

การศึกษาปฏิกิริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา  
Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2560

การศึกษาปฏิกิริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา  
Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

FENTON REACTION OF 4-CHLOROPHENOL DEGRADATION USING  
Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite



A REPORT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS  
FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF CHEMICAL ENGINEERING  
FACULTY OF ENGINEERING  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2017

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2017

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การศึกษาปฏิกิริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite  
โดย นายอธิพงษ์ ไพค่านาม  
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์  
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์

ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์

ประธานกรรมการ  
(ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์)

ดร.เกรียงศักดิ์ ไกรวัฒนวงศ์

กรรมการ  
(รศ.ดร.เกรียงศักดิ์ ไกรวัฒนวงศ์)

อ.บุญชัย โชติวิริยาณิชย์

กรรมการ  
(อ.บุญชัย โชติวิริยาณิชย์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การศึกษาปฏิกิริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite
โดย	นายอธิพงษ์ ไพคำนาม
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2560
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.พงษ์เสริฐ ศรีพรหม

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้ปฏิกิริยาเฟนตัน ซึ่งมี Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diamtomite ด้วยวิธีการโซล-เจล ศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diamtomite ด้วย XRD พบว่าประกอบด้วยผลึกของควอตซ์และไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสอโนนาเทส ผลของการตรวจสอบด้วย FT-IR พบว่ามีพีกที่สัมพันธ์กับ Si-O-Si bond , Ti-O stretching vibration และ Fe-O-Ti bond stretching และวัดพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite มีพื้นที่ผิว 20.06 m<sup>2</sup>/g และขนาดรูพรุนเฉลี่ย 13.53 nm. แสดงว่ามีลักษณะของรูพรุนแบบ Mesoporous วิเคราะห์ปริมาณของ 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้เทคนิค HPLC ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH 1, 2, 3, 6 และ 9 ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 10, 20 และ 30 mg/L และความเข้มข้นเริ่มต้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10, 20 และ 30 mmol/L โดยสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล คือ pH 2 ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 10 mg/L และความเข้มข้นเริ่มต้นของ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 mmol/L ซึ่งสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ 84.46% ในเวลา 240 นาที

**Report Title** Fenton Reaction of 4-Chlorophenol Degradation Using Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

**By** Mr. Atipong Paikamnam

**Degree** Bachelor of Engineering

**Program** Chemical Engineering

**Year** 2017

**Advisor** Assist.Prof.Dr.Pornsawan Assawasaengrat  
Dr.Pongsert Sriprom

### Abstract

The degradation of 4-chlorophenol using Fenton reaction via Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite was investigated. The Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite catalysts was prepared by sol-gel method and characterized by XRD, which was indicated presence of quartz crystalline and anatase phase of TiO<sub>2</sub>, FT-IR had shown peaks that relate to Si-O-Si bond, Ti-O stretching vibration and Fe-O-Ti bond stretching and BET surface area was indicated 20.06 m<sup>2</sup>/g of Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite catalyst and 13.53 nm. of average pore size, which is in range of mesoporous. The 4-chlorophenol degradation was analyzed by HPLC. The variables were studied such as pH (1,2,3,6 and 9), initial concentration of 4-chlorophenol (10, 20 and 30 mg/L) and initial concentration of hydrogen peroxide (10, 20 and 30 mmol/L). The results shown that the optimal condition for 4-chlorophenol degradation was pH of 2, initial concentration of 4-chlorophenol 10 mg/L, initial concentration of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 mmol/L. The 4-chlorophenol degradation at optimal condition was 84.46% for 240 minutes.

## กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความกรุณาจาก รศ.ดร. พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษา และ ดร. พงษ์เสริฐ ศรีพรหม อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่กรุณาให้ความเอาใจใส่ ความช่วยเหลือ ความรู้ ข้อชี้แนะ คำปรึกษาในงานวิจัย และตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องในปริญญาานิพนธ์ ตลอดจนจัดหาเครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆ สำหรับทำงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยตระหนักถึงความตั้งใจจริงและความทุ่มเทของอาจารย์ และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร. เกรียงศักดิ์ ไกรวัฒนวงศ์ และ อ.บุญชัย โชติวิริยวาณิช กรรมการสอบหัวข้อและโครงสร้างปริญญาานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำ และข้อชี้แนะในปริญญาานิพนธ์ จนทำให้ปริญญาานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลงได้

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้ในวิชาต่างๆ สำหรับเป็นพื้นฐานความรู้ในการทำปริญญาานิพนธ์ ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำงานวิจัยให้สำเร็จลงได้

ขอขอบคุณ คุณวงศ์กร สองเมืองแก่น และคุณ ชนน ตระกูลนำเลื่อมใส ที่คอยให้คำแนะนำ คำปรึกษา ตลอดจนความช่วยเหลือในการทำงานวิจัยตลอดมา

ขอขอบพระคุณ บิดา มารดาและครอบครัวอันเป็นที่เคารพรักยิ่ง ซึ่งเป็นผู้มอบความรัก กำลังใจที่ดีและคอยสนับสนุนผู้วิจัยมาโดยตลอดจนทำให้มีวันนี้ได้ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในพระคุณอย่างสูง

อนึ่ง ผู้วิจัยหวังว่า ปริญญาานิพนธ์เล่มนี้จะมีประโยชน์อยู่ไม่น้อย จึงขอมอบส่วนดีทั้งหมดนี้ให้แก่ผู้มีพระคุณทุกท่าน สำหรับข้อบกพร่องต่างๆ ที่อาจจะเกิดขึ้นนั้น ผู้วิจัยขออ้อมรับผิดเพียงผู้เดียว และยินดีรับฟังคำแนะนำจากทุกท่านที่ได้เข้ามาศึกษา เพื่อเป็นประโยชน์ในการพัฒนางานวิจัยต่อไป

อธิพงษ์ ไพค่านาม

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ.....	I
Abstract.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญรูป.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 4-คลอโรฟินอล.....	4
2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO <sub>2</sub> ).....	5
2.3 Diatomite.....	6
2.4 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel technology).....	7
2.5 ปฏิกริยาเฟนตัน.....	9
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	10
บทที่ 3 ขั้นตอนการทดลอง.....	12
3.1 สารเคมี.....	12
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	12
3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกริยา Fe-TiO <sub>2</sub> /diatomite.....	13
3.4 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่ง ปฏิกริยาFe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite.....	13
3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน.....	13
3.4.2 ปฏิกริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟินอล โดยใช้ Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite.....	13

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.5 การตรวจสอบคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite.....	14
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	15
4.1 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	15
4.1.1 การศึกษาทางอสังฐานวิทยาด้วยเทคนิค X-ray diffractometry (XRD).....	16
4.1.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectrometry (FT-IR) .....	16
4.1.3 วิเคราะห์ลักษณะของพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิค BET (Brunauer – Emmett – Teller Method) .....	17
4.2 ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล.....	18
4.2.1 ผลของ pH ของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล.....	18
4.2.2 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล.....	19
4.2.3 ผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	21
4.3 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล.....	21
4.4 วิเคราะห์ปริมาณเหล็กในสารตัวอย่างด้วย AAS.....	22
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	24
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	24
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	24
เอกสารอ้างอิง.....	26
ภาคผนวก ก.....	31
ภาคผนวก ข.....	35

# สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของ Diatomite ในสถานที่ต่าง ๆ.....	7
ตารางที่ 4.1 BET surface area Pore volume และ Pore size.....	7
ตารางที่ ก.1 ผลของ pH ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล.....	31
ตารางที่ ก.2 ผลของความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล.....	32
ตารางที่ ก.3 ผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล.....	33



# สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ 4-คลอโรฟินอล.....	4
รูปที่ 2.2 ผงไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกแบบ (ก) อะนาเทส (ข) รูไทล์ (ค) บรูคไคท์ .....	6
รูปที่ 2.4 ดินเบา หรือ Diatomite.....	6
รูปที่ 2.5 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล.....	8
รูปที่ 2.6 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆ จากกระบวนการโซล-เจล.....	9
รูปที่ 4.1 XRD Pattern ของ 5wt.% Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite.....	16
รูปที่ 4.2 XRD Patterns ของ TiO <sub>2</sub> Diatomite และ 5wt.% Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite.....	16
รูปที่ 4.3 FT-IR pattern ของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite.....	17
รูปที่ 4.4 ผลของ pH ต่อการสลายของ 4-คลอโรฟินอล.....	18
รูปที่ 4.5 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโรฟินอลต่อการสลายของ 4-คลอโรฟินอล ณ สภาวะความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ ออกไซด์ 20 mmol/L และ pH 2.....	20
รูปที่ 4.6 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโรฟินอลต่อการสลายของ 4-คลอโรฟินอล โดยพล็อต ระหว่าง $-\ln(C/C_0)$ กับ เวลา (นาทิจ).....	20
รูปที่ 4.7 ผลของความเข้มข้นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลายของ 4-คลอโรฟินอล ณ สภาวะ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L pH 2 และความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโร ฟินอล 10 mg/L.....	21
รูปที่ 4.8 การสลายของ 4-คลอโรฟินอล ณ สภาวะ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟินอลเริ่มต้น 10 mg/L ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ ออกไซด์ 30 mmol/L และ pH 2 ที่เวลาต่างๆ.....	22
รูปที่ 4.9 ผลของ pH ต่อปริมาณเหล็กในสารละลาย.....	22
รูปที่ ข.1 กราฟมาตรฐานเปรียบเทียบค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมกับความเข้มข้นของสารละลาย 4-คลอโรฟินอล.....	35

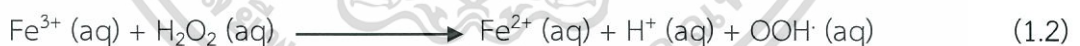
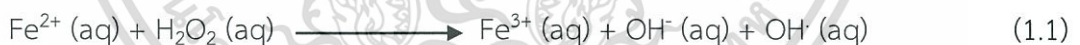
# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ที่มาและความสำคัญ

น้ำเสียจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ส่วนใหญ่มีสารกลุ่มคลอโรฟีนอล (Chlorophenol derivative) เป็นองค์ประกอบ ซึ่งคลอโรฟีนอลเป็นอนุพันธ์ของฟีนอลที่มีอะตอมของคลอรีนมาเกาะมากกว่า 1 ตัว มีลักษณะเป็นสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นอันตราย มีความเป็นกรดต่ำ และไม่มีสี โดยคลอโรฟีนอลมีความสามารถในการสลายตัวทางชีวภาพต่ำ และมีครึ่งชีวิตยาวนาน

