

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปลง  
คาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด

STUDYING ACID TREATMENT CONDITION  
FOR CUTTING CARBON NANOTUBE



ระวีจี

หมั่นเรียน

ณัฐชานันท์

พรธีรานวพรรณษ

สายชล

เนียมอยู่ยงค์

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ขอสงวนสิทธิ์ใน  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปะเอกสารนี้เพื่อใช้ในการค้า ปีการศึกษา 2558 ถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STUDYING ACID TREATMENT CONDITION  
FOR CUTTING CARBON NANOTUBE



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF  
THE REQUIREMENT FOR  
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)  
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด  
Studying acid treatment condition for cutting carbon nanotube

ชื่อนักศึกษา นางสาวระวีจี หมั่นเรียน รหัสนักศึกษา 55050780  
นางสาวณัฐชานันท์ พรธีรานวพรรษ รหัสนักศึกษา 55050782  
นางสาวสายชล เนียมอยู่ยงค์ รหัสนักศึกษา 55050827

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)  
ภาควิชา เคมี  
ปีการศึกษา 2558  
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้  
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต  
(เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2558

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ ประธานกรรมการ	
ดร.เอกรัฐ เดชศรี กรรมการ	
ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด			
ชื่อนักศึกษา	นางสาวระวีจี	หมั่นเรียน	รหัสนักศึกษา	55050780
	นางสาวณัฐชานันท์	พรธีรานวพรรณ	รหัสนักศึกษา	55050782
	นางสาวสายชล	เนียมอยู่ยงค์	รหัสนักศึกษา	55050827
หลักสูตร	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)			
ภาควิชา	เคมี			
คณะ	วิทยาศาสตร์			
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง			
ปีการศึกษา	2558			
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ			

### บทคัดย่อ

ในปัจจุบันคาร์บอนนาโนทิวบ์มีการใช้งานที่แพร่หลายเนื่องจากมีโครงสร้างที่เป็นเอกลักษณ์ มีสมบัติเด่นทั้งทางเชิงกลและทางไฟฟ้า แต่คาร์บอนนาโนทิวบ์ที่ได้จากการผลิตยังขาดประสิทธิภาพในการกระจายตัวในตัวทำละลายส่วนใหญ่ และมักเกิดการรวมกันเป็นกลุ่มก้อนอันเนื่องมาจากความยาวของคาร์บอนนาโนทิวบ์ ซึ่งสิ่งนี้เป็นปัญหาสำคัญในการนำคาร์บอนนาโนทิวบ์ไปใช้ในงานประเภทอื่น ในงานวิจัยนี้จึงทำการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด (A-MWCNT) เพื่อลดความยาวและปรับปรุงประสิทธิภาพการกระจายตัว โดยศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น (Multi-wall carbon nanotube, MWCNT) ด้วยกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริก และกรดไนตริก ในอัตราส่วน 3:1 ทำการดัดแปลงที่อุณหภูมิ 80-120°C เป็นเวลา 10-30 นาที แล้วนำไปทดสอบประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายได้แก่ น้ำ เฮกเซน โทลูอีน ไดมethylฟอร์มาไมด์ (DMF) และไดเมทิลอะเซตาไมด์ (DMAc) นอกจากนั้นแล้วยังทำการวิเคราะห์ปริมาณของกรดใน MWCNT ด้วยวิธีไทเทรต วิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง FTIR วิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง FT-Raman วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง TGA ศึกษาสัญญาณวิทยาด้วยเครื่อง FESEM และวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR-meter ผลการทดสอบสรุปได้ว่า A-MWCNT สามารถกระจายตัวได้ดีขึ้นในตัวทำละลายมีขั้วได้แก่ น้ำ DMF DMAc อีกทั้ง พบว่ามีปริมาณกรดคาร์บอกซิลิกบนพื้นผิวเพิ่มขึ้นโดยวิเคราะห์ได้จากวิธีไทเทรต และ FTIR นอกจากนั้นแล้วหลังการดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดผสมพบว่าความยาวของ MWCNT ลดลง และยังส่งผลให้สมบัติการนำไฟฟ้าลดลงอีกด้วย

**คำสำคัญ :** การดัดแปลงด้วยกรด คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น รีฟลักซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<b>Special Project Title</b>	Studying acid treatment condition for cutting carbon nanotube		
<b>Students</b>	Miss Rawjee Manrean	Student ID	55050780
	Miss Natchanun Pornteeranawapat	Student ID	55050782
	Miss Saichon Neamyooyong	Student ID	55070827
<b>Degree</b>	Bachelor of Science (B.Sc. Industrial Chemistry)		
<b>Department</b>	Chemistry		
<b>Faculty</b>	Science		
<b>University</b>	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
<b>Academic Year</b>	2015		
<b>Advisor</b>	Dr. Kittimon Jirakittidul		

### Abstract

Nowadays carbon nanotubes (CNT) have been attracted because of their extremely physical and electrical properties. However, as-produced CNTs are bound into entangled ropes due to their length. Moreover CNTs have low of dispersion efficiency in several solvent. That is an important issue for using CNT in many applications. In this research was focused on acid treatment CNTs (A-MWCNT) in order to decreasing the length and improving dispersion. By studying the suitable conditions for treatment multiwall carbon nanotube (MWCNT) with an acid mixture of sulfuric acid and nitric acid in a ratio of 3: 1. CNTs were acid modified by reflux at 80-120°C for 10-30 minutes. The dispersion efficiency was determine in several solvent; i.e. water, hexane, toluene, dimethyl formamide (DMF) and dimethyl acetamide (DMAc). An amount of acid on A-MWCNT were investigated by titration. In addition, CNT were characterized by UV-Vis Spectrophotometer (dispersion analysis), FT-Raman (structural analysis), TGA (thermal stability analysis), FESEM (morphology analysis) and LCR meter (electrical conductivity analysis). It was found that A-MWCNT showed better dispersion in polar solvents which were water, DMF and DMAc. From titration and FT-Raman results, it was found an increase in carboxylic acid group on their surfaces. After treatment a decrease in length and the electrical conductivity of A-MWCNT were observed.

**Keywords :** Acid treatment, Multiwall carbon nanotube, Reflux

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี ด้วยความกรุณาชี้แนะแนวทางให้คำปรึกษาในการทำโครงการพิเศษจาก ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติดุลย์ ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ นอกจากนี้ยังให้กำลังใจและการดูแลอย่างดีทำให้โครงการพิเศษสำเร็จลุล่วงมาได้

ขอขอบพระคุณ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ และ ดร.เอกรัฐ เดชศรี ที่เข้าร่วมเป็นคณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ พร้อมทั้งให้คำแนะนำและเสนอข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์เพื่อนำไปแก้ไขโครงการพิเศษสำเร็จให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ดร.ณวสิทธิ์ โชติแสง และ ดร.การุณย์ สาดอ่อน ในเรื่องการเขียนกลไกปฏิกิริยาทางเคมี ทำให้เนื้อหาของโครงการพิเศษเล่มนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาในระดับบัณฑิตศึกษา

ขอขอบพระคุณ บริษัท หลุยส์ ดี. เลียวโนเวนส์ (ประเทศไทย) จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้สารเคมี Epoxy resin อีกทั้งคำแนะนำในการใช้งาน

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่ให้คำปรึกษาและอำนวยความสะดวกในการทดลอง

ขอขอบคุณเพื่อนๆน้องๆ สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ทุกคน ที่เป็นกำลังใจและช่วยเหลือในด้านต่างๆ ให้คำปรึกษา ให้ข้อคิด ให้สติ ให้ความรู้ลึกๆตลอดการวิจัย

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดาของเราทั้งสามคนตลอดจนครอบครัว ที่เป็นแรงผลักดัน ให้กำลังใจและคอยสนับสนุนด้านการศึกษาตลอดมา จนทำให้การทำโครงการพิเศษเล่มนี้ประสบความสำเร็จ

ระวีจิ	หมั่นเรียน
ณัฐชานันท์	พรธีรานวพรรษ
สายชล	เนียมอยู่ยงค์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป .....	ช
คำย่อ/สัญลักษณ์ .....	ณ
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ .....	1
1.2 วัตถุประสงค์ .....	2
1.3 ขอบเขต .....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>4</b>
2.1 คาร์บอนนาโนทิวบ์.....	4
2.1.1 โครงสร้างและชนิดของคาร์บอนนาโนทิวบ์.....	4
2.1.1.1 คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังชั้นเดียว.....	5
2.1.1.2 คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น.....	6
2.1.2 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์.....	6
2.1.2.1 Arc discharge .....	6
2.1.2.2 Laser ablation .....	6
2.1.2.3 Chemical Vapor Deposition.....	7
2.1.3 สมบัติของคาร์บอนนาโนทิวบ์.....	7
2.2 กระบวนการทำคาร์บอนนาโนทิวบ์ให้บริสุทธิ์.....	8
2.3 การดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด.....	10
2.3.1 ชนิดของกรดในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์.....	10
2.3.1.1 กรดไนตริก.....	10
2.3.1.2 กรดซัลฟิวริกผสมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	10
2.3.1.3 กรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริก .....	11
2.3.2 วิธีในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด.....	12
2.3.2.1 วิธี Sonication.....	12
2.3.2.2 วิธี Reflux .....	13
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	13
2.4.1 ผลกระทบจากชนิดของกรดในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์.....	13
2.4.2 ผลกระทบจากความเข้มข้นของกรดในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์.....	15
2.4.3 ผลกระทบจากระยะเวลาในการใช้กรดดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์.....	17

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ห้ามเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกหรือทำซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาตจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.4.4 ผลกระทบจากวิธีการตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด.....	20
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย .....</b>	<b>22</b>
3.1 แผนการดำเนินงานวิจัย .....	22
3.2 สารเคมีและอุปกรณ์.....	22
3.3 วิธีการทดลอง.....	24
3.3.1 การตัดแปลง MWCNT ด้วยกรด.....	24
3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติของ A-MWCNT .....	25
3.3.2.1 วิเคราะห์ปริมาณของกรดบน A-MWCNT ด้วยวิธีการไทเทรต.....	25
3.3.2.2 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FTIR.....	26
3.3.2.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง TGA.....	26
3.3.2.4 วิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FT-Raman .....	27
3.3.2.5 ประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายของ A-MWCNT .....	28
3.3.2.6 วิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ด้วย เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer.....	28
3.3.2.7 ศึกษาสัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ด้วย FESEM.....	29
3.3.2.8 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง LCR meter .....	30
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล .....</b>	<b>32</b>
4.1 การตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นด้วยกรด.....	32
4.1.1 การทดสอบร้อยละผลผลิตของ A-MWCNT .....	33
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของ A-MWCNT.....	33
4.2.1 การทดสอบการหาปริมาณกรดของ A-MWCNT ด้วยวิธีการไทเทรต.....	33
4.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FTIR .....	34
4.2.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง TGA.....	36
4.2.4 การวิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FT-Raman .....	38
4.2.5 การทดสอบประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายของ A-MWCNT..	39
4.2.6 การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ด้วย เครื่อง UV-Vis Spectrophotometer.....	42
4.2.7 การศึกษาสัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FESEM.....	43
4.2.8 การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT.....	44
<b>บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....</b>	<b>47</b>
5.1 สรุปผลการวิจัย .....	47
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	48

## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติโดยทั่วไปของคาร์บอนนาโนทิวบ์ .....	8
2.2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น .....	14
2.3 ความเข้มข้นของ Acidic sites บนคาร์บอนนาโนทิวบ์หลังจากการดัดแปลงด้วยกรด .....	17
2.4 การเปรียบเทียบจุดนำไฟฟ้าในคอมโพสิต .....	19
3.1 สมบัติบางประการของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น .....	22
3.2 สมบัติบางประการของอีพ็อกซีเรซิน DER-331 .....	23
3.3 สภาวะในการดัดแปลง MWCNT .....	24
3.4 อุณหภูมิและเวลาสำหรับการดัดแปลง MWCNT .....	25
4.1 ความสูงของ normalize พีค C=O stretching ของ Blank และ A-MWCNT .....	35
4.2 ค่า D-band และ G-band ของ A-MWCNT ในสภาวะต่างๆ .....	38
4.3 ค่าการละลาย (Solubility parameter) ของตัวทำละลายชนิดต่างๆ .....	40
4.4 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย .....	40
4.5 การกระจายตัวของ A-MWCNT ที่สภาวะต่างๆในน้ำ .....	41
4.6 ประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายของ A-MWCNT หลังจากการ Centrifuge ที่ 9,000 rpm เป็นเวลา 6 ชั่วโมง .....	41
4.7 ค่าการนำไฟฟ้าเฉลี่ยของ A-MWCNT ที่ความถี่ $1 \times 10^6$ Hz .....	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



## สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.3 ปริมาณกรดของ A-MWCNT .....	34
4.4 FTIR spectra ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ.....	35
4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของพีค C=O stretching กับเวลาที่ใช้ในการดัดแปลง .....	36
4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ของ A-MWCNT กับอุณหภูมิในการสลายตัวที่ 900 °C.....	37
4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ของ A-MWCNT ที่อุณหภูมิ 900 °C กับเวลาในการดัดแปลง MWCNT.....	37
4.8 FT-Raman spectra ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ ที่ผ่านการ normalized.....	38
4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วน ID/IG กับเวลาที่ใช้ในการดัดแปลง MWCNT.....	39
4.10 UV-vis spectra ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ.....	42
4.11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับอุณหภูมิที่ใช้ในการดัดแปลง MWCNT .	43
4.12 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย x100,000 เท่าของ Blank .....	43
4.13 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย x100,000 เท่าของ MWCNT ที่ถูกดัดแปลงที่อุณหภูมิ 80 °C ที่เวลา (a) 10 นาที (b) 20 นาที (c) 30 นาที.....	43
4.14 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย x100,000 เท่าของ MWCNT ที่ถูกดัดแปลงที่อุณหภูมิ 100 °C ที่เวลา (a) 10 นาที (b) 20 นาที (c) 30 นาที.....	44
4.15 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย x100,000 เท่าของ MWCNT ที่ถูกดัดแปลงที่อุณหภูมิ 120 °C ที่เวลา (a) 10 นาที (b) 20 นาที (c) 30 นาที.....	44
4.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT คอมโพสิตกับความถี่.....	45
4.17 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาของ A-MWCNT .....	46

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## คำย่อ/สัญลักษณ์

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
A-MWCNT	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์กับกรดผสมระหว่างกรดไนตริกและซัลฟิวริก ในอัตราส่วน 3:1
A-MWCNT 80/10	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
A-MWCNT 80/20	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที
A-MWCNT 80/30	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
A-MWCNT 100/10	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
A-MWCNT 100/20	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
A-MWCNT 100/30	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
A-MWCNT 120/10	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
A-MWCNT 120/20	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที
A-MWCNT 120/30	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกนำไปรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
Blank	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ไม่ได้ถูกนำไปรีฟลักซ์
CNT	คาร์บอนนาโนทิวบ์
D band	พีกจากรามานสเปกตรัมที่บ่งบอกถึงส่วนที่ไม่เป็นระเบียบที่ปรากฏในโครงสร้างของ CNT
DMAc	N,N-dimethylacetamide
DMF	Dimethylformamide
G band	พีกจากรามานสเปกตรัมที่บ่งบอกถึงความสมบูรณ์ของโครงสร้าง CNT
ID	Intensity D band
IG	Intensity G band
ID/IG	อัตราส่วนระหว่างความเข้มของพีก D band กับความเข้มของพีก G band
MWCNT	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้า ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านธุรกิจการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## คำย่อ/สัญลักษณ์ (ต่อ)

คำย่อ/สัญลักษณ์	คำอธิบาย
SWCNT	คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังชั้นเดียว
-COOH	หมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิก
-C=O	หมู่ฟังก์ชันคาร์บอนิล
-OH	หมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ในปัจจุบันการเพิ่มสมบัติเชิงกลและสมบัติการนำไฟฟ้าให้กับพอลิเมอร์ที่เป็นฉนวนทางไฟฟ้ามักนิยมนำสารตัวเติม (Filler) ที่มีสมบัติเด่นทั้งทางเชิงกลและทางไฟฟ้า เช่น เขม่าดำ (Carbon black; CB) หรือคาร์บอนนาโนทิวบ์ (Carbon nanotube; CNT) แต่อย่างไรก็ตามยังมีความแตกต่างอย่างเด่นชัดในการทำวัสดุคอมโพสิตระหว่าง CB และ CNT แม้ CB จะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลให้กับวัสดุคอมโพสิต แต่จำเป็นต้องใช้ปริมาณมากกว่า CNT อีกทั้ง CNT ยังให้ประสิทธิภาพในการเสริมแรงที่เหนือกว่า ให้ค่าความแข็งแรงดึง (tensile strength) และ Young's modulus ที่สูงกว่า ส่วนในด้านสมบัติทางไฟฟ้า CNT มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำมาก ทำให้สามารถส่งผ่านกระแสไฟฟ้าได้ดี สามารถเป็นได้ทั้งสารตัวนำและสารกึ่งตัวนำไฟฟ้า ซึ่งต่างจาก CB ที่มีสมบัติความต้านทานไฟฟ้าสูง ทำให้ความสามารถในการส่งผ่านกระแสไฟฟ้าต่ำกว่า แต่เนื่องจาก CB มีราคาต่ำกว่า CNT มากจึงทำให้ CB เป็นที่นิยมในอุตสาหกรรม [1]

CNT มีการใช้งานที่แพร่หลายเนื่องจากมีโครงสร้างที่เป็นเอกลักษณ์ มีสมบัติเด่นทั้งทางเชิงกลและทางไฟฟ้า มีความหนาแน่นต่ำประมาณ  $1.3 \text{ g/cm}^3$  มีค่า Young's modulus สูงกว่า  $1 \text{ TPa}$  มีค่าความแข็งแรงดึงสูงถึง  $63 \text{ GPa}$  โดยความสามารถในการเป็นสารตัวนำหรือสารกึ่งตัวนำไฟฟ้าขึ้นอยู่กับโครงสร้างและเส้นผ่านศูนย์กลางของ CNT [1,2]

โครงสร้างของ CNT มีลักษณะเป็นแผ่นกราฟีน (Graphene sheets) ม้วนเป็นท่อทรงกระบอกแบบไม่มีรอยต่อ (แผ่นกราฟีนคือ วัสดุที่มีโครงสร้างอันเกิดจากการจัดเรียงกันของคาร์บอนอะตอมแบบวงหกเหลี่ยม (Hexagonal configuration) ในแนวระนาบสองมิติหลายๆวงต่อกัน) [3] โดยสามารถแบ่ง CNT ออกเป็น 2 ชนิดหลัก

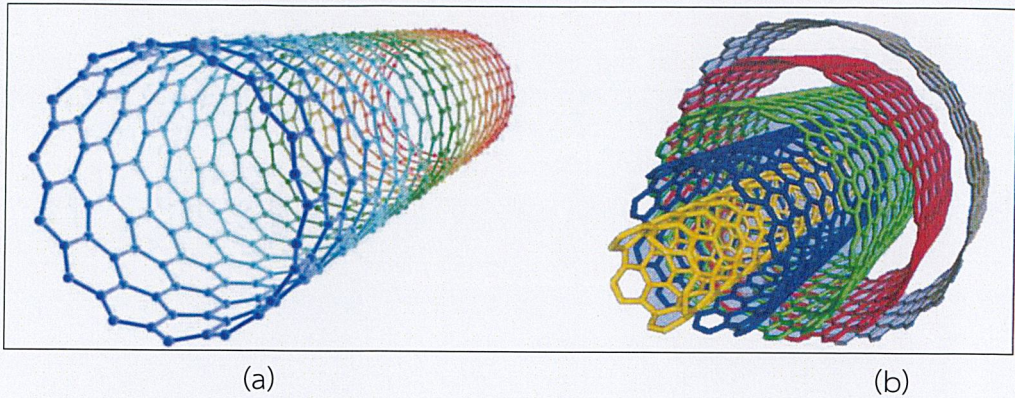
1) คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังชั้นเดียว (Single-walled carbon nanotube; SWCNT) ประกอบด้วยแผ่นกราฟีน 1 แผ่น ม้วนแบบไร้อะตอมรูปทรงกระบอก มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ  $1 \text{ nm}$  ดังแสดงในรูป 1.1 (a)

2) คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น (Multi-walled carbon nanotube; MWCNT) ประกอบด้วยการจัดเรียงแผ่นกราฟีนเป็นทรงกระบอกซ้อนกันมากกว่า 1 ชั้น มีเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง  $2\text{-}100 \text{ nm}$  [1] ดังแสดงในรูป 1.1 (b)

ในงานวิจัยนี้จึงนำ MWCNT มาทำการดัดแปลงด้วยกรดเพื่อลดความยาว ปรับปรุงประสิทธิภาพการกระจายตัว และยังคงสมบัติทางไฟฟ้า โดยกรดที่นิยมคือ กรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริก ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) กับกรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$ ) ในอัตราส่วน  $3:1 \text{ v/v}$  เนื่องจากมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยากับ MWCNT [6,7] และทำการศึกษาอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาต่อการดัดแปลง MWCNT ทำให้ได้เป็นคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นที่ถูกดัดแปลงด้วยกรด (Acid treated-MWCNT; A-MWCNT) โดยปัจจัยในการดัดแปลงด้วยกรดที่แตกต่างกันอาจมีผลต่อโครงสร้างและสมบัติของ MWCNT นอกจากนี้ยังทำการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าโดยการนำ A-MWCNT มาทำเป็นวัสดุคอมโพสิตกับอีพ็อกซีเรซิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 1.1 โครงสร้างของคาร์บอนนาโนทิวป์ (a) SWCNT [4] และ (b) MWCNT [5]

### 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) ศึกษาผลของเวลาและอุณหภูมิในการรีฟลักซ์ต่อประสิทธิภาพในการตัด MWCNT ด้วยกรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริก
- 2) ศึกษาโครงสร้างทางเคมี, สมบัติทางความร้อน, สัณฐานวิทยา, และประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT
- 3) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ A-MWCNT ในวัสดุคอมโพสิต

### 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) ศึกษากระบวนการตัดแปลง MWCNT ด้วยกรดและศึกษาวิธีในการเตรียมวัสดุคอมโพสิต โดยวิธีการผสมแบบสารละลาย (Solution mixing)
- 2) ตัดแปลง MWCNT ด้วยกรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริกในอัตราส่วน 3:1 โดยวิธีรีฟลักซ์ที่มีเวลาและอุณหภูมิต่างกัน
- 3) วิเคราะห์ปริมาณของกรดบนพื้นผิวของ A-MWCNT ด้วยวิธีการไทเทรต
- 4) วิเคราะห์ หมู่ฟังก์ชัน ของ A-MWCNT ด้วย Fourier transform infrared spectrometer (FTIR)
- 5) วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของ A-MWCNT ด้วย Thermogravimetric analyzer (TGA)
- 6) วิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วย Fourier transform Raman spectrometer (FT-Raman)
- 7) วิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายต่าง ๆ ได้แก่ น้ำ, เฮกเซน (Hexane), โทลูอิน (Toluene), ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (DMF) และ ไดเมทิลอะเซตาไมด์ (DMAc)
- 8) วิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer
- 9) ศึกษาสัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ด้วย Field emission scanning electron microscope (FESEM)
- 10) เตรียมวัสดุคอมโพสิตระหว่าง A-MWCNT กับอีพอกซีเรซิน โดยวิธีผสมแบบสารละลาย (Solution mixing) และขึ้นรูปชิ้นงานด้วยวิธีการหล่อจากสารละลาย (Solution casting)

เอกสารนี้เป็นเอกสารต้นฉบับที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการนำเสนอผลงานวิจัยทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเท่านั้น ไม่สามารถนำข้อมูลไปใช้

11) ทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าของ A-MWCNT ในวัสดุคอมโพสิต

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) ทราบถึงผลของเวลาและอุณหภูมิในการรีฟลักซ์ต่อประสิทธิภาพในการตัด MWCNT ด้วยกรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริกในอัตราส่วน 3:1
- 2) ทราบถึงโครงสร้างทางเคมีโครงสร้างทางเคมี, สมบัติทางความร้อน, สัณฐานวิทยา, และประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT
- 3) ทราบถึงประสิทธิภาพทางไฟฟ้าของ A-MWCNT ในวัสดุคอมโพสิต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

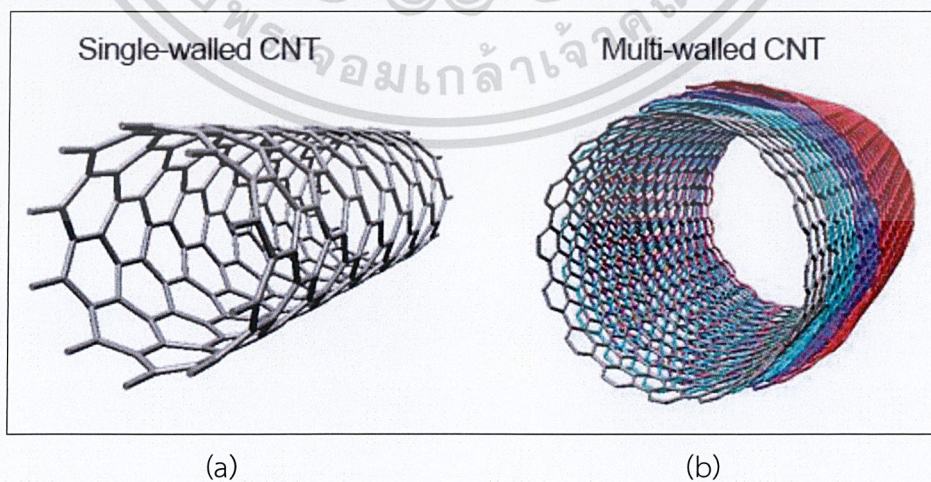
ปัจจุบันนาโนเทคโนโลยีเข้ามามีบทบาทสำคัญทางด้านวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและวิศวกรรม มากยิ่งขึ้น การพัฒนาเทคโนโลยีในระดับนาโนจึงเป็นสิ่งจำเป็นและได้รับความสนใจ โดยเฉพาะอย่างยิ่งการเตรียมวัสดุระดับนาโน หรือการเตรียมอุปกรณ์ที่มีขนาดเล็กระดับโมเลกุล ซึ่งวัสดุที่กำลังเป็นที่สนใจอย่างมากในปัจจุบันก็คือ คาร์บอนนาโนทิวบ์ [8]

