

การสลายของ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนโดย  
ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2561

การสลายของ 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนโดย  
ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ELIMINATION OF 4-CHLOROPHENOL USING  
DECHLORINATION REACTION BY NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> CATALYST



THE REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS  
FOR THE DEGREE OF BACHELOR IN CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2018

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การสลายของ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนโดย  
ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
โดย นางสาวสรिता ภูไพจิตรกุล  
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ. ดร. พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์  
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ  
(ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์)

.....กรรมการ  
(ดร.ธัชรัตน์ สมานมุลย์)

.....กรรมการ  
(ผศ.ดร.ญาณิพร พัชวรโชติ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์เรื่อง	การสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
นักศึกษา	นางสาวสรिता ภูไพจิตรกุล
รหัสนักศึกษา	58011278
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
พ.ศ.	2561
อาจารย์ผู้ควบคุมโครงการงาน	ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์, ดร.พงษ์เสริฐ ศรีพรหม

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination reaction) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม และทำการศึกษาคณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิค SEM-EDX XRD และ BET ทำการทดลองปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนแบบกะในระบบที่ปราศจากออกซิเจน โดยความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟินอล เท่ากับ 80 mg/L pH 2-4 และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.32-0.64 g/L พบว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน คือ pH 3 ปริมาณตัวเร่งที่เหมาะสม คือ 0.32 g/L สามารถสลาย 4-คลอโรฟินอลได้สูงสุด คือ 18.67 % ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> สามารถสลาย 4-คลอโรฟินอลเพื่อลดปัญหาการปนเปื้อนสู่สิ่งแวดล้อม

Project Title	Elimination of 4-chlorophenol using dechlorination reaction by NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> catalyst
Student	Miss Sarita Phupaichitkun
Student ID.	58011278
Degree	Bachelor of Engineering
Programme	Chemical Engineering
Year	2018
Project Advisor	Asst.Prof.Dr. Pornsawan Assawasaengrat Dr.Pongsert Sriprom

### ABSTRACT

The elimination of 4-chlorophenol using dechlorination reaction by NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst was studied. The NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles catalyst was prepared with the precipitation method. The characteristics of the catalysts was studied by SEM-EDX XRD and BET methods. The dechlorination reaction was run in the batch experiment in an oxygen-free chamber. The initial concentration of 4-chlorophenol, pH and amount of catalyst were 80 mg / L, 2-4 and 0.32-0.64 g/L, respectively. The results showed that the optimum condition of the dechlorination reaction were pH 3 and the amount of catalyst was 0.32 g/L. The maximum eliminated 4-chlorophenol was 18.67%. Therefore, the dechlorination reaction using NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst can reduce 4-chlorophenol contamination in environment.

# กิตติกรรมประกาศ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้อย่างดี ด้วยคำแนะนำ และคำปรึกษาจาก ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์ และ ดร.พงษ์เสรีฐ ศรีพรหม ซึ่งเป็นอาจารย์ผู้ควบคุมงานวิจัย ข้าพเจ้ารู้สึกทราบซึ่งในความอนุเคราะห์จากท่านอาจารย์ทั้งสองท่าน และขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอกราบพระคุณคณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุก ๆ ท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาให้กับข้าพเจ้า

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ในภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกคนที่ให้คำแนะนำต่างๆ ในการดำเนินงานวิจัย และคอยให้กำลังใจเสมอมา

สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และครอบครัวของข้าพเจ้าที่เป็นกำลังใจ และให้การสนับสนุนในทุกเรื่องๆ ตลอดมา ทำให้ข้าพเจ้าสามารถทำปริญญานิพนธ์ฉบับนี้ ให้สำเร็จ ลุล่วงด้วยดี

คุณค่าและประโยชน์อันพึงมาจากโครงการฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอบแต่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

สรिता ภูไพจิตรกุล



# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	V
สารบัญรูป.....	VI
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา.....	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีพื้นฐานที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย.....	4
2.1 4-คลอโรฟีนอล.....	4
2.2 ฟีนอล.....	5
2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	5
2.4 ปฏิริยาการกำจัดคลอรีน.....	8
2.5 ผลงานการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา.....	9
บทที่ 3 วิธีการศึกษาค้นคว้าและวิธีการทดลอง.....	13
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	13
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ในการทดลอง.....	13
3.3 ขั้นตอนการทดลอง.....	14
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	17
4.1 ผลการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา.....	17
4.2 ผลการศึกษาปฏิริยาการกำจัดคลอรีน.....	21
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	24
บรรณานุกรม.....	26
ภาคผนวก.....	28

# สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 การทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12
ตารางที่ 4.1 ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 10.....	20
ตารางที่ ภาค1 ปริมาณที่ใช้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา.....	30
ตารางที่ ภาค1 ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 9.....	36
ตารางที่ ภาค2 ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 11.....	37
ตารางที่ ภาค1 ตัวเร่งปฏิกิริยา.....	43
ตารางที่ ภาค2 ผลการทดลองของตัวเร่งที่ 4.....	45
ตารางที่ ภาค3 การทดลอง.....	46



# สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1	โครงสร้างของ 4-คลอโรฟินอล..... 4
รูปที่ 2.2	โครงสร้างของฟินอล..... 5
รูปที่ 2.3	กลไกของตัวเร่งปฏิกิริยา..... 6
รูปที่ 2.4	ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles)..... 7
รูปที่ 3.1	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน..... 15
รูปที่ 4.1	ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาผ่าน XRD..... 18
รูปที่ 4.2	ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX กำลังขยาย 10,000 เท่า..... 18
รูปที่ 4.3	ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX กำลังขยาย 20,000 เท่า..... 19
รูปที่ 4.4	ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 10..... 19
รูปที่ 4.5	ลักษณะการจับตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ..... 20
รูปที่ 4.6	การสลาย 4-คลอโรฟินอล ที่ pH 2-4 ปริมาณตัวเร่ง 0.32 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟินอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสภาวะไม่มีออกซิเจน..... 21
รูปที่ 4.7	การสลาย 4-คลอโรฟินอล ที่ pH 3 ปริมาณตัวเร่ง 0.32-0.64 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟินอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสภาวะไม่มีออกซิเจน..... 22
รูปที่ 4.8	การสลาย 4-คลอโรฟินอล ที่เวลา 15 นาที pH 3 ปริมาณตัวเร่ง 0.32-0.64 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟินอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสภาวะไม่มีออกซิเจน..... 23
รูปที่ ภก1	กราฟ Calibration curve ของฟินอล..... 30
รูปที่ ภก2	กราฟ Calibration curve ของ4-คลอโรฟินอล..... 31
รูปที่ ภก3	กราฟ Calibration curve ของ4-คลอโรฟินอล..... 31
รูปที่ ภข1	ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังขยาย 1000และ2500 เท่า โดย SEM..... 33
รูปที่ ภข2	ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังขยาย 5000และ10000 เท่า โดย SEM..... 34
รูปที่ ภข3	ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังขยาย 20000 เท่า โดย SEM..... 35
รูปที่ ภข4	ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 9..... 36
รูปที่ ภข5	ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 11..... 37
รูปที่ ภค1	ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 0..... 39
รูปที่ ภค2	ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 1..... 40
รูปที่ ภค3	ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 2..... 40
รูปที่ ภค4	บีมจุลทรรศน์..... 41

# สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ ภค5 ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 3.....	41
รูปที่ ภค6 ปรับปรุงถุงมือกล่องสุญญากาศ.....	42
รูปที่ ภค7 ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 4.....	42



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

4-คลอโรฟีนอล(4-chlorophenols หรือ 4CPs) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ประกอบด้วย หมู่ของคลอรีน (Chlorinated organic compounds หรือ COC) ซึ่งเป็นสารพิษที่ถูกระบุโดย สำนักงานปกป้องสิ่งแวดล้อมของประเทศสหรัฐอเมริกา (US-EPA) [9] เนื่องจากสารพิษนี้ส่งผลต่อ สิ่งมีชีวิตหากได้รับในปริมาณที่มากพอจะส่งผลกระทบต่อระบบหายใจ ด้านทานยาปฏิชีวนะ อาจส่งผลให้ เกิดหรือกระตุ้นให้เป็นโรคมะเร็งได้ รวมถึงยังส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมจากคุณสมบัติที่ย่อยสลายได้ยาก ตามธรรมชาติ โดยสามารถเกิดขึ้นจากปฏิกิริยาทางเคมีอย่างปฏิกิริยาคลอรีนชัน (Chlorination) โดยการเติมคลอรีนลงไปแทนที่หมู่ไฮโดรเจนของฟีนอล (Phenol) หรืออาจเกิดจากผลพลอยได้จาก กระบวนการอุตสาหกรรม ได้แก่ อุตสาหกรรมผลิตสารกันบูด ยาฆ่าแมลง สารเคมีสำหรับกำจัด เชื้อรา ยารักษาโรค การผลิตสี การแปรรูปไม้กระดาษ เยื่อกระดาษ ตัวทำละลาย การสังเคราะห์ สารอินทรีย์ต่างๆ จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้สามารถตรวจพบสารพิษนี้ได้在地ดิน น้ำบาดาล ห่วงโซ่อาหาร หรือแม้แต่ในน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม [8]

กระบวนการที่ใช้ในการบำบัดสารปนเปื้อนอย่างสาร 4-คลอโรฟีนอล ที่พบตามน้ำเสียจาก อุตสาหกรรมมีวิธีการบำบัดขั้นต้น (Pretreatment) มากมายเช่น การบำบัดผ่านกระบวนการโฟ โตเฟนตัน (Photo-Fenton treatment) [1] การบำบัดผ่านเอนไซม์ (Enzymatic treatment) [2] ปฏิกิริยาออกซิเดชันเชิงเร่งปฏิกิริยาด้วยไฟฟ้า (Electrocatalytic oxidation) [3] รวมถึงปฏิกิริยา การกำจัดคลอรีน (Dechlorination) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) [6] ซึ่งปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน เป็นปฏิกิริยาที่จะดึงคลอรีนออกจาก 4-คลอโรฟี นอล ในรูปของคลอไรด์ไอออน และถูกแทนที่ด้วยอะตอมของไฮโดรเจนแทน ส่งผลให้กลับไปเป็น สารตั้งต้นอย่าง ฟีนอล (Phenol) หรืออาจทำปฏิกิริยาต่อจนกลายเป็นสารอื่นอย่าง ไฮโคลเฮกซาโนน (Cyclohexanone) หรือ ไฮโคลเฮกซานอล (Cyclohexanol)

มีนักวิจัยหลายคนทำการศึกษาค้นคว้าเกี่ยวกับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ผ่านปฏิกิริยาการ กำจัดคลอรีน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า การศึกษาวิจัยของ Bettina Schrick และคณะ (2002) [4] ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยานาโนของอนุภาคเหล็กผสมกับเหล็ก (Ni/Fe bimetallic nanoparticles) ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรดีคลอรีนชัน (Hydrodechlorination) ของสารไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) ซึ่งสามารถลดปริมาณสารปนเปื้อนอย่างไตรคลอโรเอทิลีน ผ่านปฏิกิริยา ไฮโดรดีคลอรีนชันได้ดี ซึ่งเร็วกว่านาโนไอเอิร์น (Nanoiron) หรือ ผงเหล็ก (Iron filings) ประมาณ 50-80 เท่า แต่มีความเสถียรน้อยกว่า Pd/Fe nanoparticles ต่อมา Zhang Wei-hua และคณะ (2007) [5] ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนของ 4-คลอโรฟีนอล ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Ni/Fe nanoparticles พบว่า ปัจจัยที่มีผล ได้แก่ อุณหภูมิ pH สัดส่วนของนิกเกิลกับเหล็ก และ สัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยากับสารละลาย ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการปรับ pH เป็น 12 คือ ฟีนอลกับ คลอไรด์ไอออน จากการทดลองพบว่า pH เท่ากับ 3 จะส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดี ถ้าสัดส่วนของ นิกเกิลมาก จะทำให้สามารถดูดซับไฮโดรเจนได้มากแล้วเปลี่ยนเป็นอะตอมไฮโดรเจน เพื่อ เกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้น ถ้าอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น ต่อมา Elena Diza และคณะ (2008) [6] ศึกษาวิจัยปฏิกิริยาการบำบัดสาร 4-คลอโรฟีนอลในน้ำ ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา Pd/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ Rh/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีประสิทธิภาพและทำงานได้ดีในสภาวะไม่ รุนแรง (Mild conditions) ซึ่งจากกลไกของปฏิกิริยา (Reaction pathway) จะได้ ฟีนอล ไฮโคลเฮกซานอน(Cyclohexanone) และไฮโคลเฮกซานอล (Cyclohexanol) สำหรับตัวเร่ง ปฏิกิริยา Pd และ Rh จะให้ผลลัพธ์ที่ดีในแง่สิ่งแวดล้อม เนื่องจากผลิตภัณฑ์หลักที่ได้ คือ ไฮโคลเฮกซานอนและไฮโคลเฮกซานอล นอกจากนี้ Rh ยังได้ไฮโคลเฮกซานอลสูงสุดในบรรดาตัวเร่ง ซึ่งมีความเป็นพิษน้อยสุด แม้จะเสถียรและดี แต่มีราคาค่อนข้างแพง ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาของ Tao Zhou และคณะ (2010) [7] ศึกษาเปรียบเทียบคุณสมบัติในการทำปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยา Pd/Fe กับ Pt/Fe Ni/Fe Cu/Fe และ Co/Fe nanoparticles ของ สาร 4-คลอโรฟีนอลและสารในกลุ่มของคลอโรฟีนอล ผลจากการเปรียบเทียบพบว่า ที่เงื่อนไข เดียวกันชนิดตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน เปลี่ยนคลอโรฟีนอลให้ กลายเป็นฟีนอล โดยที่มีประสิทธิภาพดังต่อไปนี้ Pd/Fe > Ni/Fe > Pt/Fe > Co/Fe > Cu/Fe พบว่า Pd เปลี่ยนเป็น ฟีนอลได้มากที่สุด แต่ราคาค่อนข้างแพง ส่วนนิกเกิลมีประสิทธิภาพใกล้เคียง กับ Pd ที่สุดในบรรดาตัวเร่งปฏิกิริยาที่ศึกษา

ดังนั้นการศึกษาวิจัยครั้งนี้เพื่อศึกษาการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล และลดการปนเปื้อน ของสารพิษในแหล่งน้ำเสีย ด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles และศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยา ได้แก่ pH และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

1. เพื่อศึกษาการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน โดยการใช้ตัวเร่ง ปฏิกิริยานาโนโลหะผสม คือ NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles
2. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมและปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ได้แก่ pH และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อสารละลาย

### 1.3 ขอบเขตการวิจัย

1. ศึกษาเกี่ยวกับการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles
2. ศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาของ NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles
  - 2.1 เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึกผ่านการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD หรือ X-Ray Diffractometer)
  - 2.2 เครื่องวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัตถุผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ (SEM/EDX หรือ Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy)
  - 2.3 เครื่องวัดพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET หรือ Brunauer-Emmett-Teller หรือ Surface area and porosity analyzer)
3. ศึกษาหาสภาวะและปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination) ผ่านการสลายสาร 4-คลอโรฟีนอล โดยมีปัจจัยที่มีผลดังต่อไปนี้
  - 3.1 pH (2-4)
  - 3.2 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (0.32-0.64 g/L)
  - 3.3 อุณหภูมิห้อง
  - 3.4 ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล ประมาณ 80 mg/L

### 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

ได้ศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles ผ่านการสลาย 4-คลอโรฟีนอลในเงื่อนไขของสภาวะที่เหมาะสมให้ได้ประสิทธิภาพที่ดีที่สุด

## บทที่ 2

# ทฤษฎีพื้นฐานที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย

ในบทนี้เนื้อหาจะกล่าวถึงทฤษฎีพื้นฐานของ 4-คลอโรฟินอล ฟีนอล ตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน และการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา รวมถึงหลักการต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการวิจัยของการสลายสาร 4-คลอโรฟินอล ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

### 2.1 4-คลอโรฟินอล

4-คลอโรฟินอล (4-Chlorophenol หรือ Parachlorophenol) เป็นสารที่มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 2.1 และมีสูตรโมเลกุลคือ  $C_6H_5ClO$  ที่มีลักษณะทางกายภาพเป็นของแข็ง สีขาว กลิ่นคล้ายฟีนอล มีจุดเดือดอยู่ที่  $220\text{ }^{\circ}C$  ( $428\text{ }^{\circ}F$ ) จุดหลอมเหลวอยู่ที่  $44\text{ }^{\circ}C$  ( $111.2\text{ }^{\circ}F$ ) มีจุดวาบไฟอยู่ที่ประมาณ  $115\text{ }^{\circ}C$  ( $239\text{ }^{\circ}F$ ) สามารถละลายได้ในเมทานอลหรืออะซิโตน รวมถึงยังสามารถละลายได้เล็กน้อยในน้ำเย็นและน้ำร้อน [8]

การเก็บรักษาสารควรเก็บในภาชนะที่แห้งและปิดสนิทแล้วนำไปเก็บไว้ในที่เย็น และมีการระบายอากาศได้ดี ให้อยู่ห่างจากความร้อนและประกายไฟ [8]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ 4-คลอโรฟินอล [9]

ผลกระทบต่อทางด้านสุขภาพที่อาจเกิดขึ้นได้ เนื่องจากสารมีฤทธิ์ในการกัดกร่อน หากสัมผัสสารจะทำให้เกิดอาการระคายเคืองบริเวณที่สัมผัสทันที และจะอันตรายมากขึ้นหากปล่อยทิ้งไว้ ถ้าเป็นผิวหนังจะทำให้เกิดการอักเสบและพุพอง หากเข้าตาจะทำให้กระจกตาเสียหรือตาบอดได้ ในกรณีที่สุดดมสารในรูปที่เป็นฝุ่นผง จะทำให้เกิดอาการระคายเคืองต่อทางเดินหายใจ หรือระบบทางเดินอาหาร หากสูดดมจากการเผาไหม้สารในปริมาณที่มากพออาจส่งผลต่อความเสียหายของปอด อาจจะมีอาการสำลัก หมดสติ หรืออาจเสียชีวิตได้ สำหรับผลกระทบในระยะยาวหรือระยะเรื้อรัง มีผลทำให้เป็นโรคมะเร็งได้ ในทางด้านผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมคือเป็นสารที่ย่อยสลายจะทำได้ยากตามธรรมชาติ [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2 ฟีนอล

ฟีนอล (Phenol) เป็นสารในกลุ่มสารประกอบอะโรมาติก (Aromatic Compounds) มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 2.2 และมีสูตรโมเลกุลคือ  $C_6H_5OH$  เป็นสารที่มีจุดหลอมเหลวอยู่ที่  $40.5\text{ }^{\circ}C$  ( $104.9\text{ }^{\circ}F$ ) มีจุดเดือดคือ  $181.7\text{ }^{\circ}C$  ( $359.1\text{ }^{\circ}F$ ) จุดวาบไฟ ประมาณ  $79\text{ }^{\circ}C$  ( $174.2\text{ }^{\circ}F$ ) อุณหภูมิที่สามารถติดไฟได้เองประมาณ  $715\text{ }^{\circ}C$  ( $1319\text{ }^{\circ}F$ ) สามารถละลายได้ง่ายในเมทานอล อีเทอร์ ไดเอทิล ละลายในน้ำเย็น และอะซิโตน การเก็บรักษาควรเก็บในภาชนะที่ปิดสนิท แห้งและห่างจากแหล่งกำเนิดไฟ [10]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของฟีนอล [10]

ความเป็นพิษของฟีนอล จะมีผลกระทบต่อสุขภาพคือมีฤทธิ์กัดกร่อนดวงตา ผิวหนัง และระบบทางเดินหายใจ หากสัมผัสเป็นระยะเวลานานจะส่งผลให้เกิดโรคผิวหนังอักเสบ ความเสียหายต่อปอด หัวใจ ตับ ไต และระบบประสาทส่วนกลาง

ฟีนอล เป็นสารที่มีความสำคัญในระดับอุตสาหกรรม เนื่องจากเป็นสารตั้งต้นในการผลิตผลิตภัณฑ์หลายชนิด ได้แก่ พลาสติก โพลีคาร์บอเนต (Polycarbonates) อีพ็อกซี (Epoxyes) เบกไลต์ (Bakelite) ไนลอน (Nylon) ผงซักฟอก สารเคมีกำจัดวัชพืช สารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารเคมี รวมถึงยารักษาโรคหลายชนิด [10,11] จึงมีมูลค่าในระดับอุตสาหกรรม

## 2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารที่เพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมี โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาไม่มีผลกับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ตัวเร่งปฏิกิริยามี 3 ประเภทตามสถานะและการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ ประเภทแรก ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous catalytic) เป็นลักษณะการเร่งปฏิกิริยาที่สารตั้งต้นกับตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในสถานะเดียวกัน ประเภทที่สองตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalytic) เป็นลักษณะการเร่งปฏิกิริยาที่สารตั้งต้นกับตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในสถานะแตกต่างกัน และประเภทสุดท้าย ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเอนไซม์ เป็นลักษณะการเร่งปฏิกิริยาที่ต้องอาศัยการเติมพลังงานในปริมาณหนึ่งหรือที่เรียกว่าพลังงานกระตุ้น (Activation energy) กับสารตั้งต้น เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาแล้วกลายเป็นผลิตภัณฑ์ ในการศึกษาครั้งนี้จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalytic) โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ในสถานะของแข็ง ส่วนสารตั้งต้นอยู่ในสถานะของเหลว [12,13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.1 กลไกของตัวเร่งปฏิกิริยา

กลไกของตัวเร่งปฏิกิริยา (Steps in a heterogeneous catalytic reaction) มีทั้งหมดเจ็ดขั้นตอน เริ่มจากขั้นตอนแรกคือ การแพร่ของสารตั้งต้นในที่นี้คือ 4-คลอโรฟีนอลจากสารละลายเข้าสู่พื้นที่ผิวภายนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา ขั้นตอนที่สองคือ การแพร่ของ 4-คลอโรฟีนอลจากพื้นที่ผิวภายนอกหรือบริเวณปากของรูเข้าสู่พื้นที่ผิวภายในของตัวเร่งปฏิกิริยา ขั้นตอนที่สามคือ การดูดซับ (Adsorption) ของ 4-คลอโรฟีนอลบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ขั้นตอนที่สี่คือ เกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา เปลี่ยนจาก 4-คลอโรฟีนอลกลายเป็นผลิตภัณฑ์ ขั้นตอนที่ยี่ห้าคือ เกิดการคายสารที่ดูดซับไว้ (Desorption) ของผลิตภัณฑ์ออกจากพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ขั้นตอนที่ยี่หกคือ การแพร่ของผลิตภัณฑ์ออกจากพื้นที่ผิวภายในของตัวเร่งปฏิกิริยา เข้าสู่บริเวณปากรูหรือพื้นที่ผิวภายนอกของตัวเร่งปฏิกิริยา และขั้นตอนสุดท้ายคือ การแพร่ของผลิตภัณฑ์จากพื้นที่ผิวภายนอกของตัวเร่งปฏิกิริยาสู่สารละลาย [7] กลไกของตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.3

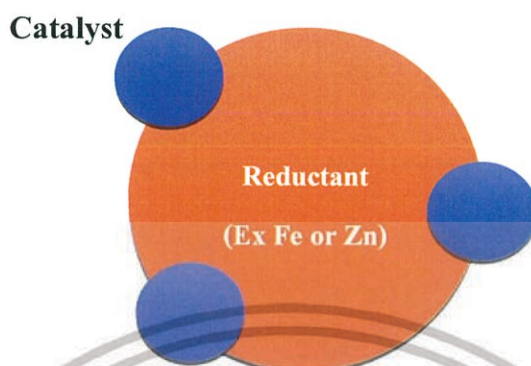


รูปที่ 2.3 กลไกของตัวเร่งปฏิกิริยา [14]

### 2.3.2 ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles)

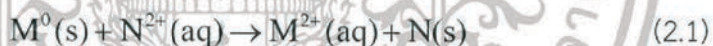
ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) ประกอบขึ้นจากอนุภาคโลหะสองชนิดมารวมกันแล้วกลายเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่กลุ่มอนุภาคโลหะกลุ่มแรกอยู่ใจกลางและทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ (Reducer หรือ Reducing agent หรือ Reductant) ซึ่งเป็นโลหะที่จ่ายอิเล็กตรอนให้กับสารอื่นเกิดเป็นปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) หรือการกัดกร่อน (Corrosion) และได้แก๊สไฮโดรเจนออกมา ส่วนอนุภาคโลหะกลุ่มที่สองจะเกาะหรือเคลือบโลหะกลุ่มแรก ทำหน้าที่ในฐานะตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ของปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน (Hydrogenation reaction) และช่วยชะลอการกัดกร่อนของโลหะชนิดแรกอีกด้วย แม้ว่าโลหะกลุ่มแรกจะสามารถเกิดปฏิกิริยาในฐานะตัวเร่งได้แต่ก็มีความช้ากว่าโลหะกลุ่มที่สองอยู่มากจึงเป็นสาเหตุที่ต้องเติมโลหะกลุ่มที่สองเพื่อเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอนุภาคโลหะกลุ่มแรกมักเป็น เหล็ก (Fe) หรือ สังกะสี (Zn) ส่วนอนุภาคโลหะกลุ่มที่สองมักเป็น พาลาเดียม เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Pd) แพลตตินัม (Pt) เงิน (Ag) หรือ นิกเกิล (Ni) [4,15] ลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles)

ปฏิกิริยาสำหรับการรวมอนุภาคโลหะทั้งสองชนิดให้กลายเป็น ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) เกิดจากการที่โลหะกลุ่มแรกอยู่ในรูปของโลหะวาเลนซ์ศูนย์ (Zero-Valent metal) จึงทำให้สามารถเกิดการถ่ายโอนอิเล็กตรอนไปยังสารละลายไอออนของโลหะกลุ่มที่สอง ทำให้โลหะกลุ่มที่สองตกลงไปเคลือบที่ผิวแทนที่โลหะกลุ่มแรกที่หลุดกลายเป็นสารละลายไอออนแทน [7,15] สมการปฏิกิริยาทั่วไปแสดงได้ดังสมการที่ (2.1)



เมื่อ M เป็นอนุภาคโลหะกลุ่มแรกหรือกลุ่มที่เป็นแกน  
N เป็นอนุภาคโลหะกลุ่มที่สองหรือกลุ่มที่เป็นตัวเร่ง

ยกตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยานาโนของอนุภาคพลาเตียมผสมเหล็ก (Pd/Fe nanoparticles) แทนในสมการที่ (2.1) จะได้เป็นดังสมการที่ (2.2)

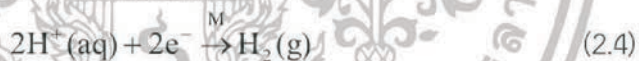


เมื่อ Fe คืออนุภาคเหล็กซึ่งเป็นโลหะในกลุ่มแรก  
Pd คืออนุภาคพลาเตียมซึ่งเป็นโลหะในกลุ่มที่สอง

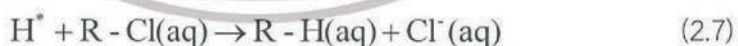
## 2.4 ปฏิกริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination reaction)

ปฏิกริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination) เป็นปฏิกริยาการกำจัดคลอรีนออกจากสารประกอบ โดยเริ่มจากสารประกอบคลอรีน (Chlorinated compounds) เกิดการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนขึ้นกับพื้นผิวตัวเร่งปฏิกริยา ทำให้เกิดการสร้างพันธะใหม่กับพื้นผิวตัวเร่งปฏิกริยา หรือถูกดูดซับ (Adsorbed) บนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกริยา และบริเวณพื้นผิวจะเกิดการแตกพันธะของ C-Cl ออก ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้ตัวเร่งปฏิกริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) ทำให้เกิดการกัดกร่อน (Corrosion) ของอนุภาคโลหะที่เป็นแกน ผลลัพธ์จะขึ้นกับชนิดของสารละลายถ้าเป็นสารละลายที่เป็นกรดจะมีโปรตอนแตกตัวมาจากกรดและแก๊สไฮโดรเจนจากปฏิกริยา แต่ถ้าเป็นสารละลายที่เป็นเบสหรือน้ำจะส่งผลให้ได้แก๊สไฮโดรเจนออกมาเพียงอย่างเดียว จากนั้นอนุภาคโลหะที่ทำหน้าที่ในฐานะตัวเร่งปฏิกริยาจะรับโปรตอน และแก๊สไฮโดรเจนเข้ามาที่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกริยา ในกรณีที่เป็นโปรตอนจะเกิด ปฏิกริยารีดักชัน (Reduction reaction) กลายเป็นไฮโดรเจนอะตอม แต่ถ้าเป็นกรณีที่เป็นแก๊สไฮโดรเจนจะถูกทำให้แตกพันธะเป็นอะตอม แล้วคลอรีนอะตอมจะถูกแทนที่โดยการสร้างพันธะใหม่กับไฮโดรเจนอะตอม ทำให้เกิดการสลายพันธะที่เชื่อมกับพื้นผิวและเกิดการคายสารที่ดูดซับไว้ (Desorption) กลายเป็นผลิตภัณฑ์ในที่สุด แสดงปฏิกริยาการกำจัดคลอรีนทั่วไปของตัวเร่งปฏิกริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) ดังสมการต่อไปนี้

ปฏิกริยาบนพื้นผิวตัวเร่งปฏิกริยา สมการที่ (2.3) ถึง (2.5)



ปฏิกริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination reaction)



ปฏิกริยารวม (The overall dechlorination reaction process)



เมื่อ M เป็นอนุภาคโลหะกลุ่มแรกหรือกลุ่มที่เป็นแกน เช่น เหล็ก (Fe) หรือ สังกะสี (Zn)

N เป็นอนุภาคโลหะกลุ่มที่สองหรือกลุ่มที่เป็นตัวเร่ง เช่น พาลาเดียม (Pd) แพลตทินัม (Pt) เงิน (Ag) หรือ นิกเกิล (Ni)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

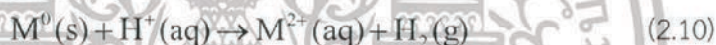
สำหรับสมการที่ (2.3) กับ (2.4) เป็นสมการของการเกิดการกัดกร่อน (Corrosion) ของโลหะ แกนที่ผิวในสารละลายกรด ส่วนสมการที่ (2.3) กับ (2.5) เป็นสมการของการเกิดการกัดกร่อน (Corrosion) ของโลหะแกนที่ผิวในสารละลายเบสหรือน้ำ สำหรับสมการที่ (2.6) เป็นสมการเปลี่ยน โพรตอนให้กลายเป็นไฮโดรเจนอะตอม [5,7]

ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนมักทำปฏิกิริยาที่สภาวะที่ไม่รุนแรง (Mild conditions) เนื่องจากจะสามารถเกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์ เมื่อเทียบกับที่สภาวะรุนแรง [16] ในระหว่างทำปฏิกิริยาควรจะทำกำจัด แก๊สออกซิเจนออกจากระบบเพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาให้มากขึ้น เนื่องจากหากมีแก๊ส ออกซิเจนในระบบปฏิกิริยาการกัดกร่อนของอนุภาคโลหะในกลุ่มแกน จะส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำ กับไอออนของโลหะกลุ่มแรก แต่ถ้าเป็นระบบที่กำจัดแก๊สออกซิเจนจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นไอออนของโลหะ กลุ่มแรกกับแก๊สไฮโดรเจน [17] และรายละเอียดของสมการปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนทั่วไปตาม เงื่อนไขของแก๊สออกซิเจน ดังต่อไปนี้

ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination reaction) ของระบบที่มีออกซิเจน



ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน (Dechlorination reaction) ของระบบที่ไม่มีออกซิเจน



เมื่อ M เป็นอนุภาคโลหะกลุ่มแรกหรือกลุ่มที่เป็นแกน เช่น เหล็ก (Fe) หรือ สังกะสี (Zn)

## 2.5 ผลงานการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา

การศึกษาวิจัยของ Bettina Schrick และคณะ (2002) [4] เพื่อศึกษาลดปริมาณสารไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) ผ่านการใช้ปฏิกิริยาไฮโดรดีคลอรีเนชัน (Hydrodechlorination) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนของอนุภาคนิกเกิลผสมกับเหล็ก (Ni/Fe bimetallic nanoparticles) เปรียบเทียบกับนาโนไอเอิร์น (Nano iron) หรือ ผงเหล็ก (Iron filings) ที่สัดส่วนระหว่างนิกเกิลกับเหล็ก คือ 1:3 ใช้ Ni/Fe 0.1 กรัม เทียบกับใช้ผงเหล็ก 5 กรัม ที่ สารละลาย 40 มิลลิลิตร ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารไตรคลอโรเอทิลีน คือ 0.018 mmol/L ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนของอนุภาคนิกเกิลผสมกับเหล็ก (Ni/Fe bimetallic nanoparticles) สามารถลดปริมาณสารปนเปื้อนไตรคลอโรเอทิลีน (Trichloroethylene) ผ่านปฏิกิริยาไฮโดรดีคลอรีเนชัน (Hydrodechlorination) ได้ถึง 75 % ภายในระยะเวลา 120 นาที ซึ่งเร็วกว่านาโนไอเอิร์น (Nano iron) หรือ ผงเหล็ก (Iron filings) ประมาณ 50-80 เท่า และศึกษาเกี่ยวกับกลไกของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเหล็กเป็นตัวที่เกิดการกัดกร่อน (Corrosion) ที่ผิวจากการดูดซับไฮโดรเจนไอออน หลังจากนั้นจะถูกเคลือบด้วยนิกเกิล โดยที่ตัวโลหะนิกเกิลจะทำหน้าที่ในฐานะตัวเร่งปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชัน (Hydrogenation) เมื่อไตรคลอโร

เอทิลีนถูกดูดซับไว้บนผิวของนิกเกิล จะถูกแทนที่คลอไรด์ไอออนด้วยไฮโดรเจน ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่ได้ ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากทำปฏิกิริยาคือบิวเทน (Butane) เฮกเซน (Hexane) ออกเทน (Octane) vinyl chloride (VC) 1,1-dichloroethylene (1,1-DCE) cis-dichloroethylene (cis-DCE) และ trans-dichloroethylene (trans-DCE) แต่ยังคงมีความเสถียรน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยานาโนของอนุภาคพลาสมาผสมเหล็ก (Pd/Fe nanoparticles)

งานวิจัยของ Zhang Wei-hua และคณะ (2007) [5] ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนของ 4-คลอโรฟีนอล ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยานาโนของอนุภาคเหล็กผสมเหล็ก (Ni/Fe nanoparticles) พบว่าปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาได้แก่ pH อุณหภูมิ สัดส่วนของนิกเกิลกับเหล็ก และสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยากับสารละลาย โดยทำการกำหนดค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลคงที่ คือ 0.625 mmol/L ทำการศึกษาผลปัจจัยโดยกำหนดค่า pH เริ่มต้นดังนี้ 3 4 5.2 และ 6.5 ศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิโดยกำหนดที่ 14°C 19°C 25°C 33°C และ 40°C ศึกษาสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเปลี่ยนสัดส่วนนิกเกิลที่ 0 wt% 2 wt% 5 wt% และ 10 wt% และสุดท้ายศึกษาสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยากับสารละลายที่ 0.16 g/L 0.24 g/L 0.32 g/L 0.40 g/L และ 0.48 g/L ซึ่งผลลัพธ์สุดท้ายที่ได้จากการปรับค่า pH เป็น 12 คือ ฟีนอลกับคลอไรด์ไอออน จากการทดลองพบว่าค่า pH คือ 3 จะส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดี ถ้าสัดส่วนของนิกเกิลมากจะทำให้สามารถดูดซับไฮโดรเจนได้มากแล้วเปลี่ยนเป็นอะตอมไฮโดรเจน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้น โดยที่ถ้าอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาสามารถลด 4-คลอโรฟีนอล ได้ประมาณ 98 % ที่ สัดส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา 0.4 g/L อุณหภูมิ 25 °C สัดส่วนนิกเกิลที่ 5 wt% และ pH ที่ 5.2 ภายในเวลา 60 นาที

จากการศึกษาวิจัยของ Elena Diza และคณะ (2008) [6] ศึกษาวิจัยปฏิกิริยาการบำบัดสาร 4-คลอโรฟีนอลในน้ำ ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา ได้แก่ Pd/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ Rh/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลมีค่าคงที่ 100 mg/L ในระหว่างปฏิกิริยาทำการเติมแก๊สไฮโดรเจนอย่างต่อเนื่องเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรเดคลอรีนชัน (Hydrodechlorination) ในช่วงอุณหภูมิ 20–40 °C สัดส่วนตัวเร่งปฏิกิริยากับสารละลาย 1.9 g/L และสัดส่วนระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 wt% ภายในเวลา 180 นาทีพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีประสิทธิภาพและทำงานได้ดีในสภาวะไม่รุนแรง (Mild conditions) ผลิตภัณฑ์จากกลไกปฏิกิริยา (Reaction pathway) คือ ฟีนอล ไซโคลเฮกซาโนน (Cyclohexanone) และไซโคลเฮกซานอล (Cyclohexanol) ประสิทธิภาพของปฏิกิริยาทั้ง 3 ตัวเร่งปฏิกิริยา ประมาณ 95 % ที่อุณหภูมิ 40°C สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยา Pd และ Rh จะให้ผลลัพธ์ที่ดีในแง่สิ่งแวดล้อม เนื่องจากผลิตภัณฑ์หลักที่ได้คือไซโคลเฮกซาโนนและไซโคลเฮกซานอลนอกจากนี้ Rh ยังได้ไซโคลเฮกซานอลสูงสุดในบรรดาตัวเร่งซึ่งมีความเป็นพิษน้อยสุด แม้จะเสถียรและดี แต่มีราคาค่อนข้างแพง ค่าพลังงานกระตุ้น (Activation energy) อยู่ระหว่าง 15 ถึง 30 kJ/mol

จากการศึกษาของ Tao Zhou และคณะ (2010) [7] ศึกษาเปรียบเทียบคุณสมบัติในการทำปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยา Pd/Fe กับ Pt/Fe Ni/Fe Cu/Fe และ Co/Fe nanoparticles ของสาร 4-คลอโรฟีนอล 2,4-ไดคลอโรฟีนอล (2,4-dichlorophenol) และ 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล (2,4,6-trichlorophenol) ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 20 mg/L มีการศึกษาผลไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของค่า pH ช่วง 3-10 ค่าสัดส่วนตัวเร่งปฏิกิริยากับสารละลายคองที่ที่ 5 g/L ค่าสัดส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาต่อเหล็กคองที่คือ 0.5 wt% ถ้าเป็น Pt Pd และ Co แต่ถ้าเป็น Ni และ Cu จะคองที่ที่ 5 wt% ศึกษาที่อุณหภูมิห้อง ผลจากการเปรียบเทียบพบว่า ที่เงื่อนไขเดียวกันอัตราการเกิดปฏิกิริยา 4-คลอโรฟีนอล > 2,4-ไดคลอโรฟีนอล > 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล ชนิดตัวเร่งปฏิกิริยามีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน คลอโรฟีนอลให้กลายเป็นฟีนอล โดยที่มีประสิทธิภาพดังต่อไปนี้ Pd/Fe (94%) > Ni/Fe (56%) > Pt/Fe (20%) > Co/Fe (15%) > Cu/Fe (10%) ที่ pH 5.5 สาร 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล ค่าสัดส่วนตัวเร่งปฏิกิริยากับสารละลายคองที่ที่ 5 g/L ภายใน 60 นาที พบว่า Pd เปลี่ยนเป็น ฟีนอลได้มากที่สุด แต่ราคาค่อนข้างแพง ส่วนนิกเกิลมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับ Pd ที่สุดในบรรดาตัวเร่งปฏิกิริยาที่ศึกษา

จากการศึกษาของ Gulin Selda Pozan, A. K. และคณะ (2013) [20] ศึกษาการกำจัดสาร 4-คลอโรฟีนอลจากแหล่งน้ำเสีย โดยศึกษาผ่าน ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิสดีเกรเดชัน (Photocatalytic degradation) ของออกไซด์ของโลหะอัลคาไลน์เอิร์ธผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>) ภายใต้การฉายรังสียูวี (UV) โดยใช้โลหะอัลคาไลน์ดังนี้ MgO CaO และ SrO พบว่า จากการศึกษาที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 25 mg/L อุณหภูมิห้อง pH มีค่าที่ 5.2 ภายใน 60 นาที โดยมีประสิทธิภาพดังต่อไปนี้ 10 wt% MgO/ TiO<sub>2</sub> (100%) > 10 wt% CaO/ TiO<sub>2</sub> (80%) > 10 wt% SrO/ TiO<sub>2</sub> (68%)

จากการศึกษาของ Min Tian และคณะ (2018) [3] ศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชันทางเคมีไฟฟ้าเพื่อสลายสาร 4-คลอโรฟีนอล โดยใช้รังสียูวี (UV) สำหรับการบำบัดน้ำเสียผ่านวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub> nanotubes) พบว่าการเปรียบเทียบวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub> nanotubes) ซึ่งเตรียมจากกระบวนการชุบผิว (Anodization oxidation) ที่ค่าความต่างศักย์ 40 V เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นผ่านการบำบัดด้วยรังสียูวี (UV treatment) กับวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ผ่านการบำบัดด้วยรังสียูวี ผลคือวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub> nanotubes) ที่ผ่านการบำบัดด้วยรังสียูวี (UV treatment) จะมีค่าสมบัติทางไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา (Electro catalytic activity) สูงกว่า ทำให้สามารถสลายสาร 4-คลอโรฟีนอล ได้ดีกว่าและเร็วกว่า 16 เท่า เมื่อวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการบำบัดด้วยรังสียูวี มาเทียบกับขั้วแพลตตินัม (Pt electrode) ผลการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสาร 4-คลอโรฟีนอลดังนี้ TiO<sub>2</sub> nanotubes (90.2%) > Pt electrode (60.1%) ที่เวลา 8 ชั่วโมง ความเข้มข้นเริ่มต้นของสาร 4-คลอโรฟีนอล คือ 15.3 mg/L ซึ่งได้สรุปรายละเอียดไว้ที่ตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 การทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การวิจัย	ปฏิกิริยา	สารปนเปื้อน	ตัวเร่งปฏิกิริยา	%สลายสารสูงสุด	สภาวะเงื่อนไขที่ทดสอบ	อ้างอิง
Bettina Schrick (2002)	Hydrodechlorination	Trichloroethylene	Ni/Fe	75%	1:3 (Ni:Fe), 120 นาที	[4]
Zhang Wei-hua (2007)	Dechlorination	4-Chlorophenol	Ni/Fe	98%	pH 5.2, 2.25 C, 0.4 g/L, 60 นาที	[5]
Elena Diza (2008)	Hydrodechlorination	4-Chlorophenol	Pd/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	95%	0.5% wt%, 1.9 g/L 40 °C 180 นาที	[6]
			Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
			Rh/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Tao Zhou (2010)	Dechlorination	4-chlorophenol (4CP) 2,4-dichlorophenol (24DCP) 2,4,6-trichlorophenol (246TCP)	Pd/Fe	94%	2,4,6-trichlorophenol pH 5.5 0.5- 5% wt% 5 (g/L) 60 นาที	[7]
			Ni/Fe	56%		
			Pt/Fe	20%		
			Co/Fe	15%		
Gulin Selda Pozan(2013)	Photocatalytic degradation	4-Chlorophenol	Cu/Fe	10%	pH 5.2 60 นาที 10 wt%	[20]
			MgO/ TiO <sub>2</sub>	100%		
			CaO/ TiO <sub>2</sub>	80%		
Min Tian (2018)	Electrochemical oxidation	4-Chlorophenol	SrO/ TiO <sub>2</sub>	68%	8 ชั่วโมง ความต่างศักย์ 40 V	[3]
			TiO <sub>2</sub>	90.20%		
			Pt	60.10%		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีการศึกษาค้นคว้าและวิธีการทดลอง

ขั้นตอนการศึกษาค้นคว้าและวิธีการทดลอง สำหรับการสลายสาร 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยมีการอ้างอิงวิธีการทดลองจากของ Zhang Wei-hua [5] มีดังต่อไปนี้

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

รายการสารเคมี ที่ใช้ในการทดลอง แสดงรายละเอียดดังนี้

1. โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (Sodium borohydride:  $\text{NaBH}_4$ , AR grade, Quality Reagent Chemical, New Zealand)
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide:  $\text{NaOH}$ , AR grade, Quality Reagent Chemical, New Zealand)
3. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid หรือ Sulphuric acid:  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , AR grade, Quality Reagent Chemical, New Zealand)
4. น้ำปราศจากไอออน deionized (Deionized water, RCL Labscan Limited, Bangkok)
5. เอทานอล (Ethanol)
6. ไอรอน (II) ซัลเฟต (Iron(II) sulfate 7 Hydrate:  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , AR grade, Quality Reagent Chemical, New Zealand)
7. นิกเกิล (II) ซัลเฟต (Nickel(II) sulfate 7 Hydrate:  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , AR grade, Quality Reagent Chemical, New Zealand)
8. ถังแก๊สไนโตรเจน (ธนบุรีวัฒนา, กรุงเทพมหานคร)

#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ในการทดลอง

สำหรับหัวข้อนี้จะแสดงในส่วนของการอุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ในการปฏิบัติการทดลอง แสดงรายละเอียดดังนี้

1. ปีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร (Duran, Germany)
2. หลอดสำหรับเก็บตัวอย่างสาร (Duran, Germany)
3. หลอดหยดสาร (Duran, Germany)
4. กระดาษลิตมัส สำหรับทดสอบ pH (Macherey-Nagel, Germany)
5. เครื่องกวนสาร (Stirrer) (Velp scientifica, Italy)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. ตัวกรอง (HPLC syringe filter) ขนาดรู (Pore size) 0.45 ไมโครเมตร (Fineteeh, China)
7. กระดาษกรอง (Filter paper) (Whatman, England)
8. ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump) (Tasco, China)
9. เครื่องอบสุญญากาศ (Vacuum oven) (Hsiangtai, Taiwan)
10. เครื่องวัดพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET หรือ Brunauer-Emmett-Teller หรือ Surface area and porosity analyzer) (Autosorb-1, Quantachrome, America)
11. เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างผลึกผ่านการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD หรือ X-Ray Diffractometer) (XRD-6100, Shimadzu, Japan)
12. เครื่องวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัตถุผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ (SEM/EDX หรือ Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy) (Quanta 250, HEI, America)
13. วิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ (HPLC หรือ High-performance liquid chromatography) (5  $\mu\text{m}$ , 4.6 mm x 250 mm , Fortune Scientific CO.,LTD, Bangkok)

### 3.3 ขั้นตอนการทดลอง

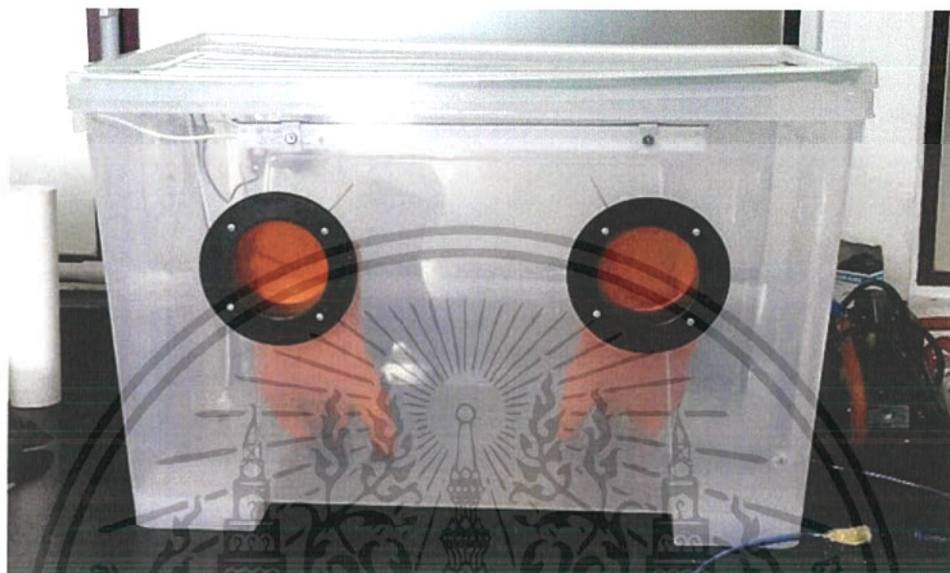
การทดลองออกเป็นสามขั้นตอนคือ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา และการทดสอบปฏิกิริยากำจัดคลอรีน ซึ่งแสดงรายละเอียดไว้ดังนี้

#### 3.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

เตรียมบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตรและอุปกรณ์ลงในกล่องสุญญากาศ จากนั้นใช้ปั๊มสุญญากาศดูดอากาศออกจากกล่อง และเติมแก๊สไนโตรเจนผ่านท่อ นำแก๊ส ทั้งขาเข้า และออกผ่านท่อขาออกที่ติดอยู่กับกล่องเพื่อกำจัดแก๊สออกซิเจนออกจากระบบ ดังรูปที่ 3.1 ที่ความดันและอุณหภูมิห้อง จากนั้นผสมสารตามสัดส่วนสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนี้ โดยที่ซิงไอรอน (II) ซัลเฟต 5.56 กรัม และ นิกเกิล (II) ซัลเฟต 0.56 กรัม ลงในบีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร เติมน้ำปราศจากไอออน เพื่อปรับปริมาตรให้ได้ 100 มิลลิลิตร ปรับค่า pH ให้เป็น 12 ผ่านโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH 6 mol/L) และทำการปั่นผสม เติมน้ำโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ( $\text{NaBH}_4$ ) ให้มากเกินไป ซึ่งใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์ 1.89 กรัม เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ และปั่นผสมประมาณ 5 นาที กรองอนุภาคผ่านกระดาษกรอง (Filter) ผ่านแผ่นกรอง (Membrane) ขนาด 0.45 ไมโครเมตร

ด้วยปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump) ล้างตัวเร่งปฏิกิริยาในบีกเกอร์ด้วยน้ำปราศจากไอออน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต่อมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนบนกรวยกรอง 2 ครั้ง เพื่อกำจัด โซเดียมโบโรไฮไดรด์ ( $\text{NaBH}_4$ ) ล้างด้วยเอทานอล (Ethanol) เพื่อกำจัดน้ำ ได้ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนโลหะผสม (Bimetallic nanoparticles) ต่อมาทำให้แห้ง โดยนำไปอบแห้งในเครื่องอบสูญญากาศ (Vacuum oven) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน และนำไปเก็บในตู้เย็น อุณหภูมิ  $4^\circ\text{C}$



รูปที่ 3.1 กล่องสูญญากาศ

### 3.3.2 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

การศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา ทำการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึกผ่านการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD หรือ X-Ray Diffractometer) และศึกษาขนาดและวิเคราะหุธาตุเชิงปริมาณด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัตถุผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวิเคราะหุธาตุเชิงปริมาณ (SEM/EDX หรือ Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy) และศึกษาพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET หรือ Brunauer-Emmett-Teller หรือ Surface area and porosity analyzer)

### 3.3.3 การทดสอบปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

ศึกษาผลของ pH ต่อปฏิกิริยาโดยที่ pH อยู่ระหว่าง 2-4 ศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยาในช่วง 0.32-0.64 g/L ศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสาร 4-คลอโรฟีนอล 80 mg/L และศึกษาที่อุณหภูมิห้อง

การทดลองเริ่มจากการเตรียมความเข้มข้นของสาร 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้น้ำที่ปราศจากไอออน และทำการทดลองในกล่องสูญญากาศทำที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเติมตัวเร่งปฏิกิริยาตามปริมาณที่กำหนดลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ที่ภายในบีกเกอร์มีสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลที่มีการปรับค่า pH ตามที่ศึกษาการทดลอง โดยเติมกรดซัลฟิวริก ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 M) ให้มีปริมาตร

เอกสารที่มีการปรับค่า pH ตามที่ศึกษาการทดลอง โดยเติมกรดซัลฟิวริก ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 M) ให้มีปริมาตร ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สุดท้ายคือ 75 มิลลิลิตร จากนั้นทำการปั่นผสมที่ความเร็ว 200 รอบต่อนาที จับเวลาและเก็บตัวอย่างการทดลองขนาด 2 มิลลิลิตร ทุก 5 นาที เป็นเวลา 15 นาที โดยใช้หลอดฉีดยาแล้วกรองอนุภาคผ่านตัวกรอง (Filter) ขนาด 0.45 ไมโครเมตร เพื่อแยกอนุภาคกับสารละลาย จากนั้นนำตัวอย่างไปเข้าเครื่องมือวิเคราะห์หาความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลและฟีนอล (HPLC หรือ High-performance liquid chromatography) (5  $\mu$ m, 4.6 mm x 250 mm ,Fortune Scientific CO.,LTD,Bangkok) สุดท้ายทำการบันทึกผลการทดลอง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

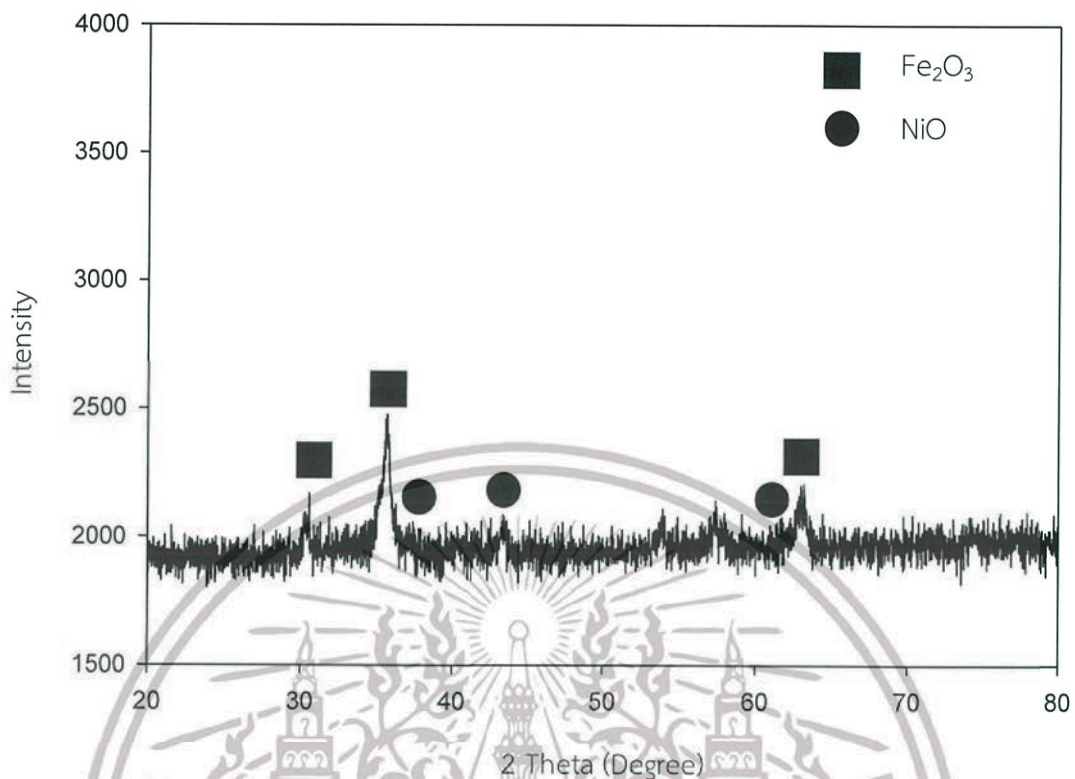
ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลองจากการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา และการศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ซึ่งปัจจัยที่ใช้ในการทดสอบปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ได้แก่ pH และ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

#### 4.1 ผลการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยา

ผลจากการศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาผ่านเครื่องวิเคราะห์ ได้แก่ วิเคราะห์โครงสร้างผลึกผ่านการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD หรือ X-Ray Diffractometer) วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาและธาตุเชิงปริมาณ ผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM/EDX หรือ Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy) และ วัดพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET หรือ Brunauer-Emmett-Teller หรือ Surface area and porosity analyzer) ได้ผลการทดลองดังต่อไปนี้

##### 4.1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา (X-Ray Diffraction: XRD)

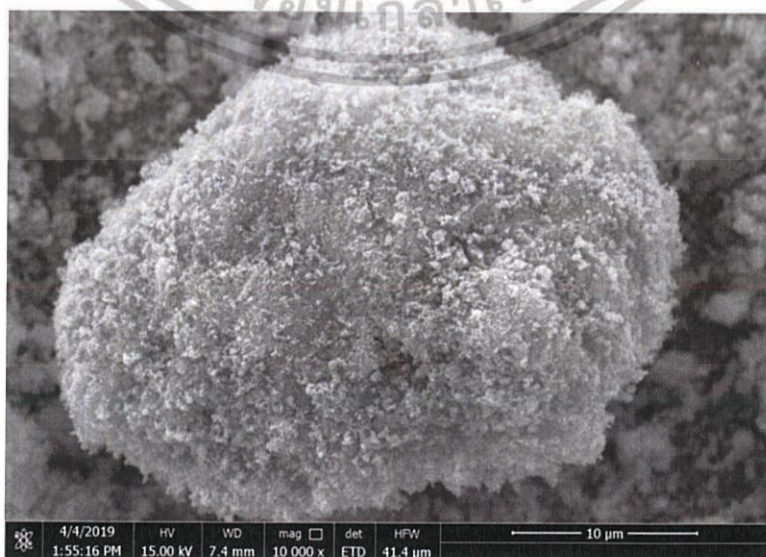
จากการศึกษาผ่านเครื่อง XRD หรือ X-Ray Diffractometer ได้ผลการศึกษาดังรูปที่ 4.1 พบว่า ภายในตัวเร่งปฏิกิริยา มีการปรากฏของพีคที่เด่นชัด ได้แก่ 30.27 35.68 และ 63.01 องศา ซึ่งแสดงเหล็กออกไซด์ในรูปของเหล็กออกไซด์ ( $Fe_2O_3$ ) และพีค ได้แก่ 37.24 43.27 และ 62.87 องศา (2Theta) ซึ่งแสดงในรูปของนิกเกิลออกไซด์ (NiO) ดังนั้น จากผลการวิเคราะห์จะสรุปได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา  $NiO/Fe_2O_3$  (ข้อมูลจากเครื่อง XRD รหัส JCPDS 00-025-1402 และ JCPDS 00-047-1049)



รูปที่ 4.1 ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาผ่าน XRD

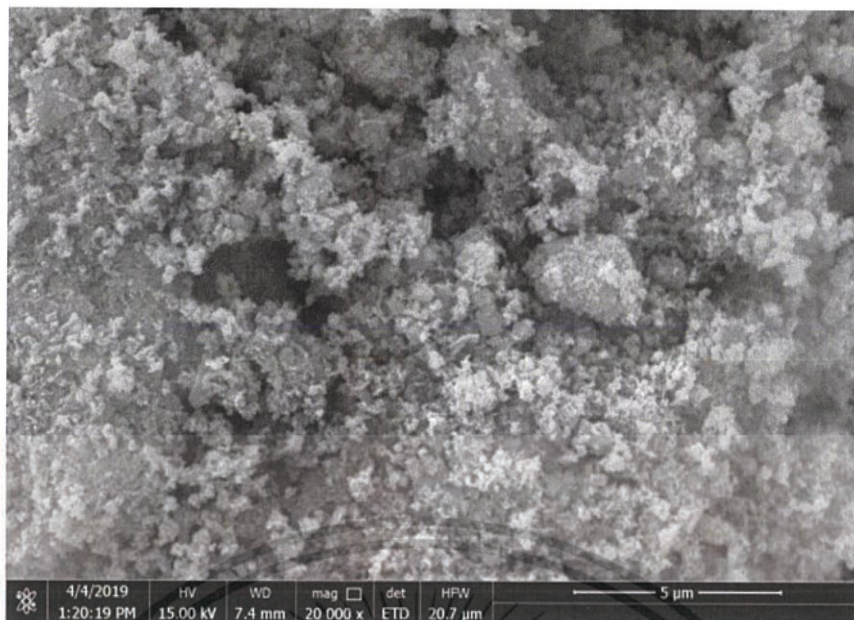
4.1.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัตถุและธาตุเชิงปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (SEM/EDX หรือ Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy)

จากผลการศึกษาของ SEM/EDX มีลักษณะดังรูปที่ 4.2 ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า และกำลังขยาย 20,000 เท่า ดังรูปที่ 4.3 จากรูปดังกล่าว แสดงให้เห็นขนาดอนุภาคระดับนาโน แต่ไม่ได้กระจายตัว กลับรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ภายนอกลักษณะเป็นผงสีดำแดง เป็นผงที่ละเอียด



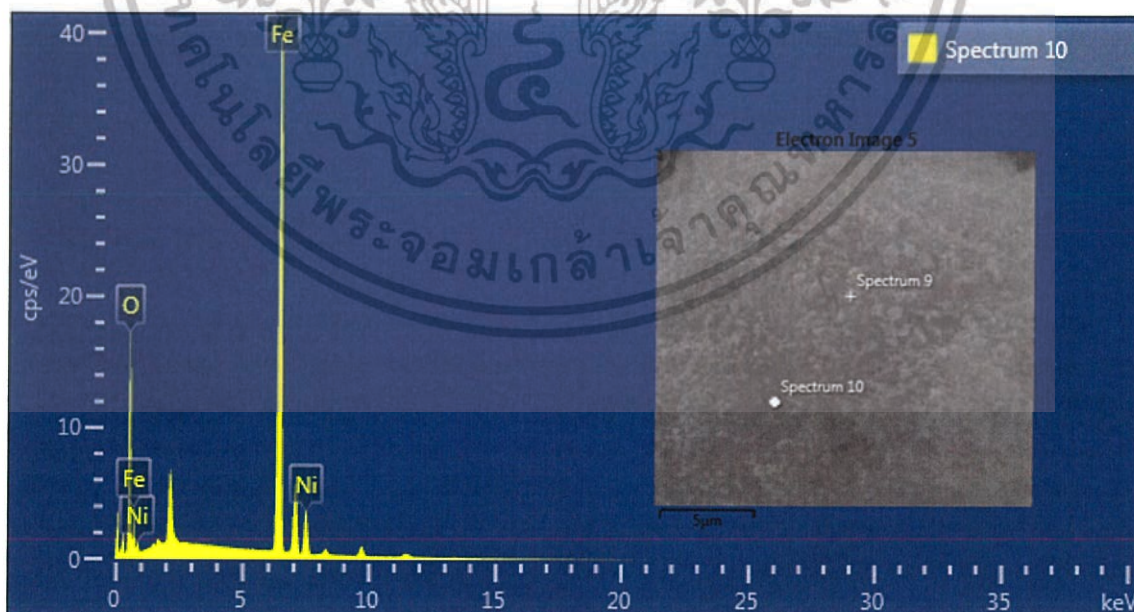
รูปที่ 4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX กำลังขยาย 10,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารของงานวิจัยที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอนและการศึกษาวิจัยเท่านั้น ไม่สามารถนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX กำลังขยาย 20,000 เท่า

จากนั้นวิเคราะห์ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้ SEM/EDX ผลจากการศึกษาเป็นดังรูปที่ 4.4 และตารางที่ 4.1 จุดที่เป็น Spectrum 10 พบว่า เมื่อทำการเลือกจุดใดๆบนตัวเร่งปฏิกิริยาจะปรากฏให้เห็นธาตุ Fe Ni และ O เป็นส่วนใหญ่ และจากตารางปริมาณนิกเกิลเกิดคือมีประมาณ 10 %wt จึงอาจช่วยยืนยัน XRD และสรุปได้ว่าภายในตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการจับตัวเป็นแบบ NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



รูปที่ 4.4 ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

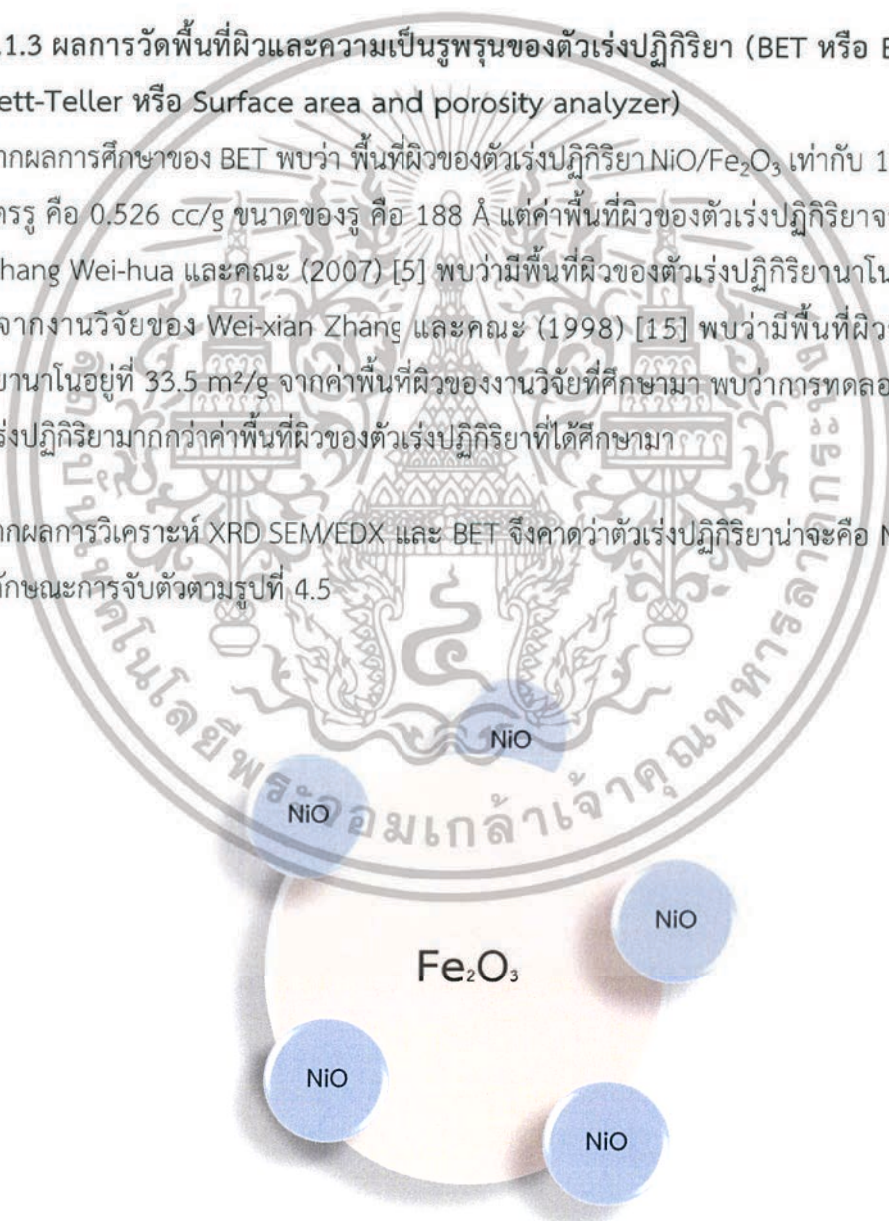
ตารางที่ 4.1 ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 10

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard
O	K series	50.10	0.16858	21.09	0.09	48.41	SiO <sub>2</sub>	Yes
Fe	K series	113.80	1.13802	69.78	0.10	45.88	Fe	Yes
Ni	K series	12.76	0.12764	9.12	0.07	5.71	Ni	Yes
Total:				100.00		100.00		

#### 4.1.3 ผลการวัดพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา (BET หรือ Brunauer-Emmett-Teller หรือ Surface area and porosity analyzer)

จากผลการศึกษาของ BET พบว่า พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> เท่ากับ 125.8 m<sup>2</sup>/g ปริมาตรรู คือ 0.526 cc/g ขนาดของรู คือ 188 Å แต่ค่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาจากงานวิจัยของ Zhang Wei-hua และคณะ (2007) [5] พบว่ามีพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานาน้อยอยู่ที่ 22.8 m<sup>2</sup>/g จากงานวิจัยของ Wei-xian Zhang และคณะ (1998) [15] พบว่ามีพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยานาน้อยอยู่ที่ 33.5 m<sup>2</sup>/g จากค่าพื้นที่ผิวของงานวิจัยที่ศึกษามา พบว่าการทดลองมีค่าพื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่าค่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ศึกษามา

จากผลการวิเคราะห์ XRD SEM/EDX และ BET จึงคาดว่าตัวเร่งปฏิกิริยาน่าจะเป็น NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และมีลักษณะการจับตัวตามรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ลักษณะการจับตัวของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 4.2 ผลการศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

ผลจากการศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ผ่านการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล ผ่านเครื่องมือวิเคราะห์ HPLC หรือ High-performance liquid chromatography (5  $\mu$ m, 4.6 mm x 250 mm, Fortune Scientific CO., LTD, Bangkok) โดยการศึกษาและวิเคราะห์ปัจจัยต่างๆ ได้แก่ pH และ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทำการศึกษาที่เวลา 15 นาที เนื่องจากงานวิจัยของ Zhang Wei-hua และคณะ (2007) [5] แนวโน้มของปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนของ 4-คลอโรฟีนอลจะสามารถสลายได้สูงสุดในช่วง 15 นาที และจากนั้นจะเริ่มคงที่ จึงเลือกศึกษาปฏิกิริยาในช่วง 15 นาที ได้ผลการศึกษาคงที่ดังต่อไปนี้

### 4.2.1 ผลการทดลองการศึกษา pH ที่มีผลกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

จากผลการทดลองที่ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลคงที่ ที่ 80 mg/L ในปริมาตร 75 มิลลิลิตร อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิห้อง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาคงที่ที่ 0.32 g/L ภายในเวลา 15 นาที ทำการศึกษา เรื่องของ pH โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> มีปริมาณนิกเกิลประมาณ 10% wt% Ni จากผลการวิเคราะห์ SEM/EDX พบว่าที่เวลา 15 นาที pH 3 สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ดีที่สุด คือ 18.67% ต่อมา pH 4 สลายได้ 13.10% ที่สามารถสลายได้น้อยที่สุดคือ pH 2 สลายได้ 13.08% ผลการทดลองสอดคล้องกับจากงานวิจัยของ Zhang Wei-hua และคณะ (2007) [5] ที่กล่าวไว้ว่าค่า pH ยิ่งเป็นกรดมากจะยิ่งส่งผลให้ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนเกิดได้ดีขึ้น ซึ่งผลการทดลองของ Zhang Wei-hua และคณะ ได้สรุปไว้ว่า pH 3 เป็น pH ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนได้ดีที่สุด ผลการทดลองดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 การสลาย 4-คลอโรฟีนอล ที่ pH 2-4 ปริมาณตัวเร่ง 0.32 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสถานะไม่มีออกซิเจน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการทดลองคาดว่าเกิดปฏิกิริยาจากการที่ 4-คลอโรฟินอล ถูกแตกพันธะ C-Cl บนพื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นเหล็กภายในตัวเร่งปฏิกิริยา ( $Fe^{2+}$ ) เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน กลายเป็น ( $Fe^{3+}$ ) และโปรตอนจากสารละลายที่มีสถานะเป็นกรดจะรับอิเล็กตรอนที่หลุดมาจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของเหล็ก เกิดเป็นอะตอมของไฮโดรเจน ( $H^*$ ) ที่บริเวณพื้นผิวของนิกเกิล ที่ pH น้อยจะสามารถเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนได้ดี แต่สำหรับตัวเร่งในที่นี่คือ  $NiO/Fe_2O_3$  จึงค่อนข้างเสถียรในตัวมากกว่า  $Ni/Fe$  ที่ไวต่อการทำปฏิกิริยา และจากค่าจุดไรประจุ (PZC หรือ point of zero change) ของเหล็กอยู่ที่ประมาณ pH 2.78 [21] ดังนั้นเมื่อเป็น เหล็กออกไซด์ จึงส่งผลให้ค่าจุดไรประจุเลื่อนออกไปมากขึ้นทำให้ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีที่ pH 2 ดังนั้นสามารถเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ของ 4-คลอโรฟินอลได้ดีที่ pH 3

#### 4.2.2 ผลการทดลองการศึกษาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีผลกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

จากการทดลองที่ pH 3 ปริมาณตัวเร่ง 0.32-0.64 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟินอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสถานะไม่มีออกซิเจน พบว่า ปริมาณตัวเร่งที่สามารถสลายได้สูงสุดคือ 0.32 g/L ที่เวลา 15 นาที สลายได้ 18.67% ต่อมา 0.48 g/L ที่เวลา 15 นาที สลายได้ 15.54% และปริมาณตัวเร่งที่สลายได้น้อยที่สุดคือ 0.64 g/L ที่เวลา 15 นาที สลายได้ 14.09% ผลการทดลองดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 การสลาย 4-คลอโรฟินอล ที่ pH 3 ปริมาณตัวเร่ง 0.32-0.64 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟินอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสถานะไม่มีออกซิเจน

จากผลการทดลอง พบว่ายิ่งเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำให้ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนลดลง เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้เป็น  $NiO/Fe_2O_3$  ทำให้มีความเสถียร และไม่ไวต่อปฏิกิริยา ส่งผลให้เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาไปมากขึ้นก็จะไม่ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาการกำจัด

คลอรีน ดีขึ้น ดังนั้นจากความเสถียรของตัวเร่งเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา จะส่งผลให้ปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนเกิดลดลง

#### 4.2.3 ผลการทดลองการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

จากการทดลองที่ เวลา 15 นาที pH 3 ปริมาณตัวเร่ง 0.32-0.64 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสภาวะไม่มีออกซิเจน พบว่า ปริมาณตัวเร่งที่สามารถสลายได้สูงสุดคือ 0.328 g/L สลายได้ 18.67% ต่อมา 0.483 g/L สลายได้ 15.54% และปริมาณตัวเร่งที่สลายได้น้อยที่สุดคือ 0.647 g/L สลายได้ 14.09% ผลการทดลองดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 การสลาย 4-คลอโรฟีนอล ที่เวลา 15 นาที pH 3 ปริมาณตัวเร่ง 0.32-0.64 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 80 mg / L ที่อุณหภูมิห้องในสภาวะไม่มีออกซิเจน

จากการทดลองสภาวะที่เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนของตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> คือที่ pH 3 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.328 g/L สามารถเกิดปฏิกิริยาสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ 18.67%

## สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาผ่านเครื่องมือวิเคราะห์ จากการศึกษาผ่าน SEM/EDX พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดอนุภาคระดับนาโน แต่ส่วนใหญ่มีลักษณะการรวมตัวกันเป็นก้อนไม่กระจายตัวอย่างอิสระและภายในตัวเร่งประกอบด้วยธาตุ นิกเกิล เหล็ก และ ออกซิเจนเป็นองค์ประกอบในทุกจุดที่ทำการวิเคราะห์ ผลการวิเคราะห์ผ่าน XRD แสดงถึงโครงสร้างผลึกของ NiO และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้คือ NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และผลการวิเคราะห์ BET จากผลการศึกษาของ BET พบว่าได้ค่าพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 125.8 m<sup>2</sup>/g ปริมาตรรู คือ 0.526 cc/g ขนาดของรู คือ 188 Å

จากการศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 80 mg/L เวลาทำการทดลอง 15 นาที อุณหภูมิห้อง ในระบบที่ไม่มีออกซิเจน ทำการทดลองศึกษาปัจจัย pH 2-4 ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.32-0.64 g/L พบว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนคือที่ pH 3 ปริมาณตัวเร่งที่เหมาะสมคือ 0.32 g/L สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้สูงสุด คือ 18.67 %

### 5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการทำงานวิจัยฉบับนี้ข้อเสนอแนะในการทำคือ ในส่วนของการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า ค่า pH ของการตกตะกอน ความชื้น และการล้างมีผลต่อปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน โดย pH ของการตกตะกอนที่ pH 12 จะดีกว่า pH 7 เนื่องจาก pH 12 จะได้ตัวเร่งที่กระจายตัวมากกว่าเลยสามารถสัมผัสสารและเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่า แต่ถ้า pH 7 จะส่งผลให้ตัวเร่งรวมตัวกันมากกว่าเลยเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนได้น้อยกว่า ความชื้นส่งผลต่อสีของตัวเร่งปฏิกิริยา ถ้าเก็บตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใส่ซิลิกาเจลจะได้สีของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสีดำ แต่ถ้าเก็บโดยไม่มีซิลิกาเจลจะส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาสัมผัสความชื้นจนกลายเป็นสีแดง ทำให้ประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาลดลงและมีผลต่อผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น และการล้างจะมีผลต่อผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น สรุปได้ว่า ในขั้นตอนการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาควรปรับ pH 12 และระมัดระวังขั้นตอนในการล้างและการเก็บรักษาตัวเร่งเพื่อให้สามารถเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนได้ดี

ส่วนในขั้นตอนของการทำปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ควรทำการทดลองแล้วทำการเข้าเครื่องมือวิเคราะห์ทันที ไม่ควรเก็บไว้นานจนเกินไป เพราะอาจทำให้ผลคลาดเคลื่อน และควรทำการทดลองซ้ำมากกว่า 1 ครั้งเพื่อยืนยันผลที่เกิดขึ้น

เรื่องของอุปกรณ์กล่องสุญญากาศ ควรเพิ่มเครื่องวัดความชื้น ควรติดเกจวัดแรงดัน ระวัง รอยรั่ว เพื่อให้เป็นสุญญากาศที่สุดในตอนทำการทดลอง และควรมีขนาดใหญ่ และถูงมือต้องพอดี กับผู้ทำการทดลอง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บรรณานุกรม

- [1] Montaser Y. Ghaly, G. H., Roland Mayer, Roland Haseneder (2001). "Photochemical oxidation of p-chlorophenol by UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and photo-Fenton process. A comparative study." Waste Management 21: 41-47.
- [2] Gulay Bayramoglu, M. Y. A. (2008). "Enzymatic removal of phenol and p-chlorophenol in enzyme reactor: Horseradish peroxidase immobilized on magnetic beads." Journal of Hazardous Materials 156: 148-155.
- [3] Min Tian , S. S. T., Jesse S. Dondapati , Xinyong Li , Aicheng Chen (2018). "Electrochemical oxidation of 4-chlorophenol for wastewater treatment using highly active UV treated TiO<sub>2</sub> nanotubes\*." Chemosphere 209: 182-190.
- [4] Schrick B, B. J. L., Jones A D (2002). "Hydrodechlorination of trichloroethylene to hydrocarbons using bimetallic nickel-iron nanoparticles ." Chemistry of Materials 14: 5140-5147.
- [5] Zhang, W, H., et al. (2 0 0 7 ). " Catalytic reductive dechlorination of p-chlorophenol in water using Ni/Fe nanoscale particles." J Environ Sci (China) 19(3): 362-366.
- [6] Elena Díaz, J. A. C., Ángel F. Mohedano, Luisa Calvo, Miguel A. Gilarranz, and Juan J. Rodríguez (2008). "Kinetics of the Hydrodechlorination of 4-Chlorophenol in Water Using Pd, Pt, and Rh/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts." Industrial & Engineering Chemistry Research 47: 3840-3846.
- [7] Zhou, T., et al. (2010). "Catalytic hydrodechlorination of chlorophenols by Pd/Fe nanoparticles: Comparisons with other bimetallic systems, kinetics and mechanism." Separation and Purification Technology 76(2): 206-214.
- [8] Sciencelab.(2013). "Material Safety Data Sheet 4-Chlorophenol MSDS." Accessed November 6, 2018. Available at: <http://www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9923432>
- [9] EPA United States Environmental Protection Agency.(2018). " p-Chlorophenol". Accessed November 6, 2018. Available at: [https://iaspub.epa.gov/sor\\_internet/registry/substreg/searchandretrieve/advancedsearch/externalSearch.do?p\\_type=CASNO&p\\_value=106-48-9](https://iaspub.epa.gov/sor_internet/registry/substreg/searchandretrieve/advancedsearch/externalSearch.do?p_type=CASNO&p_value=106-48-9)
- [10] Wikipedia.(2018). " Phenol". Accessed November 12, 2018. Available at: <https://en.wikipedia.org/wiki/Phenol>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11]Sciencelab.(2013). “Material Safety Data Sheet Phenol MSDS.” Accessed November 12, 2018. Available at: <http://www.sciencelab.com/msds.php?msd sld=9926463>
- [12]Wikipedia.(2017).“การเร่งปฏิกิริยา”. Accessed November 6, 2018. Available at: <https://th.m.wikipedia.org/wiki/>
- [13]il.mahidol. “ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst)”. Accessed November 6, 2018. Available at: [https:// il .mahidol.ac.th/e-media/ap-chemistry2/kinetics/catalysis.htm](https://il.mahidol.ac.th/e-media/ap-chemistry2/kinetics/catalysis.htm)
- [14]H. Scott Fogler.(2005).“Elements of Chemical Reaction Engineering, 4th Edition.” Prentice Hall.
- [15]Wei-xian Zhang, C.-B. W., Hsing-Lung Lien (1998). "Treatment of chlorinated organic contaminants with nanoscale bimetallic particles." *Catalysis Today* 40: 387-395.
- [16]Yuji Ukisu, S. K., Tatsuo Miyadera (2000). "Catalytic dechlorination of aromatic chlorides with noble-metal catalysts under mild conditions: approach to practical use." *Applied Catalysis B: Environmental* 27: 97-104.
- [17]XIAO-LI XUAN, X.-Z. L., CHUAN WANG and HONG LIU (2010). "Effects of key reaction parameters on the reductive dechlorination of chloroform with Pd/Fe<sup>0</sup> bimetal in aqueous solution." *Journal of Environmental Science and Health Part A Toxic/Hazardous Substances & Environmental Engineering* 45: 464-470.
- [18]May Thant Zin, J. B., Hirofumi Hinode, Winarto Kurniawan (2013). "Synthesis of Bimetallic Fe/Cu Nanoparticles with Different Copper Loading Ratios." *International Journal of Chemical, Materials Science and Engineering* 7(12): 1031-1035.
- [19]Mohamed Saeed, G. H., et al. (2010). "Mild Hydrothermal Synthesis of Ni-Cu Nanoparticles." *Journal of Nanomaterials* 2010: 1-5.
- [20]Gulin Selda Pozan, A. K. (2013). "Removal of 4-chlorophenol from wastewater: Preparation, characterization and photocatalytic activity of alkaline earth oxide doped TiO<sub>2</sub>." *Applied Catalysis B: Environmental* 129: 409-415.
- [21]Chemistry Libretexts. “Iron Pourbaix diagram.” Accessed July 11, 2019. Available at: [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic\\_Chemistry](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Inorganic_Chemistry)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก ก.  
ข้อมูลสำหรับการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ข้อมูลการทดลองส่วนตัวเร่งปฏิกิริยา

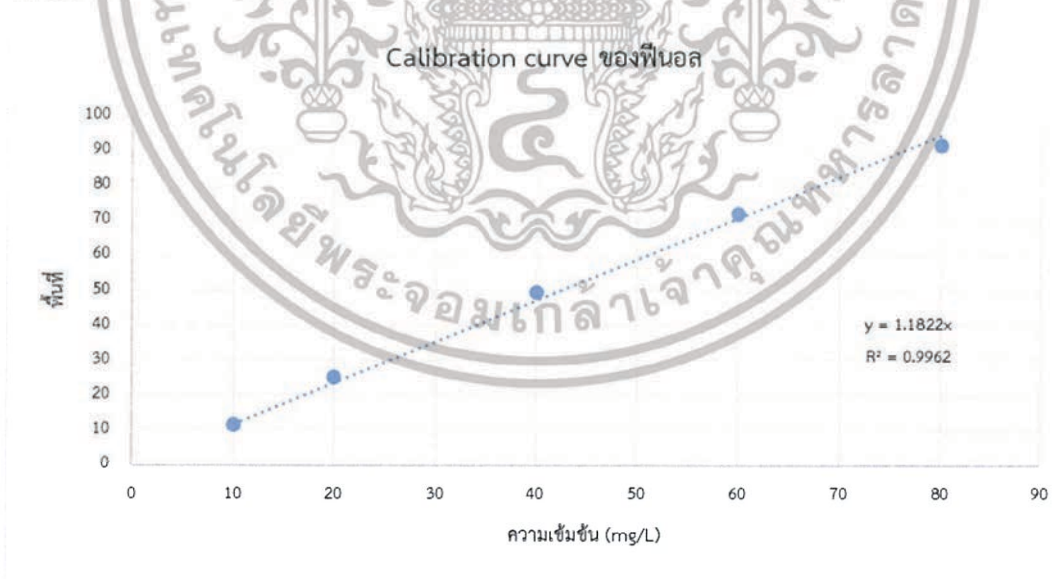
ข้อมูลสำหรับเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสัดส่วนนิกเกิล 10%wt

ตารางที่ ภก1 ปริมาณที่ใช้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

สารที่ใช้เตรียม	Molar mass g/mol	mol/L	mol/mL	g/mL	g	ใน
NaBH <sub>4</sub>	37.8325	0.5	0.0005	0.018916	1.89	100mL
NiSO <sub>4</sub> *7H <sub>2</sub> O	280.863	0.02	0.00002	0.005617	0.56	
FeSO <sub>4</sub> *7H <sub>2</sub> O	278.0146	0.2	0.0002	0.055603	5.56	

ข้อมูลที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งอ้างอิงจากงานวิจัยที่ศึกษามา [5]

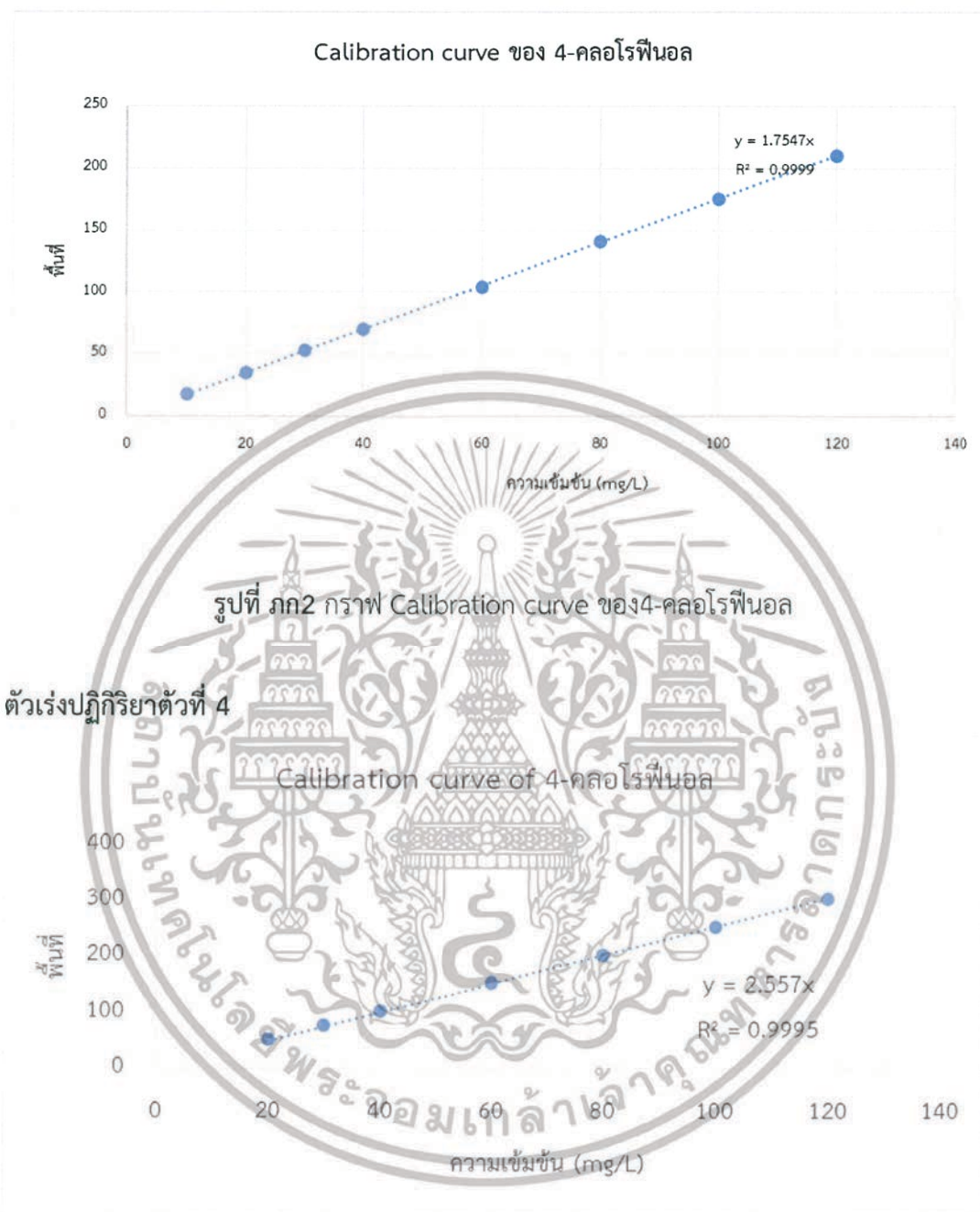
ข้อมูลการทดลองส่วนกราฟ Calibration curve  
ตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวที่ 0-3  
ฟินอล



รูปที่ ภก1 กราฟ Calibration curve ของฟินอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 4-คลอโรฟีนอล



รูปที่ ๓ก3 กราฟ Calibration curve ของ4-คลอโรฟีนอล

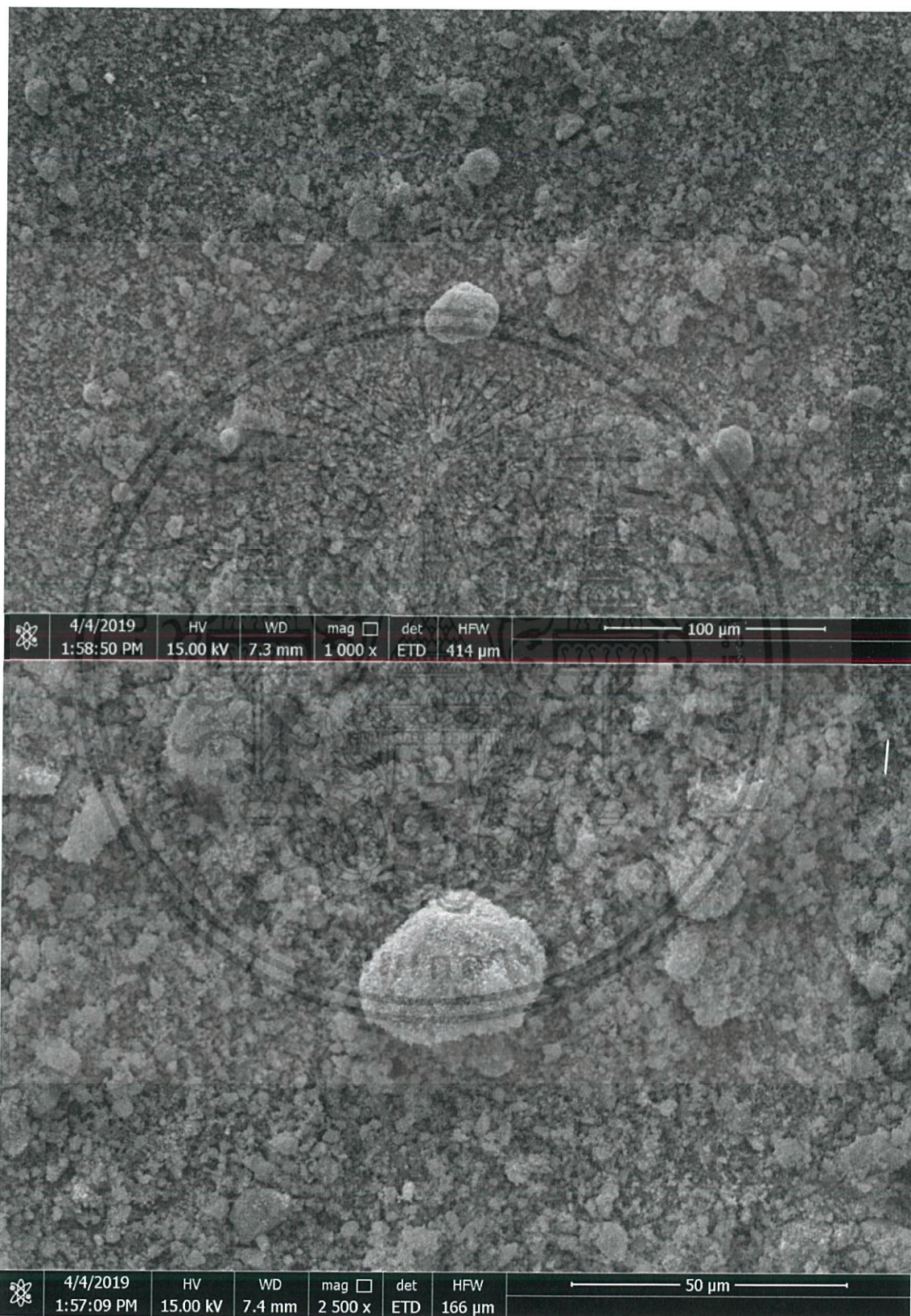
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

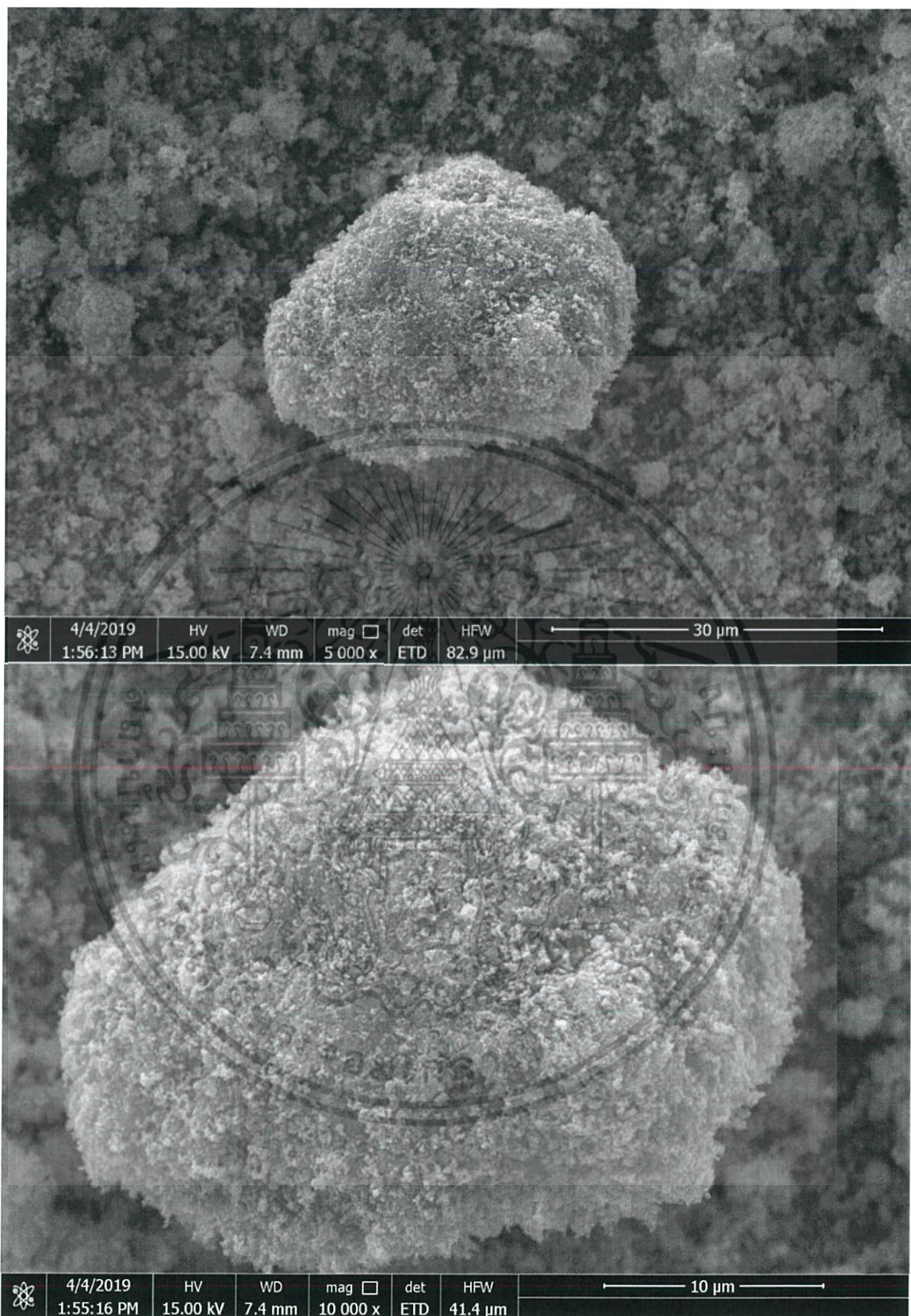
## ผลการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพิ่มเติม

### ผลวิเคราะห์ SEM



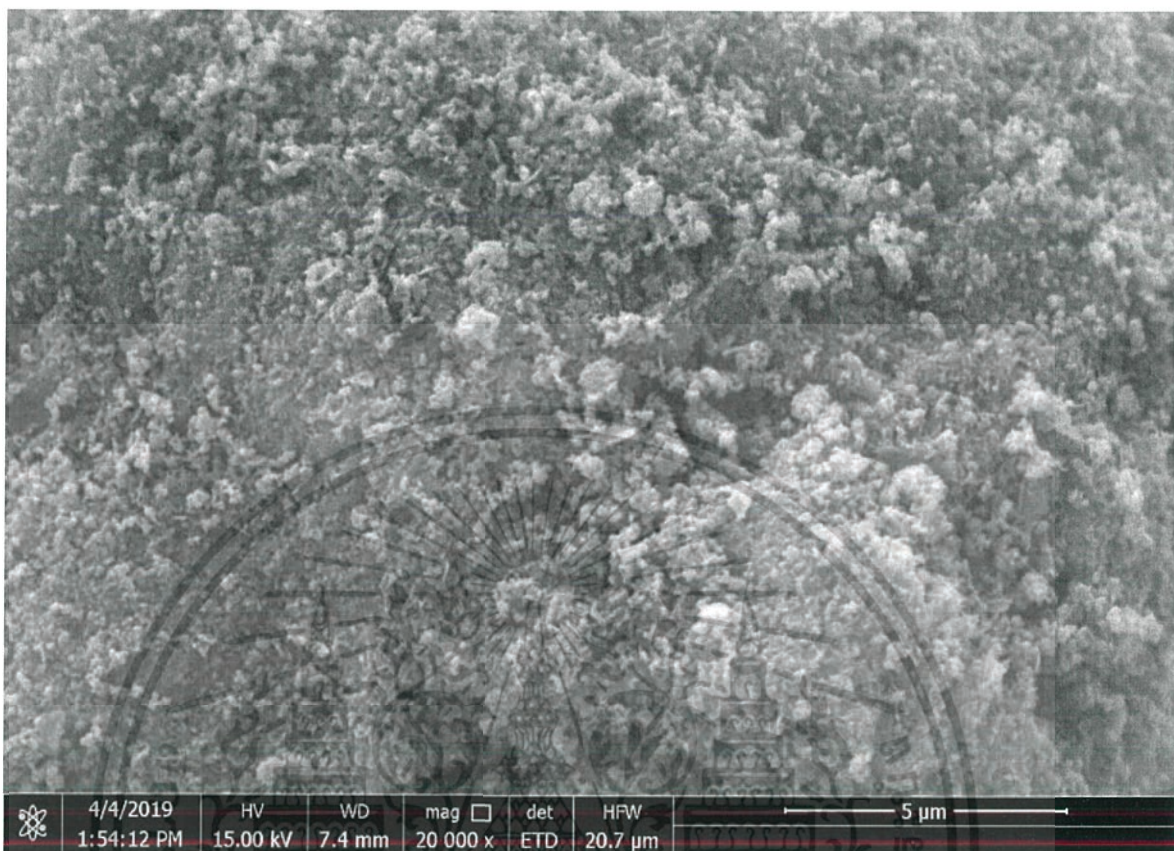
รูปที่ ๑ ข 1 ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังขยาย 1000 และ 2500 เท่า โดย SEM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ๒ ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังขยาย 5000 และ 10000 เท่า โดย SEM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

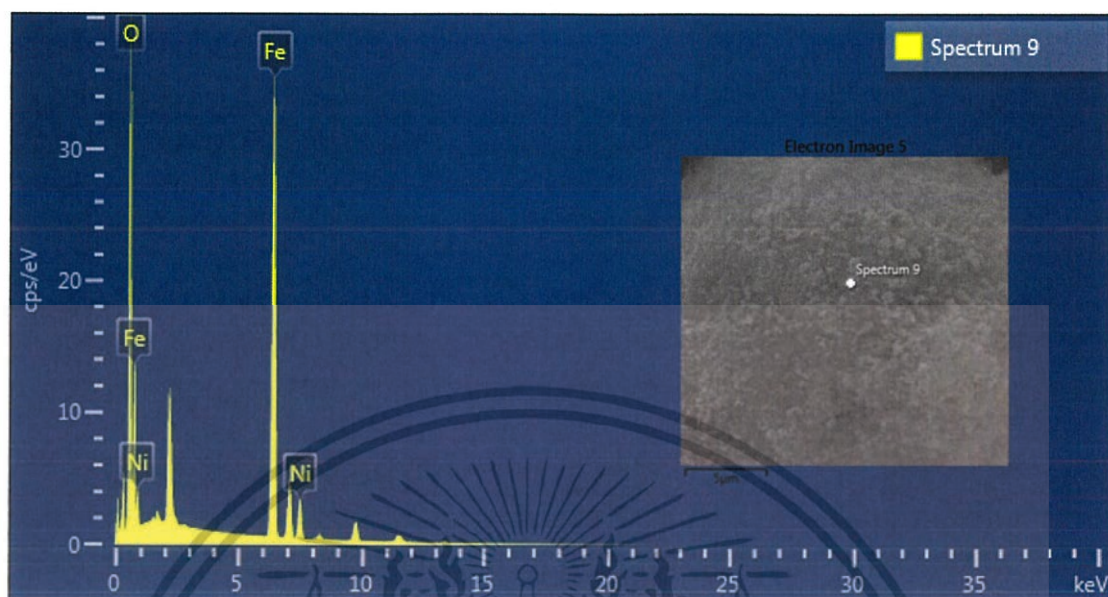


รูปที่ ๓ ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังขยาย 20000 เท่า โดย SEM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ผลวิเคราะห์ SEM/EDX

### 1. Spectrum 9



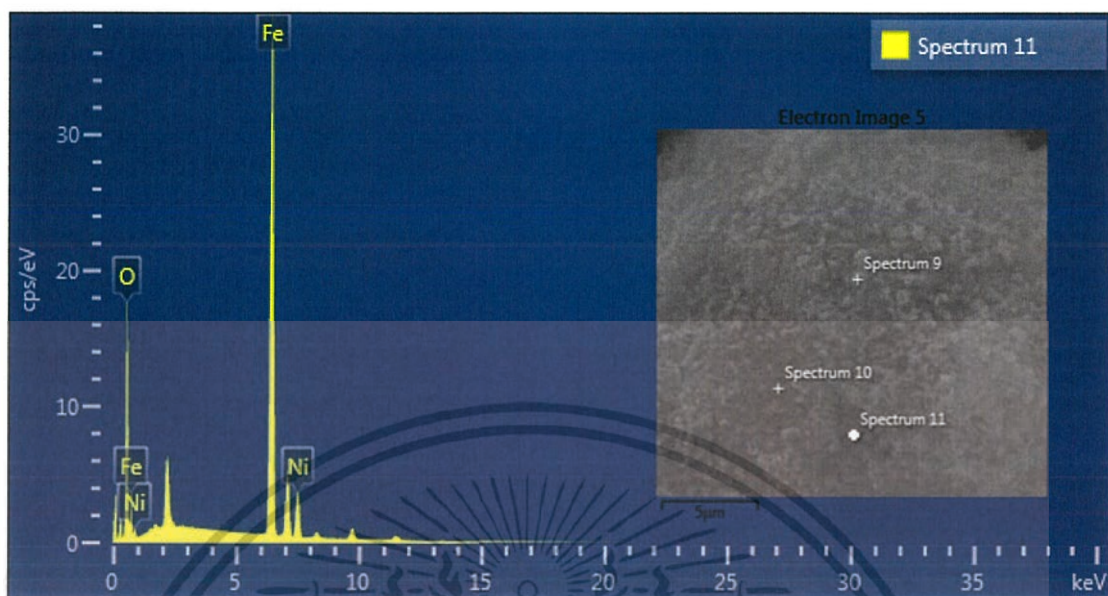
รูปที่ ๓๔ ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 9

ตารางที่ ๓๑ ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 9

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard
O	K series	117.38	0.39498	38.53	0.09	68.76	SiO <sub>2</sub>	Yes
Fe	K series	97.46	0.97462	54.38	0.09	27.80	Fe	Yes
Ni	K series	11.25	0.11249	7.09	0.06	3.45	Ni	Yes
Total:				100.00		100.00		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.Spectrum 11



รูปที่ ๓๕ ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 11

ตารางที่ ๓๒ ปริมาณธาตุภายในตัวเร่งปฏิกิริยา NiO/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้ SEM/EDX Spectrum 11

Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard
O	K series	51.61	0.17369	22.46	0.09	50.43	SiO <sub>2</sub>	Yes
Fe	K series	106.49	1.06492	68.13	0.10	43.82	Fe	Yes
Ni	K series	12.65	0.12648	9.41	0.07	5.75	Ni	Yes
Total:				100.00		100.00		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1 ผลการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการศึกษาการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลเหล็กที่มีปริมาณนิกเกิล 10% ผ่านการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในสถานะไม่มีออกซิเจน โดยใช้แก๊สไนโตรเจน จากสารตั้งต้น คือใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์ 1.89 กรัม ไอรอน (II) ซัลเฟต 5.56 กรัม และ นิกเกิล (II) ซัลเฟต 0.56 กรัม จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะเป็นผงสีดำ ผลการทดลองมีรายละเอียดดังนี้

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาคิวที่ 0 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการเตรียมครั้งแรกในช่วงต้นเดือนกุมภาพันธ์ ทำการปรับ pH สำหรับตกตะกอนได้ 7 ซึ่งไม่ถึง 12 ทำการล้างน้ำปราศจากไอออน ประมาณ 3 ครั้ง ล้างเอทานอล 1 ครั้ง โดยล้างผ่านกรวยกรอง 1 แผ่น เวลาที่ใช้ในการล้างประมาณ 5 ชั่วโมง ปล่อยให้แห้งภายในกล่อง 1 คิน โดยปิดแก๊สไนโตรเจน และปิดทางเข้าออกแก๊ส พบว่าผลการทดลองคือ ตัวเร่งไม่แห้ง และ ตัวเร่งสัมผัสอากาศ เปลี่ยนเป็นสีแดง ไม่สามารถนำมาใช้ในการทดลองได้ และกล่องสุญญากาศ พบว่าอากาศสามารถเข้าไปได้ ดังรูปที่ ภาค1



2. ตัวเร่งปฏิกิริยาคิวที่ 1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการเตรียมในช่วงกลางเดือนกุมภาพันธ์ ทำการปรับ pH สำหรับตกตะกอนได้ 7 ซึ่งไม่ถึง 12 ทำการล้างน้ำปราศจากไอออน ประมาณ 3 ครั้ง ล้างเอทานอล 1 ครั้ง โดยล้างผ่านกรวยกรอง 1 แผ่น เวลาที่ใช้ในการล้างประมาณ 5 ชั่วโมง ทำให้แห้งในเครื่องอบสุญญากาศเป็นเวลา 1 คิน อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เก็บโดยใส่ซิลิกาเจลในถุงเก็บตัวเร่ง และแช่ตู้เย็น พบว่าผลการทดลองคือ ตัวเร่งแห้ง สีที่ได้คือสีดำ แต่ก็มีสีแดงบางส่วน ดังรูปที่ ภาค2



รูปที่ ๑๒ ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 1

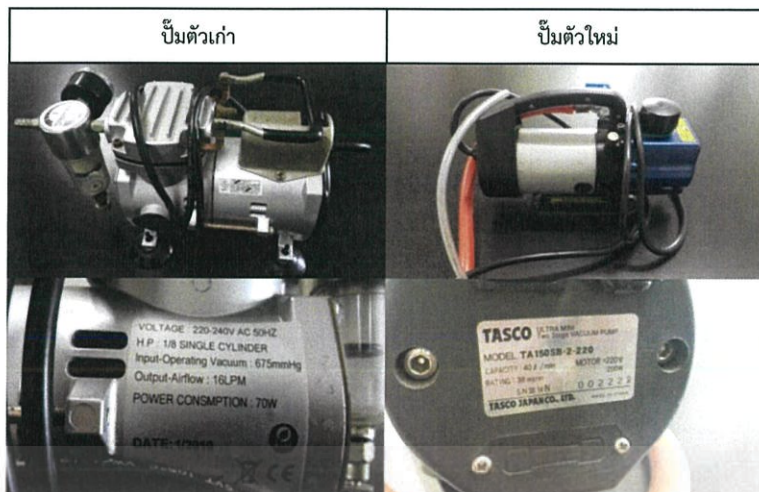
3. ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 2 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการเตรียมในช่วงปลายเดือนกุมภาพันธ์ ทำการปรับ pH สำหรับตกตะกอนได้ 12 ไม่ได้ล้างน้ำปราศจากไอออนเนื่องจากแก๊สหมด ล้างเอทานอล 2 ครั้ง โดยล้างผ่านกรวยกรอง 2 กรวย ไม่ได้เปลี่ยนกระดาษกรอง ทำให้แห้งในเครื่องอบสูญญากาศเป็นเวลา 1 คืน อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เก็บโดยใส่ซิสิก้าเจลในถุงเก็บตัวเร่ง และแช่ตู้เย็น พบว่าผลการทดลองคือ ตัวเร่งแห้ง สีดำ แต่มีสีแดงบางส่วน ดังรูปที่ ๑๓



รูปที่ ๑๓ ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 2

4. ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 3 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการเตรียมในช่วงกลางเดือนมีนาคม ทำการปรับปรุงเครื่องมือ อุดรอยรั่ว และเปลี่ยนบีมสูญญากาศให้สามารถดึงอากาศออกจากกล่องได้เร็วขึ้นเพื่อลดปริมาณการใช้แก๊สไนโตรเจน ดังรูปที่ ๑๔ ในส่วนของการทดลองทำการปรับ pH สำหรับตกตะกอนได้ 12 ล้างน้ำปราศจากไอออน 5 ครั้ง ล้างเอทานอล 1 ครั้ง โดยล้างผ่านกรวยกรอง 2 กรวย ไม่ได้เปลี่ยนกระดาษกรอง เวลาที่ใช้ในการล้างประมาณ 3 ชั่วโมง ทำให้แห้งในเครื่องอบสูญญากาศเป็นเวลา 1 คืน อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เก็บโดยไม่ได้ใส่ซิสิก้าเจล และแช่ตู้เย็น พบว่าผลการทดลองคือ ตัวเร่งแห้ง สีแดง แต่มีสีดำบางส่วน ดังรูปที่ ๑๕

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

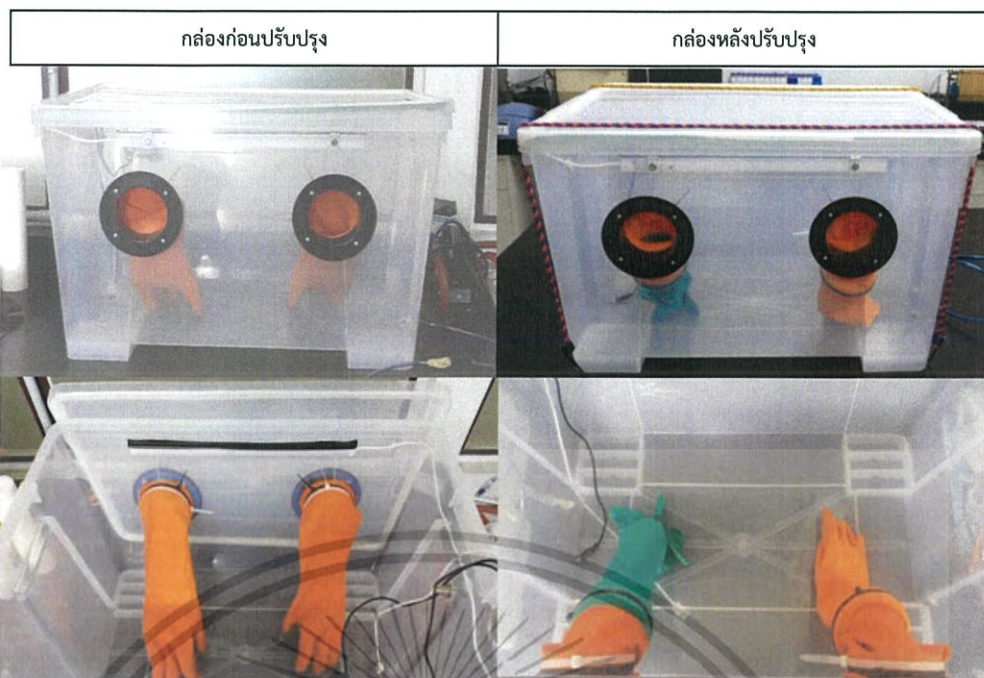


รูปที่ ๓๔ ปั๊มสุญญากาศ



รูปที่ ๓๕ ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 3

5. ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 4 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการเตรียมในช่วงต้นเดือนมิถุนายน ทำการปรับปรุงกล่องเครื่องมือ ในเรื่องของถุงมือให้สามารถขยับได้คล่องตัวมากขึ้น ดังรูปที่ ๓๔ ในส่วนการทดลองทำการปรับ pH สำหรับตกตะกอนได้ 12 ลิ้งน้ำปราศจากไอออน 3 ครั้ง โดยทำการล้างในบีกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออน ทำการเปลี่ยนกระดาษกรอง 1 ครั้ง และเพิ่มกรวยกรองเป็น 4 กรวย ล้างเอทานอล 1 ครั้ง เวลาที่ใช้ในการล้างประมาณ 2 ชั่วโมง ทำให้แห้งในเครื่องอบสุญญากาศเป็นเวลา 1 คืน อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เก็บโดยใส่ซิลิกาเจล และแช่ตู้เย็น พบว่าผลการทดลองคือ ตัวเร่งแห้ง สีดำ แต่ก็มีสีแดงบางส่วน ดังรูปที่ ๓๕



รูปที่ ๓๓๖ ปรับปรุงถังมือกล่องสุญญากาศ



รูปที่ ๓๓๗ ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ ๔

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ตารางที่ ภค1 ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ล้างใช้ เวลา	ล้าง DI	ซิลิกา เจล	pH ตก ตะกอน	ผลการทดลอง	ช่วงเตรียม ตัวเร่ง	หมายเหตุ
ตัวเร่ง 0	5 ชม.	3	ใส่	7	ไม่แห้ง สีแดง	ต้น ก.พ.	ไม่ได้อบในเครื่องอบสูญญากาศ
ตัวเร่ง 1	5 ชม.	3	ใส่	7	สีดำ แดง เล็กน้อย	กลาง ก.พ.	-
ตัวเร่ง 2	0 ชม.	0	ใส่	12	สีดำ แดง เล็กน้อย	ปลาย ก.พ.	แก๊สไนโตรเจนหมด
ตัวเร่ง 3	3 ชม.	5	ไม่ใส่	12	สีแดง	กลาง มี.ค.	เพิ่มกรวย ซ่อมกล่อง เปลี่ยนปั๊ม
ตัวเร่ง 4	2 ชม.	3	ใส่	12	สีดำ แดง เล็กน้อย	ต้น มิ.ย.	ล้างในบีกเกอร์ ปรับปรุงถูงมือ เปลี่ยนกระดาษกรอง เพิ่มกรวย

## 2 ผลการศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

ผลจากการศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ผ่านการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล ผ่านเครื่องมือวิเคราะห์ HPLC หรือ High-performance liquid chromatography (5  $\mu$ m, 4.6 mm x 250 mm ,Fortune Scientific CO.,LTD,Bangkok) โดยการศึกษาและวิเคราะห์ ปัจจัยต่างๆ ได้แก่ pH และ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา สรุปผลการทดลองดังตารางที่ ภค3 ได้ผล การศึกษาการทดลองดังต่อไปนี้

### 2.1 ผลการทดลองการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาและสภาวะที่มีผลกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

จากผลการศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการเตรียมต่างกันในแต่ละสภาวะ และวิเคราะห์ผ่าน เครื่อง HPLC ที่ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลคงที่ ที่ 80 mg/L ในปริมาตร 125 มิลลิลิตร อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิห้อง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาคงที่ที่ 0.48 g/L ภายในเวลา 60 นาที ทำการศึกษา เรื่องของ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา และอากาศ โดยที่มีปริมาณนิกเกิลที่ 10% wt% Ni

#### การทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 1

1. การศึกษาเกี่ยวกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ในสภาวะที่มีอากาศและไม่มีอากาศ ที่ pH 4 พบว่าในสภาวะที่ไม่มีอากาศสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้มากกว่าสภาวะที่มีอากาศ โดยที่สภาวะที่มีอากาศสามารถสลายได้ 5.41% ส่วนที่ไม่มีอากาศสามารถสลายได้ 8.70% และสภาวะที่ไม่มีอากาศจะได้ฟีนอลเป็นผลิตภัณฑ์ที่เวลา 60 นาที 10 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- การศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนกับปัจจัย pH ในช่วง pH 2-4 ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าสภาวะ pH ที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนคือ ที่เวลา 60 นาที pH เท่ากับ 2 เนื่องจากสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้มากที่สุดถึง 10.60% pH 3 สลายได้ 9.46% และสุดท้าย pH 4 ที่เคยทำการทดลองแล้ว สลายได้ 8.70% เนื่องจากปัญหาของเครื่องมือวิเคราะห์ จึงไม่สามารถหาค่าได้ครบ และได้ทำการเก็บตัวอย่างประมาณ 2-3 เดือน ถึงกลับมาทำการทดลอง pH 2 และ pH 3 ส่งผลให้เกิดฟีนอลน้อยกว่า pH 4 โดยที่ pH 2 เกิดฟีนอล 2.56 ppm และ pH 3 เกิดฟีนอล 2.00 ppm สรุปได้ว่าระยะเวลาเก็บตัวอย่างมีผลต่อผลการทดลอง และค่า pH 2 สามารถเกิดการสลายได้ดีที่สุด

### การทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 2

- การศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนกับปัจจัยความเข้มข้น โดยลดความเข้มข้นเหลือ 20 mg/L ที่ pH 3 พบว่าสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ถึง 88.79% ที่เวลา 60 นาที แต่เพราะการล้างไม่ดีจึงส่งผลให้สลายไปเป็นสารอื่นที่ไม่ทราบ สรุปได้ว่าการล้างมีผลต่อผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น และความเข้มข้นที่น้อยลงทำให้เกิดปฏิกิริยาการสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ดีขึ้น และจากตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 2 ที่ได้เตรียมทำการปรับ pH ในขั้นตอนตกตะกอน ถึง 12 สังเกตได้ว่าตัวเร่งมีผงที่ละเอียดกว่า เลยสามารถเกิดปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนที่สามารถสลายได้ดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 1

### การทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาตัวที่ 3

- การศึกษาการเก็บตัวเร่งปฏิกิริยา และศึกษาในช่วง pH 2 และ pH 3 ผลการศึกษา พบว่าการเก็บรักษาตัวเร่งนั้นไม่ได้ใส่ซิลิกาเจลในการเก็บ ส่งผลให้ตัวเร่งสัมผัสความชื้นจนเปลี่ยนเป็นสีแดง ผลการทดลองพบว่าที่เวลา 60 นาที pH 2 สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ 46.41% ส่วน pH 3 สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ 14.02% ซึ่งพบว่า pH 2 ดีกว่า pH 3

## 2.2 ผลการทดลองจากการศึกษาปัจจัยที่มีผลกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน

การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน ได้แก่ pH และ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา โดยที่ศึกษา pH 2-4 และ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อยู่ที่ 0.32-0.64 g/L ทำการศึกษาในระยะเวลา 15 นาที เนื่องจากผลจากที่ศึกษามาจากงานวิจัยของ Zhang Wei-hua และคณะ (2007) [5] พบว่าปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีนสามารถเกิดสลายได้ดีที่สุดในช่วง 15 นาทีแรกหลังจากนั้นจะคงที่ จึงเลือกศึกษาที่ 15 นาที ทำการศึกษาโดยใช้ตัวเร่งที่ 4 เพราะตัวเร่งที่ 4 มีการล้างที่ดีขึ้นและมีการเก็บที่ดีกว่าตัวเร่งอื่น โดยศึกษาที่ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลคงที่ ที่ 80 mg/L ในปริมาตร 75 มิลลิลิตร อุณหภูมิคงที่ที่อุณหภูมิห้อง มีปริมาณนิกเกิลที่ 10% wt% Ni (รายละเอียดตามที่ได้รายงานในบทที่ 4) ผลการทดลองดังตารางที่ ภาค 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ภค2 ผลการทดลองของตัวเร่งที่ 4

pH 2	Results	Catalyst	0.02431	g	75	ml	0.324133333	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	175.947	6.59	68.81	mg/L	11.96	%
		10	4-chlorophenol	171.191	6.59	66.95	mg/L	14.34	%
		15	4-chlorophenol	173.703	6.58	67.93	mg/L	13.08	%
		Catalyst	0.03661	g	75	ml	0.488133333	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	173.502	6.59	67.85	mg/L	13.18	%
		10	4-chlorophenol	169.46	6.59	66.27	mg/L	15.20	%
		15	4-chlorophenol	169.547	6.6	66.31	mg/L	15.16	%
		Catalyst	0.04845	g	75	ml	0.646	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	175.461	6.62	68.62	mg/L	12.20	%
	10	4-chlorophenol	175.837	6.62	68.77	mg/L	12.01	%	
	15	4-chlorophenol	176.74	6.62	69.12	mg/L	11.56	%	

pH 3	Results	Catalyst	0.02462	g	75	ml	0.328266667	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	168.422	6.48	65.87	mg/L	15.72	%
		10	4-chlorophenol	165.155	8.69	64.59	mg/L	17.36	%
		15	4-chlorophenol	162.53	7.58	63.56	mg/L	18.67	%
		Catalyst	0.0362	g	75	ml	0.482666667	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	170.913	6.8	66.84	mg/L	14.48	%
		10	4-chlorophenol	170.903	6.6	66.84	mg/L	14.48	%
		15	4-chlorophenol	168.78	6.56	66.01	mg/L	15.54	%
		Catalyst	0.0485	g	75	ml	0.646666667	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	167.131	6.52	65.36	mg/L	16.37	%
	10	4-chlorophenol	169.498	6.54	66.29	mg/L	15.18	%	
	15	4-chlorophenol	171.69	6.58	67.15	mg/L	14.09	%	

pH 4	Results	Catalyst	0.02468	g	75	ml	0.329066667	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	170.063	6.55	66.51	mg/L	14.90	%
		10	4-chlorophenol	172.756	6.57	67.56	mg/L	13.55	%
		15	4-chlorophenol	173.66	6.56	67.92	mg/L	13.10	%
		Catalyst	0.03629	g	75	ml	0.483866667	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	176.468	6.57	69.01	mg/L	11.70	%
		10	4-chlorophenol	175.355	6.56	68.58	mg/L	12.25	%
		15	4-chlorophenol	177.653	6.57	69.48	mg/L	11.10	%
		Catalyst	0.04825	g	75	ml	0.643333333	g/L	
		Time (min)	Substance	Area	Reten time	Conc.	Unit	Conversion	Unit
		5	4-chlorophenol	179.673	6.57	70.27	mg/L	10.09	%
	10	4-chlorophenol	175.643	6.58	68.69	mg/L	12.11	%	
	15	4-chlorophenol	175.519	6.585	68.64	mg/L	12.17	%	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้หรือเผยแพร่ในด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๓๐๓ การทดลอง

การทดลอง	ศึกษาตัวเร่งและสภาวะที่มีผลกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน								
	ตัวเร่ง 1			ตัวเร่ง 2			ตัวเร่ง 3		
	pH ตกตะกอน 7			pH ตกตะกอน 12			pH ตกตะกอน 12		
	ศึกษาอากาศ		ศึกษา pH			ล้างตัวเร่งไม่ตี		เก็บตัวเร่งไม่ตี	
อากาศ	มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี
ปริมาณตัวเร่ง (g/L)	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48	0.48
pH	4	4	2	3	4	3	2	3	
ความเข้มข้น 4-คลอโรฟินอล	80	80	80	80	80	20	80	80	
เวลาทำการทดลอง (นาที)	60	60	60	60	60	60	60	60	
สลาย 4-คลอโรฟินอล (%Conversion)	5.41%	8.70%	10.60%	9.46%	8.70%	88.79%	46.41%	14.02%	
ฟินอล (ppm)	ไม่เกิด	10	2.56	2	10	ไม่รู้สาร	ไม่เกิด	ไม่เกิด	
ความต่อเนื่องของการทดลอง	ต่อเนื่อง	ต่อเนื่อง	ไม่ต่อเนื่อง*		ต่อเนื่อง	ต่อเนื่อง	ต่อเนื่อง	ต่อเนื่อง	
สีตัวเร่งปฏิกิริยา	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ค่อนข้างแดง	ค่อนข้างแดง	
ซิลิกาเจลสำหรับเก็บตัวเร่ง	มี	มี	มี	มี	มี	มี	ไม่มี	ไม่มี	
ข้อมูลจาก HPLC	ครบ	ครบ	ไม่ครบ**		ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	

หมายเหตุ \* ตัวเร่ง 1 เก็บตัวเร่งไว้นานเกิน 2-3 เดือน

ตัวเร่ง 4 เก็บตัวอย่างรอเข้าเครื่องวิเคราะห์ 5 วัน

\*\* เครื่องมือวิเคราะห์มีปัญหา

ตารางที่ ภค3 การทดลอง

การทดลอง	ศึกษาปัจจัยที่มีผลกับปฏิกิริยาการกำจัดคลอรีน									
	ตัวเร่ง 4									
	pH ตกตะกอน 12									
	ปรับปรุงการล้างตัวเร่ง									
อากาศ	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี	ไม่มี
ปริมาณตัวเร่ง (g/L)	0.32	0.48	0.64	0.32	0.48	0.64	0.32	0.48	0.64	0.64
pH	2	2	2	3	3	3	4	4	4	4
ความเข้มข้น 4-คลอโรฟินอล	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80
เวลาทำการทดลอง (นาที)	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
สลาย4-คลอโรฟินอล (%Conversion)	13.08%	15.16%	11.56%	18.67%	15.54%	14.09%	13.10%	11.10%	12.17%	12.17%
ฟินอล (ppm)	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด	ไม่เกิด
ความต่อเนื่องของการทดลอง	ไม่ต่อเนื่อง*									
สีตัวเร่งปฏิกิริยา	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ	ดำ
ซิลิกาเจลสำหรับเก็บตัวเร่ง	มี	มี	มี	มี	มี	มี	มี	มี	มี	มี
ข้อมูลจาก HPLC	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ	ครบ

หมายเหตุ

\*

ตัวเร่ง 1 เก็บตัวเร่งไว้นานเกิน 2-3 เดือน

ตัวเร่ง 4 เก็บตัวอย่างรอเข้าเครื่องวิเคราะห์ 5 วัน

\*\*

เครื่องมือวิเคราะห์มีปัญหา