



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล

Study effects of solvothermal synthesis parameters
on phase formation of Sb_2WO_6

นางสาวปานไพลิน สีหาราช

นายนราธิป วิทยากร

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2561

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล

Study effects of solvothermal synthesis parameters
on phase formation of Sb_2WO_6

นางสาวปานไพลิน สีหาราช
นายนราธิป วิทยากร

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2561

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

600264354

RC00020

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชื่อโครงการ การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
 แหล่งทุน งบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ ประเภทงานวิจัยเชิงบูรณาการและพาณิชย์
 ประจำปีงบประมาณ 2561 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 270,000 บาท
 ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2560 ถึง 30 กันยายน 2561
 หัวหน้าโครงการ นางสาวปานไพลิน สีหาราช ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 ผู้ร่วมโครงการวิจัย นายณราธิป วิทยากร ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal process) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยได้ศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์คือชนิดตัวทำละลาย ได้แก่ กรดอะซิติก (acetic acid) กรดออกซาลิก (oxalic acid) เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine; en) และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (ethylenediaminetetraacetic acid; EDTA) และความเข้มข้นของตัวทำละลายในช่วง 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ ที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ลักษณะสัณฐานวิทยาและสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของสารที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และเทคนิค FT-IR พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้คือ แอนทิโมนีทังสเตทที่มีโครงสร้างผลึกแบบไตรคลีนิกที่มีความบริสุทธิ์ จากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าแอนทิโมนีทังสเตทมีรูปร่างแบบสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของอนุภาคนาโนเมตรร่วมกับไมโครเมตร (nano-micro hierarchical structure) โดยการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันส่งผลต่อรูปร่างที่ต่างกัน โดยการใช้กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นตัวทำละลายจะได้อุปร่างเป็นรังนก (nest-like structure) โบว์ (bow-like structure) ดอกไม้ (flower-like structure) และแฉก (spike-like structure) ตามลำดับ และยังส่งผลถึงพื้นที่ผิวจำเพาะและสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ต่างกันอีกด้วย ส่วนการใช้ความเข้มข้นของตัวทำละลายที่ต่างกันจะส่งผลต่อขนาดของอนุภาค เมื่อนำมาทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงโดยการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี (Rhodamine-B) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) พบว่าแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้น 0.10 โมลาร์เป็นตัวทำละลายที่มีรูปร่างแบบโบว์ มีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุด โดยมีค่าอยู่ที่ร้อยละ 67.11 และมีค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อม (k_{app}) เป็น 0.0029 ซึ่งเป็นผลร่วมจากการมีพื้นที่ผิวในการดูดซับที่สูงและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำ คือ 2.42 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงมีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดี

คำสำคัญ: แอนทิโมนีทังสเตท โซลโวเทอร์มอล สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Research Title: Study effects of solvothermal synthesis parameters on phase formation of Sb_2WO_6

Researchers: Ms. Panpailin Seeharaj and Mr. Naratip Vittayakorn, Faculty of Science, Department of Chemistry, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang.

Abstract

This research project studied the synthesis of antimony tungstate (Sb_2WO_6) by the solvothermal method at 180 °C for 24 hours. The effects of synthesis parameters, including types of solvents, i.e., acetic acid, oxalic acid, ethylenediamine (en) and ethylene diaminetetraacetic acid (EDTA) and concentration of solvents, i.e., 0.05, 0.10 and 0.15 molar (M) on phase formation, morphology and photocatalytic activity were investigated. XRD and FT-IR analyses confirmed the formation of high purity Sb_2WO_6 with triclinic structure. SEM images showed that Sb_2WO_6 had nano-micro hierarchical structure. It was found that the types of solvents affected on the morphologies and the specific surface area while the concentrations of solvents varied the particle sizes. The Sb_2WO_6 synthesized from acetic acid, oxalic acid, ethylenediamine and ethylenediaminetetraacetic acid had nest, bow, flower and spike like structure, respectively. The Sb_2WO_6 photocatalysts prepared from 0.1 M oxalic acid having bow-like structure exhibited the highest total Rhodamine-B dye degradation efficiency at 67.11% in presence of H_2O_2 under visible-light irradiation. The high efficiency could be attributed to the synergistic effects of high surface adsorption area and low band gap energy (2.42 eV) of the Sb_2WO_6 .

Keywords: Sb_2WO_6 , solvothermal, photocatalytic properties

กิตติกรรมประกาศ

รายงานการวิจัยนี้ได้สำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี เนื่องจากความอนุเคราะห์ การสนับสนุน และ คำแนะนำจากคณาจารย์และเจ้าหน้าที่ในภาควิชาเคมี ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ที่ได้ อนุเคราะห์อุปกรณ์และเครื่องมือต่าง ๆ รวมถึงอำนวยความสะดวกตลอดระยะเวลาในการทำวิจัยครั้งนี้ และขอบคุณนายปิยะ สรณาคมน์ นางสาวพิชญ์สินี ดีมาก นางสาวเพชรดา พรชัยวิเศษกุล นางสาว ศวิตา ศรีสมิต นายพิชิต อุดมศรี นายศรัณย์ จิวสิทธิ์ประไพ และนางสาวศศิประภา ชุ่มรัมย์ ที่ช่วยเหลือ ในการทำงานวิจัย โดยการวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้า คุนทหารลาดกระบัง จากแหล่งทุน งบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ ประเภทงานวิจัยเชิง บุรณาการและพาณิชย์ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561

นางสาวปานไพลิน สีหาราช
นายนราธิป วิทยากร



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูป	ฉ
สารบัญตาราง	ณ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ	3
1.3 ขอบเขตของโครงการ	4
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย	4
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ทฤษฎีและหลักการ	6
2.1.1 โครงสร้างผลึกและสมบัติของแอนติโมนีทั้งสเทท	6
2.1.2 การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล	7
2.2 การทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	8
บทที่ 3 วิธีดำเนินการโครงการ	
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	17
3.2 สารเคมี	18
3.3 วิธีการทดลอง	18
3.3.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเทท	18
3.3.2 การศึกษาสมบัติการสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททภายใต้แสงที่ตามองเห็น	19
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปราย	
4.1 การศึกษาผลของชนิดของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเทท	22
4.1.1 การศึกษาโครงสร้างผลึก	22
4.1.2 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุล	23
4.1.3 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา	24
4.1.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี	28
4.1.5 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.1.6 การศึกษาพื้นที่ผิวและรูปทรง	30
4.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเทท	31
4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึก	31
4.2.2 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุล	34
4.2.3 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา	36
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี	43
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี	46
4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น	48
4.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี	49
4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมโรดามีนบี	50
4.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	50
4.3.4 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	53
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลงานวิจัย	56
5.2 ข้อเสนอแนะ	58
เอกสารอ้างอิง	59
ประวัติย่อผู้วิจัย	60

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	แอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้วิธีโซลโวเทอร์มอล	3
2.1	แอนติโมนีทั้งสเททที่มีโครงสร้างผลึกแบบอูริไวเลียส	6
2.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้ค่า pH ต่างกัน	9
2.3	ภาพ SEM, TEM และ HRTEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH ต่างกัน	10
2.4	สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ของแอนติโมนีทั้งสเทท	11
2.5	ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ที่ต่างกัน	12
2.6	แสดงกลไกการเกิดแอนติโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างซับซ้อนเป็นทรงกลมระดับไมโคร	13
2.7	ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรา แสดงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททในการสลายสีย้อมโรตามีนบี ภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่เวลาต่าง ๆ	13
2.8	ภาพ FE-SEM, TEM และ HRTEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1	14
2.9	ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรา แสดงการดูดกลืนแสงของสีย้อมโรตามีนบีที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1	15
4.1	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ	23
4.2	อินฟราเรดสเปกตราของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ	24
4.3	ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากตัวทำละลายต่างกันที่กำลังขยาย 10,000 เท่า	26
4.4	ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากตัวทำละลายต่างกันที่กำลังขยาย 20,000 เท่า	27
4.5	ยูวี-วิสิเบิลสเปกตราของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ	28
4.6	ฟลูออเรสเซนส์สเปกตราของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ	30
4.7	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	32
4.8	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้เอทิลลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	33
4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	33
4.11 อินฟราเรดสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	34
4.12 อินฟราเรดสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายกรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	35
4.13 อินฟราเรดสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายเอทิลลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	35
4.14 อินฟราเรดสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายกรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	36
4.15 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	37
4.16 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	38
4.17 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้เอทิลลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	39
4.18 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย	40
4.19 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	43
4.20 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	44
4.21 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	44
4.22 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตร้าของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.23	46
4.24	47
4.25	47
4.26	48
4.27	49
4.28	50
4.29	52
4.30	54
4.31	55

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 ชนิดตัวทำละลาย ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล	19
3.2 ความเข้มข้นของตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล	20
3.3 ความเข้มข้นและปริมาตรที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบี	20
4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตร	27
4.2 ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสงและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในการสังเคราะห์	29
4.3 ปริมาณพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ	30
4.4 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเตร	31
4.5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	41
4.6 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	41
4.7 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	42
4.8 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ	42
4.9 ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ใช้ตัวทำละลายความเข้มข้นต่าง ๆ	45
4.10 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ได้สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามมาองเห็น	52
4.11 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ได้สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามมาองเห็น	55

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

แอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำ (semi-conductor) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอูริไวเลียส (Aurivillius structure) ซึ่งประกอบด้วยชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ ($[\text{WO}_4]_n^{2-}$ layers) ที่เกิดจากการเชื่อมต่อที่มุมของออกตะฮีดรอลทังสเตน-ออกไซด์ (WO_6 octahedra) ทำให้เกิดชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ที่มีโครงสร้างคล้ายเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite-like slabs) ที่ถูกประกบด้านบนและล่างด้วยชั้นแอนติโมนีออกไซด์ ($[\text{Sb}_2\text{O}_2]_n^{2+}$ layers) [1, 2], [3] จากการที่แอนติโมนีทังสเตทมีโครงสร้างแบบอูริไวเลียสทำให้เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่สูง (high electrical conductivity) และมีช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (band gap energy, E_g) ที่แคบ โดยมีค่า E_g ประมาณ 2.25-2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) [2, 4] จึงสามารถถูกกระตุ้น (activate) ให้เกิดการเคลื่อนที่ของประจุ (charge carrier) ด้วยแสงที่มีพลังงานต่ำได้ จากสมบัตินี้ทำให้แอนติโมนีทังสเตทถูกนำไปประยุกต์ใช้เป็นใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalysts) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (visible light) ในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ที่เป็นพิษและมีความเสถียรตัวสูง เช่น โรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) ได้เป็นอย่างดี [4] โดยเมื่อทำการเปรียบเทียบแอนติโมนีทังสเตทกับวัสดุที่มีโครงสร้างแบบอูริไวเลียส ที่ได้รับการศึกษาอย่างแพร่หลาย คือ บิสมัททังสเตท (Bi_2WO_6) [5, 6] พบว่าโครงสร้างแบบอูริไวเลียสของแอนติโมนีทังสเตทมีความบิดเบี้ยวในโครงสร้าง (distorted structure) ที่มากกว่า เนื่องจากเกิดการแทรกตัว (intercalation) ของชั้นเพอร์รอฟสไกต์ $[\text{WO}_4]_n^{2-}$ ในชั้น $[\text{Sb}_2\text{O}_2]^{2+}$ ที่มากกว่า จึงเกิดสนามไฟฟ้าภายในโครงสร้าง (inner electric field) ที่เกิดจากความแตกต่างของประจุ ส่งผลทำให้การเคลื่อนที่ (mobility) ของคู่อิเล็กตรอนและหลุมประจุบวก (electron hole pairs) เพิ่มขึ้น ดังนั้นแอนติโมนีทังสเตทจึงแสดงสมบัติการเป็นตัวนำไฟฟ้าที่สูง [7, 8] อย่างไรก็ตามรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการศึกษาสมบัติของแอนติโมนีทังสเตทนั้นยังไม่แพร่หลายนักเมื่อเทียบกับบิสมัททังสเตท ด้วยเหตุนี้โครงการวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์และสมบัติของแอนติโมนีทังสเตท เพื่อเป็นการค้นคว้าองค์ความรู้ใหม่ อีกทั้งยังมุ่งหวังที่จะนำแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็น เพื่อให้เกิดประโยชน์ทั้งในแง่ของการแก้ไขปัญหาสิ่งแวดล้อมและการลดพลังงานงานแสงที่ใช้ในการกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง โดยสามารถใช้แสงอาทิตย์ (solar light) ที่มีอยู่โดยทั่วไปในการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยา ทำให้สามารถลดข้อจำกัดในการใช้ปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมได้ เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาแสงที่ใช้กันโดยทั่วไป เช่น

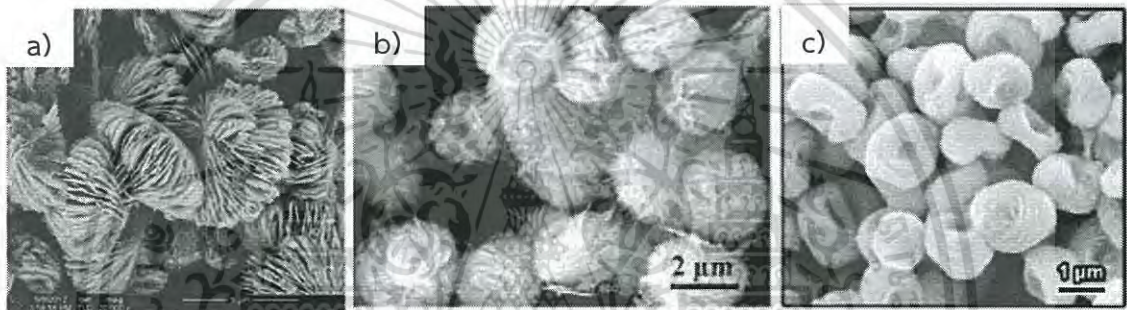
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) และ ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) มีค่า Eg ที่มากกว่าหรือเท่ากับ 3 อิเล็กตรอน-โวลต์ จำเป็นต้องใช้แสงที่มีพลังงานสูงในช่วงอัลตราไวโอเลต (ultraviolet light; UV) ในการกระตุ้นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา [9] จึงทำให้มีค่าใช้จ่ายที่สูงอีกทั้งยังต้องมีการควบคุมความปลอดภัยจากการใช้แสงอัลตราไวโอเลตอีกด้วย

จากการศึกษารายงานวิจัยพบว่าการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทสามารถทำได้โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) และวิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal synthesis) หรือวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal synthesis) โดยการสังเคราะห์โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งนั้นมีข้อจำกัดที่ไม่สามารถทำให้ได้ผลึกแอนติโมนีทังสเตทที่บริสุทธิ์ อีกทั้งยังมีขั้นตอนในการสังเคราะห์ที่ค่อนข้างยุ่งยากเนื่องจากต้องทำการเผาสารตั้งต้นในระบบปิดภายใต้อุณหภูมิสูงและความดันต่ำ เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Sb³⁺ เป็น Sb⁵⁺ นอกจากนั้นการเผาที่สารอุณหภูมิสูงยังส่งผลทำให้ได้สารที่มีอนุภาคขนาดใหญ่และมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาที่น้อยลง [8] ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงได้เลือกการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่าย มีขั้นตอนไม่ยุ่งยาก ทำให้ได้ผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีความเฉพาะตัว โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและวิธีโซลโวเทอร์มอลนั้นมีหลักการพื้นฐานที่คล้ายกัน คือ การควบคุมอุณหภูมิของสารละลายหรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นในตัวกลางที่เป็นน้ำ (ในกรณีของวิธีไฮโดรเทอร์มอล) หรือตัวทำละลาย (solvent) (ในกรณีของวิธีโซลโวเทอร์มอล) ที่อุณหภูมิและความดันสูงภายในหม้อหนึ่งความดัน (autoclave) ทำให้เกิดกระบวนการต่าง ๆ คือ การละลาย (dissolution) การตกผลึก (crystallization) การตกผลึกใหม่ (recrystallization) และการโตของผลึก (growth) ซึ่งพบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลนั้นจะมีลักษณะสัณฐานวิทยาแบบเฉพาะตัว คือ มีรูปร่างเป็นสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของโครงสร้างในระดับนาโนร่วมกับไมโครเมตร (three dimensional (3D) hierarchical nano-microstructure) ซึ่งประกอบขึ้นจากการซ้อนทับกันของท่อนาโน (nanotube) ริบบิ้นนาโน (nanoribbon) เส้นลวดนาโน (nanowire) หรือแผ่นนาโน (nanoflake) [1, 2, 4] ดังแสดงในรูปที่ 2 ที่แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้วิธีโซลโวเทอร์มอลโดยใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกัน จากการศึกษาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่เป็นเป็นชั้นซ้อนทับกันจะมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดี เนื่องจากการมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่สูง อีกทั้งการมีรูพรุนในโครงสร้างที่มีขนาดที่แตกต่างกันยังสามารถช่วยให้อัตราการเคลื่อนที่ (transport) ของสารที่เข้ามาทำปฏิกิริยาบนพื้นผิวได้ดีขึ้น [10] จากการศึกษาวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยใช้วิธีโซลโว-เทอร์มอล [1, 2, 4] พบว่าสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ อันประกอบไปด้วย ชนิดของตัวทำละลาย คือ น้ำปราศจากไอออน (deionized water) เอทานอล (C₂H₅OH) และเอทิลีนไกลคอล (CH₂OHCH₂OH) อัตราส่วนของตัวทำละลาย ความเป็นกรด-ด่าง (pH) อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการโซลโวเทอร์มอล ส่งผลอย่างมากต่อความบริสุทธิ์ (purity) โครงสร้างผลึก (crystal structure)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สัณฐานวิทยา (morphology) สมบัติทางแสง (optical property) และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalytic activity) ของแอนติโมนีทั้งสเทท ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงมีเป้าหมายที่จะศึกษาถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธี โชลโวเทอร์มอล โดยจะมุ่งเน้นที่การศึกษาถึงผลของชนิดของตัวทำละลายที่ยังไม่ได้มีการรายงานมาก่อนในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธีโชลโวเทอร์มอล คือ กรดอะซิติก (CH_3COOH) กรดออกซาลิก (HOOCCOOH) เอทิลีนไดเอมีน ($\text{C}_2\text{H}_4(\text{NH}_2)_2$) และเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกแอซิด ($(\text{HOOCCH}_2)_2\text{NCH}_2$)₂ เป็นหลัก รวมถึงการศึกษาถึงผลของปัจจัยอื่น ๆ ร่วมด้วย คือ อัตราส่วนของตัวทำละลาย ความเป็นกรด-ด่าง และเวลาที่ใช้ในการโชลโวเทอร์มอล เพื่อให้ทราบถึงผลของปัจจัยเหล่านี้ที่มีต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 1.1 แอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้วิธีโชลโวเทอร์มอล โดยใช้ตัวทำละลาย a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทานอล และ c) เอทิลีนไกลคอล [1, 2, 4]

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- 1.2.1 เพื่อศึกษาและทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธีโชลโวเทอร์มอล
- 1.2.2 เพื่อศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธีโชลโวเทอร์มอล อันประกอบไปด้วย ชนิดของตัวทำละลาย ความเข้มข้นของตัวทำละลาย ที่มีต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น
- 1.2.3 เพื่อนำแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น
- 1.2.4 เพื่อนำความรู้ที่ได้จากงานวิจัยไปเผยแพร่ให้แก่ภาคเอกชนที่สนใจ และการนำเสนอผลงานการวิจัยแก่นักวิชาการทั้งภายในและต่างประเทศ และตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตของโครงการงาน

- 1.3.1 ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
- 1.3.2 ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรท ได้แก่ ชนิดของตัวทำละลาย ความเข้มข้นของตัวทำละลาย เพื่อให้ทราบถึงผลของปัจจัยเหล่านี้ที่มีต่อ มีต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และสมบัติทางแสง สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น
- 1.3.3 ทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางแสง ของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิคการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการตรวจวิเคราะห์แบบต่าง ๆ
- 1.3.4 ทำการศึกษาประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตรทในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์โรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

- 1.4.1 การศึกษา ค้นคว้า และรวบรวมข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย
- 1.4.2 การจัดซื้อวัสดุและอุปกรณ์
- 1.4.3 การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
- 1.4.4 การศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล ได้แก่
 - 1.4.4.1 ชนิดของตัวทำละลาย คือ กรดอะซิติก (CH_3COOH) กรดออกซาลิก (HOCCOOH) เอทิลีนไดเอมีน ($\text{C}_2\text{H}_4(\text{NH}_2)_2$) และเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกแอซิด ($((\text{HOOCCH}_2)_2\text{NCH}_2)_2$)
 - 1.4.4.2 ความเข้มข้นของตัวทำละลาย คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์
- 1.4.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติทางแสง โดยการใช้เทคนิคต่าง ๆ ดังต่อไปนี้
 - 1.4.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานซฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR)
 - 1.4.5.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometry; XRD)
 - 1.4.5.3 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานและโครงสร้างจุลภาคโดยการใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM)
 - 1.4.5.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสงและช่องว่างระหว่างแถบพลังงานด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (fluorescence spectroscopy) และเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-Vis spectroscopy)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.4.5.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและรูพรุนของอนุภาคด้วยเทคนิคการดูดซับก๊าซไนโตรเจน (surface area and pore size analysis; N_2 adsorption/desorption by BET)
- 1.4.6 ศึกษาประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรทในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์โรดามีนบี ภายใต้แสงที่ตามองเห็น
- 1.4.7 การวิเคราะห์ผลการวิจัย อภิปรายผลการวิจัย สรุปผลการวิจัย และแสดงข้อเสนอแนะ
- 1.4.8 การนำความรู้ที่ได้จากงานวิจัยไปเผยแพร่ให้แก่ภาคเอกชนที่สนใจ และการนำเสนอผลงานการวิจัยแก่นักวิชาการทั้งภายในและต่างประเทศ และตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 สามารถสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
- 1.5.2 ทราบถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น
- 1.5.3 สามารถนำแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น

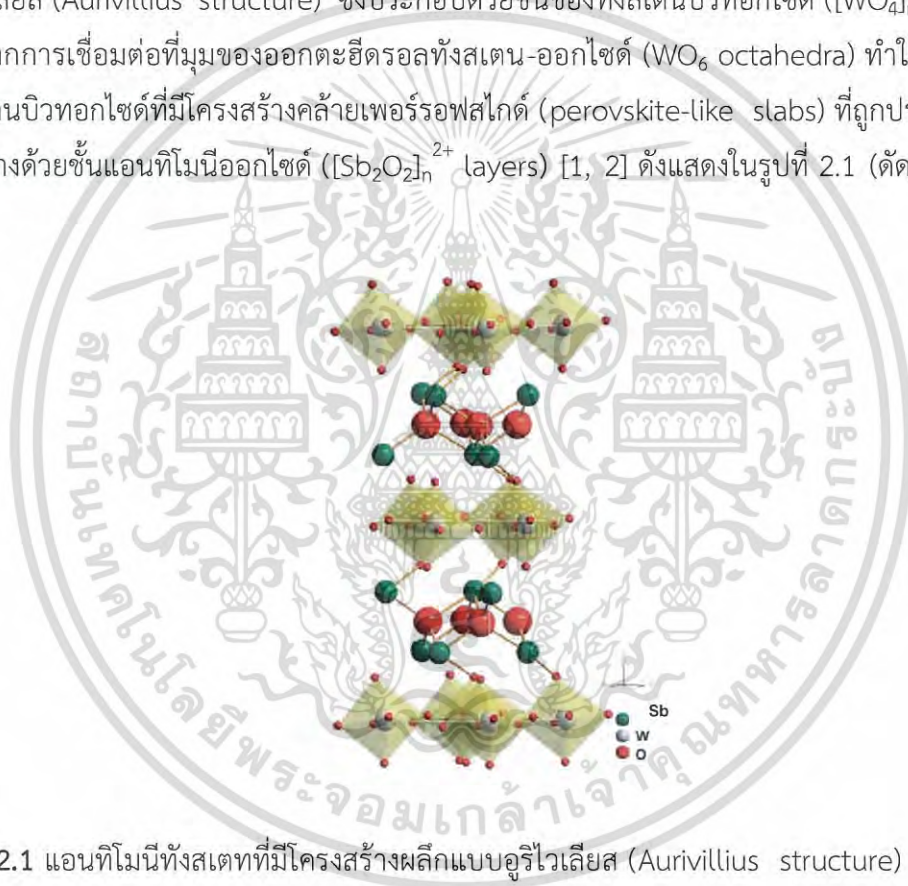
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎีและหลักการ

2.1.1 โครงสร้างผลึกและสมบัติของแอนติโมนีทังสเตท

แอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำ (semi-conductor) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ อูริไวเลียส (Aurivillius structure) ซึ่งประกอบด้วยชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ ($[\text{WO}_4]_n^{2-}$ layers) ที่เกิดจากการเชื่อมต่อที่มุมของออกตะฮีดรอลทังสเตน-ออกไซด์ (WO_6 octahedra) ทำให้เกิดชั้นของ ทังสเตนบิวทอกไซด์ที่มีโครงสร้างคล้ายเพอร์รอฟสไกต์ (perovskite-like slabs) ที่ถูกประกบด้านบน และล่างด้วยชั้นแอนติโมนีออกไซด์ ($[\text{Sb}_2\text{O}_2]_n^{2+}$ layers) [1, 2] ดังแสดงในรูปที่ 2.1 (ดัดแปลงรูปจาก [3])



รูปที่ 2.1 แอนติโมนีทังสเตทที่มีโครงสร้างผลึกแบบอูริไวเลียส (Aurivillius structure) ดัดแปลงรูปจาก [3]

โครงสร้างแบบอูริไวเลียสของแอนติโมนีทังสเตทมีความบิดเบี้ยวในโครงสร้าง (distorted structure) เนื่องจากเกิดการแทรกตัว (intercalation) ของชั้นเพอร์รอฟสไกต์ทังสเตนบิวทอกไซด์ในชั้นแอนติโมนีออกไซด์ จึงทำให้แอนติโมนีทังสเตทเป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่สูงและมีช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (band gap energy; E_g) ที่แคบ โดยมีค่าประมาณ 2.25-2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงสามารถถูกกระตุ้นให้เกิดการเคลื่อนที่ของประจุ (charge carrier) ด้วยแสงที่มีพลังงานต่ำได้ ดังนั้นจึงมีการนำแอนติโมนีทังสเตทไปประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(photocatalysts) ภายใต้ช่วงแสงที่ตามองเห็น (visible light) ในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ที่เป็นพิษและมีความเสถียรตัวสูง เช่น โรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) ได้ [2] นอกจากนั้นแอนติโมนี-ทังสเตนยังมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีความเฉพาะตัว คือ มีรูปร่างสามมิติที่เกิดการซ้อนทับกันของโครงสร้างไมโคร-นาโน (micro-nano structure) ซึ่งการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่เป็นเป็นชั้นซ้อนทับกันจะมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดี เนื่องจากรูพรุนในโครงสร้างมีขนาดที่แตกต่างกัน ทำให้การเคลื่อนที่ของสารที่เข้ามาทำปฏิกิริยาบนพื้นผิวเกิดขึ้นได้ดี อีกทั้งยังมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่สูง ซึ่งสมบัติเหล่านี้ทำให้แอนติโมนี-ทังสเตนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็นที่มีประสิทธิภาพสูง

2.1.2 การสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal process) และโซลโวเทอร์มอล (solvothermal process) หมายถึง การทำปฏิกิริยาเคมีในตัวทำละลายภายในระบบปิดหรือในหม้อหนึ่งความดัน (autoclave) ในสถานะที่ใช้อุณหภูมิและความดันสูง ทำให้ได้ผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีความเฉพาะตัว กรณีที่ใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำจะเรียกว่า กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล แต่เมื่อใช้ตัวทำละลายเป็นสารอินทรีย์จะเรียกว่า กระบวนการโซลโวเทอร์มอล โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลจะประกอบไปด้วยกระบวนการต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นภายใน คือ การละลาย (dissolution) การตกผลึก (crystallization) การตกผลึกใหม่ (recrystallization) และการโตของผลึก (growth)

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลหรือโซลโวเทอร์มอลเกิดขึ้นในระบบปิดโดยใช้หม้อหนึ่งความดันที่เป็นโลหะ ซึ่งภายในประกอบไปด้วยภาชนะเทฟลอน (teflon) หรือโลหะผสม (alloy) เพื่อป้องกันหม้อหนึ่งจากตัวทำละลายที่มีฤทธิ์กัดกร่อนสูง ซึ่งจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิและความดันสูง ส่วนประกอบของหม้อหนึ่งความดัน

ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล ได้แก่ สารตั้งต้น ตัวทำละลาย ตัวเร่งปฏิกิริยา สารตัวเติม อุณหภูมิ ความดันและตัวแปรต่าง ๆ โดยความเข้มข้นของสารตั้งต้นจะมีบทบาทสำคัญในการควบคุมขนาดและรูปร่างของผลึก สมบัติของตัวทำละลายจะเป็นตัวกำหนดกลไกปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาจะส่งผลต่อวัฏภาคและสัณฐานวิทยาของผลึก สารตัวเติมเป็นตัวกำหนดโครงสร้างและการเจริญเติบโตของผลึก ส่วนอุณหภูมิมีผลต่อขนาดผลึก และความดันสามารถควบคุมการเกิดผลึกขนาดนาโนเมตรได้

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่ใช้ในการเตรียมผลึกที่มีความเป็นผลึกและความบริสุทธิ์สูง สามารถควบคุมสัณฐานวิทยา และขนาดอนุภาค อีกทั้งยังผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีรูปร่างสม่ำเสมอและหลากหลาย กระบวนการโซลโวเทอร์มอลสามารถเกิดได้ที่อุณหภูมิและความดันต่ำ โดยผลึกที่ได้จะเกิดโดยตรงจากสารละลาย กระบวนการจะประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

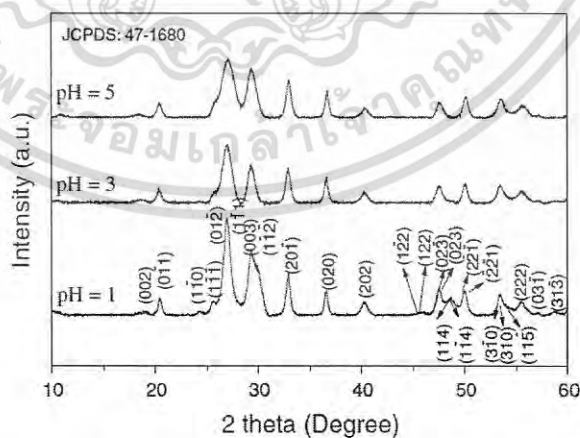
การเกิดนิวเคลียสของผลึกและการเติบโตของผลึก การเกิดนิวเคลียสจะเกิดขึ้นเมื่อความสามารถในการละลายของตัวถูกละลายไม่สามารถละลายได้อีกแล้ว ตัวทำละลายจะตกตะกอนเป็นกลุ่มของผลึกที่สามารถเติบโตไปเป็นผลึกขนาดใหญ่ หลังจากการเกิดนิวเคลียสจะเกิดขึ้นตอนของการเติบโตของผลึกและการรวมตัวกันของหน่วยผลึก ที่มีองค์ประกอบเหมือนกันซึ่งจะมีโครงสร้างเหมือนหรือแตกต่างกันก็ได้ โดยทั่วไปการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ (metal oxide) ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอลจะเกิดขึ้นจากการเกิดปฏิกิริยา 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ของสารตั้งต้น เช่น สารละลายเกลือโลหะ (metal salt) หรือสารละลายโลหะไนเตรต (metal nitrate) ในน้ำที่อุณหภูมิและความดันสูง เพื่อเปลี่ยนสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปโลหะไฮดรอกไซด์ (metal hydroxides) แล้วตามด้วยการเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration) ซึ่งทำให้โลหะไฮดรอกไซด์เกิดการตกตะกอนเป็นผลึกโลหะออกไซด์ขึ้น

2.2 การทบทวนงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

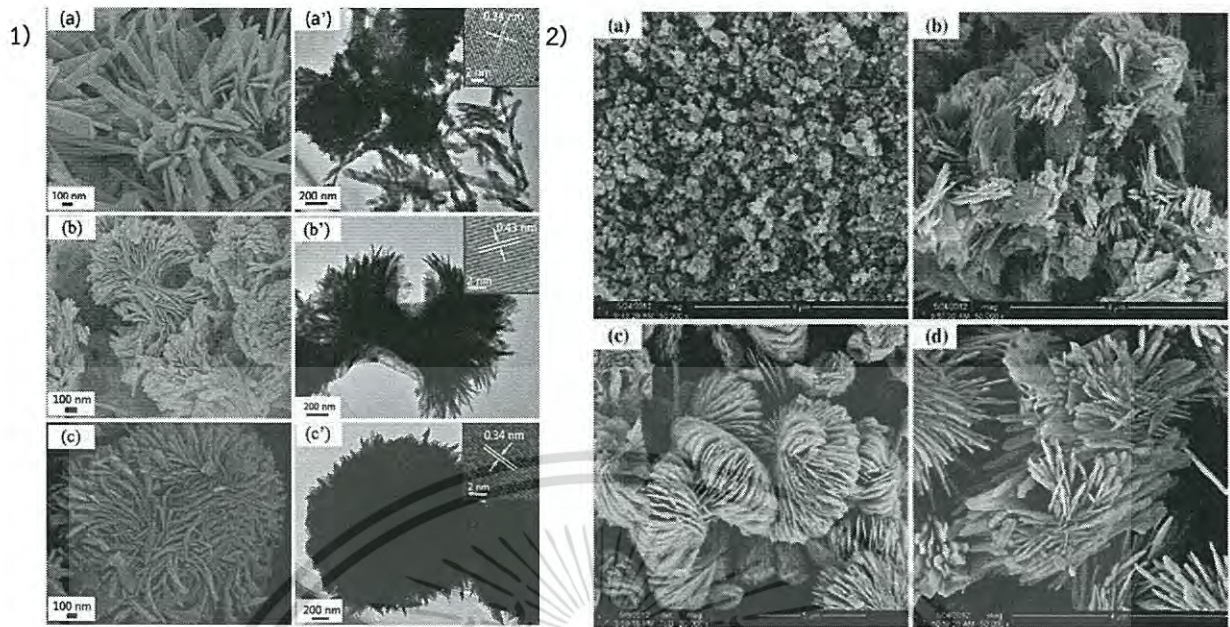
ได้มีรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาการสังเคราะห์และปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตท โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล ดังนี้ งานวิจัยของ Jinhong Bi และคณะ [1] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตทด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล จากการใช้แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) และแอมโมเนียมพาราทังสเตท ($(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนแรกเริ่มจากการนำแอนติโมนีไตรคลอไรด์ความเข้มข้น 6 มิลลิโมล และแอมโมเนียมพาราทังสเตทความเข้มข้น 0.25 มิลลิโมล ละลายในน้ำปราศจากไอออน 60 มิลลิลิตร แล้วทำการปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 4 โมลาร์ ให้มีค่าเป็น 1, 3, 5, 7 และ 9 ตามลำดับ แล้วป็นกวนเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายมาใส่ในหม้อนิ่งความดันขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วนำเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง โดยได้ศึกษาถึงผลของสภาวะการสังเคราะห์ที่มีค่า pH ที่แตกต่างกัน คือ 1, 3, 5, 7 และ 9 และการใช้เวลาในการทำไฮโดรเทอร์มอลที่แตกต่างกัน คือ 30 นาที 1, 3, 12 และ 48 ชั่วโมง จากการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry; XRD) ดังแสดงผลในรูปที่ 2.2 พบว่าแอนติโมนี-ทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สภาวะ pH 1 มีความเป็นบริสุทธิ์สูงที่สุดเมื่อเทียบกับสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH 3 และ 5 จากศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy; TEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่มีกำลังขยายสูง (high resolution transmission electron microscope; HRTEM) ดังแสดงผลในรูปที่ 2.4 พบว่าแอนติโมนี-ทังสเตทที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของเส้นริบบิ้นนาโน (nanoribbons) โดยการใช้สภาวะ pH 1 จะทำให้ได้สารที่มีรูปร่างเป็นปุย (tuft-like) เมื่อใช้สภาวะ pH 3 ทำให้ได้สารที่มีรูปร่างคล้ายกับหงอนไก่ (cockscorn-like) และเมื่อใช้สภาวะ pH 5 สารที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์ที่ได้จะมีรูปร่างคล้ายกับดอกไม้ (flower-like) ที่เกิดจากการรวมตัวกันของเส้นริบบิ้นนาโนจำนวนมาก ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าค่า pH ที่ใช้ในการสังเคราะห์มีผลต่อความเป็นผลึกและรูปร่างของแอนติโมนีทังสเตทเนื่องจากในสถานะที่มีความเป็นกรดสูงนั้นมีโปรตอน (H^+) อยู่ในระบบเป็นจำนวนมาก ทำให้ผลิตภัณฑ์แอนติโมนีทังสเตทที่เกิดขึ้นจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลสามารถเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ (reversible reaction) โดยเกิดการละลายและตกผลึกใหม่ (dissolution-recrystallization) ไปเรื่อย ๆ ซึ่งกระบวนการที่เกิดขึ้นนี้ส่งผลทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีผลึกขนาดเล็กและมีความบริสุทธิ์สูง โดยเมื่อระบบอยู่สถานะเบส (pH 7 และ 9) ไฮดรอกซิลไอออน (OH^-) ที่มีในระบบจะเกิดปฏิกิริยากับแอนติโมนีได้เป็นแอนติโมนีไฮดรอกไซด์ ($Sb(OH)_4$) เมื่อทำการไฮโดรเทอร์มอลจะเกิดปฏิกิริยาดีไฮดรอกซิเลต (dehydroxylate) ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นวัสดุภาคที่ไม่ต้องการ คือแอนติโมนีไดรอกไซด์ (Sb_2O_3) ขึ้น จากนั้นได้ทำการศึกษาผลของเวลาในการไฮโดรเทอร์มอลที่มีต่อรูปร่างของแอนติโมนีทังสเตท โดยงานวิจัยนี้ได้เลือกสถานะการสังเคราะห์โดยใช้ค่า pH 5 แล้วทำการปรับเปลี่ยนเวลาในการไฮโดรเทอร์มอลที่ต่างกัน คือ 30 นาที 1 ชั่วโมง 3 ชั่วโมง และ 12 ชั่วโมง ผลดังแสดงในรูปที่ 2.3 พบว่าเมื่อการไฮโดรเทอร์มอล 30 นาที จะได้อนุภาคนาโนขนาดเล็กที่รวมตัวกันเป็นจำนวนมาก เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 1 ชั่วโมง จะเกิดการโตของนิวเคลียสตามทิศทางระนาบ (planar direction) ทำให้ได้โครงสร้างเป็นแผ่นนาโน (nanosheets) และเมื่อเพิ่มเวลาเป็น 3 ชั่วโมง สารที่ได้จะมีรูปร่างเป็นทรงกลมระดับไมโครที่เกิดจากรวมกันของแผ่นนาโน และที่เวลา 12 ชั่วโมง สารที่ได้จะมีรูปร่างเป็นปุยที่เกิดจากรวมกันของเส้นริบบิ้นขนาดนาโน แสดงให้เห็นว่าเวลาในการไฮโดรเทอร์มอลมีผลต่อรูปร่างของแอนติโมนีทังสเตทโดยเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ลักษณะสัณฐานวิทยาของแอนติโมนีทังสเตทเปลี่ยนไป จากโครงสร้างที่เกิดจากการรวมกันในทิศทางเดียวของแผ่นนาโนเป็นเส้นริบบิ้นนาโน



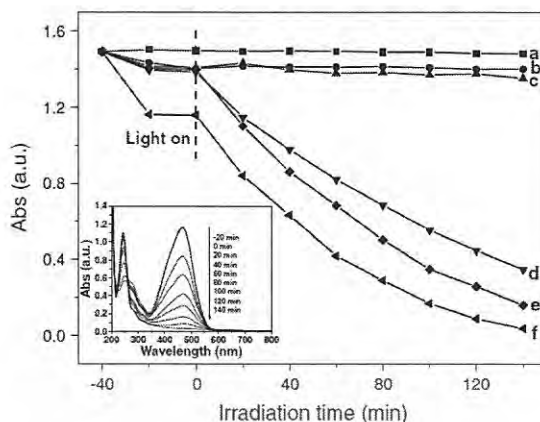
รูปที่ 2.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ต่างกัน [1]



รูปที่ 2.3 ภาพ SEM, TEM และ HRTEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ pH ต่างกัน รูป a, a') pH 1, b, b') pH 3 และ c, c') pH 5 และ 2.4.2) ภาพ SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้ pH 5 โดยการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างกัน a) 30 นาที b) 1 c) 3 และ d) 12 ชั่วโมง [1]

การทดสอบสมบัติการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer) พบว่าของแอนติโมนีทังสเตทมีการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 500 นาโนเมตร ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการคำนวณค่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้ประมาณ 2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ และจากการตรวจสอบสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทังสเตทในการสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ (methyl orange) ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต ดังแสดงผลในรูปที่ 2.4 พบว่าแอนติโมนีทังสเตทสามารถดูดซับสีย้อมเมทิลออเรนจ์ไว้ในโครงสร้างรูพรุน จากนั้นเมื่อทำการฉายแสงเป็นเวลา 140 นาที พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 1 สามารถสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้มากที่สุดถึงร้อยละ 98 ส่วนสารที่ได้จากการใช้ pH 3 กับ 5 สามารถสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ร้อยละ 89 และ 77 ตามลำดับ ส่วนสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 7 และ 9 ไม่สามารถสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ เนื่องจากเป็นวัฏภาคของแอนติโมนีไตรออกไซด์ (Sb_2O_3) ทำให้ไม่มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

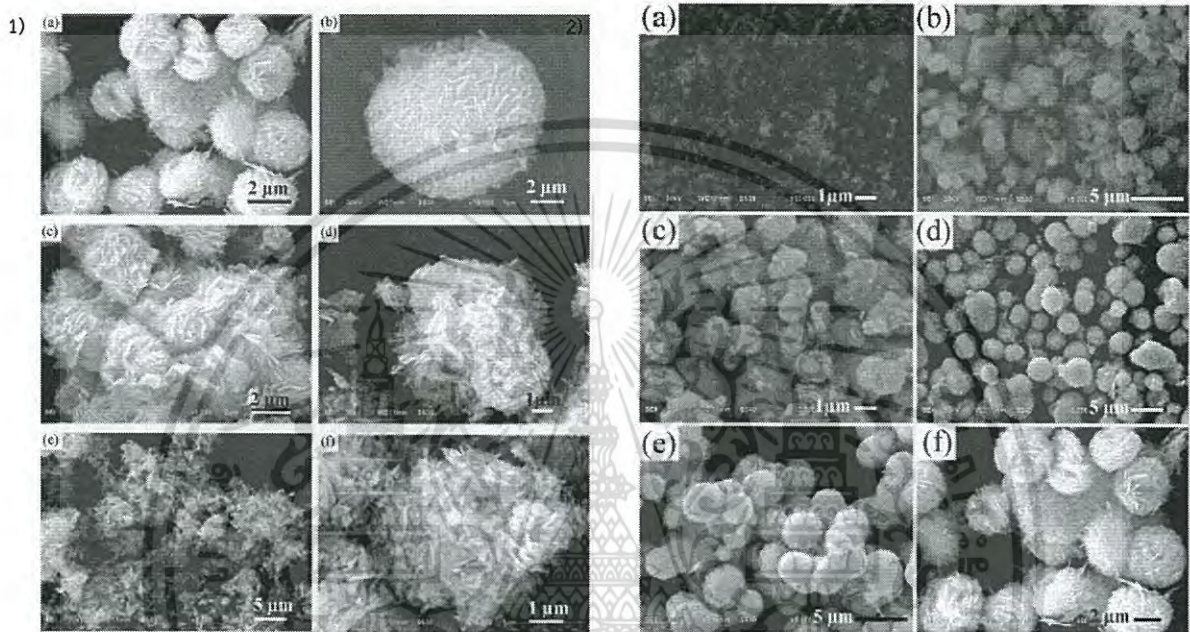


รูปที่ 2.4 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ โดยใช้แอนติโมนีทังสเตน ที่เตรียมจาก a) ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง b) pH 9 c) pH 7 d) pH 5 e) pH 3 และ f) pH 1 และ รูปเล็ก คือ ยูวี-วิสิเบิล สเปกตรัม ของสารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ เตรียมจากการใช้ pH 1 ที่เวลาต่าง ๆ โดยพบว่าเมื่อเวลาในการฉายแสงมากขึ้นส่งผลให้การดูดกลืน แสงของเมทิลออเรนจ์ลดลง [1]

งานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ [2] ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตนโดย การใช้ตัวทำละลายเป็นเอทานอล ซึ่งทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตนที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมในระดับไมโครที่ เกิดจากการซ้อนทับของโครงสร้างระดับนาโน โดยได้ศึกษาผลของสภาวะการสังเคราะห์ที่มีค่า pH ของ ระบบที่แตกต่างกัน คือ pH เป็น 2, 4 และ 7 และเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ต่างกัน คือ 0, 0.5, 1, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส โดยพบว่าแอนติโมนีทังสเตนที่ สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุภาคเตรคติก จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของสารที่สังเคราะห์ได้ด้วย เทคนิค SEM และ TEM ดังแสดงผลในรูปที่ 2.5 พบว่าแอนติโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2 มีรูปร่างทับซ้อนกันแบบ 3 มิติ โดยมีลักษณะเป็นทรงกลมคล้ายดอกไม้ (3D flower-like) ที่มี เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4 ไมโครเมตร เมื่อขยายภาพจะเห็นว่าทรงกลมระดับไมโครคล้ายดอกไม้ ประกอบขึ้นจากแผ่นนาโนขนาดเล็ก และสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 4 จะมีรูปร่างไม่เป็นทรง กลม สารที่ได้จากการใช้ที่ค่า pH 7 จะเป็นแผ่นนาโนกระจายตัวออก เมื่อศึกษาผลของเวลาในการทำ ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ต่างกัน คือ 0, 0.5, 1, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง พบว่าเมื่อใช้เวลาในการทำ ปฏิกิริยามากขึ้นจะทำให้ได้รูปร่างทรงกลมระดับไมโครคล้ายกับดอกไม้ในลักษณะสามมิติที่สมบูรณ์ขึ้น โดยการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง ทำให้ได้รูปร่างทรงกลมที่มีความสมบูรณ์มากที่สุด รูปที่ 2.6 แสดงกลไกของการเกิดแอนติโมนีทังสเตนที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมระดับไมโคร โดยเริ่มจากการเกิด ก่อผลึก (crystalline nucleation) จากรวมตัวกันของนิวคลีโอ (nuclei) ในสภาวะที่ไอออนของสารตั้ง ต้นอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturation) ในตัวกลางเอทานอลและน้ำ จากนั้นเกิดการโตของผลึกในแนว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

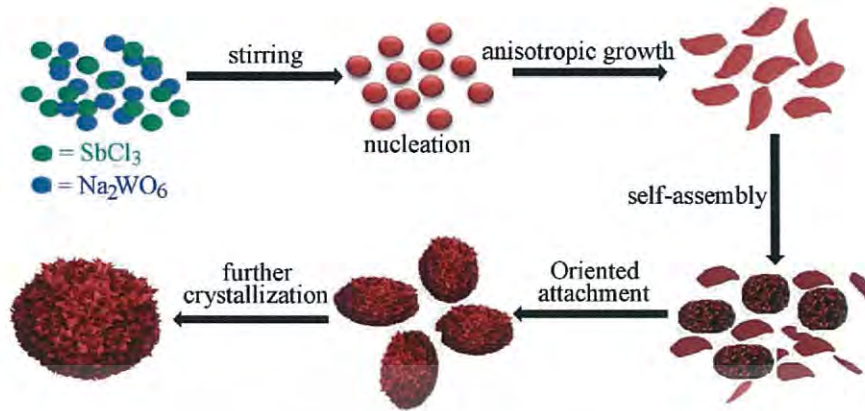
ระนาบเฉพาะในบางทิศทาง (anisotropic growth) ทำให้เกิดเป็นแอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างแบบแผ่นนาโนชั้น โดยแผ่นนาโนขนาดเล็กจะเข้าไปรวมตัวกับแผ่นนาโนขนาดใหญ่เพื่อลดพลังงานพื้นผิว (Ostwald ripening) โดยแผ่นนาโนแต่ละแผ่นจะเกิดการเกาะรวมตัวกัน (orientated attachment) ในแนวตั้งฉากกับระนาบผลึกและเกาะรวมตัวกันไปเรื่อย ๆ (self-assembly) ในลักษณะเดียวกัน เนื่องด้วยแรงทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) และพันธะไฮโดรเจนที่เกิดจากการใช้ทานอลและน้ำที่เป็นตัวกลาง ทำให้เกิดเป็นแอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมระดับไมโครชั้น



