



KKU Engineering Journal

<http://www.en.kku.ac.th/enjournal/th/>

ความต้านทานไฟฟ้าของแผ่นเส้นใยนาโนโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เติมเขม่าดำ เขม่าดำที่ปรับสภาพผิวและท่อนาโนของคาร์บอน

Electrical resistivity of poly (vinyl alcohol) nanofibrous structures filled with carbon black, self-dispersible carbon black and carbon nanotube

วิภาวรรณ วงศ์ดาว¹⁾ และ ภาณุ ด่านวานิชกุล^{*2)}

Wipawan Wongdao¹⁾ and Panu Danwanichakul^{*2)}

¹⁾สาขาเทคโนโลยีการจัดการพลังงานและสิ่งแวดล้อม ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ศูนย์รังสิต จ.ปทุมธานี 12120

Energy and Environment Technology Management, Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Thammasat University, Pathumthani, Thailand, 12120.

²⁾ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ศูนย์รังสิต จ.ปทุมธานี 12120

Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Thammasat University, Pathumthani, Thailand, 12120.

Received December 2011

Accepted June 2012

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาเปรียบเทียบความต้านทานไฟฟ้าของแผ่นเส้นใยนาโนของโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เติมเขม่าดำ เขม่าดำที่ปรับสภาพผิวและท่อนาโนของคาร์บอน โดยเตรียมสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ความเข้มข้น 25% และเติมสารตัวเติมปริมาณ 2% 4% 6% 8% และ 10% ของน้ำหนักโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ จากนั้นนำไปขึ้นรูปเป็นเส้นใยนาโนด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง แล้วนำไปทดสอบโอะห์มของโพลิไวนิลแอลกอฮอล์และวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่เวลาต่างๆ ในขณะที่ทดสอบ จากการศึกษาพบว่า การเติมเขม่าดำในเส้นใยนาโนสามารถลดความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใยได้ แต่มีปัญหาในการเกาะกันเป็นกลุ่ม ซึ่งส่งผลกระทบต่อปริมาณของตัวเติมที่ออกมาในเส้นใยและค่าความต้านทาน และความไวในการตรวจจับโอะห์มของเส้นใยที่ไม่เป็นไปตามแนวโน้ม การปรับปรุงสภาพผิวของอนุภาคคาร์บอนให้มีประจุลบช่วยทำให้เกิดการกระจายตัวที่ดีขึ้นในสารละลาย และเกาะกลุ่มน้อยกว่าเดิม ส่งผลได้แนวโน้มที่ดีขึ้นเมื่อพิจารณาปริมาณของตัวเติมที่เพิ่มขึ้นตามการเตรียมและค่าความต้านทาน และความไวในการตรวจจับโอะห์มดีขึ้น สำหรับท่อนาโนคาร์บอนนั้นพบว่าการเกาะกลุ่มกันได้ง่าย และสปิน ออกมาได้น้อย เส้นใยที่ได้มีความต้านทานไม่สัมพันธ์กับปริมาณอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมในสารละลาย

คำสำคัญ : เส้นใยนาโน โพลิไวนิลแอลกอฮอล์ เขม่าดำ เขม่าดำที่มีการทำให้กระจายอนุภาค ท่อนาโนของคาร์บอน

Abstract

The studies of electrical resistivity of poly (vinyl alcohol) nanofibrous structures filled with carbon black, self-dispersible carbon black and carbon nanotube were done in this work. The PVA solution was prepared at 25% and the filler loading was varied to 2% 4% 6% 8% and 10% of PVA amount. The nanofibrous structures were fabricated by electrospinning method. The results revealed that carbon black was able to reduce electrical

*Corresponding author. Tel.: +66 (0) 2564 3001; Fax: +66 (0) 2564 3024

Email address: dpanu@engr.tu.ac.th

resistivity of electrospun structures. However, the agglomeration of carbon black particles occurred and this resulted in fluctuation of the amount of carbon black in the nanofibrous structures and their electrical resistivity as well as sensitivity. The surface treatment of carbon black particles yield self-dispersible carbon black which could increase degree of dispersion in PVA solution, leading to less fluctuation of the amount of carbon black in the fibers and their resistivity and sensitivity. Considering carbon nanotubes, it was observed that large clusters were formed and particulate settling occurred in the polymer solution. The agglomeration of fillers and particulate settling in solution seems to be a controlling factor in the variation of solution electrical property, filler amount in nanofibrous structures, and electrical property of the nanofibrous structures.

Keywords : Nanofiber, Poly (vinyl alcohol), Carbon black, Self-dispersible carbon black and carbon nanotube

