

การสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟและการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์
ระดับนาโนเมตร

นางนุชนาพร พิจารณ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต
สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2555

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยปีการศึกษา 2555 ที่ยังมีการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

MICROWAVE ASSISTED SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
NANO TITANIUM DIOXIDE

MRS.NUCHANAPORN PIJARN

A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Doctor of Philosophy Program in Materials Science

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2012

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟและการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนเมตร
โดย	นางนุชนาพร พิจารณ์
สาขาวิชา	วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริธน์วี เจียมศิริเลิศ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัดน์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาตรีบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ ทารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจฤทัย พงษ์เก่า คชะมา)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริธน์วี เจียมศิริเลิศ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัดน์)

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิตานาถ ไตรผล)

.....กรรมการ
(อาจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร. สิทธิสุนทร สุโพธิณะ)

นุชนาพร พิจารณ์ : การสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟและการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของ
ไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนเมตร (MICROWAVE ASSISTED SYNTHESIS AND
CHARACTERIZATION OF NANO TITANIUM DIOXIDE) อ. ที่ปริญญาวิทยานิพนธ์หลัก:
ผศ.ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ, อ.ที่ปริญญาวิทยานิพนธ์ร่วม: รศ.ดร.สุพัตรา จินาวัฒน์, 141
หน้า.

ไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนเมตรถูกสังเคราะห์โดยการเร่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ
ไมโครเวฟให้ไทเทเนียมออกไซด์ซัลเฟต และไฮดรอกไซด์ด้วยพลังงานจากรังสีไมโครเวฟ พบว่า
ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยเฟสผสมของทั้งสามเฟสคือ อนาเทส บรูคไคต์ และ
รูทล์ โดยสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ขึ้นอยู่กับภาวะในการสังเคราะห์คือ (1) pH ในการ
สังเคราะห์ (2) กำลังวัตต์ไมโครเวฟ (3) เวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ (4) เวลาตั้งทิ้งไว้ให้
ตกตะกอน และ (5) อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ ซึ่งในการหาปริมาณของแต่ละเฟสและขนาดของผลึก
ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยใช้หลักการของรีทเวลด์ และสมการเชอเรอร์ ตามลำดับ
จากการทดลองพบว่ามีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญในแง่ของปริมาณเฟสและขนาดผลึกของ
ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมภายใต้ภาวะที่แตกต่างกัน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงอาจใช้เป็นแนวทางในการ
เลือกภาวะการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ให้ได้เฟสหลักที่ต้องการได้ จากการศึกษาพื้นฐาน
วิทยาของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าเกิดการเกาะ
ตัวกันของอนุภาค และมีขนาดอนุภาคแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับแต่ละภาวะ เมื่อวัดขนาดอนุภาค การ
กระจายขนาดอนุภาคและประจุพื้นผิวด้วยเครื่องซีตาไซเซอร์ พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้มีขนาด
อยู่ในระดับนาโนเมตร และมีการกระจายตัวที่ดี มีประจุลบสูง และศึกษาความสามารถในการเป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง โดยการวัดการสลายตัวของเมทิลีน บลู ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโต
มิเตอร์เปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า P25 ผลการศึกษาพบว่าไทเทเนียมได
ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะของสารละลายที่ pH 10 พลังงานไมโครเวฟ 100 วัตต์ เป็นเวลา 10
นาที ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมง และแยกสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ มี
ประสิทธิภาพในการสลาย เมทิลีน บลู ได้ดีที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์
ได้จากภาวะอื่นๆ รวมทั้ง P25

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์.....ลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชา.....วัสดุศาสตร์.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปริญญาวิทยานิพนธ์หลัก.....
ปีการศึกษา.....2555.....ลายมือชื่อ อ.ที่ปริญญาวิทยานิพนธ์ร่วม.....

5273822123: MAJOR MATERIALS SCIENCE

KEYWORDS: TITANIUM DIOXIDE/ MIXED PHASE TiO_2 / MICROWAVE-ASSISTED SYNTHESIS/ PHOTOCATALYTIC ACTIVITY/ DEGRADATION OF METHYLENE BLUE

NUCHANAPORN PIJARN: MICROWAVE ASSISTED SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE. ADVISOR: ASST. PROF. SIRITHAN JIEMSIRILERS, Ph.D., CO-ADVISER: ASSOC. PROF. SUPATRA JINAWATH, Ph.D., 141 pp.

Nano -scaled titanium dioxide (TiO_2) was synthesized by a microwave-assisted process using alkali and microwave irradiation heat mediated hydrolysis of titaniumoxysulfate as the starting material. The coexistence of three polymorphs of TiO_2 (anatase, brookite and rutile) was found. The properties of the TiO_2 depending on, (i) synthesis pH, (ii) microwave power, (iii) irradiation time, (iv) aging time after irradiation for precipitation, and (v) calcination temperature. The obtained TiO_2 powders were characterized for their mineral phase by X-ray diffraction, using Scherrer's equation and Rietveld analysis to quantify the crystallite size and phase composition, respectively. The results showed a significant difference in terms of the phase composition and estimated crystallite size of the TiO_2 prepared under different conditions, and so it is possible to select the optimal synthesis condition for the desired mineral phase. The morphologies of TiO_2 powders were observed by a scanning electron microscope (SEM). The results showed agglomerates in various sizes. Particle size distribution and surface charge of the TiO_2 were studied by Zetasizer. The results showed nano-scaled TiO_2 with a good distribution of highly negatively charged particles. The photocatalytic activities of the obtained TiO_2 powders were evaluated through the decomposition of methylene blue in comparison with P25 (Degussa). Results showed that the TiO_2 prepared at conditions of pH 10, 100 watt microwave power, irradiation time of 10 min, aging for precipitation 42 h was most effective when compared with others and P25

Department:Materials Science.....Student's Signature.....

Field of Study: ...Materials Science.....Advisor's Signature.....

Academic Year: ..2012.....Co-advisor's Signature.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ได้ เพราะได้รับความเอื้อเฟื้อในด้านวัตถุดิบ เครื่องมือวิเคราะห์ และสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งความช่วยเหลือและคำแนะนำทางวิชาการอย่างดียิ่งจากผู้ทรงคุณวุฒิหลายท่าน ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้องดังรายนามต่อไปนี้

1. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษา การแก้ไขปัญหา การสนับสนุนทุนในการวิจัย ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับการเขียนงานวิจัย เพื่อตีพิมพ์ในวารสารนานาชาติ ตลอดจนคำแนะนำในการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์ฉบับนี้
2. รองศาสตราจารย์ สุพัตรา จินาวัดน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้คำปรึกษา เกี่ยวกับแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ การแก้ไขปัญหา ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับการเขียนงานวิจัยเพื่อตีพิมพ์ในวารสารนานาชาติด้วยดีเสมอมา
3. ขอขอบคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน ที่สละเวลามาสอบวิทยานิพนธ์ ตลอดจนการให้คำแนะนำในการจัดทำเล่มวิทยานิพนธ์จนสมบูรณ์
4. เจ้าหน้าที่วิเคราะห์ทดสอบด้วยเทคนิคต่างๆ ทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือในการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่างในงานวิจัยนี้
5. ศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ ที่ให้ทุนสนับสนุนด้านการศึกษาและงานวิจัย
6. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา พี่ชาย น้องสาว รวมไปถึงครอบครัวที่ให้การสนับสนุนในด้านกำลังใจและด้านทุนทรัพย์ในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี นอกจากนี้ขอขอบคุณอาจารย์และพี่ๆ น้องๆ ชาววัสดุศาสตร์ทุกท่านสำหรับมิตรภาพที่ดีตลอดมาและจะคงอยู่ตลอดไป

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ฐ
สารบัญรูป.....	ด
บทที่ 1 บทนำ.....	1
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์.....	3
2.1. โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂ structure)	3
2.2. การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Crystallography of TiO ₂)	3
2.2.1. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis).....	3
2.2.2. การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative analysis) [27]	5
2.3. วิธีสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Synthesis method of titanium dioxide).....	7
2.3.1. การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method).....	7
2.3.2. การสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-gel method).....	10
2.3.3. การสังเคราะห์ด้วยเทอร์มอลไฮโดรไลซิส (Conventional thermal hydrolysis method).....	12
2.3.4. การสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟ (Microwave method).....	15
2.4. หลักการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Photocatalytic activity of titanium dioxide principles)	18
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	23
3.1. วัตถุประสงค์และสารเคมี	23
3.1.1. ไทเทเนียมออกซีสัลเฟต (Titanium oxysulfate or titanyl sulfate, TiOSO ₄).....	23
3.1.2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH).....	23

3.1.3.	ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂ , P25)	23
3.1.4.	เมทิลีน บลู (Methylene blue dye, MB)	24
3.1.5.	เอทานอล (Ethanol, C ₂ H ₅ OH).....	24
3.1.6.	น้ำรีเวอร์ส ออสโมซิส (Reverse osmosis water, RO).....	24
3.2.	วิธีการทดลอง	25
3.2.1.	ผลของการใช้ไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	25
3.2.2.	ผลของเทคนิคในการแยกสารตัวอย่าง	27
3.2.3.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	29
3.2.4.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์	30
3.2.5.	ผลของเวลาที่ทำให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์	31
3.2.6.	ผลของเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนหลังการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ	32
3.2.7.	ผลของอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สารตัวอย่าง	34
3.3.	การวิเคราะห์สารตัวอย่าง	35
3.3.1.	เฟสแร่ (Mineral phase) ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	35
3.3.2.	ปริมาณเฟสโดยประมาณ (Relative phase content) และขนาดผลึก โดยประมาณ (Estimated crystallite size) ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	35
3.3.3.	สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	35
3.3.4.	ขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาค และประจุพื้นผิวของไทเทเนียมได ออกไซด์.....	35
3.3.5.	พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์	35
3.3.6.	ความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	36
3.4.	ผลของการศึกษาสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้เปรียบเทียบกับ P25	37
บทที่ 4	ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	38
4.1.	ผลของการใช้ไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์	38
4.1.1.	ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อเฟสแร่ ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	39

4.1.2.	ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์	40
4.1.3.	ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์	41
4.1.4.	ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์	42
4.1.5.	ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์	44
4.1.6.	ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์	46
4.2.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่าง	51
4.2.1.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์	51
4.2.2.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์	52
4.2.3.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ ...	53
4.2.4.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์	54
4.2.5.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์	55
4.2.6.	ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์	57
4.3.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์	60
4.3.1.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์	60
4.3.2.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์	61
4.3.3.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์	62
4.3.4.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์	63

4.3.5.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวสัมผัส.....	64
4.3.6.	ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อความสามารถในการละลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	66
4.4.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ	69
4.4.1.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อเฟสแร่งของไทเทเนียมไดออกไซด์	69
4.4.2.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึก โดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์	70
4.4.3.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	70
4.4.4.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อขนาดอนุภาคและการกระจาย ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	71
4.4.5.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียม ไดออกไซด์	72
4.4.6.	ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อความสามารถในการละลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	74
4.5.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ.....	77
4.5.1.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อเฟสแร่งของไทเทเนียมไดออกไซด์...	78
4.5.2.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อปริมาณเฟสและขนาดผลึก โดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์	79
4.5.3.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียม ไดออกไซด์	80
4.5.4.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อขนาดอนุภาคและการกระจาย ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	81
4.5.5.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของ ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	82
4.5.6.	ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	83
4.6.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน	86
4.6.1.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อเฟสแร่งของไทเทเนียมไดออกไซด์	87

4.6.2.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึก โดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	87
4.6.3.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อสัณฐานวิทยา ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	88
4.6.4.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อขนาดอนุภาคและการกระจาย ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	89
4.6.5.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิว ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	90
4.6.6.	ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	92
4.7.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง	95
4.7.1.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	95
4.7.2.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึก โดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์	96
4.7.3.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียม ไดออกไซด์	97
4.7.4.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาด อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	98
4.7.5.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิว ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	99
4.7.6.	ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	101
4.8.	ผลของการศึกษาสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้เปรียบเทียบกับ P25	105
4.8.1.	สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25.....	105
4.8.2.	ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25	106
4.8.3.	ประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ เปรียบเทียบกับ P25	106

4.8.4. ความสามารถในการสลาย MB และ ค่าคงที่ของการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25.....	108
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	113
5.1. สรุปผลการทดลอง.....	113
5.2. ข้อเสนอแนะ.....	115
รายการอ้างอิง.....	116
ภาคผนวก.....	125
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	141

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1	สมบัติทางกายภาพของสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้ 25
ตารางที่ 3.2	รหัสตัวอย่างและภาวะในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ 27
ตารางที่ 3.3	ปริมาตรของสารละลาย MB ที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ ... 36
ตารางที่ 4.1	องค์ประกอบเฟสและ ขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ จากการสังเคราะห์ทั้ง 4 ภาวะ..... 41
ตารางที่ 4.2	ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆ 45
ตารางที่ 4.3	พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆ 46
ตารางที่ 4.4	ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน MB ที่ความเข้มข้นต่างๆ 47
ตารางที่ 4.5	ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ..... 49
ตารางที่ 4.6	ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลาย MB จากปฏิกิริยา ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ 50
ตารางที่ 4.7	องค์ประกอบเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ 53
ตารางที่ 4.8	ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง และการเซนตริฟิวจ์ 56
ตารางที่ 4.9	พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง และการ เซนตริฟิวจ์..... 57
ตารางที่ 4.10	ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและเซนตริฟิวจ์ 58
ตารางที่ 4.11	ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง และการเซนตริฟิวจ์ 59
ตารางที่ 4.12	ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการ สังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14..... 62
ตารางที่ 4.13	ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14..... 65

ตารางที่ 4.14	พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14	66
ตารางที่ 4.15	ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14	67
ตารางที่ 4.16	ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH 10 และ 14.....	67
ตารางที่ 4.17	ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟที่กำลังวัตต์ต่างๆ	70
ตารางที่ 4.18	ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์	73
ตารางที่ 4.19	พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์.....	74
ตารางที่ 4.20	ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์	76
ตารางที่ 4.21	ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์.....	76
ตารางที่ 4.22	ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ	79
ตารางที่ 4.23	ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในไมโครเวฟ 10, 20 และ 30 นาที	82
ตารางที่ 4.24	พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในไมโครเวฟที่ 10, 20 และ 30 นาที.....	83
ตารางที่ 4.25	ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที	84
ตารางที่ 4.26	ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที.....	85

ตารางที่ 4.27 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลาต่างๆ.....	88
ตารางที่ 4.28 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง.....	91
ตารางที่ 4.29 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง.....	92
ตารางที่ 4.30 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียม ไดออกไซด์ที่ได้จากการจากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง.....	93
ตารางที่ 4.31 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จาก ปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18, 42 และ 66 ชั่วโมง.....	94
ตารางที่ 4.32 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่าน การเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	96
ตารางที่ 4.33 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผา และเผาที่อุณหภูมิต่างๆ วัดที่ pH 7.....	100
ตารางที่ 4.34 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	101
ตารางที่ 4.35 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียม ไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	103
ตารางที่ 4.36 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จาก ปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	104
ตารางที่ 4.37 ประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และ P25.....	107
ตารางที่ 4.38 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์เปรียบเทียบกับ P25.....	107
ตารางที่ 4.39 ค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผา และ P25 ที่เวลาต่างๆ หลังการตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 30 นาที.....	108
ตารางที่ 4.40 ความเข้มข้นของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผา และ P25 ที่เวลาต่างๆ หลังการตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 30 นาที.....	109
ตารางที่ 4.41 อัตราการสลายตัวของ MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและ P25 ที่เวลาต่างๆ หลังการตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 30 นาที.....	110

ตารางที่ 4.42 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จาก ปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จาก P25.....	111
--	-----

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์	3
รูปที่ 2.2 กราฟ XRD ของเฟสอนาเทส [25].....	4
รูปที่ 2.3 กราฟ XRD ของเฟสรูไทล์ [26]	5
รูปที่ 2.4 กราฟ XRD ของเฟสบรูคไคต์ [26].....	5
รูปที่ 2.5 ร้อยละการสลายตัวของ Rh B ในตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ	7
รูปที่ 2.6 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ	8
รูปที่ 2.7 สัณฐานวิทยาของตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ (a) 24 ชั่วโมง และ (b) 60 ชั่วโมง	8
รูปที่ 2.8 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไฮโดรเทอร์มอล (a) เฟส อนาเทส ในกรดอะซิติก 1.5 โมลาร์ ที่ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง (b) เฟสรูไทล์ ในกรดไฮโดรคลอริก 4 โมลาร์ ที่ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (c) เฟสบรูคไคต์ ในกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ ที่ 175 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 7 ชั่วโมง	9
รูปที่ 2.9 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากการทำไฮโดรเทอร์มอล: (a) เฟส อนาเทส, (b) เฟสรูไทล์ และ (c) เฟสบรูคไคต์	10
รูปที่ 2.10 แผนภาพกระบวนการโซล-เจล [33].....	11
รูปที่ 2.11 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์หลังจากการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ	12
รูปที่ 2.12 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์หลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C.....	12
รูปที่ 2.13 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 700 °C, (b) 800 °C และ (c) 1000 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	13
รูปที่ 2.14 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากภาวะต่างๆ.....	13
รูปที่ 2.15 ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ต่อประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของ ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	14
รูปที่ 2.16 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของไทเทเนียมออกซิซัลเฟตในสารละลายที่ใช้จุ่ม ต่อประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์	15
รูปที่ 2.17 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากอุณหภูมิและเวลาต่างๆ.....	16

รูปที่ 2.18	สัณฐานวิทยาเฟสรูทิลของไทเทเนียมไดออกไซด์ a) ก่อนเติม PVP และ b) หลังเติม PVP 2% โดยมวล	16
รูปที่ 2.19	กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากการทำไฮโดรเทอร์มอล ไมโครเวฟ 950 วัตต์เป็นเวลา 3 นาที	17
รูปที่ 2.20	(a) กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไมโครเวฟ ที่เวลาต่างๆและ (b) UV-Vis สเปกตรัมของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ จากการทำไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ	18
รูปที่ 2.21	TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ และ (a) 30 นาที และ (b) 60 นาที	18
รูปที่ 2.22	หลักการการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ [42]	19
รูปที่ 2.23	การสลายตัวของ MO (%) (a) WACS-200 ภายใต้แสง UV, (b) NMP-200ภายใต้แสง UV, (c) NMP-200 ภายใต้แสง VL, (d) VLP7000 ภายใต้แสง VL และกราฟเล็กที่ แทรกอยู่ในรูป d คือค่าคงที่ของการสลายตัว (1 st order rate constant) ภายใต้แสง VL ของตัวอย่าง NMP-200 และ VLP7000	20
รูปที่ 2.24	การสลายตัวของ MO ในตัวอย่าง NMP-200-VL#1 ภายใต้ภาวะ VL (a) ผ่านการล้าง(washing) ด้วยตัวทำละลายต่างๆ และ (b) ผ่านการเผาซ้ำ (recalcining)	21
รูปที่ 2.25	การสลายตัวของ 2, 4-ไดไนโตรอะนิลีน ในตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ pH ต่างๆ.....	21
รูปที่ 2.26	การสลายตัวของ 4-ไซโคลเพนตะไดอินในตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	22
รูปที่ 3.1	โครงสร้างของ TiOSO ₄	23
รูปที่ 3.2	โครงสร้างของ MB	24
รูปที่ 3.3	การกวนสารด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กและแท่งกวนสารแม่เหล็ก	26
รูปที่ 3.4	ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของการใช้ไมโครเวฟ	26
รูปที่ 3.5	ขั้นตอนการแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลาย (a) การกรองผ่านเครื่องปั๊ม สูญญากาศ (b) การเซนตริฟิวจ์, (c) สารตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยการกรอง และ (d) สารตัวอย่างที่ได้จากการเซนตริฟิวจ์.....	28
รูปที่ 3.6	ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของเทคนิคในการแยกสาร ตัวอย่าง	29
รูปที่ 3.7	ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของ pH ในการสังเคราะห์.....	30

รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของกำลังวัตต์ 31

รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของเวลาในการให้ความร้อน ... 32

รูปที่ 3.10 การตกตะกอนหลังตั้งทิ้งไว้ที่เวลาต่างๆ 33

รูปที่ 3.11 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้
ตกตะกอน 33

รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเผา 34

รูปที่ 4.1 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาที่ได้จากทั้ง 4 ภาวะ 38

รูปที่ 4.2 กราฟ XRD ของตัวอย่างทั้ง 4 ภาวะ หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 39

รูปที่ 4.3 สัมพันธวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ:
(a) 10-0-0-0-C-700, (b) 10-0-0-18-C-700, (c) 10-100-10-0-C-700 และ
(d) 10-100-10-18-C-700. 42

รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมได้จากภาวะต่างๆ 43

รูปที่ 4.5 กราฟและสมการเส้นตรงของสารละลายมาตรฐาน MB..... 48

รูปที่ 4.6 สเปกตรัมของการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์
ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ 48

รูปที่ 4.7 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์
ได้จากภาวะต่างๆ..... 50

รูปที่ 4.8 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคต่างกันหลังเผา
แคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 52

รูปที่ 4.9 สัมพันธวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่แยกด้วยเทคนิค (a) การกรอง และ 54

รูปที่ 4.10 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิค
การกรองและการเซนตริฟิวจ์ 55

รูปที่ 4.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์
ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ เทียบกับสารละลาย MB
ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์..... 57

รูปที่ 4.12 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการ
แยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ 59

รูปที่ 4.13 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	61
รูปที่ 4.14 สันฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะ: (a) pH 10 และ (b) pH 14.....	63
รูปที่ 4.15 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14	64
รูปที่ 4.16 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	66
รูปที่ 4.17 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการ สังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14	68
รูปที่ 4.18 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ต่างๆ หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	69
รูปที่ 4.19 สันฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของ ไมโครเวฟ: (a) 100 วัตต์, (b) 200 วัตต์ และ (c) 300 วัตต์	71
รูปที่ 4.20 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์.....	72
รูปที่ 4.21 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์ เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	75
รูปที่ 4.22 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการ สังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์	77
รูปที่ 4.23 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลา 10, 20, และ 30 นาที หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	78
รูปที่ 4.24 สันฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ใช้เวลาในไมโครเวฟ: (a) 10 นาที, (b) 20 นาที และ (c) 30 นาที	80
รูปที่ 4.25 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา ในไมโครเวฟ 10, 20 และ 30 นาที	81

รูปที่ 4.26	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีเทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	84
รูปที่ 4.27	ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที	86
รูปที่ 4.28	กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้เวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18, 42 และ 66 ชั่วโมง หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	87
รูปที่ 4.29	สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน: (a) 18 ชั่วโมง, (b) 42 ชั่วโมง, และ (c) 66 ชั่วโมง	89
รูปที่ 4.30	การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง	90
รูปที่ 4.31	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมงเทียบกับที่ ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์	93
รูปที่ 4.32	ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18, 42 และ 66 ชั่วโมง	94
รูปที่ 4.33	กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ	95
รูปที่ 4.34	สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ: (a) ตัวอย่างที่ไม่ได้เผา (b) ตัวอย่างที่เผาที่ 400 °C, (c) 500 °C, (d) 600 °C, (e) 700 °C, (f) 800 °C และ (g) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	98
รูปที่ 4.35	การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (green, 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C).....	99
รูปที่ 4.36	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ ..	102
รูปที่ 4.37	ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	104
รูปที่ 4.38	โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ (a) ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ และ (b) P25.....	105

รูปที่ 4.39 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ และ P25.....	106
รูปที่ 4.40 อัตราการสลายตัวของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ เทียบกับ P25	111
รูปที่ 4.41 ร้อยละการสลายตัวของ MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ กับ P25	112

บทที่ 1 บทนำ

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างอยู่ในรูปของเฟสหลักที่ต่างกันอยู่สามเฟสคือที่เป็นอนาเทส รูไทล์และบรูคไคต์ ซึ่งปัจจุบันมีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์มาประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ เช่น ยา ปฏิชีวนะ [1] การบำบัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมผลิตเครื่องสำอาง [2] การแพทย์และเภสัช [3] วัสดุใหม่ที่ผสมกับพอลิเมอร์ โลหะ หรือเซรามิก [4-5] และตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง [6] โดยเฉพาะอย่างยิ่งตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง จากการที่ไทเทเนียมไดออกไซด์มีเฟสสามเฟสและการเปลี่ยนเฟสก็จะมีผลต่อความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง จากการสืบค้นมีรายงานที่หลากหลายเกี่ยวกับประสิทธิภาพของการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง เช่น รายงานวิจัยที่กล่าวว่าเฟสอนาเทสเป็นเฟสที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดี [7-9] เฟสบรูคไคต์เป็นเฟสที่มีความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดี [10-12] หรือไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเฟสผสมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดี [13-15]

องค์ประกอบเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์จะขึ้นอยู่กับภาวะในการสังเคราะห์ ซึ่งการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธี เช่นวิธีไฮโดรเทอร์มอล [16] วิธีโซล-เจล [17] และวิธีเทอร์มอลไฮโดรไลซิส [18] อย่างไรก็ตามวิธีการเหล่านี้ก็มีข้อจำกัดบางประการ ในกรณีของวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีข้อจำกัดคือจำเป็นจะต้องใช้หม้อนิ่งอัดไอน้ำที่มีราคาสูง และไม่สามารถมองเห็นการเกิดและการเติบโตของผลึก ส่วนกรณีของวิธีโซล-เจลนั้นมีข้อจำกัดคือใช้เวลาในการสังเคราะห์นาน และต้องใช้กรด-เบสที่แรงเพื่อทำให้เกิดโซลและเจล ส่วนในกรณีของเทอร์มอลไฮโดรไลซิสนั้นก็มีข้อจำกัดคือใช้เวลาในการสังเคราะห์นาน บางครั้งอาจจะต้องทำการกลั่นไหลกลับทิ้งไว้ข้ามคืน

ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ เพื่อช่วยลดข้อจำกัดต่างๆ ดังที่กล่าวมาแล้ว โดยมีขอบเขตตัวแปรในการสังเคราะห์ที่สนใจศึกษาคือ การใช้ไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนมีผลต่อการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์อย่างไรเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีที่ไม่ได้ใช้ไมโครเวฟ เทคนิคในการแยกสารตัวอย่างที่ได้ออกจากสารละลาย พีเอชของสารละลาย กำลังวัตต์ของไมโครเวฟ เวลาที่อยู่ในไมโครเวฟ เวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนหลังจากไมโครเวฟ และอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง ซึ่งปัจจัยต่างๆเหล่านี้จะศึกษาว่ามีผลต่อปริมาณของเฟส ขนาดของผลึก สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค ประจุพื้นผิว พื้นผิว และความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

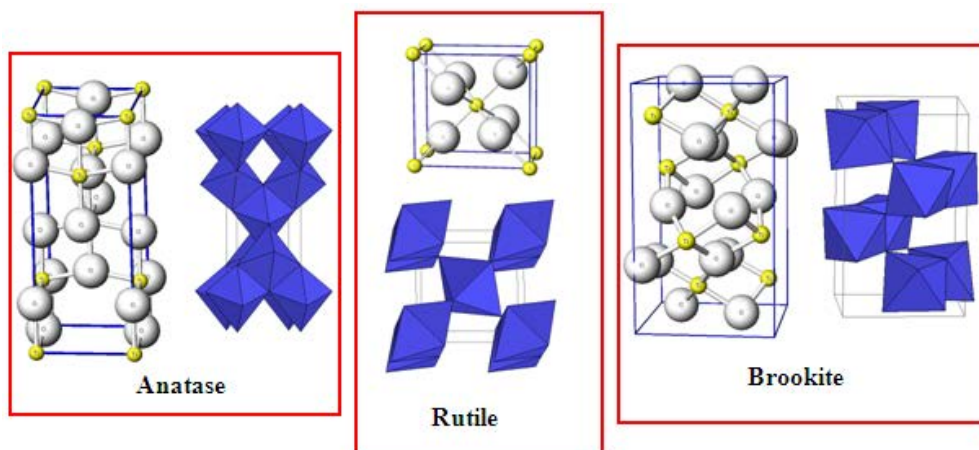
ดังนั้นวัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือเพื่อสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ในระดับนาโนเมตร โดยใช้ไมโครเวฟ และวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆ รวมทั้งศึกษาความสามารถในการสลายเมทิลีน บลู และความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ที่ภาวะต่างๆเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า P25

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัยนี้คือได้ภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์และควบคุมเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้ไมโครเวฟ ซึ่งจะเป็นแนวทางในการเลือกภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากไทเทเนียมออกไซด์ไฮดรอกไซด์โดยใช้ไมโครเวฟเพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีปริมาณเฟสและความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงตามที่ต้องการได้

บทที่ 2 วารสารปริทัศน์

2.1. โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂ structure)

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีสมบัติทางไฟฟ้าเคมีและสามารถสลายสารอินทรีย์ด้วยแสง ผู้ค้นพบสมบัติดังกล่าวคือ Fujishima และคณะในปี 1972 [19] ไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างอยู่ในรูปของเฟสหลักที่ต่างกันอยู่สามเฟส โดยทั้งสามเฟสมีสูตรโมเลกุลเหมือนกันแต่โครงสร้างมีการจัดเรียงตัวต่างกัน [20] (ดังรูปที่ 2.1) เฟสอานาเทสและบรูคไคต์เป็นเมตา-สเตเบิล (metastable) ซึ่งเป็นเฟสที่ไม่เสถียร สามารถเปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์ได้เมื่อได้รับความร้อน [21-22] ส่วนเฟสรูไทล์จะมีความเสถียรอยู่ได้ในทุกอุณหภูมิ [23]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์

2.2. การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Crystallography of TiO₂)

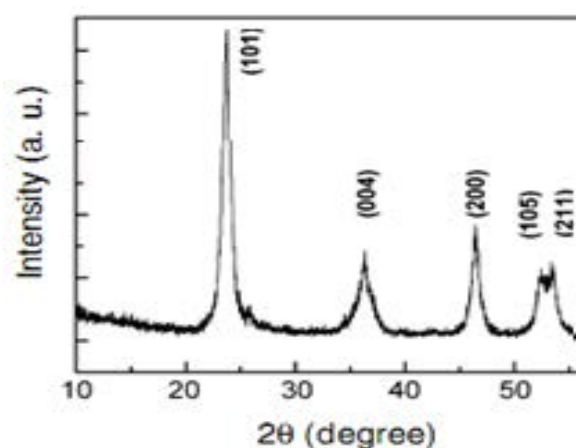
2.2.1. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis)

เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างอยู่ในรูปของเฟสหลักที่ต่างกันอยู่สามเฟสคือ อานาเทส รูไทล์ และบรูคไคต์ ซึ่งรูปแบบของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ของไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีความแตกต่างกันในแต่ละเฟส เนื่องจากมีมุมของการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกัน โดยรูปแบบของการเลี้ยวเบนได้แสดงเป็นความถี่ในการเลี้ยวเบนของแต่ละมุม แล้วแปลเป็นความเข้มของการเลี้ยวเบน (intensity) เมื่อได้ออกมาเป็นกราฟ XRD แล้ว ขั้นตอนต่อไปคือหาตำแหน่งมุมของพีกในการเลี้ยวเบน (2θ) และความเข้มของการเลี้ยวเบน ในกรณีที่รูปแบบการเลี้ยวเบนมีการซ้อนทับหรือเหลื่อมกันอยู่ อาจใช้วิธีการเชิงตัวเลขในการทำฟิตติ้ง (Peak fitting) เพื่อ

แยกพีกออกมา ขั้นตอนนี้สามารถทำได้โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ จากนั้นทำการค้นหาพีก (search-match) ที่มีรูปแบบตรงกับฐานข้อมูลมาตรฐานของ Joint Committee on Power Diffraction Standard (JCPDS) เพื่อความแม่นยำมากขึ้นควรมีพีกที่ตรงกับมาตรฐานอย่างน้อย 3 พีกขึ้นไป หากพบพีกที่ตรงกับข้อมูล XRD มาตรฐานของเฟสน้อยกว่า 3 พีก ควรสรุปผลการวิเคราะห์ด้วยความระมัดระวัง และต้องพิจารณาตัวแปรอื่นๆ ร่วมด้วย เช่น มีการจัดเรียงแบบให้ระนาบนั้นๆ หันมาทางสี่เอกซ์ (preferred orientation) หรือไม่ หรือปริมาณสารมีน้อยเกินไปหรือไม่ ฯลฯ [24] โดยทั่วไปพีกของแต่ละเฟสตาม JCPDS มีลักษณะดังต่อไปนี้

2.2.1.1. เฟสอานาเทส (Anatase phase)

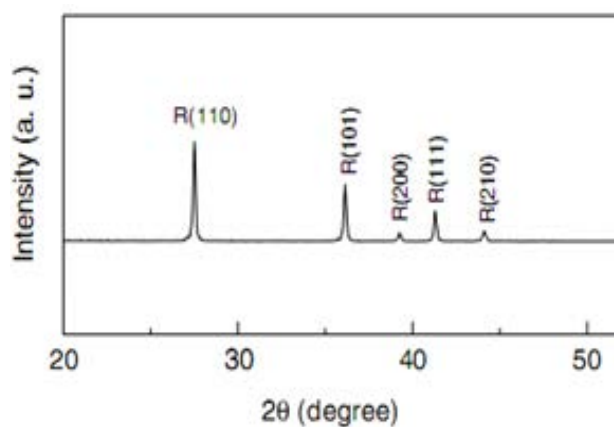
อานาเทสเป็นเฟสที่มีการจัดเรียงโครงสร้างแบบบอดีเซนเตอร์เตตระโกนอล (Body-centered tetragonal) โดยกราฟ XRD ของเฟสอานาเทส จาก JCPDS มีรูปแบบตามเลข 21-1272 เป็นดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กราฟ XRD ของเฟสอานาเทส [25]

2.2.1.2. เฟสรูไทล์ (Rutile phase)

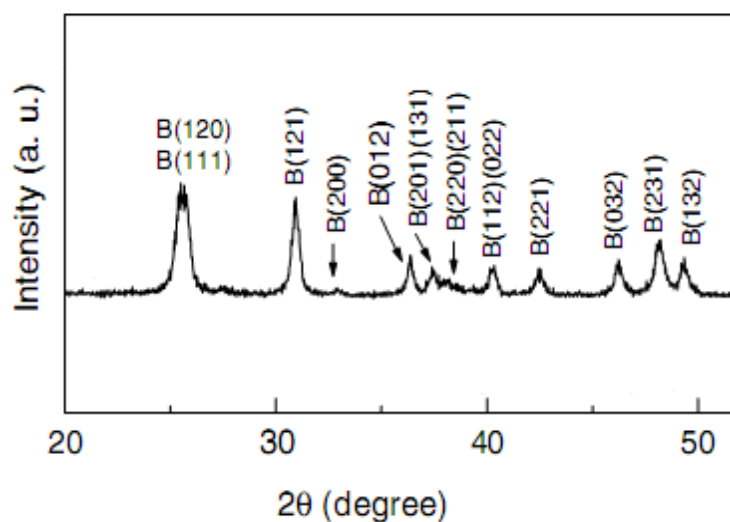
รูไทล์มีรูปผลึกเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal) มักเกิดเป็นแท่งคล้ายรูปเข็ม วาวคล้ายเพชร โดยกราฟ XRD ของเฟสรูไทล์ จากฐานข้อมูลมาตรฐานของ JCPDS มีรูปแบบตามเลข 21-1276 แสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 กราฟ XRD ของเฟสรูไทล์ [26]

2.2.1.3. เฟสบรูคไคต์ (Brookite phase)

บรูคไคต์เป็นเฟสที่มีโครงสร้างเป็นออร์ทอโรมบิก (Orthorhombic) โดยกราฟ XRD ของ บรูคไคต์ จากฐานข้อมูลมาตรฐานของ JCPDS มีรูปแบบตามเลข 29-1360 แสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 กราฟ XRD ของเฟสบรูคไคต์ [26]

2.2.2. การวิเคราะห์เชิงปริมาณ (Quantitative analysis) [27]

การวิเคราะห์เชิงปริมาณคือการคำนวณปริมาณของเฟสที่มีอยู่ในตัวอย่างโดยการเปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS และหาอัตราส่วนของแต่ละเฟสโดยการเปรียบเทียบจากพื้นที่ใต้กราฟของพีค การวิเคราะห์เชิงปริมาณยังสามารถใช้คำนวณขนาดของผลึกตามลักษณะรูปร่างผลึก แม้ว่าความแม่นยำของข้อมูลที่ได้จะขึ้นอยู่กับความถูกต้องและแม่นยำของตำแหน่งพีคที่มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนและความเข้มของการเลี้ยวเบน แต่การวิเคราะห์เชิงปริมาณก็เป็นข้อมูลที่มีคุณภาพดีและทำให้ทราบถึงองค์ประกอบของวัสดุ ซึ่งโดยทั่วไปข้อมูลของการเลี้ยวเบนนั้นได้มาจากเครื่อง XRD

โดยการวิเคราะห์ข้อมูลจะวิเคราะห์จากพีกที่มีความเข้มสูงที่สุด (100%) ในแต่ละเฟส หรือทุกพีกของเฟสนั้นก็ได้ ในบทนี้ขอกล่าวถึงการวิเคราะห์เชิงปริมาณใน 2 ลักษณะต่อไปนี้

2.2.2.1. การคำนวณปริมาณเฟสโดยประมาณ (Relative phase content)

การคำนวณปริมาณเฟสสามารถทำได้โดยคิดจากพื้นที่ใต้พีกของเฟสนั้นเทียบกับพื้นที่ใต้พีกทั้งหมด ดังสมการที่ 2.1

$$\text{ปริมาณของเฟสโดยประมาณ (\%)} = \frac{\text{ผลรวมของพื้นที่ใต้พีกของเฟสนั้น}}{\text{ผลรวมของพื้นที่ใต้พีกทั้งหมด}} \times 100 \quad (2.1)$$

2.2.2.2. การคำนวณขนาดของผลึกโดยประมาณ (Estimated crystallite size)

ขนาดของผลึกขึ้นอยู่กับมุมของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ คือเมื่อขนาดของผลึกเล็ก พีกของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ กว้างขึ้น พีกที่ได้จึงกว้าง (broaden) เมื่อเทียบกับกรณีที่ผลึกมีขนาดใหญ่ พีกของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ ที่แคบ พีกที่ได้จึงแคบ (sharp) เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Grain size effect [28] สมการที่ใช้คำนวณขนาดของผลึกในงานวิจัยนี้คือ สมการที่ 2.2 (Scherer's equation) [29].

$$L = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.2)$$

โดยที่ L คือ ขนาดของผลึก

K คือ ค่าคงที่สำหรับการคำนวณ (0.94)

λ คือ ความยาวคลื่น (0.154 nm)

B ความกว้างของพีกที่ความสูงครึ่งหนึ่ง ณ มุมในการเลี้ยวเบนนั้นๆ (FWHM)

θ คือมุมในการเลี้ยวเบน

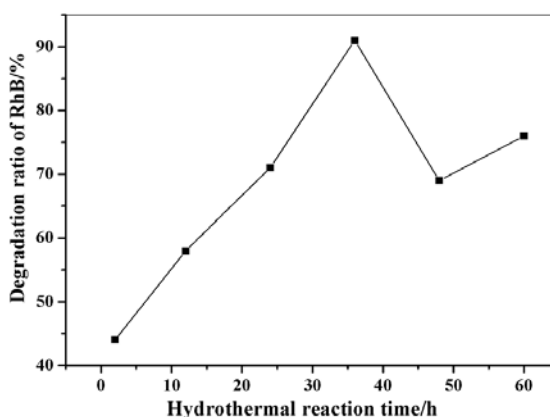
2.3. วิธีสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Synthesis method of titanium dioxide)

เนื่องจากเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นขึ้นอยู่กับกระบวนการสังเคราะห์ ซึ่งวิธีการสังเคราะห์มีบทบาทสำคัญในการที่จะได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความแตกต่างของเฟส โดยการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธี ในบทนี้จะขอล่าวถึง 4 วิธีคือ วิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal method) วิธีโซล-เจล (sol-gel method) วิธีเทอร์มอลไฮโดรไลซิส (thermal hydrolysis) และวิธีไมโครเวฟ (microwave method)

2.3.1. การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

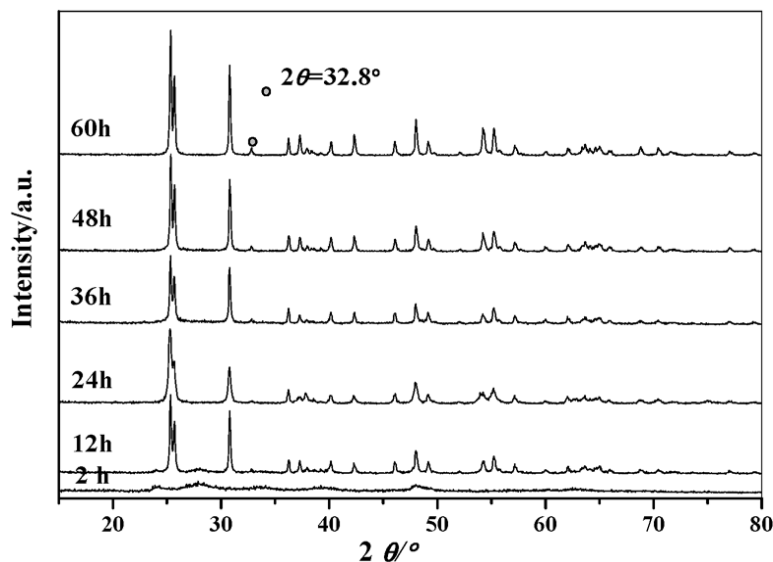
วิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นเทคนิคการตกผลึกภายใต้ภาวะอุณหภูมิและความดันไอสูงในสารละลายที่เป็นน้ำ ซึ่งวิธีนี้สามารถสังเคราะห์ผลึกเดี่ยวได้ ซึ่งขึ้นอยู่กับความสามารถในการละลายของวัสดุในน้ำร้อนภายใต้ภาวะความดันสูงในหม้อนึ่งอัดไอ น้ำ ข้อดีของวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่เหนือกว่าวิธีอื่นคือความสามารถในการทำให้เกิดผลึกของวัสดุที่ภาวะความดันไอสูงและมีอุณหภูมิใกล้เคียงกับจุดหลอมเหลวของวัสดุนั้น ซึ่งจะทำให้ผลึกที่ได้มีคุณภาพดี และสามารถควบคุมองค์ประกอบของผลึกได้ แต่มีข้อเสียคือต้องใช้หม้อนึ่งอัดไอน้ำที่มีราคาสูง และไม่สามารถมองเห็นการเกิดและการเติบโตของผลึกได้ [30]

