



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์เพื่อเป็นตัวดูดซับในการสกัด
ด้วยวัฏภาคของแข็งสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ PAHs ในน้ำ
Preparation of Polyacrylonitrile Fibers as Sorbent in Solid
Phase Extraction for Determination of PAHs in Water

ชื่อนิสิต นางสาวพิมพ์ทิพ ชัยนันทระกุล
ภาควิชา เคมี
ปีการศึกษา 2559

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์เพื่อเป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วย
วัฏภาคของแข็งสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ PAHs ในน้ำ

Preparation of Polyacrylonitrile Fibers as Sorbent in
Solid Phase Extraction for Determination of PAHs in Water

โดย

นางสาวพิมพ์ทิพ ชัยนัตตระกุล

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2559


โครงการ การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์เพื่อเป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ PAHs ในน้ำ

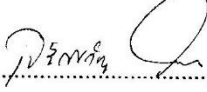
โดย นางสาวพิมพ์พิพ ชัยนันทระกุล

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พัมตรา อีร์พิบูลย์เดช)


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธิรักษา วรานุสุภากุล)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เจริญขวัญ ไกรยา)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

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

วันที่ เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2560

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ ดีมาก ดี พอใช้

ชื่อโครงการ การเตรียมเส้นใยพอลิอะคริไลนไตรัลเพื่อเป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ PAHs ในน้ำ

ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวพิมพ์ทิพ ชยันต์ตระกูล

เลขประจำตัว 5633118923

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรรณสุภากุล
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2559

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมเส้นใยพอลิอะคริไลนไตรัลด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อใช้เป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณพอลิไซคลิกแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอน โดยสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใย พอลิอะคริไลนไตรัล คือ สารละลายพอลิอะคริไลนไตรัลความเข้มข้น 10% ปริมาตร 3 มิลลิลิตร อัตราการไหลของสารละลาย 8 ไมโครลิตร/นาที่ ศักย์ไฟฟ้า 22 กิโลโวลต์ และระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ 10 เซนติเมตร จากนั้นพิสูจน์เอกลักษณ์เส้นใยที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค SEM พบว่า เส้นใยพอลิอะคริไลนไตรัลที่ได้มีผิวเรียบสม่ำเสมอ ไม่มีปม มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 834.5 นาโนเมตร เมื่อนำเส้นใยที่เตรียมได้มาศึกษาการสกัดพอลิไซคลิกแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอนในน้ำ 7 ชนิด พบว่า ตัวซัพที่ที่เหมาะสมคือเอกเซน ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ด้ร้อยละการกลับคืนของการสกัดพอลิไซคลิกแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอนในน้ำที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร เท่ากับ 8 ถึง 50.2% และมีค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) น้อยกว่า 5 %

คำสำคัญ : อิเล็กโตรสปินนิง, พอลิอะคริไลนไตรัล, พอลิไซคลิกแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอน, การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง

Project Title Preparation of Polyacrylonitrile Fibers as Sorbent in Solid Phase Extraction for Determination of PAHs in Water

Student Name Miss Pimontip Chayantrakul

Student ID 5633118923

Advisor Name Assist. Prof. Dr. Puttaruksa Varanusupakul

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic Year 2016

Abstract

In this work, polyacrylonitrile fibers were fabricated by electrospinning technique and used as a sorbent in solid phase extraction for determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs). The optimized condition for preparing electrospun polyacrylonitrile fibers were 3 mL of 10% polyacrylonitrile, flow rate of 8 $\mu\text{L}/\text{min}$, high voltage of 22 kV and distance between needle and collector of 10 cm. Then, electrospun polyacrylonitrile fibers were characterized by scanning electron microscopy (SEM). The polyacrylonitrile fibers were smooth, uniform and no bead. The average diameter of fibers was 834.5 nm. Next, the prepared fibers were examined for extracting PAHs in water. From the study, the best elution solvent was 1 mL of hexane. %Recovery of spiked water with 7 PAHs at 50 $\mu\text{g}/\text{L}$ ranged from 8 to 50.2% with the relative standard deviation (RSD) less than 5%.

Keywords: electrospinning, polyacrylonitrile, polycyclic aromatic hydrocarbon, solid phase extraction

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยการสนับสนุนและความช่วยเหลือของผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พุทธรักษา วรรณสุภากุล อาจารย์ที่ปรึกษา ซึ่งท่านได้ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่าง ๆ อันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำวิจัย อีกทั้งยังช่วยแก้ปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงานอีกด้วย ขอขอบคุณพี่ๆ ทุกคนในห้องปฏิบัติการทางเคมี ห้อง 1205 และ 1207 สำหรับข้อแนะนำและความช่วยเหลือในทุก ๆ ด้านในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณบิดา มารดา น้องชาย และเพื่อนๆ ทุกคน ที่คอยสนับสนุน เข้าใจ ให้ช่วยเหลือ และให้กำลังใจเสมอมา

นางสาวพิมพ์ทิพ ชัยนัตตระกุล



สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ซ
สารบัญรูป.....	ฅ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	2
1.4 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	3
1.4.1 Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs).....	3
1.4.2 พอลิอะครีโลไนไตรล์ (polyacrylonitrile, PAN).....	5
1.4.3 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	6
1.4.3.1 ปัจจัยที่มีผลต่อเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	7
1.4.3.1.1 ความหนืด.....	7
1.4.3.1.2 แรงตึงผิว.....	7
1.4.3.1.3 สภาพการนำไฟฟ้า.....	8
1.4.3.1.4 ศักย์ไฟฟ้า.....	8
1.4.3.1.5 อัตราการไหลของสารละลาย.....	8
1.4.3.1.6 ระยะห่างระหว่างเข็มและวัสดุรองรับ.....	8
1.4.4 การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid phase extraction, SPE).....	8
1.4.4.1 ขั้นตอน SPE.....	9
บทที่ 2 การทดลอง.....	10
2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์.....	10
2.1.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	10
2.2 สารเคมี.....	10
2.2.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	10
2.1.2 การสกัด PAHs ด้วยเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	11
2.3 วิธีการทดลอง.....	11

2.3.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	11
2.3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงด้วย scanning electron microscopy (SEM)	12
2.3.3 การเตรียมสารละลาย.....	12
2.3.3.1 สารละลายมาตรฐานผสม PAHs	12
2.3.4 การสกัด PAHs ด้วยเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	13
2.3.4.1 กระบวนการสกัดด้วยเทคนิค solid phase extraction (SPE).....	13
2.3.4.2 การหา elution solvent ที่เหมาะสม	13
2.3.4.3 การหาปริมาณของ elution solvent ที่เหมาะสม	13
2.3.4.4 recovery ของการสกัด PAHs.....	14
2.3.5 การวิเคราะห์ PAHs ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	14
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง.....	15
3.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	15
3.1.1 ผลของความเข้มข้นของพอลิอะครีโลไนไตรล์	15
3.1.2 ผลของศักย์ไฟฟ้า.....	15
3.1.3 ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ	16
3.1.4 อัตราการไหลของสารละลาย.....	17
3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงด้วย scanning electron microscopy (SEM)	17
3.3 การสกัด PAHs โดยแผ่นเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ ด้วยเทคนิค SPE	18
3.3.1 การวิเคราะห์สารสกัด PAHs โดยแผ่นเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ ด้วยเทคนิค SPE.....	18
3.3.2 ผลของ elution solvent.....	19
3.3.3 ผลของปริมาณของ elution solvent.....	20
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	21
4.1 สรุปผลการทดลอง	21
4.2 ข้อเสนอแนะ.....	21
เอกสารอ้างอิง.....	22
ภาคผนวก	25
ประวัติผู้วิจัย	31

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1.1 PAHs 16 ชนิดการแผ่รังสีตามกำหนดของ EPA	4
ตารางที่ 2.1 สภาวะในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี.....	14
ตารางที่ 3.1 ลักษณะของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ความเข้มข้นของพอลิอะครีโลไนไตรล์ต่างๆ	15
ตารางที่ 3.2 ลักษณะของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่างๆ.....	16
ตารางที่ 3.3 ลักษณะของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ระยะห่างของเข็มและตัวรองรับต่างๆ	16
ตารางที่ 3.4 ลักษณะของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่อัตราการไหลของสารละลายต่างๆ.....	17
ตารางที่ 3.5 Retention time ของ PAHs	18
ตารางที่ A-1 สมการและค่า R ² ของกราฟมาตรฐานสำหรับ PAHs.....	26
ตารางที่ A-2 %recovery และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วย elution solvent ที่แตกต่างกัน.....	29
ตารางที่ A-3 %recovery และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่ถูกชะด้วยปริมาตรของ hexane ที่แตกต่างกัน	30



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1.1 สูตรโครงสร้างของพอลิอะคริโลไนไตรล์.....	5
รูปที่ 1.2 ส่วนประกอบของระบบอิเล็กโทรสปินนิง.....	6
รูปที่ 1.3 การติดตั้งระบบอิเล็กโทรสปินนิง : a) แนวนอน และ b) แนวตั้ง.....	7
รูปที่ 1.4 ขั้นตอนการสกัดด้วยเทคนิค SPE.....	9
รูปที่ 2.1 การตั้งอุปกรณ์การเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	11
รูปที่ 2.2 แผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ตัดเป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร.....	12
รูปที่ 2.3 SPE manifold (SPE-24G column processors, J.T. Baker, USA).....	13
รูปที่ 3.1 ภาพ SEM ของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	17
รูปที่ 3.2 โคโรมาโทแกรมที่วิเคราะห์ด้วย GC ของการสกัด PAHs โดยแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วย เทคนิค SPE	18
รูปที่ 3.3 ผลของ elution solvent สำหรับการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร	19
รูปที่ 3.4 ผลของปริมาตรของ hexane สำหรับการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร	20
รูปที่ A-1 กราฟมาตรฐานของ PAHs.....	27

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พอลิไซคลิกแอโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ประกอบด้วยวงเบนซินติดกันตั้งแต่ 2 วงขึ้นไป และมีเฉพาะไฮโดรเจนและคาร์บอนเป็นองค์ประกอบเท่านั้น PAHs เกิดจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ของไฮโดรคาร์บอน และปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อมระหว่างการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงฟอสซิล การกลั่นน้ำมัน และโรงงานอุตสาหกรรม สารประกอบประเภทนี้เป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมและอันตรายต่อสุขภาพ ก่อให้เกิดมะเร็งและการกลายพันธุ์ ดังนั้น จึงมีการตรวจวัดปริมาณ PAHs ในสิ่งแวดล้อมเพื่อควบคุมและเฝ้าระวัง แต่ปริมาณ PAHs ในสิ่งแวดล้อมมีอยู่น้อยและบางครั้งมีเมทริกซ์ที่ซับซ้อน ทำให้ต้องมีการเตรียมตัวอย่างเพื่อกำจัดสิ่งรบกวน (sample clean-up) และเพิ่มความเข้มข้นของสาร (preconcentration) เพื่อเพิ่มความจำเพาะ (selectivity) และความไว (sensitivity) ของการวิเคราะห์ [1-5]

การตรวจวัดปริมาณ PAHs นิยมใช้เทคนิคการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid phase extraction, SPE) ควบคู่กับเทคนิคโครมาโทกราฟี เนื่องจากเทคนิค SPE เป็นเทคนิคการเตรียมตัวอย่างที่ง่าย สามารถกำจัดสิ่งรบกวนและเพิ่มความเข้มข้นของสารที่สนใจได้ในเทคนิคเดียว นอกจากนี้เทคนิค SPE มีข้อดี คือ มี recovery สูง ใช้เวลาในการสกัดน้อย ใช้ปริมาณตัวทำละลายต่ำ และง่ายต่อการนำไปใช้ในระบบอัตโนมัติ [6-11]

