

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์รูปผลึกอะนาเทส
อนุภาคระดับนาโนเมตร



T107754



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน...107754
วัน,เดือน,ปี...10 พ.ค. 2553

b...1221061A
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2548

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Development for Synthesis of Anatase Titanium Dioxide
Nano-powder



Mr. Taweechai Bainumkven
Mr. Burachat Chatchalermchai
Miss Patomporn Chantarasataporn

A 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 2005

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง

การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์รูปผลึก
อะนาเทสอนุภาคระดับนาโนเมตร

นักศึกษา

นาย ทวีชัย	ใบน้ำเงิน	รหัสนักศึกษา	45050101
นาย บุรฉัตร	ฉัตรเฉลิมชัย	รหัสนักศึกษา	45050116
นางสาว ปฐมพร	จันทรสถาพร	รหัสนักศึกษา	45050119

ภาควิชา

เคมี

สาขาวิชา

เคมีอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา

ดร. สามารถ คงทวีเลิศ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย	
กรรมการ ดร.นราธิป วิทยากร	
กรรมการ ดร.สามารถ คงทวีเลิศ	



(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)

หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์รูป
นักศึกษา	ผลิตภัณฑ์อะนาเทสอนุภาคระดับนาโนเมตร
	นายทวิชัย ไบน้ำเงิน
	นายบุรฉัตร ฉัตรเฉลิมชัย
	นางสาวปฐมพร จันทรสถาพร
ภาควิชา	เคมี
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา	2548
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้เป็นงานวิจัยที่มุ่งพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (titanium dioxide, TiO_2) ที่มีรูปผลึกอะนาเทส เพื่อให้มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร และมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ โดยพัฒนาวิธีการตกตะกอน โดยใช้สารละลายตั้งต้นในระบบของโซล-เจล เพื่อลดเวลาและความซับซ้อนในการผลิต อีกทั้งยังสามารถนำวิธีที่พัฒนาได้มาเป็นแนวทางในการเตรียมผงของสารชนิดอื่นอีกด้วย โดยในขั้นต้นแรก ทำการศึกษาผลของวิธีการที่ใช้ในการตกตะกอน รวมถึงสภาวะที่เหมาะสมทางด้านอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส) ที่มีต่อรูปผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ จากนั้นทำการศึกษาถึงปริมาณสารละลายแอมโมเนียที่มากเกินไปที่ใช้ในการตกตะกอน (10, 20, 30 เปอร์เซ็นต์) ซึ่งมีผลต่อขนาดอนุภาคและรูปผลึก และศึกษาถึงอุณหภูมิที่ใช้ในขั้นตอนการเผาตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์ (300, 400, 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส) ที่มีผลต่อการจัดเรียงขนาดอนุภาคและการเปลี่ยนโครงสร้างของรูปผลึก และเมื่อทำการเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากตัวแปรที่เกี่ยวข้องต่างๆ ปรากฏว่าจะเริ่มเกิดโครงสร้างผลึกอะนาเทสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อเผาที่ 400 – 500 องศาเซลเซียส และเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกเป็นรูไทล์ที่ 500 – 600 องศาเซลเซียส โครงสร้างผลึกอะนาเทสจะมีความเสถียรมากที่สุดเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส และใช้ปริมาณสารละลายแอมโมเนียที่มากเกินไป 10 เปอร์เซ็นต์ ส่วนปริมาณสารละลายแอมโมเนียที่มากขึ้นมีผลทำให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น ซึ่งอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ในช่วงนาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Development for Synthesis of Anatase Titanium Dioxide Nano-powder
Name	Mr. Burachat Chatchalermchai Mr. Taweechai Bainumkven Miss Patomporn Chantarasataporn
Department	Chemistry, Faculty of Science
Program	Industrial Chemistry
Academic Year	2005
Special Project Adviser	Dr. Samart Kongtaweelert

ABSTRACT

This special project is aimed to development for synthesis of titanium dioxide powder in anatase crystalline phase that has uniform distribution particle size in nano meter by precipitation of initial solution of sol-gel system to reduce complex and processing time. This method can also apply to prepare other powder. Firstly, find the suitable precipitation condition by various temperature (70, 80 and 90°C) and excess volume excess ammonium (10, 20 and 30%) that have effect to stability of anatase crystalline phase and particle size. The precipitated powders were calcined at different temperature (300, 400, 500, 600 and 700°C). The XRD pattern was shown that anatase crystalline phase would be formed at 400 – 500°C and changed to rutile at 500 - 600°C. The optimum condition for stability anatase preparation is 90°C of precipitate temperature and 10% ammonia excess. SEM micrograph was shown the particle size of titanium dioxide in range nanometer.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ดร.สามารถ คงทวีเลิศ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.สมศักดิ์ วรรณมงคลชัย และ ดร.นราธิป วิทยากร อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่กรุณาตรวจทานและแก้ไขโครงการฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ประสิทธิประสาทวิชาความรู้และให้คำปรึกษาโดยตลอดมา

ขอขอบพระคุณนักวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกฝ่ายที่เอื้อเฟื้อความสะดวกในเรื่องอุปกรณ์และสารเคมี ตลอดจนเครื่องมือต่างๆ

นอกจากนี้ยังมีบุคคลที่มีส่วนช่วยเหลือให้การดำเนินโครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วง ซึ่งมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ ทางคณะผู้จัดทำจึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ด้วย

ทวีชัย ไบ้นำเงิน

บุรฉัตร ฉัตรเฉลิมชัย

ปฐมพร จันทรสถาวร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ซ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 โครงสร้างผลึก	4
2.2 ข้อมูลเบื้องต้นของสารไททานเนียมไดออกไซด์	6
2.3 การเตรียมอนุภาคนาโนไททานเนียมไดออกไซด์	7
2.3.1 วิธีการตกตะกอน	7
2.3.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล	9
2.3.3 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง	9
2.3.4 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง	10
2.3.5 วิธีแบบโซล-เจล	11
2.3.6 การพัฒนาเทคนิคการตกตะกอน	15
2.4 ประโยชน์ของอนุภาคนาโนไททานเนียมไดออกไซด์	18
2.4.1 เม็ดสี	18
2.4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง	18

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.4.3 การใช้งานอื่นๆ	19
2.5 เครื่องที่ใช้ในการทดสอบ	20
2.5.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์	20
2.5.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	22
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	26
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมี	31
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	31
3.3 วิธีการทดลอง	32
3.3.1 การสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์รูปผลึกอะนาเทส โดยวิธีตกตะกอน	32
3.3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์	36
3.3.3 ปัจจัยที่ทำการศึกษา	37
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	
4.1 ลักษณะทางกายภาพของผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ก่อนและหลังเผา	40
4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดย เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟร็กชัน	41
4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยโดยใช้กล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	53
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง	61
5.2 ข้อเสนอแนะ	61

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง	63
ภาคผนวก ก แผนภาพแสดงการเลี้ยวเบนมาตรฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์	66
ภาคผนวก ข แสดงการหาขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์	73
ภาคผนวก ค โครงสร้างจุลภาคจากเทคนิค SEM	75



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ค่าพารามิเตอร์ที่สำคัญของไททาเนียมไดออกไซด์	5
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติทางกายภาพและทางกลของไททาเนียมไดออกไซด์	6
ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติทางแสงของไททาเนียมไดออกไซด์	7
ตารางที่ 2.4 ตารางเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการเตรียมผงไทเทเนียมในแต่ละวิธี	17
ตารางที่ 4.1 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์และการตรวจวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์	38



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

	หน้า	
รูปที่ 2.1	โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์	4
รูปที่ 2.2	แผนภาพแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน	8
รูปที่ 2.3	ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล	9
รูปที่ 2.4	ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง	10
รูปที่ 2.5	ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆที่ได้จากเทคนิคโซล-เจล	11
รูปที่ 2.6	ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล	13
รูปที่ 2.7	ขั้นตอนการตกตะกอนไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนที่พัฒนาโดยใช้ กระดาษเซลโลเฟรนเป็นเยื่อเลือกผ่าน	15
รูปที่ 2.8	เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)	20
รูปที่ 2.9	ภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	21
รูปที่ 2.10	เครื่อง SEM	22
รูปที่ 2.11	การทำงานของเครื่อง SEM	22
รูปที่ 2.12	การตรวจวัดจำนวนอิเล็กตรอนและการส่งสัญญาณไปยัง Amplifier ของ SEM	23
รูปที่ 2.13	การแสดงผลของ SEM โดยผ่านทางมอร์นิเตอร์	24
รูปที่ 3.1	แผนงานการหาปริมาณสารละลายแอมโมเนีย	34
รูปที่ 3.2	แผนงานการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์	35
รูปที่ 3.3	ลักษณะการเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีโซล-เจล	36
รูปที่ 4.1	ภาพถ่ายแสดงลักษณะทางกายภาพของผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ก)ก่อนเผา (ข)หลังเผา	40
รูปที่ 4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 70 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 300-700 องศาเซลเซียส	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่4.3	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 70 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 300 – 700 องศาเซลเซียส	42
รูปที่4.4	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 70 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 300 – 700 องศาเซลเซียส	43
รูปที่4.5	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส	45
รูปที่4.6	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส	46
รูปที่4.7	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส	47
รูปที่4.8	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส	49
รูปที่4.9	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส	50
รูปที่4.10	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส	51

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.11	ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอและเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข)กำลังขยาย 50,000 เท่า	53
รูปที่ 4.12	ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอและเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า	54
รูปที่ 4.13	ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอและเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า	55
รูปที่ 4.14	ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอและเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (ก)กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า	56
รูปที่ 4.15	ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอและเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า	57
รูปที่ 4.16	ภาพ SEM ของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอและเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 10,000 เท่า	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบันนี้แนวโน้มความสนใจเกี่ยวกับการสังเคราะห์และพัฒนาวิธีการเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ให้ได้ขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรและรูปร่างผลึกที่ต้องการได้เพิ่มขึ้นเป็นอย่างมาก เนื่องจากสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคและโครงสร้างผลึก โดยโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนีย (Titania) ในรูปของผลึกที่สำคัญ 3 รูปคือ บรูคไคท์ (brookite), รูไทล์ (rutile) และ อะนาเทส (anatase) โดยที่ไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้ในธรรมชาติแต่ได้มาจาก ilmenite หรือ leucocene ores ซึ่งเป็นแร่สีดำชนิดหนึ่งซึ่งมี iron titanate (FeTiO_3) เป็นองค์ประกอบหลัก จากรายงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่นิยมนำไปใช้ประโยชน์และศึกษาอย่างแพร่หลายมีอยู่ 2 รูป คือ อะนาเทสและรูไทล์ ซึ่งในการทดลองนี้สนใจศึกษาโครงสร้างผลึกของอะนาเทสและจากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าการนำผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์มาใช้ในการทดลองโฟโตแคตาลีซิสมีเพียง 2 รูป คือ รูไทล์ และ อะนาเทส ซึ่งรูไทล์ (band energy 3.00 eV) ไม่เหมาะสมที่จะนำมาเป็นตัวแคตาลีซิสเพราะเกิดการรวมตัวใหม่ของอิเล็กตรอนกับโฮล (hole) สูง และมีความสามารถในการดูดติดผิวต่ำกว่าอะนาเทส (band energy 3.23 eV) ในปัจจุบันจึงนิยมใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในโครงสร้างผลึกอะนาเทสมากกว่าแบบอื่น ประโยชน์ของสารประกอบประเภทไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นหนึ่งในตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการออกซิเดชัน ซึ่งโดยลำพังแล้วไทเทเนียมไดออกไซด์จะไม่มีประสิทธิภาพสมบูรณ์ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [1] แต่หากมีออกไซด์ของโลหะอัลคาไลอื่นๆ เช่น โซเดียม โปแตสเซียม รวมอยู่ด้วยจะทำให้ของผสมที่ได้มีประสิทธิภาพดีขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากตำแหน่งที่ว่างไว (active site) เกิดขึ้นจากความไม่สมบูรณ์ (defect) ในโครงสร้างของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ เมื่อมีออกไซด์ชนิดอื่นปนอยู่ด้วยการประยุกต์ใช้งานของไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นมีหลายประเภทด้วยกัน โดยจะมีความสัมพันธ์กับสมบัติทางกลสำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นใช้ทำเป็นตัวตรวจวัด (sensor) ยกตัวอย่างเช่น เซนเซอร์สำหรับแก๊สออกซิเจนซึ่งอยู่ในรูปของวัสดุที่เป็นสารกึ่งตัวนำ และความต้านทานไฟฟ้าซึ่งมีความสัมพันธ์กับออกซิเจนในบรรยากาศ โดยที่ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเป็นตัวตรวจจับจำนวนของออกซิเจนในบรรยากาศได้ การนำไทเทเนียมไดออกไซด์มาเป็นวัสดุที่ใช้ทำสีซึ่งเป็นการประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวางของไทเทเนียมไดออกไซด์อีกอย่างหนึ่งที่ถูกใช้ในรูปแบบของผงเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพื่อใช้สำหรับการเตรียมชิ้นงานให้มีความขาวหรือทึบแสง เช่น ผลิตภัณฑ์ที่ต้องรองรับการทาหรือเขียน (paints) เคลือบ (coating) ในกลุ่ม พลาสติก กระจก หิน กระจกนิรภัย เส้นใย อาหาร และรวมถึงในเครื่องสำอาง ซึ่งมีความสามารถในเชิงของสมบัติทางแสงโดยที่มีค่าดัชนีหักเหที่สูง และยังสามารถนำมาทำเป็นโฟโตแคตาลิซิส (photo catalysis) ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์มีความไวต่อแสง จึงสามารถใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อที่จะแยกสลายวัสดุที่เป็นสารอินทรีย์ที่มีอันตราย และสามารถที่จะกำจัด NO_x ออกไปในบรรยากาศได้ จึงได้มีการประยุกต์นำมาใช้งาน คือ ใช้เป็นสารต้านทานแบคทีเรีย การฆ่าเชื้อด้วยตัวเอง สารดับกลิ่น สารทำความสะอาดด้วยตัวเอง สารป้องกันการเกาะกันของน้ำ และทำให้อากาศและน้ำบริสุทธิ์ และเมื่อนำมาทำเป็น electrode coating ในกระบวนการโฟโตแคตาลิซิสสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของการแยกทางไฟฟ้าของน้ำจนกระทั่งได้ไฮโดรเจนและออกซิเจน [1]

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อทำการเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดโดยใช้วิธีการตกตะกอน
2. เพื่อศึกษาการเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ปริมาณสารละลายแอมโมเนียต่างกัน
3. เพื่อศึกษาสภาวะการเตรียมและการเกิดโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ให้อยู่ในโครงสร้างผลึกอะนาเทส
4. เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเผาของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษาและค้นคว้าหัวข้องานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
2. ศึกษาปริมาณของแอมโมเนียที่ใช้ในการตกตะกอนที่มีผลต่อปริมาณตะกอนไทเทเนียมไดออกไซด์
3. ศึกษาสภาวะในการตกตะกอนที่มีผลต่อปริมาณตะกอนไทเทเนียมไดออกไซด์และโครงสร้างผลึก
4. ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาตะกอนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ในโครงสร้างผลึกอะนาเทสที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรได้อย่างมีประสิทธิภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือการสงวนเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. สามารถพัฒนาแนวทางวิธีการใหม่ในการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์
3. สามารถนำวิธีการที่พัฒนานี้ไปใช้ประโยชน์ในการประยุกต์การสังเคราะห์ผงของสารอื่นได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 ค่าพารามิเตอร์ที่สำคัญของไทเทเนียมไดออกไซด์ [1]

Titanium dioxide	TiO ₂ (rutile)	TiO ₂ (anatase)	TiO ₂ (brookite)
From Wt.	79.89	79.89	79.89
Z	2	4	8
Crystal system	Tetragonal	Tetragonal	Orthorhombic
Point Group	4/mmm	4/mmm	4/mmm
Space Group	P42/mnm	I41/amd	Pbca
unitcell	TiO ₂ (rutile)	TiO ₂ (anatase)	TiO ₂ (brookite)
a(Å)	4.5845	3.7842	9.184
b(Å)	-	-	5.447
c(Å)	2.9533	9.5146	5.145
Vol	62.07	136.25	257.38
Molar Vol.	18.693	20.156	19.377
Density	4.2743	3.895	4.123

a b c = ความยาวด้านของผลึก (lattice constant)

z = จำนวนอะตอม (atomic number)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 ข้อมูลเบื้องต้นของสารไทเทเนียมไดออกไซด์ [1]

สารไทเทเนียมไดออกไซด์มีสมบัติทางกายภาพ ทางกล และทางแสง ดังแสดงในตารางที่ 2.2 และตารางที่ 2.3 ต่อไปนี้

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพและทางกลของไทเทเนียมไดออกไซด์ [1]

Property	
Name	Titanium Dioxide
Molecular weight	79.9
Color	white
Density	4 gcm ⁻³
Porosity	0%
Modulus of Rupture	140 MPa
Compressive Strength	680 MPa
Poisson's Ratio	0.27
Fracture Toughness	3.2 MPa.m ^{1/2}
Shear Modulus	90 GPa
Modulus of Elasticity	230 GPa
Microhardness	880
Resistivity (25 °C)	10 ¹² ohm.cm
Resistivity (700 °C)	2.5×10 ⁴ ohm.cm
Dielectric Constant (1MHz)	85
Dissipation factor (1MHz)	5×10 ⁻⁴
Dielectric strength	4 kVmm ⁻¹
Thermal expansion (RT-1000 °C)	9×10 ⁻⁶
Thermal Conductivity (25 °C)	11.7 WmK ⁻¹

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ [1]

Phase	Refractive index	Density (g.cm ⁻³)	Crystal structure
Anatase	2.49	3.84	Tetragonal
Rutile	1.903	4.26	Tetragonal

2.3 การเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ [4]

จากการศึกษาค้นคว้าเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง พบว่าสามารถทำการเตรียมอนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ได้หลายวิธีด้วยกัน ได้แก่

2.3.1 วิธี การตกตะกอน (Precipitation method)

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า “สารทำให้ตกตะกอน” (Precipitant) อย่างช้า ๆ ในปริมาณที่เหมาะสม หรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดขีดความสามารถของการละลายของระบบทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

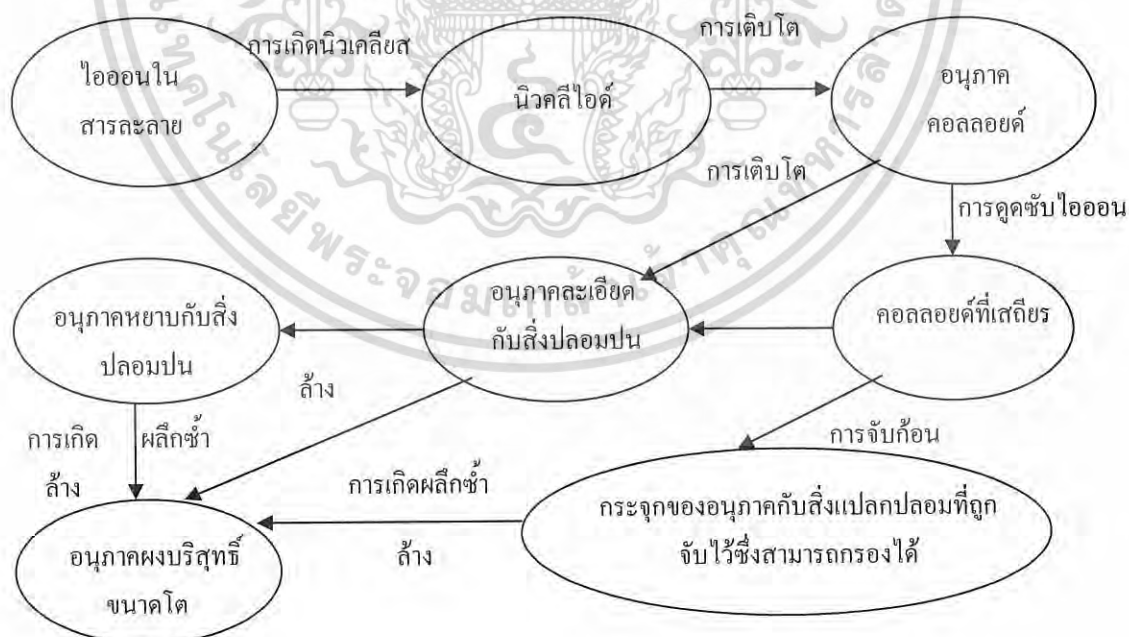
การตกตะกอนประกอบด้วยกลไกสำคัญคือการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้อัตราการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงไปได้เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุที่สำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy)

สารละลายที่มีระดับของความอึดอัดแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปในสารละลายด้วยปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้ตะกอนที่เกิดขึ้นละลายกลับคืนสู่สารละลายได้อีกในขณะที่ทำการเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนนั้นจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้า ๆ และทั่วถึง จึงจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดโตและง่ายต่อการกรอง แต่ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปก็อาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวรได้ซึ่งทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มขึ้นของเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การย่อยตะกอนเข้าไปอีก (Digestion) ซึ่งสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กละลายกลับคืนสู่สารละลายแล้วค่อยมีการตกตะกอนขึ้นมาใหม่ด้วยขนาดใหญ่กว่าเดิม

การควบคุมการตกตะกอนสามารถกระทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกันและอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรสำคัญอื่น ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (PH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่งเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์บางกรณีใช้เวลาเพียง 5 นาที แต่ในบางกรณีต้องใช้เวลานานกว่า 24 ชั่วโมงทั้งนี้แล้วแตชนิดของปฏิกิริยา หลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีการย่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งก็ต้องการตกตะกอนซ้ำอีกครั้งแล้วจึงกรอง

เทคนิคการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์กันอย่างแพร่หลายเนื่องจากสามารถให้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็กซึ่งในบางกรณีก็สามารถใช้ในการเตรียมผงที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพียง 2 นาโนเมตรได้



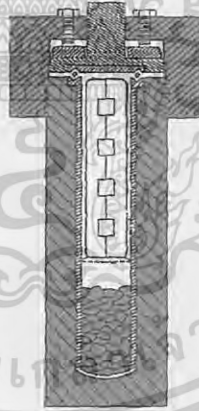
รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือผงโลหะต่างๆที่อยู่ในรูปของสารละลาย หรือสารแขวนลอย ด้วยอุณหภูมิ และความดันที่สูง ซึ่งการตกตะกอนด้วยภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (anhydrous powders) ที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นพวกอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูง และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีดี

การเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายในน้ำที่ร้อนภายใต้แรงดันสูง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้กันโดยทั่วไปจะอยู่ที่ประมาณ 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันที่อาจสูงถึง 15 MPa จึงจำเป็นต้องทำการเตรียมในหม้อนึ่งอัดไอ (autoclave) ผงที่บริสุทธิ์ และมีขนาดอนุภาคเล็กหลายชนิดสามารถเตรียมขึ้นมาได้โดยภาวะที่ใช้ อาจจะเป็นแบบที่เกิดการออกซิเดชันหรือรีดักชันก็ได้ และที่สำคัญผงที่เตรียมได้จะเป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่ไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือการบดย่อยอีก



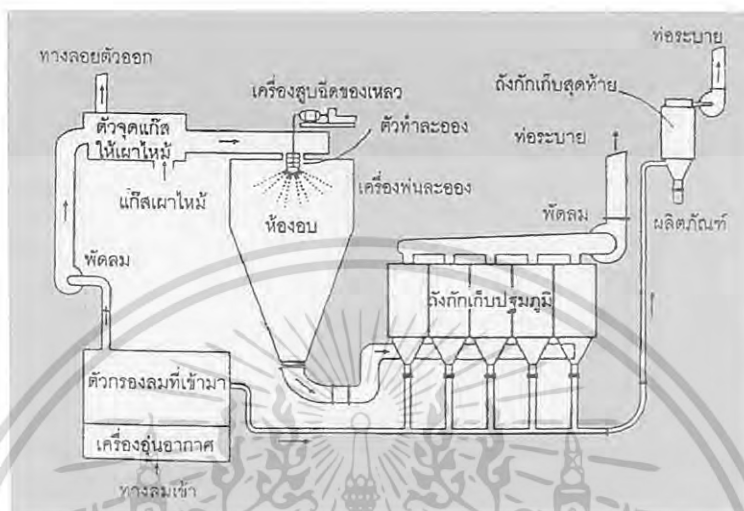
รูปที่ 2.3 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล [4]

2.3.3 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying method)

การเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง (spray-drying) จะอาศัยเครื่องทำละออง (atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญตัวหนึ่งของเทคนิคนี้ เครื่องทำละอองนี้จะช่วยทำให้สารละลายแตกกระจายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัดเพื่อทำให้ของเหลวภายในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็วแล้วค่อยเก็บผงอนุภาคที่ได้ ซึ่งปกติจะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นกระดูกของอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 30 ถึง 250 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิขนาดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรที่เกาะกันอยู่แบบหลวมๆ ซึ่งบางทีก็เรียกกันว่ากระดูกอนุภาคแบบอ่อน



รูปที่ 2.4 ขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบระออง [4]

2.3.4 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method)

การเตรียมผงด้วยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (freeze drying) หรือที่เรียกกันว่ากระบวนการเคมีแบบเยือกแข็ง (cryochemical processing) เป็นกระบวนการเตรียมที่มีศักยภาพในการผลิตอนุภาคผงของผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงมากและมีขนาดเท่าๆกันอย่างสม่ำเสมอได้ดี ขั้นตอนมีดังนี้

1. เตรียมสารผสมของพวกเกลือที่ละลายน้ำได้ดี โดยมีไอออนของโลหะตามอัตราส่วนที่ต้องการละลายอยู่ในน้ำกลั่น
2. ทำให้สารละลายกลายเป็นละอองหยดเล็กๆที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.1 ถึง 0.5 มิลลิเมตร โดยการใช้เครื่องทำละออง และในขณะเดียวกันก็ทำให้ละอองของสารละลายเกิดการเย็นตัวจนเยือกแข็งอย่างฉับพลันด้วยการฉีดพ่นละอองเหล่านี้เข้าไปในภาชนะที่เย็นจัด ขั้นตอนนี้จะช่วยป้องกันไม่ให้องค์ประกอบทางเคมีของละอองสารละลายเกิดการแยกออกไปจากกันได้ จึงสามารถเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีนิวเคลียสเล็กๆมากขึ้นมาได้นั่นเอง
3. ปลอຍให้ละอองที่เยือกแข็งตกลงไปในห้องเย็นที่มีสภาวะเป็นสุญญากาศ จะทำให้เกิดกระบวนการระเหิด (sublimation) โดยไม่มีวัฏภาคที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นทำให้องค์ประกอบ

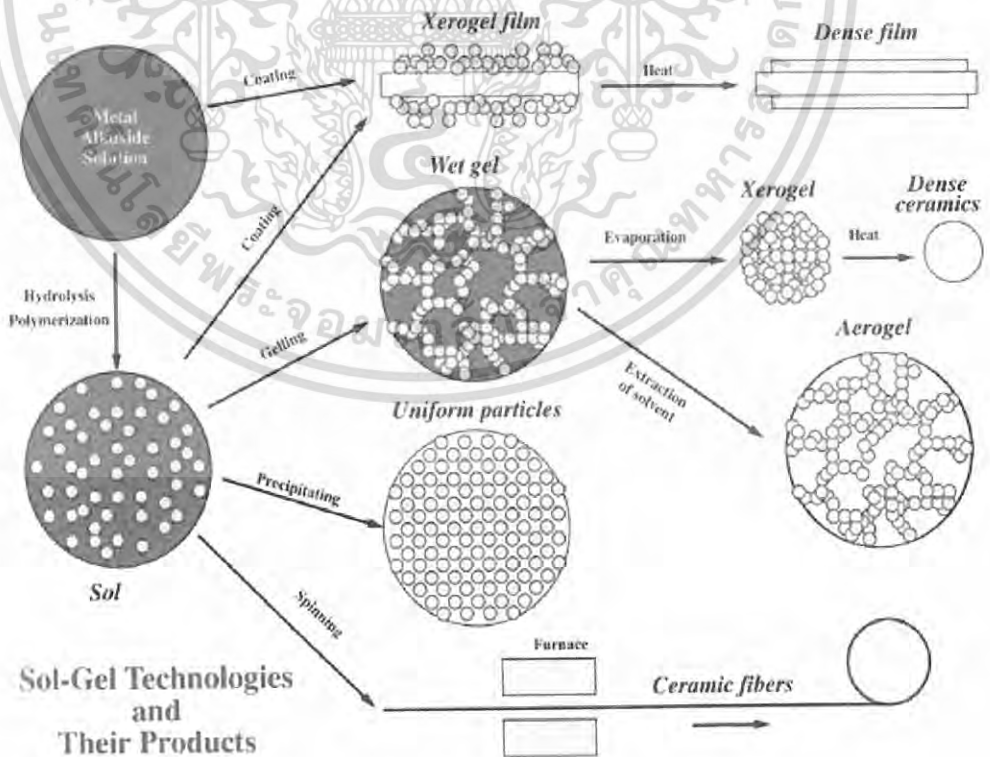
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไม่เกิดการเทไปกองอยู่ข้างใดข้างหนึ่ง (segregation) ซึ่งในบางกรณีก็ต้องมีการให้ความร้อนแก่ระบบเล็กน้อยเพื่อช่วยให้กระบวนการระเหิดสามารถเกิดได้ง่ายขึ้น

4. นำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่เพียงพอต่อการสลายตัวของผลึกเกลือ เพื่อให้กลายเป็นผลึกผงละเอียดของสารประกอบออกไซด์

2.3.5 วิธีแบบโซล-เจล (Sol-gel method)

กระบวนการเตรียมแบบโซล-เจล (sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับคามนิยมอย่างสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพ และ นอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงและประยุกต์ใช้ในงานการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตเป็นวัสดุเซรามิกโดยการทำให้กลายเป็นเจลและนำไปให้ความร้อน การผลิตเป็นแผ่นฟิล์มบางเคลือบบนผิววัสดุโดยการจุ่มวัสดุที่ต้องการเคลือบลงในโซล แล้วจึงนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นแผ่นฟิล์มที่มีความหนาแน่นมากขึ้น (dense film) การผลิตเป็นเส้นใยเซรามิก (ceramic fibers) โดยการดึงยืดภายใต้ภาวะที่มีอุณหภูมิสูง หรือ การผลิตเป็นผงขนาดเล็กและสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆที่ได้จากเทคนิคโซล-เจล [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำว่า “โซล-เจล” เป็นพจน์ที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆมากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล ซึ่งการเตรียมผงละเอียดด้วยเทคนิคโซล-เจลนั้นจะต้องประกอบด้วยขั้นตอนหลักต่อไปนี้

1. เตรียม “โซล” จากการผสมสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่เหมาะสมลงในของเหลวแล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้มีการกระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร (มีสภาพเป็นคอลลอยด์อย่างเสถียร)
2. ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไป หรือปล่อยให้แห้งเป็นเวลานาน หรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (electrolyte) ที่เหมาะสมลงไป เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่องในสามมิติคล้ายกับการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) ซึ่งจะทำให้ “โซล” มีความหนืดมากขึ้นเรื่อยๆ จนกลายเป็น “เจล” (มวลกึ่งแข็ง) กระบวนการที่คล้ายกับการเกิดพอลิเมอร์นี้จะเป็นกลไกสำคัญที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมี และช่วยป้องกันไม่ให้เกิดมีการแยกออกไปคงอยู่ข้างใดข้างหนึ่งมากเกินไปอีกด้วย ในการเกิดเจล (gelation) นั้นจะอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยน้ำ (hydrolysis) และกลไกการควบแน่น (condensation) เป็นสำคัญ
3. ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในตัวเจลออกไป (dehydraton) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกจากกันในช่วงที่ทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกจากเจลภายใต้ภาวะวิกฤตยวดยิ่ง (supercritical) หรือภาวะวิกฤตเกิน (hypercritical) นั้นแทบจะไม่ทำให้การหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้น ทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย
4. ทำการเผาเจลที่ปราศจากน้ำให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบตามต้องการต่อไป

ผงที่เตรียมได้จากวิธีการโซล-เจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวหนามาก การเผาผลึกให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถกระทำได้ด้วยการใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าในกรณีของผงที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมเชิงกลแบบดั้งเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การจัดแบ่งประเภทของวิธีการเตรียมแบบไซล-เจลนั้นสามารถกระทำได้โดยพิจารณาจาก การเลือกไซลหรือสารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น ดังแสดงในรูปที่ 2.6

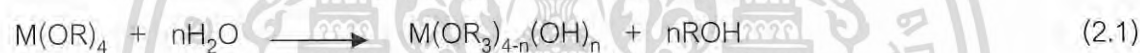


รูปที่ 2.6 ขั้นตอนกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคไซล-เจล แบบ(ก) พอลิเมอร์ และ (ข) คอลลอยด์ [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการเลือกใช้สารละลายนั้นส่วนใหญ่จะเลือกสารละลายของสารประกอบโลหะอินทรีย์ เช่น โลหะอัลคอกไซด์ที่อยู่ในแอลกอฮอล์ที่เหมาะสม โดยที่โลหะอัลคอกไซด์เหล่านี้จะมีสูตรทั่วไปว่า $M(OR)_x$ ซึ่งอาจจะได้มาจากพวกไฮดรอกไซด์ของโลหะ $M(OH)_x$ หรืออาจจะมาจากแอลกอฮอล์ (ROH) ที่มี R เป็นสารในกลุ่มแอลคิลที่มีโลหะ M เข้าไปแทรกอยู่แทนที่ไฮดรอกซิลโปรตอน โดยอาศัยการกวนให้เข้ากันอย่างสม่ำเสมอภายใต้อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิห้องเพียงเล็กน้อย และจะต้องมีความเข้มข้นของตัวทำปฏิกิริยาและค่าพีเอชของสารละลายที่เหมาะสม จึงจะทำให้เกิดปฏิกิริยาการแยกสลายด้วยน้ำ (hydrolysis) และการควบแน่น (condensation) แล้วได้สารละลายพอลิเมอร์ออกมา ยกตัวอย่าง เช่น ในกรณีของโลหะที่มีเวเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับสี่ (M^{4+}) จะเกิดปฏิกิริยาขึ้นดังนี้

การแยกสลายด้วยน้ำ :



การควบแน่น :



และ/หรือ:

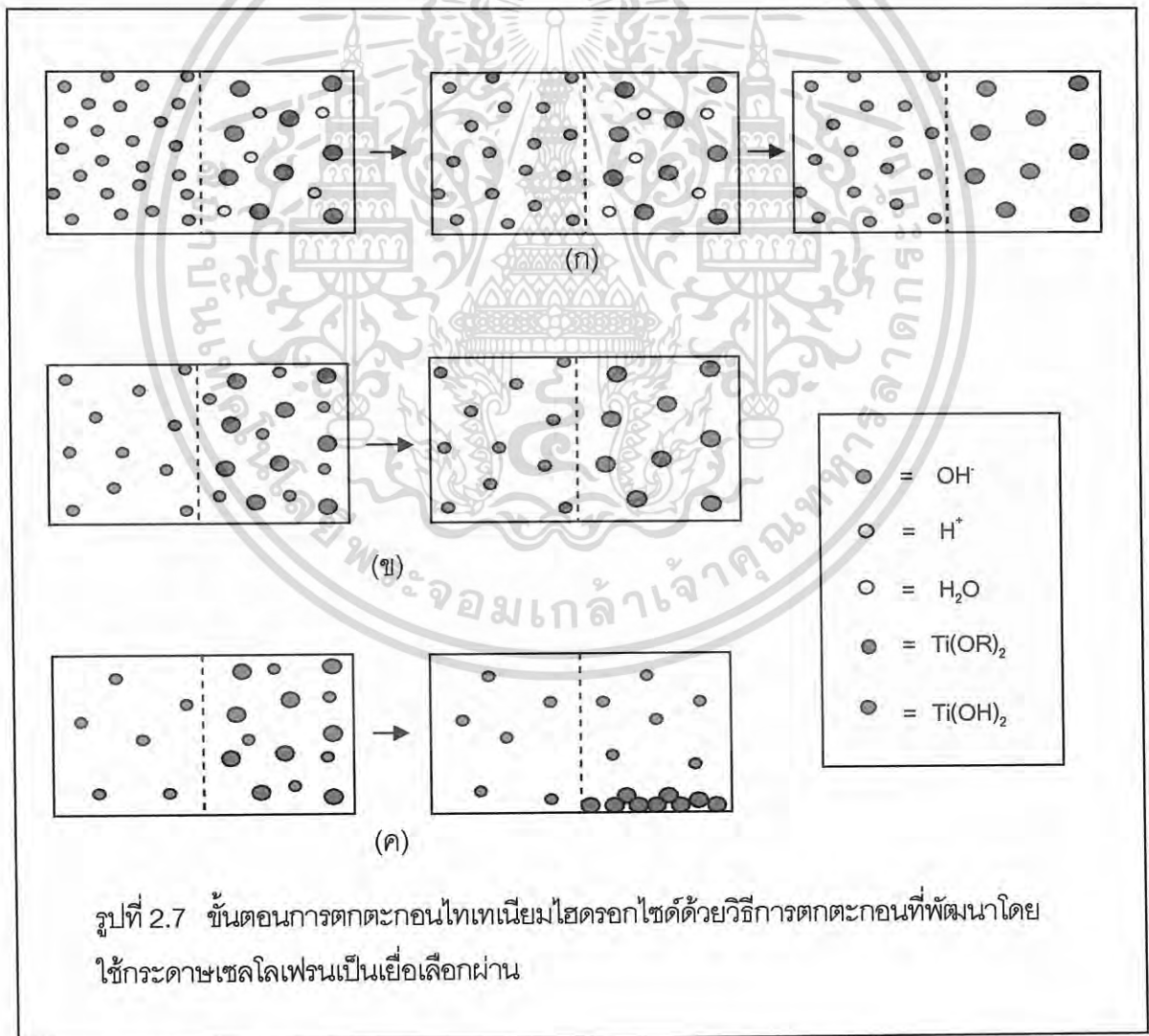


การเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นแล้วเกิดมีการเชื่อมข้ามสายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติ จะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงมากขึ้นเรื่อยๆจนเข้าสู่สภาพที่เรียกว่าเจลนั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.6 การพัฒนาเทคนิคการตกตะกอน [6,7]

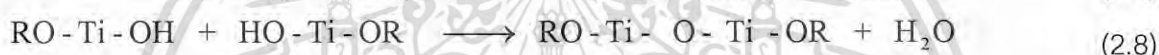
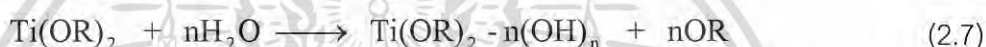
เนื่องจากในการเตรียมผงด้วยวิธีแบบโซล-เจลนั้นต้องใช้เวลาอย่างมากในการเปลี่ยนสภาพให้เป็นเจล และยังต้องมีการควบคุมตัวแปรและภาวะต่างๆ ในระหว่างที่เกิดกระบวนการโซล-เจลให้เหมาะสม อีกทั้งเจลที่ได้นั้นมีอายุการใช้งานที่จำกัด ในงานวิจัยนี้จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคในการเตรียมผงไทเทเนียมไดออกไซด์โดยการนำกระบวนการเตรียมผงแบบโซล-เจล และกระบวนการเตรียมผงด้วยวิธีการตกตะกอนมาใช้ร่วมกันโดยใช้หลักการการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchange) ระหว่างไฮดรอกไซด์ไอออนที่อยู่ภายในกับภายนอกเยื่อเลือกผ่าน โดยในงานวิจัยนี้ใช้กระดาษเซลโลเฟรน (Cellophane membrane) เป็นเยื่อเลือกผ่านในกระบวนการตกตะกอน เนื่องจากกระดาษเซลโลเฟรนมีขนาดรูพรุนที่เหมาะสม ดังแสดงในรูปที่ 2.7



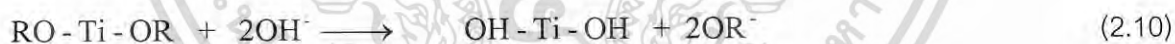
รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการตกตะกอนไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนที่พัฒนาโดยใช้กระดาษเซลโลเฟรนเป็นเยื่อเลือกผ่าน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการทดลองนี้จะทำการเตรียมสารละลาย เพื่อให้อนุภาคของไทเทเนียม ($Ti(OR)_2$) กระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร โดยจะมีการควบคุมค่าพีเอชให้อยู่ในช่วง 1 - 2 เพื่อไม่ให้อนุภาคของไทเทเนียมตกตะกอนลงมา จากนั้นเมื่อไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) จากสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) แพร่ผ่านกระดาษเซลโลเฟรนจะทำปฏิกิริยากับกรดได้เป็นน้ำ และทำให้เกิดกระบวนการแยกสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) และการควบแน่น (Condensation) แบบวิธีโซล-เจล ดังสมการที่ (2.4) – (2.9) และรูปที่ 2.7 (ก)



จากนั้นเมื่อกกรดหมดไฮโดรเนียมไอออนแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านเข้ามาเรื่อยๆ เพื่อให้เข้าสู่สมดุล ทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนระหว่างไอออนของไทเทเนียมกับไฮดรอกไซด์ไอออน เกิดเป็นไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ ($Ti(OH)_2$) ดังสมการที่ (2.10) และรูปที่ 2.7 (ข)



เมื่อไฮดรอกไซด์ไอออนเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนกับไทเทเนียม ได้ไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนที่อยู่ด้านในของเยื่อเลือกผ่านลดลง ไฮดรอกไซด์ไอออนที่อยู่ด้านนอกจึงแพร่เข้ามาอีก จนกระทั่งไทเทเนียมกลายเป็นไทเทเนียมไฮดรอกไซด์หมดและมีปริมาณของไฮดรอกไซด์ไอออนที่ด้านในและด้านนอกของกระดาษเซลโลเฟรนเท่ากันและในขณะเดียวกันเมื่อไฮดรอกไซด์ไอออนแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านเข้าไปจะทำให้ค่าพีเอชของสารละลายไทเทเนียมสูงขึ้นจนกระทั่งที่พีเอช 7 – 8 ซึ่งจะทำให้ไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ตกตะกอนลงมาพิสูจน์ได้จากค่าคงที่การละลาย (K_{sp}) ดังสมการที่ (2.11) – (2.12) และรูปที่ 2.7 (ค)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.4 เปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการเตรียมผงไทเทเนียมในแต่ละวิธี [8]

วิธีการเตรียม	ข้อดี	ข้อเสีย
1. วิธีการตกตะกอน	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียด (ถ้าอัตราการตกตะกอนต่ำในสารละลายเจือจาง) 	<ul style="list-style-type: none"> - เกิด Segregation - อนุภาคเกาะกันเกิดการรวมตัวเป็นก้อน - อาจจะต้องบดเพื่อให้ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ
2. วิธีไฮโดรเทอร์มอล	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียด ความบริสุทธิ์สูง - สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ 	<ul style="list-style-type: none"> - ต้องควบคุม pH อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาใน reactor ที่มีเครื่องควบคุมอัตราการคน อุณหภูมิ และความดัน ซึ่งมีราคาสูง
3. วิธีการทำให้แห้งแบบละออง	<ul style="list-style-type: none"> - การระเหยและการแคลไซน์รวมในขั้นตอนเดียวกัน 	<ul style="list-style-type: none"> - จะได้อนุภาคทรงกลมที่กลวงภายใน (hollow spherical particles)
4. วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง	<ul style="list-style-type: none"> - ไม่มีของเหลวเหลืออยู่ขณะเกิดการระเหิด - ไม่มีการตกตะกอนแบบเลือก (Selective precipitation) - ไม่เกิด Segregation (แยกออกจากส่วนรวม) 	<ul style="list-style-type: none"> - อนุภาคที่ได้มีความหนาแน่นต่ำ - mixed salts ก่อนการแคลไซน์จะดูดความชื้น
5. วิธีแบบไซล-เจด	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ - ความบริสุทธิ์สูง 	<ul style="list-style-type: none"> - สารตั้งต้นราคาสูง
6. วิธีการตกตะกอนที่พัฒนาแล้ว	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ - อุปกรณ์ที่ใช้มีราคาถูก 	<ul style="list-style-type: none"> - สารตั้งต้นราคาสูง

2.4 ประโยชน์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ [1]

2.4.1 เม็ดสี

การใช้งานที่สำคัญที่สุดของไทเทเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม คือ การใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปของผงเพื่อใช้เป็นเม็ดสีสำหรับสร้างความขาวและความทึบแสงให้แก่ผลิตภัณฑ์หลายประเภท เช่น สีหรือสารเคลือบต่างๆ พลาสติก กระดาษ หมึกพิมพ์ เส้นใย อาหาร และเครื่องสำอาง ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่ใช้ผลิตเป็นเม็ดสีขาวมากที่สุด ไทเทเนียมไดออกไซด์มีความขาวมากและมีดัชนีหักเหสูงมากรองจากเพชร ดัชนีหักเหแสงนี้เป็นตัวกำหนดความทึบแสงของสารที่มีเม็ดสีนี้อยู่ ด้วยค่าดัชนีหักเหแสงที่สูงของไทเทเนียมไดออกไซด์จึงไม่จำเป็นต้องใช้เม็ดสีจำนวนมากเพื่อให้เกิดเป็นสีขาวที่บนวัสดุที่ต้องการ ค่าดัชนีหักเหที่สูงและสีขาวของไทเทเนียมไดออกไซด์ทำให้เกิดการทึบแสงที่มีประสิทธิภาพสูง ด้วยเหตุนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์จึงถูกนำมาใช้เป็นสารทำให้ทึบแสงสำหรับสารเคลือบผิวแก้วและเครื่องปั้นดินเผา เครื่องสำอาง ครีมกันแดด กระดาษ และสี ข้อดีอีกประการของสารนี้คือ ความทนทานต่อการขีดของสีเมื่อสัมผัสกับรังสีเหนือม่วง

2.4.2 ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง

ไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงอย่างแพร่หลายด้วยเหตุผลหลายประการดังนี้ คือ

- ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถดูดซับแสงอัลตราไวโอเล็ตได้ดี
- ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารดูดซับสารอินทรีย์ที่ดี
- โครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์ของไทเทเนียมไดออกไซด์เหมาะที่จะใช้ก่อให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารอินทรีย์และปฏิกิริยารีดักชันของออกซิเจน
- ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงที่มีความสามารถสูง
- ไทเทเนียมไดออกไซด์มีเสถียรภาพทางเคมี ทนต่อการกัดกร่อนของแสงเมื่อสัมผัสน้ำ
- ไทเทเนียมไดออกไซด์มีราคาค่อนข้างถูกและสามารถเตรียมในรูปผลึกขนาดเล็กได้ง่าย

ความสามารถของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบแสงนั้นเป็นผลมาจากปัจจัยหลายประการ เช่น โครงสร้างและขนาดของผลึก ความหนาแน่นของหมู่ไฮดรอกซิลที่พื้นผิว พื้นผิวความพรุน และสมบัติอื่นๆ ปัจจัยเหล่านี้จะมีผลต่อการผลิตคู่อิเล็กตรอน-โฮล (electron-hole pair) การดูดซับบนพื้นผิว และกระบวนการรีดอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 การใช้งานอื่นๆ

ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นได้อีกเช่นกัน ดังนี้

- ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊สออกซิเจนในท่อไอเสียรถยนต์
- ใช้เป็นแอโนดที่ถูกระตุ้นด้วยแสงในเซลล์แสงอาทิตย์ (dye-sensitized photo anode in solar cell)
- ใช้เป็นตัวรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาในหลายๆ ปฏิกิริยา เช่น ปฏิกิริยาออกซิชันของไอโซลีน (o-xylene) ไปเป็นฟาทาลิกแอนไฮไดรด์ (phthalic anhydride), ปฏิกิริยารีดักชันของไนโตรเจนออกไซด์ในก๊าซที่เกิดจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ในเครื่องยนต์สันดาปภายใน และปฏิกิริยา Fischer-Tropsch เพื่อผลิตสารประกอบไฮโดรคาร์บอนจากคาร์บอนมอนอกไซด์และไฮโดรเจน เป็นต้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 เครื่องที่ใช้ในการทดสอบ

2.5.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตรมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) [9]

เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กชันเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง(Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง



รูปที่ 2.8 เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) [9]

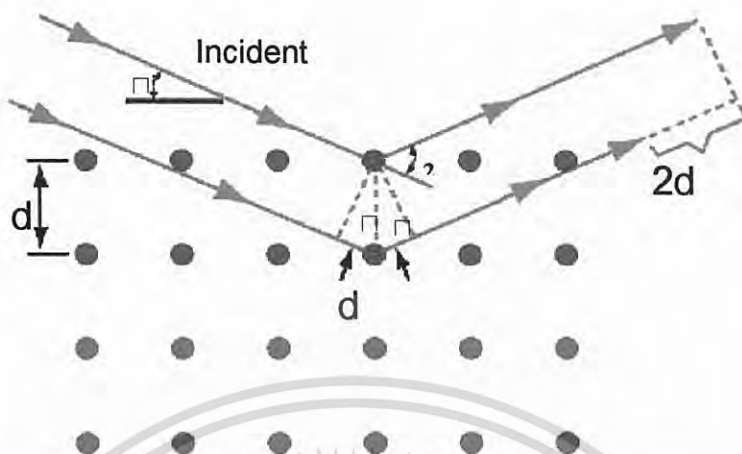
2.5.1.1 หลักการและวิธีการวิเคราะห์

วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าต่างกันไปตามกับธรรมชาติของผลึก ในปี ค.ศ.1912 W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดว่าเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ θ รังสีเอ็กซ์บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน θ เท่ากับมุมตกกระทบ ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่างๆ ถูกเสนอในรูปแบบการ

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

(2.13)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 ภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [9]

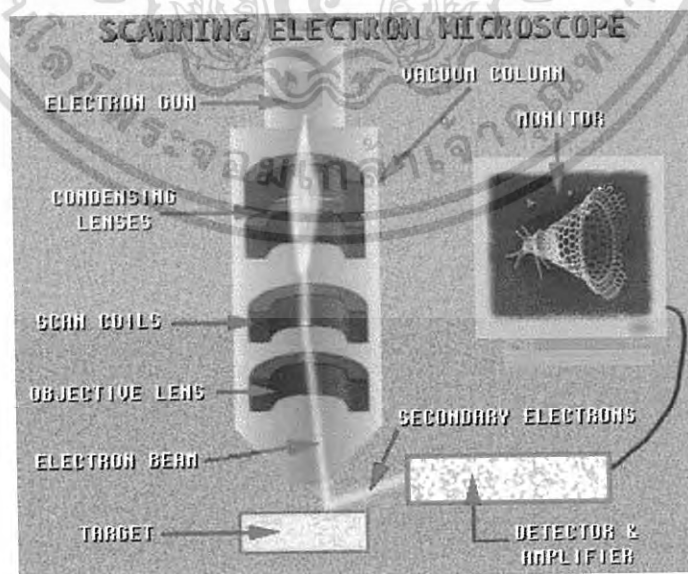
ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้ภาวะสุญญากาศ โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้เคลื่อนที่จากเส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดงอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอกซ์ออก รังสีเอกซ์ที่คายออกมาจะผ่านออก จากหลอดกำเนิด รังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสี เอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่าง จะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอกซ์ (detector)

2.5.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning electron microscope) [10]



รูปที่ 2.10 เครื่อง SEM [11]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เป็นเครื่องมือใช้สำหรับดูพื้นผิวอนุภาคขนาดเล็ก ลำแสงของกล้องจุลทรรศน์ใช้ส่วนของเลนส์แก้วเพื่อที่จะให้คลื่นแสงโค้งและสร้างภาพที่ขยายขึ้น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสร้างภาพขยายโดยใช้อิเล็กตรอนอยู่ข้างหน้าคลื่นแสง โดยส่วนประกอบต่างๆของเครื่อง SEM แสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 การทำงานของเครื่อง SEM [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.2.1 หลักการและวิธีการวิเคราะห์

SEM แสดงรายละเอียดภาพ 3 มิติที่มีกำลังขยายสูงกว่าปกติด้วยลำแสงของกล้องไมโครสโคป ภาพถูกสร้างโดยปราศจากคลื่นแสงถูกแสดงให้เห็นแค่ภาพขาวดำตัวอย่างต้องเตรียมอย่างระมัดระวัง เพื่อให้ทนต่อระบบสุญญากาศภายในไมโครสโคปโดย ตัวอย่างถูกเคลือบด้วยชั้นบางๆของทองโดยอาศัย เครื่องที่เรียกว่าสปัตเตอร์โคทเตอร์ (sputter coater) เมื่อการเตรียมตัวอย่างพร้อมแล้วตัวอย่างถูกวางข้างในไมโครสโคปที่เป็นคอดัมน์สุญญากาศผ่าน air-tight door

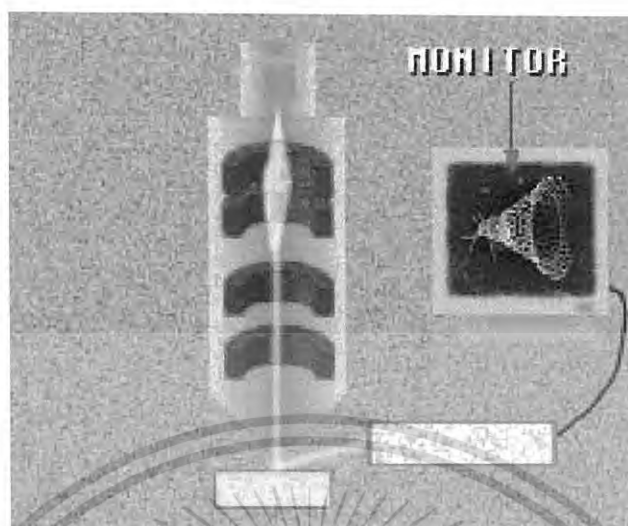
หลังจากอากาศถูกปั๊มออกจากคอดัมน์ อิเล็กตรอนกันที่อยู่ด้านบนฉายลำแสงอิเล็กตรอนที่พลังงานสูงลำแสงเดินทางเคลื่อนลงล่างผ่านส่วนของแม่เหล็กเลนส์ (magnetic lenses) ถูกออกแบบเพื่อที่จะควบคุมลำอิเล็กตรอนเพื่อที่จะให้ลำแสงคงที่ ใกล้เคียงฐานด้านล่างจะจัด scanning coils เคลื่อนจุดโฟกัสให้เหมาะสมตรงกับชิ้นงานที่จะทดสอบ เมื่อลำอิเล็กตรอนพุ่งชนแต่ละจุดบนตัวอย่าง อิเล็กตรอนทุติยภูมิถูกชนออกจากผิวหน้า เครื่องตรวจวัดจะนับจำนวนอิเล็กตรอนและส่งสัญญาณไปยังแอมพลิไฟเออร์ (amplifier) แสดงดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 การตรวจวัดจำนวนอิเล็กตรอนและการส่งสัญญาณไปยัง Amplifier ของ SEM [10]

และจากนั้นภาพจะถูกสร้างขึ้นจากจำนวนของอิเล็กตรอนที่ออกมาจากแต่ละจุดบนตัวอย่าง กล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นชั้นของรายละเอียดและความสลับซับซ้อนในลักษณะโครงสร้างพื้นผิวโดยละเอียดได้ลึกในระดับไมโคร (micro-organisms) แสดงดังรูปที่ 2.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 การแสดงผลของ SEM โดยผ่านทางมอริเตอร์ [10]

2.5.2.2 การหาขนาดเกรนด้วยวิธี Mean Lineal Intercept Method [12]

วิธีการหาขนาดเกรนด้วย Mean Lineal Intercept Method หรือ Heynis technique นั้น เป็นมาตรฐานที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย โดยเส้นตรงเฉลี่ยนี้เกิดจากการลากเส้นตรงผ่านเกรนในรูปโดยจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับเส้นผ่าศูนย์กลางของเกรน

โดยสามารถหาได้โดยการลากเส้นตรงแบบสุ่มผ่านเกรนในรูปแล้วนับจำนวนขอบเกรนที่เส้นตรงนั้นตัดผ่าน และสามารถคำนวณหาได้จากสมการ

$$L_L = \frac{1}{N_L} = \frac{L_T}{PM} \quad (2.14)$$

โดย L_L = คือจำนวนจุดตัดต่อระยะทางรวมของเส้นที่ขีดผ่าน (L_T)
 P = จำนวนของจุดที่ผ่านของเกรน
 M = กำลังขยาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มาตรฐาน ASTM E 112-88

1. กำลังขยาย

เส้นตรงที่จะลากผ่านควรวใช้กำลังขยายที่สามารถเกิดจุดตัดได้มากกว่า 50 จุดตัด หากไม่สามารถใช้กำลังขยายที่สามารถเกิดจุดตัด 50 จุดได้ให้เพิ่มจำนวนเส้นตรงที่ลากผ่านแทน

2. วิธีการนับจุดตัด

จุดตัดคือ ส่วนของเส้นตรงที่ลากผ่าน 1 เกรน

นับ 1 สำหรับจุดตัดแต่ละจุดและ $\frac{1}{2}$ สำหรับเส้นตรงที่ตกพอดีเกรน

นับ 1 สำหรับจุดตัดที่ผ่านขอบเกรนพอดี

นับ 1 สำหรับจุดตัดที่ตัดแล้วทำมุม

นับ $\frac{1}{2}$ สำหรับจุดตัดที่ตกตรงขอบเกรนพอดี

นับ $1\frac{1}{2}$ สำหรับจุดตัดที่ตกตรงสามแยก (triple point)

3. สำหรับการลากเส้นควรวลากเส้นอย่างน้อย 8-12 เส้น เพื่อความแม่นยำและลดความคลาดเคลื่อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ.1993 Depero และคณะ [13] ได้ศึกษาการเปลี่ยนวิภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์จากอะนาเทสเป็นรูไทล์โดยใช้ laser-induced pyrolysis ในการสังเคราะห์และสารตั้งต้นที่ใช้คือ ไทเทเนียมอัลคอกไซด์ อุณหภูมิการเปลี่ยนวิภาคระหว่างรูไทล์และอะนาเทสอยู่ระหว่างช่วงอุณหภูมิ 500 และ 550 องศาเซลเซียส โดยวิเคราะห์จาก Fourier analysis ค่าดัชนีหักเหโครงสร้างผลึกจะลดลงกับค่ามุมของแบรกก์ สังเกตได้ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียสจะปรากฏโครงสร้างผลึกรูไทล์ขึ้นโดยมีค่าการหักเหของแบรกก์แคบมากกว่าของอะนาเทส ซึ่งสัมพันธ์กับพารามิเตอร์ในโครงสร้างจุลภาค พบว่าการเปลี่ยนวิภาคจะเพิ่มความเป็นผลึกหรือความสมบูรณ์ของแลตทิซ

ในปี ค.ศ. 1997 Hhalil และ Zaki [14] ได้ศึกษาเรื่องการสังเคราะห์อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวสูงโดยผ่านปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสของ titanium (IV) isopropoxide โดยทำการทดลองในตัวทำละลายที่แตกต่างกัน คือ ไอโซโพรพานอลและเอนเอปเทน โดยมีแอมโมเนียและน้ำร่วมทำปฏิกิริยาที่มีอัตราส่วนของโมลที่แตกต่างกัน ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อทำการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ พบว่าได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งอยู่ในโครงสร้างผลึกอะนาเทส และจากการศึกษาภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าขนาดของผงมีค่าประมาณ 10-100 นาโนเมตร ซึ่งผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสูง (67-73 m²/g) มีค่ามากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (~50 m²/g)

ในปี ค.ศ. 1997 Bekbolet [15] ได้ทำการศึกษากำจัด Escherichia Coli (E. Coli) โดยใช้โฟโตแคตาลิซิส ซึ่งใช้ตัวแคตาลิซิสเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้พลังงานแสงจากหลอดแบลคไลต์ที่มีความยาวคลื่น 320-420 นาโนเมตร อัตราการกำจัด E. Coli ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 10³ เซลล์/มล.เท่ากับ 1.78×10^{-2} /นาที่ โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เข้มข้นเท่ากับ 1 มก./มล. เพื่อศึกษาผลของปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ และความเข้มข้นเริ่มต้นของ E. Coli ที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างผลึกอะนาเทสที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 609 m²/g ผสมเข้ากับ E. Coli กวนสารละลายตลอดการทดลอง จากนั้นใช้หลอดไฟแบล็คไลต์วางไว้ให้ห่างถึงปฏิกิริยา 5 ซม. โดยถึงปฏิกิริยาหุ้มด้วยกระดาษฟอยล์ ผลของความเข้มข้นของไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อการกำจัด E. Coli พบว่าที่ความเข้มข้นของ 0.25-1.0 มก. /มล.