Xie และคณะ [31] ได้ทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสบรูคไคต์ซึ่งเป็นเฟสที่ค่อนข้างสังเคราะห์ให้บริสุทธิ์ได้ยาก โดยทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและศึกษาสมบัติของเฟสที่ได้ โดยการสังเคราะห์นี้ใช้ไทเทเนียมซัลเฟต ($Ti(SO_4)_2$) เป็นสารตั้งต้น ซึ่งทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $180\text{ }^{\circ}C$ ในเวลาของการสังเคราะห์ ที่แตกต่างกัน และศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในแต่ละเวลา โดยอาศัยการสลายตัวของโรดามีนบี (rhodamine B, Rh B) จากการทดลองพบว่าตัวอย่างที่ได้จากการใช้เวลาในการสังเคราะห์ 36 ชั่วโมงจะมีความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดีที่สุด (รูปที่ 2.5) และยังพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้สามารถสลายตัวภายใต้แสงเนียร์-วิสิเบิล (near-visible light) ได้อีกด้วย

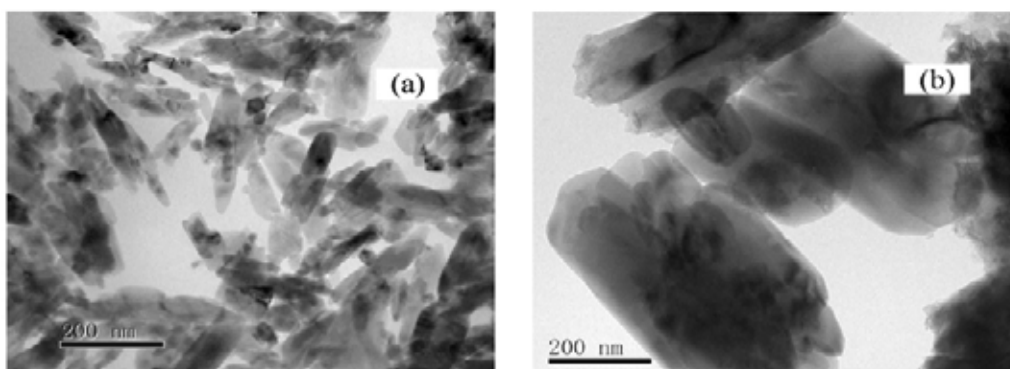


รูปที่ 2.5 ร้อยละการสลายตัวของ Rh B ในตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ

จากการสังเคราะห์ที่ใช้เวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอล 2 ชั่วโมง พบว่ามีการตกผลึกเป็นบางส่วน และเมื่อเวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอลเพิ่มขึ้นจะทำให้ผลึกเกิดได้สมบูรณ์ขึ้น และพบว่าตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ใช้เวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง จะได้เฟสบริสุทธิ์ตาม JCPDS 29-1360 เมื่อเวลาที่ใช้ในการทำไฮโดรเทอร์มอลเพิ่มขึ้นจะทำให้บรูคไคต์ที่ได้มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.6 จากผล XRD พบว่าพีกชัดเจนขึ้นและมีความเข้มสูงที่มุม $2\theta = 32.8^\circ$ อนุภาคบรูคไคต์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยทำไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา 24 ชั่วโมง และ 60 ชั่วโมงถูกนำมาศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่าตัวอย่างทั้งหมดจะมีรูปร่างเป็นแท่งที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร ตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้เวลา 60 ชั่วโมงมีขนาดอนุภาคใหญ่ที่สุด (รูปที่ 2.7) ซึ่งผลการทดลองนี้ยืนยันผลของ XRD คือในกราฟ XRD ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่เวลา 60 ชั่วโมงนั้นมีความเข้มสูงและพีกแคบกว่า จึงมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าที่สังเคราะห์ได้จากภาวะอื่น

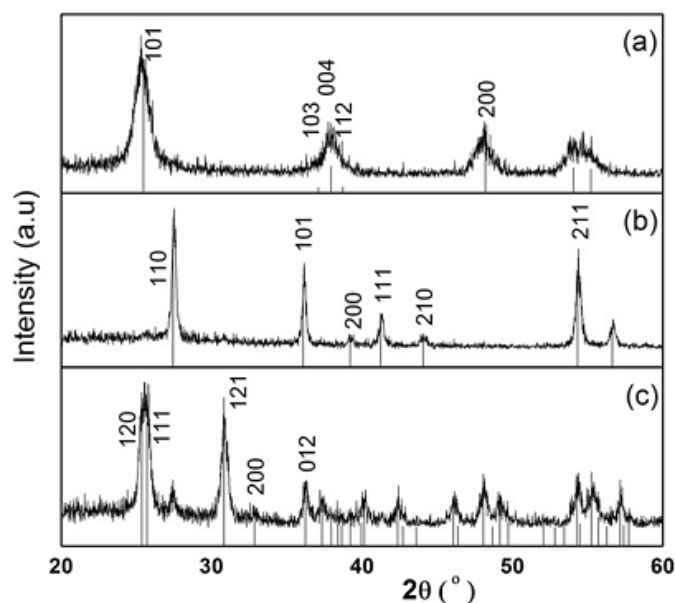


รูปที่ 2.6 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ



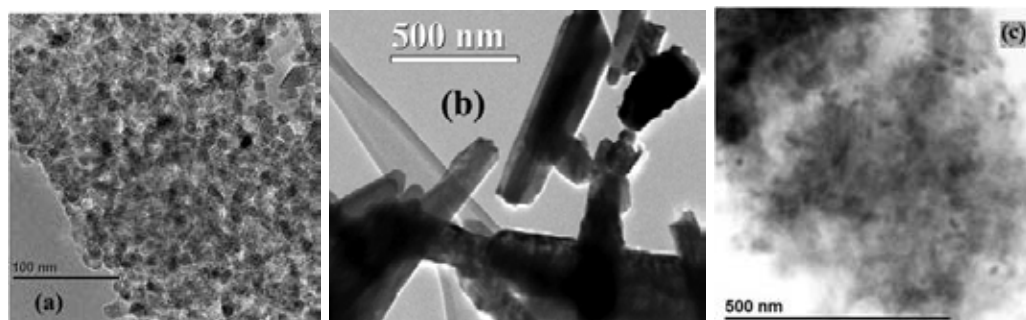
รูปที่ 2.7 สัณฐานวิทยาของตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างๆ (a) 24 ชั่วโมง และ (b) 60 ชั่วโมง

Coronado และคณะ [32] ทำการสังเคราะห์เฟสอนาเทสบริสุทรี รูไทล์บริสุทรี และบรูคไคต์บริสุทรีโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นอสัณฐาน (amorphous) เป็นสารตั้งต้น ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เฟสอนาเทสบริสุทรีสามารถเตรียมได้โดยใช้กรดอะซิติก (CH_3COOH) ส่วนเฟสรูไทล์และบรูคไคต์บริสุทรีเตรียมได้จากการใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ที่มีความเข้มข้นต่างกัน ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ยืนยันว่าได้เฟสบริสุทรีทั้ง 3 เฟส ดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไฮโดรเทอร์มอล (a) เฟสอนาเทส ในกรดอะซิติก 1.5 โมลาร์ ที่ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง (b) เฟสรูไทล์ ในกรดไฮโดรคลอริก 4 โมลาร์ ที่ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง และ (c) เฟสบรูคไคต์ ในกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ ที่ 175 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 7 ชั่วโมง

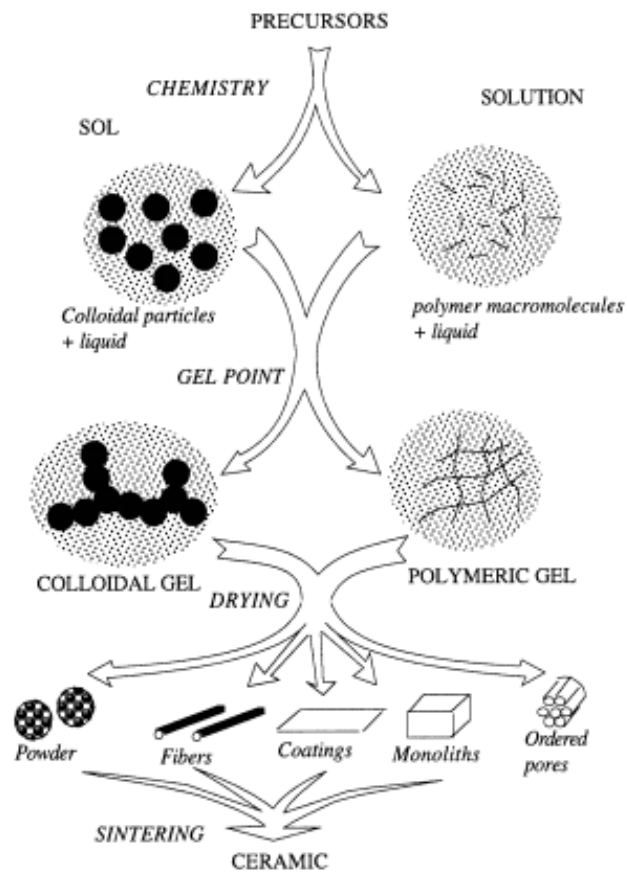
การเกิดเฟสอนาเทสเกิดจากอิทธิพลของพลังงานพื้นผิว คือ ที่ผิวนั้นจะมีแรงยึดเหนี่ยวที่ไม่สมดุล จึงพยายามทำตัวให้เป็นอนุภาคเล็กและบางเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวและต้านแรงกระทำจากภายนอก ซึ่งในการสร้างพื้นที่ผิวนั้นจำเป็นต้องใช้พลังงานที่เรียกว่า พลังงานผิว จึงทำให้เฟสอนาเทสมีขนาดอนุภาคเล็ก ส่วนเฟสรูไทล์และบรูคไคต์นั้นเกิดจากกลไกการตกตะกอนของสารที่ไม่สามารถละลาย ทำให้ไทเทเนียมมีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันซึ่งขึ้นอยู่กับสมบัติทางเคมีของสารตั้งต้น และการเติบโตของอนุภาคภายใต้ภาวะไฮโดรเทอร์มอลด้วย สันฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากการทำไฮโดรเทอร์มอล: (a) เฟสอนาเทส, (b) เฟสรูทล์ และ (c) เฟสบรูคไคต์

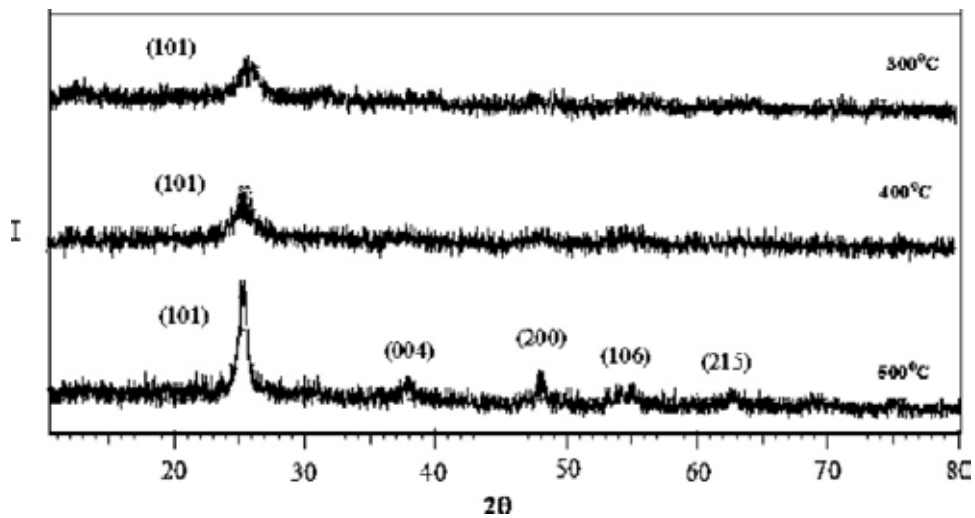
2.3.2. การสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล (Sol-gel method)

วิธีโซล-เจลเป็นกระบวนการที่ปฏิกิริยาเกิดขึ้นในรูปแบบเคมีเปียก (wet chemistry) ที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในสาขาวิทยาศาสตร์และวิศวกรรมวัสดุเซรามิก วิธีการดังกล่าวใช้เป็นหลักสำหรับการผลิตวัสดุ เช่นออกไซด์ของโลหะ เริ่มจากการทำให้เกิดคอลลอยด์ซึ่งเรียกว่า “โซล” (sol) ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นคอลลอยด์อีกรูปแบบหนึ่งที่เรียกว่า “เจล” (gel) ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส (hydrolysis) การควบแน่นของน้ำ (water condensation) และการควบแน่นของแอลกอฮอล์ (alcohol condensation) กระบวนการโซล-เจลอย่างง่ายได้แสดงไว้ในแผนภาพดังรูปที่ 2.10 โดยปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือค่าพีเอช (pH) ของสารละลาย ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา ดังนั้นการควบคุมปัจจัยต่างๆเหล่านี้จะทำให้ได้โซลและเจลที่มีสมบัติและโครงสร้างที่แตกต่างกัน สำหรับข้อดีของวิธีโซล-เจลคือผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง (high purity) มีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง (homogeneous) สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิต่ำ และมีขนาดที่ค่อนข้างเสถียร (size stability) ส่วนข้อเสียของวิธีโซล-เจลคือมีต้นทุนสูง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีการหดตัวสูง มีรูพรุนขนาดเล็กทำให้มีสารตกค้าง ใช้สารละลายอินทรีย์ที่อาจเป็นอันตรายต่อสุขภาพเนื่องจากเป็นกรด-เบสที่แรง ความแข็งแรงต่ำ แตกง่ายในขั้นตอนการอบแห้ง และใช้เวลาในการสังเคราะห์นาน



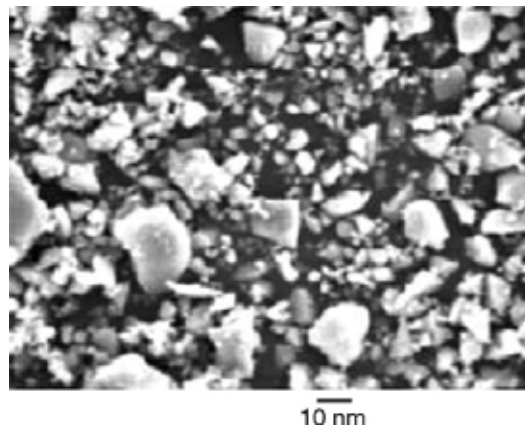
รูปที่ 2.10 แผนภาพกระบวนการโซล-เจล [33]

Porkodi และคณะ [34] ได้สังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ในระดับนาโนเมตร และใช้อุณหภูมิในการเผาที่แตกต่างกันเพื่อควบคุมขนาดอนุภาค รูปที่ 2.11 ยืนยันว่าได้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นเฟสอนาเทสบริสุทธิ และเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้นจากการวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่ากราฟ XRD ที่ได้ก็มีความแหลมคมและมีความเข้มสูงขึ้น



รูปที่ 2.11 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์หลังจากการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

สัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังแสดงในรูปที่ 2.12



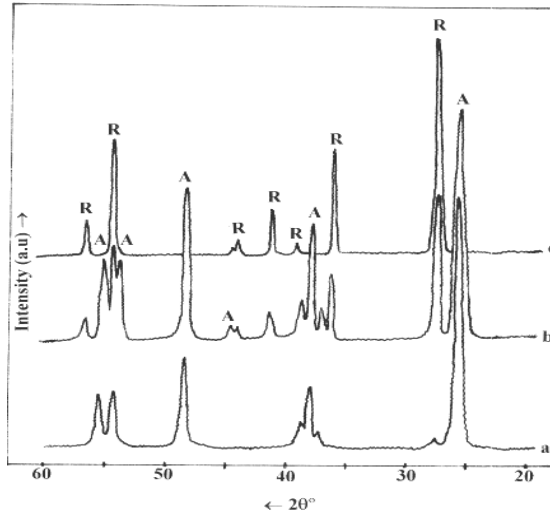
รูปที่ 2.12 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์หลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C

จากรูปที่ 2.12 แสดงให้เห็นว่าขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 1-50 นาโนเมตร

2.3.3. การสังเคราะห์ด้วยเทอร์มอลไฮโดรไลซิส (Conventional thermal hydrolysis method)

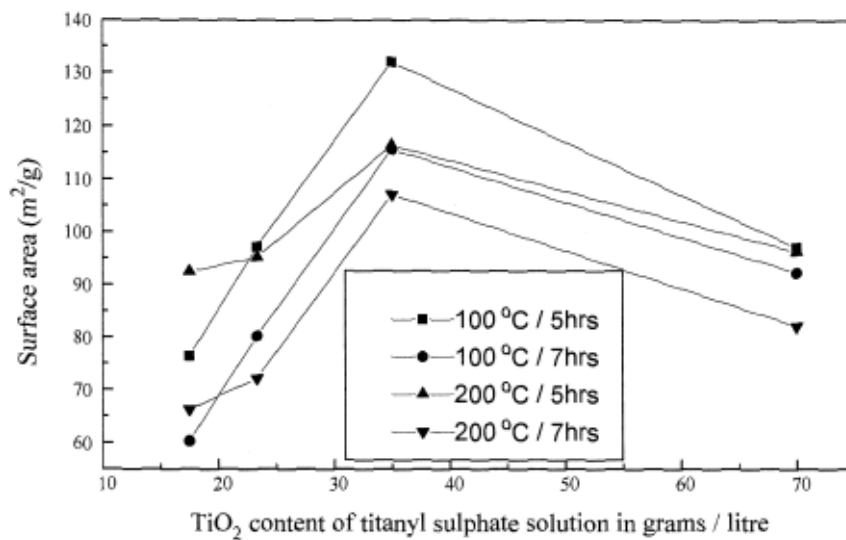
วิธีการนี้เป็นกระบวนการทางเคมีที่เกิดปฏิกิริยากับน้ำ หรือใช้น้ำในการย่อยสลายสารโมเลกุลใหญ่ให้มีขนาดเล็กลง มีทั้งในสภาวะกรดและเบส ถ้าในสภาวะกรด จะได้สารผลิตภัณฑ์เป็นกรด ถ้าในสภาวะเบส จะได้เกลือ และอาจจะมีก๊าซที่เป็นเบสเป็นสารผลิตภัณฑ์

Yasir และคณะ [35] ทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความเป็นผลึกสูง มีขนาดเล็ก และมีพื้นที่ผิวสูงด้วยวิธีเทอร์มอลไฮโดรไลซิส โดยใช้ของสารละลายไทเทเนิล ซัลเฟต (TiOSO_4) เป็นสารตั้งต้น ซึ่ง XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูปที่ 2.13



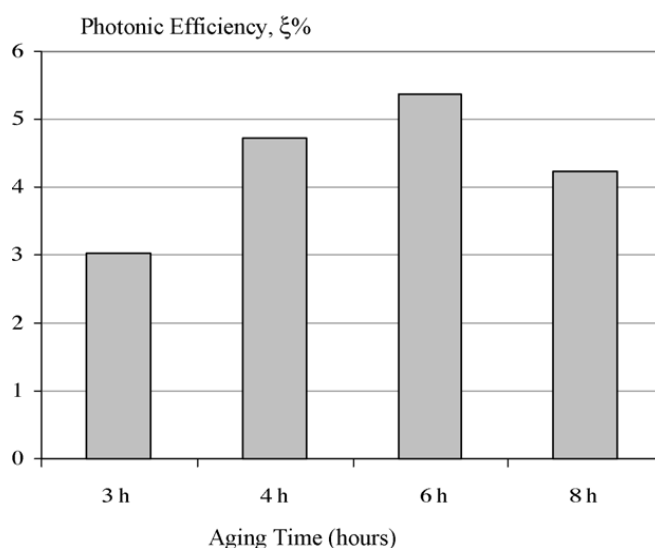
รูปที่ 2.13 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (a) 700 °C, (b) 800 °C และ (c) 1000 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

จากผล XRD พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสผสมระหว่างอนาเทสกับรูไทล์ และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ยังมีความเป็นเฟสผสมของอนาเทสและรูไทล์อยู่ แต่เมื่อเผาสูงถึง 1000 °C เฟสผสมจะถูกเปลี่ยนไปเป็นเฟสเดียวของรูไทล์เพียงอย่างเดียว ส่วนผลของพื้นที่ผิวพบว่าเมื่ออุณหภูมิและเวลาในการเผาเพิ่มขึ้นทำให้พื้นที่ผิวของสารลดลง (รูปที่ 2.14)

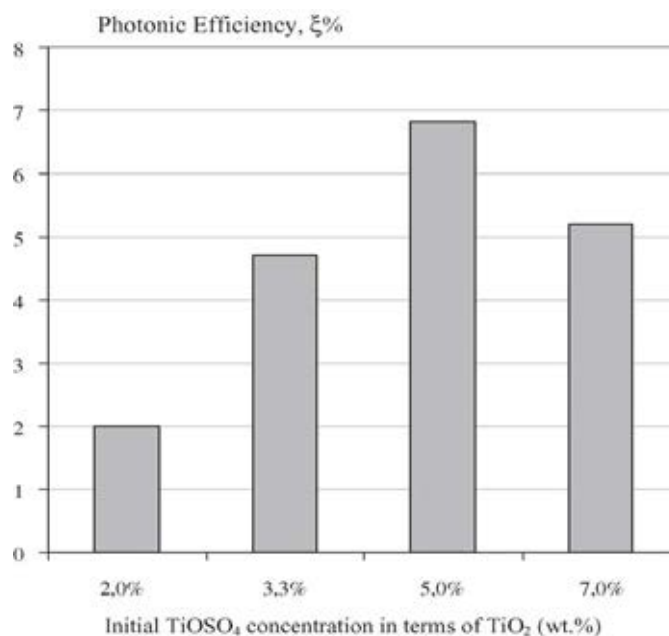


รูปที่ 2.14 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากภาวะต่างๆ

Hidalgo และคณะ [36] ได้เตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบอยู่บนกระจกด้วยวิธีการที่ง่ายและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมภายใต้การย่อยสลายทางความร้อนของไทเทเนียมออกซีซัลเฟต (TiOSO_4) และศึกษาผลของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงโดยการเปลี่ยนแปลงภาวะในการสังเคราะห์ เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดีที่สุด นอกจากนี้ยังศึกษาผลของเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ (aging time) โดยศึกษาที่ช่วงเวลา 3-6 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงเพิ่มขึ้นประมาณ 3% ที่เวลา 3 ชั่วโมง และเพิ่มขึ้นมากกว่า 5% ที่เวลา 6 ชั่วโมง แต่พบว่าประสิทธิภาพจะลดลงเมื่อตั้งทิ้งไว้เป็นเวลานานถึง 8 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 2.15 อาจเกิดจากความเข้มข้นเริ่มต้นของไทเทเนียมออกซีซัลเฟตที่ใช้เป็นสารละลายในการจุ่ม (dipping solution) เพิ่มขึ้นจาก 2-5% โดยมวล แล้วจะลดลงอีกครั้งเมื่อความเข้มข้นมากขึ้นถึง 7% โดยมวล ดังแสดงในรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.15 ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ต่อประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์



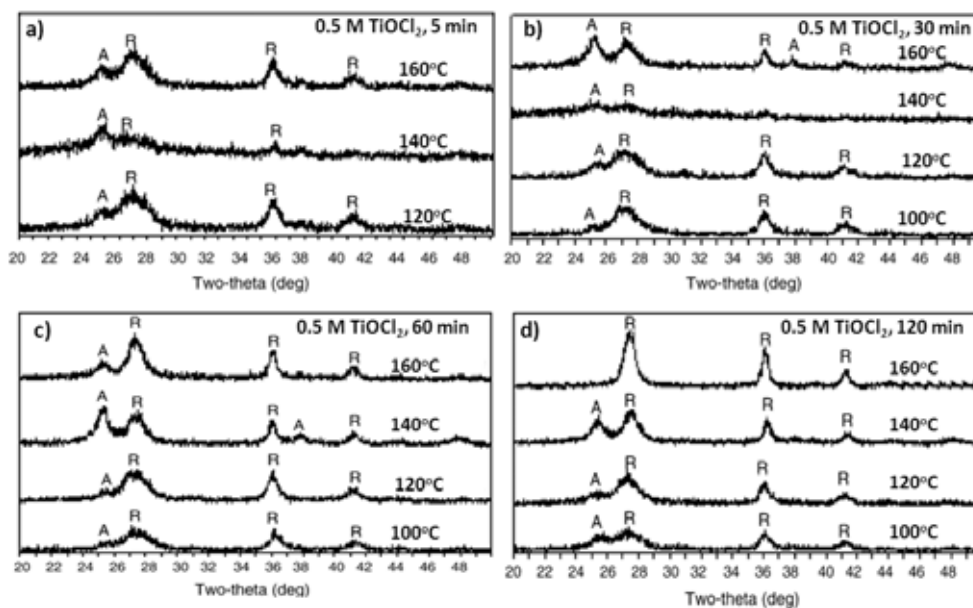
รูปที่ 2.16 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของไทเทเนียมออกซีซัลเฟตในสารละลายที่ใช้จุ่ม ต่อประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์

2.3.4. การสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟ (Microwave method)

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่ระหว่าง 300 เมกะเฮิร์ต ถึง 300 จิกกะเฮิร์ต และมีความยาวคลื่น 1 เมตรถึง 1 มิลลิเมตร สามารถจำแนกตามความถี่เป็นคลื่นวิทยุสัญญาณโทรทัศน์ คานเรดาร์ คลื่นอินฟราเรด แสงสียูวี-วิสิเบิล รังสีเอ็กซ์ และรังสีแกมมา เตาไมโครเวฟใช้วิธีการหมุนเพื่อสร้างพลังงานความร้อน โมเลกุลของสารถูกทำให้สั่นและเกิดความร้อนขึ้น ข้อดีของกระบวนการไมโครเวฟพิเศษกว่าวิธีการทั่วไปคือให้ความร้อนได้อย่างรวดเร็วมาก จึงทำให้เกิดการตกผลึกอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิไม่สูงนัก และผลิตภัณฑ์ที่ได้มักอยู่ในรูป เมตา-สเตเบิล ซึ่งเป็นรูปที่กึ่งเสถียร สามารถเกิดปฏิกิริยากับแสง ทำให้อิเล็กตรอนหลุดเกิดเป็นหลุมบวก (positive hole, h^+) แล้วดึงอิเล็กตรอนจากโมเลกุลของน้ำในอากาศเข้ามาแทนเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ได้ จึงเป็นสมบัติที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ดี [37]

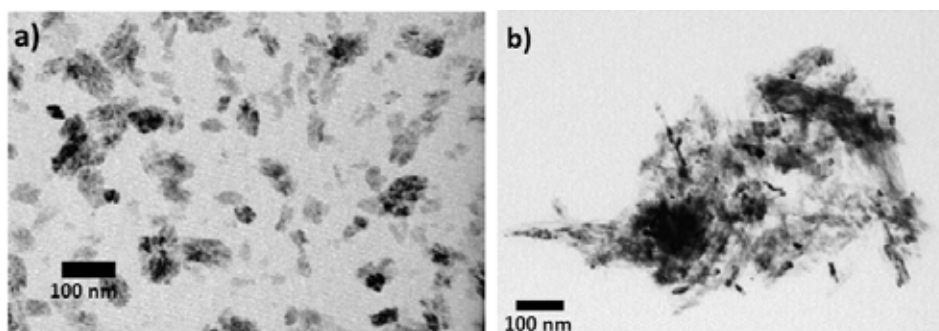
Hart และคณะ [38] ทำการศึกษาเพื่อลดเวลาและอุณหภูมิในการสังเคราะห์เฟสอนาเทสของไทเทเนียมไดออกไซด์ เขาพบว่าตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังวัตต์ 900 วัตต์ ซึ่งมีอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิมากกว่า $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ มีร้อยละความเป็นผลึกและขนาดของผลึกสูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีให้ความร้อนด้วยตู้อบไฟฟ้าที่มีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ เนื่องจากอัตราการเพิ่มความร้อนอย่างรวดเร็วในไมโครเวฟ ทำให้การตกผลึกเกิดขึ้นในเวลาอันสั้น และผลึกเกิดที่อุณหภูมิต่ำ ดังนั้นวิธีไมโครเวฟจึงมีศักยภาพในการลดเวลาการให้ความร้อน ประหยัดพลังงาน และค่าใช้จ่ายด้วย

Baldassari และคณะ [39] ได้ประยุกต์ใช้ไมโครเวฟในการทำไฮโดรเทอร์มอลเพื่อสังเคราะห์เฟสรูไทล์ของไทเทเนียมไดออกไซด์จากสารละลายไทเทเนียมออกซีคลอไรด์ (TiOCl_2) โดยเขาทำการศึกษาอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเข้าไมโครเวฟ พบว่าการตกผลึกเกือบจะสมบูรณ์โดยใช้เวลาไม่นานและไม่ต้องเติมสารอื่นลงไป และพบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารตั้งต้นลดลงและ pH ของสารละลายเพิ่มขึ้นจะได้ร้อยละของเฟสเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.17 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากอุณหภูมิและเวลาต่างๆ

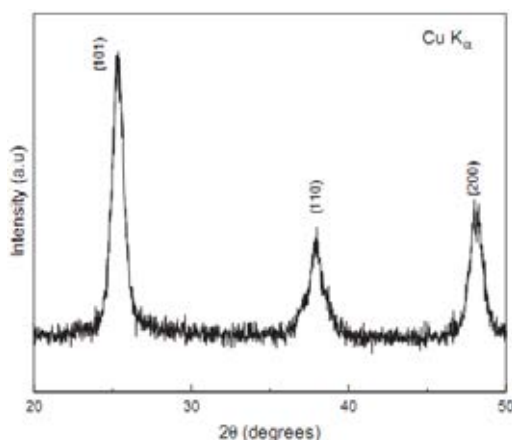
จากรูปที่ 2.17 พบว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 160°C เป็นเวลา 120 นาทีทำให้ได้เฟสรูไทล์ที่บริสุทธิ์ และพบว่าการเติมโพลีไวนิลไพร์โรลิโดน (PVP) ซึ่งเป็นสารช่วยการกระจายตัวลงในสารละลายเริ่มต้นจะเปลี่ยนรูปผลึกจากรูปสี่เหลี่ยมเป็นผลึกรูปแท่งคล้ายเข็ม และพบว่าการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายเริ่มต้น 0.5 โมลาร์ ที่ 160°C เป็นเวลา 120 นาที ทำให้ได้เฟสเดี่ยวของรูไทล์ที่มีขนาดระดับนาโนเมตร และมีการกระจายตัวที่ดีดังแสดงในรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.18 สัณฐานวิทยาเฟสรูไทล์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ a) ก่อนเติม PVP และ b) หลังเติม PVP 2% โดยมวล

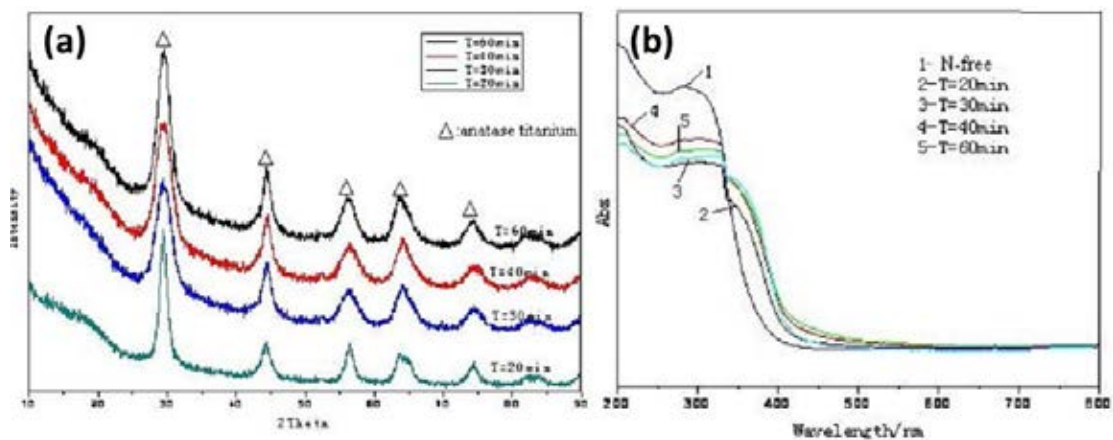
การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไมโครเวฟเป็นวิธีทางเลือกในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนเมตร

Murugan และคณะ [40] พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ในเฟสอนาเทสถูกสังเคราะห์โดยใช้ยูเรียและไทเทเนียมออกซีคลอไรด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลด้วยไมโครเวฟ โดยผสมยูเรียและไทเทเนียมออกซีคลอไรด์ในอัตราส่วนโดยโมลเป็น 5:1 ในหม้อนึ่งอัดไอน้ำและทำไฮโดรเทอร์มอลด้วยไมโครเวฟเป็นเวลา 3 นาที จะได้ตะกอนของเฟสอนาเทส ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าได้เฟสอนาเทสเพียงเฟสเดียว ดังรูปที่ 2.19



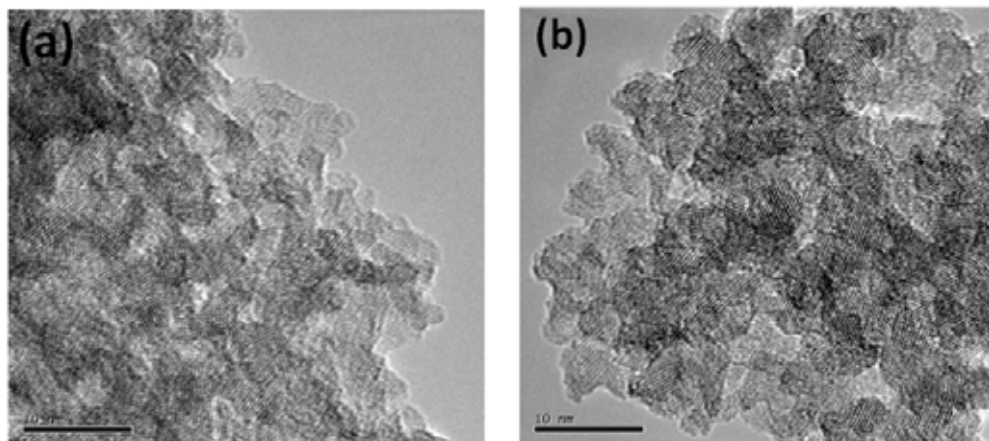
รูปที่ 2.19 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากการทำไฮโดรเทอร์มอลไมโครเวฟ 950 วัตต์เป็นเวลา 3 นาที

Zhai และคณะ [41] รายงานว่าการใส่ไนโตรเจนเข้าไปในนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (N-doped TiO_2) ที่เตรียมจากการทำไมโครเวฟโดยใช้ไทเทเนียมซัลเฟต ($\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$) เป็นสารตั้งต้นที่อุณหภูมิต่ำ และใช้แอมโมเนีย (NH_3) เป็นสารที่ให้ไนโตรเจน เมื่อนำสารตัวอย่างมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าได้ไทเทเนียมไดออกไซด์อยู่ในรูปเฟสอนาเทส และพบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำไมโครเวฟความเข้มของพีกก็เพิ่มขึ้นด้วย ดังแสดงในรูปที่ 2.20 a ส่วนผลของการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง โดยการศึกษาการสลายตัวของเมทิลออเรนจ์ (methyl orange, MO) ด้วยเทคนิคการวัดการดูดกลืนรังสียูวี-วิสิเบิล (UV-Vis spectrophotometer, UV-Vis) พบว่าสารตัวอย่างสามารถทำให้ MO สลายตัวได้ดี และสามารถสลายตัวในช่วงแสงวิสิเบิลได้ โดยเฉพาะตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์ที่ 30 และ 60 นาทีดังแสดงรูปที่ 2.20 b



รูปที่ 2.20 (a) กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ และ (b) UV-Vis สเปกตรัมของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ

เมื่อนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่เวลา 30 และ 60 นาทีไปวิเคราะห์ด้วย TEM พบว่ามีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 5-10 nm ดังรูปที่ 2.21



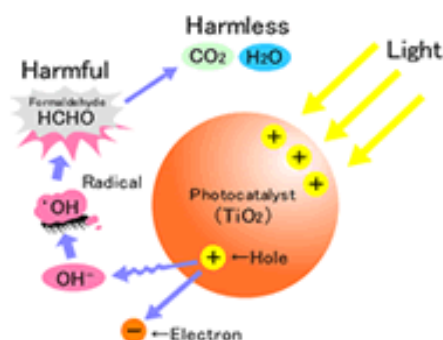
รูปที่ 2.21 TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทำไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ และ (a) 30 นาที และ (b) 60 นาที

2.4. หลักการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Photocatalytic activity of titanium dioxide principles)

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่ดี ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงคือสารที่สามารถย่อยสลายสารอินทรีย์เมื่อได้รับแสง เช่น แสงยูวี แสงแดด หรือแสงฟลูออเรสเซนต์ตกกระทบกับไทเทเนียมไดออกไซด์แล้วสามารถทำลายสารอินทรีย์ที่อยู่ข้างเคียงได้ เช่น เชื้อโรค แบคทีเรีย หรือ

เชื้อจุลินทรีย์ต่างๆ ต่อไปนี้จะขอกล่าวถึงหลักการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ (รูปที่ 2.22) การทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

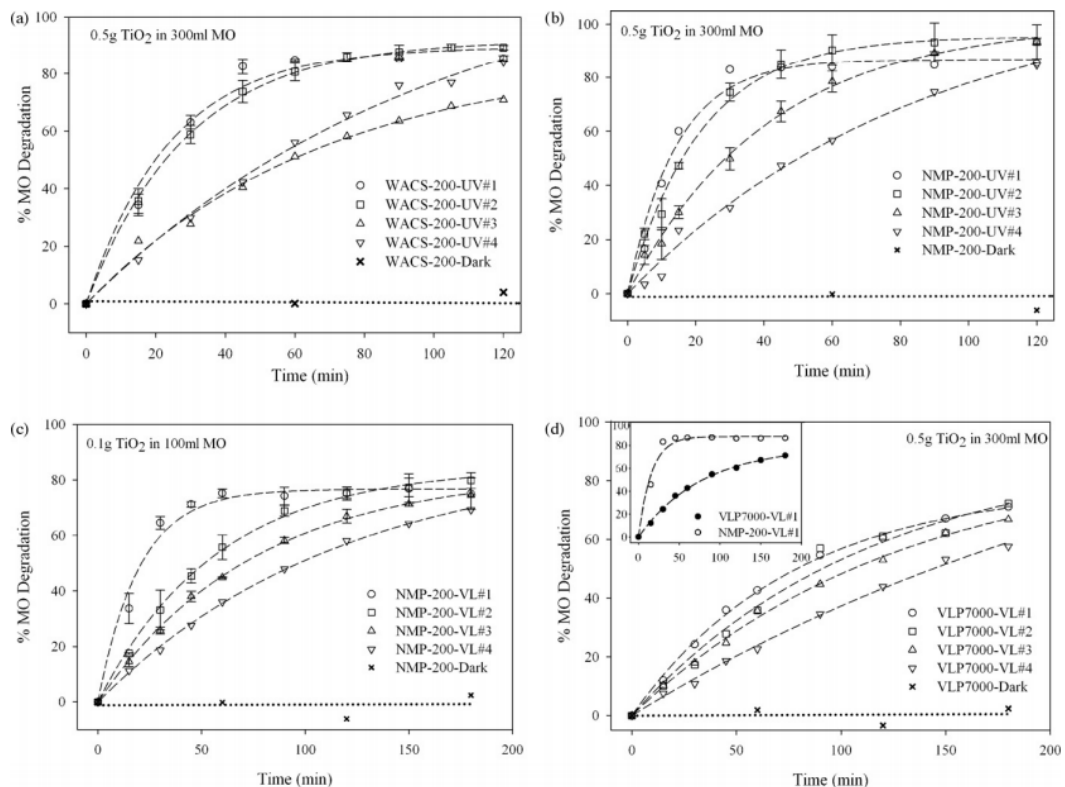
1. เมื่อมีแสงมาตกกระทบที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ อิเล็กตรอนจะกระโดดออกจากผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำให้เกิดหลุมที่มีประจุบวกขึ้น (positive hole, h^+)
2. หลุมประจุบวกนี้มีพลังในการดึงอิเล็กตรอนสูง (strong oxidation power) จึงสามารถดึงไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) จากโมเลกุลของน้ำในอากาศเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ (OH^\cdot radical, OH^\cdot) จึงอยู่ในภาวะที่ไม่เสถียร
3. อนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์จะดึงอิเล็กตรอนจากสารอินทรีย์ที่อยู่ข้างเคียงเพื่อทำให้ตัวเองเสถียรขึ้น จึงทำให้สารอินทรีย์เหล่านั้นถูกเปลี่ยนเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และน้ำ (H_2O) ซึ่งสามารถระเหยในอากาศได้และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม



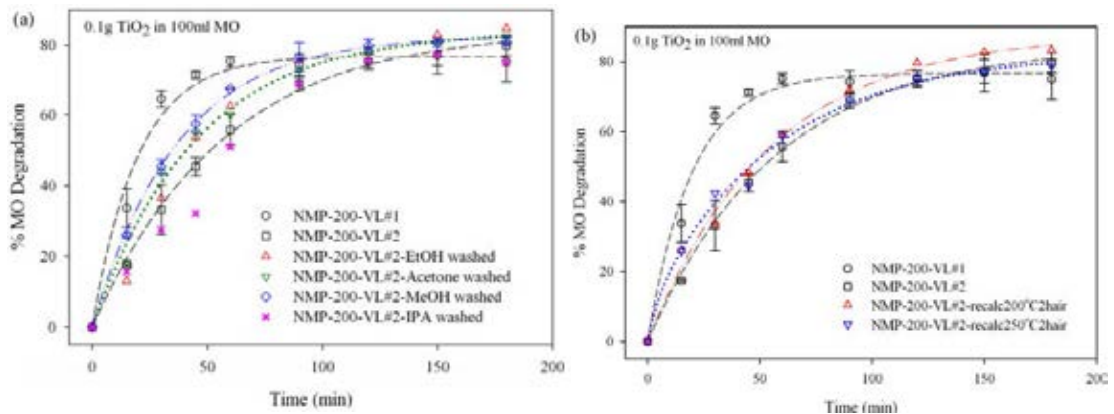
รูปที่ 2.22 หลักการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ [42]

