การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

ชุติกาญจน์ สายโรจน์

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

ชุติกาญจน์ สายโรจน์

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION OF TiO_2/DIATOMITE FOR 4-CHLOROPHENOL DEGRADATION USING PHOTO-CATALYTIC REACTION

CHUTIKAN SAIROT

A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT
FOR THE DEGREE OF BACHELOR IN CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

COPYRIGHT 2017

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

โดย นางสาวชุติกาญจน์ สายโรจน์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์

ดร.พงษ์เสริฐ ศรีพรหม

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์)

.....กรรมการ
(รศ.ดร.เกรียงศักดิ์ ไกรวัฒนวงศ์)

.....กรรมการ
(ผศ.ดร.วลัยรัตน์ จันทรอัมพร)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง
โดย	นางสาวชุติกาญจน์ สายโรจน์
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2560
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์
	ดร.พงษ์เสริฐ ศรีพรหม

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ ศึกษาการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล โดยใช้ปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite โดยเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล และศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) เพื่อดูลักษณะโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา เทคนิค Brunauer-Emmett-Teller (BET) เพื่อดูพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนเฉลี่ย และปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้น ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง โดยใช้แสงในช่วงอัลตราไวโอเลตร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ เวลาในการทำปฏิกิริยา ค่าความเป็นกรดเบส (pH) เริ่มต้น และค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล ทำการวิเคราะห์ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล หลังทำปฏิกิริยาด้วยเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite พบว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดรูปแบบผลึกแบบอะนาเทส และไดอะตอมไมท์มีรูปแบบผลึกควอร์ตซ์ของซิลิกา และผลการศึกษาสภาวะในการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง พบว่า สภาวะที่ทำให้เกิดการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล สูงที่สุด คือที่ pH5 และความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล เท่ากับ 10 mg/L สามารถสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลได้ร้อยละ 89 เมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 15 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Report Title	Preparation of TiO_2/Diatomite for 4-Chlorophenol degradation using photo-catalytic reaction
By	Miss Chutikan Sairot
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2017
Advisor	Assist.Prof.Dr. Pornsawan Assawasaengrat
	Dr. Pongsert Sriprom

ABSTRACT

The degradation of 4-chlorophenol using photo-catalytic reaction via TiO_2/Diatomite catalyst was investigate. The TiO_2/Diatomite catalysts were prepared by sol-gel method. The TiO_2/Diatomite catalysts were characterized by X-ray diffraction (XRD) and Brunauer-Emmett-Teller (BET). The efficiency of 4-chlorophenol degradation by photo-catalysis using TiO_2/Diatomite was systematically investigated under various operational parameters i.e. reaction time, pH and initial concentration of 4-chlorophenol in solution. The concentrations of 4-chlorophenol was determined by high performance liquid chromatography (HPLC). The result showed that the optimum conditions for maximum degradation of 4-chlorophenol at pH 5 and 10 mg/L of initial concentration of 4-chlorophenol with 89% degradation of 4-Chlorophenol for 15 hours reaction time.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์ เนื่องจากได้รับความช่วยเหลืออย่างดียิ่งจากบุคคลหลายท่าน

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัศวแสงรัตน์ และดร.พงษ์เสริฐ ศรีพรหม อาจารย์ที่ปรึกษาที่ให้คำชี้แนะ ความช่วยเหลือ และให้ความรู้ในการทำงานและตรวจแก้ไขข้อบกพร่องของปริญญานิพนธ์ตลอดการทำงาน อีกทั้งยังช่วยจัดหาเครื่องมืออุปกรณ์และสิ่งจำเป็นต่างๆตลอดการทำงานวิจัย

ขอขอบคุณ คณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้ให้ความรู้ในทุกๆรายวิชาที่ศึกษา อันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำงานวิจัยให้สำเร็จลุล่วง

ขอขอบคุณ นายวงศกร สองเมืองแก่น และนายชนน ตระกูลน่าเลื่อมใส ที่ให้คำแนะนำ ให้คำปรึกษา และให้ความช่วยเหลือในการทำงานวิจัยให้สำเร็จลุล่วง

ขอขอบคุณ นายณัฐภัทร รัตนวิชัย ผู้ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือในการตรวจวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาและให้คำแนะนำในการวิเคราะห์ผล

และขอขอบคุณ บิดา มารดา และครอบครัวที่เคารพ ที่เป็นผู้คอยสนับสนุนและให้กำลังใจในการทำปริญญานิพนธ์นี้ให้สำเร็จลุล่วง ผู้จัดทำรู้สึกซาบซึ้งในพระคุณเป็นอย่างสูง

ชุติกาญจน์ สายโรจน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

		หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย		i
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ		ii
กิตติกรรมประกาศ		iii
สารบัญ		iv
สารบัญตาราง		vi
สารบัญรูป		vii
บทที่ 1	บทนำ	1
	1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
	1.2 วัตถุประสงค์	2
	1.3 ขอบเขตการศึกษา	2
	1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2	ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
	2.1 4-คลอโรฟีนอลในอุตสาหกรรม	3
	2.2 กระบวนการโซลเจล	4
	2.3 ปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง (Photocatalytic reaction)	6
	2.3.1 ชนิดของปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง	7
	2.3.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)	8
	2.4 การจุ่มชุบแบบแห้ง (Dry impregnation)	10
	2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	10
บทที่ 3	วิธีการทดลอง	13
	3.1 สารเคมี	13
	3.2 อุปกรณ์	13
	3.3 ขั้นตอนการทดลอง	14
	3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา	14
	3.3.2 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา	15
	3.3.3 การทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง (Photocatalytic reaction)	16
	3.4 การหาค่าการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล	17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

		หน้า
บทที่ 4	ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล	18
	4.1 การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา	18
	4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffaction (XRD)	18
	4.1.2 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรของรูพรุนด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET)	19
	4.2 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง	19
	4.2.1 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา	19
	4.2.2 ค่า pH ต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง	20
	4.2.3 ความเข้มข้นเริ่มต้นของ4-คลอโรฟีนอลต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง	21
	4.2.4 การทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุด	22
บทที่ 5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	24
เอกสารอ้างอิง		26
ภาคผนวก ก ข้อมูลผลการทดลอง		29
ภาคผนวก ข ข้อมูลการวิเคราะห์และการคำนวณที่เกี่ยวข้อง		31

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ ก.1 ผลการทดลองการเปรียบเทียบชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา..... 29
ตารางที่ ก.2 ผลการทดลองค่า pH เริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุด..... 29
ตารางที่ ก.3 ผลการทดลองค่าความเข้มข้นเริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุด..... 30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

หน้า

ภาพที่ 2.1 4-Chlorophenol..... 3
ภาพที่ 2.2 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล..... 5
ภาพที่ 2.3 กลไกการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์..... 6
ภาพที่ 2.4 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์..... 9
ภาพที่ 3.1 ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล..... 14
ภาพที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล..... 15
ภาพที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของ ไทเทเนียมไดออกไซด์ ไดอะตอมไมท์ และ TiO_2/Diatomite 18
ภาพที่ 4.2 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน..... 20
ภาพที่ 4.3 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่ pH 2 4และ 8 21
ภาพที่ 4.4 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 10 20 และ 30 mg/L..... 22
ภาพที่ 4.5 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุด..... 23
ภาพที่ ข.1 ตำแหน่งพีคมาตรฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์และซิลิกา..... 31
ภาพที่ ข.2 กราฟมาตรฐานของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล..... 32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

น้ำเสียส่วนใหญ่ที่ปล่อยจากอุตสาหกรรมโดยเฉพาะอุตสาหกรรมปิโตรเคมี พลาสติก กระดาษ ยา และ สี มักมีการปนเปื้อนของสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ซึ่งเป็นสารประกอบที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) เชื่อมต่ออยู่กับวงอะโรมาติกและมีคลอรีนแทนที่อยู่ที่ตำแหน่งต่างๆ มักถูกใช้เป็นสารตัวกลางในกระบวนการผลิต ตามเอกสารข้อมูลความปลอดภัยระบุว่าสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล เป็นอันตรายเมื่อกลืนกินหรือสัมผัสผิวหนังหรือหายใจเข้าไป อาจก่อให้เกิดผลข้างเคียงในระยะยาวต่อสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิตทางน้ำ จำเป็นต้องได้รับการบำบัดที่เหมาะสมก่อนปล่อยสู่สิ่งแวดล้อม ซึ่งมีวิธีการบำบัดได้หลายวิธีทั้งทางชีวภาพและทางเคมี เช่น การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic reaction) [1,2] และปฏิกิริยาเฟนตัน (Fenton reaction) เป็นต้น [3]

การบำบัดด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง เป็นกระบวนการออกซิเดชันขั้นสูง (Advanced oxidation processes ,AOPs) อย่างหนึ่งที่นิยมอย่างแพร่หลายเพื่อกำจัดสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาได้เร็ว และราคาถูก เป็นการใช้แสงไปกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy) ดังแสดงในปฏิกิริยา (1)-(3) โดยในที่นี้ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [4]

$$TiO_2 + Photon\ (h\nu) \longrightarrow e^- + h^+ \quad .....(1)$$

$$O_2 + e^- \longrightarrow O_2^- \quad .....(2)$$

$$H_2O + h^+ \longrightarrow OH\bullet + H^+ \quad .....(3)$$

นักวิจัยหลายคนสนใจศึกษากระบวนการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนสารประกอบคลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแตกต่างกัน เช่น TiO_2 [2], ZnO [11], SnO_2 [5] เป็นต้น ซึ่งการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้ยังมีข้อจำกัด คือ เกิดการรวมตัวใหม่ (recombination) ของคู่อิเล็กตรอนโฮลได้ง่าย และแถบช่องว่างพลังงานสูง (Band gap energy) ทำให้ตอบสนองต่อแสงในช่วงความยาวคลื่นที่แคบ จึงมีนักวิจัยหลายคนได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์บนแร่ดินเหนียว rectorite โดย Zhujian Huang พบว่า โครงสร้างของดินประกอบด้วยชั้นซิลิกาสลับกับชั้นอลูมินาซึ่งมีความสามารถในการดูดซับไอออนได้ดี จึงเหมาะใช้เป็นตัวรองรับที่ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยา [7] นอกจากนี้ ไดอะตอมไมต์ (Diatomite) หรือแร่ดินเบา เป็นดินเนื้อละเอียดที่มีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วง 10-200 ไมครอน มีความพรุน และมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

