



รายงานผลการวิจัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้

เรื่อง การสลายตัวของสารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอลโดยแสง ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาของ
ผงไททาเนียมไดออกไซด์และสังกะสีออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ
PHOTOCATALYTIC DECOMPOSITION OF PHENOL AND DERIVATIVE PHENOL
COMPOUNDS BY TITANIUM DIOXIDE AND ZINC OXIDE POWDERS PREPARED
FROM LOW TEMPERATURE HYDROTHERMAL METHOD

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2552
จำนวน 150,000 บาท

หัวหน้าโครงการ
ผู้ร่วมโครงการ

ภูสิต ปุ๊กมณี
จิราภรณ์ กิติกุล

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

30/ก.ย./2552

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ทนุอุตุนนการวิจัย จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ปีงบประมาณ 2552 ที่ให้การสนับสนุนทุนการทำวิจัย ทำให้รายงานวิจัยนี้ สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่ให้ทุนสนับสนุน และให้ความอนุเคราะห์ในด้านต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ บุคลากร ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อำนวยความสะดวกทางด้านอุปกรณ์ และสารเคมี รวมทั้งช่วยประสานงานในด้านเอกสารงานราชการ ในการติดต่อหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุคนธ์ พานิชพันธ์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย เชียงใหม่ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้อุปกรณ์และชุดไฮโดรเทอร์มอล

คณะผู้วิจัย

การสลายตัวของสารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอลโดยแสงด้วย
ตัวเร่งปฏิกิริยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์
ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ

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 ($\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) และกรดไนตริก (HNO_3) สารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ให้ความร้อนในชุดไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-6 ชั่วโมง ศึกษาการเปลี่ยนแปลง วัฏภาคของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD) พบว่า เกิดโครงสร้างผลสมของอนาเทส 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 ทางสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่า มีธาตุไททาเนียม และธาตุออกซิเจนเป็นองค์ประกอบทางเคมี ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการสลายตัว

ของ ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล 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 ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ในอัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสม จนมีค่าเท่ากับ 7, 8 และ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และการเตรียมผงซิงค์ออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$) ในอัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 1:1 ทำการควบคุมอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2,4 และ 6 ชั่วโมง จากการศึกษาโครงสร้างของผงซิงค์ออกไซด์ เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี และวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล ตรวจสอบลักษณะสัญญาณวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีอนุภาคมีลักษณะไม่แน่นอน และผงซิงค์ออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีลักษณะแท่งและแผ่น ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.5-1.0 ไมโครเมตร ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ พบว่า มีซิงค์ และออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ศึกษาประสิทธิภาพการสลายตัวของฟีนอลโดยผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอลจากปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสง โดยเครื่องยูวีวิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์สามารถสลายฟีนอลและสารประกอบคลอโรฟีนอลได้

ABSTRACT

Titanium dioxide (TiO_2) powder was prepared by hydrothermal method. Titanium isopropoxide ($\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$), 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 ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 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 ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and sodium hydroxide (NaOH) 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.



สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ฐ
สารบัญภาพ	ฒ
สารบัญสัญลักษณ์	ณ
บทที่ 1 คำนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	5
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	5
1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวคิดของโครงการวิจัย	7
1.4.1 สารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอล	7
1.4.1.1 คุณสมบัติของฟีนอล (phenol)	7
1.4.1.2 คุณสมบัติของคลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol)	8
1.4.1.3 คุณสมบัติของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)	9
1.4.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide)	9
1.4.3 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide)	11
1.4.4 การเตรียมสารประเภทโฟโตแคตาลีสต์	12
1.4.5 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์	12
1.4.6 กลไกของปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์	13
1.5 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง	15
บทที่ 2 การทดลอง	19
2.1 สารเคมี	19

	หน้า
2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	20
2.3 วิธีการทดลอง	21
ตอนที่ 1 การเตรียมและการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์	21
1. การเตรียมสารละลาย	21
1.1 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์	21
1.2 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์	22
1.3 การเตรียมสารละลายไททานิลไนเตรต ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์	22
1.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร	22
1.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร	22
1.6 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล ที่ความเข้มข้นต่างๆ	23
1.7 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร	23
1.8 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร	23
1.9 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ที่ความเข้มข้นต่างๆ	23
1.10 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร	23
1.11 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร	24
1.12 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ความเข้มข้นต่างๆ	24
2. การเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์	24
3. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์	25
3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	25
3.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM) และการวิเคราะห์ธาตุที่	26

	หน้า
เป็นองค์ประกอบ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	
3.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของสาร โดยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวของ อนุภาค (Surface area analyzer, BET)	26
4. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงไททาเนียมได ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	27
4.1 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟ ของเหลวสมรรถนะสูง	27
4.1.1 การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมสำหรับเครื่องโครมาโทกราฟของเหลว สมรรถนะสูง	27
4.2 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงไททาเนียมไดออกไซด์	2
4.2.1 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ ใน การกำจัดสารฟีนอล	27
4.2.2 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัด สารฟีนอล	28
4.2.3 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ในการ กำจัด 2-คลอโรฟีนอล	29
4.2.4 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ในการ กำจัด 2,4-ไดคลอโรฟีนอล	29
ตอนที่ 2 การเตรียมและการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์	32
1. การเตรียมสารละลาย	32
1.1 การเตรียมสารละลายซิงค์ไนเตรด เข้มข้น 0.20 โมลาร์	32
1.2 การเตรียมสารละลายซิงค์ไนเตรด เข้มข้น 0.50 โมลาร์	32
1.3 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5.00 โมลาร์	32
1.4 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5.00 โมลาร์	32

	หน้า
1.5 การเตรียมสารละลายฟีนอล เข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	32
1.6 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	32
1.7 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	33
1.8 การเตรียมสารละลายฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	33
1.9 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	33
1.10 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	33
1.11 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.5 โมลาร์	33
1.12 การเตรียมสารละลายฟอสเฟสบัฟเฟอร์ pH 6.8	33
1.13 การเตรียมสารละลาย 2 % w/v 4-อะมิโนแอนติไพรีน	34
1.14 การเตรียม 8 % w/v โพแทสเซียมเพอร์ริกไซด์ยาไนท์	34
1.15 การเตรียมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์	34
2. การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์	34
2.1 การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี	34
2.2 การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	35
3. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์	35
3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	35
3.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM) และการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโตรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	35
3.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของสาร โดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)	35
4. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์	36
4.1 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ในการกำจัดฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟี	36

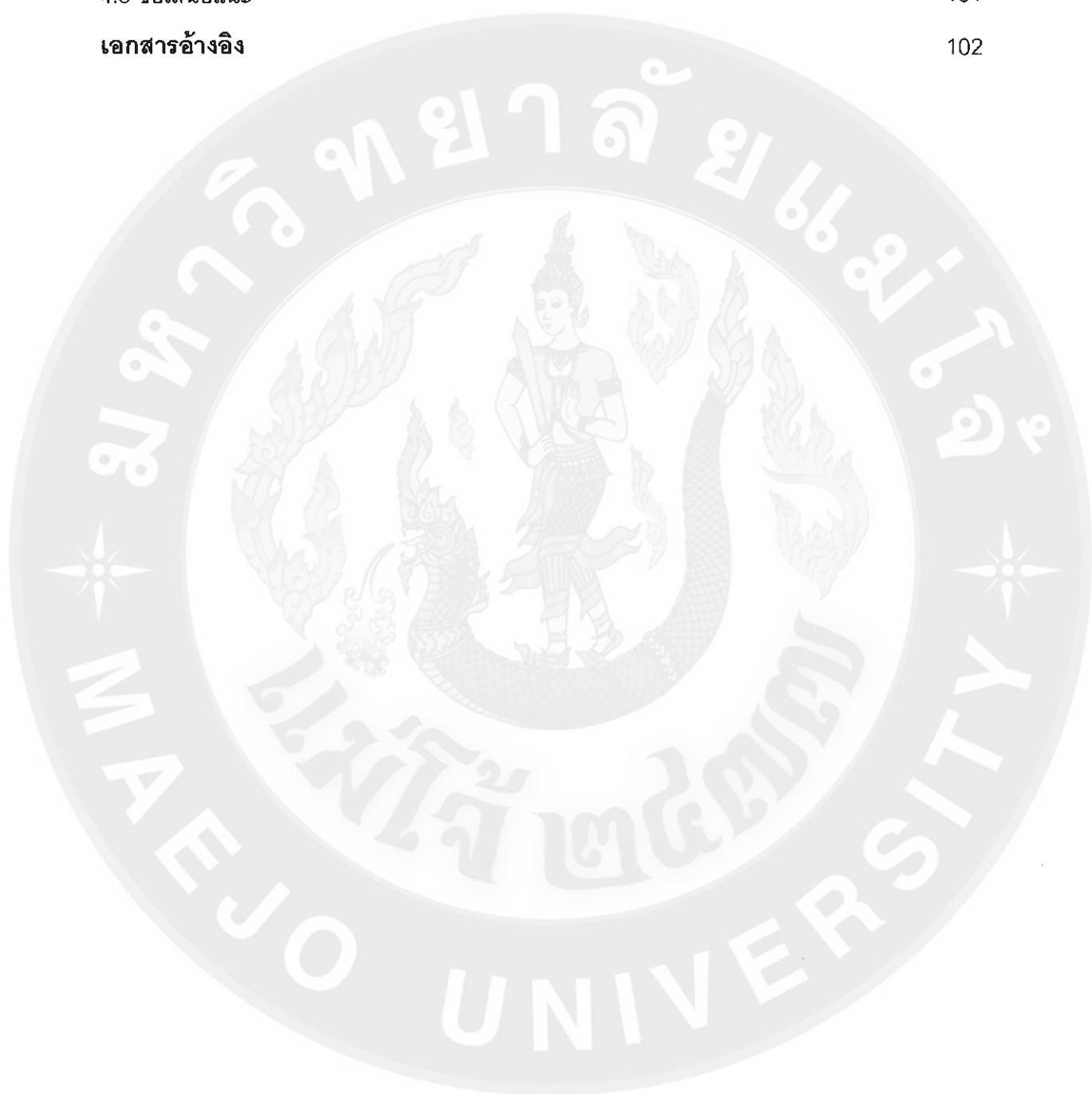
	หน้า
ของเหลวสมรรถนะสูง	
4.1.1 การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมสำหรับเครื่องโครมาโทกราฟี ของเหลวสมรรถนะสูง	36
4.2 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัดสาร ฟีนอล โดยเครื่องยูวีวิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์	37
4.3 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์	37
บทที่ 3 ผลการทดลอง	40
ตอนที่ 1 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงไททานเนียมไดออกไซด์	40
1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททานเนียมไดออกไซด์	40
1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททานเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่อง เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	40
1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงไททานเนียมไดออกไซด์ โดย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	42
1.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททานเนียมไดออกไซด์ โดย เครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	44
1.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวของ อนุภาค (Surface area analyzer, BET)	59
2. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล และสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงไททานเนียมได ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	51
2.1 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ และการสร้างกราฟ มาตรฐาน	51
2.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ใน การกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่อง โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	55

ตอนที่ 2 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงซิงค์ออกไซด์

1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์	71
1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่อง เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	71
1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	73
1.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดย เครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	75
1.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวของ อนุภาค(Surface area analyzer, BET)	79
2. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์	80
2.1 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโทมิเตอร์	80
2.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง	82
2.3 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟ ของเหลวสมรรถนะสูง	87
บทที่ 4 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	92
4.1 สรุปผลการทดลอง	92
ตอนที่ 1 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงไททาเนียมไดออกไซด์	92
1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์	92
1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่อง เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	92

	หน้า
1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	93
1.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	93
1.4 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)	94
2. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง	94
ตอนที่ 2 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงซิงค์ออกไซด์	97
1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์	97
1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	97
1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	97
1.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ของผงซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	98
1.4 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค โดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)	98
2. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์	99
2.1 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์	99
2.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงซิงค์ออกไซด์ ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอลโดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง	99

	หน้า
4.2 วิจารณ์ผลการทดลอง	100
4.3 ข้อเสนอแนะ	101
เอกสารอ้างอิง	102



สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 แสดงปริมาณและมูลค่าการนำเข้าปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืช ระหว่างปี พ.ศ. 2541 – 2547	2
1.2 แสดงร้อยละต้นทุนของต้นทุนค่าปุ๋ยและค่ายาปราบศัตรูพืชของพืชชนิดต่างๆ ในปี พ.ศ. 2541 และ พ.ศ. 2547	3
1.3 คุณสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์ในเฟสของผลึกแบบต่างๆ	10
2.1 สภาวะการทำงานของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง (ไททาเนียมไดออกไซด์)	27
2.2 สภาวะของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง (จึงคือออกไซด์)	36
3.1 สรุปลักษณะโครงสร้าง และขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายที่ pH เท่ากับ 1 ณ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง	42
3.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวอนุภาคของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)	49
3.3 ค่าพลังงานของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายที่ pH เท่ากับ 1 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง	50
3.4 การสลายตัวของฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์	56
3.5 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	57
3.6 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	58
3.7 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	59

ตาราง	หน้า
3.8 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์	61
3.9 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	62
3.10 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	63
3.11 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	64
3.12 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์	66
3.13 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	67
3.14 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	68
3.15 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	69
3.16 ปริมาณพื้นที่ผิวของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี	79
3.17 ปริมาณพื้นที่ผิวของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยไฮโดรเทอร์มอล	79
3.18 การสลายตัวของฟีนอลจากกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์	90
3.19 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอลจากกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์	90
3.20 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลจากกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์	91

สารบัญญภาพ

ภาพ	หน้า
1.1 โครงสร้างทางเคมีของฟีนอล (phenol)	8
1.2 โครงสร้างทางเคมีของคลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol)	8
1.3 โครงสร้างทางเคมีของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)	9
1.4 โครงสร้างของไททานเนียมไดออกไซด์ (ก) แบบรูโหล์ (ข) แบบอนาเทส และ (ค) แบบบรูไคท์	11
1.5 โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์	11
1.6 ปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์และโฟโตเคมี	13
1.7 กลไกปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์	14
1.8 ปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของไททานเนียมไดออกไซด์	15
2.1 แผนผังแสดงการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	30
2.2 แผนผังแสดงการสลายตัวของฟีนอลและอนุพันธ์ของฟีนอล โดยปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	31
2.3 แผนผังการเตรียมการหาลักษณะเฉพาะผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	38
2.4 แผนผังการปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี	39
3.1 รูปแบบ XRD ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ของผงไททานเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	40
3.2 XRD ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (ก) 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง(ง) 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ข) 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง(จ) 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (ค) 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง(ฉ) 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	41
3.3 SEM ของผงไททานเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	43
3.4 SEM ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	43

ภาพ	หน้า
ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	
3.5 SEM ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	44
3.6 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	45
3.7 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	45
3.8 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	46
3.9 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	46
3.10 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	47
3.11 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	47
3.12 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	48
3.13 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล	51
3.14 โคโรมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความ ยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร	52
3.15 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล	52
3.16 โคโรมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 6 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความ ยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร	53
3.17 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล	54
3.18 โคโรมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟ ของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร	55

ภาพ	หน้า
3.19 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร	56
3.20 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร	57
3.21 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร	58
3.22 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร	59
3.23 การสลายตัวของฟีนอล (ก) ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ค) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ง) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	60
3.24 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร	61
3.25 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร	62
3.26 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง	63

ภาพ	หน้า
ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร	
3.27 โคโรมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโคโรมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร	64
3.28 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล (ก) ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ค) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ง) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	65
3.29 โคโรมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโคโรมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร	66
3.30 โคโรมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโคโรมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูงที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร	67
3.31 โคโรมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโคโรมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร	68
3.32 โคโรมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโคโรมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร	69
3.33 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล (ก) ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ค) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา	70

ภาพ	หน้า
2 ชั่วโมง และ (ง) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	
3.34 รูปแบบ XRD ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 7-9, (ก) pH=7 (ข) pH=8 (ค) pH=9 และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน	71
3.35 รูปแบบ XRD ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2 ชั่วโมง (ข) 4 ชั่วโมง (ค) 6 ชั่วโมง และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน	72
3.36 SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่า กับ 7-9 (ก) pH=7 (ข) pH=8 (ค) pH=9 กำลังขยาย 10,000 เท่า และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน กำลังขยาย 100,000 เท่า	73
3.37 SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 7,500 เท่า (ข) 4 ชั่วโมงกำลังขยาย 10,000 เท่า และ (ค) 6 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า	74
3.38 EDS ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีทำการปรับค่าความเป็น กรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 อุณหภูมิ 70 องศา เซลเซียส (ก) pH=7 (ข) pH=8 และ (ค) pH=9	76
3.39 EDS ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศา-เซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2 ชั่วโมง, (ข) 4 ชั่วโมง และ (ค) 6 ชั่วโมง	78
3.40 กราฟมาตรฐานของสารละลายฟีนอล ที่ความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	80
3.41 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C ₀ และเวลาของกระบวนการปฏิกิริยา โฟโตแคตาไลติกส์ในการกำจัดฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธี ตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง ของสารละลายผสมเท่ากับ 9 อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ค) ซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน	81
3.42 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล	82
3.43 โคจรมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร	83

ภาพ	หน้า
3.44 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล	83
3.45 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร	84
3.46 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล	85
3.47 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร	87
3.48 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการ ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ใน การกำจัดฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, (ค) ผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน	87
3.49 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการกำจัด 2-คลอโรฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, (ค) ผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน	88
3.50 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการกำจัด 2,4 ไดคลอโรฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, (ค) ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน	89

สารบัญย่อและสัญลักษณ์

สัญลักษณ์	ความหมาย
Abs	Absorbance
EDS	การกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรสโคปี
HPLC	เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง
JCPDS	ข้อมูลมาตรฐาน Joint Committee on Powder Diffraction Standards
keV	กิโลอิเล็กตรอนโวลต์
mg/L	มิลลิกรัมต่อลิตร
mL	มิลลิลิตร
mm	มิลลิเมตร
MPa	เมกกะปาสคาล
MS	แมสสเปกโทรมิเตอร์
Mw	น้ำหนักโมเลกุล
pA*s	พิโคแอมแปร์. วินาที
SEM	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน
TiO ₂	ไททาเนียมไดออกไซด์
XRD	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์
K _α	รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในชั้น L ลงมาสู่ชั้น K
K _β	รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในชั้น M ลงมาสู่ชั้น K
L _α	รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในชั้น M ลงมาสู่ชั้น L
L _β	รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในชั้น N ลงมาสู่ชั้น L
M _α	รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในชั้น N ลงมาสู่ชั้น M
M _β	รังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการแทนที่ของอิเล็กตรอนในชั้น O ลงมาสู่ชั้น M
R ²	สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์
v/w	ปริมาตรต่อน้ำหนัก
μL	ไมโครลิตร

บทที่ 1

คำนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

อดิศร (2543) ปัจจุบันมีการขยายตัวทางอุตสาหกรรม และการเพิ่มผลผลิตทางการเกษตร เพื่อรองรับจำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้นอย่างมาก ซึ่งได้ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมต่างๆ มากมายไม่ว่าจะเป็นปัญหามลพิษทางอากาศ มลพิษทางดินและมลพิษทางน้ำ โดยเฉพาะน้ำเสียที่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรมที่มีการปล่อยสารพิษต่างๆ ที่ย่อยสลายได้ยากลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ รวมไปถึงการใช้ยาปราบศัตรูพืชในภาคเกษตรกรรม ส่งผลให้มีการปนเปื้อนในสารพิษตกค้างในดิน แหล่งน้ำจากการทำการเกษตร รวมถึงแหล่งน้ำธรรมชาติ จึงก่อให้เกิดปัญหามลพิษทางน้ำและเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตทั้งหลาย นับวันจะมีความรุนแรงมากขึ้น (http://www.pcd.go.th/info_serv/en_pol_suc_school.html) ส่งผลกระทบต่อสุขภาพอนามัยของประชาชนที่ประกอบอาชีพเกษตรกรรม ในปี พ.ศ. 2542 พบว่า มีผู้ป่วยที่ได้รับสารอันตรายทางการเกษตรจำนวน ถึง 4,171 คน และมีผู้เสียชีวิต 33 คน ซึ่งจะเห็นได้ว่า ปัญหาเหล่านี้ควรที่จะมีการแก้ไขอย่างเร่งด่วน

อ้างอิง (http://ndoe.doe.go.th/news/news_022.html) จากสถิติข้อมูลการนำเข้าปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืช ตั้งแต่ ปีพ.ศ. 2541-2547 ปุ๋ยเคมี มีปริมาณการนำเข้าในอัตราเพิ่มร้อยละ 4.57 และอัตราเพิ่มของมูลค่ามีอัตราร้อยละ 9.29 ส่วนยาปราบศัตรูพืช มีปริมาณการนำเข้าในอัตราเพิ่มร้อยละ 15.13 และอัตราเพิ่มของมูลค่ามีอัตราร้อยละ 9.38 ซึ่งสถิติดังกล่าวมองได้ในภาพรวมว่า มีความต้องการใช้ปุ๋ยและยาปราบศัตรูพืชอย่างต่อเนื่อง ในอัตราที่เพิ่มขึ้น แต่เมื่อพิจารณาปริมาณใช้ในปี พ.ศ. 2547 จะเห็นว่า การใช้ปุ๋ยมีปริมาณลดลงเมื่อเทียบกับปี พ.ศ. 2546 ถึง 1,265,392 ตัน หรือ ร้อยละ 26.8 ซึ่งอาจเนื่องมาจากปุ๋ยมีราคาแพงขึ้นจากตันละ 5,597 บาท เป็น 8,346 บาท หรืออาจมีส่วนจากความต้องการลดต้นทุนการผลิต ส่วนปริมาณการใช้ยาปราบศัตรูพืช ปี พ.ศ. 2547 กลับเพิ่มมากขึ้นถึง 14,094 ตัน หรือร้อยละ 19.3 ซึ่งอาจเนื่องมาจากราคาที่ถูกลงจากตันละ 137,492 บาท ลดลงเหลือ 99,896 บาท หรือร้อยละ 27.3 เมื่อศึกษาจากค่าเฉลี่ยร้อยละ การใช้ปุ๋ยและยาปราบศัตรูพืชในต้นทุนการผลิตของพืชสำคัญปี พ.ศ. 2547 และมีการใช้ปุ๋ยร้อยละ 13.06 ใช้ยาปราบศัตรูพืชร้อยละ 8.14 ซึ่งหากไม่ใช้ปุ๋ยและยาปราบศัตรูพืชเลยจะทำให้ลดต้นทุนลงได้ถึงร้อยละ 20 แสดงดังตาราง 1.1

ตาราง 1.1 แสดงปริมาณและมูลค่าการนำเข้าปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืช ระหว่าง ปี พ.ศ. 2541-2547

ปี พ.ศ.	ปุ๋ยเคมี			ยาปราบศัตรูพืช		
	ปริมาณ (ตัน)	มูลค่า (ล้านบาท)	ราคา (บาท/ตัน)	ปริมาณ (ตัน)	มูลค่า (ล้านบาท)	ราคา (บาท/ตัน)
2541	2,873,514	17,852	6,213	32,552	5,377	165,182
2542	3,561,593	17,190	4,826	51,344	6,417	124,981
2543	3,198,290	18,230	5,700	52,707	7,763	147,286
2544	3,455,702	21,605	6,252	55,594	8,595	154,603
2545	3,669,353	22,112	6,026	70,158	9,203	131,175
2546	4,717,586	26,403	5,597	73,027	10,036	137,429
2547 (ม.ค. - ต.ค.)	3,452,194	28,811	8,346	87,121	8,703	99,896
อัตราเพิ่ม (ร้อยละ)	4.57	9.29		15.13	9.38	

จากแนวคิดที่ว่า การลดการใช้ปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืชจะทำให้ผลผลิตมีความเสถียรและปลอดภัยแต่ผลผลิตที่ได้รับจะลดลง ดังนั้นถ้าราคาผลผลิตต่ำกว่าเกษตรกรจะมีรายได้ต่ำกว่าที่จะลดปริมาณการใช้ปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืชลงเพื่อให้ผลผลิตเสถียรปลอดภัยคงจะปฏิบัติได้ยาก นอกเสียจากหากลดการใช้ปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืชลงแล้วจะต้องปรับราคาผลผลิตให้สูงพอที่จะทำให้เกษตรกรมีรายได้คุ้มค้ำมั่นคงจึงจะจูงใจให้เกษตรกรเลือกการผลิตที่ทำให้ผลผลิตเสถียรปลอดภัยและผลิตได้ต่อเนื่องและยั่งยืนต่อไป สมดังปรัชญาที่ว่า ผู้ผลิตต้องอยู่ได้ ผู้บริโภคต้องได้รับความคุ้มครองและจะสำเร็จได้จริงก็ต้องเกิดจากความตั้งใจจริงและร่วมมือกันอย่างจริงจังทั้ง 3 ฝ่าย คือ ภาครัฐ เอกชน และเกษตรกร ซึ่งตัวชี้วัดขณะนี้ยังไม่ชัดเจนเนื่องจากภาครัฐเองมีเพียงนโยบายเท่านั้น แต่ยังไม่มีความเป็นรูปธรรม จนกระทั่งถึงช่วงเวลานี้ถึงถึงการยอมรับของเกษตรกรที่ปฏิบัติตามความมั่นคงของราคาและรายได้ของผลผลิตจะต้องกลับมาพิจารณาอีกครั้งหนึ่ง แสดงดังตาราง 1.2

ตาราง 1.2 แสดงร้อยละต้นของต้นทุนค่าปุ๋ยและค่ายาปราบศัตรูพืชของพืชชนิดต่างๆ

ในปี พ.ศ. 2541 และ พ.ศ. 2547

รายการ	ต้นทุนปี พ.ศ. 2541 (ร้อยละ)			ต้นทุน รวม	ต้นทุนปี พ.ศ. 2547 (ร้อยละ)			ต้นทุน รวม
	ปุ๋ย	ยา ปราบ ศัตรูพืช	อื่นๆ		ปุ๋ย	ยา ปราบ ศัตรูพืช	อื่นๆ	
1. ข้าวนาปี	10.87	1.49	87.64	100.00	11.54	1.44	87.02	100.00
2. ข้าวนาปรัง	20.53	8.82	70.65	100.00	16.93	11.65	71.42	100.00
3. ข้าวโพดเลี้ยง สัตว์	13.24	3.15	83.61	100.00	15.25	4.70	80.05	100.00
4. มันสำปะหลัง	7.83	3.75	88.42	100.00	13.48	6.65	79.87	100.00
5. ถั่วเขียว	1.34	7.69	90.97	100.00	1.39	4.83	93.78	100.00
6. ปาล์มน้ำมัน	44.99	5.69	49.32	100.00	42.73	5.31	51.96	100.00
7. ถั่วเหลือง	4.74	5.55	89.71	100.00	3.71	5.37	90.92	100.00
8. ปอแก้ว	6.06	0.13	93.81	100.00	6.52	0.15	93.33	100.00
9. ฝ้าย	5.74	32.51	61.75	100.00	8.53	14.60	76.87	100.00
10. สับปะรด โรงงาน	13.33	9.16	77.51	100.00	12.10	8.89	79.01	100.00
11. อ้อยโรงงาน	16.61	4.56	78.83	100.00	16.34	8.45	75.21	100.00
12. ยางพารา	5.16	2.79	92.05	100.00	3.81	1.62	94.57	100.00
13. กาแฟ	22.19	11.02	66.79	100.00	19.12	11.33	69.55	100.00
14. กระเทียม	11.92	4.69	83.39	100.00	12.06	6.10	81.84	100.00
15. หอมหัวใหญ่	15.13	16.07	68.80	100.00	13.90	12.80	73.30	100.00
เฉลี่ย	14.28	9.96	75.76	100.00	13.06	8.14	78.80	100.00

สารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ของฟีนอล เช่น สารประกอบคลอโรฟีนอล (Chlorophenol compound) เป็นองค์ประกอบในยาปราบศัตรูพืช ที่มีใช้ในภาคเกษตรกรรมและมีใช้กันอย่างกว้างขวางในโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ สารเหล่านี้เป็นสารพิษที่ก่อมะเร็งเป็นอันตรายทั้งต่อมนุษย์ สัตว์และสิ่งมีชีวิตในน้ำ ทั้งยังเป็นตัวการสำคัญที่ก่อมลพิษทางน้ำ ซึ่งเป็นผลมาจากการปล่อยน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนสารพิษเหล่านี้ของโรงงานอุตสาหกรรมลงสู่แหล่งน้ำลำคลองและน้ำหลากที่ไหลชะล้างในพื้นที่เกษตรกรรมที่มีการสะสมของยาปราบศัตรูพืชจนเกิดการปนเปื้อนในแม่น้ำลำคลองรวมรวมไปถึงน้ำใต้ดิน

การกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอล ที่เกิดจากกระบวนการน้ำชะล้างหน้าดิน หรือน้ำใต้ดินจากการทำการเกษตรและการใช้ยาปราบศัตรูพืช สามารถพบได้จากน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ดังนั้นเราจึงเป็นสิ่งสำคัญที่ต้องตระหนัก นั่นคือ การใช้เทคโนโลยีการบำบัดน้ำเสียแบบทั่วไป (Conventional treatment) ไม่สามารถที่จะบำบัดน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนของสารประกอบคลอโรฟีนอลได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ดังนั้น จึงได้มีการนำเอาเทคโนโลยีการบำบัดน้ำเสียขั้นสูง มาใช้เพื่อการบำบัดน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนสารประกอบคลอโรฟีนอล เช่น กระบวนการดูดติดผ่านกัมมันต์ (Activated carbon absorption) แต่พบว่า ยังมีข้อเสียเปรียบ ในการเกิดน้ำกลับมาใช้ใหม่ ในกรณีผ่านดังกล่าวหมดสภาพหลังการดูดติด ทำให้เกิดการสิ้นเปลืองพลังงานและค่าใช้จ่ายในการปรับสภาพผ่านดังกล่าวให้กลับมาใช้ได้ใหม่ (Regenerate) เมื่อความสามารถในการดูดติดถึงจุดสูงสุด

วิธีการที่ได้มีการพัฒนาและใช้กันแพร่หลาย สำหรับการบำบัดสารพิษอันตราย รวมไปถึงสารประกอบคลอโรฟีนอล คือ ปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ (Photocatalytic) ซึ่งเป็นการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet, UV) ร่วมกับการกระตุ้นโดย อนุภาคของสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) พบว่า ในการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับตัวเร่งปฏิริยาหรือแคตาไลติกส์ (Catalyst) สามารถเพิ่มอัตราการเกิดปฏิริยาได้มากกว่าการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตเพียงอย่างเดียวหรือการใช้สารออกซิไดซ์ต่างๆ เช่น โอโซน (O_3) หรือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ถึงแม้ว่ากระบวนการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับสารออกซิไดซ์ (UV/ O_3 และ UV/ H_2O_2) จะมีประสิทธิภาพในการบำบัดสารพิษต่างๆ แต่ราคาต้นทุนของโอโซน และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ มีราคาที่สูงมาก โดยเฉพาะในการใช้งานกับระบบบำบัดน้ำเสียขนาดเล็ก และปริมาณการปนเปื้อนของสารพิษมีไม่มากนัก

การบำบัดน้ำเสียโดยการใช้โดยการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับสารกึ่งตัวนำ (UV/Semiconductor) จึงเป็นที่สนใจในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูงและประสบผลสำเร็จในการนำมาใช้กำจัดสารพิษต่างๆ รวมทั้งยังสามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ

ได้อย่างมากมายหลายชนิด แต่วิธีนี้ก็ยังมีข้อด้อยอยู่บ้าง ในกรณีที่ต้องการกำจัดสารบางชนิดที่มีโครงสร้างซับซ้อนก็จำเป็นต้องฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลานานมาก ซึ่งบางครั้งอาจจะนานกว่าการบำบัดด้วยวิธีอื่นๆ เช่น การใช้สารเคมีเป็นตัวออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) และหากปฏิกิริยาการย่อยสลายเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ จะทำให้เกิดสารตัวกลาง (Intermediate) ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ที่มีความเป็นพิษสูงกว่าในสารตั้งต้นที่ต้องการกำจัด ซึ่งหากปล่อยลงสู่แหล่งน้ำก็จะทำให้เกิดมลพิษต่อไปได้

1.2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผงไททานเนียมไดออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ

1.2.2 เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของผงไททานเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ

1.2.3 เพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพในการสลายตัวของสารประกอบฟีนอล และอนุพันธ์ฟีนอลโดยใช้แสงร่วมกับผงไททานเนียมไดออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ

1.2.4 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพระหว่างผงไททานเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ กับผงไททานเนียมไดออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ ที่มีขายโดยทั่วไปตามท้องตลาด ที่ใช้ในการสลายตัวของสารประกอบฟีนอล และอนุพันธ์ฟีนอล

1.2.5 เพื่อนำความรู้ที่ได้ไปประยุกต์ใช้ในการกำจัดสารประกอบฟีนอล และอนุพันธ์ฟีนอลในแหล่งน้ำจากการทำการเกษตร

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

การสลายตัวของสารประกอบฟีนอล และอนุพันธ์ฟีนอลโดยแสงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาของผงไททานเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ มีขอบเขตของการวิจัยดังต่อไปนี้

1.3.1 ทำการเตรียมผงไททานเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิต่ำ ประมาณ 100-150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง

1.3.2 ทำการหาลักษณะเฉพาะของผงไททานเนียมไดออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์

1. เทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน สเปกโทรสโคปี

โดยทำการวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างและวิฤภาค ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ให้มีโครงสร้างผลึกเป็น แบบอนาเทสและผงซิงค์ออกไซด์ ให้มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอล

2. เทคนิคการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว

โดยวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของผงไททาเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมได้ว่า มีพื้นที่ผิว ประมาณ 50 ตารางเมตร/กรัม

3. เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เพื่อหาลักษณะสัณฐานวิทยา โดยมีรูปร่างเป็นแบบทรงกลม สำหรับผงไททาเนียมไดออกไซด์ และรูปร่างเป็นแบบเข็ม สำหรับ ผงซิงค์ออกไซด์ และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ประมาณ 30 นาโนเมตร

1.3.3 ทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอล ความเข้มข้น 100-500 พีพีเอ็ม โดยทำการเตรียมความเข้มข้นที่สูงกว่าความเข้มข้นที่ได้จากการทบทวนเอกสาร เพื่อที่จะได้ผลการทดลอง ทางด้านประสิทธิภาพในการกำจัดสารประกอบฟีนอล และอนุพันธ์ฟีนอลได้มากกว่า

1.3.4 ทำการศึกษาการสลายตัวของสารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอล โดยแสงอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับผงไททาเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์ ของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ภายใต้สภาวะ ดังต่อไปนี้

1. ความเข้มข้นของสารละลายฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอล
2. ปริมาณของผงไททาเนียมไดออกไซด์และซิงค์ออกไซด์
3. ค่าความเป็นกรด- ด่าง
4. ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

ซึ่งทำการเปรียบเทียบกับการทบทวนเอกสาร ในแต่ละปัจจัยว่า มีผลต่อการกำจัดสารประกอบฟีนอล และอนุพันธ์ฟีนอล ในแหล่งน้ำธรรมชาติได้

1.3.5 ทำการหาความเข้มข้นของสารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอล ก่อนและหลังปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ โดยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatography, HPLC)

1.3.6 ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสลายตัวของสารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอลโดยแสงระหว่างผงไททาเนียมไดออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้กับที่มีขาย โดยทั่วไปตามท้องตลาด ซึ่งถ้าเราสามารถเตรียมผงดังกล่าวที่มีโครงสร้างเป็นแบบรูโหล และเฮกซะโกนอล ตามลำดับ โดยมีขนาดอนุภาคที่เล็กในระดับนาโนเมตร ประมาณ 30 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวมากกว่า 50 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งผลการทดลองที่ได้จะได้ผลที่ดีกว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์และ ซิงค์ออกไซด์ที่มีขายตามท้องตลาด

1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวคิดของโครงการวิจัย

1.4.1 สารประกอบฟีนอลและอนุพันธ์ฟีนอล

ฟีนอล (Phenol) เป็นสารประกอบอะโรมาติกกลุ่มหนึ่งของสารอินทรีย์ ที่พบอยู่มากมาย ประกอบด้วยวงเบนซีน (Benzene ring) และอย่างน้อยหนึ่งกลุ่มของไฮดรอกซิล ปัจจุบันนี้อนุพันธ์ของ ฟีนอลมีอยู่มากมายหลายชนิด และมีความซับซ้อนมาก หนึ่งในอนุพันธ์ของฟีนอลนั้น คือ สารประกอบคลอโรฟีนอล ซึ่งเป็นสารประกอบฟีนอลที่มีคลอรีนเป็นองค์ประกอบ เกิดจากการที่อะตอมของคลอรีนเข้าไปแทนที่ในตำแหน่งของไฮโดรเจนอะตอมอย่างน้อยหนึ่งอะตอม

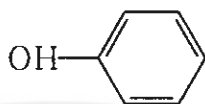
ทั้งฟีนอลและคลอโรฟีนอลต่างก็เป็นสารพิษที่อันตรายต่อสิ่งมีชีวิตอีกทั้งยังเป็นสารก่อมะเร็ง ฟีนอลถูกนำมาใช้มากในโรงงานอุตสาหกรรมประเภทผลิตเรซิน ยาปราบศัตรูพืช โรงกลั่นน้ำมัน และยังเป็นตัวทำลายในน้ำมันหล่อลื่น ส่วนคลอโรฟีนอลจะพบมากในโรงงานผลิตยาฆ่าแมลง โรงงานผลิตเวชภัณฑ์และยังสามารถเกิดขึ้นได้ในขั้นตอนการเติมคลอรีนของการบำบัดน้ำเสีย (Esplugas et al., 1994)

1.4.1.1 คุณสมบัติของฟีนอล (phenol)

ฟีนอล (phenol) มีลักษณะเป็นผลึกสีขาวหรือเป็นของเหลวสีชมพูใส และจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลอย่างช้าๆเมื่อสัมผัสอากาศ กลิ่นคล้ายน้ำมันดิบ สามารถละลายได้ในคาร์บอนไดซัลไฟด์ และคลอโรฟอร์ม ละลายได้มากในอีเทอร์ คาร์บอนเตตระคลอไรด์ เบนซีน และแอลกอฮอล์ ถ้าร่างกายได้รับฟีนอลเข้าไปในปริมาณ 5-10 มิลลิกรัม อาจถึงตายได้ เมื่อร่างกายได้รับฟีนอลเข้าไป จะแสดงอาการคลื่นไส้ อาเจียน แขนขาอ่อน กล้ามเนื้อหดเกร็ง ไตและตับจะถูกทำลาย ระบายเคืองตา จมูก และคอ ผิวหนังเป็นรอยไหม้เมื่อสัมผัส และอาจจะทำให้เกิดโรคผิวหนังอักเสบ (Montgomery, 1996)

สูตรโมเลกุล	C_6H_5OH
น้ำหนักโมเลกุล	94.11 กรัมต่อโมล
จุดเดือด	182 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	41.0 องศาเซลเซียส
ความถ่วงจำเพาะ	1.0576 (20/4 องศาเซลเซียส)
ความหนาแน่นในสภาวะก๊าซ	3.24 กรัมต่อลิตร
ความสามารถในการละลายน้ำ	67,000 กรัมต่อลิตร (25 องศาเซลเซียส)

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของฟีนอล (phenol) แสดงดังภาพ 1.1



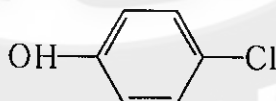
ภาพ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของฟีนอล (phenol)

1.4.1.2 คุณสมบัติของคลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol)

คลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol, 4CP) มีลักษณะเป็นผลึกสีขาวถึงสีเหลืองฟางข้าว มีกลิ่นเหม็นฉุน เป็นพิษอย่างรุนแรงต่อเยื่อบุช่องท้องและระบบทางเดินอาหาร ทำให้ตาและผิวหนังเกิดการระคายเคืองอย่างรุนแรงเมื่อสัมผัส สามารถติดไฟได้เมื่อสัมผัสเปลวไฟ เมื่อโดนความร้อน จะเกิดการย่อยสลายกลายเป็นไอของคลอริน (Vershueren, 1994)

สูตรโมเลกุล	C_6H_5ClO
น้ำหนักโมเลกุล	128.56 กรัมต่อโมล
จุดเดือด	220 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	43.5 องศาเซลเซียส
ความถ่วงจำเพาะ	1.2460 (60/25 องศาเซลเซียส)
ความหนาแน่นในสภาวะก๊าซ	4.4 กรัมต่อลิตร
ความสามารถในการละลายน้ำ	27,100 กรัมต่อลิตร (20 องศาเซลเซียส)

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของคลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol) แสดงดังภาพ 1.2



ภาพ 1.2 โครงสร้างทางเคมีของคลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol)

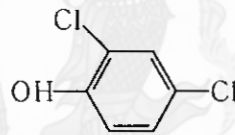
1.4.1.3 คุณสมบัติของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)

ไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol, 2,4-DCP) มีลักษณะเป็นผลึกใสไม่มีสีจนถึงสีเหลือง มีกลิ่นเหม็นฉุนหรือกลิ่นยา เป็นสารก่อมะเร็ง และทำให้เกิดความบกพร่องทางพันธุกรรม เป็นพิษรุนแรงต่อเยื่อบุช่องท้องและเป็นพิษปานกลางต่อระบบทางเดินอาหารและผิวหนัง สามารถ

ติดไฟได้เมื่อสัมผัสเปลวไฟ สามารถทำปฏิกิริยาอย่างรุนแรงกับสารออกซิไดซ์ เกิดการย่อยสลายเมื่อโดนความร้อน และเมื่อสัมผัสกับกรดหรือไอของกรดจะเกิดเป็นไอของคลอรีนที่มีความเป็นพิษสูง (Montgomery, 1996)

สูตรโมเลกุล	$C_6H_4Cl_2O$
น้ำหนักโมเลกุล	163.01 กรัมต่อโมล
จุดเดือด	210 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	45.0 องศาเซลเซียส
ความถ่วงจำเพาะ	1.3830 (15/4 องศาเซลเซียส)
ความหนาแน่นในสภาวะก๊าซ	5.62 กรัมต่อลิตร
ความสามารถในการละลายน้ำ	5,000 กรัมต่อลิตร (25 องศาเซลเซียส)

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol) แสดงดังภาพ 1.3



ภาพ 1.3 โครงสร้างทางเคมีของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)

1.4.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide)

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ประกอบด้วยไททาเนียมหนึ่งอะตอมและออกซิเจนสองอะตอม (วิริยะ สิริสิงห์) มีอยู่เป็นจำนวนมากในแร่ธรรมชาติ เช่น แร่อิลมีไนท์ (ilmenite) หรือแร่ลิวไซเซน (leucocene) ไททาเนียมไดออกไซด์ มีลักษณะโปร่งใสเช่นเดียวกับพวกอัญมณี สะท้อนแสงได้ และมีคุณสมบัติในการกำจัดสิ่งสกปรก เป็นสารที่มีสีขาวบริสุทธิ์ ใช้เป็นตัวเติมในการผลิตประเภทสีทา เป็นสีขาวที่ดีกว่าสารสีขาวอื่นๆ นอกจากนี้ ไททาเนียมไดออกไซด์ยังไม่มีพิษ สีที่มีไททาเนียมขาวผสมอยู่ด้วย เมื่อนำไปทาบ้าน สีดังกล่าวจะมีคุณสมบัติติดทนนาน ไม่เกิดรอยดำดำ เพราะเมื่อถูกกับสารประกอบของกำมะถันก็จะไม่เกิดเป็นสีดำ (สีทาบ้านที่มีตะกั่วปน เราจะสังเกตเห็นว่าเป็นรอยดำ ๆ ได้ง่าย เพราะที่ตะกั่วในสีจะรวมกับสารประกอบของกำมะถันในอากาศเป็นตะกั่วซัลไฟด์ ซึ่งมีสีดำ) และมีคุณสมบัติทึบแสง ช่วยสะท้อนรังสียูวีในแสงแดด สลายที่อุณหภูมิ 1,560 องศาเซลเซียส สารชนิดนี้มักนำมาใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ยาสีฟัน และ

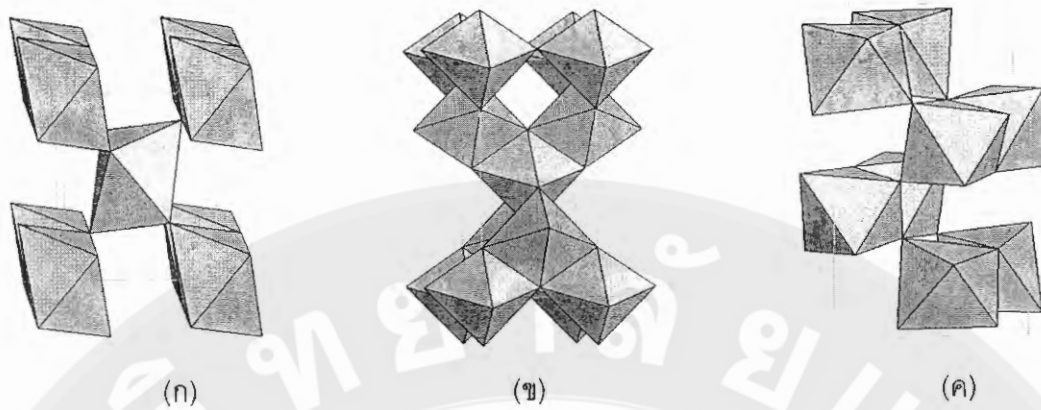
เครื่องสำอาง โดยคุณสมบัติที่เป็นผงแป้ง สีขาวและสะท้อนแสงได้ดี หากนำมาผลิตเป็นแป้งทาผิวหน้า จะทำให้ผิวหน้าดูสว่างและขาวขึ้น

เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีความสำคัญเป็นอย่างยิ่ง ทั้งในปัจจุบันและอนาคต สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย เช่น การผลิตวัสดุที่สามารถทำความสะอาด หรือกำจัดสิ่งสกปรกได้ด้วยตัวเอง โดยมีสมบัติในการย่อยสลายสารอินทรีย์ กลิ่น แบคทีเรีย และสารพิษ เช่น ฟอร์มัลดีไฮด์ โดยเมื่อสารเคลือบได้รับพลังงานแสงอัลตราไวโอเล็ตจากดวงอาทิตย์หรือหลอดไฟ ก็จะเกิดปฏิกิริยาย่อยสลายสารเหล่านี้ ให้กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำ โครงสร้างทางผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ จะมีเฟสอยู่ 3 แบบคือ รูไทล์ (rutile) อนาเทส (anatase) และ บรูไคท์ (brookite) แสดงดังตาราง 1.3 และภาพ 1.4 ตามลำดับ (<http://www.material.chula.ac.th/Radio48/March/radio3-1.htm>)

ตาราง 1.3 คุณสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์ในเฟสของผลึกแบบต่างๆ

โครงสร้าง คุณสมบัติ	รูไทล์	อนาเทส	บรูไคท์
น้ำหนักโมเลกุล	79.890	79.890	79.890
ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	4.2743	3.895	4.123
ความกว้างจำเพาะ	3.90-4.10	3.90-4.10	3.90-4.10
จุดหลอมเหลว (องศาเซลเซียส)	1,800-1,900	1,835	1,800-1,900
จุดเดือด (องศาเซลเซียส)	2,500-3000	2,500-3000	2,500-3000
โครงสร้างผลึก	เตตระโกนอล	เตตระโกนอล	ออร์โธโรมบิก

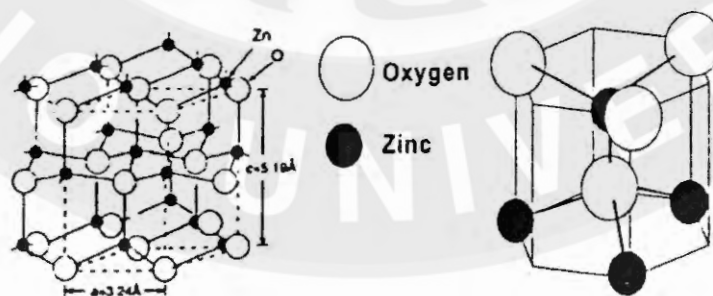
(<http://www.merck.co.th/th/chemicals/reagents.asp>)



ภาพ 1.4 โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ (ก) แบบรูไทล์ (ข) แบบอนาเทส และ (ค) แบบบรูไคท์ (Dhange et al., 2004, Ranade et al., 2002 และ Yin et al., 2001)

1.4.3 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide)

ซิงค์ออกไซด์จัดได้ว่า เป็นสารประกอบที่สามารถพบเห็นได้ในธรรมชาติ และมีความสำคัญในลักษณะที่เป็นวัสดุกึ่งตัวนำชนิดพี อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นวัสดุที่มีการสังเคราะห์และใช้มากขึ้นเรื่อยๆ ในอนาคต ซึ่งมักจะมีการใช้มากในตัวเปลี่ยนสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ (Piezoelectric transducer) ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ตัววัดสัญญาณปริมาณแก๊ส (gas sensor) ประดิษฐ์เป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิก ซึ่งจะถูกใช้ในการเตรียมสารเคลือบ มีโครงสร้างเป็นแบบ Wurtzite hexagonal มีค่าคงที่ของแลตทิซ (lattice constant) โดยมีด้าน a ยาวเท่ากับ 3.24 Å, ด้าน b ยาวเท่ากับ 3.24 Å และด้าน c ยาวเท่ากับ 5.20 Å แสดงดังภาพ 1.5 (ชัยกานต์, 2548 และ ศักดิ์สิทธิ์, 2546)



ภาพ 1.5 โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์

สูตรโมเลกุล	ZnO
น้ำหนักโมเลกุล	81.39
สี	ขาว
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น
ลักษณะ	ของแข็ง
จุดหลอมเหลว	ประมาณ 1970 องศาเซลเซียส

1.4.4 การเตรียมสารประเภทโฟโตแคตาไลติสต์

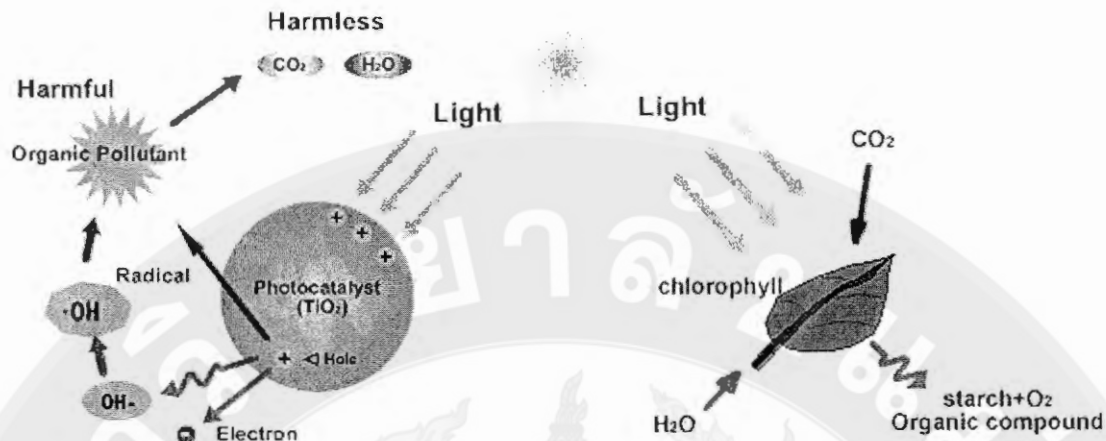
การเตรียมสารประเภทโฟโตแคตาไลติสต์ สามารถเตรียมโดยวิธีทางเคมีหลายวิธีด้วยกัน นักวิจัยหลาย ๆ ท่านมุ่งสนใจในการออกแบบวิธีวิเคราะห์ในวิธีทางที่จะทำให้ผลิตภัณฑ์มีคุณสมบัติที่สมบูรณ์และมีประสิทธิภาพ การเตรียมสารประเภทโฟโตแคตาไลติสต์สามารถเตรียมได้วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

วิธีไฮโดรเทอร์มอล (รินรวี และ วิไลพร, 2547) เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน ในการเตรียมผงของสารประเภทโฟโตแคตาไลติสต์ในปัจจุบัน เนื่องจากผงที่เตรียมได้ มีความสม่ำเสมอทั้งองค์ประกอบเคมี และขนาดของอนุภาค สามารถเตรียมได้ในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิ และความดันสูงปานกลาง (Yan et al., 2004) โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์ (calcination) และมีอุณหภูมิของการเผาผนึกต่ำ (sintering temperature) เมื่อเทียบกับผงที่เตรียมได้จากวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีอื่นๆ (Xu et al., 2004) เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่าแต่วิธีการเตรียมแบบนี้จะต้องมีการควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา วิธีไฮโดรเทอร์มอลได้ถูกนำมาใช้ ในการเตรียมสารประเภทโฟโตแคตาไลติสต์ ที่ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลาย (จินดา, 2548)

1.4.5 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติสต์

ปฏิกิริยาโฟโตเคมี (photochemistry) เป็นปฏิกิริยาที่ใช้แสงเป็นตัวกระตุ้นโมเลกุลของสาร และถ้ามีการกระตุ้นร่วมกับตัวแคตาไลติสต์แล้ว เราจะเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวว่า ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติสต์ (photocatalytic) ซึ่งโดยปกติแล้ว ปฏิกิริยาดังกล่าวจะต้องประกอบด้วย ตัวแคตาไลติสต์ พลังงานแสง น้ำ และแก๊สออกซิเจน แสดงดังภาพ 1.6

(<http://www.tipe.com.cn/library/kb2501.htm>)



ภาพ 1.6 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์และโฟโตเคมี

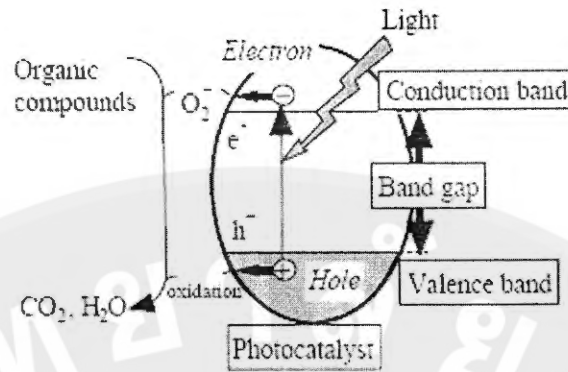
1.4.6 กลไกของปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์

ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการบำบัดสารอินทรีย์โดยทั่วไปนั้น จะเกิดจากการที่บริเวณผิวของสารประเภทโฟโตแคตาไลติกส์ ที่มีช่องว่าง (hole) จะเกิดปฏิกริยาออกซิเดชันกับไฮดรอกไซด์อิออน (OH⁻) และน้ำ (H₂O) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH[·]) และเรดิคัลตัวอื่น ส่วนที่บริเวณผิวของสารประเภท โฟโตแคตาไลติกส์ ที่มีอิเล็กตรอนจะเกิดปฏิกริยารีดักชันกับออกซิเจน (O₂) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ อิออนเรดิคัล (O₂^{·-}) เฮอร์ไฮดรอกซิลเรดิคัล (HO[·]) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂) จะเกิดจากปฏิกริยาระหว่างน้ำ (H₂O) กับซูเปอร์ออกไซด์อิออนเรดิคัล (O₂^{·-}) โดยสามารถเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH[·]) ได้อีก

ในขณะที่สภาวะที่มีแก๊สออกซิเจนไม่เพียงพอ จะทำให้โปรตอน (H⁺) ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของน้ำ เข้ามาจับอิเล็กตรอน แทนเกิดเป็นไฮโดรเจนเรดิคัล (H[·]) โดยจากการศึกษาพบว่าไฮโดรเจนเรดิคัล จะทำหน้าที่เป็นตัวออกซิเดนต์หลัก ในปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ เนื่องจากไฮโดรเจนเรดิคัล เป็นสารที่ไวต่อการเกิดปฏิกริยา

เนื่องจากไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH[·]) และช่องว่างที่ผิวของตัวแคตาไลติกส์ มีคุณสมบัติเป็นประจุบวก การออกซิไดซ์ของช่องว่างกับไฮดรอกไซด์อิออน จะเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล และขณะเดียวกันช่องว่างเกิดการออกซิไดซ์กับสารอินทรีย์ด้วย แสดงดังภาพ 1.7

(<http://www.tipe.com.cn/library/kb2502.htm>)



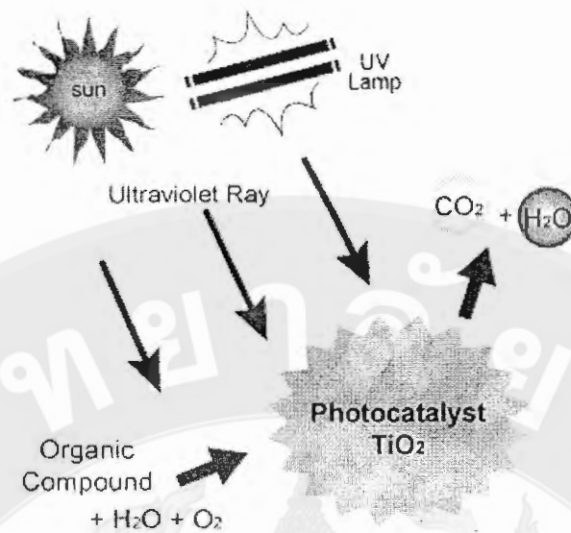
ภาพ 1.7 กลไกปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ จึงเกิดได้ 2 กระบวนการ คือ

1. การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของช่องว่างกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) และน้ำ (H_2O) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\bullet) และปฏิกิริยารีดักชันของอิเล็กตรอนกับออกซิเจน (O_2) หรือไฮโดรเจนไอออน (H^+) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ไอออนเรดิคัล ($\text{O}_2^{\bullet-}$) เปอรืไฮดรอกซิลเรดิคัล (HO^\bullet) หรือ ไฮโดรเจนเรดิคัล (H^\bullet)

2. การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารอินทรีย์ ที่ดูดติดบนช่องว่าง (hole) ของตัวแคตาไลสต์

ดังนั้น การเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ พบว่า ตัวปฏิกิริยาหลักที่เกิด คือ ไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\bullet) กับสารอินทรีย์ ส่วนการเกิดปฏิกิริยาระหว่างช่องว่างกับสารอินทรีย์นั้น เป็นปฏิกิริยารอง ซึ่งเกิดขึ้นได้น้อยกว่า



ภาพ 1.8 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของไททาเนียมไดออกไซด์

1.5 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง

Kolen'ko et al., 2004 ได้ทำการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ สารละลายไททาเนียมเตตระคลอไรด์ ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และอุณหภูมิเท่ากับ 150 และ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า อนุภาคมีขนาด ประมาณ 20-50 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิว เท่ากับ 20-80 ตารางเมตรต่อกรัม คุณสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นสารประเภทโฟโตแคตาไลติกส์ โดยทำการศึกษาใช้ในการกำจัดสารประกอบฟีนอลในน้ำ พบว่า ประสิทธิภาพที่ดีที่สุด คือ มีโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ ในรูปแบบของรูไทล์ และอนาเทส เท่ากับ 15:85

Chuan et al., 2004 ได้ทำการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล พบว่า ไททาเนียมไดออกไซด์ มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส สามารถกำจัดสารฟอกย้อมได้ เช่น เมธิลินบลู

Wang และ Li, 2006 ได้ทำการสังเคราะห์ผงซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ภายใต้ อุณหภูมิ 104 องศาเซลเซียส โครงสร้างที่สังเคราะห์ได้เป็นแบบรูไทล์ และมีเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ ช่วงขนาดอนุภาค 60-120 นาโนเมตร และมีความยาวประมาณ 100 นาโนเมตร

Salah et al., 2004 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายตัวของ สารประกอบฟีนอล โดยใช้ผงซิงค์ออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์ พบว่า อัตราการลดลง ของ ฟีนอล มีค่าลดลงอย่างมาก ขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคและความเป็นผลึก

Lathasree et al., 2004 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายตัวของสารประกอบฟีนอลและคลอโรฟีนอล โดยผงชิงค้อออกไซด์ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตที่มีความเข้มแสง เท่ากับ 6 วัตต์ ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผล คือ ชนิดของตัวแคตาไลสต์ ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ความเข้มข้นของสารประกอบฟีนอล ช่วงค่า pH ที่เป็นกลาง สามารถกำจัดฟีนอลได้ดี แต่สำหรับ ค่า pH ที่เป็นกรด สารประกอบคลอโรฟีนอลจะถูกกำจัดได้ดี

D'Oliveira et al., 1990 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายตัวของสารประเภทโมโนคลอโรฟีนอล โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบระหว่าง คลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol, 2CP) และคลอโรฟีนอล (3-Chlorophenol, 3CP) รวมไปถึงปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของ 2CP และ 3CP คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) และอินเตอร์มีเดียต โดยทำการทดลองฉายแสงที่มีความยาวคลื่น (λ) มากกว่าหรือเท่ากับ 340 นาโนเมตร และ 290 นาโนเมตร ไปยังสารละลาย 2CP และ 3CP ที่มีการเติมไททานเนียมไดออกไซด์ และไม่มีการเติมไททานเนียมไดออกไซด์ พบว่า ที่ความยาวคลื่น $\lambda \geq 340$ นาโนเมตร ทั้ง 2CP และ 3CP ที่ไม่มีการเติมไททานเนียมไดออกไซด์ จะเกิดปฏิกิริยาน้อยมาก โดยสารละลายโมโนคลอโรฟีนอล ลดลงได้น้อยกว่า 5 % ที่เวลา 120 นาที แต่เมื่อมีการเติมไททานเนียมไดออกไซด์ พบว่า สารละลายโมโนคลอโรฟีนอล จะลดลงได้มากขึ้น

แต่ที่ความยาวคลื่น $\lambda \geq 290$ นาโนเมตร สารละลายโมโนคลอโรฟีนอล ที่ไม่มีไททานเนียมไดออกไซด์ จะลดลงได้มาก นั่นคือ 2CP และ 3CP สามารถลดลงได้ 99 % ที่เวลา 175 และ 245 นาทีตามลำดับ สำหรับสารละลายโมโนคลอโรฟีนอล ที่มีไททานเนียมไดออกไซด์ จะลดลงได้อีกขึ้นเล็กน้อย

ดังนั้นเพื่อหลีกเลี่ยงผลของปฏิกิริยาโฟโตไลซิส จึงต้องมีการฉายแสงที่มีความยาวคลื่น $\lambda \geq 340$ นาโนเมตร ในการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นเริ่มต้น พบว่า ในปฏิกิริยาการย่อยสลาย 3CP อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น และจะเริ่มคงที่ เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 1.6 มิลลิโมล/ลิตร

ส่วนผลของค่าความเป็นกรด-ด่างนั้น พบว่า ที่ช่วง 3.5-9.0 จะไม่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา ในการวิเคราะห์สารตัวกลางต่างๆ ที่เกิดขึ้นในระหว่างการสลายตัวของ 3CP พบสารตัวกลาง 10 ชนิด โดยตัวหลัก คือ คลอโรไฮโดรควิโนน (Chlorohydroquinone, CHQ) และไฮดรอกซีไฮโดรควิโนน (Hydroxyhydroquinone, HHQ) โดยคลอโรไฮโดรควิโนน จะสลายตัวได้อย่างสมบูรณ์ที่เวลา 60 นาที นับจากเมื่อ 3CP ถูกย่อยสลายจนหมดและไฮดรอกซีไฮโดร

ควินโนน สามารถสลายตัวได้รวดเร็วกว่าคลอโรไฮโดรควินโนน ในปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของ 3CP

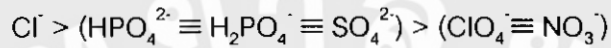
Harada et al., 1990 ได้ทำการทดลองบำบัดน้ำเสียที่มียาฆ่าแมลงประเภทสารอินทรีย์ ฟอสฟอรัส 2 ชนิด ได้แก่ สารละลาย Dimethyl-2,2-dichlorovinyl phosphate (DDVP) และ สารละลาย Dimethyl-2,2,2-trichloro-1-hydroxyethyl phosphate (DEP) โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์แบบเท เพื่อศึกษาถึงปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ผลของไททาเนียมไดออกไซด์ แพลททินัม (Pt) อินเตอร์มีเดียต และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ที่มีต่อประสิทธิภาพการบำบัดน้ำเสีย จากการทดลองพบว่า DDVP จะถูกย่อยสลายโดยมีค่าเวลาครึ่งชีวิต ($t_{1/2}$) เท่ากับ 90 นาที ส่วน DEP จะมีค่าเวลาครึ่งชีวิต ($t_{1/2}$) เท่ากับ 35 นาที แต่เมื่อเติมผงแพลททินัม (Pt) ลงบนผิวของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มเป็น 4.5 และ 6.0 เท่า ใน DDVP และ DEP ตามลำดับ และยังพบว่า การฉายแสงความยาวคลื่นและการเติม ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการวัดปริมาณคลอไรด์ไอออน (Cl⁻) และฟอสเฟต ไอออน (PO₄³⁻) ที่เกิดขึ้น พบว่า ไอออนทั้งสองจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ หลังจากที่ DDVP ถูกย่อยสลายหมดแล้ว และจะเริ่มคงที่เมื่อเวลาผ่านไป 3-5 ชั่วโมง และในการวัดปริมาณฟอร์มัลดีไฮด์ (HCHO) ซึ่งเป็นสารตัวกลางตัวหนึ่งของ DDVP พบว่า ในช่วง 30 นาทีแรก ปริมาณของฟอร์มัลดีไฮด์เพิ่มสูงขึ้นมาก หลังจากนั้นจะลดลงเรื่อยๆ จนหมดที่เวลา 90 นาที

ในการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไปเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์พบว่า ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เข้มข้น 1.2×10^{-2} โมล/ลิตร ทำให้เวลาครึ่งชีวิตสั้นลง ประมาณ 10 และ 2 เท่า สำหรับ DDVP และ DEP ตามลำดับ ในการใช้ทั้งสแตนไดออกไซด์ (WO₃) เป็นตัวแคตาไลติกส์ พบว่า DEP มีค่าครึ่งชีวิตเป็น 67 นาที ซึ่งสูงกว่า เมื่อใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ร่วมกับการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไปด้วย เวลาครึ่งชีวิตจะลดลงเพียง 1.4 เท่า เท่านั้น ส่วนการใช้เหล็กออกไซด์ (Fe₂O₃) เป็นตัวแคตาไลติกส์ไม่มีผลต่อปฏิกิริยา

Tseng และ Huang, 1991 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายตัวของสารประเภทคลอโรฟีนอลต่างๆ โดยทำการศึกษาถึงปัจจัย เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง ความเข้มข้นเริ่มต้นของคลอโรฟีนอล ความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ และสารละลายอิเล็กโตรไลต์ โดยจากการศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชันของคลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol, 2CP) พบว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยาก่อนข้างอิสระไม่ขึ้นกับค่าความเป็นกรด-ด่างเริ่มต้น แต่ในระหว่างปฏิกิริยาเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างลดลง อย่างรวดเร็ว เท่ากับ 3.0-4.0 ในการย่อยสลาย 2CP ที่ความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ ในช่วง 0.5-15.0 กรัม/ลิตร พบว่า ความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสม คือ 3 กรัม/ลิตร ความเข้มข้นของคลอโรฟีนอล ที่เพิ่มขึ้นมีผลต่ออัตราการ

ย่อยสลาย โดยอัตราการย่อยสลาย 2CP จะยิ่งสูงขึ้นเมื่อความเข้มข้น 2CP ต่ำลง โดยที่ 2CP เท่ากับ 64 มิลลิกรัม/ลิตร จะถูกย่อยหมดที่เวลา 6 ชั่วโมง

ผลของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ที่มีต่อการเกิดปฏิกิริยา พบว่า ปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีเมื่อไม่มีสารละลายอิเล็กโทรไลต์อยู่เลย และสามารถจัดลำดับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีผลยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาดังนี้



Lu และ Chen, 1997 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายตัวของ ไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenoxy หรือ 2,4-D) และ Propoxur โดยใช้ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในหลอดแก้วที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน เท่ากับ 0.6 เซนติเมตร ยาว 6.6 เซนติเมตร ขดรอบหลอดแบล็คไลต์ ขนาด 20 วัตต์ โดยภายในหลอดแก้วฉาบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ การทดลองเป็นแบบเทโดยใช้ 2,4-D และ Propoxur ที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัม/ลิตร จากผลการทดลอง เมื่อวัดปริมาณคาร์บอนในเทอมของผลรวมของสารอินทรีย์ที่มีคาร์บอน (Total Organic Carbon, TOC) ตามเวลา พบว่าทั้ง 2,4-D และ Propoxur เกิดการสลายตัวเป็นไปตามปฏิกิริยาลำดับที่หนึ่ง โดยใน 2,4-D มีค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา เท่ากับ $51.1 \pm 6.6 \times 10^{-2}$ ชั่วโมง⁻¹ ส่วน Propoxur มีค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา เท่ากับ $20.0 \pm 2.2 \times 10^{-2}$ ชั่วโมง⁻¹

ที่เวลา 7 ชั่วโมง พบว่า ประสิทธิภาพในการย่อยสลาย 2,4-D เท่ากับ 96.8% และ Propoxur เป็น 73.4% และพบว่าปริมาณผลรวมของสารอินทรีย์ที่มีคาร์บอน จะลดลงเรื่อยๆ ตามเวลาของการฉายแสงแต่ความเป็นพิษจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ในช่วงชั่วโมงแรกของการทดลอง และจะค่อยๆ ลดลงเรื่อยๆ ในเวลาต่อมา ส่วน Propoxur ก็เป็นไปในทำนองเดียวกัน แต่ใน Propoxur ในช่วงชั่วโมงที่ 1 ถึงชั่วโมงที่ 4 ความเป็นพิษจะยังคงที่ และจะลดลงเมื่อผ่านชั่วโมงที่ 4 ผ่านไป

บทที่ 2
การทดลอง

2.1 สารเคมี

ชื่อสารเคมี	เกรด/ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต	ประเทศ
1. Acetic acid (CH ₃ COOH)	99.7%	Carloerbar	Italy
2. Acetonitrile (CH ₃ CN)	99.9%	Lab Scan	Ireland
3. 4-Aminoantipyrine (C ₁₁ H ₁₃ N ₃ O)	99.0%	Fluka	England
4. Ammonium hydroxide (NH ₄ OH)	25% v/v	Merck	Germany
5. 2-ChlorophenoI (C ₆ H ₅ ClO)	98%v/v	Fluka	England
6. 2,4-Dichlorophenol (C ₆ H ₄ Cl ₂ O)	97%w/v	Fluka	England
Disodium hydrogen Phosphate (Na ₂ HPO ₄)	99.0%	Ajax Finechem	New Zealand
7. Ethanol (C ₂ H ₅ OH)	95% v/v	Merck	Germany
8. Methanol (CH ₃ OH)	HPLC	Merck	Germany
9. Nitric acid (HNO ₃)	65% v/v	Merck	Germany
10. Phenol (C ₆ H ₆ O)	99.5%w/v	Odczynniki Chemiczne SA	Poland
11. Potassium ferricyanide (K ₃ Fe(CN ₆))	99.0%	Ajax Finechem	New Zealand

12. Sodium phosphate (NaH_2PO_4)	99.0%	Ajax Finechem	New Zealand
13. Titanium dioxide (TiO_2)	99.0%	Ajax Finechem	Australia
14. Titanium isopropoxide ($\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4$)	100% v/v	Fluka	England
15. Zinc nitrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)	99.0%	Ajax	New Zealand
16. Zinc oxide (ZnO)	ANALYTICAL	Ajax Finechem	New Zealand

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์

	บริษัทผู้ผลิตและรุ่น	ประเทศ
1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	JEOL รุ่น JSM-6335F	Japan
2. เครื่องกวนสารละลายและควบคุมอุณหภูมิ (Magnetic stirrer with temperature control)	Fisher Scientific	England
3. โกร่งบด (Mortar)	-	-
4. คอลัมน์ (Analytical column)	Agilent Technologies Hypersil ODS C18 (4.0 X 125 mm)	USA
5. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatography)	Agilent Technologies รุ่น 1100	USA
6. เครื่องเคลือบทอง (Fine coater)	JEOL รุ่น JFC-1200	Japan
7. เครื่องชั่งชนิด 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)	Mettler Toledo รุ่น AB304-S	Switzerland
8. เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)	Labquip รุ่น 1000	England
9. เครื่องอัลตราโซนิก	Ultrasonik	England

(Ultrasonic)	รุ่น 136H	
10. เครื่องอัลตราเพียว	Millipore	USA
(Ultrapure water system)	รุ่น DI-PAK	
11. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์	SIEMENS	Germany
(X-ray diffractometer, XRD)	รุ่น D500	
12. เครื่องหาขนาดอนุภาค	Quantachrome	USA
(Surface area analyzers)	Autosorb 1 MP	
13. ชุดไฮโดรเทอร์มอล	Berghof	Germany
(Hydrothermal vessel)	รุ่น HR-500	
14. ตู้อบ	GALLENKAMP	England
(Oven)		
15. เตาเผาอุณหภูมิสูง	INTER KILNS	Germany
(Muffle furnace)	รุ่น EFT2	
16. หลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต	UVP UPLAND	USA
(Ultraviolet Lamp, 8 watt)	รุ่น UVGL-58	

2.3 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมและการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททานเนียมไดออกไซด์

1. การเตรียมสารละลาย

1.1 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์

1. ปิเปตแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 7.63 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.2 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์

1. ปิเปตกรดไนตริก ปริมาตร 6.92 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.3 การเตรียมสารละลายไททานิลไนเตรด ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์

1. ปิเปตไททาเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ปริมาตร 7.37 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตรที่อยู่ในอ่างน้ำแข็ง พร้อมทั้งคนด้วยแท่งคนแม่เหล็กและแท่งแก้วคนสาร ตลอดเวลา
2. เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ ปริมาตร 10.05 มิลลิลิตร จนเกิดตะกอนสีขาวของกรดไททานิก $[Ti(OH)_4]$
3. ทำการละลายตะกอนดังกล่าวโดยการเติมกรดไนตริกเข้มข้น 1.00 โมลาร์ จนมีปริมาตรเกือบครบ 100 มิลลิลิตร พร้อมทั้งคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ตลอดเวลา จะได้สารละลายใสไม่มีสี
4. ปรับปริมาตรด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 1.00 โมลาร์ ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ชั่งฟีนอล 0.10XX กรัม ลงในบีกเกอร์ ขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายสารดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จากนั้นเทสารละลายที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ทำการปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 5 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร
2. ทำการปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.6 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอล ที่ความเข้มข้นต่างๆ

1. ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำอัลตราเพียว ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เพื่อให้ได้สารละลายมาตรฐานฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

1.7 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลาย 2-คลอโรฟีนอลปริมาตร 200 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ทำการปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.8 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 5 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร
2. ทำการปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.9 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ที่ความเข้มข้นต่างๆ

1. ปิเปตสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำอัลตราเพียว ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เพื่อให้ได้สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

1.10 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ชั่ง 2,4-ไดคลอโรฟีนอล 0.10XX กรัม ลงในปิเปตขนาด 50 มิลลิลิตร ละลายสารดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จากนั้นเทสารละลายที่ได้ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ทำการปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.11 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 5 มิลลิลิตรลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร

2. ทำการปรับปริมาตรสารละลายดังกล่าวด้วยน้ำอัลตราเพียว จนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.12 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ความเข้มข้นต่างๆ

1. ปิเปตสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1, 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำอัลตราเพียว ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เพื่อให้ได้สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2. การเตรียมผงไททานเนียมไดออกไซด์

1. นำสารละลายไททานิลไนเตรต ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร รินลงในชุดไฮโดรเทอร์มอล

2. ปรับ pH ด้วยกรดไนตริก จนกระทั่งสารละลายมี pH เท่ากับ 1

3. นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง จะเกิดผงตะกอนไททานเนียมไดออกไซด์สีขาวขึ้น

4. นำผงตะกอนไททานเนียมไดออกไซด์ ไปปั่นเหวี่ยง เป็นเวลา 25 นาที ด้วยอัตราการหมุน 3200 รอบต่อนาที

5. นำผงตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง

3. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์

3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

1. นำผงไททาเนียมไดออกไซด์ บดให้ละเอียด
2. นำมาอัดในช่องกลางของแผ่นยึดสารตัวอย่าง เกลี่ยผิวหน้าด้านบนของสารให้เรียบ
3. นำเข้าเครื่อง XRD เพื่อนำไปวิเคราะห์หาโครงสร้างของสาร
4. นำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS ของไททาเนียมไดออกไซด์
5. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ส่วนประกอบของอนาเทส จากสเปกตรัม XRD ที่ได้จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ แสดงดังสมการ 2.1 (Hirakawa et al., 2007)

$$\chi_A (\%) = \frac{100}{\left(1 + \frac{1.265 I_R}{I_A}\right)} \quad (2.1)$$

โดย $\chi_A (\%)$ คือ เปอร์เซ็นต์ส่วนประกอบของอนาเทส
 I_R คือ ความเข้มของพีคที่ความสูงสูงสุดในรูปแบบของรูไทล์
 I_A คือ ความเข้มของพีคที่ความสูงสูงสุดในรูปแบบของอนาเทส

6. คำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ย โดยใช้สมการเชียร์เรอร์ Scherrer Equation แสดงดังสมการ 2.2 (Cullity, 1978)

$$d = \frac{k\alpha}{\beta \cos\theta} \quad (2.2)$$

โดย β คือ ความกว้างของพีค ที่ครึ่งหนึ่งของความสูง ในหน่วยเรเดียน (Radians)
 K คือ ค่าคงที่ ซึ่งสัมพันธ์กับรูปร่างของผลึก ($k = 0.9$)
 α คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้ (Cu, $K\alpha = 0.15405$ nm)
 θ คือ ค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle)

3.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ สแกน (Scanning electron microscope, SEM) และการวิเคราะห์ธาตุที่เป็น องค์ประกอบ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

1. นำผงไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้เป็นสารแขวนลอย โดยนำไปกระจายตัวในตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ เอทานอลบริสุทธิ์
2. นำไปเซย์าในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 5-30 นาที
3. นำตะกอนที่แขวนลอยในสารละลายดังกล่าว หยดใส่สไลด์ที่ติดด้วยเทปทองแดง แล้วปล่อยให้แห้งและนำสไลด์ไปเคลือบด้วยทอง โดยเครื่องเคลือบทอง (Fine coater) ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 มิลลิแอมแปร์ นาน 150 วินาที
4. นำไปวิเคราะห์หลักสัณฐานทางสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน และวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ด้วยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทาง สเปกโทรมิเตอร์

3.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นที่ผิวของสาร โดยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

1. เตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ประมาณ 2 กรัม บดให้ละเอียด จากนั้นอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
2. ทำการตั้งอุณหภูมิไล่แก๊ส ที่ 120 และ 150 องศาเซลเซียส
3. เวลาของการไล่แก๊ส 1 ตัวอย่าง ให้เวลา 2-3 ชั่วโมง โดยใช้แก๊สไนโตรเจน
4. นำผงไททาเนียมไดออกไซด์ใส่ในหลอดทดลองปลายกระเปาะ (Pellet cell) แล้วนำไปวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวโดยทฤษฎีของ บรูเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E., BET)
5. ซึ่งผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวทั้งหมดใช้เวลา 6-7 ชั่วโมง

4. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์

4.1 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ในการกำจัดฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

4.1.1 การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมสำหรับเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

ตาราง 2.1 สภาวะการทำงานของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

ปัจจัย	สภาวะ
อุณหภูมิที่ฉีดสาร	35 องศาเซลเซียส
การฉีด	ด้วยมือ
ปริมาตรสารที่ฉีด	20 ไมโครลิตร
ชนิดคอลัมน์	Hypersil ODS C18 (4.0 X 125 mm)
อัตราส่วนของเฟสเคลื่อนที่	ACN : H ₂ O : Acetic acid (70 : 30 : 0.1%)
อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่	1 มิลลิลิตรต่อนาที
ชนิดของตัวตรวจวัด	UV Detector
ความยาวคลื่นของการตรวจวัด	270 นาโนเมตร (ฟีนอล) 254 นาโนเมตร (2-คลอโรฟีนอล) 287 นาโนเมตร (2,4-ไดคลอโรฟีนอล)

4.2 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงไททาเนียมไดออกไซด์

4.2.1 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัดสารฟีนอล

1. เตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

- ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อลิตร มาเป็นปริมาตร 5 มิลลิลิตร

- ปรับปริมาตรด้วยน้ำอัลตราเพียว ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายฟีนอลที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

2. นำสารละลายฟีนอลที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร และปิดด้วยพาราฟิล์ม

3. นำไปเขย่าในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 15 นาที
4. นำไปทำการคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ประมาณ 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มืด เป็นเวลา 30 นาที
5. นำสารละลายดังกล่าวไปฉายด้วยหลอดรังสี พร้อมทั้งคนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็กตลอดเวลา และเริ่มจับเวลาตั้งแต่สารละลายได้รับรังสีอัลตราไวโอเล็ต
6. บีบเปิดสารละลายที่ผ่านการฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ต มาครั้งละ 1 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90 และ 120 นาที
7. นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง
8. เขียนกราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของสารละลายฟีนอล โดยเปรียบเทียบระหว่าง ค่าความเข้มข้นต่อความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C_0) กับเวลา
9. คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล (Degradation percentage, η) ดังสมการ 2.3 (Chang et al., 2009)

$$\eta = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100 \quad (2.3)$$

- โดย C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล
- C คือ ความเข้มข้นที่เวลาใดๆ ของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล
- η คือ เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล

4.2.2 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงทาเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัดสารฟีนอล

1. ชั่งผงไททาเนียมไดออกไซด์ 0.10xx g ในปิกรเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร
 - บีบเปิดสารละลายฟีนอล, 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลมาตรฐาน ความเข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อลิตร มาอย่างละ 5 มิลลิลิตร
 - ปรับปริมาตรด้วยน้ำอัลตราเพียว ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายฟีนอล, 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

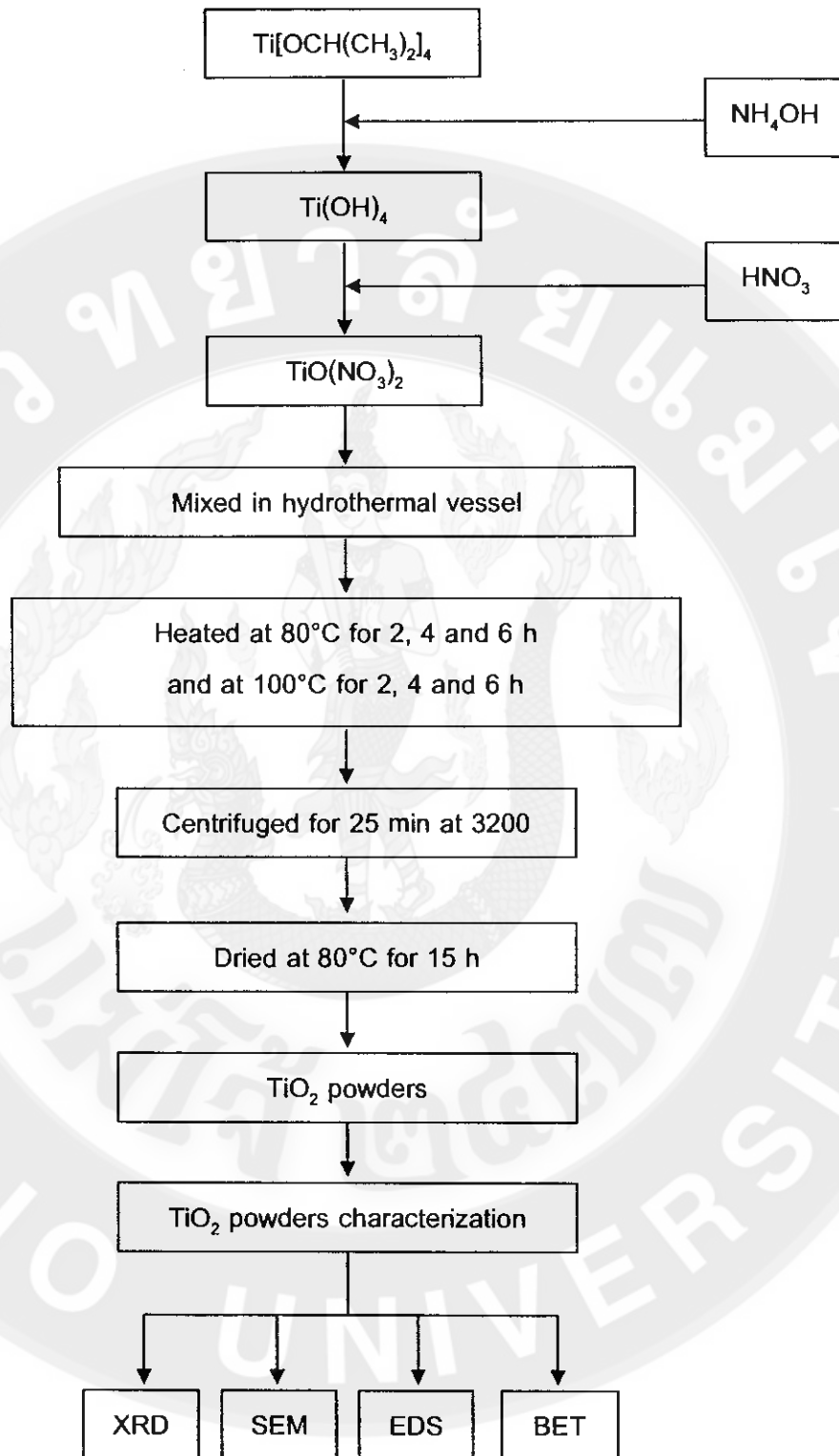
3. นำสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร และปิดด้วยพาราฟิล์ม
4. นำไปเขย่าในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 15 นาที
5. นำไปทำการคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ประมาณ 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มืด เป็นเวลา 30 นาที
6. นำสารละลายดังกล่าว ไปฉายด้วยหลอดรังสี พร้อมทั้งคนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็กตลอดเวลา และเริ่มจับเวลาตั้งแต่สารละลายได้รับรังสีอัลตราไวโอเล็ต
7. ปิเปิดสารละลายที่ผ่านการฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ต มาครั้งละ 1 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90 และ 120 นาที
8. นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง
9. เขียนกราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของ สารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเปรียบเทียบระหว่าง ค่าความเข้มข้นต่อความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C_0) กับเวลา
10. คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอลและอนุพันธ์ของฟีนอล ดังสมการ 2.1

4.2.3 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัด 2-คลอโรฟีนอล

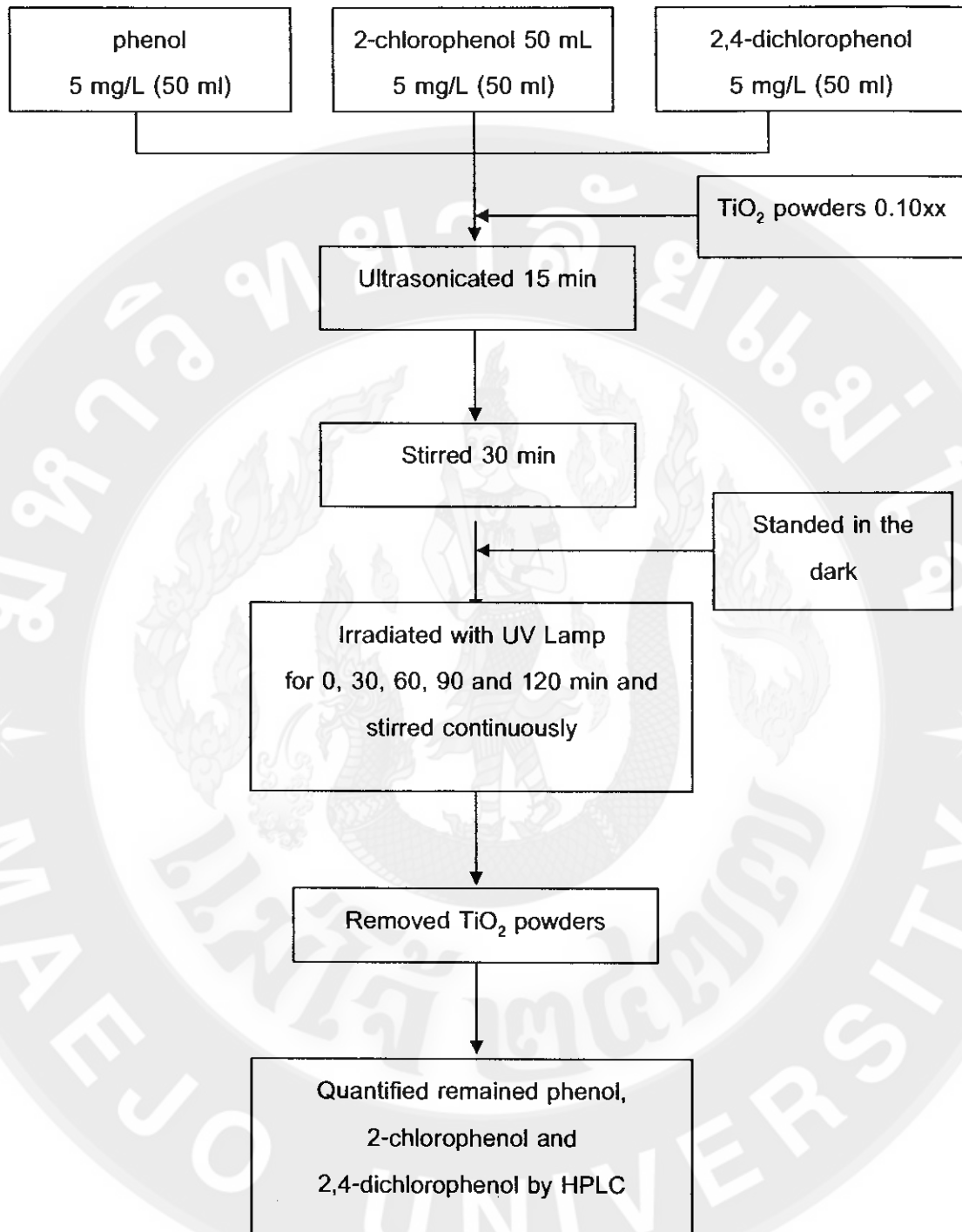
- ใช้วิธีการเดียวกับข้อ 4.2.2

4.2.4 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัด 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

- ใช้วิธีการเดียวกับข้อ 4.2.2



ภาพ 2.1 แผนผังการเตรียม และการหาลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์
ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล



ภาพ 2.2 แผนผังการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ที่เตรียม
โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ตอนที่ 2 การเตรียมและการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์

1. การเตรียมสารละลาย

1.1 การเตรียมสารละลายซิงค์ในเทรต เข้มข้น 0.20 โมลาร์

ซิงค์ในเทรตปริมาณ 15.0250 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแก้วคน ปรับปริมาตร ในขวดปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 250 มิลลิลิตร

1.2 การเตรียมสารละลายซิงค์ในเทรต เข้มข้น 0.50 โมลาร์

ซิงค์ในเทรตปริมาณ 15.0247 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแก้วคน ปรับปริมาตร ในขวดปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.3 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5.00 โมลาร์

ปิเปตแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 46.40 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 250 มิลลิลิตร

1.4 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5.00 โมลาร์

ซิงค์โซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 20.2020 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.5 การเตรียมสารละลายฟีนอล เข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ซิงค์ฟีนอล ปริมาณ 0.0010 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารจนละลาย ปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.6 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปิเปต 2-คลอโรฟีนอล ปริมาตร 200 ไมโครลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร ในขวดปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.7 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 100.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ชั่ง 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ปริมาณ 0.0010 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร กวนสารจนละลาย ปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

1.8 การเตรียมสารละลายฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปิเปตสารละลายฟีนอลเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร

1.9 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปิเปตสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร

1.10 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ปิเปตสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 50 มิลลิลิตร

1.11 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.5 โมลาร์

ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 3.74 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 100 มิลลิลิตร

1.12 การเตรียมสารละลายฟอสเฟสบัฟเฟอร์ pH 6.8

ชั่งไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟสแอนไฮดรัส ปริมาณ 58.91 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ชั่งโซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟสแอนไฮดรัส 18.44 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ 100 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน นำสารละลายทั้งสอง บีกเกอร์เทลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 500 มิลลิลิตร

1.13 การเตรียมสารละลาย 2 % w/v 4-อะมิโนแอนติไพรีน

ซึ่ง 4-อะมิโนแอนติไพรีน ปริมาณ 4 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ใส่ลงในขวดปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 100 มิลลิลิตร

1.14 การเตรียม 8 % w/v โฟแทสเซียมเพอร์ริกไซด์ยาไนท์

ซึ่งโฟแทสเซียมเพอร์ริกไซด์ยาไนท์ ปริมาณ 8 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ 50 มิลลิลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ใส่ลงในขวดปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 100 มิลลิลิตร

1.15 การเตรียมกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์

ปีเปตกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 15 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนครบ 100 มิลลิลิตร

2. การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์

2.1 การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี

1. การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ ด้วยอัตราส่วนโมลของซิงค์ไนเตรต : แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 1:1
2. นำสารละลายซิงค์ไนเตรต ความเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน เติมน้ำในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตรแล้วคนด้วยแท่งแม่เหล็กคนสาร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
3. นำสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5.0 โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เติมน้ำลงในสารละลายซิงค์ไนเตรต ด้วยวิธีการหยดผ่านบิวเรตด้วยอัตราการหยด 0.5 มิลลิลิตรต่อนาทีเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารละลายผสมที่มีค่าความเป็นกรดต่าง เท่ากับ 7, 8 และ 9 ตามลำดับ นำตะกอนไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.2 การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1. สารละลายซิงค์ไนเตรตความเข้มข้น 0.50 โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เทสารละลายทั้งสองผสมกันลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร คนสารละลายให้เข้ากัน จนเกิดตะกอนสีขาว

2. ทำการวัดค่าความเป็นกรดต่าง แล้ววินสารละลายผสมลงในชุดไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง

3. ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งตกตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง กรองด้วยกระดาษกรอง นำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์

3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

1. นำผงซิงค์ออกไซด์ บดให้ละเอียด
2. นำมาอัดในช่องกลางของแผ่นยึดสารตัวอย่าง เคลือบผิวหน้าด้านบนของสารให้เรียบ
3. นำเข้าเครื่อง XRD เพื่อนำไปวิเคราะห์หาโครงสร้างของสาร
4. นำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS หมายเลข 36-1451

3.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM) และการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

1. นำผงซิงค์ออกไซด์ ทำให้เป็นสารแขวนลอย โดยนำไปกระจายตัวในตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ เอทานอลบริสุทธิ์
2. นำไปเขย่าในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 5-30 นาที
3. นำตะกอนที่แขวนลอยในสารละลายดังกล่าว หยดใส่สไลด์ที่ติดด้วยเทปทองแดง แล้วปล่อยให้แห้งและนำสไลด์ไปเคลือบด้วยทอง โดยเครื่องเคลือบทอง (Fine coater) ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 มิลลิแอมแปร์ นาน 150 วินาที
4. นำไปวิเคราะห์หาลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน และวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ด้วยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์

3.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของสาร โดยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

1. เตรียมผงซิงค์ออกไซด์ประมาณ 2 กรัม บดให้ละเอียด จากนั้นอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
2. ทำการตั้งอุณหภูมิไล่แก๊ส ที่ 120 และ 150 องศาเซลเซียส

3. เวลาของการไล่แก๊ส 1 ตัวอย่าง ใช้เวลา 2-3 ชั่วโมง โดยใช้แก๊สไนโตรเจน
4. นำผงโททานิยมไดออกไซด์ใส่ในหลอดทดลองปลายกระเปาะ (Pellet cell) แล้วนำไปวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวโดยทฤษฎีของ บรุนเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E., BET)

4. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์

4.1 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัดสารฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

4.1.1 การเตรียมสภาวะที่เหมาะสมสำหรับเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

ตาราง 2.2 สภาวะการทำงานของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

ปัจจัย	สภาวะ
อุณหภูมิที่ฉีด	35 องศาเซลเซียส
การฉีด	ฉีดด้วยมือ
ปริมาณสารที่ฉีด	20 ไมโครลิตร
ชนิดคอลัมน์	Hypersil ODS C18 (125x4.0 mm.)
อัตราส่วนของเฟสเคลื่อนที่	อะซิโตไนไตรล์: น้ำ (40:60)
อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่	1 มิลลิลิตรต่อนาที
ชนิดตัวตรวจวัด	ชนิดอัลตราไวโอเล็ต
ความยาวคลื่นของการตรวจวัด	254 นาโนเมตร (2-คลอโรฟีนอล) 270 นาโนเมตร (ฟีนอล) 287 นาโนเมตร (2,4-ไดคลอโรฟีนอล)

4.2 ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัดสารฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

1. นำผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้มาบดให้ละเอียด ปริมาณ 0.20 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. เติมสารละลายฟีนอล 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณ 50 มิลลิลิตรในแต่ละบีกเกอร์ ปิดด้วยกระดาษฟร้อย นำไปกระจายตัว โดยใช้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที

3. ทำการกวนสารละลาย เป็นเวลา 10 นาที ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

4. นำสารละลายที่ทิ้งไว้ข้ามคืน มาวัดค่าการดูดกลืนแสง (C_0) จากนั้นทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ด้วยการให้แสงอัลตราไวโอเล็ต จากหลอดอัลตราไวโอเล็ต ขณะการทำปฏิกิริยาจะต้องกวนสารละลายตลอดเวลา

5. ปีเปิดสารละลายฟีนอลมาครั้งละ 5 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที กรองด้วยแผ่นกรองขนาด 0.45 ไมครอน

6. นำสารละลายที่กรองแล้วมาเติมรีเอเจนต์ เพื่อฟอร์มสีฟีนอล ตามลำดับดังนี้

6.1 เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.5 โมลลาร์ ปริมาตร 125 ไมโครลิตร

6.2 เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 6.8 ปริมาตร 50 ไมโครลิตร

6.3 ทำการปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 7.9 ± 0.1 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลลาร์

6.4 เติม 2% w/v 4-อะมิโนแอนติไพรีน ปริมาตร 50 ไมโครลิตร

6.5 เติม 8% w/v โปแทสเซียมเฟอร์ริกไซเตรียไนท์ ปริมาตรไป 50 ไมโครลิตร ปล่อยให้ อยู่ในสมดุล 5 นาที จนสารละลายมีสีแดงอมชมพู

7. วัดค่าการดูดกลืนแสง (C) ของสารละลายดังกล่าวด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 506 นาโนเมตร

4.3 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์

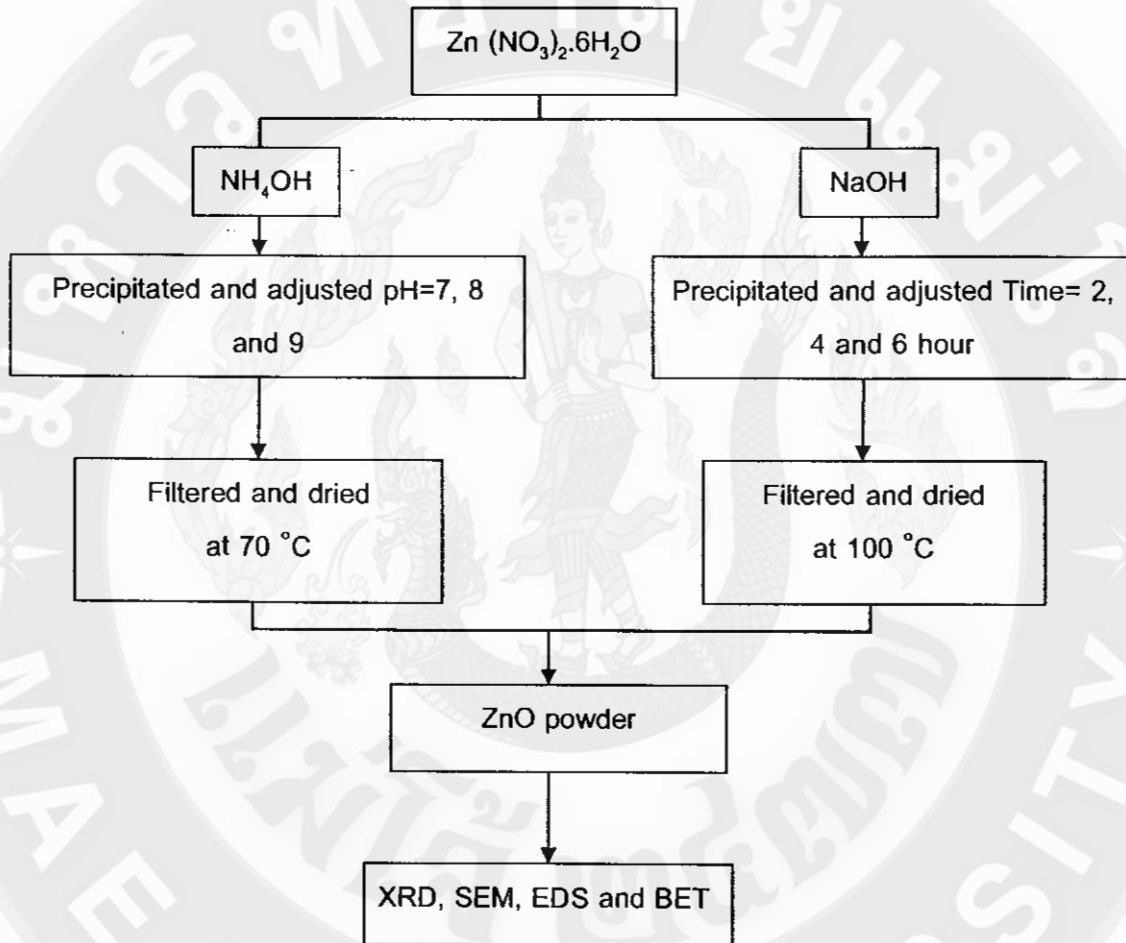
1. นำผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้มาบดให้ละเอียด ปริมาณ 0.20 กรัม ลงใน บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. เติมสารละลาย ฟีนอล 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณ 50 มิลลิลิตรในแต่ละ บีกเกอร์ ปิด ด้วยกระดาษฟร้อย นำไปกระจายตัว โดยใช้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที

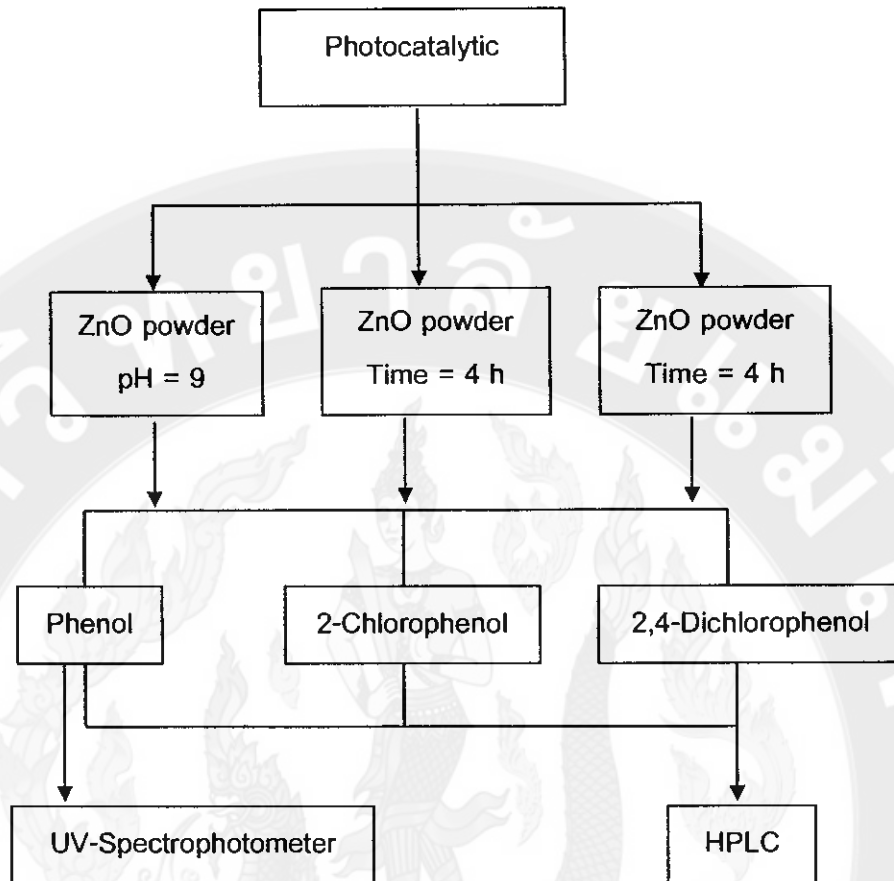
3. ทำการกวนสารละลาย เป็นเวลา 10 นาที ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

4. นำสารละลายที่ทิ้งไว้ข้ามคืน มาทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ด้วยการให้แสง อัลตราไวโอเล็ต จากหลอดอัลตราไวโอเล็ต ขณะการทำปฏิกิริยาจะต้องกวนสารละลายตลอดเวลา

5. ปิเปตสารละลายมาครั้งละ 1 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที กรองด้วยแผ่นกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตร
6. ทำการตรวจวัดด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูงในข้อ 2.4.1
7. การคำนวณเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของของสารประกอบคลอโรฟีนอล ดังสมการ 2.3



ภาพ 2.3 แผนผังการเตรียม และการหาลักษณะเฉพาะผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล



ภาพ 2.4 แผนผังการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี

บทที่ 3

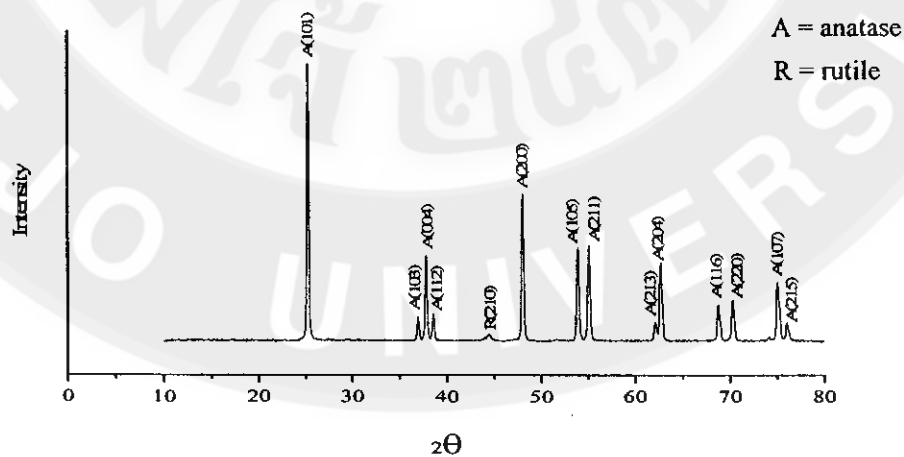
ผลการทดลอง

ตอนที่ 1 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงไททาเนียมไดออกไซด์

1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์

1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

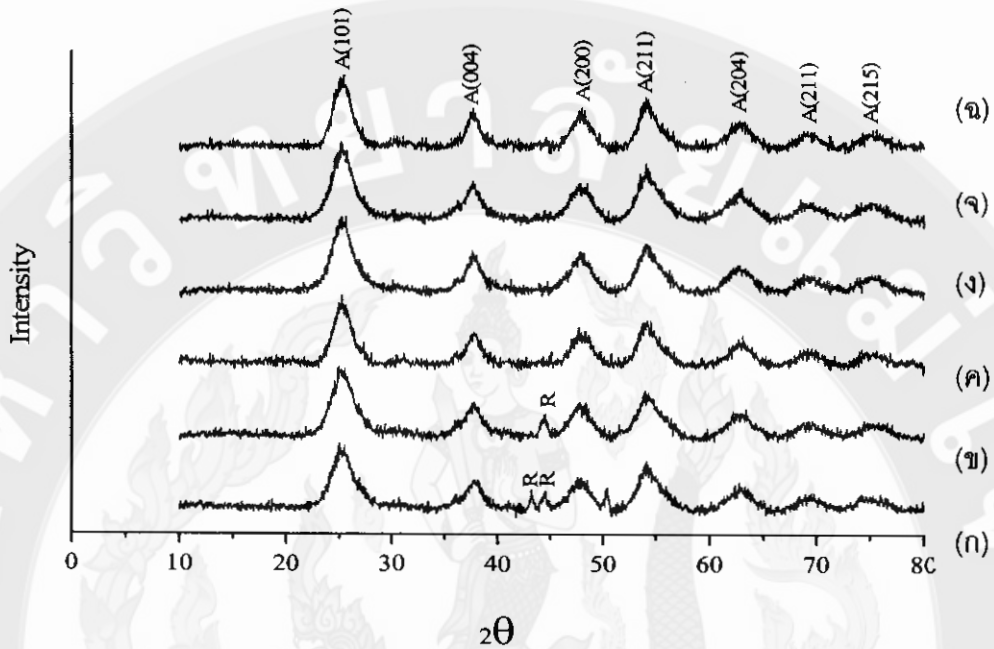
จากการนำผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานและผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เมื่อทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้าง โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD) พบว่า ผงไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดมาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 และ 4 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างผสมในรูปแบบอนาเทส และรูไทล์ เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272 และ 21-1276 แสดงดังภาพ 3.1 และ ภาพ 3.2 สำหรับที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างเดี่ยวแบบอนาเทส เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272 แสดงดังภาพ 3.1 และจากการคำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้สมการ 2.1 พบว่าได้ค่าแสดงดังตาราง 3.1



ภาพ 3.1 รูปแบบ XRD ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ของผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน

A = anatase

R = rutile



ภาพ 3.2 รูปแบบ XRD ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ

(ก) 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ง) 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ข) 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (จ) 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

(ค) 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (ฉ) 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

ตาราง 3.1 สรุปลักษณะโครงสร้าง และขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของ

ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายที่ pH เท่ากับ 1 ณ อุณหภูมิ 80 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง

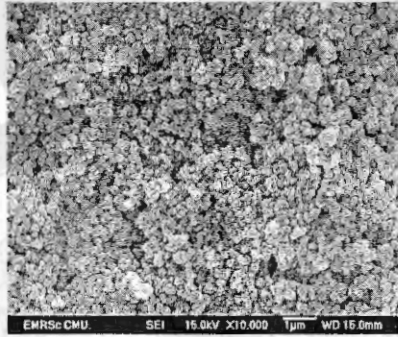
ชนิดของผงไททาเนียมไดออกไซด์		เวลา (ชั่วโมง)	ส่วนประกอบของ อนาเทสและรูไทล์ [*]		ขนาดอนุภาค เฉลี่ย ^{**} (นาโนเมตร)
			อนาเทส	รูไทล์	
ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน		-	98	2	อนาเทส = 0.55 รูไทล์ = 2.34
เตรียมโดยวิธี ไฮโดรเทอร์มอล	80 องศาเซลเซียส	2	81	19	อนาเทส = 3.71 รูไทล์ = 32.08
		4	71	29	อนาเทส = 3.79 รูไทล์ = 15.34
		6	100	-	อนาเทส = 4.10
	100 องศาเซลเซียส	2	100	-	อนาเทส = 4.19
		4	100	-	อนาเทส = 4.30
		6	100	-	อนาเทส = 4.83

* คำนวณจากสมการ 2.1, ** คำนวณจากสมการ 2.2

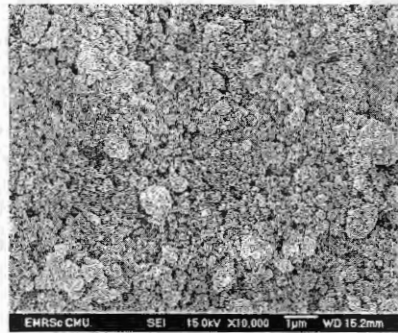
1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และที่ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง พบว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานพบอนุภาคมีรูปร่างค่อนข้างกลม เกาะรวมกัน สำหรับผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 พบว่าที่อุณหภูมิ 80

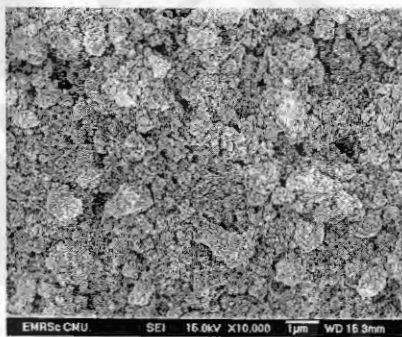
องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง พบอนุภาคมีรูปร่างไม่แน่นอน เกาะรวมกันค่อนข้างสูง และมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.2-0.5 ไมโครเมตร แสดงดังภาพ 3.4-3.5



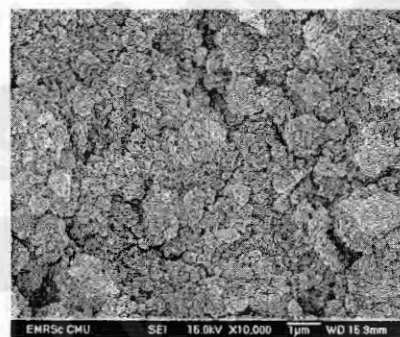
ภาพ 3.3 SEM ของผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน



(ก)

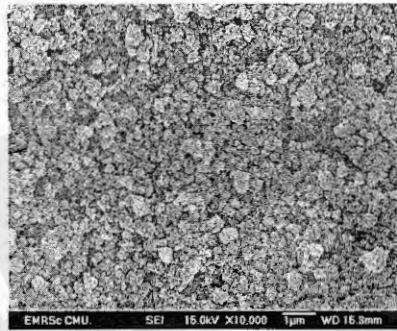


(ข)

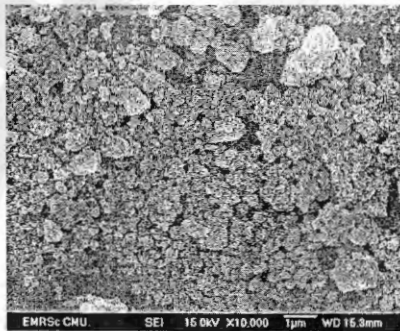


(ค)

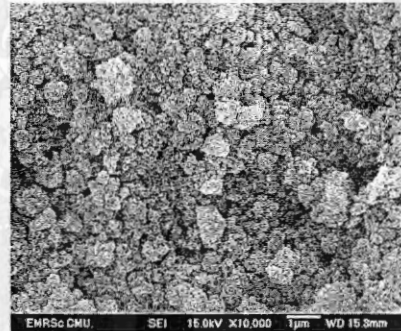
ภาพ 3.4 SEM ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง



(ก)



(ข)



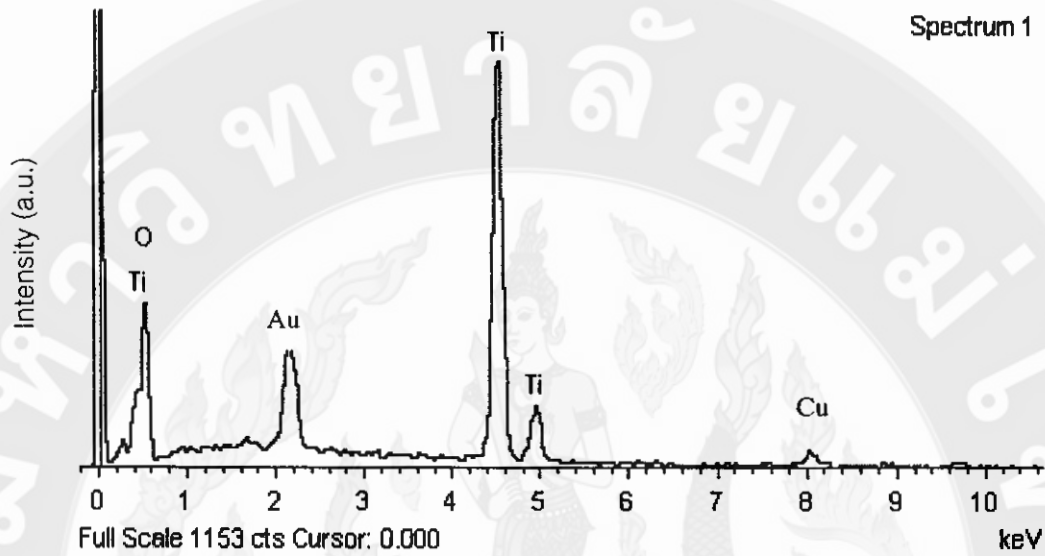
(ค)

ภาพ 3.5 SEM ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

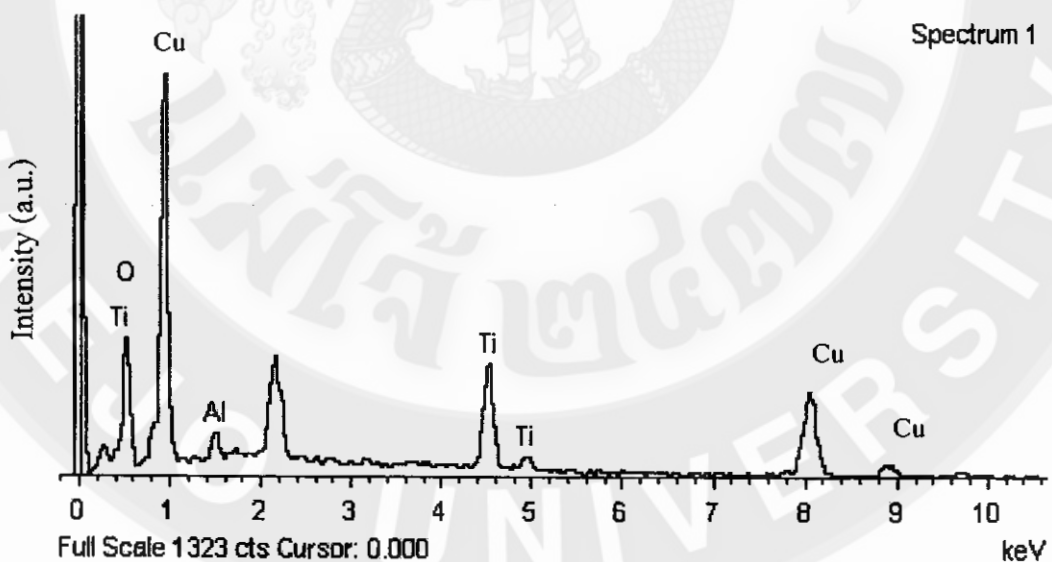
1.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททานเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

จากการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททานเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททานเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ณ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 19-24 พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททานเนียมไดออกไซด์ คือ ธาตุไททานเนียม ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 4.510 และ 4.931 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 0.523 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนธาตุ

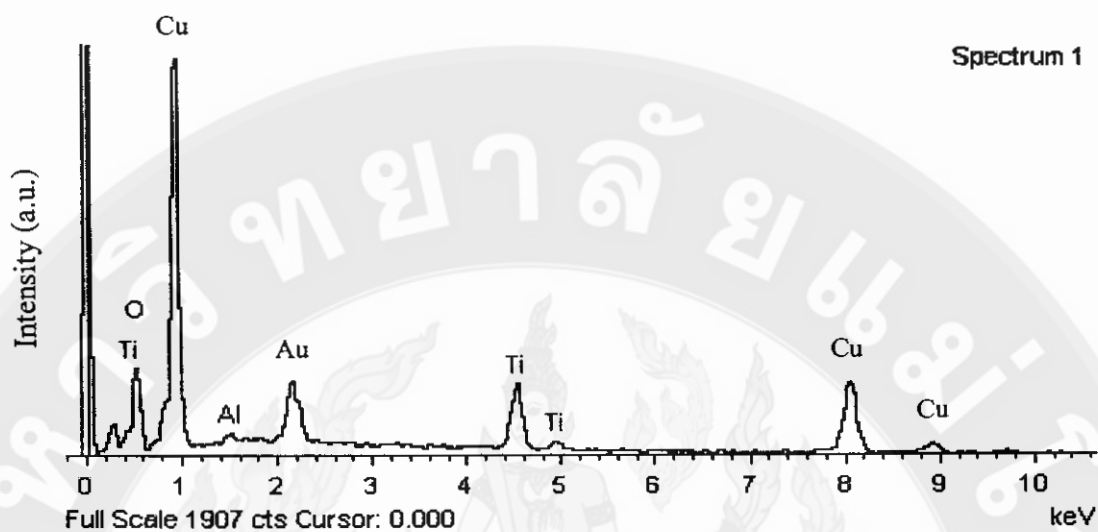
ทองแดงและทองคำอาจเกิดขึ้นจากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนทำการวิเคราะห์ซึ่งต้องใช้เทปกาวที่ทำจากทองแดง และใช้ทองคำในการเคลือบตัวอย่างเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า



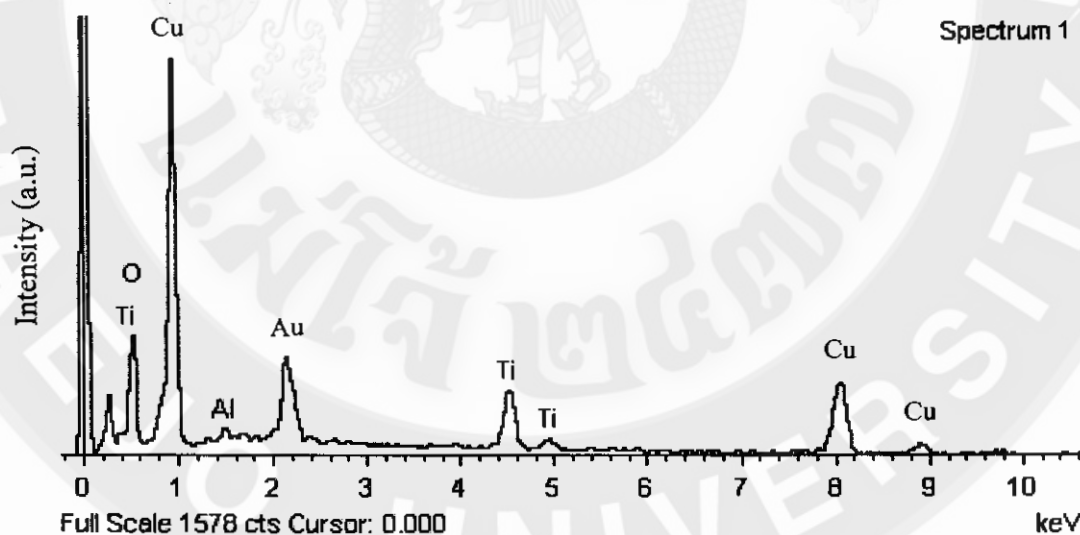
ภาพ 3.6 EDS ของผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน



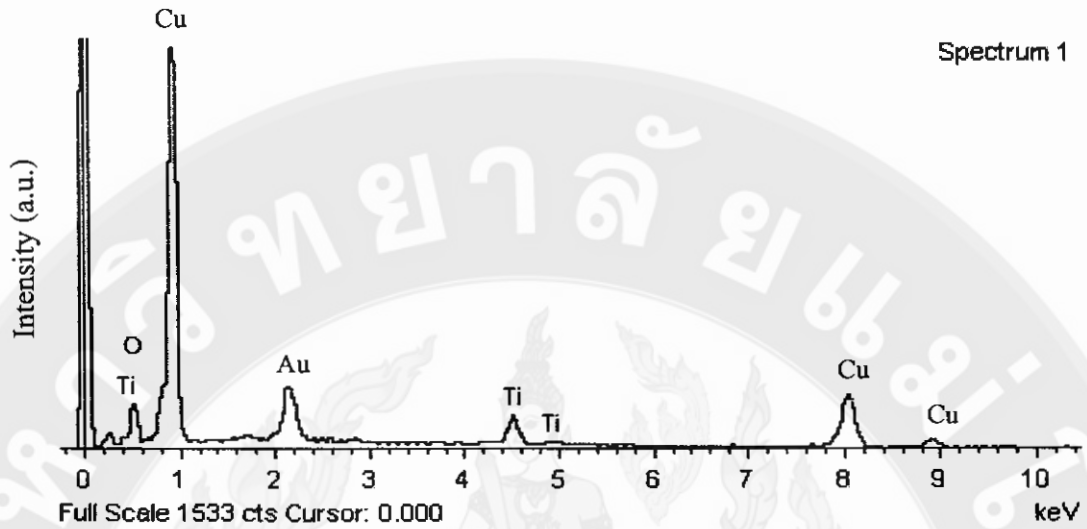
ภาพ 3.7 EDS ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



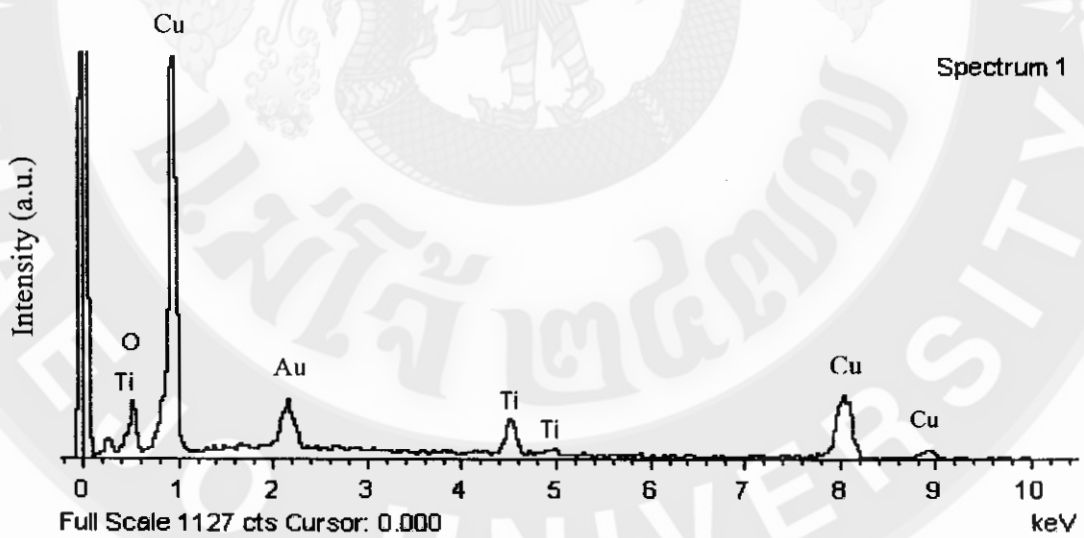
ภาพ 3.8 EDS ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



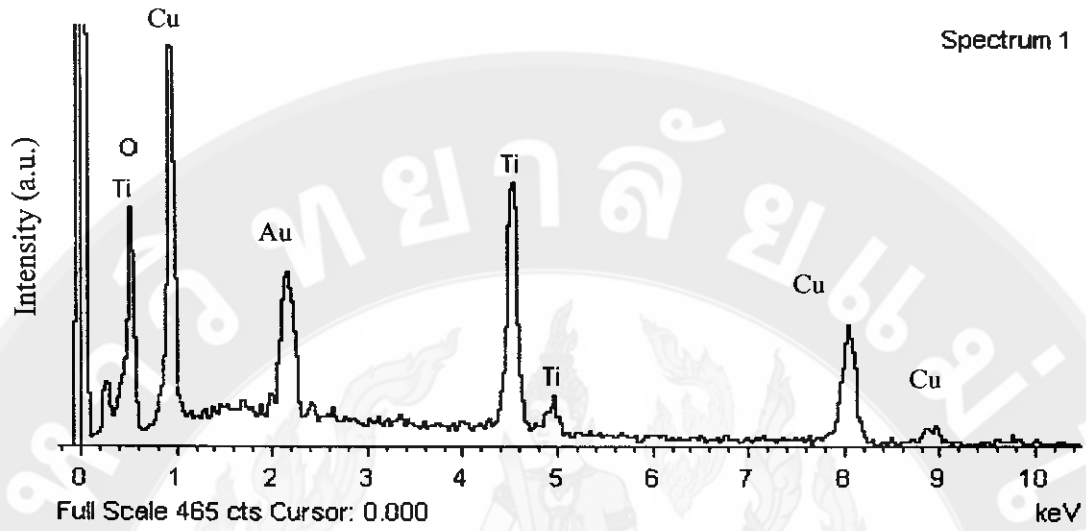
ภาพ 3.9 EDS ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง



ภาพ 3.10 EDS ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 3.11 EDS ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดย วิธีไฮโดรเทอร์มอล
ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



ภาพ 3.12 EDS ของผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

1.4 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

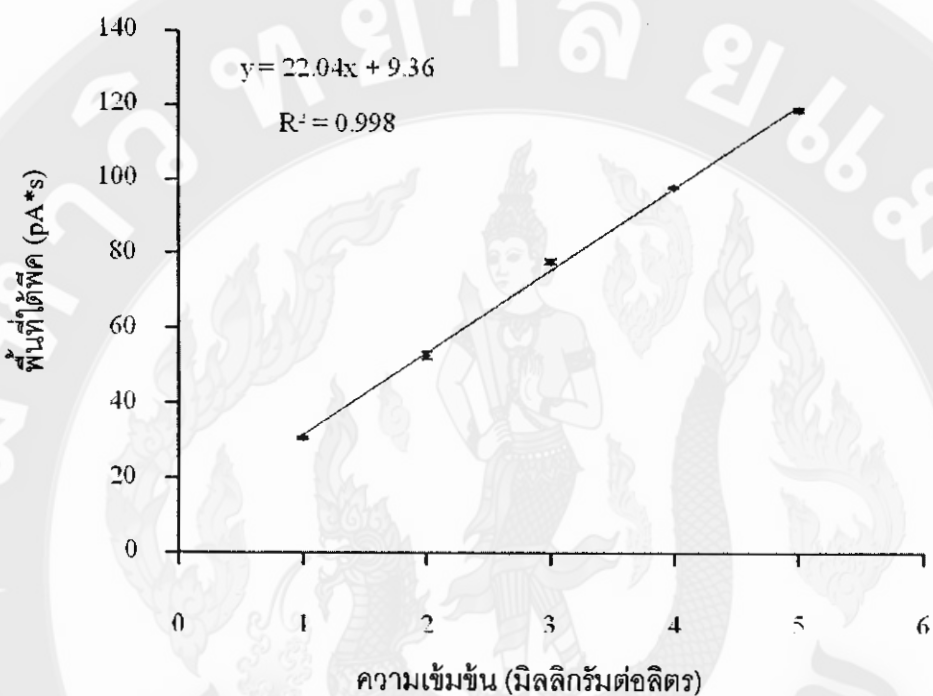
จากการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4, และ 6 ชั่วโมง พบว่า มีพื้นที่ผิวที่แตกต่างกันอันเนื่องมาจากอุณหภูมิ และเวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอลที่ต่างกัน และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 260.69 ตารางเมตรต่อกรัม และที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 281.44 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า ที่อุณหภูมิของการไฮโดรเทอร์มอลสูงขึ้น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคจะมีค่าเพิ่มมากขึ้น แสดงดังตาราง 3.2

ตาราง 3.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวอนุภาคของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (ชั่วโมง)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตรต่อกรัม, m ² /g)
ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน	-	26.28
80	2	260.69
	4	317.92
	6	255.97
100	2	281.44
	4	317.97
	6	325.70

2. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล และสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

2.1 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ และการสร้างกราฟมาตรฐาน

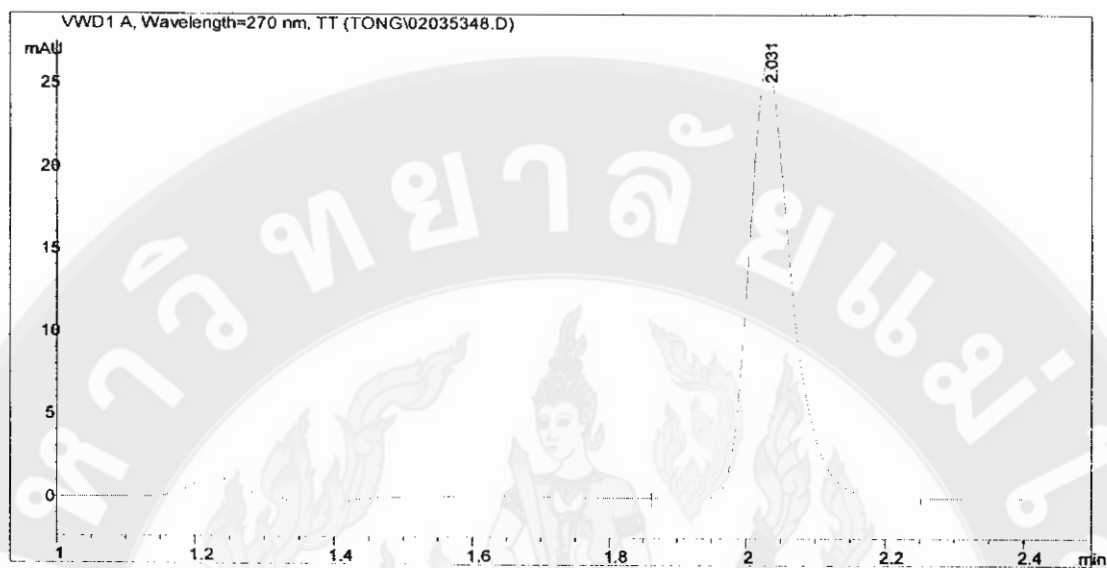


ภาพ 3.13 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล

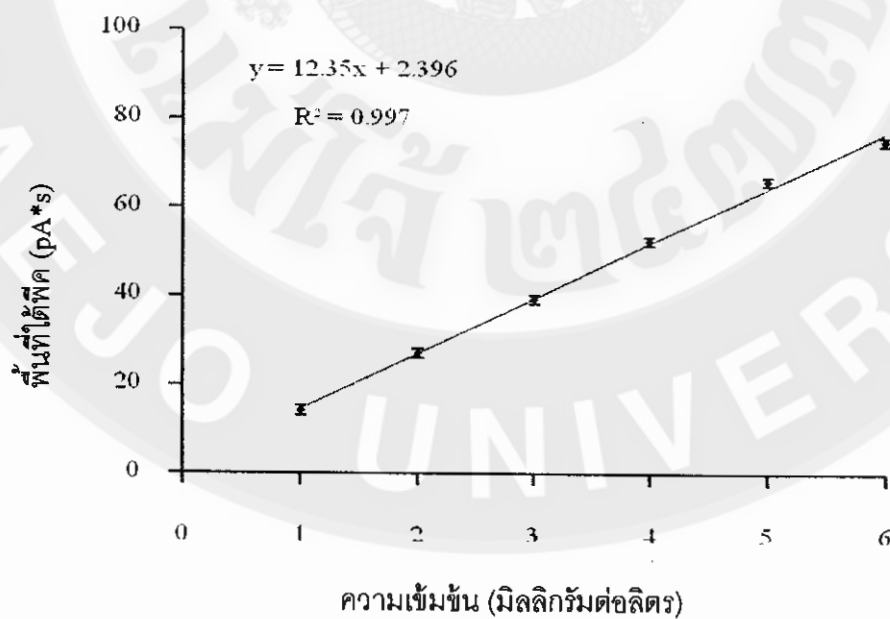
จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟีนอล พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร และเนื่องจากต้องศึกษาการลดปริมาณลงของฟีนอล จึงได้สร้างกราฟมาตรฐานในช่วงนี้ขึ้น

จากกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล พบว่ามีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 22.04x + 9.36$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.998 แสดงดังภาพ 3.13

วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร พบว่าสารฟีนอล มีค่าเวลาริเทนชันประมาณ 2.0 นาที แสดงดังภาพ 3.14



ภาพ 3.14 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร

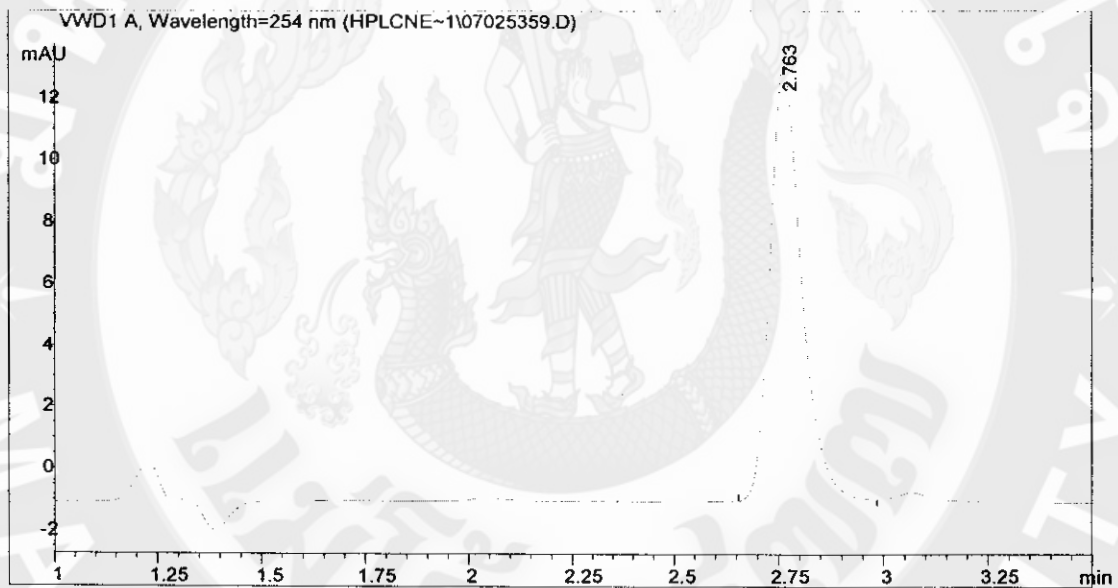


ภาพ 3.15 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล

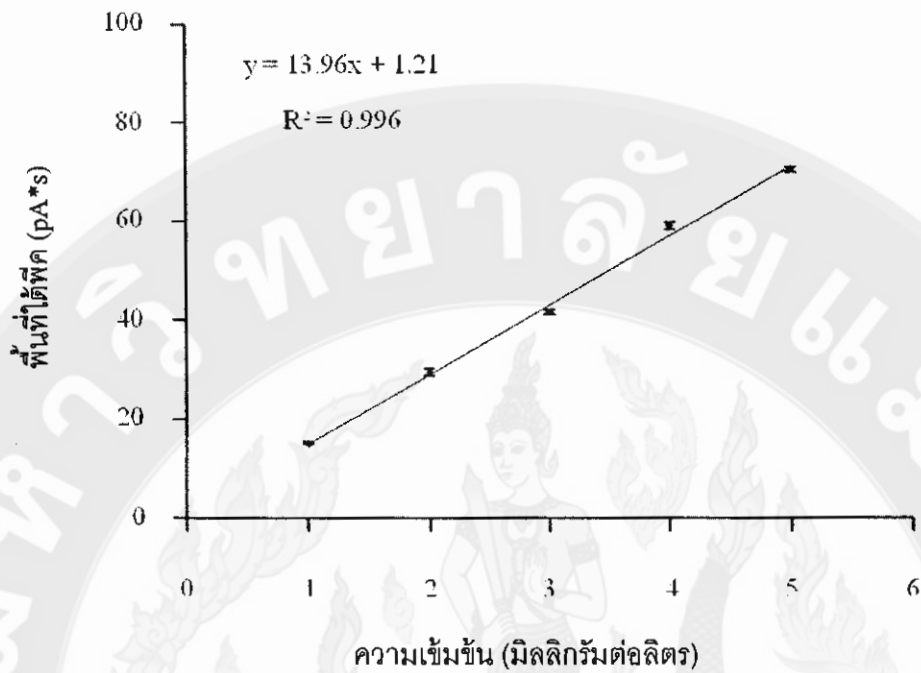
จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟี-
นอล พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1-6 มิลลิกรัมต่อลิตร และเนื่องจากต้อง
ศึกษาการลดปริมาณลงของ 2-คลอโรฟีนอล จึงได้สร้างกราฟมาตรฐานในช่วงนี้ขึ้น

จากกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล พบว่า มีค่าความสัมพันธ์ดัง
สมการ $y = 12.35x + 2.396$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.997 แสดงดังภาพ 3.15

วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัด
เท่ากับ 254 นาโนเมตร พบว่า 2-คลอโรฟีนอล มีค่าเวลาริเทนชันประมาณ 2.7 นาที แสดงดังภาพ
3.16



ภาพ 3.16 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 6 มิลลิกรัมต่อลิตร
ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาว
คลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร

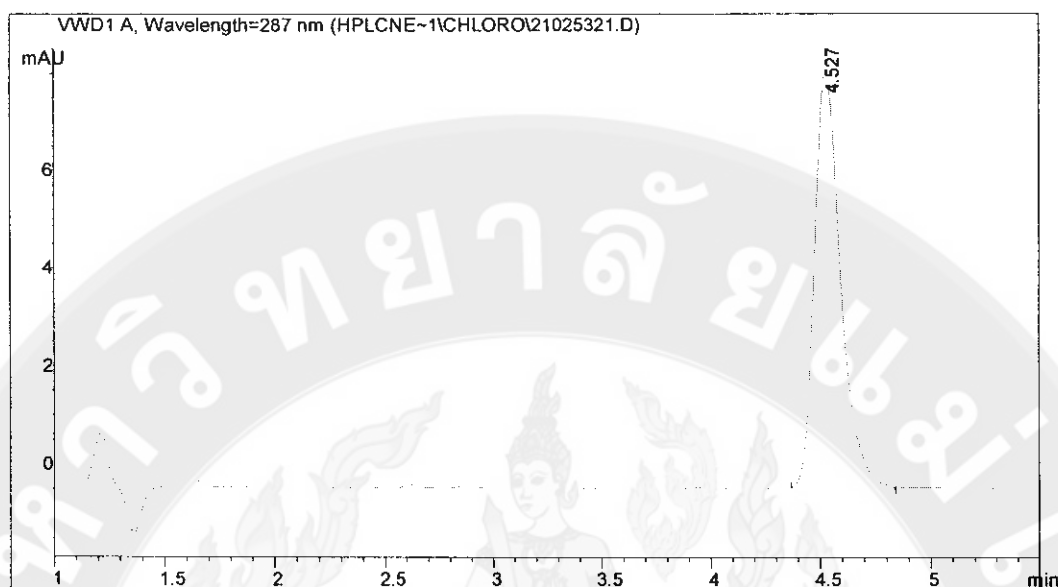


ภาพ 3.17 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร และเนื่องจากต้องศึกษาการลดปริมาณลงของ 2-คลอโรฟีนอล จึงได้สร้างกราฟมาตรฐานในช่วงนี้ขึ้น

จากกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า มีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 13.96x + 1.21$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.996 แสดงดังภาพ 3.17

วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร พบว่า 2,4-ไดคลอโรฟีนอล มีค่าเวลารีเทนชันประมาณ 4.5 นาที แสดงดังภาพ 3.18



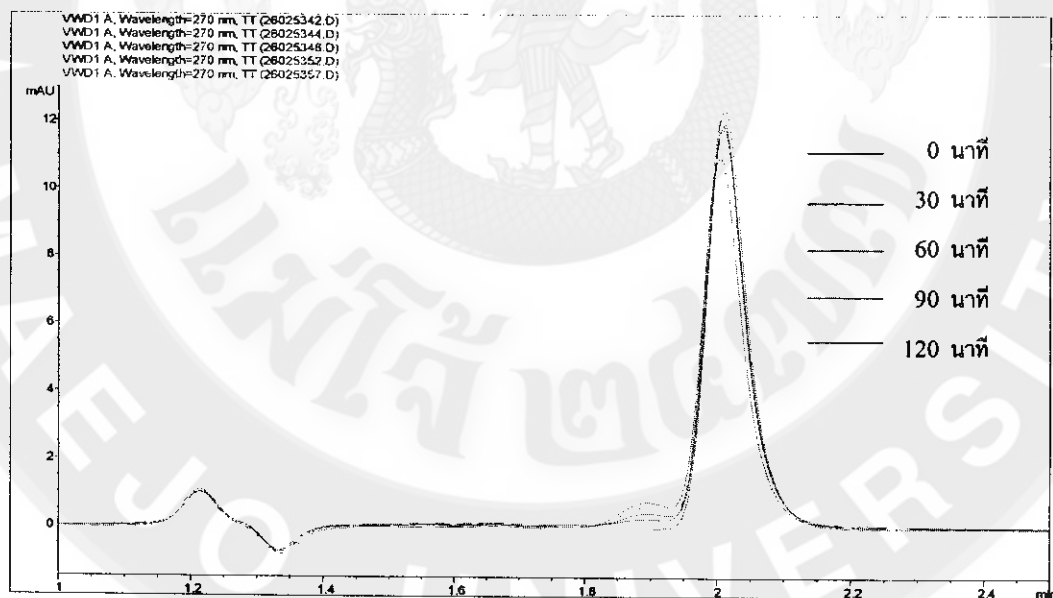
ภาพ 3.18 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัด เท่ากับ 287 นาโนเมตร

2.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ในการกำจัดสารฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

จากการศึกษาการสลายตัวของฟีนอล และสารอนุพันธ์ของฟีนอล โดยปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ และการสลายตัวของฟีนอล และสารอนุพันธ์ของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ชนิดต่างๆ โดยในการศึกษาครั้งนี้ ได้ใช้ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เนื่องจากเวลาที่ใช้ในการเตรียมเท่ากัน แต่อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมต่างกัน โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส และรูทึบ ส่วนผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส พบว่า ได้ผลแสดงดังตาราง 3.4-3.15 และดังภาพ 3.19-3.33

ตาราง 3.4 การสลายตัวของฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์

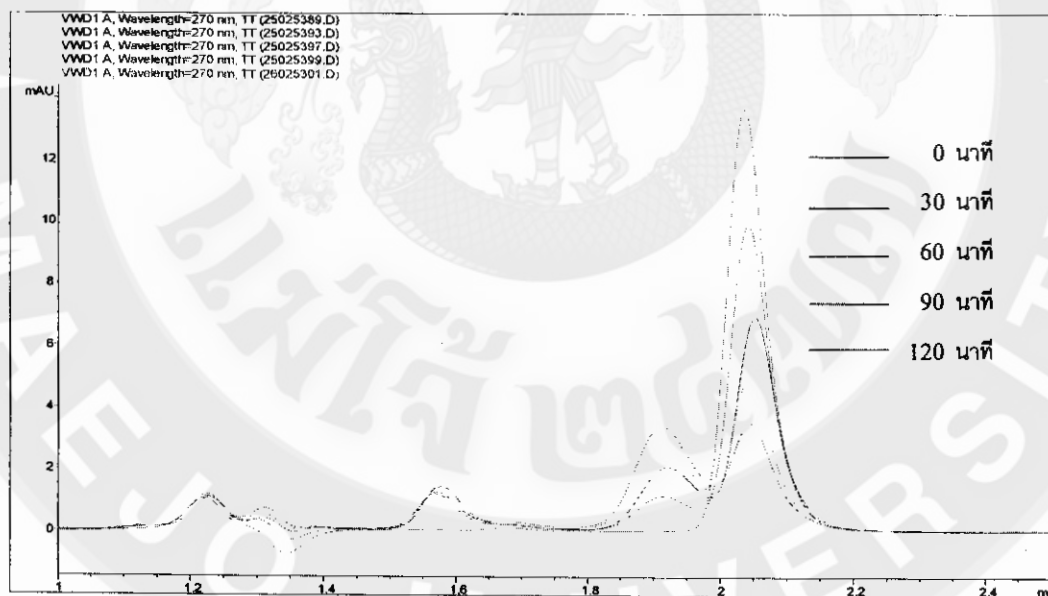
เวลา (นาที)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	57.8	2.200	1.000
30	56.3	2.131	0.969
60	55.2	2.083	0.946
90	54.9	2.069	0.941
120	51.4	1.912	0.869
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล			13.09%



ภาพ 3.19 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร

ตาราง 3.5 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน

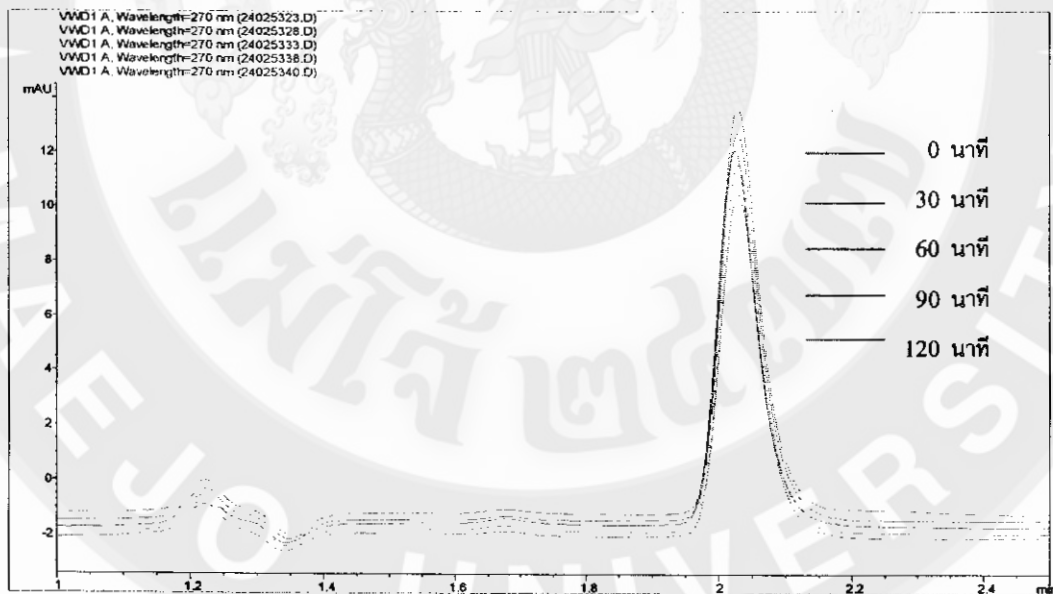
เวลา (นาที)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	64.6	2.515	1.000
30	45.6	1.659	0.659
60	32.6	1.073	0.427
90	24.3	0.699	0.278
120	17.9	0.411	0.163
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล			83.66%



ภาพ 3.20 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ปริมาตรฉีด ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร

ตาราง 3.6 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

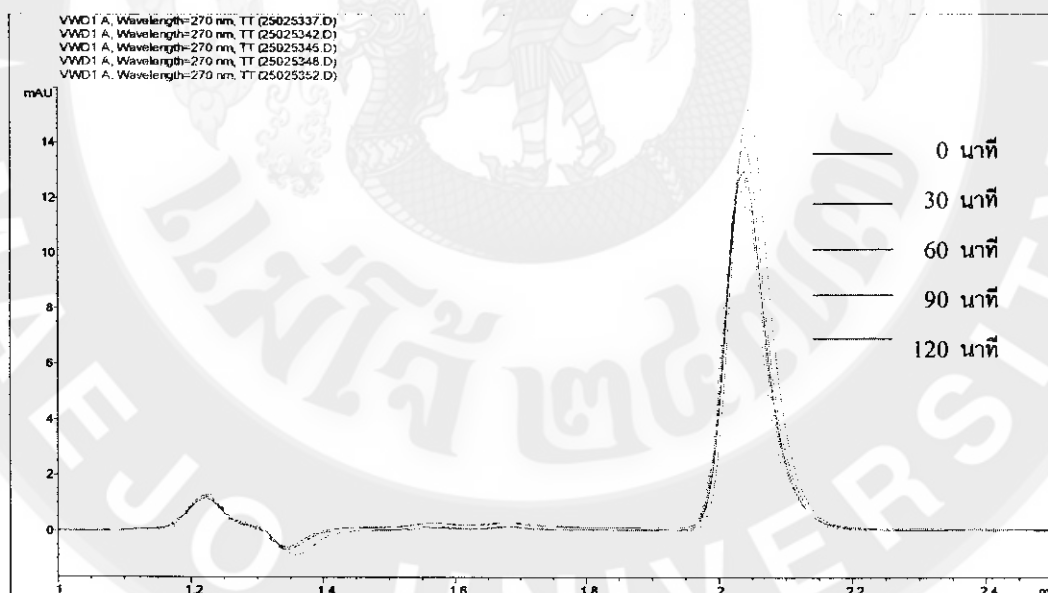
เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	67.6	2.642	1.000
30	66.5	2.592	0.981
60	64.4	2.497	0.945
90	62.4	2.408	0.911
120	59.4	2.273	0.860
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล			14.00%



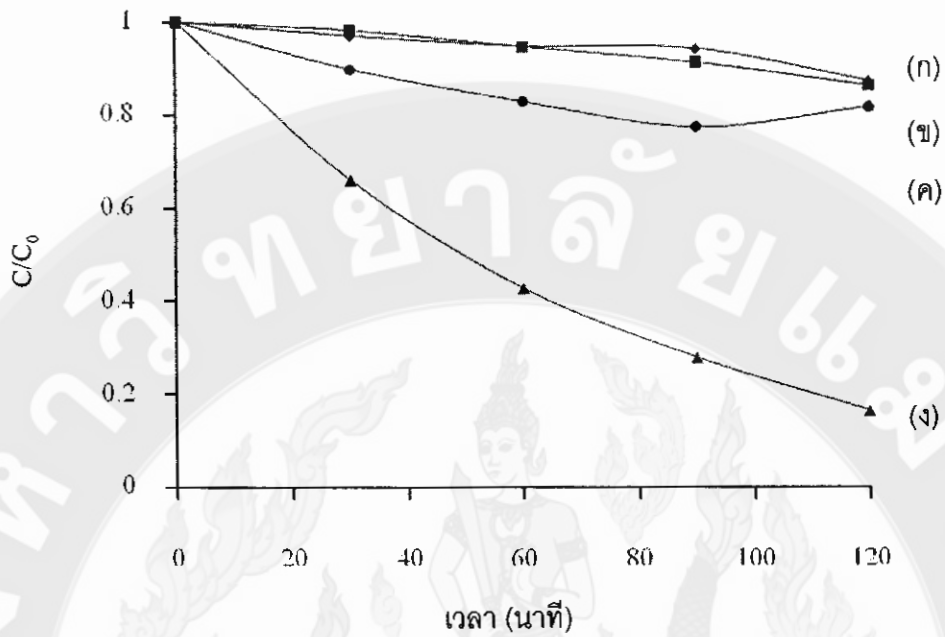
ภาพ 3.21 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร

ตาราง 3.7 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	70.2	2.759	1.000
30	63.9	2.475	0.897
60	59.6	2.282	0.827
90	56.3	2.133	0.773
120	58.8	2.246	0.814
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล			18.59%



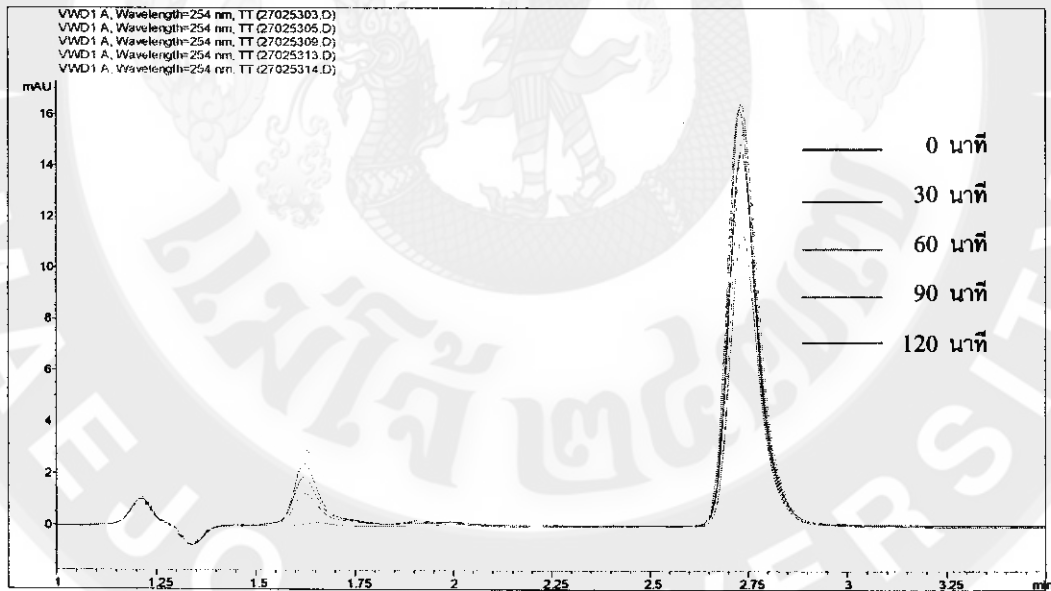
ภาพ 3.22 โครมาโทแกรมการสลายตัวของฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร



ภาพ 2.23 การสลายตัวของพินอล (ก) ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ค) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ง) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ มาตรฐาน

ตาราง 3.8 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์

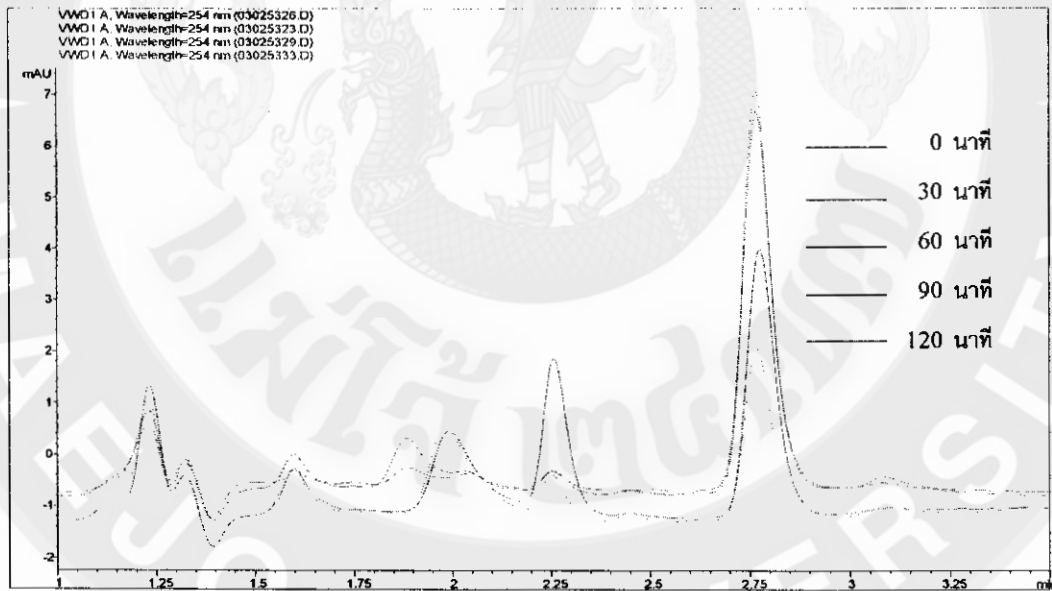
เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	86.3	6.808	1.000
30	86.9	6.857	1.007
60	77.2	6.067	0.891
90	81.1	6.385	0.938
120	78.1	6.141	0.902
เปอร์เซ็นต์การ สลายตัวของ 2-CP			9.79%



ภาพ 3.24 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร

ตาราง 3.9 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน

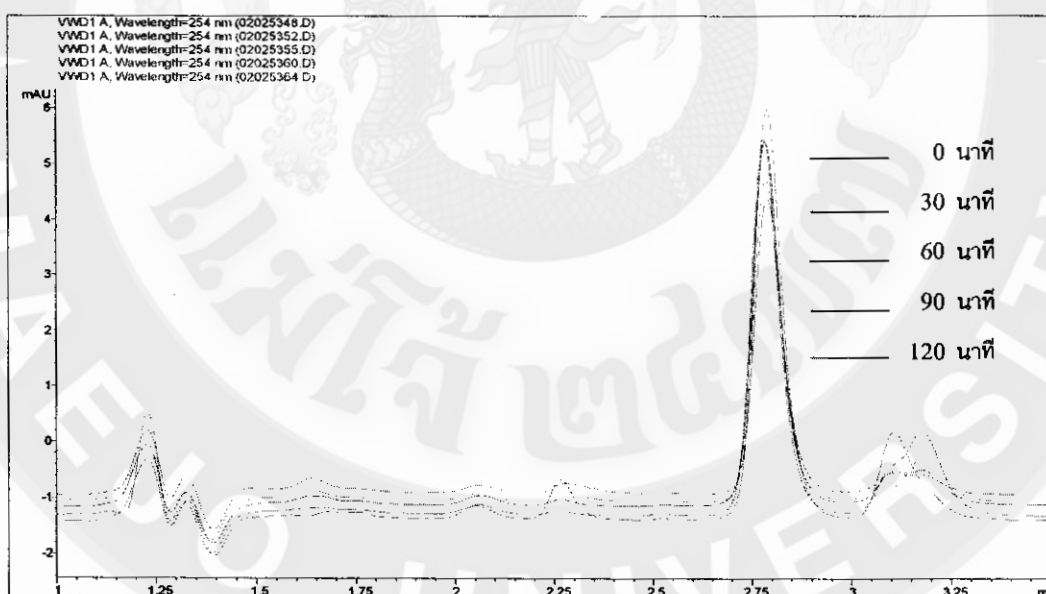
เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	42.4	3.236	1.000
30	40.7	3.097	0.957
60	26.4	1.934	0.598
90	17.7	1.226	0.379
120	12.3	0.787	0.243
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของ 2-CP			75.68%



ภาพ 3.25 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร

ตาราง 3.10 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม
โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

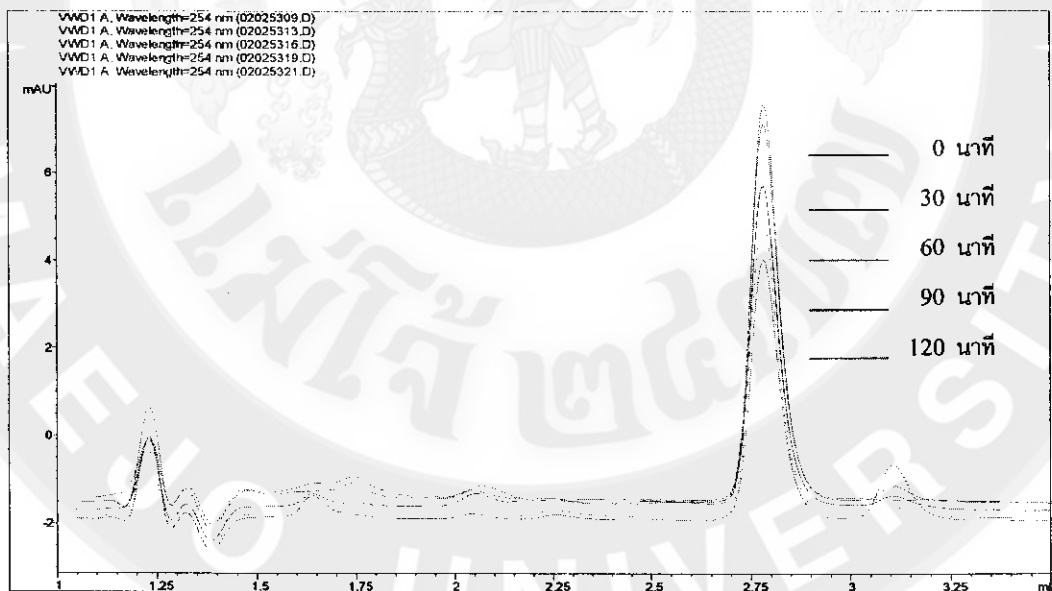
เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	38.5	2.919	1.000
30	35.4	2.667	0.914
60	34.2	2.569	0.880
90	29.8	2.211	0.757
120	27.5	2.024	0.693
เปอร์เซ็นต์การ สลายตัวของ 2-CP			30.66%



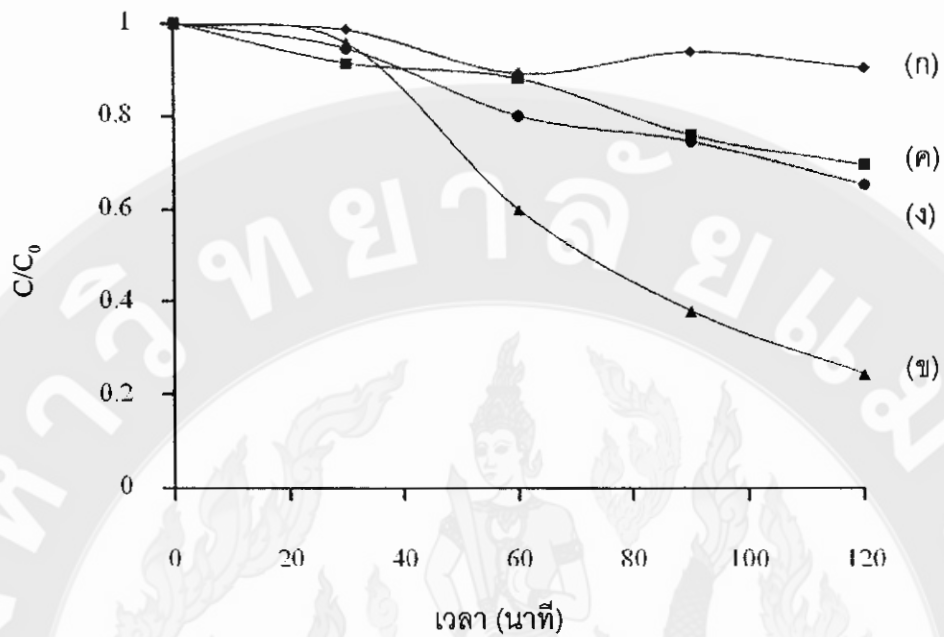
ภาพ 3.26 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร

ตาราง 3.11 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม
โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	46.4	3.562	1.000
30	44	3.366	0.945
60	37.6	2.845	0.799
90	35.2	2.650	0.744
120	31.2	2.317	0.650
เปอร์เซ็นต์การ สลายตัวของ 2-CP			34.95%



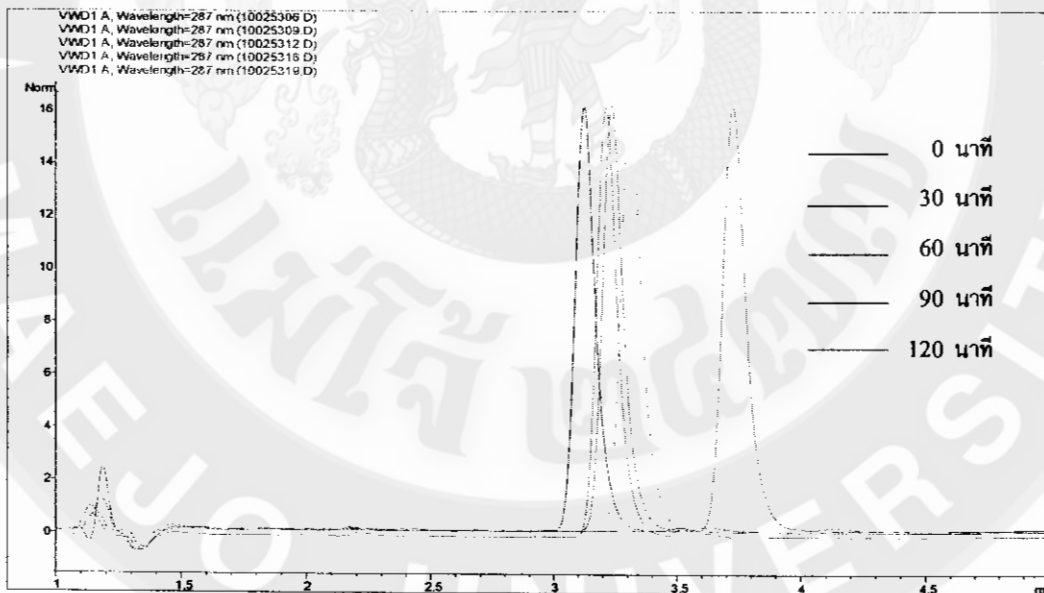
ภาพ 3.27 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดยผงไททานเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร



ภาพ 3.28 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล (ก) ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ค) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ง) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน

ตาราง 3.12 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์

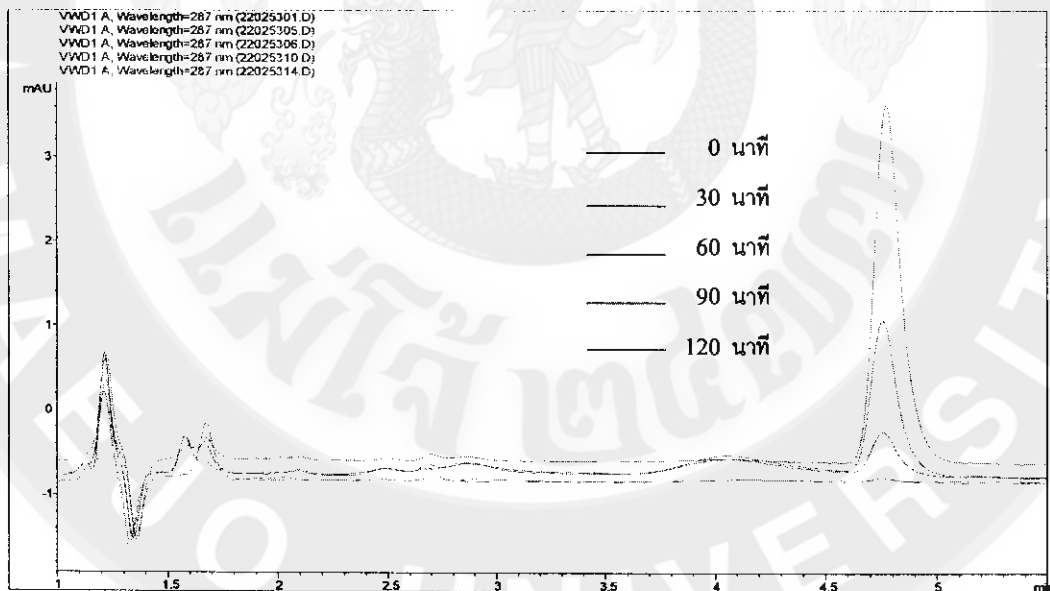
เวลา (นาที)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	101.7	7.240	1.000
30	95.7	6.809	0.940
60	85.3	6.060	0.837
90	77.3	5.485	0.758
120	69.0	4.888	0.675
เปอร์เซ็นต์การ สลายตัวของ 2,4- DCP			32.49%



ภาพ 3.29 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร

ตาราง 3.13 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน

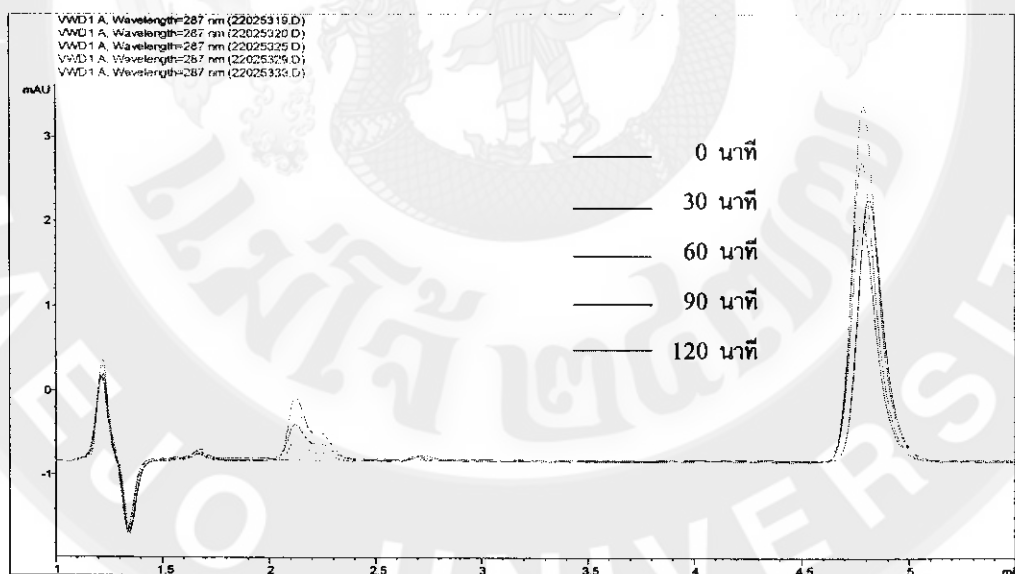
เวลา (นาทีก)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	36	2.514	1.000
30	14.9	0.995	0.396
60	3.9	0.204	0.081
90	0	0.000	0.000
120	0	0.000	0.000
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของ 2,4-DCP			100.00%



ภาพ 3.30 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูงที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร

ตาราง 3.14 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

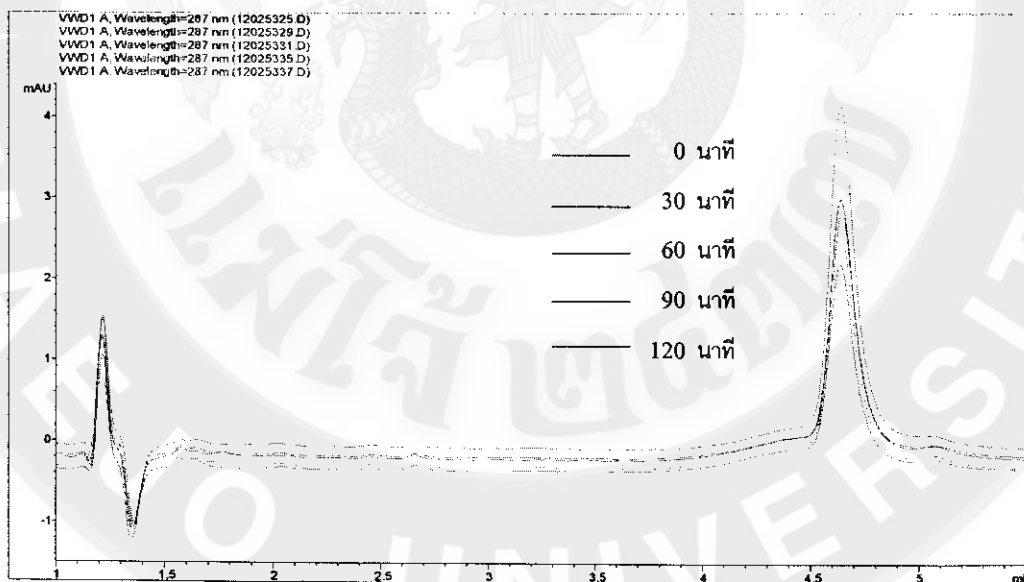
เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C ₀)
0	35.9	2.506	1.000
30	30.2	2.096	0.836
60	26.3	1.815	0.724
90	26.4	1.823	0.727
120	24.1	1.657	0.661
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของ 2,4-DCP			33.87%



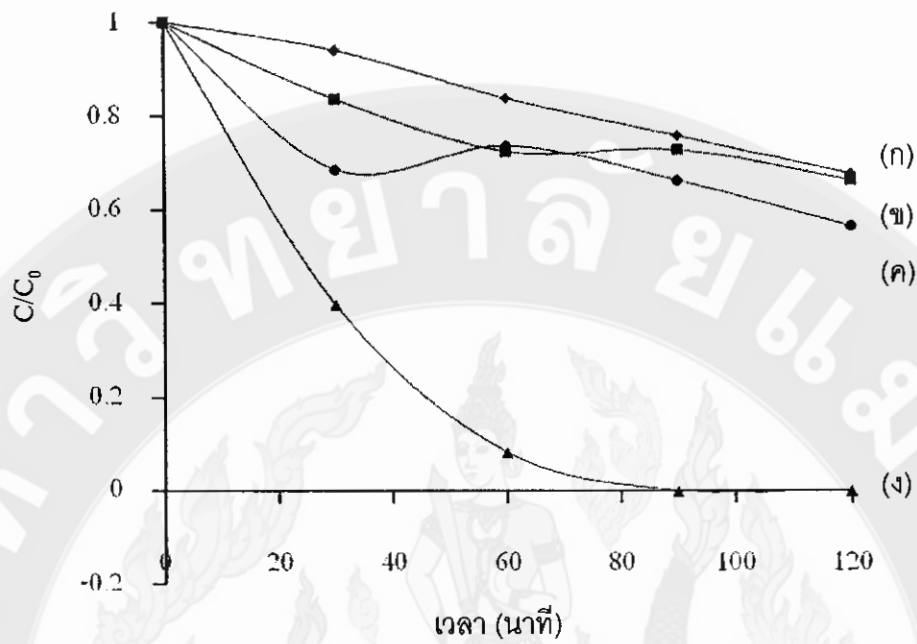
ภาพ 3.31 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร

ตาราง 3.15 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เวลา (นาท)	พื้นที่ใต้พีคเฉลี่ย (pA*s)	ความเข้มข้น (ไมโครกรัมต่อลิตร)	ความเข้มข้น/ความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C_0)
0	34.5	2.406	1.000
30	24	1.650	0.686
60	25.7	1.772	0.737
90	23.2	1.593	0.662
120	19.9	1.355	0.563
เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของ 2,4-DCP			43.68%



ภาพ 3.32 โครมาโทแกรมการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร



ภาพ 3.33 การสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล (ก) ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ค) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ (ง) โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน

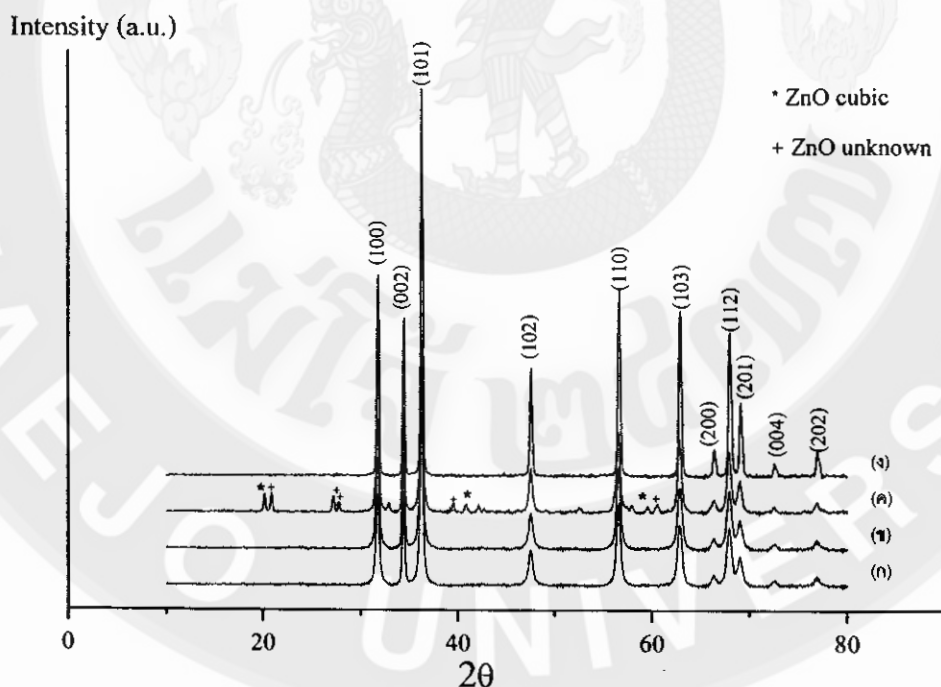
ตอนที่ 2 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงซิงค์ออกไซด์

1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์

1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงซิงค์ออกไซด์โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึกของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี มีสารตั้งต้นคือ ซิงค์ไนเตรต และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD)

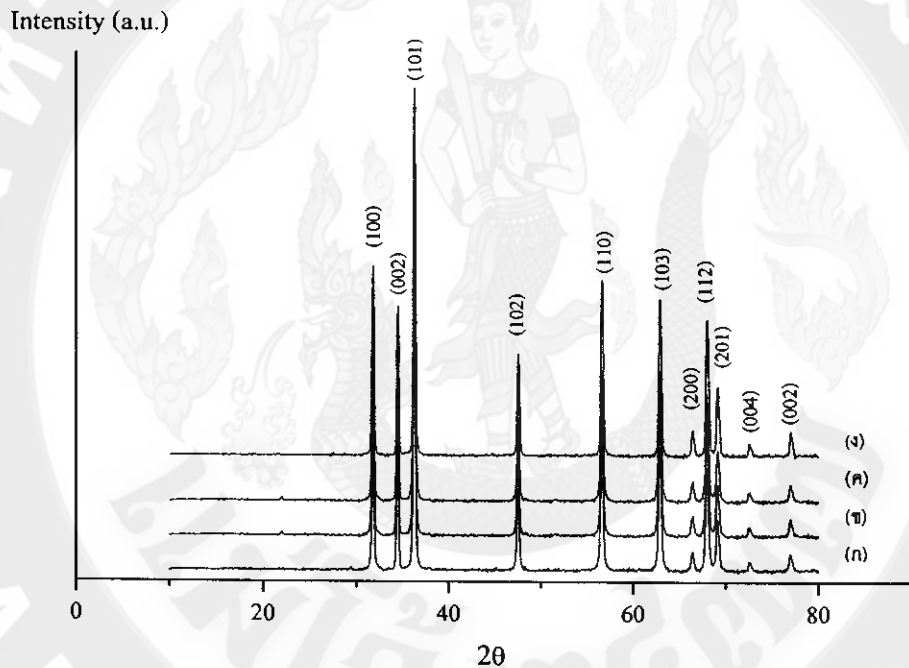
พบว่า เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 36-1451 แสดงดังภาพ (ก) 3.34 และ (ข) 3.34 ซิงค์ออกไซด์ที่ค่าความเป็นกรดต่างเท่ากับ 7 และ 8 มีลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล และผงซิงค์ออกไซด์ที่ค่าความเป็นกรดต่างเท่ากับ 9 พบว่า มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอลควบิก และอนุภาคผงซิงค์ออกไซด์ที่ไม่ทราบลักษณะที่ชัดเจน แสดงดัง ภาพ 3.34 (ค)



ภาพ 3.34 รูปแบบ XRD ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 7-9, (ก) pH = 7 (ข) pH = 8 (ค) pH = 9 และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึกของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD)

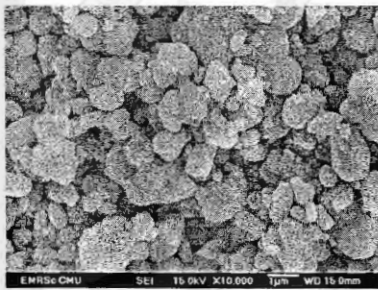
พบว่า รูปแบบ XRD ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ ซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน มีโครงสร้างเป็นแบบ เฮกซะโกนอล เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 36-1451 แสดงดัง ภาพ 3.35



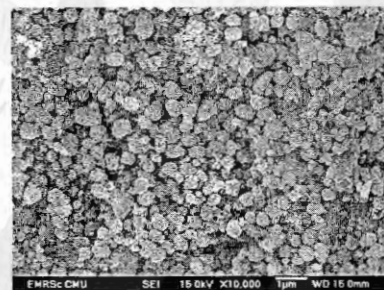
ภาพ 3.35 รูปแบบ XRD ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2 ชั่วโมง (ข) 4 ชั่วโมง (ค) 6 ชั่วโมงและ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน

1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)

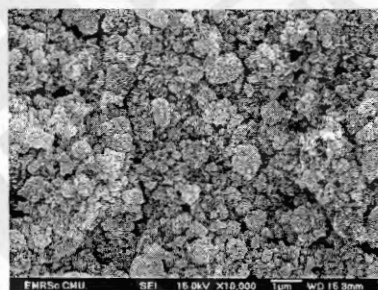
การตรวจสอบลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ซิงค์ไนเตรต และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส นำมาตรวจสอบขนาดอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7 และมีรูปร่างไม่แน่นอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.5-1.0 ไมโครเมตร แสดงดังภาพ (ก) 3.36 ผงซิงค์ออกไซด์ที่ความเป็นกรดต่างเท่ากับ 8 มีรูปร่างที่ไม่แน่นอนแต่อนุภาคเล็กกว่าอนุภาคเฉลี่ย 0.5-0.8 ไมโครเมตร แสดงดังภาพ (ข) 3.36 ผงซิงค์ออกไซด์ที่ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 9 มีรูปร่างที่ไม่แน่นอนและมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.5 ไมโครเมตร แสดงดังภาพ (ค) 3.36 ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐานรูปร่างมีลักษณะเป็นแท่งมีขนาด อนุภาคเฉลี่ย 500 นาโนเมตร



(ก)



(ค)



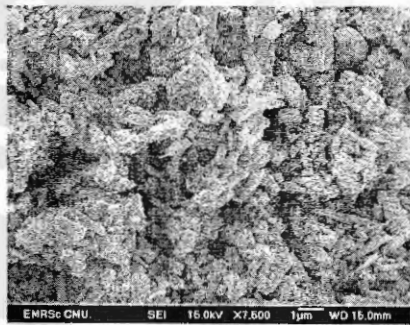
(ข)



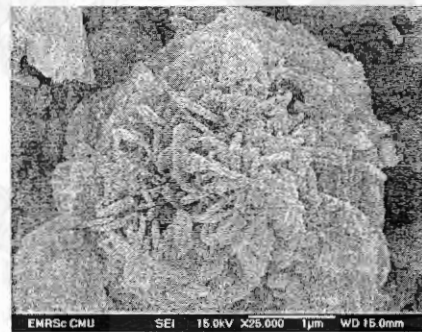
(ง)

ภาพ 3.36 SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 7-9 (ก) pH=7 (ข) pH=8 (ค) pH=9 กำลังขยาย 10,000 เท่าและ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน กำลังขยาย 100,000 เท่า

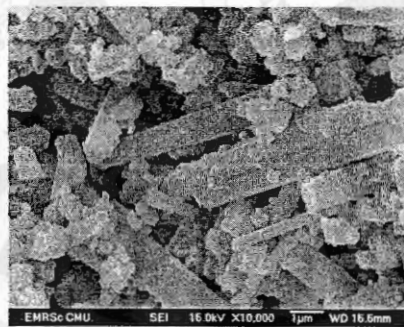
การตรวจสอบลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง นำมาตรวจสอบขนาดอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนพบว่าเป็น SEM ไมโครกราฟของผงซิงค์ออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังภาพ (ก) 3.37 รูปร่างมีลักษณะเป็นคล้ายแท่งสี่เหลี่ยม ผงซิงค์ออกไซด์ที่เวลา 4 ชั่วโมง แสดงดังภาพ (ข) 3.37 รูปร่างมีลักษณะเป็นแท่งปริซึม และแผ่นโดยเกาะกันเป็นกลุ่มผงซิงค์ออกไซด์ ที่เวลา 6 ชั่วโมง แสดงดังภาพ (ค) 3.37 รูปร่างมีลักษณะเป็นแผ่นโดยเกาะกันเป็นกลุ่ม มีขนาดอนุภาคขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.5-0.10 ไมโครเมตร



(ก)



(ค)

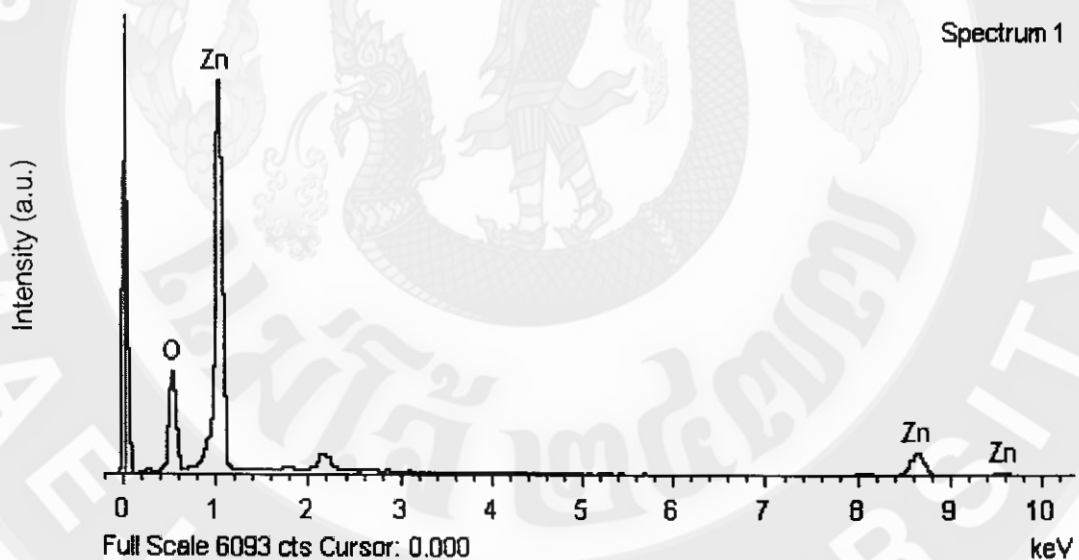


(ข)

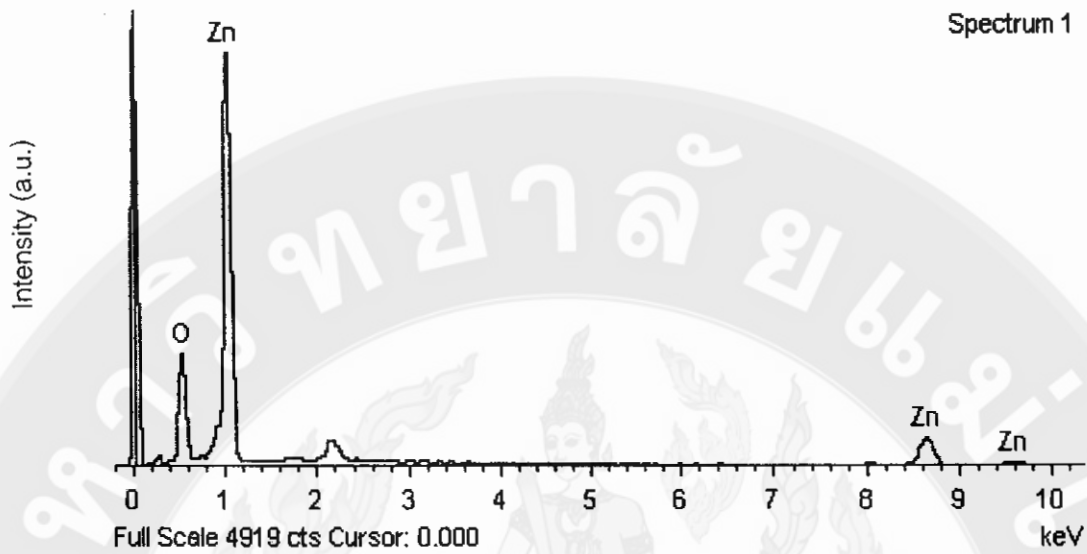
ภาพ 3.37 SEM ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 7,500 เท่า (ข) 4 ชั่วโมงกำลังขยาย 10,000 เท่า และ (ค) 6 ชั่วโมง กำลังขยาย 25,000 เท่า

1.3 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ของผงซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

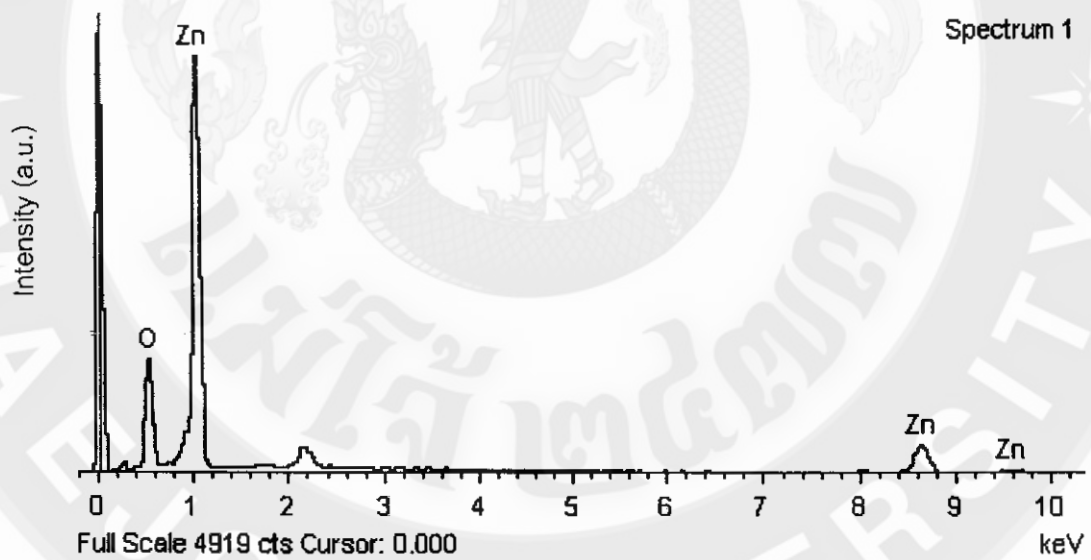
การหาองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องกระจายพลังงาน สเปกโทรมิเตอร์ ของผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีซิงค์ไนเตรต และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่องการวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีซิงค์ไนเตรต และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมล เท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส มีประกอบของธาตุสังกะสีที่ระดับพลังงาน L_{α} เท่ากับ 1.151 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ K_{α} เท่ากับ 8.658 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ K_{β} เท่ากับ 9.601 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และออกซิเจน K_{α} เท่ากับ 0.554 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ แสดงดังภาพ 3.38



(n)



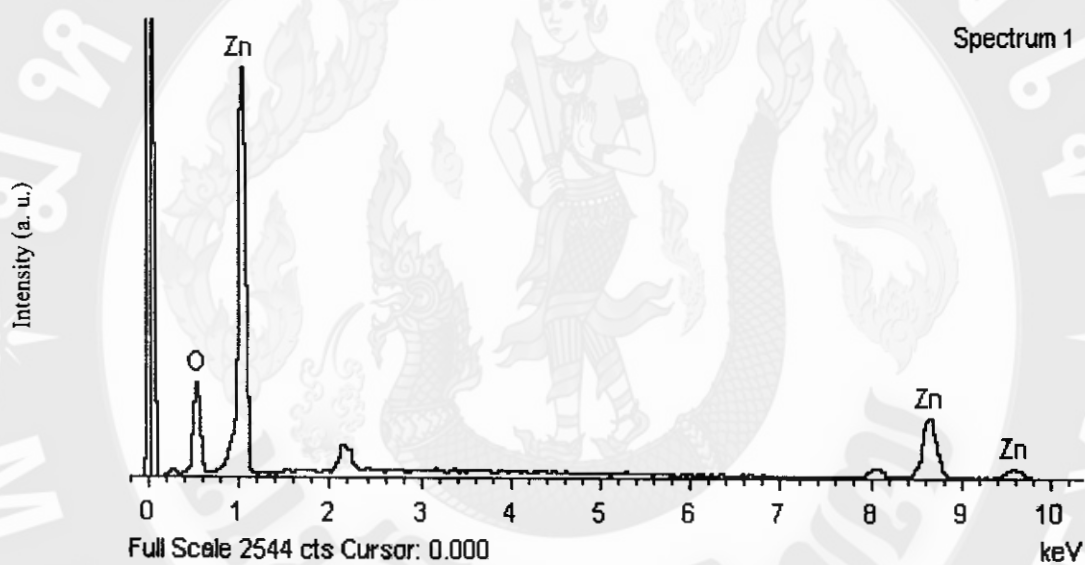
(ข)



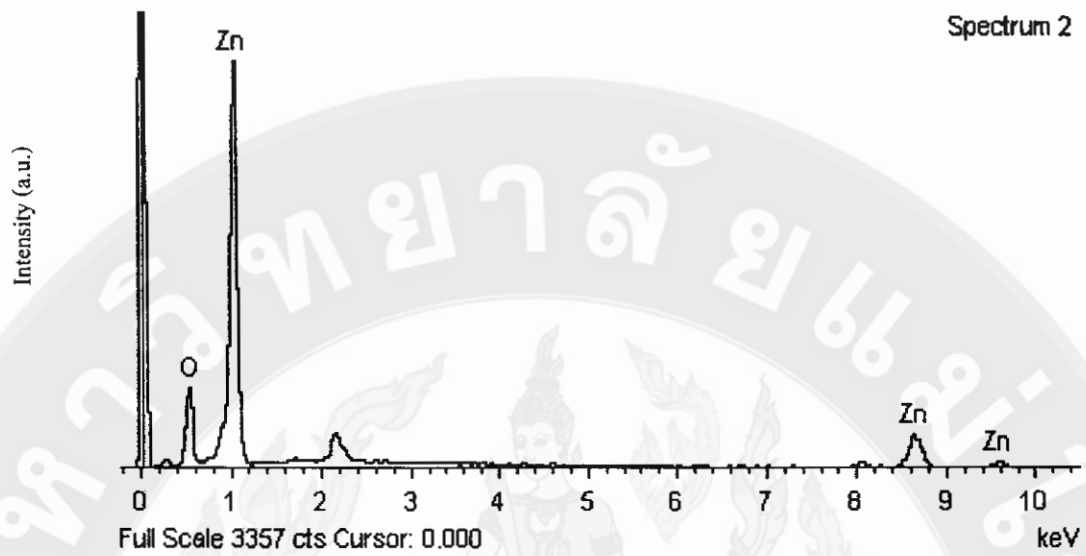
(ค)

ภาพ 3.38 EDS ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 อุณหภูมิ 70 องศา เซลเซียส (ก) pH=7 (ข) pH=8 และ (ค) pH=9

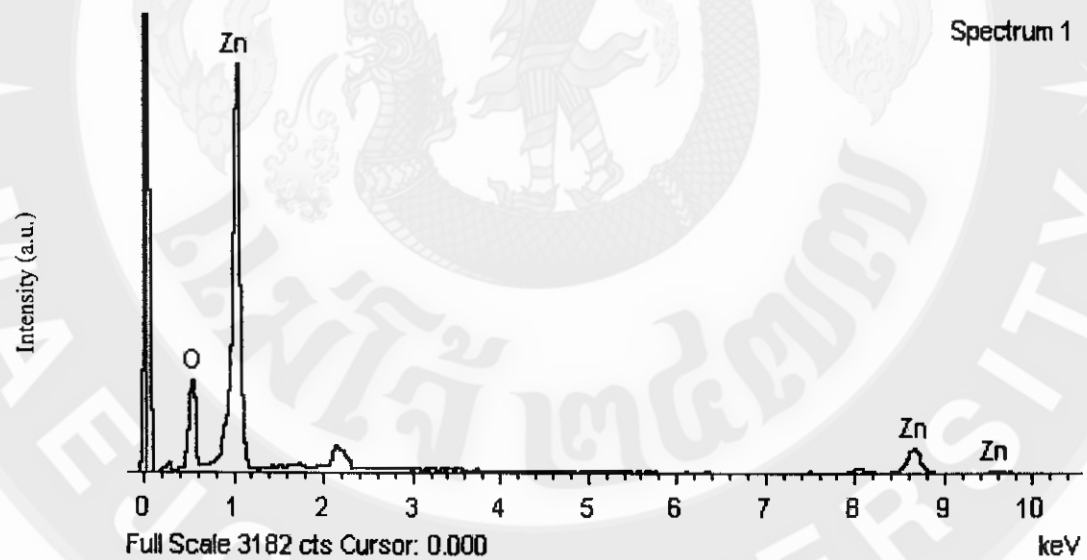
การหาองค์ประกอบทางเคมีโดยเครื่องกระจายพลังงานสเปกโทรมิเตอร์ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ด้วยเครื่องการวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีประกอบของ ธาตุซิงค์ ที่ระดับพลังงาน L_{α} เท่ากับ 1.151 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ K_{α} เท่ากับ 8.658 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ K_{β} เท่ากับ 9.60 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และออกซิเจน K_{α} เท่ากับ 0.554 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ แสดงดังภาพ 3.39



(n)



(ข)



(ค)

ภาพ 3.39 EDS ของผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2 ชั่วโมง, (ข) 4 ชั่วโมง และ (ค) 6 ชั่วโมง

1.4 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

จากการศึกษาปริมาณพื้นที่ผิวของ ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีโดยสารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเตรดและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส

พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 มีปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะ 21.31, 21.15 และ 21.99 m^2/g ตามลำดับ แสดงดังตาราง 3.16

ตาราง 3.16 ปริมาณพื้นที่ผิวของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี

ZnO	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	BET (C-constant)
pH 7	21.31	5.45
pH 8	21.15	5.29
pH 9	21.99	11.33

จากการศึกษาปริมาณพื้นที่ผิวของ ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง

พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะ 16.65, 11.16 และ 17.50 m^2/g ตามลำดับ แสดงดังตาราง 3.17

ตาราง 3.17 ปริมาณพื้นที่ผิวของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยไฮโดรเทอร์มอล

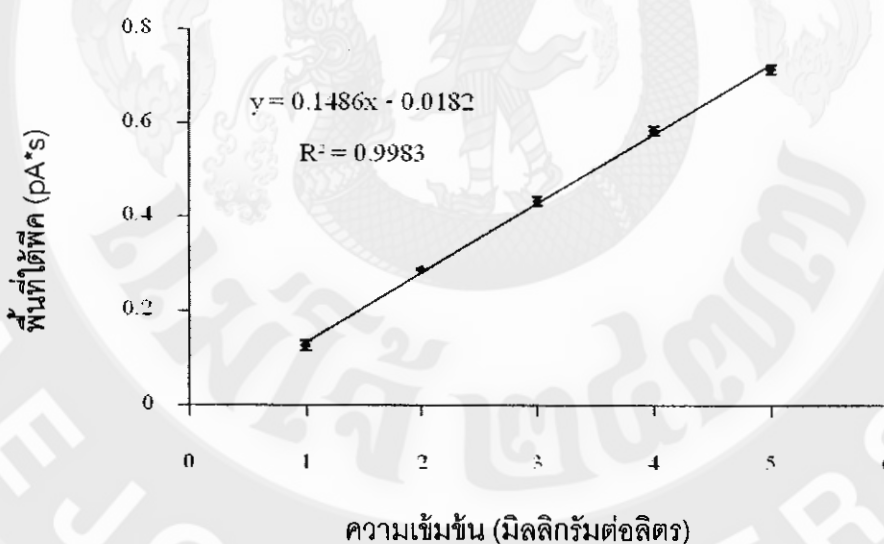
ZnO	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	BET (C-constant)
2 ชั่วโมง	16.65	5.23
4 ชั่วโมง	11.16	6.62
6 ชั่วโมง	17.50	4.86

2. การศึกษาการสลายตัวของฟีนอลและสารอนุพันธ์ฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์

2.1 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัดฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

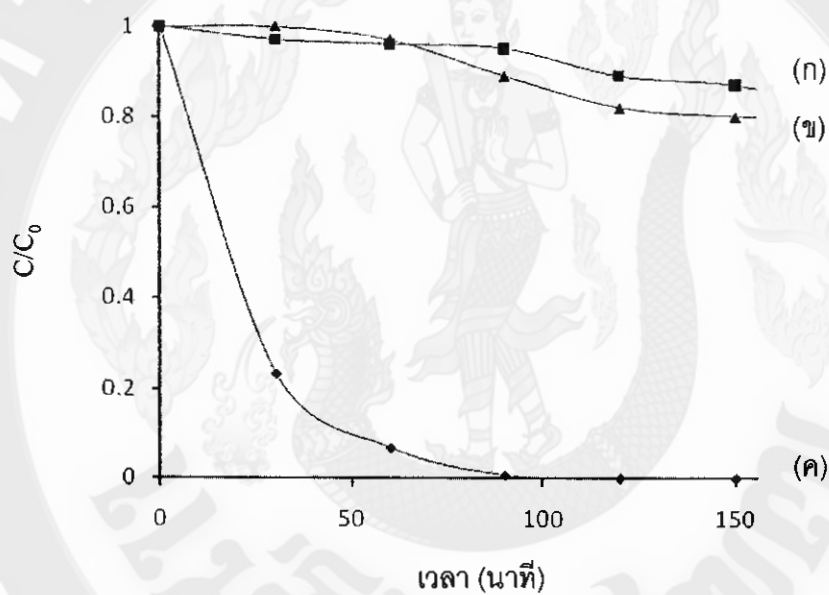
จากการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัดสารประกอบฟีนอล ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมีซิงค์ไนเตรต และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส

ทำการวัดความยาวคลื่นของสารละลายฟีนอลในช่วง 200-800 นาโนเมตร พบว่าสารละลายฟีนอล มีค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 506 นาโนเมตร เตรียมสารละลายที่ความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง และพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย และค่าการดูดกลืนแสง ผลปรากฏว่ากราฟเส้นตรงมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆ เมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นและมีค่า $R^2 = 0.999$ แสดงดังภาพ 3.40



ภาพ 3.40 กราฟมาตรฐานของสารละลายฟีนอล ที่ความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ทำการศึกษาการดูดซับในสภาวะที่มีแสงโดยอาศัยแสงจากหลอดอัลตราไวโอเล็ต และปิดสารละลายสารละลายฟีนอลมาครั้งละ 1 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที กรองด้วยแผ่นกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตร นำสารละลายไปทดสอบด้วย เครื่อง ยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่า เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้นค่าการดูดกลืนแสงจะมีค่าลดลง แสดงดัง ภาพ 3.41



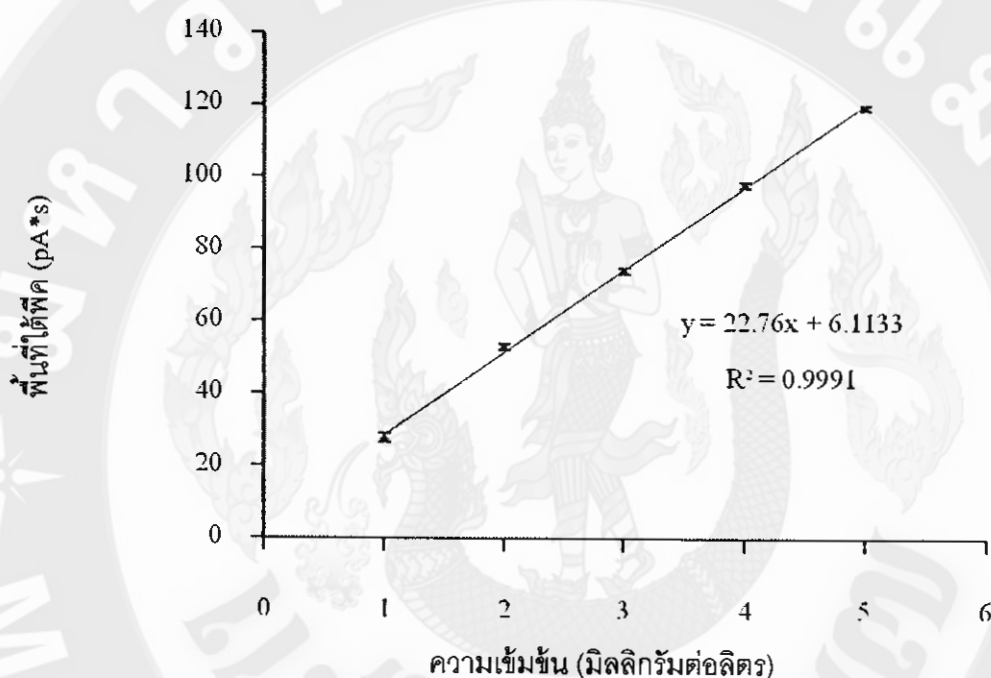
ภาพ 3.41 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกในการกำจัดฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง ของสารละลายผสมเท่ากับ 9 อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ค) ซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน

จากภาพ 3.41 ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกในการกำจัดฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์ปริมาณ 0.20 กรัม เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง ของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70

องศาเซลเซียส และที่ไม่ได้เติมผงซิงค์ออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสารฟีนอล เท่ากับ 100, 21 และ 18 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

2.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

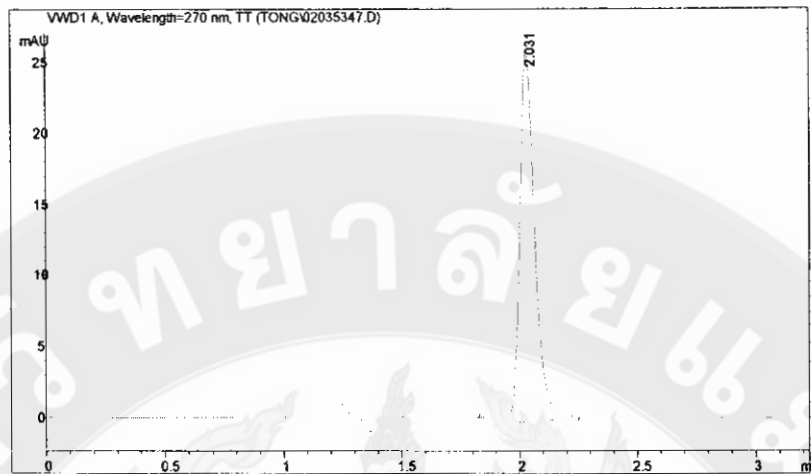
2.2.1 การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ และการสร้างกราฟมาตรฐาน



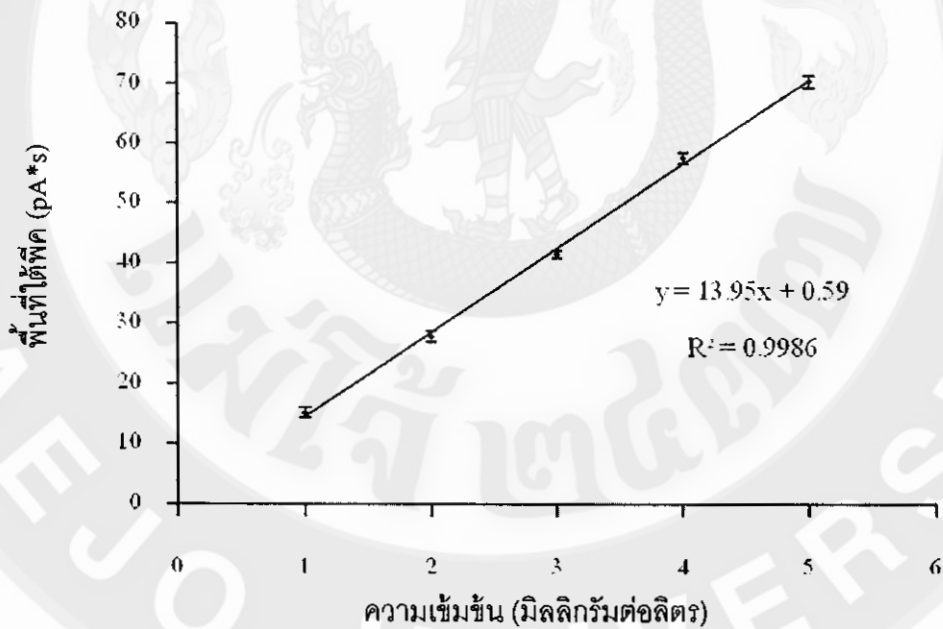
ภาพ 3.42 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานฟีนอล พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร และเนื่องจากต้องศึกษาการลดปริมาณลงของฟีนอล จึงได้สร้างกราฟมาตรฐานในช่วงนี้ขึ้นจากกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานฟีนอล พบว่ามีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 22.76x + 6.1133$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.9991 แสดงดังภาพ 3.42

วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร พบว่าสารฟีนอล มีค่าเวลาริเทนชันประมาณ 2.0 นาที แสดงดังภาพ 3.43



ภาพ 3.43 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 270 นาโนเมตร

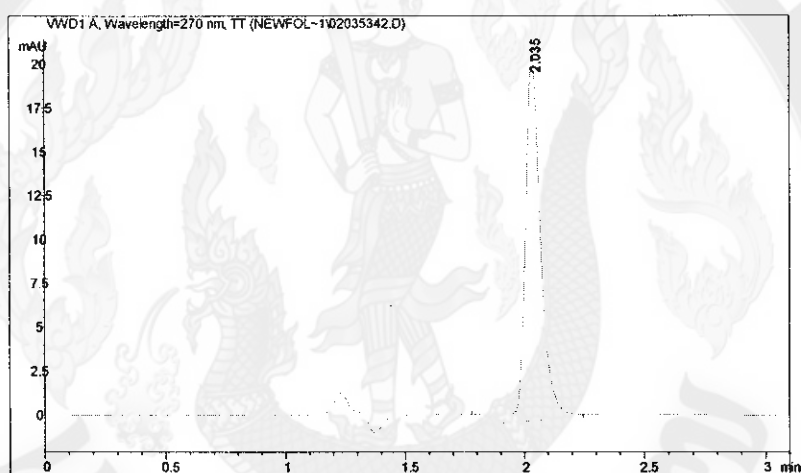


ภาพ 3.44 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล

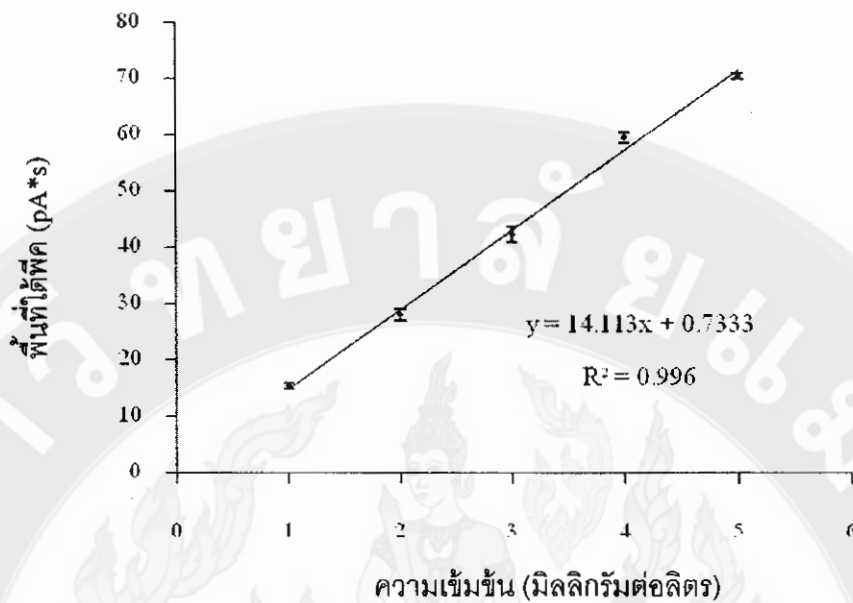
จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร และเนื่องจากต้องศึกษาการลดปริมาณลงของ 2-คลอโรฟีนอล จึงได้สร้างกราฟมาตรฐานในช่วงนี้ขึ้น

จากกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล พบว่า มีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 13.95x + 0.59$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ 0.9986 แสดงดังภาพ 3.44

วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร พบว่า 2-คลอโรฟีนอล มีค่าเวลาริเทนชันประมาณ 2.7 นาที แสดงดังภาพ 3.45



ภาพ 3.45 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 254 นาโนเมตร

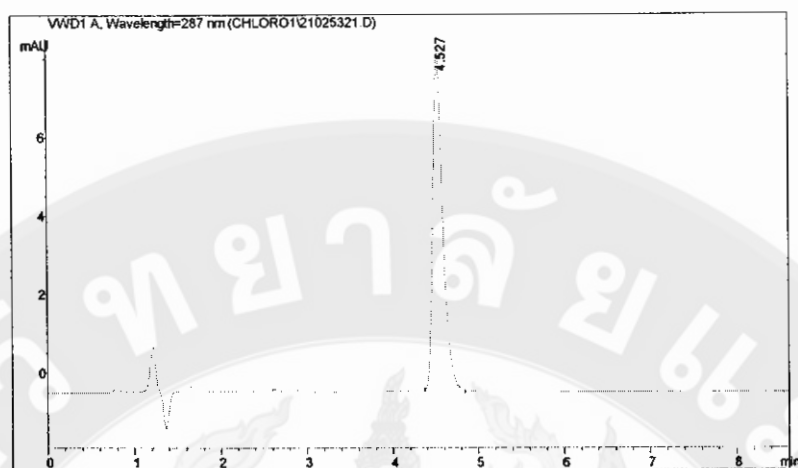


ภาพ 3.46 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

จากการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วงความเข้มข้น 1-5 มิลลิกรัมต่อลิตร และเนื่องจากต้องศึกษาการลดปริมาณลงของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอลจึงได้สร้างกราฟมาตรฐานในช่วงนี้ขึ้น

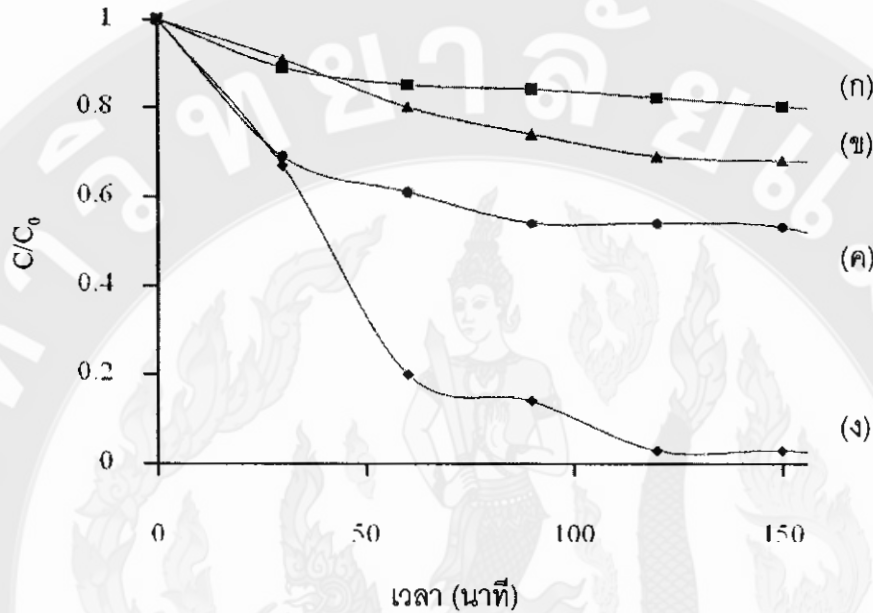
จากกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า มีค่าความสัมพันธ์ดังสมการ $y = 14.113x + 0.7333$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เท่ากับ $R^2 = 0.996$ แสดงดังภาพ 3.46

วิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร พบว่า 2,4-ไดคลอโรฟีนอล มีค่าเวลาริเทนชันประมาณ 4.5 นาที แสดงดังภาพ 3.47



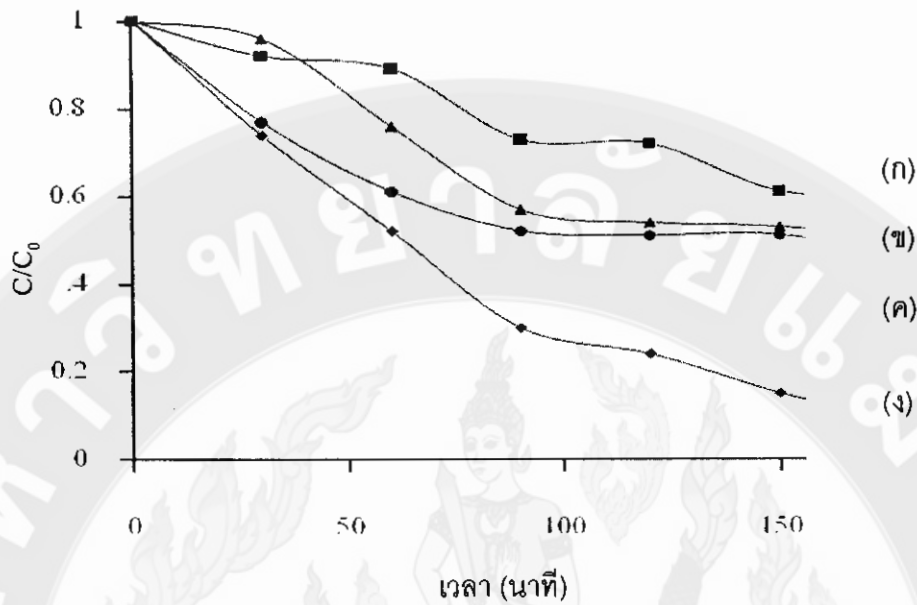
ภาพ 3.47 โครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐาน 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรฉีด 20 ไมโครลิตร โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ที่ความยาวคลื่นของการตรวจวัดเท่ากับ 287 นาโนเมตร

2.3 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโร ฟีนอล และ 2, 4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง



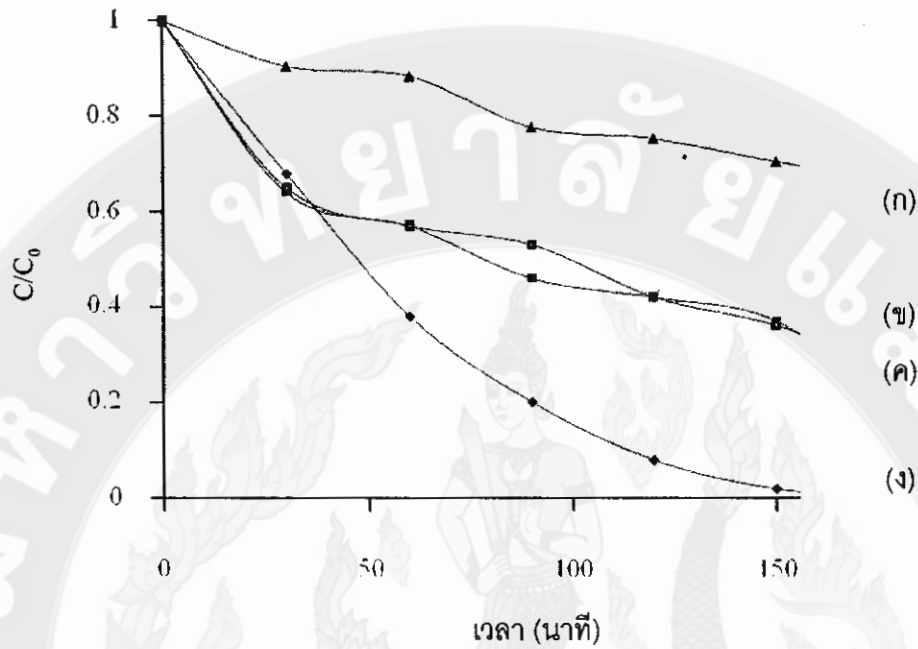
ภาพ 3.48 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการกำจัดฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, (ค) ผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน

จากภาพ 3.48 ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการกำจัดฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์ปริมาณ 0.20 กรัม เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และที่ไม่ได้เติมผงซิงค์ ออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสารฟีนอล เท่ากับ 99, 32, 33 และ 22 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงดังตาราง 3.18



ภาพ 3.49 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการกำจัด 2-คลอโรฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่ได้เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, (ค) ผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน

จากภาพ 3.49 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการกำจัด 2-คลอโรฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์ ปริมาณ 0.20 กรัม เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และที่ไม่ได้เติมผงซิงค์ออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสาร 2-คลอโรฟีนอล เท่ากับ 99, 55, 50 และ 40 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงดังตาราง 3.19



ภาพ 3.50 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 และเวลาของกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการกำจัด 2,4 ไดคลอโรฟีนอล โดยที่ (ก) ไม่ได้เติมผงซิงค์ออกไซด์, (ข) ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง, (ค) ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ (ง) ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน

จากภาพ 3.50 ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการกำจัด 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงซิงค์ออกไซด์ ปริมาณ 0.20 กรัม เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็น เวลา 4 ชั่วโมง และที่ไม่ได้เติมผงซิงค์ออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสาร 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เท่ากับ 100, 74, 83 และ 34 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงดังตาราง 3.20

ตาราง 3.18 การสลายตัวของฟีนอลจากกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

เวลา (นาที)	การสลายตัวของฟีนอล (C/C_0)			
	ZnO (AR)	ZnO pH = 9	ZnO t = 4 h	non ZnO
0	1	1	1	1
30	0.67	0.69	0.91	0.89
60	0.2	0.61	0.8	0.85
90	0.14	0.54	0.74	0.84
120	0.03	0.54	0.69	0.82
150	0.03	0.53	0.68	0.8
180	0.01	0.45	0.67	0.78
% สลายตัว	99.9	55.0	33.0	22.0

ตาราง 3.19 การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอลจากกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

เวลา (นาที)	การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล (C/C_0)			
	ZnO (AR)	ZnO pH = 9	ZnO t = 4 h	non ZnO
0	1	1	1	1
30	0.74	0.77	0.96	0.92
60	0.52	0.61	0.76	0.89
90	0.3	0.52	0.57	0.73
120	0.24	0.51	0.54	0.72
150	0.15	0.51	0.53	0.61
180	0.08	0.45	0.50	0.60
% สลายตัว	99.2	55.0	50.0	40.0

ตาราง 3.20 การสลายตัวของ 2,4-โคลอโรฟีนอลจากกระบวนการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

เวลา (นาที)	การสลายตัวของ 2,4-โคลอโรฟีนอล (C/C_0)			
	ZnO (AR)	ZnO pH = 9	ZnO t = 4 h	non ZnO
0	1	1	1	1
30	0.68	0.64	0.65	0.90
60	0.38	0.57	0.57	0.88
90	0.2	0.46	0.53	0.77
120	0.08	0.42	0.42	0.75
150	0.02	0.37	0.36	0.70
180	0	0.17	0.26	0.66
% สลายตัว	100	83.0	74.0	34.0

บทที่ 4

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 สรุปผลการทดลอง

ตอนที่ 1 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงไททาเนียมไดออกไซด์

1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์

1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

จากการนำผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานและผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้างโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD) พบว่า ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธี ไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 และ 4 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างผลมในรูปแบบของอนาเทส และรูไทล์ เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272 และ 21-1276 และสำหรับที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างเดี่ยวแบบอนาเทส เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272

เมื่อคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ส่วนประกอบของอนาเทส และรูไทล์ ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ตามสมการของ Chang et al., 2009 ซึ่งค่าแสดงดังสมการ 2.1 พบว่าที่อุณหภูมิของการไฮโดรเทอร์มอลที่สูงขึ้น ผงไททาเนียมไดออกไซด์จะมีส่วนประกอบที่เป็นโครงสร้างแบบอนาเทส 100 เปอร์เซ็นต์ และจากการคำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้สมการเชียร์เรอร์ ซึ่งค่าแสดงดังตาราง 3.1 พบว่าขนาดของอนุภาคจะเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มเวลา และเพิ่มอุณหภูมิในการทำการไฮโดรเทอร์มอล

จากการศึกษาของ Dhange et al., 2004 ได้รายงานไว้ว่า ได้ทำการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า มีโครงสร้างเป็น แบบอนาเทส ซึ่งคล้ายคลึงกับผลการทดลอง ที่ได้ทำการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง พบว่า เกิดโครงสร้างเป็นแบบอนาเทสเช่นกัน

สำหรับที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งจากผลการทดลอง พบว่า สามารถเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงและจากการศึกษา พบว่าการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์-

มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลาแค่เพียง 2 ชั่วโมง นั้น ก็สามารถเกิดผงไททาเนียมไดออกไซด์ขึ้นได้ แม้จะใช้อุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มอลที่ต่ำก็ตาม

1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)

จากการนำผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน และผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิต่างๆ ทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน พบว่า ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานอนุภาคมีรูปร่างค่อนข้างกลม เกาะรวมกัน และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วงของนาโนเมตร สำหรับผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 และพบว่า ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง อนุภาคมีรูปร่างไม่แน่นอน เกาะรวมกันค่อนข้างสูง และมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 0.2-0.5 ไมโครเมตร และพบว่าไม่สอดคล้องกับขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่คำนวณได้จากสมการเชียร์เรอร์ ซึ่งอาจเนื่องมาจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมขึ้นโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีการเกาะรวมกันค่อนข้างสูง จึงทำให้การมองเห็นภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนมีอนุภาคที่เป็นขนาดใหญ่

1.3 การวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

จากการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานและผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิต่างๆ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรมิเตอร์ พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงไททาเนียมไดออกไซด์ คือ ธาตุไททาเนียม ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 4.510 และ 4.931 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 0.523 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งคล้ายคลึงกับการทดลองที่รายงานโดย Porkodi และ Arokiamary, 2007

1.4 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

จากการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง พบว่าที่อุณหภูมิ และเวลาในการทำการไฮโดรเทอร์มอลสูงขึ้น อนุภาคมีขนาดพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย

2. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

จากการศึกษาการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ และการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ชนิดต่างๆ พบว่าการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์มีการสลายตัวได้น้อยเมื่อเปรียบเทียบกับฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ถูกทำให้สลายตัวโดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ชนิดต่างๆ จึงสามารถสรุปได้ว่า ไททาเนียมไดออกไซด์มีผลต่อการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล

จากผลการศึกษาการสลายตัวของฟีนอล พบว่าในช่วงเวลา 0-90 นาทีแรก ไททาเนียมไดออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายฟีนอล ได้ดีที่สุด เรียงลำดับจากมากไปหาน้อย กล่าวคือ ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ ไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ และเมื่อเวลาผ่านไปจนถึงที่เวลา 120 นาที ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐานสามารถย่อยสลายฟีนอลได้มากที่สุด และสามารถคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล (degradation percentage, η) โดยที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และโดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้เท่ากับ 13.09, 83.66, 14.00 และ 18.59 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

จากงานวิจัยของ Sivalingam et al., 2004 ได้ทำการศึกษาระบบการสลายตัวของ ฟีนอล โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน โดยพบว่าขนาดอนุภาคขนาดเล็ก พื้นที่ผิวที่มาก และโครงสร้างที่เป็นแบบอนาเทสเพียงอย่างเดียว ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ มีผลต่อ ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

จากผลการศึกษาการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล พบว่า ในช่วงเวลา 0-90 นาทีแรก ไททาเนียมไดออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอล ได้ดีที่สุด เรียงลำดับจาก มากไปหาน้อย กล่าวคือ ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการ เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ ไททาเนียม- ไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ และเมื่อเวลาผ่านไปจนถึงที่เวลา 120 นาที ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน สามารถย่อยสลายฟีนอลได้มากที่สุด และสามารถคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล (degradation percentage, η) โดยที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยผง ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดร- เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จาก การเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้เท่ากับ 9.79, 75.68, 30.66 และ 34.95 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

จากงานวิจัยของ Ilisz et al., 2002 ได้ทำการศึกษาระบบการสลายตัวของ 2-คลอโรฟีนอล โดย ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน พบว่า ในการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตด้วยหลอดไฟขนาด 150 วัตต์ ที่ความยาวคลื่นมากกว่าหรือเท่ากับ 254 นาโนเมตร เป็นเวลา 160 นาที สามารถย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอล ได้เท่ากับ 99 เปอร์เซ็นต์

จากผลการศึกษาการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล พบว่า ในช่วงเวลา 0-90 นาทีแรก ไททาเนียมไดออกไซด์ มีประสิทธิภาพในการย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้ดีที่สุด เรียงลำดับ จากมากไปหาน้อย กล่าวคือ ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน ไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการ เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ ไททาเนียม ไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ และเมื่อเวลาผ่านไปจนถึงที่เวลา 120 นาที ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน สามารถย่อยสลายฟีนอลได้มากที่สุด และสามารถคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของ 2,4-ได- คลอโรฟีนอล (degradation percentage, η) โดยที่ปราศจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ โดยผง ไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน โดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดร- เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และโดยผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้

จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงได้เท่ากับ 32.49, 100.00, 33.87 และ 43.68 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

จากงานวิจัยของ Bayarri et al., 2005 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการสลายตัวของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยใช้ผงไททาเนียมไดออกไซด์มาตรฐาน 2 กรัม กระจายตัวในสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 125 มิลลิกรัมต่อลิตร พบว่าที่เวลา 6 ชั่วโมง สามารถย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้เท่ากับ 80 เปอร์เซ็นต์

ซึ่งจากค่าดังกล่าว สามารถสรุปได้ว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทสซึ่งมีพื้นที่ผิวของอนุภาคเท่ากับ 281.44 ตารางเมตรต่อกรัม มีประสิทธิภาพในการสลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้ดีกว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทสผสมกับรูไทล์ ซึ่งมีพื้นที่ผิวของอนุภาคเท่ากับ 260.69 ตารางเมตรต่อกรัม และจากการคำนวณขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 และ 100 องศาเซลเซียส พบว่า ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ ผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบผสม มีขนาดอนุภาคของรูไทล์ที่ใหญ่กว่าอนาเทส และเมื่อเทียบกับขนาดอนุภาคของอนาเทสที่ได้จากผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่า ซึ่งเป็นที่ทราบกันดีว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอนาเทสมีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ดี และจากผลการทดลองทำให้ทราบว่าขนาดของอนุภาค และค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์มีผลต่อการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล นั่นเอง ซึ่งคล้ายคลึงกับงานวิจัยของ Liu et al., 2008 ที่ได้ทำการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคระดับนาโน และเป็นสารประเภทโฟโตแคตตาไลติกส์ ที่มีโครงสร้างแบบอนาเทส ซึ่งพบว่าปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของผงนาโนไททาเนียมไดออกไซด์

นอกจากนี้ Lu et al., 2008 ได้ทำการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เป็นสารประเภทโฟโตแคตตาไลติกส์ ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส โดยผ่านสารตัวกลางที่เป็นสารประเภทอิมัลชัน และวิธีไฮโดรเทอร์มอล พบว่าปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิว ของผงไททาเนียมไดออกไซด์ เช่นกัน

ตอนที่ 2 ผลการศึกษาคุณสมบัติของผงซิงค์ออกไซด์

1. การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงซิงค์ออกไซด์

1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

1.1.1 ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

ผงซิงค์ออกไซด์ สามารถเตรียมได้โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเตรด และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:25 ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส พบว่าความเข้มและตำแหน่งของพีค ของสารที่เตรียมได้มีค่าใกล้เคียงกับตำแหน่ง และความเข้มของซิงค์ออกไซด์ที่ปรากฏในข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 36-1451 แสดงว่า โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมมีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล และพบว่าซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้มีเฟสเดียว

1.1.2 ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ผงซิงค์ออกไซด์ สามารถเตรียมได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเตรด และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1:25 ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง พบว่า แบบ XRD ของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล และผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐานที่มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 36-1451

จากการศึกษาของ Wahab et al., 2007 ได้รายงานว่าได้ทำการเตรียมซิงค์ออกไซด์โดยวิธีซอล-เจล พบว่าซิงค์ออกไซด์ มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล เมื่อทำการควบคุมอุณหภูมิที่ 500, 700 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)

1.2.1 ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

ผงซิงค์ออกไซด์ที่ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7 และมีรูปร่างไม่แน่นอนขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.5-1.0 ไมโครเมตร ผงซิงค์ออกไซด์ที่ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 8 มีอนุภาคที่ไม่แน่นอนแต่อนุภาคเล็กกว่าอนุภาคเฉลี่ย 0.5-0.8 ไมโครเมตร ผงซิงค์ออกไซด์ที่ความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 9 มีอนุภาคที่ไม่แน่นอนและมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.5 ไมโครเมตร

1.2.2 ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาของผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ผงซิงค์ออกไซด์ที่เวลา 2 ชั่วโมง มีลักษณะเป็นคล้ายแท่งสี่เหลี่ยม ผงซิงค์ออกไซด์ที่เวลา 4 ชั่วโมง มีลักษณะเป็นแท่งปริซึม และเป็นแผ่นโดยเกาะกันเป็นกลุ่ม ผงซิงค์ออกไซด์ที่เวลา 6 ชั่วโมง มีลักษณะเป็นมีลักษณะเป็นแผ่นโดยเกาะกันเป็นกลุ่ม มีขนาดอนุภาคขนาดเฉลี่ย เท่ากับ 0.5-0.10 ไมโครเมตร

1.3 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงซิงค์ออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

1.3.1. ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

ผงซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 พบว่า มีค่าพลังงานของธาตุสังกะสี มีค่าพลังงาน K_{α} เท่ากับ 1.158 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และ K_{α} เท่ากับ 8.647 กิโลอิเล็กตรอน และธาตุออกซิเจน มีค่าพลังงาน K_{β} เท่ากับ 0.525 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์

1.3.2 ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ในเทรตและไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงเมื่อตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี พบว่า มีค่าพลังงานของธาตุสังกะสี มีค่าพลังงาน K_{α} เท่ากับ 1.158 และ K_{α} เท่ากับ 8.647 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน มีค่าพลังงาน K_{β} เท่ากับ 0.525 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์

1.4 การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface area analyzer, BET)

1.4.1 ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 พบว่า ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 7, 8 และ 9 มีปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะ 21.31, 21.15 และ 21.99 m^2/g ตามลำดับ

1.4.2 ผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ซิงค์ไนเตรต และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะ 16.65, 11.16 และ 17.50 m²/g ตามลำดับ

2. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์

2.1 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัดกำจัดฟีนอล โดยการเตรียมสารละลายฟีนอล ที่ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่มีผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ปริมาณ 0.20 กรัม กระจายตัวในสารละลาย กวนสารละลายในอัตราเร็วคงที่ ทำการศึกษาการดูดซับในสภาวะที่มีแสงโดยอาศัยแสงจากหลอดอัลตราไวโอเล็ต จำนวน 1 หลอด และทำการเก็บสารละลายทุกๆ 30 นาที เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำสารละลายไปทดสอบด้วย พบว่าเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้นค่าการดูดกลืนแสงจะมีค่าน้อยลง จะเห็นว่าในแต่ละช่วงเวลา อัตราส่วนระหว่างความเข้มข้นที่เวลาใดๆ ต่อความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C_0) ของแต่ละปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ มีการเปลี่ยนแปลงในแนวโน้มที่ลดลง

2.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของผงซิงค์ออกไซด์ในการกำจัด ฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

การกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอลที่ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้ผง ซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน พบว่า สารประกอบคลอโรฟีนอล ถูกกำจัดอย่างรวดเร็วในช่วง 30 นาทีแรก และลดลงจนหมดเมื่อเวลาผ่านไป

ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี ทำการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมเท่ากับ 9 ผงซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ทำการควบคุมอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และผงซิงค์ออกไซด์มาตรฐาน พบว่า เมื่อทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สามารถกำจัด 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้มากที่สุด

จากการศึกษาของ Lathasree et al., 2004 กล่าวว่า การกำจัดสารคลอโรฟีนอล ที่ตกค้างในน้ำโดยใช้ผงซิงค์ออกไซด์ พบว่า สารประกอบคลอโรฟีนอลจะถูกดูดซับ บริเวณผิวหน้าของซิงค์ออกไซด์ ซึ่งปฏิกิริยาการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงแรก โดยที่ปริมาณ ซิงค์ออกไซด์แปรผันตรงกับการสลายสารประกอบคลอโรฟีนอล

4.2 วิจารณ์ผลการทดลอง

ผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ต้องทำในสภาวะที่เหมาะสมจึงจะได้ตะกอนที่บริสุทธิ์ โดยที่อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการไฮโดรเทอร์มอล มีผลต่อลักษณะโครงสร้าง และลักษณะทางสัณฐานวิทยา ขนาด รูปร่าง ตลอดจนพื้นที่ผิวจำเพาะของผงไททาเนียมไดออกไซด์

ลักษณะโครงสร้าง ลักษณะสัณฐานวิทยา ขนาด รูปร่าง และพื้นที่ผิวของผงไททาเนียมไดออกไซด์ และความเข้มแสงของหลอดยูวี มีผลต่อประสิทธิภาพในการสลายตัวของฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล

1. ผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารประกอบ คลอโรฟีนอลได้ดีกว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่า
2. กำลังวัตต์ของหลอดอัลตราไวโอเลตน้อยซึ่งอยู่ที่ 8 วัตต์นั้น ไม่สามารถทำให้สารประกอบคลอโรฟีนอลสลายตัวได้มากเท่าที่ควร
3. เนื่องจากผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีอนุภาคเกาะรวมกันค่อนข้างสูง ทำให้การกระจายตัวหรือพื้นที่ในการสัมผัสสารละลายสารประกอบคลอโรฟีนอลไม่ค่อยดีเท่าที่ควร ซึ่งอาจเป็นสาเหตุทำให้อัตราการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอลล้นลง ถึงแม้จะทำการคนสารละลายตลอดระยะเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตก็ตาม
4. การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์โดยการตกตะกอนร่วมทางเคมีมีรูปร่างที่ไม่แน่นอนเนื่องจากการกวนสารละลายตลอดเวลาทำให้การจัดเรียงตัวของนิวเคลียสที่ไม่เป็นระเบียบ แต่การเตรียมผงซิงค์ออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีรูปร่างที่แน่นอนเพราะมีการจัดเรียงตัวของนิวเคลียสที่เป็นระเบียบ
5. การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์โดยวัดค่าการดูดกลืนแสง ซึ่งสีของสารละลายเกิดจากการเติมรีเอเจนต์ ความเข้มของสีแปรผันตรงกับปริมาณฟีนอล แต่หากเติมรีเอเจนต์ในปริมาณที่ไม่เท่ากันทำให้สีของสารละลายผิดไปจากเดิม และปริมาณ ฟีนอลหากเปลี่ยนแปลงในปริมาณน้อยสีของสารละลายที่ได้ไม่แตกต่างกันมาก ทำให้ค่าที่วัดการดูดกลืนแสงคลาดเคลื่อนได้

6. การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการสลายสารประกอบคลอโรฟีนอลโดยผงซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมโดยการตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอลได้ผลที่ใกล้เคียงกัน โดยมีรูปร่างที่แตกต่างกันได้ แสดงว่ารูปร่างไม่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

7. การวิเคราะห์ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง พบว่า ค่าเวลารีเทนชันของสารบางครั้งมีระยะเวลาที่ไม่เท่ากัน เนื่องจากความดันไม่คงที่ของเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

4.3 ข้อเสนอแนะ

1. ทำการตรวจวัดขนาดอนุภาคของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเทคนิคการวิเคราะห์หาขนาดอนุภาค (Particle size analysis)
2. ทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopes, TEM)
3. ทำการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีขนาดเล็กลง และมีโครงสร้างผลึกเปลี่ยนแปลงเป็นแบบอื่น
4. ควรใช้หลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต ที่มีกำลังไฟฟ้าสูงประมาณ 125 วัตต์ เพื่อให้สารประกอบคลอโรฟีนอลสามารถสลายตัวได้ดีขึ้น
5. ควรทำการศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ต่อการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล เช่น ความเข้มข้นเริ่มต้น ปริมาณของผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ และค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายระหว่างการศึกษและหลังการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของสารนั้นๆ
6. ทำการศึกษาปริมาณผงซิงค์ออกไซด์ที่มีผลต่อการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล
7. ทำการศึกษาผลที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการโฟโตแคตาไลติกส์กับปัจจัยอื่นๆ ต่อไป

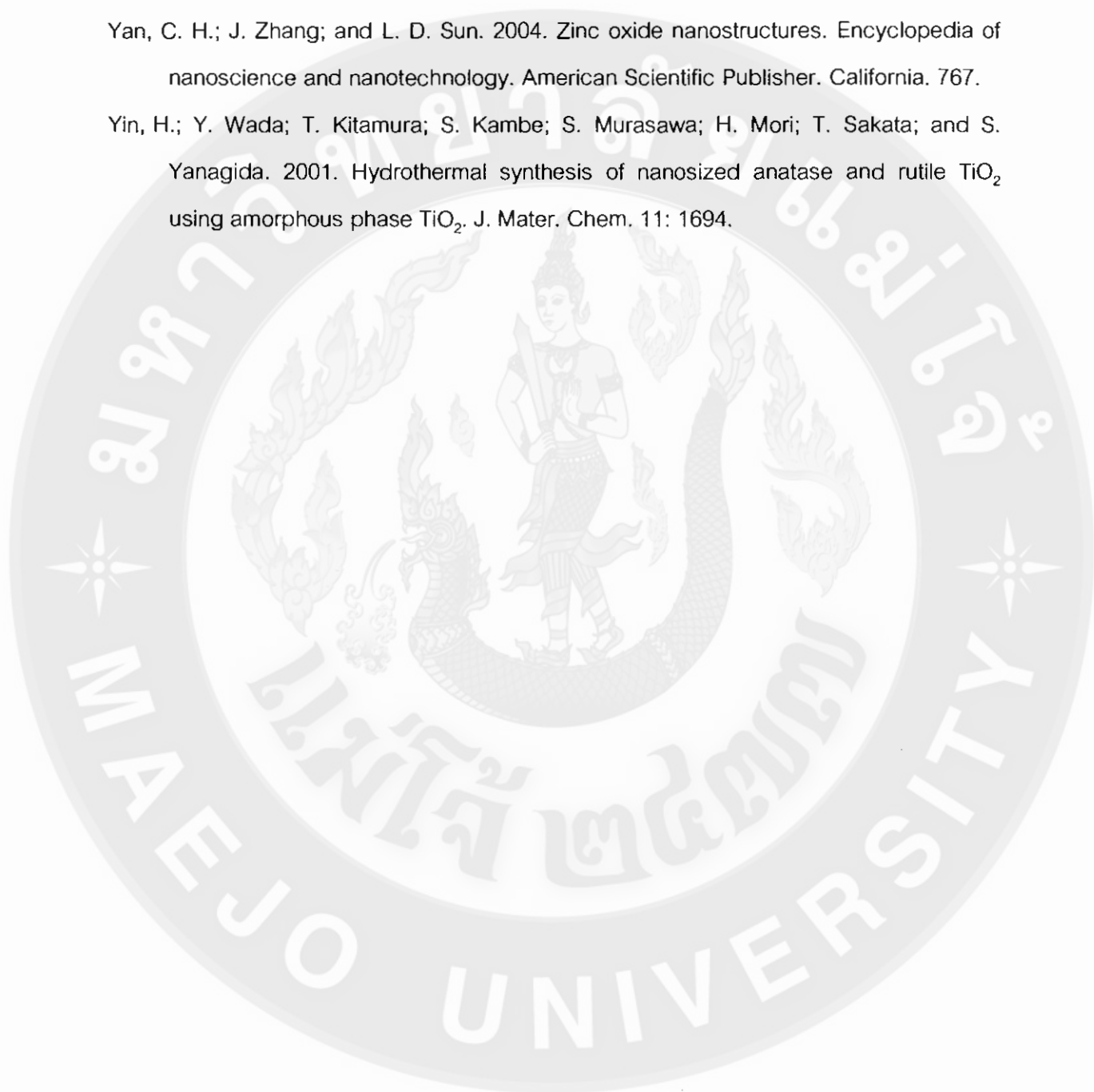
เอกสารอ้างอิง

- จินดา ศิริตา. 2548. การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์. เชียงใหม่: วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- ชัยกานต์ เลี้ยววิรุญ. 2548. การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เคลือบแก้วลอย. เชียงใหม่: วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- แม่น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2534. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์ชวนพิมพ์.
- รินรวี อินทรภูมิ และ วิไลพร คิตรอบ. 2547. การทางองค์ประกอบและลักษณะเฉพาะของปอสาไทยและพืชเส้นใยमितซูมาตะ. เชียงใหม่: ปัญหาพิเศษปริญญาตรี, มหาวิทยาลัยแม่โจ้.
- วิริยะ สิริสิงห์ และคณะ. 2549. 110 ธาตุ คุณสมบัติและการค้นพบ. พิมพ์ครั้งที่ 2 กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์อักษรวัฒนา.
- ศักดิ์สิทธิ์ คำภามิ่ง. 2546. การเตรียมฟิล์มบาง ของสาร ZnO ที่เจือด้วย Cu และ Al โดยวิธีอาร์เอฟแมกนีตรอน สเปคเตอริง. เชียงใหม่: วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- อดิศร จตุรพิริย์. 2543. การสลายตัวด้วยโฟโตแคตาไลติกของสารประกอบคลอโรฟีนอล โดยใช้ดังปฏิกิริยาแบบเทที่มีการหมุนเวียน. เชียงใหม่: วิทยานิพนธ์ปริญญาโท, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- Bayarri, B.; J. Gimenez; D. Curco; and S. Esplugas. 2005. Photocatalytic degradation of 2,4-dichlorophenol by TiO₂/UV: Kinetics, actinometries and models. Catalyst. Today. 101: 227.
- Chang, M. -Y.; Y. -H. Hsieh; T. -C. Cheng; K. -S. Yao; M. -C. Wei; and C. -Y. Chang. 2009. Photocatalytic degradation of 2,4-dicholophenol wastewater using porphyrin/TiO₂ complexes activated by visible light. Thin Solid Film. 517: 3888.
- Chuan, X. Y.; M. Hirano; and M. Inagaki. 2004. Preparation and photocatalytic performance of anatase-mounted natural porous silica, pumice, by hydrolysis under hydrothermal conditions. Appl. Catal. B-Environ. 51: 255.
- Cullity, B. D. 1978. Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley. Reading.
- Dhange, S. R.; V. D. Choube; V. Samuel; and V. Ravi. 2004. Synthesis of nanocrystalline TiO₂ at 100 °C. J. Mater. Chem. 58: 2310.

- D'Oliveira, J. C.; G. Al-Sayyed; and P. Phichat. 1990. Photodegradation of 2- and 3 chlorophenol in TiO₂ aqueous suspensions. *Environ. Technol.* 24: 1415.
- Esplugas, S.; P. L. Yue; and M. I. Perverz. 1994. Degradation of 4-chlorophenol by photolytic oxidation. *Water. Res.* 28: 1323.
- Harada, K.; T. Hisanaga; and K. Tanaka. 1990. Photocatalytic degradation of organophosphorus insecticides in aqueous semiconductor suspension. *Water Res.* 24: 1415.
- Hirakawa, T.; K. Yawata; and Y. Nosaka. 2007. Photocatalytic reactivity for O₂⁻ and HO radical formation in anatase and rutile TiO₂ suspension as the effect of H₂O₂ addition. *Appl. Catalyst A: General.* 325: 105.
- http://ndoe.doe.go.th/news/news_022.html
- <http://www.material.chula.ac.th/Radio48/March/radio3-1.htm>
- <http://www.merck.co.th/th/chemicals/reagents.asp>
- http://www.pcd.go.th/info_serv/en_pol_suc_school.html
- <http://www.tipe.com.cn/library/kb2501.htm>
- <http://www.tipe.com.cn/library/kb2502.htm>
- Ilisz, I.; A. Dombi; K. Mogyorosi; A. Farkas; and I. Dekany. 2002. Removal of 2-chlorophenol from water by absorption combined with TiO₂ photocatalysis. *Appl. Catalys. B : Environ.* 39: 247.
- Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 21-1272, Swarthmore, PA.
- Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 21-1276, Swarthmore, PA.
- Kolen'ko, Y. V.; B. R. Churagulov; M. Kunst; L. Mazerolles; and C. Colbeau-Justin. 2004. Photocatalytic properties of titania powders prepared by hydrothermal method. *Appl. Catal. B-Environ.* 54: 51.
- Lathasree, S.; N. A. Rao; B. SivaSankar; V. Sadasivam; and K. Rengaraj. 2004. Heterogeneous photocatalytic mineralization of phenols in aqueous solutions. *J. Mol. Catal. A-Chem.* 223: 101.

- Liu, S.; N. Jaffrezic; and C. Guillard. 2008. Size effects in liquid-phase photo-oxidation of phenol using nanometer-sized TiO_2 catalysts. *Appl. Surf. Sci.* 255: 2704.
- Lu, C. H.; W. H. Wu; and R. B. Kale. 2008. Microemulsion mediated hydrothermal synthesis of photocatalytic. *J. Hazard. Mater.* 154: 649.
- Lu, M. C.; and J. N. Chen. 1997. Pretreatment of pesticide wastewater by photocatalytic oxidation. *Water Sci. Technol.* 36: 117.
- Montgomery, J. H. 1996. *Groundwater Chemicals*. 2nd ed., Boca Raton: CRC Press.
- Porkodi, K.; and S. D. Arokiamary. 2007. Synthesis and spectroscopic characterization of nano-structured anatase titania: A photocatalyst. *Mater. Charact.* 58: 495.
- Ranade, M. R.; A. Navrotsky; H. Z. Zhang; J. F. Banfield; S. H. Elder; A. Zaban; P. H. Borse; S. K. Kulkarni; G. S. Doran; and H. J. Whitfield. 2002. Energetics of nanocrystalline TiO_2 . *Proc. Natl. Acad. Sci.* 99: 6476.
- Salah, N. H.; M. Bouhelassa; S. Bekkouche; and A. Boulouf. 2004. Study of photocatalytic degradation of phenol. *Desalination*. 166: 347.
- Sivalingam, G.; M. H. Priya; and G. Madras. 2004. Kinetic of the photodegradation of Substi-tuted phenols by solution combustion synthesized TiO_2 . *Appl. Catalys. B : Environ.* 51: 67.
- Tseng, J. M.; and C. P. Huang. 1991. Removal of chlorophenol from water by photocatalytic oxidation. *Water Sci. Technol.* 23: 377.
- Verschuere, K. 1996. *Handbook of Environmental Data Organic Chemistry*. 3rd ed., Nashville: Thomson Publishing.
- Wahab, R.; S. G. Ansari; Y. S. Kim; H. K. Seo; G. Khang; and H. -S. Shin. 2007. Low temperature solution synthesis and characterization of ZnO nanoflowers. *Mater. Res. Bull.* 42: 1640.
- Wang, Y. and M. Li. 2006. Hydrothermal synthesis of single-crystalline hexagonal prism ZnO nanorods. *Mater. Lett.* 60: 266.
- Woldseth, R. 1973. *X-ray Energy pectrometry*, Kevex Corp, California.

- Xu, H. Y.; H. Wang; Y. C. Zhang; W. L. He; M. K. Zhu; B. Wang; and H. Yan. 2004. Hydrothermal synthesis of zinc oxide powders with controllable morphology. *Ceram. Int.* 30: 93.
- Yan, C. H.; J. Zhang; and L. D. Sun. 2004. Zinc oxide nanostructures. *Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology*. American Scientific Publisher. California. 767.
- Yin, H.; Y. Wada; T. Kitamura; S. Kambe; S. Murasawa; H. Mori; T. Sakata; and S. Yanagida. 2001. Hydrothermal synthesis of nanosized anatase and rutile TiO_2 using amorphous phase TiO_2 . *J. Mater. Chem.* 11: 1694.



Titanium Dioxide Powder Prepared by a Low Temperature Hydrothermal Method

Pusit Pookmanee^{1,a}, Tarika Kuntatun^{1,b},
Wiyong Kangwansupamomkon^{2,c} and Sukon Phanichphant^{3,d}

¹Department of Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai, Thailand

²National Nanotechnology Center, National Science and Technology Development Agency, Pathumthani, Thailand

³Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai, Thailand

^apusit@mju.ac.th, ^btarikakuntatun@yahoo.com,

^cwiyong@nanotec.or.th, ^dsphanichphant@yahoo.com

Keywords: Titanium oxide, hydrothermal method, XRD, SEM, EDS

Abstract. Titanium dioxide powder was prepared by a low temperature hydrothermal method. Titanium isopropoxide, ammonium hydroxide and nitric acid were used as the starting precursors. The mixed solution with final pH of 1 was treated in the autoclave hydrothermal at 80-100 °C for 2-4h. The phase of titanium dioxide powder was studied by X-ray diffraction (XRD). Anatase and rutile structure were obtained at 80 °C for 2-4h without calcination step. Anatase structure was obtained at 100 °C for 2-4h without calcination step. The morphology of titanium dioxide powder was investigated by scanning electron microscopy (SEM). The particle was irregular in shape and agglomerated with the range particle size of 0.5-0.8 μm. The chemical composition of titanium dioxide powder was examined by energy dispersive spectroscopy (EDS). The element chemical compositions show the characteristic X-ray energy level as follows: titanium $K_{\alpha} = 4.51$ keV and $K_{\beta} = 4.93$ keV and oxygen $K_{\alpha} = 0.52$ keV, respectively.

Introduction

Titanium dioxide (TiO₂) powder is one of the most important particulate materials used for many purposes, because of its excellent optical properties of a high refractive index leading to a high hiding power and whiteness, chemical stability, and relatively low production cost. Out of the yearly consumption of about 4 million tons in the world, about 60% is used as a pigment for paints, 30% as a filler of plastics and papers, and the remaining 10% for miscellaneous purposes, such as enamels or glazes of ceramics, optical glasses, toners, and cosmetics. Recently, fine particles of titania have attracted a great deal of attention, because of their specific properties as an advanced semiconductor material, such as in solar cells, luminescent materials and photocatalysts for photolysis of water or organic compounds and for bacteriocidal action [1]. For the preparation of inorganic solids, a variety of methods have been proposed, including sol-gel method [2] and co-precipitation method [3]. However, these methods have disadvantages, such as complex operating procedure, the high price of raw material. Furthermore, they generally need high-temperature treatment. On the other hand, hydrothermal method has frequently been used for preparing ceramic powders for a variety of applications due to its advantage over other methods. First, precipitation from supersaturated solutions can be controlled. Thus, size, size distribution and particle morphology can be controlled. Furthermore, hydrothermal method facilitates the preparation of powders in a single step without any post-preparation process, such as calcinations or milling steps [4]. In this research, a hydrothermal method has been employed to prepare TiO₂ powder at low temperature.

Experimental

Titanium dioxide (TiO_2) powder was prepared by a low temperature hydrothermal method. Titanium isopropoxide ($\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$, Aldrich, England), ammonium hydroxide (NH_4OH , BDH, England) and nitric acid (HNO_3 , Merck, Germany) were used as the starting materials. NH_4OH solution was added to $\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$ in an ice bath to form titanic acid [$\text{Ti}(\text{OH})_4$] and then dissolve with HNO_3 to form titanyl nitrate ($\text{TiO}(\text{NO}_3)_2$). HNO_3 was added until the final pH values of mixed solution was 1. The mixture was transferred into the hydrothermal vessel (Ü TV18, Berghof, Germany) and treated in the hydrothermal PTFE vessel at 80-100 °C for 2-4h. The white precipitated powder was dried in an oven (Gallenkamp, England) at 60 °C for 24h. The phase of TiO_2 powder was studied by X-ray diffractometer (JDX-3530, JEOL, Japan) using the Ni-filtered monochromatic with CuK_α radiation. The detection range was 10-60° with the step size of 0.10° (2 θ /s/s). Confirmation structure of TiO_2 powder was obtained by comparison with the Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) Card File No.21-1272 [5] and No.21-1276 [6]. The powder was dispersed with ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, Merck, Germany) medium in an ultrasonic bath (136H, Ultrasonik, USA.) for 15 min and gold coated by fine coater (JSC1200, JEOL, Japan) for 1 min. The morphology and element chemical compositions were investigated by scanning electron microscope (JSM5410-LV, JEOL, Japan) and an energy dispersive X-ray spectrometer (ISIS300, Oxford, England) with tungsten (W) filament K type and accelerate voltage of 15 kV.

Results and Discussion

Figure 1 shows the XRD patterns of TiO_2 powder prepared by a low temperature hydrothermal method at 80-100 °C for 2-4h. At 80 °C for 2-4h, Fig.1 (a,b), multiphase of anatase and rutile structure of TiO_2 powder were obtained by comparison with the Joint Committee on Powder Diffraction Standards Card File No.21-1272 [5] and No.21-1276 [6]. At 100 °C for 2-4h, Fig.1 (c,d), single phase of anatase structure of TiO_2 powder was obtained by comparison with the Joint Committee on Powder Diffraction Standards Card File No.21-1272 [5]. The TiO_2 powder was obtained, absorbed and collected an energy by a low temperature hydrothermal method. As the hydrothermal temperature and holding reaction time increased, the line width decreased and intensity of diffraction line increased. A single phase of anatase structure of TiO_2 powder was dominant after hydrothermal temperature and holding reaction time increased.

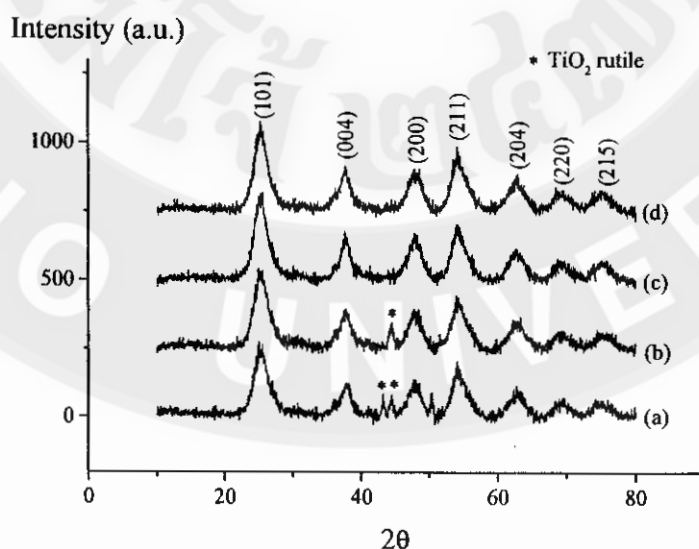


Figure 1. XRD pattern of TiO_2 powder prepared by a low temperature hydrothermal method at (a) 80 °C for 2h, (b) 80 °C for 4h (c) 100 °C for 2h and (c) 100 °C for 4h

Figure 2 shows the SEM micrograph of TiO_2 powder prepared by a low temperature hydrothermal method at 80-100 °C for 2-4h. At 80 °C for 2-4h, Fig.2 (a,b), the particle size was irregular shape and highly agglomerated together with the average particle size of 0.1 μm and 0.3 μm , respectively. At 100 °C for 2-4h, Fig.2 (c,d), the particle size was irregular shape and agglomerated together with the average particle size of 0.5 μm and 0.8 μm , respectively. The TiO_2 powder was obtained, absorbed and collected an energy by a low temperature hydrothermal method. As hydrothermal temperature and holding reaction time increased, the particle size increased.

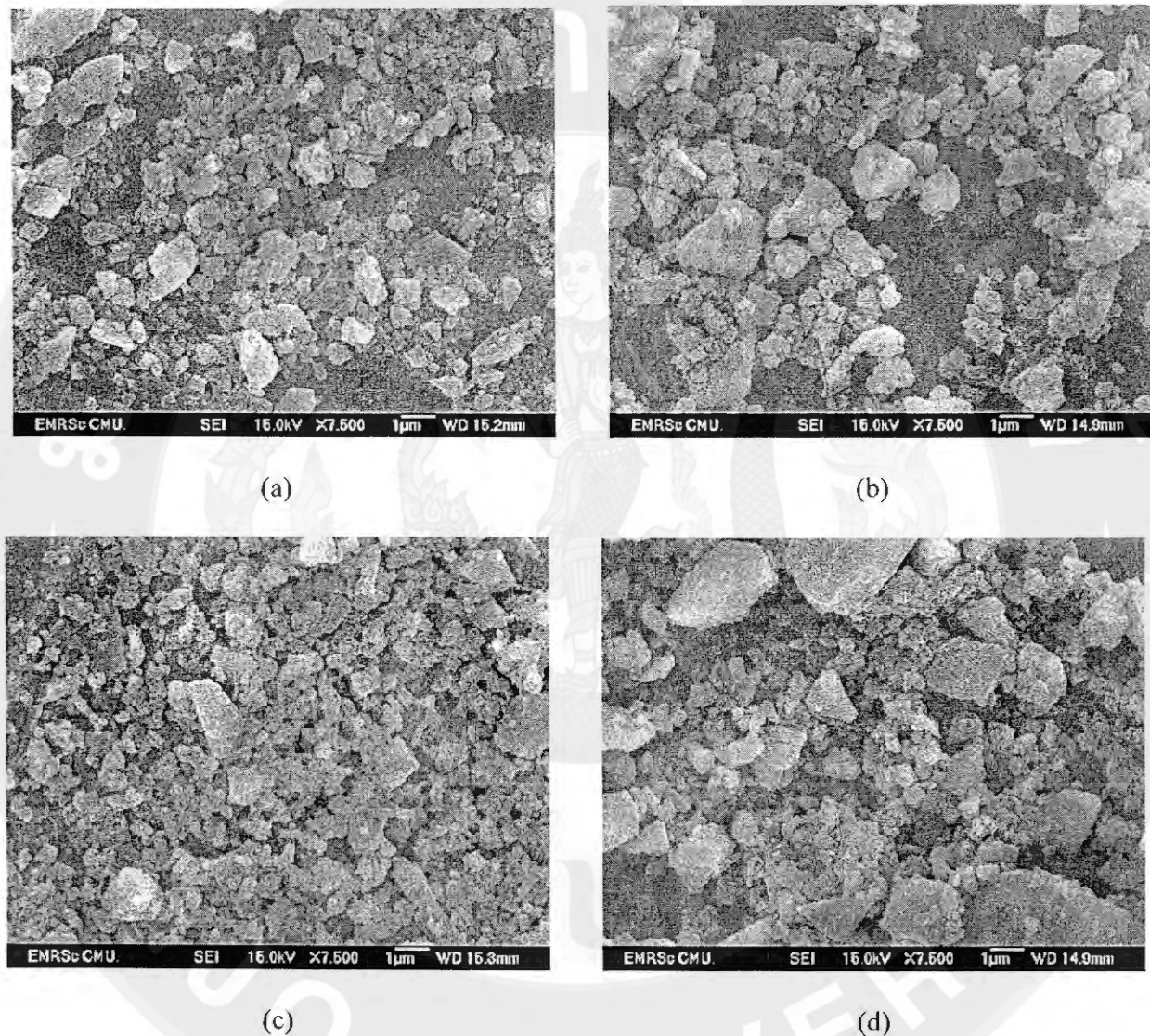


Figure 2. SEM micrograph of TiO_2 powder prepared by a low temperature hydrothermal method at (a) 80 °C for 2h, (b) 80 °C for 4h (c) 100 °C for 2h and (d) 100 °C for 4h

Figure 3 shows the EDS spectrum of TiO_2 powder prepared by a low temperature hydrothermal method at 100 °C for 4h. The chemical compositions showed the characteristic X-ray energy of titanium and oxygen level follow: titanium $K_{\alpha} = 4.51$ keV and $K_{\beta} = 4.93$ keV and oxygen $K_{\alpha} = 0.52$ keV, respectively [7].

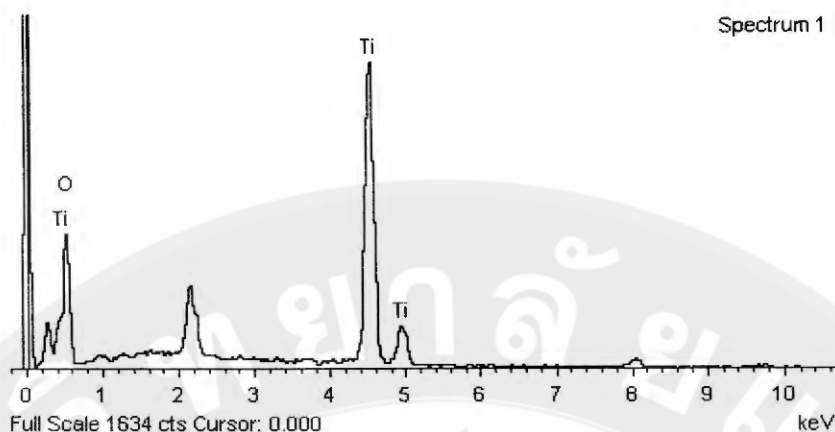


Figure 3. EDS spectrum of TiO_2 powder prepared by a low temperature hydrothermal method at 100°C for 4h

Summary

Titanium dioxide (TiO_2) powder was prepared by a low temperature hydrothermal method. Rutile and anatase structure were obtained after hydrothermal reaction at 80°C for 2-4h without calcination step. The powder was agglomerated, irregular in shape with the range particle size of 0.1-0.3 μm . Anatase structure was obtained at 100°C for 2-4h without calcination step. The particle was irregular in shape and agglomerate with the range particle size of 0.5-0.8 μm . The elemental constituents of the TiO_2 powders were identified by the energy dispersive value follow: titanium $K_\alpha = 4.51$ keV and $K_\beta = 4.93$ keV and oxygen $K_\alpha = 0.52$ keV, respectively.

Acknowledgements

This research was supported by the Department of Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Thailand, the National Research Council of Thailand (NRCT), the National Science and Technology Development Agency NSTDA), the Young Scientist and Technologist Programme grant (YSTP: SP52-NN03), the Research Project for Undergraduate Students (IRPUS) with grant RPUS-R52D13004, and the Commission on Higher Education, Ministry of Education.

References

- [1] T. Sugimoto, X.P. Zhou and A. Muramatsu: *J. Colloid Interf. Sci.* Vol. 259 (2003), p. 43
- [2] P. Pookmanee and S. Phanichphant: *J. Ceram. Process. Res.* Vol. 10 (2009), p. 167
- [3] J.H. Lee and Y.S. Yang: *J. Eur. Ceram. Soc.* Vol. 25 (2005), p. 3573
- [4] J.B. Liu, H. Wang, S. Wang and H. Yan: *Mat. Sci. Eng. B* Vol. 104 (2003), p. 36
- [5] Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 21-1272, Swarthmore, PA.
- [6] Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 21-1276, Swarthmore, PA.
- [7] R. Woldseth: *X-ray Energy Spectrometry* (Kevex Corp, California, 1973).

Effect of pH on Zinc Oxide Powder Prepared by a Chemical Co-precipitation Method

Pusit Pookmanee^{1,a}, Issara Attaveerapat^{1,b},
Jiraporn Kitikul^{1,c} and Sukon Phanichphant^{2,d}

¹Department of Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai, Thailand

²NANOTECH Center of Excellence, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand

^apusit@mju.ac.th, ^bissaraattaveerapat@yahoo.com,

^ckitikul_j@hotmail.com, ^dsphanichphant@yahoo.com

Keywords: Zinc oxide, chemical co-precipitation method, XRD, SEM, EDXS

Abstract. Zinc oxide powder was prepared by a chemical co-precipitation method. Zinc nitrate and ammonium hydroxide were used as the starting precursors. The white precipitated powder was formed after adding ammonium hydroxide until the pH of final solution was 7-9. The powder was filtered and dried at 100 °C for 24h. The phase of zinc oxide powder was studied by X-ray diffractometer (XRD). Hexagonal single phase of zinc oxide was obtained without calcination step. The morphology of zinc oxide powder was investigated by scanning electron microscope (SEM). The particle was irregular in shape and highly agglomerated with an average particle size of 0.1 μm. The chemical composition of zinc oxide powder was determined by energy dispersive X-ray spectrometer (EDXS). The elemental composition of zinc oxide showed the characteristic X-ray energy value as follows: zinc of $L_{\alpha} = 1.012$ keV, $K_{\alpha} = 8.630$ keV and $K_{\beta} = 9.570$ keV and oxygen of $K_{\alpha} = 0.525$ keV, respectively.

Introduction

Zinc oxide (ZnO) as an important inorganic functional material was widely used in rubber, coat, catalyst, electronic engineering fields [1]. In the past two decades, ZnO has attracted much attention with respect to the degradation of various pollutants due to its high photosensitivity [2, 3], stability and wide band gap of 3.2 eV [4]. ZnO is used as a low cost alternative photocatalyst to titanium dioxide (TiO₂) for degradation of organics in aqueous solutions [5]. The dispersion and surface area of ZnO, which depend on the synthesis method, are important factors for determining its photocatalytic activity [6]. ZnO can be prepared by various methods, such as, microwave method [7], sol-gel method [8], hydrothermal method [9,10] and alkali precipitation method [11]. In this research, ZnO powder was prepared by a chemical co-precipitation method. The effect of different pH of final solution on the structure and morphology of ZnO powder have been examined.

Experimental

ZnO powder was prepared by a chemical co-precipitation method. Zinc nitrate and ammonium hydroxide were used as the starting precursors. Zinc nitrate (Zn(NO₃)₂·6H₂O, Ajax, Australia) was dissolved in deionized water. The white precipitated powder was formed after adding ammonium hydroxide (NH₄OH (Merck, Germany) until the pH of final solution was 7-9. The powder was filtered and dried in oven (Gallenkamp, England) at 70 °C for 24h. The phase of ZnO powder was studied by X-ray diffraction (JDX-3530, JEOL, Japan) using the Ni-filtered monochromatic with CuK_α radiation. The detection range was 10-80° with the step size of 0.10° (2θ°/s/s). Confirmation structure of ZnO powder was obtained by comparison with the Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) Card File No. 01-075-0576 [12]. The morphology of ZnO powder was investigated by scanning electron microscopy (S3400N, Hitachi, Japan) with the tungsten

filament K type, accelerate voltage of 15.0 kV and working distance of 18 mm. ZnO powder was dispersed with ethanol (C_2H_5OH , Merck, Germany) medium in an ultrasonic bath (136H, Ultrasonik, USA.) for 15 min and gold coated by fine coater (JSC1200, JEOL, Japan). The chemical composition of ZnO powder was determined by energy dispersive spectrometer (ISIS300, Oxford, England) with tungsten (W) filament K type, accelerate voltage of 15 kV, and working distance of 16 mm.

Results and Discussion

Figure 1 shows XRD pattern of ZnO powder prepared by a chemical co-precipitation method at pH 7-9. At pH = 7, 8 (Fig. 1 (a,b)), XRD pattern shows a hexagonal single phase of ZnO corresponding to the JCPDS File Card No. 01-075-0576 [12]. No impurities could be detected in this pattern. This result is in agreement with the previous report [13]. At higher pH = 9 (Fig. 1 (c)), XRD pattern shows cubic, unknown and hexagonal multiphase of ZnO corresponding to the JCPDS File Card No. 01-077-0191 [14], No. 00-021-1486 [15] and No. 01-075-0576 [12], respectively. As pH increased, the line width decreased and intensity of diffraction line increased.

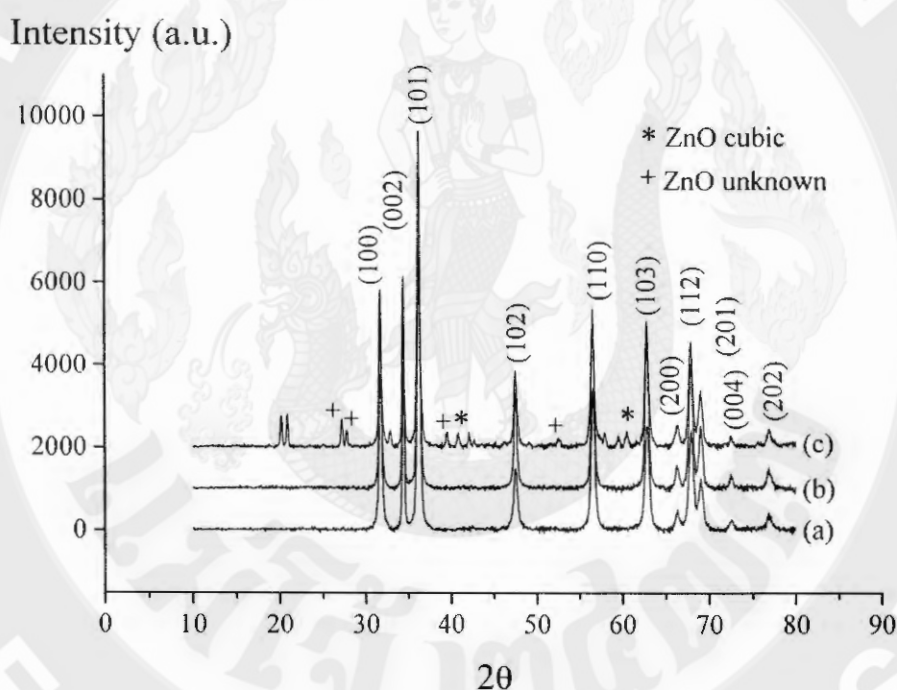


Figure 1. XRD pattern of ZnO powder prepared by a chemical co-precipitation method at pH (a) 7, (b) 8 and (c) 9

Figure 2 shows SEM micrograph of ZnO powder prepared by a chemical co-precipitation method at pH 7-9. At pH = 7,8 (Fig. 2 (a,b)), the particle of ZnO powder was highly agglomerated, an irregular in shape with the range particle size of 0.1-0.4 μm . This particle size was smaller than the previous reported [6]. At pH = 9 (Fig. 2 (c)), ZnO powder was agglomerated, an irregular in shape with the average particles size of 0.5 μm . As pH increased, the average particles size increased.

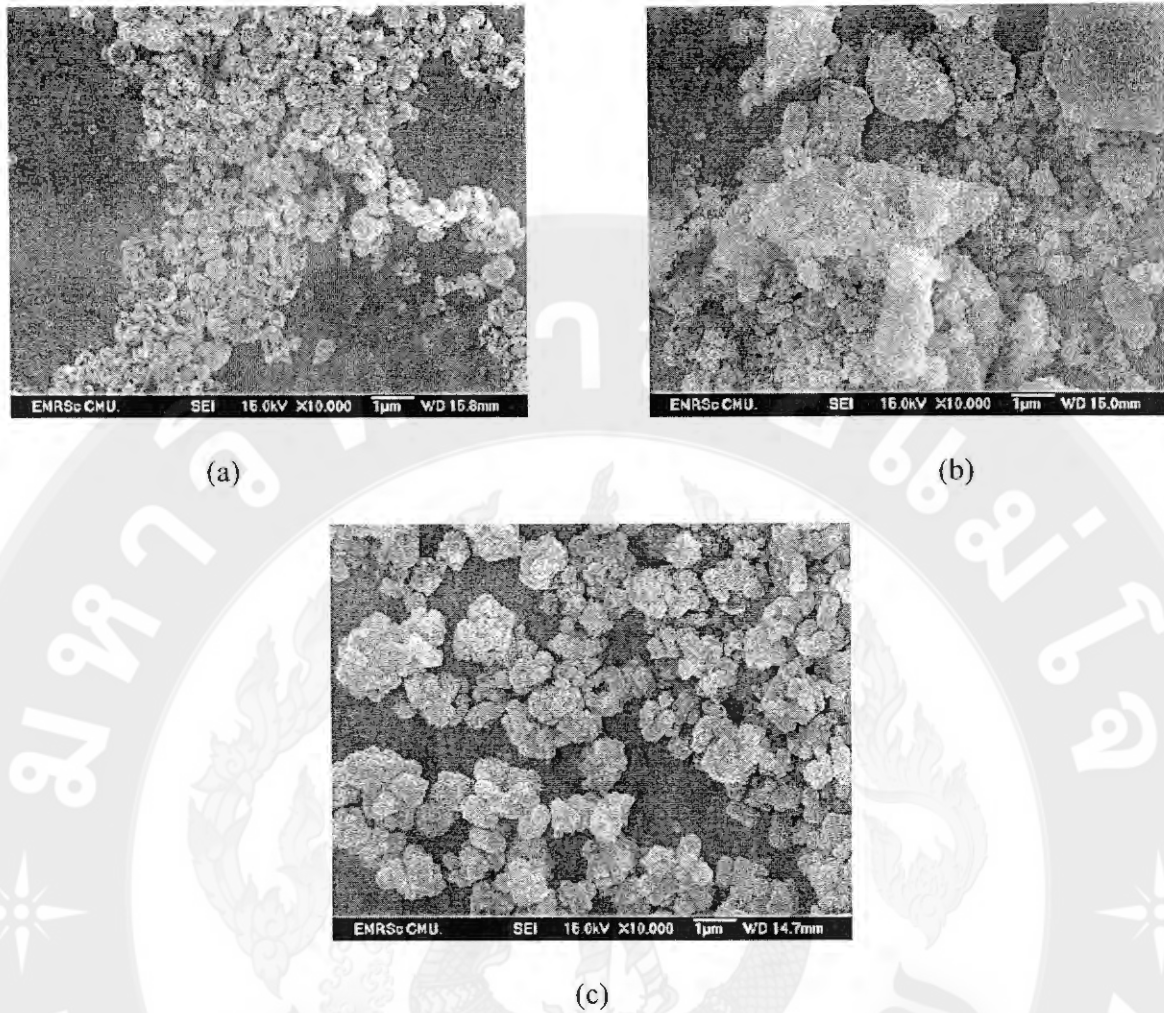


Figure 2. SEM micrographs of ZnO powder prepared by a chemical co-precipitation method at pH (a) 7, (b) 8 and (c) 9

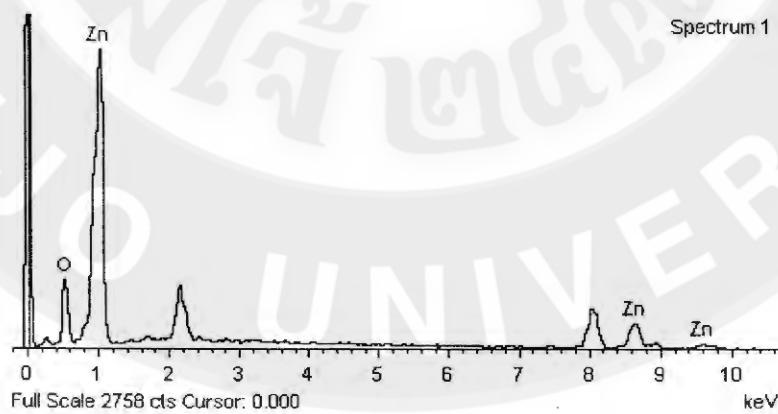


Figure 3. EDXS spectra of ZnO powder prepared by a chemical co-precipitation method at pH = 7

Figure 3 shows the EDXS spectra of ZnO powder prepared by a chemical co-precipitation method at pH 7. The chemical compositions showed the characteristic X-ray energy of zinc and oxygen

level follow: zinc of $L_{\alpha} = 1.012$ keV, $K_{\alpha} = 8.630$ keV and $K_{\beta} = 9.570$ keV and oxygen of $K_{\alpha} = 0.525$ keV, respectively [10]. The weight percentage ratio of Zn:O was 1:1.02.

Summary

It was found that the characteristic of ZnO powder profoundly depends on the pH of the final solution. A hexagonal single phase of ZnO powder was prepared by a chemical co-precipitation method at pH 7. The particle of ZnO powder was highly agglomerated and an irregular in shape with the particle size of 0.1 μm . The elemental composition of ZnO powder showed the characteristic X-ray energy value.

Acknowledgements

The authors would like to thank the financial support from the Department of Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai, Thailand, the National Research Council of Thailand (NRCT), the Research Project for Undergraduate Students (RPUS) with grant RPUS-R52D13006.

References

- [1] T.K. Gupta: *J. Am. Ceram. Soc.* Vol. 73 (1990), p. 1817
- [2] A.A. Khodja, T. Sehili, J.F. Pilichowski and P. Boule: *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.* Vol. 141 (2001), p. 231
- [3] C.C. Chen: *J. Mol. Catal. A: Chem.* Vol. 264 (2007), p. 82
- [4] S. Sakthivel, B. Neppolian, M.V. Shankar, B. Arabindoo, M. Palanichamy and V. Murugesan: *Sol. Energ. Mater. Sol. Cells* Vol. 77 (2003), p. 65
- [5] N. Daneshvar, D. Salari and A.R. Khataee: *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.* Vol. 162 (2004), p. 317
- [6] D. Li and H. Haneda: *Chemosphere* Vol. 51 (2003), p. 129
- [7] J.-S. Liu, J.-M. Cao, Z.-Q. Li, G.-B. Ji and M.-B. Zheng: *Mater. Lett.* Vol. 61 (2007), p. 4409
- [8] H.-M. Cheng, K.-F. Lin, H.-C. Hsu, C.-J. Lin, L.-J. Lin and W.-F. Hsieh: *J. Phys. Chem. B* Vol. 109 (2005), p. 18385
- [9] H. Zhang, D.R. Yang, Y.J. Ji, X.Y. Ma, J. Xu and D.L. Que: *J. Phys. Chem. B* Vol. 108 (2004), p. 3955
- [10] P. Pookmanee, S. Khuanphet and S. Phanichphant: *Adv. Mater. Res.* Vol. 55-57 (2008), p. 845
- [11] A. Chittofrati and E. Matijevic: *Colloid Surf.* Vol. 48 (1990), p. 65
- [12] Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 01-075-0576, Swarthmore, PA.
- [13] K.M. Parida, S.S. Dash and D.P. Das: *J. Colloid. Interf. Sci.* Vol. 298 (2006), p. 787
- [14] Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 01-077-0191, Swarthmore, PA.
- [15] Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 00-021-1486, Swarthmore, PA.