจากโมเลกุลของก๊าซที่มีขนาดไม่เท่ากันเมื่อไหลผ่านไป ในช่องว่างระหว่างสารหรือไหลผ่านเข้าไปในรูพรุนของสารจะไหลออกมาได้เร็วไม่เท่ากัน ทำให้เกิดการแยกขึ้น [2]



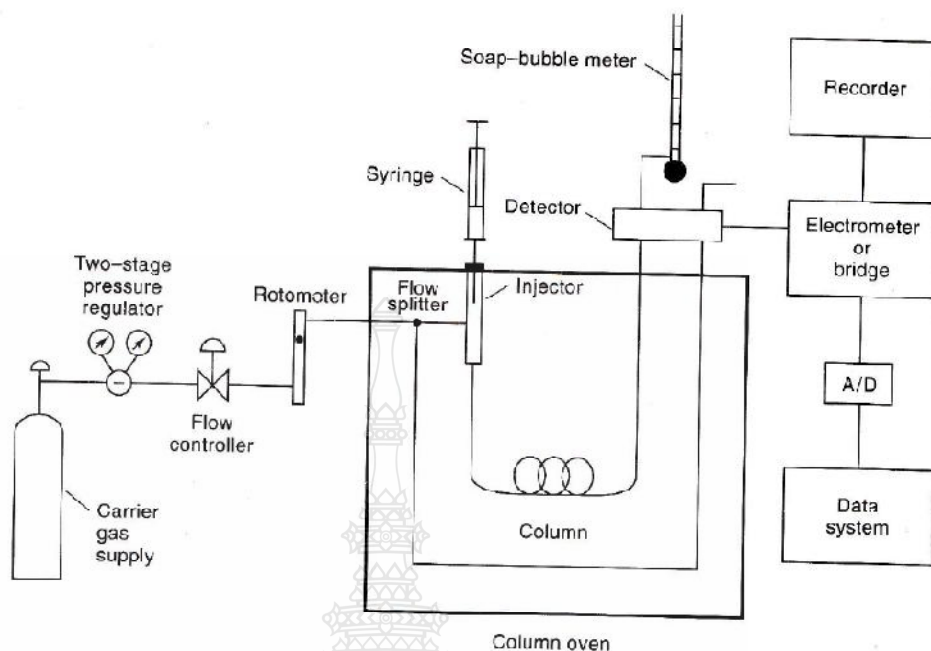
ภาพที่ 2.1 กลไกการแยกสารแบบดูดซับ [5]

ส่วนแก๊สโครมาโทกราฟีแบบของเหลว เป็นเทคนิคที่ใช้วัฏภาคที่อยู่กับที่เป็นของเหลวซึ่งเคลื่อนหรือเกาะอยู่บนของแข็ง เมื่อแก๊สตัวพาสารถ้องการวิเคราะห์เข้ามาที่วัฏภาคที่อยู่กับที่ที่อยู่ในคอลัมน์ จะเกิดกลไกการแยกแบบกระจายตัว (partition chromatography) กลไกนี้เกิดการแยกโดยใช้หลักของการละลายในวัฏภาคทั้ง 2 ชนิด โดยโมเลกุลของสารต้องการวิเคราะห์จะละลายและกระจายตัวได้ไม่เท่ากันในวัฏภาคทั้ง 2 ดังภาพที่ 2.2 สารตัวอย่างจะเกิดการแยกได้มากหรือน้อยสามารถดูได้จาก การกระจายตัวในแต่ละวัฏภาค ดังนั้นเทคนิคนี้จึงเหมาะสำหรับการแยกสารทั่วไปที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นไอหรือก๊าซได้ เนื่องจากไอหรือก๊าซแต่ละชนิดจะมีอัตราการแพร่เข้าสู่วัฏภาคที่อยู่กับที่และในวัฏภาคเคลื่อนที่ได้ไม่เท่ากัน ทำให้สารที่ถูกแยกมีการเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ด้วยเวลาที่แตกต่างกัน [1, 3, 4]



ภาพที่ 2.2 กลไกการแยกสารแบบกระจายตัว [5]

เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟีมีส่วนประกอบต่างๆ ที่สำคัญ ดังแสดงในภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2.3 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี [6]

จากภาพ ส่วนประกอบที่ใช้เป็นส่วนแยกสาร คือ คอลัมน์ ซึ่งภายในจะบรรจุวัสดุที่อยู่กับที่ไว้ สารที่ถูกแยกจะถูกดูดซับไว้ จึงเกิดการแยกขึ้นตามอุณหภูมิและถูกพาออกจากคอลัมน์ด้วยวัฏภาคเคลื่อนที่ ดังนั้นจึงมีวัสดุที่อยู่กับที่อยู่หลายแบบเพื่อความเหมาะสมในการแยกสารแต่ละชนิด โดยสามารถแบ่งประเภทของคอลัมน์ที่ใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี ออกเป็น 2 ประเภท คือ

ประเภทที่ 1 คอลัมน์ชนิดแพ็ค (pack column) เป็นคอลัมน์ที่ทำขึ้นจากวัสดุที่ทนต่อความร้อน เช่น สเตนเลสสตีล (stainless steel) หรือแก้ว ที่ภายในบรรจุวัสดุที่อยู่กับที่ที่เป็นอนุภาคของแข็ง หรืออาจบรรจุวัสดุที่อยู่กับที่ที่เป็นของเหลวเคลือบอยู่บนของแข็ง โดยอนุภาคที่บรรจุจะเป็นสารที่สามารถดูดซับได้ดี เช่น ซิลิกาเจล ถ่านกัมมันต์ คอลัมน์ชนิดนี้จะมีความยาวประมาณ 1-3 เมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 3-8 มิลลิเมตร เหมาะสำหรับใช้แยกสารจำพวกแก๊สที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก



ภาพที่ 2.4 คอลัมน์ชนิดแพ็ค

ประเภทที่ 2 แคปพิลารีคอลัมน์ (capillary column) เป็นคอลัมน์ที่มีลักษณะเป็นท่อเล็กแต่ยาว ผลิตขึ้นจากสแตนเลสสตีลหรือซิลิกาที่เคลือบผิวด้านนอกด้วยโพลีเอไมด์ (polyamide) เพื่อเพิ่มความแข็งแรง สามารถทนความร้อนได้สูง มีวิวัฒนาการที่อยู่กับที่ซึ่งเป็นของเหลวหรือของแข็งติดอยู่เคลือบแผ่นฟิล์มที่ผนังภายในท่อ นิยมใช้เป็น โพลีเมอร์สังเคราะห์ มีทั้งชนิดที่มีขั้ว (polar) มีขั้วปานกลาง และไม่มีขั้ว (non-polar) คอลัมน์ชนิดนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในตั้งแต่ 0.1-0.53 มิลลิเมตร มีความยาวอยู่ระหว่าง 25-100 เมตร ซึ่งเป็นการช่วยให้มีประสิทธิภาพในการแยกที่ดี



ภาพที่ 2.5 แคปพิลารีคอลัมน์

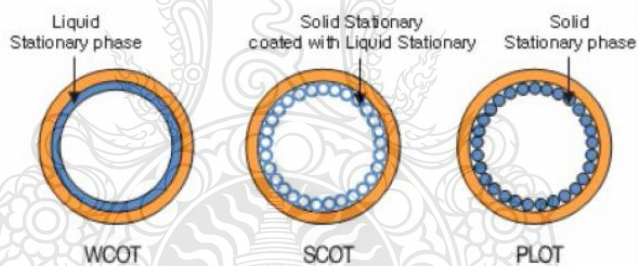
แคปพิลลารีคอลัมน์เป็นคอลัมน์ที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี เนื่องจากมีประสิทธิภาพการแยกที่สูง และสามารถแยกวิเคราะห์สารตัวอย่างได้หลายชนิด คอลัมน์ชนิดนี้สามารถแบ่งได้หลายแบบ ขึ้นอยู่กับวัสดุภาคที่อยู่กับที่ เช่น

Wall-Coated Open Tubular (WCOT) เป็นคอลัมน์ที่มีวัสดุภาคที่อยู่กับที่เคลือบเป็นแผ่นฟิล์มอยู่ที่ผนังด้านในของท่อ มีทั้งชนิดที่เป็นแผ่นฟิล์มหนาและบางขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพการแยกที่ต้องการ คอลัมน์ชนิดนี้มีค่าความจุ (capacity) น้อย จึงไม่สามารถวิเคราะห์สารที่มีปริมาณมากได้

Support-Coated Open Tubular (SCOT) เป็นคอลัมน์ที่มีวัสดุภาคที่อยู่กับที่เคลือบอยู่บนอนุภาคของแข็งที่วางเรียงอยู่บนผนังด้านในของคอลัมน์ อนุภาคของแข็งที่ใช้จะเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวมาก ทำให้คอลัมน์ชนิดนี้มีความจุมากกว่า WCOT สามารถวิเคราะห์สารในปริมาณที่มากกว่าได้

Porous Layer Open Tubular (PLOT) เป็นคอลัมน์ที่ใช้อนุภาคของแข็งที่มีรูพรุน หรือมีพื้นที่ผิวสูงวางอยู่ที่ผนังด้านในของคอลัมน์ ทำให้สามารถแยกสารได้มีประสิทธิภาพสูงกว่า WCOT ใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้นกว่า

โครงสร้างของแคปพิลลารีคอลัมน์ทั้ง 3 แบบ แสดงในภาพที่ 2.6



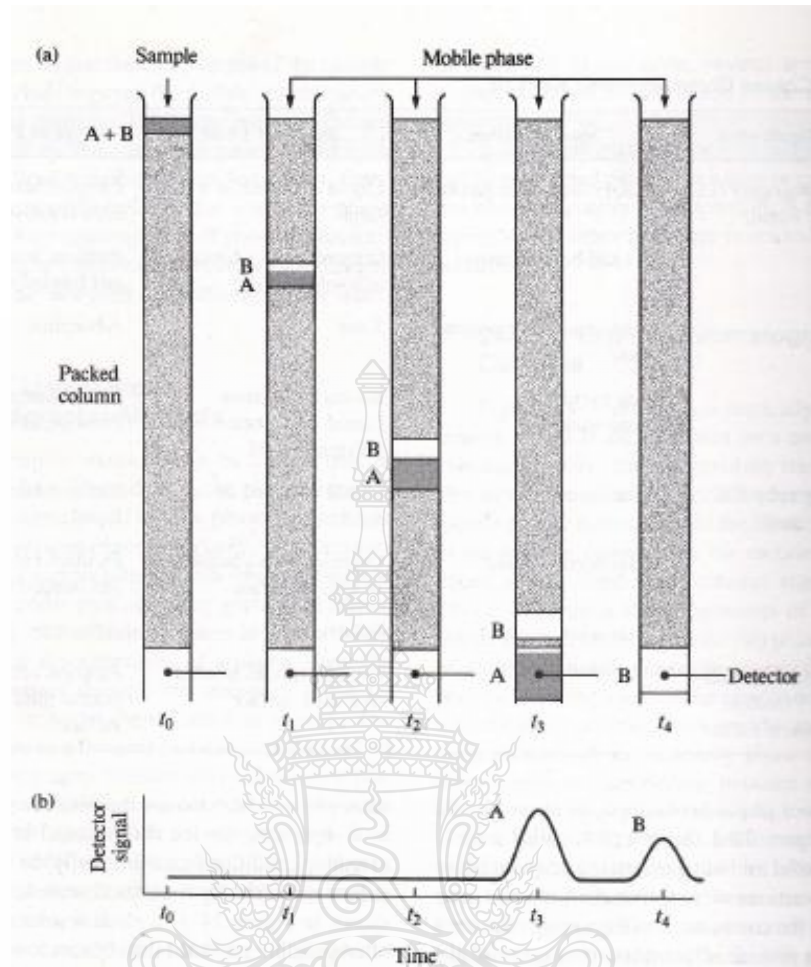
ภาพที่ 2.6 โครงสร้างแคปพิลลารีคอลัมน์ทั้ง 3 แบบ

โดยทั่วไปวัสดุภาคที่อยู่กับที่ที่อยู่ในคอลัมน์จะต้องมีสมบัติที่ดีและเหมาะสมที่จะใช้เป็นตัวแยกสาร โดยจะต้องมีความคงทนต่อความร้อน ไม่สลายตัวหรือเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเมื่ออยู่ในอุณหภูมิสูง ทนต่อสารเคมีชนิดต่างๆ ได้ดีโดยไม่เกิดปฏิกิริยาหรือเกิดการละลายกับสารที่นำมาแยก มีความจุสูงสามารถวิเคราะห์สารที่มีปริมาณมาก สามารถดูดซับและคายซับสารได้ดีช่วยให้มีประสิทธิภาพที่สูง ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยลง วัสดุภาคที่อยู่กับที่ที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ แสดงในภาพที่ 2.7

Stationary Phase	Common Trade Name	Maximum Temperature, °C	Common Applications
Polydimethyl siloxane	OV 1, SE-30	350	General-purpose nonpolar phase; hydrocarbons; polynuclear aromatics; drugs; steroids; PCBs
Poly(phenylmethyldimethyl) siloxane (10% phenyl)	OV 3, SE-52	350	Fatty acid methyl esters; alkaloids; drugs; halogenated compounds
Poly(phenylmethyl) siloxane (50% phenyl)	OV-17	250	Drugs; steroids; pesticides; glycols
Poly(trifluoropropylmethyl) siloxane	OV-210	200	Chlorinated aromatics, nitroaromatics; alkyl-substituted benzenes
Polyethylene glycol	Carbowax 20M	250	Free acids; alcohols; ethers; essential oils; glycols
Poly(dicyanoallyldimethyl) siloxane	OV-275	240	Polyunsaturated fatty acids; rosin acids; free acids; alcohols

ภาพที่ 2.7 วัสดุภาคที่อยู่กับที่ที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี [6]

ในการแยกองค์ประกอบต่างๆ ในสารตัวอย่างโดยใช้คอลัมน์ของโครมาโทกราฟีนั้นเกิดขึ้นจากการที่วัสดุภาคเคลื่อนที่พาสารที่ต้องการแยกเข้าไปสู่วัสดุภาคที่อยู่กับที่ ดังนั้นองค์ประกอบต่างๆ ในสารจะสามารถเกิดการแยกได้ดีหรือไม่จึงขึ้นอยู่กับความเหมาะสมของวัสดุภาคทั้ง 2 โดยขั้นตอนในการแยกสารของคอลัมน์โครมาโทกราฟีแสดงในภาพที่ 2.8



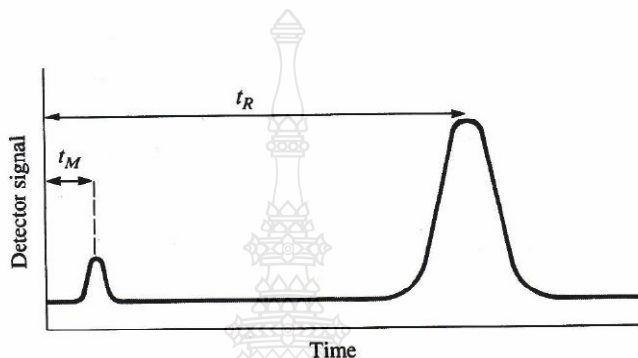
ภาพที่ 2.8 การแยกสารผสม 2 ชนิด ด้วยคอลัมน์ของโครมาโทกราฟี (a) และผลที่แสดงออกมาเป็นโครมาโทแกรม (b) [6]

จากภาพจะเห็นว่า สารผสม A และ B ถูกแยกออกจากกันเนื่องจากการเกิดการกระจายตัวในวัฏภาคที่อยู่กับที่และวัฏภาคเคลื่อนที่ได้ไม่เท่ากัน ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยค่า partition coefficient (K) ดังสมการด้านล่าง

$$K = \frac{C_s}{C_m}$$

โดยที่ C_s คือ ความเข้มข้นสารที่อยู่ในวัฏภาคที่อยู่กับที่ และ C_m คือ ความเข้มข้นสารที่อยู่ในวัฏภาคเคลื่อนที่ เมื่อค่า K ของสารแต่ละตัวในสารผสมไม่เท่ากัน ทำให้การเคลื่อนที่ของสารแต่ละชนิดออกมาจากคอลัมน์ใช้เวลาไม่เท่ากัน จึงทำให้เกิดการแยกดังกล่าว

เมื่อสารเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์องค์ประกอบต่างๆ ในสารที่ไม่เหมือนกันจะก่อให้เกิดการเคลื่อนที่ผ่านออกมาด้วยเวลาไม่เท่ากัน โดยจะขึ้นอยู่กับเวลาที่ใช้ในการอยู่บนวัฏภาคที่อยู่กับที่ ดังนั้นสารแต่ละตัวจะถูกหน่วง (retained) ด้วยเวลาที่ต่างกัน ดังแสดงในภาพที่ 2.9



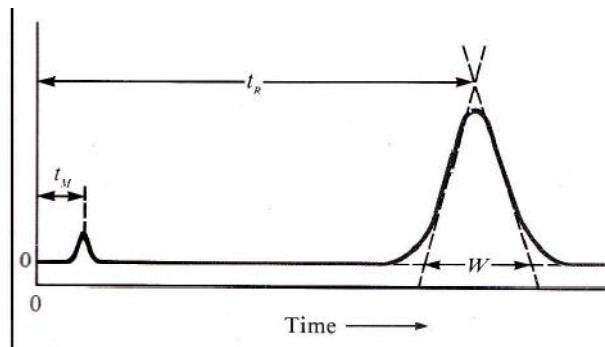
ภาพที่ 2.9 โครมาโทแกรมของการแยกสาร [6]

ประสิทธิภาพในการแยกสารของเทคนิคโครมาโทกราฟี จะอธิบายด้วยตัวแปรที่สำคัญ 2 ชนิด คือ plate height (H) และ number of theoretical plate (N) โดยมีความสัมพันธ์ดังสมการ

$$N = \frac{L}{H}$$

เมื่อ L คือ ความยาวของวัฏภาคที่อยู่กับที่ที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์

คอลัมน์ที่มีประสิทธิภาพที่ดีจะต้องมีค่า N มาก ดังนั้นค่า H จึงจำเป็นต้องมีค่าน้อยมาก คอลัมน์จึงจะมีประสิทธิภาพการแยกที่ดี นอกจากนี้ยังสามารถหาค่า N ได้จากเวลาที่สารเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ออกมา (t_R) ได้ ดังแสดงในภาพที่ 2.10



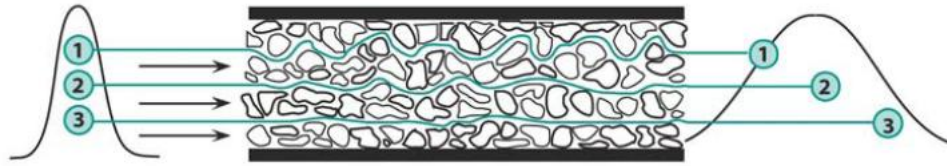
ภาพที่ 2.10 โครมาโทแกรมแสดงการคำนวณประสิทธิภาพการแยก [6]

เมื่อความกว้างของพีคที่ฐานเท่ากับ W จะสามารถคำนวณหาประสิทธิภาพของการแยกได้ ดังสมการ

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2$$

ในระหว่างกระบวนการแยกสาร สารที่ถูกแยกจะมีการกระจายตัวไปมาในวัฏภาคที่อยู่กับที่ และวัฏภาคเคลื่อนที่ ดังนั้นเมื่อมีการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่จะทำให้อัตราการกระจายตัวของสารที่อยู่ในวัฏภาคที่อยู่กับที่และวัฏภาคเคลื่อนที่เปลี่ยนไป ซึ่งส่งผลต่อการแยกสาร โดยทั่วไปการกระจายตัวของสารในกระบวนการโครมาโทกราฟีที่สำคัญมีดังนี้

แบบที่ 1 Eddy diffusion เป็นกระบวนการกระจายตัวของสารผ่านช่องว่างระหว่างอนุภาคของวัฏภาคที่อยู่กับที่ โดยที่ขนาดของวัฏภาคที่อยู่กับที่จะมีขนาดที่ไม่เท่ากัน เมื่อวัฏภาคเคลื่อนที่พาสารชนิดเดียวกันผ่านเข้าไปประยะทางในการเคลื่อนที่ของสารผ่านบริเวณต่างๆ ของวัฏภาคที่อยู่กับที่ จะไม่เท่ากัน สารแต่ละโมเลกุลจะใช้เวลาในการเคลื่อนที่ผ่านไม่เท่ากัน ทำให้สารหลุดออกมาจากคอลัมน์ไม่พร้อมกัน ซึ่งจะสังเกตเห็นได้จากพีคที่กว้างขึ้นในโครมาโทแกรม ดังภาพที่ 2.11



ภาพที่ 2.11 รูปแบบการกระจายตัวของสารแบบ Eddy diffusion [6]

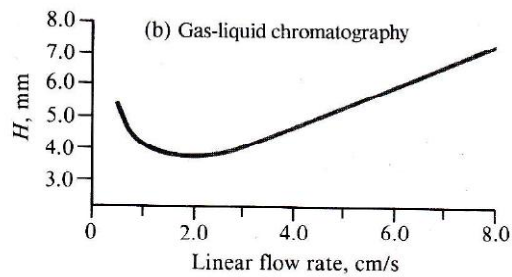
แบบที่ 2 Longitudinal diffusion หรือ Molecular diffusion จะเป็นการแพร่ของสารจากบริเวณที่มีความเข้มข้นมาก ไปยังบริเวณที่เข้มข้นน้อยกว่าเมื่อสารถูกพาไปด้วยวัฏภาคเคลื่อนที่ โดยการกระจายตัวแบบนี้ทำให้ช่วงเวลาที่สารจะหลุดจากคอลัมน์เพิ่มมากขึ้น ส่วนมากจะส่งผลมากเมื่อวัฏภาคเคลื่อนที่เป็นแก๊ส โดยจะเห็นพีกที่กว้างขึ้นเหมือนกรณีของ Eddy diffusion

แบบที่ 3 Mass transfer เป็นการเคลื่อนที่ของโมเลกุลสารทั้งในวัฏภาคเคลื่อนที่และในวัฏภาคที่อยู่กับที่ ซึ่งเป็นการเคลื่อนที่ของโมเลกุลเข้าไปในรูพรุน เมื่อโมเลกุลของสารผ่านเข้าไปลึกมากจะไม่สามารถหลุดออกมาได้ง่าย ทำให้เวลาที่ใช้ในการกลับเข้ามายังวัฏภาคเคลื่อนที่ล่าช้ากว่าปกติ โมเลกุลของสารจึงเกิดการกระจายตัวในวัฏภาคเคลื่อนที่ ทำให้สารต้องใช้เวลานานขึ้นจึงหลุดออกจากคอลัมน์ได้ ซึ่งปรากฏให้เห็นเป็นพีกที่กว้างขึ้นในโครมาโทแกรม

จากผลดังกล่าวสรุปได้ว่า ประสิทธิภาพในการแยกสารของคอลัมน์โครมาโทกราฟีสามารถคำนวณได้จากสมการด้านล่าง

$$H = B/u + C_s u + C_M u$$

โดย B , C_s และ C_M เป็น ค่าการกระจายตัวในเทอมของ longitudinal diffusion, mass transfer ในวัฏภาคที่อยู่กับที่ และ mass transfer ในวัฏภาคเคลื่อนที่ ตามลำดับ ส่วน u คือ ค่า linear velocity ของวัฏภาคเคลื่อนที่ ซึ่งสมการดังกล่าวถูกพัฒนาขึ้นมาจาก Van deemter equation ($H = A + B/u + Cu$; เมื่อ A และ C เป็นค่าการกระจายตัวในเทอมของ Eddy diffusion และ mass transfer ในวัฏภาคที่อยู่กับที่และวัฏภาคเคลื่อนที่ ตามลำดับ) ซึ่งจะเห็นว่าอัตราเร็วของวัฏภาคเคลื่อนที่เป็นตัวแปรที่สำคัญของค่า H ที่จะส่งผลต่อประสิทธิภาพการแยกของสารในคอลัมน์โครมาโทกราฟี โดยอัตราเร็วของวัฏภาคเคลื่อนที่ที่มีผลต่อค่า H แสดงในภาพที่ 2.12