Fujishima และคณะ [43] เป็นนักวิจัยกลุ่มแรกที่ทำการศึกษาเกี่ยวกับการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถต่อต้านแบคทีเรียและทำความสะอาดตัวเองได้ และระบุว่าเฟสอานาเทสเป็นเฟสที่ดีที่สุดในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง แต่ก็มีนักวิจัยบางกลุ่มได้ระบุว่าเฟสรูคโคไคต์มีความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงได้ดีที่สุด เช่นในงานวิจัยของ Ohtani และคณะ [44] ได้เตรียมเฟสรูคโคไคต์ที่มีขนาดเล็กโดยใช้ไทเทเนียมไตรคลอไรด์ (TiCl₃) ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และศึกษาพร้อมทั้งยืนยันว่าเฟสรูคโคไคต์สามารถดึงโปรตอน (dehydrogenated) จากโพรพาน-2-อล (propan-2-ol) ในสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟต และในโลหะเงิน (Ag) ที่ฝังตัวอยู่ในสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag₂SO₄) ได้ และงานวิจัยของ Kaewgun และ Lee [45] ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสรูคโคไคต์ในแสงวิสิเบิล (VL) โดยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกเตรียมให้เป็นโซลด้วยกระบวนการภายใต้ภาวะที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย (WACS) และเตรียมให้เป็นโซลด้วยภาวะที่มีตัวทำละลายตัวอื่นที่ไม่ใช่น้ำ (SACS) คือใช้ นอร์มอล เมทิลไพร์โรริโดน (N-methylpyrrolidone, NMP) เป็นตัวทำละลาย ซึ่งการศึกษาคือเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงถูกศึกษาโดยอาศัยการสลายตัวของ MO ภายใต้การฉายแสง UV หรือ VL ซึ่งผลการศึกษพบว่าภายใต้แสง VL ของตัวอย่างที่เตรียมในภาวะ NMP ที่ผ่านการ

เผาที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (NMP-200) มีความสามารถในการสลาย MO สูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Kronos VLP7000) ถึง 3.3 เท่า ถึงแม้ว่าจะมีพื้นที่ผิวต่ำกว่า อย่างไรก็ตามความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ทุกตัวอย่างภายใต้ VL ค่อย ๆ ลดลงเมื่อจำนวนครั้งในการทดสอบเพิ่มขึ้น (รูปที่ 2.23) การศึกษาครั้งนี้ได้ระบุว่า MO ย่อยสลายบนพื้นผิวนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และเนื่องจากตัวอย่าง NMP-200 สามารถทำให้ MO สลายตัวได้ดีกว่า VLP7000 ภายใต้แสง VL จึงถูกเลือกให้เป็นตัวอย่างเพื่อศึกษาผลของตัวทำละลายและการเผาต่อการสลายตัวของ MO ดังแสดงในรูปที่ 2.24

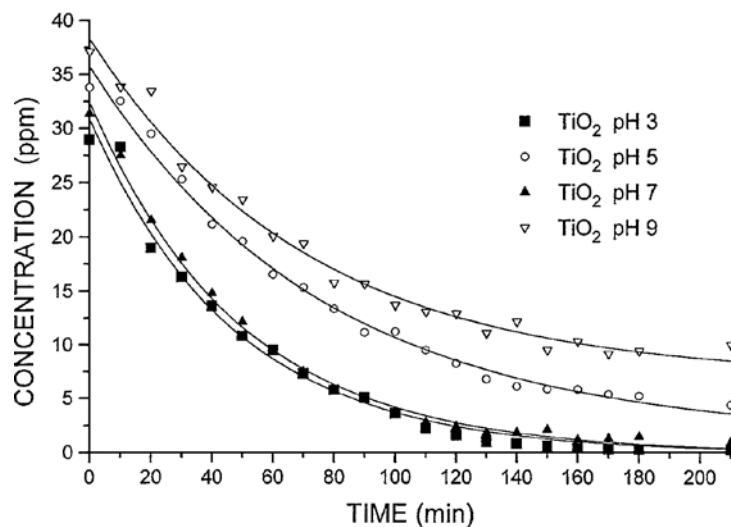


รูปที่ 2.23 การสลายตัวของ MO (%) (a) WACS-200 ภายใต้แสง UV, (b) NMP-200 ภายใต้แสง UV, (c) NMP-200 ภายใต้แสง VL, (d) VLP7000 ภายใต้แสง VL และกราฟเล็กที่แทรกอยู่ในรูป d คือ ค่าคงที่ของการสลายตัว (1^{st} order rate constant) ภายใต้แสง VL ของตัวอย่าง NMP-200 และ VLP7000



รูปที่ 2.24 การสลายตัวของ MO ในตัวอย่าง NMP-200-VL#1 ภายใต้ภาวะ VL (a) ผ่านการล้าง (washing) ด้วยตัวทำละลายต่างๆ และ (b) ผ่านการเผาซ้ำ (recalcing)

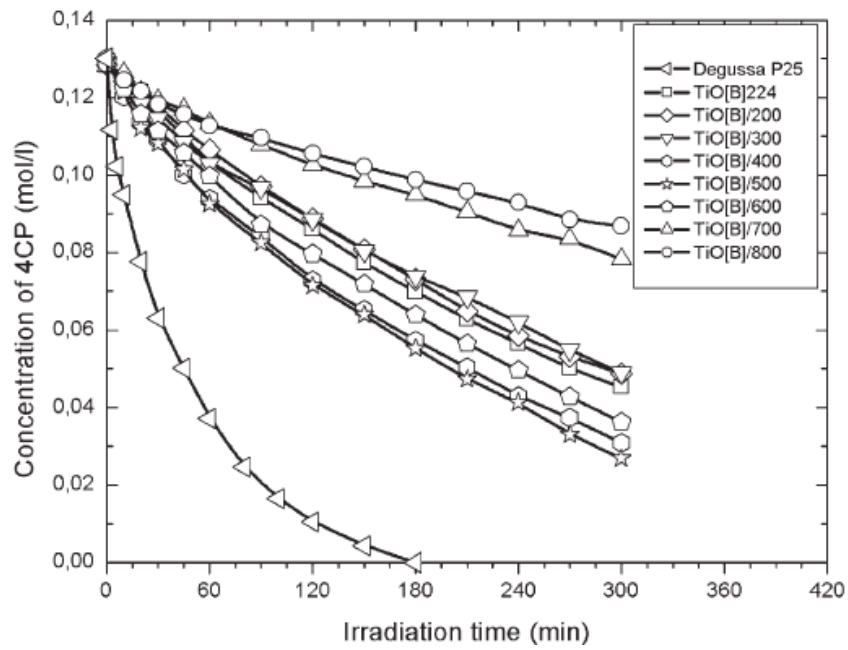
อย่างไรก็ตามมีงานวิจัยที่ระบุว่าเฟสผสมของไทเทเนียมไดออกไซด์ (อนาเทส รูไทล์ และ บรูคไคต์) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี Lopez และคณะ [46] ได้รายงานไว้ว่าเฟสผสมของอนาเทส รูไทล์ และบรูคไคต์สามารถทำให้ 2, 4-ไดไนโตรอะนิลีน (2, 4-dinitroaniline) สลายตัวได้ดี โดยทำการศึกษาผลของ pH ในการสังเคราะห์ในขณะที่สังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ต่ออัตราการสลายตัวของ 2, 4-ไดไนโตรอะนิลีน ซึ่งพบว่าที่ pH 3 จะสังเคราะห์ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเฟสผสมที่มีอัตราการสลายตัวของ 2, 4-ไดไนโตรอะนิลีนได้ดีที่สุด (รูปที่ 2.25)



รูปที่ 2.25 การสลายตัวของ 2, 4-ไดไนโตรอะนิลีน ในตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ pH ต่างๆ

และงานวิจัยของ Bakardjieva และคณะ [47] รายงานว่าเฟสผสมของอนาเทส รูไทล์ และบรูคไคต์สามารถย่อยสลาย 4-ไซโคลเพนเตไดอิน (4-Cyclopentadiene) ได้ดี โดยศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง 200-800°C พบว่าสารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 500°C จะมีอัตราการ

สลายตัวของ 4-ไฮโคลเพนตะไดอินได้ดีที่สุด อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับ P25 ก็ยังมีอัตราการสลายตัวของ 4-ไฮโคลเพนตะไดอินต่ำกว่า P25 (รูปที่ 2.26)



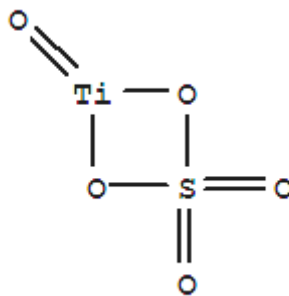
รูปที่ 2.26 การสลายตัวของ 4-ไฮโคลเพนตะไดอินในตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1. วัตถุดิบและสารเคมี

3.1.1. ไทเทเนียมออกซีสัลเฟต (Titanium oxysulfate or titanyl sulfate, TiOSO_4)

ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้จะใช้ TiOSO_4 เป็นสารตั้งต้น ซึ่งเป็นเกรดวิเคราะห์ (Analytical grade) ของบริษัท Riedel-deHaën[®] Co., Ltd. โครงสร้างของ TiOSO_4 แสดงไว้ในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 โครงสร้างของ TiOSO_4

3.1.2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

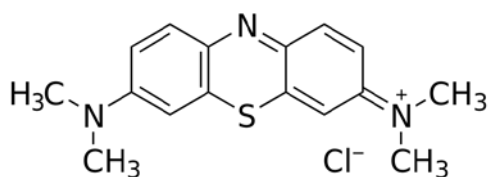
NaOH ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นเกรดวิเคราะห์จากบริษัท Ajax finechem Pty. Ltd โดยเตรียม NaOH ที่ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ ด้วยการชั่ง NaOH จำนวน 40 กรัม นำมาละลายในน้ำ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร (cm^3) ซึ่งสารละลายนี้จะใช้เป็นตัวปรับ pH ของสารละลายในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

3.1.3. ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2 , P25)

P25 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ซื้อมาจากบริษัท Degussa Co., Ltd. ซึ่งเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในการเป็นสารมาตรฐานเพื่อเปรียบเทียบความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง

3.1.4. เมทิลีน บลู (Methylene blue dye, MB)

MB เป็นสารอินทรีย์สีน้ำเงินที่ถูกใช้ในการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ โดยอาศัยการสลายตัวของ MB ซึ่งเป็นแกรดรีเอเจนท์ (Reagent grade) ที่ซื้อจากบริษัท *FLUKA Chemika/Biochemika Fluka Chemie AG* โครงสร้างของ MB แสดงไว้ในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 โครงสร้างของ MB

3.1.5. เอทานอล (Ethanol, C₂H₅OH)

เอทานอลถูกใช้เป็นตัวทำละลายของสารตัวอย่างในการเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อไปวิเคราะห์ SEM โดยซื้อจากบริษัท RCI Lab scan และเป็นเกรดสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์ (Analytical reagent grade, AR grade)

3.1.6. น้ำรีเวอร์ส ออสโมซิส (Reverse osmosis water, RO)

น้ำ RO ถูกนำมาใช้เป็นตัวทำละลายของทุกสารละลายมาตรฐาน MB และสารละลายตัวอย่างในงานวิจัยนี้ โดยซื้อจากบริษัทน้ำดื่มสยาม จำกัด

สมบัติทางกายภาพของสารเคมี ข้างต้น ได้ระบุไว้ในตารางที่ 3.1 โดยมีสมบัติต่างๆ ประกอบด้วยน้ำหนักโมเลกุล ความสามารถในการละลายน้ำ จุดเดือดหรือจุดหลอมเหลว (ตามสถานะของสารถ้าเป็นของเหลวจะระบุจุดเดือด ถ้าเป็นของแข็งจะระบุจุดหลอมเหลว) ความหนาแน่น สี และลักษณะภายนอก

ตารางที่ 3.1 สมบัติทางกายภาพของสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้

สาร (สูตร โมเลกุล)	สมบัติของสาร				
	น้ำหนัก โมเลกุล (g/mol)	ความสามารถใน การละลายน้ำ (g/100 cm ³)	จุดเดือด/จุด หลอมเหลว (°C)	ความ หนาแน่น (g/cm ³)	สีและลักษณะ ภายนอก
TiOSO ₄	159.93	16.00	-	1.32	ผงสีขาว
NaOH	40.00	111.00	318.0	2.13	เกล็ดสีขาว
C ₁₆ H ₁₈ N ₃ SCL	319.85	4.36	100-110	1.76	ผงสีน้ำเงินเข้ม
TiO ₂ P25	79.87	ไม่ละลาย	1843	4.23	ผงสีขาว
C ₂ H ₅ OH	46.07	ละลายได้ดี	78.4	0.789	ของเหลวใส ไม่มีสี

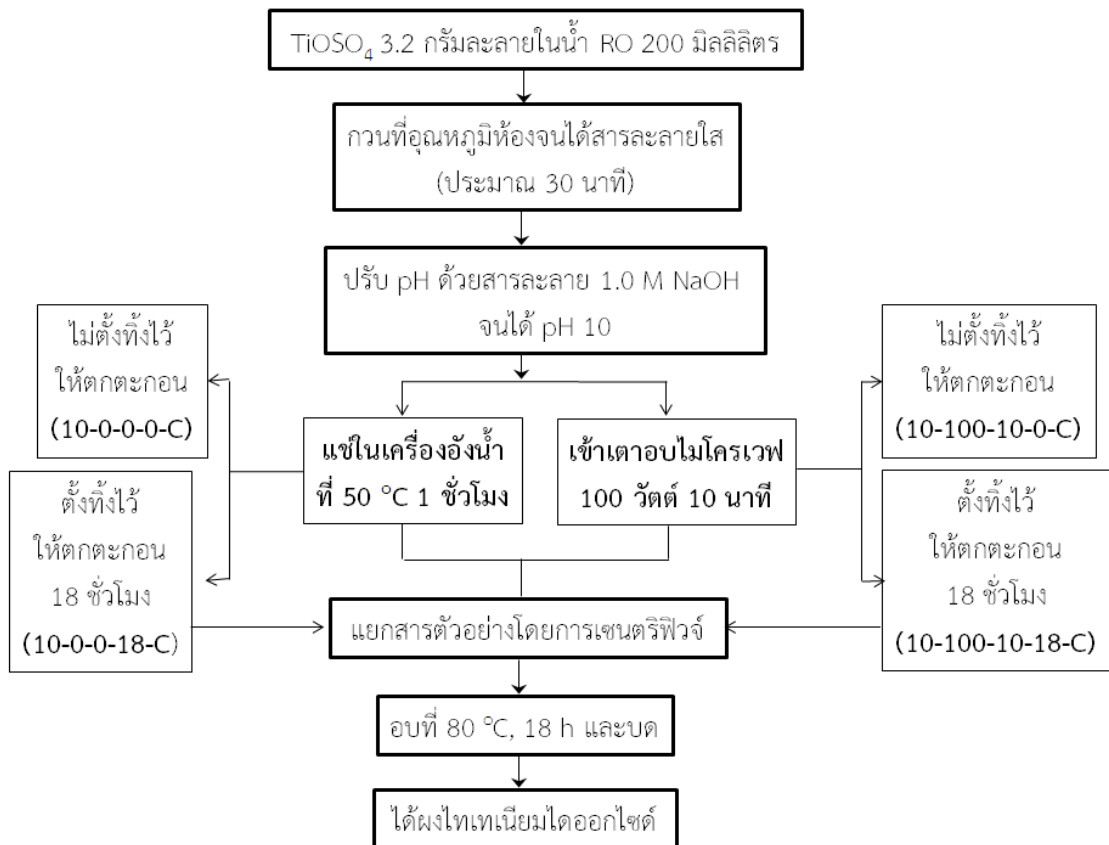
3.2. วิธีการทดลอง

3.2.1. ผลของการใช้ไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์แบบที่ไม่ใช้ไมโครเวฟเปรียบเทียบกับแบบที่ใช้ไมโครเวฟ เริ่มจากชั่ง TiOSO₄ (3.2 กรัม) มาละลายในน้ำ RO (200 มิลลิลิตร) ในปิกเกอร์แก้วไพเร็กซ์ และกวนจนละลายเป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กและใช้แท่งกวนสารแม่เหล็ก จนได้สารละลายใส (ประมาณ 30 นาที) ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ปรับ pH ของสารละลายให้ได้ 10 ด้วยการค่อยๆ หยด 1.0 M ของสารละลาย NaOH โดยปล่อยจากบิวเรต แล้วให้ความร้อนในเครื่องอ่างน้ำที่ (water bath) 50°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง [48] (แบบไม่ใช้ไมโครเวฟ) หรือ นำเข้าไมโครเวฟ 100 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที (แบบใช้ไมโครเวฟ) แล้วล้างตะกอนทันที หรือตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้อง 1 คืน (18 ชั่วโมง) แล้วแยกตะกอนออกจากสารละลายด้วยการเซนตริฟิวจ์ ล้างตะกอนจนสารละลายหลังจากการล้างมี pH เป็น 7 (ประมาณ 4 ครั้งจึงจะล้าง Na₂SO₄ ออกหมด) [49] อบให้แห้งและบด จะได้ผงละเอียดของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.4 และรายละเอียดของภาวะในการสังเคราะห์แสดงไว้ในตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.3 การกวนสารด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กและแท่งกวนสารแม่เหล็ก



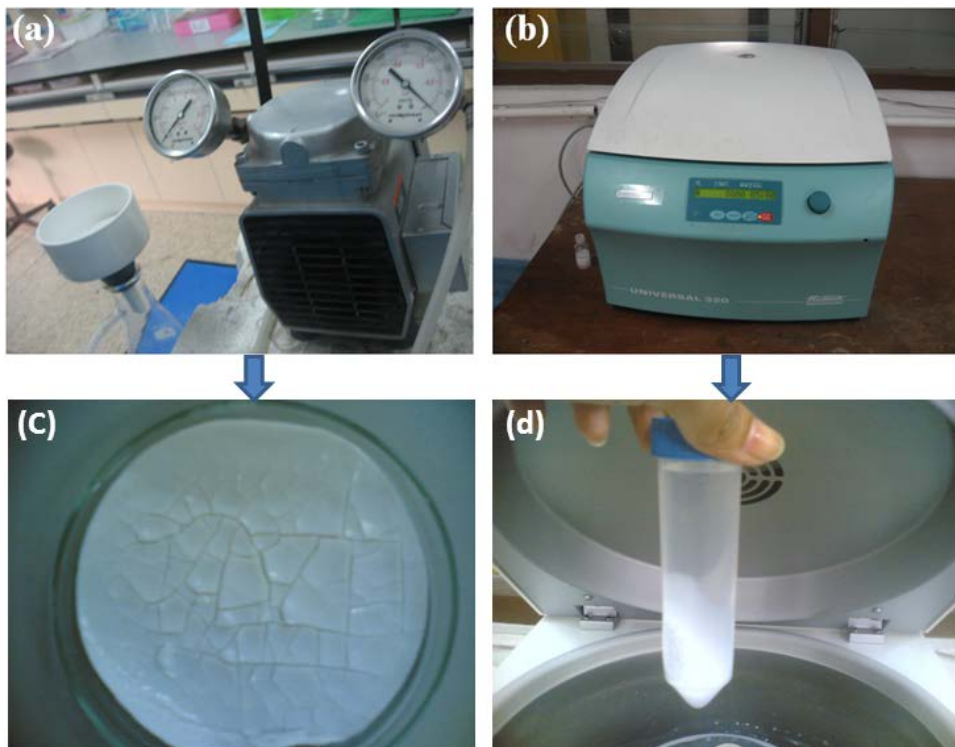
รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของการใช้ไมโครเวฟ

ตารางที่ 3.2 รหัสตัวอย่างและภาวะในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

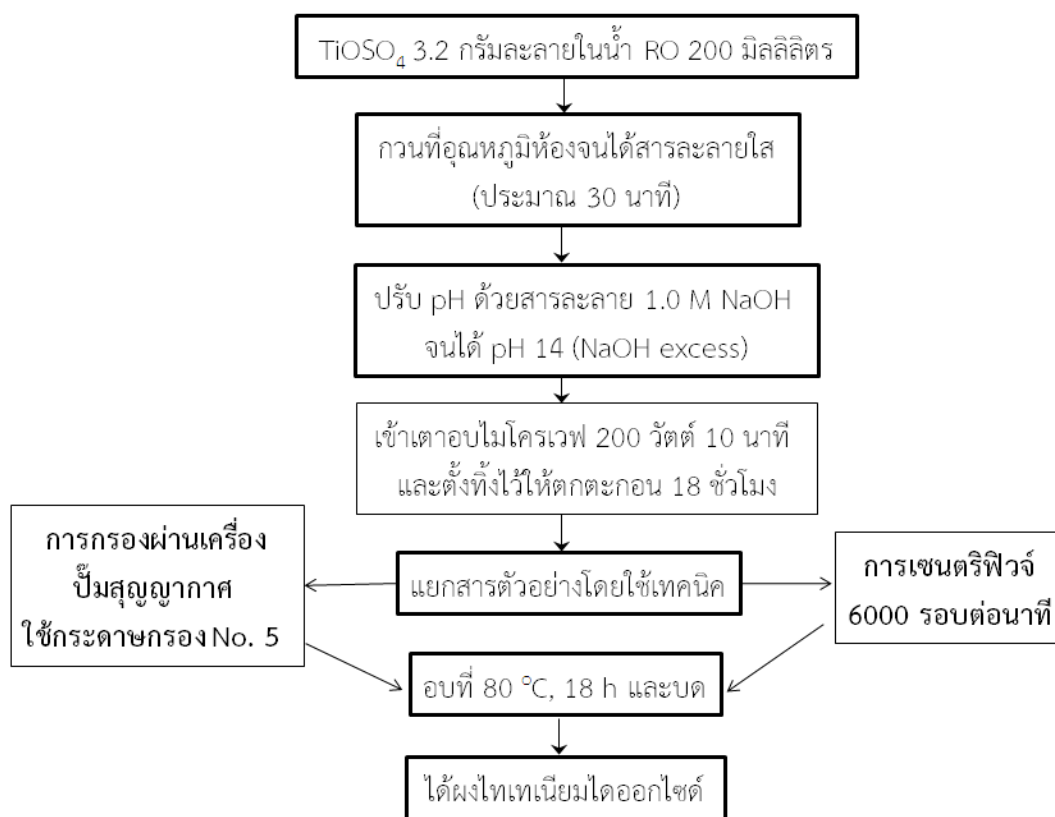
รหัสตัวอย่าง	pH ของสารละลาย	ภาวะในการสังเคราะห์		
		เครื่องอังน้ำ	ไมโครเวฟ	การตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน
10-0-0-0-C	10	50 °C, 1 ชั่วโมง	-	-
10-0-0-18-C	10	50 °C, 1 ชั่วโมง	-	18 ชั่วโมง
10-100-10-0-C	10	-	100 วัตต์ 10 นาที	-
10-100-10-18-C	10	-	100 วัตต์ 10 นาที	18 ชั่วโมง

3.2.2. ผลของเทคนิคในการแยกสารตัวอย่าง

ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์โดยการใช้ไมโครเวฟ ตามข้อ 3.2.1 ต่างกันที่ pH ของสารละลายที่สังเคราะห์ คือปรับ pH เป็น 14 เพื่อให้มี NaOH ที่มากเกินไป และตัวอย่างนี้สังเคราะห์ในไมโครเวฟ 200 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วนำไปแยกตะกอนออกจากสารละลาย โดยการกรองผ่านเครื่องปั๊มสุญญากาศ (รุ่น GAST Manufacturing, บริษัท Inc., a unit of IDIX Corporation) หรือการเซนตริฟิวจ์ (รุ่น Universal 320 Centrifugen, บริษัท Andreas Hettich GmbH & Co.KG) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 เพื่อศึกษาผลของเทคนิคในการแยกสารตัวอย่าง แล้วล้างตะกอนจนสารละลายหลังจากการล้างมี pH เป็น 7 อบให้แห้งและบด จะได้ผงละเอียดของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.6



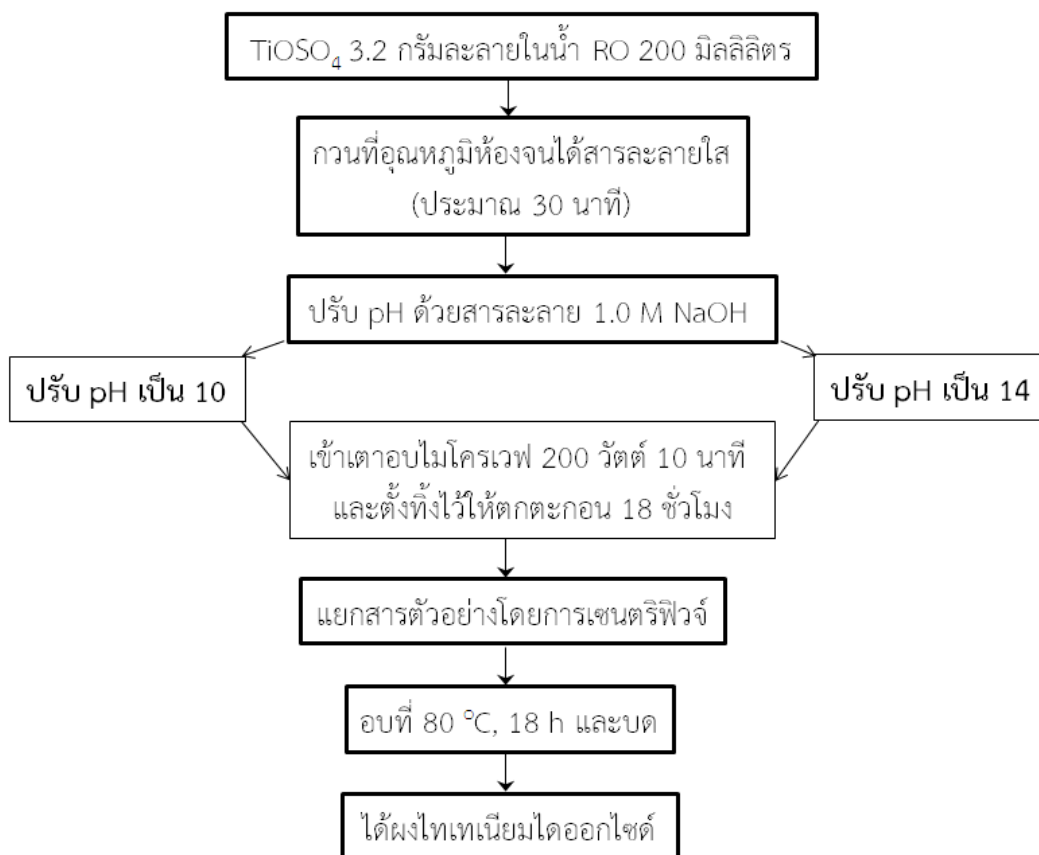
รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการแยกสารตัวอย่าง (a) การกรองผ่านเครื่องปั๊มสุญญากาศ (b) การเซนตริฟิวจ์, (c) สารตัวอย่างที่ได้จากการกรอง และ (d) สารตัวอย่างที่ได้จากการเซนตริฟิวจ์



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของเทคนิคในการแยกสารตัวอย่าง

3.2.3. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

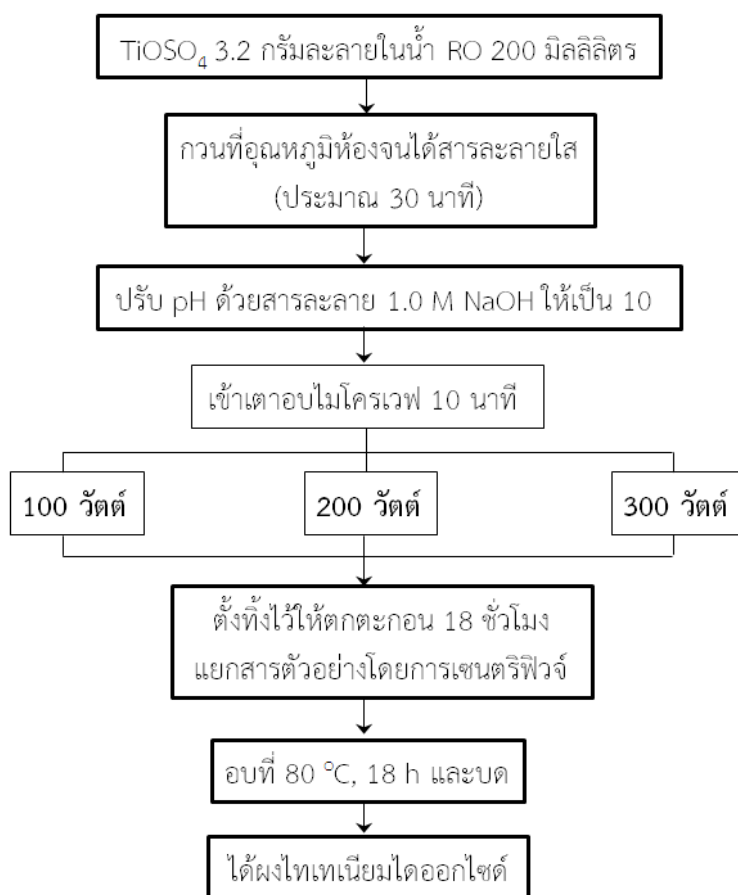
ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไมโครเวฟเหมือนในหัวข้อ 3.2.1 ต่างกันที่ pH ในการสังเคราะห์ โดยในหัวข้อนี้จะปรับ pH ให้ได้ 10 หรือ 14 เพื่อศึกษาผลของ pH ในการสังเคราะห์ที่ภาวะสมดุลเคมี หรือภาวะที่มี NaOH มากเกินพอ ตามลำดับ แล้วให้ความร้อนด้วยเตาอบไมโครเวฟ 200 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที นำออกจากไมโครเวฟ และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วนำไปแยกตะกอนโดยการเซนตริฟิวจ์ แล้วล้างตะกอนจนสารละลายหลังจากการล้างมี pH เป็น 7 อบให้แห้งและบด จะได้ผงละเอียดของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของ pH ในการสังเคราะห์

3.2.4. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

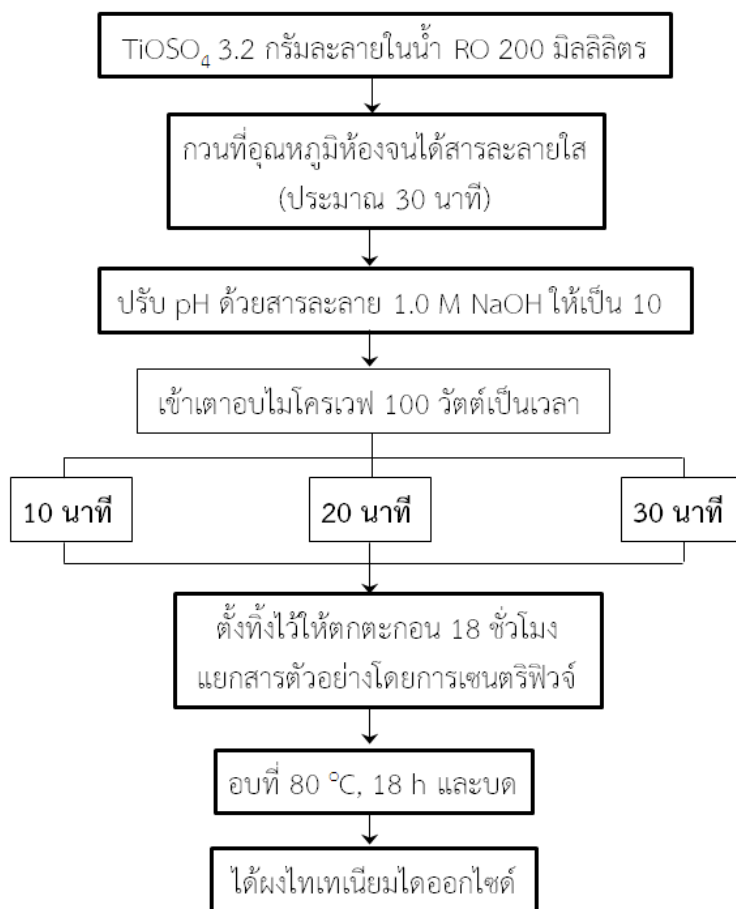
ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไมโครเวฟเหมือนในหัวข้อ 3.2.1 แต่ต่างกันที่ให้ความร้อนด้วยเตาอบไมโครเวฟ 100 หรือ 200 หรือ 300 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที เพื่อศึกษาผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วนำไปแยกตะกอนออกจากสารละลายโดยการเซนตริฟิวจ์ แล้วล้างตะกอนจนสารละลายหลังจากการล้างมี pH เป็น 7 อบให้แห้งและบด จะได้ผงละเอียดของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของกำลังวัตต์

3.2.5. ผลของเวลาที่ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

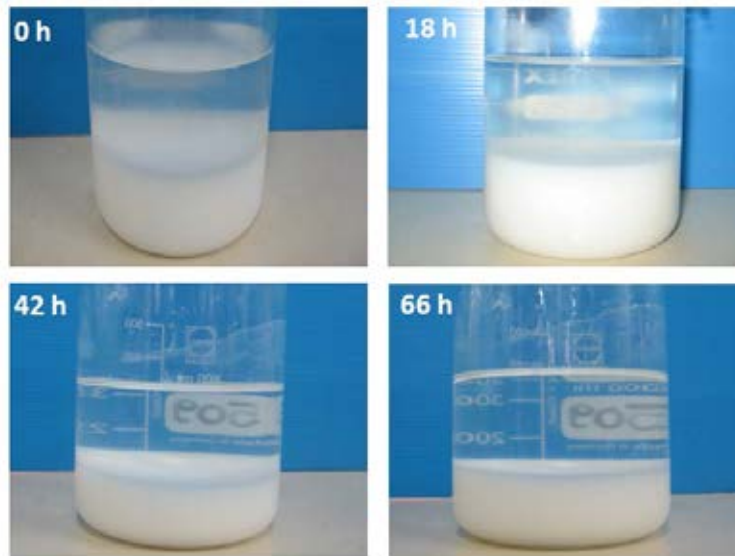
ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไมโครเวฟเหมือนในหัวข้อ 3.2.1 แต่ต่างกันที่เวลาในการให้ความร้อนในเตาอบไมโครเวฟ โดยแบ่งเป็นเวลา 10 นาที หรือ 20 นาที หรือ 30 นาที และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วนำไปแยกตะกอนออกจากสารละลายโดยการเซนตริฟิวจ์ แล้วล้างตะกอนจนสารละลายหลังจากการล้างมี pH เป็น 7 อบให้แห้งและบดจะได้ผงละเอียดของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.9



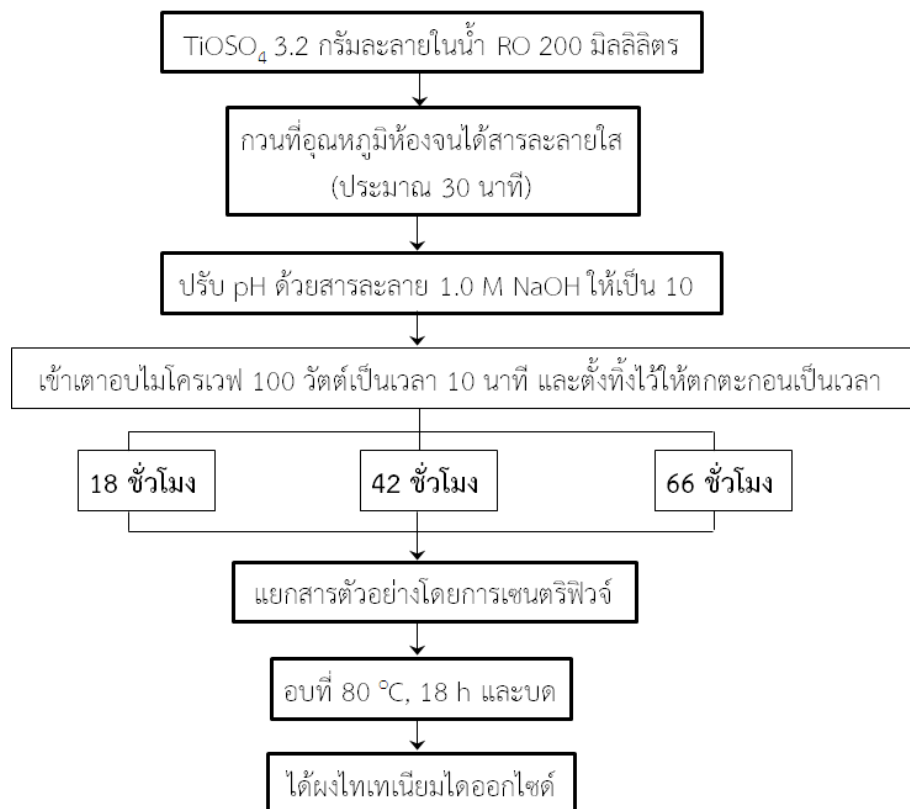
รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของเวลาในการให้ความร้อน

3.2.6. ผลของเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนหลังการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ

ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไมโครเวฟเหมือนหัวข้อ 3.2.1 แต่ต่างกันที่การตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 คืน (18 ชั่วโมง) หรือ 2 คืน (42 ชั่วโมง) หรือ 3 คืน (66 ชั่วโมง) [50] หลังการตกตะกอนโดยการตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องที่เวลาต่างๆ จะมีลักษณะเป็นดังรูปที่ 3.10 แล้วนำไปแยกตะกอนออกจากสารละลาย โดยการเซนตริฟิวจ์ ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.11



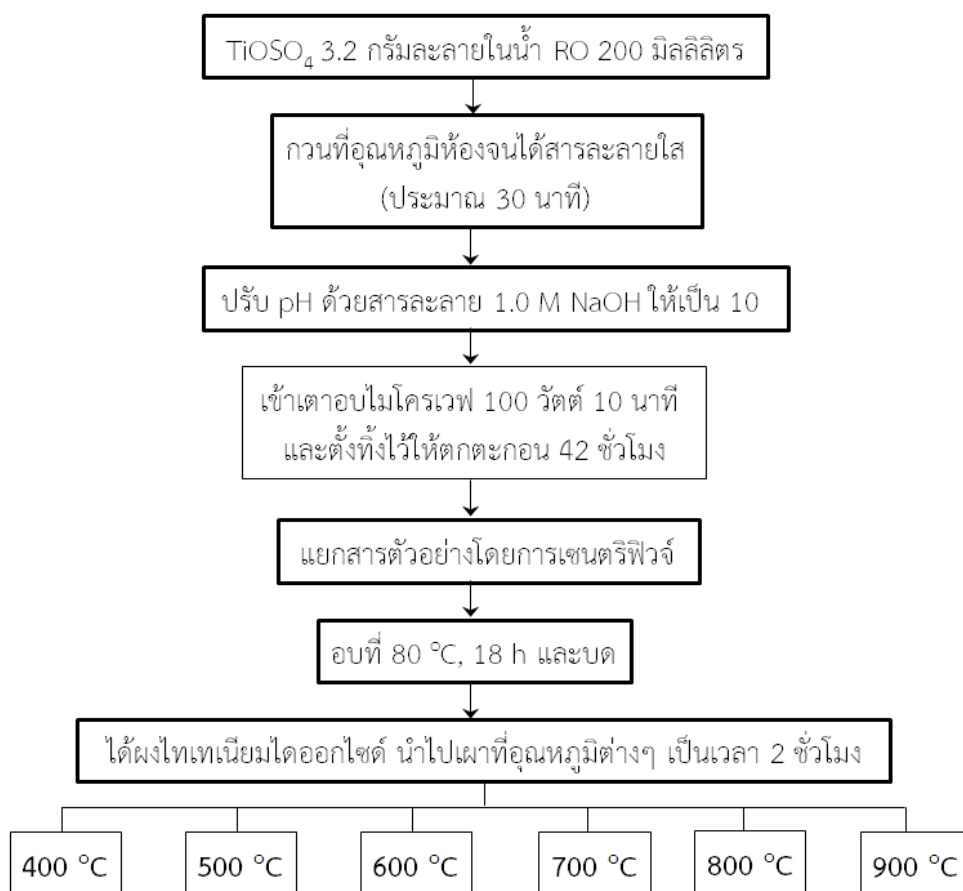
รูปที่ 3.10 การตกตะกอนหลังตั้งทิ้งไว้ที่เวลาต่างๆ



รูปที่ 3.11 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาผลของเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน

3.2.7. ผลของอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สารตัวอย่าง

นำผงไทเทเนียมไดออกไซด์มาเผาเพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างว่ามีผลต่อสมบัติของสารที่สังเคราะห์ได้อย่างไรบ้าง โดยนำสารตัวอย่างมาเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 หรือ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในเตาเผา (รุ่น Vecstar furnace, บริษัท Vecstar.Ltd.) ขั้นตอนการสังเคราะห์ในหัวข้อนี้แสดงไว้ในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์

3.3. การวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.3.1. เฟสแร่ (Mineral phase) ของไทเทเนียมไดออกไซด์

วิเคราะห์หาเฟสแร่ของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD (รุ่น D₈ ADVANCE diffractometer บริษัท Bruker) โดยทำการเปรียบเทียบกราฟ XRD ที่ได้กับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS ด้วยการ search-match ในซอฟต์แวร์ของเครื่อง XRD

3.3.2. ปริมาณเฟสโดยประมาณ (Relative phase content) และขนาดผลึกโดยประมาณ (Estimated crystallite size) ของไทเทเนียมไดออกไซด์

หลังจากวิเคราะห์หาเฟสแร่ของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD แล้วทำการวิเคราะห์ปริมาณเฟสโดยประมาณด้วยหลักการของรีทเวลด (Rietveld method) [51] และคำนวณขนาดของผลึกอนาเทส, บรูคไคต์ และรูไทล์ ใช้พีคที่มุม $2\theta = 25.2^\circ$, 25.3° และ 27° ตามลำดับ โดยใช้สมการเชอเรอร์ ดังสมการที่ 2.2 ตามที่ได้กล่าวมาแล้วในบทที่ 2 [29, 52] โดยการวิเคราะห์ในหัวข้อ 3.4.1 และ 3.4.2 สามารถทำได้โดยใช้ข้อมูลจากเครื่อง XRD

3.3.3. สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

วิเคราะห์สัณฐานวิทยาของสารตัวอย่าง โดยการนำสารตัวอย่างมากระจายตัวในเอทานอลแล้วทำอัลตราโซนิก และหยดสารแขวนลอยดังกล่าวลงในแผ่นกระจกสไลด์ขนาด $0.5 \times 0.5 \times 0.1$ เซนติเมตร อบให้แห้งแล้วนำไปเคลือบทองก่อนนำมาส่องด้วยกล้อง SEM (รุ่น JEOL JSM-6400 บริษัท JEOL Ltd.)