องค์ประกอบของสารจำพวกซิลิกาและอลูมินาเช่นเดียวกับ rectorite จึงเป็นตัวดูดซับที่ดีชนิดหนึ่ง และเนื่องจากไดอะตอมไมต์เป็นสารจากธรรมชาติ หาได้ง่าย งานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาการใช้ไดอะตอมไมต์เป็นตัวรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา

ดังนั้นงานวิจัยนี้ต้องการศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ในการกำจัดสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยวิธีการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง และหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสง

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite

1.2.2 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite

1.3 ขอบเขตการศึกษา

1.3.1 สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล และทำการวิเคราะห์คุณลักษณะทางอสันฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) และวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนเฉลี่ย และปริมาตรรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET)

1.3.2 ทำการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยมีตัวแปรที่เกี่ยวข้อง ได้แก่

1. ตัวแปรอิสระ
   - ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล (10 ถึง 30 mg/L)
   - ค่า pH (2 ถึง 8)
   - เวลาในการทำปฏิกิริยา
2. ตัวแปรตาม
   - อัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite และทราบคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

1.4.2 สามารถหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

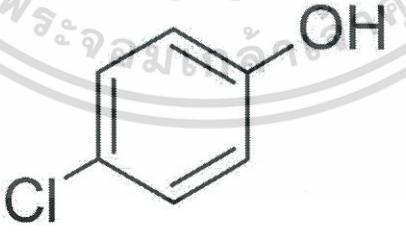
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 4-คลอโรฟีนอลในอุตสาหกรรม

4-คลอโรฟีนอล เป็นอนุพันธ์ของฟีนอลที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl Group) เชื่อมต่ออยู่กับวงอะโรมาติกและมีคลอรีนแทนที่อยู่ที่ตำแหน่งพารา (Para) ดังแสดงในภาพที่ 2.1ลักษณะเป็นของแข็งสีขาว ละลายได้ดีในแอลกอฮอล์ มีฤทธิ์เป็นกรดและไม่ติดไฟ ฟีนอลหรืออนุพันธ์ของฟีนอลมักถูกใช้เป็นสารตั้งต้นหรือตัวกลางในการผลิตในอุตสาหกรรมเคมี โดยเฉพาะอย่างยิ่ง อุตสาหกรรมสีย้อม สารเคมีกำจัดวัชพืช การผลิตพลาสติก และการผลิตกระดาษ 4-คลอโรฟีนอลจัดเป็นสารเคมีอันตรายมีความเป็นพิษสูง มีความเสถียรทางเคมีมากที่สภาวะมาตรฐานเป็นผลให้เกิดการสลายตัวได้ยากเมื่อเกิดการปนเปื้อนสู่สิ่งแวดล้อม ซึ่งความเป็นพิษของ 4-คลอโรฟีนอล แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

- **การเป็นพิษเฉียบพลัน (Acute toxic)** อันเกิดจากการสัมผัส จะทำให้เกิดการระคายเคืองต่อผิวหนัง เยื่อบุตา เยื่อบุระบบทางเดินหายใจ มีอาการวิงเวียนศีรษะ อาเจียน ท้องร่วง และการได้รับสารฟีนอลเข้าทางปากเพียง 4.8 มิลลิกรัม จะทำให้เสียชีวิตได้ภายใน 15 นาที

- **ความเป็นพิษเรื้อรัง (Chronic toxic)** อันเกิดจากการสัมผัส และได้รับสารฟีนอลเป็นเวลานานจนเกิดการสะสมในร่างกายระยะยาวแล้วเริ่มปรากฏอาการ เช่น ท้องร่วง เบื่ออาหาร ตับวาย และอาจก่อให้เกิดโรคมะเร็งได้



ภาพที่ 2.1 4-Chlorophenol

ที่มา : http://www.prepchem.com/synthesis-of-4-chlorophenol/

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมบัติทางเคมีและทางกายภาพพื้นฐานของ 4-คลอโรฟีนอล

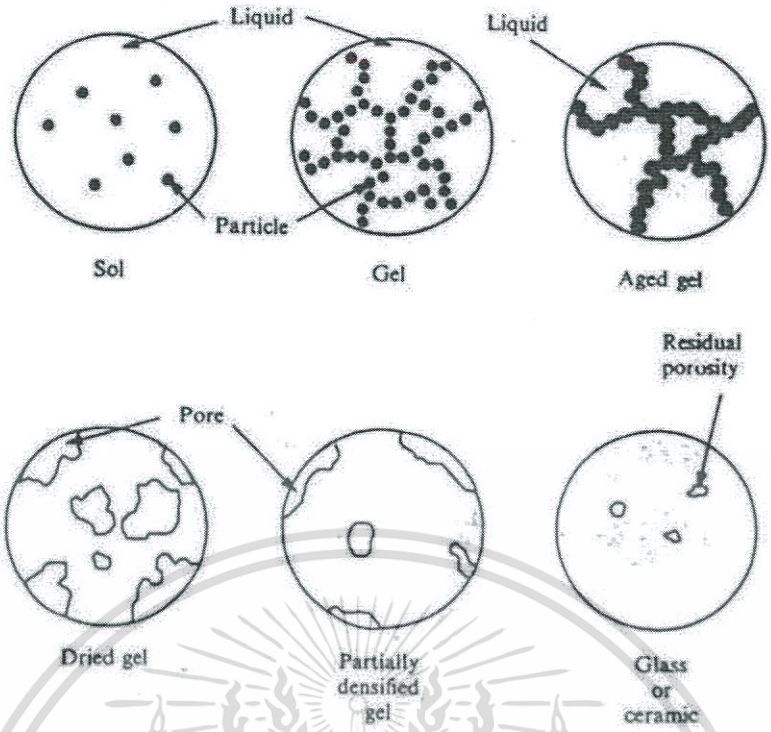
- สมการเคมี C_6H_5ClO หรือ C_6H_4ClOH
- มวลโมเลกุล 128.55 กรัม/โมล
- รูปแบบ ของเหลว
- สี ไม่มีสี
- กลิ่น คล้ายฟีนิล
- ค่าความเป็นกรด-เบส ประมาณ 5 ที่ 20 องศาเซลเซียส
- ความหนาแน่น 1.00 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ 20 องศาเซลเซียส

ค่ามาตรฐานน้ำทิ้งของสารฟีนอลจากโรงงานอุตสาหกรรม และนิคมอุตสาหกรรม พ.ศ. 2539 กำหนดให้มีค่าฟีนอลไม่เกิน 1 มิลลิกรัม/ลิตร ซึ่งปริมาณฟีนอลในน้ำเสียจะแตกต่างกันตามประเภทและขนาดอุตสาหกรรมนั้นๆ

2.2 กระบวนการโซลเจล

เป็นกระบวนการหนึ่งที่นิยมใช้สำหรับการผลิตสารหรือสังเคราะห์วัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวและต้องการความบริสุทธิ์สูง เป็นกระบวนการเปลี่ยนของเหลวที่มีอนุภาคของแข็งแขวนลอยเรียกว่าโซล (Sol) เป็นของแข็งที่เรียกว่าเจล (Gel) ดังแสดงในภาพที่ 2.2 ซึ่งอนุภาคของแข็งที่แขวนลอยมีขนาดเล็กประมาณ 1-1000 นาโนเมตร จนแรงโน้มถ่วงไม่มีผลทำให้ตกตะกอน โดยการนำสารตั้งต้น (Precursor) ซึ่งนิยมใช้สารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal alkoxide มาทำปฏิกิริยากับตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น น้ำ หรือแอลกอฮอล์ เกิดสารประกอบที่อยู่ในลักษณะของโซล จากนั้นทำให้กลายเป็นเจลโดยกำจัดของเหลวออกไปและโซลจับตัวกันเป็นร่างแหเกิดเป็นของแข็งที่มีของเหลวอยู่ภายใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.2 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล

ที่มา : http://phys.suwan.ac.kr/jgyoon/lab/solgel.html

กระบวนการโซล-เจลประกอบด้วย 3 ปฏิกิริยาสำคัญ คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นด้วยน้ำ (Water condensation) และการควบแน่นด้วยแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังสมการ

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส :

$$M\text{-}O\text{-}R + H_2O \longrightarrow M\text{-}OH + R\text{-}OH$$

ปฏิกิริยาควบแน่นด้วยน้ำ :

$$M\text{-}OH + OH\text{-}M \longrightarrow M\text{-}O\text{-}M + H_2O$$

ปฏิกิริยาควบแน่นด้วยแอลกอฮอล์ :

$$M\text{-}O\text{-}R + HO\text{-}M \longrightarrow M\text{-}O\text{-}M + R\text{-}OH$$

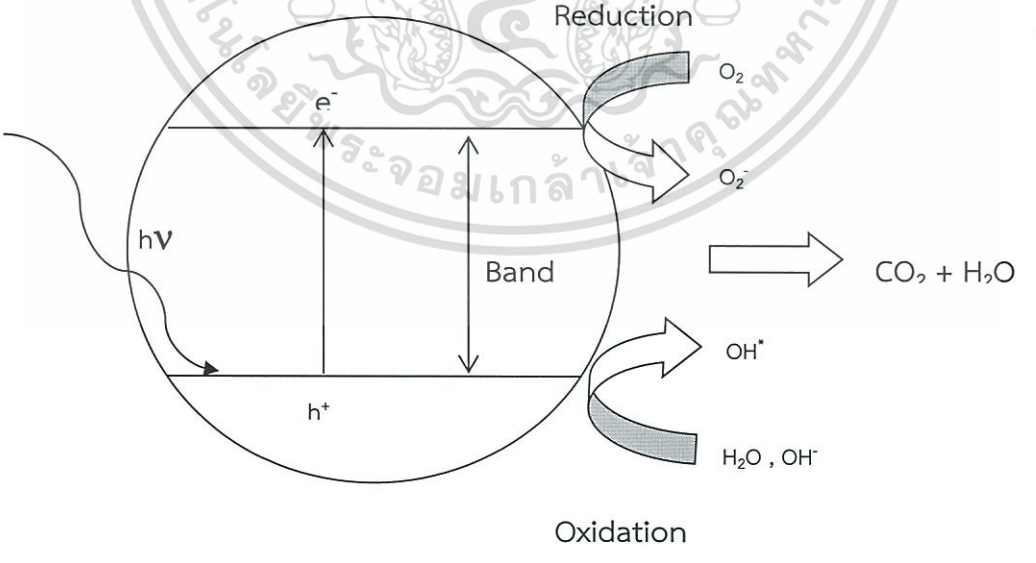
เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce และ OR แทน Alkoxyl group มีปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ ค่าความเป็นกรด-เบส อัตราส่วนโมลของน้ำกับโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในภาวะต่างกันทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในกระบวนการผลิตทั้งจากสภาวะที่เป็น Sol และ Gel เมื่อเข้าสู่กระบวนการ ทำให้แห้ง หรือเผาที่อุณหภูมิต่ำจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่าง ๆ เช่น เส้นใย (fiber) แอโรเจล (aerogel) ซีโรเจล (xerogel) ผง (powder) และการเคลือบฟิล์ม (coating film) สำหรับใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับอุตสาหกรรมอื่น ๆ ต่อไป