1. บทนำ

ปัจจุบันมีงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับเส้นใยที่ขึ้นรูปด้วยเทคนิค electrospinning เป็นจำนวนมาก เนื่องจากเส้นใยที่ผลิตได้จากเทคนิคนี้หรือที่เรียกว่า อิเล็กโตรสปินนาโนไฟเบอร์ (Electrospun nanofibers) มีขนาดเล็กในระดับไมครอนถึงระดับนาโนเมตร จึงมีอัตราส่วนระหว่างพื้นผิวต่อปริมาตร (Surface-to-volume ratio) สูง และมีน้ำหนักเบา ผืนผ้าที่ได้จากเส้นใยนี้จะมีรูพรุนขนาดเล็กอยู่เป็นจำนวนมากทำให้มีการส่งผ่านของของเหลวหรือแก๊สได้ดี ข้อดีต่างๆ เหล่านี้ทำให้เกิดการวิจัยพัฒนาการนำเส้นใยขนาดนาโนนี้ไปใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น การประดิษฐ์ชุดป้องกันอาวุธเคมีและอาวุธชีวภาพของทหาร การผลิตวัสดุนาโนคอมพอสิต เส้นใยนาโนพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ไม่เป็นพิษ และมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ สำหรับงานทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อกระดูก (Bone tissue engineering) วัสดุตกแต่งแผล (Wound dressing) ระบบส่งยา (Drug delivery system) ระบบการกรองอย่างละเอียด (ultrafiltration) และวัสดุรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา (support) เป็นต้น งานวิจัยนี้ เน้นไปที่การนำเส้นใยที่ได้ไปในการสังเคราะห์วัสดุต้นแบบในการประดิษฐ์อุปกรณ์ดักจับไอระเหยอินทรีย์ จากงานวิจัยที่ผ่านมายังพบว่าโพลีไวนิลแอลกอฮอล์สามารถปั่นเป็นเส้นใยได้ดีด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง [1] และพบว่าเซนเซอร์ดักจับไอระเหยของสารอินทรีย์ที่มีลักษณะเป็นเส้นใยนาโนมีความไวในการดูดซับไอระเหยอินทรีย์ที่ต่ำกว่าวัสดุที่มีลักษณะเป็นแผ่นที่ใช้นั้ในปัจจุบัน [2] เนื่องจากวัสดุที่เป็นเส้นใยมีพื้นที่ในการดูดซับไอระเหยต่อหนึ่งหน่วยปริมาตรมากกว่าวัสดุแบบแผ่น [3] แต่ข้อจำกัดของการนำเส้นใยนาโนไปใช้ในการประดิษฐ์เซนเซอร์ดักจับสารอินทรีย์ไอระเหยคือความต้านทานไฟฟ้าที่มีค่าสูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุแบบแผ่น งานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษา

การเติมผงเขม่าดำเพื่อเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าของเส้นใย เนื่องจากผงเขม่าดำมีสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดีและมีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโนเมตร [4] แต่โดยปกติแล้วอนุภาคเขม่าดำมักจะจับตัวกันเป็นก้อนและไม่ชอบน้ำ ทำให้สมบัติของเส้นใยที่ได้มีความแปรปรวน [5, 6] จึงได้มีงานวิจัยที่การศึกษาการปรับปรุงการกระจายตัวของอนุภาคเขม่าดำด้วยการทำให้ผิวของอนุภาคมีหมู่ -COOH ด้วยการแช่ในกรดไนตริก [7] และเนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนมีสมบัติในการนำไฟฟ้าที่ดี จึงเลือกมาศึกษาเปรียบเทียบระหว่างเส้นใยโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ที่เติมท่อนาโนคาร์บอน และผงเขม่าดำ ซึ่งอาจส่งผลต่อลักษณะเส้นใย และสมบัติทางไฟฟ้า

สำหรับสารอินทรีย์ที่เลือกเป็นตัวแทนในการศึกษาเป็นสารอินทรีย์ระเหยง่าย ไอโซโพรพิล แอลกอฮอล์ถูกเลือกมาใช้ในการศึกษการดักจับไอระเหยของเส้นใย เนื่องจากเป็นสารอินทรีย์ชนิดมีขั้วเช่นเดียวกับโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ มีการใช้สารอินทรีย์ระเหยชนิดนี้กันอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมปิโตรเคมี และอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ จัดเป็นสารเคมีอันตรายเมื่อได้รับในปริมาณมาก มีโอกาสทำลายระบบประสาท ไต ระบบหลอดเลือดเลี้ยงหัวใจ ระบบทางเดินอาหาร [8]

1.1 วัสดุและสารเคมี

- (1) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol หรือ PVA) ยี่ห้อ Merck Ltd., Thailand ซึ่งมีมวลโมเลกุล (Mw) 30,000- 70,000 Da ชนิดสามารถละลายได้ในน้ำเย็น
- (2) เขม่าดำ (Carbon black) ชนิด N330 จากบริษัท Loxley
- (3) ท่อนาโนคาร์บอน ชนิดผนังหลายชั้น ยี่ห้อ Bayer
- (4) กรดไนตริกความเข้มข้น 99.6% ยี่ห้อ Merck Ltd., Thailand

2. วิธีการและขั้นตอนการศึกษา

2.1 เตรียมผงเขม่าดำที่มีการทำให้กระจายตัว Self Dispersible Carbon Black

นำผงเขม่าดำชนิด N330 (มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 33 นาโนเมตร) ปริมาณ 8 กรัม ผสมกับสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 70% ปริมาณ 600 มิลลิลิตร และนำไปฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นให้ความร้อนต่อที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส แล้วนำไปแยกตะกอนโดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงตะกอนที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที แยกส่วนน้ำใสออกจากตะกอน แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นแยกตะกอนอีกครั้งที่ความเร็วรอบและเวลาเท่าเดิม ล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง และแยกตะกอนเขม่าดำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.2 เตรียมส่วนผสมของ สารละลายโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ ผงเขม่าดำ ผงเขม่าดำที่มีการทำให้กระจายตัวและท่อนาโนคาร์บอน

เตรียมสารละลายโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (สารละลาย PVA) ความเข้มข้น 25% ในน้ำกลั่น และเติมผงเขม่าดำ (CB) ผงเขม่าดำที่มีการทำให้กระจายตัว (SDCB) และท่อนาโนคาร์บอน (CNTs) ปริมาณ 2% 4% 6% 8% และ 10 % ของน้ำหนักโพลีไวนิลแอลกอฮอล์

2.3 ทดสอบสมบัติของสารละลายที่ใช้ขึ้นรูปเส้นใยนาโน

2.3.1 การหาค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย (Electrical conductivity)

หาค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายที่เตรียมไว้ วิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้ายี่ห้อ Horiba รุ่น ES-14 ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ศูนย์รังสิต

2.3.2 ทดสอบการกระจายตัวของอนุภาคและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลาย

หลังการผสมสารละลายพอลิเมอร์และสารตัวเติมต่างๆ ให้เข้ากันอย่างดีแล้ว จึงบรรจุสารละลายในขวดปริมาตร 8 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นใช้เข็มฉีดยาดูดสารละลายที่ระดับความลึก 1, 6 และ 10 ซม. ดังรูปที่ 1 หยดสารละลายลงบนแผ่นกระจกใสและถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง



รูปที่ 1 แสดงการเก็บตัวอย่างที่ความลึกต่างๆ

2.4 ขึ้นรูปเส้นใยนาโนของโพลีไวนิลแอลกอฮอล์โดยใช้เครื่องอิเล็กทรอนิกส์พินนิ่ง

ในการทดสอบการสปินเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กทรอนิกส์พินนิ่งของสารละลาย PVA ที่มีความเข้มข้น 25% โดยใช้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรับเท่ากับ 9 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 18 kV เข้มเตี๋ย 75 องศา กับแนวตั้ง ใช้เวลาในการสปินเส้นใยเท่ากับ 25 นาที เข็มฉีดยาหมายเลข 21 ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 0.8 มิลลิเมตร ความยาวเข็มฉีดยา 3.5 เซนติเมตร แผ่นเส้นใยที่ได้จะควบคุมให้มีความหนาประมาณ 0.3 มม. โดยเป็นการวัดเฉลี่ยจากทั้งสี่มุมของแผ่นเส้นใย ระยะเวลาในการสปินของแต่ละตัวอย่างจึงแตกต่างกันไปช่วงประมาณ 20 นาที

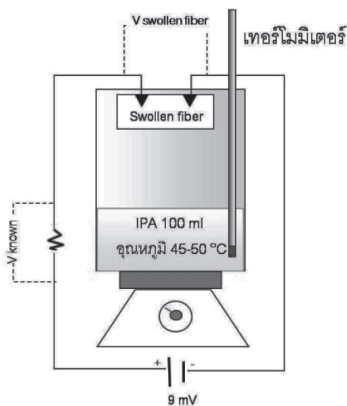
2.5 การศึกษาความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใยขณะดูดซับและไม่วาดซับไอระเหยไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์

นำกลุ่มเส้นใยขนาด 2 x 2 เซนติเมตรตรวจวัดความต้านทานไฟฟ้าภายในบรรยากาศของไอระเหย ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์เป็นเวลา 20 นาที โดยบันทึกค่าความต้านทานไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงไปทุกๆ 30 วินาที ผ่านวงจรอนุกรมดังรูปที่ 2 ขั้ว เปรียบเทียบกับกลุ่มเส้นใยที่ไม่ผ่านการดูดซับไอระเหยของสารไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์

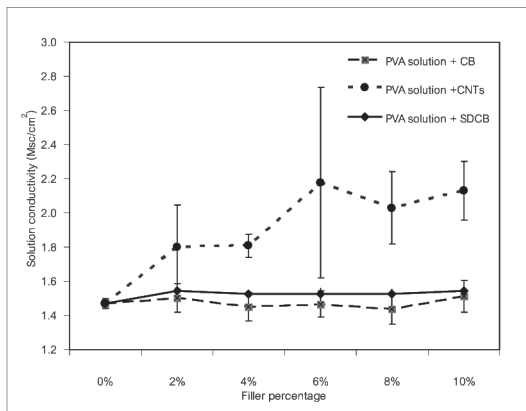
3. ผลการทดลอง

เมื่อนำอนุภาคเขม่าดำไปถ่ายภาพ SEM จะพบกลุ่มอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ถึง 1600 นาโนเมตร และเมื่อนำอนุภาคเขม่าดำไปทดสอบด้วยเครื่อง Particle size analyzer ที่ใช้น้ำเป็นสารตัวกลาง (Medium) เกิดการเกาะกลุ่มกันอยู่ระหว่าง 2-10 ไมครอน ส่วนอนุภาคของเขม่าดำที่มีการทำให้กระจายอนุภาคมีขนาดอยู่ในช่วง 0.1-0.7 ไมครอน เมื่อนำอนุภาคทั้งสามชนิดไปผสมกับสารละลาย PVA แล้วนำไป

วัดค่าการนำไฟฟ้าได้ผลดังรูปที่ 3



รูปที่ 2 แสดงวงจรอนุกรมเพื่อหาความต้านทานของเส้นใยขณะดูดซับไอระเหยไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์



รูปที่ 3 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีการเติมอนุภาคผงเขม่าดำ (CB) ผงเขม่าดำที่มีการทำให้กระจายตัว (SDCB) และท่อนาโนคาร์บอน (CNTs) ในสัดส่วนต่างๆ กัน