การสลายคลอโรฟีนอลมีอยู่หลายวิธี เช่น การย่อยสลายทางชีวภาพ [1] การดูดซับ [2] การตกตะกอนด้วยไฟฟ้า [3] กระบวนการสร้างและรวมตะกอน [4] ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี และ ปฏิกิริยาออกซิเดชัน [5] โดยการสลายคลอโรฟีนอลด้วยกระบวนการทางชีวภาพมีการใช้เวลานาน ดังนั้น กระบวนการออกซิเดชันขั้นสูง (Advanced oxidation processes (AOPs)) จึงเหมาะสมที่จะสลายคลอโรฟีนอล โดย AOPs จะอาศัยอนุมูลไฮดรอกซิล (Hydroxyl radicals (OH<sup>•</sup>)) ในการออกซิเดชันสารประกอบอินทรีย์ให้เป็น คาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยปฏิกิริยาเฟนตัน (Fenton reaction) เป็นหนึ่งในกระบวนการออกซิเดชันขั้นสูงที่ได้รับความสนใจอย่างมากในการสลายคลอโรฟีนอล ซึ่งมีปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วของสารประกอบอินทรีย์ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) กับไอออนเฟอร์รัสซึ่งจะก่อให้เกิดอนุมูลไฮดรอกซิล ดังนี้ [6]



โดยทั่วไปปฏิกิริยาเฟนตันมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous catalyst) ซึ่งหลังจากเกิดปฏิกิริยาจะแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากกระบวนการก่อนปล่อยลงสู่สิ่งแวดล้อมได้ยาก [7] จึงมีการศึกษาการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst) ซึ่งได้มีการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ เช่น 7.2%Fe/TiO<sub>2</sub> [8] Nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [9] Fe/OMC [10] โดยมีค่า Total organic carbon (TOC) removal เท่ากับ 70% 60% และ 47.4% ตามลำดับ นอกจากนี้มีการนำดินเหนียว [11] Zeolites [12] และ Mesoporous silicas [13] มาเป็นส่วนรองรับไอออนของเหล็ก โดย Diatomite เป็นดินเบาที่เคยถูกใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา [14] เนื่องจากมีโครงสร้างเป็นรูพรุนมาก ความหนาแน่นต่ำ ความสามารถในการดูดซับสูง ความสามารถในการนำความร้อนต่ำ มีความเฉื่อย และราคาถูก [15,16]

ดังนั้นจึงทำการศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite และศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ ปริมาณ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ความเข้มข้นของคลอโรฟีนอล pH เวลาที่ใช้ และปริมาณของเหล็กบน TiO<sub>2</sub> รวมทั้งศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

## 1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite
- 1.2.2 เพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite
- 1.2.3 เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

## 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ โดยวิธีการโซล-เจล
- 1.3.2 วิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา
  1. การวิเคราะห์คุณลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD)
  2. การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ตามเทคนิคของ BET
  3. การวิเคราะห์หาโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)
  4. วิเคราะห์ปริมาณเหล็กในสารละลาย ด้วยเครื่อง Atomic absorption spectrophotometer (AAS)
- 1.3.3 วิเคราะห์หาความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล ด้วยเครื่อง High performance liquid chromatography โดยใช้ Detector เป็น UV-VIS ที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร
- 1.3.4 ตัวแปรที่ศึกษา
 

ตัวแปรอิสระ ได้แก่

  1. pH อยู่ในช่วง 1 ถึง 9
  2. ปริมาณ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> อยู่ในช่วง 10 ถึง 30 mmol/L
  3. ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล อยู่ในช่วง 10 ถึง 30 mg/L
  4. เวลาในการทำปฏิกิริยา

ตัวแปรตาม คือ การสลาย 4-คลอโรฟีนอลในสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite รวมทั้งศึกษาสภาวะที่เหมาะสม ซึ่งสามารถนำผลที่ได้จากการวิจัยไปประยุกต์ใช้กับกระบวนการบำบัดน้ำเสียของอุตสาหกรรมที่มีองค์ประกอบของ 4-คลอโรฟีนอล เพื่อช่วยบำบัดน้ำเสียก่อนทำการปล่อยลงสู่แหล่งน้ำ เพราะน้ำเสียที่ผ่านการบำบัดจะไม่ก่อให้เกิดมลภาวะกับแหล่งน้ำที่สามารถนำไปใช้ในการประปา การท่องเที่ยว ใช้ในอุตสาหกรรม การเกษตร และเป็นแหล่งที่อยู่ของสิ่งมีชีวิตในน้ำ นอกจากนี้ยังเป็นแนวทางในการวิจัยเพื่อคิดค้นสภาวะที่เหมาะสมโดยอาจประยุกต์ใช้ผลของงานวิจัยนี้เพื่อปรับปรุงคุณภาพของน้ำเสียให้ดีขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

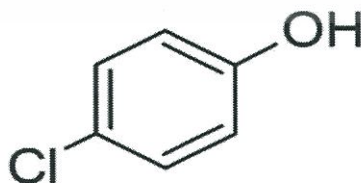
# ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite เพื่อสลาย 4-คลอโรฟีนอล ซึ่งได้ทำการศึกษาข้อมูล 4-คลอโรฟีนอล ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>) Diatomite กระบวนการโซล-เจล และปฏิกิริยาเฟนตัน รวมถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

### 2.1 4-คลอโรฟีนอล

4-คลอโรฟีนอล หรือ p-คลอโรฟีนอล (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>ClO) เป็นสารประกอบฟีนอลที่มีอะตอมของคลอรีนมาเกาะที่ตำแหน่งพารา โดยสารประกอบฟีนอลมักใช้มากทั้งในทางเกษตรและอุตสาหกรรม โดยในทางเกษตรใช้ในการเตรียมสารฆ่าแมลง สารปราบศัตรูพืช สารฆ่าเชื้อราและป้องกันการติดเชื้อ ส่วนในอุตสาหกรรมมีการใช้เป็นสารตั้งต้นหรือตัวกลางในการผลิตพลาสติก กระดาษ ยา สี เรซิน รวมถึงการใช้ในอุตสาหกรรมแปรรูปไม้ น้ำยาล้างรูป และอุตสาหกรรมกลั่นน้ำมัน ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งในสารปนเปื้อนของแหล่งน้ำธรรมชาติ และส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ [20]

โดย 4-คลอโรฟีนอล มีลักษณะเป็นผลึกของแข็งสีขาวที่มีกลิ่นของกลุ่มฟีนอลที่รุนแรงมาก สามารถละลายน้ำได้เพียงเล็กน้อย มีความหนาแน่นมากกว่าน้ำ ไม่สามารถลุกไหม้ได้ มีมวลโมเลกุล 128.56 กรัม/โมล มีความสามารถในการสลายตัวทางชีวภาพต่ำ มีครึ่งชีวิตยาวนาน มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวที่ 428 และ 109.8 องศาฟาเรนไฮต์ ตามลำดับ ที่ความดันบรรยากาศ นอกจากนี้ 4-คลอโรฟีนอลยังจัดเป็นสารพิษและสารก่อมะเร็ง หากได้รับการสูดดมจะเกิดอาการปวดศีรษะ เวียนหัว ซีฟจระ อ่อนแอ หากกลืนจะทำให้เกิดการระคายเคืองต่อปากและกระเพาะอาหาร หากสัมผัสกับดวงตาหรือผิวหนังจะทำให้เกิดการระคายเคืองอย่างรุนแรง และเกิดแผลไหม้ได้ อีกทั้ง 4-คลอโรฟีนอลยังก่อให้เกิดแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์และคลอรีนที่เป็นพิษเมื่อถูกเผาไหม้ [20,21]



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ 4-คลอโรฟีนอล

(ที่มา: <http://www.prepchem.com/synthesis-of-4-chlorophenol/>)

## 2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>) หรือไทเทเนีย เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไทเทเนียม มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว ไม่มีกลิ่น ไม่ลุกติดไฟ และไม่ละลายน้ำ ซึ่งถูกนำมาใช้มากในอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เนื่องจากมีความเสถียรสูง ไม่เป็นพิษ และราคาถูก [22]

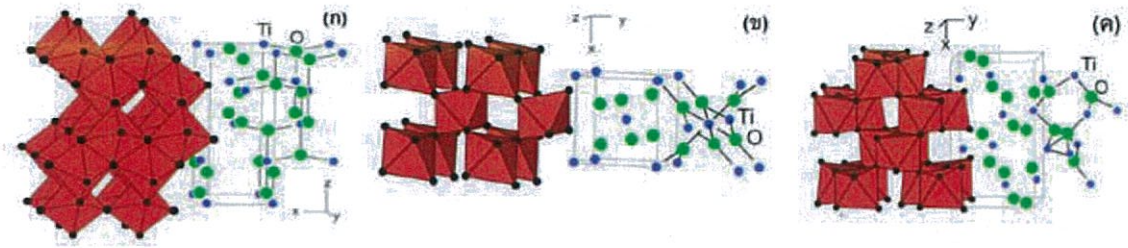


รูปที่ 2.2 ผงไทเทเนียมไดออกไซด์

(ที่มา: <http://www.siamchemi.com/ไทเทเนียมไดออกไซด์/>)

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกัน 3 รูปแบบ ได้แก่ [23]

1. รูไทล์ (Rutile) มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ซึ่งพบมากที่สุด ในธรรมชาติ มีความคงทนและเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่สูง
2. อนาเทส (Anatase) มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) หากให้ความร้อนสูงกว่า 915 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นรูไทล์
3. บรูคไคท์ (Brookite) มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) เสถียรที่อุณหภูมิต่ำ หากได้รับความร้อนสูงกว่า 750 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นรูไทล์



รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกแบบ (ก) อะนาเทส (Anatase) (ข) รูไทล์ (Rutile) (ค) บรูคไคท์ (Brookite)

(ที่มา: Technology Promotion, February-March 2012, Vol.38 No.221)

### 2.3 Diatomite

ดินเบา หรือ Diatomite ปกติจะมีสีเหลืองหรือสีเทานวลๆ นุ่ม มีรูพรุน และเบา Diatomite ส่วนใหญ่ประกอบด้วย  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   $\text{CaO}$   $\text{Mg}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  กับสิ่งสกปรกเล็กน้อย



รูปที่ 2.4 ดินเบา หรือ Diatomite

(ที่มา: <http://sikdiatomtrade.blogspot.com/>)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของ Diatomite ในสถานที่ต่าง ๆ

(ที่มา: Turning the volume down on heavy metals using tuned diatomite. A review of diatomite and modified diatomite for the extraction of heavy metals from water)

