



รายงานการวิจัย

การเพิ่มประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจน

เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแสงอาทิตย์

Efficiency Enhancement of N-doped TiO₂ for Solar-Light-Activated Photocatalyst

รศ.วิชาญ เตชิตธีระ

12790394

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 143106
วันเดือน ปี 22 มี.ย. 2550

สาขาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ การเพิ่มประสิทธิภาพของไททานเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโตรเจนเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแสงอาทิตย์

แหล่งเงิน สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประจำปีงบประมาณ 2556 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 350,000.00 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2555 ถึง 30 กันยายน 2556

หัวหน้าโครงการ รศ.วิชาญ เดชิตธีระ

คณะ วิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมและปรับปรุงประสิทธิภาพของผงไททานเนียมไดออกไซด์ให้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงย่านมองเห็น โดยนำไททานเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ในเชิงพาณิชย์ผสมกับเอทานอล และเจือด้วยธาตุที่เหมาะสม เช่น ไนโตรเจน แล้วนำไปเข้ากระบวนการบดด้วยลูกบด เป็นเวลาต่างๆ ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากผ่านกระบวนการบดด้วยลูกบด นำผงไททานเนียมไดออกไซด์เผาแอนนัลที่อุณหภูมิต่างๆ ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน เพื่อศึกษาผลกระทบของเวลาในการบด อุณหภูมิการแอนนัล และการเจือ นำผงไททานเนียมที่เตรียมได้ด้วยเงื่อนไขต่าง ๆ ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD), สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกราด (SEM) , วัดพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller(BET)และวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ (EDX) พบว่าผงไททานเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่สามารถเตรียมให้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลงและมีปริมาณพื้นที่ผิวมากขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการบดมากขึ้น การเผาแอนนัลช่วยทำให้ได้เฟสอนาเทสที่บริสุทธิ์มากขึ้นและการเจือช่วยเพิ่มการดูดกลืนแสงย่านมองเห็นที่เพิ่มขึ้น ศึกษาการย่อยสลายสีย้อมของโรดามีนบี (RhB) ภายใต้แสงที่ตามองเห็นและแสงยูวี ด้วยเครื่องวัดการทะลุผ่านของแสง (UV-vis spectrophotometer) จากผลการวิเคราะห์การย่อยสลายของสีย้อมมีอัตราการย่อยสลายที่มากขึ้นเมื่อมีการเพิ่มเวลาในกระบวนการบดเล็บบมากขึ้นและเมื่อมีการเจือด้วยไนโตรเจน ซึ่งการเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายนี้มีผลมาจากขนาดที่เล็กลงของอนุภาคไททานเนียมไดออกไซด์ และปริมาณพื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้นและการดูดกลืนพลังงานแสงย่านมองเห็นที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากการเจือ

คำสำคัญ: ไททานเนียมไดออกไซด์, ตัวเร่งปฏิกิริยาค้ำด้วยแสง, กระบวนการบำบัดด้วยลูกบด, การเจือ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Research Title: Efficiency Enhancement of N-doped TiO₂ for Solar-Light-Activated Photocatalyst

Researcher: Assoc. Prof. Wicharn Techitdheera

Faculty: Faculty of Science King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

ABSTRACT

In this study, TiO₂ powders were prepared and their efficiency were improved to be visible light-activated photocatalysts. Commercial grade TiO₂ anatase powders mixed with ethanol and selected dopants including nitrogen were proceeded by ball milling process at room temperature with various operating time. After ball milling process, TiO₂ powders were annealed at different temperatures under nitrogen atmosphere. Effect of milling time, annealing temperature and doping on structures, surface morphologies and the active surface areas of TiO₂ samples were investigated by X-ray diffraction(XRD), scanning electron microscope(SEM) and Brunauer Emmet Teller method(BET), respectively. The element component of TiO₂ samples were characterized by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX). The results indicate that large particle size of TiO₂ precursor could be reduced via ball milling process leading to high active surface area by the increase of milling time. The annealing process can result to the anatase phase purification and doping can lead to the visible light absorption enhancement. The degradation of RhB dye by as-prepared TiO₂ photocatalyst was investigated under visible and UV light irradiation via UV-vis spectrophotometer. The degradation rate increases with increasing milling time and doping with nitrogen. This enhancement should be due to the increasing active surface area and decreasing particle size after milling and increasing visible light absorption due to doping process.

Keywords: TiO₂, Photocatalyst, Ball milling process, Doping

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้แหล่งเงินทุนในการทำงานวิจัยและอำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ที่เป็นส่วนสำคัญในการดำเนินงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง และคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สำหรับการอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ และสถานที่ในการทำงานวิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี สำหรับการอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ

ขอขอบคุณบทความวิจัย หนังสือที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งเอกสารอ้างอิงต่างๆ ที่ใช้สำหรับศึกษาหาความรู้เกี่ยวกับงานวิจัย เพื่อความเข้าใจและไขข้อสงสัย

รศ.วิชาญ เตชิตธีระ

รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	4
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide)	6
2.2 ไนโตรเจน (Nitrogen)	9
2.3 การเจือ (Doping) ธาตุในไททาเนียมไดออกไซด์	10
2.4.1 สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic semiconductor)	10
2.4.2 สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์ (Extrinsic semiconductor)	10
2.4.3 ผลกระทบของการเจือในไททาเนียมไดออกไซด์	12
2.4 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาคัดแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ (Photocatalysis)	15
2.5 พลังงานแสง	18
2.6 เทคนิคการเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์	20
2.7.1 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)	20
2.7.2 วิธีการโซล-เจล (Sol – gel method)	21
2.7.3 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method)	22
2.7.4 วิธีการบดด้วยลูกบด (Ball – milling process)	23
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง	26
2.8.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	26
2.8.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด	30
2.8.3 การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องยูวีวิซิเบิลสเปกโตรสโคปี	34
2.8 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	36

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	42
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	42
3.1.2 อุปกรณ์	43
3.2 ขั้นตอนการทดลอง	45
3.2.1 การเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂) ด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	45
3.2.2 การเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N-doped TiO ₂) ด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	45
3.2.3 การทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมโรดามีน บี (Rhodamine B) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์	46
3.2 เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์	47
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปราย	
4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction : XRD)	49
4.1.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	49
4.1.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N-doped TiO ₂) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	50
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)	51
4.2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	51
4.2.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N-doped TiO ₂) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	55
4.3 ผลการวัดพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller (BET)	58
4.4 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ (Energy-dispersive X-ray spectroscopy : EDX)	58
4.5 ผลการทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ของไททาเนียมไดออกไซด์	59

สารบัญ(ต่อ)

บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย
เอกสารอ้างอิง

หน้า
58
59



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงค่าพารามิเตอร์ที่สำคัญของไททาเนียมไดออกไซด์	7
2.2 สมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์	8
2.3 สมบัติของไนโตรเจน	9
2.4 แสดงสเปกตรัมและพลังงานของแสง	18
2.5 แสดงประเภทและสมบัติของเม็ดบคชนิดต่างๆ	24
4.1 แสดงผลการวิเคราะห์การวัดพื้นที่ผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	58
4.2 แสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์	61



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงโครงสร้างแบบต่างๆของไททาเนียมไดออกไซด์	6
2.2 แสดงการประยุกต์ใช้ต่างๆของไททาเนียมไดออกไซด์	7
2.3 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น	11
2.4 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดพี	11
2.5 แสดงลักษณะการเจือเข้าไปแทนที่	12
2.6 แสดงลักษณะการเจือแทรกตัว	13
2.7 แสดงการเกิด h^+ และ e^- เมื่อได้รับพลังงานแสง	15
2.8 แสดงกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์	16
2.9 แสดงพลังงานของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สอดคล้องกับศักย์ไฟฟ้ารีดอกซ์	17
2.10 แสดงสเปกตรัมของคลื่นแสง	19
2.11 แสดงลักษณะของหม้อนึ่งอັดไอ (Autoclave)	20
2.12 แสดงแผนผังกระบวนการ โซล – เจล	21
2.13 แสดงแนวคิดของการลดขนาด	23
2.14 การกระทำของกระบวนการบดโดยใช้ลูกบด	24
2.15 กฎของ Bragg	26
2.16 (a) หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์และ (b) การเกิดรังสีเอ็กซ์	27
2.17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	28
2.18 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	29
2.19 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่องSEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ	31
2.20 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด	33
2.21 ภาพถ่ายเครื่อง UV-Vis spectrophotometer	35
2.22 (ก) อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ Sol-gel (ข) ขนาดของอนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์กระบวนการ Sol-gel เมื่อผ่านกระบวนการ เผาที่อุณหภูมิสูง	36
2.23 พงทังสเดนคาร์ไบและโคบอลต์ (ก) สารตั้งต้น และ (ข) สารที่กระบวนการบดเคลือบ ด้วยลูกบด	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
2.24 การเพิ่มของความหนาแน่นของกระแสในอุปกรณ์เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมเมื่อมีการใช้วัสดุไฮบริดคอมโพสิตด้วยไททานเนียมไดออกไซด์และคอปเปอร์ฟทาโลไซยานิน	37
2.25 การย่อยสลายของไซนาไนด์เทียบกับเวลาการฉายแสง โดยที่ (a) ไททานเนียมไดออกไซด์ และ (b) วัสดุคอมโพสิตของไททานเนียมไดออกไซด์และคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีปริมาณคอปเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 0.10% ของน้ำหนักโดยรวม	38
2.26 (ก) การดูดกลืนแสงของไททานเนียมไดออกไซด์และไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผสมด้วยซัลเฟอร์ และ (ข) การประยุกต์ใช้งาน ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการย่อยสลายสีย้อม	39
2.27 อัตราการย่อยสลายของปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นเมื่อมีการผสมใน โครเจนลงในไททานเนียมไดออกไซด์ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น	40
2.28 ค่าการดูดกลืนของแสงกับความยาวคลื่นเมื่อมีการเจือ N ลงใน TiO_2	40
3.1 รูปที่ 3.1 แสดงตัวอย่างสารเคมีที่ใช้ (ก)ไททานเนียมไดออกไซด์, (ข)เอทานอล, (ค)แอมโมเนีย และ(ง)สีย้อม โรดามีน บี	42
3.2 รูปที่ 3.2 แสดงตัวอย่างอุปกรณ์ (ก)เครื่องแก้ว, (ข)เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง, (ค)เตาอบความร้อน, (ง)เตาเผาอุณหภูมิสูง, (จ)เครื่องบดโดยใช้ลูกบด, (ฉ)เครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก, (ช)เม็ดบดเซอโคเนีย, (ซ)หลอดฉายแสงยูวี, (ฅ)ขวดพลาสติก	44
3.3 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง	47
3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว	48
3.5 เครื่องUV-vis Spectrophotometer ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสง	48
4.1 กราฟวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททานเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	49
4.2 กราฟแสดงการการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย	50
4.3 กราฟแสดงการการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนียแล้วนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน	51

สารบัญรูป(ต่อ)

หน้า

- 4.4 รูปแสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด
- (ก) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทส
 - (ข) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
 - (ค) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 450°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน
 - (ง) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 500°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน
 - (จ) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ 600°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน
- 4.5 รูปแสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด
- (ก) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทส
 - (ข) ไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 24 ชั่วโมง
 - (ค) ไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง
 - (ง) ไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง เผา 200 °C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน
 - (จ) ไททานเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง เผา 300 °C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน
- 4.6 แสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราดและวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ
- 4.7 กราฟแสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททานเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงยูวี
- 4.8 กราฟแสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททานเนียมไดออกไซด์ภายใต้ย่านตามองเห็น

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไททาเนียมซึ่งอยู่ในกลุ่มโลหะทรานซิชันมีสมบัติเด่นในด้านการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคู่ด้วยแสง เป็นวัสดุกึ่งตัวนำที่ใช้อย่างแพร่หลายในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคู่ด้วยแสง เนื่องจากมีการดูดกลืนแสงและมีการทำงานได้ดีในย่านรังสีอัลตราไวโอเล็ต มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายภายใต้แสงสูง มีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนพลังงานสูง มีความเสถียรต่อสารเคมี ราคาถูก และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม จึงเหมาะสมที่จะใช้กับงานที่มีต้นทุนต่ำ ไททาเนียมไดออกไซด์จึงเป็นที่นิยมนำมาประยุกต์ใช้ในทางด้านต่าง เช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการย่อยสลายมลพิษที่เป็นสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ในน้ำเสีย กระบวนการทำความสะอาดด้วยตัวเองเป็นสารเคลือบในสีทาอาคารหรือใช้เคลือบสิ่งทอ เป็นส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โดยนำไปใช้เป็นอุปกรณ์ตัวตรวจจับแก๊ส อุปกรณ์ให้กำเนิดค่าความต่างศักย์ด้วยแสง เป็นส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์ สำหรับการประยุกต์ใช้ในทางด้านงานอุตสาหกรรม ส่วนมากจะใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบที่เป็นผงเพื่อเป็นส่วนผสมในเม็ดสีสำหรับการสร้างความขาวและทึบแสงให้กับวัสดุหลากหลายประเภท เช่น พลาสติก เครื่องสำอางต่างๆ หมึกพิมพ์ และสารเคลือบผิวต่างๆ ซึ่งไททาเนียมไดออกไซด์จะมีความคงทนต่อการซีดของสีเมื่อได้สัมผัสกับแสงอัลตราไวโอเล็ต[1],[2] จะเห็นได้ว่าไททาเนียมไดออกไซด์นั้นมีประโยชน์ในการประยุกต์ใช้ค่อนข้างมากแต่ตัวไททาเนียมไดออกไซด์นั้นก็ยังคงมีข้อด้อยอยู่หลายอย่าง เช่น การดูดกลืนแสงในย่านตามองเห็นได้น้อย เนื่องจากมีค่าแถบพลังงานดูดกลืนกว้างประมาณ 3.2 eV เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีค่าความยาวคลื่นที่ให้ค่าพลังงานสูงกว่าค่าแถบพลังงานดูดกลืน ซึ่งภายใต้เงื่อนไขนี้ทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์แตกตัวเกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮล (Electron-Hole pair) และยังสามารถสร้างอนุมูลอิสระไฮดรอกซิลซึ่งเป็นตัวออกซิไดซ์ที่มีความรุนแรงสามารถย่อยสลายพันธะของสารอินทรีย์ให้กลายเป็นน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ได้ ดังนั้นพลังงานจากแสงอาทิตย์จึงไม่สามารถกระตุ้นได้เพียงพอเนื่องจากในแสงอาทิตย์นั้นมีส่วนประกอบของรังสีอัลตราไวโอเล็ตประมาณ 3-5% ด้วยเหตุนี้จึงมีการพัฒนาให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีการดูดกลืนแสงในแสงย่านที่ตามองเห็นได้ (Visible Light) และลดอัตราการรวมตัวกันที่รวดเร็วของคู่อิเล็กตรอนและโฮล (Electron-hole Recombination)[3]-[8] โดยมีงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างนาโน อาทิเช่น แผ่นนาโน (nanosheet), ท่อนาโน (nanotube), เส้นใยนาโน (nanofiber) และอนุภาคนาโน (nanoparticle) ซึ่งการผลิตไททาเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบของแผ่น ท่อ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และเส้นใยนาโนนี้ จะต้องเตรียมด้วยเครื่องมือภายใต้กระบวนการความดันและไฟฟ้าแรงสูง ซึ่งอาจจะต้องใช้ต้นทุนการผลิตที่สูงและผลิตภัณฑ์ที่ได้ต่อหนึ่งครั้งยังมีปริมาณน้อย ดังนั้นการสังเคราะห์ไททานเนียมไดออกไซด์ในรูปของอนุภาคนาโนจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจอีกทางหนึ่ง และการเจือไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยอะตอมของธาตุโลหะเพื่อช่วยเพิ่มอัตราการถ่ายเทของอิเล็กตรอนให้สูงขึ้นเนื่องจากโลหะที่เจือเข้าไปในไททานเนียมไดออกไซด์จะเป็นตัวกักไม่ให้อิเล็กตรอนเกิดการกลับไปรวมตัวที่โฮล และอาจทำให้ขนาดของอนุภาคของไททานเนียมไดออกไซด์มีขนาดเล็กลงซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิว (Surface areas) ในการเกิดปฏิกิริยามากขึ้น การสังเคราะห์ไททานเนียมไดออกไซด์นั้นสามารถสังเคราะห์ได้หลายเทคนิค เช่น กระบวนการโซล-เจล (Sol – gel deposition) ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) การปั่นด้วยเส้นใยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) การตกตะกอนร่วม (Co – precipitation) และปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid – state reaction)[9] เป็นต้น โดยมีงานวิจัยต่างๆที่ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการลดข้อจำกัดนี้ ซึ่งการเจือด้วยธาตุไนโตรเจน (Nitrogen; N) สามารถพัฒนาให้ไททานเนียมไดออกไซด์มีการดูดกลืนแสงในย่านที่ตามองเห็นได้เพิ่มขึ้น จึงส่งผลให้ปฏิกิริยาสามารถดำเนินได้ภายใต้การฉายแสงด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตและแสงย่านที่ตามองเห็นเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาดำแสง ซึ่งในงานวิจัยนี้จะนำสารตั้งต้นที่เป็นผงไททานเนียมไดออกไซด์มาผ่านกระบวนการบดด้วยลูกบด (Ball milling process) ที่เป็นส่วนหนึ่งในกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid – state reaction) เพื่อทำให้เกิดเป็นอนุภาคนาโนโดยไม่จำเป็นต้องใช้กระบวนการภายใต้ความดันและไฟฟ้าแรงสูง ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงต้องการที่จะศึกษาและสร้างระบบที่สามารถทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของไททานเนียมไดออกไซด์พร้อมกับทำการเจือธาตุไนโตรเจนลงในอนุภาคไททานเนียมไดออกไซด์ภายใต้ในระบบเดียวกันเพื่อให้ลดขั้นตอนกระบวนการผลิตและประหยัดเวลาในการสังเคราะห์สาร อีกทั้งสามารถทำการสังเคราะห์สารในปริมาณมากๆ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำแสงสำหรับการย่อยสลายสารอินทรีย์ภายใต้แสงที่ตามองเห็น[10],[11]

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาถึงหลักการและวิธีการเตรียมระบบในการสังเคราะห์วัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ภายใต้ในระบบเดียวกัน
2. ศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ที่เตรียมได้
3. ศึกษาถึงองค์ประกอบที่เหมาะสมในการเตรียมวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นงานทางด้านสิ่งแวดล้อมได้
4. เพื่อเผยแพร่ผลงานในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ ตามวัตถุประสงค์ของผู้ให้ทุนวิจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. เพื่อถ่ายทอดความรู้เทคนิคต่าง ๆ และฝึกทักษะการวิจัยให้กับบุคลากรรุ่นใหม่ เพื่อให้มีความรู้ความสามารถในการวิจัย ซึ่งจะเป็นกำลังสำคัญในการพัฒนางานการวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรมของประเทศ

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. เตรียมอนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์จากผงไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีบดเคลือบ
2. เตรียมสร้างระบบที่ใช้ในการเจือในโตรเจนลงในอนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์
3. เตรียมวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ที่มีอัตราส่วนในโตรเจนที่แตกต่างกัน
4. ตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว และสมบัติทางแสงของวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ที่เตรียม
5. ตรวจสอบผลกระทบของอัตราส่วนระหว่าง N-doped TiO₂ และอนุกรมอนินทรีย์ต่อสมบัติทางโครงสร้าง และสมบัติทางแสงของวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ที่เตรียมได้
6. ตรวจสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงเพื่อประยุกต์ใช้ในงานการย่อยสลายสารอินทรีย์

1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

ผลงาน/กิจกรรม	เดือน1-2	เดือน3-4	เดือน5-6	เดือน7-8	เดือน9-11	เดือน12
1. ศึกษาการเตรียมสารตัวอย่าง/ จัดซื้อวัสดุพร้อมกับประกอบระบบการสังเคราะห์สาร	→					
2. การเตรียมสังเคราะห์วัสดุนาโนของ N-doped TiO ₂		→				
3. ศึกษาสมบัติของวัสดุนาโนของ N-doped TiO ₂ และตรวจวิเคราะห์สมบัติของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ที่เงื่อนไขต่างๆ			→			
4. ศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของวัสดุนาโนของ N-doped TiO ₂ ด้วยการย่อยสลายสีย้อม				→		
5. เขียนรายงานวิจัยบทความ					→	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1. เข้าใจถึงหลักการและวิธีการเตรียมระบบในการสังเคราะห์วัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ภายได้ในระบบเดียวกัน
2. สามารถทราบถึงสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ ที่เตรียมได้
3. สามารถทราบถึงองค์ประกอบที่เหมาะสมในการเตรียมวัสดุนาโนของ N-doped TiO₂ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นงานทางด้านสิ่งแวดล้อมได้
4. ผลงานวิจัยที่ได้ตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานในวารสารวิชาการระดับนานาชาติในฐานข้อมูล ISI ที่มีค่า impact factor
5. เพื่อถ่ายทอดความรู้เทคนิคต่าง ๆ และฝึกทักษะการวิจัยให้กับบุคลากรรุ่นใหม่ เพื่อให้มีความรู้ความสามารถในการวิจัย ซึ่งจะเป็นกำลังสำคัญในการพัฒนาวงการวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรมของประเทศ



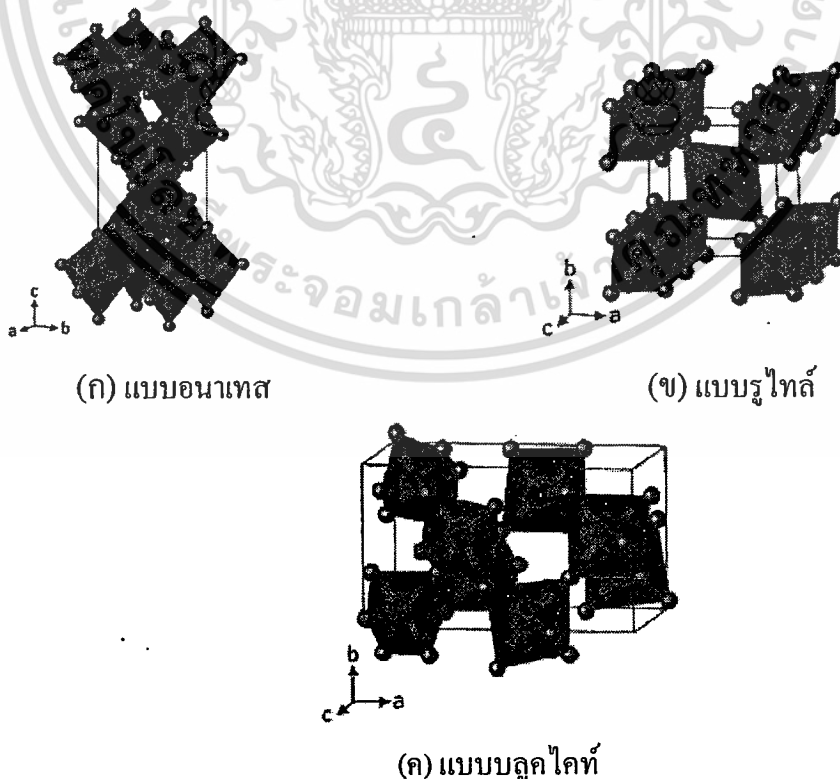
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide)

ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide) หรือ ไททาเนีย (Titania) โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์มีสูตรโมเลกุลทั่วไปคือ TiO_2 ลักษณะโครงสร้างผลึกมีอยู่ 3 แบบแสดงดังรูปที่ 2.1 แบบแรกเป็นโครงสร้างแบบอนาเทส (ก) มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนอล แบบที่สองเป็นโครงสร้างแบบรูไทล์ (ข) มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนอลเช่นเดียวกับโครงสร้างแบบอนาเทส ประกอบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ออกตะฮีดรอล (TiO_6^{2-}) ที่ช่องว่างของออกตะฮีดรอลของออกไซด์ไอออนจะมีไอออน Ti^{4+} อยู่แต่ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างอนาเทสและรูไทล์จะมีการเชื่อมกันของไททาเนียมกับออกซิเจนแตกต่างกัน ซึ่งทำให้มีผลต่อการสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์คือ การใช้ร่วมกันที่ขอบมุมซึ่งรูไทล์มีการเชื่อมกันที่ขอบและมุม ขอบทั้งสองของออกตะฮีดรอลอยู่ในลักษณะตรงข้ามกันและเชื่อมกันผ่านออกซิเจน ส่วนโครงสร้างอนาเทสจะไม่มีการใช้ร่วมกันที่มุมแต่ขอบทั้งสองตั้งฉากใช้ร่วมกันต่อหนึ่งออกตะฮีดรอล แบบที่สามเป็นโครงสร้างแบบบรูคไคท์ (ค) มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก

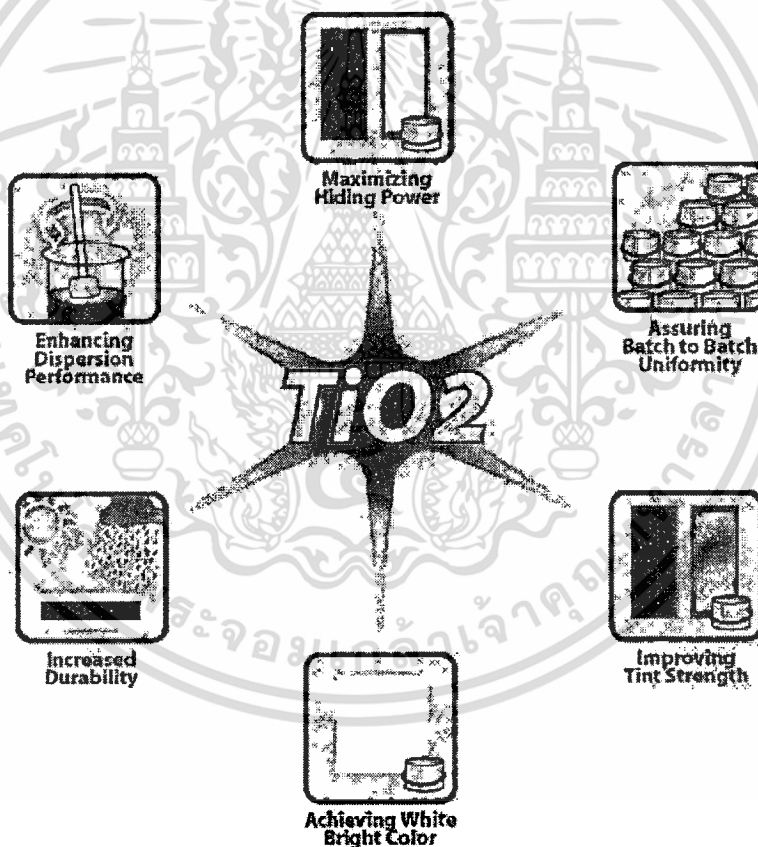


รูปที่ 2.1 แสดง โครงสร้างแบบต่างๆของไททาเนียมไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 แสดงค่าพารามิเตอร์ที่สำคัญของไททาเนียมไดออกไซด์

TiO ₂	Anatase	Rutile	Brookite
จำนวนอะตอม	2	4	8
โครงสร้างผลึก	Tetragonal	Tetragonal	Orthorhombic
ความหนาแน่น(g/cm ³)	4.2743	3.895	4.123
a(Å)	3.7842	4.5937	9.184
b(Å)	3.7842	4.5937	5.447
c(Å)	9.5146	2.9581	5.145
Band gap(eV)	~3.2	~3.0	~3.3



รูปที่ 2.2 แสดงการประยุกต์ใช้ต่างๆของไททาเนียมไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1 สมบัติทางกายภาพ (Physical Properties)

ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์เป็นโครงสร้างที่มีความเสถียรสูงที่สุดในทางเทอร์โมไดนามิกส์ ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบบรูคไคท์และโครงสร้างแบบอนาเทสไนต์ จะมีความเสถียรที่อุณหภูมิต่ำเท่านั้น

ตารางที่ 2.2 สมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์

สูตรทางเคมี	TiO ₂
ลักษณะ	ของแข็ง
สี	ขาว
มวลโมเลกุล	79.9 g/mol
จุดหลอมเหลว	1870 °C
จุดเดือด	2972 °C

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่รู้จักกันอย่างแพร่หลาย ในการบำบัดน้ำ อากาศ และก๊าซพิษ เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีคุณสมบัติในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงและมีประสิทธิภาพที่สามารถสลายสารประกอบอินทรีย์เกือบทุกชนิดเมื่ออยู่ภายใต้แสงอาทิตย์ ไททาเนียมไดออกไซด์จึงเป็นที่นิยมในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่สามารถย่อยสลายมลพิษและผลิตภัณฑ์การทำความสะอาดด้วยตนเองซึ่งนำไปใช้ในการเคลือบสิ่งก่อสร้าง กระจกอาคาร หรือรถยนต์

2.2 ไนโตรเจน (Nitrogen)

ไนโตรเจนคือธาตุโลหะที่มีสถานะเป็นแก๊สที่มีอยู่ทั่วไปเป็นธาตุเคมีในตารางธาตุที่มีสัญลักษณ์คือ N ถูกค้นพบโดยแดเนียล รัทเทอร์ฟอร์ดในปี ค.ศ.1772 โดยปกติไม่มีสี กลิ่น หรือรส แต่ละโมเลกุลมี 2 อะตอม ไนโตรเจนเป็นส่วนประกอบของบรรยากาศของโลกถึง 78 เปอร์เซ็นต์ ที่ความดัน 1 บรรยากาศ ไนโตรเจนจะควบแน่นเป็นไนโตรเจนเหลวที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน และแข็งตัวที่อุณหภูมิ 63 เคลวินและเป็นส่วนประกอบของเนื้อเยื่อในสิ่งมีชีวิต นอกจากนี้ไนโตรเจนยังเป็นส่วนประกอบในสารประกอบที่สำคัญหลายชนิด เช่น แอมโมเนีย, กรดอะมิโน, กรดไนตริก และสารจำพวกไซยาไนด์ ประโยชน์ของไนโตรเจนที่นิยมนำไปประยุกต์ใช้กันคือ

- 1) ใช้บรรจุในถังเคมีดับเพลิงชนิดแห้ง
- 2) ใช้เติมยางล้อเครื่องบินเนื่องจากไนโตรเจนเป็นก๊าซเฉื่อยจะไม่ขยายตัวเมื่อเกิดการเสียดสีหรือแรงกระแทก แต่ถ้าใช้อากาศธรรมดาเครื่องบินซึ่งมีน้ำหนักและความเร็วสูงเมื่อบินขึ้น-ลงยางของเครื่องบินจะเกิดการกระแทกและสัมผัสพื้นด้วยความเร็วสูง ทำให้อากาศเกิดการขยายตัวเป็นสาเหตุให้ยางระเบิดได้
- 3) เป็นส่วนประกอบของไนตริสออกไซด์หรือที่เรียกว่าก๊าซหัวเราะ ใช้เป็นยาสลบในทางทันตกรรม
- 4) ไนโตรเจนในยูเรียใช้เป็นปุ๋ยในพืช

ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติของไนโตรเจน

สูตรทางเคมี	N_2
สถานะ	แก๊ส
ความหนาแน่น	0.808 g/cm^3
จุดหลอมเหลว	$-210 \text{ }^\circ\text{C}$
จุดเดือด	$-195.795 \text{ }^\circ\text{C}$
สภาพความเป็นแม่เหล็ก	ไดอะแมกเนติก
จุดวิกฤต	126.192 K