ตัวดูดซับใน SPE แบ่งตามวัสดุที่ใช้ได้ 3 ประเภท ได้แก่ carbon-based sorbent, inorganic-based sorbent และ polymer-based sorbent [11] โดยตัวดูดซับประเภทพอลิเมอร์มักใช้ในรูปแบบของเส้นใย มีงานวิจัยจำนวนมากศึกษาการใช้ตัวดูดซับประเภท polymer nanofiber-based sorbent โดยเตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning) เนื่องจากได้เส้นใยที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวมาก [12]

เทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning technique) สามารถเตรียมเส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กตั้งแต่ระดับนาโนเมตรถึงไมโครเมตร โดยอาศัยแรงทางไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้าสูง ส่งผลให้สารละลายพอลิเมอร์ที่ปลายเข็มยืดออกเป็นรูปร่างทรงกรวยเรียกว่า กรวยของเทเลอร์ (Taylor's cone) เมื่อสนามไฟฟ้าที่มีค่ามากถึงค่าวิกฤต ซึ่งมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายพอลิเมอร์ จะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายพอลิเมอร์ที่มีประจุนี้พุ่งออกมาเป็นสายตกลงสู่แผ่นรองรับที่มีประจุตรงกันข้าม และในระหว่างการเคลื่อนที่ลงสู่แผ่นรองรับจะเกิดการระเหยของตัวทำละลายทำให้ได้เป็นเส้นใยขนาดเล็ก [11,13-14] วิธีนี้ทำได้ง่ายและราคาไม่แพง

จากงานวิจัยที่ผ่านมา มีการใช้พอลิอะคริโลไนไตรล์ (polyacrylonitrile, PAN) เป็นตัวดูดซับสำหรับ SPE เนื่องจากพอลิอะคริโลไนไตรล์มีสมบัติทนความร้อน และปฏิกิริยาทางเคมี สามารถจับกับสารที่จะวิเคราะห์ได้หลากหลาย นอกจากนี้หมู่ไซยาโนของ PAN สามารถเกิด π - π interactions กับสารประกอบแอโรมาติก และแรงดึงดูดระหว่างขั้ว (dipole-dipole interactions) ระหว่างสารที่มีขั้ว ทำให้ PAN เป็นตัวเลือกหนึ่งของพอลิเมอร์ที่มีขั้วน้อย [15]

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงสนใจเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อใช้เป็นตัวดูดซับในเทคนิค SPE สำหรับการสกัด PAHs ในน้ำ และนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี โดยทำการศึกษาสมบัติเชิงกลต่างๆ ของเส้นใยที่เตรียมได้ผ่านเทคนิค scanning electron microscope (SEM) และศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัดของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์

1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย

1.2.1 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับใน SPE สำหรับการสกัด PAHs
2. ทดสอบประสิทธิภาพของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ในการใช้เป็นตัวดูดซับใน SPE สำหรับการสกัด PAHs

1.2.2 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง
2. ศึกษาการสกัด PAHs ในน้ำ 7 ชนิด ได้แก่ naphthalene, acenaphthene, fluorene, phenanthrene, anthracene, fluoranthene, pyrene ด้วยเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบัน การเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่าย ราคาไม่แพง นอกจากนี้เส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตร มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง มีรูขนาดเล็ก มีความพรุนมาก มีค่าแรงต้านทานแรงดึงตามยาวสูง และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้หลายด้าน เช่น ใช้ในด้านอิเล็กทรอนิกส์ ด้านเกษตรกรรม ด้านอุตสาหกรรมสิ่งทอ ใช้เป็นระบบนำส่งยาทางด้านเภสัชกรรม ใช้ผลิตวัสดุทางการแพทย์ วัสดุสำหรับกรองสาร และอื่นๆ จึงทำให้มีการนำพอลิเมอร์ต่างๆ มากมายมาศึกษา เช่น ไนลอน [16,17], พอลิสไตรีน (polystyrene, PS) [18], พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene Terephthalate, PET) [19,20] และ พอลิอะคริโลไนไตรล์ [21,22,23]

มีงานวิจัยจำนวนมากที่นำเอาเส้นใยพอลิเมอร์ที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงมาใช้เป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid phase extraction, SPE)

Xu., Q. และคณะ ใช้เส้นใยไนลอน 6 ที่เตรียมด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นตัวดูดซับใน SPE สำหรับการสกัด estrogens ในน้ำตัวอย่าง พบว่า เส้นใยไนลอน 6 ที่เตรียมได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง เป็นตัวดูดซับสำหรับการสกัด estrogens ที่ให้ recovery, sensitivity และ repeatability ดี [24]

Sereshti, H. และคณะ ใช้เส้นใย polyethylene terephthalate (PET) ที่เตรียมได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง และนำมาใช้เป็นตัวดูดซับใน micro-SPE สำหรับการสกัด chromium(VI) ในน้ำตัวอย่างจากธรรมชาติ พบว่า วิธีนี้เป็นวิธีใหม่สำหรับการสกัด chromium(VI) ที่ให้ relative recoveries ที่ยอมรับได้ในช่วง 96.9–99.1%. ใช้ปริมาตรสารตัวอย่างและตัวทำละลายที่ใช้จะน้อย และมีค่า LOD ต่ำ [25]

Maddah, B. และคณะ ทำการเตรียม carbon nanofibers จากเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง จากนั้นผ่านกระบวนการ stabilization, carbonization และ graphitization เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับใน SPE สำหรับการสกัด organophosphorus pesticides ที่มีปริมาณน้อยในน้ำตัวอย่าง พบว่า เป็นวิธีที่สามารถทำได้ง่าย สะดวก และปลอดภัย และให้ผลที่มีความแม่นยำสูง [26]

Moghim, A. และคณะ ใช้เส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ถูกดัดแปลงด้วย ethanolamine ที่เตรียมได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นตัวดูดซับใน SPE สำหรับการสกัด Phenolic ในน้ำ พบว่า ให้ผลดีกว่าการสกัดด้วยของเหลว (liquid-liquid extraction, LLE) และสามารถให้หาปริมาณ Phenolic antioxidants ในตัวอย่างอาหารที่เป็นน้ำได้ โดยให้ recovery และมีความแม่นยำสูง [27]

Asiabi, M. และคณะ ทำการเตรียมเส้นใย methyl-modified metal-organic framework-5/polyacrylonitrile composite (CH₃MOF-5/PAN) ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงและใช้เป็นตัวดูดซับใน SPE สำหรับการสกัด estrogenic drugs 2 ชนิด (levonorgestrel และ megestrol acetate) ใน urine samples พบว่า วิธีนี้มีความสามารถในการวิเคราะห์หาปริมาณยาใน urine samples ได้ดี %recovery ที่ได้อยู่ในช่วง 82.8-94.8% และ LOD มีค่า 0.02 µg/L [28]

จากงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า เส้นใยพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงมีประสิทธิภาพสูงในการเป็นตัวดูดซับใน SPE ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเพื่อใช้เป็นตัวดูดซับในเทคนิค SPE สำหรับการสกัด PAHs ในน้ำ

1.4 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.4.1 Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)

Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ประกอบด้วยวงเบนซีนติดกันตั้งแต่ 2 วงขึ้นไป และมีเฉพาะไฮโดรเจนและคาร์บอนเป็นองค์ประกอบเท่านั้น PAHs เกิดจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์ของไฮโดรคาร์บอน และปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อมระหว่างการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงฟอสซิล การกลั่นน้ำมัน และโรงงานอุตสาหกรรม สารประกอบประเภทนี้เป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมและมีอันตรายต่อสุขภาพ ก่อให้เกิดมะเร็งและการกลายพันธุ์

PAHs ส่วนใหญ่ไม่ละลายน้ำ มีค่า log K_{ow} ระหว่าง 3-7 จุดเดือดอยู่ระหว่าง 150-525 องศาเซลเซียส และจุดหลอมเหลวอยู่ระหว่าง 101-438 องศาเซลเซียส

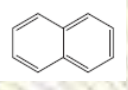
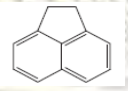
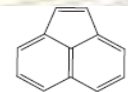
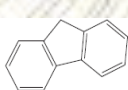
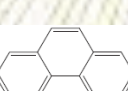
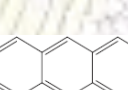
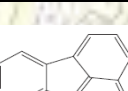
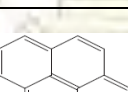
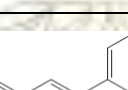
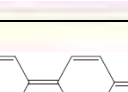
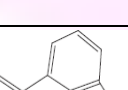
PAHs แต่ละชนิดมีความเป็นพิษ (Toxicity) แตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุลและโครงสร้างของสาร ซึ่งทางสำนักงานปกป้องสิ่งแวดล้อมของประเทศสหรัฐอเมริกา (Environmental Protection Agency, EPA) ได้กำหนดให้มีการเฝ้าระวังสาร PAHs 16 ชนิด แสดงดังตารางที่ 1.1

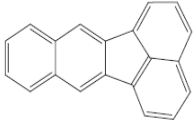
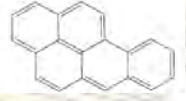

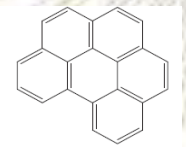

*K_{ow} คือ ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัวของสารในชั้นน้ำและชั้นออกทานอล (n-octanol/water partition coefficient) เป็นค่าสัมประสิทธิ์ที่ใช้วัดความไม่ชอบน้ำ (hydrophobicity) ของสารเคมี ซึ่งเป็นค่าคงตัวของสารเคมีแต่ละชนิด การทดลองหาค่า K_{ow} ทำโดยวัดความเข้มข้นของสารเคมีในน้ำ และ n-octanol ที่บรรจุใน flask ซึ่งเขย่าจนถึงจุดสมดุล (equilibrium) คำนวณได้จากสมการ

$$K_{ow} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารเคมีในน้ำ}}{\text{ความเข้มข้นของสารเคมีใน n-octanol}}$$

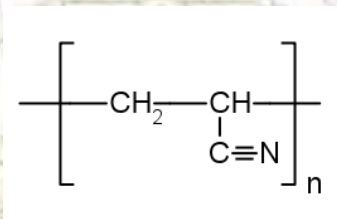
จากการศึกษาพบว่า K_{ow} ของสารเคมี มีค่าตั้งแต่ 0.001 ถึง 100,000,000 ดังนั้นจึงนิยมนิยามรายงานค่า K_{ow} ในรูปของ log K_{ow} สารเคมีที่ไม่ชอบน้ำมากจะมีค่า log K_{ow} สูง

ตารางที่ 1.1 PAHs 16 ชนิดการเฝ้าระวังตามกำหนดของ EPA

สาร	โครงสร้าง	สูตรโมเลกุล	มวลโมเลกุล	Log K _{ow} *
Naphthalene (Na)		C ₁₀ H ₈	128	3.4
Acenaphthene (Ac)		C ₁₂ H ₈	152	4.1
Acenaphthylene (Ap)		C ₁₂ H ₁₀	154	3.9
Fluorene (F)		C ₁₃ H ₁₀	166	4.2
Phenanthrene (Pa)		C ₁₃ H ₁₀	178	4.45
Anthracene (A)		C ₁₄ H ₁₀	178	4.46
Fluoranthene (Fl)		C ₁₆ H ₁₀	202	5.33
Pyrene (P)		C ₁₆ H ₁₀	202	5.32
Benz[a]anthracene (BaA)		C ₁₈ H ₁₂	228	5.6
Chrysene (Ch)		C ₁₈ H ₁₂	228	5.61
Benzo[b]fluoranthene (BbF)		C ₂₀ H ₁₂	252	6.1

สาร	โครงสร้าง	สูตรโมเลกุล	มวลโมเลกุล	Log K _{ow} *
Benzo[k]fluoranthene (BkF)		C ₂₀ H ₁₂	252	6.8
Benzo[a]pyrene (BaP)		C ₂₀ H ₁₂	252	6.04
Dibenz[a,h]anthracene (DBaH)		C ₂₀ H ₁₄	278	6.5
Benzo[g,h,i]perylene (BghiP)		C ₂₂ H ₁₂	276	7.1
Indeno[1,2,3-cd]pirene (IP)		C ₂₂ H ₁₂	276	6.6

