



รายงานผลการวิจัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้

การสังเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโน
สำหรับการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ในแหล่งน้ำธรรมชาติ
SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE
NANOPOWDER FOR THE DEGRADATION OF ORGANIC
COMPOUND IN NATURAL WATER

โดย

วิรัชชา เครือฟู ภูสิต ปุ๊กมณี



รายงานผลการวิจัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้

เรื่อง การสังเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโน
สำหรับการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ในแหล่งน้ำธรรมชาติ
SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE NANOPOWDER
FOR THE DEGRADATION OF ORGANIC COMPOUND IN NATURAL WATER

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2550
จำนวน 220,000 บาท

หัวหน้าโครงการ วิรัชชา เครือฟู
ผู้ร่วมโครงการ ภูสิต ปุ๊กมณี

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

30/ก.ย./2551

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ท่านอุดหนุนการวิจัย จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร ปีงบประมาณ 2550 ที่ให้การสนับสนุนทางด้านทุนการทำวิจัย ทำให้รายงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่ให้ทุนสนับสนุน และให้ความอนุเคราะห์ในด้านต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ บุคลากร ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อำนวยความสะดวกทางด้านอุปกรณ์ และสารเคมี รวมทั้งช่วยประสานงานในด้านเอกสารงานราชการ ในการติดต่อหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุคนธ์ พานิชพันธ์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย เชียงใหม่ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้อุปกรณ์และชุดไฮโดรเทอร์มอล

ขอขอบพระคุณ ดร.วิยงค์ กังวานสุขมงคล ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน เครื่องวัดการกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์ และเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ และให้ความกรุณาในการให้คำปรึกษา ข้อเสนอแนะ จนรายงานวิจัยสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบพระคุณ คุณกนกวรรณ มารักษ์ และ คุณประภาทิพย์ โคตรอาษา ศูนย์ปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน

ขอขอบพระคุณ คุณบุษบง กันทะลือ ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่ให้ความอนุเคราะห์ และให้คำปรึกษาในการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน และเครื่องวัดการกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์

ขอขอบพระคุณ คุณณิชนน ธรรมรักษ์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่ให้ความอนุเคราะห์ และให้คำปรึกษาในการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน และเครื่องวัดการกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์

คณะผู้วิจัย

การสังเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโน
สำหรับการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ในแหล่งน้ำธรรมชาติ
SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE
NANOPOWDER FOR THE DEGRADATION OF ORGANIC
COMPOUND IN NATURAL WATER

วิรันธชา เครือฟู¹ ภูสิต ปุกมณี²

VIRUNTACHAR KRUEFU¹ PUSIT POOKMANEE²

¹ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่

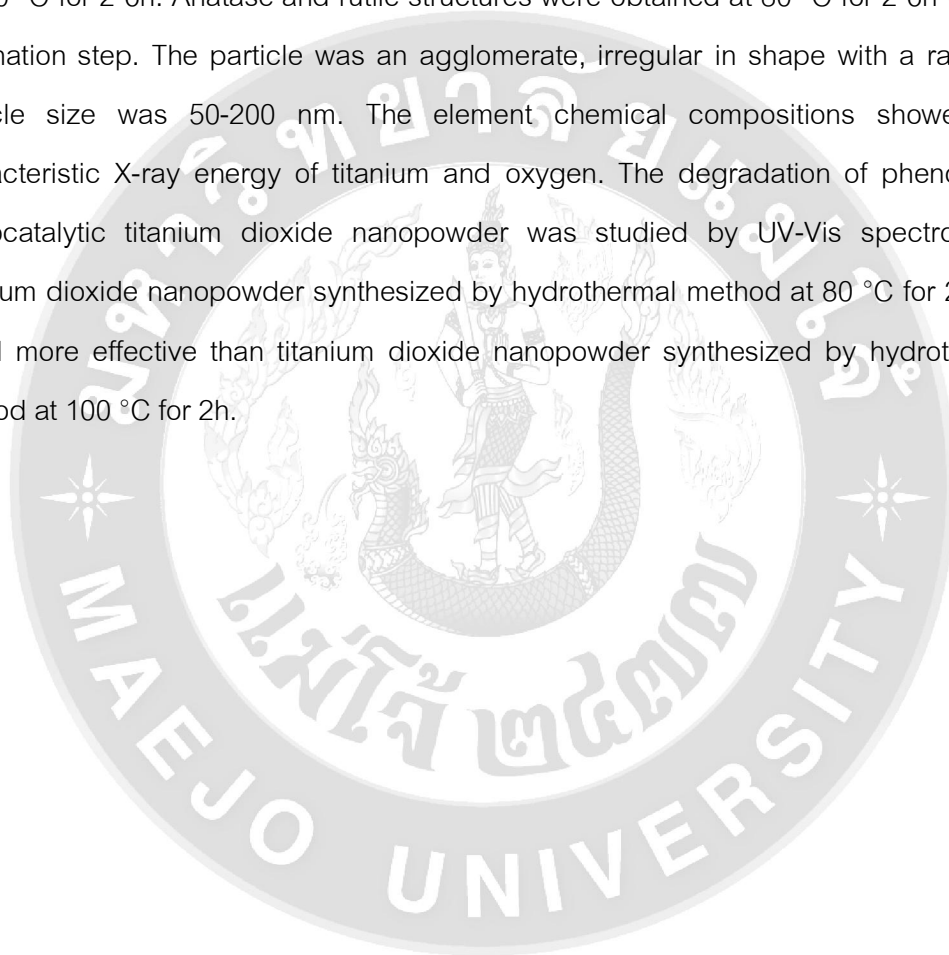
²ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่

บทคัดย่อ

ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้คือ ไทเทเนียมไอโซพรพอกไซด์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และกรดไนตริก สารละลายผสมสุดท้ายซึ่งมีค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 1 นำไปทำการให้ความร้อนในชุดไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80-100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-6 ชั่วโมง ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้าง ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน และเครื่องวัดการกระจายพลังงานสเปกโตรมิเตอร์ ตามลำดับ พบว่า เกิดโครงสร้างแบบอนาเทส ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-6 ชั่วโมงและเกิดโครงสร้างแบบอนาเทสผสมรูไทล์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-6 ชั่วโมง โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการเผาแคลไซน์ อนุภาคเกาะรวมกันและมีรูปร่างไม่แน่นอน และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 50-200 นาโนเมตร มีธาตุไทเทเนียมและธาตุออกซิเจน เป็นองค์ประกอบทางเคมี และทำการการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ในการสลายตัวของฟีนอล โดยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรเตอร์ พบว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายฟีนอล ได้ดีกว่าผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

Abstract

Titanium dioxide nanopowder was synthesized by the hydrothermal method and used the starting precursors as titanium isopropoxide, ammonium hydroxide and nitric acid. The final pH value of mixed solution was 1 and treated at 80-100°C for 2-6 h in a hydrothermal vessel. The phase transition, morphology and chemical elemental analysis of titanium dioxide nanopowder were studied by X-ray diffractometer, scanning electron microscope and energy dispersive X-ray spectrometer. Anatase structure was obtained at 100 °C for 2-6h. Anatase and rutile structures were obtained at 80 °C for 2-6h without calcination step. The particle was an agglomerate, irregular in shape with a range of particle size was 50-200 nm. The element chemical compositions showed the characteristic X-ray energy of titanium and oxygen. The degradation of phenol over photocatalytic titanium dioxide nanopowder was studied by UV-Vis spectrometer. Titanium dioxide nanopowder synthesized by hydrothermal method at 80 °C for 2h was found more effective than titanium dioxide nanopowder synthesized by hydrothermal method at 100 °C for 2h.



สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
สารบัญสัญลักษณ์	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ฟีนอล	1
1.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2)	2
1.3 การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์	4
1.3.1 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)	4
1.3.2 วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method)	5
1.3.3 วิธีซอลเจล (Sol – gel method)	5
1.4 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง	6
1.5 วัตถุประสงค์ของการศึกษา	7
บทที่ 2 การทดลอง	8
บทที่ 3 ผลการทดลอง	17
3.1 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์	17
3.1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	17
3.1.2 การตรวจสอบลักษณะพื้นฐานวิทยาของผงนาโนไทเทเนียมได ออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	19
3.1.3 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมได ออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)	22
3.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลายฟีนอล โดยผงนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์	27

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง	30
4.1 สรุปผลการทดลอง	30
4.2 วิจารณ์ผลการทดลอง	32
4.3 ข้อเสนอแนะ	33
เอกสารอ้างอิง	34



สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 คุณสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ในเฟสของผลึกแบบต่างๆ	3
1.2 เปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์	6
3.1 สรุปลักษณะโครงสร้าง และขนาดโครงสร้างผลึกเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	19
3.2 ค่าพลังงานของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	26



สารบัญรูป

รูป	หน้า
1.1 โครงสร้างของฟีนอล	1
1.2 โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์	3
2.1 แผนผังการสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	15
2.2 แผนผังการสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์	16
3.1 รูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดร เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	17
3.2 รูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดร เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	18
3.3 SEM ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	20
3.4 SEM ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง	21
3.5 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	22
3.6 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	23
3.7 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	23
3.8 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	24
3.9 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	24
3.10 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	25
3.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายฟีนอลมาตรฐาน	27
3.12 กราฟค่าการดูดกลืนแสงกับสารละลายฟีนอลมาตรฐาน ความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร	28
3.13 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอลมาตรฐานกับเวลา	29

สารบัญคำย่อและสัญลักษณ์

สัญลักษณ์	ความหมาย
EDS	เครื่องวัดการกระจายพลังงาน สเปกโทรมิเตอร์
JCPDS	ข้อมูลมาตรฐาน Joint Committee on Powder Diffraction Standards
keV	กิโลอิเล็กตรอนโวลต์
SEM	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน
SIM	Selected ion monitoring
TiO ₂	ไทเทเนียมไดออกไซด์
XRD	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์
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

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ฟีนอล (Phenol) ⁽¹⁻⁴⁾

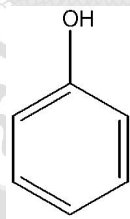
ฟีนอล เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล ($-OH$) ต่อกับหมู่แอริล (Ar) มีสูตรทั่วไปคือ $ArOH$

การที่หมู่ $-OH$ ต่อกับหมู่แอริล ทำให้สมบัติส่วนใหญ่ของฟีนอลต่างจากแอลกอฮอล์ทั่วไป ตัวอย่างของสารประกอบอินทรีย์ในกลุ่มนี้ เช่น ฟีนอล มีสูตรเป็น C_6H_5OH

สารประกอบของฟีนอลที่พบในธรรมชาติมีหลายชนิด บางชนิดเป็นน้ำมันหอมระเหย เช่น ยูจีนอล พบในกานพลู บางชนิดนำมาใช้เป็นสารฆ่าเชื้อโรคในท้องผ้าตัด ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารประกอบอินทรีย์หลายชนิด ใช้เป็นสารกันหืนในอาหารที่มีน้ำมันหรือไขมันเป็นองค์ประกอบ เช่น BHT (butylated hydroxytoluene) และ BHA (butylated hydroxyanisole)

ฟีนอลมีคุณสมบัติลุกติดไฟ ทำให้เป็นแผลไหม้ และดูดซึมทางผิวหนังได้อย่างรวดเร็ว เป็นอันตรายหากกลืนกิน หรือ สูดดม

สำหรับการทดลองนี้ ได้ทำการย่อยสลายฟีนอลโดยใช้การเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตโดยมีผงไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



รูป 1.1 โครงสร้างของฟีนอล

1.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2)^(5 - 13)

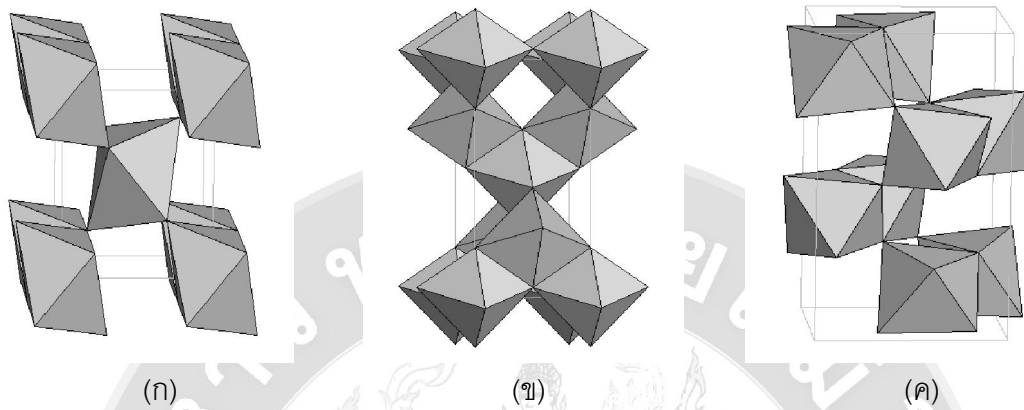
ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ประกอบด้วยไทเทเนียมหนึ่งอะตอมและออกซิเจนสองอะตอม มีอยู่เป็นจำนวนมากในแร่ธรรมชาติ เช่น แร่อิลมีไนท์ (Ilmenite) หรือแร่วิวไทเซน (Leucocene) ไททาเนียมไดออกไซด์ มีลักษณะโปร่งใสเช่นเดียวกับพวกอัลูมินา สะท้อนแสงได้ และมีสมบัติในการกำจัดสิ่งสกปรก

ไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิดผงหรือไททาเนียมขาว เป็นสารที่มีสีขาวบริสุทธิ์ ใช้เป็นตัวเติมในการผลิตประเภทสีทา ซึ่งสมบัติดังกล่าวสามารถทำให้ความเป็นสีขาวที่ดีกว่าสารสีขาวอื่น ๆ นอกจากนี้ ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังไม่มีพิษ สีที่มีไททาเนียมขาวผสมอยู่ด้วย เมื่อนำไปใช้เป็นองค์ประกอบในผลิตภัณฑ์สีทาบาน ทำให้สีดังกล่าวจะมีสมบัติติดทนนาน ไม่เกิดรอยต่างดำ เพราะเวลาเมื่อถูกกับสารประกอบของกำมะถันก็จะไม่เกิดเป็นสีดำ โดยส่วนใหญ่สีทาบานที่มีตะกั่วปน เราจะสังเกตเห็นว่าเป็นรอยดำ ๆ ได้ง่าย เพราะเวลาตะกั่วในสีจะรวมกับสารประกอบของกำมะถันในอากาศเป็นตะกั่วซัลไฟด์ ซึ่งมีสีดำและมีสมบัติทึบแสง ช่วยสะท้อนรังสีอัลตราไวโอเล็ตในแสงแดด สลายที่อุณหภูมิ 1,560 องศาเซลเซียส สารชนิดนี้มักนำมาใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ยาสีฟัน เครื่องสำอาง โดยสมบัติที่เป็นผงละเอียดสีขาวและสะท้อนแสงได้ดี หากนำมาผลิตเป็นแป้งทาผิวหน้า จะทำให้ผิวหน้าดูสว่างและขาวขึ้น

เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีความสำคัญเป็นอย่างยิ่ง ทั้งในปัจจุบันและอนาคต สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ในหลาย ๆ ด้าน ดังนั้นจึงมีผู้ทำการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์ขึ้น เพื่อทำการพัฒนานาโนเทคโนโลยี สำหรับการผลิตวัสดุที่สามารถทำความสะอาดหรือกำจัดสิ่งสกปรกได้ด้วยตัวเอง โดยกระบวนการที่ใช้เริ่มจากการจุ่มผ้ลงในสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ แล้วนำไปผ่านเครื่องอัดรีด เพื่อรีดเอาสารละลายส่วนเกินออกและนำไปทำให้แห้ง ต่อจากนั้นจะนำไปผ่านขั้นตอนของวิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) และต้มผ้ในน้ำเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผ้ที่ได้จากวิธีการนี้ จะมีสารเคมีที่ประกอบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์เคลือบอยู่บนเส้นใยด้วยความหนาประมาณ 50 นาโนเมตร ซึ่งสามารถเกาะติดได้ดีบนเส้นใยผ้าย รวมถึงเส้นใยสังเคราะห์และวัสดุอื่น ๆ เช่น พลาสติก และไม้ ชั้นของสารเคลือบนี้จะมีสมบัติในการย่อยสลายสารอินทรีย์ สามารถกำจัดกลิ่น ฆ่าเชื้อแบคทีเรียและสารอินทรีย์ เช่น ฟอรัมาลดีไฮด์ โดยเมื่อสารที่เคลือบได้รับพลังงานแสงอัลตราไวโอเล็ตจากแสงอาทิตย์หรือหลอดไฟ ก็เกิดปฏิกิริยาย่อยสลายสารเหล่านี้ ให้กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ เนื่องจากเทคโนโลยีดังกล่าว เป็นประโยชน์อย่างมากสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์หลาย ๆ ชนิด ที่มักไม่ค่อยได้ทำความสะอาดกันบ่อยๆ เช่น เฟอร์นิเจอร์ ผ้าม่าน พรม รวมไปถึงชุดสำหรับทหารและนักเดินทาง ที่ไม่มีเวลาหรือไม่มีน้ำเพียงพอสำหรับการซักผ้ เพราะเมื่อเสื้อผ้ามี่คราบ สกปรกเกิดขึ้น เพียงแต่ปล่อยให้ผ้ได้รับแสงแดดประมาณ 2-3 วัน คราบสกปรกก็จะจางหายไป เป็นวิธีการที่สามารถทำได้ โดยไม่

จำเป็นต้องอาศัยเครื่องมือพิเศษเพิ่มเติม ยังช่วยรักษาสิ่งแวดล้อม โดยช่วยลดการใช้พลังงานและสารเคมีในการซักผ้าให้น้อยลง เทคโนโลยีนี้จึงกำลังได้รับความสนใจจากอุตสาหกรรม เพื่อทำการผลิตในเชิงพาณิชย์

ไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีเฟสของผลึกอยู่ 3 แบบคือ รูไทล์ (Rutile) อนาเทส (Anatase) และบรูไคท์ (Brookite) แสดงดังรูป 1.2



รูป 1.2 โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ (ก) แบบรูไทล์ (ข) แบบอนาเทส และ (ค) แบบบรูไคท์

ตาราง 1.1 คุณสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ในเฟสของผลึกแบบต่างๆ

โครงสร้าง สมบัติ	รูไทล์	อนาเทส	บรูไคท์
น้ำหนักโมเลกุล	79.890	79.890	79.890
ความหนาแน่น (g/cm ³)	4.2743	3.895	4.123
ความถ่วงจำเพาะ	3.90-4.10	3.90-4.10	3.90-4.10
จุดหลอมเหลว (°C)	1,800-1,900	1,835	1,800-1,900
จุดเดือด (°C)	2,500-3000	2,500-3000	2,500-3000
โครงสร้างผลึก	เตตระโกนอล	เตตระโกนอล	ออร์โธโรมบิก

การเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปอสัณฐานให้มีขนาดระดับนาโน โดยการใส่สารละลายกรดในการเร่งปฏิกิริยา กล่าวคือ ณ สภาวะที่มีกรดไฮโดรฟลูออริกและกรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส โดยมีลักษณะการกระจายขนาดของอนุภาคแคบ และมีพื้นผิวที่สม่ำเสมอ แต่สำหรับสภาวะที่มีกรดไฮโดรฟลูออริก

กับกรดไนตริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ยังคงมีการกระจายของขนาดอนุภาคแคบ แต่พื้นผิวดังกล่าวไม่แน่นอน ในทางกลับกัน ไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปอสัณฐานจะถูกเปลี่ยนไปเป็นโครงสร้างแบบรูไทล์ที่บริสุทธิ์ โดยมีรูปร่างของอนุภาคเป็นแบบแท่ง ในสภาวะที่มีกรดไนตริกและกรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนการเกิดโครงสร้างแบบรูไทล์จะเกิดได้น้อย เนื่องจากโครงสร้างแบบรูไทล์จะย้อนกลับโดยอัตโนมัติไปเป็นโครงสร้างแบบรูไทล์ได้ง่าย ที่อุณหภูมิสูงกว่า 750 องศาเซลเซียส

1.3 การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์⁽⁵⁻¹³⁾

การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถเตรียมโดยวิธีทางเคมีหลายวิธีด้วยกันดังต่อไปนี้

1.3.1 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

วิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมอย่างกว้างขวางในปัจจุบันในการเตรียมผงเซรามิกในปัจจุบัน เนื่องจากผงที่เตรียมได้มีความสม่ำเสมอทั้งองค์ประกอบเคมีและขนาดของอนุภาคสามารถเตรียมในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิ และความดันสูงปานกลาง โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ (Calcination) และมีอุณหภูมิของการเผาผนึก (Sintering temperature) ต่ำเมื่อเทียบกับผงที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการเตรียมทางเคมีอื่น ๆ เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า แต่วิธีการสังเคราะห์แบบนี้จะต้องมีการควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) อุณหภูมิและความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา วิธีไฮโดรเทอร์มอลได้ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์สารเฟอร์โรอิเล็กทริกทั้งผงและฟิล์มบาง

สำหรับการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลได้โดยการเกิดปฏิกิริยาโดยตรงระหว่างของเหลว คือ การเติมสารละลายไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ($\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4$) ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ภายใต้อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสและค่าความเป็นกรด-ด่าง ประมาณ 1.0 จากนั้นจะเกิดกระบวนการของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ นำสารละลายที่ได้ไปเข้าเครื่องไฮโดรเทอร์มอล โดยควบคุมความร้อนและเวลาที่ทำปฏิกิริยาจะได้ตะกอนของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโนเมตร

1.3.2 วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation method)

วิธีการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีของการแยกไอออน หรือโมเลกุลของสารที่เราสนใจซึ่งอยู่ในเฟสของสารละลายจะถูกทำให้กระจายมาอยู่ในเฟสของของแข็ง หรือที่เรียกว่า ตกตะกอนได้โดยเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการตกตะกอน เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ความเข้มข้นบรรยากาศ และอัตราการผสมสารละลาย เป็นต้น ซึ่งจะบริสุทธิ์แค่ไหนนั้นจะพิจารณาจากการ

เปรียบเทียบระหว่างค่าผลคูณของไอออน (Ion product) กับค่าคงที่ของการละลาย (Solubility product constant, K_{sp}) วิธีการตกตะกอนเป็นวิธีที่มีกระบวนการเตรียมที่ไม่ยุ่งยาก ได้ผลผลิตที่สูง และจะเรียกชื่อวิธีการสังเคราะห์ตามชนิดของตัวกลางหลักที่ใช้

สำหรับการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม สามารถสังเคราะห์โดยวิธีออกซาเลต เป็นกระบวนการของการทำปฏิกิริยากันระหว่าง โพแทสเซียมไทเทนิลออกซาเลตไดไฮเดรต ($K_2[TiO(C_2O_4)_2] \cdot 2H_2O$) กับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ด้วยอัตราส่วน 1:1 โดยโมล ซึ่งจะตกตะกอนสมบูรณ์ที่ค่า pH ประมาณ 1.0 ได้ใช้แอมโมเนียเป็นสารตกตะกอน นำตะกอนที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส สำหรับการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 500 องศาเซลเซียสจะมีโครงสร้างเป็นแบบรูไทล์ และหลังจากที่เผาแคลไซน์แล้ว จะได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นผงสีขาวละเอียดขนาดนาโนเมตร

1.3.3 วิธีซอลเจล (Sol – gel method)

ในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีนี้จะเริ่มจากการใช้สารตั้งต้นที่อยู่ในสภาพของสารละลายซึ่งผสมเข้ากันได้เป็นอย่างดีและสามารถทำปฏิกิริยากันในระดับโมเลกุล ทำให้เกิดโมเลกุลที่เป็นสายโซ่ยาว หรือเกิดอนุภาคที่มีขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ในของเหลวที่เรียกว่า ซอล (sol) เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น ความหนืดของสารละลายจะสูงขึ้นจนกระทั่งกลายสภาพเป็นสารกึ่งของเหลวที่เรียกว่า เจล (Gel) จากนั้นจึงนำเจลที่ได้ไปทำให้แห้งสนิท แล้วบดให้เป็นผงละเอียดก่อนจะนำไปเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อไป วิธีการสังเคราะห์แบบซอล – เจลจะทำให้ได้ผงที่มีขนาดเล็กและมีความบริสุทธิ์สูงมาก

สำหรับการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีซอล-เจล สามารถสังเคราะห์ได้โดยนำสารละลายอะซิเตรตของโลหะที่ต้องการ คือ อะซิติลอะซิโตนมาละลายด้วยเอทานอลโดยให้ความร้อน หลังจากเย็นแล้วเติมเตตระบิวทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ การไฮโดรไลซิสเกิดขึ้นเนื่องจากการเติมน้ำในปริมาณมากเกินไปในเอทานอล หลังจากนั้นกระบวนการทำเจลจะใช้เวลาไม่เกิน 24 ชั่วโมงขึ้นอยู่กับปริมาณกรดที่ใช้ และการเติมอะซิติลอะซิโตนเข้าไปในเจลอะซิเตรตเพื่อการเปลี่ยนแปลงให้สารอยู่ในรูปคอลลอยด์ก็คือ เจล ซึ่งจะให้ผลผลิตเป็นสารประกอบเชิงซ้อนชนิดคีเลตที่แข็งแรงกับโลหะ แล้วนำไปเผาแคลไซน์จะได้อนุภาคนาโนเมตร

ตาราง 1.2 เปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์⁽¹³⁾

วิธี	ข้อดี	ข้อเสีย
1. ไฮโดรเทอร์มอล	-ได้ผงละเอียด -สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ -ไม่ต้องทำการแคลไซน์	-ต้องควบคุม pH, อุณหภูมิและความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาในเครื่องไฮโดรเทอร์มอลที่มีเครื่องควบคุมอัตราการคน
2. การตกตะกอนร่วม	-ได้ผงละเอียด (ถ้าอัตราการตกตะกอนต่ำ ในสารละลายที่มีความเข้มข้นเจือจาง)	-วิธีการทำให้แห้งและการแคลไซน์มักทำให้อนุภาคเกาะกันเกิดการรวมตัวเป็นก้อน อาจต้องบดเพื่อให้ได้ผงที่ละเอียดและขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ -ต้องแยกตะกอนออกจากสารละลาย
3. ซอล-เจล	-ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ -ความบริสุทธิ์สูง -สามารถควบคุมคุณลักษณะพื้นฐาน และการแจกแจงของขนาดอนุภาค	-สารตั้งต้นราคาสูง

1.4 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง

วิทยารัตน์ ภูมิพนาท⁽⁵⁾ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้นที่ใช้ คือ ไทเทเนียมไอโซพโรพอกไซด์ ($\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$) กรดไนตริก (HNO_3) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) นำสารละลายผสมกัน โดยทำการปรับค่า pH เท่ากับ 1, 7, 8 และ 9 รินลงในชุดไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 และ 150 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จากนั้นได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงวิภาคของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (XRD) นอกจากนี้ยังได้ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา และวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของธาตุ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (SEM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และเครื่องวัดการกระจายพลังงานทางสเปกโทรมิเตอร์ (EDS) ตามลำดับ พบว่า เกิดโครงสร้างแบบอนาเทส เมื่อค่า pH เท่ากับ 1 ณ อุณหภูมิ 100 และ 150 องศาเซลเซียส

Lu, C.H. และคณะ⁽¹⁴⁾ ได้ทำการเตรียมผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นสารประเภทโฟโตแคตาไลติกส์ ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส โดยผ่านสารตัวกลางที่เป็นสารประเภทอีมันชั่นและวิธีไฮโดรเทอร์มอล ลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นแบบแท่งและพบว่า ปฏิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

1.5 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
2. เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เพื่อใช้ในการย่อยสลายฟีนอล
3. เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการย่อยสลายฟีนอลของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์



บทที่ 2

การทดลอง

2.1 สารเคมี

	ชื่อสารเคมี	เกรด/ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต	ประเทศ
1.	4-Aminoantipyrine; (C ₁₁ H ₁₃ ON ₃)	Analytical Reagent Grade	Fluka	England
2.	Ammonium hydroxide (NH ₄ OH)	25% v/v	Merck	Germany
3.	Deionized water			
4.	Ethanol (C ₂ H ₅ OH)	95% v/v	Merck	Germany
5.	Nitric acid (HNO ₃)	65% v/v	Merck	Germany
6.	Phenol (C ₆ H ₅ OH)	-	Polskie odcZynniki chemiczne	S.A.
7.	Potassium ferricyanide (K ₃ Fe(CN) ₆)	Analytical Reagent Grade	Merck	Germany
8.	Potassium hydrogen phosphate (K ₂ HPO ₄)	Analytical Reagent Grade	APS Ajax Finechem	Australia
9.	Potassium dihydrogen phosphate (KH ₂ PO ₄)	Analytical Reagent Grade	Merck	Germany
10.	Titanium isopropoxide (Ti(OCH(CH ₃) ₂) ₄)	100% v/v	Fluka	England

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัทผู้ผลิตและรุ่น	ประเทศ
1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)	JEOL รุ่น JSM-6335F	Japan
2. โกร่งบด (Mortar)		
3. เครื่องเคลือบทอง (Fine coater)	JEOL รุ่น JFC-1200	Japan
4. เครื่องชั่งชนิด 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)	Mettler Toledo รุ่น AB304-S	Switzerland
5. เครื่องดูดสุญญากาศ (Suction vacuum)	Tokyo Rikakikai รุ่น A – 3S	Japan
6. เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)	Labquip รุ่น 1000	England
7. เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic)	Ultrasonik รุ่น 136H	England
8. เครื่องอัลตราเพียว (Ultrapure water system)	Millipore รุ่น DI-PAK	USA
9. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)	SIEMENS รุ่น D500	Germany
10. ชุดไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal vessel)	Berghof รุ่น HR-500	Germany
11. ตู้อบ (Oven)	GALLENKAMP	England
12. เตาเผาอุณหภูมิสูง (Muffle furnace)	INTER KILNS รุ่น EFT2	Germany
13. หลอดรังสีอัลตราไวโอเลต (Ultraviolet Lamp, 8 watt)	UVP UPLAND รุ่น UVGL-58	USA
14. เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรมิเตอร์ UV – Vis spectrophotometer	Hitachi รุ่น U – 2900	Japan

2.3 การเตรียมสารเคมี

2.3.1 การเตรียมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์

1. ปิเปตแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 7.63 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

2.3.2 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์

1. ปิเปตกรดไนตริก ปริมาตร 6.92 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

2.3.3 การเตรียมสารละลายไทเทเนียมในเตรต ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์

1. ปิเปตไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ปริมาตร 7.37 มิลลิลิตร ลงในปิเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ที่อยู่ในอ่างน้ำแข็ง พร้อมทั้งคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ตลอดเวลา
2. เติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ ปริมาตร 10.05 มิลลิลิตร จะได้กรดไททานิก $[\text{Ti}(\text{OH})_4]$ ซึ่งมีลักษณะเป็นตะกอนสีขาว
3. เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1.00 โมลาร์ จนมีปริมาตรเกือบครบ 100 มิลลิลิตร พร้อมทั้งคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ตลอดเวลา ตะกอนจะละลายหมด และจะได้สารละลายใส ไม่มีสี
4. ปรับปริมาตรด้วย กรดไนตริกเข้มข้น 1.00 โมลาร์ ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

2.3.4 การเตรียมสารละลายแอมโมเนีย ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์

1. ปิเปตแอมโมเนียเข้มข้นปริมาตร 3.5 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

2.3.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานฟินอลความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานฟินอล ความเข้มข้น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0

มิลลิกรัมต่อลิตรจากสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร 5 ใบ ตามลำดับ

2. ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากอ็อกซิเจน ในขวดวัดปริมาตร จนมีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตร

2.4 วิธีการทดลอง

2.4.1 การสังเคราะห์ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

1. นำสารละลายไททานิลในเตรต ความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร รินลงในชุดไฮโดรเทอร์มอล
2. ปรับ pH ด้วยกรดไนตริก จนกระทั่ง pH เท่ากับ 1
3. นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง จะเกิดผงตะกอนไทเทเนียมไดออกไซด์สีขาวขึ้น
4. นำผงตะกอนไทเทเนียมไดออกไซด์ ไปปั่นเหวี่ยง เป็นเวลา 20 นาที ด้วยอัตราความเร็ว 3300 รอบต่อนาที
5. นำผงตะกอนไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2.4.2 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

2.4.2.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงไทเทเนียมไดออกไซด์โดยเครื่องเอ็กซเรย์ ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

1. นำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ บดให้ละเอียด
2. นำมาอัดในช่องกลางของแผ่นยึดสารตัวอย่าง เกลี่ยผิวหน้าด้านบนของสารให้เรียบ
3. นำเข้าเครื่อง XRD เพื่อนำไปวิเคราะห์หาโครงสร้างของสาร
4. นำข้อมูลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลในแฟ้ม JCPDS⁽¹⁵⁻¹⁶⁾ ของไทเทเนียมไดออกไซด์
5. คำนวณขนาดโครงสร้างผลึกเฉลี่ย โดยใช้สมการเชียร์เรอร์ Scherrer Equation⁽¹⁷⁾ แสดงดังสมการ 2.1

$$d = \frac{k\alpha}{\beta \cos \theta} \quad (2.1)$$

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

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

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

2.4.3 การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1. เตรียมสารละลายฟีนอลความเข้มข้น 5000 ไมโครกรัมต่อลิตร
 - ปิเปตสารละลายฟีนอลมาตรฐาน ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 5 มิลลิลิตร
 - ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลาย ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

2. นำสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร และปิดปากบีกเกอร์ด้วยพาราฟิล์ม

3. นำไปเขย่าในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 30 นาที

4. นำไปทำการคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ประมาณ 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 17 ชั่วโมง

5. นำสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ไปฉายด้วยหลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต โดยมีระยะห่างระหว่างขวดสารละลายฟีนอล กับหลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต เท่ากับ 10 เซนติเมตร พร้อมทั้งคนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็กตลอดเวลา และเริ่มจับเวลา ตั้งแต่สารละลายฟีนอลได้รับรังสีอัลตราไวโอเล็ต

6. ปิเปตสารละลายฟีนอล ครึ่งละ 5 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที

7. ทำการเปลี่ยนสารละลายฟีนอลให้กลายเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีแดงเพื่อให้สามารถวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ โดยวิธีคัลเลอริเมตร⁽²¹⁾ ดังนี้

- เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.50 โมลาร์ 2.50 มิลลิลิตร
- เติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ลงไป 1.00 มิลลิลิตร ปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 7.9 – 8.0 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์
- ปิเปต 2% w/v 4-aminoantipyrine ลงไปบีกเกอร์ ละ 1.00 มิลลิลิตร
- ปิเปต 8% w/v Potassium fericyanide ลงไปอีกบีกเกอร์ละ 1.00 มิลลิลิตร
- ทิ้งไว้ให้เกิดสีเป็นเวลา 15 นาที

7. นำสารประกอบเชิงซ้อนสีแดงไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวีวิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่นตั้งแต่ 200 ถึง 800 นาโนเมตร พบความยาวคลื่นสูงสุดที่ 506 นาโนเมตร

8. เขียนกราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของสารละลายฟีนอลโดยเปรียบเทียบระหว่าง ค่าความเข้มข้นต่อความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C_0) กับเวลา

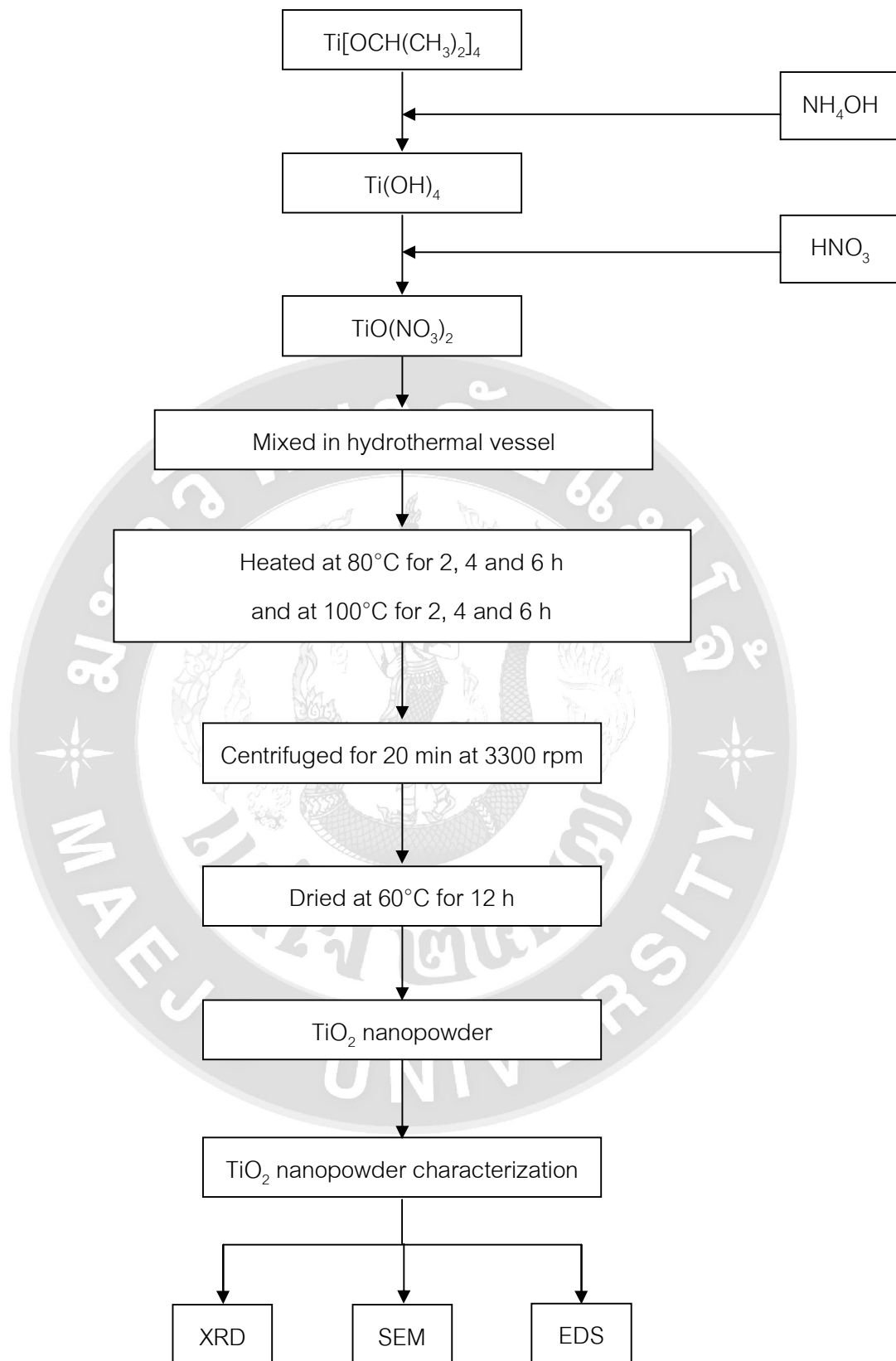
9. คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล (Degradation percentage, η) แสดงดังสมการ 2.2

$$\eta = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100 \quad (2.2)$$

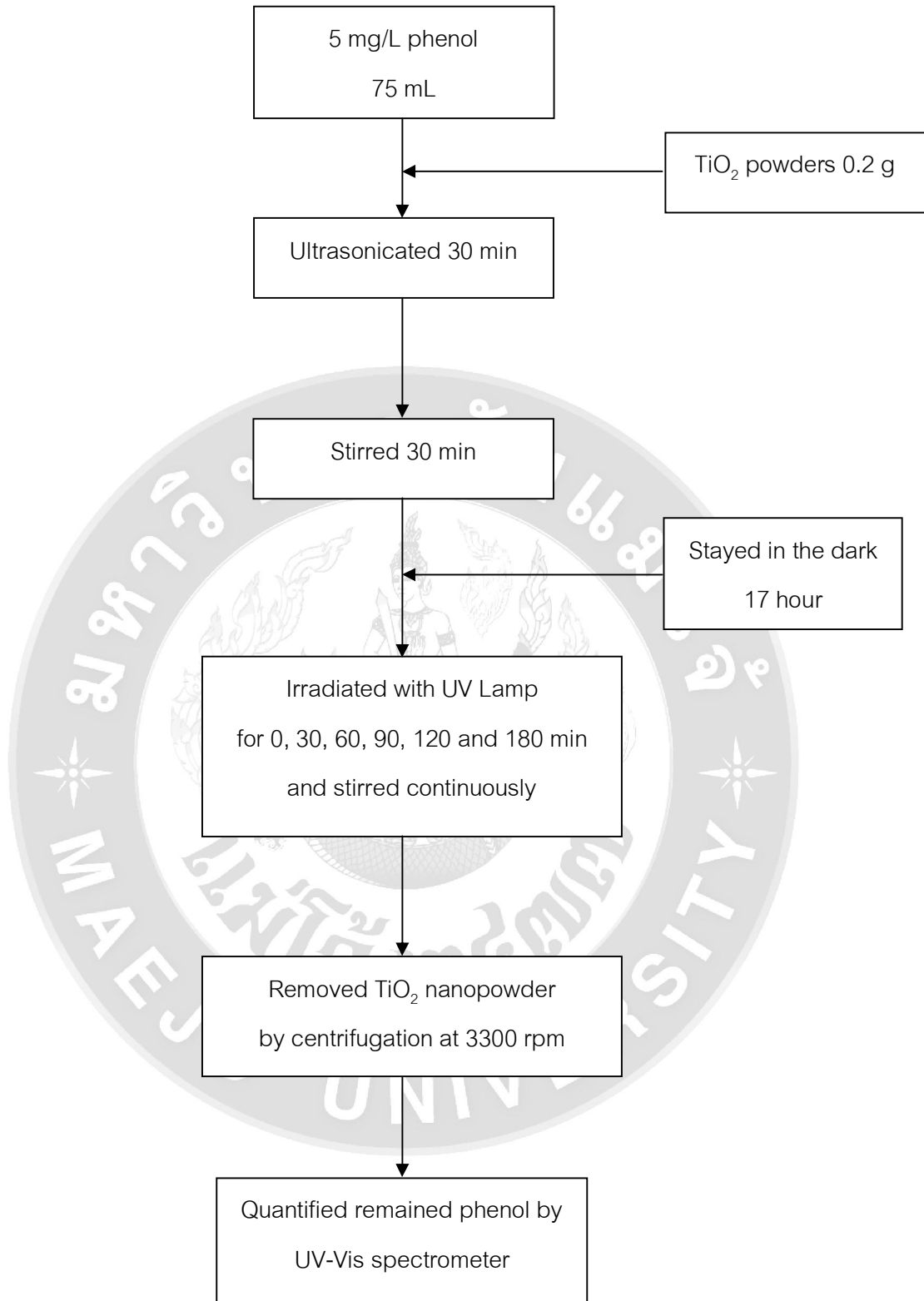
โดย	C_0	คือ	ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายฟีนอล
	C	คือ	ความเข้มข้นที่เวลาใด ๆ ของสารละลายฟีนอล
	η	คือ	เปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล

2.4.3.2.2 การสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

1. ชั่งผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ 0.20xx g ในปิកเกอร์ ขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลายฟีนอลความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร
 - ปิเปตสารละลายฟีนอลมาตรฐาน ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 5 มิลลิลิตร
 - ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายฟีนอล ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร
3. นำสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรใส่ลงในปิกเกอร์ ที่ชั่งผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ไว้ และปิดปากปิกเกอร์ด้วยพาราฟิล์ม
4. นำไปแช่ในเครื่องอัลตราโซนิก ประมาณ 30 นาที
5. นำไปทำการคนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ประมาณ 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มีดเป็นเวลา 17 ชั่วโมง
6. นำสารละลายฟีนอล ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่เติมผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ไปฉายด้วยหลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต พร้อมทั้งคนสารละลายตลอดเวลาด้วยแท่งคนแม่เหล็ก และเริ่มจับเวลาตั้งแต่สารละลายฟีนอลได้รับรังสีอัลตราไวโอเล็ต
7. ปิเปตสารละลายฟีนอล ครั้งละ 5 มิลลิลิตร ที่เวลา 0, 30, 60, 90, 120 และ 180 นาที จากนั้นนำกรองผ่านฟิวเตอร์ ขนาด 0.45 ไมโครลิตร เพื่อแยกเอาผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ออก
8. นำสารละลายฟีนอลไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวีวิสลิเบลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่นตั้งแต่ 200 ถึง 800 นาโนเมตร
9. เขียนกราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของสารละลายฟีนอลโดยเปรียบเทียบระหว่าง ค่าความเข้มข้นต่อความเข้มข้นเริ่มต้น (C/C_0) กับเวลา
10. คำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล ดังสมการ 2.2



รูป 2.1 แผนผังการสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์
ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล



รูป 2.2 แผนผังการสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

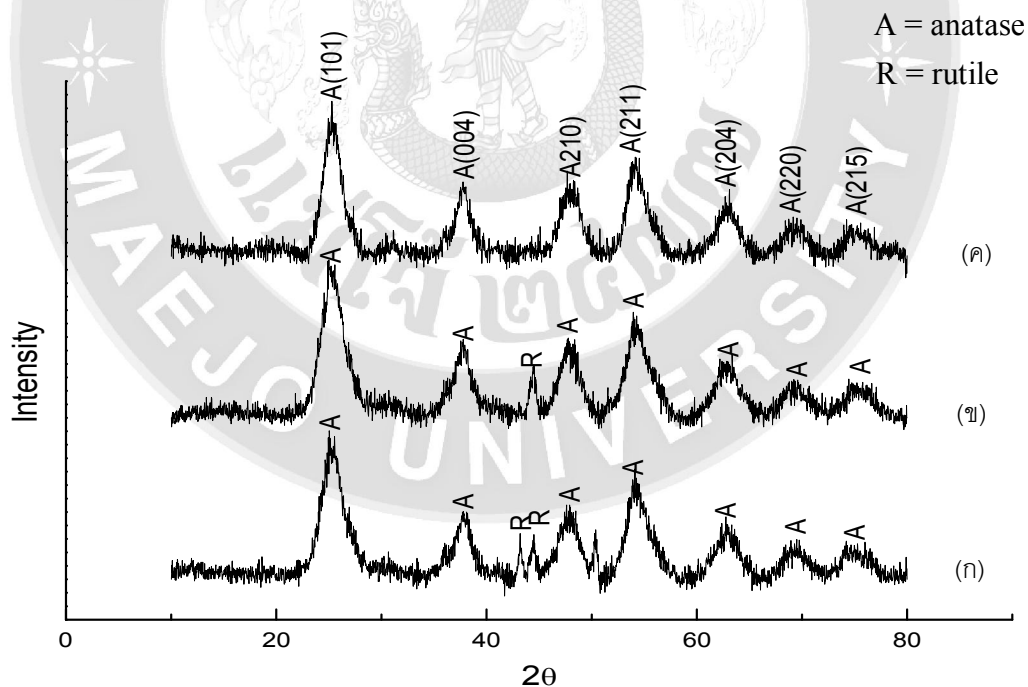
บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

3.1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

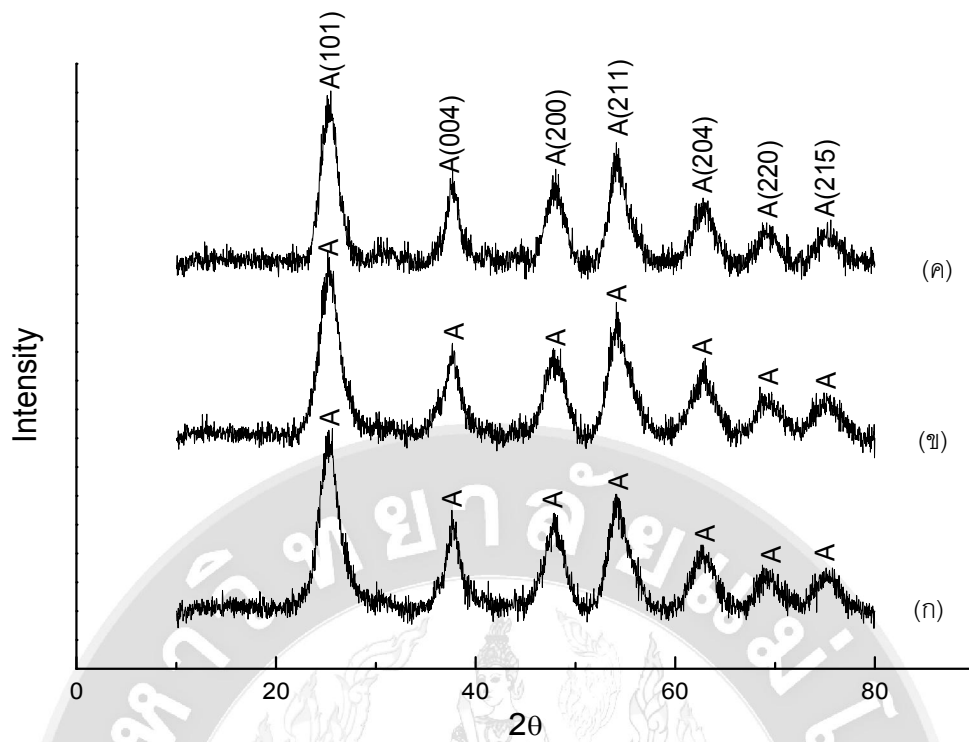
จากการนำผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้าง โดยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (XRD) พบว่า ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 และ 4 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างผสมในรูปแบบอนาเทสและรูไทล์ เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272^[15] และ 21-1276^[16] แสดงดังรูป 3.1 และสำหรับที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างเดี่ยวแบบอนาเทส เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272^[15] แสดงดังรูป 3.2



รูป 3.1 รูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์

โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

A = anatase



รูป 3.2 รูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

และจากการคำนวณขนาดโครงสร้างผลึกเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้สมการ 2.1 พบว่า ได้ค่าแสดงดังตาราง 3.1

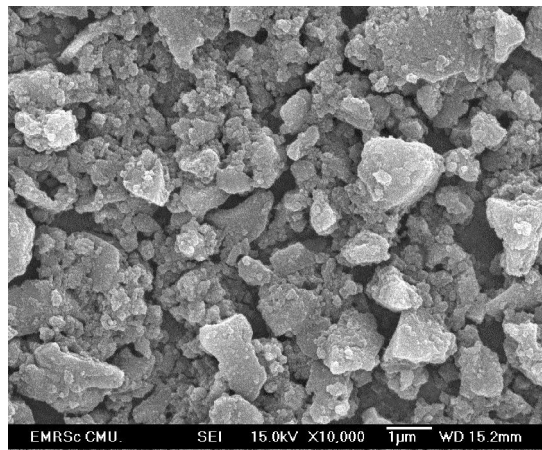
ตาราง 3.1 สรุปลักษณะโครงสร้าง และขนาดโครงสร้างผลึกเฉลี่ย จากรูปแบบ XRD
ของผงนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)		เวลา (ชั่วโมง)	ลักษณะโครงสร้าง	ขนาดโครงสร้างผลึก เฉลี่ย* (นาโนเมตร)
การสังเคราะห์ โดยวิธีไฮโดร เทอร์มอล	80	2	อนาเทส และ รูไทล์	อนาเทส = 3.71 รูไทล์ = 32.08
	80	4	อนาเทส และ รูไทล์	อนาเทส = 3.79 รูไทล์ = 15.34
	80	6	อนาเทส	อนาเทส = 4.10
	100	2	อนาเทส	อนาเทส = 4.19
	100	4	อนาเทส	อนาเทส = 4.30
	100	6	อนาเทส	อนาเทส = 4.83

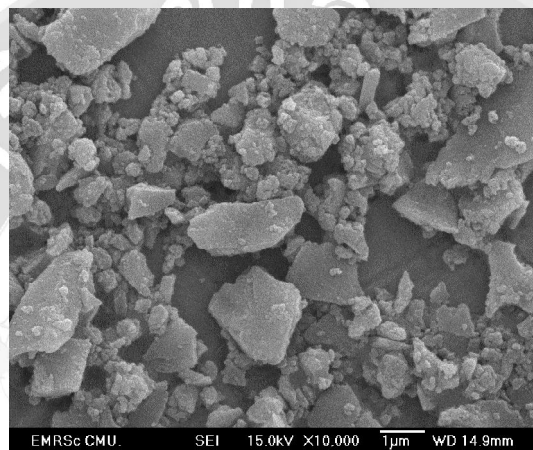
* คำนวณจากสมการ 2.1

3.1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning electron microscope, SEM)

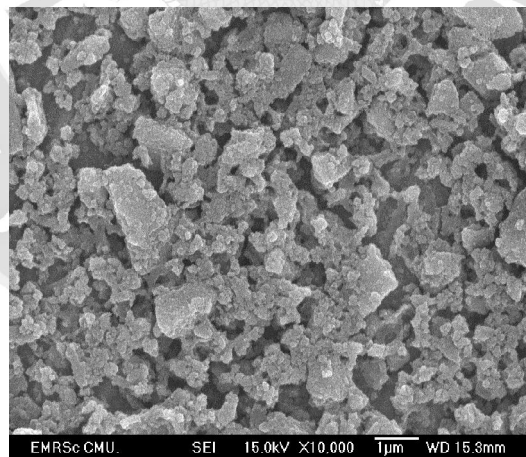
จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง พบว่า ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ณ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง อนุภาคมีรูปร่างไม่แน่นอน เกาะรวมกัน และมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 50-200 นาโนเมตร แสดงดังรูป 3.4 – 3.5



(ก)

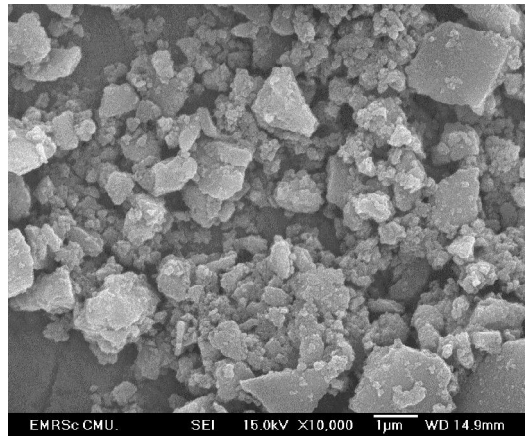


(ข)

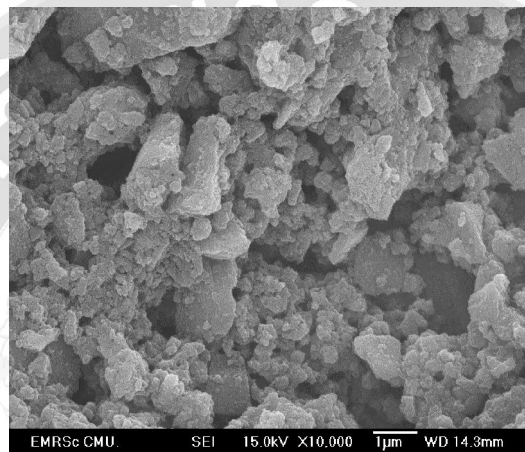


(ค)

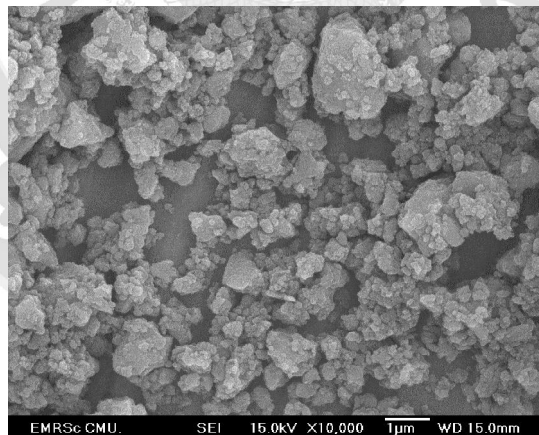
รูป 3.3 SEM ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง



(ก)



(ข)

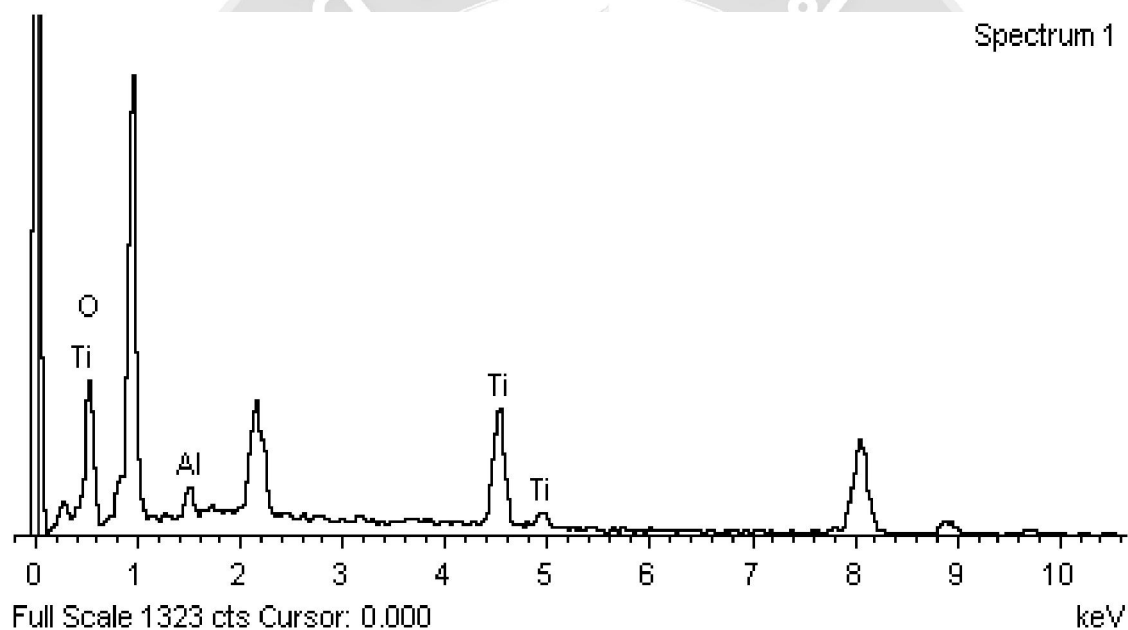


(ค)

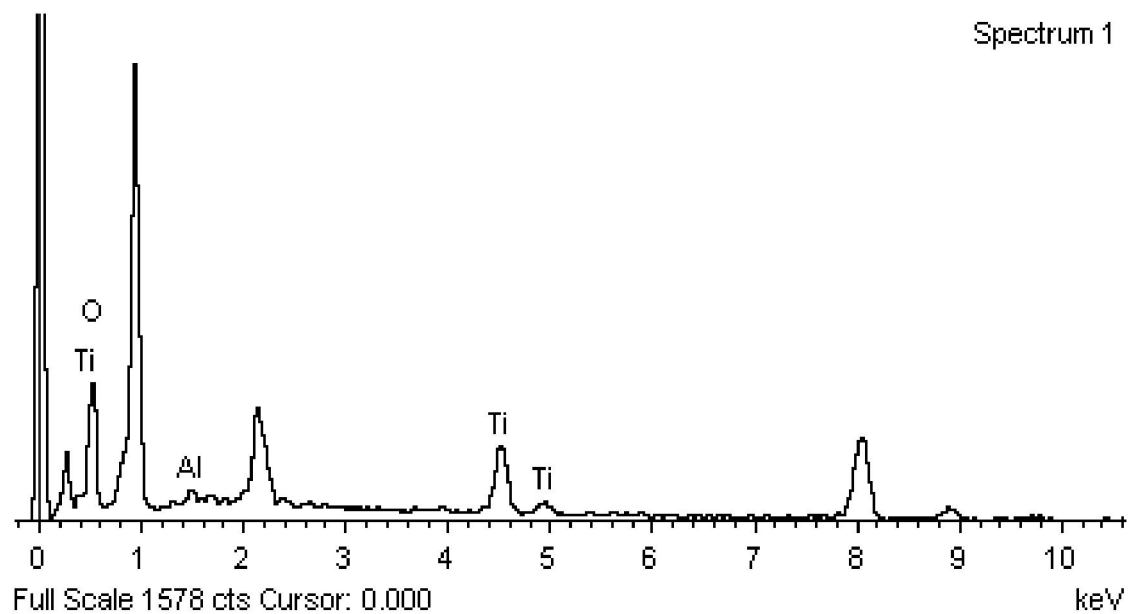
รูป 3.3 SEM ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 2, (ข) 4 และ (ค) 6 ชั่วโมง

3.1.3 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรมิเตอร์ (Energy dispersive X-ray spectrometer, EDS)

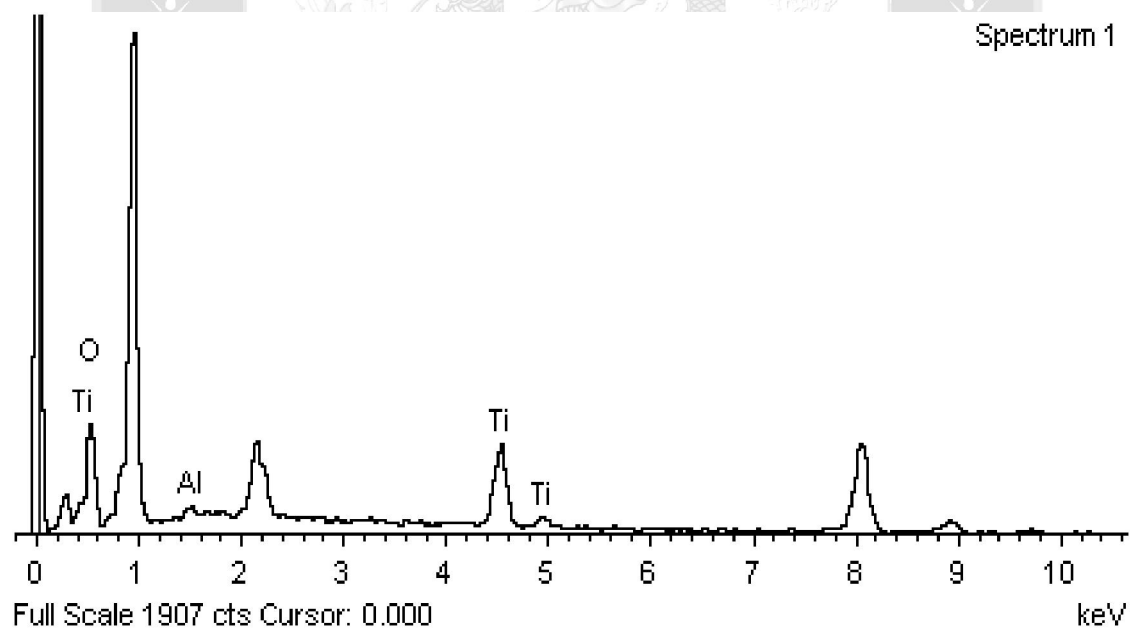
จากการวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง แสดงดังรูป 3.6-3.11 พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ ธาตุไทเทเนียม ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 4.510 และ 4.931 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 0.523 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนธาตุทองแดงและทองคำอาจเกิดขึ้นจากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนทำการวิเคราะห์ซึ่งต้องใช้เทปกาฟที่ทำจากทองแดง และใช้ทองคำในการเคลือบตัวอย่างเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า



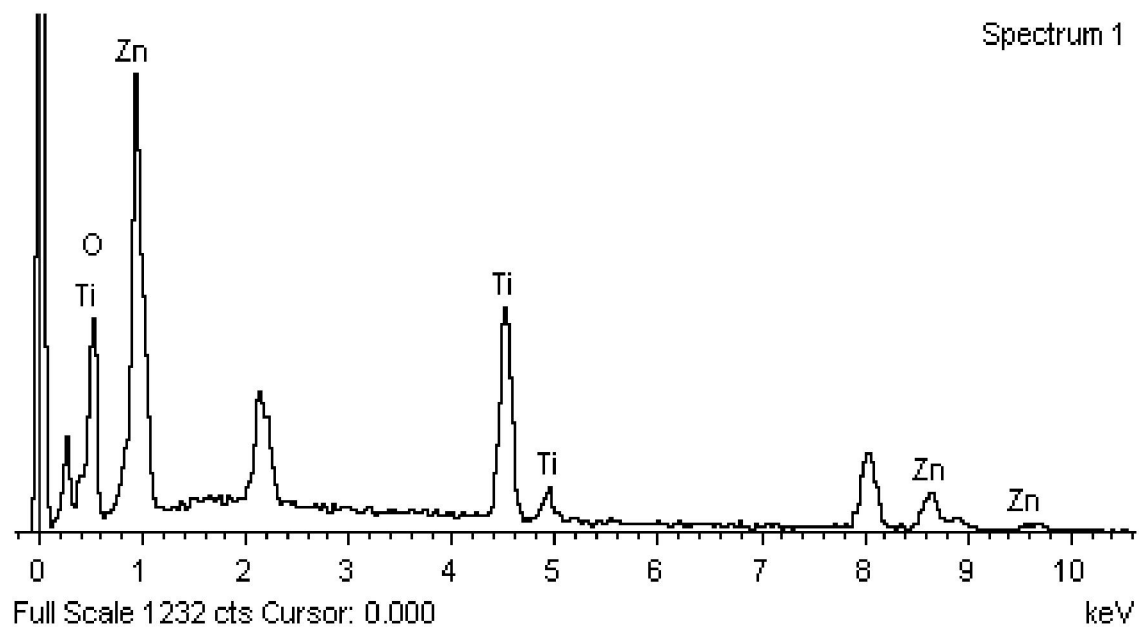
รูป 3.5 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



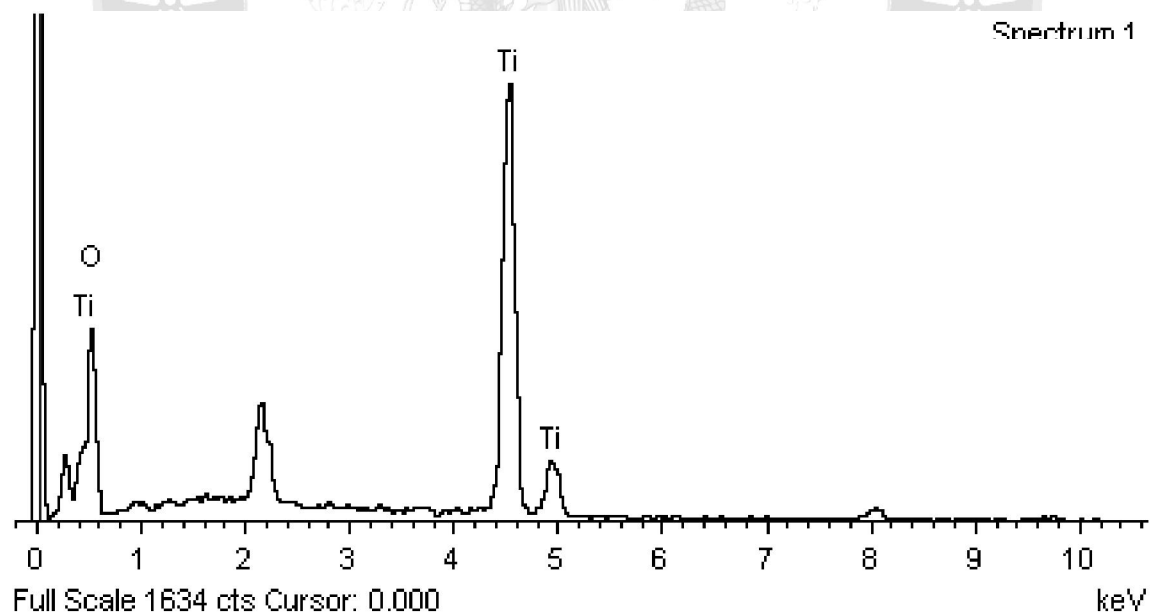
รูป 3.6 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



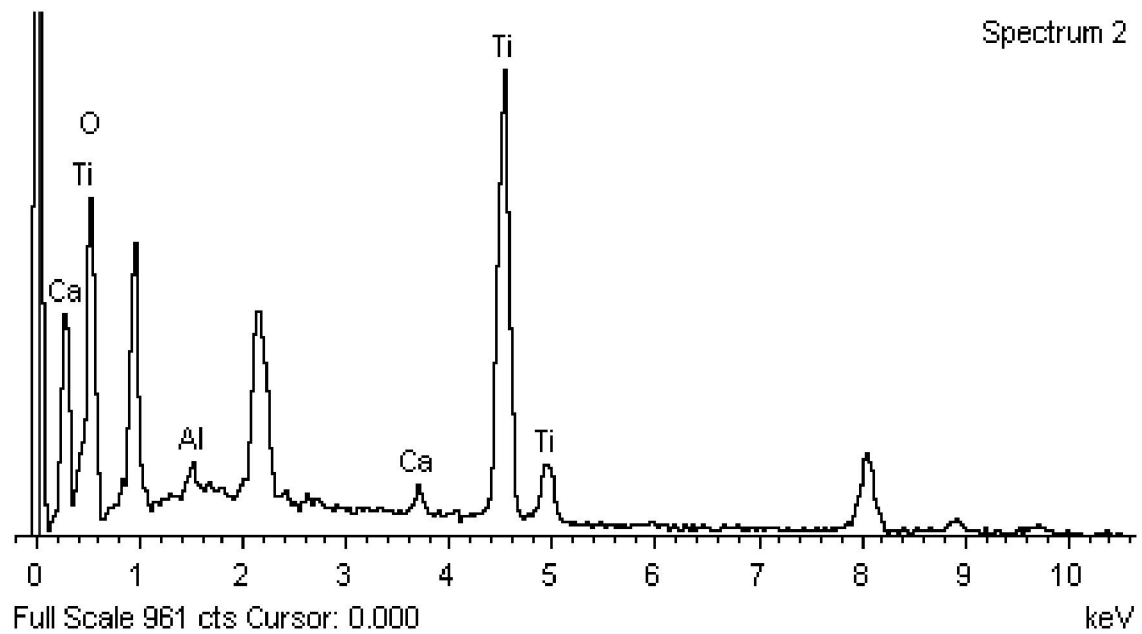
รูป 3.7 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง



รูป 3.8 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูป 3.9 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูป 3.10 EDS ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

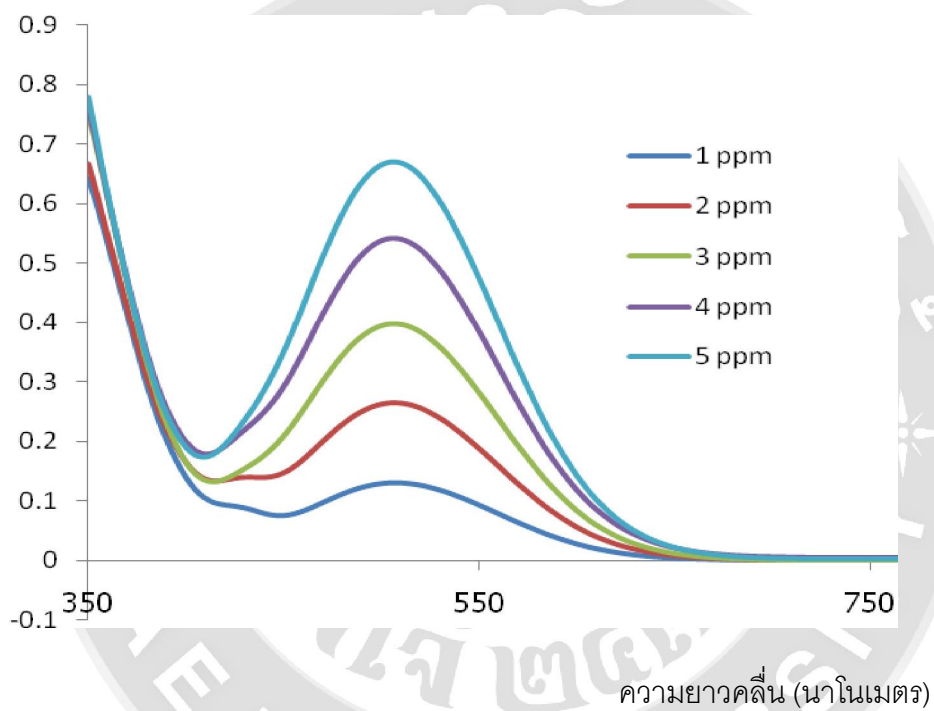
[illegible]

3.2 การศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ของการย่อยสลายพีนอลโดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

3.2.1 การเตรียมกราฟความเข้มข้นสารละลายพีนอลมาตรฐาน

การทำกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายพีนอลมาตรฐาน โดยใช้ความเข้มข้นอยู่ในช่วง 1.0 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร แสดงดังรูป 3.11 โดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ในการวัดค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 506 นาโนเมตร สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายพีนอล

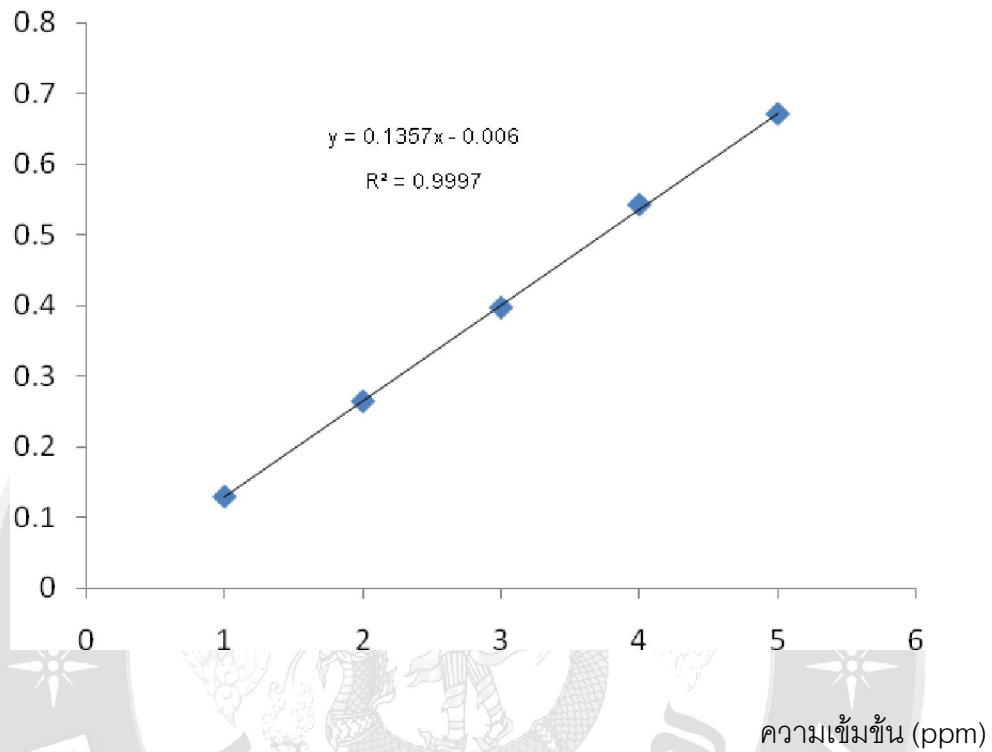
ค่าการดูดกลืนแสง



รูป 3.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายพีนอลมาตรฐาน

กราฟแสดงความเข้มข้นของสารละลายฟีนอล ความเข้มข้นมาตรฐาน 1.0 ถึง 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.9997 แสดงดังรูป 3.12

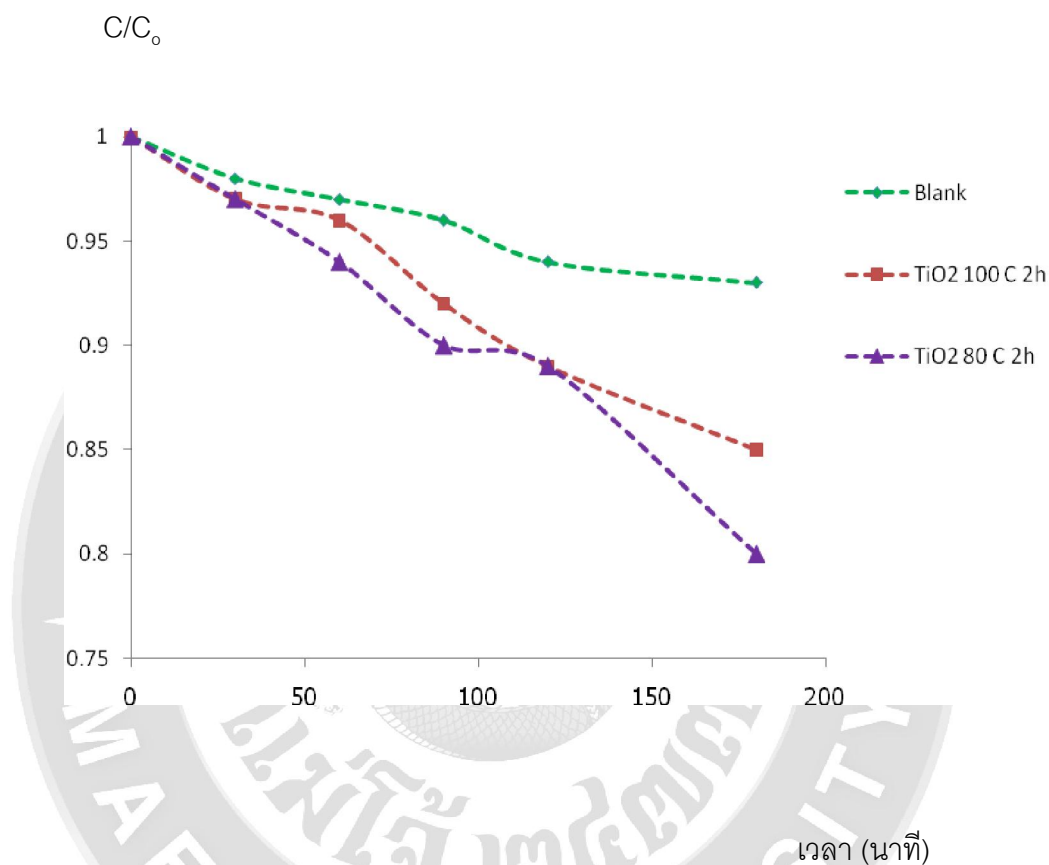
ค่าการดูดกลืนแสง



รูป 3.12 กราฟค่าการดูดกลืนแสงกับสารละลายฟีนอลมาตรฐาน
ความเข้มข้น 1.0-5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.2.2 ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ในการย่อยสลายสารละลายฟีนอล สำหรับผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ที่เติมผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต แสดงดังรูป 3.13



รูป 3.13 ความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอลมาตรฐานกับเวลา

จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C/C_0 ของสารละลายฟีนอล ที่ผ่านปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ ที่เติมผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กับเวลาในการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต พบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตขึ้น ค่า C/C_0 ของสารละลายฟีนอล จะลดลง และผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง และ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลายฟีนอลได้ 19.91 และ 14.85 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงว่า ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ย่อยสลายสารละลายฟีนอล ได้ดีที่สุด

บทที่ 4

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 สรุปผลการทดลอง

4.1.1 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

4.1.1.1 การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

จากการนำผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้าง โดยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (XRD) พบว่าผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างผลึกในรูปแบบอนาเทสและรูไทล์ เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272⁽¹⁵⁾ และ 21-1276⁽¹⁶⁾ สำหรับที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง เกิดโครงสร้างเดี่ยวแบบอนาเทส เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272⁽¹⁵⁾

และจากการคำนวณขนาดโครงผลึกเฉลี่ยจากรูปแบบ XRD ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้สมการเชียร์เรอร์⁽¹⁷⁾ ซึ่งค่าแสดงดังตาราง 3.1 พบว่าขนาดโครงผลึกจะเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มเวลา และเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากการศึกษาของ Dhange, S. R. และคณะ⁽⁹⁾ ได้รายงานไว้ว่า ได้ทำการสังเคราะห์ผงไททาเนียมไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส

4.1.1.2 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

จากการนำผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เมื่อตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน พบว่า ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยสารละลายผสมสุดท้ายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 1 ณ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง และ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2, 4 และ 6 ชั่วโมง อนุภาคมีรูปร่างไม่แน่นอน เกาะรวมกัน และมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 50-200 นาโนเมตร ทั้งนี้พบว่าไม่สอดคล้องกับ

ขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่คำนวณได้จากสมการเซียร์เรอร์ ซึ่งอาจเนื่องมาจากผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีการเกาะรวมกันสูง จึงทำให้มองเห็นภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน เป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่

4.1.1.3 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

จากการวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเครื่องวัดการกระจายพลังงาน ทางสเปกโทรมิเตอร์ พบว่า ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ ธาตุไทเทเนียม ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 4.510 และ 4.931 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ และธาตุออกซิเจน ซึ่งมีระดับพลังงานเท่ากับ 0.523 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองที่รายงานโดย Porkodi, K. และ Arokiamary, S. D.⁽¹⁹⁾ ส่วนธาตุทองแดงและทองคำอาจเกิดขึ้นจากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนทำการวิเคราะห์ซึ่งต้องใช้แท่งกาวที่ทำจากทองแดง และใช้ทองคำในการเคลือบตัวอย่างเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า

4.1.2 การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

จากการศึกษาการสลายตัวของฟีนอล โดยปราศจากผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และการสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ชนิดต่างๆ พบว่าฟีนอลที่ปราศจากผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีการสลายตัวเพียงเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับฟีนอลที่ถูกสลายตัวโดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ จึงสามารถสรุปได้ว่า ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีผลต่อการย่อยสลายฟีนอล

และสามารถคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของฟีนอล (degradation percentage, η) ที่ปราศจากผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และโดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้เท่ากับ 19.91 และ 14.85 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งจากค่าดังกล่าว สามารถสรุปได้ว่า ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส และรูไทล์ และมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า มีประสิทธิภาพในการสลายสารฟีนอลได้ดีกว่าผงนาโนไทเทเนียมได

ออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส และมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่

จากผลการวิจัย พบว่า สอดคล้องกับ การศึกษาที่รายงานโดย Carp, O. และคณะ⁽²⁰⁾ ซึ่งรายงานว่ ผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบผสมระหว่างโครงสร้างแบบอนาเทส และรูไทล์ ในอัตราส่วน อนาเทส ต่อ รูไทล์ ประมาณ 70-75% ต่อ 30-25% จะมีประสิทธิภาพในการเกิดการย่อยสลายด้วยแสงได้ดีกว่าผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอนาเทสเพียงชนิดเดียวเท่านั้น ทั้งนี้สาเหตุ ประสิทธิภาพที่เพิ่มขึ้นของ ช่องว่างอิเล็กตรอน (Electron-hole) เนื่องมาจากการที่อนุภาคมีโครงสร้างที่หลากหลาย นอกจากนี้ Lu, C.H. และคณะ⁽¹⁴⁾ ได้ทำการเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เป็นสารประเภทโฟโตแคตาไลติกส์ ที่มีโครงสร้างเป็นแบบอนาเทส โดยผ่านสารตัวกลางที่เป็นสารประเภทอิมัลชันและวิธีไฮโดรเทอร์มอล ลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นแบบแท่งและพบว่า ปฏิกริยาโฟโตแคตาไลติกส์ขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของผงไททาเนียมไดออกไซด์

4.2 วิจารณ์ผลการทดลอง

การสังเคราะห์ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ต้องทำในสภาวะที่เหมาะสมจึงจะได้ตะกอนที่บริสุทธิ์ โดยอุณหภูมิ และ เวลาที่ใช้ มีผลต่อลักษณะโครงสร้าง ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ขนาด รูปร่าง และพื้นที่ผิวของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีขนาดเล็กมาก จึงไม่สามารถกรองได้ โดยหากนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อไล่น้ำออก อาจทำให้สารละลายที่เหลืออยู่ เกิดการทำปฏิกิริยากันต่อไปได้อีก อาจทำให้โครงสร้างของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เปลี่ยนไป และอาจทำให้ ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นได้ ดังนั้นจึงควรทำการแยกตะกอนของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ออกจากสารละลาย โดยการนำไปปั่นเหวี่ยง ที่อัตราการหมุน 3300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำส่วนที่เป็นสารละลายทิ้ง แล้วจึงนำส่วนที่เป็นตะกอนไปอบ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ลักษณะโครงสร้าง ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ขนาด รูปร่าง และพื้นที่ผิวของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ มีผลต่อประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารพิษ

สาเหตุที่การย่อยสลายพิษ โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ไม่สามารถย่อยสลายพิษได้ทั้งหมดนั้น อาจเนื่องจาก

1. กำลังไฟฟ้าของหลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ตที่ใช้ ไม่เพียงพอ ควรใช้หลอดที่มีกำลังมากกว่า 8 วัตต์ เช่น 280 วัตต์

2. ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารฟีนอลอาจไม่เหมาะสม อาจต้องทำการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารฟีนอล ต่อการสลายตัวของสารฟีนอล

3. ปริมาณของแก๊สออกซิเจนอาจไม่เพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลาย เนื่องจากต้องปิดขวดแก้วให้แน่น เพื่อป้องกันการระเหยของฟีนอล ซึ่งเป็นสารที่ระเหยได้ง่าย

4.3 ข้อเสนอแนะ

4.3.1 การสังเคราะห์ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

1. ทำการตรวจวัดขนาดอนุภาคของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเทคนิคการวิเคราะห์หาขนาดอนุภาค (Particle size analysis)
2. ทำการตรวจวัดพื้นที่ผิวของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (Surface Area Analyzer)
3. ทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopes, TEM)
4. ทำการสังเคราะห์ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ให้มีขนาดเล็กลง และมีโครงสร้างผลึกเปลี่ยนแปลงเป็นแบบอื่น

4.3.2 การศึกษาการสลายตัวของฟีนอล โดยผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1. ใช้หลอดรังสีอัลตราไวโอเลต ที่มีกำลังไฟฟ้าสูงประมาณ 280 วัตต์ เพื่อให้ฟีนอลสามารถสลายตัวได้ดีขึ้น
2. ทำให้สารละลายฟีนอลอิ่มตัวด้วยแก๊สออกซิเจน ก่อนทำการสลายตัว
3. ทำการย่อยสลายสารฟีนอล ในตัวอย่างน้ำ เพื่อนำไปสู่การประยุกต์ใช้จริง
4. ใช้เทคนิคในการวิเคราะห์สารอื่น ๆ เช่น เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (NMR) เพื่อช่วยในการวิเคราะห์หาโครงสร้างของสารที่เกิดขึ้นจากการสลายตัวของฟีนอล
5. ทำการศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ต่อการสลายตัวของสารฟีนอล เช่น ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารฟีนอล ปริมาณของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์และค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายฟีนอล ในขณะที่ทำปฏิกิริยาการย่อยสลาย เป็นต้น

เอกสารอ้างอิง

1. “ฟีนอล”. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา http://www.promma.ac.th/chemistry/organic_chemistry/organic066.htm.
2. “Phenol”. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://en.wikipedia.org/wiki/Phenol>.
3. “Phenol”. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา http://oehha.ca.gov/air/chronic_rels/pdf/108952.pdf.
4. “ฟีนอล”. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://rldc.anamai.moph.go.th/rboard/Question.asp?glD=200>.
5. วียารัตน์ กุญฑนาถ, การสังเคราะห์ผงนาโนไททาเนียมไดออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล, วิทยาศาสตร์บัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้, 2548.
6. วิริยะ สิริสิงห์ และคณะ, 110 ชาติ คุณสมบัติและการค้นพบ, พิมพ์ครั้งที่ 2. สำนักพิมพ์อักษรวัฒนา. กรุงเทพฯ.
7. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2550. “ผ้าที่ทำความสะอาดตัวเองได้.” [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://www.material.chula.ac.th/Radio48/March/radio3-1.htm>
8. บริษัท เมอร์ค จำกัด. 2550. “สารเคมีในห้องปฏิบัติการ”. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://www.merck.co.th/th/chemicals/reagents.asp>
9. Dhange, S.R., Choube, V. D., Samuel, V. and Ravi, V., Synthesis of nanocrystalline TiO₂ at 100 °C. *J. Mater. Chem.*, 2004, **58**, 2310-2313.
10. Ranade, M.R., Navrotsky, A., Zhang, H.Z., Banfield, J.F., Elder, S.H., Zaban, A., Borse, P.H., Kulkarni, S.K., Doran, G.S. and Whitfield, H.J. Energetics of nanocrystalline TiO₂. *P. Natl. Acad. Sci., USA*, 2002, **99**, 6476-6781.
11. Yin, H., Wada, Y., Kitamura, T., Kambe, S., Murasawa, S., Mori, H., Sakata T. and Yanagida, S., Hydrothermal synthesis of nanosized anatase and rutile TiO₂ using amorphous phase TiO₂. *J. Mater. Chem.*, 2001, **11**, 1694-1703.
12. Zhou, X. F., Chu, D. B. Wang, S. W., Lin, C. J. and Tian, Z. Q. New route to prepare nanocrystalline TiO₂ and its reaction mechanism. *Mater. Res. Bull.*, 2002, **37**, 1851-1857.
13. คณาจารย์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, สัมมนาเชิงปฏิบัติการเรื่องอิเล็กทรอนิกส์โทรมิก (กระบวนการผลิต สมบัติและการประยุกต์), คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.

14. Lu, C.H., Wu, W.H. and Kale, R.B., Microemulsion-mediated hydrothermal synthesis of photocatalytic. *J. Hazard. Mater.*, 2008, **154**, 649–654.
15. Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 21-1272, Swarthmore, PA.
16. Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Powder Diffraction File, Card No. 21-1276, Swarthmore, PA.
17. B.D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley, Reading, 1978.
18. Woldseth, R., X-ray Energy Spectrometry, Kevex Corp, California, 1973.
19. Porkodi, K. and Arokiamary, S. D., Synthesis and spectroscopic characterization of nanostructured anatase titania: A photocatalyst. *Mater. Charact.*, 2007, **58**, 495–503
20. Carp, O., Huisman, C. L. and Reller, A., Photoinduced reactivity of titanium dioxide, *Prog. Solid State CH.*, 2004, **32**, 33-177.
21. ศักดิ์ชัย เสงี่ยมพระกุล, คู่มือปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ทางเครื่องมือ, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้, 2550.