



รายงานผลการวิจัย

เรื่อง การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล
เพื่อใช้ในการสลายตัวของฟีนอลและคลอโรฟีนอลในแหล่งน้ำธรรมชาติจากกิจกรรม
ทางภาคเกษตรกรรม

The Study of Photocatalytic of Bismuth Vanadate Powder Prepared by Sol-gel
Method for Degradation of Phenol and Chlorophenol in Natural Water from the
Activity of Agriculture

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย

ประจำปี 2554

จำนวน 295,000 บาท

หัวหน้าโครงการ

ภูสิต ปุณณณ

ผู้ร่วมโครงการ

จิราภรณ์ กิตติกุล

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

30/ก.ย./2555

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล เพื่อใช้ในการสลายตัวของฟีนอลและคลอโรฟีนอลในแหล่งน้ำธรรมชาติจากกิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม (The Study of Photocatalytic of Bismuth Vanadate Powder Prepared by Sol-gel Method for Degradation of Phenol and Chlorophenol in Natural Water from the Activity of Agriculture) ได้สำเร็จสู่สว่าง โดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัย จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2554

ผู้วิจัยขอขอบคุณ สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่การสนับสนุน อนุเคราะห์การใช้เครื่องมือวิทยาศาสตร์ อุปกรณ์และสถานที่ ตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ บุคลากร สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อำนวยความสะดวกทางด้านอุปกรณ์และสารเคมี รวมทั้งช่วยประสานงานในด้านเอกสารงานราชการ ในการติดต่อหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัยนี้

คณะผู้วิจัย

สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ	ก
สารบัญ	๗
สารบัญตาราง	ค
สารบัญภาพ	ง
บทคัดย่อ	1
Abstract	2
คำนำ	4
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	16
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	16
การตรวจเอกสาร	17
อุปกรณ์และวิธีการ	20
ผลการวิจัย	30
วิจารณ์ผลการวิจัย	57
สรุปผลการวิจัย	59
เอกสารอ้างอิง	61

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1	สมบัติทางกายภาพของบิสมัทวานาเดต
ตารางที่ 2	คุณสมบัติของฟีนอล
ตารางที่ 3	คุณสมบัติของ 2-คลอโรฟีนอล
ตารางที่ 4	คุณสมบัติของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล
ตารางที่ 5	การเปรียบเทียบวิธีการเตรียมวัสดุโฟโตแคทาไลติกส์
ตารางที่ 6	สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย
ตารางที่ 7	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย
ตารางที่ 8	สภาวะการทำงานของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง
ตารางที่ 9	เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล
ตารางที่ 10	ค่าพื้นที่ผิวอนุภาคของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล
ตารางที่ 11	การสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม
ตารางที่ 12	การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดย วิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม
ตารางที่ 13	การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม ได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1 โครงสร้างโมโนคลินิกของบิสมัธวานาเดต	5
ภาพที่ 2 โครงสร้างฟีนอล	6
ภาพที่ 3 โครงสร้าง 2-คลอโรฟีนอล	7
ภาพที่ 4 โครงสร้าง 2,4-ไดคลอโรฟีนอล	9
ภาพที่ 5 วิธีการเตรียมสารแบบซอล-เจล	12
ภาพที่ 6 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์และโฟโตเคมี	14
ภาพที่ 7 กลไกการกำจัดคลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัธวานาเดต ภายใต้การฉายแสงวิธีบีบ	15
ภาพที่ 8 ผังการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล	28
ภาพที่ 9 การสลายตัวของฟีนอล และอนุพันธ์ของฟีนอล โดยปฏิกิริยาดำรงด้วยแสงของผงบิสมัธวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล	29
ภาพที่ 10 ลักษณะของผงบิสมัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง	31
ภาพที่ 11 รูปแบบ XRD ของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ(ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง	32
ภาพที่ 12 SEM ของผงบิสมัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง	34
ภาพที่ 13 EDS ของผงบิสมัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง	35
ภาพที่ 14 FTIR สเปกตรัมของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล (ก) ก่อนเผาแคลไซน์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ข) 400 (ค) 500 และ (ง) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	37

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 15	กราฟมาตรฐานของสารละลายฟีนอล 38
ภาพที่ 16	กราฟมาตรฐานของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล 39
ภาพที่ 17	กราฟมาตรฐานของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล 39
ภาพที่ 18	กราฟสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม 41
ภาพที่ 19	กราฟสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ (ก) 0.1250 (ข) 0.2500 และ (ค) 0.5000 กรัม 42
ภาพที่ 20	กราฟการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม 45
ภาพที่ 21	กราฟสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจลเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ (ก) 0.1250 (ข) 0.2500 และ (ค) 0.5000 กรัม 46
ภาพที่ 22	กราฟการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม 49
ภาพที่ 23	กราฟการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ (ก) 0.1250 (ข) 0.2500 และ (ค) 0.5000 กรัม 50

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล
เพื่อใช้ในการสลายตัวของฟีนอลและคลอโรฟีนอลในแหล่งน้ำธรรมชาติ

จากกิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม

**The Study of Photocatalytic of Bismuth Vanadate Powder Prepared by Sol-gel
Method for Degradation of Phenol and Chlorophenol in Natural Water
from the Activity of Agriculture**

ภูสิต ปุกมณี จิราภรณ์ กิติกุล

Pusit Pookmanee Jiraporn Kitikul

สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่

Department of Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai

บทคัดย่อ

การเตรียมผงบิสมัธวานาเดตโดยวิธีซอล-เจล ในอัตราส่วนโดยโมลของบิสมัธในเตรด : แอมโมเนียมวานา-เดต เท่ากับ 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก เข้มข้น 4.0 โมลาร์ ทำการเตรียมสารละลายให้อยู่ในรูปแบบซอล โดยเติมสารละลาย 2-โพรพานอล เข้มข้น 2.0 โมลาร์ และทำการอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้สารสีเหลืองเกิดการเปลี่ยนแปลงจากซอลเป็นเจล จากนั้นทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการศึกษาโครงสร้างของผงบิสมัธวานาเดต โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (XRD) พบว่ามีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด (SEM) พบว่า มีรูปร่างอนุภาคที่ไม่แน่นอนและมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5-3.0 ไมโครเมตร การศึกษาหาองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานสเปกโตรมิเตอร์ พบว่า ผงบิสมัธวานาเดต ประกอบด้วยธาตุบิสมัธ ที่ระดับพลังงาน M_{α} มีค่าเท่ากับ 2.42 และ 3.19 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ที่ระดับพลังงาน L_{β} มีค่าเท่ากับ 9.42 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ที่ระดับพลังงาน L_{α} มีค่าเท่ากับ 10.8 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และที่ระดับพลังงาน L_{β} มีค่าเท่ากับ 13.0 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ธาตุวานาเดียม ที่ระดับพลังงาน K_{α} มีค่าเท่ากับ 4.95 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน K_{α} มีค่าเท่ากับ 0.52 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ทำการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค โดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค พบว่า มีพื้นที่ผิวของอนุภาคเท่ากับ 1.20, 1.31 และ 2.92 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ทำการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของผงบิสมัธวานาเดต โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตร-มิเตอร์ พบว่า มีหมู่ฟังก์ชันของ VO_4^{3-} มีช่วงเลข

คลื่น 470-480 ต่อเซนติเมตร V-O มีช่วงเลขคลื่น 730-750 และ 820-830 ต่อเซนติเมตร และ Bi-O มีช่วงเลขคลื่น 660-670 ต่อเซนติเมตร การศึกษาการสลายตัวของ ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250 กรัม มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของ ฟีนอลได้สูงที่สุด และผงบิสมัทวานาเดตเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.5000 กรัม มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้สูงที่สุด ตามลำดับ

คำสำคัญ: ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ผงบิสมัทวานาเดต วิธีซอล-เจล ฟีนอล คลอโรฟีนอล

ABSTRACT

Bismuth vanadate (BiVO_4) powder was prepared by sol-gel method. Bismuth nitrate and ammonium vanadate were used as the starting precursors with the mole ratio 1:1 in 4.0 M nitric acid. Sol was obtained after addition of 2.0 M 2-propanol. Yellow gel was obtained after drying at 100°C for 24 h, milled and calcined at $400\text{-}600^\circ\text{C}$ for 2 h. The structure of BiVO_4 powder was determined by X-ray diffractometer (XRD). Monoclinic structure was obtained after calcination at $400\text{-}600^\circ\text{C}$ for 2 h. Morphology of BiVO_4 powder was investigated by scanning electron microscope (SEM). The particle was irregular in shape with the range of particle size of $0.5\text{-}3.0\ \mu\text{m}$. The element composition of BiVO_4 powder was indicated by energy dispersive X-ray spectrometer (EDS). The characteristic X-ray radiation of each element had different energy values; bismuth $M_{\alpha} = 2.42, 3.19\ \text{keV}$, $L_1 = 9.42\ \text{keV}$, $L_{\alpha} = 10.8\ \text{keV}$ and $L_{\beta} = 13.0\ \text{keV}$, vanadium $K_{\alpha} = 4.95\ \text{keV}$ and oxygen $K_{\alpha} = 0.52\ \text{keV}$, respectively. The surface area was analyzed by surface area analyzer (BET). The surface area of particles was 1.20, 1.31 and $2.92\ \text{m}^2/\text{g}$, respectively. The function group of BiVO_4 powder was investigated by Fourier transform infrared (FTIR). The VO_4^{3-} wavenumber was $470\text{-}480\ \text{cm}^{-1}$, V-O wavenumber was $730\text{-}750$ and $820\text{-}830\ \text{cm}^{-1}$ and Bi-O wavenumber was $660\text{-}670\ \text{cm}^{-1}$. The degradation of phenol, 2-chlorophenol and 2,4-dichlorophenol was studied onto BiVO_4 powder prepared by sol-gel method by high performance liquid chromatograph. It was found that BiVO_4 powder prepared by sol-gel method calcined at 400°C for 2 h with the amount of 0.1250 g were the highest photodegradation efficiency of phenol. And BiVO_4 powder prepared by sol-gel method calcined at 500 and 400°C

for 2 h with the amount of 0.5000 g were the highest photodegradation efficiency of 2-chlorophenol and 2,4-dichlorophenol, respectively.

Key words: Photocatalytic, bismuth vanadate powder, sol-gel method, phenol, chlorophenol



คำนำ

ปัจจุบันมีการขยายตัวทางอุตสาหกรรม และการเพิ่มผลผลิตทางการเกษตรเพื่อรองรับจำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้นอย่างมาก ซึ่งได้ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมต่างๆ มากมายไม่ว่าจะเป็นปัญหามลพิษทางอากาศ มลพิษทางดินและมลพิษทางน้ำ โดยเฉพาะน้ำเสียที่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรมที่มีการปล่อยสารพิษต่างๆ ที่ย่อยสลายได้ยากลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ รวมไปถึงการใช้ยาปราบศัตรูพืชในภาคเกษตรกรรม ส่งผลให้มีการปนเปื้อนในสารพิษตกค้างในดินแหล่งน้ำ จากการทำกรเกษตรรวมถึงแหล่งน้ำธรรมชาติจึงก่อให้เกิดปัญหามลพิษทางน้ำและเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตทั้งหลาย นับวันจะมีความรุนแรงมากขึ้น ส่งผลกระทบต่อสุขภาพอนามัยของประชาชนที่ประกอบอาชีพเกษตรกรรม

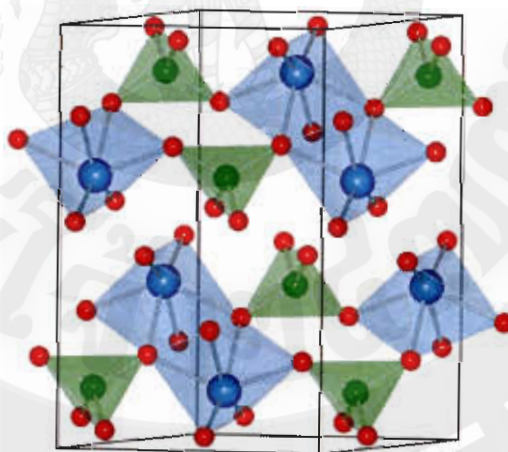
สารประกอบคลอโรฟีนอล (Chlorophenol compound) เป็นองค์ประกอบในยาปราบศัตรูพืช ที่มีใช้ในภาคเกษตรกรรมและมีใช้กันอย่างกว้างขวางในโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ สารเหล่านี้เป็นสารพิษที่ก่อมะเร็งเป็นอันตรายทั้งต่อมนุษย์ สัตว์และสิ่งมีชีวิตในน้ำ ทั้งยังเป็นตัวการสำคัญที่ก่อมลพิษทางน้ำ ซึ่งเป็นผลมาจากการปล่อยน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนสารพิษเหล่านี้ของโรงงานอุตสาหกรรมลงสู่แหล่งน้ำลำคลองและน้ำหลากที่ไหลชะล้างในพื้นที่เกษตรกรรม ที่มีการสะสมของยาปราบศัตรูพืชจนเกิดการปนเปื้อนในแม่น้ำลำคลองรวมไปถึงน้ำใต้ดิน

ดังนั้น จึงได้มีการนำเอาเทคโนโลยีการบำบัดน้ำเสียขั้นสูง มาใช้เพื่อการบำบัดน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนสารประกอบคลอโรฟีนอล โดยการใช้โดยการใช้แสงอัลตราไวโอเลตหรือแสงวิสิเบิลร่วมกับสารกึ่งตัวนำ (UV-Vis/Semiconductor) จึงเป็นที่สนใจในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูงและประสบผลสำเร็จในการนำมาใช้กำจัดสารพิษต่างๆ รวมทั้งยังสามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ ได้อย่างมากมายหลายชนิด แต่วิธีนี้ก็ยังมีข้อด้อยอยู่บ้าง ในกรณีที่ต้องการกำจัดสารบางชนิดที่มีโครงสร้างซับซ้อนก็จำเป็นต้องฉายแสงอัลตราไวโอเลตหรือแสงวิสิเบิลเป็นเวลานานมาก ซึ่งบางครั้งอาจจะนานกว่าการบำบัดด้วยวิธีอื่นๆ เช่น การใช้สารเคมีเป็นตัวออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) และหากปฏิกิริยาการย่อยสลายเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ จะทำให้เกิดสารตัวกลาง (Intermediate) ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ที่มีความเป็นพิษสูงกว่าในสารตั้งต้นที่ต้องการกำจัด ซึ่งหากปล่อยลงสู่แหล่งน้ำก็จะทำให้เกิดมลพิษต่อไปได้

บิสมัธวานาเดต (Bismuth vanadate, BiVO_4)

บิสมัธวานาเดต (BiVO_4)^[1-3] เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่มีสีเหลือง ประกอบด้วยบิสมัธหนึ่งอะตอม วานาเดียมหนึ่งอะตอม และออกซิเจนสี่อะตอม เป็นสารประเภทกึ่งตัวนำที่มีคุณสมบัติเฟอร์โรอิเล็กตริก (Ferroelectric) และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการกระตุ้นด้วยแสงในช่วงแสงวิสิเบิล (Visible) บิสมัธวานาเดต เป็นวัสดุที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในหลายด้าน เช่น สารที่มีสถานะแก๊สจะใช้เป็นตัวตรวจจับสารที่เป็นสถานะของแข็งใช้เป็นขั้วบวกแทนลิเทียมในแบตเตอรี่ นอกจากนี้ยังนำไปใช้เป็นตัวเติมในการผลิตประเภทสีทาแทนตะกั่วและแคดเมียม เนื่องจากบิสมัธวานาเดตมีเซลล์ที่ว่าง ย้อมติดสีได้ดี และที่สำคัญคือไม่เป็นพิษต่อระบบนิเวศ ในการเติมบิสมัธวานาเดตลงในสารละลายจะแสดงคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalytic) และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการกระตุ้นด้วยแสง (Photocatalytic) เมื่อเติมบิสมัธวานาเดตลงน้ำจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันขึ้น

บิสมัธวานาเดตจะมีโครงสร้างของผลึกอยู่ 3 ชนิด คือ โมโนคลินิก (Monoclinic) แบบชีไลท์ (Sheelite) เตตระโกนัล (Tetragonal) แบบชีไลท์ (Sheelite) และเตตระโกนัล (Tetragonal) แบบเซอร์คอน (Zircon) ซึ่งสามารถสังเคราะห์บิสมัธวานาเดตโครงสร้างผลึกโมโนคลินิกได้ในกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิสูง ส่วนโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนัลได้จากการบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ^[4-5]



ภาพที่ 1 โครงสร้างโมโนคลินิกของบิสมัธวานาเดต^[6]

โดยอะตอมสีฟ้า คือ บิสมัธ

อะตอมสีเขียว คือ วานาเดียม

และอะตอมสีแดง คือ ออกซิเจน

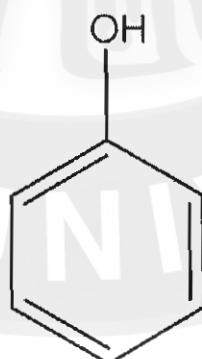
ตารางที่ 1 สมบัติทางกายภาพของบิสมัทวานาเดต^[7]

ชื่อ	บิสมัทวานาเดต
สูตรโมเลกุล	BiVO_4
น้ำหนักโมเลกุล	395.92 กรัมต่อโมล
สี	เหลือง
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น
ลักษณะ	ของแข็ง
โครงสร้างผลึก	เฮกซะโกนอล เดตระโกนอล และโมโนคลินิก
ค่าความเป็นกรด-ด่าง	7-8
ความหนาแน่น	5.9 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดหลอมเหลว	1000 องศาเซลเซียส
ค่าการดูดซับน้ำมัน	18 เปอร์เซนต์

ฟีนอล (Phenol)

ฟีนอล (Phenol)^[8] เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ต่ออยู่กับหมู่แอริล (Ar) มีสูตรทั่วไปคือ ArOH

การที่หมู่ -OH ต่ออยู่กับหมู่แอริล ทำให้สมบัติส่วนใหญ่ของฟีนอลต่างจากแอลกอฮอล์ทั่วไป ตัวอย่างของสารประกอบอินทรีย์ในกลุ่มนี้ เช่น ฟีนอล มีสูตรเป็น $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$



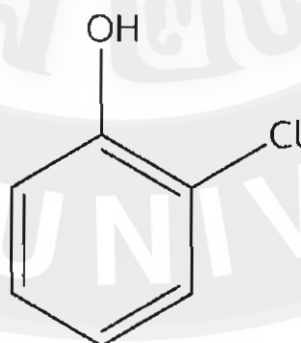
ภาพที่ 2 โครงสร้างฟีนอล^[8]

ตารางที่ 2 คุณสมบัติของฟีนอล^[8]

ชื่อ	ฟีนอล
สูตร โมเลกุล	C_6H_5OH
น้ำหนักโมเลกุล	94.11 กรัมต่อโมล
ลักษณะ	เป็นผลึกของแข็งสีขาว
กรด (Kp)	9.95
ความหนาแน่น	1.07 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดหลอมเหลว	40.5 องศาเซลเซียส
จุดเดือด	181 องศาเซลเซียส
การละลายในน้ำ	8.3 กรัมต่อน้ำ 100 มิลลิลิตร (20 องศาเซลเซียส)
ประโยชน์	นำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตพลาสติกบางชนิด สีข้อม ยามา เชื้อโรค สารกันเหี่ยว เป็นต้น