### 2.1 คาร์บอนนาโนทิวบ์

คาร์บอนนาโนทิวบ์ (Carbon nanotubes; CNT) เป็นโมเลกุลที่มีรูปร่างเป็นท่อกลวงของ โครงสร้างร่างแหตาข่ายขนาดเล็ก สร้างมาจากวัสดุที่เป็นธาตุพื้นฐานสำคัญที่สุดของมนุษย์นั่นคือ คาร์บอน เนื่องจาก CNT มีสมบัติเด่นทั้งทางเชิงกลและทางไฟฟ้า โดยมีความหนาแน่นต่ำประมาณ  $1.3 \text{ g/cm}^3$ , ค่า Young's modulus สูงกว่า 1 TPa, ค่าความแข็งแรงดึงสูงถึง 63 GPa และมีความสามารถในการเป็นสารตัวนำหรือสารกึ่งตัวนำไฟฟ้า จึงมีความคิดในการนำ CNT ไปใช้ประโยชน์ ในงานหลายประเภท เช่น การทำชิพในเครื่องคอมพิวเตอร์ ทำสายเคเบิล อุปกรณ์ไฟฟ้า หรืออุปกรณ์ วัสดุระดับสารเคมี เป็นต้น [8]

#### 2.1.1 โครงสร้างและชนิดของคาร์บอนนาโนทิวบ์

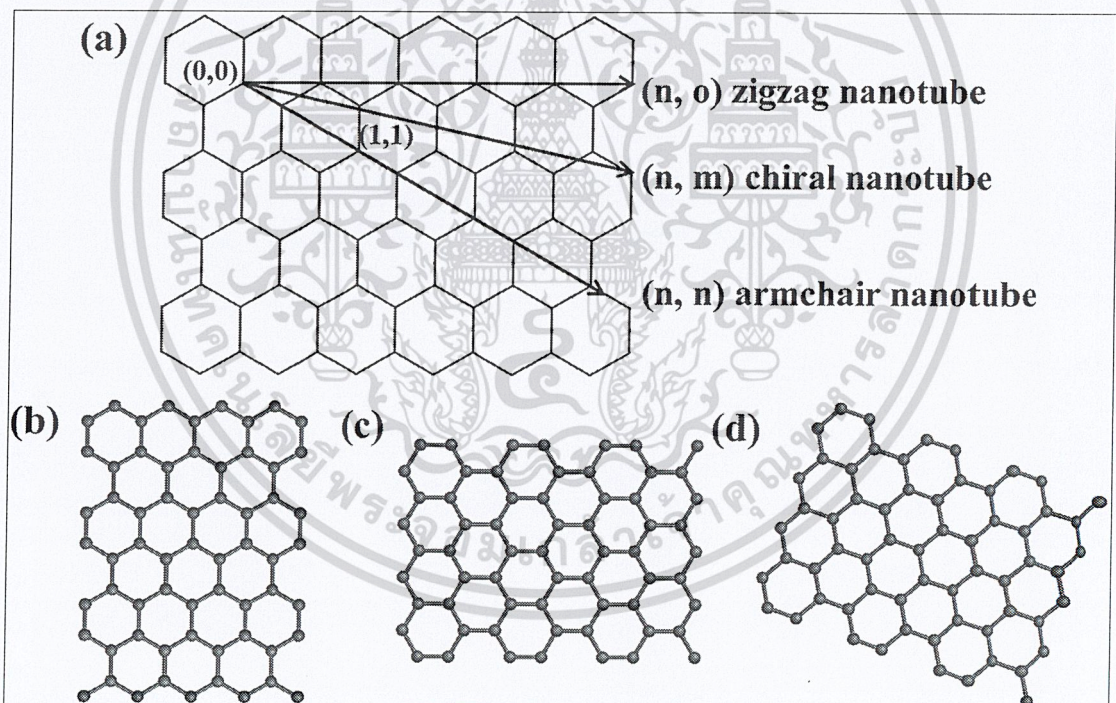
ในปี ค.ศ. 1991 Sumio Iijima ค้นพบ CNT จากการใช้ High resolution transmission electron microscopy (HRTEM) ตรวจสอบผลผลิตที่เกิดขึ้นจากการนำแกรไฟต์มาผ่านกระบวนการ Arc evaporation ภายใต้บรรยากาศของฮีเลียม [2] โดยสังเกตพบโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นท่อกลวง เส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตร จึงเรียกโครงสร้างนี้ว่า CNT [9] โครงสร้างของ CNT สามารถแบ่งออกเป็น 2 ชนิดหลัก คือ คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังชั้นเดียว ดังรูปที่ 2.1 (a) และ คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น ดังรูปที่ 2.1 (b)



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของคาร์บอนนาโนทิวบ์ (a) คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังชั้นเดียว และ เอกสาร (b) คาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น [10] ปรึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.1.1 คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังชั้นเดียว

คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังชั้นเดียว (Single-walled carbon nanotube; SWCNT) ประกอบด้วยแผ่นกราฟีน 1 แผ่น ม้วนแบบไร้ตะเข็บรูปทรงกระบอก ดังรูปที่ 2.1 (a) มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 nm ความยาวที่อยู่ในหน่วย  $\mu\text{m}$  ผนังของ CNT เกิดจากการจัดเรียงอะตอมของคาร์บอนที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะโควาเลนต์ระหว่างอะตอมกลายเป็นวงแหวนหกเหลี่ยมและมีบริเวณปลายของท่อปิดด้วยวงแหวนห้าเหลี่ยมของคาร์บอนที่มีโครงสร้างคล้ายครึ่งหนึ่งของ ฟูลเลอร์รีน (Fullerene : ฟูลเลอร์รีนหรือบัคกี้บอล มีโครงสร้างโมเลกุลที่ประกอบขึ้นมาจากอะตอมของธาตุคาร์บอนจำนวน 60 อะตอม เชื่อมต่อกันเป็นโครงสร้างลักษณะรูปทรงกลมคล้ายกับลูกฟุตบอล ซึ่งประกอบด้วยวงแหวนหกเหลี่ยมของคาร์บอน (Hexagons) จำนวน 20 วงและวงห้าเหลี่ยม (Pentagons) จำนวน 12 วง [11]) ลวดลายตามผนังของ SWCNT นั้นอาจมีลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างกันออกไปแบ่งได้ 3 แบบตามการม้วนแผ่นกราฟีนด้วยมุมบิดที่ต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.2 (a) จากรูปที่ 2.2 (b) เป็นโครงสร้างท่อแบบ Zigzag ที่เกิดจากการม้วนแผ่นกราฟีนตามแนวสมมาตรแกนนอน รูปที่ 2.2 (c) เป็นโครงสร้างท่อแบบ Armchair ที่เกิดจากการม้วนแผ่นกราฟีนตามแนวสมมาตรแกนตั้งและรูปที่ 2.2 (d) เป็นโครงสร้างท่อแบบ Chiral ที่เกิดจากการม้วนแผ่นกราฟีนด้วยมุมบิดอื่นๆ ซึ่งต่างจากสองแบบแรก [1-2,8]



รูปที่ 2.2 (a) รูปแบบมุมบิดที่แตกต่างกันของการม้วนแผ่นกราฟีน (b) Zigzag (c) Armchair และ (d) Chiral [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.1.1.2 คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น

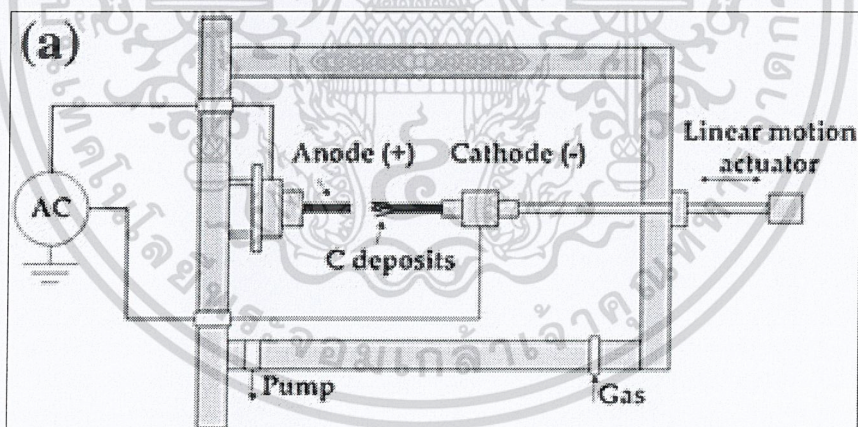
คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น (Multi-walled carbon nanotube; MWCNT) ประกอบด้วยการจัดเรียงตัวของแผ่นกราฟีนม้วนเป็นท่อทรงกระบอกซ้อนกันหลายชั้น โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2-100 nm ซึ่งผนังท่อที่มีลักษณะซ้อนกันคล้ายกับการซ้อนท่อเล็กในท่อใหญ่โดยมีจุดศูนย์กลางภาคตัดขวางของท่อเป็นจุดเดียวกัน [1,8] ดังแสดงในรูปที่ 2.1 (b)

### 2.1.2 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์

CNT สามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีมีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันในเรื่องความสมบูรณ์ของโครงสร้าง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ความยาว ปริมาณผลผลิตและความบริสุทธิ์หรือตำหนิของ CNT ที่ได้ โดยวิธีการสังเคราะห์แบ่งออกเป็น 3 วิธีดังนี้ [8]

#### 2.1.2.1 Arc discharge

วิธีนี้เป็นวิธีแรกที่ใช้สังเคราะห์ CNT ซึ่งแต่เดิมนั้นใช้ในการสังเคราะห์ฟูลเลอร์รีน โดยการป้อนไฟฟ้ากระแสตรงขนาด 100 A และศักย์ไฟฟ้าประมาณ 20 kV ที่ระหว่างขั้วคาร์บอนและควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ประมาณ 2,000 ถึง 3,000 °C ทำให้คาร์บอนเกิดการแตกตัวกลายเป็นพลาสมาร้อน จากนั้นคาร์บอนที่แตกตัวจะเกิดการควบแน่นและก่อตัวใหม่เป็น CNT ที่ขั้วแคโทด ดังแสดงในรูปที่ 2.3 CNT ที่สังเคราะห์ได้นี้อาจเป็น SWCNT หรือ MWCNT ขึ้นอยู่กับว่าใช้โลหะเร่งปฏิกิริยาหรือไม่ (ถ้าใช้โลหะเร่งปฏิกิริยาจะได้ SWCNT) วิธีการสังเคราะห์ CNT วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายและมีต้นทุนต่ำ แต่จะมีขนาดไม่สม่ำเสมอและมีสิ่งเจือปนค่อนข้างมาก

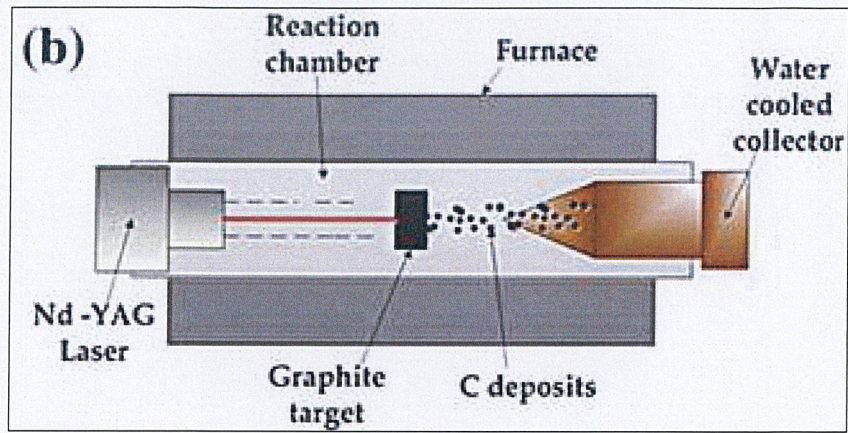


รูปที่ 2.3 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์โดยวิธี Arc discharge [49]

#### 2.1.2.2 Laser ablation

เทคนิคนี้คิดค้นขึ้นโดยนักวิทยาศาสตร์ในกลุ่มของสมอลลีย์ (Smalley) โดยใช้เลเซอร์ที่มีพลังงานสูงยิงกระทบแท่งคาร์บอนผสมโลหะในเตาเผาที่มีอุณหภูมิประมาณ 1,200 ถึง 1,500 °C ทำให้เกิดก๊าซคาร์บอน อีกทั้งทำให้อะตอมของคาร์บอนร้อนขึ้นและใช้ก๊าซเฉื่อย เช่น อาร์กอนหรือไนโตรเจนกวาดเอา CNT ที่เกิดขึ้นออกจากเตาเผาแล้วนำไปหล่อเย็นในตัวกักเก็บที่ทำจากทองแดง ดังแสดงในรูปที่ 2.4 การสังเคราะห์วิธีนี้ดีกว่าวิธี Arc discharge เนื่องจาก CNT ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงกว่า แต่มีต้นทุนในการสังเคราะห์ค่อนข้างสูง

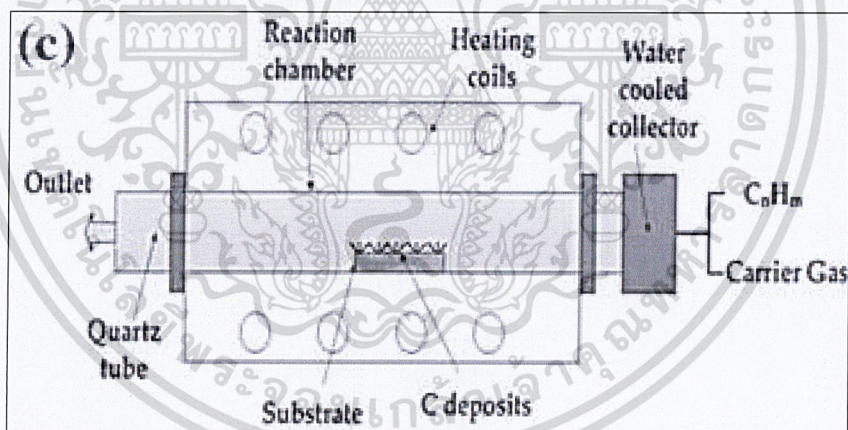
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์โดยวิธี Laser ablation [49]

### 2.1.2.3 Chemical Vapor Deposition

วิธีนี้ใช้การแยกก๊าซไฮโดรคาร์บอนที่เป็นแหล่งให้อะตอมคาร์บอน เช่น ก๊าซมีเทน หรืออะเซทิลีน หรือใช้ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์แทนก๊าซไฮโดรคาร์บอนบนโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา (เช่น นิกเกิล เหล็ก หรือโคบอลต์) โดยใช้ความร้อนหรือพลาสมาเข้าช่วย ซึ่งการสลายตัวของก๊าซไฮโดรคาร์บอนนี้ใช้อุณหภูมิสูงไม่เกิน  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  ซึ่งถือว่าอุณหภูมิต่ำสูงนัก ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ซึ่งข้อดีคือ สามารถควบคุมขนาดและความยาวของ CNT ได้ง่าย และที่สำคัญที่สุดคือ สามารถพัฒนากระบวนการนี้ให้ผลิต CNT เชิงพาณิชย์ได้



รูปที่ 2.5 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวบ์โดยวิธี Chemical Vapor Deposition [49]

### 2.1.3 สมบัติของคาร์บอนนาโนทิวบ์

CNT มีราคาสูงมาก เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางความร้อนที่ดีมาก ซึ่งสมบัติเหล่านี้ขึ้นอยู่กับวิธีการสังเคราะห์, ชนิด, ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และลักษณะโครงสร้างของ CNT เช่น ลวดลายตามผนังของท่อ เป็นต้น อย่างไรก็ตาม สมบัติโดยทั่วไปของ CNT แสดงดังตารางที่ 2.1 [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 สมบัติโดยทั่วไปของคาร์บอนนาโนทิวบ์ [13]

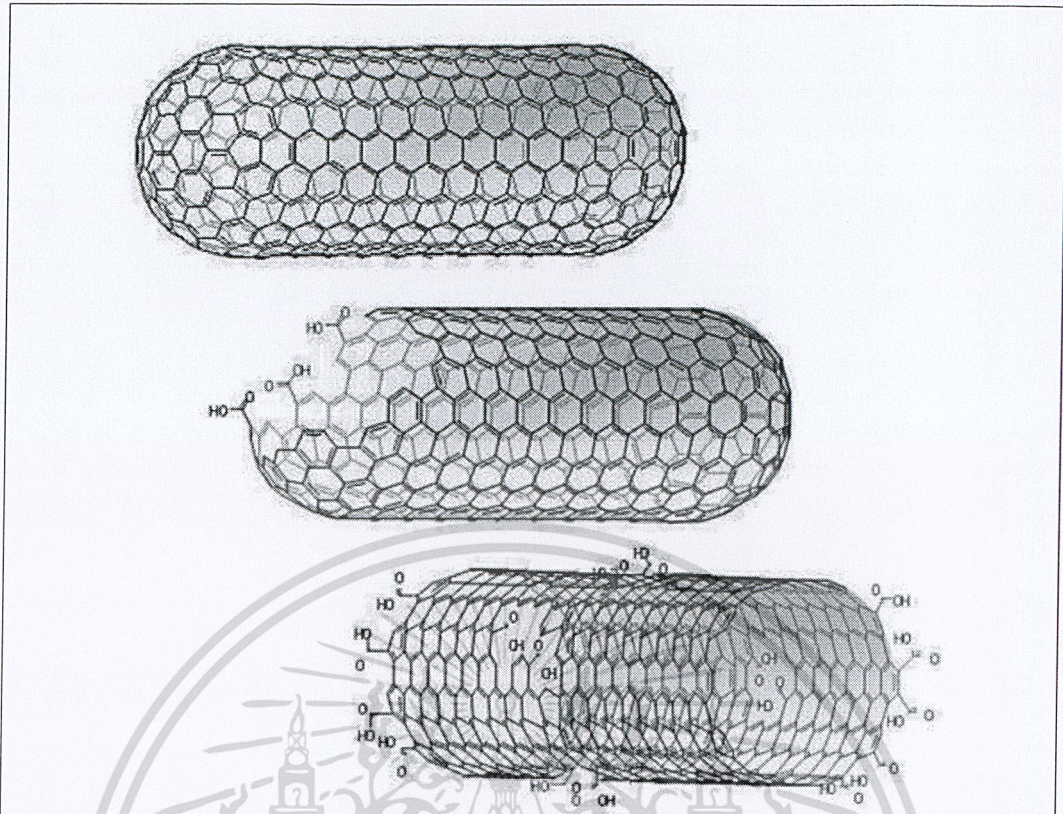
สมบัติ	CNT	เปรียบเทียบสมบัติกับวัสดุอื่น
สมบัติทางกายภาพ	<ul style="list-style-type: none"> <li>ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง : SWCNT = 0.7-2 nm MWCNT = 10-300 nm</li> <li>ความยาวเฉลี่ย : อยู่ในช่วงร้อยไมครอน</li> <li>ความต่างกันในแต่ละทิศทาง (Anisotropic) สูง</li> <li>พื้นที่ผิว (Specific surface) มาก : 1,250 m<sup>2</sup>/g</li> <li>ความหนาแน่นต่ำ : 1.33-1.40 g/cm<sup>3</sup></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>พื้นที่ผิวมากกว่าคาร์บอนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา (Active Carbon : 600 m<sup>2</sup>/g)</li> <li>ความหนาแน่นต่ำมากเมื่อเทียบกับอะลูมิเนียม (2.7 g/cm<sup>3</sup>)</li> </ul>
สมบัติทางไฟฟ้า	<ul style="list-style-type: none"> <li>ค่าการนำไฟฟ้า : 10<sup>-4</sup> Wcm</li> <li>ค่าความหนาแน่นกระแสสูงสุด : 10<sup>6</sup> A/cm<sup>2</sup></li> <li>มีสมบัติเป็นได้ทั้งตัวนำไฟฟ้าหรือกึ่งตัวนำไฟฟ้า</li> <li>สมบัติกึ่งโลหะ (Semi-Metallic)</li> <li>สมบัติกึ่งตัวนำ (Semi-Conductor) : 0.5 eV</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>สมบัติทางไฟฟ้าเหมือนกับทองแดงแต่นำไฟฟ้าได้ดีกว่าประมาณพันเท่า</li> <li>สมบัติทางไฟฟ้าดีกว่าสารตัวนำไฟฟ้าทั่วไป</li> </ul>
สมบัติทางความร้อน	<ul style="list-style-type: none"> <li>ค่าการนำความร้อน : &gt; 3,000 W/mK</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>วัสดุทั่วไปมีค่าการนำความร้อนเท่ากับ 3,000 W/mK</li> </ul>

## 2.2 กระบวนการทำคาร์บอนนาโนทิวบ์ให้บริสุทธิ์

ในการสังเคราะห์ CNT ผลผลิต CNT ที่ได้มักมีสิ่งเจือปนต่างๆ เช่น คาร์บอนอสัณฐาน (Amorphous carbon), ฟลูเลอร์รีน, ฟลิกนาโนกราฟต์และตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ [14,34] การทำ CNT ให้บริสุทธิ์จึงเป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่ง โดยกระบวนการทำให้บริสุทธิ์แบ่งได้เป็น 2 กระบวนการ ได้แก่ กระบวนการออกซิเดชัน (Oxidative process) และกระบวนการที่ไม่ใช้ออกซิเดชัน (Non-oxidative process) ซึ่งทำเพื่อศึกษาเท่านั้น เช่น เทคนิคการกรอง (Filtration) [14], การหมุนเหวี่ยง (Centrifugation) [15] หรือวิธีโครมาโตกราฟี (Chromatographic methods) [16,17] ดังนั้นประสิทธิภาพของการทำ CNT ให้บริสุทธิ์จะขึ้นอยู่กับกระบวนการออกซิเดชัน ซึ่งสามารถส่งผลกระทบต่อโครงสร้างของ CNT [18]

กระบวนการออกซิเดชันจะช่วยกำจัดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ใช้ในการสังเคราะห์ CNT และกำจัดคาร์บอนอสัณฐาน [19] โดยคาร์บอนอสัณฐานจะถูกออกซิไดซ์เป็นลำดับแรกและตามด้วย SWCNT และ MWCNT [20] ดังนั้นการเลือกสภาวะออกซิเดชันที่เหมาะสมจะทำให้ได้ CNT ที่บริสุทธิ์ อย่างไรก็ตามกระบวนการออกซิเดชันจะนำไปสู่การเปิดออกของปลายท่อ CNT เกิดเป็นหมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH) และหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ นอกจากนั้นแล้วยังอาจเกิดหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้ที่บริเวณจุดบกพร่องของ CNT ด้วยก็ได้ (จุดบกพร่อง : บริเวณที่ไม่ใช่คาร์บอนหกเหลี่ยม) ดังแสดงในรูปที่ 2.6

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 การเกิดหมู่คาร์บอกซิลิกและหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบที่ปลายและบริเวณจุดบกพร่องของคาร์บอนนาโนทิวบ์ [21]

กระบวนการออกซิเดชันทางเคมีของ CNT นิยมใช้ Wet chemical (wet chemical : การดัดแปลงโดยใช้สารละลาย [48]) และ Gaseous oxidants โดย Wet chemical สามารถทำได้โดยการใช้กรดได้หลากหลายชนิด อันได้แก่ กรดไนตริก [2,22-24], กรดไฮโดรคลอริก [23], กรดไนตริกผสมกรดซัลฟิวริก [1,7,22,24-27] และสารละลายปิรันยา (กรดซัลฟิวริกผสมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์) [23,25] หรืออาจใช้เป็นรีเอเจนต์ ได้แก่  $\text{HF}/\text{BF}_3$ ,  $\text{OsO}_4$ ,  $\text{RuO}_4$ ,  $\text{OsO}_4\text{-NaIO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  และ  $\text{KMnO}_4$  [24,28-29] อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยสารรีเอเจนต์ยังไม่ค่อยนิยมนัก ส่วนวิธี Gaseous oxidants เป็นการดัดแปลง CNT ด้วยการใช้ออกซิเจน [30] โอโซน [31,32,] หรืออากาศที่เป็นสารต้านอนุมูลอิสระ (Air as oxidant) ที่อุณหภูมิสูง [33]

ในการดัดแปลง CNT โดย Wet chemical มี 2 กระบวนการที่ทำให้ CNT มีความยาวลดลง คือ การกัดกร่อน (Etching) และการตัด (Cutting) ด้วยกรด โดยกระบวนการ Etching จะเกิดการกัดกร่อนจากปลายของ CNT (เนื่องจากปฏิกิริยาระหว่างปลายกับผนังของ CNT มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาที่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ) ในกรณีที่ไม่ปรากฏข้อบกพร่องอื่นๆ ปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเกิดบริเวณที่มีความเค้นสูง กล่าวคือการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นเฉพาะจุดที่มีความโค้งมากที่สุด (มักพบบริเวณโครงสร้างวงแหวนห้าเหลี่ยมและวงแหวนที่มีคาร์บอนไม่ครบหกอะตอม) ซึ่งกระบวนการนี้ไม่มีประสิทธิภาพที่เพียงพอและนำไปสู่การสูญเสียทางน้ำหนักสูง อีกทั้งยังใช้อุณหภูมิและเวลาในการเกิดปฏิกิริยาสูงอีกด้วย ในส่วนของกระบวนการ Cutting มีประสิทธิภาพในการดัดแปลงมากกว่า เนื่องจากสามารถควบคุมความเสียหายของผนัง CNT ได้ จึงทำให้ความยาวของเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CNT สั้นลง อีกทั้งกระบวนการนี้ยังรวดเร็วและมีประสิทธิภาพมากกว่า เนื่องจากปราศจากการทำลาย ส่วนปลายของ CNT [6]

## 2.3 การตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด

เป็นวิธีการตัดแปลงทางเคมี โดยการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันจากการใช้กรดเข้มข้น ในทางการค้ามักใช้วิธีการตัดแปลงด้วยกรดเพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนที่อาจมีอยู่บน CNT ที่มาจากกระบวนการผลิต อีกทั้ง CNT ที่ได้จากการผลิตยังขาดประสิทธิภาพในการละลายในตัวทำละลายส่วนใหญ่ เนื่องจากมีแรงวัลเดอร์วาลส์ซึ่งเป็นแรงกระทำภายในระหว่าง CNT แต่ละท่อ ทำให้เกิดการรวมกันเป็นกลุ่มก้อนส่งผลให้การละลายนั้นเป็นไปได้ยาก และการควบคุมความยาวของ CNT จากกระบวนการผลิตมักเป็นไปได้ยากเช่นกัน ซึ่งสิ่งนี้เป็นปัญหาสำคัญในการนำ CNT ไปใช้ในงานอื่น [34-35]

### 2.3.1 ชนิดของกรดในการตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์

#### 2.3.1.1 กรดไนตริก

กรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$ ) เป็นกรดแก่ (Strong acid) มีลักษณะเป็นของเหลวไม่มีสีหรือสีเหลือง ระเหยเป็นควันไฟได้ที่อุณหภูมิห้อง ควันมีกลิ่นฉุนแสบจมูก มีฤทธิ์กัดกร่อนสูง ไม่ติดไฟ ผสมกับน้ำได้ทุกสัดส่วนน้ำ อีกทั้งสามารถแตกตัวได้ Proton และ Nitrate ion ดังแสดงในรูปที่ 2.7 [36]



รูปที่ 2.7 ปฏิกิริยาการแตกตัวของกรดไนตริก

กรดไนตริกเป็นกรดที่นำมาใช้ในการตัดแปลง CNT โดยการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันบ้อยที่สุด นิยมนำกรดไนตริกไปให้ความร้อนขณะการตัดแปลง [37] ซึ่งการตัดแปลง CNT ด้วยกรดไนตริกนี้นำไปสู่การเกิดของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกซึ่งทำให้ CNT ที่ถูกตัดแปลงมีขนาดเล็กลง มีพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ CNT กับกรดไนตริก สามารถกำจัดคาร์บอนอสัณฐาน เขม่าดำและอนุภาคคาร์บอนอื่นๆที่ติดอยู่เนื่องจากกระบวนการในการผลิต CNT อีกทั้งยังช่วยเพิ่มความสามารถในการละลายน้ำให้สูงขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ CNT ในวัสดุคอมโพสิตดีขึ้นได้อีกด้วย [38] อย่างไรก็ตามการตัดแปลง CNT จากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยกรดไนตริก อาจเกิดการทำลายโครงสร้างอะตอมของคาร์บอนบนพื้นผิวของ CNT ซึ่งจะส่งผลให้สมบัติทางไฟฟ้าด้อยลงได้

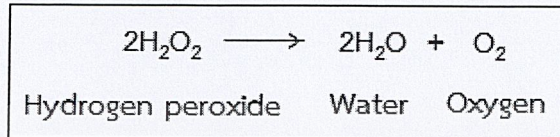
#### 2.3.1.2 กรดซัลฟิวริกผสมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

กรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริก ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) กับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) หรือที่รู้จักกันดีในชื่อสารละลายปิรันยา (Piranha solution) ซึ่งในปัจจุบันการกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดอยู่บนพื้นผิวของ CNT ได้มีการนำเอาไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มาใช้งานแทนที่กรดไนตริกที่มากขึ้น ซึ่งมีลำดับในการเกิดปฏิกิริยาค้ำยันคล้ายกัน แต่มีข้อยกเว้นคือ การเกิดปฏิกิริยาจะเกิดต่อเนื่องไปจนกว่าพื้นผิวจะอยู่ในรูปที่ละลายน้ำได้หรืออยู่ในรูปกรดคาร์บอกซิลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถึงแม้ว่าการใช้งานไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการกำจัดสิ่งปนเปื้อนบนผิวของ CNT จะนิยมใช้มากกว่าการใช้กรดไนตริก แต่จะทำให้มีการเกิดน้ำขึ้นในกระบวนการ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นโมเลกุลที่ไม่เสถียรและเกิดปฏิกิริยาผ่านปฏิกิริยาเทอร์มิเนชันแบบแตกตัว (Disproportionation reaction) แสดงการเกิดปฏิกิริยาดังรูปที่ 2.8 การเกิดน้ำขึ้นในกระบวนการนี้ทำให้สารละลายปรีนยาถูกเจือจางลง ซึ่งสามารถแก้ปัญหานี้ได้โดยการผสมสารละลายปรีนยาที่ปริมาณน้อยและที่อุณหภูมิสูงจึงจะมีประสิทธิภาพในการใช้งาน [39]

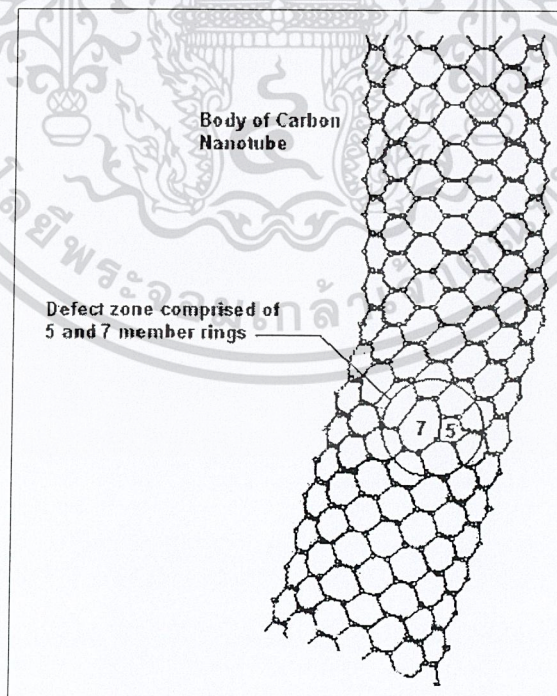


รูปที่ 2.8 ปฏิกิริยา disproportionation ของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

### 2.3.1.3 กรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริก

การใช้กรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกกับกรดไนตริกเป็นการดัดแปลง CNT แบบ wet chemical โดยใช้กรดผสมในอัตราส่วน 3:1 [1,7,22,24-27,41]

กระบวนการในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ CNT กับกรดผสมสามารถอธิบายได้ดังนี้ เริ่มจากที่ตัวริเริ่มเข้าทำปฏิกิริยากับบริเวณที่เป็นจุดบกพร่องของ CNT ดังแสดงในรูปที่ 2.9 เมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันขึ้นส่งผลให้เกิดความเครียดที่บริเวณนั้นเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดจุดขาดแคลนอิเล็กตรอน (Electrophilic) ในวงหกเหลี่ยมของคาร์บอนเพิ่มขึ้น เกิดเป็นบริเวณที่ว่องไวหรือจุดบกพร่องใหม่ และจะถูกตัดเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่รุนแรง [24,41]



รูปที่ 2.9 บริเวณจุดบกพร่องของคาร์บอนนาโนทิวป์ [40]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เป็ยกไปด้วยเฟสของเหลวและมี volume fraction ของอนุภาคนาโนในเฟสของเหลวอยู่ในระดับต่ำที่เพียงพอ [43]

การดัดแปลง CNT ด้วยกรดโดยวิธี Ultrasonication ทำให้เกิดการขยายตัว (expansion) และการหลุดออก (peeling) ของชั้นกราฟีนใน MWCNT การทำลายโครงสร้างของ MWCNT เริ่มต้นจากชั้นภายนอกไปยังศูนย์กลาง ซึ่ง MWCNT ไม่เพียงแต่ถูกทำให้สั้นลงเท่านั้นยังถูกทำให้บางลงอีกด้วยในเวลาเดียวกัน [44]

### 2.3.2.2 วิธี Reflux

รีฟลักซ์ (Reflux) หมายถึงปฏิกิริยาการผสมที่เกี่ยวข้องกับความร้อน ซึ่งจะให้ความร้อนจนถึงจุดเดือดของตัวทำละลาย จากนั้นตัวทำละลายที่เดือดจนกลายเป็นไอจะถูกควบแน่นกลับมายังขวดแก้วที่เกิดปฏิกิริยาโดยคอนเดนเซอร์ การผสมโดยการรีฟลักซ์เป็นวิธีที่ง่ายและมีประสิทธิภาพในการควบคุมอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ข้อดีของการผสมโดยวิธีรีฟลักซ์ คือ ปฏิกิริยาสามารถดำเนินต่อไปได้โดยไม่ต้องเติมตัวทำละลายเพิ่มเข้าไปในระบบ เนื่องจากตัวทำละลายจะไม่สูญหายไประหว่างเกิดปฏิกิริยา เนื่องจากเมื่อตัวทำละลายเดือดจนกลายเป็นไอ จะเกิดการควบแน่นกลับมายังขวดแก้ว นอกจากนี้ตัวทำละลายจะเดือดที่อุณหภูมิคงที่เสมอ ทำให้การเกิดปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิเดียวกันและอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาสามารถควบคุมได้โดยการเลือกตัวทำละลายที่มีจุดเดือดที่เหมาะสม

การดัดแปลง CNT ด้วยกรดโดยวิธีรีฟลักซ์ถูกนำมาใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์เมื่อใช้อุณหภูมิสูง ดังนั้นจึงจำเป็นต้องใช้วิธีรีฟลักซ์ เพื่อป้องกันการสูญหายไปของสารเคมีและสารที่ระเหยได้ [45] ซึ่งเมื่อนำ CNT มาผ่านวิธีรีฟลักซ์ด้วยกรดจะเกิดคาร์บอนอสัณฐานจำนวนมากระหว่างเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน [46]

## 2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.4.1 ผลกระทบจากชนิดของกรดในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์

Khani และคณะ ศึกษาผลของปฏิกิริยาออกซิเดชันบริเวณพื้นผิวของ MWCNT ที่มีต่อสัณฐานวิทยาและโครงสร้างความเป็นผลึก เมื่อใช้ MWCNT ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกที่แตกต่างกัน ได้แก่ 10 - 20 nm, 30 - 50 nm และมากกว่า 50 nm โดยใช้สารละลายกรดที่แตกต่างกัน ได้แก่ กรดไนตริกเข้มข้น, กรดผสมระหว่างกรดไนตริกและกรดซัลฟิวริก (อัตราส่วน 3:1), ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์, กรดผสมระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดซัลฟิวริก (อัตราส่วน 1:1) และโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต พบว่า หลังจากทำการดัดแปลง MWCNT ด้วยสารละลายกรดชนิดต่างๆ MWCNT มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลง พบว่าเมื่อดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดผสมระหว่างกรดไนตริกและกรดซัลฟิวริก (อัตราส่วน 3:1) ทำให้ MWCNT ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 10 - 20 nm และ 30 - 50 nm มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยลดลงมากที่สุด และเมื่อดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดไนตริก ทำให้ MWCNT ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดมากกว่า 50 nm มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยลดลงมากที่สุด ดังตารางที่ 2.2 อีกทั้งยังมีโครงสร้างความเป็นผลึกลดลงอีกด้วย [7]

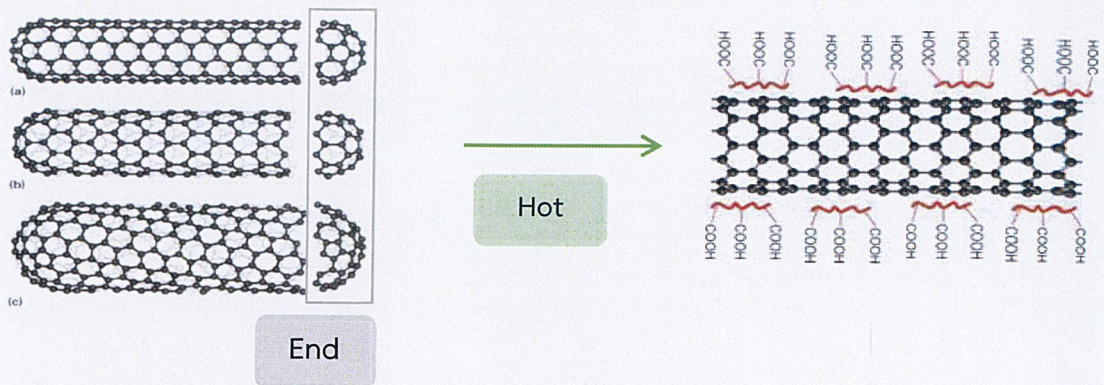
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น จากงานวิจัยของ Khani และคณะ [7]

ชนิดของ MWCNT	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของ MWCNT (nm)
เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก = 10 - 20 nm	
Pristine	20.66
Oxidized with HNO <sub>3</sub>	16.47
Oxidized with HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	14.25
Oxidized with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	14.90
Oxidized with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	19.40
Oxidized with KMnO <sub>4</sub>	18.71
เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก = 30 - 50 nm	
Pristine	40.70
Oxidized with HNO <sub>3</sub>	35.95
Oxidized with HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	34.62
Oxidized with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	38.34
Oxidized with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	36.42
Oxidized with KMnO <sub>4</sub>	38.42
เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก > 50 nm	
Pristine	74.82
Oxidized with HNO <sub>3</sub>	47.94
Oxidized with HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	50.25
Oxidized with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	59.44
Oxidized with H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	50.63
Oxidized with KMnO <sub>4</sub>	55.63

Harris ศึกษาค้นคว้าการตัดแปลงทางเคมีของ CNT ซึ่งได้เริ่มทำการศึกษาโดยมีวัตถุประสงค์เบื้องต้นเพื่อกำจัด end-cap และโมเลกุลอื่นๆ ที่ติดอยู่ พบว่า end-cap สามารถกำจัดออกไปได้ด้วยกรดไนตริกร้อน อีกทั้งยังทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่วงแหวนห้าเหลี่ยมอีกด้วย ภายหลังจากการทดลองเพิ่มเติมโดยใช้ acid-base titration ค้นพบว่าที่บริเวณพื้นผิวของ CNT มีกรดคาร์บอกซิลิกติดอยู่บนพื้นผิว CNT ดังแสดงในรูปที่ 2.11 ซึ่งการที่พื้นผิวมีกรดคาร์บอกซิลิกติดอยู่ทำให้สามารถนำไปตัดแปลงต่อยอดได้อีกหลายวิธี อีกทั้งการเกิดหมู่ฟังก์ชันขึ้นนี้ทำให้ง่ายต่อการตัด CNT ในตัวทำละลายและยังเป็นวิธีเบื้องต้นในการปรับปรุงพันธะระหว่าง CNT และเมทริกซ์ เพื่อนำไปเตรียมเป็นวัสดุคอมโพสิต [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



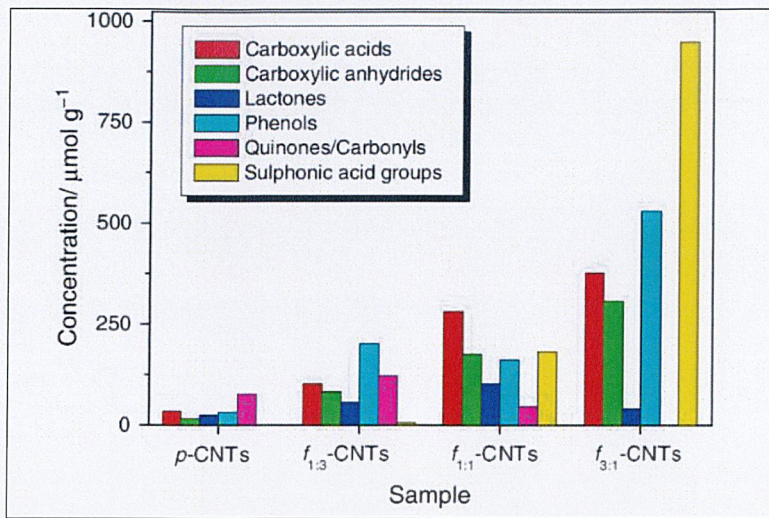
รูปที่ 2.11 การกำจัด End-cap และการเกิดหมู่คาร์บอกซิลิกจากใช้กรดไนตริกร้อน จากงานวิจัยของ Harris [2]

#### 2.4.2 ผลกระทบจากความเข้มข้นของกรดในการตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์

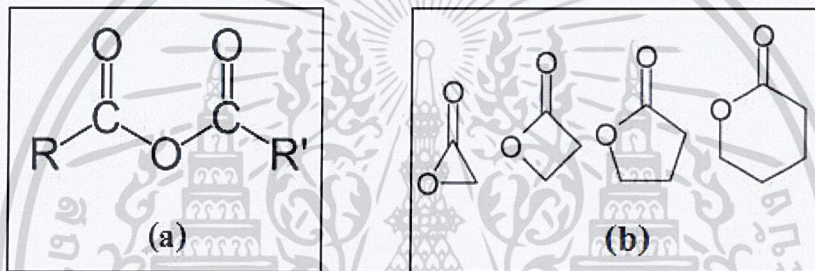
Santangelo และคณะ ทำการศึกษาการตัดแปลง MWCNT ด้วยกรดซัลฟิวริกผสมไนตริก ในอัตราส่วน v/v ที่แตกต่างกัน ( $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$  ที่ 1:1, 1:3 และ 3:1) MWCNT ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ผลิตมาจากกระบวนการ CVD โดยวิธีในการตัดแปลงเริ่มต้นจากใช้ CNT 3 กรัม เติมลงใน 98% กรดซัลฟิวริกที่ผสมกับ 67% กรดไนตริกที่อัตราส่วนต่างจากนั้นนำไป Sonication ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หลังจากการตัดแปลงนำมากรองด้วยกระดาษกรองที่มีขนาดรู 0.2 nm แล้วล้างด้วยน้ำจืดมีค่า pH เป็นกลาง จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

โดยอัตราส่วนของ  $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{HNO}_3$  ที่ 3:1 มีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกมากที่สุด ทั้งวิธีที่ตรวจวัดจากชนิดของแก๊สที่ปลดปล่อยออกมาเมื่อถึงอุณหภูมิในการสลายตัว ดังรูปที่ 2.12 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของหมู่ฟังก์ชันแต่ละชนิดที่ได้จากการสลายตัวเทียบกับกรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริกในอัตราส่วนที่ต่างกันพบว่ากรดผสมที่อัตราส่วน 3:1 มีความเข้มข้นของหมู่คาร์บอกซิลิกมากที่สุด โดยพบหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอกซิลิกแอนไฮไดรย โครงสร้างแสดงดังรูป 2.13 (a) ที่เกิดมาจากการคายน้ำของหมู่คาร์บอกซิลิก ส่วนหมู่ฟังก์ชันของแอลกอฮอล์ โครงสร้างแสดงดังรูป 2.13 (b) ได้มาจากการคายน้ำของหมู่ -OH และ -COOH อีกทั้งการตรวจวัดจากวิธี Temperature Programmed Desorption (TPD Analysis) ดังรูปที่ 2.14 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของหมู่คาร์บอกซิลิกที่อยู่บนพื้นผิวที่วิเคราะห์จาก Temperature Programmed Desorption พบว่า ที่กรดผสมอัตราส่วน 3:1 มีความเข้มข้นของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกสูงที่สุด อีกทั้งยังพบหมู่ฟังก์ชันอื่นๆ อีกด้วย [42]

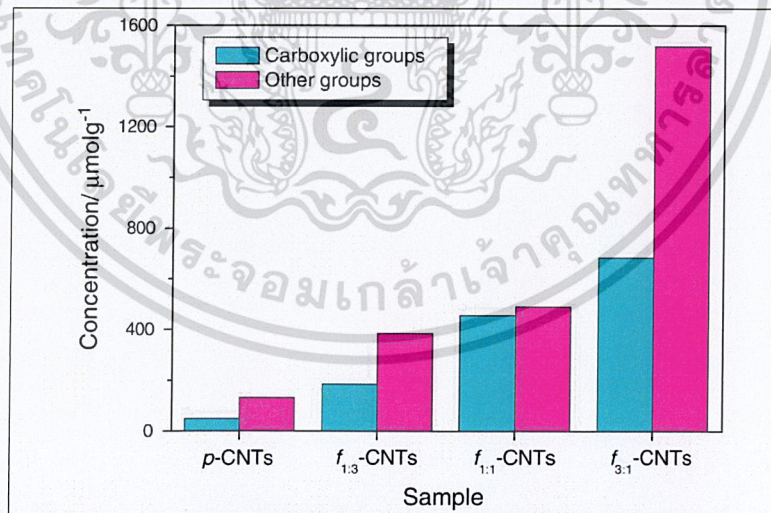
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 ความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของหมู่ฟังก์ชันแต่ละชนิดที่ได้จากการสลายตัวเทียบกับกรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริกในอัตราส่วนที่ต่างกัน จากงานวิจัยของ Santangelo และคณะ [42]



รูปที่ 2.13 โครงสร้างของ (a) คาร์บอกซิลิกแอนไฮไดรด์ [60] (b) แล็กโตน [61]



รูปที่ 2.14 ความสัมพันธ์ของหมู่คาร์บอกซิลิกที่อยู่บนพื้นผิวที่วิเคราะห์จาก Temperature Programmed Desorption จากงานวิจัยของ Santangelo และคณะ [42]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

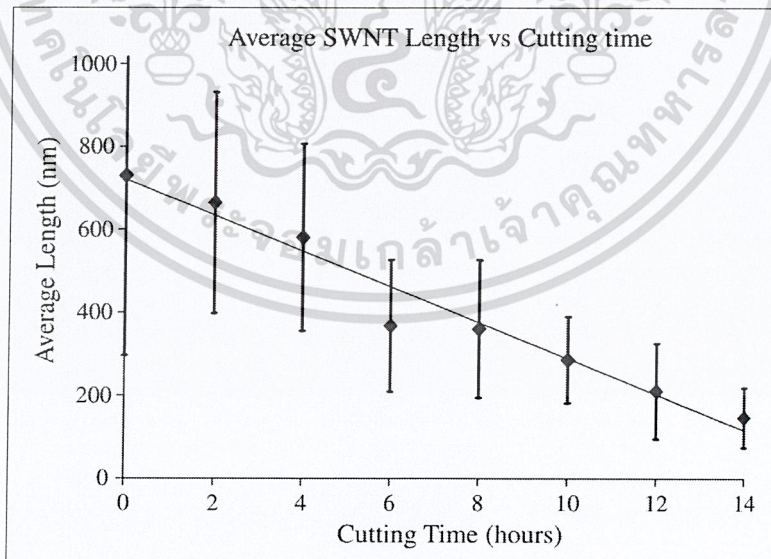
### 2.4.3 ผลกระทบจากระยะเวลาในการตัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์

Esumi และคณะ ศึกษา Acid-base neutralization พบว่า Acidic sites ที่เกิดบน CNT จะมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการตัดแปลงเพิ่มขึ้น อีกทั้ง CNT ที่ได้รับการตัดแปลงโดยกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกและกรดไนตริก มี Acidic sites เพิ่มขึ้นเป็นที่น่าพอใจและมีประสิทธิภาพมากกว่าการใช้กรดไนตริกเพียงตัวเดียว ดังแสดงในตารางที่ 2.3 [22]

ตารางที่ 2.3 ความเข้มข้นของ Acidic sites บนคาร์บอนนาโนทิวบ์หลังจากการตัดแปลงด้วยกรดจากงานวิจัยของ Esumi และคณะ [22]

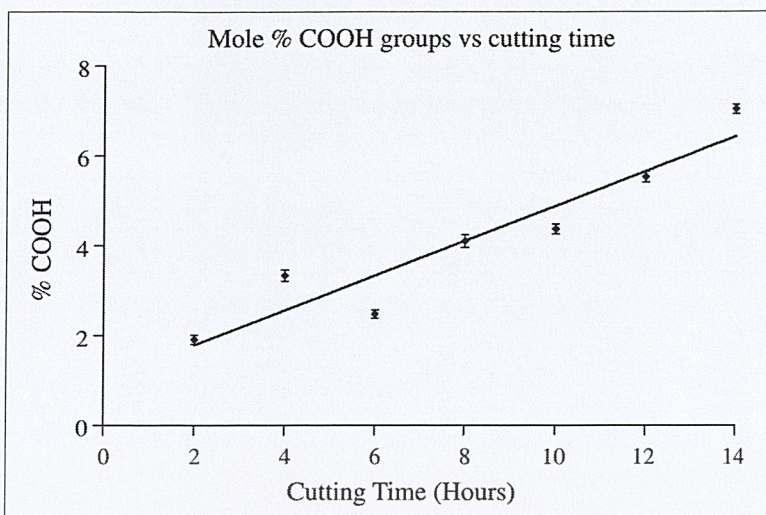
ชนิดของกรด	เวลาในการตัดแปลง	ความเข้มข้นของ acidic sites (meg/g)
	0	2.0
HNO <sub>3</sub>	4 h	2.4
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	10 min	1.8
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20 min	2.8

Marshall และคณะ นำ SWCNT มาตัดแปลงด้วยกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98% กับกรดไนตริกเข้มข้น 70% ในอัตราส่วน 3:1 ตามลำดับโดยใช้วิธี sonication ที่อุณหภูมิห้อง พบว่าเมื่อเวลาในการตัดแปลงเพิ่มขึ้นพบว่าการออกซิไดซ์บริเวณผิวของท่อ SWCNT ทำให้ท่อ SWCNT มีความยาวสั้นลงและมีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกเพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.15 และ 2.16 เนื่องจากกรดผสมเข้าไปทำปฏิกิริยาทำให้แผ่นกราฟีนหลุดออก ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วบริเวณตำแหน่ง end cap เนื่องจากมีความเครียดตกค้างจำนวนมาก [47]



รูปที่ 2.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความยาวเฉลี่ยของคาร์บอนนาโนทิวบ์กับเวลาในการตัดแปลง จากงานวิจัยของ Marshall และคณะ [47]

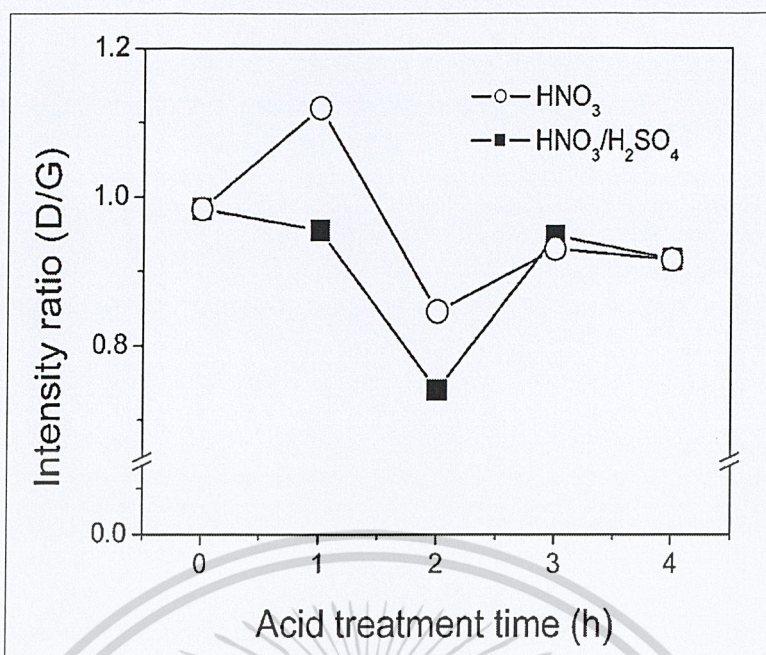
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์หมู่คาร์บอกซิลิกกับเวลาในการตัดแปลง จากงานวิจัยของ Marshall และคณะ [47]

