



รายงานผลการวิจัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้

เรื่อง

การสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟินอลในแหล่งน้ำธรรมชาติจาก
กิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์
ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมผ่านวิธีทางเคมี
DEGRADATION OF CHLOROPHENOL COMPOUNDS IN NATURAL
WATER FROM THE ACTIVITY OF AGRICULTURE BY
PHOTOCATALYTIC OF BISMUTH VANADATE
POWDER PREPARED VIA
CHEMICAL METHOD

โดย

ภูสิต ปุณณิ จิราภรณ์ กิตติกุล



รายงานผลการวิจัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้

เรื่อง การสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล ในแหล่งน้ำธรรมชาติ จากกิจกรรม
ทางภาคเกษตรกรรม โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของผงบิสมัธวานาเดต
ที่เตรียมผ่านวิธีทางเคมี
DEGRADATION OF CHLOROPHENOL COMPOUNDS IN NATURAL WATER
FROM THE ACTIVITY OF AGRICULTURE BY PHOTOCATALYTIC OF
BISMUTH VANADATE POWDER PREPARED VIA CHEMICAL METHOD

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2553
จำนวน 250,000 บาท

หัวหน้าโครงการ ภูสิต ปุณณณ
ผู้ร่วมโครงการ จิราภรณ์ กิตติกุล

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์
30/ก.ย./2553

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ทุนอุดหนุนการวิจัย จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร
ปีงบประมาณ 2553 ที่ให้การสนับสนุนทางด้านทุนการทำวิจัย ทำให้รายงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วง
ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่ให้ทุนสนับสนุน
และให้ความอนุเคราะห์ในด้านต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ บุคลากร สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อำนวยความสะดวกทางด้านอุปกรณ์ และสารเคมี รวมทั้งช่วยประสานงานในด้านเอกสารงานราชการ
ในการติดต่อหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุคนธ์ พานิชพันธ์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย เชียงใหม่ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้อุปกรณ์และชุดไฮโดรเทอร์มอล

คณะผู้วิจัย



สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
สารบัญ	จ
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญภาพ	ญ
สารบัญสัญลักษณ์	ฐ
บทที่1 คำนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	5
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	5
1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวคิดของโครงการวิจัย	7
1.4.1 คลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol)	7
1.4.2 ไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)	7
1.4.3 บิสมัทวานาเดต (Bismuth vanadate)	8
1.4.3.1 คุณสมบัติของบิสมัทวานาเดต	8
1.4.3.2 การเตรียมบิสมัทวานาเดต	9
1. วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method)	9
2. วิธีซอลเจล (Sol-gel method)	10
3. วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)	10
1.4.4 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์	10
1.4.5 กลไกของปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์	11
1.5 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง	13

	หน้า
บทที่ 2 การทดลอง	18
2.1 สารเคมี	18
2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	18
2.3 การเตรียมสารเคมี	19
2.3.1 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์	19
2.3.2 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์	19
2.3.3 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมวานาเดต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์	20
2.3.4 การเตรียมสารละลายบิสมัทไนเตรด ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์	20
2.3.5 การเตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร	20
2.3.6 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร	20
2.3.7 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร	20
2.3.8 การเตรียมสารละลายฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	21
2.3.9 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	21
2.3.10 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร	21
2.3.11 การเตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้นมาตรฐาน	21
2.4 วิธีการทดลอง	21
2.4.1 การเตรียมผงบิสมัทวานาเดตโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	21
2.4.2 การเตรียมผงบิสมัทวานาเดตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	22
2.4.3 การตรวจสอบลักษณะของผงบิสมัทวานาเดต	22
2.4.3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้าง โดยเครื่องเอ็กซเรย์ ดิฟแฟรคโตมิเตอร์	22
2.4.3.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโทรมิเตอร์	23
2.4.4 การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์	23

	หน้า
2.4.5 การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-โคลอโรฟีนอล ของผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่อง โครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง	24
บทที่ 3 ผลการทดลอง	27
3.1 เปอร์เซนต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดต	27
3.1.1 เปอร์เซนต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	27
3.1.2 เปอร์เซนต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	28
3.2 การตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	31
3.3 การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดต โดยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	33
3.4 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์	36
3.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของผงบิสมัทวานาเดต	39
3.6 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรมิเตอร์	40
3.6.1 การเตรียมกราฟความเข้มข้นสารละลายฟีนอล มาตรฐาน	40
3.6.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	41
3.6.3 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	44
3.6.4 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย สารละลายฟีนอล ด้วยบิสมัทวานาเดต	46
3.7 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารประกอบคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง	47
3.7.1 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย	47

สารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

	หน้า
3.7.2 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย สารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	48
3.7.3 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย สารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	49
3.7.4 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย สารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ด้วยบิสเมทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	50
3.7.5 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย สารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	51
3.7.6 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลาย สารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	52
บทที่ 4 วิจัยรณและสรุปลการทดลอง	53
4.1 วิจัยรณผลการทดลอง	53
4.1.1 การเตรียมผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	53
4.1.2 การเตรียมผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	55
4.2 สรุปลการทดลอง	58
4.2.1 การเตรียมผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	58
4.2.2 การเตรียมผงบิสเมทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	58
4.3 ข้อเสนอแนะ	59
เอกสารอ้างอิง	60

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 ปริมาณและมูลค่าการนำเข้าปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืช ระหว่าง ปี พ.ศ. 2541 – 2547	2
1.2 ร้อยละต้นของต้นทุนค่าปุ๋ยและค่ายาปราบศัตรูพืชของพืชชนิดต่างๆ ในปี พ.ศ. 2541 และ พ.ศ. 2547	3
3.1 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของบิสหมั้วนาเดตที่เตรียม โดยวิธีตากตะกอนร่วมทางเคมี	10
3.2 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของบิสหมั้วนาเดตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	27
3.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของผงบิสหมั้วนาเดตโดยวิธีตากตะกอนร่วมทางเคมี	37
3.4 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของผงบิสหมั้วนาเดตโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	43

สารบัญภาพ

ภาพ	หน้า
1.1 โครงสร้างทางเคมีของคลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol)	7
1.2 โครงสร้างทางเคมีของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)	8
1.3 โครงสร้างโมโนคลินิกแบบเฟอร์กูโซไนท์ของบิสมัทวานาเดต	9
1.4 ปฏิกริยาโฟโตแคตตาไลติกส์และโฟโตเคมี	10
1.5 กลไกปฏิกริยาโฟโตแคตตาไลติกส์	11
1.6 ปฏิกริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของไททาเนียมไดออกไซด์	12
1.7 กลไกการสลายตัวของไดคลอโรฟีนอล	13
2.1 แผนผังการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี	25
2.2 แผนผังการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	26
3.1 ลักษณะของบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	29
3.2 ลักษณะของบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ 6 ชั่วโมง	30
3.3 รูปแบบ XRD ของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	31
3.4 รูปแบบ XRD ของบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	32
3.5 SEM ของบิสมัทวานาเดตที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส	34

เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

- 3.6 SEM ของบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 35

ภาพ

หน้า

100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

- 3.7 EDS ของบิสมัทธวานาเดตที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีเฟา
แคลไซต์ที่ อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา
2 ชั่วโมง 37

- 3.8 EDS ของบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 38
100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

- 3.9 สเปกตรัมสำหรับการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอล มาตรฐาน 40

- 3.10 กราฟสารละลายฟีนอล มาตรฐาน ความเข้มข้น 0.5 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร 41

- 3.11 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล ที่ไม่เติมผงบิสมัทธวานาเดต 42

- 3.12 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทธวานาเดต
ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม เฟาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 42

- 3.13 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทธวานาเดต
ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม เฟาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 43

- 3.14 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทธวานาเดต
ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม เฟาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 43

- 3.15 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทธวานาเดต
ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 44

- 3.16 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทธวานาเดต
ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 4 ชั่วโมง 45

3.17 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของ บิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	45
3.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับ เวลา ภาพ โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	46 หน้า
3.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับ เวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	46
3.20 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับเวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	47
3.21 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับเวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	48
3.22 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	49
3.23 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	50
3.24 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี	51
3.25 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	52

สารบัญคำย่อและสัญลักษณ์

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	เมกะปาสคาล
MS	แมสสเปกโตรมิเตอร์
Mw	น้ำหนักโมเลกุล
pA*s	พิโคแอมแปร์. วินาที
SEM	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน
TiO ₂	ไททาเนียมไดออกไซด์
XRD	เครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์
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



การสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟินอลในแหล่งน้ำธรรมชาติจาก
กิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์
ของผงบิสมัธวานาเดต ที่เตรียมผ่านวิธีทางเคมี
DEGRADATION OF CHLOROPHENOL COMPOUNDS IN NATURAL
WATER FROM THE ACTIVITY OF AGRICULTURE BY
PHOTOCATALYTIC OF BISMUTH VANADATE
POWDER PREPARED VIA
CHEMICAL METHOD

ภูสิต ปุกมณี จิราภรณ์ กิติกุล

PUSIT POOKMANEE JIRAPORN KITIKUL

สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่
Program in Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai

บทคัดย่อ

การเตรียมผงบิสมัธวานาเดต (BiVO_4) โดยวิธีการตกตะกอนแบบร่วมทางเคมี สารตั้งต้นที่ใช้คือ บิสมัทไนเตรต และแอมโมเนียมวานาเดต ในอัตราส่วน 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก ทำการตกตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนสารละลายสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7-8 และทำการอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำตะกอนที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสำหรับการเตรียมผงบิสมัธวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้คือ บิสมัทไนเตรต และแอมโมเนียมวานาเดต ในอัตราส่วน 1:1 ปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 7 ให้ความร้อนในชุดไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และทำการอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง การศึกษาโครงสร้างของผงบิสมัธวานาเดต โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ พบว่า สำหรับวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี ผงบิสมัธวานาเดตผ่านการเผาแคลไซน์ มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก สำหรับวิธีไฮโดรเทอร์มอล ผงบิสมัธวานาเดตที่

อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีโครงสร้างเป็นแบบมโนคลินิก โดยไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ การติดตามลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่า ผงบิสมัทธวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี มีรูปร่างกลม และไม่แน่นอน ส่วนวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีรูปร่างคล้ายแท่ง การศึกษาธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของผงบิสมัทธวานาเดต โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบว่า ผงบิสมัทธวานาเดต ประกอบด้วยธาตุออกซิเจน มีระดับพลังงาน K_{α} เท่ากับ 0.525 และ 0.535 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ธาตุบิสมัท มีระดับพลังงาน M_{α} เท่ากับ 2.535 และ 2.545 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ระดับพลังงาน M_{β} มีค่าเท่ากับ 3.186 และ 3.195 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และ ธาตุวานาเดียม มีระดับพลังงาน L_{α} มีค่าเท่ากับ 4.944 และ 4.945 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ การศึกษาประสิทธิภาพการสลายตัวของพีนอล 2-คลอโรพีนอล และ 2,4-ไดคลอโรพีนอล ด้วยผงบิสมัทธวานาเดต โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง พบว่า ผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกสลายพีนอล 2-คลอโรพีนอล และ 2,4-ไดคลอโรพีนอล ได้สูงที่สุด

ABSTRACT

Bismuth vanadate (BiVO_4) powder prepared by chemical precipitation method. Bismuth nitrate and ammonium vanadate were used as the starting precursors with mole ratio of 1:1 in nitric acid solution. Ammonium hydroxide solution was added until the pH final solution of 7-8, dried at 60°C and calcined at 200, 300 and 400°C for 2h. And bismuth vanadate powder prepared by hydrothermal method. Bismuth nitrate and ammonium vanadate were used as precursors with mole ratio of 1:1 and adjusted the pH solution 7. The solution was treated at 100°C for 2, 4 and 6h. The powder was filtered and dried at 60°C for 24h. The phase was studied by X-ray diffractometer (XRD). Monoclinic structure was obtained after calcinations step for chemical precipitation method and without calcined for hydrothermal method. The morphology was investigated by scanning electron microscope (SEM). The particle prepared by chemical precipitation method was spherical and irregular in shape and prepared by hydrothermal method was rod-like in shape. The element composition was indicated by energy dispersive X-ray spectrometer (EDS). The element chemical compositions show the characteristic X-ray energy level follow: oxygen $\text{K}_\alpha = 0.525$ and 0.535 keV, bismuth $\text{M}_\alpha = 2.535$ and 2.545 keV, $\text{M}_\beta = 3.186$ and 3.195 keV and vanadium $\text{L}_\alpha = 4.944$ and 4.945 keV, respectively. The degradation efficiency of phenol, 2-chlorophenol and 2,4-dichlorophenol over bismuth vanadate powder was determine by UV-Vis spectrophotometer and high performance liquid chromatograph. The photocatalytic activities of BiVO_4 powder prepared by chemical precipitation method after calcined at 400°C for 2h and prepared by hydrothermal method at 100°C for 6h were the highest photodegradation efficiency of phenol, 2-chlorophenol and 2,4-dichlorophenol.

บทที่ 1

คำนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

อดิศร (2543) ปัจจุบันมีการขยายตัวทางอุตสาหกรรม และการเพิ่มผลผลิตทางการเกษตร เพื่อรองรับจำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้นอย่างมาก ซึ่งได้ก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมต่างๆ มากมายไม่ว่าจะเป็นปัญหามลพิษทางอากาศ มลพิษทางดินและมลพิษทางน้ำ โดยเฉพาะน้ำเสีย ที่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรมที่มีการปล่อยสารพิษต่างๆ ที่ย่อยสลายได้ยากลงสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ รวมไปถึงการใช้ยาปราบศัตรูพืชในภาคเกษตรกรรม ส่งผลให้มีการปนเปื้อนในสารพิษตกค้างในดิน แหล่งน้ำจากการทำการเกษตร รวมถึงแหล่งน้ำธรรมชาติ จึงก่อให้เกิดปัญหามลพิษทางน้ำและกระจายเข้าสู่ห่วงโซ่อาหาร เป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตทั้งหลาย 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 ปี พ.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 ปริมาณและมูลค่าการนำเข้าปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืช 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 การลดการใช้ปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืชจะทำให้ผลผลิตมีความสะอาดและปลอดภัยแต่ผลผลิตที่ได้รับจะลดลง ดังนั้นถ้าราคาผลผลิตต่ำกว่าเกษตรกรจะมีรายได้ต่ำการที่จะลดปริมาณการใช้ปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืชลงเพื่อให้ผลผลิตสะอาดปลอดภัยคงจะปฏิบัติได้ยาก นอกเสียจากหากลดการใช้ปุ๋ยเคมีและยาปราบศัตรูพืชลงแล้วจะต้องปรับราคาผลผลิตให้สูงพอที่จะทำให้เกษตรกรมีรายได้คุ้มค่านั้นคงจะจูงใจให้เกษตรกรเลือกการผลิตที่ทำให้ผลผลิตสะอาดปลอดภัยและผลิตได้ต่อเนื่องและยั่งยืนต่อไป สมดังปรัชญาที่ว่า ผู้ผลิตต้องอยู่ได้ ผู้บริโภคต้องได้รับความคุ้มครองและจะสำเร็จได้จริงก็ต้องเกิดจากความตั้งใจจริงและร่วมมือกันอย่างจริงจังทั้ง 3 ฝ่าย คือ ภาครัฐ เอกชน และเกษตรกร ซึ่งตัวชี้วัดขณะนี้ยังไม่ชัดเจนเนื่องจากภาครัฐเองมีเพียงนโยบายเท่านั้น แต่ยังไม่มีการขนาดใหญ่ที่เป็นรูปธรรม จนกระทั่งถึงเวลาหนึ่งถึงการยอมรับของเกษตรกรที่ปฏิบัติตามความมั่นคงของราคาและรายได้ของผลผลิตจะต้องกลับมาพิจารณาอีกครั้งหนึ่ง แสดงดังตาราง 1.2

ตาราง 1.2 ร้อยละต้นทุนของต้นทุนค่าปุ๋ยและค่ายาปราบศัตรูพืชของพืชชนิดต่างๆ
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

สารประกอบคลอโรฟีนอล (Chlorophenol compound) เป็นองค์ประกอบในยาปราบศัตรูพืช ที่มีใช้ในภาคเกษตรกรรมและมีใช้กันอย่างกว้างขวางในโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆ สารเหล่านี้เป็นสารพิษที่ก่อมะเร็งเป็นอันตรายทั้งต่อมนุษย์ สัตว์และสิ่งมีชีวิตในน้ำ ทั้งยังเป็นตัวการสำคัญที่ก่อมลพิษทางน้ำ ซึ่งเป็นผลมาจากการปล่อยน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนสารพิษเหล่านี้ของโรงงานอุตสาหกรรมลงสู่แหล่งน้ำลำคลองและน้ำหลากที่ไหลชะล้างในพื้นที่เกษตรกรรมที่มีการสะสมของยาปราบศัตรูพืชจนเกิดการปนเปื้อนในแม่น้ำลำคลองรวมรวมไปถึงน้ำใต้ดิน

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

ดังนั้น จึงได้มีการนำเอาเทคโนโลยีการบำบัดน้ำเสียขั้นสูง มาใช้เพื่อการบำบัดน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนสารประกอบคลอโรฟีนอล เช่น กระบวนการดูดติดถ่านกัมมันต์ (Activated carbon absorption) แต่พบว่า ยังมีข้อเสียเปรียบ ในการเกิดน้ำกลับมาใช้ใหม่ ในกรณีถ่านดังกล่าวหมดสภาพหลังการดูดติด ทำให้เกิดการสิ้นเปลืองพลังงานและค่าใช้จ่ายในการปรับสภาพถ่านดังกล่าวให้กลับมาใช้ได้ใหม่ (Regenerate) เมื่อความสามารถในการดูดติดถึงจุดสูงสุด

วิธีการที่ได้มีการพัฒนาและใช้กันแพร่หลาย สำหรับการบำบัดสารพิษอันตราย รวมไปถึงสารประกอบคลอโรฟีนอล คือ ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ (Photocatalytic) ซึ่งเป็นการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet, UV) หรือใช้แสงวิสิเบิล (Visible) ร่วมกับการกระตุ้นโดยอนุภาคของสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) พบว่า ในการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตหรือใช้แสงวิสิเบิลร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาหรือแคตาลิสต์ (Catalyst) สามารถเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้มากกว่าการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตเพียงอย่างเดียวหรือการใช้สารออกซิไดซ์ต่างๆ เช่น โอโซน (O_3) หรือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ถึงแม้ว่ากระบวนการใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับสารออกซิไดซ์ (UV/O_3 และ UV/H_2O_2) จะมีประสิทธิภาพในการบำบัดสารพิษต่างๆ แต่ราคาต้นทุนของโอโซนและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ มีราคาที่สูงมาก โดยเฉพาะในการใช้งานกับระบบบำบัดน้ำเสียขนาดเล็กและปริมาณการปนเปื้อนของสารพิษมีไม่มากนัก

ดังนั้นการบำบัดน้ำเสียโดยการใช้โดยการให้แสงอัลตราไวโอเลตหรือให้แสงวิสิเบิลร่วมกับสารกึ่งตัวนำ (UV-Visible/Semiconductor) จึงเป็นที่สนใจในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูง และประสบผลสำเร็จในการนำมาใช้กำจัดสารพิษต่างๆ รวมทั้งยังสามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ ได้อย่างมากมายหลายชนิด แต่วิธีนี้ก็ยังมีความซับซ้อนอยู่บ้าง ในกรณีที่ต้องการกำจัดสารบางชนิดที่มีโครงสร้างซับซ้อนก็จำเป็นต้องฉายแสงอัลตราไวโอเลตหรือให้แสงวิสิเบิลเป็นเวลานานมาก ซึ่งบางครั้งอาจจะนานกว่าการบำบัดด้วยวิธีอื่นๆ เช่น การใช้สารเคมีเป็นตัวออกซิไดซ์ (Oxidizing agent) และหากปฏิกิริยาการย่อยสลายเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ จะทำให้เกิดสารตัวกลาง (Intermediate) ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ที่มีความเป็นพิษสูงกว่าในสารตั้งต้นที่ต้องการกำจัด ซึ่งหากปล่อยลงสู่แหล่งน้ำก็จะทำให้เกิดมลพิษต่อไปได้

สำหรับงานวิจัยนี้ จะได้ใช้ผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีทางเคมี ในการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอลในแหล่งน้ำธรรมชาติ จากกิจกรรมทางภาคเกษตรกรรม

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมผงบิสมัทธวานาเดต โดยวิธีทางเคมี คือ วิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1.2.2 เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและเคมีของผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี และวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1.2.3 เพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพในการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอลโดยใช้แสงร่วมกับผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1.2.4 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพระหว่างผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอลกับผงบิสมัทธวานาเดตที่มีขายโดยทั่วไปตามท้องตลาด ที่ใช้ในการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล

1.2.5 เพื่อนำความรู้ที่ได้ไปประยุกต์ใช้ในการกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอล ในแหล่งน้ำจากการทำการเกษตร

1.3. ขอบเขตของโครงการวิจัย

การสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอลโดยใช้แสงวิสิเบิลร่วมกับผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีขอบเขตของการวิจัยดังต่อไปนี้

1.3.1 ทำการเตรียมผงบิสม์ธวานาเดต โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีและวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1.3.2 ทำการหาลักษณะเฉพาะของผงบิสม์ธวานาเดต โดย

1. เทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน สเปกโทรสโคปี

โดยทำการวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างและวัฏภาค ของผงบิสม์ธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบโมโนคลินิกและเตตระโกนอล

2. เทคนิคการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว

โดยวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของผงบิสม์ธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยมีพื้นที่ผิวประมาณ 50 ตารางเมตร/กรัม

3. เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เพื่อหาลักษณะสัณฐานวิทยาของผงบิสม์ธวานาเดต ที่เตรียมได้โดยมีรูปร่างเป็นแบบทรงกลมหรือแผ่น และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ประมาณ 100 นาโนเมตร

1.3.3 ทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานคลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100-500 พีพีเอ็ม โดยทำการเตรียมความเข้มข้นที่สูงกว่าความเข้มข้นที่ได้จากการทบทวนเอกสาร เพื่อที่จะได้ผลการทดลอง ทางด้านประสิทธิภาพในการกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอลได้มากกว่า

1.3.4 ทำการศึกษาการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอล โดยแสงวิสิเบิล ร่วมกับผงบิสม์ธวานาเดต ของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ภายใต้สภาวะ ดังต่อไปนี้

1. ความเข้มข้นของสารละลายคลอโรฟีนอล
2. ปริมาณของผงบิสม์ธวานาเดต
3. ค่าความเป็นกรด-ด่าง
4. ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

ซึ่งทำการเปรียบเทียบกับผลการทบทวนเอกสาร ในแต่ละปัจจัยว่า มีผลต่อการกำจัดสารประกอบคลอโรฟีนอล ในแหล่งน้ำธรรมชาติได้

1.3.5 ทำการหาความเข้มข้นของสารประกอบคลอโรฟีนอล ก่อนและหลังปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ โดยเทคนิคสเปกโทรสโคปีและโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

1.3.6 ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสลายตัวของสารประกอบคลอโรฟีนอลโดยแสงระหว่างผงบิสม์ธวานาเดตที่เตรียมได้กับผงที่มีขายโดยทั่วไปตามท้องตลาด

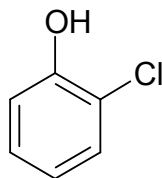
1.4 ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวคิดของโครงการวิจัย

1.4.1 คลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol)

คลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol, 2CP) มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองอำพัน เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นอนุพันธ์ของฟีนอล ถูกนำมาใช้เป็น ยาฆ่าเชื้อ และสารกำจัดศัตรูพืช (<http://en.wikipedia.org/wiki/2-Chlorophenol>) เมื่อหายใจเข้าไปก่อให้เกิดอันตรายต่อทางเดินหายใจ เกิดอาการไอ และหายใจลำบาก เมื่อสัมผัสถูกผิวหนังจะทำให้เกิดการระคายเคืองเล็กน้อย เมื่อได้รับปริมาณมาก อาจเกิดระบบหายใจล้มเหลว ความดันโลหิตสูง เป็นไข้ หมดสติ (http://www.merck-chemicals.com/thailand/2-chlorophenol/MDA_CHEM-802253/thai/p_uuid)

สูตรโมเลกุล	C_6H_5ClO
น้ำหนักโมเลกุล	128.56 กรัมต่อโมล
จุดเดือด	174.9 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	9.4 องศาเซลเซียส
ความถ่วงจำเพาะ	1.2634 (20 องศาเซลเซียส)
ความสามารถในการละลายน้ำ	20 กรัมต่อลิตร (20 องศาเซลเซียส)

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของคลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol) แสดงดังภาพ 1.1



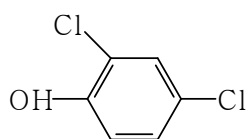
ภาพ 1.1 โครงสร้างทางเคมีของคลอโรฟีนอล (2-Chlorophenol)

1.4.2 ไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)

ไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol, 2,4-DCP) มีลักษณะเป็นผลึกใสไม่มีสีจนถึงสีเหลือง มีกลิ่นเหม็นฉุนหรือกลิ่นยา เป็นสารก่อมะเร็ง และทำให้เกิดความบกพร่องทางพันธุกรรม เป็นพิษรุนแรงต่อเยื่อช่องท้องและเป็นพิษปานกลางต่อระบบทางเดินอาหารและผิวหนัง สามารถติดไฟได้เมื่อสัมผัสเปลวไฟ 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)
ความหนาแน่นในสถานะก๊าซ	5.62 กรัมต่อลิตร
ความสามารถในการละลายน้ำ	5,000 กรัมต่อลิตร (25 องศาเซลเซียส)

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol) แสดงดังภาพ 1.2



ภาพ 1.2 โครงสร้างทางเคมีของไดคลอโรฟีนอล (2,4-Dichlorophenol)

1.4.3 บิสมัทวานาเดต (Bismuth vanadate)

บิสมัทวานาเดต ($BiVO_4$) (Kudo et al., 1998, 1999) ประกอบด้วยบิสมัทหนึ่งอะตอม วานาเดียมหนึ่งอะตอม และออกซิเจนสี่อะตอม เป็นสารที่มีคุณสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริก (ferroelectric) และวัสดุโฟโตแคตาลิสต์กึ่งตัวนำ ซึ่งคุณสมบัตินี้เหมือนกับสารอิเล็กทรอนิกส์หรือโลหะแคโทดในเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ที่เป็นของแข็ง (Tokunaga et al., 2001) ผงบิสมัทวานาเดตสามารถเกิดปฏิกิริยาดีไฮโดรจิเนตเปลี่ยนเอธิลเบนซินเป็นสไตรีนได้ บิสมัทวานาเดตเป็นสารที่มีสี

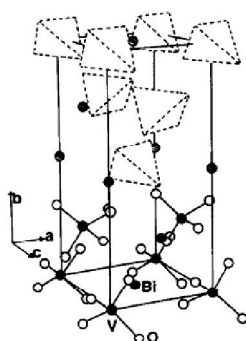
เหลือง ใช้เป็นตัวเติมในการผลิตประเภท สีทาแทนตะกั่วและแคดเมียม เนื่องจากเป็นสารที่มีสมรรถภาพสูงและไม่มีพิษต่อระบบนิเวศ

1.4.3.1 คุณสมบัติของบิสมัทวานาเดต

(<http://jsmchem.co.kr/msds/MSDS-YELLOW.doc>)

สูตรโมเลกุล	BiVO_4
ชื่อ	Bismuth vanadate
น้ำหนักโมเลกุล	395.92
สี	เหลือง
ลักษณะ	ของแข็ง
จุดหลอมเหลว	ประมาณ 1000 องศาเซลเซียส

Bhattacharya et al., 1997 และ Lin et al., 1996 พบว่าบิสมัทวานาเดตจะมีเฟสของผลึกอยู่ 3 เฟสคือ โมโนคลินิก (monoclinic) แบบเฟอร์กูโซไนท์ (fergusonite) โมโนคลินิก แบบชีไลท์ (sheelite) และเตตระโกนอล (tetragonal) แบบเซอคอน (zircon) ทั้งสามโครงสร้างนี้สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 225 องศาเซลเซียส ซึ่งการเตรียมบิสมัทวานาเดตที่มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก สามารถเตรียมในกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิสูง ส่วนโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลได้จากกระบวนการเตรียมที่อุณหภูมิต่ำ



ภาพ 1.3 โครงสร้างโมโนคลินิกแบบเฟอร์กูโซไนท์ของบิสมัทวานาเดต จาก Lin et al., 1996

1.4.3.2 การเตรียมผงบิสมัทวานาเดต

การเตรียมบิสมัทธวานาเดต สามารถเตรียมโดยวิธีทางเคมีหลายวิธีด้วยกันนักวิจัยหลาย ๆ ท่านมุ่งสนใจในการออกแบบวิธีเตรียมในวิธีทางที่จะทำให้ผลิตภัณฑ์มีคุณสมบัติที่สมบูรณ์และมีประสิทธิภาพ มีวิธีดังต่อไปนี้

1. วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method)

Wood และ Glasser, 2004 เตรียมบิสมัทธวานาเดตโดยวิธีการตกตะกอนร่วม สามารถเตรียมได้โดยวิธีออกซาเลต เป็นกระบวนการของการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารละลายแอมโมเนียมเมธวานาเดต (NH_4VO_3) และบิสมัทไนเตรท ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$) ในกรดไนตริก ด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ซึ่งจะตกตะกอนสมบูรณ์ที่ค่า pH ประมาณ 1.0 ได้ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารช่วยตกตะกอน จะได้ตะกอนที่มีโครงสร้างเป็นแบบเซอร์คอน นำตะกอนที่ได้ไปเผา แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200-450 องศาเซลเซียส จะได้ตะกอนที่มีโครงสร้างเป็นซีไลต์

2. วิธีซอลเจล (Sol-gel method)

Hirota et al., 1992 เตรียมบิสมัทธวานาเดตโดยวิธีซอล-เจล ทำการละลายสารประกอบบิสมัทไนเตรท ด้วยเอทานอลโดยให้ความร้อน หลังจากเย็นแล้วเติมวานาดีลเพนทอกไซด์ การไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นเมื่อเติมน้ำในปริมาณมากเกินไปในเอทานอล หลังจากนั้นกระบวนการทำเจลจะใช้เวลาไม่เกิน 24 ชั่วโมงขึ้นอยู่กับปริมาณกรดที่ใช้ และการเติมอะซิติกแอซิดเข้าไปในเจลอะซิเตรตเพื่อการเปลี่ยนแปลงให้สารอยู่ในรูปคอลลอยด์ก็คือ เจล ซึ่งจะให้ผลผลิตเป็นสารประกอบเชิงซ้อนชนิดคีเลตที่แข็งแรงกับโลหะ แล้วนำไปเผาแคลไซน์จะได้อนุภาคขนาดไมโครเมตร

3. วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

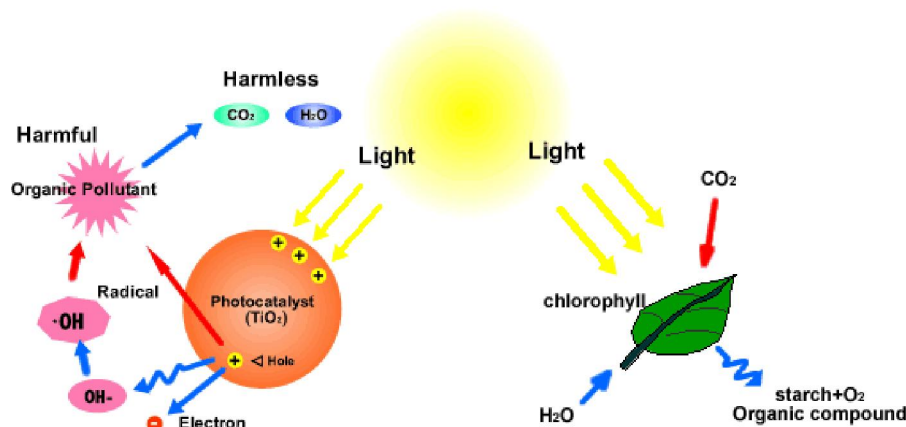
Liu et al., 2003 เตรียมบิสมัทธวานาโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยการเกิดปฏิกิริยาโดยตรงระหว่างของเหลว คือ การเติมสารละลายบิสมัทไนเตรท ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$) ลงในสารละลายวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) หรือโซเดียมเมธวานาเดต (NaVO_3) ภายใต้อุณหภูมิ 100 ถึง 200 องศาเซลเซียสและค่า pH ประมาณ 7.0 จากนั้นจะเกิดกระบวนการของอนุภาคบิสมัทธวานาเดต นำสารละลายที่ได้ไปเข้าเครื่องไฮโดรเทอร์มอล โดยควบคุมความร้อนและเวลาที่ทำปฏิกิริยาจะได้ตะกอนของบิสมัทธวานาเดต ที่มีอนุภาคขนาดไมโครเมตร

1.4.4 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์

ปฏิกิริยาโฟโตเคมี (photochemistry) เป็นปฏิกิริยาที่ใช้แสงเป็นตัวกระตุ้นโมเลกุลของสาร และถ้ามีการกระตุ้นร่วมกับตัวแคตตาลิซิสแล้ว เราจะเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวว่า

ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ (photocatalytic) ซึ่งโดยปกติแล้ว ปฏิกิริยาดังกล่าวจะต้อง ประกอบด้วยตัวแคตตาลิซิส พลังงานแสง น้ำ และแก๊สออกซิเจน แสดงดังภาพ 1.4

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



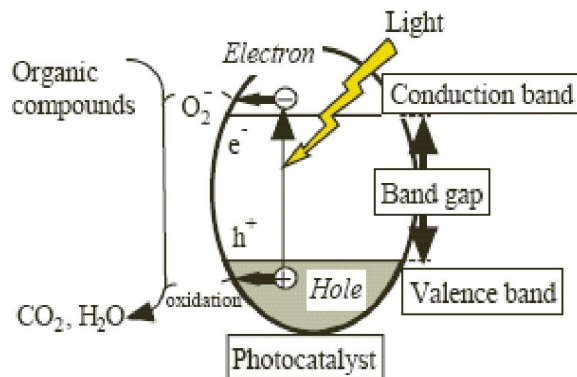
ภาพ 1.4 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์และโฟโตเคมี

1.4.5 กลไกของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการบำบัดสารอินทรีย์โดยทั่วไปนั้น จะเกิดจากการที่บริเวณผิวของสารประเภทโฟโตแคตตาลิซิส ที่มีช่องว่าง (hole) จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) และน้ำ (H_2O) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ($\text{OH}^\bullet$) และเรดิคัลตัวอื่น ส่วนที่บริเวณผิวของสารประเภท โฟโตแคตตาลิซิส ที่มีอิเล็กตรอนจะเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับออกซิเจน (O_2) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ ไอออนเรดิคัล ($\text{O}_2^{\bullet -}$) เพอร์ไฮดรอกซิลเรดิคัล ($\text{HO}_2^\bullet$) และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) จะเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างน้ำ (H_2O) กับซูเปอร์ออกไซด์ไอออนเรดิคัล ($\text{O}_2^{\bullet -}$) โดยสามารถเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล ($\text{OH}^\bullet$) ได้อีก

ในขณะที่สภาวะที่มีแก๊สออกซิเจนไม่เพียงพอ จะทำให้โปรตอน (H^+) ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของน้ำ เข้ามาจับอิเล็กตรอน แทนเกิดเป็นไฮโดรเจนเรดิคัล ($\text{H}^\bullet$) โดยจากการศึกษา พบว่าไฮโดรเจนเรดิคัล จะทำหน้าที่เป็นตัวออกซิแดนซ์หลักในปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ เนื่องจากไฮโดรเจนเรดิคัล เป็นสารที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา

เนื่องจากไฮดรอกซิลเรดิคอล ($\text{OH}^\bullet$) และช่องว่างที่ผิวของตัวแคตาลิสต์ มีคุณสมบัติเป็นประจุบวก การออกซิไดซ์ของช่องว่างกับไฮดรอกไซด์ไอออน จะเกิดไฮดรอกซิลเรดิคอล และขณะเดียวกันช่องว่างเกิดการออกซิไดซ์กับสารอินทรีย์ด้วย แสดงดังรูป 5 (<http://www.tipe.com.cn/library/kb2502.htm>)

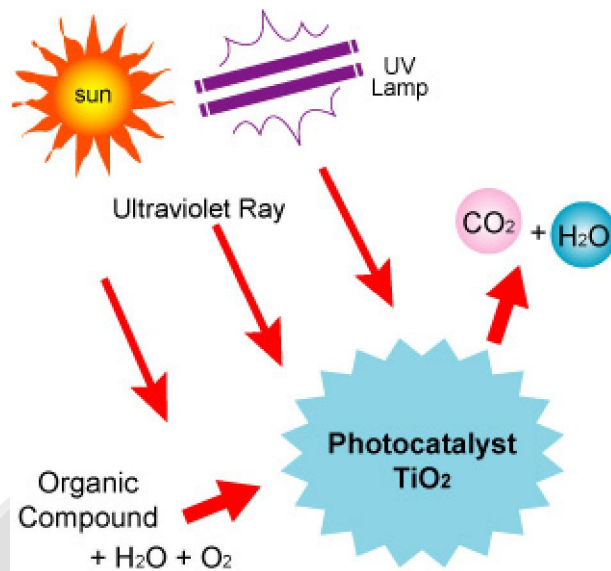


ภาพ 1.5 กลไกปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ จึงเกิดได้ 2 กระบวนการ คือ

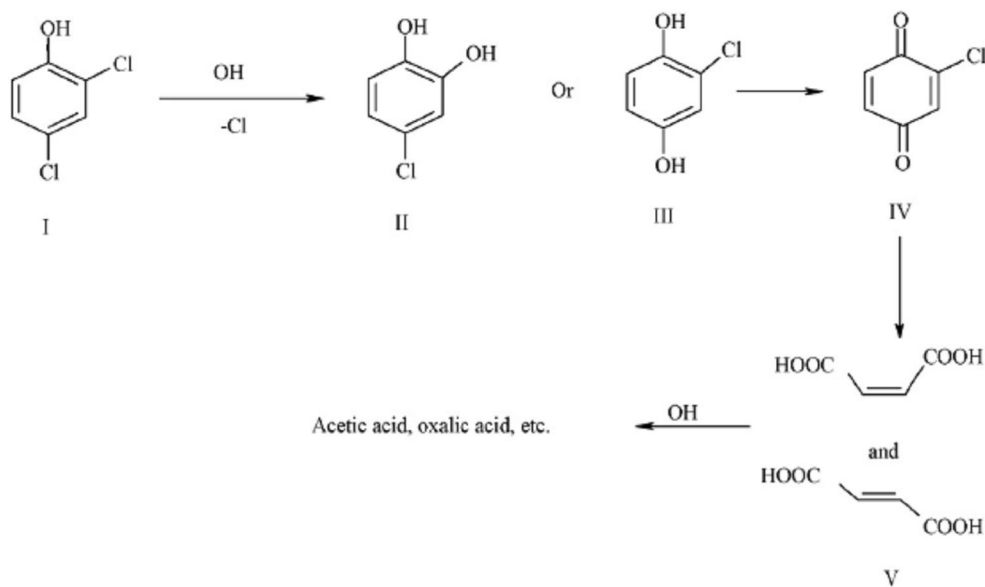
1. การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของช่องว่างกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) และน้ำ (H_2O) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคอล ($\text{OH}^\bullet$) และปฏิกิริยารีดักชันของอิเล็กตรอนกับออกซิเจน (O_2) หรือไฮโดรเจน ไอออน (H^+) เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ไอออนเรดิคอล ($\text{O}_2^\bullet$) เปอร์ไฮดรอกซิลเรดิคอล ($\text{HO}_2^\bullet$) หรือ ไฮโดรเจนเรดิคอล ($\text{H}^\bullet$)
2. การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารอินทรีย์ที่ดูดติดบนช่องว่าง (hole) ของตัวแคตาลิสต์

ดังนั้น การเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ พบว่า ตัวปฏิกิริยาหลักที่เกิด คือ ไฮดรอกซิลเรดิคอล ($\text{OH}^\bullet$) กับสารอินทรีย์ ส่วนการเกิดปฏิกิริยาระหว่างช่องว่างกับสารอินทรีย์นั้น เป็นปฏิกิริยารอง ซึ่งเกิดขึ้นได้น้อยกว่า



ภาพ 1.6 ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของไททาเนียมไดออกไซด์

Zhang et al., 2007 ได้ทำการศึกษากลไกการสลายตัวของไดคลอโรฟีนอลโดยปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ พบว่า เกิดการสลายตัวได้กรดอะซีติกและกรดออกซาลิก ซึ่งเป็นสารที่ไม่มีพิษ (non-toxic)



ภาพ 1.7 กลไกการสลายตัวของไดคลอโรฟีนอล

1.5 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง

Zhou et al., 2006 ได้ทำการสังเคราะห์โฟโตแคตาไลสต์ บิสมัทวานาเดต โดยวิธีโซโนเคมี (sonochemical method) โครงสร้างผลึกที่ได้เป็นแบบโมโนคลินิก (monoclinic scheelite) ผงที่ได้มีพื้นที่ผิวมาก มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย ประมาณ 50 นาโนเมตร ผงนาโนบิสมัทวานาเดต แสดงการดูดกลืนแสงในช่วงแสงวิสิเบิล โดยมีขนาดช่วงระดับพลังงาน เท่ากับ 2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ สังเกตได้จากแสงเป็นสีน้ำเงิน กิจกรรมของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่มีผลต่อการกำจัดเมธิลอร์เรนจ์ ภายใต้แสงวิสิเบิล ที่ความยาวคลื่น มากกว่า 400 นาโนเมตร โดยมีประสิทธิภาพในการกำจัด เท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 30 นาทีซึ่งมีค่าสูงกว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้โดยวิธีโซลิดสเตท ประมาณ 8 เปอร์เซ็นต์ และสูงกว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์ ประมาณ 6 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้เงื่อนไขของการทดลองเดียวกัน

Bhattacharya et al., 1997 ได้ทำการสังเคราะห์บิสมัทวานาเดต โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมีที่มีการควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่างและอุณหภูมิ ผลึกที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบเตตระโกนอล ซินิเซอริคอน (zircon-type tetragonal) และเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 350-400 องศาเซลเซียส ผลึกจะมีการเปลี่ยนโครงสร้างไปเป็นโมโนคลินิก (monoclinic)

Wood และ Glasser, 2004 ได้ทำการสังเคราะห์บิสมัทวานาเดต โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี โครงสร้างของผลึกที่ได้จะเป็นแบบซอร์คอน (zircon) หรือซีไลท์ (scheelite) ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขในการตกตะกอน จะพบว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์จะมีผลต่อการเปลี่ยนรูปผลึกด้วย

Liu et al., 2003 ได้ทำการสังเคราะห์ผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารละลายที่ใช้ในการทดลอง คือ สารละลายบิสมัทไนเตรด ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$) สารละลายวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) และสารละลายโซเดียมเมธวานาเดต (NaVO_3) ทำการหาลักษณะเฉพาะของผงดังกล่าวโดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน รามาน สเปกโทรสโคปี ฟลูออโรอินฟราเรด สเปกโทรสโคปี และจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถเตรียมผงบิสมัทวานาเดต ที่มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก ภายใต้อุณหภูมิ 200 และ 140 องศาเซลเซียส จากสารละลายวานาเดียมเพนทอกไซด์และสารละลายโซเดียมเมธวานาเดต ตามลำดับ ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นแบบเข็ม (rod-like) ขนาดเล็กและเป็นแบบแผ่น (plate)

Gotic et al., 2005 ได้ทำการสังเคราะห์ผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โครงสร้างผลึกที่ได้เป็นแบบโมโนคลินิก โดยมีขนาดอนุภาค มีค่าเท่ากับ 0.3-1.2 ไมโครเมตร

Zhang et al., 2007 ได้ทำการสังเคราะห์ผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โครงสร้างผลึกที่ได้เป็นแบบเตตระโกนอลและโมโนคลินิก ทำการหาลักษณะเฉพาะของผงดังกล่าว โดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน การดูดซับแก๊สไนโตรเจน จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโคปี ชนิดการสะท้อน กิจกรรมของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่มีผลต่อการกำจัดสารละลายเมธิลีนบลู ภายใต้แสงวิสิเบิล ที่ความยาวคลื่น มากกว่า 420 นาโนเมตร และทำการเปรียบเทียบกับผงไททาเนียมไดออกไซด์ และพบว่า ระดับช่องว่างของแถบพลังงาน (band gaps) ของผงบิสมัทวานาเดต ที่มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก มีค่าเท่ากับ 2.34 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งจะมีค่าโฟโตแคตาไลติกส์สูงกว่าผงบิสมัทวานาเดต ที่มีโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล ที่มีระดับช่องว่างของแถบพลังงาน เท่ากับ 3.11 อิเล็กตรอนโวลต์

Satuf et al., 2008 ได้ทำการศึกษาจลนศาสตร์ของการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล โดยไททาเนียมไดออกไซด์ที่ใช้เป็นตัวโฟโตแคตาไลต์ส่วมกับแสงอัลตราไวโอเลต สามารถวิเคราะห์หาสารตัวกลางหรืออินเทอร์มีเดียต ได้ทั้งทางด้านคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ ปัจจัยและเงื่อนไขที่มีผลต่อการทดลอง คือ ความเข้มข้นของตัวแคตาไลต์ ความเข้มของแสงอัลตราไวโอเลตและความยาวของภาชนะที่ใช้ในการทดลอง

Hameed et al., 2008 การศึกษาการดูดซับของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล ที่มีความเข้มข้นในช่วง 25-200 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 28 องศาเซลเซียส โดยใช้ถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ที่ได้จากขี้เลื่อยของต้นหวาย (rattan sawdust) โดยมีเงื่อนไขของการทดลอง คือ ค่าความเป็นกรด-ด่างเริ่มต้น ระยะเวลาและความเข้มข้นเริ่มต้น อัตราการดูดซับของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล เป็นปฏิกิริยาอันดับสองเหมือน

Hamdaoui และ Naffrechoux, 2009 ได้ทำการศึกษาจลนศาสตร์การดูดซับของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล (4-CP) ที่มี 10 % บิวทิล แอลกอฮอล์ ในสารละลายดังกล่าว โดยใช้ถ่านกัมมันต์ชนิดเม็ด ภายใต้คลื่นเสียงอัลตรา (ultrasound) ที่ระดับความถี่ เท่ากับ 516, 800 และ 1660 กิโลเฮิร์ตซ์ และกำลังของคลื่นเสียง เท่ากับ 15.2, 21.5, 31.1 และ 38.3 วัตต์ พบว่าการศึกษาการดูดซับดังกล่าว สามารถอธิบายกลไกได้ว่า การดูดซับที่มีการใช้คลื่นเสียงอัลตราวร่วม จะมีประสิทธิภาพเพิ่มการการดูดซับที่มากขึ้น โดยภายใต้กำลังของคลื่นเสียง เท่ากับ 38.3 วัตต์ สามารถกำจัด 4-คลอโรฟีนอล ได้เท่ากับ 99 เปอร์เซ็นต์ โดยวิธีปกติจะสามารถกำจัดได้เพียง 60 เปอร์เซ็นต์ เท่านั้น

Andini et al., 2008 ได้ทำการศึกษาการดูดซับของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล (2-CP) 2-คลอโรอะนิลีน (CA) และเมธิลีนบลู (MB) โดยถ่านกัมมันต์ที่ได้จากน้ำมันเชื้อเพลิง พบว่า

ความสามารถในการดูดซับของสารตัวอย่างทั้ง 3 ชนิดมีค่าที่แตกต่างกัน โดยสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล (2-CP) มีค่าเท่ากับ 70 มิลลิกรัมต่อกรัม 2-คลอโรอะนิลีน (CA) เท่ากับ 39 มิลลิกรัมต่อกรัม และเมธิลีนบลู (MB) เท่ากับ 47 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ

Chaliha และ Bhattacharyya, 2008 ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพของ Mn (II)-MCM41 ซึ่งใช้เป็นตัวแคตตาลิสต์ สำหรับการออกซิเดชันของ 2-คลอโรฟีนอล (2-CP) 2,4-ไดคลอโรฟีนอล (2,4-DCP) และ 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล (2,4,6-TCP) ในน้ำที่มีและปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ สามารถเตรียม Mn(II)-MCM41 โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและทำให้มีตัวร่วมกัน ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างโดยใช้เทคนิคเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟรคชันและฟูเรียร์อินฟราเรด สเปกโทรสโคปี และทำการวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียที่เจือใน MCM41 โดยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชัน สเปกโทรสโคปี

สำหรับการทดลองของ Mn(II)-MCM41 ที่มีและปราศจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ พบว่าการออกซิเดชันของ 2-คลอโรฟีนอล (2-CP) 2,4-ไดคลอโรฟีนอล (2,4-DCP) และ 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล (2,4,6-TCP) มีค่าเท่ากับ 90.3, 78.0 และ 75.0 % และ 91.1, 85.0, 79.7 % ตามลำดับ

Watts และ Cooper, 2008 ได้ทำการศึกษาการเติมผงไททาเนียมไดออกไซด์ลงในคอนกรีตที่ใช้เป็นตัวประสาน (concrete sealer) เพื่อใช้ในการเตรียมพื้นที่ผิวของคอนกรีตภายในรีแอคเตอร์ของพอลิไวนิลคลอไรด์ (PVC) การศึกษาประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ในการทำจัดการละลาย 4-คลอโรฟีนอล (4-CP) ความเข้มข้น 4 มิลลิกรัมต่อลิตร ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต พบว่า 4-คลอโรฟีนอล (4-CP) มีการสลายตัวของปฏิกิริยาเป็นแบบปฏิกิริยาอันดับศูนย์

Wahab et al., 2008 ได้ทำการศึกษาการดูดซับและการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล (4-CP) โดยไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอะนาเทส

Lin et al., 2008 ได้ทำการศึกษาการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล (4-CP) โดยไททาเนียมไดออกไซด์ร่วมกับทั้งสแตโนออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ร่วมกับทินออกไซด์ ทำการศึกษาคูณสมบัติของโฟโตแคตตาลิสต์ โดยเทคนิคการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว ยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโคปี จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟรคชัน

ระบบของไททาเนียมไดออกไซด์ร่วมกับทั้งสแตโนออกไซด์ มีระดับความยาวของขอบเขตมีค่าเพิ่มขึ้นถึง 475 นาโนเมตร และมีค่าระดับช่องว่างพลังงานลดลง เท่ากับ 2.61 อิเล็กตรอนโวลต์ เมื่อเปรียบเทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้มีประสิทธิภาพการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล

(4-CP) มีค่ามากกว่าระบบของไททาเนียมไดออกไซด์ หรือ ทังสเตนออกไซด์ ที่เป็นระบบเดี่ยว ที่ความยาวคลื่น เท่ากับ 435 นาโนเมตร

ระบบของไททาเนียมไดออกไซด์ร่วมกับทินออกไซด์ ที่ความยาวคลื่น เท่ากับ 369 นาโนเมตรมีประสิทธิภาพในการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล (4-CP) มีค่ามากกว่าระบบของไททาเนียมไดออกไซด์ หรือ ทินออกไซด์ ที่เป็นระบบเดี่ยว เพียงเล็กน้อย

Xie et al., 2006 ได้ทำการศึกษาคอนสุมัตติทางโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัทธวานาเดต ที่มีโครงสร้างเป็นแบบโมโนคลินิก ภายใต้แสงวิสิเบิลของสารประกอบฟีนอลและปฏิกิริยาโฟโตรีดักชันของโครเมียม (Cr(VI)) ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในแต่ละปฏิกิริยาระหว่างปฏิกิริยาของสารละลายฟีนอลและปฏิกิริยาโฟตรีดักชันของโครเมียม (Cr(VI)) พบว่า มีอัตราการปฏิกิริยาที่ช้ามาก เมื่อเปลี่ยนสภาวะโดยใช้ปฏิกิริยารวมทั้ง 2 ชนิด พบว่า มีการเกิดอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่เร็วกว่าเมื่อใช้ปฏิกิริยาเดียว โดยมีค่าอัตราปฏิกิริยาสูงกว่า ประมาณ 6 เท่า และมีอันดับของปฏิกิริยา (Order reaction) เท่ากับ 1 โดยมีค่าคงที่อัตรา (Rate constant) เท่ากับ 0.0314 ต่อ นาที

Kohtani et al., 2003 ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของบิสมัทธวานาเดต เพื่อใช้ในการกำจัดสารประกอบอัลคิลฟีนอล (4-n-alkylphenols) ภายใต้แสงวิสิเบิล อัตราการสลายตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อจำนวนความยาวของหมู่แอลคิลที่ยาวขึ้น ค่าครึ่งชีวิตของโนนิลฟีนอล (4-n-nonylphenol) มีค่าเท่ากับ 18 นาที โดยมีค่าครึ่งชีวิตที่น้อยกว่าฟีนอล ประมาณ 8 เท่า อัตราการสลายตัวของเฮปทิลฟีนอลออกทิลฟีนอล และโนนิลฟีนอลเป็นปฏิกิริยาอันดับศูนย์บิสมัทธวานาเดตมีพื้นที่ผิวมาก ซึ่งเพียงพอ สำหรับการใช้ในการสลายตัวสารประกอบฟีนอลที่มีหมู่แอลคิล ที่มีสายยาวเพิ่มมากขึ้น

Kohtani et al., 2005 ได้ทำการปรับปรุงคุณสมบัติทางการดูดซับและโฟโตแคตาไลติกส์ ในการสลายตัวของสารประกอบอัลคิลฟีนอล โดยบิสมัทธวานาเดตที่มีการเจืออนุภาคนาโนขนาดเล็กของเงิน (Ag) พบว่า ประสิทธิภาพในการดูดซับสารประกอบโนนิลฟีนอล (4-n-nonylphenol, NP) และออกทิลฟีนอล (4-n-octylphenol, OP) ได้ดี และการสลายตัวสารประกอบโนนิลฟีนอล มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเจืออนุภาคนาโนขนาดเล็กของเงินลงในผงบิสมัทธวานาเดต

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 สารเคมี

ชื่อสารเคมี	เกรด/ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิตประเทศ
1. กรดไนตริก (HNO_3)	65% v/v	Merck Germany
2. บิสมัทไนเตรต ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	99.0%	Ajax Australia
3. ฟีนอล ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$)	99.5% v/v	Odczynniki Poland
4. 2-คลอโรฟีนอล ($\text{C}_6\text{H}_5\text{ClO}$)	98% v/v	Fluka England
5. 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ($\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2\text{O}$)	97% w/v	Fluka England
6. เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)	95% v/v	Merck Germany
7. แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ (NH_4OH)	25% v/v	Panreac England
8. แอมโมเนียม วานาเดต (NH_4VO_3)	25% v/v	Ajax Australia

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิตและรุ่น	ประเทศ
1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)	JEOL รุ่น JSM-5410	Japan
2. โกร่งบด (Mortar)	-	-
3. เครื่องชั่งชนิด 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)	Mettler Toledo รุ่น AB304-5	Switzerland
4. เครื่องเคลือบทองด้วยสุญญากาศ (Fine coater)	JEOL รุ่น JFC-1200	Japan
5. เครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer)	Oxford รุ่น ISIS 300	England
6. เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer)	HITACHI รุ่น UV-2900	Japan
7. เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	Agilent Technologies	USA

(High performance liquid chromatograp)	รุ่น 1100	
8. เครื่องเหวี่ยงสุญญากาศ	LABQUIF	England
(Centrifuge)	รุ่น 1000 Series	
9. เครื่องอัลตราโซนิก	Labquid	England
(Ultrasonic)	รุ่น 136H	
10. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	EOL	Japan
(X-ray diffractometer)	รุ่น JDX-3530	
11. ชุดไฮโดรเทอร์มอล	Berghof	Germany
(Hydrothermal vessel)	รุ่น HR-500	
12. ตู้อบอุณหภูมิ	Gallenkamp	England
(Oven)		
13. แผ่นกรอง	FILTREX	Thailand
(Filter)	0.45 micron, 15 mm	
14. หลอดวิสิเบิล	Philips	Thailand
(Visble lamp)	รุ่น 60 W	

2.3. การเตรียมสารเคมี

2.3.1 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์

1. ปิเปตสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 30% ปริมาตร 53 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.2 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 4.0 โมลาร์

1. ปิเปตสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 68.5% ปริมาตร 26.04 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.3 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมวานาเดต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์

1. ชั่งแอมโมเนียมวานาเดต หนัก 1.4920 กรัม ละลายด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 4 โมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ในปิ๊กเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก คนสารจนสารละลายหมด

2. เทลงในขวดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4 โมลาร์ ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.4 การเตรียมสารละลายบิสมัทไนเตรต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์

1. ชั่งบิสมัทไนเตรต เพนตะไฮเดรต หนัก 6.1871 กรัม ละลายด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 4 โมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร ในปิ๊กเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กจนสารละลายหมด

2. เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 4 โมลาร์ ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.5 การเตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ชั่งฟีนอล หนัก 0.1 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในปิ๊กเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กจนสารละลายหมด

2. เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.6 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิ๊ป 2-คลอโรฟีนอล ปริมาตร 200 ไมโครลิตร ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

2.3.7 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ชั่ง 2,4-ไดคลอโรฟีนอล หนัก 0.0010 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนในบีกเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร คนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กคนสารจนสารละลายหมด
2. เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.8 การเตรียมสารละลายฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ

2.3.9 การเตรียมสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

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

2.3.10 การเตรียมสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เข้มข้น 5.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

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

2.3.11 การเตรียมสารละลายฟีนอล ความเข้มข้นมาตรฐาน

1. ปิเปตสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 และ 8.0 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ จะได้สารละลายฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 0.25, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2.4 วิธีการทดลอง

2.4.1 การเตรียมผงบิสฟิโนล A โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

1. นำสารละลายบิสมัทไนเตรต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์ และสารละลายแอมโมเนียมวานาเดต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์ มาอย่างละ 25 มิลลิลิตร
2. ผสมสารละลายทั้งสองในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกรดไฮโดรอกไซด์เข้มข้น 4 โมลาร์ ภายใต้การคนด้วยแท่งแม่เหล็กคนสาร จนค่าความเป็นกรด-ด่าง มีค่าประมาณ 7-8 ตะกอนมีสีเหลืองจะเกิดสมบูรณ์
3. อบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำผงตะกอนไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.4.2 การเตรียมผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1. นำสารละลายบิสมัทไนเตรต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์ และสารละลายแอมโมเนียมวานาเดต ความเข้มข้น 0.50 โมลาร์ มาอย่างละ 25 มิลลิลิตร
2. ผสมสารละลายทั้งสองในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับค่าความเป็นกรดต่างให้เท่ากับ 7 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4 โมลาร์ คนด้วยแท่งแม่เหล็กคนสาร เป็นเวลา 30 นาที
3. รินสารละลายผสมดังกล่าว ลงในชุดไฮโดรเทอร์มอล
4. นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง
5. ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนจนกระทั่งได้ค่าความเป็นกรดต่างสุดท้ายเท่ากับ 7-8 กรอง และอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.4.3 การตรวจสอบลักษณะของผงบิสมัทวานาเดต

2.4.3.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้าง โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

1. นำตะกอนที่เตรียมได้ โดยไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ โดยทำการบดให้ละเอียด
2. นำมาอัดในช่องกลางของแผ่นยึดสารตัวอย่าง ทำการเกลี่ยผิวด้านบนของสารให้เรียบ
3. ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์
4. นำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้มมาตรฐาน

2.4.3.2 การตรวจสอบลักษณะพื้นฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์

1. นำตะกอนที่สังเคราะห์ได้ โดยไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ โดยทำการบดให้ละเอียดและทำให้เป็นสารแขวนลอย โดยการนำไปกระจายตัวในตัวทำละลายที่เหมาะสม คือ เอทานอลบริสุทธิ์

2. นำไปกระจายตัวในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 30 นาที

3. นำตะกอนที่แขวนลอยในเอทานอลดังกล่าว หยดใส่สตั๊ป (Stub) ที่ติดด้วยคาร์บอนเทป แล้วทิ้งให้แห้งและนำสตั๊ปไปเคลือบด้วยทอง โดยเครื่องเคลือบทอง (Fine coater) ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 มิลลิแอมแปร์ นาน 150 วินาที

4. นำไปวิเคราะห์หาลักษณะทางสัณฐาน โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์

2.4.4 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์

1. ชั่งผงบิสมัทวานาเดต หนัก 0.1 กรัม เติมลงไปในสารละลายฟีนอล 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ในปิกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

2. นำไปผ่านการอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที และคนด้วยแท่งแม่เหล็กคนสารที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

3. เก็บไว้ในห้องมืดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4. ดูดสารละลายฟีนอลมาครั้งละ 5 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที กรองแยกเอาผงบิสมัทวานาเดต ออกจากสารละลายฟีนอล แล้วทำการฟอร์มสีสารละลายดังกล่าวโดยการเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เข้มข้น 0.5 โมลาร์ ปริมาตร 125 ไมโครลิตร เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 6.8 ปริมาตร 50 ไมโครลิตร แล้วนำไปปรับ pH ให้ได้ค่าเท่ากับ 7.9 ± 0.1 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ หลังจากปรับ pH ของ

สารละลายแล้วเติม 2% w/v 4-อะมิโนแอนติไพรีน ปริมาตร 50 ไมโครลิตร สุดท้ายเติม 8% w/v โพแทสเซียมเพอร์ริกไฮยาไนด์ ปริมาตร 50 ไมโครลิตร โดยคนสารละลายทุกครั้งที่ได้เติมสารรีเอเจนต์ชนิดต่างๆ ตั้งสารละลายให้เกิดสีอย่างสมบูรณ์ ประมาณ 5 นาที จนเกิดสีแดงอมชมพูของสารละลาย จากนั้นนำสารละลายดังกล่าววัดค่าการดูดกลืนแสง ของสารละลายด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 507 นาโนเมตร

5. วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายก่อนผ่านการฉายแสงวิสิเบิล (Visible) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่นตามข้อ 4

6. ทำการฉายแสงวิสิเบิลในห้องมืด เมื่อเวลาผ่านไปทุกๆ 30 นาที ปิดสารละลายมาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่นตามข้อ 4 จนครบ 3 ชั่วโมง

2.4.5 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

1. นำผงบิสมัทวานาเดตที่สังเคราะห์ได้มาบดให้ละเอียด ซึ่งปริมาณ 0.1 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิตร

2. เติมสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาณ 50 มิลลิตรในแต่ละบีกเกอร์ ปิดด้วยกระดาษฟอยล์ นำไปกระจายตัว โดยใช้เครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที

3. ทำการคนด้วยแท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 30 นาที ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

4. นำสารละลายที่ทิ้งไว้ข้ามคืน มาทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ด้วยการให้แสงจากหลอดวิสิเบิล ขณะการทำปฏิกิริยาต้องคนสารละลายตลอดการทำทดลอง

5. ดูดสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล มาครั้งละ 1 มิลลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที กรองด้วยแผ่นกรองขนาด 0.45 ไมครอน

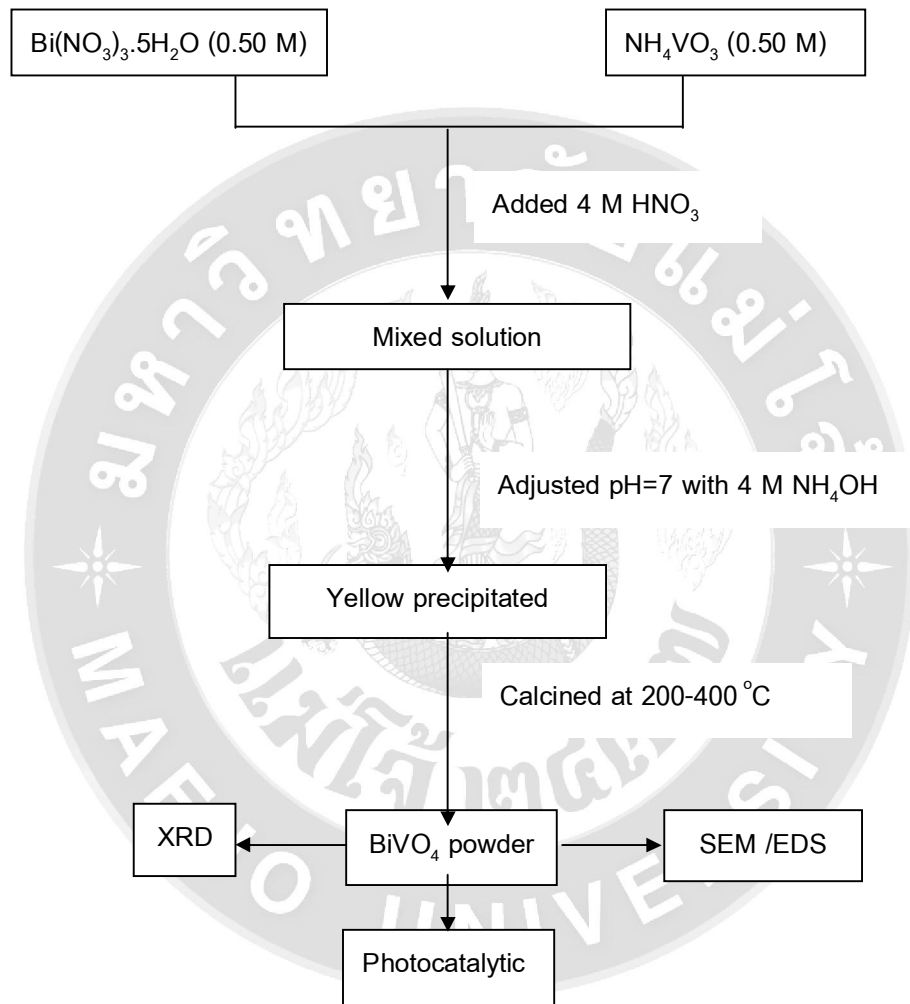
6. นำไปวัดหาปริมาณสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ตามลำดับ ด้วยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

7. สภาวะที่ใช้ในการทดลอง โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

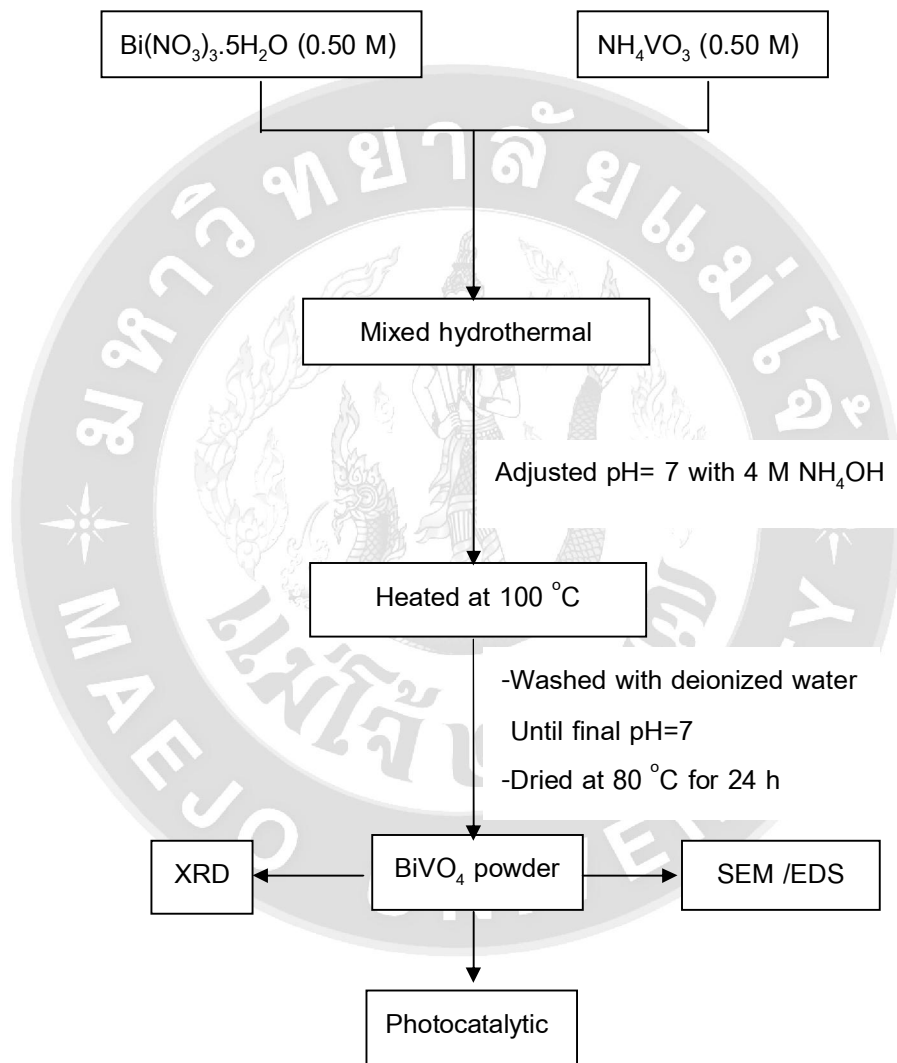
- คอลัมน์: ODS C_{18}

- Solid support: ยาว = 125 mm เส้นผ่าศูนย์กลาง = 0.4 mm

- ตัวพา: ACN: acetic acid: H₂O, 40: 0.1: 60
- อัตราการไหล: 1 ml / min



ภาพ 2.1 แผนผังการเตรียม และการหาลักษณะเฉพาะของผงบิสแมทวานาเดต
โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี



ภาพ 2.2 แผนผังการเตรียม และการหาลักษณะเฉพาะของผงบิสมัธวานาเดต
โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดต

3.1.1 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

บิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมีในอัตราส่วนโดยโมล ของบิสมัท-
ไนเทรต: แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก ตะกอนจะเกิดสมบูรณ์เมื่อ
เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าเท่ากับ 7-8 อบตะกอนที่อุณหภูมิ 200, 300 และ
400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานา-
เดตที่เตรียมได้ ผลการทดลองแสดงดังตาราง 3.1

ตาราง 3.1 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	น้ำหนักทางทฤษฎี (กรัม)	น้ำหนักที่ได้จริง (กรัม)	บิสมัทวานาเดต (เปอร์เซ็นต์)
200	3.9592	3.1248	78.90
300	3.9592	3.2338	81.70
400	3.9592	3.3095	84.00

จากรูปถ่ายของผงบิสมัทวานาเดต จะเห็นได้ว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมด้วยวิธี
ตกตะกอนร่วม มีลักษณะเป็นผงของแข็งละเอียด มีสีเหลืองเข้มเหมือนกันทุกสภาวะที่ทำการ
เตรียมได้ แสดงดังภาพ 10 (ก-ค) และจากการคำนวณหาทดลองเปอร์เซ็นต์ผลผลิต ของผง
บิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็น
เวลา 2 ชั่วโมง พบว่า ได้เปอร์เซ็นต์ที่ใกล้เคียงกัน อยู่ระหว่าง 78.90-84.00 เปอร์เซ็นต์

3.1.2 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

ผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลในอัตราส่วนโดยโมล บิสมัธไนเตรต : แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมด้วยสารละลาย แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าเท่ากับ 7 ทำการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนจนกระทั่งได้ค่าความเป็นกรด-ด่างสุดท้ายเท่ากับ 7-8 กรอง และอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัธวานาเดต ที่เตรียมได้ ผลการทดลองแสดงดัง ตาราง 3.2

ตาราง 3.2 เปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

เวลา (ชั่วโมง)	น้ำหนักทางทฤษฎี (กรัม)	น้ำหนักที่ได้จริง (กรัม)	บิสมัธวานาเดต (เปอร์เซ็นต์)
2	3.9592	3.5347	82.02
4	3.9592	3.3276	84.04
6	3.9592	3.2475	89.27

จากรูปถ่ายของผงบิสมัธวานาเดตจะเห็นว่า ผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมด้วยวิธี ตกตะกอนร่วมทางเคมี มีลักษณะเป็นผงของแข็งละเอียด มีสีเหลืองเข้มเหมือนกันทุกสภาวะที่ทำ การเตรียมได้ แสดงดังภาพ 3.1(ก-ค) และจากการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต ของผง บิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 3.2 (ก-ค) พบว่า ได้เปอร์เซ็นต์ที่ใกล้เคียงกัน อยู่ระหว่าง 82.02-89.27 เปอร์เซ็นต์



(ก)



(ข)



(ค)

ภาพ 3.1 ลักษณะของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์
ที่อุณหภูมิ

(ค) 400 องศา

ชั่วโมง

(ก) 200, (ข) 300 และ

เซลเซียส เป็นเวลา 2



(ก)



(ข)



(ค)

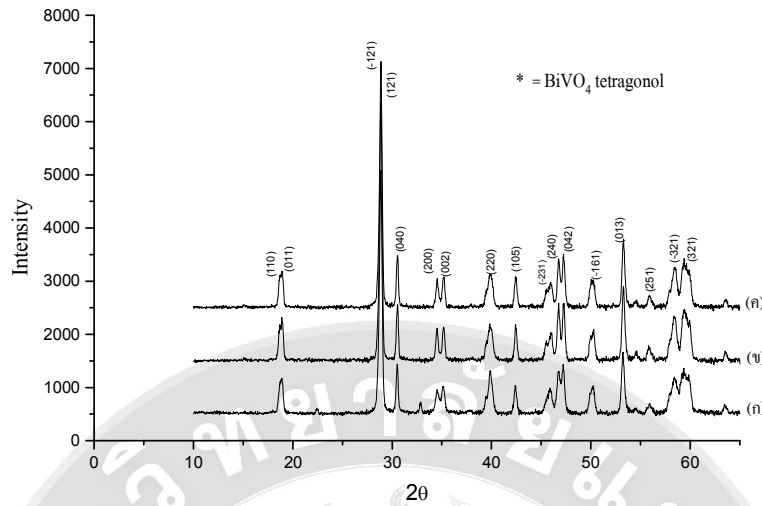
ภาพ 3.2 ลักษณะของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100

องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ 6 ชั่วโมง

3.2 การตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทธวานาเดต โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์

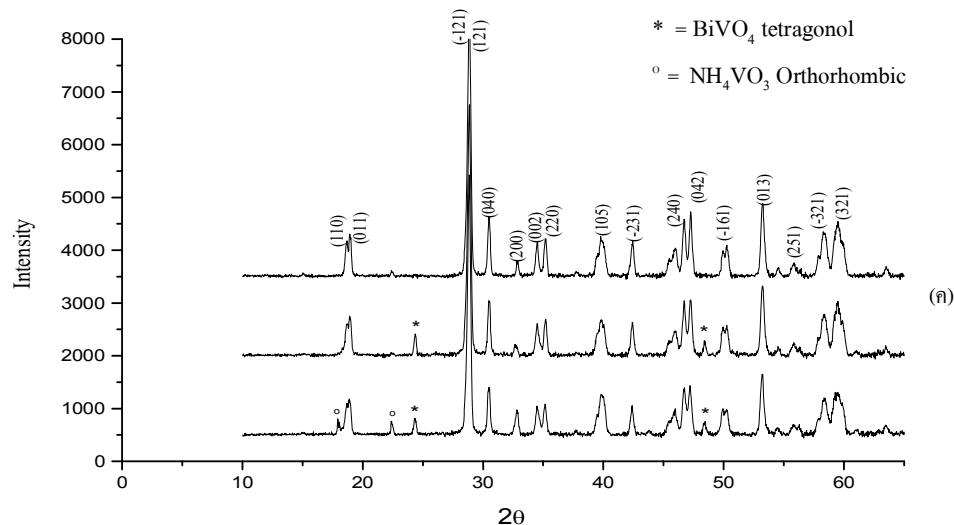
จากการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของบิสมัทธวานาเดต โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ ซึ่งผงบิสมัทธวานาเดตนี้ เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี อัตราส่วนโดยโมลของบิสมัทไนเทรต: แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก ตะกอนจะเกิดสมบูรณ์เมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 7-8 อบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ส่วนวิธีไฮโดรเทอร์มอลทำที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ทำการล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน กรอง และอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

จากภาพ 3.3 (ก-ค) แสดงรูปแบบ XRD ของผงบิสมัทธวานาเดต ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่า รูปแบบ XRD ดังแสดงในภาพ 3.3 (ก) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก และเตตระโกนอล เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-014-0688 และหมายเลข 01-077-10123 และจากภาพ 3.3 (ข-ค) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-014-0688



ภาพ 3.3 รูปแบบ XRD ของผงบิสแมทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี
เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา
2 ชั่วโมง

จากภาพ 3.4 (ก-ค) แสดงรูปแบบ XRD ของผงบิสแมทวานาเดต ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่ารูปแบบ XRD ดังแสดงในภาพ 3.4 (ก) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก แบบเตตระโกนอล และมีแอมโมเนียแมทวานาเดต เจือปนอยู่ซึ่งมีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-014-0688 หมายเลข 00-014-0133 และหมายเลข 01-077-10123 ตามลำดับ ภาพ 3.4 (ข) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก และแบบเตตระโกนอล เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-014-0688 และหมายเลข 00-014-0133 ตามลำดับ ภาพ 3.4 (ค) มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 14-0688



(ข)

(ก)

ภาพ 3.4 รูปแบบ XRD ของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

จากรูปแบบ XRD ของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วม เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และรูปแบบ XRD ของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 และ 6 ชั่วโมง ความเข้ม และตำแหน่งของพีคของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมได้ มีค่าใกล้เคียงกับตำแหน่ง และความเข้มของบิสมัทธวานาเดตที่ปรากฏในข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-014-0688 แสดงว่า สารที่เตรียมได้เป็นบิสมัทธวานาเดตจริง และโครงสร้างของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมได้ทั้งสามตัวมีโครงสร้างแบบโมโนคลินิก

3.3 การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

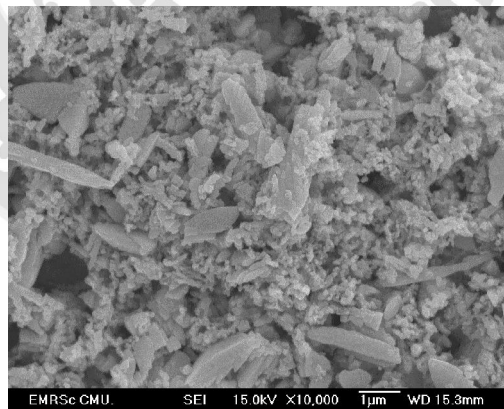
การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี อัตราส่วนโดยโมลของ บิสมัทไนเตรด : แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก ตะกอนจะเกิดสมบูรณ์ เมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7-8 อบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปเฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำผงบิสมัทธวานาเดตมาตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาและขนาด โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล อัตราส่วนโดยโมลของ บิสมัทไนเตรด : แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าเท่ากับ 7 ทำการไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ทำการล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน กรอง และอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24

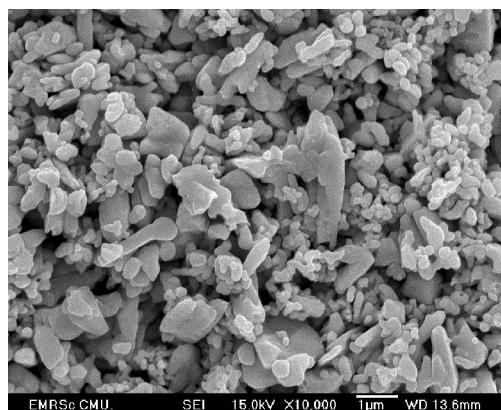
ชั่วโมง แล้วนำผงบิสมัทธวานาเดตมาตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาและขนาด โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากภาพ 3.5 (ก-ค) SEM ของผงบิสมัทธวานาเดตที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า บิสมัทธวานาเดตมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลือง มีรูปร่างคล้ายอนุภาคกลม และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.05-0.10 ไมโครเมตร

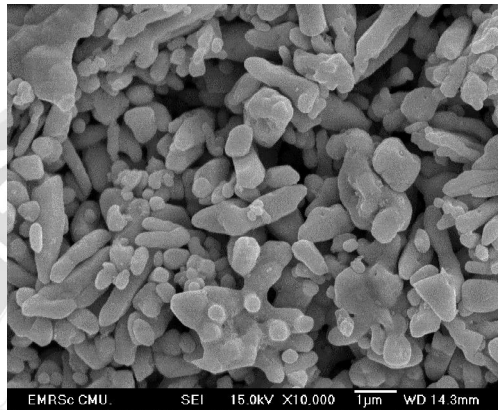
จากภาพ 3.6 (ก-ค) SEM ของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงตามลำดับพบว่าบิสมัทธวานาเดตมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเหลือง มีรูปร่างคล้ายแท่ง และมีขนาดอนุภาคกว้างเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.5-1.5 ไมโครเมตร และความยาวเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 3.0-7.0 ไมโครเมตร



(ก)

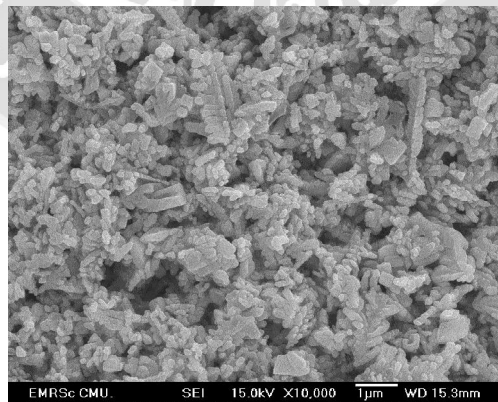


(ข)

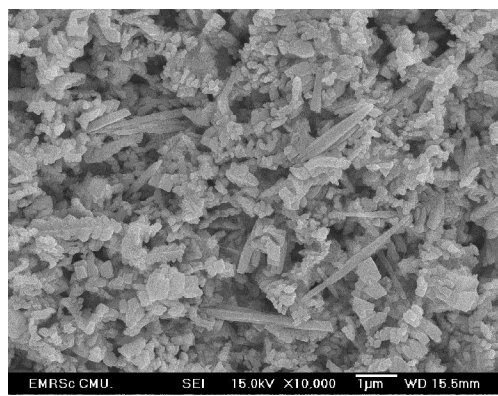


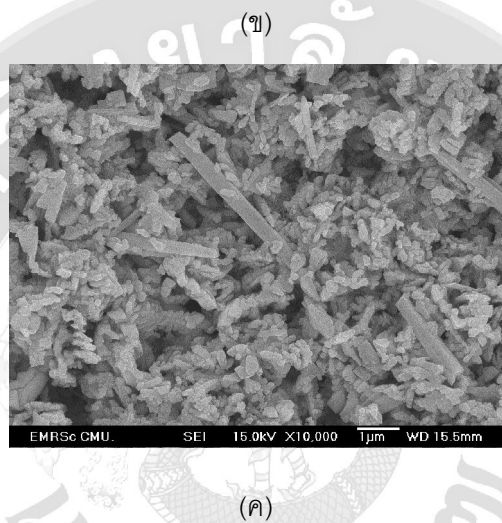
(ค)

ภาพ 3.5 SEM ของผงบิสมัทธวานาเดตที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี
เฟาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา
2 ชั่วโมง



(ก)





ภาพ 3.6 SEM ของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

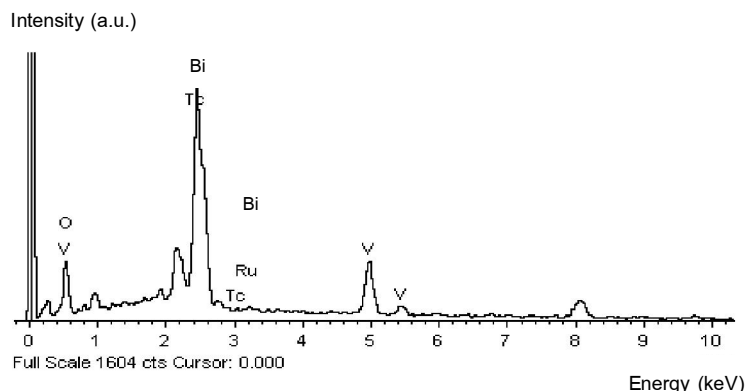
จาก SEM ของผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี พบว่า ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทธวานาเดต พบว่า มีรูปร่างกลมและไม่แน่นอน มีขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มเวลาการเผาแคลไซน์ โดยผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี เคาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.05 ไมโครเมตร ผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.07 ไมโครเมตร และผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.10 ไมโครเมตร

จาก SEM ของผงบิสมีธวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล พบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยา ของผงบิสมีธวานาเดตมีรูปร่างคล้ายแท่ง และมีขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มเวลาในการไฮโดรเทอร์มอล โดยผงบิสมีธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคความกว้างและความยาวเฉลี่ยเท่ากับ 0.5 และ 3.0 ไมโครเมตรตามลำดับ ผงบิสมีธวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคความกว้างและความยาวเฉลี่ยเท่ากับ 0.7 และ 5.0 ไมโครเมตร ตามลำดับ และผงบิสมีธวานาเดตเตรียมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคความกว้างและความยาวเฉลี่ยเท่ากับ 1.2 และ 7.0 ไมโครเมตร ตามลำดับ

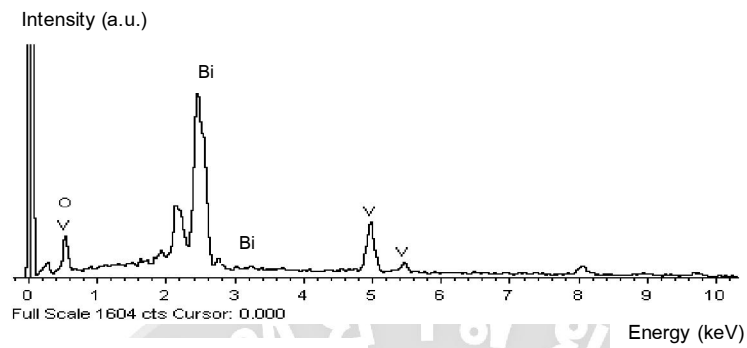
3.4 การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโทรมิเตอร์

ผงบิสมีธวานาเดตที่ผ่านการเตรียมโดยวิธีตกตะกอนรวมทางเคมี และการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ใช้บิสมีธไนเทรตและแอมโมเนียมวานาเดตเป็นสารตั้งต้นพบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของผงบิสมีธวานาเดตตัวอย่าง คือ ธาตุบิสมีธ ธาตุวานาเดียม และธาตุออกซิเจน แสดงดังภาพ 3.7 (ก-ค)

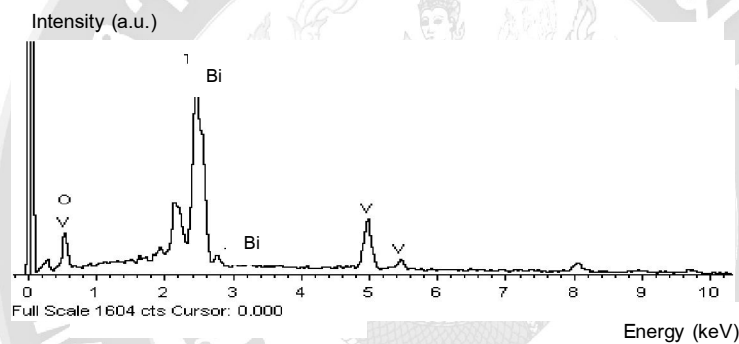
ธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมี ของผงบิสมีธวานาเดตที่เตรียมได้พิจารณาถึง ค่าพลังงานของธาตุออกซิเจน มีระดับพลังงาน K_{α} เท่ากับ 0.525 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ธาตุบิสมีธ มีระดับพลังงาน M_{α} เท่ากับ 2.535 และ M_{β} มีค่าเท่ากับ 3.186 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และ ธาตุวานาเดียม มีระดับพลังงาน L_{α} มีค่าเท่ากับ 4.944 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ



(ก)