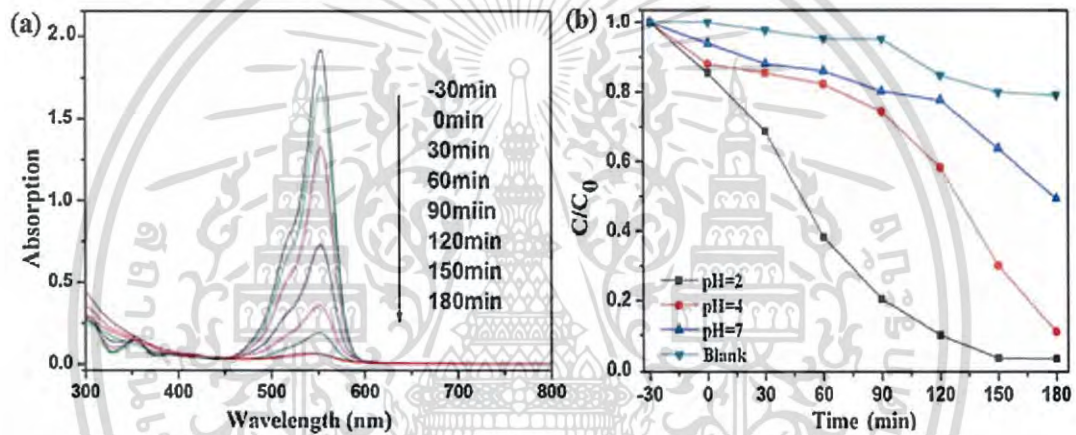
รูปที่ 2.5 2.5.1) ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ที่ต่างกัน a และ b) pH 2, c และ d) pH 4 และ e และ f) pH 7 และ 2.5.2) จากการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกัน a) 0 b) 0.5 c) 1 (d) 6 e) 12 และ f) 24 ชั่วโมง [2]

จากการศึกษาสมบัติทางแสง พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2, 4 และ 7 ที่เวลา 24 ชั่วโมง มีค่า E_g เป็น 2.17, 2.25 และ 2.63 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ และจากการศึกษาประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติ-โมนีทังสเตทในการสลายสี้อมโรดามีนบี ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต ดังแสดงผลในรูปที่ 2.7 พบว่าหลังการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 180 นาที ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2 สามารถสลายโรดามีนบี ได้ร้อยละ 100 ส่วนสารที่ได้จากการใช้ค่า pH 4 และ 7 สามารถสลายได้ร้อยละ 89 และ 51 ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้มีสาเหตุมาจากการที่แอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2 มีค่า E_g ที่ต่ำที่สุด และมีพื้นที่ผิวมากที่สุด จึงมีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดีที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 กลไกการเกิดแอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างซับซ้อนเป็นทรงกลมระดับไมโคร [2]

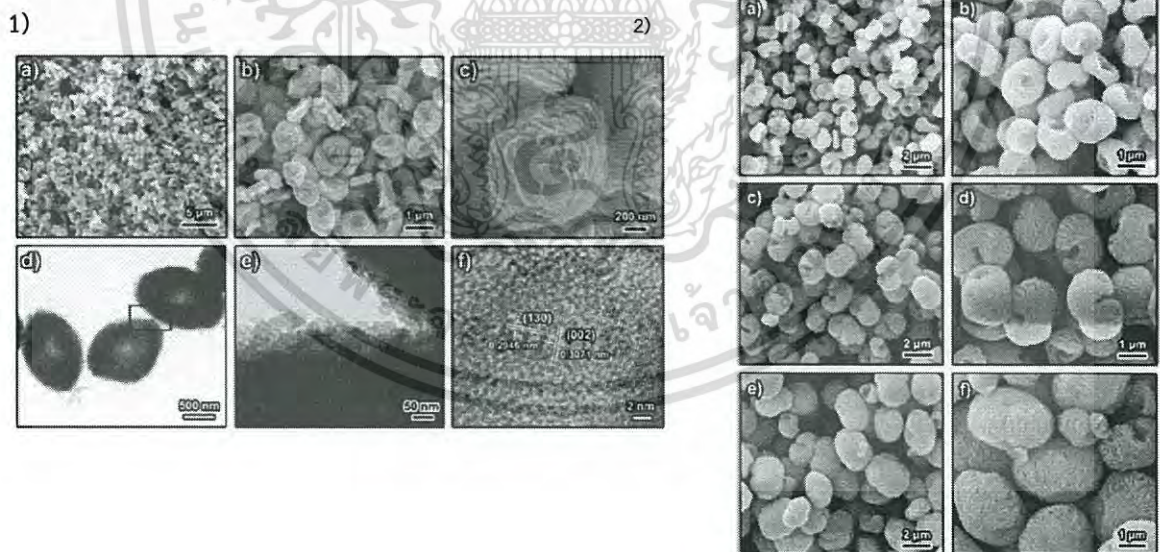


รูปที่ 2.7 a) ยูวี-วิสิเบิล สเปกตรัม แสดงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทังสเตท ในการสลายสีย้อมโรดามีนบี ภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่เวลาต่าง ๆ และ (b) ประสิทธิภาพ การในการสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากค่า pH ต่างกัน ภายใต้การ ฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่เวลาต่าง ๆ [2]

งานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และคณะ [4] ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แอนติ-โมนีทังสเตทที่ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยใช้เอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) เป็นตัวทำละลาย และทำการโซลโวเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยได้ศึกษาผลของ อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำในอัตราส่วน คือ 2:1, 1:1, 1:2 และ 1:5 และแบบเติมน้ำอย่างเดียวนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์ พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่เตรียมใน อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 มีวัฏภาคแบบออร์โธโรมบิก และมีค่า E_g เท่ากับ 2.25 อิเล็กตรอนโวลต์ จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราดที่มีกำลังขยายสูง (field emission scanning electron microscope; FE-SEM) โดยใช้สารที่

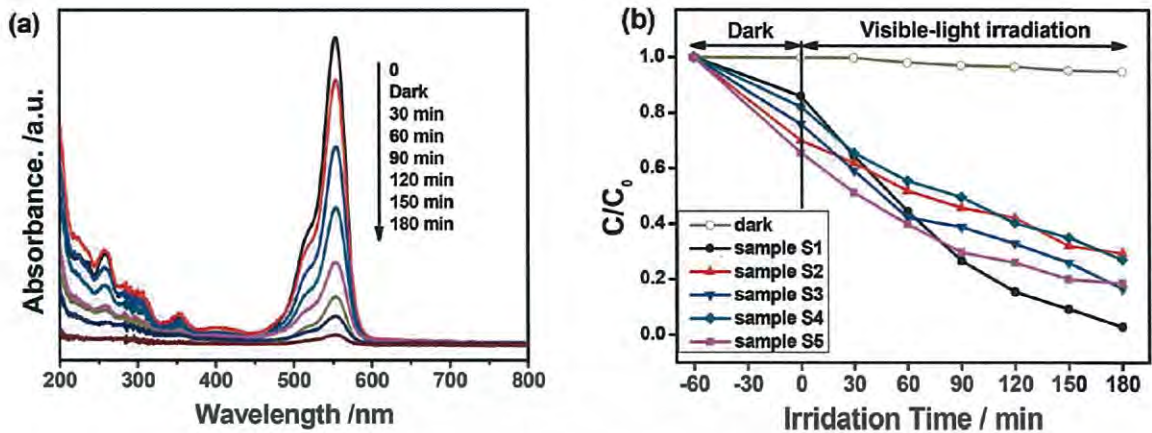
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 ดังแสดงผลในรูปที่ 2.8 พบว่าที่แอนทิโมนีทั้งสเททมีรูปร่างที่มีลักษณะเป็นวงรีแบนคล้ายโดนัท (doughnut-like flat ellipsoids) โดยตรงกลางมีลักษณะเว้า (concaves) มีขนาดกว้าง 800 นาโนเมตร ยาว 1.3 ไมโครเมตร และหนา 400 นาโนเมตร และเมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าแอนทิโมนีทั้งสเททอนุภาครูปวงรีประกอบด้วยโครงสร้างแผ่นนาโนที่มีขนาดกว้างเฉลี่ย 40 นาโนเมตร เรียงซ้อนทับกันเป็นลำดับชั้น เมื่ออัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำมากกว่าเอทิลีนไกลคอล จะทำให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นและรอยเว้าบริเวณตรงกลางของอนุภาคจะค่อย ๆ หายไป อีกทั้งยังมีโครงสร้างที่เป็นรูพรุนน้อยลง (รูปที่ 2.8.2) ซึ่งผลที่เกิดขึ้นมีสาเหตุมาจากการที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำที่เป็นตัวทำละลายที่ดีเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นกระบวนการเกิดผลึกและการเกาะรวมตัวกันของผลึกจึงเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น จากการศึกษาประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทั้งสเททในการสลายสีย้อมโรดามีนบี ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น ที่ความยาวคลื่นมากกว่า 420 นาโนเมตร ดังแสดงผลในรูปที่ 2.9 พบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีเพิ่มขึ้นจะสามารถสลายสีย้อมโรดามีนบี ได้มากขึ้น และยังพบว่าที่แอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 มีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงดีที่สุด (sample S5) เนื่องจากที่อัตราส่วนนี้ทำให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีพื้นที่ผิวสูงที่สุดและมีรูพรุนจำนวนมาก จึงมีพื้นที่ในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่มากเมื่อเทียบกับแอนทิโมนีทั้งสเททสังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนอื่น ๆ



รูปที่ 2.8 2.8.1) ภาพ a-c) FE-SEM, d, e) TEM และ f) HRTEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 และ 2.8.2) ภาพ SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำที่ต่างกัน a, b) 1:1, c, d) 1:2, และ e, f) 1:5 [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 (a) ยูวี-วิสิเบิล สเปกตรัม แสดงการดูดกลืนแสงของสีย้อมโรดามีนบีที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมจากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 ภายใต้การฉายรังสีที่ตามองเห็น ที่เวลาต่าง ๆ และ (b) แสดงการสลายสีย้อมโรดามีน บีด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงชนิดต่าง ๆ ที่ใช้เวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นต่างกัน [4]

จากการศึกษารายงานวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยการใช้วิธีโซลโวเทอร์มอลดังที่กล่าวมาข้างต้น แสดงให้เห็นว่าสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ ได้แก่ ชนิดของตัวทำละลาย อัตราส่วนของตัวทำละลาย ความเป็นกรด-ด่าง และเวลาที่ใช้ในการโซลโวเทอร์มอล ส่งผลอย่างมากต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และสมบัติการเป็นตัวเร่งทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรท ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงจะทำการศึกษาดังกล่าวถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยจะทำการปรับเปลี่ยนค่าตัวแปรตัวต่าง ๆ บนพื้นฐานจากข้อมูลที่ได้จากศึกษาวิจัยที่เกี่ยวข้อง สำหรับการศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลาย จะทำการศึกษาการใช้ตัวทำละลายที่ยังไม่ได้มีการรายงานมาก่อนในการใช้สังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล คือ กรดอะซิติก (CH_3COOH) กรดออกซาลิก (HOOCCOOH) เอทิลีนไดเอมีน ($\text{C}_2\text{H}_4(\text{NH}_2)_2$) และเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกแอซิด ($(\text{HOOCCH}_2)_2\text{NCH}_2)_2$) เนื่องจากตัวทำละลายเหล่านี้เป็นสารที่สามารถเกิดการโคออร์ดิเนต (coordination) กับโลหะและสารประกอบโลหะ (M คือ Sb^{3+} WO_4^{2-}) แล้วทำให้ได้เป็นสารประกอบที่มีรูปร่างแตกต่างกัน ทำให้เกิดเป็นต้นแบบ (pattern) ในการในการก่อผลึกในกระบวนการโซลโวเทอร์มอลที่มีทิศทางที่ต่างกัน ซึ่งน่าจะส่งผลให้ได้แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีความเป็นผลึกและมีรูปร่างที่แตกต่างกันออกไป อีกทั้งตัวทำละลายบางตัวดังที่กล่าวมาข้างต้น เช่น กรดอะซิติก และ เอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ยังได้ถูกใช้ในการสังเคราะห์บิสมัททั้งสเตรทซึ่งเป็นสารที่มีโครงสร้างแบบอูริไวเลียส แบบเดียวกันกับแอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลมาแล้ว ซึ่งผลที่ได้พบว่าทำให้ได้บิสมัททั้งสเตรทที่มีรูปร่างและสมบัติเฉพาะตัว [11, 12] นอกจากนั้นในโครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษาดังกล่าวถึงผลของปัจจัยอื่น ๆ คือ การศึกษาอัตราส่วนของตัวทำละลายซึ่งจะส่งผลต่อการแตกตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของไอออนและกระบวนการละลายของระบบ เพื่อให้ทราบถึงผลของปัจจัยเหล่านี้ที่มีต่อ มีต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และสมบัติทางแสง สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินงาน

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.1.1 ปีกเกอร์ 25, 50, 100, 250 และ 600 มิลลิลิตร
- 3.1.2 ปีเปตขนาด 1, 5 และ 10 มิลลิลิตร
- 3.1.3 กระจกตวง 10, 25 และ 100 มิลลิลิตร
- 3.1.4 ขวดปรับปริมาตร 10, 25 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 (magnetic bar)
- 3.1.13 แผ่นอลูมิเนียม
- 3.1.14 กระจกยูนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 3.1.15 เครื่องปั่นกวนและเตาให้ความร้อน
- 3.1.16 เครื่องชั่งดิจิทัล 4 ตำแหน่ง
- 3.1.17 เครื่องอัลตราโซนิค รุ่น DT 100 H บริษัท BANDELIN
- 3.1.18 ตู้อบ
- 3.1.19 ตู้ปฏิบัติการแรงปฏิบัติการทางแสงขนาด 21.6 x 18.0 x 23.5 เซนติเมตร
- 3.1.20 เครื่องปั่นเหวี่ยงแยกตะกอนรุ่น MEGAFULE บริษัท PRIMA SCIENTIFIC
- 3.1.21 หลอดกำเนิดแสงที่ตามองเห็น (visible light) บริษัท LAMPTON ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร
- 3.1.23 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น SU3500 บริษัท HITACHI
- 3.1.24 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น XRD-6100 บริษัท SHIMADZU

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.25 เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer; UV-VIS) รุ่น EVOLUTION 201 บริษัท THERMO

3.1.26 เครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรมิเตอร์ (Fluorescence spectrometer; PL) รุ่น FP-6300 บริษัท JASCO

3.1.27 เครื่องวัดพื้นที่ผิวและรูพรุนโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET) รุ่น autosorb 1 บริษัท AUTOSORB

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 เอทิลีนไดเอมีน ($\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$) ความบริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Carlo Erba
- 3.2.5 กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ($(\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{COONa})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99 % บริษัท Carlo Erba
- 3.2.6 กรดอะซิติก (CH_3COOH) ความบริสุทธิ์ 99.7 % บริษัท J.T. Baker
- 3.2.7 กรดออกซาลิกไดไฮเดรต ($(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Carlo Erba
- 3.2.8 เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Carlo Erba
- 3.2.9 เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ความบริสุทธิ์ 95 % บริษัท Carlo Erba
- 3.2.10 สีย้อมโรดามีนบี (Rhodamine-B; RhB) ความบริสุทธิ์ 95 % บริษัท SigmaAldrich
- 3.2.11 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc.HCl) เข้มข้น 37 % บริษัท Fisher Scientific
- 3.2.12 กรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ความเข้มข้น 30 % บริษัท Carlo Erba
- 3.2.13 น้ำปราศจากไอออน (de-ionized water)
- 3.2.14 น้ำกลั่น

3.3 วิธีการทดลอง

ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของแอนติโมนีไตรคลอไรด์ (Sb_3Cl) ต่อโซเดียมทังสเตท ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็น 2:1 โมล

3.3.1. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทังสเตท

1. ชั่ง SbCl_3 0.4562 กรัม ลงในปิกเกอร์ 1 แล้วนำมาละลายด้วยตัวทำละลายปริมาตร 8 มิลลิลิตร โดยได้ทำการปรับเปลี่ยนชนิดของตัวทำละลายและความเข้มข้นของตัวทำละลายดังแสดงในตารางที่ 3.1 และตารางที่ 3.2

2. ชั่ง $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.3298 กรัม ลงในบีกเกอร์ 2 แล้วนำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 8 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายในบีกเกอร์ 1 และ 2 ผสมกัน และปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องปั่นกวนเพื่อให้เข้ากันเป็นเวลา 20 นาที
4. ปรับ pH ของสารผสมในข้อ 3. ให้มีค่าเท่ากับ 1 ด้วยสารละลาย 4 โมลาร์ NaOH หรือ conc.HCl แล้วปั่นกวนต่ออีก 30 นาที
5. เมื่อครบ 30 นาที เทสารผสมที่ผ่านการปรับค่า pH แล้วลงในหม้อหนึ่งความดันขนาด 100 มิลลิลิตร
6. ทำการโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
7. เมื่อครบ 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจำนวน 5 ครั้ง และล้างด้วยเอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 จำนวน 1 ครั้ง
8. นำตะกอนที่ได้จากข้อ 7. มาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 ชนิดตัวทำละลาย ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล

ตัวทำละลาย		pH	อุณหภูมิ (°C) / เวลา (ชั่วโมง)
SbCl_3	$\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		
กรดออกซาลิก	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24
กรดอะซิติก	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24
เอทิลีนไดเอมีน	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24

3.3.2. การศึกษาสมบัติการสลายตัวของโรดามีนบีของแอนติโมนีทังสเตทภายใต้แสงที่ตามองเห็น

3.3.2.1 การเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี

1. ชั่งโรดามีนบี 0.005 กรัม นำมาละลายด้วยน้ำกลั่นและปรับปริมาตรในขวดปรับปริมาตรขนาด 1,000 มิลลิลิตร ที่หุ้มด้วยแผ่นอะลูมิเนียม ได้สารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm)
2. เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบีที่มีความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการปิเปตสารละลายโรดามีนบีที่เตรียมได้จากข้อ 1. มาปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปรับปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปิเปตความเข้มข้นโรดามีนบี ดังตารางที่ 3.3 โดยขวดปรับปริมาตรและ บีกเกอร์ต้องหุ้มแผ่นอะลูมิเนียม เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาทางแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 ความเข้มข้นของตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล

สถานะที่	ตัวทำละลาย	ความเข้มข้น (โมลาร์)
1		0.05
2	กรดออกซาลิก	0.10
3		0.15
4		0.05
5	กรดอะซิติก	0.10
6		0.15
7		0.05
8	เอทิลีนไดเอมีน	0.10
9		0.15
10		0.05
11	กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	0.10
12		0.15

3. นำสารละลายโรดามีนบีที่เตรียมได้ (ความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อ-ลิตร) มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer; UV-VIS) ที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร ซึ่งเป็นค่าความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) ของโรดามีนบี

4. นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐาน แผนผังการเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี

ตารางที่ 3.3 ความเข้มข้นและปริมาตรที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบี 25 มิลลิลิตร

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี

- นำตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเทท (ที่สังเคราะห์ได้จากตอนที่ 3.3.1) ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จากนั้นชั่ง 0.05 กรัม นำไปบดแล้วเทลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- ตวงสารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ที่เตรียมได้จากตอนที่ 3.3.2.1) ปริมาตร 200 มิลลิลิตร เทลงในบีกเกอร์ที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ความเข้มข้นร้อยละ 30 ลงไปด้วย 1 มิลลิลิตร เพื่อช่วยในการเกิดปฏิกิริยาจากนั้นนำเข้าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงโดยยังไม่ให้แสงที่ตามองเห็น (visible light) เป็นเวลา 90 นาที เพื่อศึกษากระบวนการดูดซับ
- เมื่อครบทุก ๆ 30 นาที ตูดสารละลายมา 15 มิลลิลิตร นำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน จากนั้นนำสารละลายโรดามีนบีไปทำการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทร-โฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร
- เมื่อครบ 90 นาที ให้ทำการปั่นกวตต่อและฉายแสงที่ตามองเห็นในตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงจนครบ 6 ชั่วโมง (ฉายแสงอีก 270 นาที) และเก็บตัวอย่างสารละลายโรดามีนบีทุก ๆ 30 นาที นำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง
- นำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไปหาความเข้มข้นโดยเทียบจากกราฟมาตรฐานสีย้อมโรดามีนบีที่ได้จากการเตรียมในตอน 3.2.2.1 และคำนวณหาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี

โดยค่าคงที่การสลายสีย้อมสามารถหาได้จากสมการที่ 3.1

$$-\ln \left(\frac{C_t}{C_0} \right) = k_{app} \quad (3.1)$$

k_{app} คือ ค่าคงที่การสลายสีย้อม

C_t คือ ความเข้มข้นของสารละลายสีย้อมที่เวลาต่าง ๆ หลังการให้แสง

C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสีย้อมก่อนให้แสง (หลังการดูดซับ)

โดยทำการพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $-\ln \left(\frac{C_t}{C_0} \right)$ (แกน y) และเวลา (แกน x) แล้วหาค่าคงที่การสลายสีย้อมได้จากความชัน (slope) ของกราฟ

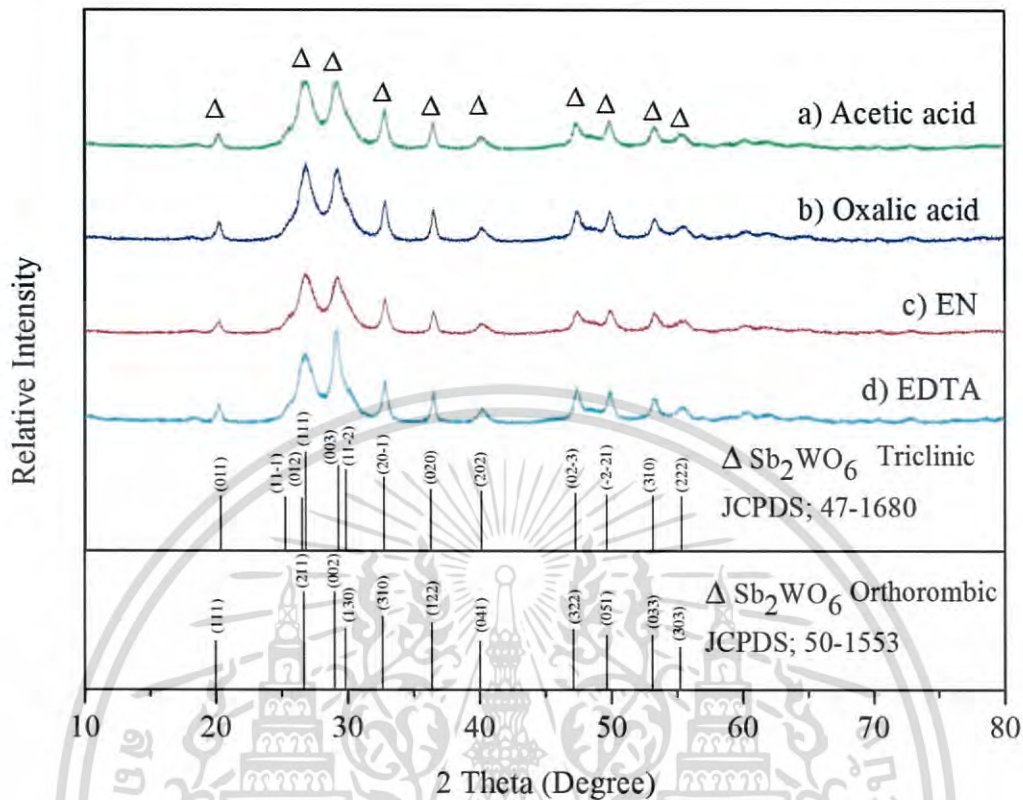
บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปราย

4.1 การศึกษาผลของชนิดของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตท

4.1.1 การศึกษาโครงสร้างผลึก

ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ด้วยวิธีการโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยปรับค่า pH ให้เท่ากับ 1 ตามสภาวะดังแสดงในตารางที่ 3.1 นำสารที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometry; XRD) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยพบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง 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, 49.78, 53.21 และ 55.36 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (011), (111 $\bar{}$), (012), (111), (003), (112), (201 $\bar{}$), (020), (202), (023 $\bar{}$), (2 $\bar{2}$ 1), (310) และ (222) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) และไม่พบการเลี้ยวเบนที่แสดงถึงการปนเปื้อนของวัฏภาคอื่น (impurity) ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโว-เทอร์มอลโดยการใช้สารละลายที่แตกต่างกันทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิกที่มีความบริสุทธิ์ จากการคำนวณขนาดผลึก (crystallite size) ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ โดยการใช้สมการของ Scherrer's ในการหาค่าขนาดผลึก ตามวิธีดังแสดงภาคผนวก ข พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ขึ้นจากกรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายมีค่าขนาดผลึกเท่ากับ 9.08 ± 3.63 , 8.19 ± 4.15 , 7.61 ± 3.83 และ 9.68 ± 4.19 นาโนเมตร



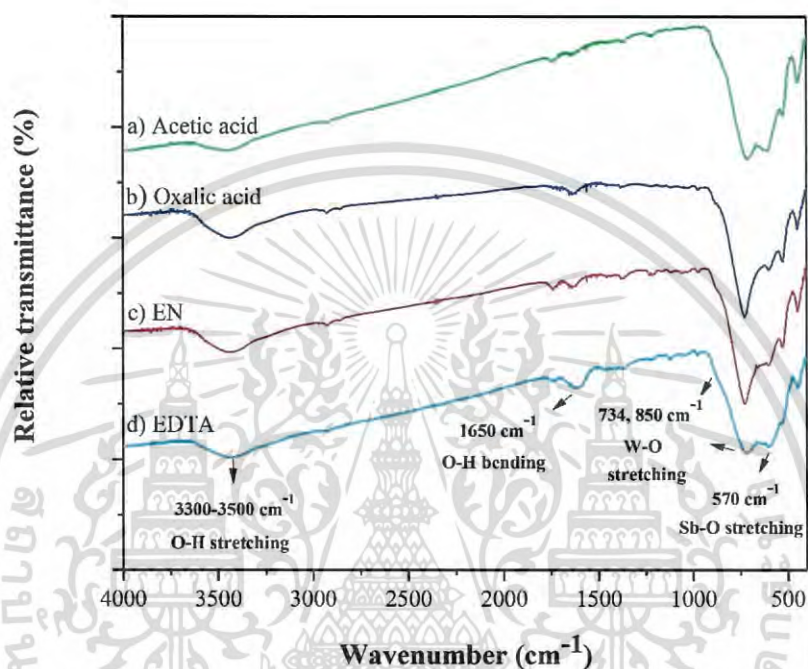
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ที่ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ a) กรดอะซิติก b) กรดออกซาลิก c) เอทิลีนไดเอมีน และ d) กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนทิโมนีทังสเตต (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

4.1.2 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุล

จากการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตตโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลด้วยการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ กันคือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก โดยเมื่อทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสารด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR) ผลที่ได้แสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของสารที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยการใช้สารละลายทั้ง 4 ชนิด มีลักษณะคล้ายคลึงกัน โดยพบช่วงการดูดกลืนแสงที่เลขคลื่น 570 cm^{-1} ที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Sb-O แบบยืดหด และช่วงการดูดกลืนแสงที่เลขคลื่น 734 และ 850 cm^{-1} ที่ตรงกับการสั่นของพันธะ W-O แบบยืดหด ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนทิโมนีทังสเตต โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Yanling Geng และคณะ [35] ที่ได้ทำการศึกษาอินฟราเรด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สเปกตรัมของบิสมัททังสเตท (bismuth tungstate; Bi_2WO_6) จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และเทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตทที่มีความบริสุทธิ์จากการใช้สารละลายทั้ง 4 ชนิด โดยการใช้วิธีโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการปรับค่า pH ของระบบให้เท่ากับ 1



รูปที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลาย a) กรดอะซิติก b) กรดออกซาลิก c) เอทิลีนไดเอมีน และ d) กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติก

4.1.3 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) พบว่ารูปร่างของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้สารละลายที่ต่างกัน คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติก ทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีรูปร่างสามมิติขนาดไมโครเมตรที่เกิดจากการซ้อนทับของอนุภาคเริ่มต้นขนาดนาโนเมตร (micro-nano hierarchical structure) ที่มีลักษณะเป็นแท่งและแผ่นคล้ายเส้นริบบิ้น (ribbon) ที่มีขนาดและลักษณะแตกต่างกัน เมื่อนำภาพถ่าย SEM ที่ได้ไปตรวจวัดขนาดของอนุภาคแบบสามมิติและอนุภาคที่ซ้อนทับกันด้วยโปรแกรม Image J ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1 จากการสังเคราะห์โดยใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ พบว่ากลไกพื้นฐานในการเกิดเป็นอนุภาคขนาด

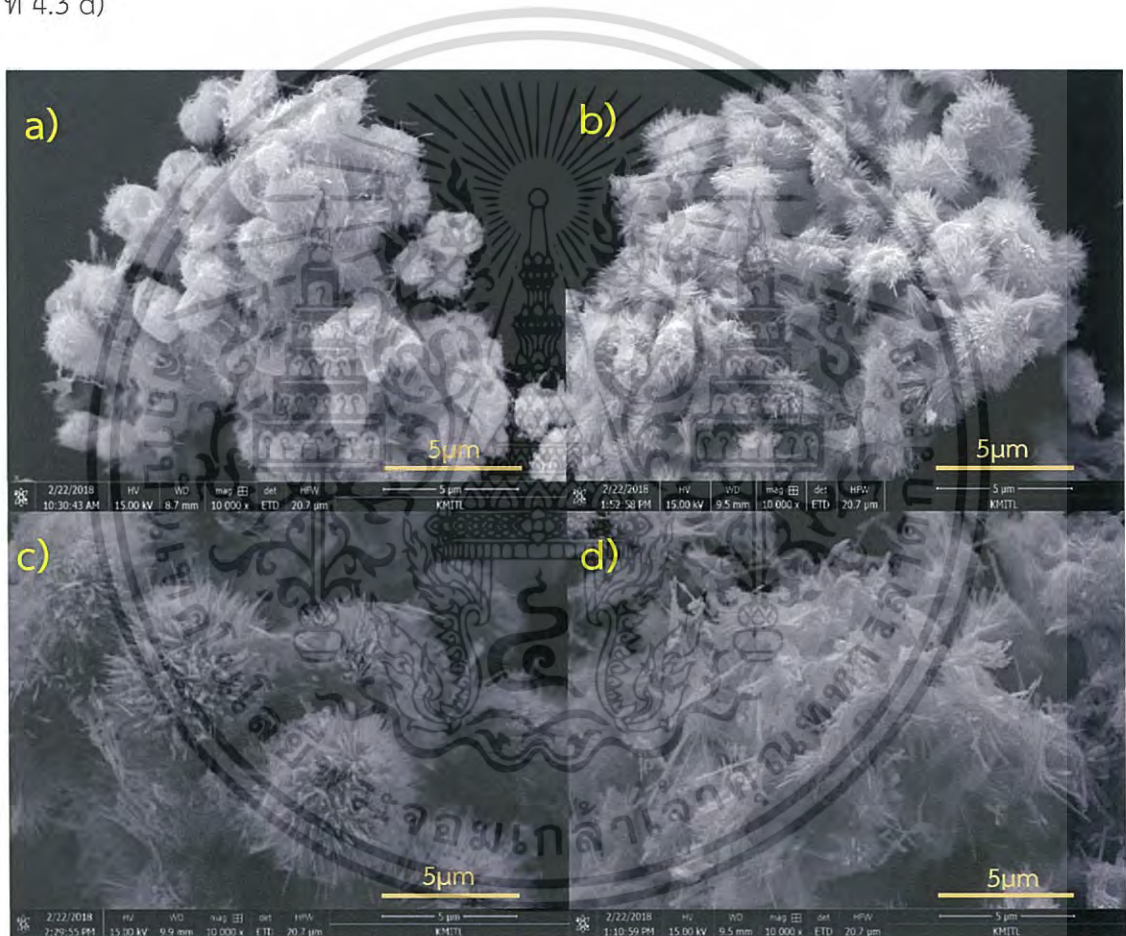
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นาโนเมตรและการซ้อนทับกันเพื่อเกิดเป็นอนุภาคสามมิติขนาดไมโครเมตร เริ่มจากไอออนของสารตั้งต้นรวมตัวกันเกิดเป็นนิวเคลียส จากนั้นนิวเคลียสจะโตตามทิศทางระนาบผลึกในทิศทางใดทิศทางหนึ่งแบบแอนไอโซโทรปิก (anisotropic growth) โดยการกำหนดรูปแบบ (pattern) จากการโคออร์ดิเนตและความเกาะเกาะของลิแกนด์ ทำให้ได้อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่มีรูปร่างเป็นเส้นริบบิ้น จากนั้นอนุภาคขนาดนาโนเมตรจะรวมตัวกันโดยการซ้อนทับกันเป็นชั้น ๆ เพื่อลดพลังงานพื้นผิว (surface energy) สุดท้ายจะได้เป็นอนุภาคแบบสามมิติมีความซับซ้อนในระดับนาโนเมตรร่วมกับไมโครเมตร

ส่วนกลไกการเกิดแอนทิโมนีทั้งสเทที่มีรูปร่างที่แตกต่างกันที่เป็นผลมาจากการใช้สารละลายที่ต่างกัน สามารถอธิบายได้จากความสามารถในการละลายและลักษณะการเข้าจับกับอะตอมกลางของสารละลายแต่ละชนิด ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1 และตารางที่ 2.2 โดยการที่สารละลายแต่ละชนิดมีความสามารถในการละลายที่ต่างกันและเป็นลิแกนด์ที่ต่างกันจึงมีผลต่อความสามารถและลักษณะการเข้าไปจับ (capping) หรือเกิดโคออร์ดิเนต (coordinate) กับไอออนของโลหะอะตอมกลาง (central ion) ได้ต่างกัน โดยสามารถเรียงลำดับความสามารถในการละลายของสารได้ดังนี้ กรดอะซิติก (CH_3COOH , bidentate ligand) > กรดออกซาลิก ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$, bidentate ligand) > เอทิลีนไดเอมีน ($\text{C}_2\text{H}_4(\text{NH}_2)_2$, bidentate ligand) > กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$, hexadentate ligand) [19] สารละลายที่ใช้มีความหนืดต่างกัน โดยสารละลายที่มีความหนืดน้อยจะทำให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ดีจะช่วยลดการเกิดโคออร์ดิเนตกับไอออนของโลหะอะตอมกลาง ส่งผลให้เกิดกระบวนการเกิดนิวเคลียส (nucleation) เพิ่มขึ้นและมีการรวมตัวกันของนิวเคลียสเพิ่มมากขึ้น จึงทำให้กระบวนการโตของผลึก (growth) เกิดได้น้อย จึงทำให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดเล็ก แต่หากสารละลายมีความหนืดมากจะส่งผลให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ไม่ดีเท่าที่ควรจึงทำให้ไอออนของโลหะอะตอมกลางเกิดการรวมตัวกันเป็นนิวเคลียสได้น้อย เมื่อมีจำนวนนิวเคลียสน้อย จึงทำให้แต่ละนิวเคลียสเกิดการโตได้มาก ทำให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดใหญ่ โดยการใช้อกรดอะซิติกเป็นสารละลายจะได้อนุภาคสามมิติที่มีลักษณะเป็นรังนก (nest-like structure) ขนาดเล็ก เนื่องจากกรดอะซิติกมีความสามารถในการละลายสูงทำให้กระบวนการเกิดนิวเคลียส (nucleation) เกิดขึ้นได้ดีกว่ากระบวนการโตของผลึก (growth) ทำให้ได้อนุภาคตั้งต้นเป็นเส้นริบบิ้นที่มีขนาดเล็กเป็นจำนวนมาก [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 a) การใช้กรดออกซาลิกจะทำให้ได้อนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างคล้ายโบว์ (bow-like structure) เนื่องจากกรดออกซาลิกมีความสามารถในการละลายค่อนข้างสูง กระบวนการเกิดนิวเคลียสเกิดได้น้อยลง อนุภาคตั้งต้นที่ได้เป็นเส้นริบบิ้นนาโนขนาดเล็ก แต่อย่างไรก็ตามกรดออกซาลิกสามารถละลายน้ำได้น้อยกว่ากรดอะซิติก จึงส่งผลให้ได้เส้นริบบิ้นขนาดนาโนที่ยาวกว่า จึงได้อนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างคล้ายโบว์ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 b) การใช้เอทิลีนไดเอมีนที่สารละลายทำให้ได้อนุภาคสามมิติคล้ายดอกไม้ (flower-like structure) เนื่องจากเอทิลีนไดเอมีนมีความสามารถในการละลายน้ำน้อยกว่ากรดอะซิติกและกรดออกซาลิกจึงทำให้กระบวนการเกิดนิวเคลียสเกิดขึ้นน้อย

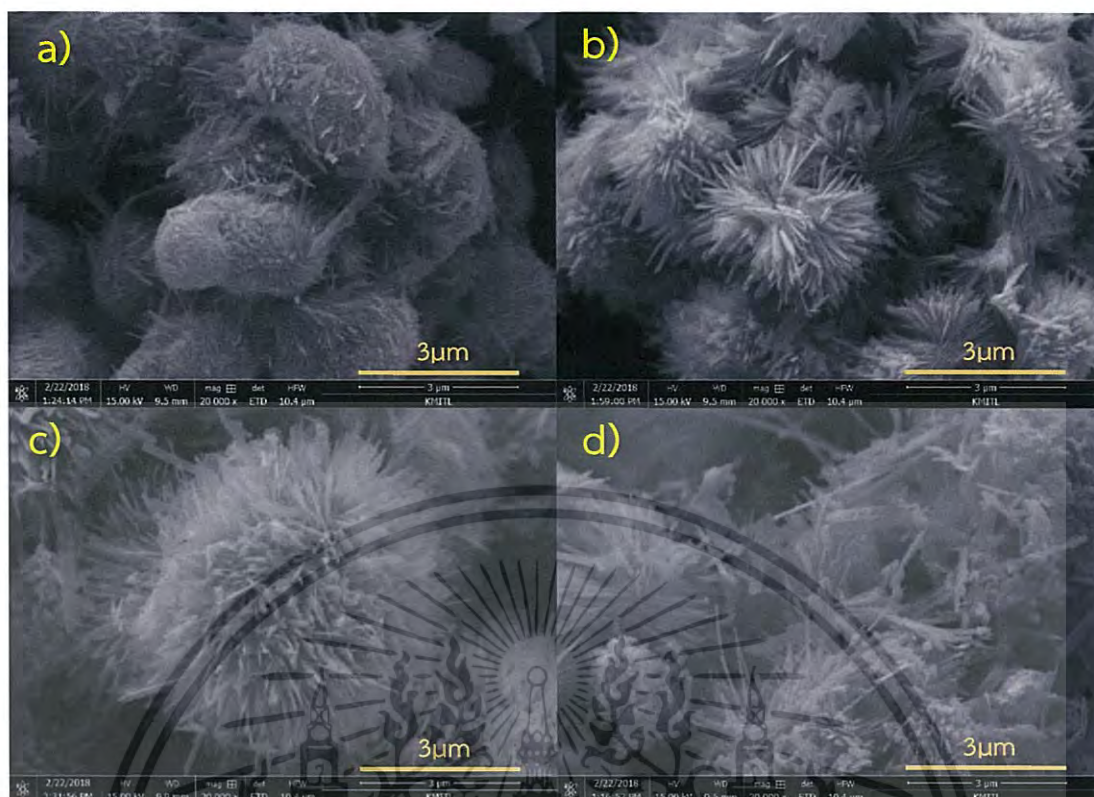
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และเกิดกระบวนการโตของผลึกได้มากกว่า ทำให้ได้อนุภาคตั้งต้นที่เป็นเส้นริบบิ้นนาโนมีขนาดที่ยาวกว่าการใช้กรดอะซิติกและกรดออกซาลิกเป็นสารละลาย [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 c) ส่วนการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายเกิดการซ้อนทับกันของเส้นริบบิ้นนาโนที่ยาวที่สุดและไม่มีกรรมตัวกันเป็นอนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างแน่นอน เนื่องจากกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกมีความสามารถในการละลายต่ำ จึงทำให้มีความหนืดมากกว่าการใช้สารละลายอื่น ๆ ส่งผลให้กระบวนการโตของผลึกในทิศทางเดียวเกิดขึ้นมากจึงทำให้ได้อนุภาคตั้งต้นที่เป็นเส้นริบบิ้นที่ยาว และการที่กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่และมีความเกาะก่จึงไปขัดขวางการรวมตัวกันของอนุภาคตั้งต้น ทำให้ได้อนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างไม่แน่นอน [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 d)



รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากสารละลายต่างกัน a) กรดอะซิติก b) กรดออกซาลิก c) เอทิลีนไดเอมีน และ d) กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากสารละลายต่างกัน a) กรดอะซิติก b) กรดออกซาลิก c) เอทิลีนไดเอมีน และ d) กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

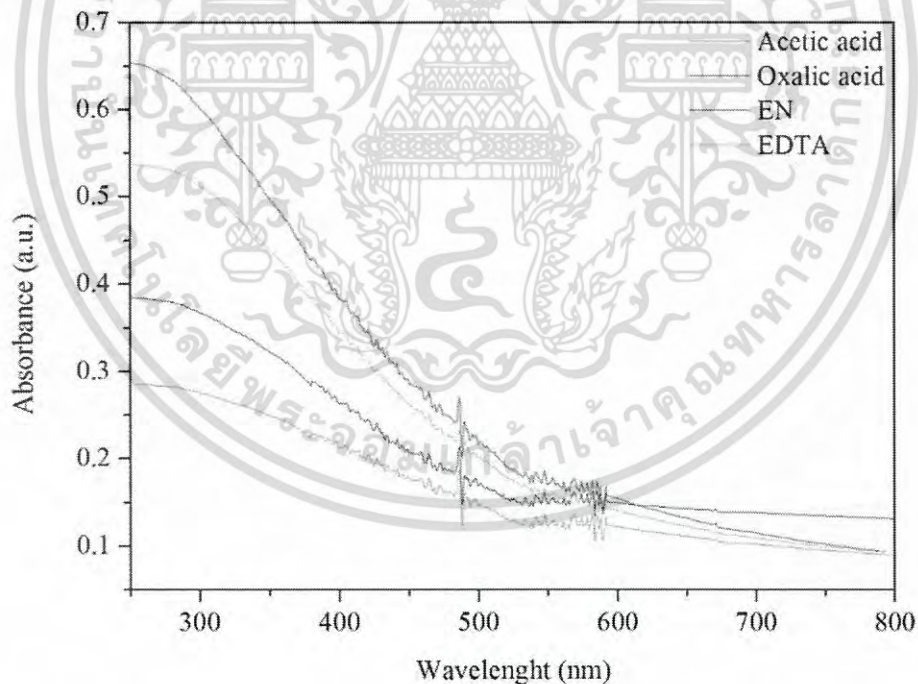
ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

ชนิดสารละลาย	อนุภาคที่มาซ้อนทับ				อนุภาคสามมิติ	
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD		ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว		กว้าง	ยาว
กรดอะซิติก	เส้นริบบิ้น	$0.14 \pm$	$0.81 \pm$	รังนก	$1.58 \pm$	$2.60 \pm$
		0.07	0.15		0.12	0.29
กรดออกซาลิก	เส้นริบบิ้น	$0.06 \pm$	$1.05 \pm$	โบว์	$0.52 \pm$	$2.19 \pm$
		0.01	0.22		0.01	0.49
เอทิลีนไดเอมีน	เส้นริบบิ้น	$0.18 \pm$	$1.10 \pm$	ดอกไม้	$5.85 \pm$	$6.76 \pm$
		0.07	0.20		0.31	0.61
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	เส้นริบบิ้น	$0.16 \pm$	$1.40 \pm$	แฉก	$1.30 \pm$	$3.40 \pm$
		0.05	0.45		0.04	0.21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโกปี

จากการศึกษาการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทั้งสเททด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy) ผลที่ได้ดังผลแสดงในรูปที่ 4.5 และตารางที่ 4.2 พบว่าแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก มีค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (onset adsorbtion edge) ที่ความยาวคลื่น คือ 509.95, 513.04, 494.13 และ 508.88 นาโนเมตร ตามลำดับ จากนั้นทำการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band gab energy; E_g) จากสเปกตรัมที่ได้ วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ค ผลการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของแอนติโมนีทั้งสเททแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก เป็นสารละลายมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากับ 2.42, 2.42, 2.51 และ 2.44 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการใช้ชนิดสารละลายที่ต่างกัน ส่งผลต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่างกัน อีกทั้งค่าที่ได้ยังสอดคล้องกับผลของขนาดผลึกที่คำนวณได้จากเทคนิค XRD ดังแสดงไว้ในตอนที่ 4.1.1 โดยพบว่าขนาดผลึกของแอนติโมนีทั้งสเททที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าพลังงานช่องว่างพลังงานมีแนวโน้มที่ลดลง



รูปที่ 4.5 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

ตารางที่ 4.2 ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนติโมนีทั้งสเปกที่ใช้สารละลายต่างชนิด

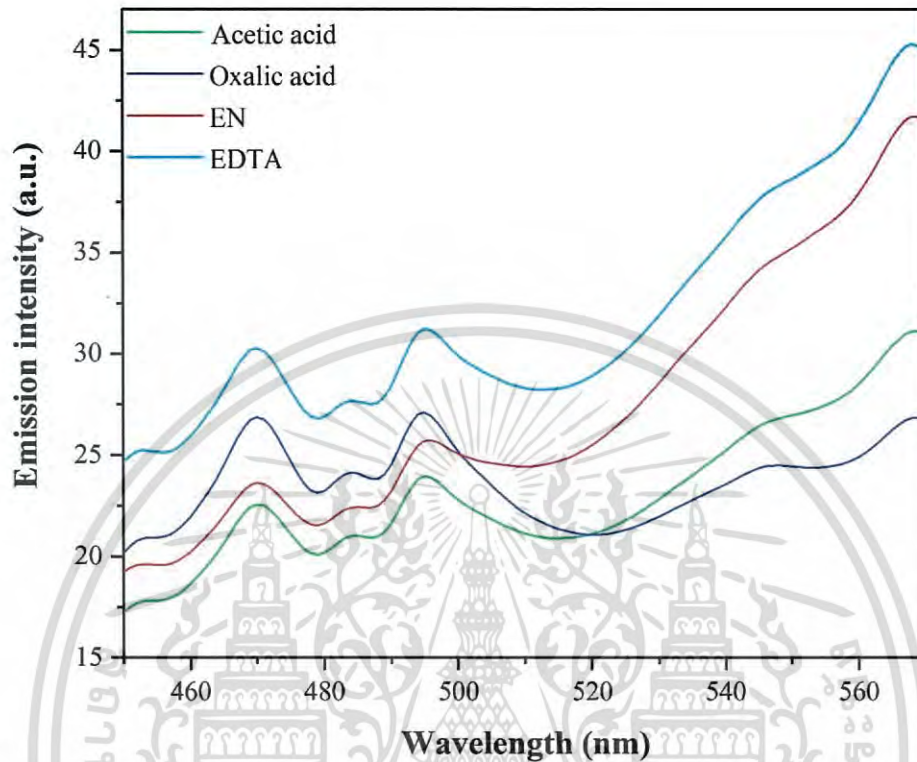
ชนิดสารละลาย	ค่าเริ่มการดูดกลืนแสง (nm)	ค่าพลังช่องว่างพลังงาน (eV)
กรดอะซิติก	512.09	2.42
กรดออกซาลิก	512.13	2.42
เอทิลีนไดเอมีน	494.13	2.51
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	508.88	2.44

4.1.5 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี

จากการศึกษาสมบัติทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (fluorescence spectroscopy) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งเทคนิคนี้ใช้วิเคราะห์คุณสมบัติของสารโดยการอาศัยการดูดกลืนแสงที่ส่งผลให้โมเลกุลถูกกระตุ้นและมีการสั่นภายในโมเลกุลจากระดับชั้นพลังงานสถานะพื้น (ground state) ไปสู่ระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น (excited state) เรียกว่าการดูดพลังงาน (excited energy) โมเลกุลที่มีการเคลื่อนที่ไปอยู่ในระดับของชั้นพลังงานที่สูงจะไม่มีเสถียร จึงมีการปลดปล่อยพลังงานและตกลงมาในชั้นระดับพลังงานที่ต่ำกว่า พลังงานที่โมเลกุลปลดปล่อยจากระดับชั้นพลังงานกระตุ้นชั้นที่หนึ่งสู่ระดับชั้นพลังงานสถานะพื้น จะทำให้เกิดการคายโฟตอน (emission of photon) ทำให้เกิดสเปกตรัมในช่วงฟลูออเรสเซนซ์ [34] จากผลการทดลองเมื่อให้พลังงานกระตุ้นที่ความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร พบว่าสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ มีลักษณะเดียวกัน คือ มีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 470, 495 และ 547 นาโนเมตร ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทั้งสเปก โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และคณะ [4] ที่ได้ทำการศึกษาสมบัติทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเปก และเมื่อทำการพิจารณาที่ความเข้มของการคายพลังงานพบว่าที่ความยาวคลื่น 470 และ 495 นาโนเมตร แอนติโมนีทั้งสเปกที่ใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลาย พบว่ามีความเข้มของการคายพลังงานที่มากกว่าแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดอะซิติกเป็นสารละลายตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกมีการกลับมารวมกันของอิเล็กตรอนและโฮล (electron-hole recombination) ที่มากกว่าแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากกรดอะซิติก กรดออกซาลิก และเอทิลีนไดเอมีน ซึ่งความแตกต่างของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมบัติทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันเป็นผลมาจากความเป็นผลึก (crystallinity) และการมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่มาซ้อนทับที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.6 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

4.1.6 การศึกษาพื้นที่ผิวและรูพรุน

เมื่อนำวัสดุที่ได้ไปทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและรูพรุนจากวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET) ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ มีพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) และขนาดรูพรุน (pore size) ที่แตกต่างกัน โดยพื้นที่ผิวจำเพาะอยู่ในช่วง 26.83-58.26 ตารางเมตรต่อกรัม (m^2/g)

ตารางที่ 4.3 ปริมาณพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิว (m^2/g)	ขนาดรูพรุน (\AA)
กรดอะซิติก	26.83	83.75
กรดออกซาลิก	58.26	148.0
เอทิลีนไดเอมีน	54.71	70.31
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	46.50	179.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทังสเตท

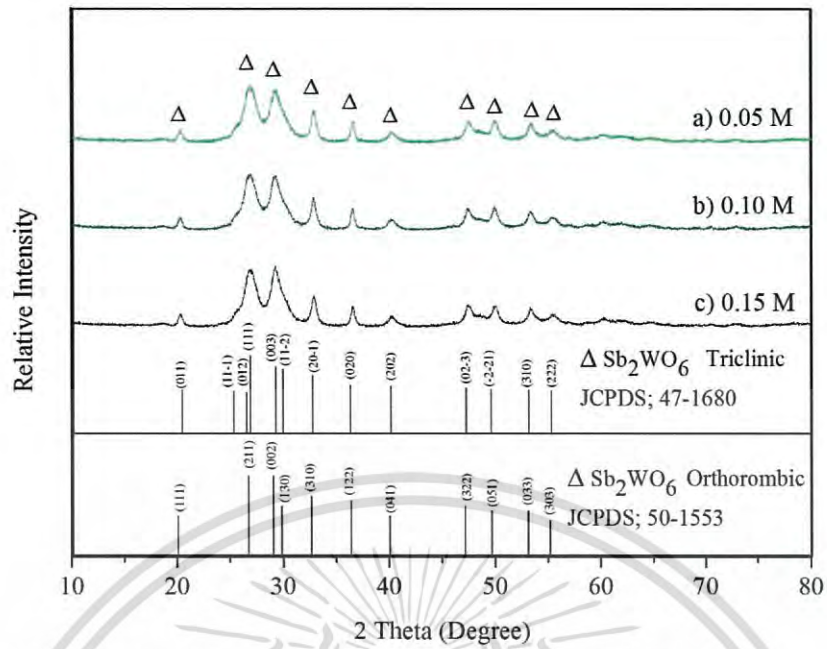
4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึก

ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยการใช้สารละลาย 4 ชนิด คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกัน และใช้เวลาในการโซลโวเทอร์มอล 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส และปรับค่า pH ให้เท่ากับ 1 โดยทำการศึกษาผลของความเข้มข้นต่างกัน ดังนี้ คือ 0.05, 0.1 และ 0.15 โมลาร์ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 จากนั้นนำผลึกที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.7-4.10 โดยพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ใช้ความเข้มข้นต่างกัน 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, 49.78, 53.21 และ 55.36 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (011), (111), (012), (111), (003), (112), (201), (020), (202), (023), (221), (310) และ (222) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นต่างกัน ทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิกเหมือนกัน จากการคำนวณขนาดผลึกของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สมการของ Scherrer's ตามวิธีดังแสดงภาคผนวก ข พบว่าขนาดผลึกของแอนติโมนีทังสเตทที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นต่างกัน มีค่าอยู่ในช่วง 7.36-11.14 นาโนเมตร ดังแสดงในตารางที่ 4.4 โดยขนาดผลึกมีแนวโน้มที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อค่าความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้มีค่าสูงขึ้น

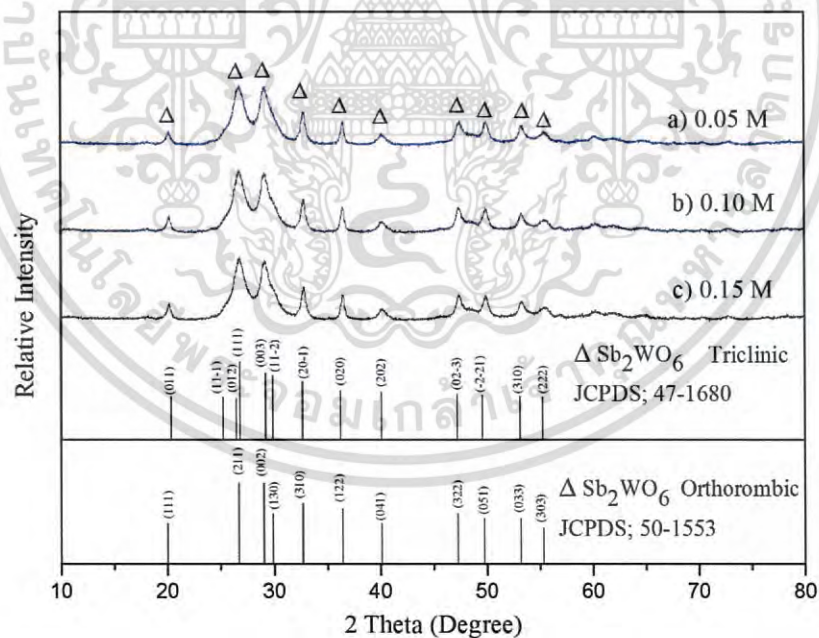
ตารางที่ 4.4 ขนาดผลึกของแอนติโมนีทังสเตท

สารละลาย	ค่าเฉลี่ยขนาดผลึก (nm) \pm SD		
	0.05 M	0.10 M	0.15 M
กรดอะซิติก	7.83 \pm 3.75	9.08 \pm 3.63	9.11 \pm 3.51
กรดออกซาลิก	8.12 \pm 3.83	8.19 \pm 4.15	8.22 \pm 3.73
เอทิลีนไดเอมีน	7.36 \pm 4.38	7.61 \pm 3.83	7.74 \pm 3.79
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	8.96 \pm 3.64	9.68 \pm 4.19	11.14 \pm 5.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

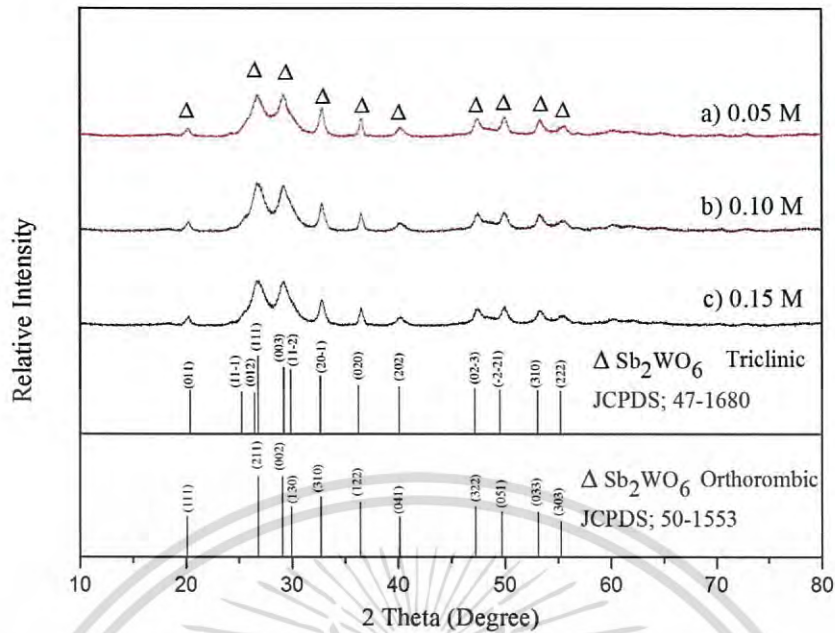


รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

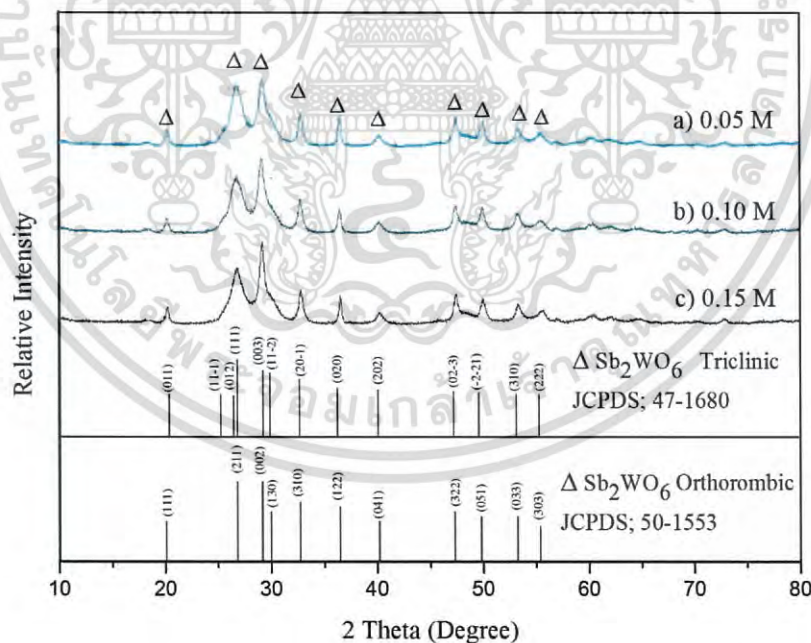


รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้เอทิลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

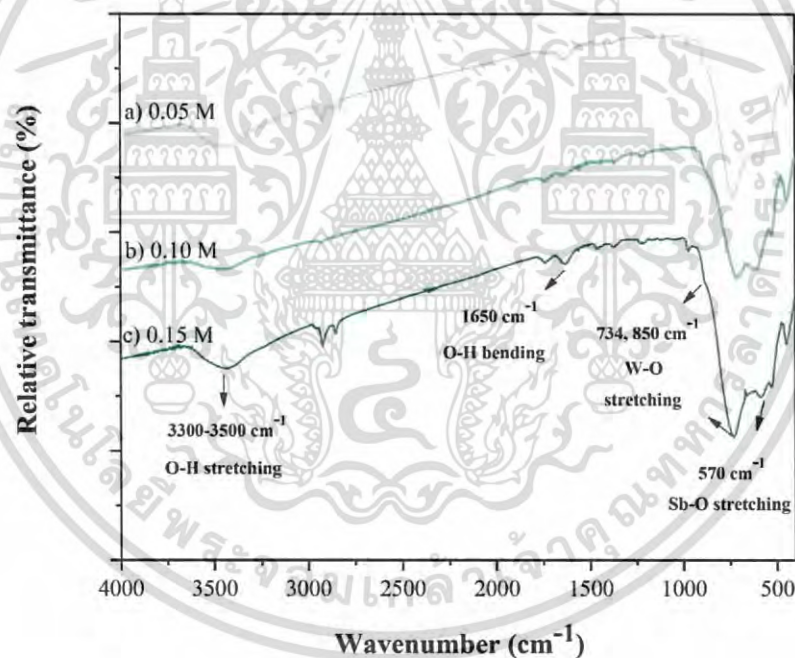


รูปที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

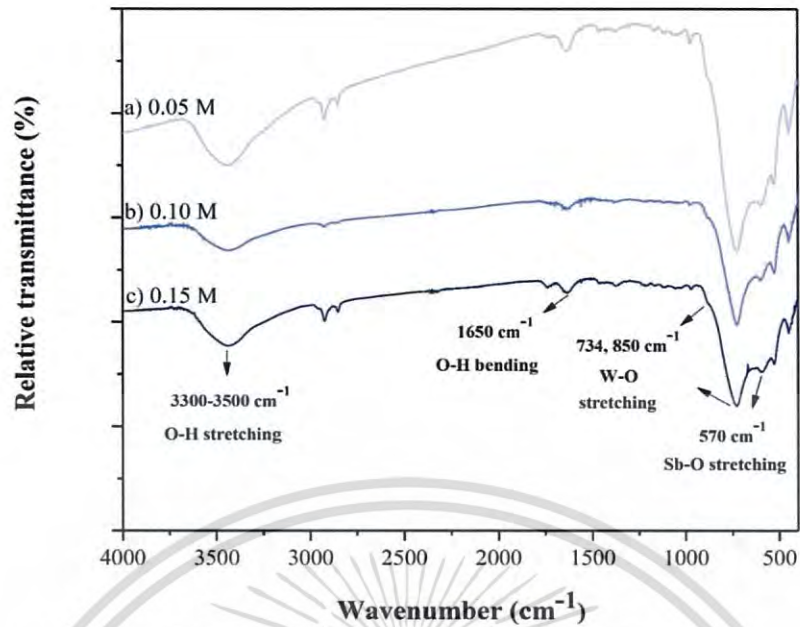
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุล

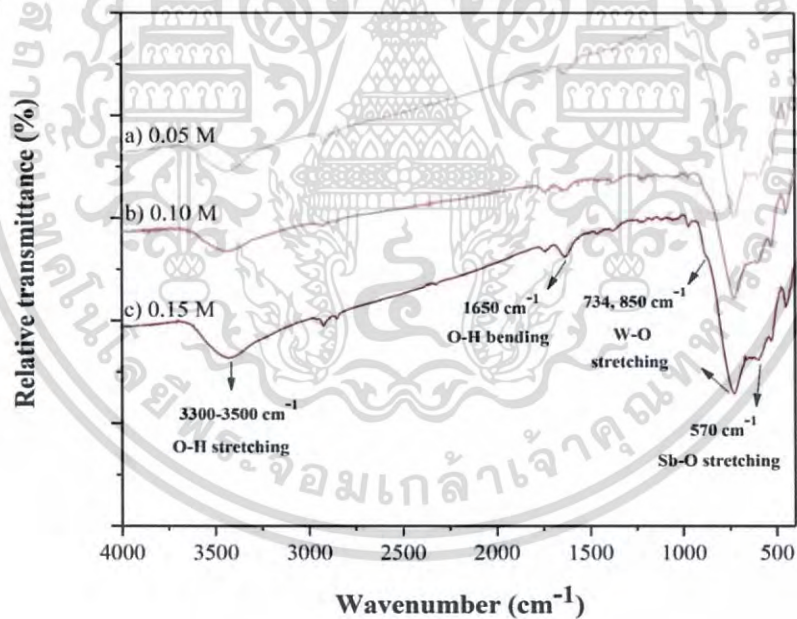
เมื่อทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลจากการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยการใช้ความเข้มข้นของสารละลายที่แตกต่างกัน คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ ด้วยเทคนิค FT-IR ผลที่ได้แสดงในรูป 4.11-4.14 พบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยความเข้มข้นของสารละลายที่แตกต่างกัน พบช่วงการดูดกลืนแสงที่แสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทั้งสเตรท คือ การสั่นของพันธะ Sb-O แบบยืดหดที่เลขคลื่น 570 cm^{-1} พบการสั่นของพันธะ W-O แบบยืดหดที่เลขคลื่น 734 และ 850 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบช่วงการดูดกลืนแสงของพันธะ O-H แบบยืดหดที่เลขคลื่น $3300-3500\text{ cm}^{-1}$ และช่วงการดูดกลืนแสงของพันธะ O-H แบบงอที่เลขคลื่น 1650 cm^{-1} ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากความชื้นที่ดูดซับที่ผิวของสาร (physical absorbed water) และความชื้นจากโพแทสเซียมโบรไมด์ (potassium bromide; KBr) ที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมสารผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ FT-IR แสดงให้เห็นว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเข้มข้นของสารละลายที่แตกต่างกัน คือ แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีความบริสุทธิ์



รูปที่ 4.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้น a) 0.05 M b) 0.10 M และ c) 0.15 M

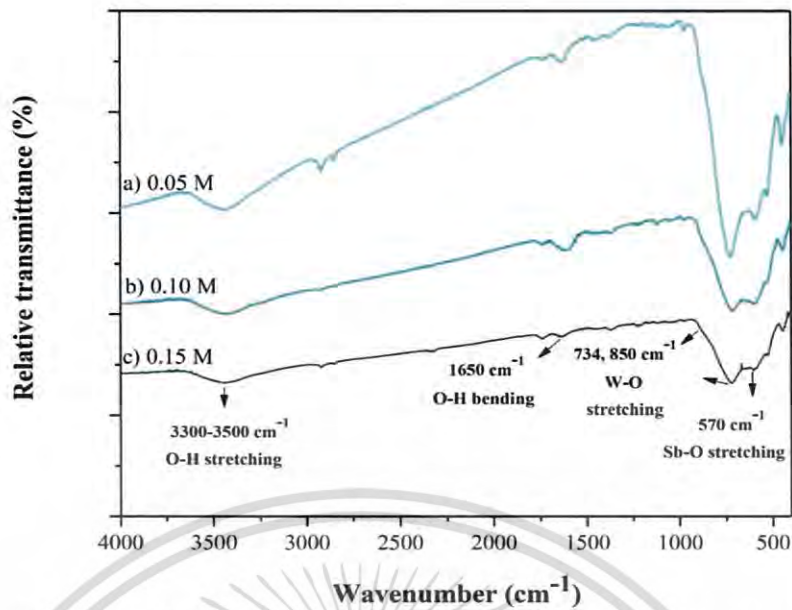


รูปที่ 4.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายกรดออกซาลิกที่ความเข้มข้น a) 0.05 M b) 0.10 M และ c) 0.15 M



รูปที่ 4.13 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายเอทิลีนไดเอมีนที่ความเข้มข้น a) 0.05 M b) 0.10 M และ c) 0.15 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

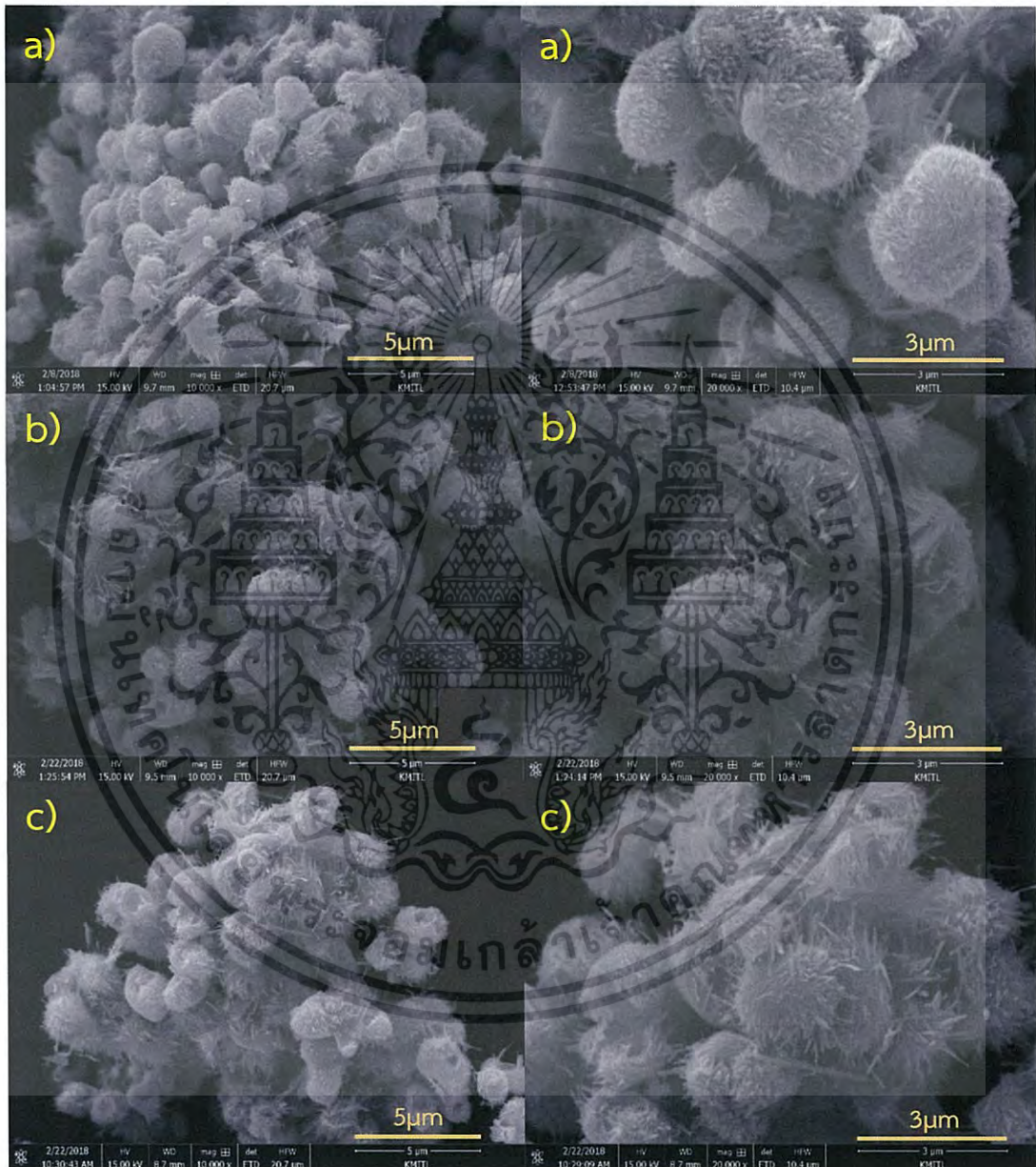


รูปที่ 4.14 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่ความเข้มข้น a) 0.05 M b) 0.10 M และ c) 0.15 M

4.2.3 การศึกษาสัณฐานวิทยา

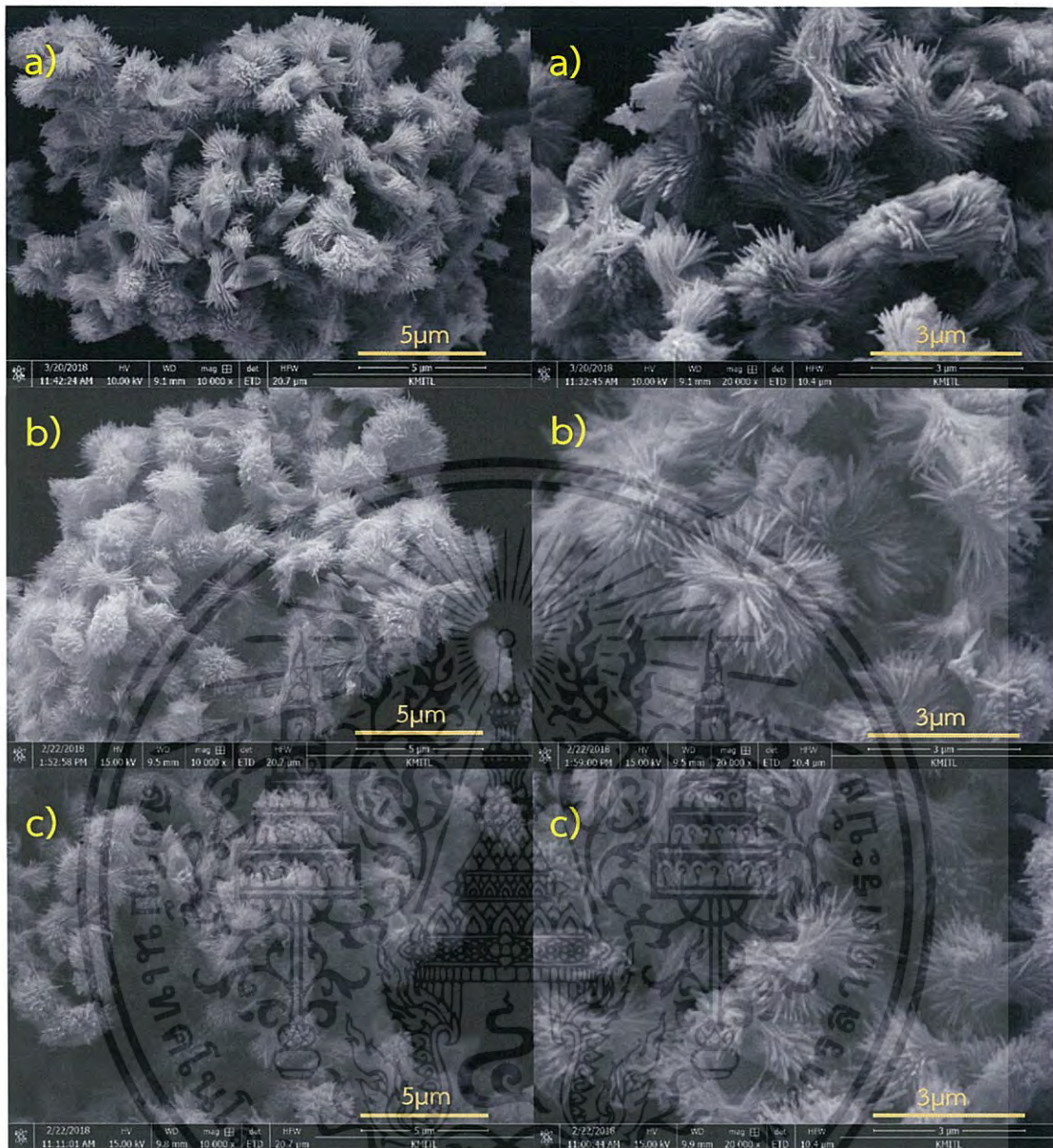
จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลาย 4 ชนิด คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกัน ดังนี้ 0.05, 0.1 และ 0.15 โมลาร์ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.15-4.18 โดยผลของความเข้มข้นของสารละลายที่มีต่อขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกันซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้ การใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายเมื่อความเข้มข้นมากขึ้นส่งผลให้ได้เส้นริบบิ้นขนาดนาโนที่มีแนวโน้มที่มีความยาวเพิ่มขึ้น อนุภาคสามมิติที่ได้จึงมีลักษณะคล้ายรังนกผสมกับแท่งขนาดนาโน ดังแสดงในรูปที่ 4.15 และตารางที่ 4.5 เมื่อใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายพบว่าที่ความเข้มข้นมากขึ้นทำให้เส้นริบบิ้นที่ได้มีความยาวที่ใกล้เคียงกัน และอนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดที่เล็กลงเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นเป็น 0.15 โมลาร์ [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.16 และตารางที่ 4.6 การใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นสารละลายพบว่าที่ความเข้มข้นต่ำ คือ 0.05 โมลาร์ อนุภาคขนาดนาโนเมตรมีขนาดที่ยาวและกว้าง เมื่อมาซ้อนทับกันเป็นอนุภาคสามมิติจึงไม่สามารถเข้ามาชิดกันได้มาก จึงทำให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดใหญ่ แต่เมื่อความเข้มข้นมากขึ้นเป็น 0.10 และ 0.15 โมลาร์ เนื่องจากความหนืดที่มากขึ้นจึงทำให้เกิดกระบวนการเกิดนิวเคลียสน้อยกว่ากระบวนการโตของผลึกจึงทำให้อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่ได้มีความกว้างน้อยลง และเมื่อเกิดการซ้อนทับกันเป็นอนุภาคสามมิติจึงทำให้เข้ามาเรียงชิดกันได้มากและหนาแน่นมากขึ้น จึงทำให้ขนาดอนุภาคสามมิติเป็นรูปดอกไม้ที่มีขนาดเล็กลง [13] ดังแสดงในรูปที่ 4.17 และตารางที่ 4.7 และการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายพบว่าเมื่อความเข้มข้นมากขึ้นจาก 0.05 ถึง 0.15 โมลาร์ เส้นริบบิ้นขนาดนาโนเกิดกระบวนการเกิด

นิวเคลียสน้อยกว่ากระบวนการโตของผลึกเนื่องจากมีความหนืดมากขึ้น ทำให้มีความกว้างและมีความยาวที่มากขึ้น ส่งผลให้เมื่อเกิดการซ้อนทับกันแล้วจะได้อนุภาคแบบสามมิติที่มีขนาดใหญ่ขึ้น และเนื่องจากมีอนุภาคขนาดนาโนที่ยาวขึ้นจึงทำให้เกิดความเกาะกันมากขึ้น เมื่อเกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคสามมิติแล้วความเกาะกันนี้จึงส่งผลให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน ดังแสดงในรูปที่ 4.18 และตารางที่ 4.8



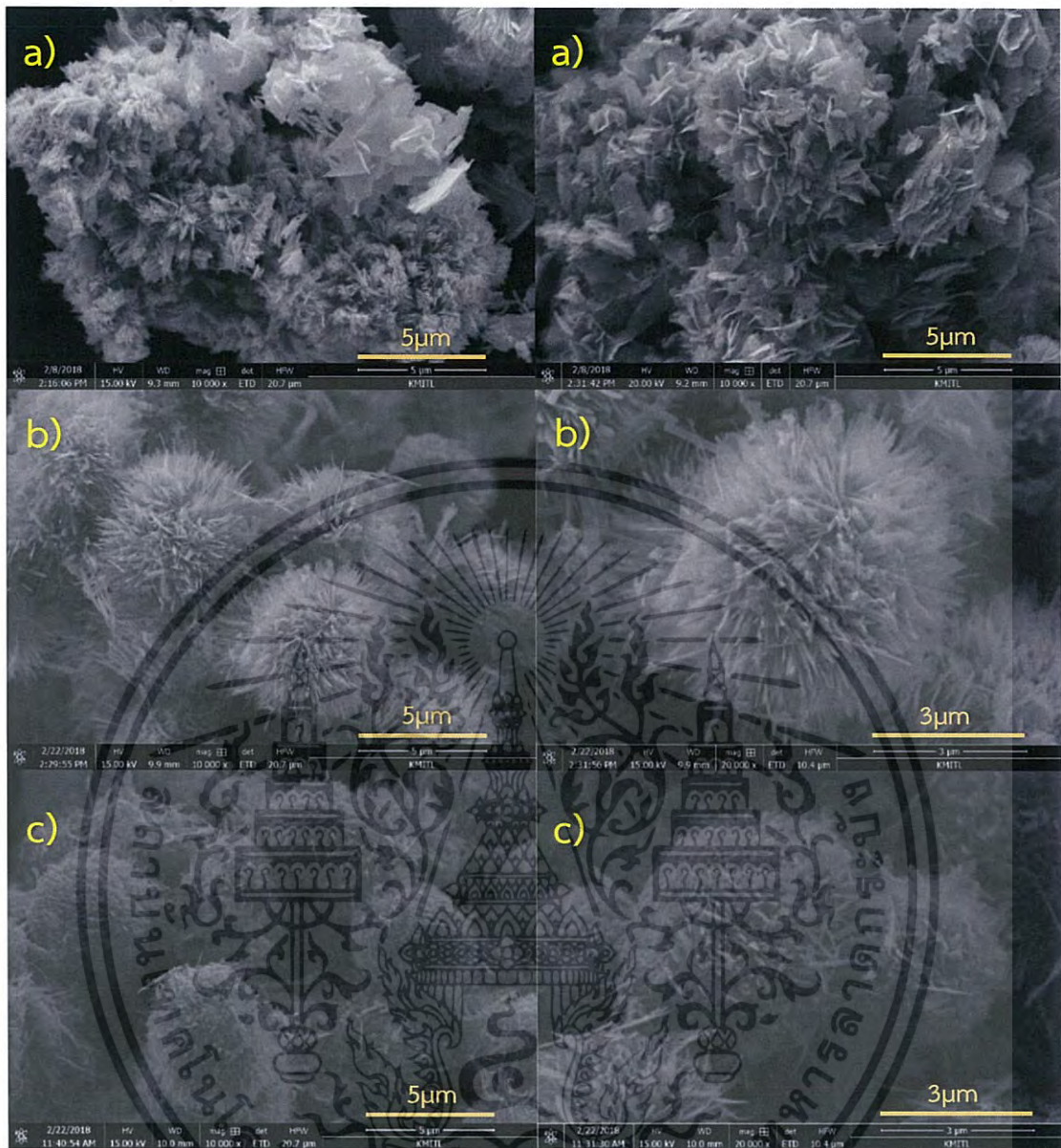
รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



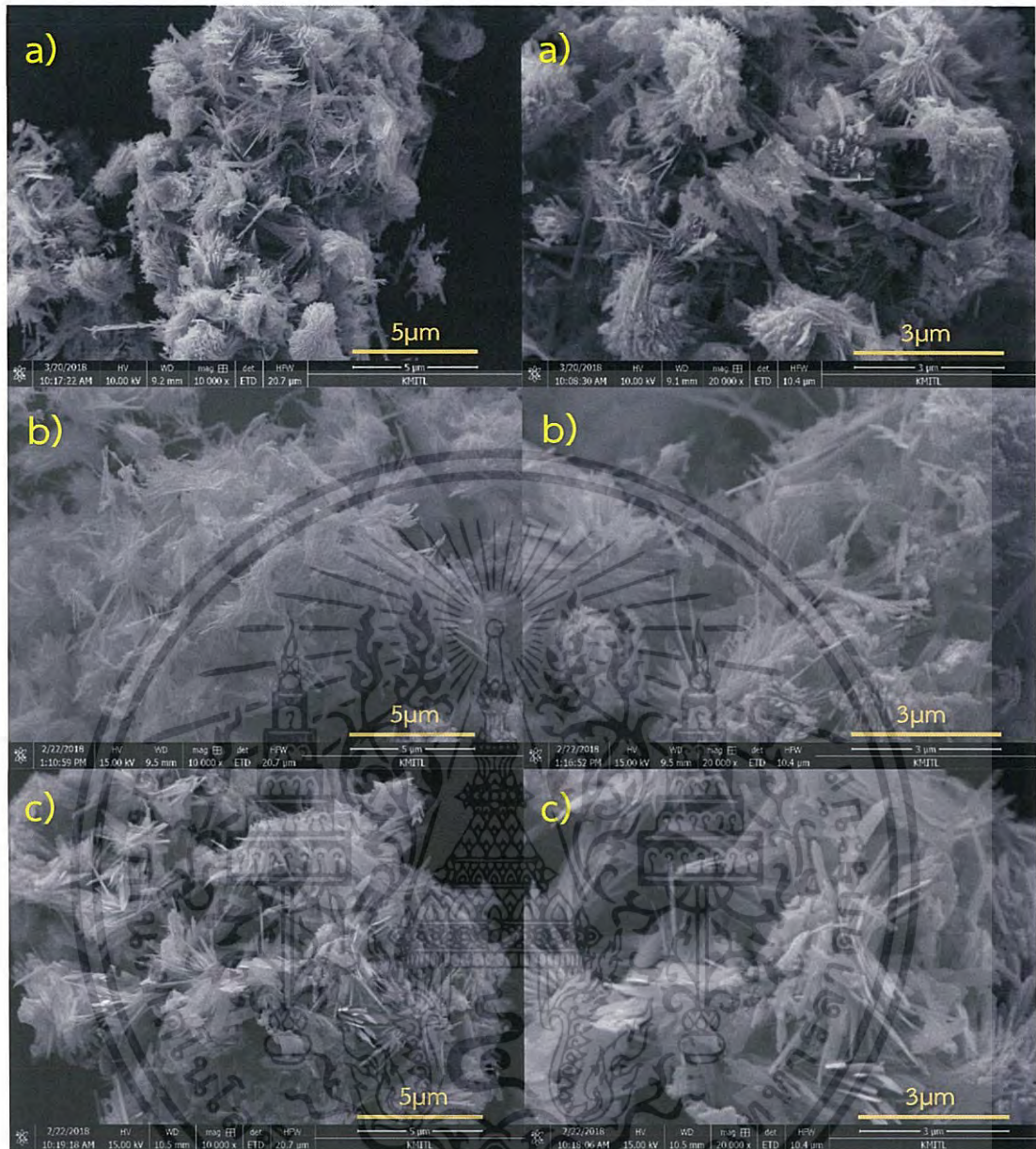
รูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทังสเตทที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตรที่ใช้เอทิลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM ของแอนทโมเนตสังเคราะห์ที่ใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น (M)	อนุภาคที่มาซ้อนทับกัน				อนุภาคสามมิติ	
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD		ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว		กว้าง	ยาว
0.05	เส้นริบิ้น	0.07 \pm 0.03	0.57 \pm 0.11	ริงนก	1.16 \pm 0.08	2.64 \pm 0.23
0.10	เส้นริบิ้น	0.14 \pm 0.07	0.81 \pm 0.15	ริงนก	1.58 \pm 0.13	2.60 \pm 0.29
0.15	เส้นริบิ้น	0.08 \pm 0.03	0.94 \pm 0.38	ริงนกผสม แท่งนาโน	1.57 \pm 0.16	2.30 \pm 0.21

ตารางที่ 4.6 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น (M)	อนุภาคที่มาซ้อนทับกัน				อนุภาคสามมิติ	
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD		ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว		กว้าง	ยาว
0.05	เส้นริบิ้น	-	0.92 \pm 0.19	โปว์	0.82 \pm 0.04	2.84 \pm 0.12
0.10	เส้นริบิ้น	-	1.05 \pm 0.22	โปว์	0.68 \pm 0.04	2.19 \pm 0.31
0.15	เส้นริบิ้น	-	0.99 \pm 0.23	โปว์	0.52 \pm 0.01	2.19 \pm 0.49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.7 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนิทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลลีนไดเอมีนเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น (M)	อนุภาคที่มาซ้อนทับกัน				อนุภาคสามมิติ	
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD		ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว		กว้าง	ยาว
0.05	เส้นริบบิ้น	0.21 \pm	0.85 \pm	ดอกไม้	7.05 \pm	7.60 \pm
		0.06	0.33		0.07	0.09
0.10	เส้นริบบิ้น	0.18 \pm	1.10 \pm	ดอกไม้	5.85 \pm	6.76 \pm
		0.07	0.20		0.31	0.61
0.15	เส้นริบบิ้น	0.13 \pm	1.34 \pm	ดอกไม้	4.52 \pm	5.14 \pm
		0.05	0.27		0.42	0.79

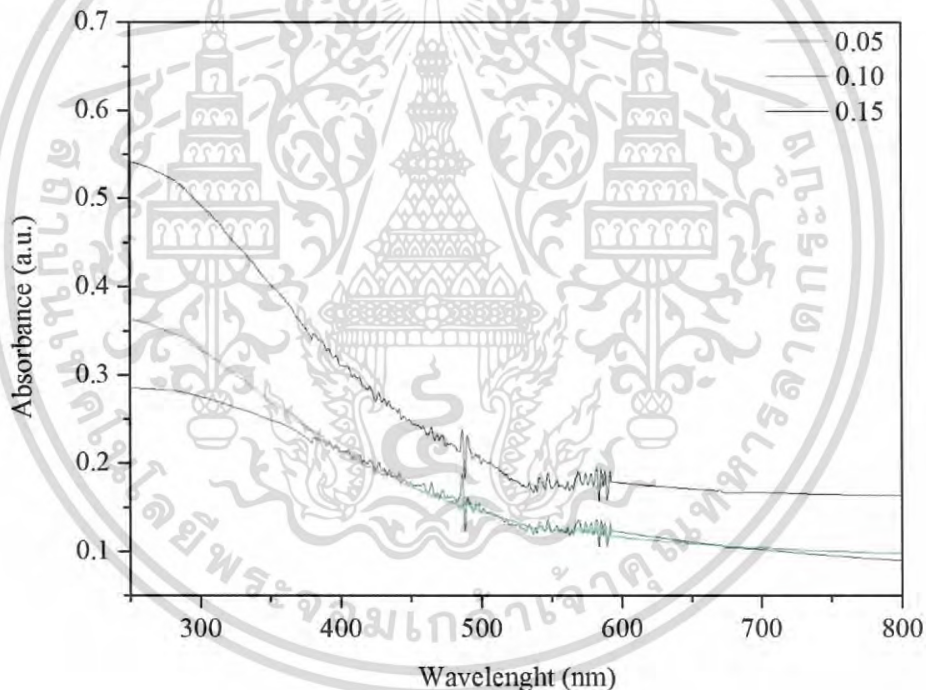
ตารางที่ 4.8 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนิทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีน-เตตระอะซิติกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้น (M)	อนุภาคที่มาซ้อนทับกัน				อนุภาคสามมิติ	
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD		ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว		กว้าง	ยาว
0.05	เส้นริบบิ้น	0.07 \pm	0.93 \pm	แฉก	0.78 \pm	3.24 \pm
		0.01	0.01		0.03	0.61
0.10	เส้นริบบิ้น	0.16 \pm	1.40 \pm	แฉก	1.03 \pm	3.40 \pm
		0.05	0.45		0.04	0.21
0.15	เส้นริบบิ้น	0.30 \pm	1.51 \pm	แฉก	-	-
		0.12	0.45			

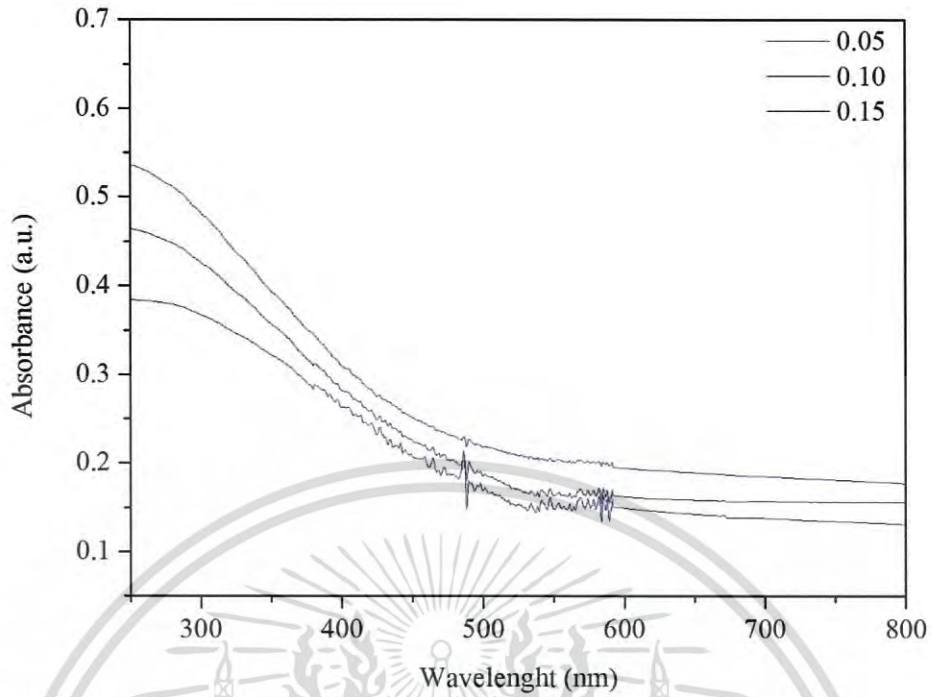
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

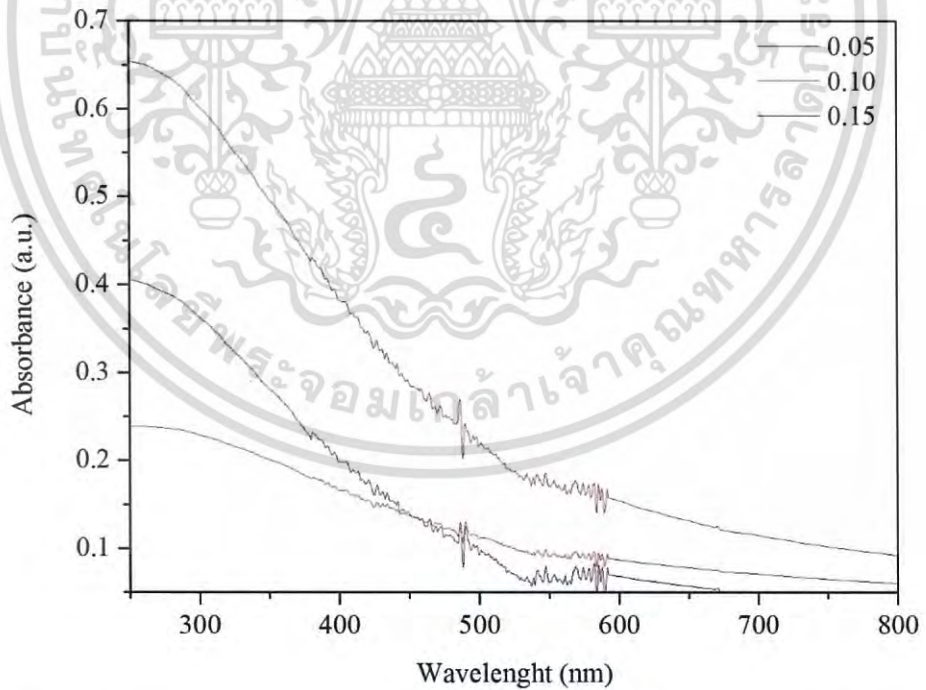
จากการศึกษาสมบัติการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่มีความเข้มข้นของสารละลายที่แตกต่างกัน คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ดังแสดงในรูปที่ 4.19-4.22 จากนั้นทำการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานจากสเปกตรัมที่ได้ ผลการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างพลังงานของแอนติโมนีทั้งสเตรทแสดงในตารางที่ 4.9 จะพบว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่ใช้สารละลายต่างชนิดกันที่ความเข้มข้นแตกต่างกันมีค่าพลังงานช่องว่างพลังงานอยู่ในช่วง 2.40-2.67 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งค่าที่ได้ไม่มีแนวโน้มที่แน่นอน แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของสารละลายที่ต่างกัน ไม่ส่งผลที่ชัดเจนต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน



รูปที่ 4.19 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

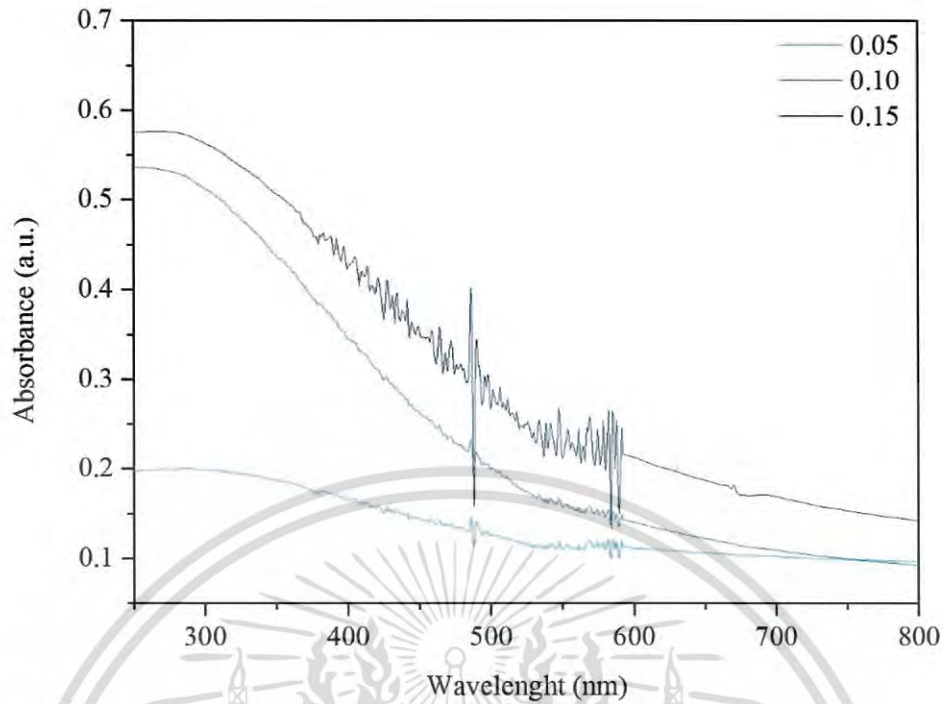


รูปที่ 4.20 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ



รูปที่ 4.21 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลแอลกอฮอล์เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



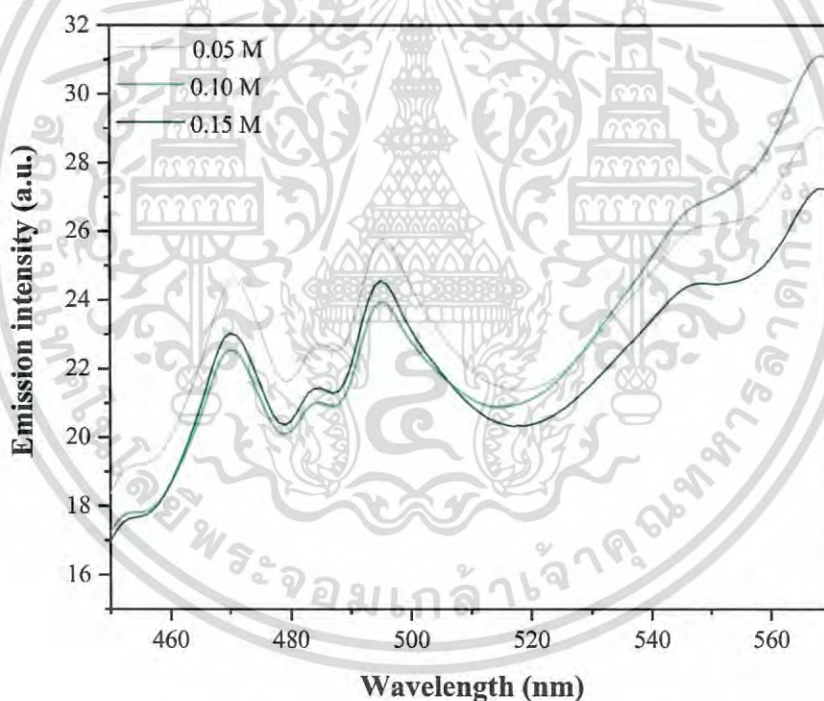
รูปที่ 4.22 ยูวี-วิสิเบิลสเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีน เติตรอะซิดิกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ตารางที่ 4.9 ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนทิโมนีทังสเตทที่ใช้สารละลายความเข้มข้นต่าง ๆ

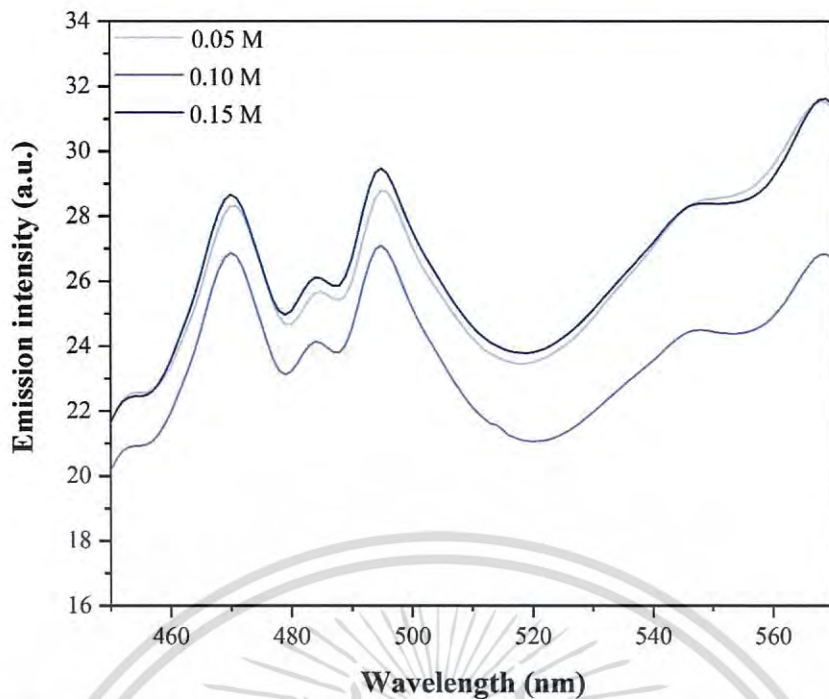
สารละลาย	พลังงานช่องว่างพลังงาน (eV)		
	0.05 M	0.10 M	0.15 M
กรดอะซิดิก	2.59	2.42	2.60
กรดออกซาลิก	2.70	2.42	2.52
เอทิลีนไดเอมีน	2.40	2.51	2.67
กรดเอทิลีนไดเอมีนเติตรอะซิดิก	2.60	2.44	2.55

4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี

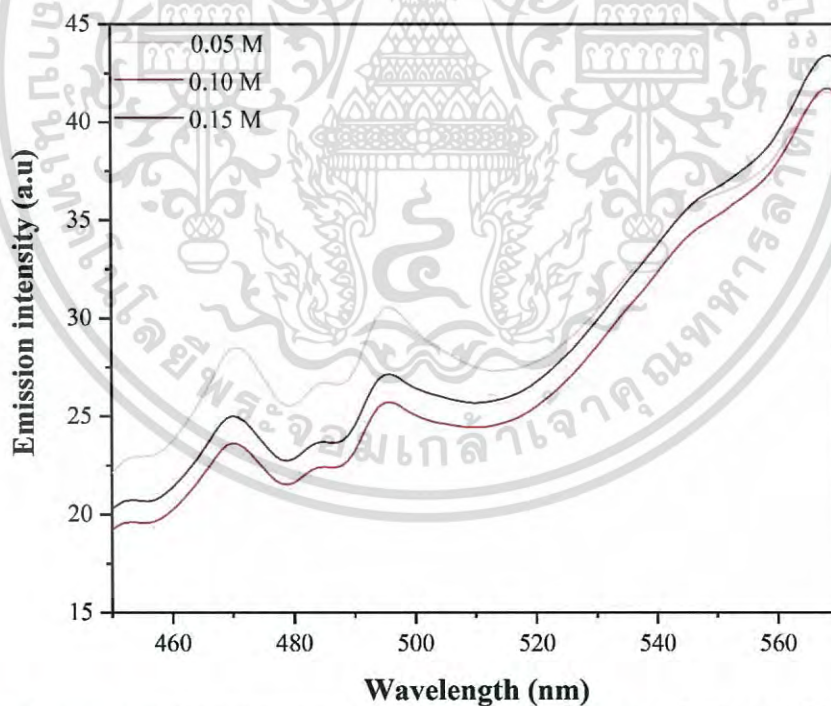
จากการศึกษาสมบัติทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่มีความเข้มข้นของสารละลายที่ต่างกัน คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ ด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปีหลังจากการถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.23-4.26 พบว่าสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากชนิดของสารละลายและความเข้มข้นที่ต่างกันมีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 470, 495 และ 547 นาโนเมตร แสดงให้เห็นถึงเอกลักษณ์ของ แอนติโมนีทั้งสเทท เมื่อพิจารณาความเข้มของการคายพลังงานแสงของสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเข้มข้นที่ต่างกัน พบว่ามีค่าความเข้มของการคายพลังงานแสงมีค่าที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งการที่แอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่มีความเข้มข้นแตกต่างกันมีสมบัติทางแสงที่ใกล้เคียงกันเป็นผลมาจากการมีความเป็นผลึกและการมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่เหมือนกันไม่แตกต่างกันมากนัก



รูปที่ 4.23 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

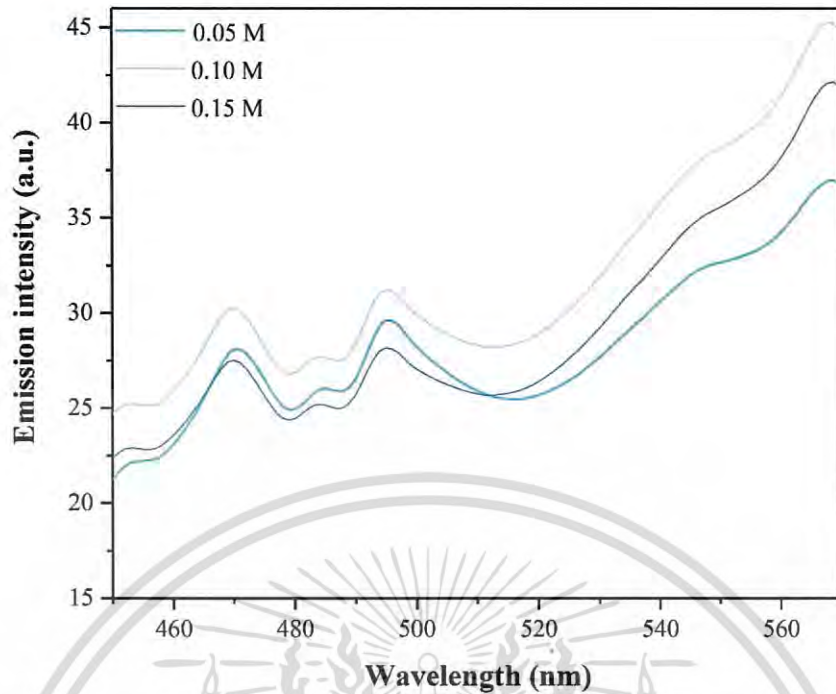


รูปที่ 4.24 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ



รูปที่ 4.25 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.26 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนได-เอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น

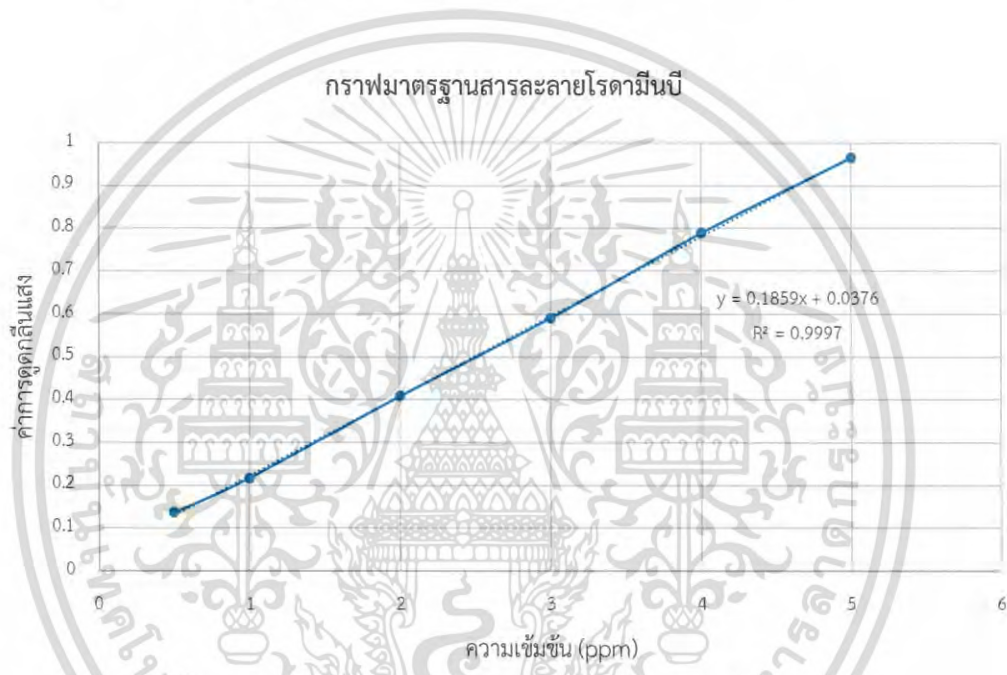
ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิ-โมนีทั้งสเตร โดยได้เลือกใช้แอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ เป็นตัวแทนในการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี เนื่องจากมีแนวโน้มที่ทำให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเตรที่มีรูปร่างซ้อนทับกันแบบสามมิติระดับนาโน-ไมโครที่มีความสมบูรณ์มากที่สุด การศึกษาประสิทธิภาพทำได้โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตร 0.05 กรัม กระจายตัวในสารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ปริมาตร 100 มิลลิตร ได้ศึกษาผลของการดูดซับโดยไม่ฉายแสงเป็นเวลา 90 นาที และผลของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น (visible light) ที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร เป็นเวลา 270 นาที โดยได้ทำการศึกษาผลของสภาวะการทดลองแบบที่ไม่มีการเติมและมีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ปริมาตร 1 มิลลิตร โดยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนในแถบตัวนำ (conduction band) ที่ถูกกระตุ้นจากสถานะพื้นในแถบวาเลนซ์ (valence band) ไปยังแถบตัวนำแล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 และ 4.2 โดยอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีและเกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำได้ [1] โดยผลที่ได้มีดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



4.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบีที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.27 โดยได้ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดของโรดามีนบีที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร

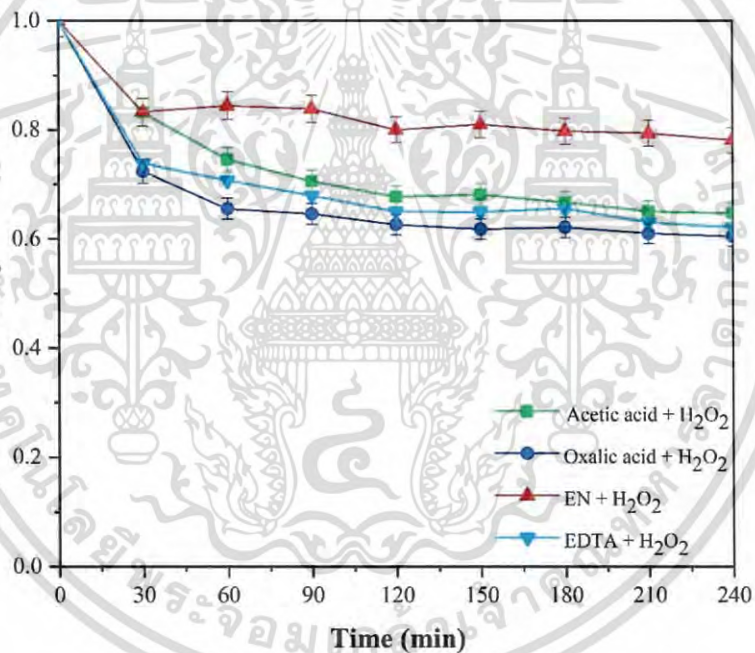


รูปที่ 4.27 กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

รูปที่ 4.27 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโรดามีนบีที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.50 ppm ถึง 5.00 ppm และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบี โดยกราฟมาตรฐานที่ได้มีลักษณะเป็นกราฟเส้นตรง แสดงถึงการดูดกลืนแสงของสารละลายเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารละลาย โดยมีความสัมพันธ์ดังสมการเส้นตรง $y = 0.1859x + 0.0376$ และมีค่า $R^2 = 0.9997$ ซึ่งเป็นค่าที่บ่งบอกขอบเขตความแม่นยำสำหรับการใช้ในการหาค่าความเข้มข้นของสารละลาย และเพื่อให้ได้ผลที่ถูกต้อง R^2 ควรมีค่าใกล้เคียง 1

4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมโรดามีนบี

การศึกษาการดูดซับสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดแตกต่างกัน คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก เป็นการศึกษาสภาวะการเข้าสู่สมดุลของการดูดซับสีย้อมเพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการศึกษาปฏิกิริยาทางแสงในตอนต่อไป จากการทดสอบการดูดซับโดยทำการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในที่ไม่มีแสงที่ตามองเห็นเป็นเวลา 240 นาที โดยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ผลที่ได้แสดงในรูป 4.28 พบว่าการดูดซับสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ เข้าสู่สมดุลหลังจากเวลาผ่านไป 90 นาที ดังนั้นสภาวะการดูดซับสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่เหมาะสมก่อนที่จะศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมด้วยปฏิกิริยาทางแสงอยู่ที่เวลา 90 นาที



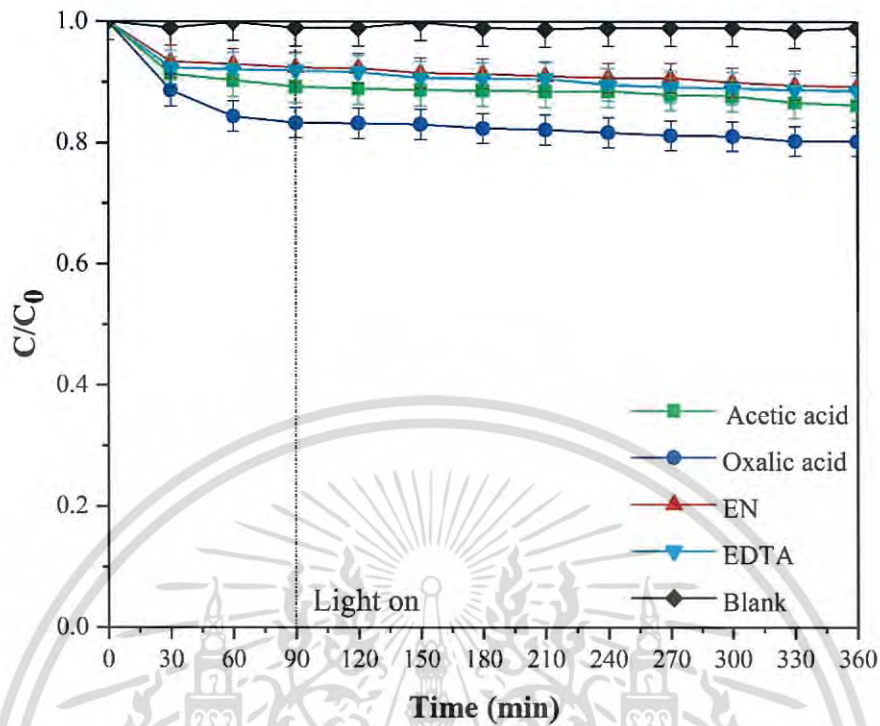
รูปที่ 4.28 การดูดซับของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ ในสารละลายสีย้อมโรดามีนบี

4.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่ไม่มีไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂)

ได้ทำการศึกษาการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยใช้เพียงแอนทิโมนีทั้งสเตทเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีความเข้มข้น 5 ppm ภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยทำการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชนิดต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ผลการศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก แสดงในรูปที่ 4.29 และตารางที่ 4.10 โดยค่าประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีเนื่องจากการดูดซับ (adsorption) ได้จากการวัดความเข้มข้นของสารละลายโรดามีนบีหลังจากการปั่นกวนแอนทิโมนีทั้งสแตทในสารละลายโรดามีนบีเป็นเวลา 90 นาที โดยไม่มีการฉายแสง (ที่เวลาการฉายแสง 0 นาที) ส่วนประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีจากปฏิกิริยาทางแสง (photodegradation) ได้จากการวัดความเข้มข้นหลังจากการฉายแสงเป็นเวลาต่าง ๆ จนถึง 270 นาที หักลบจากความเข้มข้นที่หายไปเนื่องจากการดูดซับ โดยค่าประสิทธิภาพรวมวัดได้จากความเข้มข้นของสีย้อมโรดามีนบีที่เหลือจากการดูดซับเป็นเวลา 90 นาที และการฉายแสงเป็นเวลา 270 นาที จากการทดลองพบว่าในสถานะที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตท (blank) ความเข้มข้นของโรดามีนบีไม่ลดลงตลอดการทดลอง แสดงว่าสีย้อมโรดามีนบีมีความเสถียรภายใต้แสงที่ตามองเห็น แต่เมื่อมีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตทในระบบพบว่าความเข้มข้นของโรดามีนบีค่อย ๆ ลดลงจนคงที่ที่ 90 นาที เนื่องจากการดูดซับของสีย้อมบริเวณพื้นผิวของแอนทิโมนี-ทั้งสแตท โดยเมื่อเปรียบเทียบผลจากการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายมีค่าร้อยละการดูดซับมากที่สุด คือ ร้อยละ 16.69 ส่วนค่าการดูดซับรองลงมา คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากกรดอะซิติก กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก และเอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละการดูดซับ คือ ร้อยละ 10.72, 8.02 และ 7.55 ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้มีสาเหตุมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่แตกต่างกัน ดังได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.1.3 จึงส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการดูดซับโรดามีนบี ส่วนผลการสลายสีย้อมจากการฉายแสงพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ มีค่าใกล้เคียงกันในช่วงร้อยละ 3.05-3.38 ซึ่งมีค่าต่ำกว่าที่รายงานไว้โดยนายพิชิต อุดมศรี และคณะ [10] ซึ่งการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสแตทที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยนี้มีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีที่ต่ำกว่า เป็นผลมาจากวิฤภาคของแอนทิโมนีทั้งสแตทที่แตกต่างกัน เนื่องจากการใช้สถานะในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน โดยในงานวิจัยของนายพิชิต อุดมศรี และคณะ ได้ใช้สถานะในการสังเคราะห์ที่ pH เท่ากับ 2 ส่วนในงานวิจัยนี้ใช้สถานะในการสังเคราะห์ที่ pH เท่ากับ 1 และได้แอนทิโมนีทั้งสแตทที่มีวิฤภาคแบบไตรคลีนิกที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสถานะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

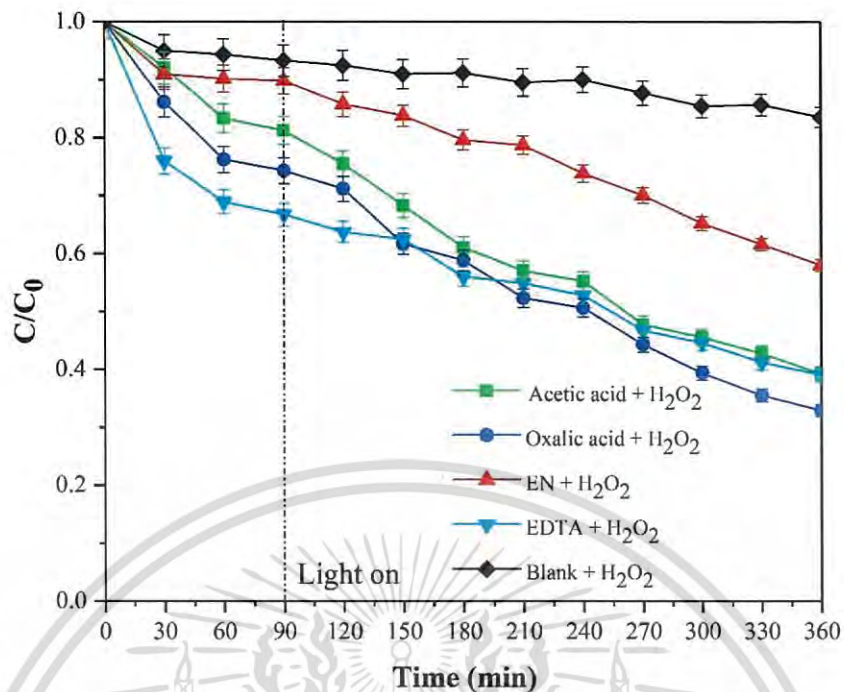
ตารางที่ 4.10 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่ได้สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสถานะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

ชนิดสารละลาย	ร้อยละประสิทธิภาพ		
	การดูดซับ (90 นาที)	ปฏิกิริยาทางแสง (270 นาที)	รวม (360 นาที)
กรดอะซิติก	10.72	3.07	13.79
กรดออกซาลิก	16.69	3.05	19.74
เอทิลีนไดเอมีน	7.55	3.14	10.69
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	8.02	3.38	11.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.4 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนี-ทังสเตนในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร เป็นเวลา 270 นาที โดยทำการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ผลการทดลองการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ดังแสดงในรูปที่ 4.30 และตารางที่ 4.11 จากการทดลองพบว่าในสภาวะที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตน ความเข้มข้นของโรดามีนบีลดลงในช่วงแรก (30 นาที) และหลังจากนั้นจะลดลงเล็กน้อยจนเกือบคงที่จนถึงที่ 360 นาที ผลที่เกิดขึ้นเป็นเหตุมาจากการที่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะแตกตัวเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) แล้วเข้าไปทำลายโครงสร้างของโรดามีนบีที่บริเวณหมู่ฟังก์ชันที่มีไฮโดรเจน ซึ่งพบว่าผลโดยรวมแล้วการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตนในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีกว่าในระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นในแถบตัวนำ แล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีให้เกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำได้ [1] โดยผลจากการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่แตกต่างกัน คือ การใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายมีค่าร้อยละการดูดซับมากที่สุด คือ ร้อยละ 33.29 ส่วนค่าการดูดซับรองลงมา คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากกรดออกซาลิก กรดอะซิติก และเอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละการดูดซับ คือ ร้อยละ 25.70, 18.80 และ 10.19 ตามลำดับ ผลที่ได้มีสาเหตุมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันของแอนทิโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ จึงส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการดูดซับ ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาดังได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.1.3 เมื่อทำการฉายแสงเพื่อการสลายสีย้อมโรดามีนบี พบว่าแอนทิโมนีทังสเตนที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ สามารถสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ โดยสามารถเรียงลำดับค่าประสิทธิภาพรวมในการสลายสีย้อม (การดูดซับสีย้อมและการเกิดปฏิกิริยาทางแสง) จากมากไปน้อย คือ กรดออกซาลิก > กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก > กรดอะซิติก > เอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ



รูปที่ 4.30 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂)

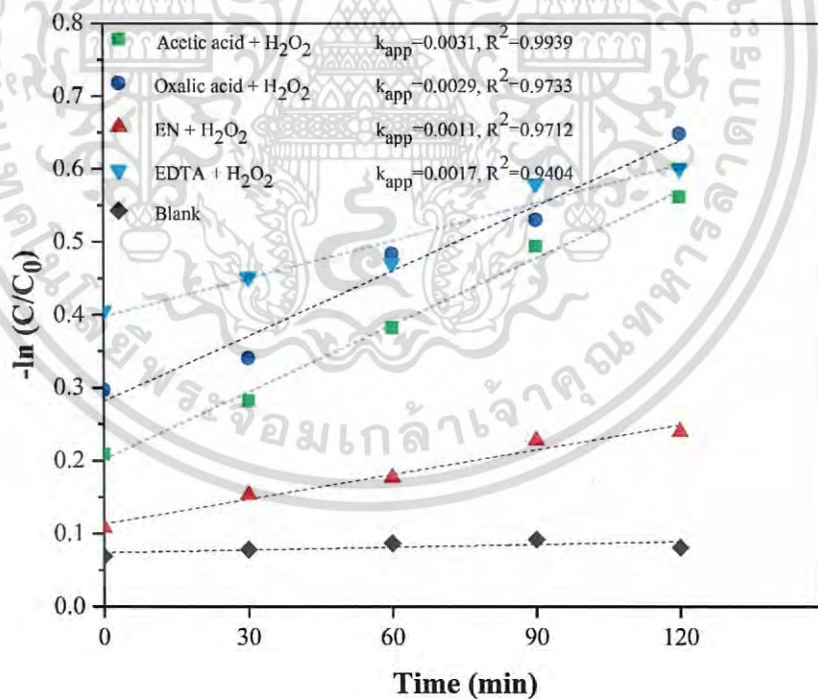
เนื่องด้วยประสิทธิภาพการสลายสีย้อมโรดามีนบีเป็นผลรวมมาจากการดูดซับและปฏิกิริยาทางแสง การหาประสิทธิภาพที่เกิดจากปฏิกิริยาทางแสงที่แท้จริง สามารถหาได้โดยการพล็อตกราฟระหว่าง $-\ln(C/C_0)$ กับเวลา ดังแสดงในรูปที่ 4.31 โดยใช้เวลาที่ 90 นาทีที่การดูดซับเข้าสู่สมดุล เป็นวินาทีที่ 0 (normalized kinetic) ที่ทำการเริ่มฉายแสงที่ตามองเห็น เพื่อหาค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมทางแสง (rate constant, k_{app}) กราฟที่ได้แสดงให้เห็นความสัมพันธ์แบบเส้นตรงของ $-\ln(C/C_0)$ และเวลา โดยค่าความชันแสดงถึงค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อม (k_{app}) ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.11 พบว่าความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ ในการสลายสีย้อมโรดามีนบีมีค่าที่แตกต่างกัน โดยสามารถเรียงลำดับได้จากค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมจากมากไปน้อยได้ดังนี้ คือ กรดอะซิติก > กรดออกซาลิก > กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก > เอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมที่ได้มีแนวโน้มที่สอดคล้องกับค่าขนาดผลึกและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่แสดงในตอนต้นที่ 4.1.1 และ 4.1.4 โดยแอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่น้อย คือ ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่เป็นกรดอะซิติกและกรดออกซาลิก มีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมด้วยปฏิกิริยาทางแสงที่สูงกว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่เป็นกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกและเอทิลีนไดเอมีนที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่สูงกว่า เนื่องจากเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่ตามองเห็นที่มีพลังงานที่เท่ากัน แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำจะมีจำนวนของอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นที่สามารถไปเกิดปฏิกิริยาทางแสงได้มากกว่า

ตารางที่ 4.11 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ได้สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

ชนิดสารละลาย	ร้อยละประสิทธิภาพ			ค่าคงที่อัตรา (270 นาที)	R^2
	การดูดซับ (90 นาที)	ปฏิกิริยาทางแสง (270 นาที)	รวม (360 นาที)		
กรดอะซิติก	18.80	42.02	60.82	0.0031	0.9939
กรดออกซาลิก	25.70	41.41	67.11	0.0029	0.9733
เอทิลีนไดเอมีน	10.19	31.85	42.04	0.0011	0.9712
กรดเอทิลีนไดเอมีน- เตตระอะซิติก	33.29	27.72	61.01	0.0017	0.9404



รูปที่ 4.31 ค่าคงที่อัตราการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น (ไม่รวมการดูดซับ 90 นาที)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล เพื่อศึกษา สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง โดยการใช้แอนติโมนีไตรคลอไรด์และโซเดียมทั้งสเตรทไดไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น ในการสังเคราะห์ทำได้โดยการละลายโซเดียมทั้งสเตรทไดไฮเดรตในน้ำปราศจากไอออนและละลายแอนติโมนีไตรคลอไรด์ในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ได้แก่ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิล-ลีนไดเอมีน และกรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก จากนั้นผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันแล้วปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของระบบด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ให้มีค่าเป็น 1 และนำไปโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ คือ ชนิดของตัวทำละลายและความเข้มข้นของตัวทำละลายที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ สัณฐานวิทยา และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง

จากผลการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลีนิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) และไม่พบรูปแบบการเลี้ยวที่แสดงถึงการปนเปื้อนของวัฏภาคอื่น จากผลการศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มีการสั่นของพันธะ Sb-O และ W-O แบบยืดหด ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทั้งสเตรท จากผลการศึกษาดูด้วยเทคนิค XRD และ FT-IR แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีความบริสุทธิ์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

จากผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ มีสัณฐานวิทยาที่มีลักษณะรูปร่างสามมิติแตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลมาจากความสามารถในการละลาย และความสามารถในการจับกับไอออนอะตอมกลางของลิแกนด์ที่ต่างกัน โดยการใช้ตัวทำละลายเป็นกรดอะซิติกทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างคล้ายรังนก การใช้กรดออกซาลิกทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างคล้ายโบว์ ส่วนการใช้เอทิลลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคที่มีรูปร่างคล้ายดอกไม้ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม และการใช้กรดเอทิลลีนเตตระอะซิติกทำให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเส้นริบบิ้นจำนวนมากและไม่มีการรวมตัวกันเป็นอนุภาคแบบสามมิติอย่างชัดเจน ส่วนแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำละลายเป็น 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ มีสัญญาณวิทยาที่เกิดจากเส้นริบบิ้นขนาดนาโนเมตรมาซ้อนทับเช่นเดียวกัน แต่มีขนาดของเส้นริบบิ้นและอนุภาคสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของเส้นริบบิ้นขนาดนาโนแตกต่างกัน โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายชนิดต่าง ๆ เพิ่มมากขึ้นทำให้สารละลายมีความหนืดมากขึ้น จึงส่งผลให้อนุภาคขนาดนาโนเกิดกระบวนการโตได้มากกว่าการเกิดกระบวนการเกิดนิวเคลียส เมื่อเกิดการซ้อนทับเป็นอนุภาคสามมิติ จึงมีขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกันเล็กน้อย จากการศึกษาพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนพบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ มีพื้นที่ผิวจำเพาะที่แตกต่างกันซึ่งเป็นผลมาจากการมีรูปร่างและโครงสร้างจุลภาคที่แตกต่างกัน

จากการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรทโดยใช้ตัวทำละลายต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก พบว่ามีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่แตกต่างกัน คือ 2.43, 2.42, 2.44 และ 2.51 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับค่าขนาดของผลึกที่คำนวณได้จากเทคนิค XRD การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี แอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และความเข้มข้นต่าง ๆ มีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 470, 495 และ 547 นาโนเมตร ที่แสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนทิโมนีทั้งสเตรท

การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ในสภาวะที่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์นั้นสามารถย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นได้ และพบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการดูดซับที่ต่างกัน เนื่องจากมีลักษณะสัญญาณวิทยาที่ต่างกัน การศึกษาประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมด้วยปฏิกิริยาทางแสงและค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมทางแสง (k_{app}) พบว่าประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตรทมีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน โดยค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมทางแสงจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานลดลง เนื่องจากเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีพลังงานที่เท่ากัน จะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่ำ มีจำนวนของอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นเพื่อไปเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่มากกว่า โดยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมได้จากตัวทำละลายกรดออกซาลิก มีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมที่สูงที่สุด โดยมีค่าร้อยละ 67.11 ซึ่งเป็นผลมาจากการมีพื้นที่ผิวในการดูดซับสูงและมีสมบัติทางแสงที่ดี

5.2 ข้อเสนอแนะ

1) ศึกษาเพิ่มเติมการนำแอนิเมชันที่สงเคราะห์ได้ไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่น ๆ เช่น การนำไปทดสอบสมบัติการความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด เนื่องจากมีลักษณะเฉพาะตัวที่มีพื้นผิวที่มีความขรุขระสูง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. Bi, J., et al., Novel hierarchical architectures of Sb_2WO_6 : template-free hydrothermal synthesis and photocatalytic reduction property for azo compound. *Journal of Nanoparticle Research*, 2013. 15(6): p. 1661.
2. Yang, C., et al., Controlled synthesis of hierarchical flower-like Sb_2WO_6 microspheres: Photocatalytic and superhydrophobic property. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 2016. 39: p. 93-100.
3. Sun, S. and W. Wang, Advanced chemical compositions and nanoarchitectures of bismuth based complex oxides for solar photocatalytic application. *RSC Advances*, 2014. 4(88): p. 47136-47152.
4. Hu, S.-P., et al., Solvothermal synthesis of orthorhombic Sb_2WO_6 hierarchical structures and their visible-light-driven photocatalytic activity. *Dalton Transactions*, 2014. 43(22): p. 8439-8445.
5. Zhang, C. and Y. Zhu, Synthesis of Square Bi_2WO_6 Nanoplates as High-Activity Visible-Light-Driven Photocatalysts. *Chemistry of Materials*, 2005. 17(13): p. 3537-3545.
6. Saison, T., et al., New Insights into Bi_2WO_6 Properties as a Visible-Light Photocatalyst. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2011. 117(44): p. 22656-22666.
7. Ramirez, A., et al., New Aurivillius-Related Phases in the Sb-(W,V)-O System: Structural Study and Properties. *Journal of Solid State Chemistry*, 1997. 128(1): p. 30-37.
8. Castro, A., P. Millan, and R. Enjalbert, Structural evolution of the Aurivillius framework in the solid solutions Bi_2WO_6 - Sb_2WO_6 . *Materials Research Bulletin*, 1995. 30(7): p. 871-882.
9. Tong, H., et al., Nano-photocatalytic Materials: Possibilities and Challenges. *Advanced Materials*, 2011. 24(2): p. 229-251.
10. Lv, H., et al., Shape-selective synthesis of Bi_2WO_6 hierarchical structures and their morphology-dependent photocatalytic activities. *RSC Advances*, 2016. 6(83): p. 80226-80233.
11. Xu, L., et al., EDTA-mediated shape-selective synthesis of Bi_2WO_6 hierarchical self-assemblies with high visible-light-driven photocatalytic activities. *CrystEngComm*, 2011. 13(24): p. 7267-7275.

ประวัติย่อผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย

- ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย) นางสาวปานไพลิน สีหาราช
ชื่อ - นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Ms. Panpailin Seeharaj
- ตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์
- หน่วยงานและสถานที่ติดต่อได้สะดวก
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
เขตลาดกระบัง กรุงเทพฯ 10520
โทรศัพท์ 089-6843199 02-3298412 ต่อ 650 โทรสาร 02-3298428
E-mail address : panpailin.se@kmitl.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

- | | | | |
|---------------|---|---------|----------------------|
| ปริญญาตรีสาขา | เคมีอุตสาหกรรม | ปีที่จบ | พ.ศ. 2544 |
| สถาบัน | สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือประเทศไทย | | |
| ปริญญาโทสาขา | วัสดุศาสตร์ | ปีที่จบ | พ.ศ. 2547 |
| สถาบัน | สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ ประเทศไทย | | |
| ปริญญาเอกสาขา | Materials (Engineering) | ปีที่จบ | พ.ศ. 2553 |
| สถาบัน | Imperial College London | | ประเทศ สหราชอาณาจักร |

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

วัสดุพลังงาน อิเล็กทรอนิกส์เซรามิก วัสดุผสม และวัสดุนาโน

6. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ

โครงการวิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย : 2560-2561

- การพัฒนาวัสดุผสมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปรับปรุงผิว-รีดิวซ์กราฟีนออกไซด์-ซีเรียมออกไซด์ เพื่อใช้ในการเปลี่ยนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นเชื้อเพลิงด้วยแสงอาทิตย์

แหล่งทุน ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ และสำนักงาน

คณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) (2561-2563)

- การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเปกโดยวิธีโซโวเทอร์มอล(2561)

แหล่งทุน ทุนส่งเสริมนักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร

ลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. การสังเคราะห์ตัวเร่งทางแสงทองแดง-ซีเรียออกไซด์-ไทเทเนียมไดออกไซด์แผ่นนาโนโดยวิธีโซโนเคมีร่วมกับวิธีการเปิดชั้นเพื่อใช้ในการเปลี่ยนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นเชื้อเพลิงด้วยแสงอาทิตย์

แหล่งทุน ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่ และสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา (สกอ.) สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) (2558-2560)

ผลงานวิจัย

บทความทางวิชาการ

ปานไพลิน สีหาราช. 2556. เมมเบรนสำหรับแยกแก๊สไฮโดรเจน. วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง. 22(2): 137-153.

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ (2560-2561)

1. S. Likhittaphon, T. Pukkrueapun, P. Seeharaj, U. Wetwathana Hartley, N. Laosiripojana, P. Kim-Lohsoontorn. Effect of sintering additives on barium cerate based solid oxide electrolysis cell for syngas production from carbon dioxide and steam. Fuel Processing Technology 2018. 173:119-125. ISI, IF 3.735. 1 May 2018.

2. E. Detsri, P. Seeharaj C. Sriwong. A sensitive and selective colorimetric sensor for reduced glutathione detection based on silver triangular nanoplates conjugated with gallic acid. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 2018. 541: 36-42, ISI, IF 2.714. 20 Mar 2018

3. P. Seeharaj, P. Pasupong, E. Detsri, and P. Damrongsak, Superhydrophobization of SiO₂ surface with twoalkylsilanes for an application in oil/water separation. Journal of Materials Science 2018. 53(7), pp. 4828-4839. ISI, IF 2.599. 1 Apr 2018.

4. Detsri and P. Seeharaj, Colorimetric detection of glutathione based on phthalic acid assisted synthesis of silver nanoparticles. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 2017. 533 (20): 125-132. ISI, IF 2.714, 20 Nov 2017.

5. E. Thasirisap, N. Vittayakorn and P. Seeharaj. Surface modification of TiO₂ particles with the sono-assisted exfoliation method. Ultrasonics – Sonochemistry 2017 (39)733-740. ISI, IF 4.556. 1 Nov 2017

6. P. Pasupong, K. Choojun, N. Vittayakorn, P. Seeharaj. Synthesis of nanocrystalline cobalt ferrite by the sonochemical method in Highly Basic Aqueous Solution. Key Engineering Materials 2017. 751:368-373 Scopus, IF 0.190. 1 August 2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผู้ร่วมวิจัย

1. ชื่อ - นามสกุล (ภาษาไทย) นาย นราธิป วิทยากร
ชื่อ - นามสกุล (ภาษาอังกฤษ) Mr. Naratip Vittayakorn
2. ตำแหน่ง รองศาสตราจารย์
3. หน่วยงานและสถานที่ติดต่อได้สะดวก
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
กรุงเทพ 10520 e-mail: naratip.vi@kmitl.ac.th, naratipcmu@yahoo.com
4. ประวัติการศึกษา
 - 4.1 ปริญญาตรีสาขา วัสดุศาสตร์ ปีที่จบ ค.ศ.1999
สถาบัน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย
 - 4.2 ปริญญาโทสาขา วัสดุศาสตร์ ปีที่จบ ค.ศ.2001
สถาบัน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย
 - 4.3 ปริญญาเอกสาขา Materials Science ปีที่จบ ค.ศ.2005
สถาบัน Chiang Mai University ประเทศไทย THAILAND
5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ เซรามิกเพียโซอิเล็กทริก การสังเคราะห์วัสดุขนาดนาโน
สาขาวิชาการของสภาวิจัยแห่งชาติ สาขาวิทยาศาสตร์กายภาพและคณิตศาสตร์
6. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย
 1. รองศาสตราจารย์ สาขา วัสดุศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
ลาดกระบัง (2557-ปัจจุบัน)
 2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขา วัสดุศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร
ลาดกระบัง (2550-2557)
 3. นักวิจัย วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง (2552-ปัจจุบัน)
 4. นักวิจัยรับเชิญ (Visiting scientist) มหาวิทยาลัย ไอโอวา และ มหาวิทยาลัย โอไฮโอคอน
ประเทศ สหรัฐอเมริกา (2550, 2555, 2557)
 5. นักวิจัยรับเชิญ (Visiting scientist) National Institute for Materials Science | NIMS
ประเทศญี่ปุ่น (2557)
 6. ผู้ประเมินวารสารวิชาการระดับนานาชาติ เช่น Journal of Material Science, Solid
State Science, Journal of European Ceramic Society, Phase Transition, Journal of
Physica Scripta, Journal of Alloy and compound, Journal of American Ceramic
Society, Ferroelectrics, Materials Science and Engineering B, Appl. Phys. Lett., J. Appl.
Phys., Mater. Res. Bull.

7. ตำรา หนังสือ บทความทางวิชาการ

บทความทางวิชาการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. บทความเรื่อง “การเตรียมผงเซรามิกด้วยวิธีการโซล-เจล” วารสารเพื่อห้องปฏิบัติการ วัด/ทดสอบ วิเคราะห์/วิจัย และ ควบคุมคุณภาพ Lab. Today ฉบับที่ 38 ธันวาคม 2549 หน้า 47-51
2. บทความเรื่อง “เซรามิกนาโนวัสดุประกอบ” วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 15 ฉบับที่ 2 เดือน กรกฎาคม- ธันวาคม 2549 หน้า 67-73
3. บทความเรื่อง “การลดขนาดวัสดุ Comminution of Materials” วารสารเพื่อห้องปฏิบัติการ วัด/ทดสอบ วิเคราะห์/วิจัย และ ควบคุมคุณภาพ Lab. Today ปีที่ 6 ฉบับที่ 40: ธันวาคม 2549 หน้า 49-52
4. บทความเรื่อง “วิธีการสังเคราะห์แบบเผาใหม่” วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 20 ฉบับที่ 1 เดือน มกราคม – มิถุนายน 2554 หน้า 45-59

ผลงานวิจัยที่ยื่นขอจดทะเบียนสิทธิบัตร

1. เลขที่คำขอจดทะเบียน 1201000726 กรรมวิธีการผลิตโมโนแคลเซียมฟอสเฟตไดไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{HPO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากเปลือกหอยแครงและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกรรมวิธีดังกล่าว, 24 กุมภาพันธ์ 2555
2. เลขที่คำขอจดทะเบียน 1201000727 กรรมวิธีการผลิตไดแคลเซียมฟอสเฟตแอนไฮดรัส (CaHPO_4) จากเปลือกหอยแครงและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกรรมวิธีดังกล่าว, 24 กุมภาพันธ์ 2555
3. เลขที่คำขอจดทะเบียน 1201000728 กรรมวิธีการผลิตโมโนแคลเซียมฟอสเฟตโมโนไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) จากเปลือกหอยแครงและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกรรมวิธีดังกล่าว, 24 กุมภาพันธ์ 2555
4. เลขที่คำขอจดทะเบียน 1201003872 กรรมวิธีการประดิษฐ์คอปเปอร์ไทเทเนียมออกไซด์ ($\text{CaCu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$:CCTO) โดยใช้เปลือกไข่เป็นแหล่งแคลเซียมคาร์บอเนต, 31 กรกฎาคม 2555

บทความวิชาการตีพิมพ์ในวารสารวิชาการต่างประเทศ (2560-2561)

1. M. Suthapun, T. Charoonsuk, T. Kolodiazny, N. Vittayakorn. “ CaTiO_3 induced ferroelectric phase coexistence and low temperature dielectric relaxation in BaTiO_3 - BaZrO_3 ceramics”. Journal of the American Ceramic Society Volume 101, Issue 5, May 2018, Pages 1957-1966.
2. T. Charoonsuk, N. Vittayakorn, T. Kolodiazny. “Disorder-induced f -electron localization in Nb and y co-doped CeO ”. Journal of Applied Physics. Volume 123, Issue 16, 28 April 2018, pp. 165704
3. T. Charoonsuk, N. Vittayakorn, T. Kolodiazny “Lattice evolution and point defect chemistry in Ta-doped ceria” Journal of Alloys and Compounds, Volume 695, 25 February 2017, Pages 1317-1323 Impact Factor = 3.01
4. Thitirat Charoonsuk, Naratip Vittayakorn “Soft-mechanochemical synthesis of monodispersed BaZrO_3 sub-microspheres: Phase formation and growth mechanism” Materials & Design, Volume 118, 15 March 2017, Pages 44-52

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. Taras Kolodiazhnyi, Thitirat Charoonsuk, Yu-Seong Seo, Suyong Chang, **Naratip Vittayakorn**, and Jungseek Hwang “Magnetic, optical, and electron transport properties of n-type CeO₂: Small polarons versus Anderson localization” Phys. Rev . B 95, 045203 – Published 11 January 2017



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้