2.3 ปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง (Photocatalytic reaction)

ปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเป็นกระบวนการ Advanced Oxidation Processes (AOPs) อย่างหนึ่ง เป็นการใช้แสงไปกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band Gap Energy) ของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อกระตุ้นอิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์ (Valence Band) ไปยังแถบการนำ (Conduction Band) ทำให้เกิดโฮล (Hole) ประจุบวกขึ้นที่แถบเวเลนซ์ (Valence Band) เมื่อสัมผัสกับความชื้นหรือน้ำ ที่แถบเวเลนซ์โฮลจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกลายเป็นไฮดรอกซิลเรดิคอล (OH^*) และที่แถบการนำเกิดปฏิกิริยารีดักชันโดยอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ไปยังตัวรับอิเล็กตรอนซึ่งคือออกซิเจน (O_2) ที่ถูกดูดซับ ได้เป็นซุปเปอร์ออกไซด์เรดิคอล (O_2^-) ไฮดรอกซิลเรดิคอล (OH^*) และซุปเปอร์ออกไซด์เรดิคอล (O_2^-) เป็นตัวออกซิไดซ์ที่ดีเมื่อทำปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ทำให้เกิดการสลายตัวขึ้น ได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำตามภาพที่ 2.3 โดยในที่นี้ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพที่ 2.3 กลไกการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเป็นไปตามสมการ

ปฏิกิริยากระตุ้นด้วยแสง : $TiO_2 + Photon\ (h\nu) \longrightarrow e^- + h^+$

โดย h^+ มีคุณสมบัติเป็นตัวออกซิเดทีฟ (Oxidative)

e^- มีคุณสมบัติเป็นตัวรีดักทีฟ (Reductive)

ปฏิกิริยาออกซิเดชัน : $h^+ + OH^- \longrightarrow OH^*$

ปฏิกิริยารีดักชัน : $O_2 + e^- \longrightarrow O_2^-$

ปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง (Photocatalytic) เกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อได้รับแสงหรือพลังงานโฟตอนมากพอ เรียกพลังงานนี้ว่าพลังงานกระตุ้น (Activation energy) คำนวณได้จากสมการ

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

เมื่อ E คือ พลังงานของโฟตอน (Photon energy) (จูล)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Plank's constant) = 6.625×10^{-34} (จูล-วินาที)

v คือ ความถี่ (เฮิรตซ์ หรือวินาที$^{-1}$)

c คือ ความเร็วของคลื่นแสง = 2.997×10^8 (เมตร/วินาที)

λ คือ ความยาวคลื่นแสง (นาโนเมตร)

2.3.1 ชนิดของปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

แบ่งเป็น 2 ประเภทตามสถานะของตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่

1. การเร่งปฏิกิริยาแบบสถานะเดียวหรือแบบเนื้อเดียวกัน (Homogeneous Photocatalysis) คือ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสถานะเดียวกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด

2. การเร่งปฏิกิริยาแบบต่างสถานะ (Heterogeneous Photocatalysis) คือ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในสถานะที่ต่างกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด ซึ่งมีข้อดีคือสามารถแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกมาได้ง่าย

2.3.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

1. ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นวัสดุกึ่งตัวนำประเภทเซรามิกออกไซด์ชนิดหนึ่งที่สามารถเตรียมให้มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรได้ และได้รับความสนใจจากภาคอุตสาหกรรมเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีความเสถียรต่อสารเคมี ไม่มีความเป็นพิษสูง ราคาไม่แพง เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ใช้เปลี่ยนพลังงานเคมีในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง (Photocatalysis)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรหรือนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (Nano-titanium dioxide) เป็นวัสดุที่มีศักยภาพในการนำมาประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการใช้พลังงานแสงซึ่งเป็นพลังงานสะอาดกระตุ้นผ่านการโฟโตคะตะไลซิส โดยฉายแสงยูวีไปยังสารกึ่งตัวนำในน้ำ ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันในการกำจัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์

สมบัติเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์

- มวลโมเลกุล 79.9 กรัม/โมล
- ความหนาแน่น 3.84-4.26 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร
- จุดเดือด 2,500 องศาเซลเซียส
- ไม่ละลายน้ำ

สมบัติทางกายภาพและเชิงกลของไทเทเนียมไดออกไซด์

- สถานะเป็นของแข็งสีขาว
- พื้นที่ผิว 50 ตารางเมตร/กรัม
- ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 20 นาโนเมตร
- ความหนาแน่น 130 กรัม/ลิตร
- ความถ่วงจำเพาะ 0.7 กรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

ไทเทเนียมได้ออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแตกแต่งกัน 3 รูปแบบคือ

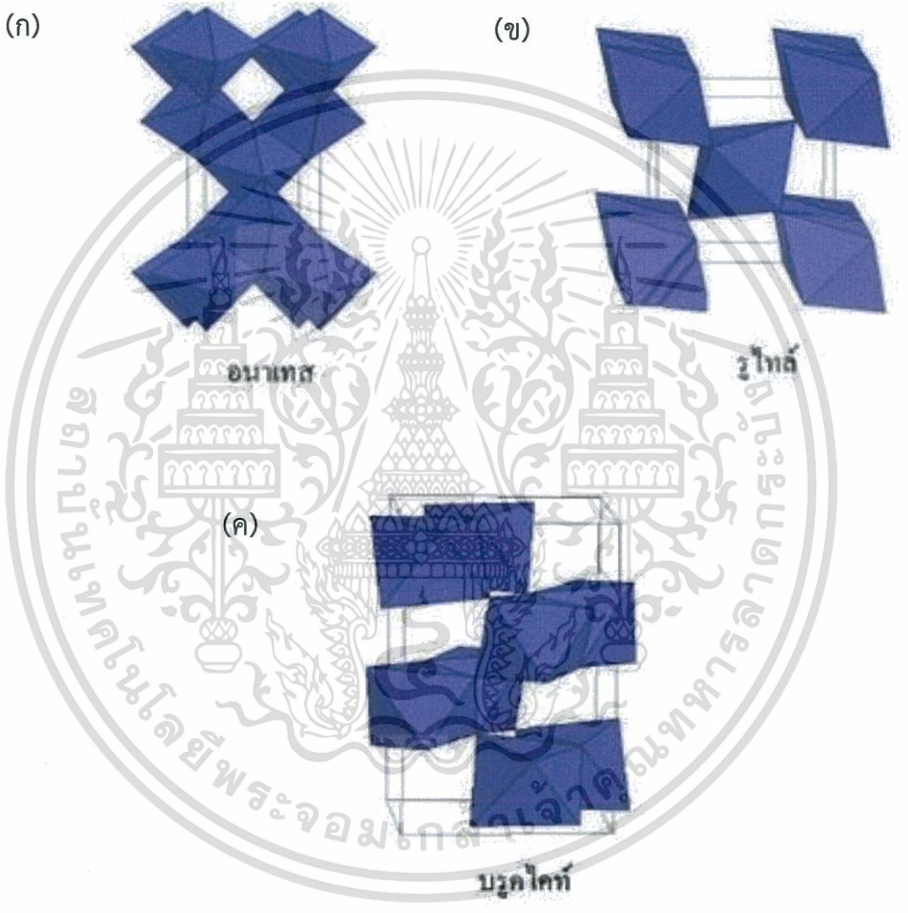
1. **อะนาเทส (Anatase)** เป็นโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนัล (Tetragonal) แสดงดังภาพที่ 2.4(ก) เป็นชนิดที่พบในธรรมชาติปานกลาง หากให้ความร้อนสูงกว่า 915 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นรูไทล์

2. **รูไทล์ (Rutile)** เป็นโครงสร้างแบบเตตระโกนัล (Tetragonal) แสดงดังรูปที่ 2.4(ข) เป็นชนิดที่พบมากที่สุดในธรรมชาติ มีความคงทน และเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่สูง

3. **บรูคไคท์ (Brookite)** เป็นโครงสร้างผลึกแบบออร์โทรอมบิก (Orthorhombic) แสดงดังรูปที่ 2.4(ค) เป็นชนิดที่พบได้น้อยในธรรมชาติ มีความเสถียรต่ออุณหภูมิต่ำ หากได้รับความร้อนมากกว่า 750 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันส่งผลให้คุณสมบัติแตกต่างกัน โดยที่โครงสร้างผลึกที่นิยมนำมาใช้สำหรับกระบวนการเร่งด้วยแสงคือ โครงสร้างผลึกแบบ อะนาเทส และรูไทล์ ผลึกของโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสมีค่าเท่ากับ 3.23 โวลต์ ในขณะที่รูไทล์มีค่าเท่ากับ 3.02 โวลต์ จึงทำให้ผลึกแบบอะนาเทสมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากว่า ส่วนโครงสร้างผลึกแบบบรูคไคต์นั้นทำให้บริสุทธิ์ได้ยาก ส่วนโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์จะเกิดการร่วมตัวใหม่ของอิเล็กตรอนและโฮลได้ง่าย



ภาพที่ 2.4 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ (ก) อะนาเทส (ข) รูไทล์ (ค) บรูคไคท์

ที่มา : http://www.siamchemi.com

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ไดอะตอมไมต์ (Diatomite)

