

การเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อเป็นวัฏภาคนิ่งสำหรับการแยกด้วย

เทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี

Preparation of Titanium Dioxide Fibers as Stationary Phase in

Thin Layer Chromatography

โดย

นางสาวนันทพร ละออง

นางสาวรัตนาถ วิโรจน์รัตนพงศ์

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2556

เรื่อง การเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อเป็นวัสดุภาคหนึ่งสำหรับการแยกด้วยเทคนิค
ทินแลร์โครมาโทกราฟี

โดย นางสาวนันทพร ละออบ เลขประจำตัว 5333090623

นางสาวรัตนถา วิโรจน์รัตนพงศ์ เลขประจำตัว 5333113423

ได้รับอนุมัติเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิตภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

..... ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร. สมใจ เพ็งปรีชา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา

(อาจารย์ ดร. พุทธิรักษา วรานุสุภากุล)

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อภิชาติ อิ่มยิ้ม)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดย หัวหน้าภาควิชาเคมี

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร. วุฒิชัย พาราสุข)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ เดือนมีนาคม พ.ศ. 2557

ชื่อโครงการ การเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อเป็นวัสดุภาคหนึ่งสำหรับการแยกด้วยเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี

ชื่อนิสิตในโครงการ 1. นางสาวนันทพร ละออบ เลขประจำตัว 5333090623
2. นางสาวรัตนภา วิโรจน์รัตนพงศ์ เลขประจำตัว 5333113423

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ดร. พุทธิรักษา วรานุกุล

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2556

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้เตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงผ่านกระบวนการ sol-gel จากปฏิกิริยาของไทเทเนียมเตตระไฮดรอกไซด์และพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน แล้วทำการเผา เพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุภาคหนึ่งในเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี จากการศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยเทคนิค X-ray powder diffraction พบว่า เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส และมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ เมื่ออุณหภูมิการเผาสูงกว่า 500 องศาเซลเซียส โดย โครงสร้างผลึกของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ส่วนใหญ่เป็นแบบรูไทล์เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จึงสามารถสรุปได้ว่าอุณหภูมิในการเผามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเส้นใย เมื่อนำเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์มาใช้เป็นวัสดุภาคหนึ่งในเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี (Ti-TLC) และเปรียบเทียบกับแผ่นทินแลร์โครมาโทกราฟีทั่วไปที่ใช้ซิลิกาเป็นวัสดุภาคหนึ่ง (Si-TLC) พบว่า ความเร็วในการเคลื่อนที่ของวัสดุภาคเคลื่อนที่บนแผ่น Ti-TLC มีค่าคงที่ในการเคลื่อนที่ (k) 0.044-0.073 cm²/s มากกว่าแผ่น Si-TLC ซึ่งมีค่า 0.028 cm²/s และค่า k ของแผ่น Ti-TLC ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส มีค่าสูงสุด สำหรับการแยกเมทิลินบลูไฮเดรตซึ่งเป็นตัวแทนของสารประกอบกลุ่มเบส พบว่า เมทิลินบลูไฮเดรตมีค่ารีเทนชันแฟกเตอร์ (R_f) บนแผ่น Ti-TLC ($R_f = 0.87-0.93$) มากกว่าแผ่น Si-TLC ($R_f = 0.05$) และการแยกสารบน Ti-TLC ที่มีโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทสและรูไทล์ ได้ค่า R_f ที่ไม่แตกต่างกัน

คำสำคัญ : ไทเทเนียมไดออกไซด์, อิเล็กโทรสปินนิง, ทินแลร์โครมาโทกราฟี

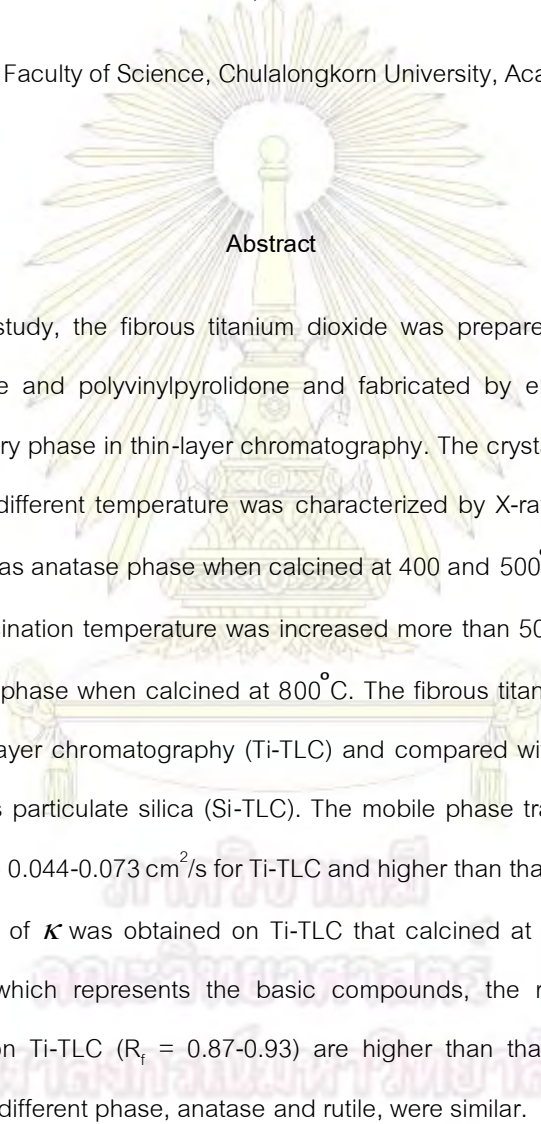
Title Preparation of Titanium Dioxide Fibers as Stationary Phase in Thin Layer Chromatography

Student names 1. Miss Nanthaporn Laor Student ID 5333090623

2. Miss Ratanat Virojatanapong Student ID 5333113423

Advisor Dr. Puttaruksa Varanusupakul

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2013



Abstract

In this study, the fibrous titanium dioxide was prepared via sol-gel process of titanium tetraisopropoxide and polyvinylpyrrolidone and fabricated by electrospinning method in order to use as a stationary phase in thin-layer chromatography. The crystalline structure of titanium dioxide that calcined at different temperature was characterized by X-ray powder diffraction. The fibrous titanium dioxide was anatase phase when calcined at 400 and 500°C and partly transformed to rutile phase when calcination temperature was increased more than 500°C. The fibrous titanium dioxide was mostly rutile phase when calcined at 800°C. The fibrous titanium dioxide was used as stationary phase in thin layer chromatography (Ti-TLC) and compared with commercially available stationary phase which is particulate silica (Si-TLC). The mobile phase transport described by the velocity constant (k) were 0.044-0.073 cm²/s for Ti-TLC and higher than that of Si-TLC which is 0.028 cm²/s. The highest value of k was obtained on Ti-TLC that calcined at 800°C. For separation of methyleneblue hydrate which represents the basic compounds, the retardation factor (R_f) of methyleneblue hydrate on Ti-TLC (R_f = 0.87-0.93) are higher than that on Si-TLC (R_f = 0.05). However, R_f on Ti-TLC of different phase, anatase and rutile, were similar.

Important words: Titaniumdioxide, Electrospinning, Thin layer chromatography

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.พุทธรักษา วรานุศุภากุล ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่ได้ให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่ง ตลอดจนให้คำปรึกษาและข้อมูลต่างๆ ที่ใช้ในการศึกษาโครงการนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. สมใจ เพ็งปรีชา ประธานกรรมการสอบ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อภิชาติ อิ่มยิ้ม กรรมการสอบสำหรับคำแนะนำ คำติชม และข้อเสนอแนะในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณพี่ๆทุกคนจาก Chromatography and Separation Research Unit (ChSRU) สำหรับกำลังใจ คำชี้แนะ การสนับสนุนและความช่วยเหลือตลอดระยะเวลาทำงานวิจัย

และสุดท้ายคณะผู้วิจัยขอขอบคุณโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ของคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนสนับสนุนในการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ค
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูปภาพ	ซ
คำอธิบายคำย่อและสัญลักษณ์	ณ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 การทดลอง	10
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	15
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	24
บรรณานุกรม	26
ประวัติผู้เขียน	29



สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1	เงื่อนไขการแยกด้วยเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี	12
ตารางที่ 2.2	การตั้งค่าอุปกรณ์สำหรับทำอิเล็กทรอนิกส์	13
ตารางที่ 3.1	ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยที่เผาในแต่ละอุณหภูมิ	17
ตารางที่ 3.2	การเปรียบเทียบค่า K ของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ TLC กับซิลิกา TLC	20
ตารางที่ 3.3	ค่าความกว้างของจุดที่เต็ม, รีทาร์เดชัน แฟคเตอร์ (R_f) และความสูง (H) ของแผ่น TLC ไทเทเนียมไดออกไซด์ และแผ่น TLC ซิลิกา	22

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูปภาพ

ภาพที่ 1.1 การจัดตั้งชุดอุปกรณ์อิเล็กโทรสปิน a) แนวระนาบ b) แนวโค้ง	3
ภาพที่ 1.2 ยูนิตเซลล์ของรูไทล์ อะนาเทส และบรูไคต์	6
ภาพที่ 1.3 โครงสร้างผลึกของรูไทล์ อะนาเทส และบรูไคต์	6
ภาพที่ 1.4 โคโรมาโทแกรมของพีรีดีนและอนุพันธ์ของอะนินินจากการแยกด้วยเทคนิค HPLC	7
ภาพที่ 1.5 โครงสร้างของ PVAc และ TTIP และปฏิกิริยาควบน้ำของ TTIP	8
ภาพที่ 1.6 SEM ของเส้นใยที่ได้จาก TTIP : PVAc ที่อัตราส่วนต่างๆ	9
ภาพที่ 2.1 การจัดตั้งชุดอิเล็กโทรสปิน	11
ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของเมทิลินบลูไฮเดรต	14
ภาพที่ 2.3 การจัดเตรียมอุปกรณ์สำหรับการแยกด้วยเทคนิคทีนแลร์โครมาโทกราฟี	14
ภาพที่ 3.1 ภาพถ่าย SEM เส้นไนโทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสปิน	16
ภาพที่ 3.2 XRD patterns ของเส้นไนโทเทเนียมไดออกไซด์ก่อนเผาและหลังเผาที่อุณหภูมิต่างๆ	18
ภาพที่ 3.3 โครงสร้างของเมทิลินบลูไฮเดรต	21
ภาพที่ 3.4 การเคลื่อนที่ของเมทิลินบลูไฮเดรต บนซิลิกา และเส้นใยไนโทเทเนียมไดออกไซด์	21