จากรูปที่ 3 พบว่าสารละลายที่มีการเติม SDCB มีค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายสูงกว่าสารละลายที่เติม CB เล็กน้อย และการเพิ่มปริมาณการเติม SDCB หรือ CB ในสารละลายจากปริมาณ 2%-10% ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายยังคงใกล้เคียงกัน และไม่แตกต่างจากสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ไม่มีการเติมอนุภาคใดๆ โดยทั้งสารละลายที่มีการเติมอนุภาค SDCB และ CB มีค่าการนำไฟฟ้าเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 1.5 mS/cm^2 ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Chuangchote และคณะ [5] ที่พบว่าการเติมอนุภาคผงเขม่าดำไม่มีผลต่อค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย ในขณะที่สารละลายที่มีการเติม CNTs มีแนวโน้มของค่าการ

นำไฟฟ้าที่สูงขึ้นตามปริมาณ CNTs ที่เพิ่มขึ้น ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายอยู่ในช่วง $1.8 - 2.1 \text{ mS/cm}^2$ นอกจากนี้ยังพบว่าสารละลายที่เติม SDCB มีค่าความแปรปรวนของค่าการนำไฟฟ้าที่ตำแหน่งต่างๆ ของสารละลายในขวดต่ำที่สุด ซึ่งน่าจะเป็นเพราะการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่ดีขึ้นกว่าเขม่าดำเดิม

เมื่อพิจารณาการตกตะกอนของตัวเติมในสารละลาย PVA เมื่อตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง ได้ผลดังรูปที่ 4

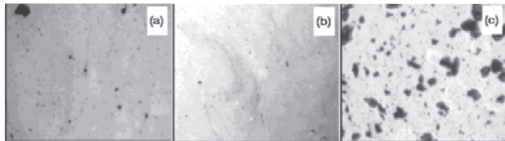
สารละลาย	ระดับความลึก	สัดส่วนในการเติมอนุภาคผงเขม่าดำ (CB) ในสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์					
		0%	2%	4%	6%	8%	10%
PVA + CB	1 ซม.						
	6 ซม.						
	10 ซม.						
PVA + SDCB	1 ซม.						
	6 ซม.						
	10 ซม.						
PVA + CNTs	1 ซม.						
	6 ซม.						
	10 ซม.						

รูปที่ 4 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงแสดงความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลาย PVAที่มีการเติมอนุภาค CB, SDCB และ CNTs ในสัดส่วนต่างๆ กัน

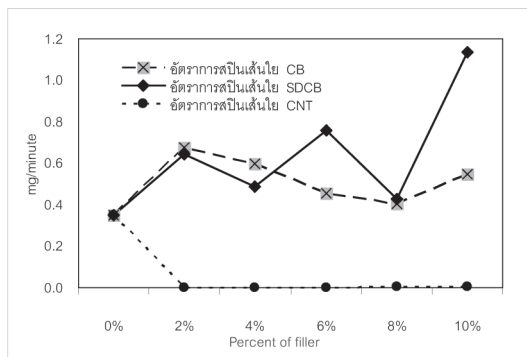
จากรูปที่ 4 พบว่าสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีการเติม CB มีความเข้มของสีดำที่ไม่สม่ำเสมอในแต่ละระดับความลึกของสารละลายในขวด โดยที่ระดับความลึกจากปากขวด 10 เซนติเมตร มีความเข้มของสีดำมากที่สุดและจางลงที่ระดับความลึกที่ 6 เซนติเมตรและ 1 เซนติเมตรตามลำดับ แสดงถึงอนุภาคของ CB มีการตกตะกอนแยกชั้นระหว่างอนุภาคและสารละลาย

สารละลาย PVA ที่เติมอนุภาค SDCB มีการกระจายตัวของอนุภาค SDCB ที่ค่อนข้างสม่ำเสมอในสารแขวนลอย เมื่อพิจารณาจากความเข้มของสีดำที่ใกล้เคียงกันในแต่ละระดับความลึก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอนุภาค SDCB สามารถคงสภาพการกระจายตัวในสารแขวนลอยได้ค่อนข้างสม่ำเสมอ

สารละลาย PVA ที่เติม CNTs มีความแตกต่างของความเข้มข้นของสีดำในแต่ละระดับความลึกของสารละลายอย่างชัดเจน ที่ระดับความลึก 1 และ 6 เซนติเมตร พบว่าสารละลายมีสีใกล้เคียงกับสารละลาย PVA ที่ไม่มีการเติมอนุภาค CNTs เลย นั่นแสดงว่าอนุภาค CNTs มีการตกตะกอน และไม่สามารถคงสภาพการกระจายตัวในแขวนลอยได้เป็นเวลานาน



รูปที่ 5 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงแสดงการกระจายตัวของอนุภาค CB, SDCB และ CNTs ในสารละลายโพลิไวนิลแอลกอฮอล์



รูปที่ 6 อัตราการสปินเป็นเส้นใยของสารละลาย PVA ที่มีการเติมอนุภาค CB SDCB และ CNTs