1.4.2 พอลิอะคริโลไนไตรล์ (polyacrylonitrile, PAN)



รูปที่ 1.1 สูตรโครงสร้างของพอลิอะคริโลไนไตรล์

พอลิอะคริโลไนไตรล์ มีชื่อ IUPAC คือ poly(1-acrylonitrile) และสูตรโมเลกุล คือ (C₃H₃N)_n เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นเป็นครั้งแรกในปี พ.ศ. 2473 โดย Dr. Hans Fikentscher และ Dr. Claus Heuck ในงาน Ludwigshafen ของ IG Farben แต่พอลิอะคริโลไนไตรล์ไม่สามารถนำไปใช้ได้ เนื่องจากไม่สามารถละลายในตัวทำละลายทั่วไปได้ จึงทำให้พอลิอะคริโลไนไตรล์ถูกละเลยและงานวิจัยถูกยกเลิกไป จนกระทั่งเมื่อปี พ.ศ. 2474 Dr. Herbert Rein (พ.ศ. 2442-2498) นักเคมีผู้รับผิดชอบด้านเคมีเส้นใยพอลิเมอร์ที่โรงงาน Bitterfeld ของ IG Farben ได้รับตัวอย่างของพอลิอะคริโลไนไตรล์ในขณะที่ไปเยี่ยมชมงาน Ludwigshafen เขาพบว่า พอลิอะคริโลไนไตรล์สามารถละลายได้ใน pyridinium benzylchloride ในปี 2485 เขาได้ค้นพบตัวทำละลายที่ดียิ่งขึ้นสำหรับพอลิอะคริโลไนไตรล์ นั่นคือ dimethylformamide (DMF) และพัฒนากระบวนการในการนำพอลิอะคริโลไนไตรล์ไปผลิตเส้นใยและฟิล์ม และด้วยคุณสมบัติต่างๆ ของพอลิอะคริโลไนไตรล์ เช่น ความหนาแน่น 1.184 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลว 317 องศาเซลเซียส พอลิอะคริโลไนไตรล์จึงถูกนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์หลากหลายชนิด

เช่น ultra filtration membranes, hollow fiber สำหรับ reverse osmosis, เส้นใยสำหรับสิ่งทอ และ เส้นใย oxidized PAN

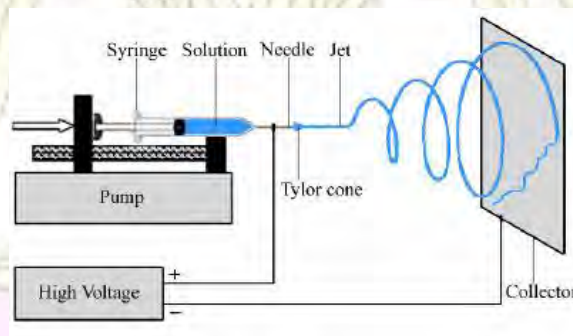
เส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์เป็นสารเคมีตั้งต้นสำหรับเส้นใยคาร์บอนคุณภาพสูง พอลิอะคริโลไนไตรล์ถูกออกซิไดส์ด้วยความร้อนในอากาศเป็นครั้งแรกที่อุณหภูมิ 230 องศาเซลเซียสเพื่อสร้างเส้นใย oxidized PAN และ carbonized ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1,000 องศาเซลเซียสในบรรยากาศเฉื่อยเพื่อสร้างเส้นใยคาร์บอนที่นำไปใช้ประโยชน์แบบทั่วไปในชีวิตประจำวันและแบบทันสมัย เช่น แท่งตกปลา ไม้เทนนิส ไม้เบดมินตัน จักรยานแบบทันสมัย หลอดความดัน ซีปนาวูร เครื่องบินพลเรือน เครื่องบินทหาร

นอกจากนี้พอลิอะคริโลไนไตรล์ มีสมบัติทนความร้อน และปฏิกิริยาทางเคมี มีความแข็งแรงและความยืดหยุ่นสูง และมีความหนาแน่นต่ำ จึงได้มีการนำพอลิอะคริโลไนไตรล์ไปใช้ในการแยกและดูดซับไอออนของโลหะและสารต่างๆ เช่น Phenolic [26], Copper(II) [29], cadmium(II) [30], mercury(II) [31], lead(II) [32] และ Dye[33]

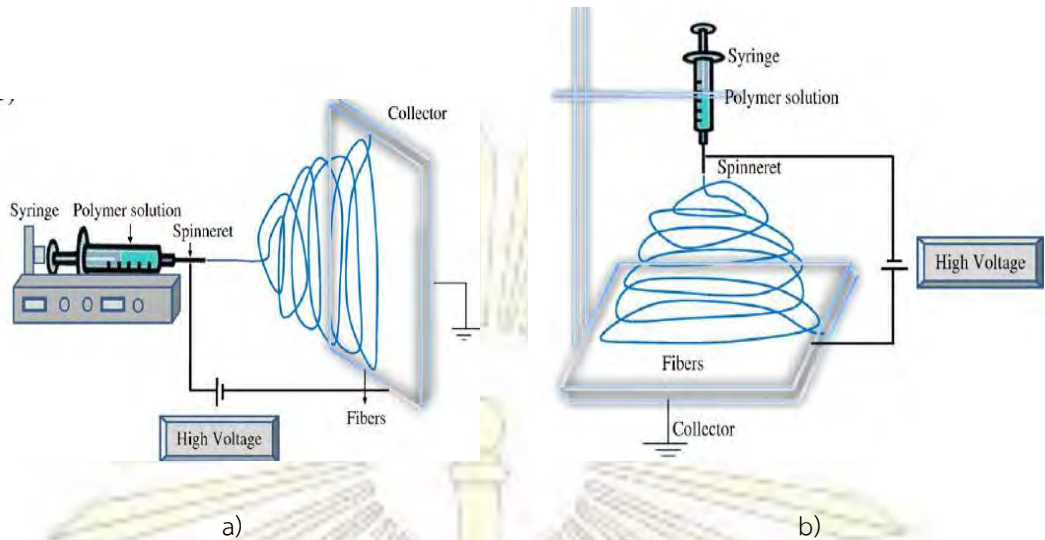
1.4.3 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

นาโนไฟเบอร์ (nanofibers) เป็นเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตร มีคุณสมบัติที่โดดเด่นคือมีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง มีรูขนาดเล็ก มีความพรุนมาก มีค่าแรงต้านทานแรงดึงตามยาวสูง ทำให้มีการนำ Nanofiber ไปประยุกต์ใช้มากมาย เช่น ใช้ผลิตวัสดุทางการแพทย์ วัสดุสำหรับกรองสาร วัสดุด้านอิเล็กทรอนิกส์ และวัสดุเสริมความแข็งแรง นอกจากนี้ยังใช้ในเกษตรกรรม อุตสาหกรรมสิ่งทอ และเภสัชกรรม เป็นต้น การผลิต Nanofiber สามารถทำได้หลายวิธี เช่น drawing, template synthesis, phase separation, self-assembly และ electrospinning

เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง เป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและไม่แพงสำหรับการผลิตเส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก ตั้งแต่ระดับไมโครเมตรถึงนาโนเมตร โดยอาศัยแรงทางไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้าสูง ระบบ electrospinning ประกอบด้วยส่วนประกอบสำคัญ 3 ส่วน คือ แหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง (high voltage DC supply) หลอดบรรจุสารละลายที่ติดเข็มโลหะ (syringe with metal needle) และตัวรองรับ (collector) ระบบ electrospinning สามารถติดตั้งอุปกรณ์ได้ 2 แบบ คือ แนวนอน และ แนวตั้ง



รูปที่ 1.2 ส่วนประกอบของระบบอิเล็กโทรสปินนิง



รูปที่ 1.3 การติดตั้งระบบอิเล็กโทรสปินนิง : a) แนวนอน และ b) แนวตั้ง

ในระบบอิเล็กโทรสปินนิง แหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงจะเชื่อมต่อระหว่างขั้วแอโนด ซึ่งต่อกับเข็มโลหะที่ต่อกับหลอดบรรจุสารละลาย และขั้วแคโทดซึ่งต่อกับตัวรองรับ ในขั้นแรกก่อนให้ศักย์ไฟฟ้ากับระบบ สารละลายพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ที่หลอมเหลวผ่านเข็มโลหะที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก มีเฉพาะแรงตึงผิวที่บริเวณปลายเข็มโลหะ เกิดเป็นหยดสารละลายรูปทรงกลมที่ปลายเข็มโลหะ เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้ากับสารละลายพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ที่หลอมเหลวที่ขั้วแอโนด ส่งผลให้สารละลายที่ปลายเข็มยืดออกเป็นรูปร่างทรงกรวยที่เรียกว่า กรวยของเทเลอร์ (Taylor's cone) เมื่อสนามไฟฟ้าที่มีค่ามากถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่ง ซึ่งมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายพอลิเมอร์ จะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายที่มีประจุนี้พุ่งออกมาเป็นสายตกลงสู่แผ่นรองรับที่มีประจุตรงกันข้าม และในระหว่างการเคลื่อนที่เข้าสู่แผ่นรองรับจะเกิดการระเหยของตัวทำละลายทำให้ได้เป็นเส้นใยขนาดเล็ก

1.4.3.1 ปัจจัยที่มีผลต่อเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

ลักษณะและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ถูกควบคุมโดยปัจจัยหลายปัจจัย

1.4.3.1.1 ความหนืด

ที่ความหนืดต่ำ การสร้างเส้นใยจะเกิดขึ้นอย่างไม่ต่อเนื่อง ส่วนที่ความหนืดสูง การสร้างเส้นใยที่ต่อเนื่องจะถูกยับยั้ง เนื่องจากการพุ่งออกของสารละลายเกิดขึ้นได้ยาก จึงไม่สามารถรักษาการไหลของสารละลายที่ปลายเข็มโลหะได้ เกิดการแห้งตัวอย่างรวดเร็วที่ปลายเข็มโลหะ

1.4.3.1.2 แรงตึงผิว

แรงตึงผิวมีบทบาทสำคัญในกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิง การสร้างเม็ด ปม และเส้นใยขึ้นอยู่กับแรงตึงผิวของสารละลาย ตัวทำละลายที่แตกต่างกันอาจทำให้เกิดแรงตึงผิวที่แตกต่างกัน การลดแรงตึงผิวของสารละลายเส้นใยที่ได้จะเกิดปมน้อยลงและช่วยให้กระบวนการ electrospinning เกิดขึ้นที่สนามไฟฟ้าต่ำ ในขณะที่เมื่อแรงตึงผิวของสารละลายสูง จะยับยั้งกระบวนการ electrospinning เพราะสารละลายที่พุ่งออกจากเข็มไม่เสถียรและเกิดเป็นหยดสเปร์รี่

1.4.3.1.3 สภาพการนำไฟฟ้า

สภาพการนำไฟฟ้าของสารละลายส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับชนิดของพอลิเมอร์ ตัวทำละลายที่ใช้ และการเติมเกลือ เช่น NaCl และ KH_2PO_4 ถ้าสภาพการนำไฟฟ้าของสารละลายเพิ่มขึ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ได้จะลดลง ในขณะที่สภาพการนำไฟฟ้าต่ำ จะส่งผลให้การยึดตัวของเจลที่ใช้แรงไฟฟ้าไม่เพียงพอที่จะสร้างเส้นใยสม่ำเสมอ

1.4.3.1.4 ศักย์ไฟฟ้า

ศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับระบบจะทำให้สารละลายมีประจุล้อมรอบที่ผิวของสารละลาย เมื่อแรงทางไฟฟ้ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลาย เกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายที่มีประจุนี้พุ่งออกมาเป็นสายตกลงสู่ตัวรองรับที่มีประจุตรงกันข้าม ที่ศักย์ไฟฟ้าต่ำ สารละลายจะเกิดการสะสมเป็นหยดที่ปลายเข็มและไปตกที่ตัวรองรับ และเมื่อศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น ทำให้เกิดประจุไฟฟ้าที่ผิวของสารละลายมากขึ้น นั่นคือ มีเวลาให้ตัวทำละลายระเหยออกไปน้อยลง เส้นใยจึงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงและเกิดปมมากขึ้น

1.4.3.1.5 อัตราการไหลของสารละลาย

ถ้าอัตราการไหลของสารละลายน้อย จะมีเวลาเพียงพอให้ตัวทำละลายระเหย ส่วนอัตราการไหลของสารละลายมาก จะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น และเกิดเป็นปม เนื่องจากตัวทำละลายระเหยออกไปไม่ทัน

1.4.3.1.6 ระยะห่างระหว่างเข็มและวัสดุรองรับ

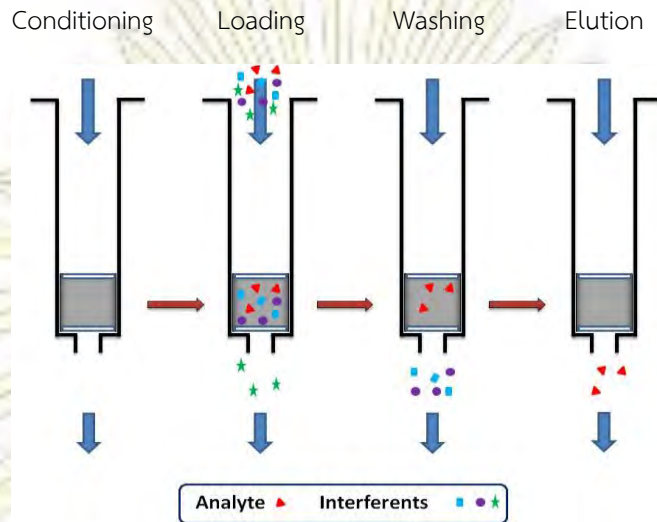
ระยะห่างระหว่างเข็มและวัสดุรองรับที่น้อยที่สุดเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อให้เส้นใยมีเวลาเพียงพอให้ตัวทำละลายระเหยออกไปก่อนถึงวัสดุรองรับ ที่ระยะห่างระหว่างเข็มและวัสดุรองรับมากไปและน้อยไป เส้นใยที่ได้จะเกิดปม

1.4.4 การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid phase extraction, SPE)

การสกัดด้วยวัฏภาคของแข็ง (solid phase extraction, SPE) เป็นเทคนิคการเตรียมตัวอย่างที่เป็นที่นิยมและทำได้ง่ายสำหรับการกำจัดสิ่งแปลกปลอม สกัด และเพิ่มความเข้มข้นของสารที่สนใจปริมาณน้อยจากตัวอย่างทางสิ่งแวดล้อม ตัวอย่างทางคลินิก ตัวอย่างทางชีววิทยา และตัวอย่างอาหารและเครื่องดื่ม เทคนิค SPE มีข้อดี คือ มี recovery สูง ใช้เวลาในการสกัดน้อย ใช้ปริมาณตัวทำละลายต่ำ และง่ายต่อการนำไปใช้ในระบบอัตโนมัติ

1.4.4.1 ขั้นตอน SPE

ขั้นตอน SPE เป็นขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างซึ่งอยู่ในสารละลาย ให้ไม่มีสิ่งแปลกปลอม และมีความเข้มข้นเพียงพอในการตรวจวัด มีทั้งหมด 4 ขั้นตอน



รูปที่ 1.4 ขั้นตอนการสกัดด้วยเทคนิค SPE

A : Conditioning step

เป็นขั้นตอนการเตรียม SPE tube packing เพื่อให้พร้อมสำหรับรองรับสารตัวอย่าง และชะเอาสิ่งแปลกปลอมที่ดูดซับอยู่บนผิวของตัวดูดซับออก

B : Loading step

เติมตัวอย่างลงใน SPE tube packing

C : Washing step

ถ้าสารที่สนใจยังถูกดูดซับอยู่ในตัวดูดซับ ชะเอาสิ่งแปลกปลอมแปลกออกทำให้สารที่สนใจมีความบริสุทธิ์

D : Elution step

สารที่สนใจที่ถูกดูดซับอยู่จะถูกชะออกจากตัวดูดซับ ด้วย eluting solvent ปริมาณน้อย

บทที่ 2 การทดลอง

2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์

2.1.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

1. เครื่องชั่งดิจิตอล
2. Stirrer Hotplate
4. เครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง (Power supply series 230, BERTAN, Hicksville, New York, USA)
5. Syringe pump (Prosense B.V., NE-2100, USA)
6. Beaker
7. Magnetic bar
8. Spatula
9. Stirring rod
10. Watch glass
11. Micropipette
12. Plastic Syringe
13. Needle

2.1.2 การสกัด PAHs ด้วยเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

1. เครื่อง Gas Chromatography
2. SPE manifold (SPE-24G column processors, J.T. Baker, USA)
3. Vacuum/Pressure pump
4. Adapter
5. Nitrogen evaporator
6. Volumetric flask
7. Plastic Syringe
8. Vial
9. Dropper
10. Duran bottle
11. Micropipette
12. Beaker

2.2 สารเคมี

2.2.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

1. Polyacrylonitrile (PAN) (Aldrich, USA)
2. Dimethylformamide (DMF) (Merck, Germany)

2.1.2 การสกัด PAHs ด้วยเส้นใยพอลิอะคริไลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

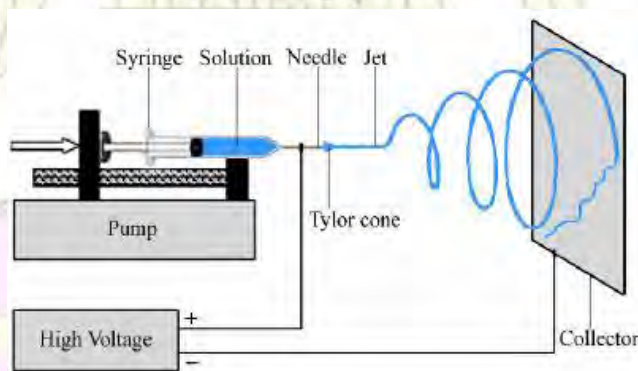
1. Polycyclic aromatic hydrocarbon (PAHs)
 - Naphthalene
 - Fluorene
 - Anthracene
 - Pyrene
 - Acenaphthene
 - Phenaphthene
 - Fluoranthene
2. Methanol (Merck, Germany)
3. Ultrapure water (Milli-Q, Millipore, Germany)
4. Cyclohexane (Carlo Erba, France)
5. Acetone (Merck, Germany)
6. Hexane (Merck, Germany)
7. Acetonitrile (Merck, Germany)

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะคริไลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

เตรียมสารละลายพอลิอะคริไลไนไตรล์สำหรับการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง โดยชั่งพอลิอะคริไลไนไตรล์ในปิ๊กเกอร์ แล้วเติมไดเมทิลฟอร์มาไมด์ 5 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนและคนตลอดเวลาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ดังรูปที่ 2.1 โดยส่วนประกอบสำคัญ 3 ส่วน คือ แหล่งกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง (High voltage DC supply) หลอดบรรจุสารละลายที่ติดเข็มโลหะ (Syringe with metal needle) และตัวรองรับ (Collector)



รูปที่ 2.1 การตั้งอุปกรณ์การเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

สารละลายพอลิอะคริไลไนไตรล์ถูกบรรจุลงในหลอดฉีดยาพลาสติกขนาด 3 มิลลิลิตร ที่ติดเข็มโลหะ ขนาด 20G และถูกเชื่อมกับขั้วแอโนดของเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง ส่วนขั้วแคโทดจะเชื่อมกับตัวรองรับซึ่งใช้แผ่นทองแดงที่ถูกหุ้มด้วยลুমินีนิมฟอยล์ โดยสภาวะในการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง แสดงดังตารางที่ 2.1 จากนั้นแผ่นเส้นใยพอลิอะคริไลไนไตรล์ที่ได้จะถูกตัดเป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 2.2

ตารางที่ 2.1 สภาวะในการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

ความเข้มข้นของพอลิอะครีโลไนไตรล์	10 %w/v
ปริมาตรสารละลายพอลิอะครีโลไนไตรล์	3 มิลลิลิตร
อัตราการไหลของสารละลาย	8 ไมโครลิตรต่อนาที
ศักย์ไฟฟ้า	22 กิโลวัตต์
ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ	10 เซนติเมตร



รูปที่ 2.2 แผ่นเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ตัดเป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร

ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ได้แก่ ความเข้มข้นของพอลิอะครีโลไนไตรล์ (5, 7, 10 %w/v) ศักย์ไฟฟ้า (19-23 กิโลวัตต์) ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ (8, 10, 12 เซนติเมตร) และ อัตราการไหลของสารละลายพอลิอะครีโลไนไตรล์ (6, 8, 10 ไมโครลิตรต่อนาที)

2.3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงด้วย scanning electron microscopy (SEM)

พิสูจน์เอกลักษณ์และลักษณะของเส้นใยพอลิอะครีโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิค electrospinning ด้วยเทคนิค scanning electron microscopy (SEM, FESEM รุ่น JSM 7610 F) และวัดขนาดของเส้นใยที่เตรียมได้จากภาพ SEM ด้วยโปรแกรม Image J ของ The National Institute of Health (NIH), USA โดยรายงานขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยจากค่าเฉลี่ยของเส้นใยจำนวน 20 ค่า

2.3.3 การเตรียมสารละลาย

2.3.3.1 สารละลายมาตรฐานผสม PAHs

PAHs 7 ตัวที่ศึกษาในโครงการนี้ประกอบด้วย Naphthalene, Fluorene, Anthracene, Pyrene, Acenaphthene, Phenaphthene และ Fluoranthene

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสม PAHs ใน cyclohexane ที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน โดยเจือจางสารละลายมาตรฐานผสม PAHs ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ใน cyclohexane

2.3.3.2 spiked water

เตรียมน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร สำหรับการทดสอบประสิทธิภาพแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ในการสกัดด้วยเทคนิค SPE โดยปีเปตสารละลายมาตรฐานผสม PAHs ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ใน cyclohexane ปริมาตร 12.5 ไมโครลิตร ในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำ Milli-Q

2.3.4 การสกัด PAHs ด้วยเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

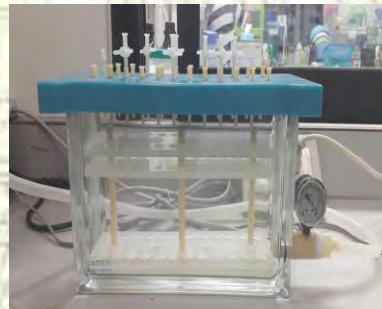
2.3.4.1 กระบวนการสกัดด้วยเทคนิค solid phase extraction (SPE)

นำแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตรใส่ใน filter holder ดังรูปที่ 2.3 (a) และปรับสภาพโดยการล้างด้วยเมทานอล 5 มิลลิลิตร และตามด้วยน้ำ Milli-Q 5 มิลลิลิตร โดยใช้ SPE manifold (SPE-24G column processors, J.T. Baker, USA) ในการควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย

ในการสกัดด้วย SPE ใช้น้ำ Milli-Q ที่มีการเติม 7 PAHs 25 มิลลิลิตรด้วยอัตราการไหล 1.25 มิลลิลิตรต่อนาที เมื่อผ่านสารตัวอย่างหมดแล้ว ทำตัวดูดซับให้แห้งโดยการผ่านแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 30 นาที ก่อนนำไปชะตัวดูดซับด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม (elution solvent) นำสารสกัดที่ได้ไประเหยแห้งด้วยแก๊สไนโตรเจนและปรับปริมาตรให้เป็น 0.2 มิลลิลิตรด้วย cyclohexane เพื่อนำไปวิเคราะห์ PAHs ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีต่อไป