คำอธิบายคำย่อและสัญลักษณ์

TLC	=	Thin layer chromatography
UTLC	=	Ultra thin layer chromatography
TTiP	=	Titanium isopropoxide
PVP	=	Polyvinylpyrrolidone
Ti-TLC	=	Titanium dioxide thin layer chromatography
Si-TLC	=	Silica dioxide thin layer chromatography
XRD	=	X-ray powder diffraction
SEM	=	Scanning electron microscope



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

ทินแลร์โครมาโทกราฟี (Thin-layer chromatography, TLC) เป็นเทคนิคที่เกี่ยวข้องกับการกระจายตัวของสารระหว่างวัฏภาคหนึ่งซึ่งนิยมใช้ซิลิกาเป็นตัวดูดซับและตัวทำละลายอินทรีย์กับน้ำเป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ TLC จัดเป็น Solid-liquid adsorption chromatography ซึ่งใช้ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพสำหรับสารประกอบอินทรีย์ที่มีปริมาณน้อย โดยเปรียบเทียบระยะเวลาการเคลื่อนที่ของสารผ่านตัวดูดซับ (Retardation factor, R_f) และยังใช้สำหรับการหาตัวทำละลายที่เหมาะสม เพื่อนำไปใช้ในการแยกสารที่มีปริมาณมากด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี ซึ่งเทคนิค TLC นี้ได้นำไปใช้งานอย่างกว้างขวาง เนื่องจากเป็นวิธีที่รวดเร็ว สะดวก และราคาไม่แพง แต่การใช้งานยังมีข้อจำกัด ของขนาดของตัวดูดซับ ดังนั้นจึงมีการพัฒนาตัวดูดซับให้มีขนาดเล็กลง และเรียกว่าอัลตราทินแลร์โครมาโทกราฟี (Ultra Thin Layer Chromatography, UTLC) [1-2] ซึ่งมีประสิทธิภาพในการแยกที่ดีกว่าและใช้เวลาในการวิเคราะห์สั้นกว่า โดยมีงานวิจัยที่ทำการเตรียมวัฏภาคหนึ่งของ UTLC ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ซึ่งเป็นวิธีที่มีความรวดเร็วและประหยัด ได้วัฏภาคหนึ่งที่มีความหนาของแผ่นน้อยกว่าแบบเดิม รวมถึงมีพื้นที่ผิวมากและพื้นผิวมีความเป็นระเบียบ ทำให้ลดการกระจายตัวของสารขณะที่ทำการแยก ส่งผลให้มีประสิทธิภาพในการแยกที่ดีและใช้เวลาในการแยกน้อยลง [3-4]

โดยทั่วไปจะมีการใช้ซิลิกาเป็นวัฏภาคหนึ่งบนแผ่น TLC แต่ข้อเสียที่สำคัญคือ แยกสารประกอบที่เป็นเบสได้ไม่ดี ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเลือกหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจในการนำมาใช้เป็นวัฏภาคหนึ่งเนื่องจาก มีความจำเพาะในการแยกสารประกอบที่เป็นเบสและไอโซเมอร์สูง อีกทั้งสามารถทำงานได้ในช่วง pH กว้าง [5-6] ซึ่งที่ผ่านมาได้มีการทดลองของ Winkler และ Marme [6] ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการแยกสารฟิรินและอนุพันธ์ของอะนิลีน โดยใช้คอลัมน์ที่มีวัฏภาคหนึ่งเป็นอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์, ซิลิกา, เซอร์โคเนียมไดออกไซด์และอะลูมินาในการแยกโดย normal-phase liquid chromatography จากผลการทดลอง พบว่า คอลัมน์ที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัฏภาคหนึ่งสามารถแยกสารต่างๆ ได้ทั้งหมด ส่วน

คอลัมน์ที่มีซิลิกา, เซอร์โคเนียมไดออกไซด์และอะลูมินาเป็นวัฏภาคหนึ่งไม่สามารถแยกองค์ประกอบของสารได้อย่างสมบูรณ์

ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีความสนใจในการพัฒนาการแยกด้วยเทคนิค TLC โดยใช้เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัฏภาคหนึ่งโดยการเตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงผ่านกระบวนการ sol-gel โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อโครงสร้างผลึกของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ และผลต่อประสิทธิภาพในการแยกสารประกอบที่เป็นเบสในเทคนิค TLC

1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.2.1 ทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC)

ทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์องค์ประกอบสารที่รวดเร็ว สะดวก และราคาไม่แพง นิยมใช้ในการตรวจการดำเนินไปของปฏิกิริยาเคมี ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารระหว่างกระบวนการแยกสารในขั้นตอนต่างๆ ใช้ในการยืนยันชนิดของสาร และสามารถตรวจหาองค์ประกอบในของผสมโดยวัฏภาคหนึ่งของ TLC เป็นอนุภาคของแข็งที่เคลือบอยู่บนแผ่นแก้ว หรืออะลูมิเนียม ในปัจจุบันมีการพัฒนา TLC ให้เป็นแบบ High performance thin layer chromatography (HPTLC) และ Ultrathin layer chromatography (UTLC) สำหรับ HPTLC ขนาดอนุภาคและความหนาของวัฏภาคหนึ่งจะลดลง โดยมีขนาดอนุภาค 5-7 ไมโครเมตร และมีความหนา 150-200 ไมโครเมตร ส่วน UTLC มีการพัฒนาเพิ่มความไวของการวิเคราะห์ (sensitivity) ลดปริมาณสารตัวอย่างในการวิเคราะห์ และสามารถตรวจวิเคราะห์สารได้ในเวลาเร็วขึ้น UTLC สามารถนำมาประยุกต์การใช้งานได้กับสารหลายประเภทไม่ว่าจะเป็น องค์ประกอบในยา กรดอะมิโน สารในกลุ่มสเตียรอยด์ ฟีนอลและฟลาเวโนอยด์ [7]

ประสิทธิภาพในการแยกสารในเทคนิค TLC สามารถหาได้จากค่า Retardation factor หรือ R_f เป็นค่าเฉพาะตัวของสาร ซึ่งเท่ากับอัตราส่วนของระยะทางที่สารเคลื่อนที่จากจุดที่ทำการแต้ม ไปถึงตำแหน่งสุดท้ายที่สารเคลื่อนที่ เทียบกับระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่ สามารถคำนวณได้ดังสมการที่ 1.1 โดยค่า R_f จะมีค่าที่สารเคลื่อนที่ที่อยู่ระหว่าง 0-1 และไม่มีหน่วย

$$R_f = \frac{Z_s}{Z_f} \quad (1.1)$$

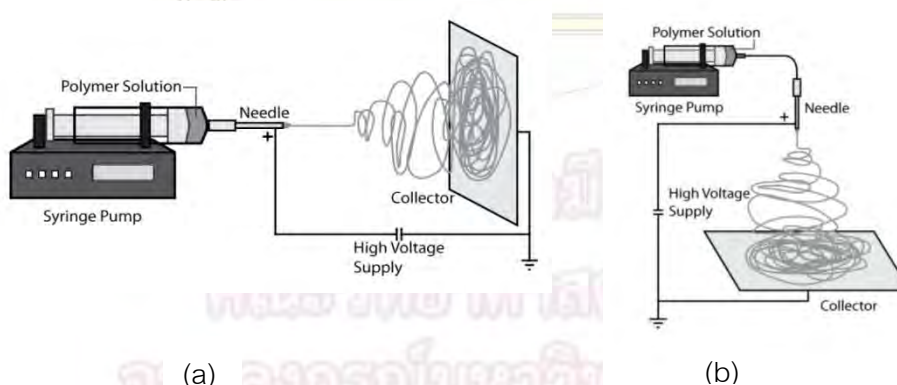
Z_s = ระยะทางที่สารเคลื่อนที่จากจุดที่ทำกรแด้ม ไปถึงตำแหน่งสุดท้าย

Z_f = ระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่

1.2.2 อิเล็กโทรสปินนิง (Electrospinning)

อิเล็กโทรสปินนิง (Electrospinning) เป็นกระบวนการสร้างเส้นใยในระดับไมโครเมตร หรือนาโนเมตร โดยให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่สารละลายพอลิเมอร์ ซึ่งวิธีการนี้ทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเล็ก และมีอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง อีกทั้งสามารถควบคุมลักษณะทางกายภาพ เช่น รูปร่าง ขนาด และความเป็นโพรง เส้นใยที่ได้นำมาประยุกต์ใช้งานได้หลายประเภท ทั้งตัวตรวจวัดทางเคมี วัสดุสำหรับทำอิเล็กโทรด เครื่องนุ่งห่ม ยา ผลิตภัณฑ์เพื่อสุขภาพ รวมทั้งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงคือ ความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ ระยะห่างและทิศทางของเข็มกับตัวรองรับ และความต่างศักย์ระหว่างเข็มและตัวรองรับ การจัดตั้งอุปกรณ์ทำได้ 2 แบบดังภาพที่ 1.1 ซึ่งความต่างศักย์ที่เข็มจะทำให้เกิดการเหนี่ยวนำของประจุในสารละลายพอลิเมอร์ และเมื่อประจุในสารละลายมากกว่าประจุบริเวณผิว จะทำให้สารละลายถูกพ่นออกไปบนตัวรองรับ



ภาพที่ 1.1 การจัดตั้งอุปกรณ์ในการทำอิเล็กโทรสปินนิง a) แนวระนาบ b) แนวตั้ง

ในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงมีหลายปัจจัยที่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของเส้นใยจากกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง ซึ่งแบ่งออกเป็น สารละลายพอลิเมอร์กับภาวะในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง

1.2.2.1 สารละลายพอลิเมอร์ (Polymer solution)

คุณสมบัติต่างๆของสารละลายพอลิเมอร์ เช่น ความหนืด, แรงตึงผิว, การนำไฟฟ้าของสารละลาย นั้นจะส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างและเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย โดยความหนืดของสารละลายนั้นจะส่งผลกับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย [8-9] ความเข้มข้นและมวลโมเลกุลของพอลิเมอร์เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อความหนืดของสารละลาย โดยสารละลายพอลิเมอร์จะมีความหนืดมากขึ้นเมื่อมีความเข้มข้นและมวลโมเลกุลสูงขึ้น เนื่องจากที่ความเข้มข้นต่ำจะทำให้เส้นใยที่ได้มีลักษณะที่ไม่สม่ำเสมอ ต่างจากเส้นใยที่ได้จากสารละลายพอลิเมอร์ที่มีความเข้มข้นสูง ที่เส้นใยมีลักษณะสม่ำเสมอและเป็นรูปแบบเดียวกัน และการทำอิเล็กโทรสปินนิงจากพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลต่ำจะทำให้โครงสร้างของเส้นใยมีความบิดงอมากกว่าเส้นใยที่ได้จากพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลสูง [10]

1.2.2.2 ภาวะในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง

1) ความต่างศักย์ทางไฟฟ้า

ปัจจัยที่มีส่วนสำคัญในการเกิดอิเล็กโทรสปินนิงคือความต่างศักย์ของสารละลายพอลิเมอร์ ซึ่งจะทำให้เกิดประจุบนพื้นผิวของสารละลายพอลิเมอร์ในการเกิดอิเล็กโทรสปินนิง และส่งผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและลักษณะของเส้นใย เมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้า สารละลายพอลิเมอร์จะถูกปล่อยออกมาด้วยแรงผลัก (repulsion force) ทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเล็ก [11]

2) ระยะห่างระหว่างเข็มกับแผ่นรองรับ

ระยะห่างระหว่างเข็มกับแผ่นรองรับมีผลต่อความแรงของสนามไฟฟ้าและเวลาในการยึดของสาร ซึ่งส่งผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย เมื่อระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับเพิ่มขึ้น จะทำให้เส้นใยมีการยึดตัวได้มาก ทำให้เส้นใยที่ได้มีความยาวมากขึ้นและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็ก [12]

3) อัตราการไหลของสารละลาย

อัตราการไหลของสารละลายหมายถึงอัตราของสารละลายพอลิเมอร์ที่ถูกดันเข้าสู่เข็ม อัตราการไหลนั้นจะส่งผลต่ออัตราการระเหยตัวของตัวทำละลายจากเข็ม ซึ่งจะส่งผลต่อโครงสร้างของเส้นใย เมื่ออัตราการไหลมีค่าต่ำ เส้นใยจะมีลักษณะที่ผิดปกติการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย และเมื่อ

เพิ่มอัตราการไหลจนมากเกินไป การปลดปล่อยของเส้นใยจะมีความไม่เสถียรและจะเกิดปมขึ้นที่เส้นใย อีกทั้งเป็นการเพิ่มการกระจายตัวของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย เนื่องจากอัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์เข้าสู่ปลายเข็มมากกว่าอัตราของสารละลายที่ถูกฉีดออกจากเข็ม [13]

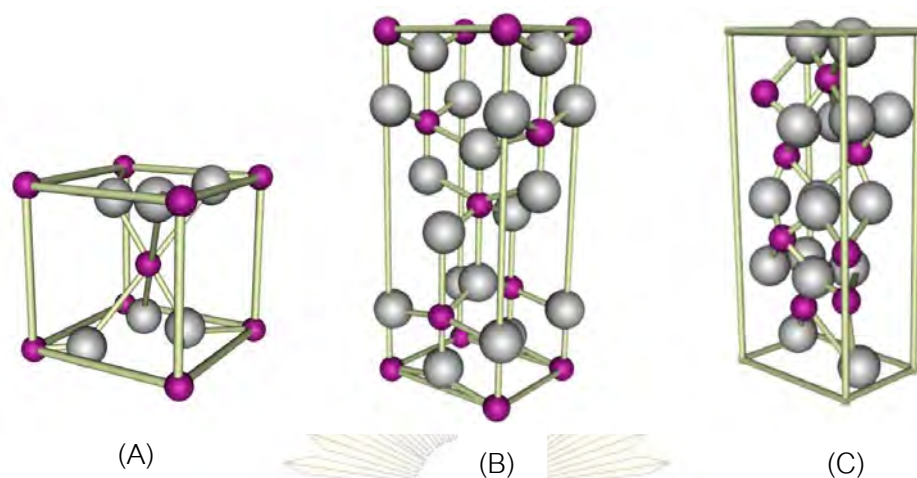
4) เส้นผ่านศูนย์กลางของเข็ม

เส้นผ่านศูนย์กลางภายในของเข็มจะส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของเส้นใย โดยเมื่อลดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของเข็ม พบว่าความแบนและการเกิดปมของเส้นใยจะลดลงเนื่องจากความเร็วในการปลดปล่อยเส้นใยลดลงทำให้เวลาในการยืดและหดตัวของสารละลายพอลิเมอร์เพิ่มขึ้นก่อนที่จะถึงตัวรองรับ แต่อย่างไรก็ตามหากเข็มมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กเกินไปจะทำให้ไม่สามารถปลดปล่อยเส้นใยออกมาจากปลายเข็มได้ และหากเข็มมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่เกินไปจะส่งผลให้เส้นใยมีขนาดใหญ่และมีปมเกิดขึ้น [14]

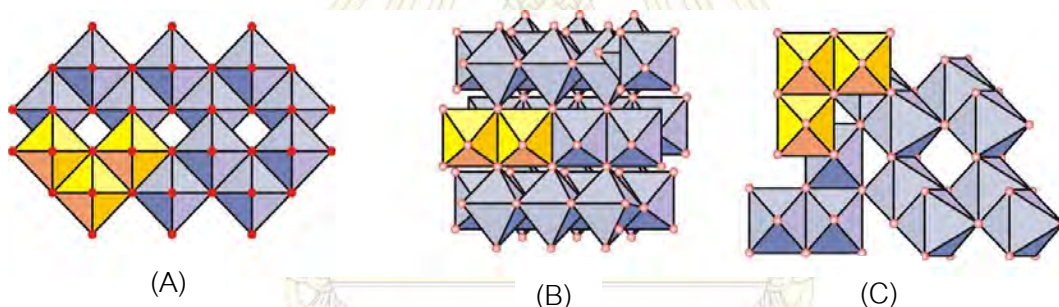
1.2.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂)

ไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนีย เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไทเทเนียม ที่ได้รับความสนใจในการนำมาประยุกต์สำหรับการใช้งานด้านต่างๆ เนื่องจากมีความเสถียรต่อสารเคมี ราคาไม่แพง และไม่เป็นพิษ จึงมีการนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น ในด้านการเปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานรูปแบบอื่น การเปลี่ยนพลังงานเคมีในกระบวนการเร่งแบบใช้แสง (photocatalysis) อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง และการเคลือบผิว เป็นต้น

โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ มี 3 แบบ คือ รูไทล์ อะนาเทส และบรูไคต์ โดยโครงสร้างพื้นฐานของโครงสร้างผลึกทั้งหมดจะประกอบด้วยอะตอมไทเทเนียมที่ถูกล้อมรอบด้วยอะตอมออกซิเจนจำนวน 6 อะตอม โครงสร้างแบบอะนาเทสและรูไทล์มีการจัดเรียงตัวของยูนิทเซลล์แบบเตตระโกนอลซึ่งภายในมีอะตอม Ti และ O ที่วางตัวแบบออกตะฮีดรัล แต่โครงสร้างแบบอะนาเทสและรูไทล์จะมีความแตกต่างกันที่การบิดของโครงสร้างออกตะฮีดรัลภายในผลึก โครงสร้างอะนาเทสมีการบิดของโครงสร้างออกตะฮีดรัลทำให้มุมระหว่างพันธะไม่เท่ากับ 90 องศา ส่วนบรูไคต์ จะโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก [15] โดยรูไทล์เป็นโครงสร้างผลึกที่เสถียร และที่อุณหภูมิสูงโครงสร้างผลึกแบบอื่นสามารถเปลี่ยนรูปมาเป็นโครงสร้างแบบรูไทล์ได้ ดังภาพที่ 1.2 และ 1.3



ภาพที่ 1.2 ยูนิตเซลล์ของ A) รูไทล์ B) อะนาเทส และ C) บรูไคต์ โดยสีเทาและสีแดงแทนอนุภาคของ ออกซิเจนและแทนไทเทเนียม ตามลำดับ [16]



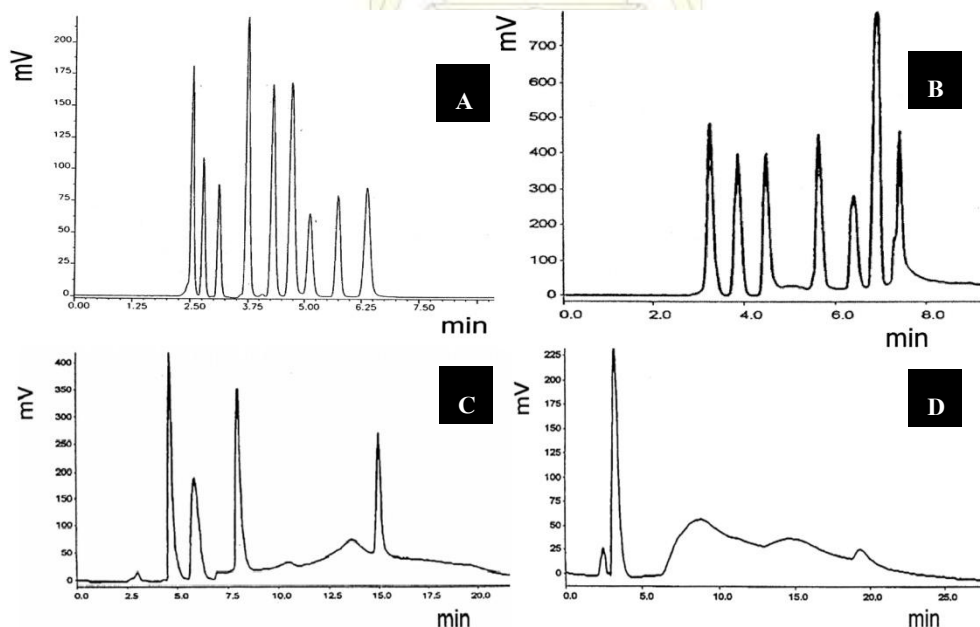
ภาพที่ 1.3 โครงสร้างผลึกของ A) รูไทล์ B) อะนาเทส และ C) บรูไคต์ ตามลำดับ [16]