การเกาะกลุ่มของอนุภาคมีความสัมพันธ์กับการกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอย และความแปรปรวนของค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย สารละลายที่มีการเกาะกลุ่มเป็นก้อนขนาดใหญ่ ดังที่เห็นในรูปที่ 5 อนุภาค CNTs พบว่ามีการตกตะกอนแยกชั้นของอนุภาคและสารละลายเกิดขึ้น เนื่องจากอนุภาคมีน้ำหนักมากจึงจมลงก้นขวด ส่งผลให้ความแปรปรวนของค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายที่แต่ละตำแหน่งของสารละลายในขวดมากขึ้น ในขณะที่สารละลายที่เติมอนุภาค SDCB พบว่ามีการตกตะกอนแยกชั้นของอนุภาค และความแปรปรวนของค่าการนำไฟฟ้าที่น้อยที่สุด อันเป็นผลมาจากการที่อนุภาคมีการเกาะกลุ่มกันน้อยที่สุด เนื่องจากที่ผิวของอนุภาคมีหมู่ฟังก์ชัน $-\text{COO}-$ [7] ซึ่งเป็นประจุลบ ทำให้เกิดการผลักกันของอนุภาคด้วยแรง

คูลอมบ์ ส่งผลให้อนุภาคเกิดการเกาะกลุ่มกันน้อย และสามารถรักษาสภาพการกระจายตัวในสารแขวนลอยได้ดี

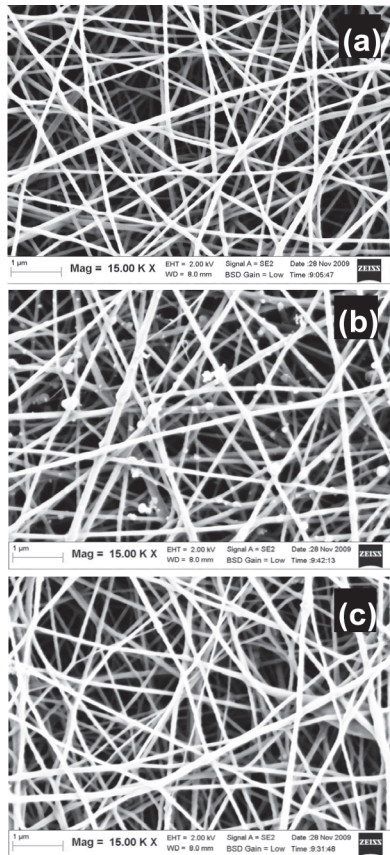
จากการทดสอบผลของการนำสารละลาย PVA ที่เติมอนุภาค CB, SDCB และ CNTs มาขึ้นรูปเป็นเส้นใยนาโนด้วยเครื่องอิเล็กทรอนิกส์เป็นระยะเวลา 20 นาที จากรูปที่ 6 พบว่าสารละลาย PVA ที่เติมอนุภาค SDCB มีแนวโน้มของน้ำหนักเส้นใยโดยรวมมากกว่าเส้นใยที่ได้จากสารละลาย PVA ที่ไม่เติมอนุภาคใดๆ สารละลาย PVA ที่เติม CB รวมถึง สารละลาย PVA ที่เติม CNTs โดยน้ำหนักของเส้นใยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนการเติมอนุภาค SDCB ที่มากขึ้น อาจเนื่องจากอนุภาคของ SDCB มีขนาดเล็กและอาจกระจายตัวได้ดีในสารละลาย PVA จึงสามารถออกมาพร้อมกับเส้นใยได้มากกว่าอนุภาค CB และ CNTs เมื่อพิจารณาการเติม CNTs ซึ่งแม้เติมในปริมาณเล็กน้อยก็ยังส่งผลให้อัตราการสปินเส้นใยต่ำลงมาก ซึ่งเป็นไปได้ว่าอนุภาค CNTs ทำให้สารละลายมีค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้นมาก จนไม่สามารถเกิดการสะสมของประจุในหยดสารละลายที่จำเป็นต่อการเกิดเส้นใยภายใต้สภาวะที่ทำการทดลองนี้

อย่างไรก็ตามการทดสอบการตกตะกอนและการพิจารณาอัตราการสปินเป็นเส้นใยเป็นเพียงการทดลองเชิงคุณภาพ การยืนยันการกระจายตัวและความเสถียรในสารละลายจำเป็นต้องทดสอบด้วยวิธีอื่นต่อไปเช่น การวัดค่า zeta potential ของอนุภาค การวัดค่าความเสถียรเชิงกล เป็นต้น

เมื่อนำเส้นใยที่ได้ไปตรวจด้วย SEM พบรูปร่างของเส้นใยเป็นดังรูปที่ 7 ซึ่งพบว่ามีอนุภาคบนเส้นใยโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เติมอนุภาค SDCB มากที่สุด ดังรูปที่ 7 (b) เนื่องจากอนุภาค SDCB มีขนาดเล็กจึงสามารถสปินออกมาพร้อมกับเส้นใยได้ในขณะที่อนุภาคของ CB และ CNTs มีขนาดใหญ่กว่าจึงสปินออกนอกมาพร้อมกับเส้นใยได้ยาก ทำให้อนุภาคปรากฏในเส้นใยน้อยดังรูปที่ 7 (a) และ 7 (c)

เมื่อศึกษาค่าความต้านทานไฟฟ้าของแผ่นเส้นใยนาโนในขณะที่ดูดซับไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์พบว่า ค่าความต้านทานจะลดลงเมื่อดักจับแก๊สได้มากขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป และจะลดลงอย่างรวดเร็วที่เวลาหนึ่ง ณ จุดนั้นเรียกว่าจุด percolation หรือ percolation threshold ซึ่งเป็นจุดที่การนำไฟฟ้าเกิดขึ้นได้ทั่วถึงในมิติหนึ่งหรือทั่วทั้งแผ่น พฤติกรรมดังกล่าวแสดงให้เห็นในรูปที่ 8, 9 และ 10 สำหรับ CB, SDCB และ CNTs ตามลำดับ การทำให้เกิดการเชื่อมของตำแหน่งที่นำไฟฟ้าได้ในโครงสร้างแผ่นเส้นใยนั้น สามารถทำได้โดย