ดินเบา หรือ หรือไดอะตอมไมต์ (Diatomite) เป็นหินตะกอนที่มีสารจำพวกซิลิกาเป็นองค์ประกอบ มีลักษณะอ่อนนุ่ม เกิดขึ้นตามธรรมชาติ เป็นผงขนาดเล็ก ละเอียดน้ำตาล มีขนาดของผงอยู่ในช่วง น้อยกว่า 1 ไมครอน ไปจนถึงมากกว่า 1 มิลลิเมตร แต่ที่พบโดยปกติจะอยู่ในช่วง 10 ถึง 200 ไมครอน องค์ประกอบทางเคมีคือ สารจำพวกซิลิกา 80-90 % สารจำพวกอลูมินา(พบในแร่ดินเป็นส่วนใหญ่) 2-4% และ สารจำพวกเหล็กออกไซด์ 0.5-2% การนำไปใช้ประโยชน์ ไดอะตอมไมต์มีปฏิกิริยาทางเคมีเชื่องช้า เป็นตัวนำความร้อนที่เลว จึงมีประโยชน์เป็นส่วนผสมในการทำกระดาษสาเพื่อให้เนื้อกระดาษแน่นเนียน เป็นฉนวน และเป็นสารที่ใช้ในการกรองได้ดี เช่น กรองน้ำตาลและสารกรองอื่นๆ ดินชนิดนี้ใช้ขัดภาชนะโลหะได้ดี เพราะมี ซิลิกาขนาดละเอียดยิบอยู่ในเนื้อ นอกจากนี้ยังใช้เป็นตัวดูดซับหรือฉนวนในระเบิดไดนาไมต์ด้วย

2.4 การจุ่มชุบแบบแห้ง (Dry impregnation)

วิธีการจุ่มชุบเป็นเทคนิคหนึ่งในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยการสัมผัสกันของของแข็งและของเหลวที่มีสารที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้ไปเกาะที่พื้นผิวของตัวรองรับ

การจุ่มชุบแบบแห้ง (Dry impregnation) จะทำการหยดสารละลายจนเต็มรูพรุนของสารตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาจนพอดี โดยจะเกิดกระบวนการ 3 ขั้นตอน คือ

1. เกิดการถ่ายเทตัวถูกละลายเข้าสู่พื้นผิวภายในของตัวรองรับ
2. เกิดการแพร่ตัวถูกละลายเข้าสู่รูพรุนของตัวรองรับ
3. ตัวทำละลายถูกดูดซึมอยู่ที่บริเวณผนังของรูพรุน

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ซึ่งเป็นสารประกอบจากฟีนอลที่มีความเสถียรทางเคมีมากทำให้กำจัดได้ยาก ส่วนใหญ่พบ 4-คลอโรฟีนอลปนเปื้อนในน้ำเสียจากอุตสาหกรรม โดยเฉพาะอุตสาหกรรมปิโตรเคมี พลาสติก กระดาษ ยา และสี ซึ่งอาจก่อให้เกิดอันตรายต่อสภาพแวดล้อมและสิ่งมีชีวิต การกำจัด 4-คลอโรฟีนอล ทำได้หลายวิธี เช่น ปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง (photocatalytic reaction) และปฏิกิริยาเฟนตัน (fenton reaction) เป็นต้น ซึ่งมีนักวิจัยหลายท่านสนใจศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแตกต่างกัน โดย Seo Jin Ki et al. [1] ศึกษาการพัฒนาวิธีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง โดยใช้แสงไมโครเวฟ และแสง UV และใช้ TiO_2 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำการศึกษาโดยปรับสภาวะต่างๆที่มีผลต่ออัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ ค่าความเข้มของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสงไมโครเวฟ ค่าpH ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) และทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงโดยใช้แสงไมโครเวฟเพียงอย่างเดียว จากนั้นทำการศึกษาเปรียบเทียบอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอล กับการใช้แสงไมโครเวฟร่วมกับแสง UV โดยกำหนดสภาวะต่างๆค่าหนึ่ง ผลการศึกษาพบว่า ค่าความเข้มของแสงไมโครเวฟระหว่าง 0.2-0.5 kW ช่วยเพิ่มอัตราการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล แต่หลังจาก 0.4 kW อัตราการสลายจะเพิ่มขึ้นน้อยมาก ผลจากค่าpH พบว่าอัตราการสลายมากที่สุดที่ pH2 และผลจาก H_2O_2 พบว่าการเติม H_2O_2 ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการสลาย 4-คลอโรฟีนอล และการใช้แสงไมโครเวฟร่วมกับแสง UV และเติม H_2O_2 ช่วยเพิ่มอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอล มากกว่าการใช้แสงไมโครเวฟอย่างเดียว แต่การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2 ยังมีข้อจำกัด คือ เกิดการรวมตัวใหม่ (recombination) ของคู่อิเล็กตรอนโฮลได้ง่าย และแถบช่องว่างพลังงานสูง (Band Gap Energy) ทำให้ตอบสนองต่อแสงในช่วงความยาวคลื่นที่แคบ ดังนั้น Peerawas Kongsong et al. [16] ได้ศึกษาการสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง ใช้ N-doped SnO_2/TiO_2 บนผิว glass fiber เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การศึกษานี้ทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีโซล-เจล และเคลือบบน glass fiber ด้วยวิธี dipping ทำการศึกษาผลของปริมาณไนโตรเจนที่เคลือบ และอัตราการสลายของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล จากการศึกษาพบว่า การเคลือบด้วยไนโตรเจนช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยา ช่วยลดแถบช่องว่างพลังงาน และเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง โดยประสิทธิภาพสูงสุดของการสลาย 2,4-ไดคลอโรฟีนอล เพิ่มขึ้นถึง 93.65% เมื่อทำปฏิกิริยา 12 ชั่วโมง ของ 40N/SnO_2/TiO_2 นอกจากนี้การเคลือบ SnO_2/TiO_2 ด้วยปริมาณไนโตรเจนที่เหมาะสม เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพการสลายด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงถึง 4 เท่าเมื่อเทียบกับการใช้ TiO_2 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพียงอย่างเดียว ต่อมามีนักวิจัยได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการเคลือบลงบนแร่ธรรมชาติ โดย Zhujian Huang et al. [7] ได้ศึกษาการเคลือบ N และ Cu ลงบนตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2 และเคลือบลงบนแร่ดินเหนียว rectorite เพื่อศึกษาการสลายสารประกอบ *p*-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง ของตัวเร่งปฏิกิริยา (N,Cu) co-doped TiO_2 /rectorite เปรียบเทียบกับการใช้ TiO_2 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพียงอย่างเดียว ทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้เตตระบิทิลไททาเนท (tetrabutyl titanate) เป็นสารตั้งต้น ใช้แสง visible ในการทำปฏิกิริยา ความเข้มข้นเริ่มต้นของ *p*-คลอโรฟีนอล เท่ากับ 20 mg/L จากการศึกษาพบว่า แถบช่องว่างพลังงาน (Energy gap) มีค่าลดลงจาก TiO_2 มีค่า 3.2 eV ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา (N,Cu) co-doped TiO_2 /rectorite มีค่าลดลงเป็น 2.54 eV การเคลือบ TiO_2 ลงบนแร่ดิน rectorite เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสของตัวเร่งปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ในน้ำ รวมถึงเพิ่มพื้นที่ผิวในการดูดซับ และเพิ่มอัตราการดูดซับสารประกอบอินทรีย์บนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนการเคลือบ N และ Cu มีผลต่อโครงสร้างผลึกของ TiO_2 โดยการเคลือบ N ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการสลายสารประกอบ *p*-คลอโรฟีนอล ปริมาณ N ที่เหมาะสมที่สุดคือ 1% โดยที่ปริมาณ N นี้สลายได้ดีที่สุดที่ pH 5 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1.0 g/L

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยต่างๆ พบว่า การสลาย 4-คลอโรฟีนอล หรือสารประกอบของฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงโดยใช้ TiO_2 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถปรับปรุงและเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายได้โดยการเคลือบด้วยโลหะหรือสารกึ่งตัวนำต่างๆ ร่วมถึงการเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนแร่ดินเพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส เป็นอีกทางหนึ่งที่ช่วยเพิ่มอัตราการสลายสารประกอบของฟีนอล ดังนั้นการศึกษานี้จึงสนใจศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO_2/diatomite และศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

จากวัตถุประสงค์งานวิจัยเพื่อสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite เพื่อสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สามารถแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วนหลัก ได้แก่ การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา และการทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ที่สังเคราะห์ได้เพื่อสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล โดยศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล ค่า pH และเวลา ในการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเพื่อสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล ขั้นตอนการทดลองแสดงรายละเอียดได้ดังนี้

3.1 สารเคมี

3.1.1 เตตระบิวทิล ไททาเนท (Tetrabutyl titanate, $C_{16}H_{36}O_4Ti$)

3.1.2 เอธานอล (Ethanol, C_2H_6O), AR grade, Carlo Erba Reagents S.A.S, France

3.1.3 กรดอะซิติก (Acetic acid, CH_3COOH), AR grade, RCI Labscan Limited, Thailand

3.1.4 กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3), AR grade, RCI Labscan Limited, Thailand

3.1.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH), AR grade, EMD Millipore Corporation, Germany

3.1.6 ไดอะตอมไมต์ (Diatomite), TK diatomite, Thailand

3.1.7 4-คลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol), EMD Millipore Corporation, Germany

3.1.8 อะซิโตไนไตร (Acetonitrile), HPLC grade, Leonid

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 เครื่องกวนแม่เหล็ก, รุ่น IKA C-MAG H59

3.2.2 เตาอบ, บริษัท เคโมไซเอนซ์ (ประเทศไทย) จำกัด

3.2.3 เตาเผา, บริษัท Thermo scientific

3.2.4 ปั๊มสุญญากาศ, รุ่น TC501v, SPARMAX, Taiwan

3.2.5 บีกเกอร์ขนาด 100 mL และ 500 mL (Duran, Germany)

3.2.6 ขวดปรับปริมาตรขนาด 100 mL 25mL และ 1000 mL (Duran, Germany)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.7 ชุดอุปกรณ์ในกระบวนการเร่งด้วยแสง

3.2.8 เครื่องวัด pH, รุ่น pH 700, EU tech instruments

3.2.9 เครื่องชั่งสาร, รุ่น CP225D, SARTORIUS AG, Germany

3.2.10 เครื่อง High-performance liquid chromatography (HPLC), รุ่น P2000, Sp thermoseparation product

3.2.11 เครื่อง X-ray diffraction (XRD), รุ่น 6100, Shimadzu

3.2.12 เครื่อง Brunauer–Emmett–Teller (BET), Bel. Japan, INC.

