

การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์และสมบัติการเป็นตัวเร่ง
ปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
Study effects of solvothermal synthesis parameters on
phase Formation and photocatalytic activity of Sb_2WO_6



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2560

การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์และสมบัติการเป็นตัวเร่ง
ปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล

Study effects of solvothermal synthesis parameters on
phase Formation and photocatalytic activity of Sb_2WO_6



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

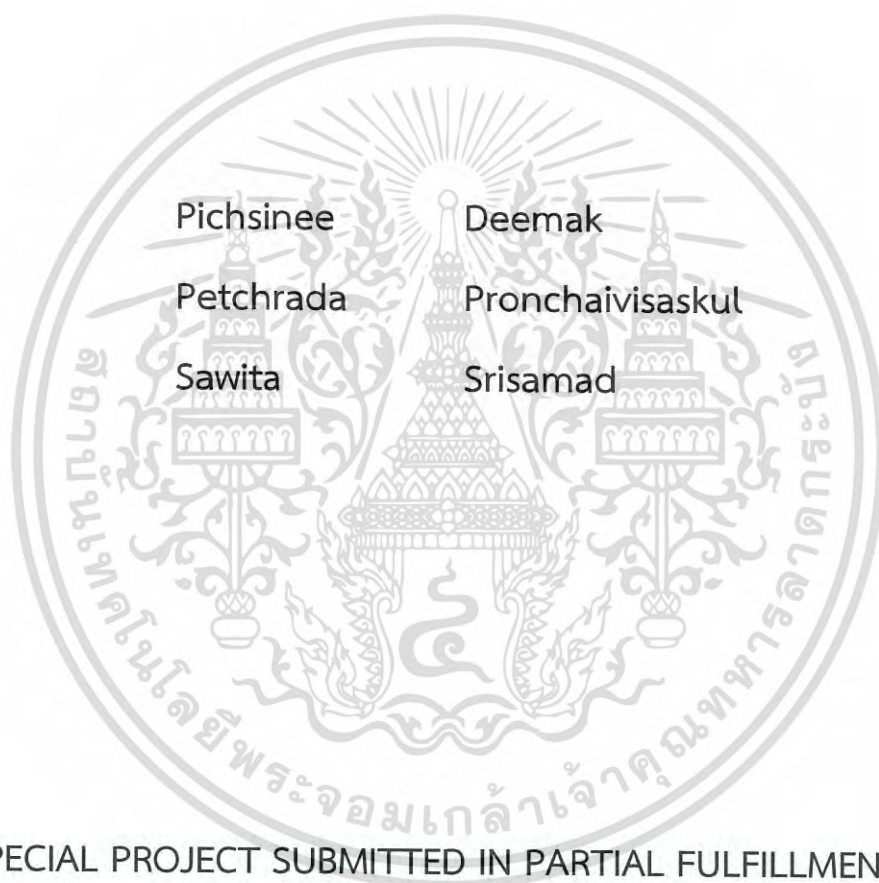
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Study effects of solvothermal synthesis parameters on
phase Formation and photocatalytic activity of Sb_2WO_6



SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
Study effects of solvothermal synthesis parameters on phase formation and photocatalytic activity of Sb_2WO_6

ชื่อนักศึกษา นางสาวพิชญ์สินี ดีมาก รหัสนักศึกษา 57050473
นางสาวเพชรดา พรชัยวิเศษกุล รหัสนักศึกษา 57050479
นางสาวศวิตา ศรีสมัด รหัสนักศึกษา 57050513

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต เคมีอุตสาหกรรม

ภาควิชา เคมี

คณะ วิทยาศาสตร์

มหาวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)

ปีการศึกษา 2560

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2560

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

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวพิชญ์สินี	ดีมาก	รหัสนักศึกษา 57050473
	นางสาวเพชรดา	พหุชัยวิเศษกุล	รหัสนักศึกษา 57050479
	นางสาวศวิตา	ศรีสมัด	รหัสนักศึกษา 57050513
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต เคมีอุตสาหกรรม		
ภาควิชา	เคมี		
คณะ	วิทยาศาสตร์		
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)		
ปีการศึกษา	2560		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช		

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนทิโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยได้ศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์คือชนิดตัวทำละลาย ได้แก่ กรดอะซิติก (acetic acid) กรดออกซาลิก (oxalic acid) เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine; en) และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (ethylenediamine-tetraacetic acid; EDTA) และความเข้มข้นของตัวทำละลายในช่วง 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ลักษณะสัณฐานวิทยาและสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของสารที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และเทคนิค FT-IR พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ คือ แอนทิโมนีทังสเตทที่มีโครงสร้างแบบไตรคลีนิกที่มีความบริสุทธิ์ จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าแอนทิโมนีทังสเตทมีรูปร่างแบบสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของอนุภาคนาโนเมตรร่วมกับไมโครเมตร (nano-micro hierarchical structure) โดยการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันส่งผลต่อรูปร่างที่ต่างกัน โดยการใช้กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นตัวทำละลายจะได้รูปร่างเป็นรังนก (nest-like structure) โบว์ (bow-like structure) ดอกไม้ (flower-like structure) และแฉก (spike-like structure) ตามลำดับ และยังส่งผลถึงสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ต่างกันอีกด้วย ส่วนการใช้ความเข้มข้นของตัวทำละลายที่ต่างกันจะส่งผลต่อขนาดของอนุภาค เมื่อนำมาทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงโดยการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มองเห็น ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) พบว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์เป็นตัวทำละลายที่มีรูปร่างแบบโบว์ มีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุด โดยมีค่าอยู่ที่ร้อยละ 67.11 และมีค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อม (k_{app}) เป็น 0.0029 ซึ่งเป็นผลรวมจากการมีพื้นที่ผิวในการดูดซับที่สูงและมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำคือ 2.42 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงมีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดี

คำสำคัญ : แอนติโมนีทั้งสเตรทโซลโวเทอร์มอลสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Study effects of solvothermal synthesis parameters on phase formation and photocatalytic activity of Sb_2WO_6		
Students	Pichsinee	Deemak	Student ID 57050473
	Petchrada	Pronchaiviseskul	Student ID 57050479
	Sawita	Srisamad	Student ID 57050513
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic year	2017		
Advisor	Asst.Prof.Dr.Panpailin Seeharaj		

Abstract

This special 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 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 and the types of solvents affected on the morphologies. The Sb_2WO_6 synthesised from acetic acid, oxalic acid, ethylenediamine and ethylenediaminetetraacetic acid had nest, bow, flower and spike like structure, respectively. Meanwhile the concentrations of varied the particle sizes. The Sb_2WO_6 photocatalysts prepared by 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. This due to

synergetic 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



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความอนุเคราะห์จากท่านอาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช ผู้ซึ่งคอยให้คำปรึกษา เสียสละเวลาในการชี้แนะแนวทางแก้ไขปัญหาต่าง ๆ และถ่ายทอดองค์ความรู้ที่ไม่สามารถประเมินค่าได้เพื่อเป็นประโยชน์ยิ่งในการคิดวิเคราะห์ การวางแผนการทำงานในโครงการพิเศษนี้

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.นราธิป วิทยากร และ ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ ผู้ซึ่งเสียสละเวลามาเป็น คณะกรรมการในการสอบโครงการพิเศษและเป็นอาจารย์ผู้มอบความรู้ในด้านต่าง ๆ

ขอขอบพระคุณนักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ทุกท่านที่เอื้อเฟื้อและอำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์และสารเคมี อย่างเต็มประสิทธิภาพตลอดจนถ่ายทอดความรู้และแนะนำการใช้เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณ บิดา-มารดา ที่ทำให้ได้รับการศึกษา ตลอดจนคอยเลี้ยงดูและอบรมสั่งสอน และเป็นกำลังใจเป็นแรงผลักดันในการทำโครงการพิเศษให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีรวมถึงเพื่อนๆ และ บุคคลอื่น ๆ ที่ไม่ได้กล่าวมา ผู้จัดทำโครงการขอขอบคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

พิชญ์สินี

เพชรดาพร

ศวิตา

ดีมาก

ชัยวิเศษกุล

ศรีสมัต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขต.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 โครงสร้างและลักษณะทางกายภาพของแอนติโมนีทั้งสเดท.....	5
2.2 การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเดท.....	6
2.2.1 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและกระบวนการโซลโวเทอร์มอล.....	6
2.2.2 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวทำละลาย.....	9
2.2.2.1 กรดอะซิติก.....	9
2.2.2.2 กรดออกซาลิก.....	9
2.2.2.3 เอทิลีนไดเอมีน.....	10
2.2.2.4 กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก.....	10
2.3 การนำแอนติโมนีทั้งสเดทไปประยุกต์ใช้งาน.....	11
2.3.1 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง.....	11
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	14
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	29
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	29
3.2 สารเคมี.....	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

3.3	วิธีการทดลอง.....	31
3.3.1.	การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเทท.....	31
3.3.2.	ศึกษาสมบัติการสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเทท ภายใต้แสงที่ตามองเห็น.....	32
3.3.2.1	การเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี.....	33
3.3.2.2	การศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี.....	35
3.4	การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการวิเคราะห์สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยา- ทางแสง.....	36
3.4.1	การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์.....	36
3.4.2	การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด.....	38
3.4.3	การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโต- มิเตอร์.....	40
3.4.4	วิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรมิเตอร์.....	41
3.4.5	การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทร- มิเตอร์.....	42
บทที่ 4	ผลการวิจัยและการอภิปรายผล.....	44
4.1	การศึกษาผลของชนิดของตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนทิโมนี- ทั้งสเทท.....	44
4.1.1	การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์.....	44
4.1.2	ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์.....	46
4.1.3	การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด.....	47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

4.1.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี.....	51
4.1.5 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี.....	53
4.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอน- ทิโมนีทั้งสเทท.....	54
4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของ รังสีเอ็กซ์.....	54
4.2.2 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรมิเตอร์.....	58
4.2.3 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบ ส่องกราด.....	60
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี.....	68
4.2.5 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี.....	71
4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตา มองเห็น.....	73
4.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี.....	74
4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมโรดามีนบี.....	75
4.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่ ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	76
4.3.4 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่ มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	78
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	82
5.1 สรุปผลงานวิจัย.....	82
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	84
เอกสารอ้างอิง.....	85
ภาคผนวก.....	90
ภาคผนวก ก.....	91
ภาคผนวก ข.....	92

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

ภาคผนวก ค.....	97
ภาคผนวก ง.....	98
ภาคผนวก จ.....	100



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการทดลอง.....	11
2.2 แสดงอนุกรมสเปกโทรเคมี (spectrochemical series).....	11
3.1 ชนิดตัวทำละลาย ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์ แอนทิโมนีทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล.....	32
3.2 ความเข้มข้นของตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล.....	32
3.3 ความเข้มข้นและปริมาตรที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบี 25 มิลลิลิตร..	34
4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	51
4.2 ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) และค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในการสังเคราะห์.....	52
4.3 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเตร.....	55
4.4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	66
4.5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	66
4.6 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	67
4.7 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	67
4.8 ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ใช้ตัวทำละลายความเข้มข้นต่าง ๆ.....	70
4.9 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ได้สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามมาองเห็น.....	78
4.10 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่ได้สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ภายใต้การฉายแสงที่ตามมาองเห็น.....	80

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างแอนทิโมนีทั้งสเทท.....	5
2.2 หม้อนิ่งความดัน.....	7
2.3 โครงสร้างของกรตออกซาลิก.....	9
2.4 โครงสร้างของกรตอะซิติค.....	9
2.5 โครงสร้างของเอทิลลีนไดเอมีน.....	10
2.6 โครงสร้างของกรตเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติค.....	10
2.7 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่เวลาต่าง ๆ.....	15
2.8 ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงเมื่อเติมและไม่เติมกรตไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	16
2.9 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทั้งสเทท ในอัตราส่วนโดยปริมาตร ของเอทิลลีนไกลคอลคอลลอน้ำในอัตราส่วนที่ต่างกัน.....	17
2.10 การดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบีที่มีแอนทิโมนีทั้งสเททที่เตรียม จากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลลีนไกลคอลคอลลอน้ำ 2:1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็นและการสลายตัวของโรดามีนบีด้วยแอนทิโมนี- ทั้งสเททที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลลีนไกลคอลคอลลอน้ำที่แตกต่างกัน ภายใต้แสงที่ตามองเห็น.....	18
2.11 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสเททที่เตรียมจากอัตราส่วนโดย ปริมาตรเอทิลลีนไกลคอลคอลลอน้ำ 2:1 ในอัตราส่วนต่าง ๆ.....	19
2.12 การสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง Bi_2WO_6 ที่มีรูปร่าง ต่างกันภายใต้รังสีที่ตามองเห็น.....	21
2.13 ภาพถ่าย TEM ของบิสมัททั้งสเททที่สังเคราะห์.....	22
2.14 การสลายตัวของสีย้อมโรดามีนบี (Rhodamine-B) ของ Bi_2WO_6 ที่เตรียมไว้.....	22
2.15 รูปแบบเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ ได้จากการปรับให้มีค่าความเป็นกรด-ด่างที่ต่างกัน.....	23
2.16 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM, TEM และ HRTEM ของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเป็นกรด-ด่างที่ต่างกัน.....	24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.17 ชนิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยการใช้ ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	25
2.18 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้น้ำปราศจากไอออน เป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน.....	26
2.19 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลลีนไดเอมีน เป็นตัวทำละลายที่กำลังขยายต่างกัน.....	26
2.20 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลลีนไกลคอล เป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน.....	27
2.21 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทานอลเป็น ตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน.....	27
2.22 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพใน การกำจัดสีย้อมโรดามีนบี ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของ แอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	28
3.1 แผนผังการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตท.....	33
3.2 แผนผังการเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี.....	34
3.3 แผนผังการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบี.....	35
3.4 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์.....	37
3.5 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	37
3.6 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	38
3.7 ระบบการทำงานของเครื่องเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	39
3.8 เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	40
3.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนและความยาวคลื่นที่ใช้ในการหา ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g).....	41
3.10 เครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์.....	42
3.11 เครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์.....	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวลเทอร์มอล โดยการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	45
4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	46
4.3 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากตัวทำละลายต่างกัน ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า.....	49
4.4 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากตัวทำละลายต่างกัน ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า.....	50
4.5 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	52
4.6 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ.....	54
4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลายเทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเทท.....	56
4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลายเทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเทท.....	56
4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้เอทิลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลายเทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเทท.....	57
4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลายเทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเทท.....	57
4.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ.....	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลาย กรดออกซาลิกที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	59
4.13 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลาย เอทิลลีนไดเอมีนที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	59
4.14 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลาย กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	60
4.15 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเปกที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกัน เป็นตัวทำละลายโดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า และกำลังขยาย 20,000 เท่า.....	62
4.16 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเปกที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกัน เป็นตัวทำละลายโดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า และกำลังขยาย 20,000 เท่า.....	63
4.17 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเปกที่ใช้เอทิลลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้น ต่างกันเป็นตัวทำละลาย โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า และกำลังขยาย 20,000 เท่า.....	64
4.18 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเปกที่ใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลายโดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า และกำลังขยาย 20,000 เท่า.....	65
4.19 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิ- ติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	68
4.20 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออก- ซาลิกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	69
4.21 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลลีน- ไดเอมีนเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	69
4.22 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิล- ลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	70
4.23 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	71

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.24 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตร้าของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	72
4.25 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตร้าของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	72
4.26 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตร้าของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นตัวทำละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	73
4.27 กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี.....	74
4.28 การดูดซับของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในสารละลายสีย้อมโรดามีนบี.....	75
4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพใน การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการ ใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในสภาวะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H ₂ O ₂)	77
4.30 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพใน การย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H ₂ O ₂)	79
4.31 คาคงที่อัตราการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น (ไม่รวมการดูดซับ 90 นาที)	81

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

แอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) เป็นวัสดุกึ่งตัวนำ (semi-conductor) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ อูริไวเลียส (Aurivillius structure) ซึ่งจะประกอบไปด้วยชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ ($[WO_4]_n^{2-}$ layers) ที่เกิดจากการเชื่อมต่อที่มุมของออกตะฮีดรอลทังสเตนออกไซด์ (WO_6 octahedral) โดยทำให้เกิดชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ที่มีโครงสร้างคล้ายเพอร์อฟสไกต์ (perovskite-like slabs) ที่ถูกประกบด้านบนและล่างด้วยชั้นของแอนติโมนีออกไซด์ ($[Sb_2O_2]_n^{2+}$ layers) [1, 2] จากการที่แอนติโมนีทังสเตทมีโครงสร้างผลึกแบบอูริไวเลียสทำให้แอนติโมนีทังสเตทเป็นวัสดุกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่สูง (high electrical conductivity) โดยมีช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (band gap energy; E_g) ที่แคบ ซึ่งมีค่าประมาณ 2.25-2.45 eV [2, 4] จากสมบัติของแอนติโมนีทังสเตทในส่วนนี้ทำให้สามารถถูกกระตุ้น (activate) ให้เกิดการเคลื่อนที่ของประจุด้วยแสงที่มีพลังงานต่ำได้ จึงนำแอนติโมนีทังสเตทมาประยุกต์ใช้ประโยชน์ทางด้านการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมอินทรีย์ที่เป็นพิษและมีความเสถียรสูง เช่น โรดามีนบี (Rhodamine-B; RhB) [5] โดยเมื่อทำการเปรียบเทียบกับวัสดุกึ่งตัวนำที่มีโครงสร้างผลึกแบบอูริไวเลียส คือ บิสมัททังสเตท (Bi_2WO_6) ซึ่งได้รับการศึกษาอย่างแพร่หลายนั้น [6, 7] พบว่าแอนติโมนีทังสเตทมีโครงสร้างผลึกที่มีความบิดเบี้ยวมากกว่า ด้วยเหตุนี้แอนติโมนีทังสเตทจึงแสดงสมบัติการเป็นตัวนำไฟฟ้าที่สูง [8, 9] แต่เนื่องจากรายงานวิจัยที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์ของแอนติโมนีทังสเตทยังไม่แพร่หลายนักเมื่อเทียบกับบิสมัททังสเตท จากการศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทพบว่าสามารถทำได้ 2 วิธี คือ วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) และวิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal synthesis) หรือวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal synthesis) เนื่องด้วยการสังเคราะห์โดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็งนั้นมีข้อจำกัดที่ไม่สามารถทำให้ได้ผลึกของแอนติโมนีทังสเตทที่บริสุทธิ์ได้ อีกทั้งยังมีขั้นตอนที่ยุ่ยยาก [9] ดังนั้นในโครงการพิเศษนี้จึงได้เลือกการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถทำได้ง่ายและมีขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยาก ผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์มีความบริสุทธิ์สูง มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีความเฉพาะตัว โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและวิธีโซลโวเทอร์มอลนั้นมีหลักการพื้นฐานที่คล้ายกัน คือ การควบคุมอุณหภูมิของสารละลายหรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นในตัวกลางที่เป็นน้ำ (ในกรณีของวิธีไฮโดรเทอร์มอล) หรือตัวทำละลาย (solvent) (ในกรณีของวิธีเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โซลโวเทอร์มอล) ที่อุณหภูมิและความดันสูงภายในหม้อนึ่งความดัน (autoclave) ทำให้เกิดกระบวนการต่าง ๆ คือ การละลาย (dissolution) การตกผลึก (crystallization) การตกผลึกใหม่ (recrystallization) และการโตของผลึก (growth) ซึ่งพบว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลนั้นจะมีลักษณะสัณฐานวิทยาแบบเฉพาะตัว คือ มีรูปร่างเป็นสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของโครงสร้างในระดับนาโนร่วมกับไมโครเมตร (three dimensional (3D) hierarchical nano-microstructure) ซึ่งประกอบขึ้นจากการซ้อนทับกันของอนุภาคขนาดนาโนเมตร เช่น ท่อนาโน (nanotube) ริบบิ้นนาโน (nanoribbon) เส้นลวดนาโน (nanowire) หรือแผ่นนาโน (nanoflake) [1, 2, 4] โดยในงานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และคณะ [4] พบว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวสารละลายเอทิลีนไกลคอลมีรูปร่างแบบโดนัท ส่วนงานวิจัยของ Jinhong Bi และคณะ [1] ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นสารละลาย ทำให้ได้แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีรูปร่างแบบหงอนไก่ ดังนั้นโครงการพิเศษนี้จึงมีเป้าหมายที่จะศึกษาถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยจะมุ่งเน้นที่การศึกษาถึงผลของชนิดสารละลายที่ยังไม่มีการรายงานมาก่อนในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล คือ กรดอะซิติก (CH_3COOH) กรดออกซาลิก (HOCCOOH) เอทิลีนไดเอมีน ($\text{C}_2\text{H}_4(\text{NH}_2)_2$) และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ($(\text{HOOCCH}_2)_2\text{NCH}_2$) เป็นหลัก รวมถึงการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นของตัวทำละลายดังกล่าว เพื่อให้ทราบถึงผลของปัจจัยเหล่านี้ที่มีต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก ลักษณะสัณฐานวิทยา และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็นของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้เพื่อเป็นการค้นคว้าองค์ความรู้ใหม่ อีกทั้งยังมุ่งหวังในการนำแอนติโมนีทั้งสเตรทได้ไปประยุกต์ใช้ประโยชน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมอินทรีย์ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (visible light) เพื่อให้เกิดประโยชน์ทั้งในแง่ของการแก้ไขปัญหาสิ่งแวดล้อมและการลดพลังงานแสงที่ใช้ในการกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยา

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาและทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
- 2) เพื่อศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล อันประกอบไปด้วย ชนิดสารละลายและความเข้มข้นของสารละลายที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ โครงสร้างผลึก ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) เพื่อนำแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) ศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
- 2) ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเทท อันประกอบไปด้วย

2.1 ชนิดของสารละลายคือ

- กรดออกซาลิก (oxalic acid)
- กรดอะซิติก (acetic acid)
- เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine; EN)
- กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (ethylenediaminetetraacetic acid; EDTA)

2.2 ความเข้มข้นของสารละลาย โดยได้ทำการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายเป็น 0.15, 0.10 และ 0.05 โมลาร์

- 3) ศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้

3.1 ตรวจสอบโครงสร้างของผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

3.2 ตรวจสอบโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)

3.3 ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM)

3.4 ตรวจสอบสมบัติการดูดกลืนแสงและช่องว่างระหว่างแถบพลังงานด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer)

3.5 ตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (fluorescence spectrometer)

4) ศึกษาประสิทธิภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเททในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีโรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) สามารถสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล
- 2) ทราบถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ ลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติทางแสง และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น
- 3) สามารถนำแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น



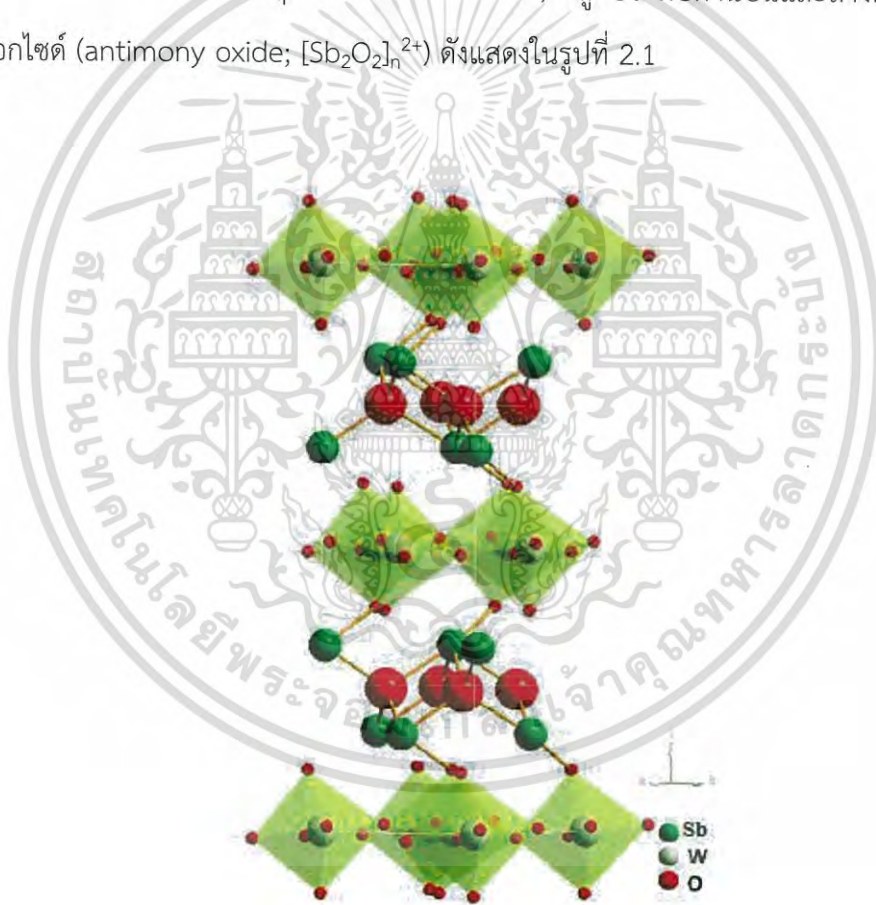
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างและลักษณะทางกายภาพของแอนติโมนีทังสเตท

แอนติโมนีทังสเตท (antimony tungstate; Sb_2WO_6) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) มีโครงสร้างแบบอูริไวเลียส (aurivillius structure) มีสูตรโดยทั่วไป คือ $\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}$ ประกอบไปด้วยชั้นของทังสเตทบิวทอกไซด์ (tungstate butoxide; $[\text{WO}_4]_n^{2-}$) ที่เกิดจากการเชื่อมต่อกันของออกตะฮีดรอลทังสเตนออกไซด์ (WO_6 octahedra) ทำให้เกิดชั้นของทังสเตนบิวทอกไซด์ที่มีโครงสร้างคล้ายเพอโรฟสไกต์ (perovskite-like slabs) ที่ถูกประกบด้านบนและล่างด้วยชั้นแอนติโมนีออกไซด์ (antimony oxide; $[\text{Sb}_2\text{O}_2]_n^{2+}$) ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างแอนติโมนีทังสเตท [4]

โครงสร้างแบบอูริไวเลียสของแอนติโมนีทังสเตทมีความบิดเบี้ยวในโครงสร้าง (distorted structure) เนื่องจากเกิดการแทรกตัว (intercalation) ของชั้นเพอโรฟสไกต์ทังสเตนบิวทอกไซด์ใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

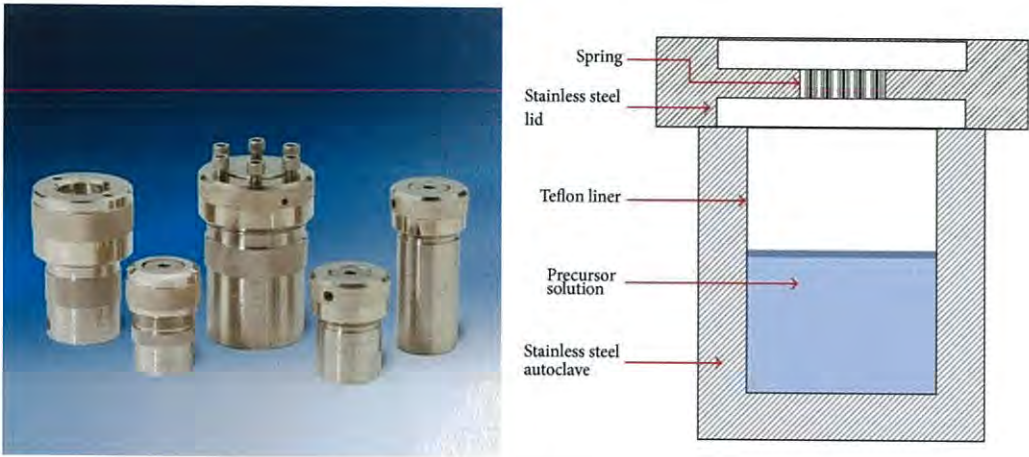
ชั้น แอนทิโมนีออกไซด์ จึงทำให้แอนทิโมนีทั้งสเททเป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีสภาพการนำไฟฟ้าที่สูง และมีช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (band gap energy; E_g) ที่แคบ โดยมีค่าประมาณ 2.25-2.45 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงสามารถถูกกระตุ้นให้เกิดการเคลื่อนที่ของประจุ (charge carrier) ด้วยแสงที่มีพลังงานต่ำได้ ดังนั้นจึงมีการนำแอนทิโมนีทั้งสเททไปประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (photocatalysts) ภายใต้ช่วงแสงที่ตามองเห็น (visible light) ในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ที่เป็นพิษและมีความเสถียรตัวสูง เช่น โรดามีนบี (rhodamine-B; RhB) ได้ [2] นอกจากนี้แอนทิโมนีทั้งสเททยังมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีความเฉพาะตัว คือ มีรูปร่างสามมิติที่เกิดการซ้อนทับกันของโครงสร้างไมโคร-นาโน (micro-nano structure) ซึ่งการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีลักษณะสัณฐานวิทยาที่เป็นเป็นชั้นซ้อนทับกันจะมีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดี เนื่องจากรูพรุนในโครงสร้างมีขนาดที่แตกต่างกัน ทำให้การเคลื่อนที่ของสารที่เข้ามาทำปฏิกิริยาบนพื้นผิวเกิดขึ้นได้ดี อีกทั้งยังมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่สูง ซึ่งสมบัติเหล่านี้ทำให้แอนทิโมนีทั้งสเททเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็นที่มีประสิทธิภาพสูง

2.2 การสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเทท

2.2.1 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal process) และกระบวนการโซลโวเทอร์มอล (Solvothormal process)

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล หมายถึง การทำปฏิกิริยาเคมีในตัวทำละลายภายในระบบปิดหรือในหม้อนึ่งความดัน (autoclave) ในสภาวะที่ใช้อุณหภูมิและความดันสูง ทำให้ได้ผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีความเฉพาะตัว กรณีที่ใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำจะเรียกว่า กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล แต่เมื่อใช้ตัวทำละลายเป็นสารอินทรีย์จะเรียกว่า กระบวนการโซลโวเทอร์มอล โดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลจะประกอบไปด้วย กระบวนการต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นภายใน คือ การละลาย (dissolution) การตกผลึก (crystallization) การตกผลึกใหม่ (recrystallization) และการโตของผลึก (growth) [11]

ปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลหรือโซลโวเทอร์มอลเกิดขึ้นในระบบปิดโดยใช้หม้อนึ่งความดันที่เป็นโลหะ ซึ่งภายในประกอบไปด้วยภาชนะเทฟลอน (teflon) หรือโลหะผสม (alloy) เพื่อป้องกันหม้อนึ่งจากตัวทำละลายที่มีฤทธิ์กัดกร่อนสูง ซึ่งจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิและความดันสูง ส่วนประกอบของหม้อนึ่งความดัน ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 หม้อนึ่งความดัน [11]

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

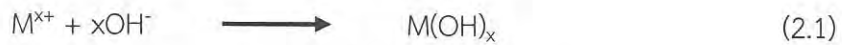
เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่ใช้ในการเตรียมผงละเอียดที่มีความเป็นผลึกและความบริสุทธิ์สูง สามารถควบคุมสัณฐานวิทยา และขนาดอนุภาค อีกทั้งผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีรูปร่างสม่ำเสมอและหลากหลาย กระบวนการโซลโวเทอร์มอลสามารถเกิดได้ที่อุณหภูมิและความดันต่ำ โดยผลึกที่ได้จะเกิดโดยตรงจากสารละลาย กระบวนการจะประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ การเกิดนิวเคลียสของผลึกและการเติบโตของผลึก การเกิดนิวเคลียสจะเกิดขึ้นเมื่อความสามารถในการละลายของตัวถูกละลายไม่สามารถละลายได้อีกแล้ว ตัวทำละลายจะตกตะกอนเป็นกลุ่มของผลึกที่สามารถเติบโตไปเป็นผลึกขนาดใหญ่ หลังจากการเกิดนิวเคลียสจะเกิดขึ้นตอนของการเติบโตของผลึกและการรวมตัวกันของหน่วยผลึก ที่มีองค์ประกอบเหมือนกันซึ่งจะมีโครงสร้างเหมือนหรือแตกต่างกันก็ได้ [12]

โดยทั่วไปการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ (metal oxide) ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอลจะเกิดขึ้นจากการเกิดปฏิกิริยา 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารตั้งต้น เช่น สารละลายเกลือโลหะ (metal salt) หรือสารละลายโลหะไนเตรต (metal nitrate) ในน้ำที่อุณหภูมิและความดันสูง เพื่อเปลี่ยนสารตั้งต้นให้อยู่ในรูปโลหะไฮดรอกไซด์ (metal hydroxides) แล้วตามด้วยการเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration) ซึ่งทำให้โลหะไฮดรอกไซด์เกิดการตกตะกอนเป็นผลึกโลหะออกไซด์ขึ้น โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลได้แสดงไว้ในสมการที่ 2.1 - 2.4 (เมื่อ M หมายถึงโลหะ) [13]

เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นสารละลายเกลือโลหะ



เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นสารละลายโลหะไนเตรต (metal nitrate)



ตัวอย่างสมการที่ใช้ในการสังเคราะห์ทินออกไซด์ (SnO_2) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลได้แสดงไว้ในสมการที่ 2.5 และ 2.6 [13]



ข้อดีของการสังเคราะห์สารหรือการปลูกผลึกด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและโซลโวเทอร์มอล คือ อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็ก ผลึกที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง สามารถควบคุมขนาดผลึกและรูปร่างได้ โดยการปรับอุณหภูมิ เวลาและอัตราส่วนของสารเคมีที่เป็นส่วนประกอบ และผลึกที่ได้ยังมีคุณภาพดี ส่วนข้อเสีย คือ ใช้อุปกรณ์ที่มีราคาสูงและไม่สามารถสังเกตเห็นกระบวนการเกิดผลึกในขณะสังเคราะห์ได้ [14]

2.2.2 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวทำละลาย

2.2.2.1 กรดอะซิติก (Acetic acid)

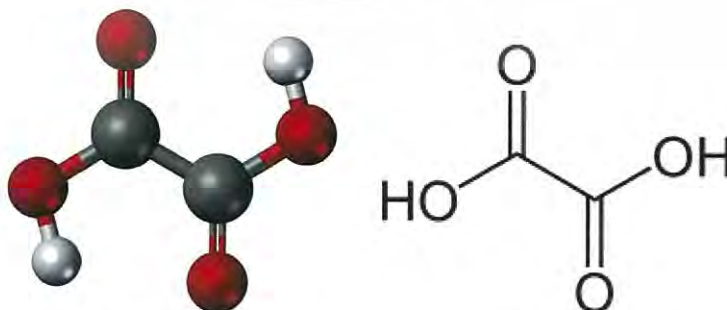
กรดน้ำส้ม หรือ กรดอะซิติก (acetic acid) เป็นสารประกอบที่มีสูตรโมเลกุล CH_3COOH มีโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.3 มีอยู่ในน้ำส้มสายชู (ไม่ใช่พืชตระกูลส้มซึ่งให้กรดซิตริก) มีรสเปรี้ยวและกลิ่นฉุน มีลักษณะเป็นผลึกใส กรดชนิดนี้มีฤทธิ์กัดกร่อน ไอของกรดสามารถทำให้ตาและจมูกระคายเคือง แต่ก็ยังมีฤทธิ์เป็นกรดอ่อนหากละลายน้ำ ซึ่งมีประโยชน์มากในการขจัดตะกรันในท่อน้ำ มีไฮดรอกไซด์ (hydroxide; OH^-) เป็นลิแกนด์ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน โดยมีลักษณะเป็นไบเดนเทตลิแกนด์ [15]



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของกรดอะซิติก [15]

2.2.2.2 กรดออกซาลิก (Oxalic acid)

กรดออกซาลิก (oxalic acid) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีสูตรโมเลกุล $(\text{COOH})_2$ มีโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.4 กรดออกซาลิกมีลักษณะเป็นผลึกผงสีขาว เมื่ออยู่ในรูปของประจุจะเรียกว่า ออกซาลेट (oxalate; $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$) ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ที่ดี เป็นลิแกนด์ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนโดยมีลักษณะเป็นไบเดนเทตลิแกนด์ [16]

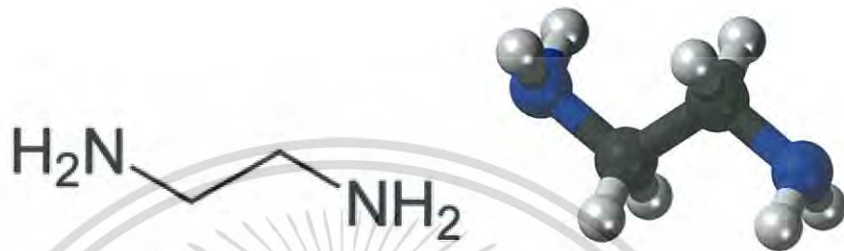


รูปที่ 2.4 โครงสร้างของกรดออกซาลิก [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.2.3 เอทิลีนไดเอมีน (Ethylenediamine)

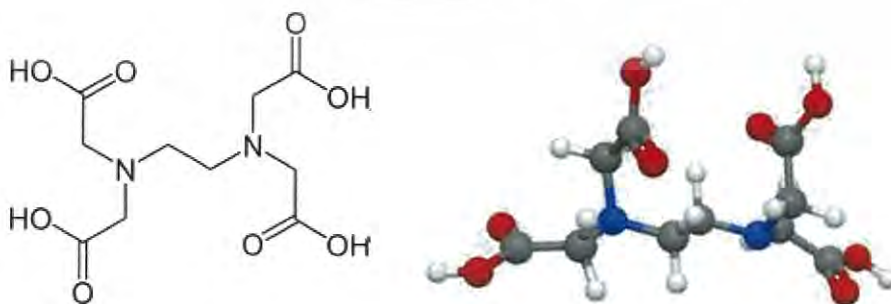
เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine; EN) เป็นสารประกอบที่มีสูตรโมเลกุล $C_2H_4(NH_2)_2$ มีโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.5 เอทิลีนไดเอมีนมีลักษณะเป็นของเหลว ใสไม่มีสี เป็นของเหลวไวไฟ ความเป็นพิษเฉียบพลัน กัดกร่อนผิวหนัง ทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศขึ้นได้ง่าย เอทิลีนไดเอมีน เป็นลิแกนด์ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน โดยมีลักษณะเป็นไบเดนเทตลิแกนด์ [17]



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของเอทิลีนไดเอมีน [17]

2.2.2.4 กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (Ethylene diamine tetraacetic acid)

กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (ethylene diamine tetraacetic acid; EDTA) เป็นสารประกอบที่มีสูตรโมเลกุล $C_{10}H_{16}N_2O_8$ มีโครงสร้างเป็นดังแสดงในรูปที่ 2.6 กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกมีลักษณะเป็นผงผลึกสีขาว ละลายในน้ำ เป็นสารเคมีที่ใช้ทั้งในภาคอุตสาหกรรมและการแพทย์ เป็นสารเคมีไร้สีสามารถละลายน้ำได้ ใช้ในการขจัดคราบหินปูน นอกจากนี้ยังสามารถใช้ในการแยกไอออนโลหะเช่น Ca^{2+} และ Fe^{3+} นอกจากนี้ยังเป็นสารตั้งต้นในการผลิตสารจำพวกเกลือหลายประเภท [18] กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (EDTA) เป็นลิแกนด์ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน โดยมีลักษณะเป็นเฮกซะไบเดนเทตลิแกนด์



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 แสดงสมบัติทางกายภาพของตัวทำละลายที่ใช้ในการทดลอง [15]

ตัวทำละลาย	สมบัติทางกายภาพ			
	สูตรโมเลกุล	มวลโมเลกุล (g/mol)	ความหนาแน่น (g/cm ³)	จุดเดือด (°C)
กรดอะซิติก	CH ₃ COOH	60.05	1.050	118.1
กรดออกซาลิก	(COOH) ₂	90.03	1.900	157.0
เอทิลีนไดเอมีน	C ₂ H ₄ (NH ₂) ₂	60.10	0.898	116.5
กรดเอทิลีนไดเอมีน เตตระอะซิติก	C ₁₀ H ₁₆ N ₂ O ₈	292.24	0.860	237.5

ตารางที่ 2.2 แสดงผลกระทบทรานซ์ (trans effects) [19]

ผลกระทบทรานซ์
(weak) F ⁻ , HO ⁻ , H ₂ O < NH ₃ < py < Cl ⁻ < Br ⁻ < I ⁻ , SCN ⁻ , NO ₂ ⁻ , SC(NH ₂) ₂ , Ph ⁻ < SO ₃ ²⁻ < PR ₃ < AsR ₃ , SR ₂ , H ₃ C ⁻ < H ⁻ , NO, CO, NC ⁻ , C ₂ H ₄ (strong)

ตารางที่ 2.3 แสดงอนุกรมสเปกโทรเคมี (spectrochemical series) [20]

อนุกรมสเปกโทรเคมี
I ⁻ < Br ⁻ < S ²⁻ < SCN ⁻ < Cl ⁻ < NO ₃ ⁻ < N ₃ ⁻ < F ⁻ < OH ⁻ < C ₂ O ₄ ²⁻ < H ₂ O < NCS ⁻ < EDTA < NH ₃ < en < 2,2'-bipy < phen < NO ₂ ⁻ < PPh ₃ < CN ⁻ < CO

2.3 การนำแอนติโมนีทั้งสเตทไปประยุกต์ใช้งาน

2.3.1 สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (Photocatalytic property)

กระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalysis process) เป็นกระบวนการที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalyst) ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ “โฟโต (photo)” หมายถึง การใช้แสงเข้าร่วมในการเกิดกระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง และ “คะตะลิสต์ (catalyst) หรือตัวเร่งปฏิกิริยา” หมายถึง วัสดุหรือสารประกอบซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะอยู่ในรูปของผงหรือฟิล์ม สามารถเพิ่ม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อัตราเร็วของปฏิกิริยาทำให้ปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลเร็วขึ้น โดยที่ตัวเองไม่เปลี่ยนแปลงหลังจากปฏิกิริยาดำเนินไปอย่างสมบูรณ์ [20]

ปัจจัยที่สำคัญของการเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นมลพิษชนิดต่าง ๆ ในน้ำ ได้แก่ ความยาวคลื่นแสง (wavelength) ที่มีพลังงานมากกว่าหรือเท่ากับแถบช่องว่างพลังงาน (band gap energy) ของตัวเร่งปฏิกิริยา ออกซิเจน น้ำ และตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยาได้รับพลังงานแสงในรูปพลังงานโฟตอนมากพอที่จะกระตุ้นให้เกิดอิเล็กตรอนและช่องว่าง (hole) พลังงานนี้เรียกว่า พลังงานกระตุ้น (activation energy) สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.7 [21]

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

โดยที่ E คือ พลังงานโฟตอน (จูล)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.625×10^{-34} จูล-วินาที)

ν คือ ความถี่ (วินาที⁻¹)

c คือ ความเร็วแสง (3×10^8 เมตร/วินาที)

λ คือ ความยาวคลื่นแสง (นาโนเมตร)

กระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสงสามารถจำแนกตามสถานะของสารที่ทำปฏิกิริยาร่วมกันสามารถแบ่งได้ 2 ประเภท

1. กระบวนการสถานะเดียว (homogeneous photocatalysis) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยามีสถานะเดียวกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด โดยทั่วไปจะเป็นของเหลวกับของเหลว เช่น การย่อยสลาย 2,4-Dinitrofluorene โดยใช้ UV/H₂O₂

2. กระบวนการต่างสถานะ (heterogeneous photocatalysis) คือ ตัวเร่งปฏิกิริยามีสถานะที่ต่างกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัดเช่น ย่อยสลาย 2-Chlorophenol โดยใช้ UV/TiO₂ [22]

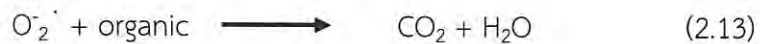
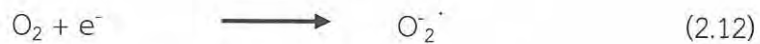
ตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิด ได้แก่ สารตัวนำไฟฟ้า (conductor) ซึ่งส่วนมากเป็นโลหะทรานซิชัน (transition metal) และสารกึ่งตัวนำไฟฟ้า (semiconductor) สำหรับโลหะทรานซิชัน เมื่ออิเล็กตรอนที่ได้รับพลังงานโฟตอนทำให้อิเล็กตรอนขึ้นไปอยู่ในสถานะกระตุ้น (excited state) อิเล็กตรอนจะกลับสู่สถานะพื้น (ground state) เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

state) ได้ง่ายและรวดเร็วกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดสารกึ่งตัวนำ เพราะในโลหะทรานซิชันนั้นจะไม่มีแถบพลังงานระหว่างแถบตัวนำ (conduction band) และแถบวาเลนซ์ (valance band) ซึ่งจะส่งผลให้อัตราการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนกับช่องว่างนั้นมีค่าสูง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดโลหะทรานซิชันนั้นไม่เป็นที่นิยมในการนำมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงเนื่องจากโลหะตัวนำมีสมบัติการดูดซับแสงได้ไม่ดี ในทางกลับกันตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดสารกึ่งตัวนำได้รับความนิยมอย่างแพร่หลาย [21] โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้ยกตัวอย่างเช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (titanium dioxide; TiO₂) ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide; ZnO) แคดเมียมซัลไฟด์ (cadmium sulfide; CdS) และทังสเตนไตรออกไซด์ (tungsten trioxide; WO₃) เป็นต้น

กลไกของกระบวนการเร่งปฏิกิริยาทางแสง คือ เมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์ได้รับพลังงานที่มากกว่าในแถบช่องว่างพลังงาน อิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นให้เคลื่อนที่ไปยังแถบตัวนำ ทำให้เกิดช่องว่างในบริเวณแถบวาเลนซ์ ส่วนอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นจะสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระทั่วแถบตัวนำ ปรากฏการณ์นี้ส่งผลให้เกิดคู่อิเล็กตรอนกับช่องว่างประจุบวก (electron-hole, e⁻/h⁺ pairs) ดังแสดงในสมการที่ 2.2 โดยช่องว่างประจุบวกจัดเป็นตัวรับอิเล็กตรอนที่ดี ทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนจากสารประกอบอินทรีย์ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังแสดงในสมการที่ 2.8-2.11



อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นจะทำหน้าที่ให้อิเล็กตรอนกับสารอินทรีย์ เกิดเป็นปฏิกิริยารีดักชัน ดังแสดงในสมการที่ 2.12-2.13



ซึ่งผลิตภัณฑ์สุดท้ายจากการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ คือ คาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ

[23]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

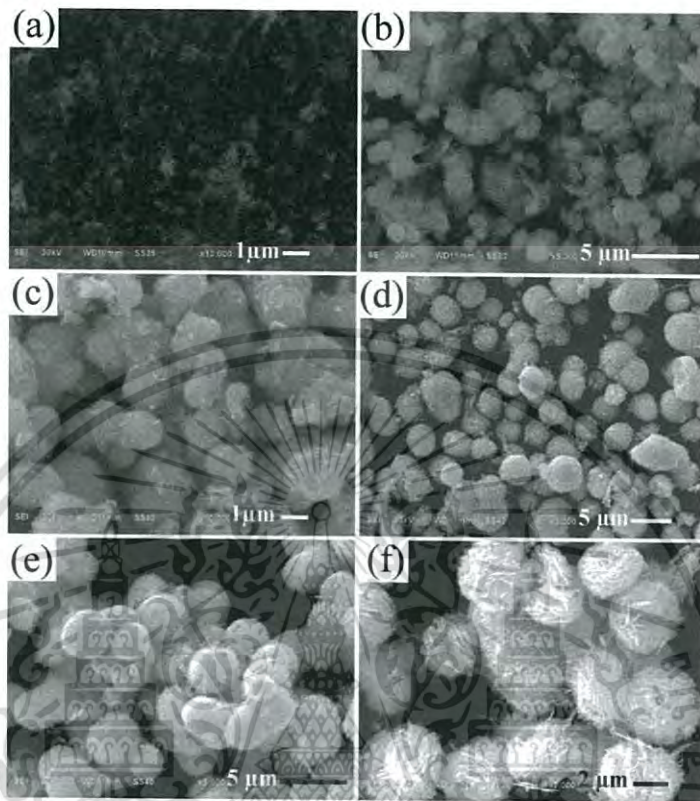
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.4.1 การสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทที่มีโครงสร้างลำดับชั้นคล้ายดอกไม้และศึกษาคุณสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงและคุณสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Controlled synthesis of hierarchical flower-like Sb_2WO_6 microspheres: photocatalytic and superhydrophobic property)

งานวิจัยของ Chengyu Yang และคณะ [2] ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6) ที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมในระดับไมโคร โดยใช้แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (antimony trichloride; SbCl_3) และโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต (sodium tungstate dihydrate; $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากนำแอนติโมนีไตรคลอไรด์ความเข้มข้น 4 มิลลิโมล ละลายในเอทานอลปริมาตร 8 มิลลิลิตร และละลายโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรตความเข้มข้น 2 มิลลิโมล ในน้ำกลั่นปริมาตร 8 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายทั้งสองมาผสมกันแล้วปรับค่า pH เป็น 2, 4 และ 7 ตามลำดับ ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที แล้วนำสารละลายมาเทใส่หม้อหนึ่งความดันขนาด 20 มิลลิลิตร และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการกรองเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล แล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ผงแอนติโมนีทังสเตท เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffractometer; XRD) พบว่าพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดสามารถบอกได้ว่าแอนติโมนีทังสเตทเป็นวัฏภาคไตรคลีนิก วิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM) พบว่าเมื่อค่า pH เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้รูปร่างของแอนติโมนีทังสเตทเปลี่ยนไปด้วย โดยที่ pH เท่ากับ 2 มีรูปร่างทาบซ้อนเป็นทรงกลมระดับไมโครคล้ายดอกไม้ (flower-like) แบบ 3 มิติ มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4 ไมโครเมตร ที่ pH เท่ากับ 4 จะมีรูปร่างไม่เป็นทรงกลม ที่ pH เท่ากับ 7 จะเป็นแผ่นนาโนกระจายตัวออกจากการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค TEM และ HRTEM (high resolution transmission electron microscope) แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวของโครงสร้างของแอนติโมนีทังสเตทที่ซับซ้อนประกอบด้วยแผ่นขนาดนาโนและมีโครงสร้างเป็นผลึก จากนั้นได้ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างกันด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.7 พบว่าเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยามากขึ้นจะทำให้ได้รูปร่างทรงกลมระดับไมโครคล้ายกับดอกไม้ใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลักษณะสามมิติที่สมบูรณ์ขึ้น โดยเมื่อครบ 24 ชั่วโมง จะทำให้ได้รูปร่างทรงกลมที่มีความสมบูรณ์มากที่สุด



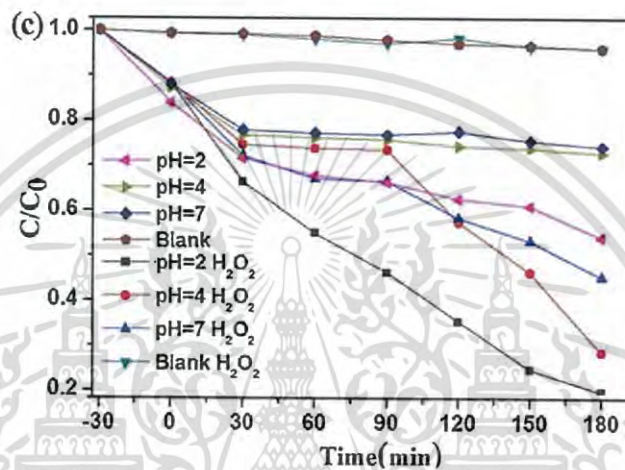
รูปที่ 2.7 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่เวลาต่าง ๆ (a) 0 (b) 0.5 (c) 1 (d) 6 (e) 12 และ (f) 24 ชั่วโมง [2]

เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer) พบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH 2, 4 และ 7 ที่เวลา 24 ชั่วโมง มีค่าเริ่มต้นของการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) ที่ความยาวคลื่นลดลง เมื่อนำค่าของการดูดกลืนแสงมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) พบว่า ค่า E_g ของตัวอย่าง pH 2, 4, และ 7 มีค่าเท่ากับ 2.17, 2.25 และ 2.63 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ

การศึกษาประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทังสเตทที่เตรียมจากการใช้ค่า pH ต่างกันภายใต้การฉายรังสียูวีที่เวลาต่างกัน พบว่าเมื่อค่า pH เพิ่มสูงขึ้นความสามารถในการสลายสีย้อมจะลดลง ซึ่งผลที่ได้มีสาเหตุมาจากการที่สารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ค่า pH ที่ต่ำ มีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงดีที่สุดเนื่องจากมีค่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำกว่าและมีพื้นที่ผิวมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การศึกษาประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของแอนติโมนีทั้งสเททเมื่อเติมและไม่เติมกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide; H_2O_2) ในการสลายสีย้อมโรดามีนบี (RhB) ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 2.8 พบว่าการสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในสภาวะที่เติมกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีการสลายตัวที่เร็วกว่าที่ไม่ได้เติมกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถสร้างหมู่ไฮดรอกซิลได้ซึ่งจะช่วยเพิ่มความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงได้



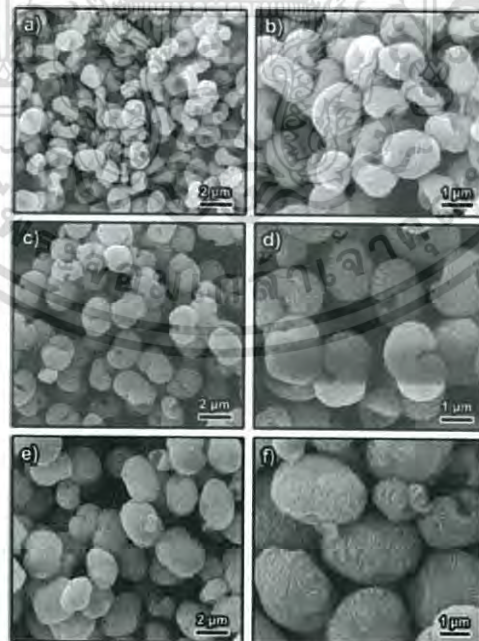
รูปที่ 2.8 ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงเมื่อเติมและไม่เติมกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ [2]

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

งานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และคณะ [4] ได้การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททแบบออร์โธโรมบิกที่มีโครงสร้างแบบลำดับชั้นด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลและศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยการสังเคราะห์จะใช้โซเดียมทั้งสเททไดไฮเดรต (sodium tungstate dihydrate; $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) และแอนติโมนีไตรคลอไรด์ (antimony trichloride; $SbCl_3$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากเตรียมแอนติโมนีไตรคลอไรด์ความเข้มข้น 1 มิลลิโมล และโซเดียมทั้งสเททไดไฮเดรตความเข้มข้น 0.5 มิลลิโมล ละลายในเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol; EG) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนให้เข้ากันเติมน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนเป็น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

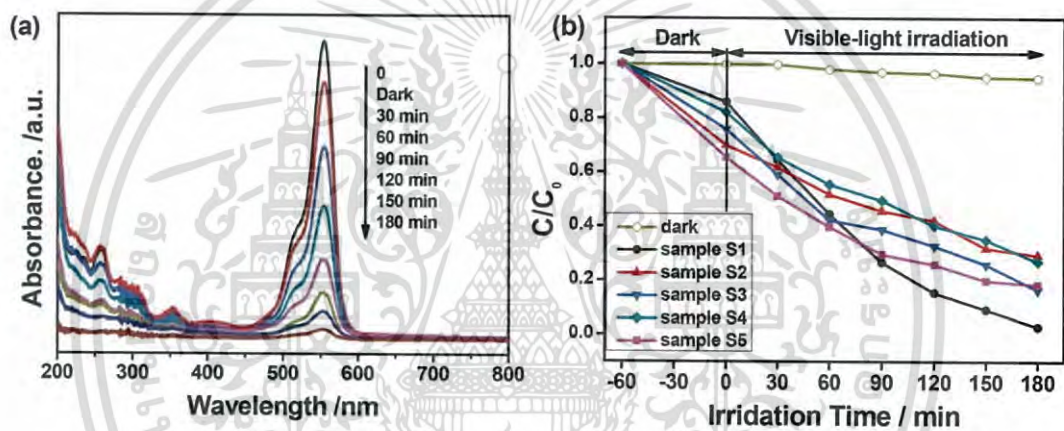
เวลา 30 นาที จากนั้นเทใส่หม้อหนึ่งความดันขนาด 50 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งการทดลองนี้จะเตรียมตัวอย่าง 5 ตัวอย่าง โดยการปรับอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำในอัตราส่วน คือ 2:1, 1:1, 1:2 และ 1:5 และแบบเติมน้ำอย่างเดียว เมื่อนำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง (field emission scanning electron microscope; FE-SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่มีกำลังขยายสูง (HRTEM) โดยใช้ตัวอย่างที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำเป็น 2:1 พบว่าที่กำลังขยายต่ำแสดงให้เห็นว่าอนุภาคของแอนติโมนีทั้งสเตรรูปร่างมีลักษณะคล้ายโดนัทรูปวงรี โดยที่กำลังขยายสูงขึ้นจะเห็นว่าอนุภาครูปวงรีประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นแผ่นที่เรียงซ้อนทับกันเป็นลำดับชั้นที่สร้างจากแผ่นนาโน โดยมีระยะห่างระหว่างระนาบผลึกตรงกับระนาบผลึกของโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกของแอนติโมนีทั้งสเตร จากการศึกษพบว่าอัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำมากกว่าเอทิลีนไกลคอลจะมีผลต่อรูปร่างของแอนติโมนีทั้งสเตร โดยจะทำให้มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นและรอยเว้าบริเวณตรงกลางจะค่อย ๆ หายไป และยังส่งผลให้โครงสร้างมีรูพรุนน้อยลง ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ผลที่ได้เนื่องจากน้ำเป็นตัวทำละลายที่ดีส่งผลให้อัตราการเติบโตของผลึกที่มาก ทำให้อนุภาคมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นและทำให้ควบคุมรูปร่างได้ยาก



รูปที่ 2.9 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตร ในอัตราส่วนโดยปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ ในอัตราส่วนที่ต่างกัน (a, b) 1:1, (c, d) 1:2, และ (e, f) 1:5 [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

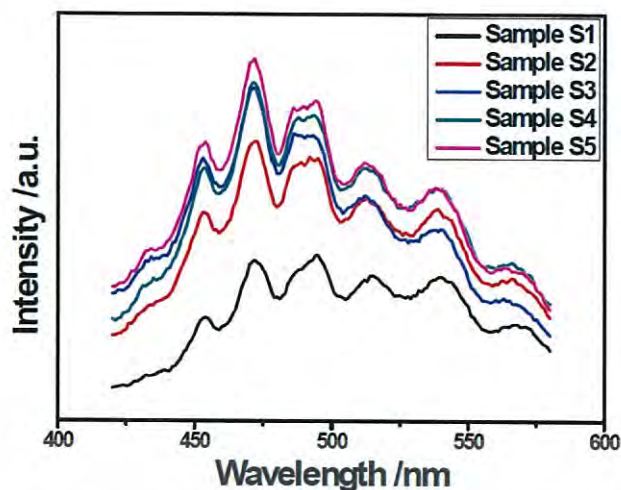
จากนั้นทำการทดสอบการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตสโกปี แล้วนำมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) พบว่ามีค่าเท่ากับ 2.25 อิเล็กตรอนโวลต์ การทดสอบสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทในการสลายสีย้อมโรดามีนบี (RhB) โดยใช้การฉายรังสีวิสิเบิล พบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีเพิ่มขึ้นจะสามารถสลายสีย้อมโรดามีนบีได้มากขึ้น และที่อัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 มีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงดีที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 2.10 เนื่องจากที่อัตราส่วนนี้มีพื้นที่ผิวสูงและมีรูพรุนจำนวนมากทำให้มีพื้นที่ในการรับแสงมาก ส่งผลให้อิเล็กตรอน (electron) กับหลุมประจุบวก (hole) รวมตัวกันช้า แต่ที่อัตราส่วน 1:1, 1:2 และ 1:5 มีประสิทธิภาพการสลายสีย้อมไม่ดีเนื่องจากมีพื้นที่ผิวต่ำความเป็นผลึกน้อยและโครงสร้างที่ทับซ้อนเป็นชั้นมีขนาดใหญ่กว่า



รูปที่ 2.10 (a) การดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบีที่มีแอนทิโมนีทังสเตทที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็น (b) การสลายตัวของโรดามีนบีด้วยแอนทิโมนีทังสเตทที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำที่แตกต่างกันภายใต้แสงที่ตามองเห็น [4]

จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.11 พบว่าแอนทิโมนีทังสเตทที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 ที่โซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง มีความเข้มของสเปกตร้าต่ำที่สุดซึ่งหมายถึงอิเล็กตรอนมีช่องว่างของการตกกลับที่ต่ำ แสดงว่าแอนทิโมนีทังสเตทที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 มีสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดีภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 พลูออเรสเซนตส์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสแตทท์ที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยปริมาตรเอทิลลีนไกลคอลต่อน้ำ 2:1 ในอัตราส่วนต่าง ๆ [4]

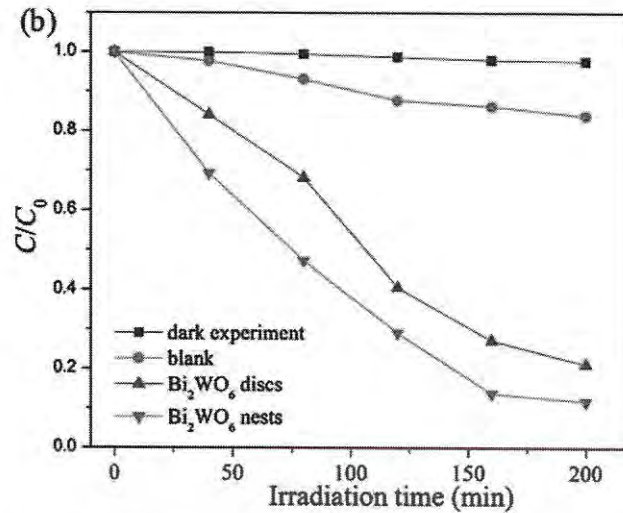
2.4.3 การสังเคราะห์บิสมัททั้งสแตทท์ที่มีโครงสร้างลำดับชั้นแบบเชลฟ์แอสเซมบลีด้วยการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกและศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็น (EDTA-mediated shape-selective synthesis of Bi_2WO_6 hierarchical self-assemblies with high visible-light-driven photocatalytic activities)

งานวิจัยของ Lin Xu และคณะ [24] ได้ทำการสังเคราะห์บิสมัททั้งสแตทท์ที่มีโครงสร้างลำดับชั้นแบบเชลฟ์แอสเซมบลีด้วยการใช้ตัวทำละลายเป็นกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยการสังเคราะห์จะใช้บิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต (bismuth(III) nitrate pentahydrate; $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมทั้งสแตทท์ไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากใส่บิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต 2.0 มิลลิโมล ในกรดไนตริกความเข้มข้นร้อยละ 10 (10% HNO_3) จากนั้นนำสารละลายเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่เตรียมไว้ใส่ลงไป ปั่นกวนเป็นเวลา 20 นาที แล้วเติมสารละลายโซเดียมทั้งสแตทท์ไดไฮเดรต 1.0 มิลลิโมล ปริมาตร 15 มิลลิลิตร ปรับค่า pH เป็น 3 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ปั่นกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปใส่หม้อนิ่ง-ความดันขนาด 40 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จะได้ผงบิสมัททั้งสแตทท์ออกมา นำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก 0.20 กรัม มีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ชัดเจนกว่า การใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซีติก 0.40 กรัม แสดงให้เห็นว่าการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซีติก 0.20 กรัม ในการสังเคราะห์บิสมัททั้งหมดมีความเป็นผลึกสูงกว่าการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซีติก 0.40 กรัม เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าบิสมัททั้งหมดที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซีติก 0.20 กรัม มีสัณฐานวิทยาที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมขนาดใหญ่ คล้ายแผ่นดิสก์ มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 1 ไมโครเมตร เมื่อใช้กำลังขยายที่สูงขึ้นพบว่าบนพื้นผิว ประกอบไปด้วยโครงสร้างที่ซ้อนทับกันมีความหนาประมาณ 20 นาโนเมตร ส่วนการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซีติก 0.40 กรัม มีสัณฐานวิทยามีลักษณะคล้ายรังนก มีส่วนเว้าตรงกลาง มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 3 ไมโครเมตร โดยเกิดจากโครงสร้างมีแผ่นขนาดนาโนจำนวนมากเรียงชิดติดกันหลายชั้น ซึ่งโครงสร้างที่เกิดขึ้นมีความเสถียรมากจนไม่สามารถทำลายได้หลังจากอัลตราโซนิคส์เป็นเวลา 30 นาที เมื่อนำมาตรวจวิเคราะห์ด้วย TEM พบว่าบิสมัททั้งหมดที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซีติก 0.20 กรัม และ 0.40 กรัม อนุภาคมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 1 ไมโครเมตร และ 3 ไมโครเมตร ซึ่งสอดคล้องกับผล SEM ข้างต้น เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์การดูดกลืนแสงพบว่าบิสมัททั้งหมดที่มีโครงสร้างเป็นแบบรังนกมีการดูดกลืนแสงมากกว่าบิสมัททั้งหมดที่มีโครงสร้างเป็นแผ่นกลมและแบน ซึ่งเป็นผลมาจากการที่บิสมัททั้งหมดที่มีโครงสร้างแบบรังนกอาจทำให้เกิดการกระเจิงของแสง แสงที่ส่องผ่านโครงสร้างแบบรังนกจึงมากกว่าโครงสร้างแบบแผ่นกลม ซึ่งการดูดกลืนแสงที่มากกว่าจะเพิ่มปริมาณของอิเล็กตรอนและช่องว่างสำหรับการเร่งปฏิกิริยาทางแสง จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET พบว่าบิสมัททั้งหมดที่มีโครงสร้างเป็นแผ่นดิสก์ประกอบไปด้วยรูพรุนขนาดเล็กที่สุดประมาณ 3.7 นาโนเมตรและรูพรุนขนาดใหญ่ที่สุดประมาณ 15 นาโนเมตร ส่วนบิสมัททั้งหมดที่มีโครงสร้างเป็นรังนกประกอบไปด้วยรูพรุนขนาดเล็กที่สุดประมาณ 3.6 นาโนเมตรและรูพรุนขนาดใหญ่ที่สุดประมาณ 43 นาโนเมตร จากผล SEM พบว่ารูพรุนขนาดเล็กอาจเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการโตของผลึกในขณะที่รูพรุนขนาดใหญ่เกิดจากช่องว่างระหว่างแผ่นขนาดนาโนของบิสมัททั้งหมดที่มาซ้อนทับกัน ผลการทดสอบสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาในการสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยฉายรังสีที่ตามองเห็นที่ความยาวคลื่น 554 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.12 พบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีเพิ่มมากขึ้นจะสามารถสลายสีย้อมโรดามีนบีได้มากขึ้น การสลายสีย้อมของบิสมัททั้งหมดโครงสร้างแบบรังนกมีประสิทธิภาพในการสลายดีย้อมได้รวดเร็วกว่าบิสมัททั้งหมดแบบแผ่นกลม เนื่องจากบิสมัททั้งหมดที่มีรูปร่างเป็นรังนกมีรูพรุนขนาดใหญ่และมีรูพรุนเป็นจำนวนมากทำให้มีพื้นที่รับแสงมาก อีกทั้งโครงสร้างลำดับชั้นที่เหมือนรังนกสามารถช่วยเพิ่มปริมาณอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นและช่องว่างในปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงได้ จึงมีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

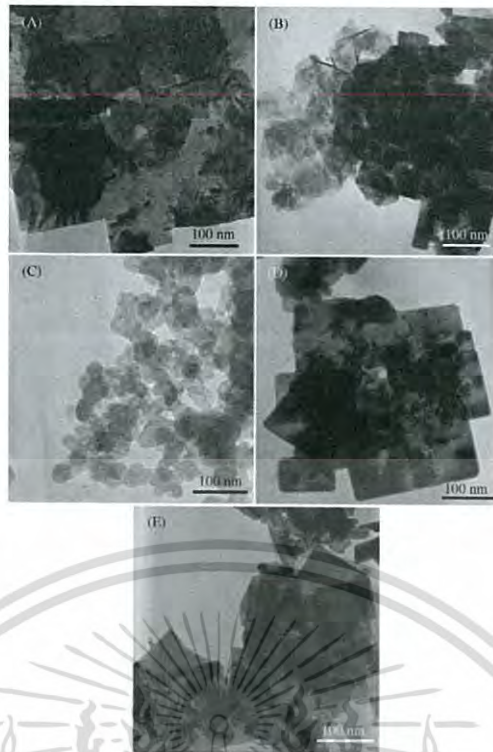


รูปที่ 2.12 การสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง Bi_2WO_6 ที่มีรูปร่างต่างกันภายใต้รังสีที่ตามองเห็น [24]

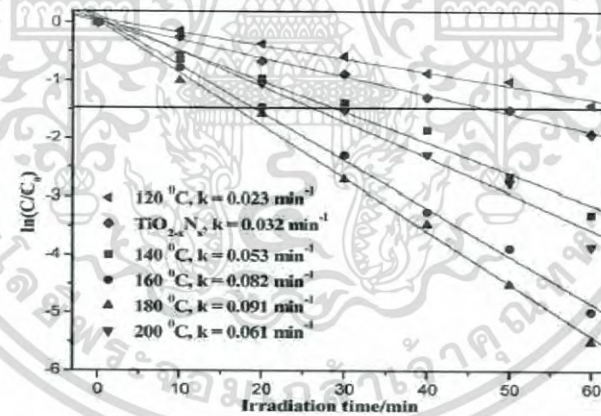
2.4.4 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของบิสมัททังสเตทขนาดนาโนที่สังเคราะห์จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Photocatalytic properties of nanosized Bi_2WO_6 catalysts synthesized via a hydrothermal process)

งานวิจัยของ Hongbo Fu และคณะ [25] ได้ทำการศึกษสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของบิสมัททังสเตทขนาดนาโนที่สังเคราะห์จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล โดยการสังเคราะห์จะใช้บิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) และกรดทังสเตท (tungstic acid; H_2WO_4) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากใส่บิสมัทไนเตรทเพนตะไฮเดรต 0.485 กรัม กรดทังสเตท 0.125 กรัม และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide; KOH) 0.28 กรัม ลงในน้ำปราศจากไอออนที่เตรียมไว้ 9 มิลลิลิตร นำไปปั่นจนให้เข้ากัน แล้วจึงนำไปใส่ในหม้อหนึ่ง-ความดัน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120-200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปกรองและอบให้แห้ง เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าสัณฐานวิทยาและขนาดของบิสมัททังสเตทขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรเทอร์มอล จากรูปที่ 2.13 จะสังเกตเห็นว่าที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ผลึกของบิสมัททังสเตทบางส่วนมีลักษณะเป็นแผ่นบาง ๆ ที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส จะเห็นผลึกผสมของทรงกลมและแผ่นรูปทรงต่าง ๆ แต่เมื่ออุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส จะเห็นผลึกเป็นทรงกลม เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 200 องศาเซลเซียส ผลึกจะมีลักษณะเป็นแผ่นขนาดใหญ่เช่นเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 ภาพถ่าย TEM ของบิสมีททั้งสเททที่สังเคราะห์ (a) 120 (b) 140 (c) 160 (d) 180 และ (e) 200 องศาเซลเซียส [25]



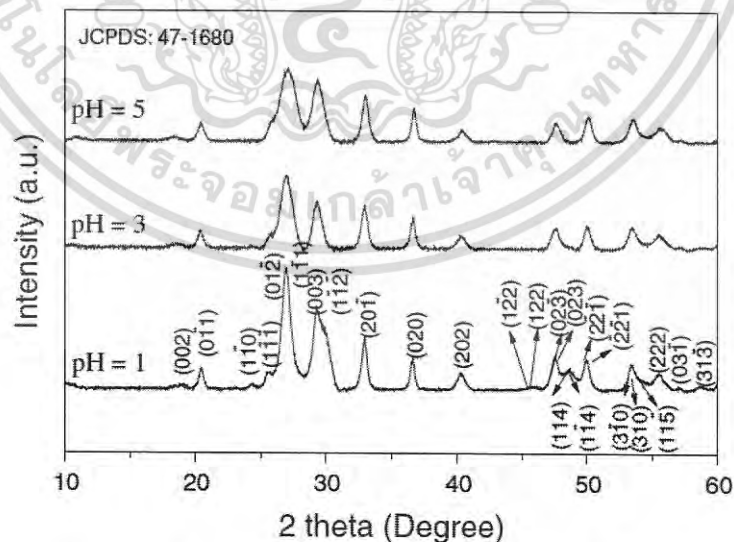
รูปที่ 2.14 การสลายตัวของสีย้อมโรดามีนบี (Rhodamine-B) ของ Bi_2WO_6 ที่เตรียมไว้ [25]

จากการศึกษาสมบัติการสลายสีย้อมของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงบิสมีททั้งสเทท ดังแสดงในรูปที่ 2.14 พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงบิสมีททั้งสเททสามารถใช้ในการสลายตัวของสีย้อมโรดามีนบีในช่วงความยาวคลื่นในช่วงยูวีและแสงที่ตามองเห็น (400-600 นาโนเมตร) ซึ่งงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงสำหรับการทำลายสารมลพิษโดยการฉายแสงที่ตามองเห็นด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลซึ่งเป็นวิธีที่มีความรวดเร็วในการจัดเตรียมวัสดุและมีราคาถูก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

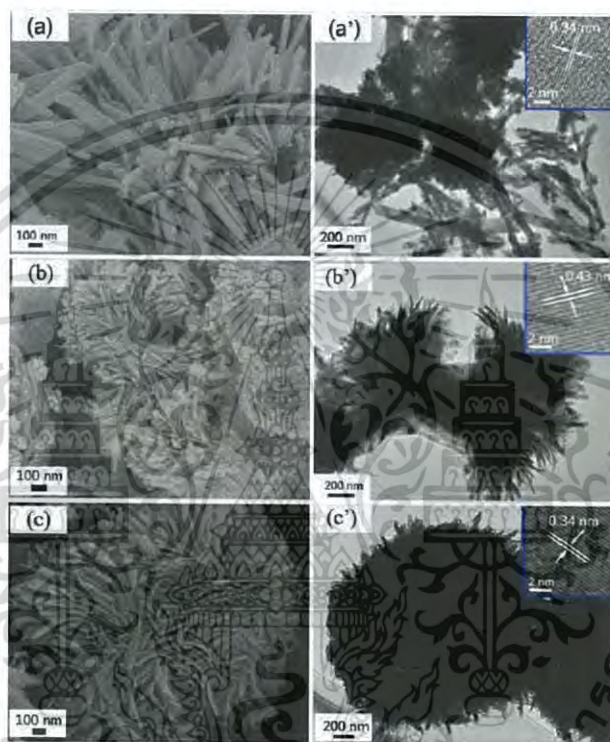
งานวิจัยของ Jinhong Bi และคณะ [1] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและศึกษาสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการสลายสารประกอบอะโซ โดยการสังเคราะห์จะใช้แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) และแอมโมเนียมพาราทังสเตท (ammonium paratungstate; $(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากละลายแอนติโมนีไตรคลอไรด์เข้มข้น 6.0 มิลลิโมล และแอมโมเนียมพาราทังสเตทเข้มข้น 0.25 มิลลิโมล ในน้ำปราศจากไอออน 60 มิลลิลิตร นำมาปั่นกวนพร้อมปรับค่าความเป็นกรด-ด่างให้มีค่าเท่ากับ 1, 3, 5, 7 และ 9 ตามลำดับด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 โมลาร์ จากนั้นปั่นกวนต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เเทลงในหม้อหนึ่งความดัน ทำการโซลโวเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอน นำตะกอนไปอบให้แห้งจะได้ผงแอนติโมนีทังสเตทที่มีสีส้ม เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 2.15 พบว่าแอนติโมนีทังสเตทที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 1 มีความเป็นผลึกสูงที่สุด แสดงให้เห็นว่ายิ่งค่าความเป็นกรดสูง แอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จะยิ่งมีความเป็นผลึกที่สูง



รูปที่ 2.15 รูปแบบเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการปรับให้มีค่าความเป็นกรด-ด่างที่ต่างกัน [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และเทคนิค TEM ดังแสดงในรูปที่ 2.16 พบว่าผลึกของแอนติโมนีทังสเตทที่มีความเป็นกรดสูงจะมีขนาดเล็กเนื่องจากค่าความเป็นกรดที่สูงจะทำให้เกิดปฏิกิริยาการตกกลับ แอนติโมนีทังสเตทบางส่วนจะเกิดการละลายและตกผลึกใหม่ เมื่อปรับค่าความเป็นกรด-ด่างเป็นสภาวะที่เป็นต่างมากขึ้น ทำให้มีไฮดรอกซิล (OH^-) เกิดขึ้นในระบบทำให้แอนติโมนีรวมกันกับไฮดรอกซิลได้เป็น $\text{Sb}(\text{OH})_4^-$ เมื่อทำการไฮโดรเทอร์มอลจะเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรต (dehydrate) ซึ่งจะได้แอนติโมนีไตรออกไซด์ (Sb_2O_3)



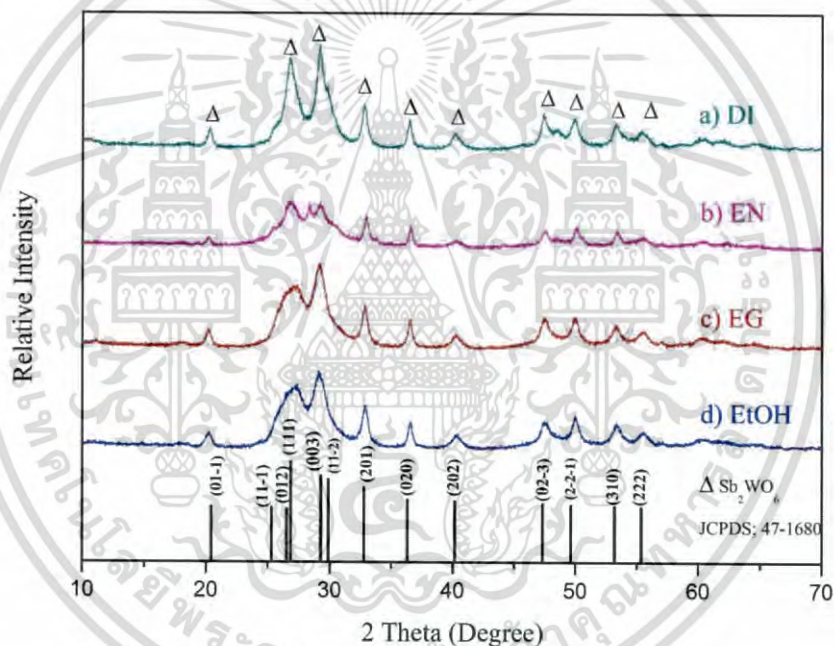
รูปที่ 2.16 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM, TEM และ HRTEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเป็นกรด-ด่างที่ต่างกัน (a, a') pH 1, (b, b') pH 3 และ (c, c') pH 5 [1]

2.4.6 การสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

งานวิจัยของนายพิชิต อุดมศรี และคณะ [13] ได้ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทังสเตทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดโดยการสังเคราะห์จะใช้ แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (antimony trichloride; SbCl_3) และโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น ขั้นตอนการสังเคราะห์เริ่มจากละลายแอนติโมนีไตรคลอไรด์ 0.914 กรัม ในตัวทำละลายที่ชนิดต่าง ๆ กัน ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน (H_2O)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

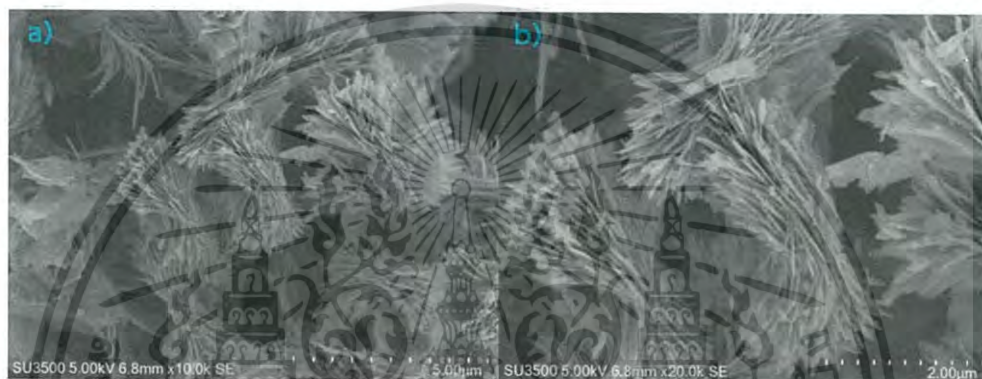
เอทิลีนไดเอมีน ($\text{NH}_2\text{C}_2\text{H}_4\text{NH}_2$) เอทิลีนไกลคอล ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) และเอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 8 มิลลิลิตร ละลายโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต 0.66 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน 8 มิลลิลิตร เทสารละลายผสมกันนำไปปั่นจน ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างให้มีค่าเท่ากับ 2 แล้วเทลงในหม้อหนึ่ง ความดัน ทำการโซลโวเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอน อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 2.17 พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่คล้ายคลึงกันแต่มีความเข้มของพีคที่แตกต่างกัน ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันทำให้ได้แอนติโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิกที่มีความบริสุทธิ์



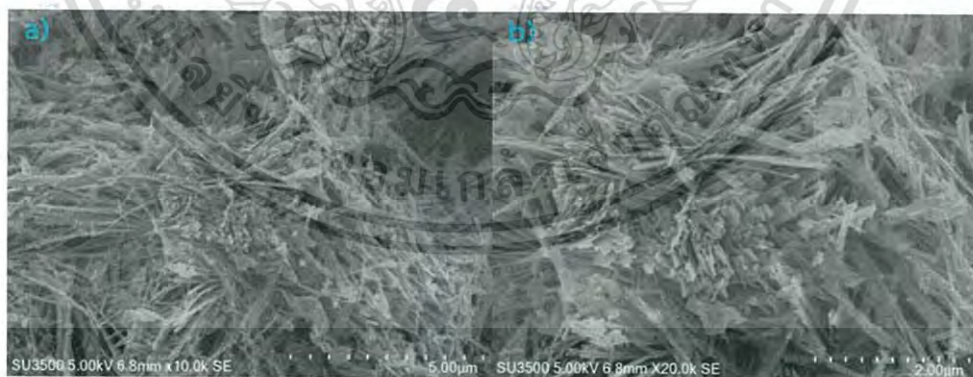
รูปที่ 2.17 ชนิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ a) น้ำปราศจากไอออน b) เอทิลีนไดเอมีน c) เอทิลีนไกลคอล และ d) เอทานอล เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทังสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.18-2.21 พบว่าแอนติโมนีทั้งสเททมีลักษณะรูปร่างแบบสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของอนุภาคนาโนร่วมกับไมโครโดยการใช้น้ำปราศจากไอออนจะทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างแบบหงอนไก่ (cockscomb-like structure) ที่เกิดจากการซ้อนทับกันของเส้นริบบิ้นขนาดนาโน ส่วนการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคแบบดอกไม้ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม การใช้เอทิลีนไกลคอลทำให้ได้อนุภาคแบบโดนัท ส่วนการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคเป็นแท่ง (rod) หรือเส้นริบบิ้นขนาดนาโนจำนวนมากและไม่มีการรวมตัวกันเป็นอนุภาคแบบสามมิติอย่างชัดเจน

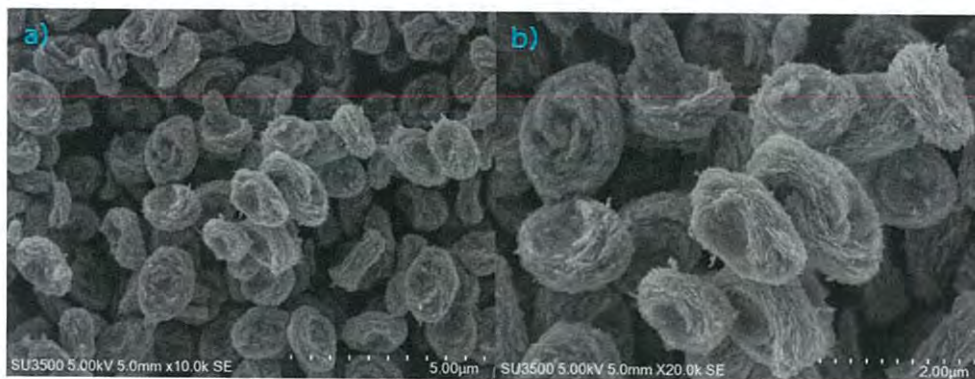


รูปที่ 2.18 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า [13]



รูปที่ 2.19 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

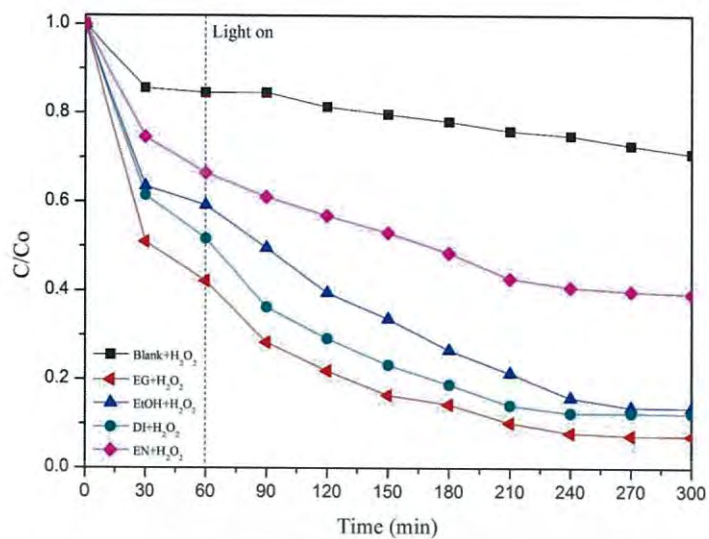


รูปที่ 2.20 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า [13]



รูปที่ 2.21 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ที่กำลังขยายต่างกัน a) กำลังขยาย 10,000 เท่า b) กำลังขยาย 20,000 เท่า [13]

จากการทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 2.22 พบว่าแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายมีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ดีที่สุดในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) โดยมีค่าอยู่ที่ ร้อยละ 92.74 ที่เวลาในการฉายแสง 4 ชั่วโมง ซึ่งเป็นผลมาจากการที่แอนติโมนีทั้งสเตทมีรูปร่างซ้อนทับกันแบบโดนัทที่มีขนาดเล็ก จึงมีพื้นที่ผิวมาก และมีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำสุด คือ 2.25 อิเล็กตรอนโวลต์



รูปที่ 2.22 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการกำจัดสีของโรดามีนบี ในสภาวะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ของแอนติโมนีทั้งสเปกที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ [13]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินโครงการงาน

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ และศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำของแอนติโมนีทั้งสเตรท ซึ่งมีเนื้อหาดังต่อไปนี้

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 บีกเกอร์ 25, 50, 100, 250 และ 600 มิลลิลิตร
- 3.1.2 ปิเปตขนาด 1, 5 และ 10 มิลลิลิตร
- 3.1.3 กระจกบอทวง 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 ข้อนตักสาร
- 3.1.11 หม้อนึ่งความดัน (autoclave)
- 3.1.12 แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar)
- 3.1.13 แผ่นอลูมิเนียม
- 3.1.14 กระจดาชยุนิเวอร์แซลอินดิเคเตอร์
- 3.1.15 เครื่องปั่นกวนและเตาให้ความร้อน
- 3.1.16 เครื่องซังดิจิตอล 4 ตำแหน่ง
- 3.1.17 เครื่องอัลตราโซนิก รุ่น DT 100 H บริษัท BANDELIN
- 3.1.18 ตู้อบ
- 3.1.19 ตู้ปฏิกิริยาเร่งปฏิกิริยาทางแสงขนาด 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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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

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

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

3.2 สารเคมี

3.2.1 แอนติโมนีไตรคลอไรด์ ($SbCl_3$) ความบริสุทธิ์ 98 % บริษัท Carlo Erba

3.2.2 โซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) ความบริสุทธิ์ 98 % บริษัท Carlo Erba

3.2.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความบริสุทธิ์ 98 % บริษัท Carlo Erba

3.2.4 เอทิลีนไดเอมีน ($C_2H_8N_2$) ความบริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Carlo Erba

3.2.5 กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ($CH_2N(CH_2COOH)CH_2COONa$) $_2 \cdot 2H_2O$ ความบริสุทธิ์ 99 % บริษัท Carlo Erba

3.2.6 กรดอะซิติก (CH_3COOH) ความบริสุทธิ์ 99.7 % บริษัท J.T. Baker

3.2.7 กรดออกซาลิกไดไฮเดรต ($COOH$) $_2 \cdot 2H_2O$ ความบริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Carlo Erba

3.2.8 เอทานอล (C_2H_5OH) ความบริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Carlo Erba

3.2.9 เอทานอล (C_2H_5OH) 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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 วิธีการทดลอง

ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของแอนติโมนีไตรคลอไรด์ (Sb_3Cl) ต่อโซเดียมทั้งสเตท ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) เป็น 2:1 โมล

3.3.1. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเตท

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

2. ชั่ง $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ 0.3298 กรัม ลงในบีกเกอร์ 2 แล้วนำมาละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 8 มิลลิลิตร

3. เทสารละลายในบีกเกอร์ 1 และ 2 ผสมกัน และปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องปั่นกวน เพื่อให้เข้ากันเป็นเวลา 20 นาที

4. ปรับ pH ของสารผสมในข้อ 3. ให้มีค่าเท่ากับ 1 ด้วยสารละลาย 4M NaOH หรือ conc.HCl แล้วปั่นกวนต่ออีก 30 นาที

5. เมื่อครบ 30 นาที เทสารผสมที่ผ่านการปรับค่า pH แล้วลงในหม้อน้ำความดันขนาด 100 มิลลิลิตร

6. ทำการโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

7. เมื่อครบ 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น จำนวน 5 ครั้ง และล้างด้วยเอทานอลความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 จำนวน 1 ครั้ง

8. นำตะกอนที่ได้จากข้อ 7. มาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แผนผังการเตรียมดังแสดงในรูปที่ 3.1