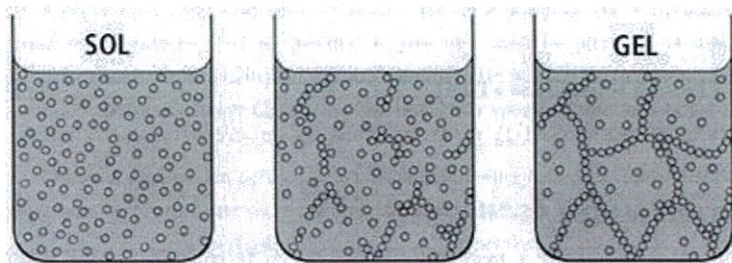
Sample/salt	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Loss/other
China	82.95	5.75	1.41	0.69	0.06	0.06	0.24	0.21	7.93
Turkey	76.50	7.25	3.85	0.50	0.45	0.85	-	-	0.43
Egypt	83.60	4.24	1.07	-	-	-	6.17	-	4.86
Algeria	72.10	5.30	3.80	0.37	0.65	0.54	7.20	2.60	7.44
Jordan	72.50	11.42	5.81	-	7.21	0.69	1.48	0.25	0.64
Mexico	70.38	13.52	3.37	-	0.17	0.30	0.66	0.42	11.18
Guangdong, China	90.10	-	0.30	0.40	-	-	0.50	0.20	8.50
Shenghou county, Zhejiang province, China	65.00	17.50	4.80	-	0.50	-	1.10	-	11.10
China	62.80	9.70	11.40	-	7.30	-	-	-	8.80
Morocco	72.00	7.30	4.30	-	1.80	1.20	10.00	1.00	2.40
Suizhou, China	71.35	13.26	5.50	0.08	6.70	0.11	1.94	0.15	0.91
Caldiran, Lake Van Basin, East Antolia, Turkey	69.70	11.00	0.65	0.65	0.80	1.40	-	-	15.30
Shengzhou, China	89.60	2.50	1.80	-	1.50	-	0.10	-	4.50

ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้ดินเบา หรือ Diatomite ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมสารกำจัดศัตรูพืช อุตสาหกรรมยาง อุตสาหกรรมพลาสติก และอุตสาหกรรมกระดาษ เป็นต้น [24]

## 2.4 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel technology)

กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการหนึ่งที่ยิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุนาโน โดยการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “Sol” ส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน เป็นของแข็งที่เรียกว่า “Gel”

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



### รูปที่ 2.5 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล

(ที่มา: [http://www.uk-finishing.org.uk/N-COAT70/sol\\_gel.htm](http://www.uk-finishing.org.uk/N-COAT70/sol_gel.htm))

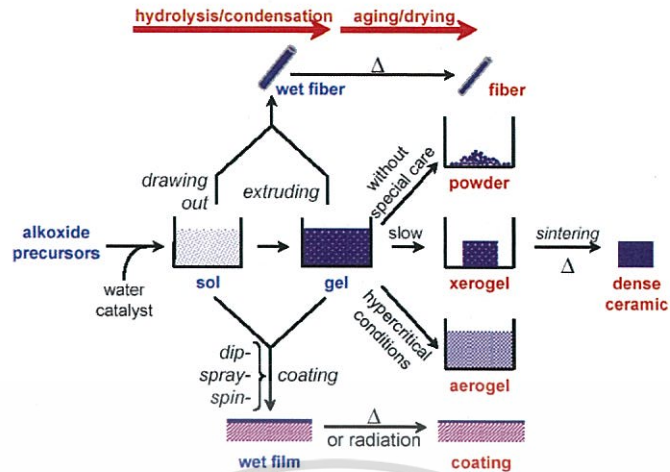
ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นด้วยน้ำ (Water condensation) และการควบแน่นด้วยแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) โดยมีปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสภาวะที่แตกต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีคุณสมบัติและโครงสร้างต่างกัน [25]



เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Ti Si Zr Al Sn Ce และ OR แทนกลุ่มอัลคอกซิล

ขั้นตอนแรกในการทำโซล-เจล คือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล-เจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal alkoxide เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetraethoxysilane (TEOS) ส่วน Alkoxide ชนิดอื่น เช่น Aluminate Titanate และ Borate มีใช้กันแพร่หลายโดยมักจะใช้ร่วมกับ TEOS เช่น  $\text{Si}(\text{OR})_4$  ซึ่ง R คือ  $\text{CH}_3$ (TMOS)  $\text{C}_2\text{H}_5$ (TEOS) หรือ  $\text{C}_3\text{H}_7$

ในกระบวนการผลิตทั้งสภาพที่เป็น Sol และ Gel เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น Fiber Aerogel Xerogel Powder และ Coating film เป็นวัสดุพิเศษสำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ต่อไป [26]



รูปที่ 2.6 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆ จากกระบวนการโซล-เจล

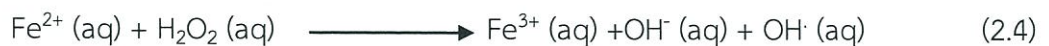
(ที่มา: [http://km.dss.go.th/index.php?option=com\\_content&view=article&id=449:pro-active-glass-1-2560&catid=219&Itemid=517&lang=th](http://km.dss.go.th/index.php?option=com_content&view=article&id=449:pro-active-glass-1-2560&catid=219&Itemid=517&lang=th))

กระบวนการโซล-เจล มีข้อดีหลายประการ ได้แก่

- ทำให้เกิดพันธะบาง ๆ ระหว่างวัสดุฐานกับตัวสารเคลือบ
- สามารถเคลือบให้มีความหนาเพื่อป้องกันการกัดกร่อนได้
- สามารถเคลือบได้ทั้งวัสดุที่มีรูปร่างง่าย ๆ และซับซ้อน
- ทำได้ง่าย ราคาถูก และเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการเคลือบสูง
- มีความบริสุทธิ์สูง
- มีความเป็นเนื้อเดียวกัน
- เตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ

## 2.5 ปฏิกิริยาเฟนตัน

ปฏิกิริยาเฟนตัน คือ ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วของสารประกอบอินทรีย์ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ กับไอออนของเฟอร์รัสแล้วก่อให้เกิดอนุมูลอิสระของไฮดรอกซิลดังนี้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากปฏิกิริยา (2.4) เกิดขึ้น จะทำให้น้ำเสียที่ประกอบด้วยสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ ถูกเหนี่ยวนำให้มีการย่อยสลายของสารประกอบอินทรีย์นั้นได้ ด้วยพลังงานของการถ่ายโอนอิเล็กตรอนเริ่มแรกของอนุมูลไฮดรอกซิล

ต่อมาคือปฏิกิริยาของอนุมูลไฮดรอกซิลกับไอออนเฟอร์รัส แล้วก่อให้เกิดไอออนของเฟอร์ริก ดังนี้



หรือในเวลาเดียวกันอาจเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของอนุมูลไฮดรอกซิลกับสารประกอบอินทรีย์ในน้ำเสียดังนี้



ต่อมาจะเกิดปฏิกิริยาซ้ำของไอออนเฟอร์ริก ซึ่งจะช่วยให้มีการแตกตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ให้เป็นแก๊สออกซิเจนและอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิล โดยที่ความเข้มข้นของไอออนเฟอร์รัสจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น ในขณะที่ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะลดลงเรื่อยๆ ดังนี้



และ



โดยอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลจัดเป็นตัวออกซิไดซ์ที่อ่อน แต่มีความสำคัญในกระบวนการเกิดไอออนเฟอร์รัส โดยเมื่อทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะทำให้เกิดอนุมูลไฮดรอกซิลเพิ่มมากขึ้น ซึ่งอนุมูลไฮดรอกซิลสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ได้เกือบทั้งหมดและให้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำในขั้นตอนสุดท้าย โดยปฏิกิริยาเฟนตันมีปัญหาโดยตรงคือ การควบคุมสารเคมี และ pH เพราะหากมีการควบคุมองค์ประกอบเหล่านี้ไม่ดีพอจะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นเพียงน้ำและออกซิเจนเท่านั้น [6]

## 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

น้ำเสียจากอุตสาหกรรม ส่วนใหญ่ประกอบด้วยอนุพันธ์ของคลอโรฟีนอล ซึ่งสามารถบำบัดได้หลายวิธี หนึ่งวิธีนั้นคือ ปฏิกิริยาเฟนตัน (Fenton reaction) ซึ่งมีนักวิจัยหลายท่านศึกษาการสลายสารประกอบอินทรีย์ด้วยวิธีนี้ เริ่มจาก Nuket Kartal Temel และ Munewver Sokmen [19] ได้

ทำการศึกษาดูตัวเร่งปฏิกิริยาตัวใหม่สำหรับสลายอนุพันธ์ของคลอโรพีนอล ได้แก่ 4-คลอโรพีนอล 2,4-ไดคลอโรพีนอล และ 2,4,6-ไตรคลอโรพีนอล โดยใช้ระบบตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ [Homogeneous catalyst] สำหรับปฏิกิริยาเฟนตัน ตัวเร่งปฏิกิริยา  $[\text{Fe(II)/H}_2\text{O}_2]$  พบว่ามีการสลาย 85.7% 91.8% และ 58.3% ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $[\text{Cu(II)/H}_2\text{O}_2]$  ซึ่งไม่พบการสลายของ 4-คลอโรพีนอล แต่พบการสลายของ 2,4-ไดคลอโรพีนอล และ 2,4,6-ไตรคลอโรพีนอล เท่ากับ 28.8% และ 63.3% ตามลำดับ อีกทั้งยังใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $[\text{V(IV)/H}_2\text{O}_2]$  ซึ่งพบว่ามี การสลาย 43.3% 8.9% และ 28% ตามลำดับ จึงพบว่าการใช้เหล็กนั้นสามารถสลาย 4-คลอโรพีนอลได้ดีที่สุดในตัวเร่งปฏิกิริยาที่นำมาทดสอบ แต่คุณกระเถก เทศศรี [7] ได้กล่าวว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์นั้นยากต่อการแยกออกจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ ดังนั้นจึงมีนักวิจัยทำการศึกษาดูตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst) โดยใช้เหล็กเคลือบบนตัวรองรับต่างๆ เช่น Nemanja Banic และคณะ [8] ได้ศึกษาการสลาย Thiachloprid โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น  $\text{Fe/TiO}_2$  ซึ่งใช้เหล็กเคลือบด้วยปริมาณต่างๆ ได้แก่ 1.9 7.2 และ 13.9%wt พบว่าปริมาณ 7.2%wt  $\text{Fe/TiO}_2$  ให้ค่า Total organic carbon (TOC) removal เท่ากับ 70% สำหรับปฏิกิริยาเฟนตัน นอกจากนี้ยังมี Yong Wang และคณะ [9] ได้ศึกษาปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ Nano- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ในการสลาย Phloroglucinol ในสภาวะ pH 7 ถึง 9 พบว่ามีค่า TOC removal เท่ากับ 60% อีกทั้ง Feng Duan และคณะ [10] ยังศึกษาการสลาย 4-คลอโรพีนอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{Fe/Ordered mesoporous carbon}$  ด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน พบว่ามีการสลาย 4-คลอโรพีนอล 96.1% และค่า TOC removal เท่ากับ 47.4% ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส pH 3 และ ปริมาณ  $\text{H}_2\text{O}_2$  6.6 mmol/L ซึ่งพบว่าค่า TOC removal ที่ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{Fe/TiO}_2$  นั้นได้ค่า TOC removal สูงสุด นอกจากนี้ได้มีการใช้แร่ธรรมชาติเป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาของเหล็ก เพื่อลดความเป็นพิษของตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น Sergio Navalon และคณะ [11] ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์โดยใช้ดินเหนียว Silica และ Zeolite มาเป็นส่วนรองรับไอออนของเหล็กสำหรับปฏิกิริยาเฟนตัน ซึ่งยังพบว่ารุกรุนของแร่ดินที่เติมไปด้วยเหล็ก ทองแดง หรือโลหะทรานซิชันอื่นๆ นั้นสามารถเกิดปฏิกิริยาเฟนตันได้ อีกทั้ง Angela F. Danil de Namor และคณะ [14] ได้รวบรวมข้อมูล Diatomite ที่นำมาเป็นส่วนรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาของ เหล็ก ทองแดง หรือ  $\text{MnO}_2$  เป็นต้น