การเติมสารที่นำไฟฟ้าได้ดีขึ้นในปริมาณที่มากขึ้น จึงเป็นการเพิ่มความน่าจะเป็นในการเชื่อมโยงจากจุดที่ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง ขั้วสัมผัสกับเส้นใย ซึ่งทำให้มีความว่องไวในการตรวจจับดีขึ้น อย่างไรก็ตามมีความเป็นไปได้ที่บางตำแหน่งในโครงสร้างแผ่นเส้นใยจะพบการกระจายตัวของอนุภาคที่แตกต่างกัน หากมีการเกาะกลุ่มกระจายตัวกันไม่ดี หรือปริมาณสารตัวเติมเบาบาง จะส่งผลต่อค่าความต้านทานของเส้นใยรวมที่จะมากขึ้น



รูปที่ 7 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 15,000 เท่า แสดงอนุภาค (a) CB (b) SDCB (c) CNTs ที่ปรากฏบนเส้นใย PVA

ในรูปที่ 8, 9 และ 10 เมื่อเปรียบเทียบระหว่างเส้นใยของ PVA และเส้นใย PVA ที่เติมสารตัวเติมพบว่าเส้นใยนำไฟฟ้าได้ดีขึ้น เนื่องจากเส้นใยมีช่องว่างที่มีรูพรุนจำนวนมากทำให้การนำไฟฟ้าเกิดขึ้นได้ง่าย การเติมสารนำไฟฟ้าได้ดี อย่างผงเขม่าดำหรือ CNTs จะช่วยทำให้เส้นใยนำไฟฟ้าได้ดียิ่งขึ้น

หากพิจารณาการนำไฟฟ้าของเส้นใย PVA ที่เติม CB ในรูปที่ 8 จะพบว่าที่สัดส่วนการเติมอนุภาค CB เพิ่มขึ้น มีแนวโน้มที่จะเกิดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าแบบฉับพลันได้ไวขึ้น อย่างไรก็ตามการทดลองของเส้นใยที่เติม 4% CB และ 6% CB แสดงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่สูงขึ้นมากแทนที่จะต่ำลง น่าจะเป็นเพราะว่าการควบคุมปริมาณของสารตัวเติมให้ออกมาในสัดส่วนที่สอดคล้องกับปริมาณที่เตรียมในสารละลาย PVA ทำได้ยาก ซึ่งอาจเป็นเพราะการกระจายตัวของขนาดต่างๆ ของอนุภาคในสารละลายและความเสถียรของกลุ่มอนุภาคในสารละลาย ดังสังเกตได้จากสีของแผ่นเส้นใยที่มีความเข้มของสีดำอ่อนกว่า และในบางแผ่นมีสีไม่สม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่น

จากรูปที่ 9 พบว่าเส้นใย PVA ที่มีการเติมอนุภาค SDCB เกิดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าแบบฉับพลันที่มีแนวโน้มที่จะเกิดได้เร็วขึ้นสัมพันธ์กับสัดส่วนการเติมอนุภาค SDCB ที่เพิ่มมากขึ้น และค่าลดลงที่อัตราการเติม SDCB ที่ 10% อาจเป็นเพราะการกระจายตัวที่แย่งนอกจากนี้ยังพบตัวอย่างที่มีค่าความต้านทานสูงมากขึ้นด้วยในรูป 9(e) ที่มีค่าความต้านทานสูงกว่า 9(d) น่าจะเป็นเพราะการกระจายตัวของ SDCB ในเส้นใยนี้ไม่สม่ำเสมอดีพอ

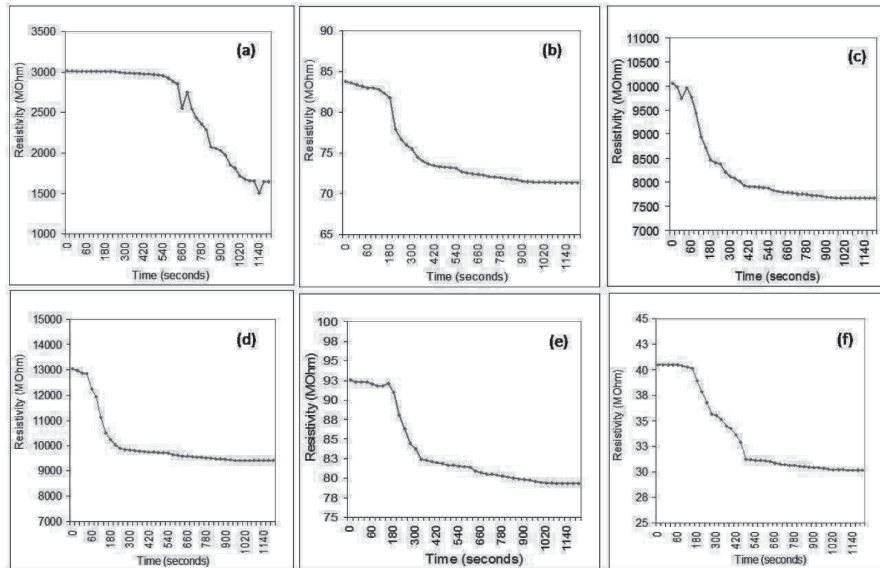
จากรูปที่ 10 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเส้นใย PVA ที่เติมอนุภาคของ CNTs พบว่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าแบบฉับพลันขึ้นในช่วงที่แคบกว่า และการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าไม่มีความสัมพันธ์กับสัดส่วนการเติม CNTs ที่เพิ่มมากขึ้นแต่อย่างใด อาจจะเป็นเพราะปริมาณของ CNTs ในเส้นใยไม่สอดคล้องกับการเติมในสารละลาย PVA ถึงแม้จะมีการเติม CNTs ในสารละลายที่มากขึ้นก็อาจจะไม่สามารถสปีน CNTs ออกมาได้มากขึ้นซึ่งน่าจะเกิดขึ้นเมื่อปริมาณของ CNTs สูงจนทำให้เกิดการเกาะกลุ่มกันในสารละลาย PVA ดังเช่นที่เห็นในรูป 10(e) และ 10(f) ที่เส้นใยมีความต้านทานสูงขึ้นกว่า 10(d)