Jang และคณะ ศึกษาพฤติกรรมทางไฟฟ้าของคอมโพสิตระหว่างพอลิยูรีเทน กับ MWCNT ที่ถูกตัดแปลงด้วยกรด ตัดแปลงโดยการแช่ MWCNT ในสารละลายกรดไนตริกและกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกกับกรดไนตริกในอัตราส่วน 3:1 โดยปริมาตร ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1-4 ชั่วโมง แล้วทำการตรวจสอบการเปลี่ยนโครงสร้างของ MWCNT ด้วย Raman spectroscopy โดยพบว่า แผ่นกราฟีนมีการปรากฏพีคที่สำคัญ 2 พีค คือ Disorder mode; D band และ Tangential raman mode ; G band วัดค่าการนำไฟฟ้า (electric conductivity) ของคอมโพสิตด้วย dielectric analyzer แล้วนำมาคำนวณหาค่า percolation threshold จากผลการทดลองดังแสดงในรูป 2.17 และตารางที่ 2.4 พบว่า MWCNT ที่เวลาในการตัดแปลง 2 ชั่วโมง มีอัตราส่วน intensity D/G band น้อยที่สุด และมีค่าการนำไฟฟ้าสูงที่สุดทั้งกรดไนตริกและกรดไนตริกผสมกรดซัลฟิวริกแสดงว่ามีความเป็นผลึกมาก เมื่อสังเกตค่าการนำไฟฟ้าพบว่ามีค่าสูงที่สุดเมื่อเทียบกับเวลาอื่นๆ อีกทั้งยังมีค่า percolation threshold ต่ำ จึงสามารถสรุปได้ว่าการตัดแปลง MWCNT ด้วยกรดควรต้องควบคุมเวลาในการตัดแปลง เพื่อกำจัดสิ่งไม่พึงประสงค์และรักษาโครงสร้างผลึกให้คงอยู่ปราศจากการทำลาย เพื่อให้คงสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีของคอมโพสิต [26]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.17 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วน Intensity กับเวลาในการดัดแปลงด้วยกรด จากงานวิจัยของ Jang และคณะ [26]

ตารางที่ 2.4 การเปรียบเทียบจุดนำไฟฟ้าในคอมโพสิต จากงานวิจัยของ Jang และคณะ [26]

MWCNT	$\sigma_0$ (S/cm)	$p_c$ (wt%)	t	Conductivity at 5 wt% of MWCNT (S/cm)
N1-MWCNT	$1.46 \times 10^{-6}$	$1.037 \pm 0.08$	$1.06 \pm 0.07$	$5.13 \times 10^{-6}$
N2-MWCNT	$3.00 \times 10^{-5}$	$0.540 \pm 0.19$	$1.30 \pm 0.09$	$1.22 \times 10^{-4}$
N3-MWCNT	$1.35 \times 10^{-6}$	$0.773 \pm 0.09$	$1.03 \pm 0.03$	$4.55 \times 10^{-6}$
N4-MWCNT	$3.42 \times 10^{-6}$	$0.702 \pm 0.03$	$1.00 \pm 0.07$	$8.82 \times 10^{-6}$
M1-MWCNT	$2.00 \times 10^{-5}$	$0.687 \pm 0.03$	$1.00 \pm 0.06$	$5.30 \times 10^{-5}$
M2-MWCNT	$3.00 \times 10^{-4}$	$0.578 \pm 0.05$	$1.11 \pm 0.04$	$1.21 \times 10^{-3}$
M3-MWCNT	$5.00 \times 10^{-5}$	$0.625 \pm 0.09$	$1.30 \pm 0.09$	$1.62 \times 10^{-4}$
M4-MWCNT	$7.41 \times 10^{-6}$	$0.702 \pm 0.02$	$1.00 \pm 0.03$	$1.69 \times 10^{-5}$

หมายเหตุ N คือ การดัดแปลงด้วยกรดไนตริก

M คือ การดัดแปลงด้วยกรดไนตริกผสมกรดซัลฟิวริก

1 คือ ดัดแปลงเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2 คือ ดัดแปลงเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

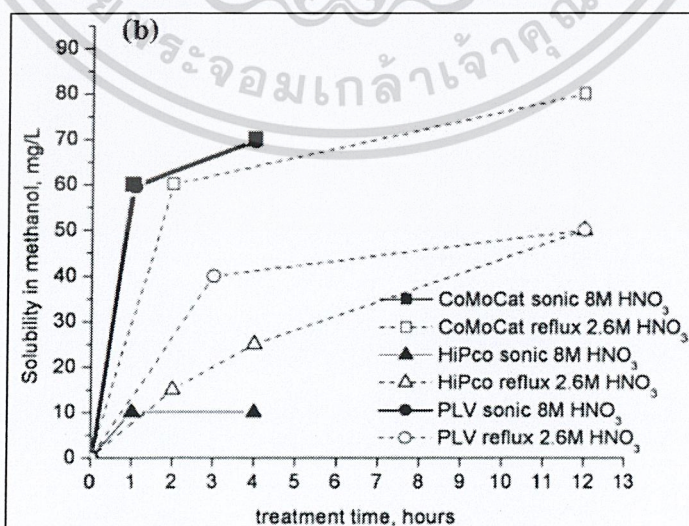
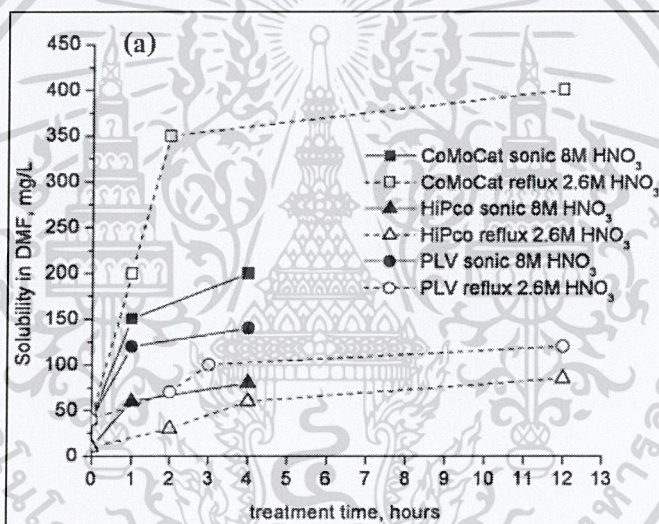
3 คือ ดัดแปลงเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4 คือ ดัดแปลงเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

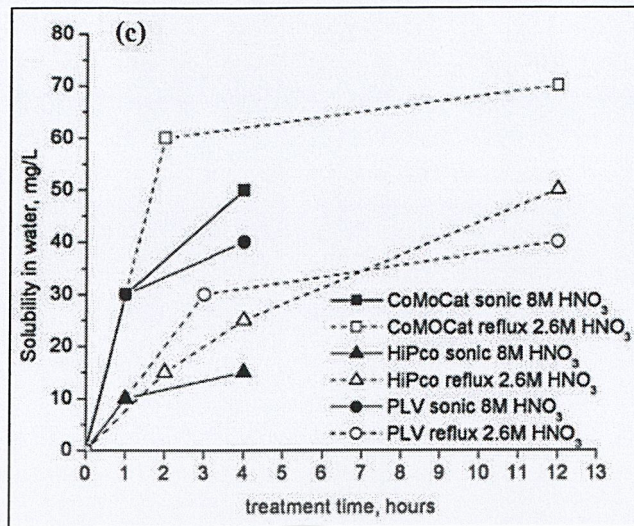
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 2.4.4 ผลกระทบจากวิธีการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์ด้วยกรด

Tchoul และคณะ ศึกษาผลกระทบของการใช้กรดไนตริกเจือจางในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่มีผลต่อสมบัติการกระจายตัว, ขนาด และโครงสร้างของ SWCNT โดยทำการดัดแปลง SWCNT ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ต่างกัน (CoMoCat, HiPco และ pulsed laser vaporization) ด้วย 2 วิธีที่ต่างกัน คือ วิธี Sonication ใน 8M HNO<sub>3</sub> ที่อุณหภูมิ 40-50 °C ที่เวลา 30 นาที – 5 ชั่วโมง และวิธี Reflux ใน 2.6 M HNO<sub>3</sub> ที่อุณหภูมิ 120 °C โดยใช้เวลาในการดัดแปลง 1-12 ชั่วโมง พบว่าประสิทธิภาพการกระจายตัวของ SWCNT ในทุกสภาวะเพิ่มขึ้น โดยสามารถการกระจายตัวได้ดีใน DMF, เมทานอลและน้ำ ตามลำดับ ซึ่งการกระจายตัวในสารละลายจะเพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมงสำหรับวิธี Sonication และ 2-4 ชั่วโมงสำหรับวิธี Reflux ดังแสดงในรูปที่ 2.18 นอกจากนั้นแล้วขนาดของ SWCNT ในทุกสภาวะลดลงเมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับกรดไนตริก โดย SWCNT ที่ผ่านการดัดแปลงด้วยวิธี Reflux มีความยาวเฉลี่ยน้อยกว่า SWCNT ที่ผ่านการดัดแปลงด้วยวิธี Sonication และ SWCNT ที่ผ่านการ Reflux เกิดหมู่ฟังก์ชันบนโครงสร้างมากกว่า SWCNT ที่ผ่านการดัดแปลงด้วยวิธี Sonication อีกด้วย [37]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.18 กราฟการกระจายตัวของคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังชั้นเดียวในสารละลายต่างชนิดกัน (a) กระจายตัวใน DMF (b) กระจายตัวในเมทานอล และ (c) กระจายตัวในน้ำ จากงานวิจัยของ Tchoul และคณะ [37]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินงานวิจัย

#### 3.1 แผนการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้จัดทำการดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดซัลฟิวริกผสมกรดไนตริก เพื่อลดความยาว ปรับปรุงความสามารถในการกระจายตัวและยังคงสมบัติทางไฟฟ้าของ MWCNT โดยทำการศึกษา สภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปลง MWCNT ที่ส่งผลต่อสมบัติต่างๆ ได้แก่ สมบัติการกระจายตัว สมบัติทางความร้อนและสมบัติทางไฟฟ้า โดยจัดทำงานวิจัยนี้ขึ้นเพื่อศึกษาอุณหภูมิและเวลาที่ เหมาะสมในการดัดแปลงต่อสมบัติต่างๆ ของ MWCNT

#### 3.2 สารเคมีและอุปกรณ์

1) คาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น (MWCNT) จากบริษัท Sigma-Aldrich สมบัติ แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติบางประการของคาร์บอนนาโนทิวป์แบบผนังหลายชั้น

สมบัติ	ค่า
ลักษณะทางกายภาพ	ผง
สี	ดำ
ความหนาแน่น	0.06 – 0.08 g/cm <sup>3</sup>
เส้นผ่านศูนย์กลางรอบนอก	10 nm
เส้นผ่านศูนย์กลางรอบใน	4.5 nm
ความยาว	4 μm
จำนวนชั้นของคาร์บอนนาโนทิวป์	6 – 8 ชั้น
อัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง	350 – 550

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัท Sigma-Aldrich

- 2) กรดซัลฟิวริก เข้มข้น (98% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba Reagents
- 3) กรดไนตริก เข้มข้น (65% HNO<sub>3</sub>) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba Reagents
- 4) โทลูอีน (Toluene) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Fisher Scientific
- 5) เฮกเซน (Hexane) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba Reagents
- 6) ไดเมทิลฟอร์มามิเด (DMF) เกรดอุตสาหกรรม จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 7) ไดเมทิลอะเซตาไมด์ (DMAc) เกรดอุตสาหกรรม จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 8) น้ำกลั่น
- 9) น้ำมันปาล์ม
- 10) โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Fisher Scientific
- 11) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba Reagents

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ การใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปยังบริษัทอื่นที่มีค่า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 12) กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น (37% HCl) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Carlo Erba Reagents
- 13) ฟีนอล์ฟทาไลน์อินดิเคเตอร์ (5%Phenolphthalein)
- 14) กระดาษยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์ จากบริษัท Merck Millipore
- 15) บริภัณฑ์เครื่องแก้ว
- 16) อีพ็อกซีเรซิน (Epoxy resin) DER-331 เกรดทั่วไป ชนิดไม่นำไฟฟ้า จากบริษัท Olin Corporation สมบัติของเรซินแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สมบัติบางประการของอีพ็อกซีเรซิน DER-331

สมบัติ	ค่า
ลักษณะทางกายภาพ	ของเหลว
สี	ใส-เหลือง
Epoxyde Equivalent Weight	182-192 g/eq
Epoxyde Percentage	22.4-23.6 %
ความหนาแน่น ที่ 25 °C	1.16 g/ml
ความหนืด ที่ 25 °C	11,000-14,000 mPa·S

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัท Olin Corporation

- 17) ไตรเอทิลีนิเตตระเอมีน (60%TETA) เกรดอุตสาหกรรม จากบริษัท Aldrich
- 18) กาวอีพ็อกซีชนิดนำไฟฟ้า: EPO-TEX EE129-4 จากบริษัท Epoxy Technology
- 19) Pelco Conductive silver paint จากบริษัท Ted Pella
- 20) สายไฟ AWG 26 เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.75 mm จากบริษัท THAI WONDERFUL WIRE CABLE CO., LTD.
- 21) โถดูดความชื้น (Desiccator)
- 22) ไดอะไลซิสทิวบ์ (Dialysis tubing cellulose membrane) ความกว้างเฉลี่ย 76 mm. จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 23) กระดาษกรองใยแก้ว (GF/C) ขนาดรูกรอง 1.2  $\mu\text{m}$  ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 47 mm จากบริษัท Whatman
- 24) Ultrasonic cleaner รุ่น 136H จากบริษัท Dentsply Neytech
- 25) เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) รุ่น Universal 320 จากบริษัท Hettich Zentrifugen
- 26) Field emission scanning electron microscope (FESEM) รุ่น JSM-7610F จากบริษัท JEOL
- 27) Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) รุ่น Nicolet 6700 จากบริษัท Thermo Scientific
- 28) Fourier transform Raman spectrometer (FT-Raman) รุ่น Spectrum GX จากบริษัท Perkin-Elmer

29) Thermogravimetric analyser รุ่น TG 209 F3 จากบริษัท Netzsch

30) แมกนีฟิ่ ขนาด 50 x 50 x 10 mm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับว่าผูกพันไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 31) LCR Meter รุ่น E4980A ของบริษัท Agilent
- 32) เครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง รุ่น ML204 จากบริษัท Mettler Toledo
- 33) ตู้อบ รุ่น BM 400 จากบริษัท Memmert
- 34) บั้มสุญญากาศ รุ่น A-1000S จากบริษัท Tokyo Rikakikai Co, Ltd.
- 35) เตาให้ความร้อน รุ่น 11-502-49H จากบริษัท Thermo Scientific
- 36) Ultraviolet-Visible spectrophotometers รุ่น Evolution 201 จากบริษัท Thermo Scientific

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การดัดแปลง MWCNT ด้วยกรด

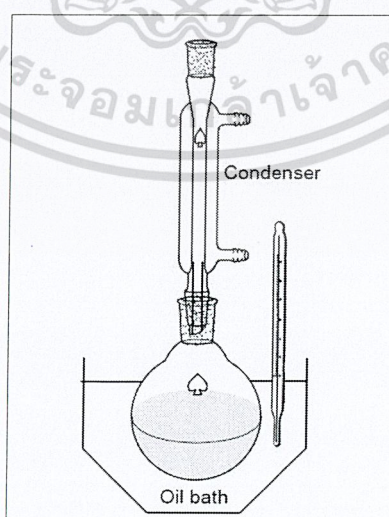
ในงานวิจัยนี้ทำการทดสอบสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดซัลฟิวริก ผสมกรดไนตริก ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) อบอุ่นความชื้น MWCNT ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 2) ให้ความร้อนน้ำมันจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการศึกษาดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สภาวะในการดัดแปลง MWCNT

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)		
80	10	20	30
100	10	20	30
120	10	20	30

- 3) เมื่อได้อุณหภูมิที่ต้องการศึกษา ให้เติม MWCNT 1 g ลงไปในขวดก้นกลม
- 4) เติมกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกและกรดไนตริกในอัตราส่วน 3:1 v/v ปริมาตร 40 ml ใส่ลงไปในขวดก้นกลม แล้วนำไปประกอบเป็นชุดรีฟลักซ์ดังแสดงในรูปที่ 3.1

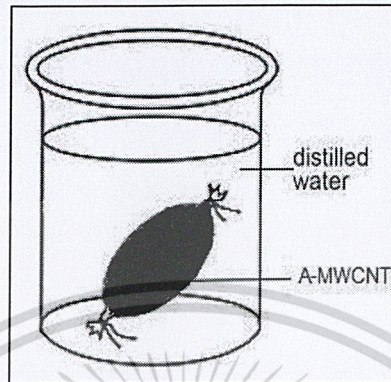


รูปที่ 3.1 การประกอบชุดรีฟลักซ์ [49]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 5) ทำการรีฟลักซ์จนถึงเวลาที่ต้องการศึกษาดังแสดงในตารางที่ 3.3  
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6) นำสารตัวอย่างที่ได้ไปกรองโดยใช้กระดาษกรองใยแก้ว จะได้เป็นตะกอนของ MWCNT

7) นำ MWCNT ที่กรองได้ไปใส่ลงใน dialysis tube ดังแสดงในรูปที่ 3.2 แล้วนำไปล้างด้วยน้ำกลั่นจนมี pH เป็นกลาง โดยทดสอบด้วยกระดาษยูนิเวอร์ซัลอินดิเคเตอร์



รูปที่ 3.2 การทำให้เป็นกลางโดยใช้ dialysis tube [50]

8) นำไปกรองโดยใช้กระดาษกรองใยแก้วและนำตะกอนที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เป็นตะกอนของ A-MWCNT ชื่อเรียกแสดงดังตารางที่ 3.4 และเรียก MWCNT ที่ไม่ได้นำไปทำการดัดแปลงว่า Blank เก็บตะกอนไว้ในโถดูดความชื้น

ตารางที่ 3.4 อุณหภูมิและเวลาสำหรับการดัดแปลง MWCNT

อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)		
	10	20	30
80	A-MWCNT 80/10	A-MWCNT 80/20	A-MWCNT 80/30
100	A-MWCNT 100/10	A-MWCNT 100/20	A-MWCNT 100/30
120	A-MWCNT 120/10	A-MWCNT 120/20	A-MWCNT 120/30

9) หาร้อยละผลผลิตของ A-MWCNT ที่ได้ ดังสมการที่ 1

$$\text{ร้อยละผลผลิตที่ได้} = \frac{\text{น้ำหนักสารตั้งต้น} - \text{น้ำหนักผลิตภัณฑ์}}{\text{น้ำหนักสารตั้งต้น}} \quad \text{สมการที่ 1}$$

### 3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติของ A-MWCNT

#### 3.3.2.1 วิเคราะห์ปริมาณของกรดบน A-MWCNT ด้วยวิธีการไทเทรต

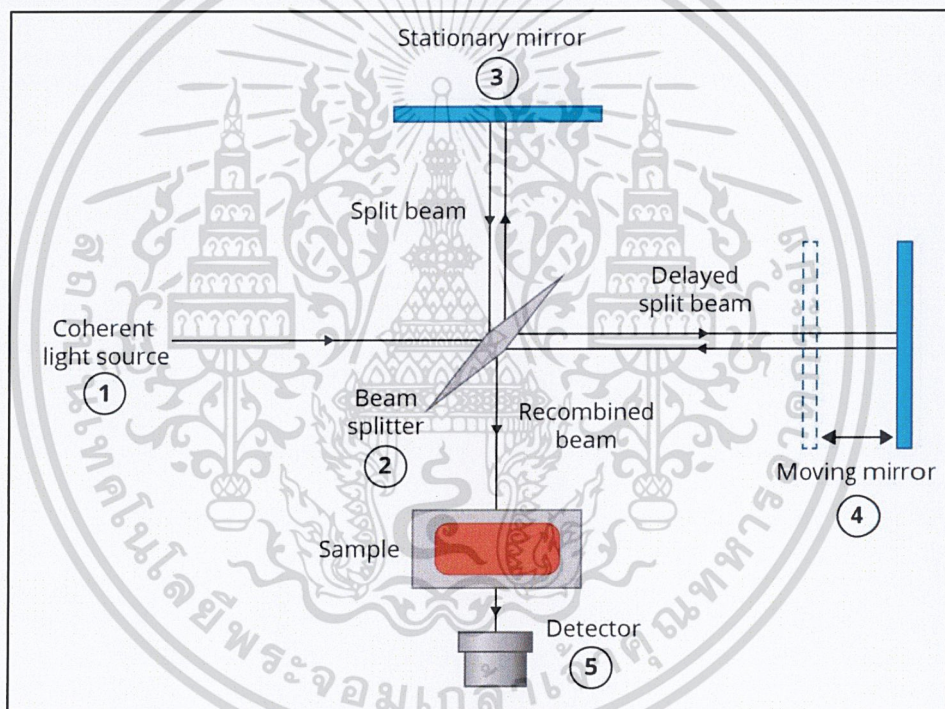
การไทเทรตเป็นวิธีการหาความเข้มข้นหรือปริมาณของสารในสารละลายตัวอย่าง โดยทำให้เกิดปฏิกิริยากับสารที่ทราบความเข้มข้น (สารละลายมาตรฐาน) และวัดปริมาตรของสารที่ทำปฏิกิริยาพอดีกัน ในงานวิจัยนี้ได้หาปริมาณกรดคาร์บอกซิลิก (-COOH) ที่อยู่บนพื้นผิวและกรดที่แทรกอยู่ใน A-MWCNT แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณกรดของ A-MWCNT ด้วยวิธี back titration โดยการนำ A-MWCNT ประมาณ 5 mg เติมลงใน 0.001 N NaOH ปริมาตร 100 ml จากนั้นนำไป

ไม่ว่ากรรมใดๆ หงสน ออกทงห้ามมเหตุดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งทมีการนำไปใช้

กระจายตัวด้วยเครื่อง Ultrasonic cleaner เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้ 30 นาที จึงนำไปกรองด้วยกระดาษกรองใยแก้วและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย จากนั้นนำของเหลวปริมาณ 10 ml ที่ได้จากการกรองไปไทเทรตกับ 0.001 N HCl โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ บันทึกปริมาณของ HCl ที่ใช้แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณกรดที่มีอยู่ใน A-MWCNT

### 3.3.2.2 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FTIR

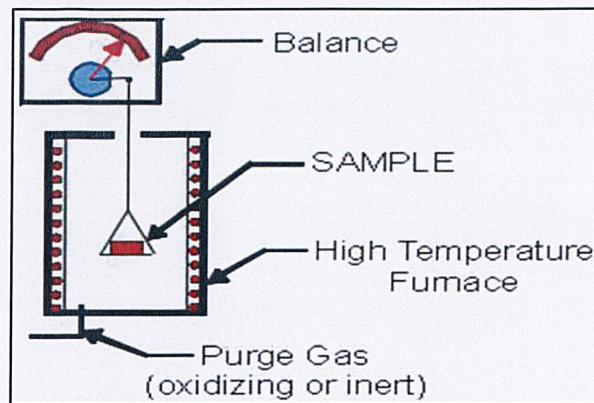
FTIR (Fourier transform infrared spectrometer) ใช้สำหรับวิเคราะห์โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวของวัสดุ หลักการทำงานคือ แสงอินฟราเรด (IR) เดินทางผ่าน crystal (reflective element) และทะลุเข้าไปในผิวของตัวอย่าง ทำให้เกิดการดูดกลืนแสงบางส่วนและสะท้อนกลับออกมาสู่ตัวรับสัญญาณ [51] หลักการทำงานแสดงดังรูปที่ 3.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ทำได้โดย นำ A-MWCNT ไปบดผสมกับ KBr แล้วนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกเพื่อขึ้นรูปตัวอย่างสำหรับนำไปตรวจวิเคราะห์ FT-IR



รูปที่ 3.3 หลักการทำงานของ FTIR [52]

### 3.3.2.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง TGA

TGA (Thermogravimetric analyzer) เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน โดยทำการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกสลายของวัสดุ (decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน หรือปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) [55] หลักการทำงานแสดงเอกสารดังรูปที่ 3.4 ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 หลักการทำงานของ TGA [56]

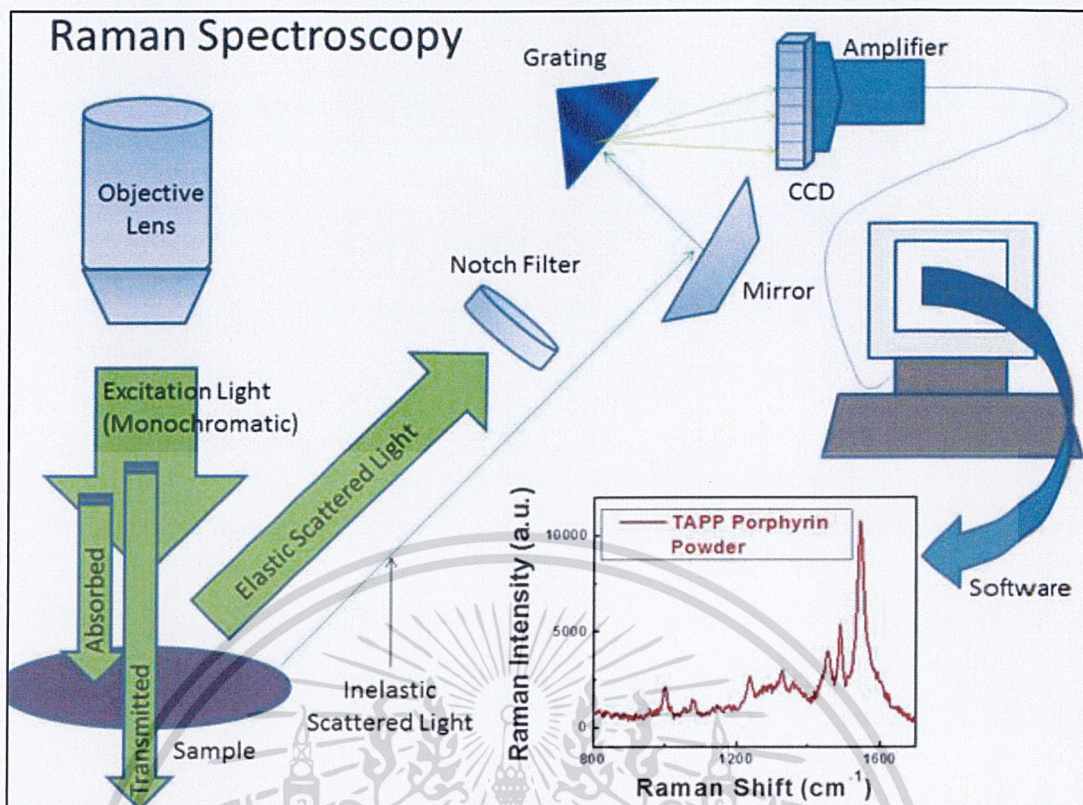
ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น ออกซิเจน หรือออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ ในงานวิจัยนี้ได้ทำการทดสอบ TGA ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ใช้ heating rate 10 °C/min จากอุณหภูมิ 50-900 °C