พบว่าอัตราการกำจัด E. Coli เพิ่มขึ้นและเพิ่มสูงสุดที่ความเข้มข้นไทเทเนียมไดออกไซด์เท่ากับ 0.25 มก./มล. และเมื่อความเข้มข้นไทเทเนียมไดออกไซด์เพิ่มขึ้นอีก 0.25 มก./มล. อัตราการกำจัด E. Coli ไม่มีการเปลี่ยนแปลงอีกทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1 มก. / มล. แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นไทเทเนียมไดออกไซด์มากกว่า 1 มก./มล. อัตราการกำจัด E. Coli จะลดลงโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 มก./มล. ผลจากความเข้มข้นเริ่มต้นของ E. Coli โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 มก./มล.พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้น เริ่มต้นจาก 10^2 เซลล์/มล. เป็น 10^6 เซลล์/มล. พบว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มจาก 8.61×10^{-3} /นาที่ เป็น 1.84×10^{-2} นาที่

ในปี ค.ศ. 2000 Zaban และคณะ [16] ได้ทำการศึกษาเรื่องผลของการสังเคราะห์ คอลลอยด์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ได้ศึกษาอิทธิพลของการใช้กรดไนตริกและ กรดอะซิติกระหว่างการสังเคราะห์ ซึ่งมีผลกระทบต่อโครงสร้างผลึกคอลลอยด์รวมทั้งศึกษา dark-field TEM โครงสร้างพื้นผิวที่แตกต่างกันมีผลต่อการแสดง dye-sensitized solar cells จาก ผลการศึกษาโครงสร้างพบว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณอะนาเทส 92.6 % และ บรูคไคท์ 7.4 % เมื่อใช้กรดไนตริก และเมื่อใช้กรดอะซิติกพบว่าปริมาณอะนาเทส 93.2 % และบรูคไคท์ 6.8 % ค่าเฉลี่ยของอนุภาคไม่แตกต่างกันมากมีค่าประมาณ 12-13 นาโนเมตร

ในปี ค.ศ. 2002 Yang และคณะ [17] ได้ศึกษาเรื่องการสังเคราะห์ไทเทเนียมที่อยู่ใน โครงสร้างผลึกรูโกลที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร โดยทำการสังเคราะห์โดยวิธีการเตรียมจาก ของเหลวที่อุณหภูมิห้อง กระบวนการในการเตรียมประกอบด้วยสองขั้นตอน คือ กระบวนการ ตกตะกอน และการทำให้เกิดคอลลอยด์ด้วยการเติมกรดไนตริก ซึ่งปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อโครงสร้าง ของไทเทเนียมที่สังเคราะห์ได้ คือ อุณหภูมิในขณะที่ทำให้เป็นคอลลอยด์มีผลต่อโครงสร้างที่เกิด กล่าวคือ เกิดโครงสร้างที่เป็นรูโกลเมื่อใช้อุณหภูมิต่ำ และเริ่มเกิดเป็นอะนาเทสเมื่อใช้อุณหภูมิสูง กว่า 70°C

ในปี ค.ศ. 2003 Watson และคณะ [18] ได้ศึกษาเรื่องอิทธิพลของวิธีการเตรียมในปฏิกิริยา ซึ่งไวต่อแสงของผลึกอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเปรียบเทียบระหว่างวิธี conventional alkoxide process และ acidified alkoxide process พบว่า วิธี conventional alkoxide process มีการเปลี่ยนแปลงจากไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นอะมอร์ฟัสไปอยู่ในรูปของวัฏภาคอะนาเทส ส่วนวิธี acidified alkoxide process จะมีการสร้างตัวของรูโกลที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และอะนาเทสที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถอธิบายได้โดยการเตรียมภายใต้ภาวะที่ แตกต่างกันทำให้โครงสร้างผลึกของแต่ละวัฏภาคต่างกัน ซึ่งทั้ง 2 วิธีนี้มีพารามิเตอร์ที่สำคัญได้แก่ พื้นที่ผิวขนาดรูพรุนภายในที่แตกต่างกันโดยจะนำไปสู่ปฏิกิริยาแสงที่แตกต่างกัน ส่วนทางด้าน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เทคนิคการล้างตะกอนพบว่ามียผลกับปฏิกิริยาแสง เนื่องจากที่ผิวของผลึกนาโนมีความสำคัญ สำหรับการเกิดโฟโตแคตตาลิสต์ ซึ่งบ่อยครั้งที่มีการถูกดูดซับสิ่งเจือปนที่พื้นผิวนั่นเอง

ในปี ค.ศ. 2003 Shin และคณะ [19] ได้ทำการศึกษาเรื่องการสังเคราะห์และสมบัติโฟโตแคตตาลิติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนซึ่งเคลือบลงบนแก้วลอยโดยวิธีการ precipitation dropping ภายใต้ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ระหว่างน้ำกับสารประกอบที่ละลายในน้ำ ซึ่งจะทำให้โฟโตแคตตาลิสต์ที่ได้มีราคาต่ำ สมบัติของกระบวนการโฟโตแคตตาลิติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนซึ่งเคลือบลงบนแก้วลอยมีการตรวจพิสูจน์ว่ามีขนาด 10 นาโนเมตร ซึ่งเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกอะนาเทส อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้มีการตกตะกอนซึ่งเป็นเนื้อเดียวกันโดยตกตะกอนเป็นชั้นๆ บนพื้นผิวของแก้วลอย ภายใต้ภาวะดังนี้คือ สารละลายที่มี pH 6 อัตราการเติม NH_4HCO_3 เป็น 1 มล./นาที และ TiCl_4 เป็น 0.03 โมล/ลิตร อัตราการคนเป็น 1000 rpm ซึ่งเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเกิดปฏิกิริยา พบว่าการตกผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกอะนาเทสมีการเพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิ ในการให้ความร้อนและโครงสร้างผลึกอะนาเทสจะถูกเปลี่ยนไปเป็นโครงสร้างผลึกรูไทล์โดยให้ความร้อนที่ 800 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง หลังล้างและทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส 48 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์ผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์และศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในปี ค.ศ. 2004 Eiden-Assmann และคณะ [20] ได้ศึกษาเรื่องการสังเคราะห์และการหา ลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบมีรูพรุนและไม่มีรูพรุน อนุภาคทรงกลมไทเทเนียมไดออกไซด์เตรียมได้โดยวิธีโซล-เจล จากสารตั้งต้นคือ $\text{Ti}(\text{EtO})_4$ 1.7-2.0 มล. ในเอทานอล 100 มล. และเติมเกลือ 0.4-0.6 มล. สารละลายโพลิเมอร์เพื่อเป็นตัวกระจายทำให้อนุภาคแยกออกจากกัน อิทธิพลของไอออนเกลือที่แตกต่างกันหรือโมเลกุลของโพลิเมอร์มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ซึ่งอนุภาคอสัณฐานไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกหาลักษณะเฉพาะโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน การวิเคราะห์ทางความร้อน การดูดกลืนของรังสีเอกซ์ และ อิเล็กโทรโฟเรซิส ซึ่งชนิดของเกลือที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย คือ LiCl CsCl NaCl และ KNO_3 ส่วนชนิดของโพลิเมอร์ คือ diblock- copolymers lutensol ON 50, triblock- copolymers pluronic PE 6400 ซึ่งมีความเข้มข้น 0.1 M พบว่าการเติมเกลือของ alkali halides ขนาดอนุภาคลดลงด้วยการเพิ่มขึ้นของความแข็งแรงพันธะไฮดรอกซิลในปฏิกิริยาเมื่อใช้เกลือ LiCl เส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคมีขนาด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

700-2500 นาโนเมตร ขณะที่ CsCl มีขนาดอนุภาค 200 นาโนเมตรและขนาดอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อเติม KCl จะเพิ่มหรือลดตามความเข้มข้นของสารละลายเกลือ ผลของอิเล็กโทรโฟรีซิส แสดงถึงการเพิ่ม positive zetapotential นำไปสู่การลดลงของขนาดอนุภาค อิทธิพลของการเติมโพลิเมอร์มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคคอลลอยด์ โดยใช้โพลิเมอร์ที่แตกต่างกันซึ่งในลักษณะของ pluronic แสดง 2 ส่วนของส่วนที่ไม่ชอบน้ำ สามารถนำไปสู่การเคลือบบนผิวของอนุภาคได้ ซึ่งเมื่อใช้ lutensol ทำให้อนุภาคกลมและมีการกระจายตัว โดยขนาดของคอลลอยด์เพิ่มขึ้นตามการลดลงของความยาวส่วนที่ชอบน้ำ การเพิ่มความเสถียรของอนุภาคทำได้โดยใช้สารลดแรงตึงผิวตามความยาวส่วนที่ชอบน้ำ ผลการทดลองโดยใช้การวิเคราะห์ด้วย BET พบว่า lutensol มีวพุนขนาดใหญ่ $a_s = 300 \text{ m}^2/\text{g}$ ในขณะที่ pluronic polymer ลดลง $200 \text{ m}^2/\text{g}$

ในปี ค.ศ. 2004 Violet Samuel และคณะ [21] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผลึกนาโนรูทูล์โดยที่ผลึกนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ในวัฏภาครูทูล์ สังเคราะห์โดยการตกตะกอนเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้ยูเรีย และ TiOCl_2 สารผลมยูเรีย และ TiOCl_2 ถูกให้ความร้อนบนอ่างน้ำที่ร้อนอุณหภูมิประมาณ 65-75 องศาเซลเซียส จะมีการตกตะกอนของผลึกรูทูล์ใช้การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ในการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกรูทูล์ซึ่งเป็นวัฏภาคเดี่ยว ใช้ Raman scattering เพื่อยืนยันการสร้างโครงสร้างผลึกรูทูล์และ ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเพื่อหาขนาดอนุภาคโดยมีค่าประมาณ 40 นาโนเมตร

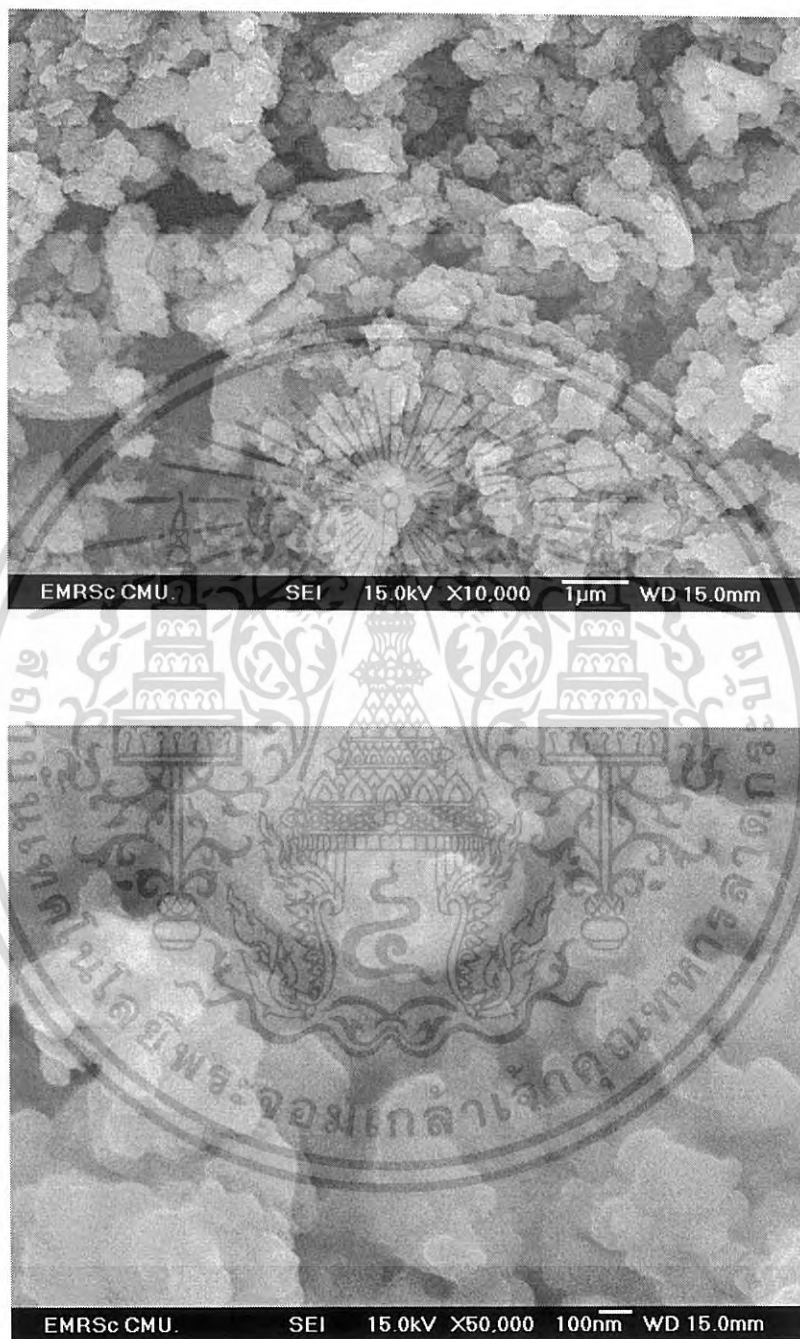
ในปี ค.ศ. 2004 Kolen'ko และคณะ [22] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผลึกนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีวพุนจากสารละลาย titanyl oxalate acid โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งผงผลึกนาโนอะนาเทสและรูทูล์มีโครงสร้างและขนาดอนุภาค 13-50 นาโนเมตร โดยใช้สารละลาย $\text{H}_2\text{TiO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2$ (0.28 และ 0.07 โมลาร์) ผลของวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีต่อลักษณะการสร้างตัวของประกอบของวัฏภาค ขนาดอนุภาค โครงสร้าง และสมบัติของสารภายใต้ภาวะของปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสที่อุณหภูมิสูงที่มีความเข้มข้นของสารละลาย 0.28 โมลาร์ จะเกิดไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีวพุน ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 60-100 นาโนเมตร และขนาดของความกว้างวพุน มีค่าประมาณ 7-27 นาโนเมตร โดยที่กลไกการสร้างตัวของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีวพุนได้พิจารณาถึงการเกิดผลึกซ้ำและการเกาะตัวกันของเกรนในตอนเริ่มต้น จากการทดลองในงานวิจัยพบว่าอุณหภูมิและเวลาตามวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีผลกับองค์ประกอบของวัฏภาคพื้นที่ผิว และขนาดอนุภาค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ. 2004 Jianguo Yu และคณะ [23] ได้ศึกษาการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีโฟโตแคตาลิซิส และการหาค่าของโฟโตแคตาลิซิส สามารถสังเคราะห์ได้โดยใช้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเทตระบิวทิลไททานเนท ($\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$) ในน้ำบริสุทธิ์โดยปราศจากการใช้เทมเพลตหรือสารชักล้าง การเตรียมตัวอย่างสามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย การหาลักษณะเฉพาะของสารใช้การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ และการตรวจวัดการดูดซับและคายซับของไนโตรเจน ปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิซิสของตัวอย่างหาค่าโดยใช้หัวตรวจวัด ปฏิกิริยาออกซิเดชันโฟโตแคตาลิซิสของของผสมที่ได้จากฟอร์มัลดีไฮด์และอะซิโตนที่อุณหภูมิห้อง ปฏิกิริยาโฟโตแคตาลิซิสของตัวอย่างเตรียมโดยวิธีอัลตราโซนิคมีประสิทธิภาพดีกว่าวิธีของ degussa P25 และตัวอย่างการเตรียมโดยใช้วิธีการไฮโดรไลซิสแบบธรรมดา

ในปี ค.ศ. 2005 D. Huang และคณะ [24] ได้ทำการศึกษาเพื่อควบคุมพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุน เช่นเดียวกับโครงสร้างวิภาคของการเตรียมวัสดุที่มีขนาดรูพรุนไทเทเนียมไดออกไซด์ในกระบวนการสังเคราะห์แบบอิสระ การไฮโดรไลซิส และ ปฏิกิริยาของพอลิคอนเดนเซชันของ เทตระบิวทิลไทเทเนต (tetrabutyl titanate) โดยใช้กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่จะนำพาสารออกไป ปัจจัยหลักของอัตราส่วนโดยโมลของไฮโดรซีส ($\text{H}_2\text{O}/\text{Ti}$) และความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริกถูกศึกษาอย่างมีแบบแผน การให้ความร้อนสูงแก่ไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงลักษณะเฉพาะโดยการใช้อัลตร้าจูลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy (SEM)), transmission electron microscopy (TEM), เทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction (XRD)) และการตรวจวัดการดูดซับและการคายซับของไนโตรเจน การทดลองของไทเทเนียมไดออกไซด์ในภาวะต่างๆด้วยสมบัติต่างๆที่เหมาะสมสามารถที่จะศึกษาผลกระทบโดยการปรับภาวะการสังเคราะห์ กราฟของ XRD และ ไอโซเทิม (isotherm) ของการดูดซับหรือการคายซับของไนโตรเจนทำให้ทราบว่าวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์อยู่ และเป็นโครงสร้างที่เป็นอะนาเทสและมีขนาดรูพรุนที่เป็นเอกลักษณ์ โดยที่กราฟของ TEM แสดงถึงความไม่เป็นระเบียบของโครงสร้างที่เหมือนกับรูหนอนโดยมองไม่เห็นลำดับช่วงยาวที่เกิดจากการรวมกลุ่มของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โครงสร้างของการเตรียมสามารถที่จะควบคุมได้โดยง่าย พื้นที่ผิวใช้ตั้งแต่ $41\text{ m}^2/\text{g}$ ถึง $294\text{ m}^2/\text{g}$ ค่าเฉลี่ยของขนาดรูพรุนจาก $0.056\text{ cm}^3/\text{g}$ ถึง $0.545\text{ cm}^3/\text{g}$ ความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริกมีปัจจัยที่ควบคุมโดยขนาดรูพรุนและการกระจายตัว การกระจายตัวขนาดรูพรุนเป็นแบบ unimodal หรือ bimodal สามารถดูผลได้จากการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-5 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสที่กำลังขยาย 10,000 และ 50,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-6 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) isopropoxide (TISOP), $C_{12}H_{28}O_4Ti$) 97% ผลิตโดยบริษัท Aldrich
2. สารละลายแอมโมเนีย (Ammonia solution 30% (NH_4OH)) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
3. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (Hydrochloric acid 37% (HCl)) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
4. เอทิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ (Ethyl Alcohol Absolute (C_2H_6O)) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA
5. แอซีติลแอซีโตน (Acetyl Acetone ($C_5H_8O_2$)) ผลิตโดยบริษัท Laboratory Rasayan
6. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogenperoxide) ผลิตโดยบริษัท CARLO ERBA

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. บริภัณฑ์เครื่องแก้ว
2. กระจกเซลโลเฟน
3. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
4. เทอร์โมมิเตอร์
5. เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-6355 FE ผลิตโดยบริษัท JEOL Japan ประเทศญี่ปุ่น
6. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, (XRD)) รุ่น D8 Advance ผลิตโดยบริษัท Bruker AXS GmbH ยี่ห้อ Bruker AXS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์รูปผลึกอะนาเทสโดยวิธีตกตะกอน

3.3.1.1 การหาปริมาณสารละลายแอมโมเนีย ที่ใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้วิธีการไทเทรต

- 1) ปิเปตแอซีติลอะซีโตน (Acetyl acetone) 10 ml ทำการปรับพีเอชด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นโดยวัดค่าพีเอชให้ได้ต่ำกว่า 2
- 2) ปิเปตไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium isopropoxide) 4 ml ลงในแอซีติลอะซีโตนที่ทำการปรับค่าพีเอชเรียบร้อยแล้ว ถ้าเกิดตะกอนขาวขึ้นต้องละลายตะกอนด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogenperoxide)
- 3) นำสารละลายผสมที่อยู่ในบีกเกอร์แช่ในอ่างน้ำมันเพื่อควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ โดยให้อุณหภูมิ 80 °C
- 4) ทำการไทเทรตหาปริมาณแอมโมเนียในการสังเคราะห์ด้วยสารละลายแอมโมเนีย (Ammonia solution 30%) 0.1 mol/l โดยหยดซ้ำๆ 2-3 หยดต่อนาทีจนตะกอนตกหมด
- 5) จดปริมาตรสารละลายแอมโมเนียที่ใช้และทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง

3.3.1.2 การสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปผลึกอะนาเทสโดยวิธีตกตะกอน

- 1) ปิเปตอะเซติล อะซีโตน 10 ml ปรับพีเอชด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นให้ได้พีเอชต่ำกว่า 2
- 2) ปิเปตไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ 4 ml ลงบีกเกอร์ที่เตรียมได้จากขั้นตอนแรก
- 3) ปิเปตสารละลายแอมโมเนีย 0.1 mol/l โดยใช้ปริมาณสารละลายแอมโมเนียจากวิธีการไทเทรตและเพิ่มปริมาณสารละลายแอมโมเนียจากเกินพอในแต่ละบีกเกอร์เป็นจำนวน 10%, 20% และ 30% ของปริมาณสารละลายแอมโมเนียที่ได้จากวิธีการไทเทรต
- 4) ทำการปรับปริมาตรสารละลายแอมโมเนียให้พอดีกับถุงเซลโลเฟนโดยใช้น้ำกลั่น
- 5) เทสารละลายผสมของแอซีติลอะซีโตนลงถุงกระดาษเซลโลเฟนที่อยู่ภายในบีกเกอร์ที่บรรจุสารละลายแอมโมเนีย
- 6) จากนั้นนำบีกเกอร์วางลงในอ่างน้ำมัน (oil bath) จากนั้นปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กพร้อมกับให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 7) กรองตะกอนที่ได้และหยุดด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.01 mol/l ก่อน จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นจนได้พีเอชในช่วง6-7
- 8) ล้างด้วยเอทิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ตามและนำไปอบแห้ง
- 9) นำตะกอนที่อบแห้งไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 300, 400, 500 600 และ700 องศาเซลเซียส
- 10) ทำการทดลองซ้ำแต่เปลี่ยนอุณหภูมิในการสังเคราะห์เป็น 70 และ 90 องศาเซลเซียส

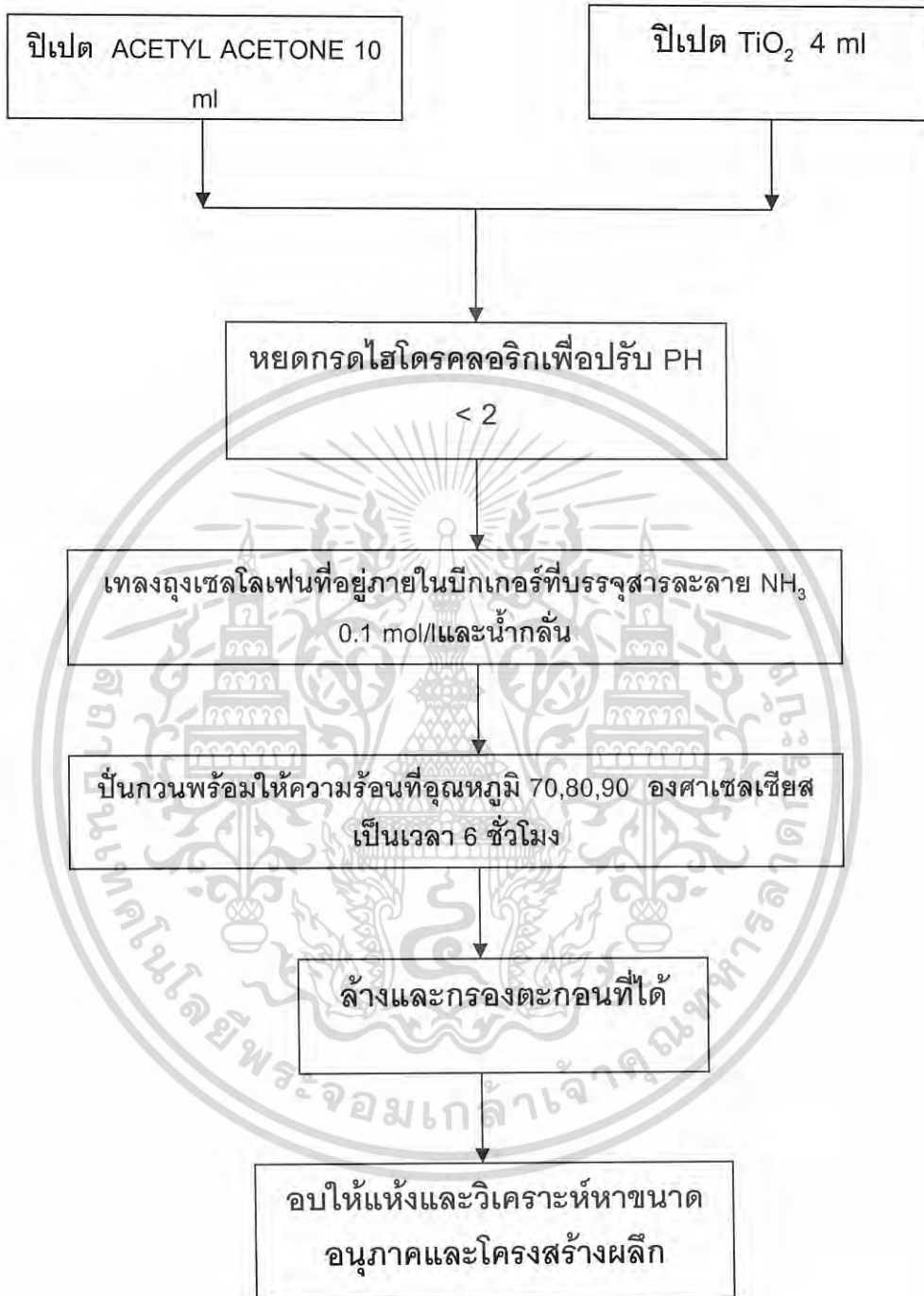


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



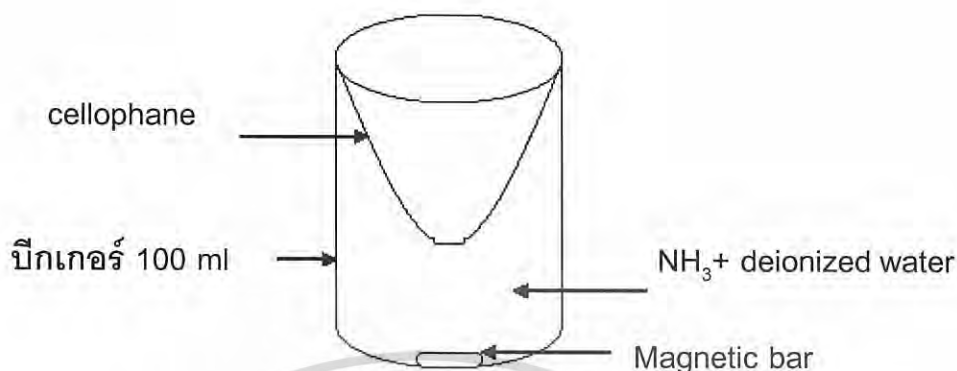
รูปที่ 3.1 แผนงานการหาปริมาณสารละลายแอมโมเนีย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 ลักษณะการเตรียมอุปกรณ์ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีโซล-เจล

3.3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

3.3.2.1 ศึกษาโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเครื่อง XRD

- 1) สภาวะในการทดสอบ บันทึกข้อมูล 2.4 วินาทีต่อ 0.1 องศาใช้มุม 2θ 10 ถึง 80 องศา ใช้เวลาการวิเคราะห์ 28 นาที
- 2) ศึกษาโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยการเตรียมตัวอย่างแบบผงใส่ในที่ใส่ตัวอย่าง (sample holder) แล้วทำการเกลี่ยให้พื้นผิวเรียบ จากนั้นนำตัวอย่างที่ทำการเตรียมไปวิเคราะห์
- 3) ศึกษาโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์วิเคราะห์ในเฟสอะนาเทส

3.3.2.2 ศึกษาสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

- 1) นำผงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มาบดให้ละเอียดโดยใช้โกร่งบดสาร
- 2) จากนั้นหยดแอลกอฮอล์ 1-2 หยด เพื่อให้บดได้ง่ายและเกิดการกระจายตัวที่ดี
- 3) นำผงที่เตรียมได้ละลายด้วยเอทิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมได้มาเข้าเครื่องอัลตราโซนิกบัท (ultrasonic bath) เพื่อทำสารเกิดการกระจายตัวที่ดีขึ้น
- 4) หยดสารละลายที่ได้ลงบนที่ใส่ตัวอย่าง (sample holder) จากนั้นทำการเคลือบผิวชิ้นงานบางๆ ด้วยทองคำ (sputtering)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 5) ทำการศึกษาลักษณะพื้นผิวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยายกล้องตั้งแต่ 10000 เท่า ขึ้นไป สภาวะเครื่อง 15 kV

3.3.3 ปัจจัยที่ทำการศึกษา

- ภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์การตกตะกอนของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีผลต่อรูปผลึกและขนาดอนุภาค
- ผลของปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่ใช้ในการสังเคราะห์การตกตะกอนของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีผลต่อรูปผลึกและขนาดอนุภาค
- ผลของอุณหภูมิการเผาที่มีผลต่อการจัดเรียงตัวของผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ และการพัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ตลอดงานวิจัยได้แบ่งขั้นตอนการศึกษา ออกเป็น การศึกษาสภาวะของอุณหภูมิและปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่มากเกินไป โดยในการสังเคราะห์ใช้สมบัติต่างๆมาศึกษา ได้แก่ ลักษณะทางกายภาพ สัณฐานวิทยาของผง ละเอียดที่ผ่านกระบวนการทางความร้อน รวมถึง การวิเคราะห์วิภาคที่เปลี่ยนแปลงไป ซึ่งจะนำ ข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมใน การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ เพื่อ ปรับปรุงให้ได้ สมบัติที่ดีขึ้นต่อไป

ตารางที่ 4.1 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์และการตรวจวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์

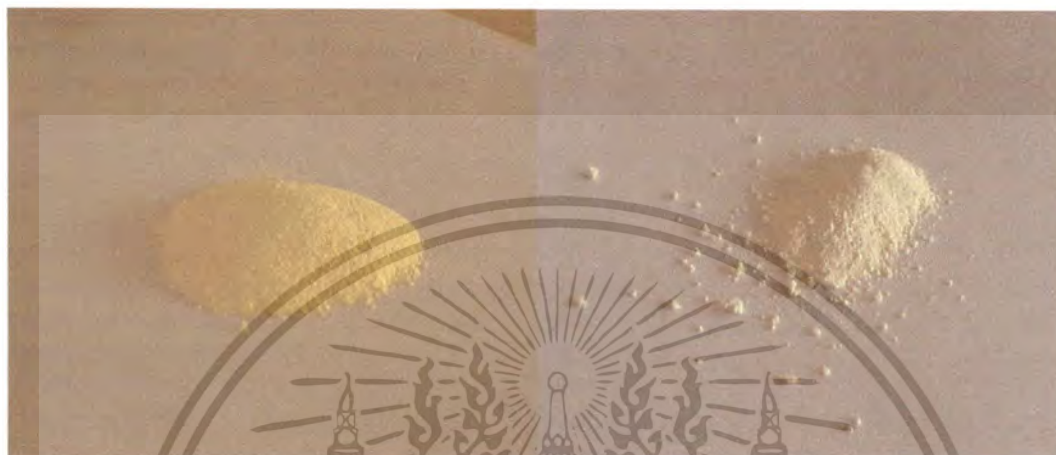
สาร ตัวอย่างที่	อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์(องศาเซลเซียส)	ปริมาณของสารละลายแอมโมเนียมากเกินไป (ร้อยละโดยปริมาตร)	อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสาร (องศาเซลเซียส)
1	70	10	300
2	70	10	400
3	70	10	500
4	70	10	600
5	70	10	700
6	70	20	300
7	70	20	400
8	70	20	500
9	70	20	600
10	70	20	700
11	70	30	300
12	70	30	400
13	70	30	500

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สาร ตัวอย่างที่	อุณหภูมิที่ใช้ในการ สังเคราะห์(องศา เซลเซียส)	ปริมาณของสารละลายแอม โมเนียมากเกินไป (ร้อยละโดยปริมาตร)	อุณหภูมิที่ใช้ใน การเผาสาร (องศาเซลเซียส)
14	70	30	600
15	70	30	700
16	80	10	500
17	80	10	600
18	80	10	700
19	80	20	500
20	80	20	600
21	80	20	700
22	80	30	500
23	80	30	600
24	80	30	700
25	90	10	500
26	90	10	600
27	90	10	700
28	90	20	500
29	90	20	600
30	90	20	700
31	90	30	500
32	90	30	600
33	90	30	700

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1 ลักษณะทางกายภาพของผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังเผา

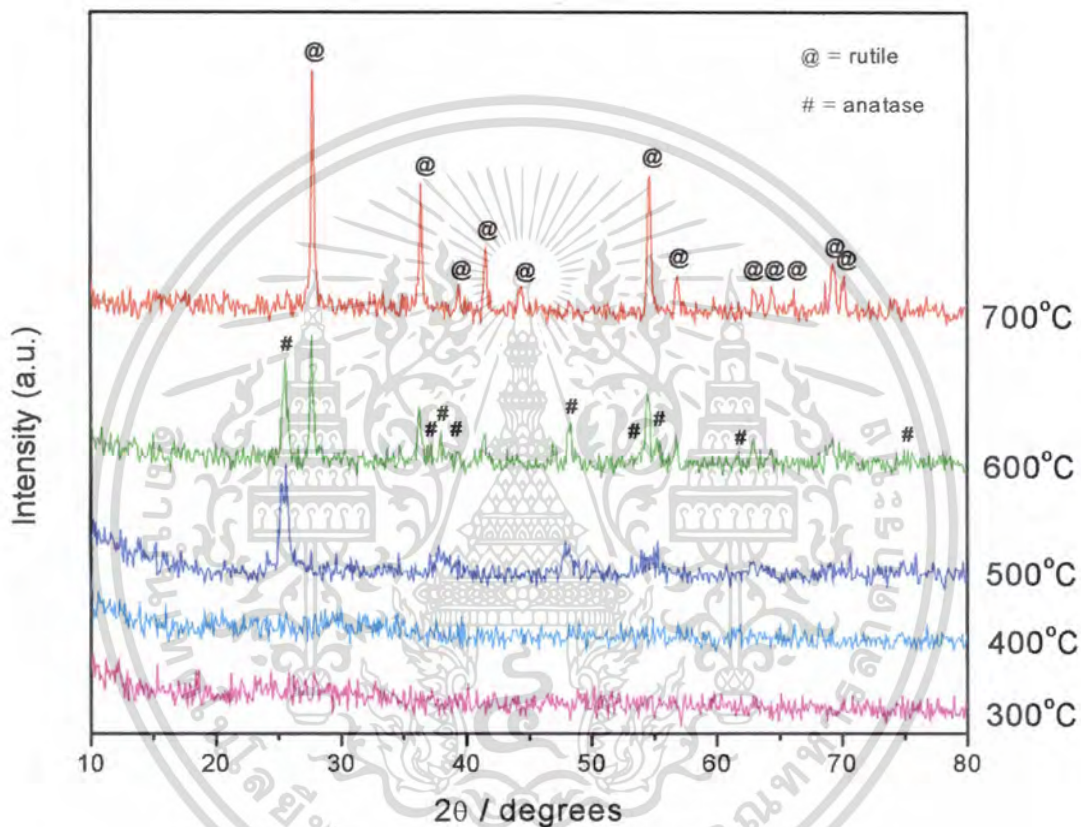


รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายแสดงลักษณะทางกายภาพของผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ก่อนเผา (ก) หลังเผา (ข)

ผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนมีลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีเหลือง โดยการกระจายตัวของผงไทเทเนียมไดออกไซด์จะค่อนข้างสม่ำเสมอแต่บางส่วนเกิดการเกาะกลุ่มรวมตัวกัน ดังรูปที่ 4.1(ก) และเมื่อนำไปผงไทเทเนียมไดออกไซด์เผาไล่สารอินทรีย์ออกจนกลายเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์แล้ว ลักษณะของผงที่ได้จะเป็นผงละเอียดสีขาว ดังรูปที่ 4.1(ข) เนื่องจากเมื่อนำผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ไปเผาจะทำให้เกิดการสลายตัวด้วยความร้อนได้สารผลิตภัณฑ์เป็นไทเทเนียมไดออกไซด์และน้ำในสถานะแก๊ส ดังสมการที่ 4.1

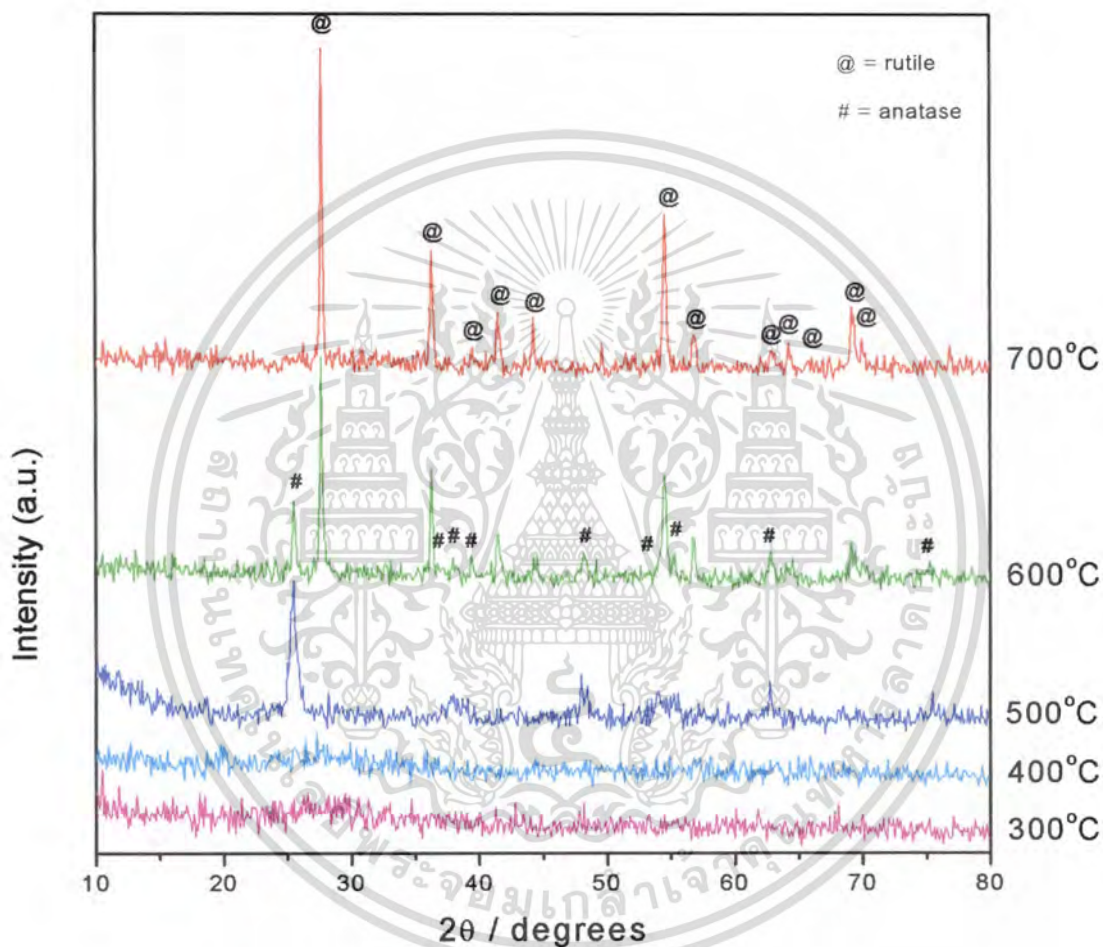


4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน



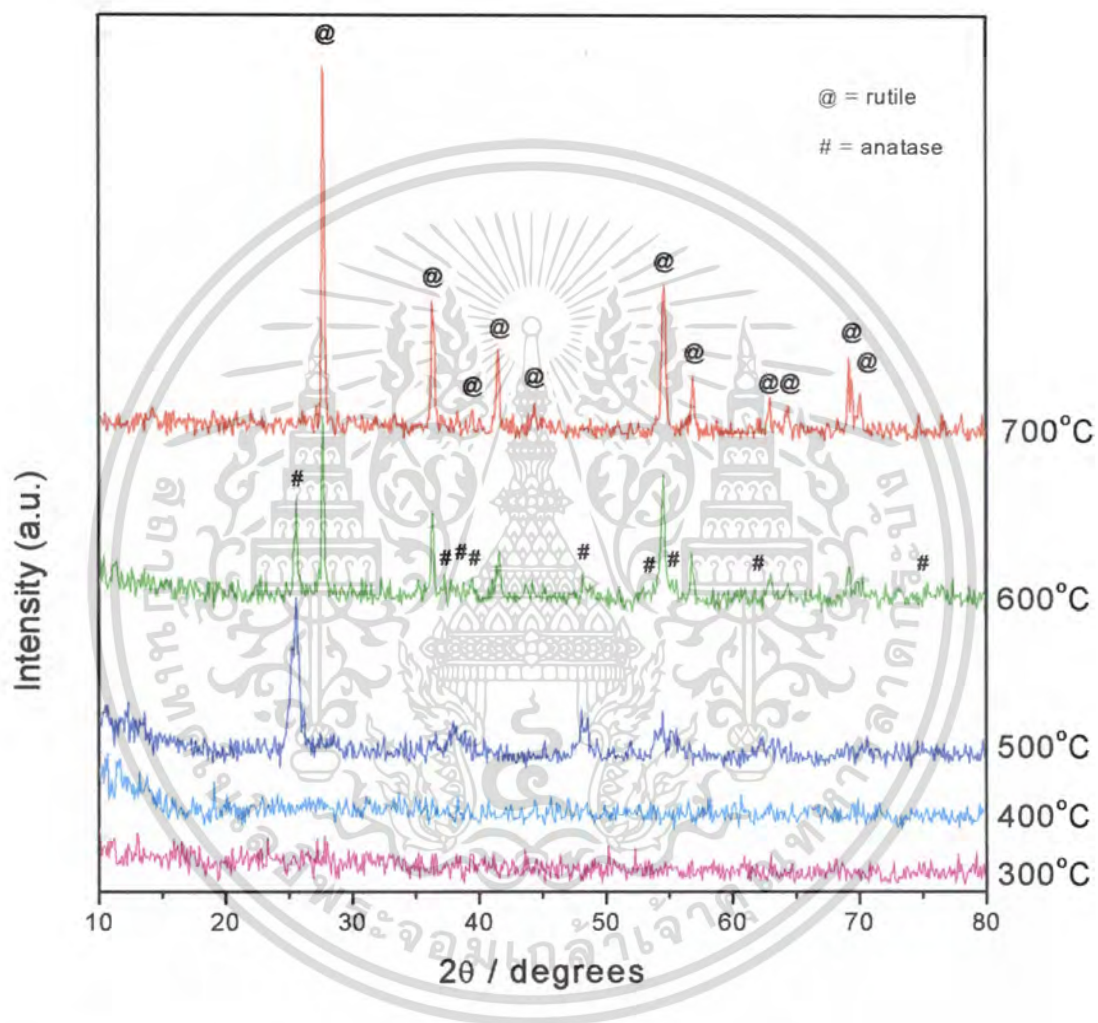
รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ที่ 70 องศาเซลเซียส ให้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 300-700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 70 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 300 – 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

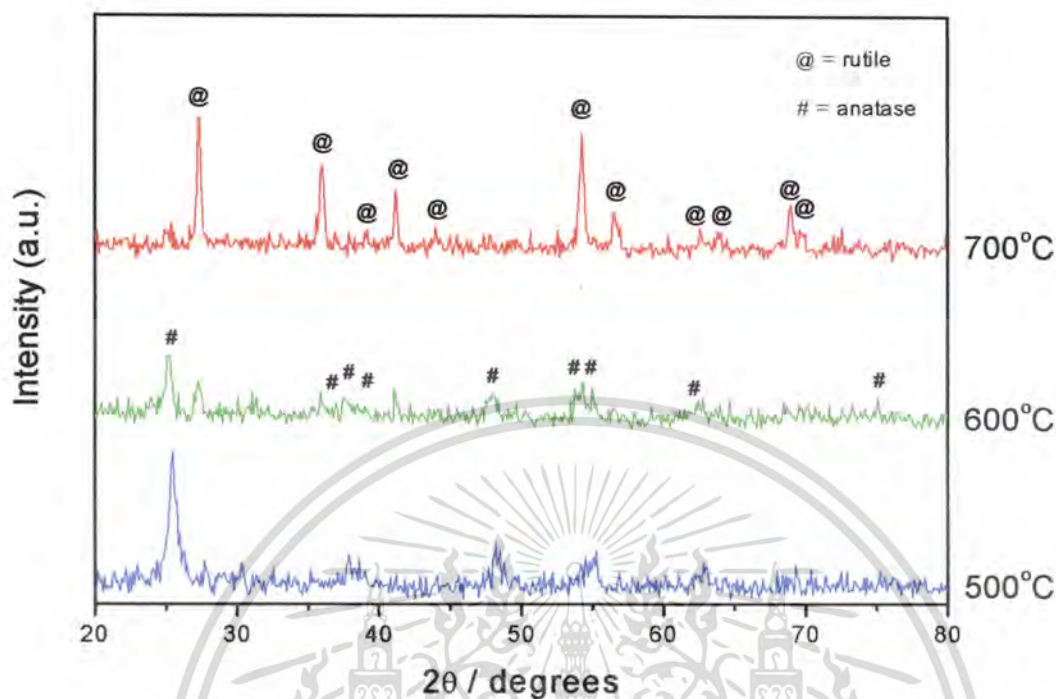


รูปที่ 4.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 70 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 300 – 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.2–4.4 เมื่อนำผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณของสารละลาย แอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เผาที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่า ที่ อุณหภูมิ 300 ถึง 400 องศาเซลเซียส ยังไม่ปรากฏความเป็นผลึกหรืออยู่ในรูปอสัณฐาน เนื่องจาก อุณหภูมิที่ใช้ยังไม่สูงพอที่จะทำให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ แต่ที่ อุณหภูมิ 400 ถึง 500 องศาเซลเซียส เริ่มเกิดการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคจากรูปแบบของ ออสัณฐาน เป็นแบบโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ปรากฏพีคหลักที่เกิดจากระนาบ(1 0 1) ที่มุมตก กระทบ 2θ เท่ากับ 25.281° ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS) หมายเลข [21-1272] แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส แต่ที่ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ปรากฏพีคที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (1 1 0) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 27.447° ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS) หมายเลข [21-1276] ซึ่งเป็นพีคของโครงสร้างผลึกรูไทล์เพิ่มขึ้น เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์ เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พีคหลัก(25.281°) ของอะนาเทสหายไป เหลือเพียงพีคที่แสดงโครงสร้างของ รูไทล์(27.447°) แสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึก รูไทล์ทั้งหมด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

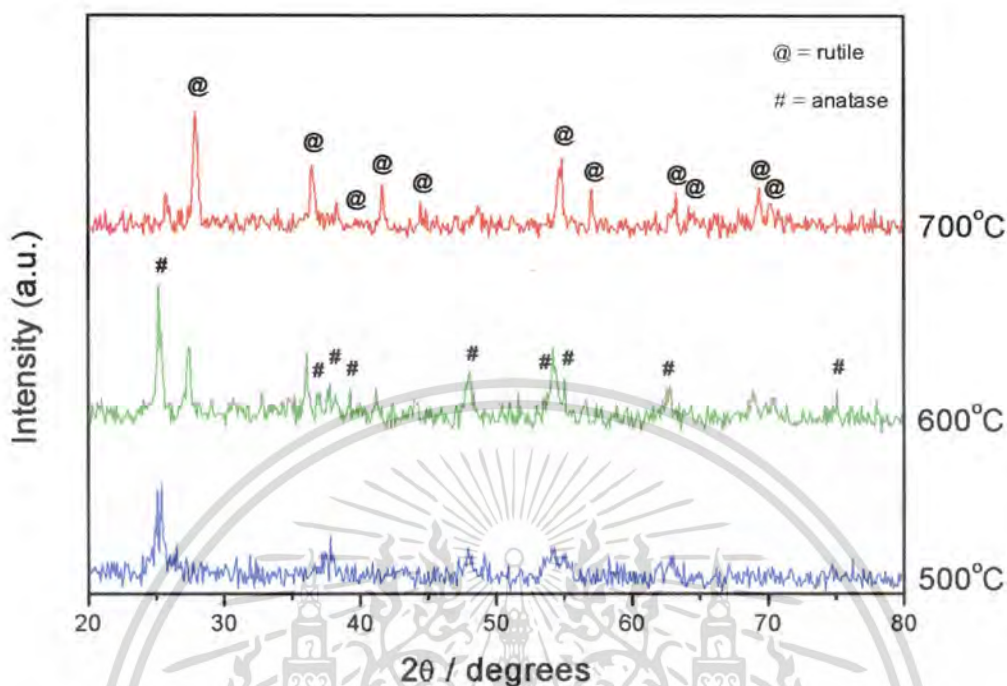


รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.5 เมื่อนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียสพบว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ปรากฏพีคหลักที่เกิดจากระนาบ (1 0 1) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 25.281 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS)หมายเลข [21-1272] แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส และที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะเริ่มเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ โดยปรากฏพีคที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (1 1 0) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 27.447 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน (JCPDS) หมายเลข [21-1276] ซึ่งเป็นพีคของโครงสร้างผลึกรูไทล์เพิ่มขึ้นมา โดยจะเกิดพีคของรูไทล์ขึ้นส่วนพีคของอะนาเทสจะลดลง และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พีคหลัก (25.281) ของอะนาเทสหายไป เหลือเพียงพีคที่ตำแหน่งของรูไทล์ (27.447) แสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึกรูไทล์ทั้งหมด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิใช่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

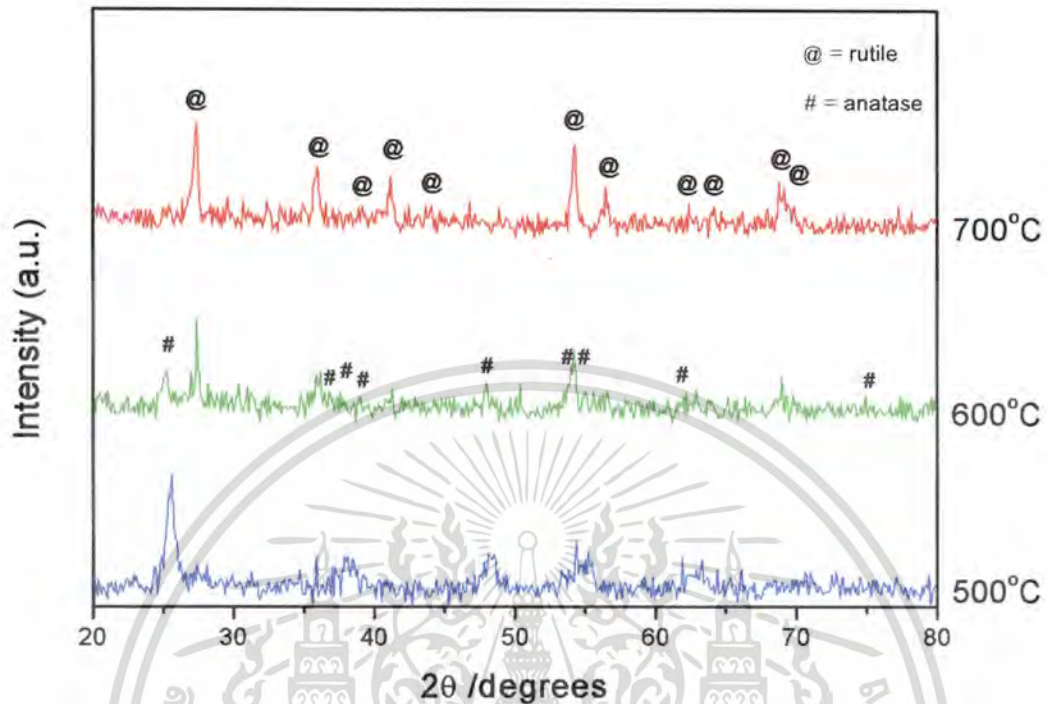


รูปที่ 4.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.6 เมื่อนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียสพบว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดเฉพาะโครงสร้างผลึกอะนาเทสโดยปรากฏพีคหลักที่เกิดจากระนาบ (1 0 1) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 25.281 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน (JCPDS) หมายเลข [21-1272] แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างผลึกของทั้งอะนาเทสและรูไทล์ปนกันอยู่ โดยปรากฏพีคที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (1 1 0) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 27.447 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน (JCPDS) หมายเลข [21-1276] ซึ่งเป็นพีคของโครงสร้างผลึกรูไทล์เพิ่มขึ้น และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ยังคงปรากฏพีคหลักของอะนาเทส (25.281) แต่พีคที่ตำแหน่งของรูไทล์ (27.447)

จะเกิดขึ้นอย่างเด่นชัดมากกว่า แสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไปเป็นรูปผลึกรูไทล์เกือบทั้งหมด
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ที่ 80 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.7 เมื่อนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียสพบว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดเฉพาะโครงสร้างผลึกอะนาเทสโดยปรากฏพีคหลักที่เกิดจากระนาบ (1 0 1) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 25.281 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS) หมายเลข [21-1272] แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างผลึกของทั้งอะนาเทสและรูไทล์ปนกันอยู่ โดยปรากฏพีคที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (1 1 0) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 27.447 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS) หมายเลข [21-1276] ซึ่งเป็นพีคของโครงสร้างผลึกรูไทล์เพิ่มขึ้นมา โดยมีโครงสร้างผลึกรูไทล์เด่นชัดกว่าโครงสร้างผลึกอะนาเทส และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะมีเพียงโครงสร้างผลึกรูไทล์

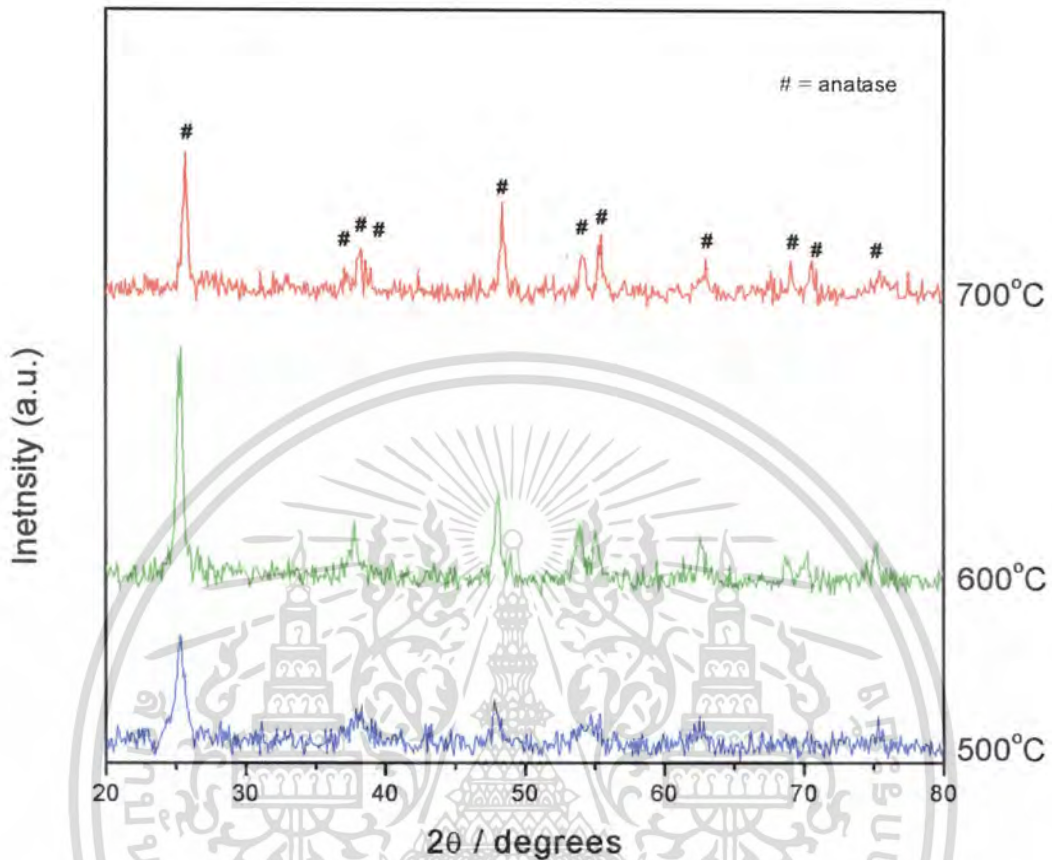
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เท่านั้น โดยพีคหลัก (25.281) ของอะนาเทสหายไป เหลือเพียงพีคที่ตำแหน่งของรูโทล์(27.447) แสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึกรูโทล์ทั้งหมด

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์โดยทำการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสจะสรุปได้ว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิด เฉพาะโครงสร้างผลึกอะนาเทส ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างผลึกของทั้ง อะนาเทสและรูโทล์ปนกันอยู่ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป และปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป จะ พบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึกรูโทล์ทั้งหมด แต่ที่ ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป จะพบว่าการเปลี่ยนแปลง โครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึกรูโทล์เกือบทั้งหมด

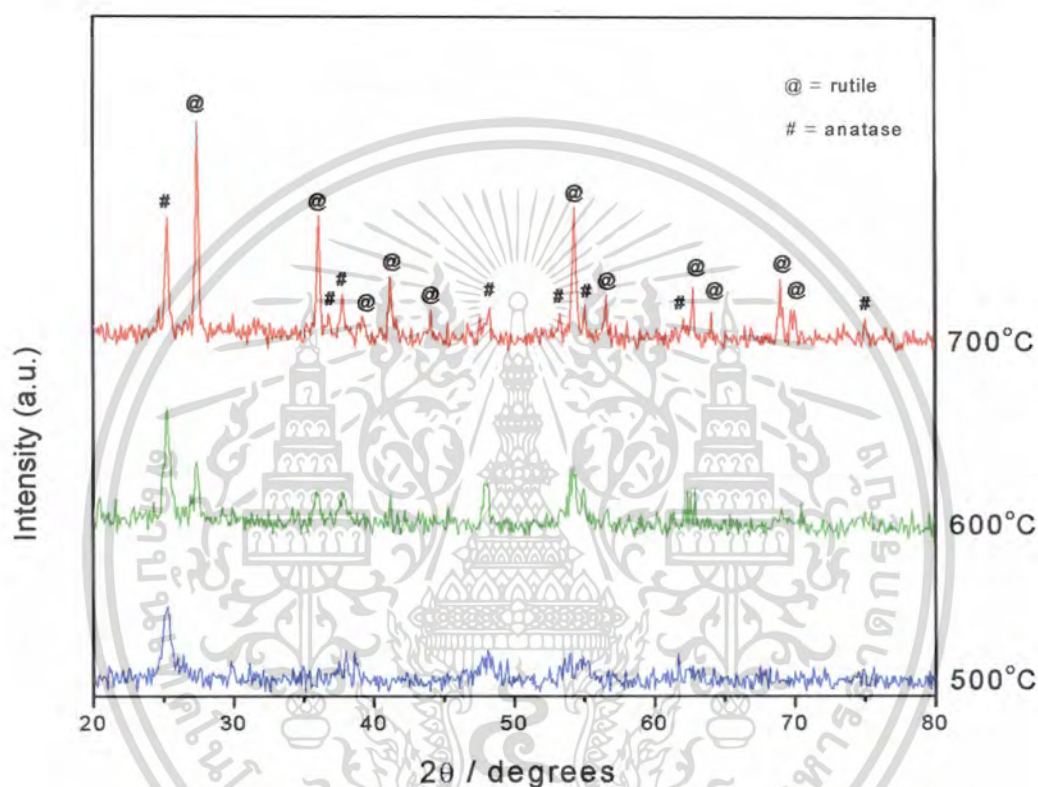


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



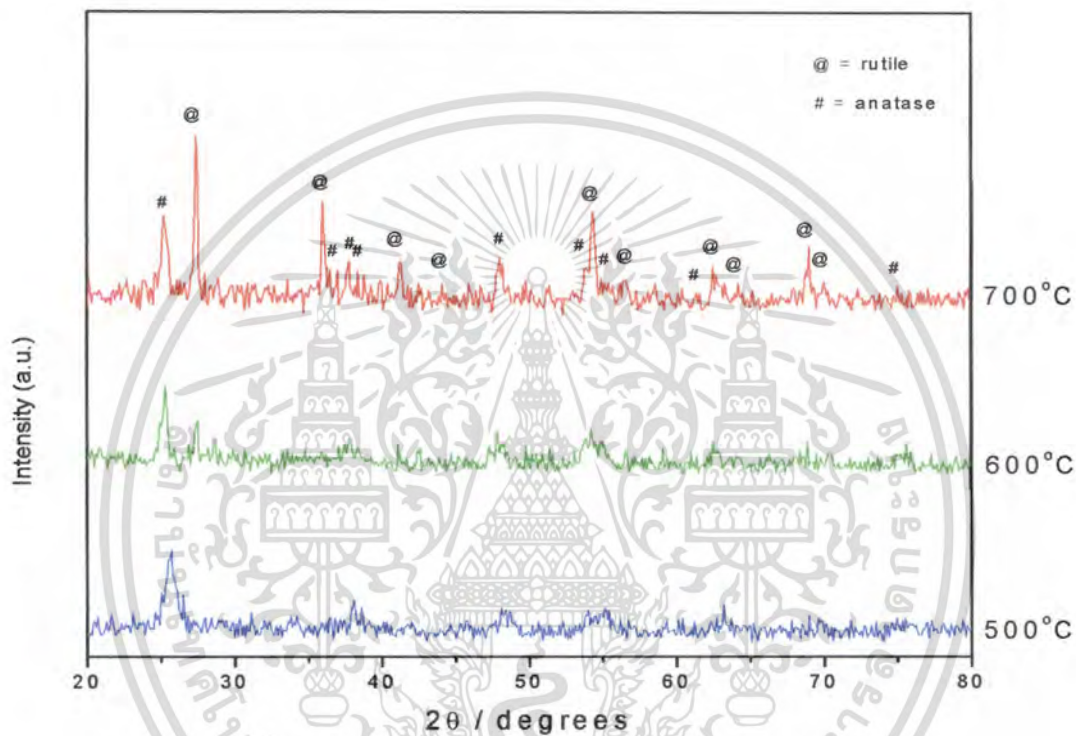
รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.8 เมื่อนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ปริมาณแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียสพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดเฉพาะโครงสร้างผลึกอะนาเทสโดยปรากฏพีคหลักที่เกิดจากระนาบ (1 0 1) ที่มุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 25.281 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน (JCPDS) หมายเลข [21-1272] แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส



รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



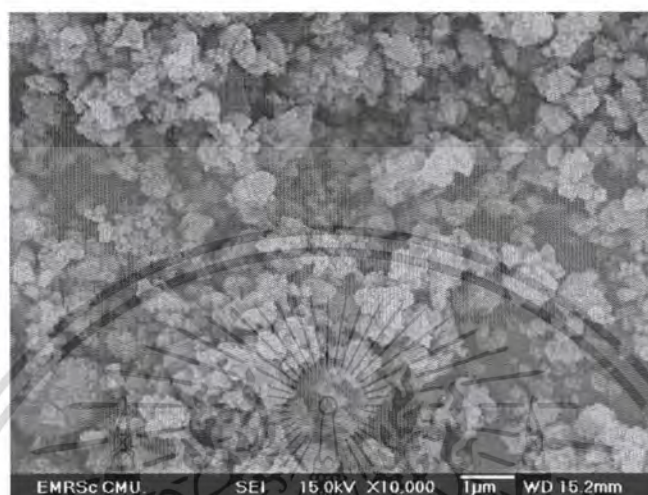
รูปที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์สังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไปและเผาที่อุณหภูมิ 500 – 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.9-4.10 เมื่อนำผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ ได้โดยใช้ปริมาณ แอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียสพบว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดเฉพาะ โครงสร้างผลึกอะนาเทสโดยปรากฏพีคหลักที่เกิดจากระนาบ (1 0 1) ที่มีมุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 25.281 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS) หมายเลข [21-1272] แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างผลึกของทั้งอะนาเทสและรูไทล์ปนกันอยู่ โดยปรากฏพีคที่เกิดจากการเลี้ยวเบนของระนาบ (1 1 0) ที่มีมุมตกกระทบ 2θ เท่ากับ 27.447 ซึ่งจะสอดคล้องกับตำแหน่งในรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน(JCPDS) หมายเลข [21-1276] ซึ่งเป็นพีคของโครงสร้างผลึกรูไทล์เพิ่มขึ้นมา โดยมีโครงสร้างผลึกอะนาเทสเด่นชัดกว่าโครงสร้างผลึกรูไทล์ และรูปแบบการเลี้ยวเบนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ยังปรากฏพีคหลัก (25.281) ของอะนาเทสเหลืออยู่บ้าง แต่พีคที่ตำแหน่งของรูไทล์(27.447) จะเกิดขึ้นอย่างเด่นชัดมากกว่า แสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึกรูไทล์เกือบทั้งหมด

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์โดยทำการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสจะสรุปได้ว่า สภาวะที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ คือปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป เนื่องมาจากเกิดเฉพาะ โครงสร้างผลึกอะนาเทสเท่านั้น

4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



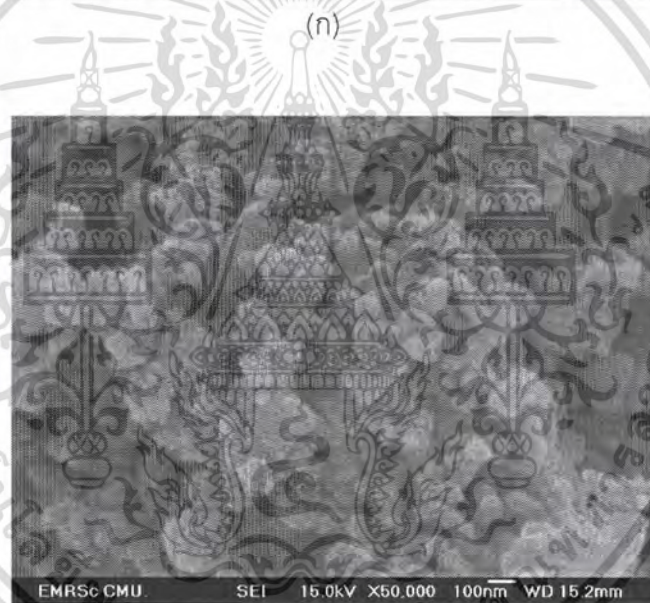
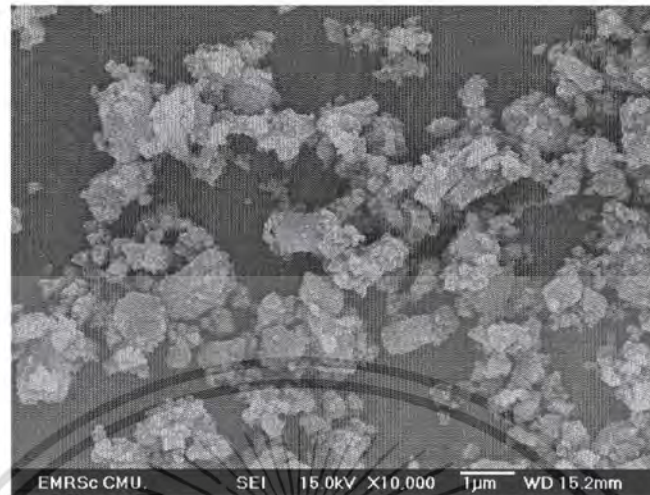
(ก)



(ข)

รูปที่ 4.11 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ก)กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข)กำลังขยาย 50,000 เท่า

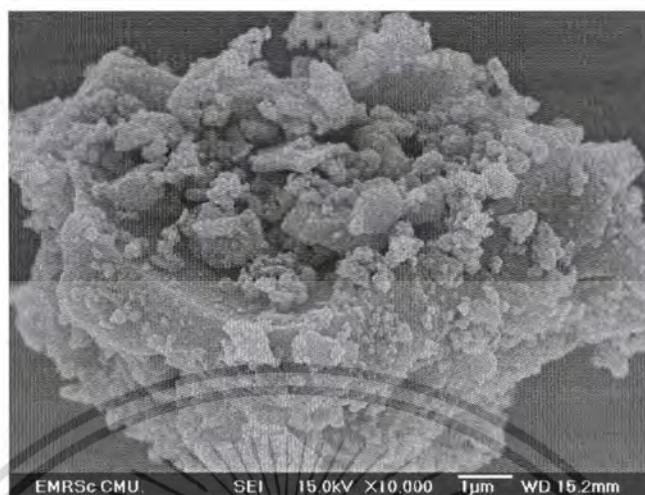
จากรูปที่ 4.11(ก) พบว่าอนุภาคขนาดเล็กของผงไทเทเนียมจะมีรูปร่างและขนาดไม่สม่ำเสมอ และมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนที่มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.9 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นดังรูปที่ 4.11(ข) จะเห็นอนุภาคของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 48 นาโนเมตร เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า

จากรูปที่ 4.12(ก) พบว่าอนุภาคขนาดเล็กของไทเทเนียมมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนที่มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 1.07 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นดังรูปที่ 4.12(ข) จะเห็นอนุภาคของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 61 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก)

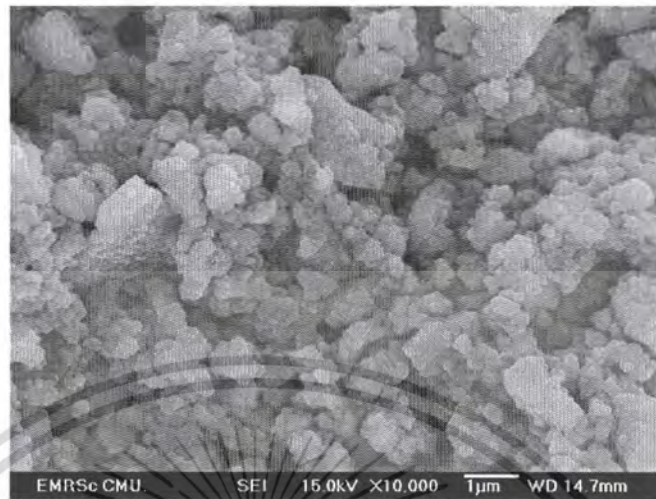


(ข)

รูปที่ 4.13 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า

จากรูปที่ 4.13(ก) พบว่าอนุภาคไทเทเนียมรวมกันเป็นกลุ่มก้อนมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.81 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นดังรูปที่ 4.13(ข) จะเห็นอนุภาคของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 44 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก)

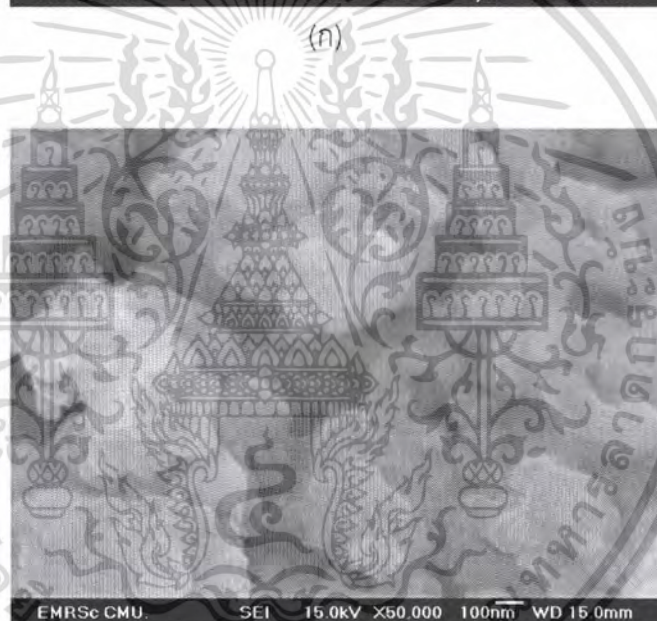
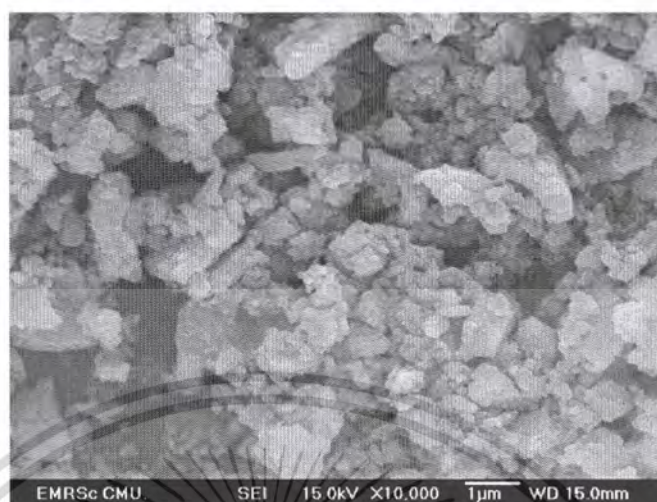


(ข)

รูปที่ 4.14 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (ก)กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า

จากรูปที่ 4.14(ก) พบว่าอนุภาคไทเทเนียมรวมกันเป็นกลุ่มก้อนมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.83 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นดังรูปที่ 4.14(ข) จะเห็นอนุภาคของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.12 ไมโครเมตร

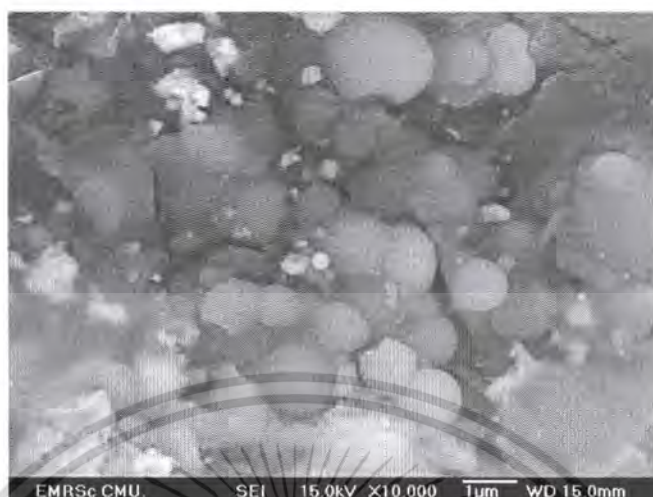
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิตั้งที่ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส (ก) กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 50,000 เท่า

จากรูปที่ 4.15(ก) พบว่าอนุภาคไทเทเนียมรวมกันเป็นกลุ่มก้อนมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.61 ไมโครเมตร และเมื่อเพิ่มกำลังขยายมากขึ้นดังรูปที่ 4.15(ข) จะเห็นอนุภาคของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์มีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 94 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.16 ภาพ SEM ของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณของสารละลายแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส กำลังขยาย 10,000 เท่า

จากรูปที่ 4.16 พบว่าอนุภาคไทเทเนียมรวมกันเป็นกลุ่มก้อนมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 0.9 ไมโครเมตร จากภาพถ่ายที่ได้จากเทคนิค SEM จะเห็นว่าพบวัฏภาคของสารที่ไม่ทราบประเภท (unknown sample) จึงควรมีการทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX เพิ่มเติมว่าอนุภาคที่ปรากฏขึ้นมาคืออะไร และจากภาพถ่ายจะพบว่าอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เกาะกันเป็นกลุ่มก้อน และเมื่อขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลงก็จะมีเกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนมากยิ่งขึ้น ทำให้เมื่อนำไปทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM จะมองขนาดของอนุภาคไทเทเนียมได้ยาก ดังนั้นควรมีการเติมสารช่วยการกระจายตัวลงไปก่อนที่จะนำไปถ่ายภาพ ซึ่งจะช่วยให้ทำการวิเคราะห์ได้ง่ายขึ้น

ในการเผาผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อให้กลายเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์มีแนวโน้มที่จะมีขนาดใหญ่ขึ้น และในการเผาเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสไปเป็นโครงสร้างผลึกรูไทล์จะต้องใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูงขึ้น เมื่อรูปผลึกอะนาเทสมีเสถียรภาพมากขึ้น

จากผลการทดลองที่ได้ทั้งหมดในข้างต้น จะสามารถอธิบายความสัมพันธ์ระหว่างผลของอุณหภูมิการเตรียมปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่ใช้และอุณหภูมิการเผาที่มีต่อรูปผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ดังนี้คือ

1. เมื่อนำผงไทเทเนียมไฮดรอกไซด์ไปเผาเพื่อให้กลายเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ ในช่วงที่เผาที่อุณหภูมิต่ำ (300 ถึง 400 องศาเซลเซียส) ไทเทเนียมไฮดรอกไซด์จะยังอยู่ในรูปอสัณฐาน แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นไทเทเนียมไฮดรอกไซด์จะกลายเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์และที่มีการจัดเรียงตัวอยู่ในรูปโครงสร้างผลึกอะนาเทส (400 ถึง 500 องศาเซลเซียส) และเมื่อเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นไปอีกจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกไปเป็นรูปผลึกรูไทล์ (500 ถึง 600 องศาเซลเซียส) ที่เป็นเช่นนี้อธิบายได้จากโครงสร้างผลึกพื้นฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีสามรูปแบบคือแบบอะนาเทส บรูคไคท์ และรูไทล์ ซึ่งจะมีค่าความหนาแน่นโดยทางทฤษฎีเป็น 3.89 g/cm^3 , 4.12 g/cm^3 และ 4.25 g/cm^3 [25-27] ตามลำดับ นั้นแสดงว่าที่อุณหภูมิต่ำ พบรูปผลึกแบบอะนาเทสซึ่งมีความเป็นระเบียบน้อยที่สุดก่อน และเริ่มพบรูปผลึกแบบบรูคไคท์เมื่อผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิสูงขึ้น และเปลี่ยนเป็นรูไทล์ที่มีรูปผลึกสมบูรณ์กว่าในที่สุด แต่ในธรรมชาติแล้วมักไม่ค่อยพบ บรูคไคท์เนื่องจากว่า เป็นโครงสร้างแบบอโพรอมบิคที่มีความเสถียรต่ำ จึงมีแนวโน้มที่จะเกิดการบิดตัวของโครงสร้างเกิดเป็นเทอร์โกนอล(อะนาเทส, รูไทล์) การเปลี่ยนแปลงจากบรูคไคท์เป็นรูไทล์จะเกิดได้ง่ายกว่า เนื่องจากมีความใกล้เคียงกันของโครงสร้างมากกว่าและความหนาแน่นไม่ต่างกันน้อยกว่าเมื่อเทียบกับโครงสร้างแบบอะนาเทส

2. ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้อุณหภูมิที่ 70 80 และ 90 องศาเซลเซียสพบว่าต้องใช้อุณหภูมิสูงขึ้นในการเผาเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนรูปผลึกจากอะนาเทสไปเป็นรูไทล์ แสดงว่าโครงสร้างผลึกอะนาเทสจะมีความเสถียรมากขึ้น ซึ่งเห็นได้จากการเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกจากอะนาเทสไปเป็นโครงสร้างผลึกรูไทล์จะเกิดได้ยากขึ้น เนื่องจากผลของขนาดวิกฤตที่ได้จากการเตรียมเพราะจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าอะนาเทสจะยิ่งเสถียรมากถ้าขนาดอนุภาคเล็ก ซึ่งสอดคล้องกับผลของขนาดที่ได้จากภาพ SEM และการคำนวณจาก XRD ว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจะทำให้อนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กลง [25-27]

3. ผลของปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่มากเกินไปที่ใช้สังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ชี้ให้เห็นว่า เมื่อใช้ปริมาณของแอมโมเนียในการสังเคราะห์มากขึ้นขนาดของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากเมื่อปริมาณแอมโมเนียมากขึ้นจะทำให้ความเข้มข้นของ

ไฮดรอกไซด์ไอออนเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราการแพร่ผ่านของไฮดรอกไซด์ที่ผ่านเยื่อเลือกผ่านสูงขึ้น อนุภาคของไทเทเนียมไฮดรอกไซด์จึงตกตะกอนเร็วขึ้นและมีขนาดใหญ่ขึ้น แต่ในทางกลับกันเมื่อเมื่อปริมาณของแอมโมเนียน้อยลงขนาดของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีขนาดเล็ก ซึ่งจะมีผลทำให้อนุภาคมีการเกาะกันเป็นกลุ่มอนุภาคที่หนาแน่นมากขึ้น และทำให้การเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากรูปผลึกอะนาเทสไปเป็นรูปผลึกรูไทล์เกิดได้ยากขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1. ภาพที่ได้จากรูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ จะพบว่าอุณหภูมิในการเผาที่สูงขึ้นจะเกิดการเปลี่ยนวิภาคจากออสติฐานเป็นโครงสร้างผลึกอะนาเทส และจากโครงสร้างผลึกอะนาเทสเป็นโครงสร้างผลึกกรูไทล์
2. โครงสร้างผลึกอะนาเทสจะมีความเสถียรมากที่สุด เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ 90 องศาเซลเซียส และใช้ปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่มากเกินพอ 10 เปอร์เซ็นต์
3. ปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่มากขึ้นมีผลทำให้ขนาดอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดใหญ่ขึ้น
4. ผงละเอียดที่มีรูปผลึกแบบอะนาเทสที่ได้จากการสังเคราะห์มีแนวโน้มของขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการไทเทรตหาปริมาณของสารละลายแอมโมเนียที่ใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ควรมีการบันทึกค่าพีเอชตลอดเวลาโดยใช้เครื่องพีเอชมิเตอร์แล้วนำสร้างกราฟเพื่อหาจุดยุติที่แน่นอน
2. ในขณะที่ทำการตกตะกอนควรใช้เครื่องมือที่ควบคุมอุณหภูมิในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ให้คงที่ตลอดเวลา
3. การเตรียมสารละลายไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ควรเตรียมอย่างรวดเร็ว เนื่องจากไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันง่ายมาก
4. ควรมีการเปรียบเทียบอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาที่ละเอียดขึ้น โดยทำการวิเคราะห์การเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกทุกๆสิบองศาเซลเซียส
5. ควรศึกษาถึงการเกิดและการเปลี่ยนแปลงของไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปผลึกอะนาเทสที่ละเอียดขึ้น โดยทำการศึกษาที่ช่วงอุณหภูมิการเผา 400 – 700 องศาเซลเซียส อย่างละเอียด
6. ควรมีการศึกษาการเกิดโครงสร้างผลึกกรูไทล์เพิ่มเติม ด้วยการนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ไปเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกอย่างสมบูรณ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7. สำหรับการศึกษเกี่ยวกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปผลึกรูโพลี ควรศึกษาที่ช่วงอุณหภูมิในการเผาที่สูงกว่า 700 องศาเซลเซียส ขึ้นไป เพื่อพิจารณาว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นโครงสร้างผลึกรูโพลีจะมีการเปลี่ยนแปลงอย่างไรบ้าง
8. ควรมีการศึกษาผลของความเข้มข้นของแอมโมเนียที่ต่ำลง เพื่อสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดของอนุภาคเล็กลง และมีการกระจายของขนาดอนุภาคน้อยลง
9. ควรมีการศึกษาถึงช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มากกว่า 90 องศาเซลเซียสว่าโครงสร้างผลึกอะนาเทสจะมีความเสถียรมากขึ้นอีกหรือไม่
10. ก่อนที่จะนำไปทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ควรมีการใส่สารช่วยกระจายตัว เพื่อให้เห็นขนาดอนุภาคที่ชัดเจนขึ้น
11. ควรมีการขยายขนาดการทดลอง เพื่อศึกษาว่าในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีนี้ในปริมาณมากจะได้ผลการทดลองที่สอดคล้องกันหรือไม่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] นัดดา เวชชากุล. 2544. การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบบนแก้วลอย. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [2] Petri Ahonen. Aerosol production and crystallization of titanium dioxide from metal alkoxide droplets. Technical Research Center Of finland Espoo 2001
- [3] The TiO_2 group is composed of rutile, anatase, and brookite. [online]. Available ; <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html>, 14/06/48
- [4] สุพล อนันตตาม. 2543. กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกชั้นสูง. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- [5] Sol-Gel Technology. [Online] Available: <http://www.chemat.com/html/solgel.html> 2005, 14/06/48
- [6] Kololuoma, Terho. 2003. Preparation of Multifunctional Coating Materials And Their Applications. Technical Research Centre of Finland. : VTT Publications
- [7] Chen, Y.F. Coprecipitation Synthesis of A Superconductor Via Multi-precipitants. Journal of The Chinese Chemical Society, 47(2000) : 307-314.
- [8] สามารถ คงทวีเลิศ และคณะ. 2545. การประดิษฐ์และสมบัติของแบเรียมดีตาเนตเซรามิกส์ซึ่งได้จากการเตรียมจากผงแบเรียมดีตาเนตที่ผลิตโดยเทคนิคเคมี. คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- [9] Wilhelm Conrad Rontgen. Introduction to Powder X-Ray Diffraction (XRD), HistoryBasic Principles. Folie. 2001 Bruker AXS All Rights Reserved
- [10] mos.org sln SEM. Scanning electron microscope (SEM). [online]. Available: <http://www.mos.org/sln/SEM/index.html>, 27/06/48
- [11] mos.org sln SEM. Scanning electron microscope (SEM). [online]. Available: <http://www.semitech.ee.ttu.edu/html/facility.html>, 27/06/48
- [12] ดร. นราธิป วิทยากร. เอกสารประกอบการเรียนปฏิบัติการณ์การเคมี การหาขนาดเกรนด้วยวิธี Mean Lineal Intercept Method. คณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] Laura E. Depero, Paolo Bonzi, Mirella Musci and Cristina Casale. August 1994. **Microstructural Study of Vanadium-Titanium Oxide Powders Obtained by Laser-Induced Synthesis.** *Journal of Solid State Chemistry*, Volume 111, Issue 2
- [14] K.M.S. Khalil and M.I. Zaki. May 1998. **Titania powder synthesis by hydrolysis of titanium isopropoxide.** *Metal Powder Report*, Volume 53, Issue 5, Page 36
- [15] Miray Bekbolet and Claudia V. March 1996. **Inactivation of Escherichia coli by photocatalytic oxidation.** *Chemosphere*, volume 45, Issue 5, Pages 959-965
- [16] S. Chappel and A. Zaban. **Nanoporous SnO₂ electrodes for dye-sensitized solar cells: improved cell performance by the synthesis of 18 nm SnO₂ colloids.** *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 71, Issue 2, Pages 141-152
- [17] Yang, S. et al. **Preparation of Rutile Titania Nanocrystals By Liquid Method At Room Temperature.** *Materials Chemistry And Physics*, 77(2002) : 501-506
- [18] Sarah S. Watson, Donia Beydoun, Jason A. Scott and Rose Amal. September 2003. **The effect of preparation on the photoactivity of crystalline titanium dioxide particles.** *Chemical Engineering Journal*, Volume 95, Issues 1-3, Pages 214-220
- [19] Kwang-wook Kim, Eil-Hee Lee, Young-Jun Kim, Mi-Hye and Dong-Woo Shin. November 2003. **A study on characteristics of an electrolytic-photocatalytic reactor using an anode coated with TiO₂.** *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, Volume 161, Issue 1, Pages 11-20
- [20] S. Eiden-Assmann, J. Widoniak, and G. Markt. **Synthesis and Characterization of Porous and Nonporous Monodisperse Colloidal TiO₂ Particles.** Fachbereich Physik, 78457 Konstanz, Germany
- [21] Violet Samuel, Renu Pasricha and V.Ravi. 2005. **Synthesis of nanocrystalline rutile.** *Ceramics International*, Volume 31, Issue 4, pages 555-557
- [22] Yu.V. Kolen'ko, A.A. Burukhin, B.r. Churagulov and N.N. Oleinikov . **Phase Composition of Nanocrystalline Titania Synthesized under Hydrothermal Conditions from different Titanyl Compounds.** *Inorg. Mater.*40 (2004) 822
- [23] Jianguo Yu, Minghua Zhou, Bei Cheng, Huogen Yu, Xiujian Zhao, **Journal of Molecular Catalysis** 227 (2004) 75-80,

[online]. Available: <http://www.sciencedirect.com>, 14/07/48

- [24] D. Huang, G.S. Luo , Y.J. Wang. Using phosphoric acid as a catalyst to control the structures of mesoporous titanium dioxide materials. *Microporous and Mesoporous Materials* 84 (2005) 27–33.
- [25] Y. Hu, H.-L. Tsai, C.-L. Huang. Phase transformation of precipitated TiO_2 nanoparticle. *Materials Science and Engineering A344* (2003) 209-214
- [26] Saila Karvinen, Pipsa Hirva, Tapani A. Pakkanen. Ab initio quantum chemical studies of cluster models for doped anatase and rutile TiO_2 . *Journal of molecular Structure (Theochem)* 626 (2003) 271-277
- [27] Hsing-I Hsiang, Shih-Chung Lin. Effects of aging on the phase transformation and sintering properties of TiO_2 gels. *Materials Science and Engineering A380* (2004) 67-72



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[21-1272] PDF-2 Sets 1-86 Quality: * Wavelength: 1.540598

Titanium Oxide Anatase, syn Ti O₂

Rad.: Filter: d-sp:
 l/lcor.:3.3 Cutoff: Int.:
 Ref.: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 7, (1969), 82
 Sys.: Tetragonal S.G.: I41/amd (141) V(redu): 68.1
 a: 3.7852 b: c: 9.5139 C: 2.5134
 A: B: C: Z: 4 mp:
 Dx: 3.893 Dm: SS/FOM: F30= 74.2 (.0116, 35)
 ea: nWB: ey: Sign: 2V:
 Color: Colorless

Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, New Jersey, // USA. Anatase and another polymorph, brookite (orthorhombic), are // converted to rutile (tetragonal) by heating above 700 C. Pattern reviewed by Holzer, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). // Agrees well with experimental and calculated patterns. // Validated by calculated pattern. // Pattern taken at 25 C. // See ICSD 9852 (PDF 71-1166).

Hanawalt: 3.52/X 1.89/4 2.38/2 1.70/2 1.67/2 1.48/1 2.43/1 2.33/1 1.26/1 1.36/1

Max-d: 3.52/X 2.43/1 2.38/2 2.33/1 1.89/4 1.70/2 1.67/2 1.49/1 1.48/1 1.36/1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

d[A]	2Theta	Int.	h	k	l	d[A]	2Theta	Int.	h	k	l
3.5200	25.281	100	1	0	1	1.0436	95.143	4	3	2	1
2.4310	36.947	10	1	0	3	1.0182	98.319	2	1	0	9
2.3780	37.801	20	0	0	4	1.0070	99.804	2	2	0	8
2.3320	38.576	10	1	1	2	0.9967	101.221	2	3	2	3
1.8920	48.050	35	2	0	0	0.9555	107.448	4	3	1	6
1.6999	53.891	20	1	0	5	0.9464	108.962	4	4	0	0
1.6665	55.062	20	2	1	1	0.9246	112.840	<2	3	0	7
1.4930	62.121	4	2	1	3	0.9192	113.861	2	3	2	5
1.4808	62.690	14	2	0	4	0.9138	114.909	2	4	1	1
1.3641	68.762	6	1	1	6	0.8966	118.439	4	2	1	9
1.3378	70.311	6	2	2	0	0.8890	120.104	2	2	2	8
1.2795	74.031	<2	1	0	7	0.8819	121.725	<2	4	1	3
1.2649	75.032	10	2	1	5	0.8793	122.336	2	4	0	4
1.2509	76.020	4	3	0	1	0.8464	131.035	2	4	2	0
1.1894	80.727	<2	0	0	8	0.8308	135.998	<2	3	2	7
1.1725	82.139	2	3	0	3	0.8268	137.391	4	4	1	5
1.1664	82.662	6	2	2	4	0.8102	143.887	2	3	0	9
1.1608	83.149	4	3	1	2	0.7974	150.039	4	4	2	4
1.0600	93.220	2	2	1	7	0.7928	152.634	2	0	0	12
			1	0	5	1.0517	94.181	4	3	0	5

รูปที่ ก-1 แผนภูมิแสดงการเลี้ยวเบนมาตรฐานของโครงสร้างผลึกอะนาเทส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[21-1276] PDF-2 Sets 1-86 Quality: * Wavelength: 1.540598

Titanium Oxide Rutile, syn titania Ti O₂

Rad.: CuKα1 (1.54056) Filter: Mono. d-sp:

l/lcor.:3.40 Cutoff: Int.: Diffractometer

Ref.: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 7, (1969), 83

Sys.: Tetragonal S.G.: P42/mnm (136) V(redu): 62.4

a: 4.5933 b: c: 2.9592 C: 0.6442

A: B: C: Z: 2 mp:

Dx: 4.250 Dm: 4.230 SS/FOM: F30= 106.7 (.0088, 32)

ea: 2.9467 nwB: 2.6505 ey: Sign: + 2V:

Color: White

Ref.: Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I, 575

No impurity over 0.001%. Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, New Jersey, // USA. Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite // (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C. Optical data on specimen from Dana's System of Mineralogy, 7th // Ed., I 555. Opaque mineral optical data on specimen from Sweden: R3R%=20.3, // Disp.=Std. // VHN100=1132-1187. Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). // Agrees well with experimental and calculated patterns. // Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed. // Validated by calculated pattern. // Naturally occurring material may be reddish brown. // Pattern taken at 25 C.

Hanawalt: 3.25/X 1.69/6 2.49/5 2.19/3 1.62/2 1.36/2 1.35/1 0.82/1 2.05/1 1.48/1

Max-d: 3.25/X 2.49/5 2.30/1 2.19/3 2.05/1 1.69/6 1.62/2 1.48/1 1.45/1 1.42/1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

d[A]	2Theta Int.	h	k	l	d[A]	2Theta Int.	h	k	l		
3.2470	27.447	100	1	1	0	1.0827	90.708	4	3	3	0
2.4870	36.086	50	1	0	1	1.0425	95.275	6	4	1	1
2.2970	39.188	8	2	0	0	1.0364	96.017	6	3	1	2
2.1880	41.226	25	1	1	1	1.0271	97.176	4	4	2	0
2.0540	44.052	10	2	1	0	1.0167	98.514	<1	3	3	1
1.6874	54.323	60	2	1	1	0.9703	105.099	2	4	2	1
1.6237	56.642	20	2	2	0	0.9644	106.019	2	1	0	3
1.4797	62.742	10	0	0	2	0.9438	109.406	2	1	1	3
1.4528	64.040	10	3	1	0	0.9072	116.227	4	4	0	2
1.4243	65.480	2	2	2	1	0.9009	117.527	4	5	1	0
1.3598	69.010	20	3	0	1	0.8892	120.059	8	2	1	3
1.3465	69.790	12	1	1	2	0.8774	122.788	8	4	3	1
1.3041	72.410	2	3	1	1	0.8738	123.660	8	3	3	2
1.2739	74.411	1	3	2	0	0.8437	131.847	6	4	2	2
1.2441	76.510	4	2	0	2	0.8292	136.549	8	3	0	3
1.2006	79.822	2	2	1	2	0.8196	140.052	12	5	2	1
1.1702	82.335	6	3	2	1	0.8120	143.116	2	4	4	0
1.1483	84.260	4	4	0	0	0.7877	155.869	2	5	3	0
			1	1	4	3	87.464	2	4	1	0
			1	0	9	3	89.557	8	2	2	2

รูปที่ ก-3 แผนภูมิแสดงการเลี้ยวเบนมาตรฐานของโครงสร้างผลึกยูไรต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-4 แผนภาพแสดงการเลี้ยวเบนมาตรฐานของโครงสร้างผลึก PET

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-1 โครมาโทแกรมของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้แสดงการหาขนาดอนุภาค
โดยใช้โปรแกรม XRD Evaluation

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

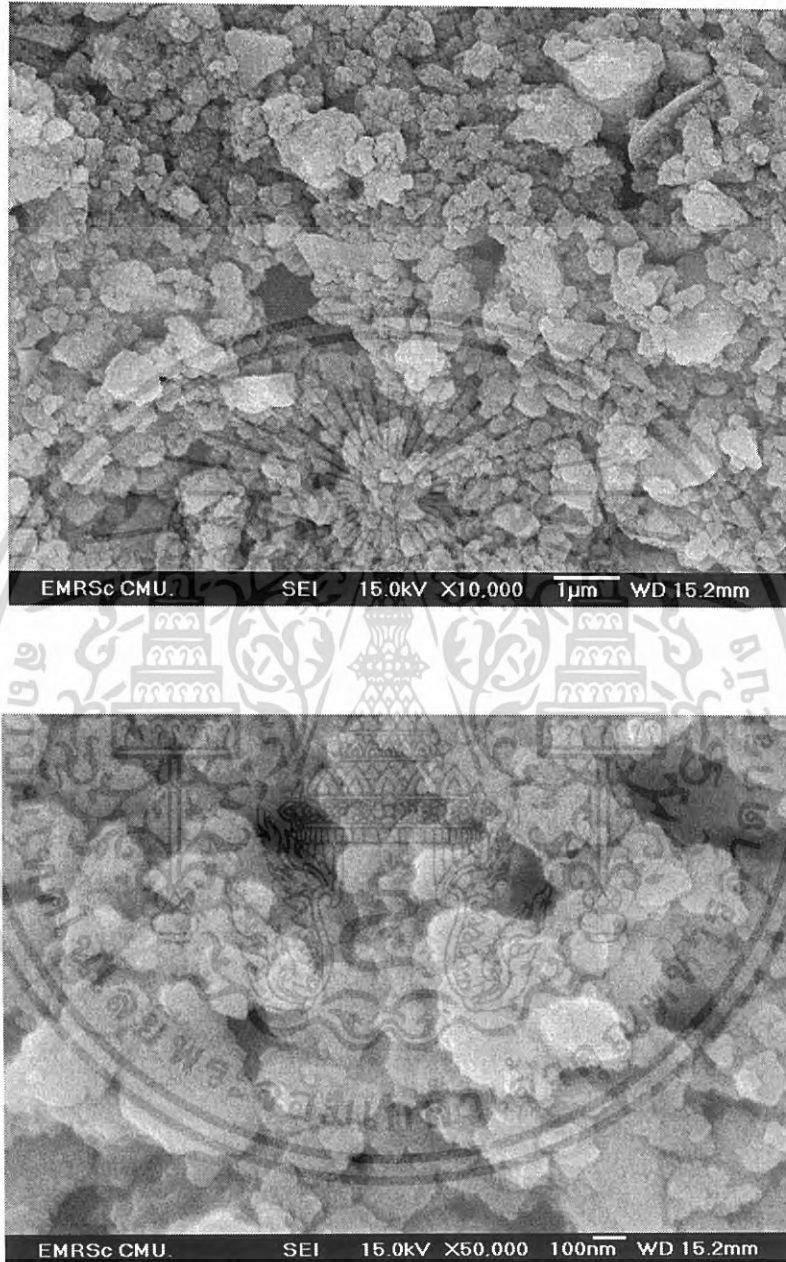


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



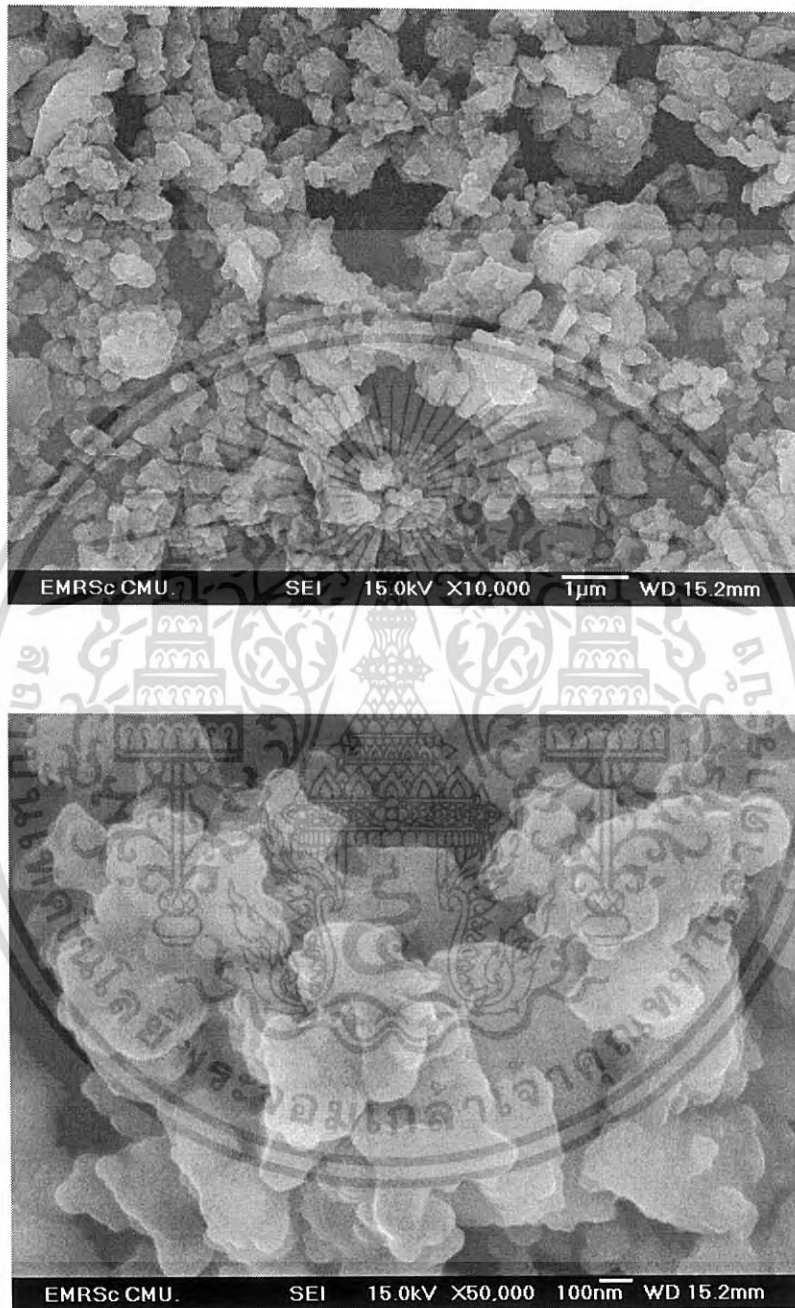
รูปที่ ค-1 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์ที่มากเกินไป และแผ่นที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10,000 และ 50,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



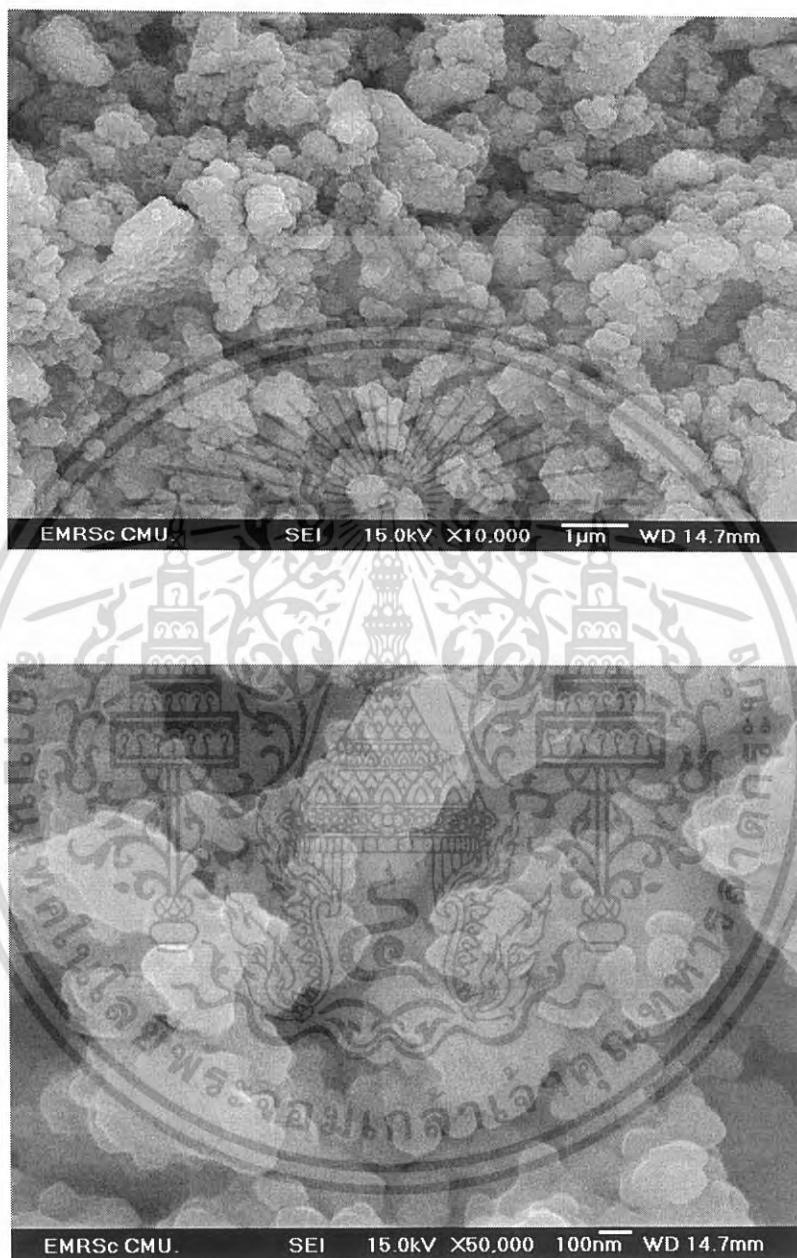
รูปที่ ค-2 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 20 เปอร์เซ็นต์มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10,000 และ 50,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



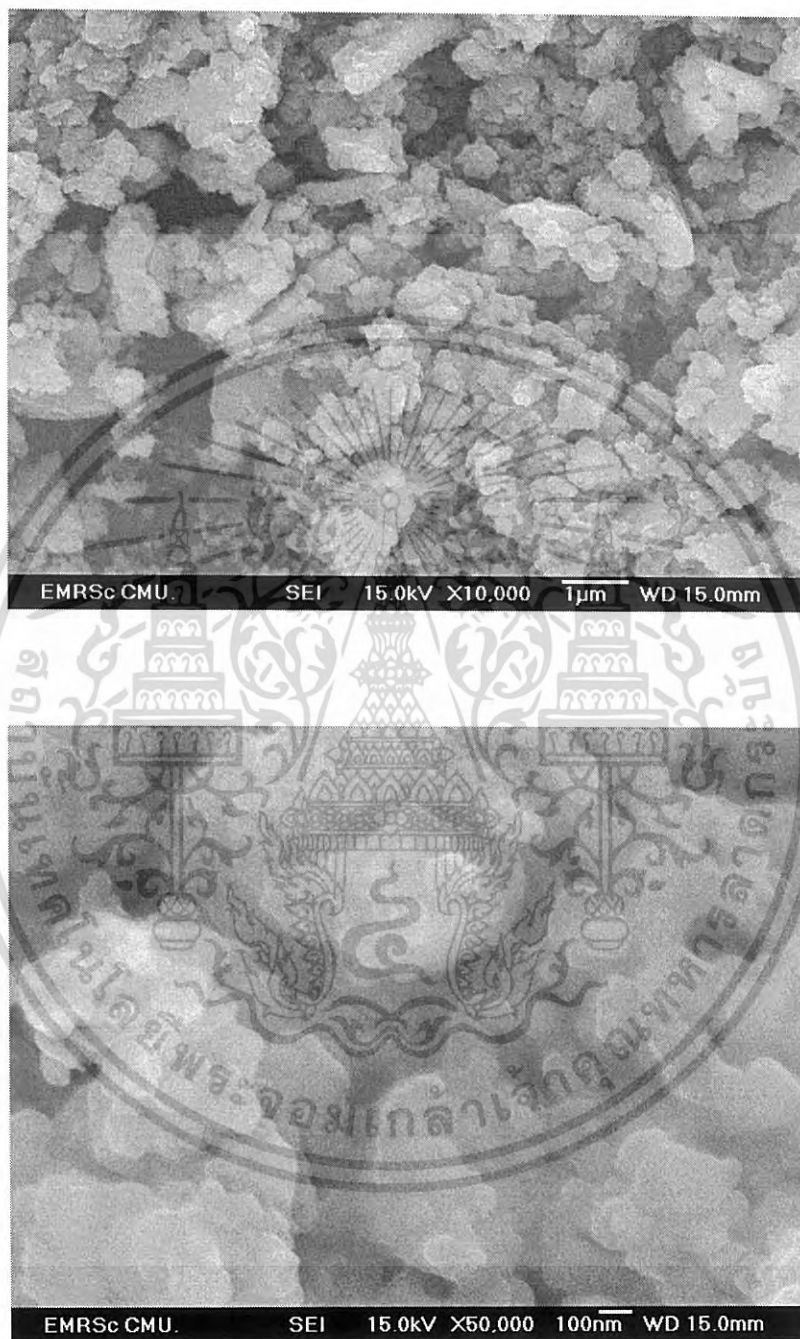
รูปที่ ค-3 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10,000 และ 50,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-4 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณ แอมโมเนีย 10 เปอร์เซ็นต์มากเกินไป และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10,000 และ 50,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-5 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณ
 แอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส
 ที่กำลังขยาย 10,000 และ 50,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-6 ภาพ SEM แสดงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาณแอมโมเนีย 30 เปอร์เซ็นต์มากเกินพอ และเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้