3.3.4. ขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาค และประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

การวัดขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาค และประจุพื้นผิวทำได้โดยการนำตัวอย่างมากระจายตัวในน้ำและทำอัลตราโซนิกประมาณ 1 นาทีเพื่อให้เกิดการกระจายตัวของอนุภาค ใส่ลงในที่ใส่สารตัวอย่างแล้วเข้าโปรแกรมวัดขนาดอนุภาค การกระจายตัว และประจุพื้นผิวด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาคและประจุพื้นผิว (รุ่น ZetaPaLs 5.23 บริษัท Brookhaven Instruments Corporation) โดยการวัดแต่ละประเภทต้องเตรียมสารตัวอย่างใหม่ทุกครั้งที่ทำกรวัดและวัดทันที เมื่อเตรียมสารตัวอย่างเสร็จ เพื่อป้องกันการเกาะกันของอนุภาคสารตัวอย่าง

3.3.5. พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของสารตัวอย่างในช่วงแรกคัดเลือกสารบางตัวอย่างมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (รุ่น Quantachrome Autosorb-1 บริษัท Quantachrome Instrument) และอีกส่วนถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (รุ่น Coulter SA3100 บริษัท Beckman Coulter)

3.3.6. ความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

การศึกษาความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ เริ่มจากการเตรียมสารละลายตั้งต้น 10 ppm (0.0313 mmol) ของสารละลาย MB โดยการชั่ง MB มา 10 มิลลิกรัม ละลายในน้ำ RO 1000 มิลลิลิตร นำมาเจือจางให้ได้เป็นชุดของสารละลายมาตรฐาน ปริมาตร 20 มิลลิลิตร โดยสามารถเตรียมให้ได้ความเข้มข้นต่างๆดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ปริมาตรของสารละลาย MB ที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ

รหัส	ความเข้มข้น (ppm)	ความเข้มข้น (mmol)	สารละลาย MB เริ่มต้นที่ใช้ (cm ³)	ปริมาตรของน้ำ RO (cm ³)
Std.1	0.50	0.0016	1.00	19.00
Std.2	1.00	0.0031	2.00	18.00
Std.3	2.00	0.0063	4.00	16.00
Std.4	3.00	0.0094	6.00	14.00
Std.5	4.00	0.0125	8.00	12.00
Std.6	5.00	0.0156	10.00	10.00

นำสารละลายมาตรฐาน MB ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงยูวีด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer, รุ่น Lambda 35 1.23, บริษัท PerkinElmer Instrument ประเทศสหรัฐอเมริกา) ที่ความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร

จากนั้นศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของตัวอย่างไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยการวัดการสลายตัวของ MB โดยนำสารละลาย MB ที่มีความเข้มข้น 0.02 ± 0.002 มิลลิโมลต่อลิตรเป็นความเข้มข้นเริ่มต้นมา 20 มิลลิลิตร แล้วใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไป 100 มิลลิกรัม จากนั้นนำสารละลายตัวอย่างไปตั้งไว้ในที่มืด 30 นาที เปิดหลอดรังสียูวีในตู้ฉายแสงยูวี วัดความเข้มของแสงยูวีโดยใช้หัววัดความเข้มของแสงยูวี (UVR-2 Topcon Techno house Corporation) ให้อยู่ในระดับความเข้มแสงเป็น 1.0 mW/cm^2 แล้วนำตัวอย่างมาฉายแสงยูวีในตู้ฉายแสงยูวีเป็นเวลา 90 นาที จากนั้นนำไปเซนตริฟิวจ์เพื่อแยกไทเทเนียมไดออกไซด์ออกจากสารละลาย MB ด้วยเครื่องเซนตริฟิวจ์

(K centrifuge PLC series, PLC-03) แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนรังสียูวีด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3.4. ผลของการศึกษาสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้เปรียบเทียบกับ P25

การศึกษาสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้เปรียบเทียบกับ P25 โดยศึกษาสัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค การกระจายขนาดอนุภาค ประจุพื้นผิว พื้นที่ผิว ความสามารถในการสลาย MB และ ค่าคงที่ในการสลาย MB

โดยการศึกษาอัตราการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยทำการทดลองเหมือนในหัวข้อ 3.4.6 แต่ต่างกันที่เวลาในการฉายแสงยูวีในกล่องฉายแสงยูวี โดยจะทำการฉายแสงที่เวลา 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160 และ 180 นาที และนำมาคำนวณหาค่าคงที่ของการสลายตัวโดยใช้สมการที่ 3.1 โดยในหัวข้อนี้จะศึกษาเฉพาะไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์เทียบกับ P25

$$\ln C/C_0 = -k_{(obs)}t \quad (3.1)$$

เมื่อ C คือความเข้มข้นของ MB ที่เวลาใดๆ

C_0 คือความเข้มข้นเริ่มต้นของ MB (mmol)

$k_{(obs)}$ ค่าคงที่ของการสลายตัว (min^{-1})

t คือเวลาใดๆ (min)

บทที่ 4

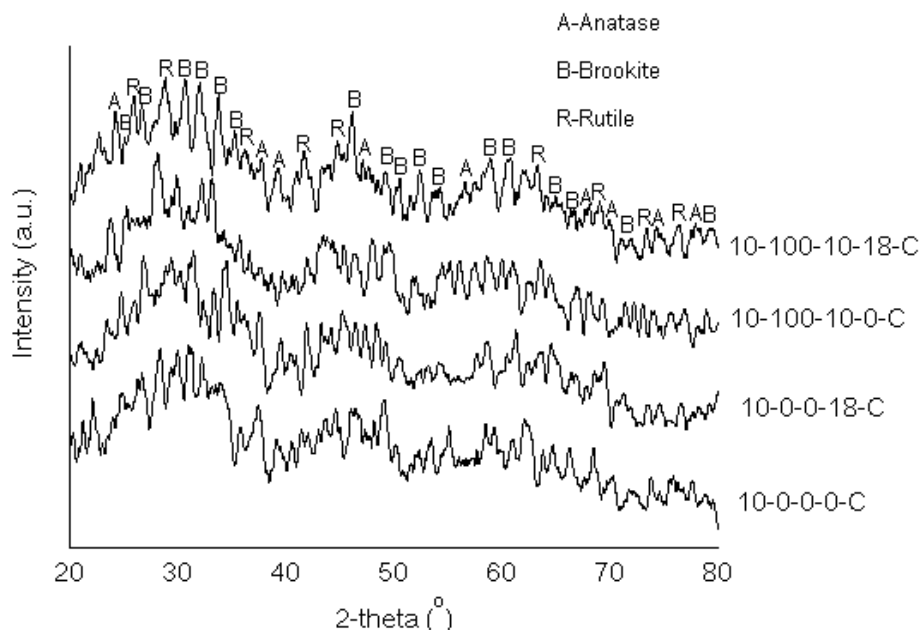
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1. ผลของการใช้ไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

การศึกษาผลของการใช้ไมโครเวฟเปรียบเทียบกับที่ไม่ได้ใช้ไมโครเวฟ โดยศึกษาเปรียบเทียบ 4 ภาวะ ดังนี้

1. ภาวะที่ไม่ใช้ไมโครเวฟและไม่มีการตั้งไว้ให้ตกตะกอน (10-0-0-0-C)
2. ภาวะที่ไม่ใช้ไมโครเวฟแต่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (10-0-0-18-C)
3. ภาวะที่ใช้ไมโครเวฟแต่ไม่มีการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (10-100-10-0-C)
4. ภาวะที่ใช้ไมโครเวฟและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (10-100-10-18-C)

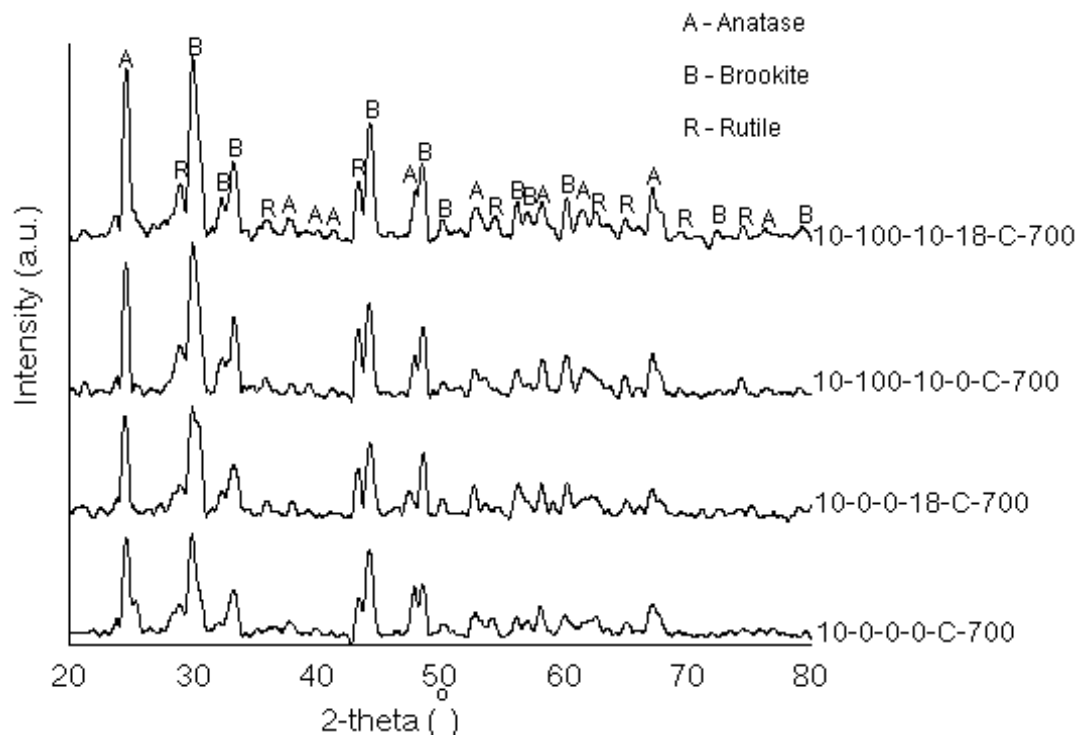
ผลการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค XRD แสดงไว้ใน รูปที่ 4.1 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสผสมของอนาเทส รูไทล์ และบรูคไคต์ที่มีความเป็นผลึกต่ำในทุกภาวะที่ทำการสังเคราะห์ ซึ่งยากต่อการคำนวณปริมาณเฟสและขนาดของผลึก ดังนั้นจึงนำตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อให้มีความเป็นผลึกดีขึ้น [54]



รูปที่ 4.1 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาที่ได้จากทั้ง 4 ภาวะ

4.1.1. ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการตกตะกอนที่ pH 10 ทั้ง 4 ภาวะข้างต้นหลังจากการเผาที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงแสดงไว้ในรูปที่ 4.2 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นเฟสผสมของอนาเทส รูไทล์ และบรูคไคต์ชัดเจน ตามเลข JCPDS 21-1272, 21-1276 และ 29-1360 ตามลำดับ ในกรณีที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน จะพบว่ามีค่าความแตกต่างที่เห็นได้ชัดเจนในแง่ของความแหลม (sharp) และความเข้มของพีกที่สูงขึ้นกว่าทุกภาวะ ดังนั้นการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนทำให้มีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจจะเนื่องมาจากการให้ความร้อนอย่างรวดเร็วของไมโครเวฟเป็นการช่วยให้กลไกการตกผลึกเกิดได้เร็วขึ้น เพราะไมโครเวฟจะทำให้อนุภาคของสารตั้งต้นสั้นและชนกันได้มากขึ้น เมื่อชนกันมากขึ้นก็ถ่ายโอนพลังงานระหว่างกันมากพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น จึงเกิดเป็นสารผลึกมีขนาดเล็กลงและตกผลึกได้เร็วขึ้น ซึ่งผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยที่รายงานไว้ก่อนหน้านี้ [40] นอกจากนี้การตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนช่วยให้การตกผลึกสมบูรณ์ขึ้น พีกจะแสดงความเป็นผลึกสูงขึ้น



รูปที่ 4.2 กราฟ XRD ของตัวอย่างทั้ง 4 ภาวะ หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.1.2. ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

องค์ประกอบเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จาก 4 ภาวะ โดยใช้หลักการของรีทเวลด์ และขนาดของผลึกที่คำนวณจากสมการเชอร์เรอร์ (ดังที่กล่าวมาแล้วในบทที่ 2) โดยปริมาณเฟสและขนาดของเฟสอานาเทส (1 0 1), รูไทล์ (1 1 0) และบรูคไคต์ (1 2 0) ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1. จากตารางพบว่าทุกตัวอย่างมีเฟสหลักที่เป็นเฟสอานาเทสและบรูคไคต์ในปริมาณมาก ส่วนเฟสรูไทล์จะมีอยู่เพียงเล็กน้อยในตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยภาวะ 10-0-0-0-C-700 มีอานาเทส 27.78 % บรูคไคต์ 69.76 % และรูไทล์ 2.38 % กรณีของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ภาวะ 10-0-0-18-C-700 มีอานาเทส 70.78 % บรูคไคต์ 27.02 % และรูไทล์ 2.20 % สำหรับตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยภาวะ 10-100-10-0-C-700 มีอานาเทส 29.18 % บรูคไคต์ 68.71 % และรูไทล์ 2.11 % และตัวอย่างที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-100-10-18-C-700 มีอานาเทส 77.02 % บรูคไคต์ 15.01 % และรูไทล์ 7.98 % และยังพบว่าปริมาณเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมจากภาวะที่ไม่ได้ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนมีเฟสบรูคไคต์เฟสที่สูงกว่าตัวอย่างที่มีการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนแต่พบว่าเฟสอานาเทส ($2\theta \sim 25.2$) เป็นเฟสหลักที่พบในตัวอย่างที่มีการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนก่อนการนำมาแยก แม้ว่า การเปลี่ยนเฟสจากอานาเทสไปเป็นรูไทล์นั้นจะสามารถเกิดขึ้นได้หากมีการเผาตั้งแต่อุณหภูมิช่วง 550-900 °C แต่การเปลี่ยนแปลงเฟสดังกล่าวก็ขึ้นอยู่กับว่าสารตัวอย่างนั้นมีสิ่งเจือปนมากน้อยเพียงใด ซึ่งสิ่งเจือปนบางอย่างอาจช่วยให้ไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อยต่างกัน หรือการเปลี่ยนแปลงเฟสอาจขึ้นอยู่กับสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วย ดังนั้นตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ในหัวข้อนี้ แม้จะเผาที่อุณหภูมิสูงถึง 700 °C แต่เฟสของรูไทล์ก็ยังมีปริมาณน้อยอยู่ ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ก็เป็นได้ ตามเหตุผลดังที่กล่าวมาแล้ว [22] ซึ่งได้ศึกษาผลต่อสัณฐานวิทยาในหัวข้อถัดไป

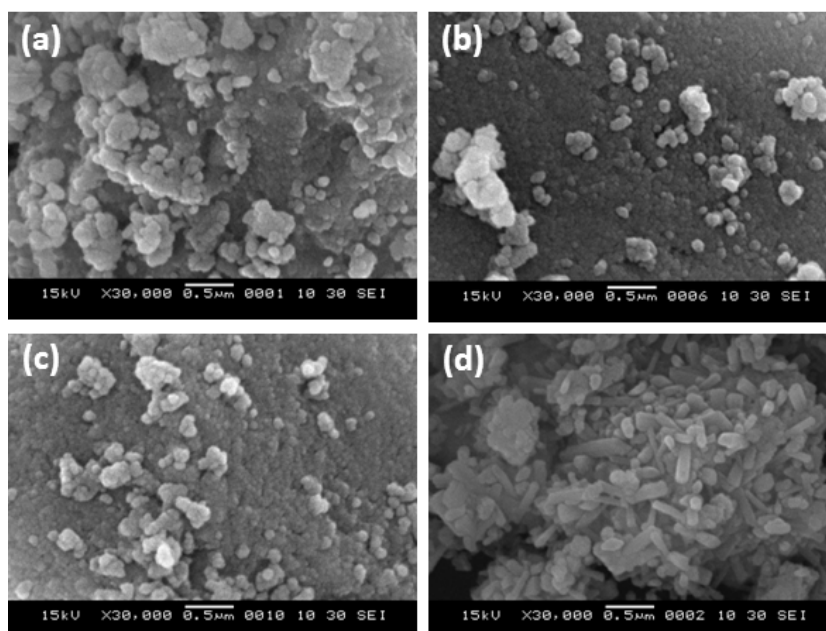
ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบเฟสและ ขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการ
สังเคราะห์ทั้ง 4 ภาวะ

Sample code	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
10-0-0-0-C-700 (1)	31.76	64.88	3.36	26.90	29.90	-
(2)	27.87	69.76	2.38	22.70	34.40	-
(3)	23.98	74.64	1.39	23.30	35.80	-
Average	27.87 ± 3.2	69.76 ± 4.0	2.38 ± 0.9	24.3 ± 2.2	33.37 ± 3.1	-
10-0-0-18-C-700 (1)	74.58	21.88	3.54	34.10	40.00	-
(2)	70.83	27.06	2.12	11.00	36.40	-
(3)	66.94	32.12	0.95	22.80	23.30	-
Average	70.78 ± 3.1	27.02 ± 4.2	2.20 ± 1.1	22.63 ± 11.6	33.23 ± 8.8	-
10-100-10-0-C-700 (1)	30.15	66.30	3.55	36.30	21.00	-
(2)	29.21	68.71	2.05	34.10	25.40	-
(3)	28.16	71.11	0.73	38.70	27.70	-
Average	29.18 ± 0.8	68.71 ± 2.0	2.11 ± 1.2	36.37 ± 2.3	24.70 ± 3.4	-
10-100-10-18-C-700 (1)	71.28	18.34	10.38	48.70	50.90	-
(2)	77.03	14.93	8.04	45.50	53.50	-
(3)	82.74	11.75	5.52	42.60	51.60	-
Average	77.02 ± 4.7	15.01 ± 2.7	7.98 ± 2.0	45.60 ± 3.1	52.00 ± 1.3	-

4.1.3. ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ แสดงไว้ในรูปที่ 4.3. จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-0-0-0-C-700 (รูปที่ 4.3 a) มีลักษณะเป็นผลึกรูปร่างค่อนข้างกลม และมีอนุภาคหลายขนาดที่เกาะกันอยู่ ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-0-0-18-C-700 (รูปที่ 4.3 b) จะมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-0-0-0-C-700 และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากภาวะ

10-100-10-0-C-700 (รูปที่ 4.3 c) ก็มีขนาดใกล้เคียงกัน ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-100-10-0-C-700 (รูปที่ 4.3 d) จะมีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นและอนุภาคเปลี่ยนแปลงไปเป็นรูปร่างสี่เหลี่ยม ทั้งนี้อาจจะเนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-100-10-18-C-700 มีปริมาณรูทูล์มากกว่าที่สังเคราะห์ได้จากภาวะอื่น คือมีรูทูล์ ~ 8 % ในขณะที่ตัวอื่น ๆ นั้นมีรูทูล์แค่ ~ 2 % (จากตารางที่ 4.1) ซึ่งเป็นไปตามงานวิจัยที่รายงานไว้ก่อนหน้านี้ว่ารูทูล์มีรูปร่างเป็นแท่งคล้ายเข็ม [55] แต่อย่างไรก็ตาม Xie และคณะ ระบุไว้ว่า บรูคไคต์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะรูปร่างเป็นแท่งคล้ายเข็มเช่นเดียวกัน [30] ดังนั้นจากการทดลองนี้เป็นไปได้ว่าผลึกที่ได้จากภาวะที่ใช้ไมโครเวฟ 100 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนนั้นมีรูปร่างคล้ายเข็มอาจมาจากผลึกของทั้งเฟสรูทูล์และบรูคไคต์



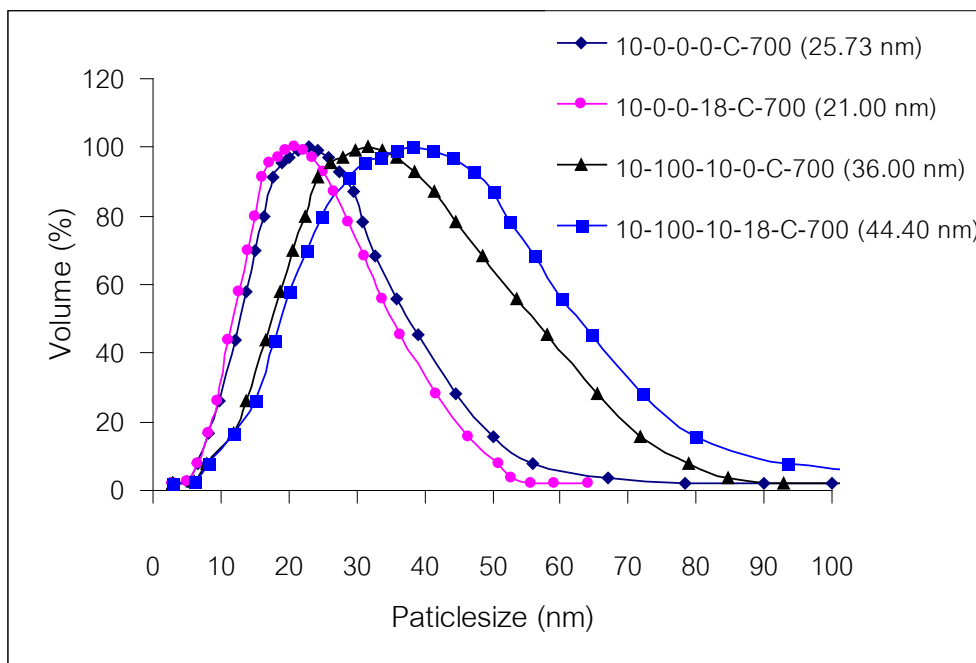
รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ: (a) 10-0-0-0-C-700, (b) 10-0-0-18-C-700, (c) 10-100-10-0-C-700 และ (d) 10-100-10-18-C-700.

4.1.4. ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อขนาดอนุภาค และการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ถูกวัดด้วยเครื่องซีตาไซเซอร์ซอฟต์แวร์รุ่น Zeta PALS 5.23 โดยนำตัวอย่างไปกระจายตัวในน้ำ RO และทำอัลตราโซนิกประมาณ 1 นาทีก่อนทำการวัด เหตุผลในการเลือกน้ำเป็นตัวกลาง เนื่องจากในการทดสอบเบื้องต้น ได้ทดสอบด้วยการใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง พบว่าค่าที่วัดได้ไม่คงที่ เมื่อวัดซ้ำ แต่เมื่อใช้น้ำ RO เป็นตัวทำ

ละลายพบว่าค่าที่วัดได้มีเสถียรภาพ หรือมีค่าใกล้เคียงค่าเดิมแม้ทำการวัดซ้ำ ดังนั้นน้ำ RO จึงเหมาะสมสำหรับการใช้เป็นตัวกลางในการศึกษา

ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะ 10-0-0-0-C-700, 10-0-0-18-C-700, 10-100-10-0-C-700 และ 10-100-10-18-C-700 แสดงในรูปที่ 4.4 ผลที่ได้พบว่าขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน จะมีขนาดใหญ่กว่าที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยภาวะอื่น โดยขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เรียงลำดับจากใหญ่ไปหาเล็กเป็นดังนี้ $10-100-10-18-C-700 > 10-100-10-0-C-700 > 10-0-0-0-C-700 > 10-0-0-18-C-700$ โดยขนาดอนุภาคของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ภาวะ 10-0-0-0-C-700, 10-0-0-18-C-700, 10-100-10-0-C-700 และ 10-100-10-18-C-700 มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 25.7, 21.0, 36.0 และ 44.4 nm ตามลำดับ การกระจายขนาดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จาก 4 ภาวะ ซึ่งขนาดอนุภาคของตัวอย่างที่สังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟ แต่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนนั้นมีขนาดเล็กกว่าตัวอย่างที่ไม่ได้ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ซึ่งผลการทดลองเช่นนี้ได้ผลเช่นเดียวกับงานวิจัยของ Hsiang และคณะ [56] อย่างไรก็ตามผลการทดลองดังกล่าวก็ขัดแย้งกับบางงานวิจัย เพราะตามทฤษฎีเมื่อตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน การเติบโตของผลึกก็มีมากขึ้น ขนาดอนุภาคควรจะใหญ่ขึ้น และใหญ่ขึ้นตามเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเพิ่มขึ้น โดยเฉพาะถ้าตั้งทิ้งไว้ในอุณหภูมิสูงขึ้นขนาดของผลึกก็ใหญ่ขึ้น [57] และขนาดอนุภาคที่วัดได้ขัดแย้งเล็กน้อยกับค่าที่ได้จากการคำนวณขนาดผลึกของแต่ละเฟสจาก XRD ทั้งนี้ น่าจะเป็นผลจากการเตรียมตัวอย่างก่อนวัด และการวัดด้วยเทคนิค dynamic light scattering จะเป็นค่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของทั้งสามเฟส



รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมได้จากภาวะต่างๆ

4.1.5. ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

ค่าประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆในหัวข้อนี้ ตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้งโดยแสดงค่าที่วัดได้ทั้ง 10 ครั้งและค่าเบี่ยงเบนเฉลี่ยมาตรฐานไว้ในตารางที่ 4.2 ประจุพื้นผิวเฉลี่ยของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากภาวะ 10-0-0-0-C-700 มีค่าเท่ากับ -37.69 ± 0.48 mV 10-0-0-18-C-700 มีค่าเท่ากับ -39.51 ± 0.71 mV, 10-100-10-0-C-700 มีค่าเท่ากับ -39.98 ± 1.96 mV, และ 10-100-10-18-C-700 มีค่าเท่ากับ -35.68 ± 1.56 mV ในกรณีภาวะที่ไม่มีการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ประจุของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการใช้ไมโครเวฟมีค่าประจุเป็นลบสูงกว่าภาวะที่สังเคราะห์โดยไม่ต้องใช้ไมโครเวฟ แสดงว่ามีการกระจายตัวได้ดีกว่า ในทางตรงกันข้ามกรณีที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ไมโครเวฟมีประจุลบต่ำกว่าภาวะที่ไม่ต้องใช้ไมโครเวฟ ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าความร้อนจากไมโครเวฟช่วยทำให้พื้นผิวของสารที่สังเคราะห์ได้มีประจุลบมากกว่าจึงน่าจะมีการกระจายตัวได้ดีกว่า แต่การตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนช่วยให้ความเป็นผลึกเกิดสมบูรณ์ขึ้น แม้จะมีประจุลบน้อยกว่า แต่เป็นค่าลบน้อยกว่าเพียงเล็กน้อย [58]

ตารางที่ 4.2 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆ วัดที่ pH 7

Run	Zeta potential (mV)			
	10-0-0-0-C-700	10-0-0-18-C-700	10-100-10-0-C-700	10-100-10-18-C-700
1	- 38.18	- 39.48	- 37.46	- 40.79
2	- 37.65	- 35.87	- 40.60	- 34.77
3	- 36.30	- 42.10	- 38.52	-
4	- 38.29	- 38.34	- 42.29	- 39.25
5	- 37.59	- 41.44	-	- 42.58
6	- 38.91	- 39.94	- 40.88	- 31.60
7	- 39.55	- 38.46	- 40.18	- 31.62
8	- 35.50	- 43.12	- 43.19	- 33.20
9	- 35.47	- 36.99	- 38.02	- 31.63
10	- 39.46	- 39.34	- 38.76	-
Average	- 37.69 ± 0.48	- 39.51 ± 0.71	- 39.98 ± 1.96	- 35.68 ± 1.56

ส่วนค่าพื้นที่ผิว (BET) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆ ในหัวข้อนี้ตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.3 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะ 10-0-0-0-C-700, 10-0-0-18-C-700, 10-100-10-0-C-700 และ 10-100-10-18-C-700 มีค่าเท่ากับ 101.68, 124.71, 145.66 และ 163.34 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ โดยที่การใช้ไมโครเวฟและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนมีพื้นที่ผิวสูงกว่าตัวอื่นๆ ซึ่งถ้าพิจารณาที่ขนาดอนุภาคที่วัดได้ของไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวขัดแย้งกับขนาดอนุภาคที่วัดได้ คือมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าตัวอื่นๆ แต่กลับมีพื้นที่ผิวมากกว่าตัวอื่นๆ ทั้งนี้อาจจะเกิดจากตัวอย่างนี้เกาะตัวกัน ซึ่งลักษณะการเกาะตัวอาจจะเกิดขึ้นทั้งสองแบบ แบบแรกคือเกาะกันระหว่างอนุภาคหนึ่งกับอีกอนุภาคหนึ่งหลายๆ ตัวรวมเป็นกลุ่มของอนุภาค ทำให้เกิดรู

(pore) ที่เรียกว่า ‘ภายใน’ (Intra-agglomerated) และแบบที่สองคือเกาะกันระหว่างกลุ่มของอนุภาคกับกลุ่มของอนุภาคอื่น ทำให้เกิดรูอีกแบบหนึ่งที่เรียกว่า ‘ภายนอก’ (Inter-agglomerated) จึงทำให้มีรูเกิดขึ้นมากกว่าปกติ ซึ่งการเกิดลักษณะดังกล่าวส่งผลให้มีค่าการดูดซับแก๊สได้มากขึ้น จึงทำให้มีพื้นที่ผิวมากขึ้น [59]

ตารางที่ 4.3 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะต่างๆ

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
10-0-0-0-C-700	101.68
10-0-0-18-C-700	124.71
10-100-10-0-C-700	145.66
10-100-10-18-C-700	163.34

4.1.6. ผลของไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

ศึกษาความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายมาตรฐาน MB ให้มีความเข้มข้นเป็น 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 ppm หรือ 0.0016, 0.0031, 0.0063, 0.0094, 0.0125, 0.0156 mmol ตามลำดับ นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงที่สุดคือ 663.5 nm ($\lambda_{\max} = 663.5$ nm) ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.4

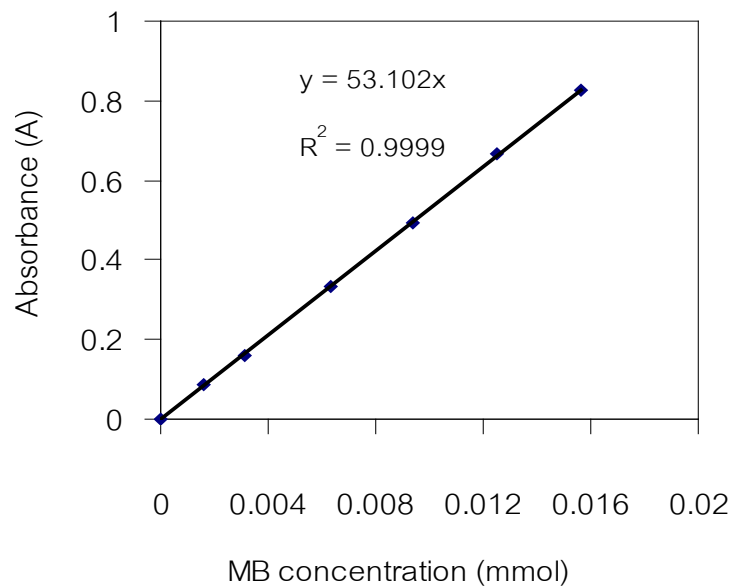
ตารางที่ 4.4 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน MB ที่ความเข้มข้นต่างๆ

MB Standard no.	Concentration of MB (ppm)	Concentration of MB (mmol)	Absorbance (A)
blank	0.0000	0.0000	0.0000
1	0.5000	0.0016	0.0867
2	1.0000	0.0031	0.1596
3	2.0000	0.0063	0.3328
4	3.0000	0.0094	0.4952
5	4.0000	0.0125	0.6684
6	5.0000	0.0156	0.8286

เมื่อนำมาพลอตกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นภายใต้ความสัมพันธ์ของกฎ Beer-Lambert พบว่าได้กราฟที่มีค่าความเป็นเส้นตรงที่ดี (good linearity range, R^2) คือมีค่า $R^2 = 0.999$ ดังรูปที่ 4.5 โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นภายใต้ความสัมพันธ์ของกฎ Beer-Lambert นั้นสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้เมื่อทราบค่าการดูดกลืนของสารตัวอย่าง โดยการเปรียบเทียบกับสมการเส้นตรงที่ได้จากกราฟมาตรฐาน [60] ซึ่งในงานวิจัยนี้สมการเส้นตรงที่ได้จากการทดลองเป็นดังสมการที่ 4.1

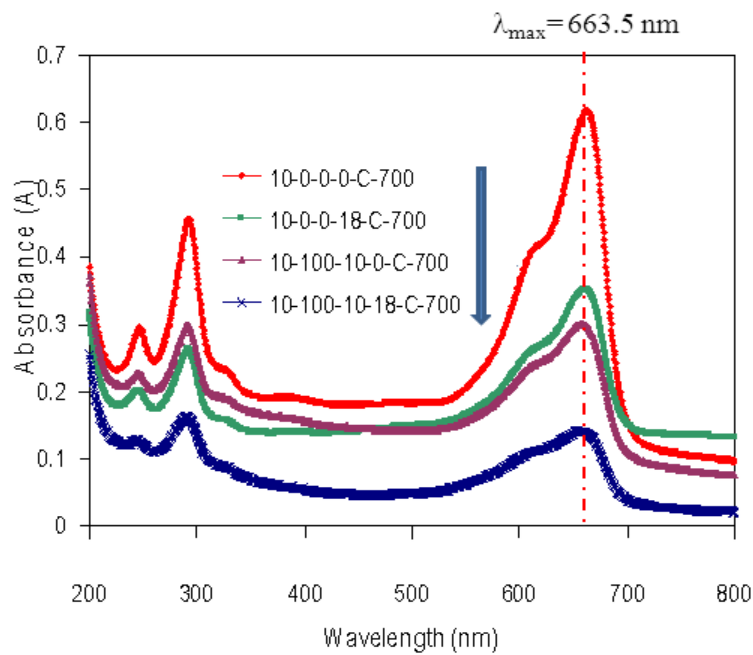
$$y = 53.102x \quad (4.1)$$

เมื่อ y คือ ค่าการดูดกลืนแสง และ x คือความเข้มข้นของ MB



รูปที่ 4.5 กราฟและสมการเส้นตรงของสารละลายมาตรฐาน MB

เมื่อนำสารละลาย MB ที่ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในหัวข้อนี้มาวัดค่าการดูดกลืนแสง ในช่วง 200-800 nm สเปกตรัมการดูดกลืนของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะ 10-100-10-18-C-700 มีค่าการดูดกลืนแสงที่ต่ำที่สุด ซึ่งเป็นภาวะที่ใช้ไมโครเวฟและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน (รูปที่ 4.6)



รูปที่ 4.6 สเปกตรัมของการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ

จากรูปที่ 4.6 วัดค่าการดูดกลืนแสงจำนวน 3 ครั้ง แล้วคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.5 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากทั้ง 4 ภาวะ ที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่าค่าความเข้มข้นเฉลี่ยของ MB ในตัวอย่าง 10-0-0-0-C-700, 10-0-0-18-C-700, 10-100-10-0-C-700, และ 10-100-10-18-C-700 มีค่าเท่ากับ 0.0117, 0.0066, 0.0056 และ 0.0019 mmol ตามลำดับ

ตารางที่ 4.5 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ

Sample code	Absorbance (A) at 663.5 nm				Concentration (C, mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
10-0-0-0-C-700	0.6163	0.6159	0.6203	0.6175	0.0116	0.0117	0.0116	0.0117
10-0-0-18-C-700	0.3507	0.3508	0.3512	0.3509	0.0066	0.0066	0.0066	0.0066
10-100-10-0-C-700	0.2961	0.2956	0.2950	0.2958	0.0056	0.0056	0.0056	0.0056
10-100-10-18-C-700	0.0995	0.0101	0.0998	0.0998	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019

นำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณเป็นร้อยละของการสลาย MB ด้วยสมการต่อไปนี้

$$\text{MB degradation (\%)} = \left(\frac{C_0 - C}{C_0} \right) \times 100 \quad (4.2)$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น

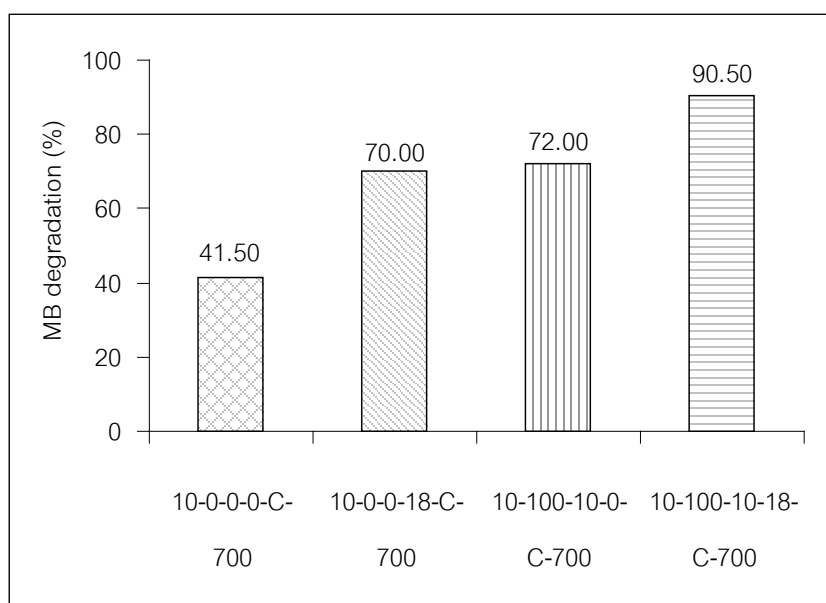
C คือความเข้มข้นที่เวลาใดๆ

จากการคำนวณตามสมการที่ 4.2 พบว่า MB มีการสลายตัวได้แตกต่างกัน ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.6 จากตารางนี้ความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากภาวะ 10-0-0-0-C-700, 10-0-0-18-C-700, 10-100-10-0-C-700, และ 10-100-10-18-C-700 มีค่าเท่ากับ 41.50 %, 70.00 %, 72.00 % และ 90.50 % ตามลำดับ

ตารางที่ 4.6 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลาย MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ

Sample code	Concentration (mmol)	MB residue (%)	MB degradation (%)
10-0-0-0-C-700	0.0117	58.50	41.50
10-0-0-18-C-700	0.0066	30.00	70.00
10-100-10-0-C-700	0.0056	28.00	72.00
10-100-10-18-C-700	0.0019	9.50	90.50

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น รูปที่ 4.7 แสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะ 10-0-0-0-C-700 มีร้อยละการสลายตัวของ MB ต่ำกว่าภาวะอื่นๆ แต่ในทางตรงข้ามตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากภาวะ 10-100-10-18-C-700 มีร้อยละการสลายตัวของ MB สูงที่สุดซึ่งเป็นตัวอย่างที่เตรียมได้จากการใช้ไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ดังนั้นภาวะดังกล่าวจึงเหมาะสมในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อให้ความสามารถในการสลายตัวของ MB ได้ดี



รูปที่ 4.7 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ

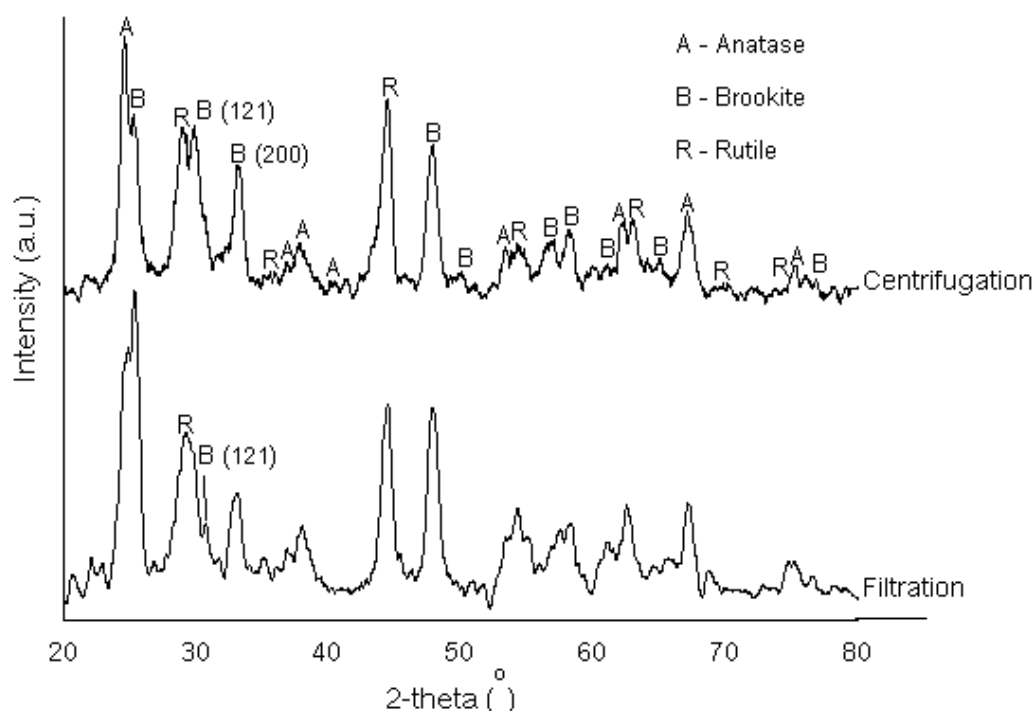
สรุปการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คือการใช้ไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน จำเป็นต่อการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ TiOSO_4 เป็นสารตั้งต้น เพราะไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะนี้มีความเป็นผลึกสูง พื้นผิวสูง และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าตัวที่สังเคราะห์จากภาวะอื่น ดังนั้นการใช้ไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนจึงถูกใช้ในการสังเคราะห์เพื่อศึกษาผลของภาวะอื่นๆ ต่อไป

4.2. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่าง

เทคนิคในการแยกสารตัวอย่างเป็นขั้นตอนสำคัญในกระบวนการสังเคราะห์ นั่นคือเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ ทั้งสองเทคนิคถูกนำมาใช้แยกไทเทเนียมไดออกไซด์ เพื่อศึกษาผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่าง โดยในการศึกษานี้ทำที่ pH 14 เนื่องจากต้องการใส่ NaOH ที่มากเกินไปในการเกิดปฏิกิริยา และทำการสังเคราะห์ในเตาไมโครเวฟ 200 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาทีและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 ชั่วโมง โดยรหัสของตัวอย่างที่สังเคราะห์แล้วถูกแยกสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการกรองคือ Filtration และตัวอย่างที่สังเคราะห์แล้วถูกแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์คือ Centrifugation

4.2.1. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

รูปที่ 4.8 เป็นผล XRD ของตัวอย่างที่ถูกแยกด้วยเทคนิคการกรอง และการเซนตริฟิวจ์ จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีความเข้มของเฟสอานาเทสสูงสุด ($2\theta \sim 25.2^\circ$) สูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง ในขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีความเข้มของฟีกบรูคไคต์ ($2\theta \sim 25.3^\circ$) สูงกว่าที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ โดยปกติความเข้มของฟีกบรูคไคต์ที่ $2\theta \sim 33^\circ$ (ระนาบ h k l 2 0 0) มีขนาดเล็กและไม่ชัดเจนแต่ในรูปของทั้งสองเทคนิคค่อนข้างชัดเจน ทั้งนี้อาจจะเป็นเพราะอนุภาคจัดเรียงตัวในทิศทางที่ชอบซึ่งเรียกว่าการเกิด preferred orientation ในตัวอย่างเหล่านี้ [61] ฟีกของรูไทล์ที่ $2\theta \sim 27^\circ$ (1 1 0) และบรูคไคต์ที่ $2\theta \sim 30^\circ$ (1 2 1) ในตัวอย่างที่ได้จากการแยกโดยใช้เทคนิคการกรอง จะเห็นได้ไม่ชัดเจนเท่ากับตัวอย่างที่ได้จากการแยกโดยใช้เทคนิคการเซนตริฟิวจ์ และพบฟีกที่ $2\theta \sim 27^\circ$ คือฟีกของรูไทล์ชัดเจน แสดงว่าตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองน่าจะมีผลึกของรูไทล์สูงกว่าตัวอย่างที่แยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์