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบรูปที่ 8, 9 และ 10 จะเห็นว่าความต้านทานของเส้นใยมีแนวโน้มลดลงตามเปอร์เซ็นต์ของสารตัวเติม แต่การควบคุมปริมาณสารตัวเติมในเส้นใยให้ออกมาในปริมาณที่สอดคล้องกับการเตรียมตัวอย่างสารละลายนั้นทำได้ยาก ดังจะเห็นจากตัวอย่างของ CNTs ซึ่งควรจะให้ค่าความต้านทานที่ลดต่ำลงอย่างมาก แต่กลับมีความต้านทานในระดับเดียวกับ SDCB เนื่องจากอนุภาคที่อ่อนานาเกิดการจับตัวกันเป็นก้อนขนาดใหญ่ได้ง่ายทำให้เกิด

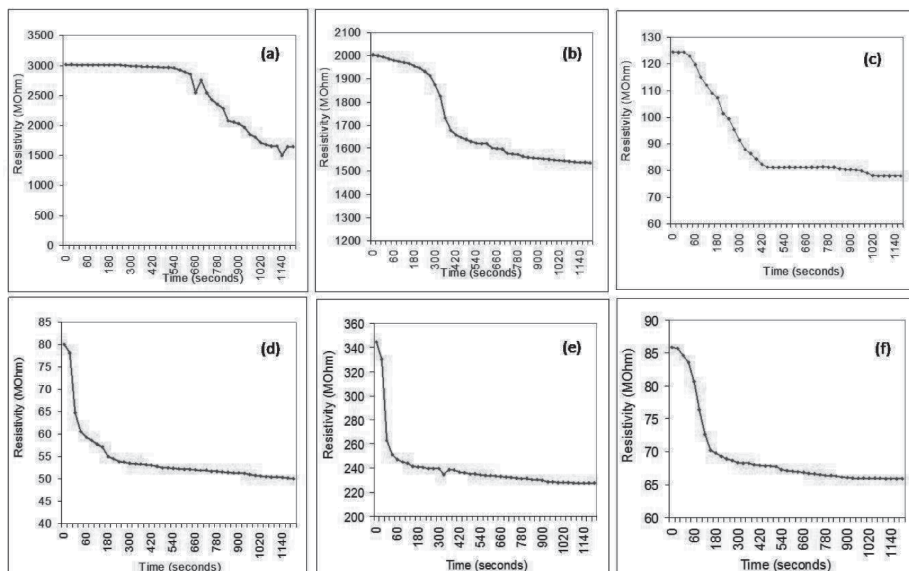
การตกตะกอน และอาจเกิดจากผลของประจุที่มากเกินไป ส่งผลให้เมื่อนำสารละลายมาขึ้นรูปเป็นเส้นใยพบว่า มีอนุภาคท่อนานคาร์บอนบนเส้นใยน้อย

และเมื่อเปรียบเทียบกับระหว่าง SDCB กับ CB จะเห็นว่าผลของ SDCB เป็นไปตามแนวโน้มมากกว่าผลของ CB น่าจะเนื่องมาจากการปรับปรุงการกระจายตัวของอนุภาคผงเข้ามาดำด้วยการแช่ในกรดไนตริกทำให้อนุภาคเกาะกลุ่ม

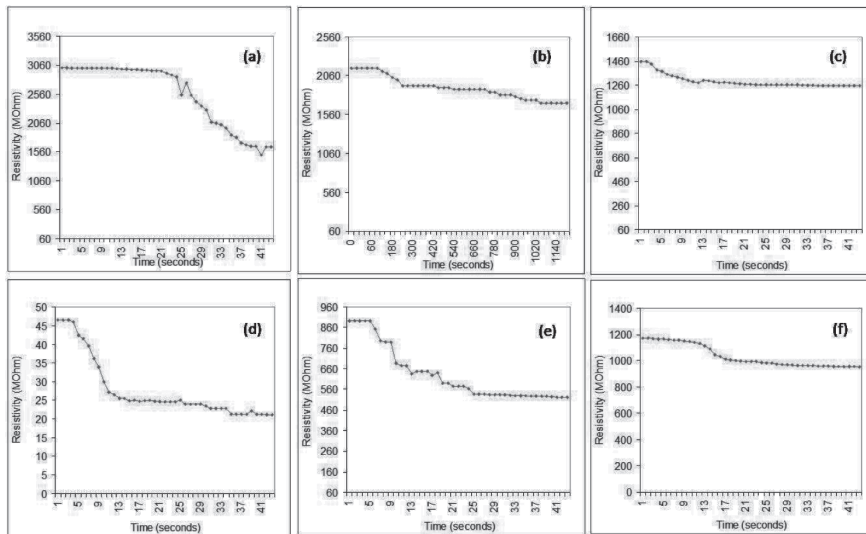
เป็นก้อนน้อยลง อนุภาคสามารถกระจายตัวและคงสภาพการกระจายตัวที่สม่ำเสมออยู่ในสารละลายได้ดีโดยมีการตกตะกอนน้อย การเกาะกลุ่มของอนุภาคมีผลต่อความแปรปรวนของสมบัติของค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย ความต้านทานของเส้นใย และระยะเวลาการเกิดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานแบบฉับพลันขณะดูดซับไอระเหยของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์



รูปที่ 8 แสดงความต้านทานไฟฟ้าขณะดูดซับไอระเหย IPA ของเส้นใย PVA ที่มีการเติมอนุภาค CB ที่ (a) 0% (b) 2% (c) 4% (d) 6% (e) 8% (f) 10%



รูปที่ 9 ความต้านทานไฟฟ้าขณะดูดซับไอระเหย IPA ของเส้นใย PVA ที่มีการเติมอนุภาค SDCB ที่ (a) 0% (b) 2% (c) 4% (d) 6% (e) 8% (f) 10%



รูปที่ 10 ความต้านทานไฟฟ้าขณะดูดซับไอระเหย IPA ของเส้นใย PVA ที่มีการเติมอนุภาค CNTs ที่ (a) 0% (b) 2% (c) 4% (d) 6% (e) 8% (f) 10%

4. สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้พบว่ามีความเป็นไปได้ที่จะนำเส้นใยโพลิไวนิลแอลกอฮอล์มาใช้ในการสังเคราะห์เป็นวัสดุที่ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับไอระเหยอินทรีย์ที่มีขั้ว การทดลองพบว่าการเติมอนุภาคผงเขม่าดำสามารถลดความต้านทานของเส้นใยโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีความต้านทานที่สูงมาก ทั้งยังช่วยเพิ่มความไวในการดูดซับไอระเหยของไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์และเมื่อนำอนุภาคเขม่าดำไปปรับปรุงผิวเพื่อให้มีการกระจายตัวที่ดีขึ้น ส่งผลให้ความไวในการตรวจจับไอระเหยรวดเร็วขึ้น และสามารถควบคุมคุณภาพเส้นใยในการนำไฟฟ้าเมื่อเติมอนุภาคปริมาณมากขึ้นได้ดีขึ้นกว่าเดิม สำหรับอนุภาคฟูลเลอรีนพบว่าการเกาะกลุ่มของอนุภาคได้ง่าย และเมื่อสังเกตด้วยตาพบว่าปริมาณอนุภาคออกมากับเส้นใยน้อย และไม่แปรผันไปตามปริมาณที่เตรียมในสารละลาย จึงเห็นได้ว่าจำเป็นต้องศึกษาต่อไปในอนาคตเพื่อหาหนทางควบคุมปริมาณสารตัวเติมให้ออกมาในเส้นใย

5. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณภาควิชาชีพวิศวกรรมเคมี สาขาเทคโนโลยีการจัดการพลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ สำหรับวัสดุและอุปกรณ์ต่างๆ และคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ปีงบประมาณ 2554 สำหรับทุนวิจัยที่ใช้ในงานวิจัยนี้

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] Koski A, Yim K, Shivkumer S. Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning. Mater. Lett. 2004; 58(3-4): 493-497.
- [2] Dong XM, Fu RW, Zhang MQ, Zhang B, Rong MZ. Electrical resistance response of carbon black filled amorphous polymer composite sensors to organic vapors at low vapor concentrations. Carbon. 2004; 42(12-13): 2551-2559.
- [3] Frenot A, Chronakis IS. Polymer nanofibers assembled by electrospinning. Curr. Opin. Colloid Interface Sci. 2003; 8(1): 64-75.
- [4] Zhang B, Fu R, Zhang M, Dong X, Wang L, Pittman CUJ. Gas sensitive vapor grown carbon nanofiber/polystyrene sensors. Mater. Res. Bull. 2006; 41(3): 553-562.
- [5] Chuangchote S, Sirivat A, Supaphol P. Mechanical and Electro-Rheological Properties of Electrospun Poly (vinyl alcohol) Nanofiber Mats Filled with Carbon Black Nanoparticles. Nanotechnology. 2007; 18(14): 145705-145712.

- [6] Schiffman JD, Blackford AC, Wegst UGK, Schauer CL. Carbon black immobilized in electrospun chitosan membranes. *Carbohydr. Polym.* 2011; 84(4): 1252-1257.
- [7] Li D., Sun G. Coloration of textiles with self-dispersible carbon black nanoparticles. *Dyes and Pigments.* 2007; 72(2): 144-149.
- [8] Material Safety Data Sheet. Chemical Data Bank. Pollution Control Department. Ministry of Natural Resources and Environment, Thailand CAS No. 67-63-0 UN/ID, NO. 1219 (in Thai)