### 3.3.2.4 การวิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FT-Raman

FT-Raman (Fourier transform Raman spectrometer) เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์หาโครงสร้างของวัสดุจากการวัดสเปกตรัมที่เลื่อนไปของ Raman shift และตำแหน่งของสเปกตรัม ซึ่งสัมพันธ์กับลักษณะพันธะของชิ้นงานที่นำมาวัด โดยวัสดุแต่ละชนิดจะมีสเปกตรัมเฉพาะตัวที่แตกต่างกัน เทคนิคของ FT-Raman มีหลักการที่สำคัญ คือ การใช้การกระเจิงของแสงแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattered light) และการสั่นของโครงสร้าง [53] หลักการทำงานแสดงดังรูปที่ 3.5

หลักการทำงานของเครื่อง FT-Raman คือ การยิงลำแสงที่มีความเข้มข้นสูงผ่านเข้าไปในตัวกลางโปร่งใส เมื่อโฟตอนผ่านเข้าไปในโมเลกุลของสารจะมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป แสงส่วนใหญ่จะทะลุผ่านไปได้ แต่มีแสงส่วนน้อยที่เกิดการกระเจิงไปทุกทิศทางและเกิดการชนแบบยืดหยุ่น (elastic collision) หรือแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic collision) กับโมเลกุลของสาร โดยเครื่องจะทำการตรวจวัดแสงที่กระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่นแล้วประมวลผลออกมาเป็นรามานสเปกตรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 หลักการทำงานของ FT-Raman [54]

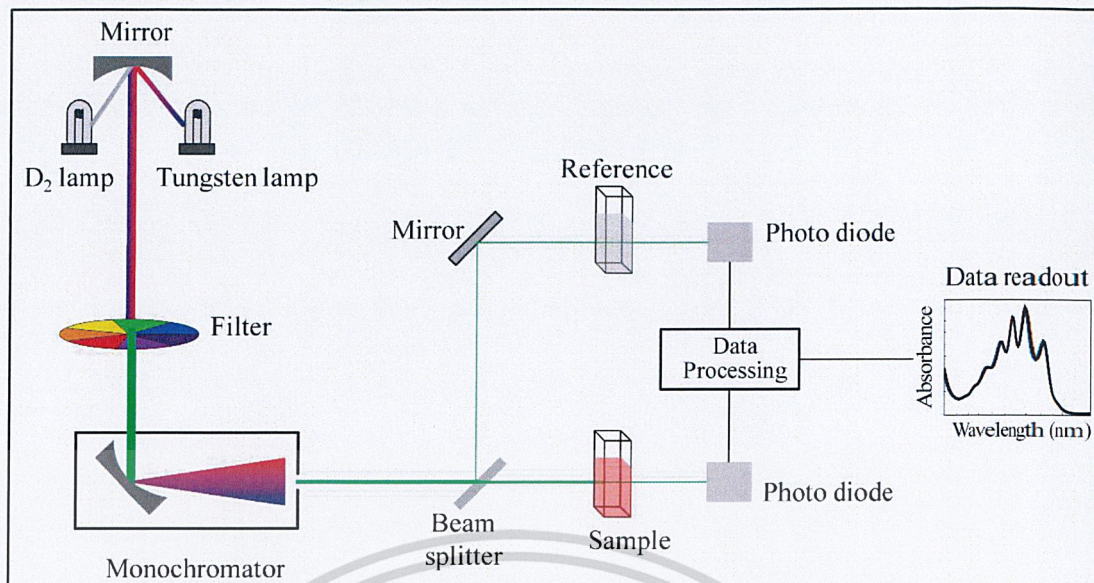
### 3.3.2.5 ประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายของ A-MWCNT

นำสารตัวอย่าง A-MWCNT 1 - 2 mg ไปกระจายตัวใน 30 ml ของสารละลายดังนี้ น้ำ, hexane, toluene, DMF และ DMAc จากนั้นนำไปกระจายตัวด้วยเครื่อง Ultrasonic cleaner เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำมาตั้งทิ้งไว้เพื่อสังเกตการกระจายตัวและการตกตะกอนเป็นเวลา 7 วัน บันทึกผลการเปลี่ยนแปลง จากนั้นจึงนำตัวอย่างที่ไม่ตกตะกอนไป centrifuge โดยใช้ความเร็วการหมุนเหวี่ยงที่ 9,000 รอบ/นาที บันทึกผลการเปลี่ยนแปลง

### 3.3.2.6 วิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสง ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ ความยาวคลื่นแสง จะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง ซึ่งโดยส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ [65] หลักการทำงานแสดงดังรูปที่ 3.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



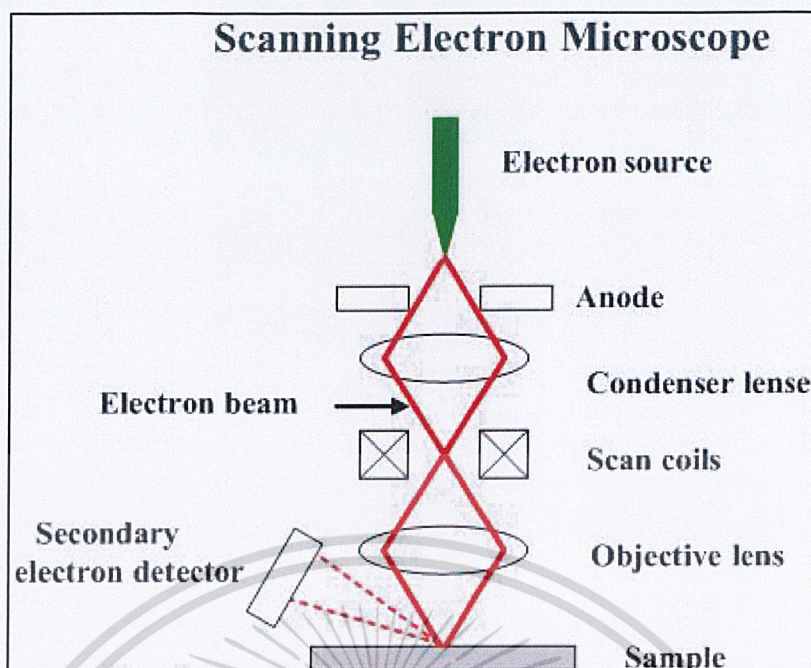
รูปที่ 3.6 หลักการทำงานของ UV-Vis spectrophotometer [65]

การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ทำได้โดย นำ A-MWCNT ประมาณ 1 mg ไปกระจายตัวในน้ำปริมาตร 30 ml ด้วยเครื่อง ultrasonic cleaner เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารตัวอย่างที่ได้ไปเจือจางด้วยน้ำกลั่นอีก 100 ml แล้วนำไปวิเคราะห์ที่ความยาวคลื่น 190 – 1,100 nm

### 3.3.2.7 การศึกษาสัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ด้วย FESEM

FESEM (Field emission scanning electron microscope) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดพื้นผิวของตัวอย่างในขนาดเล็กระดับไมครอนหรือนาโนเมตร เหมาะสำหรับการสร้างภาพของกลุ่มสัญญาณในการศึกษาโครงสร้างลักษณะพื้นผิวภายนอกหน้าตัดของวัสดุ หลักการทำงานของเครื่องคือ กลุ่มอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lenses) เพื่อให้กลายเป็นลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูง ซึ่งสามารถปรับขนาดของลำอิเล็กตรอนได้ หากต้องการภาพที่คมชัดจะปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็ก จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lenses) เพื่อยิงลำอิเล็กตรอนลงบนพื้นผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกกราดไปทั่วบนชิ้นงานทำให้เกิดการกระเจิงเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิขึ้น สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้นทั้งหมดนี้จะถูกบันทึกและแปลผลไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ เพื่อนำไปสร้างเป็นภาพต่อไป เนื่องจากใช้ลำอิเล็กตรอนที่มีความเข้มสูงจึงทำให้ภาพที่ได้มีการแจ่มแจ้งความละเอียดสูงตามไปด้วย [57] หลักการทำงานแสดงดังรูปที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 หลักการทำงานของ FESEM [58]

การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ทำได้โดยนำ A-MWCNT ประมาณ 1 mg ไปกระจายตัวในน้ำปริมาตร 30 ml ด้วยเครื่อง ultrasonic cleaner เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำสารตัวอย่างที่ได้ไปเจือจางโดยเติมน้ำกลั่นลงไป 200 ml และหยดลงบนกระจกจากนั้นนำไปติดกับ stub ด้วย carbon tape และทิ้งไว้ให้แห้ง นำไปเคลือบผิวด้วยแพลตตินัม แล้วนำไปถ่ายภาพเพื่อทำการวิเคราะห์ผลต่อไป

### 3.3.2.8 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง LCR meter

การตรวจวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าทำโดยการนำ A-MWCNT ไปทำเป็นคอมโพสิตกับอีพ็อกซีและตรวจวัดด้วย LCR-meter ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัดค่าปริมาณทางไฟฟ้าโดยสามารถวัดการเหนี่ยวนำ (Inductance), วัดตัวเก็บประจุ (Capacitance) และวัดความต้านทาน (Resistance) ของวัสดุ ในงานวิจัยนี้ใช้ LCR-meter ในการวัดความต้านทานที่ความถี่  $20 - 1 \times 10^6$  Hz ทดสอบด้วยไฟฟ้ากระแสสลับ กำหนดฟังก์ชันที่ใช้ทดสอบคือ Lp-Rp และความต่างศักย์ 5 V

#### 1) การเตรียมวัสดุคอมโพสิตระหว่าง A-MWCNT กับอีพ็อกซีเรซิน

เตรียมวัสดุคอมโพสิตที่ความเข้มข้น 1%wt นำ A-MWCNT 56 mg ไปกระจายตัวใน DMAc ปริมาตร 5 ml โดยนำไป Sonicated เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเติมลงในอีพ็อกซีเรซิน 25 g ทำการ Sonicate ต่ออีก 1 ชั่วโมง เติม TETA 3.25 g จากนั้นคนให้เข้ากัน เทส่วนผสมที่ได้ลงในแม่พิมพ์ที่เตรียมไว้ นำไปบ่มให้ความร้อนที่  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  นาน 2 ชั่วโมง เพื่อให้อีพ็อกซีแข็งตัว

#### 2) การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT คอมโพสิต

ชิ้นงานที่เตรียมได้นำไปตัดให้มีขนาด  $10 \times 10 \times 1$  mm จากนั้นนำสายไฟที่เตรียมไว้มาปลอกส่วนที่เป็นฉนวนออกแล้วนำส่วนที่เป็นทองแดงต่อเข้าทั้งสองด้านของ ด้วยกาว silver loaded epoxy แล้วทา Conductive silver paint บริเวณด้านข้างของชิ้นงานทั้งสองด้าน

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นนำไปวัดค่าการนำไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter นำค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ได้มาแปลงเป็นค่า volume resistivity ด้วยสมการที่ 2 จากนั้นแปลงเป็นค่าการนำไฟฟ้า (conductivity) ด้วยสมการที่ 3 [59]

$$\text{Volume resistivity} = \frac{\text{resistance} \times \text{cross section area}}{\text{length}} \quad \text{สมการที่ 2}$$

$$\text{Conductivity (s/cm)} = \frac{1}{\text{volume resistivity}} \quad \text{สมการที่ 3}$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

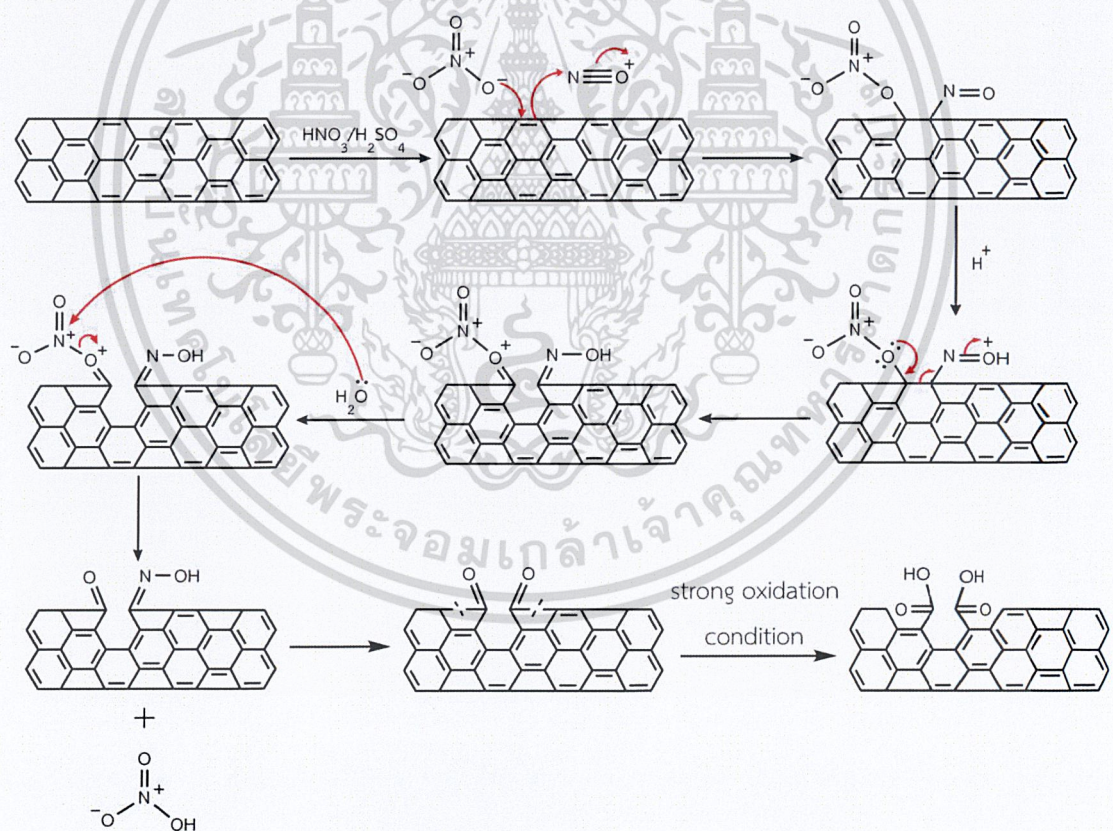
## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

ในงานวิจัยนี้ทำการดัดแปลง MWCNT เพื่อลดความยาว และปรับปรุงประสิทธิภาพการกระจายตัวของ MWCNT โดยดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกและกรดไนตริก ในอัตราส่วน 3:1 v/v ตามลำดับ โดยทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80-120 °C เป็นเวลา 10-30 นาที เพื่อศึกษาผลของเวลาและอุณหภูมิในการรีฟลักซ์ที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการดัด MWCNT ศึกษาโครงสร้างทางเคมี, สัณฐานวิทยา และสมบัติทางความร้อนของ A-MWCNT จากนั้นเตรียมเป็นคอมโพสิตกับอีพ็อกซีเรซิน เพื่อนำไปศึกษาสมบัติทางไฟฟ้า

#### 4.1 การดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้นด้วยกรด

การดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดไนตริกผสมกรดซัลฟิวริกมีกลไกการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในรูปที่ 4.1 เมื่อ MWCNT เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสารละลายกรด ได้เป็น A-MWCNT ทำให้บริเวณพื้นผิวของ A-MWCNT มีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิก (-COOH) เกิดขึ้น

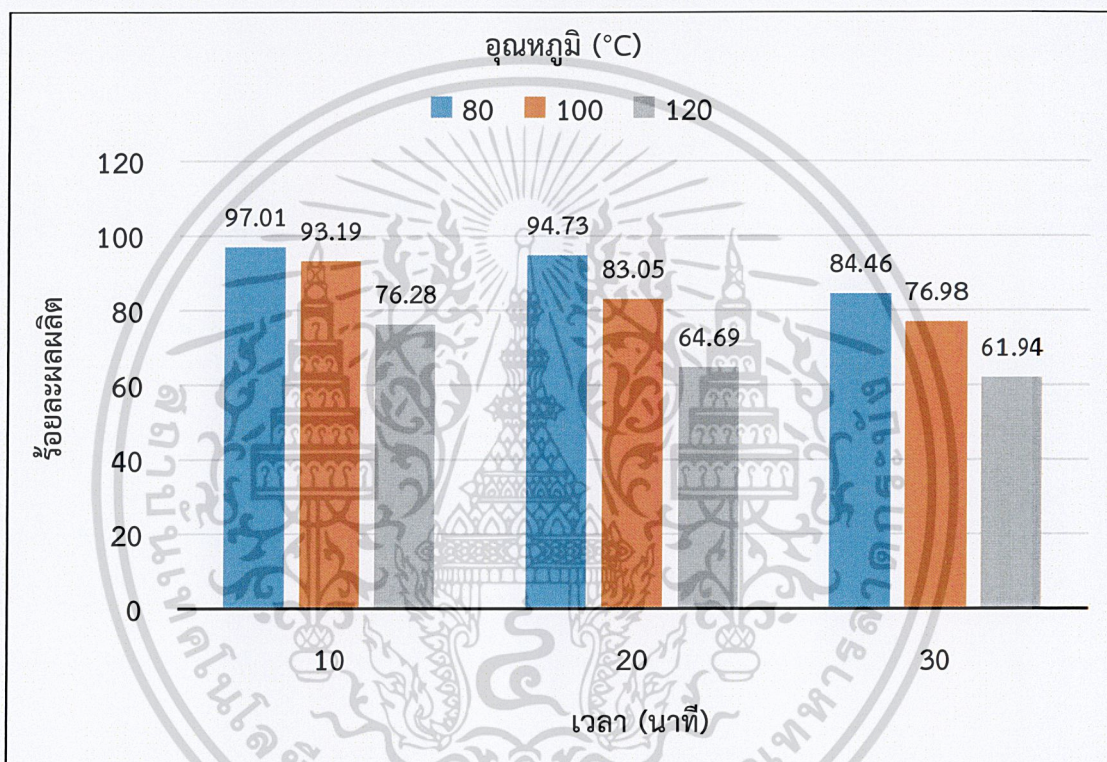


รูปที่ 4.1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ MWCNT

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.1.1 การทดสอบร้อยละผลผลิตของ A-MWCNT

การทดสอบร้อยละผลผลิตของ A-MWCNT หลังจากการดัดแปลง MWCNT ได้ผลร้อยละผลผลิตดังรูปที่ 4.2 พบว่ามีร้อยละผลผลิตลดลงเมื่อเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงเพิ่มขึ้น ซึ่งร้อยละผลผลิตที่หายไปอยู่ในช่วง 2.99% - 38.0% อันเนื่องมาจากเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลง MWCNT ที่สูงขึ้น ส่งผลให้ความรุนแรงของการดัดแปลงสูงขึ้นด้วยทำให้โครงสร้างของ A-MWCNT ถูกทำลายมากขึ้นอีกทั้งยังเกิดการหลุดออกของคาร์บอนอสัณฐาน, ฟลูเลอร์รีน, ผลึกนาโนกราไฟต์ และตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่มาจากกระบวนการสังเคราะห์ CNT อีกทั้งยังอาจเกิดจากกระบวนการดัดแปลง เช่น การกรอง โดยเมื่อดัดแปลงในสภาวะที่รุนแรงมาก A-MWCNT อาจจะถูกสูญหายไประหว่างกระบวนการกรองมาก เนื่องจาก A-MWCNT ที่ได้มีขนาดเล็กกว่าขนาดรูของกระดาษกรอง

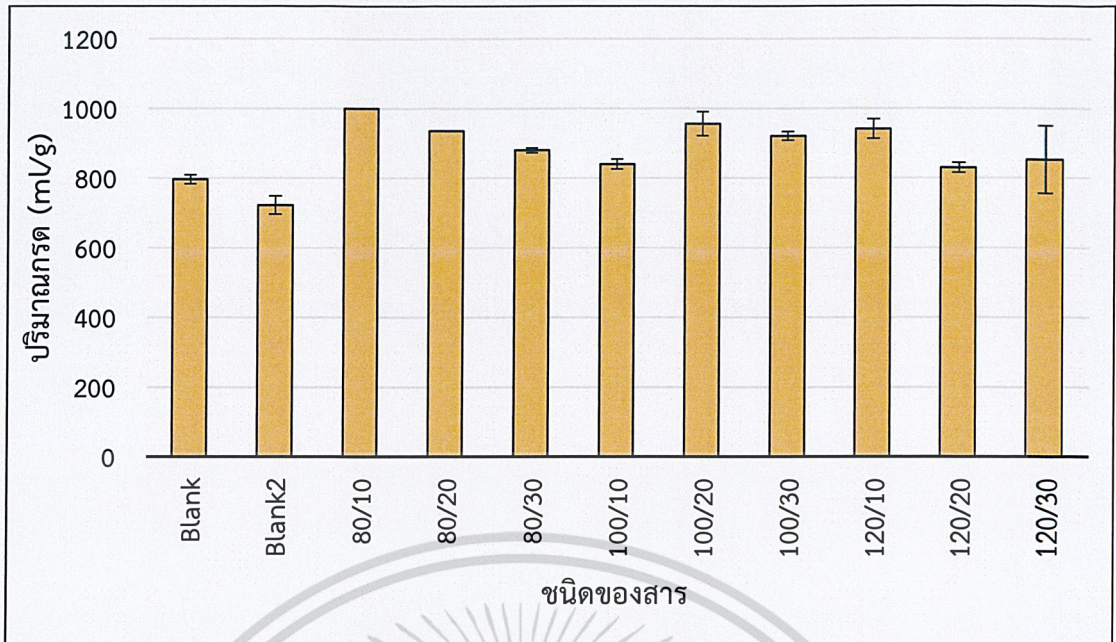


รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละผลผลิตของ A-MWCNT เทียบกับเวลาในการดัดแปลง MWCNT ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน

#### 4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของ A-MWCNT

##### 4.2.1 การทดสอบการหาปริมาณกรดของ A-MWCNT ด้วยวิธีการไทเทรต

การดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดไนตริกผสมกรดซัลฟิวริก ทำให้มีหมู่คาร์บอกซิลิกเกิดขึ้นบนพื้นผิวหรือมีกรดที่อาจยังหลงเหลืออยู่แทรกอยู่ในโครงสร้างของ A-MWCNT โดยสามารถหาปริมาณกรดที่มีอยู่นี้ได้จากเทคนิค back titration



รูปที่ 4.3 ปริมาณกรดของ A-MWCNT

หมายเหตุ Blank คือ MWCNT ที่ไม่ได้ดัดแปลง

Blank 2 คือ MWCNT ที่ไม่ได้ดัดแปลงที่นำไปล้างด้วยน้ำ

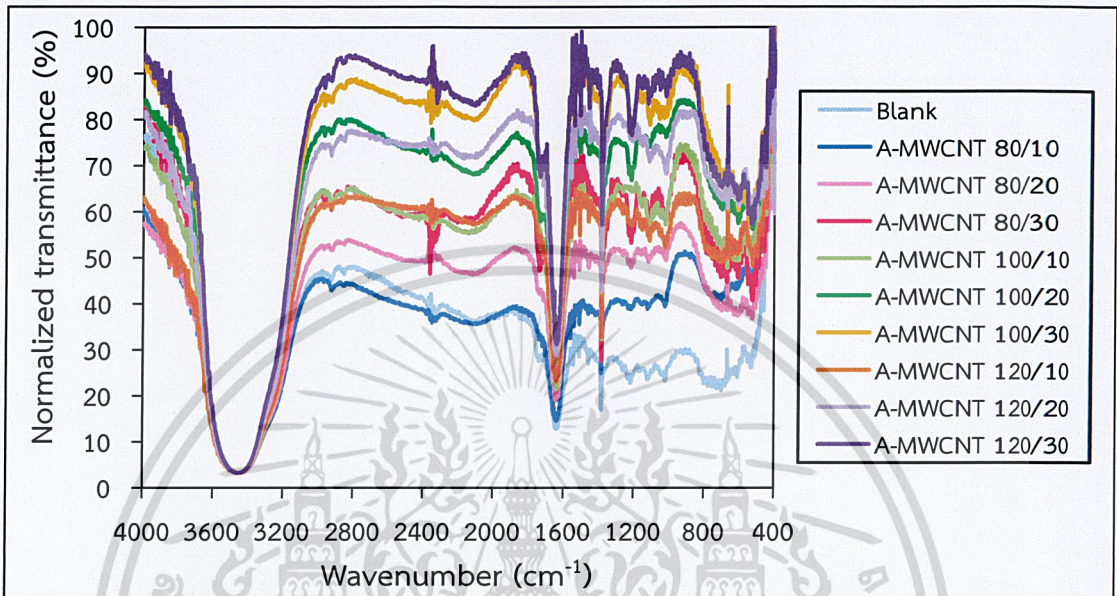
จากรูปที่ 4.3 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณกรดระหว่าง Blank กับ Blank 2 พบว่ามีปริมาณกรดใน MWCNT ลดลง จึงทำให้ทราบว่า MWCNT ที่มาจากกระบวนการผลิตมีกรดติดอยู่ด้วยเช่นกัน แล้วเมื่อทำการดัดแปลง MWCNT พบว่าการดัดแปลงทำให้มีปริมาณกรดเพิ่มมากขึ้น และเนื่องจากตะกอนของ A-MWCNT ที่ได้จากการดัดแปลงมีลักษณะเป็นก้อนเมื่อนำมา sonicated กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มากเกินไป สังเกตพบตะกอนของ A-MWCNT ยังคงมีลักษณะเป็นก้อนอยู่บ้างทำให้ NaOH ไม่สามารถแทรกเข้าไปทำปฏิกิริยากับกรดที่อยู่ใน A-MWCNT ได้หมดจึงทำให้ผลการทดลองมีความคลาดเคลื่อน จึงนำไปทดสอบหาผลของเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลง MWCNT ต่อปริมาณกรดของ A-MWCNT และหมู่ฟังก์ชันที่อยู่บน A-MWCNT ด้วย FTIR