รูปที่ 4.8 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคต่างกัน หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.2.2. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึก โดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อคำนวณปริมาณเฟสของสารตัวอย่างทั้งสองพบว่าในตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีปริมาณเฟสอนาเทสสูงที่สุด ส่วนตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีเฟสbrookite สูงที่สุด ผลการคำนวณเหล่านี้ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.7 โดยตารางนี้จะระบุปริมาณเฟสที่ได้จากการคำนวณด้วย QXRD ซึ่งพบว่าตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีปริมาณของเฟสอนาเทส เป็น 90 % แต่ในตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีปริมาณของเฟสอนาเทสเพียง 12 % ซึ่งผลการคำนวณนี้สอดคล้องกับกราฟ XRD ข้างต้น อย่างไรก็ตามพีคที่มีความเข้ม 100 % ของอนาเทสและbrookite มีตำแหน่งมุมของการเลี้ยวเบนที่ใกล้เคียงกันมาก จึงทำให้บางครั้งสองพีคของอนาเทสและbrookite นี้อาจจะซ้อนทับกันได้ จึงทำให้การคำนวณปริมาณเฟสอาจจะคลาดเคลื่อนได้ [13, 62]

ส่วนปริมาณของเฟสรูไทล์นั้นพบว่าในตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีสูงถึง 12 % ในขณะที่ตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีเพียง 0.7 % ดังนั้นในการแยกสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ อาจจะช่วยลดปริมาณของเฟสรูไทล์ลงได้ ซึ่งผลการทดลองนี้ได้ผลเช่นเดียวกับงานวิจัยของ Murakami และคณะ [55] และอีกเหตุผลอาจจะเนื่องจากใน

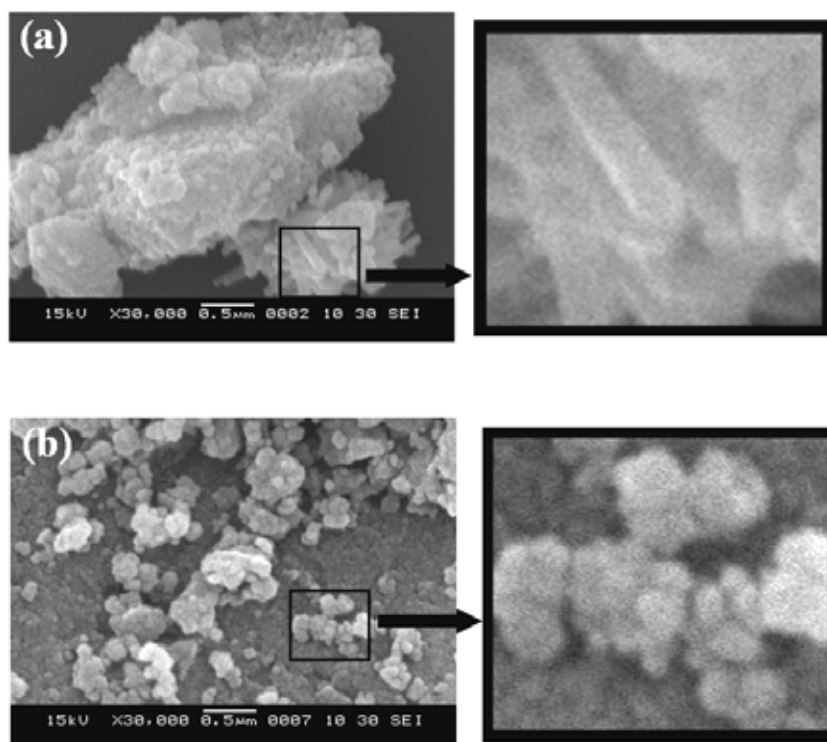
ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีปริมาณbrookiteโคตต์มาก ซึ่งแรงดันบนผลึกของเฟสอนาเทสที่มีขนาดเล็ก อาจกระตุ้นอัตราการเกิดปฏิกิริยา โดยไปลดความเค้นของการเกิดเฟสรูไทล์ได้ และความดันนี้จะเกิดขึ้นมากเมื่อมีปริมาณbrookiteโคตต์มาก ทำให้อัตราการเปลี่ยนเฟสจากเฟสอนาเทสเป็นเฟสรูไทล์เกิดได้มากขึ้น จึงทำให้ตัวอย่างที่ได้จากการกรองมีปริมาณของเฟสอนาเทสน้อยกว่าที่ได้จากการเซนตริฟิวจ์ และมีปริมาณเฟสรูไทล์มากกว่าตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ [67]

ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์

Separation Technique	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
Filtration (1)	12.59	75.25	13.21	38.20	45.40	50.90
(2)	12.63	74.84	12.79	36.50	42.80	55.50
(3)	12.65	75.45	10.64	40.20	41.80	60.60
Average	12.62 ± 0.0	75.18 ± 0.3	12.21 ± 1.3	38.30 ± 1.9	43.33 ± 1.9	55.67 ± 4.9
Centrifugation	90.53	9.74	0.86	23.70	34.70	-
(1)	90.01	8.95	0.53	27.20	30.40	-
(2)	89.65	9.10	0.68	29.70	39.20	-
(3)	90.06 ± 0.4	9.26 ± 0.4	0.68 ± 0.2	26.87 ± 3.0	34.77 ± 4.4	-
Average						

4.2.3. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

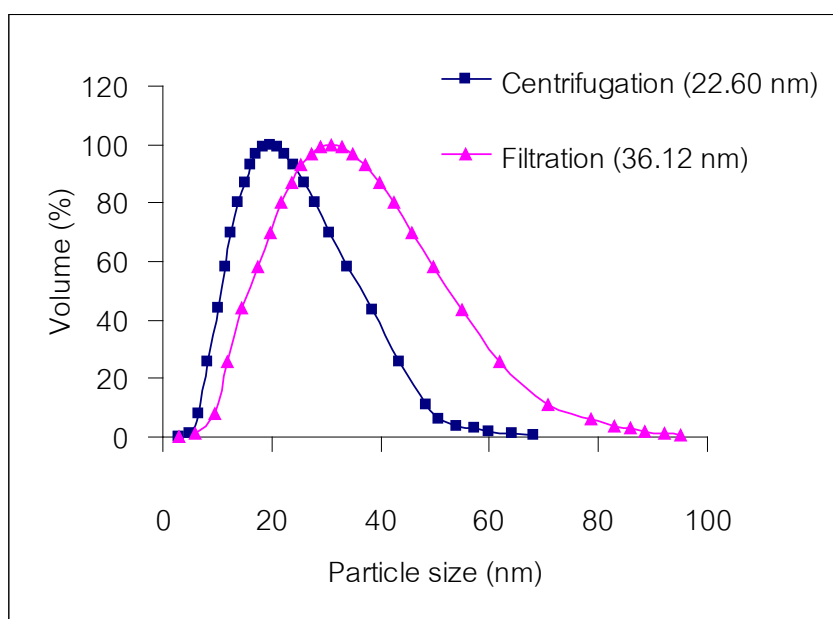
สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์แสดงไว้ในรูปที่ 4.9 จากรูปจะเห็นว่าตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองนั้นรูปร่างผลึกมีลักษณะเป็นแท่งคล้ายเข็มปนอยู่ ซึ่งเป็นรูปผลึกของเฟสbrookiteโคตต์และรูไทล์ [30, 55] (รูปที่ 4.9 a) ส่วนตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยการเซนตริฟิวจ์จะเห็นเพียงผลึกที่มีรูปร่างเป็นทรงค่อนข้างกลม ซึ่งส่วนใหญ่มักเป็นรูปผลึกของเฟสอนาเทสและbrookiteโคตต์ (รูปที่ 4.9 b) จากรูปพบว่าสอดคล้องกับผลของปริมาณเฟสรูไทล์ดังที่กล่าวมาในหัวข้อ 4.2.2 คือเป็นไปได้ว่าตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองจะทำให้ได้เฟสรูไทล์สูงขึ้นจริง และอีกคำอธิบายหนึ่งที่เป็นไปได้คือการเซนตริฟิวจ์สามารถลดปริมาณของเฟสรูไทล์ ซึ่งผลการทดลองนี้ให้ผลเหมือนกับงานวิจัยของ Murakami และคณะที่รายงานไว้ว่าผลึกรูไทล์มีลักษณะเป็นแท่งคล้ายเข็ม [55]



รูปที่ 4.9 สันฐานวิทยาของโพลีฟีนอลจากชาไทยที่แยกด้วยเทคนิค (a) การกรอง และ (b) การเซนตริฟิวจ์

4.2.4. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของโพลีฟีนอลจากชาไทย

ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคถูกศึกษาด้วยเทคนิค dynamic light scattering โดยนำตัวอย่างทั้งสองไปกระจายตัวในน้ำ RO แล้วอุณหภูมิตั้งที่ 1 นาที แล้วนำไปวัดขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ขนาดอนุภาคของโพลีฟีนอลจากชาไทยที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ได้ผลดังรูปที่ 4.10 จากการทดลองพบว่าขนาดอนุภาคของโพลีฟีนอลจากชาไทยที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองจะมีขนาดเท่ากับ 36.12 nm ส่วนขนาดอนุภาคของโพลีฟีนอลจากชาไทยที่ได้จากเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีขนาดเท่ากับ 22.60 nm ดังนั้นตัวอย่างที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีขนาดเล็กกว่าที่ได้จากเทคนิคการกรอง การกระจายขนาดอนุภาคของโพลีฟีนอลจากชาไทยที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองอยู่ในช่วงกว้างประมาณ 3-95 nm ซึ่งมีการกระจายขนาดในช่วงกว้างกว่าการใช้เซนตริฟิวจ์ โดยการใช้เซนตริฟิวจ์มีการกระจายขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 2-50 nm ทั้งนี้อาจจะเป็นเพราะขีดจำกัดของขนาดรูพรุนของกระดาษกรองในเทคนิคการกรอง [63] ดังนั้นโพลีฟีนอลจากชาไทยที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคเซนตริฟิวจ์จึงมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าโพลีฟีนอลจากชาไทยที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง



รูปที่ 4.10 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์

4.2.5. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคทั้งสอง ถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้ง ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.8 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเซนตริฟิวจ์และการกรองมีสภาพเป็นประจุลบไม่แตกต่างกัน โดยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการกรองมีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -48.05 ± 3.01 mV ในขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเซนตริฟิวจ์มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -50.30 ± 2.01 mV ผลที่ได้นี้แสดงให้เห็นว่าเทคนิคการเซนตริฟิวจ์กับการกรองให้ประจุพื้นผิวไม่แตกต่างกันในทางสถิติ แต่มีบางงานวิจัยที่รายงานไว้ว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเซนตริฟิวจ์มีประจุพื้นผิวเป็นลบมากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเทคนิคการกรอง [64]

ตารางที่ 4.8 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)	
	Filtration	Centrifugation
1	- 43.48	-
2	- 50.07	- 52.18
3	- 44.35	- 53.03
4	- 47.61	- 50.24
5	- 52.78	- 50.74
6	- 47.94	- 51.51
7	- 45.67	- 49.96
8	- 48.36	- 50.69
9	- 48.41	- 47.19
10	- 51.82	- 47.18
Average	- 48.05 ± 3.01	- 50.30 ± 2.0

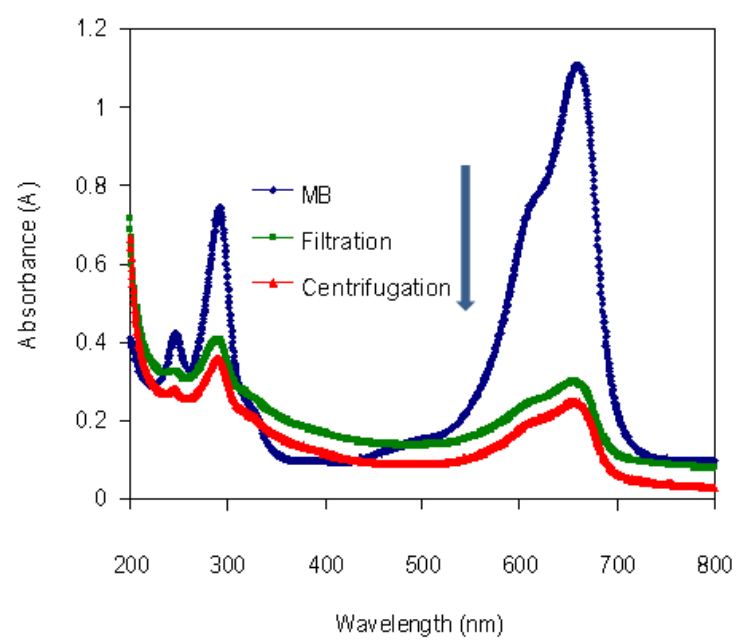
ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคทั้งสองในหัวข้อนี้ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.9 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคเซนตริฟิวจ์จะมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 151.81 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองที่มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 147.99 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งผลที่ได้นี้สอดคล้องกับขนาดอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีขนาดเล็กกว่าจึงทำให้มีพื้นที่ผิวที่มากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง

ตารางที่ 4.9 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
Filtration	147.99
Centrifugation	151.81

4.2.6. ผลของเทคนิคการแยกสารตัวอย่างต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อนำสารละลายตัวอย่าง MB ที่ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการแยกด้วยเทคนิคทั้งสองมาวัดค่าการดูดกลืนแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคทั้งสองเทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.11 จากรูปจะเห็นว่าสารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์จะมีค่าการดูดกลืนแสงของ MB ต่ำกว่าสารละลายที่ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคเซนตริฟิวจ์จะสลาย MB ได้ดีกว่า จึงทำให้มี MB เหลือหลังจากการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่าจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ต่ำกว่า



รูปที่ 4.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์ เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์

จากรูปที่ 4.11 วัดค่าการดูดกลืนแสงจำนวน 3 ครั้ง แล้วนำมาคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.10 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการแยกด้วยเทคนิคทั้งสองที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณออกมาเป็นค่าความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่าค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของ MB ในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีค่าเท่ากับ 0.0054 mmol และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์มีค่าเท่ากับ 0.0045 mmol

ตารางที่ 4.10 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและเซนตริฟิวจ์

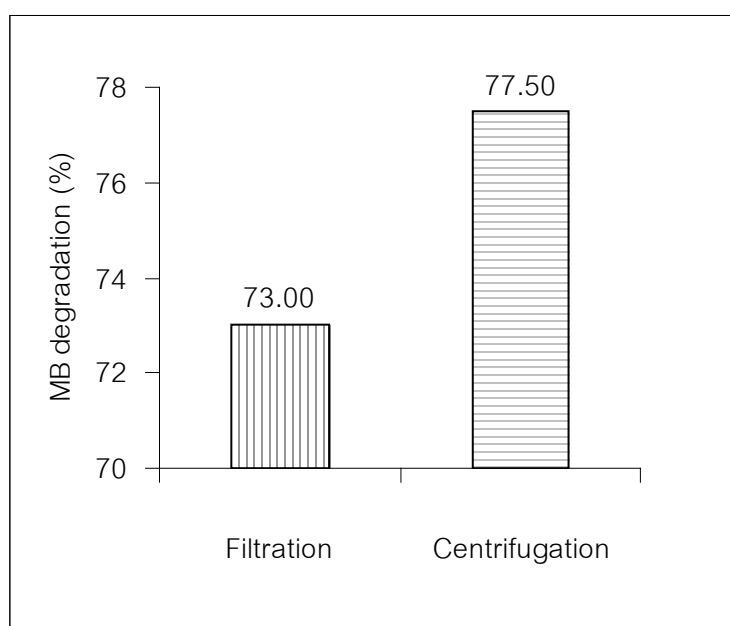
Sample code	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$				Concentration of MB (mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
Filtration	0.2891	0.2894	0.2895	0.2893	0.0054	0.0054	0.0055	0.0054
Centrifugation	0.2393	0.2395	0.2391	0.2393	0.0045	0.0045	0.0045	0.0045

เมื่อนำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณร้อยละของการสลายตัวจากสมการที่ 4.2 พบว่า MB มีการสลายตัวได้แตกต่างกัน ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.11 จากตารางนี้ค่าร้อยละการสลายตัวของ MB ในปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองมีค่าเท่ากับ 73.00% ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคเซนตริฟิวจ์มีค่าเท่ากับ 77.50 % ซึ่งค่าที่ได้นี้เป็นค่าเฉพาะจากการทดลองในคราวเดียวกันนี้เท่านั้น หากทำการทดลองในครั้งอื่นๆ แม้จะเป็นตัวอย่างเดียวกัน ก็อาจจะได้ค่าร้อยละของการสลายตัวไม่เท่ากัน เนื่องจากสมการเส้นตรงของสารละลายมาตรฐานในการทำแต่ละครั้ง แต่ละวันอาจจะเปลี่ยนแปลงไป อย่างไรก็ตามแม้ว่าการทำในแต่ละครั้งจะได้ร้อยละไม่เท่าเดิม แต่แนวโน้มของความสามารถในการสลายตัวของ MB เมื่อเทียบกับสารตัวอย่างอื่นจะต้องมีลักษณะเช่นเดิมเสมอ เช่นในครั้งนี้นับพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคเซนตริฟิวจ์มีความสามารถในการสลายตัวของ MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง ในการวัดครั้งอื่นๆ ก็ควรมีลักษณะนี้เช่นเดียวกัน ซึ่งการทดลองในหัวข้อนี้ได้รับการตอบรับให้ตีพิมพ์แล้ว [65]

ตารางที่ 4.11 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์

Sample code	Concentration (mmol)	MB residue (%)	MB degradation (%)
Filtration	0.0054	27.00	73.00
Centrifugation	0.0045	22.50	77.50

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น (รูปที่ 4.12) จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการแยกด้วยเทคนิคเซนตริฟิวจ์สามารถสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรอง ดังนั้นภาวะดังกล่าวจึงเหมาะสมในการใช้แยกสารตัวอย่าง

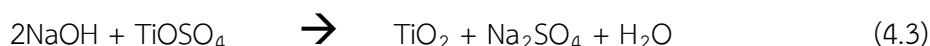


รูปที่ 4.12 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการแยกด้วยเทคนิคการกรองและการเซนตริฟิวจ์

สรุปผลการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คือเทคนิคการแยกสารตัวอย่างมีผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งการใช้เทคนิคการเซนตริฟิวจ์เพื่อแยกสารตัวอย่างจะทำให้ได้สารตัวอย่างมีปริมาณเฟสอนุภาคมากกว่าเฟสอื่น มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าการใช้เทคนิคการกรอง ดังนั้นเทคนิคการเซนตริฟิวจ์จึงถูกเลือกเพื่อใช้ในการแยกสารตัวอย่างในการศึกษาผลของภาวะอื่นๆ ต่อไป

4.3. ผลของ pH ในการสังเคราะห์

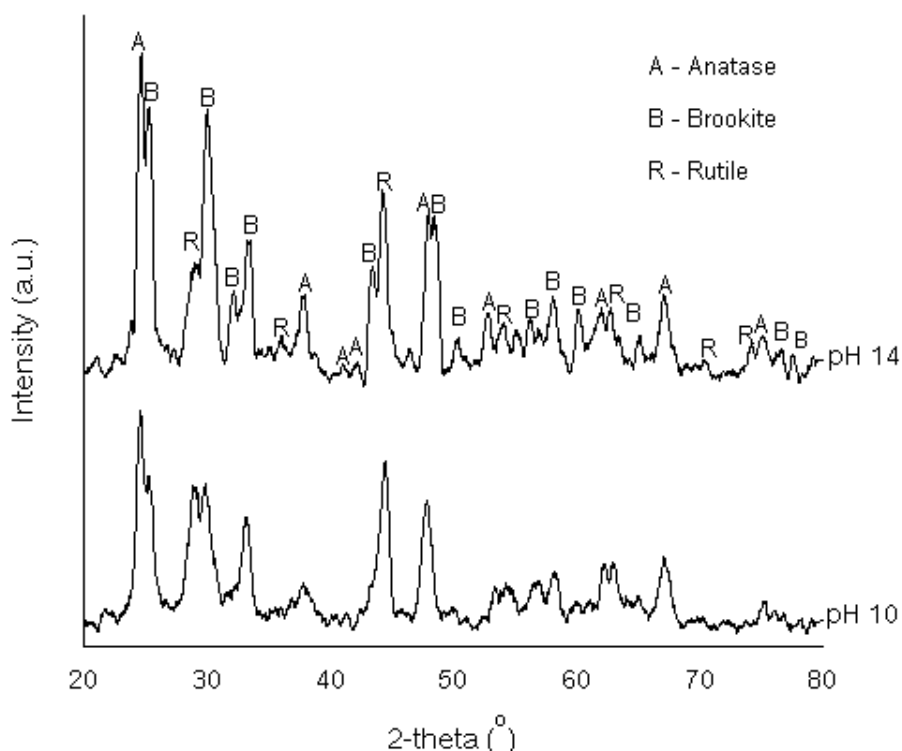
เนื่องจากการตกตะกอนของไทเทเนียมไดออกไซด์จากสารละลาย TiOSO_4 กับ NaOH เป็นดังสมการต่อไปนี้



จากสมการที่ 4.3 แสดงว่า 2 โมลของ NaOH ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 1 โมลของ TiOSO_4 คือใส่ NaOH ลงไปเท่ากับจำนวนสมมูลเคมีคือ 40 cm^3 แล้ววัด pH ของสารละลายได้เท่ากับ pH 10 ดังนั้นการศึกษานี้จะศึกษาที่ pH 10 ซึ่งเป็น pH ที่เกิดสมมูลเคมีของปฏิกิริยาข้างต้น (molar equivalent) หรือ pH 14 ซึ่งเป็น pH ที่มี NaOH ที่มากเกินไป (NaOH excess) โดยไทเทเนียมไดออกไซด์จะถูกสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟ 200 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 ชั่วโมง และแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลายด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ ในหัวข้อนี้รหัสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 คือ pH 10 และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 คือ pH 14

4.3.1. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผล XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 อยู่ในรูปที่ 4.13 จากรูปจะเห็นว่าฟีกเฟสอานาเทส ($2\theta = 25.2^\circ$) ของทั้งสอง pH (10 หรือ 14) มีความเข้มสูงกว่าฟีกบรูคไคต์ ($2\theta = 25.3^\circ$) และพบว่าที่ pH 14 น่าจะมีความเป็นผลึกสูงกว่าเนื่องจากมีความเข้มของฟีกมากกว่า



รูปที่ 4.13 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 หลังการเผา แคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.3.2. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

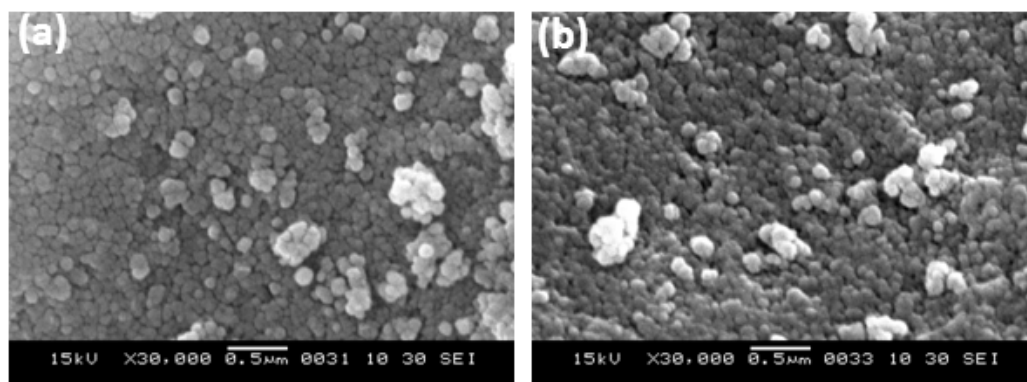
องค์ประกอบเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH ทั้งสองแสดงในตารางที่ 4.12 พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 มีเฟสอานาเทสสูงสุด แต่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีเฟสอานาเทสและ บรูคไคต์ ในปริมาณต่างกันเล็กน้อย (ประมาณ 57 % กับ 42 % ตามลำดับ) ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 มีปริมาณอานาเทสที่สูงกว่าบรูคไคต์มาก(ประมาณ 90 % กับ 9 % ตามลำดับ) แม้ว่ากราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 มีความเข้มที่สูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 ซึ่งจะมีความเป็นผลึกมากกว่า แต่เป็นภาวะที่ยากต่อการล้างให้เป็นกลาง (pH 7) ในขั้นตอนการล้างตะกอน ดังนั้นที่ pH 10 จึงน่าจะเป็นภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ตีพิมพ์ไว้ก่อนหน้านี้ [41] จากตารางที่ 4.12 พบว่าปริมาณเฟสบรูคไคต์ลดลงเมื่อ pH ของสารละลายเพิ่มขึ้น [66] และ เมื่อ pH ของสารละลายเพิ่มขึ้นจะทำให้ได้เฟสอานาเทสเพิ่มขึ้น ซึ่งผลการทดลองนี้ได้ผลเช่นเดียวกับงานวิจัยของ Hu และคณะ [67] และยังพบว่าขนาดผลึกที่สังเคราะห์ที่ pH 14 มีขนาดใหญ่กว่าที่สังเคราะห์ที่ pH 10 ดังนั้นขนาดของผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อสังเคราะห์เมื่อ pH สูงขึ้น

ตารางที่ 4.12 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14

pH of the solution	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
pH 10 (1)	57.10	42.46	0.44	20.60	26.70	-
(2)	58.23	40.69	1.08	19.40	27.10	-
(3)	56.55	41.79	1.66	21.40	29.00	-
Average	57.29 ± 0.7	41.65 ± 0.7	1.06 ± 0.5	20.47 ± 1.0	27.60 ± 1.2	-
pH 14 (1)	90.53	9.74	0.86	33.70	44.20	-
(2)	90.01	8.95	0.53	30.90	40.50	-
(3)	89.65	9.10	0.68	33.40	48.40	-
Average	90.06 ± 0.4	9.26 ± 0.4	0.68 ± 0.2	32.67 ± 1.5	44.37 ± 4.0	-

4.3.3. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

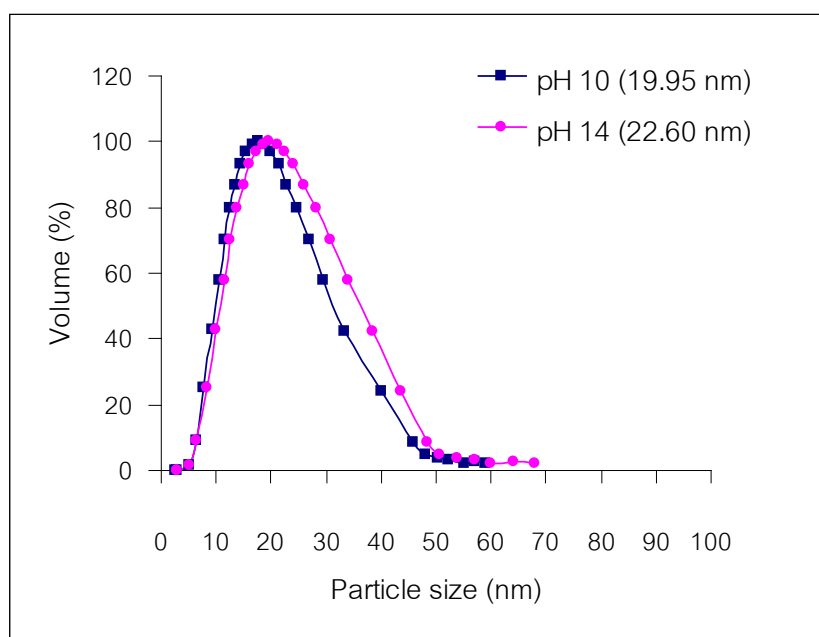
ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ แสดงไว้ในรูปที่ 4.14 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH ทั้งสองมีรูปร่างผลึกเป็นทรงกลมที่มีขนาดใกล้เคียงกัน และพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 (รูปที่ 4.14 a) มีพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 (รูปที่ 4.14 b) นอกจากนี้ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 จะเกาะตัวกันมากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 อย่างไรก็ตามไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 มีขนาดใหญ่กว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 ซึ่งผลดังกล่าวก็สอดคล้องกับ ขนาดของผลึกที่คำนวณจากสมการเชอเรอร์ ในตารางที่ 4.12 ซึ่งผลการทดลองนี้ได้ผลเช่นเดียวกับงานวิจัยที่มีมาก่อนหน้านี้ [68]



รูปที่ 4.14 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ภาวะ: (a) pH 10 และ (b) pH 14

4.3.4. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคถูกศึกษาโดยใช้เทคนิค dynamic light scattering ด้วยการนำตัวอย่างทั้งสองไปละลายในน้ำ RO แล้วทำอุลตราโซนิก 1 นาที นำไปวัดขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 ดังรูปที่ 4.15 จากการทดลองพบว่าขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีค่าเท่ากับ 19.95 nm ส่วนขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 มีค่าเท่ากับ 22.60 nm ดังนั้นตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีขนาดเล็กกว่าที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 ซึ่งมีการกระจายขนาดในช่วงขนาดเล็กกว่าที่สังเคราะห์ที่ pH 14 มีการกระจายขนาดอนุภาคที่ขนาดใหญ่กว่า ซึ่งผลของขนาดอนุภาคนี้แสดงให้เห็นว่าเมื่อ pH เพิ่มขึ้นทำให้อนุภาคที่เกิดขึ้นมีขนาดใหญ่ขึ้น [69]



รูปที่ 4.15 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14

4.3.5. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวสัมผัส

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 ถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้ง ดังตารางที่ 4.13 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีสภาพเป็นประจุลบน้อยกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 โดยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -37.81 ± 2.15 mV ในขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 ค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -50.31 ± 2.01 mV ผลที่ได้นี้แสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้การสังเคราะห์ที่ pH 10 มีการเกาะตัวกันมากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 ซึ่งผลการทดลองนี้ได้ผลสอดคล้องกับผลของสัญญาณวิทยาในหัวข้อ 4.3.3 ซึ่งผลการทดลองที่เป็นเช่นนี้อาจจะเนื่องมาจากพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ใน pH 10 มีปริมาณ H^+ สูงกว่าใน pH 14 ทำให้เกิดมีประจุบวกมากกว่า จึงมีประจุลบที่ผิวน้อยกว่าที่สังเคราะห์ที่ pH 14 ดังนั้นเมื่อ pH เพิ่มขึ้นค่าประจุลบพื้นผิวจะมากขึ้น [70]

ตารางที่ 4.13 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)	
	pH 10	pH 14
1	- 37.45	-
2	- 54.87	- 52.18
3	- 34.05	- 53.03
4	- 41.34	- 50.24
5	- 40.10	- 50.74
6	- 34.98	- 51.51
7	- 30.73	- 49.96
8	- 32.91	- 50.69
9	- 35.09	- 47.19
10	- 36.55	- 47.18
Average	- 37.81 ± 2.15	- 50.31 ± 2.01

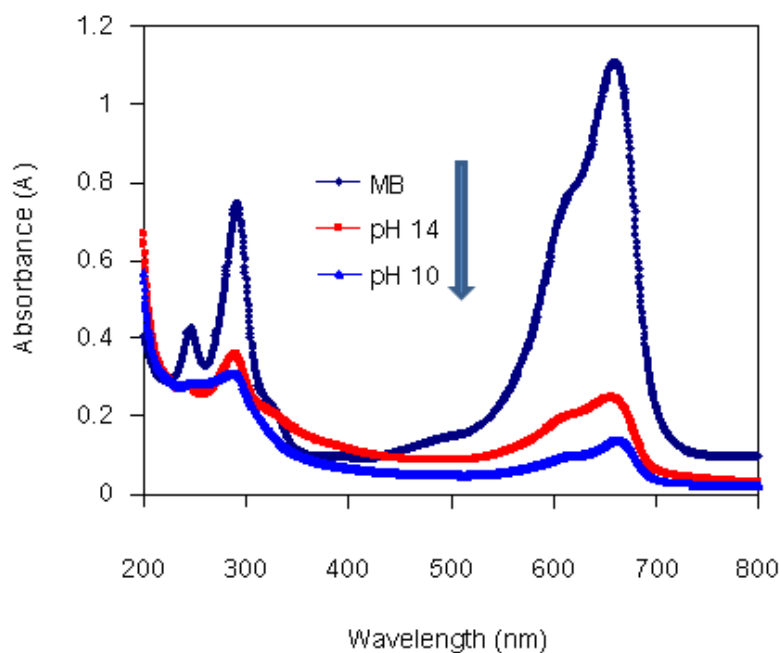
ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.14 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 จะมีพื้นที่ผิวสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับขนาดอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีขนาดเล็กกว่าจึงมีพื้นที่ผิวที่มากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 ซึ่งผลการทดลองนี้สนับสนุนข้อสรุปเกี่ยวกับขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวคือขนาดอนุภาคเล็กจะมีพื้นที่ผิวสูง [71]

ตารางที่ 4.14 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
pH 10	162.15
pH 14	151.81

4.3.6. ผลของ pH ในการสังเคราะห์ต่อความสามารถในการละลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อนำสารละลายตัวอย่าง MB ที่ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 มาวัดค่าการดูดกลืนแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.16 จากรูปจะเห็นว่าสารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 จะมีค่าการดูดกลืนแสงของ MB ต่ำกว่าสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 จะละลาย MB ได้ดีกว่า จึงทำให้มี MB เหลือหลังจากการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่าจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ต่ำกว่านั่นเอง



รูปที่ 4.16 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์

จากรูปที่ 4.16 ค่าการดูดกลืนแสงถูกวัด 3 ครั้ง แล้วนำมาคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.15 แสดงค่าการดูดกลืนของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14 ที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณออกมาเป็นค่าความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่าค่าความเข้มข้นเฉลี่ยของ MB ในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีค่าเท่ากับ 0.0026 mmol และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 มีค่าเท่ากับ 0.0045 mmol ตามลำดับ

ตารางที่ 4.15 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14

pH of the solution	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$				Concentration of MB (mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
pH 10	0.1387	0.13885	0.1387	0.1386	0.0026	0.0026	0.0026	0.0026
pH 14	0.2393	0.2395	0.2391	0.2393	0.0045	0.0045	0.0045	0.0045

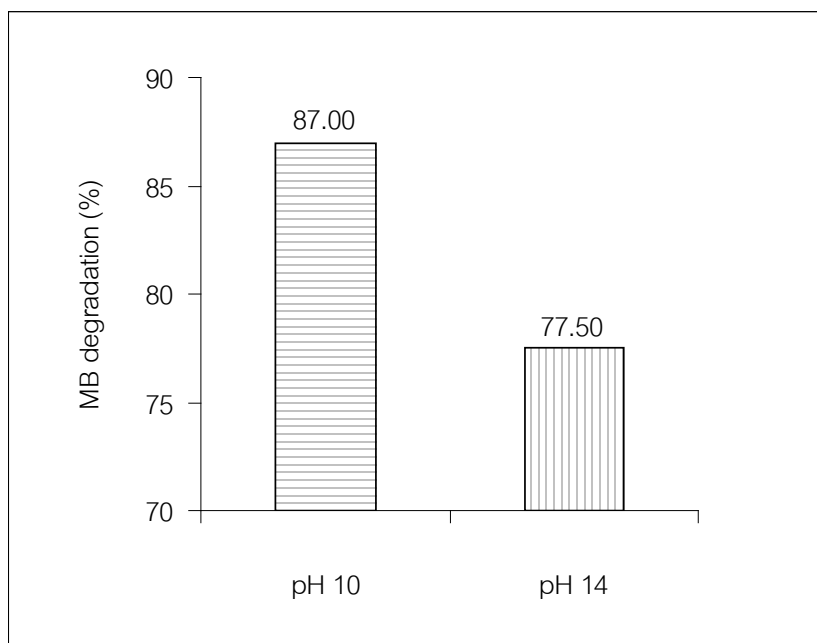
เมื่อนำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณเป็นร้อยละของการสลายตัวจากสมการที่ 4.2 พบว่า MB มีการสลายตัวได้แตกต่างกัน ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.16 จากตารางนี้ค่าร้อยละการสลายตัวของ MB ในปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 มีค่าเท่ากับ 87.00 % ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 มีค่าเท่ากับ 77.50 %

ตารางที่ 4.16 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ pH 10 และ 14

pH of the solution	Concentration (mmol)	MB residue (%)	MB degradation (%)
pH 10	0.0026	13.00	87.00
pH 14	0.0045	22.50	77.50

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น (รูปที่ 4.17) จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 สามารถสลาย MB ได้ดีกว่า

ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 ดังนั้นที่ pH 10 จึงเหมาะสมในการสังเคราะห์ เพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สามารถสลาย MB ได้ดี



รูปที่ 4.17 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และ pH 14

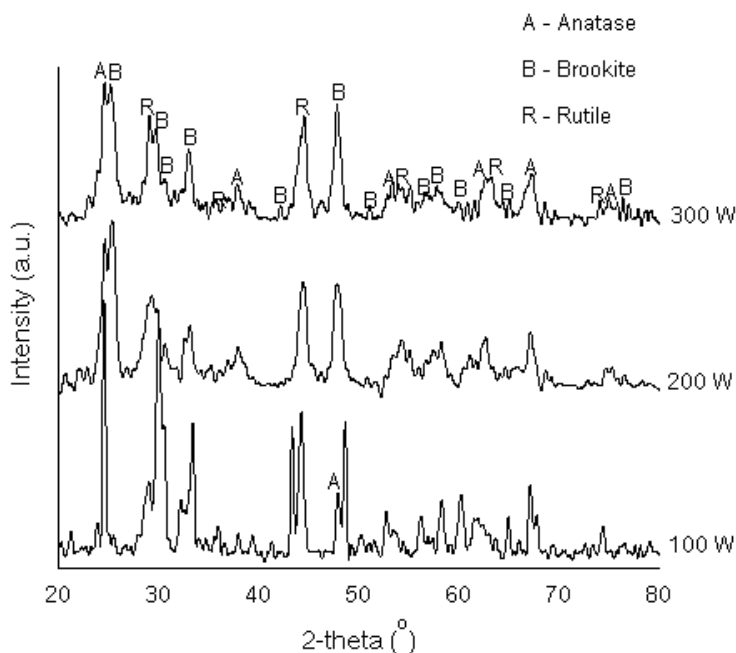
สรุปผลการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คือ pH ในการสังเคราะห์ผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากสังเคราะห์ที่ pH 10 จะมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากสังเคราะห์ที่ pH 14 แม้ว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากสังเคราะห์ที่ pH 14 จะมีค่าการกระจายตัวที่ดีกว่า คือมีประจุพื้นผิวเป็นลบมากกว่าและมีความเป็นผลึกมากกว่า แต่ล้างตะกอนให้มี pH เป็นกลางได้ยากกว่าจึงทำให้ใช้เวลาในการล้างตะกอนนาน ดังนั้น pH 10 จึงถูกเลือกใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ในการศึกษาผลของภาวะอื่นๆ ต่อไป

4.4. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ

จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.1 พบว่าไมโครเวฟและการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนมีความจำเป็นต่อการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังนั้นในหัวข้อนี้ได้ทำการศึกษาผลของกำลังวัตต์ต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์ขึ้นที่ pH 10 และใช้กำลังวัตต์เป็น 100, 200 หรือ 300 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นก็ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แยกสารตัวอย่างออกจากสารละลายด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ อบให้แห้ง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ มีรหัสเป็น 100 W, 200 W และ 300 W ตามลำดับ

4.4.1. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผล XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมที่ กำลังวัตต์ต่างๆ แสดงไว้ในรูปที่ 4.18 ซึ่งจากรูปพบว่ากราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์ มีความเข้มของเฟสอนาเทสสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์นั้นจะมีความเข้มของเฟสbrookite โคตึใกล้เคียงกับเฟสอนาเทส และพบว่าความเข้มของเฟสbrookite จะสูงกว่าเฟสอนาเทสเล็กน้อยในกรณีนี้ที่สังเคราะห์ด้วย 200 วัตต์



รูปที่ 4.18 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ต่างๆ หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.4.2. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ (100, 200 หรือ 300 วัตต์) ต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้แสดงดังตารางที่ 4.17 จากผลการศึกษาพบว่าที่กำลังวัตต์ 100 วัตต์ มีปริมาณเฟสอนาเทส (~ 77 %) ซึ่งสูงกว่าเฟสอื่นๆ และสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกำลังวัตต์ 200 วัตต์ (~ 57 %) และ 300 วัตต์ (~ 25 %) และพบอีกว่าเมื่อกำลังวัตต์ในการสังเคราะห์สูงขึ้นจะทำให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีปริมาณเฟสbrookite มากขึ้นด้วย [72] แต่อย่างไรก็ตามขณะที่ทำการสังเคราะห์ที่กำลังวัตต์ 300 วัตต์นั้น สารละลายเดือดรินแรงจึงไม่เหมาะสมที่จะใช้การสังเคราะห์

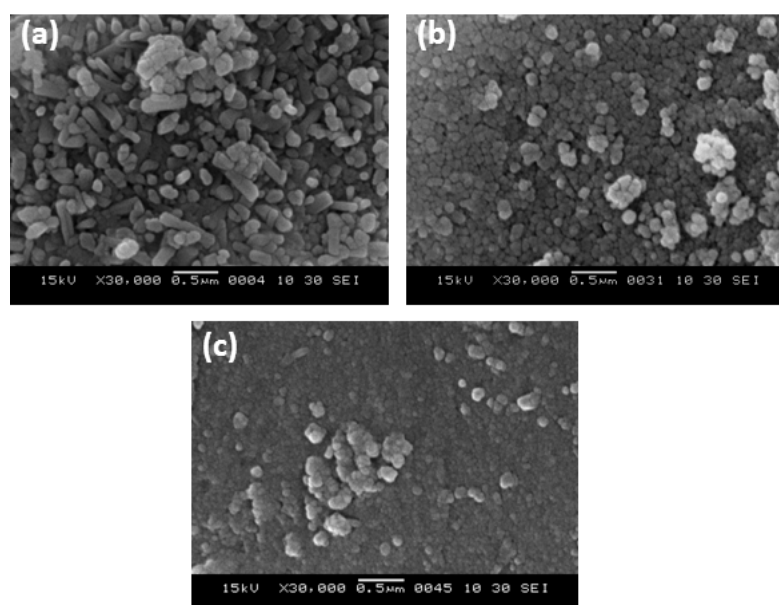
ตารางที่ 4.17 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟที่กำลังวัตต์ต่างๆ

Microwave Power	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
100 W	77.02 ± 4.7	15.01 ± 2.7	7.98 ± 2.0	45.60 ± 3.1	52.00 ± 1.3	-
200 W (1) (2) (3) Average	57.10	42.46	0.44	20.60	26.70	-
	58.23	40.69	1.08	19.40	27.10	-
	56.55	41.79	1.66	21.40	29.00	-
	57.29 ± 0.7	41.65 ± 0.7	1.06 ± 0.5	20.47 ± 1.0	27.60 ± 1.2	-
300 W (1) (2) (3) Average	27.50	71.34	1.16	28.30	38.70	-
	27.58	71.48	0.95	27.40	39.00	-
	21.01	74.16	4.83	25.90	35.50	-
	25.36 ± 1.3	72.32 ± 1.3	2.31 ± 1.8	27.20 ± 1.2	37.73 ± 1.9	-

4.4.3. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ แสดงไว้ในรูปที่ 4.25 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่กำลังวัตต์ 100 วัตต์ มีการเกาะตัวกันของอนุภาคที่มีขนาดใกล้เคียงกัน มีรูปร่างผลึกเป็นแท่ง (รูปที่ 4.19 a) ขณะที่ไทเทเนียมได

ออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่กําลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ มีขนาดเล็ก รูปร่างเป็นทรงกลม และบางตำแหน่งอนุภาคเกาะตัวกัน โดยเฉพาะอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่กําลังวัตต์ 200 วัตต์ (รูปที่ 4.19 b) ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่กําลังวัตต์ 300 วัตต์ มีลักษณะการเรียงตัวของอนุภาคจับกันเป็นแผ่น และมีบางตำแหน่งอนุภาคเกาะตัวกันเป็นก้อน (รูปที่ 4.19 c) จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่กําลังวัตต์ 100 วัตต์มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่กําลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ ดังนั้นขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์เล็กลงเมื่อกําลังวัตต์ของไมโครเวฟเพิ่มขึ้น แม้ว่าข้อมูลนี้เหล่านี้นี้ขัดแย้งกับงานวิจัยส่วนใหญ่ที่มักจะพบว่าขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์เพิ่มขึ้นเมื่อกําลังวัตต์ของไมโครเวฟเพิ่มขึ้น [73-74] แต่ก็มีงานวิจัยที่พบว่าขนาดอนุภาคของตัวอย่างเล็กลงเมื่อกําลังวัตต์ที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นเช่นกัน [49, 75-76]

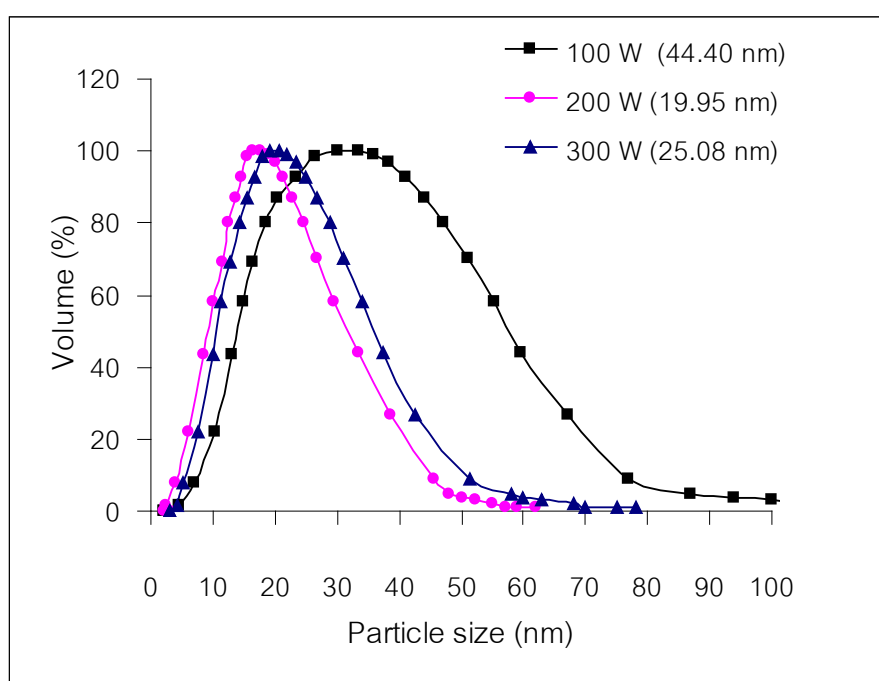


รูปที่ 4.19 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกําลังวัตต์ของไมโครเวฟ: (a) 100 วัตต์, (b) 200 วัตต์ และ (c) 300 วัตต์

4.4.4. ผลของกําลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของกําลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ถูกศึกษาโดยการนำตัวอย่างทั้ง 3 มาละลายในน้ำ และทำอุลตราโซนิค แล้วนำมาวัดด้วยเทคนิค dynamic light scattering ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกําลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์แสดงไว้ในรูปที่ 4.20 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกําลังวัตต์ 100 วัตต์ มีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วย

กำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ โดยพบว่าขนาดที่วัดได้ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์มีค่าเท่ากับ 44.40 nm, 19.95 และ 25.08 nm ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้จากการวัดขนาดอนุภาคสอดคล้องกับสมมติฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ ส่วน รูปที่ 4.27 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ มีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงของขนาดเล็กกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์



รูปที่ 4.20 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์

4.4.5. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ ถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้งตามที่รายงานไว้ในตารางที่ 4.18 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -36.07 ± 1.72 mV ในขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 วัตต์ มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -37.81 ± 2.15 mV และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 300 วัตต์ มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -34.03 ± 1.83

ตารางที่ 4.18 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของ ไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์ วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)		
	100 W	200 W	300 W
1	- 40.79	- 37.45	- 38.87
2	- 34.77	- 54.87	- 33.35
3	- 29.99	- 34.05	- 38.20
4	- 39.25	- 41.34	- 36.20
5	- 42.58	- 40.10	- 38.95
6	- 31.60	- 34.98	- 27.09
7	- 31.62	- 30.73	- 23.26
8	- 33.20	- 32.91	- 36.26
9	- 31.63	- 35.09	- 39.70
10	- 45.49	- 36.55	- 28.41
Average	- 36.07 ± 1.72	- 37.81 ± 2.15	- 34.03 ± 1.83

ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.19 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 163.34, 159.15 และ 160.11 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ จะเห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์มีพื้นที่ผิวสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ ซึ่งผลที่ได้ไม่สอดคล้องกับขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์มีขนาดใหญ่กว่าควรมีพื้นที่ผิวดำกว่า ทั้งนี้อาจจะเกิดจากอนุภาคของตัวอย่างนี้เกิดการเกาะตัวกัน แล้วเกิดรูทั้งแบบภายในและภายนอกตามที่ได้เคยกล่าวมาแล้วในหัวข้อ 4.1.5 [59] ส่วน

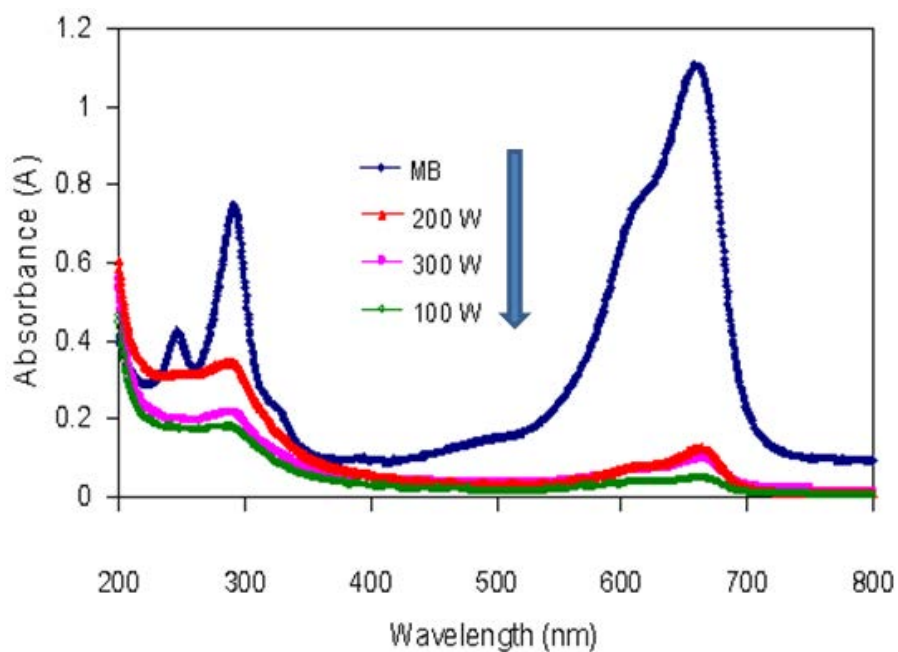
อนุภาคขนาดเล็ก อาจเกาะตัวกันได้แน่นจนทำให้รูที่เกิเกิดขึ้นมีขนาดเล็กเกินไป จึงดูดซับแก๊สได้น้อย ทำให้มีพื้นที่ผิวต่ำ

ตารางที่ 4.19 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
100 W	163.34
200 W	159.15
300 W	160.11

4.4.6. ผลของกำลังวัตต์ของไมโครเวฟต่อความสามารถในการละลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อนำสารละลายตัวอย่าง MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ มาวัดค่าการดูดกลืนแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยกำลังวัตต์ 100, 200 และ 300 วัตต์ เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.21 จากรูปจะเห็นว่า สารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์ จะมีค่าการดูดกลืนแสงของ MB ต่ำกว่ามีสารละลายที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 100 วัตต์จะละลาย MB ได้ดีกว่า จึงทำให้มี MB เหลือหลังจากการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่าจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ต่ำกว่า



รูปที่ 4.21 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์ เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์

วัดค่าการดูดกลืนแสงจำนวน 3 ครั้ง แล้วนำมาคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.20 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์ ที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณออกมาเป็นค่าความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่าค่าความเข้มข้นเฉลี่ยของ MB ในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์ มีค่าเท่ากับ 0.0019, 0.0026 และ 0.0023 mmol ตามลำดับ

ตารางที่ 4.20 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์

Microwave power	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$				Concentration of MB (mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
100 W	0.0995	0.0101	0.0998	0.0998	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019
200 W	0.1387	0.13885	0.1387	0.1386	0.0026	0.0026	0.0026	0.0026
300 W	0.1237	0.1234	0.1240	0.1237	0.0023	0.0023	0.0023	0.0023

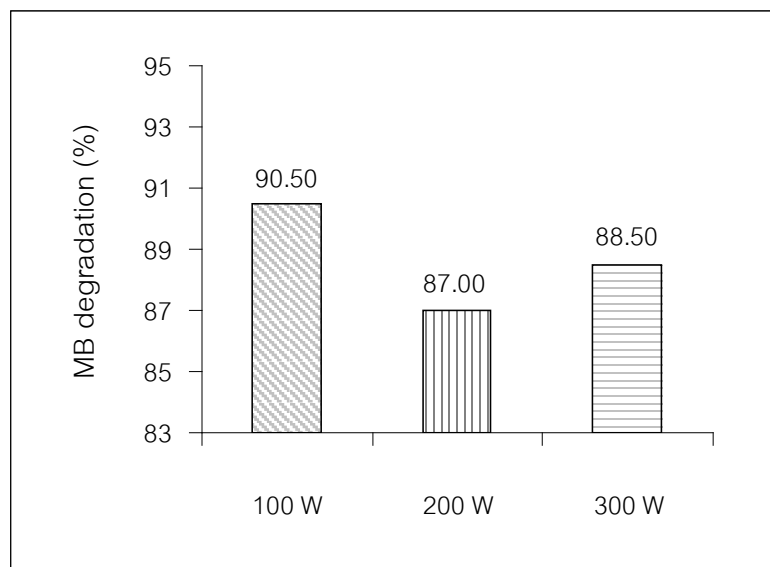
เมื่อนำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณร้อยละของการสลายตัวจากสมการที่ 4.2 พบว่า MB มีการสลายตัวได้แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.21 จากตารางพบว่าร้อยละการสลายตัวของ MB ในปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์ มีค่าเท่ากับ 90.50 %, 87.00 % และ 88.50 % ตามลำดับ

ตารางที่ 4.21 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์

Microwave power	Concentration (mmol)	MB residue (%)	MB degradation (%)
100 W	0.0019	9.50	90.50
200 W	0.0026	13.00	87.00
300 W	0.0023	11.50	88.50

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น (รูปที่ 4.22) จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100 วัตต์สามารถสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ

200 และ 300 วัตต์ ดังนั้นกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100 วัตต์ จึงเหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สามารถสลาย MB ได้ดี



รูปที่ 4.22 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100, 200 และ 300 วัตต์

สรุปผลการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คือกำลังวัตต์ของไมโครเวฟมีผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100 วัตต์จะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าแต่มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 200 และ 300 วัตต์ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 200 และ 300 วัตต์มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า แต่อนุภาคเกาะกันจึงทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า จึงทำให้มีความสามารถในการสลายตัวของ MB ต่ำกว่า ดังนั้นจึงเลือกการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100 วัตต์ในการศึกษาผลของภาวะอื่นๆ ต่อไป

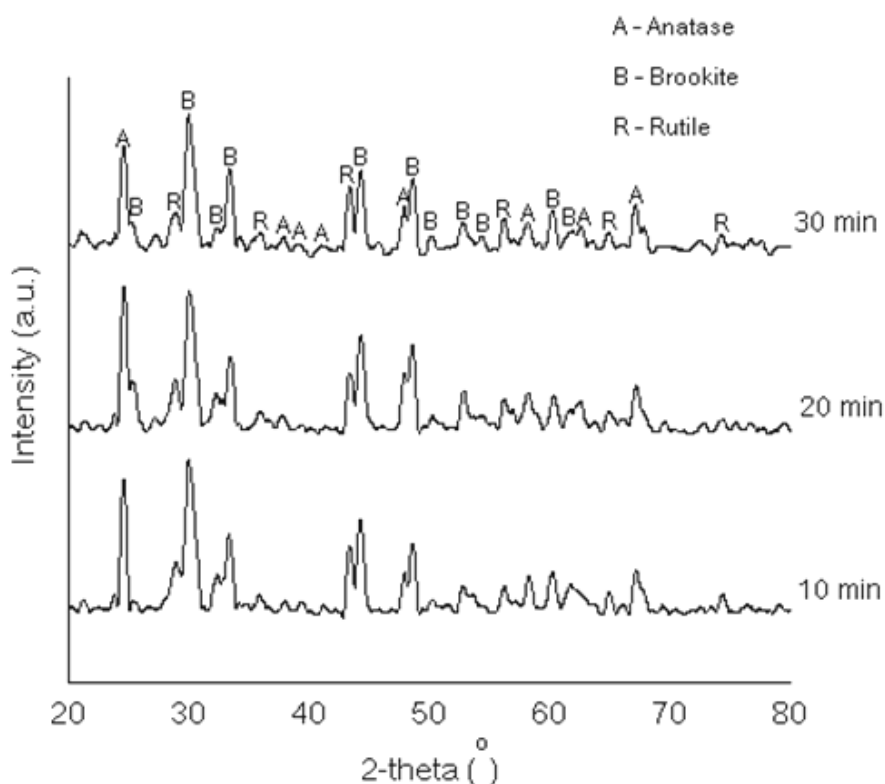
4.5. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ

เวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ โดยไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกสังเคราะห์ที่ pH 10 และใช้กำลังวัตต์เป็น 100 วัตต์ เป็นเวลา 10, 20 หรือ 30 นาที (เพื่อเปรียบเทียบผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้) จากนั้นก็ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 18 ชั่วโมง แล้วแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลายด้วยการเซนตริฟิวจ์ ออบให้แห้ง นำไปเผาที่

อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาในไมโครเวฟ 10, 20 และ 30 นาที มีรหัสเป็น 10 min, 20 min และ 30 min ตามลำดับ

4.5.1. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผล XRD ของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟแสดงไว้ในรูปที่ 4.23 ซึ่งจากรูปพบว่าตัวอย่างการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะของกราฟ XRD แตกต่างกันเล็กน้อย โดยพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลาในไมโครเวฟ 10 นาที มีความเข้มของเฟสอนาเทสสูงที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลา 20 และ 30 นาที ที่มีความเข้มของเฟสbrookite ที่มุม $2\theta \sim 25.3^\circ$ ซึ่งเป็นพีคเล็กๆ ปรากฏอยู่ข้างพีคอนาเทส ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลา 20 และ 30 นาทีอาจจะมีเฟสbrookite สูงกว่าที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลา 10 นาที และพบว่าความเข้มของกราฟ XRD ต่ำลงเล็กน้อย เมื่อเวลาการสังเคราะห์ในไมโครเวฟนานขึ้น ซึ่งผลการทดลองนี้จะขัดแย้งกับบางงานวิจัยที่รายงานไว้ก่อนหน้านี้ [31]



รูปที่ 4.23 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลา 10, 20, และ 30 นาที หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.5.2. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อปริมาณเฟสและขนาดผลึก โดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

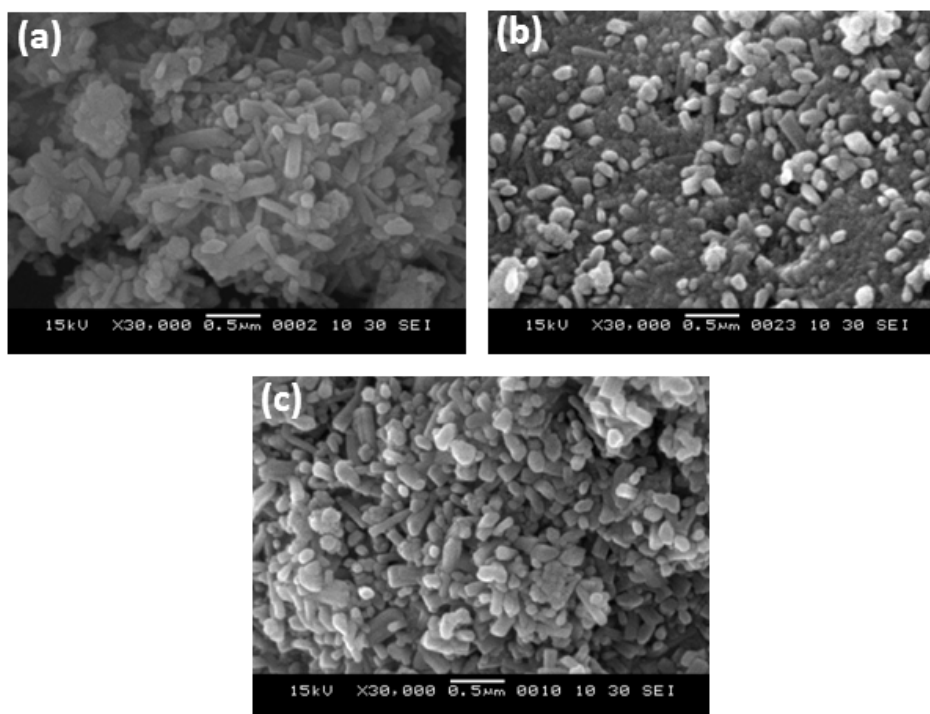
ผลของเวลาการสังเคราะห์ในไมโครเวฟ (10, 20 หรือ 30 นาที) ต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ดังตารางที่ 4.22 จากผลการศึกษาพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาในไมโครเวฟ 10 นาที มีปริมาณเฟสอนาเทสสูงกว่าเฟสอื่นๆ และสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาในไมโครเวฟ 20 นาที และ 30 นาที และพบอีกว่าเมื่อใช้เวลาในไมโครเวฟเพิ่มขึ้น จะได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีปริมาณเฟสbrookite ค่อนข้างน้อยด้วย [72] อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มเวลาในการใช้ไมโครเวฟเป็น 30 นาทีจะได้เฟสbrookite ค่อนข้างน้อย แต่เฟสอนาเทสเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.22 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟที่เวลาต่างๆ

Irradiation time	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
10 min	77.02 ± 4.7	15.01 ± 2.7	7.98 ± 2.0	45.60 ± 3.1	52.00 ± 1.3	-
20 min	44.47	55.53	0.00	22.80	32.70	-
(1)	42.79	56.50	0.71	25.20	33.30	-
(2)	41.60	57.30	1.10	23.40	35.00	-
(3)	42.95 ± 1.2	56.44 ± 0.8	0.60 ± 0.5	23.80 ± 1.5	33.67 ± 1.2	-
Average	42.95 ± 1.2	56.44 ± 0.8	0.60 ± 0.5	23.80 ± 1.5	33.67 ± 1.2	-
30 min	70.54	27.21	2.24	30.40	32.80	-
(1)	67.00	31.43	1.57	32.10	35.50	-
(2)	63.51	35.83	0.67	35.20	38.10	-
(3)	67.02 ± 2.9	31.49 ± 3.6	1.49 ± 0.8	32.57 ± 2.4	35.47 ± 2.7	-
Average	67.02 ± 2.9	31.49 ± 3.6	1.49 ± 0.8	32.57 ± 2.4	35.47 ± 2.7	-

4.5.3. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ แสดงไว้ในรูปที่ 4.24 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีเกิดการเกาะตัวกันของอนุภาคที่มีขนาดใกล้เคียงกัน รูปร่างผลึกส่วนใหญ่เป็นแท่ง (รูปที่ 4.24 a) ขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปที่ 4.24 c) มีรูปร่างทั้งแบบแท่งและทรงกลม มีการกระจายตัวดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาที โดยเฉพาะไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 นาที ผลสัณฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ และพบว่าขนาดและรูปร่างเปลี่ยนแปลงจากเป็นรูปแท่งยาวเป็นแท่งที่สั้นลง หรือมีลักษณะค่อนข้างกลมเมื่อสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาที

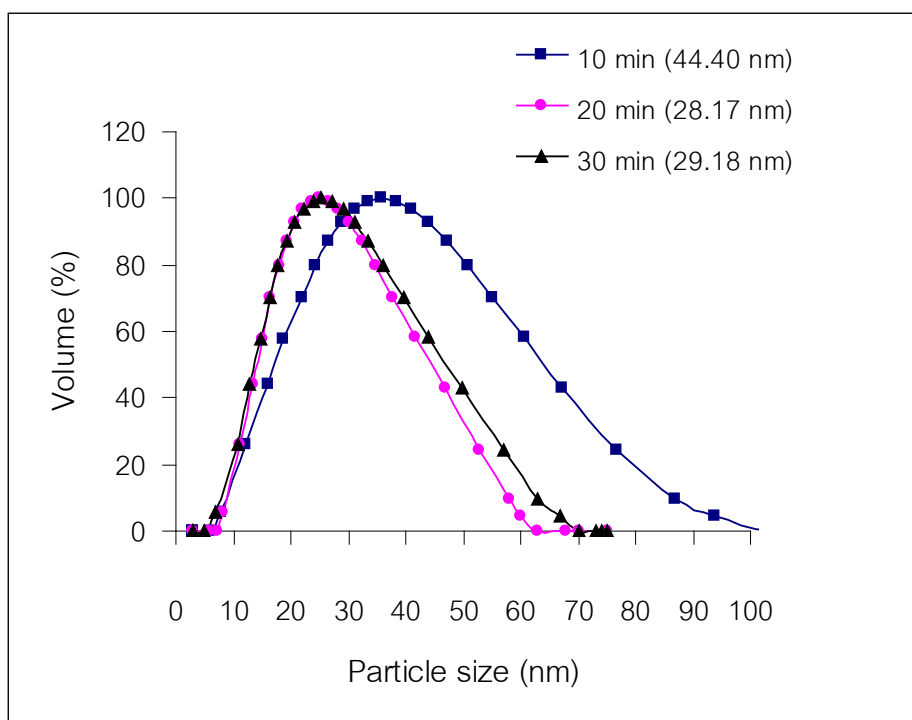


รูปที่ 4.24 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ใช้เวลาในไมโครเวฟ: (a) 10 นาที, (b) 20 นาที และ (c) 30 นาที

4.5.4. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ถูกศึกษาโดยการนำตัวอย่างทั้ง 3 มาละลายในน้ำ และทำอุลตราโซนิค แล้วนำมาวัดด้วยเทคนิค dynamic light scattering ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเวลา 10, 20 และ 30 นาทีแสดงไว้ใน

รูปที่ 4.25 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีมีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาที โดยพบว่าขนาดที่วัดได้ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีที่มีค่าเท่ากับ 44.40 nm, 28.17 nm และ 29.18 nm ตามลำดับ การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที ซึ่งผลของขนาดสอดคล้องกับผลของสัมพันธวิทยา ดังนั้นขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์เล็กลงเมื่อเวลาที่ใช้ในไมโครเวฟเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเวลาที่ใช้ในไมโครเวฟเพิ่มขึ้นถึง 30 นาทีขนาดอนุภาคก็จะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย



รูปที่ 4.25 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในไมโครเวฟ 10, 20 และ 30 นาที

4.5.5. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้งตามที่รายงานไว้ในตารางที่ 4.23 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีมีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -36.07 ± 1.72 mV ในขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 นาทีมีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -34.15 ± 3.93 mV และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 30 นาทีมีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -33.80 ± 10.26 mV จากผลการทดลองนี้พบว่าประจุพื้นผิวมีค่าใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4.23 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในไมโครเวฟ 10, 20 และ 30 นาที วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)		
	10 min	20 min	30 min
1	- 40.79	- 38.24	- 37.48
2	- 34.77	- 34.82	- 35.23
3	- 29.99	- 38.76	- 32.44
4	- 39.25	- 38.00	- 31.02
5	- 42.58	- 46.08	- 32.49
6	- 31.60	- 0.00	- 33.96
7	- 31.62	- 38.79	- 35.43
8	- 33.20	- 36.37	- 31.84
9	- 31.63	- 36.42	- 33.29
10	- 45.49	- 34.04	- 34.77
Average	- 36.07 \pm 1.72	- 34.15 \pm 3.93	- 33.80 \pm 0.62

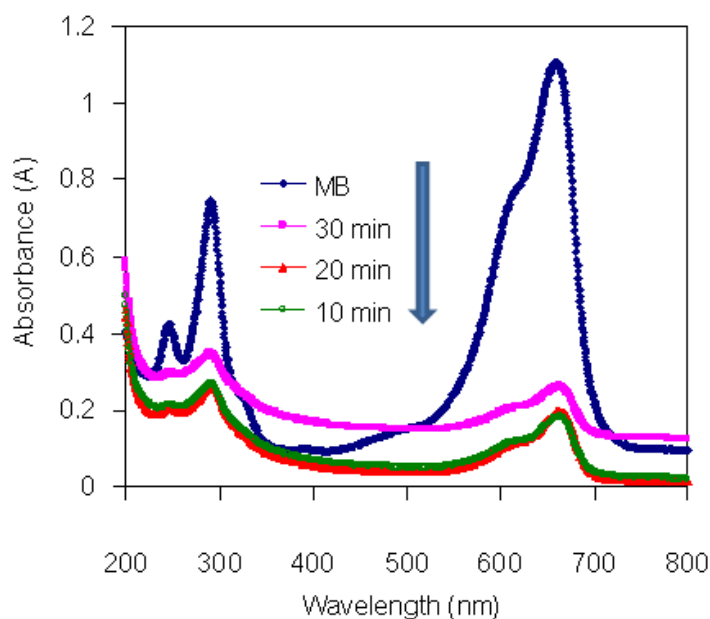
ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่เวลาในไมโครเวฟ 10, 20 และ 30 นาที ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรูพรุน Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.24 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 163.34, 155.48 และ 149.37 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ

ตารางที่ 4.24 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในไมโครเวฟที่ 10, 20 และ 30 นาที

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
10 min	163.34
20 min	155.48
30 min	149.37

4.5.6. ผลของเวลาในการสังเคราะห์ในไมโครเวฟต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อนำสารละลาย MB ที่ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีมาวัดค่าการดูดกลืนแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีเทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงในรูปที่ 4.26 จากรูปจะเห็นว่าสารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีจะมีค่าการดูดกลืนแสงของ MB ต่ำกว่าสารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาที ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีจะสลาย MB ได้ดีกว่า จึงทำให้มี MB เหลือหลังจากการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่าจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ต่ำกว่า



รูปที่ 4.26 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีเทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์

จากรูปที่ 4.26 ค่าการดูดกลืนแสงถูกวัด 3 ครั้ง แล้วนำมาคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.25 แสดงค่าการดูดกลืนของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณออกมาเป็นค่าความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่า ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของ MB ในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีมีค่าเท่ากับ 0.0019, 0.0037 และ 0.0049 mmol ตามลำดับ

ตารางที่ 4.25 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที

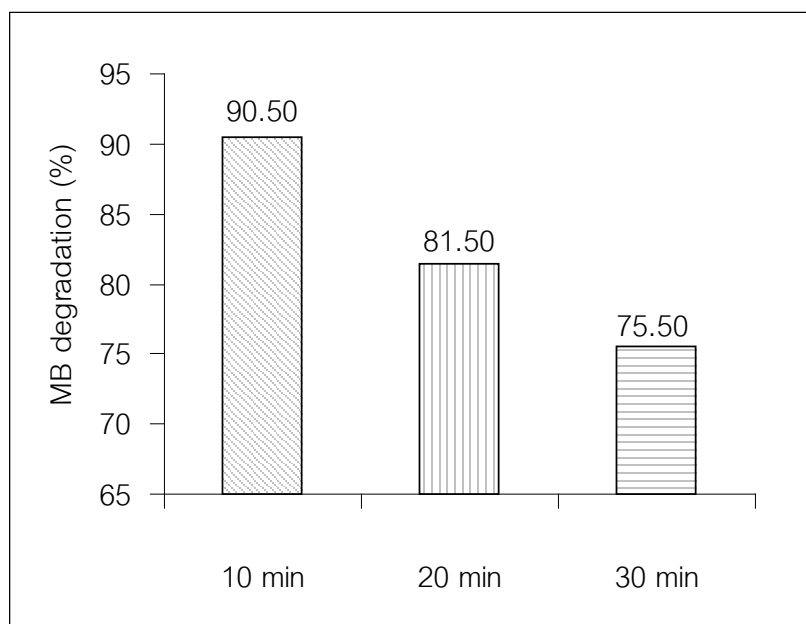
Irradiation time	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$				Concentration of MB (mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
10 min	0.0995	0.0101	0.0998	0.0998	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019
20 min	0.1954	0.1955	0.1959	0.1956	0.0037	0.0037	0.0037	0.0037
30 min	0.2614	0.2617	0.2613	0.2615	0.0049	0.0049	0.0049	0.0049

เมื่อนำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณเป็นร้อยละของการสลายตัวจากสมการที่ 4.2 พบว่า MB มีการสลายตัวได้แตกต่างกัน ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.26 จากตารางนี้ค่าร้อยละการสลายตัวของ MB ในปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาทีที่มีค่าเท่ากับ 90.50 %, 81.50 % และ 75.50 % ตามลำดับ

ตารางที่ 4.26 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที

Irradiation time	Concentration (mmol)	MB residue (%)	Photodegradation (%)
10 min	0.0019	9.50	90.50
20 min	0.0037	18.50	81.50
30 min	0.0049	24.50	75.50

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น (รูปที่ 4.27) จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีสามารถสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาที ดังนั้นเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟ 10 นาทีจึงเหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สามารถสลาย MB ได้ดี



รูปที่ 4.27 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10, 20 และ 30 นาที

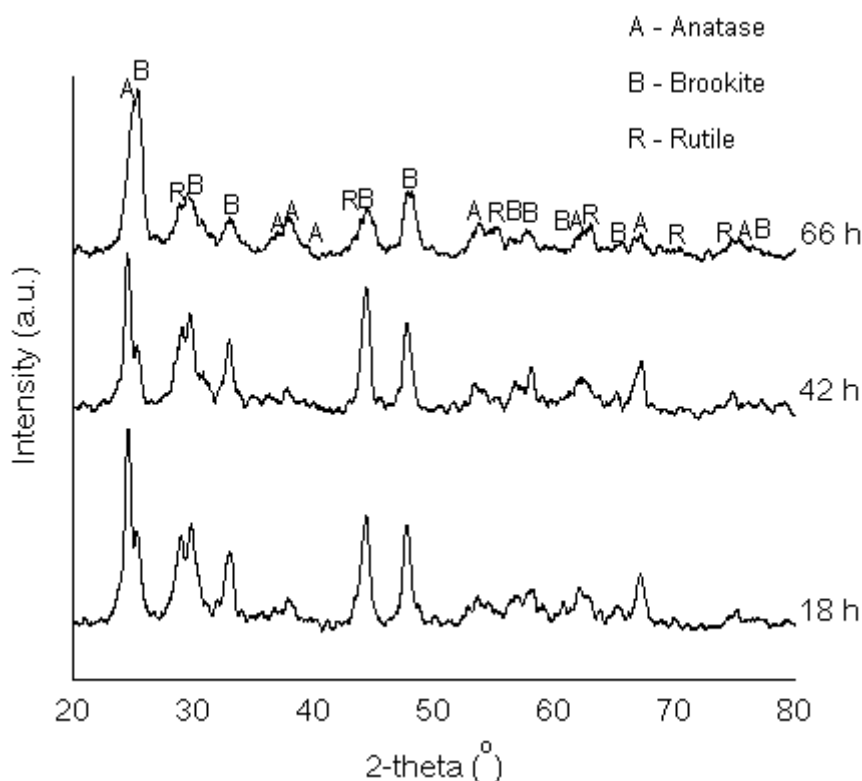
สรุปผลการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คือเวลาที่ใช้สังเคราะห์ในไมโครเวฟมีผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาทีจะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าแต่มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาที ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาทีมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า แต่อนุภาคเกาะกันจึงทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า จึงทำให้มีความสามารถในการสลายตัวของ MB น้อยกว่า ดังนั้นจึงเลือกการสังเคราะห์ที่เวลา 10 นาที ในการศึกษาผลของภาวะอื่นๆ ต่อไป

4.6. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน

เวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนถูกศึกษาโดยสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ pH 10 และใช้กำลังวัตต์เป็น 100 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นก็ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 18 ชั่วโมง, 42 ชั่วโมง หรือ 66 ชั่วโมง แล้วแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลายด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ ออบให้แห้ง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง มีรหัสเป็น 18 h, 42 h และ 66 h ตามลำดับ

4.6.1. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

รูปที่ 4.28 แสดงกราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 10 และใช้กำลังวัตต์เป็น 100 วัตต์ เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นก็ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 18, 42 หรือ 66 ชั่วโมง แล้วแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลายด้วยเทคนิคการเซนตริฟิวจ์ อบให้แห้งแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้เวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่ 18 และ 42 ชั่วโมงจะมีฟีกของเฟสอนาเทสเป็นเฟสหลัก ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้เวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 66 ชั่วโมงจะมีฟีกของเฟสอนาเทสและเฟสbrookite มีความสูงของฟีกไม่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.28 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้เวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18, 42 และ 66 ชั่วโมง หลังการเผาแคลไซน์ที่ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.6.2. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

จากรูปที่ 4.28 เมื่อนำมาคำนวณปริมาณเฟสจะได้ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.27 จากตารางพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง มีปริมาณของเฟสอนาเทสเป็น $\sim 77\%$, $\sim 83\%$ และ $\sim 94\%$ ตามลำดับ ดังนั้นเฟสอนาเทสจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาใน

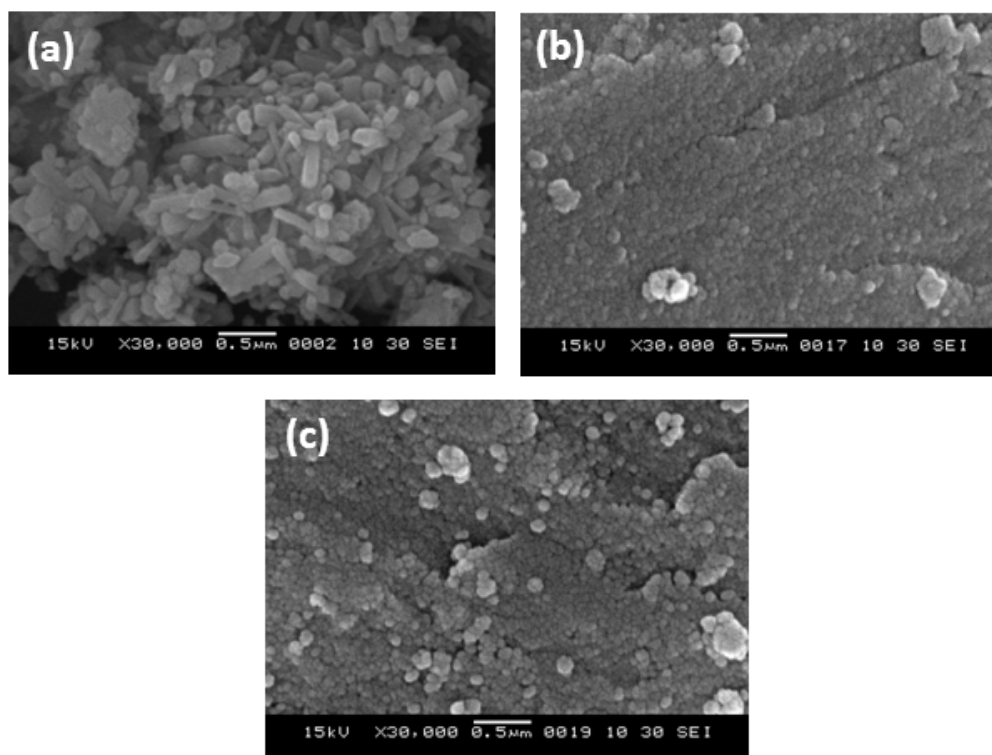
การตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน แม้ว่าพีคจะแสดงให้เห็นว่าปริมาณเฟสbrookiteโคสต์สูง ทั้งนี้อาจจะเกิดจากการซ้อนทับ (overlap) ของพีคอนาเทสและbrookiteโคสต์ในตำแหน่งมุมที่ใกล้เคียงกัน [77]

ตารางที่ 4.27 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลาต่างๆ

Aging time	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
18 h	77.02 ± 4.7	15.01±2.7	7.98 ± 2.0	45.60 ± 3.1	52.00 ± 1.3	-
42 h (1)	83.46	10.96	5.58	26.10	21.40	-
(2)	82.75	11.85	5.39	22.50	27.60	-
(3)	81.85	12.57	5.58	19.20	26.50	-
Average	82.69 ± 0.7	11.80 ± 6.6	5.52 ± 0.1	22.60 ± 3.5	25.17 ± 3.3	-
66 h (1)	98.48	1.33	0.20	40.00	26.80	-
(2)	91.96	5.47	2.57	35.60	67.00	-
(3)	92.69	7.11	0.19	21.10	98.10	-
Average	94.38 ± 2.4	4.64 ± 2.4	0.98 ± 1.1	32.23 ± 9.9	63.97 ± 5.8	-

4.6.3. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

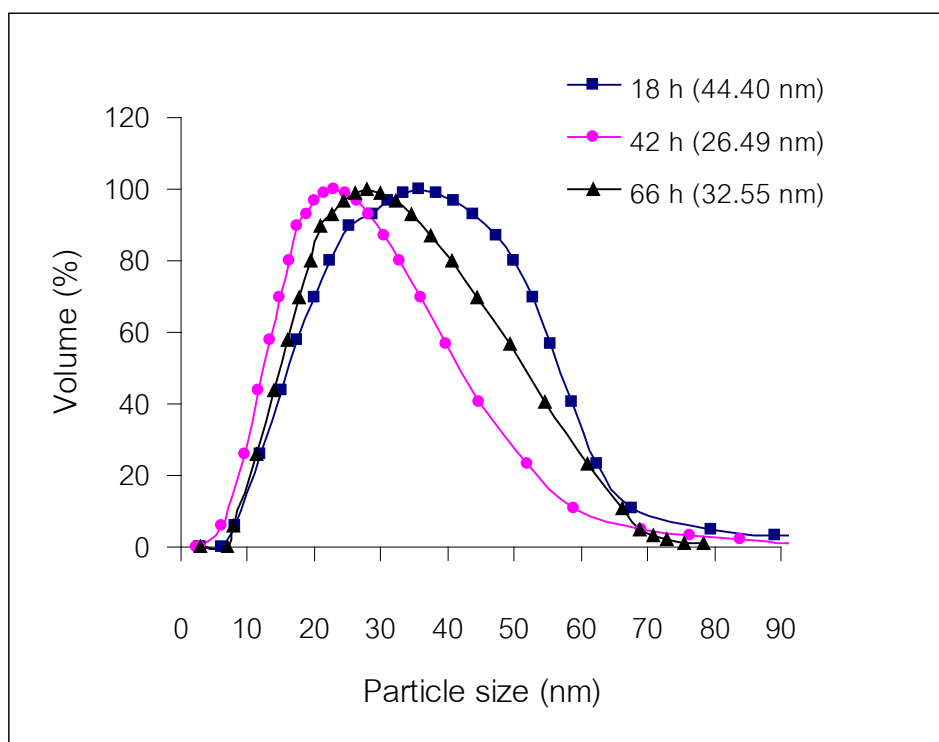
ผลของเวลาตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ แสดงไว้ในรูปที่ 4.29 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 ชั่วโมง อนุภาคขนาดใกล้เคียงกันเกาะตัวกัน และมีรูปร่างผลึกส่วนใหญ่เป็นแท่ง (รูปที่ 4.29 a) ขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ที่เวลา 42 และ 66 ชั่วโมงจะมีอนุภาคเป็นเม็ดค่อนข้างกลมและเรียงกันเป็นแผ่น มีขนาดเล็กกว่าที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ 18 ชั่วโมง (รูปที่ 4.29 b และ รูปที่ 4.29 c) ผลสัณฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 ชั่วโมง ขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 และ 66 ชั่วโมง และมีรูปร่างเปลี่ยนไปจากรูปแท่งเป็นเม็ดค่อนข้างกลมเมื่อตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนนานขึ้น



รูปที่ 4.29 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน: (a) 18 ชั่วโมง, (b) 42 ชั่วโมง, และ (c) 66 ชั่วโมง

4.6.4. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ถูกศึกษาโดยการนำตัวอย่างทั้ง 3 มาละลายในน้ำ และทำอุลตราโซนิค แล้วนำมาวัดด้วยเทคนิค dynamic light scattering ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง แสดงไว้ในรูปที่ 4.30 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 ชั่วโมง มีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 และ 66 ชั่วโมง โดยพบว่าขนาดที่วัดได้ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 44.40 nm, 26.49 nm และ 32.55 nm ตามลำดับ การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง ซึ่งการกระจายขนาดอนุภาคของทั้ง 3 ตัวนี้ มีการกระจายขนาดในช่วงที่แตกต่างกันเล็กน้อย ซึ่งผลการทดลองนี้สอดคล้องกับผลของสัณฐานวิทยา



รูปที่ 4.30 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง

4.6.5. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง ถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้งตามที่รายงานไว้ในตารางที่ 4.28 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 ชั่วโมง มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -36.07 ± 1.72 mV ในขณะที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมง มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -36.09 ± 0.86 mV และจากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 66 ชั่วโมง มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -42.76 ± 0.92 mV จากผลการทดลองนี้พบว่าประจุพื้นผิวเป็นลบเพิ่มขึ้น เมื่อเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน เพิ่มขึ้น ซึ่งผลการทดลองนี้สอดคล้องงานวิจัยก่อนหน้านี้

ตารางที่ 4.28 ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)		
	18 h	42 h	66 h
1	- 40.79	- 37.13	- 43.87
2	- 34.77	- 37.22	- 45.12
3	- 29.99	- 38.57	- 43.60
4	- 39.25	- 32.25	- 45.15
5	- 42.58	- 37.12	- 42.03
6	- 31.60	- 36.42	- 42.03
7	- 31.62	- 30.16	- 43.59
8	- 33.20	- 36.41	- 43.58
9	- 31.63	- 38.50	- 43.59
10	- 45.49	- 37.09	- 35.03
Average	- 36.07 ± 1.72	- 36.09 ± 0.86	- 42.76 ± 0.92

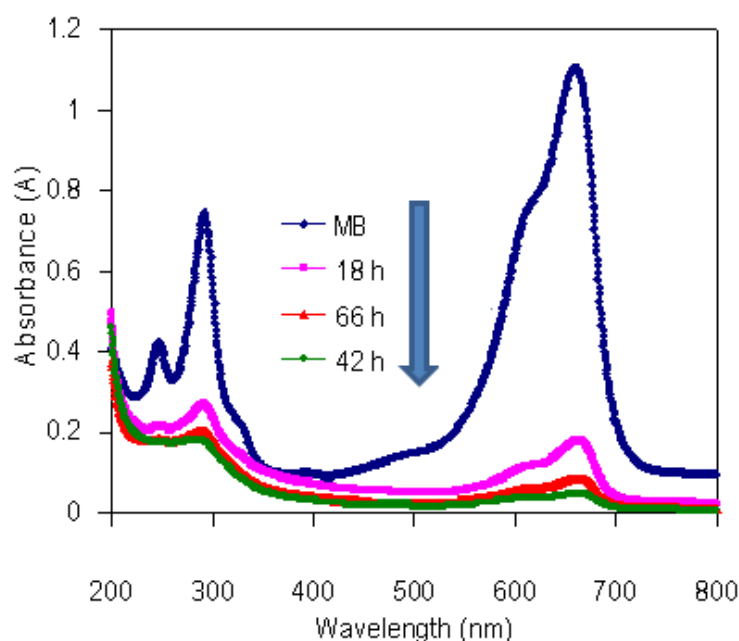
ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 ชั่วโมง และ 66 ชั่วโมง ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.29 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 ชั่วโมง และ 66 ชั่วโมงมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 163.34, 166.29 และ 157.26 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ

ตารางที่ 4.29 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
18 h	163.34
42 h	169.29
66 h	157.26

4.6.6. ผลของเวลาในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อนำสารละลายตัวอย่าง MB ที่ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง มาวัดค่าการดูดกลืนแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.31 จากรูปจะเห็นว่าสารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมงจะมีค่าการดูดกลืนแสงของ MB ต่ำกว่ามีสารละลายที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18 และ 66 ชั่วโมง ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมงจะสลาย MB ได้ดีกว่า จึงทำให้มี MB เหลือหลังจากการเกิดปฏิกิริยาน้อยกว่าจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ต่ำกว่า



รูปที่ 4.31 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมงเทียบกับที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์

จากรูปที่ 4.31 ค่าการดูดกลืนแสงถูกวัด 3 ครั้ง แล้วนำมาคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.30 แสดงค่าการดูดกลืนของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง ที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณออกมาเป็นค่าความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่า ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของ MB ในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 0.0019, 0.0009 และ 0.0034 mmol ตามลำดับ

ตารางที่ 4.30 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง

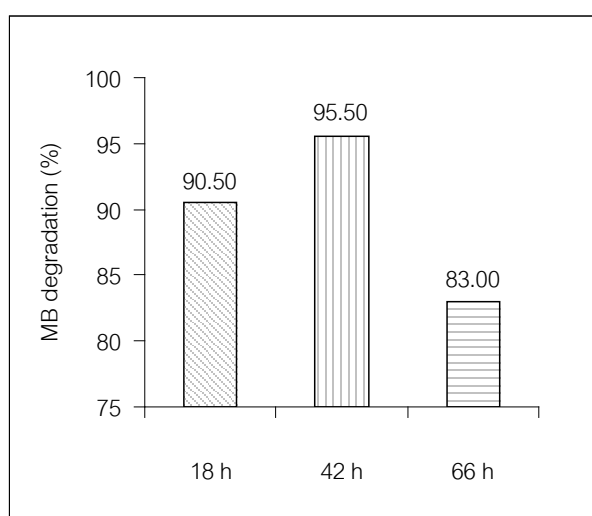
Irradiation time	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$				Concentration of MB (mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
18 h	0.0995	0.0101	0.0998	0.0998	0.0019	0.0019	0.0019	0.0019
42 h	0.0470	0.0468	0.0466	0.0468	0.0009	0.0009	0.0009	0.0009
66 h	0.1818	0.1820	0.1819	0.1818	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034

เมื่อนำความเข้มข้นที่ได้มาคำนวณร้อยละของการสลายตัวของ MB พบว่า MB มีการสลายตัวได้แตกต่างกัน ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.31 จากตารางนี้ค่าร้อยละการสลายตัวของ MB ในปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 18, 42 และ 66 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 90.50 %, 95.50 % และ 83.00 % ตามลำดับ

ตารางที่ 4.31 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18, 42 และ 66 ชั่วโมง

Irradiation time	Concentration (mmol)	MB residue (%)	MB degradation (%)
18 h	0.0019	9.50	90.50
42 h	0.0009	4.50	95.50
66 h	0.0034	17.00	83.00

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น (รูปที่ 4.32) จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 42 ชั่วโมงสามารถสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18 และ 66 ชั่วโมง ดังนั้นเวลาที่ใช้ในการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมงจึงเหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สามารถสลาย MB ได้ดี



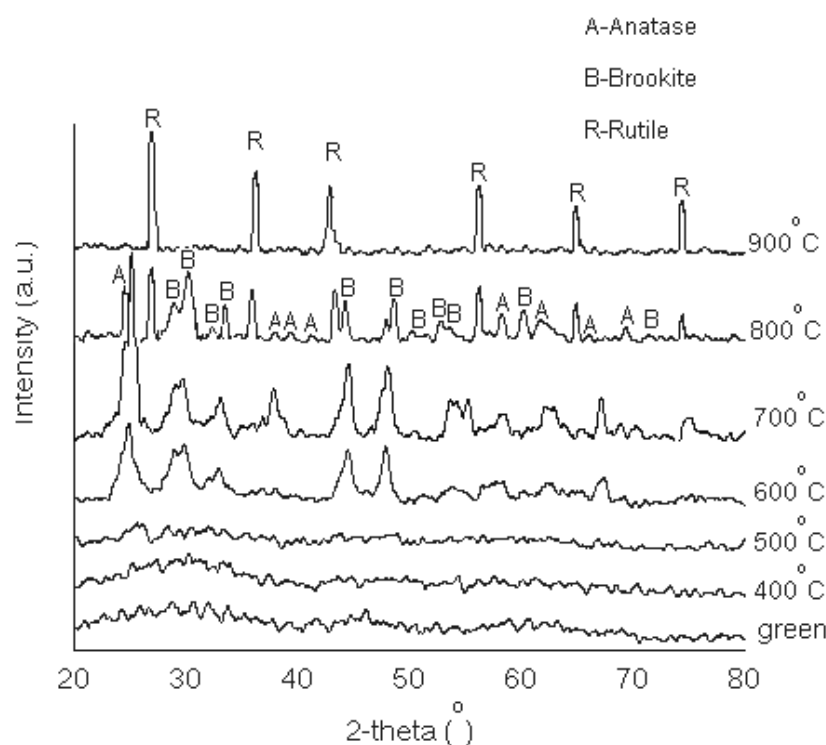
รูปที่ 4.32 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18, 42 และ 66 ชั่วโมง

สรุปผลการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คือเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนมีผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมงจะมีขนาดอนุภาคเล็กที่สุด มีพื้นที่ผิวสูงสุด และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18 และ 66 ชั่วโมง ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18 และ 66 ชั่วโมงมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า จึงทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า ความสามารถในการสลายตัวของ MB จึงน้อยกว่า ดังนั้นจึงเลือกการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 42 ชั่วโมงที่ในการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างในหัวข้อถัดไป

4.7. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง

4.7.1. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อเฟสแร่ของไทเทเนียมไดออกไซด์

นำไทเทเนียมไดออกไซด์ไปเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง เปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผา (TiO₂ green) จากกราฟ XRD พบว่าตัวอย่างที่เผาที่ 400, 500 °C และ ตัวอย่างที่ไม่ได้เผา มีความเป็นผลึกต่ำ ส่วนตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่ 600, 700, 800 และ 900 °C มีความเป็นผลึกสูง (รูปที่ 4.33) และพบว่าที่อุณหภูมิ 600-800 °C จะเป็นเฟสผสมของอนาเทส รูไทล์และบรูคไคต์ ขณะที่ตัวอย่างที่ได้จากการเผาที่ 900 °C เป็นเฟสรูไทล์เพียงเฟสเดียว ดังนั้นการเปลี่ยนเฟสไปเป็นรูไทล์อย่างสมบูรณ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟในงานวิจัยนี้เกิดขึ้นที่ 900 °C



รูปที่ 4.33 กราฟ XRD ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ

4.7.2. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์

ปริมาณเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ และพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเฟสผสมที่เป็นผลึก และยังไม่เปลี่ยนเป็นเฟสรูไทล์มากนัก เมื่อเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 600 °C ดังนั้นที่อุณหภูมิ 700 °C จึงเหมาะสมที่จะใช้ในการศึกษาเกี่ยวกับปริมาณเฟสและคำนวณขนาดของผลึกโดยประมาณ

ผลของปริมาณเฟสและขนาดของผลึกโดยประมาณแสดงไว้ในตารางที่ 4.32 ในตัวอย่างที่เผาที่ 600 °C มีเฟสหลักเป็นอนาเทสและบรูคไคต์ ส่วนตัวอย่างที่เผาที่ 700 °C มีเฟสอนาเทส ประมาณ 83 % และเมื่อเผาที่ 800 °C พบว่าเฟสเปลี่ยนเป็นเฟสบรูคไคต์และรูไทล์มากขึ้น ในขณะที่เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 °C ทั้งอนาเทสและบรูคไคต์เปลี่ยนไปเป็นรูไทล์อย่างสมบูรณ์ (100 %) [13] แม้ว่าการเปลี่ยนแปลงเฟสจะเกิดขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิ 550-1000 °C แต่ความสามารถในการเปลี่ยนเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ก็ขึ้นอยู่กับบางปัจจัย เช่นการมีสารปนเปื้อน หรือสารเติมแต่ง และสัณฐานวิทยา [22]

เมื่อคำนวณขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์พบว่าขนาดของผลึกใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น

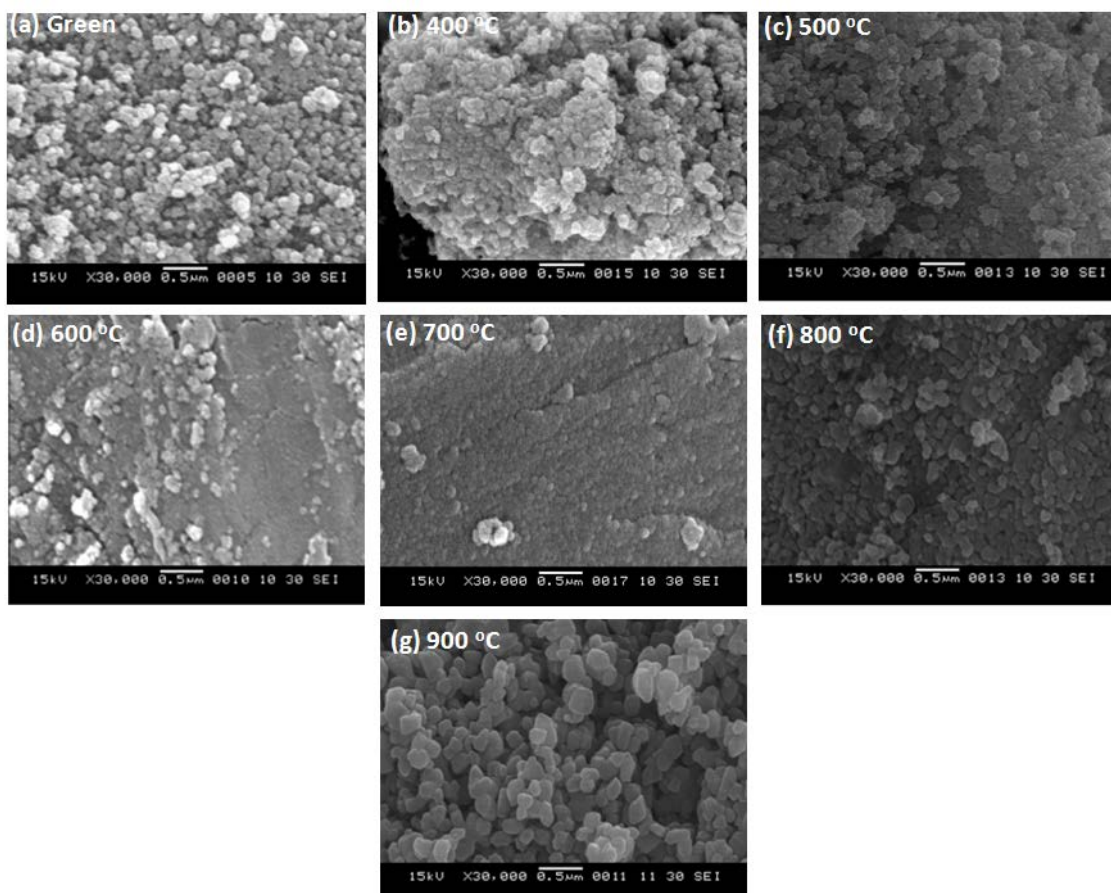
ตารางที่ 4.32 ปริมาณเฟส และขนาดของผลึกโดยประมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

Calcination temperature (°C)	% phases			Estimated crystallite size (nm)		
	Anatase	Brookite	Rutile	Anatase	Brookite	Rutile
Green	--	--	--	--	--	--
400	--	--	--	--	--	--
500	--	--	--	--	--	--
600 (1)	54.66	60.43	0.005	28.80	35.50	-
(2)	44.78	40.69	0.001	31.40	39.10	-
(3)	48.91	50.44	0.003	33.10	33.80	-
Average	49.45 ± 5.0	50.52 ± 9.9	0.003 ± 0.0	31.10 ± 2.2	36.13 ± 2.7	-

700	(1)	83.46	10.96	5.58	26.10	21.40	-
	(2)	82.75	11.85	5.39	22.50	27.60	-
	(3)	81.85	12.57	5.58	19.20	26.50	-
	Average	82.69 ± 0.7	11.80 ± 6.6	5.52 ± 0.1	22.60 ± 3.5	25.17 ± 3.3	-
800	(1)	23.54	34.72	53.36	40.10	44.20	62.89
	(2)	14.73	25.51	48.62	35.80	43.90	65.34
	(3)	19.21	30.84	49.47	38.20	42.70	64.36
	Average	19.16 ± 4.4	30.36 ± 4.6	50.48 ± 2.5	38.03 ± 2.2	43.60 ± 0.8	64.20 ± 1.2
900	(1)	-	-	100	-	-	83.40
	(2)	-	-	100	-	-	88.21
	(3)	-	-	100	-	-	90.34
	Average	-	-	100 ± 0.0	-	-	87.30 ± 0.0

4.7.3. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์

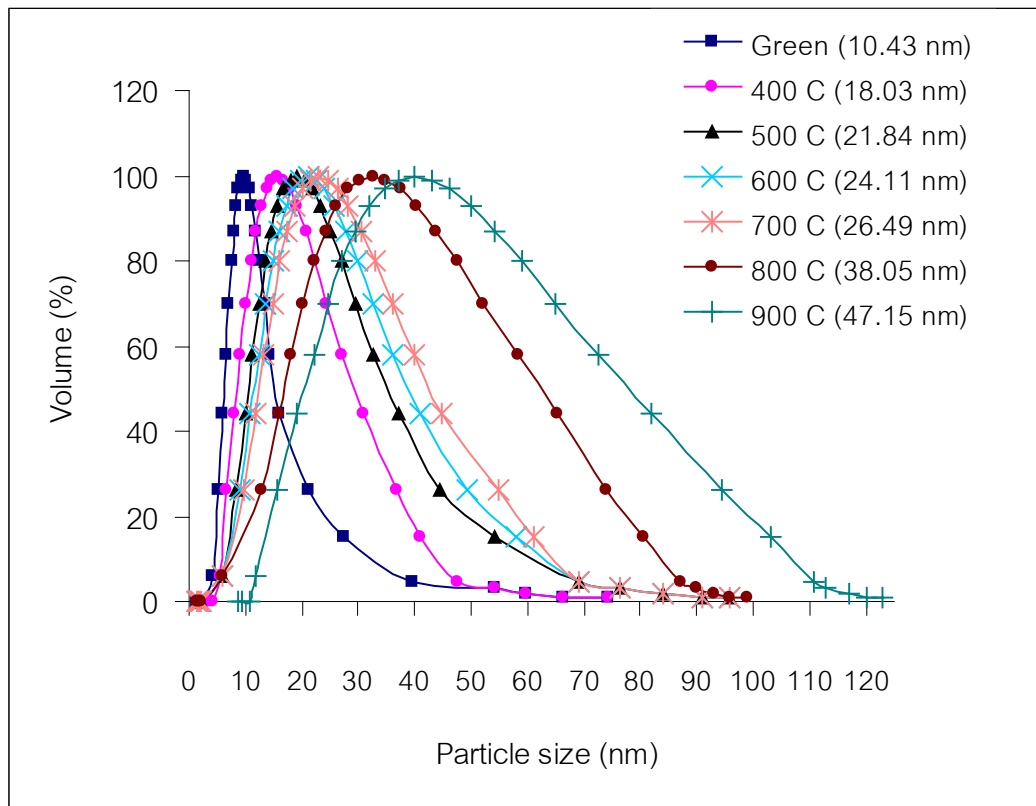
ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังรูปที่ 4.46 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ให้ผลสอดคล้องกับผลในตารางที่ 4.32 คือเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นขนาดอนุภาคจะใหญ่ขึ้น เนื่องจากเกิดการเกาะตัวกันของอนุภาค



รูปที่ 4.34 สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ: (a) ตัวอย่างที่ไม่ได้เผา (b) ตัวอย่างที่เผาที่ 400 °C, (c) 500 °C, (d) 600 °C, (e) 700 °C, (f) 800 °C และ (g) 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.7.4. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์

ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ถูกศึกษาโดยการนำตัวอย่างทั้ง 7 มาละลายในน้ำ และทำอุลตราโซนิค แล้วนำมาวัดด้วยเทคนิค dynamic light scattering ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและที่เผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800, 900 °C แสดงไว้ในรูปที่ 4.35 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C มีขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่า โดยพบว่าขนาดที่วัดได้ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800, 900 °C มีค่าเท่ากับ 10.43 nm, 18.03 nm, 21.84 nm, 24.11 nm, 26.49 nm, 38.05 nm, และ 47.15 nm ตามลำดับ ส่วนรูปที่ 4.48 แสดงการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งผลของขนาดสอดคล้องกับผลของสัณฐานวิทยา ดังนั้นขนาดของผลึกหรืออนุภาคเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้น [78]



รูปที่ 4.35 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ (green, 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C)

4.7.5. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800, 900 °C ถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตาจำนวน 10 ครั้งตามที่รายงานไว้ในตารางที่ 4.33 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800, 900 °C มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -49.75 ± 1.72 , -51.22 ± 0.84 , -54.19 ± 1.88 , -49.78 ± 0.83 , -36.09 ± 0.86 , -18.47 ± 5.89 และ -8.62 ± 0.64 mV จากผลการทดลองนี้พบว่าประจุพื้นผิวเป็นลบมากเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 400 – 500 °C แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 °C ขึ้นไปประจุพื้นผิวจะเป็นลบน้อยลง เนื่องจากอนุภาคเกาะตัวกันมากขึ้น

ตารางที่ 4.33 ประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)						
	Green	400 °C	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C
1	-41.55	-46.31	-58.71	-48.09	-37.13	-21.31	-10.96
2	-57.22	-49.35	-56.45	-47.36	-37.22	-17.41	-9.81
3	-48.56	-53.11	-54.95	-49.81	-38.57	-12.92	-8.66
4	-51.73	-52.34	-55.70	-44.94	-32.25	-16.69	-9.24
5	-46.22	-50.83	-63.32	-49.73	-37.12	-16.45	-8.67
6	-46.27	-52.37	-52.12	-52.96	-36.42	-17.85	-9.83
7	-47.79	-52.39	-44.49	-48.41	-30.16	-12.57	-9.83
8	-50.97	-50.04	-50.63	-51.39	-36.41	-12.84	-7.52
9	-55.60	-49.32	-59.50	-52.16	-38.50	-27.16	-8.10
10	-48.58	-56.10	-45.98	-52.92	-37.09	-29.54	-3.61
Average	-49.45 ± 1.72	-51.22 ± 0.84	-54.19 ± 1.88	-49.78 ± 0.83	-36.09 ± 0.86	-18.47 ± 5.89	-8.62 ± 0.64

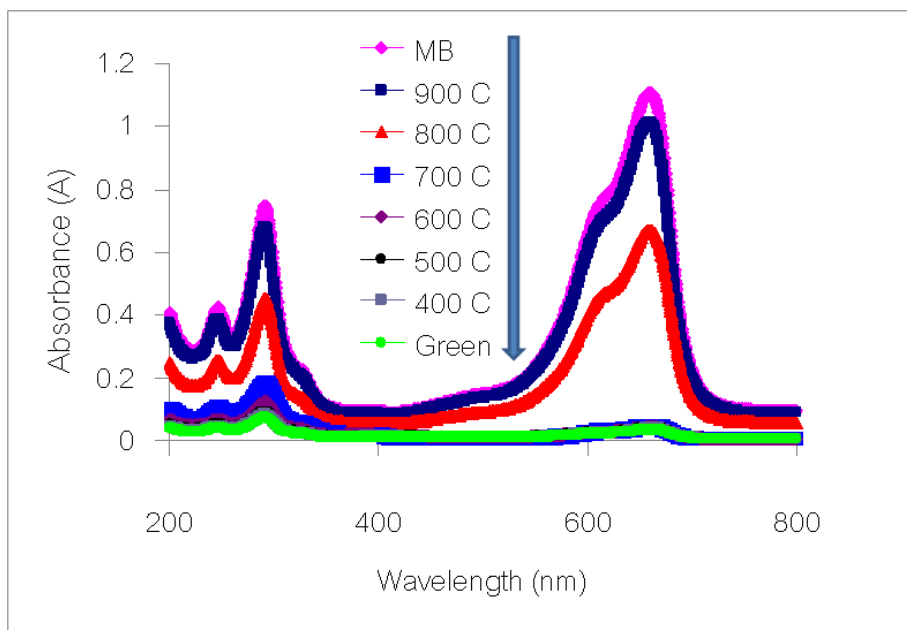
ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.34 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C มีค่าพื้นที่ผิวเท่ากับ 181.73, 175.41, 173.26, 170.33, 169.29, 10.88 และ 3.81 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ

ตารางที่ 4.34 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
Green	181.73
400 °C	175.41
500 °C	173.26
600 °C	170.33
700 °C	169.29
800 °C	10.88
900 °C	3.81

4.7.6. ผลของอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่างต่อความสามารถในการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อนำสารละลายตัวอย่าง MB ที่เคยใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C มาวัดค่าการดูดกลืนแสง สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังรูปที่ 4.36 จากรูปจะเห็นว่าสารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาจะมีค่าการดูดกลืนแสงของ MB ต่ำกว่าการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ และพบว่าตัวอย่างที่ไม่ได้เผาก็กับตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, และ 700 มีค่าการดูดกลืนที่ $\lambda_{\max} = 663.5$ nm ใกล้เคียงกัน ส่วนตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 800 และ 900 °C จะมีค่าการดูดกลืนที่สูง โดยเฉพาะตัวที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C มีค่าการดูดกลืนเกือบเท่า MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์



รูปที่ 4.36 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับสารละลาย MB ที่ไม่ได้ใส่ไทเทเนียมไดออกไซด์

จากรูปที่ 4.36 ค่าการดูดกลืนแสงถูกวัด 3 ครั้ง แล้วนำมาคำนวณค่าเฉลี่ย ซึ่งตารางที่ 4.35 แสดงค่าการดูดกลืนของตัวอย่างที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ที่ $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ และคำนวณออกมาเป็นค่าความเข้มข้นโดยใช้สมการที่ 4.1 จากตารางนี้พบว่าค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นของ MB ในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C มีความเข้มข้นเท่ากับ 0.0005, 0.0007, 0.0008, 0.0008, 0.0009, 0.0125 และ 0.0188 mmol ตามลำดับ

ตารางที่ 4.35 ค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของ MB ที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

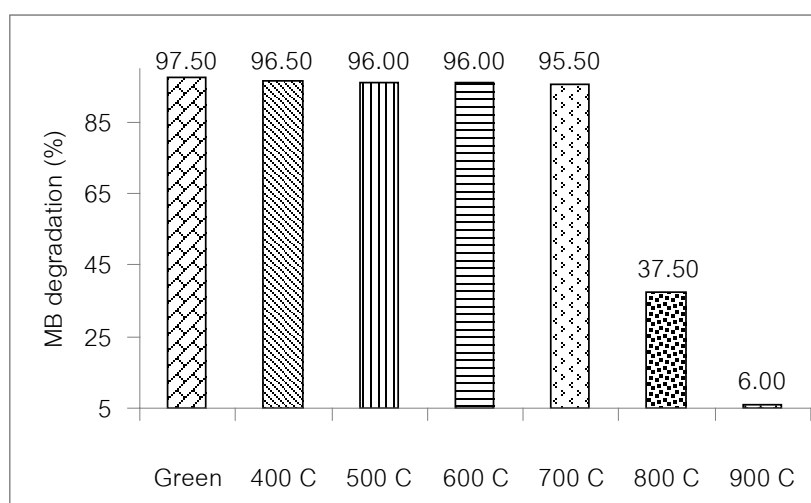
Calcination temperature	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$				Concentration of MB (mmol)			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
Green	0.0354	0.0358	0.0362	0.0358	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
400 °C	0.0386	0.0384	0.0388	0.0384	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007
500 °C	0.0411	0.0414	0.0415	0.0413	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008
600 °C	0.0435	0.0436	0.0437	0.0436	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008
700 °C	0.0470	0.0468	0.0466	0.0468	0.0009	0.0009	0.0009	0.0009
800 °C	0.6620	0.6619	0.6619	0.6619	0.0125	0.0125	0.0125	0.0125
900 °C	0.9986	0.9985	0.9982	0.9984	0.0188	0.0188	0.0188	0.0188

ร้อยละของการสลาย MB ที่คำนวณได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.36. โดยการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C มีค่าเท่ากับ 97.50 %, 96.50 %, 96.00 %, 96.00 %, 95.50 %, 37.50 % และ 6.00 % ตามลำดับ

ตารางที่ 4.36 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

Calcination temperature	Concentration (mmol)	MB residue (%)	Photodegradation (%)
Green	0.0005	2.50	97.50
400 °C	0.0007	3.50	96.50
500 °C	0.0008	4.00	96.00
600 °C	0.0008	4.00	96.00
700 °C	0.0009	4.50	95.50
800 °C	0.0125	62.50	37.50
900 °C	0.0188	94.00	6.00

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น (รูปที่ 4.37) จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาสามารถสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ดังนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาที่ จึงเหมาะสมในการนำมาใช้ในการตัวของ MB ได้ดีกว่าตัวอื่นๆ



รูปที่ 4.37 ร้อยละการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

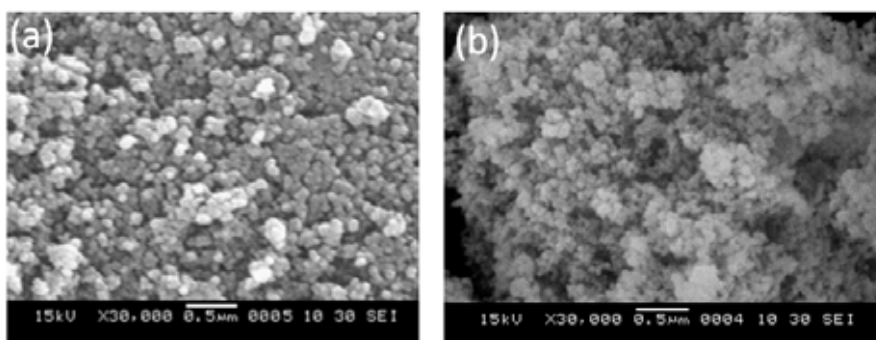
สรุปผลการทดลองสำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้คืออนุกรมมีผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผามีความเป็นผลึกต่ำ มีเฟสผสมของอนาเทสและบรูคไคต์เป็นหลัก ขนาดของผลึกขนาดอนุภาคเล็ก มีพื้นที่ผิวสูง และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ดังนั้นจึงเหมาะสำหรับการใช้ศึกษาเพื่อเปรียบเทียบสมบัติกับ P25 ต่อไป

4.8. ผลของการศึกษาสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้เปรียบเทียบกับ P25

ศึกษาสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25 ซึ่งเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า โดยศึกษาสมบัติต่างๆ ประกอบด้วย สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิว และความสามารถในการสลาย MB โดยผลการศึกษได้ผลดังต่อไปนี้

4.8.1. สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25

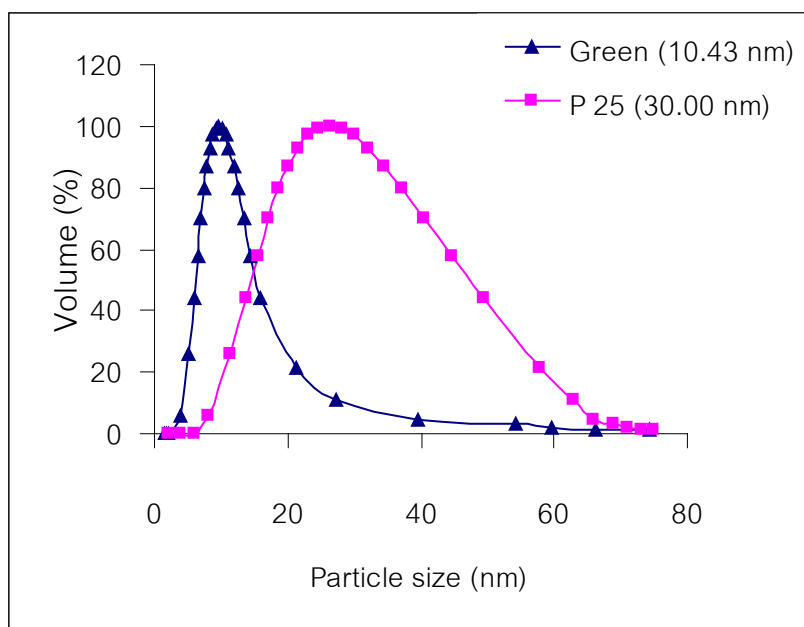
สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ที่ยังไม่ได้เผา และ P25 แสดงไว้ในรูปที่ 4.38 จากรูปพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ จะมีลักษณะเป็นเม็ดค่อนข้างกลม (รูปที่ 4.38 a) ทั้งนี้เนื่องจากการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟ ซึ่งได้รับความร้อนจากการสั่นของโมเลกุลของน้ำ จึงทำให้อนุภาคที่เกิดขึ้นมักมีลักษณะเป็นทรงกลม [79] ขณะที่ P25 จะมีลักษณะเล็กและฟู (รูปที่ 4.38 b) ผลสัณฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีขนาดเล็กใกล้เคียงกับขนาดของ P25 และพบว่า P25 มีขนาดของ primary size ที่เล็ก



รูปที่ 4.38 โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์สัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ (a) ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ และ (b) P25

4.8.2. ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25

ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค ถูกศึกษาโดยการนำตัวอย่าง มาละลายในน้ำ และทำอัลตราโซนิก แล้วนำมาวัดด้วยเครื่องซีต้าไซเซอร์ ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผามีค่าเท่ากับ 10.43 nm ส่วน P25 มีขนาดเท่ากับ 30 nm ดังรูปที่ 4.39 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผา และ P25 พบว่าขนาดของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผามีการกระจายขนาดที่แคบกว่า P25 และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กกว่า P25 ซึ่งผลของขนาดไม่สอดคล้องกับผลของสัมมนาวิทยา อาจเกิดจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดเล็กกว่าจึงเกาะกันมากกว่า ทำให้เห็นผลที่มีลักษณะใหญ่กว่า



รูปที่ 4.39 การกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ และ P25

4.8.3. ประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25

ประจุพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และ P25 ถูกตรวจสอบโดยวัดศักย์ซีตา จำนวน 10 ครั้งตามที่รายงานไว้ในตารางที่ 4.37 จากผลการทดลองพบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าประจุพื้นผิวเฉลี่ยเป็น -49.75 ± 1.72 และ -27.65 ± 1.10 mV ตามลำดับ จากผลการทดลองนี้พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ได้มีพื้นผิวเป็นลบมากกว่า P25 แสดงว่าการกระจายตัวที่ดีกว่า P25

ตารางที่ 4.37 ประจุพื้นผิวและพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และ P25 วัดที่ pH 7

Run	Zeta Potential (mV)	
	TiO ₂ (green)	P25
1	-41.55	-34.84
2	-57.22	-30.64
3	-48.56	-25.72
4	-51.73	-29.17
5	-46.22	-29.12
6	-46.27	-27.13
7	-47.79	-25.68
8	-50.97	-22.12
9	-55.60	-26.39
10	-48.58	-25.68
Average	-49.45 ± 1.72	-27.65 ± 1.10

ส่วนค่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และ P25 ถูกตรวจวัดด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวรุ่น Coulter SA 3100 ดังแสดงในตารางที่ 4.38 ผลปรากฏว่าพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าเท่ากับ 181.73 ตารางเมตรต่อกรัม ส่วนพื้นที่ผิวของ P25 มีค่าเท่ากับ 50 ตารางเมตรต่อกรัม

ตารางที่ 4.38 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์เปรียบเทียบกับ P25

Sample code	Specific surface area (m ² /g)
TiO ₂ (green)	181.73
P25 [80]	50.00

4.8.4. ความสามารถในการสลาย MB และ ค่าคงที่ของการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับ P25

ศึกษาอัตราการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้เวลาในการฉายแสงยูวีในกล่องฉายแสงยูวี โดยจะทำการฉายแสงที่เวลา 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160 และ 180 นาที และนำมาคำนวณหาค่าคงที่ของการสลายตัวโดยใช้สมการที่ 3.1 โดยในหัวข้อนี้ศึกษาเฉพาะไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาเปรียบเทียบกับ P25 ซึ่งค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและ P25 ที่เวลาต่างๆ ในการฉายแสงยูวี แสดงไว้ในตารางที่ 4.39 จากตารางพบว่าค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาลดลงมากหลังจากการตั้งทิ้งไว้ในที่มืด จากนั้นลดลงเล็กน้อยเมื่อเวลาฉายยูวีเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ P25 ค่าการดูดกลืนแสงลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อฉายแสงยูวีจนถึงเวลา 180 นาทีพบว่าค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผา (0.0073) มีค่าต่ำกว่าค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ P25 (0.0164)

ตารางที่ 4.39 ค่าการดูดกลืนของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและ P25 ที่เวลาต่างๆ หลังการตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 30 นาที

Time (min)	Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ of TiO_2 (green)				Absorbance (A) at $\lambda_{\max} = 663.5 \text{ nm}$ of P 25			
	1	2	3	Average	1	2	3	Average
0	0.0574	0.0578	0.0580	0.0577	0.7563	0.7566	0.7553	0.7561
20	0.0469	0.0471	0.0471	0.0470	0.6912	0.6908	0.6911	0.6910
40	0.0441	0.0442	0.0445	0.0443	0.3664	0.3674	0.3680	0.3673
60	0.0425	0.0430	0.0432	0.0429	0.1808	0.1820	0.1814	0.1814
80	0.0375	0.0378	0.0380	0.0377	0.0573	0.0583	0.0579	0.0578
100	0.0255	0.0251	0.0253	0.0253	0.0240	0.0251	0.0258	0.0250
120	0.0170	0.0171	0.0170	0.0170	0.0150	0.0164	0.0164	0.0159
140	0.0095	0.0096	0.0097	0.0096	0.0089	0.0107	0.0112	0.0102
160	0.0088	0.0086	0.0084	0.0086	0.0150	0.0155	0.0156	0.0153
180	0.0073	0.0071	0.0072	0.0073	0.0153	0.0164	0.0175	0.0164

เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณเป็นความเข้มข้นจากสมการ 4.1 ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.39 ความเข้มข้นของ MB ในตัวอย่างที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าลดลงมากเมื่อตั้งทิ้งไว้ในที่มืด (0.0011 mmol) เทียบกับความเข้มข้นเริ่มต้นของ MB (0.02 mmol) ซึ่งค่าดังกล่าวแสดงว่าไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถดูดซับ MB ในความมืดได้ดี โดยคิดการดูดซับมีค่าเท่ากับ 95.5 % ส่วนความเข้มข้นของ MB ที่ใช้ P25 จะลดลงเมื่อตั้งทิ้งไว้ในที่มืดจาก 0.02 mmol เป็น 0.0142 mmol คิดเป็น 29 %

ตารางที่ 4.40 ความเข้มข้นของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและ P25 ที่เวลาต่างๆ หลังการตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 30 นาที

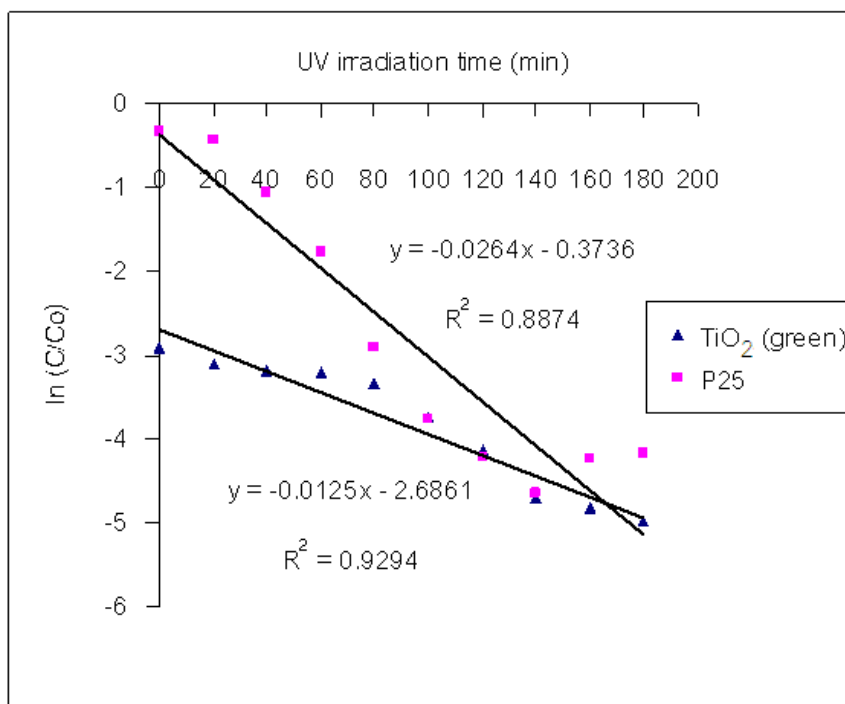
Time (min)	TiO ₂ (green)				P 25			
	C1	C2	C3	Average	C1	C2	C3	Average
0	0.0011	0.0011	0.0011	0.0011	0.0142	0.0142	0.0142	0.0142
20	0.0009	0.0009	0.0009	0.0009	0.0130	0.0130	0.0130	0.0130
40	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	0.0069	0.0069	0.0069	0.0069
60	0.0008	0.0008	0.0008	0.0008	0.0034	0.0034	0.0034	0.0034
80	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007	0.0011	0.0011	0.0011	0.0011
100	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
120	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003
140	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002
160	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003
180	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003

เมื่อนำความเข้มข้นมาคำนวณค่า C/C_0 , $\ln C/C_0$, และ $\ln C_0/C$ เพื่อคำนวณหาค่าคงที่อัตราของการสลาย MB (K) ตามสมการที่ 3.1 (ในบทที่ 3) ซึ่งได้ค่าดังแสดงในตารางที่ 4.41

ตารางที่ 4.41 อัตราการสลายตัวของ MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาและ P25 ที่เวลาต่างๆ หลังการตั้งทิ้งไว้ในที่มีด 30 นาที

Time (min)	TiO ₂ (green)				P25			
	C/C_0	$\ln (C/C_0)$	$-\ln (C/C_0)$	$-\ln (C_0/C)$	C/C_0	$\ln (C/C_0)$	$-\ln (C/C_0)$	$-\ln (C_0/C)$
0	0.0543	-2.9127	2.9127	-2.9127	0.7119	-0.3398	0.3398	-0.3398
20	0.0443	-3.1172	3.1172	-3.1172	0.6507	-0.4298	0.4298	-0.4298
40	0.0417	-3.1774	3.1774	-3.1774	0.3458	-1.0619	1.0619	-1.0619
60	0.0404	-3.2091	3.2091	-3.2091	0.1708	-1.7672	1.7672	-1.7672
80	0.0355	-3.3374	3.3374	-3.3374	0.0544	-2.9106	2.9106	-2.9106
100	0.0238	-3.7376	3.7376	-3.7376	0.0235	-3.7503	3.7503	-3.7503
120	0.0160	-4.1323	4.1323	-4.1323	0.0150	-4.2013	4.2013	-4.2013
140	0.0090	-4.7070	4.7070	-4.7070	0.0096	-4.6409	4.6409	-4.6409
160	0.0081	-4.8214	4.8214	-4.8214	0.0144	-4.2372	4.2372	-4.2372
180	0.0069	-4.9738	4.9738	-4.9738	0.0154	-4.1710	4.1710	-4.1710