พื้นผิวของโลหะออกไซด์จะประกอบด้วย หมู่ไฮดรอกซิล (-OH) หรือ M-OH โดยคุณสมบัติของออกไซด์โลหะนั้นจะขึ้นกับตำแหน่งสุดท้ายของหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิว ซึ่งถูกควบคุมโดยการกระจายตัวของประจุระหว่างโลหะ ออกซิเจน และอะตอมของโลหะ ซึ่งสามารถได้เป็น 3 ลักษณะที่แตกต่างกัน ได้แก่ (a) $M^{\delta+}O^{\delta-}$ (b) M-O-H และ (c) $MO^{\delta-}H^{\delta+}$ โดยโครงสร้าง (a) จะแสดงในรูปแบบที่อะตอม M จะมีความสามารถในการเกิดเป็นสารประกอบได้ต่ำ (low affinity) ส่วนโครงสร้างแบบ (b) จะแสดงกรณีที่มีการเกิดพันธะระหว่างอะตอมของโลหะกับหมู่ไฮดรอกซิล M-OH และโครงสร้าง (c) แสดงกรณีอะตอมโลหะ M กับหมู่ดิวติงอิเล็กตรอน [6]

ค่าไอโซอิเล็กทริกพอยท์ (pI) ของซีลีกามีค่าเท่ากับ 1-3 [6,17-18] ซึ่งแสดงความเป็นกรดของพื้นผิวเหมือนดังโครงสร้างแบบ (c) ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่า pI ในช่วง 3-6 [6,17-20] ซึ่งพื้นผิวสามารถเป็นได้ทั้งสภาวะกรดและเบส

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Winkler และ Marme [6] ได้ศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการแยกสารพิริดีนและอนุพันธ์ของอะนาลิน ในเทคนิค HPLC โดยได้ใช้คอลัมน์ที่มีวัฏภาคหนึ่งเป็นอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์, ซีลีกา, เซอร์โคเนียมไดออกไซด์และอะลูมินาในการแยกโดย normal-phase liquid chromatography จากผลการทดลอง พบว่า คอลัมน์ที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัฏภาคหนึ่งสามารถแยกสารต่างๆ ได้ทั้งหมด ส่วนคอลัมน์ที่มีซีลีกา, เซอร์โคเนียมไดออกไซด์และอะลูมินาเป็นวัฏภาคหนึ่งไม่สามารถแยกองค์ประกอบของสารต่างๆ ได้อย่างสมบูรณ์ ดังแสดงในภาพที่ 1.4

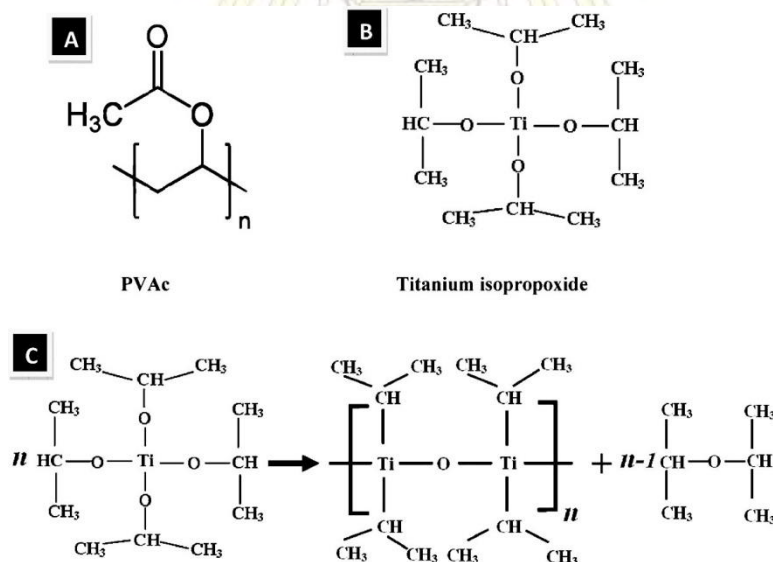


ภาพที่ 1.4 โครมาโทแกรมของพิริดีนและอนุพันธ์ของอะนาลิน โดยใช้วัฏภาคหนึ่งในคอลัมน์เป็น A) ไทเทเนียมไดออกไซด์ B) อะลูมินา C) ซีลีกา และ D) เซอร์โคเนียมไดออกไซด์

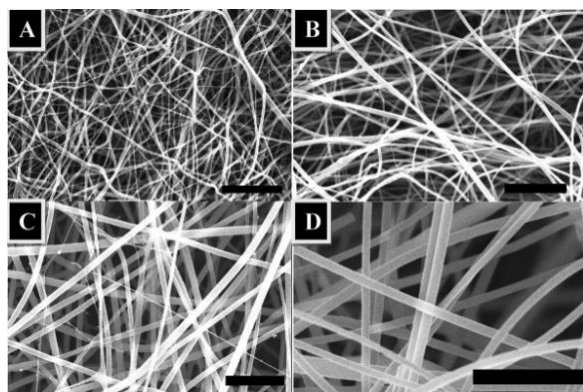
Li และ Xia [21] ได้ทำการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง จากผลการทดลองพบว่าเส้นใยที่ได้จะมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก มีอัตราส่วนของพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูง และสามารถควบคุมลักษณะทางกายภาพของเส้นใยได้ เช่น ขนาด รูปร่าง และความเป็นโพรงของเส้นใย

Lee และคณะ [22] ได้สังเคราะห์แผ่น TiO_2 ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงผ่านกระบวนการ sol-gel ที่เกิดจากปฏิกิริยาของ TTiP กับพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP) ซึ่งจะได้แผ่นฟิล์มที่มีโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสและนำไปผ่านกระบวนการ calcination ที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 800 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แผ่นฟิล์ม TiO_2 จะเปลี่ยนโครงสร้างเป็นรูไทล์

Barakat และคณะ [23] ได้สังเคราะห์เส้นใย TiO_2 ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงผ่านกระบวนการ sol-gel ที่ของ TTiP กับพอลิไวนิลอะซิเตต (PVAc) และปฏิกิริยาการควบแน่นของ TTiP ดังภาพที่ 1.5 โดยศึกษาปริมาณของ TTiP กับ PVAc ในอัตราส่วนที่ต่างกัน คือร้อยละ 20, 30, 40 และ 50 โดยน้ำหนักของ TTiP โดยจะได้เส้นใยลักษณะดังภาพที่ 1.6 พบว่า เมื่อมีปริมาณของ TTiP มาก จะได้เส้นใยที่มีขนาดใหญ่



ภาพที่ 1.5 โครงสร้างทางเคมีของ A) PVAc และ B) TTiP และ C) ปฏิกิริยาการควบแน่นของ TTiP



ภาพที่ 1.6 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยที่ได้ โดยมีอัตราส่วนของ TTiP:PVAc เป็น A) 20 %wt TTiP B) 30 %wt TTiP C) 40 %wt TTiP และ D) 50 %wt TTiP

จากงานวิจัยที่ผ่านมาสามารถสรุปได้ว่าวัสดุภาคหนึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์จะสามารถแยกสารประกอบที่เบสได้ดี โดยการเตรียมเส้นใยจากเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงจะให้เส้นใยที่มีลักษณะทางกายภาพที่ดี และมีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของเส้นใยที่เป็นผลจากการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการใช้เส้นใยที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆเป็นวัสดุภาคหนึ่งในการแยกด้วยเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. สังเคราะห์แผ่น UTLC ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงผ่านกระบวนการ sol-gel ที่เกิดจากปฏิกิริยาของไทเทเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ (TTiP) และพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP)
2. ศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเส้นใยในกระบวนการแคลซิเนชัน ที่อุณหภูมิต่างๆ
3. ทดสอบประสิทธิภาพในการเคลื่อนที่ของวัสดุภาคเคลื่อนที่และสารประกอบที่เป็นเบสของแผ่น TLC ที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัสดุภาคหนึ่ง

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 อุปกรณ์และสารเคมี

2.1.1 การเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์

- 1) พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน, PVP (MW \sim 1,300,000 g/mol, Sigma Aldrich, Germany)
- 2) ไทเทเนียม เตตระไฮดรอกไซด์, TTiP 97% (Sigma Aldrich, Germany)
- 3) เอทานอล (Merck, Germany)
- 4) กรดแอสติค (Merck, Germany)
- 5) ชุดอุปกรณ์ทำอิเล็กโทรสปินนิ่งประกอบด้วย เข็มฉีดยาพลาสติกปริมาตร 5 มิลลิเมตร เครื่อง syringe pump (Prosense, NE-1000) และแหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้า (Electric potential Matsusada Precision, EQ-30)
- 6) เตาเผาอุณหภูมิสูง Nabertherm, LT 5/11/P330)