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

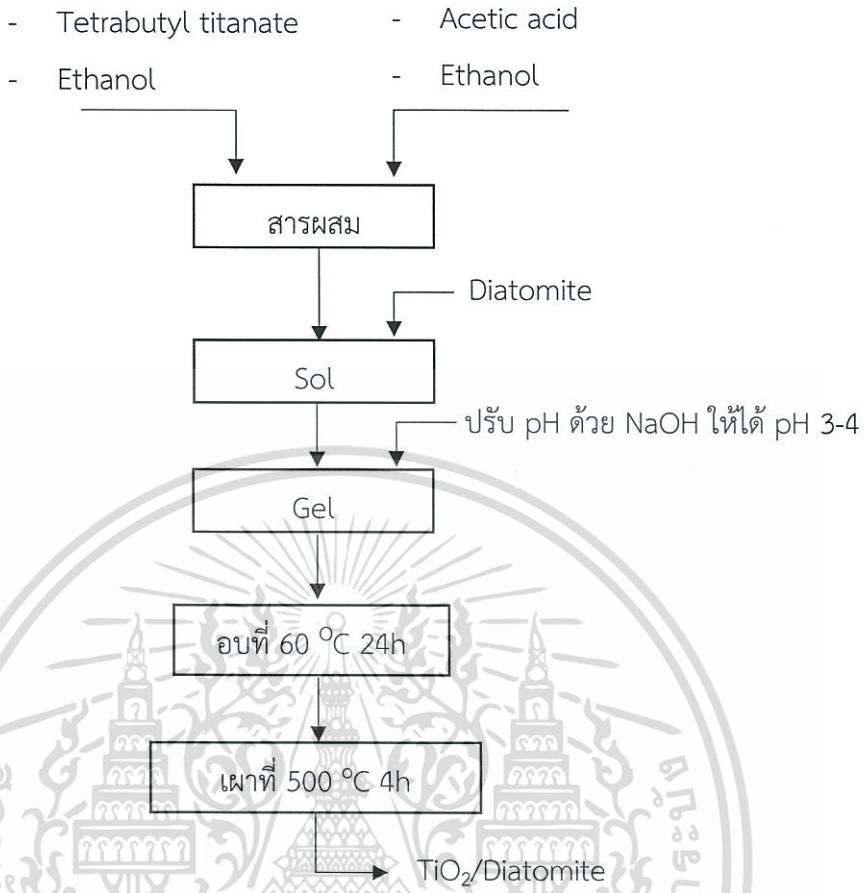
การทดลองแบ่งออกเป็น 3 ส่วนหลักๆ แสดงรายละเอียดได้ดังนี้

3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล ทำได้โดย เตรียมสารละลายระหว่างเตตระบิวทิลไททาเนต (Tetrabutyl titanate) กับเอธานอล เป็นสารละลายที่ 1 และ สารละลายระหว่าง เอธานอล และกรดอะซิติก เป็นสารละลายที่ 2 จากนั้นหยดสารละลายที่ 2 ลงในสารละลายที่ 1 ที่ถูกกวนอยู่ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้เกิดสารละลายที่เรียกว่าโซล จากนั้นเติมไดอะตอมไมท์ลงไปและปรับค่า pH โดยการหยดโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปจนสารเกิดก่อตัวกลายเป็นเจล แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เพื่อกำจัดน้ำออก และเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบด จะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/diatomite ในลักษณะเป็นผงสีน้ำตาลอ่อนแสดงได้ดังภาพที่ 3.1 ภาพที่ 3.2

ภาพที่ 3.1 ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล

3.3.2 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างและความเป็นผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) จากนั้นศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดรูพรุนเฉลี่ย และปริมาตรของรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ ด้วยวิธี Brunauer–Emmett–Teller (BET)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง (Photocatalytic reaction)

1. การหาผลของการดูดซับ (Adsorption) ของตัวเร่งปฏิกิริยา

ทำการทดลองเพื่อหาผลของการดูดซับ 4-คลอโรฟีนอล ของตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ก่อนเริ่มกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เพื่อให้การศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอล เกิดจากกระบวนการเร่งด้วยแสงเพียงอย่างเดียว ทำการทดลองโดยกำหนดสภาวะที่ใช้ในการทดลอง คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล 10 mg/L และใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L จากนั้นเติมตัวเร่งปฏิกิริยาลงในสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลที่ถูกกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก เริ่มจับเวลา และเก็บตัวอย่างที่เวลา 10 30 60 120และ 180 นาที จากนั้นนำสารตัวอย่างไปวัดค่าความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลด้วยเทคนิค High-performance liquid chromatography (HPLC) แล้วบันทึกผล

2. กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

ในกระบวนการปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง ทำปฏิกิริยาโดยเตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลที่ความเข้มข้นที่ต้องการ จากนั้นปรับ pH ของสารละลายเป็นค่าที่ต้องการโดยใช้กรดไนตริก หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ และชั่งตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite มาจำนวน 1 g/L ซึ่งเป็นปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ค่าการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอลได้มากที่สุด จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมไว้ไปทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงในตู้ที่ติดหลอด UV ทำปฏิกิริยาโดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ชั่งไว้ลงไปในสารละลายที่กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กและเริ่มจับเวลาโดยใน 10 นาทีแรกทำปฏิกิริยาในที่มืดเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการดูดซับจากนั้นจึงเปิดแสงและเก็บตัวอย่างที่ 2 4 6 และ8 ชั่วโมงหลังเปิดแสง และนำตัวอย่างไปวัดค่าความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลด้วยเทคนิค High-performance liquid chromatography (HPLC)

ในการกำหนดสภาวะในการทำปฏิกิริยาเพื่อศึกษาผลของสภาวะต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง ทำการศึกษา 3 ตัวแปรได้แก่ ค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลที่ 10 30 และ50 mg/L ค่า pH เริ่มต้นที่ 2 6 และ10 และเวลาในการทำปฏิกิริยา

3. การวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วย High-performance liquid chromatography (HPLC)

ทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเทคนิค HPLC โดยใช้คอลัมน์ Phenyl-Hexyl และเฟสเคลื่อนที่เป็นอะซิโตรไนไตร 40% ในน้ำ DI เริ่มต้นด้วยการสร้างกราฟมาตรฐานโดยเป็นการสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่พีค ทำได้โดยการเตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล ที่ความเข้มข้น 1 5 10 20 50 และ70 mg/L จากนั้นนำสารละลายไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะได้เป็นพื้นที่พีคที่ความเข้มข้นต่างๆ นำค่าที่ได้มาสร้างกราฟและสร้าง สมการในการคำนวณหาความเข้มข้น

3.4 การหาค่าการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล

จากความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่เวลาต่างๆหลังทำปฏิกิริยาที่วิเคราะห์ได้นำมาหาค่าการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล โดยคำนวณได้จากสมการ

$$\text{การสลายตัว (\%)} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น (g/L)

C_t คือ ความเข้มข้นที่เวลาใดๆ (g/L)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

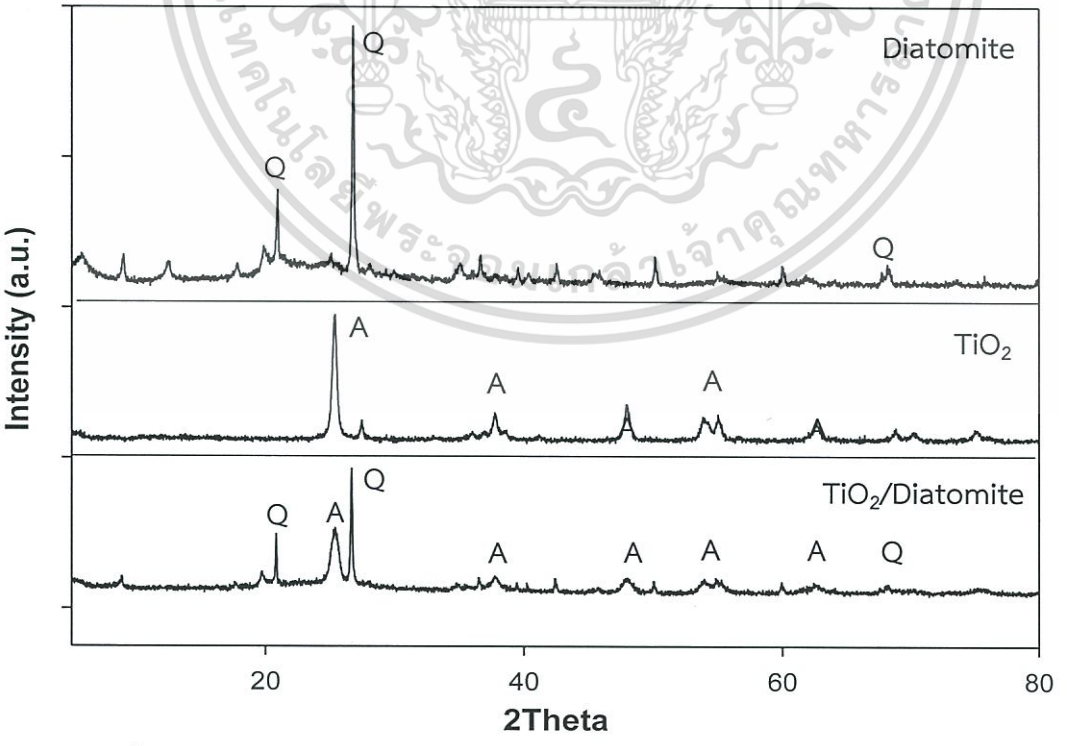
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล และทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffaction (XRD) วิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรของรูพรุนด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET) จากนั้นศึกษาการทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ที่สังเคราะห์ได้ การทดลองแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา และการหาสภาวะที่เหมาะสมในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

4.1 การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffaction (XRD)

เทคนิค X-ray Diffaction (XRD) เป็นการวิเคราะห์รายละเอียดโครงสร้างผลึกของสารโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบ XRD ของ TiO_2/Diatomite พบว่ามีพีคขึ้นที่ตำแหน่ง 25.3° 37.8° 48.0° 53.9° 20.9° และ 26.8° ดังแสดงในภาพที่ 4.1 เมื่อ Q แทนตำแหน่งผลึกควอร์ตซ์ของซิลิกา และ A แทนตำแหน่งผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบอะนาเทส



ภาพที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของ ไทเทเนียมไดออกไซด์ ไดอะตอมไมท์ และ TiO_2/Diatomite

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการวิเคราะห์รูปแบบ XRD ของ TiO_2/Diatomite ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล เมื่อพิจารณาเทียบกับค่ามาตรฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ในเฟสอะนาเทสและไดอะตอมไมท์ พบว่าพีคที่เกิดที่ 2Theta เท่ากับ 25.3° 37.8° 48.0° และ 53.9° [7] แสดงถึงรูปแบบผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทสซึ่งเป็นรูปแบบผลึกที่นิยมใช้ในปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง และให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่ารูปแบบอื่นๆ เนื่องจากสามารถเกิดการรวมตัวใหม่ของคู่อิเล็กตรอนและโฮลในอัตราที่ต่ำกว่าเพราะมีแถบช่องว่างพลังงานที่สูงกว่าแบบอื่นๆ [13] และพีคที่ 2Theta เท่ากับ 20.9° และ26.8° แสดงถึงรูปแบบซิลิกาในรูปแบบผลึกแบบควอร์ตซ์ [14] แสดงว่าตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ที่สังเคราะห์ได้มีองค์ประกอบเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ในเฟสอะนาเทสและมีผลึกของซิลิกาในรูปแบบควอร์ตซ์

4.1.2 การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรของรูพรุนด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET)

การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรของรูพรุนด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET) เป็นวิธีการโดยอาศัยการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจนบนตัวเร่งปฏิกิริยา ผลการวิเคราะห์ พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 38.17 ตารางเมตรต่อกรัม ขนาดเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเท่ากับ 9.79 นาโนเมตร และปริมาตรของรูพรุนมีค่าเท่ากับ 0.09 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม จะเห็นว่าลักษณะรูพรุนเฉลี่ยเป็นรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) ซึ่งสามารถดูดซับโมเลกุลของ 4-คลอโรฟีนอลได้

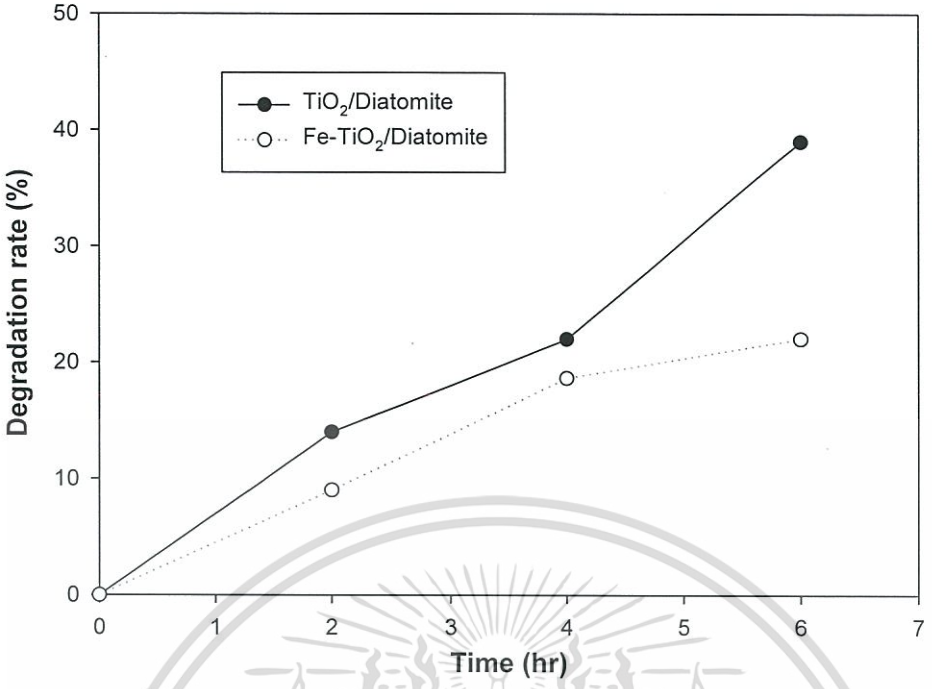
4.2 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

การศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง โดยศึกษาปัจจัยที่เกี่ยวข้อง 3 ตัว ได้แก่ pH เริ่มต้นของสารละลาย ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล และเวลา สามารถสรุปได้ผลการทดลองได้ดังนี้

4.2.1 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาสองชนิดได้แก่ TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล และตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO_2/Diatomite ที่เคลือบเหล็กเข้าไปด้วยวิธีจุ่มชุบแบบแห้ง (dry impregnation) เมื่อนำมาทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเพื่อหาประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิด ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลเท่ากับ 10 mg/L และ pH เริ่มต้นของสารละลาย ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



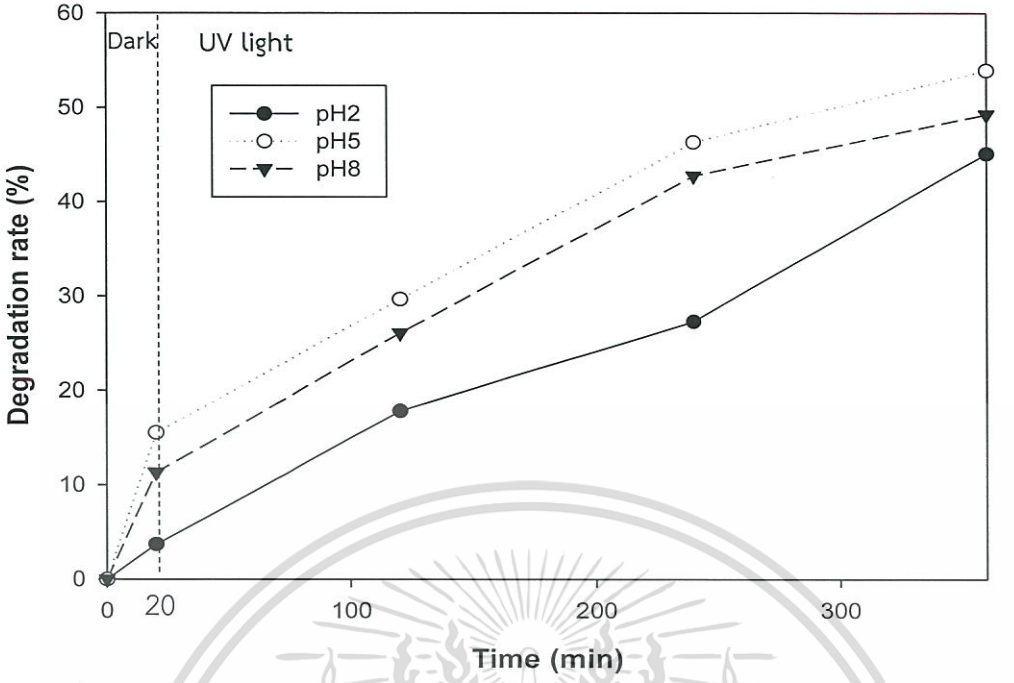
ภาพที่ 4.2 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง ของตัวเร่งปฏิกิริยา —●— TiO_2/Diatomite --○--- Fe-TiO_2/Diatomite ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล 10 mg/L และค่า pH เริ่มต้นของสารละลาย

จากผลการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite และ Fe-TiO_2/Diatomite พบว่า เมื่อทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเป็นเวลา 6 ชั่วโมงตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO_2/Diatomite มีอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลอยู่ที่ 22% ส่วน TiO_2/Diatomite อยู่ที่ 39% ซึ่งให้ประสิทธิภาพสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบเหล็กเข้าไป ดังนั้น จึงเลือกใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ในการศึกษาการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

4.2.2 ค่า pH ต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

การศึกษาผลของค่า pH ต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงทำการศึกษาโดยกำหนดความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลเป็น 10 mg/L ใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L และ pH เท่ากับ 2 5 และ 8 ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



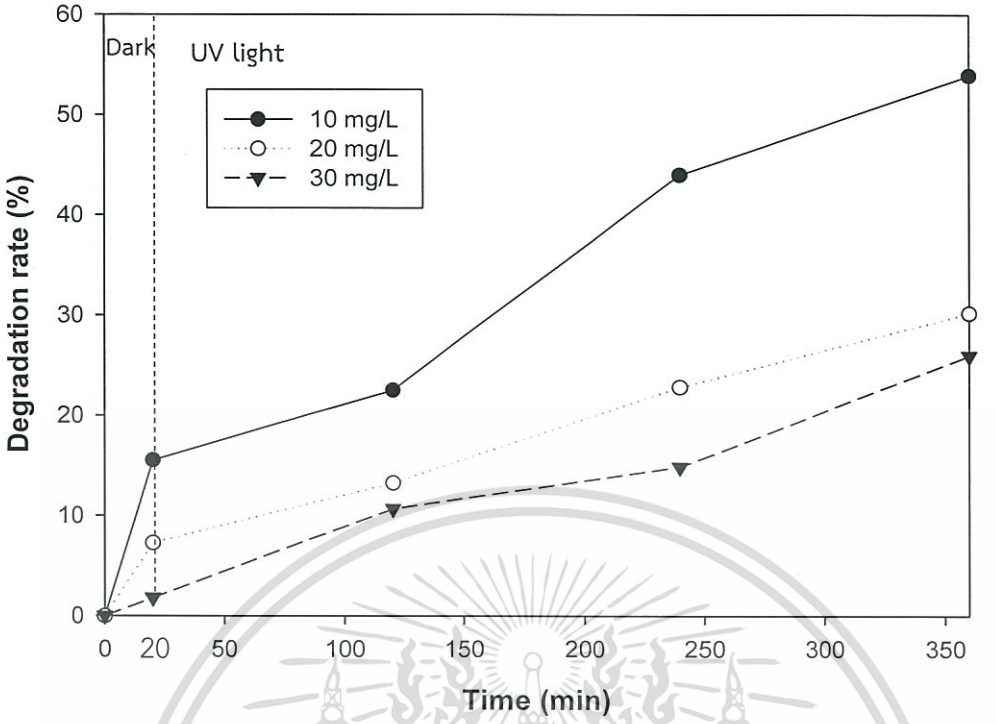
ภาพที่ 4.3 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่ pH 2 4 และ 8

จากผลการทดลองพบว่า อัตราการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเกิดได้ไม่ดีที่ pH ต่ำแต่จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อ pH สูงขึ้นก่อนที่ประสิทธิภาพการสลายจะลดลงอีกเมื่อเพิ่มค่า pH เนื่องจาก pH มีผลต่อประจุที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งส่งผลต่อการเกิดไฮดรอกซิลเรดิคอลที่จะไปสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล โดยที่ pH ต่ำทำให้พื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์มีประจุบวกซึ่งไม่สามารถให้กลุ่มของไฮดรอกซิลไอออน (OH^-) ซึ่งจำเป็นต่อการเกิดไฮดรอกซิลเรดิคอล ($OH^•$) ที่จะไปทำปฏิกิริยาทำให้เกิดการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล ส่งผลให้อัตราการสลายลดลง และในทางกลับกัน ค่า pH ที่สูงส่งผลให้มีไฮดรอกซิลไอออนเพิ่มมากขึ้นซึ่งจะไปทำปฏิกิริยากับโฮล (h^+) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคอลจึงช่วยเพิ่มอัตราการสลายตัวของ 4-คลอโรฟีนอล [15] ดังนั้นจากผลการทดลอง พบว่า ค่าการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุดอยู่ที่ pH เท่ากับ 5

4.2.3 ความเข้มข้นเริ่มต้นของ4-คลอโรฟีนอลต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง

การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงทำการศึกษาโดยกำหนดปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ 1 g/L pH ที่ดีที่สุดจากข้อก่อนหน้าเท่ากับ 5 และศึกษาความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลที่ 10 20 และ 30 mg/L ได้ผลการทดลองดังแสดงในภาพที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



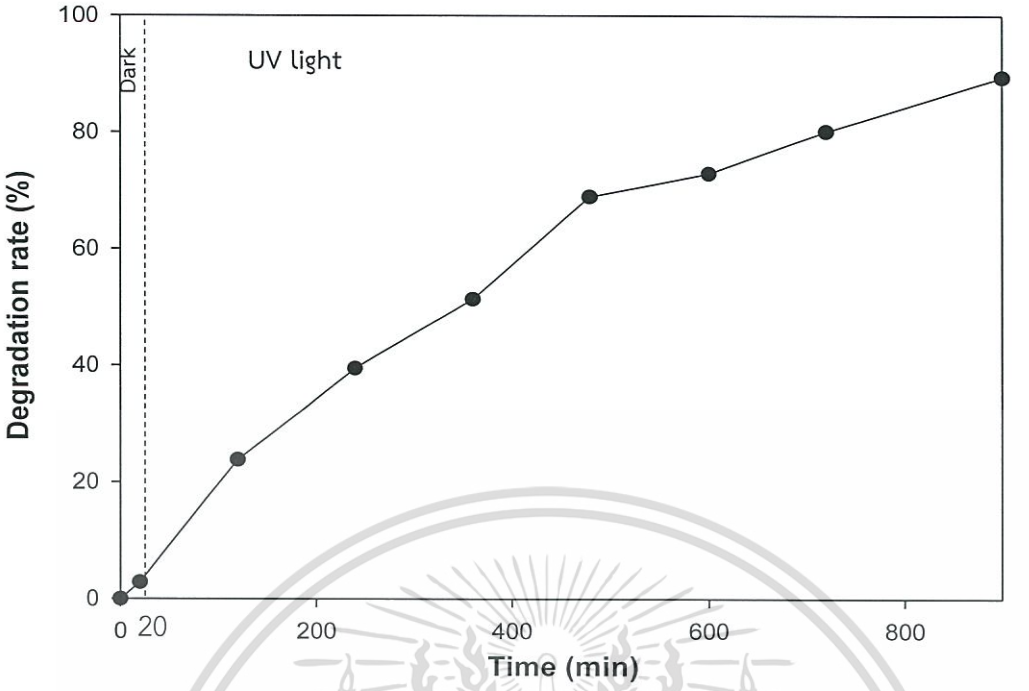
ภาพที่ 4.4 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 10 20 และ 30 mg/L

จากผลการทดลองพบว่าเมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเพิ่มขึ้นอัตราการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลจะลดลง ทั้งนี้อาจสรุปได้ว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นทำให้เกิดสารมัธยันต์เพิ่มขึ้นซึ่งอาจเข้าไปยับยั้งการย่อยสลายสารอินทรีย์ทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้น้อยลง และการเพิ่มความเข้มข้นเป็นการเพิ่มความหนาแน่นของสารในสารละลายซึ่งปริมาณของไฮดรอกซิลเรดิคอลที่จะเกิดปฏิกิริยาในการสลายสารนั้นยังคงเท่าเดิมทำให้ประสิทธิภาพในการสลายลดลง

4.2.4 การทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุด

ศึกษาอัตราการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยการทำปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเกิดปฏิกิริยาจากการศึกษาจากหัวข้อก่อนหน้านี้ ได้แก่ ที่ pH เท่ากับ 5 ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 10 mg/L และใช้ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite 1 g/L ผลการศึกษาแสดงดังภาพที่ 4.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.5 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุด

จากการทดลองพบว่าการสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลของตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite สามารถสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลได้ที่ประมาณ 90% เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยา 15 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองแบ่งเป็นสองส่วนหลัก ได้แก่ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา และการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสง สามารถสรุปได้ว่า การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ด้วยวิธีโซล-เจล ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีรูปแบบผลึกแบบอะนาเทส และไดอะตอมไมท์เป็นซิลิกาในรูปแบบผลึกแบบควอร์ตซ์ ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวจำเพาะ 38.17 ตารางเมตรต่อกรัม ขนาดเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน 9.79 นาโนเมตร และปริมาตรของรูพรุนมีค่าเท่ากับ 0.09 ลูกบาศเซนติเมตรต่อกรัม พบว่า เป็นรูพรุนขนาดกลางซึ่งสามารถดูดซับโมเลกุลของ 4-คลอโรฟีนอลได้

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงสรุปได้ว่า ผลการศึกษาชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่าง TiO_2/Diatomite และตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO_2/Diatomite ที่เคลือบเหล็กเข้าไปด้วยวิธีจุ่มชุบแบบแห้ง พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO_2/Diatomite ให้อัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ดีกว่า อยู่ที่ 39 เปอร์เซ็นต์ และ Fe-TiO_2/Diatomite อยู่ที่ 22 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลา 6 ชั่วโมง ผลจากการศึกษาค่า pH ต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงพบว่าอัตราการสลายจะเกิดได้น้อยที่ค่า pH ต่ำ และจะมีอัตราการสลายสูงขึ้นเมื่อ pH มากขึ้นจนถึงจุดที่ให้อัตราการสลายมากที่สุดที่ pH เท่ากับ 5 และจะเริ่มลดลงเมื่อเพิ่ม pH ขึ้นอีก ดังนั้นค่า pH ที่เหมาะสมที่สุดในการเกิดปฏิกิริยาคือที่เท่ากับ 5 ให้อัตราการสลาย 89 เปอร์เซ็นต์ที่เวลา 10 ชั่วโมง และผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลต่อการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงพบว่าอัตราการสลายจะลดลงเมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นเพิ่มขึ้น ดังนั้นความเข้มข้นเริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุดเท่ากับ 10 mg/L ให้อัตราการสลาย 54 เปอร์เซ็นต์ที่เวลา 6 ชั่วโมง เมื่อนำสภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่ศึกษาได้มาทำปฏิกิริยาพบว่าสามารถสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลได้ 89 เปอร์เซ็นต์โดยใช้เวลา 15 ชั่วโมง

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล มีปัจจัยหลายอย่างที่มีผลต่อการเกิดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ เช่น อุณหภูมิในการเผา จำนวนสารตั้งต้นที่ใส่ และลักษณะผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีผลต่อประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงโดยจากงานวิจัยหลายงานพบว่าลักษณะผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทสจะให้ประสิทธิภาพดีกว่าแบบรูไทล์ ในทางกลับกันลักษณะผลึกที่มีการผสมระหว่างอะนาเทสและรูไทล์ใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สัดส่วนที่เหมาะสมกลับให้ประสิทธิภาพที่ดีกว่าผลึกแบบอะนาเทสหรือรูไทล์เพียงอย่างเดียว ดังนั้นในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซลเจลจึงจำเป็นต้องคำนึงถึงปัจจัยเหล่านี้เพิ่มอีกด้วย

5.2.2 การสลายสารประกอบ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงเป็นวิธีหนึ่งที่ทำได้ง่ายและมีต้นทุนราคาไม่แพง แต่มีข้อเสียคือปฏิกิริยาเกิดได้ช้าต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานเพื่อให้สลายสารพิษได้หมด ดังนั้นในการใช้งานจริงอาจต้องมีการเจือจางสารก่อนเพื่อลดเวลาในการสลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

[1] Seo Jin Ki, Ki-Joon Jeonb, Young-Kwon Park, Sangmin Jeong ,Heon Lee ,Sang-Chul Jung , *Improving removal of 4-chlorophenol using a TiO_2 photocatalytic system with microwave and ultraviolet radiation*, Catalysis Today 293–294 (2017) 15–22.

[2] Youping Cheng, Hongqi Sun, Wanqin Jin, Nanping Xu , *Photocatalytic degradation of 4-chlorophenol with combustion synthesized TiO_2 under visible light irradiation*, Chemical Engineering Journal 128 (2007) 127–133.

[3] Nuket Kartal Temel , Münevver Sökmen, *New catalyst systems for the degradation of chlorophenols*, Desalination 281 (2011) 209–214.

[4] Natthapong Muangtrairat, *Development of nano TiO_2 coating materials on stainless steel*, Prince of songkla university (2011)

[5] Kadam A, Dhabbe R, Shin DS, Garadkar K, Park J. *Sunlight driven high photocatalytic activity of Sn doped N-TiO_2 nanoparticles synthesized by a microwave assisted method*. Ceramics International 2017; 43(6):5164-72.

[6] Zhou M, Yu J, Liu S, Zhai P, Jiang L. *Effects of calcination temperatures on photocatalytic activity of SnO_2/TiO_2 composite films prepared by an EPD method*. Journal of Hazardous Materials 2008; 154(1-3): 1141-48.

[7] Zhujian Huang , PingxiaoWu, Beini Gong , Xing Zhang , Zicong Liao, Pen-Chi Chiang ,Xinjiang Hu, Lihua Cui, *Immobilization of visible light-sensitive (N, Cu) co-doped TiO_2 onto rectorite for photocatalytic degradation of p-chlorophenol in aqueous solution*, Applied Clay Science 142 (2017) 128–135.