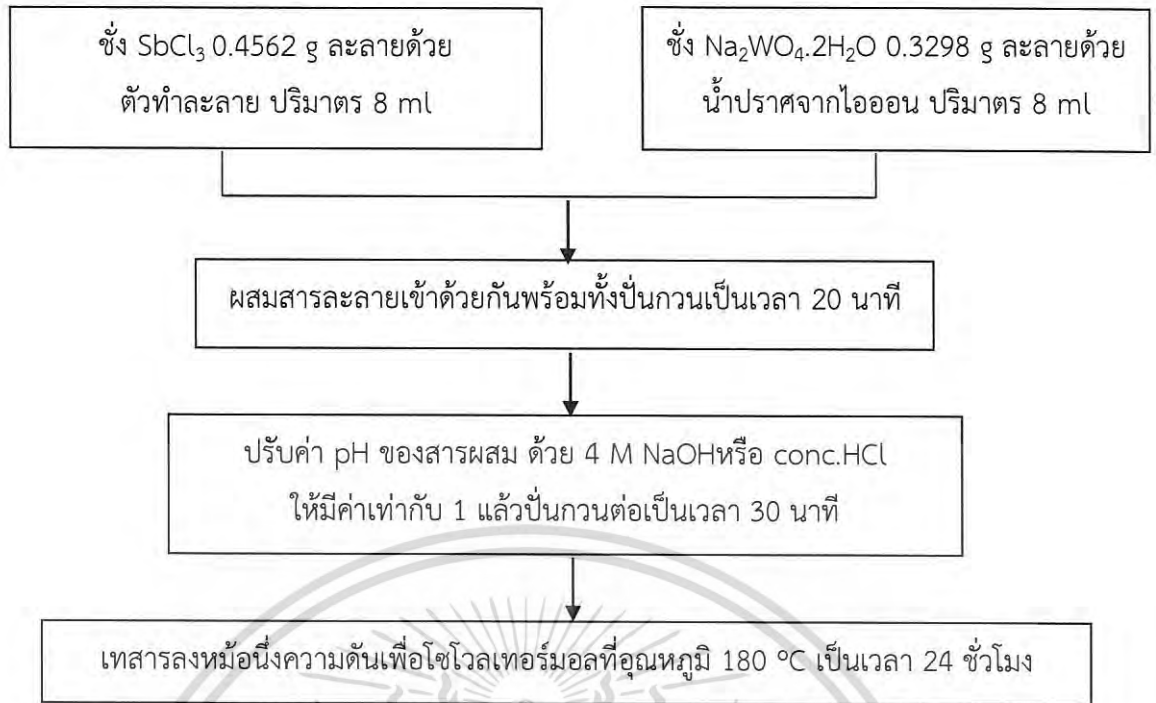
ตารางที่ 3.1 ชนิดตัวทำละลาย ค่า pH และเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนี-ทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล

ตัวทำละลาย		pH	อุณหภูมิ (°C) / เวลา (ชั่วโมง)
SbCl ₃	Na ₂ WO ₄ ·2H ₂ O		
กรดออกซาลิก	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24
กรดอะซิติก	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24
เอทิลีนไดเอมีน	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24
กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	น้ำปราศจากไอออน	1	180 / 24

ตารางที่ 3.2 ความเข้มข้นของตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล

สภาวะที่	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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนผังการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรท

3.3.2. ศึกษาสมบัติการสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทภายใต้แสงที่ตามองเห็น

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 โดยขวดปรับปริมาตรและปิเปตอร์ต้องหุ้มแผ่นอะลูมิเนียม เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาทางแสง

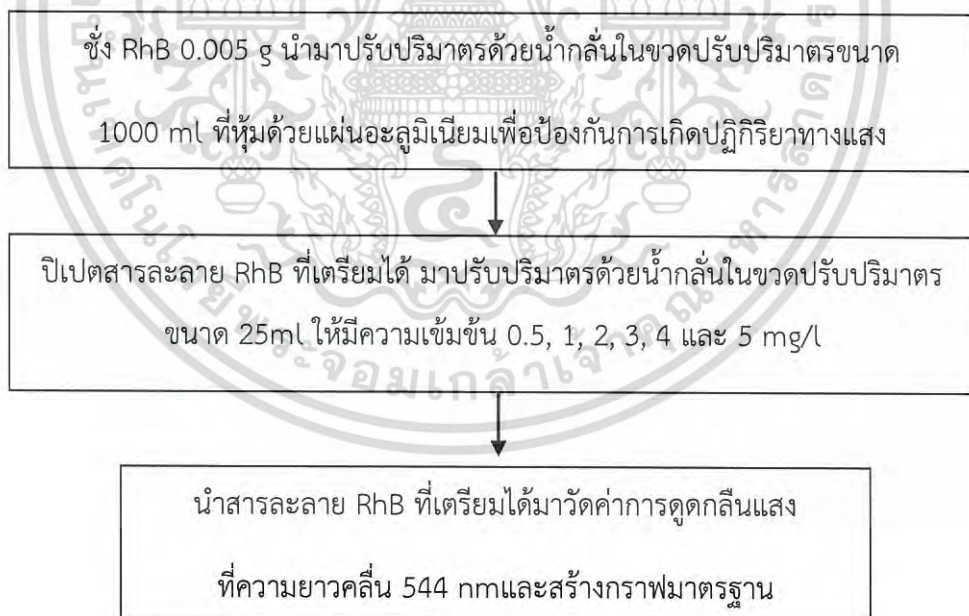
3. นำสารละลายโรดามีนบีที่เตรียมได้ (ความเข้มข้น 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร) มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visiblespectrophotometer; UV-VIS) ที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร ซึ่งเป็นค่าความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) ของโรดามีนบี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐาน แผนผังการเตรียมกราฟมาตรฐานของสี ย้อมโรดามีนบีดังแสดงในรูปที่ 3.2

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

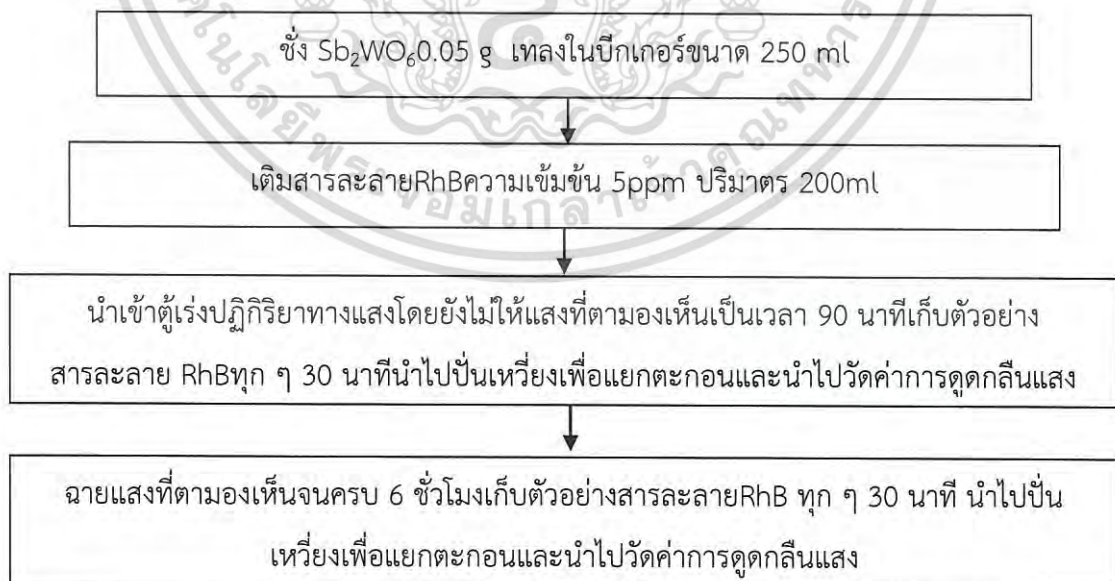


รูปที่ 3.2 แผนผังการเตรียมกราฟมาตรฐานของสีย้อมโรดามีนบี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสี้อมโรดามีนบี

- นำตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทังสเตท (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 เติมหydroเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ความเข้มข้นร้อยละ 30 ลงไปด้วย 1 มิลลิลิตร เพื่อช่วยในการเกิดปฏิกิริยาจากนั้นนำเข้าตู้เร่งปฏิกิริยาทางแสงโดยยังไม่ให้แสงที่ตามองเห็น (visible light) เป็นเวลา 90 นาที เพื่อศึกษากระบวนการดูดซับ
- เมื่อครบทุก ๆ 30 นาที ตูดสารละลายมา 15 มิลลิลิตร นำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน จากนั้นนำสารละลายโรดามีนบีไปทำการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร
- เมื่อครบ 90 นาที ให้ทำการปั่นกวต้อและฉายแสงที่ตามองเห็นในตู้เร่งปฏิกิริยาทางแสงจนครบ 6 ชั่วโมง (ฉายแสงอีก 270 นาที) และเก็บตัวอย่างสารละลายโรดามีนบีทุก ๆ 30 นาที นำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนและนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง
- นำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไปหาความเข้มข้นโดยเทียบจากกราฟมาตรฐานสี้อมโรดามีนบีที่ได้จากการเตรียมในตอนี้ 3.2.2.1 และคำนวณหาประสิทธิภาพในการกำจัดสี้อมโรดามีนบี



รูปที่ 3.3 แผนผังการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสี้อมโรดามีนบี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยค่าคงที่การสลายสีย้อมสามารถหาได้จากสมการที่ 3.1 [20]

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

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

3.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์และการวิเคราะห์สมบัติวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนิทั้งสเทท

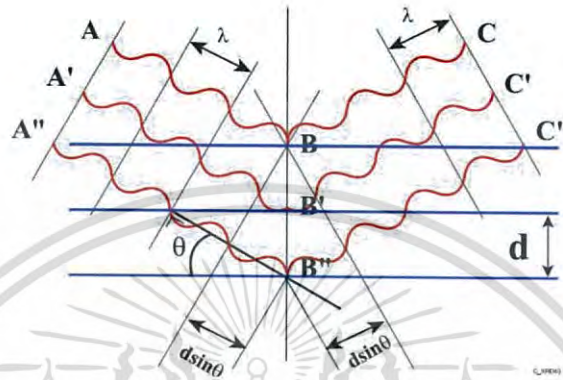
เมื่อทำการสังเคราะห์วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนิทั้งสเททได้แล้ว จะนำวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงมาทำการวิเคราะห์เอกลักษณ์ โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

3.4.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย โดยในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของหน่วยเซลล์ (unit cell) ที่ไม่เท่ากัน ทำให้มีรูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกัน ทำให้สามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่าง ๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้ ซึ่งจะช่วยให้ทราบว่าในตัวอย่างนั้น ๆ มีสารประกอบใดบ้าง และยังสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่าง ๆ ที่อยู่ในตัวอย่างหาขนาดอนุภาคของแต่ละหน่วยเซลล์ ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่าง

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในผลึกของตัวอย่างโดยอาศัยหลักการของ Bragg's law ดังแสดงในสมการที่ (3.1) รังสีเอ็กซ์ที่ยิงผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง สามารถวัดได้จากการใช้เครื่องตรวจจับ (detector) รับความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เกิด

จากการเลี้ยวเบนในมุมต่าง ๆ เทคนิคนี้สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็งหรือที่เป็นผง ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์คือไม่สามารถทำการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณหรือหาค่าประกอบตัวอย่างที่เป็นอสัณฐาน (amorphous) ได้เนื่องจากจะเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มีรูปแบบที่ไม่แน่นอน [26]



รูปที่ 3.4 การตกกระทบและการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ [26]

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

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

โดยโครงการพิเศษนี้ได้ใช้ทำการวัดสารตัวอย่างโดยใช้สภาวะในการตรวจสอบเป็น 1.2 องศาต่อนาที โดยตรวจวัดที่มุม 2θ ที่ 10 ถึง 80 องศา



รูปที่ 3.5 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [27]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอแสดงผลต่อไป เทคนิคนี้นอกจากใช้วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวแล้วยังสามารถวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีได้จากการตรวจสัญญาณรังสีเอกซ์ด้วยการใช้อุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (energy dispersive x-ray spectrometer; EDS) [28] ดังรูปที่ 3.6 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

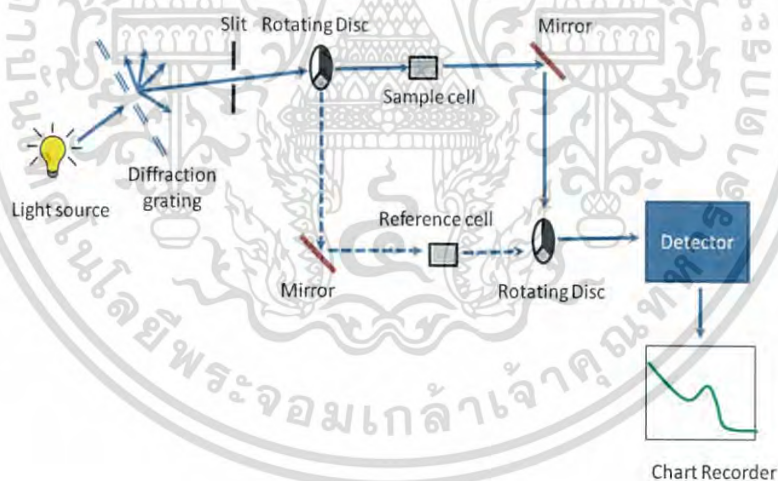


รูปที่ 3.6 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [28]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer)

ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดสมบัติทางแสงในช่วงรังสียูวี-วิสิเบิลของตัวอย่างที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่น 190-780 นาโนเมตร ซึ่งจะสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ซึ่งโดยทั่วไปสารอินทรีย์สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์สามารถดูดกลืนแสงได้ในช่วงความยาวคลื่นยูวี-วิสิเบิล โดยผลที่ออกมาจะอยู่ในรูปแบบของสเปกตรัม เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ทำหน้าที่ในการตรวจวัดความเข้มแสงที่ส่องผ่านหรือสะท้อนจากตัวอย่าง ซึ่งเปรียบเทียบกับความเข้มแสงจากแหล่งกำเนิดแสง โดยทั่วไปจะมีส่วนประกอบหลัก ได้แก่ แหล่งกำเนิดแสง (light source) เกรตติง (grating) หรือโมนโครมาเตอร์ (monochromator) ช่องบรรจุสารตัวอย่างและเครื่องตรวจวัด โดยเครื่องจะทำการบันทึกความยาวคลื่นร่วมกับมุมของแต่ละความยาวคลื่นที่เกิดการส่งผ่าน ผลของกราฟสเปกตรัมที่ได้จะแสดงอยู่ในรูปของกราฟระหว่างค่าการส่งผ่านหรือการดูดกลืนแสงกับค่าความยาว เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [29] ประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก ๆ ดังแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 ระบบการทำงานของเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

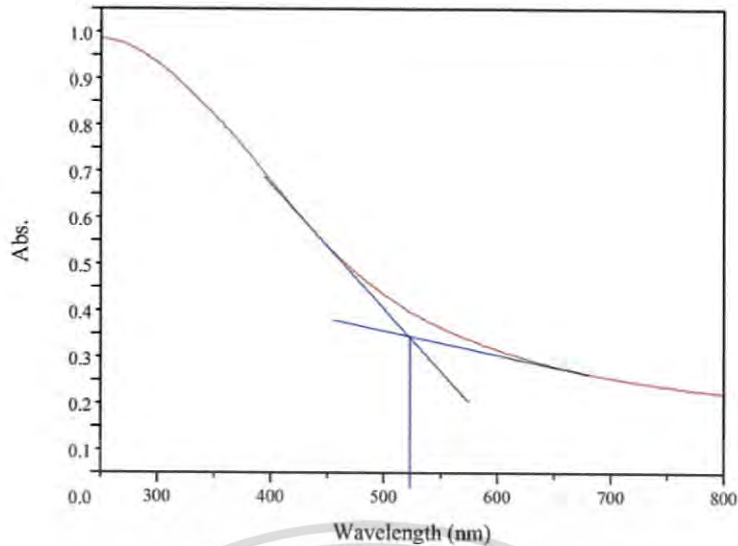


รูปที่ 3.8 เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

วิธีที่ใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) คือ ลากเส้นขนานกับส่วนที่ชันที่สุดของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืน (absorbance) และค่าความยาวคลื่น (wavelength) โดยลากเส้นขนานสองเส้นดังรูปที่ 3.9 หาจุดตัดของเส้นขนานทั้งสองเส้นแล้วลากเส้นจากจุดตัดของเส้นขนานทั้งสองเส้นลงมาตัดกับแกนค่าความยาวคลื่นหรือแกน x จะได้ค่าเริ่มต้นขอบในการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) ออกมาก [13] จากนั้นนำค่าเริ่มต้นขอบในการดูดกลืนแสงมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ดังสมการที่ 3.4

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

- เมื่อ E_g คือ ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (band-gap energy) (อิเล็กตรอน-โวลต์)
- λ คือ ค่าเริ่มต้นขอบการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) (นาโนเมตร)



รูปที่ 3.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนและความยาวคลื่นที่ใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) [13]

โดยการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานทำได้โดย

1. ชั่งตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งหมด 0.0006 กรัม และเติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
2. ทำให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอด้วยการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที
3. วัดหาค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 900 นาโนเมตร โดยใช้อัตราการตรวจวัด 16 นาโนเมตรต่อวินาที

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

เครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ตรวจสอบ โครงสร้างของสาร โดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรด ที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น (Wave number) ประมาณ $12800 - 10 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง ของแข็ง ของเหลว และก๊าซ รังสีอินฟราเรด เป็นรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้ โดยช่วงของรังสีอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ Near Infrared ($12800-4000 \text{ cm}^{-1}$) Middle Infrared ($4000-200 \text{ cm}^{-1}$) Far Infrared ($200-10 \text{ cm}^{-1}$)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเข้าไปจะทำให้พันธะในโมเลกุลเกิดการสั่นและการหมุน ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโมเลกุล การที่โมเลกุลจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดได้นั้นความถี่ของรังสีอินฟราเรดต้องเท่ากับความถี่การสั่นของโมเลกุลของสารนั้น ๆ ซึ่งสารแต่ละชนิดจะมีค่าความถี่ของการสั่นที่จำเพาะและแตกต่างกันไปทำให้สามารถนำเทคนิคนี้มาใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างและชนิดของสารได้ การแสดงผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้แสดงเป็นความสัมพันธ์ระหว่างเลขคลื่น กับร้อยละการส่องผ่าน (% transmittance) ซึ่งเรียกว่าอินฟราเรดสเปกตรัม (Infrared spectrum) รูปที่ 3.10 แสดงภาพเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ [31]



รูปที่ 3.10 เครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ [31]

4.4.5 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (fluorescence spectrometer)

ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรสโคปี (fluorescence spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์คุณสมบัติของสารโดยการอาศัยการดูดกลืนรังสียูวีที่ส่งผลให้โมเลกุลถูกกระตุ้นและมีการสั่นภายในโมเลกุลจากระดับชั้นพลังงานสถานะพื้น (ground state) ไปสู่ระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น (excited state) เรียกว่าการดูดพลังงาน (excite energy) โมเลกุลที่มีการเคลื่อนที่ไปอยู่ในระดับของชั้นพลังงานที่สูงจะไม่มีเสถียร จึงมีการปลดปล่อยพลังงานและตกลงมาในชั้นระดับพลังงานที่ต่ำกว่า พลังงานที่โมเลกุลปลดปล่อยจากระดับชั้นพลังงานกระตุ้นชั้นที่หนึ่งสู่ระดับชั้นพลังงานสถานะพื้นจะทำให้เกิดการคายโฟตอน (emission of photon) ทำให้เกิดสเปกตรัมในช่วงฟลูออเรสเซนซ์ ค่าพลังงานที่กระตุ้นที่จำเพาะของสารแต่ละชนิด สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งตัวอย่างที่อยู่ในรูปของแข็งและของเหลว โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ให้พลังงานกระตุ้นสารตัวอย่างในสถานะของแข็งในช่วงความยาว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คลื่น 300 นาโนเมตร ตรวจวัดที่ความยาวคลื่น 350 ถึง 600 นาโนเมตร และใช้อัตราเร็วในการตรวจวัด 50 นาโนเมตรต่อนาที รูปที่ 3.11 แสดงเครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ [32]



รูปที่ 3.11 เครื่องฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ [33]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้กล่าวถึงผลการทดลองการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง อันประกอบไปด้วย ผลการศึกษาโครงสร้างผลึก ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และผลการศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์และเครื่องฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์

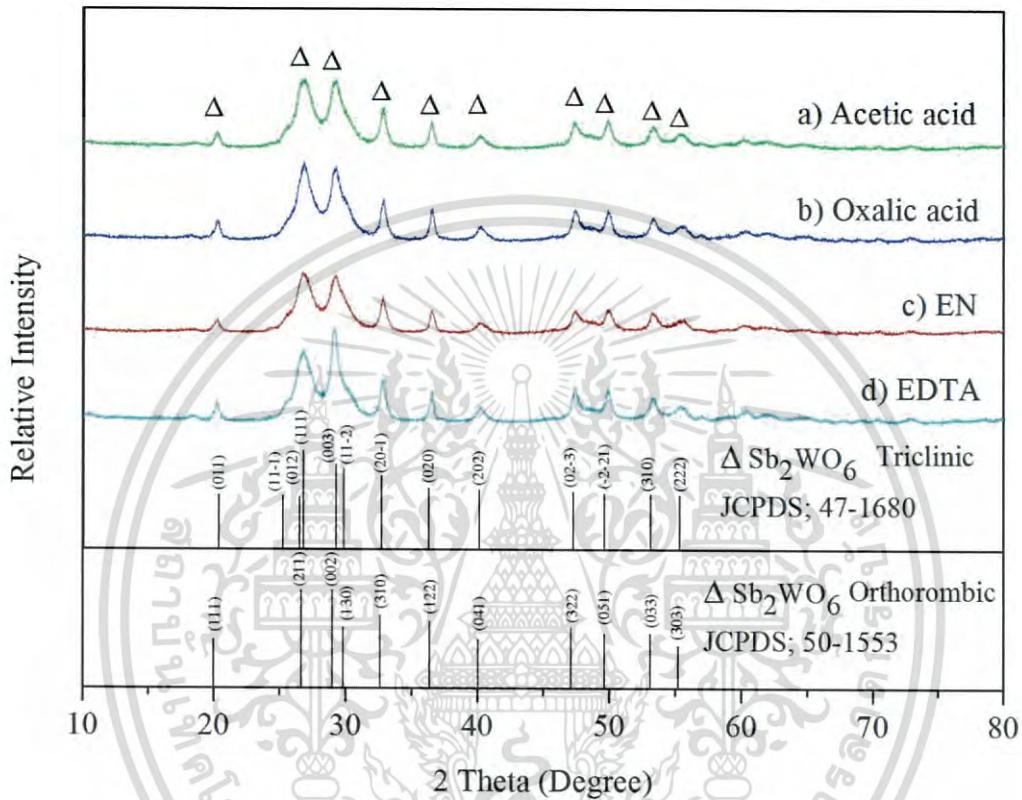
4.1 การศึกษาผลของชนิดของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรท

4.1.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry; XRD)

ทำการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตรทโดยใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติก ด้วยวิธีการโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยปรับค่า pH ให้เท่ากับ 1 ตามสภาวะดังแสดงในตารางที่ 3.1 นำสารที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 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 ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (011), (11 $\bar{1}$), (012), (111), (003), (11 $\bar{2}$), (20 $\bar{1}$), (020), (202), (02 $\bar{3}$), ($\bar{2}$ 21), (310) และ (222) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิก (Sb₂WO₆; JCPDS เลขที่ 47-1680) และไม่พบการเลี้ยวเบนที่แสดงถึงการปนเปื้อนของวัฏภาคอื่น (impurity) ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยใช้สารละลายที่แตกต่างกันทำให้ได้แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิกที่มีความบริสุทธิ์ จากการคำนวณขนาดผลึก (crystallite size) ของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ โดยการใช้สมการของ Scherrer's ใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การหาค่าขนาดผลึก ตามวิธีดังแสดงภาคผนวก ข พบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ขึ้นจากกรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายมีค่าขนาดผลึกเท่ากับ 9.08 ± 3.63 , 8.19 ± 4.15 , 7.61 ± 3.83 และ 9.68 ± 4.19 นาโนเมตร

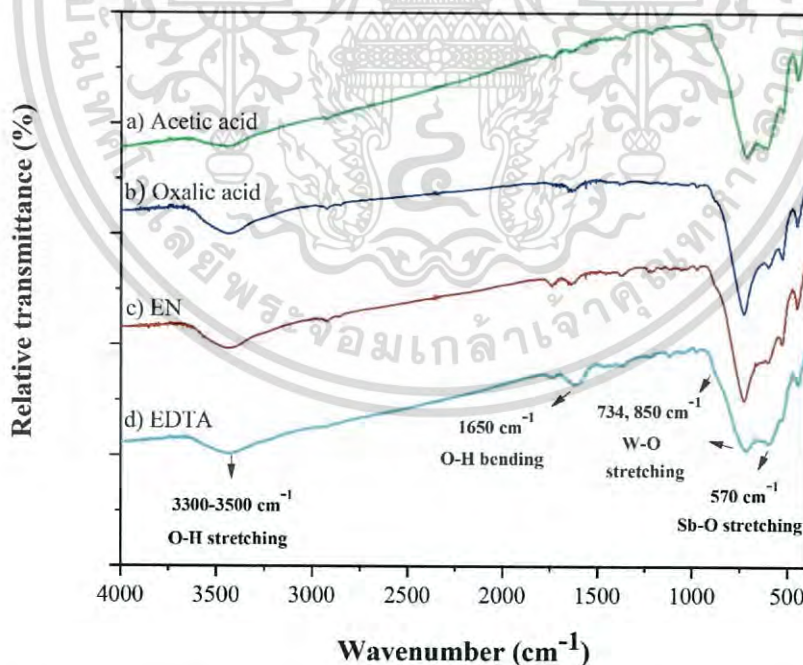


รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ a) กรดอะซิติก b) กรดออกซาลิก c) เอทิลีนไดเอมีน และ d) กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนทิโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทร-มิเตอร์ (FT-IR)

จากการสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอลด้วยการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ กัน คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก พบว่าเมื่อทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของสารด้วยเทคนิค 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 ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทั้งสเตท โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Yanling Geng และคณะ [35] ที่ได้ทำการศึกษาอินฟราเรดสเปกตรัมของบิสมัททั้งสเตท (bismuth tungstate; Bi_2WO_6) จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR และเทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเตทที่มีความบริสุทธิ์จากการใช้สารละลายทั้ง 4 ชนิด โดยการใช้วิธีโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการปรับค่า pH ของระบบให้เท่ากับ 1



รูปที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลาย a) กรดอะซิติก b) กรดออกซาลิก c) เอทิลีนไดเอมีน และ d) กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก

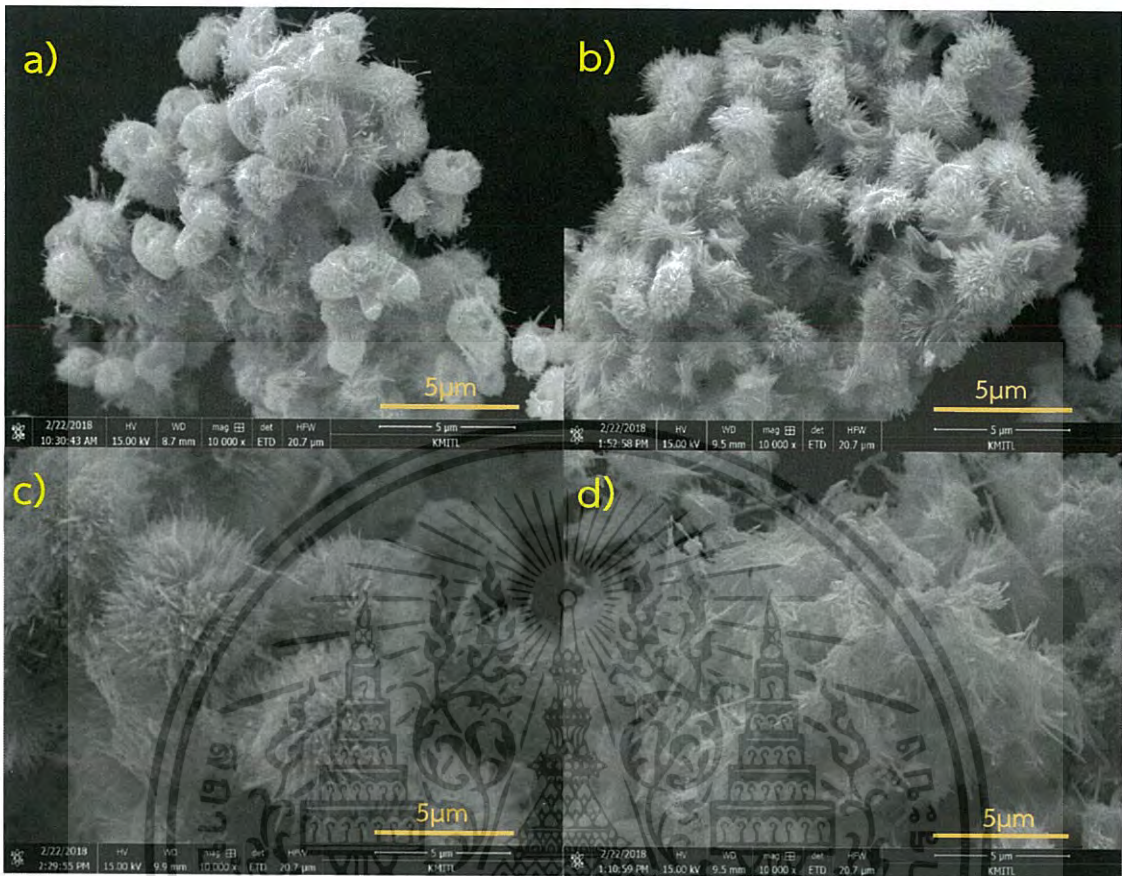
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.3 ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่ารูปร่างของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้สารละลายที่ต่างกัน คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ทำให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างสามมิติ ขนาดไมโครเมตรที่เกิดจากการซ้อนทับของอนุภาคเริ่มต้นขนาดนาโนเมตร (micro-nano hierarchical structure) ที่มีลักษณะเป็นแท่งและแผ่นคล้ายเส้นริบบิ้น (ribbon) ที่มีขนาดและลักษณะแตกต่างกัน เมื่อนำภาพถ่าย SEM ที่ได้ไปตรวจวัดขนาดของอนุภาคแบบสามมิติและอนุภาคที่ซ้อนทับกันด้วยโปรแกรม Image J ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1 จากการสังเคราะห์โดยการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ พบว่ากลไกพื้นฐานในการเกิดเป็นอนุภาคขนาดนาโนเมตรและการซ้อนทับกันเพื่อเกิดเป็นอนุภาคสามมิติขนาดไมโครเมตร เริ่มจากไอออนของสารตั้งต้นรวมตัวกันเกิดเป็นนิวเคลียส จากนั้นนิวเคลียสจะโตตามทิศทางระนาบผลึกในทิศทางใดทิศทางหนึ่งแบบแอนไอโซโทรปิก (anisotropic growth) โดยการกำหนดรูปแบบ (pattern) จากการโคออร์ดิเนตและความเกาะเกาะของลิแกนด์ ทำให้ได้อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่มีรูปร่างเป็นเส้นริบบิ้น จากนั้นอนุภาคขนาดนาโนเมตรจะรวมตัวกันโดยการซ้อนทับกันเป็นชั้น ๆ เพื่อลดพลังงานพื้นผิว (surface energy) สุดท้ายจะได้เป็นอนุภาคแบบสามมิติมีความซับซ้อนในระดับนาโนเมตรร่วมกับไมโครเมตร