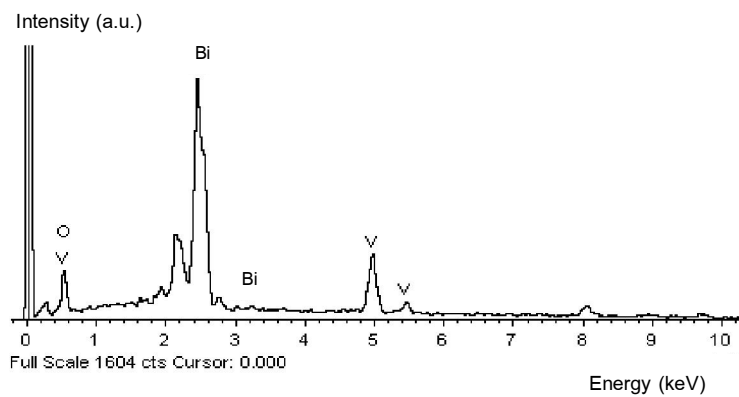


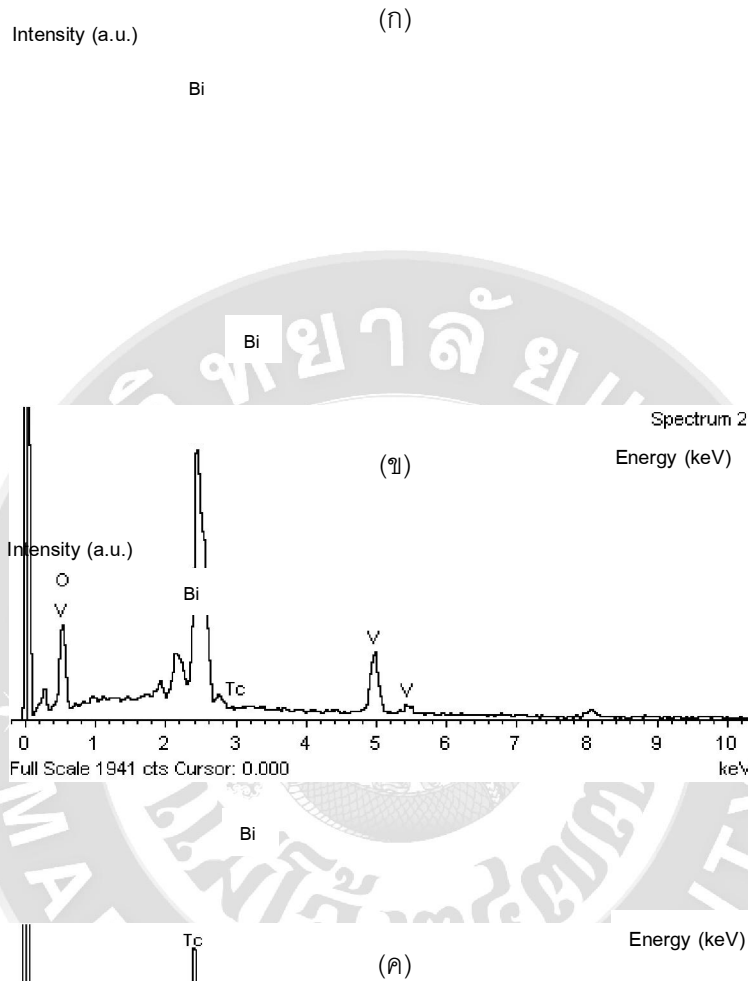
(ข)



(ค)

ภาพ 3.7 EDS ของผงบิสมัทวานาเดตที่ได้จากการเตรียม โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี
 เฝ้าเคลสไนท์ อุณหภูมิ (ก) 200, (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา
 2 ชั่วโมง





ภาพ 3.8 EDS ของผงบิสมาทนาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ

100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

ธาตุที่พบในองค์ประกอบทางเคมีของผงบิสมาทนาเดตที่เตรียมได้พิจารณาถึง ค่าพลังงานของธาตุออกซิเจน มีระดับพลังงาน K_{α}^2 เท่ากับ 0.535 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ธาตุบิสมาท มีระดับพลังงาน M_{α} เท่ากับ 2.545 และ M_{β} มีค่าเท่ากับ 3.195 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และ ธาตุวานาเดียม มีระดับพลังงาน L_{α} มีค่าเท่ากับ 4.945 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ แสดงดังภาพ 3.8 (ก-ค)

3.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของผงบิสมาทนาเดต

จากวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงบิสมัทธานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตักตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ามีพื้นที่ผิวที่แตกต่างกันอันเนื่องมาจากอุณหภูมิ และเวลาในการทำตักตะกอนร่วมทางเคมีที่ต่างกัน และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงบิสมัทธานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 21.55 ตารางเมตรต่อกรัม ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 17.77 ตารางเมตรต่อกรัม และที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 17.15 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ แสดงว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคมีค่าลดลง ดังตาราง 3.3

ตาราง 3.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของผงบิสมัทธานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตักตะกอนร่วมทางเคมี

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิวจำเพาะ, S (m^2/g), BET Theory
BiVO_4 (200 °C, 2h)	21.55
BiVO_4 (300 °C, 2h)	17.77
BiVO_4 (400 °C, 2h)	17.15

จากวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงบิสมัทธานาเดตที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงตามลำดับ พบว่ามีพื้นที่ผิวที่แตกต่างกัน และเมื่อทำการเปรียบเทียบค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคผงบิสมัทธานาเดตที่เตรียมที่เวลา 2 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 40.57 ตารางเมตรต่อกรัม ที่ 4 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 23.95 ตารางเมตรต่อกรัม และที่เวลา 6 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 13.77 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ แสดงว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคมีค่าลดลง ดังตาราง 3.4

ตาราง 3.4 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของผงบิสมัทธานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

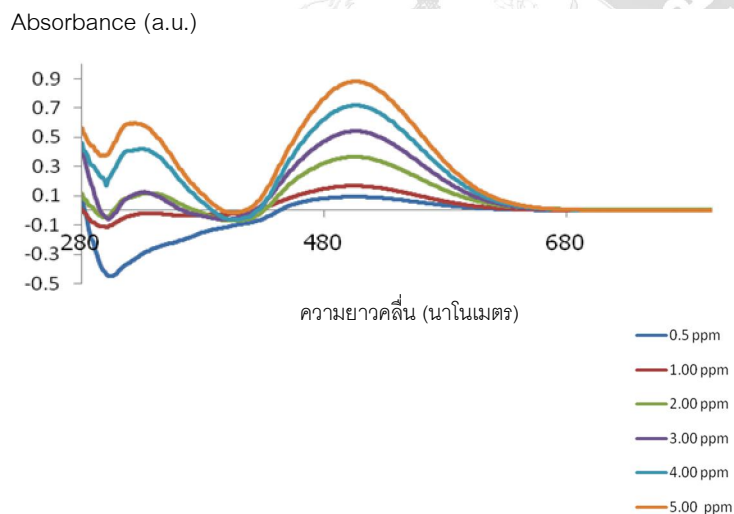
ตัวอย่าง	พื้นที่ผิวจำเพาะ, S (m^2/g), BET Theory
BiVO_4 (100 °C, 2 h)	40.57
BiVO_4 (100 °C, 4 h)	23.95

BiVO_4 (100 °C, 6 h)	13.77
-------------------------------	-------

3.6 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกสำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วย ผง บิสมัทวานาเดต โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรมิเตอร์

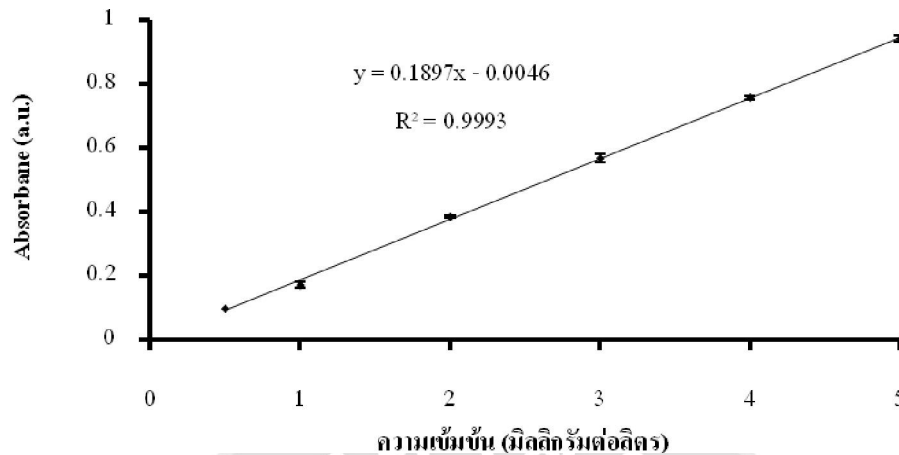
3.6.1 การเตรียมกราฟความเข้มข้นสารละลายฟีนอลมาตรฐาน

การทำกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นสารละลายฟีนอล โดยใช้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0.5 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ในการวัดค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 644 นาโนเมตร สเปกตรากการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอล แสดงดังภาพ 3.9



ภาพ 3.9 สเปกตรัมสำหรับการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอล มาตรฐาน

กราฟสารละลายฟีนอล มาตรฐาน ความเข้มข้น 0.5 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.999 แสดงดังภาพ 3.10

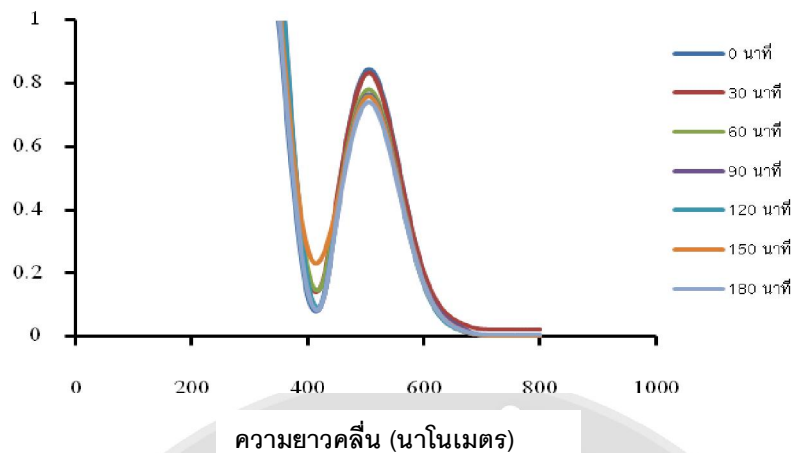


ภาพ 3.10 กราฟสารละลายฟีนอล มาตรฐาน ความเข้มข้น 0.5 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.6.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

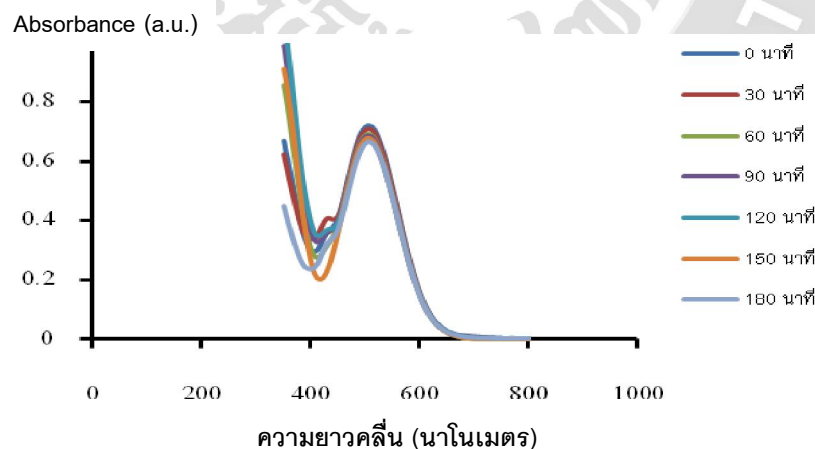
การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์การย่อยสลายฟีนอล ที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเติมบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้งสารละลายไว้น้ำมึนคั้นในที่มืดเพื่อให้เกิดสมดุลในการดูดซับบนพื้นผิวของบิสมัทวานาเดต ทำการเก็บสารละลายก่อนและหลังการฉายแสงวิสิเบิล ภายใต้การคนด้วยแท่งแม่เหล็กคนสารที่ 400 รอบต่อนาที ทุกๆ 30 นาที นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ จนกระทั่งฉายแสงเป็นเวลา 180 นาที โดยจะเปรียบเทียบหาค่าความเข้มข้นของการละลาย ที่วัดได้จากกราฟสารละลายฟีนอล มาตรฐาน แสดงดังภาพ 3.10 และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอล ที่ไม่ได้เติมผงบิสมัทวานาเดต มีค่าลดลงน้อยมากเช่นกัน แสดงดังภาพ 3.11

Absorbance (a.u.)

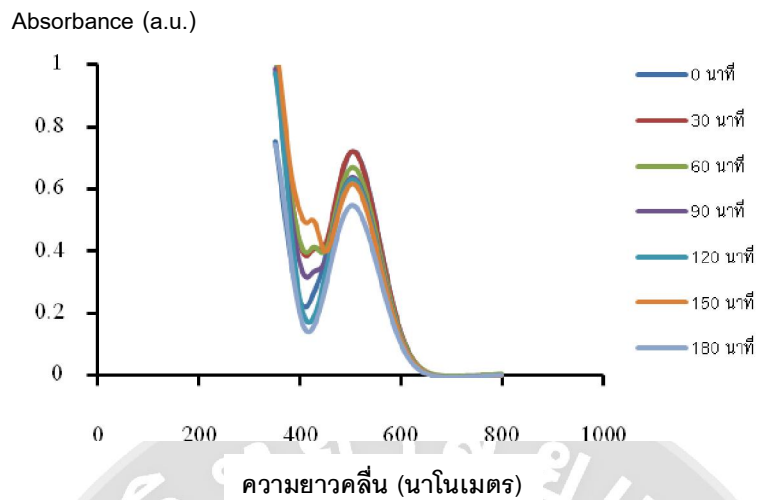


ภาพ 3.11 สเปกตรัมของสารละลายพินอล ที่ไม่เติมผงบิสแมรีวานาเดต

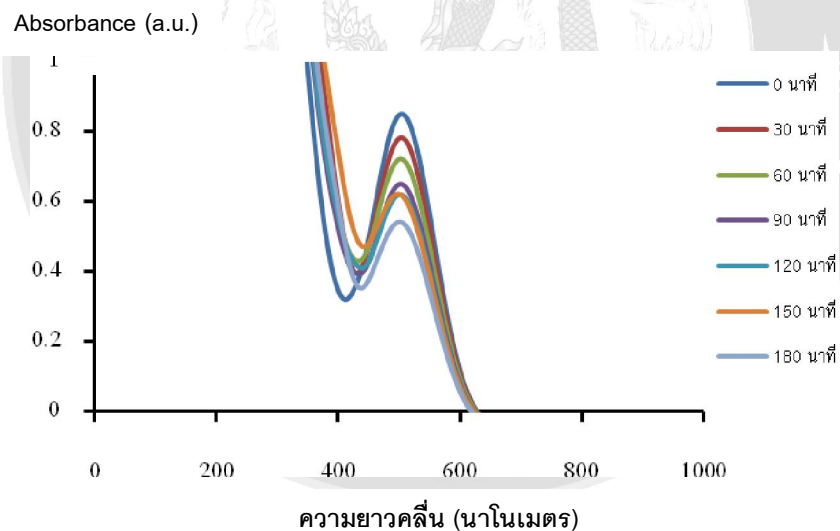
ผลการทดลองการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลายสารละลายพินอล ด้วยผงบิสแมรีวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้การฉายแสงวิสิเบิล พบว่า การตั้งสารละลายพินอล ที่ไว้ข้ามคืนในที่มืด ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายจะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วเนื่องจากผิวของบิสแมรีวานาเดตมีการดูดซับพินอล เมื่อเพิ่มเวลาฉายแสงวิสิเบิลทุกๆ 30 นาที สีของสารละลายพินอล จะจางลงอย่างเห็นได้ชัด และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายพินอล ก็จะมีค่าลดลงด้วยแสดงดังภาพ 3.12, 3.13 และ 3.14 ตามลำดับ



ภาพ 3.12 สเปกตรัมของสารละลายพินอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสแมรีวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 3.13 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

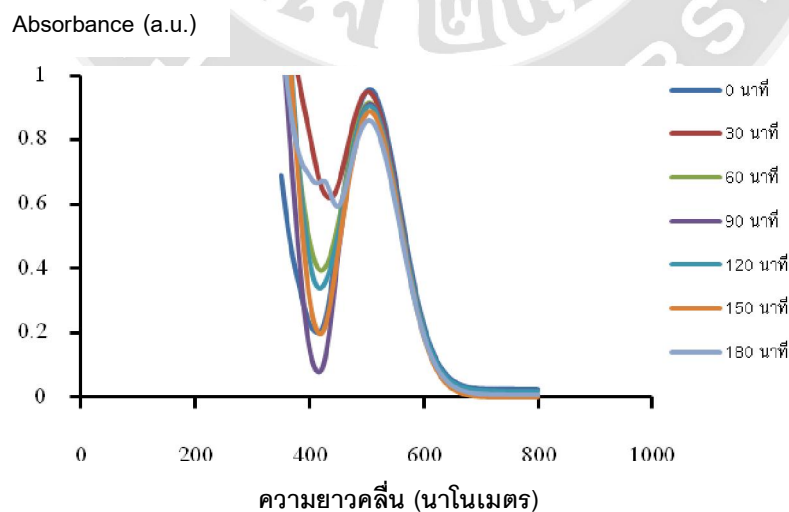


ภาพ 3.14 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

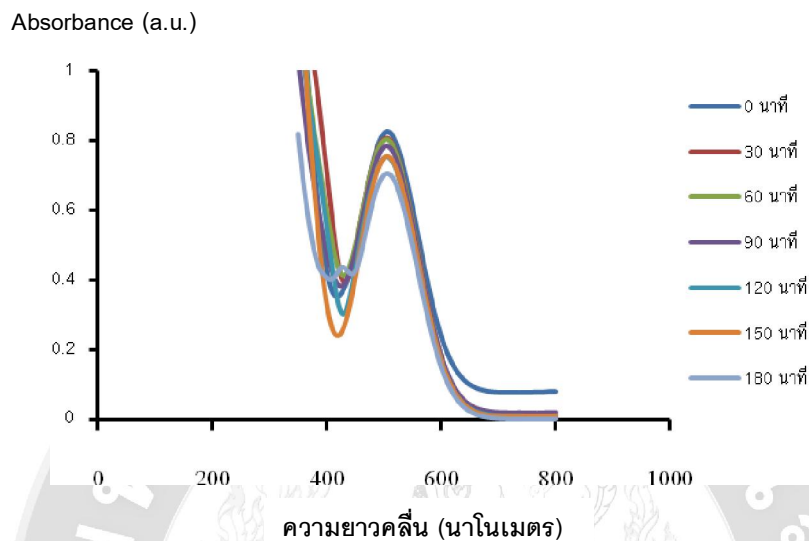
3.6.3 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์การย่อยสลายฟีนอล ที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเติมบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้งสารละลายไว้น้ำมืดเพื่อให้เกิดสมดุลในการดูดซับบนพื้นผิวของผงบิสมัทวานาเดต ทำการเก็บสารละลายก่อนและหลังการฉายแสงวิสิเบิลภายใต้การคนด้วยทางแม่เหล็กคนสารที่ 400 รอบต่อนาที ทุกๆ 30 นาที นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ จนกระทั่งฉายแสงเป็นเวลา 180 นาที โดยจะเปรียบเทียบค่าความเข้มข้นของการละลาย ที่วัดได้จากกราฟสารละลายฟีนอลมาตรฐาน แสดงดังภาพ 3.10 และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอลที่ไม่ได้เติมผงบิสมัทวานาเดต มีค่าลดลงน้อยมากเช่นกัน แสดงดังภาพ 3.11

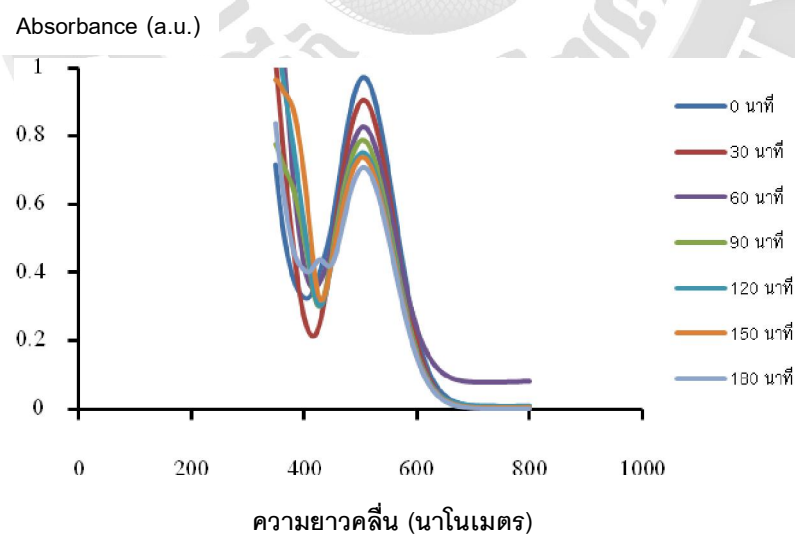
ผลการทดลองการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ของการย่อยสลายฟีนอล โดยบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงภายใต้การฉายแสงวิสิเบิล พบว่า การตั้งสารละลายฟีนอลทิ้งไว้น้ำมืด ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายจะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วเนื่องจากผิวของผงบิสมัทวานาเดต มีการดูดซับฟีนอล เมื่อเพิ่มเวลาฉายแสงวิสิเบิลทุกๆ 30 นาที สีของสารละลายฟีนอล จะจางลงอย่างเห็นได้ชัด และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอล ก็จะมีค่าลดลงด้วย แสดงดังภาพ 3.15, 3.16 และ 3.17 ตามลำดับ



ภาพ 3.15 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



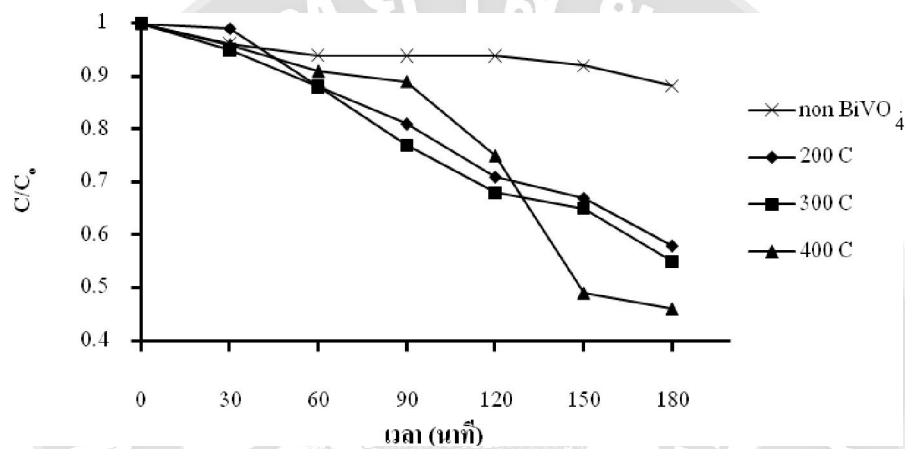
ภาพ 3.16 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



ภาพ 3.17 สเปกตรัมของสารละลายฟีนอล โดยปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

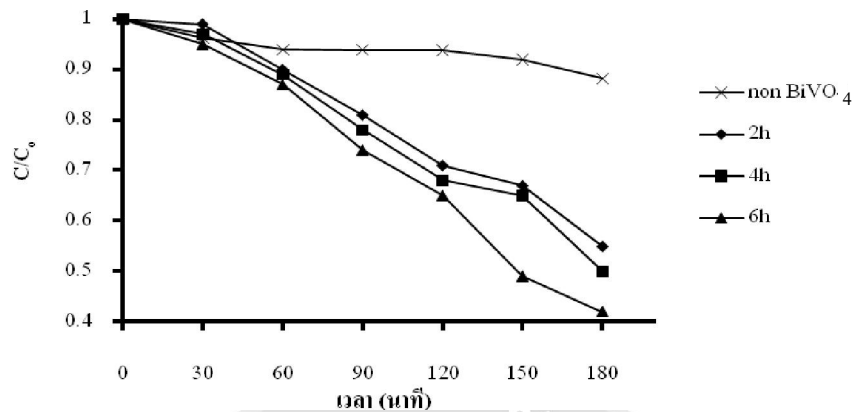
3.6.4 การศึกษาประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมผงบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี แสดงดังภาพ 3.18



ภาพ 3.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับ เวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมผงบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล แสดงดังภาพ 3.19



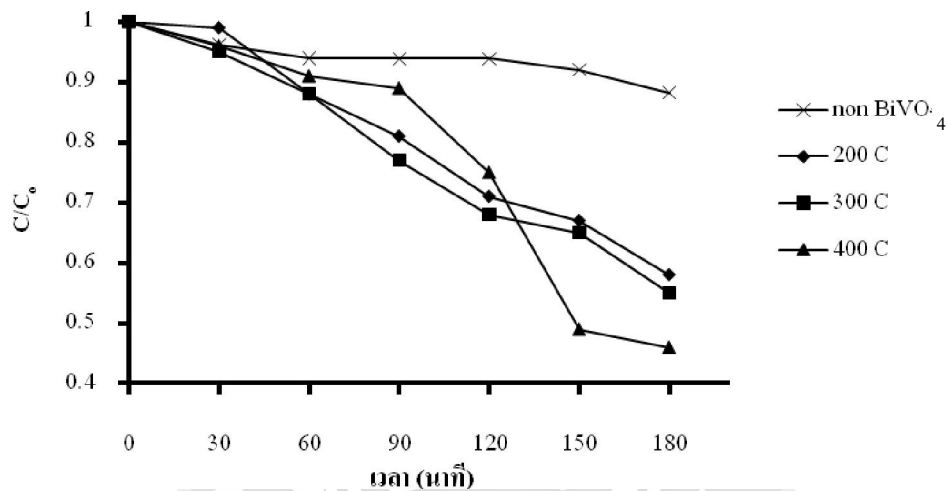
ภาพ 3.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับ เวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ ที่เติมผงบิสมัทธานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิธีเปิด พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิธีเปิดขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลายฟีนอล จะลดลงและบิสมัทธานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เมาแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 200 (ข) 300 และ (ค) 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงสามารถทำปฏิกิริยาลดสารละลายฟีนอลได้ แสดงว่า บิสมัทธานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยา โฟโตแคตตาไลติกส์ลดสารละลายฟีนอล ได้ดีที่สุด

3.7 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารประกอบคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสมัทธานาเดต โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง

3.7.1 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทธานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิธีเปิด แสดงดังภาพ 3.20

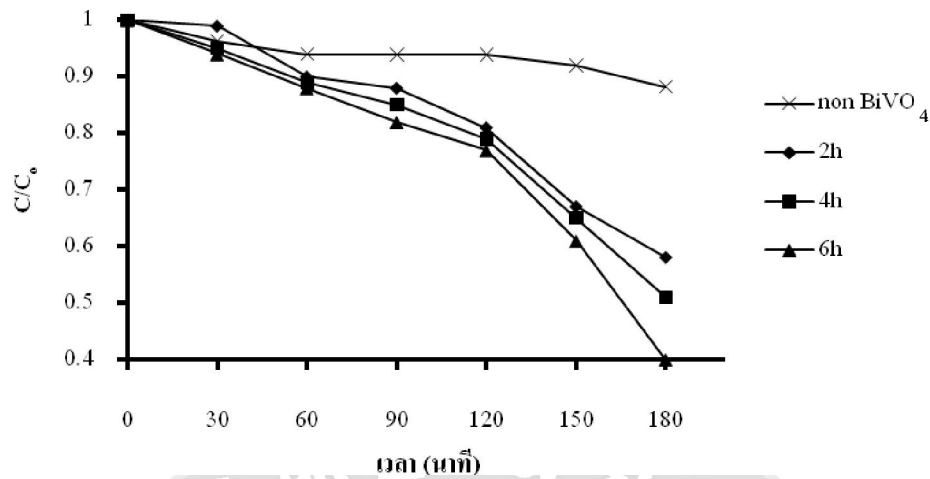


ภาพ 3.20 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับเวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลายฟีนอล จะลดลง และบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เพาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลายฟีนอลได้ พบว่า บิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เพาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลาย ฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของสารละลายฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 42, 45 และ 54 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

3.7.2 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลายฟีนอล ด้วยบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล แสดงดังภาพ 3.21

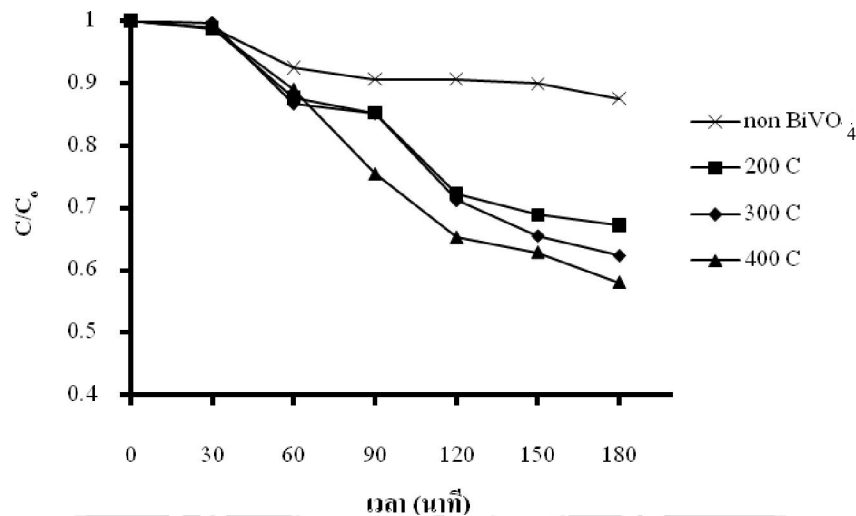


ภาพ 3.21 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล กับเวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย ฟีนอล จะลดลง และบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย ฟีนอลได้ พบว่า บิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลายฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของสารละลายฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 42, 49 และ 60 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

3.7.3 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับการย่อยสลายสารละลาย 2-คลอโรฟีนอลด้วยผงบิสมัทวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล แสดงดังภาพ

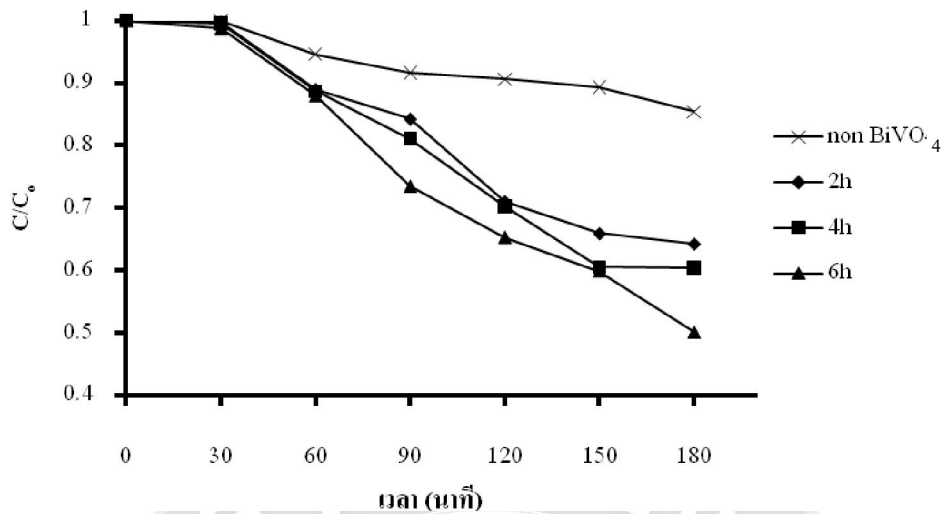


ภาพ 3.22 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดต เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล จะลดลง และบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ พบว่าบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2-คลอโรฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 33, 38 และ 42 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

3.7.4 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ สำหรับย่อยสลายสารละลาย 2-คลอโรฟีนอลด้วยผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล แสดงดังภาพ 3.23

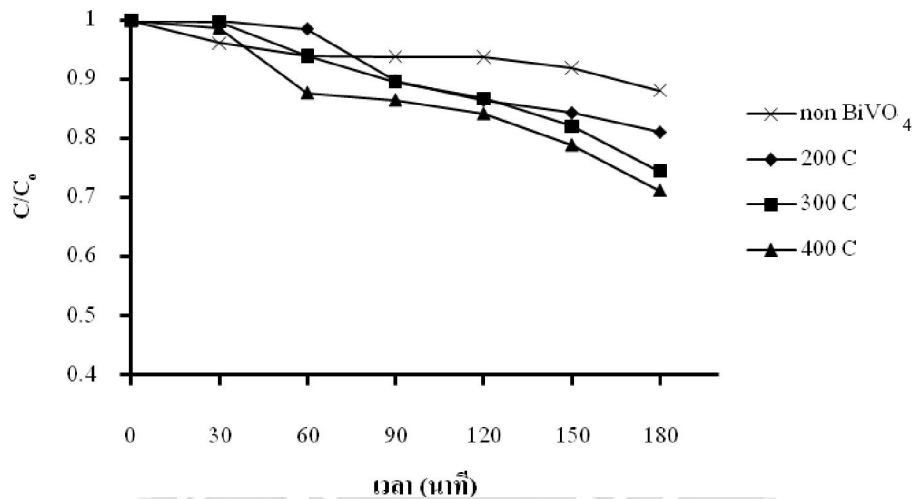


ภาพ 3.23 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล จะลดลง และบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ พบว่าบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 36,40 และ 50 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

3.7.5 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ สำหรับย่อยสลายสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ด้วยผงบิสมัทธวานาเดต ที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล แสดงดังภาพ 3.24

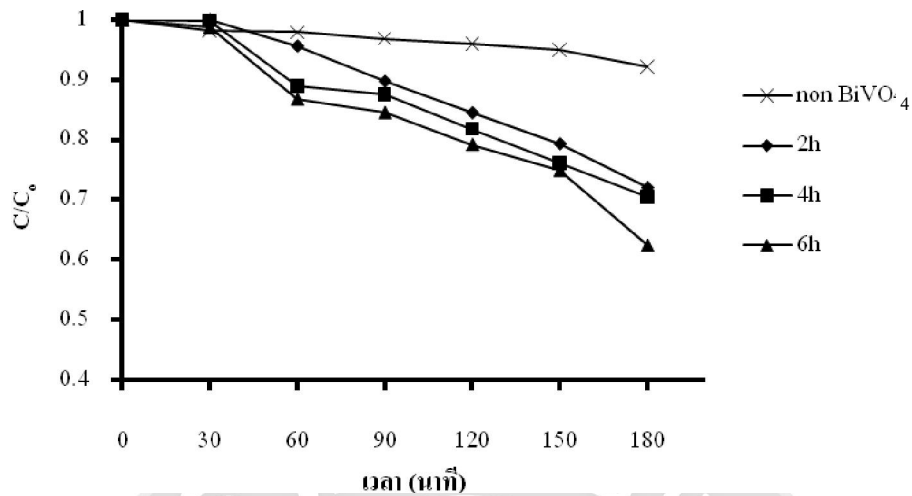


ภาพ 3.24 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการฉายแสงวิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล จะลดลง และบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้ พบว่าบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วม เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 19, 25 และ 29 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

3.7.6 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการย่อยสลายสารละลาย 2,4-ไดคลอโร-ฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล แสดงดังภาพ 3.25



ภาพ 3.25 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล กับเวลา โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล จะลดลงและบิสมัทธานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้ พบว่า บิสมัทธานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมงมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 28, 30 และ 38 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ

บทที่ 4

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

4.1 วิจารณ์ผลการทดลอง

4.1.1 การเตรียมผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

การเตรียมผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี ในอัตราส่วนโดยโมลของ บิสมัทไนเตรด : แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ในสารละลายกรดไนตริก ตะกอนจะเกิดสมบูรณ์ เมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าเท่ากับ 7-8 อบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลือง และสามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตได้ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่าง 78.90-84.00 เปอร์เซ็นต์

จากการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูล มาตรฐาน JCPDS หมายเลข 00-014-0688 มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกเพียงเฟสเดียว แสดงว่า สามารถเตรียมผงบิสมัทวานาเดตได้ ทั้งนี้จากการวิเคราะห์พีคของรูปแบบ XRD ที่ได้ พบว่า เมื่อ เพิ่มเวลาในการเผาแคลไซน์พีคมีความแหลมคมมากขึ้น ดังนั้น แสดงว่าขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น และจากการศึกษาค้นคว้าจากเอกสารงานวิจัยอื่นที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมบิสมัทวานาเดต พบว่า บิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้นี้ มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกเพียงเฟสเดียว โดยอุณหภูมิในการเผา แคลไซน์ใกล้เคียงกัน และเวลาที่ใช้น้อยกว่างานวิจัยของ Bhattacharya et al., 1997 ซึ่งใช้ อุณหภูมิ 350-400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง งานวิจัยของ Yu et al., 2008 ซึ่งใช้ อุณหภูมิ 300-500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง งานวิจัยของ Liu et al., 2003 ซึ่งใช้อุณหภูมิ 140-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง งานวิจัยของ Gotic et al., 2005 ซึ่งใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 และ 130 ชั่วโมง และงานวิจัยของ Zhang et al., 2007 ซึ่งใช้ อุณหภูมิ 160-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เมื่อพิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธี ตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตมีรูปร่างกลม และ ไม่แน่นอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.05-0.10 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มเวลาในการเผาแคลไซน์ ขนาด

ของอนุภาคจะใหญ่ขึ้น และจากการศึกษาค้นคว้างานวิจัยอื่นที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมบิสมัทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาล้ำยอนุภาคกลม และขนาดอนุภาคมีขนาดใกล้เคียงกันกับงานวิจัยของ Yu et al., 2008 ซึ่งมีรูปร่างคล้ายอนุภาคกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50-100 นาโนเมตร

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี ที่ใช้บิสมีโนเทรตเพนตะไฮเดรต และแอมโมเนียมวานาเดตเป็นสารตั้งต้น โดยเครื่องวัดกระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์ พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของบิสมัทวานาเดต คือ ธาตุบิสมี ธาตุวานาเดียม และธาตุออกซิเจน

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดต โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรมิเตอร์ แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นสารละลายฟีนอลมาตรฐาน โดยใช้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0.5 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเป็นเส้นตรง เท่ากับ 0.999 ส่วนการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ การย่อยสลายฟีนอล โดยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้การฉายแสงวิสิเบิล พบว่า การทิ้งสารละลายฟีนอล ไว้ข้ามคืนในที่มืดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายจะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากผิวของบิสมัทวานาเดตมีการดูดซับฟีนอล จะจางลงอย่างเห็นได้ชัดเกินกว่าสารละลายฟีนอลที่ไม่ได้เติมบิสมัทวานาเดต และพบว่า ผงบิสมัทวานาเดต เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลายฟีนอลได้ดีที่สุด และจากการศึกษาเอกสารงานวิจัยของ Zhang et al., 2007 ที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์การย่อยสลายฟีนอล ของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมโดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายฟีนอล ได้ใกล้เคียงกับเอกสารงานวิจัยของ Gotic et al., 2005

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ซึ่งประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ ในการย่อยสลายฟีนอล โดยบิสมัทวานาเดต แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย ฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยา โฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสง วิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย ฟีนอล จะลดลง และบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2

ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลายฟีนอลได้ พบว่า บิสฟีนอลานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลายฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของสารละลายฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 42, 45 และ 54 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการย่อยสลายสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ด้วยบิสฟีนอลานาเดต แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสฟีนอลานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสง วิถีเบิลพบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิถีเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล จะลดลง และ บิสฟีนอลานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ พบว่า บิสฟีนอลานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2-คลอโรฟีนอลถูกกำจัด มีค่าเท่ากับ 33, 38 และ 42 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการย่อยสลายสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล สำหรับบิสฟีนอลานาเดต แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ที่เติมบิสฟีนอลานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสง วิถีเบิล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิถีเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล จะลดลง และบิสฟีนอลานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้ พบว่า บิสฟีนอลานาเดตที่เตรียม โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 19, 25 และ 29 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

4.1.2 การเตรียมบิสฟีนอลานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

การเตรียมบิสฟีนอลานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลในอัตราส่วนโดยโมล ของบิสฟีนอล-เทอร์ต: แอมโมเนียมวานาเดต เท่ากับ 1:1 ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายผสมด้วย

สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่าเท่ากับ 7 ทำการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน กรอง และอบตะกอนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลือง และสามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของผงบิสมัทวานาเดตได้ ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่าง 82.02-89.27 เปอร์เซ็นต์

จากการตรวจสอบลักษณะทางโครงสร้างของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 14-0688 มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกเพียงเฟสเดียว แสดงว่าสามารถเตรียมผงบิสมัทวานาเดตได้ ทั้งนี้จากการวิเคราะห์พีคของรูปแบบ XRD ที่ได้ พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการไฮโดรเทอร์มอล พีคมีความแหลมคมมากขึ้น ดังนั้นแสดงว่าขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น และจากการศึกษาเอกสารงานวิจัยอื่นที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ใช้สารตั้งต้นเป็นบิสมัทไนเตรตเพนตะไฮเดรต และแอมโมเนียมวานาเดตเหมือนกัน พบว่าบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้ครั้งนี้ มีโครงสร้างแบบโมโนคลินิกเพียงเฟสเดียว โดยอุณหภูมิและเวลาในการเตรียมที่ใช้้น้อยกว่างานวิจัยของ Liu et al., 2003 ซึ่งใช้อุณหภูมิ 140-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง งานวิจัย Gotic et al., 2005 ซึ่งใช้อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 และ 130 ชั่วโมง และงานวิจัยของ Zhang et al., 2007 ซึ่งใช้อุณหภูมิ 160-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เมื่อพิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตมีรูปร่างคล้ายแท่ง ขนาดอนุภาคความกว้างเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.5-1.5 ไมโครเมตร และความยาวเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 3.0-7.0 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มเวลาในการไฮโดรเทอร์มอล ขนาดอนุภาคจะใหญ่ขึ้น และจากการศึกษาเอกสารงานวิจัยอื่นที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล พบว่า ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้มีลักษณะสัณฐานวิทยาคือคล้ายแท่ง และขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันกับงานวิจัยของ Liu et al., 2003 ซึ่งมีรูปร่างคล้ายแท่ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.0 ไมโครเมตร และงานวิจัยของ Gotic et al., 2005 มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.3 ถึง 1.2 ไมโครเมตร

การตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของผงบิสมัทวานาเดต ที่ผ่านการเตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ใช้บิสมัทไนเตรตเพนตะไฮเดรต และแอมโมเนียมวานาเดตเป็นสารตั้งต้น โดยเครื่องวัด

กระจายพลังงาน สเปกโตรมิเตอร์ พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักของ บิสมัธวานาเดต คือ ธาตุ บิสมัธ ธาตุวานาเดียม และธาตุออกซิเจน

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัธวานาเดตโดย เครื่อง ยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรมิเตอร์ แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นสารละลายฟีนอลมาตรฐาน โดยใช้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0.5 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเป็นเส้นตรง เท่ากับ 0.999 ส่วนการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์การย่อยสลายฟีนอล โดยผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้การฉายแสง วิสิเบิล พบว่า การทิ้งสารละลายฟีนอล ไว้ข้ามคืนในที่มืดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายจะมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากผิวของ บิสมัธวานาเดตมีการดูดซับฟีนอล จะจางลงอย่างเห็นได้ชัดเจนกว่าสารละลายฟีนอลที่ไม่ได้เติม บิสมัธวานาเดต และพบว่า ผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลายฟีนอล ได้ดีที่สุด และจากการศึกษาเอกสารงานวิจัยของ Zhang et al., 2007 ที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์การย่อยสลายฟีนอล ของผงบิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล พบว่า ผง บิสมัธวานาเดตที่เตรียมได้มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายฟีนอล ได้ใกล้เคียงกับเอกสารงานวิจัย ของ Gotic et al., 2005

การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล ด้วยผงบิสมัธวานาเดต โดยเครื่องโครมาโทกราฟของเหลวสมรรถนะสูง ซึ่งประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ ในการย่อยสลายฟีนอล โดยบิสมัธวานาเดต แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของ สารละลาย ฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับ เวลาในการฉายแสงวิสิเบิล พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสง วิสิเบิลขึ้น ค่า C/C_0 ของ สารละลาย ฟีนอล จะลดลง และบิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลายฟีนอลได้ พบว่า บิสมัธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลายฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของสารละลายฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 42, 49 และ 60 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการย่อยสลายสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล สำหรับบิสมัธวานาเดต แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล ที่

ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสง วิธีเปิดพบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิธีเปิดขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2-คลอโรฟีนอล จะลดลง และ บิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ พบว่า บิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ย่อยสลาย 2-คลอโรฟีนอลได้ เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2-คลอโรฟีนอลถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 36, 40 และ 50 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ ในการย่อยสลายสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล สำหรับบิสมัทธวานาเดต แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ที่เติมบิสมัทธวานาเดตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงวิธีเปิด พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการการฉายแสงวิธีเปิดขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล จะลดลง และบิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอลได้ พบว่า บิสมัทธวานาเดตที่เตรียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ ย่อยสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ได้เมื่อเวลาผ่านไป 180 นาที ปริมาณของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ถูกกำจัดมีค่าเท่ากับ 28, 30 และ 38 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

4.2 สรุปผลการทดลอง

4.2.1 การเตรียมผงบิสมัทธวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี

จากการเตรียมผงบิสมัทธวานาเดต สรุปได้ว่า สามารถเตรียมผงบิสมัทธวานาเดต ที่มีสีเหลืองโครงสร้างแบบโมโนคลินิก ได้โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 200, 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีรูปร่างคล้ายอนุภาคกลม และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.05-0.10 ไมโครเมตร

ผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมได้นี้ สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกส์ในการย่อยสลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ตามลำดับ ภายใต้การฉายแสงวิธีเปิดได้ และผงบิสมัทธวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาได้ดีที่สุด

4.2.2 การเตรียมผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากการเตรียมผงบิสมัทวานาเดต สรุปได้ว่า สามารถเตรียมผงบิสมัทวานาเดต ที่มีสีเหลืองโครงสร้างแบบโมโนคลินิก ได้โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง มีรูปร่างคล้ายแท่ง และมีขนาดอนุภาคความกว้างเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.5-1.5 ไมโครเมตร และความยาวเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 3.0-7.0 ไมโครเมตร

ผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมได้นี้ สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ในการย่อยสลายสารละลายฟีนอล 2-คลอโรฟีนอล และ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ภายใต้การฉายแสงวิสิเบิลได้ และผงบิสมัทวานาเดตที่เตรียมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาได้ดีที่สุด

4.3 ข้อเสนอแนะ

1. ควรมีการศึกษาการเตรียมผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีอื่นๆเปรียบเทียบ
2. ควรมีการศึกษาพารามิเตอร์อื่นๆที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมผงบิสมัทวานาเดต โดยวิธีตกตะกอนร่วมทางเคมี เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง เวลา และอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ เป็นต้น การทำปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ เช่น ความยาวคลื่นของแสงวิสิเบิล ระยะห่างระหว่างแหล่งกำเนิดแสงกับสารอินทรีย์ จำนวนรอบในการคนสารอินทรีย์ตลอดการทำปฏิกิริยา เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

- อดิสร จตุรพิริย์. 2543. การสลายตัวด้วยโฟโตแคตตาไลติกของสารประกอบคลอโรฟีนอล โดยใช้ถังปฏิกิริยาแบบแท่งที่มีการหมุนเวียน. เชียงใหม่: วิทยานิพนธ์ปริญญาโท มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- Andini, S.; R. Cioffi; F. Colangelo; F. Montagnaro; and L. Santoro. 2008. Adsorption of chlorophenol, chloroaniline and methylene blue on fuel oil fly ash. J. Hazard. Mater. 157: 599.
- Bhattacharya, A. K.; K. Mallick; and A. Hartridge. 1997. Phase transition in BiVO_4 . Mater. Lett. 30: 7.
- Chaliha, S. and K. G. Bhattacharyya. 2008. Catalytic wet oxidation of 2-chlorophenol, 2,4-dichlorophenol and 2,4,6-trichlorophenol in water with Mn(II)-MCM41 . Chem. Eng. J. 139: 575.
- Goldstein, J.L.; A. D. Romig; D. E. Newbury; C. E. Lyman; P. Echlin; C. Ficri; D. C. Joy; and E. Lifshin. 1992. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. 2nd Edition. New York: Plenum Press.
- Gotic, M.; S. Music; M. Ivanda; S. Soufek; and S. Popovic. 2005. Synthesis and characterization of bismuth (III) vanadate. J. Mol. Struct. 744: 535.
- Hamdaoui, O and E. Naffrechoux. 2009. Adsorption kinetics of 4-chlorophenol onto granular activated carbon in the presence of high frequency ultrasound. Ultrason. Sonochem. 16: 15.
- Hameed, B. H.; L. N. Chin; and S. Rengaraj. 2008. Adsorption of 4-chlorophenol onto activated carbon prepared from rattan sawdust. Desalination. 225:185.
- Hirota, K.; G. Komatsu; and M. Yamashita. 1992. Formation, characterization and sintering of alkoxy-derived bismuth vanadate. Mater. Res. Bull. 27: 823.
- <http://en.wikipedia.org/wiki/2-Chlorophenol>
- <http://jsmchem.co.kr/msds/MSDS-YELLOW.doc>
- http://ndoe.doe.go.th/news/news_022.html

http://www.merck-chemicals.com/thailand/2-chlorophenol/MDA_CHEM-802253/thai/p_uuid

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>

Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 00-014-0133, Swarthmore, PA.

Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 00-014-0688, Swarthmore, PA.

Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 01-077-10133, Swarthmore, PA.

Kohtani, S.; J. Hiro; N. Yamamoto; A. Kudo; K. Tokumura; and R. Nakagaki. 2005. Adsorptive and photocatalytic properties of Ag-loaded BiVO_4 on the degradation of 4-n-alkylphenols under visible light irradiation. *Catal. Commun.* 6: 185.

Kohtani, S.; M. Koshiko; A. Kudo; K. Tokumura; Y. Ishigaki; A. Toriba; K. Hayakawa; and R. Nakagaki. 2003. Photodegradation of 4-alkylphenols using BiVO_4 photocatalyst under irradiation with visible light from a solar simulator. *App. Catal. B-Environ.* 46: 573.

Kudo, A.; K. Ueda; H. Kato; and I. Mikami. 1998. Photocatalytic O_2 evolution under visible light irradiation on BiVO_4 in aqueous AgNO_3 solution. *Catal. Lett.* 53: 229.

Kudo, A.; K. Omori; and H. Kato. 1999. A novel aqueous process for preparation of crystal form controlled and highly crystalline BiVO_4 powder from layered vanadates at room temperature and photophysical properties. *J. Chem. Soc.* 121: 11459.

Lei, G. 2008. Novel visible-light-driven Pt/BiVO_4 photocatalyst for efficient degradation of methyl orange. *J. Mol. Catal. A-Chem.* 282: 62.

Lin, A. R.; S. H. Choh; and M. S. Jang. 1996. Domain structure of ferroelastic BiVO_4 studied by ^{209}Bi NMR. *Solid. State Commun.* 8: 699.

- Lin, C. -F.; C. -H. Wu; and Z. -N. Onn. 2008. Degradation of 4-chlorophenol in TiO_2 , WO_3 , SnO_2 , TiO_2/WO_3 and $\text{TiO}_2/\text{SnO}_2$ systems. *J. Hazard. Mater.* 154: 1033.
- Liu, J. B.; H. Wang; and H. Yan. 2003. Hydrothermal preparation of BiVO_4 powders. *Mat. Sci. Eng. B-Solid.* 104: 36.
- Montgomery, J. H. 1996. *Groundwater Chemicals*. 2nd ed., Boca Raton: CRC Press.
- Salama, T. M.; I. O. Ali; and M. M. Mohamed. 2007. Synthesis and characterization of mordenites encapsulated titania nanoparticles: Photocatalytic degradation of mata-chlorophenol. *J. Mol. Catal. A-Chem.* 273: 198.
- Satuf, M. L.; R. L. Brandi; A. E. Cassano; and O. M. Alfano. 2008. Photocatalytic degradation of 4-chlorophenol: A kinetic study. *Appl. Catal. B-Environ.* 82: 37.
- Tokunaga, S.; H. Kato; and A. Kudo. 2001. Selective preparation of monoclinic and tetragonal BiVO_4 with scheelite structure and their photocatalytic properties. *Chem. Mater.* 13: 4624.
- Verschueren, K. 1996. *Handbook of Environmental Data Organic Chemistry*. 3rd ed., Nashville: Thomson Publishing.
- Wahab, H. S.; T. Bredow; and S. M. Aliwi. 2008. Computational modeling of the adsorption and photodegradation of 4-chlorophenol on anatase TiO_2 particles. *J. Mol. Struc.-Theochem.* 863: 84.
- Watts, M. J; and A. T. Cooper. 2008. Photocatalysis of 4-chlorophenol mediated by TiO_2 fixed to concrete surfaces. *Sol. Energy.* 82: 206.
- Wood, P. and F. P. Glasser. 2004. Preparation and properties of pigmentary grade BiVO_4 precipitated from aqueous solution. *Ceram. Int.* 30: 875.
- Xie, B.; H. Zhang; P. Cai; R. Qiu; and Y. Xiong. 2006. Simultaneous photocatalytic reduction of Cr(VI) and oxidation of phenol over monoclinic BiVO_4 under visible light irradiation. *Chemosphere.* 63: 956.
- Yu, J.; S. Music; Y. Zhang; and A. Kudo. 2008. Synthesis and photocatalytic performances of BiVO_4 by ammonia co-precipitation process. *Solid. State Chem.* 10:16.

- Zhang, X.; Z. Ai; F. Jia; L. Zhang; X. Fan; and Z. Zou. 2007. Selective synthesis and visible-light photocatalytic activities of BiVO_4 with different crystalline phases. *Mater. Chem. Phys.* 103: 162.
- Zhou, L.; W. Wang; S. Lui; L. Zhang; H. Xu; and W. Zhu. 2006. A sonochemical route to visible-light-driven high-activity BiVO_4 photocatalyst. *J. Mol. Catal. A-Chem.* 252: 120.