[8] Junshui Chen, Meichuan Liu, Jidong Zhang, Xiangyang Ying, Litong Jin, *Photocatalytic degradation of organic wastes by electrochemically assisted TiO_2 photocatalytic system*, Journal of Environmental Management 70 (2004) 43–47.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[9] Swati Sood, Ahmad Umar, Surinder Kumar Mehta, Sushil Kumar Kansal, *Highly effective Fe-doped TiO_2 nanoparticles photocatalysts for visiblelight driven photocatalytic degradation of toxic organic compounds*, Journal of Colloid and Interface Science 450 (2015) 213–223.

[10] Jian Zhu, Jie Ren, Yuning Huo, Zhenfeng Bian, and Hexing Li, *Nanocrystalline Fe/TiO_2 Visible Photocatalyst with a Mesoporous Structure Prepared via a Nonhydrolytic Sol-Gel Route*, J. Phys. Chem. C 2007, 111, 18965-18969.

[11] K.M. Parida , S. Parija, *Photocatalytic degradation of phenol under solar radiation using microwave irradiated zinc oxide* , Solar Energy 80 (2006) 1048–1054.

[12] Amir Shojaie, Moslem Fattahi, Sahand Jorfi, Bahram Ghasemi, *Hydrothermal Synthesis of Fe-TiO2-Ag Nano-Sphere for Photocatalytic Degradation of 4-Chlorophenol (4-CP): Investigating the Effect of Hydrothermal Temperature and Time as well as Calcination Temperature*, Environmental Chemical Engineering S2213-3437(17)30328-7.

[13] ดร.นัดดา เวชชากุล, *ไทเทเนียมไดออกไซด์กับการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการกำจัดสารประกอบอินทรีย์ในน้ำ*, ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

[14] Yan Chen, Qiong Wu, Qiutong Jin, Kuiren Liu, *A facile sol-gel method for the fabrication of nitrogen doped $TiO_2/NiFe_2O_4$/diatomite composite with enhanced photoactivity*, Advanced Powder Technology 28 (2017) 2225–2231.

[15] H.K.N. Mahrouqia, M.A. Nawia, W.I. Nawawi, *Photodegradation of 4-Chlorophenol using Carbon Coated TiO_2 under Solar Irradiation,* International Journal of Scientific and Research Publications, Volume 4, Issue 6, June 2014

[16] Peerawas Kongsong , Lek Sikong and Mahamasuhaimi Masae, *Photocatalytic Degradation of 2, 4-dichlorophenol using N-doped SnO2/TiO2 Thin Film Coated GlassFibers*, EnvironmentAsia 10(2) (2017)126-134.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ข้อมูลผลการทดลอง

ก.1 การศึกษาชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตารางที่ ก.1 ผลการทดลองการเปรียบเทียบชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	เวลา (min)	พื้นที่	ความเข้มข้น (mg/L)	อัตราการสลาย (%)
TiO_2/Diatomite	0	3.11	9.01	0.00
	120	2.73	7.78	14.00
	420	2.50	7.04	22.00
	360	2.02	5.47	39.00
Fe-TiO_2/Diatomite	0	3.04	8.76	0.00
	120	2.42	7.63	9.01
	420	2.53	7.13	18.64
	360	2.44	6.83	22.02

ก.2 การศึกษาค่า pH ที่เหมาะสมที่สุด

ตารางที่ ก.2 ผลการทดลองค่า pH เริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุด

pH เริ่มต้น	เวลา (min)	พื้นที่	ความเข้มข้น (mg/L)	อัตราการสลาย (%)
2	0	2.67	8.43	0.00
	20	2.57	8.12	3.71
	120	2.19	6.93	17.83
	240	1.94	6.13	27.30
	360	1.47	4.63	45.09
	0	2.67	8.43	0.00
5	0	2.86	9.03	0.00
	20	2.42	7.63	15.52
	120	2.01	6.35	29.67
	240	1.54	4.85	46.31
	360	1.32	4.16	53.93

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.2 (ต่อ) ผลการทดลองค่า pH เริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุด

pH เริ่มต้น	เวลา (min)	พื้นที่	ความเข้มข้น (mg/L)	อัตราการสลาย (%)
8	0	2.96	9.35	0.00
	20	2.63	8.29	11.31
	120	2.19	6.91	26.07
	240	1.70	5.35	42.76
	360	1.50	4.74	49.27

ก.3 การศึกษาค่าความเข้มข้นเริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุด

ตารางที่ ก.3 ผลการทดลองค่าความเข้มข้นเริ่มต้นที่เหมาะสมที่สุด

ความเข้มข้นเริ่มต้น (mg/L)	เวลา (min)	พื้นที่	ความเข้มข้น (mg/L)	อัตราการสลาย (%)
10	0	2.67	8.43	0.00
	20	2.57	8.12	3.71
	120	2.19	6.93	17.83
	240	1.94	6.13	27.30
	360	1.47	4.63	45.09
	0	2.67	8.43	0.00
20	0	2.86	9.03	0.00
	20	2.42	7.63	15.52
	120	2.01	6.35	29.67
	240	1.54	4.85	46.31
	360	1.32	4.16	53.93
30	0	2.96	9.35	0.00
	20	2.63	8.29	11.31
	120	2.19	6.91	26.07
	240	1.70	5.35	42.76
	360	1.50	4.74	49.27

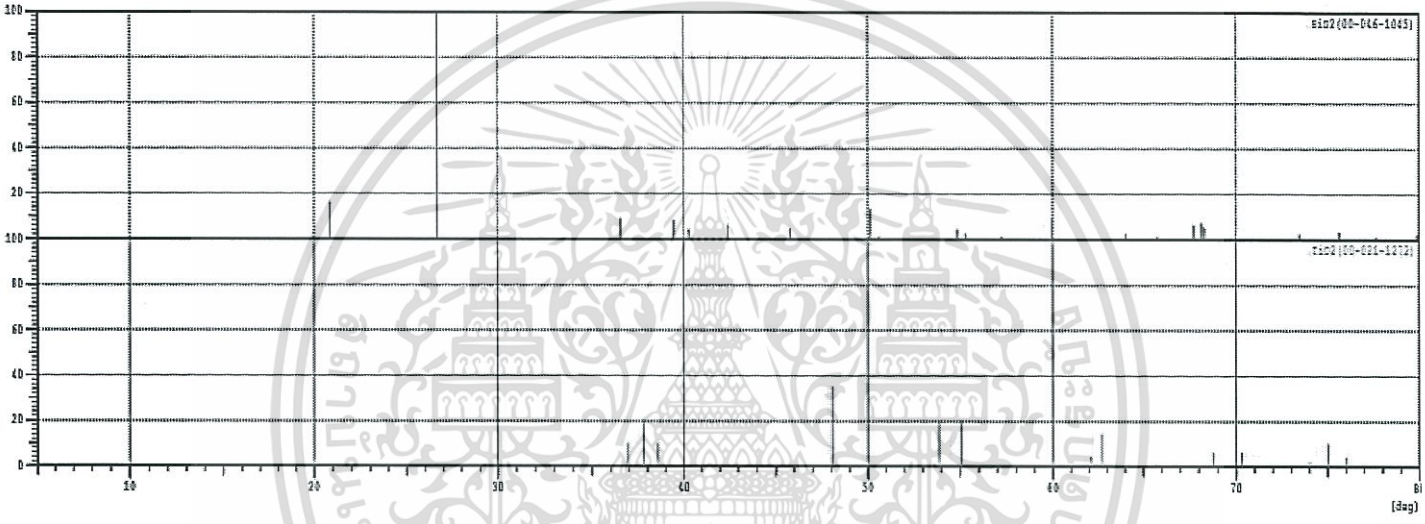
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

ข้อมูลการวิเคราะห์และการคำนวณที่เกี่ยวข้อง

ข.1 รูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการวิเคราะห์ผลของรูปแบบ XRD ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่วิเคราะห์ได้ โดยทำการเปรียบเทียบตำแหน่งการเกิดพีคของธาตุในโครงสร้างผลึกที่ต้องการโดยโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ในเฟสอะนาเทสและซิลิกามีรูปแบบ XRD ดังแสดงในภาพที่ ข.1

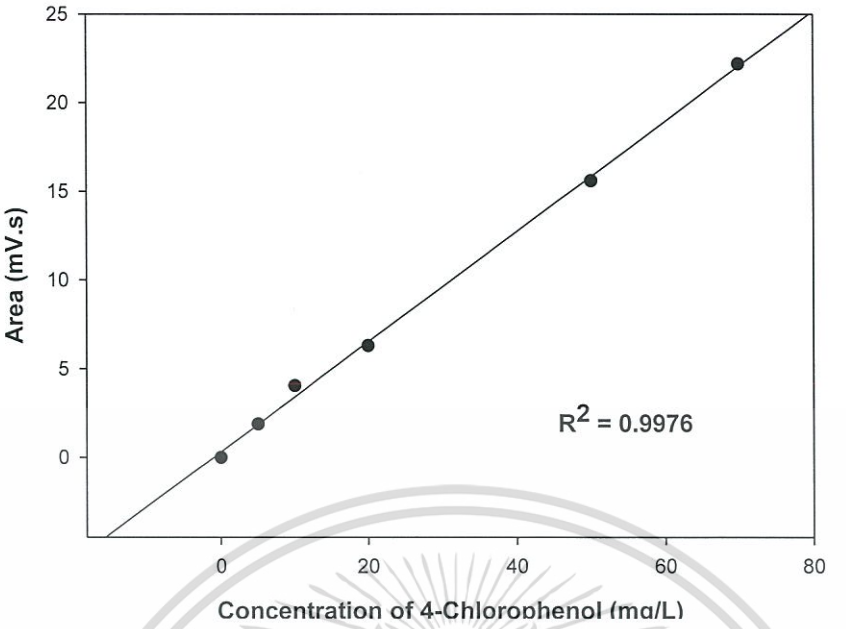


ภาพที่ ข.1 ตำแหน่งพีคมาตรฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์และซิลิกา

ข.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน (Carlibration curve)

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าพื้นที่ใต้พีค จากสารละลายมาตรฐาน 4-คลอโรฟีนอล ที่ความเข้มข้น 5 10 20 50 และ 70 mg/L ทำการวิเคราะห์พื้นที่ใต้พีคด้วยเครื่อง High-performance liquid chromatography (HPLC) สามารถสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล กับพื้นที่ใต้พีค ได้ดังภาพที่ ข.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ ข.2 กราฟมาตรฐานของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล

จากเส้นกราฟมาตรฐานได้สมการเส้นตรง คือ y = 0.3167x นำไปใช้หาค่าความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล หลังทำปฏิกิริยาที่เวลาต่างๆ เพื่อหาอัตราการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้