(a) filter holder



(b) SPE manifold

รูปที่ 2.3 SPE manifold (SPE-24G column processors, J.T. Baker, USA)

2.3.4.2 การหา elution solvent ที่เหมาะสม

Elution solvent ที่ศึกษา ได้แก่ hexane, cyclohexane, acetone, acetonitrile และ methanol โดยทำการสกัดตามกระบวนการในข้อ 2.3.4.1 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้พีคของ PAHs ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC เพื่อหาชนิดของ elution solvent ที่เหมาะสม

2.3.4.3 การหาปริมาตรของ elution solvent ที่เหมาะสม

ใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมจากข้อ 2.3.4.2 ในการศึกษาปริมาตรของ elution solvent ได้แก่ 0.5, 1 และ 1.5 มิลลิลิตร โดยทำการสกัดตามกระบวนการในข้อ 2.3.4.1 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้พีคของ PAHs ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC เพื่อหาปริมาตรของ elution solvent ที่เหมาะสม

2.3.4.4 recovery ของการสกัด PAHs

Spike น้ำบริสุทธิ์ Milli-Q ด้วยสารละลาย mix PAHs ให้มีความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร และทำการสกัดด้วยกระบวนการในข้อ 2.3.4.1 โดยใช้ชนิดและปริมาตรของ elution solvent ที่เหมาะสมจากข้อ 2.3.4.2 – 2.3.4.3 สำหรับสกัด PAHs ด้วยแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้

recovery ของการสกัด คำนวณได้ดังนี้

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{ความเข้มข้นของ PAHs ที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ความเข้มข้นของ PAHs ที่ spiked}} \times 100\%$$

$$\text{ความเข้มข้นของ PAHs ที่วิเคราะห์ได้ (ไมโครกรัมต่อลิตร)} = \frac{C_1 V_1}{V_2} \times 1000$$

โดย C_1 = ความเข้มข้นของ PAHs จากกราฟมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร)

V_1 = ปริมาตรสุดท้ายของสารสกัด (มิลลิลิตร) = 0.2 มิลลิลิตร

V_2 = ปริมาตรของสารตัวอย่าง (มิลลิลิตร) = 25 มิลลิลิตร

2.3.5 การวิเคราะห์ PAHs ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

วิเคราะห์ปริมาณ PAHs ที่ทำการสกัดด้วยเทคนิค SPE ด้วยเครื่อง GC-FID (Agilent, GC 7890B, USA) โดยมีสถานะในการวิเคราะห์ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สถานะในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

	สถานะ
Column	HP-5MS, 30 m. x 320 μm . x 0.25 μm .
Oven temperature	60°C (5 นาที) เพิ่มไปถึง 250°C ด้วยอัตรา 20°C/นาที (5 นาที)
Injector	Splitless, 2.5 นาที, 200°C
Injection volume	0.5 μL
Detector	FID, 280°C
Carrier gas	Helium, 40 cm/sec

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 การเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

3.1.1 ผลของความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์

ลักษณะของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ใช้พอลิอะคริโลไนไตรล์ความเข้มข้น 5, 7 และ 10 %w/v ปริมาตร 2.50 มิลลิลิตร โดยควบคุมปัจจัยอื่นๆ ให้คงที่ ได้แก่ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงตัวรองรับ 10 เซนติเมตร ศักย์ไฟฟ้า 23 กิโลวัตต์ อัตราการไหลของสารละลาย 8.00 ไมโครลิตรต่อนาที แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ลักษณะของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์ต่างๆ

ความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์ (%w/v)	ลักษณะของเส้นใย
5	เกิดเป็นหยดเล็กๆ คล้ายสเปรย์กระจายตัวกันทั่วตัวรองรับ
7	เส้นใยกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แต่เกิดเป็นเม็ดๆ
10	เส้นใยกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แต่เกิดเป็นเม็ดๆ

เมื่อใช้ความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์ 5 %w/v เกิดเป็นหยดสเปรย์เล็กๆ กระจายตัวกันทั่วตัวรองรับ เนื่องจากที่ความเข้มข้นต่ำมาก ทำให้สารละลายที่พุ่งออกมาไม่สามารถต้านแรงศักย์ไฟฟ้าได้ ทำให้แตกเป็นเม็ดเล็กๆ คล้ายสเปรย์ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่แรงตึงผิวมีค่าต่ำเกินไป และเมื่อความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์เพิ่มขึ้นเป็น 7 และ 10 %w/v เส้นใยที่ได้มีความสม่ำเสมอมากขึ้น เป็นผลมาจากความหนืดที่เพิ่มขึ้น

จากงานวิจัยต่างๆ ที่ผ่านมาที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง เช่น งานของ Pilehood, M. K และคณะ [34] พบว่า ภาพ SEM ของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้จากการใช้ความเข้มข้นพอลิอะคริโลไนไตรล์ 7 %w/v ได้เส้นใยที่ผิวเรียบ สม่ำเสมอ และมีปมเกิดขึ้นเล็กน้อย ในขณะที่ภาพ SEM ของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้จากการใช้ความเข้มข้นพอลิอะคริโลไนไตรล์ 10 %w/v ได้เส้นใยที่ผิวเรียบ สม่ำเสมอ และไม่มีปมเกิดขึ้น ดังนั้นจึงเลือกใช้ความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์เป็น 10 %w/v

3.1.2 ผลของศักย์ไฟฟ้า

ลักษณะของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 19, 20, 21, 22 และ 23 กิโลวัตต์ โดยควบคุมปัจจัยอื่นๆ ให้คงที่ ได้แก่ ใช้พอลิอะคริโลไนไตรล์ความเข้มข้น 10 %w/v ปริมาตร 2.50 มิลลิลิตร ระยะห่างระหว่างเข็มถึงตัวรองรับ 10 เซนติเมตร อัตราการไหลของสารละลาย 8.00 ไมโครลิตรต่อนาที แสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ลักษณะของเส้นใยพอลิเอคริลไนไตรล์ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่างๆ

ศักย์ไฟฟ้า (กิโลวัตต์)	ลักษณะของเส้นใย
19	เกิดเป็นหยดเล็กๆ คล้ายสเปรย์กระจายตัวกันทั่วตัวรองรับ
20	เส้นใยกระจายตัวลักษณะคล้ายใยแมงมุม
21	เส้นใยเริ่มกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ เกิดเป็นใยแมงมุมลดลง
22	เส้นใยกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แต่มีเกิดเป็นเม็ดๆ
23	เส้นใยกระจายตัวอย่างความสม่ำเสมอ แต่มีเกิดเป็นเม็ดๆ มากขึ้น

ศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับระบบจะทำให้สารละลายมีประจุล้อมรอบที่ผิวของสารละลาย เมื่อแรงทางไฟฟ้ามากกว่าแรงดึงดูดของสารละลาย เกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายที่มีประจุนี้พุ่งออกมาเป็นสายตกลงสู่ตัวรองรับที่มีประจุตรงกันข้าม ที่ศักย์ไฟฟ้าต่ำ สารละลายจะเกิดการสะสมเป็นหยดที่ปลายเข็มและไปตกที่ตัวรองรับ และเมื่อศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น ทำให้เกิดประจุไฟฟ้าที่ผิวของสารละลายมากขึ้น จะทำให้เส้นใยไปตกที่ตัวรองรับเร็วขึ้น นั่นคือ มีเวลาให้ตัวทำละลายระเหยออกไปน้อยลง และเกิดเป็นปมมากขึ้น ดังนั้นศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมคือ 22 กิโลวัตต์

3.1.3 ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ

ลักษณะของเส้นใยพอลิเอคริลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่งที่มีระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ 8, 10, 12 เซนติเมตร. โดยควบคุมปัจจัยอื่นๆ ให้คงที่ ได้แก่ ใช้พอลิเอคริลไนไตรล์ความเข้มข้น 10 %w/v ปริมาตร 2.50 มิลลิลิตร ศักย์ไฟฟ้า 22 กิโลวัตต์ อัตราการไหลของสารละลาย 8.00 ไมโครลิตรต่อวินาที แสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ลักษณะของเส้นใยพอลิเอคริลไนไตรล์ที่ระยะห่างของเข็มและตัวรองรับต่างๆ

ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับ (เซนติเมตร)	ลักษณะของเส้นใย
8	เกิดเป็นหยดเล็กๆ คล้ายสเปรย์กระจายตัวกันทั่วตัวรองรับ
10	เส้นใยกระจายอย่างสม่ำเสมอ
12	เส้นใยกระจายอย่างสม่ำเสมอ แต่มีเกิดเป็นเม็ดๆ

เนื่องจากระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับมีความสำคัญเพื่อให้เส้นใยมีเวลาเพียงพอที่จะให้ตัวทำละลายระเหยออกไปก่อนถึงตัวรองรับ ที่ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับเท่ากับ 8 เซนติเมตร เกิดเป็นหยดเล็กๆ กระจายตัวเป็นจุดๆ เนื่องจากระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับที่ใกล้เกินไป ทำให้มีเวลาไม่เพียงพอให้ตัวทำละลายระเหยออกไป เมื่อระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับเป็น 10 เซนติเมตร ได้เส้นใยที่กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แต่เมื่อระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับเท่ากับ 12 เซนติเมตร ได้เส้นใยที่กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ แต่มีเม็ดๆ เกิดขึ้น เพราะว่าที่ระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับมากไป เส้นใยที่ได้จะเกิดเป็นปมขึ้น ดังนั้นระยะห่างระหว่างเข็มและตัวรองรับที่เหมาะสม คือ 10 เซนติเมตร

3.1.4 อัตราการไหลของสารละลาย

ลักษณะของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่งที่มีอัตราการไหลของสารละลายพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ควบคุมด้วย syringe pump เป็น 6.0, 8.0 และ 10.0 ไมโครลิตรต่อนาที โดยควบคุมปัจจัยอื่นๆ ให้คงที่ ได้แก่ ใช้พอลิอะคริโลไนไตรล์ความเข้มข้น 10 %w/v ปริมาตร 2.50 มิลลิลิตร ศักย์ไฟฟ้า 22 กิโลวัตต์ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงตัวรองรับ 10 เซนติเมตร แสดงดังตารางที่ 3.4

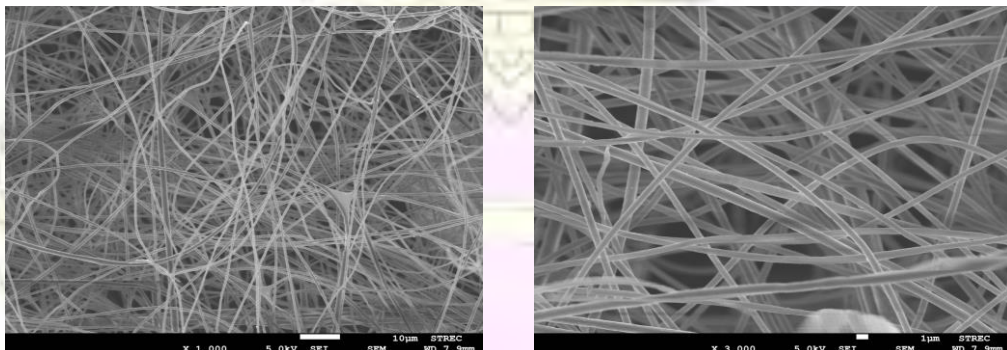
ตารางที่ 3.4 ลักษณะของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่มีอัตราการไหลของสารละลายต่างๆ

อัตราการไหลของสารละลาย (ไมโครลิตรต่อนาที)	ลักษณะของเส้นใย
6.0	เส้นใยกระจายตัวเป็นจุดๆ
8.0	เส้นใยกระจายอย่างสม่ำเสมอมากขึ้น
10.0	เส้นใยกระจายตัวลักษณะคล้ายใยแมงมุม และมีเกิดเป็นเม็ดๆ

เมื่อใช้อัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 6.0 และ 8.0 ไมโครลิตรต่อนาที ได้เส้นใยที่กระจายตัวเป็นจุดๆ บนตัวรองรับ และเส้นใยที่กระจายตัวไปทั่วตัวรองรับด้วยความสม่ำเสมอมากขึ้น ตามลำดับ เนื่องจากที่อัตราการไหลของสารละลายน้อย จะทำให้เส้นใยมีเวลาเพียงพอให้ตัวทำละลายระเหยออกไป แต่เมื่อใช้อัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 10.0 ไมโครลิตรต่อนาที ได้เส้นใยที่กระจายตัวในลักษณะคล้ายใยแมงมุม และมีเม็ดๆ เกิดขึ้น เนื่องจากที่อัตราการไหลของสารละลายมาก จะทำให้ตัวทำละลายระเหยออกไปไม่ทัน เส้นใยที่ได้จึงมีปมเกิดขึ้น ดังนั้นอัตราการไหลของสารละลายที่เหมาะสมคือ 8.0 ไมโครลิตรต่อนาที

3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่งด้วย scanning electron microscopy (SEM)

จากลักษณะทางกายภาพของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่งในข้อ 3.1 นำเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้จากการใช้ความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์ 10 %w/v ความต่างศักย์ไฟฟ้า 22 กิโลวัตต์ อัตราการไหลของสารละลาย 8.00 ไมโครลิตรต่อนาที และ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงตัวรองรับ 10 เซนติเมตร ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย scanning electron microscopy (SEM, FESEM รุ่น JSM 7610 F) ได้ผลดังรูปที่ 3.1



(a)

(b)

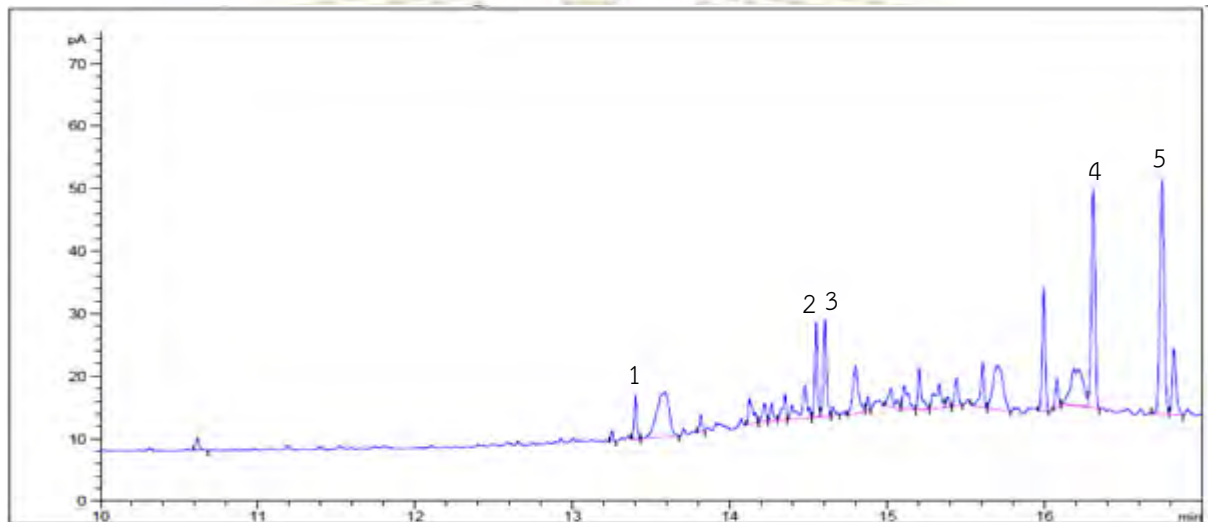
รูปที่ 3.1 ภาพ SEM ของเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิ่ง ความเข้มข้นของพอลิอะคริโลไนไตรล์ 10 %w/v ความต่างศักย์ไฟฟ้า 22 กิโลวัตต์ อัตราการไหลของสารละลาย 8.00 ไมโครลิตรต่อนาที และ ระยะห่างระหว่างเข็มถึงตัวรองรับ 10 เซนติเมตร : (a) x1,000 และ (b) x3,000

จากภาพ SEM ในรูปที่ 3.1 พบว่า เส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้เป็นเส้นใยที่ผิวเรียบ สม่ำเสมอ และไม่ มีปม เมื่อคำนวณหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยด้วยโปรแกรม Image J ได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้น ใยพอลิอะคริโลไนไตรล์เฉลี่ยเท่ากับ 834.5 ± 218.6204 นาโนเมตร

3.3 การสกัด PAHs โดยแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ ด้วยเทคนิค SPE

การสกัด PAHs ในน้ำทำตามกระบวนการใน 2.3.4.1 โดยทำการสกัด spiked water ที่มีความเข้มข้น PAHs 50 ไมโครกรัมต่อลิตร และใช้แผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่มีน้ำหนัก 0.8 มิลลิกรัมในการเป็นตัวดูดซับใน SPE

3.3.1 การวิเคราะห์สารสกัด PAHs โดยแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ ด้วยเทคนิค SPE



รูปที่ 3.2 โครมาโทแกรมที่วิเคราะห์ด้วย GC ของการสกัด PAHs โดยแผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิค SPE :

(1) Fluorene, (2) Phenaphthene, (3) Anthracene, (4) Fluoranthene และ (5) Pyrene

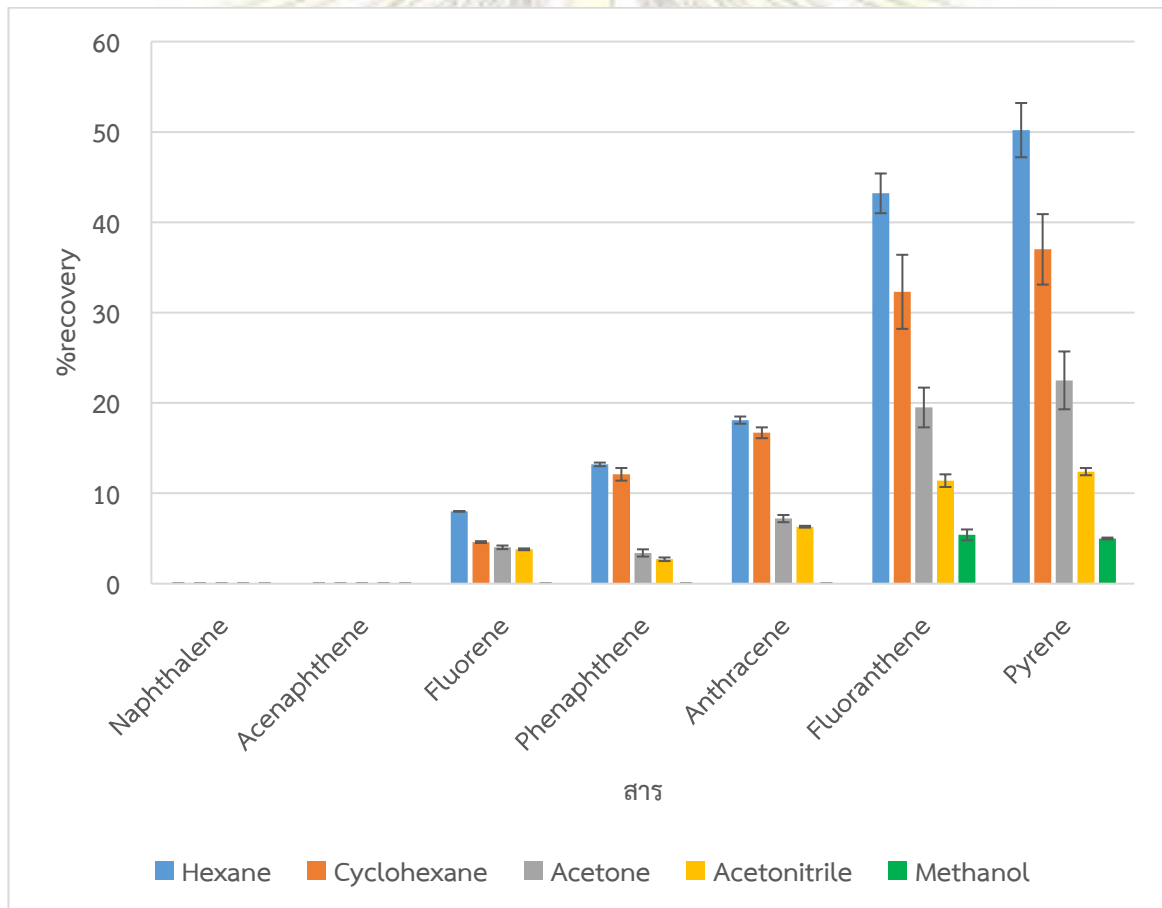
จากโครมาโทแกรมที่วิเคราะห์ด้วย GC พบว่า สามารถแยก PAHs ได้ดี แต่มีพีคอื่นรบกวนค่อนข้างมาก

ตารางที่ 3.5 Retention time ของ PAHs

สาร	Retention time (นาที)
Naphthalene	10.55
Acenaphthene	12.79
Fluorene	13.40
Phenaphthene	14.55
Anthracene	14.60
Fluoranthene	16.31
Pyrene	16.74

3.3.2 ผลของ elution solvent

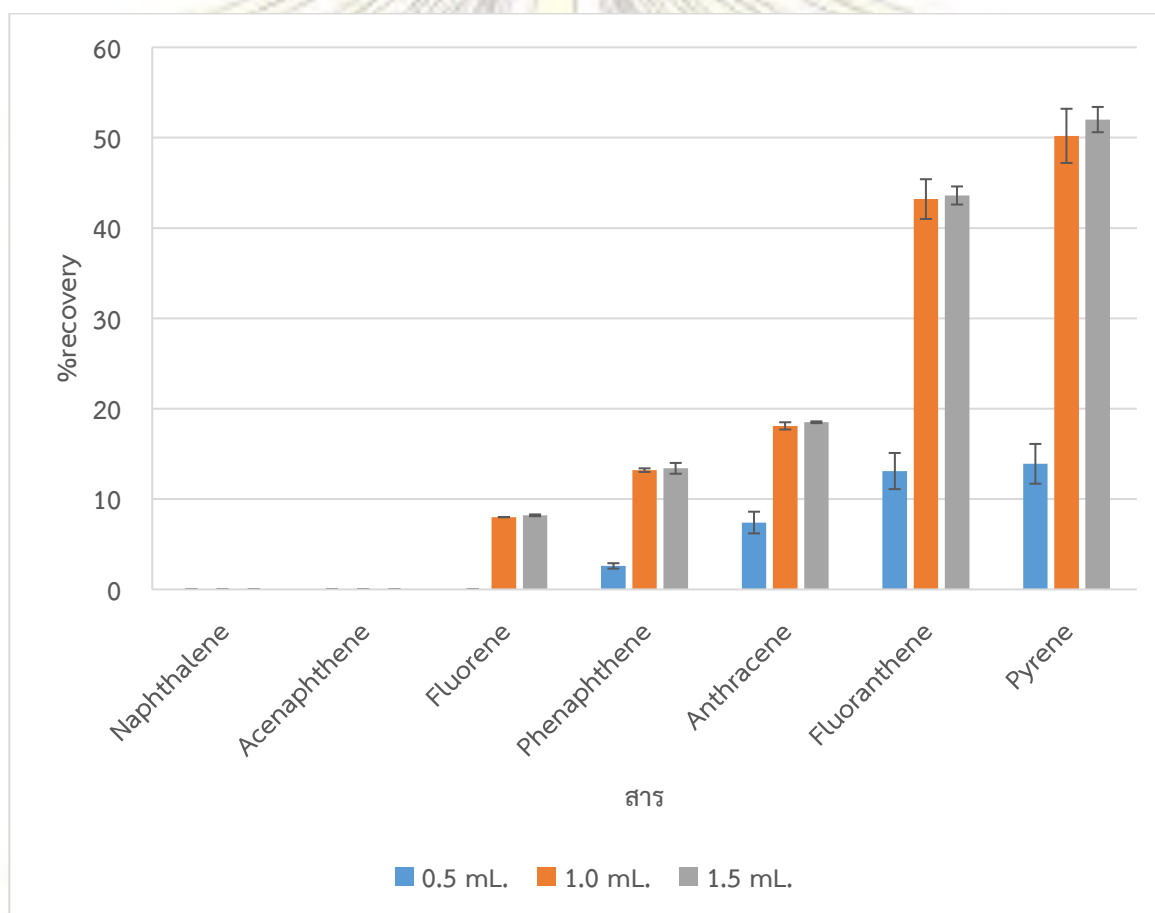
elution solvent ที่เหมาะสมควรจะได้ทั้ง PAHs โมเลกุลเล็กและโมเลกุลใหญ่ elution solvent ที่ศึกษา ได้แก่ Hexane, Cyclohexane, Acetone, Acetonitrile และ Methanol %recovery ของ elution solvent ต่างๆ ถูกเปรียบเทียบแสดงดังรูปที่ 3.2 Hexane ซึ่งเป็นตัวทำละลายไม่มีขั้ว ให้ %recovery ที่ดีสำหรับ PAHs โดยสามารถชะ PAHs ออกมาได้ 5 ตัว คือ Fluorene, Phenaphthene, Anthracene, Fluoranthene และ Pyrene และให้ %recovery ที่มากที่สุด เมื่อเปลี่ยน elution solvent เป็นตัวทำละลายที่มีขั้วมากขึ้น พบว่า Cyclohexane, Acetone, Acetonitrile และ Methanol ให้ %recovery ที่ลดลง โดยเฉพาะอย่างยิ่ง Methanol สามารถชะ PAHs ออกมาได้เพียง 2 ตัว นั่นคือ Fluoranthene และ Pyrene นอกจากนี้ elution solvent ทุกตัวที่ศึกษาไม่พบ Naphthalene และ Acenaphthene เลย อาจจะมาจากการที่ปริมาณที่ชะได้มีน้อยมากหรือเกิดการสูญเสียระหว่างขั้นตอนการระเหยแห้งด้วยไนโตรเจนโดยเกิดการระเหยออกไป ทำให้ตรวจไม่พบ Naphthalene และ Acenaphthene



รูปที่ 3.3 ผลของ elution solvent สำหรับการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร

3.3.3 ผลของปริมาตรของ elution solvent

ปริมาตรของ elution solvent ซึ่งคือ hexane ถูกศึกษาเพื่อให้ได้ประสิทธิภาพการสกัดสูงสุด โดยการสกัด PAHs ถูกชะด้วยปริมาตรของ elution solvent 0.5, 1.0 และ 1.5 มิลลิลิตร %recovery ของปริมาตรของ elution solvent ต่างๆ ถูกเปรียบเทียบแสดงดังรูปที่ 3.3 พบว่า ปริมาตรของ hexane ที่ 1.0 มิลลิลิตร เป็นปริมาตรที่ดีที่สุดสำหรับชะ PAHs จากตัวดูดซับ ที่ปริมาตรของ hexane 0.5 มิลลิลิตร %recovery ที่ได้มีค่าน้อย เพราะว่าปริมาตรของ elution solvent ไม่เพียงพอที่จะชะ PAHs ออกจากตัวดูดซับ ส่วน %recovery ของการชะ PAHs จากตัวดูดซับที่ ปริมาตรของ hexane เท่ากับ 1.0 และ 1.5 มิลลิลิตรไม่แตกต่างกันมาก ดังนั้นปริมาตรของ hexane 1.0 มิลลิลิตร เป็น ปริมาตรที่เหมาะสมสำหรับชะ PAHs จากตัวดูดซับ เนื่องจากปริมาตรของ elution solvent 1.0 มิลลิลิตรเพียงพอที่จะ ชะ PAHs ออกจากตัวดูดซับ และลดปริมาตรของ elution solvent ที่ใช้ นอกจากนี้ยังช่วยลดเวลาในขั้นตอนการ ระเหยตัวทำละลาย



รูปที่ 3.4 ผลของปริมาตรของ hexane สำหรับการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

4.1 สรุปผลการทดลอง

การเตรียมเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับสำหรับ SPE ในการสกัด PAHs ในน้ำ เตรียมได้โดยละลายพอลิอะคริโลไนไตรล์ในไดเมทิลฟอร์มาไมด์ แล้วนำไปให้ความร้อนและคนตลอดเวลาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปสร้างเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง สุดท้ายตัดออกเป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร โดยที่สถานะที่เหมาะสม คือ ใช้พอลิอะคริโลไนไตรล์ 10 %w/v ปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร ศักย์ไฟฟ้า 22 กิโลวัตต์ อัตราการไหลของสารละลาย 8.00 ไมโครลิตรต่อวินาที และระยะห่างระหว่างเข็มและวัสดุรองรับ 10 เซนติเมตร เมื่อนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย scanning electron microscopy (SEM) พบว่า ได้เส้นใยที่ผิวเรียบ สม่ำเสมอ ไม่มีปม และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 0.8345 ไมโครเมตร จากนั้นเมื่อนำเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่ได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงมาใช้เป็นตัวดูดซับสำหรับ SPE ในการสกัด PAHs ในน้ำ พบว่า elution solvent ที่ดีที่สุดสำหรับการสกัด PAHs คือ hexane และปริมาตรของ hexane 1 มิลลิลิตรเพียงพอที่จะชะ PAHs ออกจากตัวดูดซับและช่วยลดเวลาในขั้นตอนของการระเหยตัวทำละลาย %recovery ของการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่ถูก spike ด้วย PAHs ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่สถานะที่เหมาะสมอยู่ในช่วง 8-50.2% และมีค่า RSD น้อยกว่า 5% ซึ่งสามารถยอมรับได้ แต่จากการทดลองประสิทธิภาพในการสกัดด้วยเทคนิค SPE โดยใช้แผ่นเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ที่เตรียมได้จากเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงเป็นตัวดูดซับยังมีค่าต่ำ เนื่องจากยังศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัดไม่ครบ เช่น ปริมาณของแผ่นเส้นใยที่ใช้เป็นตัวดูดซับ อัตราการไหลของสารตัวอย่าง เป็นต้น จึงต้องมีการศึกษาปัจจัยอื่นๆ เพิ่มเติม

4.2 ข้อเสนอแนะ

มีการพัฒนาเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์เพื่อเป็นตัวดูดซับในการสกัดด้วยวัฏภาคของแข็งสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณ PAHs ในน้ำที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับที่ดีขึ้น โดยงานในอนาคตอาจทำการศึกษาการเตรียมเส้นใยคอมโพสิตคาร์บอนนาโนทิวบ์/พอลิอะคริโลไนไตรล์ โดยการเติมคาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon nanotubes, CNTs) ในเส้นใยพอลิอะคริโลไนไตรล์ เนื่องจากว่า CNTs มีน้ำหนักเบา มีความแข็งแรง มีพื้นที่ผิวมาก มีความยืดหยุ่นสูง นำความร้อนได้ดี มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง และสามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ได้หลากหลาย เช่น Van Der Waals force, π - π interaction และ electrostatic force ดังนั้น CNTs น่าจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการสกัดสำหรับ PAHs เพราะว่า CNTs สามารถยึดเหนี่ยวกับ PAHs ได้เพิ่มขึ้นด้วย π - π interaction

เอกสารอ้างอิง

1. Srogi, K. Monitoring of Environmental Exposure to Polycyclic Aromatic Hydrocarbons: a review. *Environ. Chem. Lett.* **2007**, *5*, 169–195.
2. Phillips, D. H. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in the Diet. *Mutat. Res. Gen. Tox. En.* **1999**, *433*, 139–147.
3. Qingling, L.; Xiaoqin, X.; Xiaoru, W. Determination of Trace PAHs in Seawater and Sediment Pore-water by Solid-pH. *Sci. China, Ser. B.* **2006**, *49*, 6, 481–491.
4. Nahorniak, M. L.; Booksh, K. S. Excitation-emission Matrix Fluorescence Spectroscopy in Conjunction with Multiway Analysis for PAH Detection in Complex Matrices. *Analyst.* **2006**, *131*, 1308–1315.
5. Pan, D.; Chen, C.; Yang, F.; Long, Y.; Cai Q.; Yao, S. Titanium Wire-based SPE Coupled with HPLC for the Analysis of PAHs in Water Samples. *Analyst.* **2011**, *136*, 4774–4779.
6. Huck, C. W.; Bonn, G. K. Recent Developments in Polymer-based Sorbents for Solid-phase Extraction. *J. Chromatogr. A.* **2000**, *885*, 51–72.
7. Poole, C. F. New Trends in Solid-phase Extraction. *Trends Anal. Chem.* **2003**, *22*, 6, 362–373
8. Hennion, M. C. Review Solid-phase Extraction: Method Development, Sorbents, and Coupling with Liquid Chromatography. *J. Chromatogr. A.* **1999**, *856*, 3–54.
9. Chigome, S.; Torto, N. Electrospun Nanofiber-based Solid-phase Extraction. *Trends Anal. Chem.* **2012**, *3*, 21–31.
10. Marce, R. M.; Borrull, F. Review Solid-phase Extraction of Polycyclic Aromatic Compounds. *J. Chromatogr. A.* **2000**, *885*, 273–290.
11. Chigome, S.; Darko, G.; Torto, N. Electrospun Nanofibers as Sorbent Material for Solid Phase Extraction. *Analyst.* **2011**, *136*, 2879–2889.
12. Namera, A.; Nakamoto, A.; Saito, T.; Miyazaki, S. Review Monolith as a New Sample Preparation Material: Recent Devices and Applications. *J. Sep. Sci.* **2011**, *34*, 901–924.
13. Zewe, J. W.; Steach, J. K.; Olesik, S. V. Electrospun Fibers for Solid-Phase Microextraction. *Anal. Chem.* **2010**, *82*, 5341–5348.
14. Huang, Z.; Zhang, Y.; Kotaki M.; Ramakrishna S. A Review on Polymer Nanofibers by Electrospinning and their Applications in Nanocomposites. *Compos. Sci. Technol.* **2003**, *63*, 2223–2253.
15. Mineta, I.; Hevesia, L.; Azenhab, M.; Delhalle, J.; Mekhalifa, Z. Preparation of a Polyacrylonitrile/Multi-Walled Carbon Nanotubes Composite by Surface-initiated Atom Transfer Radical Polymerization on a Stainless Steel Wire for Solid-Phase Microextraction. *J. Chromatogr. A.*, **2010**, *1217*, 2758–2767.
16. Dhanalakshmi, M.; Jog, J. P. Preparation and Characterization of Electrospun Fibers of Nylon 11. *Express Polym. Lett.* **2008**, *2*, 8, 540–545.

17. Abbasi, A.; Nasef, M. M.; Takeshi, M.; Faridi, R. Electrospinning of Nylon-6,6 Solutions into Nanofibers: Rheology and Morphology Relationships. *CHINESE J. POLYM. SCI.* **2014**, 32, 6, 793–804.
18. Zali, S.; Jalali, F.; Haghib, A.; Shamsipura, M. Electrospun Nanostructured Polystyrene as a New Coating Material for Solid-Phase Microextraction: Application to Separation of Multipesticides from Honey Samples. *J. Chromatogr. B.* **2015**, 1002, 387–393.
19. Sereshti, H.; Amini, F.; Najarzadekan, H. Electrospun Polyethylene Terephthalate (PET) Nanofibers as a New Adsorbent for Micro-Solid Phase Extraction of Chromium(VI) in Environmental Water Samples. *RSC Adv.* **2015**, 5, 89195–89203.
20. Bagheri, H.; Roostaie, A. Roles of Inorganic Oxide Nanoparticles on Extraction Efficiency of Electrospun Polyethylene Terephthalate Nanocomposite as an Unbreakable Fiber Coating. *J. Chromatogr. A.* **2015**, 1375, 8–16.
21. Gomes, D. S.; Silva, A.; Morimoto, N. I.; Mendes, L.; Furlan, R.; Ramos, I. Characterization of an Electrospinning Process Using Different PAN/DMF Concentrations. *Polímeros.* **2007**, 17, 3, 206–211.
22. Kaur, N.; Kumar, v.; Dhakate, S. R. Synthesis and characterization of multiwalled CNT–PAN based composite carbon nanofibers via electrospinning. *Springerplus.* **2016**, 5, 483–490.
23. Mottaghitlab, V.; Haghi, A. K. A study on electrospinning of polyacrylonitrile nanofibers. *Korean J. Chem. Eng.*, **2011**, 28, 1, 114–118.
24. Xu, Q.; Wu, S.; Wang, M.; Yin, X.; Wen, Z.; Ge, W.; Zhang, N. Electrospun Nylon6 Nanofibrous Membrane as SPE Adsorbent for the Enrichment and Determination of Three Estrogens in Environmental Water Samples *CHROMATOGRAPHIA.* **2010**, 71, 5, 487–492.
25. Sereshti, H.; Amini, F.; Najarzadekan, H. Electrospun polyethylene terephthalate (PET) nanofibers as a new adsorbent for micro-solid phase extraction of chromium(VI) in environmental water samples. *RSC Adv.*, **2015**, 5, 89195–89203.
26. Maddah, B.; Soltaninezhad, M.; Adib, K.; Hasanzadeh, M. Activated Carbon Nanofiber Produced from Electrospun PAN Nanofiber as a Solid Phase Extraction Sorbent for the Preconcentration of Organophosphorus Pesticides. *Separ. Sci. Technol.* **2016**, 52, 4, 700–711.
27. Moghimi, A.; Poursharifi, M. J.; Solid Phase Extraction of Phenolic from Natural Water by Modified Polyacrylonitrile Fiber. *Aust. J. Basic Appl. Sci.* **2011**, 5, 6, 979–986.
28. Asiabi, M., Mehdinia, A., Jabbari, A. Preparation of water stable methyl-modified metal-organic framework-5/polyacrylonitrile composite nanofibers via electrospinning and their application for solid-phase extraction of two estrogenic drugs in urine samples. *J Chromatogr A.* **2015**, 24, 1426, 24–32.
29. Moghimi, A.; Mosalai, H.; Hashemi, M. H. Solid Phase Extraction of Trace Copper(II) Using Modified Nano Polyacrylonitrile Fiber. *J. Chem. Health Risks.* **2012**, 2, 2, 25–36.
30. Moghimi, A. Solid Phase Extraction of Cd(II) from Sample Water by Modified Nano Polyacrylonitrile Fiber. *Aust. J. Basic Appl. Sci.* **2012**, 6, 331–338.

31. Moghim, A.; Keyvani, P.; Abdouss, M. Modified Nano Polyacrylonitrile Fiber Using for Preconcentration of Hg(II) From Sample Water. *Aust. J. Basic Appl. Sci.* **2011**, 5, 9, 1164-1171.
32. Moghimi, A.; Moghaddam, H. H. Extraction and Separation of Trace Amounts Lead(II) in Water Samples Using Nano Polyacrylonitrile Modified Ethylendiamins *J. Chem. Health Risks.* 2015, 5, 2, 105-115.
33. Foroozmehr, F.; Borhani, S.; Hosseini, S. A. Removal of Reactive Dyes from Wastewater Using Cyclodextrin Functionalized Polyacrylonitrile Nanofibrous Membranes. *J. Text. Polym.* **2016**, 4, 1, 45-52.
34. Pilehrood, M. K.; Heikkila, P.; Harlin, A. Preparation of Carbon Nanotube Embedded in Polyacrylonitrile (PAN) Nanofibre Composites by Electrospinning Process. *AUTEX Res. J.* **2012**, 12, 1, 1-6.



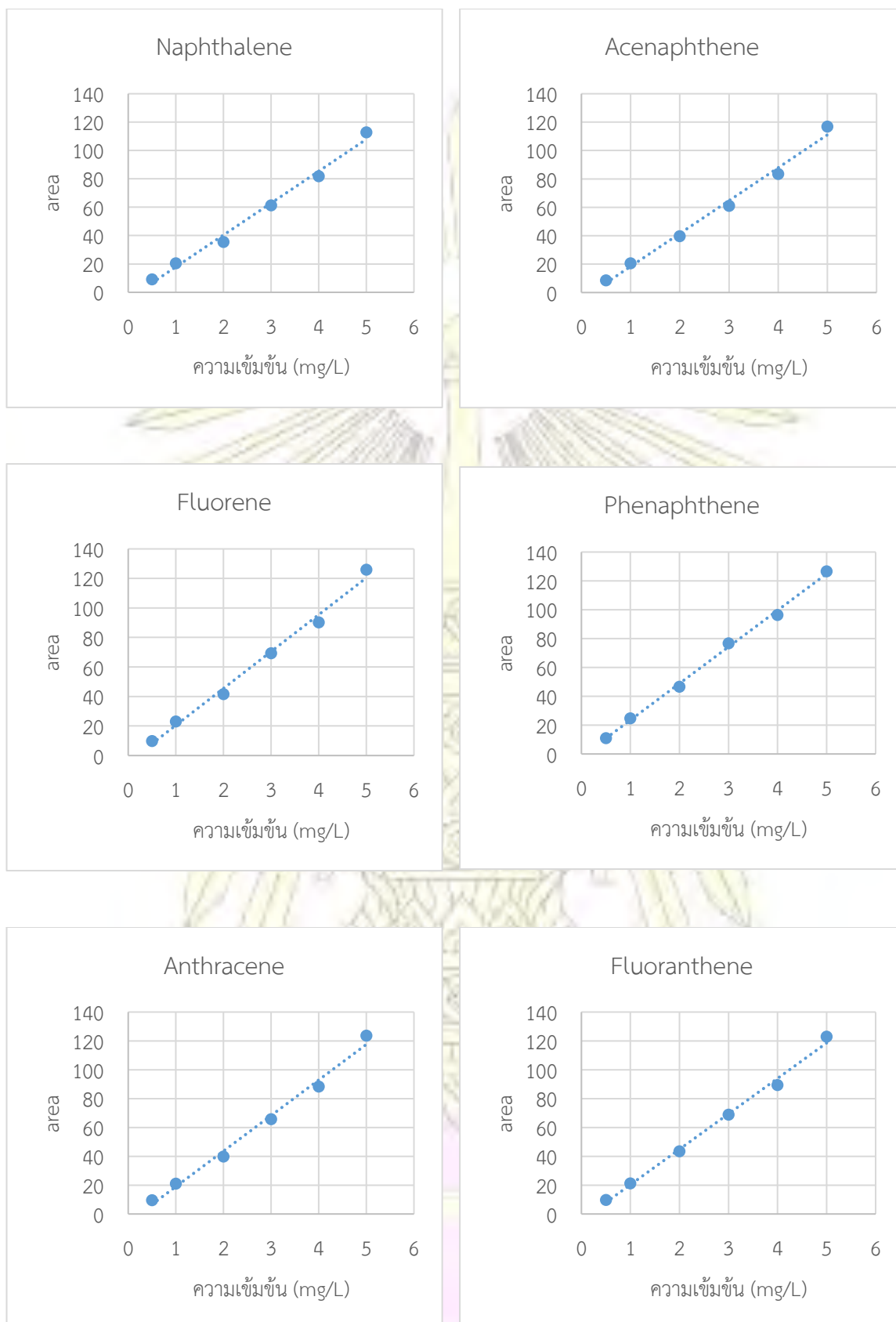


ภาคผนวก

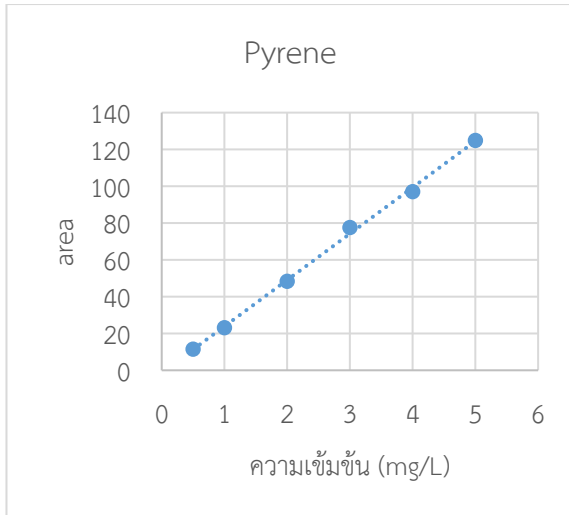
ตารางที่ A-1 สมการและค่า R^2 ของกราฟมาตรฐานสำหรับ PAHs

สาร	สมการ	R^2
Naphthalene	$y = 22.492x - 4.5968$	$R^2 = 0.9901$
Acenaphthene	$y = 23.168x - 4.8103$	$R^2 = 0.9905$
Fluorene	$y = 24.974x - 4.4821$	$R^2 = 0.9912$
Phenaphthene	$y = 25.343x - 1.8104$	$R^2 = 0.9973$
Anthracene	$y = 24.651x - 5.6816$	$R^2 = 0.9901$
Fluoranthene	$y = 24.56x - 4.23$	$R^2 = 0.9949$
Pyrene	$y = 25.157x - 1.2715$	$R^2 = 0.9982$





รูปที่ A-1 กราฟมาตรฐานของ PAHs



รูปที่ A-1 (ต่อ) กราฟมาตรฐานของ PAHs



ตารางที่ A-2 %recovery และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร ด้วย elution solvent ที่แตกต่างกัน

สาร	Elution solvent									
	Hexane		Cyclohexane		Acetone		Acetonitrile		Methanol	
	%recovery	SD	%recovery	SD	%recovery	SD	%recovery	SD	%recovery	SD
Naphthalene	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Acenaphthene	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Fluorene	8.0	0	4.6	0.1	4.0	0.2	3.8	0.1	0	0
Phenaphthene	13.2	0.2	12.1	0.7	3.4	0.4	2.7	0.2	0	0
Anthracene	18.1	0.4	16.7	0.6	7.2	0.4	6.3	0.1	0	0
Fluoranthene	43.2	2.2	32.3	4.1	19.5	2.2	11.4	0.7	5.4	0.6
Pyrene	50.2	3.0	37.0	3.9	22.5	3.2	12.4	0.4	5.0	0.1

ตารางที่ A-3 %recovery และค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานของการสกัด PAHs จากน้ำ Milli-Q ที่มีการเติม PAHs ที่ความเข้มข้น 50 ไมโครกรัมต่อลิตร ที่ถูกชะด้วยปริมาตรของ hexane ที่แตกต่างกัน

สาร	ปริมาตรของ hexane					
	0.5 มิลลิลิตร		1.0 มิลลิลิตร		1.5 มิลลิลิตร	
	%recovery	SD	%recovery	SD	%recovery	SD
Naphthalene	0	0	0	0	0	0
Acenaphthene	0	0	0	0	0	0
Fluorene	0	0	8	0	8.2	0.1
Phenaphthene	2.6	0.3	13.2	0.2	13.4	0.6
Anthracene	7.4	1.2	18.1	0.4	18.5	0.1
Fluoranthene	13.1	2.0	43.2	2.2	43.6	1.0
Pyrene	13.9	2.2	50.2	3.0	52	1.4

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวพิมลทิพ ชัยนัตตระกุล เกิด เมื่อวันที่ 14 เดือนมกราคม พ.ศ. 2538 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาชั้น มัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนสตรีวัดมหาพฤฒารามในพระบรมราชินูปถัมภ์ จังหวัดกรุงเทพมหานคร เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2556 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 38 ซอยสมเด็จพระเจ้าตากสิน 30 ถนนสมเด็จพระเจ้าตากสิน แขวงบुकคโกล เขตธนบุรี จังหวัด กรุงเทพมหานคร รหัสไปรษณีย์ 10600 อีเมล pimontip.cha@gmail.com