2-คลอโรฟีนอล (2-chlorophenol)

2-chlorophenol หรือ Ortho-chlorophenol^[9] มีสูตร โมเลกุลเป็น C_6H_4ClO พบว่ามีลักษณะที่เป็นของเหลวไม่มีสีหรือสีน้ำตาลอ่อนละลายน้ำได้น้อยมีกลิ่นฉุนรุนแรงและมีความเป็นพิษสูง หากกลืนหรือสัมผัสโดนผิวหนังและหากสูดดมอาจมีอันตรายถึงชีวิต รวมถึงเป็นสารก่อมะเร็งและมีผลกระทบต่อระบบสืบพันธุ์ และยังเป็นหนึ่งในสาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดมลพิษทางน้ำ



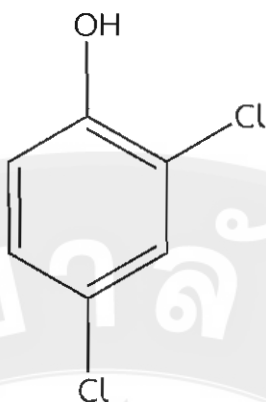
ภาพที่ 3 โครงสร้าง 2-คลอโรฟีนอล^[9]

ตารางที่ 3 คุณสมบัติของ 2-คลอโรฟีนอล^[9]

ชื่อ	2-คลอโรฟีนอล
สูตร โมเลกุล	C_6H_5ClO
น้ำหนักโมเลกุล	128.56 กรัมต่อ โมล
ลักษณะ	เป็นของเหลวสีเหลืองใส
กรด (Kp)	8.56
ความหนาแน่น	1.2634 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ 20 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	9.4 องศาเซลเซียส
จุดเดือด	174.9 องศาเซลเซียส
การละลายในน้ำ	20 กรัมค่อน้ำ 1000 มิลลิลิตร (20 องศาเซลเซียส)
ความละลายได้	ละลายได้ในเอทานอล อีเทอร์ เบนซีน
ความดันไอ	0.308 กิโลปาสกาล
ประโยชน์	นำมาใช้เป็นองค์ประกอบในยาฆ่าแมลง ใช้เป็นสารฆ่าเชื้อโรค และใช้เป็นสารตัวกลางในอุตสาหกรรมเคมี

2,4-ไดคลอโรฟีนอล (2,4-dichlorophenol)

2,4-ไดคลอโรฟีนอล (2,4-dichlorophenol)^[10] มีสูตรโมเลกุลเป็น $C_6H_4Cl_2O$ ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดสารหรือแยกสารมีลักษณะเป็นผลึกของแข็งสีขาวที่อุณหภูมิห้อง แต่เมื่อละลายเป็นของเหลวจะไม่มีสีและสารนี้ยังใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมยา สี ย้อมผ้า ยาฆ่าแมลง และน้ำยารักษาเนื้อไม้ ซึ่งสารนี้เป็นสารพิษและเป็นสารที่ก่อให้เกิดมะเร็ง ดังนั้นจึงมีความจำเป็นที่จะต้องทำการบำบัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมที่ปนเปื้อนด้วยสารนี้ ก่อนการปล่อยทิ้งสู่สิ่งแวดล้อม แต่หากถูกดูดซึมสู่ผิวหนังหรือหากดูดซึมเข้าสู่ร่างกายปริมาณมากอาจถึงตายได้



ภาพที่ 4 โครงสร้าง 2,4-ไดคลอโรฟีนอล^[10]

ตารางที่ 4 คุณสมบัติของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล^[10]

ชื่อ	2,4-ไดคลอโรฟีนอล
สูตรโมเลกุล	$C_6H_4Cl_2O$
น้ำหนักโมเลกุล	163.00 กรัมต่อโมล
ลักษณะ	เป็นของแข็งผลึกสีขาว
ความหนาแน่น	1.38 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดหลอมเหลว	42-43 องศาเซลเซียส
จุดเดือด	209-210 องศาเซลเซียส
การละลายในน้ำ	0.45 กรัมต่อน้ำ 100 มิลลิลิตร (20 องศาเซลเซียส)
ความละลายได้	ละลายได้ในเอทานอล อีเทอร์
ประโยชน์	ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดหรือแยกสาร ใช้เป็นตัวกลางเริ่มต้นในการเตรียม 2,4-ไดคลอโรฟีนอกซีอะซิติกแอซิด

การเตรียมสารบิสัขวานาเคต

การเตรียมสารบิสัขวานาเคต^[11] สามารถทำการเตรียมได้โดยวิธีทางเคมีหลายวิธีด้วยกัน นักวิจัยหลายๆ ท่านมุ่งสนใจในการออกแบบวิธีการเตรียมในทางที่จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์มีคุณสมบัติที่สมบูรณ์และมีประสิทธิภาพ มีวิธีดังต่อไปนี้

1 วิธีการเตรียมในสถานะของแข็ง (Solid state reaction)

วิธีการเตรียมในสถานะของแข็ง^[11] เป็นวิธีการเตรียมสารอิเล็กทรอนิกส์แบบดั้งเดิมบางครั้งเรียกว่า กระบวนการออกไซด์ผสม (mixed oxide process) นิยมใช้กันมากที่สุด เนื่องจากเตรียมง่าย เริ่มจากนำสารตั้งต้นที่เป็นของแข็งมาชั่งให้ได้ตามสัดส่วนที่ต้องการ แล้วนำมาบดคลุกเคล้าจนเป็นเนื้อเดียวกัน (อาจใช้เครื่องเขย่าหรือเครื่องบด) อบให้แห้ง จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิและเวลาที่ต้องการ ผลผลิตที่ได้มักมีความบริสุทธิ์ต่ำไม่เป็นเนื้อเดียวกัน และบางทีอาจมีสารประกอบรูปอื่นๆ เจือปนจากสารตั้งต้น หรือจากชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียม เช่น ซิลิกา อะลูมินา เป็นต้น สิ่งเจือปนเหล่านี้มีผลกระทบต่อสมบัติต่างๆ ของสารที่ต้องการเตรียม

2. วิธีการเตรียมแบบตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method)

วิธีการตกตะกอนร่วม^[12] เป็นวิธีของการแยกไอออน หรือโมเลกุลของสารที่สนใจซึ่งอยู่ในเฟสของสารละลายจะถูกทำให้กระจายมาอยู่ในเฟสของของแข็ง หรือที่เรียกว่าตะกอนได้ โดยเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการตกตะกอน เช่น ค่า pH ความเข้มข้น บรรยากาศ และอัตราการผสมสารละลาย เป็นต้น ซึ่งจะบริสุทธิ์แค่ไหนนั้นจะพิจารณาจากการเปรียบเทียบระหว่างค่าผลคูณของไอออน (Ion product) กับค่าคงที่ของการละลาย (Solubility product constant, K_{sp}) วิธีการตกตะกอนเป็นวิธีที่มีกระบวนการเตรียมตามชนิดของตัวกลางหลักที่ใช้

3. วิธีการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

วิธีไฮโดรเทอร์มอล^[13-14] เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างกว้างขวาง ในปัจจุบันได้มีการเตรียมผงเซรามิก เนื่องจากผงเซรามิกที่เตรียมได้มีความสม่ำเสมอทั้งองค์ประกอบเคมีและขนาดของอนุภาคสามารถเตรียมได้ในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิและความดันปานกลาง โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ (Calcination) และมีอุณหภูมิของการเผาผนึก (Sintering temperature) ต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับผงที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมทางเคมีอื่นๆ เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่าแต่วิธีการเตรียมแบบนี้จะต้องมีการควบคุมค่า pH อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่ทำปฏิกิริยาวิธีไฮโดรเทอร์มอลได้ถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารเฟอร์โรอิเล็กทริกทั้งผงและฟิล์มบาง

กลไกพื้นฐานสำหรับวิธีไฮโดรเทอร์มอลของอนุภาคเซรามิกออกไซด์ สามารถอธิบายได้ดีเมื่ออนุภาคเป็นสารแขวนลอย กลไกของการตกตะกอนของอนุภาคที่เป็นสารพวกออกไซด์ไฮดรอกไซด์ หรือสารประกอบออกไซด์ จะสามารถละลายในสารละลายได้จนกระทั่งอิ่มตัว และสุดท้ายจะได้ผลิตภัณฑ์ตกตะกอนออกมา

กรณีของสารแขวนลอยไม่สามารถละลายในสารละลายของเหลว ดังนั้นอาจจะเติมเบสลงไปหรืออนุภาคเซรามิกส์ การเลือกใช้แต่ละกลไกขึ้นอยู่กับสภาวะในการเตรียมนั้นด้วย การเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลในการผลิตผงเซรามิกส์ มีข้อได้เปรียบ คือ ใช้อุณหภูมิไม่สูงมาก

เหมือนการเผาแคล-ไซน์ และวัตถุดิบขั้นต้นมีราคาถูกกว่า แต่อย่างไรก็ตามกระบวนการนี้สามารถเลือกใช้ออกไซด์ได้บางชนิดเท่านั้น ซึ่งเป็นชนิดที่เกิดได้ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอล

4. วิธีการเตรียมแบบซอล-เจล (Sol-gel method)

วิธีการเตรียมแบบซอล-เจล^[15-16] นิยมใช้ในการเตรียมอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งจะเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาโลหะอัลคอกไซด์ หลังจากนั้นทำให้แห้งและอัดผงอนุภาคให้ติดกันเป็นก้อนแข็ง โดยใช้ความร้อนแต่เป็นอุณหภูมิต่ำกว่าจุดหลอมละลายของโลหะ จะได้สารที่เป็นตัวนำไปผลิตอุปกรณ์ที่เป็นเซรามิกส์

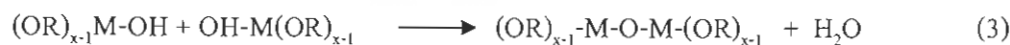
ซอล (Sol) คือ สารแขวนลอยในสถานะของเหลวคล้ายสารละลายแขวนลอยชนิดหนึ่ง ซึ่งจับตัวแข็งเป็นวุ้น มีความหนืดสูงจนสารละลายมีความยืดหยุ่นอย่างของแข็ง ที่เป็นเช่นนั้นเนื่องจากโครงร่างตาข่าย (Net work) ของเฟสที่กระจายตัว (Dispersed phase) หรือคอลลอยด์ (Colloid) หรือสารตัวกลางทำกระจาย (Dispersion medium) วนเวียนอยู่ในโครงร่างตาข่ายนั้น การเปลี่ยนจากซอล (Sol) ไปเป็นเจล (Gel) จะทำให้มีความหนืดสูงขึ้น ในระบบของซอล-เจล จะอธิบายได้เป็น 2 แบบ ซึ่งแตกต่างกัน คือ

1. ระบบอนุภาคที่แขวนลอย จะเกี่ยวข้องกับการกระจายของโลหะออกไซด์ หรืออนุภาคของไฮดรอกไซด์ ในของเหลวที่เป็นซอล แล้วซอลจะรวมตัวกันเป็นเจล

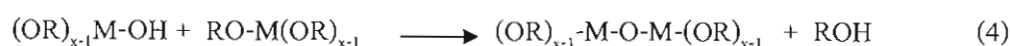
2. ระบบของพอลิเมอร์ จะเกี่ยวข้องกับการเกิดพอลิเมอร์ของสารเคมีอินทรีย์ของโลหะ-อัลคอกไซด์ที่จะผลิตเจลได้พอลิเมอร์ที่มีลักษณะโครงร่างตาข่าย สำหรับระบบของพอลิเมอร์โมเลกุลที่เป็นโครงร่างตาข่ายได้จากการเกิดพอลิเมอร์ของโลหะอินทรีย์ เช่น โลหะอัลคอกไซด์ซึ่งประกอบด้วยอะตอมของโลหะกับกลุ่มอัลคิลที่ต่อกับออกซิเจน เช่น $-CH_3$ (เมทิล), $-C_2H_5$ (เอทิล) เป็นต้น ดังปฏิกิริยาโลหะอัลคอกไซด์สายสั้นๆ สำหรับ $M(OR)_x$ ที่ถูกไฮโดรไลซิสบางส่วนหรือทั้งหมด



ปฏิกิริยาต่อไปเป็นการต่อสายลูกโซ่จากปฏิกิริยาพอลิคอนเดนเซชัน (Polycondensation)



ออกซิเลชัน (Oxolation)

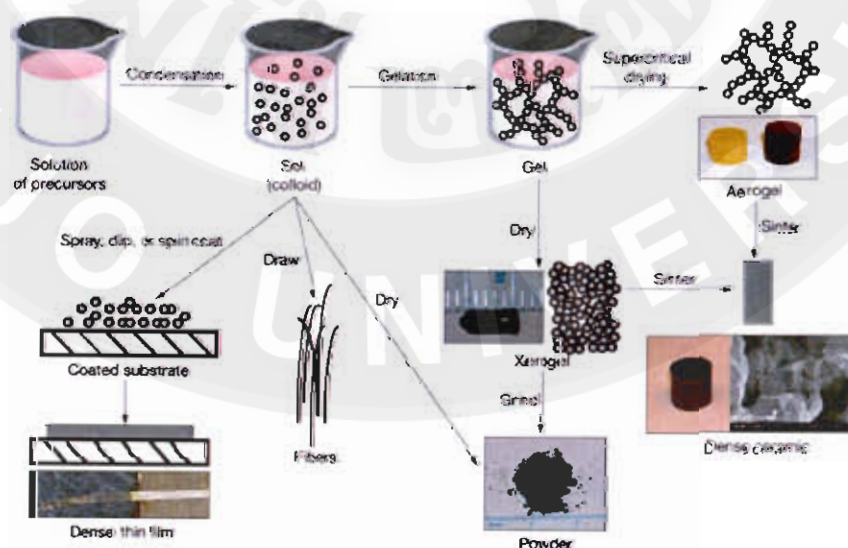


อัลคอกซิเลชัน (Alcoxolation)

ในระบบนี้จะมีเจลเลชัน (Gelation) เกิดขึ้น เมื่อมีสารที่มีโมเลกุลสายยาวเป็นผลิตภัณฑ์จากการเกิดไฮโดรไลซิส และพอลิคอนเดนเซชันของอัลคอกไซด์ ผลิตภัณฑ์จะมีลักษณะเป็นโครงร่างตาข่ายที่ใหญ่ขึ้นอย่างรวดเร็ว จุดที่เริ่มเป็นเจลจะเป็นช่วงเวลาที่เกิดโมเลกุลขนาดใหญ่ที่ล้อมรอบซอล ซึ่งจะสามารถสังเกตได้จากการทดลอง พบว่ามีความหนืดเพิ่มขึ้น เกิดพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง และการไหลของเจลที่เหมาะสมซึ่งสามารถทำเป็นฟิล์ม เส้นใย หรือการขึ้นรูปต่างๆ

ขั้นตอนการทำให้เจลแห้งจะทำให้เจลเกิดรูพรุน และเป็นของแข็งอณูฐานที่อนุภาคของเจลตัวอย่างของการทำให้แห้งโดยการระเหยเจลทำให้อยู่ในรูปของเซโรเจล (Xerogel) ซึ่งจะมีการยุบตัวของผิวหน้าเจลเท่านั้น แต่การทำให้เจลแห้งภายใต้สภาพวิกฤต เช่น ที่ความดันวิกฤตและอุณหภูมิวิกฤต เมื่อของเหลวและไอสมดุลซึ่งกันและกัน จะสามารถกำจัดของเหลวและไอที่อยู่ระหว่างผิวทั้งสอง จะทำให้เกิดรูพรุนทั่วทั้งหมัด เรียกว่า แอโรเจล (Aerogel) แสดงดังรูป 1.5

วิธีแบบซอล-เจล เป็นวิธีการเตรียมสาร โดยเริ่มจากการใช้สารตั้งต้น ที่อยู่ในสภาพของสารละลายซึ่งผสมเข้ากันเป็นอย่างดีและสามารถทำปฏิกิริยากันในระดับโมเลกุล ทำให้เกิดโมเลกุลที่เป็นสายโซ่ยาวหรือเกิดอนุภาคที่มีขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ในของเหลวที่เรียกว่า ซอล (Sol) เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น ความหนืดของสารจะสูงขึ้นจนกระทั่งกลายสภาพเป็นสารกึ่งของเหลวที่เรียกว่า เจล (Gel) จากนั้นจึงนำเจลที่ได้ไปทำให้แห้งสนิท แล้วบดให้เป็นผงละเอียดก่อนนำไปเผา แคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อไป วิธีการเตรียมแบบซอล-เจล จะทำให้ได้ผงที่มีขนาดเล็กและมีความบริสุทธิ์สูงมาก และสามารถผสมเป็นเนื้อเดียวกัน



ภาพที่ 5 วิธีการเตรียมสารแบบซอล-เจล^[17]

ตารางที่ 5 การเปรียบเทียบวิธีการเตรียมวัสดุโฟโตแคตาไลติกส์⁽¹⁸⁾

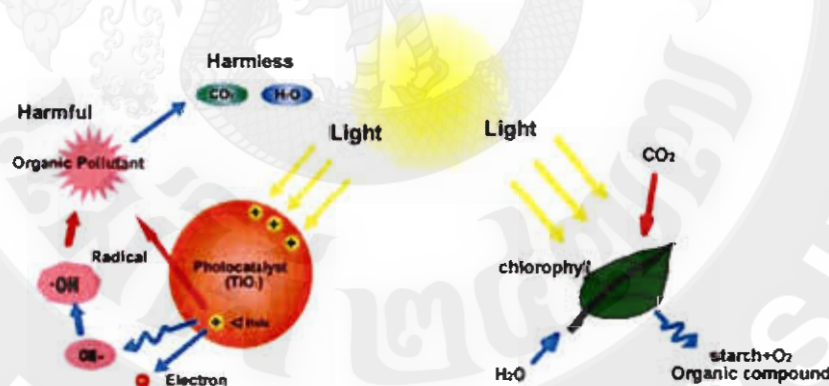
วิธี	ข้อดี	ข้อเสีย
1. โซลิดสเตท (Solid state method)	1. สารตั้งต้นราคาถูก 2. สังเคราะห์ได้ปริมาณมาก	1. อนุภาคมีขนาดใหญ่ 2. มีสารมลทินจากขั้นตอนการบด 3. ใช้อุณหภูมิสูงในการเผาแคลไซน์
2. การตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method)	1. ได้ผงละเอียด (ถ้าอัตราการตกตะกอนต่ำในสารละลายที่มีความเข้มข้นเจือจาง)	1. อนุภาคเกาะกัน เกิดการรวมตัวเป็นก้อน 2. ต้องบดเพื่อให้ได้ผงละเอียดและขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ
3. ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)	1. ได้ผงละเอียด 2. ความบริสุทธิ์สูง 3. สามารถควบคุมขนาดอนุภาคได้	1. ต้องควบคุมอุณหภูมิ ความเข้มข้นของสารระหว่างที่เข้าทำปฏิกิริยา 2. ต้องควบคุมค่า pH ในเครื่อง 3. ต้องมีการควบคุมอัตราการคนอย่างสม่ำเสมอ
4. ซอล-เจล (Sol-gel method)	1. ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ มีความบริสุทธิ์สูง 2. เกิดการรวมตัวกันในระดับโมเลกุลของสารตั้งต้น ทำให้พื้นที่ผิวของเจลมาก	1. สารตั้งต้นมีราคาสูง 2. มีความชื้นสูง

ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ (Photocatalytic)

กระบวนการโฟโตแคตาไลติกส์ (Photocatalytic process)⁽¹⁹⁻²²⁾ เป็นเทคนิคการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้แสงไปกระตุ้นอิเล็กตรอนที่แถบวาเลนซ์ (Valence band) ของสารประกอบกึ่งตัวนำ ซึ่งแขวนลอยอยู่ในน้ำที่มีสิ่งเจือปนหลุดออกจากตำแหน่งส่งผลให้อิเล็กตรอนที่หลุดไป และโฮล (hole) ซึ่งเป็นช่องว่างที่ไม่มีอิเล็กตรอน ซึ่งมีประจุบวกสามารถสร้างพลังงานความร้อนกลับมา รวมตัวกันหรือทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมภายนอก โดยที่โฮลจะทำปฏิกิริยากับน้ำและหมู่ไฮดรอกซิล เพื่อทำให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล (Hydroxyl radical) ซึ่งเป็นตัวออกซิไดส์ที่แรงซึ่งจะสามารถไปทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์ที่ละลายอยู่แตกตัวออกกลายเป็น น้ำ คาร์บอนไดออกไซด์ ในที่สุด

ส่วนอิเล็กตรอนจะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่ละลายอยู่ ทำให้เกิดซูเปอร์ออกไซด์แอนไอออน ซึ่งสามารถทำให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัลได้ หลังจากปฏิกิริยาผ่านไปหลายขั้นตอน ในอีกทางหนึ่ง อิเล็กตรอนสามารถลดปริมาณโลหะบางชนิดที่ละลายอยู่ได้ด้วย

ปัจจัยที่มีผลกระทบอย่างสำคัญต่อประสิทธิภาพของปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสง คือ การรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนกับโฮล (Electron/Hole recombination) โดยปกติแล้วความสัมพันธ์ของอัตราการรวมตัวกันใหม่กับปริมาณอิเล็กตรอนและโฮลจะเพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรง กล่าวคือ ถ้าปฏิกิริยารีดักชันสามารถเกิดได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งหมายถึง ปริมาณอิเล็กตรอนที่แถบคอนดักชันของอนุภาคของสารกึ่งตัวนำมีมาก จะมีผลทำให้การรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนกับโฮลมีอัตราลดลง และประสิทธิภาพของปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากโฮลสามารถทำปฏิกิริยาออกซิเดชันได้มากขึ้น ในทางกลับกันถ้าโฮลที่ว่างของแถบวาเลนซ์ถูกบรรจุด้วยอิเล็กตรอนให้เต็มอย่างรวดเร็วด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชันจะมีผลทำให้ประสิทธิภาพของปฏิกิริยารีดักชันเพิ่มขึ้น ผลลัพธ์โดยรวมแล้วคือว่า เมื่อเกิดปฏิกิริยารีดักชันของโลหะจะเป็นการส่งเสริมให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารอินทรีย์ อย่างไรก็ตามสิ่งที่สนับสนุนการเพิ่มของขบวนการย้อนกลับเป็นความซับซ้อนยุ่งยากมาก เพราะโดยปกติแล้วปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเกิดผ่านไฮดรอกซิลเรดิคัลเท่านั้น แสดงดังรูป 1.6



ภาพที่ 6 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์และ โฟโตเคมี^[23]

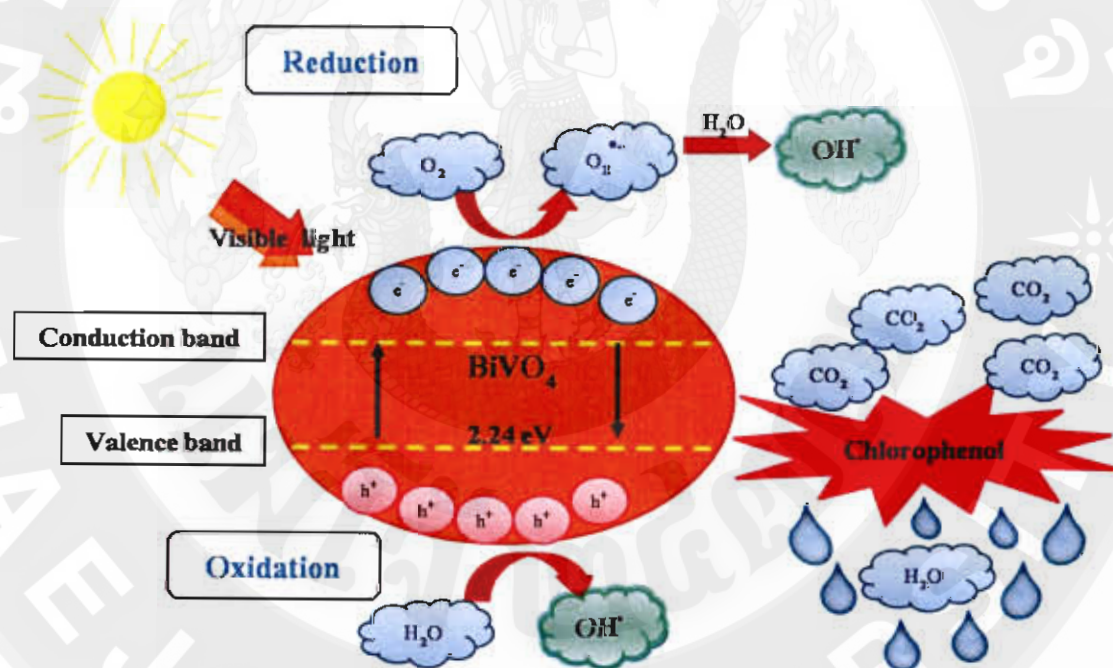
กลไกของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทวานาเดต

ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทวานาเดต^[24-25] ในการบำบัดสารอินทรีย์โดยทั่วไปนั้นจะเกิดจากการที่บริเวณผิวของสารประเภทโฟโตแคตาไลสต์ที่มีช่องว่าง (Hole) จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) และน้ำ (H₂O) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH·) และเรดิคัลตัวอื่นๆ ส่วนที่บริเวณผิวของสารประเภทโฟโตแคตาไลสต์ ที่มีอิเล็กตรอนจะเกิดปฏิกิริยา

รีดักชันกับออกซิเจน (O_2) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ไฮดรอกไซด์ไอออนเรดิคัล ($O_2^{\cdot-}$) เปอร์ไฮดรอกซิลเรดิคัลออกไซด์ ($HO^{\cdot}$) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) จะเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างน้ำ (H_2O) กับซูเปอร์ออกไซด์ไฮดรอกไซด์ไอออนเรดิคัล ($O_2^{\cdot-}$) โดยสามารถเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^{\cdot}$) ได้อีก

ในขณะที่สภาวะที่มีแก๊สออกซิเจนไม่เพียงพอ จะทำให้เกิดโปรตอน (H^+) ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของน้ำเข้ามารับอิเล็กตรอนแทนเกิดเป็นไฮโดรเจนเรดิคัล ($H^{\cdot}$) โดยจากการศึกษาพบว่าไฮโดรเจนเรดิคัล ($H^{\cdot}$) จะทำหน้าที่เป็นตัวออกซิเดชันหลักในปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิสต์ เนื่องจากไฮโดรเจนเรดิคัล ($H^{\cdot}$) เป็นสารที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา

เนื่องจากไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^{\cdot}$) และช่องว่างที่ผิวของตัวแคตาลิสต์ มีคุณสมบัติเป็นประจุบวก การออกซิไดซ์ของช่องว่างกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) จะเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^{\cdot}$) และขณะเดียวกันช่องว่างจะเกิดการออกซิไดซ์กับสารอินทรีย์ด้วย แสดงดังรูป 1.7



ภาพที่ 7 กลไกการกำจัดคลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิสต์ของบิสมัธวานาเดต ภายใต้การฉายแสงวิสิเบิล^[25]

ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิสต์ จึงเกิดได้ 2 กระบวนการ คือ

1. การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของช่องว่างกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) และน้ำ (H_2O) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^{\cdot}$) และปฏิกิริยารีดักชันของอิเล็กตรอนกับออกซิเจน (O_2)

หรือไฮโดรเจนไอออน (H^+) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ไอออนเรดิคัล ($O_2^{\cdot-}$) เปอร์ไฮดรอกซิลเรดิคัล-ออกไซด์ ($HO^{\cdot-}$) และไฮโดรเจนเรดิคัล ($H^{\cdot}$)

2. การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารอินทรีย์ที่ดูดติดบนโฮล (Hole) ของตัวแคตาลิสต์ ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์พบว่า ตัวปฏิกิริยาหลักที่เกิดขึ้น คือ ไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^{\cdot}$) กับสารอินทรีย์ ส่วนการเกิดปฏิกิริยาระหว่างช่องว่างกับสารอินทรีย์นั้นเป็นปฏิกิริยารองซึ่งเกิดขึ้นได้น้อยกว่า

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผงบิสมัทนาเคด โดยวิธีซอล-เจล
2. เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของผงบิสมัทนาเคด
3. เพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพในการสลายตัวของฟีนอลและคลอโรฟีนอลโดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัทนาเคด
4. เพื่อนำความรู้ที่ได้ไปประยุกต์ใช้ในการกำจัดฟีนอลและคลอโรฟีนอลที่ปนเปื้อนในแหล่งน้ำธรรมชาติจากกิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมและพัฒนาสารประเภทโฟโตแคตาลิสต์ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล
2. สามารถกำจัดฟีนอลและคลอโรฟีนอล ที่ปนเปื้อนในแหล่งน้ำธรรมชาติจากกิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม
3. นำความรู้ที่ได้ไปประยุกต์และพัฒนาผลิตภัณฑ์สารประเภทโฟโตแคตาลิสต์ สำหรับการใช้กำจัดของเสียที่อยู่ในรูปของฟีนอลและคลอโรฟีนอล ในโรงงานอุตสาหกรรมการผลิตยาปราบศัตรูพืช โดยมีภาครัฐและภาคเอกชนร่วมมือกัน ให้องค์ความรู้แก่ประชาชน
4. สามารถนำเสนอผลงานทางวิชาการในที่ประชุมระดับชาติและระดับนานาชาติ
5. สามารถเผยแพร่ผลงานทางวิชาการในวารสารระดับชาติและระดับนานาชาติ

การตรวจเอกสาร

Gotić และคณะ^[11] ได้ทำการศึกษาการเตรียมผงบิสมัทวานาเดตบริสุทธิ์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก โดยวิธีแบบดั้งเดิม (Solid-state reaction) ได้ผงบิสมัทวานาเดตแบบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Inhomogeneously) และเป็นแบบเนื้อเดียวกัน (Homogeneously) ที่มีอนุภาคขนาดประมาณ 15 ไมโครเมตร และมีรูปร่างไม่สม่ำเสมอ ส่วนผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิห้อง มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.3-1.2 ไมโครเมตร และได้ทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงบิสมัทวานาเดต โดยเทคนิครามานสเปกโทรสโคปี พบว่า การเตรียมตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงจะมีโครงสร้างของวานาเดต (VO_4^{3-}) แบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) ที่มีสมมาตรน้อยกว่าการเตรียมตัวอย่างที่อุณหภูมิต่ำและพบว่าตัวอย่างที่เตรียมที่อุณหภูมิสูงจะมีความเป็นผลึกที่ดีกว่า

Liu และคณะ^[13] ได้ทำการเตรียมผงบิสมัทวานาเดต (BiVO_4) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้สารตั้งต้น คือสารละลายบิสมาทไนเตรตและวานาเดียมที่มีจากสารตั้งต้นวานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) และโซเดียมวานาเดต (NaVO_3) ทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงบิสมัทวานาเดต โดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน พบว่า การเตรียมผงบิสมัทวานาเดตที่บริสุทธิ์จะต้องใช้อุณหภูมิ 200 และ 140 องศาเซลเซียส ที่เตรียมได้จากวานาเดียมออกไซด์และโซเดียมวานาเดต พบว่า จะเกิดการรวมตัวของอนุภาคเล็กๆ ที่มีลักษณะเป็นแท่งและเป็นแผ่น ตามลำดับ โดยมีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก

Zhang และคณะ^[5] ได้ทำการศึกษาการเหนี่ยวนำแสงช่วงวิสิเบิลใช้ทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิสต์ของผงบิสมัทวานาเดต (BiVO_4) ที่เตรียมได้โดยวิธีการเผาไหม้สารละลาย (Solution combustion) และทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ เพื่อใช้ในการสลายตัวของสีย้อมโรดามีน บี (Rhodamine B, RhB) และฟีนอล ภายใต้การฉายรังสีของแสงช่วงวิสิเบิล ($\lambda = 420$ นาโนเมตร) ซึ่งการสลายตัวของสีย้อมโรดามีน บีที่มีความเข้มข้นสูงและการเปลี่ยนแปลงค่า COD แสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิสต์ของผงบิสมัทวานาเดต มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอะโรมาติก และการลดลงของปริมาณคาร์บอนทั้งหมดในสารอินทรีย์ (TOC) แสดงให้เห็นว่าการเกิดไมเนอรัไลเซชัน (mineralization) ของสีย้อมโรดามีน บีมีมากกว่าการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิสต์ของผงบิสมัทวานาเดต นอกจากนี้ยังช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการย่อยสลายฟีนอล

D'Oliveira และคณะ^[26] ได้ทำการศึกษาการกำจัดสารประเภทโมโนคลอโรฟีนอล โดยใช้ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ โดยทำการศึกษาการเปรียบเทียบระหว่างคลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol, 2CP) และคลอโรฟีนอล (3-Chlorophenol, 3CP) รวมไปถึงปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของ 2CP และ 3CP คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น ค่า pH และอินเตอร์มีเดียต โดยทำการทดลองฉายแสงที่มีความยาวคลื่น (λ) มากกว่าหรือเท่ากับ 340 นาโนเมตร และ 290 นาโนเมตร ไปยังสารละลาย 2CP และ 3CP ที่มีการเติมไททาเนียมไดออกไซด์ และไม่มีการเติมไททาเนียมไดออกไซด์ พบว่า ที่ความยาวคลื่นมากกว่า 340 นาโนเมตร ทั้ง 2CP และ 3CP ที่ไม่มีการเติมไททาเนียมไดออกไซด์จะเกิดปฏิกิริยาน้อยมาก สามารถย่อยสลายโมโนคลอโรฟีนอลได้น้อยกว่า 5 % ที่เวลา 120 นาที แต่เมื่อมีการเติมไททาเนียมไดออกไซด์ พบว่า สามารถย่อยสลายโมโนคลอโรฟีนอลได้มากขึ้น แต่ที่ความยาวคลื่นมากกว่า 290 นาโนเมตร สารละลายโมโนคลอโรฟีนอลที่ไม่มีไททาเนียมไดออกไซด์ สามารถย่อยสลายโมโนคลอโรฟีนอลได้ (2CP และ 3CP) ถึง 99 % ที่เวลา 175 และ 245 นาที ตามลำดับ สำหรับสารละลายโมโนคลอโรฟีนอล ที่มีไททาเนียมไดออกไซด์ สามารถย่อยสลายโมโนคลอโรฟีนอลได้เพิ่มอีกขึ้นเล็กน้อย

ดังนั้นเพื่อหลีกเลี่ยงผลของปฏิกิริยาโฟโตไลซิส จึงต้องมีการฉายแสงที่มีความยาวคลื่นมากกว่า 340 นาโนเมตร ในการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นเริ่มต้น พบว่า ในปฏิกิริยาการย่อยสลาย 3CP อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น และจะเริ่มคงที่ เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 1.6 มิลลิโมลต่อลิตร

ส่วนผลของค่า pH นั้น พบว่า ที่ช่วง 3.5-9.0 จะไม่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา ในการวิเคราะห์สารตัวกลางต่างๆ ที่เกิดขึ้นในระหว่างการสลายตัวของ 3CP พบสารตัวกลาง 10 ชนิด โดยตัวหลัก คือ คลอโรไฮโดรควิโนน (Chlorohydroquinone, CHQ) และไฮดรอกซีไฮโดรควิโนน (Hydroxyhydroquinone, HHQ) โดยคลอโรไฮโดรควิโนนจะสลายตัวได้อย่างสมบูรณ์ที่เวลา 60 นาที นับจากเมื่อ 3CP ถูกย่อยสลายจนหมดและไฮดรอกซีไฮโดรควิโนน สามารถสลายตัวได้รวดเร็วกว่าคลอโรไฮโดรควิโนน ในปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของ 3CP

Ilisz และคณะ^[27] ได้ทำการศึกษาวิธีการบำบัดน้ำเสียให้เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมด้วยการนำเสนอในรูปแบบของสารอินทรีย์ที่เป็นมลพิษคือ 2-chlorophenol (2CP) ซึ่งครั้งแรกจะถูกดูดซับและถูกกำจัดออกโดยปฏิกิริยาโฟโตไลติกส์โดยตรง หรือกระบวนการโฟโตแคตาไลติกส์ที่ต่างกัน จะเป็นตัวดูดซับสารอินทรีย์ (ที่มี hexadecylpyridinium chloride) จากแร่ดินเหนียว (montmorillonite) และจะถูกโฟโตแคตาไลสต์เป็น Degussa P25 ปริมาณคาร์บอนของสารอินทรีย์และปริมาณคลอรีนของสารอินทรีย์ที่ต้องการตรวจวัด ได้จากกระบวนการของไมเนอร์ไรเซชัน ในขณะที่เกิดการย่อยสลายของ 2CP และการก่อตัวของตัวกลางซึ่งจะสามารถติดตามได้ด้วยเทคนิค

HPLC การย่อยสลายสารมลพิษที่เป็นสารอินทรีย์จะมาพร้อมกับการทำลายตัวดูดซับ การกำจัด 2CP ที่ผ่านการรวมกันของตัวดูดซับ และสามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ในช่วงเวลาที่เหมาะสม และสามารถนำไปใช้ในโรงงานในการบำบัดน้ำเสียให้เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม

Suryaman และคณะ^[28] ได้ทำการศึกษาการบำบัดน้ำเสียด้วยการรวมตัวเอาวิธีการบำบัดน้ำเสียทางชีวภาพและกระบวนการโฟโตแคตาไลติกส์ มาเพื่อใช้ในการกำจัด 2-chlorophenol, 2,4-dichlorophenol, 2,4,5-trichlorophenol และ pentachlorophenol ที่ปนเปื้อนอยู่ในน้ำประปาการกำจัดสารประกอบคลอรีเนตฟีนอลสามารถทำได้โดยการบำบัดน้ำเสียทางชีวภาพ และการบำบัดน้ำเสียด้วยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ภายใต้การฉายรังสียูวี ร่วมกับการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ และยังสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้

Zhang และคณะ^[29] ได้ทำการศึกษาแผ่นซิลเวอร์ที่เจือปนบนแผ่นฟิล์มบิสมีทวานาเดตโดยเทคนิคโฟโตรีดักชัน ซึ่งทำการวิเคราะห์โครงสร้างพื้นฐานของแผ่นซิลเวอร์ ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน การศึกษาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดทำให้ทราบถึงขนาดของแผ่นซิลเวอร์ที่มีขนาด 10-20 มิลลิเมตร การย่อยสลายฟีนอลด้วยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ จะแสดงอัตราการลดลงของฟีนอลบนซิลเวอร์ที่เจือปนในแผ่นฟิล์มบิสมีทวานาเดต เปรียบเทียบกับแผ่นฟิล์มบิสมีทวานาเดต การขนส่งอิเล็กตรอนจากแผ่นบิสมีทวานาเดตในโลหะซิลเวอร์ สามารถเพิ่มประจุในการแยกได้ และเพิ่มความสามารถในการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ซึ่งจะสามารถกระตุ้นการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนได้ และแสงที่ผ่านรูของแผ่นซิลเวอร์ จะถูกปล่อยออกมาบนแผ่นฟิล์มบิสมีทวานาเดต ในเวลา 4 ชั่วโมง การกำจัดฟีนอลบนซิลเวอร์ที่เจือปนในแผ่นฟิล์มบิสมีทวานาเดต และแผ่นฟิล์มบิสมีทวานาเดตในกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรแคตาไลติกส์ สามารถย่อยสลายฟีนอลได้ 94.1% และ 61.0% ตามลำดับ

อุปกรณ์และวิธีการ

สารเคมี

ตารางที่ 6 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

ชื่อสารเคมี	เกรด/ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต	ประเทศ
1. Acetic acid (CH_3COOH)	99.7 % v/v	Pathumwan	Thailand
2. Acetonitrile (CH_3CN)	99.9 % v/v	Pathumwan	Thailand
3. Ammonium vanadate (NH_4VO_3)	99.5 % w/v	Ajax	Australia
4. Bismuth nitrate ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	99.0 % w/v	Ajax	Australia
5. 2-Chlorophenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{ClO}$)	98.0 % v/v	Fluka	England
6. 2,4-Dichlorophenol ($\text{C}_6\text{H}_3\text{Cl}_2\text{O}$)	97.0 % w/v	Fluka	England
7. Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)	99.8 % v/v	Merck	Germany
8. Methanol (CH_3OH)	99.9 % v/v	Pathumwan	Thailand
9. Nitric acid (HNO_3)	65.0 % v/v	Merck	Germany
10. Phenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$)	99.5 % w/v	Odczynniki Chemiczne SA	Poland
11. 2-Propanol ($\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$)	99.8 % w/v	Merck	Germany

เครื่องมือและอุปกรณ์

ตารางที่ 7 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิตและรุ่น	ประเทศ
1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)	JEOL JSM-5410LV	Japan
2. โกร่งบด (Mortar)	-	-
3. เครื่องเคลือบทองด้วยสูญญากาศ (Fine coater)	JEOL JFC 1200	Japan
4. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatograph)	Agilent HP 1100	USA
5. เครื่องชั่งชนิด 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)	Mettler Toledo AB304-5	Switzerland
6. เครื่องฟูรีเยอร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตร- มิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer)	PerkinElmer SpectrumRX I	USA
7. เครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโตรโฟโต- มิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer)	Oxford IncaPentaFETx3	England
8. เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวอนุภาค (Surface area analyzer)	Quantachrome Autosorb 1 MP	USA
9. เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic)	Labquid I36H	England
10. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)	Bruker D8 Advance	Germany
11. ตู้อบอุณหภูมิ (Hotbox oven size 2)	Thai Polymedic Gallenkamp	Thailand

วิธีการวิจัย

1. วิธีการเตรียมสารเคมี

1.1 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์

1. ปิเปตสารละลายกรดไนตริก เข้มข้น 65 % ปริมาตร 27.30 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จนมีปริมาตรครบ

1.2 การเตรียมสารละลาย 2-โพรพานอล ความเข้มข้น 2.0 โมลาร์

1. ปิเปตสารละลาย 2-โพรพานอล ปริมาตร 15.33 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จนมีปริมาตรครบ

1.3 การเตรียมสารละลายบิสมีท์ไนเตรท ความเข้มข้น 0.03 โมลาร์

1. ชั่งบิสมีท์ไนเตรท เพนตะไฮเดรต หนัก 0.3693 กรัม ละลายด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก คนจนสารละลายหมด
2. เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.4 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมวานาเดต ความเข้มข้น 0.03 โมลาร์

1. ชั่งแอมโมเนียม วานาเดต หนัก 0.0891 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก คนจนสารละลายหมด
2. เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.5 การเตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ชั่งฟีนอล หนัก 0.0102 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแก้วจนสารละลายหมด

2. เทสารลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.6 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปต 2-คลอโรฟีนอล ปริมาตร 8.2 ไมโครลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. เทสารลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.7 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ชั่ง 2,4-ไดคลอโรฟีนอล หนัก 0.0104 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแก้วคนสารจนสารละลายหมด

2. เทสารลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.8 การเตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.9 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.10 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

1.11 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล

1. ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ ได้สารละลายมาตรฐานฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

1.12 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล

1. ปิเปตสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.00, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ ได้สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

1.13 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

1. ปิเปตสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ ได้สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2. การเตรียมผงบิสมัทวานาเดตโดยวิธีซอล-เจล

1. นำสารละลายบิสมัทไนเตรท ความเข้มข้น 0.03 โมลาร์ ที่ละลายในกรดไนตริกเข้มข้น 4.0 โมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และสารละลายแอมโมเนียมวานาเดต ความเข้มข้น 0.03 โมลาร์ ที่ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 50 มิลลิลิตร
2. ผสมสารละลายทั้งสองในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลาย 2-โพรพานอล ความเข้มข้น 2.0 โมลาร์ ภายใต้การคนด้วยแท่งแม่เหล็กคนสาร ได้ตะกอนสีเหลือง
3. อบตะกอนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำผงตะกอนไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3. การตรวจสอบลักษณะของผงบิสมัทวานาเดต

3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้าง โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์

1. นำผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ โดยไม่ผ่านการเผาแคลไซน์และที่ผ่านการเผาแคลไซน์ โดยทำการบดให้ละเอียด

2. นำมาอัดในช่องกลางของแผ่นยึดสารตัวอย่าง ทำการเกลี่ยผิวด้านบนของสารให้เรียบ

3. ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์

4. นำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้มมาตรฐาน

3.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์

1. นำผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ โดยที่ผ่านการเผาแคลไซน์ โดยทำการบดให้ละเอียดและทำให้เป็นสารแขวนลอย โดยการนำไปกระจายตัวในตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ เอทานอลบริสุทธิ์

2. นำไปกระจายตัวในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 30 นาที

3. นำตะกอนที่แขวนลอยในเอทานอลดังกล่าว หยดใส่สตัป (Stub) ที่ติดด้วยทองแดงเทป แล้วทิ้งให้แห้งและนำสตัปไปเคลือบด้วยทอง โดยเครื่องเคลือบทอง (Fine coater) ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 มิลลิแอมแปร์ นาน 150 วินาที

4. นำไปวิเคราะห์หาลักษณะทางสัณฐาน โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์

3.3 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค โดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวอนุภาค

1. เตรียมผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ประมาณ 2 กรัม บดให้ละเอียด จากนั้นอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

2. ทำการตั้งอุณหภูมิไล่แก๊ส ที่อุณหภูมิ 120 และ 150 องศาเซลเซียส

3. เวลาของการไล่แก๊ส 1 ตัวอย่าง ใช้เวลา 2-3 ชั่วโมง โดยใช้แก๊สไนโตรเจน

4. นำผงบิสมัทวานาเดตใส่ในหลอดทดลองปลายกระเปาะ (Pellet cell) แล้วนำไปวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวโดยทฤษฎีของ บรูเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E., BET)

5. การวิเคราะห์พื้นที่ผิวใช้เวลา 6-7 ชั่วโมง

3.4 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์

1. นำผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ โดยที่ผ่านการเผาแคลไซน์ โดยทำการบดให้ละเอียด
2. ชั่งตะกอนที่เตรียมได้หนัก 0.001 กรัม และโพแทสเซียมโบรไมด์หนัก 0.01 กรัม ลงไปในโถรงบด ทำการบดสารให้เข้ากัน
3. นำไปอัดด้วยความดัน 1500-2000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ให้กลายเป็นแผ่นบาง (KBr pellet) นำแผ่นบางวางลงบนแผ่น (pellet) เอาสก็อตเทปปิดเพื่อยึดสารตัวอย่างไว้กับ sample holder
4. นำไปวิเคราะห์ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน โดยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์

4. การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องโครมาโทกราฟฟองเหลวสมรรถนะสูง

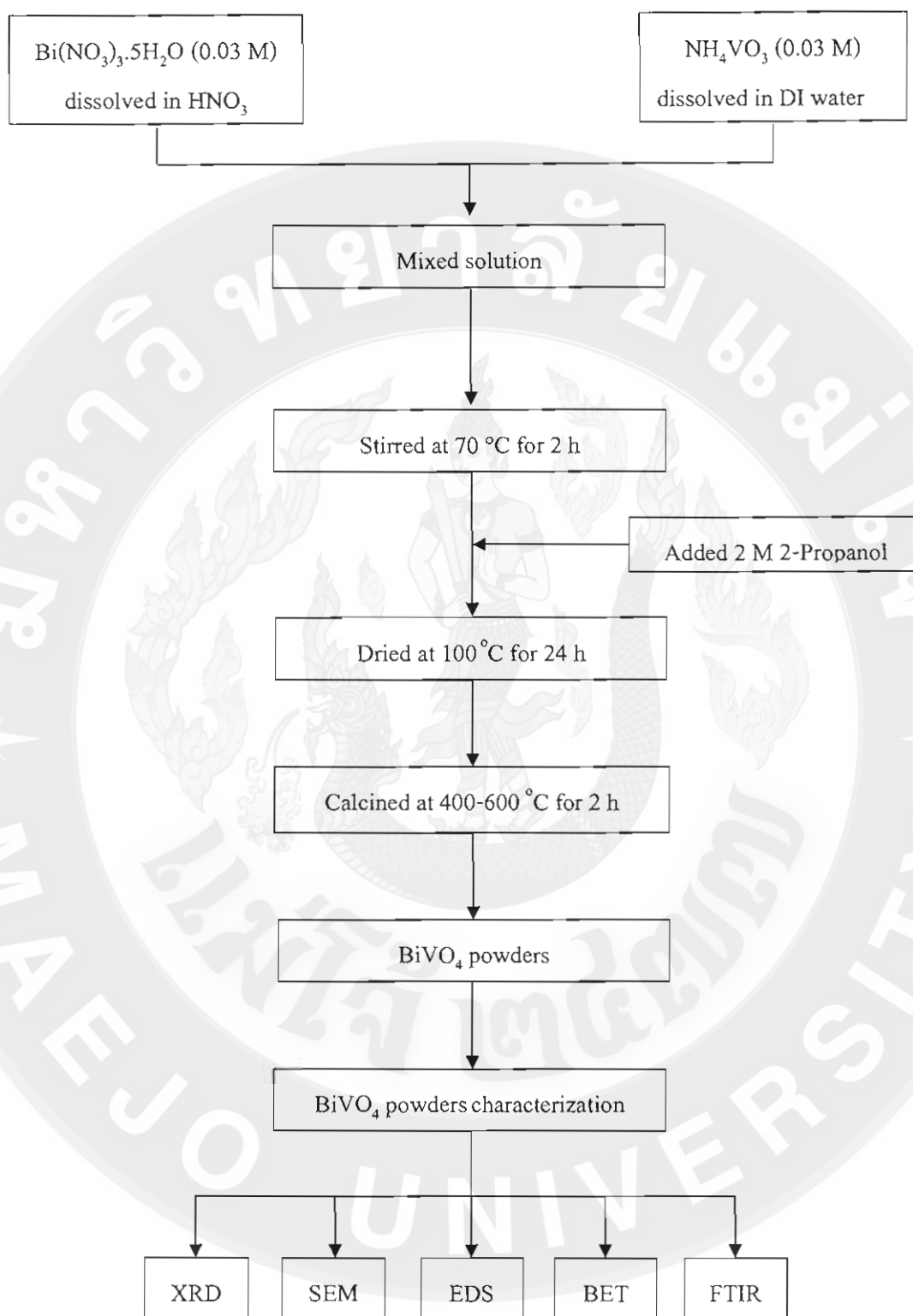
1. นำผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มาบดให้ละเอียด ชั่งปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาณ 25 มิลลิลิตร ในแต่ละบีกเกอร์ ปิดด้วยกระดาษฟอยล์ นำไปกระจายตัวโดยใช้เครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 20 นาที
3. ทำการคนด้วยแท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่ตั้งทิ้งไว้ข้ามคืน มาทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ด้วยการให้แสงจากหลอดควิซีบีล ขณะทำปฏิกิริยาต้องคนสารละลายตลอดเวลาการทำการทดลอง
5. ดูดสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ตามลำดับ มาครั้งละ 1 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที กรองด้วยแผ่นกรองขนาด 0.45 ไมครอน
6. นำไปวัดหาปริมาณสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ตามลำดับ ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟฟองเหลวสมรรถนะสูง
7. สภาวะที่ใช้ในการทดลอง โดยเครื่องโครมาโทกราฟฟองเหลวสมรรถนะสูง

ตารางที่ 8 สภาวะการทำงานของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง⁽⁴²⁾

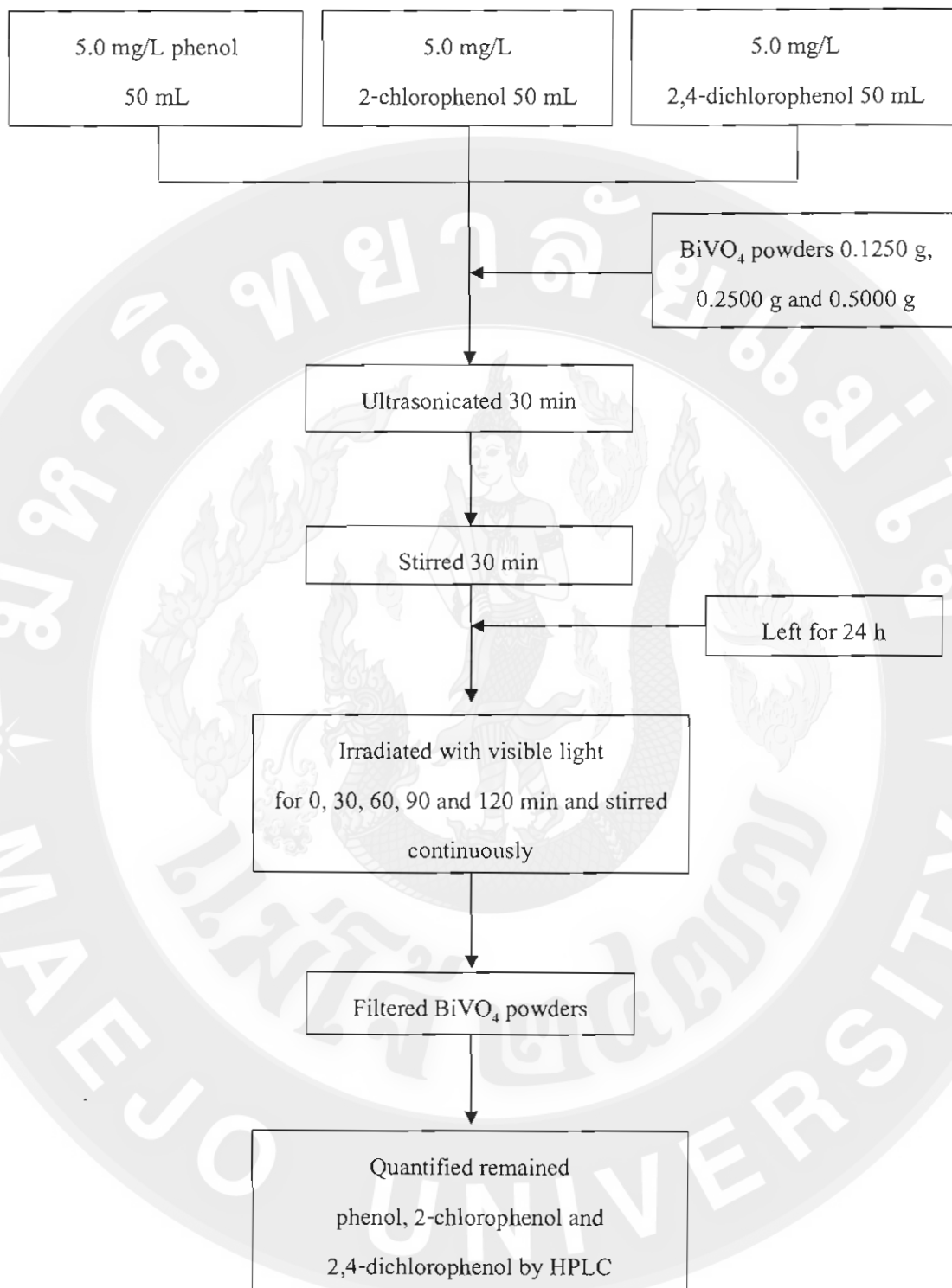
พารามิเตอร์	สภาวะ
ชนิดคอลัมน์	ODS C ₁₈ (ขนาด : ยาว = 125 มิลลิเมตร, เส้นผ่านศูนย์กลาง = 0.4 มิลลิเมตร)
ตัวพา	CH ₃ CN : CH ₃ COOH : H ₂ O อัตราส่วน 40 : 0.1 : 60
อัตราการไหล	1.0 มิลลิลิตรต่อนาที
ปริมาณสารที่ฉีด	20 ไมโครลิตร

5. การทดสอบหาปริมาณสลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ โดยวิธีเติมสารละลายมาตรฐาน

1. เก็บตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากแหล่งน้ำ 3 แหล่ง ได้แก่ แปลงผัก นาข้าว และคลองชลประทาน มาปริมาตร 500 มิลลิลิตร
2. ทำการกรองตัวอย่างน้ำธรรมชาติโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 4
3. ปิเปตตัวอย่างน้ำธรรมชาติปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร
4. ปิเปตสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.25, 0.50, 0.75, 1.00 และ 1.25 มิลลิลิตร ได้สารละลายความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ที่มีตัวอย่างน้ำธรรมชาติอยู่
5. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ
6. นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ตามสภาวะการทำงาน แสดงดังตาราง 2.3



ภาพที่ 8 ผังการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของผงบิสัรวานาเดด ที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล



ภาพที่ 9 การสลายตัวของฟีนอล และอนุพันธ์ของฟีนอล โดยปฏิกิริยาดำเนินไปด้วยแสงของ
ผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีซอล-เจล

ผลการวิจัย

ผงบิส്മัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล ในอัตราส่วนโดยโมลของบิส്മัธไนเตรด : แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก ทำการเตรียมสารละลายให้อยู่ในรูปแบบซอล โดยเติมสารละลาย 2-โพรพานอล และทำการอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้สารสีเหลืองเกิดการเปลี่ยนแปลงจากซอลเป็นเจล จากนั้นทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำมาศึกษาลักษณะเฉพาะของผงบิส്മัธวานาเดต ดังนี้

เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิส്മัธวานาเดต

จากการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล แสดงดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	น้ำหนักทางทฤษฎี (กรัม)	น้ำหนักที่ได้จริง (กรัม)	บิส്മัธวานาเดต (เปอร์เซ็นต์)
400	11.8776	9.3521	78.74
500	11.8776	9.4016	79.15
600	11.8776	9.4260	79.36

จากภาพที่ 10 ของผงบิส്മัธวานาเดต เห็นได้ว่า ผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล มีลักษณะเป็นผงของแข็งละเอียดมีสีเหลืองและจากการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า มีเปอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ใกล้เคียงกัน อยู่ในช่วงระหว่าง 78.74-79.36 เปอร์เซ็นต์



(ก)



(ข)



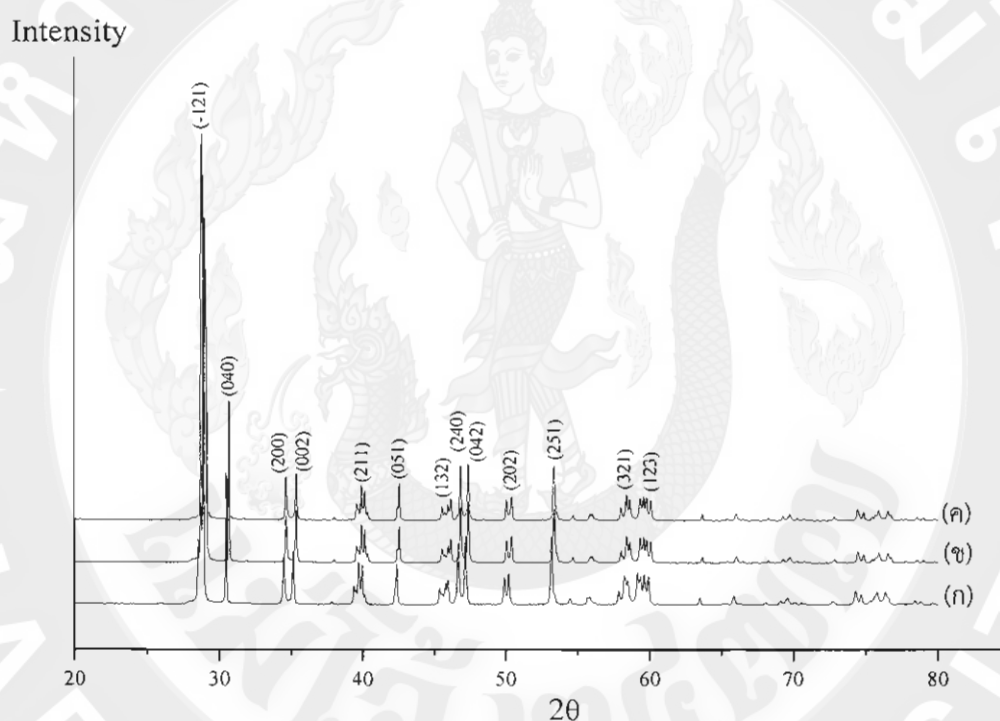
(ค)

ภาพที่ 10 ลักษณะของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ

(ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์

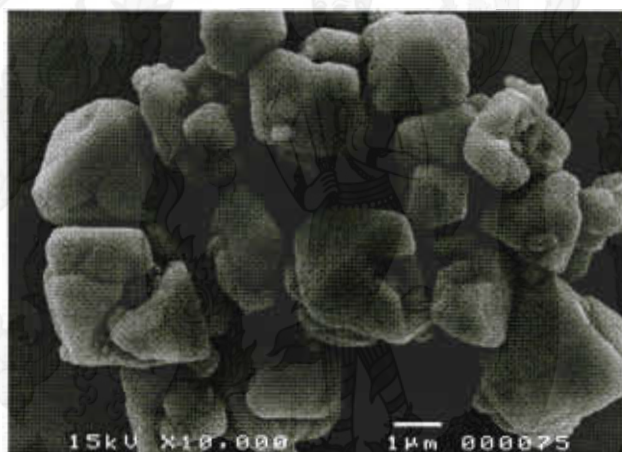
จากการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ จากภาพที่ 11 (ก-ค) แสดงรูปแบบ XRD ของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่า รูปแบบ XRD ดังแสดงในภาพที่ 11 (ก-ค) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) หมายเลข 14-0688^[31]



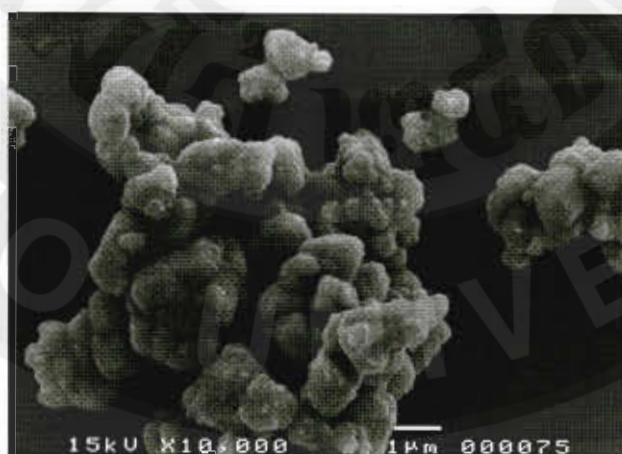
ภาพที่ 11 รูปแบบ XRD ของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การตรวจสอบลักษณะพื้นฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดต โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

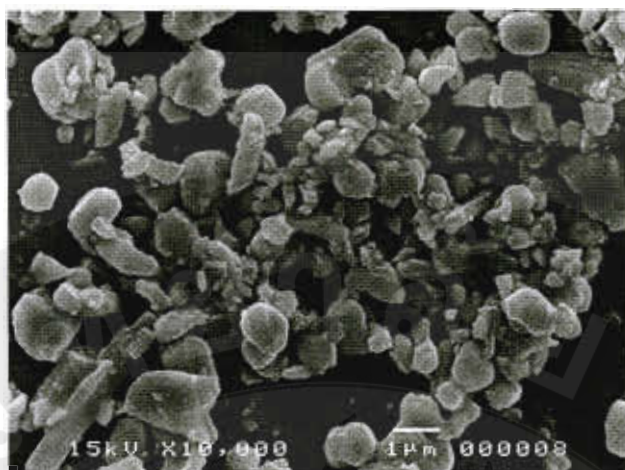
การตรวจสอบลักษณะทางพื้นฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากภาพที่ 12 (ก-ค) แสดง SEM ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าแคลไชน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลือง มีรูปร่างไม่แน่นอนและมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.5-3.0 ไมโครเมตร



(ก)



(ข)



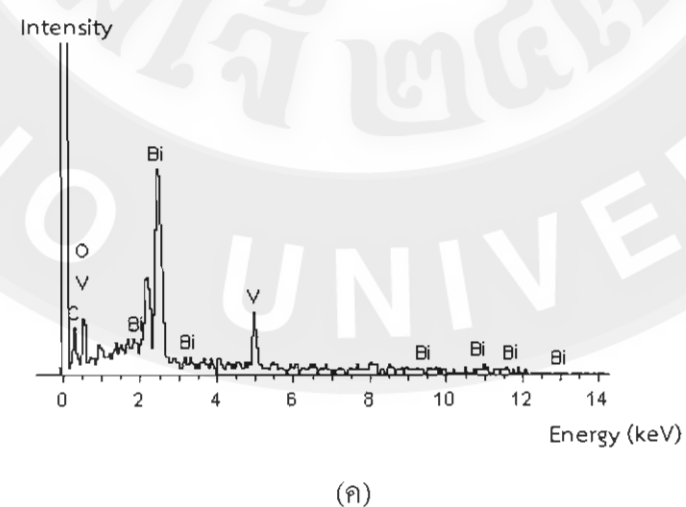
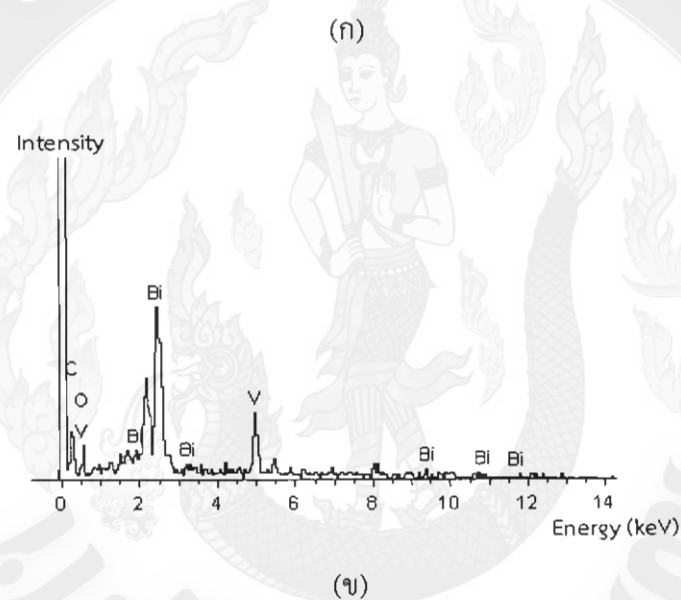
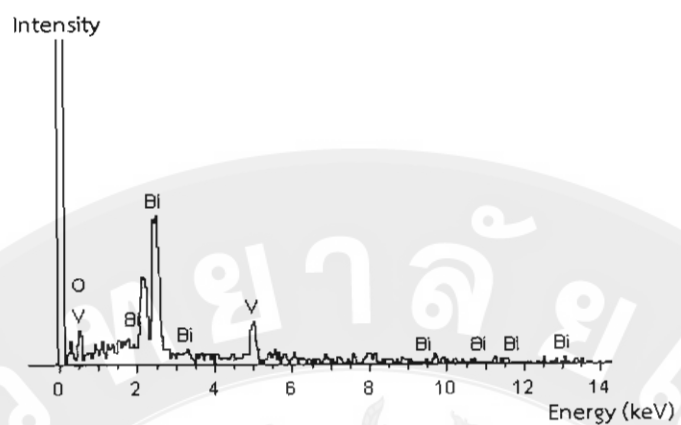
(ค)

ภาพที่ 12 SEM ของผงบิสมัทเทลลูไรด์ ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เพลเคลสไชน์ที่อุณหภูมิ

(ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงบิสมัทเทลลูไรด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโตรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

จากการวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงบิสมัทเทลลูไรด์ ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโตรมิเตอร์ พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของผงบิสมัทเทลลูไรด์ คือ ธาตุบิสมัท ซึ่งมีระดับพลังงาน M_{α} เท่ากับ 2.42 และ 3.19 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ มีระดับพลังงาน L_{γ} เท่ากับ 9.42 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ มีระดับพลังงาน L_{α} เท่ากับ 10.8 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และมีระดับพลังงาน L_{β} เท่ากับ 13.0 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ธาตุเทลลูเรียม ซึ่งมีระดับพลังงาน K_{α} เท่ากับ 4.95 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน ซึ่งมีระดับพลังงาน K_{α} เท่ากับ 0.52 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ แสดงดังภาพที่ 13 (ก-ค)



ภาพที่ 13 EDS ของผงบิสมีทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าเคลไซน์ที่อุณหภูมิ

(ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

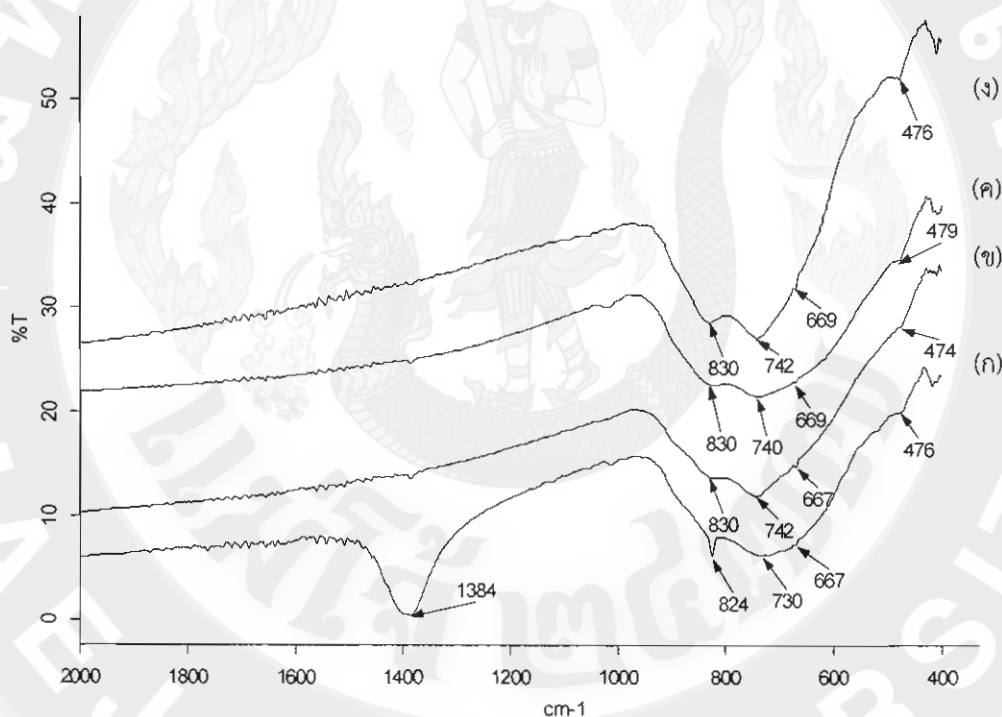
จากการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงบิสมัทธวานาเคด ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล โดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค พบว่า ผงบิสมัทธวานาเคดที่ได้จากการเตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวที่แตกต่างกัน เนื่องจากอุณหภูมิในการผ่านคาเคลไซน์ที่ต่างกัน แรงในการบดผงบิสมัทธวานาเคด และเวลาในการบดผงบิสมัทธวานาเคด เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงบิสมัทธวานาเคด ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 1.20, 1.31 และ 2.92 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ดังตารางที่ 10 เห็นได้ว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสอดคล้องกับรูป SEM ของบิสมัทธวานาเคด ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เมื่ออุณหภูมิในการคาเคลไซน์เพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคจะลดลง พื้นที่ผิวของอนุภาคจะเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 10 ค่าพื้นที่ผิวอนุภาคของผงบิสมัทธวานาเคด ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล

สารตัวอย่าง	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)
BiVO_4 400 °C	1.20
BiVO_4 500 °C	1.31
BiVO_4 600 °C	2.92

การวิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FTIR)

จากการวิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธี ซอล-เจล โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ พบว่า ในช่วงคลื่น 470-480 ต่อเซนติเมตร เป็นการสั่นแบบ stretching ของพันธะ VO_4^{3-} ในช่วงคลื่น 730-750 ต่อเซนติเมตร และ 820-830 ต่อเซนติเมตร เป็นการสั่นแบบ stretching ของพันธะ V-O และในช่วงคลื่น 660-670 ต่อเซนติเมตร เป็นการสั่นแบบ bending ของพันธะ Bi-O^(III) สังเกตได้ว่า เมื่ออุณหภูมิในการเผาแคล ไชน์เพิ่มขึ้นความกว้างของพีคจะลดลง และพีคของการสั่นแบบ stretching ของพันธะ V-O และพีคของการสั่นแบบ bending ของพันธะ Bi-O จะมีค่าเลขคลื่นที่เพิ่มขึ้น แสดงดังภาพที่ 14

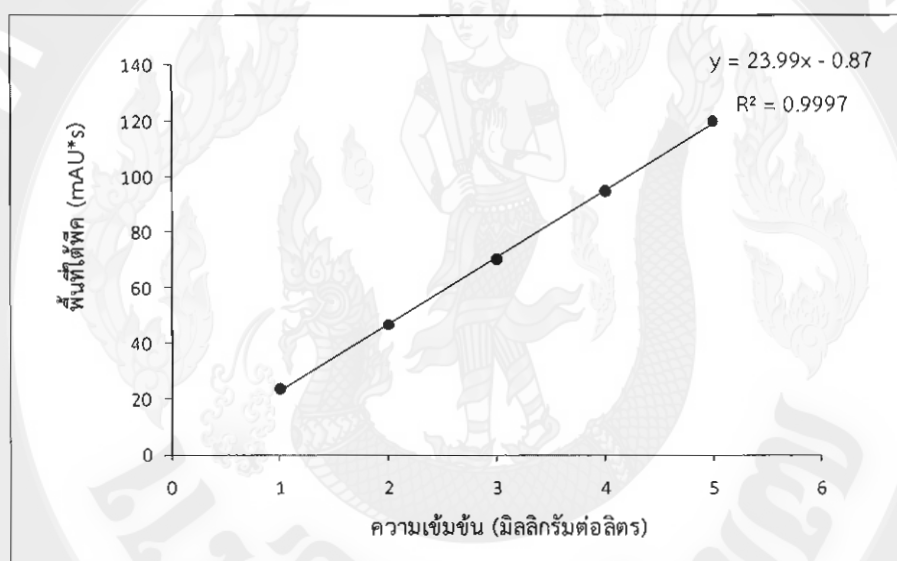


ภาพที่ 14 FTIR สเปกตรัมของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล (ก) ก่อนเผาแคลไซน์ และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ข) 400 (ค) 500 และ (ง) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมีธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล

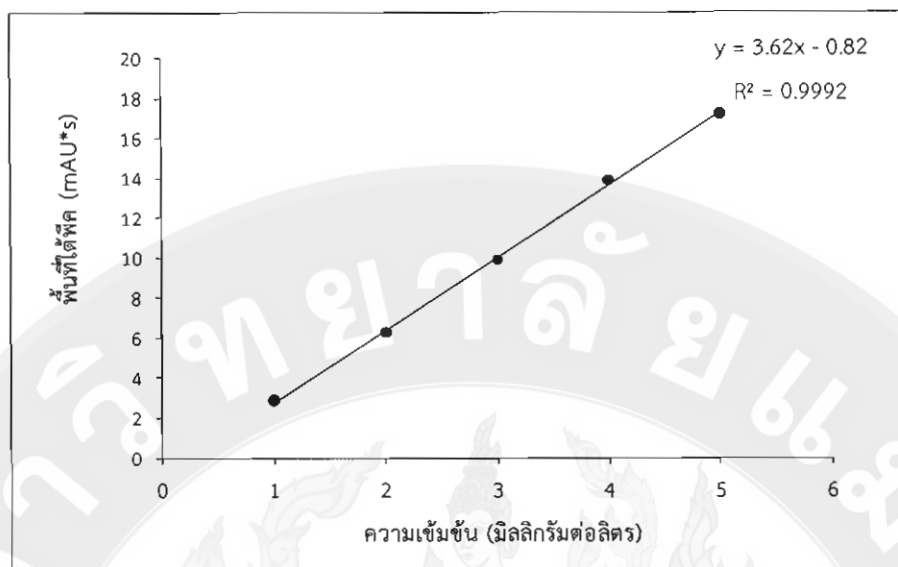
1. การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ และการสร้างกราฟมาตรฐาน

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรง ของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟีนอลอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อศึกษาการลดปริมาณลงของฟีนอล พบว่า กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล มีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 23.99x - 0.87$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.9997 แสดงดังภาพที่ 15



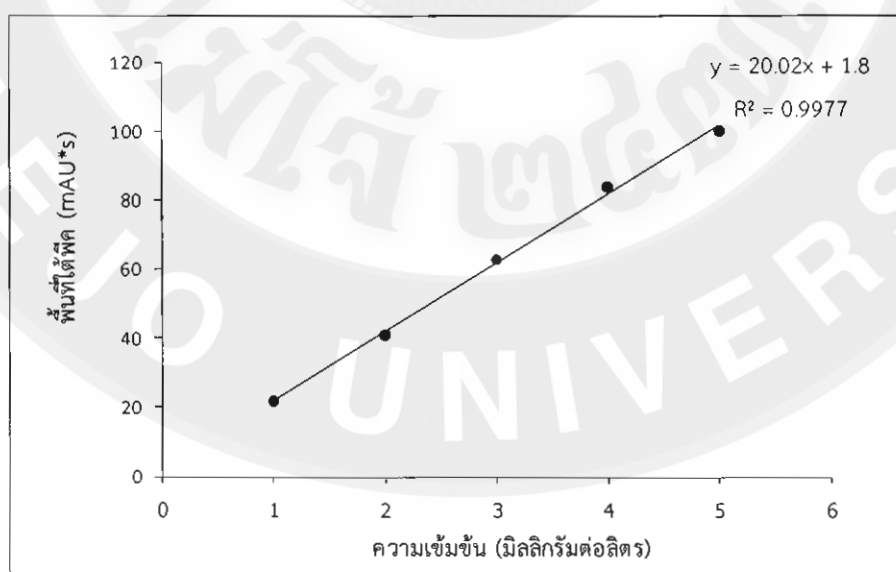
ภาพที่ 15 กราฟมาตรฐานของสารละลายฟีนอล

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรง ของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล อยู่ในช่วงความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อศึกษาการลดปริมาณลงของ 2-คลอโรฟีนอล พบว่า กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล มีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 3.62x - 0.82$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.9992 แสดงดังภาพที่ 16



ภาพที่ 16 กราฟมาตรฐานของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล

การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรง ของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล อยู่ในช่วงความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อศึกษาการลดปริมาณลงของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล มีค่าความสัมพันธ์ ดังสมการ $y = 20.02x + 1.8$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.9977 แสดงดังภาพที่ 17



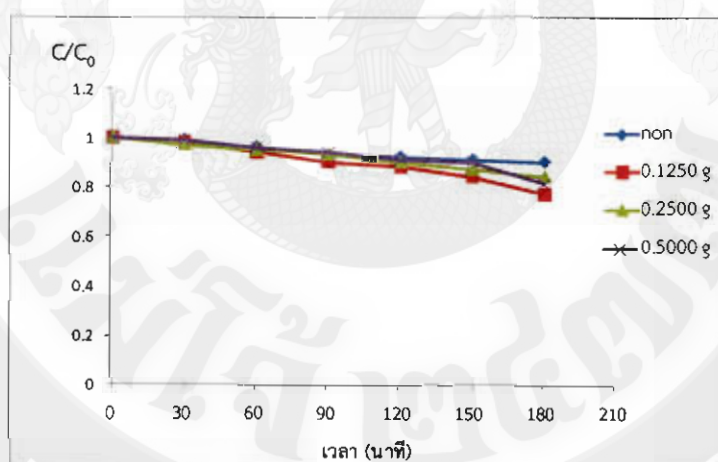
ภาพที่ 17 กราฟมาตรฐานของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

2. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล

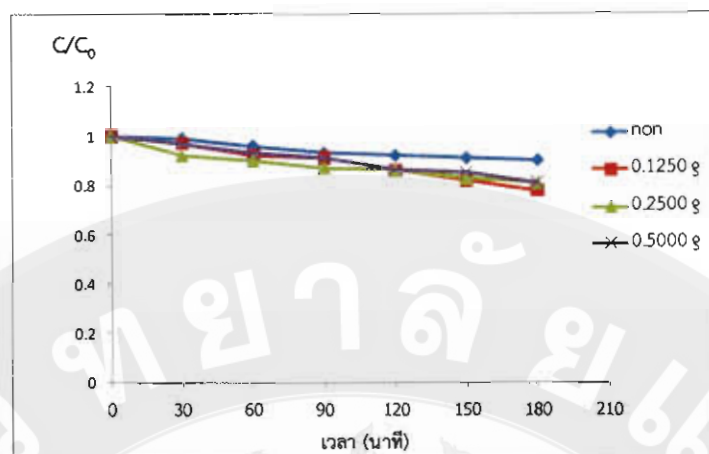
การศึกษากการสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมัทธวานาเคด ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไชน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผงบิสมัทธวานาเคด ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม มาศึกษากการสลายตัวของฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟฟของเหลวสมรรถนะสูง ในช่วงเวลา 0-180 นาที

จากผลการศึกษากการสลายตัวของฟีนอล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ด้วยแสงวิสิเบิลจะทำให้ค่า C/C_0 ของสารละลายฟีนอลลดลง ในช่วงเวลา 90-180 นาที มีการสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมัทธวานาเคดที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไชน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การสลายฟีนอลมากที่สุด คือ 22.52 เปอร์เซ็นต์ และผงบิสมัทธวานาเคดที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไชน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การสลายฟีนอลน้อยที่สุด คือ 12.78 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังภาพที่ 18 (ก-ค) และภาพที่ 19 (ก-ค) และตารางที่

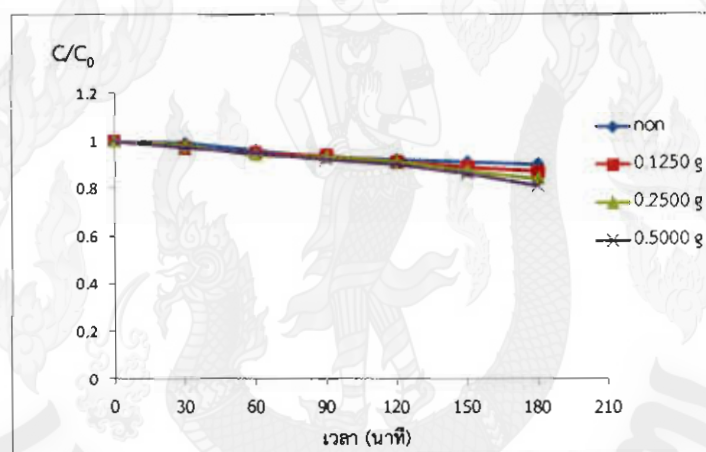
11



(ก)

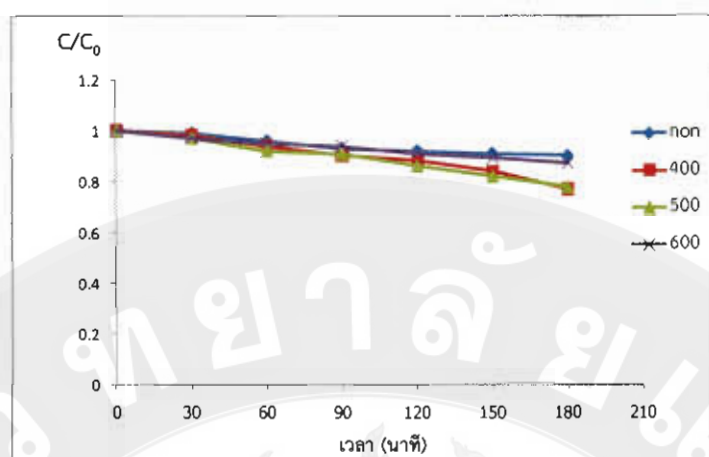


(จ)

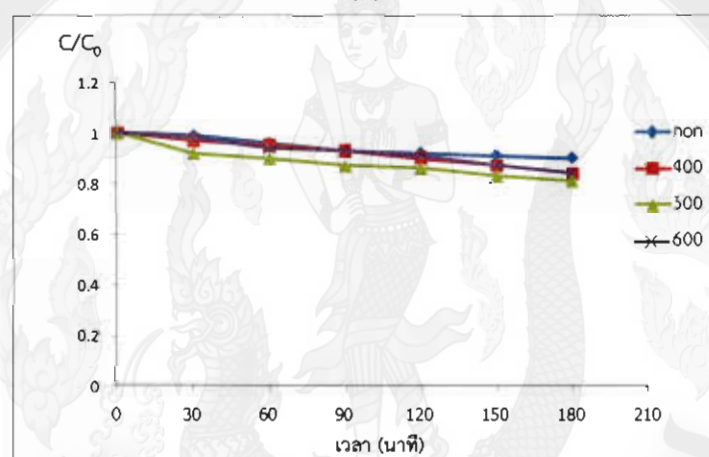


(ค)

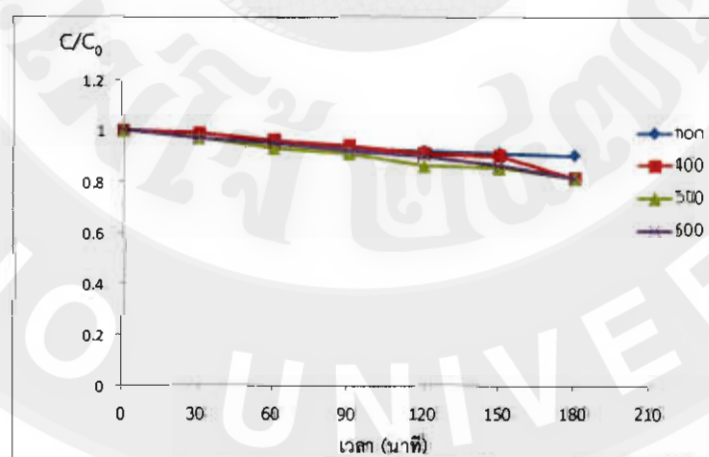
ภาพที่ 18 กราฟสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมีชวานาแคดที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล
 เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
 ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพที่ 19 กราฟสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมีทรวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล
 เพาแคตไลน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
 ปริมาณ (ก) 0.1250 (ข) 0.2500 และ (ค) 0.5000 กรัม

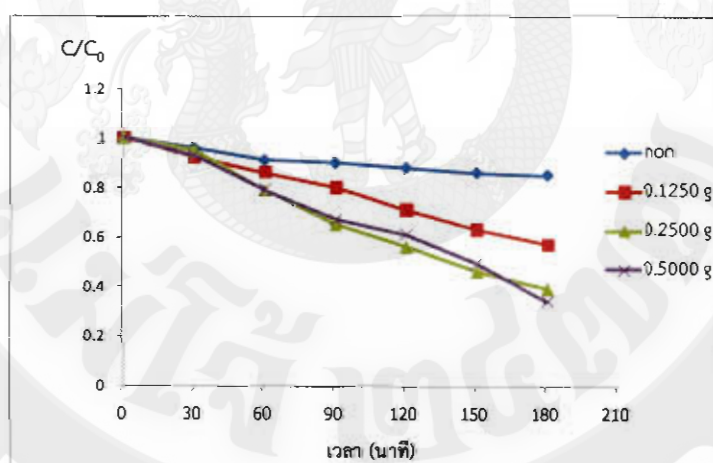
ตารางที่ 11 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เพาเคล ไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม

สารตัวอย่าง			ความเข้มข้นเริ่มต้น (C_0)	ความเข้มข้นที่เวลา 180 นาที (C)	C/C_0	% degradation (η)
Non	BiVO_4		5.00	4.5	0.90	10.00
0.1250 g	BiVO_4	400 °C	4.84	3.75	0.77	22.52
0.2500 g	BiVO_4	400 °C	4.78	4.02	0.84	15.90
0.5000 g	BiVO_4	400 °C	4.89	3.94	0.81	19.43
0.1250 g	BiVO_4	500 °C	4.95	3.87	0.78	21.82
0.2500 g	BiVO_4	500 °C	4.90	3.99	0.81	18.57
0.5000 g	BiVO_4	500 °C	4.80	3.90	0.81	18.75
0.1250 g	BiVO_4	600 °C	4.93	4.30	0.87	12.78
0.2500 g	BiVO_4	600 °C	4.95	4.16	0.84	15.96
0.5000 g	BiVO_4	600 °C	4.85	3.95	0.81	18.56

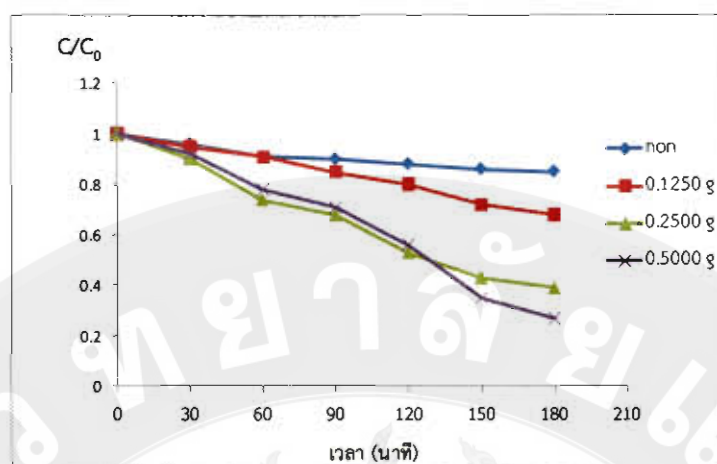
3. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอล

การศึกษาการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผงบิสมัทวานาเดตปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม มาศึกษาสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ในช่วงเวลา 0-180 นาที

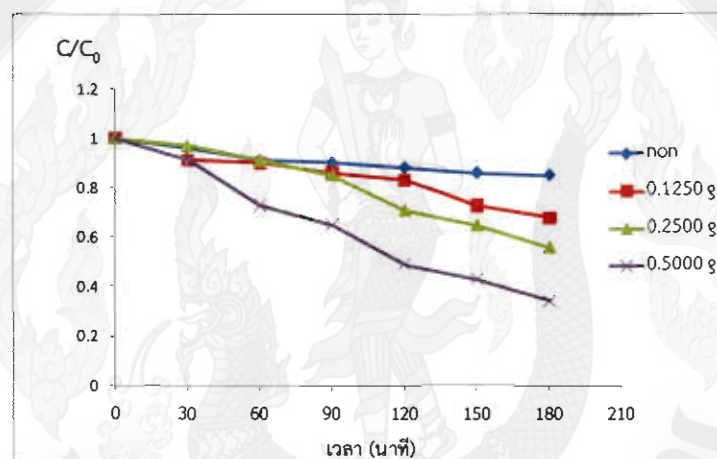
จากผลการศึกษาการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ด้วยแสงวิสิเบิลจะทำให้ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอลลดลง ในช่วงเวลา 30-180 นาที มีการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.5000 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การสลาย 2-คลอโรฟีนอลมากที่สุด คือ 73.38 เปอร์เซ็นต์ และผงบิสมัทวานาเดตที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การสลาย 2-คลอโรฟีนอลต่ำสุด คือ 31.91 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังภาพที่ 20 (ก-ค) และภาพที่ 21 (ก-ค) และตารางที่ 12



(ก)

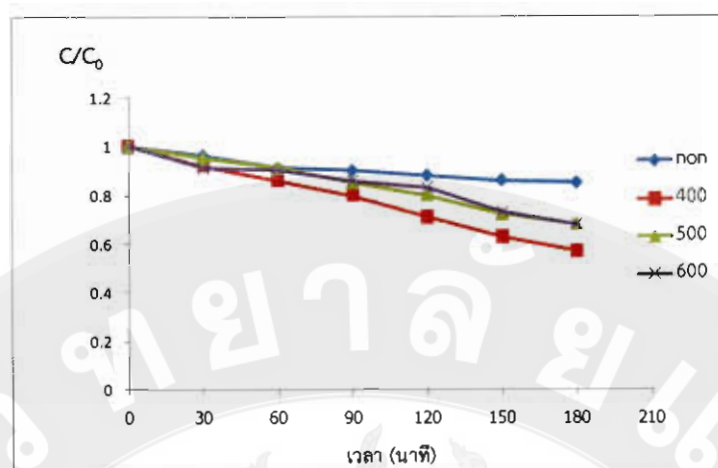


(ข)

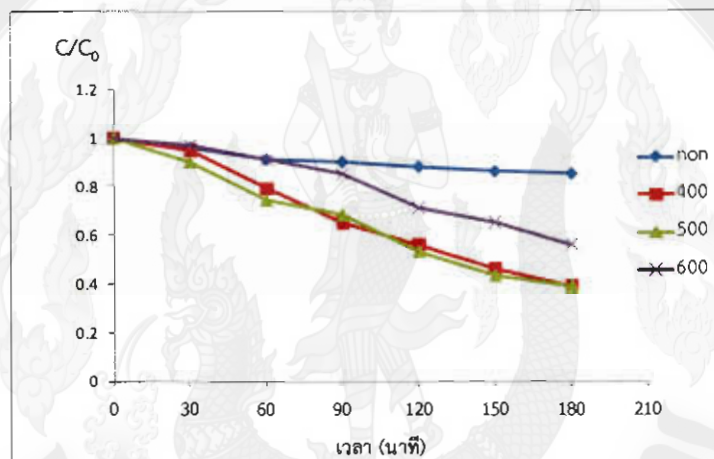


(ค)

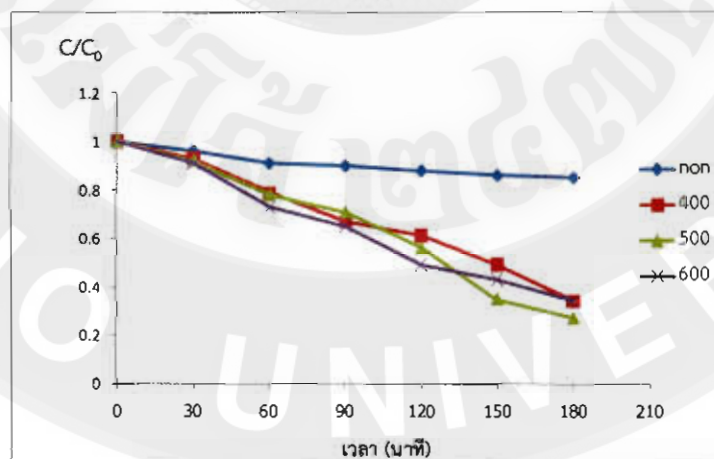
ภาพที่ 20 กราฟการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทนาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพที่ 21 กราฟสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเคดที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจลเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ (ก) 0.1250 (ข) 0.2500 และ (ค) 0.5000 กรัม

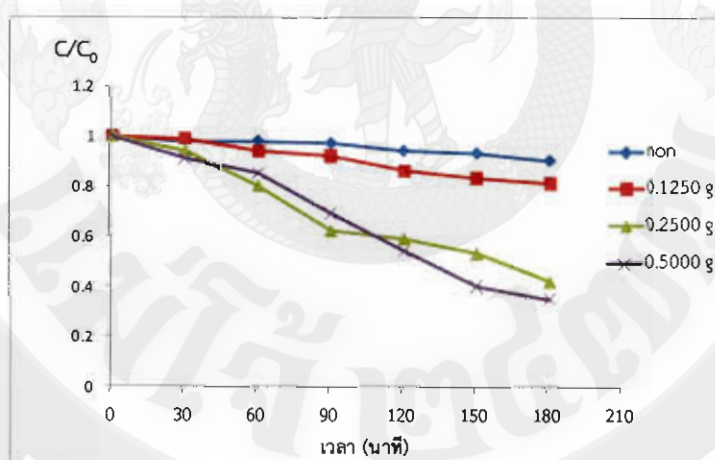
ตารางที่ 12 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไชน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม

สารตัวอย่าง		ความเข้มข้น เริ่มต้น (C_0)	ความเข้มข้นที่ เวลา 180 นาที (C)	C/C_0	% degradation (η)
Non	BiVO_4	4.26	3.60	0.85	15.49
0.1250 g	BiVO_4 400 °C	3.68	2.08	0.57	43.48
0.2500 g	BiVO_4 400 °C	3.02	1.17	0.39	61.26
0.5000 g	BiVO_4 400 °C	2.85	0.97	0.34	65.96
0.1250 g	BiVO_4 500 °C	3.76	2.55	0.68	32.18
0.2500 g	BiVO_4 500 °C	3.24	1.28	0.39	60.49
0.5000 g	BiVO_4 500 °C	2.93	0.78	0.27	73.38
0.1250 g	BiVO_4 600 °C	4.23	2.88	0.68	31.91
0.2500 g	BiVO_4 600 °C	4.12	2.30	0.56	44.17
0.5000 g	BiVO_4 600 °C	3.82	1.28	0.34	66.49

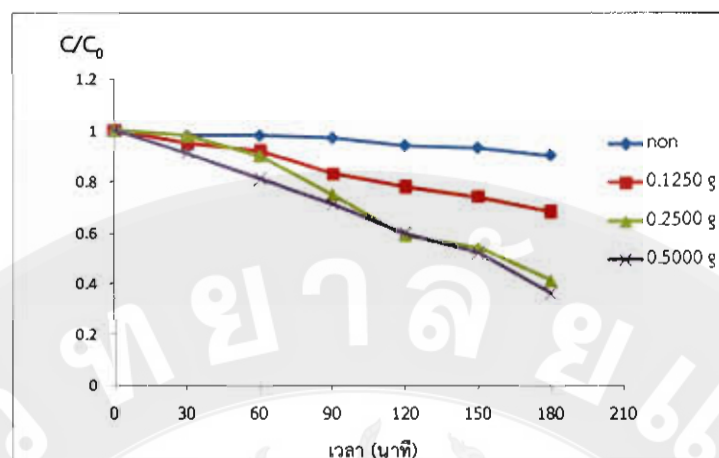
4. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

การศึกษาการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผงบิสมัทวานาเดตปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม มาศึกษาสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ในช่วงเวลา 0-180 นาที

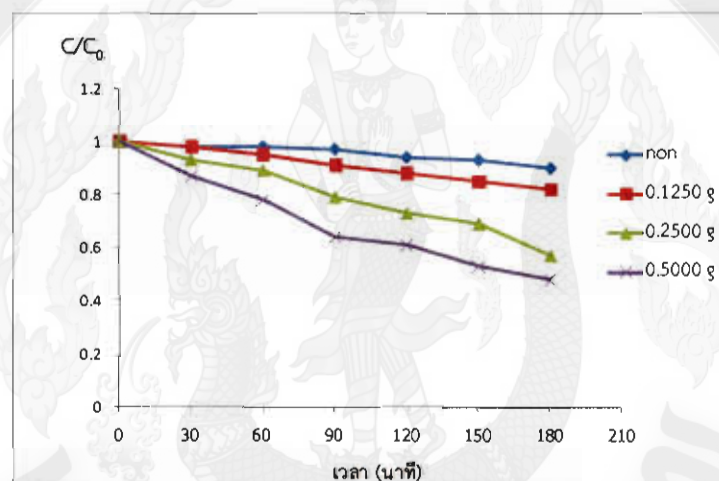
จากผลการศึกษาการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ด้วยแสงวิสิเบิลจะทำให้ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ลดลง ในช่วงเวลา 30-180 นาที มีการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.5000 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลมากที่สุด คือ 65.34 เปอร์เซ็นต์ และผงบิสมัทวานาเดตที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีซอล-เจล เผาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250 กรัม มีเปอร์เซ็นต์การสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลต่ำสุด คือ 17.62 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังภาพที่ 22 (ก-ค) และภาพที่ 23 (ก-ค) และตารางที่ 13



(ก)

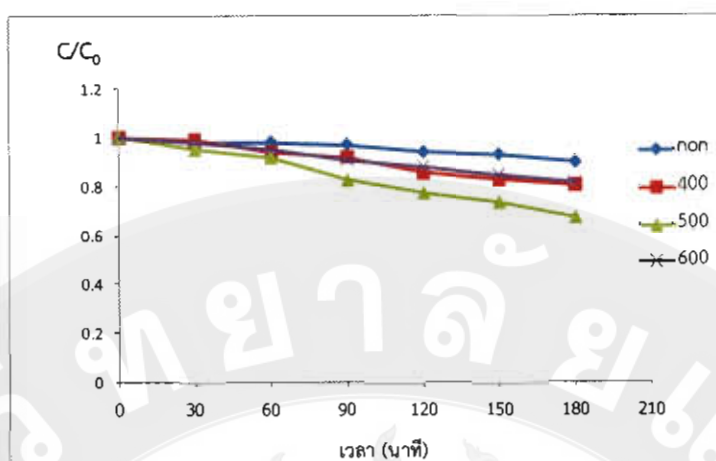


(ข)

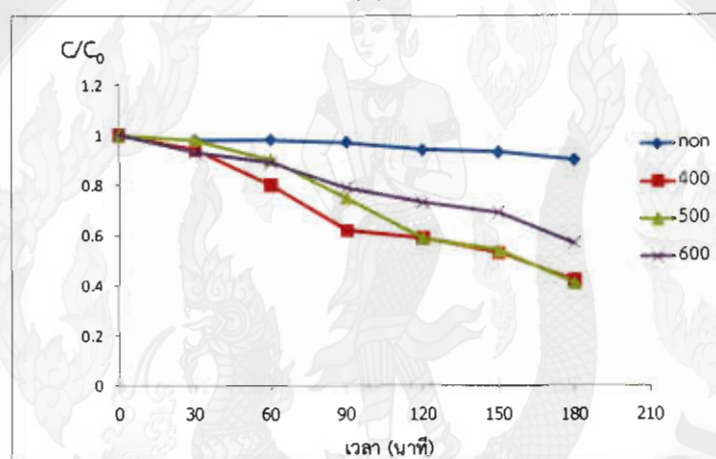


(ค)

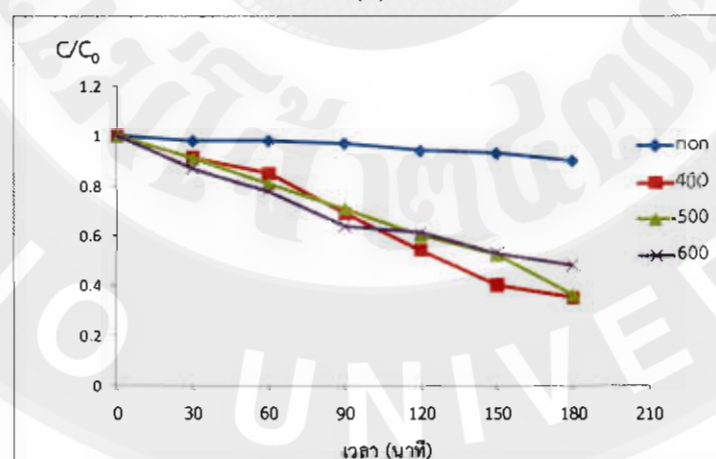
ภาพที่ 22 กราฟการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธี
ซอด-เจด เฟาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 400 (ข) 500 และ (ค) 600 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพที่ 23 กราฟการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทนาแคตที่เตรียมได้
โดยวิธีซอล-เจล เพลกเคล้าที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ (ก) 0.1250 (ข) 0.2500 และ (ค) 0.5000 กรัม

ตารางที่ 13 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เพาเคลไลซ์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม

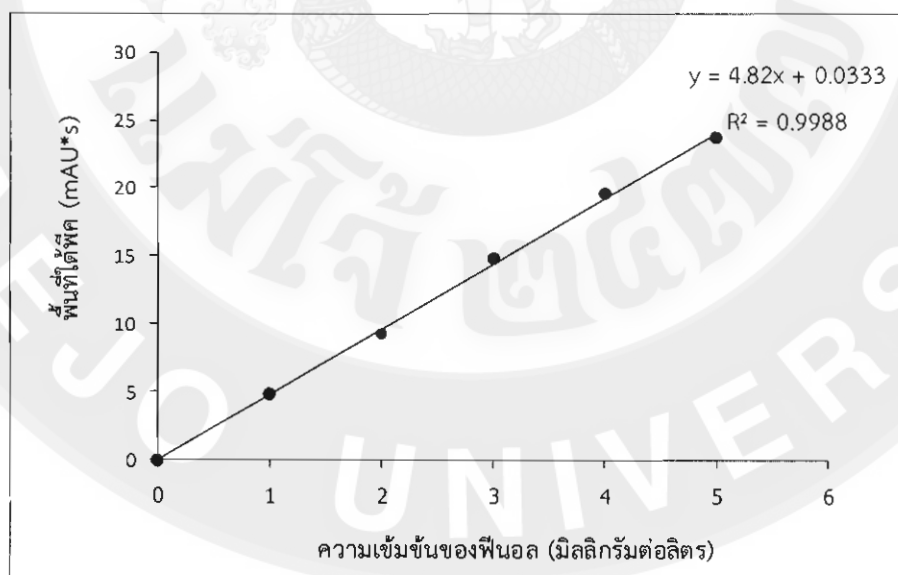
สารตัวอย่าง		ความเข้มข้น เริ่มต้น (C_0)	ความเข้มข้นที่ เวลา 180 นาที (C)	C/C_0	% degradation (η)
Non	BiVO_4	5.03	4.53	0.90	9.94
0.1250 g	BiVO_4 400 °C	4.71	3.80	0.81	19.32
0.2500 g	BiVO_4 400 °C	3.88	1.63	0.42	57.99
0.5000 g	BiVO_4 400 °C	3.52	1.22	0.35	65.34
0.1250 g	BiVO_4 500 °C	4.74	3.23	0.68	31.86
0.2500 g	BiVO_4 500 °C	3.47	1.43	0.41	58.79
0.5000 g	BiVO_4 500 °C	2.91	1.06	0.36	63.57
0.1250 g	BiVO_4 600 °C	4.88	4.02	0.82	17.62
0.2500 g	BiVO_4 600 °C	4.87	2.76	0.57	43.33
0.5000 g	BiVO_4 600 °C	4.71	2.26	0.48	52.02

จากการศึกษาการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เพาเคลไลซ์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม พบว่า ผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้ เพาเคลไลซ์ที่อุณหภูมิ 500 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.5000 กรัม มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้สูงที่สุดตามลำดับ เนื่องจากปริมาณผงบิสมัทวานาเดตเพิ่มขึ้น ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลจะเพิ่มขึ้น และผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ เพาเคลไลซ์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250 กรัม มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของฟีนอลได้สูงที่สุด เนื่องจากสารฟีนอลมีความเสถียรมากกว่า 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล จึงทำให้เปอร์เซ็นต์การสลายฟีนอลที่ได้มีค่าน้อยกว่าเปอร์เซ็นต์การสลาย 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

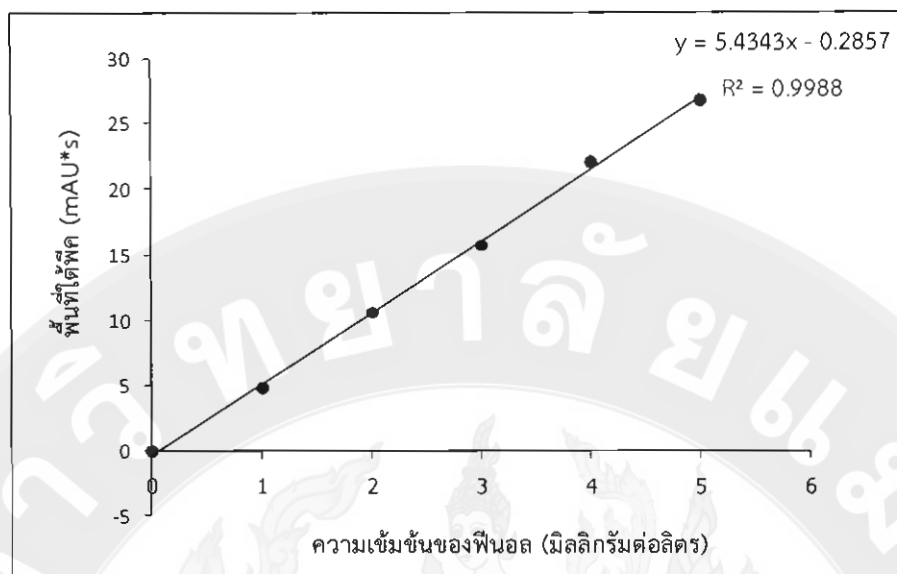
5. การทดสอบหาปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ โดยวิธีเติมสารละลายมาตรฐาน

การศึกษหาปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในน้ำตัวอย่างธรรมชาติจากแหล่งน้ำ 3 แหล่ง ได้แก่ แปลงผัก นาข้าว และคลองชลประทาน โดยทำการเก็บตัวอย่างน้ำธรรมชาติในแต่ละแหล่งมาปริมาตร 500 มิลลิลิตร แล้วนำมากรองเพื่อกำจัดตะกอนและสิ่งปนเปื้อน จากนั้นปิเปตตัวอย่างน้ำธรรมชาติในปริมาตรที่เท่ากัน ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละขวด แล้วปิเปตสารละลายมาตรฐานฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ทราบความเข้มข้นตามช่วงความเป็นเส้นตรงลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

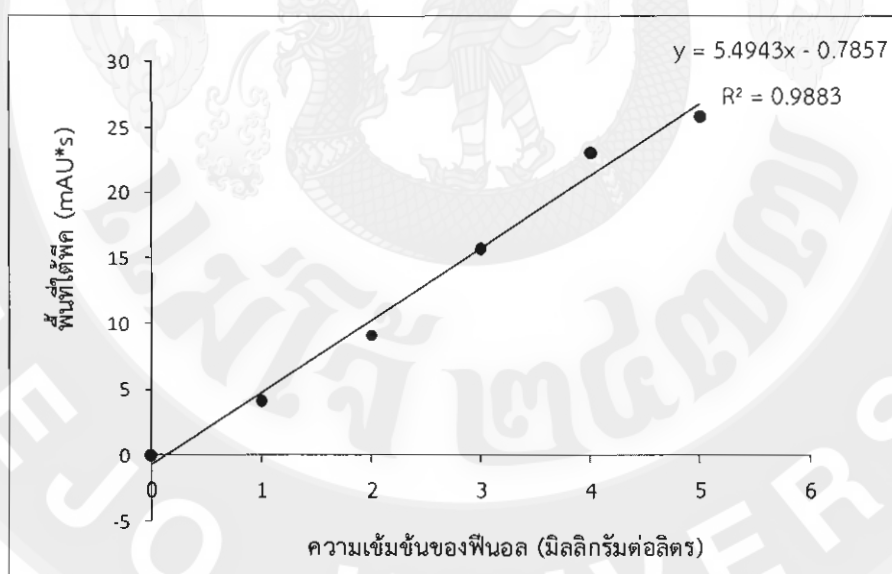
จากการทดสอบหาปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากแหล่งน้ำ 3 แหล่ง โดยวิธีเติมสารละลายมาตรฐาน พบว่า ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากแหล่งน้ำทั้ง 3 แหล่ง ไม่พบฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เนื่องจากในตัวอย่างน้ำธรรมชาติทั้ง 3 แหล่ง อาจมีปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่น้อยกว่าระดับความเข้มข้นมิลลิกรัมต่อลิตร จึงทำให้ตรวจวัดไม่พบปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ แสดงดังภาพที่ 24-32



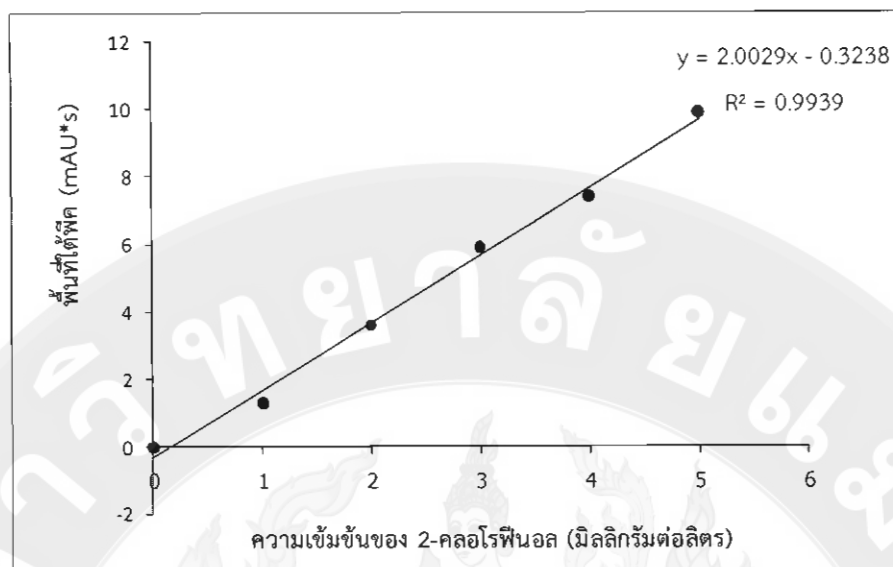
ภาพที่ 24 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีคโดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากแปลงผัก



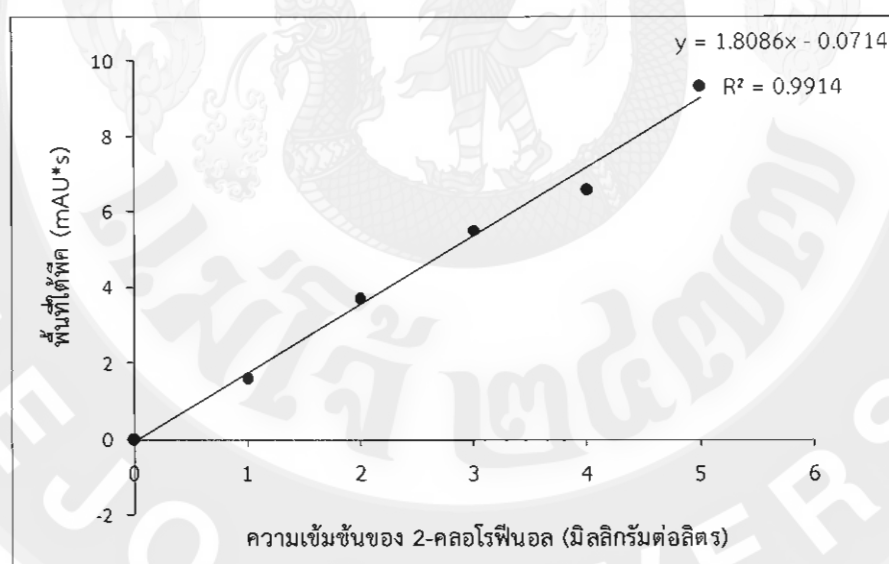
ภาพที่ 25 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีคโดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากนาข้าว



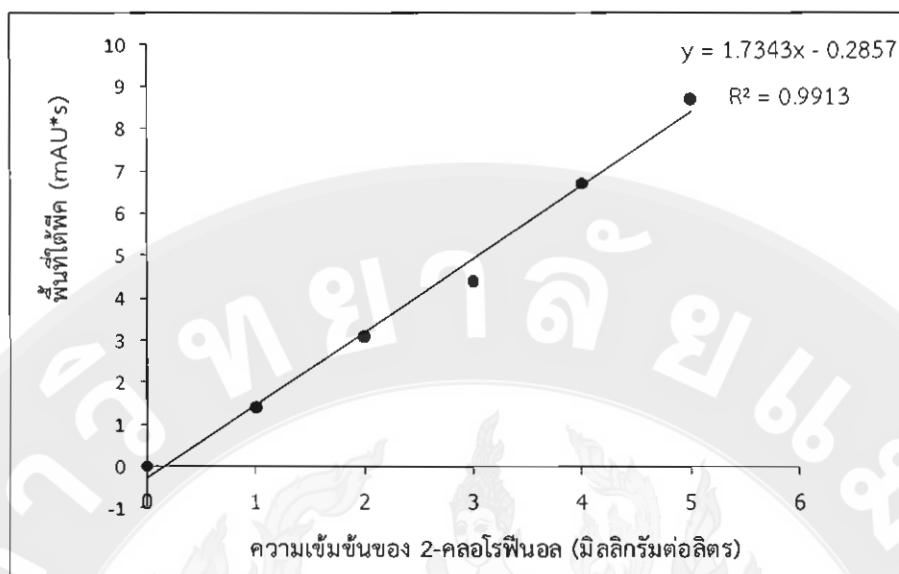
ภาพที่ 26 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีคโดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากคลองชลประทาน



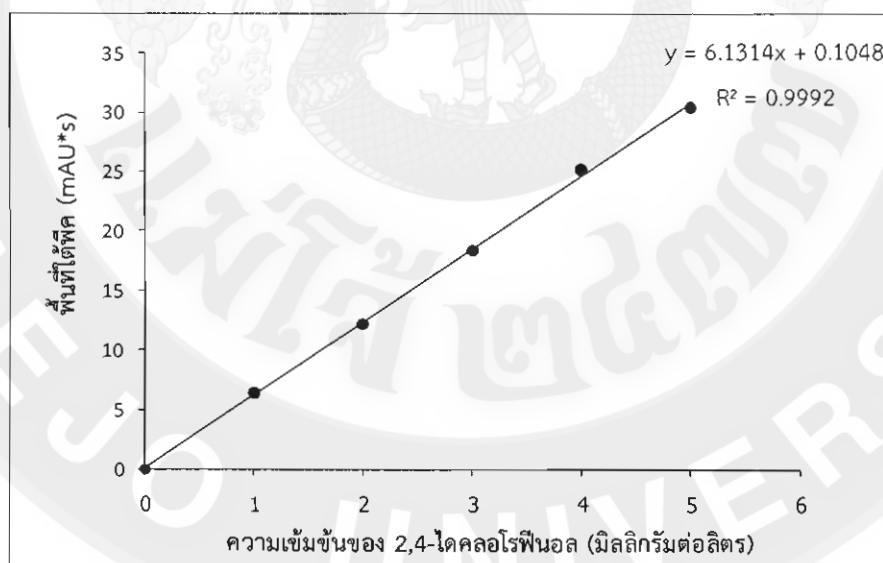
ภาพที่ 27 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีค โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากแปลงผัก



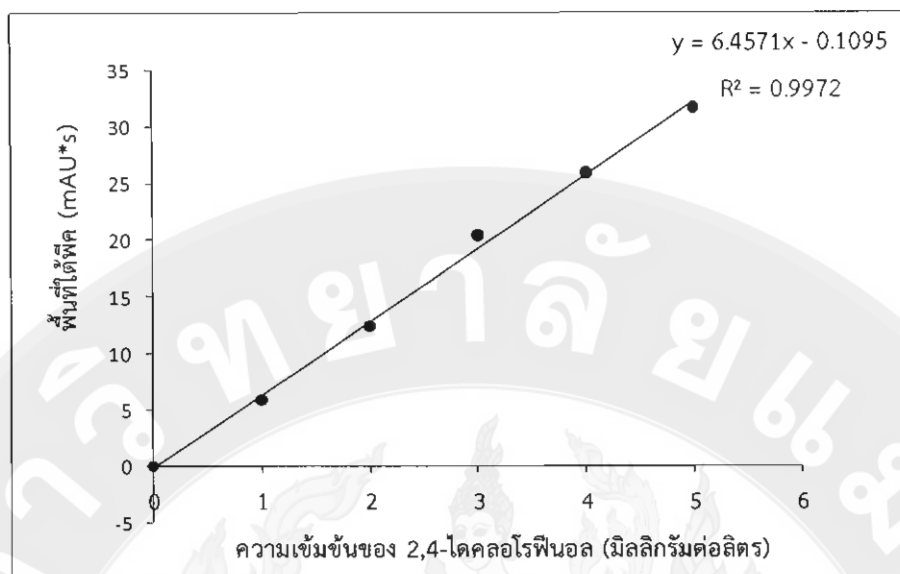
ภาพที่ 28 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีค โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากนาข้าว



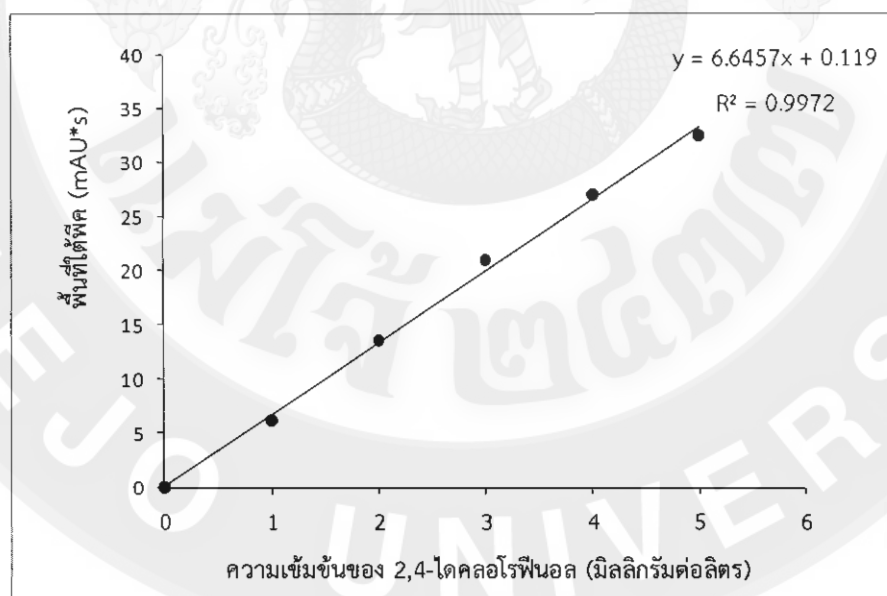
ภาพที่ 29 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีค โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากคลองชลประทาน



ภาพที่ 30 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีค โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากแปลงผัก



ภาพที่ 31 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีค โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากนาข้าว



ภาพที่ 32 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอลกับพื้นที่ใต้พีค โดยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐาน ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติจากคลองชลประทาน

วิจารณ์ผลการวิจัย

การตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์

ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า รูปแบบ XRD มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก หลังผ่านการเฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) หมายเลข 14-0688^[31]

การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดต โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

จากการตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดต โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า อนุภาคของผงบิสมัทวานาเดตมีการเกาะตัวกันค่อนข้างสูง เนื่องจากแรงในการบดผงบิสมัทวานาเดต และความแรงของเครื่องอัลตราโซนิกต่ำ จึงทำให้อนุภาคกระจายตัวได้ไม่ดี และยังไม่สอดคล้องกับขนาดอนุภาคเฉลี่ย ที่คำนวณได้จากสมการเชียร์เรอร์ ซึ่งอาจเนื่องมาจากผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล ต้องผ่านการเฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงจึงทำให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง เมื่ออุณหภูมิในการเฝ้าแคลไซน์เพิ่มขึ้นขนาดของอนุภาคก็จะลดลง และมีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้น

การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโตรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

จากการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของผงบิสมัทวานาเดต คือ ธาตุบิสมัท ธาตุวานาเดียม และธาตุออกซิเจน ซึ่งมีผลการทดลองสอดคล้องกับงานวิจัยของ Pusit Pookmanee และคณะ^[30]

การวิเคราะห์สเปกตรัม เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FTIR)

จากผลการวิจัย พบว่า สอดคล้องกับงานวิจัยของ M. Gotić และคณะ^[11] ผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ทำการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR พบว่า มีการสั่นของพันธะ VO_4^{3-} stretching ในช่วงคลื่น 474 คอเซนติเมตร และ 809-830 คอเซนติเมตร มีการสั่นของพันธะ V-

O stretching ในช่วงคลื่น 729-743 ต่อเซนติเมตร และมีการสั่นของพันธะ Bi-O bending ในช่วงคลื่น 623-650 ต่อเซนติเมตร

การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิส്മัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล

ผงบิส്മัทวานาเดตที่เตรียม ได้โดยวิธีซอล-เจล พบว่า ประสิทธิภาพในการสลายตัวของ ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล มีปัจจัยที่เกี่ยวข้องที่สำคัญ คือ ความเข้มของ แหล่งกำเนิดแสงวิเลตที่ใช้ ในงานวิจัยนี้ ใช้กำลัง 8 วัตต์ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิจัยที่ผ่านมา จะมีการใช้แหล่งกำเนิดที่มีกำลังมากกว่า ประมาณ 20 เท่า ซึ่งงานวิจัยนี้ มีประสิทธิภาพในสามารถ ย่อยสลายสารดังกล่าวได้เหมือนกัน และมีค่าใช้จ่ายที่ถูกกว่างานวิจัยที่ผ่านมา

จากงานวิจัยของ Zhijie Zhang และคณะ^[5] ได้ทำการศึกษาการสลายตัวของโรดามีนบี (Rhodamine B, RhB) และฟีนอล โดยผงบิส്മัทวานาเดตที่เตรียมได้จากวิธีการเผาไหม้สารละลาย (Solution combustion) พบว่า ปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิซิสของผงบิส്മัทวานาเดต มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอะโรมาติก และการลดปริมาณ คาร์บอนของสารอินทรีย์ (TOC) และสามารถย่อยสลายฟีนอลได้ 92.40 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 150 นาที

สรุปผลการวิจัย

การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงบิส്മัธวานาเดต

1. การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงบิส്മัธวานาเดต

การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงบิส്മัธวานาเดต โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทร-มิเตอร์ (XRD) ผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า ผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้ มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิกเฟิงเฟสเดียว

2. การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงบิส്മัธวานาเดต

การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิส്മัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า ผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้ มีรูปร่างอนุภาคที่ไม่แน่นอนเกาะรวมตัวกันค่อนข้างสูง และมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.5-3.0 ไมโครเมตร

3. การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของผงบิส്മัธวานาเดต

การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของผงบิส്മัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโตรมิเตอร์ (EDS) พบว่า มีธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงบิส്മัธวานาเดต คือ ธาตุบิสมัธ ธาตุวานาเดียม และออกซิเจน

4. การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคผงบิส്മัธวานาเดต

การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคผงบิส്മัธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (BET) พบว่า ผงบิส്മัธวานาเดตที่เตรียมได้ เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อนุภาคมีขนาดพื้นที่ผิวมากที่สุด

5. การวิเคราะห์สเปกตรัม เพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของผงบิสมัทวานาเดต

การวิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) พบว่า มีหมู่ฟังก์ชันของพันธะ VO_4^{3-} stretching, พันธะ V-O stretching และพันธะ Bi-O bending ของ BiVO_4

การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล

จากการศึกษาการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีซอล-เจล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาณ 0.1250, 0.2500 และ 0.5000 กรัม พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ปริมาณ 0.1250 กรัม มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของฟีนอลได้สูงที่สุด และผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส ปริมาณ 0.5000 กรัม มีประสิทธิภาพในการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้สูงที่สุด ตามลำดับ

การทดสอบหาปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติโดยวิธีเดิมสารละลายมาตรฐาน

จากการหาปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในน้ำตัวอย่างธรรมชาติจากแหล่งน้ำ 3 แหล่ง ได้แก่ แปลงผัก นาข้าว และคลองชลประทาน ด้วยวิธีเดิมสารละลายมาตรฐานแล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง พบว่าการตรวจวัดไม่พบปริมาณฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติทั้ง 3 แหล่ง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Kudo, A., Omori, K. and Kato, H., A novel aqueous process for preparation of crystal form controlled and highly crystalline BiVO_4 Powder from layered vanadates at room temperature and photophysical properties. *J. Chem. Soc.*, 1999, **121**, 11459-11467.
- [2] Tokunaga, S., Kato, H. and Kudo, A., Selective preparation of monoclinic and tetragonal BiVO_4 with scheelite structure and their photocatalytic properties. *Chem. Mater.*, 2001, **13**, 4624-4628.
- [3] Bhattacharya, A. K., Mallick, K. and Hartridge, A., Phase transition in BiVO_4 . *Mater. Lett.*, 1997, **30**, 7-13.
- [4] Zhou, Y., Vuille, K., Heel, A., Probst, B., Kontic, R. and Patzke, G. R., An inorganic hydrothermal route to photocatalytically active bismuth vanadate. *Appl. Catal. A-Gen.*, 2010, **375**, 140-148.
- [5] Zhang, Z., Wang, W., Shang, M. and Yin, W., Photocatalytic degradation of rhodamine B and phenol by solution combustion synthesized BiVO_4 photocatalyst. *Catal. Commun.*, 2010, **11**, 982-986.
- [6] Bismuth vanadate. <http://spie.org/x35165.xml?pf=true&ArticleID=x35165>. (accessed Dec 12, 2011).
- [7] BiVO_4 . <http://jsmchem.co.kr/sds/MSDS-YELLOW.doc>. (accessed Dec 12, 2011).
- [8] Phenol. <http://en.wikipedia.org/wiki/Phenol>. (accessed Dec 12, 2011).
- [9] 2-chlorophenol. <http://en.wikipedia.org/wiki/2-Chlorophenol>. (accessed Dec 12, 2011).
- [10] 2,4-dichlorophenol. <http://msds.pcd.go.th/searchName.asp?vID=275>. (accessed Dec 12, 2011).
- [11] Gotić, M., Music, S., Ivanda, M., Soufek, S. and Popovic, S., Synthesis and characterization of bismuth (III) vanadate. *J. Mol. Struct.*, 2005, **744**, 535-540.
- [12] Wood, P. and Glasser, F. P., Preparation and properties of pigmentary grade BiVO_4 precipitated from aqueous solution. *Ceram. Int.*, 2004, **30**, 875-882.
- [13] Liu, J. B., Wang, H., Wang, H. and Yan, H., Hydrothermal preparation of BiVO_4 powder. *Mat. Sci. Eng. B-Solid.*, 2003, **104**, 36-39.

- [14] Byrappa, K. and Yoshimura, M., *Handbook of hydrothermal technology: a technology for crystal growth and materials processing*, Noyes Publication, New York, 2001.
- [15] Riman, R. A., Pugh, R. J. and Bergstrom, L., The chemical synthesis of ceramic powder; in surface and colloidal chemistry in advanced ceramics processing. *Marc. Dek. Inc.*, 1995, **22**, 2310-2313.
- [16] Pecchi, G., Reyes, P., Sanhueza, P. and Villaseñor, J., Photocatalytic degradation of pentachlorophenol on TiO₂ sol-gel catalysts, *Chemosphere*, 2001, **43**, 141-146.
- [17] Sol-gel process. <https://www.llnl.gov/str/May05/Satcher.html>. (accessed Jan 27, 2012).
- [18] วราภรณ์ ชังฉิม, การสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของผงนาโนซิงค์ออกไซด์โดยวิธีโซลเจล, ปัญหาพิเศษวิทยาศาสตร์บัณฑิต, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยแม่โจ้, 2549.
- [19] กระบวนการโฟโตแคตาไลติกส์. <http://www.eng.ru.ac.th/envi/aj/EVE410/photocatalytic.pdf>. (accessed Jan 27, 2012).
- [20] Photocatalytic. <http://sichon.wu.ac.th/file/envi-shh-20090110-112240-pwrqR.pdf>. (accessed Jan 27, 2012).
- [21] Hayat, K., Gondal, M. A., Khaled, M. M. and Ahmed, S., Effect of operational key parameters on photocatalytic degradation of phenol using nano nickel oxide synthesized by sol-gel method, *J. Mol. Catal. A-Chem.*, 2011, **336**, 64-71.
- [22] Tücks, A. and Beck, H. P., The photochromic effect of bismuth vanadate pigments. Part I: synthesis, characterization and lightfastness of pigment coatings. *J. Solid State Chem.*, 2005, **178**, 1145-1156.
- [23] Photocatalytic. <http://www.titanpe.com/library/kb2501.htm>. (accessed Dec 12, 2011).
- [24] Zhang, X., Ai, Z., Jia, F., Zhang, L., Fan, X. and Zou, Z., Selective synthesis and visible-light photocatalytic activities of BiVO₄ with different crystalline phases. *Mater. Chem. Phys.*, 2007, **103**, 162-167.
- [25] Photocatalytic. http://puregreencoatings.com/pgc_science.aspx. (accessed Dec 12, 2011).
- [26] D'Oliveira, J. C., Al-Sayyed, G. and Phichat, P., Photodegradation of 2- and 3-chlorophenol in TiO₂ aqueous suspensions. *Environ. Technol.*, 1990, **24**, 1415-1417.

- [27] Ilisz, I., Dombi, A., Mogyrosi, K., Farkas, A. and Dekany, I., Removal of 2-chlorophenol from water by adsorption combined with TiO_2 photocatalysis. *Appl. Catal. B-Environ.*, 2002, **39**, 247-256.
- [28] Suryaman, D. and Hasegawa, K., Biological and photocatalytic treatment integrated with separation and reuse of titanium dioxide on the removal of chlorophenols in tap water. *J. Hazard. Mater.*, 2010, **183**, 490-496.
- [29] Zhang, X., Zhang, Y., Quan, X. and Chen, S., Preparation of Ag doped BiVO_4 film and its enhanced photoelectrocatalytic (PEC) ability of phenol degradation under visible light. *J. Hazard. Mater.*, 2009, **167**, 911-914.
- [30] Pookmanee, P., Pingmuang, K., Phanichphant, S. and Kangwansupamonkon, W., Characterization of bismuth vanadate powder synthesized by a hydrothermal method. *J. Micro. Soc. Thai.*, 2009, **32(1)**, 95-98.