2.1.2 การแยกด้วยเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี

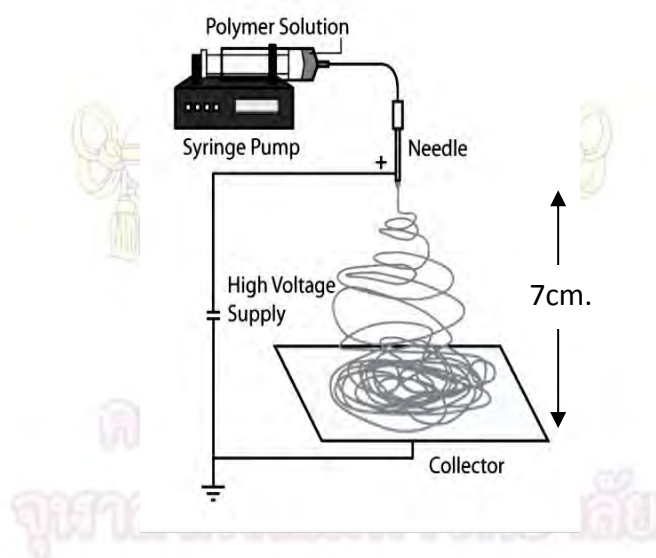
- 1) เมทิลบลูไฮเดรต (Fluka, Germany)
- 2) ไฮโดรฟรานอล (J.T. Baker, USA)
- 3) 28% สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
- 4) แผ่น TLC (ซิลิกา) (Merck, Germany)

2.2 วิธีการทดลอง

2.2.1 การเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์

เตรียมสารละลาย sol-gel ของ TTiP/PVP โดยให้มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ PVP:TiO₂ หลังเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส เท่ากับ 1:1 โดยละลายพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (PVP) 0.42 กรัมในเอทานอล 7 มิลลิลิตร จากนั้นเติม TTiP 1.56 มิลลิลิตรและกรดแอสติก 1.90 มิลลิลิตรอย่างรวดเร็ว นำสารละลายไปคนในอ่างน้ำแข็งเป็นเวลา 10 นาที นำสารละลายที่ได้ 5 มิลลิลิตรบรรจุในซีเมนต์ยาพลาสติกเพื่อนำไปเตรียมเป็นเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

ในการเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง จัดตั้งอุปกรณ์ตามภาพที่ 2.1 และตั้งค่าตามตารางที่ 2.1 จากนั้นนำเส้นใยที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงไว้ที่อุณหภูมิสุดท้ายเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดย



ภาพที่ 2.1 การจัดตั้งชุดอุปกรณ์ในการทำอิเล็กโทรสปินนิง

ตารางที่ 2.1 การตั้งค่าอุปกรณ์ในการทำอิเล็กทรอนิกส์พินนิ่ง

อุปกรณ์		ตั้งค่า
แหล่งกำเนิดรังสีไฟฟ้า		25 กิโลโวลต์
อัตราการใช้ของสารละลายพอลิเมอร์		15 ไมโครลิตรต่ออนาที
ระยะห่างระหว่างเข็มกับแผ่นรองรับ		7 เซนติเมตร
แผ่นรองรับ	แผ่นที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส	แผ่นอะลูมิเนียม
	แผ่นที่อุณหภูมิ 600 และ 700 องศาเซลเซียส	แผ่นแก้ว
	แผ่นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส	แผ่นกระเบื้อง

2.2.2 การตรวจสอบโครงสร้างของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์

ตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเครื่อง X-ray Diffraction Spectrometer (XRD) (RigakuDmax 2200 Ultima Plus) โดยใช้โมโนโครมิเตอร์และแหล่งกำเนิดรังสี Cu-K α ที่ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ ใช้กระแสไฟ 30 มิลลิแอมป์ โดยวัดในช่วง 2θ ตั้งแต่ 20 ถึง 80 ดีกรี ที่อัตราการตรวจวัด 5 ดีกรีต่ออนาที

2.2.3 ทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC)

ทดสอบการเป็นวัฏภาคหนึ่งสำหรับการแยกสารของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ (Ti-TLC) โดยนำเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์มาตัดเป็นสี่เหลี่ยมขนาด กว้าง x ยาว 1-2 เซนติเมตร แล้วนำไปติดบนแผ่นอะลูมิเนียมด้วยเทปกาวสองหน้า

2.2.3.1 การเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่

ทดสอบการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่ในแผ่น Ti-TLC เปรียบเทียบกับแผ่นซิลิกา Si-TLC โดยจัดอุปกรณ์ตามภาพที่ 2.2 และใช้สารละลายผสมของเอทานอล, ไอโซโพรพานอล และ 2 M แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนโดยปริมาตร 4:4:1 เป็นเฟสเคลื่อนที่ จัปเวลาที่ใช้ในการเคลื่อนที่ของเฟสเคลื่อนที่บนแผ่น Ti-TLC และ Si-TLC ในระหว่างการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่ 2 เซนติเมตร แล้วคำนวณค่าคงที่ในการเคลื่อนที่ (velocity constant, k') จากสมการที่ 2.1 และ 2.2

$$\kappa = \frac{R}{2} \quad (2.1)$$

$$Z_f^2 = \frac{Rt \cos}{2} \quad (2.2)$$

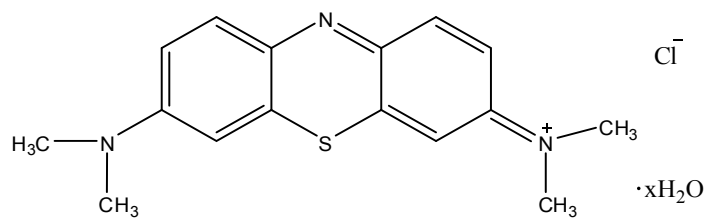
- Z_f = ระยะทางการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่
 γ = ค่าแรงตึงผิวของวัฏภาคเคลื่อนที่
 = ค่าความหนืดของวัฏภาคเคลื่อนที่
 R = รัศมีแคพิลลารีที่สมมูล (equivalent capillary radius)
 t = เวลาการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่
 = มุมสัมผัส (contact angle) ระหว่างวัฏภาคเคลื่อนที่กับวัฏภาคนิ่ง
 κ = ค่าคงที่ในการเคลื่อนที่

2.3.3.2 การทดสอบการแยกสารประกอบกลุ่มเบส

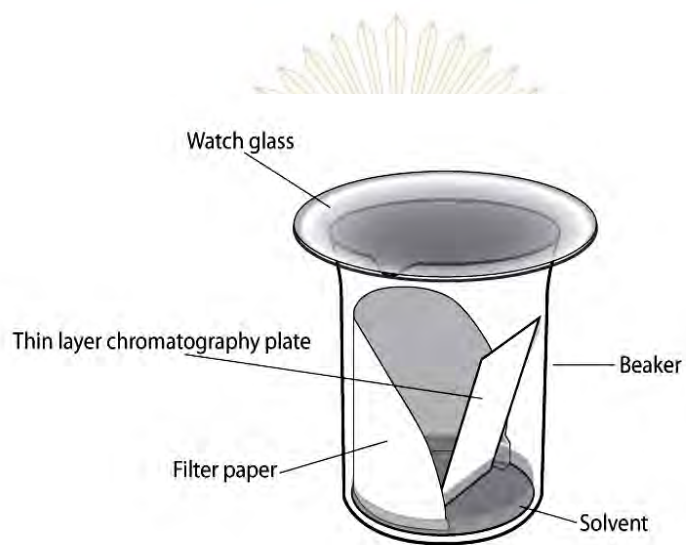
ทดสอบการวิเคราะห์สารประกอบกลุ่มเบสโดยใช้ 0.005 M เมทิลินบลูไฮเดรตเป็นตัวแทน โดยมีภาวะในการวิเคราะห์ตามตารางที่ 2.2 และจัดอุปกรณ์ในการวิเคราะห์ตามภาพที่ 2.3

ตารางที่ 2.2 ปัจจัยในการแยกด้วยเทคนิคทินแลร์โครมาโทกราฟี

	เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ TLC	ซิลิกา TLC
ระยะของวัฏภาคนิ่ง	1.40 – 2.00 เซนติเมตร	2.00 เซนติเมตร
ปริมาตรสารที่วิเคราะห์	0.10 ไมโครลิตร	1.00 ไมโครลิตร
ปริมาตรวัฏภาคเคลื่อนที่	4.00 มิลลิลิตร	4.00 มิลลิลิตร



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของเมทิลไนโตรเบนซอไทโธเดรต



ภาพที่ 2.3 การจัดเตรียมอุปกรณ์สำหรับการแยกด้วยเทคนิคทินเลร์โครมาโทกราฟี

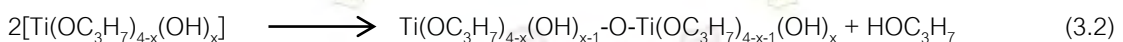
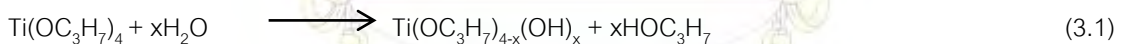


บทที่ 3

ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง

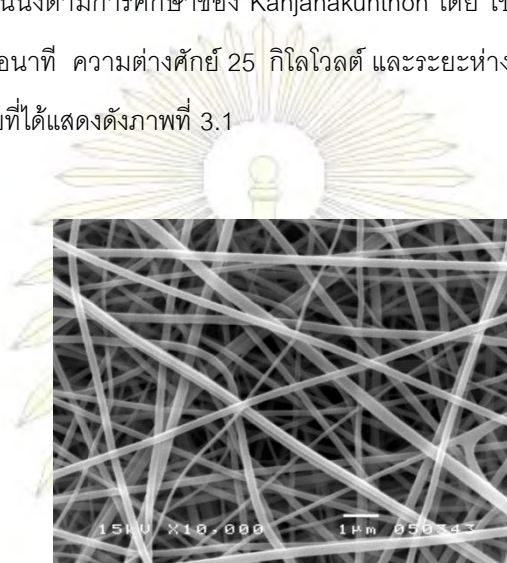
3.1 การเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์

ในงานวิจัยนี้ทำการเตรียมเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) ผ่านกระบวนการ sol-gel จากปฏิกิริยาของไทเทเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ (TTiP) และพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (PVP) และขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง กระบวนการ sol-gel คือ กระบวนการสังเคราะห์วัสดุที่เป็นของแข็งจากอนุภาคขนาดเล็ก โดยใช้เกลือของโลหะอนินทรีย์หรือสารประกอบโลหะอนินทรีย์ เช่น โลหะอัลคอกไซด์ เป็นสารตั้งต้น ซึ่งในงานวิจัยนี้ TTiP เป็นสารตั้งต้น โดยในขั้นแรกจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ TTiP ได้ Ti(OC₃H₇)_{4-x}(OH)_x (สมการที่ 3.1) จากนั้นเกิดปฏิกิริยาควบแน่น (polycondensation) ทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันของอะตอมออกซิเจนได้ผลิตภัณฑ์คือ Ti(OC₃H₇)_{2-y}(O)_y หรือ Ti(OH)_{2-y}(O)_y โดย y เท่ากับ 1 หรือ 2 (สมการที่ 3.2) สุดท้ายทำการแคลซิเนชัน (calcination) เพื่อเปลี่ยนให้เป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ (สมการที่ 3.3) [24]



ในกระบวนการไฮโดรไลซิสของ TTiP จะมีการเติมกรดแอสติกเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานอกจากนี้มีการใช้ PVP เพื่อเพิ่มความหนืดของสารละลาย sol-gel และป้องกันการแข็งตัวของสารตั้งต้น ได้สารละลายที่เหมาะสมในการนำไปขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

จากงานวิจัยของ Kanjanakunthon [25] ได้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อลักษณะเส้นใยที่ได้จากกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง โดยศึกษาผลของอัตราการไหลของสารละลาย ศักย์ไฟฟ้า และระยะห่างระหว่างเข็มกับแผ่นรองรับ พบว่า การใช้อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์มากเกินไปจะทำให้เกิดปมขึ้นบนเส้นใย และการใช้ค่าความต่างศักย์น้อยเกินไปจะไม่เพียงพอต่อการสร้างเส้นใยและดึงสารละลายพอลิเมอร์ออกจากเข็ม แต่ถ้าใช้ศักย์ไฟฟ้าสูงเกินไปจะทำให้เกิดประกายไฟที่ปลายเข็ม ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงกำหนดปัจจัยต่างๆ ในการทำอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งตามการศึกษาของ Kanjanakunthon โดยใช้อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ที่ 15 ไมโครลิตรต่อนาที ความต่างศักย์ 25 กิโลโวลต์ และระยะห่างระหว่างเข็มกับแผ่นรองรับ 15 เซนติเมตร โดยลักษณะเส้นใยที่ได้แสดงดังภาพที่ 3.1



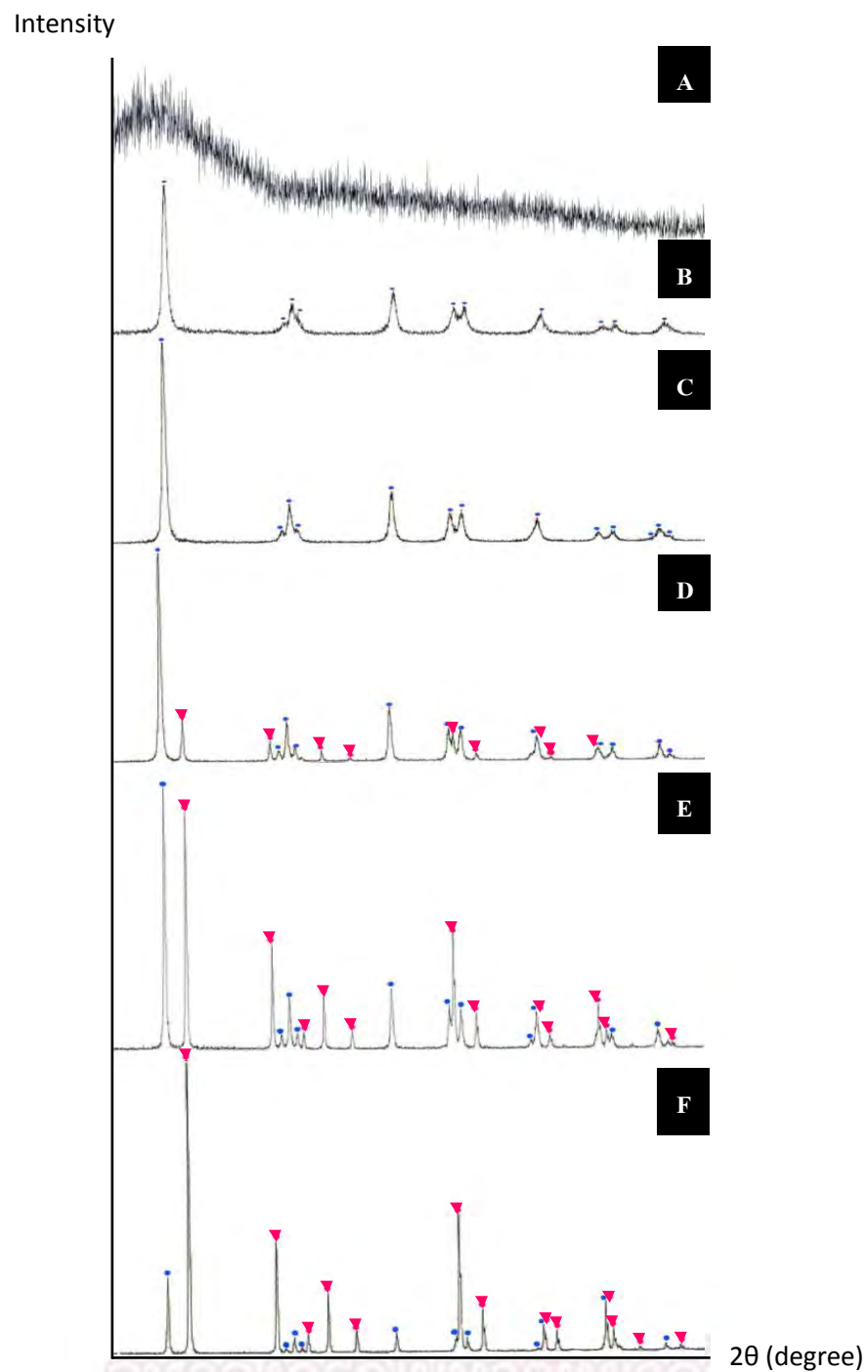
ภาพที่ 3.1 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสปิน (อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ 15 ไมโครลิตรต่อนาที ระยะห่างระหว่างเข็มและแผ่นรองรับ 15 เซนติเมตร และความต่างศักย์ 25 กิโลโวลต์) [25]

ตัวรองรับชนิดต่างๆ ทั้งแผ่นอะลูมิเนียม แผ่นแก้ว รวมถึงแผ่นกระเบื้อง โดยนำแผ่นอะลูมิเนียมหรือแผ่นทองแดง ซึ่งเป็นวัสดุนำไฟฟ้า ส่วนแผ่นแก้วและกระเบื้องจะวางลงบนแผ่นทองแดง พบว่าเส้นใยที่ได้หลังการทำอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่งก่อนนำไปเผาจะมีลักษณะติดแบบบนแผ่นรองรับ และราบเรียบ เนื่องจากยังมีพอลิเมอร์อยู่ในเส้นใยที่สปินออกมา แต่หลังจากนำไปเผา พอลิเมอร์จะถูกกำจัดออกไป และพบว่าการเผาที่อุณหภูมิสูงจะทำให้เส้นใยเกิดการหดตัว ส่งผลให้เส้นใยสามารถหลุดร่อนออกจากแผ่นรองรับ ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าจะไม่มีพันธะเคมีเกิดขึ้นระหว่างสปินขึ้นเคลือบกับเส้นใย โดยลักษณะทางกายภาพของเส้นใยที่ผ่านการเผาแต่ละอุณหภูมิสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ลักษณะทางกายภาพของเส้นใยที่ผ่านการเผาแต่ละอุณหภูมิ

อุณหภูมิในการเผา	ตัวรองรับ	ลักษณะทางกายภาพ
400 และ 500 องศาเซลเซียส	แผ่นอะลูมิเนียม	แผ่นเส้นใยมีความเรียบ หดตัวเล็กน้อย และไม่เปราะ
600 และ 700 องศาเซลเซียส	แผ่นแก้ว	แผ่นเส้นใยมีการหดตัวมากขึ้น ค่อนข้างเปราะ
800 องศาเซลเซียส	แผ่นกระเบื้อง	แผ่นเส้นใยที่ได้มีการหดตัวมาก เปราะ

ภาพที่ 3.2 เป็น XRD pattern ของแผ่นเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อนและหลังเผา พบว่าเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อนนำไปเผาเป็นแบบอสัณฐาน (ภาพที่ 3.2 A) เนื่องจากมี PVP ในแผ่นเส้นใย หลังจากนำแผ่นเส้นใยที่ได้ไปเผาเพื่อกำจัด PVP ออก พบว่า ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอะนาคไซต์เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 -500 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 3.2 B และ C) ส่วนเส้นใยที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 600-700 องศาเซลเซียสจะเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากแบบอะนาคไซต์เป็นรูไทล์ (ภาพที่ 3.2 D และ E) และไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีโครงสร้างแบบรูไทล์เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 3.2 F)



ภาพที่ 3.2 แสดง XRD patterns ของเส้นใยโพลีเอทิลีนเทเรฟทาเลตที่ A) ก่อนเผาและหลังเผาด้วยอุณหภูมิ B) 400 องศาเซลเซียส C) 500 องศาเซลเซียส D) 600 องศาเซลเซียส E) 700 องศาเซลเซียส และ F) 800 องศาเซลเซียส (กำหนด ● แทนตำแหน่งของพีคในอะนาเทส และ ▼ แทนตำแหน่งของพีคในรูไทล์)

3.2 ทินแลร์โครมาโทกราฟี (TLC)

ในการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของวัฏภาคหนึ่งสามารถพิจารณาได้จากความเร็วในการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่ผ่านวัฏภาคหนึ่ง ซึ่งเปรียบเทียบกับค่าคงที่ในการเคลื่อนที่ (κ) และความสามารถในการเคลื่อนที่ของสารผ่านวัฏภาคหนึ่ง ซึ่งเปรียบเทียบกับค่ารีทาร์ดชัน (R_f)