ค่า K ที่คำนวณจากความเป็นไปของปฏิกิริยาอันดับที่ 1 ได้โดยนำค่า $\ln C/C_0$ มาพลอตกับ เวลาในการฉายยูวี ได้กราฟดังรูปที่ 4.40 ซึ่งค่า K เท่ากับความชันของกราฟ จากกราฟพบว่า ค่า K ของสารละลาย MB ที่ใช้ P25 มีค่าเท่ากับ 0.0264 min^{-1} ส่วนสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผามีค่าเท่ากับ 0.0125 min^{-1} แสดงว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้แสงได้น้อยกว่า P25 แต่เนื่องจากการไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถดูดซับ MB ในที่มีด ทำให้ค่า K ที่คำนวณอาจจะไม่ใช่ค่า K ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่แท้จริง [81]



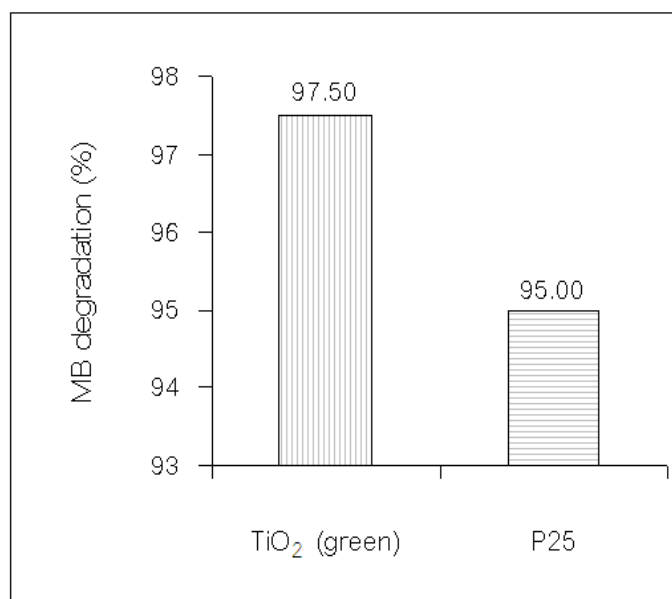
รูปที่ 4.40 อัตราการสลายตัวของสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เทียบกับ P25

อย่างไรก็ตามเมื่อนำค่าความเข้มข้นที่เวลาฉายแสงยูวีที่ 90 นาที มาคำนวณร้อยละของการสลาย MB ได้ผลดังตารางที่ 4.42 โดยการสลาย MB ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ และ P25 มีค่าเท่ากับ 97.50 % และ 95.00 % ตามลำดับ

ตารางที่ 4.42 ความเข้มข้น, ร้อยละของ MB ที่เหลือ และร้อยละของการสลายตัวของ MB จากปฏิกิริยาที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้กับ P25

Sample	Concentration (mmol)	MB residue (%)	MB degradation (%)
TiO ₂ (green)	0.0005	2.50	97.50
P25	0.0010	5.0	95.00

เมื่อนำมาพลอตเป็นกราฟแท่งเพื่อให้เห็นความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้นดังรูปที่ 4.41 จากรูปแสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผาสามารถสลาย MB ได้ดีกว่า P25



รูปที่ 4.41 ร้อยละการสลายตัวของ MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ กับ P25

สรุปผลการทดลองในส่วนนี้คือไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า P25 มีประจุพื้นผิวเป็นลบสูงกว่า และมีพื้นที่ผิวสูงกว่า แม้จะมีค่าคงที่อัตราในการสลาย MB ต่ำกว่า P25 เนื่องจากสามารถดูดซับ MB ได้ในที่มีด แต่มีความสามารถในการสลาย MB โดยรวมได้ดีกว่า P25

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1. สรุปผลการทดลอง

5.1.1 สามารถสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้ไมโครเวฟในระดับนาโนเมตรได้สำเร็จ ซึ่งเป็นวิธีที่ประหยัดเวลาและพลังงาน

5.1.2 การใช้ไมโครเวฟจำเป็นต่อการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ TiOSO_4 เป็นสารตั้งต้น เพราะสามารถสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความเป็นผลึกสูง พื้นผิวสูง และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าวิธีการให้ความร้อนธรรมดา

5.1.3 การศึกษาเทคนิคการแยกสารตัวอย่างออกจากสารละลาย พบว่าการใช้เทคนิคการเซนตริฟิวจ์เพื่อแยกสารตัวอย่างจะทำให้ได้สารตัวอย่างมีปริมาณเฟสอนาเทสมากกว่าเฟสอื่น และลดปริมาณเฟสสุรไทลงได้ อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า มีประจุลบมากกว่า มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าการใช้เทคนิคการกรอง

5.1.4 การศึกษา pH ในการสังเคราะห์ ที่ pH 10 จะได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเล็ก มีพื้นที่ผิวสูง และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 แม้ว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ pH 14 จะมีค่าการกระจายตัวที่ดีกว่า คือมีประจุพื้นผิวเป็นลบมากกว่า และมีความเป็นผลึกมากกว่า แต่ล้างตะกอนให้มี pH เป็นกลางได้ยากกว่าจึงทำให้ใช้เวลาในการล้างตะกอนนานกว่า pH 10

5.1.5 การศึกษากำลังวัตต์ของไมโครเวฟมีผลต่อสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 100 วัตต์จะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า แต่มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ 200 และ 300 วัตต์ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกำลังวัตต์ของไมโครเวฟ 200 และ 300 วัตต์มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า แต่อนุภาคเกาะกันจึงทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า จึงทำให้มีความสามารถในการสลายตัวของ MB ต่ำกว่า

5.1.6 การศึกษาเวลาที่ใช้สังเคราะห์ในไมโครเวฟพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในไมโครเวฟที่เวลา 10 นาที จะมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า แต่มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในไมโครเวฟที่เวลา 20 และ 30 นาที ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เวลา 20 และ 30 นาทีมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า แต่อนุภาคเกาะกัน ทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า ความสามารถในการสลายตัวของ MB น้อยกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ในไมโครเวฟที่เวลา 10 นาที

5.1.7 การศึกษาเวลาที่ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 42 ชั่วโมง จะมีขนาดอนุภาคเล็ก มีพื้นที่ผิวสูง และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18 และ 66 ชั่วโมง ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนที่เวลา 18 และ 66 ชั่วโมงมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า จึงทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า ความสามารถในการสลายตัวของ MB จึงต่ำกว่า

5.1.8 การศึกษาอุณหภูมิในการเผาสารตัวอย่าง พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผามีความเป็นผลึกต่ำ และมีเฟสผสมของอนาเทส และบรูคไคต์เป็นหลัก ขนาดของผลึกและขนาดอนุภาคเล็ก มีพื้นที่ผิวสูง และมีความสามารถในการสลาย MB ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 700, 800 และ 900 °C

5.1.9 การศึกษาสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และไม่ได้เผา มีลักษณะเป็นเม็ดค่อนข้างกลม ส่วน P25 จะมีลักษณะเป็นเม็ดเล็กและฟู ขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ใกล้เคียงกับขนาดอนุภาคของ P25

5.1.10 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และยังไม่ได้เผามีค่าเท่ากับ 10.43 nm ส่วน P25 มีขนาดเท่ากับ 30 nm และการกระจายขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เผามีการกระจายขนาดที่แคบกว่า P25

5.1.11 พื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และยังไม่ได้เผาสูงกว่า P25 คือมีค่าเท่ากับ 181.73 ตารางเมตรต่อกรัม ส่วนพื้นที่ผิวของ P25 มีค่าเท่ากับ 50 ตารางเมตรต่อกรัม

5.1.12 ความเข้มข้นของ MB ในตัวอย่างที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์และยังไม่ได้เผามีค่าลดลงมากเมื่อตั้งทิ้งไว้ในที่มืดคือลดลงจากความเข้มข้นเริ่มต้น 0.02 mmol เหลือ 0.0011 mmol แสดงว่าสามารถดูดซับ MB ในความมืดได้ดี ค่าการดูดซับ MB ในที่มืดคิดเป็น 95.5 % ส่วนความเข้มข้นของ MB ที่ใช้ P25 ลดลงเมื่อตั้งทิ้งไว้ในที่มืดจาก 0.02 mmol เป็น 0.0142 mmol คิดเป็น 29 %

5.1.13 ค่า K ของสารละลาย MB ที่ใช้ P25 มีค่าเท่ากับ 0.0264 min^{-1} ส่วนสารละลาย MB ที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้และยังไม่ได้เผามีค่าเท่ากับ 0.0125 min^{-1} แสดงว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีอัตราการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงได้น้อยกว่า P25 แต่เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้สามารถดูดซับ MB ในที่มืดได้ดี ทำให้ค่า K ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

5.1.14 ความสามารถในการดูดซับในที่มืดของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้อาจจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการสลายสารอินทรีย์ เช่น จุลินทรีย์ หรือแบคทีเรียที่ไม่ต้องการ ในที่มืดได้

5.2. ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ปรับปรุงวิธีการสังเคราะห์ให้สามารถกวนสารละลายได้ขณะทำไมโครเวฟ เพื่อช่วยปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น

5.2.2 ศึกษาความสามารถในการสลายสารอินทรีย์ตัวอื่นที่ไม่ใช่สารที่เป็นประจุบวกของไทเทเนียมไดออกไซด์ตัวนี้

5.2.3 หาเทคนิคเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในรูปที่เป็นอสัณฐาน เพื่อศึกษาองค์ประกอบที่แน่นอนของไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปอสัณฐานได้

รายการอ้างอิง

- [1] Flores, C.Y., Diaz, C., Rubert, A., Benítez, G.A., Moreno, M.S., Fernández Lorenzo de Mele, M.A., Salvarezza, R.C., Schilardi, P.L., Vericat, C. Spontaneous adsorption of silver nanoparticles on Ti/TiO₂ Surfaces. Antibacterial effect on *Pseudomonas aeruginosa*. Journal of Colloid and Interface Science 350 (2010): 402-408.
- [2] Boroski, M., Rodrigues, A. C., Garcia, J. C., Sampaio, L.C., Nozaki, J., Hioka, N. Combined electrocoagulation and TiO₂ photoassisted treatment applied to waste water effluents from pharmaceutical and cosmetic industries. Journal of Hazardous Materials 162 (2009): 448-454.
- [3] Thevenot, P., Cho, J., Wavhal, D., Timmons, R. B., Tang, L. Surface chemistry influences cancer killing effect of TiO₂ nanoparticles. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and medicine 4(3) (2008): 226-236.
- [4] Hu, Q., Marand, E., Dhingra, S., Fritsch, D., Wen, J., Wilkes, G. Poly (amide-imide)/TiO₂ nano-composite gas separation membranes: Fabrication and characterization. Journal of Membrane Science 135 (1997) 65-79.
- [5] Capel, F., Moure, C., Durán, P., González-Elipe, A. R., Caballero, A. Structure-electrical properties relationships in TiO₂-doped stabilized tetragonal zirconia ceramics. Ceramics International 25 (1999) 639-648.
- [6] Reyes, C., Fernández, J., Freer, J., Mondaca, M.A., Zaror, C., Malato, S., Mansilla, H.D. Degradation and inactivation of tetracycline by TiO₂ photocatalysis. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 184 (2006): 141-146.
- [7] Sivalingam, G., Nagaveni, K., Hegde, M.S., Madras, G. Photocatalytic degradation of various dyes by combustion synthesized nano anatase TiO₂. Applied Catalysis B: Environmental 45 (2003): 23–38.
- [8] Periyat, P., Baiju, K.V., Mukundan, P., Pillai, P.K., Warriar K.G.K. High temperature stable mesoporous anatase TiO₂ photocatalyst achieved by silica addition. Applied Catalysis A: General 349 (2008): 13-19.

- [9] Dong, D., Li, P., Li, X., Zhao, Q., Zhang, Y., Jia, C., Li, P. Investigation on the photocatalytic degradation of pyrene on soil surfaces using nanometer anatase TiO₂ under UV irradiation. Journal of Hazardous Materials 174 (2010): 859–863.
- [10] Paola, A. D., Bellardita, M., Marc, G., Palmisano, L., Parrino, F., Amadelli, R. Preparation of Sm-loaded brookite TiO₂ photocatalysts. Catalysis Today 161 (2011): 35–40.
- [11] Zhang, L., Menendez-Flores, V. M., Murakami, N., Ohno T. Improvement of photocatalytic activity of brookite titanium dioxide nanorods by surface modification using chemical etching. Applied Surface Science 258 (2012): 5803-5809.
- [12] Pruethiarenun, K., Isobe, T., Matsushita, S., Nakajima, A. Photocatalytic activity and photoinduced hydrophilicity of brookite–heteropolyacid hybrid films. Applied Catalysis A: General 445– 446 (2012): 274– 279.
- [13] Paola, A.D., Cufalo, D. G., Addamo, M. Bellardita, M., Campostrini, R., Ischia, M., Ceccato, R., Palmisano, L. Photocatalytic activity of nanocrystalline TiO₂ (brookite, rutile and brookite-based) powders prepared by thermohydrolysis of TiCl₄ in aqueous chloride solutions. Colloid and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects 317 (2008): 366-376.
- [14] Li, H., Xu, B., Fan Y. Dramatic activity of mixed-phase TiO₂ photocatalyst synthesized by hydrothermal method. Chemical Physics Letters 558 (2013): 66–71.
- [15] Yang, X., Ma, F., Li, K., Guo, Y., Hu, J., Li, W., Huo, M., Guo, Y. Mixed phase titania nanocomposite codoped with metallic silver and vanadium oxide: New efficient photocatalyst for dye degradation. Journal of Hazardous Materials 175 (2010) 429–438.
- [16] Kolen'ko, Y. V., Burukhin, A. A., Churagulov, B. R., Oleynikov, N. N. Synthesis of nanocrystalline TiO₂ powders from aqueous TiOSO₄ solutions under hydrothermal conditions. Materials Letters 57 (2003) 1124–1129.

- [17] Sugimoto, T., Zhou, X., Muramatsu, A. Synthesis of uniform anatase TiO₂ nanoparticles by gel-sol method: 3. Formation process and size control. Journal of Colloid and Interface Science 259 (2003) 43–52.
- [18] Hidalgo, M.C., Bahnemann, D. Highly photoactive supported TiO₂ prepared by thermal hydrolysis of TiOSO₄: Optimisation of the method and comparison with other synthetic routes. Applied Catalysis B: Environmental 61 (2005) 259–266.
- [19] Fujishima, A., Honda, K. Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. Nature 238 (1972) 37–38.
- [20] Structure of TiO₂ [ออนไลน์].
แหล่งที่มา: [http://www.geocities.jp/ohba_lab_ob_page/Structure/TiO₂_1on_Bond.JPG](http://www.geocities.jp/ohba_lab_ob_page/Structure/TiO2_1on_Bond.JPG).
- [21] Greenwood, N. N., Earnshaw, A. Chemistry of the Elements, (Oxford: Pergamon, 1984): 1117–1119.
- [22] Hanaor, D., Sorrell, C. Review of the anatase to rutile phase transformation, Journal of Materials Science 46 (2011): 855–874.
- [23] Jamieson, J., Olinger, B. Pressure temperature studies of anatase, brookite, rutile and TiO₂ II: A discussion. Mineralogical Notes 54 (1969): 1477.
- [24] ดร. ชนุสิทธิ์ บุรินทร์ประโคน. การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เชิงปฏิบัติการ. เอกสารประกอบการสอนวิชาฟิสิกส์สถานะของแข็ง [ออนไลน์] แหล่งที่มา:
http://www.physics.kku.ac.th/solid/sites/default/.../Chapter-4_Practical_XRD.pdf.
- [25] Zhao, Y., Li, C., Liu, X., Gu, F. Highly enhanced degradation of dye with well-dispersed TiO₂ nanoparticles under visible irradiation, Journal of Alloys and Compounds 440 (2007): 281–286.
- [26] Li, J.-G., Ishigaki, T. Brookite->rutile phase transformation of TiO₂ studied with monodispersed particles. Acta Materialia 52 (2004): 5143–5150.
- [27] Connolly J.R. Introduction Quantitative X-Ray Diffraction Methods [ออนไลน์]
แหล่งที่มา: epswww.unm.edu/xrd/xrdclass/09-Quant-intro.pdf.

- [28] Frey M. H., Payne D. A. Grain-size effect on structure and phase transformations for barium titanate. Physical Reviews B 5 (1996): 3158-3168.
- [29] Cullity, B.D. Elements of X-ray Diffraction. (Reading MA: Addison-Wesley,1978).
- [30] O'Donoghue, M. A guide to Man-made Gemstones. Great Britain. (Van Nostrand Reinhold Company, 1983): 40–44.
- [31] Xie J., LÜ, X., Liu, J., Shu, H. Brookite titania photocatalytic nanomaterials: Synthesis, properties, and applications, Pure and Applied Chemistry 81 (2009): 2407-2415.
- [32] Coronado, D. R., Gattorno, G. R., Pesqueira, M. E., Cab, C., Coss R., Oskam, G. Phase-pure nano TiO₂: anatase, brookite and rutile. Nanotechnology 19 (2008):145605 1-10.
- [33] Pierre, A.C. Introduction to Sol-gel Processing. (Kluwer Academic Publisher, 1998).
- [34] Porkodi, K., Arokiamary, S.D. Synthesis and spectroscopic characterization of nanostructured anatase titania: A photocatalyst, Materials Characterization 58 (2007): 495–503.
- [35] Yasir, V. A., MohanDas, P.N., Yusuff, K.K.M. Preparation of high surface area TiO₂ (anatase) by thermal hydrolysis of titanyl sulphate solution. International Journal of Inorganic Materials 3 (2001): 593–596.
- [36] Hidalgo, M.C., Bahnemann, D. Highly photoactive supported TiO₂ prepared by thermal hydrolysis of TiOSO₄: Optimisation of the method and comparison with other synthetic routes. Applied Catalysis B: Environmental 61 (2005): 259–266.
- [37] Komarnenia, S., Rajha, R. K., Katsuki, H. Microwave-hydrothermal processing of titanium dioxide. Materials Chemistry and Physics 61 (1999): 50-54.
- [38] Hart, J.N., Cervini, R., Cheng, Y.B., Simon, G.P., Spiccia, L. Formation of anatase TiO₂ by microwave processing. Solar Energy Materials & Solar Cells 84 (2004): 135–143.

- [39] Baldassari, S., Komarneni, S., Mariani, E., Villa, C. Microwave-hydrothermal process for the synthesis of rutile. Materials Research Bulletin 40 (2005): 2014–2020.
- [40] Murugan, A. V., Samuel, V., Ravi, V. Synthesis of nanocrystalline anatase TiO₂ by microwave hydrothermal method. Materials Letters 60 (2006): 479–480.
- [41] Zhai, Z. Zou, K. Feng W. Wang, Q. Experimental study on nitrogen-doped nano-scale TiO₂ prepared by microwave-assisted process at low temperature, Modern Applied Science 4 (2010): 95-100.
- [42] Photocatalyst [ออนไลน์]. แหล่งที่มา:
<http://www.photocatalyst.co.jp/e/toha/toha.html>.
- [43] Fujishima, A., Hashimoto, K., Watanabe, T. TiO₂ Photocatalysis: Fundamentals and Applications. (Bkc, Tokyo, 1999).
- [44] Ohtani, B., Handa, J.I., Nishimoto, S.I., Kagiya, T. Highly active semiconductor photocatalyst: Extra-fine crystallite of brookite TiO₂ for redox reaction in aqueous propan-2-ol and/or silver sulfate solution. Chemical Physics Letters 120 (1985): 292–294.
- [45] Kaewgun, S., Lee B. I. Deactivation and regeneration of visible light active brookite titania in photocatalytic degradation of organic dye. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 210 (2010): 162–167.
- [46] Lopez, T., Gomez, R., Sanchez, E., Tzompantzi, F., Vera, L. Photocatalytic activity in the 2,4-dinitroaniline decomposition over TiO₂ sol–gel derived catalysts, Journal of Sol–gel Science and Technology 22 (2001): 99–107.
- [47] S. Bakardjieva, V. Stengl, L. Szatmary, J. Subrt, J. Lukac, N. Murafa, D. Niznansky, K. Cizek, J. Jrkovsky, N. Petrova, Transformation of brookite type TiO₂ nanocrystals to rutile: correlation between microstructure and photoactivity, Journal of Materials Chemistry 16 (2006): 1709–1716.

- [48] Wang, Y., Zhang, L., Deng, K., Chen, X., Z. Zou, Low temperature synthesis and photocatalytic activity of rutile nanorod superstructures. Journal of Physical Chemistry C 111 (2007): 2709-2714.
- [49] Pijarn, N., Jaroenworoluck, A., Sunsaneeyametha, W., Stevens, R. Synthesis and characterization of nanosized-silica gels formed under controlled conditions. Powder Technology 203, (2010): 462-468.
- [50] Czepiel T. P. The Influence of Selected Metal Traces on the Color and Color Stability of Purified Cotton Linters. Doctor's Dissertation. The Institute of Paper Chemistry Appleton, Science and Technology, Wisconsin University, 1959.
- [51] Dir'e, S., Ceccato, R., Babonneau, F. Structural and microstructural evolution during pyrolysis of hybrid polydimethylsiloxane-titania nanocomposites. Journal of Sol-Gel Science and Technology 34 (2005): 53–62.
- [52] Langford J.I., Wilson, A.J.C. Scherrer after Sixty Years: A survey and some new results in the determination of crystallite size. Journal of Applied Crystallography 11 (1978): 102-113.
- [53] Pijarn, N., Jiemsirilers, S., Jinawath, S. Photocatalytic activity of mixed phase TiO₂ from microwave-assisted synthesis. Advance Materials research 664 (2013): 661-666.
- [54] Yu, J.-G., Yu, H.-G., Cheng, B., Zhao, X.-J., Yu, J. C. , Ho, W.-K. The effect of calcination temperature on the surface microstructure and photocatalytic activity of TiO₂ thin films prepared by liquid phase deposition. Journal of Physical Chemistry B 107 (2003): 13871–13879.
- [55] Murakami, N., Kamai, T., Tsubota, T., Ohno, T. Novel hydrothermal preparation of pure brookite-type titanium (IV) oxide nanocrystal under strong acidic conditions. Catalysis Communications 10 (2009): 963–966.
- [56] Hsiang, H.-I, Lin, S.-C. Effects of aging on nanocrystalline anatase-to-rutile phase transformation kinetics. Ceramics International 34 (2008): 557–561.

- [57] Kazemi, M., Mohammadzadeh, M.R. Superhydrophilicity and photocatalytic enhancement of titania nano thin films. Applied Surface Science 257 (2011): 3780–3785.
- [58] Seo, D.-S., Lee, J.-K., Kim H., Synthesis of TiO₂ nanocrystalline powder by aging at low temperature. Journal of Crystal Growth 233 (2001): 298–302.
- [59] Tian, G., Fu, H., Jing, L., Tian, C. Synthesis and photocatalytic activity of stable nanocrystalline TiO₂ with high crystallinity and large surface area. Journal of Hazardous Materials 161 (2009): 1122-1130.
- [60] Bouguer, P. E. d'Optique, sur la gradation de la lumiere (Paris, France: Claude Jombert, 1729): 16.
- [61] Sardela, M. X-ray analysis methods, (The U.S. Department of Energy under grant DEFG02-07-ER46453 and DEFG02-07-ER46471, 2008): 21-22.
- [62] Zhang, H., Banfield, J. F. Understanding polymorphic phase transformation behavior during growth of nanocrystalline aggregates: Insights from TiO₂. Journal of Physical Chemistry B 104 (2000): 3481-3487.
- [63] Wu, C.-S., Hong, Y.-S., Wang, R.-H. The influence of uniaxial tensile strain on the pore size and filtration characteristics of geotextiles. Geotextiles and Geomembranes 26 (2008): 250-262.
- [64] Jiang, J., Oberdo rster, G., Biswas, P. Characterization of size, surface charge, and agglomeration state of nanoparticle dispersions for toxicological studies. Journal of Nanoparticle Research 11 (2009): 77–89.
- [65] Pijarn, N., Jiemsirilrs, S., Jinawath, S. Effect of sample separation processing techniques on particle size and photocatalytic activity of TiO₂ from microwave-assisted synthesis, International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing xx (2013): xx-xx.
- [66] Hu, Y., Tsai, H.-L., Huang, C.-L. Phase transformation of precipitated TiO₂ nanoparticles. Materials Science and Engineering A 334 (2003): 209-214.
- [67] Hu, Y., Tsai, H.-L. Effect of brookite phase on the anatase–rutile transition in titania nanoparticles. Journal of European Ceramic Society 23 (2003): 691-696.

- [68] Koelsch, M., Cas saignon, S., Guillemoles, J. F., Jolivet, J. P. Comparison of optical and electrochemical properties of anatase and brookite TiO_2 synthesized by the sol-gel method. Thin Solid Films 403 –404 (2002) 312–319.
- [69] French, R. A., Jacobsn, A.R., Kim, B., Isley, S.L., Penn, R.L., Baveye, P.C. Influence of ionic strength, pH, and cation valence on aggregation kinetics of titanium dioxide nanoparticles. Environmental Science and Technology 43 (2009) 1354–1359.
- [70] Zeta potential theory [ออนไลน์] แหล่งที่มา:
[<http://www.nbtc.cornell.edu/facilities/downloads/Zetasizer%20chapter%2016.pdf>].
- [71] Suttiponparnit, K., Jiang, J., Sahu, M., Suvachittanont, S., Charinpanitkul, T., Biswas, P. Role of surface area, primary particle size, and crystal phase on titanium dioxide nanoparticle dispersion properties. Nanoscale Research Letters 6-27 (2011): 1-8.
- [72] Bhawe, R. Synthesis and photocatalysis study of brookite phase titanium dioxide nanoparticles. Master of Science Material Science and Engineering. The Graduate School of Clemson University, 2007.
- [73] Behnajady, M. A., Eskandarloo, H., Modirshahla, N., Shokr, M. Sol-Gel low-temperature synthesis of stable anatase-type TiO_2 nanoparticles under different conditions and its photocatalytic activity. Photochemistry and Photobiology 87 (2011): 1002–1008.
- [74] Manzoor, U., Kim, D.K. Synthesis of nano-sized barium titanate powder by solid-state reaction between barium carbonate and titania. Journal of Materials Science Technology 23 (2007): 655-658.
- [75] Haque, K. M. A., Hussain, M. S., Alam, S. S., Islam, S. M. S. Effect of temperature on the synthesis of nano-nickel particles. Nanoscience and Nanotechnology 2 (2012): 104-108.
- [76] Mazaheri, M., Hassanzadeh-Tabrizi S. A., Aminzare, M., Sadrnezhad, S.K. Synthesis of CeO_2 nanocrystalline powder by precipitation

- method. Proceedings of the 11 ECERS Conference, Krakow (2009): 655-658.
- [77] Zhang, H., Banfield, J. F. Understanding polymorphic phase transformation behavior during growth of nanocrystalline aggregates: Insights from TiO₂. Journal of Physical Chemistry B 104 (2000): 3481-3487.
- [78] Li, G., Li, L., Boerio-Goates, J., Woodfield, B.F. High Purity Anatase TiO₂ Nanocrystals: near room-temperature synthesis, grain growth kinetics, and surface hydration chemistry. Journal of American Chemical Society 127 (2005): 8659–8666.
- [79] Komarneni, S., Roy R., Li Q.H. Microwave-hydrothermal synthesis of ceramic powders. Materials Research Bulletin 27 (1992): 1393-1405.
- [80] Sangchay, W., Sikong, L., Kooptarnond, K. Comparison of photocatalytic reaction of commercial P25 and synthetic TiO₂-AgCl nanoparticles. Procedia Engineering 32 (2012): 590 – 596.
- [81] Tanizaki, T., Murakami, Y., Hanada, Y., Ishikawa, S., Suzuki, M., Shinohara, R. Titanium Dioxide (TiO₂)-assisted photocatalytic degradation of volatile organic compounds at ppb level. Journal of Health Science 53 (2007): 514-519.

ภาคผนวก

Mineral phase report of TiO₂ (green)

USER: com
 JADE: Peak ID Extended Report (32 Peaks, Max P/N = 1.9)
 DATE: ๕๓๓๓, ๓.๓๐๗, ๒๐๑๑ ๐๓:๕๒a
 FILE: [100_10_42_700.raw] T2N- 700
 SCAN: 10.0/80.0/0.02/.50011(sec), Cu(40kv,40mA), I(max)=20, 11/02/10 15:25
 PEAK: 17-pts/Parabolic Filter, Threshold=3.0, Cutoff=0.1%, BG=3/1.0, Peak-Top=Summit
 NOTE: Intensity = Counts, 2T(0)=0.0(?), wavelength to Compute d-Spacing = 1.54056A(Cu/K-alpha1)

2-Theta	d(A)	Intensity	I%	Phase ID	d(A)	I%	h	k	l	2-Theta	Delta
25.283	3.5197	17	100.0	Anatase	3.5200	100.0	1	0	1	25.281	-0.002
25.820	3.4477	2	11.8	Brookite	3.4650	80.0	1	1	1	25.689	-0.131
27.420	3.2500	1	5.9	Rutile	3.2470	100.0	1	1	0	27.446	0.026
32.598	2.7446	3	17.6	Brookite	2.7290	4.0	2	0	0	32.790	0.192
35.920	2.4980	1	5.9	Rutile	2.4870	50.0	1	0	1	36.085	0.165
36.680	2.4480	1	5.9	Anatase	2.4310	10.0	1	0	3	36.946	0.266
37.640	2.3878	2	11.8	Anatase	2.3780	20.0	0	0	4	37.800	0.160
38.100	2.3600	3	17.6	Brookite	2.3700	6.0	1	3	1	37.933	-0.167
40.240	2.2393	1	5.9	Brookite	2.2440	18.0	0	2	2	40.151	-0.089
41.440	2.1772	1	5.9	Rutile	2.1880	25.0	1	1	1	41.225	-0.215
42.489	2.1258	1	5.9	Brookite	2.1330	16.0	2	2	1	42.339	-0.150
44.100	2.0518	2	11.8	Rutile	2.0540	10.0	2	1	0	44.050	-0.050
45.920	1.9746	1	5.9	Brookite	1.9685	16.0	0	3	2	46.071	0.151
47.779	1.9020	5	29.4	Brookite	1.8934	30.0	2	3	1	48.011	0.232
48.158	1.8880	7	41.2	Anatase	1.8920	35.0	2	0	0	48.049	-0.109
53.920	1.6990	3	17.6	Anatase	1.6999	20.0	1	0	5	53.890	-0.030
54.360	1.6863	3	17.6	Rutile	1.6874	60.0	2	1	1	54.322	-0.038
54.940	1.6699	1	5.9	Anatase	1.6665	20.0	2	1	1	55.060	0.120
55.260	1.6609	3	17.6	Brookite	1.6617	30.0	2	4	1	55.233	-0.027
56.740	1.6211	1	5.9	Rutile	1.6237	20.0	2	2	0	56.640	-0.100
57.400	1.6040	2	11.8	Brookite	1.6098	13.0	1	1	3	57.174	-0.226
62.000	1.4956	1	5.9	Brookite	1.4942	10.0	0	5	2	62.064	0.064
62.320	1.4887	1	5.9	Anatase	1.4930	4.0	2	1	3	62.119	-0.201
62.860	1.4772	1	5.9	Rutile	1.4797	10.0	0	0	2	62.740	-0.120
63.175	1.4706	3	17.6	Brookite	1.4729	4.0	1	6	0	63.063	-0.112
64.000	1.4536	2	11.8	Rutile	1.4528	10.0	3	1	0	64.038	0.038
64.460	1.4443	1	5.9	Brookite	1.4415	6.0	1	3	3	64.601	0.141
68.760	1.3641	2	11.8	Anatase	1.3641	6.0	1	1	6	68.760	0.000
69.880	1.3450	1	5.9	Rutile	1.3465	12.0	1	1	2	69.788	-0.092
70.440	1.3356	2	11.8	Brookite	1.3358	8.0	3	3	2	70.430	-0.010
73.520	1.2871	1	5.9	Brookite	1.2852	2.0	0	0	4	73.646	0.126
75.140	1.2633	2	11.8	Anatase	1.2649	10.0	2	1	5	75.029	-0.111

Relative Phase content and estimated crystallite size report

File: TiO₂ (green)-1

Range Number : 1

R-Values

Rexp : 42.33	Rwp : 9.64	Rp : 7.14	GOF : 0.23
Rexp': 1.78	Rwp': 0.41	Rp' : 0.41	DW : 0.49

Quantitative Analysis - Rietveld

Phase 1 : Rutile	5.580 %
Phase 2 : Brookite	10.960 %
Phase 3 : Anatase	83.460 %

Background

One on X	2224.487
Chebychev polynomial, Coefficient 0	-83.60794
1	5.877331
2	-0.7111267
3	0.5456051
4	0.08470801

Instrument

Primary radius (mm)	300
---------------------	-----

Secondary radius (mm)	300
Receiving slit width (mm)	0.5
Divergence angle (°)	0.5
Full Axial Convolution	
Filament Length (mm)	12
Sample Length (mm)	15
Receiving Slit Length (mm)	12
Primary Sollers (°)	2.3
Secondary Sollers (°)	2.3
Corrections	
Zero Error	-0.02600622
LP Factor	26.4
Miscellaneous	
Start X	24
Finish X	28
Structure 1	
Phase name	Rutile
R-Bragg	0.454
Spacegroup	136
Scale	4.42262939e-007

Cell Mass	159.758
Cell Volume (Å ³)	62.98586
Wt% - Rietveld	0.931
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	140790614200000.0
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	524.591
Crystal Density (g/cm ³)	4.212
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 1 0)	1
Lattice parameters	
a (Å)	4.6129175
c (Å)	2.9600000

Site	Np	x	y	z	Atom	Occ	Beq
s1	2	0.00000	0.00000	0.00000	Tl+4	1	0.42
s2	4	0.69490	0.69490	0.00000	O-2	1	0.6

Structure 2

Phase name	Brookite
R-Bragg	0.505
Spacegroup	61
Scale	2.14419922e-006
Cell Mass	639.031
Cell Volume (Å ³)	257.01927

Wt% - Rietveld	73.692
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	10000.0
Cry Size Gaussian (nm)	21.4
Strain	
Strain G	0.000269129
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	514.231
Crystal Density (g/cm ³)	4.129
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 1 1)	0.436057
Lattice parameters	
a (Å)	9.1750000
b (Å)	5.4500000
c (Å)	5.1400000

Site	Np	x	y	z	Atom Occ	Beq
s1	8	0.12890	0.09720	0.86280	Tl+4 1	0.37
s2	8	0.00950	0.14910	0.18350	O-2 1	0.46
s3	8	0.23140	0.11100	0.53660	O-2 1	0.53

Structure 3

Phase name	Anatase
R-Bragg	0.982
Spacegroup	141

Scale	2.72100133e-006
Cell Mass	319.516
Cell Volume (\AA^3)	139.49482
Wt% - Rietveld	25.377
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	9375.8
Cry Size Gaussian (nm)	26.1
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	473.736
Crystal Density (g/cm ³)	3.804
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 0 1)	1
Lattice parameters	
a (\AA)	3.8645012
c (\AA)	9.3405229

Site	Np	x	y	z	Atom Occ	Beq
s1	4	0.00000	0.00000	0.00000	Tl+4 1	0.39
s2	8	0.00000	0.00000	0.79190	O-2 1	0.61

File : TiO₂ (green)-2

Range Number : 1

R-Values

Rexp : 36.58 Rwp : 11.00 Rp : 7.33 GOF : 0.31

Rexp': 29.61 Rwp': 9.21 Rp' : 5.71 DW : 0.23

Quantitative Analysis - Rietveld

Phase 1 : Rutile	5.390 %
Phase 2 : Anatase	82.750 %
Phase 3 : Brookite	11.850 %

Background

One on X	91.08536
Chebychev polynomial, Coefficient 0	-1.669771
	1 0.3034616

Instrument

Primary radius (mm)	300
Secondary radius (mm)	300
Receiving slit width (mm)	0.5
Divergence angle (°)	0.5

Full Axial Convolution

Filament Length (mm)	12
Sample Length (mm)	15
Receiving Slit Length (mm)	12
Primary Sollers (°)	2.3
Secondary Sollers (°)	2.3

Corrections

Zero Error	0.08709983
Specimen displacement	-0.04801898
LP Factor	26.4
Absorption (1/cm)	30.09628
Sample Thickness (mm)	0.1148868
Intensity correction applied	

Miscellaneous

Start X	23.5
Finish X	28

Structure 1

Phase name	Rutile
R-Bragg	0.511
Spacegroup	136

Scale	2.33198401e-007
Cell Mass	159.758
Cell Volume (Å ³)	63.47439
Wt% - Rietveld	0.354
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	287480659000.0
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	520.554
Crystal Density (g/cm ³)	4.179
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 1 0)	1
Lattice parameters	
a (Å)	4.6307720
c (Å)	2.9600000

Site	Np	x	y	z	Atom Occ	Beq
s1	2	0.00000	0.00000	0.00000	Tl+4 1	0.42
s2	4	0.69490	0.69490	0.00000	O-2 1	0.6

Structure 2

Phase name	Anatase
R-Bragg	0.179
Spacegroup	141
Scale	1.06606156e-005

Cell Mass	319.516
Cell Volume (Å ³)	139.60332
Wt% - Rietveld	71.096
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	33.5
Cry Size Gaussian (nm)	22.5
Strain	
Strain L	0.9402184
Strain G	0.0001
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	473.368
Crystal Density (g/cm ³)	3.801
Preferred Orientation (Dir 1 : 0 1 1)	0.623418
Lattice parameters	
a (Å)	3.8294735
c (Å)	9.5195760

Site	Np	x	y	z	Atom	Occ	Beq
s1	4	0.00000	0.00000	0.00000	Tl+4	1	0.39
s2	8	0.00000	0.00000	0.79190	O-2	1	0.61

Structure 3

Phase name	Brookite
R-Bragg	1.049

Spacegroup	61						
Scale	1.18719978e-006						
Cell Mass	639.031						
Cell Volume (Å ³)	251.70093						
Wt% - Rietveld	28.550						
Crystallite Size							
Cry Size Lorentzian (nm)	86.6						
Cry Size Gaussian (nm)	27.6						
Strain							
Strain L	0.2116197						
Strain G	0.6086254						
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	525.097						
Crystal Density (g/cm ³)	4.216						
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 1 1)	0.4810426						
Lattice parameters							
a (Å)	9.1346828						
b (Å)	5.3985339						
c (Å)	5.1040571						
<u>Site</u>	<u>Np</u>	<u>x</u>	<u>y</u>	<u>z</u>	<u>Atom</u>	<u>Occ</u>	<u>Beq</u>
s1	8	0.12890	0.09720	0.86280	Tl+4	1	0.37
s2	8	0.00950	0.14910	0.18350	O-2	1	0.46
s3	8	0.23140	0.11100	0.53660	O-2	1	0.53

File: TiO₂ (green)-3

Range Number : 1

R-Values

Rexp : 37.36 Rwp : 11.39 Rp : 8.39 GOF : 0.30

Rexp': 1.15 Rwp': 0.35 Rp' : 0.32 DW : 0.26

Quantitative Analysis - Rietveld

Phase 1 : Rutile	5.580 %
Phase 2 : Anatase	81.850 %
Phase 3 : Brookite	12.570 %

Background

One on X	4144.959
Chebychev polynomial, Coefficient 0	-157.1387
1	11.32286
2	-0.3939407
3	1.078117
4	-0.1453875

Instrument

Primary radius (mm)	300
Secondary radius (mm)	300

Receiving slit width (mm)	0.5
Divergence angle (°)	0.5
Full Axial Convolution	
Filament Length (mm)	12
Sample Length (mm)	15
Receiving Slit Length (mm)	12
Primary Sollers (°)	2.3
Secondary Sollers (°)	2.3
Corrections	
LP Factor	26.4
Miscellaneous	
Start X	24
Finish X	28
Structure 1	
Phase name	Rutile
R-Bragg	1.477
Spacegroup	136
Scale	2.76062443e-006
Cell Mass	159.758
Cell Volume (Å ³)	63.68975

Wt% - Rietveld	2.790
Crystallite Size	
Cry Size Lorentzian (nm)	-1014.2
Cry Size Gaussian (nm)	181327876545.0
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	518.795
Crystal Density (g/cm ³)	4.165
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 1 0)	1
Lattice parameters	
a (Å)	4.6386214
c (Å)	2.9600000

Site	Np	x	y	z	Atom Occ	Beq
s1	2	0.00000	0.00000	0.00000	Ti+4 1	0.42
s2	4	0.69490	0.69490	0.00000	O-2 1	0.6

Structure 2

Phase name	Anatase
R-Bragg	0.081
Spacegroup	141
Scale	4.92672401e-006
Cell Mass	319.516
Cell Volume (Å ³)	139.57553
Wt% - Rietveld	21.820

Crystallite Size

Cry Size Lorentzian (nm)	10000.0
Cry Size Gaussian (nm)	19.2
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	473.463
Crystal Density (g/cm ³)	3.801
Preferred Orientation (Dir 1 : 1 0 1)	1

Lattice parameters

a (Å)	3.8179954
c (Å)	9.5749931

Site	Np	x	y	z	Atom Occ	Beq
s1	4	0.00000	0.00000	0.00000	Tl+4 1	0.39
s2	8	0.00000	0.00000	0.79190	O-2 1	0.61

Structure 3

Phase name	Brookite
R-Bragg	1.878
Spacegroup	61
Scale	4.67139017e-006
Cell Mass	639.031
Cell Volume (Å ³)	254.29949
Wt% - Rietveld	75.390
Crystallite Size	

Cry Size Lorentzian (nm)	1900.2					
Cry Size Gaussian (nm)	26.5					
Strain						
Strain L	0.1873889					
Strain G	0.0001					
Crystal Linear Absorption Coeff. (1/cm)	519.732					
Crystal Density (g/cm ³)	4.173					
Preferred Orientation (Dir 1 : 2 -1 0)	1					
Lattice parameters						
a (Å)	9.2660000					
b (Å)	5.3950000					
c (Å)	5.0870000					
<hr/>						
Site	Np	x	y	z	Atom Occ	Beq
s1	8	0.12890	0.09720	0.86280	Tl+4 1	0.37
s2	8	0.00950	0.14910	0.18350	O-2 1	0.46
s3	8	0.23140	0.11100	0.53660	O-2 1	0.53

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

ชื่อ: นุชนาพร พิจารณ์
สัญชาติ: ไทย

วัน/ เดือน/ ปี เกิด: 15/04/2521

อีเมล: nuchtennis@gmail.com

การศึกษา

2540 - 2543

วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ เคมี) มหาวิทยาลัย
อุบลราชธานี

2547 - 2549

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วท.ม เคมีวิเคราะห์และเคมี
อินทรีย์ประยุกต์) มหาวิทยาลัยมหิดล

การทำงาน

2544-2546

อาจารย์ช่วยสอนที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

2550-2552

ผู้ช่วยนักวิจัย ที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

2552-ปัจจุบัน

นักศึกษาปริญญาเอก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย