

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงชนิดใหม่จากอนุภาคนาโนแม่เหล็กลิวคูซีนด้วย
กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง

PREPARATION OF NEW PHOTOCATALYST FROM MAGNETIC LEUCOXENE
MINERALS VIA HIGH-ENERGY BALL MILLING METHOD



โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิศวกรรมวัสดุ
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PREPARATION OF NEW PHOTOCATALYST FROM MAGNETIC
LEUCOXENE MINERALS VIA HIGH-ENERGY BALL MILLING METHOD



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING
IN NANOMATERIAL ENGINEERING
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2018

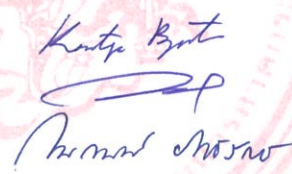
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
โครงการพิเศษ

หัวข้อโครงการพิเศษ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงชนิดใหม่จากอนุภาคนาโนแม่เหล็ก
ลิวคูซีนด้วยกระบวนการบดเชลลกลพลังงานสูง
Special Project Title Preparation of new photocatalyst from Magnetic leucoxene
minerals via High-Energy ball milling method
นักศึกษา นางสาว อริสา พรภักดีวัฒนา
รหัสประจำตัว 58110068
ปริญญา วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
ภาควิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุนาโน
ปีการศึกษา 2561
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. กนกทิพย์ บุญยรัตกลิน

คณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ	ลายมือชื่อ
ดร. กนกทิพย์ บุญยรัตกลิน รศ.ดร. วิษณุ เพชรภา ผศ.ดร. กนกนันทน์ ภาชีรักษ์	

ภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังอนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG



(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดารินี พรหมโยธิน)
หัวหน้าภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วันที่..... เดือน.....พ.ศ. 2562

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงชนิดใหม่จากอนุภาคนาโนแมกเนติก ลิควูซีนด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง
นักศึกษา	นางสาว อริสา พรภักดีวัฒนา
เลขประจำตัว	58110068
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขา	วิศวกรรมวัสดุนาโน
พ.ศ.	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. กนกทิพย์ บุญยรัตกลิน

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการจัดเตรียมอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนโดยอาศัยกระบวนการบดพลังงานสูงเพื่อลดขนาดของอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนโดยแมกเนติกลิควูซีนเป็นแร่ชนิดหนึ่งที่โรงงานอุตสาหกรรมถลุงดีบุกได้ทำการถลุงทิ้ง ผู้ทำการวิจัยนี้ได้นำแมกเนติกลิควูซีนที่ได้จากการถลุงทิ้งมาเป็นสารตั้งต้น เพื่อใช้เป็นตัวเร่งทางแสงเพื่อใช้ในการย่อยสลายสีย้อมที่ถูกปล่อยออกมาจากโรงงานโดยใช้แสงอาทิตย์เป็นตัวกระตุ้น ซึ่งจะใช้สมบัติความเป็นแม่เหล็กของแมกเนติกลิควูซีนแยกอนุภาคออกมาหลังจากเสร็จกระบวนการซึ่งจะเตรียมสองกระบวนการคือ กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงที่ระยะเวลาในการบดต่างๆ และกระบวนการล้างสารเจือปนด้วยกรด เพื่อชะสารเจือปนด้วยกรด โดยจะทำต่อจากในกระบวนการแรก ซึ่งคาดว่าอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนสามารถที่จะเป็นตัวเร่งในการย่อยสลายด้วยแสงได้เนื่องจากมีองค์ประกอบของไทเทเนียมไดออกไซด์อยู่ แต่อาจจะไม่ได้มีประสิทธิภาพที่ดีตรงตามความต้องการในการใช้งาน จึงได้ทำการเตรียมคอมโพสิตโดยอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนที่บดแล้วเข้าไปไทเทเนีย(P25)ในอัตราส่วนต่างๆ เนื่องจากต้องการสมบัติเป็นตัวเร่งเชิงแสงที่มีประสิทธิภาพดีเยี่ยมจากไทเทเนีย(P25) สมบัติแม่เหล็กจากอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนในการแยกตัวเร่งออกหลังเสร็จสิ้นกระบวนการ โดยปัจจัยที่ส่งผลต่อการศึกษาวิจัยนี้คือ ระยะเวลาในการบดในช่วงต่างๆ คือ 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาที และ ความเร็วรอบที่ใช้ในการบด อัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นและลูกบด เพื่อทำการศึกษาและวิจัยหาเงื่อนไขที่เหมาะสม ซึ่งโครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และขนาดของอนุภาค ถูกตรวจสอบและวิเคราะห์ข้อมูลด้วยเครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และ ตรวจวัดปริมาณความเข้มแสงที่ทะลุผ่าน สะท้อน และดูดกลืนด้วยเครื่อง เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และ ตรวจวัดคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่องแมกนีโตมิเตอร์

คำสำคัญ ไทเทเนียมไดออกไซด์, อนุภาคแมกเนติกลิควูซีน, กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง, กระบวนการโฟโตแคตาไลติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Preparation of new photocatalyst from Magnetic leucoxene minerals via High-Energy ball milling method
Student	Miss Arisa Pornpugdewatana
Student ID	58110068
Degree	Bachelors of Engineering
Major	วิศวกรรมวัสดุนาโน
Year	2561
Special Project Advisor	Dr. Kanokthip Boonyarattanakalin

ABSTRACT

In this work, we focused on preparation of new photocatalyst from magnetic leucoxene minerals via High-energy ball milling method to decrease Magnetic leucoxene size. Magnetic leucoxene minerals is the leftover in tinsmelting industry. The researcher use this leftover to be the substrate as Photocatalyst that stimulated by sunlight to degrade the dye that released from the factories, According to Magnetic property of magnetic leucoxene can be terminated by 2 methods are High-energy ball milling method and leaching method. In the other hand, We expect higher efficiency so we prepare the composite by mix Magnetic Leucoxene with P25 titania in differences ratio, Because P25 titania has ability to boost the potential by the Photocatalytic Activity and We need Magnetic Property of Magnetic Leucoxene to separate catalyst after finish process. The most important factors effect in this research are duration of milling time; 10, 20, 30, 40, 50 and 60 minutes, milling speed and substrate to ball ratio. To study and research for The proper conditions . Crystallinity of Magnetic leucoxene were analyzed by X-ray Diffraction (XRD) technique. Surface Morphology were monitored by scanning electron microscopy. Optical property were characterized by UV-visible spectroscopy and Magnetic Property were characterized by Vibrating sample magnetrometer (VSM)

Keywords Titanium dioxide, Magnetic leucoxene, High-energy ball milling method, Photocatalytic Activity

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์นั้น ข้าพเจ้าขอขอบประคุณอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ พิเศษ ดร.กนกทิพย์ บุญยรัตนกลิน สำหรับคำปรึกษา แนะนำ และรองศาสตราจารย์ ดร.วิษณุ เพชรภา สำหรับข้อเสนอแนะในการทำโครงการของข้าพเจ้าตลอดปีการศึกษา และอุปการะทุนสนับสนุนเครื่องมือ สารเคมี และอุปกรณ์ต่างๆ ขอขอบคุณโครงการ JASTIP ในการสนับสนุนทำวิจัยที่ Kyoto University ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และอาจารย์ ห้องทดลอง Nanocomposite materials Research Laboratory (NMRL) ที่คอยให้คำแนะนำ และให้กำลังใจและช่วยเหลือรวมถึงอำนวยความสะดวกในเรื่องสถานที่ เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีในการทำโครงการพิเศษนี้

สุดท้ายนี้ข้าพเจ้าขอขอบคุณมารดา บิดาและครอบครัวอันเป็นที่รัก ที่อุปการะทุนการศึกษาเล่าเรียน และคอยให้กำลังใจเป็นอย่างดี ขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้และอบรมสั่งสอนข้าพเจ้า และเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังทุกคน ที่คอยช่วยเหลือให้กำลังใจตลอดมา

อริสรา พรภักดีวัฒนา



สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญรูป.....	VII
สารบัญตาราง.....	IX
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	
2.1 นาโนเทคโนโลยี.....	3
2.1.1 ความหมายของนาโนเทคโนโลยี.....	3
2.1.2 วัสดุนาโน.....	3
2.2 กระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโน	
2.2.1 กระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่าง.....	4
2.2.2 กระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบน.....	4
2.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.4 ทฤษฎีการบดเชิงกล.....	7
2.5 กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง.....	12
2.6 กระบวนการชะล้างสารเจือปน.....	14
2.7 ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก.....	14
2.8 คุณสมบัติของแม่เหล็ก.....	16
2.9 การวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึน.....	19
2.9.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction : XRD).....	19
2.9.2 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy : SEM).....	21
2.9.3 การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงย่านมองเห็นและย่านยูวี (UV-visible spectroscopy : UV-vis).....	22

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.9.4 เครื่องวิเคราะห์และตรวจวัดปริมาณแสงที่สะท้อนออกจากตัวอย่าง (UV-vis : DRS mode).....	24
2.9.5 เครื่องวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็ก (Vibrating sample Magnetrometer : VSM).....	26
2.9.6 เครื่องวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณธาตุ (X-ray Fluorescence : XRF).....	27
2.10 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	28
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	32
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	32
3.3 ขั้นตอนการดำเนินการ.....	34
3.3.1 ขั้นตอนการบัดด้วยเครื่องบัดเชิงกลพลังงานสูง.....	34
3.3.2 ขั้นตอนการล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริก.....	34
3.3.3 ขั้นตอนการเตรียมคอมโพสิตระหว่าง P25 และอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนที่บัดแล้วในอัตราส่วนต่างกัน.....	35
3.3.4 การทดสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนด้วยแม่เหล็กนีโอไดเมียม.....	36
3.4 วิธีการตรวจวิเคราะห์สมบัติของแมกเนติกลิวคูซีน	
3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย XRD.....	40
3.4.2 การวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุด้วย XRF.....	40
3.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วย SEM.....	41
3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่อง VSM.....	42
3.4.5 การตรวจวัดคุณสมบัติการดูดกลืนและทะลุผ่านของแสงในย่านยูวีและแสงขาวด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer.....	42
3.4.5.1 กระบวนการทดสอบคุณสมบัติย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมโรดามีนบี.....	43
3.4.5.2 กระบวนการวิเคราะห์การถูกย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมด้วยเทคนิค UV-Vis Spectrophotometer.....	43

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	
4.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างสัณฐานวิทยาของอนุภาคแม่กเนติกลิวคูซีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	44
4.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคแม่กเนติกลิวคูซีนด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	46
4.3 การวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์.....	48
4.4 การวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กของวัสดุนาโน.....	49
4.5 การวิเคราะห์ปริมาณและค่าความเข้มของแสงในช่วงแสงยูวีและแสงขาวที่ถูกดูดกลืนด้วยเครื่องมือตรวจวิเคราะห์การดูดกลืนในช่วงยูวีและช่วงแสงขาว.....	51
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	57
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	58
บรรณานุกรม.....	59
ภาคผนวก.....	62
ประวัติผู้เขียน.....	63

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แผนภาพจำลองกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนแบบ Top-Down และ Bottom-Up.....	4
2.2 โทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.3 โครงสร้างของอนุภาคโทเทเนียมไดออกไซด์.....	6
2.4 ภาพแสดงกลไกการทำงานที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด.....	8
2.5 ภาพแสดงการเคลื่อนที่ของลูกบดภายในหม้อบด.....	9
2.6 ภาพแสดงแรงที่กระทำต่อการบดขณะเกิด Critical Speed.....	10
2.7 ภาพแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของลูกบดต่อปริมาตรของหม้อบด และความเร็ววิกฤติ.....	11
2.8 เครื่อง High energy ball milling.....	13
2.9 ภาพกลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติก.....	15
2.10 (a) ซ้ำจำลองการประพุดตัวของไดโพลของแม่ไตอาแมกเนติกเมื่อมีและไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมา (b)จำลองการประพุดตัวของไดโพลของพาราแมกเนติกเมื่อมีและไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมากระทำ.....	16
2.11 ภาพจำลองแสดงถึงสปิน magnetic moment ที่วางตัวขนานในทิศทางตรงข้ามกัน.....	17
2.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของอิมิตซ์ที่อุณหภูมิต่างๆของเหล็กและแมกนีไทต์.....	18
2.13 ภาพแสดงความสัมพันธ์แม่เหล็กเมื่อในสนามแม่เหล็กภายนอกจากเริ่มต้นจนถึงจุดอิมิตซ์ของสภาพแม่เหล็กของ ferromagnetic และ ferromagnetic.....	18
2.14 ภาพจำลองการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างผลึก.....	20
2.15 ภาพส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	21
2.16 ระดับพลังงานเมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโมเลกุลถูกกระตุ้นเมื่อได้ รับพลังงานคลื่นแสงในช่วง UV-Visible.....	23
2.17 ช่วงความยาวคลื่นของ electromagnetic spectrum.....	23
2.18 องค์ประกอบภายในของเครื่อง UV-Visible spectrophotometer.....	24
2.19 ส่วนประกอบและการทำงานของ VSM.....	27
2.20 เครื่อง X-Ray Fluorescence Spectroscopy.....	28
2.21 ลักษณะของฟลักสารประกอบ $Fe_3O_4-TiO_2$ เมื่อทำการโดปอนุภาคนาโนแกโดลิเนียมที่อัตราส่วนต่างๆ.....	29
2.22 (a) ภาพ TEM (b) ภาพ HRTEM (c) TEM image ของสารประกอบ $Fe_3O_4-TiO_2 - 1\% Gd$ (d) แผนภาพแสดงโครงสร้างแบบแบบ Berry-like pseu-core-shell (BL-PCS).....	30
2.23 ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกจากการสลายตัวของโรดามีน บี ของสารประกอบ $Fe_3O_4-TiO_2 - 1$	30

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่

หน้า

2.24 สนาบแม่เหล็กของสารประกอบนาโน $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2 - \text{X}\% \text{ Gd}$ สภาพแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง.....	31
3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	33
3.2 วิธีการทดสอบความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแมกเนติกลิควูซีน.....	36
3.3 แผนผังขั้นตอนกระบวนการลดขนาดแมกเนติกลิควูซีนด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง.....	37
3.4 แผนผังขั้นตอนการล้างสารเจือปน.....	38
3.5 แผนผังขั้นตอนการเตรียมคอมโพสิต.....	39
3.6 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) รุ่น Smartlab จากบริษัท Rigaku.....	40
3.7 เครื่อง X-Ray Fluorescence (XRF).....	41
3.8 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) รุ่น Evo ma10 จากบริษัท ZEISS.....	41
3.9 เครื่อง Vibrating Sample Magnetometers รุ่น 8600 series.....	42
3.10 ภาพจำลองการฉายแสงยูวีในระบบปิดเพื่อทำการทำการทดสอบการย่อยสลาย ด้วยแสงของสีย้อม.....	43
3.11 เครื่อง UV-Vis Spectrophotometer.....	43
4.1 ภาพลักษณะโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคนาโนแม็กเนติกลิควูซีนที่บดในระยะเวลาต่างๆ.....	44
4.2 ภาพลักษณะโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคนาโนแม็กเนติกลิควูซีนที่บดในระยะเวลาต่างๆ กันร่วมกับการชะล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริก.....	45
4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนก่อนการบดและหลังการบด เป็นเวลา 10 นาที.....	46
4.4 ภาพแสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนที่บดในระยะเวลาที่ แตกต่างกัน.....	50
4.5 ภาพแสดงการย่อยสลายของสีย้อมโดยใช้แสงยูวีเป็นตัวกระตุ้นโดยใส่อนุภาคแม็กเนติก ลิควูซีนที่บดในเงื่อนไขแตกต่างกัน.....	53
4.6 รูปแสดงการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมโรดามีนบีที่ใส่อนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนที่บดที่ ระยะเวลาต่างๆเมื่อเวลาผ่านไป.....	53
4.7 ภาพแสดงการย่อยสลายของสีย้อมโดยใช้แสงยูวีเป็นตัวกระตุ้นโดยใส่คอมโพสิตระหว่าง อนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนที่บดในระยะเวลาต่างกัน และไทเทเนียมไดออกไซด์(P25).....	55
4.8 รูปแสดงการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมโรดามีนบีเมื่อใส่คอมโพสิตระหว่างอนุภาค แม็กเนติกลิควูซีนกับ P25.....	56

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมออกไซด์.....	6
2.2 ตารางความสัมพันธ์ของสีและการดูดกลืนแสง.....	24
4.1 (a) แสดงธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาคแมกเนติกลิควูซีน (b) แสดงธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนที่บดเป็นระยะเวลา 30 นาที.....	48



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะเป็นสารทึบแสงสามารถเกิดขึ้นเองได้ตามธรรมชาติส่วนใหญ่ มักพบในแร่ลิวคูซีน (Leucoxene) และแร่อีลมีไนต์ (Ilmenite) นอกจากนี้ยังสามารถแบ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ตามลักษณะโครงสร้างผลึกเป็น 3 โครงสร้างได้แก่ 1) อนาเทส 2) รูไทล์ 3) บลูโคไท์[1] โดยทั่วไปแล้วในแร่ดังกล่าวจะพบสารปนเปื้อนต่างๆเช่น โลหะ จึงต้องนำมาผ่านกระบวนการต่างๆ เพื่อนำสารปนเปื้อนออก เหลือไว้เพียงไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ซึ่งจะมีสีขาวและทึบแสง มีประสิทธิภาพในการดูดซับและป้องกันแสงแดด นอกจากนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) มีค่าความกว้างของแถบพลังงานช่องว่างที่ 3.2 eV เป็นผลทำให้อิเล็กทรอนิกส์มีความคล่องตัวสูงเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง โดยทั่วไปในเชิงอุตสาหกรรมมักจะนำไทเทเนียมไดออกไซด์มาเจือด้วยโลหะ เช่น เหล็กออกไซด์ ดีบุก เป็นต้น เพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการถ่ายเทอิเล็กทรอนิกส์และกักอิเล็กทรอนิกส์ที่กระตุ้นแล้ว ไม่ให้กลับไปช่องว่างอิเล็กทรอนิกส์หรือโฮล นอกจากนี้ยังช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดเล็กลงให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยา และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงอย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น[2]

ในปัจจุบันได้มีการศึกษาค้นคว้าเกี่ยวกับแร่แม็กเนติกลิวคูซีนที่เป็นแร่ตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์พบว่าไม่จำเป็นต้องนำมาเจือด้วยโลหะ เนื่องจากแร่แม็กเนติกลิวคูซีนประกอบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์มากถึง 70-80% และยังมีส่วนประกอบของเหล็กถือเป็นสารเจือด้วยโลหะด้วยตัวเองซึ่งนอกจากจะมีคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งเชิงแสงซึ่งเป็นสมบัติของไทเทเนียมที่มีอยู่ในองค์ประกอบแล้ว ยังสามารถแยกตัวเร่งออกหลังเสร็จสิ้นปฏิกิริยา โดยอาศัยสมบัติแม่เหล็กจากเฟสของเหล็กที่ปนอยู่ในองค์ประกอบนั่นเอง[3] ในการเตรียมอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซีนสามารถทำได้ 2 กระบวนการได้แก่ 1) กระบวนการบดเชิงกลด้วยพลังงานสูง โดยนำแร่แม็กเนติกลิวคูซีนมาทำการบดด้วยลูกบดเพื่อลดขนาดให้มีขนาดเล็กลง อาศัยแรงกระแทกและแรงเฉือนระหว่างแร่กับลูกบด จนเกิดการแตกหักซึ่งเป็นกระบวนการที่ไม่ซับซ้อนและสามารถผลิตได้ในปริมาณที่มาก และเหมาะสมกับในเชิงอุตสาหกรรม 2) กระบวนการล้างสารเจือปน เป็นกระบวนการคัดกรองสารที่อยู่ในรูปของแข็งโดยการละลายลงในสารละลายเช่น การแยกโลหะออกจากแร่โดยใช้กรดซึ่งวิธีการนี้จำเป็นมาใช้ในการแยกสารเจือปนออกจากแร่แม็กเนติกลิวคูซีนแล้วจึงนำสารมาอบให้แห้งจะทำให้มีปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์มากขึ้น

หลักจากผ่านจากลดขนาดทำให้อนุภาคแม็กเนติกลิวคูซีนมีสมบัติเดิมที่เด่นยิ่งขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการสังเคราะห์ที่ทำให้มีเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สูงขึ้น จึงสามารถกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายโดยมีแสงเป็นตัวเร่งได้ดีมากขึ้น ซึ่งมักนิยมนำมาใช้ในการบำบัดน้ำเสียที่อุก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปล่อยออกมาจากโรงงานอุตสาหกรรม หรือนำมาทำเป็นสารเคลือบลงบนกระเบื้องเพื่อป้องกันเชื้อรา และสามารถดูดซับแสงยูวีได้ จึงเห็นได้ว่าโครงสร้างและขนาดของอนุภาคจึงมีผลอย่างยิ่งต่อสมบัติของสาร

งานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นศึกษาการเตรียมและลดขนาดของแม็กเนติกลิควูซีนและศึกษาสมบัติของสารที่ได้ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านอุตสาหกรรมต่อไป กระบวนการบดเชิงกลด้วยพลังงานสูงจึงเป็นอีกหนึ่งวิธีที่เหมาะสมที่สุดที่ใช้ในการวิจัยนี้ เนื่องด้วยสามารถลดขนาดสารได้อย่างมีประสิทธิภาพ และให้ผลผลิตในปริมาณที่มากสอดคล้องกับความต้องการในเชิงปริมาณในเวลาที่ย่ำกัดของอุตสาหกรรม นอกจากนี้งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเวลาในการบดด้วยเครื่องบดเชิงกลพลังงานสูงเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมที่สุดที่ทำให้ได้ผลผลิตที่มีประสิทธิภาพมากที่สุด นอกจากนี้ได้ทำการทดสอบนำอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนมาผสมร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิด P25 ซึ่งเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์เกรดการค้าในอัตราส่วนต่างๆกัน เพื่อที่จะเพิ่มประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงและยังคงสมบัติความเป็นแม่เหล็กของตัวเร่งเอาไว้ เพื่อการใช้งานที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อศึกษาโครงสร้างพื้นฐานและคุณสมบัติต่างๆของอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนเมื่อได้ผ่านกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง ที่ใช้ระยะเวลาในการบดต่างกัน
- 1.2.2 เพื่อหาเวลาในการบดที่ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดและเหมาะสมต่อความต้องการต่อการใช้งานมากที่สุด
- 1.2.3 เพื่อเป็นประโยชน์ต่อการใช้งานในเชิงอุตสาหกรรมต่อไป

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 เปรียบเทียบคุณสมบัติและโครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนที่เปลี่ยนไปหลังผ่านกระบวนการบดพลังงานสูงที่ระยะเวลาและปัจจัยที่ใช้ศึกษาต่างกัน
- 1.3.2 สามารถปรับปรุงหรือเติมแต่งอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนเพื่อให้ได้อนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนที่มีประสิทธิภาพมีคุณสมบัติตรงตามความต้องการในการใช้งาน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 สามารถจัดเตรียมอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนโดยใช้กระบวนการบดพลังงานสูงและกระบวนการชะล้างสารเจือปนได้
- 1.4.2 สามารถปรับปรุงคุณสมบัติของแม็กเนติกลิควูซีนให้มีความเป็นตัวเร่งเชิงแสงที่ดียิ่งขึ้น
- 1.4.3 สามารถเรียนรู้และพัฒนาทักษะในการใช้เครื่องมือ การจัดเตรียมสาร กระบวนการตรวจวัดและสามารถวิเคราะห์ผลการตรวจวัดคุณสมบัติของอนุภาคแม็กเนติกลิควูซีนได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 นาโนเทคโนโลยี

2.1.1 ความหมายของนาโนเทคโนโลยี

นาโนเทคโนโลยีเป็นหนึ่งในเทคโนโลยีที่กำลังเป็นที่น่าสนใจในปัจจุบันเนื่องจากเป็นเทคโนโลยีที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุในระดับที่เล็กมากๆ ในระดับนาโนเมตรซึ่งเป็นระดับเดียวกับอะตอมหรือโมเลกุล เช่น การสังเคราะห์โดยการการจัดเรียงโมเลกุลที่อยู่ในตำแหน่งที่แม่นยำในช่วงขนาด 1-100 นาโนเมตร ทำให้เกิดคุณสมบัติเฉพาะตัวที่แตกต่างไปจากเดิม หรือมีคุณสมบัติที่เด่นชัด และสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆได้ คำว่านาโน (Nano) มีรากศัพท์มาจากภาษากรีกว่า Nanos แปลว่าแคระหรือเล็ก[4] นอกจากนี้เมื่อนำนาโนมาใช้เป็นหน่วยวัดทางคณิตศาสตร์จะหมายถึงหนึ่งส่วนพันล้านส่วนของหน่วยวัดนั้น เช่น คำว่านาโนเมตร จะหมายถึง “เศษหนึ่งส่วนพันล้านส่วนของหนึ่งเมตร” หรือเท่ากับ 10^{-9} เมตรนั่นเอง นักฟิสิกส์รางวัลโนเบลที่มีชื่อว่า ริชาร์ด ฟายน์แมน (Richard Feynman) แห่งสถาบันเทคโนโลยีแคลิฟอร์เนีย (California Institute of Technology) เป็นผู้ให้แนวคิดที่ว่าวันหนึ่งนักวิทยาศาสตร์จะสามารถจัดเรียงอะตอมได้ โดยได้กล่าวปาฐกถาเรื่อง “There’s plenty of room at the bottom” ไว้ว่า “สักวันเราจะสามารถประกอบสิ่งต่างๆหรือผลิตสิ่งต่างๆขึ้นจากการเรียงอะตอมได้ด้วยความแม่นยำ และเท่าที่ข้าพเจ้ารู้ ไม่มีกฎทางฟิสิกส์ใดๆ แม้แต่หลักความไม่แน่นอนที่จะมาขัดขวางความเป็นไปได้” จากปาฐกถานี้ริชาร์ด ฟายน์แมนได้รับการยกย่องให้เป็นบิดาแห่งนาโนเทคโนโลยี[5]

2.1.2 วัสดุนาโน

วัสดุนาโน [6] คือวัสดุที่มีการจัดเรียงของอะตอมหรือโมเลกุลอยู่ในช่วง 1-100 นาโนเมตร การที่วัสดุอยู่ในระดับที่เล็กลงจนอยู่ในระดับนาโนนั้น จะส่งผลให้วัสดุมีคุณสมบัติแตกต่างไปจากวัสดุเดิมที่มีขนาดใหญ่ ตัวอย่างเช่น สมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงแสง สมบัติเชิงกล สมบัติทางแม่เหล็ก เนื่องจากวัสดุนาโนนั้นมีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อมวลที่มหาศาลเมื่อเทียบกับวัสดุขนาดใหญ่ ซึ่งการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนจำนวนอะตอมบริเวณพื้นที่ผิวนั้นส่งผลโดยตรงต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมี และยังทำให้อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น วัสดุนาโนจึงจัดเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติแปลกใหม่และมีประสิทธิภาพ

2.2 กระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโน

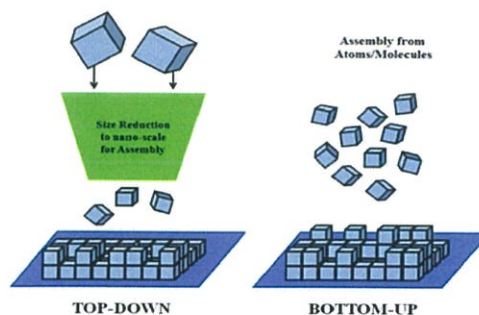
กระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนสามารถจำแนกได้ 2 กระบวนการ ซึ่งแผนภาพในการจำลองกระบวนการสังเคราะห์ทั้ง 2 แบบแสดงในรูปที่ 2.1

2.2.1 กระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่าง (Top-Down Approach)

เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนจากวัสดุที่มีขนาดใหญ่มีขนาดเล็กลงอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งเกิดมาจากการทำให้เกิดการแตกหักหรือการการลดขนาดโดยการ ตัด กัดกร่อน หรือบดจนกระทั่งวัสดุมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งกระบวนการนี้เป็นกระบวนการที่ไม่ซับซ้อนสามารถทำได้ง่าย แต่มีข้อเสียคือไม่สามารถควบคุมขนาดได้ ในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนจากบนลงล่างนี้ พลังงานที่เกิดขึ้นในระบบนั้นมีค่าสูง สารที่ได้อาจเกิดการรวมตัวขึ้นก่อนที่สารจะลดขนาดถึงระดับนาโน โดยแผนภาพจำลองของกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนจากบนลงล่างแสดงในรูป 2.1 ตัวอย่างของกระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่างที่เป็นที่นิยมคือ กระบวนการลิโทกราฟีแบบใช้แสง (Photolithography) ใช้ในการสร้างไมโครชิพในปัจจุบัน กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงด้วยลูกบด (High Energy Ball Milling Process)[7]

2.2.2 กระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบน (Bottom-Up Approach)

เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโน โดยเกิดจากการนำอะตอมหรือโมเลกุลมาจัดเรียงในตำแหน่งที่ต้องการ เป็นกระบวนการที่ค่อนข้างซับซ้อน อาจต้องใช้เครื่องมือที่ราคาแพงและยุ่งยาก แต่ให้ความแม่นยำสูงสามารถสังเคราะห์วัสดุให้มีขนาดและโครงสร้างตรงตามที่ต้องการ กระบวนการนี้เริ่มต้นจากการรวมตัวกันของอะตอมหรือโมเลกุลของสารนั้นๆ จนเกิดเป็นวัสดุที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งกระบวนการสังเคราะห์แบบล่างขึ้นบนนี้จะคล้ายๆกับกระบวนการสังเคราะห์ที่เกิดขึ้นในธรรมชาติ เช่น การเกิดหินงอกหินย้อย การเกิดผลึกน้ำแข็ง กระบวนการนี้มีข้อดีคือสามารถสังเคราะห์สารให้มีขนาดและโครงสร้างตามที่ต้องการได้อย่างแม่นยำ ตัวอย่างของกระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบนได้แก่ การสปัตเตอร์ริง (Sputtering), การตกตะกอน (Precipitation), วิธีไพโรไลซิส (Spray Pyrolysis), การทำโซลเจล (Sol-gel)[8]



รูปที่ 2.1 แผนภาพจำลองกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนแบบ Top-Down และ Bottom-Up [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

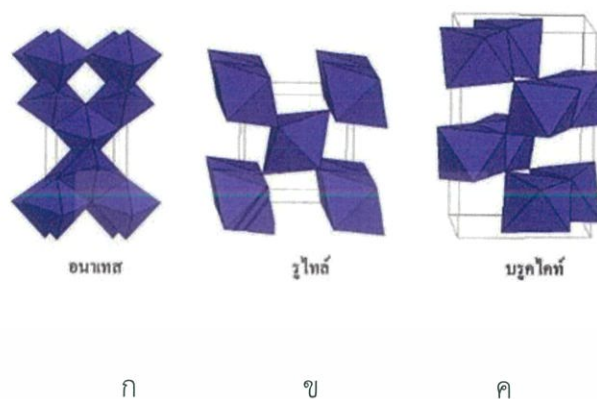
2.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์

อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นวัสดุที่สามารถนำมาสังเคราะห์ให้มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรได้โดยมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 20 นาโนเมตร เป็นออกไซด์ของโลหะไทเทเนียม มีคุณสมบัติเป็นสารประกอบกึ่งตัวนำอินทรีย์ จากรูปที่ 2.2 แสดงถึงลักษณะของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ว่ามีลักษณะเป็นผงสีขาว ไม่มีกลิ่นและไม่มีพิษ มีความเสถียรต่อความร้อนและมีความเสถียรต่อปฏิกิริยาเคมีสูง มีราคาถูก จึงเป็นสารที่นิยมนำมาใช้งานในอุตสาหกรรมเป็นอย่างมาก มีโครงสร้างหลัก 3 แบบตามที่แสดงในรูปที่ 2.3 คือ รูไทล์ (Rutile) อนาเทส (Anatase) และบรูคไคท์ (brookite) ซึ่งการที่มีโครงสร้างผลึกแตกต่างกันส่งผลให้มีคุณสมบัติแตกต่างกัน ตัวอย่างเช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทสจะแสดงสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงที่ดีจึงมักนิยมนำมาใช้ในการบำบัดน้ำเสียโดยใช้แสงกระตุ้น และโครงสร้างแบบรูไทล์มีคุณสมบัติในการหักเหแสงออกจึงมักนิยมนำมาผสมในครีมกันแดด เป็นต้น ไททาเนียมไดออกไซด์ในธรรมชาติส่วนใหญ่จะพบอยู่ในรูปของแร่อิลเมนไนต์ (ilmenite) แร่ลิวโคซีน (leucuxene) และแร่แมกเนติกลิวคูซีน (magnetic leucoxene) เป็นต้น[10]

แร่แมกเนติกลิวคูซีนเป็นแร่ที่พบได้ตอนใต้ของประเทศไทย ได้จากการถลุงทิ้งในอุตสาหกรรมถลุงแร่ดีบุก โดยจากการศึกษาพบว่าแร่แมกเนติกลิวคูซีนมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบอยู่ถึง 80% นอกจากนี้ยังมีโลหะต่างๆเป็นองค์ประกอบ ซึ่งเล็งเห็นว่าสามารถที่จะนำแร่แมกเนติกลิวคูซีนมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงได้จากสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีในองค์ประกอบและสามารถใช้สมบัติแม่เหล็กของโลหะในการแยกตัวเร่งฯ ออกมาได้หลังเสร็จสิ้นกระบวนการ



รูปที่ 2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์[11]



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ (ก) รูไทล์ (Rutile) และ (ข) อนาเทส (Anatase) (ค) บรูคโคท (Brookite) [12]

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมออกไซด์

สูตรโมเลกุล	TiO ₂
มวลโมเลกุล	79.9378 กรัมต่อโมล
ความหนาแน่น	4.23 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดเดือด	2972 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	1843 องศาเซลเซียส

ประโยชน์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรมต่างๆ

1. อุตสาหกรรมสี มักใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนผสมของสีทาบ้าน เนื่องจากเป็นสารที่มีค่าดัชนีหักเหสูง ทำให้สีมีความสว่างสดใส อีกทั้งยังช่วยให้สีมีความคงทน ป้องกันการเกิดเชื้อรา ทนต่อแสงแดดและความชื้นได้ดียิ่งขึ้น
2. อุตสาหกรรมสารเคลือบ เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติที่สามารถยับยั้งและเคลือบติดผิวได้เป็นอย่างดี จึงนิยมนำมาเคลือบผลิตภัณฑ์เพื่อให้มีความทนทานต่อการกัดกร่อน และเกิดคุณสมบัติ self-cleaning

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. อุทสาหกรรมการอิเล็กทรอนิกส์ มักใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า เพราะมีค่าคงที่ทางไฟฟ้าและค่าความต้านทานไฟฟ้าสูง และเนื่องจากเป็นสารกึ่งตัวนำผลิตกระแสไฟฟ้าจึงนิยมนำมาผลิตเป็นเซลล์แสงอาทิตย์

4. อุทสาหกรรมการเครื่องสำอางค์ ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อให้เครื่องสำอางค์สามารถยึดติดกับผิวหนังได้ดี ป้องกันเชื้อแบคทีเรียและไม่เป็นอันตรายต่อผิวหนัง และไทเทเนียมไดออกไซด์ยังนิยมใช้เป็นส่นผสมในครีมกันแดดเป็นอย่างมาก เนื่องจากคุณสมบัติที่บแสง ค่าดัชนีหักเหที่สูง ทำให้สามารถป้องกันรังสียูวีได้เป็นอย่างดี [13]

2.4 ทฤษฎีการบดเชิงกล (Ball Milling Theory)

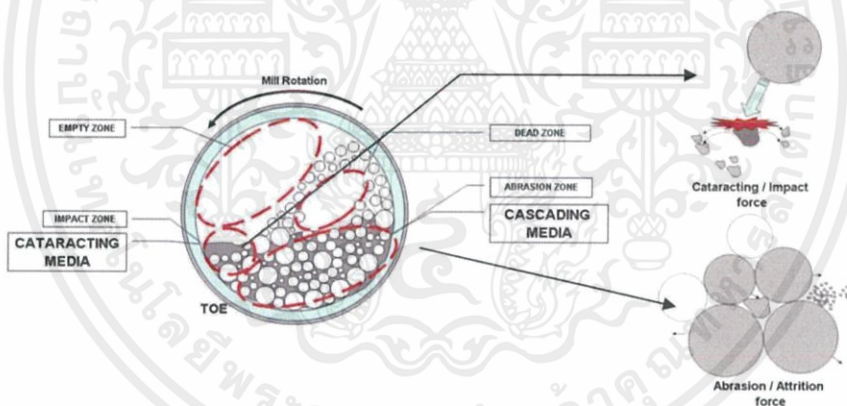
โดยทั่วไปกระบวนการบดสามารถได้ 2 ลักษณะ คือ การบดแบบเปียก (Wet grinding) และการบดแบบแห้ง (Dry grinding) ในการพิจารณาถึงประสิทธิภาพในการบดจึงจำเป็นต้องทราบ ด้วยปริมาตรทั้งหมดของหม้อบด ซึ่งสามารถใส่ลูกบดได้ประมาณร้อยละ 50 โดยภายในลูกบดนี้จะส่งผลให้เกิดช่องว่างหรือ Void Fraction โดยอัตราโม่บดประมาณร้อยละ 40 ซึ่งจะเหลือพื้นที่ในการใส่วัตถุดิบและน้ำอีกประมาณร้อยละ 30 นอกจากนี้ข้อมูลที่กล่าวมาข้างต้นนี้ ยังมีตัวแปรอีกหลายตัวต้องนำมาพิจารณาเพื่อให้เกิดการบดได้อย่างมีประสิทธิภาพ ประกอบด้วย

1. คุณสมบัติเฉพาะตัวของวัตถุดิบ (Raw Materials Characterization) เช่น แหล่งกำเนิด ขนาดและความสามารถในการแตกตัว (Source Size and grindability)
2. ความเร็วรอบ (Mill Rotational Speed)
3. ปริมาณลูกบดและการกระจายขนาดอนุภาคของลูกบด (Grinding media charging quantity and their size distribution)
4. ขนาดของวัตถุดิบต่อลูกบด (Raw Materials Size to grinding media size)
5. ค่าความหนาแน่นและความหนืดของวัตถุดิบที่ใช้ในการบดสำหรับการบดแบบเปียก (Raw materials slurry viscosity and concentration)
6. อัตราส่วนระหว่างวัตถุดิบในหม้อบด (Raw materials suspension ratio) การปรับปรุงการบดต้องพิจารณาในทุกหัวข้อประกอบกัน เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพพุดีและเหมาะสมที่สุด

หลักการทํางานของเครื่องบด High-energy ball milling[14]

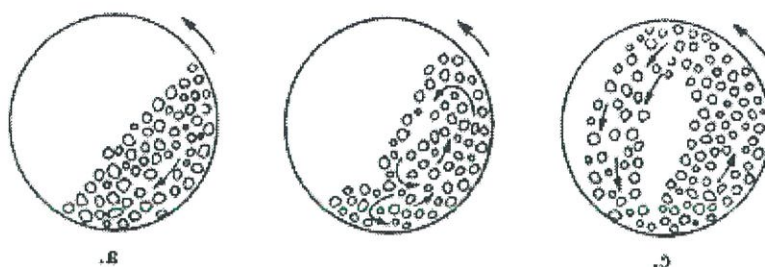
ในการทํางานของเครื่องบดเมื่อเริ่มต้นกระบวนการ ดังแสดงในรูปที่ 2.6 เมื่อหม้อบดหมุนด้วยความเร็วรอบตามที่กำหนดไว้ลูกบดจะเคลื่อนที่ด้วยแรงเหวี่ยงจนไปถึงจุดสูงสุดของหม้อบดก่อนตกลงมากระทบกับสาร ในกระบวนการบดเกิดแรงขึ้นภายในประกอบด้วย 2 แรงกระทำคือ 1) การบดที่เกิดจากการตกกระทบของลูกบด (Cataracting Media) กับวัตถุบดป้อนบริเวณ Impact Zone 2) การบดที่เกิดจากแรงขัดสีของลูกบด (Cascading Media) กับวัตถุบดป้อนบริเวณ Abrasion Zone นอกจากนี้หากปราศจากตัวแปรอื่นๆ เช่น ความเข้มข้นของ Slurry และแรงต่างๆ ที่กระทำกับลูกบดแล้ว

ในการบดครั้งหนึ่งๆ จะมีส่วนที่เป็นช่องว่างหรือ Dead Zone ซึ่งเป็นจุดที่ไม่เกิดการบดใดๆ และในส่วนของ Empty Zone จะเกิดขึ้นเอง (เมื่อพิจารณาจากความเร็วยุโรป 60-80% ของความเร็ววิกฤติ) จะมีปริมาณมากหรือน้อยนั้นก็ขึ้นอยู่กับความเร็วรอบของเครื่องบด เช่น หากให้อัตราส่วนความเร็วรอบต่อความเร็ววิกฤติ (NOP/ NC) มากขึ้นก็จะทำให้เกิด Empty Zone ได้น้อยลง เนื่องจากลูกบดสามารถวิ่งไปได้สูงกว่าเดิม ในขณะเดียวกันก็จะสามารถเพิ่ม Impact Zone ได้มากขึ้นด้วยเช่นกัน ซึ่งจะจำลองในภาพที่ 2.5



รูปที่ 2.4 ภาพแสดงกลไกการทํางานที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด

อย่างไรก็ตามวัตถุบดบางชนิดไม่ต้องการการบดแบบแรงตกกระทบ เนื่องจากในบางกรณีขึ้นอยู่กับขนาดตั้งต้นของวัตถุบดป้อนว่ามีขนาดใหญ่หรือเล็กเพียงใด ทั้งนี้วัตถุบดที่มีขนาดเล็กอาจใช้การบดด้วยแรงแบบขัดสีซึ่งจะให้ประสิทธิภาพการบดที่ดีกว่า



รูปที่ 2.5 ภาพแสดงการเคลื่อนที่ของลูกบดภายในหม้อบด

ในการเกิดการแตกตัวของอนุภาคหลังการบดประกอบกันด้วย 2 กลไกคือ Chipping และ Abrasion กล่าวคือ Chipping เป็นการบดที่ทำให้เกิดอนุภาคหยาบหลุดออกมาจากเม็ดวัตถุดิบป้อนขนาดใหญ่ แต่ Abrasion คือ การบดที่ทำให้เกิดอนุภาคเล็ก ๆ จากอนุภาคหยาบอีกต่อหนึ่งหรืออาจกล่าวรวมกันได้ว่ากระบวนการบดด้วยแรงขัดสีนั้นรวมกันเรียกว่า Attrition

6 ปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพของการบดด้วยเครื่องบด High-energy ball milling

1. คุณสมบัติเฉพาะตัวของวัตถุดิบ (Raw Materials Characterization) เช่น แหล่งกำเนิด ขนาดและความสามารถในการแตกตัว (Source Size and grindability) โดยทั่วไปหากกล่าวถึงขนาดตั้งต้นของวัตถุดิบป้อนที่ต้องการบด ควรจะมีขนาดเล็กกว่า 5 มิลลิเมตรหรือหากมีขนาดใหญ่กว่านี้ก็สามารถบดได้เช่นกัน แต่ต้องทำการปรับปรุงที่ตัวแปรอื่นๆ เช่น ขนาดของลูกบดหรือความเร็วรอบ เป็นต้น

2. ความเร็วรอบหม้อบด (Mill Rotational Speed) ในปัจจุบันสามารถปรับหาความเร็วรอบที่เหมาะสมได้ง่าย ด้วยวิธีการใช้ Variable Speed Drive เข้ามาช่วยทดสอบเพื่อหาความเร็วที่เหมาะสม ก่อนการปรับระบบเชิงกลอย่างอื่น อย่างไรก็ตามจากการศึกษาพบว่า การปรับเปลี่ยนความเร็วรอบนั้นบางครั้งก็ไม่ใช่ว่าคำตอบเดียวเสมอไปที่จะทำให้การบดเกิดประสิทธิภาพสูงสุด เนื่องจากเหตุผลทางด้านการใช้พลังงานหรืออัตราการสึกหรอของเครื่องจักรที่อาจเพิ่มขึ้น[15]

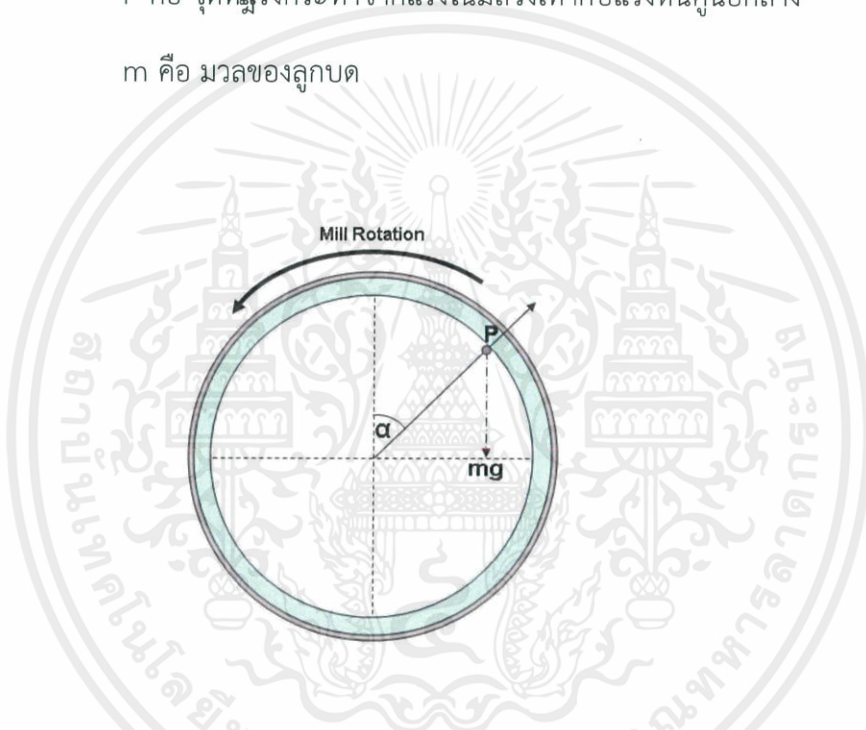
ในการคำนวณค่าความเร็ววิกฤติ ความเร็ววิกฤติหมายถึง ความเร็วรอบที่ทำให้ลูกบดถูกเหวี่ยงไปติดกับผนังตลอดเวลาแสดงในรูปที่ 2.7 ซึ่งจะทำให้ไม่เกิดการบดแบบ Cataracting/Impact Grinding หรือเกิดน้อยมาก ซึ่งสภาพนี้เกิดจากการที่ลูกบดมีความเร็วเท่ากับความเร็วหนีศูนย์กลาง หรือ Gravimetric /Centrifuging Speed ดังนั้นจะเรียกความเร็วนี้ว่า ความเร็ววิกฤติ (Critical Speed) ซึ่งสามารถคำนวณได้ดังนี้

เมื่อกำหนดให้ R คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของหม้อบด

N คือ จำนวนรอบในการหมุน

P คือ จุดที่ถูกระงะทำจากแรงโน้มถ่วงเท่ากับแรงหนีศูนย์กลาง

m คือ มวลของลูกบด



รูปที่ 2.6 ภาพแสดงแรงที่กระทำต่อการบดขณะเกิด Critical Speed

$$\text{แรงกระทำเนื่องจากแรงโน้มถ่วง } P = mg \text{ ----- (1)}$$

$$\text{แรงหนีศูนย์กลาง } F_c = mV^2/R \text{ ----- (2)}$$

เมื่อลูกบดอยู่ในสภาวะของความเร็ววิกฤติ คือ แรงหนีศูนย์กลาง เท่ากับ แรงกระทำจากแรงโน้มถ่วง

$$mV^2 = mg \cos \alpha \text{ ----- (3)}$$

$$\text{ดังนั้น } V = 2\pi RN / 60 \text{ (m. /sec.) ----- (4)}$$

แทนค่า (4) ลงในสมการที่ (3) จะได้ความสัมพันธ์

$$\cos \alpha = 4\pi^2 N^2 R / 60^2 g \text{ ----- (5)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการที่ (5) สามารถหาค่าคงที่ได้ $\cos\alpha = 0.0011 N^2 R$ ----- (6)

แต่เนื่องจากลูกบดก็มีรัศมีด้วยเช่นกันดังนั้นจึงต้องนำรัศมีของลูกบดมาคิดด้วยและเพื่อให้ง่ายต่อการคำนวณจึงคิดค่า R จากเส้นผ่าศูนย์กลาง คือ $R = D/2$

แทนค่า $\cos\alpha = 0.0011 N^2 (D-d)$ ----- (7)

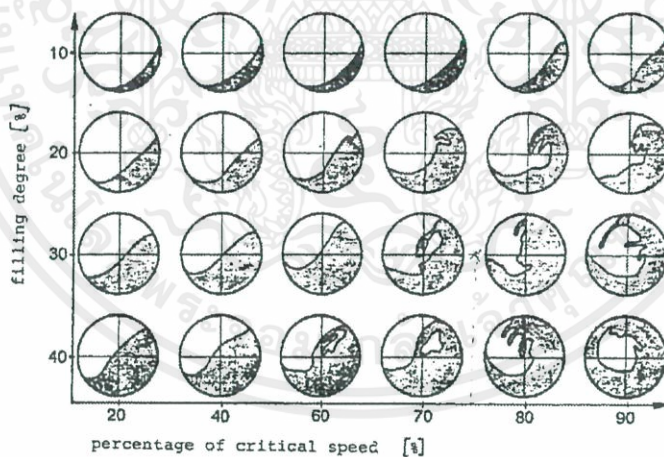
เมื่อ D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของหม้อบด

d คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของลูกบด

ที่จุดความเร็ววิกฤต คือ ความเร็วที่ทำให้ลูกบดติดผนังตลอดนั้นคือมุม $= 0\alpha$ หรือ $\cos = 1\alpha$ และ $N = N_c$ ดังนั้นเมื่อแทนค่าต่างๆลงในสมการที่ (7) จะได้สมการความเร็ววิกฤตดังนี้

$$\text{ความเร็ววิกฤต } (N_c) = 42.3 / (D-d)^{1/2} \text{ ----- (8)}$$

ในทางปฏิบัติแล้วความเร็วของหม้อบด N_{op} จะอยู่ในช่วง 65 – 80 % N_c ทั้งนี้ก็เป็นเพราะว่าผลของ Filling Degree, f หมายถึงปริมาตรของลูกบดต่อปริมาตรของหม้อบด ซึ่งอัตราส่วนดังกล่าวจะส่งผลต่อกำลังงานของมอเตอร์ขับ โดยมอเตอร์จะมีแรงขับเต็มประสิทธิภาพที่ f เท่ากับ 40-45 %



รูปที่ 2.7 ภาพแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง f และความเร็ววิกฤต (N_c)[16]

2.5 กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงด้วยลูกบด (High-Energy Ball Milling Process)

เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนแบบบนลงล่าง โดยอาศัยการกระแทก แรงเหวี่ยง และแรงอัดที่เกิดขึ้นจากการทำอันตรกิริยาต่อกันระหว่างลูกบดกับสารนอกจากนี้ยังอาศัยการหมุนของหม้อบดโดยมีลูกบดและสารอยู่ภายใน ทำให้สารให้มีขนาดเล็กลงโดยอาศัยแรงกลดังกล่าวที่เกิดขึ้น ทำให้อนุภาคของสารเกิดการแตกหักหรือลดขนาดจนมีขนาดเล็กลง ในกระบวนการบดสามารถแบ่งประเภทการบดได้เป็น 2 ประเภทตามสถานะของสารแบ่งได้เป็น 1) กระบวนการบดแห้ง เป็นกระบวนการที่ทำได้ง่ายโดยใส่เพียงลูกบดและสารที่ต้องการบดลงไปในหม้อบด และเมื่อกระบวนการเสร็จสิ้นจะสามารถแยกสารและลูกบดออกจากกันได้ง่ายโดยการเทสารและลูกบดลงบนตะแกรงร่อนพร้อมเขย่าเพื่อแยกสารและลูกบดออกจากกัน แต่กระบวนการนี้มีข้อเสียคืออาจมีสารตกค้างหรือการบดอาจจะยังไม่ทั่วถึงในบริเวณจุดอับของหม้อบด 2) กระบวนการบดเปียก เป็นกระบวนการบดที่ผสมของเหลวลงไปบดร่วมกับสารและลูกบด ซึ่งของเหลวจะทำหน้าที่เป็นตัวช่วยในการพาสารให้เกิดการกระจายตัวได้ดีขึ้นและมีความสม่ำเสมอทำให้สามารถบดได้อย่างทั่วถึงกว่าการบดแบบแห้ง แต่ก็มีข้อเสียของกระบวนการบดเปียกก็คือ เสียเวลาในการแยกเอาสารออกจากของเหลวและลูกบดเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ ซึ่งสามารถทำได้โดยกรองเอาของเหลวและสารออกจากลูกบดพร้อมล้างลูกบดให้สะอาด จากนั้นนำสารที่อยู่ในของเหลวไปทำการอบในเตาอบให้แห้ง เพื่อให้ได้สารที่อยู่ในรูปของแข็งออกมาถือเป็นการเสร็จสิ้นกระบวนการ นอกจากนี้ยังสามารถจำแนกการการบดได้จากทิศทางในการหมุนเหวี่ยงของหม้อบดจำแนกได้เป็น 2 ชนิดคือ 1) หม้อบดหมุนตามแนวตั้ง ลูกบดและสารจะถูกกมุนเหวี่ยงทำให้ลูกเคลื่อนที่ตามรอบเส้นผ่าศูนย์กลางของหม้อบด แล้วเกิดแรงเฉือนระหว่างลูกบดกับสาร 2) หม้อบดหมุนตามแนวนอน ส่งผลให้เมื่อหม้อบดเกิดการหมุน ลูกบดจะเริ่มเคลื่อนที่ขึ้นด้วยแรงหนีศูนย์กลางไปยังจุดสูงสุดของหม้อบดจนถึงระยะหนึ่งแล้วจึงตกลงมากระทบกับสารจึงเกิดแรงกระแทกเกิดขึ้น

อย่างไรก็ตามในกระบวนการบดนั้นอาจมีปัจจัยอื่นที่ส่งผลกับการบดตัวอย่าง[17] เช่น 1) ปริมาณของลูกบดกับสารในหม้อบด สารที่ใส่ไม่ควรมากเกินไปเพราะอาจทำให้การเคลื่อนที่ของลูกบดถูกจำกัดหรือเคลื่อนที่ไปไม่ถึงจุดสูงสุดของหม้อบดก่อนตกกลับลงมาทำให้ประสิทธิภาพในการกระแทกลดลง 2) ความเร็วรอบในการบด ถ้าบดด้วยความเร็วรอบที่มากเกินไปทำให้เกิดความร้อนในระบบ พลังงานสูงเกินไป อาจทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงได้ 3) เวลาในการบด ถ้าบดนานเกินไปอาจทำให้อนุภาคกลับมารวมตัวเกาะกลุ่มกันได้อีกเนื่องจากอนุภาคที่มีขนาดเล็กนั้นจะมีพลังงานพื้นผิวสูงเมื่อให้พลังงานกับระบบเข้าไปอีกจะการรวมตัวกันของอนุภาคจะช่วยลดพลังงานพื้นผิว ทำให้สารมีความเสถียรมากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 เครื่อง High energy ball milling

ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการบดเชิงกล

1. ความเร็วรอบที่ใช้ในการบด
2. ปริมาณของลูกบด
3. ขนาดของลูกบด
4. เวลาที่ใช้ในการบด
5. อัตราส่วนลูกบดกับปริมาณของสารที่ใช้ในการบด
6. อัตราส่วนระหว่างลูกบดและปริมาณสาร
7. ของเหลวที่ใช้ในกระบวนการบดแบบเปียก (ความหนืดของของเหลว)
8. ชนิดของหม้อบดและลูกบด

ข้อดีของกระบวนการบดด้วย high energy ball mill

1. กระบวนการไม่ยุ่งยากซับซ้อน
2. สามารถทำได้ปริมาณมากๆ
3. สามารถนำมาใช้ในการสังเคราะห์วัสดุประกอบ (composite)

ข้อเสียของกระบวนการบดด้วย high energy ball mill

1. ลูกบดยากต่อการทำความสะอาด ถ้าไม่สะอาดอาจเกิดสารปนเปื้อนได้
2. เกิดความร้อนในระบบเนื่องมาจากการบดที่ใช้พลังงานสูง
3. เป็นมลภาวะทางเสียง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 กระบวนการชะล้างสารเจือปน

เป็นกระบวนการคัดกรองสารที่อยู่ในรูปของแข็งโดยการละลายลงในสารละลาย[18] เช่น การแยกโลหะออกจากแร่โดยใช้กรดการชะล้างเป็นกระบวนการสกัดสารจากของแข็งโดยการละลายในของเหลวทั้งจากธรรมชาติหรือผ่านกรรมวิธีทางอุตสาหกรรม ในอุตสาหกรรมแปรรูปเคมีการชะล้างมีความหลากหลายของการใช้งานเชิงพาณิชย์ตัวอย่างเช่น การแยกโลหะจากแร่โดยใช้กรด และน้ำตาลจากหัวบีบน้ำตาลโดยใช้น้ำร้อน

ในปฏิบัติการการชะล้างโดยทั่วไปส่วนผสมที่เป็นของแข็งที่แยกออกจากกัน ในกระบวนการประกอบด้วย อนุภาคของสารแขวนลอยที่ไม่ละลายอินทรีย์และสารละลาย B. ตัวทำละลาย C จะถูกเติมเข้าไปในส่วนผสมเพื่อละลาย B. สารละลายล้นจากขั้นตอนไม่เป็นของแข็งและประกอบด้วย ของตัวทำละลายเพียงอย่างเดียวและละลาย B. ประกอบด้วยของเหลวของของเหลวที่มีองค์ประกอบคล้ายกันในของเหลวล้นและผู้ให้บริการที่เป็นของแข็ง A. ในสถานะสมดุลที่เหมาะสมในการชะล้าง ตัวทำละลายทั้งหมดจะถูกละลายโดยตัวทำละลาย ไม่มีผู้ให้บริการจะถูกยุบ อัตราส่วนมวลของของแข็งกับของเหลวใน underflow ขึ้นอยู่กับชนิดของอุปกรณ์ที่ใช้และคุณสมบัติของทั้งสองเฟส การชะล้างเป็นกระบวนการที่สารปนเปื้อนอินทรีย์สารอินทรีย์หรือ radionuclides ถูกปล่อยออกมาจากเฟสของแข็งลงในเฟสน้ำภายใต้อิทธิพลของการละลายและการปลดปล่อยกระบวนการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่ได้รับผลกระทบจาก pH สารรีดอกซ์สารอินทรีย์ที่ละลายและกิจกรรมทางจุลชีววิทยา กระบวนการนี้เป็นสากลเนื่องจากวัสดุใด ๆ ที่สัมผัสกับน้ำจะกรององค์ประกอบจากพื้นผิวหรือภายในของมันขึ้นอยู่กับความพรุนของวัสดุที่พิจารณา

2.7 ปฏิริยาโฟโตคะตะไลติก

ปฏิริยาที่ใช้แสงเป็นตัวเร่งให้เกิดปฏิริยาที่เร็วยิ่งขึ้นโดยที่ตัวเร่งปฏิริยาที่ใส่เข้าไปไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงตัวเองเมื่อสิ้นสุดกระบวนการ[18] ตัวเร่งปฏิริยาด้วยแสงที่ใช้ส่วนใหญ่มีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ตัวอย่างเช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เป็นต้น เนื่องจากมีระยะห่างระหว่างแถบวาเลนซ์ (Valence band: VB) และแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band: CB) หรือที่เรียกระยะห่างนี้กันว่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap: Eg) มีระยะห่างค่อนข้างมาก ดังนั้นอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงขึ้นไปที่ระดับแถบนำไฟฟ้ามีโอกาสตกกลับลงมาที่ระดับวาเลนซ์ยากกว่าในโลหะทรานซิชันที่มีระยะแถบช่องว่างพลังงานค่อนข้างแคบหรืออาจจะไม่มีเลยส่งผลให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิริยาลดลง จึงไม่นิยมใช้โลหะมาทำเป็นตัวเร่งปฏิริยาโฟโตคะตะไลติก สารกึ่งตัวนำที่นิยมนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิริยาด้วยแสงมากที่สุดคือไทเทเนียมไดออกไซด์เนื่องจากมีมีเสถียรสูง ราคาถูก ไม่เป็นพิษและเป็นตัวเร่งปฏิริยาที่มีความสามารถในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อได้รับแสง หรือพลังงานโฟตอน (Photon energy) ที่มากพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกขึ้นได้ โดยจะเรียกพลังงานตัวนี้ว่าพลังงานกระตุ้น (Activation energy) สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \text{----- (9)}$$

เมื่อ E คือ พลังงานของโฟตอน (Photon energy) (จูล)

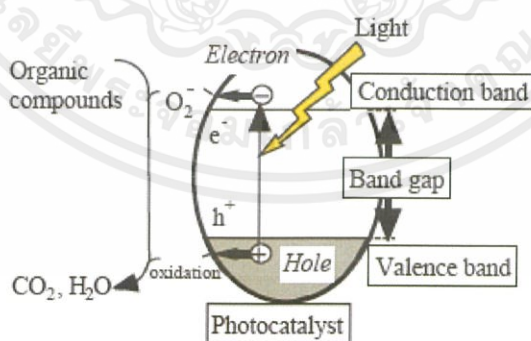
h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck's constant) = 6.625×10^{-34} จูล-วินาที

ν คือ ความถี่ (เฮิร์ตซ หรือวินาที⁻¹)

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

λ คือ ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)

จากรูปที่ 2.9 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกเกิดขึ้นโดยตัวเร่งถูกกระตุ้นด้วยแสงจะเกิดปฏิกิริยาโดยปล่อยประจุลบออกมาทำอันตรกิริยากับออกซิเจน (O_2) ในอากาศกลายเป็น “ซูเปอร์ออกไซด์ (O_2^-)” ซึ่งจะเหลือประจุบวกอยู่บนผิวของตัวเร่ง จะไปดึงประจุลบของน้ำ (H_2O) ในอากาศเพื่อรักษาความสมดุลซึ่งเป็นผลทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาดำรงด้วยแสงจะไม่สลายไปเมื่อปฏิกิริยาเสร็จสมบูรณ์ น้ำในอากาศที่เสียประจุลบไปจะกลายเป็น “ไฮดรอกซิลเรดิคัล (Hydroxyl Radicol : OH^\cdot)” ซึ่งทั้ง “ซูเปอร์ออกไซด์ (O_2^-)” และ “ไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\cdot)” มีคุณสมบัติเป็นตัวออกซิไดส์ที่ดีช่วยในการการย่อยสลายสารอินทรีย์ต่างๆรวมถึงพันธะไฮโดรคาร์บอนให้เกิดการสลายตัวได้[19]



รูปที่ 2.9 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก[19]

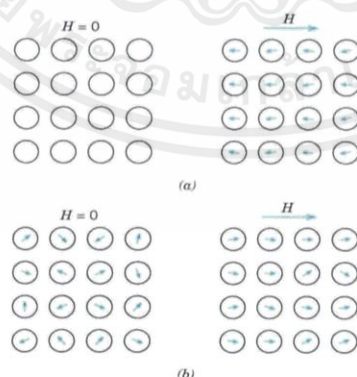
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.8 คุณสมบัติของแม่เหล็ก

ในการจำแนกประเภทของวัสดุแม่เหล็กสามารถจำแนกได้ตามความไวต่อสนามแม่เหล็กภายนอก โดยสามารถแบ่งได้เป็นดังนี้[20]

1. Diamagnetism เป็นคุณสมบัติของแม่เหล็กที่อ่อนแอที่สุด ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปแบบที่ไม่ถาวร (nonpermanent) หรือถาวร (permanent) ในกรณีที่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมากกระทำต่ออะตอมของวัสดุ จะทำให้อิเล็กตรอนที่หมุนรอบนิวเคลียสของอะตอมเกิดการเสียดสมดุเล็กน้อย ซึ่งเป็นผลทำให้เกิดขั้วแม่เหล็กเล็กๆขึ้นในอะตอมดังแสดงในรูป 2.10(a) ซึ่งค่าของ magnetic moment มีค่าน้อยมากและอยู่ในทิศทางที่ตรงกันข้ามกับสนามแม่เหล็กภายนอก จึงมีผลทำให้เกิดผลของแม่เหล็กในทางลบซึ่งเรียกว่า diamagnetism โดยค่า ของ volume susceptibility, χ_m มีค่าน้อยมากประมาณ -10^{-5}

2. Paramagnetism เป็นวัสดุสามารถแสดง magnetic susceptibility ในเชิงบวกเล็กน้อยเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก จะเรียกว่า paramagnetism ซึ่งสภาวะแม่เหล็กนี้จะหายไปเมื่อวัสดุนั้นถูกนำออกจากสนามแม่เหล็ก วัสดุที่มีสภาวะแม่เหล็กแบบ paramagnetism นี้มักมีค่าความไวต่อสนามแม่เหล็กอยู่ในช่วง $10^{-6} - 10^{-2}$ ซึ่งสภาวะแม่เหล็กแบบนี้จะเกิดได้ เนื่องจากการเรียงตัวของ magnetic dipole moment ของอะตอมเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก ทิศทางการเรียงตัวจะเกิดความไม่เป็นระเบียบมากดังแสดงในรูป 2.10 (b) ขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเป็นผลทำให้สภาวะแม่เหล็กแบบ paramagnetism นี้ลดลง

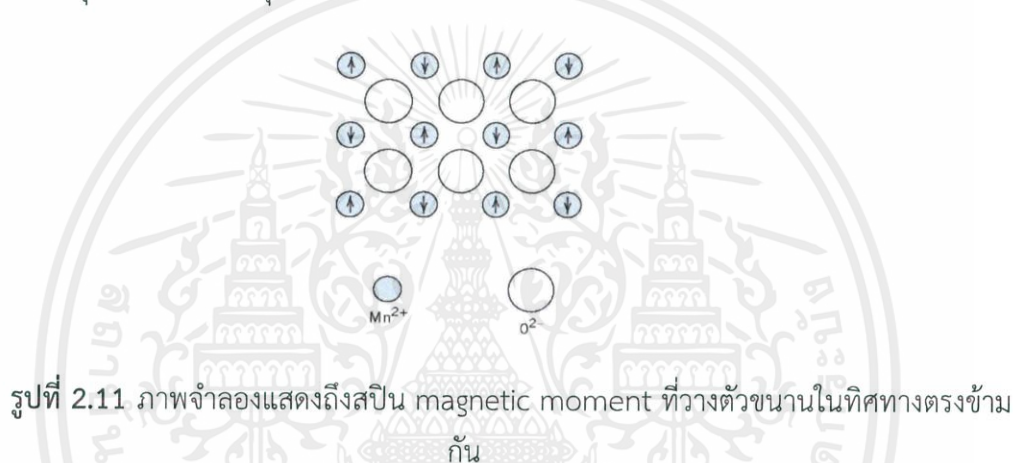


รูปที่ 2.10 (a) ข่ายจำลองการประพฤติตัวของไดโพลของแม่ไดอามกเนติกเมื่อมีและไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมา (b)จำลองการประพฤติตัวของไดโพลของพาราแมกเนติกเมื่อมีและไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมากกระทำ

3. Ferromagnetic เป็นสภาวะแม่เหล็กที่สามารถคงอยู่ได้ แม้ว่าจะไม่มีสนามแม่เหล็กหรือทำให้หมดสภาพไปได้ตามต้องการ สภาวะแม่เหล็กแบบนี้จึงมีความสำคัญต่องานด้านวิศวกรรม วัสดุที่สามารถแสดงสภาวะแม่เหล็กแบบนี้ได้ เช่น โคบอลต์ นิกเกิล และธาตุจำพวก rare earth เช่น gadolinium (Gd) เป็นต้น มีค่า magnetic susceptibility มีค่าสูงถึง 10^6 และใน ferromagnetism ค่า $H \ll M$ ดังนั้นสามารถเขียนสมการได้ดังนี้

$$B = \mu_0 M \text{-----} (10)$$

4. Antiferromagnetic เป็นสภาวะแม่เหล็กที่ magnetic dipoles ของอะตอมของวัสดุจะเรียงตัวในทิศทางที่ตรงข้ามกันเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็กดังรูปที่ 2.11 ซึ่ง Manganese Oxide (MnO) เป็นหนึ่งใน วัสดุเซรามิกที่แสดงคุณสมบัติเช่นนี้

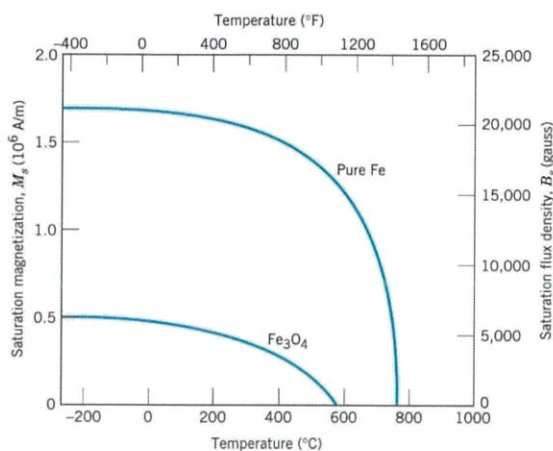


5. Ferrimagnetic วัสดุเซรามิกบางชนิดจะประกอบไปด้วยไอออนต่างชนิดกันซึ่งมี magnetic moment น้อยแตกต่างกัน ดังนั้น เมื่อ magnetic moment เหล่านั้นมีการจัดเรียงตัวในทิศทางตรงข้ามกัน magnetic moment เหล่านั้นจะไม่หักล้างกันหมด แต่จะยังคงมีค่า magnetic moment สุทธิในทิศทางหนึ่ง จึงทำให้วัสดุเหล่านี้ สามารถแสดงสมบัติสภาวะแม่เหล็กได้ เราเรียกวัสดุเหล่านี้ว่า cubic ferrite เช่น Magnetite (Fe_3O_4)

ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติความเป็นแม่เหล็ก

อุณหภูมิมิผลโดยตรงต่อคุณสมบัติทางแม่เหล็ก เช่น การเพิ่มอุณหภูมิ ที่สูงขึ้นทำให้เกิดการสั่นสะเทือนของอะตอม ที่อุณหภูมิสูงกว่า 0 K พลังงานความร้อนจะเป็นสาเหตุทำให้วัสดุจำพวก ferromagnetic มีการจัดเรียงตัวของไดโพลเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม โดยถ้าอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิ Curie, T_c ก็จะมีผลทำให้สภาวะแม่เหล็กหมดสภาพไปอย่างสิ้นเชิงตามแนวโน้มในรูปที่ 2.12 และจะเปลี่ยนสภาพกลายเป็น paramagnetism แทน แต่เมื่ออุณหภูมิลดลงต่ำกว่าอุณหภูมิ Curie ตัว magnetic domains จะเรียงตัวใหม่ และกลับมาเป็นสภาวะแม่เหล็กอีกครั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

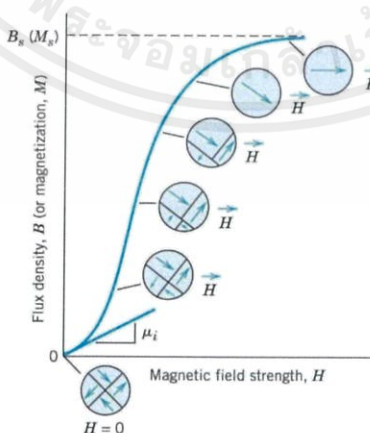


รูปที่ 2.12 กราฟแสดงความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวที่อุณหภูมิต่างๆของเหล็กและแมกนีไตต์

Domain and Hysteresis

สำหรับวัสดุ ferromagnetic หรือ ferrimagnetic ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิ curie นั้น magnetic dipole moment จะมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและมีทิศทางที่ขนานกันในบริเวณเล็กๆหนึ่งเรียกว่า magnetic domains ในบางครั้งวัสดุนั้นอาจจะยังไม่สามารถแสดงสภาพแม่เหล็กได้ เนื่องจากแต่ละ domains ยังมีการจัดเรียงตัวในทิศทางที่ไม่เป็นระเบียบทำให้ผลรวมสุทธิของ magnetic moment ของวัสดุทั้งชิ้นมีค่าน้อยหรือเป็นศูนย์

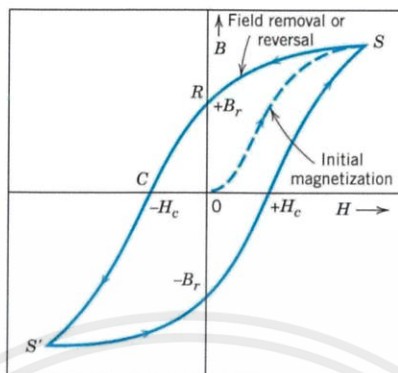
จากรูปที่ 2.13 เมื่อใส่สนามแม่เหล็กภายนอกเข้าไป magnetic domains จะพยายามจัดเรียงตัวไปในทิศทางเดียวกันกับสนามแม่เหล็กภายนอกได้โดยการเคลื่อนที่และการหมุนของผนัง domains



รูปที่ 2.13 ภาพแสดงความเป็นแม่เหล็กเมื่อในสนามแม่เหล็กภายนอกจากเริ่มต้นจนถึงจุดอิมิตัวของสภาพแม่เหล็กของ ferromagnetic และ ferrimagnetic

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Hysteresis



จากรูปข้างต้นเมื่อใส่สนามแม่เหล็กเข้าไปในโลหะจำพวก ferromagnetic เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า magnetic induction เพิ่มขึ้น (ตามเส้นโค้ง O -S) จนกระทั่งจนถึงจุดอิ่มตัวที่จุด S และเมื่อลดสนามแม่เหล็กภายนอกจนถึงศูนย์ เส้นโค้งตามปริมาณ magnetic induction จะไม่กลับมาในแนวเส้นโค้งเดิม แต่จะเปลี่ยนแปลงไปตามเส้นโค้ง S -R ซึ่งสังเกตได้ว่า โลหะจะยังคงแสดงสภาวะแม่เหล็กอยู่แม้จะเอาสนามแม่เหล็ก ภายนอกออกก็ตาม โดยแสดงค่า magnetic induction เท่ากับ B_r ที่จุด R จึงถูก เรียกว่า remanent induction ซึ่งค่า magnetic induction ของโลหะจะลดลงเป็นศูนย์หรือหมดสภาวะแม่เหล็กอีกครั้ง

เมื่อใส่สนามแม่เหล็กในทิศทางตรงกันข้ามในปริมาณความเข้มเท่ากับ H_c ที่จุด C ซึ่งเรียกว่า coercive force ถ้าให้สนามแม่เหล็กกลับทิศหรือติดลบมากขึ้น ก็จะทำให้ โลหะมีค่า magnetic induction เพิ่มขึ้นตามเส้นโค้ง C - S' ใน ทิศทางตรงกันข้ามจากเดิมซึ่งการได้ loop ที่สมบูรณ์ 1 รอบ เรียกว่า hysteresis

2.9 การวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึน

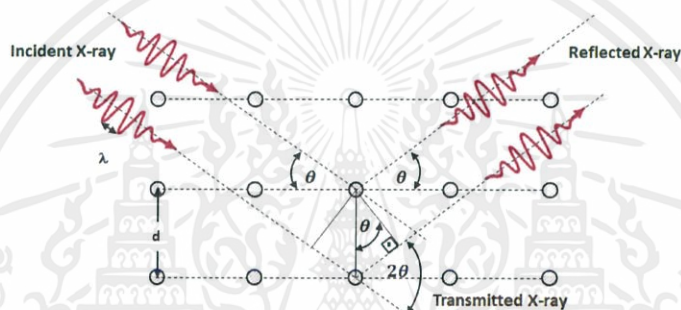
2.9.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

(X-ray diffraction : XRD)

ในวัสดุจำพวกของแข็งแต่ละชนิดจะมีรูปร่างและโครงสร้างผลึกที่เฉพาะตัว และในวัสดุที่มีสูตรโครงสร้างทางเคมีเหมือนกันอาจมีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันและนอกจากนี้ยังสามารถนำมาใช้จำแนกชนิดของสารได้อีกด้วย เครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์ (XRD) เป็นเทคนิคที่นำมาตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึก องค์ประกอบ และการจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารตัวอย่างและสามารถบ่งบอกได้ว่าได้ว่าเป็นแบบใด โดยอาศัยหลักการเอกสารถูกส่งผ่านไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอญาตให้เนาไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์ที่เมื่อรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการเลี้ยวเบนเนื่องจากความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับอะตอมและขนาดของระยะห่างระหว่างระนาบในผลึกหรือในระดับอั้งstrom ดังนั้นเมื่อลำรังสีเอ็กซ์ถูกยิงเข้าไปในวัสดุจึงมีโอกาสเกิดการเลี้ยวเบนได้ ส่งผลให้รังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบที่ระนาบที่ต่างกันจะเกิดความแตกต่างของระยะทางเดินของแสง (Optical path difference)

ซึ่งสามารถนำมาคำนวณกับสมการของแบร็ก (Bragg's Law) แล้วเขียนเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของสัญญาณกับมุมเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ได้เป็นกราฟแสดงลักษณะจำเพาะของวัสดุต่างๆ จึงนำข้อมูลของลักษณะกราฟที่ได้มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดจากองค์กร Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDs) จะทำให้เราว่าโครงสร้างผลึกของวัสดุที่เราทำการวัดนั้นมีการจัดเรียงตัวเป็นแบบใด [21]



รูปที่ 2.14 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในโครงสร้างผลึก [22]

จากรูปที่ 2.6 สามารถคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างผลึกได้จากสมการของแบร็ก (Bragg's Law)

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad \text{----- (11)}$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างผลึก

θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนระหว่างรังสีกับวัสดุ

n คือ ลำดับของการสะท้อน

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

จากกราฟของ XRD สามารถคำนวณหาขนาดของโครงสร้างผลึกได้จากสมการของเซอร์เรอร์ (Scherrer equation)

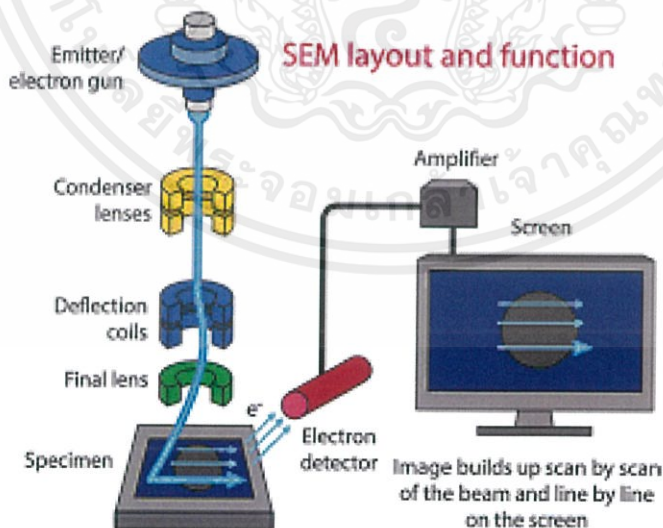
$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad \text{----- (12)}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เมื่อ D คือ ขนาดของผลึก
 k คือ ค่าคงที่เซอรัเรอร์มีค่าประมาณ 0.9
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์
 β คือ ค่าความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค full width at half the maximum (FWHM)
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

2.9.2 การวิเคราะห์ลักษณะพัวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy)

ในการตรวจดูโครงสร้างของวัสดุที่มีขนาดเล็กยากต่อการมองเห็นด้วยตาเปล่านิยมใช้กล้องจุลทรรศน์เพื่อใช้ในการขยายดูภาพ แต่เมื่อพูดถึงวัสดุนาโนที่มีขนาดเล็กมากๆ จำเป็นต้องใช้เครื่องมือที่มีกำลังขยายสูงมากๆ ในที่นี้จะกล่าวถึงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดซึ่งเป็นเครื่องมือที่มีกำลังขยายสูง ภาพที่ได้จะเป็นภาพ 3 มิติ โดยเครื่องจะทำการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนออกมาจากผิวหน้าของวัสดุ จะมีเซนเซอร์ตรวจจับอิเล็กตรอนที่สะท้อนออกมาแล้วประมวลเป็นภาพมิกน้ามาศึกษาโครงสร้างสัณฐานของพื้นผิววัสดุซึ่งพื้นผิวของวัสดุต้องมีคุณสมบัตินำไฟฟ้าได้ ในกรณีที่วัสดุนั้นไม่นำไฟฟ้าสามารถนำไปเคลือบด้วยอนุภาคทองด้วยกระบวนการสปัตเตอร์ริงเพื่อทำให้พื้นผิวมีคุณสมบัตินำไฟฟ้าได้[23]



รูปที่ 2.15 ส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [24]

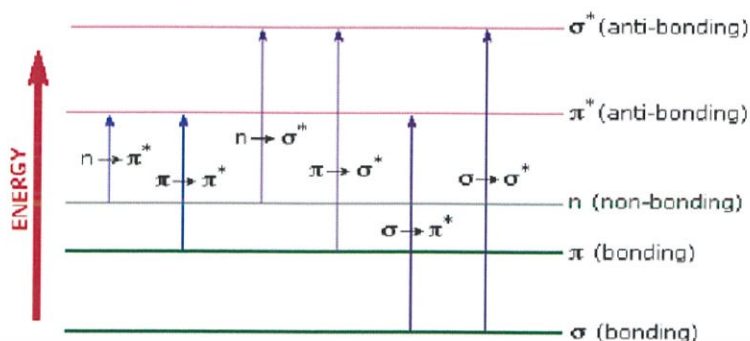
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.15 แสดงหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดโดยเริ่มจากส่วนของ Electron Gun เป็นแหล่งผลิตอิเล็กตรอน โดยอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ออกมาด้วยความเร่งจากสนามไฟฟ้าแล้วเคลื่อนที่ผ่านเลนส์ (Condense lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอนโดยเราสามารถปรับขนาดของลำอิเล็กตรอนได้ถ้าต้องการให้ภาพมีความคมชัดสูงต้องปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่าน objective lens ที่มีหน้าที่ในการปรับระยะโฟกัสให้ลำอิเล็กตรอนไปตกลงบนผิวของวัสดุ อิเล็กตรอนที่ถูกกราดลงบนผิววัสดุจะเกิดการสะท้อนออกมาเกิดเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ซึ่งจะถูกแปลงไปเป็นสัญญาณโดยมี detector นำไปสร้างเป็นภาพโครงสร้างสามมิติ[25]

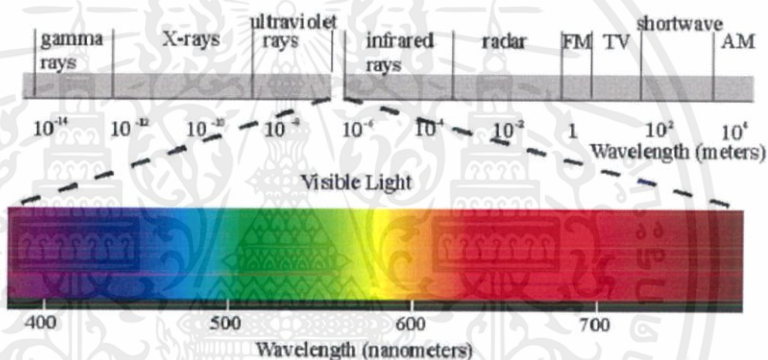
2.9.3 การวิเคราะห์การย่อยสลายสีย้อมด้วยเทคนิคการวัดสเปกตรัมของแสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงย่านการมองเห็น (UV-visible Spectroscopy)

UV-visible Spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่า intensity ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ถูกดูดกลืนหรือทะลุผ่าน โดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือในระบบปิดเพื่อป้องกันแสงจากภายนอกเข้ามารบกวน โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่างซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และสารประกอบเชิงซ้อนที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงรังสียูวีหรือแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า

เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ นอกจากนี้การวิเคราะห์โดยใช้ UV-Visible spectrophotometer การวิเคราะห์โดยใช้ UV-Visible spectrophotometer จะอาศัยหลักการพื้นฐาน คือเมื่อโมเลกุลได้รับพลังงานคลื่นแสงในช่วง UV-Visible อิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโมเลกุล จะถูกกระตุ้นให้มีระดับพลังงานที่สูงขึ้น[26]



ที่ 2.16 ระดับพลังงานเมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโมเลกุลถูกกระตุ้นเมื่อได้ รับพลังงานคลื่นแสงในช่วง UV-Visible[27]



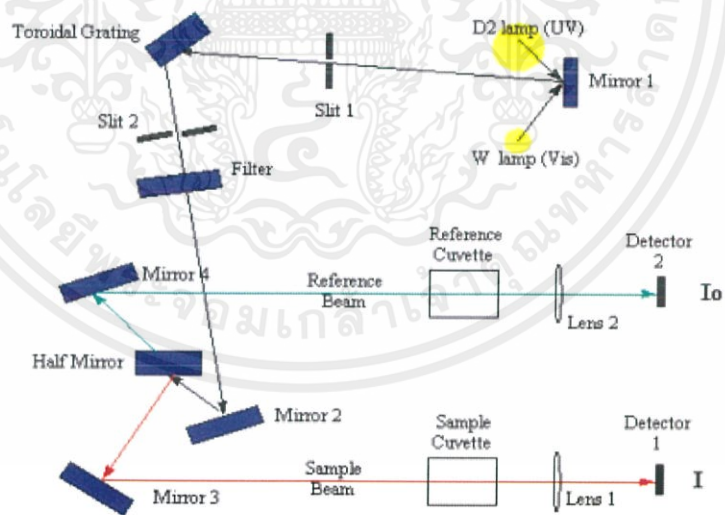
รูปที่ 2.17 ช่วงความยาวคลื่นของ electromagnetic spectrum[28]

เมื่อโมเลกุลของสารตัวอย่างได้รับพลังงานในช่วงคลื่นแสงที่สัมพันธ์กับ electronic transition ของ อิเล็กตรอนภายในโมเลกุล พลังงานจะถูกดูดกลืนและอิเล็กตรอนที่อยู่ภายในโมเลกุล จะมี higher energy orbital เครื่อง spectrophotometer จะทำการบันทึกความยาวคลื่นที่เกิด การดูดกลืนแสงและ ปริมาณการดูดกลืนแสงในแต่ละความยาวคลื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 ตารางความสัมพันธ์ของสีและการดูดกลืนแสง

Wavelength of absorbance (nm)	Color Absorbed	Color Remaining
380-420	Violet	Green-yellow
420-440	Violet-blue	Yellow
440-470	Blue	Orange
470-500	Blue-green	Red
500-520	Green	Purple
520-550	Yellow-green	Violet
550-580	Yellow	Violet-blue
580-620	Orange	Blue
620-680	Red	Blue-green
680-780	purple	green



รูปที่ 2.18 องค์ประกอบภายในของเครื่อง UV-Visible spectrophotometer[29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพที่ 2.18 แสดงไดอะแกรมของ optical system ภายในเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ซึ่งประกอบด้วยแหล่งกำเนิดแสง 2 ชนิดคือ Deuterium (D2) lamp ซึ่งให้คลื่นแสงในช่วง UV และ Tungsten (W) lamp ซึ่งให้คลื่นแสงในช่วง visible หลักการทำงานคือ เมื่อแสงจากแหล่งกำเนิดแสงตกกระทบบนที่ mirror1 ลำแสงจะผ่านไปยัง slit และไปตกกระทบบนที่ diffraction grating ซึ่งอุปกรณ์ชนิดนี้สามารถหมุนเพื่อเลือกความยาวคลื่นแสงที่เฉพาะเจาะจงได้ หลังจากนั้น monochromatic light (แสงซึ่งมีความยาวคลื่นเดียว) จะผ่านไปยัง slit และ filter จะทำหน้าที่ในการกรองแสงที่รบกวนออก หลังจากนั้นจากนั้นลำแสงจะตกกระทบบน mirror 2 ก่อนที่จะสะท้อนและแบ่งออกเป็นสองส่วนโดย half mirror โดยครึ่งหนึ่งของลำแสงจะสะท้อนจะผ่านไปยัง reference cuvette

เครื่อง UV-Vis spectrophotometer สามารถแบ่งได้เป็น 2 ระบบ คือ แบบลำแสงเดี่ยว และแบบลำแสงคู่ ในส่วนของเครื่องแบบ ลำแสงเดี่ยวเป็นเครื่องที่ใช้ลำแสงเดี่ยวจากแหล่งกำเนิดผ่านไปยังตัวอย่าง ซึ่งจะมีความไม่ยุ่งยาก ใช้งานง่ายและมีราคาไม่แพงมาก ในส่วนของเครื่องแบบลำแสงคู่ นั้น แสงจะถูกแยกออกเป็น 2 ลำ ก่อนที่จะไปตกลงบนตัวอย่าง โดยแสงลำหนึ่งจะใช้เป็นลำแสงอ้างอิง ขณะที่อีกลำจะผ่านไปยังตัวอย่าง เครื่องมือที่เป็นแบบลำแสงคู่บางรุ่นจะมีเครื่องตรวจวัด 2 ตัว เพื่อที่จะตรวจวัดแสงอ้างอิงและแสงที่มาจากตัวอย่างได้พร้อมกัน แต่ใน บางรุ่น จะมี เครื่องตรวจวัดเพียงตัวเดียว โดยแสงทั้งสองลำจะผ่านตัว beam chopper ซึ่งจะทำหน้าที่ที่กักแสงลำหนึ่งไว้ในช่วงระยะเวลาหนึ่งเครื่องตรวจวัดจึงสามารถ ตรวจวัดความแตกต่างของแสงทั้งสองลำ[30]

2.9.4 การตรวจวัดปริมาณความเข้มแสงที่สะท้อนออกจากตัวอย่างด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer (Diffuse Reflectance mode : DRS)

เป็นเทคนิคที่ใช้เครื่องมือ การดูดกลืนแสงในย่านแสงขาว (visible) และแสงเหนือม่วง (ultraviolet) เพื่อกระตุ้นอิเล็กตรอนวงนอกสุดโดยความยาวคลื่นของแสงในช่วง ดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนเกิดการทรานซิชัน โดยการดูดซับแสงขาวหรือแสงเหนือม่วง ดังนั้นอิเล็กตรอนจึงถูกกระตุ้นจากสถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้นที่มีพลังงานสูงกว่า โดยจะเป็นไปตามกฎของ Beer-Lambert โดย ลักษณะสเปกตรัมที่เกิดจากการดูดกลืนแสงและการเปล่งแสงของอะตอมและไอออนเกิดจากการทรานซิชัน ระดับควอนตัม จะเป็นสเปกตรัมที่มีพีคการดูดกลืนแสงที่มีลักษณะแหลม ดังนั้นความยาวคลื่นหรือพลังงาน ของโฟตอนที่วิเคราะห์ได้จึงมีความถูกต้องและแม่นยำสูง ส่วนสเปกตรัมของโมเลกุลจะแสดงการดูดกลืนแสง ที่มีความแหลมคมที่ชัดเจนน้อยกว่าสเปกตรัมของอะตอม แต่สามารถให้ข้อมูลโครงสร้างอิเล็กตรอนของ โมเลกุลได้เนื่องจากระดับพลังงานของอะตอมในของแข็งถูกแยกออกเป็นแถบพลังงานที่ต่อเนื่องสองแถบ คือ แถบวาเลนซ์ (valence band) และแถบการนำไฟฟ้า (conduction band) ทำให้สเปกตรัมของของแข็งมีลักษณะกว้างโดยความแตกต่างของพลังงานระหว่างแถบวาเลนซ์ที่ตำแหน่งสูงสุดกับแถบการนำที่ตำแหน่งต่ำสุด คือ ช่องว่างพลังงาน (band gap energy; E_g)[31]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.9.1.4 การวิเคราะห์หาแถบช่องว่างพลังงานของสารด้วยการเขียนกราฟของเทาค์ (Tauc's Plot)

ในโหมคนี้สามารถนำไปหาค่าแถบช่องว่างพลังงานเพื่อนำมาอธิบายสมบัติทางไฟฟ้าและทางแสงได้ได้โดยนำข้อมูลจากปริมาณความเข้มแสงที่สะท้อนออกจากตัวอย่างมาคำนวณหาแถบพลังงานต้องห้ามเชิงแสงได้ (Optical band gap) โดยคำนวณจากสมการ

$$(\alpha hv)^{1/r} = \beta(hv - E_g) \text{ ----- (13)}$$

เมื่อ α คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืน

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์

r คือ ค่าคงที่แสดงประเภทของแถบพลังงาน ณ ที่นี้เท่ากับ 0.5

β คือ ค่าคงที่แปรผัน

v คือ ความถี่ของแสง

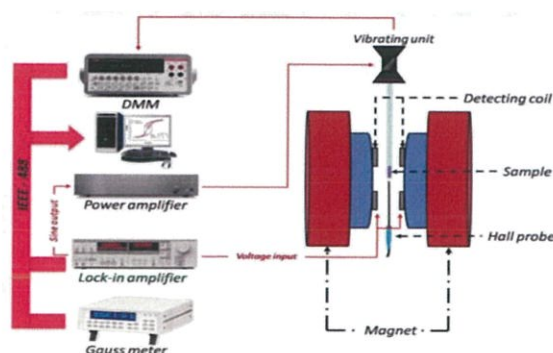
E_g คือ ค่าความกว้างของแถบพลังงานต้องห้ามเชิงแสง

แล้วจึงนำข้อมูลที่ได้นำมาทำการหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน(α) แล้วนำไปเขียนกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha hv)^{1/r}$ กับ hv จากกราฟที่นำมาหาจุดตัดแกน x ซึ่งจุดตัดแกน x ของกราฟคือ ความกว้างของแถบช่องว่างพลังงานนั่นเอง [32]

2.9.5 การวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็ก (Vibrating Sample Magnetrometer)

แมกนีโตมิเตอร์ เป็นเครื่องมือวัดทางแม่เหล็กชนิดหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุโดยการวัด magnetization หรือสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำของวัสดุที่สนามแม่เหล็กภายนอกต่างๆกัน แมกนีโตมิเตอร์ สามารถจำแนกออกเป็น 2 แบบใหญ่คือแบบวัดการเหนี่ยวนำที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของวัสดุในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กและแบบวัดแรงทั้งแม่เหล็กที่กระทำต่อวัสดุในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็ก

แมกนีโตมิเตอร์ แบบ vsm ประกอบด้วยส่วนหลักที่ทำหน้าที่ควบคุมการสั้นของวัสดุตัวอย่างแม่เหล็กไฟฟ้าสำหรับสร้างสนามแม่เหล็กเพื่อแมกนีโตวัสดุตัวอย่าง และขดลวดตรวจจับสัญญาณดังแสดงใน รูปที่ 2.12



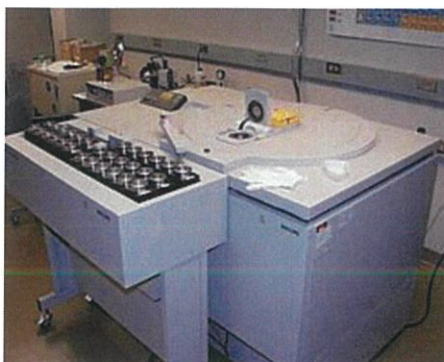
รูปที่ 2.19 ส่วนประกอบและการทำงานของ VSM[33]

ที่ตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กวัสดุตัวอย่างจะถูกทำให้สั่นระหว่างขั้วของแม่เหล็กไฟฟ้าและชุดขดลวดตรวจวัดซึ่งประกอบด้วยขดลวดหม้อก็ขนาดและจำนวนเท่ากัน ซึ่งการต่อในลักษณะดังกล่าวสามารถลดสัญญาณรบกวนที่เกิดจากการก่อกวน ซึ่งการต่อในลักษณะดังกล่าวสามารถลดสัญญาณรบกวนที่เกิดจากการกระเพื่อมของสนามแม่เหล็กภายนอกและความต่างศักย์เหนี่ยวนำ ซึ่งการต่อในลักษณะดังกล่าวสามารถลดสัญญาณรบกวนที่เกิดจากการกระเพื่อมของสนามแม่เหล็กภายนอกและความต่างศักย์เหนี่ยวนำที่เกิดจากโมเมนต์แม่เหล็ก วัสดุที่กำลังสั่นจะอยู่จะมีค่าเท่ากับผลรวมของค่าความต่างศักย์เหนี่ยวนำซึ่งเกิดจากขดลวดแต่ละตัวโดยความต่างศักย์ที่ขั้วของขดลวดจะถูกวัดด้วยเครื่องวัดและขยายสัญญาณแบบ lock-in ซึ่งอาศัยเทคนิคการบล็อกเฟสของสัญญาณที่ตรวจวัดกับสัญญาณอ้างอิงที่มีความถี่เดียวกับการสั่นของวัสดุตัวอย่างทำให้สามารถกำจัดสัญญาณรบกวนซึ่งมีความถี่อื่น ๆ ออกไปได้ [34]

2.9.6 การวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-Ray Fluorescence Spectroscopy)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่างทดสอบ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ ในการวิเคราะห์จะอาศัยหลักการเรืองรังสีเอกซ์ของตัวอย่าง โดยจะยิงรังสีเอกซ์เข้าไปในตัวอย่าง

ธาตุต่างๆที่อยู่ในตัวอย่างจะดูดกลืนรังสีเอกซ์ หลังจากนั้นจะคายพลังงานออกมาโดยพลังงานที่คาย หรือ Fluorescence ออกมานั้น จะมีพลังงานขึ้นกับชนิดของธาตุที่อยู่ในตัวอย่างนั้นๆ ซึ่งจะทำให้เราสามารถแยกได้ว่ามีธาตุอะไรอยู่บ้างโดยใช้ Detector วัดค่าพลังงานที่ออกมาจากตัวอย่าง



รูปที่ 2.20 X-Ray Fluorescence Spectroscopy[35]

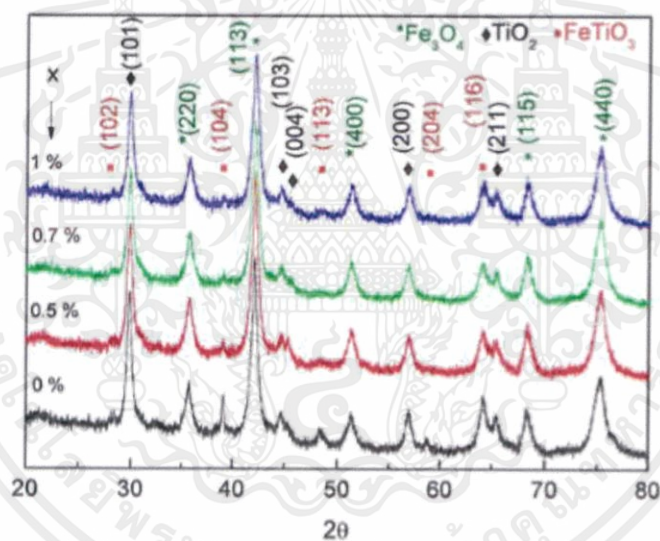
หลักการการทำงานเมื่อเครื่องมือทำงาน รังสีจากแหล่งกำเนิดภายในตัวเครื่อง (Primary X-ray Source) จะปล่อยรังสีออกมาพุ่งชนวัตถุ ซึ่งส่งผลให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมหลุดออกมาอยู่ในรูปโฟโตอิเล็กตรอน ทำให้เกิดช่องว่างในวงอิเล็กตรอนนั้น ซึ่งสภาวะนี้จะอะตอมจะไม่เสถียร และอะตอมจะกลับสู่ภาวะที่เสถียรขึ้นโดยการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอิเล็กตรอนวงนอกเข้ามาแทนที่ ซึ่งในการเปลี่ยนระดับพลังงานจะมีการปล่อยพลังงานออกมา ซึ่งพลังงานดังกล่าวจะไปกระทบกับ Detector ซึ่งจะสะท้อนกลับมา แล้วส่งต่อไปยังชุด Digital Signal Processor ซึ่งจะแปลงสัญญาณแล้วแสดงผลที่หน้าจอ[36]

2.10 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ.2017 Maria Stefan และคณะ[37] ได้ทำการศึกษาถึงผลของการเจืออนุภาคนาโนแกโดลิเนียม (Gd) ที่อัตราส่วนต่างๆลงบนสารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ เพื่อเพิ่มคุณสมบัติโฟโตแคตตาไลติก โดยนำสารที่ได้มาทำการตรวจวัดวิเคราะห์ผลกับเครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์ (XRD) เครื่องวัดการทะลุผ่านของอิเล็กตรอน (TEM) เครื่องวัดสมบัติความเป็นแม่เหล็ก(VSM) และตรวจวัดคุณสมบัติโฟโตแคตตาไลติก โดยพบว่า ไอออน Gd^{3+} มีการรวมตัวกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบ TiO_2 โดยมีการฟอร์มตัวกันเป็นโครงสร้างแบบ Berry-like pseu-core-shell (BL-PCS) และสารมีคุณสมบัติเป็นซูเปอร์พาราแมกเนติก อัตราส่วนในการเจือของอนุภาคนาโนแกโดลิเนียมที่เหมาะสมที่สุดสามารถหาได้จากปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกจากการวัดค่าการสลายตัวของสารโรดามีน บี (RhB) โดยเมื่อวัดความเป็นผลึกของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์แล้วพบว่าพีคการเลี้ยวเบนที่เด่นชัดคือพีคของ magnetite (Fe_3O_4) และ anatase (TiO_2) และจากนี้ยังพบพีคของ ilmenite (FeTiO_3) รองลงมา ดังปรากฏในรูปที่ 2.13 และในการตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติลักษณะสัณฐานของสารประกอบที่ทำการเจือด้วยอนุภาคนาโนแกโดลิเนียมโดยใช้การวัดการทะลุผ่านของอิเล็กตรอนพบว่าสารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2\text{:Gd}1\%$ มีการรวมกลุ่มและมีความเป็นผลึกในระดับนาโนเมตรดังในรูป 2.14(a) และนอกจากนี้ใช้กล้องวัดการทะลุผ่านของอิเล็กตรอนชนิด High Resolution (HRTEM) ในการวัดระยะห่างระหว่างระนาบผลึกในรูป 2.14(b)

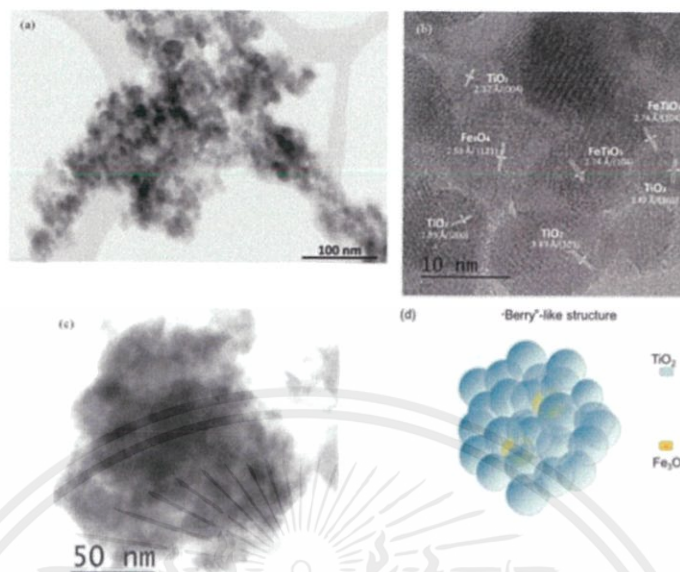
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และนอกจากนี้พบว่าการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคเป็นลักษณะโครงสร้างแบบ three berry-like structure โดยบริเวณรอบเปลือกนอกคือไทเทเนียมไดออกไซด์และอนุภาคนาโน Fe_3O_4 อยู่ในดั่งจำลองในรูป 2.14(c) ในส่วนของการตรวจสอบคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งเชิงแสงของสารประกอบที่เจือด้วยอนุภาคแกลโดลิเนียม โดยใช้สีย้อมโรดามีนบีเป็นตัวแทนของน้ำเสียที่จะใช้ตรวจสอบด้วยเทคนิคการวัดสเปกตรัมของแสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงย่านการมองเห็น (UV-visible Spectroscopy) เพื่อดูว่าสีย้อมมีความเข้มข้นลดลงหรือไม่เมื่อใส่สารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2\text{:Gd } x\%$ จากรูปที่ 2.15 พบว่าที่การเจือสารประกอบด้วยอนุภาคแกลโดลิเนียม 0.5% มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมด้วยแสงมากที่สุด ในส่วนสุดท้ายในการวัดค่าความเป็นแม่เหล็กของสารประกอบด้วยเครื่อง VSM ที่อุณหภูมิห้อง จากรูปที่ 2.16 พบว่าทุกสารตัวอย่างประพฤติตัวเป็นแม่เหล็กชนิด Superparamagnetic ซึ่งเมื่อเจือด้วยแกลโดลิเนียมที่ปริมาณมากขึ้นจะมีผลทำให้มีค่าความเป็นแม่เหล็กสูงขึ้นจาก 5.03 emu/g เป็น 5.98 emu/g จากการเจือที่ 0.5% กับ 1% ยกเว้นคอมโพสิตที่ไม่ได้ทำการเจือแกลโดลิเนียมมีคุณสมบัติแม่เหล็กแบบ ferromagnetic

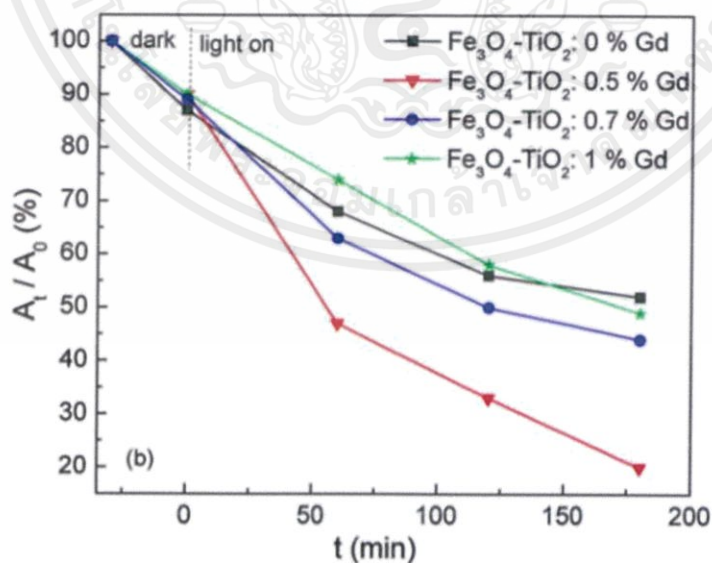


รูปที่ 2.21 ลักษณะของพีคสารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ เมื่อทำการโดปอนุภาคนาโนแกลโดลิเนียมที่อัตราส่วนต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

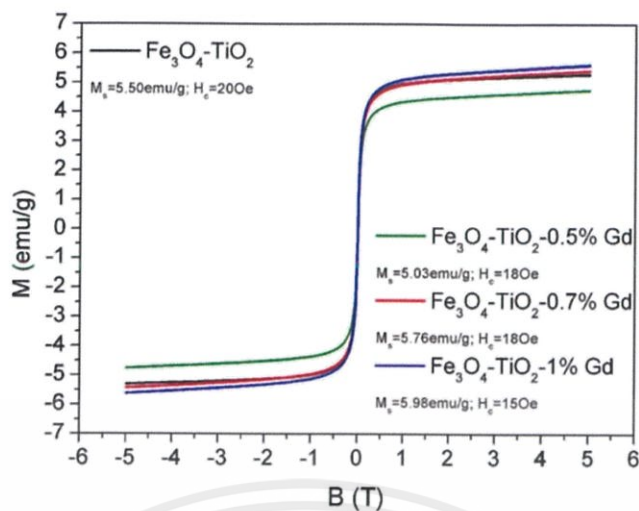


รูปที่ 2.22 (a) ภาพ TEM (b) ภาพ HRTEM (c) TEM image ของสารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ - 1% Gd (d) แผนภาพแสดงโครงสร้างแบบแบบ Berry-like pseudo-core-shell (BL-PCS)



รูปที่ 2.23 ปฏิกริยาโฟโตคะตะไลติกจากการสลายตัวของโรดามาย บี ของสารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ - 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.24 สนามแม่เหล็กของสารประกอบนาโน $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2 - \text{X}\% \text{Gd}$ สภาพแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง

จากการศึกษาคาดว่าสารประกอบ $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ จะมีคุณสมบัติใกล้เคียงกับอนุภาคแมกเนติก ลิวคูซีนเนื่องจากอนุภาคแม็กเนติก ลิวคูซีนประกอบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ถึง 80% และมีองค์ประกอบของเหล็กอัลฟาปนอยู่ ซึ่งเป็นการเจือโดยธรรมชาติ จึงนำงานวิจัยดังกล่าวมาอ้างอิงในการทำวิจัย

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการจัดเตรียมอนุภาคนาโนแม็กเนติกลิวคูซีนโดยอาศัยกระบวนการบดพลังงานสูงเพื่อลดขนาดของอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซีน โดยแม็กเนติกลิวคูซีนเป็นแร่ชนิดหนึ่งที่โรงงานอุตสาหกรรมถลุงดีบุกได้ทำการถลุงทิ้ง ผู้ทำการวิจัยนี้ได้นำแม็กเนติกลิวคูซีนที่ได้จากการถลุงทิ้งมาทำการวิจัยรวมถึงศึกษาผลต่อระยะเวลาในกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงที่แตกต่างกัน และบดอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซีนร่วมกับการชะล้างด้วยกรด รวมถึงนำอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซีนที่บดแล้วมาผสมร่วมกับอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25) ในอัตราส่วนต่างๆ เพื่อทำการศึกษาและวิจัยหาเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด ในขั้นตอนถัดมานำอนุภาคนาโนแม็กเนติกลิวคูซีนที่ได้ผ่านกระบวนการบดมาตรวจวิเคราะห์หาคุณสมบัติต่าง ได้แก่ ตรวจหาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ตรวจวัดลักษณะพื้นผิวของสารด้วยเครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) ตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่อง Vibrating Sample Magnetometer (VSM) ตรวจวัดปริมาณความเข้มแสงที่ทะลุผ่าน สะท้อน และดูดกลืนด้วยเครื่อง UV-visible Spectrophotometer และตรวจวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบด้วยเครื่อง X-Ray Fluorescence (XRF)

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แม็กเนติกลิวคูซีนที่ได้จากการถลุงในโรงงาน (Magnetic Leucoxene Minerals)
2. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Solution)
3. น้ำปอดประจุ (Deionized Water)
4. สีย้อมโรดามีน บี (Rhodamine B : $C_{28}H_{31}ClN_2O_3$)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่อง High energy ball mill
2. เม็ดบดเซอร์โคเนีย
3. ปีกเกอร์แก้ว
4. ช้อนตักสาร
5. เครื่องชั่งสาร
6. กระดาษชั่งสาร
7. กระจกบอทวง
8. เตาเผา
9. เทอร์โมมิเตอร์
10. ไทเทเนียมไดออกไซด์ P25
11. แม่เหล็กนีโอไดเมียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ขั้นตอนการดำเนินการ

3.3.1 การจัดเตรียมอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงที่ระยะเวลาต่างกัน

1. ใส่แมกเนติกลิควูซีนในปริมาณ 15 กรัมและลูกบดเซอร์โคเนียปริมาณ 150 กรัมลงในหม้อบด
 2. ปิดฝาหม้อบดให้สนิทโดยนำแผ่นยางมาวางไว้ระหว่างหม้อบดกับฝาหม้อบดแล้วจึงการไขน็อตตัวยึดที่หม้อบด พร้อมนำหม้อบดใส่ลงในเครื่องบด High energy ball mill แล้วทำการปิดฝาเครื่อง
 3. เปิดเครื่อง High energy ball mill กดปุ่มเปิดไฟพักระบายความร้อน ทำการตั้งค่าเวลาและความเร็วรอบในการบด กดปุ่ม start เพื่อเริ่มต้นการบด
 4. เมื่อครบเวลาที่กำหนดเครื่องบดจะค่อยๆหยุดอย่างช้าๆ เมื่อกระบวนการบดเสร็จสิ้น กดปุ่มปิดไฟพััด ทำการเปิดฝาเครื่องพร้อมนำหม้อบดออกมา
 5. ไขน็อตของฝาด้วยึดออกแล้วทำการเปิดฝาหม้อบด
 6. เทลูกบดและอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการบดลงบนตะแกรงที่ใช้ร่อนแยกอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ออกจากลูกบด ทำการเขย่าเพื่อร่อนแยกอนุภาคกับลูกบดออกจากกันโดยในส่วนของอนุภาคจะสามารถแยกตกลงมาได้
 7. ทำการบรรจุอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่บดได้ลงในขวดบรรจุ พร้อมนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติของแมกเนติกลิควูซีนที่ได้จากการบด
- โดยแสดงเป็นแผนผังในรูปที่ 3.2 และหลังจากได้อนุภาคแมกเนติกลิควูซีนจากการบดพลังงานสูงด้วยเครื่อง High-energy ball milling ได้มีการแบ่งนำไปชะล้างสารเจือปนด้วยกรด

3.3.2 การเตรียมอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงร่วมกับกระบวนการชะล้างสารเจือปน

1. ทำการแบ่งอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดใน 3.3.1 ในเวลาต่างๆ มาในปริมาณ 6 กรัม
2. ผสมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ลงในกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 7 มิลลิโมลาร์ลงในบีกเกอร์เพื่อทำการล้างสิ่งเจือปนทำการปั่นกวนสารเป็นเวลา 5 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 80°C แล้วนำออกมาพักไว้เพื่อรอให้สารตกตะกอน
3. ทำการล้างตะกอนด้วยน้ำปลอดประจุเพื่อปรับค่า pH ของสารละลายให้เป็นกลาง ทำการวัดค่า pH ด้วย pH indicator

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. นำสารละลายไปอบให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงผลที่ได้จะอยู่ในรูปของอนุภาค

5. ทำการชูดอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่แห้งแล้วมาบรรจุลงในขวดบรรจุ พร้อมนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนจากการบดร่วมกับการชะล้างสารเจือปน

หมายเหตุ ทุกเงื่อนไขในขั้นตอนที่ 3.3.1 และ 3.3.2 กำหนดระยะเวลาบดตั้งแต่ 10,20,30,40,50,60 นาที และจำกัดความเร็วรอบที่ 600 rpm

3.3.3 การจัดเตรียมคอมโพสิตระหว่างอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนที่กับอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์(P25)

1. ผสมอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนที่บดแล้วเข้ากับอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์(P25) ในอัตราส่วนต่างๆตั้งแต่ผสมอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีน 0%,5%,10%,15%,20%,25%,30%
2. ใส่คอมโพสิตที่ผสมแล้วและลูกบดเซอร์โคเนีย 150 กรัมลงในหม้อบด
3. เปิดเครื่อง High energy ball mill กดปุ่มเปิดไฟตัดระบายนความร้อน ทำการตั้งค่าเวลาและความเร็วรอบในการบด กดปุ่ม start เพื่อเริ่มต้นการบด
4. ปิดฝาหม้อบดให้สนิทโดยนำแผ่นยางมาวางไว้ระหว่างหม้อบดกับฝาหม้อบดแล้วจึงการไขน็อตตัวยึดที่หม้อบด พร้อมนำหม้อบดใส่ลงในเครื่องบด High energy ball mill แล้วทำการปิดฝาเครื่อง
5. เมื่อครบเวลาที่กำหนดเครื่องบดจะค่อยๆหยุดอย่างช้าๆ เมื่อกระบวนการบดเสร็จสิ้น กดปุ่มปิดไฟตัด ทำการเปิดฝาเครื่องพร้อมนำหม้อบดออกมา
6. ไขน็อตของฝาดำยึดออกแล้วทำการเปิดฝาหม้อบด
7. เทลูกบดและคอมโพสิตที่ได้จากการบดลงบนตะแกรงที่ใช้ร่อนแยกอนุภาคคอมโพสิตออกจากลูกบด ทำการเขย่าเพื่อร่อนแยกอนุภาคกับลูกบดออกจากกันโดยในส่วนของอนุภาคจะสามารถแยกตกลงมาได้
8. ทำการบรรจุอนุภาคคอมโพสิตที่เตรียมได้ลงในขวดบรรจุ พร้อมนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติของคอมโพสิตที่แตกต่างไปจากเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การทดสอบความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนที่เตรียมได้โดยสังเกตการเคลื่อนที่ของแมกเนติกลิวคูซีนโดยใช้แม่เหล็กนีโอไดเมียม

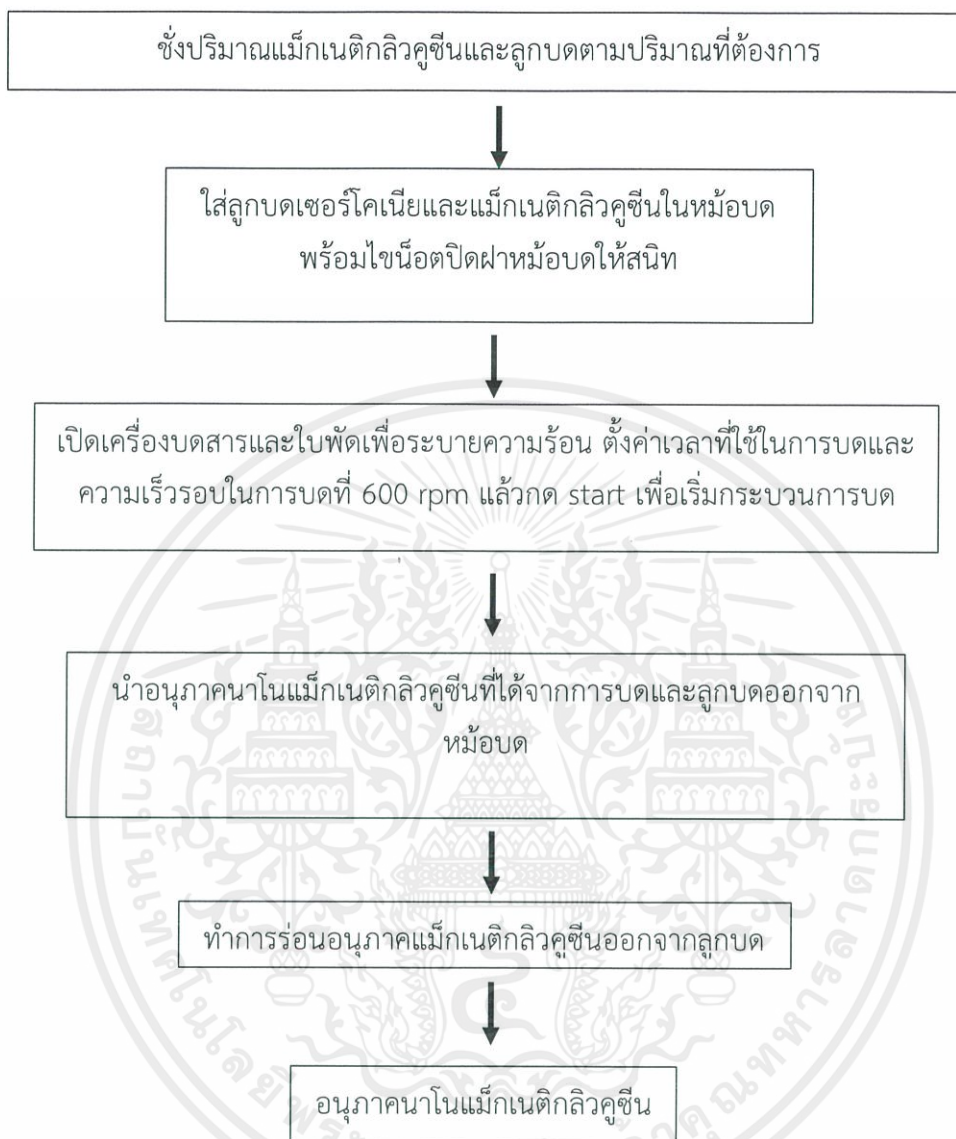
โดยแม่เหล็กนีโอไดเมียมเป็นแม่เหล็กถาวรที่มีความเป็นแม่เหล็กสูง และรุนแรง สามารถใช้ยกของที่หนักกว่าพันเท่าของตัวมันเอง มีน้ำหนักเบาและแข็งแรง ซึ่งมีแรงดึงดูดสูงกว่าแม่เหล็กอื่นๆ ทางผู้ทำการศึกษาได้นำแม่เหล็กนีโอไดเมียมมาใช้ในการแยกอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนดังนี้

1. นำอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซีนมาผสมกับน้ำเปล่าในบีกเกอร์
2. นำแม่เหล็กนีโอไดเมียมเกรด N35 ทรงเหลี่ยมขนาด 2 เซนติเมตรมาจุ่มลงในบีกเกอร์
3. สังเกตการเคลื่อนที่ของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนในน้ำ เมื่อจุ่มแม่เหล็กนีโอไดเมียมลงไปเพื่อทำการทดสอบว่าจะสามารถอาศัยสมบัติแม่เหล็กของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนในการแยกตัวเร่งออกจากแหล่งน้ำได้หรือไม่ เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ



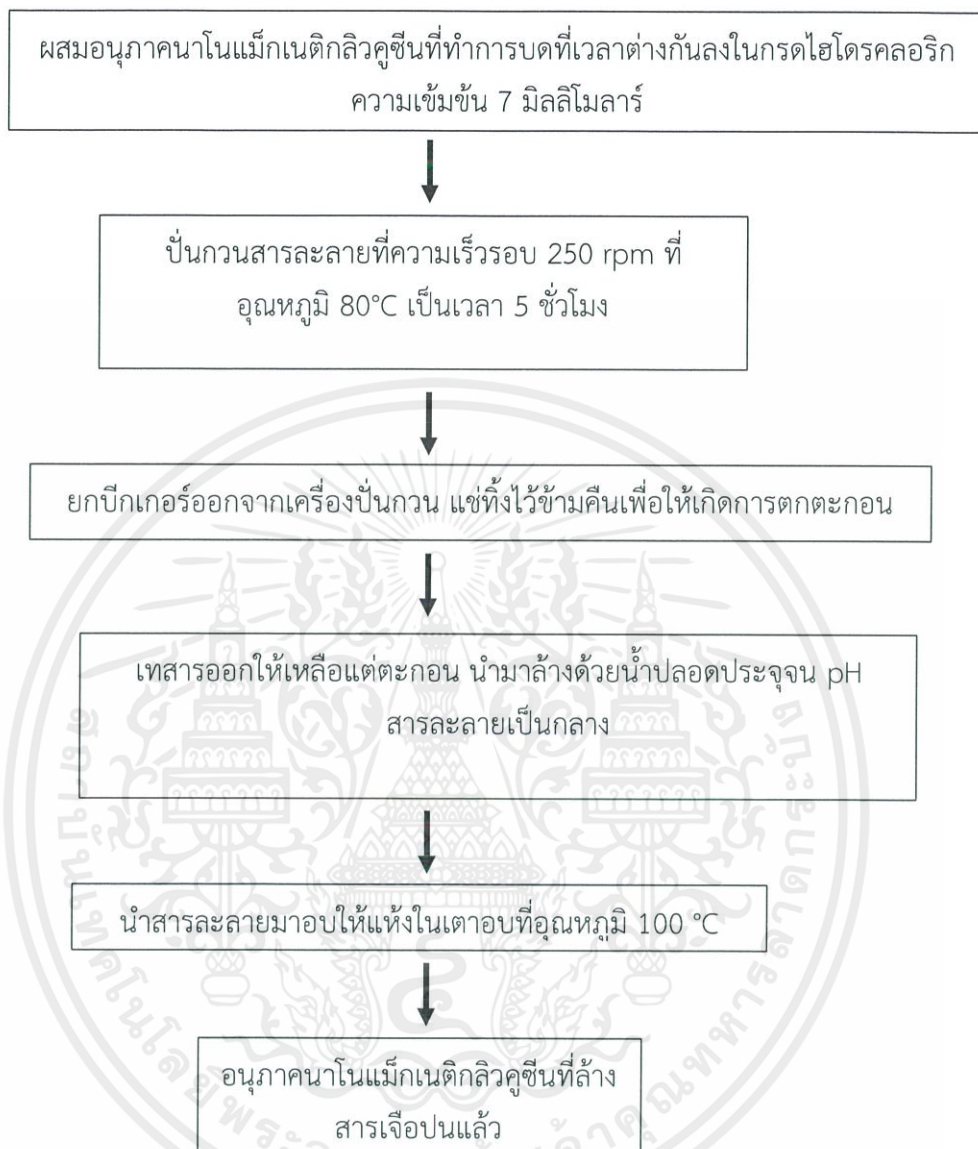
รูปที่ 3.2 วิธีการการทดสอบความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีน

แผนผังกระบวนการบดแม่เหล็กลิควิดด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง



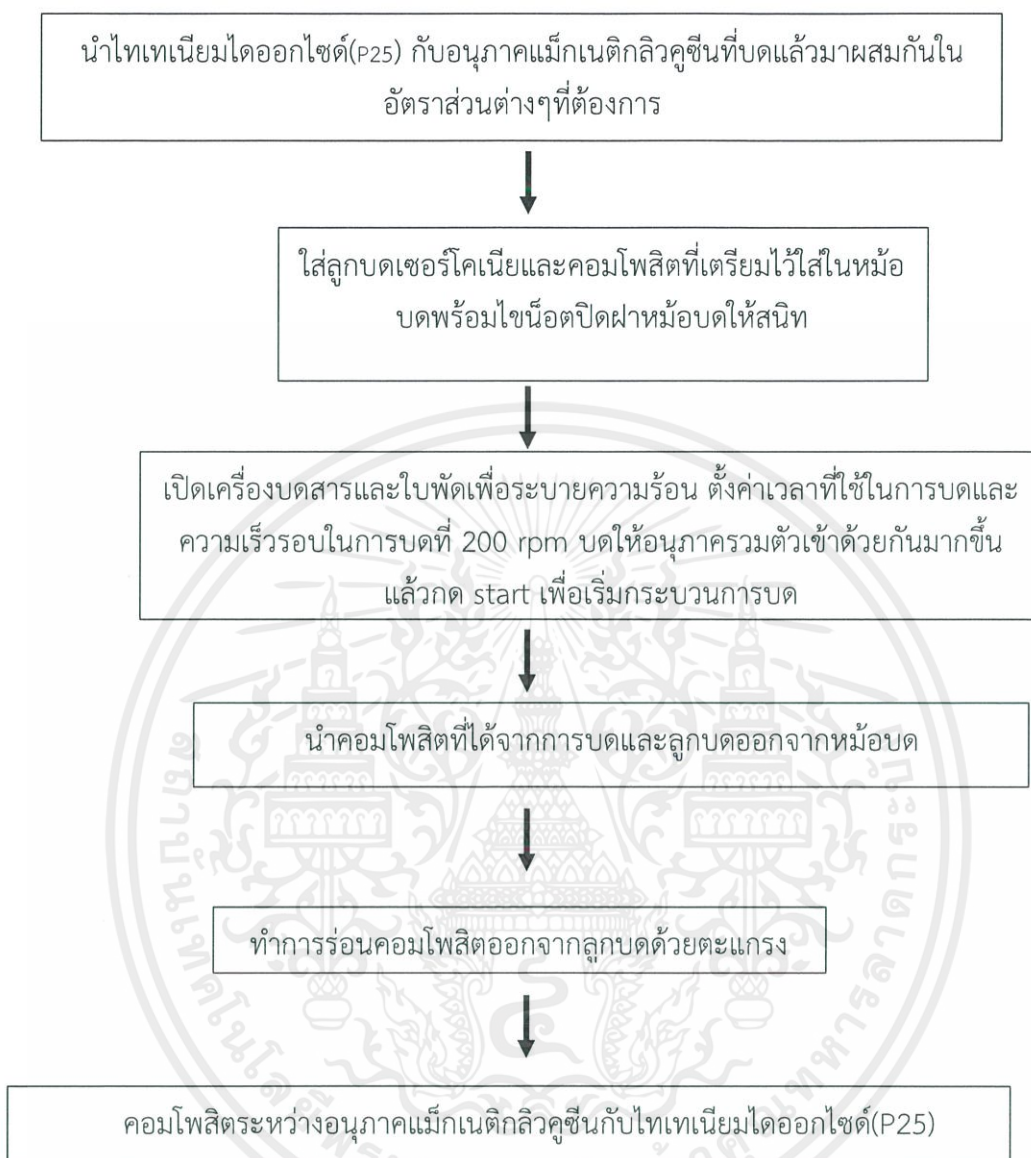
รูปที่ 3.3 แผนผังขั้นตอนกระบวนการลดขนาดแม่เหล็กลิควิดด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง

แผนผังกระบวนการล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริก



รูปที่ 3.4 แผนผังขั้นตอนการล้างสารเจือปน

แผนผังกระบวนการทำคอมโพสิตระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอัสกับอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์(P25)



รูปที่ 3.5 แผนผังขั้นตอนการเตรียมคอมโพสิต

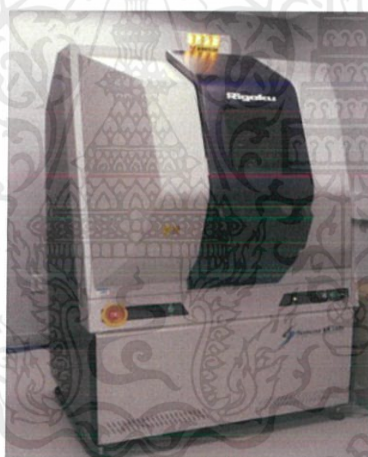
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การวิเคราะห์โครงสร้างและสมบัติของอนุภาคแมกเนติกลิวดูซิน

3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray diffractometer

เทคนิคนี้นำมาใช้ในการตรวจดูลักษณะเฉพาะ เช่น โครงสร้างผลึก รวมถึงชนิดของธาตุและสารประกอบของอนุภาคแมกเนติกลิวดูซิน ว่าประกอบไปด้วยเฟสชนิดอะไรบ้าง รวมถึงสามารถบอกถึงขนาดอนุภาคของสารได้ โดยสารที่มีขนาดเล็กลงพิคที่ปรากฏจะมีลักษณะกว้างขึ้นและต่ำลงจากเดิม พร้อมเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างอนุภาคแมกเนติกลิวดูซินก่อนบดและหลังการบดที่ระยะเวลาต่างๆ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction)

จัดเตรียมโดยการตักอนุภาคแมกเนติกลิวดูซินมาใส่ลงในสตัป นำกระจกสไลด์มาเกลี่ยสารให้เรียบทั่วสตัปแล้วกดให้แน่น จากนั้นนำสตัปใส่เครื่อง X-Ray diffractometer รุ่น Smartlab จากบริษัท Rigaku กำหนดโหมดในการวัดเป็นแบบ theta-2-theta เริ่มวัดตั้งแต่มุม 20 องศา จนถึง 80 องศา โดยใช้รังสีเอ็กซ์จากแหล่งกำเนิด $\text{Cu K}\alpha$ ที่มีความยาวคลื่น 1.504 อังสตรอม



รูปที่ 3.6 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) รุ่น Smartlab จากบริษัท Rigaku

3.4.2 การวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-Ray Fluorescence Spectroscopy)

เป็นเทคนิคนำมาใช้ในการตรวจวัดองค์ประกอบภายในสารตัวอย่าง รวมถึงปริมาณของธาตุในสารตัวอย่าง โดย เริ่มแรกเตรียมตัวอย่างโดยการนำอนุภาคแมกเนติกลิวดูซินการรังสีเอ็กซ์ไปบนผิวของอนุภาคแมกเนติกลิวดูซินปริมาณ 10 กรัมมาบดและอัดให้แน่นบนสตัป ก่อนนำเข้าเครื่อง เครื่อง จะทำการยิงรังสีเอ็กซ์ไปบนผิวของสารตัวอย่าง อนุภาคแมกเนติกลิวดูซินจะดูดกลืนรังสีเอ็กซ์แล้วปล่อยพลังงานออกมา โดยพลังงานที่คายออกมา หรือ Fluorescence ออกมานั้น จะมีค่าพลังงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขึ้นกับชนิดของธาตุที่อยู่ในอนุภาคแม่กเนติกลิวคูซีน ซึ่งพลังงานมีค่าออกมาจะไปกระทบกับ Detector ซึ่งจะสะท้อนกลับมา แล้วส่งต่อไปยังชุด Digital Signal Processor ซึ่งจะแปลงสัญญาณ แล้วแสดงข้อมูลที่หน้าจอ



รูปที่ 3.7 เครื่อง X-Ray Fluprescence (XRF)[38]

3.4.3 การวิเคราะห์โครงสร้างลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตรวจสอบลักษณะสัณฐานและพื้นผิวอนุภาคแม่กเนติกลิวคูซีน โดยเครื่องจะทำการยิงอิเล็กตรอนไปยังพื้นผิวของตัวอย่างโดยจะผ่านเลนส์เพื่อควบคุมทิศทางของอิเล็กตรอนไปสะท้อนบนพื้นผิวของตัวอย่าง ตรวจสอบสัญญาณที่เกิดขึ้นแล้วส่งไปประมวลผลเป็นภาพแสดงบนจอ ในการตรวจวัดตัวอย่าง ต้องมีคุณสมบัติในการนำไฟฟ้าได้ สามารถทำได้โดยนำตัวกอนุภาคแม่กเนติกลิวคูซีนปริมาณเล็กน้อยลงบนคาร์บอนเทปแล้วปาดให้เรียบ นำไปเคลือบด้วยทอง จากนั้นนำเข้าเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) เพื่อทำการตรวจวัด โดยใช้กำลังขยายที่ 5k



รูปที่ 3.8 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) รุ่น Evo ma10 จากบริษัท ZEISS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4 การตรวจวัดคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่อง Vibrating Sample Magnetometer

เป็นเทคนิคที่ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์คุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาค โดยการนำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ในที่นี้คืออนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดขึ้นมาบรรจุอยู่ในช่อง sample holder ซึ่งถูกล้อมรอบด้วยตัวให้กำเนิดสนามแม่เหล็กไฟฟ้า หลังจากนั้นใช้วัสดุ piezoelectric ซึ่งจะทำกรสั่นในทิศทางขึ้นและลง ในขณะเดียวกันให้สนามแม่เหล็กไฟฟ้าผ่าน pickup coils จะได้ข้อมูลออกมา เป็น hysteresis loop ในลักษณะต่างๆ ตามชนิดความเป็นแม่เหล็กของสารตัวอย่าง และยังใช้ในการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุโดยการวัด magnetization หรือสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำของวัสดุที่สนามแม่เหล็กภายนอกต่างๆกัน



รูปที่ 3.9 เครื่อง Vibrating Sample Magnetometers รุ่น 8600 series[39]

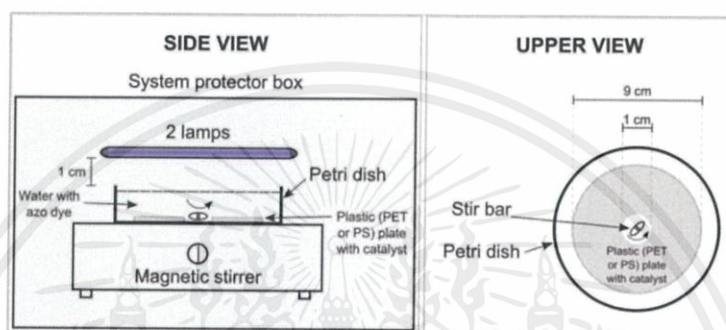
3.4.5 การตรวจวัดคุณสมบัติการดูดกลืนและทะลุผ่านของแสงในย่านยูวีและแสงขาวด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer

นำมาใช้ในการตรวจวัดการดูดกลืนและทะลุผ่านของแสงของอนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดขึ้นที่บดในเงื่อนไขต่างๆ ที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยทำการฉายแสงจากเครื่องมือไปยังตัวอย่างด้วยความยาวคลื่นที่เรากำหนด ซึ่งความยาวคลื่นจะสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสาร ซึ่งช่วงรังสียูวีหรือแสงขาวที่มีพลังงานพอเหมาะจะทำให้ไอเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะขึ้นไปอยู่ระดับชั้นพลังงานที่สูงกว่า ดังนั้นเราจึงใช้เทคนิคนี้ในการระบุชนิดและปริมาณของสารตัวอย่างที่ถูกดูดกลืนได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.5.1 กระบวนการทดสอบการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมื่อใส่อนุภาคแมกเนติกลิควูซีน

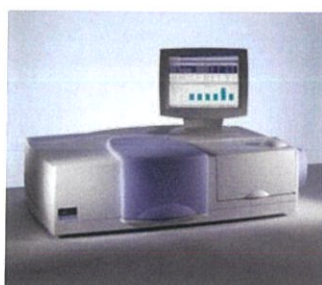
นำอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนในปริมาณหนึ่งมาผสมเข้ากับสารละลายสีย้อมโรดามีนบีแล้ว ทำการปั่นกวนให้เข้ากันแล้วจึงฉายแสงยูวีให้ตั้งฉากกับตัวอย่างในระบบปิด ทำการจับเวลาในระยะเวลาต่างๆที่ได้กำหนดไว้ เพื่อสังเกตการลดลงของความเข้มข้นของสีย้อม จากนั้นทำการเก็บสีย้อมที่ได้ออกมาเพื่อนำมาตรวจสอบในขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 3.10 ภาพจำลองการฉายแสงยูวีในระบบปิดเพื่อทำการทำการทดสอบการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม[40]

3.4.5.2 กระบวนการวิเคราะห์การถูกย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมด้วยเทคนิค UV-Vis Spectrophotometer

นำหลอดดูดสารดูดสีย้อมที่เก็บได้จากขั้นตอนที่แล้ว มาใส่ในหลอดควเวตก่อนนำมาใส่ไว้ในเครื่อง จากนั้นทำการฉายแสงยูวีในช่วงความยาวคลื่นที่กำหนดตั้งแต่ช่วง 200 ถึง 800 นาโนเมตร ผ่านหลอดควเวต ไปกระทบกับดีเทคเตอร์เพื่อทำการวัดปริมาณแสงที่เหลืออยู่หลังจากถูกดูดกลืนในเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบบชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้



รูปที่ 3.11 เครื่อง UV-Vis Spectrophotometer[41]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

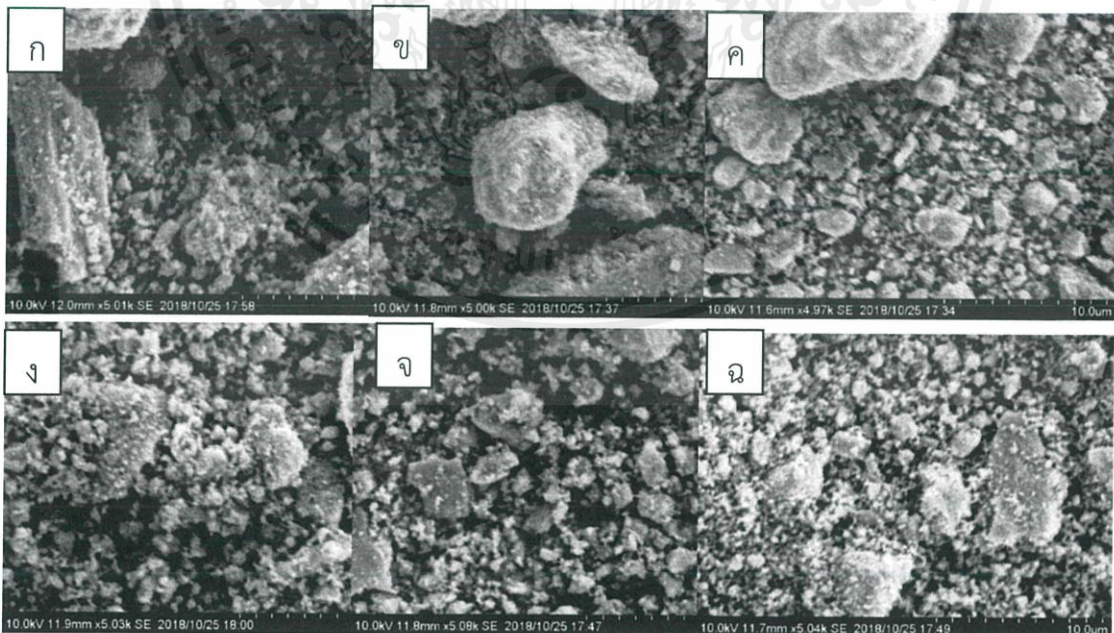
ผลการทดลองและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้ศึกษาเกี่ยวกับคุณสมบัติความเป็นตัวเร่งด้วยแสงของแร่แม่กเนตกลิวคูซีนที่บดด้วยระยะเวลาต่างกัน และทดลองศึกษาผลของการเตรียมคอมโพสิตระหว่างอนุภาคนาโนแม่กเนตกลิวคูซีนและไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิด P25 ในอัตราส่วนต่างกันไปเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติของตัวเร่งโดยคาดว่าจะมีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งด้วยแสงที่มีประสิทธิภาพมากขึ้นจากการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิด P25 และยังคงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคนาโนแม่กเนตกลิวคูซีนไว้เพื่อให้คุณสมบัตินี้ในการแยกตัวเร่งออกจากแหล่งน้ำเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ พร้อมทั้งนำอนุภาคที่เตรียมได้มาทำการตรวจวิเคราะห์คุณสมบัติต่าง ซึ่งจะแบ่งได้เป็น

4.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนแม่กเนตกลิวคูซีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดของอนุภาคนาโนแม่กเนตกลิวคูซีนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการบดเชิงกลพลังงานสูงที่ระยะเวลาต่างๆดังรูปที่ 4.1

4.1.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคแม่กเนตกลิวคูซีนที่บดในระยะเวลาต่างๆ

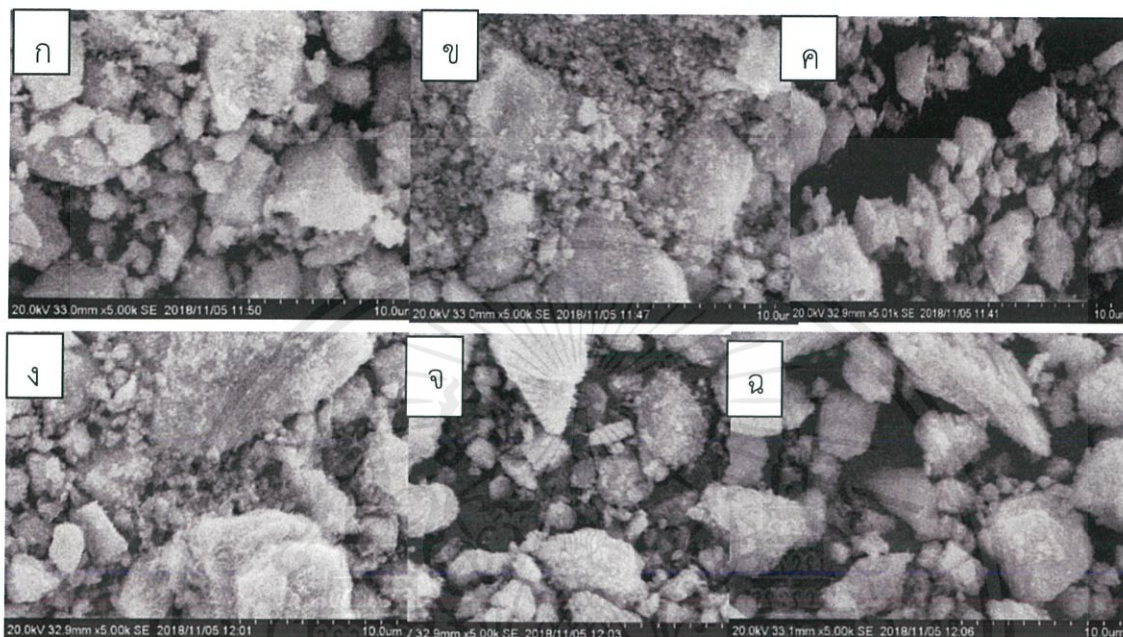


รูปที่ 4.1 ภาพลักษณะโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคนาโนแม่กเนตกลิวคูซีนที่บดในระยะเวลา (ก) 10

นาที (ข) 20 นาที, (ค) 30 นาที, (ง) 40 นาที, (จ) 50 นาที, (ฉ) 60 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนที่บดในระยะเวลาต่างๆร่วมกับกระบวนการชะล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 7 มิลลิโมลาร์

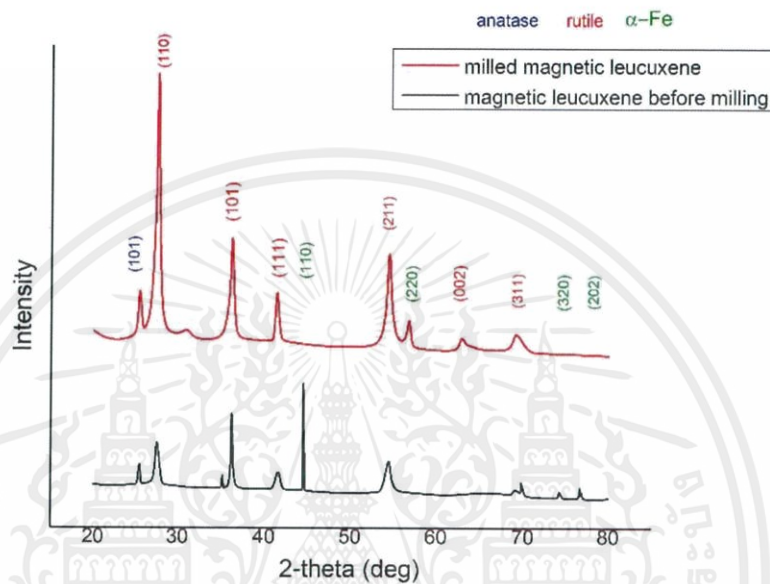


รูปที่ 4.2 ภาพลักษณะโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคนาโนแมกเนติกลิควูซีนที่บดในระยะเวลาต่างๆกันร่วมกับการชะล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริก (ก) 10 นาที, (ข) 20 นาที, (ค) 30 นาที, (ง) 40 นาที, (จ) 50 นาที, (ฉ) 60 นาที

จากรูปที่ 4.1 และ 4.2 พบว่าอนุภาคนาโนแมกเนติกลิควูซีนเมื่อนำมาผ่านกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง จะพบว่าลักษณะโครงสร้างสัณฐานมีการเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมเล็กน้อย โดยเมื่อบดด้วยเวลาที่เพิ่มขึ้น จะพบว่ามีแนวโน้มของขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆและมีการกระจายตัวได้ดี และในกรณีที่นำอนุภาคแมกเนติกมาชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกก่อนการนำมาบดที่ระยะเวลาต่างกันพบว่าอนุภาคจะมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก่อนมีการกระจายตัวที่ไม่ดีแต่เมื่อทำการบดที่ระยะเวลามากขึ้นอนุภาคจะมีขนาดเล็กลงเล็กน้อยและมีการกระจายตัวได้ดีขึ้น

4.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนแมกเนติกลิวคูซีนด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนแมกเนติกลิวคูซีนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงเป็นเวลา 10 นาที โดยทำการเปรียบเทียบอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนก่อนและหลังทำการบดแสดงในรูปที่ 4.2



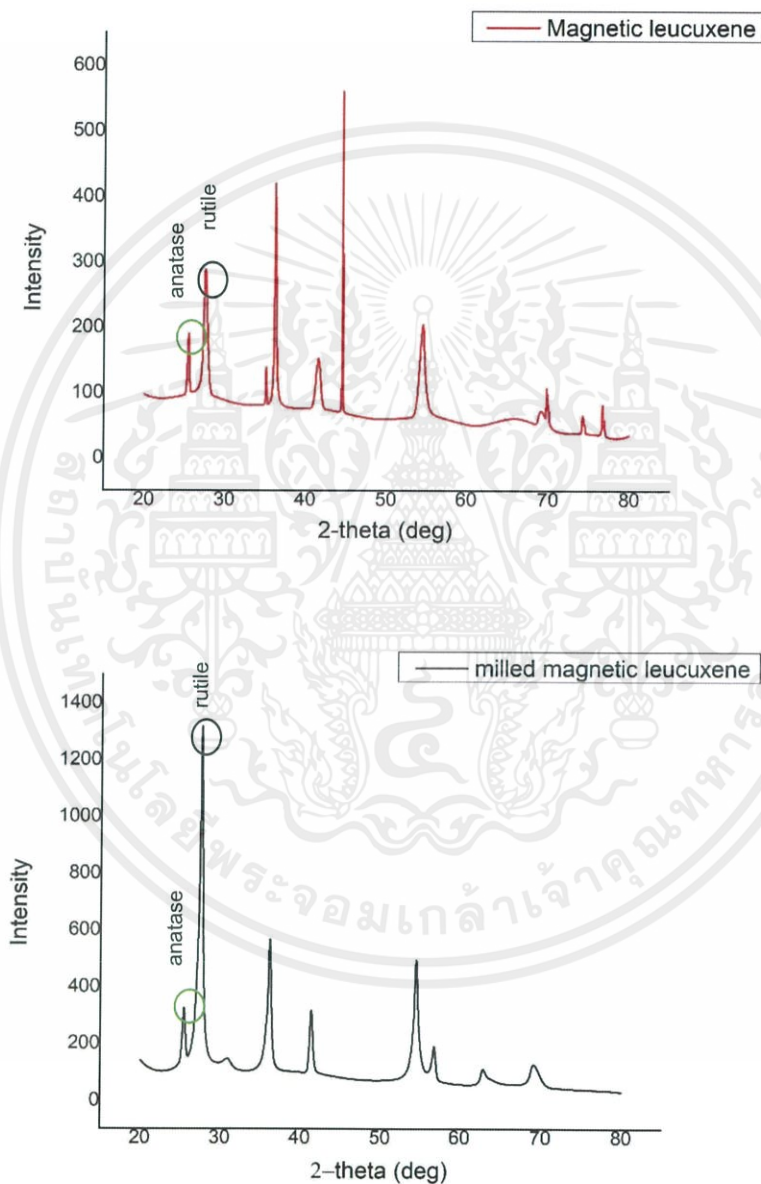
รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนก่อนการบดและหลังการบดเป็นเวลา 10 นาที

กราฟแสดงถึงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนแมกเนติกลิวคูซีนเปรียบเทียบกันระหว่างก่อนบดและหลังบดโดยจากรูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนก่อนนำมาทำการบด พบพิกที่โดดเด่นอยู่ที่ตำแหน่ง 25.5° , 27.5° , 36.2° , 41.4° , 44.5° , 55.5° , 69.8° , 74.2° และ 76.7° ซึ่งสอดคล้องกับระนาบ (101) (110) (101) (111) (110) (211) (311) (320) และ (202) ตามลำดับซึ่งพบพิกของไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส (JCPDS หมายเลข 21-1272) , ไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (JCPDS หมายเลข 21-1276) และพบพิกของเหล็กอัลฟา (JCPDS หมายเลข 06-0696) และสำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลแล้วพบว่าความสูงของพิกเฟสอนาเทสมีค่ามากขึ้นเล็กน้อย และความสูงของพิกเฟสรูไทล์มีความสูงพิกที่สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัดแสดงว่ามีความเป็นผลึกเฟสรูไทล์เพิ่มขึ้น และมีความกว้างของพิกลดลงบ่งบอกถึงขนาดอนุภาคที่เล็กลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกเหนือจากนี้ยังพบว่าภายหลังจากการบดมีพีคของเหล็กอัลฟาที่หายไปแต่ได้เกิดเป็นพีคของเหล็กที่ตำแหน่งอื่นแทน ซึ่งคาดว่าเป็นมาจากการบดที่ไปทำลายขอบเกรนของแม่เหล็กทำให้มีความเป็นแม่เหล็กที่แตกต่างไปจากเดิม

จากนั้นหาอัตราส่วนระหว่างเฟสอนาเทสกับรูไทล์ระหว่างก่อนบดกับอัตราส่วนระหว่างเฟสอนาเทสกับรูไทล์หลังการบด



รูปที่ 4.3 รูปแสดงการเปรียบเทียบการเพิ่มขึ้นของพีคอนาเทสและรูไทล์จากการทดสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์

จากรูปที่ 4.3 นำจุดสูงของพีคมาคำนวณหาอัตราส่วนพบว่าอัตราส่วนระหว่างเฟสอนาเทสและรูไทล์

ของอนุภาคแม่เหล็กลิทิวคูซีนก่อนการบดเท่ากับ $\frac{190}{288}$ หรือเท่ากับ 0.66 และอัตราส่วนระหว่างเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระหว่างเฟสอานาเทสและรูโทล์ของอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซินหลังการบดเท่ากับ $\frac{324}{1289}$ หรือเท่ากับ 0.25

จึงสรุปได้ว่าเฟสรูโทล์เพิ่มขึ้นหลังจากผ่านกระบวนการบดซึ่งสังเกตได้จากอัตราส่วนของเฟสอานาเทสและรูโทล์ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจากผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์พบว่ามีพีคของเฟสรูโทล์ที่เพิ่มขึ้นสูงมากเมื่อทำการบด ซึ่งในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดีการมีเฟสอานาเทสสูงจะมีประสิทธิภาพมากกว่า จึงได้เตรียมคอมโพสิตระหว่างอนุภาคนาโนแม็กเนติกลิวคูซินกับไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิด P25 ที่มีเฟสอานาเทสสูงๆ รวมถึงเป็นเกรดการค้ำ หาซื้อได้ง่ายและเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงอย่างมีประสิทธิภาพ มาผสมเพื่อให้มีความเป็นตัวเร่งเชิงแสงที่ดียิ่งขึ้น

4.3 การวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์

ผลของการตรวจชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาคนาโนแม็กเนติกลิวคูซินที่บดแล้วด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงเปรียบเทียบกับอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซินที่ทำการบดในเงื่อนไขเดียวกันร่วมกับการชะล้างด้วยกรดเพื่อชะสารเจือปนออกเพื่อเปรียบเทียบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบและปริมาณของธาตุต่างๆดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 (a) แสดงธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซิน

(b) แสดงธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาคแม็กเนติกลิวคูซินที่บดเป็นระยะเวลา 30 นาที

Formula	Concentration	Formula	Concentration
MgO	0.05%	Na ₂ O	0.06%
Al ₂ O ₃	1.05%	MgO	0.21%
SiO ₂	3.47%	Al ₂ O ₃	2.01%
P ₂ O ₅	0.11%	SiO ₂	3.65%
K ₂ O	0.07%	P ₂ O ₅	0.21%
CaO	0.12%	SO ₃	0.04%
Sc ₂ O ₃	0.03%	TiO ₂	86.33%
TiO ₂	84.23%	Cr ₂ O ₃	0.18%
Cr ₂ O ₃	0.14%	MnO	0.08%
Fe ₂ O ₃	2.01%	Fe ₂ O ₃	5.08%
ZrO ₂	7.93%	ZnO	0.05%
Nb ₂ O ₅	0.36%	Y ₂ O ₃	0.04%
MoO ₃	0.27%	ZrO ₂	1.69%
SnO ₂	0.11%	Nb ₂ O ₅	0.36%
ThO ₂	0.03%		
	100.00%		100.00%

(a)

(b)

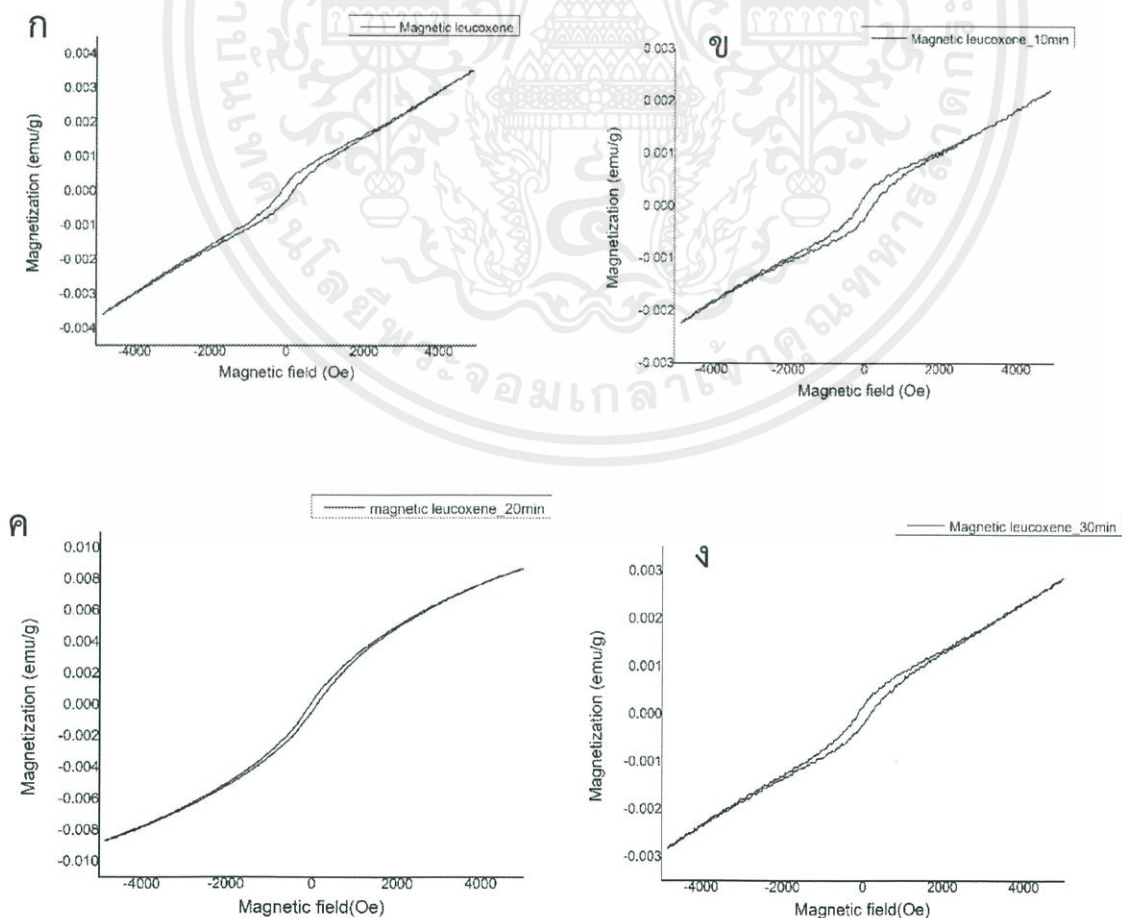
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.1(a) และ 4.1(b) พบว่ามีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบอยู่ถึง 84.23% และมีโลหะ Fe_2O_3 อยู่ 2.01% ซึ่งเมื่อได้ทำการล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริกแล้ว นอกจะมีองค์ประกอบอื่นๆที่เพิ่มเข้ามา พบว่ามีไทเทเนียมไดออกไซด์และโลหะ Fe_2O_3 เพิ่มสูงขึ้น

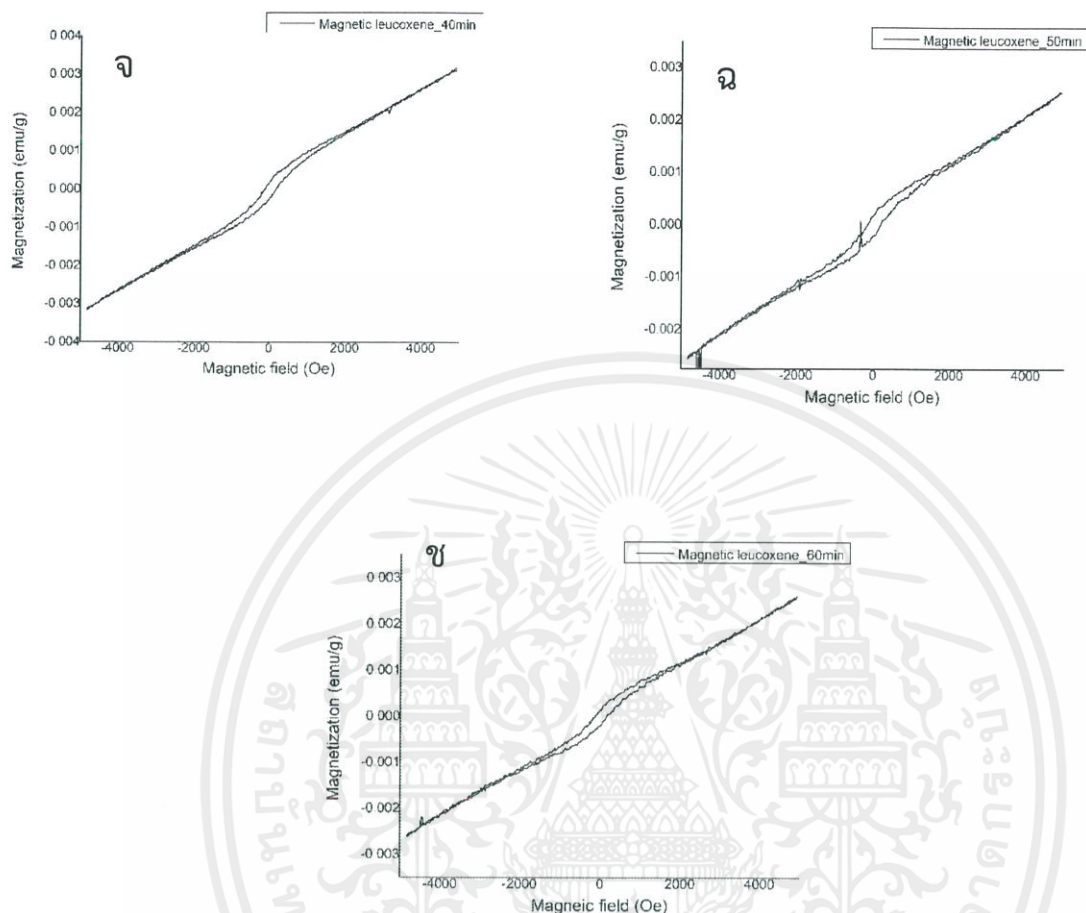
จึงเป็นการยืนยันว่าอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบถึง 84.43% และจะเพิ่มขึ้นถึง 86.33% เมื่อนำมาชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งยืนยันได้ว่าอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนสามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ จากการมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบในปริมาณที่มาก และนอกจากนี้ยังพบเหล็ก Fe_2O_3 เป็นองค์ประกอบอยู่ 2% และเพิ่มขึ้นเป็น 5.08% เมื่อทำการชะล้างสารด้วยกรด จึงสามารถยืนยันได้ว่าอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนมีคุณสมบัติแม่เหล็กจากการมีเหล็กเป็นองค์ประกอบ และคาดว่าจะสามารถนำแม่เหล็กมาใช้แยกตัวเร่งหรืออนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนออกมาได้หลังเสร็จสิ้นกระบวนการย่อยสลายด้วยแสง

4.4 การวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กของวัสดุนาโน

ผลของการตรวจวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแมกเนติกลิวคูซีนที่บดด้วยระยะเวลาที่แตกต่างกันโดยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง แสดงในรูปที่ 4.4



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



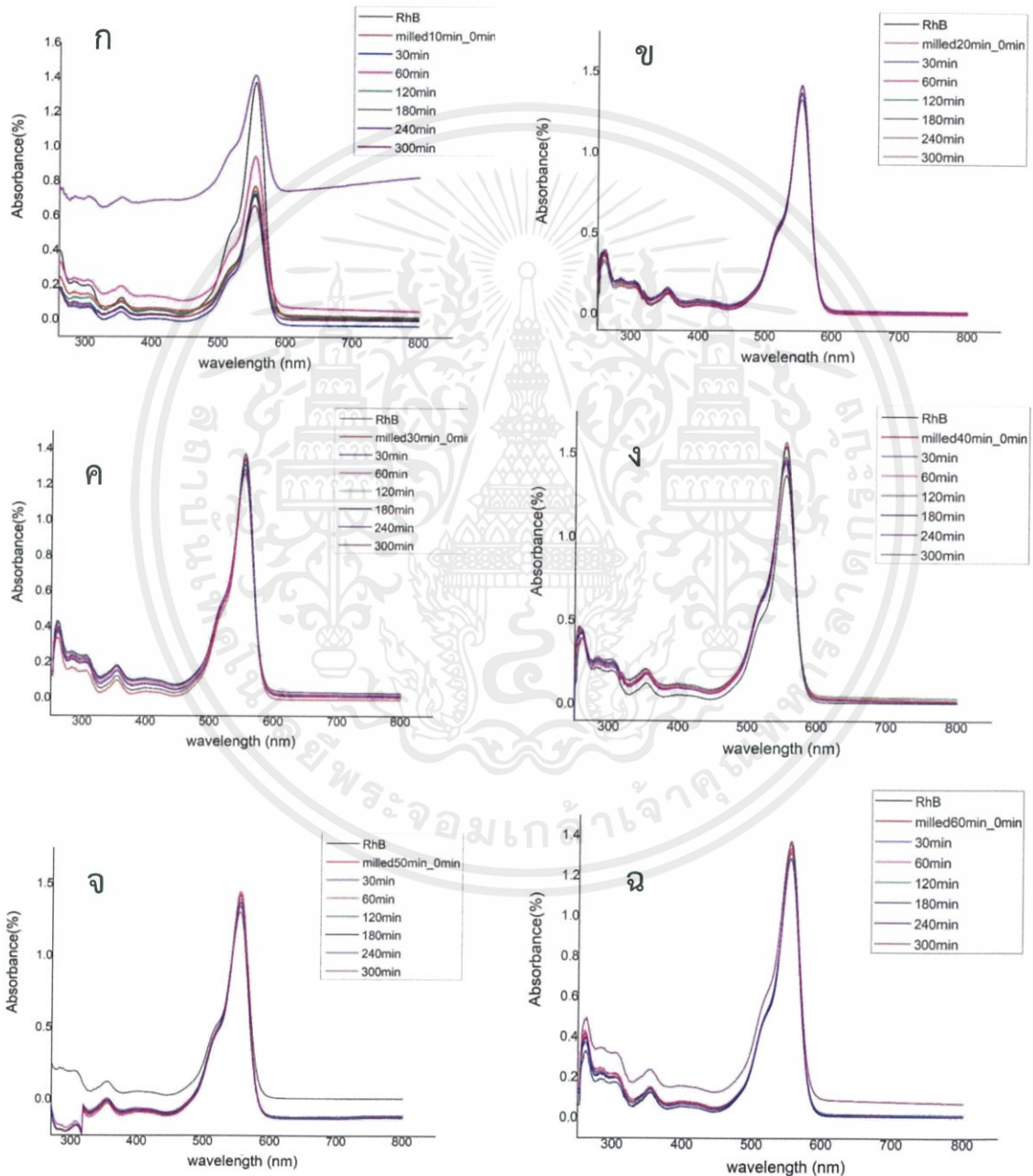
รูปที่ 4.4 ภาพแสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแม่เหล็กเนติกลิวคูซีนที่บดในระยะเวลาที่แตกต่างกัน (ก)อนุภาคแม่เหล็กเนติกลิวคูซีน (ข)10 นาที (ค) 20 นาที (ง)30 นาที, (จ) 40 นาที (ฉ) 50 นาที และ(ช) 60 นาที

จากรูปที่ 4.4 พบว่าอนุภาคแม่เหล็กเนติกลิวคูซีนทุกเงื่อนไขมีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็กชนิด ferromagnetic แบบอ่อน มีสนามแม่เหล็กคงค้างบ้างแต่มีเพียงเล็กน้อย ใช้พลังงานในปริมาณที่น้อยในการเปลี่ยนทิศทางโดเมนแม่เหล็ก และในเงื่อนไขการบดที่บดด้วยระยะเวลา 20 นาที ที่พบว่ามีความสมบัติแม่เหล็กแตกต่างไปจากเงื่อนไขอื่น ซึ่งจากการศึกษาคาดว่ามีสมบัติแม่เหล็กแบบพาราแมกเนติก แต่ในการนำมาใช้ประโยชน์เราต้องการสมบัติแม่เหล็ก ferromagnetic เนื่องจากแม่เหล็กถาวรทนต่ออุณหภูมิได้สูงกว่าแม่เหล็กชนิดอื่นๆ

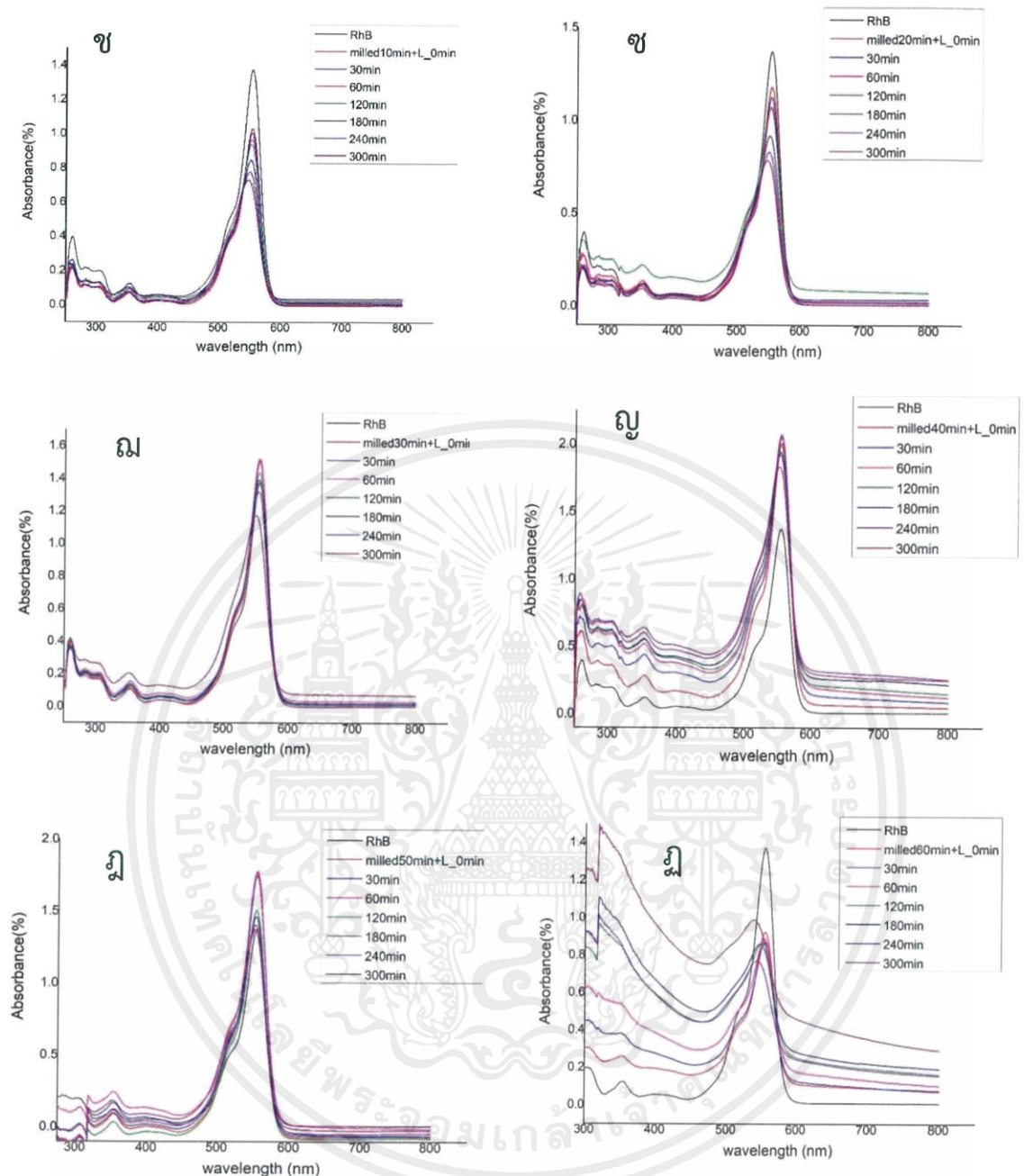
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 การวิเคราะห์ปริมาณและค่าความเข้มข้นของแสงในช่วงแสงยูวีและแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนด้วยเครื่องมือตรวจวิเคราะห์การดูดกลืนในช่วงยูวีและช่วงแสงขาว

ผลของการตรวจวิเคราะห์ปริมาณการดูดกลืนรังสียูวีของสีย้อมโรดามีนบีเมื่อใส่อนุภาคแมกเนติกลิวดูซินที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ความเร็วรอบเท่ากันแต่ระยะเวลาต่างกันเพื่อใช้ในการศึกษาคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งด้วยแสงของอนุภาค โดยใช้สีย้อมโรดามีนบีเป็นตัวอ้างอิงเพื่อสังเกตการลดลงของความเข้มข้นของสีย้อมเมื่อใส่อนุภาคแมกเนติกลิวดูซิน ถูกแสดงในรูปที่ 4.5

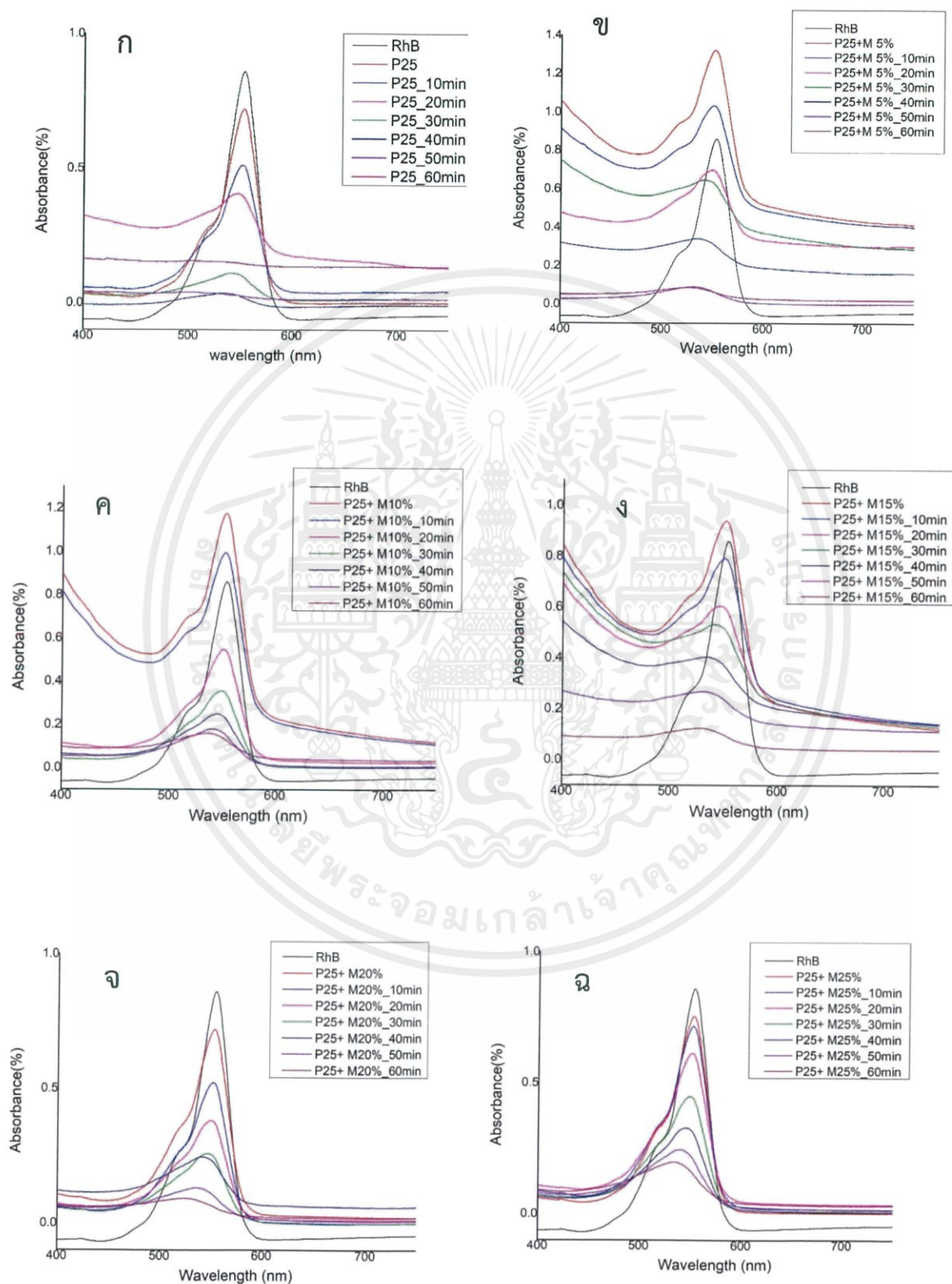


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

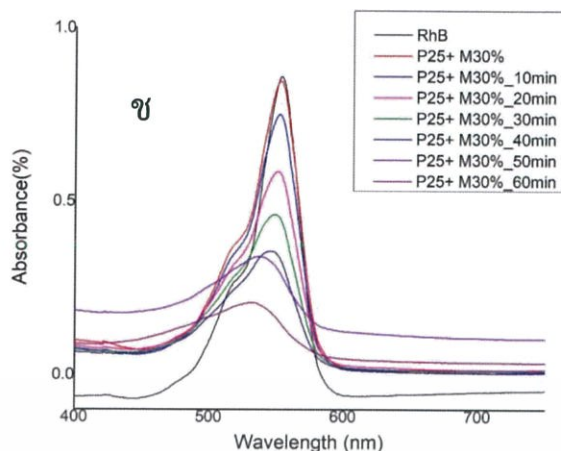


รูปที่ 4.5 ภาพแสดงการย่อยสลายของสีย้อมโดยใช้แสงยูวีเป็นตัวกระตุ้นโดยใส่อนุภาคแมกเนติกลิควิวซีนที่บดในเงื่อนไขแตกต่างกัน (ก)บด 600 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที (ข) 600 รอบต่อนาที เวลา 20 นาที, (ค) 600 รอบต่อนาที เวลา 30 นาที, (ง) 600 รอบต่อนาที เวลา 40 นาที, (จ) 600 รอบต่อนาที เวลา 50 นาที, (ฉ) 600 รอบต่อนาที เวลา 60 นาที, (ช) ล้างด้วยกรดแล้วบด 600 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที, (ซ) ล้างด้วยกรดแล้วบด 600 รอบต่อนาที เวลา 20 นาที, (ฌ) ล้างด้วยกรดแล้วบด 600 รอบต่อนาที เวลา 30 นาที, (ญ) ล้างด้วยกรดแล้วบด 600 รอบต่อนาที เวลา 40 นาที, (ฎ) ล้างด้วยกรดแล้วบด 600 รอบต่อนาที เวลา 50 นาที และ (ฏ) ล้างด้วยกรดแล้วบด 600 รอบต่อนาที เวลา 60 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

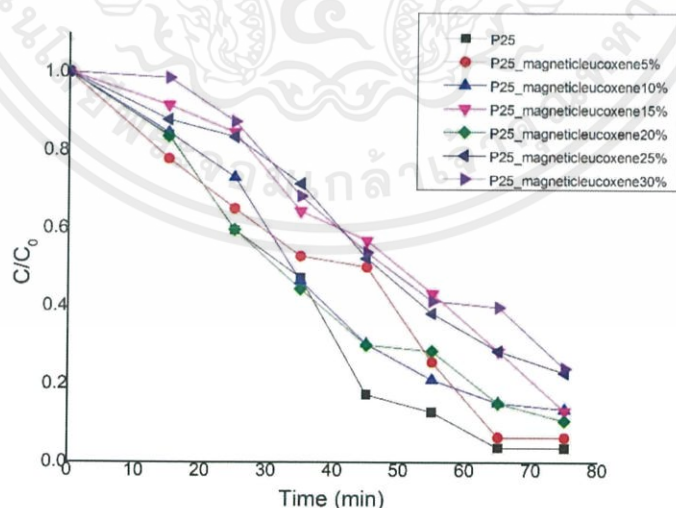


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 ภาพแสดงการย่อยสลายของสีย้อมโดยใช้แสงยูวีเป็นตัวกระตุ้นโดยใส่คอมโพสิตระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์ที่บดในระยะเวลาต่างกัน ไทเทเนียมไดออกไซด์(P25) (ก) P25 (ข) คอมโพสิตระหว่างP25และอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์5%, (ค) คอมโพสิตระหว่างP25และอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์10% (ง)คอมโพสิตระหว่างP25และอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์15%, (จ) คอมโพสิตระหว่างP25และอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์20%, (ฉ) คอมโพสิตระหว่างP25และอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์25% และ (ช) คอมโพสิตระหว่างP25และอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์30%

นำจุดสูงสุดที่พีคที่ได้มาพลอตกราฟเทียบกับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงยูวีเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณการถูกย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม โดยสังเกตได้จาก C/C_0 หรือความเข้มข้นเทียบกับความเข้มข้นก่อนการฉายแสง



รูปที่ 4.8 รูปแสดงการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมโรดามีนบีเมื่อใส่คอมโพสิตระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนิกเกิลคอกซ์กับ P25

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.6 พบว่าคอมโพสิตระหว่าง P25 และอนุภาคแมกเนติกลิควูซีนอัตราส่วน 5% ให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี้อมด้วยแสงสูงสุด สังเกตได้จากแต่เดิมเมื่อนำอนุภาคผสมลงในสารละลายสี้อมโรดามีน บีมีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 1 แต่เมื่อฉายแสงยูวีในระบบปิด พบว่ามีความเข้มข้นของสารละลายลดลงเหลือ 0.087 ซึ่งลดลงมากกว่าเงื่อนไขอื่น ๆ และมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับ P25 ซึ่งเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์เกรดการค้าซึ่งมีความบริสุทธิ์และมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งทำปฏิกิริยาด้วยแสงดีเยี่ยม

จากข้อมูลในรูปที่ 4.4 เป็นการทดสอบการย่อยสลายด้วยแสงโดยมีแหล่งกำเนิดแสงเป็น Xenon lamp ซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ให้ความเข้มแสงที่สูง และให้พลังงานที่สูงมากซึ่งต่างจากผลการวิเคราะห์ในรูปที่ 4.6 ที่เป็นการผสม P25 เข้าไปและใช้แหล่งกำเนิดแสงย่าน UV ที่มีพลังงานต่ำกว่า พบว่า อนุภาคแมกเนติกลิควูซีนต้องใช้แหล่งกำเนิดแสงที่มีพลังงานสูงและใช้เวลาในการย่อยสลายสี้อมนานมาก แต่เมื่อได้ทำการเตรียมเป็นคอมโพสิตแล้วสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ดีเยี่ยม ใช้เวลาน้อยกว่า และสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ในแสงย่าน UV ซึ่งที่พลังงานแสงต่ำกว่า Xenon lamp จึงสรุปได้ว่าเมื่อนำอนุภาคนาโนแมกเนติกลิควูซีนมาผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิด P25 แล้วสามารถปรับปรุงตัวเร่งให้มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี้อมด้วยแสงย่านยูวีมากขึ้น



บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองในกระบวนการเตรียมอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนด้วยกระบวนการที่แตกต่างกันได้แก่ กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง และ กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงร่วมกับกระบวนการล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 7 มิลลิโมลาร์ เพื่อศึกษาคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งด้วยแสงและคุณสมบัติต่างๆที่เปลี่ยนแปลงของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนที่บดด้วยระยะเวลาต่างกันตั้งแต่ 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาที

ผลจากการศึกษาการเตรียมอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงที่ระยะเวลาตั้งแต่ 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 นาทีและกระบวนการชะล้างสารเจือปนด้วยกรด พบว่าลักษณะสัณฐานของอนุภาคเดิม โดยเมื่อบดด้วยเวลาที่นานขึ้น จะพบว่ามีแนวโน้มของขนาดของอนุภาคมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆและมีการกระจายตัวได้ดี และในกรณีที่นำอนุภาคแมกเนติกมาชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกก่อนการนำมาบดที่ระยะเวลาต่างกันพบว่าอนุภาคจะมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมีการกระจายตัวที่ไม่ดีแต่เมื่อทำการบดที่ระยะเวลามากขึ้นอนุภาคจะมีขนาดเล็กลงเล็กน้อยและมีการกระจายตัวได้ดีขึ้น ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนก่อนและหลังทำการบด พบพิกที่โดดเด่นคือพิกของไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทส (JCPDS หมายเลข 21-1272) , ไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ (JCPDS หมายเลข 21-1276) และพบพิกของเหล็กอัลฟา (JCPDS หมายเลข 06-0696) และสำหรับรูปแบบการเลี้ยวเบนการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลแล้วพบว่าความสูงของพิกเฟสอานาเทสมีค่ามากขึ้นเล็กน้อย และความสูงของพิกเฟสรูไทล์มีความสูงพิกที่สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัดแสดงว่ามีความเป็นผลึกเฟสรูไทล์เพิ่มขึ้น และมีความกว้างของพิกลดลงบ่งบอกถึงขนาดอนุภาคที่เล็กลง นอกเหนือจากนี้ยังพบว่าภายหลังจากการบดมีพิกของเหล็กอัลฟาที่หายไปแต่ได้เกิดเป็นพิกของเหล็กที่ตำแหน่งอื่นแทน ซึ่งคาดว่าเป็นมาจากการบดที่ไปทำลายขอบเกรนของแม่เหล็กทำให้มีความเป็นแม่เหล็กที่แตกต่างไปจากเดิม นอกจากนี้จากนั้นหาอัตราส่วนระหว่างเฟสอานาเทสกับรูไทล์ระหว่างก่อนบดกับอัตราส่วนระหว่างเฟสอานาเทสกับรูไทล์หลังการบดโดย นำจุดสูงของพิกมาคำนวณหาอัตราส่วนพบว่าอัตราส่วนระหว่างเฟสอานาเทสและรูไทล์ของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนก่อนการบดเท่ากับ 0.66 และอัตราส่วนระหว่างระหว่างเฟสอานาเทสและรูไทล์ของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนหลังการบดเท่ากับ 0.25

จึงสรุปได้ว่าเฟสรูไทล์เพิ่มขึ้นหลังจากผ่านกระบวนการบดซึ่งสังเกตได้จากอัตราส่วนของเฟสอานาเทสและรูไทล์ที่เพิ่มขึ้น ผลของการตรวจวิเคราะห์ปริมาณการดูดกลืนรังสียูวีของอนุภาคแมกเนติกลิควูซึนที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ความเร็วรอบเท่ากันแต่ระยะเวลาต่างกันเพื่อใช้ในการศึกษาคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งด้วยแสงของอนุภาค โดยใช้สีย้อมโรดามีนบีเป็นตัวอ้างอิงเพื่อสังเกตการลดลงของความเข้มข้นของสีย้อมเมื่อใส่อนุภาคแมกเนติกลิควูซึนและเป็นตัวแทนของของเสียที่ต้องการนำมาย่อยสลายด้วยแสงนำจุดสูงสุดที่พิกที่ได้มาพลอตกราฟเทียบกับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงยูวีเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณการถูกย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม โดยสังเกตได้จาก c/c_0

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หรือความเข้มข้นเทียบกับความเข้มข้นก่อนการฉายแสง พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดที่บดเป็นเวลา 10 นาทีมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายด้วยแสงสูงสุด สังเกตได้จากแต่เดิมเมื่อนำอนุภาคผสมลงในสารละลายสีย้อมโรดามีนบีมีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 1 แต่เมื่อฉายแสงยูวีในระบบปิด พบว่ามีความเข้มข้นของสารละลายลดลงเหลือ 0.4 ซึ่งลดลงมากกว่าเงื่อนไขอื่นๆ แต่อนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดที่บดด้วยระยะเวลา 10 นาทียังให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายด้วยแสงไม่ดีเท่าที่ควร จึงได้ทำการเตรียมคอมโพสิตระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดเข้ากับไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิด P25 ในอัตราส่วนต่างๆ ที่ต้องการศึกษา และนำมาวิเคราะห์โดยนำจุดสูงสุดที่พิกที่ได้มาพลอตกราฟเทียบกับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงยูวีเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณการถูกย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อม โดยสังเกตได้จาก c/c_0 หรือความเข้มข้นเทียบกับความเข้มข้นก่อนการฉายแสง พบว่าคอมโพสิตระหว่าง P25 และอนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดอัตราส่วน 5% ให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมด้วยแสงสูงสุด สังเกตได้จากแต่เดิมเมื่อนำอนุภาคผสมลงในสารละลายสีย้อมโรดามีนบีมีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 1 แต่เมื่อฉายแสงยูวีในระบบปิด พบว่ามีความเข้มข้นของสารละลายลดลงเหลือ 0.087 ซึ่งลดลงมากกว่าเงื่อนไขอื่นๆ และมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับ P25 ซึ่งเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์เกรดการค้าซึ่งมีความบริสุทธิ์และมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งทำปฏิกิริยาด้วยแสงดีเยี่ยม

นอกจากนี้อนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดทุกเงื่อนไขยังมีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็กชนิด ferromagnetic แบบอ่อน มีสนามแม่เหล็กคงค้างบ้างแต่มีเพียงเล็กน้อย ใช้พลังงานในปริมาณที่น้อยในการเปลี่ยนทิศทางโดเมนแม่เหล็ก และในเงื่อนไขการบดที่บดด้วยระยะเวลา 20 นาที ที่พบว่ามีความสัมพันธ์แม่เหล็กแตกต่างไปจากเงื่อนไขอื่นซึ่งว่ามีสมบัติแม่เหล็กแบบพาราแม่เหล็ก และนอกจากนี้ผลของการตรวจชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาคนาโนแม่เหล็กนิวคลีอิดที่บดแล้วด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงเปรียบเทียบกับอนุภาคแม่เหล็กนิวคลีอิดที่ทำการบดในเงื่อนไขเดียวแต่นำมาชะด้วยกรดเพื่อชะสารเจือปนออกเพื่อเปรียบเทียบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบและปริมาณของธาตุต่างๆ พบว่ามีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบอยู่ถึง 84.23% และมีโลหะ Fe_2O_3 อยู่ 2.01% ซึ่งเมื่อได้ทำการล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริกแล้วนอกจะมีองค์ประกอบอื่นๆ ที่เพิ่มเข้ามา พบว่ามีไทเทเนียมไดออกไซด์และโลหะ Fe_2O_3 เพิ่มสูงขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ในการล้างสารเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริกนั้น ภายหลังจากต้องผ่านการนำมาล้างค่า pH ของตะกอนต่อให้มีค่าเท่ากับน้ำปอดประจักษ์ใช้ เพื่อให้แน่ใจว่าตะกอนนั้นจะไม่เหลือความเป็นกรดหลงเหลืออยู่

5.2.2 ในกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงควรใส่ปริสารของลูกบด และสารเพื่อให้อุณหภูมิ น้ำหนักเท่ากันทั้งสองด้าน เพื่อปกกันและยืดอายุการใช้งานของเครื่องบด

บรรณานุกรม

- [1] “ประวัติวิทยาศาสตร์ระดับนาโน”, <https://il.mahidol.ac.th>, 2018. [Online]. Available: <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit1-4.html>
- “Titanium Dioxide”, <https://en.wikipedia.org>, 2018. [Online]. Available: https://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide
- [2] ณัฐพันธุ์ ศุภกา, วัสดุนาโน ยิ่งเล็กก็ยิ่งใหญ่ (ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ, 2561)
- [3] “Titanium dioxide”, <https://thaipolychemicals.weebly.com>, 2018. [Online]. Available: <https://thaipolychemicals.weebly.com/zinc-oxide.html>
- [4] “ลักษณะสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์”, <http://web.eng.nu.ac.th>, 2018. [Online]. Available: http://web.eng.nu.ac.th/eng2012/cei/nanodatabase/info2.php?cat_id=2&p_id=8
- [5] “การใช้ประโยชน์ไทเทเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม”, <http://web.eng.nu.ac.th>, 2018. [Online]. Available: http://web.eng.nu.ac.th/eng2012/cei/nanodatabase/info2.php?cat_id=2&p_id=131
- [6] “Top down and bottom up approach in nanotechnology”, <https://nanotechnologyjd.weebly.com>, 2018. [Online]. Available: <https://nanotechnologyjd.weebly.com/manufacturing-processed.html>
- [7] วิรัช เลิศพรหม, ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการบดด้วยโม่บด (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี, 2561)
- [8] “Mill Speed - Critical Speed”, <http://www.pauloabbe.com>, 2018. [Online]. Available: <http://www.pauloabbe.com/size-reduction/resources/mill-speed-critical-speed>
- [11] EL-ESKANDARANY, M. Sherif. Mechanical alloying: For fabrication of advanced engineering materials. Univ. Press of Mississippi, 2013.
- [9] “Ball mill”, <https://www.pharmapproach.com>, 2018. [Online]. Available: <https://www.pharmapproach.com/ball-mill/>
- [10] “BASIC PRINCIPLES OF PARTICLE SIZE ANALYSIS”, <https://www.atascientific.com>, 2018. [Online]. Available: https://www.atascientific.com.au/wp-content/cache/page_enhanced/www.atascientific.com.au/basic-principles-of-particle-size-analysis/_index_ssl.html_gzip
- [11] STORTI, F.; BALSAMO, F. Particle size distributions by laser diffraction: sensitivity of granular matter strength to analytical operating procedures. Solid Earth, 2010, 1.1: 25-48.

- [15] “X-ray Diffractometer”, <http://www.material.chula.ac.th>, 2018. [Online]. Available: <http://www.material.chula.ac.th/RADIO44/APRIL/RADIO4-1.HTM>
- [16] “XRD Principle”, <https://ywcmatsci.yale.edu>, 2018. [Online]. Available: <https://ywcmatsci.yale.edu/principle-0>
- [17] ดนัย กิจชัยนุกูล, เรื่องนำรู้ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) (เอกสารอัดสำเนา, ม.ป.ท. : ม.ป.ป., 2561)
- [18] “กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน”, <https://il.mahidol.ac.th>, 2018. [Online]. Available: <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [19] “Principle of Photoluminescence Spectroscopy”, <https://archive.cnx.org>, 2018. [Online]. Available: <https://archive.cnx.org/contents/81bb0311-98ee-4cfc-b3c8-0eab6aeace37@2/photoluminescence-spectroscopy-and-its-applications>
- [20] “Principle of Photoluminescence Spectroscopy”, <https://www.researchgate.net>, 2018. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/figure/Principle-of-Photoluminescence-Spectroscopy-A-spectrofluorometer-is-an-analytical_fig4_324437852
- [21] AMIRKHANLOU, Sajjad; KETABCHI, Mostafa; PARVIN, Nader. Nanocrystalline/nanoparticle ZnO synthesized by high energy ball milling process. *Materials letters*, 2012, 86: 122-124.
- [22] OTHMAN, A. A.; OSMAN, M. A.; ABD-ELRAHIM, A. G. The effect of milling time on structural, optical and photoluminescence properties of ZnO nanocrystals. *Optik*, 2018, 156: 161-168.
- [23] LI, Lu, et al. High-purity disperse α -Al₂O₃ nanoparticles synthesized by high-energy ball milling. *Advanced Powder Technology*, 2018, 29.9: 2194-2203.
- [24] ŠEPELÁK, Vladimír; BÉGIN-COLIN, Sylvie; LE CAËR, Gérard. Transformations in oxides induced by high-energy ball-milling. *Dalton transactions*, 2012, 41.39: 11927-11948.
- [25] BALÁŽ, Peter, et al. Hallmarks of mechanochemistry: from nanoparticles to technology. *Chemical Society Reviews*, 2013, 42.18: 7571-7637.
- [26] GEETHA, M. S.; NAGABHUSHANA, H.; SHIVANANJIAH, H. N. Green mediated synthesis and characterization of ZnO nanoparticles using Euphorbia Jatropa latex as reducing agent. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 2016, 1.3: 301-310.
- [27] WILLANDER, Magnus, et al. Luminescence from zinc oxide nanostructures and polymers and their hybrid devices. *Materials*, 2010, 3.4: 2643-2667.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แผนการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน	พ.ศ. 2561					พ.ศ. 2562				
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.
1. ศึกษากระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง	→									
2. ศึกษาผลของเวลาในการบดที่แตกต่างกัน		→								
3. ศึกษากระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงร่วมกับกระบวนการชะล้างสารเจือปนด้วยกรด			→							
4. โครงการแลกเปลี่ยนที่ญี่ปุ่น			→	→						
5. ตรวจสอบวิเคราะห์สมบัติ					→	→				
6. ศึกษาผลของการผสมเป็นคอมโพสิต						→	→			
7. ตรวจสอบวิเคราะห์สมบัติ							→	→		
8. ศึกษาสมบัติแม่เหล็กของอนุภาค								→	→	
9. สรุปผลการทดลอง วิเคราะห์ข้อมูล และจัดทำรูปเล่ม					→				→	→

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	อริสา พรภักดีวัฒนา
วัน เดือน ปีเกิด	1 พฤษภาคม 2540
ที่อยู่	106/7 ซอยดวงมณี ถนนงามวงศ์วาน ตำบลบางเขน อำเภอเมือง นนทบุรี 11000
การศึกษา	ระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนราชินีบน แผนการเรียน วิทยาศาสตร์ – คณิตศาสตร์ จบการศึกษาปีการศึกษา 2557 ระดับชั้นปริญญาตรี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ จบการศึกษาปีการศึกษา 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้