2.3 การเจือ(Doping)ธาตุในโททานิยมไดออกไซด์

การเติมสารหรือการเจือธาตุลงในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic semiconductor) เรียกว่า การเจือปนหรือการโด๊ป ซึ่งสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ที่ผ่านการเจือปนแล้วนั้นจะถูกเรียกว่า สารกึ่งตัวนำเจือปนหรือสารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์ (Extrinsic semiconductor) ในกระบวนการของการเจือปนนั้น สารเจือจะทำหน้าที่เป็นผู้ให้ (Donor) หรือผู้รับ (Acceptor) เมื่อทำการเจือจะเกิดอิเล็กตรอนอิสระขึ้นและระดับพลังงานของอิเล็กตรอนอิสระที่เกิดขึ้นจากการเจือจะอยู่ที่บริเวณส่วนบนของแถบช่องว่าง ทำให้อิเล็กตรอนดังกล่าวนั้นสามารถถูกกระตุ้นไปยังแถบนำได้ง่ายขึ้นจากการเจือสารผู้ให้ที่เป็นธาตุที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนสูงกว่าลงไป ในสารกึ่งตัวนำ การนำไฟฟ้าจึงเกิดจากการเคลื่อนที่ของประจุลบ สารกึ่งตัวนำที่เจือปนแบบนี้เรียกว่า สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type semiconductor) ในทางกลับกันสารกึ่งตัวนำที่เจือด้วยธาตุที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอนน้อยกว่าลงไป ในสารกึ่งตัวนำ เรียกว่า สารกึ่งตัวนำที่เจือปนแบบนี้ว่า สารกึ่งตัวนำชนิดพี (P-type semiconductor) ซึ่งการเจือแบบนี้จะทำให้เกิดโฮลขึ้นที่บริเวณส่วนล่างของแถบช่องว่างที่ใกล้กับวาเลนซ์อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์ถูกกระตุ้นไปโฮลที่เกิดจากสารเจือ การนำไฟฟ้าจึงเกิดจากการเคลื่อนที่ของโฮลในแถบวาเลนซ์

2.3.1 สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic semiconductor)

สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์คือสารกึ่งตัวนำที่ไม่มีเติมสารเจือปนหรือไม่มีการโด๊ปสารเจือใดๆลงไปยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะโควาเลนต์ ที่อุณหภูมิ 0 K แถบวาเลนซ์จะมีอิเล็กตรอนบรรจุอยู่เต็มแต่ที่แถบนำจะว่างเปล่าไม่มีพาหะอยู่เลย เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ผลึกเกิดการสั่นและเกิดการหลุดออกของวาเลนซ์อิเล็กตรอนแปรสภาพเป็นอิเล็กตรอนอิสระขึ้นไปแถบนำได้ การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนนั้นจะทำให้เกิดโฮลขึ้นในแถบวาเลนซ์ ซึ่งอิเล็กตรอนเป็นประจุลบและโฮลที่เกิดขึ้นเป็นประจุบวกเกิดเป็นคู่อิเล็กตรอน - โฮล (Electron - Hole pair) ธาตุกึ่งตัวนำที่นิยมอย่างแพร่หลายเพื่อใช้ทำเป็นสารกึ่งตัวนำในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์เช่น ซิลิกอน (Si) และเจอร์เมเนียม (Ge)

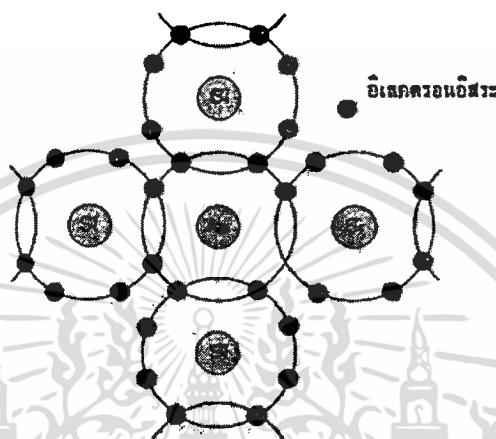
2.3.2 สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์ (Extrinsic semiconductor)

สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์เป็นสารที่เกิดขึ้นจากการเติมสารเจือปนหรือการโด๊ปลงไปในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ เช่น ซิลิกอน หรือเจอร์เมเนียม เพื่อให้ได้สารกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น ซึ่งการเจือปนของสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์นั้นไม่เพียงแต่จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนที่เป็นประจุลบที่เป็นพาหะนำไฟฟ้าเท่านั้นแต่ภายในการกึ่งตัวนำยังเกิดโฮลที่เป็นประจุบวกขึ้นอีกด้วย สารกึ่งตัวนำไม่บริสุทธิ์นี้แบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ สารกึ่งตัวนำประเภทเอ็น (N-Type semiconductor) และสารกึ่งตัวนำประเภทพี (P-Type semiconductor)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2.1 สารกึ่งตัวนำประเภทเอ็น (N-Type semiconductor)

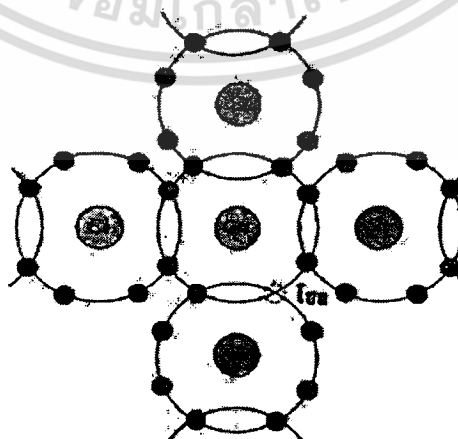
สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นเป็นสารกึ่งตัวนำที่เกิดจากการเติมสารเจือปนที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 5 ตัวของธาตุหมู่ VI เช่น ฟอสฟอรัส (P), อาเซนิก (As) หรือแอนติโมนี (Sb) ลงในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ ทำให้เกิดวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ไม่มีพันธะขึ้นเมื่อได้รับพลังงานเพียงพอก็จะทำให้กลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระที่ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าได้สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นจึงมีสภาพนำไฟฟ้าได้เป็นลบ (Negative) เนื่องจากมีอิเล็กตรอนเป็นพาหะข้างมาก



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น

2.3.2.2 สารกึ่งตัวนำประเภทพี (P-Type semiconductor)

สารกึ่งตัวนำชนิดพีเป็นสารกึ่งตัวนำที่เกิดจากการเติมสารเจือปนที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัวของธาตุหมู่ III เช่น โบรอน (B), อีเดียม (In) หรือแกลเลียม (Ge) ลงในสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ เมื่ออะตอมของสารเจือที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 3 ตัว มีพันธะโคเวเลนต์กับอะตอมที่มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 4 ตัว ทำให้เกิดโฮลอิสระขึ้น 1 ตัว เป็นช่องว่างที่เกิดขึ้นในโครงสร้าง สารกึ่งตัวนำชนิดพีมีสภาพทางไฟฟ้าเป็นบวก (Positive) เนื่องจากมีโฮลเป็นพาหะข้างมาก



รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะของสารกึ่งตัวนำชนิดพี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

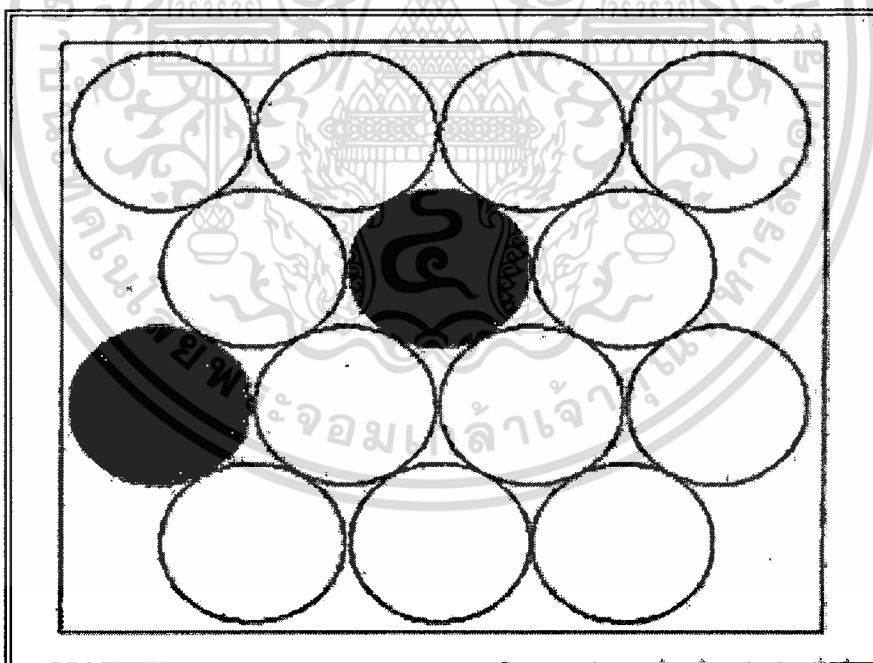
2.3.3 ผลกระทบของการเจือในไททาเนียมไดออกไซด์

การเจือปนของสารจะทำให้สารที่ถูกเจือปนนั้นมีสมบัติที่เปลี่ยนไปเนื่องจากสารที่ใช้เจือแต่ละชนิดนั้นมีสมบัติและลักษณะที่เฉพาะตัวแตกต่างกันเช่น วาเลนซ์อิเล็กตรอน, ขนาดของไอออน, ขนาดของอะตอม หรือ โครงสร้างของผลึก การเจือปนของสารจะทำให้ตำแหน่งที่อยู่ของสารเจือในโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำแตกต่างกันขึ้นอยู่กับลักษณะของสารที่มีความเฉพาะตัว

2.3.3.1 การเจือเข้าไปแทนที่ (Substitute solid solution)

อะตอมของสารเจือจะเข้าไปอยู่ในแลตทิซ โดยจะเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของอะตอมภายในโครงสร้างของสารกึ่งตัวนำ โดยที่มีข้อจำกัดของอะตอมของสารกึ่งตัวนำและอะตอมของสารเจือคือ อะตอมที่เข้าไปแทนที่นั้นจะต้องมีความคล้ายคลึงกันคือ

- 1) มีความแตกต่างกันของค่าแรงดันไฟฟ้าเคมีน้อย
- 2) มีขนาดของรัศมีอะตอมต่างกันไม่เกิน 14%
- 3) มีค่าวาเลนซ์ (Valency) เท่ากัน

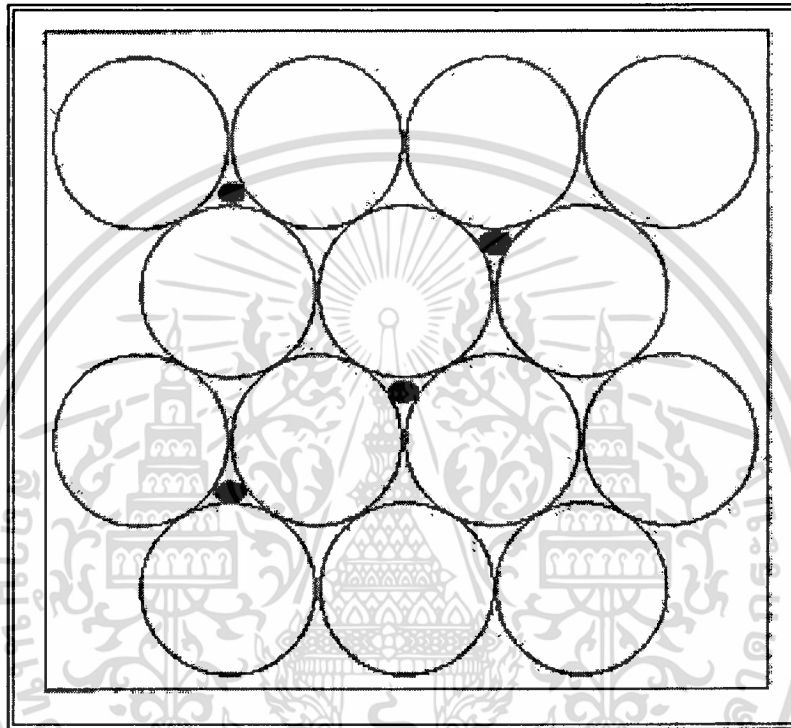


รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะการเจือเข้าไปแทนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3.2 การเจือแทรกตัว (Interstitial solid solution)

อะตอมของสารเจือจะเข้าไปแทรกอยู่ใน โครงสร้างของสารกึ่งตัวนำ โดยที่ไม่ได้เข้าไปแทนที่ของอะตอม กล่าวคืออะตอมหรือไอออนของสารเจือ นั้นจะต้องมีขนาดที่เล็กพอเพื่อที่จะเข้าไปแทรกอยู่ในระหว่างที่ว่างของอะตอมของสารกึ่งตัวนำ ทำให้โครงสร้างผลึกของสารกึ่งตัวนำนั้นไม่เกิดการผิดรูปหรือถูกทำลายไป การเจือสารในลักษณะนี้สามารถได้ในปริมาณที่น้อยมากๆ



รูปที่ 2.6 แสดงลักษณะการเจือแทรกตัว

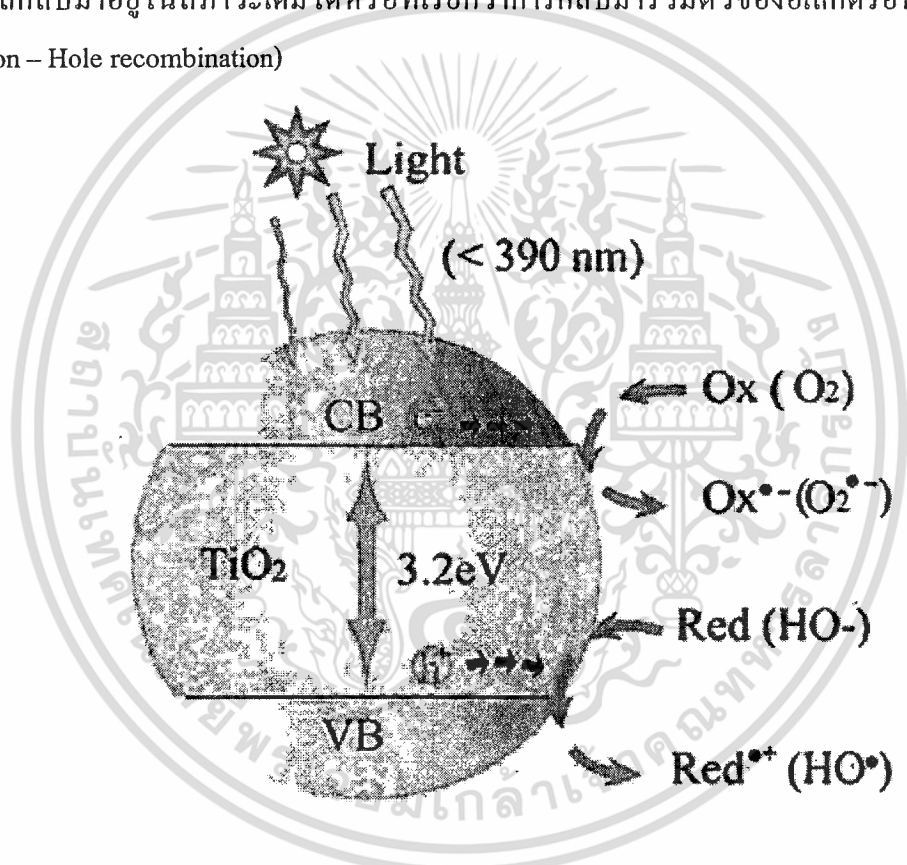
ไททาเนียมไดออกไซด์นั้นเป็นวัสดุกึ่งตัวนำที่เป็นที่นิยมนำไปประยุกต์ใช้เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดูดซับแสงอย่างแพร่หลายเนื่องจากมีความเสถียรทางเคมี, มีราคาถูก และมีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดูดซับแสง เนื่องจากมีแถบพลังงานต้องห้าม (Band gap) ประมาณ 3.2eV ในโครงสร้างอนาเทส ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ภายใต้แสงยูวีเอและยูวีบีได้ทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีประสิทธิภาพสูงในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดูดซับแสง แต่เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์ยังมีข้อจำกัดอยู่บางประการที่ยังเป็นอุปสรรคในการนำไปประยุกต์ใช้ภายใต้แสงที่ตามองเห็นอยู่ เช่น ภายใต้แสงอาทิตย์นั้นมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์เกิดกระบวนการเร่งปฏิกิริยาดูดซับแสงได้อย่างมีประสิทธิภาพและ ในไททาเนียมไดออกไซด์มีอัตราการกลับปารวมตัวกันของอิเล็กตรอนและ โฮล (Electron – Hole recombination) ที่สูงอยู่ จึงได้มีการศึกษาการปรับปรุงประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ให้ความสามารถในการประยุกต์ใช้ภายใต้แสงที่เอกซาร์นี้เป็นเอกซาร์ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตามองเห็น ได้ดีขึ้นด้วยการลดขนาดอนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface areas:SSA) อนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อมีขนาดที่เล็กลงการกระจายตัว จะมีสูงขึ้นทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้นตามไปด้วย การเจือธาตุโลหะหรือธาตุโลหะเข้าไปใน โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ก็เป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่นิยมใช้เพื่อปรับปรุงประสิทธิภาพ ของไททาเนียมไดออกไซด์ เนื่องจาก ไอออนของสารที่เจือเข้าไปนั้นจะเป็นตัวที่ทำหน้าที่ดักจับ อิเล็กตรอนส่งผลให้อิเล็กตรอนไม่กลับไปรวมตัวกับโฮล เป็นการลดอัตราการรวมตัวกันของ อิเล็กตรอนและ โฮลที่เกิดขึ้นภายในโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ได้ หรือสารที่เจือเข้าไป นั้นอาจเข้าไปเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ทำให้รูปร่างหรือโครงสร้าง เปลี่ยนไปโดยการแทรกหรือแทนที่ของอะตอมสารเจือทำให้ค่าพลังงานต้องห้ามลดลงจึงสามารถ ใช้พลังงานต่ำให้การกระตุ้นปฏิกิริยาได้ การเจือธาตุใน โครงเงินเข้าไปในสารกึ่งตัวนำไททาเนียมได ออกไซด์นั้นจะส่งผลให้ค่าพลังงานต้องห้ามของไททาเนียมไดออกไซด์มีค่าลดลง พลังงานแสงใน อย่างที่ตามองเห็นจึงสามารถใช้ในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาได้ ในงานวิจัยนี้ได้สนใจที่จะศึกษาการ เพิ่มประสิทธิภาพของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในย่านแสงที่ ตามองเห็นได้โดยการเจือธาตุใน โครงเงินลงไปในอนุภาคของไททาเนียม ไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาดำรงแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ (Photocatalysis)

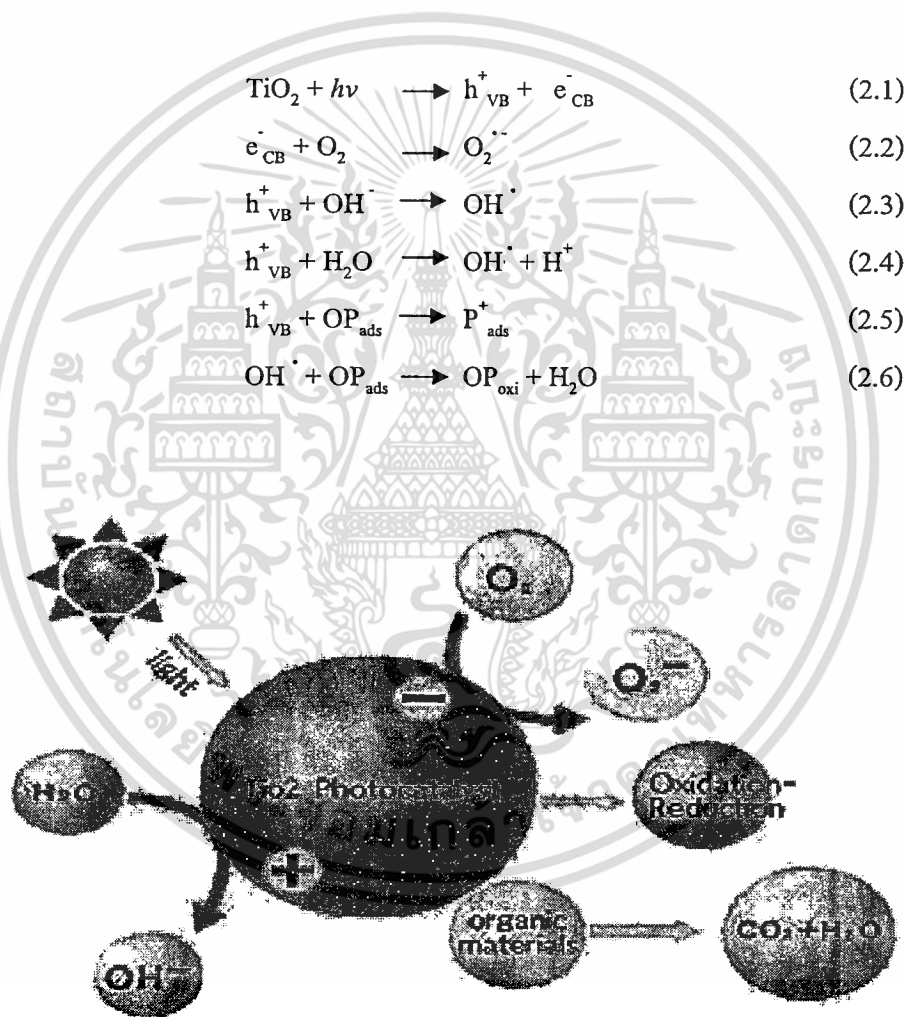
โครงสร้างแบบอนาเทสและรูไทล์มีสมบัติทางเคมีที่น่าสนใจคือ สมบัติในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำรงแสง (Photocatalysis) เมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ได้รับพลังงานแสงในช่วงพลังงานแสงอัลตราไวโอเล็ตช่วงความยาวคลื่นน้อยกว่า 390 นาโนเมตร ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าแถบพลังงานต้องห้าม (Band gap energy) สารกึ่งตัวนำไททาเนียมไดออกไซด์จะดูดกลืนพลังงานเท่ากับช่องว่างพลังงาน (Energy gap) ทำให้อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์ถูกกระตุ้นไปสู่แถบการนำ (Conduction band) ส่งผลให้อิเล็กตรอน (e^-_{cb}) ในแถบการนำและมีโฮล (h^+_{vb}) หรืออิเล็กโตรอนิกเวเลนซ์เกิดขึ้นในแถบเวเลนซ์ดังแสดงในรูป 2.7 ซึ่งโฮลจะมีประจุบวก ส่วนอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ไปยังแถบนำจะสามารถกลับมาอยู่ในสถานะเดิมได้หรือที่เรียกว่าการกลับมารวมตัวของอิเล็กตรอนและโฮล (Electron – Hole recombination)



รูปที่ 2.7 แสดงการเกิด h^+ และ e^- เมื่อได้รับพลังงานแสง ที่มา

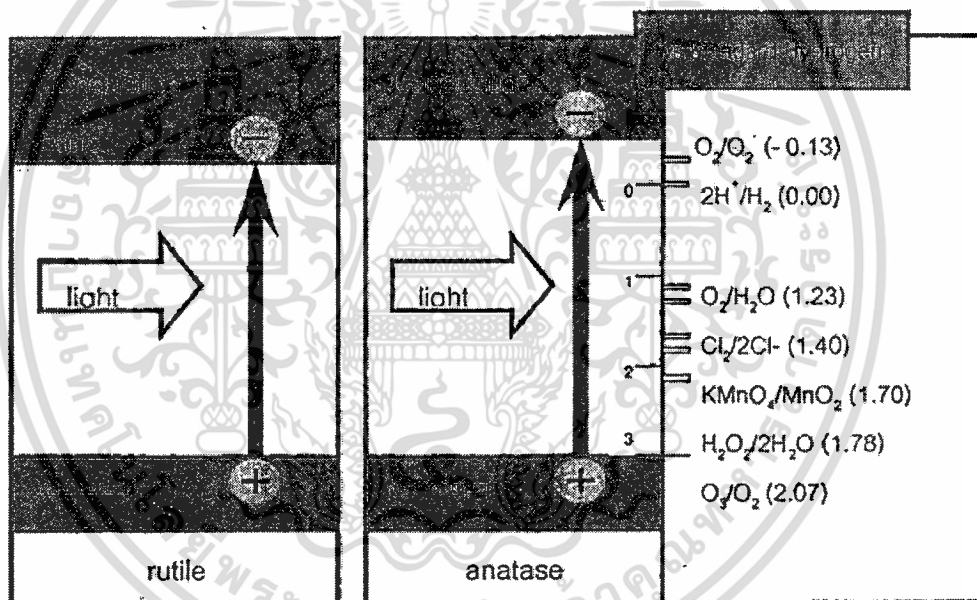
เมื่อผิวหน้าของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้รับพลังงานแสงสัมผัสกับน้ำและออกซิเจนที่อยู่ในอากาศไททาเนียมไดออกไซด์จะสร้างอนุมูลอิสระขึ้นมา (Radical) ที่มีความไวสูงบนผิวหน้าของไททาเนียมไดออกไซด์ โฮลจะทำการออกซิไดซ์โมเลกุลของน้ำเกิดเป็นหมู่ไฮดรอกซิลเรดิคัล (Hydroxyl radical: OH^{\bullet}) ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลเรดิคัลนี้เป็นตัวการสำคัญที่สามารถทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์สามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ได้ เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลเรดิคัลเป็นตัวออกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ออกซิไดซ์ที่แรงมากสามารถสลายพันธะของสารอินทรีย์ที่ถูกดูดซับอยู่บนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ได้ ส่วนอิเล็กตรอนจะทำการรีดิวซ์โมเลกุลของออกซิเจนเกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์แรดิคัลแอนไอออน (Superoxide anion: $O_2^{\cdot -}$) ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่แรงมากสามารถทำปฏิกิริยากับสารที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอนที่ถูกดูดซับอยู่บนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ จากการเกิดของสารอนุมูลอิสระที่กล่าวไปนั้นสามารถทำให้เกิดการทำลายโครงสร้างและยับยั้งชีวเคมีและสลายพันธะของสารประกอบอินทรีย์ให้กลายเป็นน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ได้ในที่สุดกระบวนการดังกล่าวเป็นไปตามสมการที่ (2.1) - (2.6) ซึ่งเป็นกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis) ของไททาเนียมไดออกไซด์ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ ที่มา

จากสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์นี้พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่เป็น โครงสร้างอนาเทสจะมีสมบัติในการเป็นตัวเร่งได้ดีกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ โครงสร้างรูไทล์ เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างอนาเทสนั้นมีค่าช่องว่างพลังงาน ประมาณ 3.2eV ซึ่งตรงกับความยาวคลื่นประมาณ 388 นาโนเมตร ส่วนไททาเนียมไดออกไซด์ โครงสร้างรูไทล์นั้นมีค่าช่องว่างพลังงานประมาณ 3.0eV ซึ่งตรงกับความยาวคลื่นประมาณ 413 นาโนเมตร ซึ่งพลังงานของแถบการนำของ โครงสร้างรูไทล์ใกล้เคียงกับศักย์ที่ใช้ในการรีดิวซ์น้ำให้ กลายเป็นก๊าซไฮโดรเจน แต่ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างอนาเทสที่ค่าพลังงานของแถบนำสูง กว่าซึ่งมีความสามารถในการรีดิวซ์ออกซิเจน (O_2) ให้กลายเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน ($O_2^{\cdot -}$) ได้ดังรูปที่ 2.9 จึงมีประสิทธิภาพในนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงที่สูงกว่าไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างรูไทล์



รูปที่ 2.9 แสดงพลังงานของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สอดคล้องกับศักย์ไฟฟ้ารีดอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 พลังงานแสง

แสงเป็นช่วงหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งเป็นคลื่นตามขวางที่มีทิศทางการเคลื่อนที่ตั้งฉากกับการสั่น โดยสามารถอธิบายได้จากสมการของแมกเวลล์สำหรับช่วงที่เรียกว่าแสงนั้นจะอยู่ในช่วงที่ตามองเห็นซึ่งมีความยาวคลื่นประมาณ 400 ถึง 700 นาโนเมตรเท่านั้นดังตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงสเปกตรัมและพลังงานของแสง

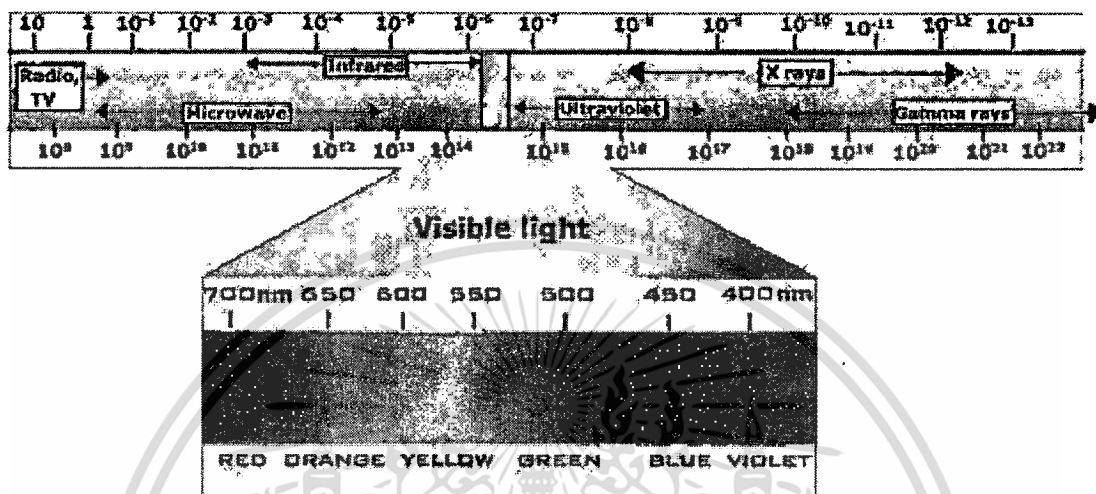
สี	ความยาวคลื่น λ (nm)	ความถี่ ν (Hz)	เลขคลื่น k (cm^{-1})	พลังงาน (J)	พลังงาน (eV)
(Infrared, far)	30,000	1.00×10^{13}	333	6.63×10^{-21}	0.041
(Infrared, near)	1,000	3.00×10^{14}	10,000	1.99×10^{-19}	1.24
แดงเข้ม	700	4.29×10^{14}	14,300	2.84×10^{-19}	1.77
แดงส้ม	650	4.62×10^{14}	15,400	3.06×10^{-19}	1.91
ส้ม	600	5.00×10^{14}	16,700	3.31×10^{-19}	2.06
เหลือง	580	5.17×10^{14}	17,240	3.43×10^{-19}	2.14
เขียวเหลือง	550	5.45×10^{14}	18,200	3.61×10^{-19}	2.25
เขียว	525	5.71×10^{14}	19,100	3.78×10^{-19}	2.36
เขียวน้ำเงิน	500	6.00×10^{14}	20,000	3.98×10^{-19}	2.48
น้ำเงิน	450	6.66×10^{14}	22,200	4.42×10^{-19}	2.75
ม่วง	400	7.50×10^{14}	25,000	4.97×10^{-19}	3.10
(Ultraviolet, lw)	366	8.20×10^{14}	27,300	5.43×10^{-19}	3.39
(Ultraviolet, sw)	254	1.18×10^{15}	39,400	7.82×10^{-19}	4.89

lw = long wave, sw = short wave

แสงอาทิตย์มีช่วงความยาวคลื่นที่กว้างมากดังรูปที่ 2.10 แต่มีความเข้มแสงของแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) ความยาวคลื่นในช่วง 200 – 400 นาโนเมตร และความยาวคลื่นของแสงในช่วงที่ตามองเห็น (Visible light) อยู่ในช่วง 400-700 นาโนเมตร เมื่อแสงผ่านลงมาชั้นบรรยากาศจะถูกดูดกลืนและเกิดการกระเจิงของแสง ขณะผ่านชั้นบรรยากาศ แต่แสงอาทิตย์ที่ส่งผ่านมายังพื้นโลก มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 320-700 นาโนเมตร ดังนั้น ช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ต ที่ส่งผ่านมายังพื้นโลกจึงมีปริมาณที่น้อยมากประมาณ 3 – 5 เปอร์เซ็นต์ แต่ปริมาณแสงส่วนใหญ่เป็นแสงในช่วงที่ตามองเห็น แสงอัลตราไวโอเล็ตแบ่งออกเป็น 3 ช่วงคือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1) อัลตราไวโอเลต เอ (UV A) ความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 320-400 นาโนเมตร
- 2) อัลตราไวโอเลต บี (UV B) ความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 280-320 นาโนเมตร
- 3) อัลตราไวโอเลต ซี (UV C) ความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 200-280 นาโนเมตร



รูปที่ 2.10 แสดงสเปกตรัมของคลื่นแสง

ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยใช้ไททาเนียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น จะต้องมีการฉายแสงให้กับระบบ เพื่อเป็นการให้เกิดการเคลื่อนตัวของอิเล็กตรอน (Electron) และโฮล (Hole) โดยพลังงานแสงดังกล่าวต้องมีมากพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ ซึ่งพลังงานแสงที่เกิดจะอยู่ในรูปของ โฟตอน (Photon) เราจะเรียกพลังงานที่เกิดขึ้นนี้ว่า “พลังงานกระตุ้น” (Activation Energy) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ (2.7)

$$E = \frac{hc}{\lambda} = h\nu \quad (2.7)$$

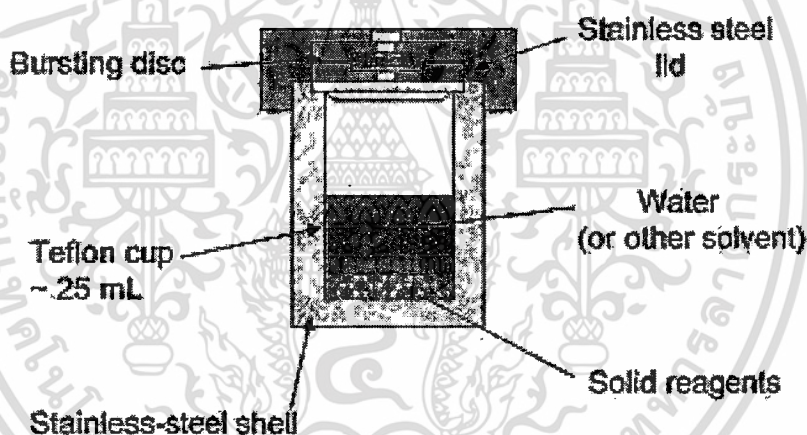
- เมื่อ E คือ ค่าพลังงานกระตุ้น (จูล)
- h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck's Constant) = 6.625×10^{-34} (จูล-วินาที)
- c คือ ความเร็วของคลื่นแสง = 2.997×10^8 (เมตร/วินาที)
- λ คือ ความยาวคลื่นแสง (นาโนเมตร)
- ν คือ ความถี่ของแสง (เฮิร์ตซ์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 เทคนิคการเตรียมไททานเนียมไดออกไซด์

2.6.1 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

วิธีการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยากับสารจำพวกโลหะออกไซด์ไฮดรอกไซด์หรือผงโลหะชนิดอื่นๆที่อยู่ในรูปแบบของสารแขวนลอยหรือสารละลาย โดยการให้แรงดันและอุณหภูมิที่สูงซึ่งการกระบวนการนี้จะทำให้ได้สารที่เป็นผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powders) ที่มีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโน, มีสมบัติเฉพาะตัว, มีการกระจายตัวของอนุภาคน้อย, มีความบริสุทธิ์สูง และเป็นผลึกเชิงเดี่ยว การเตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายใต้แรงดันและอุณหภูมิของสารละลายที่สูงโดยทั่วไปจะใช้อุณหภูมิประมาณ 100 – 350 องศาเซลเซียส ภายใต้แรงดันที่อาจสูงถึง 15 MPa กระบวนการดังกล่าวจึงต้องทำการเตรียมภายในหม้อนึ่งอัดไอ (Autoclave) ที่ทำมาจากวัสดุที่สามารถทนทานต่อแรงดันและอุณหภูมิสูงได้ดังรูปที่ 2.11

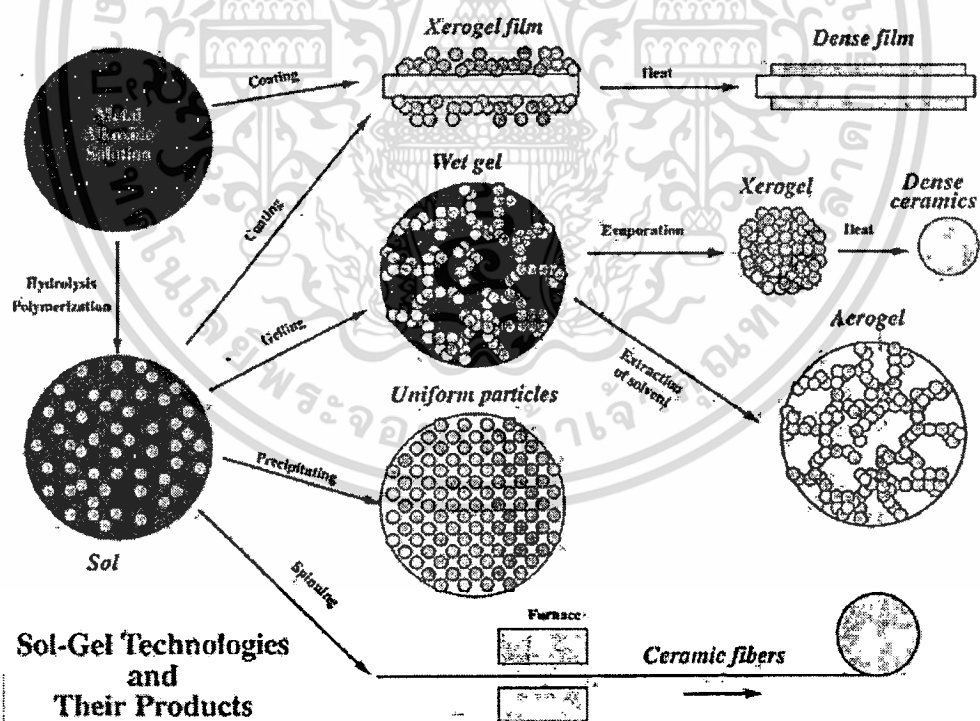


รูปที่ 2.11 แสดงลักษณะของหม้อนึ่งอัดไอ (Autoclave)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.2 วิธีการโซล - เจล (Sol - gel method)

วิธีการโซล - เจลนั้นเป็นวิธีที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายเนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถเตรียมได้ง่าย, ใช้อุณหภูมิที่ไม่สูง, ต้นทุนต่ำ และไม่ต้องทำภายใต้ระบบปิด สารละลายที่ใช้ก็สามารถหาได้ง่ายเช่น น้ำหรือแอลกอฮอล์ วิธีการโซล - เจลเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตและยังสามารถนำไปดัดแปลงเพื่อประยุกต์ใช้ในงานการผลิตวัสดุได้หลากหลาย เช่นการผลิตเป็นวัสดุเซรามิกโดยการให้ความร้อนกับเจล การผลิตแผ่นฟิล์มบางโดยนำเจลไปเคลือบบนวัสดุที่ต้องการแล้วนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นฟิล์มที่มีความหนาแน่นสูงขึ้น กระบวนการนี้สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมกุล การสังเคราะห์ผงด้วยวิธีนี้ทำได้โดยการใช้สารตั้งต้นและสารละลายนำมาผสมกันในปริมาณที่เหมาะสม แล้วทำให้เกิดการกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากสารละลายมีความเข้มข้นมากขึ้นหลังจากของเหลวบางส่วนระเหยไปจะเกิดการเหนียวทำให้เกิดการสร้างพันธะซึ่งสารละลายจะมีความหนืดขึ้นเรื่อยๆจนกลายเป็นเจล กระบวนการทั้งหมดนั้นจะเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) และปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation) เมื่อสารละลายที่ได้กลายเป็นเจลแล้วเมื่อนำไปให้ความร้อนในอุณหภูมิที่เหมาะสมจะเกิดเป็นผงของสารละลายที่ต้องการ



รูปที่ 2.12 แสดงแผนผังกระบวนการ โซล - เจล ที่มา

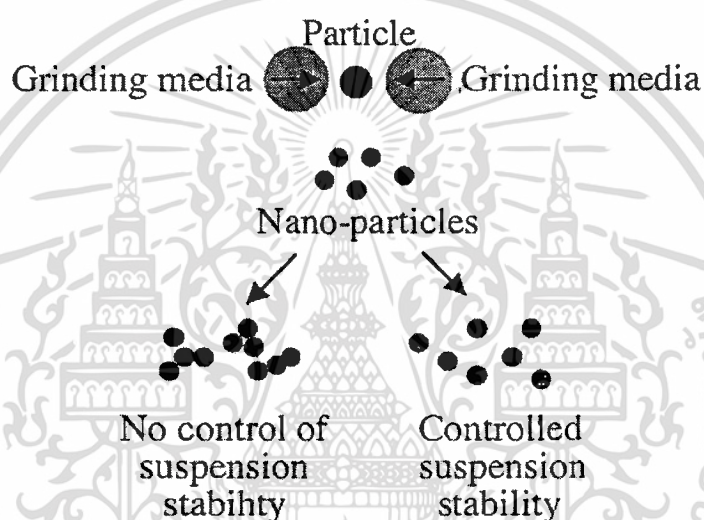
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.3 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method)

วิธีการตกตะกอนคือการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่อยู่ในสารละลายเกิดการแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีอย่างช้าๆ ในปริมาณที่เหมาะสม เปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดอัตราการละลายของสารละลายทำให้เกิดการตกตะกอนขึ้น กลไกสำคัญในกระบวนการตกตะกอนเกิดจากการที่นิวเคลียส (Nucleus) และการเติบโตของโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมในสารละลาย โดยการเกาะแนบอยู่บนพื้นผิวจะทำให้การเติบโตของอนุภาคเปลี่ยนแปลงไป และยังเกิดการเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy) สารละลายที่มีระดับความอิ่มตัวแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็วและขนาดของตะกอนที่ได้มีขนาดของอนุภาคที่เล็ก การเติมตัวช่วยเร่งให้เกิดการตกตะกอนเร็วขึ้นลงไป ในสารละลายอาจทำให้ตะกอนที่ได้ละลายกลับกลายเป็นสารละลายเช่นเดิมได้ถ้าเติมในปริมาณที่สูงเกินไป การเติมสารตัวช่วยนั้นจึงควรเติมให้ปริมาณที่เหมาะสมเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้าๆ ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปอาจทำให้โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมเข้าไปปะปนในเนื้อของตะกอนได้เป็นสาเหตุให้ตะกอนที่ได้เกิดความไม่บริสุทธิ์ ในบางครั้งจึงต้องเพิ่มขั้นตอนของการตกตะกอนย่อย (Digestion) เข้าไปอีก โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนกลับไปเป็นสารละลายดั้งเดิมแล้วเริ่มกระบวนการตกตะกอนใหม่ ในการตกตะกอนสามารถควบคุมอัตราการตกตะกอนได้โดยการควบคุมอุณหภูมิ, อัตราการผสมกันของสารละลาย, ความเข้มข้นของสารละลาย และค่า pH เทคนิคการตกตะกอนนิยมนำมาใช้อย่างแพร่หลายในการเตรียมสารประกอบออกไซด์เนื่องจากให้ความบริสุทธิ์สูงและขนาดอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็ก

2.6.4 วิธีการบดด้วยลูกบด (Ball – milling process)

วิธีการบดด้วยลูกบดเป็นวิธีการลดขนาดของอนุภาคประเภทหนึ่ง โดยทั่วไปการลดขนาดด้วยการบดเป็นวิธีการที่ใช้พลังงานมากกว่าวิธีอื่นๆ อย่างไรก็ตามการลดขนาดโดยการใช้อุปกรณ์ในการบดจะทำให้สามารถใช้พลังงานได้น้อยลงและได้ขนาดของอนุภาคที่ต้องการ ซึ่งแนวคิดทั่วไปของการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนด้วยวิธี Break-down (Top-down) method แสดงดังรูปที่ 2.13 การผลิตอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่าระดับไมโครเมตรได้ทำศึกษาด้วยวิธีวิธีการใช้ลูกบดในหม้อบด โดยเฉพาะการบดด้วยลูกบดเป็นวิธีการหลักซึ่งเป็นวิธีการที่ใช้พลังงานน้อยและใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆเช่น แร่ธาตุ, วัสดุเซรามิก, เม็ดสี, เกสซ์กรรม, สารเคมี และเชื้อจุลินทรีย์

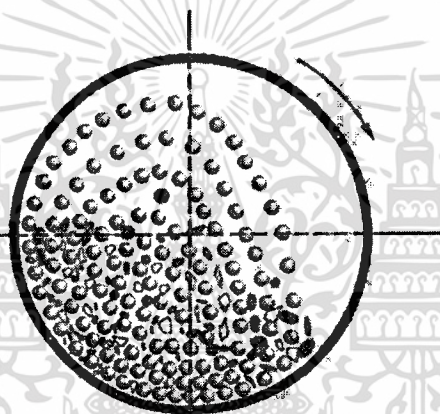


รูปที่ 2.13 แสดงแนวคิดของการลดขนาด

กระบวนการบดโดยใช้ลูกบดสามารถลดขนาดสารเคมีให้เล็กลงได้ โดยการใช้ลูกบอลแบบกลมเป็นตัวบดสาร ลูกบดที่ใช้มีหลากหลายประเภทและหลากหลายขนาดขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่ต้องการนำมาบดแสดงดังตารางที่ 2.6 จึงควรเลือกชนิดและขนาดของลูกบดให้เหมาะสมกับสารที่นำมาบด ซึ่งลูกบดขนาดใหญ่จะทำให้สารที่ทำการบดนั้นได้ขนาดของสารแบบหยาบแต่ถ้าต้องการสารที่มีขนาดที่ค่อนข้างละเอียดจะต้องใช้ลูกบดที่มีขนาดเล็ก วัสดุที่ใช้ในการทำลูกบดตามปกติแล้วจะทำมาจากโลหะ เหล็กหรือเซรามิก ซึ่งในกระบวนการบดนั้นอาจมีการปนเปื้อนเกิดขึ้นได้จากสารละลายที่เติมเข้าไปในกระบวนการหรืออาจปนเปื้อนมาจากวัสดุที่ใช้ทำเม็ดบอลและวัสดุที่ใช้ทำหม้อบด

ตารางที่ 2.6 แสดงประเภทและสมบัติของเม็ดบดชนิดต่างๆ

ชนิดของลูกบด	ส่วนประกอบ	ประสิทธิภาพการบด	ราคา	การสึกหรอ
Pebble stone	SiO_2	ต่ำ	ถูก	สูง
Porcelain	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiO}_2$	ปานกลาง	ปานกลาง	สูง
Steatite	$\text{MgO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiO}_2$	ปานกลาง	ปานกลาง	ปานกลาง
Alumina	Al_2O_3	สูง	สูง	ต่ำ
Zirconia	ZrO_2	สูงมาก	สูงมาก	ต่ำ



รูปที่ 2.14 การกระทำของกระบวนกรบดโดยใช้ลูกบด

หลักการทํางานของกระบวนกรบดโดยใช้ลูกบดนั้นจะอาศัยกระบวนกรหมุนของภาชนะทรงกระบอกซึ่งคําน้ในภาชนะนั้นจะใส่สารเคมีที่เราต้องการบดเอาไว้และลูกบดขนาดต่างๆตามที่เรําต้องการแสดงในรูปที่ 2.14 เมื่อภาชนะเกิดการหมุนลูกบดที่อยู่ภายในภาชนะนั้นจะเคลื่อนตัวขึ้นไปตามผนังของภาชนะตามความเร็วของการหมุน เมื่อลูกบดเคลื่อนที่ขึ้นไปถึงจุดๆหนึ่งลูกบดจะตกลงมากระทบกับสารเคมีและลูกบดด้านล่าง ในขณะที่เกิดการกระทบกันนั้นเองสารเคมีจะแตกออกเมื่อเกิดกระบวนกรนี้ซ้ำๆเป็นเวลาดตามที่กำหนดจะได้สารเคมีที่มีขนาดลดลงตามต้องการ ซึ่งการบดจะเกิดจากแรง 2 แรงด้วยกัน คือ

- 1) แรงเหวี่ยง (Centrifugal force) ซึ่งจะทำให้วัสดุและลูกบด กลิ้งตัวเกาะติดกับผนังหม้อบด รวมกับแรงดึงดูดของโลกจะทำให้ตกลงมาตรงส่วนล่างของหม้อบด ซึ่งจะทำให้เกิดแรงกระแทก (Shear impact)
- 2) การกระแทกกันของลูกบดภายในหม้อบด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัจจัยที่สำคัญอีกอย่างหนึ่งของกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดก็คือความเร็ววิกฤตการกำหนดความเร็วในการหมุนของกระบวนการมีความสำคัญต่อขนาดของสารเคมีที่ทำการบด ถ้าใช้ความเร็วในการหมุนเร็วจะทำให้เกิดการบดได้ในอัตราที่สูงจากแรงกระแทกโดยการที่ลูกบดตกกระทบสารเคมี แต่ถ้าใช้ความเร็วที่ช้าเกินไปจะเกิดแค่เพียงการขัดถูเท่านั้น ความเร็วที่เหมาะสมนั้นสำหรับการบดแบบหยาบนิยมใช้ความเร็วประมาณ 80 – 90 % ของความเร็ววิกฤต และการบดละเอียดนั้นนิยมใช้ความเร็วประมาณ 60 – 70 % ของความเร็ววิกฤต ซึ่งความเร็ววิกฤตสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (2.8)

$$n_c = \frac{42.2}{\sqrt{(D-d)}} \quad (2.8)$$

โดยที่ n_c คือ ความเร็ววิกฤต (รอบต่อนาที)

D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางหม้อบด

d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางลูกบด

2.6.4.1 การบดแบบแห้ง (Dry grinding)

การบดแบบแห้ง โดยการใช้เม็ดบดบดนั้นเป็นวิธีการที่นิยมใช้น้อยกว่าวิธีการบดแบบเปียก วิธีการบดแบบแห้งอนุภาคระดับนาโนที่ได้จะอยู่ในระดับที่มากกว่า 200 นาโนเมตร ข้อเสียของการบดแบบแห้งนั้นคืออนุภาคจะมีระดับขนาดที่กระจายตัวค่อนข้างสูงและยากลำบากในการที่จะแยกอนุภาคออกจากกัน และอนุภาคที่ได้จะมีความหยาบ การลดขนาดแบบแห้งมีข้อจำกัดบ้างประการในการลดอนุภาคเช่น ต้องใช้การลงทุนที่สูง, อนุภาคที่ได้ทำการบดจะมีลักษณะที่หยาบ, ขนาดอนุภาคที่ได้จะมีระดับการกระจายตัวมากกว่าการบดแบบเปียก และใช้พลังงานสิ้นเปลืองมากกว่าวิธีการบดแบบเปียก

2.6.4.2 การบดแบบเปียก (Wet grinding)

การบดแบบเปียกเป็นวิธีการ Top-down อย่างหนึ่งที่ใช้ในการผลิตแร่ธาตุที่มีอนุภาคในระดับนาโน การบดแบบเปียกโดยใช้เม็ดบดบดเป็นวิธีการบดที่มีข้อดีมากกว่าวิธีการบดแบบอื่นเนื่องจากเป็นวิธีการที่มีความสะดวกและง่าย สามารถลดขนาดได้ในอัตราที่สูง และใช้พลังงานน้อย การบดโดยใช้ลูกบดแบบแห้ง เนื่องจากมีสารละลายหรือของเหลวที่ต้องการใส่เพิ่มไปในกระบวนการจะช่วยให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวได้ดีขึ้นและช่วยชะลอการรวมตัวกันของอนุภาคได้ อย่างไรก็ตามงานวิจัยที่ได้ตีพิมพ์ได้ใช้ขนาดของอนุภาคที่เป็นค่าเฉลี่ยเป็นตัวบ่งบอกถึงขนาดของอนุภาค มีข้อจำกัดบางประการในการใช้ค่าเฉลี่ยของอนุภาคเช่น การกระจายตัวของอนุภาคจะเป็นไปตามสมบัติของความหนาแน่นความฟุ้งและการกระจายตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

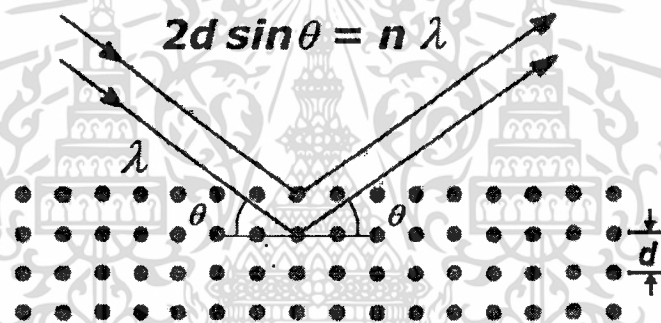
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.7.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X-ray Diffractometer : XRD)

การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกันผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่างซึ่งวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกันแต่ระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึกจะเป็นไปตามกฎของ Bragg ดังสมการที่ (2.9)

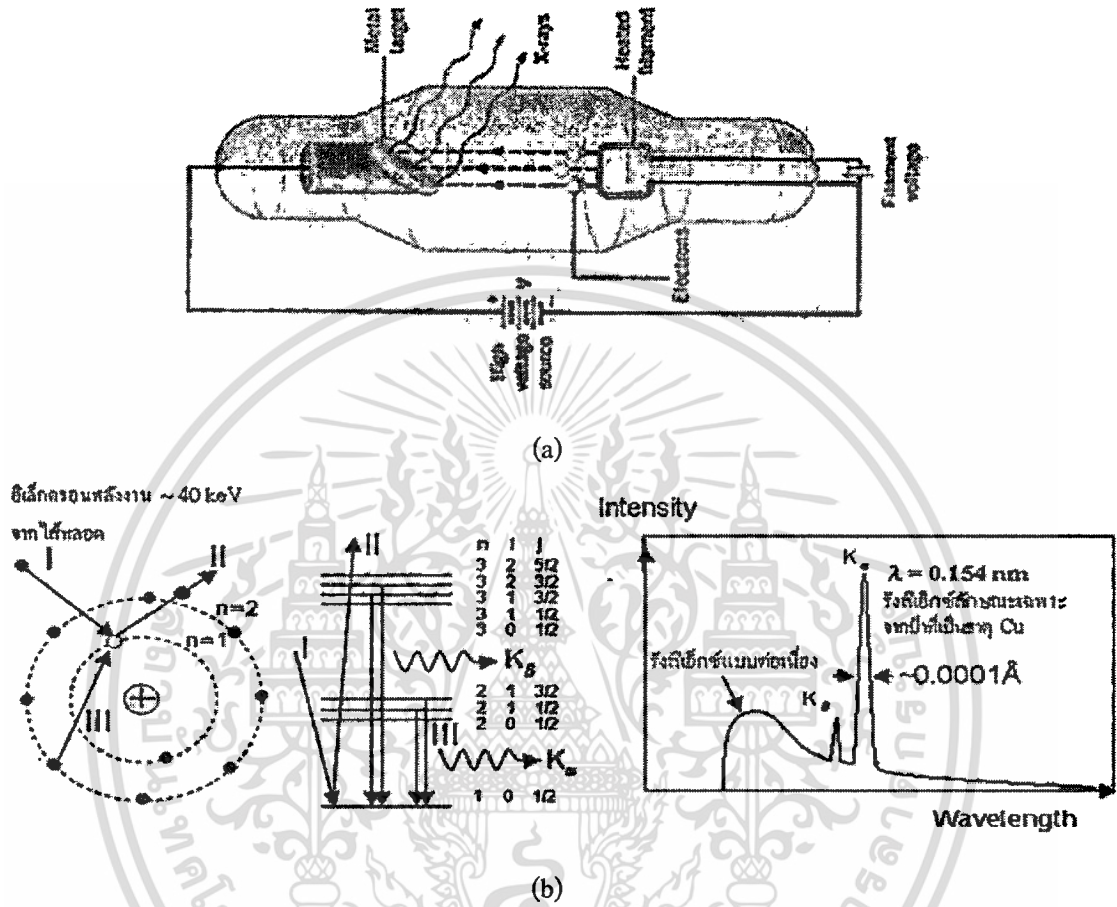


รูปที่ 2.15 กฎของ Bragg

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.9)$$

ซึ่งการเกิดรังสีเอกซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศดังรูปที่ 2.16 (a) โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ภายในหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวดอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้เคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนดซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดงอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้ไอเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L-shell และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้นโดยการคายรังสี

เอกซ์ออกมาดังรูป 2.17 (b) รังสีเอกซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่างและรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอกซ์



รูปที่ 2.16 (a) หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์และ (b) การเกิดรังสีเอกซ์

สมการที่ (2.10) เรียกว่า กฎของแบรกก์ในทางผลึกวิทยา (Crystallography) สามารถมองผลึกว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่างๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ (h k l) ซึ่งค่า hkl เรียกว่า ดัชนีมีลเลอร์ (Miller indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,... ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมีลเลอร์ (h k l) และค่าคงที่ของโครงผลึก (a, b, c, α, β, γ) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีค่าต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆ ในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้ $a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.10)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกตั้งสมการ

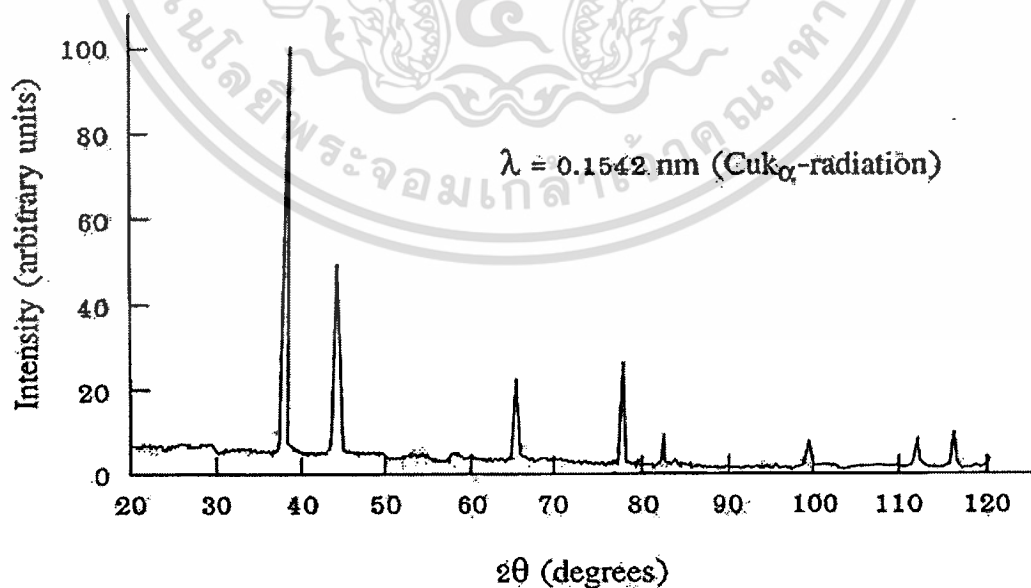
$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (2.11)$$

เมื่อ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆ ในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้ว กระจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) มุมที่รังสีสะท้อน ทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆ จะถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้ เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อ ได้ข้อมูลที่กล่าวมาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงผลึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงดังรูปที่ 2.17



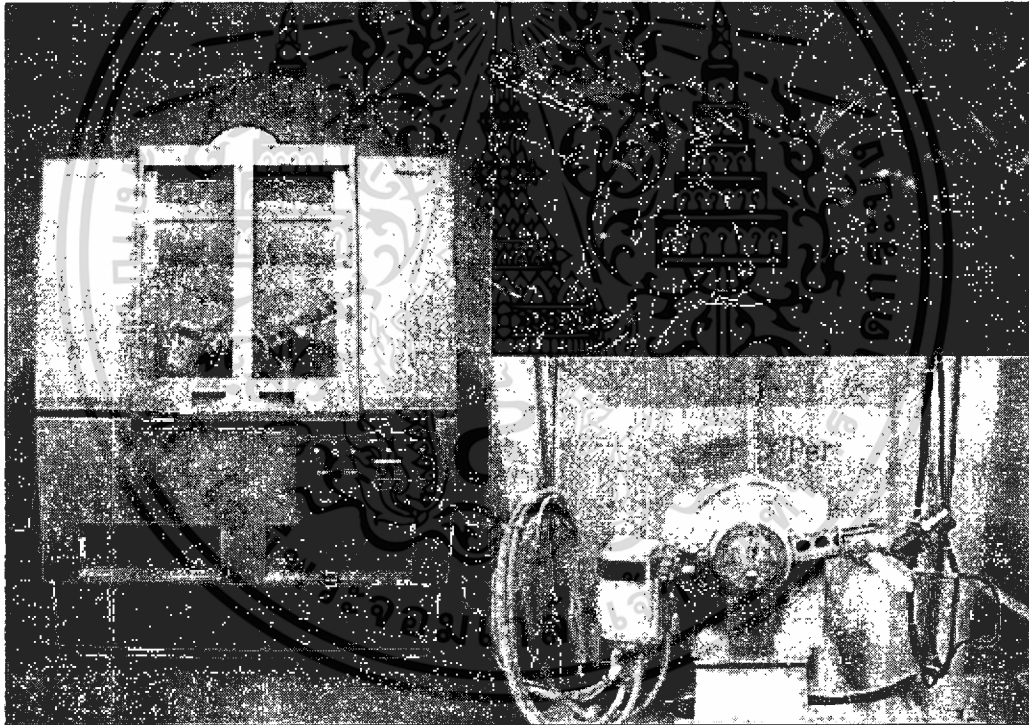
รูปที่ 2.17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้ (Grain size)

$$D = \frac{K\lambda_x}{\beta_{2\theta} \cos \theta} \quad (2.12)$$

- เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก
 K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ($0.89 \leq K \leq 0.94$)
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน
 $\beta_{2\theta}$ คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน
 (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)
 λ_x คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์



รูปที่ 2.18 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

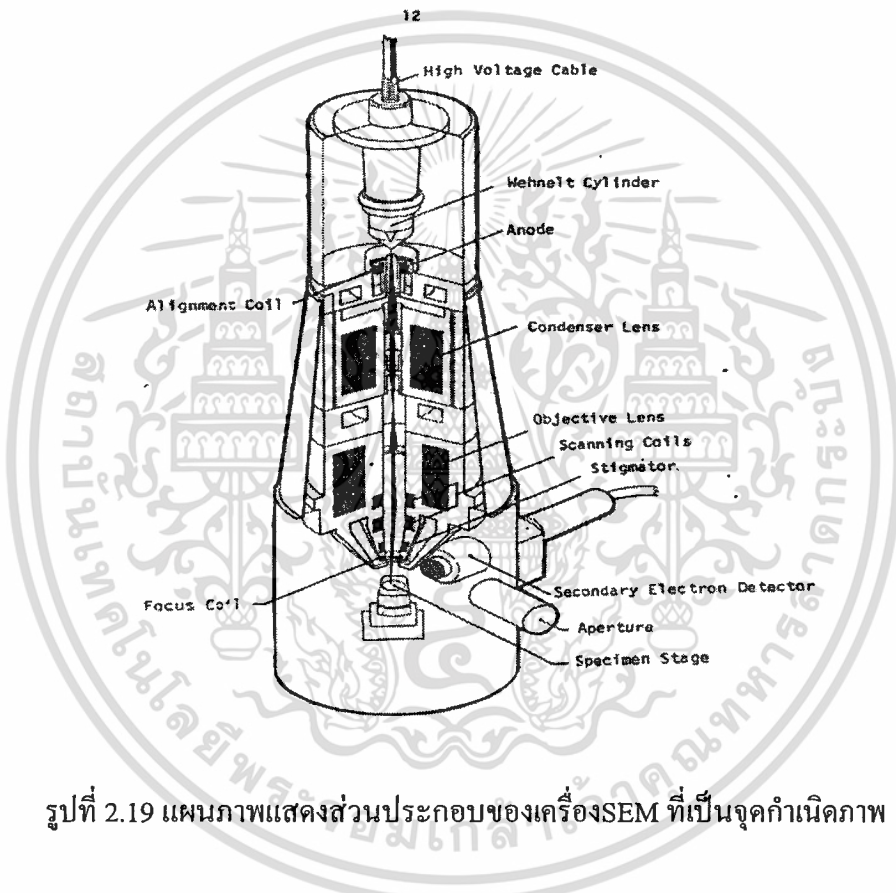
2.7.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเคลื่อนกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

Scanning Electron Microscope เรียกโดยย่อว่า SEM หรือในภาษาไทยเรียกว่ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้อิเล็กตรอนในการสร้างภาพขยายเช่นเดียวกับเครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM) แต่มีความแตกต่างในรายละเอียดของกระบวนการในการสร้างภาพอย่างมาก เครื่อง SEM เครื่องแรกประดิษฐ์ขึ้นในช่วงทศวรรษที่ 1960 จากนั้น เครื่อง SEM ก็ค่อยๆ กลายเป็นเครื่องมือที่นำไปประยุกต์ใช้แพร่หลายทั่วไปทั้งในด้านวิทยาศาสตร์เทคโนโลยี การแพทย์ อุตสาหกรรม นิติวิทยาศาสตร์ โบราณคดีและอื่นๆ อีกหลายด้านซึ่งอิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron Gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวาเมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกชั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบแฟรมการกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบแฟรมแล้วก็จะไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่ในการกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละแฟรม จะถูกกำหนดจำนวนจุดและแถวไว้อย่างแน่นอนโดยในภาพตัวอย่าง 1 แฟรม ตามเส้นตามแนวนอนจะประกอบด้วยจุด 1000 จุด และมีทั้งหมด 1000 เส้นที่ผิวตัวอย่างที่อิเล็กตรอนตกใส่จะเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นหลายรูปแบบซึ่งคล้ายกับการที่แสงตกกระทบวัตถุและสะท้อนออกจากผิววัตถุในที่นี้ถ้ากล่าวอย่างง่าย ๆ ว่าถ้าผิวตัวอย่างเรียบก็จะให้สัญญาณสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างเป็นหลุมลึกก็จะไม่ให้สัญญาณหรือให้ได้น้อยซึ่งเราสามารถรับสัญญาณได้โดยใช้ตัวตรวจจับที่เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณสัญญาณที่ได้จะนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสมแล้วนำมาสร้างเป็นภาพ ถ้าเราใช้หลอดรังสีแคโทด (Cathod ray tube, CRT) เพื่อแสดงภาพในหลอดรังสีแคโทดจะมีการสร้างลำอิเล็กตรอนและถูกบีบให้เป็นลำเล็กๆแต่มีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าในกล้องของเครื่องSEMมาก กล่าวคือในเครื่องSEM ลำอิเล็กตรอนมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตรแต่ในจอภาพมีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตรเมื่อพิจารณาอัตราส่วนของลำอิเล็กตรอนของเครื่องSEM ต่อจอภาพจะพบว่าห่างกันถึง 20000 เท่าทำให้เกิดเป็นอัตราส่วนของกำลังขยายที่จะให้ภาพที่มีรายละเอียดได้ดีซึ่งจะได้กล่าวต่อไป การสแกนในจอภาพจะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อมๆ กับการสแกนของลำอิเล็กตรอนในกล้องขณะเดียวกันความสว่างของจุดอิเล็กตรอนในจอภาพจะขึ้นอยู่กับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจากตัวตรวจจับรับสัญญาณอิเล็กตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงก็จะให้ความสว่างของลำอิเล็กตรอนมากเมื่อส่งลงบนจอภาพก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างในทางกลับกันถ้าสัญญาณเบา ก็จะได้อายุที่มีความสว่างน้อยบนจอ ก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อยด้วยบนจอภาพจะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบแฟรมก็จะได้เป็นภาพออกมา ถ้านบนจอภาพมีขนาดกว้างและยาวเป็น 20 เซนติเมตร และเรากำหนดการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์สงวนไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นไปใช้ประโยชน์อื่นใด

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กวาดลำอิเล็กตรอนในกล้อง ให้ 1 แฟรมมีพื้นที่ขนาดกว้างยาวเป็น 20 เซนติเมตรด้วย อัตราส่วนการขยายของภาพก็จะเป็น 1 เท่า แต่ถ้าเราให้การกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้องเป็นพื้นที่ 1×1 เซนติเมตรก็จะขยายภาพเป็น 20 เท่า แต่ในความเป็นจริงขนาดของการสแกน 1 แฟรมในกล้องอาจควบคุมให้เล็กมากถึงระดับไมโครเมตร โดยที่การสแกนบนหน้าจอยังเท่าเดิม ดังนั้นการขยายจึงได้ถึงระดับหมื่นเท่าอิเล็กตรอนจาก Column ของเครื่อง SEM เราเรียกว่า Primary Electron เมื่อตกกระทบผิวตัวอย่างจะมีสัญญาณหลายอย่างเกิดขึ้น แต่พอจะแบ่งเป็นกลุ่มได้สองกลุ่มคือ Inelastic scattering และ Elastic scattering ซึ่งมีส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM ดังรูปที่ 2.19



รูปที่ 2.19 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง SEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ

2.7.2.1 แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)

อยู่ด้านปลายบนสุดของ Column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูงที่ต่อจากหม้อแปลงไฟฟ้าแรงสูงซึ่งแปลงจาก 110 โวลต์ หรือ 220 โวลต์ เป็นไฟฟ้าที่มีความดันไฟฟ้าสูงคือระหว่าง 1-30 กิโลโวลต์ ซึ่งเพียงพอสำหรับ SEM แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะ Tungsten ที่บิดเป็นรูปตัววีเรียกว่า Filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (Wehnelt cylinder) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1000 โวลต์จะไปเข้ามาสู่ Filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูง ประจุอิเล็กตรอนก็จะกระจายออกมาในสภาวะสุญญากาศภายใน Column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (Anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของ Electron gun ประจุเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อิเล็กตรอนส่วนใหญ่จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนด คือ บริเวณสนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวมประจุอิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง Electron gun ซึ่งมี filament และ Wehnelt cylinder อยู่ภายในสามารถทำให้ขยับเขยื้อนได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบๆ ด้านนอก Electron gun ทั้งนี้เพื่อปรับให้ Electron gun อยู่ในแนวตรงได้ศูนย์กลางหรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน Column ใน SEM สมัยใหม่ นอกจากจะมีปุ่มหรือสกรูที่ช่วยปรับ Electron gun ให้ได้ศูนย์กลางแล้วยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่นขั้วบวกเพื่อจะช่วยปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของสนามแม่เหล็กในเลนส์ชุดแรกขดลวดดังกล่าวเรียกว่า Aligment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการ โดยหมุนและปรับปุ่ม (Alignment knobs) บนแผงของ Console Unit เหตุที่ต้องปรับ Electron gun ก็เพื่อให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์เป็นรูปทรงกระบอกที่ไม่บิดเบี้ยวหรือเบี้ยวออกไปจากศูนย์กลางหากมีการบิดของลำแสงอิเล็กตรอนออกนอกทิศทางอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) บางส่วนจะถูกกั้นออกไปซึ่งมีผลกระทบต่อปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron)

2.7.2.2 เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนพร้อมขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน (Electromagnetic Lens & Scan coils)

เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกันทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบบนผิวตัวอย่างและจะใช้สนามแม่เหล็กขับหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสเลนส์แต่ละชุดมี Aperture ซึ่งเป็นโลหะประเภททองขาวทองเหลืองมีรูปร่างต่าง ๆ กัน (50 – 400 μm) และสามารถเปลี่ยนได้ตามขนาดที่ต้องการ Aperture ดังกล่าวมักจะจัดไว้ในเลนส์แต่ละชุดภายในบริเวณที่ไร้สนามแม่เหล็กของเลนส์ Aperture เหล่านั้นทำหน้าที่กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปกรวยที่สมมาตร Aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อนที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น Aperture พิเศษเรียกว่า Objective Aperture มีไว้เพื่อกรองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวยขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุดและกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆ บนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึกมากกว่าปกติขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้กราดไปบนผิวของตัวอย่างชิ้นส่วนหรืออุปกรณ์นี้เรียกว่า Scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้าและยังควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอร์บภาพให้เคลื่อนที่ไปในทิศทางและเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอน

2.7.2.3 ช่องใส่ตัวอย่างของเครื่อง SEM (specimen chamber)

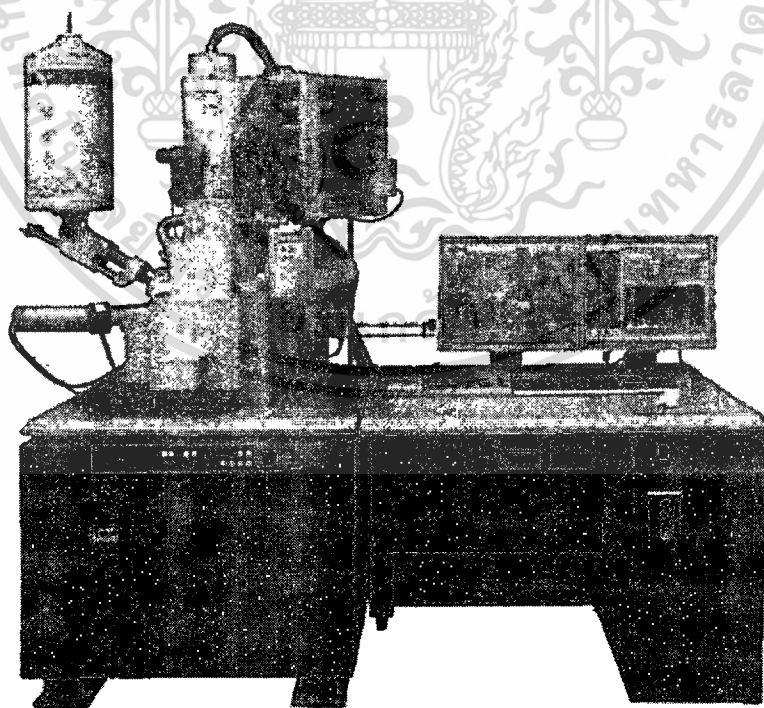
เป็นช่องว่างใต้เลนส์สุดท้ายส่วนที่สำคัญของช่องใส่ตัวอย่างคือฐานวางตัวอย่างและปุ่มควบคุมโดยใช้เฟืองขนาดต่างๆเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เลื่อนไปมาภายในช่องตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทางฐานวางตัวอย่างที่มีส่วนประกอบและคุณสมบัติเหล่านี้เรียกว่า Goniometer stage

2.7.2.4 อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector & Scintillator)

เป็นแท่งแก้วใสมีปลายมลทำด้วยพลาสติกฉาบผิวด้วยอลูมิเนียมและส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30-250 โวลต์ เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง

2.7.2.5 อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging & Photographic devices)

ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพและภาพที่ปรากฏบนจอภาพ ก็พร้อมที่จะทำการบันทึกอุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสงและเครื่องขยายและเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟฟ้าการสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งประจุอิเล็กตรอนชุดนี้จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภทท่อนำแสงในลักษณะของแสงแสงที่ผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (Photomultiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิดโฟตอน นี้ไปอิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่งอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพที่ติดตั้งไว้บน Console unit



รูปที่ 2.20 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเคลื่อนกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7.3 การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องยูวีวิซิเบิลสเปกโตรสโคปี

(UV-VIS Spectrophotometer)

การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องยูวีวิซิเบิลสเปกโตรสโคปี (UV-Vis Spectrophotometer) การวิเคราะห์สมบัติทางแสงโดยใช้เทคนิคการทะลุผ่านของแสง ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer จะเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารอินทรีย์ ในปัจจุบันเป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายและได้กลายมาเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่สำคัญในปัจจุบัน เป็นเทคนิคที่ง่าย มีความรวดเร็ว มีความแม่นยำสูง และใช้ค่าใช้จ่ายไม่สูงอีกด้วย

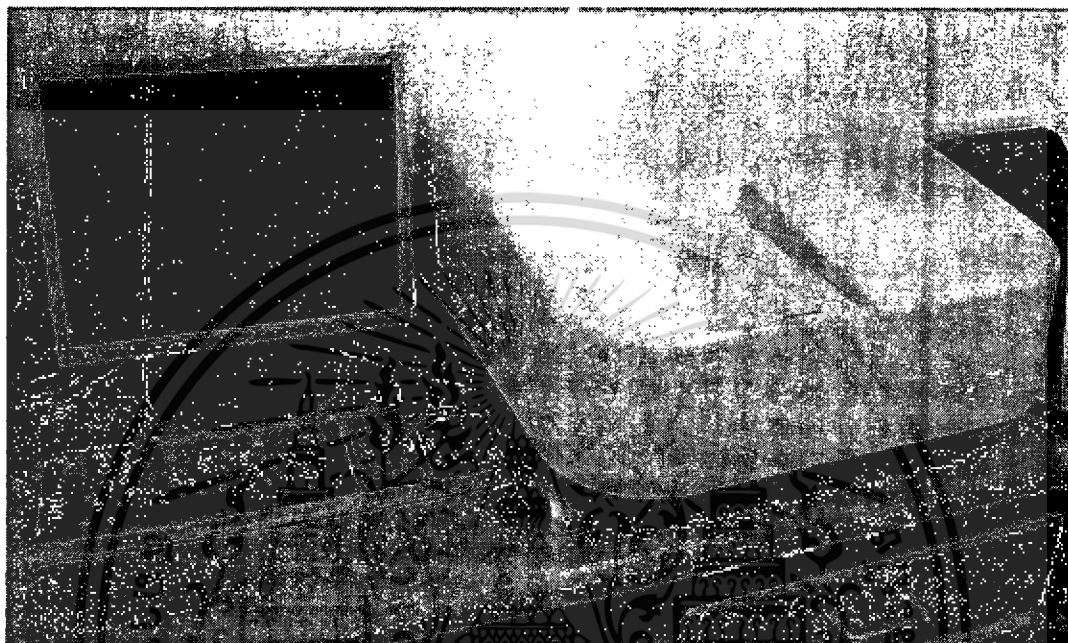
เทคนิคนี้เลือกใช้แสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ต (ความยาวคลื่น 380–800 nm) และ ช่วงแสงที่ตามองเห็น (ความยาวคลื่น 380 – 700 nm) อาศัยกระบวนการดูดกลืนและการส่งผ่านของแสง โดยเมื่อแสงผ่านไปยังตัวอย่าง ตัวอย่างจะมีการดูดกลืนแสงบางส่วนไว้และแสงที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะสามารถผ่านตัวอย่างออกไปได้ ซึ่งช่วงแสงที่ถูกตัวอย่างดูดกลืนไว้จะเป็นการแสดงถึงสมบัติทางแสงของตัวอย่างนั้น กล่าวคือตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีความสามารถในการดูดกลืนแสงในช่วงที่ไม่เท่ากัน ดังนั้นข้อมูลที่ได้ออกมานั้นแสดงถึงสมบัติเฉพาะตัวของตัวอย่างนั้นด้วย เทคนิคก็สามารถใช้ยืนยันตัวอย่างได้เบื้องต้นเท่านั้นองค์ประกอบสำคัญของเครื่อง UV-vis Spectrometer แบ่งออกได้เป็น

- 1) Source หรือแหล่งกำเนิดแสงซึ่งให้กำเนิดแสงในช่วง UV และ visible โดยแหล่งกำเนิดแสงในช่วง UV ได้แก่ deuterium หรือ hydrogen lamps ซึ่งจะให้แสงในช่วง 160 - 375nm ส่วนแหล่งกำเนิดแสงในช่วง visible จะนิยมใช้ tungsten filament lamp หรือ tungsten/halogen lamp ซึ่งจะให้แสงในช่วง 350 – 2500 nm
- 2) Monochromator (Wavelength Selector) ทำหน้าที่แยกลำแสงจากแหล่งกำเนิดแสง โดยแสงจะผ่านเข้าที่ entrance slit และจะถูกแยกด้วย grating หรือ prism จากนั้นแสงที่มีความยาวคลื่นหนึ่ง ๆ เท่านั้นจะออกจาก Monochromator โดยผ่านทาง exit slit
- 3) Detector เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจวัดแสงที่ผ่านสารตัวอย่างออกมา โดย detector ที่ใช้มีหลายชนิด ได้แก่

a. Photomultiplier tube เป็น detector ที่ไวต่อแสงทั้งในช่วง UV และ visible โดยสามารถตรวจวัดได้อย่างรวดเร็ว และตรวจวัดสารที่มีปริมาณต่ำ ๆ ได้ดี ในช่วงความยาวคลื่น 190 – 900 nm

b. Photodiodearray detector เป็น detector ที่สามารถตรวจวัดในทุกความยาวคลื่นของแสงได้ในเวลาเดียวกัน โดยมีราคาถูกและตรวจวัดได้ตั้งแต่ช่วง 190 – 1100 nm

นอกจากการวิเคราะห์ในรูปสารละลายแล้ว เทคนิคนี้ก็ยังสามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างในรูปของแข็งได้อีกด้วย เช่น การตรวจสอบวัสดุพอลิเมอร์ เช่น พลาสติก กระดาษ แก้ว ผ้า การตรวจสอบเพชร พลอย การวิเคราะห์ทางด้านโปรตีน DNA, RNA การวิเคราะห์ด้านสี ด้านอาหาร และด้านสิ่งแวดล้อม เป็นต้น

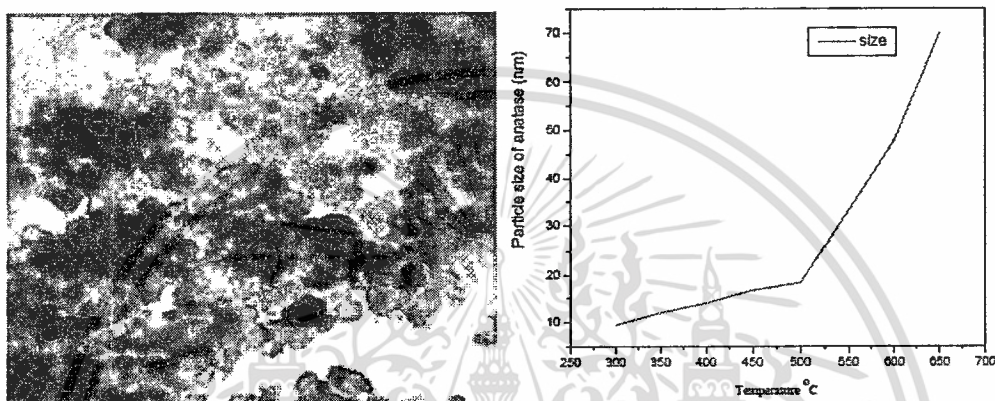


รูปที่ 2.21 ภาพถ่ายเครื่อง UV-Vis spectrophotometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารหนึ่งที่ถูกเลือกนำมาศึกษาและนิยมนำมาประยุกต์ใช้งานอย่างแพร่หลาย โดยเฉพาะด้านสิ่งแวดล้อม เนื่องจากมีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง มีความคงทนต่ออุณหภูมิและสารเคมี ราคาไม่แพงมาก มีสมบัติการทำความสะอาดด้วยตัวเอง อีกทั้งไม่มีผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ [12]-[13] แต่อย่างไรก็ตามไททาเนียมไดออกไซด์สามารถทำงานภายใต้แสงธรรมชาติได้น้อย มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาน้อย อีกทั้งมีการรวมตัวกันที่รวดเร็วของคู่อิเล็กตรอนและโฮล



รูปที่ 2.22 (ก) อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ Sol-gel

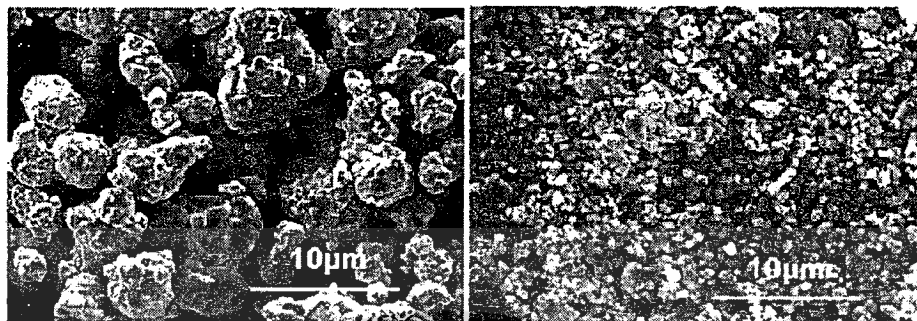
(ข) ขนาดของอนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์กระบวนการ Sol-gel เมื่อผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิสูง

จึงเป็นการลดประสิทธิภาพการทำงานของไททาเนียมไดออกไซด์ ดังนั้นจึงได้มีการวิจัยค้นหาหาวิธีในการแก้ปัญหาเหล่านี้ โดยเริ่มจากการปรับปรุงไททาเนียมไดออกไซด์เป็นโครงสร้างระดับนาโน (TiO_2 nanostructures) อาทิเช่น การทำเป็นแผ่นฟิล์มบางของไททาเนียมไดออกไซด์ [14] การทำไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างท่อตันและท่อกลวงระดับนาโน [15]-[16] ซึ่งการสังเคราะห์โครงสร้างท่อนาโนและฟิล์มบางระดับนาโนที่ดี อาจจะต้องใช้เครื่องมือและกระบวนการเฉพาะเพื่อให้ได้โครงสร้างเหล่านี้มา ดังนั้นการสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปอนุภาคนาโนจึงเป็นวิธีที่ง่ายและสะดวกกว่า A. Ahmad และคณะวิจัย [17] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ผ่านกระบวนการ Sol-gel ร่วมกับการเผาที่อุณหภูมิสูง พบว่า ขนาดของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 10-70 นาโนเมตร โดยขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นตามการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นด้วยดังแสดงในรูปที่ 2.22 โดยการเตรียมอนุภาคนาโนด้วยวิธีนี้ค่อนข้างที่จะง่ายและไม่ยุ่งยาก แต่ในงานวิจัยนี้ต้องการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์จากผงไททาเนียมไดออกไซด์ทั่วไปที่มีในท้องตลาด ซึ่งวิธีที่จะทำให้เป็นอนุภาคเล็กหรืออนุภาคนาโนนั้นมีหลายวิธี แต่วิธีที่ง่ายที่สุดและในงานวิจัยนี้เลือกใช้นั้นคือกระบวนการบดเคลือบด้วยลูกบด โดยกลุ่มวิจัยของ F.L. Zhang [18] ได้เลือกวิธีการบดผสมด้วยลูกบดเพื่อนำไปบดผง

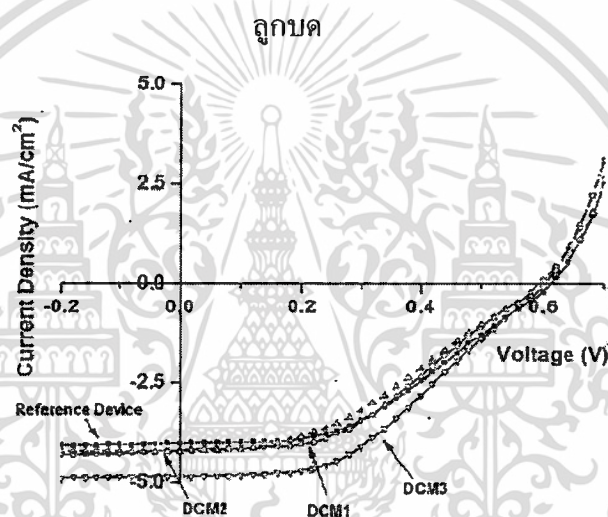
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับวงวิชาการเท่านั้น เมื่อผู้ใดเห็นชอบใช้ประโยชน์ในการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทั้งสแตนคาร์ไบด์และโคบอลต์มีขนาดระดับไมโครเมตรและเป็นผลิตภัณฑ์ทางการค้า พบว่าจากกระบวนการนี้สารตั้งต้นนั้นมีขนาดอยู่ในระดับ 20-60 นาโนเมตร อีกทั้งสารที่สังเคราะห์จากกระบวนการนี้ส่งผลให้มีการกระจายตัวของเนื้อสารที่นำมาผสมกันได้ดีดังแสดงในรูปที่ 2.23



รูปที่ 2.23 ผงทั้งสแตนคาร์ไบด์และโคบอลต์ (ก) สารตั้งต้น และ (ข) สารที่กระบวนการบดเคลือบด้วย

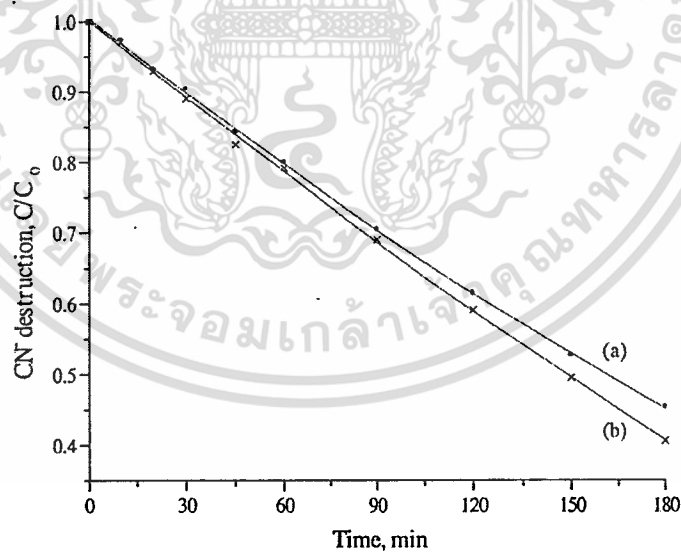


รูปที่ 2.24 การเพิ่มของความหนาแน่นของกระแสในอุปกรณ์เซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมเมื่อมีการใช้วัสดุไฮบริดคอมโพสิตด้วยไททาเนียมไดออกไซด์และคอปเปอร์ฟทาโลไซยานีน

เนื่องจากการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างในระดับนาโนยังช่วยให้การดูดแสงในย่านที่ตามองเห็นได้น้อยอยู่ และการยับยั้งการรวมตัวของคู่อิเล็กตรอน-โฮลยังมีอัตราสูง อีกทั้งยังต้องการให้ประสิทธิภาพการทำงานของไททาเนียมไดออกไซด์ในการประยุกต์ใช้งานด้านต่างๆ ให้ดีขึ้น ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิธีอื่นๆ เพื่อช่วยลดข้อจำกัดดังกล่าว อาทิเช่น การทำวัสดุคอมโพสิตของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2 based nanocomposite) ซึ่งจะทำการผสมสารที่เป็นสารอินทรีย์ โลหะ หรือโลหะออกไซด์ลงไปในไททาเนียมไดออกไซด์ และการเจือด้วยแก๊สเพื่อทำเป็นโครงสร้างที่เป็นอัลลอยกับไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2 alloying) W.Mekprasart และคณะ [19] ได้สังเคราะห์วัสดุไฮบริดคอมโพสิตระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์และคอปเปอร์ฟทาโลไซยานีน พบว่าเมื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นขั้วทำงานในเซลล์แสงอาทิตย์สีย้อม อุปกรณ์ที่มีการใช้วัสดุไฮบริดคอมโพสิตระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์และคอปเปอร์ฟทาโลไซยานีนเป็นขั้วทำงาน จะให้ค่า

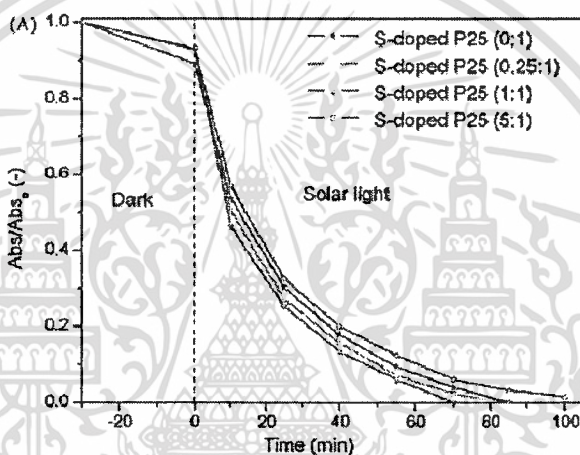
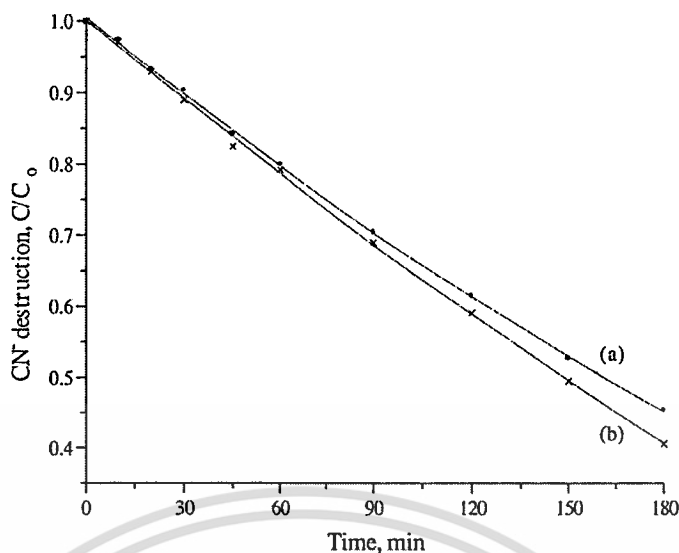
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความหนาแน่นของกระแสมากกว่าเมื่อเทียบกับชั่วโมงทำงานที่ทำจากไททาเนียมไดออกไซด์เพียงอย่างเดียว โดยค่าความหนาแน่นของกระแสมากที่สุดอยู่ที่ 4.84 mA/cm^2 ดังแสดงในรูปที่ 2.24 ส่วนการผสมโลหะออกไซด์ของคอปเปอร์ลงในไททาเนียมไดออกไซด์เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสารไซยาไนด์ พบว่า ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผสมคอปเปอร์ออกไซด์จะช่วยทำให้ปฏิกิริยาการย่อยสลายไซยาไนด์ได้ดีขึ้น โดยการผสมคอปเปอร์ออกไซด์เข้าไปนั้นจะทำให้หน้าที่เป็นตัวดักจับอิเล็กตรอนบนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้ออกซิเจนได้ดีกว่าเมื่อเทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์เพียงอย่างเดียว ดังแสดงในรูปที่ 2.25 ซึ่งเป็นงานวิจัยของ K. Chiang และคณะ [20] และการเพิ่มประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยการสังเคราะห์เป็นโครงสร้างอัลลอย มีคณะวิจัยของ H. Znad [21] ได้ศึกษาการเจือซัลเฟอร์ลงในไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างนาโน พบว่า ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือด้วยซัลเฟอร์จะมีการดูดกลืนแสงในย่านที่ตามองเห็นได้ดีขึ้น เนื่องจากการผสมซัลเฟอร์เข้าไปทำให้ค่าแถบพลังงานต้องห้ามของไททาเนียมไดออกไซด์ลดลง ส่งผลให้ถูกกระตุ้นด้วยแสงในย่านที่ตามองเห็นได้ง่ายขึ้นโดยเงื่อนไขที่ดีที่สุดจะเป็นอัตราส่วนของไททาเนียมไดออกไซด์และซัลเฟอร์เท่ากับ 1:1 แสดงในรูปที่ 2.26(ก) และเมื่อนำไปเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีข้อม ไททาเนียมที่ผสมด้วยซัลเฟอร์ใช้เวลาในการย่อยสลายสีข้อมเร็วกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงอาทิตย์ได้ซึ่งแสดงในรูปที่ 2.26(ข)



รูปที่ 2.25 การย่อยสลายของไซยาไนด์เทียบกับเวลาการฉายแสง โดยที่ (a) ไททาเนียมไดออกไซด์ และ (b) วัสดุคอมโพสิตของไททาเนียมไดออกไซด์และคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีปริมาณคอปเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 0.10% ของน้ำหนักโดยรวม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

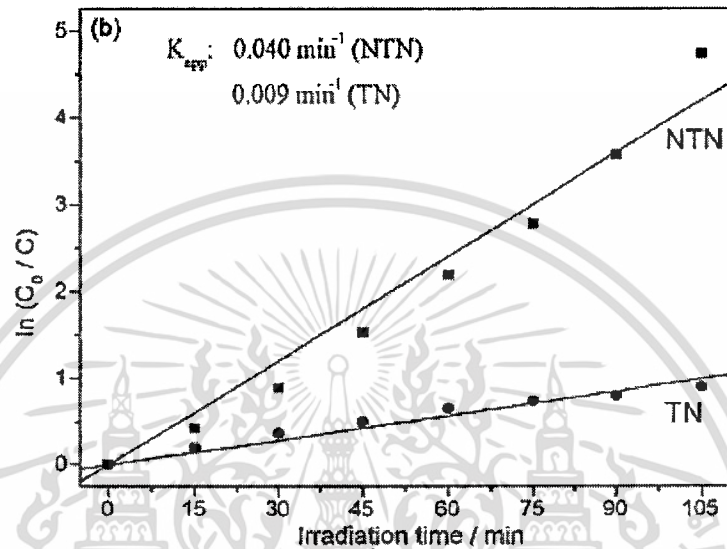


รูปที่ 2.26 (ก) การดูคลิ่นแสงของไททาเนียมไดออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผสมด้วยซัลเฟอร์ และ (ข) การประยุกต์ใช้งานในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการย่อยสลายสี้อม

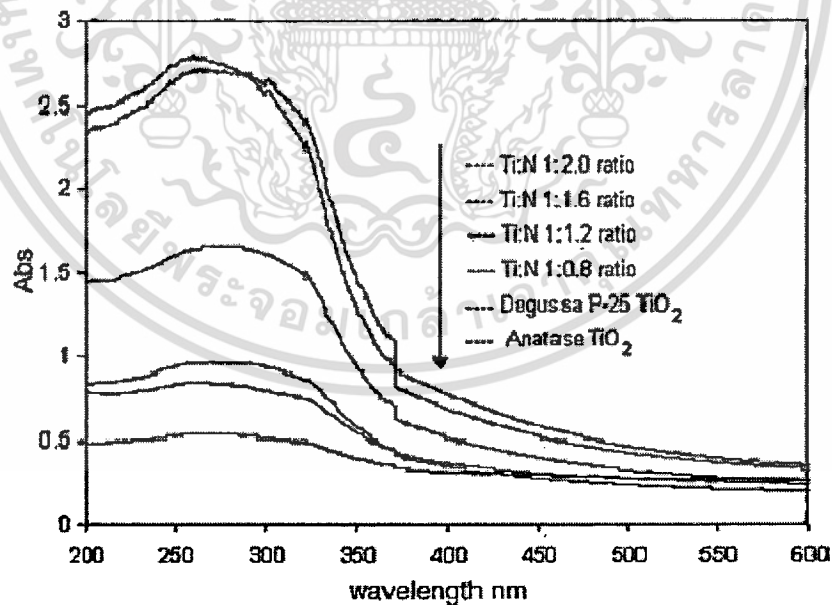
แต่อย่างไรก็ตาม การผสมด้วยซัลเฟอร์ลงในไททาเนียมไดออกไซด์ทำให้เกิดสารพิษขึ้นได้ในระหว่างการสังเคราะห์ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจการเจือด้วยไนโตรเจนลงในไททาเนียมไดออกไซด์ โดยการผสมไนโตรเจนลงไปนั้นจะสามารถถูกกระตุ้นด้วยแสงธรรมชาติได้และช่วยเพิ่มอัตราการย่อยสลายสารอินทรีย์ของปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสง ซึ่งเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ได้วิธีหนึ่ง อาทิเช่น J. Xu และคณะ [22] ได้ทำการเจือไนโตรเจนลงในโครงสร้างท่อนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีจุ่มเคลือบและเผาที่อุณหภูมิสูงพบว่า การผสมด้วยไนโตรเจนลงในไททาเนียมไดออกไซด์จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงในย่านตามองเห็นซึ่งแสดงผลในรูปที่ 2.27 โดยมีการวิเคราะห์ผลจากการคำนวณหาค่าคงที่ของปฏิกิริยา (K) ซึ่งมีค่ามากกว่าไททาเนียมไดออกไซด์เพียงอย่างเดียว ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 0.009 min^{-1} เป็น 0.040 min^{-1} ส่วน J. Senthilnathan และคณะ [23] ได้ทำการสังเคราะห์การเจือด้วยไนโตรเจนลงในไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี Sol-gel พบว่า เมื่อมีการเพิ่มปริมาณการผสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไนโตรเจนจะส่งผลให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีการดูดกลืนแสงในย่านตามองเห็น โดยเฉพาะย่านความยาวคลื่น 400-600 นาโนเมตร ได้ดีขึ้นดังรูปที่ 2.28 จึงส่งผลให้แถบพลังงานการดูดกลืนแสงลดลงโดยมีการเลื่อนจาก 3.20 ไปยัง 2.91 eV ซึ่งการลดลงของแถบพลังงานดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นและส่งผ่านได้ง่ายจากแถบวาเลนส์ไปยังแถบนำกระแส



รูปที่ 2.27 อัตราการย่อยสลายของปฏิกิริยาที่เพิ่มขึ้นเมื่อมีการผสมไนโตรเจนลงในไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น



รูปที่ 2.28 ค่าการดูดกลืนของแสงกับความยาวคลื่นเมื่อมีการเจือ N ลงใน TiO₂

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยมีความสนใจในการพัฒนาเตรียมผงไททาเนียมไดออกไซด์ให้เป็นอนุภาคนาโนพร้อมกับเพิ่มประสิทธิภาพทางแสงด้วยการผสมด้วยไนโตรเจนด้วยกระบวนการที่ง่าย เพื่อให้สามารถใช้งานได้จริงในอุตสาหกรรม และประหยัดค่าใช้จ่าย อีกทั้งยังไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม โดยวิธีการสังเคราะห์สารนี้จะเน้นใช้กระบวนการที่ไม่ยุ่งยากในการเตรียม โดยจะทำการบดไททาเนียมไดออกไซด์ภายในหม้อบดและขณะเดียวกันจะทำการใส่แก๊สไนโตรเจนเข้าไปภายในหม้อบดเพื่อให้ได้สารตั้งต้นที่มีไนโตรเจนเจืออยู่ในไททาเนียมไดออกไซด์ (N-doped TiO_2) ซึ่งเป็นการประหยัดขั้นตอนและเวลาในการสังเคราะห์สารอีกด้วย โดยคณะผู้วิจัยหวังว่างานที่กำลังศึกษาจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้จริงตามจุดประสงค์ ขณะเดียวกันเชื่อว่าจะสามารถต่อยอดงานวิจัยเพื่อให้เกิดองค์ความรู้ใหม่ได้ ซึ่งจะเป็นประโยชน์ต่อการพัฒนาบุคลากรทางด้านนี้ได้อีกประการหนึ่ง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมอนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน และธาตุเงินด้วยกระบวนการบดด้วยลูกบด(Ball milling process) ที่เป็นส่วนหนึ่งในกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid – state reaction) เนื่องจากมีขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยาก ค่าใช้จ่ายไม่สูง สามารถทำได้ในระบบเปิด และเตรียมได้ครั้งละจำนวนมาก

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide:TiO₂)
- เอทานอล 95% (Ethanol:C₂H₅OH)
- แอมโมเนีย (Ammonia:NH₃)
- น้ำปลอดประจุ (De – ionization water)
- สีย้อมโรดามีน บี (Rhodamine B:RhB)
- ก๊าซไนโตรเจน (Nitrogen:N₂)

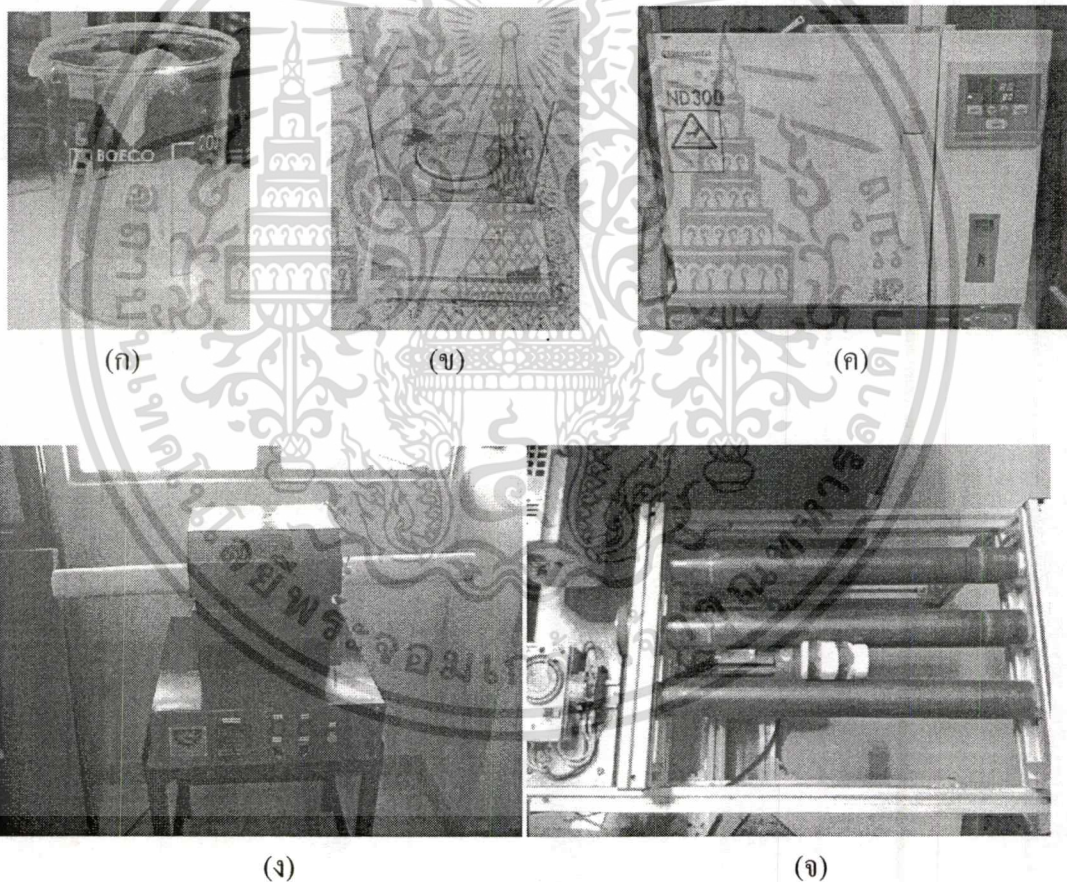


รูปที่ 3.1 แสดงตัวอย่างสารเคมีที่ใช้ (ก)ไททาเนียม ไดออกไซด์, (ข)เอทานอล, (ค)แอม โมเนีย และ (ง)สีย้อมโรดามีน บี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

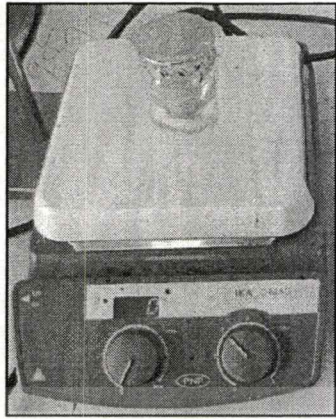
3.1.2 อุปกรณ์

- เครื่องแก้ว
- เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง
- เตาอบความร้อน
- เตาเผาอุณหภูมิสูง
- เครื่องกวนสาร โดยใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
- เครื่องบดโดยใช้ลูกบด
- เม็ดบดเซอโคเนีย (Zirconia Ball)
- ขวดพลาสติก
- หลอดฉายแสงยูวี

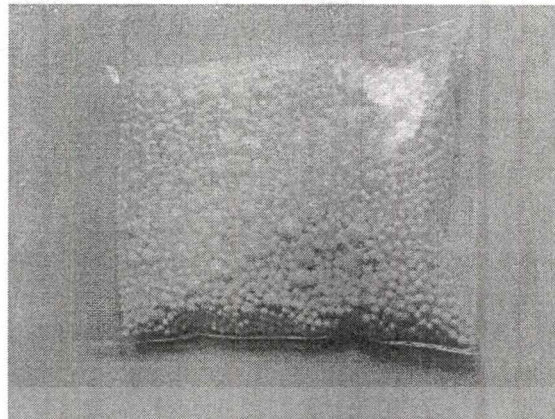


รูปที่ 3.2 แสดงตัวอย่างอุปกรณ์ (ก)เครื่องแก้ว, (ข)เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง ,(ค)เตาอบความร้อน, (ง)เตาเผาอุณหภูมิสูง, (จ)เครื่องบด โดยใช้ลูกบด

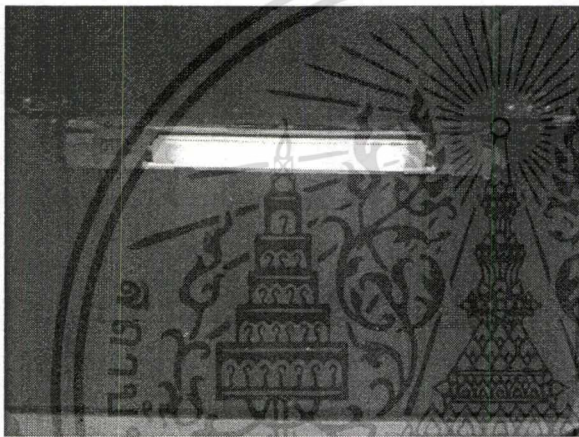
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



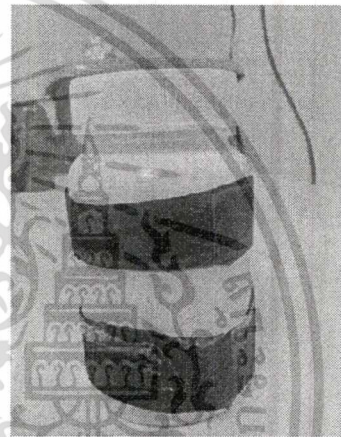
(ฉ)



(ช)



(ซ)



(ฅ)

รูปที่ 3.2 (ต่อ) แสดงตัวอย่างอุปกรณ์ (ฉ) เครื่องกวนสาร โดยใช้แท่งแม่เหล็ก, (ช) เม็ดบดเซอโคเนีย, (ซ) หลอดฉายแสงยูวี, (ฅ) ขวดพลาสติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

- 1) ใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โครงสร้างอนาเทสปริมาณ 10 กรัม เป็นสารตั้งต้น
- 2) นำไททาเนียมไดออกไซด์ปริมาณ 10 กรัม ผสมกับเอทานอล 95% ปริมาตร 40 มิลลิลิตร
- 3) นำไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผสมกับเอทานอลบรรจุลงใจขวดพลาสติกที่มีเม็ดบดเซอโคเนียปริมาณ 55% ของปริมาตรขวดพลาสติก
- 4) นำไปเข้ากระบวนการบดโดยเม็ดบดเป็นเวลา 6 – 48 ชั่วโมง
- 5) นำไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้หลังกระบวนการบดไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 6) นำผงที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ $450 - 600^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน
- 7) นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X – ray diffraction : XRD), วิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) และวัดพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer – Emmett – Teller (BET)

3.2.2 การเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N – doped TiO_2) ด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

- 1) ใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โครงสร้างอนาเทสปริมาณ 10 กรัม เป็นสารตั้งต้น
- 2) นำไททาเนียมไดออกไซด์ปริมาณ 10 กรัม ผสมกับแอมโมเนียปริมาตร 40 มิลลิลิตร
- 3) นำไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผสมกับแอมโมเนียบรรจุลงใจขวดพลาสติกที่มีเม็ดบดเซอโคเนียปริมาณ 55% ของปริมาตรขวดพลาสติก
- 4) นำไปเข้ากระบวนการบดโดยเม็ดบดเป็นเวลา 6 – 48 ชั่วโมง
- 5) นำไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้หลังกระบวนการบดไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 6) นำผงที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 200 และ 300°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน
- 7) นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X – ray diffraction : XRD), วิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาดูเท่านั้น เมื่อนำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) และวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ (Energy-dispersive X-ray spectroscopy : EDX)

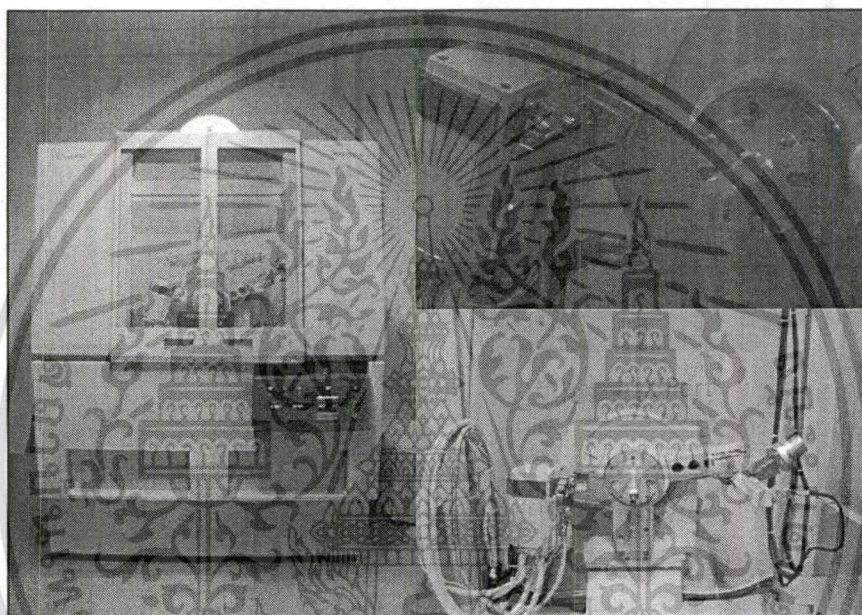
3.2.3. การทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์

- 1) เตรียมสีย้อมของโรดามีน บี ความเข้มข้น 1 mM โดยใช้โรดามีน บี ปริมาณ 0.001 กรัม ละลายในน้ำปลอดประจุ 1 ลิตร นำไปกวนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 20 นาที
- 2) นำผงไททาเนียมไดออกไซด์ปริมาณ 0.01 กรัม ผสมลงในสีย้อมโรดามีน บี ที่เตรียมได้ในข้อที่ 1) โดยใช้สีย้อม 100 มิลลิลิตร นำไปกวนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที ในที่มืด
- 3) ฉายแสงยูวีให้กับสีย้อมโรดามีน บี (Rhodamine B : RhB) ที่ผสมด้วยผงไททาเนียมไดออกไซด์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 4) ตรวจสอบความเข้มข้นของสีย้อมโรดามีน บี หลังจากที่ได้ทำการฉายแสงยูวีแล้วทุกๆ 20 นาที ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectroscopy

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์

3.3.1 วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(X - ray diffractometer : XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction: XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง โดยรังสีเอ็กซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึกและจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ โดยระยะห่างระหว่างอะตอมนั้น สามารถคำนวณได้จากสมการของ Bragg's law

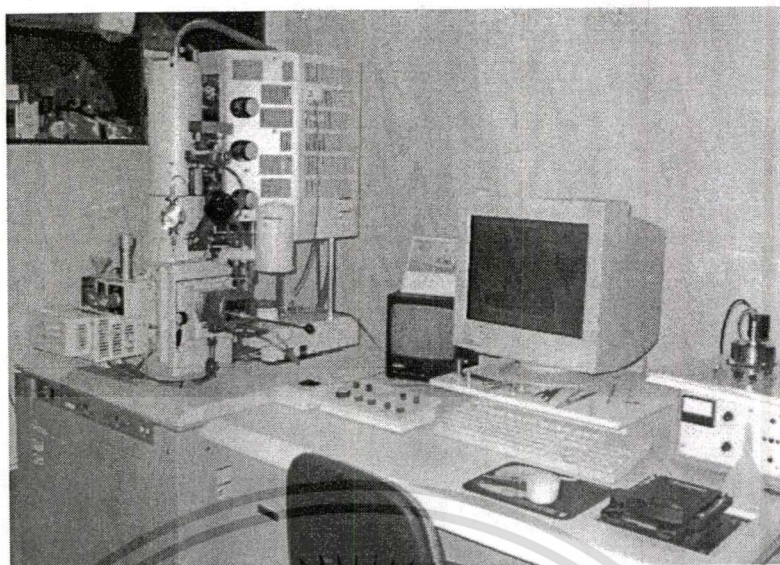


รูปที่ 3.3 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง

3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน กล้องจุลทรรศน์ ที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบ ใช้ในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง ได้จากการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแล้วแสดงผลบนจอ cathode ray tube (CRT) มีลักษณะของภาพเป็นภาพขาวดำ มีกำลังขยาย 10 – 300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง หลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่างทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron : SE) และจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector) นำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างภาพบนจอ cathode ray- tube (CRT)

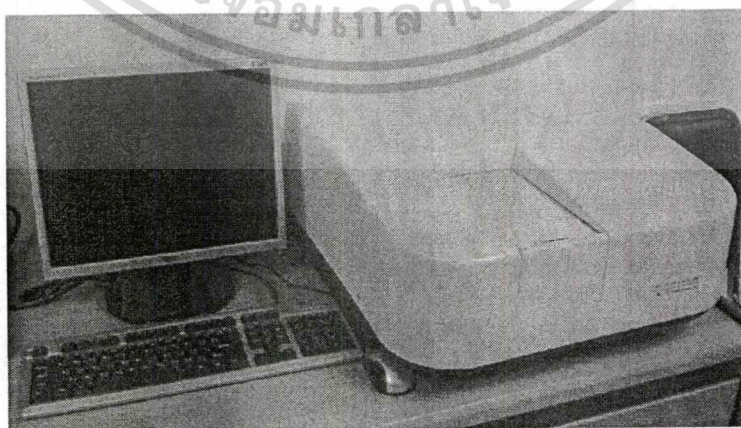
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกรวดที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว

3.3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางแสง(Ultraviolet – Visible Spectrophotometer)

วิธีการวัดการทะลุผ่านของแสง (UV-Vis Spectroscopy) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารโดยใช้หลักการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต และช่วงที่ตามองเห็น ช่วงความยาวคลื่นที่สามารถวิเคราะห์ประมาณ 300-900 นาโนเมตร โดยนำสารตัวอย่างวางในบริเวณใกล้แหล่งกำเนิดแสง สารตัวอย่างจะดูดกลืนรังสี หรือแสงบางส่วนไว้ แสงที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมายังเครื่องวัดแสง (Photodetector) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมา โดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืน จากนั้นจะทำการประมวลผลเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทะลุผ่าน (Transmittance) กับค่าความยาวคลื่น(Wavelength) ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องวัดการทะลุผ่านของแสง (UV-Vis Spectrophotometer)



รูปที่ 3.5 เครื่อง UV-vis Spectrophotometer ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

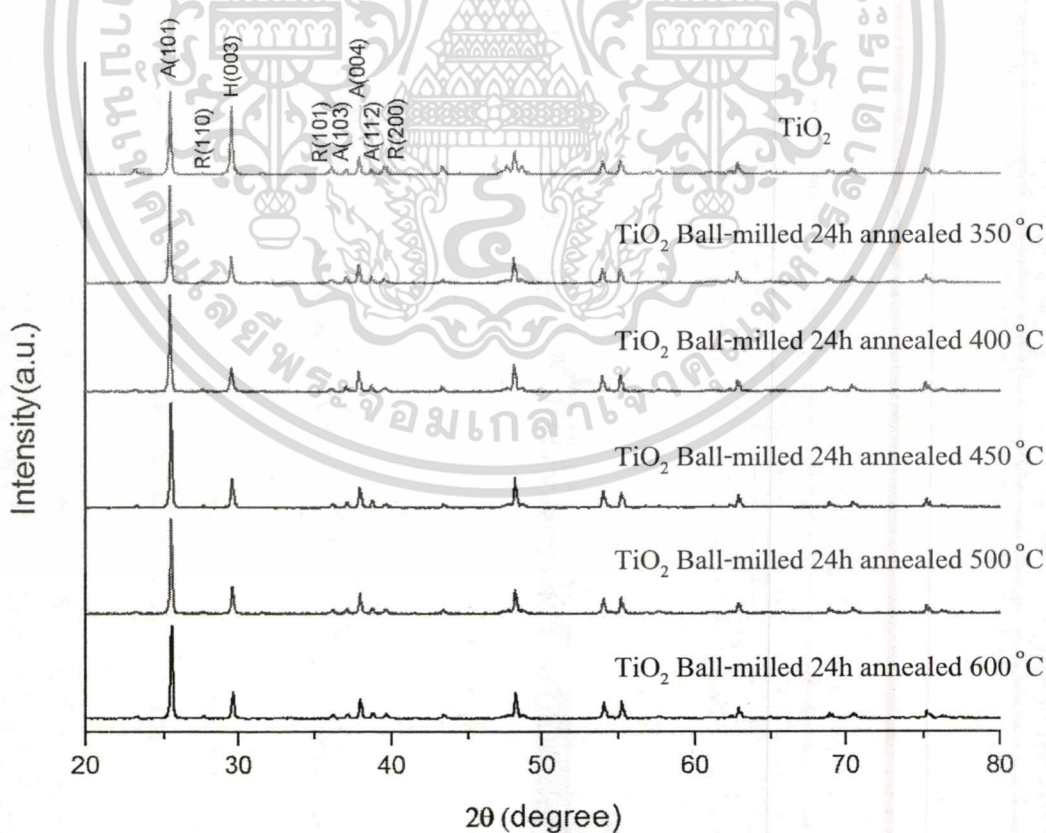
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction : XRD)

4.1.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

จากกราฟแสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนแสดงในรูปที่ 4.1 ผลจากการเลี้ยวเบนพบว่ามีระนาบผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างอนาเทสที่ตำแหน่ง $2\theta = 25.33^\circ, 37.84^\circ, 48.14^\circ, 53.97^\circ$ และ 55.18° ซึ่งตรงกับระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์อนาเทสเฟส (101), (004), (200), (105) และ (211) พบระนาบผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างรูไทล์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 27.49^\circ, 36.13^\circ$ และ 39.57° ซึ่งตรงกับระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์รูไทล์เฟส (110), (101) และ (200) ส่วนที่ค่า $2\theta = 24.50, 29.57$ และ 43.35° ตรงกับระนาบของ $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ซึ่งจะพบว่าเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์รูไทล์และ $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ จะลดลง

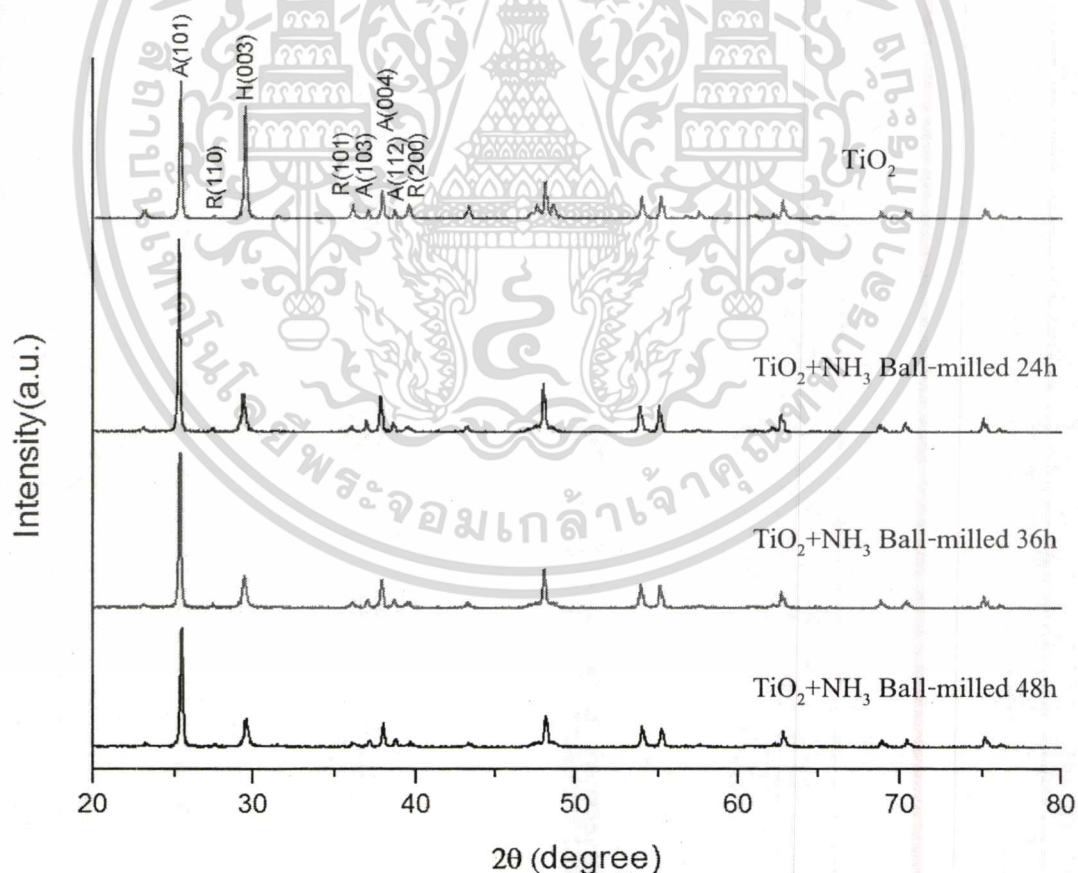


รูปที่ 4.1 กราฟวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

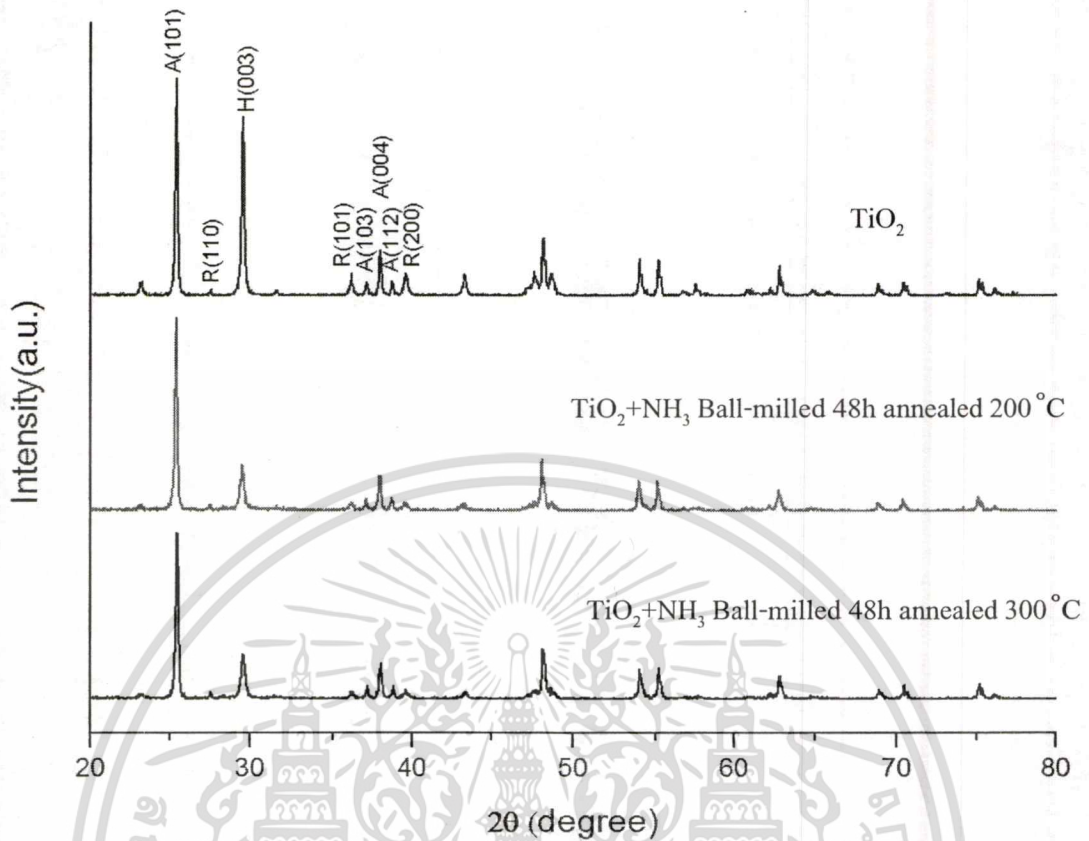
4.1.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุไนโตรเจน (N-doped TiO₂) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

จากกราฟแสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดด้วยลูกบดในแอมโมเนียเป็นเวลา 24 – 48 ชั่วโมงแสดงในรูปที่ 4.2 และไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดด้วยลูกบดในแอมโมเนียเป็นเวลา 48 ชั่วโมงแล้วนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงแสดงในรูปที่ 4.3 ผลจากการเลี้ยวเบนพบว่า มีระนาบผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างอนาเทสที่ตำแหน่ง $2\theta = 25.33^\circ, 37.84^\circ, 48.14^\circ, 53.97^\circ$ และ 55.18° ซึ่งตรงกับระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์อนาเทสเฟส (101), (004), (200), (105) และ (211) พบระนาบผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างรูไทล์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 27.49^\circ, 36.13^\circ$ และ 39.57° ซึ่งตรงกับระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์รูไทล์เฟส (110), (101) และ (200) ส่วนที่ค่า $2\theta = 24.50, 29.57$ และ 43.35° ตรงกับระนาบของ H₂Ti₃O₇ ซึ่งจะพบว่าเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์รูไทล์และ H₂Ti₃O₇ จะลดลง



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงผลการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

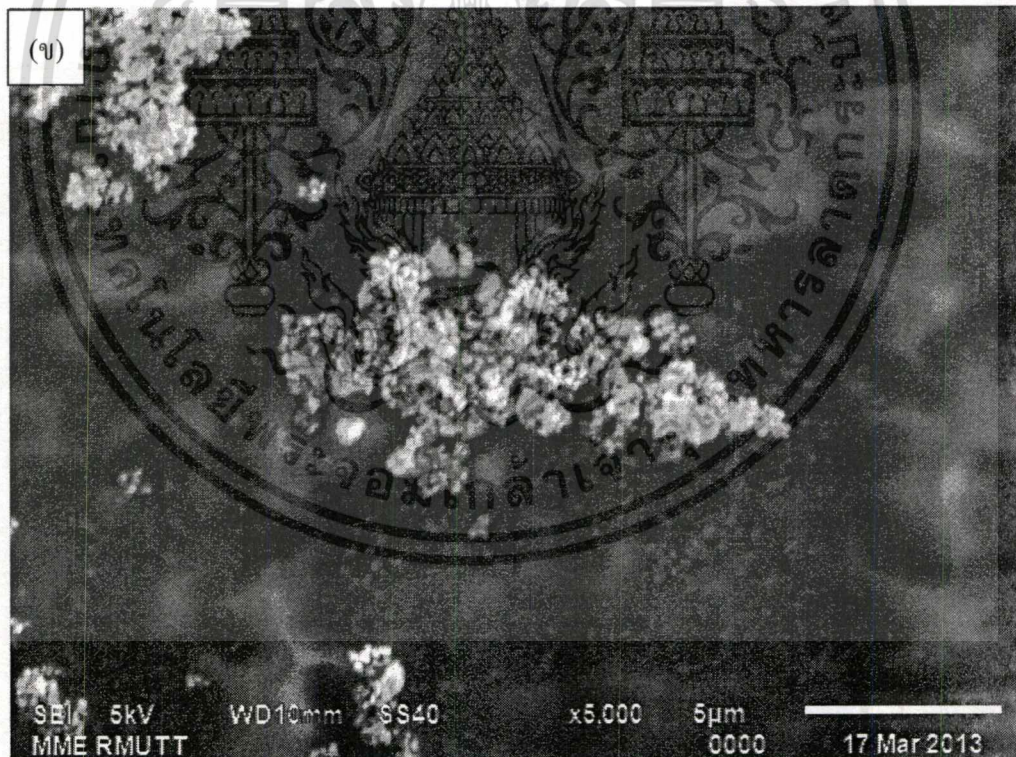
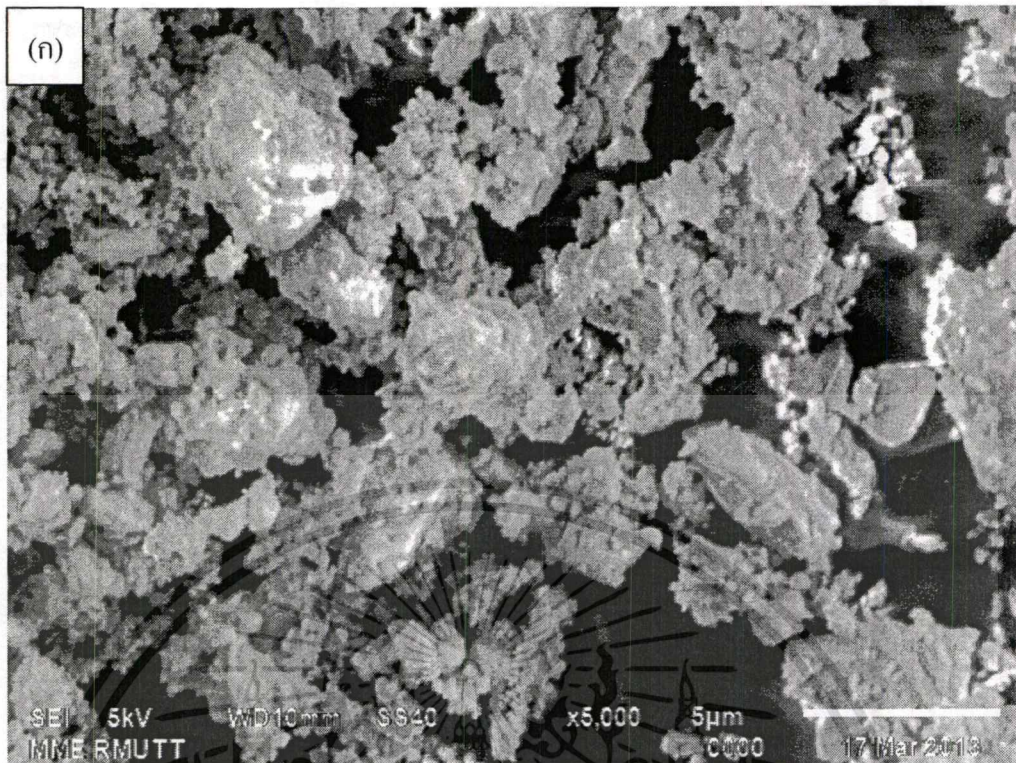


รูปที่ 4.3 กราฟแสดงการการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนียแล้วนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

4.2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดแล้วนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน แสดงในรูปที่ 4.4 ลักษณะของไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดแล้วเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะพบว่าไททาเนียมไดออกไซด์จะมีขนาดที่เล็กลงและกระจายตัวมากขึ้น เมื่อนำไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดแล้วไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนจะพบว่าไททาเนียมไดออกไซด์จะมีลักษณะรวมกลุ่มกันมากขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น

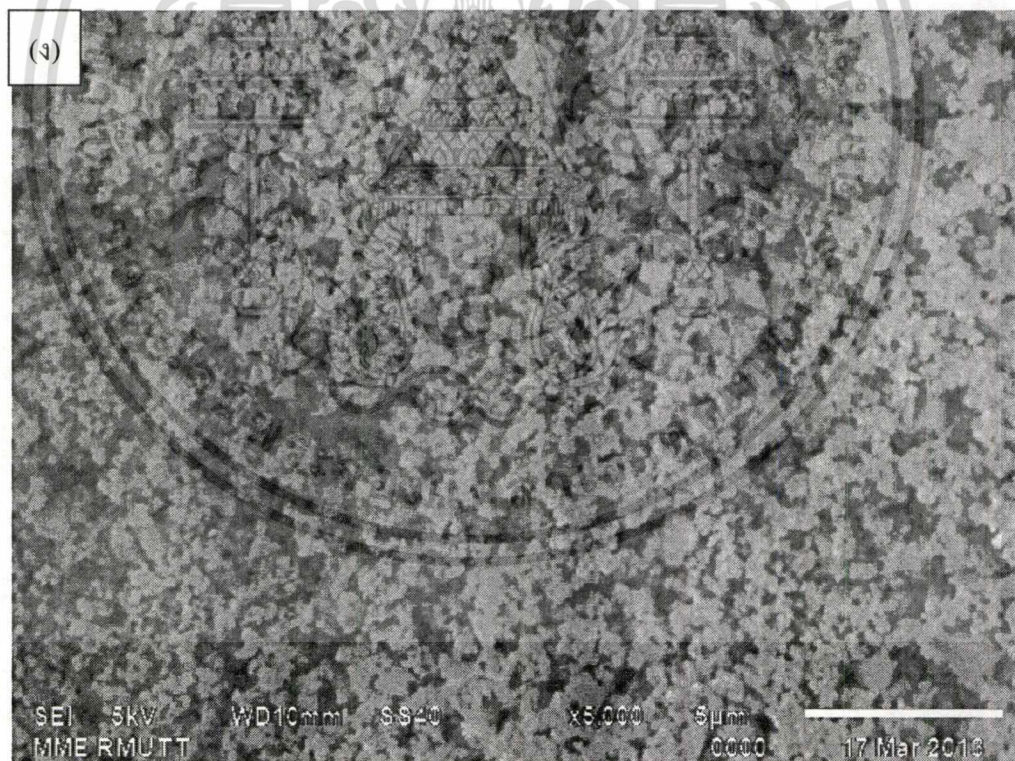
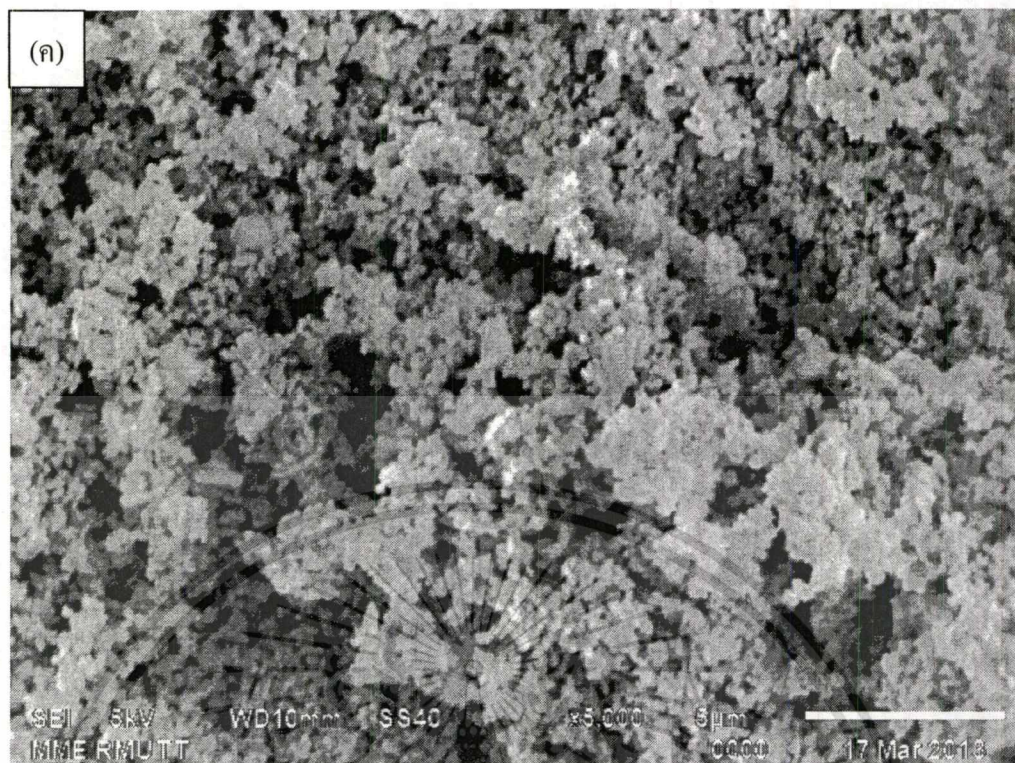


รูปที่ 4.4 รูปแสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

(ก) โททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทส

(ข) โททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

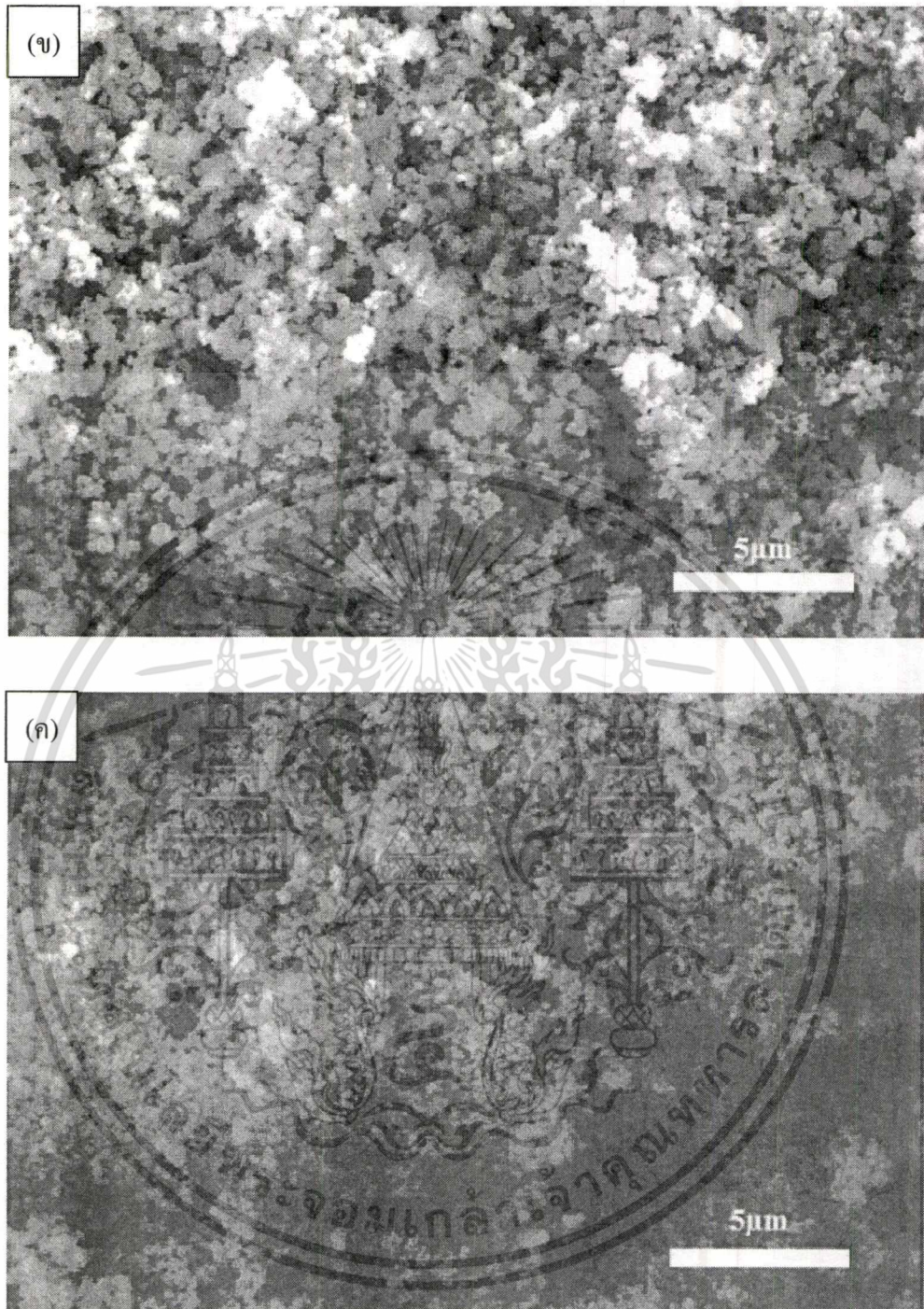


รูปที่ 4.4 (ต่อ) รูปแสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

(ค) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิ 450°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

(ง) ไททานเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ 24 ชั่วโมง เเผาที่อุณหภูมิ 500°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนะโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

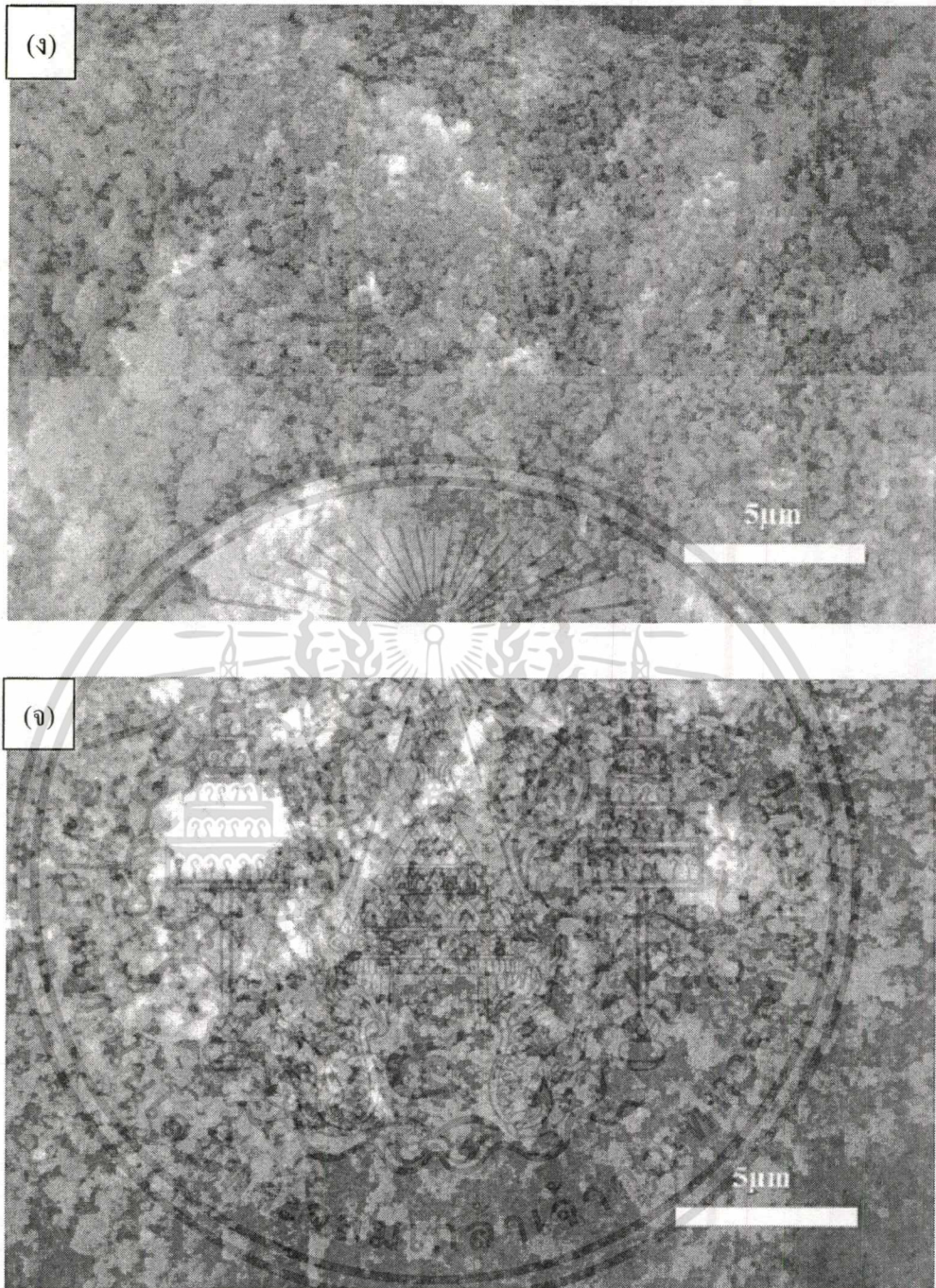


รูปที่ 4.5 (ต่อ) รูปแสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

(ข) ไททาเนียม ไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 24 ชั่วโมง

(ค) ไททาเนียม ไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 (ต่อ) รูปแสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

(ง) โททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง เเผา 200 °C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

(จ) โททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง เเผา 300 °C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 ผลการวัดพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET)

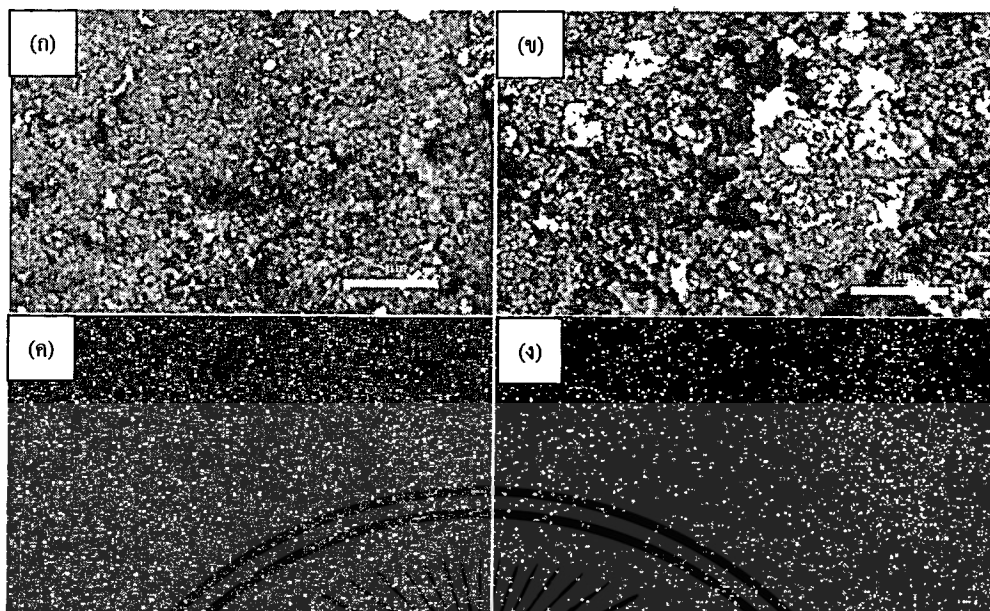
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์การวัดพื้นที่ผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

Sample	$S_{BET} (m^2 g^{-1})$	Total pore volume ($cm^3 g^{-1}$)	Average pore diameter (nm)
As-received	5.99	0.00289	1.93
Ball-milled 6 h	7.17	0.003485	1.94
Ball-milled 12 h	7.94	0.00375	1.89
Ball-milled 18 h	9.12	0.00433	1.90
Ball-milled 24 h	10.45	0.00515	1.97

ผลการวิเคราะห์การวัดพื้นที่ผิวแสดงดังตารางที่ 4.1 พบว่าเมื่อนำไททาเนียมไดออกไซด์ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนั้นพื้นที่ผิวจะมีค่าเพิ่มขึ้นจาก $5.99 m^2 g^{-1}$ เป็น $10.45 m^2 g^{-1}$ แสดงถึงขนาดของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อผ่านกระบวนการบดแล้วจะมีขนาดของอนุภาคที่ลดลง ปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวของไททาเนียมไดออกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดแต่ขนาดของรูพรุนจะมีค่าใกล้เคียงกัน

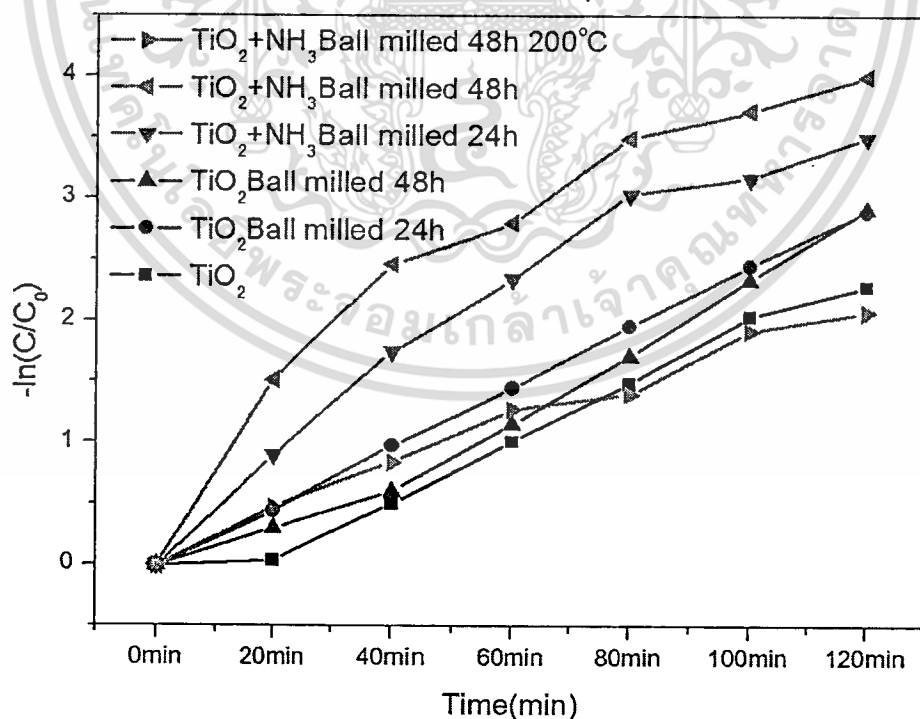
4.4 การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์ (Energy-dispersive X-ray spectroscopy : EDX)

ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนียแล้วนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน แสดงในรูปที่ 4.6 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดในแอมโมเนียเป็นเวลา 48 ชั่วโมงมีลักษณะการกระจายตัวของธาตุไนโตรเจนดังที่แสดงในรูป 4.6 (ก) และ (ค) และไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง เผาที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}C$ มีลักษณะการกระจายตัวของธาตุไนโตรเจนดังที่แสดงในรูป 4.6 (ข) และ (ง) พบว่าการกระจายตัวของธาตุไนโตรเจนของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดในแอมโมเนีย 48 ชั่วโมง มีปริมาณของธาตุไนโตรเจนกระจายตัวสูงกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่นำไปเผาที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}C$ เนื่องมาจากไนโตรเจนที่ใช้แหล่งกำเนิดจากแอมโมเนียมีการระเหยออกไปจากพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 4.6 แสดงการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดและวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ

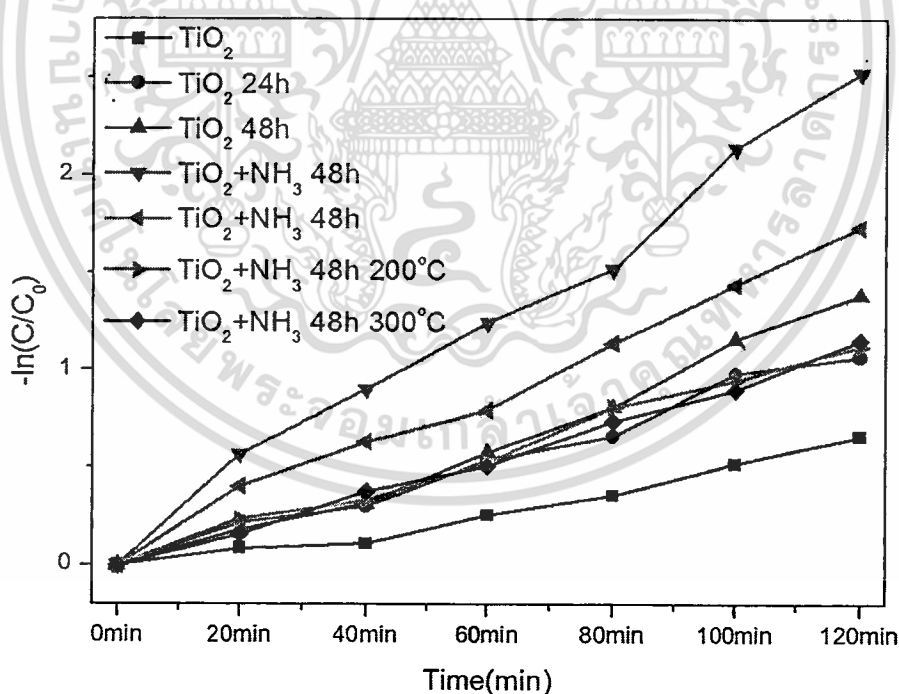
4.5 ผลการทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงยูวี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงยูวีแสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ในแอมโมเนียสามารถย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ได้ดีที่สุดในเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการบดในเงื่อนไขอื่น ๆ และมีอัตราการย่อยสลายสูงถึง 0.622 min^{-1} แสดงดังตารางที่ 4.2 เนื่องจากกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดสามารถขนาดของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีขนาดเล็กลงได้ซึ่งมีผลต่อการปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีประสิทธิภาพดีขึ้นได้ อัตราการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นไททาเนียมไดออกไซด์พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ในเงื่อนไขอื่น ๆ แสดงในตารางที่ 4.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ผ่านกระบวนการจะมีอัตราการย่อยสลายน้อยที่สุด และเมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ผ่านกระบวนการบดโดยใช้เวลาเพิ่มขึ้นจะแสดงถึงอัตราการย่อยสลายที่เพิ่มขึ้นเช่นกัน ส่วนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง และเผาที่อุณหภูมิ $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนมีอัตราการย่อยสลายที่ลดลงเนื่องมาจากการเผาที่อุณหภูมิสูงจะทำให้อนุภาคเกิดการรวมตัวกันจึงมีผลทำให้อัตราการย่อยสลายลดลงไปด้วย



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้ย่านตามมองเห็น

การทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงย่านตามองเห็นแสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในแอมโมเนียสามารถย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ได้ดีที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการบดในเงื่อนไขอื่นๆ ซึ่งดีกว่าการใช้เวลาบด 48 ชั่วโมง และมีอัตราการย่อยสลายสูงถึง 0.404 min^{-1} ตารางที่ 4.2 แสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม การเพิ่มประสิทธิภาพของอัตราการย่อยสลายนี้เกิดจากการที่อนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์มีขนาดที่เล็กลงและมีธาตุไนโตรเจนเกาะอยู่ที่พื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งจะทำให้การประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงย่านที่ตามองเห็นนั้นมีประสิทธิภาพที่สูงขึ้น แต่จากข้อมูลอัตราการย่อยสลายพบว่าการใช้เวลาในกระบวนการบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นั้นให้อัตราการย่อยสลายได้ดีกว่า 48 ชั่วโมง อาจมีสาเหตุมาจากการกลับมารวมตัวกันของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อใช้เวลาในกระบวนการมากเกินไป

ตารางที่ 4.2 แสดงอัตราการย่อยสลายของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียม ไดออกไซด์

ตัวอย่าง	UV Light	Visible Light
TiO ₂	0.421 min^{-1}	0.110 min^{-1}
TiO ₂ Ball milled 24h	0.487 min^{-1}	0.182 min^{-1}
TiO ₂ Ball milled 48h	0.496 min^{-1}	0.235 min^{-1}
TiO ₂ +NH ₃ Ball milled 24h	0.583 min^{-1}	0.404 min^{-1}
TiO ₂ +NH ₃ Ball milled 48h	0.622 min^{-1}	0.277 min^{-1}
TiO ₂ +NH ₃ Ball milled 48h 200°C	0.344 min^{-1}	0.188 min^{-1}

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์โดยการเจือด้วยไนโตรเจนโดยใช้แอมโมเนีย(Ammonia: NH_3) เป็นแหล่งไนโตรเจน เพื่อเพิ่มการดูดกลืนแสงในแสงย่านที่ตามองเห็นในการนำไปประยุกต์ใช้เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคleanup โดยเลือกวิธีการบดโดยใช้ลูกบดในการลดขนาดของไททาเนียมไดออกไซด์เนื่องจากเป็นระบบที่ไม่ซับซ้อนมาก, ต้นทุนต่ำ และเตรียมได้ปริมาณมากต่อครั้ง ใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอนาเทสมาทำการลดขนาดด้วยกระบวนการบดด้วยลูกบดแล้วจึงนำไปเผาภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน การวิเคราะห์ผลวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์และวิเคราะห์การวัดพื้นที่ผิว(BET), การวิเคราะห์ทางโครงสร้างโดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์(XRD), การวิเคราะห์ทางด้านพื้นผิวจะทำการวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด(SEM), วิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ(EDX) และนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคleanup โดยการย่อยสลายด้วยสีย้อม Rhodamine B ภายใต้แสงยูวีและแสงย่านตามองเห็น จากการวิเคราะห์ทางด้านพื้นผิวของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์พบว่าเมื่อนำไปผ่านกระบวนการบดแล้วเป็นเวลา 0-24 ชั่วโมง ปริมาณพื้นที่ผิวของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์มีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในกระบวนการบดสูงขึ้นถึง $10.45 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ เมื่อใช้เวลา 24 ชั่วโมง บ่งบอกถึงขนาดของอนุภาคที่เล็กลงและการกระจายตัวที่ดีขึ้น จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราดพบว่าการกระจายตัวมากขึ้นเมื่อผ่านกระบวนการบดโดยลูกบดแล้วและเมื่อทำการเผาภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนไททาเนียมไดออกไซด์จะเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคเนื่องจากอุณหภูมิสูง ผลจากการวิเคราะห์ทางโครงสร้างพบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่นำมาใช้เป็นสารตั้งต้นนั้นมีความไม่บริสุทธิ์ของ $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ เมื่อนำไททาเนียมไดออกไซด์ไปผ่านกระบวนการบดและทำการเผาที่อุณหภูมิสูงระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์รูไทล์และ $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ จะลดลงเกิดความบริสุทธิ์ของระนาบของโครงสร้างอนาเทสสูงขึ้น การวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพพบว่าการเจือธาตุนิโตรเจนนั้นยังไม่สามารถเข้าไปแทนที่ภายในโครงสร้างของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ได้ แต่จะพบธาตุนิโตรเจนที่บริเวณพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งยังมีปริมาณที่น้อย เนื่องจากกระบวนการบดเคลือบวิธีนี้เป็นแบบใช้พลังงานต่ำจึงยังไม่เพียงพอที่จะทำให้ธาตุนิโตรเจนเข้าไปเจือภายในโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ได้ การทดลองการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงยูวี พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ในแอมโมเนียมีประสิทธิภาพในการย่อย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สลายได้ดีที่สุดถึง 0.622 min^{-1} ส่วนการทดลองการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงย่านตามองเห็นนั้นไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในแอมโมเนียมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายได้ดีที่สุดถึง 0.404 min^{-1} ซึ่งมีประสิทธิภาพดีกว่าการบดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง อาจมีสาเหตุมาจากการกลับมารวมตัวกันของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อใช้เวลาในกระบวนการบดที่มากเกินไป กระบวนการบดโดยใช้ลูกบดสามารถขนาดของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีขนาดเล็กลงทำให้เกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายได้เร็วขึ้นและในโตรเจนที่อยู่พื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายสูงขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Chiodo L, Salazar M, Romero AH, Laricchia S, Sala FD, Rubio A. Structure, electronic, and optical properties of TiO₂ atomic clusters. *J Chem Phys* 2011;135:244704:1-10
- [2] Thamaphat K, Limsuwan P, Ngotawornchai B. Phase Characterization of TiO₂ Powder by XRD and TEM. *J Kasetsart Nat. Sci.* 2008;42:357-361
- [3] DiValentin C, Finazzi E, Pacchioni G, Selloni A, Livraghi S, Paganini MC, Giamello E. N-doped TiO₂ Theory and experiment. *Chem Phys* 2007;339:44-56
- [4] Chen X, Glans PA, Qiu X, Dayal S, Jennings WD, Smith KE, Burda C, Guo J. X-ray spectroscopic study of the electronic structure of visible-light responsive N-, C- and S-doped TiO₂. *J Electron Spectrosc* 2008;162:67-73
- [5] Liu S, Yang L, Xu S, Luo S, Cai Q. Photocatalytic activities of C-N-doped TiO₂ nanotube array/carbon nanorod composite. *Electrochem Commun* 2009;11:1748-1751
- [6] Jalalah M, Faisal M, Bouzid H, Ismail AA, Al-Sayari SA. Dielectric and photocatalytic properties of sulfur doped TiO₂ nanoparticles prepared by ball milling. *Mater Res Bull* 2013;48:3351-3356
- [7] Xin G, Pan H, Chen D, Zhang Z, Wen B. Synthesis and photocatalytic activity of N-doped TiO₂ produced in a solid phase reaction. *J Phys Chem Solids* 2013;74:286 – 290
- [8] Shifu C, Lei C, Shen G, Gengyu C. The preparation of nitrogen-doped photocatalyst TiO₂-N by ball milling. *Chem Phys Lett* 2005 ;413:404-409
- [9] Sakthivel S, Venkatesh RP. Solid state synthesis of nano-mineral particles. *Int J Min Technol* 2012;22: 651-655
- [10] Kang IC, Zhang Q, Kano J, Yin S, Sato T, Saito F. Synthesis of nitrogen doped TiO₂ by grinding in gaseous NH₃. *J Photoch Photobio A* 2007;189:232-238
- [11] Liua G, Li F, Chen Z, Lu GQ, Cheng HM. The role of NH₃ atmosphere in preparing nitrogen-doped TiO₂ by mechanochemical reaction. *J Solid State Chem* 2006;179:331-335
- [12] Andréa R. Malagutti, Henrique A.J.L. Mourão, José R. Garbin, Caue Riberiro, “Deposition of TiO₂ and Ag:TiO₂ thin film by the polymeric precursor method and their application in the photodegradation of textile dyes”, *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 90, p. 205, 2009.
- [13] C. Euvananont, C. Junin, K. Inpor, P. Limthongkul, C. Thanachayanont, “TiO₂ optic coating layers for self-cleaning applications”, *Ceramics International*, vol. 34, p. 1067, 2008.
- [14] L. Andronic, A. Duta, “The influence of TiO₂ powder and film on the photodegradation of methyl orange”, *Materials Chemistry and Physics*, vol. 112, p. 1078, 2008.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [15] J. H. Yoon, S. R. Jang, R. Vittal, J. Lee, K. J. Kim, "TiO₂ nanorods as additive to TiO₂ film for improvement in the performance of dye-sensitized solar cells", *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 180, p. 184, 2006.
- [16] X. Chen, M. Schriver, T. Suen, S. S. Mao, "Fabrication of 10 nm diameter TiO₂ nanotube arrays by titanium anodization", *Thin Solid Films*, vol. 515, p. 8511, 2007.
- [17] A. Ahmad, G. H. Awan, S. Aziz, "Synthesis and applications of TiO₂ nanoparticles", *Pakistan Engineering Congress, 70th Annual Session Proceedings*, Paper No. 676.
- [18] F.L. Zhang, M. Zhu, C.Y. Wang, "Parameters optimization in the planetary ball milling of nanostructured tungsten carbide/cobalt powder", *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, vol. 26, p. 329, 2008.
- [19] W. Mekprasarta, W. Jareerboona, W. Pecharapa, "TiO₂/CuPc hybrid nanocomposites prepared by low-energy ball milling for dye-sensitized solar cell application", *Materials Science and Engineering B*, vol. 172, p. 231, 2010.
- [20] K. Chiang, R. Amal, T. Tran, "Photocatalytic degradation of cyanide using titanium dioxide modified with copper oxide", *Advances in Environmental Research*, vol. 6, p. 471, 2002.
- [21] H. Znad, Y. Kawase, "Synthesis and characterization of S-doped Degussa P25 with application in decolorization of Orange II dye as a model substrate", *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, vol. 314, p. 55, 2009.
- [22] Jing jing Xu, Yanhui Ao, Mindong Chen, Degang Fu, "Photoelectrochemical property and photocatalytic activity of N-doped TiO₂ nanotube arrays", *Applied Surface Science*, vol. 256, p. 4397, 2010.
- [23] J. Senthilnathan, Ligy Philip, "Photocatalytic degradation of lindane under UV and visible light using N-doped TiO₂", *Chemical Engineering Journal*, vol. 161, p. 83, 2010.

ประวัติคณะผู้วิจัย

หัวหน้าคณะผู้วิจัย

ชื่อ นายวิชาญ เตชิตธีระ (Wicharn Techitdheera)
ตำแหน่งปัจจุบัน รองศาสตราจารย์ ระดับ 9 (พนักงาน)
หน่วยงานที่อยู่ติดต่อได้ สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า
เจ้าคุณทหารลาดกระบัง

e-mail: ktwichar@kmitl.ac.th

ประวัติการศึกษา ป.ตรี วท.บ (ฟิสิกส์) ม.ขอนแก่น ปี 2527

ป.โท วท.ม (ฟิสิกส์) จุฬาฯ ปี 2532

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ Computational Physics, photothermal technique

ประสบการณ์ที่เกี่ยวกับงานวิจัยและงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ

-งานวิจัยสร้างเครื่องมือทางฟิสิกส์งบประมาณรายได้คณะฯ ปี 2548 (250,000 บาท)

-การการสังเคราะห์ฟิล์มเพชรด้วยเทคนิคการตกตะกอนไอเชิงเคมีเสริมด้วยพลาสมาที่
ความถี่ไมโครเวฟ งบประมาณรายได้คณะฯ ปี 2553 (250,000 บาท)

-การศึกษาดาร transion metal oxide ภายใต้ความดันสูง งบประมาณรายได้คณะฯ ปี 2554
(30,000 บาท)

ผลงานร่วมประชุม/ตีพิมพ์

1. Kathawut Kulsirirat, Wisanu Pecharapa, Wicharn Techitdheera, Theoretical Study on the Influence of Thermal Expansion on Transition Energy of GaAs/AlGaAs Single Quantum Well, *ISEEC-2008*, Nongkhai, Thailand, Dec.15-16, 2008.
2. Wicharn Techitdheera, Wisanu Pecharapa, Kathawut Kulsirirat, The Influence of Substrate Temperature on CuPC, *SPC 2009*, 19-21 March 2009, Methawalai Hotel, Cha-um beach, Pechaburi, Thailand.
3. Wicharn Techitdheera and Wisanu Pecharapa, The Determination of energy gap of Photoacoustic Absorption Spectrum of Cadmium Sulfide from Slope of Interpolation Function, *STT 35*, 15-17 Oct. 2009, Bangsaen, Chonburi, Thailand.
4. Wicharn Techitdheera and Wisanu Pecharapa, Energy Gap of CdS by Photoacoustic Spectroscopy, *KMITL Sci. Tech. J.*, Vol. 9, No. 2, Jul.-Dec. 2009.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. Wicharn Techitdheera, Chewa Tassana and Jiti Nukaew, Growth and Characterization of Ni₃FeN Thin Film by Reactive Gas Timing RF Magnetron Sputtering, INEC-2010, January 3-8, 2010, Hong Kong, China.

6. Chewa Tassana and Wicharn Techitdheera, The Effect of the Coulomb Interaction and Exchange Interaction on Spin Magnetic Moment of MnO, ANSCSE14, March, 23-26, 2010. MFU, Chiangrai, Thailand.

International Journals

7. K. Chongsri, S. Boonruang, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "N-doped MgZnO alloy thin film prepared by sol-gel method", Material Letters, 65, pp.1842-1845, 2011. (IF: 1.94)

8. R. Noonuruk, W. Techitdheera, W. Pecharapa, "Characterization and ozone-induced coloration of Zn_xNi_{1-x}O thin films prepared by sol-gel method", Thin Solid Films, Article In Press, 2012. (IF: 1.909)

9. K. Paipitak, T. Pornpra, P. Mongkotalang, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "Characterization of PVA-Chitosan Nanofibers Prepared by Electrospinning", Procedia Engineering, 8, pp. 101-105, 2011

10. R. Noonuruk, N. Wongpisutpaisan, P. Mukdacharoenchai, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "Ozone-induced Optical Density Change of NiO Thin Films and Their Applicability as Neutral Optical Density Filter", Procedia Engineering, 8, pp. 212-216, 2011

11. O. Thanomkiat, C. Kahattha, W. Pecharapa and W. Techitdheera, "Sol-gel based Deposition of Ti_xV_{1-x}O Films for Thermally Controlled Optical Switching Applications", Procedia Engineering, 8, pp. 232-236, 2011

12. K. Paipitak, C. Kahattha, W. Techitdheera, S. Porntheeraphat, W. Pecharapa, "Characterization of Sol-gel Derived Ti-doped Tungsten Oxide Electrochromic Thin Films", Energy Procedia, 9, pp. 446-451, 2011.

13. W. Pecharapa, W. Techitdheera and J. Nukeaw, "Quantum Confined Stark Effect of ErP Islands/InP Heterostructure", Thai Journal of Physics, Series 4, pp. 13-15, 2008

14. W. Pecharapa, C. Kahattha, W. Techitdeera, "Optical Properties of MgZnO Alloyed Films Characterized by Transmission Spectroscopy", Thai Journal of Physics, Series 5, 393-395 (2010)

15. W. Techitdeera, K. Kulsirirat, W. Pecharapa and B. Tunhoo, "Temperature dependent photoabsorption of Copper Phthalocyanine (CuPc) Organic Semiconductor Thin Film", Thai Journal of Physics, Series 5, 390-392 (2010)

16.R. Noonuruk, W. Techitdheera, W. Pecharapa, “Study of Structural Properties of NiZnO Thin Films under UV/Ozone Treatment by Atomic Force Microscopy and Fourier Transform Infrared Spectroscopy”, Journal of the Microscopy Society of Thailand, 4 (1), 28-31 (2011)

17.P. Potirak, K. paipitak, P. Wointranont, C. Kahattha, W. Techitdheera, W. Pecharapa, “Effect of Irradiation Power on Physical Properties of ZnO/CNT Nanocomposites Synthesized via Microwave-assisted Technique”, Thai Journal of Physics, Series 6, 341-343 (2010)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผู้ร่วมวิจัย

ชื่อ นายวิญญู เพชรภา (Wisnu Pecharapa)
เกิด 3 ก.ย. 2513
ตำแหน่งทางวิชาการ รองศาสตราจารย์ ระดับ 9
สถานที่ทำงาน วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ถนนฉลองกรุง แขวงลำปลาทิว เขตลาดกระบัง กรุงเทพฯ 10520
โทรศัพท์ 023298000 ต่อ 3117
Email; kpewisan@kmitl.ac.th kpewisan@gmail.com

การศึกษา

คุณวุฒิ	ปี พ.ศ. ที่จบ	ชื่อสถานศึกษาและประเทศ
วท. บ. (ฟิสิกส์ เกียรตินิยม)	2535	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย
M.Sc. (Physics)	2540	University of Central Florida, USA
ปร.ศ. (ฟิสิกส์ประยุกต์)	2550	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ประวัติการรับราชการ

ได้รับแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งอาจารย์ เมื่อวันที่ 19 พฤษภาคม พ.ศ. 2536
ได้รับแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งผู้ช่วยศาสตราจารย์ เมื่อวันที่ 24 เมษายน พ.ศ. 2545
ได้รับแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งรองศาสตราจารย์ เมื่อวันที่ 31 สิงหาคม พ.ศ. 2548

ประสบการณ์ สอนและวิจัยฟิสิกส์และวัสดุนาโนทางแสงในมหาวิทยาลัยประมาณ 18 ปี

งานแต่ง เรียบเรียง แปลหนังสือ หรือเขียนบทความทางวิชาการ:

1. วิญญู เพชรภา, กลศาสตร์, 2544
2. วิญญู เพชรภา, เลเซอร์และการประยุกต์, 2547

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลงานวิจัย

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

1. W. Pecharapa, A. Keawprajak, N. Kayunkid, S. Rahong, W. Yindeesuk, and J. Nukeaw, "Electroreflectance and Photocurrent measurement on ZnSe/Alq3/TPD heterostructure on Si-substrate", *Material Science and Engineering:B*, Vol. 123 (2005), pp. 163-166. (IF: 1.281)
2. W. Pecharapa, P. Potirak and W. Yindeesuk, "Temperature Dependent Photoluminescence of ZnSe/Alq3 Hybrid Heterostructure", *Advanced Materials Research*, Vols. 55-57 (2008), pp. 493-496.
3. C. Saributr, W. Mekprasart, P. Thanomngam, and W. Pecharapa, "Investigation of Structural properties of CuPc/TiO₂ Nanocomposites", *Advanced Materials Research*, 93-94 (2010), pp. 687-690.
4. W. Mekprasart, W. Jareonboon, W. Pecharapa, "TiO₂/CuPc Hybrid Nanocomposites Prepared by Low-Energy Ball Milling for Dye-Sensitized Solar Cell Application", *Material Science and Engineering: B*, 172 (2010), pp. 231-236. (IF: 1.786)
5. K. Chongsri, S. Boonruang and W. Pecharapa, "N-doped MgZnO alloy thin film prepared by sol-gel method " *Material Letters*, 65 (2011), pp.1842-1845. (IF: 1.94)
6. Prayut Potirak, Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, "Microwave-Assisted Synthesis and Characterization of Carbon Nanotube/Zinc Oxide composites", *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol.11, No. 9, (2011) pp. 11195-11199, (IF: 1.352)
7. Wanichaya Mekprasart, Russameeruk Noonuruk, Wirat Jareanboon and Wisanu Pecharapa "Quasi Solid-State Dye-Sensitized Solar Cells based on n-TiO₂/p-NiO Core-Shell Nanocomposites", *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol.11, No. 7, (2011) pp. 6483-6489 (IF: 1.352)
8. K. Paipitak, T. Pornpra, P. Mongkontalang, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "Characterization of PVA-Chitosan Nanofibers Prepared by Electrospinning", *Procedia Engineering*, 8 (2011), pp. 101-105.
9. R. Noonuruk, N. Wongpisutpaisan, P. Mukdacharoenchai, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "Ozone-induced Optical Density Change of NiO Thin Films and Their Applicability as Neutral Optical Density Filter", *Procedia Engineering*, 8 (2011), pp. 212-216.
10. O. Thanomkiat, C. Kahattha, W. Pecharapa and W. Techitdheera, "Sol-gel based Deposition of TixV1-xO Films for Thermally Controlled Optical Switching Applications", *Procedia Engineering*, 8, (2011), pp. 232-236.

- 11.W. Mekprasart and W. Pecharapa, "Synthesis and Characterization of Nitrogen-doped TiO₂ and its Photocatalytic Activity Enhancement under Visible Light", Energy Procedia, 9, (2011), pp. 509-514.
- 12.B. Jandai, P. Wointranont, S. Chaiyasith, W. Pecharapa, "NiO/MWCNTs coated F-doped Tin Oxide Working Electrode for Hydrogen Peroxide Detection", Energy Procedia, 9, (2011), pp. 575-580.
- 13.K. Paipitak, C. Kahattha, W. Techitdheera, S. Porntheeraphat, W. Pecharapa, "Characterization of Sol-gel Derived Ti-doped Tungsten Oxide Electrochromic Thin Films", Energy Procedia, 9, (2011), pp. 446-451.
- 14.N. Wongpisutpaisan, P. Charoonsuk, N. Vittayakorn, W. Pecharapa, "Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles", Energy Procedia, 9, (2011), pp. 404-409.
- 15.R. Noonuruk, W. Techitdheera, W. Pecharapa, "Characterization and ozone-induced coloration of Zn_xNi_{1-x}O thin films prepared by sol-gel method", Thin Solid Films, 520, (2012), pp. 2769-2775, (IF: 1.909)

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับชาติ

1. W. Techittheera, P. Thanomngam, W. Pecharapa, and J. Nukeaw, "Al_{0.3}Ga_{0.7}As/GaAs single quantum well transition energy calculation", KMITL SCIENCE JOURNAL, Vol. 5, No. 1, pp. 445-449, 2005. (TJIF:0.045)
2. W. Pecharapa, A. Keawprajak, N. Kayunkid, S. Rahong, W. Yindeesuk, and J. Nukeaw, "Growth and characterization of novel optoelectronic materials based on II-VI inorganic/organic heterostructures", ScienceAsia, Vol. 32 No. 3, pp. 223-229, 2006. (TJIF:0.058)
3. Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, "Effect of Temperature and Time on Etching Rate of Tin Oxide Thin Films", CMU. J. Nat. Sci., Vol.7(1), pp. 7-12, 2007.(TJIF: 0.019)
4. W. Pecharapa, W. Techitdheera and J. Nukeaw, "Quantum Confined Stark Effect of ErP Islands/InP Heterostructure", Thai Journal of Physics, Series 4, pp. 13-15, 2008.
5. Wisanu Pecharapa, Chokchai Kahattha, Papitchaya Wointranont, and Thanawee Chodjarusawand, "A study of acid-treated multiwall carbon nanotubes by electron microscopy and Raman Spectroscopy", Journal of the Microscopy Society of Thailand, 24 (2), pp.133-135, 2010.
6. W. Pecharapa, C. Kahattha, W. Techitdeera, "Optical Properties of MgZnO Alloyed Films Characterized by Transmission Spectroscopy", Thai Journal of Physics, Series 5, pp. 393-395, 2010.

7. W. Techitdeera, K. Kulsirirat, W. Pecharapa and B. Tunhoo, "Temperature dependent photoabsorption of Copper Phthalocyanine (CuPc) Organic Semiconductor Thin Film", Thai Journal of Physics, Series 5, pp. 390-392, 2010.
8. C. Kahattha and W. Pecharapa, "Physical Properties of Titanium Dioxide/Vanadium Oxide Composites Synthesized by Ball-milling Process", Journal of the Microscopy Society of Thailand, 4 (1), pp. 53-55, 2011.
9. R. Noonuruk, W. Techitdheera, W. Pecharapa, "Study of Structural Properties of NiZnO Thin Films under UV/Ozone Treatment by Atomic Force Microscopy and Fourier Transform Infrared Spectroscopy", Journal of the Microscopy Society of Thailand, 4 (1), pp. 28-31, 2011.
10. P. Woontranont and W. Pecharapa, "Effects of Surface Modification of Carbon Nanotubes on the Deposition of NiO/CNTs Nanocomposites", Journal of the Microscopy Society of Thailand, 4 (2), pp. 116-119, 2011.

ผลงานวิชาการอื่นๆ (เช่น Proceeding ตำรา สិทธิบัตร ฯลฯ) ประชุมวิชาการ

1. K. Suwansukho, W. Pecharapa and J. Nukeaw, 2005, "Preparation of nanoporous silicon by electrochemical etching", Proceeding of the International Symposium on Nanotechnology in Environmental Protection and Pollution, 2005, January 12-14, 2005, Bangkok.
2. Bunjong Jukgoljun, Wisanu Pecharapa, Wicharn Techitdheera, Prasert Kraisingdecha, Chawarat Siriwong, Chokehai Phuttharansa and Ekachai Chongserrcharoen, "Temperature dependent-Photoluminescence of AlGaAs/GaAs Single Quantum Well Grown by Molecular Beam Epitaxy", Proceeding of KMITL international Conference on science and applied science 2006, p138
3. Chewa Thassana, Wicharn Techitdheera, Wisanu Pecharapa and Jiti Nukeaw, "Growth of NiFeN Thin Films by Reactive Gas Timing RF Magnetron Sputtering", Laos Journal on Applied Science, Vol 1 No.1 2006, p 39-43.
4. Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, "Effect of Temperature and Time on Etching Rate of Tin Oxide Thin Films", Proceeding of The first Thailand National Nanotechnology Conference on Nanomaterials, Pharmaceutical, Devices and Applications, 2007, August 14-16 2007, Chiangmai.
5. Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, "Photoluminescence of InGaAs/GaAs Multiple Quantum Well Structure Grown by Molecular-Beam Epitaxy", Proceeding of International Conference on Engineering, Applied Science and Technology, 2007, November 21-23, 2007, Bangkok.
6. W. Pecharapa, W. Techitheera, P. thanongam and J. Nukeaw, "Temperature-dependent photoluminescence investigation of narrow well-width InGaAs/InP single quantum well",

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

International Workshop and Conference on Photonics and Nanotechnology, 2007, December 16-18, 2007, Pattaya.

7. W. Pecharapa, W. Techitdheera and J. Nukeaw , “Quantum Confined Stark Effect of ErP Islands/InP Heterostructure”, Siam Physics Congress 2008, March 20-22, 2008, Khaoyai.

8. W. Pecharapa, P. Potirak and W. Yindeesuk, “Temperature Dependent Photoluminescence of ZnSe/Alq3 Hybrid Heterostructure”, SmartMat08 & IWOFM-2, 22-25 April 2008, Chiang Mai, THAILAND

9. W. Pecharapa, W. Techitheera, P. thanongam and J. Nukeaw, “Temperature-dependent photoluminescence investigation of narrow well-width InGaAs/InP single quantum well”, Proc. SPIE, Vol. 6793, 667930C, March 2008.

10. W. Pecharapa and W. Mekprasart, “Optical absorption study on TiO₂-Nanostructure:CuPC Composite”, NCOA 2008, August 2008, Bangkok, THAILAND.

11. C. Kahattha and W. Pecharapa, “Growth of Nanostructure-TiO₂ doped tin oxide films”, Proceeding of The second Thailand National Nanotechnology Conference, 2008, August 13-15 2008, Phuket, THAILAND.

12. W. Mekprasart and W. Pecharapa, “Photocatalytic Degradation Study of Copper Phthalocyanines by TiO₂ Nanostructures”, Commemorative International Conference on Sustainable Development to Save the Earth 2008 (SDSE 2008), December 11-13, Bangkok, Thailand

13. Wisanu Pecharapa, Witoon Yindeesuk and Wicharn Techitdeera, “Determination of the Optical Properties of Mg_xZn_{1-x}O thin films grown by MOCVD”, Proc. of I-SEEC2008, December 15-16, 2008, Nongkai, Thailand.

14. Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, “Preparation and characterization of SnO₂ films by sol-gel dip coating technique”, Proc. of I-SEEC2008, December 15-16, 2008, Nongkai, Thailand.

15. Wanichaya Mekprasart and Wisanu Pecharapa, “Preparation of TiO₂/CuPc composite for photodegradation applications”, Proc. of I-SEEC2008, December 15-16, 2008, Nongkai, Thailand.

16. K. Kulsirirat, W. Pecharapa and W. Techitdheera, “Theoretical study on the influence of thermal expansion on transition energy of GaAs/AlGaAs single quantum well”, Proc. of I-SEEC2008, December 15-16, 2008, Nongkai, Thailand.

17. W. Pecharapa, C. Kahattha, and W. Techitdeera, “Optical properties of MgZnO alloyed films characterized by transmission spectroscopy”, Siam Physics Congress 2009, March 19-21, 2009, Cha-Am.

18. W. Techitdeera, K. Kulsirirat, W. Pecharapa, and B. Tunhoo, "Temperature dependent photoabsorption of Copper Phthalocyanine(CuPc) organic semiconductor thin film", Siam Physics Congress 2009, March 19-21, 2009, Cha-Am.
19. W. Mekprasart and W. Pecharapa, "Photodegradation of Dye Pollutant by Low-Dimensional Structure TiO₂/Metal Phthalocyanine Composites", 1st Nanotoday2009 Conference, August 2-5, 2009, Singapore.
20. W. Pecharapa and W. Mekprasart, "Structural and Optical Properties of Functional Hybrid Composites Based on TiO₂ Nanostructures and Metal Phthalocyanine", 1st Nanotoday2009 Conference, August 2-5, 2009, Singapore.
21. Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, "Sol-gel dip-coated CNT/ ZnO nanocomposite films for gas sensing applications", The fourth international conference on sensors:Asiasense 2009, July 29-31, 2009, Bangkok.
22. Krisana Chongsri and Wisanu Pecharapa, "Optical properties of Mg_xZn_{1-x}O alloy film by derived sol-gel method", 35th Congress on Science and Technology of Thailand, Oct 15-17, 2009, Bangsean, Thailand
23. Prayut Potirak, Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa , "Effect of annealing temperature on physical properties of ZnO/CNT composites", 35th Congress on Science and Technology of Thailand, Oct 15-17, 2009, Bangsean, Thailand
24. W. Mekprasart, W. Jareenboon and W. Pecharapa, "Preparation of TiO₂/CuPc hybrid nanocomposite and their utilization as electrode materials of Dye-Sensitized Solar Cell" 7th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium, 19-22 Nov. 2009 Chiang Mai
25. R. Noonuruk , P. Potirak, W. Pecharapa and W. Techitdeera, "Synthesis and Characterization of Carbon Nanotubes / Nickel oxide Composites for Electrochemical Capacitor" 7th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium, 19-22 Nov. 2009 Chiang Mai, Thailand
26. T. Chodjarusawad, P. Potirak, W. Jareonboon, W. Pecharapa, "Flexible Conducting Electrodes from Carbon Nanotube-based Composites", 7th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium, 19-22 Nov. 2009, Chiang Mai, Thailand
27. C. Saributr, W. Mekprasart, P. Thanomngam, and W. Pecharapa, "Investigation of Structural properties of CuPc/TiO₂ Nanocomposites" International Conference on Functionalized and Sensing Materials 2009" December 7-9, 2009, Bangkok, Thailand.
28. Prayut Potirak, Chokchai Kahattha and Wisanu Pecharapa, "Synthesis and Characterization of Carbon Nanotube/Zinc Oxide composites", The 3rd IEEE International Nanoelectronics Conference (IEEE INEC) 2010, 3-8 January, 2010, City University of Hong Kong, China

29. Wisanu Pecharapa, Chokchai Kahattha, Papitchaya Woointranont, and Thanawee Chodjarusawand, "A study of acid-treated multiwall carbon nanotubes by electron microscopy and Raman Spectroscopy", The 27th annual conference of microscopy society of Thailand (MST 27), 20-22 January 2010, Samui, Suratthani, Thailand
30. Thanawee Chodjarusawad, Wisanu Pecharapa, "The Investigation of Carbon Nanotubes Before and After UV/O₃ Treatments and Gamma-ray Irradiation Using Transmission Electron Microscopy", The 27th annual conference of microscopy society of Thailand (MST 27), 20-22 January 2010, Samui, Suratthani, Thailand.
31. P. Junlabhut, S. Phoojaruenchanachai, W. Pecharapa and S. Booruang, "Fabrication of holographic Lens as a Coupling Device in Surface Plasmon Resonance Biosensor", The Fifth National Conference on Optics and Applications (NCOA-5), February 5, 2010, Bangkok, THAILAND
32. K. Kulsirirat, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "the critical temperature of transition energy of single quantum well, 14th International Annual Symposium on Computational Science and Engineering conference(ANSCSE), March 26-28 2010, Mae Fah Luang University, Chiangrai, Thailand.
33. P. Potirak, K. Paipitak, P.Woointranont, C. Kahattha, W. Techitdheera, W. Pecharapa, "Effect of irradiation power on physical properties of ZnO/CNT nanocomposites synthesized via microwave-assisted technique" Siam Physics Congress 2010, March 26-28 2010, Kanjanaburi
34. K. Paipitak, T. Pornpra, P. Mongkontalang, W.Techitdheera and W. Pecharapa, "Characterization of PVA-Chitosan Nanofibers Prepared by Electrospinning", ISEEC 2010, Dec 15-17, 2010, Nakornpranom.
35. R. Noonuruk, N. Wongpisutpaisan, P.Mukdacharoenchai, W. Techitdheera and W. Pecharapa, "Ozone-Induced Optical Density Change of NiO Thin Films and Their Applicability as Neutral Optical Density Filter", ISEEC 2010, Dec 15-17, 2010, Nakornpranom
36. P. Mukdacharoenchai, N. Wongpisutpaisan, W.Techitdheera and W. Pecharapa, "Characterization of Nickel Oxide Thin Films Prepared Spin-Coating Process" ISEEC 2010, Dec 15-17, 2010, Nakornpranom.
37. Russameeruk Noonuruk, Krisana Chongsri and Wisanu Pecharapa, "Coloring and bleaching of spin-coated Ni_{1-x}Zn_xO thin films controlled by simple treatment techniques", Joint Symposium of IEEE Nano Korea, Aug17-20, 2010, South Korea
38. Wanichaya Mekprasart, Russameeruk Noonuruk, Wirat Jareanboon and Wisanu Pecharapa, "Quasi Solid-State Dye-Sensitized Solar Cells based on n-TiO₂/p-NiO Nanocomposites", Joint Symposium of IEEE Nano Korea, Aug17-20, 2010, South Korea

39. K. Chongsri, P. Mukdachoenchai, S. Boonruang and W. Pecharapa, "Spin-Coated $Mg_xZn_{1-x}O$ Metal-Semiconductor-Metal Structured Photoconductive Detector with tunable Ultraviolet Response", Micro Optics Conference, October 31- Nov 3, 2010, Taiwan
40. Papitchaya Wointranont, Russameeruk Noonuruk, Boonsong Jandai and Wisanu Pecharapa, "Microwave-Assisted Synthesis of NiO/CNTs Nanocomposites for functional electrochemical working electrode", GMSTEC 2010; International Conference for a Sustainable Greater Mekong Subregion, 26-27 Aug, 2010, Bangkok, Thailand
41. Russameeruk Noonuruk, Wisanu Pecharapa, "Study of Structural Properties of NiZnO Thin Films under UV/Ozone Treatment by Atomic Force Microscopy and Fourier Transform Infrared Spectroscopy", Proceedings of the 28th MST Annual Conference, 5-7 January 2011, Chiang Rai, Thailand
42. Papitchaya Wointranont, Wisanu Pecharapa, "Effects of Surface Modification of Carbon Nanotubes on the Deposition of NiO/CNTs Nanocomposites", Proceedings of the 28th MST Annual Conference, 5-7 January 2011, Chiang Rai, Thailand
43. Chokchai Kahattha, and Wisanu Pecharapa, "Physical Properties of Titanium dioxide/Vanadium oxide composites Synthesized by Ball-Milling Process, Proceedings of the 28th MST Annual Conference, 5-7 January 2011, Chiang Rai, Thailand
44. Boonsong Jandai, Suwan Chaiyasith, Papithaya Wointranont and Wisanu Pecharapa, "Synthesis and characterization of nickel oxide/multiwall carbon nanotube nanocomposites on Fluorine-doped tin oxide for hydrogen peroxide detection", PACCON 2011, Jan 5-7 2011, Bangkok, Thailand.
45. K. Chongsri, S. Boonruang, and W. Pecharapa, "Structural and Optical Properties of $Mg_xZn_{1-x}O$ Alloy Films Prepared by Sol-Gel Method", Proceedings of the 6th Annual Conference on the Thai Physics Society (SPC 2011), March 23-26, 2011, Pattaya, pp. 330-333.
46. C. Bangbai, K. Chongsri, W. Pecharapa, W. Techitdheera, "Effect of Nitrogen doping on Structural and Optical Properties of ZnO Thin Films Prepared by Sol-Gel Technique", SPC 2011, March 23-26, 2011, Pattaya.
47. K. Paipitak, C. Kahattha, W. Techitdheera, N. Porntheerapat, and W. Pecharapa, "Characterization of sol-gel derived Ti-doped Tungsten Oxide Electrochromic Thin Films", 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011), May 25-28, 2011, Chiangrai.
48. R. Noonuruk and W. Pecharapa, "Effect of Zinc doping on electrochromic performance of sol-gel spin-coated NiO films", 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011), May 25-28, 2011, Chiangrai.

49. W. Mekprasart and W. Pecharapa, "Synthesis and characterization of Nitrogen-doped TiO₂ and its photocatalytic activity enhancement under visible light", 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011), May 25-28, 2011, Chiangrai.
50. C. Kahattha and W. Pecharapa, "Characterization of V-doped Titanium Dioxide Synthesized by Sol-gel Precipitation Process", 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011), May 25-28, 2011, Chiangrai.
51. P. Mukdacharoenchai, W. Mekprasart, J. Sritharathikhun, N. Vittayakorn, P. Siriphannon, P. Kittidachachan and W. Pecharapa, "TiO₂/R6G hybrid optical composites synthesized by ball-milling process for light waveguide applications", 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011), May 25-28, 2011, Chiangrai.
52. N. Wongpisutpaisan, P. Charoonsuk, N. Vittayakorn and W. Pecharapa, "Sonochemical synthesis and characterization of Copper Oxide Nanoparticles", 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011), May 25-28, 2011, Chiangrai.
53. Papithaya Wointranont, Sirapat Pratontep and Wisanu Pecharapa, "Modification of Electrochemical Working Electrode using NiO/MWCNT Nanocomposites Synthesized by Microwave-Assisted Route, IEEE INEC 2011, Jun 21-24, 2011, Taiwan.
54. A. Simpraditpan, W. Pecharapa, T. Wirunmongkol, S. Pavasupree, "Preparation of Nanofibers from Natural Ilmenite Mineral by Simple Hydrothermal Method", Industrial Engineering Network Conference 2011, Oct 20-21, 2011, Pattaya, Thailand.
55. A. Simpraditpan, T. Wirunmongkol, S. Pavasupree, W. Pecharapa, "Effect of Hydrothermal Temperature on Structure of Titanate Nanofibers Prepared from Low-Cost Natural Ilmenite Mineral", ISTS 2011, Nov 23-26, 2011, Bangkok.
56. T. Tangcharoen, A. Ruangphanit, W. Pecharapa, "NiZn Ferrite nanopowders prepared by facile sol-gel combustion method", ISTS 2011, Nov 23-26, 2011, Bangkok.
57. P. Junlabhut, S. Boonruang, W. Pecharapa, "Effect of Ag-doping on structural and optical properties of SiO₂/TiO₂ hybrid composite films", ISTS 2011, Nov 23-26, 2011, Bangkok.
58. C. Bangbai, K. Chongsri, W. Pecharapa, and W. Techidheera, "Effect of Al and N Doping on Structural and Optical Properties of Sol-gel Derived ZnO Thin Films", International Conference on Enabling Science and Nanotechnology 2012(ESci Nano 2012), 5-7 Jan, 2012, Johor Bahru, Malaysia.
59. N. Wongpisutpaisan, A. Ruangphanit, N. Vittayakorn and W. Pecharapa, "Cu-doped TiO₂ nanopowder synthesized by sonochemical-assisted process", International Conference on Enabling Science and Nanotechnology 2012(ESci Nano 2012), 5-7 Jan, 2012, Johor Bahru, Malaysia.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

60. P. Potiruk, W. Techitheera, W. Pecharapa, "Investigation of alcohol sensing property of ZnO/MWCNT hybrid nanocomposites synthesized by microwave-assisted route", International Conference on Enabling Science and Nanotechnology 2012(ESci Nano 2012), 5-7 Jan, 2012, Johor Bahru, Malaysia.
61. Thanit Tangcharoen, Nuttapon Chomsin, Anucha Ruangphanit, Wichan Techitdheera, Wisanu Pecharapa, "Microwave-assisted combustion synthesis of nanocrystalline NiZn ferrite powders" , The 29th MST Annual Conference, 30 January - 1 February 2012, Cha-am, Thailand
62. Krisana Chongsri, Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn and Wisanu Pecharapa, "Al-doped ZnO Nanoparticles synthesized by sonochemical-assisted Method", The 29th MST Annual Conference, 30 January - 1 February 2012, Cha-am, Thailand
63. Prasoporn Junlabhut, Sakoolkarn Boonruang, Wisanu Pecharapa, "FTIR and AFM studies of Ag-doped SiO₂/TiO₂ hybrid films prepared by sol-gel method" , The 29th MST Annual Conference, 30 January - 1 February 2012, Cha-am, Thailand
64. Khanokkorn Paipitak, Mati Horprathum, Wichan Techitdheera, Wisanu Pecharapa, "Influence of sputtering power on structural, optical and electrochromic properties of WO₃ thin films prepared by DC-sputtering", The 29th MST Annual Conference, 30 January - 1 February 2012, Cha-am, Thailand



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เข้าร่วมงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ International Conference on Engineering, Applied
Sciences, and Technology (ICEAST) ครั้งที่ 3

ระหว่างวันที่ 21-24 สิงหาคม 2556 ณ กรุงเทพมหานคร

ได้รับการตีพิมพ์ในวารสารวิชาการ Advanced Materials Research Vol. 802 in 2013 with the
title Advances in Material Science and Technology.

3rd International Conference on Engineering,
Applied Sciences, and Technology (ICEAST 2013)



21-24 August 2013, Bangkok, Thailand

Paper ID : 00129

Paper Title : Photocatalytic activities under UV light of ball-milled TiO₂ photocatalysts

Author's : Jiravat Rattanak, Wanichaya Mekprasart, Wisanu Pecharapa and Wicharn Techitdheera

Dear Authors;

Congratulations!

The Technical Program Committee has completed the review process, and we are pleased to inform you that the paper named above has been ACCEPTED for presentation. The said paper also will be published in the conference Proceedings.

Please consider the reviewers' comments for your paper, which are intended to help you improve the paper for final publication. The manuscript must be complied with the recommended format and re-submitted electronically to the paper submission site:

<http://www.confserve.org/iceast-2013/login1.php>

Please submit the camera-ready paper (within 4-6 pages, PDF format) before: 15 July 2013. Together with your camera-ready paper, you are also asked to submit copyright form as well as speaker biography form.

Thank you very much for your contribution. We are looking forward to welcoming you at ICEAST-2013, Bangkok, Thailand.

Sincerely,

Technical Program Committee

Date : 10 July 2013

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Photocatalytic activities under UV light of ball-milled TiO₂ photocatalysts

Jiravat Rattanarak^{1,a}, Wanichaya Mekprasart^{2,b}, Wisanu Pecharapa^{2,c}
and Wicharn Techitdheera^{1,d}

¹School of Applied Physics, Faculty of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

²College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongsong Rd., Ladkrabang Bangkok 10520, Thailand

^ajiravat.rattanarak@gmail.com, ^bwani.mek@gmail.com, ^ckpewisan@gmail.com,
^dwdheera@gmail.com

Keywords: TiO₂, ball milling, photocatalyst

Abstract. Anatase TiO₂ powders used as photocatalysts were prepared by ball milling process at various milling time and annealed in nitrogen atmosphere at different temperatures. Commercial TiO₂ powders were ball-milled with ethanol at room temperature. After ball milling process, the samples were annealed in nitrogen atmosphere. The particle sizes and surface area of milled powders were measured by particle analyzer and Brunauer Emmet Teller method (BET). Effect of milling time and annealing temperature on structural properties of TiO₂ powders was investigated by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM). The degradation of aqueous RhB dye by ball-milled TiO₂ powder photocatalyst was investigated under UV light irradiation. Comparing to P-25, TiO₂ powder prepared via ball milling process at 24 hr demonstrated significant enhancement in its photocatalytic activity under UV light due to the increasing active surface area after ball milling process.

Introduction

TiO₂ is normally used as a photocatalytic material owing to its rather high photocatalytic activity, chemical stability and low cost. This material is also reusable, non-toxic and resistant for chemical corrosion. TiO₂ has been utilized in wide diversity of applications including optical applications, catalysts, electrical ceramics, self-cleaning and reducing pollution in the environment [1-3]. However, TiO₂ can be typically excited only by UV light irradiation because of its wide band gap (~3.2 eV) in particular anatase crystalline phase [4-8]. Photocatalytic activity under visible light irradiation is still restriction of TiO₂ reaction. The fast recombination rate of electron and hole pairs is also a critical problem that strongly retards photocatalytic activity of TiO₂. Therefore, many methods have been proposed to improve its optical properties and catalytic efficiency. One method that can be used is to reduce the particle size of TiO₂ powder resulting to the increasing surface area. For example, Xiao yan Pana and Xue ming Ma studied the structure of TiO₂ powder with different grain size attained by ball milling method [9]. It is shown that TiO₂ powder with smaller grain size possesses the faster rate of the phase transformations than that of the bigger grain size powder. Y. Chen *et al.* reported the production of rutile from ilmenite by room temperature ball milling induced sulphurisation reaction [10].

In this work, commercial TiO₂ powders were reduced their size via ball milling process at various operating time and annealed in nitrogen atmosphere at different temperatures. Effect of ball milled time and heat-treatment temperature on the physical properties, active surface areas and photocatalytic performance of samples were investigated. The particle size and surface areas measurement were carried out by particle analyzer and Brunauer Emmet Teller method (BET). The morphologies and structures of the samples were characterized by scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD). The photocatalytic degradation efficiency of RhB dye by TiO₂ photocatalyst under UV light irradiated was investigation by UV-Vis spectroscopy [11].

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Materials and methods

TiO₂ anatase powder from Shanghai Jianghu Titanium White Product Co., Ltd was used as the starting material. The certain amount of powder was mixed with 40mL of ethanol solution and loaded in ball milling reactor for reducing its size with zirconia balls followed by milling process for 6, 12, 18 and 24h at room temperature. After ball milling process, TiO₂ powder was washed with ethanol and heated at 80°C until it completely dry, followed by annealing process in nitrogen atmosphere at 450, 500 and 600°C for 2h with heat rate 5 °C/min. The photocatalytic activity of TiO₂ powders photocatalyst were evaluated using dye photodegradation of 50 ml aqueous RhB (0.001g/L). 0.05g of photocatalyst powder was dispersed into RhB solution and stirred for 30min in dark condition for equilibrium system. The photodegradation activity was conducted under UV light irradiation and collected the results every 20 min. The particle size and surface areas of milled powders were measured by Particle Analyzer and Brunauer Emmet Teller method(BET). The morphologies and structure of samples were characterized by scanning electron microscope(SEM) and X-ray diffraction(XRD). The XRD patterns were recorded in a range of 20 - 80° with step size of 0.2°/s operated at 40 kV and 20mA.

Results and discussion

As-received commercial TiO₂ presents in large structure and agglomeration in micron scale. The particle size of TiO₂ via ball milling process at various operating time is represented in Fig. 1. As-received commercial TiO₂ powder comprises large particles with average size of 787 nm. As noticed, the particle size of TiO₂ is able to be reduced by via ball milling process. Under constant speed of ball milling process, the average particle size of the powder milled for 6, 12, 18 and 24h is found to be 547, 430, 402 and 250 nm, respectively. The result demonstrates the significant size reduction of the TiO₂ powder by ball milling process. The increasing milling time results to the decrease in the powder size down to 250 nm. Table 1 shows the results of BET surface area, total pore volume and average pore diameter of the samples. The surface area measurement was carried out by Brunauer Emmet Teller method(BET). This result indicates that the surface areas and total pore volume of the powder can be increased via ball milling process with increasing milling time.

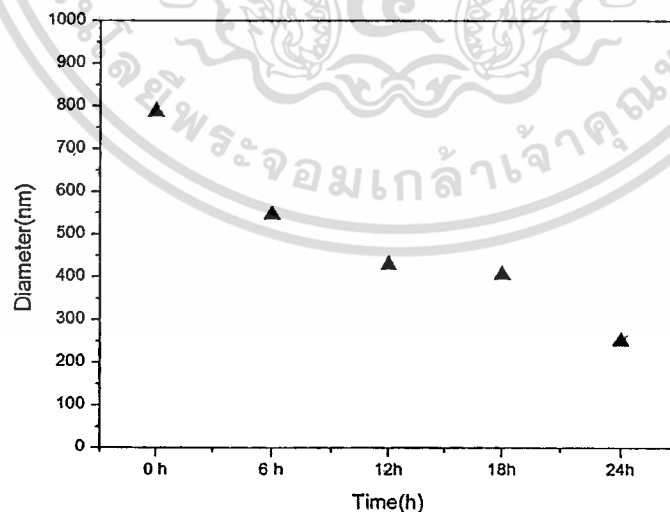


Fig 1. The particle size of TiO₂ after ball milling at various operating times.

Table 1 BET surface, total pore volume and average pore diameter of the samples

Sample	$S_{\text{BET}}(\text{m}^2 \text{g}^{-1})$	Total pore volume($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$)	Average pore diameter (nm)
As-received	5.99	0.00289	1.93
Ball-milled 6 h	7.17	0.00348	1.94
Ball-milled 12 h	7.94	0.00375	1.89
Ball-milled 18 h	9.12	0.00433	1.90
Ball-milled 24 h	10.45	0.00515	1.97

The morphologies of the samples were characterized by scanning electron microscope (SEM). Fig. 2 shows SEM images of a) as-received commercial TiO_2 , b) TiO_2 ball milled 24h, and c-e) TiO_2 ball-milled for 24h and annealed in nitrogen atmosphere at different temperatures ranging from 450 - 600°C. As observed in Fig. 2a), as-received commercial TiO_2 represents the large particle with average size about 700 nm. After ball-milled for 24h, the structure of sample was rupture and its size obviously reduced to about 200 nm, indicating that the particle size of TiO_2 can be decreased to nanometer range by conventional one-step ball milling process. From the Fig. 2c), it can be seen that the morphologies of TiO_2 ball-milled for 24h and annealed in nitrogen atmosphere at 450°C, the particles of TiO_2 tend to be agglomerated to form group of particle clusters. Fig 2d) and e) illustrate the morphologies of the milled powders for 24h and annealed in nitrogen atmosphere at 500°C and 600°C, respectively. The morphologies are notified to be identical to that observed in Fig 2c), the particles agglomerate after annealing in nitrogen atmosphere. The result suggests that ball milling process can reduce the particle size, and thermal energy provided during annealing process initiates the agglomeration of TiO_2 particles.

The structures of the as-received commercial TiO_2 powder, TiO_2 ball-milled for 24h and TiO_2 ball-milled for 24h annealed at different temperatures were characterized by X-ray diffraction (XRD). The XRD patterns of TiO_2 anatase comparing to TiO_2 with ball milling process for 24h and annealed at different temperatures ranging from 450 - 600°C are shown in Figure 3. The diffraction peak of as-received TiO_2 powder appeared at $2\theta = 25.33^\circ, 37.01^\circ, 37.84^\circ, 38.64^\circ, 48.14^\circ, 53.97^\circ$ and 55.2° , correspond to the (101), (103), (004), (112), (200), (105), (200) and (220) planes of anatase phase, respectively. Meanwhile, the diffraction peaks appeared at $2\theta = 27.50^\circ, 36.13^\circ, 39.57^\circ$, and 57.53° attribute to (110), (101), (200) and (220) planes of rutile phase. The oddity phases located at $24.50^\circ, 29.57^\circ, 43.35^\circ, 47.65^\circ$, and 48.65° are impurity relates to the $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ listed in the Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS No.00-041-0192). For the samples after ball milling and annealing process at different temperatures, their XRD patterns are identical to

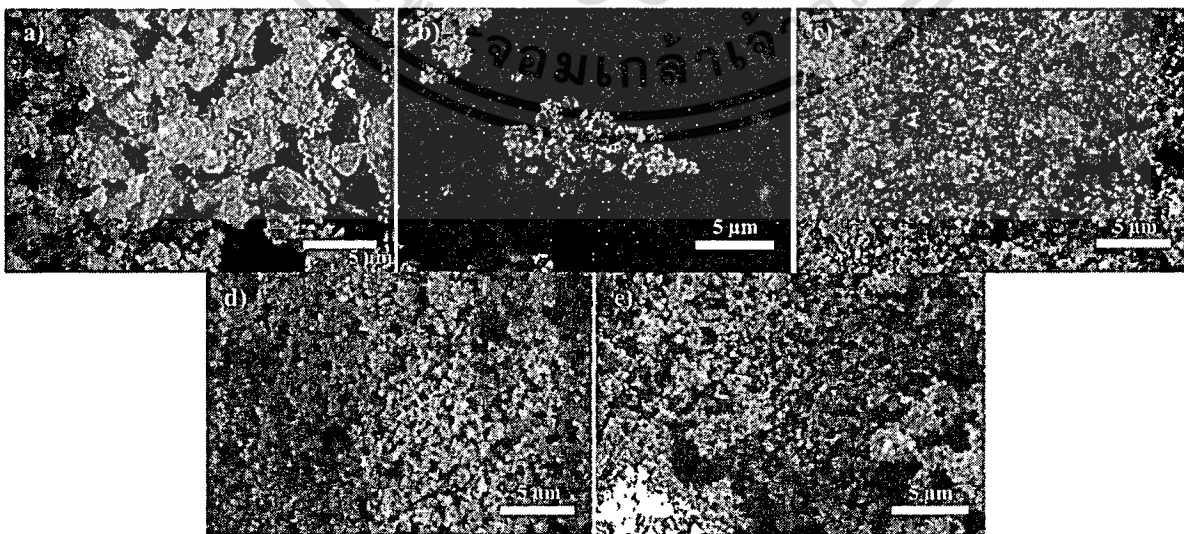


Fig. 2 SEM images of a) as-received commercial TiO_2 , b) TiO_2 ball-milled for 24 h, c-e) TiO_2 ball-milled 24h and annealed in nitrogen atmosphere at 450°C, 500°C and 600°C.

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

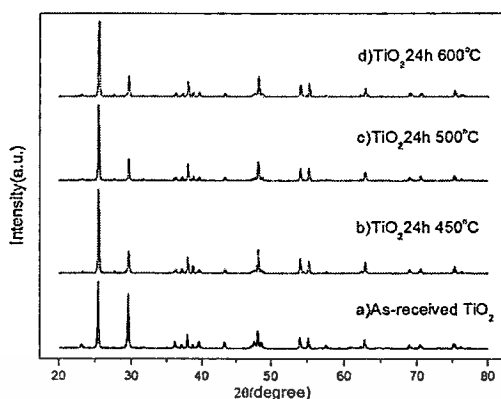


Fig. 3 XRD patterns of a) as-received TiO_2 and b-d) TiO_2 ball milled 24h and annealed in nitrogen atmosphere at different temperatures.

as-received commercial TiO_2 powder, suggesting that ball milling process at various operating time has insignificant effect on TiO_2 structure, but the high temperature annealing influence to crystallinity. Rutile and impurity phases of TiO_2 are decreased after annealing under nitrogen atmosphere.

Fig. 4 shows photocatalytic degradation of RhB dye by a) TiO_2 ball-milled at various operating time b) TiO_2 ball-milled 24h and annealed in nitrogen atmosphere at different temperatures. The activity of commercial TiO_2 P25 was also conducted for comparison reason. The photocatalytic activity was evaluated in RhB solution (1mM). The weight of the photocatalysts was 0.1g/100ml in all measurements. The solution was stirred for 30 min and recorded the result every 20 min. The temperature of the photocatalytic reaction was kept at room temperature. The degradation rate of ball-milled TiO_2 for 6, 12, 18 and 24h is found to be 0.032, 0.108, 0.233 and 0.656 min^{-1} (Fig 4.a)). The constant rate of RhB degradation with as-received commercial TiO_2 is 0.065 min^{-1} , which is lower than other conditions and comparable to that value of the powder ball-milled for 6h. As indicated in Fig 4.(b), The degradation rate of samples after annealed in nitrogen atmosphere, at 450, 500 and 600°C are 0.316, 0.185 and 0.229 min^{-1} , respectively. The results suggest that the catalyst ball milled for 24h exhibits superiority in photocatalytic activity to the others, and it was comparable to commercial TiO_2 P25. This enhancement should be due to the increasing active surface area and decreasing particle size after milling process. However, after annealing process, particle agglomeration of ball-milled TiO_2 leads to the inferiority of photocatalytic performance of the powders, as noticed in the results in Fig. 4b).

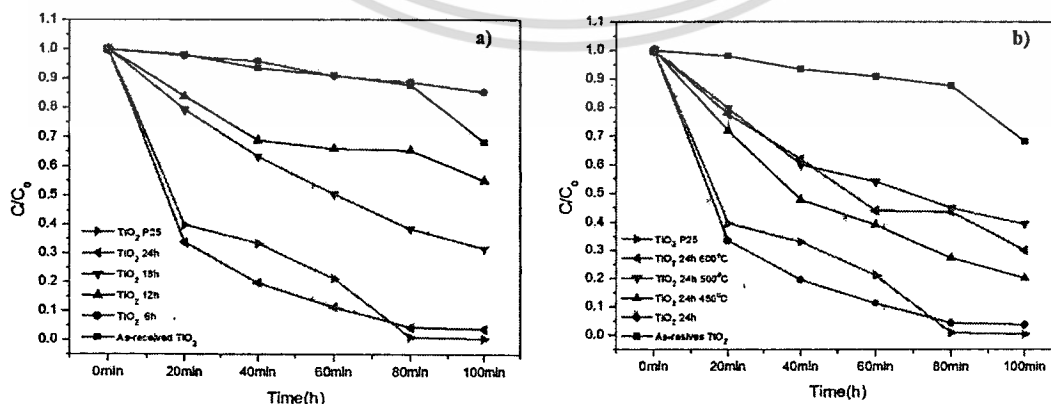


Fig. 4 Photocatalytic degradation of RhB in the presence of a) TiO_2 ball-milled at various operating times b) TiO_2 ball-milled for 24h and annealed in nitrogen atmosphere at different temperatures.

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Summary

In summary, as-received commercial TiO₂ powder appears in micro scale and large particle morphology. Ball-milling process was employed to reduce its particle size and consequently heighten its active surface areas. The samples of TiO₂ photocatalyst with higher photocatalytic activity are prepared by ball milling process. The degradation rate of the catalyst ball-milled for 24h exhibit the comparable performance to TiO₂ P25. It is also notified that annealing process can significantly remove impurities, heighten the purity of anatase phase, improve its crystallinity and motivate the agglomeration of the TiO₂ particle. This agglomeration of the TiO₂ particle may intercept the degradation reaction of the powder, reflecting to the increasing photodegradation rate.

Acknowledgments

This work has been financially supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology Thailand, through its program of Center of Excellence Network. Authors would like to thank faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang for research fund. Authors would like to express deep thank to Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT) for XRD measurement.

References

- [1] L.Chiodo, M. Salazar, A. H. Romero, S.Laricchia, F. D.Sala and A.Rubio, Structure, electronic, and optical properties of TiO₂ atomic clusters, *The Journal Of Chemical Physics* 135 (2011) 244704 1-10
- [2] K. Thamaphat, P. Limsuwan, B. Ngotawornchai, Phase-Characterization of TiO₂ Powder by XRD and TEM, *Kasetsart J. (Nat. Sci.)* 42 : (2008) 357 - 361
- [3] X. Pan, M.Q.Yang, X. Fu, N. Zhang and Y.J.Xu, Defective TiO₂ with oxygen vacancies: synthesis, properties and photocatalytic applications, *Nanoscale* 5 (2013) 3601-3614
- [4] R. Trejo-Tzab, Alvarado Gil, P. Quintana, P. Bartolo-Pérez, N-doped TiO₂ P/25Cu powder obtained using nitrogen (N₂) gas plasma, *Catalysis Today* 193 (2012) 179–185
- [5] C. Shifu, C. Lei, G. Shen, C. Gengyu, The preparation of nitrogen-doped photocatalyst TiO₂-N by ball milling, *Chemical Physics Letters* 413 (2005) 404–409
- [6] C. Shifu, C. Lei, G. Shen, C. Gengyu, The preparation of coupled SnO₂/TiO₂ photocatalyst by ball milling, *Materials Chemistry and Physics* 98 (2006) 116–120
- [7] M. C. Wang, H. J. Lin, C. H. Wang, H. C. Wu, Effects of annealing temperature on the photocatalytic activity of N-doped TiO₂ thin films, *Ceramics International* 38 (2012) 195-200.
- [8] C. DiValentin, E. Finazzi, G. Pacchioni, A. Selloni, S. Livraghi, M. C. Paganini, E. Giamello, "N-doped TiO₂: Theory and experiment, *Chemical Physics* 339 (2007) 44-56.
- [9] X. Y. Pana, X. M. Ma, Study on the milling-induced transformation in TiO₂ powder with different grain sizes, *Materials Letters* 58 (2004) 513 – 515.
- [10] Y. Chen, M. Marsh, J.S Williams, B. Ninham, Production of rutile from ilmenite by room temperature ball milling induced sulphurisation reaction, *Journal of Alloys and Compounds*, 245 (1996) 54-58.
- [11] K. Hashimoto, H. Irie, A. Fujishima, TiO₂ photocatalysis: a historical overview and future prospects, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol.44 No.12 (2005) 8269-8285.

Advances in Material Science and Technology

10.4028/www.scientific.net/AMR.802

Photocatalytic Activities under UV Light of Ball-Milled TiO₂ Photocatalysts

10.4028/www.scientific.net/AMR.802.237



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้