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาการสลาย 4-คลอโรพีนอล ด้วยปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{Fe-TiO}_2/\text{Diatomite}$  เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆ ได้แก่ ปริมาณเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณ  $\text{H}_2\text{O}_2$  ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรพีนอล pH และเวลาที่ใช้ อีกทั้งยังทำการวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย

## บทที่ 3

### ขั้นตอนการทดลอง

งานวิจัยนี้ทำการทดลองการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ได้ศึกษาตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลและวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ซึ่งมีการใช้สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีดำเนินงานตามต่อไปนี้

#### 3.1 สารเคมี

1. เตตระบิวทิลไททานเนต (C<sub>16</sub>H<sub>36</sub>O<sub>4</sub>Ti, AR grade, Merck KGaA, Germany)
2. สารละลายเหล็ก(III)ไนเตรท (Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O, AR grade, Merck KGaA, Germany)
3. เอทานอล (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>H, AR grade, Carlo Erba Reagents S.A.S., France)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, AR grade, Merck KGaA, Germany)
5. กรดอะซิติก (CH<sub>3</sub>COOH, AR grade, RCI Labscan Limited, Thailand)
6. กรดไนตริก 65% (HNO<sub>3</sub>, AR grade, RCI Labscan Limited, Thailand)
7. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30% (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, AR grade, Merck KGaA, Germany)
8. 4-คลอโรฟีนอล (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ClO, AR grade, Merck KGaA, Germany)
9. Diatomite (TK Diatomite)
10. อะซิโตนไนไตรล์ (C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>N, HPLC grade, Leonid,

#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 1 เครื่องกวนแม่เหล็ก (Harmony Hotplate Stirrer, HTS -1003)
- 2 บีกเกอร์ขนาด 100 mL และ 500 mL (Duran, Germany)
- 3 ขวดปรับปริมาตรขนาด 50 mL, 100 mL, 250 mL และ 1,000 mL (Duran, Germany)
- 4 เต้าอบ (redLINE, BINDER, Germany)
- 5 เครื่อง X-ray diffractometer (XRD, รุ่น 6100, Shimadzu)
- 6 เครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC, P2000, SP Thermostepration product)
- 7 เครื่อง Brunauer-Emmett-Teller (BET, Bel. Japan, INC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. เครื่องวัด pH (Eu tech instruments, pH 700)
9. เตาเผา (Thermo Scientific, THERMOLYNE)
10. เครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR, Handheld FTIR Spectrometer, TruDefender™ FTX)
11. เครื่องชั่งสาร (CP225D, SARTORIUS AG, Germany)
12. เครื่อง Atomic absorption spectrometer (AAS, ZEEEnit 700P)

### 3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/diatomite

ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยเตรียมสารละลายที่ 1 ด้วยสารละลายเตตระบิวทิลไททานเนต 10 ml ผสมกับเอทานอล 20 ml แล้วทำการเตรียมสารละลายที่ 2 โดยผสมเอทานอล 3 ml กรดอะซิติก 3 ml น้ำกลั่น 3 ml และเหล็ก(III)ไนเตรท 5wt.%ของเหล็ก ต่อมานำสารละลายที่ 1 คนให้เข้ากันอย่างสม่ำเสมอด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส แล้วค่อยๆเติมสารละลายที่ 2 ลงในสารละลายที่ 1 หลังจากนั้นนำ Diatomite 5 กรัม เติมนลงในสารละลายที่ผสมได้ คนจนกว่าสารละลายที่ผสมได้กลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วค่อยเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อทำการปรับ pH ของสารผสม จนเกิดเจลและทำให้แห้งที่ 60 องศาเซลเซียส นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ตามที่ต้องการ

### 3.4 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

#### 3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานเพื่อสร้างกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์ผล โดยเตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟินอลความเข้มข้น ช่วง 0 ถึง 70 mg/L นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC โดยใช้ Detector เป็น UV-VIS ที่ 254 นาโนเมตร แล้วสร้างกราฟมาตรฐานของ 4-คลอโรฟินอล โดยพล็อตกราฟระหว่างความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟินอล (แกนนอน) กับพื้นที่พีค (แกนตั้ง)

#### 3.4.2 ปฏิกิริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟินอล โดยใช้ Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

การสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน ทำโดยการเติม H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> และ ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ในสารละลาย 4-คลอโรฟินอล ทำการปรับ pH ด้วย HCl และ NaOH หลังจากนั้นทำการเก็บสารตัวอย่างที่เวลาต่างๆ วัดความเข้มข้นของสารละลายที่เปลี่ยนแปลงไปด้วย HPLC โดยใช้

Detector เป็น UV-VIS ที่ 254 นาโนเมตร แล้วบันทึกผลเพื่อหาอัตราการลดลงของความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอล จากการเทียบกราฟมาตรฐาน

ร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอล (Degradation of 4-chlorophenol) สามารถคำนวณได้จาก สูตรดังสมการที่ 3.1

$$\% \text{Degradation} = \frac{(C_0 - C)}{C_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

เมื่อ  $C_0$  คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น (โมลาร์)

$C$  คือ ความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ (โมลาร์)

### 3.5 การตรวจสอบคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

ในขั้นตอนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ทำการวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยอุปกรณ์ดังนี้

1. X-ray diffraction (XRD) patterns วิเคราะห์คุณลักษณะทางอสังฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยา
2. BET method วิเคราะห์ลักษณะของพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุน
3. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) วิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite
4. Atomic absorption spectrophotometer (AAS) ตรวจวิเคราะห์ปริมาณเหล็กในสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

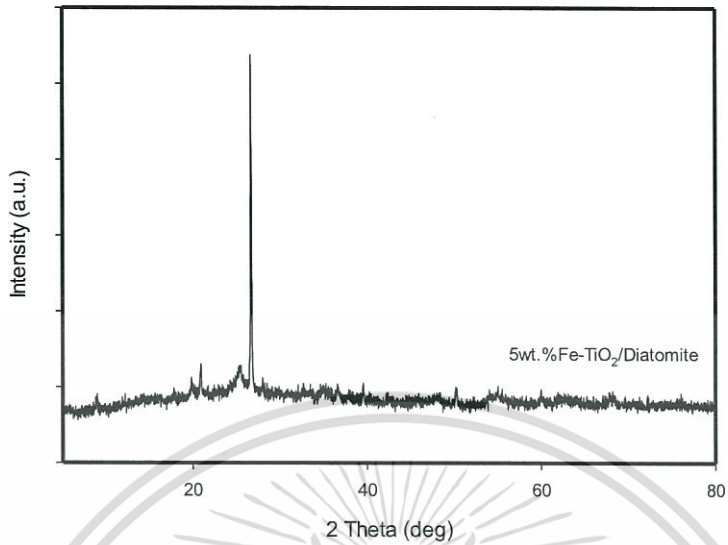
### ผลการทดลอง

โครงการวิจัยนี้ได้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite เพื่อสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน ซึ่งได้ทำการศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ได้แก่ วิเคราะห์คุณลักษณะทางอสังฐานวิทยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย XRD ศึกษาหาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย FT-IR และวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวและขนาดของรูพรุน นอกจากนี้ยังศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลและความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ อีกทั้งศึกษาสภาพที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลและตรวจสอบปริมาณเหล็กในสารละลายตัวอย่างด้วย AAS

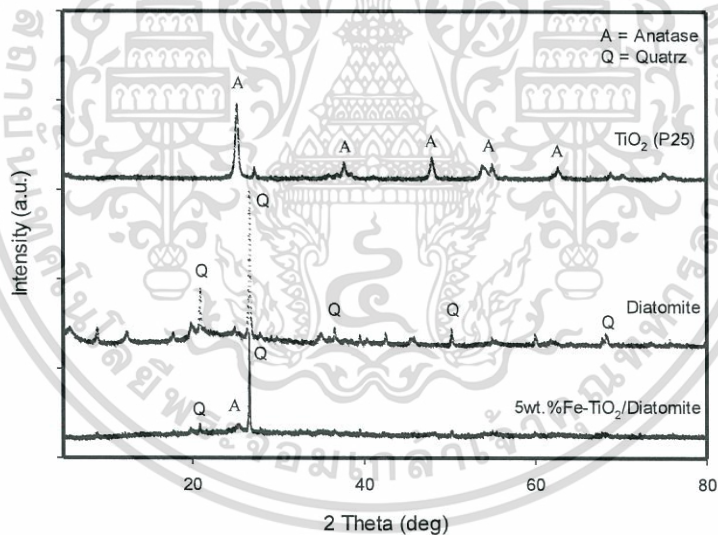
#### 4.1 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

##### 4.1.1 การศึกษาคุณลักษณะทางอสังฐานวิทยาด้วยเทคนิค X-ray diffractometry (XRD)

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ด้วยเทคนิค XRD แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่ามีพีคที่ตำแหน่ง 20.9°, 25.3° และ 26.6° เมื่อทำการเปรียบเทียบ XRD pattern ของ Diatomite และ TiO<sub>2</sub> (P25) ดังรูปที่ 4.2 พบว่าซิลิกาใน Diatomite มีโครงสร้างเป็นควอตซ์เกิดขึ้น ณ ตำแหน่ง 20.9°, 26.6°, 36.4°, 50.1° และ 68.0° [28] และ XRD pattern ของ TiO<sub>2</sub> (P25) มีพีคของโครงสร้างแบบอะนาเทส ณ ตำแหน่ง 25.3°, 37.6°, 47.8°, 53.8°, 54.8° และ 62.6° ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite มีโครงสร้างเป็นซิลิกาที่มีโครงสร้างแบบควอตซ์และผลึกของ TiO<sub>2</sub> แบบอะนาเทส เนื่องจากมีพีคของควอตซ์ตำแหน่ง 20.9° และ 26.6° และพีคของ TiO<sub>2</sub> แบบอะนาเทสตำแหน่ง 26.6°



รูปที่ 4.1 XRD Pattern ของ 5wt.% Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite



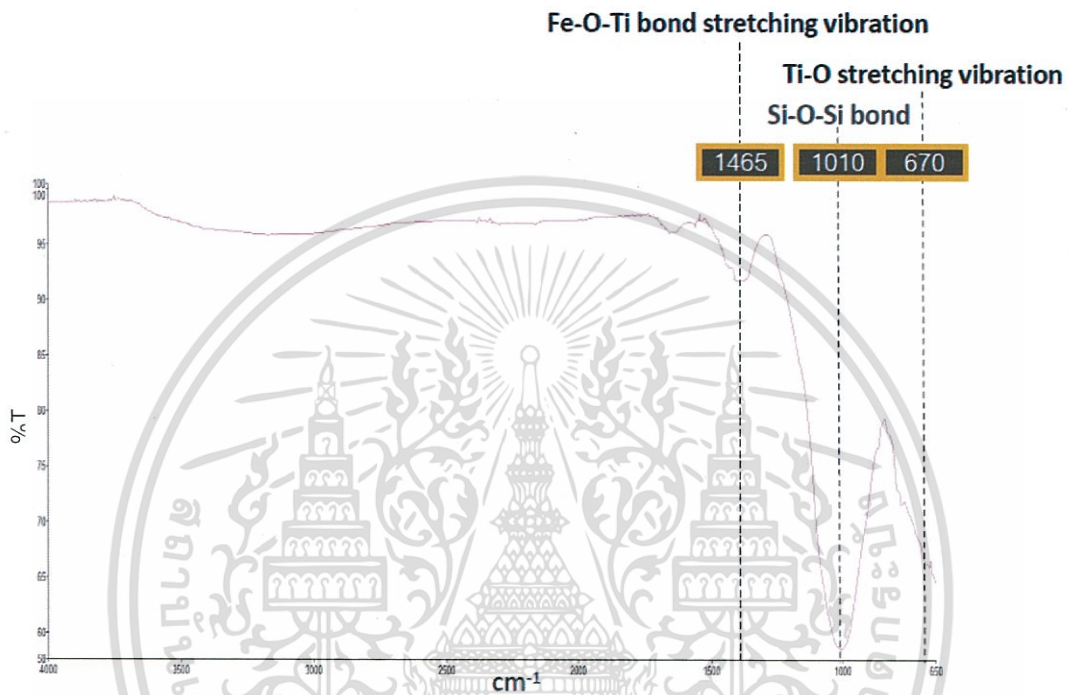
รูปที่ 4.2 XRD Patterns ของ TiO<sub>2</sub> Diatomite และ 5wt.% Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

#### 4.1.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectrometry (FT-IR)

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.% Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ด้วยเทคนิค FT-IR ในช่วง 650 cm<sup>-1</sup> ถึง 4000 cm<sup>-1</sup> ได้ผลดังรูปที่ 4.3 พบว่ามีพีกที่โดดเด่นประมาณ 1010 cm<sup>-1</sup>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สัมพันธ์กับ Si-O-Si bond ซึ่งแสดงถึง SiO<sub>2</sub> ที่เป็นองค์ประกอบของ Diatomite [29] และพบว่าปรากฏพีคในช่วงกว้าง 400-700 cm<sup>-1</sup> สัมพันธ์กับ Ti-O stretching vibration ซึ่งบ่งบอกว่ามีโครงสร้างของ TiO<sub>2</sub> [30] นอกจากนี้ยังเกิดพีคที่ 1465 cm<sup>-1</sup> สัมพันธ์กับ Fe-O-Ti bond stretching vibration ซึ่งบ่งบอกถึงการมีเหล็กตรึงอยู่บน TiO<sub>2</sub> [31]



รูปที่ 4.3 FT-IR pattern ของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

#### 4.1.3 วิเคราะห์ลักษณะของพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิค BET (Brunauer – Emmett – Teller Method)

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ด้วย BET แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 BET surface area Pore volume และ Pore size

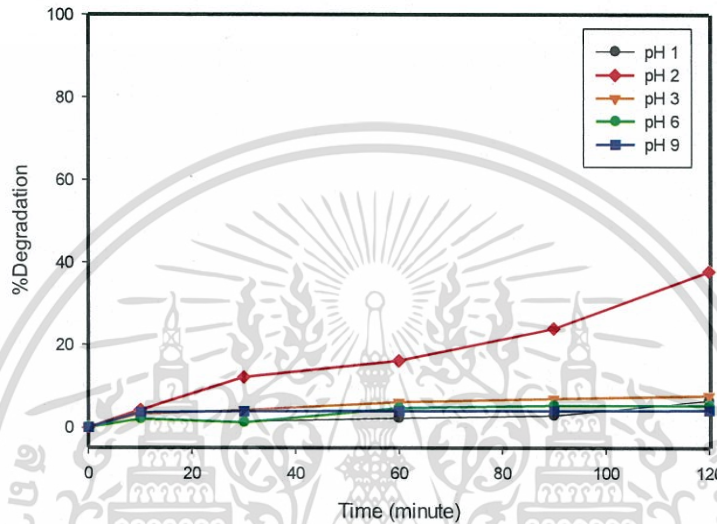
Catalyst	BET surface area (m <sup>2</sup> /g)	Pore volume (cm <sup>3</sup> /g)	Pore size (nm)
5wt.%Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite	20.06	0.068	13.53

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.1 ค่า Pore size ของตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถระบุได้ว่าขนาดของรูพรุนแบบ mesoporous [32]

## 4.2 ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

### 4.2.1 ผลของ pH ของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล



รูปที่ 4.4 ผลของ pH ต่อการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ณ สภาวะ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 20 mg/L และความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 20 mmol/L

จากรูปที่ 4.4 แสดงผลของ pH 1, 2, 3, 6 และ 9 ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ณ สภาวะ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 20 mg/L และความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 20 mmol/L พบว่าที่ pH 1, 3, 6 และ 9 เกิดการสลายของ 4-คลอโรฟีนอลน้อยมาก เมื่อเทียบกับที่ pH 2 ซึ่งมีการสลายของ 4-คลอโรฟีนอลถึง 37.40% ใน 120 นาที โดย pH ต่ำกว่า 2 นั้นจะทำให้การเกิดไฮดรอกซิลเรดิคอลลดลงเนื่องจากเกิดการรวมตัวของ  $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$  จะส่งผลให้เฟอร์รัสไอออนที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเฟนตันลดลง นอกจากนี้ความเข้มข้นของ  $\text{H}^+$  ที่สูงเกินไป  $\text{H}^+$  จะรวมตัวกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แล้วเกิดออกซิเนียมไอออน  $[\text{H}_3\text{O}_2]^+$  [33] ดังสมการเคมีที่ 4.1 จะทำให้ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่จะทำปฏิกิริยาเฟนตันลดลง ส่งผลให้ปริมาณไฮดรอกซิลเรดิคอลลที่จะเกิดขึ้นน้อยลงด้วย



ส่วนใน pH 3, 6 และ 9 นั้น  $\text{Fe}^{3+}$  จะตกตะกอนเป็น  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  และยังทำให้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แตกตัวเป็นออกซิเจนและน้ำ ดังสมการเคมีที่ 4.2 ซึ่งทำให้ปริมาณไฮดรอกซิลเรดิคอลล้น้อยลง อันเนื่องมาจากปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ลดลง [34]



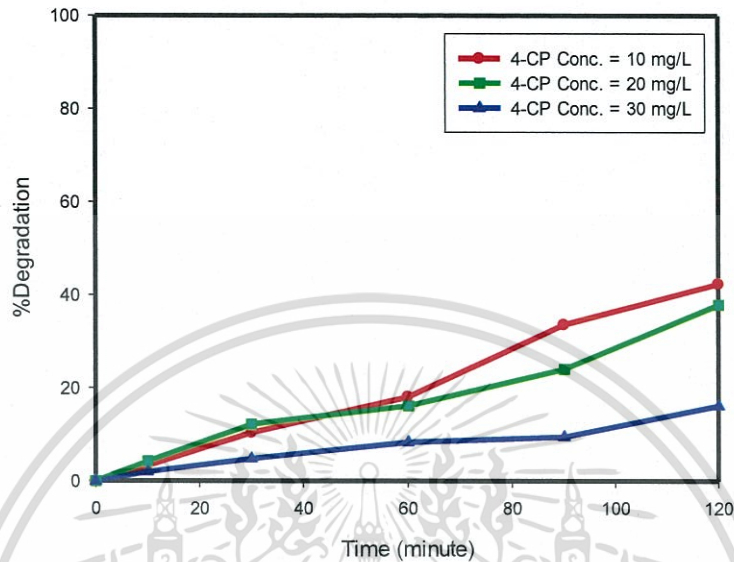
เนื่องจากปฏิกิริยาเฟนตันนั้นถูกจำกัดด้วย pH ของสารละลาย ดังนั้น pH 2 จึงเหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite

#### 4.2.2 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล

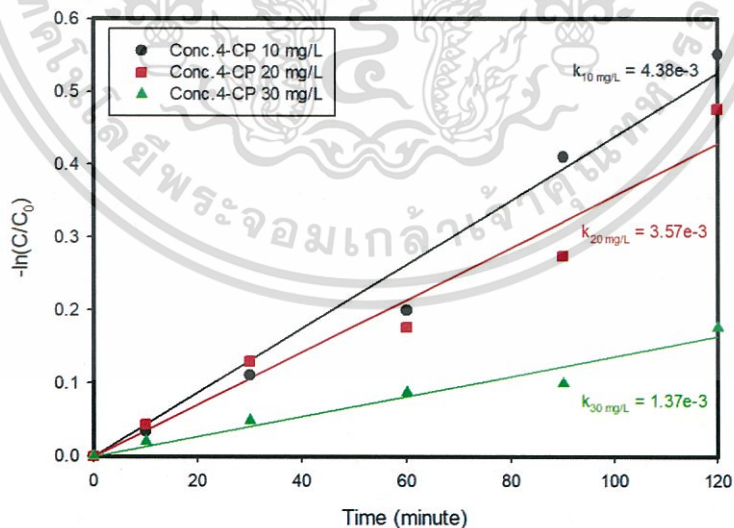
ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลมีผลต่อการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ทำการศึกษาที่ความเข้มข้น 10, 20 และ 30 mg/L โดยปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 20 mmol/L และ pH 2 ผลการศึกษา พบว่า ผลของการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่ความเข้มข้น 10 mg/L มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุด 42.41% ใน 120 นาที ดังแสดงรูปที่ 4.5 นอกจากนี้เมื่อศึกษาผลทางอัตราการลดลงของความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอลต่อเวลา โดยทำการสร้างกราฟระหว่าง  $-\ln(C/C_0)$  กับเวลา (นาที) ดังรูปที่ 4.6 พบว่าอัตราการลดลงของ 4-คลอโรฟีนอลต่อเวลา ซึ่งมีลักษณะเป็น Pseudo-first-order [35] ที่ความเข้มข้น 10 mg/L ( $k_{10 \text{ mg/L}} = 4.38 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$ ) มีอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุด ดังนั้นความเข้มข้นเริ่มต้น 10 mg/L ของ 4-คลอโรฟีนอลจะถูกสลายได้ดีกว่าความเข้มข้นเริ่มต้น 20 และ 30 mg/L เนื่องจากไอออนคลอไรด์ที่เกิดจากการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตันสามารถทำปฏิกิริยากับไฮดรอกซิลเรดิคอลล้นได้ดังสมการเคมีที่ 4.3 อีกทั้งไอออนคลอไรด์สามารถทำปฏิกิริยากับไอออนเฟอร์รัสและไอออนเฟอร์ริก แล้วได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็กเกิดขึ้นดังสมการเคมีที่ 4.4 และ 4.5 [36]



ดังนั้นเมื่อความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลสูง จะส่งผลให้เกิดไอออนคลอไรด์ในสารละลายมาก ซึ่งทำให้ปริมาณไฮดรอกซิลเรดิคอลและเหล็กลดลง จึงทำให้การสลาย 4-คลอโรฟีนอลลดลงด้วย



รูปที่ 4.5 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโรฟีนอลต่อการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ณ สภาวะความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 20 mmol/L และ pH 2

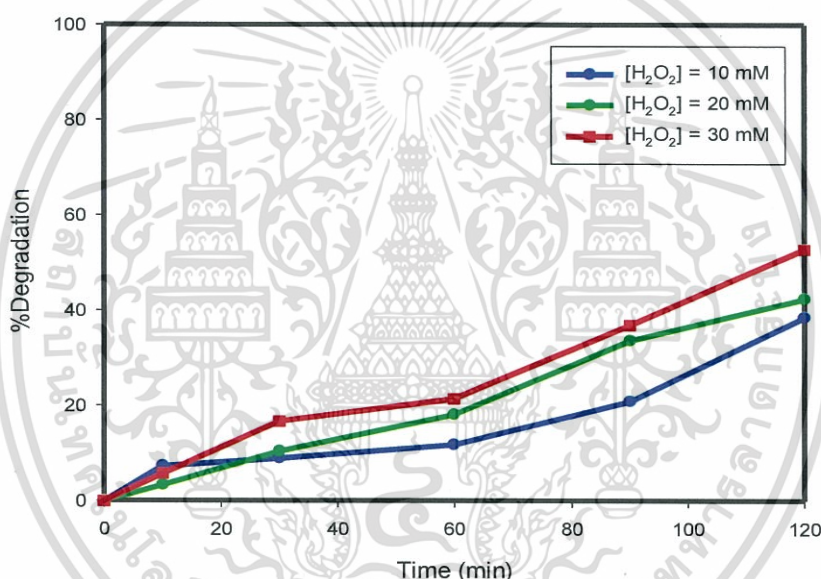
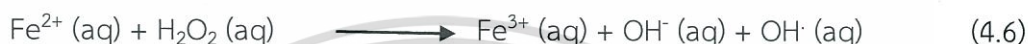


รูปที่ 4.6 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโรฟีนอลต่อการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล โดยพล็อตระหว่าง  $-\ln(C/C_0)$  กับ เวลา (นาที)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 4.2.3 ผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

ผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล โดยศึกษาจากความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10 20 และ 30 mmol/L ณ สภาวะ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 10 mg/L และ pH 2 ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.7 พบว่าความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุด 52.91% ใน 120 นาที เนื่องจากความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะสามารถทำปฏิกิริยากับไอออนเฟอร์รัสได้มากขึ้น ดังสมการเคมีที่ 4.6 และเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัลมาสลาย 4-คลอโรฟีนอลมากขึ้น

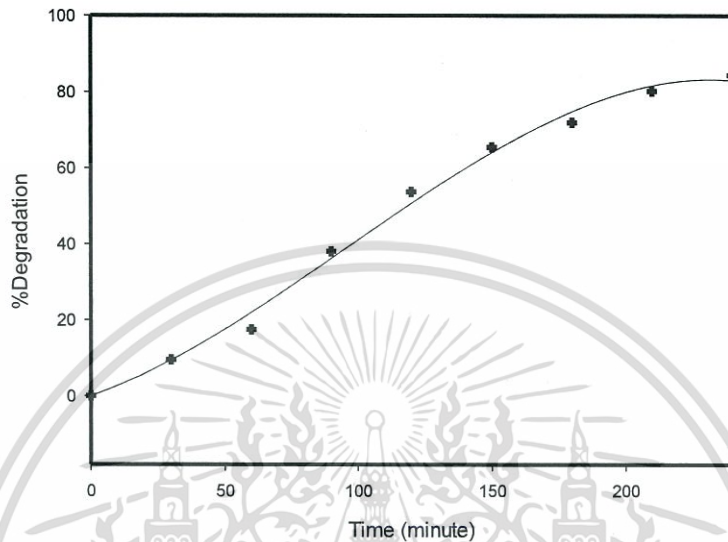


รูปที่ 4.7 ผลของความเข้มข้นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ณ สภาวะ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L pH 2 และความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโรฟีนอล 10 mg/L

### 4.3 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

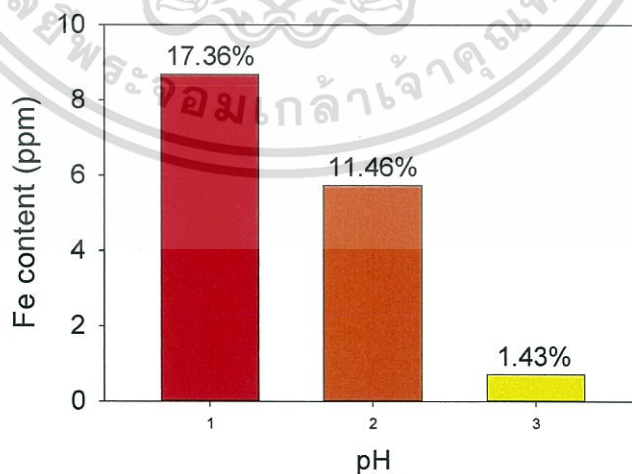
การศึกษาก่อนหน้าพบว่าสภาวะที่เหมาะสมต่อตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ได้แก่ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลเริ่มต้น 10 mg/L ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L และ pH 2 ทำการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่สภาวะเหมาะสมดังกล่าว แสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่า สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ถึง 84.46% โดย พบว่า ในช่วง 60 นาทีแรก เกิดการสลาย 4-คลอโรฟีนอลล้น้อย เนื่องจากเป็นช่วงของการเกิดปฏิกิริยาดังสมการที่

4.6 เพื่อให้ได้ไฮดรอกซิลเรดิคัล ในช่วง 60 ถึง 210 นาที เป็นช่วงที่เกิดการสลายของ 4-คลอโรฟีนอลขึ้น จึงเกิดการสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้มาก และหลังจาก 210 นาที การสลาย 4-คลอโรฟีนอลจะเริ่มคงที่ เนื่องจากปริมาณไฮดรเจนไฮดรอกไซด์มีจำกัด



รูปที่ 4.8 การสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ณ สภาวะ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลเริ่มต้น 10 mg/L ความเข้มข้นของไฮดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L และ pH 2 ที่เวลาต่างๆ

#### 4.4 วิเคราะห์ปริมาณเหล็กในสารตัวอย่างด้วย AAS



รูปที่ 4.9 ผลของ pH ต่อปริมาณเหล็กในสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ศึกษาสารละลายหลังเกิดปฏิกิริยาเฟนตันที่ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 20 mg/L และความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 20 mmol/L ที่ pH 1, 2 และ 3 กรองสารละลายด้วยเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน จากนั้นวิเคราะห์ปริมาณเหล็กในสารละลายหลังเกิดปฏิกิริยาด้วยเทคนิค AAS พบว่า pH มีผลต่อปริมาณเหล็กในสารละลายดังรูปที่ 4.9 ที่ pH 1 มีเหล็กละลาย 17.36% ที่ pH 1เหล็กละลายออกมามากสุด แต่มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลต่ำ อาจเนื่องมาจากเหล็กที่ละลายออกมาจะอยู่ในรูป [Fe(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>]<sup>2+</sup> [33] ซึ่งไม่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาเฟนตัน ในขณะที่ pH 2 มีเหล็กละลาย 11.46% แต่เหล็กที่ละลายอยู่ในรูปของไอออนเฟอร์รัสและไอออนเฟอร์ริก [6] ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาเฟนตันได้ และที่ pH 3 มีเหล็กละลายเพียง 1.43% เนื่องจากที่สภาวะนี้เหล็กสามารถตกตะกอนเป็น Fe(OH)<sub>3</sub> [34] ซึ่งอาจจะถูกกรองออกก่อนนำไปตรวจ จึงทำให้ปริมาณเหล็กในสารละลายน้อยที่สุด ดังนั้น pH 2 ที่มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุด จึงเกิดจากปฏิกิริยาเฟนตันโดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์และเอกพันธ์ผสมกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 5

# สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลการทดลอง

การสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนต์นโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite ที่เตรียมด้วยวิธีการโซล-เจล เมื่อวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย XRD BET และ FT-IR พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีซิลิกาที่มาจาก Diatomite เป็นส่วนใหญ่ โดยซิลิกานั้นมีลักษณะผลึกเป็นแบบควอตซ์ และยังมี TiO<sub>2</sub> แบบอะนาเทสอยู่เล็กน้อย โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้นั้นมีขนาดของรูพรุนอยู่ในระดับ mesoporous

การศึกษาผลของ pH ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลนั้นพบว่าการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนต์นโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite นั้นสามารถเกิดการสลายได้ดีที่ pH 2 ซึ่งสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ถึง 37.40% ใน 120 นาที เมื่อทำการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล พบว่าที่ความเข้มข้น 10 mg/L สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ถึง 42.41% ใน 120 นาที โดยมีค่าคงที่ของปฏิกิริยา  $4.34 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$  อีกทั้งทำการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล พบว่าความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้สูงถึง 52.91% ในเวลา 120 นาที

จากการศึกษาข้างต้นพบว่า สภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล คือ pH 2 ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล 10 mg/L และความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L โดยมีปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L พบว่าสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้สูงถึง 84.46% ใน 240 นาที นอกจากนี้เมื่อทำการตรวจปริมาณเหล็กในสารละลายด้วย AAS พบว่าที่ pH 2 มีปริมาณเหล็กหลุดออกจากตัวเร่งปฏิกิริยา 11.46% ซึ่งบ่งบอกได้ว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมีตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์และเอกพันธ์ผสมกันในระหว่างการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

### 5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite พบว่ามีส่วนของ TiO<sub>2</sub> ที่เกิดขึ้นน้อยเนื่องจากปริมาณของเหล็กในเตรทที่ใส่ในกระบวนการโซล-เจลมากเกินไป ทำให้ไปขัดขวางกระบวนการเกิด TiO<sub>2</sub> ขึ้นในระหว่างการเกิดเจล ซึ่งอาจปรับแก้ไขได้โดยการลดปริมาณเหล็กในเตรทในกระบวนการโซล-เจลลง แต่ก็ส่งผลให้ปริมาณเหล็กที่จะเกิดปฏิกิริยาเฟนต์นลดลงด้วยหรืออาจจะทำการสังเคราะห์

TiO<sub>2</sub>/Diatomite ด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วทำการ Dry impregnation เหล็กลงไปทีหลัง เพื่อไม่ให้เหล็กไป  
ขัดขวางการเกิด TiO<sub>2</sub>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

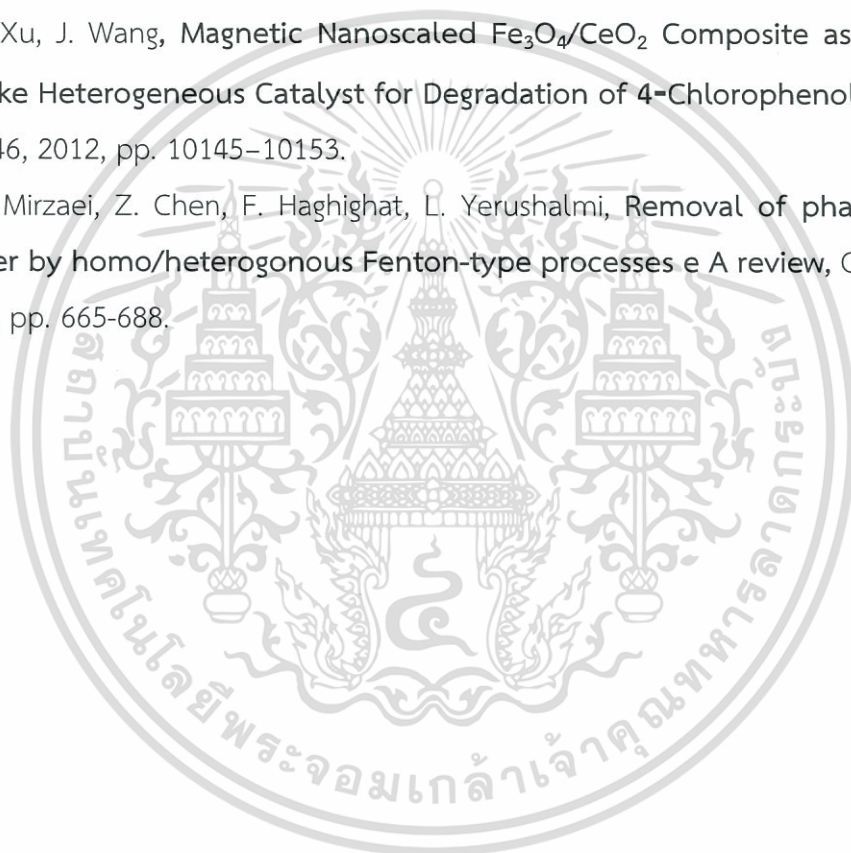
## เอกสารอ้างอิง

- [1] C.A. Martínez-Huitle, E. Brillas, **Decontamination of wastewaters containing synthetic organic dyes by electrochemical methods: A general review**, Appl. Catal., B 87 (2009) 105-145.
- [2] W. Lemlikchi, N. Drouiche, N. Belaicha, N. Oubagha, B. Baaziz, M.O. Mecherri, **Kinetic study of the adsorption of textile dyes on synthetic hydroxyapatite in aqueous solution**, J. Ind. Eng. Chem. 32 (2015) 233-237.
- [3] W. Lemlikchi, S. Khaldi, M.O. Mecherri, H. Lounici, N. Drouiche, **Degradation of disperse red 167 Azo dye by bipolar electrocoagulation**, Sep. Sci. Technol. 47 (2012) 1682-1688.
- [4] S. Aoudj, A. Khelifa, N. Drouiche, M. Hecini, H. Hamitouche, **Electrocoagulation process applied to wastewater containing dyes from textile industry**, Chem. Eng. Process. Process Intensif. 49 (2010) 1176-1182.
- [5] V.M. Vasconcelos, F.L. Migliorini, J. R. Steter, M.R. Baldan, N.G. Ferreira, M.R.D.V. Lanza, **Electrochemical oxidation of RB-19 dye using a highly BDD/Ti: Proposed pathway and toxicity**, J. Environ. Chem. Eng. 4 (2016) 3900-3909.
- [6] ผศ. ดร.ลือพงศ์ แก้วศรีจันทร์, รศ. ดร.จรัญ บุญกาญจน์, **การบำบัดน้ำเสียที่มีสารไฮโดรคาร์บอนด้วยปฏิกิริยา fenton ร่วมด้วยการตกตะกอนของเกลือซัลเฟต**, งานวิจัย ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. (2002).
- [7] **การเกิด เทตริ, ตัวเร่งปฏิกิริยานาโน: เทคโนโลยีการเร่งปฏิกิริยายุคใหม่**, งานวิจัย ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา. 18 (2013) 2: 274-280.
- [8] N. Banić, B. Abramović, J. Krstić, D. Šojić, D. Lončarević, Z. Cherkezova-Zheleva, V. Guzsavány, **Photodegradation of thiacloprid using Fe/TiO<sub>2</sub> as a heterogeneous photo-Fenton catalyst**, Appl. Catal., B 107 (2011) 363-371.
- [9] Y. Wang, X. Lin, Z. Shao, D. Shan, G. Li, A. Irini, **Comparison of Fenton, UV-Fenton and Nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> catalyzed UV-Fenton in degradation of phloroglucinol under neutral and alkaline conditions: role of complexation of Fe<sup>3+</sup> with hydroxyl group in phloroglucinol**, J. Chem. Eng. (2016).

- [10] F. Duan, Y. Yang, Y. Li, H. Cao, Y. Wang, Y. Zhang, **Heterogeneous Fenton-like degradation of 4-chlorophenol using iron/ordered mesoporous carbon catalyst**, *J. Environ. Sci.* 26 (2014) 1171-1179.
- [11] S. Navalon, M. Alvaro, H. Garcia, **Heterogeneous Fenton catalysts based on clays, silicas and zeolites**, *Appl. Catal., B* 99 (2010) 1-26.
- [12] F. Chen, Y. Li, W.D. Cai, J.L. Zhang, **Preparation and nano-Fenton performance of 4A-zeolite supported alpha-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**, *J. Hazard. Mater.* 177 (2010) 743-749.
- [13] J.V. Coelho, M.S. Guedes, R.G. Prado, J. Tronto, J.D. Ardisson, M.C. Pereira, L. C. A. Oliyeira, **Effect of iron precursor on the Fenton-like activity of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/mesoporous silica catalysts prepared under mild conditions**, *Appl. Catal. B* 144 (2014) 792-799.
- [14] A.F. Danil de Namor, S. El Gamouz, V. Martinez, L. Valiente, O.A. Webb, **Turning the volume down on heavy metals using tuned diatomite. A review of diatomite and modified diatomite for the extraction of heavy metals from water**, *J. Hazard Mater.* 241-242 (2012) 14-31.
- [15] M. Jang, S.H. Min, T.H. Kim, J.K. Park, **Removal of arsenite and arsenate using hydrous ferric oxide incorporated into naturally occurring porous diatomite**, *Environ. Sci. Technol.* 40 (2006) 1636-1643.
- [16] S. Yusan, K. Korzhynbayeva, S. Aytas, S. Tazhibayeva, K. Musabekov, **Preparation and investigation of structural properties of magnetic diatomite nanocomposites formed with different iron content**, *J. Alloys Compd.* 608(2014) 8-13.
- [17] B. Zhao, G. Mele, I. Pio, J. Li, L. Palmisano, G. Vasapollo, **Degradation of 4-nitrophenol (4-NP) using Fe-TiO<sub>2</sub> as a heterogeneous photo-Fenton catalyst**, *J. Hazard. Mater.* 176 (2010) 569 - 574.
- [18] A. Shojaie, M. Fattahi, S. Jorfi, B. Ghasemi, **Hydrothermal Synthesis of Fe-TiO<sub>2</sub>-Ag Nano-Sphere for Photocatalytic Degradation of 4-Chlorophenol (4-CP) : Investigating the Effect of Hydrothermal Temperature and Time as well as Calcination Temperature**, *J. Environ. Chem. Eng.* 5 (2017) 4564-4572.
- [19] N. Kartal Temel, M. Sökmen, **New catalyst systems for the degradation of chlorophenols**, *Desalination.* 281 (2011) 209-214.

- [20] ดร. พลากร บุญใส, ปฏิกริยาออกซิเดชัน 2,4 – ไตครอโรฟินอลด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และซีโอไลท์ ชนิด Fe/SUZ-4, การประชุมวิชาการระดับชาติ มหาวิทยาลัยศรีปทุม ครั้งที่ 9. (2014).
- [21] Cameochemicals.noaa.gov. (1999). *P-Chlorophenol*. Retrieved December 1, 2017, From CAMEO Chemicals Web Site: <https://cameochemicals.noaa.gov/chemical/2906>.
- [22] Siamchemi. *ไททาเนียมไดออกไซด์/TiO<sub>2</sub> และประโยชน์ไททาเนียมไดออกไซด์*, Retrieved December 1, 2017, From Siamchemi Web Site: <http://www.siamchemi.com/ไททาเนียมไดออกไซด์/>
- [23] ดร. นัตตา เวชชากุล. (2012). การกำจัดสารอินทรีย์ในน้ำด้วยตัวเร่งปฏิกิริยานาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ *Technology Promotion: Energy & Environment*, Vol.38 No.221 53-55.
- [24] Siktrade. (2015). *ดินเบา ไตอะตอมไมต์ การใช้ดินเบาในอุตสาหกรรม*, Retrieved December 2, 2017, From Sikdiatomtrade.blogspot Web Site: <http://sikdiatomtrade.blogspot.com/2015/09/blog-post.html>.
- [25] ดร.พัชรินทร์ วรรณกุล. (2010). Sol-Gel เทคโนโลยี สังเคราะห์ซีลิกาจากขานอ้อย *ส่งเสริมเทคโนโลยี* Vol.36 No.209 39-43.
- [26] นางสาวจุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. *กระบวนการโซลเจล (Sol-Gel Technology)*, Retrieved December 2, 2017, From DPIM Web Site: <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=125&articleid=3251>.
- [27] lit Guwahati. (2014). *Catalysts preparation-supported catalysts*, Retrieved December 2, 2017, From NPTEL Web Site: <http://nptel.ac.in/courses/103103026/9#>.
- [28] M., T., M. Zainuri, D., *Synthesis of SiO<sub>2</sub> nanopowders containing quartz and cristobalite phases from silica sands*, Materials science-Pland, 33(1), 2015, pp. 47-55.
- [29] S. A., J., R. Bongiovanni, D. L., M., *Surface modification of iron oxide (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) pigment particles with amino-functional polysiloxane for improved dispersion stability and hydrophobicity*, Pigment and Resin Technology, 43(4), 2014, pp. 219-227.
- [30] สิริพร ทองอ่อน. (2016). การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือวานาเดียมและไทเทเนียมไดออกไซด์เจือสังกะสีโดยวิธีโซล-เจล เพื่อสมบัติด้านแบคทีเรีย *วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี, 2016*.
- [31] F. Nemati, M. M. Heravi, A. Elhampour, *Magnetically nano-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@TiO<sub>2</sub>/Cu<sub>2</sub>O core-shell composite : An efficient novel catalyst for the regio-selective synthesis of 1,2,3-triazoles : A click reaction*, RSC Adv., 2015, DOI: 10.1039/C5RA06810J.

- [32] ภิกษุ รุ่งโรจน์ชัยพร, **วัสดุรูปทรงนาโนคืออะไร**, วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 20 ฉบับที่ 1 เดือน มกราคม – มิถุนายน 2554.
- [33] S. Xavier, R. Gandhimathi, P. V. Nidheesh, S. T. Remesh, **Comparison of homogeneous and heterogeneous Fenton processes for the removal of reactive dye Magenta MB from aqueous solution**, *Desalination and Water treatment*, 2013, pp. 1-10.
- [34] M. Bayat, M. Sohrabi, S. J. Royae, **Degradation of phenol by heterogeneous Fenton reaction using Fe/clinoptilolite**, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 18, 2012, pp. 957–962.
- [35] L. Xu, J. Wang, **Magnetic Nanoscaled Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CeO<sub>2</sub> Composite as an Efficient Fenton-Like Heterogeneous Catalyst for Degradation of 4-Chlorophenol**, *Environ. Sci. Technol.* 46, 2012, pp. 10145–10153.
- [36] A. Mirzaei, Z. Chen, F. Haghigat, L. Yerushalmi, **Removal of pharmaceuticals from water by homo/heterogeneous Fenton-type processes e A review**, *Chemosphere*, 174, 2017, pp. 665-688.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ข้อมูลผลการทดลอง

ก.1 ข้อมูลของการศึกษาผลของ pH ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

ตารางที่ ก.1 ผลของ pH ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

pH effect				
Catalyst		5wt.%Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite		
Conc.4-CP		20	mg/L	
Catalyst dosage		1	g/L	
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		20	mM	
pH	Time (min)	Area (mV.s)	Conc.4-CP (mg/L)	%Degradation
pH 1	0	5.216	16.519	0.000
	30	5.142	16.285	1.419
	60	5.102	16.158	2.186
	90	5.069	16.054	2.818
	120	4.878	15.449	6.480
pH 2	0	5.816	18.419	0.000
	10	5.569	17.637	4.247
	30	5.105	16.168	12.225
	60	4.873	15.433	16.214
	90	4.418	13.992	24.037
	120	3.612	11.439	37.895
pH 3	0	6.134	19.426	0.000
	10	5.932	18.787	3.293
	20	5.871	18.593	4.288
	30	5.756	18.229	6.162

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	60	5.701	18.055	7.059
	120	5.655	17.909	7.809
pH 6	0	5.973	18.916	0.000
	10	5.757	18.517	2.109
	30	5.712	18.679	1.256
	60	5.691	18.023	4.721
	90	5.976	17.906	5.341
	120	5.654	17.906	5.341
pH 9	0	5.749	18.207	0.000
	10	5.54	17.545	3.635
	20	5.523	17.491	3.931
	30	5.52	17.482	3.983
	60	5.516	17.469	4.053
	120	5.51	17.450	4.157

## ก.2 ข้อมูลของการศึกษาผลของความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

ตารางที่ ก.2 ผลของความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

Effect of 4-Chloophenol Concentration					
Catalyst	5wt.%Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite				
pH	2				
Conc.Cat	1	g/L			
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	20	mM			
Conc. 4-CP (mg/L)	Time (min)	Area (mV.s)	Conc.4-CP (mg/L)	%Degradation	-ln(C/C <sub>0</sub> )
10	0	2.963	9.384	0.000	0.0000
	10	2.746	8.697	7.324	0.0761
	30	2.698	8.545	8.944	0.0937

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	60	2.614	8.279	11.779	0.1253
	90	2.344	7.423	20.891	0.2343
	120	1.821	5.767	38.542	0.4868
20	0	5.816	18.419	0.000	0.0000
	10	5.569	17.637	4.247	0.0434
	30	5.105	16.168	12.225	0.1304
	60	4.873	15.433	16.214	0.1769
	90	4.418	13.992	24.037	0.2749
	120	3.612	11.439	37.895	0.4764
30	0	8.645	27.379	0.000	0.0000
	10	8.473	26.834	1.990	0.0201
	30	8.229	26.061	4.812	0.0493
	60	7.923	25.092	8.352	0.0872
	90	7.824	24.779	9.497	0.0998
	120	7.246	22.948	16.183	0.1765

### ก.3 ข้อมูลของการศึกษาผลความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

ตารางที่ ก.3 ผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

Effect of Hydrogen Peroxide Concentration				
Catalyst	5wt.%Fe-TiO <sub>2</sub> /Diatomite			
pH	2			
Conc.Cat	1	g/L		
Conc.4-CP	10	mg/L		
[H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ] (mmol/L)	Time (min)	Area (mV.s)	Conc.4-CP (mg/L)	%Degradation
10	0	2.963	9.384	0.000
	10	2.746	8.697	7.324

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	30	2.698	8.545	8.944
	60	2.614	8.279	11.779
	90	2.344	7.423	20.891
	120	1.821	5.767	38.542
20	0	2.879	9.118	0.000
	10	2.782	8.811	3.369
	30	2.578	8.165	10.455
	60	2.357	7.465	18.131
	90	1.91	6.049	33.658
	120	1.658	5.251	42.411
30	0	2.901	9.187	0.000
	10	2.734	8.659	5.757
	30	2.415	7.648	16.753
	60	2.278	7.214	21.475
	90	1.829	5.792	36.953
	120	1.366	4.326	52.913

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

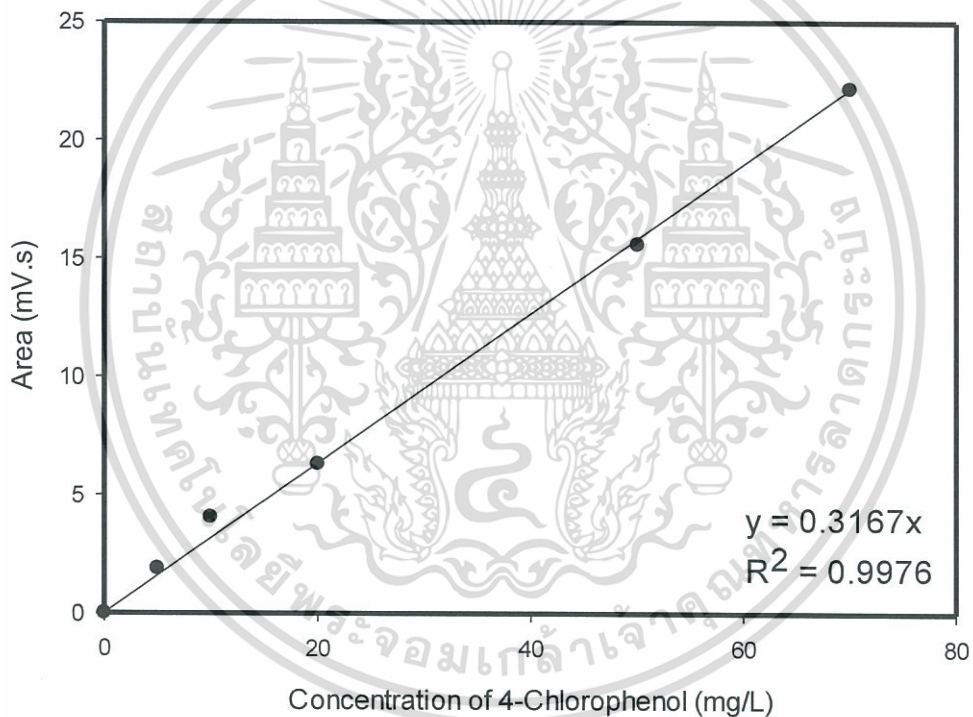
## ภาคผนวก ข

### การคำนวณที่เกี่ยวข้องในการทดลอง

การวิเคราะห์ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลในสารตัวอย่าง

1. การคำนวณความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลที่เตรียมเป็นมาตรฐาน

เตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลที่มีความเข้มข้น 5, 10, 20, 50 และ 70 mg/L แล้วนำมาวิเคราะห์หาพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมด้วยเครื่อง HPLC แล้วนำค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมของ 4-คลอโรฟีนอลที่ได้มาสร้างกราฟมาตรฐานความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอล แสดงดังรูปที่ ข.1



รูปที่ ข.1 กราฟมาตรฐานเปรียบเทียบค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมกับความเข้มข้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล

สมการมาตรฐานความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลคือ  $y = 0.3167x$

โดย  $y$  คือ ค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรม (mV.s)

$X$  คือ ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล (mg/L)

## 2. การคำนวณความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลที่ได้จากการเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองหาการสลายของ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO<sub>2</sub>/Diatomite สารตัวอย่างจะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ตามขั้นตอนที่ได้กล่าวไว้ในข้อ 3.4 หลังจากนั้นจะนำค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ถูกวิเคราะห์มาเปรียบเทียบกับความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐานดังแสดงในรูปที่ ข.1 ทำให้ทราบถึงความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้