#### 4.2.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FTIR

จาก FTIR spectra ในรูป 4.4 พบว่า Blank และ A-MWCNT มีการสั่นของหมู่ฟังก์ชันที่คล้ายคลึงกัน โดยปรากฏฟีกการสั่นของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ที่เลขคลื่น  $3,600-3,000 \text{ cm}^{-1}$  หมู่คาร์บอนิล (C=O) ที่เลขคลื่น  $1,710-1,690 \text{ cm}^{-1}$  และการสั่นของหมู่ C-O stretching ของกรดคาร์บอกซิลิก ที่เลขคลื่น  $1,200-1,050 \text{ cm}^{-1}$  เป็นต้น แสดงถึงการมีอยู่ของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิก (-COOH) ในการเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจวัดพบว่า KBr มีความชื้นสะสมอยู่ อันเนื่องมาจากความชื้นในบรรยากาศ ซึ่งอาจมีผลต่อความสูงของฟีกของหมู่ไฮดรอกซิลที่ปรากฏ จึงทำการวิเคราะห์ปริมาณหมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิว A-MWCNT จากความสูงของฟีก C=O stretching เพียงอย่างเดียว แสดงดังตารางที่ 4.1 โดยฟีกที่นำมาวิเคราะห์ได้ทำการ normalize เพื่อให้ความเข้มข้นของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ไม่มีผลต่อความสูงของฟีกที่ได้ จะเห็นได้ว่าการดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดทำให้ปริมาณหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกบนพื้นผิวของ A-MWCNT ในทุกสถานะสูงขึ้นซึ่งเป็นไปในทางเดียวกับการหาปริมาณกรดของ A-MWCNT โดยวิธีการไทเทรต และเมื่อเปรียบเทียบผลของเวลาในการดัดแปลง

ไม่ว่าการมีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MWCNT กับปริมาณหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกบนพื้นผิว A-MWCNT พบว่า เวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงที่เพิ่มขึ้น ปริมาณหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกบนพื้นผิว CNT จะเพิ่มขึ้นด้วย ดังแสดงในรูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของพีค C=O stretching กับเวลาที่ใช้ในการดัดแปลง อีกทั้งจาก IR spectrum ยังพบอีกว่า Blank มีหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกอยู่บนพื้นผิวอันเนื่องมาจากขั้นตอนการผลิตอีกด้วย

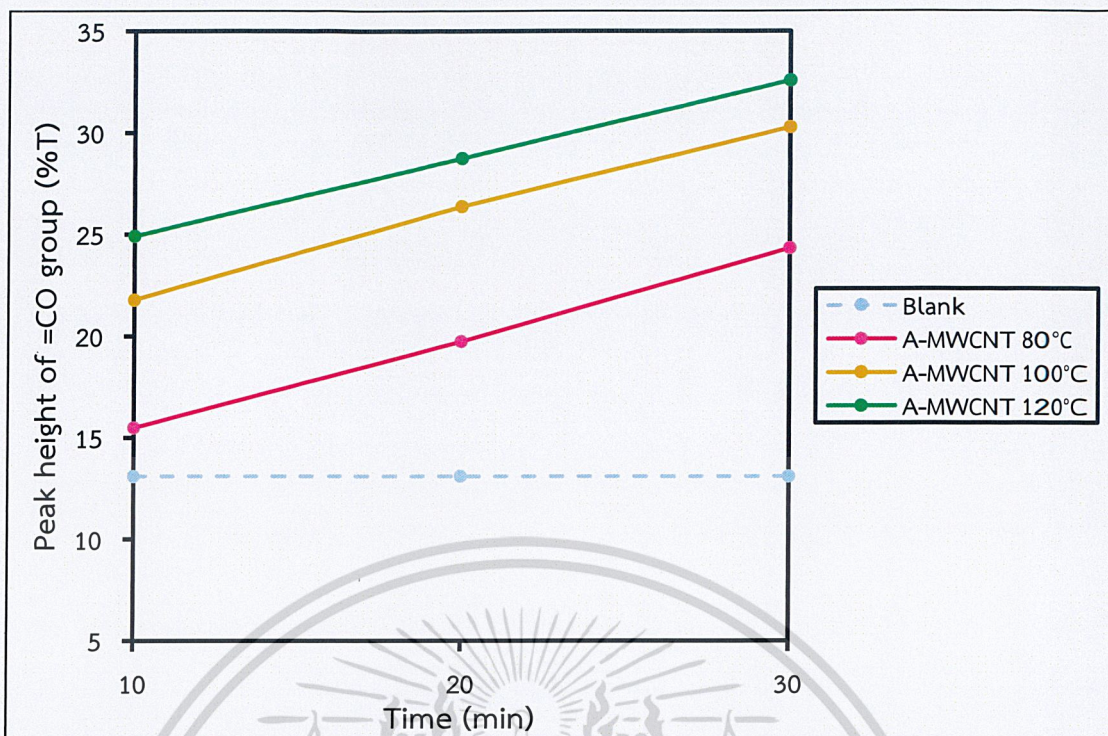


รูปที่ 4.4 FTIR spectra ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ

ตารางที่ 4.1 ความสูงของ normalize พีค C=O stretching ของ Blank และ A-MWCNT

ชนิดของสาร	เลขคลื่น (cm <sup>-1</sup> )	ความสูงของพีค C=O stretching (%T)
Blank	1636	13.10
A-MWCNT 80/10	1636	15.49
A-MWCNT 80/20	1636	19.73
A-MWCNT 80/30	1636	24.33
A-MWCNT 100/10	1636	21.78
A-MWCNT 100/20	1636	26.37
A-MWCNT 100/30	1636	30.27
A-MWCNT 120/10	1636	24.90
A-MWCNT 120/20	1636	28.74
A-MWCNT 120/30	1636	32.57

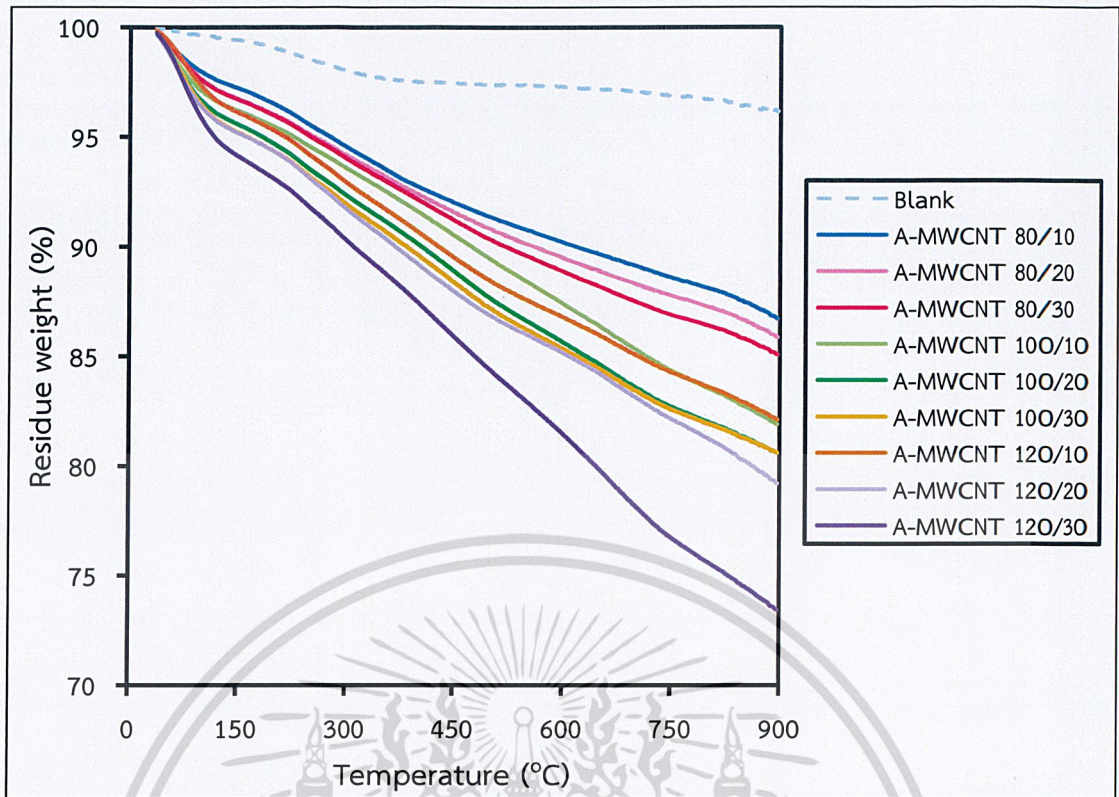
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



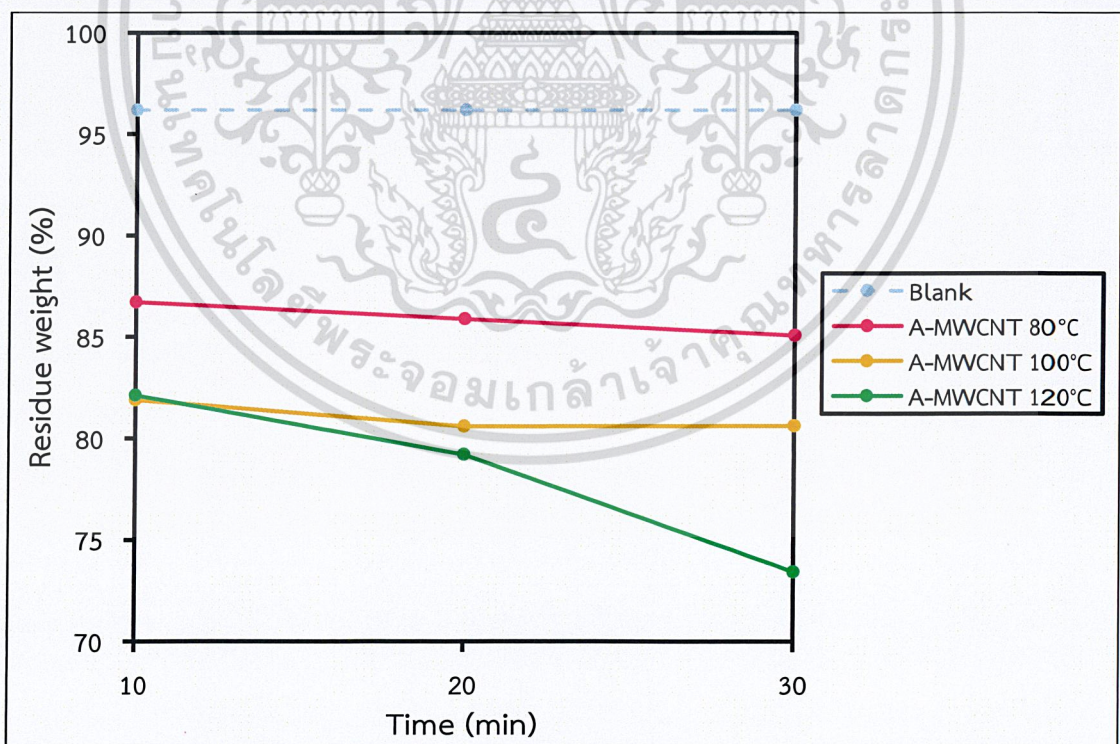
รูปที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของพีค C=O stretching กับเวลาที่ใช้ในการตัดแปลง

#### 4.2.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง TGA

การวิเคราะห์ Blank และ A-MWCNT ด้วยเทคนิค TGA ได้ผลดังรูปที่ 4.6 พบว่า Blank มีเสถียรภาพทางความร้อนสูง กล่าวคือ จนถึงอุณหภูมิ 900 °C มีการสูญเสียน้ำหนักเพียง 3.82% เนื่องจาก Blank เป็นท่อ CNT ที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการตัดแปลง อีกทั้งยังพบว่าทั้งใน Blank และ A-MWCNT การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกเกิดจากการระเหยของความชื้น และที่อุณหภูมิประมาณ 400 °C เกิดการสลายตัว สันนิษฐานว่าเกิดจากการสลายของคาร์บอนอสัณฐาน, ฟลูออรีน, ผลึกนาโนกราไฟต์และตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่มาจากกระบวนการสังเคราะห์ CNT [62] อีกทั้ง A-MWCNT ที่อุณหภูมิและเวลาในการตัดแปลงเพิ่มขึ้น จะมีการสูญเสียน้ำหนักอย่างต่อเนื่องอยู่ในช่วง 13-26% ตั้งแต่อุณหภูมิประมาณ 150 °C ถึง 900 °C จากรูปที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ของ A-MWCNT กับอุณหภูมิในการสลายตัวที่ 900 °C เห็นชัดเจนว่าการตัดแปลง MWCNT ด้วยกรดทำให้ A-MWCNT มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ลดลง เมื่อวิเคราะห์ผลของเวลาและอุณหภูมิพบว่า การเพิ่มเวลาและอุณหภูมิในการตัดแปลง A-MWCNT มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ลดลงเช่นเดียวกัน ซึ่งเป็นผลมาจากการสลายของหมู่คาร์บอกซิลิกที่มีเพิ่มมากขึ้นบน A-MWCNT จึงทำให้ A-MWCNT มีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำลง



รูปที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ของ A-MWCNT กับอุณหภูมิในการสลายตัวที่ 900 °C

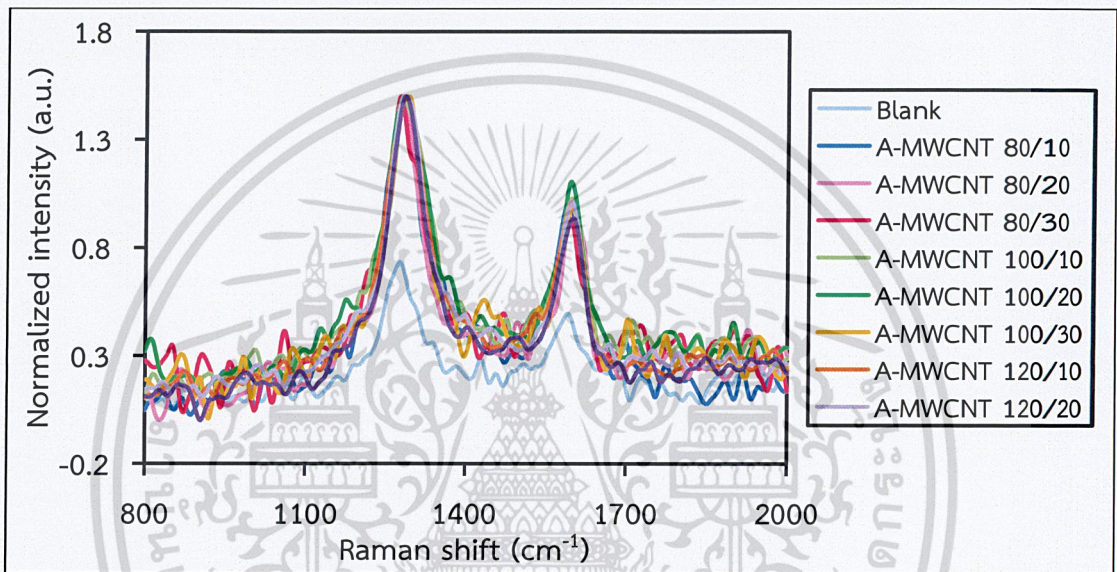


รูปที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ของ A-MWCNT ที่อุณหภูมิ 900 °C กับเวลาในการตัดแปลง MWCNT

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.4 การวิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FT-Raman

การพิสูจน์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของ A-MWCNT จากรูปที่ 4.8 ปรากฏพีดเด่นชัดของ CNT 2 พีด ได้แก่ ที่ประมาณ  $1,300\text{ cm}^{-1}$  (D band) ซึ่งบ่งบอกถึงส่วนที่ไม่เป็นระเบียบที่ปรากฏในโครงสร้างของ CNT เช่น การปรากฏจุดบกพร่องบริเวณพื้นผิวของ CNT, คาร์บอนอสัณฐาน, ฟลูเลอรีน, ผลึกนาโนกราฟิต์และตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่มาจากระบวนการสังเคราะห์ CNT เป็นต้น และที่  $1,580\text{ cm}^{-1}$  (G band) บ่งบอกถึงความสมบูรณ์ของโครงสร้าง CNT [63] โดยทั่วไปแล้วมักใช้อัตราส่วนความเข้มของ D Band และ G Band (ID/IG) ในการเปรียบเทียบ เพื่อบ่งบอกถึงสัดส่วนของจุดบกพร่องหรือระดับความสมบูรณ์ของโครงสร้าง MWCNT ที่เปลี่ยนไปจากการเปลี่ยนโครงสร้างของวงคาร์บอนหกเหลี่ยมไปเป็นจุดบกพร่อง (คาร์บอนที่ไม่ใช่วงหกเหลี่ยม)

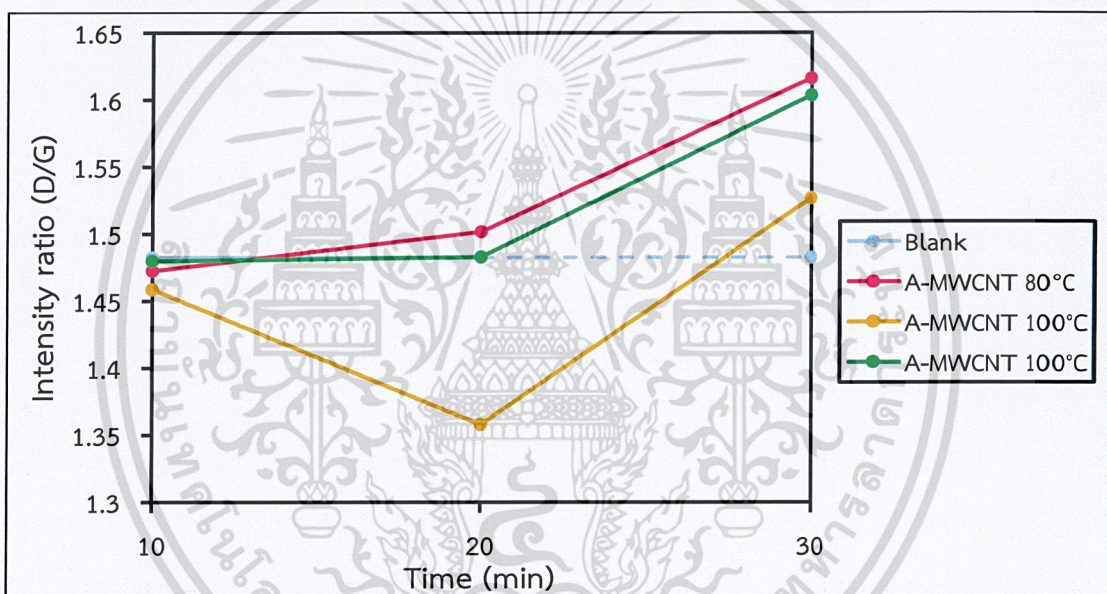


รูปที่ 4.8 FT-Raman spectra ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ ที่ผ่านการ normalized

ตารางที่ 4.2 ค่า D-band และ G-band ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ

ชนิดของสาร	D-Band (cm <sup>-1</sup> )	ID (a.u.)	G-Band (cm <sup>-1</sup> )	IG (a.u.)	ID/IG
Blank	1277	0.73	1591	0.50	1.48
A-MWCNT 80/10	1277	1.50	1591	1.02	1.47
A-MWCNT 80/20	1282	1.50	1591	1.00	1.50
A-MWCNT 80/30	1283	1.50	1599	0.93	1.62
A-MWCNT 100/10	1276	1.50	1594	1.03	1.46
A-MWCNT 100/20	1281	1.50	1597	1.10	1.36
A-MWCNT 100/30	1288	1.50	1596	0.98	1.53
A-MWCNT 120/10	1290	1.50	1598	1.01	1.48
A-MWCNT 120/20	1284	1.50	1596	1.01	1.48
A-MWCNT 120/30	1284	1.50	1596	0.94	1.60

ตารางที่ 4.2 เห็นได้ว่า Intensity D band (ID) ของ A-MWCNT ในทุกสภาวะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ Blank บ่งบอกถึงโครงสร้างของ CNT ที่มีจุดบกพร่องมากขึ้น สันนิษฐานว่าเกิดจากการเพิ่มขึ้นของหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกบนพื้นผิวของ A-MWCNT หลังจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และ Intensity G band (IG) ของ A-MWCNT ในทุกสภาวะมีค่าสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ Blank อาจเป็นเพราะปฏิกิริยาออกซิเดชันทำให้เกิดจากการกำจัดคาร์บอนอสถฐาน, ฟลูออรีน, ผลึกนาโนกราไฟต์และตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่มาจากกระบวนการสังเคราะห์ CNT เป็นเหตุให้ความสมบูรณ์ของโครงสร้าง (G band) ของ A-MWCNT สูงขึ้น แต่เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วน ID/IG กับเวลาที่ใช้ในการดัดแปลง MWCNT ดังรูปที่ 4.9 พบว่าเมื่อเวลาในการดัดแปลงเพิ่มขึ้น ทำให้มีค่า ID/IG สูงขึ้น เป็นผลมาจากสภาวะการดัดแปลงที่รุนแรงขึ้นทำให้โครงสร้างของ A-MWCNT ถูกทำลายมากขึ้น โดยอุณหภูมิ 80 °C และ 120 °C มีจุดบกพร่องบนโครงสร้างใกล้เคียงกัน ส่วนสภาวะการดัดแปลงที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 20 นาที มีค่า ID/IG ต่ำที่สุด แสดงให้เห็นว่า A-MWCNT 100/20 มีความสมบูรณ์ของโครงสร้างมากที่สุด



รูปที่ 4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วน ID/IG กับเวลาที่ใช้ในการดัดแปลง MWCNT

#### 4.2.5 การทดสอบประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายของ A-MWCNT

ตัวทำละลายที่ใช้ในงานวิจัยมีสภาพขั้วตามลำดับดังนี้ น้ำ > DMF > DMAc > โทลูอีน > เฮกเซน ซึ่งเปรียบเทียบจากค่าการละลาย (Solubility parameter;  $\delta$ ) ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.3 โดยผลการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายต่างๆ เป็นเวลา 7 วันในตารางที่ 4.4 พบว่าเมื่อเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงเพิ่มมากขึ้น A-MWCNT สามารถกระจายตัวในน้ำได้มากขึ้น โดยสังเกตจากสีของน้ำที่มีความเข้มเพิ่มขึ้น (ดังตารางที่ 4.5) ซึ่งเป็นผลจากการดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดทำให้ A-MWCNT มีหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วเกิดขึ้นบน CNT ได้แก่ หมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกซึ่งเป็นหมู่ที่ชอบน้ำ นอกจากนี้การที่ A-MWCNT ในแต่ละสภาวะกระจายตัวในตัวทำละลายต่างๆ ได้ไม่เท่ากันเป็นเพราะการมี Solubility parameter และความสามารถในการเกิดพันธะไฮโดรเจนที่แตกต่างกันระหว่างตัวทำละลายกับ A-MWCNT โดยสังเกตได้จากตัวทำละลาย DMF และ DMAc พบว่าที่สภาวะการดัดแปลงที่รุนแรงเพิ่มขึ้นประสิทธิภาพการกระจายตัวกลับลดลงเนื่องจากไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

A-MWCNT มีหมู่คาร์บอกซิลิกเพิ่มขึ้นส่งผลให้มีขั้วมากกว่า ทำให้ทราบได้ว่า A-MWCNT ที่ดัดแปลงที่อุณหภูมิสูงและเวลานานชอบกระจายตัวในตัวทำละลายที่มีขั้วสูงมากกว่า ได้แก่ น้ำ อีกทั้งพบว่า A-MWCNT ไม่กระจายในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว ได้แก่ โทลูอินและเฮกเซน เนื่องจากความแตกต่างกันของขั้ว จากนั้นเมื่อตั้งทิ้งไว้สังเกตพบว่า Blank ในน้ำตกตะกอนจนหมดภายในระยะเวลา 3 วัน และ A-MWCNT 80/10 ในน้ำตกตะกอนจนหมดภายในระยะเวลา 7 วัน เมื่อครบ 7 วันจึงนำ A-MWCNT ที่ไม่ตกตะกอนไปเร่งการตกตะกอนด้วยวิธี centrifuge ที่ 9,000 รอบ/นาที ดังแสดงผลในตารางที่ 4.6 พบว่า A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำที่ดัดแปลงด้วยกรดที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานไม่ตกตะกอนภายในระยะเวลาในการ centrifuge 6 ชั่วโมง มีเพียง A-MWCNT 80/20 ที่ตกตะกอนเมื่อ centrifuge นาน 1.15 ชั่วโมง แล้วยังพบว่าในตัวทำละลาย DMF และ DMAc A-MWCNT ที่ดัดแปลงด้วยเวลาและอุณหภูมิที่มากขึ้นทำให้เกิดการตกตะกอนมากขึ้นเนื่องมาจากความไม่เข้ากันของสภาพขั้วที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.3 ค่าการละลาย (Solubility parameter) ของตัวทำละลายชนิดต่างๆ [62]

ชนิดของตัวทำละลาย	$\delta$ (cal/cm <sup>3</sup> ) <sup>1/2</sup>	H-bonding strength
น้ำ	23.4	strong
DMF	12.1	moderate
DMAc	10.8	moderate
โทลูอิน	8.9	poor

ตารางที่ 4.4 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย

ตัวทำละลาย	Blank	80/10	80/20	80/30	100/10	100/20	100/30	120/10	120/20	120/30
น้ำ $\delta = 23.4$	-	+	+	++	+	++	+++	++	+++	+++
เฮกเซน $\delta = 6.9$	-									
โทลูอิน $\delta = 8.9$	+	-								
DMF $\delta = 12.1$	+	+++	++	+++	+++	+++	++	++	+	+
DMAc $\delta = 11.0$	+	++	++	+	+++	++	+	+++	+++	++

หมายเหตุ

$\delta$

คือ Solubility parameter

-

คือ ไม่มี MWCNT กระจายตัวในตัวทำละลาย (ของเหลวใสไม่มีสี)

+

คือ มี MWCNT กระจายตัวในตัวทำละลายน้อยที่สุด

++

คือ มี MWCNT กระจายตัวในตัวทำละลายปานกลาง

+++

คือ มี MWCNT กระจายตัวในตัวทำละลายมากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 การกระจายตัวของ A-MWCNT ที่สภาวะต่างๆในน้ำ

	Blank	80/10	80/20	80/30	100/10	100/20	100/30	120/10	120/20	120/30
หลัง sonicate										
ทิ้งไว้ 7 วัน										
หลัง Centrifuge	-	-								

ตารางที่ 4.6 ประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลายของ A-MWCNT หลังจากการ Centrifuge ที่ 9,000 rpm เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

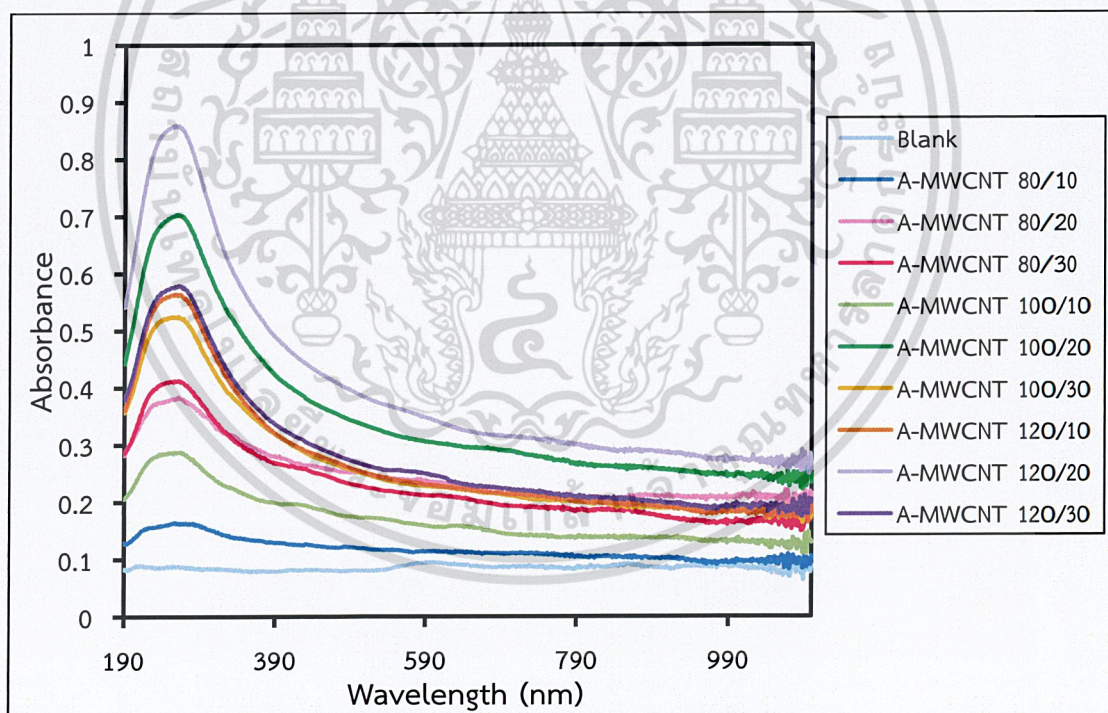
ตัวทำ ละลาย	Blank	80/10	80/20	80/30	100/10	100/20	100/30	120/10	120/20	120/30
น้ำ	NA	NA	-1.15 hr	---	---	-	--	---	-	-
DMF	-1.15 hr	-	--	-	-	--	--	---	-0.5 hr	---
DMAc	-1.15hr	---	--	-5 hr	-	---	-0.5 hr	-	--	-5 hr

หมายเหตุ -0.5 hr คือ ตกตะกอนใน 30 นาที  
 -1.15 hr คือ ตกตะกอนใน 1.15 ชั่วโมง  
 -5 hr คือ ตกตะกอนใน 5 ชั่วโมง  
 NA คือ ไม่ได้ทดสอบเนื่องจากตกตะกอนภายในระยะเวลา 7 วัน  
 - คือ ตกตะกอนน้อยที่สุดเมื่อ Centrifuge  
 -- คือ ตกตะกอนปานกลางเมื่อ Centrifuge  
 --- คือ ตกตะกอนมากที่สุดเมื่อ Centrifuge

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

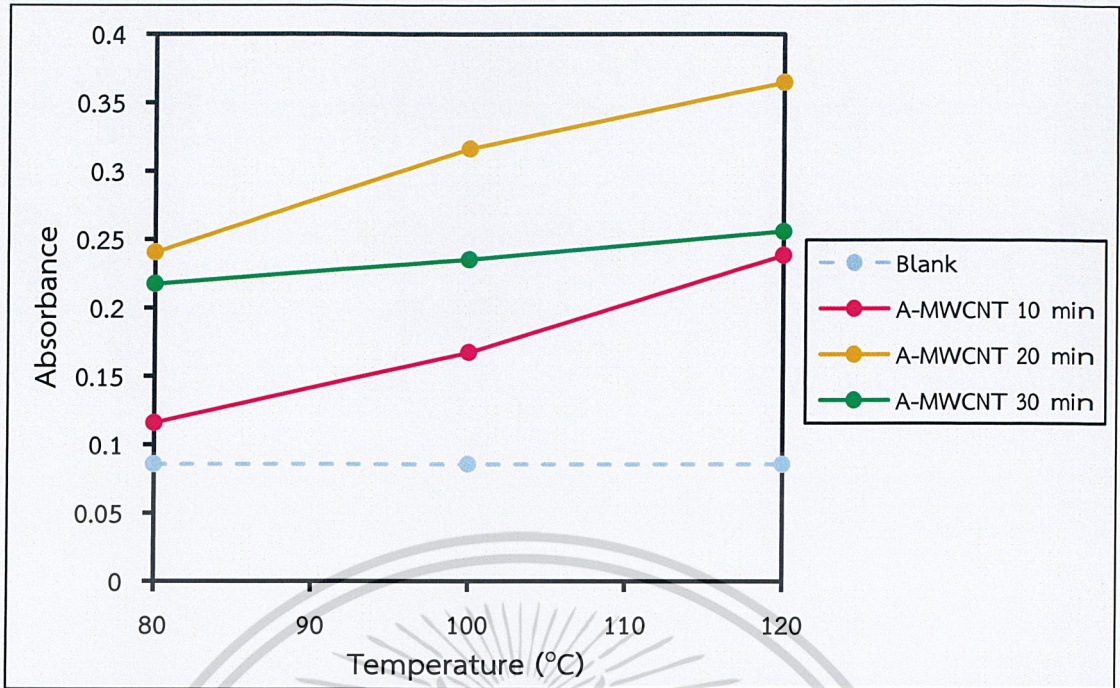
#### 4.2.6 การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ด้วย เครื่อง UV-Vis Spectrophotometer

สารแต่ละชนิดดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่างๆได้ไม่เท่ากันขึ้นอยู่กับโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ของโมเลกุลแสดงโดยสเปกตรัมที่ปรากฏในช่วงความยาวคลื่นต่างๆที่จำเพาะต่อการจัดเรียงพันธะในโมเลกุล พบว่าจากรูปที่ 4.10 แสดง UV-vis spectrum ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ มีค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-1,100 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงการดูดกลืนแสงของโมเลกุลที่เป็นวงอะโรมาติก อีกทั้งยังบ่งบอกถึงระบบคอนจูเกต (conjugated system) ที่มีอยู่ในโครงสร้าง[63] ซึ่งจากกราฟไม่พบการเปลี่ยนแปลงของระดับดับพลังงานงานของ  $n-\pi^*$  ที่บ่งบอกถึง  $C=O$  และ  $\pi-\pi^*$  ที่บ่งบอกถึง  $C=C$  [64] ที่ชัดเจนอันเนื่องมาจากขั้นตอนในการทดลอง ก่อนนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงบางตัวอย่างยังคงมีลักษณะเป็นก้อนไม่แตกออกในขั้นตอนของการทำ sonicated ซึ่งยากต่อการควบคุมความเข้มข้นที่แน่นอนได้ จึงทำการกำหนดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร เพื่อตรวจวิเคราะห์ความสามารถในการกระจายตัวของ A-MWCNT ในน้ำ ซึ่งจากรูปที่ 4.11 พบว่าค่าการดูดกลืนแสงของ A-MWCNT มีค่าต่างกัน ซึ่งที่อุณหภูมิจึงมีการดัดแปลงที่เพิ่มขึ้น มีค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นด้วย อันเนื่องมาจากการที่ A-MWCNT มีหมู่ไฮดรอกซิลที่เพิ่มขึ้นทำให้ประสิทธิภาพในการละลายน้ำเพิ่มขึ้น เมื่อนำสารละลายไปตรวจวิเคราะห์อนุภาคสารอินทรีย์ของ A-MWCNT ในน้ำที่เพิ่มขึ้นจึงทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.10 UV-vis spectrum ของ A-MWCNT ในสถานะต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



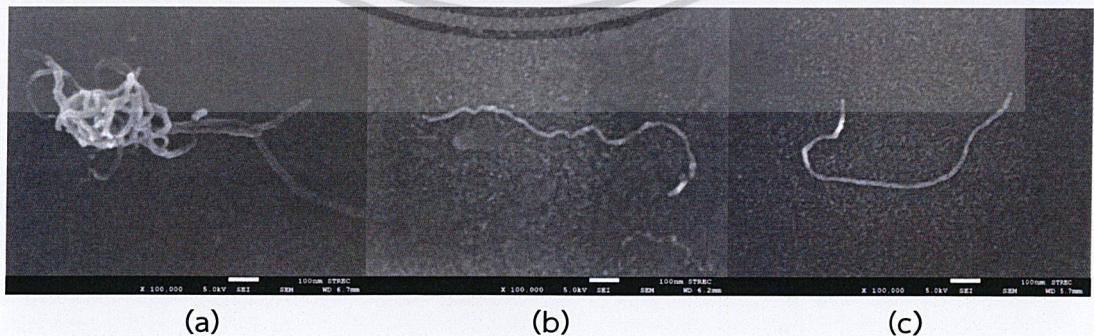
รูปที่ 4.11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับอุณหภูมิที่ใช้ในการดัดแปลง MWCNT

#### 4.2.7 การศึกษาสัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FESEM

ในงานวิจัยนี้ใช้ FESEM เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ให้ผลการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.12 - 4.15 โดยบริเวณที่เป็นจุดสว่าง คือ A-MWCNT



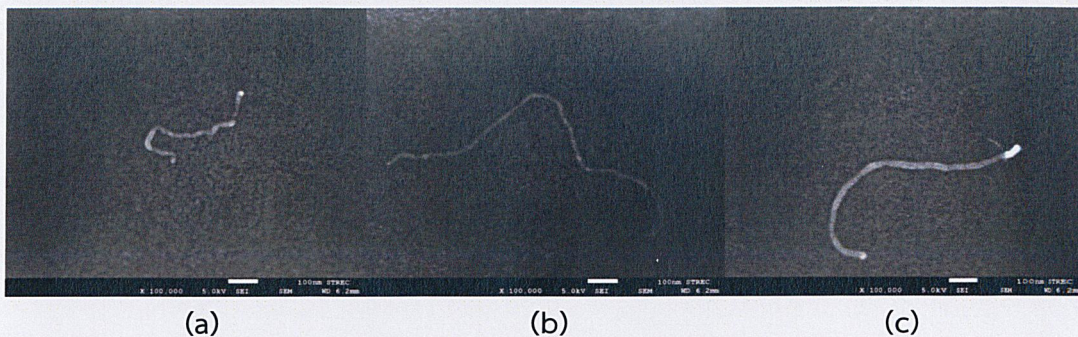
รูปที่ 4.12 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย x100,000 เท่าของ Blank



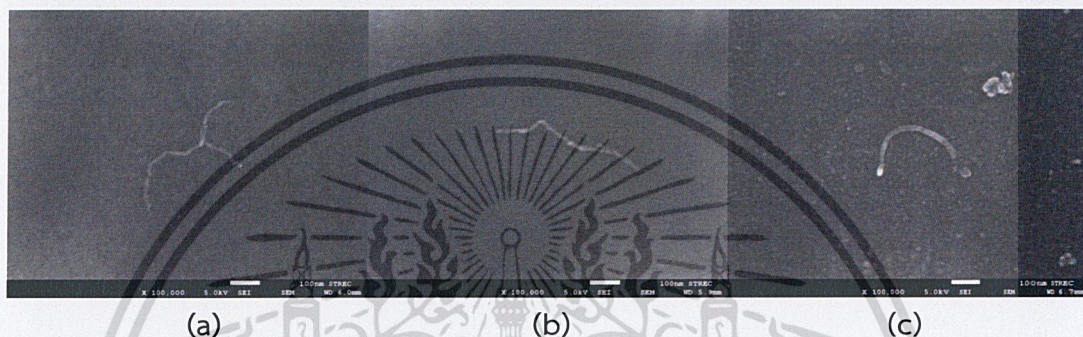
รูปที่ 4.13 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย x100,000 เท่าของ MWCNT ที่ถูกดัดแปลงที่อุณหภูมิ 80 °C ที่เวลา (a) 10 นาที (b) 20 นาที (c) 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย  $\times 100,000$  เท่าของ MWCNT ที่ถูกดัดแปลงที่อุณหภูมิ  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  ที่เวลา (a) 10 นาที (b) 20 นาที (c) 30 นาที



รูปที่ 4.15 ภาพ FESEM แสดงสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย  $\times 100,000$  เท่าของ MWCNT ที่ถูกดัดแปลงที่อุณหภูมิ  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  ที่เวลา (a) 10 นาที (b) 20 นาที (c) 30 นาที

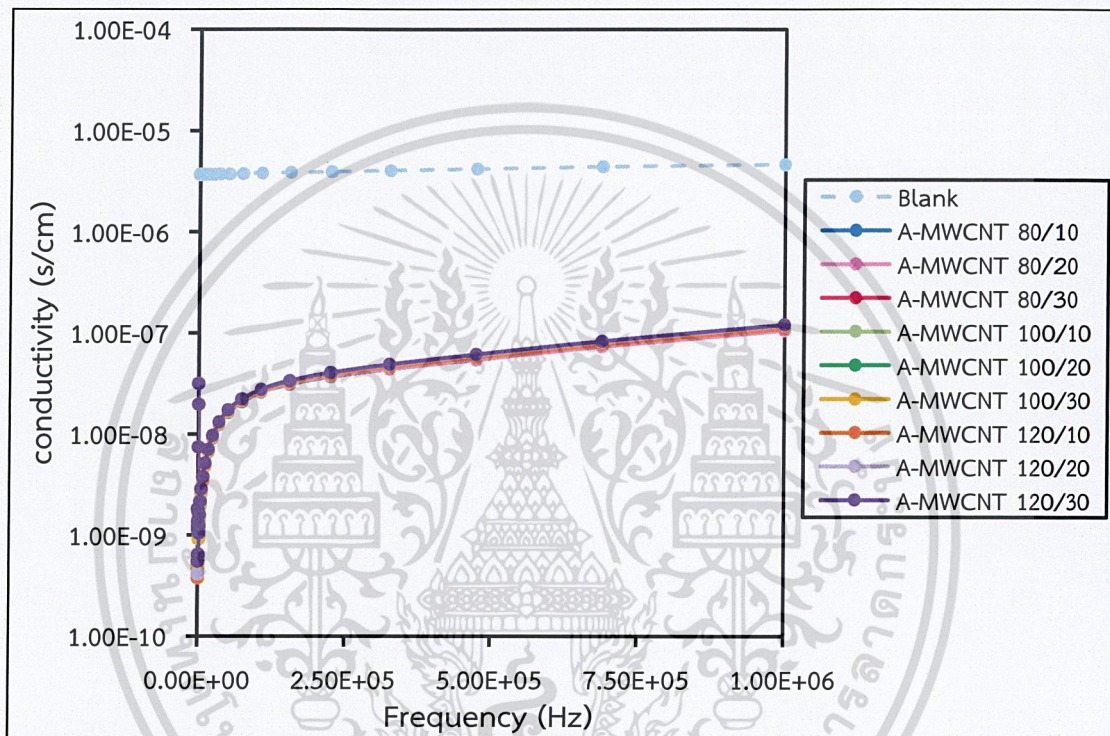
จากรูปที่ 4.12 แสดงสัณฐานวิทยาของ Blank จะสังเกตเห็นว่า Blank มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนไม่กระจายตัว เนื่องจากมีแรงวัลเตอร์วาลที่บริเวณผนังของ CNT ส่งผลให้ Blank เกิดการจับกันเป็นกลุ่มก้อนขึ้น และเมื่อนำ MWCNT มาทำการดัดแปลง จากรูปที่ 4.13(a) พบว่า A-MWCNT 80/10 มีการกระจายตัวไม่ดีเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนเนื่องจากเตรียมตัวอย่างโดยกระจายตัวในน้ำ อีกทั้งการดัดแปลงในสภาวะที่มีความรุนแรงต่ำๆ ความยาวของ MWCNT ยังไม่เปลี่ยนแปลงมากนัก นอกจากนี้การควบคุมบริเวณและอัตราการเกิดออกซิเดชันระหว่างกรดและท่อ CNT ยังเป็นไปได้อย่าง จึงทำให้ A-MWCNT ที่พบอาจมีความยาวที่หลากหลายในแต่ละสภาวะ ดังนั้นสรุปได้ว่า การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ MWCNT ทำให้โครงสร้างของท่อ MWCNT ส่วนใหญ่ถูกทำลาย กล่าวคือ ความยาวของ MWCNT สั้นลง โดย A-MWCNT 120/30 มีความยาวสั้นที่สุด

#### 4.2.8 การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT

สมบัติทางไฟฟ้าเป็นหนึ่งในสมบัติที่โดดเด่นของ CNT โดยการนำไฟฟ้าของ CNT ขึ้นอยู่กับชนิดและความสมบูรณ์ของพื้นผิว CNT จากรูปที่ 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT คอมโพสิตกับความถี่ พบว่า A-MWCNT ในทุกสภาวะมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นเมื่อความถี่มากขึ้น แต่มีเปอร์เซ็นต์ค่าการนำไฟฟ้าต่ำลงเมื่อเทียบกับ MWCNT ที่ไม่ดัดแปลง ดังแสดงในตารางที่ 4.7 เมื่อเปรียบเทียบกับ Blank มีค่าการนำไฟฟ้าลดลงประมาณ 2 magnitude เป็นผลมาจากการดัดแปลง MWCNT ทำให้โครงสร้างของ A-MWCNT มีจุดบกพร่องบนพื้นผิวหรือมีหมู่ฟังก์ชันเกิดขึ้นส่งผลให้ส่งผ่านกระแสไฟฟ้าได้ลดลง ค่าการนำไฟฟ้าจึงต่ำลง เมื่อพิจารณาผลของเวลาและ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

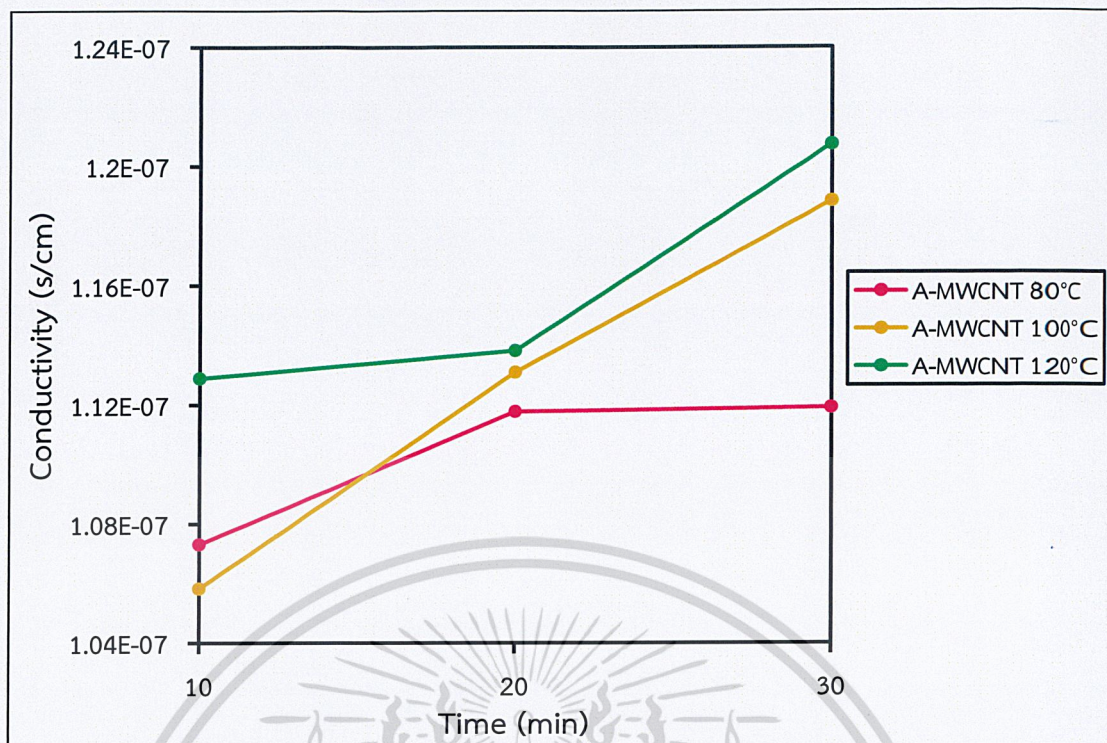
อุณหภูมิในการดัดแปลง MWCNT พบว่าเวลาและอุณหภูมิที่มากขึ้น ทำให้ A-MWCNT มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูง A-MWCNT 120/30 จึงมีค่าการนำไฟฟ้าสูงที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 4.17 สันนิษฐานว่าเป็นผลมาจากการมีความยาวที่ลดลงมากที่สุดและการมีปริมาณหมู่คาร์บอนกึ่งลิติกที่มากที่สุด A-MWCNT 120/30 จึงกระจายตัวได้ดีในอีพ็อกซีเรซิน แม้ว่าจากการวิเคราะห์ด้วย FT-Raman A-MWCNT 100/20 จะมีความสมบูรณ์ของโครงสร้างมากที่สุด น่าจะมีค่าการนำไฟฟ้าสูงที่สุด ซึ่งความสามารถในการนำไฟฟ้าของ CNT ในวัสดุคอมโพสิตยังมีปัจจัยเรื่องการกระจายตัวของท่อ CNT ในพอลิเมอร์แมทริกซ์ โดยถ้า CNT กระจายตัวในพอลิเมอร์แมทริกซ์ได้ดีจะทำให้วัสดุคอมโพสิตสามารถนำไฟฟ้าได้ดี



รูปที่ 4.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT คอมโพสิตกับความถี่

ตารางที่ 4.7 ค่าการนำไฟฟ้าเฉลี่ยของ A-MWCNT ที่ความถี่  $1 \times 10^6$  Hz

สถานะที่ศึกษา	ค่าการนำไฟฟ้าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
Blank	4.91E-06	$\pm 1.53E-06$
A-MWCNT 80/10	1.07E-07	$\pm 2.03E-10$
A-MWCNT 80/20	1.06E-07	$\pm 2.21E-09$
A-MWCNT 80/30	1.13E-07	$\pm 5.01E-09$
A-MWCNT 100/10	1.12E-07	$\pm 7.03E-09$
A-MWCNT 100/20	1.13E-07	$\pm 3.67E-09$
A-MWCNT 100/30	1.14E-07	$\pm 5.27E-09$
A-MWCNT 120/10	1.12E-07	$\pm 1.57E-09$
A-MWCNT 120/20	1.19E-07	$\pm 2.80E-09$
A-MWCNT 120/30	1.21E-07	$\pm 1.42E-09$



รูปที่ 4.17 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้ากับเวลาการดัดแปลงด้วยกรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการวิจัย

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปลงคาร์บอนนาโนทิวบ์แบบผนังหลายชั้น (Multi-walled carbon nanotube; MWCNT) โดยวิธีรีฟลักซ์ในกรดผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกและกรดไนตริก อัตราส่วน 3:1 v/v ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 80-120 °C เป็นเวลา 10-30 นาที เพื่อลดความยาวของ MWCNT และปรับปรุงประสิทธิภาพการกระจายตัวในตัวทำละลาย จากผลการทดลองพบว่า ร้อยละผลผลิตลดลง 2.99-38.06 % ตามเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงที่เพิ่มขึ้นอันเนื่องมาจากความรุนแรงของการดัดแปลงทำให้ A-MWCNT มีความยาวที่ลดลงอีกทั้งยังเกิดการหลุดออกของคาร์บอนอสัณฐาน, ฟลูออรีน, ผลึกนาโนกราไฟต์และตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่มาจากกระบวนการสังเคราะห์ เมื่อหาปริมาณกรดของ A-MWCNT ด้วยวิธีการไทเทรตพบว่า A-MWCNT มีปริมาณกรดสูงกว่า CNT ที่ไม่ดัดแปลง จากการวิเคราะห์หมู่คาร์บอนิลด้วยเครื่อง FTIR พบว่าปริมาณหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงเพิ่มขึ้น ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง TGA พบว่า A-MWCNT มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ต่ำลง และเมื่อเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงเพิ่มขึ้นค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ก็ยิ่งลดลง เป็นผลเนื่องมาจากการเกิดหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกที่พื้นผิวของ CNT ส่งผลให้ความสมบูรณ์ของโครงสร้างคาร์บอนทกเหลี่ยมใน CNT น้อยลง A-MWCNT จึงมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ต่ำลงนั่นเอง และเมื่อวิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FT-Raman พบว่าเมื่อดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดทำให้โครงสร้างของท่อ A-MWCNT มีจุดบกพร่องเพิ่มมากขึ้น อีกทั้งเมื่อเวลาในการดัดแปลงเพิ่มขึ้นทำให้ปริมาณของจุดบกพร่องของโครงสร้าง A-MWCNT เพิ่มขึ้นด้วย โดย A-MWCNT ที่มีความสมบูรณ์ของโครงสร้างมากที่สุด ได้แก่ สภาวะรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 100 °C นาน 20 นาที (A-MWCNT 100/20)

