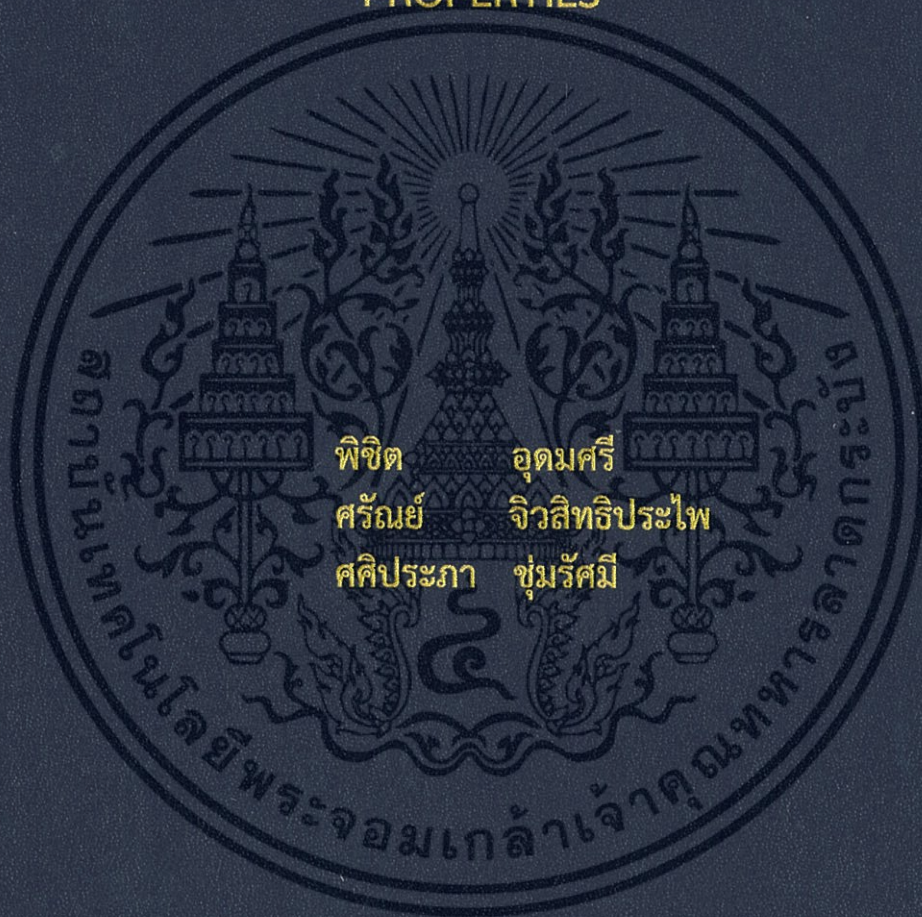


การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททและการศึกษาสมบัติการเป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

SOLVOTHERMAL SYNTHESIS OF Sb_2WO_6 AND THEIR
PHOTOCATALYTIC AND SUPERHYDROPHOBIC
PROPERTIES



โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททและการศึกษาสมบัติการเป็น
ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

SOLVOTHERMAL SYNTHESIS OF Sb_2WO_6 AND THEIR
PHOTOCATALYTIC AND SUPERHYDROPHOBIC
PROPERTIES



โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต(เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SOLVOTHERMAL SYNTHESIS OF Sb_2WO_6 AND THEIR
PHOTOCATALYTIC AND SUPERHYDROPHOBIC
PROPERTIES



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์แอนติโมนีทิงสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

Solvothermal Synthesis of Sb_2WO_6 and Their Photocatalytic and Superhydrophobic Properties

ชื่อนักศึกษา นายพิชิต อุดมศรี รหัสนักศึกษา 56050546
นายศรัณย์ จิวสิทธิ์ประไพ รหัสนักศึกษา 56050612
นางสาวศศิประภา ชุ่มรัมย์ รหัสนักศึกษา 56050615


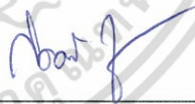

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต เคมีอุตสาหกรรม

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2559

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2559

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
รศ.ดร. นราธิป วิทยากร ประธานกรรมการ	
ดร. กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ กรรมการ	
ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

T149545

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด		
ชื่อนักศึกษา	นายพิชิต	อุดมศรี	รหัสนักศึกษา 56050546
	นายศรัณย์	จิวิสิทธิ์ประไพ	รหัสนักศึกษา 56050612
	นางสาวศศิประภา	ชุ่มรัมย์	รหัสนักศึกษา 56050615
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต เคมีอุตสาหกรรม		
ภาควิชา	เคมี		
คณะ	วิทยาศาสตร์		
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)		
ปีการศึกษา	2559		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช		

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยได้ศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ คือ ชนิดตัวทำละลาย ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน (H_2O) เอทิลีนไดเอมีน ($NH_2C_2H_4NH_2$) เอทิลีนไกลคอล (HOC_2H_4OH) และเอทานอล (C_2H_5OH) และศึกษาอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ในอัตราส่วน 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 ที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของสารที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และเทคนิค FT-IR พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ คือ แอนทิโมนีทังสเตทมีโครงสร้างแบบไตรคลีนิกที่มีความบริสุทธิ์ จากการศึกษาลักษณะวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าแอนทิโมนีทังสเตทมีลักษณะรูปร่างแบบสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของอนุภาคนาโนร่วมกับไมโคร (nano-micro hierarchical structure) โดยการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันส่งผลต่อรูปร่างและสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ต่างกัน ส่วนการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน ไม่ส่งผลต่อรูปร่างและสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงมากนัก เมื่อนำแอนทิโมนีทังสเตทไปทำการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยออกซิเจนไตรคลอโรไซเลน (OTS) พบว่าสารที่ได้แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 150-157 องศา จากการทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น พบว่าแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุดในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) โดยมีค่าอยู่ที่ร้อยละ 92.74 ที่เวลาในการฉายแสง 4 ชั่วโมง ซึ่งเป็นผลมาจากการที่แอนทิโมนีทังสเตทมีรูปร่างซ้อนทับกันแบบโดนัทที่มีขนาดเล็ก จึงมีพื้นที่ผิวมากและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำสุด คือ 2.25 อิเล็กตรอนโวลต์

คำสำคัญ: แอนทิโมนีทังสเตท โครงสร้างแบบทับซ้อน โซลโวเทอร์มอล สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง สมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

Title	Solvothermal synthesis of Sb_2WO_6 and study of photocatalytic and superhydrophobic property		
Student	Pichit	Udomsri	Student ID 56050546
	Saran	Jewsittipapai	Student ID 56050612
	Sasiprapha	Chumrassamee	Student ID 56050615
Degree	Bachelor of Science in Industrial Chemistry		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic	Year 2016		
Advisor	Asst. Prof. Dr. Panpailin Seeharaj		

Abstract

This project studied the synthesis of Sb_2WO_6 by the solvothermal method 180 °C for 24 h. The effects of synthesis parameters, including types of solvents i.e. de-ionized water, ethylenediamine, ethyleneglycol and ethanol and volume ratio of EtOH-H₂O i.e. 3:1, 2:1, 1:1 and 1:2, on purity, morphology, photocatalytic performance and superhydrophobic property were investigated. XRD and FT-IR analysis confirmed the formation of high purity Sb_2WO_6 with triclinic structure. SEM images showed that Sb_2WO_6 had nano-micro hierarchical structure morphology. The use of the different types of solvents affected on the morphologies and photocatalytic activities but adjusting the volume ratio of EtOH-H₂O had no significant effect on the morphologies and photocatalytic activities of the obtained Sb_2WO_6 . The as-prepared Sb_2WO_6 treated with octadecyltrichlorosilane (OTS) showed the superhydrophobic property by having WCAs of 150-157°. The Sb_2WO_6 prepared using ethyleneglycol as a solvent had the highest photocatalytic in degradation of rhodamine-B dye at 92.74% in the presence of H₂O₂ under visible-light irradiation within 4 hour reaction time due to the high surface area of doughnut-like morphology and lowest band gap energy (E_g) at 2.25 eV.

Keyword: Sb_2WO_6 , hierarchical structure, solvothermal, photocatalytic property, superhydrophobic property

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษฉบับนี้ ในการให้คำปรึกษาเวลามีข้อสงสัย สอนเทคนิคต่าง ๆ ช่วยแก้ปัญหาในการทำงานและคอยเอาใจใส่ ด้วยดีตลอดมา

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร. นราธิป วิทยากร ประธานกรรมการและ ดร. กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ กรรมการโครงการพิเศษในการให้คำปรึกษาและแนะนำเทคนิคต่าง ๆ รวมถึงการแก้ไขข้อบกพร่องในการทำงาน

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่าน ที่ประสิทธิประสาทวิชาความรู้ต่าง ๆ

ขอขอบพระคุณพี่น้องวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่คอยช่วยเหลือด้านอุปกรณ์และสารเคมี รวมถึงสอนวิธีการใช้เครื่องมือต่าง ๆ ตลอดการทดลองโครงการพิเศษเล่มนี้ และคอยเอื้อเฟื้ออำนวยความสะดวกในเรื่องอาคารสถานที่

ขอขอบพระคุณพี่ ๆ เพื่อน ๆ ทุกท่าน ที่คอยให้คำปรึกษา ให้ความช่วยเหลือ เป็นกำลังใจ ให้สามารถดำเนินโครงการพิเศษนี้ ผ่านไปได้ด้วยดี

พิชิต อุดมศรี
ศรัณย์ จิวสิทธิประไพ
ศศิประภา ชุ่มรัมย์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูปภาพ	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาโครงการพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์โครงการ	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 โครงสร้างและลักษณะทางกายภาพของแอนทิโมนีทั้งสเทท	4
2.2 การสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเทท	5
2.2.1 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal process) และกระบวนการโซลโวเทอร์มอล (Solvothormal process)	5
2.2.2 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวทำละลาย	7
2.2.2.1 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)	8
2.2.2.2 เอทานอล (ethanol)	8
2.2.2.3 เอทิลีนไกลคอล (ethyleneglycol)	9
2.2.2.4 เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine)	9
2.3 การนำแอนทิโมนีทั้งสเททไปประยุกต์ใช้งาน	10
2.3.1 สมบัติความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของวัสดุ	11
2.3.1.1 ปრაกฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัว	12
2.3.1.2 การวัดค่ามุมสัมผัส (Contact angle)	13
2.3.2 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (Photocatalytic property)	15
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	19
2.4.1 การสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างทับซ้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลโดยไม่ใช่ต้นแบบและการศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสารประกอบอะโซ	19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.4.2 การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทที่มีรูปร่างทับซ้อนเป็นทรงกลมคล้ายดอกไม้ และการศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด	23
2.4.3 การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทที่มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกและมีรูปร่างแบบทับซ้อนโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้การกระตุ้นด้วยรังสีวีลิวเบิล	30
บทที่ 3 วิธีดำเนินโครงการงาน	34
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	34
3.2 สารเคมี	35
3.3 วิธีการทดลอง	35
3.3.1. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตท	35
3.3.2. ศึกษาสมบัติการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตท	38
3.3.2.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี	38
3.3.2.2 การศึกษาการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี	38
3.3.3 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเตท	39
3.3.3.1 การปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเตท	39
3.3.3.2 การเตรียมเคลือบแอนติโมนีทั้งสเตทที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำลงบนกระจก	40
3.4 เครื่องมือในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการวิเคราะห์สมบัติวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตท	40
3.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)	40
3.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	42
3.4.3 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV- Visible spectrophotometer)	43
3.4.4 วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)	46

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.4.5 วิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs)	46
3.4.6 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Fluorescence spectrometer)	48
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	49
4.1 การศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตท	49
4.1.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)	49
4.1.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)	51
4.1.3 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	52
4.1.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy) และเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (Fluorescence spectroscopy)	56
4.2 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตท	59
4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)	59
4.2.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)	60
4.2.3 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	61
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy) และเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (Fluorescence spectroscopy)	64
4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น	66
4.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี	67
4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H ₂ O ₂)	67

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.3.2.1 การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ...	68
4.3.2.2 ผลการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนในการสังเคราะห์	70
4.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H ₂ O ₂)	72
4.3.3.1 การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ	72
4.3.3.2 การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ	74
4.4 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเทท	76
4.4.1 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ	76
4.4.2 ผลการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน	78
4.4.3 การศึกษาสมบัติการทำความสะอาดตัวเองของแอนทิโมนีทั้งสเทท	80
บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ	82
5.1 สรุปผลงานวิจัย	82
5.2 ข้อเสนอแนะ	84
เอกสารอ้างอิง	85
ภาคผนวก	88
ภาคผนวก ก.	89
ภาคผนวก ข.	90
ภาคผนวก ค.	95
ภาคผนวก ง.	96
ภาคผนวก จ.	98

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการทดลอง	10
2.2 อนุกรมสเปกโทรเคมี	10
2.3 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้ค่า pH 1, 3 และ 5 โดยพบว่าค่า pH 1 มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยมากที่สุดทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยสุด และที่ค่า pH 5 มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยน้อยที่สุดส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมากที่สุด	22
3.1 ตัวทำละลายหลายชนิดต่าง ๆ ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรทด้วยวิธีโซลโวลเทอร์มอล (โดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนเป็น 1: 1)	37
3.2 อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ค่า pH และ เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรทด้วยวิธีโซลโวลเทอร์มอล	37
3.3 ความเข้มข้นและปริมาตรที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบี	38
4.1 ขนาดอนุภาคที่มาซ้อนทับโดยเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่างๆ	55
4.2 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยแบบสามมิติของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่างๆ	56
4.3 ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (Onset absorption edge) และค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (Eg) ของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่ใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในการสังเคราะห์	57
4.4 ขนาดอนุภาคที่มาซ้อนทับกันของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ	63
4.5 ขนาดอนุภาคสามมิติของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ	63
4.6 ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (Onset absorption edge) และค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (Eg) ของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ	65
4.7 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่ได้สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	70
4.8 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	71

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.9 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ชนิดตัวทำละลายต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นเป็นเวลา 4 ชั่วโมง	74
4.10 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากที่อัตราส่วนต่าง ๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง	75
4.11 ผลค่ามุมสัมผัสของน้ำของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้ว	78
4.12 ผลค่ามุมสัมผัสของน้ำของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วน โดยปริมาตรเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้ว	79

สารบัญรูปร่างภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของแอนทิโมนีทั้งสแตท	5
2.2 ส่วนประกอบภายในของหม้อหนึ่งความดัน	6
2.3 ขั้นตอนการกรองไอออนโดยใช้เรซินดักจับไอออนบวกและไอออนลบของสารละลายที่อยู่ในน้ำ ..	8
2.4 โครงสร้างของเอทานอล	9
2.5 โครงสร้างของเอทิลีนไกลคอล	9
2.6 โครงสร้างของเอทิลีนไดเอมีน	10
2.7 ค่ามุมสัมผัสของน้ำกับพื้นผิวของวัสดุที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ	11
2.8 ภาพถ่ายใบบัวที่น้ำสามารถกลิ้งไปมาได้	12
2.9 พื้นผิวของใบบัวโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (a) ภาพกำลังขยายต่ำ ขีดบาร์ในรูปแสดงขนาด 20 ไมโครเมตร และ (b) ภาพถ่ายกำลังขยายสูงบริเวณปุ่ม	12
2.10 ปรากฏการณ์การทำความสะอาดพื้นผิวตัวเองได้ โดยหยดน้ำที่กลิ้งบนผิวผ้าจะนำพาอนุภาคของ สิ่งสกปรกบนพื้นผิวเกาะติดไปด้วย	13
2.11 ลักษณะของมุมสัมผัสของหยดน้ำที่ค่ามุมต่าง ๆ	15
2.12 ทฤษฎีแถบพลังงานของตัวเร่งทางแสงชนิดสารตัวนำและสารกึ่งตัวนำ	16
2.13 กระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง	18
2.14 รูปแบบเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ต่างกัน	19
2.15 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM, TEM และ HRTEM ของแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH ต่างกัน รูป (a, a') pH 1, (b, b') pH 3 และ (c, c') pH 5	20
2.16 ผลการตรวจสอบสัญญาณวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มี กำลังขยายสูง (Field emission scanning electron microscope; FE-SEM) ของแอนทิโมนี- ทั้งสแตทที่สังเคราะห์จากการใช้ pH 5 โดยการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างกัน (a) 30 นาที (b) 1 ชั่วโมง (c) 3 ชั่วโมง และ (d) 12 ชั่วโมง	21
2.17 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อดูการดูดกลืนแสงของ แอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ (a) pH 1, (b) pH 3 และ (c) pH 5	22
2.18 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ โดยการใช้แอนทิโมนีทั้งสแตทที่ เตรียมจาก (a) ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (b) pH 9 (c) pH 7 (d) pH 5 (e) pH 3 และ (f) pH 1 และรูปเล็ก คือ UV-Vis สเปกตรัม ของสารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ที่มีตัวเร่ง ปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมจากการใช้ pH 1 ที่เวลาต่างๆ โดยพบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีมาก ขึ้นการดูดกลืนแสงของเมทิลออเรนจ์จะลดลง	23
2.19 (a) ผล XRD ของ Sb_2WO_6 ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH ต่างกัน (SW2) pH 2 (SW4) pH 4 และ (SW7) pH 7 (b) สเปกตรัม EDS ของแอนทิโมนีทั้งสแตท	24

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.20 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ต่างกัน (a) กับ (b) pH 2 (c) กับ (d) pH 4 และ (e) กับ (f) pH 7	25
2.21 ภาพถ่าย TEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH 2 (a) ภาพถ่ายทรงกลมระดับไมโครแบบปกติ (b) ภาพขยายของทรงกลมระดับไมโคร และ (c) ภาพกำลังขยายสูงของทรงกลมระดับไมโคร	26
2.22 ภาพถ่าย SEM ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างกัน (a) 0 ชั่วโมง (b) 0.5 ชั่วโมง (c) 1 ชั่วโมง (d) 6 ชั่วโมง (e) 12 ชั่วโมง และ (f) 24 ชั่วโมง	26
2.23 แผนผังขั้นตอนการเติบโตของแอนติโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างทับซ้อนเป็นทรงกลมระดับไมโคร .	27
2.24 ภาพการวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2, 4 และ 7	28
2.25 (a) ภาพจากยูวี-วิสิเบิล สเปกตรัม แสดงสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททในการสลาย RhB ภายใต้การฉายรังสียูวีที่เวลาต่าง ๆ และ (b) การกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากค่า pH ต่างกัน ภายใต้การฉายรังสียูวีที่เวลาต่าง ๆ	28
2.26 การวัดมุมสัมผัสของพื้นผิวที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) พื้นผิวที่ปราศจากการปรับปรุงสมบัติ (b) พื้นผิวที่ปรับปรุงด้วยสารละลายเมทานอลร้อยละ 2 โดยปริมาตรของเปอร์ฟลูออโรเดคซิลไตรเอทอกซีไซเลน และ (c) ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่มีค่า pH ต่างกันบนฟิล์มของแอนติโมนีทั้งสเทท	29
2.27 ภาพการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตัวอย่างแอนติโมนีทั้งสเทท เตรียมที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1	30
2.28 ภาพจากเทคนิค (a-c) FE-SEM, (d, e) TEM และ (f) HRTEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1	31
2.29 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำที่ต่างกัน (a, b) 1:1, (c, d) 1:2, และ (e, f) 1:5	32
2.30 การดูดกลืนแสงในช่วงยูวี-วิสิเบิล ของแอนติโมนีทั้งสเททที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำที่ต่างกัน	32

สารบัญญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.31 (a) การดูตกเส้นแสงของสารละลาย RhB ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 ภายใต้การฉายรังสีวีลิลที่เวลาต่าง ๆ และ (b) การสลาย RhB ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงชนิดต่าง ๆ ที่ใช้เวลาในการฉายรังสีวีลิลต่างกัน	33
3.1 แผนผังการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตท	36
3.2 แผนผังการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทังสเตท	39
3.3 แผนผังการเตรียมเคลือบแอนติโมนีทังสเตทที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำลงบนแผ่นกระจก	40
3.4 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์	41
3.5 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)	41
3.6 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	42
3.7 ภาพระบบการทำงานของเครื่องยูวี-วีลิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	43
3.8 ภาพเครื่องยูวี-วีลิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	43
3.9 กราฟการหาค่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน	44
3.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนและความยาวคลื่นที่ใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g)	45
3.11 ภาพเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)	46
3.12 ลักษณะมุมสัมผัสของหยดน้ำ	47
3.13 ภาพเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs)	47
3.14 เครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรมิเตอร์ (Fluorescence spectrometer)	48
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ตัวทำละลายเอทานอล ด้วยวิธีการตกตะกอน เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680)	50
4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทเทียบที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายต่าง ๆ a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทิลีนไดเอมีน c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทานอล เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680)	51
4.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลาย a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทิลีนไดเอมีน c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทานอล	52

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.4 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10000 เท่า b) กำลังขยาย 20000 เท่า	54
4.5 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากเอทานอลเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10000 เท่า b) กำลังขยาย 20000 เท่า	54
4.6 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10000 เท่า b) กำลังขยาย 20000 เท่า	55
4.7 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากเอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10000 เท่า b) กำลังขยาย 20000 เท่า	55
4.8 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลาย ชนิดต่าง ๆ	57
4.9 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลาย ชนิดต่าง ๆ	58
4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตร ตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน คือ a) 3: 1, b) 2: 1, c) 1: 1 และ d) 1: 2 เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680)	60
4.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของ ตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน a) 3: 1, b) 2: 1, c) 1: 1 และ d) 1: 2	61
4.12 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของ เอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วน 3:1 2:1 1:1 และ 1:2 ตรงกับภาพ A) B) C) และ D) ตามลำดับโดยใช้กำลังขยาย 10000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20000 เท่า (ขวา) ในการถ่ายภาพ	62-63
4.13 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตร ตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน	64
4.14 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตร ตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน	66
4.15 กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี	67
4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อม โรดามีนบีของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ชนิดตัวทำละลายต่าง ๆ	69
4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อม โรดามีนบีของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลาย เอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน	71

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ชนิดตัวทำละลายต่าง ๆ	73
4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ	75
4.20 ภาพ SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ปรับปรุงให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน	76
4.21 ภาพหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททด้วยตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทานอล c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทิลีนไดเอมีนที่ปรับปรุงสมบัติด้วยออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน	77
4.22 ภาพหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททด้วยอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน a) 3:1 b) 2:1 c) 1:1 และ d) 1:2 ที่ปรับปรุงสมบัติด้วยออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน	79
4.23 ภาพของหยดน้ำที่อยู่บนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยแอนติโมนีทั้งสเททที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด a) น้ำชา b) กาแฟ c) สารละลายสีย้อมโรดามีนบี d) สารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ และ e) น้ำมันพืช	81
4.24 ภาพสมบัติการทำความสะอาดตัวเองของพื้นผิวที่เคลือบด้วยแอนติโมนีทั้งสเททที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด a) ผงแป้งทาตัวบนพื้นผิว b) หยดน้ำที่กลิ้งไปบนพื้นผิวนำพาผงแป้งมาติดที่หยดน้ำ	81

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงงานพิเศษ

แอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำ (semi-conductor) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอูริวาลิอัส (Aurivillius structure) ซึ่งประกอบด้วยชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ ($[WO_4]_n^{2-}$ layers) ที่เกิดจากการเชื่อมต่อที่มุมของออกตะฮีดรอลทังสเตนออกไซด์ (WO_6 octahedra) ทำให้เกิดชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ที่มีโครงสร้างคล้ายเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite-like slabs) ที่ถูกประกบด้านบนและล่างด้วยชั้นแอนติโมนีออกไซด์ ($[Sb_2O_2]_n^{2+}$ layers) [1,2] จากการที่แอนติโมนีทังสเตทมีโครงสร้างแบบอูริวาลิอัสทำให้เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่สูง (high electrical conductivity) และมีช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (band gap energy; E_g) ที่แคบ โดยมีค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานประมาณ 2.25-2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ [1,3,4] จึงสามารถถูกกระตุ้น (activate) ให้เกิดการเคลื่อนที่ของประจุ (charge carrier) ด้วยแสงที่มีพลังงานต่ำได้ นอกจากนี้แอนติโมนีทังสเตทยังมีรูปร่างพื้นฐานวิทยาที่มีลักษณะเฉพาะตัวคือมีรูปร่างที่เป็นสามมิติ (three-dimensional structure; 3D) ที่ซับซ้อนในระดับนาโนร่วมกับไมโครเมตร (hierarchical nano-microstructure) [1] ดังนั้นเมื่อนำไปทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารประกอบไฮเลนจะแสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic property) [1] อย่างไรก็ตามแอนติโมนีทังสเตทเป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่ยังไม่ค่อยได้รับการศึกษา เมื่อเทียบกับบิสมัททังสเตท (Bismuth tungstate; Bi_2WO_6) ที่มีโครงสร้างแบบเดียวกัน ดังนั้นโครงงานพิเศษนี้จึงมีความสนใจในการศึกษาวิธีการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทและมีปัจจัยในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทังสเตท จากการศึกษาพบว่าวิธีที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทคือ วิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal synthesis) หรือโซลโวเทอร์มอล (solvothermal synthesis) เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่าย มีขั้นตอนไม่ยุ่งยาก โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลหรือโซลโวเทอร์มอล มีหลักการพื้นฐาน คือ การเกิดปฏิกิริยาของสารละลายหรือสารแขวนลอยตั้งต้นในตัวกลางที่เป็นน้ำหรือตัวทำละลายที่อุณหภูมิและความดันสูงในหม้อหนึ่งความดัน (autoclave) ซึ่งทำให้เกิดกระบวนการละลาย (dissolution) การตกผลึก (crystallization) และการตกผลึกใหม่ (recrystallization) ภายในหม้อหนึ่งความดัน โดยวิธีโซลโวเทอร์มอลจะทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างเป็นสามมิติที่ซับซ้อนในระดับนาโนร่วมกับไมโครที่เกิดจากซ้อนกันหลาย ๆ ชั้นของอนุภาคขนาดนาโน (nanostructure) รูปร่างต่าง ๆ คือ ท่อนาโน (nanotube) ริบบิ้นนาโน (nanoribbon) เส้นลวดนาโน (nanowire) และแผ่นนาโน (nanoflake) เป็นต้น [1,2] ดังเช่นงานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ [1] ที่สังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายจะทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างซับซ้อนแบบสามมิติเป็นทรงกลมคล้ายดอกไม้ (flower-like structure) ส่วนงานวิจัยของ Jinhong Bi และคณะ [3] ที่สังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายจะทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างซับซ้อนคล้ายหงอนไก่ (cockcome-like structure) และงานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คณะ [4] ที่สังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายจะทำให้ได้แอนติโมนีทั้งสเตทที่มีรูปร่างทึบซ็อนคล้ายโดนัท (doughnut-like structure) และสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalytic) ในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นได้ จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าปัจจัยในการสังเคราะห์อันประกอบด้วยชนิดของสารตั้งต้น ค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของระบบ อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการโซลโวเทอร์มอล ส่งผลต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึกและสัณฐานวิทยาของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้ ดังนั้นโครงการพิเศษนี้จึงได้ศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล อันประกอบไปด้วยชนิดตัวทำละลายและอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลาย ที่ส่งผลต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก ของวัสดุตัวเร่งที่สังเคราะห์ ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติการเป็นตัวเร่งทางแสง (photocatalytic activity) และสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิวของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการพิเศษ

1. เพื่อศึกษาและทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
2. เพื่อศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล อันประกอบไปด้วยชนิดตัวทำละลายและอัตราส่วนของตัวทำละลายที่มีผลต่อ ความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง และสมบัติความไม่ชอบน้ำ

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาและทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
2. ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
3. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตท อันประกอบไปด้วย
 - 3.1 ชนิดของตัวทำละลาย
 - น้ำปราศจากไอออน (de-ionized water)
 - เอทิลีนไกลคอล (ethelene glycol)
 - เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine)
 - เอทานอล (ethanol)
 - 3.2 อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน โดยได้ทำการปรับอัตราส่วนเป็น 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2
4. ศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้ดังนี้
 - 5.1 ตรวจสอบโครงสร้างของผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)
 - 5.2 ตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.3 ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

5.4 ตรวจสอบสมบัติการดูดกลืนแสงและช่องว่างระหว่างแถบพลังงานด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer)

5.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Fluorescence spectrometer)

5.6 ตรวจสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยเครื่องวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angle; WCAs)

5. ศึกษาประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี (Rhodamine-B; RhB) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
2. ทราบถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง และสมบัติความไม่ชอบน้ำ

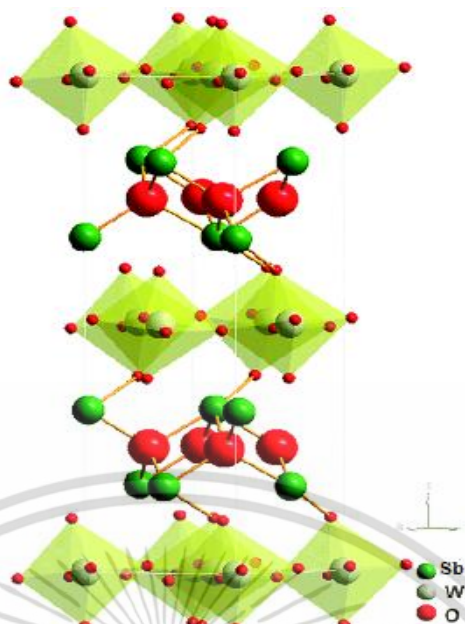
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 โครงสร้างและลักษณะทางกายภาพของแอนติโมนีทังสเตท

สารประกอบแอนติโมนีทังสเตท (antimony tungstate; Sb_2WO_6) เป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างแบบอูริไวลีส (Aurivillius structure) จัดอยู่ในกลุ่มวัสดุที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้ ในอุตสาหกรรมหลายประเภทเช่นเดียวกับสารประกอบบิสมัททังสเตท (bismuth tungstate; Bi_2WO_6) ที่มีการประยุกต์ใช้งานอย่างแพร่หลาย โดยโครงสร้างของแอนติโมนีทังสเตทจะประกอบไปด้วยโครงสร้างแบบเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite structure) ของทังสเตทบิวทอกไซด์ (tungstate butoxide; WO_4) สลับกับชั้นพีรามิดฐานสี่เหลี่ยม (square pyramidal layers) ของแอนติโมนี(II) ออกไซด์ (Antimony(II) oxide; $[\text{Sb}_2\text{O}_2]^{2+}$) ดังรูปที่ 2.1 โดยโครงสร้างแบบอูริไวลีสของแอนติโมนีทังสเตทมีความบิดเบี้ยวมากกว่าบิสมัททังสเตท เนื่องจากระยะห่างระหว่างชั้นเพอร์รอฟสไกต์กับชั้นโครงสร้างแอนติโมนี(II) ออกไซด์ ($[\text{Sb}_2\text{O}_2]^{2+}$) ของแอนติโมนีทังสเตทมีระยะห่างมากกว่าบิสมัททังสเตท ดังนั้นผลจากโครงสร้างที่มีความบิดเบี้ยวทำให้สามารถเพิ่มการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน และหลุมประจุบวก (electron-hole pairs) ในสนามไฟฟ้าได้ จึงแสดงสมบัติการเป็นตัวนำไฟฟ้าที่สูง (high electrical conductivity) และเกิดการตอบสนองต่อปฏิกิริยาทางแสงได้ดี [2] โดยจากการศึกษาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่เป็นเป็นชั้นซ้อนทับกันจะมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดี เนื่องจากการมีรูพรุนในโครงสร้างที่มีขนาดที่แตกต่างกัน ทำให้การเคลื่อนที่ (transport) ของสารที่เข้ามาทำปฏิกิริยาบนพื้นผิวเกิดขึ้นได้ดี อีกทั้งยังมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่สูงอีกด้วย [5] เนื่องจากการถ่ายโอนของอิเล็กตรอนผ่านช่องว่างของแถบพลังงาน (energy band gap) ที่แคบ ทำให้แอนติโมนีทังสเตทถูกนำไปประยุกต์ใช้เป็นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalysts) ภายใต้แสงวิสิเบิล (แสงในช่วงที่ตามองเห็น visible light) ในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ที่เป็นพิษและมีความเสถียรตัวสูง เช่น โรดามีนบี (Rhodamine-B; RhB) ได้เป็นอย่างดี [6]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างและการจัดเรียงตัวของแอนทิโมนีทังสเตท [4]

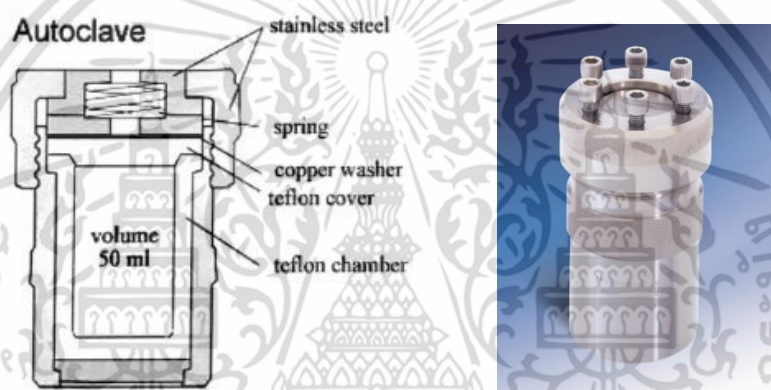
2.2 การสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตท

ในโครงการพิเศษนี้ทำการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (Solvothermal synthesis) โดยใช้สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ คือ แอนทิโมนีไตรคลอไรด์ (antimony trichloride; SbCl_3) และโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต (sodiumtungstatedihydrate; $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) โดยในแต่ละการสังเคราะห์มีการใช้ตัวทำละลายที่ใช้เป็นตัวกลางต่างชนิดกัน คือ เอทานอล (ethanol; $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) น้ำปราศจากไอออน (deionized water) เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine; $\text{C}_2\text{H}_4(\text{NH}_2)_2$) เอทิลีนไกลคอล (ethyleneglycol; $\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$) และศึกษาผลของอัตราส่วนของน้ำปราศจากไอออนและตัวทำละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการสังเคราะห์

2.2.1 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal process) และกระบวนการโซลโวเทอร์มอล (Solvothermal process)

การศึกษาสมดุลของวัฏภาคที่เกิดกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเริ่มต้นในศตวรรษที่ 20 โดย George W. Morey แห่งสถาบันคาร์เนกี ในรัฐวอล ซิงตัน ดีซี ตามด้วย Percy W. Bridgman แห่งมหาวิทยาลัยฮาร์เวิร์ด การสังเคราะห์สารด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลหรือโซลโวเทอร์มอลเป็นวิธีที่ง่ายและมีขั้นตอนไม่ยุ่งยาก โดยวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอลจะสังเคราะห์ใช้น้ำเป็นตัวทำละลายและการสังเคราะห์แบบโซลโวเทอร์มอลจะทำการสังเคราะห์ด้วยตัวทำละลาย โดยที่ทั้งสองวิธีการทำในสภาวะที่อุณหภูมิและความดันสูง ซึ่งเป็นการควบคุมอุณหภูมิของสารละลายตั้งต้นที่อุณหภูมิและความดันสูง โดยใช้เครื่องมือที่มีคุณสมบัติทนต่อความร้อน และความดันสูงได้ดี เรียกว่า หม้อนึ่งความดัน (autoclave) ซึ่งสามารถบรรจุน้ำ และรักษาอุณหภูมิได้ โดยทั่วไปหม้อนึ่งความดันเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะมีลักษณะหนาเป็นกระบอกทรงกลมที่สามารถทนทานต่ออุณหภูมิ และความดันสูงในระยะเวลานานได้ และจะต้องประกอบด้วยวัสดุคุณภาพดีที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารละลาย เช่น เหล็กกล้า เพื่อป้องกันการกัดกร่อนของสารละลายเมื่ออยู่ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอล โดยลักษณะส่วนประกอบของหม้อนึ่งความดันได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.2 ด้วยวิธีการดังกล่าวจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารประกอบโดยมีลักษณะสัมพันธ์กันที่หลากหลาย และมีแบบที่เป็นโครงสร้างเป็นชั้น ๆ ซ้อนกัน (hierarchical structure) จากการศึกษาในงานวิจัยพบว่าสารประกอบที่มีโครงสร้างเป็นชั้น ๆ ซ้อนกันจะมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดีเนื่องจากภายในโครงสร้างมีระยะห่างของช่องว่างพลังงาน เพิ่มการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน ทำให้ตอบสนองต่อปฏิกิริยาทางแสงได้ดี [7]



รูปที่ 2.2 ส่วนประกอบภายในของหม้อนึ่งความดัน [11]

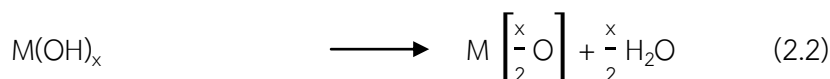
ปัจจัยหลักที่มีผลต่อกระบวนการการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลหรือโซลโวเทอร์มอล คือ ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ อุณหภูมิในการสังเคราะห์ และการควบคุมความดันในระบบ โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์จะทำในหม้อนึ่งความดันที่อุณหภูมิ และความดันสูงภายใต้ระบบปิดทำให้เกิดกระบวนการละลาย (dissolution) การตกผลึก (crystallization) การตกผลึกใหม่ (recrystallization) และการโตของผลึก (growth) ภายในหม้อนึ่งความดัน ซึ่งสารที่เข้าหม้อนึ่งความดันมาแล้วจะมีน้ำหรือตัวทำละลายเป็นส่วนประกอบด้วย โดยที่อุณหภูมิจะลดระดับลงไปเรื่อย ๆ และคงที่เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา [8]

โดยทั่วไปการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ (metal oxide) ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอลจะเกิดขึ้นจากการเกิดปฏิกิริยาสองขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ของสารตั้งต้น เช่น สารละลายเกลือโลหะ (metal salt) หรือสารละลายโลหะไนเตรต (metal nitrate) ในน้ำที่อุณหภูมิและความดันสูง เพื่อเปลี่ยนสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปโลหะไฮดรอกไซด์ (metal hydroxides) แล้วตามด้วยการเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration) ซึ่งทำให้โลหะไฮดรอกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดการตกตะกอนเป็นผลึกโลหะออกไซด์ขึ้น โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลได้แสดงไว้ในสมการที่ 2.1 - 2.4 (เมื่อ M หมายถึงโลหะ) [9]

เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นสารละลายเกลือโลหะ



เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นสารละลายโลหะไนเตรต (metal nitrate)



ตัวอย่างสมการที่ใช้ในการสังเคราะห์ทินออกไซด์ (SnO_2) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลได้แสดงไว้ในสมการที่ 2.5 และ 2.6



ข้อดีของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลหรือกระบวนการโซลโวเทอร์มอลเมื่อเทียบกับกระบวนการชนิดอื่น ๆ คือ เป็นวิธีการที่ทำได้ง่ายมีขั้นตอนไม่ยุ่งยาก ควบคุมการเกิดนิวเคลียสได้ดี สามารถควบคุมรูปร่างผลึกได้ ผลึกที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง อนุภาคของสารมีขนาดเล็ก มีความละเอียดสูง และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีที่ดี โดยไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือบดย่อยอีกทำให้ประหยัดพลังงาน อีกทั้งยังสามารถใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบที่มีโครงสร้างที่ง่ายและซับซ้อนได้ เช่น สารประกอบโลหะออกไซด์ สารประกอบไฮดรอกไซด์ สารประกอบซิลิเกต สารประกอบคาร์บอเนต สารประกอบฟอสเฟต สารประกอบซัลเฟต สารประกอบไนโตร เป็นต้น โดยทั้งวิธีไฮโดรเทอร์มอลหรือโซลโวเทอร์มอลยังสามารถใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบที่มีลักษณะรูปร่างแบบต่าง ๆ และมีโครงสร้างในระดับนาโนเมตร (nanostructure) เช่น ท่อนาโน (nanotube) แท่งนาโน (nanorod) เส้นลวดนาโน (nanowire) หรือเส้นใยนาโน (nanofiber) เป็นต้น ส่วนข้อเสียกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล คือ มีความจำเป็นต้องใช้หม้อนิ่งความดัน (autoclave) ที่มีราคาแพง และไม่สามารถมองเห็นการแยกวัฏภาคของสารละลายหรือผลึกในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาได้ [10]

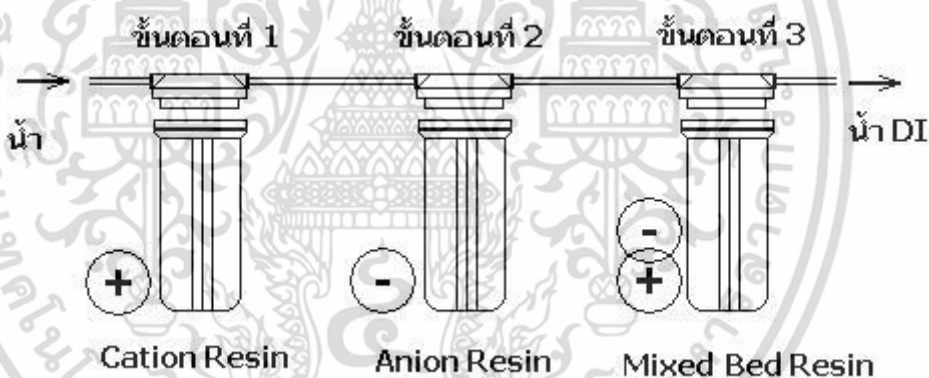
2.2.2 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวทำละลาย

ในโครงการพิเศษนี้ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทด้วยกระบวนการโซลโวเทอร์มอลจากการใช้ตัวทำละลายต่างชนิดกันคือ น้ำปราศจากไอออน เอทานอล เอทิลีนไกลคอลและเอทิลีนไดเอมีน โดยตัวทำละลายแต่ละชนิดจะมีสมบัติทางกายภาพและเคมีที่แตกต่างกัน ซึ่งจะส่งผลต่อโครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่ง

2.2.2.1 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

น้ำ DI คือน้ำที่ผ่านกระบวนการขจัดไอออนของสารละลายทั้งหมด ทำให้ได้น้ำบริสุทธิ์ที่ปราศจากเกลือแร่ ไม่มีสารใด ๆ เหลืออยู่ในน้ำอีก มีเพียงโมเลกุลของน้ำบริสุทธิ์เท่านั้น ไม่เหมาะสำหรับการดื่ม แต่มีประโยชน์มากสำหรับกระบวนการสังเคราะห์สารในห้องปฏิบัติการ อุตสาหกรรม เครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ กระบวนการผลิตอาหาร หรืออุตสาหกรรมเวชสำอางค์เสริมความงามต่าง ๆ เป็นต้น การผลิตน้ำ DI คือการกรองไอออนออกจากน้ำ โดยใช้เรซิน (Resin) เป็นตัวกรอง ซึ่งมี 3 ขั้นตอน ได้แก่

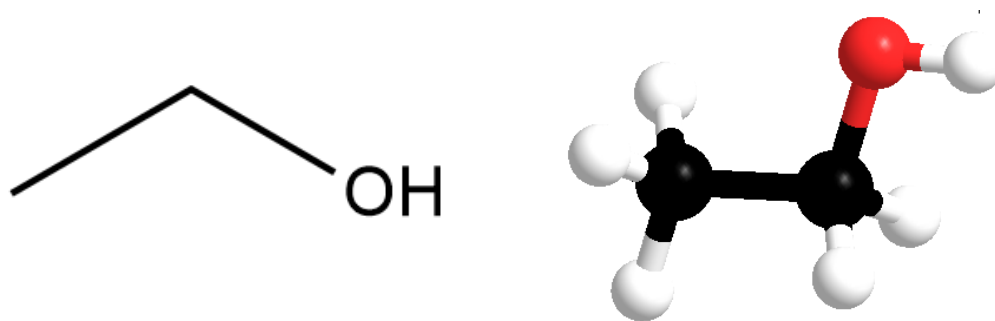
1. แคทไอออนเรซิน (cation resin) เป็นเรซินที่มีไอออนบวก (ประจุ+) เกาะอยู่บนพื้นผิวของเม็ดเรซิน เช่น H^+ ใช้ดักจับไอออนบวกของสารละลายที่อยู่ในน้ำ
2. แอนไอออนเรซิน (anion resin) เป็นเรซินที่มีไอออนลบ (ประจุ-) เกาะอยู่บนพื้นผิวของเม็ดเรซิน เช่น OH^- ใช้ดักจับไอออนลบของสารละลายที่อยู่ในน้ำ
3. มิกซ์เบดเรซิน (Mixed bed resin) เป็นแคทไอออนเรซินผสมกับแอนไอออนเรซิน ใช้ดักจับทั้งไอออนบวกและไอออนลบที่หลงเหลือจากการกรองผ่านกระบวนการกรองประจุบวกและประจุลบในขั้นต้น [33]



รูปที่ 2.3 ขั้นตอนการกรองไอออนโดยใช้เรซินดักจับไอออนบวกและไอออนลบของสารละลายที่อยู่ในน้ำ [34]

2.2.2.2 เอทานอล (ethanol)

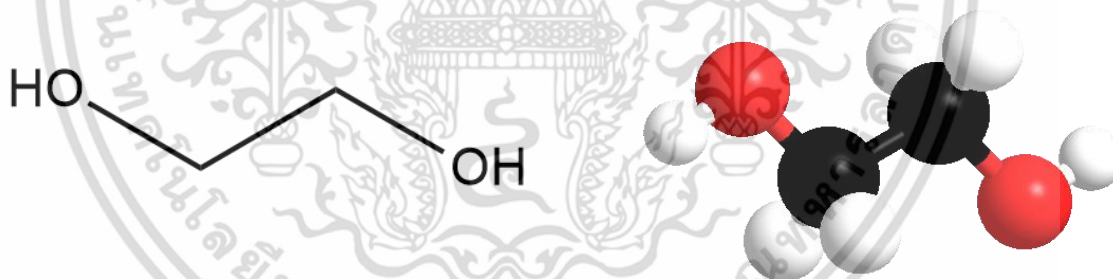
เอทานอล (Ethanol) หรือเอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีหมู่ไฮดรอกซิล ($-OH$) ต่ออยู่กับสายโซ่ของไฮโดรคาร์บอน มีสูตรทางเคมี คือ C_2H_5OH ประกอบด้วยโมเลกุลของ Hydroxyl ($-OH$) ที่ยึดเหนี่ยวกับอะตอมของคาร์บอน (C) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 [35]



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเอทานอล [36]

2.2.2.3 เอทิลีนไกลคอล (ethyleneglycol)

เอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) ชื่อ IUPAC : ethane-1,2-diol เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีสูตรเคมีคือ $C_2H_6O_2$ มีโครงสร้างเป็นดังรูปที่ 2.5 เอทิลีนไกลคอลมีลักษณะเป็นของเหลว ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น มีรสหวาน มีความเป็นพิษระดับกลาง นิยมใช้เป็นสารป้องกันน้ำแข็งตัว (antifreeze) และสารหล่อเย็น (coolant) [37]

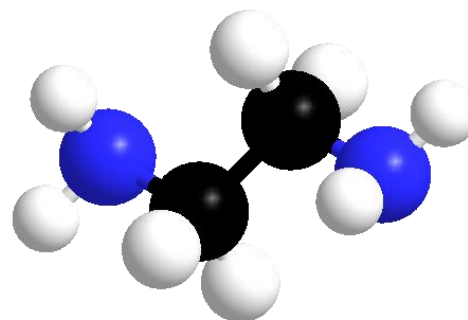
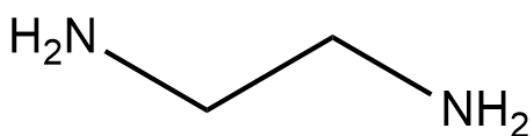


รูปที่ 2.5 โครงสร้างของเอทิลีนไกลคอล [37]

2.2.2.4 เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine)

เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีสูตรเคมีคือ $C_2H_8N_2$ และมีโครงสร้างดังรูปที่ 2.6 มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี กลิ่นคล้ายแอมโมเนีย เป็นสารไวไฟ ไอร์ระเหยสามารถแพร่กระจายเข้าไปสู่แหล่งจุดติดไฟและลุกติดไฟย้อนกลับได้ โดยส่วนผสมของไอร์ระเหยกับอากาศ สามารถทำให้เกิดการระเบิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 34 องศาเซลเซียสได้ [38]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของเอทิลีนไดเอมีน [39]

สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวทำละลายเป็นอีกหนึ่งปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อขนาดและรูปร่างของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยสมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวทำละลายที่เลือกใช้ในการทดลองนี้ได้สรุปไว้ในตารางที่ 2.1 และตารางแสดงอนุกรมสเปกโทรเคมี (spectrochemical series) ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการทดลอง

ชนิดตัวทำละลาย	สมบัติทางกายภาพ			
	สูตรโมเลกุล	มวลโมเลกุล (g/mol)	ความหนาแน่น (g/cm ³)	จุดเดือด (°C)
น้ำปราศจากไอออน	H ₂ O	18.02	1.0000	100.0
เอทิลีนไดเอมีน	C ₂ H ₈ N ₂	60.10	0.9000	116.0
เอทิลีนไกลคอล	C ₂ H ₆ O ₂	62.07	1.1132	197.3
เอทานอล	C ₂ H ₆ O	46.07	0.7890	78.4

ตารางที่ 2.2 อนุกรมสเปกโทรเคมี

อนุกรมสเปกโทรเคมี
$\text{I}^- < \text{Br}^- < \text{S}^{2-} < \text{SCN}^- < \text{Cl}^- < \text{NO}_3^- < \text{N}_3^- < \text{F}^- < \text{OH}^- < \text{C}_2\text{O}_4^{2-} < \text{H}_2\text{O} < \text{NCS}^- < \text{CH}_3\text{CN} < \text{py} < \text{NH}_3 < \text{en} < 2,2'\text{-bipy} < \text{phen} < \text{NO}_2^- < \text{PPh}_3 < \text{CN}^- < \text{CO}$

2.3 การนำแอนติโมนีทั้งสเตทไปประยุกต์ใช้งาน

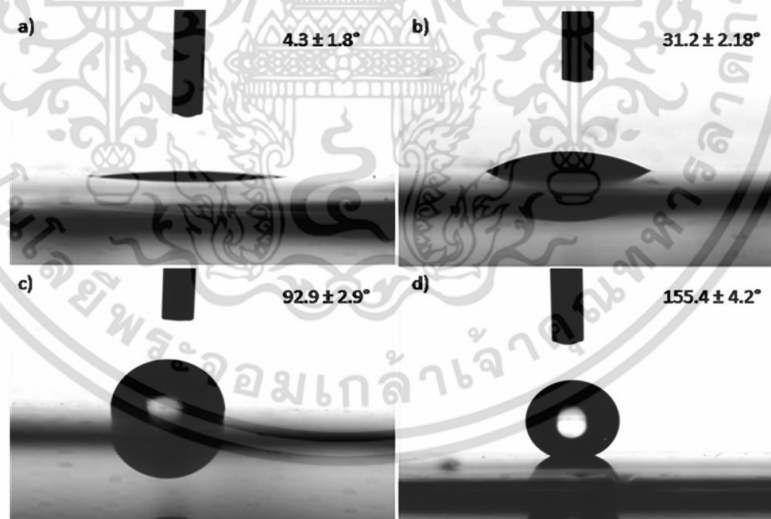
แอนติโมนีทั้งสเตทมีโครงสร้างแบบอูริวิลลิอุส (Aurivillius structure) ลักษณะเป็นของแข็งสี่เหลี่ยมเชิงมุม โดยได้มีการนำแอนติโมนีทั้งสเตทไปประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเร่งทางแสงในการสลายสีย้อมสารอินทรีย์ และนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นวัสดุที่สามารถทำความสะอาดตัวเองได้ เนื่องจากมีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดเมื่อผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้ว (Superhydrophobic property)

[19]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.1 สมบัติความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของวัสดุ

ความชอบน้ำ (hydrophilicity) และความไม่ชอบน้ำของวัสดุ (hydrophobicity) เป็นสมบัติเฉพาะของพื้นผิววัสดุ สามารถอธิบายได้โดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะของพื้นผิววัสดุกับการทำมุมของหยดน้ำ (contact angle) วิธีการอย่างง่ายที่ใช้ในการบอกลักษณะของพื้นผิวว่ามีความชอบน้ำหรือไม่ชอบน้ำสังเกตได้จากรูปทรงของหยดน้ำ หากหยดน้ำมีลักษณะค่อนข้างแบนไม่โค้งนูน แสดงว่าพื้นผิววัสดุนั้นมีความชอบน้ำหรือเปียกน้ำได้ แต่หากหยดน้ำมีลักษณะเป็นเม็ดกลมนูน แสดงว่าพื้นผิววัสดุมีความไม่ชอบน้ำมากหรือเปียกน้ำได้ยาก ค่ามุมสัมผัสน้ำ (water contact angles; WCAs) เป็นตัวบอกความสัมพันธ์ของพื้นผิวและหยดน้ำ โดยวัสดุที่มีความชอบน้ำ (hydrophilic) จะมีค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวน้อยกว่า 30 องศา และวัสดุที่มีความชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophilic) เป็นวัสดุที่พื้นผิวมีลักษณะดูดน้ำได้เป็นอย่างดีมีความชอบน้ำสูงจะมีค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวน้อยกว่า 10 องศา เมื่อค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวและหยดน้ำมีค่าน้อยจะทำให้หยดน้ำสามารถลึกลงไปมาบนพื้นผิวได้อย่างอิสระ ส่วนวัสดุที่มีความไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) จะมีค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวตั้งแต่ 90 องศา ถึง 150 องศา และวัสดุที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic) เป็นวัสดุที่พื้นผิวมีลักษณะไม่ดูดน้ำ ไม่มีความเปียก จะมีค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวมากกว่า 150 องศาขึ้นไป โดยเมื่อมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวมีค่ามากจะทำให้หยดน้ำมีลักษณะเป็นทรงกลมกลิ้งไปมาบนพื้นผิวได้ [20]



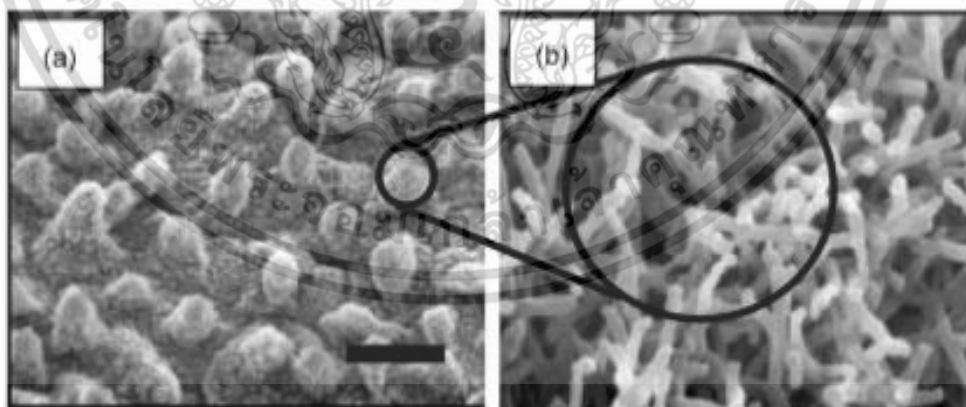
รูปที่ 2.7 ค่ามุมสัมผัสของน้ำกับพื้นผิวของวัสดุที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ [21]

2.3.1.1 ปรากฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัว

ปรากฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัวหรือโลตัสเอฟเฟค (lotus effect) ถูกค้นพบโดย ดร.วิลเฮล์ม บาร์ทโลทท์ (Wilhelm Barthlott) และคณะ พบว่าผิวของใบบัวมีสมบัติพิเศษในการป้องกันสิ่งสกปรกและของเหลวต่าง ๆ มาเกาะติดบนผิวของใบบัวได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.8 และเมื่อทำการศึกษาพื้นที่ผิวของใบบัวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning-electron microscope, SEM) จึงพบว่าที่พื้นผิวของใบบัวประกอบไปด้วยแท่งเล็ก ๆ (micro-papillar) ที่มีความขรุขระระดับไมโครเมตรเป็นจำนวนมาก โดยแท่งเล็ก ๆ เหล่านี้ประกอบไปด้วยโครงสร้างที่แตกกิ่งก้านแบบละเอียดระดับนาโนเมตร [22] ดังแสดงในรูปที่ 2.9



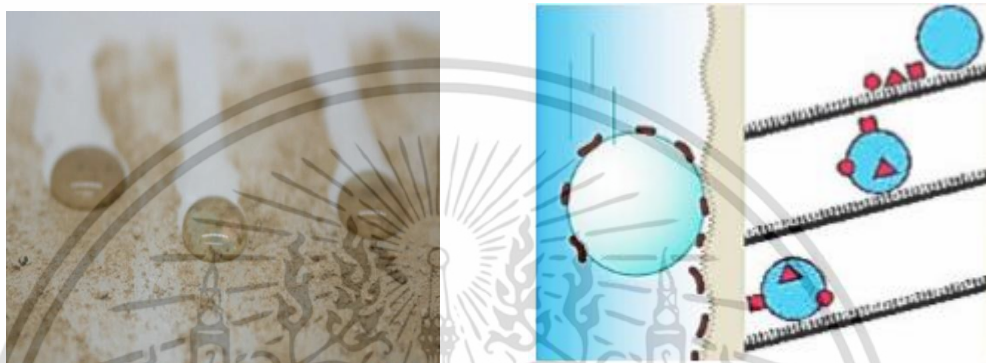
รูปที่ 2.8 ภาพถ่ายใบบัวที่น้ำสามารถกลิ้งไปมาได้ [23]



รูปที่ 2.9 พื้นผิวของใบบัวโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (a) ภาพกำลังขยายต่ำ ซีตบาร์ในรูปแสดงขนาด 20 ไมโครเมตร และ (b) ภาพถ่ายกำลังขยายสูงบริเวณปุ่ม [24]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคบนพื้นผิวของใบบัว ดังแสดงในรูปที่ 2.4 หากสังเกตพื้นผิวของใบบัวด้วยตาเปล่าจะเห็นว่ามียูนิคอร์นที่มีลักษณะคล้ายขี้ผึ้ง (wax) เคลือบบนพื้นผิวของใบบัว ซึ่งพื้นผิวนี้อาจมีมุมสัมผัสของน้ำ (water contact angles) มากกว่า 150 องศา ซึ่งทำให้เกิดสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดขึ้น ซึ่งสมบัตินี้ทำให้น้ำสามารถกลิ้งบนใบบัวได้ ในขณะที่น้ำกลิ้งนั้นน้ำแต่ละหยดจะชะล้างคราบสิ่งสกปรกออกไปด้วย จึงเรียกพื้นผิวที่มีลักษณะนี้ว่าพื้นผิวที่ทำความสะอาดได้ด้วยตัวเอง (self-cleaning surface) [25] ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ปรากฏการณ์การทำความสะอาดพื้นผิวตัวเองได้ โดยหยดน้ำที่กลิ้งบนผิวผ้าจะนำพาอนุภาคของสิ่งสกปรกบนพื้นผิวเกาะติดไปด้วย [26, 23]

2.3.1.2 การวัดค่ามุมสัมผัส (Contact angle)

ปรากฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัว นักวิทยาศาสตร์ตั้งชื่อว่า lotus - effect เกิดขึ้นจากแรงระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิว ซึ่งแรงที่เกี่ยวข้องมี อยู่ 3 แรงด้วยกัน คือ

1. แรงระหว่างพื้นผิวกับหยดน้ำ ($\gamma_{s,l}$)
2. แรงระหว่างพื้นผิวกับอากาศ ($\gamma_{s,v}$)
3. แรงระหว่างหยดน้ำกับอากาศ ($\gamma_{l,v}$)

ซึ่งใบบัวมีมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวจะมีผลต่อแรงทั้งสาม โดยถ้าหากมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวเข้าใกล้ 180 องศา จะส่งผลให้หยดน้ำมีลักษณะกลมไม่สามารถกระจายตัวออกได้ นอกจากนี้ผิวด้านบนของใบบัวยังเคลือบด้วยสารซึ่งมีลักษณะคล้ายขี้ผึ้ง (wax) มีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) ทำให้น้ำไม่กระจายตัวออก คุณสมบัติทั้งสองนี้ส่งผลให้ผิวหน้าของใบบัวแสดงคุณสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic surface) หากมีฝุ่นผงและสิ่งสกปรกต่าง ๆ ติดอยู่ที่ใบบัว เมื่อหยดน้ำตกลงมาหยดน้ำจะกลิ้งพาให้สิ่งสกปรกติดไปกับหยดน้ำ เนื่องจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างหยดน้ำกับสิ่งสกปรกมีค่าสูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสิ่งสกปรกกับใบบัว

ภาวะการเปียก (wetting) คือ ความสามารถในการรักษาพื้นผิวสัมผัสระหว่างของเหลวกับของแข็ง โดยจะเกี่ยวข้องกับแรงสองแรงหลัก ๆ ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. แรงเชื่อมแน่น (cohesive force) คือ แรงยึดเหนี่ยวระหว่างสารชนิดเดียวกันซึ่งเป็นแรงที่พยายามทำให้โมเลกุลของของเหลวเกาะกลุ่มกันเป็นหยด

2. แรงยึดติด (adhesive force) คือ แรงยึดเหนี่ยวระหว่างสารต่างชนิดกัน หมายถึงแรงระหว่างโมเลกุลของเหลวและของแข็งซึ่งเป็นแรงที่ตรงข้ามกับแรงเชื่อมแน่นที่เป็นแรงยึดเหนี่ยวสารชนิดเดียวกัน ดังนั้นแรงยึดติดจะพยายามทำให้หยดของของเหลวกระจายตัวออกจากกัน และกระจายแนบไปกับพื้นผิวของของแข็ง

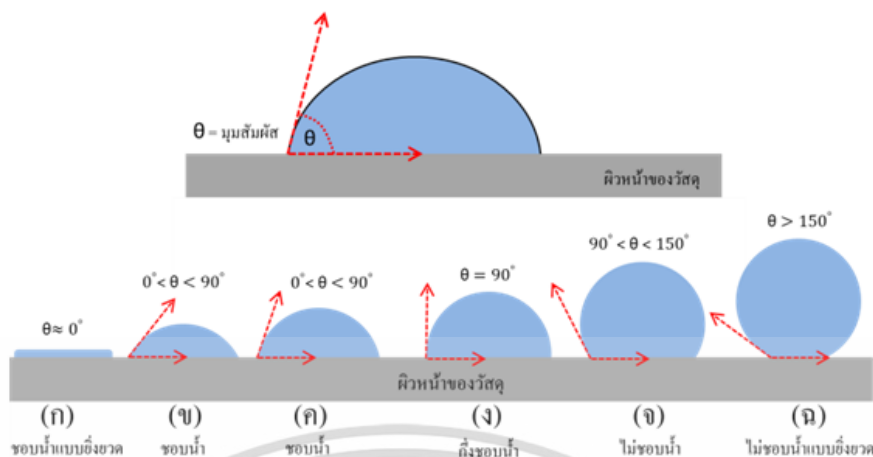
นอกจากนี้ยังสามารถใช้สภาพสมดุระหว่างแรงยึดติดและแรงเชื่อมแน่นในการวัดภาวะการเปียกของวัสดุที่เรียกว่า มุมสัมผัส (contact angle) โดยมุมสัมผัสนี้ก็จะเป็นตัวบอกแนวโน้มที่หยดของของเหลวจะกระจายตัวบนพื้นผิวของของแข็ง ค่ามุมสัมผัสจะแปรผกผันกับความสามารถในการกระจายตัวของของเหลวและใช้ค่ามุมสัมผัสนี้เป็นเกณฑ์ในการแบ่งภาวะการเปียกของวัสดุ โดยมีเกณฑ์ดังนี้

1. มุมสัมผัสมีค่าเท่ากับ 0 องศา คือเกิดความเปียกอย่างสมบูรณ์ ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงยึดติดมีค่ามากกว่าแรงเชื่อมแน่นมาก ๆ ดังนั้นเมื่อหยดของเหลวลงบนพื้นผิวของของแข็งของเหลวจะเกิดการกระจายตัวไปตามพื้นผิวของของแข็งจนกลายเป็นชั้นของของเหลวบาง ๆ ครอบคลุมพื้นผิวของของแข็งเป็นบริเวณกว้าง

2. มุมสัมผัสมีค่าระหว่าง 0 ถึง 90 องศา คือเกิดการเปียกได้ดี ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงยึดติดมีค่ามากกว่าแรงเชื่อมแน่น ดังนั้นเมื่อหยดของเหลวลงบนพื้นผิวของของแข็งของเหลวจะเกิดการกระจายตัวไปตามพื้นผิวของของแข็งได้เป็นบริเวณกว้างแต่ก็ยังคงเกาะกันเป็นหยดรู้นูนขึ้นเล็กน้อยจากพื้นผิวของของแข็ง

3. มุมสัมผัสมีค่าระหว่าง 90 แต่ไม่ถึง 180 องศา คือเกิดการเปียกยาก ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงเชื่อมแน่นมีค่ามากกว่าแรงยึดติด ดังนั้นเมื่อหยดของเหลวลงบนพื้นผิวของของแข็งของเหลวจะไม่เกิดการกระจายตัวแต่จะรวมกันเป็นหยดรูปทรงค่อนข้างกลมจะมีบริเวณเล็ก ๆ ที่ฐานของหยดของเหลวที่ยังคงแตะกับพื้นผิวของของแข็ง

4. มุมสัมผัสมีค่าเท่ากับ 180 องศา คือพื้นผิวไม่เปียก ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงเชื่อมแน่นมีค่ามากกว่าแรงยึดติดมาก ๆ ดังนั้นเมื่อหยดของเหลวลงบนพื้นผิวของของแข็งของเหลวจะรวมกันเป็นหยดรูปทรงกลมบริเวณที่ของเหลวแตะกับพื้นผิวของแข็งจะอยู่ที่ฐานของทรงกลมซึ่งเล็กมากจนแทบจะเป็นจุด เมื่อเป็นเช่นนี้จะทำให้ของเหลวสามารถกลิ้งไปมาบนพื้นผิวได้อย่างอิสระ ดังแสดงในรูปที่ 2.11 ซึ่งจะแสดงการเปียกและค่ามุมสัมผัสต่าง ๆ [25]



รูปที่ 2.11 ลักษณะของมุมสัมผัสของหยดน้ำที่ค่ามุมต่าง ๆ [26]

2.3.2 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (Photocatalytic property)

กระบวนการการเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalysis process) เป็นกระบวนการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถถูกกระตุ้นด้วยแสง (photocatalyst) โดยที่ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงนี้จะทำหน้าที่ในการลดพลังงานกระตุ้นของการเกิดปฏิกิริยา (activation energy, E_a) โดยการฉายแสงในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสงนั้นเป็นการให้พลังงานกับระบบในรูปของพลังงานโฟตอน (photon energy) ที่มากพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาขึ้นได้ ซึ่งพลังงานแสงที่ใช้ในกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาทางแสง (activation energy) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.7

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

โดยที่

E คือ พลังงานควอนตัม (quantum energy) (จูล)

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

v คือ ความถี่ของคลื่นแสง (เฮิร์ตซ์ หรือ ต่อวินาที)

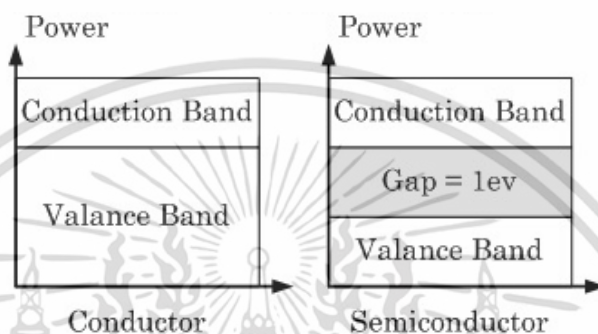
c คือ ความเร็วของคลื่นแสง = 2.997×10^8 (เมตร/วินาที)

λ คือ ความยาวคลื่นแสง (นาโนเมตร)

โดยปัจจัยที่มีผลต่อปฏิกิริยาทางแสงประกอบไปด้วย ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง ปริมาณของ ตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ ค่าความเป็นกรด-เบส เป็นต้น ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงสามารถแบ่งได้เป็นตัวเร่งทางแสงชนิดสารตัวนำ (conductor) และชนิดสารกึ่งตัวนำ (semi-conduction)

ตัวเร่งทางแสงชนิดสารตัวนำ (conductor) ส่วนมากเป็นพวกโลหะทรานซิชัน (transition metal) เช่น ทองแดง (Cu) โครเมียม (Cr) นิกเกิล (Ni) เป็นต้น โดยแถบวาเลนซ์ (valence band) ของโลหะเหล่านี้มีลักษณะเป็นแถบที่เต็มบางส่วน ดังนั้นในออร์บิทัล (orbital) จึงมีทั้งส่วนที่ว่างและส่วนที่มีอิเล็กตรอนบรรจุอยู่ ซึ่งลักษณะเช่นนี้เมื่ออิเล็กตรอนได้รับพลังงานจากไฟฟ้าหรือแสง จึงเอกลักษณะนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สามารถเคลื่อนที่ไปอยู่ที่ในส่วนที่ว่างของออร์บิทัลได้ ทำให้โลหะนำไฟฟ้าได้ อย่างไรก็ตาม นอกจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (e^-) เกิดขึ้นจากการที่โลหะจะมีแถบวาเลนซ์ที่มีลักษณะเป็น แถบที่เต็มบางส่วนแล้ว การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในโลหะยังสามารถเกิดจากการที่แถบวาเลนซ์ที่เต็มแล้วสามารถเกิดการซ้อนเหลื่อมกับแถบตัวนำ (conduction band) ที่มีระดับพลังงานสูงกว่า จึงทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ไปยังแถบตัวนำที่ยังว่างอยู่ได้ จึงเกิดการนำไฟฟ้าดังแสดงในรูปที่ 2.12 ที่แสดงทฤษฎีแถบพลังงานสารตัวนำ ถึงแม้ว่าโลหะตัวนำจะสามารถนำไฟฟ้าได้ดี แต่ไม่เป็นที่นิยมในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง เนื่องจากโลหะตัวนำมีสมบัติการดูดซับแสงได้ไม่ดีนัก



รูปที่ 2.12 ทฤษฎีแถบพลังงานของตัวเร่งทางแสงชนิดสารตัวนำและสารกึ่งตัวนำ [28]

ตัวเร่งทางแสงชนิดสารกึ่งตัวนำ (semi-conductor) เมื่ออิเล็กตรอนได้รับพลังงานจากสนามไฟฟ้าหรือแสงที่สูงกว่าค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band gap, E_g) ซึ่งโดยทั่วไปในสารกึ่งตัวนำจะมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานน้อยกว่า 2 อิเล็กตรอนโวลต์ ดังนั้นเมื่อได้รับพลังงานอิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์จะสามารถถูกกระตุ้นเข้าไปอยู่ในแถบตัวนำได้ ทำให้สารกึ่งตัวนำสามารถนำไฟฟ้าได้ เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) แคดเมียมซัลไฟด์ (CdS) สังกะสี ออกไซด์ (ZnO) เป็นต้น โดยในสารกึ่งตัวนำจะสามารถเจือสารอื่นเข้าไป (dope) ซึ่งจะทำให้เกิดอิเล็กตรอน (e^-) และที่ว่างหรือหลุมประจุบวก (h^+) จำนวนมากส่งผลให้โครงสร้างของแถบพลังงานเปลี่ยนแปลงไป โดยสามารถแบ่งชนิดของสารกึ่งตัวนำได้ 2 ประเภท ดังนี้ [27]

สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) เกิดจากสารเจือ (dopant) ที่เติมลงไป ในสารกึ่งตัวนำนั้นมีวาเลนซ์อิเล็กตรอน (valence electron) ที่มากกว่า เช่น การเจือพลวง (Sb) ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับ 5 ลงในซิลิกอน (Si) ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับ 4 จะทำให้มีอิเล็กตรอนเหลืออีกหนึ่งตัวที่ไม่ได้สร้างพันธะ แต่จะถูกดึงดูดไว้ด้วยแรงดึงดูดแบบหลวม ๆ ดังนั้นจึงทำให้อิเล็กตรอนตัวที่เกินมานี้สามารถหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระ ส่งผลให้อิเล็กตรอนที่มีประจุเป็นลบเป็นพาหะ (negative charge carrier) และเกิดการนำไฟฟ้าบริเวณแถบตัวนำของวัสดุ

สารกึ่งตัวนำชนิดพี (p-type semiconductors) เกิดจากสารเจือ (dopant) ที่เติมลงไป ในสารกึ่งตัวนำนั้นมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนน้อยกว่า เช่น การเจือโบรอน (B) ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับ 3 ลงในซิลิกอน (Si) ซึ่งมีวาเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับ 4 ทำให้ขาดอิเล็กตรอนไปหนึ่งตัวจึงเกิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นหลุมประจุบวก (hole) แทนที่ โดยจะยึดติดกับอะตอมไว้ด้วยแรงดึงดูดแบบหลวม ๆ ซึ่งหากมีอิเล็กตรอนเข้ามาอยู่บริเวณนี้จะทำให้หลุมประจุบวกหลุดออกไป นั่นคือการสลับตำแหน่งกันของอิเล็กตรอนกับหลุมประจุบวก ซึ่งหากอิเล็กตรอนนั้นมาจากแถบวาเลนซ์จะทำให้เกิดหลุมประจุบวกในแถบวาเลนซ์แทน โดยหลุมประจุบวกมีประจุเป็นบวกจะเป็นพาหะ (positive charge carrier) ทำให้เกิดแถบพลังงานใหม่ที่สามารถรับอิเล็กตรอนที่เรียกว่าแถบผู้รับ (acceptor level) ที่อยู่ใกล้กับแถบวาเลนซ์

กลไกของกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการสลายสารประกอบอินทรีย์ กระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalysis process) โฟโตแคตตาลิสต์ เป็นคำที่ประกอบด้วย 2 ส่วนคือ “โฟโต (photo)” หมายถึง การใช้แสงมาเกี่ยวข้องในการเกิดกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง และ “แคตตาลิสต์หรือตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst)” หมายถึง วัสดุหรือสารประกอบ กระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสงเป็นกระบวนการที่ใช้ในการกำจัดหรือสลายสารพิษต่าง ๆ ในสิ่งแวดล้อม โดยการใช้สารกึ่งตัวนำ (semi-conductor) มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalyst) โดยหลักการของการกระบวนการนี้ คือ โดยปกติอิเล็กตรอนจะอยู่เป็นชั้น ๆ ตามทฤษฎีอะตอมของบอร์ เมื่อมีการให้พลังงานที่มีค่ามากกว่าหรือเท่ากับค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band gap energy, E_g) ของสารกึ่งตัวนำ (photocatalyst) อิเล็กตรอนจะมีพลังงานเพิ่มขึ้นส่งผลให้เกิดการกระตุ้นของอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ (valence band) ไปสู่ระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้นหรือแถบตัวนำ (conduction band) ดังนั้นอิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ที่หายไป เนื่องจากถูกกระตุ้นไปยังแถบตัวนำทำให้เกิดที่ว่างหรือหลุมประจุบวก (hole, $h^+_{v.b.}$) ในบริเวณแถบวาเลนซ์ ส่วนอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นไปสู่แถบตัวนำจะเรียกว่า อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น (excited electron, $e^-_{c.b.}$) โดยหลุมประจุบวกจัดเป็นตัวรับอิเล็กตรอนที่ดี จึงทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนจากสารประกอบอินทรีย์เกิดปฏิกิริยาโฟโตออกซิเดชัน (photooxidation) ดังแสดงในสมการที่ 2.8 – 2.10 [29]

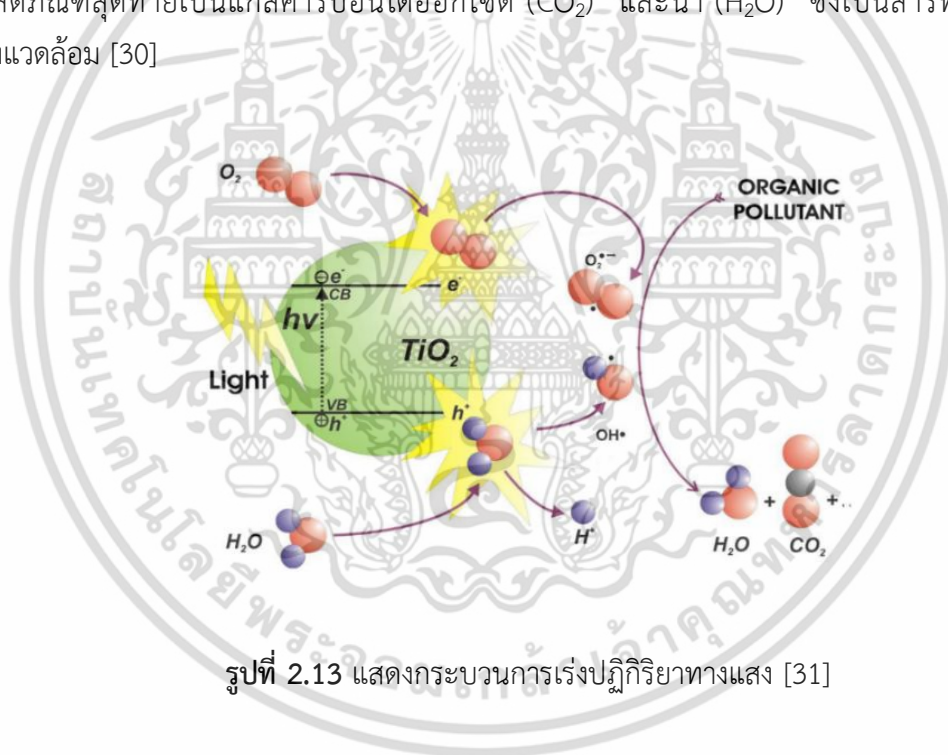


อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นสามารถทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอนที่ดีจึงทำหน้าที่ให้อิเล็กตรอนกับสารประกอบอินทรีย์เกิดปฏิกิริยาโฟตรีดักชัน (photoreduction) ของการสลายสารประกอบอินทรีย์ดังแสดงตามสมการ 2.11 - 2.13 [29]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการการเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการกำจัดหรือสลายสารประกอบอินทรีย์ จะเกิดผ่านไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\bullet) ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาโฟโตออกซิเดชันของหลุมประจุบวก (hole; $h^+_{v,b}$) กับไฮดรอกไซด์ไอออนหรือน้ำ ซึ่งไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^\bullet) เป็นตัวกลางและมีความว่องไวต่อปฏิกิริยามากและยังสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ได้ ดังนั้นจึงเป็นตัวรับอิเล็กตรอนที่ดี (strong oxidation) สามารถเกิดปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ที่มาดูดซับที่ผิวทำให้สารประกอบอินทรีย์เกิดการสลายตัวได้ ส่วนอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น (excited electron; $e^-_{c,b}$) จะมีออกซิเจนมาจับเกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัล (superoxide radical; O_2^\bullet) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์โดยตรงหรืออาจไปรับโปรตรอน (H^+) เกิดเป็นไฮดรอกไซด์เรดิคัล (hydroxide radicals; OH^\bullet) ซึ่งเป็นการป้องกันการเกิดการควบคู่ของหลุมประจุบวกและอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นที่เกิดขึ้นตอนถูกกระตุ้นด้วยแสง (charge recombination ของคู่ $e^-_{c,b} - h^+_{v,b}$) ที่จะทำให้ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลซิสซึ่งเป็นกลไกในการกำจัดหรือสลายสารประกอบอินทรีย์ ดังแสดงในรูปที่ 2.13 ทำให้สารประกอบอินทรีย์เกิดการสลายตัว และจะได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และน้ำ (H_2O) ซึ่งเป็นสารที่ไม่มีพิษต่อสิ่งแวดล้อม [30]

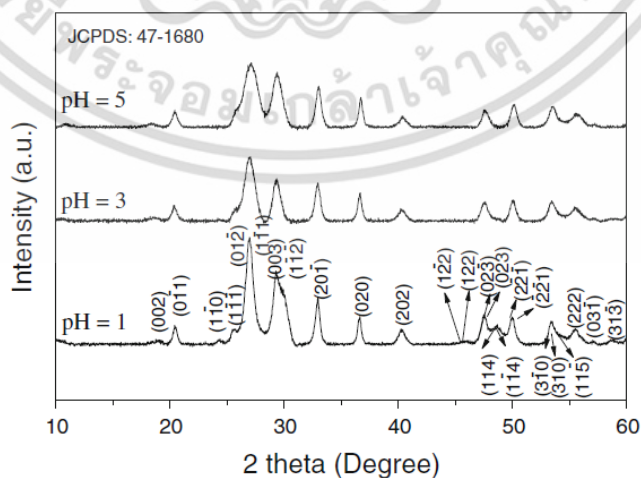


รูปที่ 2.13 แสดงกระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง [31]

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.4.1 การสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างซับซ้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยไม่ใช้ต้นแบบและการศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสารประกอบอะโซ (Novel hierarchical architectures of Sb_2WO_6 : template-free hydrothermal synthesis and photocatalytic reduction property for azo compound)

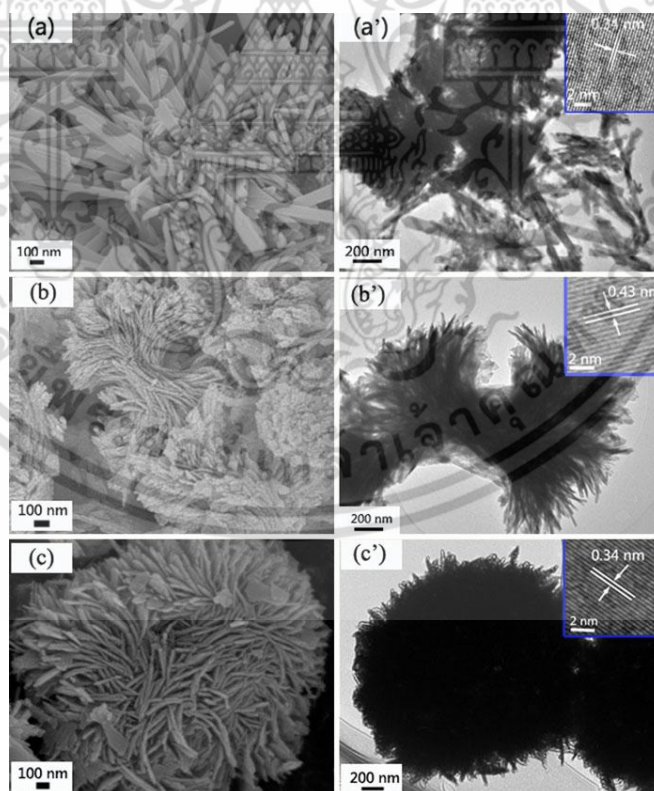
ในงานวิจัยของ Jinhong Bi และคณะ [3] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยศึกษาผลของสภาวะการสังเคราะห์ที่ค่า pH ต่างกัน คือ 1, 3, 5, 7 และ 9 และการใช้เวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอลที่แตกต่างกัน คือ 30 นาที 1 ชั่วโมง 3 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง ซึ่งปัจจัยเหล่านี้มีผลต่อลักษณะของแอนติโมนีทังสเตท โดยงานวิจัยนี้ได้ใช้แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) และแอมโมเนียมพาราทังสเตท ($(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนแรกเริ่มจากการนำแอนติโมนีไตรคลอไรด์ความเข้มข้น 6 มิลลิโมล และ แอมโมเนียมพาราทังสเตทความเข้มข้น 0.25 มิลลิโมล ละลายในน้ำปราศจากไอออน (de-ionized water) 60 มิลลิลิตร ในปิ๊งเกอร์แล้วทำการปั่นกวนสารผสมพร้อมปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 4 โมลาร์ ให้มีค่าเป็น 1, 3, 5, 7 และ 9 ตามลำดับ แล้วปั่นกวนเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายมาใส่ในหม้อนึ่งความดัน (autoclave) ขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วนำเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เมื่อทำให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องแล้วจึงนำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน และล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล จากนั้นนำตะกอนไปอบให้แห้งจะได้ผงแอนติโมนีทังสเตทที่มีสีส้ม เมื่อนำแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ผลที่ได้พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่ได้จากการใช้ pH 1 จะมีความเป็นผลึกสูงที่สุดเมื่อเทียบกับสารที่ได้จากการใช้ pH 3 และ 5 แสดงให้เห็นว่าถ้ามีสภาวะความเป็นกรดมากจะได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีความเป็นผลึกสูง



รูปที่ 2.14 รูปแบบเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการ

ใช้ค่า pH ต่างกัน [3] เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

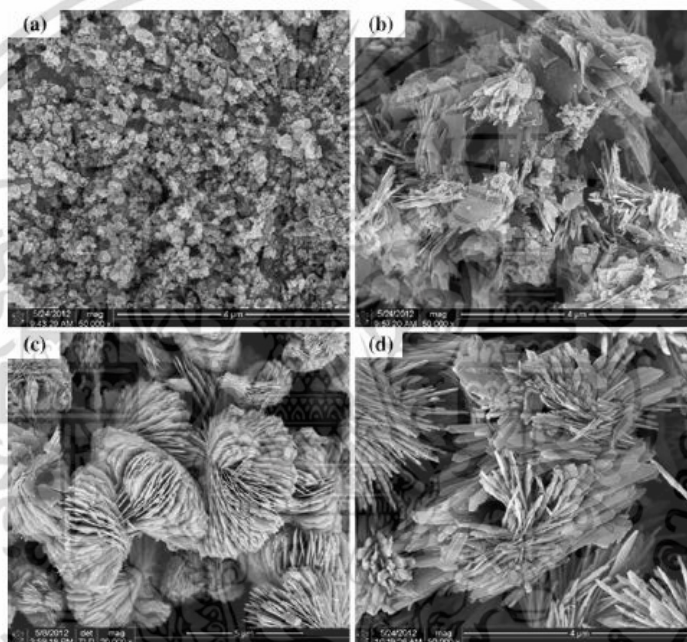
จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy; TEM) เพื่อดูลักษณะสัณฐานวิทยา ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ผลที่ได้พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH เท่ากับ 1 จะมีรูปร่างเป็นปุย (tuft-like) ที่ประกอบด้วยเส้นริบบิ้นนาโน (nanoribbons) ความยาวประมาณ 500 นาโนเมตร และเมื่อใช้ pH 3 มีรูปร่างคล้ายกับหงอนไก่ (cockscorn-like) ประกอบด้วยเส้นริบบิ้นนาโนที่มีความยาวประมาณ 1 ไมโครเมตร และมีความหนาแน่นกว่าการใช้ pH 1 และเมื่อใช้ pH 5 สารที่ได้จะมีรูปร่างคล้ายกับดอกไม้ (flower-like) ที่เกิดจากการรวมตัวกันของเส้นริบบิ้นนาโนจำนวนมาก ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าค่า pH ที่ใช้ในการสังเคราะห์มีผลต่อรูปร่างของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากการสังเคราะห์ที่ใช้ค่า pH ที่มีความเป็นกรดสูง ทำให้ปฏิกิริยาย้อนกลับและแอนติโมนีทังสเตทบางส่วนเกิดการละลายและตกผลึกใหม่ โดยกระบวนการที่เกิดขึ้นนี้ส่งผลให้ขนาดของผลึกลดลง และเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ลักษณะสัณฐานวิทยาของแอนติโมนีทังสเตทเปลี่ยนจากแผ่นขนาดนาโนเป็นเส้นริบบิ้นขนาดนาโน เมื่อปรับค่า pH เป็นสภาวะเบสที่มากขึ้น (pH 7 และ 9) ทำให้มีไฮดรอกซิล (OH^-) เกิดขึ้นในระบบทำให้แอนติโมนีรวมกับไฮดรอกซิลได้เป็น $\text{Sb}(\text{OH})_4^-$ เมื่อทำการไฮโดรเทอร์มอลจะเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรต (dehydrate) ซึ่งจะได้แอนติโมนีไตรออกไซด์ (Sb_2O_3)



รูปที่ 2.15 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM, TEM และ HRTEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จาก การใช้ pH ต่างกัน รูป (a, a') pH 1, (b, b') pH 3 และ (c, c') pH 5 [3]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

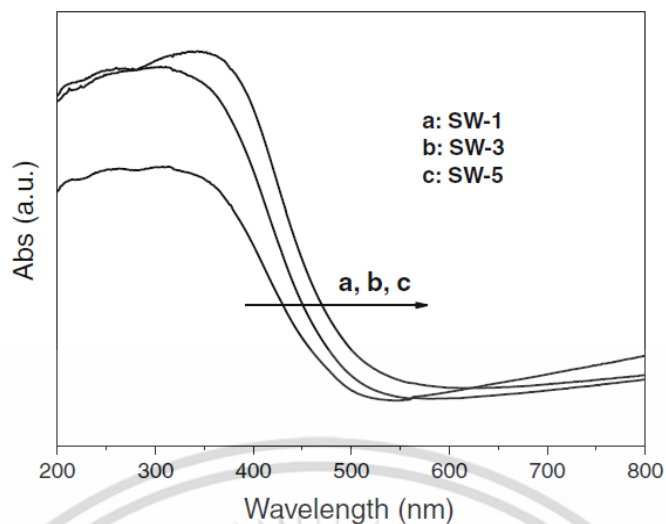
จากนั้นได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการไฮโดรเทอร์มอลที่มีต่อรูปร่างของแอนติโมนี-ทังสเตท โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกสภาวะการสังเคราะห์โดยใช้ค่า pH 5 แล้วทำการปรับเปลี่ยนเวลาในการไฮโดรเทอร์มอลที่ต่างกัน คือ 30 นาที 1 ชั่วโมง 3 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง พบว่าหลังการไฮโดรเทอร์มอล 30 นาที จะได้อนุภาคนาโนที่รวมตัวกันเป็นจำนวนมาก เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 1 ชั่วโมง จะเกิดการโตของนิวเคลียสตามทิศทางของระนาบ (planar direction) ทำให้ได้โครงสร้างเป็นแผ่น (sheet) และเมื่อเพิ่มเวลาเป็น 3 ชั่วโมง สารที่ได้จะมีรูปร่างเป็นทรงกลมระดับไมโคร ที่เกิดจากรวมกันของแผ่นขนาดนาโน (nanosheets) และที่เวลา 12 ชั่วโมง สารที่ได้จะมีลักษณะคล้ายกับสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH 1 เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ที่มีรูปร่างเป็นปุย ดังแสดงในรูปที่ 2.16 แสดงให้เห็นว่าเวลาในการไฮโดรเทอร์มอลมีผลต่อรูปร่างของแอนติโมนีทังสเตท



รูปที่ 2.16 ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง (field emission scanning electron microscope; FE-SEM) ของแอนติโมนี-ทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้ pH 5 โดยการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างกัน (a) 30 นาที (b) 1 ชั่วโมง (c) 3 ชั่วโมง และ (d) 12 ชั่วโมง [3]

การทดสอบสมบัติการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer) ของแอนติโมนีทังสเตทที่เตรียมได้จาก pH 1, 3 และ 5 ผลดังแสดงในรูปที่ 2.17 พบว่ามีการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 500 นาโนเมตร ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้ประมาณ 2.45 อิเล็กตรอนโวลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.17 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ (a) pH 1, (b) pH 3 และ (c) pH 5 [3]

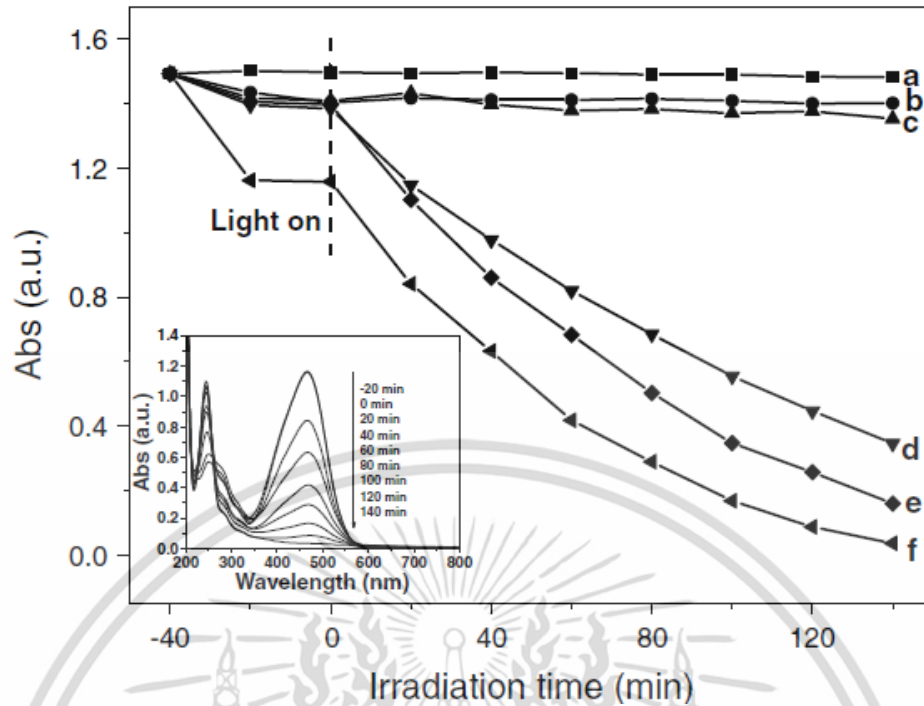
ตารางที่ 2.3 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้ค่า pH 1, 3 และ 5 โดยพบว่าค่า pH 1 มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยมากที่สุดทำให้มีพื้นที่ผิวน้อยสุดและที่ค่า pH 5 มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยน้อยที่สุดส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมากที่สุด [3]

Sample	S_{BET} (m^2/g)	Pore volume (cm^3/g)	Average pore size (nm)
SW-1	31.5	0.1	13.7
SW-3	32.1	0.11	13.3
SW-5	35.1	0.1	11.4

จากการตรวจสอบสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ โดยการสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ (methyl orange) โดยการใส่ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH แตกต่างกัน ลงในสารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ โดยในช่วง 40 นาที แรก ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงจะดูดซับสีย้อมเมทิลออเรนจ์ไว้ในโครงสร้างรูพรุน จากนั้นทำการฉายรังสี พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 1 หลังจากทำการฉายรังสีเป็นเวลา 140 นาที สามารถสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ถึงร้อยละ 98 และสารที่ได้จากการใช้ pH 3 กับ 5 สามารถสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ร้อยละ 89 และ 77 ตามลำดับ ส่วนสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 7 และ 9 ไม่สามารถสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ เนื่องจากเป็นวิฤภาคของแอนติโมนีไดรอกไซด์ (Sb_2O_3) ซึ่งเป็นวิฤภาคไม่บริสุทธิ์ทำให้ไม่มีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง ผลที่ได้ดังแสดงใน

รูปที่ 2.18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.18 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ โดยการใช้แอนติโมนี-ทังสเตนที่เตรียมจาก (a) ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (b) pH 9 (c) pH 7 (d) pH 5 (e) pH 3 และ (f) pH 1 และรูปเล็ก คือ UV-Vis สเปกตรัม ของสารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมจากการใช้ pH 1 ที่เวลาต่างๆ โดยพบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีมากขึ้นการดูดกลืนแสงของเมทิลออเรนจ์จะลดลง [3]

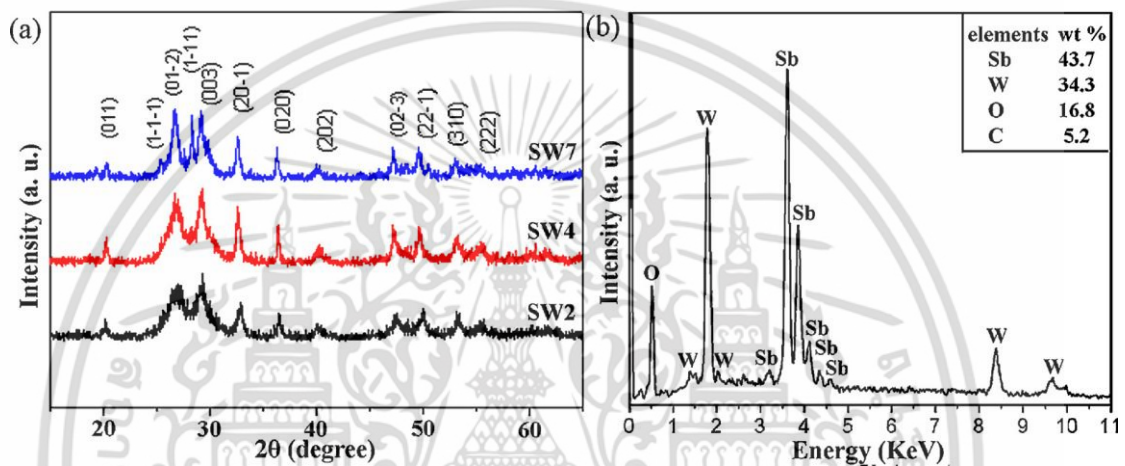
2.4.2 การสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตนที่มีรูปร่างซับซ้อนเป็นทรงกลมคล้ายดอกไม้ และการศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Controlled synthesis of hierarchical flower-like Sb_2WO_6 microspheres: Photocatalytic and superhydrophobic property)

งานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ [1] ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตน (Sb_2WO_6) ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมในระดับไมโคร โดยใช้แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) และโซเดียม-ทังสเตนไดไฮดรต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากนำแอนติโมนีไตรคลอไรด์ความเข้มข้น 4 มิลลิโมล ละลายในเอทานอลปริมาตร 8 มิลลิลิตร และละลายโซเดียม-ทังสเตนไดไฮดรตความเข้มข้น 2 มิลลิโมล ในน้ำกลั่นปริมาตร 8 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายทั้งสองมาผสมกัน แล้วปรับค่า pH เป็น 2, 4 และ 7 ตามลำดับ ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากนั้นปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที แล้วนำสารละลายมาเทใส่หม้อนึ่งความดันขนาด 20 มิลลิลิตร จากนั้นเอาไปให้ความร้อนในเตาอบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เสร็จแล้วทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง แล้วทำการกรองเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำ-ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

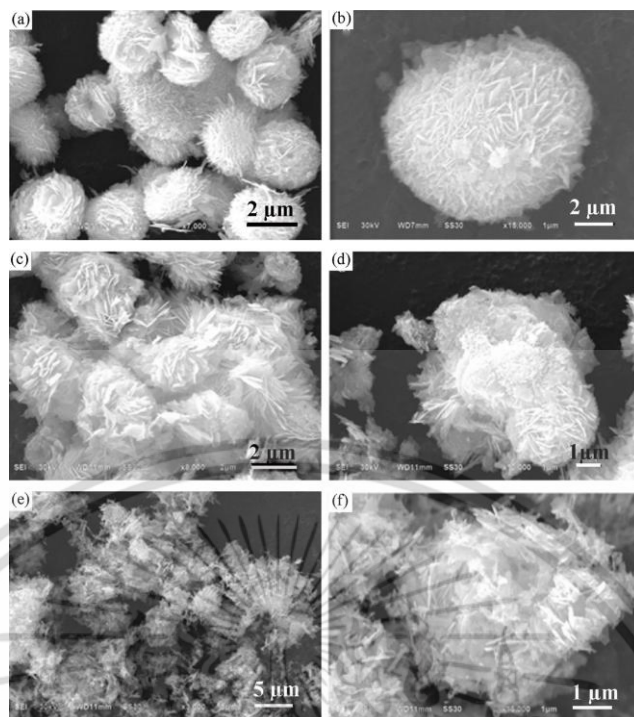
ปราศจากไอออนและเอทานอล จากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ผงแอนติโมนีทั้งสเตรท และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดสามารถบอกได้ว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทเป็นวัฏภาคไตรคลินิก (triclinic phase) จากการเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS : 47-1680)

เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive X-ray spectroscopy; EDS) จะแสดงองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ตรงตามกับองค์ประกอบของแอนติโมนีทั้งสเตรท ดังแสดงในรูปที่ 2.19



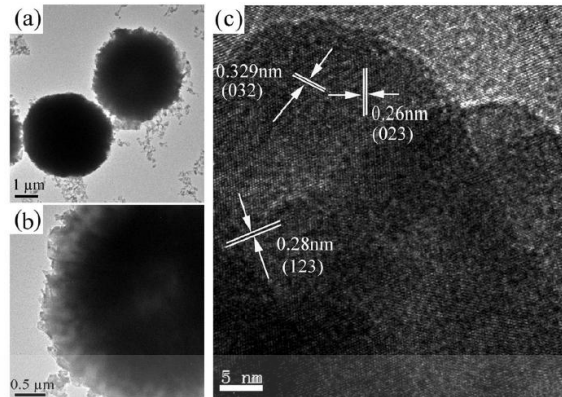
รูปที่ 2.19 (a) ผล XRD ของ Sb_2WO_6 ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH ต่างกัน (SW2) pH 2 (SW4) pH 4 และ (SW7) pH 7 (b) แสดงสเปกตรัม EDS ของแอนติโมนีทั้งสเตรท [1]

จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค SEM และ TEM โดยพบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2 มีรูปร่างทาบซ้อนเป็นทรงกลมระดับไมโครคล้ายดอกไม้ (flower-like) แบบ 3 มิติ โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4 ไมโครเมตร เมื่อขยายภาพจะเห็นว่าประกอบขึ้นจากแผ่นนาโนขนาดเล็ก และสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 4 จะมีรูปร่างไม่เป็นทรงกลม สารที่ได้จากการใช้ที่ค่า pH 7 จะเป็นแผ่นนาโนกระจายตัวออก ดังแสดงในรูปที่ 2.20 ซึ่งจะเห็นว่าเมื่อค่า pH เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้รูปร่างของแอนติโมนีทั้งสเตรทเปลี่ยนไปด้วย



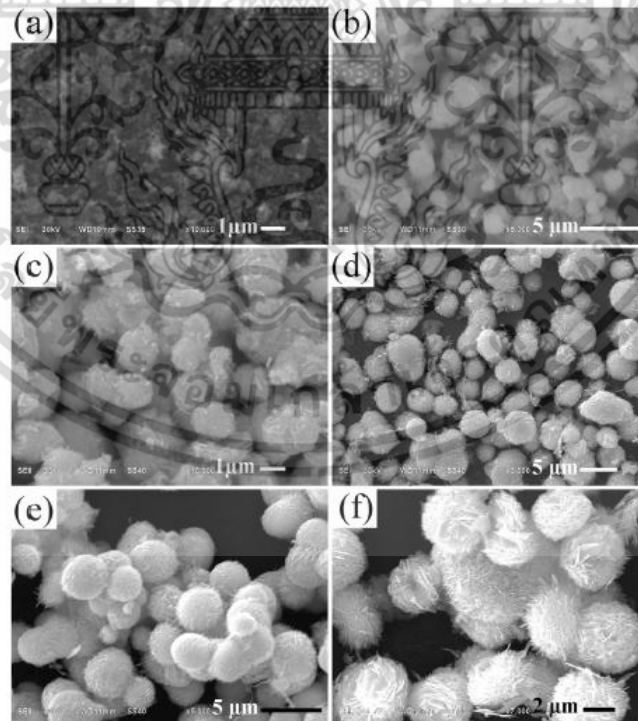
รูปที่ 2.20 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ต่างกัน (a) กับ (b) pH 2 (c) กับ (d) pH 4 และ (e) กับ (f) pH 7 [1]

จากการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค TEM แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวของโครงสร้างของแอนติโมนีทังสเตทที่ซับซ้อน โดยที่บริเวณรอบนอกทรงกลมจะประกอบด้วยแผ่นขนาดนาโน และผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่มีความละเอียดสูง (high resolution transmission electron microscopy; HRTEM) จะเห็นระนาบแลตทิซ (lattice fringe) ชัดเจน บ่งบอกว่าแอนติโมนีทังสเตทมีโครงสร้างเป็นผลึก โดยระนาบแลตทิซที่ตรวจวัดได้มีค่า 0.26 (023), 0.33 (032) และ 0.28 (123) นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 ภาพถ่าย TEM ของแอนติโมนีที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH 2 (a) ภาพถ่ายทรงกลมระดับไมโครแบบปกติ (b) ภาพขยายของทรงกลมระดับไมโคร และ (c) ภาพกำลังขยายสูงของทรงกลมระดับไมโคร [1]

จากนั้นได้ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ต่างกัน ด้วยเทคนิค SEM โดยพบว่าเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยามากขึ้นจะทำให้ได้รูปร่างทรงกลมระดับไมโครคล้ายกับดอกไม้ในลักษณะสามมิติที่สมบูรณ์ขึ้น โดยการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง จะทำให้ได้รูปร่างทรงกลมที่มีความสมบูรณ์มากที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 2.22

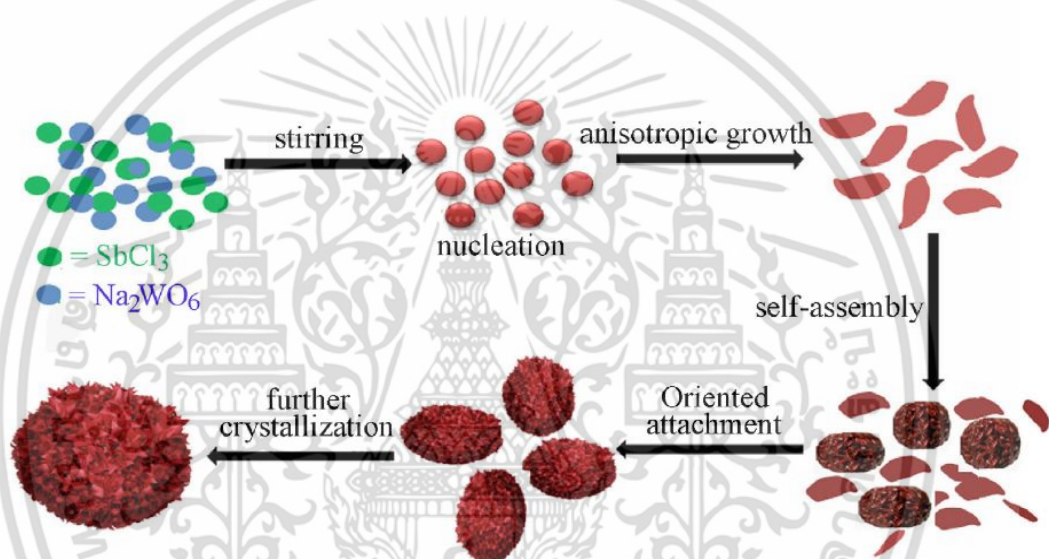


รูปที่ 2.22 ภาพถ่าย SEM ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างกัน

(a) 0 ชั่วโมง (b) 0.5 ชั่วโมง (c) 1 ชั่วโมง (d) 6 ชั่วโมง (e) 12 ชั่วโมง และ (f) 24 ชั่วโมง [1]

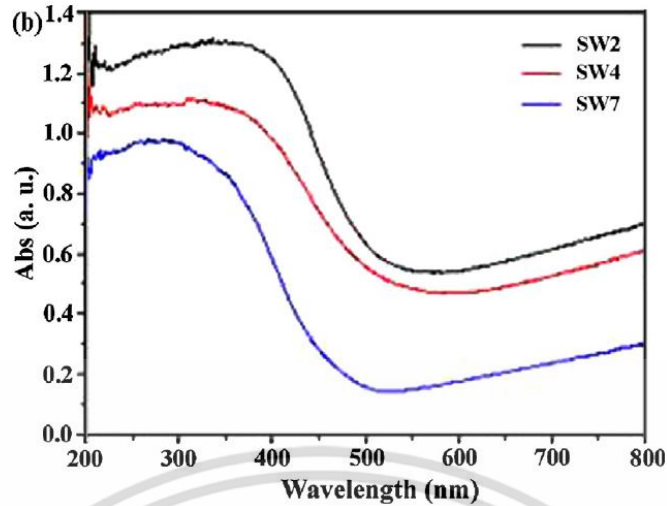
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลไกการเติบโตของแอนติโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมระดับไมโคร ดังแสดงในรูปที่ 2.23 โดยเริ่มจากการก่อผลึกจุดเล็ก ๆ ในตัวกลางที่มีความอึดหยุ่นยืดและจะโตตามทิศทางระนาบผลึกทำให้เกิดเป็นแผ่นนาโนขึ้น จากนั้นแผ่นนาโนอนุภาคขนาดใหญ่และอนุภาคขนาดเล็กจะรวมกันเพราะมีพลังงานพื้นผิวต่างกัน โดยการรวมกันจะทำให้พลังงานพื้นผิว (surface energy) ลดลง ทำให้แผ่นนาโนแต่ละแผ่นมารวมกันจนเกิดเป็นรูปร่างของผลึกทรงกลม ซึ่งรวมตัวกันได้ด้วยแรงไฟฟ้าสถิตที่มีประจุอยู่ล้อมรอบในแต่ละอนุภาคและการมีพันธะไฮโดรเจนที่ได้จากเอทานอลและน้ำ ดังนั้นจึงสามารถสรุปขั้นตอนการเติบโตของแอนติโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมระดับไมโครเกิดจาก 5 ขั้นตอนหลัก ๆ คือ 1. เกิดนิวเคลียส (nucleation) 2. การเติบโตแบบไม่สมมาตร (anisotropic growth) 3. การรวมตัวกันเอง (self-assembly) 4. เรียงซ้อนทับกัน (oriented attachment) และ 5. การตกผลึกมากขึ้น (further crystallization)



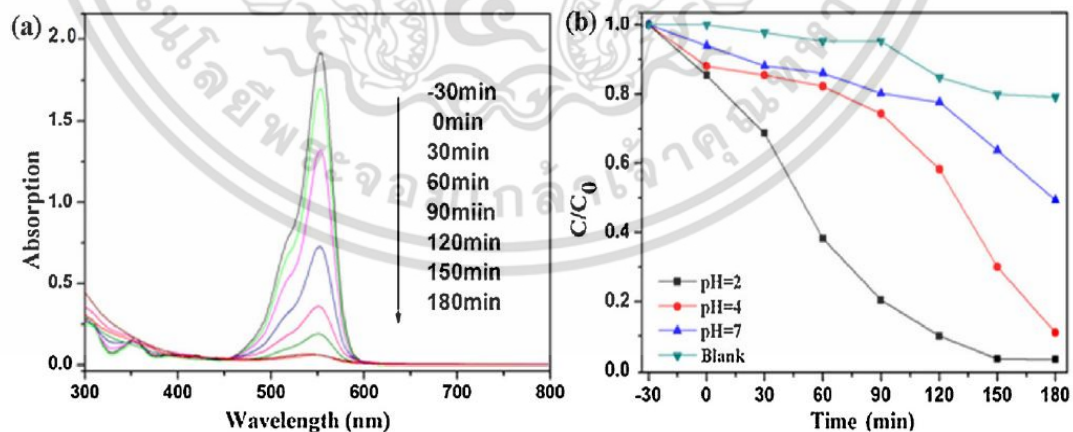
รูปที่ 2.23 แผนผังขั้นตอนการเติบโตของแอนติโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างทับซ้อนเป็นทรงกลมระดับไมโครเมตร [1]

เมื่อนำแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer) พบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2, 4 และ 7 ที่เวลา 24 ชั่วโมง มีค่าเริ่มต้นขอบการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) ที่ความยาวคลื่นประมาณ 570, 550 และ 470 นาโนเมตร ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 2.24 เมื่อนำค่าขอบการดูดกลืนแสงมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) พบว่า ค่า E_g ของตัวอย่าง pH 2, 4, และ 7 มีค่าเท่ากับ 2.17, 2.25 และ 2.63 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ



รูปที่ 2.24 ภาพการวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ของแอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2 (SW2), 4 (SW4), และ 7 (SW7) [1]

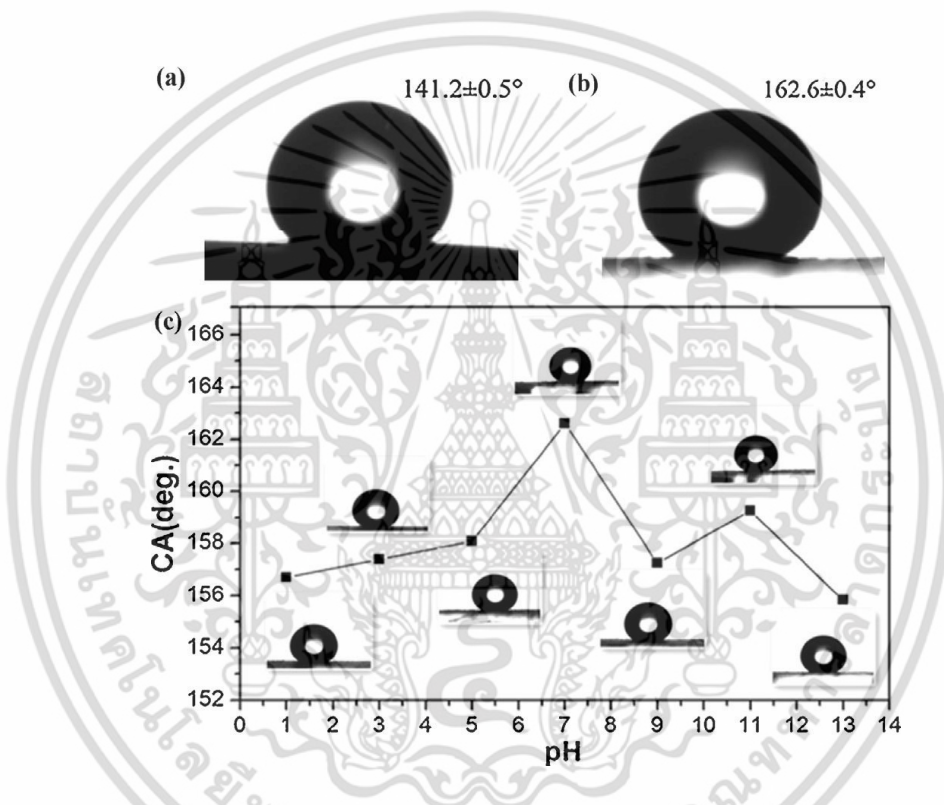
การศึกษาประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรที่เตรียมจากการใช้ค่า pH ต่างกัน ซึ่งทดสอบโดยการสลายสารละลายโรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) ภายใต้การฉายรังสียูวีที่เวลาต่างกัน โดยพบว่าหลังการฉายรังสียูวีเป็นเวลา 180 นาที ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ได้จากการใช้ค่า pH 2 สามารถสลาย RhB ได้ร้อยละ 100 ส่วนสารที่ได้จากการใช้ค่า pH 4 และ 7 สามารถสลายได้ร้อยละ 89 และ 51 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 2.25 ซึ่งผลที่ได้มีสาเหตุมาจากการที่สารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2 มีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงดีที่สุด เนื่องจากมีค่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำที่สุดและมีพื้นที่ผิวมากที่สุด



รูปที่ 2.25 (a) ภาพจากยูวี-วิสิเบิล สเปกตรัม แสดงสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรในการสลาย RhB ภายใต้การฉายรังสียูวีที่เวลาต่าง ๆ และ (b) การกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากค่า pH ต่างกัน ภายใต้การฉายรังสียูวีที่เวลาต่าง ๆ

[1] เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของแอนติโมนีทั้งสเททด้วยวิธีจุ่มเคลือบ (dip-coating) เมื่อนำไปวิเคราะห์หาค่ามุมสัมผัสของน้ำ (water contact angles; WCAs) พบว่าตัวอย่างที่ไม่ได้ปรับปรุงด้วยสารที่มีพลังงานพื้นผิวต่ำจะมีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 141.2 องศา หยดน้ำมีลักษณะคล้ายทรงกลม ส่วนตัวอย่างที่มีการปรับปรุงด้วยเปอร์ฟลูออโรเดซิลไตรเอทอกซีไฮโดรเจน (perfluorodecyltriethoxysilane; PFOST) มีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 162.6 องศา และมีหยดน้ำเป็นทรงกลมมากกว่าแบบไม่ปรับปรุงอย่างเห็นได้ชัด การศึกษาค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่มีค่า pH ต่างกันบนฟิล์มของแอนติโมนีทั้งสเทท พบว่าหยดน้ำที่มีค่า pH 7 มีค่ามุมสัมผัสหยดน้ำสูงที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 2.26

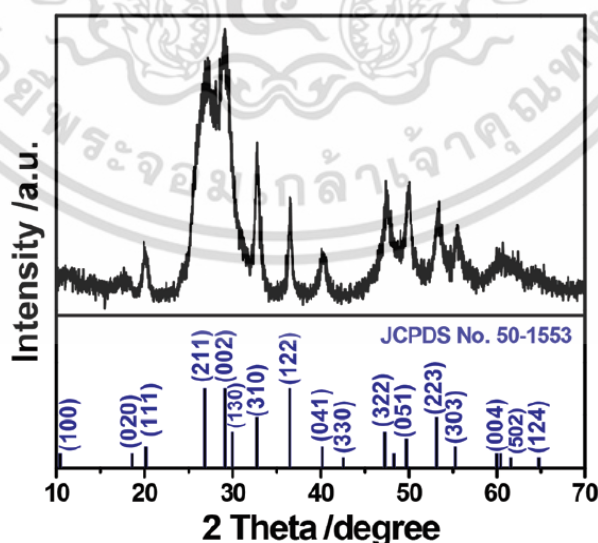


รูปที่ 2.26 การวัดมุมสัมผัสของพื้นผิวที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (a) พื้นผิวที่ปราศจากการปรับปรุงสมบัติ (b) พื้นผิวที่ปรับปรุงด้วยสารละลายเมทานอลร้อยละ 2 โดยปริมาตรของเปอร์ฟลูออโรเดซิลไตรเอทอกซีไฮโดรเจน และ (c) ค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่มีค่า pH ต่างกันบนฟิล์มของแอนติโมนีทั้งสเทท [1]

2.4.3 การสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทที่มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกและมีรูปร่างแบบทึบซ้อนโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้การกระตุ้นด้วยรังสีวิสิเบิล (Solvothermal synthesis of orthorhombic Sb_2WO_6 hierarchical structures and their visible-light-driven photocatalytic activity)

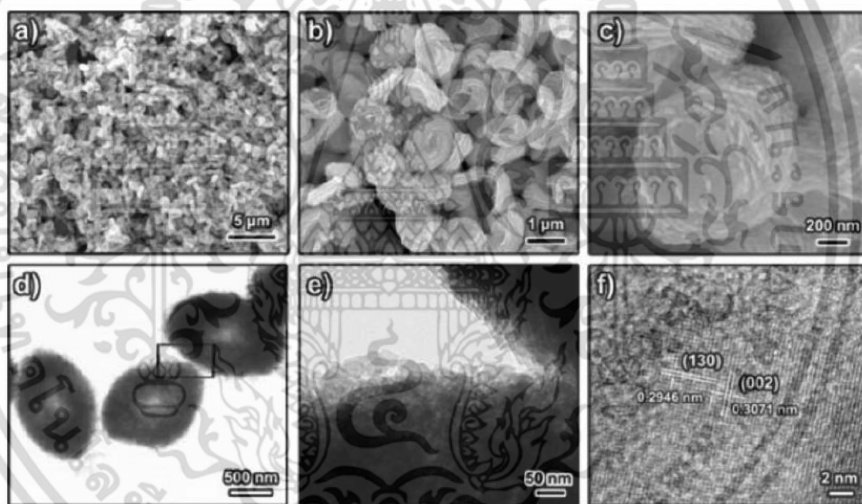
งานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และคณะ [4] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทที่มีโครงสร้างออร์โธโรมบิกด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล และการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้การกระตุ้นด้วยรังสีวิสิเบิล โดยการสังเคราะห์จะใช้โซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และแอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากเตรียมแอนติโมนีไตรคลอไรด์ความเข้มข้น 1 มิลลิโมล และโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรตความเข้มข้น 0.5 มิลลิโมล ละลายในเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol; EG) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนให้เข้ากัน เติมน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเทใส่หม้อนิ่งความดันขนาด 50 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง ทำให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งการทดลองนี้จะเตรียมตัวอย่าง 5 ตัวอย่าง โดยการปรับอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำในอัตราส่วน คือ 2:1, 1:1, 1:2 และ 1:5 และแบบเติมน้ำอย่างเดียว

เมื่อนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 2.27 พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่เตรียมในอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตรงกับแอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบออร์โธโรมบิก ซึ่งเทียบจากข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS 50-1553) โดยพิจารณาการเลี้ยวเบนที่ได้มีลักษณะกว้างเพราะว่าตัวอย่างที่วิเคราะห์มีขนาดผลึกที่เล็ก



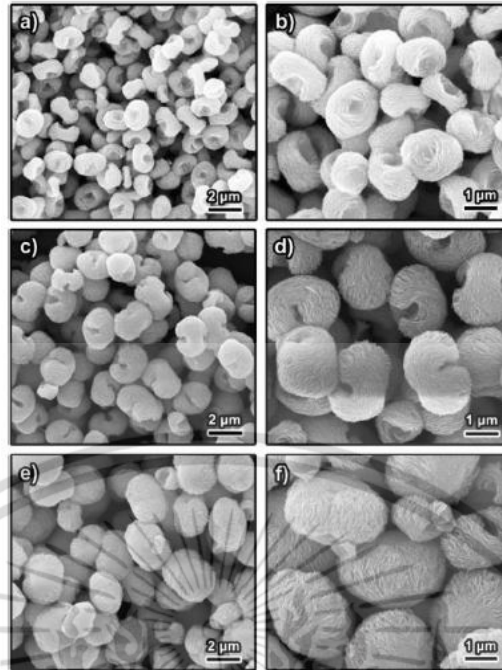
รูปที่ 2.27 ภาพการวิเคราะห์ด้วย XRD ของตัวอย่างแอนติโมนีทังสเตท เตรียมที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 [4] ศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง (field emission scanning electron microscope; FE-SEM) โดยใช้ตัวอย่างที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 ดังแสดงผลในรูปที่ 2.28 พบว่าที่กำลังขยายต่ำแสดงให้เห็นว่าอนุภาคของแอนติโมนีทั้งสเททมีรูปร่างที่มีลักษณะคล้ายโดนัทเป็นวงรีแบนตรงกลางมีลักษณะเว้าและมีขนาดกว้าง 800 นาโนเมตร ยาว 1.3 ไมโครเมตร และหนา 400 นาโนเมตร โดยที่กำลังขยายสูงขึ้นจะเห็นว่าอนุภาครูปวงรีประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นแผ่นที่เรียงซ้อนทับกันเป็นลำดับชั้น และเมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่มีกำลังขยายสูง (high resolution transmission electron microscope; HRTEM) พบว่าภาพจาก TEM สามารถยืนยันว่าโครงสร้างแอนติโมนีทั้งสเททมีขนาดตรงกันกับผลที่ได้จากเทคนิค SEM และยังบอกถึงโครงสร้างที่ทับซ้อนกันเป็นลำดับชั้นที่สร้างจากแผ่นนาโนขนาดกว้างเฉลี่ย 40 นาโนเมตร ซึ่งเมื่อใช้เทคนิค HRTEM พบว่าแผ่นนาโนมีระยะนาบผลึกที่ชัดเจน และมีระยะห่างระหว่างระนาบผลึกเท่ากับ 0.307 และ 0.295 นาโนเมตร ซึ่งตรงกับระยะนาบผลึกของโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกของแอนติโมนีทั้งสเทท



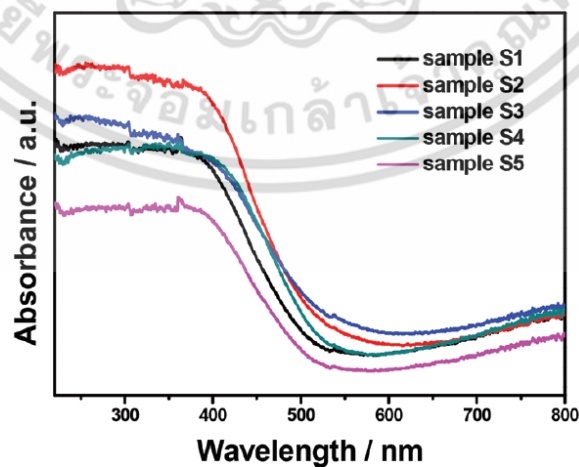
รูปที่ 2.28 ภาพจากเทคนิค (a-c) FE-SEM, (d, e) TEM และ (f) HRTEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 [4]

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.29 พบว่าเมื่ออัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำมากกว่าเอทิลลีนไกลคอล จะมีผลต่อรูปร่างของแอนติโมนีทั้งสเทท โดยจะมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นและรอยเว้าบริเวณตรงกลางของอนุภาคจะค่อย ๆ หายไป และยังส่งผลให้มีโครงสร้างรูพรุนน้อยลง โดยผลที่เกิดขึ้นเนื่องจากปริมาณน้ำที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากน้ำเป็นตัวทำละลายที่ดีส่งผลให้การเติบโตของผลึกมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นและทำให้ควบคุมรูปร่างได้ง่าย



รูปที่ 2.29 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำที่ต่างกัน (a, b) 1:1, (c, d) 1:2, และ (e, f) 1:5 [4]

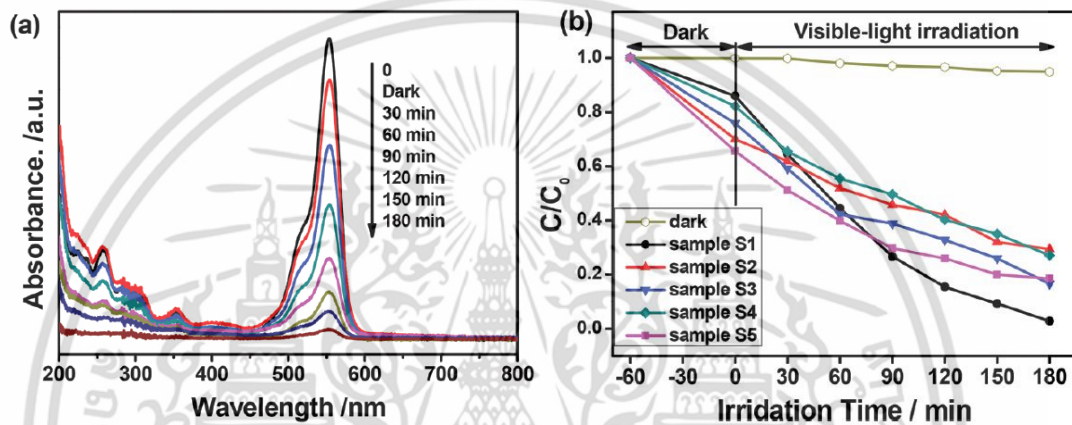
จากนั้นทำการทดสอบการดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงรังสียูวีถึงรังสีวิสิเบิลด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 2.30 พบว่าค่าเริ่มต้นในการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยนี้มีค่าประมาณ 550 นาโนเมตร ซึ่งมีความยาวคลื่นมากกว่าแอนติโมนีทังสเตทที่เป็นวัสดุภาคไตรคลินิกที่มีค่าประมาณ 500 นาโนเมตร เมื่อนำมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) พบว่ามีค่าเท่ากับ 2.25 อิเล็กตรอนโวลต์



รูปที่ 2.30 แสดงการดูดกลืนแสงในช่วงยูวี-วิสิเบิล ของแอนติโมนีทังสเตทที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ ที่ต่างกัน [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ในชื่อของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่ควรคัดลอกหรือทำซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทดสอบสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทในการสลายสีย้อมโรดามีนบี (RhB) โดยใช้การฉายรังสีวีลบีที่ความยาวคลื่นมากกว่า 420 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.31 พบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีเพิ่มขึ้นจะสามารถสลายสีย้อม RhB ได้มากขึ้น และยังพบว่าที่อัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 มีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงดีที่สุด เมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่น ๆ เนื่องจากที่อัตราส่วนนี้มีพื้นที่ผิวสูงและมีรูพรุนจำนวนมากทำให้มีพื้นที่ในการรับแสงมาก ส่งผลให้อิเล็กตรอน (electron) กับหลุมประจุบวก (hole) รวมตัวกันช้า แต่ที่อัตราส่วน 1:1, 1:2 และ 1:5 มีประสิทธิภาพการสลายสีย้อมไม่ดี เนื่องจากมีพื้นที่ผิวต่ำ ความเป็นผลึกน้อยและโครงสร้างที่ทับซ้อนเป็นชั้นมีขนาดใหญ่กว่า



รูปที่ 2.31 (a) การดูดกลืนแสงของสารละลาย RhB ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 ภายใต้การฉายรังสีวีลบีที่เวลาต่าง ๆ และ (b) การสลาย RhB ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงชนิดต่าง ๆ ที่ใช้เวลาในการฉายรังสีวีลบีต่างกัน [4]

บทที่ 3

วิธีดำเนินโครงการงาน

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์ ตรวจสอบพิสูจน์เอกลักษณ์ และศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำ ของแอนทิโมนีทั้งสเตรท ซึ่งมีเนื้อหาดังต่อไปนี้

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 ปีกเกอร์ 25, 50, 100, 250, 500 และ 1,000 มิลลิลิตร
- 3.1.2 ปีเปตขนาด 5, 10 และ 20 มิลลิลิตร
- 3.1.3 กระจกตวง 10 และ 25 มิลลิลิตร
- 3.1.4 ขวดปรับปริมาตร 25, 250, 500 และ 1,000 มิลลิลิตร
- 3.1.5 แท่งแก้ว
- 3.1.6 กระจกนาฬิกา
- 3.1.7 กระจกเอทานอล
- 3.1.8 กระจกน้ำกลั่น
- 3.1.9 หลอดหยด
- 3.1.10 ซ้อนตักสาร
- 3.1.11 หม้อนึ่งความดัน (autoclave)
- 3.1.12 แท่งแม่เหล็ก (stirrer bar)
- 3.1.13 ตะแกรงพลาสติก
- 3.1.14 แผ่นอลูมิเนียม
- 3.1.15 กระจดาชยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 3.1.16 กระจดาชกรอง
- 3.1.17 เครื่องปั่นกวนและเตาให้ความร้อน
- 3.1.18 เครื่องซังดิจิตอล 4 ตำแหน่ง
- 3.1.19 เครื่องอัลตราโซนิก รุ่น DT 100 H บริษัท BANDELIN
- 3.1.20 ตู้อบ
- 3.1.21 ตู้ดูดควัน
- 3.1.22 ตู้ปฏิบัติการเร่งปฏิกิริยาทางแสงขนาด 21.6 x 18.0 x 23.5 เซนติเมตร
- 3.1.23 เครื่องปั่นเหวี่ยงแยกตะกอนรุ่น Universal 320 บริษัท HETTICH
- 3.1.24 หลอดกำเนิดแสงที่ตามองเห็น (visible light) บริษัท LAMPTON ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร
- 3.1.25 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น SU3500 บริษัท HITACHI
- 3.1.26 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น XRD – 6100 บริษัท SHIMADZU
- 3.1.27 เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer; UV-VIS) รุ่น EVOLUTION 201 บริษัท THERMO

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.28 เครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR) รุ่น NICOLET 6700 บริษัท THERMO SCIENTIFIC

3.1.29 เครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ (water contact angles; WCAs) รุ่น OCA20 บริษัท DATAPHYSIC

3.1.30 เครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Fluorescence spectrometer; PL) รุ่น FP-6300 บริษัท JASCO

3.2 สารเคมี

3.2.1 แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) ความบริสุทธิ์ 98 % บริษัท Carlo Erba

3.2.2 โซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98 % บริษัท Carlo Erba

3.2.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความบริสุทธิ์ 98 % บริษัท Carlo Erba

3.2.4 เอทิลีนไกลคอล ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Carlo Erba

3.2.5 เอทิลีนไดเอมีน ($\text{NH}_2\text{C}_2\text{H}_4\text{NH}_2$) ความบริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Carlo Erba

3.2.6 เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Carlo Erba

3.2.7 เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ 95 % บริษัท Carlo Erba

3.2.8 ออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน ($\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{Cl}_3\text{Si}$; OTS) ความบริสุทธิ์มากกว่า 90 % บริษัท Sigma-Aldrich

3.2.9 สีย้อมโรดามีนบี (Rhodamine-B; RhB) ความบริสุทธิ์ 95 % บริษัท Sigma-Aldrich

3.2.10 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc.HCl) เข้มข้น 37 % บริษัท Fisher Scientific

3.2.11 น้ำปราศจากไอออน (de-ionized water)

3.2.12 น้ำกลั่น

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทังสเตท

1. ปีกเกอร์แรก ชั่ง SbCl_3 0.914 กรัม แล้วนำมาละลายด้วยตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ตามที่แสดงในตารางที่ 3.1 ปริมาตร 8 มิลลิลิตร

2. ปีกเกอร์ที่สอง ชั่ง $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.66 กรัม แล้วนำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน 8 มิลลิลิตร

3. เทผสมสารละลายทั้งสองปีกเกอร์ที่เตรียมได้จากข้อที่ 1. และ 2. ให้เข้ากันพร้อมทั้งปั่นกวนโดยใช้เครื่องปั่นกวน

4. ปรับค่า pH ของสารผสมที่ได้จากข้อที่ 3) ให้มีค่าเท่ากับ 2 ด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น 4 โมลาร์ (หรือ conc.HCl กรณีที่ใช้ ethylene diamine เป็นตัวทำละลาย) แล้วปั่นกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที

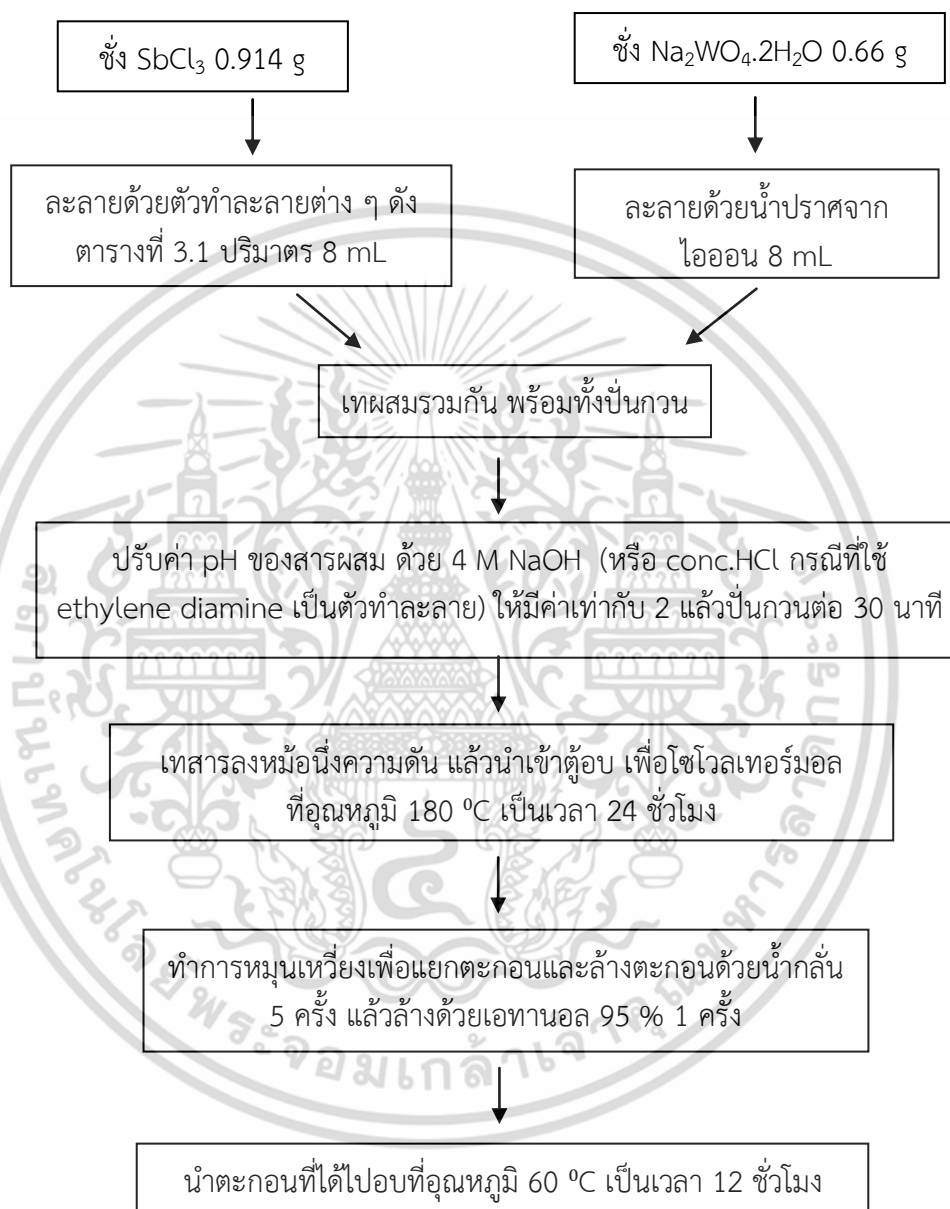
5. เมื่อครบ 30 นาที เทสารผสมที่ปรับค่า pH แล้วลงในหม้อนึ่งความดัน

6. ทำการโบลวเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยตู้อบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7. เมื่อครบ 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจำนวน 5 ครั้ง แล้วสุดท้ายล้างด้วยเอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 จำนวน 1 ครั้ง
8. นำตะกอนที่ได้จากข้อที่ 7. มาอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

แผนผังการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 ตัวทำละลายละลายชนิดต่าง ๆ ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยา ที่ใช้ในการสังเคราะห์ แอนติโมนีทั้งสเทท ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (โดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายต่อน้ำปราศจากไอออนเป็น 1:1)

สถานะ ที่	ตัวทำละลายที่ใช้ละลายสารตั้งต้น		pH	เวลา (ชั่วโมง)
	SbCl ₃	Na ₂ WO ₄ ·2H ₂ O		
1	เอทานอล	น้ำปราศจากไอออน	2	24
2	น้ำปราศจากไอออน	น้ำปราศจากไอออน	2	24
3	เอทิลีนไกลคอล	น้ำปราศจากไอออน	2	24
4	เอทิลีนไดเอมีน	น้ำปราศจากไอออน	2	24

ได้ศึกษาผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนโดยได้ทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนตามตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเทท ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล

สถานะที่	อัตราส่วนโดยปริมาตร เอทานอล:น้ำปราศจากไอออน	pH	เวลา (ชั่วโมง)
1	3:1	2	24
2	2:1	2	24
3	1:1	2	24
4	1:2	2	24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2. ศึกษาสมบัติการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเทภายใต้แสงที่ตามองเห็น

3.3.2.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี

1. ชั่งโรดามีนบี 0.005 กรัม แล้วนำมาละลายด้วยน้ำกลั่นและปรับปริมาตรในขวดปรับปริมาตรที่หุ้มแผ่นอะลูมิเนียมขนาด 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายมาตรฐานโรดามีนบีที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm)

2. เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบีที่มีความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการปิเปตสารละลายโรดามีนบีที่เตรียมได้จากข้อ 1. มาเติมในขวดปรับปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร และทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ความเข้มข้นและปริมาตรโรดามีนบีที่ต้องปิเปตมาดังแสดงในตารางที่ 3.3 โดยต้องทำการหุ้มแผ่นอะลูมิเนียมที่ปิกเกอร์และขวดปรับปริมาตรที่ใช้ใส่สารละลายโรดามีนบีด้วย เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับแสง

3. นำสารละลายมาตรฐานโรดามีนบีที่เตรียมได้ (ความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร) มาตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer, UV-VIS) ที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร ซึ่งเป็นค่าความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) ของโรดามีนบี จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐาน

ตารางที่ 3.3 ความเข้มข้นและปริมาตรที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบี

ความเข้มข้นของสารละลายโรดามีนบี (mg/L)	ปริมาตรสารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 10 mg/L ที่ต้องทำการปิเปต (mL)
0.5	2.5
1	5
2	10
3	15
4	20
5	25

3.3.2.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี

1. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเทท (ที่สังเคราะห์ได้จากตอนที่ 3.3.2.1) 0.05 กรัม ลงในปิกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

2. ตวงสารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ที่เตรียมได้จากตอน 3.3.2.1) ปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วเทลงในปิกเกอร์ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง จากนั้นนำเข้าไปในตู้เร่งปฏิกิริยาทางแสงเป็นเวลา 60 นาที โดยทำการปั่นกวนและยังไม่ให้แสงที่ตามองเห็น (visible light)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เมื่อครบเวลาทุก ๆ 15 นาทีดูดสารละลายมา 15 มิลลิลิตร ไปทำการปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน และนำสารละลายโรดามีนบีไปทำการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร

4. ทำการปั่นกวนและฉายแสงที่ตามองเห็นในตู้เร่งปฏิกิริยาทางแสงต่อจนครบเวลา 4 ชั่วโมง และเก็บตัวอย่างสารละลายโรดามีนบีเมื่อเวลาผ่านไปทุก ๆ 30 นาที เพื่อไปทำการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสง

5. นำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไปหาความเข้มข้นโดยการเทียบจากกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบีที่เตรียมได้จากตอนที่ 3.3.2.1 จากนั้นทำการคำนวณเพื่อหาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีโดยวิธีดังแสดงในภาคผนวก ง

3.3.3 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเทท

3.3.3.1 การปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเทท

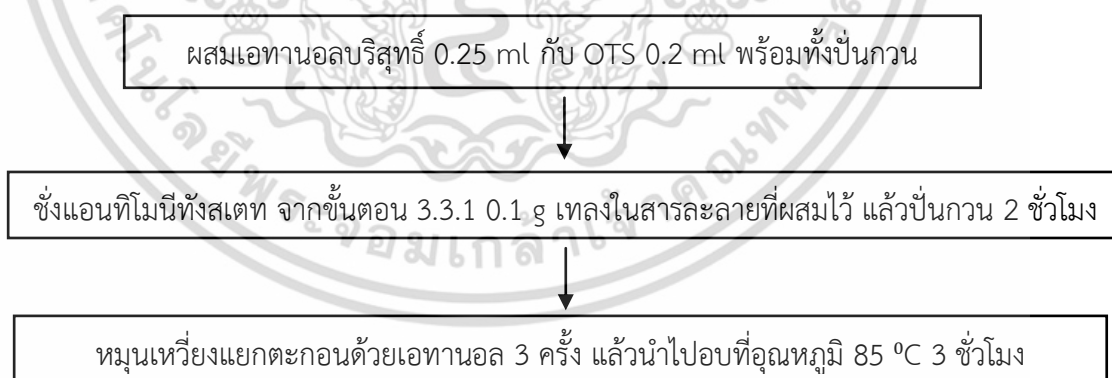
เมื่อสังเคราะห์ได้ตะกอนแอนติโมนีทั้งสเททจากขั้นตอนที่ 3.3.1 จากนั้นทำการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยการเคลือบด้วยสารละลายออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน (OTS) ตามขั้นตอนดังนี้

1. ผสมเอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.9 ปริมาตร 0.25 มิลลิลิตร กับสารละลายออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน 0.2 มิลลิลิตรแล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก

2. ชั่งแอนติโมนีทั้งสเทท 0.1 กรัม แล้วเทลงในสารผสมที่ปั่นกวนไว้ในข้อที่ 1. แล้วปั่นกวนทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง พร้อมทั้งปิดฝา โดยใช้กระดาษฟิวส์

3. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง นำไปหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน แล้วล้างตะกอนด้วยเอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 จำนวน 3 ครั้ง

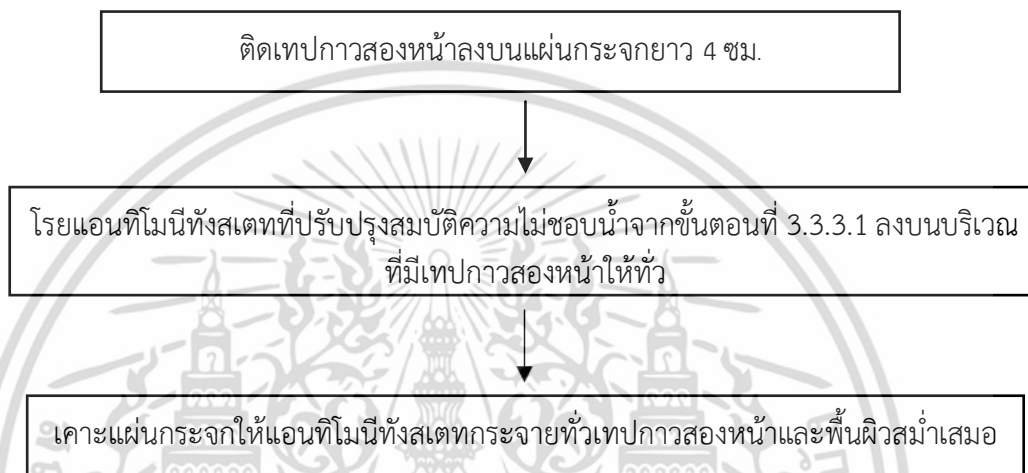
4. นำตะกอนที่ได้จากข้อที่ 3. มาอบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนผังการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเทท

3.3.3.2 การตรวจวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเทท

1. ทำการเคลือบแอนทิโมนีทั้งสเททที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำลงบนกระจกเพื่อนำไปวัดสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยการนำกาวสองหน้าชนิดบางและใส่ติดลงบนแผ่นกระจกเป็นความยาว 4 เซนติเมตร
2. นำแอนทิโมนีทั้งสเททที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้วจากขั้นตอนที่ 3.3.3.1 มาโรยลงบนบริเวณที่มีกาวสองหน้าติดอยู่บนแผ่นกระจกให้ทั่ว
3. ทำการเคาะแผ่นกระจกเพื่อให้แอนทิโมนีทั้งสเททกระจายตัวทั่วเทปกาวสองหน้าและมีความสม่ำเสมอของพื้นผิว



รูปที่ 3.3 แผนผังการเตรียมเคลือบแอนทิโมนีทั้งสเททที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำลงบนแผ่นกระจก

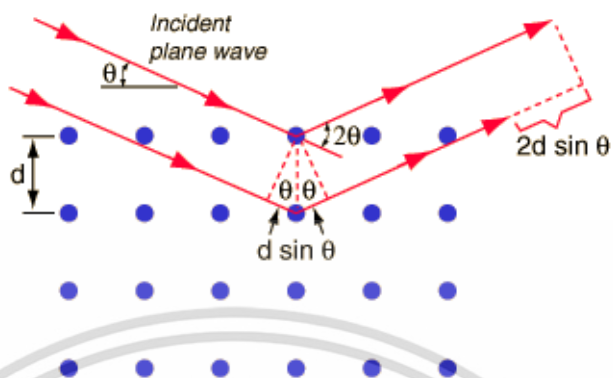
3.4 เครื่องมือในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการวิเคราะห์สมบัติวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเทท

เมื่อทำการสังเคราะห์วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททได้แล้ว จะนำวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงมาทำการวิเคราะห์เอกลักษณ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา สมบัติทางแสง และสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

3.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ผลึกของตัวอย่างโดยอาศัยหลักการของ Bragg's law ดังแสดงในรูปที่ 3.2 และสมการที่ 3.1 ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ยิงผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยจะใช้ตัวตรวจจับ (detector) รับความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่าง ๆ ของการทดสอบ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้ เนื่องจากในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีการจัดเรียงตัวของผลึกและมีขนาดของหน่วยเซลล์ (unit cell) ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้สามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่าง ๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้ ซึ่งจะช่วยให้ทราบว่าในตัวอย่างนั้น ๆ มีโครงสร้างผลึกอย่างไร ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์คือไม่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สามารถทำการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณหรือหาค่าองค์ประกอบตัวอย่างที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous) ได้เนื่องจากจะเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มีรูปแบบที่ไม่แน่นอน [25]



รูปที่ 3.4 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ [25]

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.1)$$

เมื่อ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.540 \text{ \AA}$)
 n คือ ลำดับการสะท้อน
 d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ
 θ คือ มุมที่รังสีตกกระทบ

โดยโครงการพิเศษนี้ได้ใช้ทำการวัดตัวอย่างโดยใช้สภาวะในการตรวจสอบเป็น 1.2 องศาต่อนาที โดยตรวจวัดตั้งแต่ 2θ ที่ 10 ถึง 70 องศา รูปที่ 3.3 แสดงเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [2]



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) [26]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะประกอบไปด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนที่เรียกว่าอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวตัวอย่างที่ต้องการศึกษา เมื่อลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนพื้นผิวตัวอย่างจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอแสดงผลต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอแสดงผล เทคนิคนี้สามารถนอกจากใช้วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแล้วยังสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีได้จากสัญญาณรังสีเอ็กซ์ด้วยอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (energy dispersive x - ray spectrometer; EDS) [27]

ซึ่งโครงการพิเศษนี้ได้้นำเทคนิคการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รูปที่ 3.4 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของแอนทิโมนีทั้งสเทท

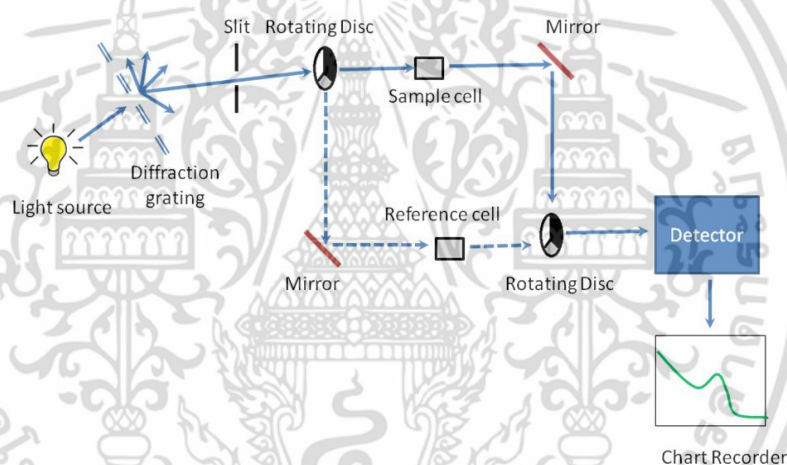


รูปที่ 3.6 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) [27]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer)

เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เป็นการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการดูดกลืนหรือทะลุผ่านของรังสีที่อยู่ในช่วงรังสีอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet; UV) ความยาวคลื่นน้อยกว่า 400 นาโนเมตร และช่วงแสงที่ตามองเห็น (visible light) ความยาวคลื่น 400 ถึง 700 นาโนเมตร เทคนิคนี้สามารถใช้หาปริมาณของสารตัวอย่างและวิเคราะห์ชนิดของสารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีที่มีความยาวคลื่นต่างกันของสารแต่ละชนิด หลักการของเครื่องจะมีแหล่งกำเนิดแสงที่จะให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่อง จากนั้นแสงจะถูกส่องผ่านตัวเลือกแสง (monochromator) เมื่อได้แสงที่มีค่าความยาวคลื่นที่แน่นอนแล้วแสงจะส่องผ่านสารตัวอย่างที่ความเข้มแสงเริ่มต้น (A_0) สารตัวอย่างจะดูดกลืนแสงช่วงหนึ่งเอาไว้และปล่อยแสงในช่วงที่ไม่ดูดกลืน (A) หรือช่วงแสงที่ผ่านออกมา (T) เข้าสู่ตัวตรวจวัด (detector) เพื่อคำนวณหาความเข้มของแสงสุดท้ายที่เหลือจากการดูดกลืนของสารตัวอย่าง [28] รูปที่ 3.5 แสดงภาพระบบการทำงานของเครื่องเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และรูปที่ 3.6 แสดงภาพเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์



รูปที่ 3.7 ภาพระบบการทำงานของเครื่องเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [28]



รูปที่ 3.8 ภาพเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับบริการเชิงงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ยืมได้เห็นว่าไม่เหมาะสมหรือไม่ถูกต้องใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

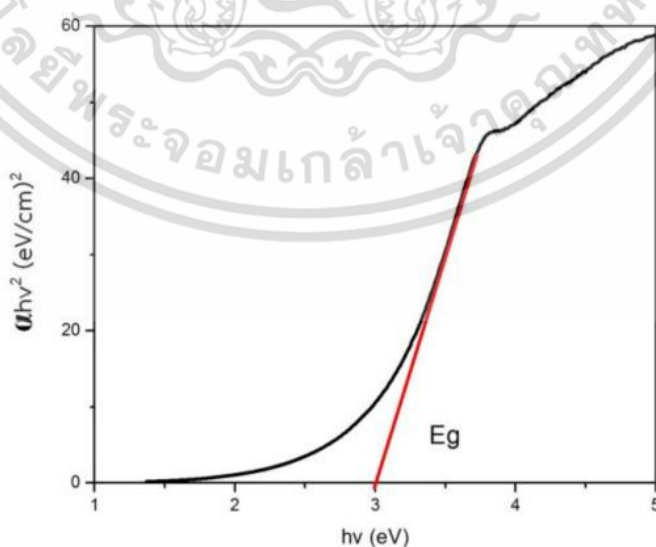
สมบัติทางแสงอีกแบบหนึ่งที่สามารถหาจากเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ คือ การหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band gap energy, E_g) โดยวัดจากการหาช่วงความยาวคลื่นที่สารมีการดูดกลืนสูงสุด (λ_{max}) เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (absorption coefficient, α) จากสมการของ Beer-Lambert ดังสมการที่ (3.2) และ (3.3)

$$\alpha hv = B (hv - E_g) n \quad (3.2)$$

$$\alpha = (2.303)A / l \quad (3.3)$$

เมื่อ	α	คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน
	h	คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.626×10^{-34} J.s)
	v	คือ ความถี่ของโฟตอนที่ตกกระทบ (s^{-1}, Hz)
	B	คือ ค่าคงที่
	E_g	คือ ค่าช่องว่างพลังงาน (eV)
	n	คือ ค่าคงที่ โดย $n=1/2$ เมื่อสารที่วัดยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง $n = 2$ เมื่อสารยอมให้แสงผ่านโดยอ้อมและ $n=3/2$ สารไม่สามารถดูดกลืน ในโครงการพิเศษนี้ได้ใช้ค่า $n = 1/2$
	A	คือ ค่าดูดกลืนแสง
	l	คือ ความกว้างของเซลล์ (cm) ซึ่งโดยทั่วไปมีค่า 1 เซนติเมตร

จากนั้นทำการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (α) ที่ได้จากสมการที่ 3.2 แล้วทำการพล็อตกราฟจากความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha hv)^2$ (แกน y) กับ hv (แกน x) จะได้กราฟดังรูปที่ 3.7 เพื่อใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน



รูปที่ 3.9 กราฟการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อลากเส้นสัมผัสกับกราฟในบริเวณที่มีความชันของกราฟมีค่ามากที่สุดมาตัดกับแกน x จะทำให้ทราบถึงค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) โดยเมื่อวัสดุมีโครงสร้างต่างกันจะส่งผลโดยตรงต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน ทำให้สามารถบอกถึงเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างได้จากการเปลี่ยนแปลงของค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของวัสดุแต่ละชนิด อีกหนึ่งวิธีที่ใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ทำได้โดยลากเส้นขนานกับส่วนที่ชันที่สุดของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) และค่าความยาวคลื่น (wavelength) โดยลากเส้นขนานสองเส้นดังรูปที่ 3.8 หากจุดตัดของเส้นขนานทั้งสองเส้นแล้วลากเส้นจากจุดตัดของเส้นขนานทั้งสองเส้น ลงมาตัดกับแกนค่าความยาวคลื่นหรือแกน x จะได้ค่าเริ่มต้นขอบในการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) ออกมาก [29]

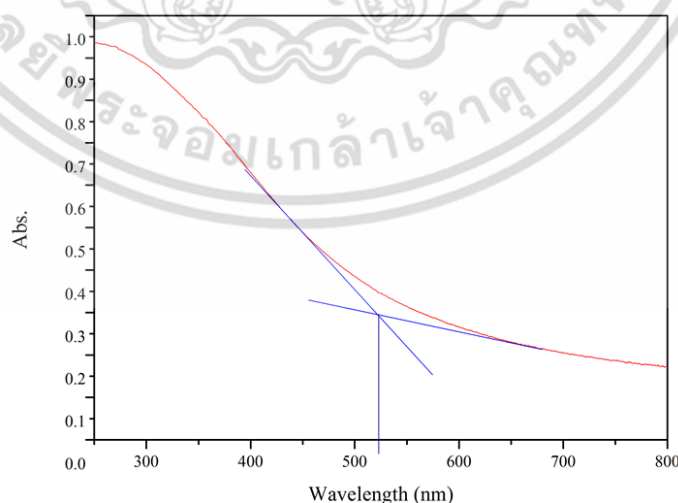
จากนั้นนำค่าเริ่มต้นขอบในการดูดกลืนแสงมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ดังสมการที่ 3.4

$$E_g = 1240/\lambda \quad (3.4)$$

เมื่อ E_g คือ ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band-gap energy), (อิเล็กตรอนโวลต์)

λ คือ ค่าเริ่มต้นขอบการดูดกลืนแสง (onset absorption edge), (นาโนเมตร)

โดยการเตรียมตัวอย่างสำหรับการศึกษาหาค่าการดูดกลืนแสงและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานทำได้โดยการนำตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตท 0.0008 กรัม กระจายตัวในน้ำปราศจากไอออนปริมาณ 10 มิลลิลิตร โดยการทำให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอด้วยการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที แล้วจึงทำการวัดหาค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 900 นาโนเมตร โดยใช้อัตราการตรวจวัด 16 นาโนเมตรต่อวินาที



รูปที่ 3.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความยาวคลื่นที่ใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4 วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียทรานฟอรมอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)

เครื่องฟูเรียทรานฟอรมอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสาร ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งของแข็ง ของเหลว และแก๊ส โดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด (infrared radiation) ในช่วงเลขคลื่นประมาณ $12800\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งรังสีอินฟราเรดเป็นรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สามารถสัมผัสได้ โดยช่วงของรังสีอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ near Infrared ($12800\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$) middle Infrared ($4000\text{-}200\text{ cm}^{-1}$) และ far Infrared ($200\text{-}10\text{ cm}^{-1}$)

การทำงานของเครื่อง FT-IR เริ่มจากแหล่งกำเนิดรังสีอินฟราเรดจะทำการผลิตรังสีอินฟราเรดในช่วงความยาวคลื่นหรือเลขคลื่นที่จะใช้ในการวิเคราะห์ จากนั้นอินฟราเรดที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ จะสะท้อนผ่านไปที่ย่านบรรจุตัวอย่าง ซึ่งจะทำให้ตัวอย่างเกิดการดูดกลืนอินฟราเรดเอาไว้บางส่วนในบางความยาวคลื่น ส่วนอินฟราเรดที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะผ่านเข้าสู่ตัวตรวจวัด (detector) สัญญาณที่ได้ที่นั่นคอมพิวเตอร์จะทำการแปลงสัญญาณด้วยสมการ Fourier transform ผลที่ได้จะเป็นสเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของสารที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ รูปที่ 3.9 แสดงภาพเครื่องฟูเรียทรานฟอรมอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR) [30]

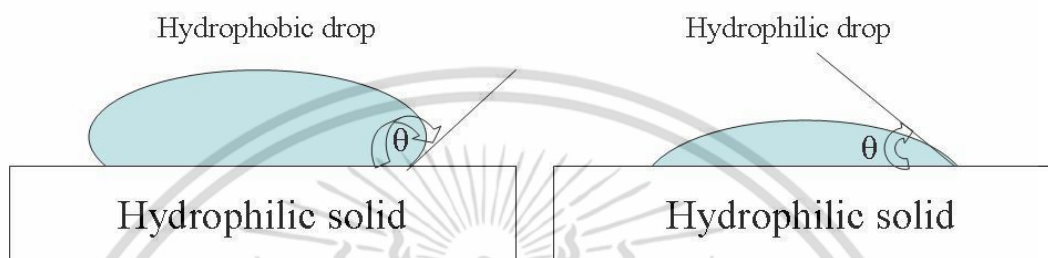


รูปที่ 3.11 ภาพเครื่องฟูเรียทรานฟอรมอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR) [30]

3.4.5 วิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs)

มุมสัมผัสของน้ำ (water contact angles, WCAs) เกิดจากความสัมพันธ์ของแรงสองแรง คือ แรงเกาะติดระหว่างโมเลกุลของเหลวกับของแข็ง (adhesion force) ซึ่งเป็นแรงที่ทำให้เกิดการกระจายตัวของของเหลวไปทั่วพื้นผิวของแข็ง และแรงยึดติดระหว่างโมเลกุลภายในของเหลวชนิดเดียวกัน (cohesion force) ซึ่งเป็นแรงที่ทำให้ของเหลวเกาะกันเป็นวงกลมและไม่สัมผัสกับพื้นผิวของแข็ง การกลิ้งตัวหรือการยึดเกาะของหยดน้ำบนพื้นผิวนั้นสามารถจำแนกได้ด้วยค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ ซึ่งเป็นมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวที่ถูกกำหนดโดยค่าพลังงานพื้นผิวของน้ำและผิววัสดุ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งเกี่ยวข้องกับแรงตึงผิวระหว่างพื้นผิวและแรงตึงผิวระหว่างหยดน้ำกับบรรยากาศภายนอก โดยสามารถแบ่งการยึดเกาะของหยดน้ำบนพื้นผิวได้ดังแสดงในรูปที่ 3.10 แสดงลักษณะมุมสัมผัสของหยดน้ำ คือ ถ้าค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำกับพื้นผิวมีค่าน้อยกว่า 90 องศา พื้นผิวนั้นจะมีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic surface) แต่ถ้ามุมสัมผัสของหยดน้ำกับพื้นผิวมีค่ามากกว่า 90 องศา แต่ไม่เกิน 150 องศา พื้นผิวนั้นจะมีสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic surface) และถ้าพื้นผิวมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำกับพื้นผิวมีค่าตั้งแต่ 150 องศาขึ้นไป แสดงให้เห็นว่าพื้นผิวนั้นมีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic surface) [31] รูปที่ 3.10 แสดงลักษณะมุมสัมผัสของหยดน้ำ



รูปที่ 3.12 ลักษณะมุมสัมผัสของหยดน้ำ [31]

การวัดมุมสัมผัสของน้ำมีวิธีการทดสอบดังนี้ คือ นำหลอดดูดน้ำกลั่นแล้วหยดของเหลวออกจากหลอดฉีด โดยปล่อยหยดของเหลวที่แขวนอยู่ปลายเข็มเพียงหยดเดียวให้ลงมาสัมผัสบนพื้นผิววัสดุที่ต้องการวัด แล้วทำการวัดค่ามุมสัมผัสด้วยโปรแกรมมีหน่วยเป็นองศา โดยในโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้หยดน้ำขนาด 0.8 ไมโครลิตร และทำการวัดทั้งหมด 5 ครั้ง แล้วนำค่ามุมสัมผัสที่ได้ทั้งหมดมาหาค่าเฉลี่ย ด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ รูปที่ 3.11 แสดงภาพเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ



รูปที่ 3.13 ภาพเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs) [32]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.6 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Fluorescence spectrometer)

เทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ เป็นเทคนิคที่วิเคราะห์การเปล่งแสงของสารด้วยการให้พลังงานรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ทำให้โมเลกุลถูกกระตุ้นและเกิดการสั่นภายในโมเลกุลจากระดับชั้นพลังงานสถานะพื้น (ground state) ไปสู่ระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น (excited state) เรียกว่าการดูดพลังงานหรือพลังงานกระตุ้น (excited energy) ซึ่งการเปล่งแสงออกมาของสารนั้นเกิดจากกระบวนการตกลงมาสู่สถานะพื้นใหม่ เนื่องจากโมเลกุลที่มีการเคลื่อนที่ไปอยู่ในระดับของชั้นพลังงานที่สูงจะไม่มีเสถียร จึงมีการปลดปล่อยพลังงานและตกลงมาในชั้นระดับพลังงานที่ต่ำกว่าพลังงานที่โมเลกุลปลดปล่อยจากระดับชั้นพลังงานกระตุ้นชั้นที่หนึ่งสู่ระดับชั้นพลังงานในสถานะพื้นจะทำให้เกิดการคายโฟตอน (emission of photon) ทำให้เกิดสเปกตรัมในช่วงฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) หรือฟอสฟอเรสเซนซ์ (phosphorescence) ณ ค่าพลังงานที่กระตุ้นที่จำเพาะของสารแต่ละชนิด [35] โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ให้พลังงานกระตุ้นสารตัวอย่างในสถานะของแข็งในช่วงความยาวคลื่น 325 นาโนเมตร เริ่มตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 350 ถึง 550 นาโนเมตร และใช้อัตราเร็วในการตรวจวัด 20 นาโนเมตรต่ออนาที รูปที่ 3.13 แสดงเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์



รูปที่ 3.14 เครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (fluorescence spectrometer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้กล่าวถึงผลการทดลองการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตตและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำ อันประกอบไปด้วย ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ผลการศึกษาลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์และเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ และผลการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยเครื่องวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ

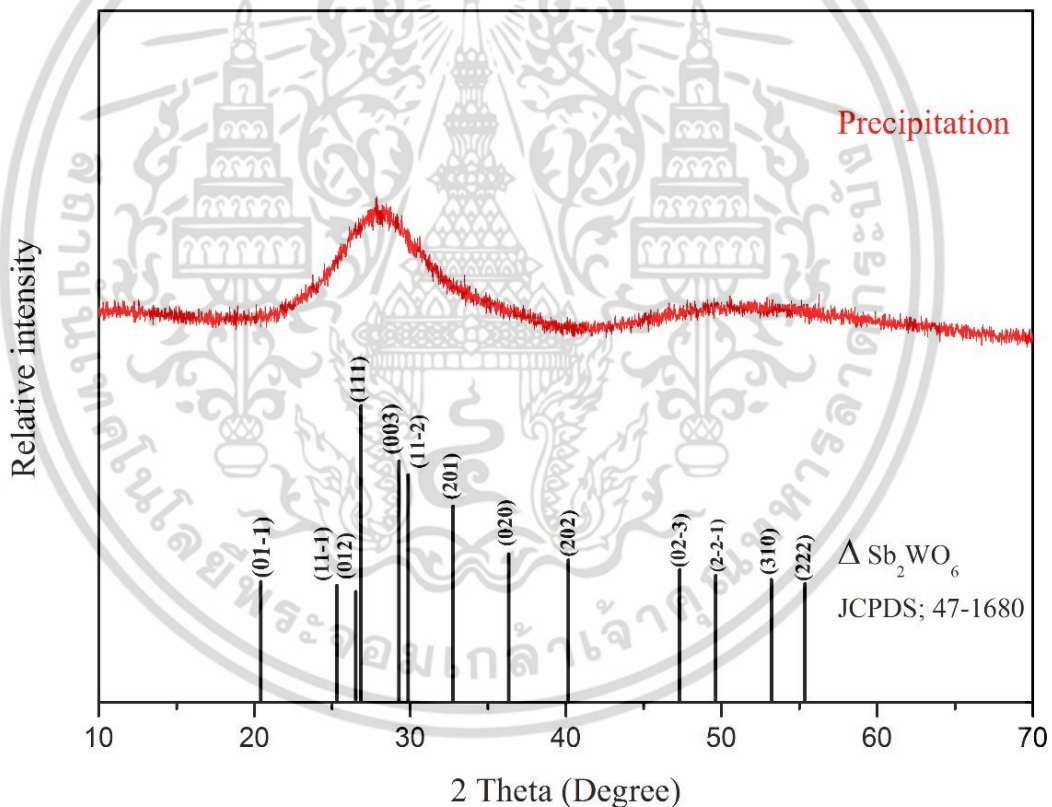
4.1 การศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตต

4.1.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

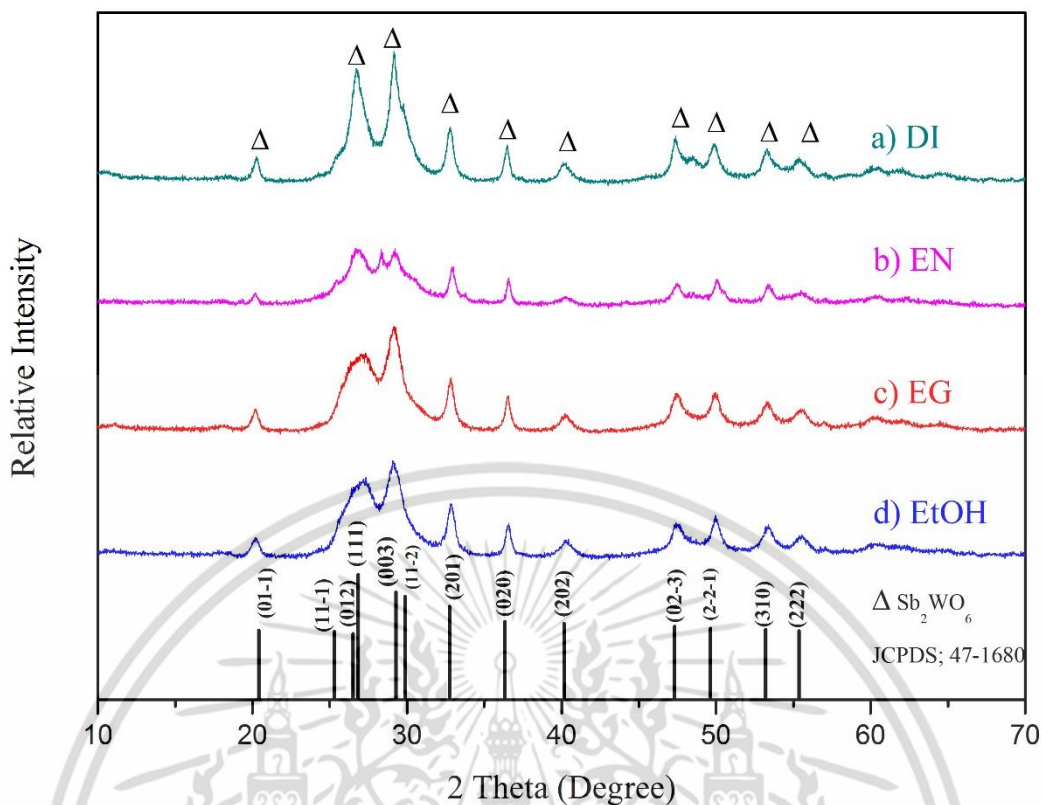
ในเบื้องต้นได้ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอน (precipitation) ตามวิธีที่แสดงในหัวข้อที่ 3.1 โดยการปั่นกวสารละลายผสมที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำตะกอนที่ได้ไปทำการอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง โดยไม่ผ่านกระบวนการโซลโวเทอร์มอล โดยใช้ตัวทำละลายเป็นเอทานอล และปรับค่า pH ของระบบให้เท่ากับ 2 จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการตกตะกอนซึ่งมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะของแข็งอสัณฐาน (amorphous) โดยมีพีคการเลี้ยวเบนที่มีขนาดกว้างที่ตำแหน่ง 2-theta เท่ากับ 27.79 ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของสารที่ได้ที่ไม่ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตต (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนไม่สามารถทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นแอนติโมนีทังสเตตเกิดขึ้น จากนั้นได้ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตตโดยใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ คือ น้ำปราศจากไอออน เอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล ด้วยวิธีการโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยปรับค่า pH ของระบบให้เท่ากับ 2 ตามสภาวะดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.2 โดยพบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่คล้ายคลึงกันแต่มีความเข้ม (intensity) ของพีคที่แตกต่างกัน โดยพบพีคหลักที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2-theta เท่ากับ 20.39, 25.28, 26.50, 26.82, 29.28, 29.88, 32.75, 36.32, 40.17, 47.30, 49.64, 53.21 และ 55.36 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (01 $\bar{1}$), (11 $\bar{1}$), (012), (111), (003), (11 $\bar{2}$), (201), (020), (202), (02 $\bar{3}$), (2 $\bar{2}$ 1), (310) และ (222) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตตที่มีวิฤภาคแบบไตรคลินิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) และไม่พบการเลี้ยวเบนที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงถึงการปนเปื้อนของวัฏภาคอื่น (impurity) ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิกที่มีความบริสุทธิ์ จากการคำนวณขนาดผลึก (crystallite size) ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ โดยการใช้สมการของ Scherrer's ในการหาค่าขนาดผลึก ตามวิธีดังแสดงภาคผนวก ข เมื่อเปรียบเทียบค่าขนาดผลึกที่ตำแหน่ง 2-theta เท่ากับ 36.32 ที่การเลี้ยวเบนของระนาบ (020) พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ขึ้นจากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายมีค่าขนาดผลึกเท่ากับ 14.21 นาโนเมตร ส่วนแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 15.13 นาโนเมตร ส่วนแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 13.84 นาโนเมตร และแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 14.10 นาโนเมตร



รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายเอทานอล ด้วยวิธีการตกตะกอน เทียบกับข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680)



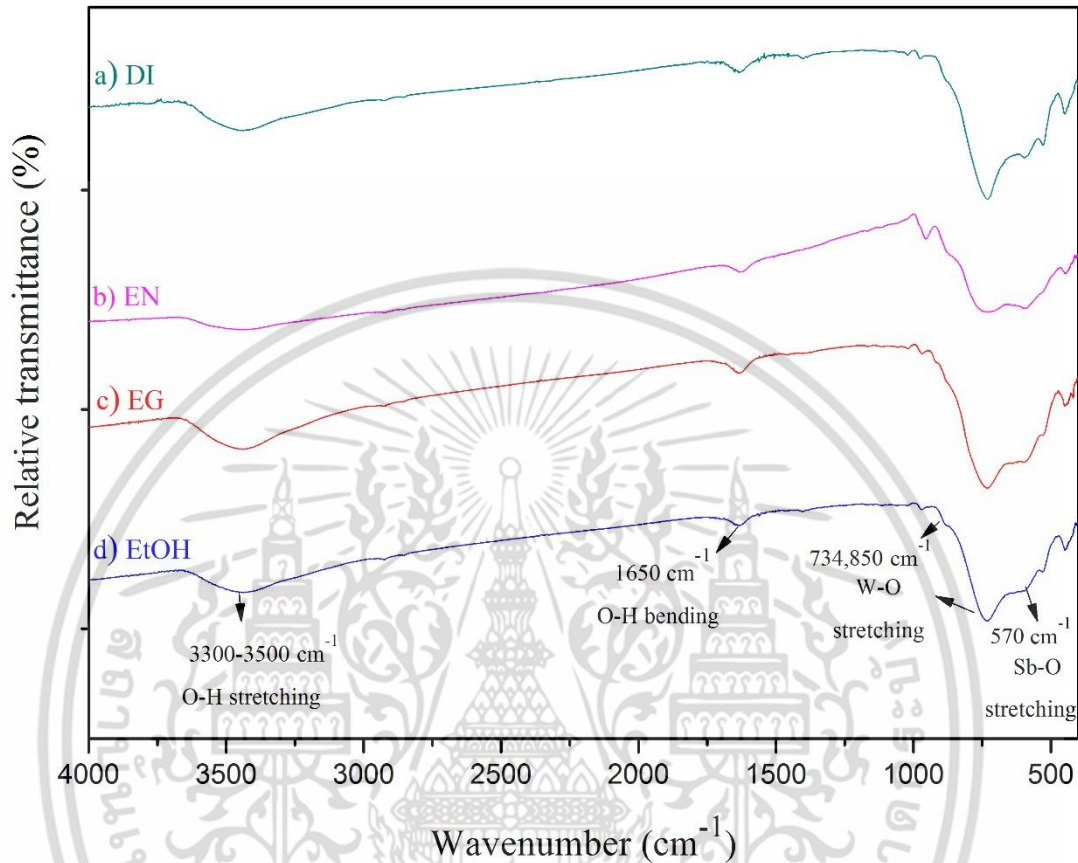
รูปที่ 4.2 ชนิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทิลีนไดเอมีน c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทานอล เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนทิโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680)

4.1.2 ผลการศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรด-สเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR)

จากการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลด้วยการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ กันคือ น้ำปราศจากไอออน เอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล พบว่าเมื่อทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสารด้วยเทคนิค FT-IR ผลที่ได้แสดงในรูป 4.3 พบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยการใช้ตัวทำละลายทั้ง 4 ชนิด มีลักษณะคล้ายคลึงกัน โดยพบช่วงการดูดกลืนแสงที่เลขคลื่น $3300\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับการสั่นของพันธะ O-H แบบยืดหด และการสั่นของพันธะ O-H แบบงอ (bending) ที่เลขคลื่น 1650 cm^{-1} ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากความชื้นที่ดูดซับที่ผิวของสารและความชื้นจากโพแทสเซียมโบรไมด์ (potassium bromide; KBr) ที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมสาร นอกจากนี้ยังพบช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Sb-O แบบยืดหดที่เลขคลื่น 570 cm^{-1} และช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ W-O แบบยืดหดที่เลขคลื่น 734 และ 850 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนทิโมนีทังสเตท โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Yanling Geng และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของบิสมัททังสเตท (bismuth tungstate; Bi_2WO_6) จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และเทคนิค XRD

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทที่มีความบริสุทธิ์ จากการใช้ตัวทำละลายทั้ง 4 ชนิด โดยการใช้วิธีโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการปรับค่า pH ของระบบให้เท่ากับ 2



รูปที่ 4.3 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลาย a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทิลีนไดเอมีน c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทานอล

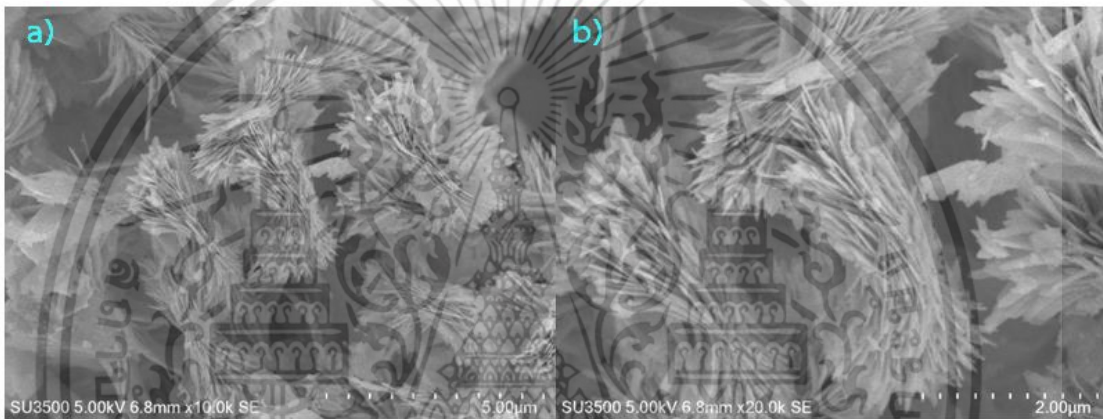
4.1.3 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่ารูปร่างของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายที่ต่างกันนั้นมีลักษณะที่แตกต่างกัน โดยเมื่อใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำปราศจากไอออน เอทานอล และเอทิลีนไกลคอล จะทำให้ได้อนุภาคแอนติโมนีทังสเตทขนาดไมโครเมตรที่มีลักษณะรูปร่างเป็นสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของแผ่น (sheet) หรือเส้นริบบิ้น (ribbon) ขนาดนาโน (micro-nano hierarchical structure) โดยการใช้ น้ำปราศจากไอออนจะทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างแบบหงอนไก่ (cockscomb-like structure) ที่เกิดจากการซ้อนทับกันของเส้นริบบิ้นขนาดนาโน ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งมีลักษณะเดียวกันกับงานวิจัยของ Jinhong Bi และคณะ [3] ที่ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ส่วนการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคแบบดอกไม้ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

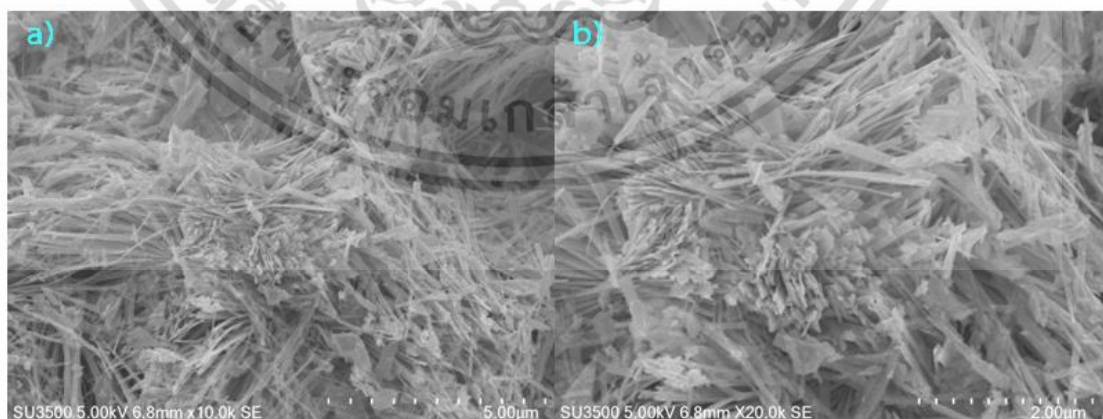
(flower-like structure) ที่เกิดจากการซ้อนทับกันของแผ่นขนาดนาโน ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ซึ่งมีลักษณะเดียวกันกับงานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ [1] ที่ทำการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตทโดยใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย และการใช้เอทิลีนไกลคอลทำให้ได้อนุภาคแบบโดนัท (doughnut-like structure) ที่เกิดจากการซ้อนทับกันของแผ่นจำนวนมาก ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งมีลักษณะเดียวกันกับงานวิจัยของ Cheng-Yan Xu และคณะ [4] ที่ทำการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตทโดยใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย ส่วนการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคเป็นแท่ง (rod) หรือเส้นริบบิ้นขนาดนาโนจำนวนมากและไม่มีการรวมตัวกันเป็นอนุภาคแบบสามมิติอย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.5 เมื่อนำภาพถ่าย SEM ที่ได้ไปหาขนาดผลึกของอนุภาคแบบสามมิติและอนุภาคที่ซ้อนทับกันด้วยโปรแกรม Image J ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และตารางที่ 4.2 โดยกลไกการเกิดแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการโซลโวเทอร์มอลที่มีรูปร่างแบบสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับของอนุภาคที่แตกต่างกัน ที่เป็นผลมาจากการใช้ตัวทำละลายที่ต่างกัน สามารถอธิบายได้จากมวลโมเลกุลและความแรงของลิแกนด์ตามตารางอนุกรมสเปกโทรเคมีของตัวทำละลายแต่ละชนิด ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1 และตารางที่ 2.2 ตามลำดับ โดยการที่ตัวทำละลายแต่ละชนิดมีโครงสร้างของโมเลกุลและความแรงของลิแกนด์ต่างกันจึงมีผลต่อความสามารถและลักษณะการเข้าไปจับ (capping) หรือเกิดโคออร์ดิเนต (coordinate) กับไอออนของโลหะอะตอมกลางได้ต่างกัน จากการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ พบว่ากลไกพื้นฐานในการเกิดเป็นอนุภาคนาโนและการซ้อนทับกันเพื่อเกิดเป็นอนุภาคสามมิติ มีลักษณะการเกิดที่คล้ายกันกับงานวิจัยของของ Jinhong Bi และคณะ [3] งานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ [1] และงานวิจัยของ Cheng-Yan Xu และคณะ [4] โดยเริ่มจากไอออนของสารตั้งต้นรวมตัวกันเกิดเป็นนิวเคลียส จากนั้นนิวเคลียสจะโตตามทิศทางระนาบผลึกในทิศทางใดทิศทางหนึ่งแบบแอนไอโซทรอปิก (anisotropic growth) ทำให้ได้อนุภาคนาโนที่มีรูปร่างเป็นแผ่นหรือเป็นเส้นริบบิ้น จากนั้นอนุภาคแผ่นหรือเส้นริบบิ้นขนาดนาโนจะรวมตัวกันโดยการซ้อนทับกันเป็น ชั้น ๆ เพื่อลดพลังงานพื้นผิว (surface energy) สุดท้ายจะได้เป็นอนุภาคแบบสามมิติมีความซับซ้อนในระดับนาโนร่วมกับไมโครชิ้น โดยเมื่อพิจารณาถึงผลของการใช้ตัวทำละลายต่างชนิดกัน พบว่าการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายเนื่องจากน้ำมีโมเลกุลขนาดเล็กและความแรงของลิแกนด์ที่ค่อนข้างต่ำ ดังนั้นเมื่อไปโคออร์ดิเนตกับไอออนของโลหะอะตอมกลางทำให้ไม่ไปขัดขวางทิศทางการโตของผลึก จึงทำให้อนุภาคตั้งต้นมีลักษณะเป็นแผ่นที่มีขนาดค่อนข้างใหญ่ เมื่อซ้อนทับกันจึงได้เป็นอนุภาคสามมิติที่มีขนาดใหญ่ [3] เมื่อใช้ตัวทำละลายเป็นเอทิลีนไดเอมีน พบว่าโมเลกุลของเอทิลีนไดเอมีนจะไปโคออร์ดิเนตกับไอออนของโลหะอะตอมกลางแบบไบเดนเทต (bidentate) ซึ่งน้ำไม่สามารถไปหยุดการโคออร์ดิเนตได้เนื่องจากเอทิลีนไดเอมีนมีความเป็นลิแกนด์ที่แรงกว่าน้ำและการที่เอทิลีนไดเอมีนมีโมเลกุลขนาดใหญ่จึงส่งผลให้ผลึกเกิดการโตได้ทิศทางเดียวจึงทำให้อนุภาคตั้งต้นที่มีลักษณะเป็นแท่งหรือเส้นริบบิ้นที่ยาวและมีขนาดเล็ก นอกจากนั้นการที่เอทิลีนไดเอมีนมีขนาดโมเลกุลที่ใหญ่ยังไปขัดขวางการรวมตัวกันของอนุภาคตั้งต้นทำให้ไม่สามารถรวมตัวและซ้อนทับกันเป็นอนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างที่แน่นอนได้ ต่อมาเมื่อใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย พบว่าในตอนแรกโมเลกุลของเอทิลีนไกลคอลจะเข้าไปโคออร์ดิเนตกับไอออนของโลหะอะตอมกลาง จากนั้นน้ำจะไปลดความ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชนิดของสารละลายทำให้การโคออร์ดิเนตระหว่างเอทิลีนไกลคอลกับไอออนของโลหะอะตอมกลาง หดลงและเกิดการตกตะกอน โดยผลึกจะเกิดการโตได้ยากเพราะถูกขัดขวางด้วยโมเลกุลของเอทิล- ลีนไกลคอลซึ่งมีขนาดใหญ่ส่งผลทำให้อนุภาคตั้งต้นมีลักษณะเป็นแผ่นที่มีขนาดเล็ก เมื่ออนุภาคตั้งต้น แต่ละแผ่นซ้อนทับกันจะได้อนุภาคสามมิติที่มีลักษณะคล้ายกับโดนัท ซึ่งรอยเว้าบริเวณตรงกลาง อนุภาคเกิดจากการแพร่ของมวล [4] และเมื่อใช้ตัวทำละลายเป็นเอทานอลพบว่าโมเลกุลของเอทา- นอลจะเข้าไปทำการโคออร์ดิเนตกับไอออนของโลหะอะตอมกลาง เมื่อนำสารตั้งต้นทั้งสองมาผสม รวมกันน้ำจะไปทำให้การโคออร์ดิเนตระหว่างเอทานอลกับโลหะอะตอมกลางหดลงและเกิดการ ตกตะกอนขึ้นทำให้เกิดนิวเคลียสจำนวนมาก แต่ยังถูกขัดขวางด้วยโมเลกุลของเอทานอลจึงทำให้อ อนุภาคตั้งต้นเป็นเส้นริบบิ้นที่มีขนาดเล็ก เมื่อเกิดการโตอนุภาคแต่ละแผ่นมารวมตัวและการซ้อนทับ กันเป็นสามมิติมีลักษณะเป็นทรงกลมคล้ายดอกไม้ [1]

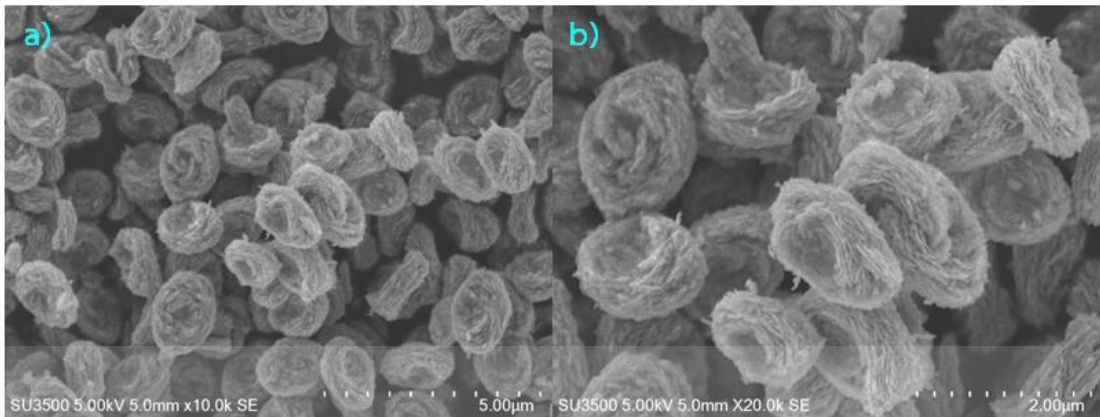


รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัว- ทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า



รูปที่ 4.5 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัว- ทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า



รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า

ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคที่มาซ้อนทับโดยเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

ชนิดตัวทำละลาย	อนุภาคที่มาซ้อนทับ		
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว
น้ำปราศจากไอออน	แผ่น	0.30 ± 0.09	2.32 ± 0.24
เอทิลีนไดเอมีน	เส้นริบบิ้น	0.10 ± 0.02	2.28 ± 0.30
เอทิลีนไกลคอล	แผ่น	ไม่สามารถวัดขนาดได้	ไม่สามารถวัดขนาดได้
เอทานอล	เส้นริบบิ้น	0.21 ± 0.11	0.86 ± 0.36

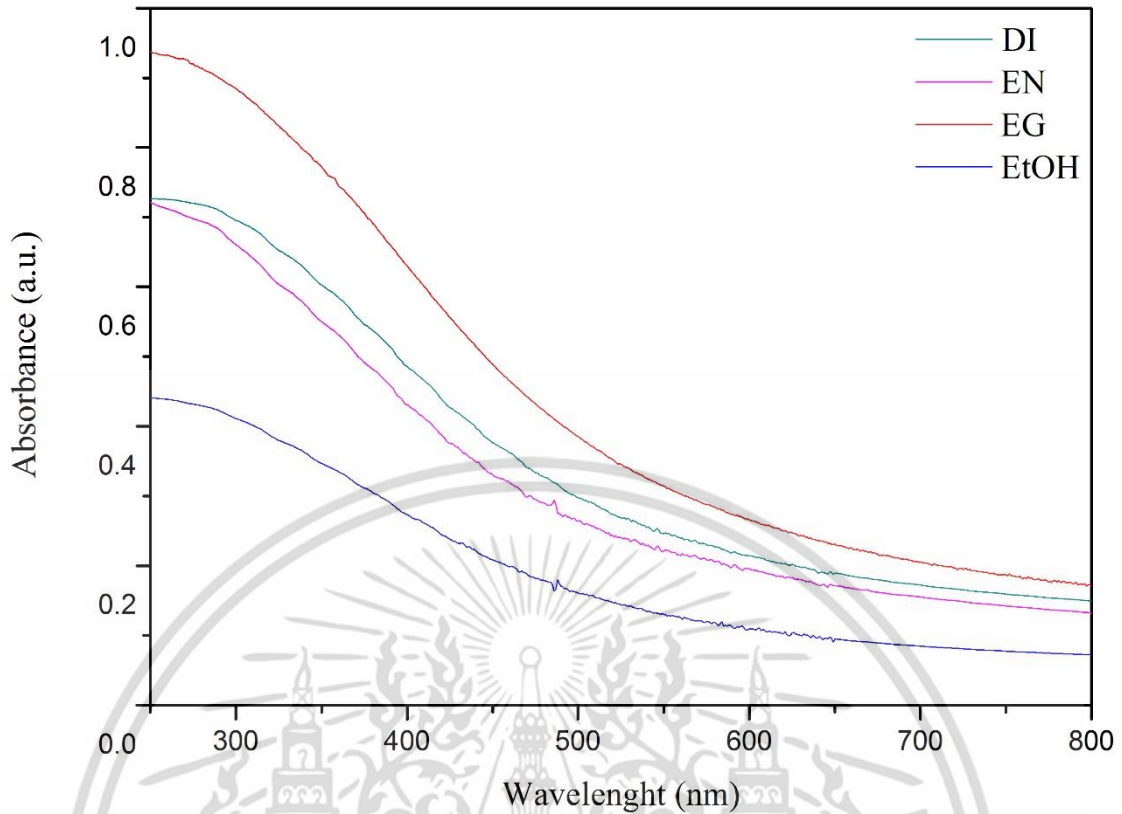
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ ซึ่งการเข้าถึงเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อผู้ยืมได้เห็นว่าไม่เหมาะสมหรือเห็นว่าการนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารนั้นๆ กรุณาแจ้งให้ทราบทันที ไม่อย่างนั้นจะถือว่าผิดกฎหมาย และต้องแจ้งถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยแบบสามมิติของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้ตัว-
ทำละลายชนิดต่าง ๆ

ชนิดตัวทำละลาย	อนุภาคสามมิติ		
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว
น้ำปราศจากไอออน	หงอนไก่	1.78 ± 0.29	3.99 ± 0.34
เอทิลลีนไดเอมีน	-	-	-
เอทิลลีนไกลคอล	โดนัท	1.27 ± 0.14	1.76 ± 0.16
เอทานอล	ดอกไม้	5.17 ± 0.86	5.17 ± 0.86

4.1.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy) และเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (Fluorescence spectroscopy)

จากการศึกษาการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทั้งสเททด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปก-
โทรสโกปีผลที่ได้ดังผลแสดงในรูปที่ 4.8 และตารางที่ 4.3 ผลที่ได้พบว่าแอนติโมนีทั้งสเททที่
สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ คือ น้ำปราศจากไอออน เอทิลลีนไดเอมีน เอทิลไกล-
คอล และเอทานอล มีค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (onset adsorbtion edge) ที่ความยาวคลื่น คือ
506, 486, 550 และ 504 นาโนเมตร ตามลำดับ จากนั้นทำการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่าง
แถบพลังงาน (band gab energy; E_g) จากสเปกตรัมที่ได้ วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ค ผล
การคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของแอนติโมนีทั้งสเททเทียบกับค่าพลังงาน
ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานจากงานวิจัยอื่น ๆ ที่ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดเดียวกันในการ
สังเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย
มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากับ 2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งมีค่าตรงกับงานวิจัยของ
Jinhong Bi และคณะ มีค่าเท่ากับ 2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ [3] ส่วนแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้เอทานอล
เป็นตัวทำละลาย มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากับ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งแตกต่าง
จากงานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ มีค่าเท่ากับ 2.17 อิเล็กตรอนโวลต์ [1] ส่วนแอนติโมนี-
ทั้งสเทท ที่ใช้เอทิลลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากับ
2.25 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งมีค่าตรงกับงานวิจัยของ Cheng-Yan Xu และคณะ มีค่าเท่ากับ 2.25
อิเล็กตรอนโวลต์ [4] และแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้เอทิลลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายมีค่าพลังงาน
ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานสูงที่สุดเท่ากับ 2.55 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการใช้
ชนิดตัวทำละลายที่ต่างกัน ส่งผลต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่างกัน



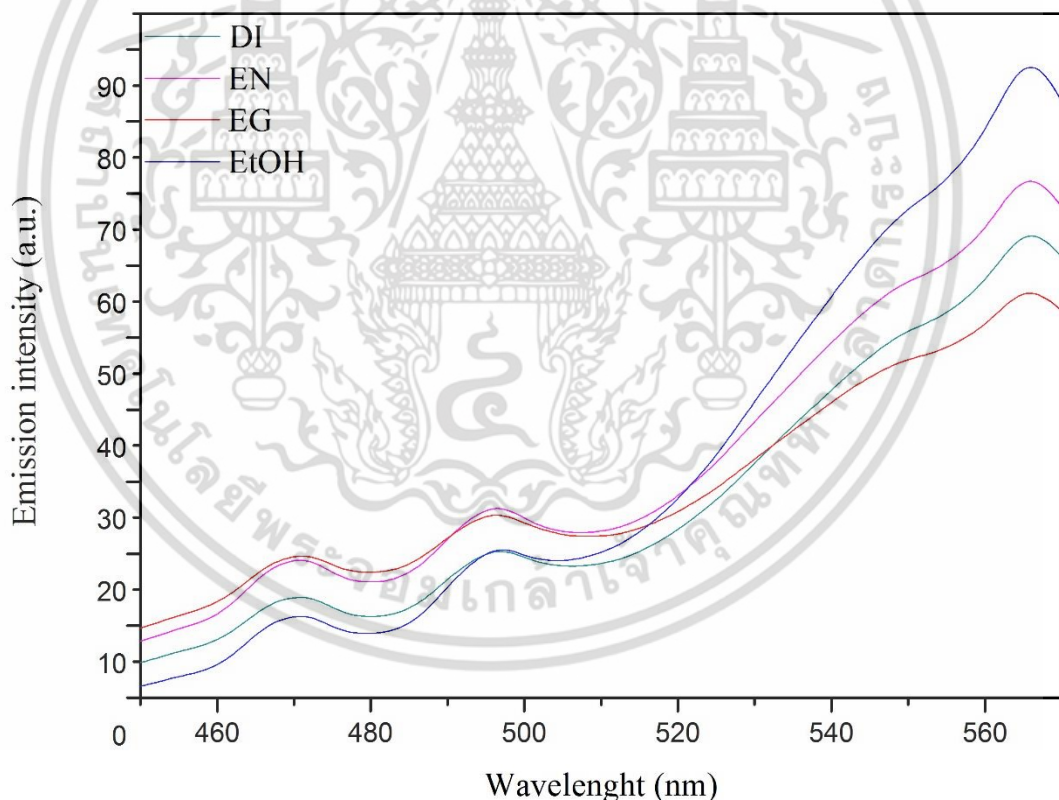
รูปที่ 4.8 UV-Visible สเปกตรัมของแอนทิโมนิทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

ตารางที่ 4.3 ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) และค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนทิโมนิทั้งสเตรทที่ใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในการสังเคราะห์

ชนิดตัวทำละลาย	ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (nm)	ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (eV)	
		การทดลอง	งานวิจัย
น้ำปราศจากไอออน	506	2.45	2.45 [3]
เอทิลีนไดเอมีน	486	2.55	-
เอทิลีนไกลคอล	550	2.25	2.25 [4]
เอทานอล	504	2.46	2.17 [1]

จากการศึกษาการคายพลังงานของแอนทิโมนิทั้งสเตรทด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรสโกปี ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.9 ซึ่งเทคนิคนี้เป็นการให้พลังงานแสงเพื่อกระตุ้น (excitation energy) ให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ของสารกึ่งตัวนำเคลื่อนที่ไปยังแถบตัวนำ จากนั้นอิเล็กตรอนในแถบตัวนำจะเกิดการคายพลังงานโดยการเปล่งแสงออกมา (emission energy) และตกกลับมารวมกับโฮลในแถบวาเลนซ์ จากผลการทดลองเมื่อให้พลังงานกระตุ้นที่ความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร พบว่าสเปกตรัมของแอนทิโมนิทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ มีลักษณะเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เดียวกันคือมีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 471 497 และ 566 นาโนเมตร โดยพบว่าความเข้มของการคายพลังงานมีความแตกต่างกัน โดยที่ความยาวคลื่น 471 และ 497 นาโนเมตร แอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้น้ำปราศจากไอออนและเอทานอลเป็นตัวทำละลาย มีความเข้มของการคายพลังงานที่น้อยกว่า แอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลและเอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลาย ส่วนที่ความยาวคลื่น 566 นาโนเมตร แอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้อทานอลเป็นตัวทำละลายมีความเข้มของการคายพลังงานของมากที่สุด ส่วนแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไดเอมีน น้ำปราศจากไอออน และเอทิลีนไกลคอล มีความเข้มของการคายพลังงานที่น้อยลงตามลำดับ ซึ่งการลดลงของความเข้มของการคายพลังงานแสงที่ได้จากเทคนิคเทคนิคฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรสโกปี แสดงให้เห็นถึงการลดลงของอัตราการตกกลับมารวมตัวกันของอิเล็กตรอนและโฮล จากผลที่ได้จากเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปีและเทคนิคฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรสโกปี พบว่าความแตกต่างของสมบัติทางแสงของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกัน เป็นผลมาจากความเป็นผลึก (crystallinity) และการมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่มาซ้อนทับที่แตกต่างกัน



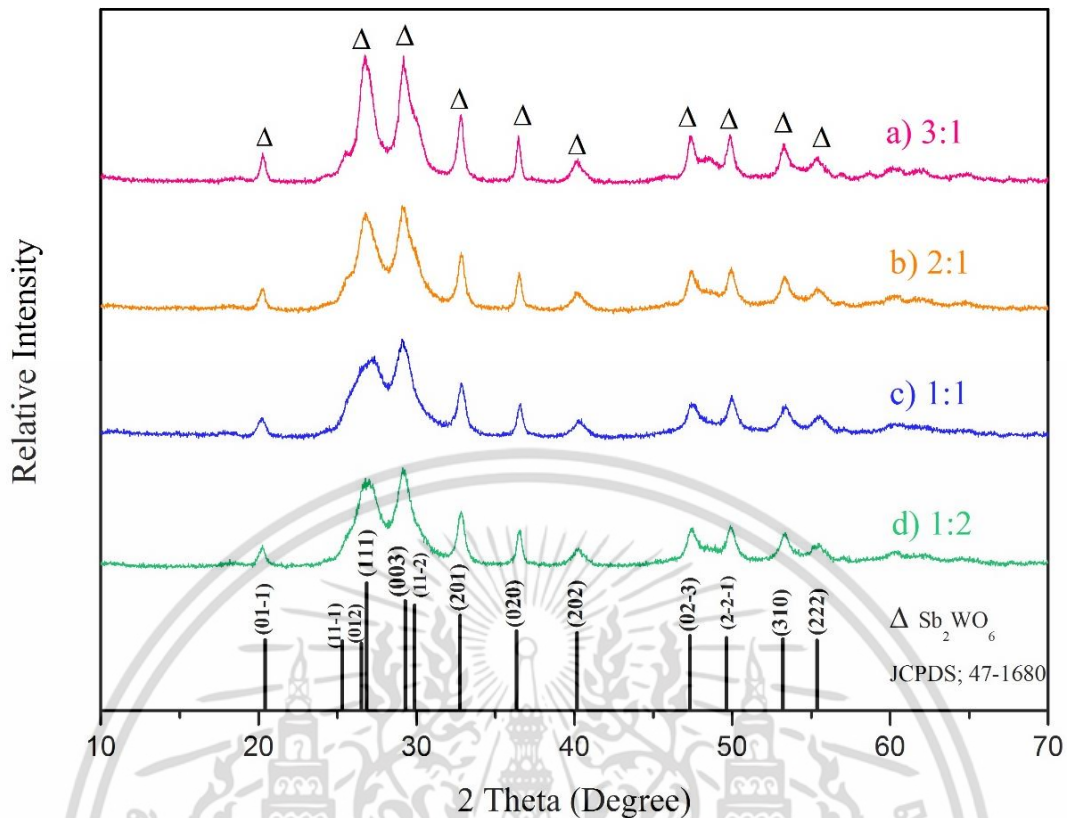
รูปที่ 4.9 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตท

4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายและใช้เวลาในการโซลโวเทอร์มอล 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส และปรับค่า pH ของระบบให้เท่ากับ 2 โดยทำการศึกษผลของการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกันคือ 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 ดังแสดงในตารางที่ 3.2 จากนั้นนำผลึกที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.10 โดยพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน มีลักษณะคล้ายคลึงกัน คือ พบพีคหลักที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 2-theta 20.39, 25.28, 26.50, 26.82, 29.28, 29.88, 32.75, 36.32, 40.17, 47.30, 49.64, 53.21 และ 55.36 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (01 $\bar{1}$), (11 $\bar{1}$), (012), (111), (003), (11 $\bar{2}$), (201), (020), (202), (02 $\bar{3}$), (22 $\bar{1}$), (310) และ (222) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลีนิก (Sb₂WO₆; JCPDS เลขที่ 47-1680) แสดงให้เห็นว่าการอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกันทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคไตรคลีนิกเหมือนกัน จากการคำนวณขนาดผลึกของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้ จากการใช้สมการของ Scherrer's ตามวิธีดังแสดงภาคผนวก ข เมื่อเปรียบเทียบค่าขนาดผลึกที่ตำแหน่ง 2-theta เท่ากับ 36.32 ที่การเลี้ยวเบนของระนาบ (020) พบว่าขนาดผลึกของแอนติโมนีทังสเตทที่ได้จากการสังเคราะห์โดยการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนแตกต่างกันมีค่าที่ใกล้เคียงกัน โดยมีค่าอยู่ในช่วง 14.09-14.76 นาโนเมตร โดยการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 3:1 มีค่าขนาดผลึกเท่ากับ 14.76 นาโนเมตร การใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 2:1 มีค่าขนาดผลึกเท่ากับ 14.45 นาโนเมตร การใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 1:1 มีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 14.09 นาโนเมตร และการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 1:2 มีค่าขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 14.31 นาโนเมตร

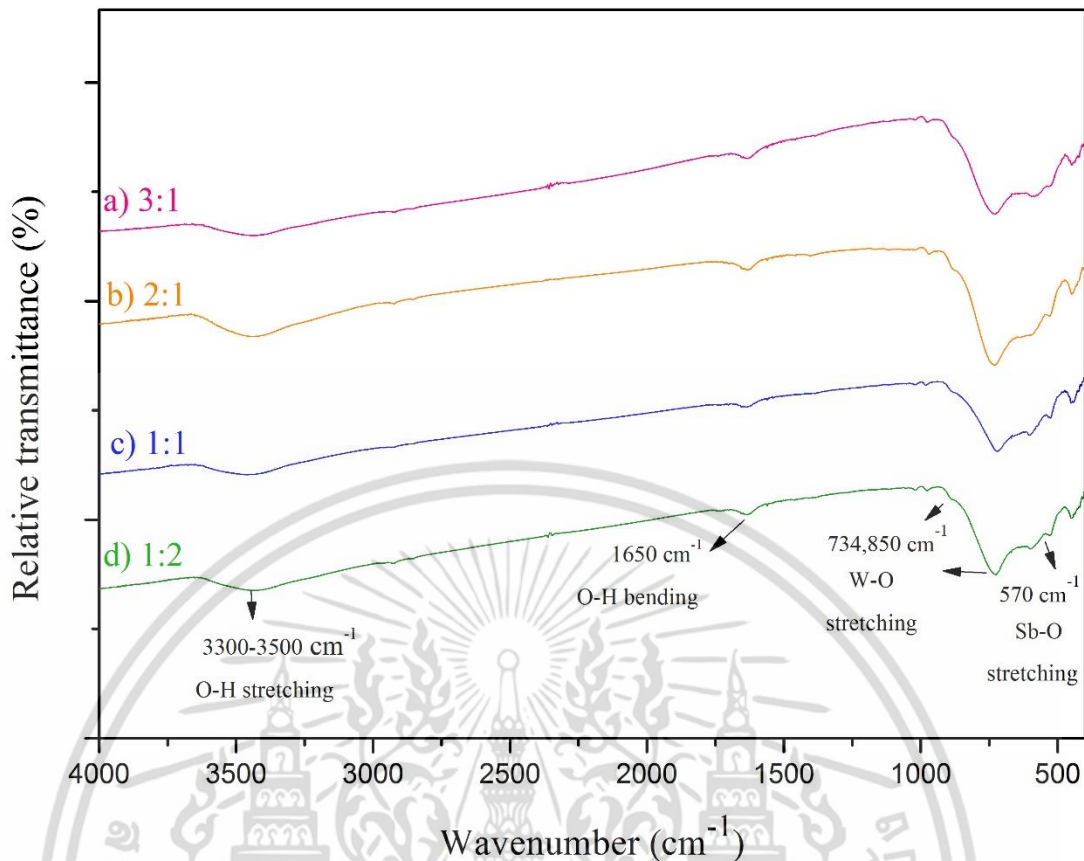


รูปที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน คือ a) 3:1, b) 2:1, c) 1:1 และ d) 1:2 เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680)

4.2.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR)

เมื่อทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลจากการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวลเทอร์มอล โดยการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน คือ 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 ด้วยเทคนิค FT-IR ผลที่ได้แสดงในรูป 4.11 พบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่มีอัตราส่วนต่าง ๆ พบช่วงการดูดกลืนแสงที่เลขคลื่นประมาณ $3300 - 3500 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับพันธะ O-H แบบยืดหด และการสั่นของพันธะ O-H แบบงอ ที่เลขคลื่น 1650 cm^{-1} ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากความชื้นที่ดูดซับที่ผิวของสารและความชื้นจากโพแทสเซียมโบรไมด์ที่ใช้ในการเตรียมสาร และพบช่วงการดูดกลืนแสงที่แสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทังสเตท คือ การสั่นของพันธะ Sb-O แบบยืดหดที่เลขคลื่น 570 cm^{-1} พบการสั่นของพันธะ W-O แบบยืดหดที่เลขคลื่น 734 และ 850 cm^{-1} ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ FT-IR แสดงให้เห็นว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนแตกต่างกัน คือ แอนติโมนีทังสเตทที่มีความบริสุทธิ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

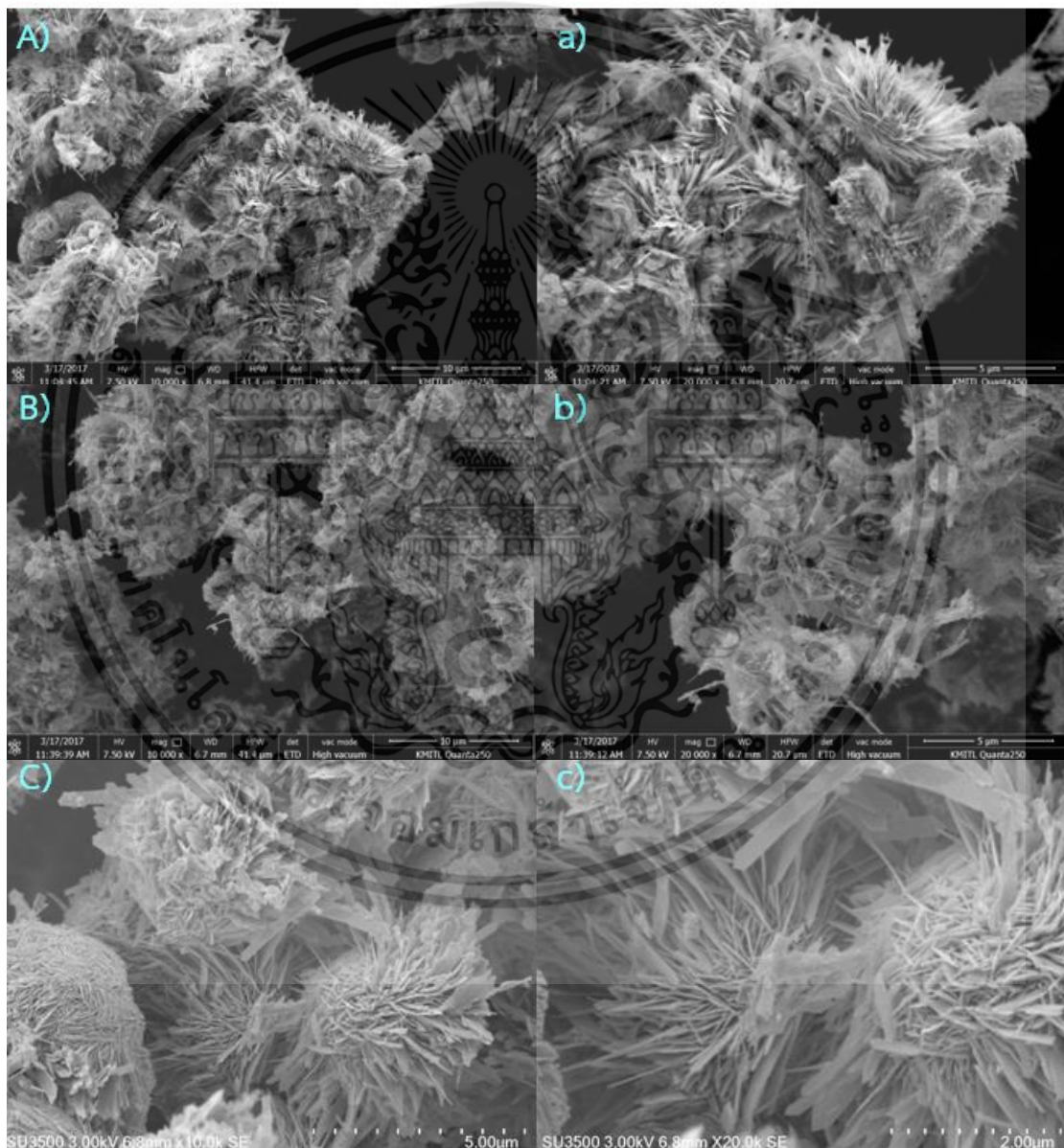


รูปที่ 4.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน a) 3:1, b) 2:1, c) 1:1 และ d) 1:2

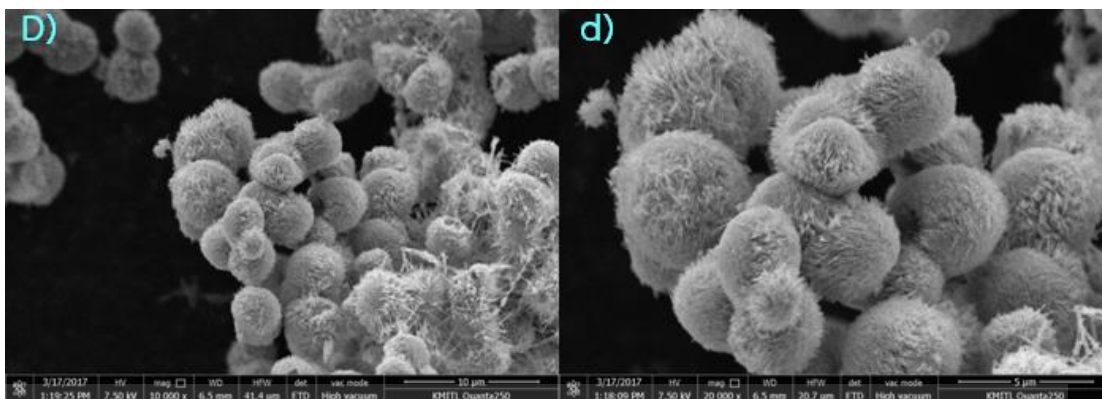
4.2.3 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ ดังนี้ คือ 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.12 ตารางที่ 4.6 และ ตารางที่ 4.7 แสดงขนาดอนุภาคที่มาซ้อนทับและขนาดอนุภาคแบบสามมิติตามลำดับ โดยขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกันสามารถอธิบายได้ดังนี้ ในช่วงอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลที่มากกว่าน้ำปราศจากไอออนเป็น 3:1 และ 2:1 พบว่าเมื่อมีอัตราส่วนของเอทานอลที่มากกว่าน้ำปราศจากไอออนจะส่งผลให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ไม่ดีเท่าที่ควรจึงทำให้ไอออนของโลหะอะตอมกลางเกิดการรวมตัวกันเป็นนิวเคลียส (nucleation) ได้น้อย เมื่อมีจำนวนนิวเคลียสน้อยจึงทำให้แต่ละนิวเคลียสเกิดการโต (growth) ได้มาก ดังนั้นอนุภาคตั้งต้นจึงมีขนาดใหญ่และเมื่ออนุภาคแต่ละแผ่นมารวมตัวและซ้อนทับกันทำให้ได้อนุภาคสามมิติที่มีขนาดใหญ่และมีลักษณะเป็นแฉกพุ่งออกมา ซึ่งเป็นเพราะความเกาะก่ของอนุภาคตั้งต้นที่มีลักษณะเป็นเส้นริบบิ้นขนาดใหญ่ โดยเมื่ออัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่เท่ากันเป็น 1:1 พบว่าสารตั้งต้นเกิดการละลายได้ดีขึ้นจึงทำให้กระบวนการเกิดเป็นนิวเคลียสเกิดได้มากขึ้นเมื่อเทียบกับกระบวนการโต เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของผลึก จึงทำให้อนุภาคตั้งต้นมีขนาดที่เล็กลงและสามารถรวมตัวหรือซ้อนทับกันได้มากขึ้น จึงเกิดเป็นอนุภาคสามมิติที่ได้จึงมีลักษณะคล้ายดอกไม้ เมื่ออัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลน้อยกว่าน้ำปราศจากไอออนเป็น 1:2 พบว่าจะส่งผลให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ดีมากยิ่งขึ้นทำให้เกิดนิวเคลียสเป็นจำนวนมาก ซึ่งเป็นผลให้นิวเคลียสมีพื้นที่ในการโตอย่างจำกัด ทำให้ได้อนุภาคตั้งต้นมีขนาดเล็ก ที่สามารถซ้อนทับกันได้ใกล้กันมากขึ้น จึงทำให้ได้เป็นอนุภาคสามมิติที่ได้จึงมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กซึ่งเป็นผลมาจากในระบบที่มีอัตราส่วนของน้ำมากสามารถทำให้ผลึกเกิดกระบวนการละลายและตกผลึกใหม่จึงทำให้ได้อนุภาคสามมิติที่มีขนาดเล็ก



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่างกัน a) 3:1, b) 2:1, c) 1:1 และ d) 1:2 โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคที่มาซ้อนทับกันของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

อัตราส่วนโดยปริมาตร	ลักษณะ	อนุภาคที่มาซ้อนทับ	
		ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว
3:1	เส้นริบบิ้น	0.23 ± 0.08	2.32 ± 0.17
2:1	เส้นริบบิ้น	0.16 ± 0.56	2.67 ± 0.25
1:1	เส้นริบบิ้น	0.21 ± 0.11	0.86 ± 0.36
1:2	เส้นริบบิ้น	0.17 ± 0.04	1.79 ± 0.21

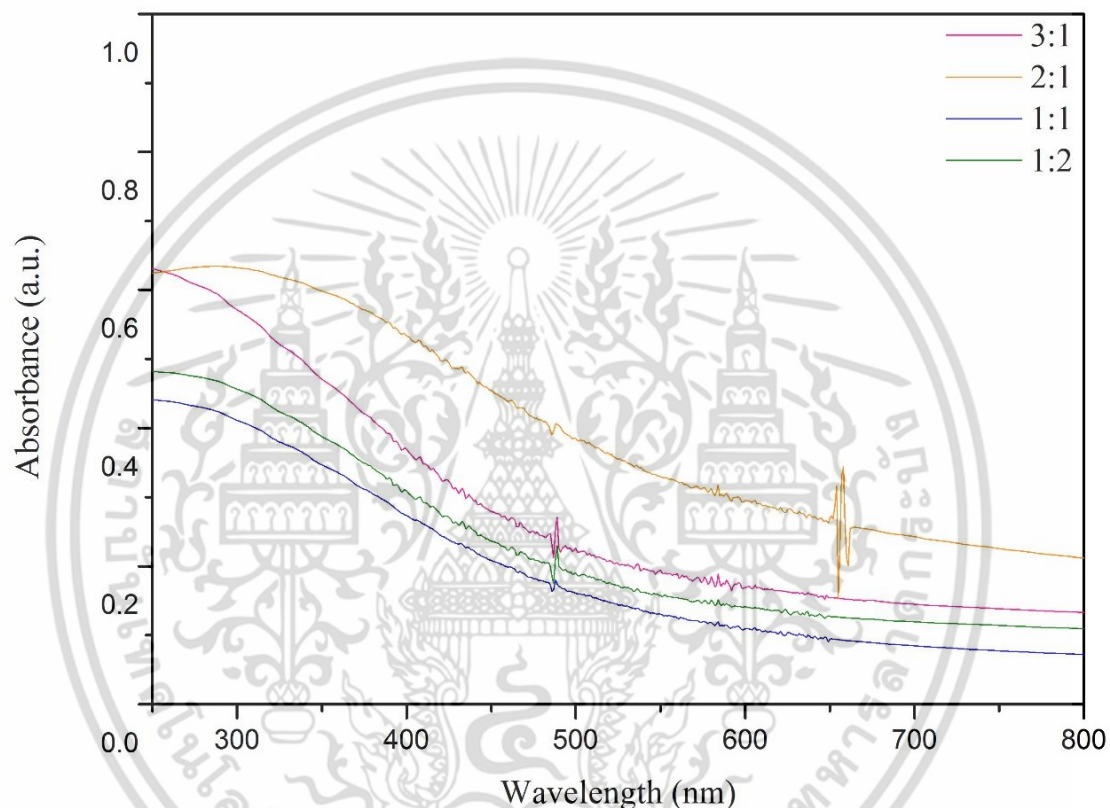
ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคสามมิติของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

อัตราส่วนโดยปริมาตร	ลักษณะ	อนุภาคสามมิติ	
		ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว
3:1	แฉก	–	–
2:1	แฉก	–	–
1:1	ดอกไม้	5.17 ± 0.86	5.17 ± 0.86
1:2	ทรงกลม	4.14 ± 0.50	4.14 ± 0.50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy) และเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (Fluorescence spectroscopy)

จากการศึกษาการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทังสเตทด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.13 และตารางที่ 4.7 ผลที่ได้พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน คือ 3: 1, 2: 1, 1:1 และ 1:2 มีค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น ที่ใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง 503 – 506 นาโนเมตร



รูปที่ 4.13 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน

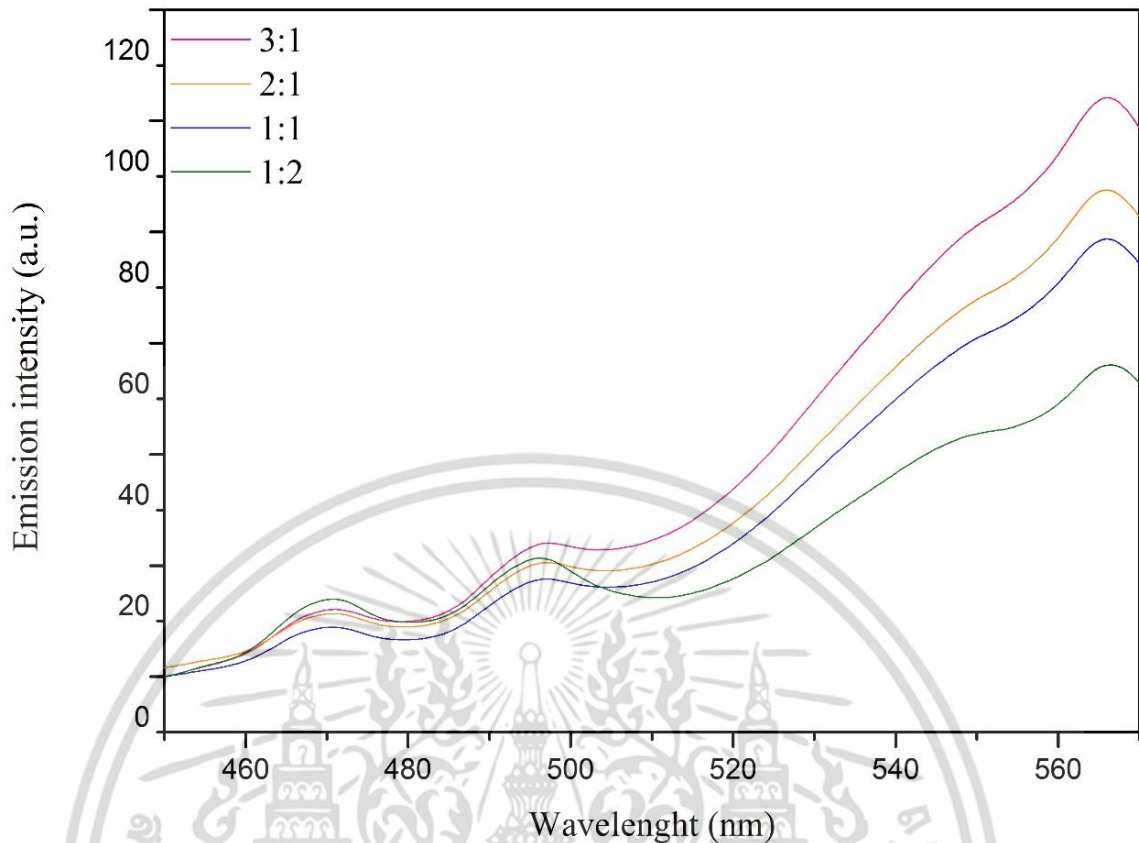
จากนั้นได้ทำการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band gap energy; E_g) จากสเปกตรัมที่ได้ ผลการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานดังแสดงในตารางที่ 4.6 พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่เท่ากัน คือ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายที่แตกต่างกัน ไม่ส่งผลที่ชัดเจนต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Cheng-Yan Xu และคณะ [4] ที่พบว่าการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทที่แตกต่างกัน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับญาติเห็นาเบเซประโยชนด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กัน โดยไม่ส่งผลที่ชัดเจนต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) และค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

อัตราส่วนโดยปริมาตร เอทานอล : น้ำปราศจากไอออน	ค่าเริ่มการดูดกลืนแสง (nm)	ค่าพลังงานช่องว่าง ระหว่างแถบพลังงาน (eV)
3:1	505	2.46
2:1	503	2.46
1:1	506	2.46
1:2	504	2.46

จากการศึกษาการคายพลังงานหลังจากการถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีความยาวคลื่น 300 นาโนเมตรของแอนติโมนีทั้งสเททด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.14 พบว่าสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเทท มีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 471 497 และ 566 นาโนเมตร เมื่อพิจารณาความเข้มของการคายพลังงานแสงของสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน พบว่ามีค่าความเข้มของการคายพลังงานแสงที่แตกต่างกัน โดยที่ความยาวคลื่น 471 นาโนเมตร อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 1:2 มีความเข้มการคายพลังงานมากที่สุด ส่วนอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 3:1, 2:1 และ 1:1 มีความเข้มที่ต่ำลงตามลำดับ ส่วนที่ความยาวคลื่น 497 นาโนเมตร อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 3:1 มีความเข้มการคายพลังงานสูงที่สุด ส่วนอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 2:1, 1:2 และ 1:1 มีความเข้มของการคายพลังงานรองลงมาตามลำดับ และที่ความยาวคลื่น 566 นาโนเมตร อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 3:1 มีความเข้มการคายพลังงานสูงที่สุด ส่วนอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 2:1, 1:1 และ 1:2 มีความเข้มของการคายพลังงานรองลงมาตามลำดับ ซึ่งการที่แอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่ต่างกัน มีสมบัติทางแสงที่ใกล้เคียงกันเป็นผลมาจากการมีความเป็นผลึกและการมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่มาซ้อนทับที่ไม่แตกต่างกันมากนัก



รูปที่ 4.14 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของแอนทีโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน

4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น

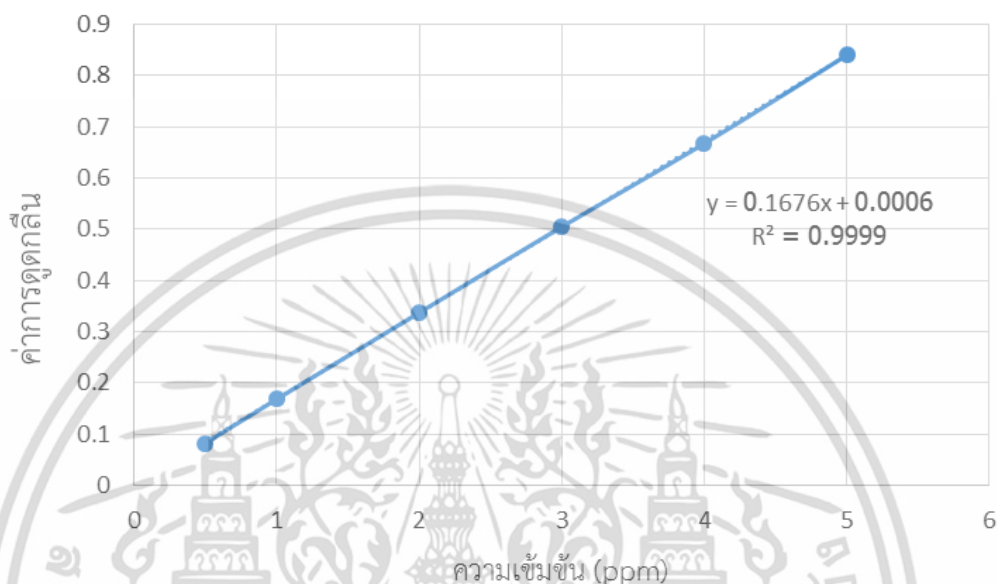
ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทีโมนีทั้งสเทท โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทีโมนีทั้งสเทท 0.05 กรัม กระจายตัวในสารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น (visible light) ที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยได้ทำการศึกษาผลของสภาวะการทดลองแบบที่ไม่มีการเติมและมีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร โดยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนในแถบตัวนำ (conduction band) ที่ถูกกระตุ้นจากสถานะพื้นในแถบวาเลนซ์ (valence band) ไปยังแถบตัวนำ แล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}\text{OH}$) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 และ 4.2 โดยอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีและเกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ [1] โดยผลที่ได้มีดังต่อไปนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ในเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบีที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.15 โดยได้ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดของโรดามีนบีที่ความยาวคลื่น 554 นาโนเมตร



รูปที่ 4.15 กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

รูปที่ 4.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโรดามีนบีที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.50 ppm ถึง 5.00 ppm และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบี โดยกราฟมาตรฐานที่ได้มีลักษณะเป็นกราฟเส้นตรง แสดงถึงการดูดกลืนแสงของสารละลายเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารละลาย โดยมีความสัมพันธ์ดังสมการเส้นตรง $y = 0.1676x + 0.0006$ และมีค่า $R^2 = 0.9999$ ซึ่งเป็นค่าที่บ่งบอกขอบเขตความแม่นยำสำหรับการใช้ในการหาค่าความเข้มข้นของสารละลาย และเพื่อให้ได้ผลที่ถูกต้อง R^2 ควรมีค่าใกล้เคียง 1

4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสถานะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

ได้ทำการศึกษาการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยใช้เพียงแอนติโมนีทั้งสเททเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีความเข้มข้น 5 ppm ภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยแบ่งเป็นการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ กับที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

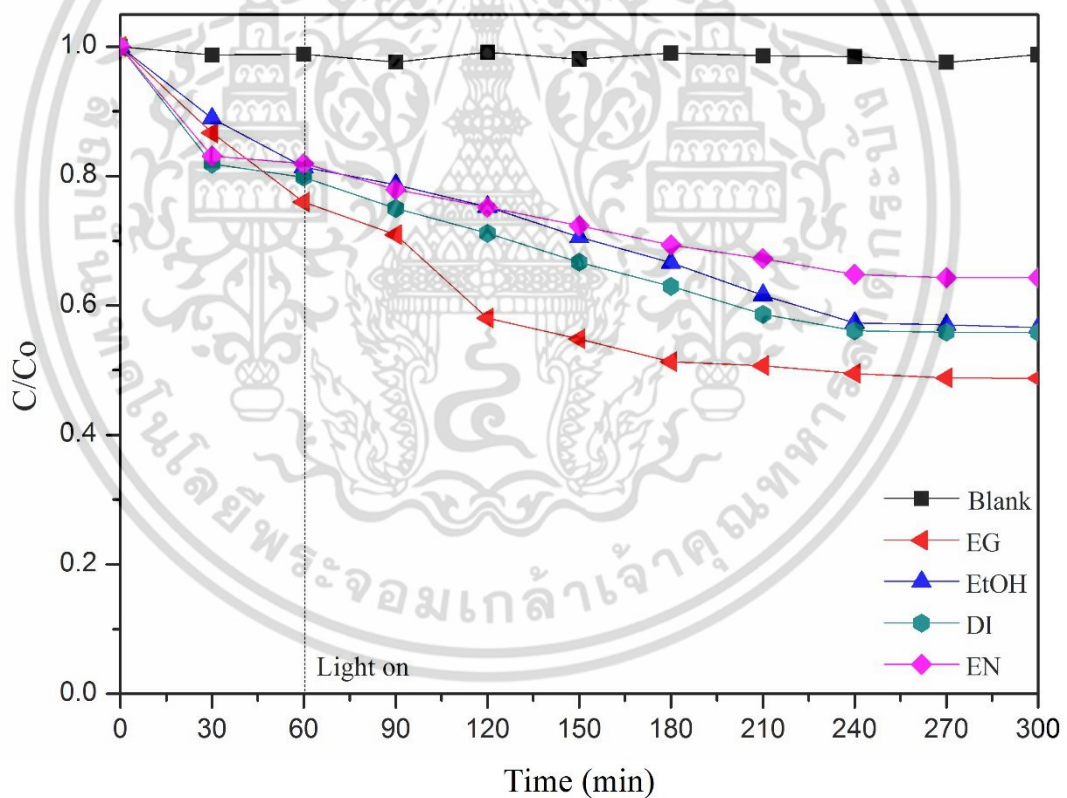
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2.1 การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

ผลการศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ คือ น้ำปราศจากไอออนเอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล แสดงในรูปที่ 4.16 และตารางที่ 4.7 โดยค่าประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีเนื่องจากการดูดซับ (adsorption) ได้จากการวัดความเข้มข้นของสารละลายโรดามีนบีหลังจากการปั่นกวแอนทิโมนีทั้งสเตรทในสารละลายโรดามีนบีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยไม่มีการฉายแสง (ที่เวลาการฉายแสง 0 นาที) ส่วนประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีจากปฏิกิริยาทางแสง (photodegradation) ได้จากการวัดความเข้มข้นหลังจากการฉายแสงเป็นเวลาต่าง ๆ จนถึง 4 ชั่วโมง หักลบจากความเข้มข้นที่หายไปเนื่องจากการดูดซับ โดยค่าประสิทธิภาพรวมวัดได้จากความเข้มข้นของสีย้อมโรดามีนบีที่เหลือจากการดูดซับเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและการฉายแสงเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่าในสถานะที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรท (blank) ความเข้มข้นของโรดามีนบีไม่ลดลงตลอดการทดลองแสดงว่าสีย้อมโรดามีนบีมีความเสถียรภายใต้แสงที่ตามองเห็น แต่เมื่อมีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทในระบบพบว่าความเข้มข้นของโรดามีนบีค่อย ๆ ลดลงจนคงที่ที่เวลา 4 ชั่วโมง โดยเมื่อเปรียบเทียบผลจากการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีค่าร้อยละการดูดซับมากที่สุด คือร้อยละ 24.02 ส่วนค่าการดูดซับรองลงมา คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้น้ำปราศจากไอออน เอทานอล และเอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละการดูดซับ คือร้อยละ 20.18, 18.63 และ 18.03 ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้มีสาเหตุมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแตกต่างกัน ของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกัน ดังได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.1.3 จึงส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการดูดซับโรดามีนบี โดยลักษณะรูปร่างที่คล้ายโดนัทของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย มีขนาดอนุภาคสามมิติที่มีขนาดเล็ก และมีรูปร่างแบบทับซ้อนของแผ่นนาโนขนาดเล็กจึงน่าจะทำให้มีพื้นที่ผิวในการดูดซับที่เยอะที่สุด ส่วนลักษณะรูปร่างที่เหมือนกับหงอนไก่และดอกไม้ของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้น้ำปราศจากไอออนและเอทานอลเป็นตัวทำละลายตามลำดับ มีลักษณะเป็นเส้นริบบิ้นและมีรูปร่างแบบทับซ้อน แต่มีขนาดที่ใหญ่กว่ารูปร่างโดนัทของเอทิลีนไกลคอล จึงน่าจะมีพื้นที่ผิวที่น้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทตัวที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายมีรูปร่างที่เป็นเส้นขนาดเล็ก และไม่มีรูปร่างที่ทับซ้อนแบบสามมิติที่ชัดเจน กระจัดกระจายไม่มีรูปแบบที่ชัดเจน จึงมีพื้นที่ผิวที่น้อยที่สุดในการดูดซับโรดามีนบี ส่วนผลการสลายสีย้อมจากการฉายแสง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุดร้อยละ 27.22 รองลงมา คือ การใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ร้อยละ 24.76 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ที่มีประสิทธิภาพใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ร้อยละ 23.97 ส่วนการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้น้อยที่สุด คือร้อยละ 17.69 ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน ดังแสดงในตารางที่ 4.5 ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนี-ทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่แคบที่สุดทำให้เกิดการกระตุ้นอิเล็กตรอนจากแถบพลังงานสถานะพื้นไปยังแถบพลังงานตัวนำได้โดยใช้พลังงานในการกระตุ้นที่ต่ำที่สุด จึงมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุด ซึ่งประสิทธิภาพโดยรวมการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนี-ทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุด คือ ร้อยละ 51.24 ซึ่งเป็นผลมาจากทั้งการมีรูปร่างแบบโดนัทจึงมีพื้นที่ผิวในการดูดซับที่สูงและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่ำที่สุด ส่วนเอทิลีนไดเอมีนมีค่าประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีที่ต่ำที่สุดเนื่องจากมีรูปร่างเป็นเส้นเป็นเส้นขนาดเล็กจึงมีพื้นที่ผิวในการดูดซับน้อยและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานสูงที่สุด



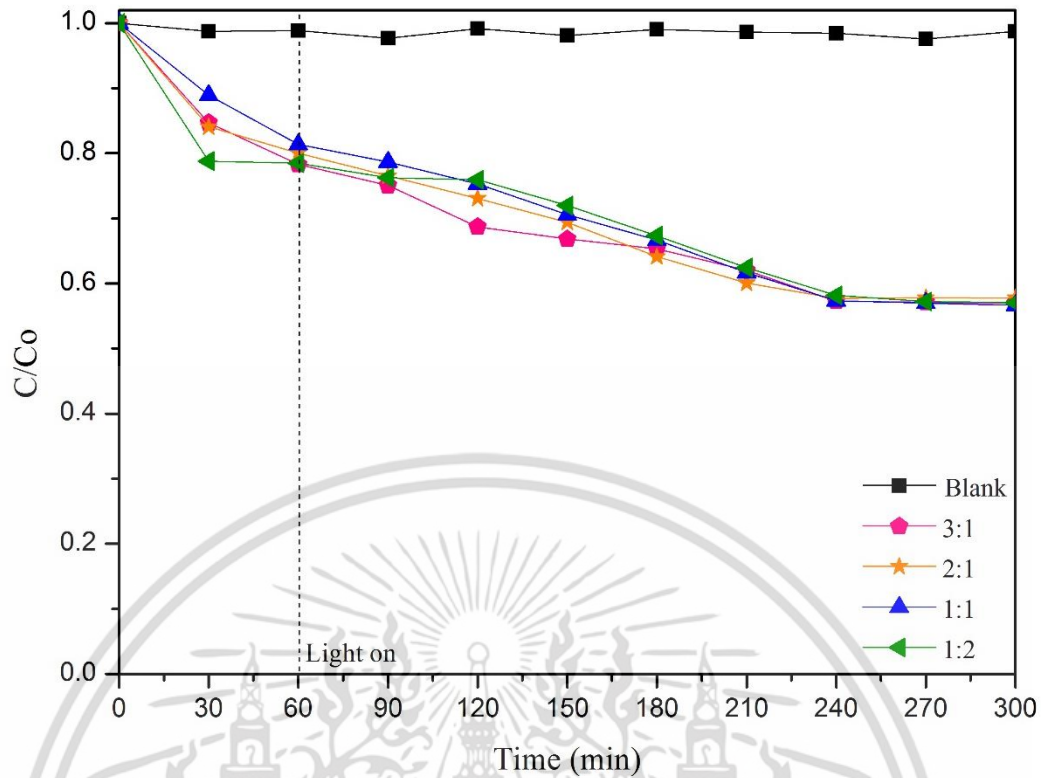
รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนี-ทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ชนิดตัวทำละลายต่าง ๆ

ตารางที่ 4.7 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ได้สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ชนิดตัวทำละลาย	ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (ร้อยละ)		
	ค่าการดูดซับ	ปฏิกิริยาทางแสง	ประสิทธิภาพรวม
น้ำปราศจากไอออน	20.18	23.97	44.15
เอทิลีนไดเอมีน	18.03	17.69	35.72
เอทิลีนไกลคอล	24.02	27.22	51.24
เอทานอล	18.63	24.76	43.39

4.3.2.2 ผลการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ในการสังเคราะห์

ผลการทดลองการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีความเข้มข้น 5 ppm ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน คือ 3:1, 2:1, 1:1, และ 1:2 ในการสังเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 4.17 และตารางที่ 4.8 จากการทดลองพบว่าในสถานะที่ไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตท ความเข้มข้นของโรดามีนบีไม่ลดลงตลอดการทดลองแต่เมื่อมีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตท ความเข้มข้นของโรดามีนบีค่อย ๆ ลดลงจนคงที่ในเวลา 4 ชั่วโมง โดยผลจากการดูดซับ ผลการสลายสีย้อมภายใต้การฉายแสง และผลประสิทธิภาพโดยรวมของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีค่าใกล้เคียงกัน โดยมีค่าอยู่ในช่วงร้อยละ 18.63-21.72 ร้อยละ 21.27-24.76 และ ร้อยละ 42.21-43.39 ตามลำดับ ซึ่งผลจากการดูดซับที่แตกต่างกันเล็กน้อยเป็นผลมาจากการมีพื้นที่ผิวในการดูดซับที่แตกต่างกันเนื่องจากการมีสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันดังที่ได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.2.3 โดยลักษณะรูปร่างที่ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้โดยการใช้อัตราส่วนตัวทำละลายที่แตกต่างกันมีลักษณะเป็นดอกไม้ ที่ประกอบไปด้วยเส้นริบบิ้นหลาย ๆ เส้นซ้อนทับในลักษณะที่คล้ายกัน แต่มีขนาดของอนุภาคสามมิติและเส้นริบบิ้นที่มาซ้อนทับที่ไม่เท่ากัน ส่วนผลประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีที่ใกล้เคียงกัน ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น เนื่องจากมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่เท่ากัน คือ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ ดังแสดงในตารางที่ 4.7 โดยสรุปแล้วการที่ประสิทธิภาพโดยรวมในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่ต่างกัน มีค่าที่ใกล้เคียงกัน เป็นผลมาจากการมีลักษณะรูปร่างสัณฐานวิทยาที่ไม่แตกต่างกันมากนักและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่เท่ากัน



รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 4.8 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

อัตราส่วนโดยปริมาตร เอทานอลต่อ น้ำปราศจากไอออน	ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (ร้อยละ)		
	ค่าการดูดซับ	ปฏิกิริยาทางแสง	ประสิทธิภาพรวม
3:1	21.72	21.27	42.99
2:1	20.86	21.35	42.21
1:1	18.63	24.76	43.39
1:2	21.52	21.44	42.96

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

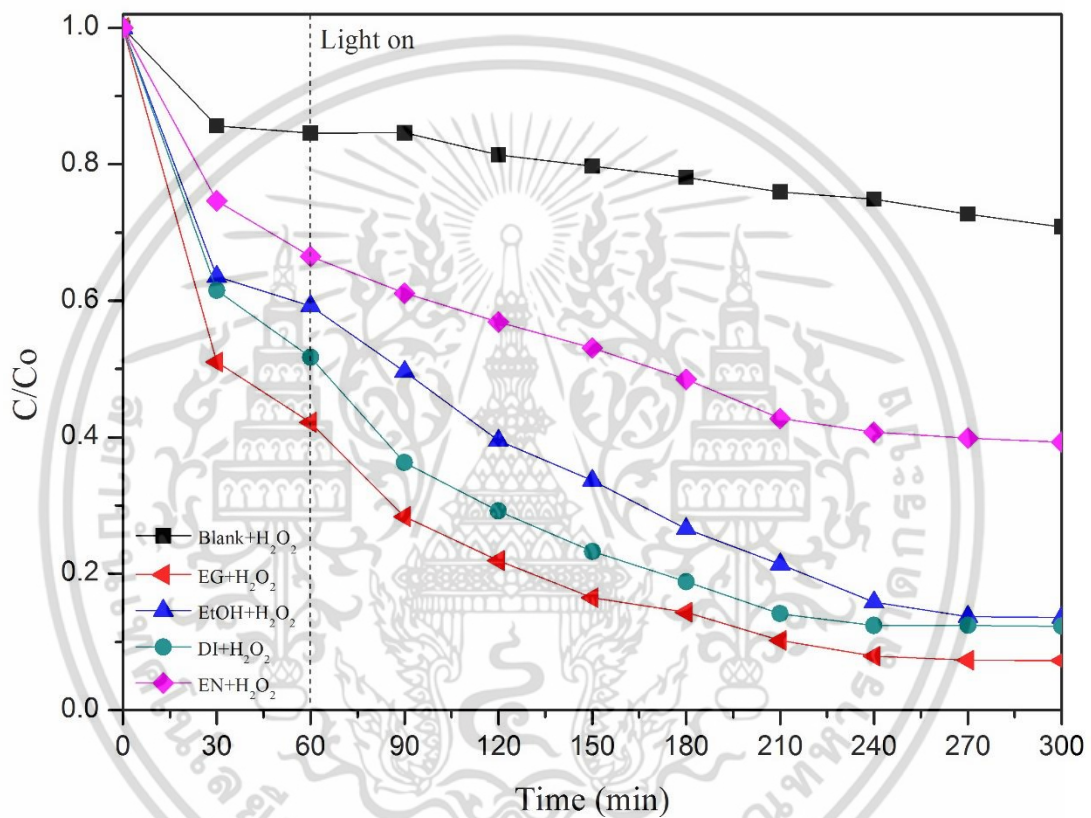
ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนี-ทังสเตทในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งแบ่งการศึกษาเป็นการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

4.3.3.1 การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

ผลการทดลองการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ คือ น้ำปราศจากไอออน เอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล ดังแสดงในรูปที่ 4.18 และตารางที่ 4.9 จากการทดลองพบว่าตัวที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตท ความเข้มข้นของโรดามีนบีลดลงในช่วงแรก (30 นาที) และจากนั้นจะลดลงเล็กน้อยจนเกือบคงที่ตลอดการทดลอง ผลที่เกิดขึ้นเนื่องจากการที่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะแตกตัวเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) แล้วเข้าไปทำลายโครงสร้างของโรดามีนบีที่บริเวณหมู่ฟังก์ชันที่มีไฮโดรเจน ซึ่งพบว่าผลโดยรวมแล้วการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตทในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีกว่าในระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นในแถบตัวนำ แล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีให้เกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำได้ [1] โดยผลจากการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตทตัวที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันมีแนวโน้มเดียวกันกับระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ คือ การใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีค่าร้อยละการดูดซับมากที่สุด คือ ร้อยละ 57.81 ส่วนค่าการดูดซับรองลงมาคือตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้น้ำปราศจากไอออน เอทานอล และเอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละการดูดซับ คือ ร้อยละ 48.28, 40.76 และ 33.52 ตามลำดับ เป็นผลมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแตกต่างกันของการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์จึงส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการดูดซับ ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาที่ได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.2.3 ส่วนผลจากการฉายแสงตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันมีค่าที่แตกต่างกัน พบว่าการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุดร้อยละ 45.66 รองลงมา คือ การใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ร้อยละ 39.41 และการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ร้อยละ 34.93 และเอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้น้อยที่สุด คือ ร้อยละ 27.19 โดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประสิทธิภาพโดยรวมการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นในระบบที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีแนวโน้มเดียวกันกับระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ คือ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุด คือ ร้อยละ 92.74 ซึ่งเป็นผลเนื่องจากการมีพื้นที่ในการดูดซับที่มากและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่ำที่สุด และเอทิลลีนไดเอมีนมีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ต่ำที่สุด เนื่องจากมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่สูงที่สุดและมีพื้นที่ผิวน้อยที่สุด



รูปที่ 4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี ในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

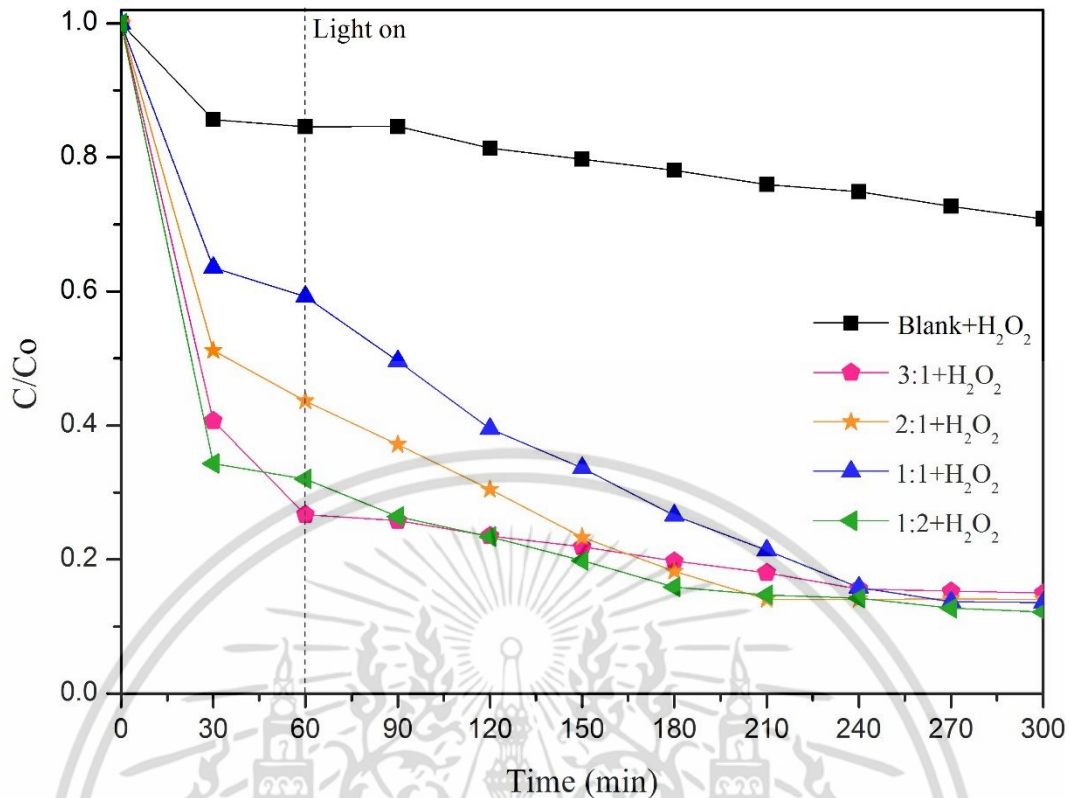
ตารางที่ 4.9 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ชนิดตัวทำละลายต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ชนิดตัวทำละลาย	ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น (ร้อยละ)		
	ค่าการดูดซับ	ปฏิกิริยาทางแสง	ประสิทธิภาพรวม
น้ำปราศจากไอออน	48.28	39.41	87.69
เอทิลีนไดเอมีน	33.52	27.19	60.71
เอทิลีนไกลคอล	57.81	34.93	92.74
เอทานอล	40.76	45.66	86.42

4.3.3.2 การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

ผลการทดลองการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีความเข้มข้น 5 ppm ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน คือ 3:1, 2:1, 1:1, และ 1:2 ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.19 และตารางที่ 4.10 จากการทดลองพบว่าสถานะที่ไม่มีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททความเข้มข้นของโรดามีนบีลดลงเล็กน้อยเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในระบบให้ผลในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีที่ดีกว่าการไม่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โดยผลประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโดยรวมของตัวเร่งปฏิกิริยาแอนทิโมนีทั้งสเททที่เตรียมได้จากการใช้อัตราส่วนที่ต่างกันมีค่าที่ใกล้เคียงกันในช่วงร้อยละ 85.01-87.82 ซึ่งมีแนวโน้มเดียวกับระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากการมีลักษณะรูปร่างสัญญาณวิทยาที่ไม่แตกต่างกันมากนักและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่เท่ากัน โดยผลการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 มีค่าร้อยละการดูดซับ คือ 73.30, 56.34, 40.76 และ 67.98 ตามลำดับ ซึ่งค่าร้อยละการดูดซับที่แตกต่างกันอย่างชัดเจนเป็นผลมาจากลักษณะทางสัญญาณวิทยาของแตกต่างกันของการใช้อัตราส่วนตัวทำละลายที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ ดังได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.2.3 นอกจากนี้การที่ตัวเร่งปฏิกิริยาแอนทิโมนีทั้งสเททกระจายตัวอยู่ในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ส่งผลทำให้การดูดซับโรดามีนบีบนพื้นผิวมีค่ามากขึ้นกว่าระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ส่วนผลจากการฉายแสงมีความแตกต่างกันซึ่งไม่สอดคล้องกับค่าสมบัติทางแสง อาจเป็นผลมาจากเมื่อมีการดูดซับของโรดามีนบีบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้สีย้อมปกคลุมบนพื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยาจึงทำให้เหลือพื้นที่ผิวที่ได้รับพลังงานจากแสงในการกระตุ้นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาทางแสงได้น้อยลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการกำจัดสีของโรดามีนบีในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

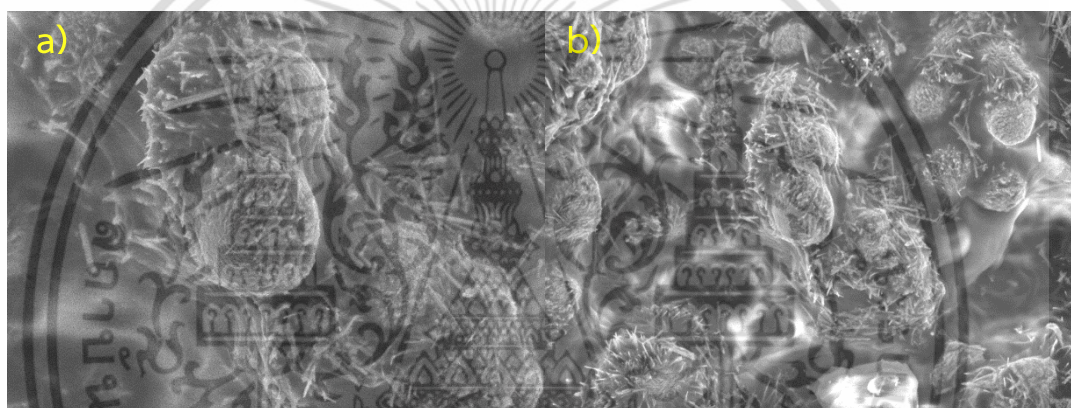
ตารางที่ 4.10 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากที่อัตราส่วนต่าง ๆ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

อัตราส่วนโดยปริมาตร เอทานอลต่อ น้ำปราศจากไอออน	ประสิทธิภาพการกำจัดสีของโรดามีนบี ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (ร้อยละ)		
	ค่าการดูดซับ	ปฏิกิริยาทางแสง	ประสิทธิภาพรวม
3:1	73.30	11.71	85.01
2:1	56.34	29.59	85.93
1:1	40.76	45.66	86.42
1:2	67.98	19.84	87.82

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเทท

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM พบว่ารูปร่างของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายต่างชนิดกันและการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่มีอัตราส่วนต่าง ๆ มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีลักษณะเฉพาะตัว คือมีความขรุขระสูงเนื่องจากมีรูปร่างเป็นสามมิติที่เกิดการทับซ้อนกันของอนุภาคขนาดนาโนและไมโคร จึงได้ทำการปรับปรุงสมบัติให้มีความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเทท ตามวิธีการดังแสดงในหัวข้อที่ 3.3 และทำการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำจากการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวของแอนติโมนีทั้งสเททที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้ว โดยได้เลือกแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ที่อัตราส่วน 1:1 มาถ่ายภาพ SEM ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.20



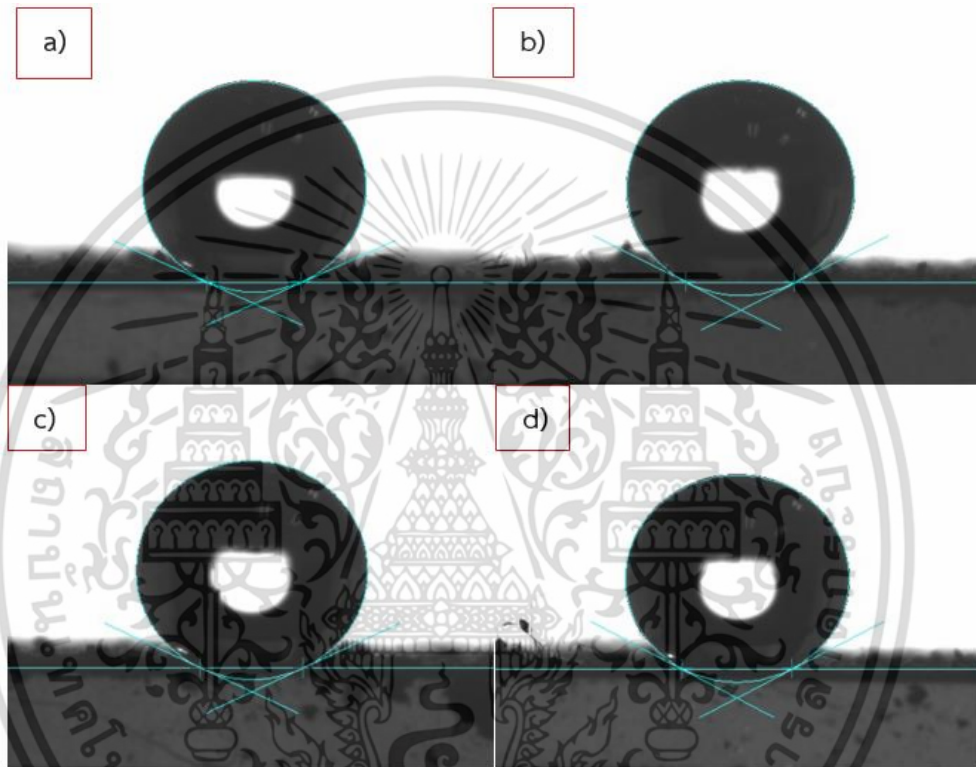
รูปที่ 4.20 ภาพ SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ได้จากการสังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ที่อัตราส่วน 1:1 ที่ปรับปรุงให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลนที่กำลังขยายต่างกัน a) 10000 เท่า และ b) 5000 เท่า

4.4.1 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

ได้ทำการวัดมุมค่าสัมผัสของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.12 และรูปที่ 4.21 แอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน เอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล มีความมุมสัมผัสของน้ำในช่วง 150.42-156.78 องศา ซึ่งมีความมากกว่า 150 องศา ซึ่งแสดงถึงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยผลที่เกิดขึ้นเนื่องจากการที่แอนติโมนีทั้งสเททมีรูปร่างที่เป็นสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของอนุภาคขนาดนาโน จึงมีความขรุขระสูง ดังนั้นเมื่อทำการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน (octadecyltrichlorosilane; OTS) จึงทำให้เกิดช่องว่างให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อากาศแทรกตัวเข้าไปได้ ทำให้สามารถป้องกันการซึมผ่านของน้ำและทำให้โมเลกุลของน้ำรวมตัวกันมีลักษณะทรงกลมที่ลิ่งไปมาได้อย่างอิสระ จึงมีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดขึ้น โดยแอนติโมนี-ทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ให้ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำสูงที่สุดโดยมีค่า 156.78 ± 0.92 เนื่องจากมีลักษณะของพื้นผิวเป็นเส้นริบบิ้นซ้อนทับกันหลาย ๆ ชั้นทำให้พื้นผิวไม่สม่ำเสมอ และมีความขรุขระสูงที่สุด จึงแสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดมากที่สุด



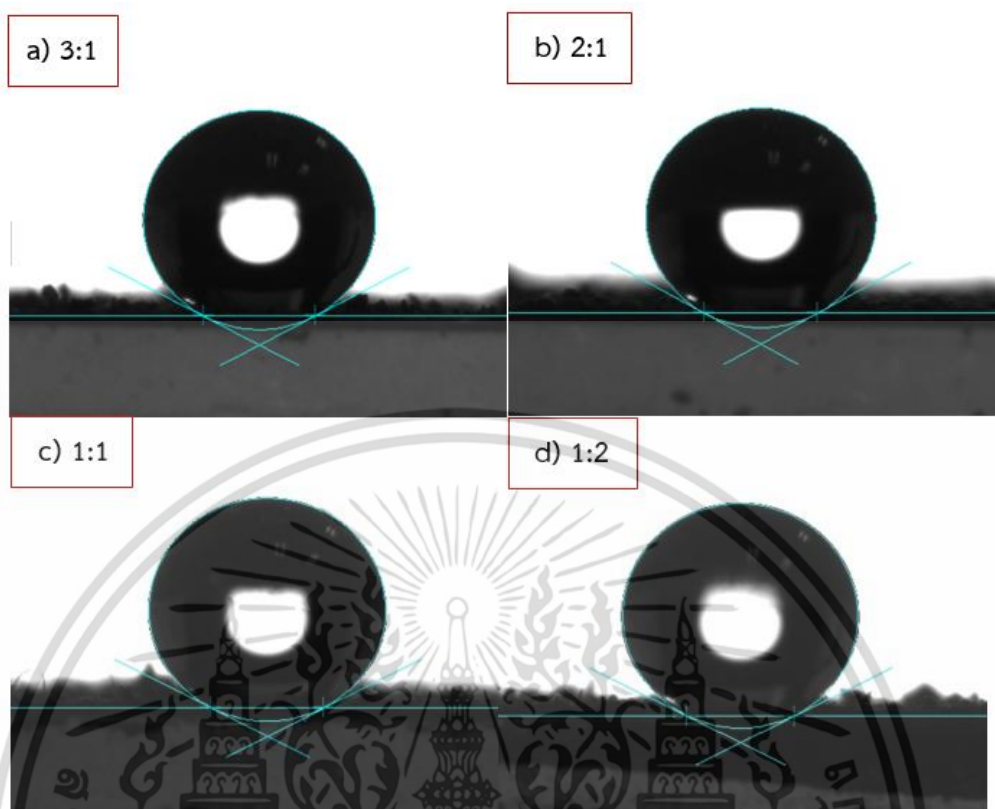
รูปที่ 4.21 ภาพหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตทด้วยการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทิลีนไดเอมีน c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทานอล ที่ปรับปรุงสมบัติด้วยออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน

ตารางที่ 4.11 แสดงผลค่ามูมสัมพัทธ์ของน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้ว

ตัวทำละลาย	ค่ามูมสัมพัทธ์ของน้ำ \pm ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
น้ำปราศจากไอออน	156.78 \pm 0.92
เอทิลีนไดเอมีน	152.41 \pm 0.39
เอทิลีนไกลคอล	152.53 \pm 1.40
เอทานอล	150.40 \pm 0.29

4.4.2 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ

จากผลการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน ที่มีอัตราส่วน คือ 3:1 2:1 1:1 และ 1:2 โดยการวัดมูมสัมพัทธ์ของน้ำ ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.12 และรูปที่ 4.22 พบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนมีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยมีค่าที่ใกล้เคียงกันในช่วง 151.86-154.48 องศา โดยแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วน 1:2 ให้ค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำสูงที่สุด (154.48 \pm 0.53) เนื่องจากมีโครงสร้างที่ซับซ้อนกันเป็นทรงกลมแบบสามมิติที่สมบูรณ์ที่ประกอบขึ้นจากเส้นริบบิ้นนาโนขนาดเล็กจำนวนมาก ทำให้มีความขรุขระสูง อากาศจึงสามารถแทรกตัวเข้าไปได้มาก ส่งผลให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดมากที่สุด



รูปที่ 4.22 ภาพหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตทด้วยอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนที่ปรับปรุงสมบัติด้วยออกตะเตคซิลไตรคลอโรไซเลน a) 3:1 b) 2:1 c) 1:1 และ d) 1:2

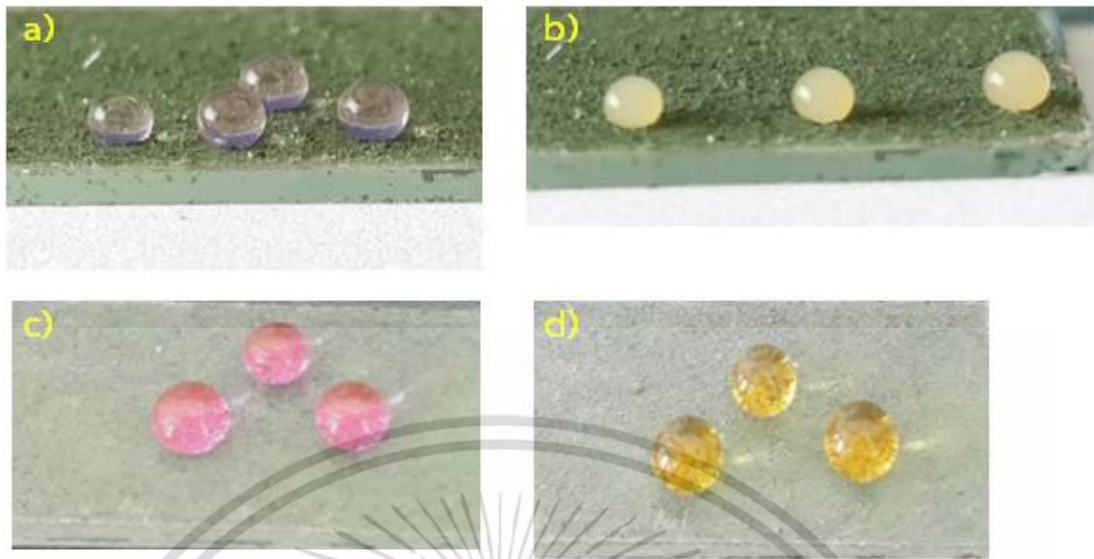
ตารางที่ 4.12 แสดงผลค่ามุมสัมผัสของน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้ว

อัตราส่วนโดยปริมาตรเอทานอลต่อ น้ำปราศจากไอออน	ค่ามุมสัมผัสของน้ำ \pm ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
3 : 1	152.54 \pm 0.29
2 : 1	151.86 \pm 0.59
1 : 1	152.41 \pm 0.39
1 : 2	154.48 \pm 0.53

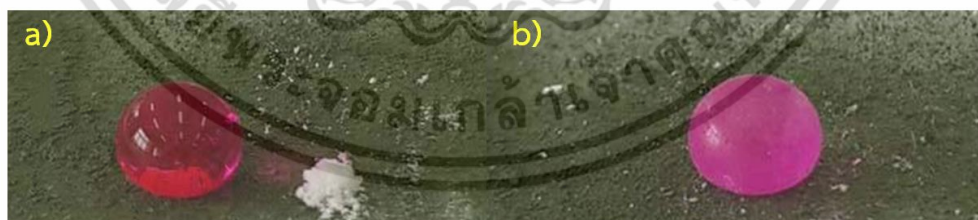
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการทำความสะอาดตัวเอง

การทดสอบความสามารถในการทำความสะอาดตัวเอง (self cleaning) ของแอนติโมนี-ทังสเตทที่สังเคราะห์ได้ ที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดด้วยการเคลือบด้วยออกไซด์ของซิลิโคน โดยได้ทำการทดสอบด้วยการนำแอนติโมนีทังสเตทที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำมาทำการเคลือบบนกระจกแล้วทำการทดสอบโดยการหยดน้ำชา กาแฟ สารละลายสีย้อมโรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) สารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ (methyl orange; MO) และน้ำมัน (vegetable oil) ลงบนพื้นผิว ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.23 พบว่าเมื่อทดสอบด้วยการหยดน้ำชา กาแฟ สารละลายสีย้อมโรดามีนบี และสารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ลงบนพื้นผิวแอนติโมนี-ทังสเตทที่ปรับปรุงให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำแล้ว หยดน้ำชนิดต่าง ๆ จับตัวกันเป็นทรงกลมอย่างสมบูรณ์และสามารถกลิ้งไปมาบนพื้นผิวได้อย่างอิสระ เมื่อทำการหยดน้ำมันถั่วเหลือง ซึ่งเป็นสารที่ไม่มีขั้วลงไปบนพื้นผิว พบว่าหยดน้ำมันแผ่กระจายตัวและเปียกบนพื้นผิว ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าแอนติโมนีทังสเตทเคลือบด้วยแอนติโมนีทังสเตทที่ปรับปรุงสมบัติด้วยออกไซด์ของซิลิโคน มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด และเมื่อนำมาทดสอบสมบัติการทำความสะอาดตัวเองด้วยการนำเอาผงแป้งทาตัวมาโรยบนพื้นผิวแอนติโมนีทังสเตทที่ปรับปรุงให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.24 พบว่าเมื่อหยดน้ำลงไปบนพื้นผิว หยดน้ำจับตัวเป็นทรงกลมและสามารถกลิ้งพาแป้งเก็บไปด้วย ซึ่งแสดงให้เห็นถึงสมบัติการทำความสะอาดตัวเองของพื้นผิวที่เคลือบด้วยแอนติโมนีทังสเตทที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ



รูปที่ 4.23 ภาพของหยดน้ำที่อยู่บนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยแอนติโมนีทั้งสเททที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด a) น้ำชา b) กาแฟ c) สารละลายสีย้อมโรดามีนบี d) สารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ และ e) น้ำมันถั่วเหลือง



รูปที่ 4.24 ภาพการทำความสะอาดตัวเองของพื้นผิวที่เคลือบด้วยแอนติโมนีทั้งสเททที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด a) หยดน้ำและผงแป้งทาตัวบนพื้นผิว b) หยดน้ำที่กลิ้งไปบนพื้นผิวนำพาผงแป้งมาติดที่หยดน้ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล เพื่อศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยการใช้แอนติโมนี-ไตรคลอไรด์และโซเดียมทั้งสเตรไดไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น ในการสังเคราะห์ทำได้โดยการละลายโซเดียมทั้งสเตรไดไฮเดรตในน้ำปราศจากไอออนและละลายแอนติโมนีไตรคลอไรด์ในตัวทำละลายต่างชนิดกัน ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน เอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล จากนั้นผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันแล้วปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของระบบด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ให้มีค่าเป็น 2 และนำไปโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ คือ ชนิดของตัวทำละลายและอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออน ในอัตราส่วน 3:1, 2:1, 1:1 และ 1:2 ที่มีต่อความบริสุทธิ์ สันฐานวิทยา สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง และสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของสารที่สังเคราะห์ได้

จากผลการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตรที่มีวัฏภาคแบบไตรคลีนิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) และไม่พบรูปแบบการเลี้ยวที่แสดงถึงการปนเปื้อนของวัฏภาคอื่น จากผลการศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีการสั่นของพันธะ Sb-O และ W-O แบบยืดหด ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทั้งสเตร

จากผลการศึกษาสันฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ มีสันฐานวิทยาที่มีลักษณะรูปร่างเป็นสามมิติแตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดโมเลกุลและความสามารถในการจับกับไอออนอะตอมกลางของลิแกนด์ที่ต่างกัน โดยการใช้ตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างแบบหึ่งองไก่ ส่วนการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคเป็นแท่ง หรือเส้นริบบิ้นจำนวนมากและไม่มีการรวมตัวกันเป็นอนุภาคแบบสามมิติอย่างชัดเจน ส่วนการใช้เอทิลีนไกลคอลทำให้ได้อนุภาคแบบโดนัท และการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคแบบดอกไม้ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม ส่วนแอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีสันฐานวิทยาที่เกิดจากเส้นริบบิ้นมาซ้อนทับเหมือนกัน แต่มีขนาดของเส้นริบบิ้นและซ้อนทับกันเป็นอนุภาคสามมิติที่แตกต่างกัน ซึ่งขนาดของเส้นริบบิ้นที่แตกต่างเกิดจากปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่แตกต่างกัน ในช่วงอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลที่มากกว่าน้ำปราศจากไอออนส่งผลให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ไม่เต็มที่จึงเกิดการรวมตัวกันของอะตอมกลางกับไอออนของโลหะเกิดเป็นนิวเคลียสได้น้อย

เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ของสถาบันวิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีวัสดุและนาโนเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อนุภาคจึงมีขนาดใหญ่และมีรูปร่างสามมิติที่เป็นแฉก แต่เมื่ออัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทานอลน้อยกว่าน้ำปราศจากไอออนส่งผลให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ดีมากยิ่งขึ้นทำให้เกิดนิวเคลียสเป็นจำนวนมาก ซึ่งเป็นผลให้นิวเคลียสมีพื้นที่ในการโตอย่างจำกัดอนุภาคจึงมีขนาดเล็กและมีรูปร่างสามมิติเป็นดอกไม้ทรงกลม

การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี แอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน เอทิลีนไดเอมีน เอทิลีนไกลคอล และเอทานอล มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่างกัน คือ 2.45, 2.55, 2.25 และ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ส่วนแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่เท่ากัน คือ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนการศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี แอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 471, 497 และ 566 นาโนเมตรเหมือนกัน

การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น ภายใน 4 ชั่วโมง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายต่าง ๆ พบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีดีที่สุด มีค่าร้อยละ 44.15 เป็นผลมาจากการมีอนุภาคสามมิติมีขนาดเล็กและกลมทำให้มีพื้นที่ผิวในการดูดซับสูงและการมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่ำสุดเมื่อได้รับพลังงานแสงจึงสามารถกระตุ้นอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ไปยังแถบตัวนำได้มากทำให้เกิดการสลายสีย้อมได้มาก ส่วนตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ พบว่ามีประสิทธิภาพมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นใกล้เคียงกันอยู่ในช่วงร้อยละ 42.21-43.39 เป็นผลมาจากลักษณะสัณฐานวิทยาที่ไม่แตกต่างกันและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่เท่ากัน ส่วนในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในระบบ พบว่าการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนในแถบตัวนำ ที่ถูกกระตุ้นจากสถานะพื้นในแถบวาเลนซ์ไปยังแถบตัวนำแล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีเกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยผลการสลายสีย้อมโรดามีนบีในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีแนวโน้มเดียวกันกับในสภาวะที่ไม่มีการเติม โดยตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีดีที่สุด มีค่าร้อยละ 92.74 และตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ พบว่ามีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นใกล้เคียงกันอยู่ในช่วงร้อยละ 85.01-87.82

จากการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนทิโมนีทั้งสเตท โดยการนำแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และอัตราส่วนโดยปริมาตรตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำปราศจากไอออนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มาทำการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยสารละลายออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน แล้วนำมาโรยลงบนเทปขาวสองหน้าที่ติดอยู่บนแผ่นกระจกเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นเมื่อนำไปวัดค่ามัมผัสของหยดน้ำ พบว่ามีค่ามัมผัสของน้ำอยู่ในช่วง 150.42-156.78 องศา ซึ่งแสดงถึงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

5.2 ข้อเสนอแนะ

(1) ศึกษาถึงผลของปัจจัยอื่น ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเทท เช่น วิธีการสังเคราะห์โดยวิธีโซโนเคมีเป็นการใช้คลื่นเสียงกับปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี ชนิดตัวทำละลาย เช่น กรดออกซาลิกและเอทิลีนไดเอมีนอะซีติก (EDTA) และเวลาในการสังเคราะห์ เป็นต้น ที่มีต่อความบริสุทธิ์ สัณฐานวิทยา สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง และสมบัติความไม่ชอบน้ำ

(2) ศึกษาวิธีการเคลือบผิวกระจก ที่มีผลต่อความสามารถในการทำความสะอาดตัวเอง เช่น การจุ่มเคลือบ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Chengyu Yang, Xiaojuan Yang, Feng Li, Taohai Li, Wei Cao, May. 2016. **“Controlled synthesis of hierarchical flower-like Sb_2WO_6 microspheres : Photocatalytic and superhydrophobic property”** Industrial and Engineering Chemistry, Volume 39, Page 93–100
- [2] CHRISTOPHER D. LING, RAY L. WITHERS, A. DAVID RAE, SIEGBERT SCHMID AND JOHN G. THOMPSON 1996. **“Antiferroelectric Modulations in Sb_2WO_6 and Sb_2MoO_6 ”** Research School of Chemistry, Australian National University. B52, Page 610-615
- [3] Jinhong Bi, Yingqin Liu, Shijing Liang, Weiming Wu, Rusheng Yuan, Ling Wu, June. 2013. **“Novel hierarchical architectures of Sb_2WO_6 : template-free hydrothermal synthesis and photocatalytic reduction property for azo compound”** Journal of Nanoparticle Research, Volume 39, Page 1661-1671
- [4] Sheng-Peng Hu, Cheng-Yan Xu, Fei-Xiang Ma, Lei Cao, Liang Zhen, April. 2014. **“Solvothermal synthesis of orthorhombic Sb_2WO_6 hierarchical structures and their visible – light driven photocatalytic activity”** Dalton Transactions, Volume 43, Page 8439–8445
- [5] Yanling Geng, Peng Zhanga and Shaoping Kuang 2014, **“Fabrication and enhanced visible-light photocatalytic activities of $BiVO_4/Bi_2WO_6$ composites”** Journal of RSC Advances, Pages 46054-46059
- [6] Retrieved November 14, 2016, from <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/ra/c4ra06419d#!divAbstract>
- [7] Retrieved November 14, 2016, from <http://www.graduate.ubru.ac.th/ubru-journal/assets/onlinefile/1436257877.pdf>
- [8] Retrieved November 14, 2016, from <http://eng.thesaurus.rusnano.com/wiki/article729>
- [9] Retrieved November 14, 2016, from https://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis
- [10] Retrieved November 14, 2016, from http://www.sar.rmutt.ac.th/sar55/?wpfb_dl=6037
- [11] Retrieved November 14, 2016, from <http://www.parrinst.com/products/sample-preparation/acid-digestion/large-capacity-acid-digestion-vessel-model-4748-125-ml>
- [12] Retrieved November 14, 2016, from http://digital_collect.lib.buu.ac.th/journal/Science/v16n1/124-130.pdf

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] Retrieved November 14, 2016, from http://www.ebatco.com/contact_angle.html
- [14] Retrieved November 14, 2016, from <http://www.kknic.ac.th/salamai/page/m5.html>
- [15] Retrieved November 14, 2016, from http://www.electron.rmutphysics.com/teachingglossary/index.php?option=com_content&task=view&id=4493&Itemid=3
- [16] Retrieved November 14, 2016, from <https://www.google.co.th/imgres?imgurl=http%3A%2F%2Fwww.vcharkarn.com>
- [17] Retrieved November 14, 2016, from <http://www.vcharkarn.com/varticle/43544>
- [18] Retrieved November 14, 2016, from <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/ra/c4ra06419d#!divAbstract>
- [19] Retrieved November 14, 2016, from http://electronicspocketbook.blogspot.com/2013/07/blog-post_19.html
- [20] Retrieved November 14, 2016, from <https://en.wikipedia.org/wiki/Photocatalysis>
- [21] Retrieved November 14, 2016, from <http://sichon.wu.ac.th/file/envi-shh-20090110-112240-pwrqr.pdf>
- [22] Retrieved November 14, 2016, from <http://www.mdpi.com/20734344/3/1/189/htm>
- [23] Retrieved November 14, 2016, from https://en.wikipedia.org/wiki/Aurivillius_phases
- [24] Retrieved November 14, 2016, from <http://tx.technion.ac.il/~katrin/bragglaw.bmp>
- [25] Retrieved November 14, 2016, from <http://www0.tint.or.th/nkc/RD-web/instrument/tools/002-xrd-bruker.jpg>
- [26] Retrieved November 14, 2016, from <http://bunseki.kyushu-u.ac.jp/bunseki/media/SU3500.jpg>
- [27] Retrieved November 14, 2016, from <http://cnx.org/resources/1fbb5f2f7d473f313a80fb6177ba353e/Picture%20.png>
- [28] Retrieved November 14, 2016, from http://www.agilent.com/cs/publishingimages/cary_670_ftir_lg.png
- [29] Retrieved November 14, 2016, from [http://chem.libretexts.org/@api/deki/files/8635/=hydrophobic_hydrophilic_droplet_\(1\).JPG?revision=1](http://chem.libretexts.org/@api/deki/files/8635/=hydrophobic_hydrophilic_droplet_(1).JPG?revision=1)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [30] Retrieved November 14, 2016, from https://sites.google.com/site/betterscienceinstrumentcoltd/_/rsrc/1458294886289/quantachrome/Home/products/dm-ce1-l.jpg
- [31] Retrieved November 14, 2016, from http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2555_189_60_p22-24.pdf
- [32] Retrieved November 14, 2016, from <https://sc01.alicdn.com/kf/HTB10loSKFXXXcaXXXq6xXFXXL/JW-RB-Series-BET-Surface-Area-Analyzer.jpg>
- [33] Retrieved November 14, 2016, from <http://archive.cnx.org/contents/422b0076-5576-48ee-a400-8445b1b8102c@1/the-application-of-fluorescence-spectroscopy-in-the-mercury-ion-detection>
- [34] Retrieved November 15, 2016, from <https://www.duan-daw.com/article/12/-di-deionized-water>
- [35] Retrieved November 15, 2016, from <http://www.mdpi.com/2073-4344/3/1/189/html>
- [36] Retrieved November 15, 2016, from <http://www.liquor.or.th/liquor/fileupload/Ethanol>
- [37] Retrieved November 15, 2016, from <https://th.wikipedia.org/wiki/Ethanol>
- [38] Retrieved November 15, 2016, from <https://th.wikipedia.org/wiki/Ethylenglycol>
- [39] Retrieved November 15, 2016, from http://www.occmehop.com/nrhc/web/search/chemical_attribute_show.php?UN_Number=1604&Chemical_name=Ethylenediamine%20&Att_parent=0
- [40] Retrieved November 15, 2016, from <https://en.wikipedia.org/wiki/Ethylenediamine>
- [41] กมลรัตน์ มุลตรีบุตร และคณะ. 2558. “การพัฒนาวัสดุตัวกรองที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ด้วยการใช้เยื่อเคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิว” โครงการพิเศษ วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [42] พัชรา พสุพงศ์ และคณะ. 2556. “การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด.” โครงการพิเศษ วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.