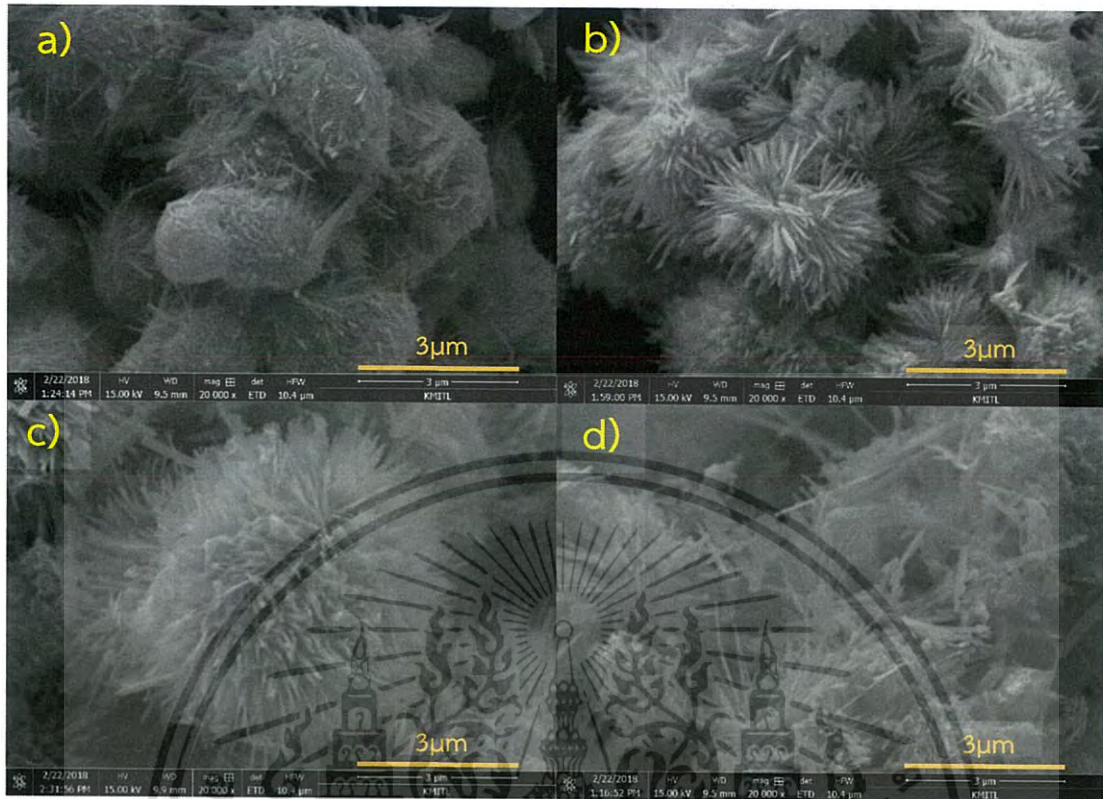
ส่วนกลไกการเกิดแอนทิโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างที่แตกต่างกันที่เป็นผลมาจากการใช้สารละลายที่ต่างกัน สามารถอธิบายได้จากความสามารถในการละลายและลักษณะการเข้าจับกับอะตอมกลางของสารละลายแต่ละชนิด ซึ่งได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1 และตารางที่ 2.2 โดยการที่สารละลายแต่ละชนิดมีความสามารถในการละลายที่ต่างกันและเป็นลิแกนด์ที่ต่างกันจึงมีผลต่อความสามารถและลักษณะการเข้าไปจับ (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 แต่หากสารละลายมีความหนืดมากจะส่งผล

ให้สารตั้งต้นเกิดการละลายได้ไม่เต็มที่ควรจึงทำให้ไอออนของโลหะอะตอมกลางเกิดการรวมตัวกันเป็นนิวเคลียสได้น้อย เมื่อมีจำนวนนิวเคลียสน้อย จึงทำให้แต่ละนิวเคลียสเกิดการโตได้มาก ทำให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดใหญ่ โดยการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายจะได้อนุภาคสามมิติที่มีลักษณะเป็นรังนก (nest-like structure) ขนาดเล็ก เนื่องจากกรดอะซิติกมีความสามารถในการละลายสูงทำให้กระบวนการเกิดนิวเคลียส (nucleation) เกิดขึ้นได้ดีกว่ากระบวนการโตของผลึก (growth) ทำให้อนุภาคตั้งต้นเป็นเส้นริบบิ้นที่มีขนาดเล็กเป็นจำนวนมาก [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 a) การใช้กรดออกซาลิกจะทำให้ได้อนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างคล้ายโบว์ (bow-like structure) เนื่องจากกรดออกซาลิกมีความสามารถในการละลายค่อนข้างสูง กระบวนการเกิดนิวเคลียสเกิดได้น้อยลง อนุภาคตั้งต้นที่ได้เป็นเส้นริบบิ้นนาโนขนาดเล็ก แต่อย่างไรก็ตามกรดออกซาลิกสามารถละลายน้ำได้น้อยกว่ากรดอะซิติก จึงส่งผลให้ได้เส้นริบบิ้นขนาดนาโนที่ยาวกว่า จึงได้อนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างคล้ายโบว์ ดังแสดงในรูปที่ 4.3 b) การใช้เอทิลีนไดเอไมน์ที่สารละลายทำให้ได้อนุภาคสามมิติคล้ายดอกไม้ (flower-like structure) เนื่องจากเอทิลีนไดเอไมน์มีความสามารถในการละลายน้ำน้อยกว่ากรดอะซิติกและกรดออกซาลิกจึงทำให้กระบวนการเกิดนิวเคลียสเกิดขึ้นน้อยและเกิดกระบวนการโตของผลึกได้มากกว่า ทำให้อนุภาคตั้งต้นที่เป็นเส้นริบบิ้นนาโนมีขนาดที่ยาวกว่าการใช้กรดอะซิติกและกรดออกซาลิกเป็นสารละลาย [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 c) ส่วนการใช้กรดเอทิลีนไดเอไมน์เตตระอะซิติกเป็นสารละลายเกิดการซ้อนทับกันของเส้นริบบิ้นขนาดนาโนที่ยาวที่สุดและไม่มีการรวมตัวกันเป็นอนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างแน่นอน เนื่องจากกรดเอทิลีนไดเอไมน์เตตระอะซิติกมีความสามารถในการละลายต่ำ จึงทำให้มีความหนืดมากกว่าการใช้สารละลายอื่น ๆ ส่งผลให้กระบวนการโตของผลึกในทิศทางเดียวเกิดขึ้นมากจึงทำให้อนุภาคตั้งต้นที่เป็นเส้นริบบิ้นที่ยาว และการที่กรดเอทิลีนไดเอไมน์เตตระอะซิติกเป็นโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่และมีความเคอะกะจิงไปขัดขวางการรวมตัวกันของอนุภาคตั้งต้น ทำให้อนุภาคสามมิติที่มีรูปร่างไม่แน่นอน [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 d)



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

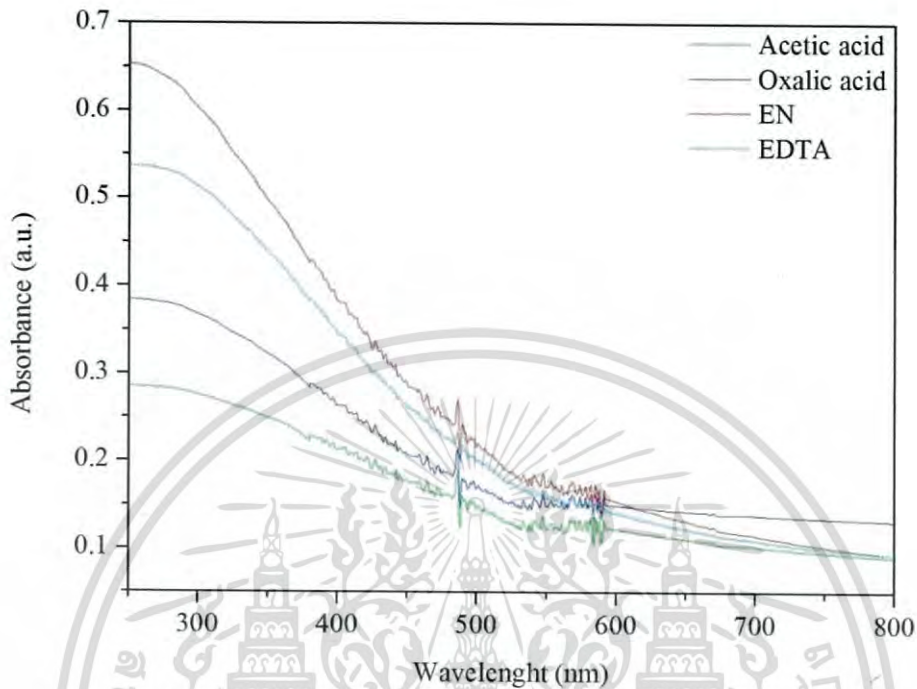
ชนิดสารละลาย	อนุภาคที่มาซ้อนทับ			อนุภาคสามมิติ		
	ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD		ลักษณะ	ขนาด (μm) \pm SD	
		กว้าง	ยาว		กว้าง	ยาว
กรดอะซิติก	เส้นริบบิ้น	0.14 \pm	0.81 \pm	รังนก	1.58 \pm	2.60 \pm
		0.07	0.15		0.12	0.29
กรดออกซาลิก	เส้นริบบิ้น	0.06 \pm	1.05 \pm	โบว์	0.52 \pm	2.19 \pm
		0.01	0.22		0.01	0.49
เอทิลีนไดเอมีน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

4.1.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy)

จากการศึกษาการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทั้งสเททด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปีผลที่ได้ดังผลแสดงในรูปที่ 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 อีกทั้งค่าที่ได้ยังสอดคล้องกับผลของขนาดผลึกที่คำนวณ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้จากเทคนิค XRD ดังแสดงไว้ในตอนที่ 4.1.1 โดยพบว่าขนาดผลึกของแอนติโมนีทั้งสเตรที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าพลังช่องว่างพลังงานมีแนวโน้มที่ลดลง



รูปที่ 4.5 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

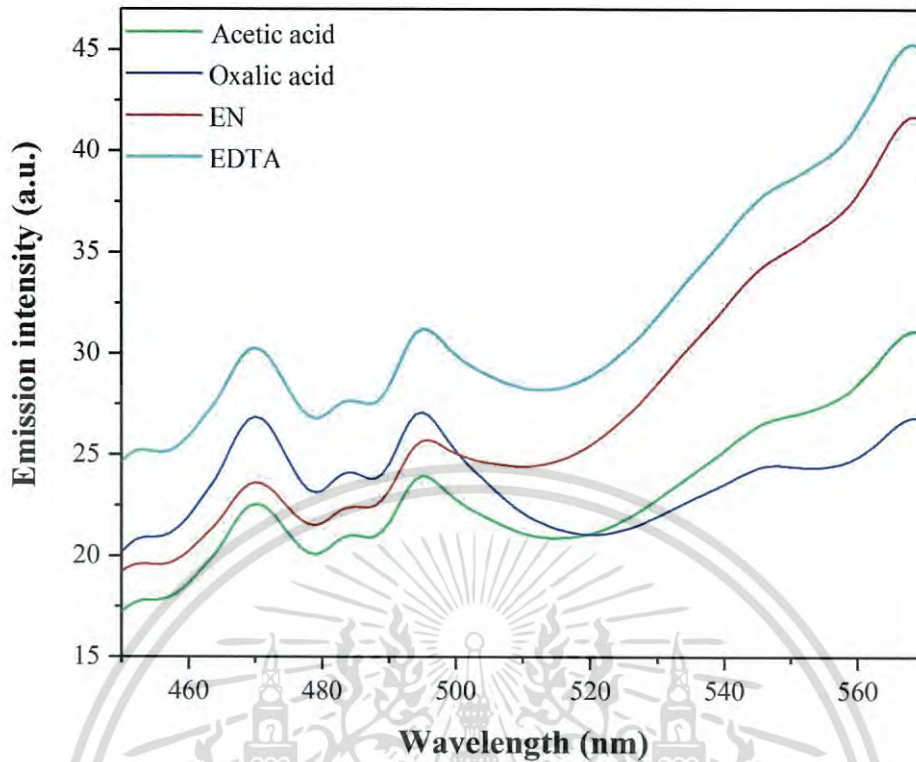
ตารางที่ 4.2 ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนติโมนีทั้งสเตรที่ใช้สารละลายต่างชนิด

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.5 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (Fluorescence spectroscopy)

จากการศึกษาสมบัติทางแสงของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งเทคนิคนี้ใช้วิเคราะห์คุณสมบัติของสารโดยการอาศัยการดูดกลืนแสงที่ส่งผลให้โมเลกุลถูกกระตุ้นและมีการสั่นภายในโมเลกุลจากระดับชั้นพลังงานสถานะพื้น (ground state) ไปสู่ระดับชั้นพลังงานที่สูงขึ้น (excited state) เรียกว่าการดูดพลังงาน (excited energy) โมเลกุลที่มีการเคลื่อนที่ไปอยู่ในระดับของชั้นพลังงานที่สูงจะไม่มีเสถียร จึงมีการปลดปล่อยพลังงานและตกลงมาในชั้นระดับพลังงานที่ต่ำกว่า พลังงานที่โมเลกุลปลดปล่อยจากระดับชั้นพลังงานกระตุ้นชั้นที่หนึ่งสู่ระดับชั้นพลังงานสถานะพื้นจะทำให้เกิดการคายโฟตอน (emission of photon) ทำให้เกิดสเปกตรัมในช่วงฟลูออเรสเซนซ์ [34] จากผลการทดลองเมื่อให้พลังงานกระตุ้นที่มีความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร พบว่าสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ มีลักษณะเดียวกัน คือ มีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 470, 495 และ 547 นาโนเมตร ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนติโมนีทังสเตท โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Sheng-Peng Hu และคณะ [4] ที่ได้ทำการศึกษาสมบัติทางแสงของแอนติโมนีทังสเตท และเมื่อทำการพิจารณาที่ความเข้มของการคายพลังงานพบว่าที่ความยาวคลื่น 470 และ 495 นาโนเมตร แอนติโมนีทังสเตทที่ใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลาย พบว่ามีความเข้มของการคายพลังงานที่มากกว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดอะซิติกเป็นสารละลายตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกมีการกลับมารวมกันของอิเล็กตรอนและโฮล (electron-hole recombination) ที่มากกว่าแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากกรดอะซิติก กรดออกซาลิก และเอทิลีนไดเอมีน ซึ่งความแตกต่างของสมบัติทางแสงของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันเป็นผลมาจากความเป็นผลึก (crystallinity) และการมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่มาซ้อนทับที่ต่างกัน



รูปที่ 4.6 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนิโมนีนทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ

4.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์แอนิโมนีนทั้งสเตรท

4.2.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

ได้ทำการศึกษากการสังเคราะห์แอนิโมนีนทั้งสเตรทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล โดยการใช้สารละลาย 4 ชนิด คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกัน และใช้เวลาในการโซลโวเทอร์มอล 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส และปรับค่า pH ให้เท่ากับ 1 โดยทำการศึกษากผลของความเข้มข้นต่างกัน ดังนี้ คือ 0.05, 0.1 และ 0.15 โมลาร์ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 จากนั้นนำผลึกที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.7-4.10 โดยพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ

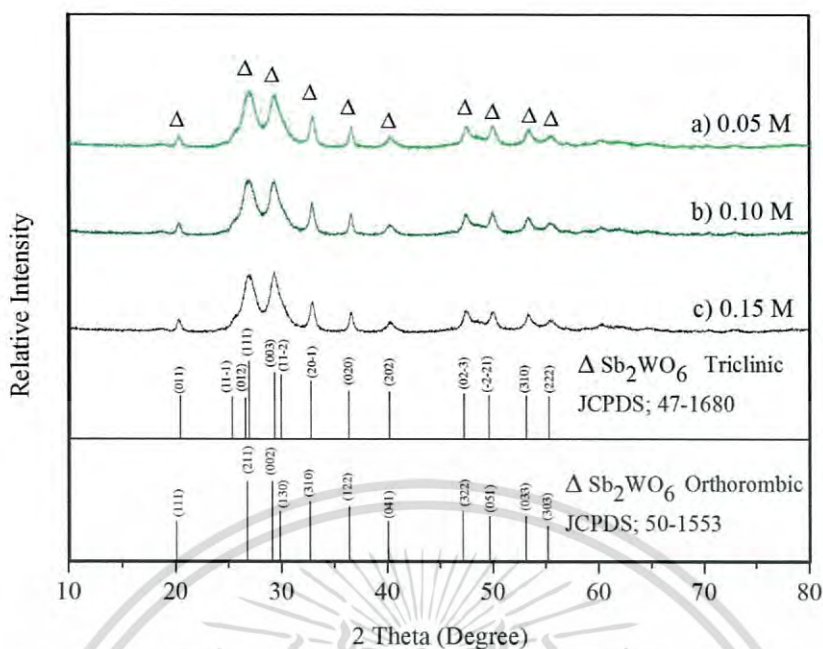
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นต่างกัน มีลักษณะคล้ายคลึงกัน คือ พบพีคหลักที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง $2\text{-}\theta$ 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), (11 $\bar{1}$), (012), (111), (003), (11 $\bar{2}$), (20 $\bar{1}$), (020), (202), (02 $\bar{3}$), ($\bar{2}$ 21), (310) และ (222) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนทิโมนีทั้งสเททที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นต่างกัน ทำให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิกเหมือนกัน จากการคำนวณขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สมการของ Scherrer's ตามวิธีดังแสดงภาคผนวก ข พบว่าขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นต่างกัน มีค่าอยู่ในช่วง 7.36-11.14 นาโนเมตร ดังแสดงในตารางที่ 4.3 โดยขนาดผลึกมีแนวโน้มที่มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อค่าความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้มีค่าสูงขึ้น

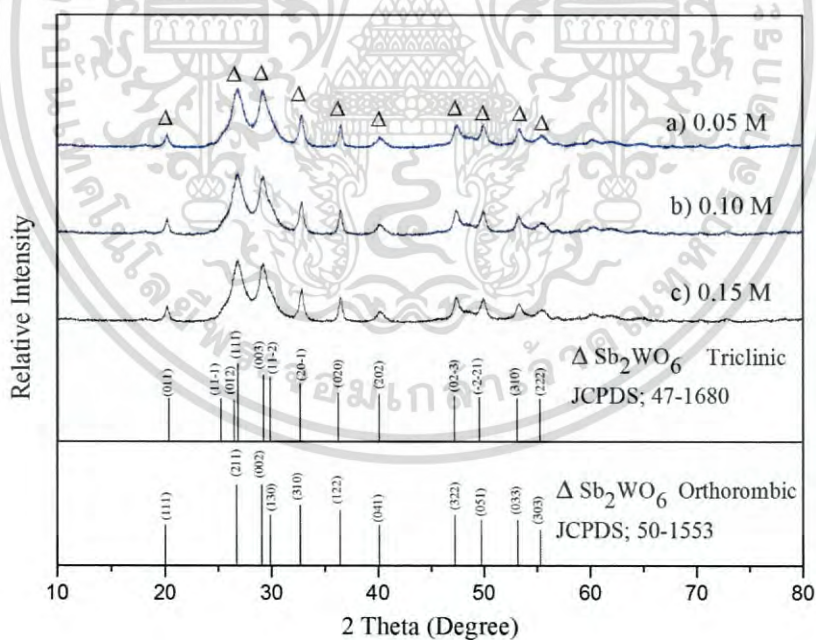
ตารางที่ 4.3 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเทท

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

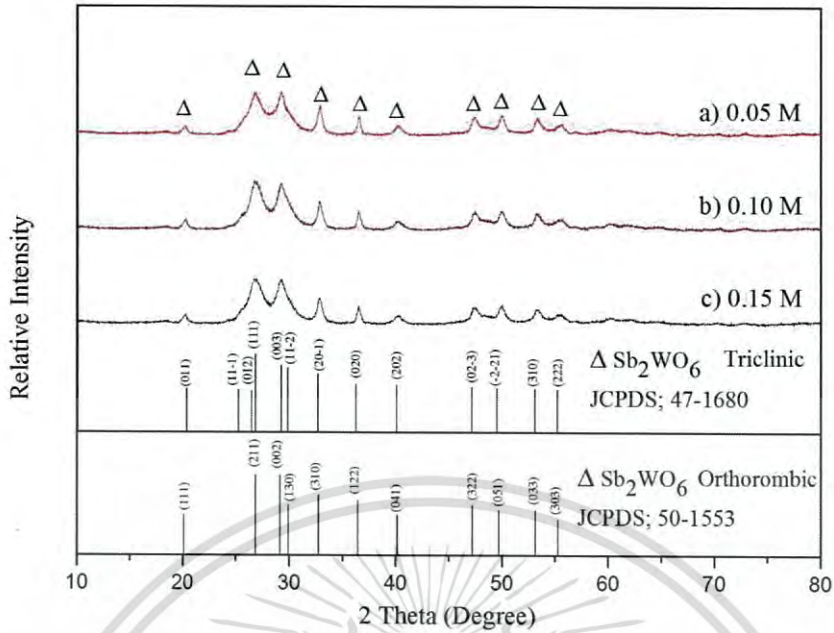


รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

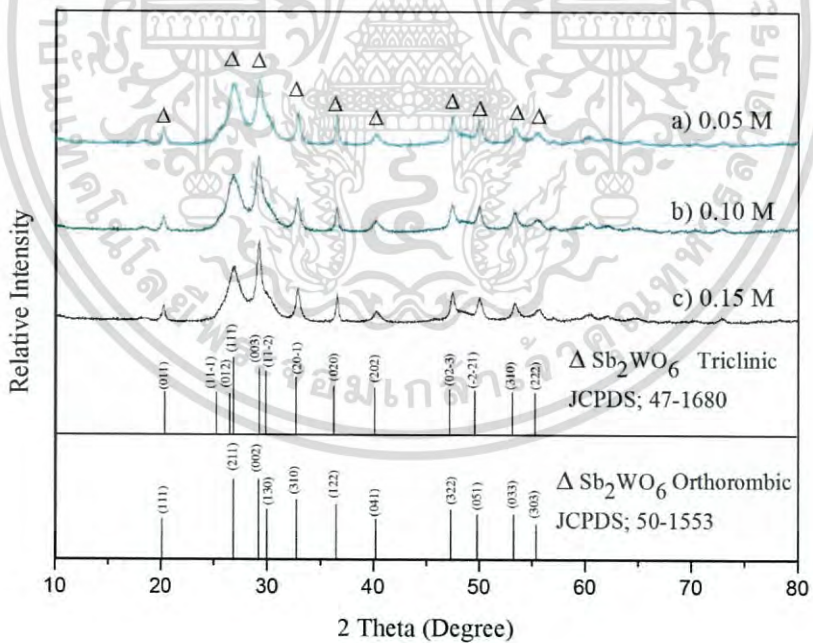


รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



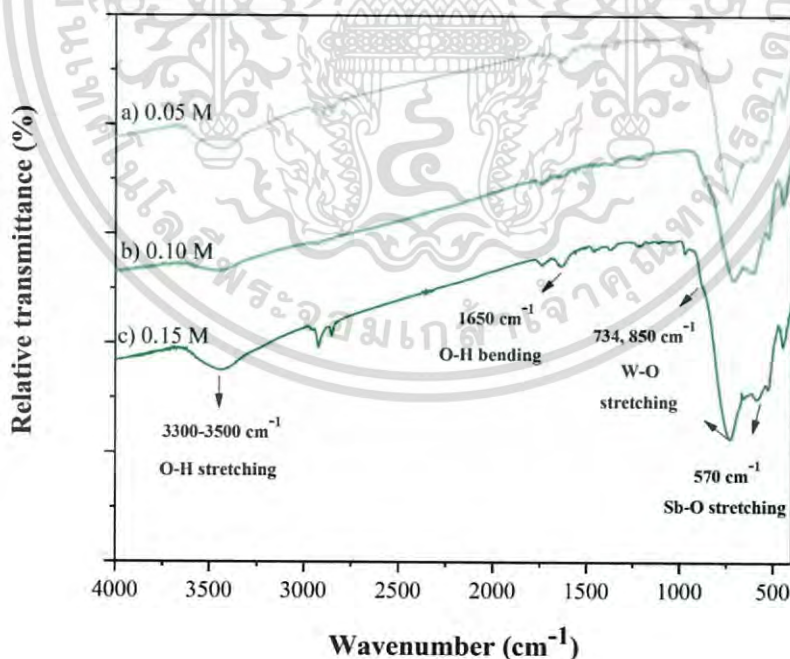
รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้เอทิลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M b) 0.1 M และ c) 0.15 M เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนติโมนีทั้งสเตท (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 50-1553 และเลขที่ 47-1680)



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)

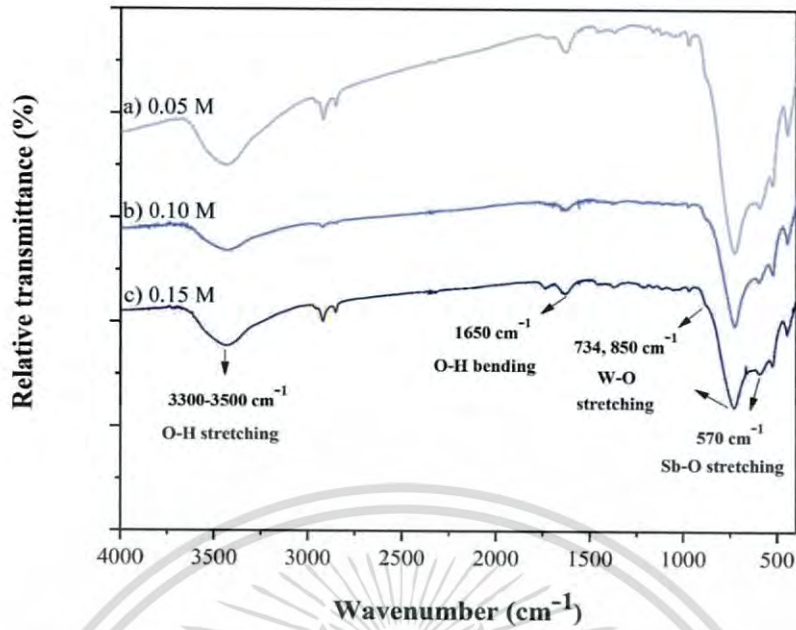
4.2.2 การศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR)

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

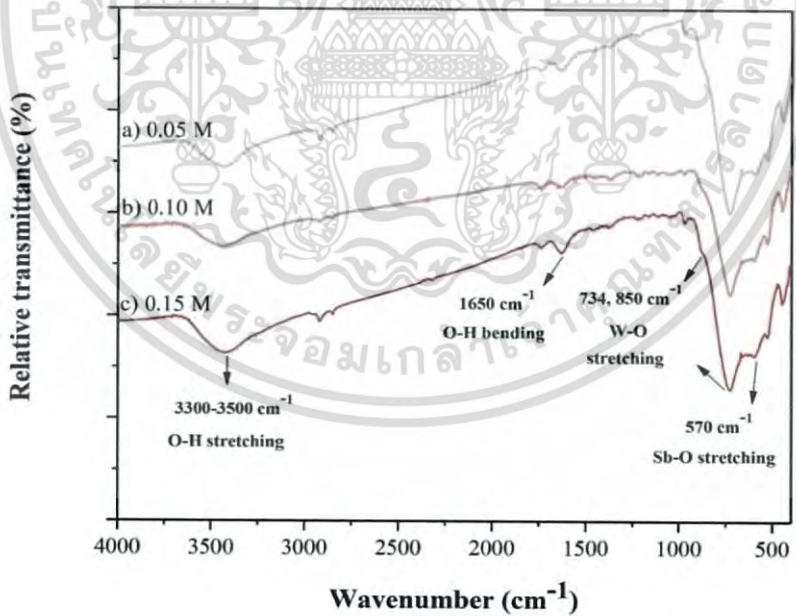


รูปที่ 4.11 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายกรดอะซิติกที่ความเข้มข้น a) 0.05 M b) 0.10 M และ c) 0.15 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

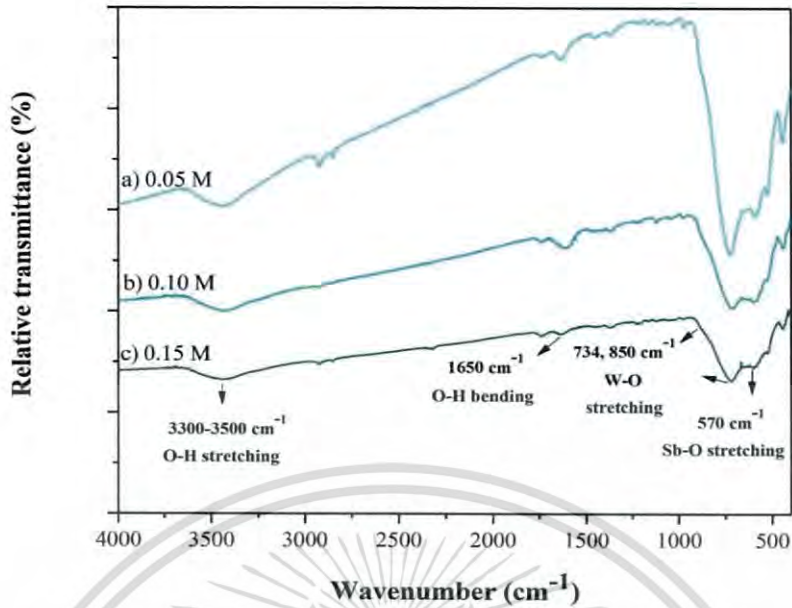


รูปที่ 4.12 อินฟราเรดสเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายกรดออกซาลิกที่ความเข้มข้น a) 0.05 M b) 0.10 M และ c) 0.15 M



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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



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

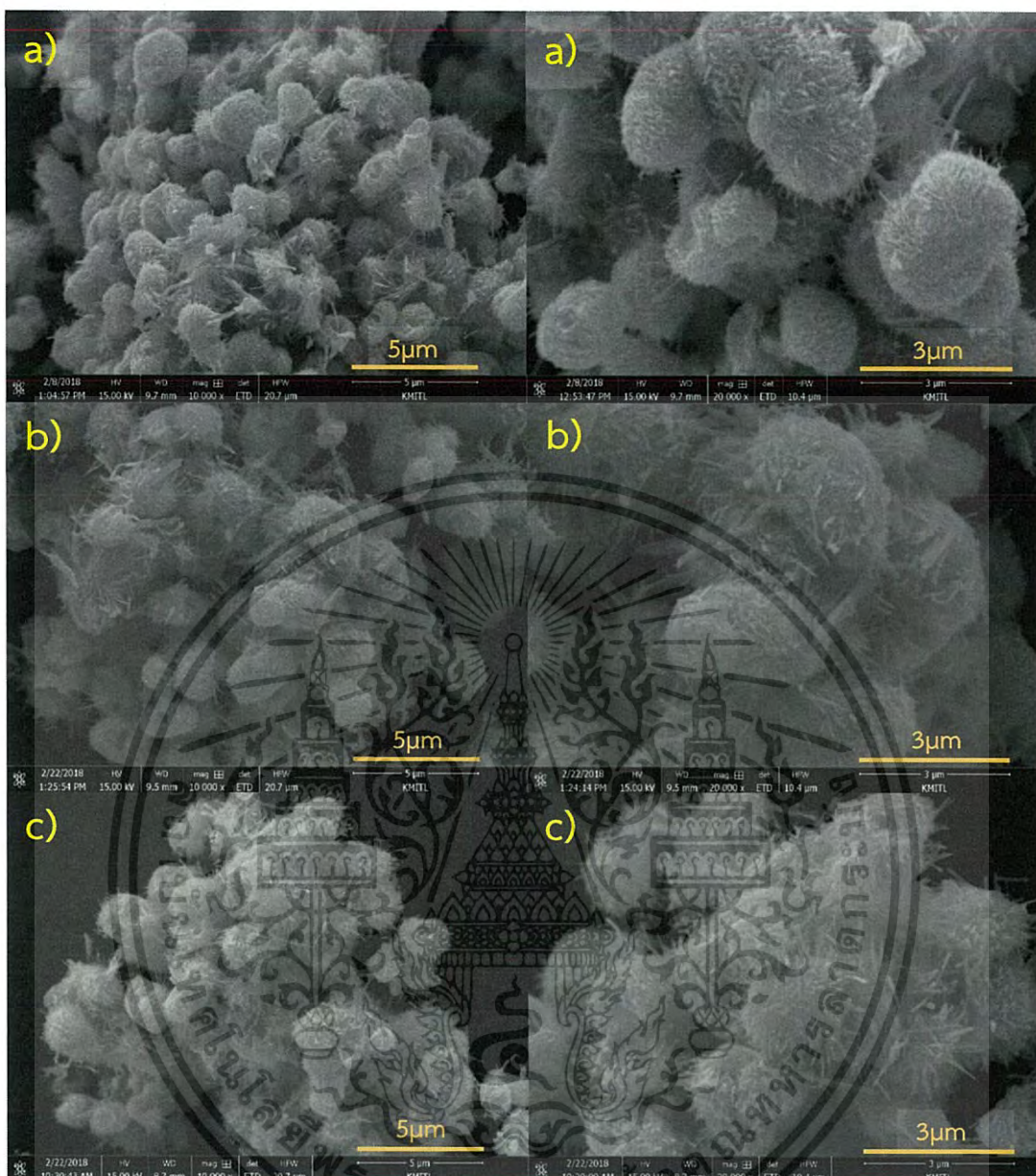
4.2.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลาย 4 ชนิด คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลลิโนไดเอมีน และกรดเอทิลลิโนไดเอมีนเตตระอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกัน ดังนี้ 0.05, 0.1 และ 0.15 โมลาร์ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.15-4.18 โดยผลของความเข้มข้นของสารละลายที่มีต่อขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกัน ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้ การใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายเมื่อความเข้มข้นมากขึ้นส่งผลให้ได้เส้นริบบิ้นขนาดนาโนที่มีแนวโน้มที่มีความยาวเพิ่มขึ้น อนุภาคสามมิติที่ได้จึงมีลักษณะคล้ายรังนกผสมกับแท่งขนาดนาโน ดังแสดงในรูปที่ 4.15 และตารางที่ 4.4 เมื่อใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายพบว่าที่ความเข้มข้นขึ้นทำให้เส้นริบบิ้นที่ได้มีความยาวที่ใกล้เคียงกัน และอนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดที่เล็กลงเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นเป็น 0.15 โมลาร์ [4] ดังแสดงในรูปที่ 4.16 และตารางที่ 4.5 การใช้เอทิลลิโนไดเอมีนเป็นสารละลายพบว่าที่ความเข้มข้นต่ำ คือ 0.05 โมลาร์ อนุภาคขนาดนาโนเมตรมีขนาดที่ยาวและกว้าง เมื่อมาซ้อนทับกันเป็นอนุภาคสามมิติจึงไม่สามารถเข้ามาชิดกันได้มาก จึงทำให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีขนาดใหญ่

แต่เมื่อความเข้มข้นมากขึ้นเป็น 0.10 และ 0.15 โมลาร์ เนื่องจากความหนืดที่มากขึ้นจึงทำให้เกิดกระบวนการเกิดนิวเคลียสน้อยกว่ากระบวนการโตของผลึกจึงทำให้อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่ได้มีความกว้างน้อยลง และเมื่อเกิดการซ้อนทับกันเป็นอนุภาคสามมิติจึงทำให้เข้ามาเรียงชิดกันได้มากและหนาแน่นมากขึ้น จึงทำให้อนุภาคสามมิติเป็นรูปดอกไม้ที่มีขนาดเล็กลง [13] ดังแสดงในรูปที่ 4.17 และตารางที่ 4.6 และการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายพบว่าเมื่อความเข้มข้นมากขึ้นจาก 0.05 ถึง 0.15 โมลาร์ เส้นริบบิ้นขนาดนาโนเกิดกระบวนการเกิดนิวเคลียสน้อยกว่ากระบวนการโตของผลึกเนื่องจากมีความหนืดมากขึ้น ทำให้มีความกว้างและความยาวที่มากขึ้น ส่งผลให้เมื่อเกิดการซ้อนทับกันแล้วจะได้อนุภาคแบบสามมิติที่มีขนาดใหญ่ขึ้น และเนื่องจากมีอนุภาคขนาดนาโนที่ยาวขึ้นจึงทำให้เกิดความเกาะกันมากขึ้น เมื่อเกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคสามมิติแล้วความเกาะกันนี้จะส่งผลให้อนุภาคสามมิติที่ได้มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน ดังแสดงในรูปที่ 4.18 และตารางที่ 4.7

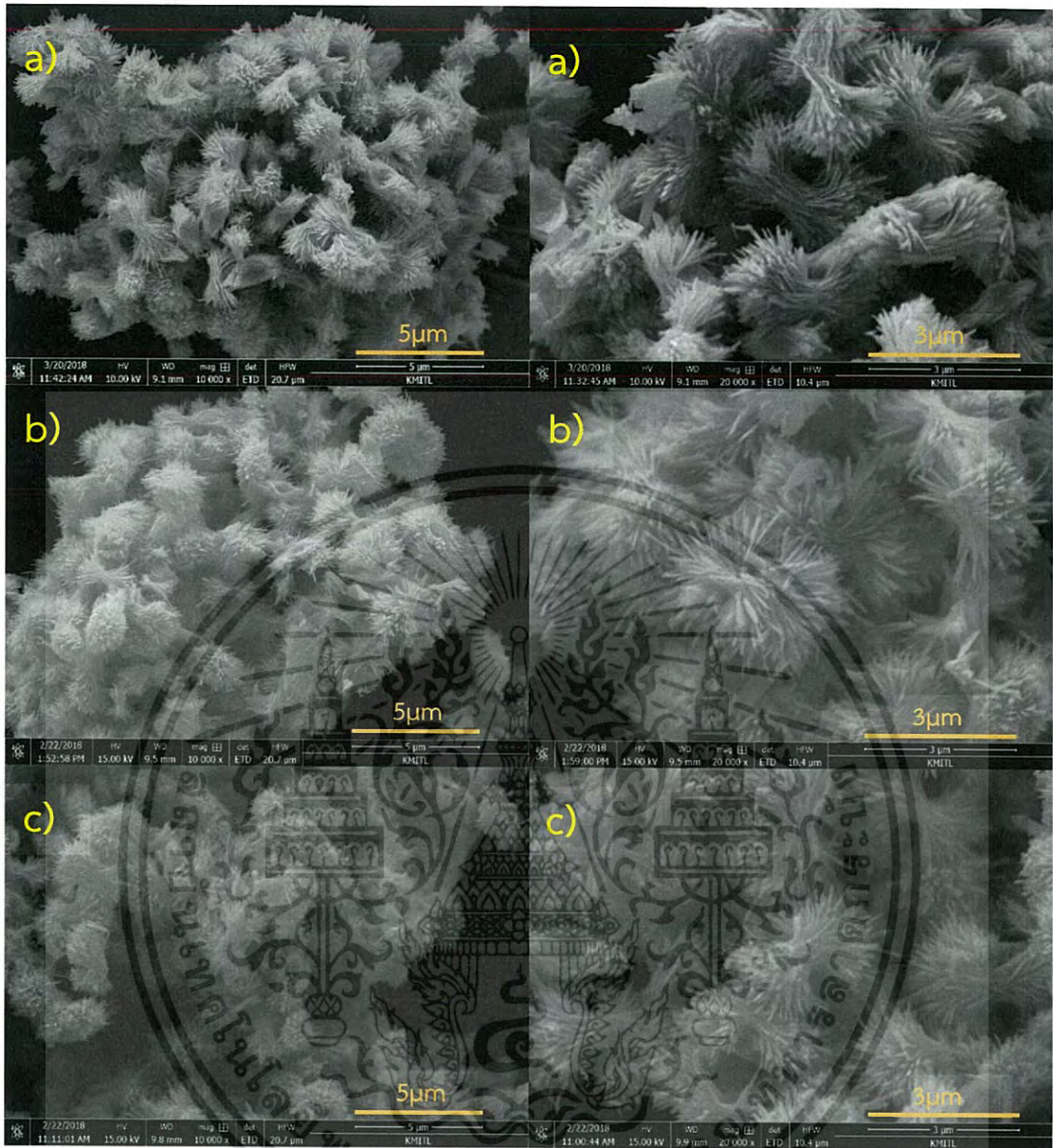


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



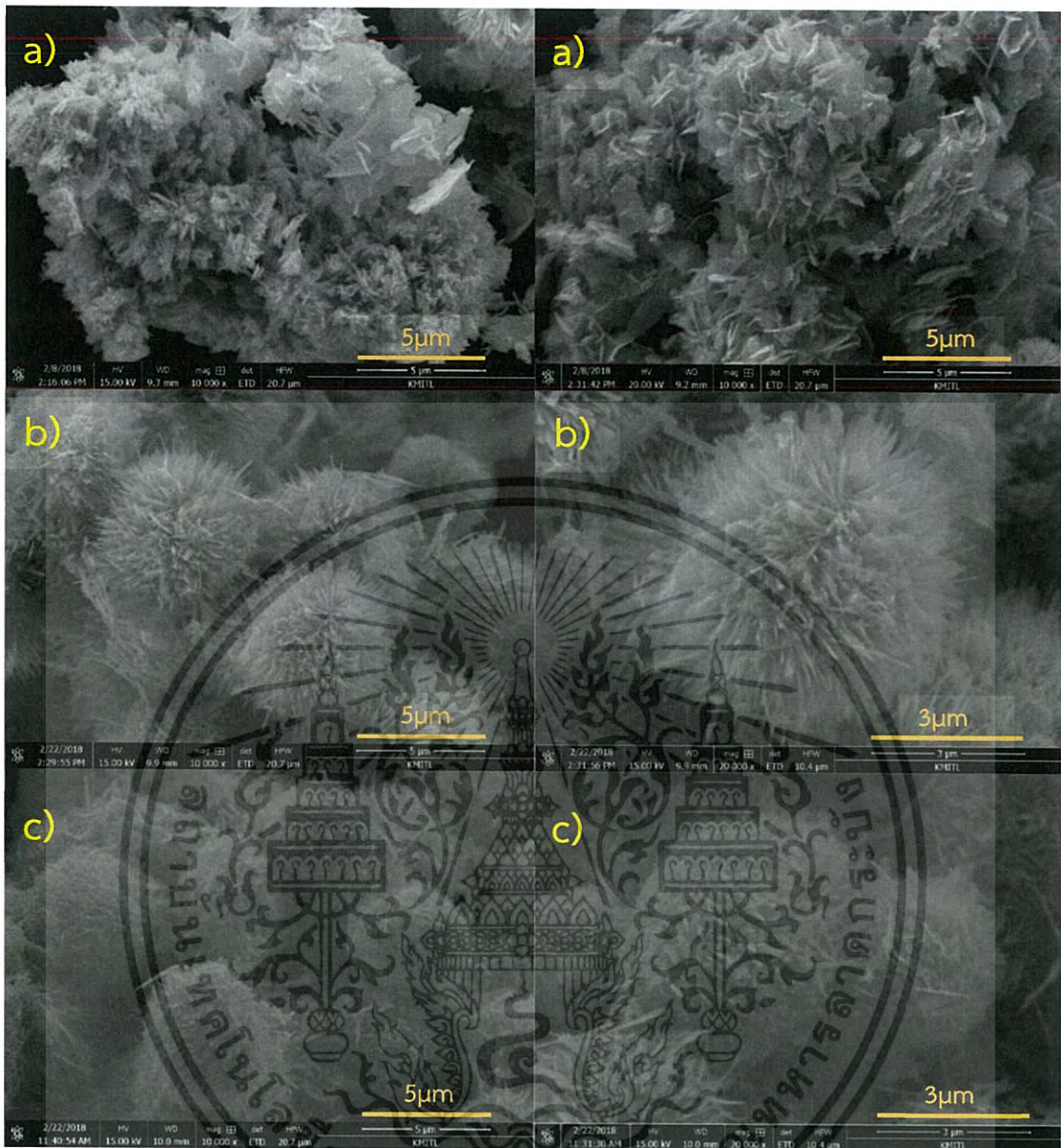
รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้กรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



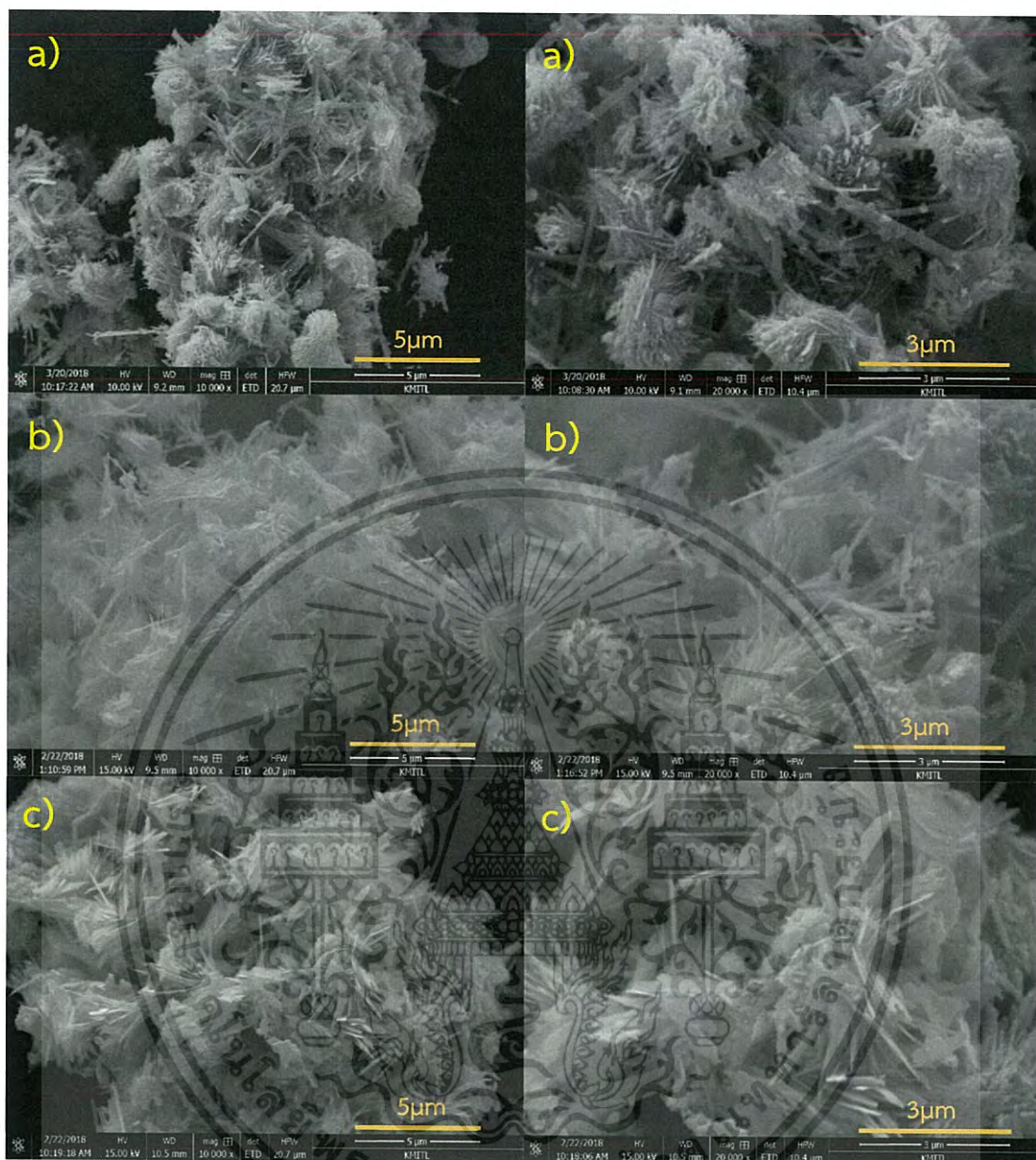
รูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทั้งสเตรที่ใช้กรดออกซาลิกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย a) 0.05 M, b) 0.1 M และ c) 0.15 M โดยใช้กำลังขยาย 10,000 เท่า (ซ้าย) และกำลังขยาย 20,000 เท่า (ขวา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย SEM ของแอนติโมนีทังสเตทที่ใช้เอทิลีนไดเอมีนที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย 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 อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.18 ภาพถ่าย SEM ของแอนทิโมนีทังสเตตที่ใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติกที่มีความเข้มข้นต่างกันเป็นสารละลาย 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 อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลาย ที่ความเข้มข้นต่าง 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	0.57 \pm	ริงนก	1.16 \pm	2.64 \pm
		0.03	0.11		0.08	0.23
0.10	เส้นริบบิ้น	0.14 \pm	0.81 \pm	ริงนก	1.58 \pm	2.60 \pm
		0.07	0.15		0.13	0.29
0.15	เส้นริบบิ้น	0.08 \pm	0.94 \pm	ริงนกผสม แท่งนาโน	1.57 \pm	2.30 \pm
		0.03	0.38		0.16	0.21

ตารางที่ 4.5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.6 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้เอทิลลีนไดเอมีนเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง 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

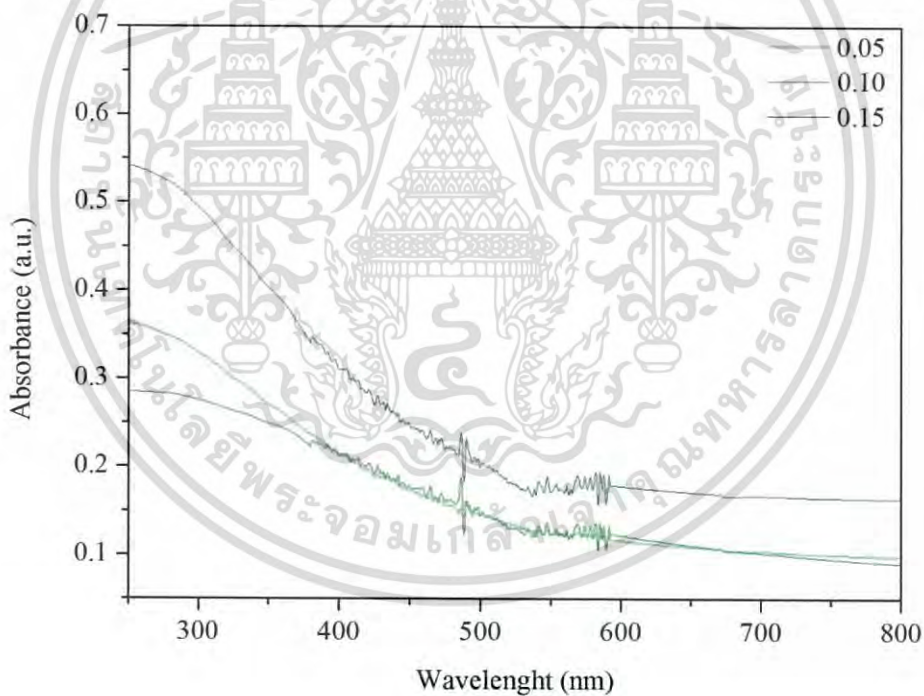
ตารางที่ 4.7 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์จากการใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีน-เตตระอะซิติกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

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 ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

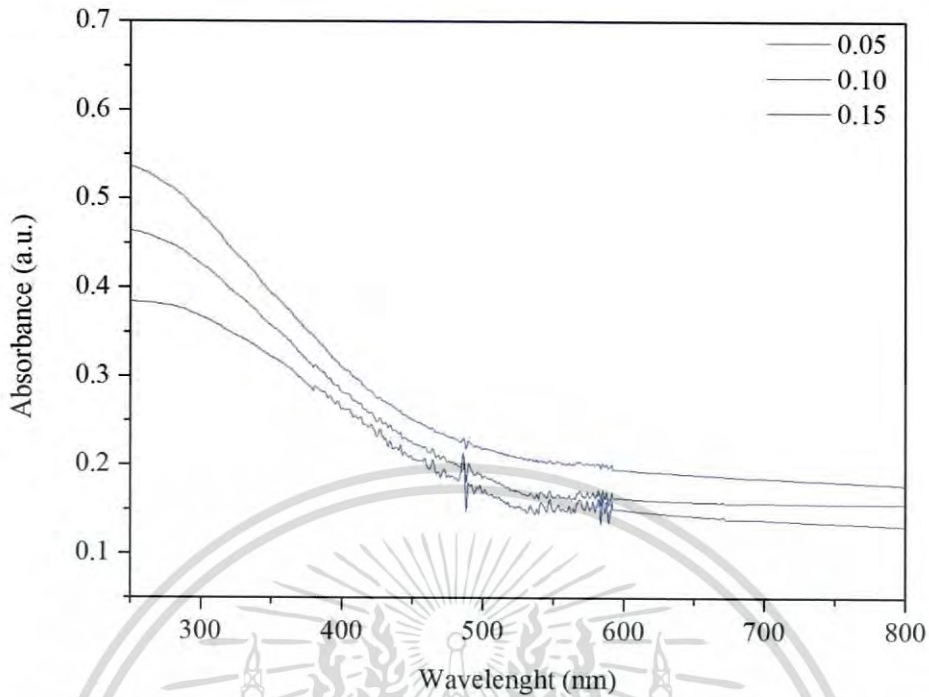
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-visible spectroscopy)

จากการศึกษาสมบัติการดูดกลืนแสงของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์โดยการใส่สารละลาย คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่มีความเข้มข้นของสารละลายที่ต่างกัน คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ดังแสดงในรูปที่ 4.19-4.22 จากนั้นทำการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานจากสเปกตรัมที่ได้ ผลการคำนวณค่าพลังงานช่องว่างพลังงานของแอนติโมนีทั้งสเตทแสดงในตารางที่ 4.8 จะพบว่าแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้สารละลายต่างชนิดกันที่ความเข้มข้นแตกต่างกันมีค่าพลังงานช่องว่างพลังงานอยู่ในช่วง 2.40-2.67 อีเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งค่าที่ได้ไม่มีแนวโน้มที่แน่นอน แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของสารละลายที่ต่างกัน ไม่ส่งผลที่ชัดเจนต่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน

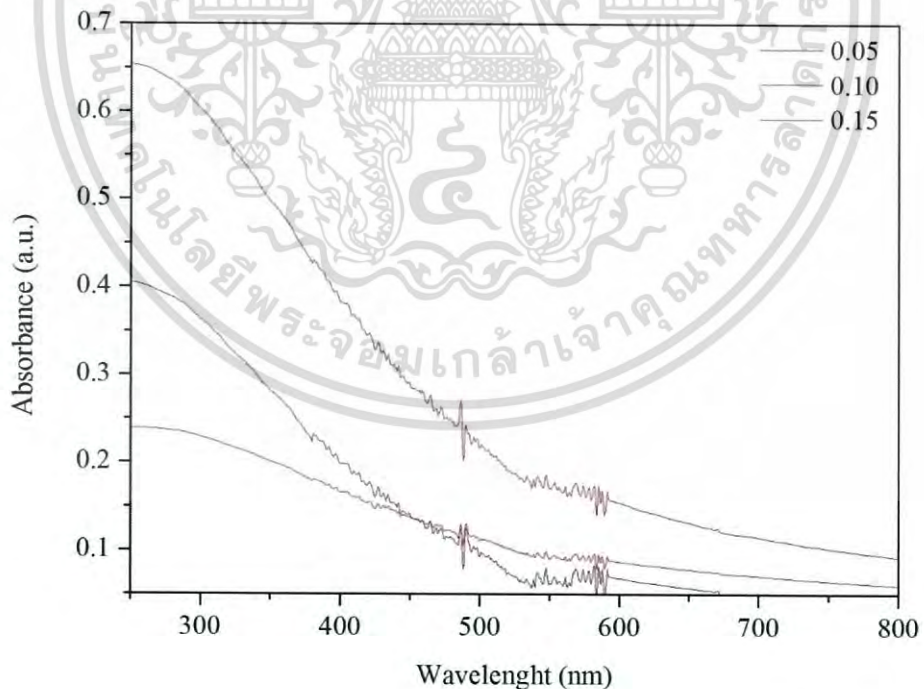


รูปที่ 4.19 UV-Visible สเปกตราของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

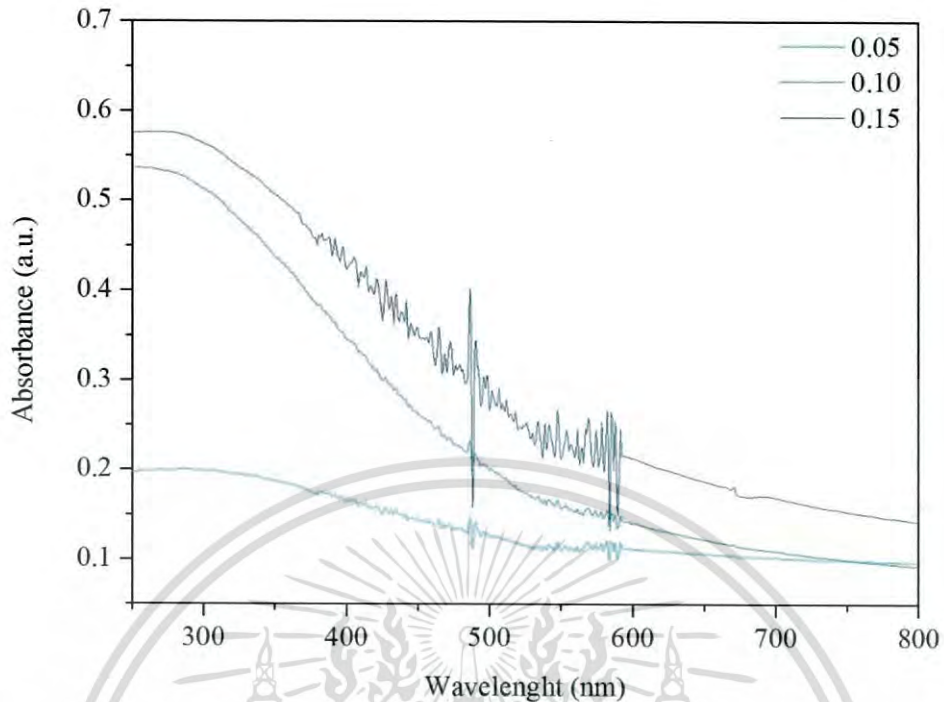


รูปที่ 4.20 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ



รูปที่ 4.21 UV-Visible สเปกตรัมของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.22 UV-Visible สเปกตร้าของแอนติโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีน-เตตระอะซิติกเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

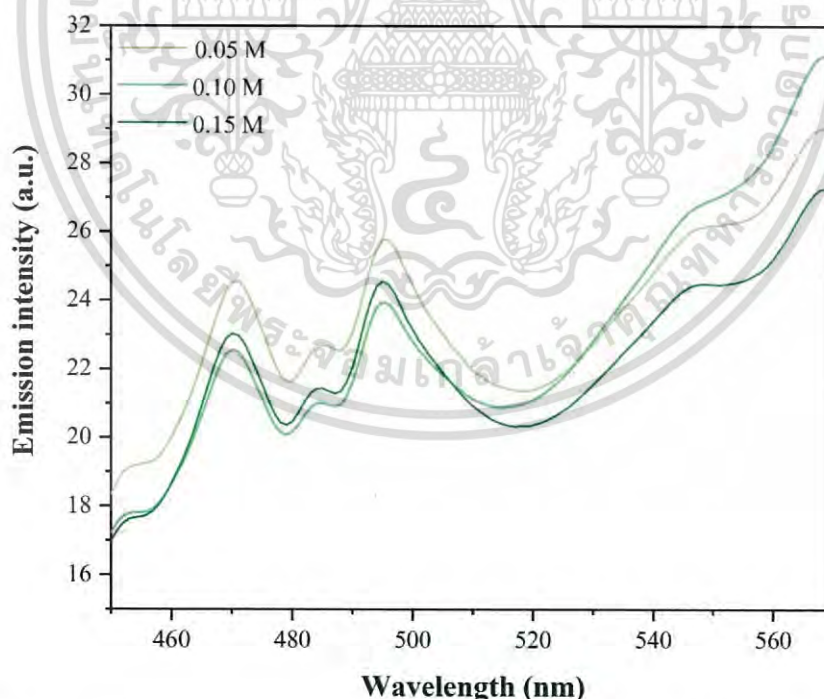
ตารางที่ 4.8 ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนติโมนีทั้งสเตทที่ใช้สารละลายความเข้มข้นต่าง ๆ

สารละลาย	พลังงานช่องว่างพลังงาน (eV)		
	0.05 M	0.10 M	0.15 M
กรดอะซิติก	2.59	2.42	2.60
กรดออกซาลิก	2.70	2.42	2.52
เอทิลลีนไดเอมีน	2.40	2.51	2.67
กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก	2.60	2.44	2.55

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

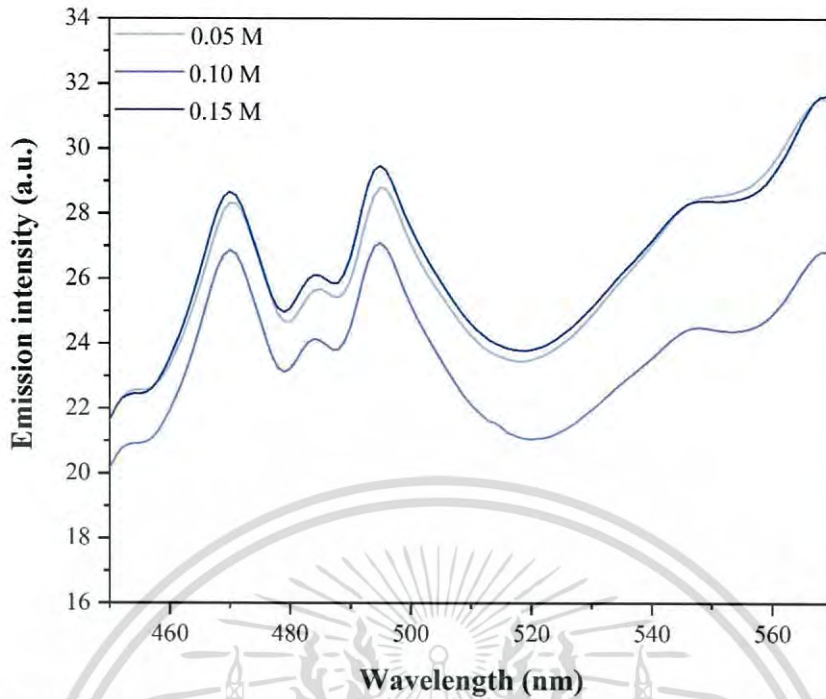
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (Fluorescence spectroscopy)

จากการศึกษาสมบัติทางแสงของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์โดยใช้สารละลาย คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ที่มีความเข้มข้นของสารละลายที่แตกต่างกัน คือ 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ ด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี หลังจากการถูกกระตุ้นด้วยแสงที่ความยาวคลื่น 300 นาโนเมตร ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.23-4.26 พบว่าสเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากชนิดของสารละลายและความเข้มข้นที่แตกต่างกันมีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 470, 495 และ 547 นาโนเมตร แสดงให้เห็นถึงเอกลักษณ์ของแอนทิโมนีทังสเตท เมื่อพิจารณาความเข้มของการคายพลังงานแสงของสเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเข้มข้นที่แตกต่างกัน พบว่ามีค่าความเข้มของการคายพลังงานแสงมีค่าที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งการที่แอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่ความเข้มข้นที่ต่างกันมีสมบัติทางแสงที่ใกล้เคียงกันเป็นผลมาจากการมีความเป็นผลึกและการมีขนาดและรูปร่างของอนุภาคที่มาซ้อนทับที่ไม่แตกต่างกันมากนัก

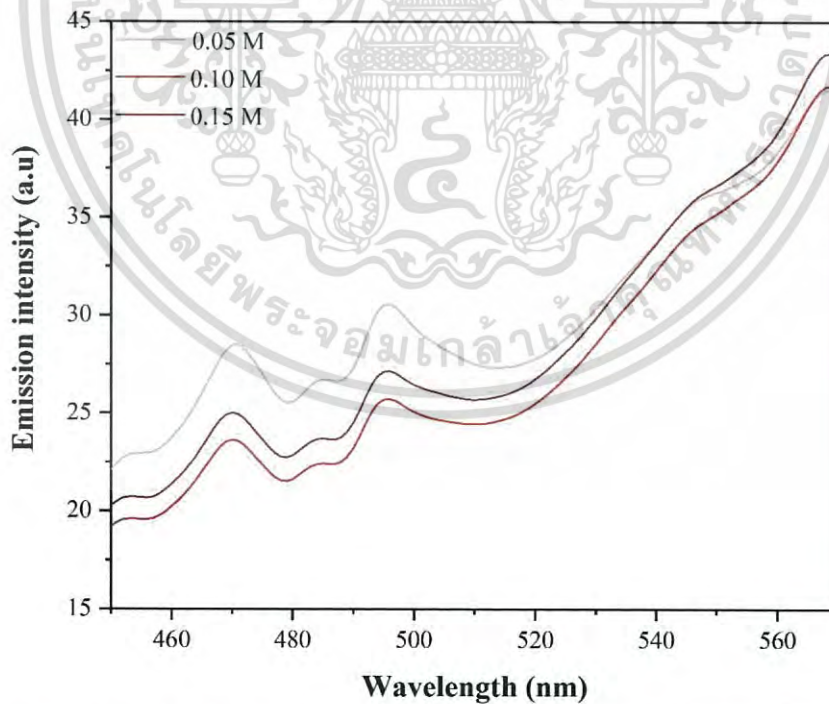


รูปที่ 4.23 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

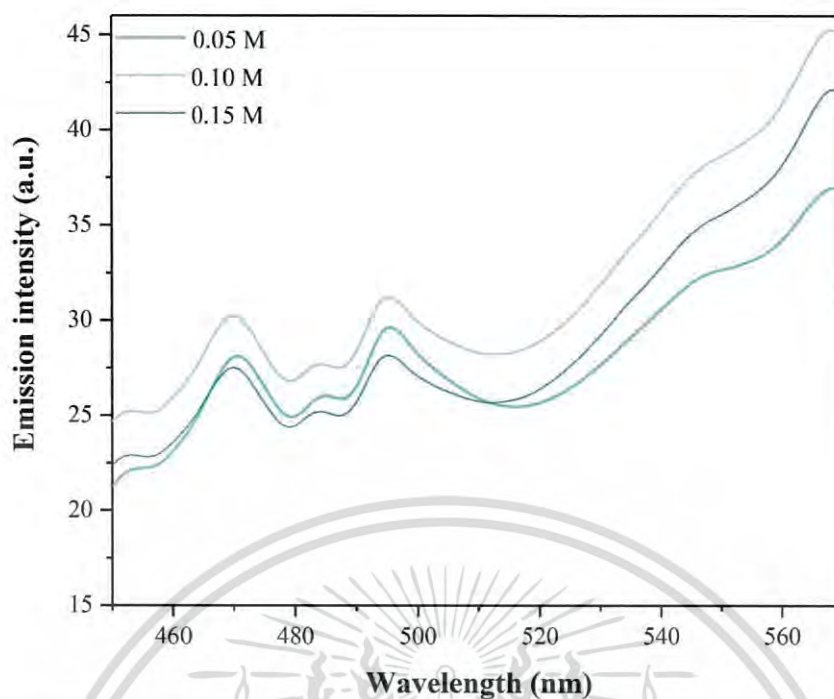


รูปที่ 4.24 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ



รูปที่ 4.25 ฟลูออเรสเซนส์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสเตรที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลซีนไดเอมีนเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.26 ฟลูออเรสเซนซ์สเปกตรัมของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตรอะซิติกเป็นสารละลายที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

4.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น

ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเทท โดยได้เลือกใช้แอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ เป็นตัวแทนในการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี้อมโรดามีนบี เนื่องจากมีแนวโน้มที่ทำให้ได้แอนทิโมนีทั้งสเททที่มีรูปร่างซ้อนทับกันแบบสามมิติระดับนาโน-ไมโครที่มีความสมบูรณ์มากที่สุด การศึกษาประสิทธิภาพทำได้โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเทท 0.05 กรัม กระจายตัวในสารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ปริมาตร 100 มิลลิตร ได้ศึกษาผลของการดูดซับโดยไม่ฉายแสงเป็นเวลา 90 นาที และผลของการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น (visible light) ที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร เป็นเวลา 270 นาที โดยได้ทำการศึกษาผลของสภาวะการทดลองแบบที่ไม่มี การเติมและการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ปริมาตร 1 มิลลิตร โดยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสลายสี้อมโรดามีนบีได้ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนในแถบตัวนำ (conduction band) ที่ถูกกระตุ้นจากสถานะพื้นในแถบวาเลนซ์ (valence band) ไปยังแถบตัวนำ แล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระ

ของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}\text{OH}$) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 และ 4.2 โดยอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นสามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีและเกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำได้ [1] โดยผลที่ได้มีดังต่อไปนี้



4.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบีที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.27 โดยได้ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดของโรดามีนบีที่ความยาวคลื่น 544 นาโนเมตร



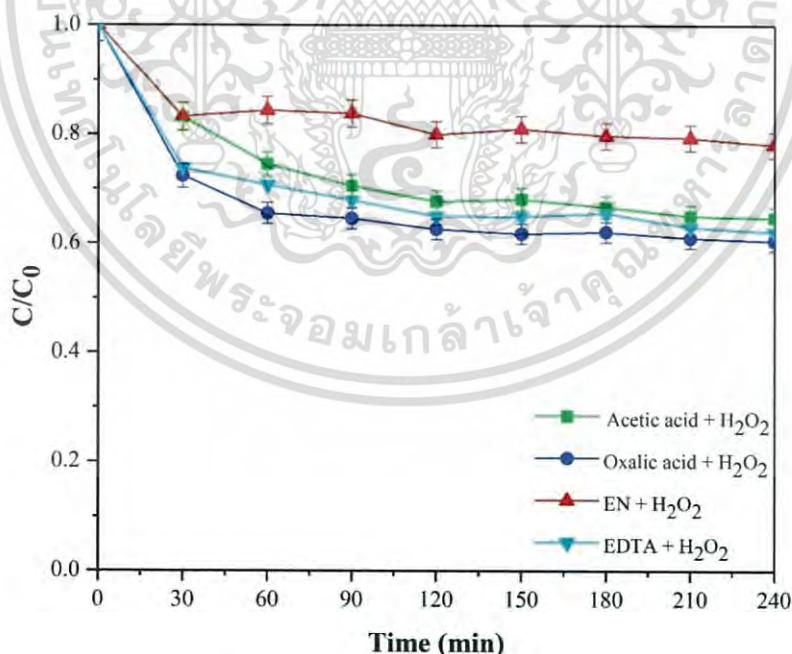
รูปที่ 4.27 กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

รูปที่ 4.27 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของโรดามีนบีที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.50 ppm ถึง 5.00 ppm และค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายโรดามีนบี โดยกราฟมาตรฐานที่ได้มีลักษณะเป็นกราฟเส้นตรง แสดงถึงการดูดกลืนแสงของสารละลายเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของ

สารละลาย โดยมีความสัมพันธ์ดังสมการเส้นตรง $y = 0.1859x + 0.0376$ และมีค่า $R^2 = 0.9997$ ซึ่งเป็นค่าที่บ่งบอกขอบเขตความแม่นยำสำหรับการหาค่าความเข้มข้นของสารละลาย และเพื่อให้ได้ผลที่ถูกต้อง R^2 ควรมีค่าใกล้เคียง 1

4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับสีย้อมโรดามีนบี

การศึกษากการดูดซับสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดแตกต่างกัน คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก เป็นการศึกษาสภาวะการเขาสูดซับของการดูดซับสีย้อมเพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการศึกษาปฏิกิริยาทางแสงในตอนต่อไป จากการทดสอบการดูดซับโดยทำการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในที่ไม่มีแสงที่ตามองเห็นเป็นเวลา 240 นาที โดยการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ผลที่ได้แสดงในรูป 4.28 พบว่าการดูดซับสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ เขาสูดซับหลังจากเวลาผ่านไป 90 นาที ดังนั้นสภาวะการดูดซับสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่เหมาะสมก่อนที่จะศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมด้วยปฏิกิริยาทางแสงอยู่ที่เวลา 90 นาที



รูปที่ 4.28 การดูดซับของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ ในสารละลายสีย้อมโรดามีนบี

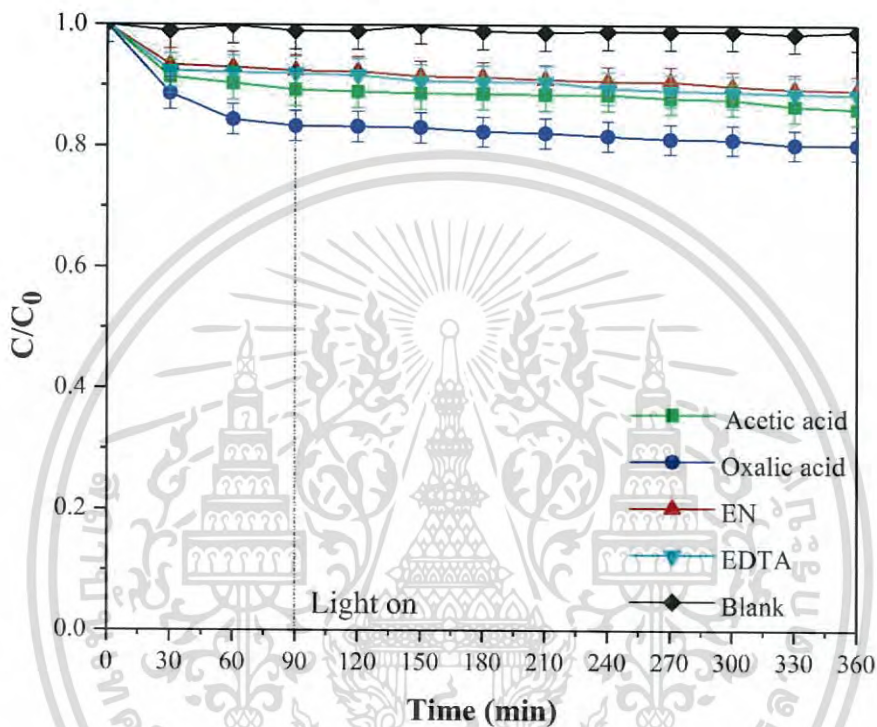
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสถานะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

ได้ทำการศึกษาการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยใช้เพียงแอนทิโมนีทั้งสเททเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีความเข้มข้น 5 ppm ภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยทำการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ผลการศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก แสดงในรูปที่ 4.29 และตารางที่ 4.9 โดยค่าประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีเนื่องจากการดูดซับ (adsorption) ได้จากการวัดความเข้มข้นของสารละลายโรดามีนบีหลังจากการปั่นกวนแอนทิโมนีทั้งสเททในสารละลายโรดามีนบีเป็นเวลา 90 นาที โดยไม่มีการฉายแสง (ที่เวลาการฉายแสง 0 นาที) ส่วนประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีจากปฏิกิริยาทางแสง (photodegradation) ได้จากการวัดความเข้มข้นหลังจากการฉายแสงเป็นเวลาต่าง ๆ จนถึง 270 นาที หักลบจากความเข้มข้นที่หายไปเนื่องจากการดูดซับ โดยค่าประสิทธิภาพรวมวัดได้จากความเข้มข้นของสีย้อมโรดามีนบีที่เหลือจากการดูดซับเป็นเวลา 90 นาที และการฉายแสงเป็นเวลา 270 นาที จากการทดลองพบว่าในสถานะที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเทท (blank) ความเข้มข้นของโรดามีนบีไม่ลดลงตลอดการทดลอง แสดงว่าสีย้อมโรดามีนบีมีความเสถียรภายใต้แสงที่ตามองเห็น แต่เมื่อมีตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททในระบบพบว่าความเข้มข้นของโรดามีนบีค่อย ๆ ลดลงจนคงที่ที่ 90 นาที เนื่องจากการดูดซับของสีย้อมบริเวณพื้นผิวของแอนทิโมนีทั้งสเทท โดยเมื่อเปรียบเทียบผลจากการดูดซับของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายมีค่าร้อยละการดูดซับมากที่สุด คือ ร้อยละ 16.69 ส่วนค่าการดูดซับรองลงมา คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากกรดอะซิติก กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก และเอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละการดูดซับ คือ ร้อยละ 10.72, 8.02 และ 7.55 ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้มีสาเหตุมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่แตกต่างกัน ดังได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.1.3 จึงส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการดูดซับโรดามีนบี ส่วนผลการสลายสีย้อมจากการฉายแสงพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ มีค่าใกล้เคียงกันในช่วงร้อยละ 3.05-3.38 ซึ่งมีค่าต่ำกว่าที่รายงานไว้โดยนายพิชิต อุดมศรี และคณะ [10] ซึ่งการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากโครงการพิเศษนี้มีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีที่ต่ำกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นผลมาจากวิฤภาคของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่แตกต่างกัน เนื่องจากการใช้สภาวะในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน โดยในงานวิจัยของนายพิชิต อุดมศรี และคณะ ได้ใช้สภาวะในการสังเคราะห์ที่ pH เท่ากับ 2 ส่วนในโครงการพิเศษนี้ใช้สภาวะในการสังเคราะห์ที่ pH เท่ากับ 1 และได้แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีวิฤภาคแบบไตรคลีนิกที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสภาวะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

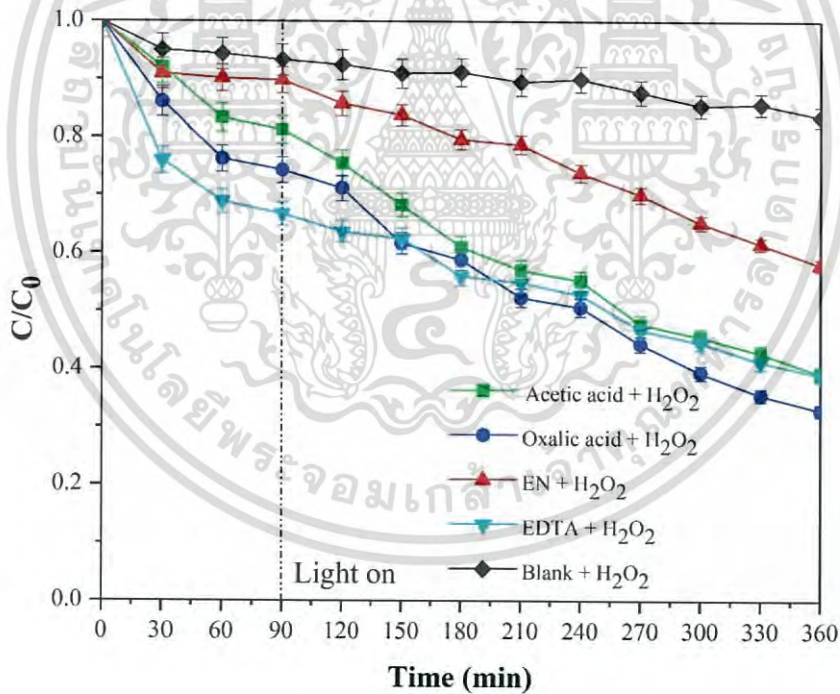
ตารางที่ 4.9 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเททที่ได้สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสถานะที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

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

4.3.4 การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบี ในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนี-ทั้งสเททในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็นที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร เป็นเวลา 270 นาที โดยทำการศึกษาการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ผลการทดลองการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก ดังแสดงในรูปที่ 4.30 และตารางที่ 4.10 จากการทดลองพบว่าในสถานะที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเทท ความเข้มข้นของโรดามีนบีลดลงในช่วงแรก (30 นาที) และหลังจากนั้นจะลดลงเล็กน้อยจนเกือบคงที่จนถึงที่ 360 นาที ผลที่เกิดขึ้นเป็นเหตุมาจากการที่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะแตกตัวเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) แล้วเข้าไปทำลายโครงสร้างของโรดามีนบีที่บริเวณหมู่ฟังก์ชันที่มีไนโตรเจน ซึ่งพบว่าผลโดยรวมแล้วการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทั้งสเททในการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีได้ดีกว่าในระบบที่ไม่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นในแถบตัวนำ แล้วเกิดเป็นอนุมูลอิสระของไฮดรอกไซด์ ($^{\circ}OH$) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับสีย้อมโรดามีนบีให้เกิดการสลายตัวเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำได้ [1] โดยผลจากการดูด

ซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่แตกต่างกัน คือ การใช้กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นสารละลายมีค่าร้อยละการดูดซับมากที่สุด คือ ร้อยละ 33.29 ส่วนค่าการดูดซับรองลงมา คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากกรดออกซาลิก กรดอะซิติก และเอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งมีค่าร้อยละการดูดซับ คือ ร้อยละ 25.70, 18.80 และ 10.19 ตามลำดับ ผลที่ได้มีสาเหตุมาจากลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ จึงส่งผลต่อพื้นที่ผิวในการดูดซับ ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาต่างได้กล่าวไว้ในหัวข้อที่ 4.1.3 เมื่อทำการฉายแสงเพื่อการสลายสีย้อมโรดามีนบี พบว่าแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ สามารถสลายสีย้อมโรดามีนบีได้ โดยสามารถเรียงลำดับประสิทธิภาพรวมในการสลายสีย้อม (การดูดซับสีย้อมและการเกิดปฏิกิริยาทางแสง) จากมากไปน้อย คือ กรดออกซาลิก > กรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก > กรดอะซิติก > เอทิลีนไดเอมีน ตามลำดับ



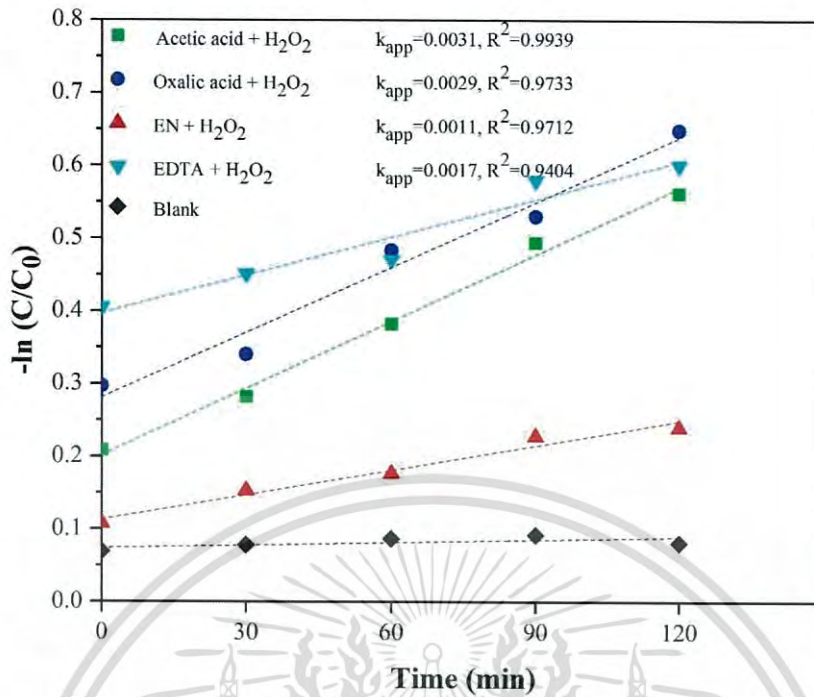
รูปที่ 4.30 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฉายแสงที่ตามองเห็นกับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ ในสถานะที่มีการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂)

เนื่องด้วยประสิทธิภาพการสลายสีย้อมโรดามีนบีเป็นผลรวมมาจากการดูดซับและปฏิกิริยาทางแสง การหาประสิทธิภาพที่เกิดจากปฏิกิริยาทางแสงที่แท้จริง สามารถหาได้โดยการพล็อตกราฟระหว่าง $-\ln(C/C_0)$ กับเวลา ดังแสดงในรูปที่ 4.31 โดยให้เวลาที่ 90 นาทีที่การดูดซับเข้าสู่สมดุล เป็นวินาทีที่ 0 (normalized kinetic) ที่ทำการเริ่มฉายแสงที่ตามองเห็น เพื่อหาค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมทางแสง (rate constant, k_{app}) กราฟที่ได้แสดงให้เห็นความสัมพันธ์แบบเส้นตรงของ $-\ln(C/C_0)$ และเวลา โดยค่าความชันแสดงถึงค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อม (k_{app}) ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.10 พบว่าความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาทางแสงของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากสารละลายชนิดต่าง ๆ ในการสลายสีย้อมโรดามีนบีมีค่าที่แตกต่างกัน โดยสามารถเรียงลำดับได้จากค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมจากมากไปน้อยได้ดังนี้ คือ กรดอะซิติก > กรดออกซาลิก > กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก > เอทิลลีนไดเอมีน ตามลำดับ ซึ่งค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมที่ได้มีแนวโน้มที่สอดคล้องกับค่าขนาดผลึกและค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่แสดงในตอนต้นที่ 4.1.1 และ 4.1.4 โดยแอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่น้อย คือ ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่เป็นกรดอะซิติกและกรดออกซาลิก มีประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมด้วยปฏิกิริยาทางแสงที่สูงกว่าแอนติโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายที่เป็นกรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกและเอทิลลีนไดเอมีนที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่สูงกว่า เนื่องจากเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงที่ตามองเห็นที่มีพลังงานที่เท่ากัน แอนติโมนีทั้งสเตรทที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำจะมีจำนวนของอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นที่สามารถไปเกิดปฏิกิริยาทางแสงได้มากกว่า

ตารางที่ 4.10 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรดามีนบีของแอนติโมนีทั้งสเตรทที่ได้สังเคราะห์จากการใช้สารละลายชนิดต่าง 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
เอทิลลีนไดเอมีน	10.19	31.85	42.04	0.0011	0.9712
กรดเอทิลลีนไดเอมีน- เตตระอะซิติก	33.29	27.72	61.01	0.0017	0.9404

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.31 คาคงที่อัตราการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้การฉายแสงที่ตามองเห็น (ไม่รวมการดูดซับ 90 นาที)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรทด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล เพื่อศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง โดยการใช้แอนทิโมนีไตรคลอไรด์และโซเดียมทั้งสเตรทไดไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น ในการสังเคราะห์ทำได้โดยการละลาย โซเดียมทั้งสเตรทไดไฮเดรตในน้ำปราศจากไอออนและละลายแอนทิโมนีไตรคลอไรด์ในตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ได้แก่ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก เอทิลีนไดเอมีน และกรดเอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก จากนั้นผสมสารตั้งต้นให้เข้ากันแล้วปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของระบบด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ให้มีค่าเป็น 1 และนำไปโซลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาถึงผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ คือ ชนิดของตัวทำละลายและความเข้มข้นของตัวทำละลายที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ สัณฐานวิทยา และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง

จากผลการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนตามข้อมูลมาตรฐานของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลีนิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) และไม่พบรูปแบบการเลี้ยวที่แสดงถึงการปนเปื้อนของวัฏภาคอื่น จากผลการศึกษาโครงสร้างโมเลกุลด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR) พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มีการสั่นของพันธะ Sb-O และ W-O แบบยืดหด ซึ่งแสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนทิโมนีทั้งสเตรท จากผลการศึกษาด้วยเทคนิค XRD และ FT-IR แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตรทที่มีความบริสุทธิ์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

จากผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายชนิดต่าง ๆ มีสัณฐานวิทยาที่มีลักษณะรูปร่างสามมิติแตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลมาจากความสามารถในการละลาย และความสามารถในการจับกับไอออนอะตอมกลางของลิแกนด์ที่ต่างกัน โดยการใช้ตัวทำละลายเป็นกรดอะซิติกทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างคล้ายรีงนก การใช้กรดออกซาลิกทำให้ได้อนุภาคที่มีรูปร่างคล้ายโบว์ ส่วนการใช้เอทิลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลายจะได้อนุภาคที่มีรูปร่างคล้ายดอกไม้ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม และการใช้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรดเอทิลลีนเตตระอะซิติกทำให้ได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเส้นริบิ้นจำนวนมากและไม่มีกรรวมตัวกันเป็นอนุภาคแบบสามมิติอย่างชัดเจน ส่วนแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของตัวทำละลายเป็น 0.05, 0.10 และ 0.15 โมลาร์ มีสัญญาณวิทยาที่เกิดจากเส้นริบิ้นขนาดนาโนเมตรมาซ้อนทับเช่นเดียวกัน แต่มีขนาดของเส้นริบิ้นและอนุภาคสามมิติที่เกิดจากการซ้อนทับกันของเส้นริบิ้นขนาดนาโนแตกต่างกัน โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายชนิดต่าง ๆ เพิ่มมากขึ้นทำให้สารละลายต่าง ๆ มีความหนืดมากขึ้นจึงส่งผลให้อนุภาคขนาดนาโนเกิดการโตได้มากกว่าการเกิดกระบวนการเกิดนิวเคลียส เมื่อเกิดการซ้อนทับเป็นอนุภาคสามมิติ จึงมีขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกันเล็กน้อย

จากการสังเคราะห์แอนทิโมนีทั้งสเตทโดยใช้ตัวทำละลายต่าง ๆ คือ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก และกรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก พบว่ามีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่แตกต่างกัน คือ 2.43, 2.42, 2.44 และ 2.51 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับค่าขนาดของผลึกที่คำนวณได้จากเทคนิค XRD การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปี แอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ และความเข้มข้นต่าง ๆ มีการคายพลังงานในช่วงความยาวคลื่นที่ 470, 495 และ 547 นาโนเมตร ที่แสดงถึงเอกลักษณ์ของแอนทิโมนีทั้งสเตท

การศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็น พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์จากการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ในสภาวะที่เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์นั้นสามารถย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีภายใต้แสงที่ตามองเห็นได้ และพบว่าแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการดูดซับที่ต่างกัน เนื่องจากมีลักษณะสัญญาณวิทยาที่ต่างกัน การศึกษาประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมด้วยปฏิกิริยาทางแสงและค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมทางแสง (k_{app}) พบว่าประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนทิโมนีทั้งสเตทมีความสัมพันธ์กับค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน โดยค่าคงที่อัตราการสลายสีย้อมทางแสงจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานลดลง เนื่องจากเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีพลังงานที่เท่ากัน จะทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่ำ มีจำนวนของอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นเพื่อไปเกิดปฏิกิริยาทางแสงที่มากกว่า โดยพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่เตรียมได้จากตัวทำละลายกรดออกซาลิก มีประสิทธิภาพรวมในการกำจัดสีย้อมที่สูงที่สุด โดยมีค่าร้อยละ 67.11 ซึ่งเป็นผลมาจากการมีพื้นที่ผิวในการดูดซับสูงและมีสมบัติทางแสงที่ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) ศึกษาเพิ่มเติมถึงผลของสภาวะในการสังเคราะห์ในเรื่องค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ที่มีผลต่อโครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยาและสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของแอนทิโมนีทั้งสเตท
- 2) ศึกษาเพิ่มเติมการนำแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้ไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่น ๆ เช่น การนำไปทดสอบสมบัติการความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] J. Bi, Y. Liu, S. Liang, W. Wu, R. Yuan, L. Wu, 2013. "Novel hierarchical architectures of Sb_2WO_6 : template-free hydrothermal synthesis and photocatalytic reduction property for azo compound" *Journal of Nanoparticle Research*, Volume 39, Page 1661-1671
- [2] C. Yang, X. Yang, F. Li, T. Li, W. Cao, May. 2016. "Controlled synthesis of hierarchical flower-like Sb_2WO_6 microspheres: Photocatalytic and superhydrophobic property" *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Volume 39, Page 93-100
- [3] S. Sun, W. Wang, April. 2014. "Advanced chemical compositions and nanoarchitectures of bismuth based complex oxides for solar photocatalytic application" *RSC Advances*, Page 47136-47152
- [4] S.-P. Hu, C.-Y. Xu, F.-X. Ma, L. Cao, L. Zhen, April. 2014. "Solvothermal synthesis of orthorhombic Sb_2WO_6 hierarchical structures and their visible-light-driven photocatalytic activity" *Dalton Transactions*, Volume 43, Page 8439-8445
- [5] H.-B. Fu, L.-W. Zhang, W. Yao, Y.-F. Zhu, April. 2006. "Photocatalytic properties of nanosized Bi_2WO_6 catalysts synthesized via a hydrothermal process" *Applied catalysis*, Volume 66, Page 100-110
- [6] C. Zhang, Y. Zhu, 2005. "Synthesis of Square Bi_2WO_6 Nanoplates as High-Activity Visible-Light-Driven Photocatalysts" *Chemistry of Materials*, Volume 17, Page 3537-3545
- [7] T. Saison, P. Gras, N. Chemin, C. Chanac, O. Durupthy, V. Brezov, C. Colbeau-Justin, J.-P. Jolivet, 2011. "New Insights into Bi_2WO_6 Properties as a Visible-Light

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- Photocatalyst” The Journal of Physical Chemistry C, Volume 117, Page 22656-22666
- [8] A. Ramirez, R. Enjalbert, J.M. Rojo, A. Castro, 1997. “New Aurivillius-Related Phases in the Sb- (W, V)-O System: Structural Study and Properties” Journal of Solid State Chemistry, Volume 128, Page 30-37
- [9] A. Castro, P. Millan, R. Enjalbert, 1995. “Structural evolution of the Aurivillius framework in the solid solutions $\text{Bi}_2\text{WO}_6\text{-Sb}_2\text{WO}_6$ ” Materials Research Bulletin, Volume 30, Page 871-882
- [10] C. Ling, R. Withers, A. Rae, S. SCHMID, J. THOMPSON 1996. “Antiferroelectric Modulations in Sb_2WO_6 and Sb_2MoO_6 ” Research School of Chemistry, Australian National University. B52, Page 610-615
- [11] Jianping Lai, Wenxin Niu, Rafael Luque and Guobao Xu. 2015. “Solvothermal synthesis of metal nanocrystals and their applications” Journal of nanotoday, Volume 10, Pages 240-267.
- [12] รองศาสตราจารย์ ดร.นราธิป วิทยากร. 2017. “กระบวนการสังเคราะห์ผงละเอียดสำหรับเซรามิกชั้นสูง” กรุงเทพฯ : มินเซอรัลส์ ซัพพลาย
- [13] นายพิชิต อุดมศรี, นายศรัณย์ จิวสิทธิประไพ และ นางสาวศศิประภา ชุ่มรัมย์. 2017. “การสังเคราะห์แอนติโมนีทั้งสเททด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอลและการศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงและสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยั่งยืน” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [14] 2017. การสังเคราะห์สารโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล. [Online]. เข้าถึงได้จาก : <http://glassware.chemical.com/tag/hydrothermal-synthesis/>
- [15] 2018. Acetic acid. [Online]. เข้าถึงได้จาก : https://en.wikipedia.org/wiki/Acetic_acid

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [16] 2018. Oxalic acid. [Online]. เข้าถึงได้จาก :
https://en.wikipedia.org/wiki/Oxalic_acid
- [17] 2018. Ethylenediamine. [Online]. เข้าถึงได้จาก :
<https://en.wikipedia.org/wiki/Ethylenediamine>
- [18] 2018. Ethylenediaminetetraacetic acid. [Online]. เข้าถึงได้จาก :
https://en.Wikipedia.org/wiki/Ethylenediaminetetraacetic_acid
- [19] Chris Schaller. 2017. The trans/cis Effects & Influences . [Online]. เข้าถึงได้จาก :
https://chem.libretexts.org/?title=Core/Inorganic_Chemistry/Organometallic_Chemistry/Fundamentals/The_trans//cis_Effects_%26_Influences
- [20] ดร.นัตตา เวชชากุล. 2555. ไทเทเนียมไดออกไซด์กับการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการกำจัดสารประกอบอินทรีย์ในน้ำ. [Online]. เข้าถึงได้จาก :
https://www2.mtec.or.th/th/emagazine/countfavor_article.asp?a=load&fileid=435&Run_no=dlkeiadbz
- [21] ดร.นัตตา เวชชากุล. 2012. “ไทเทเนียมไดออกไซด์กับการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการกำจัดสารประกอบอินทรีย์ในน้ำ” เทคโนโลยีวัสดุ. (67) : 25-30.
- [22] นางสาวอนันต์ปภา ชื่นทรัพย์. 2012. “การบำบัดคาร์บอนมอนอกไซด์ในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิสโดยใช้ทังสเตนไดรอกไซด์” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.
- [23] ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อุปถัมภ์ นาครักษ์. 2012. “การกำจัดสารปนเปื้อนอินทรีย์ในน้ำโดยกระบวนการ โฟโตคะตะไลซิส” ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม, มหาวิทยาลัยนเรศวร.
- [24] Lin Xu, Xiaoyan Yang, Zheng Zhai and Wenhua Hou. 2011. “EDTA-mediated shape-selective synthesis of Bi_2WO_6 hierarchical self-assemblies with high visible-light-driven photocatalytic activities” Journal of CrystEngComm.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [25] Hongbo Fu, Liwu Zhang, Wenqing Yao and Yongfa Zhu. 2006. "Photocatalytic properties of nanosized Bi_2WO_6 catalysts synthesized via a hydrothermal process" Journal of Applied catalysis, Volume 66, Page 100-110.
- [26] เกียรติพงษ์ ได้การ. 2558. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์. [Online]. เข้าถึงได้ จาก : <https://goo.gl/ud7d2P>
- [27] รพพน พิชา. 2550. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์. [Online]. เข้าถึงจาก : <https://bit.ly/2H9o5ms>
- [28] สถาบันนวัตกรรมและพัฒนาระบบการเรียนรู้ มหาวิทยาลัยมหิดล. 2561. electron microscope. [Online]. เข้าถึงได้จาก : <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/ Page/Unit4-5.html>
- [29] KMUTT. 2012. เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปีโฟโตมิเตอร์. [Online]. เข้าถึงได้จาก : http://doi.nrct.go.th/ListDoi/Download/255867/c2fbb507a037543e0ae6c4839e109ae0?Resolve_D_OI=10.14457/KMUTT.the.2012.49
- [30] 2017. UV-visible spectroscopy. [Online]. เข้าถึงได้จาก : <https://goo.gl/ehEKqa>
- [31] ดารณี ปัดดา. 2558. FT-IR spectrometer. [Online]. เข้าถึงได้จาก : <http://web2.mfu.ac.th/center/stic/spectroscopy-chem-analysis-instrument/item/139-ftir-raman-spectrometer.html>
- [32] อาจารย์นัชฌิมา แพนงคร. 2555. Interface phenomena. [Online]. เข้าถึงได้จาก : <https://www.slide share.net/adriamycin/interfacial-phenomena-2555>
- [33] ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ. 2017. ฟลูออเรสเซนส์สเปกโทรสโคปี. [Online]. เข้าถึงได้จาก : https://www2.nanotec.or.th/th/?page_id=565

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [34] S.-P. Hu, C.-Y. Xu, F.-X. Ma, L. Cao, L. Zhen, April. 2014. "Solvothermal synthesis of orthorhombic Sb_2WO_6 hierarchical structures and their visible-light-driven photocatalytic activity" Dalton Transactions, Volume 43, Page 8439-8445
- [35] Y. Geng, P. Zhanga, S. Kuang, 2014. "Fabrication and enhanced visible-light photocatalytic activities of $\text{BiVO}_4/\text{Bi}_2\text{WO}_6$ composites" Journal of RSC Advances, Page 46054-46059
- [36] ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ และดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์. 2016. "Inorganic Chemistry Laboratory". กรุงเทพฯ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์

1.การสังเคราะห์ Sb_2WO_6

1.1 สารเคมีที่เกี่ยวข้อง

1.1.1 แอนติโมนีไตรคลอไรด์ (SbCl_3) ความบริสุทธิ์ 98 % น้ำหนักโมเลกุล 228.5 กรัม

ต่อโมล

1.1.2 โซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 98 % น้ำหนักโมเลกุล

330 กรัมต่อโมล

1.2 สูตรที่ใช้คำนวณ $\text{mol} = \frac{\text{g}}{\text{MW}}$ (ก-1)

โดยที่ mol คือ จำนวนโมลของสาร
g คือ น้ำหนักของสาร (กรัม)
MW คือ มวลโมเลกุลของสาร (กรัมต่อโมล)

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงแอนติโมนีทังสเตท จากสมการ (ก-1)

การคำนวณหาความเข้มข้นของสารตั้งต้นแอนติโมนีไตรคลอไรด์ 2 มิลลิโมล และโซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต 1 มิลลิโมล

แอนติโมนีไตรคลอไรด์ 4 มิลลิโมล

แทนค่า $0.002 \text{ mol} = \frac{\text{g SbCl}_3}{228.5 \text{ (g/mol)}}$
 $\text{g SbCl}_3 = 0.4562 \text{ กรัม}$

ดังนั้น ต้องชั่ง SbCl_3 ปริมาณ 0.4562 กรัม

โซเดียมทังสเตทไดไฮเดรต 1 มิลลิโมล

แทนค่า $0.001 \text{ mol} = \frac{\text{g Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{330 \text{ (g/mol)}}$
 $\text{g Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 0.3298 \text{ กรัม}$

ดังนั้น ต้องชั่ง $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ปริมาณ 0.3298 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

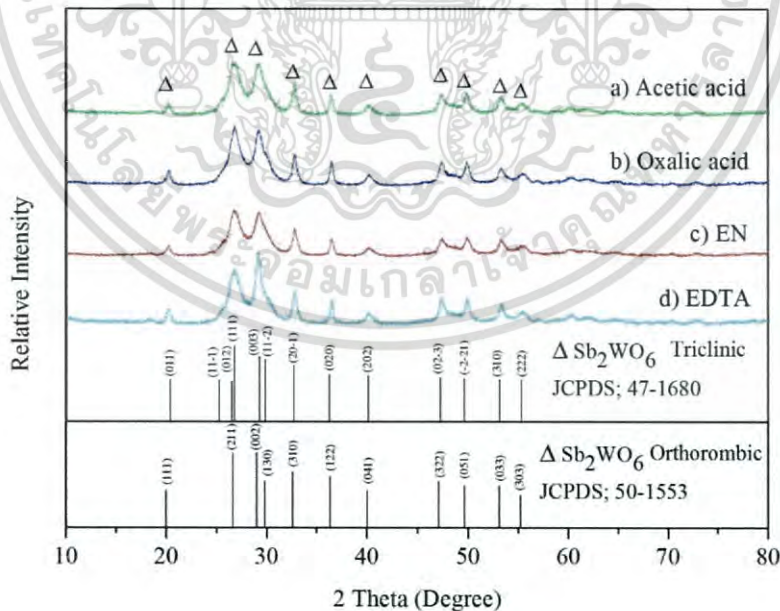
การคำนวณหาขนาดผลึกของแอนติโมนีทั้งสเทท

การคำนวณหาขนาดผลึก (crystalline size) ของแอนติโมนีทั้งสเทท ทำได้โดยการใช้สูตรในการคำนวณจากสมการของเซอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังแสดงในสูตรต่อไปนี้

$$\text{สูตร} \quad D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (\text{ข-1})$$

โดยที่	D	คือ	ขนาดอนุภาค
	k	คือ	ค่าคงที่มีค่าเท่ากับ 0.94
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (Cu $K\alpha$) มีค่าเท่ากับ 0.1540 นาโนเมตร
	β	คือ	ค่าความกว้างที่ความสูงกึ่งหนึ่งของพีค (Full width at half maximum; FWHM) ของพีคในมุมเรเดียนที่ 2θ
	θ	คือ	มุมของการเลี้ยวเบน (เรเดียน)

ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดผลึกของแอนติโมนีทั้งสเททที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ ข-1 ชนิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารสังเคราะห์ได้จากวิธีโซลโวเทอร์มอลโดยการใช้ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ $2\theta = 26.8780^\circ$ จะได้ $\theta = 13.4390^\circ$ จากผลการวิเคราะห์ที่เทียบกับกราฟข้อมูลมาตรฐานของแอนทิโมนีทังสเตทที่มีวัฏภาคแบบไตรคลินิก (Sb_2WO_6 ; JCPDS เลขที่ 47-1680) ได้วิเคราะห์ค่าความกว้างที่ความสูงกึ่งหนึ่งของพีคแต่ละพีคแล้ว โดยที่ $2\theta = 26.8780^\circ$ มีค่าความกว้างที่ความสูงกึ่งหนึ่งของพีคเท่ากับ 1.0688°

จาก 180° เท่ากับ π rad

$$\text{ถ้า } 1.0688^\circ \text{ จะเท่ากับ } \frac{\pi(\text{rad}) \times 1.0688^\circ}{180^\circ} = 0.01865 \text{ rad}$$

$$\begin{aligned} \text{จาก } D &= \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \\ D &= \frac{0.94 \text{ cm} \times 0.15405}{0.01865 \text{ (rad)} \times \cos(\text{rad}(13.4390))} \\ D &= 7.97549 \text{ nm} \end{aligned}$$

ที่ $2\theta = 26.8780^\circ$ สามารถคำนวณขนาดผลึกได้เท่ากับ 7.97549 nm

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการคำนวณค่าขนาดผลึกเฉลี่ยจาก 3 พีคหลัก คือ พีคที่ระนาบ (111), (003) และ (201) ที่ตำแหน่ง 2-theta 26.8, 29.2 และ 32.7 ตามลำดับ

ตาราง ข-1 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

Peak	2θ	FWHM	B_r	$B_r \cos\theta$	L
1	20.3182	0.6113	0.0106735	0.0105062	13.778596
2	25.3903	0.6058	0.0105775	0.0103189	14.028661
3	26.878	1.0688	0.0186616	0.0181506	7.9754966
4	29.5171	1.3984	0.0244165	0.023611	6.1310518
5	30.3429	0.7054	0.0123165	0.0118872	12.177763
6	32.8588	0.6576	0.0114819	0.0110131	13.144362
7	36.5257	0.5764	0.0100641	0.0095572	15.146719

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8	40.2381	0.8445	0.0147452	0.0138455	10.455396
9	47.4916	0.7822	0.0136575	0.0125012	11.579657
10	49.9035	0.7043	0.0122973	0.0111495	12.983527
11	53.3561	0.7694	0.013434	0.0120038	12.05948
12	55.38	0.972	0.0169714	0.0150278	9.6328322
เฉลี่ยจาก 3 พีคหลัก					9.083636
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน					3.635603

ตาราง ข-2 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเตรทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลาย

Peak	2θ	FWHM	B_r	$B_r \cos\theta$	L
1	20.2433	0.6575	0.0114802	0.0113015	12.808929
2	26.8878	2.1746	0.0379692	0.0369288	3.9199784
3	29.1644	1.48	0.0258413	0.0250089	5.7883495
4	30.9222	1.456	0.0254222	0.0245022	5.9080326
5	32.8215	0.7281	0.0127129	0.0121949	11.870489
6	36.5209	0.6342	0.0110733	0.0105157	13.76608
7	40.2987	0.93	0.0162381	0.0152443	9.4960147
8	47.5285	1.0683	0.0186529	0.0170713	8.4797265
9	49.9151	0.8736	0.0152533	0.013829	10.467867
10	53.3689	0.9443	0.0164878	0.0147317	9.8264161
11	55.4909	1.07	0.0186825	0.0165345	8.7550234
เฉลี่ยจาก 3 พีคหลัก					8.192939
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน					3.0686015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตาราง ข-3 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลลีนไดเอมีนเป็นตัวทำละลาย

Peak	2θ	FWHM	Br	$\text{Brcos}\theta$	L
1	20.2546	0.66	0.0115238	0.0113443	12.760635
2	25.4901	0.704	0.0122921	0.0119892	12.074196
3	26.9881	1.7056	0.0297803	0.0289582	4.9989283
4	29.3012	1.47	0.0256667	0.0248321	5.8295406
5	30.4428	0.9772	0.0170622	0.0164637	8.7927019
6	32.8668	0.7189	0.0125522	0.0120395	12.023801
7	36.5523	0.6083	0.0106211	0.0100853	14.353506
8	40.287	0.9733	0.0169941	0.0159546	9.0732178
9	47.5754	1.052	0.0183683	0.0168078	8.6126667
10	49.9507	0.835	0.0145794	0.013216	10.953355
11	53.3762	0.8439	0.0147348	0.013165	10.995831
12	55.4653	1.0653	0.0186005	0.0164638	8.7926167
เฉลี่ยจาก 3 พีคหลัก					7.617423
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน					3.838567

ตาราง ข-4 ขนาดผลึกของแอนทิโมนีทั้งสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดเอทิลลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกเป็นตัวทำละลาย

Peak	2θ	FWHM	Br	$\text{Brcos}\theta$	L
1	20.2729	0.5418	0.00946	0.0093123	15.54496
2	25.3903	0.54	0.0094286	0.0091981	15.73808
3	26.9221	1.5046	0.0262708	0.0255491	5.6659546
4	29.2251	0.9156	0.0159867	0.0154696	9.3577317
5	30.5027	0.89	0.0155397	0.0149924	9.6555637

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6	32.8402	0.6155	0.0107468	0.0103085	14.04276
7	36.5163	0.512	0.0089397	0.0084896	17.05143
8	40.257	0.8467	0.0147837	0.0138807	10.428859
9	47.4465	0.7023	0.0122624	0.0112262	12.894832
10	49.9104	0.6658	0.0116251	0.0105397	13.734686
11	53.3148	0.7075	0.0123532	0.0110401	13.112204
12	55.3946	1.1107	0.0193932	0.017171	8.4304845
เฉลี่ยจาก 3 ปีคหลัก					9.688815
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน					4.198205



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 - ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

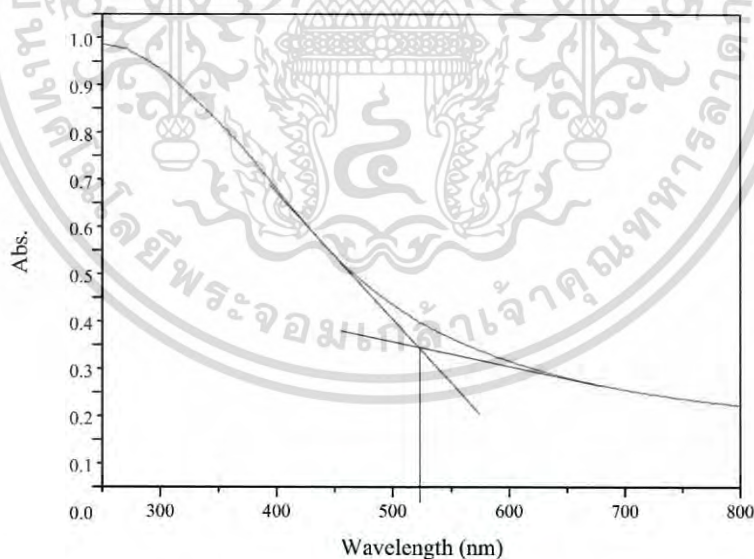
ภาคผนวก ค

การคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง

$$\text{จากสูตร} \quad E_g = \frac{1,240}{\lambda} \quad (\text{ค-1})$$

โดยที่ E_g คือ ค่าพลังงานช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (อิเล็กตรอนโวลต์)
 λ คือ ค่าเริ่มต้นการดูดกลืนแสง (นาโนเมตร)

จาก UV-visible สเปกตรัมสามารถหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้โดยลากเส้นสัมผัสกับส่วนที่ชันที่สุดของกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืน (absorbance) และค่าความยาวคลื่น (wavelength) โดยลากเส้นสัมผัสสองเส้นดังรูปที่ ค-1 เพื่อหาจุดตัดของเส้นขนานทั้งสองเส้นแล้วลากเส้นจากจุดตัดของเส้นสัมผัสทั้งสองเส้น ลงมาตัดกับแกนค่าความยาวคลื่นหรือแกน x จะได้ค่าเริ่มต้นขอบในการดูดกลืนแสง (onset absorption edge) ออกมาก จากนั้นนำค่าเริ่มต้นขอบในการดูดกลืนแสงมาคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ดังสมการที่ ค-1



รูปที่ ค-1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนและความยาวคลื่นที่ใช้ในการหาค่าพลังงานช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (E_g) ของแอนติโมนีทังสเตทที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง

การคำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

การคำนวณเพื่อการเตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบี จากการใช้สารละลายโรดามีนบีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบีที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ คือ 0.5, 1, 2, 3, 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรในขวดปรับปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร

ตัวอย่างการเตรียมสารละลายมาตรฐานโรดามีนบีที่มีความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร

$$\text{จากสูตร} \quad C_1V_1 = C_2V_2 \quad (\text{ง-1})$$

$$\text{แทนค่า} \quad 5 \text{ ppm} \times V_1 = 0.5 \text{ ppm} \times 25 \text{ ml}$$

$$\text{จะได้} \quad V_1 = 2.5 \text{ ml}$$

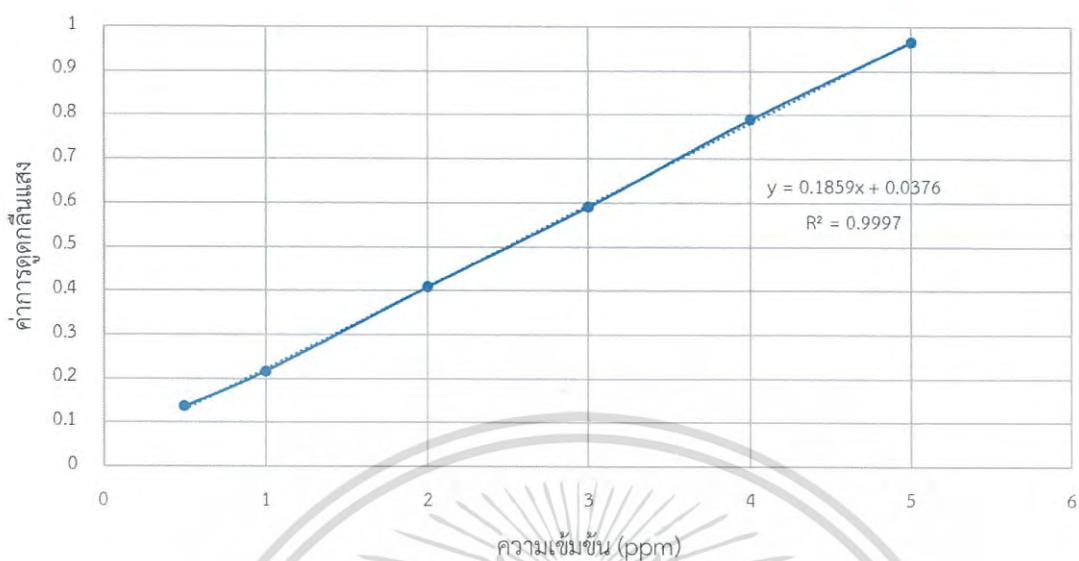
ดังนั้น ต้องปิเปตสารละลายโรดามีนบีที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 2.5 มิลลิลิตรและทำการปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร

ตารางที่ ง-1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงของโรดามีนบีที่ใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

ความเข้มข้น (ppm)	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
0	0	0	0	0
0.5	0.1373	0.1359	0.1367	0.1366
1	0.2180	0.2184	0.2167	0.2177
2	0.4094	0.4094	0.4073	0.4087
3	0.5906	0.5909	0.5909	0.5908
4	0.7899	0.7880	0.7896	0.7892
5	0.9796	0.9330	0.9816	0.9647

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี



รูปที่ ง-1 กราฟมาตรฐานสารละลายโรดามีนบี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก จ

การคำนวณประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีโดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง แอนทิโมนีทั้งสเทท

สูตรการคำนวณประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบี

$$\text{ร้อยละประสิทธิภาพในการสลายสีย้อม} = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100 \% \quad (\text{จ-1})$$

โดยที่ C_0 คือ ความเข้มข้นของสีย้อมเริ่มต้น (ppm)

C คือ ความเข้มข้นของสีย้อมหลังทำปฏิกิริยา (ppm)

ตัวอย่างการคำนวณประสิทธิภาพในการสลายสีย้อมโรดามีนบีของแอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลาย

$$\begin{aligned} \text{แทนค่า} \quad \text{ประสิทธิภาพในการสลายสีย้อม} &= \frac{5 - 1.6445}{5} \times 100 \% \\ &= 67.11 \% \end{aligned}$$

ดังนั้น แอนทิโมนีทั้งสเททที่ใช้กรดออกซาลิกเป็นตัวทำละลาย มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรดามีนบีร้อยละ 67.11



งานทะเบียนคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
คำรับรองเล่มโครงการพิเศษ

วันที่ 1 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2560

ข้าพเจ้า	นางสาวพิชญ์สินี	ดีมาก	รหัสนักศึกษา 57050473
	นางสาวเพชรดา	พรชัยวิเศษกุล	รหัสนักศึกษา 57050479
	นางสาวศวิตา	ศรีสมัด	รหัสนักศึกษา 57050513

นักศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม ภาควิชา เคมี

ขอรับรองว่าโครงการพิเศษ เรื่อง

ชื่อภาษาไทย การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์และสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของ แอนทิโมนีทังสเตทโดยวิธีโซลโวเทอร์มอล

ชื่อภาษาอังกฤษ Study effects of solvothermal synthesis parameters on phase formation and photocatalytic activity of Sb_2WO_6

ปีการศึกษา 2560

เป็นผลงานวิจัยที่ได้คัดลอกหรือละเมิดลิขสิทธิ์ของผู้อื่นและได้ผ่านการตรวจสอบความซ้ำซ้อนเรียบร้อยแล้ว และได้แนบเอกสารการตรวจสอบการลอกเลียนงานวรรณกรรมที่ตรวจสอบจากเล่มโครงการพิเศษฉบับสมบูรณ์แล้ว

โปรแกรมอักขราวิสุทธิ์ 0.22 %

ลงชื่อ <u>พิชญ์สินี ดีมาก</u>	ลงชื่อ <u>เพชร พรชัยวิเศษกุล</u>	ลงชื่อ <u>ศวิตา ศรีสมัด</u>
(นางสาวพิชญ์สินี ดีมาก)	(นางสาวเพชรดา พรชัยวิเศษกุล)	(นางสาวศวิตา ศรีสมัด)
นักศึกษา	นักศึกษา	นักศึกษา

ข้าพเจ้า ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ได้ตรวจสอบโครงการพิเศษของนักศึกษาข้างต้นแล้ว ขอรับรองว่าเป็นผลงานวิจัยของนักศึกษาจริงและมีเนื้อหาสมบูรณ์ จึงลงชื่อไว้เป็นหลักฐาน

ลงชื่อ <u>ปานไพลิน</u>	ลงชื่อ <u>ผศ.ดร. ปานไพลิน</u>	ลงชื่อ.....
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Plagiarism Checking Report

Created on May 31, 2018 at 10:32 AM

Submission Information

ID	SUBMISSION DATE	SUBMITTED BY	ORGANIZATION	FILENAME	STATUS	SIMILARITY INDEX
844453	May 31, 2018 at 10:33 AM	57050479@kmitl.ac.th	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	เล่มรวม.docx	Completed	0.22 %

Match Overview

NO.	TITLE	AUTHOR(S)	SOURCE	SIMILARITY INDEX
1	กรตน้ำส้ม	จากวิกิพีเดีย สารานุกรมเสรี	Wikipedia	0.22 %



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

TEXT FROM SUBMITTED DOCUMENT

มีพืชตระกูลส้มซึ่งให้กรดซิตริกมีรสเปรี้ยวและกลิ่นฉุนมีลักษณะเป็นผลสีเขียว
ชนิดนี้มีฤทธิ์กัดกร่อนไอของกรดสามารถทำให้ตาและจมูกระคายเคืองแต่ก็
ยังมีฤทธิ์เป็นกรดอ่อนหากละลายน้ำซึ่งมีประโยชน์มากในการขจัดตะกรันในท่อ
ที่มีไฮดรอกไซด์ hydroxide OH เป็นลิแกนด์ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน
โดยมีลักษณะเป็นไบเดนเตตลิแกนด์ 15 รูปที่ 2 3 โครงสร้างของกรดอะซีติก
5 2 2

TEXT FROM SOURCE DOCUMENT(S)

\\ ก กรดน้ำส้มหรือกรดอะซีติก()เป็นสารประกอบเคมีอินทรีย์ชนิดหนึ่งที่มีอยู่ใน
น้ำส้มสายชู(มีพืชตระกูลส้มซึ่งให้กรดซิตริก)มีรสเปรี้ยวและกลิ่นฉุนกรดอะซี
ติกแข็งตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่า16.7 ° C มีลักษณะเป็นผลึกใสกรดชนิดนี้มีฤทธิ์กัด
กร่อนไอของกรดสามารถทำให้ตาและจมูกระคายเคืองแต่ก็ยังมีฤทธิ์เป็นกรด
อ่อนหากละลายน้ำซึ่งมีประโยชน์มากในการขจัดตะกรันในท่อน้ำในด้าน
อุตสาหกรรมอาหารกรดอะซีติกใช้เป็นวัตถุเจือปนอาหารเพื่อควบคุมความเป็นก
รตภายใต้รหัส E260 \\ n



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้