เมื่อทดสอบประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายต่างๆ ได้แก่ น้ำ เฮกเซน โทลูอีน ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (DMF) และ ไดเมทิลอะเซตาไมด์ (DMAC) จากการสังเกตพบว่า มีประสิทธิภาพในการกระจายตัวดีขึ้นในตัวทำละลายมีขั้ว (น้ำ DMF และ DMAC) โดยสามารถกระจายตัวในน้ำได้มากขึ้นตามเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงที่เพิ่มขึ้นเป็นเพราะการมีอยู่ของหมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH) ที่เพิ่มขึ้น ส่วนในตัวทำละลายชนิดอื่นๆ พบว่าประสิทธิภาพในการกระจายตัวจะขึ้นกับ Solubility parameter และความสามารถในการเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างตัวทำละลายกับ A-MWCNT ผลการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer พบว่า อุณหภูมิในการดัดแปลงที่เพิ่มขึ้น มีค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นด้วย อันเนื่องมาจากการที่ A-MWCNT มีหมู่ไฮดรอกซิลที่เพิ่มขึ้นทำให้ประสิทธิภาพในการละลายน้ำเพิ่มขึ้น จึงมีอนุภาคสารอินทรีย์ของ A-MWCNT ที่เพิ่มขึ้นจึงทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้น ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของ A-MWCNT ด้วย FESEM พบว่าเมื่อดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดทำให้ A-MWCNT ที่ได้มีความยาวที่ลดลง โดยสภาวะรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 120 °C นาน 30 นาที (A-MWCNT 120/30) มีความยาวน้อยที่สุด และเมื่อนำ A-MWCNT ไปเตรียมเป็นคอมโพสิตกับอีพ็อกซีเรซินเพื่อทำการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้า พบว่าการดัดแปลง MWCNT ด้วยกรดทำให้ค่าการนำไฟฟ้าลดลงประมาณ 2 magnitude เป็นผลมาจากการมีจุดบกพร่องบนโครงสร้างซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์โครงสร้างของ A-MWCNT ด้วยเครื่อง FT-Raman เมื่อเปรียบเทียบผลของเวลาและ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิในการดัดแปลงต่อค่าการนำไฟฟ้า พบว่าค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้นตามเวลาและอุณหภูมิในการดัดแปลงที่มากขึ้น โดย A-MWCNT 120/30 มีค่าการนำไฟฟ้ามากที่สุด ซึ่งเป็นผลมาจากการมีความยาวของท่อคาร์บอนที่สั้นที่สุดและการมีปริมาณหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิกมากที่สุดทำให้สามารถกระจายตัวได้ดีในอีพ็อกซีเรซินนั่นเอง

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) ควรทำการศึกษาจุดบกพร่องบริเวณปลายและผนังของ A-MWCNT ด้วยเครื่องมือ TEM (Transmission Electron Microscopes)
- 2) ควรศึกษาลักษณะการกระจายตัวของ A-MWCNT ในอีพ็อกซีเรซินด้วยเครื่องมือ FESEM
- 3) ควรทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของ A-MWCNT คอมโพสิต เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อดัดแปลง MWCNT ด้วยกรด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



- [16] Duesberg, G.S. Blau, W.H. Byrne, J. Muster, J. Burghard, M. and Roth, S. 1999. "Chromatography of carbon nanotubes." *Synthetic metals*. 103 : 2484-2485
- [17] Niyogi, S. Hu, H. Hamon, M.A. Bhowmik, P. Zhao, B. Rozenzhak, S.M. Chen, J. Itkis, M.E. Meler, M.S. and Haddon, R.C. 2001. "Chromatographic purification of soluble single-walled carbon nanotubes (s-SWCNT)." *Journal of the American Chemical Society*. 123 : 733-734
- [18] Monthieux, M. Smith, B.W. Buteaux, B. Claye, A. Fischer, J.E. and Luzzi, D.E. 2001. "Sensitivity of single-wall carbon nanotubes to chemical processing: an electron microscopy investigation." *Carbon* 39 : 1251-1272
- [19] Liu, J. Rinzler, A.G. Dai, H. Hafner, J.H. Bradley, R.K. Boul, P.J. Lu, A. Iverson, T. Shelimov, K. Huffman, C.B. Macias, F.R. Shon, Y.S. Lee, T.R. Colbert, D.T. and Smalley, R.E. 1998. "fullerene pipes." *Science* 280 : 1253-1356
- [20] Méténier, K. Bonnamy, S. Béguin, F. Journet, C. Bernier, P. De La Chapelle, M.L. Chauvet, O. and Lefrant, S. 2002. "Coalescence of single-walled carbon nanotubes and formation of multi-walled carbon nanotubes under high-temperature treatments." *Carbon*. 40 : 1765-1773
- [21] Abraham, J.L. 2005. "Functionalization of carbon nanotubes" The Natural Faculties the University of Erlangen-Nuremberg to Obtaining the doctoral degree.
- [22] Esumi, K. Ishigami, M. Nakajima, A. Sawada, K. and Honda, H. 1995. "Chemical treatment of carbon nanotubes." *Carbon*. 34 : 279-281
- [23] Datsyuk, V. Kalyva, M. Papagelis, K. Parthenios, J. Tasis, D. Siokou, A. Kallitsis, I. and Galiotis, C. 2008. "Chemical oxidation of multiwalled carbon nanotubes." *Carbon*. 46 : 833-840
- [24] Zhang, J. Zou, H. Qing, Q. Yang, Y. Li, Q. Liu, Z. Guo, X. and Du, Z. 2003. "Effect of chemical oxidation on the structure of single-walled carbon nanotubes." *The Journal of Physical Chemistry B*. 107 : 3712-3718.
- [25] Forrest, A.G. and Alexander, A.J. 2007. "A model for the dependence of carbon nanotube length on acid oxidation time." *The Journal of Physical Chemistry* 111 : 10792-10798
- [26] Jang, P.G. Suh, K.S. Park, M.J. Kim, K. Kim, W.N. and Yoon, H.G. 2007. "Electrical behavior of polyurethane composite with acid treatment-induced damage to multiwalled carbon nanotubes." *Applied Polymer Science*. 106 : 110-116.
- [27] Saito, T. Matsushige, K. and Tannaka, K. 2002. "Chemical treatment and modification of multi-walled carbon nanotubes." *Physica B*. 323 : 280-283
- [28] Hiura, H. Ebbesen, T.W. and Tanigaki, K. 1995. "Opening and purification of carbon nanotubes in high yields." *Advanced Materials*. 7 : 275-276
- [29] Satishkumar, B.C. Govindaraj, A. Mofokeng, J. Subbanna, G. N. and Rao, C.N.R. 1996. "Novel experiments with carbon nanotubes: opening, filling, closing and

- functionalizing nanotubes.” *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics*. 29 : 4925-4934.
- [30] Tohji, K. Goto, T. Takahashi, H. Shinoda, Y. Shimizu, N. Jeyadevan, B. Matsuoka, I. Saito, Y. Kasuya, A. Ohsuna, T. Hiraga, K. and Nishina, Y. 1996. “Purifying single-walled nanotubes.” *Nature* 383 : 679
- [31] Mawhinney, D.B. Naumenko, V. Kuznetsova, A. Yates, J.T. Liu, J. and Smalley, R. E. 2000. “Infrared spectral evidence for the etching of carbon nanotubes: ozone oxidation at 298 K.” *Journal of the American Chemical Society*. 122 : 2383–2384
- [32] Kuznetsova, A. Popova, I. Yates, J.T. Bronikowski, M.J. Huffman, C.B. Liu, J. Smalley, R.E. Hwu, H.H and Chen, J.G. 2001. “Oxygen-containing functional groups on single-wall carbon nanotubes: NEXAFS and vibrational spectroscopic studies.” *Journal of the American Chemical Society* 123 : 10699–10704
- [33] Colomer, J.F. Piedigrosso, P. Willems, I. Journet, C. Bernier, P. Van Tendeloo, G. Fonseca, A. and Nagy, J.B. 1998. “Purification of catalytically produced multi-wall nanotubes.” *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions*. 94 : 3753-3758
- [34] Warakulwith, C. Maijijmel, J. Delville, M. H. Garrigue, P. Limtrakul, J. and Kuhn, A. 2008. “Controlled purification, solubilisation and cutting of carbon nanotubes using phosphomolybdic acid.” *Journal of Materials Chemistry* 18 : 4056-4061
- [35] Sathyanarayana, S. and Hübner, C. 2013. “Thermoplastic nanocomposites with carbon nanotubes.” *Structural Nanocomposites*. : 16-60.
- [36] กรมควบคุมมลพิษ. 2551. “เอกสารเผยแพร่ทางวิชาการของสารเคมีเฉพาะเรื่อง กรดไนตริก Nitric Acid.” พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [37] Tchoul, M.N. Ford, W.T. Lolli, G. Resasco, D. E. and Arepalli, S. 2007. “Effect of mild nitric acid oxidation on dispersability, size, and structure of single-walled carbon nanotubes.” *Chemistry of Materials*. 19 : 5765-5772
- [38] Yu, X. Lin, B. Gong, B. Lin, J. Wang, R. and Wei, K. 2008. “Effect of nitric acid treatment on carbon nanotubes (CNTs)-cordierite monoliths supported ruthenium catalysts for ammonia synthesis.” *Catalysis Letters* 124 : 168-173
- [39] Nishi, Y. and Doering, R., editor. 2550. **Handbook of semiconductor manufacturing technology, second edition**. [online]. Available : <https://www.scribd.com/doc/214510813/Handbook-of-Semiconductor-Manufacturing-Technology-2nd-Edition>.
- [40] Seldon Technologies, Llc. **Nanomesh article and method of using the same for purifying fluids**. United States. US 7419601 B2. 2 September 2008.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [41] Headwaters Technology Innovation, Llc. **Functionalization of carbon nanospheres by severe oxidative treatment.** United States. US 7858691 B2. 28 December 2010.
- [42] Santangelo, S. Messina, G. Faggio, G. Rahimb, S.H.A. and Miloneb, C. 2012 “Effect of sulphuric–nitric acid mixture composition on surface chemistry and structural evolution of liquid-phase oxidised carbon nanotubes.” *Journal of Raman Spectroscopy*. 43 : 1432–1442
- [43] Hilding, J. Grulke, E.A. Zhang, Z.G. and Lockwood, F. 2003. “Dispersion of carbon nanotubes in liquids.” *Journal of Dispersion science and technology*. 24 : 14-17
- [44] Lu, K.L. Lago, R.M. Chen, Y.K. Green, M.L.H. Harris, P.J.F. and Tsang, S.C. 1996. “Mechanical damage of carbon nanotubes by ultrasound.” *Carbon*. 34 : 814-816
- [45] Appalachian College of Pharmacy. 2016. **Organic Chemistry Laboratory.** [online]. Available : <http://www.organicchem.org/oc2web/lab/exp/lp/lpreflux.html>.
- [46] Shuba, M.V. Paddubskaya, A.G. Kuzhir, P.P. Maksimenko, S.A. Ksenevich, V.K. Niaura, G. Seliuta, D. Kasalynas, I. and Valusis, G. “Soft cutting of single-wall carbon nanotubes by low temperature ultrasonication in a mixture of sulfuric and nitric acids.” *Nanotechnology*. 23 : 1-9
- [47] Marshall, M.W. Popa-Nita, S. and Shapter, J.G. 2006. “Measurement of functionalised carbon nanotube carboxylic acid groups using a simple chemical process.” *Carbon*. 44 : 1134-1141
- [48] Schulte, K. Gojny, F.H. Fiedler, B. Sandler, J.K.W. and Bauhofer, W. 2005. **Polymer composites.** New York : Springer US
- [49] Jirakittidul, K. 2013. “Structure-property relationships in polyurethane-carbon particle nanocomposites.” A thesis submitted to the University of Manchester for the degree of Doctor of Philosophy in the Faculty of Engineering and Physical Science
- [50] **Ap biology lab: diffusion and osmosis.** 2016. [Online]. Available : <http://ljhs.sandi.net/faculty/SBrammer/AP%20Biology/Unit%202/Labs/AP%20BIO%20difusion%20LAB%20class%20set.pdf>
- [51] Woothikanokkhan, J. **Polymer spectroscopy.** [Slide]. Thailand : Division of materials technology, School of energy, Environment and materials King Mongkut’s University of Technology Thonburi.
- [52] Keit Spectrometers. 2016. **FTIR Spectroscopy.** [Online]. Available : <http://keit.co.uk/technology/>.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [53] หน่วยบริการทางห้องปฏิบัติการมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี. 2016. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มมรามาสนสเปกโตรมิเตอร์. [Online]. Available : [http://cste.sut.ac.th/lsu/index.php?option=com\\_content&view=article&id=100:2012-08-15-03-06-02&catid=61:2012-05-29-03-31-04](http://cste.sut.ac.th/lsu/index.php?option=com_content&view=article&id=100:2012-08-15-03-06-02&catid=61:2012-05-29-03-31-04)
- [54] University of Notre Dame. 2016. Raman spectroscopy. [Online]. Available : [https://www3.nd.edu/~kamatlab/facilities\\_spectroscopy.html](https://www3.nd.edu/~kamatlab/facilities_spectroscopy.html).
- [55] Nanotec. 2016. Thermogravimetric analysis (TGA). [Online]. Available : [http://www.nanotec.or.th/th/?page\\_id=569](http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=569).
- [56] Patel, J. 2016. Thermogravimetry. [online]. Available : <http://www.pharmatutor.org/articles/thermogravimetry>.
- [57] สถาบันนวัตกรรมและพัฒนาระบบการเรียนรู้ออนไลน์ มหาวิทยาลัยมหิดล 2016. Electron microscope กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน. [Online]. Available : <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [58] Kopeliovich, D. 2016. Scanning electron microscope. [Online]. Available : [http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=scanning\\_electron\\_microscope](http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=scanning_electron_microscope).
- [59] Banfield, D. 2000. "Understanding and measuring electrical resistivity in conductive inks and adhesives." *SGIA Journal*. 6 : 29-36
- [60] Mills, B. 2006. Structural formula of a general carboxylic anhydride group ((RCO)<sub>2</sub>O). [Online]. Available : <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Carboxylic-acid-anhydride.png#/media/File:Carboxylic-acid-anhydride.png>.
- [61] Formation of esters from carboxylic acids and alcohols. 2016. [Online]. Available : <http://www.oit.edu/docs/default-source/library-documents/library-publishing/che102-intro-organic-chemistry/chapter-4-4.pdf?sfvrsn=2>.
- [62] Polymer solutions: solvents and solubility parameters. 2016. [Online]. Available : [https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigma-aldrich/docs/Aldrich/General\\_Information/polymer\\_solutions.pdf](https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigma-aldrich/docs/Aldrich/General_Information/polymer_solutions.pdf).
- [63] Weishaar, J.L. Aiken G.R. Bergamaschi, B.A. Fram, M.S. Fujii, R. and Mopper, K. 2003. "Evaluation of specific ultraviolet absorbance as an indicator of the chemical composition and reactivity of dissolved organic carbon." *Environmental Science & Technology*. 37 : 4702-4708
- [64] Theory of ultraviolet-visible (UV-Vis) spectroscopy. 2016. [Online]. Available : [http://www.chem.ucla.edu/~bacher/UV-vis/uv\\_vis\\_tetracyclone.html.html](http://www.chem.ucla.edu/~bacher/UV-vis/uv_vis_tetracyclone.html.html)
- [65] Ultraviolet and visible spectroscopy. 2016. [Online]. Available : [http://chemwiki.ucdavis.edu/Textbook\\_Maps/Organic\\_Chemistry\\_Textbook\\_Maps/Map%3A\\_Organic\\_Chemistry\\_With\\_a\\_Biological\\_Emphasis\\_\(Soderberg\)/Chapter\\_04%3A\\_Structure\\_Determination\\_I/Section\\_4.3%3A\\_Ultraviolet\\_and\\_visible\\_spectroscopy](http://chemwiki.ucdavis.edu/Textbook_Maps/Organic_Chemistry_Textbook_Maps/Map%3A_Organic_Chemistry_With_a_Biological_Emphasis_(Soderberg)/Chapter_04%3A_Structure_Determination_I/Section_4.3%3A_Ultraviolet_and_visible_spectroscopy)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

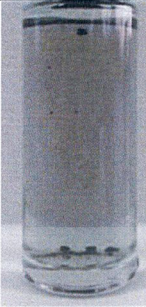
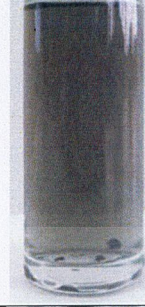
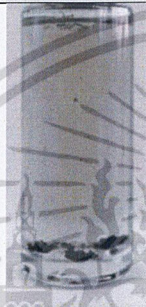



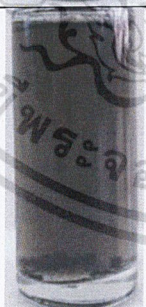


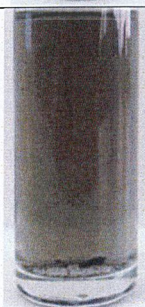


ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

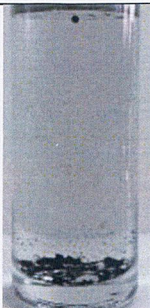

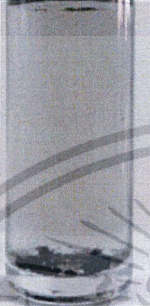





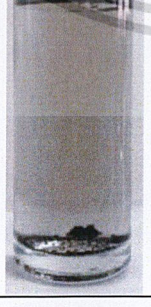
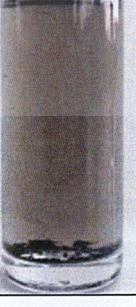
## ภาคผนวก

ตารางที่ 1 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจาก Sonication

สถานะ	หลังจาก Sonication	สถานะ	หลังจาก Sonication
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

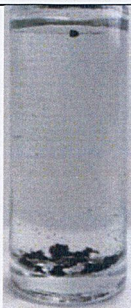

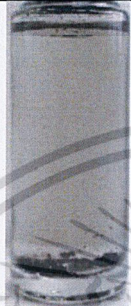







เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 1 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 1 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 1 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

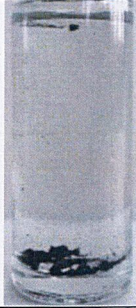




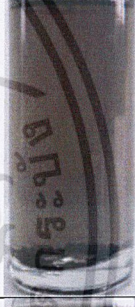



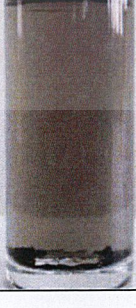
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 2 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 2 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 2 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 3 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 3 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 3 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 4 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 4 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 4 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 6 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 5 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 5 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 5 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

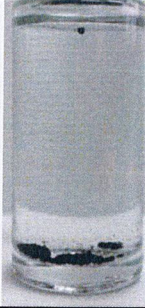

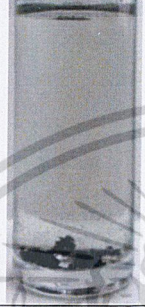
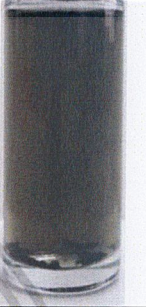




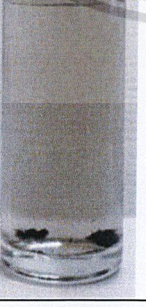

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 7 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 6 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 6 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 6 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	






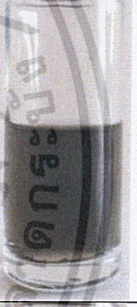
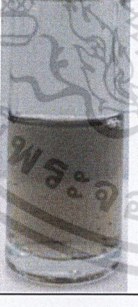
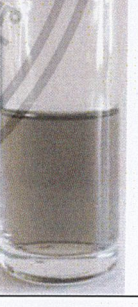
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 8 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากผ่านไป 7 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	




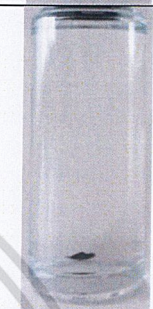




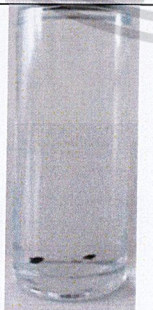
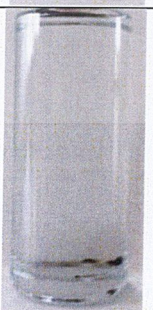
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 9 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายน้ำหลังจากการ Centrifuge ที่ 9000 rpm เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

สถานะ	หลังจากการ Centrifuge	สถานะ	หลังจากการ Centrifuge
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/20		A-MWCNT 120/30	


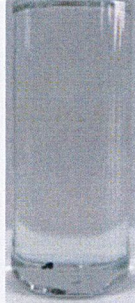



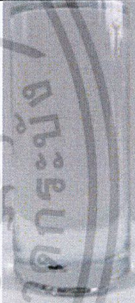
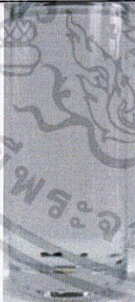


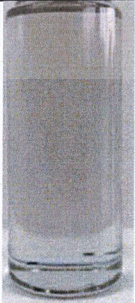
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 10 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายเฮกเซนหลังจาก Sonication

สภาวะ	หลังจาก Socication	สภาวะ	หลังจาก Socication
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 11 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลายโพลีเอทิลีนหลังจาก Sonication

สถานะ	หลังจาก Sonication	สถานะ	หลังจาก Sonication
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้




รูปที่ 1 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ Blank ในตัวทำละลายโทลูอีนหลังจากผ่านไป 7 วัน

ตารางที่ 12 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMF หลังจาก Sonication

สภาวะ	หลังจาก Sonication	สภาวะ	หลังจาก Sonication
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 12 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMF หลังจาก Sonication (ต่อ)

สถานะ	หลังจาก Sonication	สถานะ	หลังจาก Sonication
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

ตารางที่ 13 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMF หลังจากผ่านไป 7 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	

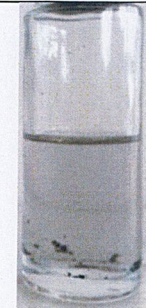




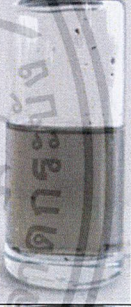

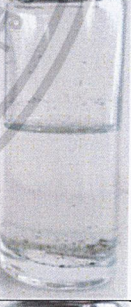


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 13 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMF หลังจากผ่านไป 7 วัน (ต่อ)

สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

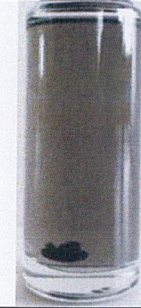





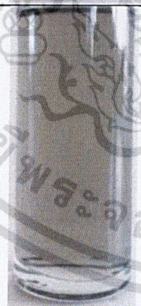



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 14 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMF หลังจากการ Centrifuge ที่ 9000 rpm เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

สถานะ	หลังจากการ Centrifuge	สถานะ	หลังจากการ Centrifuge
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	




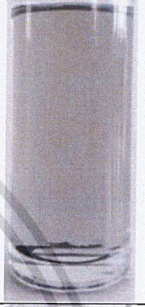


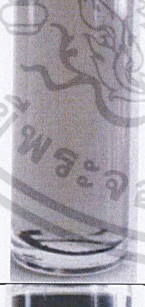



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 15 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMAc หลังจาก Sonication

สถานะ	หลังจาก Sonication	สถานะ	หลังจาก Sonication
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	







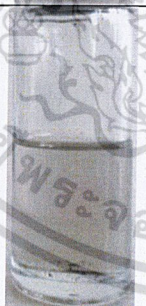
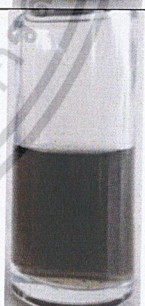

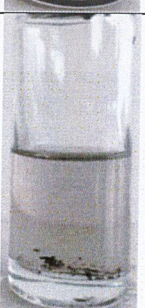
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 16 ประสิทธิภาพการกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMAc หลังจากผ่านไป 7 วัน

สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน	สถานะ	หลังจากผ่านไป 7 วัน
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 17 การกระจายตัวของ A-MWCNT ในตัวทำละลาย DMAc หลังจากการ Centrifuge ที่ 9000 rpm เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

สถานะ	หลังจากการ Centrifuge	สถานะ	หลังจากการ Centrifuge
Blank		A-MWCNT 100/20	
A-MWCNT 80/10		A-MWCNT 100/30	
A-MWCNT 80/20		A-MWCNT 120/10	
A-MWCNT 80/30		A-MWCNT 120/20	
A-MWCNT 100/10		A-MWCNT 120/30	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 18 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เหลืออยู่ของ MWCNT ที่อุณหภูมิ 900°C

สถานะที่ศึกษา	น้ำหนักที่เหลืออยู่ (%)
Blank	96.17
A-MWCNT 80/10	86.70
A-MWCNT 80/20	85.87
A-MWCNT 80/30	85.07
A-MWCNT 100/10	81.89
A-MWCNT 100/20	80.58
A-MWCNT 100/30	80.61
A-MWCNT 120/10	82.11
A-MWCNT 120/20	79.20
A-MWCNT 120/30	73.43

ตารางที่ 19 เปอร์เซ็นต์การลดลงของค่าการนำไฟฟ้าของ A-MWCNT เปรียบเทียบกับ Blank

สถานะที่ศึกษา	การลดลงของการนำไฟฟ้า (%)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
A-MWCNT 80/10	97.25	± 0.29
A-MWCNT 80/20	97.11	± 0.06
A-MWCNT 80/30	96.92	± 0.14
A-MWCNT 100/10	96.95	± 0.19
A-MWCNT 100/20	96.92	± 0.10
A-MWCNT 100/30	96.89	± 0.14
A-MWCNT 120/10	96.95	± 0.04
A-MWCNT 120/20	96.76	± 0.08
A-MWCNT 120/30	96.71	± 0.04

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นางสาว ระวีจี หมั่นเรียน  
วัน เดือน ปี เกิด 16 ธันวาคม 2535  
ที่อยู่ปัจจุบัน 137 ถนนวุฒากาศ แขวงบางค้อ เขตจอมทอง  
กรุงเทพมหานคร 10150

### ประวัติการศึกษา

พศ.2554 มัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนวัดราชโอรส  
พศ.2558 ปริญญาตรี วท.บ. (เคมีอุตสาหกรรม) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล.



ชื่อ นางสาว ณัฐชานันท์ พรธีรานวพรรณ  
วัน เดือน ปี เกิด 31 สิงหาคม 2536  
ที่อยู่ปัจจุบัน 99/309 หมู่บ้านทรัพย์ดินทอง ซอย1 ถนนเทพารักษ์  
ตำบล บางเมือง อำเภอบางเสาธง จังหวัดสมุทรปราการ 10270

### ประวัติการศึกษา

พศ.2554 มัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนลาซาล  
พศ.2558 ปริญญาตรี วท.บ. (เคมีอุตสาหกรรม) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล.



ชื่อ นางสาว สายชล เนียมอยู่ยงค์  
วัน เดือน ปี เกิด 30 พฤศจิกายน 2536  
ที่อยู่ปัจจุบัน 23 หมู่ 3 ตำบล บางเตย อำเภอสสามพราน  
จังหวัด นครปฐม 73210

### ประวัติการศึกษา

พศ.2554 มัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนนาคประสิทธิ์  
พศ.2558 ปริญญาตรี วท.บ. (เคมีอุตสาหกรรม) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้