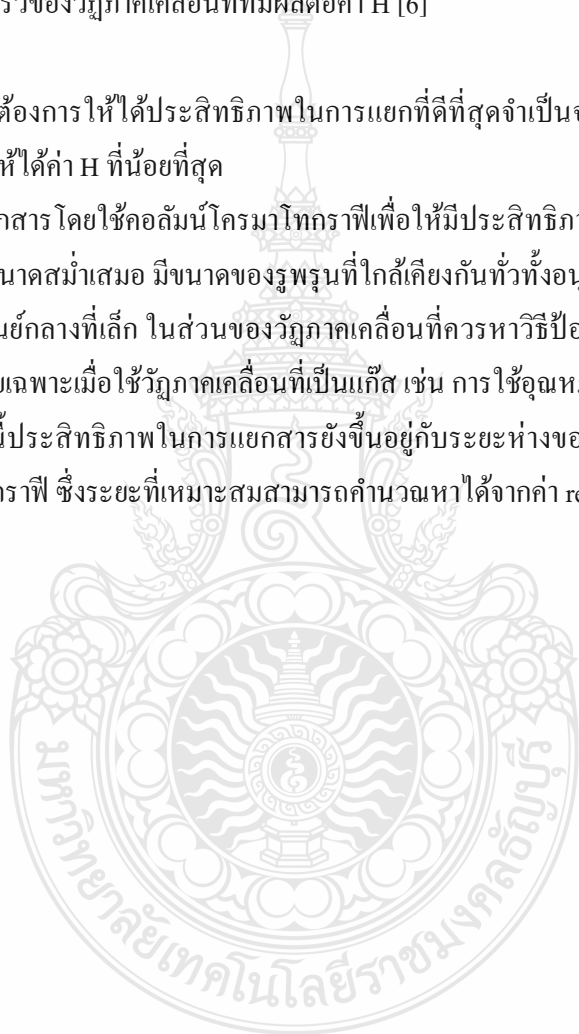


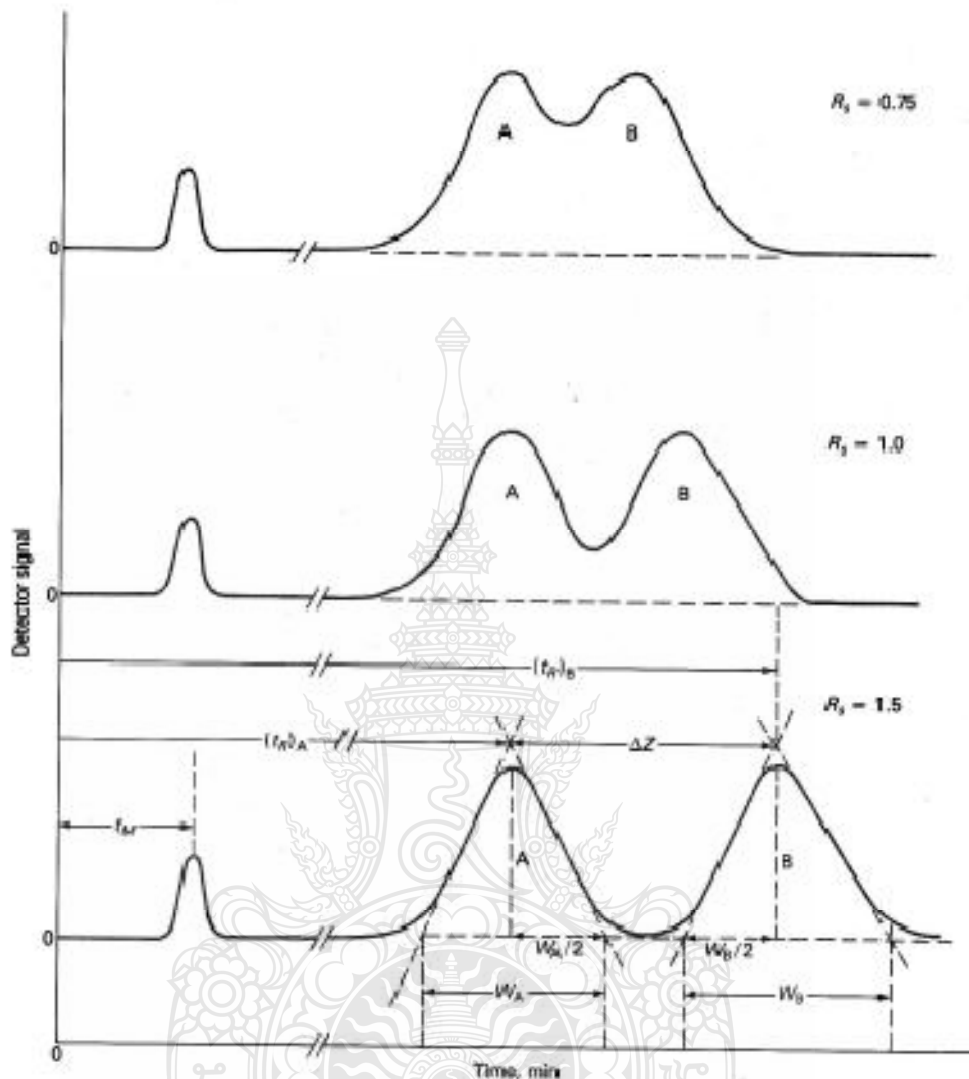
ภาพที่ 2.12 อัตราเร็วของวัฏภาคเคลื่อนที่มีผลต่อค่า H [6]

ดังนั้น ถ้าต้องการให้ได้ประสิทธิภาพในการแยกที่ดีที่สุดจำเป็นต้องปรับอัตราเร็วของวัฏภาคเคลื่อนที่ที่ทำให้ได้ค่า H ที่น้อยที่สุด

ในการแยกสารโดยใช้คอลัมน์โครมาโทกราฟีเพื่อให้มีประสิทธิภาพมากที่สุด ควรเลือกใช้วัฏภาคที่อยู่กับที่ที่มีขนาดสม่ำเสมอ มีขนาดของรูพรุนที่ใกล้เคียงกันทั่วทั้งอนุภาค และเลือกใช้คอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็ก ในส่วนของวัฏภาคเคลื่อนที่ควรหาวิธีป้องกันไม่ให้เกิดการแพร่ของสารให้มากนัก โดยเฉพาะเมื่อใช้วัฏภาคเคลื่อนที่เป็นแก๊ส เช่น การใช้อุณหภูมิต่ำ

นอกจากนี้ประสิทธิภาพในการแยกสารยังขึ้นอยู่กับระยะห่างของพีคที่เกิดจากแยกสารด้วยคอลัมน์โครมาโทกราฟี ซึ่งระยะที่เหมาะสมสามารถคำนวณหาได้จากค่า resolution (R_s)





ภาพที่ 2.13 โครมาโทแกรมการแยกสารที่มีค่า resolution แตกต่างกัน 3 แบบ [6]

จากภาพที่ 2.13 ค่า R_s สามารถคำนวณได้จากเวลา (t_R) ในการปรากฏพิคของสาร A และ B ที่เกิดการแยก ดังสมการ

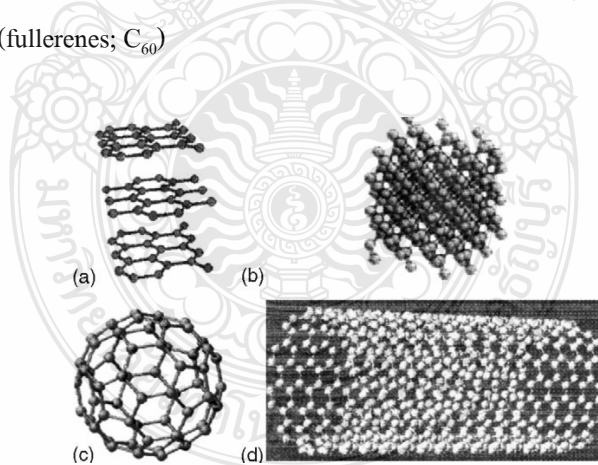
$$R_s = \frac{2[(t_R)_B - (t_R)_A]}{W_A + W_B}$$

เมื่อ W_A และ W_B คือ ความกว้างของฐานของพีค A และ B ตามลำดับ

จากภาพที่ 2.13 จะเห็นว่าถ้าค่า R_s เท่ากับ 0.75 หรือ 1.0 พีคของสารจะซ้อนทับกัน สาร A และ B จะไม่เกิดการแยก ซึ่งค่า R_s ที่ทำให้เกิดการแยกที่เหมาะสมจะเท่ากับ 1.5 โดยจะเห็นได้ว่าฐานของสารทั้ง 2 ไม่ซ้อนทับกันและไม่ห่างกันเกินไป

2.2 โครงสร้างของคาร์บอน

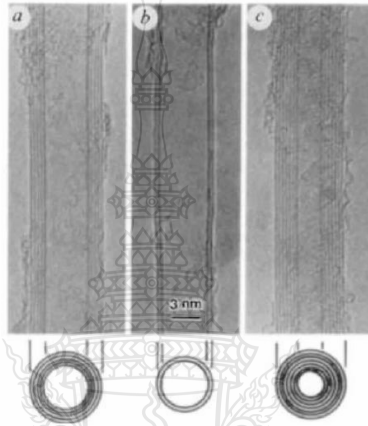
คาร์บอนเป็นธาตุองค์ประกอบพื้นฐานในโมเลกุลของสิ่งมีชีวิตชนิดต่างๆ และยังพบอยู่ในสิ่งไม่มีชีวิต เช่น ดิน หิน และแร่บางชนิด คาร์บอนเป็นธาตุที่มีเลขอะตอม 6 มีมวลอะตอมเท่ากับ 12 และสามารถสร้างพันธะภายในโมเลกุลเกิดเป็นโครงสร้างได้หลายรูปแบบ ซึ่งการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างรูปแบบต่างๆ นั้นเกิดขึ้นจากการที่อิเล็กตรอนทั้ง 6 ตัว ของคาร์บอนสามารถเกิดไฮบริดไดเซชัน (Hybridization) ระหว่างออร์บิทัลชนิด s และ p ได้หลายแบบ โครงสร้างแต่ละแบบที่เกิดขึ้นจะมีสมบัติที่แตกต่างกัน ดังเช่นในรูปที่ 2.14 a เป็นโครงสร้างของกราไฟต์ (graphite) จะมีลักษณะเป็นโครงสร้างตาข่าย 6 เหลี่ยม เรียงต่อกันเป็นชั้นๆ ซึ่งสามารถหลุดออกจากกันได้ ส่วนรูป 2.14 b คือโครงสร้างของเพชร (diamond) เป็น โครงตาข่ายร่างแหแบบ 3 มิติ เนื่องจากอิเล็กตรอนของคาร์บอนเกิดไฮบริดไดเซชันแบบ sp^3 ทำให้เพชรมีความแข็งแรงแรงมาก และรูป 2.14 c เป็นโครงสร้างของคาร์บอนจำนวน 60 อะตอม ที่เกิดการเรียงตัวเป็นเบบวง 6 เหลี่ยม เป็นรูปทรงกลมคล้ายลูกบอลซึ่งเรียกว่า ฟูลเลอร์รีน (fullerenes; C_{60})



ภาพที่ 2.14 โครงสร้างแบบต่างๆของคาร์บอน [7]

2.3 ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotubes, CNTs)

อิิจิมา (Sumio Iijima) เป็นนักวิจัยคนแรกที่ค้นพบท่อนาโนคาร์บอน [8] โดยการสังเคราะห์ฟูลเลอร์รีน (fullerene ; C_{60}) ด้วยวิธีการยิงด้วยอิเล็กตรอน (Electron arc discharge) และใช้กราไฟต์ (graphite) เป็นขั้วไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศของอาร์กอน เมื่อตรวจสอบฟูลเลอร์รีนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงจึงพบวัสดุรูปทรงคล้ายเข็ม ดังรูปที่ 2.15 ซึ่งเป็นโครงสร้างที่เกิดจากแผ่นกราฟีนจำนวนหลายชั้น และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ต่ำกว่า 10 นาโนเมตร ซึ่งภายหลัง วัสดุดังกล่าวถูกเรียกว่า ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น



ภาพที่ 2.15 ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น [8]

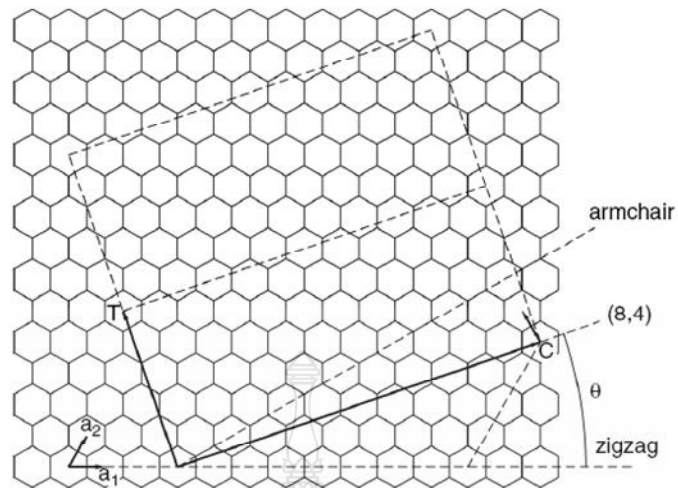
จากนั้นในปี 1993 อิิจิมา ได้ทำการวิจัยร่วมกับอิชิฮาชิ (Toshinari Ichihashi) เพื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว [9] ด้วยวิธียิงด้วยอิเล็กตรอนโดยใช้มีเทนเป็นแหล่งของคาร์บอน และใช้เหล็กเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศของอาร์กอน เพื่อต้องการให้ท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดจากการม้วนตัวของแผ่นกราฟีนเพียงชั้นเดียว เมื่อตรวจสอบท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope) ได้ผลดังภาพที่ 2.16



ภาพที่ 2.16 ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว [9]

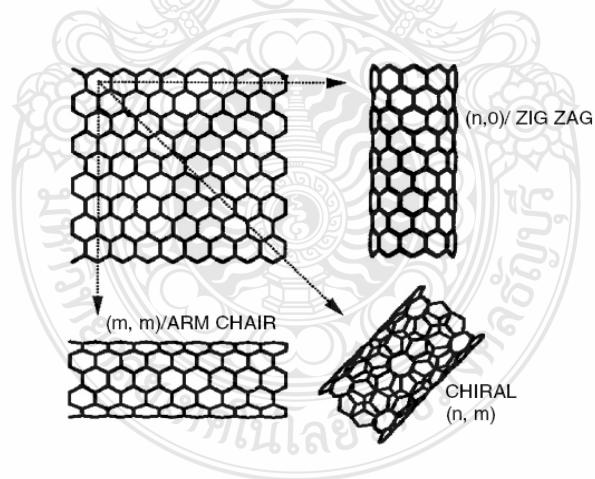
ท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัสดุนาโนมีลักษณะเป็นท่อยาวที่เกิดจากการม้วนตัวของแผ่นกราฟีน (graphene sheet) โดยท่อนาโนคาร์บอนสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 แบบ คือ ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว (Single-walled Carbon Nanotubes ; SWCNTs) ซึ่งผนังของท่อเกิดขึ้นจากการม้วนตัวของแผ่น กราฟีนเพียงชั้นเดียว และท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น (Multi-walled Carbon Nanotubes ; MWCNTs) ที่มีผนังของท่อมีแผ่นกราฟีนอยู่ตั้งแต่ 2 ชั้น ขึ้นไป

เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนเป็นโครงสร้างที่เกิดจากอะตอมของคาร์บอนเชื่อมต่อกันด้วยพันธะโควาเลนต์แบบ sp^2 ไฮบริไดเซชัน (sp^2 Hybridization) จึงมีอิเล็กตรอนที่ไม่ใช้ในการเกิดพันธะเหลืออยู่ ทำให้ท่อนาโนคาร์บอนนำไฟฟ้าได้ ซึ่งความสามารถในการนำไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอนจะขึ้นอยู่กับทิศทางการม้วนตัวของแผ่นกราฟีน ที่มีอยู่ 3 แบบ คือ อาร์มแชร์ (armchair) ซิกแซก (zig-zag) และไครัล (chiral) โดยที่ท่อนาโนคาร์บอนแบบอาร์มแชร์จะมีความเป็นโลหะสูงสามารถนำไฟฟ้าดี แบบซิกแซกจะมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ ส่วนแบบไครัลจะมีสมบัติแตกต่างกันออกไปซึ่งขึ้นอยู่กับองศาของไครัล (θ) ดังรูปที่ 2.17



ภาพที่ 2.17 แผนภาพแสดงทิศทางการม้วนตัวของแผ่นกราฟีน [10]

จากแผนภาพดังกล่าว ค่า θ มีผลมาจากตำแหน่งของคาร์บอนที่อยู่ในแผ่นกราฟีน (n,m) กับทิศทางการม้วนในแผ่นกราฟีน (a_1, a_2) โดยเมื่อค่า θ เท่ากับ 0 จะเป็นโครงสร้างแบบซิกแซก แต่ถ้าค่า θ เท่ากับ 30 จะเป็นโครงสร้างแบบอาร์มแชร์ ส่วนโครงสร้างแบบไครล์จะมีค่า θ อยู่ระหว่าง 0-30 ดังภาพที่ 2.18

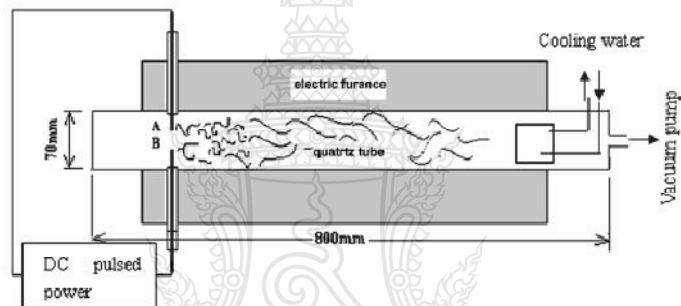


ภาพที่ 2.18 โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดจากการม้วนแบบต่างๆ ของแผ่นกราฟีน [10]

2.4 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

โดยทั่วไปเทคนิคในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนนิยมใช้ในปัจจุบันมีอยู่ด้วยกัน 3 แบบ คือ การยิงด้วยอิเล็กตรอน (Electron arc discharge) การยิงด้วยเลเซอร์ (Laser ablation) และการตกสะสมไอสารเคมี (Chemical Vapor Deposition ; CVD)

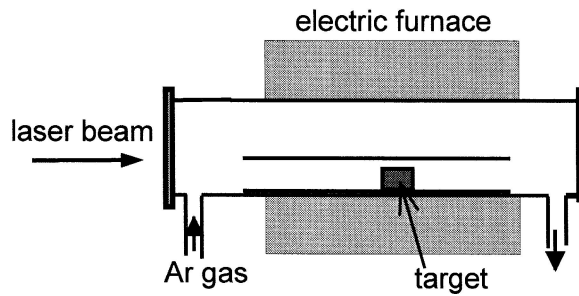
2.4.1. การสังเคราะห์ด้วยวิธียิงด้วยอิเล็กตรอน เป็นวิธีการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมเนื่องจากได้ท่อนาโนคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูง สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวได้ โดยมีส่วนประกอบที่สำคัญคือ แท่งกราไฟต์ (graphite rod) ซึ่งใช้ขั้วไฟฟ้าและแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะ เช่น นิเกิล ลงไปในขั้วแอโนดและทำการกระตุ้นด้วยความร้อนเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ [11] อุปกรณ์ทั้งหมดถูกวางอยู่ในระบบที่เป็นสุญญากาศหรืออยู่ในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย ดังรูปที่ 2.19



ภาพที่ 2.19 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการยิงด้วยอิเล็กตรอน [11]

เริ่มทำการสังเคราะห์โดยการจัดระยะห่างระหว่างขั้วให้เหมาะสมแล้วจึงปล่อยไฟฟ้ากระแสตรงเข้าไปที่ขั้วไฟฟ้า ท่อนาโนคาร์บอนจะเกิดขึ้นที่ขั้วแอโนด สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ได้โดยการเปลี่ยนชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ เช่น ใช้เหล็กเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [11-13]

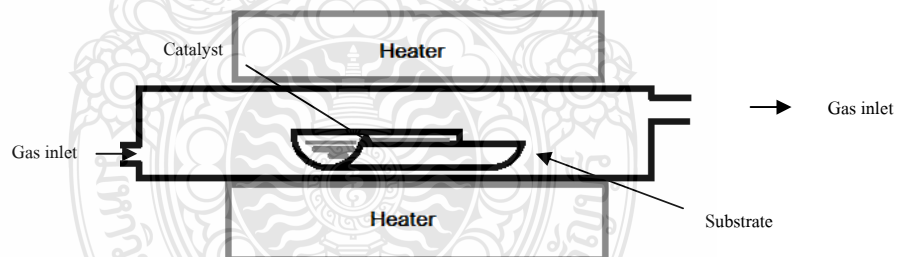
2.4.2. การสังเคราะห์ด้วยวิธียิงด้วยเลเซอร์ เป็นเทคนิคการสังเคราะห์ที่ต้องใช้การลงทุนที่สูง แต่สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวได้ ใช้อุปกรณ์ที่สำคัญ คือ แหล่งกำเนิดเลเซอร์ ซึ่งส่วนใหญ่นิยมใช้เป็น Nd:YAG และเตาให้ความร้อนที่เป็นระบบปิดเนื่องจากต้องสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศของแก๊สเฉื่อย ได้ผลผลิตที่มีความบริสุทธิ์สูง [14] ดังรูปที่ 2.20



ภาพที่ 2.20 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการยิงด้วยเลเซอร์ [14]

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีนี้เกิดจากการยิงเลเซอร์ไปบนแท่งกราไฟต์ที่เดิมตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งวางอยู่ในท่อที่ทำจากควอตซ์ (Quartz) สามารถการสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิห้องโดยเปลี่ยนชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา [15] และสามารถทำการสังเคราะห์โดยใช้แหล่งกำเนิดเลเซอร์ที่เป็น XeCl ในอุณหภูมิสูงได้ [16]

2.4.3. การสังเคราะห์ด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี เป็นเทคนิคการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่เหมาะสมสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ เนื่องจากใช้ต้นทุนในการสังเคราะห์ต่ำ สามารถปรับเปลี่ยนและควบคุมสภาวะในการทดลองได้ง่าย ส่วนใหญ่ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะเป็นชนิดผนังหลายชั้น



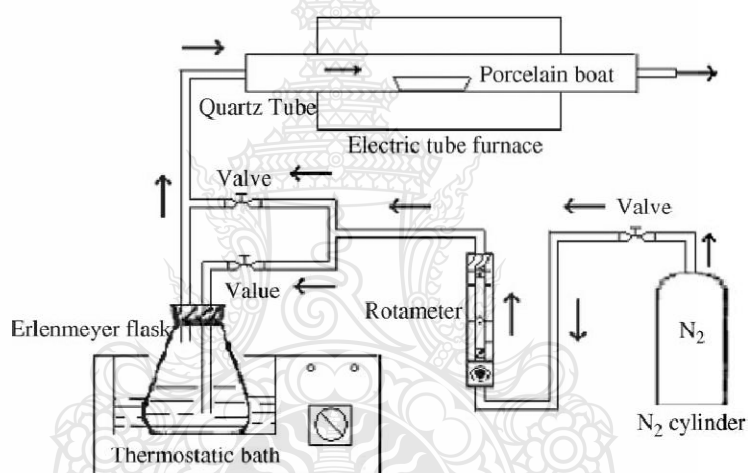
ภาพที่ 2.21 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี

จากภาพที่ 2.21 หลักการที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้คือ จะต้องผ่านแก๊สที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำซึ่งใช้เป็นแหล่งของคาร์บอนในการสังเคราะห์ลงไปบนตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งส่วนมากเป็นเหล็ก โคบอลต์ และนิกเกิล ที่วางอยู่บนวัสดุรองรับ (substrate) ภายใต้บรรยากาศของแก๊สเฉื่อยที่ความดันปกติ ต้องใช้ความร้อนสูงเพื่อทำให้แก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอนเกิดการแตกตัว สามารถควบคุม

ความยาวของท่อ นาโนคาร์บอน ได้ดี แต่จะท่อ นาโนคาร์บอน ที่สังเคราะห์ได้ จะมีความบริสุทธิ์น้อย โดยจะขึ้นอยู่กับ การควบคุม อัตราการไหลของแก๊ส และชนิดของแก๊ส ที่ใช้เป็น แหล่งของคาร์บอน เช่น มีเทน อีเทน เอธิลีน เป็นต้น

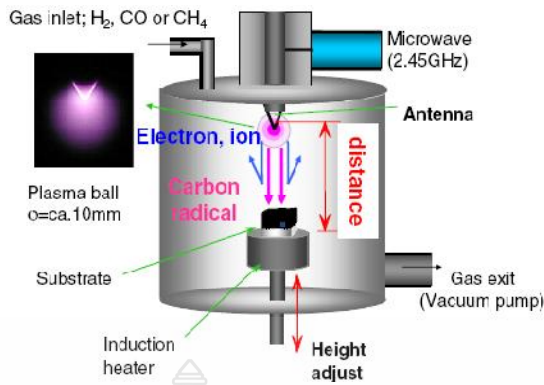
วิธีตกสะสมไอสารเคมีสามารถแบ่งออกได้หลายแบบ ขึ้นอยู่กับวิธีการทำให้แก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอนแตกตัว และวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะ เช่น

2.4.3.1. วิธีตกสะสมไอด้วยความร้อน (Thermal chemical vapor deposition) เป็นเทคนิค ที่ให้ความร้อนเพื่อให้เกิดท่อ นาโนคาร์บอนอยู่บนวัสดุรองรับ ท่อ นาโนคาร์บอนจะเกิดขึ้นมาจากการ ใช้แก๊สเฉื่อยเป็นตัวพา (เช่น แก๊สไนโตรเจน หรืออาร์กอน) ก๊าซที่เป็นสารกลุ่มไฮโดรคาร์บอน เช่น มีเทน อีเทน เอธิลีน เข้าไปในเตาให้ความร้อนที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาวางอยู่บนวัสดุรองรับภายใต้ อุณหภูมิ ประมาณ 500-1200 องศาเซลเซียส [17-19] ดังรูปที่ 2.22



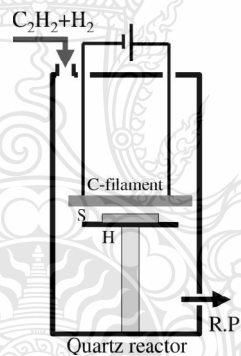
ภาพที่ 2.22 ระบบสังเคราะห์ท่อ นาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอด้วยความร้อน [17]

2.4.3.2. วิธีตกสะสมไอด้วยพลาสมา (Plasma enhanced chemical vapor deposition) เป็น เทคนิคที่ใช้ขั้วไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์สูง มาเหนี่ยวนำให้เกิดพลาสมา (plasma) แก๊สที่ใช้เป็นแหล่งของคาร์บอนที่ถูกส่งเข้ามาจะเกิดการแตกตัวด้วยความร้อนจากพลาสมาและตกลงบนตัวเร่งปฏิกิริยา ได้เป็นท่อ นาโนคาร์บอน [20] ดังรูปที่ 2.23



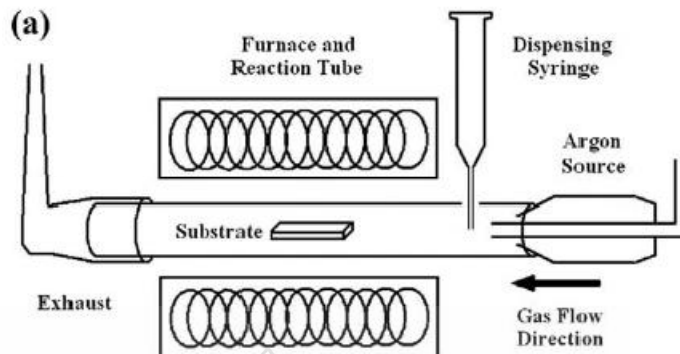
ภาพที่ 2.23 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอด้วยพลาสมา [20]

2.4.3.3. Hot Filament chemical vapor deposition เป็นเทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีโดยใช้เส้นลวดบางๆที่ร้อนเมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไป แก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอนเมื่อผ่านเข้ามาที่ลวดร้อนจะแตกตัวแล้วก่อตัวขึ้นเป็นท่อนาโนคาร์บอนอยู่บนตัวเร่งปฏิกิริยา [21] ดังรูปที่ 2.24



ภาพที่ 2.24 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Hot Filament chemical vapor deposition [21]

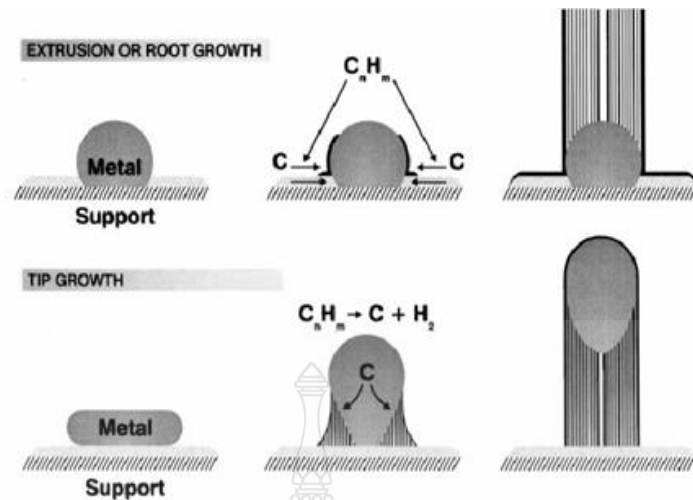
2.4.3.4. Vapor phase growth เป็นเทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในสถานะที่เป็นไอ ส่วนใหญ่จะใช้สารประกอบโลหะที่สามารถเกิดเป็นไอได้ง่าย เช่น ferrocene เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนใหญ่ในการสังเคราะห์จะผสมตัวเร่งปฏิกิริยาและสารที่เป็นแหล่งของคาร์บอนเพื่อนำไปฉีดให้เป็นละอองฝอยเข้าไปยังบริเวณที่จะสังเคราะห์ [22] ดังภาพที่ 2.25



ภาพที่ 2.25 ระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Vapor phase growth [22]

การก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนในเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีจะต้องมีส่วนประกอบที่สำคัญ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งเป็นปัจจัยที่ส่งผลถึงขนาด ลักษณะพื้นผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยกลไกในการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนเริ่มต้นจากโมเลกุลของแก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอนเกิดการแตกตัวด้วยความร้อนสูงจนกลายเป็นอะตอมของคาร์บอน ซึ่งคาร์บอนอะตอมจะตกลงไปบนตัวเร่งปฏิกิริยาที่วางอยู่บนวัสดุรองรับแล้วจึงเกิดการก่อตัวขึ้นของท่อนาโนคาร์บอน

ทฤษฎีที่ใช้อธิบายรูปแบบการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอนที่ได้รับการยอมรับมากที่สุด คือ vapor-liquid-solid model (VLS) [10] โดยที่หลักการของทฤษฎีนี้ คือ คาร์บอนอะตอมได้จากแก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอนจะเกิดการละลายจนอิ่มตัวในตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสภาวะนี้จะมีสภาพเป็นหยดของเหลวที่มีขนาดในระดับนาโน จากการนั้นจึงเริ่มมีการก่อตัวขึ้นเป็นผนังของท่อนาโนคาร์บอน โดยถ้าตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดเล็กจะมีการก่อตัวขึ้นที่ด้านฐานของตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งจะพองตัวเร่งปฏิกิริยาขึ้นไปทำให้เกิดท่อนาโนคาร์บอนที่มีส่วนหัวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (tip growth) แต่ถ้าตัวเร่งปฏิกิริยามีขนาดใหญ่ท่อนาโนจะก่อตัวขึ้นทางด้านบนของผิวตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้ได้ท่อนาโนคาร์บอนที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ที่บริเวณฐาน (root growth) ดังรูป 2.26 เมื่อประสิทธิภาพของตัวเร่งลดลงหรือสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ไม่เหมาะสมจะทำให้เกิดโครงสร้างที่ไม่เป็นโครงสร้างผลึก (amorphous) ปกคลุมอยู่บริเวณด้านบนของท่อนาโนคาร์บอนซึ่งเป็นการหยุดการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอน

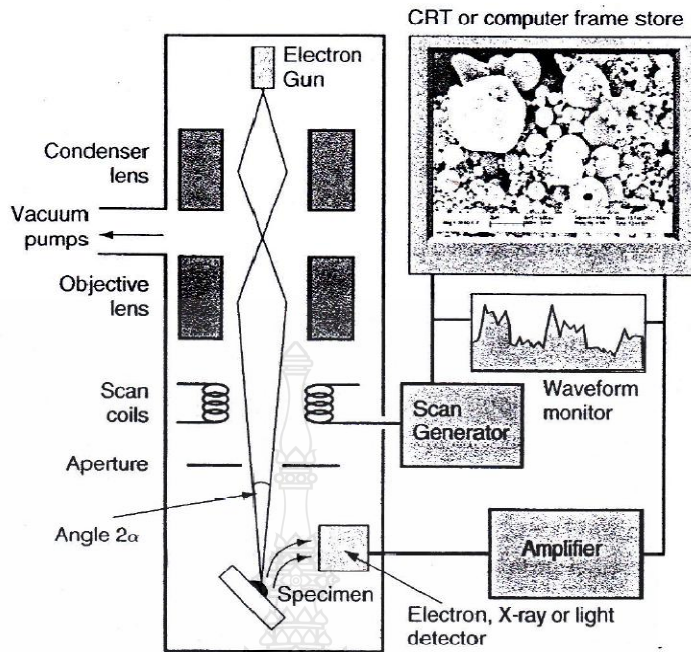


ภาพที่ 2.26 กลไกการก่อตัวของท่อนาโนคาร์บอน [23]

2.5 การตรวจสอบโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน

ท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์สามารถทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างโดยใช้เทคนิคในการตรวจสอบดังนี้

2.5.1. เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy ; SEM) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะของวัตถุซึ่งสามารถแสดงออกมาเป็นภาพ โดยภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังรูปที่ 2.27 หลักการทำงานของเทคนิคนี้เกิดจากลำอิเล็กตรอน (electron beam) พลังงานสูงตกกระทบบนพื้นผิวของวัตถุที่ตรวจสอบ ก่อให้เกิดอันตรกิริยาที่พื้นผิวของวัตถุในบริเวณตกกระทบบ ตรวจจับผลที่ได้ด้วยตัวตรวจวัดทางแสงและถูกแปลงเป็นสัญญาณทางไฟฟ้าเพื่อแสดงผลเป็นภาพออกมาทางจอภาพ

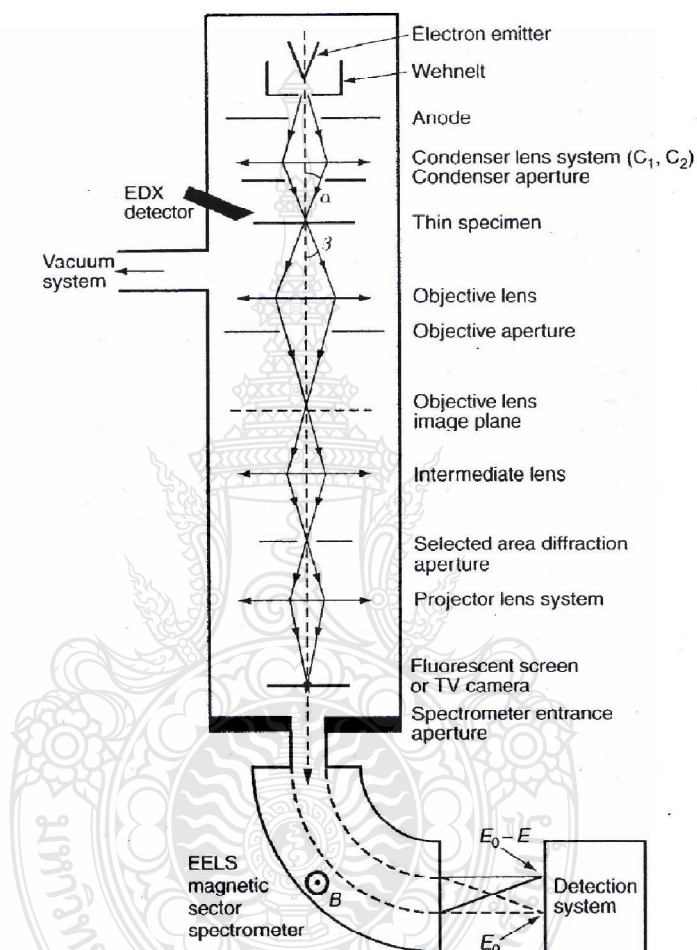


ภาพที่ 2.27 โครงสร้างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [24]

หลักการการทำงานของเครื่อง เริ่มจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun) ที่ผลิตทั้งสแตนหรือ LaB_6 ถูกกระตุ้นให้ผลิตอิเล็กตรอนโดยใช้พลังงานสูงประมาณ 1-30 กิโลโวลต์ เกิดเป็นอิเล็กตรอนจำนวนมากเพื่อส่งลงสู่ด้านล่างของเครื่อง อิเล็กตรอนดังกล่าวจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าเพื่อไปอยู่ที่เลนส์คอนเดนเซอร์ (condenser lens) ซึ่งมีหน้าที่ทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอนและสามารถปรับให้มีขนาดใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ ลำอิเล็กตรอนที่ได้จะถูกส่งลงไปผ่าน scan coils ที่ทำหน้าที่ปรับภาพให้ได้ความคมชัดตามที่ต้องการ โดยจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเหมาะสม ก่อนที่ลำอิเล็กตรอนที่ได้จากการปรับจะถูกส่งลงไปทีบริเวณพื้นผิวของวัตถุ เลนส์วัตถุ (objective lens) จะเป็นปรับระยะโฟกัสอีกครั้งเพื่อให้ได้ภาพที่คมชัดขึ้น ผลที่ได้จากลำอิเล็กตรอนถูกส่องกราดลงบนบริเวณพื้นผิวของวัตถุจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้นซึ่งจะถูกตรวจด้วยตัววัดทางแสงและนำไปแปลงเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ที่สามารถแสดงผลเป็นภาพบนจอภาพได้

2.5.2. เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy ; TEM) เป็นเทคนิคสำหรับใช้ในการตรวจสอบ โครงสร้างของวัตถุที่มีหลักการทำงานคล้ายกับเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แต่มีข้อแตกต่างกัน โดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง

ผ่านจะใช้พลังงานที่สูงกว่า (ประมาณ 100-400 กิโลโวลต์) และใช้ตัวตรวจวัดทางแสงที่มีลักษณะพิเศษกว่า นอกจากนี้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ยังสามารถตรวจหา Energy Dispersive X-ray (EDX) ได้ด้วย ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน แสดงดังรูปที่ 2.28

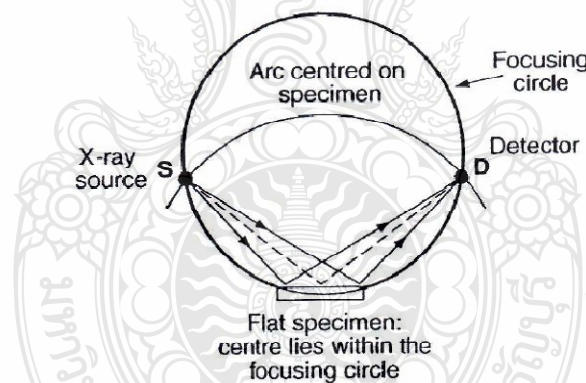


ภาพที่ 2.28 โครงสร้างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [24]

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะคล้ายกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด คือ แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนพลังงานสูงที่อยู่ด้านบนของเครื่องจะทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อให้ถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าลงสู่ด้านล่าง ผ่านเลนส์คอนเดนเซอร์เพื่อทำให้กลายเป็น

ลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะส่องผ่านพื้นผิวของวัตถุตัวอย่างที่วางอยู่บนแท่นวาง (specimen) ซึ่งวัตถุตัวอย่างที่จะศึกษาจำเป็นต้องมีลักษณะที่แบนและบางมาก (อยู่ในช่วงระหว่าง 1-100 นาโนเมตร) จากนั้นจะเกิดการกระเจิงอนุภาคขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านวัตถุตัวอย่างไป และอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านวัตถุตัวอย่างนี้ก็จะถูกปรับระยะโฟกัสของภาพโดยเลนส์วัตถุซึ่งทำหน้าที่ปรับเพื่อให้เห็นภาพที่มีรายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะไปผ่านการขยายด้วยเลนส์โปรเจกเตอร์ (projector lens) อีกครั้ง เพื่อปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะสามารถปรากฏบนฉากเรืองแสงเพื่อให้เกิดภาพขึ้นมา

2.5.3. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction Analysis ; XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์เฟส (phase) หรือองค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง สามารถศึกษาโครงสร้างผลึกในวัสดุที่มีลักษณะเป็นผง ก้อน หรือฟิล์มหนาได้ สามารถเปรียบเทียบปริมาณความเป็นผลึกระหว่างตัวอย่างที่มีเฟสเดียวกัน โดยเครื่องจะทำงานเมื่อมีรังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิวตัวอย่างแล้วเกิดการเลี้ยวเบนตามเงื่อนไขของ Bragg law โดยจะมีตัวตรวจวัดรังสีที่เคลื่อนที่ไปรอบๆ เพื่อวัดรังสีที่เลี้ยวเบนออกมา รังสีที่วัดได้ถูกนำเข้าสู่ตัวตรวจวัดซึ่งจะถูกแปลงเป็นสัญญาณอิเล็กตรอนิกส์แล้วถูกประมวลผลเพื่อแสดงออกมายังคอมพิวเตอร์เป็นเส้นกราฟของการเลี้ยวเบน

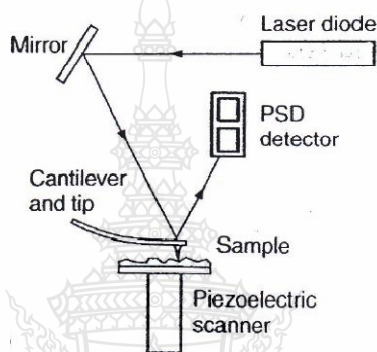


ภาพที่ 2.29 โครงสร้างของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ [24]

จากภาพที่ 2.29 หลักการทำงานของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จะใช้การยิงลำรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นเพียงค่าเดียวมายลงบนตัวอย่างที่ถูกวางอยู่บนแท่นที่สามารถหมุนได้ โดยทำมุมในการหมุนเป็นมุม θ รังสีที่เลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดรังสีแล้วบันทึกผล เครื่อง

ตรวจวัดจะถูกหมุนไปพร้อมๆ กับแท่นหมุนเป็นมุม 2θ ด้วยความเร็วคงที่ เพื่อบันทึกค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่วัดได้ด้วยเครื่องตรวจวัด แล้วนำมาสร้างเป็นกราฟทางหน้าจอแสดงผล

2.5.4. เทคนิคจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy; AFM) เป็นเทคนิคที่ใช้ตรวจสอบระดับความสูงบนพื้นผิวของวัตถุโดยการยิงอิเล็กตรอนออกไปทางหัววัด ซึ่งหัววัดดังกล่าวสามารถเคลื่อนที่ไปยังตำแหน่งต่างๆ บนพื้นผิวของวัตถุที่ต้องการตรวจสอบได้ แล้วตรวจวัดสัญญาณเกิดขึ้น จากหลักดังกล่าวทำให้เครื่องมือชนิดนี้สามารถที่จะตรวจวัดพื้นผิวของวัตถุที่เป็นฉนวนไฟฟ้าได้ ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม แสดงในภาพที่ 2.30



ภาพที่ 2.30 โครงสร้างของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม [24]

หลักการการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม เริ่มจากการใช้การส่งแสงเลเซอร์ไปให้กับส่วนปลายแหลม (tip) ของคานยื่นที่มีขนาดในระดับนาโน โดยที่ส่วนปลายแหลมของคานจะเคลื่อนเข้าไปใกล้กับพื้นผิวของวัตถุที่นำมาตรวจสอบและสามารถขยับในทิศทางขึ้นและลงได้ เมื่อทำการลากส่วนปลายแหลมผ่านพื้นผิววัตถุจะเกิดแรงที่กระทำในแนวตั้งฉากที่ขึ้นระหว่างอะตอมของพื้นผิวกับปลายแหลมของคาน ทำให้คานโก่งตัวซึ่งสามารถตรวจวัดขนาดของแรงที่เกิดขึ้นได้ โดยที่แรงดังกล่าวจะถูกส่งไปแปลงเป็นสัญญาณร่วมกันเพื่อนำมาสร้างเป็นภาพพื้นผิวของวัตถุนั้นบนจอภาพ

2.6 การประยุกต์ใช้ท่อนาโนคาร์บอนในด้านต่างๆ

ในปัจจุบันได้มีการศึกษาสมบัติของคาร์บอนที่มีโครงสร้างแตกต่างกันเพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในทางอุตสาหกรรม โครงสร้างของคาร์บอนที่ให้นักวิจัยให้ความสนใจ คือ ท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งเป็นโครงสร้างของคาร์บอนที่มีขนาดที่เล็กในระดับนาโนเมตร มีลักษณะเป็นรูปร่างทรงหกเหลี่ยมที่เกิดขึ้นจากการเชื่อมต่อของอะตอมคาร์บอน เนื่องจากแต่ละคาร์บอนมีการเชื่อมต่อกันด้วย sp^2 ไฮบริดเซชันจึงมีอิเล็กตรอนในพันธะไพเหลืออยู่ ทำให้ท่อนาโนคาร์บอนมีคุณสมบัติทางไฟฟ้า โดยสามารถนำไฟฟ้าได้ดีกว่าวัสดุชนิดอื่นๆ

ท่อนาโนคาร์บอนทั้งชนิดที่เป็นท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวและท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น มีคุณสมบัติที่ดีหลายด้าน ทั้งสมบัติเชิงกล ทนต่อความร้อน และยังมีคุณสมบัติทางไฟฟ้าอีกด้วย จึงมีการนำท่อนาโนคาร์บอนมาประยุกต์ใช้กันอย่างกว้างขวาง โดยเฉพาะการที่มีสมบัติที่ดีมากในด้านการดูดซับ สามารถดูดซับได้ทั้งแก๊สและของเหลวเนื่องจากมีพื้นที่ผิวมาก [25]

จากการที่ท่อนาโนคาร์บอนมีคุณสมบัติทางด้านพื้นที่ผิวที่ดี เนื่องจากมีพื้นที่ผิวมากจึงเหมาะสมที่สามารถดูดซับสารได้มากและมีสัมประสิทธิ์ในการละลายได้ดี เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนสามารถเกิดแรง van der Waals กับสารที่ถูกดูดซับในบริเวณพื้นผิวของตัวเองได้ดี เนื่องจากมีความจุในการดูดซับได้มาก สามารถนำไปใช้ป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีได้ ซึ่งสามารถแยกสารโมเลกุลเล็กชนิดต่างๆ เช่น มีเทน และยังสามารถใช้กับทั้งสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ระเหยด้วย เมื่อเปรียบเทียบกับกลไกการดูดซับของท่อนาโนคาร์บอนกับตัวดูดซับทั่วไป พบว่ากลไกการดูดซับของตัวดูดซับทั่วไปจะเกิดจากการแพร่ของสารผ่านรูพรุนของตัวดูดซับ ส่งผลให้เกิดปัญหาด้านการเคลื่อนที่ของอนุภาคออกจาก ตัวดูดซับ ยิ่งอนุภาคมีขนาดใหญ่หรือมีปริมาณมาก ยิ่งมีผลมาก แต่สำหรับท่อนาโนคาร์บอนอนุภาคสารจะถูกดูดซับอยู่ที่ผิวด้านนอกของท่อ อนุภาคของสารจึงหลุดออกเมื่อได้รับความร้อนหรือถูกชะด้วยตัวทำละลายได้ง่ายกว่า ซึ่งจะไม่มีผลทางด้านขนาดของอนุภาคหรือปริมาณสารเหมือนตัวดูดซับทั่วไป จึงสามารถประยุกต์ใช้ท่อนาโนคาร์บอนในการดูดซับสารได้หลายรูปแบบ

นอกจากนี้สมบัติที่สำคัญของท่อนาโนเมื่อเทียบกับตัวดูดซับทั่วไป คือ มีพื้นที่ผิวภายนอกมีลักษณะเฉพาะที่ทำให้เกิดการดูดซับได้มาก จึงส่งผลให้มีความจุในการดูดซับสารได้มากขึ้น ซึ่งความจุในการดูดซับที่ดีของท่อนาโนคาร์บอนเกิดจากการมีบริเวณที่เกิดการดูดซับอยู่ที่ผิวท่อ ซึ่งสามารถเกิดการดูดซับแบบหลายชั้นได้ เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนมีลักษณะเป็นท่อขนาดเล็กและยาว จึงมีผลของแรงแคปิลลารี (capillary force) ที่สามารถดึงไอระเหยของสารเข้ามาด้วยแรง van der Waals ได้ เป็นการช่วยเพิ่มบริเวณที่มีโอกาสเกิดการดูดซับให้มากขึ้น จากการศึกษาพบว่าการที่สารจะ

เกิดการดูดซับบนท่อนาโนคาร์บอนได้ดีขึ้นอยู่กับอัตราการเกิดสมมูลที่รวดเร็ว ความจุของการดูดซับที่สูง มีผลกระทบจากการเปลี่ยนแปลง pH ที่ต่ำ มีความต้องการที่จะกระจายตัวเข้าไปในท่อที่ต่ำ และเป็นการดูดซับที่มีลักษณะเป็นไปตามทฤษฎีการดูดซับ นอกจากนี้แรงกระจายตัวที่สูงในแต่ละผนังท่อนาโนคาร์บอนที่อยู่ใกล้กันจะช่วยให้เสริมให้การเกิดอันตรกิริยาของตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับให้มากยิ่งขึ้น

ดังนั้นจึงมีการนำท่อนาโนคาร์บอนมาประยุกต์ในการวิเคราะห์ทางเคมี โดยใช้เป็นตัวดูดซับ เช่น Microtrap [26, 27] Solid phase micro extraction (SPME) [28-30] และ Micro-Solid Phase Extraction (μ -SPE) [31-33] นอกจากนี้มีการนำท่อนาโนคาร์บอนมาใช้ร่วมกับตัวตรวจวัดทางชีวภาพ (biosensor) อีกด้วย [34-36]

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ตั้งแต่มีการค้นพบนาโนคาร์บอนในปี 1990 โดย Iijima จึงได้มีการศึกษาสมบัติของท่อนาโนคาร์บอนกันอย่างแพร่หลาย เทคนิคในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนนิยมใช้อยู่ด้วยกัน 3 แบบ คือ การยิงด้วยอิเล็กตรอน การยิงด้วยเลเซอร์ และการตกตะกอนไอสารเคมี (CVD) ซึ่งการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่นิยมใช้เพื่อการศึกษาและวิจัย คือ เทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมี ซึ่ง Keita Kobayashi และคณะ [37] ได้ใช้วิธีการนี้สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียว ลงบนเหล็กและโคบอลต์ที่อยู่ในช่องเล็กขนาดนาโนเมตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และมีเอทานอลเป็นแหล่งของคาร์บอน โดยสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700-900 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที่ นาน 30 นาที พบว่า อุณหภูมิจะมีผลต่อขนาดความสมบูรณ์ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ จากการสังเคราะห์เมื่อใช้อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส จะได้ท่อนาโนคาร์บอนที่มีขนาดท่อเล็กที่สุด

Chao Liu และคณะ [38] ได้ศึกษาการใช้เหล็กเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยฉาบไว้บนแผ่นฟิล์มซิลิกอนที่อยู่บนไททานเนียม แล้วสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมี ใช้แก๊สอะเซทิลีนเป็นแหล่งของคาร์บอน ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที่ นาน 20 นาที ได้ท่อนาโนคาร์บอนในลักษณะตั้งฉากกับพื้นผิวของแผ่นรองรับท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นมีความหนาแน่นสูง มีขนาดท่อที่เล็ก

Randall L Vander Wal และ Lee J Hall [39] ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีลงบนผิวของแท่งสแตนเลสสตีลเกรด 304 โดยการทำให้ผิวของแท่งสแตนเลสสตีลเกิดเป็นออกไซด์ด้วยเลเซอร์ แล้วทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แก๊สอะเซทิลีนและคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 25 นาที

พบว่า ขนาดและปริมาณท่อานาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์จะขึ้นอยู่กับขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นบนผิวของแท่งสแตนเลสสตีลที่ถูกกระตุ้น โดยถ้าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวมีขนาดเล็ก จะทำให้เกิดท่อานาโนคาร์บอนที่มีขนาดเล็กและได้ปริมาณมาก

Renu Sharma และ Zafar Iqbal [40] ได้ศึกษาการเตรียมท่อานาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีที่อุณหภูมิต่างๆ ใช้นิกเกิล โคบอลต์ และ โมลิบดีนัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยวางลงบนแผ่นตะแกรง (grid) ที่ใช้วางตัวอย่างในการตรวจสอบด้วยด้วยเทคนิค TEM แล้วใช้อะเซทิลีนเป็นแหล่งของคาร์บอนในการสังเคราะห์ จากการศึกษพบว่าที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส จะสามารถสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นได้ แต่ถ้าใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 700 องศาเซลเซียส ขึ้นไปท่อานาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์จะเป็นชนิดผนังชั้นเดียว

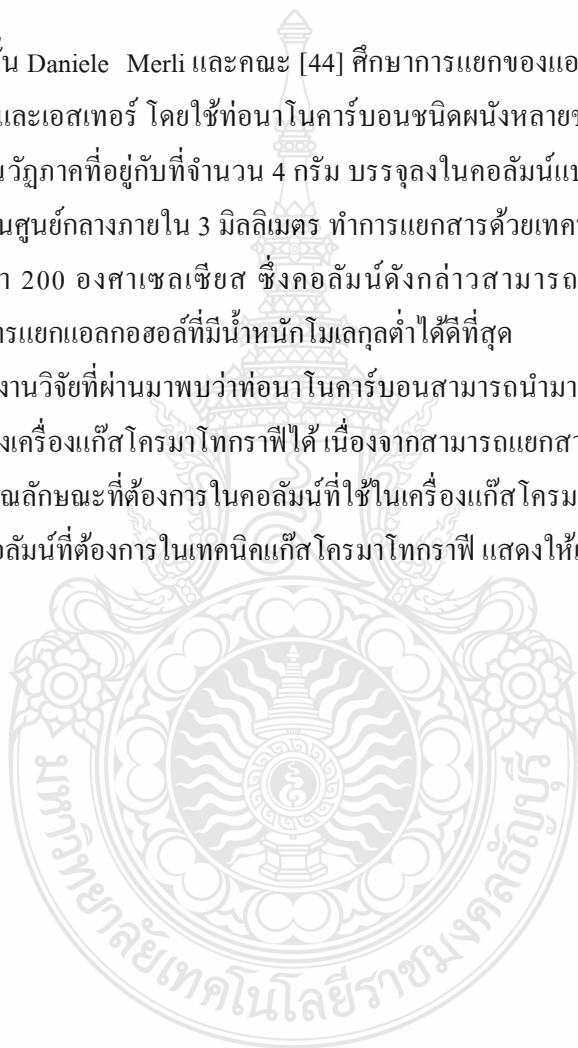
เนื่องจากท่อานาโนคาร์บอนมีสมบัติที่ดีในหลายด้าน เช่น สมบัติทางเชิงกล สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางเคมี จึงมีการนำท่อานาโนคาร์บอนไปประยุกต์ใช้ในงานหลายประเภท โดยสมบัติของท่อานาโนคาร์บอนที่น่าสนใจคือ เป็นตัวดูดซับที่ดีและสามารถทนต่ออุณหภูมิสูงได้ จึงมีการนำมาใช้บรรจุเป็นวัสดุภาควัดอยู่กับที่ในคอลัมน์ของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีที่เรียกว่า คอลัมน์ชนิดแพ็ค (pack column) โดย Quanlong Li และ Dongxing Yuan [41] ได้เลือกใช้ท่อานาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นเป็นวัสดุภาควัดอยู่กับที่ในคอลัมน์ชนิดแพ็ค เพื่อทำการเปรียบเทียบกับเมื่อใช้ Carboxen B และถ่านกัมมันต์เป็นวัสดุภาควัดอยู่กับที่ โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอน 1.5 กรัม บรรจุลงไปในคอลัมน์แบบแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3 มิลลิเมตร ยาว 30 เซนติเมตร เมื่อศึกษาประสิทธิภาพของการแยกสารอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน สารไฮโดรคาร์บอน แอลกอฮอล์ คีโตน เอสเทอร์และอีเทอร์ พบว่า คอลัมน์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นวัสดุภาควัดอยู่กับที่จะสามารถแยกสารดังกล่าวได้ พิกของสารมีความสมมาตรแต่มีประสิทธิภาพในการแยกต่ำ ซึ่งคอลัมน์ชนิดนี้เหมาะสำหรับการแยกสารที่มีจุดเดือดต่ำ

ต่อมา Andrea Speltini และคณะ [42] ได้มีการนำท่อานาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นมาทำการสังเคราะห์ให้มีหมู่ฟังก์ชันชนิดต่างๆ อยู่ที่ผิวของท่อ แล้วนำไปใช้เป็นวัสดุภาควัดอยู่กับที่ในคอลัมน์ชนิดแพ็ค โดยการบรรจุท่อานาโนคาร์บอนดังกล่าว จำนวน 2 กรัม ลงในคอลัมน์แบบแก้วที่ยาว 50 เซนติเมตร และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3 มิลลิเมตร ในการหาประสิทธิภาพการแยกโดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีพบว่า คอลัมน์ดังกล่าวสามารถแยกอัลเคนทั้งแบบที่เป็น โซ่ตรงและแบบกิ่งได้ นอกจากนี้ยังสามารถแยกสารอินทรีย์ระเหย (เบนซีน โทลูอิน และไซลีน) ได้ แต่มีข้อควรระวังในการใช้คอลัมน์ดังกล่าวที่อุณหภูมิสูงเนื่องจากจะมีผลต่อหมู่ฟังก์ชันที่ผิวของท่อานาโนคาร์บอนซึ่งอาจสลายตัวหรือเกิดเปลี่ยนเป็นสารใหม่ได้

Afsaneh Safavi และคณะ [43] ได้ศึกษาการใช้ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวเพื่อเป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ในคอลัมน์ชนิดแพ็ค โดยบรรจุอยู่ในคอลัมน์ที่เป็นท่อสแตนเลสสตีลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ยาว 20 เซนติเมตร ทำการหาประสิทธิภาพในการแยกแก๊สที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก คือ อาร์กอน คาร์บอนไดออกไซด์ และไฮโดรเจน พบว่าการใช้วัสดุภาคที่อยู่กับที่เป็นท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวมีความเหมาะสมในการแยกแก๊สดังกล่าวมากกว่าเมื่อใช้ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น โดยสังเกตได้พีคของสารที่มีความสมมาตรและประสิทธิภาพในการแยกที่ดีกว่า

หลังจากนั้น Daniele Merli และคณะ [44] ศึกษาการแยกของแอลกอฮอล์ที่มีคาร์บอนอยู่ในโมเลกุลตั้งแต่ 1-5 และเอสเทอร์ โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นที่มีหมู่ฟังก์ชันชนิดต่างๆ อยู่ที่ผิวของท่อเป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่จำนวน 4 กรัม บรรจุลงในคอลัมน์แบบแก้วที่ยาว 90 เซนติเมตร และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 3 มิลลิเมตร ทำการแยกสารด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟีโดยใช้อุณหภูมิต่ำกว่า 200 องศาเซลเซียส ซึ่งคอลัมน์ดังกล่าวสามารถแยกสารชนิดต่างๆ ได้ มีความสามารถในการแยกแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำได้ดีที่สุด

จากข้อมูลงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าท่อนาโนคาร์บอนสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่ในคอลัมน์ของเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟีได้ เนื่องจากสามารถแยกสารได้หลายชนิด มีความจุในการแยกดี ซึ่งเป็นคุณลักษณะที่ต้องการในคอลัมน์ที่ใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี สมบัติของท่อนาโนคาร์บอนและคอลัมน์ที่ต้องการในเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี แสดงให้เห็นในตาราง ที่ 2.1



สมบัติที่ต้องการของคอลัมน์ GC	สมบัติของท่อนาโนคาร์บอน
1. มีค่าการแยก (resolution) ที่ดี	1. เป็นวัสดุที่ดูดซับ (absorb) และคายซับ (desorb) ที่ดี
2. มีค่าความจุในการแยก (capacity) และความเฉพาเจาะจงสูง	2. มีพื้นที่ผิวมาก และมีพื้นที่ผิวที่มีความเหมาะสมในการดูดซับ
3. มีจำนวน theoretical plates (N) สูง	3. มีความเสถียรเมื่ออยู่ในอุณหภูมิสูง
4. มีค่า plate height (H) ต่ำ	4. ทนทานต่อแรงกล สารเคมี
5. มีความทนทานต่อความร้อน ไม่เกิดการสลายตัวได้ง่าย	
6. เป็นวัสดุที่เอื้อต่อปฏิกิริยา	

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบสมบัติของคอลัมน์แก๊สโครมาโทกราฟีกับท่อนาโนคาร์บอน

เมื่อใช้คอลัมน์แบบแพ็คเกจที่มีการบรรจุท่อนาโนคาร์บอนไว้เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่จะมีประสิทธิภาพในการแยกสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำหรือสารที่มีจุดเดือดไม่สูง ซึ่งเมื่อใช้สารที่มีน้ำหนักโมเลกุลหรือจุดเดือดสูงจะเกิดการแยกที่ไม่ดี เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนบรรจุอยู่ในคอลัมน์แบบชิดกัน สารที่มีโมเลกุลใหญ่เกิดการแพร่กระจายอยู่ในท่อนาโนคาร์บอนเนื่องจากเคลื่อนที่ผ่านช่องว่างในคอลัมน์ได้ยาก ประสิทธิภาพในการแยกลดลง และเมื่อคอลัมน์ถูกใช้ไประยะหนึ่งท่อนาโนคาร์บอนที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์จะมีการอัดตัวกันแน่น ทำให้สารเคลื่อนที่ได้ยากขึ้นซึ่งมีผลต่อประสิทธิภาพการแยก

ดังนั้น จุฑารัตน์ ศรีศราร และ Somenath Mitra [45] จึงได้นำเสนอเทคนิคที่สามารถใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัฏภาคที่อยู่กับที่ได้โดยไม่เกิดปัญหาดังกล่าวเป็นครั้งแรก ซึ่งเป็นการพัฒนาแคปิลลารีคอลัมน์ให้มีการใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัฏภาคที่อยู่กับที่ โดยการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีที่เรียกว่า การประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน (Self-Assembly carbon nanotube) ซึ่งเป็นการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกสะสมไอสารเคมี แต่ไม่จำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากอาศัยการปรับสภาพพื้นที่ผิวภายในท่อโลหะที่มีองค์ประกอบเป็นหลัก โคบอลต์ หรือนิกเกิล ซึ่งสามารถกระตุ้นให้เกิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ได้ แล้วใช้สารที่เป็นแหล่งของคาร์บอนสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนลงบนผิวด้านในของท่อโลหะดังกล่าว ได้เป็นคอลัมน์ที่เรียกว่า แคปิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (Nanocapillary column) ซึ่งคอลัมน์ดังกล่าวไม่มีปัญหาเรื่องประสิทธิภาพในการแยกสารและการอัดตัวของท่อนาโนคาร์บอนภายในคอลัมน์ ในการศึกษาได้ทำการเตรียมแคปิล

ลารีคอลลัมน์ชนิดนาโน โดยการปรับพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลด้วยอากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที แล้วสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีโดยใช้แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์และเอทีลินที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1-3 ชั่วโมง จากนั้นกำจัดเขม่าของคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ออกด้วยการใช้อากาศที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที แคปฟิลลารีคอลลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมขึ้นมีประสิทธิภาพที่ดีในการแยกสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ

จากนั้น Mahesh Karwa และคณะ [46] ได้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอนในท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.27 มิลลิเมตร ยาว 60 เซนติเมตร ซึ่งทำการปรับพื้นที่ผิวด้วยอากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500-700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 65 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 45 นาที แล้วสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีโดยใช้แก๊สเอทีลินที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 5-20 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ภายในเวลา 1-60 นาที จากนั้นกำจัดเขม่าของคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ออกด้วยการใช้อากาศที่อัตราการไหล 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที พบว่าท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นชนิดที่มีผนังหลายชั้น โดยเมื่อใช้สภาวะที่แตกต่างกันในการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลและการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน จะทำให้มีลักษณะการเกิดและปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนที่ต่างกัน โดยปัจจัยสำคัญคือ อุณหภูมิ อัตราการไหล ชนิดของแก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอน และเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ จากการศึกษาสภาวะในการเตรียมพื้นที่ผิวจะมีอุณหภูมิเป็นปัจจัยสำคัญซึ่งอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม และการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนเมื่อใช้เวลานานและอัตราการไหลของแก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอนที่สูง จึงจะได้ท่อนาโนคาร์บอนที่ยาวและมีปริมาณท่อหนาแน่น

ต่อมา Chaudhery Mustansar Hussain และคณะ [47] ได้ศึกษาการเตรียมแคปฟิลลารีคอลลัมน์เพื่อใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี จากวิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอนในท่อสแตนเลสสตีลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตรยาว 1-2 เมตร ซึ่งทำการปรับพื้นที่ผิวด้วยอากาศที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที แล้วสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีโดยใช้แก๊สเอทีลินที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที ภายในเวลา 15-60 นาที จากนั้นกำจัดเขม่าของคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ออกด้วยการใช้อากาศที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นมีลักษณะนอนราบ ไม่ตั้งตรงเหมือนเมื่อสังเคราะห์โดยใช้เอที

ดินเป็นแหล่งของคาร์บอน และแคปพิลลารีคอลัมน์ที่เตรียมได้จะมีประสิทธิภาพในการแยกสารมีขั้วที่มีน้ำหนักโมเลกุลมากได้

งานวิจัยครั้งนี้จึงทำการศึกษาวิธีที่เหมาะสมในการเตรียมแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนเพื่อใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีโดยใช้วิธีประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน จากข้อมูลที่ได้ศึกษามาจึงเลือกใช้สภาวะในการเตรียมพื้นที่ผิวที่อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 45 และ 65 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 45 นาที แล้วจึงเลือกสภาวะที่ใช้สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอสารเคมีโดยใช้แก๊สหุงต้มที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 15, 35 และ 50 มิลลิลิตรต่อนาที ภายในเวลา 60 และ 120 นาที จากนั้นจึงกำจัดเขม่าของคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ออกด้วยการใช้อากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

- 3.1.1.1 เบนซีน (Benzene ; AR grade) ยี่ห้อ Merck
- 3.1.1.2 โทลูอิน (Toluene ; AR grade) ยี่ห้อ Merck
- 3.1.1.3 ไซลีน (Xylene ; AR grade) ยี่ห้อ Merck
- 3.1.1.4 เมทานอล (Methanol ; AR grade) ยี่ห้อ Merck
- 3.1.1.5 เอทานอล (Ethanol ; AR grade) ยี่ห้อ Merck
- 3.1.1.6 โพรพานอล (Propanol ; AR grade) ยี่ห้อ Merck
- 3.1.1.7 บิวทานอล (Butanol ; AR grade) ยี่ห้อ Merck

3.1.2 แก๊ส

- 3.1.2.1 อากาศ (Air ; Zero grade) ยี่ห้อ Labgaz
- 3.1.2.2 แก๊สไฮโดรเจน (H_2 ; HP grade) ยี่ห้อ Labgaz
- 3.1.2.3 แก๊สไนโตรเจน (N_2 ; HP grade) ยี่ห้อ Labgaz
- 3.1.2.4 แก๊สหุงต้ม (LPG ; Commercial grade) ยี่ห้อ ปตท.
- 3.1.2.5 แก๊สมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ยี่ห้อ Restek

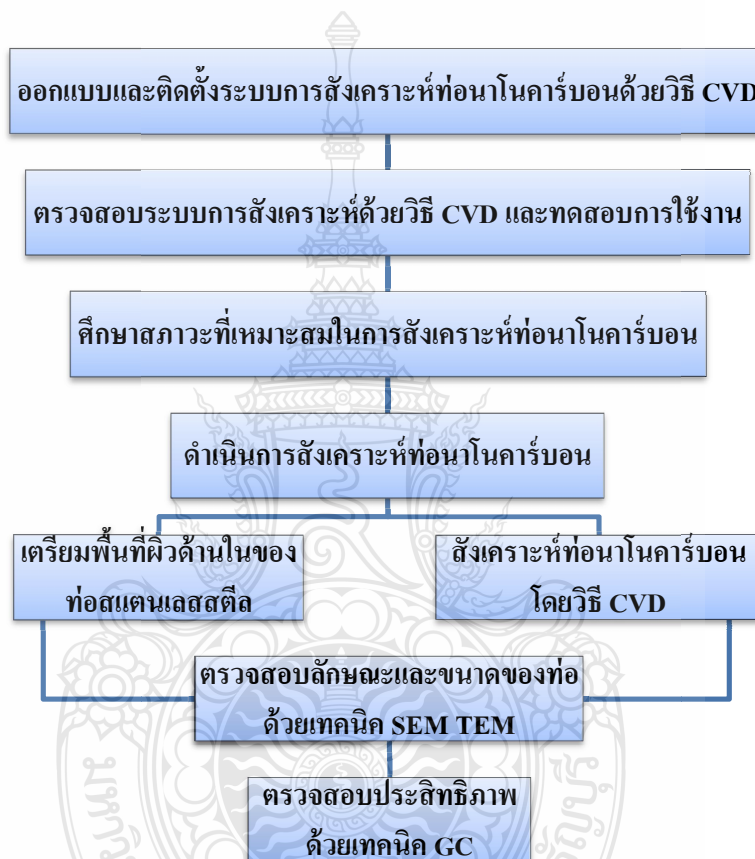
3.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.1.3.1 ท่อสแตนเลสสตีล (stainless steel) เบอร์ 316 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 และ 0.21 มิลลิเมตร ยี่ห้อ Restek
- 3.1.3.2 ท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 และ 0.21 มิลลิเมตร ยี่ห้อ Restek
- 3.1.3.3 เตาให้ความร้อนพร้อมท่อควอตซ์และเครื่องควบคุมอุณหภูมิ 1 ชุด
- 3.1.3.4 ข้อต่อ วาล์ว (valve) และท่อทองแดงขนาด 1/8 นิ้ว ยี่ห้อ Swagelok
- 3.1.3.5 อุปกรณ์ควบคุมแรงดันของแก๊ส (regulator) ยี่ห้อ Harris
- 3.1.3.6 อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของแก๊ส (flow meter) รุ่น MD1 ยี่ห้อ Aalborg
- 3.1.3.7 เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบดิจิทัล (digital flow meter) รุ่น Proflow 6000 ยี่ห้อ Restek

3.1.3.9 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography ; GC) รุ่น 3400CX Star ยี่ห้อ Varian

3.2 วิธีการทดลอง

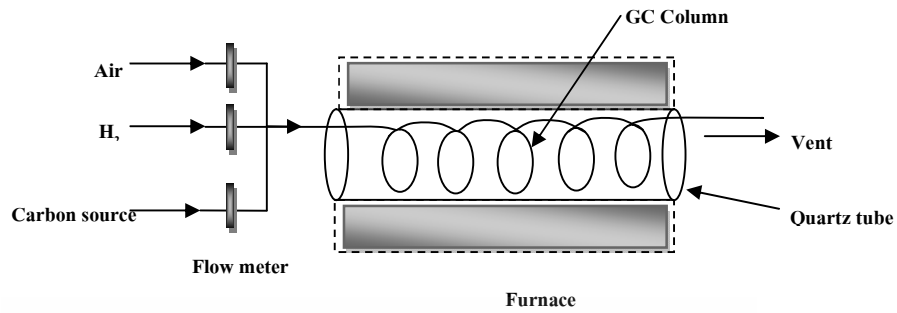
ในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้ มีขั้นตอนและรูปแบบในการดำเนินงานวิจัย ตามรายละเอียดดังแผนผังด้านล่าง



ภาพที่ 3.1 แผนผังการดำเนินงาน

3.2.1. การออกแบบระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเอง

ออกแบบและติดตั้งระบบการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี(CVD) โดยการศึกษาจากผังระบบการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมีของงานวิจัยที่ผ่านมา ดังรูปที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 ระบบการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี [45]

3.2.2 การติดตั้งระบบการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี

ในการติดตั้งระบบการสังเคราะห์ด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี ใช้ท่อทองแดงขนาด 1/8 นิ้ว ต่อออกจากชุดควบคุมแรงดันที่ติดตั้งอยู่ที่ถังแก๊ส มาเข้ากับวาล์วลดแรงดันของแก๊ส จากนั้นนำสายทองแดงที่ต่อออกจากวาล์วลดแรงดัน ต่อเข้ากับอุปกรณ์วัดอัตราการไหลของแก๊ส แล้วจึงต่อเข้ากับวาล์วปิด-เปิดแก๊สแบบ 3 ทาง ท่อทองแดงที่ต่อออกมาจากวาล์วปิด-เปิด จะต่อเข้ากับข้อต่อลดขนาด 1/8 นิ้ว เป็น 1/16 นิ้ว

3.2.3 การทดสอบการทำงานของระบบ

ในการทดสอบการทำงานของระบบที่ติดตั้ง ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ และอัตราการไหลของแก๊ส โดยเริ่มจากต่อท่อสแตนเลสสตีลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 และ 0.21 มิลลิเมตร ตามลำดับ เข้ากับข้อต่อลด เปิดอากาศแล้วปรับที่วาล์วลดแรงดันให้สามารถอ่านค่าที่อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของอากาศได้ 30, 45 และ 65 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ ตั้งอุณหภูมิที่ตัวควบคุมอุณหภูมิของเตาให้มีความร้อน 300, 500 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จากนั้นหมุนวาล์วปิด-เปิดมาทางแก๊สไฮโดรเจน ปรับที่วาล์วลดแรงดันให้สามารถอ่านค่าที่อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของไฮโดรเจนได้ 45 และ 65 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ จากนั้นหมุนวาล์วมายังแก๊สหุงต้ม ปรับที่วาล์วลดแรงดันให้สามารถอ่านค่าที่อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของแก๊สหุงต้มได้ 15, 35 และ 50 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ

3.2.4 การศึกษาชนิดของสารตั้งต้นและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเอง

ในการศึกษาชนิดของสารตั้งต้นและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นบนผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีลชนิดต่างๆ สรุปได้ ดังนี้

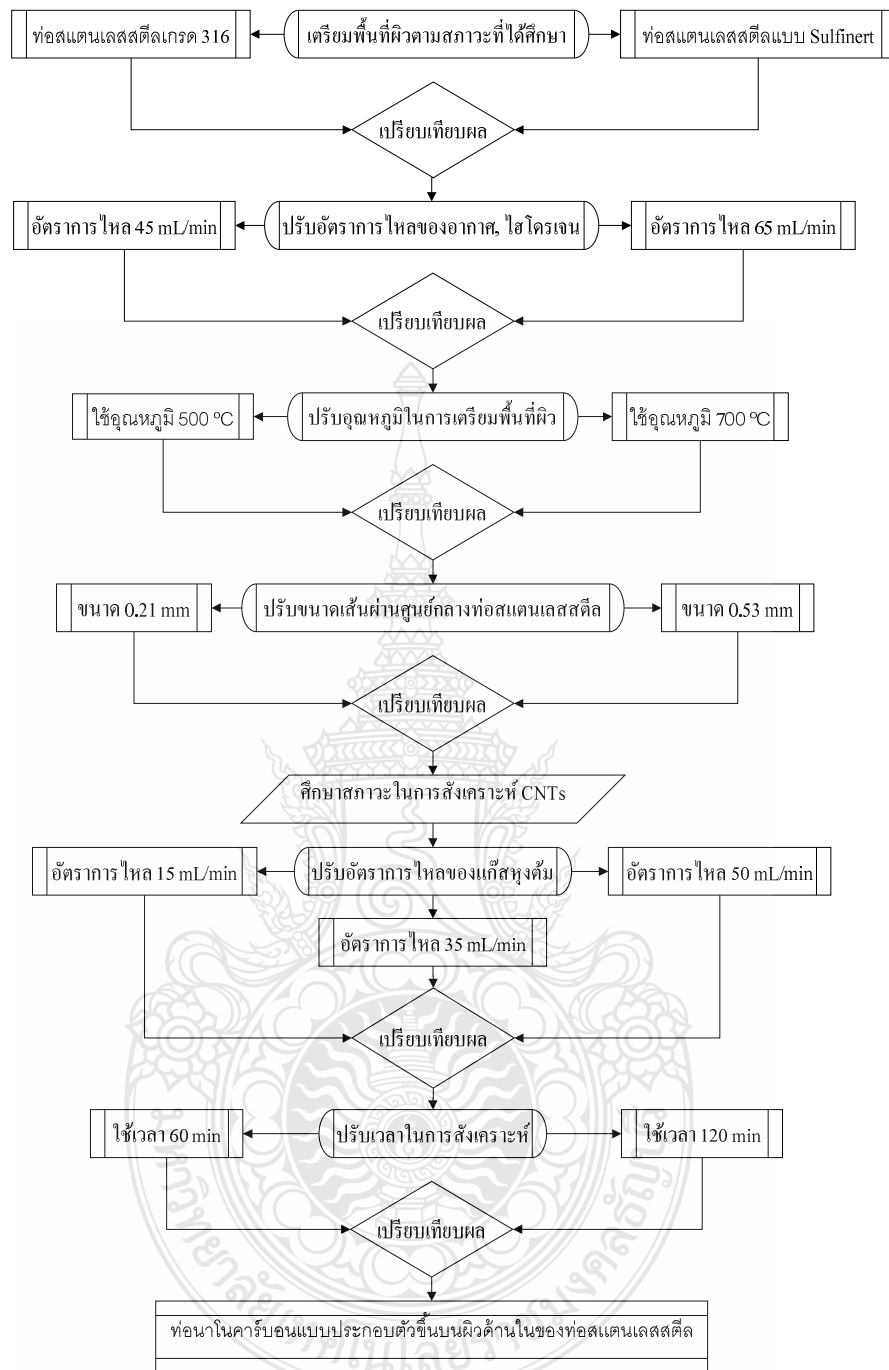
3.2.4.1 ศึกษาชนิดและขนาดของท่อสแตนเลสสตีลที่เหมาะสมในการเตรียมพื้นที่ผิวจากสภาวะที่มีการวิจัยไว้ก่อนหน้านี้ [45-47] โดยทำการเปรียบเทียบผลการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลส สตีลเกรด 316 และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert และดำเนินการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 และ 0.53 มิลลิเมตร

3.2.4.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี โดยแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ

ขั้นตอนที่ 1 หาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพื้นที่ผิวภายในของท่อสแตนเลสสตีลจากการศึกษาจากสภาวะที่มีการวิจัยไว้ก่อนหน้านี้ [45-47] โดยทำการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการเตรียมพื้นที่ผิว เมื่อใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจนที่ 45 และ 65 มิลลิตรต่อนาที และดำเนินการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการเตรียมพื้นที่ผิว เมื่อใช้อุณหภูมิในการเตรียมพื้นที่ผิว 500 และ 700 องศาเซลเซียส

ขั้นตอนที่ 2 หาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี โดยการศึกษาจากสภาวะที่มีการวิจัยไว้ก่อนหน้านี้ [45-47] โดยทำการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 15, 35 และ 50 มิลลิตรต่อนาทีและดำเนินการเปรียบเทียบผลที่ได้จากการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ 60 และ 120 นาที

จากขั้นตอนในการศึกษาชนิดของสารตั้งต้นและสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นบนผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีลชนิดต่างๆ สามารถแสดงเป็นแผนภาพได้ดังนี้



ภาพที่ 3.4 แผนผังการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นบนผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล

3.2.5 การศึกษาประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่สังเคราะห์ได้

ในการศึกษาประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่สังเคราะห์ได้ มีขั้นตอนการดำเนินงานดังนี้

3.2.5.1 ศึกษาขนาด การจัดเรียงตัวของท่อนาโนคาร์บอนที่อยู่ภายในแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน โดยการตัดคอลัมน์ตามแนวขวางแล้วนำไปตรวจสอบท่อนาโนคาร์บอนที่อยู่บนพื้นที่ผิวของคอลัมน์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy , SEM) และทำการแยกท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ออกมาเพื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy ; TEM)

3.2.5.2 ติดตั้งแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมได้ลงในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีเพื่อทดสอบประสิทธิภาพในการแยกสารชนิดต่างๆ ด้วยสภาวะที่เหมาะสม โดยทำการศึกษาจาก

3.2.5.1 Baseline stability จากโคมาโทแกรม

3.2.5.2 Resolution โดยคำนวณได้จากสูตร

$$R_s = \frac{2[(t_R)_B - (t_R)_A]}{W_A + W_B} \quad \text{หรือ} \quad R_s = \frac{1.18[(t_R)_B - (t_R)_A]}{(W_{\frac{1}{2}})_A + (W_{\frac{1}{2}})_B}$$

เมื่อ $(t_R)_A$ คือ เวลาที่ใช้ในการแยกของสารตัวที่ 1

$(t_R)_B$ คือ เวลาที่ใช้ในการแยกของสารตัวที่ 2

W_A คือ ความกว้างที่ฐานพีกของสารตัวที่ 1

W_B คือ ความกว้างที่ฐานพีกของสารตัวที่ 2

$(W_{\frac{1}{2}})_A$ คือ ความกว้างพีกของ 1 ที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

$(W_{\frac{1}{2}})_B$ คือ ความกว้างพีกของ 2 ที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

3.2.5.3 The number of theoretical plates (N) ซึ่งคำนวณได้จากสูตร

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W}\right)^2 \quad \text{หรือ} \quad N = 5.54 \left(\frac{t_R}{W_{\frac{1}{2}}}\right)^2$$

เมื่อ t_R คือ เวลาที่ใช้การแยกของสารที่สนใจ

W คือ ความกว้างที่ฐานพีกของสารที่สนใจ

$W_{\frac{1}{2}}$ คือ ความกว้างพีกของสารที่สนใจที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

3.2.5.4 Height equivalent to a theoretical plate หรือ plate height (H) คำนวณจาก

$$N = \frac{L}{H}$$

เมื่อ L คือ ความยาวของวัฏภาคที่อยู่กับที่ที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์

3.2.5.5 Van deemter โดยหาได้จากการสร้างกราฟระหว่างค่า H ในแกนตั้ง กับค่า linear velocity (u) ซึ่งค่า u สามารถหาได้จาก

$$u = \frac{L}{t_M}$$



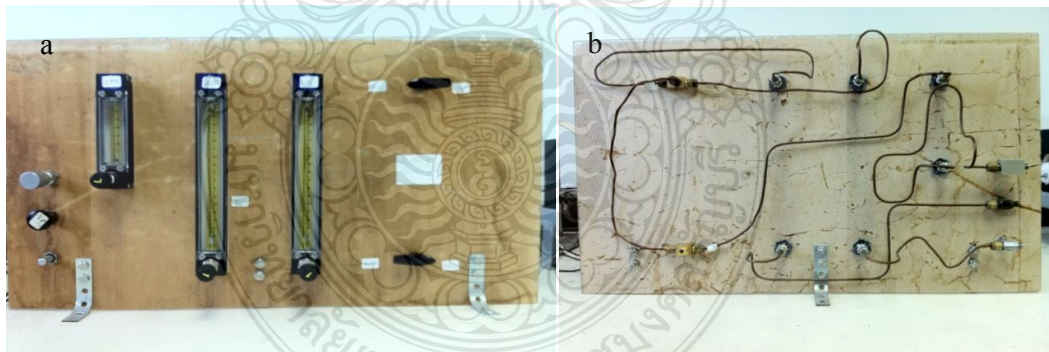
บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ผลการสร้างและออกแบบระบบสังเคราะห์ที่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเอง

ในการสังเคราะห์ที่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี จะประกอบไปด้วยขั้นตอนที่สำคัญ 2 ขั้นตอน คือ (1) การเตรียมพื้นที่ผิวโดยการปรับปรุงพื้นที่ผิวด้วยอากาศและไฮโดรเจนเพื่อให้เกิดผลึกนาโนซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการเกิดที่อนาโนคาร์บอนให้อยู่บนพื้นผิวภายในท่อสแตนเลสสตีล แล้ว (2) สังเคราะห์ที่อนาโนคาร์บอนบนผลึกนาโนดังกล่าวด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี โดยใช้แก๊สที่เป็นแหล่งของคาร์บอน ดังนั้นจึงดำเนินการจัดสร้างระบบสังเคราะห์ที่สามารถควบคุมความดันแก๊ส อัตราการไหล และทิศทางการไหลของแก๊สได้ โดยออกแบบระบบดังกล่าวให้มีความเหมาะสมและสะดวกในการใช้งาน ทำการติดตั้งชุดควบคุมห้ออัตราการไหลไว้ตามทางเดินของแก๊สที่ใช้ในการเตรียมพื้นที่ผิวทั้ง 2 ชนิด คือ อากาศ ไฮโดรเจน และแก๊สที่ใช้สังเคราะห์ที่อนาโนคาร์บอน คือ แก๊สหุงต้ม เพื่อสามารถปรับอัตราการไหลของแก๊สได้อย่างถูกต้อง ส่วนในการควบคุมทางเดินของแก๊สได้ทำการติดตั้งวาล์วปิด-เปิด แบบ 3 ทาง เพื่อใช้ในการปรับเปลี่ยนทางเดินของแก๊ส และใช้ในการการปิด-เปิดแก๊สที่จะเข้าสู่ท่อสแตนเลสสตีลได้

ชุดควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของแก๊ส ดังแสดงในภาพที่ 4.1



ภาพที่ 4.1 ชุดควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของแก๊สด้านหน้า (a) และด้านหลัง (b)

จากนั้นนำชุดควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของแก๊สที่ติดตั้งเข้ากับเตาให้ความร้อนและเตาให้ความร้อน ดังภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.2 ชุดควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของแก๊สที่ติดตั้งเข้ากับเตาให้ความร้อน (a) และระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมีที่ติดตั้งเสร็จแล้ว (b)

เมื่อทดสอบระบบสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมีที่ติดตั้ง พบว่า สามารถติดตั้งท่อสแตนเลสสตีลทั้ง 2 ชนิด คือท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert ได้ สามารถติดตั้งท่อสแตนเลสสตีลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.21 และ 0.53 มิลลิเมตร ได้ ตรวจสอบวาล์ว ข้อต่อและท่อบริเวณต่างๆ ไม่พบการรั่วของแก๊ส

เมื่อตรวจสอบการจ่ายแก๊ส พบว่า สามารถควบคุมแก๊สทั้ง 3 ชนิด คือ อากาศ ไฮโดรเจน และแก๊สหุงต้มให้ไหลเข้าไปในท่อสแตนเลสสตีลได้ตามความต้องการ สามารถเพิ่มและลดอัตราการไหลของแก๊สทั้ง 3 ชนิด ได้ แต่อัตราการไหลของแก๊สทั้ง 3 ชนิด เมื่อวัดด้วยเครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบดิจิตอลจะได้ค่าไม่เท่ากับที่อ่านได้จากอุปกรณ์วัดอัตราการไหลของแก๊ส ดังนั้นในการสังเคราะห์ จึงทำการวัดอัตราการไหลของแก๊สทั้ง 3 ชนิด โดยใช้เครื่องวัดอัตราการไหลของแก๊สแบบดิจิตอล

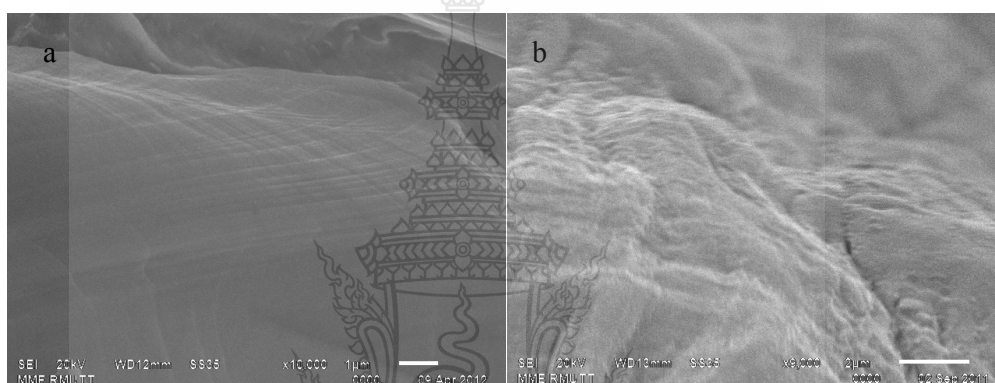
ส่วนการควบคุมอุณหภูมิของเตาให้ความร้อน ค่าอุณหภูมิที่วัดได้และค่าอุณหภูมิที่อ่านได้จากตัวควบคุมอุณหภูมิของเตามีค่าผิดพลาดน้อยมาก โดยค่าอุณหภูมิที่วัดได้มีความผิดพลาด ± 1 องศาเซลเซียส จึงสามารถใช้ตัวเป็นควบคุมอุณหภูมิในการสังเคราะห์ได้

4.2 ผลการศึกษาชนิดของสารตั้งต้นและสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่ออนุโ คาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเอง

4.2.1 ผลการศึกษาสถานะในการเตรียมพื้นที่ผิวและชนิดของท่อสแตนเลสสตีลที่เหมาะสม

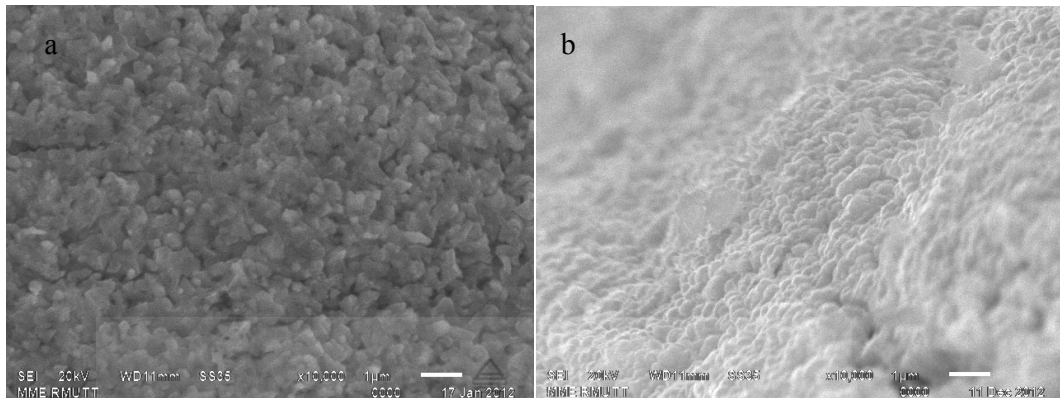
4.2.1.1 ผลการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 และท่อสแตนเลสสตีล
แบบ Sulfinert

จากการตรวจสอบสภาพพื้นที่ผิวภายในของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 และท่อสแตนเลส
สตีลแบบ Sulfinert ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตร ก่อนทำการเตรียมพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค
จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ได้ผลดังภาพที่ 4.3



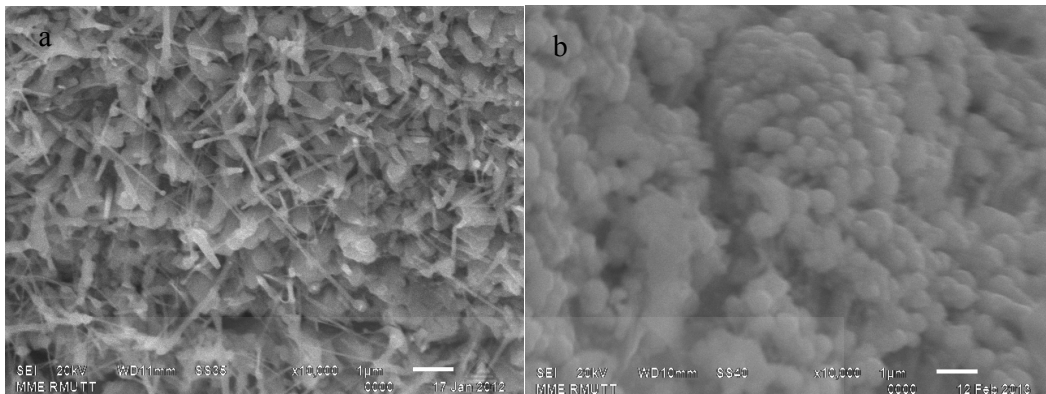
ภาพที่ 4.3 พื้นที่ผิวภายในท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 (a) และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert (b)
ก่อนทำการเตรียมพื้นที่ผิว

พื้นที่ผิวภายในของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 (ภาพที่ 4.3a) จะมีลักษณะที่เรียบมากกว่า
พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert (ภาพที่ 4.3b) ที่ได้มีการเคลือบพื้นที่ผิวของท่อด้วย
สารประกอบของกำมะถัน โดยที่พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสทั้ง 2 ชนิด ยังไม่มีผลึกนาโนเกิดขึ้น ซึ่งจาก
การศึกษาลักษณะการเตรียมพื้นที่ผิวจากงานวิจัยที่ผ่านมา [45-47] จึงเลือกทำการเตรียมพื้นที่ผิวของ
ท่อสแตนเลสสตีลทั้ง 2 ชนิด โดยใช้อากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการ
ไหลของแก๊สทั้ง 2 ชนิด คือ 45 มิลลิตรต่ออนาที และใช้เวลา 45 นาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อ
ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.4



ภาพที่ 4.4 พื้นที่ผิวภายในท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 (a) และท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert (b) หลังทำการเตรียมพื้นที่ผิว

ในภาพที่ 4.4a พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 จะสังเกตเห็นผลึกนาโนเกิดขึ้นอย่างชัดเจน เนื่องจากที่พื้นผิวของท่อมีโลหะชนิดต่างๆ อยู่เป็นจำนวนมาก เมื่อถูกกระตุ้นด้วยออกซิเจนในอากาศจึงเกิดผลึกนาโนซึ่งเป็นออกไซด์ของโลหะได้ง่าย ส่วนพื้นที่ผิวภายในของท่อสแตนเลสสตีลแบบ Sulfinert ซึ่งถูกปกคลุมด้วยสารประกอบของกำมะถันไว้เมื่อถูกกระตุ้นด้วยออกซิเจนจะเกิดออกไซด์ของโลหะได้ยาก จึงเห็นพื้นที่ผิวของท่อมีลักษณะเป็นตุ่มแบนราบเกิดขึ้นกระจายอยู่บนผิวของท่อ (ภาพที่ 4.4b) ในการตรวจสอบผลในการเตรียมพื้นผิวของท่อสแตนเลสสตีลทั้ง 2 ชนิด ทำได้โดยนำไปสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี ใช้แก๊สหุงต้มเป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 15 มิลลิเมตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสทั้ง 2 ชนิด เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ผลดังภาพที่ 4.5

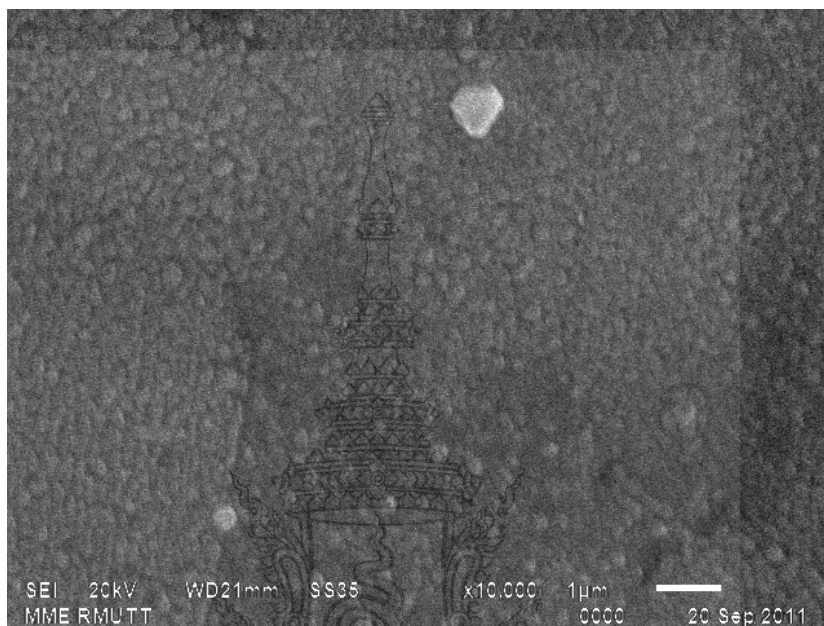


ภาพที่ 4.5 พื้นผิวด้านในท่อสแตนเลสตีลเกรด 316 (a) และท่อสแตนเลสตีลแบบ Sulfinert (b) หลังจากสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี

จากภาพที่ 4.5a จะเห็นท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นจำนวนมากที่พื้นผิวของท่อสแตนเลสตีลเกรด 316 แต่ไม่พบท่อนาโนคาร์บอนบนพื้นผิวของท่อสแตนเลสตีลแบบ Sulfinert (ภาพที่ 4.5b) เนื่องจากผลึกนาโนซึ่งออกไซด์ของโลหะจะทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน พื้นผิวของท่อสแตนเลสตีลเกรด 316 ที่มีผลึกนาโนที่สมบูรณ์กว่า จะสามารถเกิดท่อนาโนคาร์บอนขึ้นได้ แต่พื้นผิวของท่อสแตนเลสตีลแบบ Sulfinert ที่มีออกไซด์ของโลหะเกิดขึ้นเล็กน้อย จะไม่มีท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้น โดยผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของจุฑารัตน์ ศรีดารา และ Somenath Mitra [45] และ Chaudhery Mustansar Hussain และคณะ [47] ดังนั้นจึงสรุปว่าท่อสแตนเลสตีลแบบ Sulfinert จึงไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้เตรียมพื้นผิว

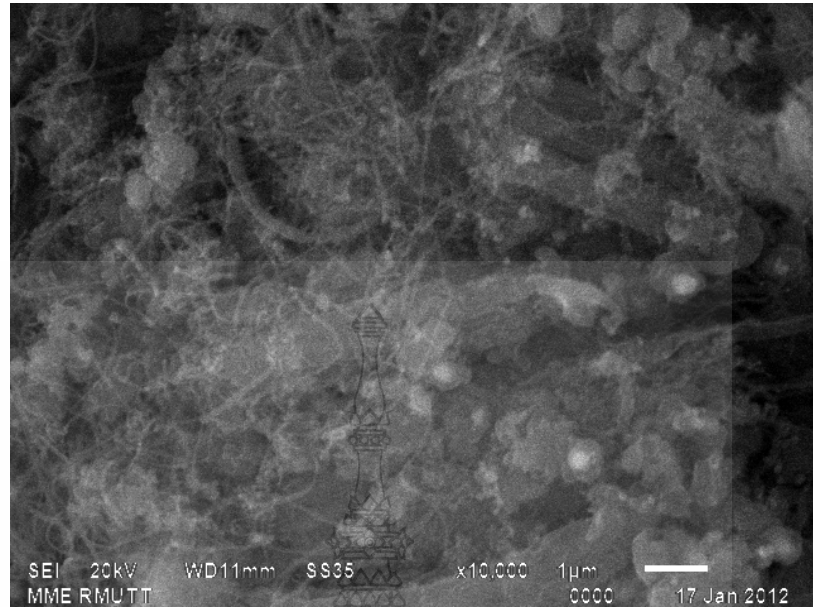
4.2.1.2 ผลการเตรียมพื้นผิวเมื่อใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจนที่ 45 และ 65 มิลลิลิตรต่อนาที

การเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตร โดยอากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการไหลของแก๊สทั้ง 2 ชนิด 65 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 45 นาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.6



ภาพที่ 4.6 พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจน 65 มิลลิลิตรต่อนาที

จากภาพที่ 4.6 เมื่อเตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจน 65 มิลลิลิตรต่อนาทีจะเกิดผลึกนาโนที่มีขนาดเล็กกว่า เมื่อเทียบกับการเตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อัตราการไหลของแก๊สทั้ง 2 ชนิด ที่ 45 มิลลิลิตรต่อนาที (ภาพที่ 4.4a) ดังนั้น การใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจน 65 มิลลิลิตรต่อนาที ในการเตรียมพื้นที่ผิวจึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมกว่า เนื่องจากการใช้อัตราการไหลที่สูงจะทำให้พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสถูกกระตุ้นได้มากกว่า จึงเกิดผลึกนาโนในปริมาณที่มากกว่า และเมื่อนำท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวด้วยสภาวะดังกล่าวไปสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีตกสะสมไอสารเคมี ใช้แก๊สหุงต้มเป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 15 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที แล้วตรวจสอบผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.7

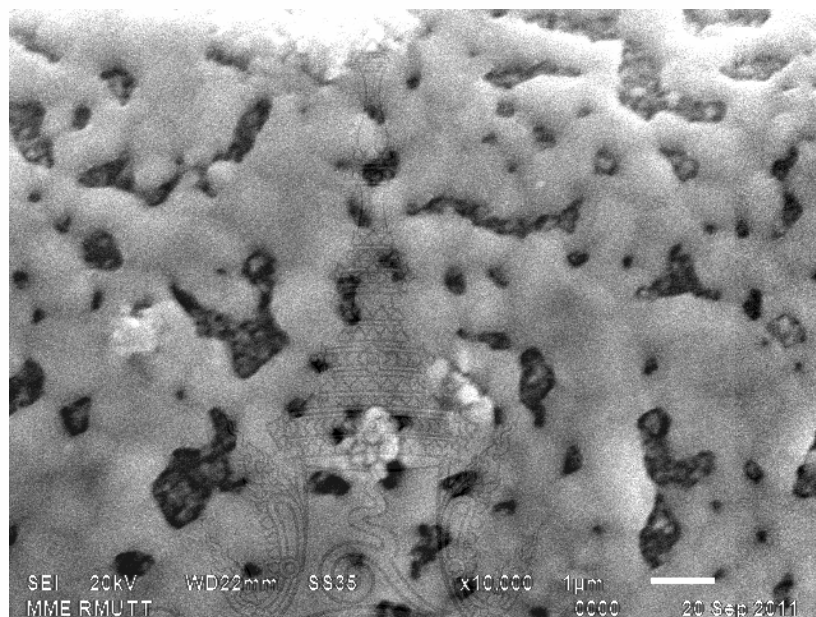


ภาพที่ 4.7 พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจน 65 มิลลิลิตรต่อนาที เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี

โดยท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นในภาพที่ 4.7 จะมีขนาดท่อที่เล็กและยาว ปริมาณของท่อนาโนคาร์บอนต่อพื้นที่ผิวมากกว่า เมื่อเทียบกับท่อนาโนคาร์บอนในภาพที่ 4.5a ซึ่งเกิดจากผลึกนาโนมีขนาดเล็กจะทำให้เกิดท่อนาโนคาร์บอนที่มีขนาดท่อที่เล็ก จึงมีท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นมาก มีท่อนาโนคาร์บอนอยู่อย่างหนาแน่นบนพื้นที่ผิวที่สังเคราะห์ได้ และจากข้อมูลที่ได้ศึกษามาแล้วในข้างต้นพบว่า ถ้าสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนได้ขนาดเล็กและมีปริมาณมากจะทำให้มีประสิทธิภาพในการทำงานด้านต่างๆ สูง ดังนั้น อัตราการไหลของอากาศและไฮโดรเจน 65 มิลลิลิตรต่อนาที จึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีล

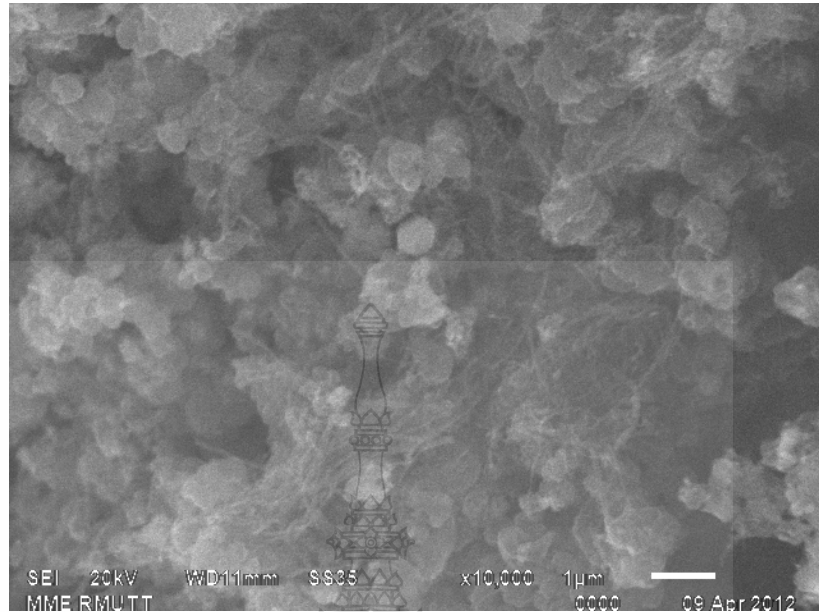
4.2.1.3 ผลการเตรียมพื้นที่ผิวเมื่อใช้อุณหภูมิ 500 และ 700 องศาเซลเซียส

การเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตร โดยอากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการไหลของแก๊สทั้ง 2 ชนิด ที่ 65 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 45 นาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.8



ภาพที่ 4.8 พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

จากภาพ พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่ได้จากการเตรียมพื้นที่ผิวด้วยอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะปรากฏคราบหนาปกคลุมอยู่บนพื้นที่ผิวของท่อ แต่มีช่องว่างบางส่วนที่สังเกตเห็นผลึกนาโนเกิดขึ้น และเมื่อนำไปสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีตกสะสมไอสารเคมีโดยใช้แก๊สหุงต้มเป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊ส 15 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที ผลตรวจสอบผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงในภาพที่ 4.9

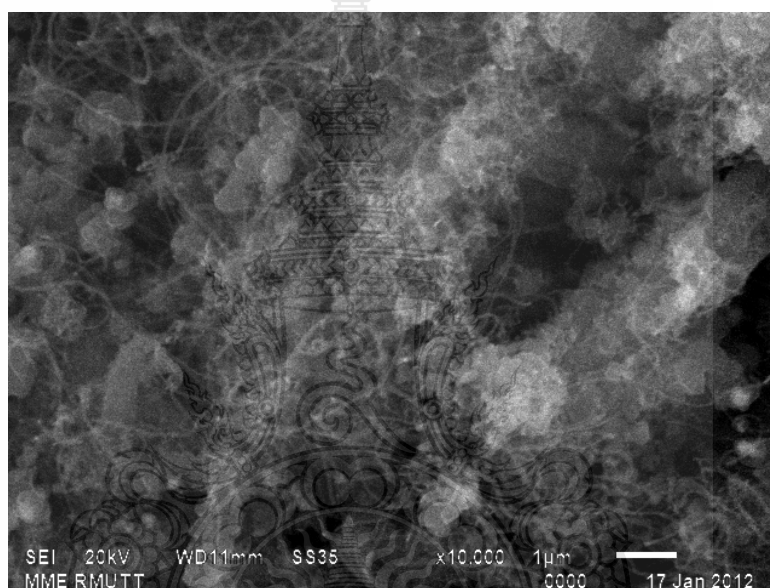


ภาพที่ 4.9 พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสที่เตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี

ท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นในภาพที่ 4.9 จะมีปริมาณและความหนาแน่นของท่อนาโนคาร์บอนน้อยกว่าเมื่อเทียบกับที่ใช้อุณหภูมิในการเตรียมพื้นที่ผิว 500 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 4.7) เนื่องจากพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมพื้นที่ผิวมีผลึกนาโนเกิดขึ้นเพียงบางส่วน ทำให้มีท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นน้อย การเตรียมพื้นที่ผิวโดยใช้อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จึงไม่เหมาะสม ดังนั้น สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพื้นที่ผิว คือ อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

4.2.1.4 ผลจากการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 และ 0.53 มิลลิเมตร

การเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร โดยอากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊สทั้ง 2 ชนิด ที่ 65 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 45 นาที แล้วสังเคราะห์ท่อนานคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี โดยใช้แก๊สหุงต้มเป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 15 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.10



ภาพที่ 4.10 พื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร เมื่อสังเคราะห์ท่อนานคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี

จากภาพ พบว่า มีปริมาณท่อนานคาร์บอนที่เกิดอยู่บนพื้นผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร มากกว่าเมื่อเทียบกับท่อนานคาร์บอนที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของท่อสแตนเลสสตีลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.53 มิลลิเมตร และท่อนานคาร์บอนที่เกิดขึ้น มีขนาดท่อที่เล็กกว่า เนื่องจากแก๊สหุงต้มที่ใช้เป็นแหล่งของคาร์บอนเมื่อไหลผ่านท่อสแตนเลสสตีลจะเกิดการสัมผัสกับผนังของท่อที่มีขนาดเล็กได้ดีกว่าท่อที่มีขนาดใหญ่ จึงทำให้มีท่อนานคาร์บอนเกิดขึ้นที่

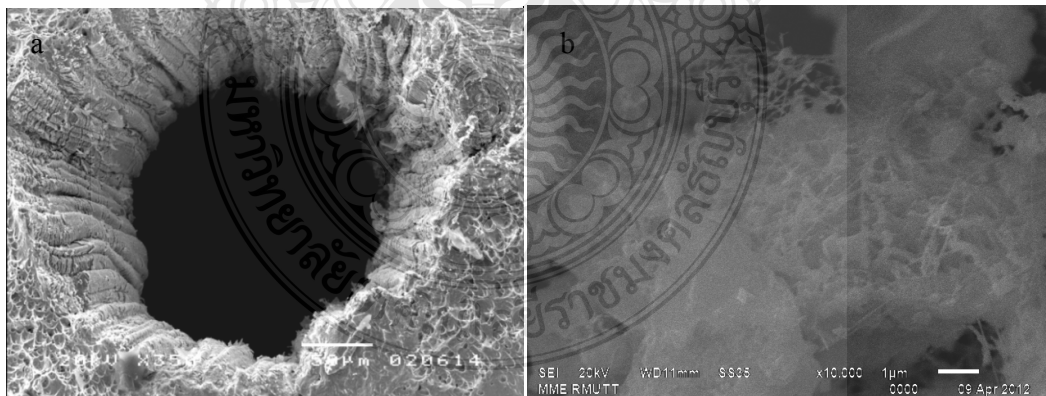
ผนังของท่อสแตนเลสสตีลมากกว่า ดังนั้น ท่อสแตนเลสสตีลที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร จึงเหมาะสมที่จะใช้ในการเตรียมพื้นที่ผิว

จากผลการศึกษาสภาวะในการเตรียมพื้นที่ผิวและชนิดของท่อสแตนเลสสตีลที่เหมาะสมสรุปได้ว่า ชนิดของท่อสแตนเลสสตีลที่เหมาะสม คือ ท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร และสภาวะในการเตรียมพื้นที่ผิวที่เหมาะสม คือ ใช้อากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊สทั้ง 2 ชนิด ที่ 65 มิลลิลิตรต่ออนาที เป็นเวลา 45 นาที

4.2.2 ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี

4.2.2.1 ผลจากการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 15, 35 และ 50 มิลลิลิตรต่ออนาที

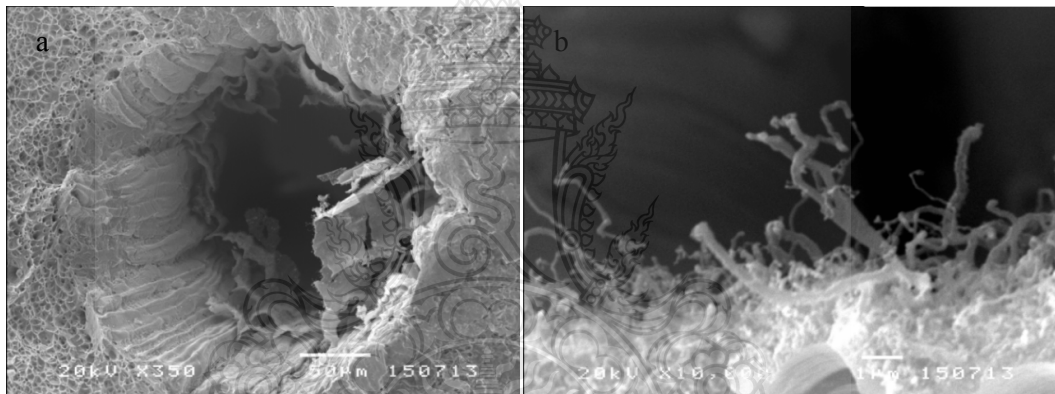
การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี โดยทำการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตรด้วยสภาวะที่เหมาะสม แล้วสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมีโดยใช้แก๊สหุงต้มเป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 15 มิลลิลิตรต่ออนาที เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นจึงทำความสะอาดท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ด้วยอากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่ออนาที เป็นเวลา 60 นาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.11



ภาพที่ 4.11 พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 15 มิลลิลิตรต่ออนาที

จากภาพจะเห็นท่อนาโนคาร์บอนเกิดปกคลุมทั่วบริเวณผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล มีลักษณะคล้ายแผ่นฟิล์มบางๆ ติดอยู่ที่บนผิวท่อสแตนเลสสตีล (ภาพที่ 4.11a) ท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นกระจายตัวอยู่ห่างๆกันบนผิวของท่อสแตนเลสสตีล เป็นท่อขนาดเล็กและยาว (ภาพที่ 4.11b) เนื่องจากอัตราการไหลของแก๊สหุงต้มน้อย ปริมาณท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นจึงไม่มาก ไม่เหมาะที่จะใช้เป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่สำหรับเทคนิคโครมาโทกราฟี ดังนั้น การใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 15 มิลลิลิตรต่อนาที จึงไม่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี

ส่วนผลการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี เมื่อทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนตามสภาวะที่กล่าวไว้แล้วข้างต้น แต่ปรับอัตราการไหลของแก๊สหุงต้มเป็น 35 มิลลิลิตรต่อนาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นดังภาพที่ 4.12

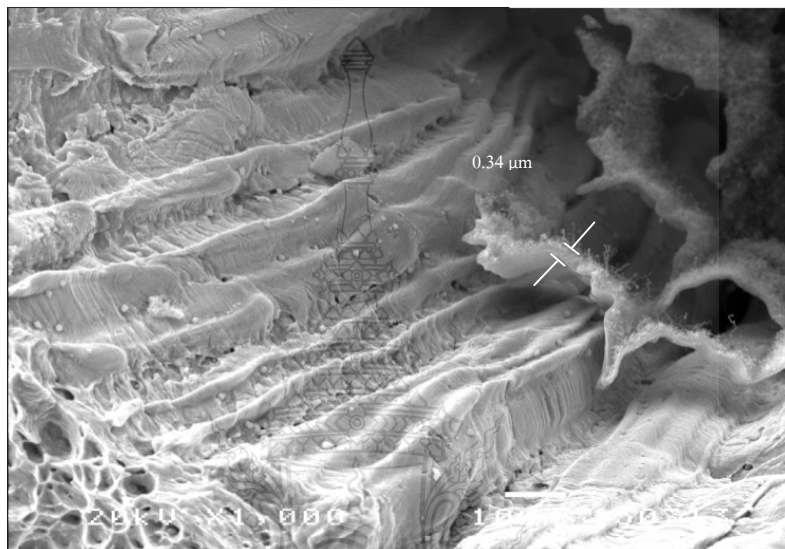


ภาพที่ 4.12 พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิลิตรต่อนาที

จากภาพ ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิลิตรต่อนาที มีปริมาณมาก เนื่องจากมีอัตราการไหลของแก๊สหุงต้มมาก โดยเกิดการเกาะตัวกันเป็นแผ่นฟิล์มที่หนาแน่นกว่าเมื่อเทียบกับการใช้อัตราการไหลของแก๊สที่ 15 มิลลิลิตรต่อนาที (ภาพที่ 4.11a) โดยจะเห็นท่อนาโนคาร์บอนที่เกาะกันเป็นแผ่น หลุดร่อนออกมาจากผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล (ภาพที่ 4.12a) ท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นมีทั้งขนาดใหญ่และเล็ก เกิดปะปนกระจายตัวอย่างหนาแน่นบริเวณพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีล (ภาพที่ 4.12b) ซึ่งเกิดจากแก๊สที่ใช้ในการสังเคราะห์มี

ความบริสุทธิ์น้อย ทำให้ท่อนาโนคาร์บอนเกิดการก่อตัวได้หลายรูปแบบ จึงได้ท่อที่มีลักษณะแตกต่างกัน

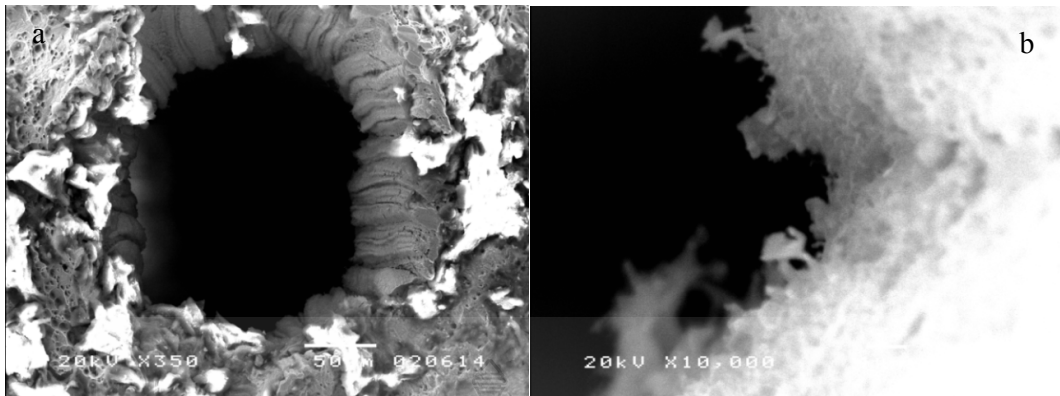
เมื่อตรวจสอบความหนาของชั้นนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นบนพื้นที่ผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล โดยใช้ภาพจากเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีความหนาประมาณ 0.34 ไมโครเมตร ดังภาพที่ 4.13



ภาพที่ 4.13 ความหนาของชั้นนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิลิตรต่อนาที

จากภาพ พบว่า ท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิลิตรต่อนาที มีความหนามากพอที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่สำหรับเทคนิคโครมาโทกราฟีได้

และผลการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมี เมื่อทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนตามสภาวะที่กล่าวไว้ โดยปรับอัตราการไหลของแก๊สหุงต้มเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ดังภาพที่ 4.14

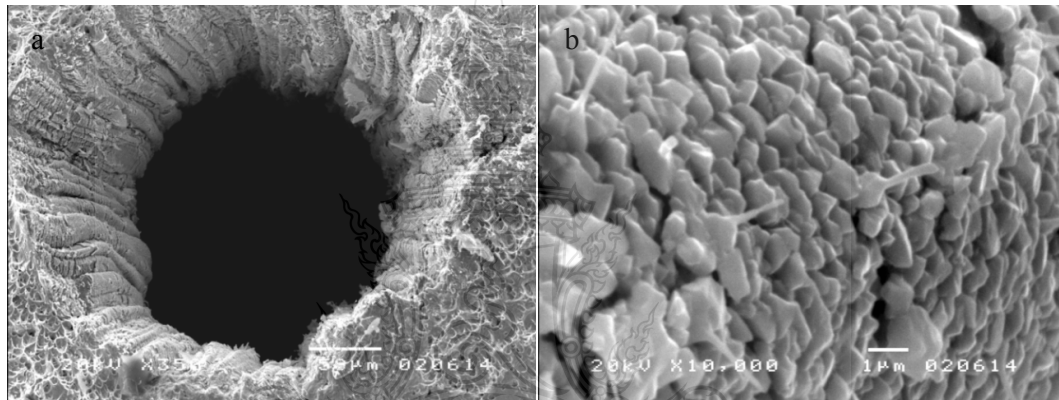


ภาพที่ 4.14 พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 50 มิลลิตรต่อนาที

จากภาพ ท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นโดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 50 มิลลิตรต่อนาที มีลักษณะเป็นแผ่นหนาปกคลุมผิวภายในของท่อสแตนเลสสตีล (ภาพที่ 4.14a) เมื่อขยายภาพลงไปในพื้นที่เป็นแผ่นหนา พบท่อนาโนคาร์บอนเกิดเรียงตัวอัดแน่นจนกลายเป็นแผ่น (ภาพที่ 4.13a) เนื่องจากการใช้แก๊สหุงต้มในปริมาณที่มากเกินไป ท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นจึงเรียงซ้อนกันและอัดตัวแน่นจนกลายเป็นแผ่น ซึ่งทำให้พื้นที่ผิวของท่อนาโนคาร์บอนมีค่าน้อยลง จึงไม่เหมาะที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุภาคที่อยู่กับที่สำหรับแก๊สโครมาโทกราฟี ดังนั้นเลือกสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้อัตราการไหลของแก๊สหุงต้มที่ 35 มิลลิตรต่อนาที

4.2.2.2 ผลการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน เมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ 60 และ 120 นาที

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นเองด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี โดยทำการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตรด้วยสภาวะที่เหมาะสม แล้วสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมีโดยใช้แก๊สหุงต้มเป็นแหล่งของคาร์บอนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 35 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 120 นาที จากนั้นจึงทำความสะอาดท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ด้วยอากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที เมื่อตรวจสอบพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ได้ผลดังภาพที่ 4.15



ภาพที่ 4.15 พื้นที่บริเวณขอบ (a) และผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล (b) เมื่อสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้เวลา 120 นาที

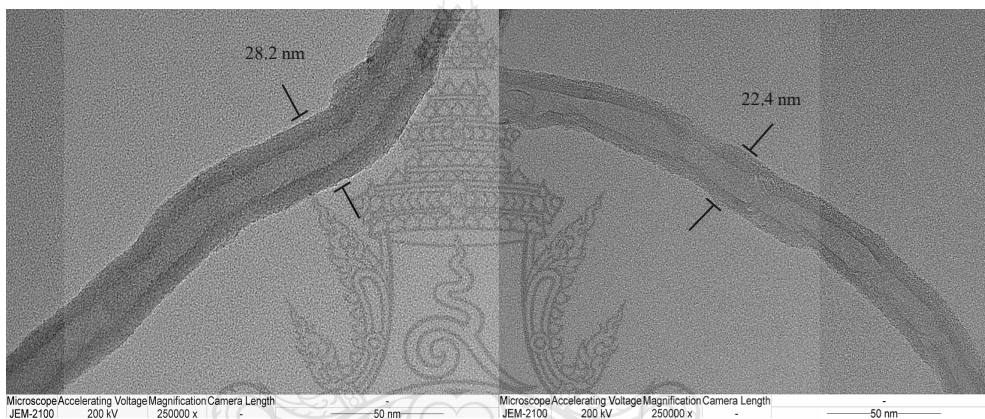
จากภาพ มีท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นปกคลุมทั่วพื้นผิวด้านในของท่อสแตนเลสสตีล ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนดังกล่าวมีลักษณะเป็นก้อน ซึ่งเกิดจากการที่คาร์บอนเกิดการจับตัวเป็นโครงสร้างที่ไม่เป็นโครงผลึก (amorphous) ทำให้ไม่พบท่อนาโนคาร์บอนในบริเวณดังกล่าว (ภาพที่ 4.15b) ทำให้การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยใช้เวลา 120 นาที ไม่เหมาะสมที่จะใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ดังนั้น จึงเลือกใช้เวลา 60 นาที ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี

จากการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมีสรุปได้ว่า สภาวะในการสังเคราะห์ที่เหมาะสม คือ ใช้แก๊สพุ่งคัมที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 35 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที

4.3 ผลการศึกษาประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน

4.3.1 ผลการศึกษาขนาดของท่อนาโนคาร์บอน

ท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบประกอบตัวขึ้นบนผิวค้ำในของท่อสแตนเลสสตีล เมื่อนำไปทดสอบด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ได้ผลดังภาพที่ 4.16

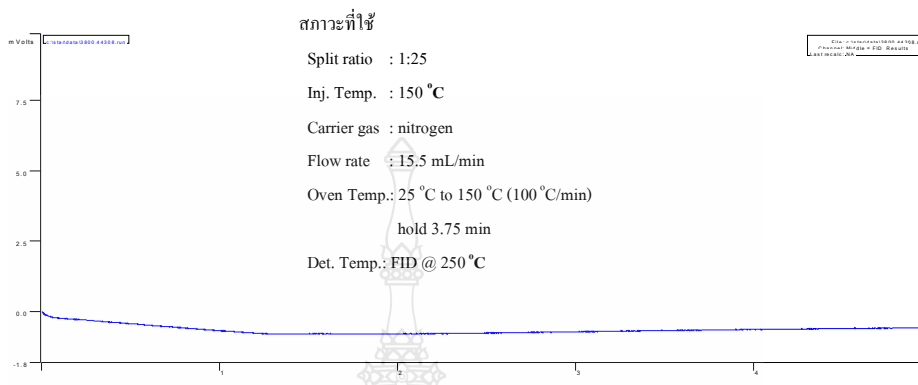


ภาพที่ 4.16 ความกว้างของท่อนาโนคาร์บอน

จากภาพ ขนาดของท่อนาโนคาร์บอนที่พบมากที่สุด คือ ขนาด 22.4 และ 28.2 นาโนเมตร โดยเป็นท่อยาว มีลักษณะท่อพับงอ ผนังของท่อนาโนคาร์บอนดังกล่าวมีหลายชั้น

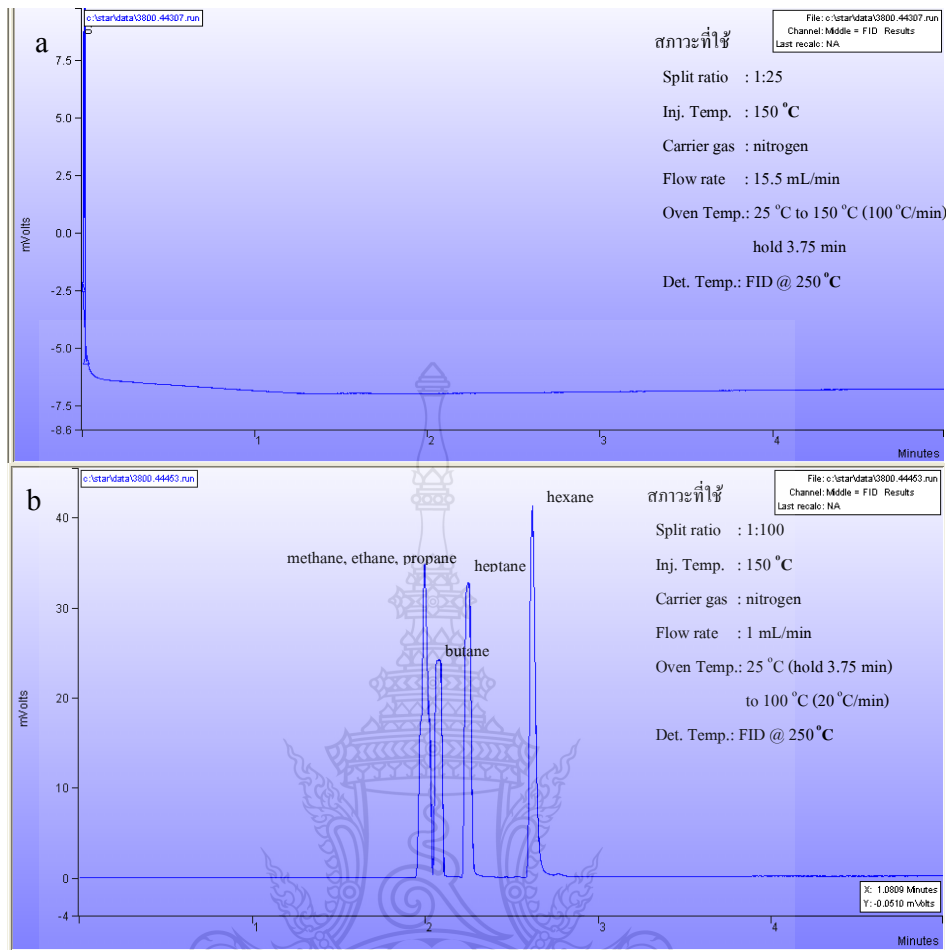
4.3.2 ศึกษาประสิทธิภาพของคอลัมน์ที่เตรียมได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ผลการทดสอบ baseline stability ของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนความยาว 1 เมตร ที่เตรียมได้ แสดงในภาพที่ 4.17



ภาพที่ 4.17 โครมาโทแกรมที่เกิดจากการตรวจสอบ baseline stability

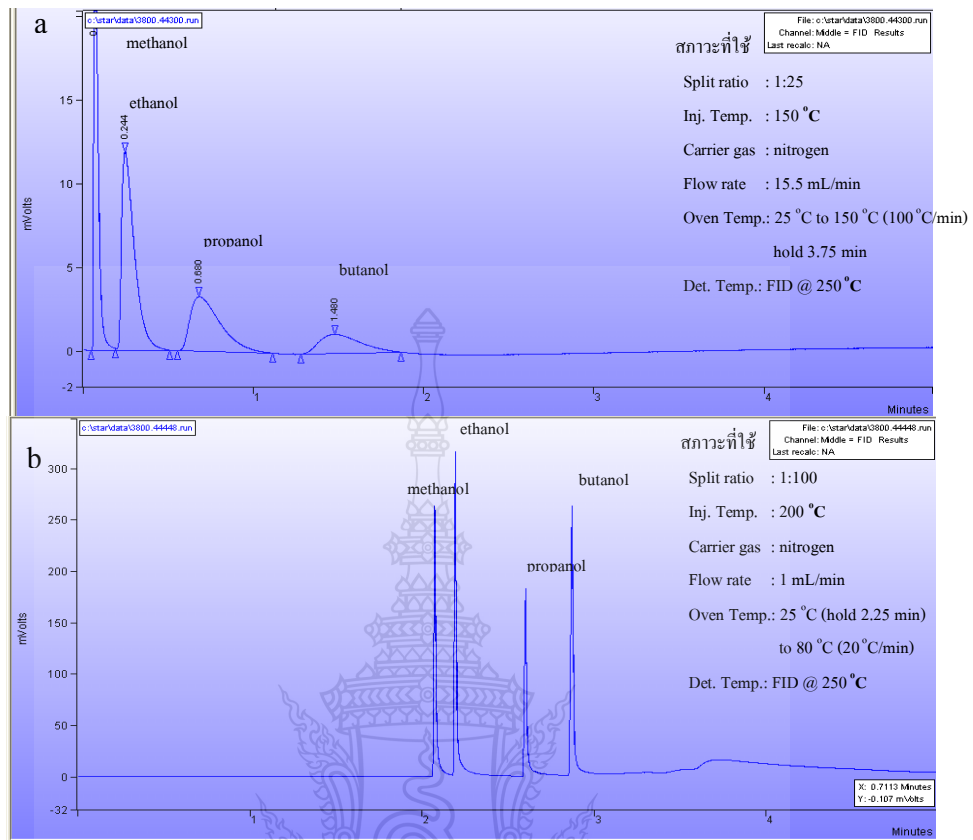
เปรียบเทียบผลการแยกสารของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนความยาว 1 เมตร และคอลัมน์ DB-5 (film thickness 0.25 μ m, 0.25 mm ID) ยาว 30 เมตร ด้วยแก๊สมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนน้ำหนักโมเลกุลต่ำ คือ มีเทน อีเทน โพรเพน บิวเทน เพนเทน และเฮกเซน ที่มีความเข้มข้นอย่างละ 100 ppm โดยฉีดแก๊สดังกล่าว 5 มิลลิตร ได้ผลดังภาพที่ 4.18



ภาพที่ 4.18 โครมาโทแกรมการแยกแก๊สมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนน้ำหนักโมเลกุลต่ำของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (a) และคอลัมน์ DB-5 (b)

แคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมขึ้นไม่มีประสิทธิภาพในการแยกแก๊สมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนน้ำหนักโมเลกุลต่ำได้ จึงปรากฏเป็นพีกของสารที่เวลาเริ่มต้นของการฉีดสาร (ภาพที่ 4.18a) แต่เมื่อใช้คอลัมน์ DB-5 ในการแยกแก๊สมาตรฐานไฮโดรคาร์บอนน้ำหนักโมเลกุลต่ำได้ จะปรากฏให้เห็นเป็น 4 พีก ในโครมาโทแกรม (ภาพที่ 4.18b)

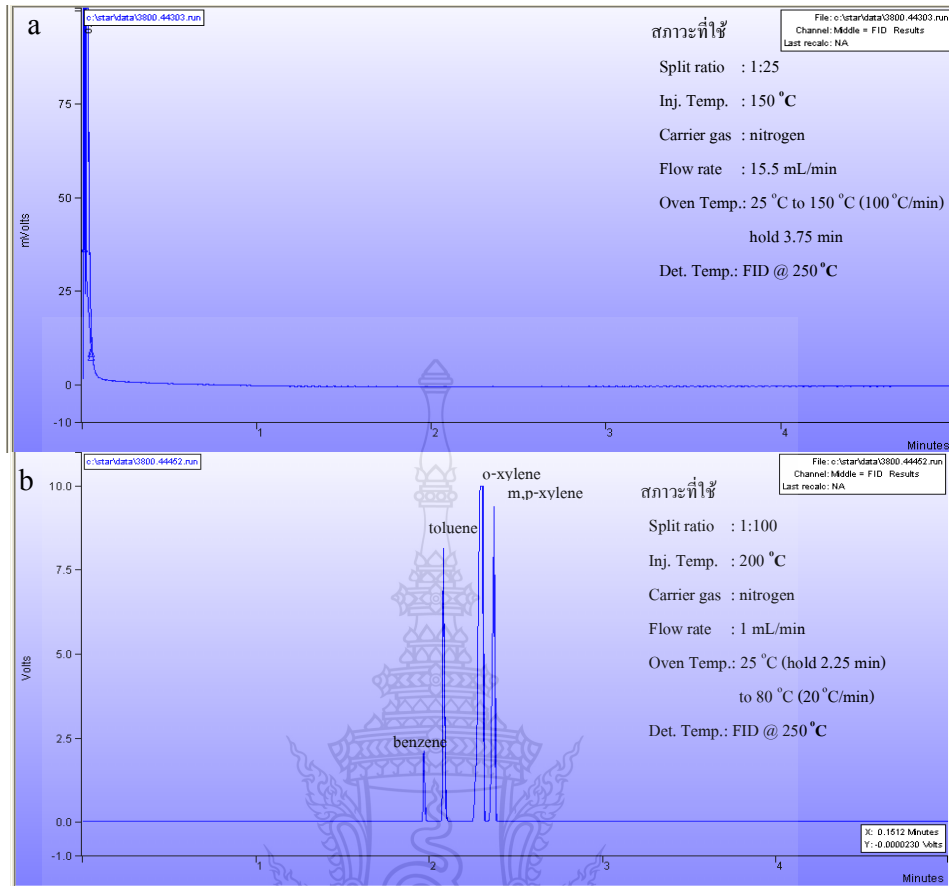
เปรียบเทียบผลการแยกสารของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนความยาว 1 เมตร และคอลัมน์ DB-5 (film thickness 0.25 μ m, 0.25 mm ID) ยาว 30 เมตร ด้วยแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ คือ เมธานอล เอทานอล โพรพานอล และบิวทานอล โดยฉีดแอลกอฮอล์ดังกล่าว 0.1 ไมโครลิตร ได้ผลดังภาพที่ 4.19



ภาพที่ 4.19 โครมาโทแกรมการแยกแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (a) และคอลัมน์ DB-5 (b)

แคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมขึ้นสามารถแยกสารผสมของแอลกอฮอล์ทั้ง 4 ชนิดออกจากกันได้ โดยจะสังเกตเห็นพีคของแอลกอฮอล์ทั้ง 4 พีค ในโครมาโทแกรมซึ่งเป็นพีคของ เมทานอล เอทานอล โพรพานอล และบิวทานอล ตามลำดับ (ภาพที่ 4.19a) ซึ่งได้ผลเช่นเดียวกันกับเมื่อใช้คอลัมน์ DB-5 (ภาพที่ 4.19b)

เปรียบเทียบผลการแยกสารของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนความยาว 1 เมตร และคอลัมน์ DB-5 (film thickness 0.25 μ m, 0.25 mm ID) ยาว 30 เมตร ด้วยสารอินทรีย์ระเหย คือ เบนซีน โทลูอีน และไซลีน โดยฉีดสารอินทรีย์ระเหยดังกล่าว 0.1 ไมโครลิตร ได้ผลดังภาพที่ 4.20



ภาพที่ 4.20 โครมาโทแกรมการแยกสารอินทรีย์ระเหยของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน (a) และคอลัมน์ DB-5 (b)

แคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมได้ไม่มีประสิทธิภาพในการแยกสารอินทรีย์ระเหยทั้ง 3 ชนิดได้ ซึ่งปรากฏเป็นพีคของสารที่เวลาเริ่มต้นของการฉีดสาร (ภาพที่ 4.20a) แต่เมื่อใช้คอลัมน์ DB-5 ในการแยกสารอินทรีย์ระเหย จะปรากฏให้เห็นเป็น 4 พีค ในโครมาโทแกรม (ภาพที่ 4.20b)

จากนั้นทำการศึกษาประสิทธิภาพของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน โดยศึกษาจากโครมาโทแกรมการแยกของแอลกอฮอล์ทั้ง 4 ชนิด ที่อัตราการไหลของแก๊สตัวพาที่แตกต่างกัน คำนวณค่า The number of theoretical plates (N) ของแอลกอฮอล์แต่ละชนิดได้ ตามตารางที่ 4.1

Linear velocity	Metanol			Ethanol			Propanol			Butanol		
	t_R	$W_{1/2}$	N	t_R	$W_{1/2}$	N	t_R	$W_{1/2}$	N	t_R	$W_{1/2}$	N
169.5	0.145	0.021	264.1	0.432	0.065	244.7	0.979	0.191	145.5	1.871	0.525	70.4
238.1	0.124	0.015	378.6	0.379	0.050	318.3	0.870	0.117	306.3	1.701	0.329	148.1
285.7	0.086	0.012	284.5	0.281	0.039	287.6	0.743	0.104	282.8	1.708	0.296	184.5
400	0.075	0.011	257.5	0.251	0.040	218.1	0.636	0.098	233.3	1.403	0.388	72.4
	N (เฉลี่ย) =		296	N (เฉลี่ย) =		267	N (เฉลี่ย) =		242	N (เฉลี่ย) =		119

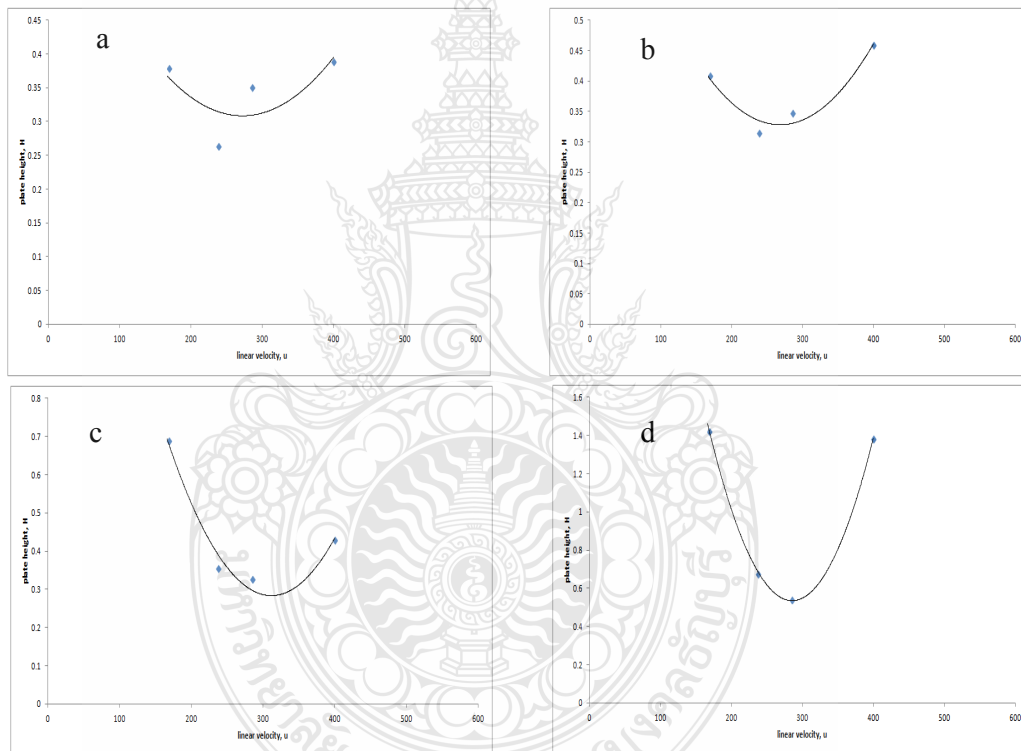
ตารางที่ 4.1 ค่า The number of theoretical plates ของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน

จากตารางที่ 4.1 ค่าเฉลี่ย N ของเมทานอล เอทานอล โพรพานอล และบิวทานอล มีค่าเท่ากับ 341, 314, 306 และ 119 ตามลำดับ ซึ่งเมื่อพิจารณาค่า N ที่ได้จากการคำนวณ พบว่า ค่าประสิทธิภาพการแยกของสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง คือ บิวทานอลมีค่าต่ำที่สุดเมื่อใช้คอลัมน์นี้ ดังนั้น จากผลที่ได้จึงสรุปว่า แคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมได้สามารถแยกสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำได้ดีกว่า

เมื่อความยาวของวัฏภาคที่อยู่กับที่ในคอลัมน์มีค่าเท่ากับ 100 เซนติเมตรนำผลที่ได้นำไปสร้างกราฟ Van deemter ของแอลกอฮอล์ทั้ง 4 ชนิด โดยใช้ค่า Height equivalent to a theoretical plate หรือ plate height (H) และ linear velocity ได้ จากตารางที่ 4.2

Linear velocity (cm/sec)	Metanol		Ethanol		Propanol		Butanol	
	N	H	N	H	N	H	N	H
169.5	264.1	0.379	244.7	0.409	145.5	0.687	70.4	1.420
238.1	378.6	0.264	318.3	0.314	306.3	0.326	148.1	0.675
285.7	284.5	0.351	287.6	0.348	282.8	0.354	184.5	0.542
400	257.5	0.388	218.1	0.459	233.3	0.429	72.4	1.381

ตารางที่ 4.2 ค่า Height equivalent to a theoretical plate (H) ของแก๊สโครมาโทกราฟีของเมทานอล เอทานอล โพรพานอล และบิวทานอล



ภาพที่ 4.21 กราฟ van deemter ของเมทานอล (a) เอทานอล (b) โพรพานอล (c) และบิวทานอล (d)

คำนวณค่า resolution ของแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนเมื่อแยกแอลกอฮอล์โดยใช้อัตราการไหลของแก๊สตัวพาที่แตกต่างกัน ได้ดังตารางที่ 4.3

Linear velocity	Peak	t_R (min)	$W_{1/2}$ (min)	R_s
169.5	Methanol	0.145	0.021	-
	Ethanol	0.432	0.065	3.938
	Propanol	0.979	0.191	2.521
	Butanol	1.871	0.525	1.470
238.1	Methanol	0.124	0.015	-
	Ethanol	0.379	0.050	4.629
	Propanol	0.870	0.117	3.469
	Butanol	1.701	0.329	2.199
285.7	Methanol	0.086	0.012	-
	Ethanol	0.281	0.039	4.512
	Propanol	0.743	0.104	3.812
	Butanol	1.708	0.296	2.847
400	Methanol	0.075	0.011	-
	Ethanol	0.251	0.040	4.072
	Propanol	0.636	0.098	3.292
	Butanol	1.403	0.388	1.862

ตารางที่ 4.3 ค่า resolution ของสารผสมแอลกอฮอล์ที่อัตราการไหลของแก๊สตัวพาแตกต่างกัน

ค่า resolution ที่คำนวณได้แสดงให้เห็นว่าคอลัมน์ที่เตรียมได้สามารถแยกสารกลุ่มแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำได้ดี ค่า resolution ของแต่ละสารมีค่ามากกว่า 1.5

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้วิธีการประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งเป็นการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมีประกอบไปด้วย 2 ขั้นตอน คือ ทำการเตรียมพื้นที่ผิวของท่อสแตนเลสสตีลเกรด 316 ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.21 มิลลิเมตร โดยใช้อากาศและไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 65 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 45 นาที แล้วจึงสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกตะกอนไอสารเคมี โดยใช้แก๊สหุงต้มที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 35 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที และทำความสะอาดท่อที่เตรียมได้โดยใช้อากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที ท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้เมื่อตรวจสอบด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่า ได้ท่อนาโนคาร์บอนที่ยาว และมีลักษณะเป็นท่ออวบ ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น มีขนาดของท่อโดยเฉลี่ย 22.4-28.4 นาโนเมตร

จากผลการศึกษาประสิทธิภาพในการแยกสาร โดยการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีดังกล่าว เพื่อเตรียมเป็นแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโน พบว่า คอลัมน์ดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการแยกแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ คือ เมทานอล เอทานอล โพรพานอล และบิวทานอลได้ดี มี baseline stability ที่ดี มีค่า The number of theoretical plates (N) ของ เมทานอล เอทานอล โพรพานอล และบิวทานอล เท่ากับ 341, 314, 306 และ 119 ตามลำดับ มีค่า resolution ที่ดี เมื่อเปรียบเทียบกับประสิทธิภาพกับคอลัมน์ DB-5 ที่มี ความยาว 30 เมตร ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร พบว่า แคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนที่เตรียมได้ยาว 1 เมตร สามารถแยกแอลกอฮอล์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำได้โดยใช้เวลาน้อยกว่า

จากผลที่ได้ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้วิธีการประกอบตัวขึ้นเองของท่อนาโนคาร์บอนพบว่า ควรทำการศึกษาปัจจัยในการเตรียมพื้นที่ผิวและการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีตกสะสมไอสารเคมีเพิ่มเติม เพื่อนำผลการศึกษาที่ได้มาเตรียมแคปพิลลารีคอลลัมน์ชนิดนาโนเพื่อใช้ในการแยกสารชนิดต่างๆ หรือทำการปรับปรุงพื้นที่ผิวของท่อนาโนคาร์บอนโดยการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันของสาร (functionalization of CNTs) เพื่อเพิ่มความสามารถในการแยกสารกลุ่มอื่นที่มีสภาพขั้วที่แตกต่างออกไปได้



บรรณานุกรม

- [1] J. Randon, L. Maret, and C. Ferronato, "Gas chromatography–mass spectroscopy optimization by computer simulation, application to the analysis of 93 volatile organic compounds in workplace ambient air," *Analytica Chimica Acta*, vol. 812, pp. 258-264, 2/17/ 2014.
- [2] J. Luong, R. Gras, M. Hawryluk, R. A. Shellie, and H. J. Cortes, "Multidimensional gas chromatography using microfluidic switching and low thermal mass gas chromatography for the characterization of targeted volatile organic compounds," *Journal of Chromatography A*, vol. 1288, pp. 105-110, 5/3/ 2013.
- [3] M. Asadollahi-Baboli and A. Aghakhani, "Application of polyaniline-nylon-6 nanocomposite, GC-MS and chemometrics for rapid and comprehensive analysis of Zingiber officinale fragrance components," *Analytical Methods*, vol. 6, pp. 4279-4287, 2014.
- [4] A. Lattuati-Derieux, S. Thao, J. Langlois, and M. Regert, "First results on headspace-solid phase microextraction-gas chromatography/mass spectrometry of volatile organic compounds emitted by wax objects in museums," *Journal of Chromatography A*, vol. 1187, pp. 239-249, 4/11/ 2008.
- [5] D. C. Harris, *Exploring Chemical Analysis 5e & Sapling Hw/Etext 6 Month Access*: WORTH PUBL Incorporated, 2013.
- [6] D. A. Skoog, F. J. Holler, and S. R. Crouch, *Principles of Instrumental Analysis*: Thomson Brooks/Cole, 2007.
- [7] E. David, "An overview of advanced materials for hydrogen storage," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 162–163, pp. 169-177, 5/15/ 2005.
- [8] S. Iijima, "Helical microtubules of graphitic carbon," *Nature*, vol. 354, pp. 56-58, 11/07/print 1991.
- [9] S. Iijima and T. Ichihashi, "Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter," *Nature*, vol. 363, pp. 603-605, 1993.
- [10] *Carbon Nanotubes: Science and Applications*: CRC Press, 2004.
- [11] Z. Li, P. Liu, B. Zhao, H. Wang, and Y. Zhang, "Improving the synthesis of single-walled carbon nanotubes by pulsed arc discharge in air by preheating the catalysts," *Carbon*, vol. 46, pp. 1819-1822, 11// 2008.
- [12] B. Ha, T. H. Yeom, and S. H. Lee, "Ferromagnetic properties of single-walled carbon nanotubes synthesized by Fe catalyst arc discharge," *Physica B: Condensed Matter*, vol. 404, pp. 1617-1620, 5/1/ 2009.
- [13] T. Charinpanitkul, W. Tanthapanichakoon, and N. Sano, "Carbon nanostructures synthesized by arc discharge between carbon and iron electrodes in liquid nitrogen," *Current Applied Physics*, vol. 9, pp. 629-632, 5// 2009.
- [14] M. Yudasaka, T. Ichihashi, T. Komatsu, and S. Iijima, "Single-wall carbon nanotubes formed by a single laser-beam pulse," *Chemical Physics Letters*, vol. 299, pp. 91-96, 1/1/ 1999.
- [15] F. Kokai, I. Nozaki, T. Okada, A. Koshio, and T. Kuzumaki, "Efficient growth of multi-walled carbon nanotubes by continuous-wave laser vaporization of graphite containing B4C," *Carbon*, vol. 49, pp. 1173-1181, 4// 2011.
- [16] M. Kusaba and Y. Tsunawaki, "Production of single-wall carbon nanotubes by a XeCl excimer laser ablation," *Thin Solid Films*, vol. 506–507, pp. 255-258, 5/26/ 2006.

บรรณานุกรม(ต่อ)

- [17] Q. Zhao, T. Jiang, C. Li, and H. Yin, "Synthesis of multi-wall carbon nanotubes by Ni-substituted (loading) MCM-41 mesoporous molecular sieve catalyzed pyrolysis of ethanol," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 17, pp. 218-222, 3/25/ 2011.
- [18] P. Kolla, C. Lai, S. Mishra, H. Fong, W. Rhine, and A. Smirnova, "CVD grown CNTs within iron modified and graphitized carbon aerogel as durable oxygen reduction catalysts in acidic medium," *Carbon*, vol. 79, pp. 518-528, 11// 2014.
- [19] C.-M. Chen, Y.-M. Dai, J. G. Huang, and J.-M. Jehng, "Intermetallic catalyst for carbon nanotubes (CNTs) growth by thermal chemical vapor deposition method," *Carbon*, vol. 44, pp. 1808-1820, 8// 2006.
- [20] T. Ohashi, R. Kato, T. Ochiai, T. Tokune, and H. Kawarada, "High quality single-walled carbon nanotube synthesis using remote plasma CVD," *Diamond and Related Materials*, vol. 24, pp. 184-187, 4// 2012.
- [21] S. Chaisitsak, A. Yamada, and M. Konagai, "Hot filament enhanced CVD synthesis of carbon nanotubes by using a carbon filament," *Diamond and Related Materials*, vol. 13, pp. 438-444, 3// 2004.
- [22] C. P. Deck and K. Vecchio, "Growth mechanism of vapor phase CVD-grown multi-walled carbon nanotubes," *Carbon*, vol. 43, pp. 2608-2617, 10// 2005.
- [23] A. Yasuda, N. Kawase, F. Banhart, W. Mizutani, T. Shimizu, and H. Tokumoto, "Formation Mechanism of Carbon-Nanocapsules and -Nanoparticles Based on the In-Situ Observation," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 106, pp. 1247-1251, 2002/02/01 2002.
- [24] R. Kelsall, I. W. Hamley, and M. Geoghegan, *Nanoscale Science and Technology*: Wiley, 2005.
- [25] C. Hussain and S. Mitra, "Micropreconcentration units based on carbon nanotubes (CNT)," *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 399, pp. 75-89, 2011/01/01 2011.
- [26] C. Saridara, R. Brukh, Z. Iqbal, and S. Mitra, "Preconcentration of Volatile Organics on Self-Assembled, Carbon Nanotubes in a Microtrap," *Analytical Chemistry*, vol. 77, pp. 1183-1187, 2005/02/01 2005.
- [27] C. Saridara, S. Rangunath, Y. Pu, and S. Mitra, "Methane preconcentration in a microtrap using multiwalled carbon nanotubes as sorbents," *Analytica Chimica Acta*, vol. 677, pp. 50-54, 9/10/ 2010.
- [28] X.-Y. Song, Y.-P. Shi, and J. Chen, "Carbon nanotubes-reinforced hollow fibre solid-phase microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of carbamate pesticides in apples," *Food Chemistry*, vol. 139, pp. 246-252, 8/15/ 2013.
- [29] J. Li, Q. Su, K.-Y. Li, C.-F. Sun, and W.-B. Zhang, "Rapid analysis of phthalates in beverage and alcoholic samples by multi-walled carbon nanotubes/silica reinforced hollow fibre-solid phase microextraction," *Food chemistry*, vol. 141, pp. 3714-3720, 2013/12// 2013.
- [30] F. Zhu, J. Guo, F. Zeng, R. Fu, D. Wu, T. Luan, *et al.*, "Preparation and characterization of porous carbon material-coated solid-phase microextraction metal fibers," *Journal of Chromatography A*, vol. 1217, pp. 7848-7854, 12/10/ 2010.

บรรณานุกรม(ต่อ)

- [31] L. Guo and H. K. Lee, "Development of multiwalled carbon nanotubes based micro-solid-phase extraction for the determination of trace levels of sixteen polycyclic aromatic hydrocarbons in environmental water samples," *Journal of Chromatography A*, vol. 1218, pp. 9321-9327, 12/30/ 2011.
- [32] J. M. Jiménez-Soto, S. Cárdenas, and M. Valcárcel, "Evaluation of single-walled carbon nanohorns as sorbent in dispersive micro solid-phase extraction," *Analytica Chimica Acta*, vol. 714, pp. 76-81, 2/10/ 2012.
- [33] O. Sae-Khow and S. Mitra, "Carbon nanotubes as the sorbent for integrating μ -solid phase extraction within the needle of a syringe," *Journal of Chromatography A*, vol. 1216, pp. 2270-2274, 3/20/ 2009.
- [34] P. E. Erden, C. Kaçar, F. Öztürk, and E. Kılıç, "Amperometric uric acid biosensor based on poly(vinylferrocene)-gelatin-carboxylated multiwalled carbon nanotube modified glassy carbon electrode," *Talanta*, vol. 134, pp. 488-495, 3/1/ 2015.
- [35] X. Sun, M. Jia, J. Ji, L. Guan, Y. Zhang, L. Tang, *et al.*, "Enzymatic amplification detection of peanut allergen Ara h1 using a stem-loop DNA biosensor modified with a chitosan-multiwalled carbon nanotube nanocomposite and spongy gold film," *Talanta*, vol. 131, pp. 521-527, 1// 2015.
- [36] T. M. B. F. Oliveira, M. Fátima Barroso, S. Morais, P. de Lima-Neto, A. N. Correia, M. B. P. P. Oliveira, *et al.*, "Biosensor based on multi-walled carbon nanotubes paste electrode modified with laccase for pirimicarb pesticide quantification," *Talanta*, vol. 106, pp. 137-143, 3/15/ 2013.
- [37] K. Kobayashi, R. Kitaura, Y. Kumai, Y. Goto, S. Imagaki, and H. Shinohara, "Fabrication of single-wall carbon nanotubes within the channels of a mesoporous material by catalyst-supported chemical vapor deposition," *Carbon*, vol. 47, pp. 722-730, 3// 2009.
- [38] C. Liu, A.-j. Cheng, M. Clark, and Y. Tzeng, "Effects of interfacial layers on thermal chemical vapour deposition of carbon nanotubes using iron catalyst," *Diamond and Related Materials*, vol. 14, pp. 835-840, 3// 2005.
- [39] R. L. Vander Wal and L. J. Hall, "Carbon nanotube synthesis upon stainless steel meshes," *Carbon*, vol. 41, pp. 659-672, // 2003.
- [40] R. Sharma and Z. Iqbal, "In situ observations of carbon nanotube formation using environmental transmission electron microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 84, pp. 990-992, 2004.
- [41] Q. Li and D. Yuan, "Evaluation of multi-walled carbon nanotubes as gas chromatographic column packing," *Journal of Chromatography A*, vol. 1003, pp. 203-209, 6/27/ 2003.
- [42] A. Speltini, D. Merli, E. Quartarone, and A. Profumo, "Separation of alkanes and aromatic compounds by packed column gas chromatography using functionalized Multi-Walled Carbon Nanotubes as stationary phases," *Journal of Chromatography A*, vol. 1217, pp. 2918-2924, 4/23/ 2010.
- [43] A. Safavi, N. Maleki, and M. M. Doroodmand, "Single-walled carbon nanotubes as stationary phase in gas chromatographic separation and determination of argon, carbon dioxide and hydrogen," *Analytica Chimica Acta*, vol. 675, pp. 207-212, 8/24/ 2010.

บรรณานุกรม(ต่อ)

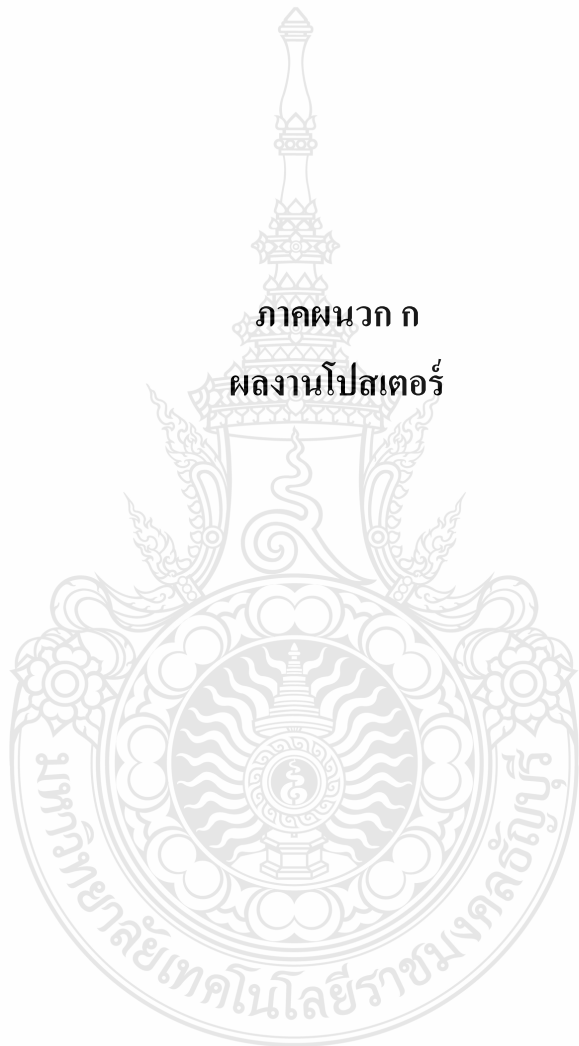
- [44] D. Merli, A. Speltini, D. Ravelli, E. Quartarone, L. Costa, and A. Profumo, "Multi-walled carbon nanotubes as the gas chromatographic stationary phase: Role of their functionalization in the analysis of aliphatic alcohols and esters," *Journal of Chromatography A*, vol. 1217, pp. 7275-7281, 11/12/ 2010.
- [45] C. Saridara and S. Mitra, "Chromatography on Self-Assembled Carbon Nanotubes," *Analytical Chemistry*, vol. 77, pp. 7094-7097, 2005/11/01 2005.
- [46] M. Karwa, Z. Iqbal, and S. Mitra, "Scaled-up self-assembly of carbon nanotubes inside long stainless steel tubing," *Carbon*, vol. 44, pp. 1235-1242, 6// 2006.
- [47] C. M. Hussain, C. Saridara, and S. Mitra, "Self-Assembly of Carbon Nanotubes via Ethanol Chemical Vapor Deposition for the Synthesis of Gas Chromatography Columns," *Analytical Chemistry*, vol. 82, pp. 5184-5188, 2010/06/15 2010.



ภาคผนวก



ภาคผนวก ก
ผลงานโปสเตอร์





Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi



The 5th Rajamangala University of Technology International Conference
Technology and Innovation towards ASEAN
During July 23rd-25th, 2014, PhraNakhon Si Ayutthaya, Thailand

June 6, 2014

PhraNakhon Si Ayutthaya, Thailand

Dear Paitoon Sub-udom and Chutarat Saridara

I am pleased to inform you that your presentation has been accepted by Academics Committee as follows:

Title: **Nanocapillary Column on Self-Assembly Carbon Nanotube (CONTH0257-RES0593)**

Presentation Type: **Poster Presentation**

The 5th Rajamangala University of Technology International Conference will be held in Rajamangala University of Technology Suvarnabhumi, Huntra, PhraNakhon Si Ayutthaya, Thailand during July 23rd – 25th, 2014.

We hereby extend a cordial invitation for you to join us at this prominent event. You are encouraged to visit the "5th RMUTIC: Technology and Innovation towards ASEAN" website at <http://rmutcon.rmutp.ac.th/>

We sincerely thank you for your support and look forward to welcome you in PhraNakhon Si Ayutthaya, Thailand.

Sincerely yours,

Kitti Boonlertnirun

Assoc. Prof. Dr.Kitti Boonlertnirun
Committee Chair

Research and Development Institute

Tel/Fax: +66(0)3 570 9097

Email: rmutcon2014@gmail.com

www.rmutcon.rmutsb.ac.th



Nanocapillary Column on Self-Assembly Carbon Nanotube

Patton Sub-udom, Chutaret Saridara*
Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology
Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand
*E-mail: saridara_c@ym.hoo.com

Abstract

In this research we present the synthesis of the gas chromatography stationary phase by self-assembly of carbon nanotubes (CNTs) directly on the inner wall of stainless steel capillary tube surface via liquefied petroleum gas (LPG) chemical vapor deposition process (CVD). Nanocrystals of metal are well known to catalyze the growth of CNTs which were generated on the stainless steel tube surface to provide the catalytic activity. The CNTs deposited were multiwall carbon nanotubes (MWNTs) and were not vertically aligned but lay flat out on the column surface with the diameters ranged from 50 to 100 nm. The CNT stationary phase was able to separate a wide range of organic compounds with diverse polarity and volatility which showed enhanced separation for polar organics such as alcohols. This nanocapillary column demonstrated classical chromatography behavior and high resolution separation of a number of compounds has been achieved.

Introduction

Carbon nanotubes (CNTs) have unique mechanical, physical, electrical and chemical properties. CNTs are expected to play important role in future gas storage and separations technologies because they represent a novel class of material with varied functionality to facilitate adsorption. They are also used extensively in analytical applications, such as chromatographic stationary phases. In chromatography, the physical/chemical affinity between the sorbate and the sorbent needs to be optimum to achieve separation within a reasonable time and at high resolutions. CNTs synthesized in different forms, sizes, and with different functionalities will provide variable affinity and selectivity and thus can be used for the separation of a wide range of solutes. It is therefore conceivable that CNTs will emerge as highly selective, high-temperature sorbents for chromatography.

Method

The self-assembly of CNTs in stainless steel tube was carried out in a tube furnace by the chemical vapor deposition (CVD) method



Self-Assembly Carbon Nanotube



Results

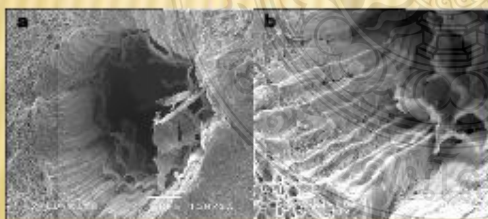


Fig. 1 SEM images from CNTs self-assembly inside wall of a stainless steel tube : x 350 (a), x 1000 (b)

Nanocapillary Column

The CNT film was an excellent chromatography stationary phase and was an effective separation medium. The performance of the CNT column was compared to a commercial DB-5 (0.21 mm I.d., J&W Scientific) column. Elution orders of the compounds in both columns were identical (Figure 2). Figure 2 shows that under the same conditions only three peaks were observed in the DB-5 column, where methanol and ethanol could not be resolved. However, these compounds were well resolved in the CNT-coated column.

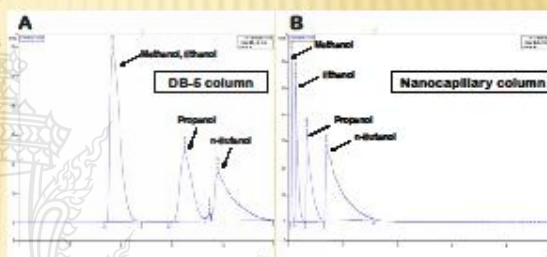


Fig. 2 Chromatograms of methanol, ethanol, propanol, and n-butanol: (A) 30 m DB-5 column, (B) CNT-coated column under similar conditions. Temperature program was as follows: 25 °C, ramp at 100 °C min⁻¹ to 150 °C and held 3.45 min at a carrier gas flow rate of 15.0 mL min⁻¹, and injection volume was 0.1 µL. Split injection (1:50, 150 °C), Detector, FID, 250 °C.

Conclusion

CNT-based open tubular GC stationary phases were fabricated via CVD on the inner wall of stainless steel capillaries. This phase demonstrated classical chromatography behavior and high resolution although the film thickness was found to be nonuniform.

Reference

- (1) C. Saridara and S. Mitra, "Chromatography on Self-Assembled Carbon Nanotubes," *Analytical Chemistry*, vol. 77, pp. 7094-7097, 2005.
- (2) C. M. Hussain, C. Saridara and S. Mitra, "Self-Assembly of Carbon Nanotubes via Ethanol Chemical Vapor Deposition for the Synthesis of Gas Chromatography Columns," *Analytical Chemistry*, vol. 82, pp. 5184-5188, 2010.

Acknowledgment

We would like to thank Rajamangala University of Technology Thanyaburi, for financial support.

ภาคผนวก ข

การคำนวณประสิทธิภาพของแคปฟิลลารีคอตัมน์ชนิดนาโน



1. การคำนวณ Resolution (R_s)

สามารถคำนวณค่า R_s ได้จากสูตร

$$R_s = \frac{1.18[(t_R)_B - (t_R)_A]}{(W_{1/2})_A + (W_{1/2})_B}$$

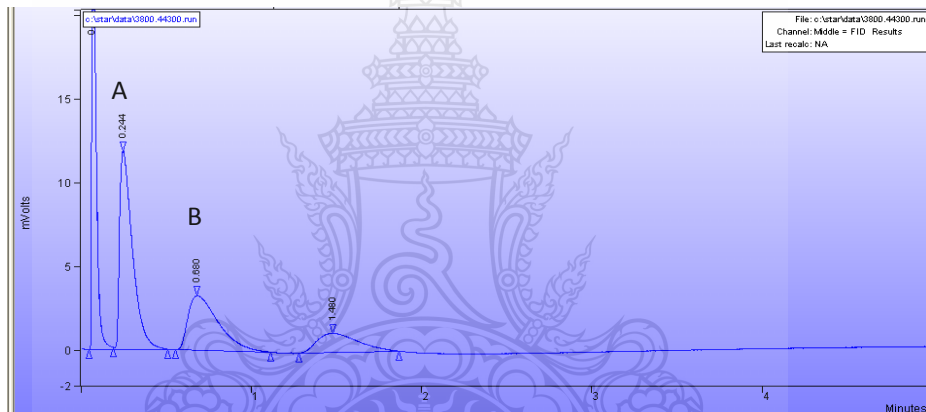
เมื่อ $(t_R)_A$ คือ เวลาที่ใช้ในการแยกของสาร A

$(t_R)_B$ คือ เวลาที่ใช้ในการแยกของสาร B

$(W_{1/2})_A$ คือ ความกว้างพีกของสาร A ที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

$(W_{1/2})_B$ คือ ความกว้างพีกของสาร B ที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

แสดงการคำนวณค่า R_s ของสาร A และสาร B จากโครมาโทแกรม



จากโครมาโทแกรม พบว่า

ที่พีก A ค่า $(t_R)_A = 0.244 \text{ min}$ โดยมีค่า $(W_{1/2})_A = 0.040 \text{ min}$

ที่พีก B ค่า $(t_R)_B = 0.680 \text{ min}$ โดยมีค่า $(W_{1/2})_B = 0.098 \text{ min}$

แทนค่า

$$R_s = \frac{1.18[0.680 - 0.244]}{0.040 + 0.098}$$

$$= \frac{0.514}{0.138}$$

$$= 3.725$$

2. การคำนวณ The number of theoretical plates (N)

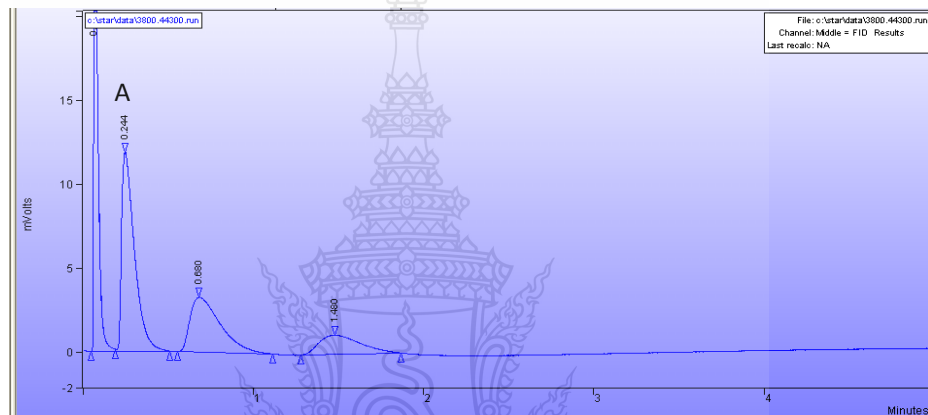
สามารถคำนวณได้จากสูตร

$$N = 5.54 \left(\frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2$$

เมื่อ t_R คือ เวลาที่ใช้การแยกของสารที่สนใจ

$W_{1/2}$ คือ ความกว้างพีกของสารที่สนใจที่ความสูงครึ่งหนึ่ง

แสดงการคำนวณค่า N ของสาร A จากโครมาโทแกรม



จากโครมาโทแกรม พบว่า

$$\text{ที่พีค A ค่า } (t_R)_A = 0.244 \text{ min} \quad \text{โดยมีค่า } W_{1/2} = 0.040 \text{ min}$$

แทนค่า

$$\begin{aligned} N &= 5.54 \left(\frac{0.244}{0.040} \right)^2 \\ &= 5.54 (37.21) \\ &= 206 \end{aligned}$$

3. การคำนวณ Height equivalent to a theoretical plate หรือ plate height (H) สามารถคำนวณจากสูตร

$$N = \frac{L}{H}$$

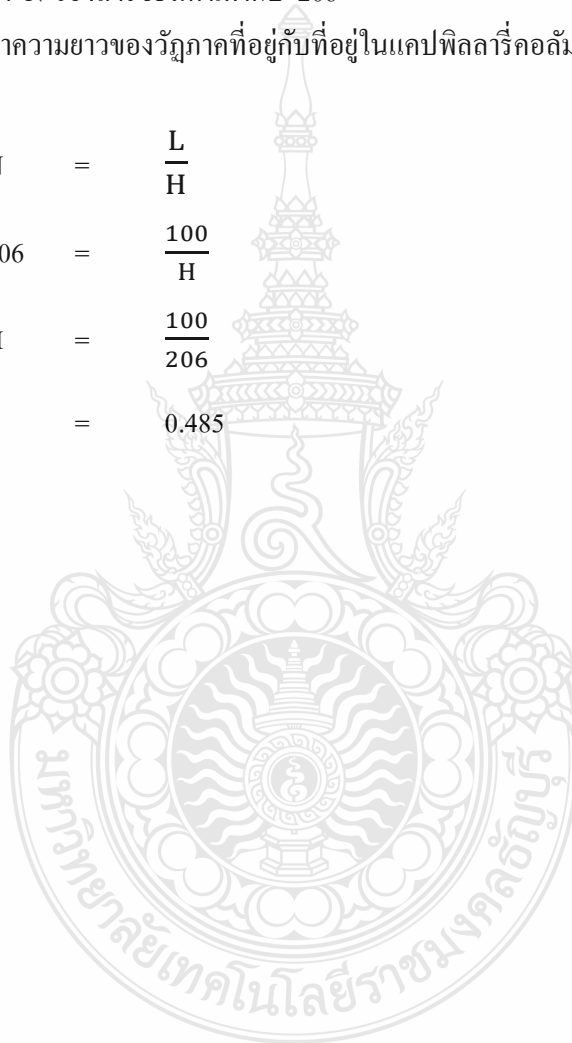
เมื่อ L คือ ความยาวของวัฏภาคที่อยู่กับที่ที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์

จาก ค่า N ของสาร A มีค่าเท่ากับ 206

ค่าความยาวของวัฏภาคที่อยู่กับที่อยู่ในแคปพิลลารีคอลัมน์ชนิดนาโนเท่ากับ 100 cm

แทนค่า

$$\begin{aligned} N &= \frac{L}{H} \\ 206 &= \frac{100}{H} \\ H &= \frac{100}{206} \\ &= 0.485 \end{aligned}$$



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายไพฑูรย์ ทรัพย์อุดม
วัน เดือน ปีเกิด	19 กันยายน 2517
ที่อยู่	270 ซอยศิริถาวร ถนนรามคำแหง เขตสวนหลวง อำเภอสวนหลวง กรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10250
การศึกษา	สำเร็จการศึกษาวិทยาสาตร์บัณฑิต สาขาเคมีวิเคราะห์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

