การสลายตัวของสารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอลโดยแสงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ

PHOTOCATALYTIC DECOMPOSITION OF PHENOL AND DERIVATIVE PHENOL COMPOUNDS BY TITANIUM DIOXIDE AND ZINC OXIDE POWDERS PREPARED FROM LOW TEMPERATURE HYDROTHERMAL METHOD

ภูสิต ปุกมณี จิราภรณ์ กิติกุล

PUSIT POOKMANEE JIRAPORN KITIKUL

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่

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

บทคัดย่อ

การเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ไททาเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ($Ti[OCH(CH_3)_2]_4$) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) และกรดไนทริก (HNO_3) สารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ให้ความร้อนในชุดไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-6 ชั่วโมง ศึกษาการเปลี่ยนแปลง วัฏภาคของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD) พบว่า เกิดโครงสร้างผสมของอนาเทส และรูไทล์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-4 ชั่วโมง และเกิดโครงสร้างเดี่ยวของอนาเทส ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-6 ชั่วโมง โดยไม่ผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์ ทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (SEM) พบว่า ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.2-0.5 ไมโครเมตร อนุภาคเกาะรวมกันค่อนข้างสูงและมีรูปร่างไม่แน่นอน ศึกษาธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของผงไททาเนียมไดออกไซด์โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรโฟโทมิเตอร์ พบว่า มีธาตุไททาเนียม และธาตุออกซิเจนเป็นองค์ประกอบทางเคมี ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการสลายตัว

ของ ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอ-โรฟีนอล ของผงไททาเนียมไดออกไซด์โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง พบว่า ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานและผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดร-เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการสลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้ดีกว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดร-เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์โดยวิธีตกตะกอนทางเคมี สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2$).$6H_2O$ และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ในอัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสม จนมีค่าเท่ากับ 7, 8 และ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และการเตรียมผงซิงค์ออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเทรต ($Zn(NO_3)_2$).$6H_2O$ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ในอัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 1:1 ทำการควบคุมอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2,4 และ 6 ชั่วโมง จากการศึกษาโครงสร้างของผงซิงค์ออกไซด์ เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี และวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล ตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีอนุภาคมีลักษณะไม่แน่นอน และผงซิงค์ออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีลักษณะแท่งและแผ่น ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.5-1.0 ไมโครเมตร ทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ พบว่า มีซิงค์ และออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ศึกษาประสิทธิภาพการสลายตัวของฟีนอลโดยผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอลจากปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสง โดยเครื่องยูวีวิสิเบิล สเปกโทรโฟโทมิเตอร์ และเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง พบว่าผงซิงค์ออกไซด์สามารถสลายฟีนอลและสารประกอบคลอโรฟีนอลได้

ABSTRACT

Titanium dioxide (TiO_2) powder was prepared by hydrothermal method. Titanium isopropoxide ($Ti[OCH(CH_3)_2]_4$), ammonium hydroxide (NH_4OH) and nitric acid (HNO_3) were used as the starting materials. The final pH value of mixed solution was 1 and treated at 80 and 100 °C for 2-6h in a hydrothermal vessel. The phase transition of TiO_2 powder was studied by X-ray diffractometer (XRD). Multi-phase of anatase and rutile were obtained at 80 °C for 2-4h. A single-phase of anatase structure was obtained at 80 °C for 6h and at 100 °C for 2-6h without calcination step. The morphology of TiO_2 powder was investigated by scanning electron microscope (SEM). The particle was highly agglomerated and irregular in shape with the range of particle size 0.2-0.5 μm. The chemical elemental analysis of TiO_2 powder was studied by energy dispersive X-ray spectrometer (EDS). The element chemical compositions showed the characteristic X-ray energy of titanium and oxygen. The degradation of phenol, 2-chlorophenol and 2,4-dichlorophenol by TiO_2 powder were studied by high performance liquid chromatography (HPLC). It was found that TiO_2 powder prepared by hydrothermal method at 100 °C for 2h was found more effective than TiO_2 powder prepared by hydrothermal method at 80 °C for 2h.

Zinc oxide powder was prepared by chemical precipitation and hydrothermal method. Zinc nitrate ($Zn(NO_3)_2$) .$6H_2O$ and ammonium hydroxide (NH_4OH) were used as precursors with mole ratio of 1:25 and adjusted the pH solution was 7, 8 and 9 at 70 °C for chemical precipitation method. Zinc nitrate ($Zn(NO_3)_2$).$6H_2O$ and sodium hydroxide (NH_4OH) were used as precursors hydrothermal method with mole ratio of 1:1 at 100 °C for 2-6h. The phase structure of zinc oxide was studied by X-ray diffractometer. A single-phase hexagonal structure of zinc oxide was obtained at treated by chemical precipitation and hydrothermal method. The morphology was investigated by scanning electron microscope. The particle size of zinc oxide was irregular in shape by chemical precipitation and prepared by hydrothermal was prism in shape with average size of 0.5-1.0 μm, respectively. The chemical composition was determined by energy dispersive spectrometer. Zinc and oxygen were obtained. The degradation efficiency of photocatalytic of phenol over zinc oxide powder prepared by chemical precipitation

method and hydrothermal method were studied by UV-Vis spectrophotometer and High performance liquid chromatography. It was found that zinc oxide powder was effective for degradation phenol and chlorophenol compound.