3.3.1 การเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่ (Mobile phase transport)

จากงานวิจัยของ Kanjanakunthon [24] พบว่า การเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่บนแผ่น Ti-TLC เป็นแบบแรงแคพิลลารีผ่านรูพรุน (capillary flow through porous media) เหมือนกับการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่บนแผ่น Si-TLC ดังนั้นจึงสามารถใช้สมการของ Lucas – Washburn ในการอธิบายได้ (สมการ 3.4)

$$Z_f^2 = \frac{Rt\cos\gamma}{2} \quad (3.4)$$

$$R = K_0 d_p \quad (3.5)$$

$$\kappa = \frac{R}{2} \quad (3.6)$$

- Z_f = ระยะทางการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่
- γ = ค่าแรงตึงผิวของวัฏภาคเคลื่อนที่
= ค่าความหนืดของวัฏภาคเคลื่อนที่
- R = รัศมีแคพิลลารีที่สมมูล (equivalent capillary radius)
- t = เวลาการเคลื่อนที่ของวัฏภาคเคลื่อนที่
= มุมสัมผัส (contact angle) ระหว่างวัฏภาคเคลื่อนที่กับวัฏภาคหนึ่ง
- K_0 = ค่าคงที่การซึมผ่านของชั้นผิว (permeability constant of the layer)
- κ = ค่าคงที่ในการเคลื่อนที่
- d_p = ขนาดอนุภาคเฉลี่ย

ดังนั้น สามารถใช้ค่าคงที่ในการเคลื่อนที่ (κ) ในการเปรียบเทียบความสามารถในการเคลื่อนที่ของสารผ่านวัสดุหนึ่ง ได้ค่าแสดงในตารางที่ 3.2 โดยความเร็วในการเคลื่อนที่ของวัสดุเคลื่อนที่ผ่านวัสดุหนึ่งมีความสัมพันธ์กับความสม่ำเสมอของรูพรุนบนผิวของวัสดุหนึ่ง

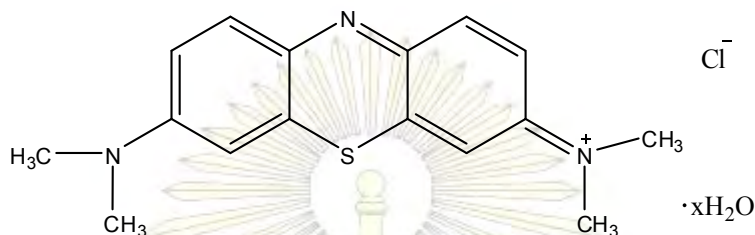
ตารางที่ 3.2 ค่า κ ของแผ่น Ti-TLC ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ กับแผ่น Si-TLC

TLC		κ (cm ² /s)
เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์	400 องศาเซลเซียส	0.046
	500 องศาเซลเซียส	0.044
	600 องศาเซลเซียส	0.052
	700 องศาเซลเซียส	0.056
	800 องศาเซลเซียส	0.073
อนุภาคซิลิกา		0.028

จากตารางที่ 3.2 พบว่า ค่าคงที่ในการเคลื่อนที่ (κ) ของแผ่น Ti-TLC มีค่าสูงกว่าแผ่น Si-TLC แสดงว่าวัสดุเคลื่อนที่ที่สามารถเคลื่อนที่บนแผ่น Ti-TLC ได้รวดเร็วกว่าบนแผ่น Si-TLC เนื่องจากการจัดเรียงตัวของซิลิกาเป็นแบบอนุภาค (packed particle) ซึ่งมีโพรงบนพื้นผิว (through pore) น้อยกว่าโพรงของเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ และเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่าการซึมผ่านของสารผ่านชั้นผิว (permeability) มากกว่าอนุภาคซิลิกา ดังนั้นเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์มีรูพรุนมากกว่าอนุภาคซิลิกาในพื้นที่เท่ากัน ส่งผลให้วัสดุเคลื่อนที่เคลื่อนที่ผ่านวัสดุหนึ่งซิลิกาได้ช้ากว่า และเมื่อพิจารณาความเร็วในการเคลื่อนที่ของวัสดุเคลื่อนที่บนแผ่น Ti-TLC ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ พบว่า การเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น ค่า κ มีแนวโน้มสูงขึ้น จากการเผาเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส ได้โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบรูโถล ซึ่งมีความสม่ำเสมอของโพรงมากกว่าโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทส ส่งผลให้ค่า κ ของ Ti-TLC ที่เผาที่อุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส สูงกว่าแผ่น Ti-TLC ที่เผาที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส ความเร็วในการเคลื่อนที่ของวัสดุเคลื่อนที่

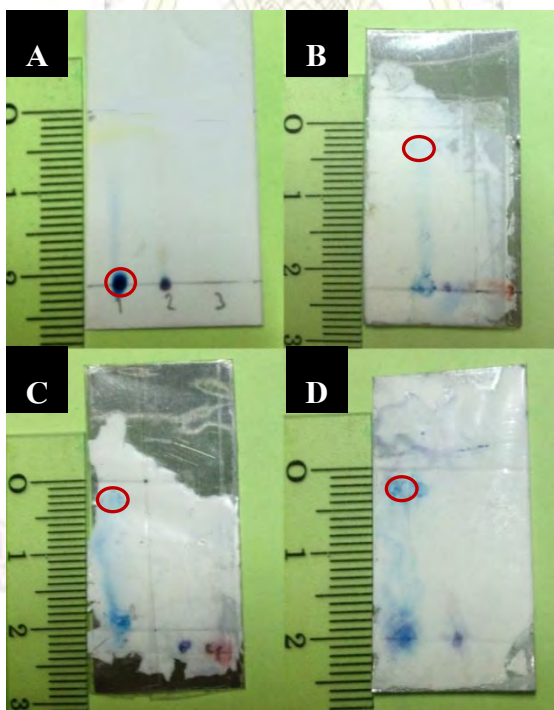
3.3.2 การทดสอบการเคลื่อนที่ของสารประกอบที่เป็นเบสผ่านวัฏภาคหนึ่ง

การแยกสารประกอบชั้นพื้นฐานนี้เป็นขั้นตอนเพื่อศึกษาวิธีทางโครมาโทกราฟี โดยการเปรียบเทียบของแผ่น Ti-TLC และ Si-TLC โดยเลือกสารประกอบที่มีคุณสมบัติที่เป็นเบสคือ เมทิลินบลูไฮเดรต มีโครงสร้างดังภาพที่ 3.3



ภาพที่ 3.3 โครงสร้างโมเลกุลของ เมทิลินบลูไฮเดรต

การเคลื่อนที่ของสีย้อมบนแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์และแผ่นซิลิกาแสดงในภาพที่ 3.4 โดยระยะความกว้างโดยเฉลี่ยของจุดที่แต้ม, ค่ารีทาร์เดชัน (R_f) และความสูงของเฟลต (H) Ti-TLC และ Si-TLC สรุปดังตารางที่ 3.3



ภาพที่ 3.4 การเคลื่อนที่ของเมทิลินบลูไฮเดรตบนวัฏภาคหนึ่งเป็น A) ซิลิกา และเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ B) 400 องศาเซลเซียส C) 500 องศาเซลเซียส และ D) 800 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.3 ค่าความกว้างของจุดที่แต้ม, รีทาร์เดชัน แฟคเตอร์ (R_f) และความสูงเพลต (H) ของ Ti-TLC และ Si-TLC

วัฏภาคนิ่ง		เมทิลินบลูไฮเดรต		
		Spot width (cm)	R_f	H (μm)
เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์	400 องศาเซลเซียส	0.25	0.87	22.46
	500 องศาเซลเซียส	0.20	0.93	14.61
	800 องศาเซลเซียส	0.20	0.90	15.43
ซิลิกา		0.20	0.05	5000.00

จากการทดสอบเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการแยกเมทิลินบลูไฮเดรต โดยใช้เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ (Ti-TLC) และอนุภาคซิลิกา (Si-TLC) เป็นวัฏภาคนิ่ง พบว่า การแยกโดย Ti-TLC มีค่า R_f ที่มากกว่าใน Si-TLC ซึ่งอาจเป็นผลมาจากความเป็นกรด-เบสของพื้นผิว เนื่องจากซิลิกามีค่าไอโซอิเล็กทริกพอยท์ (pI) เท่ากับ 1-2 ในขณะที่ค่า pI ของไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่า 3-6 ซึ่งบ่งบอกว่าพื้นผิวของซิลิกามีความเป็นกรดมากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ และอาจเกิดการโปรโตเนตที่หมู่เอมีนของเมทิลินบลูไฮเดรตทำให้เกิดแรงดึงดูดที่มากกว่าพื้นผิวของซิลิกา สารจึงเกิดรีเทนชันอยู่บน Si-TLC ไม่ค่อยเกิดการเคลื่อนที่ ทำให้ไม่สามารถสารกลุ่มเบสได้ แต่เมทิลินบลูไฮเดรตสามารถเคลื่อนที่ได้ดีบน Ti-TLC ดังนั้น Ti-TLC มีความสามารถในการแยกสารกลุ่มเบสได้

เมื่อเปรียบเทียบการเคลื่อนที่ของเมทิลินบลูไฮเดรตบนแผ่น Ti-TLC ที่ทำการเผาเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสซึ่งได้เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอะนาเทส, 500 องศาเซลเซียส ซึ่งเริ่มมีการเปลี่ยนโครงสร้างเป็นแบบรูไทล์และ 800 องศาเซลเซียสซึ่งโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นแบบรูไทล์ พบว่า ค่า R_f ของเมทิลินบลูไฮเดรตไม่แตกต่างกัน นั่นคือ โครงสร้างของเส้นใยไม่มีผลต่อการรีเทนชันของเมทิลินบลูไฮเดรตบนวัฏภาคนิ่ง เนื่องจากโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทสและรูไทล์มีสมบัติความเป็นกรดเบสที่ใกล้เคียงกัน ทำให้มีแรงดึงดูดระหว่างเมทิลินบลูไฮเดรตกับ Ti-TLC ที่ใกล้เคียงกัน แต่อย่างไรก็ตามเส้นใยที่เผาด้วยอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส มีค่าความสูงเพลตที่มากกว่าเส้นใยที่เผาด้วยอุณหภูมิ 500 และ 800 องศาเซลเซียส ทั้งนี้ อาจเป็นผลจากความเปราะบางและความสม่ำเสมอของโพรงในโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบรูไทล์ที่มีมากกว่าแบบอะนาเทส ซึ่ง

สอดคล้องกับ Eddy diffusion (A) ในสมการ Van Deemter (สมการ 3.7) ที่เกี่ยวข้องกับการกระจายตัวของสารผ่านวัฏภาคหนึ่ง ทำให้สารเกิดการกระจายตัวน้อยกว่าได้ค่า H ที่ต่ำกว่า

$$H = A + \frac{B}{u} + Cu \quad (3.7)$$

A = eddy diffusion,

B = longitudinal diffusion,

C = resistance to mass transfer in both the stationary phase and mobile phase, and

u = the average linear mobile phase velocity.



บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์เส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่งผ่านกระบวนการ sol-gel เพื่อเป็นวัสดุภาคหนึ่งในการแยกสารโดยอาศัยหลักการทินแลร์โครมาโทกราฟี และเมื่อทำการสังเคราะห์เส้นใยในสภาวะเงื่อนไขที่มี อัตราส่วน PVP:TiO₂ เท่ากับ 1:1 ให้ความต่างศักย์ 25 กิโลโวลต์อัตราการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ 15 ไมโครลิตร/นาที่ และใช้ระยะห่างระหว่างตัวรองรับกับปลายเข็มเท่ากับ 7 เซนติเมตร พบว่าเส้นใยจะมีลักษณะราบเรียบ มีความสม่ำเสมอ และเมื่อทำการพิสูจน์โครงสร้างของเส้นใยหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆโดยการทำ X-ray powder diffraction (XRD) พบว่า โครงสร้างความเป็นผลึกของเส้นใยจะมีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผามากกว่า 500 องศาเซลเซียสพบว่า โครงสร้างจะเปลี่ยนจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ ซึ่งจะส่งผลต่อการแยกสาร

และเมื่อนำมาทดสอบการแยกสารโดยใช้เป็นวัสดุภาคหนึ่ง ซึ่งเปรียบเทียบกับวัสดุภาคหนึ่งซิลิกา พบว่า ค่าคงที่ในการเคลื่อนที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่ (K) บนอนุภาคซิลิกาและเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียสเท่ากับ 0.028, 0.046, 0.044, 0.052, 0.056 และ 0.073 cm²/s ตามลำดับซึ่งสามารถบ่งบอกได้ว่าตัวทำละลายเคลื่อนที่จะสามารถเคลื่อนที่บนเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ได้เร็วกว่าบนวัสดุภาคหนึ่งซิลิกา รวมถึงเคลื่อนที่ได้เร็วกว่าบนเส้นใยที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง จากนั้นนำมาทดสอบการเคลื่อนที่ของเมทิลินบลูไฮเดรต พบว่าค่ารีทาร์ดแฟกเตอร์ (R_p) ในการแยกของวัสดุภาคหนึ่งซิลิกาและเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 800 องศาเซลเซียสเท่ากับ 0.05, 0.87, 0.93 และ 0.90 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าประสิทธิภาพในการแยกสารของวัสดุภาคหนึ่งเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์จะดีกว่าวัสดุภาคหนึ่งซิลิกา แต่ความแตกต่างของโครงสร้างผลึกของเส้นใยไม่ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการแยกเนื่องจากมีสมบัติความเป็นกรดเบสที่ใกล้เคียงกัน

ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไป

- 1) ควรศึกษาเส้นใยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเส้นใยและประสิทธิภาพในการแยกสาร
- 2) ควรเปลี่ยนตัวรองรับให้เหมาะสมในแต่ละการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บรรณานุกรม

- [1] Hauck, H.E.; Bund, O.; Fischer, W.; Schulz, M. Ultra-thin layer chromatography (UTLC) A new dimension in thin-layer chromatography. *Journal of Planar Chromatography - Modern TLC*. 2001, 14, 234-236.
- [2] Powell, S.C. Ultrathin-layer chromatography spotting and detection on the sub-millimeter scale. *Analytical Chemistry*. 2010, 82, 3408-3408.
- [3] Clark, J.E.; Olesik, S.V. Technique for Ultrathin Layer Chromatography Using an Electrospun Nanofibrous Stationary Phase. *Analytical Chemistry*. 2009, 81, 4121-4129.
- [4] Clark, J.E.; Olesik, S.V. Electrospun glassy carbon ultra-thin layer chromatography devices. *Journal of Chromatography A*. 2010, 1217, 4655-4662.
- [5] Narwocki, J.; Dunlap, C.; McCormick, A.; Carr, P.W. Chromatography using ultra-stable metal oxide-based stationary phases for HPLC. *Journal of Chromatography A*. 2004, 1028, 1-30.
- [6] Winkler, J.; Marme, S. Titania as a sorbent in normal-phase liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*. 2000, 888, 51-62.
- [7] Vovk, I.; Popovic, G.; Simonovska, B.; Albreht, A.; Agbaba, D. Ultra-thin-layer chromatography mass spectrometry and thin-layer chromatography mass spectrometry of single peptides of angiotensin-converting enzyme inhibitors. *Journal of Chromatography A*. 2011, 1218, 3089-3094.
- [8] Andradý, A.L. Science and Technology of Polymer Nanofibers, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2008.
- [9] Ramakrishna, S.; Fujihara, K.; Teo, W.E.; Lim, T.C.; Ma, Z. An Introduction to Electrospinning and Nanofibers. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2005.

- [10] Chuangchote, S.; Sagawa, T.; Yoshikawa, S. Electrospinning of poly(vinyl pyrrolidone): Effects of solvents on electrospinnability for the fabrication of poly(*p*-phenylenevinylene) and TiO₂ nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*. 2009, 114, 2777-2791.
- [11] Lee, J.; Lee, Y.; Song, H.; Jang, D.; Choa, Y. Synthesis and characterization of TiO₂ nanowires with controlled porosity and microstructure using electrospinning method. *Current Applied Physics*. 2011, 11, S210-S214.
- [12] Chowdhury, M.; Stylios, G. Effect of experimental parameters on the morphology of electrospun Nylon 6 fibres. *IJBAS: International Journal of Basic & Applied Sciences*. 2012, 10, 116-131.
- [13] Joon, P.J.; Youn, M.L.; Young, C.N. Study on morphology of electrospun poly (caprolactone) nanofiber. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 2005, 11, 573-578.
- [14] Biber, E.; Gunduz, G.; Mavis, B.; Colak, U. Effects of electrospinning process parameters on nanofibers obtained from Nylon 6 and poly (ethylene-*n*-butyl acrylate-maleic anhydride) elastomer blends using Johnson S_B statistical distribution function. *Applied Physics A: Materials Science & Processing*. 2010, 99, 477-487.
- [15] Ulrike D. The surface science of titanium dioxide. *Surface Science Report*. 2003, 48, 53-229
- [16] Khataee, A.; Mansoori, G.A. Nanostructured Titanium Dioxide Materials: Properties, Preparation and Applications. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2011.
- [17] Kataoka, S.; Gurau, M.C.; Albertorio, F.; Holden, M.A.; Lim, S.; Yang, R.D.; Cremer, P.S. Investigation of Water Structure at the TiO₂/Aqueous Interface. *Langmuir*. 2004, 20, 1662-1666.
- [18] Parfitt, G.D. Surface chemistry of oxides. *Pure and Applied Chemistry*. 1996, 48, 415-418.
- [19] Kosmulski, M. A literature survey of the differences between the reported isoelectric points and their discussion. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2003, 222, 113-118.

- [20] Kao, L.; Hsu, T.; Lu, H. Sol-gel synthesis and morphological control of nanocrystalline TiO_2 via urea treatment. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2007, 316, 160-167.
- [21] Li, D.; Xia, Y. Fabrication of Titanai nanofibers by electrospinning. *Nano Letters*. 2003, 3, 555-560.
- [22] Lee, J.; Lee, Y.; Song, H.; Jang, D.; Choa, Y. Synthesis and characterization of TiO_2 nanowires with controlled porosity and microstructure using electrospinning method. *Journal of current Applied Physics*. 2011, 11, S210-S214.
- [23] Barakat, N.A.M.; Hamza, A.M.; Al-Deyab, S.S.; Qurashi, A.; Kim, H. Titanium-based polymer electrospun nanofiber mats as a novel organic semiconductor. *Materials Science and Engeneering B*. 2012, 177, 34-42.
- [24] Jorge, M.V.; ManuelS, C.; ClaudioF, R.; SergioC. Formation of smooth and rough TiO_2 thin films on fiberglass by sol-gel method. *Journal of the Mexican Chemical Society*. 2006, 50, 8-13.
- [25] Kanjanakunthon, S. Preparation titaniumdioxide fibers as stationary phase in thin layer chromatography. M.S, Chulalongkom University, 2011.

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียน

นางสาว นันทพร ละออล เกิดวันที่ 30 กันยายน พ.ศ. 2534 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษา ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนกวิทย์-คณิต จากโรงเรียนเบญจมราชาลัย ในพระบรมราชูปถัมภ์ กรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2553 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ หลังจบการศึกษาปริญญาตรี 73/141 ศรีประจักษ์ 4 ตำบลบางบัวทอง อำเภอบางบัวทอง นนทบุรี 11110 อีเมลล์ weka_prae@hotmail.com

นางสาว รัตนาถ วิโรจน์รัตนพงษ์ เกิดวันที่ 14 มีนาคม พ.ศ. 2535 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จ การศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ แผนกวิทย์-คณิต จากโรงเรียนเบญจมราชาลัย ในพระบรมราชูปถัมภ์ กรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2553 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ หลังจบการศึกษาปริญญาตรี 337 ถนนตะนาว แขวงเสาชิงช้า เขตพระนคร กรุงเทพมหานคร 10200 อีเมลล์ prang_turtle@hotmail.com

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย