

การหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วย
ปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

THE OPTIMIZATION FOR 4-CHLOROPHENOL DEGRADATION BY
FENTON REACTION USING Fe-TiO₂/DIATOMITE CATALYST



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ.2562

KMITL-2019-EN-M-220-096

การหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วย
ปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

THE OPTIMIZATION FOR 4-CHLOROPHENOL DEGRADATION BY
FENTON REACTION USING Fe-TiO₂/DIATOMITE CATALYST



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ.2562

KMITL-2019-EN-M-220-096

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THE OPTIMIZATION FOR 4-CHLOROPHENOL DEGRADATION BY
FENTON REACTION USING Fe-TiO₂/DIATOMITE CATALYST



ATIPONG PAIKAMNAM

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2019
KMITL-2019-EN-M-220-096

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2019

FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วย ปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO ₂ /Diatomite
นักศึกษา	นายอริพงษ์ ไพค่านาม
รหัสประจำตัว	61601003
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
พ.ศ.	2562
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร.พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.พงษ์เสริฐ ศรีพรหม

บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite เติร์ยตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diamtomite ด้วยวิธีการโซล-เจลร่วมกับวิธี Dry impregnation และศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย XRD FT-IR BET method และ XRF ผลการศึกษา พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite มีโครงสร้างประกอบด้วยควอตซ์และไทเทเนียมไดออกไซด์ในวัฏภาคอนาเทส ผลการวิเคราะห์จาก FT-IR พบว่ามีพันธะ Si-O-Si Ti-O stretching vibration และ Fe-O-Ti stretching vibration ซึ่งแสดงถึงการมีส่วนของ Diatomite TiO₂ และการตรึงเหล็กอยู่บน TiO₂ ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ตามเทคนิค BET พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิว 111.90 m²/g ปริมาตรรูพรุน 0.2562 cm³/g และขนาดรูพรุน 12.42 nm ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุรูพรุนแบบ Mesoporous และผลการวิเคราะห์จาก XRF พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diamtomite มีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกา 48.20% มีไทเทเนียมไดออกไซด์ 32.00% และมีเหล็ก 5.57% โดยปริมาณเหล็ก 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่สุด ผลของการศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้ 5%Fe-TiO₂/Diatomite ด้วยวิธี Box-Behnken พบว่า สภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลคือ pH 2.5 ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม/ลิตร อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที ซึ่งสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้สูงถึง 97.37%

Thesis	The Optimization for 4-Chlorophenol Degradation by Fenton Reaction using Fe-TiO ₂ /Diatomite Catalyst
Student	Mr.Atipong Paikamnam
Student ID.	61601003
Degree	Master of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2018
Thesis Advisor	Asst.Prof.Dr.Pornsawan Assawasaengrat
Co-Thesis Advisor	Dr.Pongsert Sriprom

ABSTRACT

This thesis aimed to study the degradation of the 4-Chlorophenol using Fenton reaction via Fe-TiO₂/Diatomite. The Fe-TiO₂/Diatomite catalyst was prepared by sol-gel method and dry impregnation method. The catalyst was characterized by XRD, FT-IR, BET method and XRF. The XRD pattern shown that Fe-TiO₂/Diatomite catalyst was including quartz crystalline and anatase phase of TiO₂. The result of FT-IR analysis shown that Si-O-Si bond, Ti-O stretching vibration and Fe-O-Ti bond stretching were indicated as diatomite, TiO₂ and immobilization of iron onto TiO₂, respectively. The results of BET technique were found 111.90 m²/g of BET surface area, 0.2562 cm³/g of pore volume and 12.42 nm. of average pore size, which is in range of mesoporous material. The XRF result indicated that the composition of Fe-TiO₂/Diamtomite catalyst was 48.20wt%SiO₂, main component, 32.00wt%TiO₂ and 5.57wt%Fe. The 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite catalyst was selected as the optimal iron loading onto catalyst for 4-chlorophenol degradation. The experiment was designed by Box-Behnken Design (BBD). The optimal condition was pH 2.5, 10 mM. of H₂O₂ content, 0.5 g/L of catalyst loading, 30 degree Celsius and 60 minutes which was achieved about 97.37% of 4-chlorophenol degradation.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความกรุณาจาก ผศ.ดร. พรสวรรค์ อัครแสงรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษา และ ดร. พงษ์เสริฐ ศรีพรหม อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่กรุณาให้ความเอาใจใส่ ความช่วยเหลือ ความรู้ ข้อชี้แนะ คำปรึกษาในงานวิจัย และตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องในวิทยานิพนธ์ ตลอดจนจัดหาเครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆ สำหรับทำงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยตระหนักถึงความตั้งใจจริงและความทุ่มเทของอาจารย์ และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้ในวิชาต่างๆ สำหรับเป็นพื้นฐานความรู้ในการทำวิทยานิพนธ์ ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการทำงานวิจัยให้สำเร็จลงได้

ขอขอบคุณ คุณวงศ์กร สองเมืองแก่น คุณชนน ตระกูลนำเลื่อมใส คุณพิมพ์ใจ ภูชนะกิจ คุณพิสันต์ ผลโพธิ์ คุณสุกานต์ภิรมย์ ศรีวงษ์ คุณภาณุวัฒน์ ภักดีโชติ และคุณเอกราช บำรุงไทยชัยชาญ ที่คอยให้คำแนะนำ คำปรึกษา ข้อเสนอแนะ ตลอดจนความช่วยเหลือในการทำวิทยานิพนธ์ตลอดมา

ขอขอบพระคุณ บิดา มารดาและครอบครัวอันเป็นที่เคารพรักยิ่ง ซึ่งเป็นผู้มอบความรัก กำลังใจที่ดีและคอยสนับสนุนผู้วิจัยมาโดยตลอดจนทำให้มีวันนี้ได้ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในพระคุณอย่างสูง

อนึ่ง ผู้วิจัยหวังว่า วิทยานิพนธ์เล่มนี้จะมีประโยชน์อยู่ไม่น้อย จึงขอมอบส่วนดีทั้งหมดนี้ให้แก่ผู้มีพระคุณทุกท่าน สำหรับข้อบกพร่องต่างๆ ที่อาจจะเกิดขึ้นนั้น ผู้วิจัยขอน้อมรับผิดเพียงผู้เดียว และยินดีรับฟังคำแนะนำจากทุกท่านที่ได้เข้ามาศึกษา เพื่อเป็นประโยชน์ในการพัฒนางานวิจัยต่อไป

อธิพงษ์ ไพค่านาม

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญรูป.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 4-คลอโรฟินอล.....	4
2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.3 ไดอะตอมไมต์ (Diatomite).....	7
2.4 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel Technology)	9
2.5 วิธีการเอ็บซุ่ม (Dry Impregnation)	12
2.6 ปฏิกริยาเฟนตัน.....	13
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	14
บทที่ 3 ขั้นตอนการทดลอง.....	16
3.1 สารเคมี.....	16
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	16
3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกริยา Fe-TiO ₂ /Diatomite.....	17
3.4 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกริยา Fe-TiO ₂ /Diatomite.....	18
3.5 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกริยา Fe-TiO ₂ /Diatomite ภายใต้ปฏิกริยาเฟนตัน.....	18

สารบัญ (ต่อ)

3.6 การออกแบบการทดลองและการหาสภาวะที่เหมาะสม.....	19
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	24
4.1 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	24
4.2 ศึกษาปริมาณเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	29
4.3 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	30
4.4 สภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	39
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	41
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	41
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	42
เอกสารอ้างอิง.....	43
ภาคผนวก.....	47
ประวัติผู้เขียน.....	54

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 องค์ประกอบของ Diatomite ในสถานที่ต่าง ๆ.....	8
3.1 ปัจจัยและระดับในการออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken.....	19
3.2 การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	19
4.1 พื้นที่ผิว BET ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	27
4.2 ปริมาณธาตุและสารประกอบออกไซด์ภายในตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO ₂ /Diatomite.....	28
ก.1 ผลการสลาย 4-คลอโรฟินอลโดยออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken.....	48



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของ 4-คลอโรฟินอล.....	4
2.2 โครงสร้างผลึกของ (a) รูไทล์ (b) อนาเทส (c) บรูคไคต์ และ (d) ไทเทเนียม ไดออกไซด์เฟสปี.....	6
2.3 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล.....	9
2.4 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆ จากกระบวนการโซล-เจล.....	11
2.5 การเอิบชุ่ม (Dry impregnation)	12
2.6 กลไกระหว่างการอบแห้ง.....	12
4.1 XRD Pattern ของ TiO_2 /Diatomite	25
4.2 XRD Patterns ของ TiO_2 Diatomite และ TiO_2 /Diatomite	25
4.3 FT-IR pattern ของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe- TiO_2 /Diatomite.....	26
4.4 กราฟ Isotherm ของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	28
4.5 ปริมาณเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยาต่อการสลายของ 4-คลอโรฟินอล ณ สภาวะ pH 2 ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้น 4-คลอโรฟินอล 50 mg/L และความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L.....	29
4.6 Pareto Chart ของปัจจัยต่างๆ ต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยวิธี Box-Behnken.....	31
4.7 Residual Plots ของปัจจัยที่มีนัยสำคัญต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยวิธี Box-Behnken.....	33
4.8 ปัจจัยหลักสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	34
4.9 Interaction ของ pH กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา.....	37
4.10 Interaction ของ pH กับเวลา.....	37
4.11 Interaction ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับอุณหภูมิ.....	38
4.12 Interaction ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับเวลา.....	39
4.13 สภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	40
4.14 สภาวะที่เหมาะสมที่ถูกปรับสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟินอล.....	40
ข.1 กราฟมาตรฐานเปรียบเทียบค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมกับความเข้มข้นของ สารละลาย 4-คลอโรฟินอล.....	52

บทที่ 1

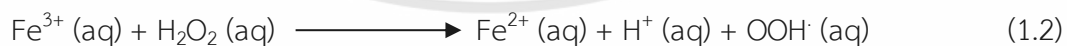
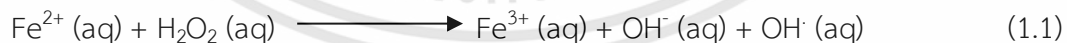
บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

สารประกอบ 4-คลอโรฟีนอล (4-Chlorophenol, 4-CP) ที่พบมากในน้ำเสียจากทั้งภาคครัวเรือนและภาคอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมยา อุตสาหกรรมไม้ ผลิตภัณฑ์ไม้แปรรูป ผลิตภัณฑ์กระดาษ และอุตสาหกรรมเกษตร โดย US Environmental Protection Agency (EPA) และ EC Environmental Directive (2455/2001/EC) จัดเป็นสารปนเปื้อนอันตราย เนื่องจากเป็นสารอินทรีย์ที่มีความเป็นพิษสูง มีอัตราการสลายตัวทางชีวภาพต่ำและครึ่งชีวิตที่ยาวนาน [1,2]

วิธีการกำจัดคลอโรฟีนอลมีหลายวิธี เช่น การย่อยสลายทางชีวภาพ [3] การดูดซับ [4] และปฏิกิริยาออกซิเดชัน [5] แต่การสลายคลอโรฟีนอลด้วยกระบวนการทางชีวภาพมีการใช้เวลานาน ส่วนการสลายโดยการดูดซับ พบว่า มีประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำเมื่อนำมาใช้ในการบำบัดสารกลุ่มคลอโรฟีนอลที่มีความเข้มข้นสูง ดังนั้นการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันจึงมีประสิทธิภาพมากกว่าวิธีอื่น โดยเฉพาะกรณีที่มีความเข้มข้นคลอโรฟีนอลสูง

กระบวนการออกซิเดชันขั้นสูง (Advanced oxidation processes, AOPs) เป็นการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยอาศัยการเกิดอนุมูลไฮดรอกซิล (Hydroxyl radicals, OH[•]) ที่เป็นตัวออกซิไดซ์ที่รุนแรงในการออกซิเดชันสารประกอบอินทรีย์ให้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยปฏิกิริยาเฟนตัน (Fenton reaction) จัดเป็นหนึ่งในกระบวนการออกซิเดชันขั้นสูงที่ได้รับความสนใจในการสลายสารประกอบอินทรีย์ เนื่องจากมีประสิทธิภาพสูง ค่าใช้จ่ายน้อยและง่ายต่อการใช้งาน โดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂) กับไอออนของเหล็กซึ่งจะก่อให้เกิดอนุมูลไฮดรอกซิลและอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลดังนี้ [6]



โดยทั่วไปปฏิกิริยาเฟนตันมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous catalyst) ในการบำบัดน้ำเสีย เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการสลายสูง แต่หลังจากกระบวนการบำบัดนั้น การแยกตัวเร่งปฏิกิริยาออกก่อนปล่อยสู่สิ่งแวดล้อมเป็นเรื่องที่ทำได้ยาก และมีค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูง ดังนั้นจึงมีการศึกษาการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst) เพื่อให้ง่ายต่อการ

แยกตัวเร่งปฏิกิริยาหลังจากการบำบัด แต่ประสิทธิภาพในการสลายค่อนข้างต่ำซึ่งเป็นข้อจำกัดของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ [7] จึงได้มีการศึกษาตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์แบบต่างๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ โดยไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นหนึ่งในตัวรองรับที่นิยมใช้ เช่น N. Banić และคณะ ได้ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ 7.2wt% Fe/TiO₂ ในการสลาย Thiachloprid พบว่า มีค่า Total organic carbon (TOC) removal สูงถึง 70% [8] นอกจากนี้ยังพบว่า การใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวรองรับนั้นส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวในการดูดซับสูงอีกด้วย นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการนำดินมาเป็นตัวรองรับในตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ ซึ่งDiatomiteจัดเป็นดินเบาที่เคยถูกใช้ [9] เนื่องจากมีโครงสร้างที่มีความเป็นรูพรุนมาก ความหนาแน่นต่ำ ความสามารถในการดูดซับสูง ความสามารถในการนำความร้อนต่ำ มีความเฉื่อยและราคาถูก รวมทั้งยังมีองค์ประกอบของเหล็กที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอีกด้วย [10,11]

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาศักยภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์โดยมีไทเทเนียมไดออกไซด์บน Diatomite เป็นตัวรองรับเหล็กสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล โดยศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาและปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ อุณหภูมิ เวลาที่ใช้ และปริมาณของเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยา รวมทั้งหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

1.2 วัตถุประสงค์ของการศึกษา

- 1.2.1 เพื่อศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite
- 1.2.2 เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้
- 1.2.3 เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite โดยวิธีการโซล-เจลและ Dry impregnation
- 1.3.2 การวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา
 1. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer, XRD

2. การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR
3. การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคของ BET โดยใช้เครื่อง Surface area และ Pore size analyzer
4. การวิเคราะห์หาปริมาณธาตุและสารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นในตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer, XRF

1.3.3 ตัวแปรที่ศึกษา

ตัวแปรอิสระ ได้แก่

1. pH (2 ถึง 4)
2. ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (10 ถึง 50 มิลลิโมลาร์)
3. ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (0 ถึง 1 กรัม/ลิตร)
4. อุณหภูมิ (30 ถึง 50 องศาเซลเซียส)
5. เวลาในการทำปฏิกิริยา (0 ถึง 60 นาที)

ตัวแปรตาม คือ การสลายของ 4-คลอโรฟีนอล

ตัวแปรควบคุม คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล 100 มิลลิกรัม/ลิตร

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

วิทยานิพนธ์นี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวีวิพันธ์ในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล และศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน รวมทั้งสภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ซึ่งสามารถนำผลการทดลองที่ได้จากวิทยานิพนธ์นี้ไปประยุกต์ใช้กับกระบวนการบำบัดน้ำเสียจากอุตสาหกรรมและการเกษตรที่มี 4-คลอโรฟีนอลเป็นองค์ประกอบ เพื่อช่วยลดมลภาวะน้ำเสียก่อนหรือหลังกระบวนการบำบัดน้ำเสีย นอกจากนี้ยังเป็นแนวทางในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อประยุกต์ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพของน้ำเสียให้ดีขึ้น

บทที่ 2

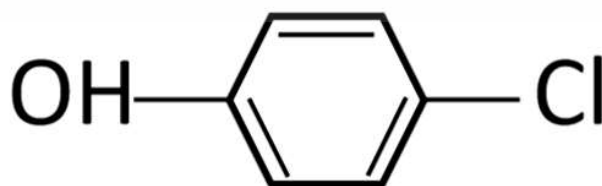
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาปัจจัยสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ซึ่งได้ศึกษาข้อมูล 4-คลอโรฟินอล โทเทเนียมไดออกไซด์ Diatomite และการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการโซล-เจล ร่วมกับวิธี Dry impregnation โดยศึกษาในส่วนของ การสลายด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน รวมถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

2.1 4-คลอโรฟินอล

4-คลอโรฟินอล หรือ p-คลอโรฟินอล (C₆H₅ClO) เป็นสารประกอบฟินอลที่มีอะตอมของคลอรีนมาเกาะที่ตำแหน่งพารา ดังรูปที่ 2.1 โดยสารประกอบฟินอลถูกใช้ทั้งในทางเกษตรและอุตสาหกรรม ในทางเกษตรใช้ในการเตรียมสารฆ่าแมลง สารปราบศัตรูพืช สารฆ่าเชื้อราและป้องกันการติดเชื้อ ส่วนในอุตสาหกรรมมีการใช้เป็นสารตั้งต้นหรือตัวกลางในการผลิตพลาสติก กระจก ยาสี เรซิน รวมถึงการใช้ในอุตสาหกรรมแปรรูปไม้ น้ำยาล้างรูป และอุตสาหกรรมกลั่นน้ำมัน ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งในสารปนเปื้อนของแหล่งน้ำธรรมชาติ และส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ [12]

4-คลอโรฟินอล มีลักษณะเป็นผลึกของแข็งสีขาวที่มีกลิ่นของกลุ่มฟินอลที่รุนแรงมาก สามารถละลายน้ำได้เพียงเล็กน้อย มีความหนาแน่นมากกว่าน้ำ ไม่สามารถลุกไหม้ได้ มีมวลโมเลกุล 128.56 กรัม/โมล มีความสามารถในการสลายตัวทางชีวภาพต่ำ มีครึ่งชีวิตยาวนาน มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวที่ 220 และ 43 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ที่ความดันบรรยากาศ นอกจากนี้ 4-คลอโรฟินอลยังจัดเป็นสารพิษและสารก่อมะเร็ง หากได้รับการสูดดมจะเกิดอาการปวดศีรษะ เวียนหัว ซึ่พจรอ่อนแอ หากกลืนจะทำให้เกิดการระคายเคืองต่อปากและกระเพาะอาหาร หากสัมผัสกับดวงตาหรือผิวหนังจะทำให้เกิดการระคายเคืองอย่างรุนแรง และเกิดแผลไหม้ได้ อีกทั้ง 4-คลอโรฟินอลยังก่อให้เกิดแก๊สไฮโดรเจนคลอไรด์และคลอรีนที่เป็นพิษเมื่อถูกเผาไหม้ [12,13]



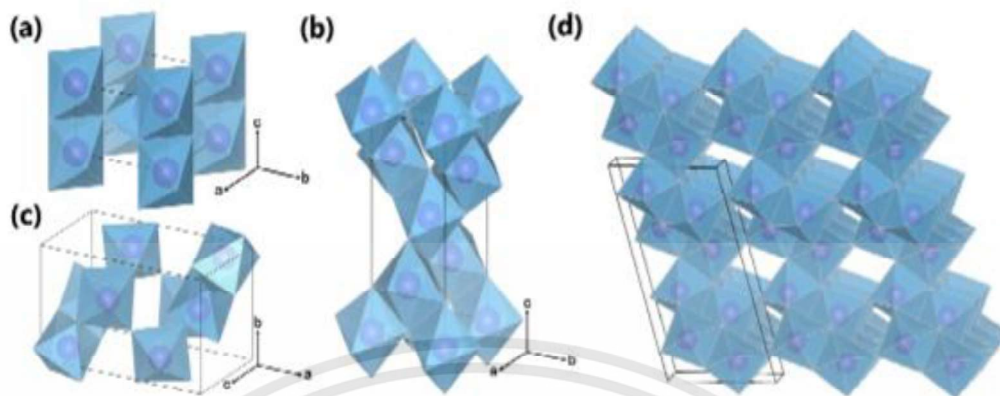
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ 4-คลอโรฟินอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 ไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide) หรือไททาเนีย (Titania) เป็นสารกึ่งตัวนำที่นิยมนำมาใช้เป็นสารโฟโตแคตะลิสต์ ซึ่งภาคอุตสาหกรรมให้ความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากมีความเสถียรสูง ไม่เป็นพิษ ราคาไม่แพง และยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเตรียมให้มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร (นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์) เพื่อเพิ่มศักยภาพในการประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวาง เช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในกระบวนการโฟโตแคตะไลซิส (Photocatalysis) ซึ่งเป็นพลังงานสะอาดในการกำจัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันจากการฉายแสงยูวีไปยังไทเทเนียมไดออกไซด์ในน้ำเสียที่ต้องการบำบัด [14]

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีสูตรโมเลกุลเป็น TiO_2 มีสมบัติเฉพาะตัว คือ มวลโมเลกุล 79.9 กรัม/โมล ความหนาแน่น 3.84-4.26 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ไม่ละลาย มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวอยู่ที่ 2,500 และ 1,850 องศาเซลเซียส ตามลำดับ มีสมบัติทางกายภาพ คือ เป็นของแข็งสีขาวที่มีพื้นที่ผิว 50 ตารางเมตร/กรัม ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 20 นาโนเมตร ความหนาแน่น 130 กรัม/ลิตร และความถ่วงจำเพาะ 0.7 กรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร และสมบัติเชิงกลของไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ มีค่าโมดูลัสการแตกร้าว (Modulus of rupture) ที่ 140 MPa กำลังแรงกด 680 MPa มีอัตราส่วนของปัวร์ซอง (Poisson's ratio) 0.27 ความทนทานการแตกหัก (Fracture toughness) $3.2 \text{ MPa/m}^{1/2}$ โมดูลัสของแรงเฉือน (Shear modulus) 90 GPa โมดูลัสยืดหยุ่น (Young's modulus หรือ Modulus of elasticity) มีความแข็งจุลภาค (Microhardness) (HV0.5) อยู่ที่ 880 มีสมบัติทางไฟฟ้า ได้แก่ มีค่าความต้านทาน (Resistivity, 25°C) 1012 $\Omega\cdot\text{cm}$ ค่าความต้านทาน (Resistivity, 700°C) $2.5 \times 10^4 \Omega\cdot\text{cm}$ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (Dielectric constant, ϵ) (1MHz) เท่ากับ 85 ค่าตัวประกอบการสูญเสีย (Dissipation factor) (1MHz) เท่ากับ 5×10^{-4} ค่าคงทนไดอิเล็กทริก (Dielectric strength) 4 kV/mm เป็นต้น และมีสมบัติทางความร้อน ได้แก่ สัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน (Thermal expansion coefficient) (RT-1000°C) 9×10^{-6} และค่าการนำความร้อน (Thermal conductivity, 25°C) เท่ากับ 11.7 Wm/K เป็นต้น [15]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของ (a) รูไทล์ (b) อนาเทส (c) บรูคไคต์ และ (d) ไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสบี [14]

โครงสร้างจุลภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคอยู่ 4 แบบ (รูปที่ 2.2) ได้แก่ โครงสร้างแบบอนาเทส (Anatase) มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) โครงสร้างแบบรูไทล์ (Rutile) มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลเช่นเดียวกับโครงสร้างแบบอนาเทส แต่โครงสร้างแบบรูไทล์เกิดจากการเรียงตัวต่อกัน โดยใช้ส่วนยอดของแต่ละออกตะฮีดรอล (Octahedral) ในขณะที่โครงสร้างแบบอนาเทสเกิดจากการเรียงตัวต่อกัน โดยใช้แค่ส่วนยอดของแต่ละออกตะฮีดรอล โครงสร้างแบบบรูคไคต์ (Brookite) มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสบี เป็นโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก (Metastable monoclinic) ซึ่งโครงสร้างไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสบีนั้นประกอบด้วยการใช้ขอบของออกตะฮีดรอล 2 ขอบร่วมกันเป็นหน่วยออกตะฮีดรอลคู่ที่ส่วนยอดของมุม จึงส่งผลให้โครงสร้างไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสบีมีโครงสร้างเป็นอุโมงค์เปิด (Open tunnel structure) เป็นช่องว่างที่ทำให้มีพื้นที่ผิวมากและมีความหนาแน่นน้อยกว่าอนาเทส อาจเป็นช่องว่างที่เกิดจากอะตอมของออกซิเจนหายไปจากตำแหน่งปกติ จึงนิยมที่จะผลิตเป็นโครงสร้างลวดนาโน ท่อนานาโน เข็มชัตนาโน หรือเส้นใยนาโน เนื่องจากโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์มีหลายโครงสร้าง จึงต้องอาศัยเทคนิคในการตรวจสอบต่างๆ ผสมผสานกัน ได้แก่ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) เทคนิครามาน (Raman spectroscopy) เทคนิคฟูริเออร์ทรานซฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier-transform infrared spectroscopy, FTIR) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM and Scanning electron microscope, SEM) และกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope, AFM) เป็นต้น [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ และความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์อาจจะบ่งบอกถึงสัดส่วนโดยประมาณของเฟสที่เกิดร่วมกันของโครงสร้างทั้ง 4 แบบในสารตัวอย่าง [14]

แบบที่ 1 อะนาเทส มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะปรากฏระนาบ (101) (102) (004) (105) (211) (213) (116) (220) และ (107) ที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 25.28 38 48 54 55.5 62.57 69 70.5 และ 76 องศา ตามลำดับ

แบบที่ 2 รูไทล์ มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล โดยมีค่าแลตทิซ a b และ c เท่ากับ 4.593 4.593 และ 2.959 อังสตรอม ตามลำดับ เมื่อวิเคราะห์ด้วย XRD พบ พีกเด่นของรูไทล์ปรากฏที่ระนาบ (110) (101) (200) (111) (210) (211) (220) (002) (310) และ (112) ที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 27 36 40 41.5 44 50 56 63.5 65 และ 69.1 องศา ตามลำดับ

แบบที่ 3 บรูคไคต์ มีโครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิก โดยมีแลตทิซ a b และ c เท่ากับ 9.174 5.449 และ 5.138 อังสตรอม ตามลำดับ มีพีกเด่นจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ปรากฏที่ระนาบ (121) ณ ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 30.81 และระนาบ (120) และ (111) ที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 25.34 และ 25.69 องศา ตามลำดับ ซึ่งจะซ้อนทับกับพีกที่ระนาบ (101) ของโครงสร้างอะนาเทส ณ ตำแหน่ง 25.28 องศา โดยโครงสร้างบรูคไคต์ที่สมบูรณ์จะมีอัตราส่วน $I_{(121) \text{ บรูคไคต์}} / I_{(120) \text{ บรูคไคต์}}$ มีค่าประมาณ 0.9 (JCPDS No. 29-1360) แต่บรูคไคต์ส่วนใหญ่มีค่า $I_{(121) \text{ บรูคไคต์}} / I_{(120) \text{ บรูคไคต์}}$ ต่ำกว่า 0.9

แบบที่ 4 ไทเทเนียมไดออกไซด์เฟสบี (TiO₂ (B)) มีโครงสร้างเป็นโมโนคลินิก ซึ่งมีพีกหลักที่ระนาบ (401) และ (202) ณ ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 14.16 28.62 และ 43.5 องศา ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมีระนาบ (401) และ (020) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 38 และ 48 องศา ตามลำดับ ซึ่งเป็นพีกที่ซ้อนทับกับพีกที่ระนาบ (112) และ (200) ของอะนาเทส ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 38 และ 48 องศา ตามลำดับ

2.3 ไดอะตอมไมต์ (Diatomite)

ไดอะตอมไมต์ (Diatomite) หรือ ดินเบา เป็นดินที่เกิดจากซากไดอะตอมในแหล่งไดอะตอม มีสีเหลืองหรือสีเทาอ่อน นุ่ม มีรูพรุน และมีน้ำหนักเบา Diatomite ส่วนใหญ่ประกอบด้วย SiO₂ และ Fe₂O₃ CaO MgO Al₂O₃ กับสิ่งสกปรกเล็กน้อย Diatomite แต่ละที่จะมีองค์ประกอบที่แตกต่างกัน ดังตารางที่ 2.1 และมีคุณสมบัติเฉพาะตัว เช่น มีรูพรุนมาก มีพื้นที่ผิวมาก มีปฏิกิริยาทางเคมีเชิงซ้ำ และเป็นตัวนำความร้อนที่ต่ำ จากสมบัติต่างๆ ของ Diatomite จึงมีการนำไปใช้ประโยชน์ด้านอุตสาหกรรม ได้แก่ ใช้เป็นตัวกรองสิ่งสกปรกหรือสิ่งที่ไม่ต้องการออกจากของเหลวจำพวก สารเคมี ใช้ทำฉนวนกันความร้อนและเสียง ใช้เป็นตัวเติม (Mineral fillers) ในอุตสาหกรรมต่างๆ ใช้

เป็นตัวดูดซับ (Absorbent) ใช้เป็นวัสดุขัดสี (Mold abrasive) ในงานของเครื่องเงิน โลหะและ
 รอยนต์ อีกทั้งยังใช้เป็นวัตถุก่อสร้างในรูปของอิฐ ขอล็ก กระเบื้อง เป็นต้น [16]

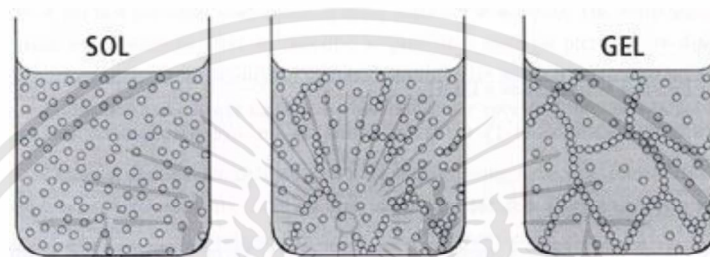
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของ Diatomite ในสถานที่ต่างๆ [9]

Sample/salt	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ 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
TK Diatomite, Thailand	76.30	16.10	4.23	0.33	-	1.83	0.32	0.82	0.07

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel technology)

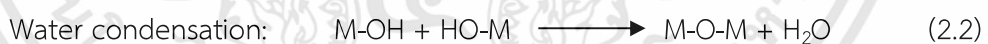
กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการหนึ่งที่ยิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุนาโน โดยทั่วไป กระบวนการโซล-เจล หมายถึง การสังเคราะห์โครงสร้างร่างแหอนินทรีย์ โดยกระบวนการทางปฏิกิริยาเคมีในสารละลาย ณ อุณหภูมิต่ำ ซึ่งการเกิดเจลในกระบวนการโซล-เจลนั้นเป็นไปตามกฎทางเคมี คือ สมบัติของสารจะเปลี่ยนแปลงอย่างมากเมื่อตัวแปรของปฏิกิริยาเปลี่ยนแปลงไป



รูปที่ 2.3 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล

ที่มา: http://www.uk-finishing.org.uk/N-COAT70/sol_gel.htm

กระบวนการโซล-เจล มีปฏิกิริยาที่สำคัญ 3 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นด้วยน้ำ (Water condensation) และการควบแน่นด้วยแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) [17]



เมื่อ M คือ โลหะ ได้แก่ Ti Si Zr Al Sn หรือ Ce และ X คือ กลุ่มฮาโลเจน (-Cl, -Br, -I) กลุ่มแอลคอกไซด์ (-OR) กลุ่มแอลคิลเอมีน (-NR₂) หรือกลุ่มอะซิเลต (-OCR)

โดยสารโลหะแอลคอกไซด์มักถูกใช้ในงานวิจัยที่เกี่ยวกับโซล-เจล ซึ่งการใช้สารโลหะแอลคอกไซด์เป็นสารตั้งต้นจะช่วยควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ โดยควบคุมปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (สมการที่ 2.1) และปฏิกิริยาการควบแน่นด้วยน้ำและแอลกอฮอล์ (สมการ 2.2 และ 2.3 ตามลำดับ) ระหว่างหมู่โลหะลิแกนด์ (M-X) กับหมู่โลหะไฮดรอกไซด์ (M-OH) หรือระหว่างหมู่ M-OH 2 หมู่ตามลำดับ

กระบวนการเกิดปฏิกิริยาเคมีตามสมการที่ 2.1 ของแอลคอกไซด์โมโนเมอร์ที่ละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์หลายชนิดโดยเฉพาะแอลกอฮอล์นั้นเกิดเมื่อทำการเติมน้ำลงไป นอกจากนี้สารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการโซล-เจล ยังต้องว่องไวมากพอที่จะเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการเกิดเจล โดยโมโนเมอร์จะแปรสภาพไปเป็นสารที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องเป็นโครงสร้างร่างแห (เจล) หากมีการใช้คอลลอยด์จะต้องคำนึงถึงประจุบนพื้นผิวของอนุภาคและชนิดของสารที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของอนุภาค ดังนั้นการใช้แอลคอกไซด์โมโนเมอร์จะง่ายต่อการควบคุมปฏิกิริยามากกว่า โดยตัวแปรที่มีผลต่อการเกิดเจล ได้แก่ การทำให้ประจุที่ผิวของอนุภาคเป็นกลาง (จุดไอโซอิเล็กทริก (Isoelectric Point)) การเกาะตัว การเกิดปฏิกิริยาควบแน่นต่อเนื่องจากหมู่ที่ว่องไวบนผิวอนุภาคและการเกิดเจล ซึ่งส่งผลให้สารมีความหนืดเพิ่มขึ้นจนได้เป็นเจลที่แข็ง

สำหรับการเปลี่ยนแปลงของประจุบนอนุภาคนั้นสามารถทำได้โดยการเติมกรด-ด่างได้โดยการเปลี่ยน pH อย่างช้าๆ จากจุดไอโซอิเล็กทริกที่แตกต่างกันในระบบที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ ซึ่งการปรับ pH อย่างช้าๆ จะทำให้เกิดพอลิเมอร์ไรซ์อย่างช้าๆ จนเกิดกลายเป็นเจลในที่สุด ในกระบวนการเกิดโซล-เจล มีตัวแปรต่างๆ ที่ส่งผลต่อสมบัติของโซล-เจล ได้แก่ [18]

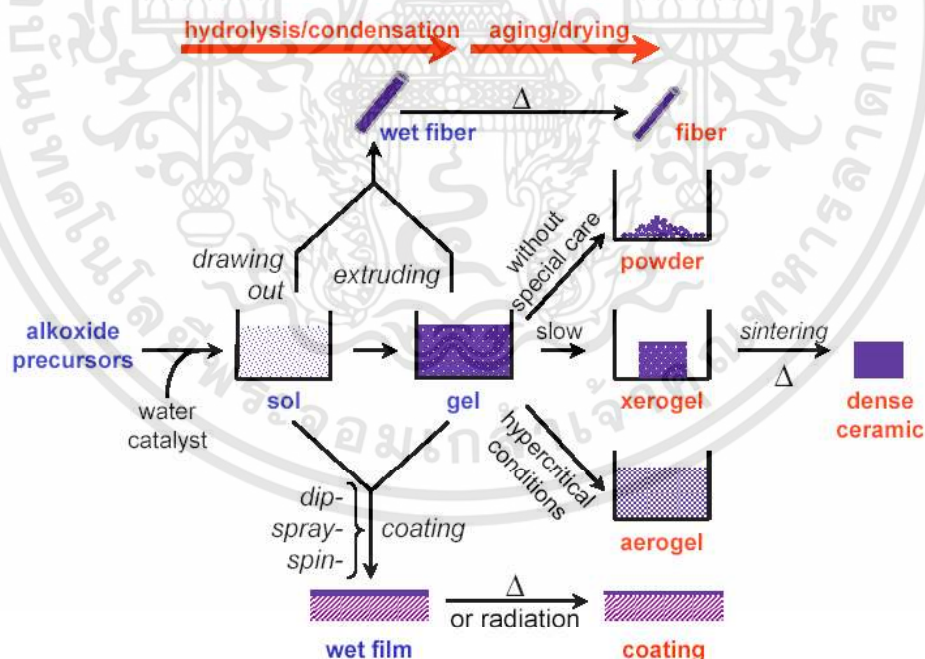
- สารตั้งต้น จะส่งผลต่อจลนพลศาสตร์ โครงสร้างของโอลิโกเมอร์ และการกระจายตัวของแต่ละองค์ประกอบ
- ตัวทำละลาย จะส่งผลต่อจลนพลศาสตร์ โครงสร้างของสารตั้งต้น และจุดที่เกิดเจล (ความสามารถในการละลายของโอลิโกเมอร์)
- อุณหภูมิ จะส่งผลต่อจลนพลศาสตร์ การดำเนินไปของปฏิกิริยา (โครงสร้างของพอลิเมอร์ทางสัณฐานและอสัณฐาน) และความสามารถในการละลาย (จุดที่เกิดเจล)
- ตัวเร่งปฏิกิริยา จะส่งผลต่อจลนพลศาสตร์โดยขึ้นกับสารตั้งต้น ในระบบที่มีหลายองค์ประกอบจะแตกต่างกันตามชนิดของสารตั้งต้นแต่ละตัวที่ใช้ และการกระจายตัวของแต่ละองค์ประกอบ
- พีเอช จะส่งผลต่อการเร่งปฏิกิริยาด้วยโปรตอน (H^+) และไฮดรอกไซด์ (OH^-) จุดไอโซอิเล็กทริก (จุดที่ส่งผลต่อการเกิดเจล) จลนพลศาสตร์ โครงสร้างของพอลิเมอร์ และความเสถียรของโซล
- สารเติมแต่ง เช่น สารเชิงซ้อน จะส่งผลต่อจลนพลศาสตร์ ความสามารถในการละลาย โครงสร้างและสมบัติของโซล โครงสร้างของเจล จุดที่เกิดเจล ลักษณะทางเคมีของผิวของคอลลอยด์ การจับตัวกัน สมบัติในการขึ้นรูปของอนุภาคละเอียด

- ตัวแปรเชิงกล เช่น การกวน จะส่งผลต่อจุดที่เกิดเจล ขนาดของอนุภาคและการจับตัวกัน หรือการใช้อัลตราโซนิกก็สามารถส่งผลต่อความเป็นเนื้อเดียวกัน ปริมาณของแข็งในโซล และการกระจายตัวของแต่ละองค์ประกอบ

ในการสังเคราะห์วัสดุต่างๆ โดยใช้กระบวนการโซล-เจลมีข้อดี ได้แก่

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

หลังกระบวนการผลิตทั้งสภาพที่เป็นโซลและเจลนั้นจะถูกนำเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น Fiber Aerogel Xerogel Powder และ Coating film เป็นวัสดุพิเศษสำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆ ต่อไป [17]



รูปที่ 2.4 ผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆ จากกระบวนการโซล-เจล [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 วิธีการเอิบชุ่ม (Dry Impregnation)

วิธีนี้จะนำตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่แห้งสัมผัสกับปริมาณสารละลายที่เท่ากับปริมาณรูพรุนของตัวรองรับ โดยสารละลายนั้นมีจำนวนของปริมาณสารตั้งต้นที่จะเคลือบลงบนตัวรองรับ ทันทึที่ตัวรองรับสัมผัสกับสารละลาย สารละลายนั้นจะถูกดึงเข้าไปในรูพรุนของตัวรองรับด้วยความดัน Capillary เรียกกระบวนการนี้ว่า “Impregnation”

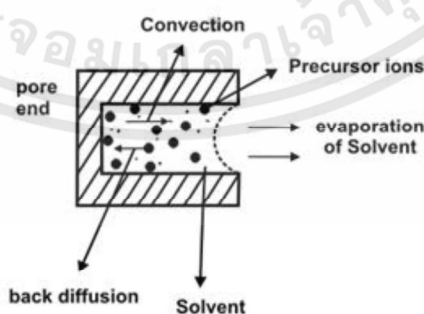


รูปที่ 2.5 การเอิบชุ่ม (Dry impregnation)

ที่มา: <http://nptel.ac.in/courses/103103026/module2/lec8/1.html>

หลังจากนั้นส่วนของ Impregnation จะต้องกำจัดตัวทำละลายโดยการให้ความร้อนด้วยตุ๋บ โดยใช้อุณหภูมิที่สูงกว่าจุดเดือดของตัวทำละลายเล็กน้อย เช่น 110-120 องศาเซลเซียส สำหรับตัวทำละลายน้ำ การกำจัดตัวทำละลายในรูพรุนมีผลทำให้ความเข้มข้นของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้นจนกระทั่งถึงจุดอิ่มตัว และเกิดเป็นผลึกเกิดขึ้น [19]

Falling rate period of drying



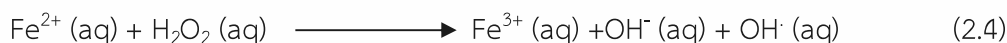
รูปที่ 2.6 กลไกระหว่างการอบแห้ง

ที่มา: <http://nptel.ac.in/courses/103103026/module2/lec8/3.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 ปฏิกิริยาเฟนตัน

ปฏิกิริยาเฟนตัน คือ ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วของสารประกอบอินทรีย์ในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ กับไอออนของเฟอร์รัสแล้วก่อให้เกิดอนุมูลอิสระของไฮดรอกซิล ดังสมการ 2.4



หลังจากเกิดปฏิกิริยา (1) จะทำให้น้ำเสียที่ประกอบด้วยสารประกอบอินทรีย์ต่างๆ ถูกเหนี่ยวนำให้มีการย่อยสลายของสารประกอบอินทรีย์นั้นได้ ด้วยพลังงานของการถ่ายโอนอิเล็กตรอนของอนุมูลไฮดรอกซิล

ต่อมาอนุมูลไฮดรอกซิลสามารถทำปฏิกิริยากับไอออนของเฟอร์รัส แล้วก่อให้เกิดไอออนของเฟอร์ริก ดังนี้



หรือในเวลาเดียวกันอาจเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของอนุมูลไฮดรอกซิลกับสารประกอบอินทรีย์ในน้ำเสีย ดังนี้



ต่อมาจะเกิดปฏิกิริยาซ้ำของไอออนเฟอร์ริก ซึ่งจะช่วยให้มีการแตกตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ให้เป็นแก๊สออกซิเจนและอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิล โดยที่ความเข้มข้นของไอออนเฟอร์รัส จะไม่มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น ในขณะที่ไอออนความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะลดลงเรื่อยๆ ดังนี้



และ



โดยอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลจัดเป็นตัวออกซิไดซ์ที่อ่อน แต่มีความสำคัญในกระบวนการเกิดไอออนของเฟอร์รัส โดยเมื่อทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะทำให้เกิดอนุมูลไฮดรอกซิลเพิ่มมากขึ้น ซึ่งอนุมูลไฮดรอกซิลสามารถทำปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ได้เกือบทั้งหมดและให้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำในขั้นตอนสุดท้าย โดยปฏิกิริยาเฟนตันมีปัญหาโดยตรง คือ การควบคุมสารเคมี และ pH เพราะหากมีการควบคุมองค์ประกอบเหล่านี้ไม่ดีพอจะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นเพียงน้ำและออกซิเจนเท่านั้น [6]

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

น้ำเสียจากทั้งภาคครัวเรือนและภาคอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมยา อุตสาหกรรมไม้ ผลิตภัณฑ์ไม้แปรรูป ผลิตภัณฑ์กระดาษ และอุตสาหกรรมเกษตร ส่วนใหญ่ประกอบด้วยอนุพันธ์ของคลอโรฟีนอล โดย US Environmental Protection Agency (EPA) และ EC Environmental Directive (2455/2001/EC) จัดเป็นสารปนเปื้อนอันตราย เนื่องจากเป็นสารอินทรีย์ที่มีความเป็นพิษสูง มีอัตราการสลายตัวทางชีวภาพต่ำและครึ่งชีวิตที่ยาวนาน ซึ่งสามารถบำบัดได้หลายวิธี หนึ่งในวิธีนั้นคือ ปฏิกิริยาเฟนตัน (Fenton reaction) มีนักวิจัยหลายท่านศึกษาการสลายสารประกอบอินทรีย์ด้วยวิธีนี้ เริ่มจาก Nuket Kartal Temel และ Munevver Sokmen [2] ได้ทำการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาตัวใหม่สำหรับสลายอนุพันธ์ของคลอโรฟีนอล ได้แก่ 4-คลอโรฟีนอล 2,4-ไดคลอโรฟีนอล และ 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล โดยใช้ระบบตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ (Homogeneous catalyst) สำหรับปฏิกิริยาเฟนตัน ตัวเร่งปฏิกิริยา (Fe(II)/H₂O₂) พบว่า มีการสลาย 85.7% 91.8% และ 58.3% ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Cu(II)/H₂O₂) ซึ่งไม่พบการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล แต่พบการสลายของ 2,4-ไดคลอโรฟีนอล และ 2,4,6-ไตรคลอโรฟีนอล เท่ากับ 28.8% และ 63.3% ตามลำดับ อีกทั้งยังใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (V(IV)/H₂O₂) ซึ่งพบว่ามี การสลาย 43.3% 8.9% และ 28% ตามลำดับ จากการเปรียบเทียบการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันทั้ง 3 แบบ พบว่า การใช้เหล็กนั้นสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ดีที่สุด แต่คุณภาวะเกิด เทศศรี [7] ได้กล่าวว่าการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์นั้นยากต่อการแยกออกจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ ถึงแม้ว่าจะมีประสิทธิภาพสูงกว่าตัวเร่งวิวิธพันธ์ ดังนั้นจึงมีนักวิจัยทำการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (Heterogeneous catalyst) โดยใช้เหล็กเคลือบบนตัวรองรับต่างๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพให้แก่ตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ เช่น Nemanja Banic และคณะ [8] ได้ศึกษาการสลาย Thiachloprid โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น Fe/TiO₂ ซึ่งใช้เหล็กเคลือบด้วย ปริมาณต่างๆ ได้แก่ 1.9 7.2 และ 13.9wt% พบว่า ปริมาณ 7.2wt% Fe/TiO₂ ให้ค่า Total organic carbon (TOC) removal เท่ากับ 70% สำหรับปฏิกิริยาเฟนตัน นอกจากนี้ยังมี Yong Wang และคณะ [20] ได้ศึกษาปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิธีพันธ์ Nano-Fe₃O₄ ในการสลาย Phloroglucinol ในสภาวะ pH 7 ถึง 9 พบว่า มีค่า TOC removal เท่ากับ 60% อีกทั้ง Feng Duan และคณะ [21] ยังศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอล โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe/Ordered mesoporous carbon ด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน พบว่า มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอล 96.1% และค่า TOC removal เท่ากับ 47.4% ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส pH 3 และ ปริมาณ H₂O₂ 6.6 มิลลิโมลาร์ ซึ่งพบว่าค่า TOC removal ที่ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยา Fe/TiO₂ นั้นได้ค่า TOC removal สูงสุด นอกจากนี้ได้มีการใช้แร่ธรรมชาติเป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาของเหล็ก เพื่อลดความเป็นพิษของตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น Sergio Navalon และคณะ [22] ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพันธ์โดยใช้ ดินเหนียว Silica และ Zeolite มาเป็นส่วนรองรับไอออนของเหล็กสำหรับปฏิกิริยาเฟนตัน ซึ่งยังพบว่า รูปพรุนของแร่ดินที่เติมไปด้วยเหล็ก ทองแดง หรือโลหะทรานซิชันอื่นๆ นั้นสามารถเกิดปฏิกิริยาเฟนตันได้ อีกทั้งยังมีรายงานของ N. Inchaurreondo และคณะ [32] กล่าวถึงการใช้ Diatomite เป็นในการดูดซับ เหล็ก ทองแดง หรือ MnO₂ เนื่องจากโครงสร้างมีความเป็นรูพรุนมาก ความหนาแน่นต่ำ ความสามารถในการดูดซับสูง ความสามารถในการนำความร้อนต่ำ มีความเฉื่อย และราคาถูก อีกทั้งยังมีองค์ประกอบของเหล็กที่สำคัญต่อการเกิดปฏิกิริยาเฟนตันอีกด้วย นอกจากนี้ยังมี Zhujian Huang และคณะ [31] ได้พัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพันธ์ด้วยการเคลือบไนโตรเจนและทองแดงลงบนตัวเร่งปฏิกิริยา TiO₂ และเคลือบลงบนแร่ดินเหนียว Rectionite เพื่อศึกษาการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ด้วยปฏิกิริยาเร่งด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยา (N,Cu) co-doped TiO₂/Rectionite โดยทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีโซล-เจล พบว่า การเคลือบ TiO₂ ลงบนแร่ดิน rectionite เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสของตัวเร่งปฏิกิริยา รวมถึงเพิ่มพื้นที่ผิวในการดูดซับ

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิธีพันธ์โดยมีไทเทเนียมไดออกไซด์บน Diatomite เป็นตัวรองรับเหล็กในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับและการสลาย 4-คลอโรฟีนอล โดยปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ ปริมาณ H₂O₂ ความเข้มข้นของคลอโรฟีนอล pH เวลาที่ใช้ อุณหภูมิและ ปริมาณของเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยา รวมทั้งหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับสลาย 4-คลอโรฟีนอล นอกจากนี้ยังศึกษาคูณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

บทที่ 3

ขั้นตอนการทดลอง

วิทยานิพนธ์นี้ศึกษาปัจจัยสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการโซล-เจล และ Dry impregnation และวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ในการศึกษาทั้งหมดนี้ได้ใช้สารเคมี อุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีการดำเนินงานดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมี

การทดลองในวิทยานิพนธ์นี้มีการใช้สารเคมีดังนี้

1. เตตระบิวทิลไททานเนต (C₁₆H₃₆O₄Ti, AR grade, Merck KGaA, Germany)
2. สารละลายเหล็ก(III)ไนเตรท (Fe(NO₃)₃·9H₂O, AR grade, Merck KGaA, Germany)
3. เอทานอล (C₂H₅H, AR grade, Carlo Erba Reagents S.A.S., France)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, AR grade, Merck KGaA, Germany)
5. กรดอะซิติก (CH₃COOH, AR grade, RCI Labscan Limited, Thailand)
6. กรดไนตริก 65% (HNO₃, AR grade, RCI Labscan Limited, Thailand)
7. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30% (H₂O₂, AR grade, Merck KGaA, Germany)
8. 4-คลอโรฟีนอล (C₆H₅ClO, AR grade, Merck KGaA, Germany)
9. Diatomite (TK Diatomite, Lampang, Thailand)
10. อะซิโตนไนไตรล์ (C₂H₃N, HPLC grade, Leonid, Singapore)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 1 เครื่องกวนแม่เหล็ก (Harmony Hotplate Stirrer, HTS -1003, Japan)
- 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, Japan)
- 6 เครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC, P2000, SP

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thermoseparation product, Turkey)

7. เครื่อง Surface area and pore size analyzer (BET, Bel. Japan, INC, Japan)
8. เครื่องวัด pH (Eu tech instruments, pH 700, Singapore)
9. เตาเผา (Thermo Scientific, THERMOLYNE, North America)
10. เครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR, IRPrestige-21, Shimadzu, Japan)
11. เครื่องชั่งสาร (CP225D, SARTORIUS AG, Germany)
12. เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer (XRF, MESA-500W, HORIBA, Singapore)

3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

1. สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO₂/Diatomite ด้วยกระบวนการโซล-เจล

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO₂/Diatomite ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยเตรียมสารละลายที่ 1 ด้วยสารละลายเตตระบิวทิลไททานเนต 10 มิลลิลิตร ผสมกับเอทานอล 20 มิลลิลิตร แล้วทำการเตรียมสารละลายที่ 2 โดยผสมเอทานอล 3 มิลลิลิตร กรดอะซิติก 3 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 3 มิลลิลิตร ต่อมานำสารละลายที่ 1 คนให้เข้ากันอย่างสม่ำเสมอด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส แล้วค่อยๆเติมสารละลายที่ 2 ลงในสารละลายที่ 1 หลังจากนั้นนำ Diatomite 5 กรัม เติมลงในสารละลายที่ผสมได้ คนจนกว่าสารละลายที่ผสมได้กลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วค่อยเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อทำการปรับ pH ของสารผสม จนเกิดเจลและนำไปอบให้แห้ง นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา TiO₂/Diatomite

2. สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ด้วยกระบวนการ Dry impregnation

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite เตรียมโดยใช้น้ำหนักเหล็ก(III)ไนเตรทเพื่อให้ได้ปริมาณโลหะเหล็กที่ 1wt% 5wt% และ 10wt% แล้วนำไปละลายด้วยน้ำกลั่น หลังจากนั้นทำการหยดสารละลายเหล็ก(III)ไนเตรทลงไปในตัวเร่งปฏิกิริยา TiO₂/Diatomite ให้ทั่วจนเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite หลังจากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนแล้วกรอง หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้ง จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถนำไปทำปฏิกิริยาได้

3.4 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

การวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite โดยมีการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง XRD วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง FT-IR วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนด้วยเทคนิค BET โดยใช้เครื่อง Surface area และ Pore size analyzer และวิเคราะห์หาปริมาณธาตุและสารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่อง XRF

3.5 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

Fe-TiO₂/Diatomite ภายใต้ปฏิกิริยาเฟนตัน

1. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 4-คลอโรฟีนอล

เตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์ผลของความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอล โดยเตรียมความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอล 20 30 40 60 80 100 และ 120 มิลลิกรัม/ลิตร นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC) ด้วยคอลัมน์ Phenyl-hexyl มีเฟสเคลื่อนที่เป็น 30:70 ของอะซิโตนไทรล์และน้ำปราศจากไอออน โดยมีชนิดของ Detector เป็น UV-VIS ที่ 280 นาโนเมตร แล้วสร้างกราฟมาตรฐานของ 4-คลอโรฟีนอล โดยพล็อตกราฟระหว่างความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล (แกนนอน) กับพื้นที่ฟีก (แกนตั้ง)

2. การสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน เริ่มจากเตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร แล้วทำการปรับ pH 2 3 และ 4 ด้วยกรดไนตริก หลังจากนั้นเติมตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ปลอ่ยให้เกิดการดูดซับเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เพื่อเริ่มปฏิกิริยาเฟนตัน แล้วทำการเก็บสารตัวอย่าง 0 30 และ 60 นาที แล้ววิเคราะห์ความเข้มข้นของสารละลายที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง HPLC บันทึกผล เพื่อหาอัตราการลดลงของความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอลที่เกิดขึ้น จากการเทียบกราฟมาตรฐาน การสลาย 4-คลอโรฟีนอล คำนวณได้จากสูตรดังสมการที่ 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)

3.6 การออกแบบการทดลองและการหาสภาวะที่เหมาะสม

วิเคราะห์ผลด้วยวิธีการตอบสนองต่อพื้นผิว (Response surface methodology, RSM) ใช้การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken design (BBD) เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาฟenton โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite โดยมีปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล 5 ปัจจัย ได้แก่ pH ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ และเวลา และ 3 ระดับ 2 ซ้ำ โดยมีขอบเขตของปัจจัยที่ศึกษาแสดงดังตารางที่ 3.1 จากการออกแบบการทดลองได้จำนวนการทดลองทั้งหมด 92 การทดลอง ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 ปัจจัยและระดับในการออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken

ปัจจัย	หน่วย	ระดับ		
		-1	0	1
pH		2	3	4
ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	มิลลิโมลาร์	10	30	50
ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา	กรัม/ลิตร	0	0.5	1
อุณหภูมิ	องศาเซลเซียส	30	40	50
เวลา	นาที	0	30	60

ตารางที่ 3.2 การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

ลำดับ	pH	H ₂ O ₂ (มิลลิโมลาร์)	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (กรัม/ลิตร)	อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	เวลา (นาที)	ตัวแปรตาม
1	2	10	0.5	40	30	ร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอล
2	4	10	0.5	40	30	
3	2	50	0.5	40	30	
4	4	50	0.5	40	30	
5	3	30	0	30	30	
6	3	30	1	30	30	

ตารางที่ 3.2 การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล (ต่อ)

7	3	30	0	50	30
8	3	30	1	50	30
9	3	10	0.5	40	0
10	3	50	0.5	40	0
11	3	10	0.5	40	60
12	3	50	0.5	40	60
13	2	30	0	40	30
14	4	30	0	40	30
15	2	30	1	40	30
16	4	30	1	40	30
17	3	30	0.5	30	0
18	3	30	0.5	50	0
19	3	30	0.5	30	60
20	3	30	0.5	50	60
21	3	10	0	40	30
22	3	50	0	40	30
23	3	10	1	40	30
24	3	50	1	40	30
25	2	30	0.5	30	30
26	4	30	0.5	30	30
27	2	30	0.5	50	30
28	4	30	0.5	50	30
29	3	30	0	40	0
30	3	30	1	40	0
31	3	30	0	40	60
32	3	30	1	40	60
33	2	30	0.5	40	0
34	4	30	0.5	40	0

ร้อยละการสลาย
4-คลอโรฟีนอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล (ต่อ)

35	2	30	0.5	40	60
36	4	30	0.5	40	60
37	3	10	0.5	30	30
38	3	50	0.5	30	30
39	3	10	0.5	50	30
40	3	50	0.5	50	30
41	3	30	0.5	40	30
42	3	30	0.5	40	30
43	3	30	0.5	40	30
44	3	30	0.5	40	30
45	3	30	0.5	40	30
46	3	30	0.5	40	30
47	2	10	0.5	40	30
48	4	10	0.5	40	30
49	2	50	0.5	40	30
50	4	50	0.5	40	30
51	3	30	0	30	30
52	3	30	1	30	30
53	3	30	0	50	30
54	3	30	1	50	30
55	3	10	0.5	40	0
56	3	50	0.5	40	0
57	3	10	0.5	40	60
58	3	50	0.5	40	60
59	2	30	0	40	30
60	4	30	0	40	30
61	2	30	1	40	30
62	4	30	1	40	30

ร้อยละการสลาย
4-คลอโรฟีนอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟินอล (ต่อ)

63	3	30	0.5	30	0
64	3	30	0.5	50	0
65	3	30	0.5	30	60
66	3	30	0.5	50	60
67	3	10	0	40	30
68	3	50	0	40	30
69	3	10	1	40	30
70	3	50	1	40	30
71	2	30	0.5	30	30
72	4	30	0.5	30	30
73	2	30	0.5	50	30
74	4	30	0.5	50	30
75	3	30	0	40	0
76	3	30	1	40	0
77	3	30	0	40	60
78	3	30	1	40	60
79	2	30	0.5	40	0
80	4	30	0.5	40	0
81	2	30	0.5	40	60
82	4	30	0.5	40	60
83	3	10	0.5	30	30
84	3	50	0.5	30	30
85	3	10	0.5	50	30
86	3	50	0.5	50	30
87	3	30	0.5	40	30
88	3	30	0.5	40	30
89	3	30	0.5	40	30
90	3	30	0.5	40	30

ร้อยละการสลาย
4-คลอโรฟินอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 การออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล (ต่อ)

91	3	30	0.5	40	30	ร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอล
92	3	30	0.5	40	30	



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

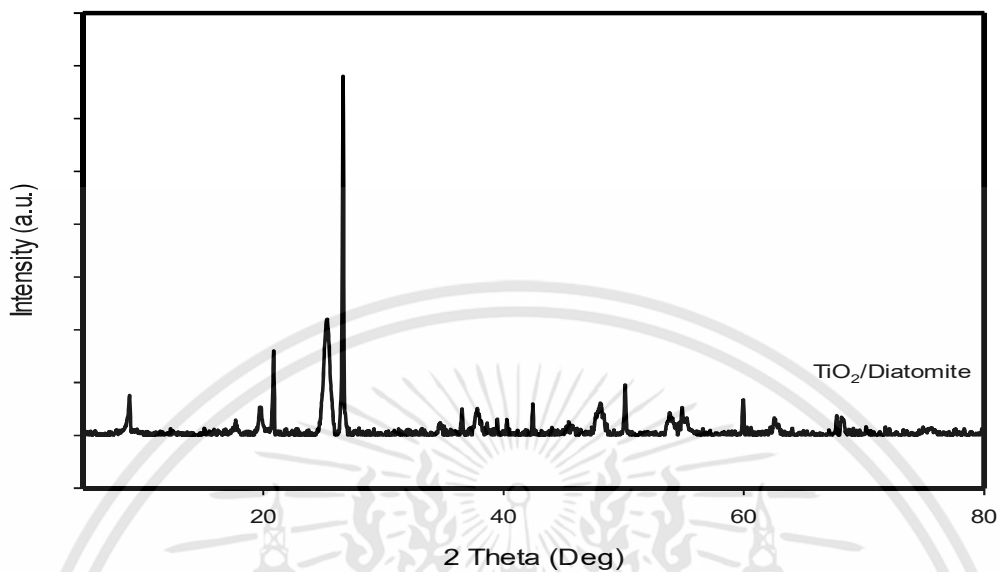
ผลการทดลอง

วิทยานิพนธ์นี้สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite เพื่อสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วย ปฏิกิริยาเฟนตัน ศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite โดยการวิเคราะห์ โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา ศึกษาหาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา วิเคราะห์ลักษณะ ของพื้นผิวและขนาดของรูพรุน วิเคราะห์หาปริมาณธาตุและสารประกอบออกไซด์ภายในตัวเร่ง ปฏิกิริยา และศึกษาปริมาณของเหล็ก รวมทั้งปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลและหาสภาวะ ที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยวิธีการตอบสนองต่อพื้นผิว (Response surface methodology, RSM) โดยออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken

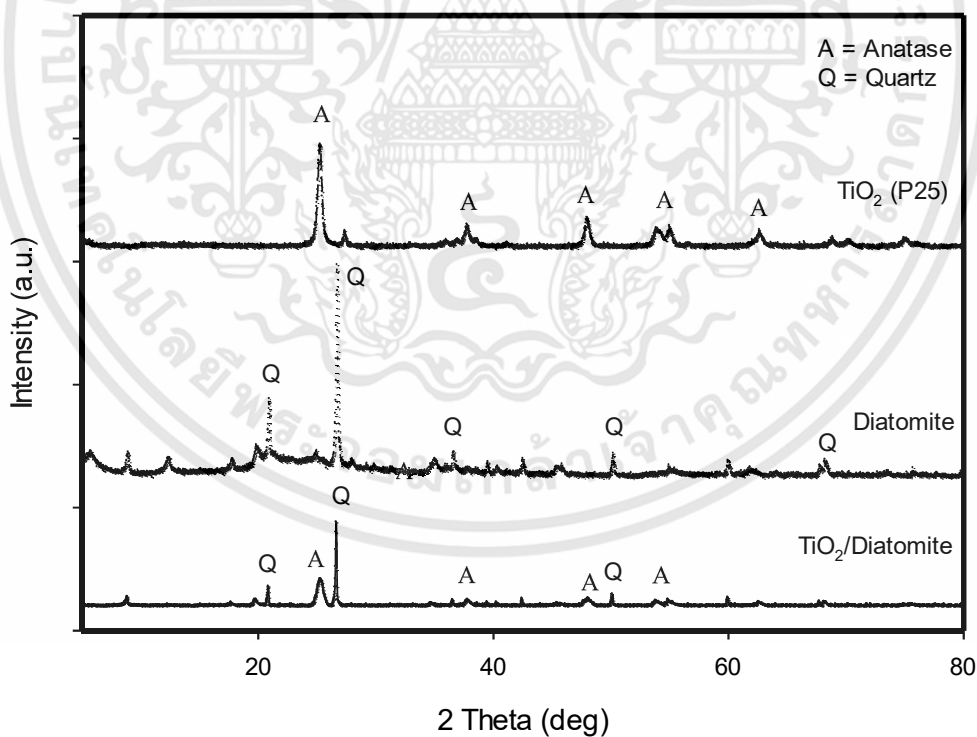
4.1 การศึกษาคุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค X-ray Diffractometry (XRD)

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่า มีพีคที่ตำแหน่ง 20.9 25.3 26.6 37.6 47.8 50.1 53.8 และ 54.8 องศา เมื่อทำการเปรียบเทียบ XRD pattern ของ Diatomite และ TiO₂ (P25) ดังรูปที่ 4.2 พบว่า ซิลิกา ใน Diatomite มีโครงสร้างเป็นควอตซ์เกิดขึ้น ณ ตำแหน่ง 20.9 26.6 36.4 50.1 และ 68.0 องศา และ XRD pattern ของ TiO₂ (P25) มีพีคของโครงสร้างแบบอนาเทส ณ ตำแหน่ง 25.3 37.6 47.8 53.8 54.8 และ 62.6 องศา ดังนั้นจะเห็นได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt% Fe-TiO₂/Diatomite มีโครงสร้างเป็นซิลิกาที่มีโครงสร้างแบบควอตซ์และผลึกของ TiO₂ แบบอนาเทส เนื่องจากมีพีคของ ควอตซ์ตำแหน่ง 20.9 26.6 และ 50.1 และพีคของ TiO₂ แบบอนาเทสตำแหน่ง 25.3 37.6 47.8 53.8 และ 54.8 องศา (JCPDs 00-046-1045 (SiO₂) และ 00-021-1272 (TiO₂))



รูปที่ 4.1 XRD Pattern ของ $\text{TiO}_2/\text{Diatomite}$

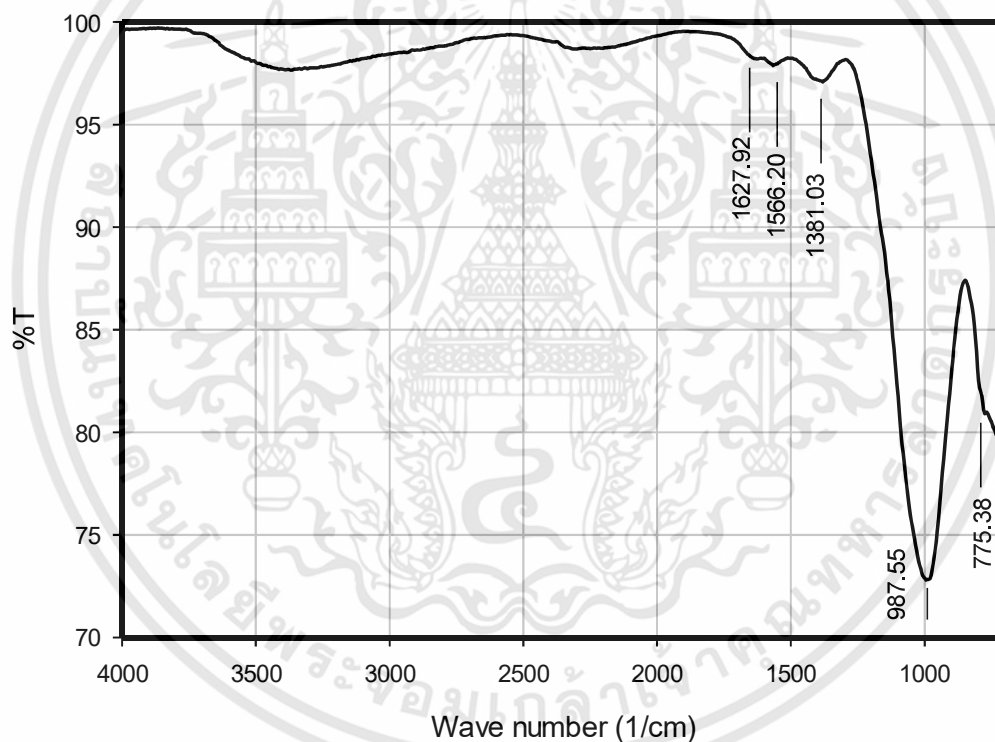


รูปที่ 4.2 XRD Patterns ของ TiO_2 Diatomite และ $\text{TiO}_2/\text{Diatomite}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันเคมีด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectrometry (FT-IR)

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite ด้วยเทคนิค FT-IR ในช่วงเลขคลื่น (Wave number) 650 cm⁻¹ ถึง 4000 cm⁻¹ แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่า มีพีคที่ตำแหน่ง 987.55 cm⁻¹ สัมพันธ์กับ Si-O-Si bond ซึ่งแสดงถึง SiO₂ ที่เป็นองค์ประกอบของ Diatomite [24] และพบว่าปรากฏพีคที่ตำแหน่ง 775.38 cm⁻¹ สัมพันธ์กับ Ti-O stretching vibration ซึ่งบ่งบอกว่ามีโครงสร้างของ TiO₂ [25] นอกจากนี้ยังเกิดพีคที่ตำแหน่ง 1381.03 cm⁻¹ สัมพันธ์กับ Fe-O-Ti bond stretching vibration ซึ่งบ่งบอกถึงการมีเหล็กตรึงอยู่บน TiO₂ [26]



รูปที่ 4.3 FT-IR pattern ของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite

4.1.3 วิเคราะห์ลักษณะของพื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิค BET (Brunauer – Emmett – Teller Method)

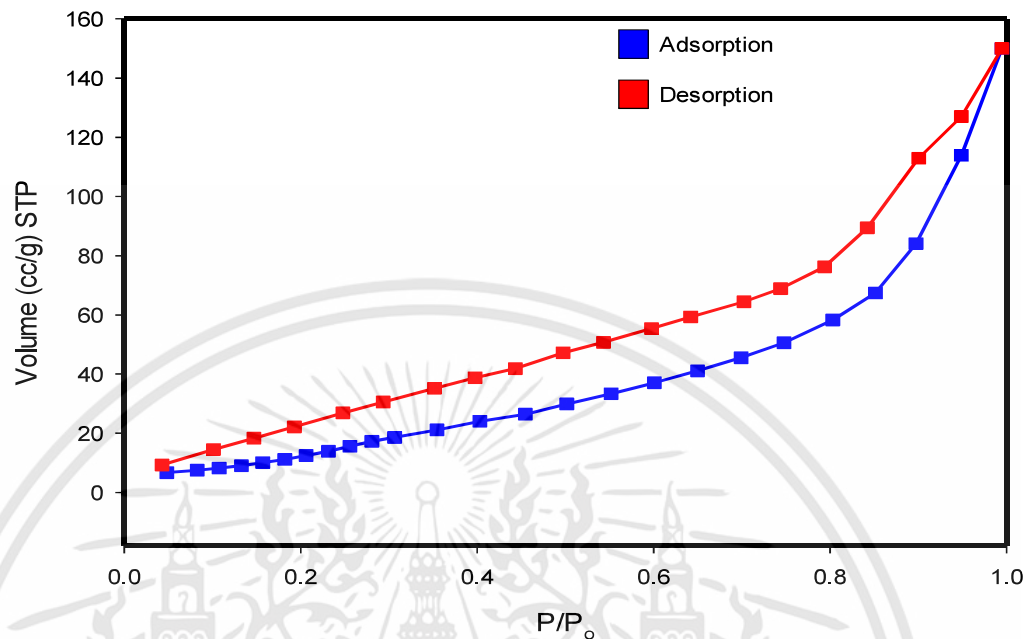
การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite ด้วยเครื่อง Surface area and pore size analyzer โดยเทคนิค BET อาศัยหลักการของการดูดซับไนโตรเจนบนพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 พื้นที่ผิว BET ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยา	พื้นที่ผิว BET (m ² /g)	ปริมาตรรูพรุน (cm ³ /g)	ขนาดรูพรุน (nm)
5wt%Fe-TiO ₂ /Diatomite	111.9	0.2562	12.42

จากตารางที่ 4.1 พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite มีพื้นที่ผิว 111.9 m²/g ปริมาตรรูพรุน 0.2562 cm³/g และขนาดรูพรุน 12.42 nm โดยขนาดรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยามีเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 2-50 นาโนเมตร ซึ่งจัดเป็นวัสดุที่มีขนาดของรูพรุนแบบ Mesoporous ซึ่งการที่วัสดุมีขนาดรูพรุนถึงระดับนาโนเมตรนั้น การแพร่ของโมเลกุลจัดเป็นการแพร่แบบพื้นผิว (Surface diffusion) [27]

นอกจากนี้ผลของ Isotherm ของตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงในรูปที่ 4.4 เป็น Isotherm ที่เกิดขึ้นในตัวดูดซับที่มีขนาดรูพรุนแบบ Mesoporous เนื่องจากไม่เกิดการซ้อนทับกันของเส้น Adsorption กับเส้น Desorption จึงทำให้เกิด Hysteresis ขึ้น ซึ่งความชันที่เกิดขึ้นของกราฟ Isotherm สามารถบ่งบอกได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยานี้สามารถดูดซับจำนวนสารได้สูงขึ้น เมื่ออัตราส่วนของ P/P₀ เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.4 กราฟ Isotherm ของตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.4 วิเคราะห์ปริมาณธาตุและสารประกอบออกไซด์ด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF)

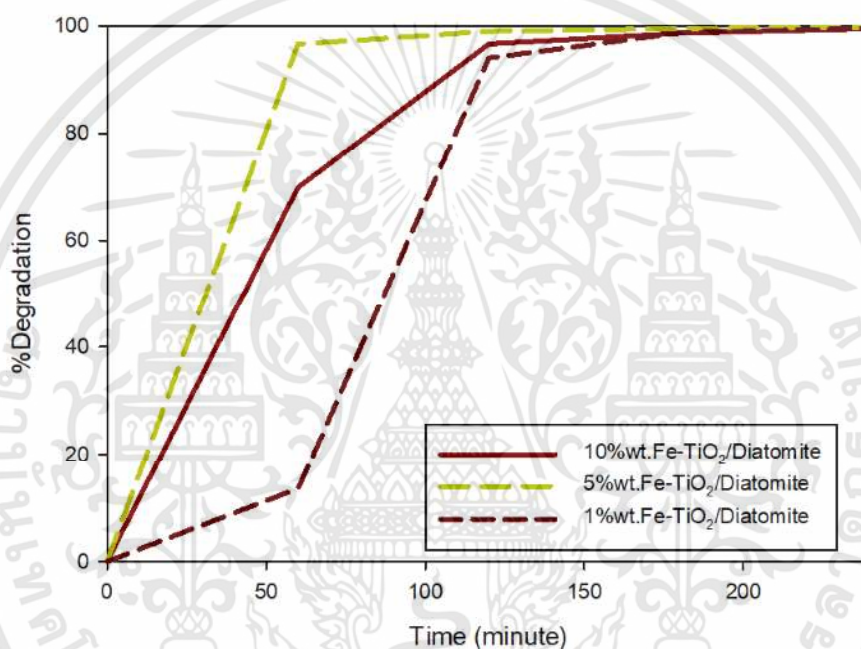
ตารางที่ 4.2 ปริมาณธาตุและสารประกอบออกไซด์ภายในตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite

ธาตุ	Al	Si	P	K	Ca	Ti	Fe	O
	5.26	22.50	0.18	1.01	0.19	19.20	5.57	46.10
สารประกอบ	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	
ออกไซด์	9.93	48.20	0.42	1.22	0.27	32.00	7.96	

ผลของการตรวจสอบตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ด้วยเทคนิค XRF แสดงดังตารางที่ 4.2 พบว่า ในโครงสร้างตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite มีปริมาณของซิลิกา 48.20wt% ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลัก และสัดส่วนของ SiO₂:Al₂O₃ เท่ากับ 4:1 สามารถบ่งบอกได้ว่าโครงสร้างของ Diatomite เป็น Zeolite นอกจากนี้การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยกระบวนการโซล-เจล นั้นสามารถสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ 32.00wt% และในตัวเร่งปฏิกิริยามีปริมาณของเหล็ก 5.57wt%

4.2 ศึกษาปริมาณเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

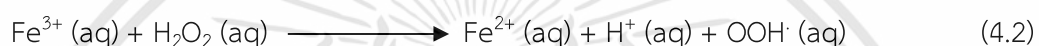
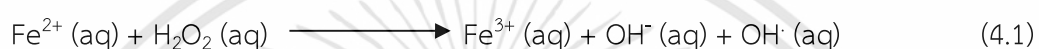
จากการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite โดยมีปริมาณเหล็กที่แตกต่างกัน คือ 1 5 และ 10 wt% ที่สภาวะ pH 2 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม/ลิตร ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 50 มิลลิกรัม/ลิตร และปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 มิลลิโมลาร์ โดยผลของการสลาย 4-คลอโรฟีนอล แสดงดังรูปที่ 2 พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งสามสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้สูงถึง 99% ณ ระยะเวลา 240 นาที



รูปที่ 4.5 ปริมาณเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยาต่อการสลายของ 4-คลอโรฟีนอล ที่ สภาวะ pH 2 ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1 g/L ความเข้มข้นเริ่มต้นของ 4-คลอโรฟีนอล 50 mg/L และความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 mmol/L

จากรูปที่ 4.5 พบว่า ที่เวลา 60 นาทีแรก ปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt.%Fe-TiO₂/Diatomite มีอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุด ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยา 10wt.%Fe-TiO₂/Diatomite มีอัตราการสลายที่ต่ำกว่าถึงแม้จะมีการเติมปริมาณเหล็กที่สูงกว่า เนื่องจากปฏิกิริยาที่สำคัญที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาเฟนตันดังสมการเคมีที่ 4.1 และ 4.2 โดยเหล็กที่เติมลงไปนั้นเป็นเหล็กเฟอร์ริก (Fe³⁺) ซึ่งก่อให้เกิดปฏิกิริยาที่ 4.2 ก่อน ซึ่งจะได้อนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิล (OOH[•]) เป็นผลิตภัณฑ์ และเกิดเหล็กเฟอร์รัส (Fe²⁺) ซึ่งอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลเป็นอนุมูลที่รุนแรงน้อยกว่าอนุมูลไฮดรอกซิล (OH[•]) ซึ่งเป็นอนุมูลที่รุนแรงรองจากฟลูอรินเท่านั้น [6] จึงทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยา

10wt%Fe-TiO₂/Diatomite เกิดอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลน้อยกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite ที่ผลิตอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลได้น้อยกว่า เมื่อทำการเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite กับ 1wt%Fe-TiO₂/Diatomite พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา 1wt%Fe-TiO₂/Diatomite มีอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลน้อยกว่า เนื่องด้วยปริมาณเหล็กที่น้อยกว่าจึงทำให้เกิดปฏิกิริยาที่ 4.2 สำหรับผลิตอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลและเหล็กเฟอร์รัสได้น้อยกว่า และเมื่อปริมาณเหล็กเฟอร์รัสน้อย จึงเกิดปฏิกิริยาที่ 4.1 ที่ผลิตอนุมูลไฮดรอกซิลซึ่งเป็นตัวออกซิไดซ์ที่รุนแรงได้น้อยลง ส่งผลให้อัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลน้อยลงด้วย



พิจารณาช่วงระยะเวลาที่ 60 ถึง 120 นาที พบว่า อัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ของตัวเร่งปฏิกิริยา 1wt%Fe-TiO₂/Diatomite สูงสุด ถึงแม้จะมีปริมาณเหล็กน้อยสุด เนื่องจากความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล ในสารละลายมากกว่า จึงส่งผลให้โอกาสที่อนุมูลทั้งสองเข้าไปสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้มากกว่า 10wt%Fe-TiO₂/Diatomite ที่มีความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอล น้อยกว่า

ผลของการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 1wt% 5wt% และ 10wt%Fe-TiO₂/Diatomite พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite มีความเหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่สุด เนื่องจากเกิดการผลิตอนุมูลไฮดรอกซิลและเหล็กเฟอร์รัสที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาที่สุด

4.3 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

ได้ทำการศึกษปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ และเวลา โดยทำการออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken ในการศึกษาปัจจัยทั้งหมด 5 ปัจจัยและปัจจัยละ 3 ระดับ พบว่า มีออกแบบการทดลอง 92 การทดลอง สามารถสร้างซึ่งมีสมการการถดถอย (Regression Equation) ในการทำนายการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ดังสมการที่ 4.3 และผลของปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล แสดงในรูปที่ 4.6

$$\begin{aligned}
 \text{ร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอล} = & -246 + 120.4*A + 0.31*B + 90.1*C + 3.11*D + 4.352*E \\
 & - 26.74*A*A - 0.01072*B*B - 155.2*C*C - 0.0918*D*D \\
 & - 0.03986*E*E + 0.146*A*B - 30.9*A*C + 0.897*A*D \\
 & - 0.391*A*E - 0.134*B*C + 0.0003*B*D - 0.00001*B*E \\
 & + 4.44*C*D + 1.268*C*E - 0.0007*D*E \quad (4.3)
 \end{aligned}$$

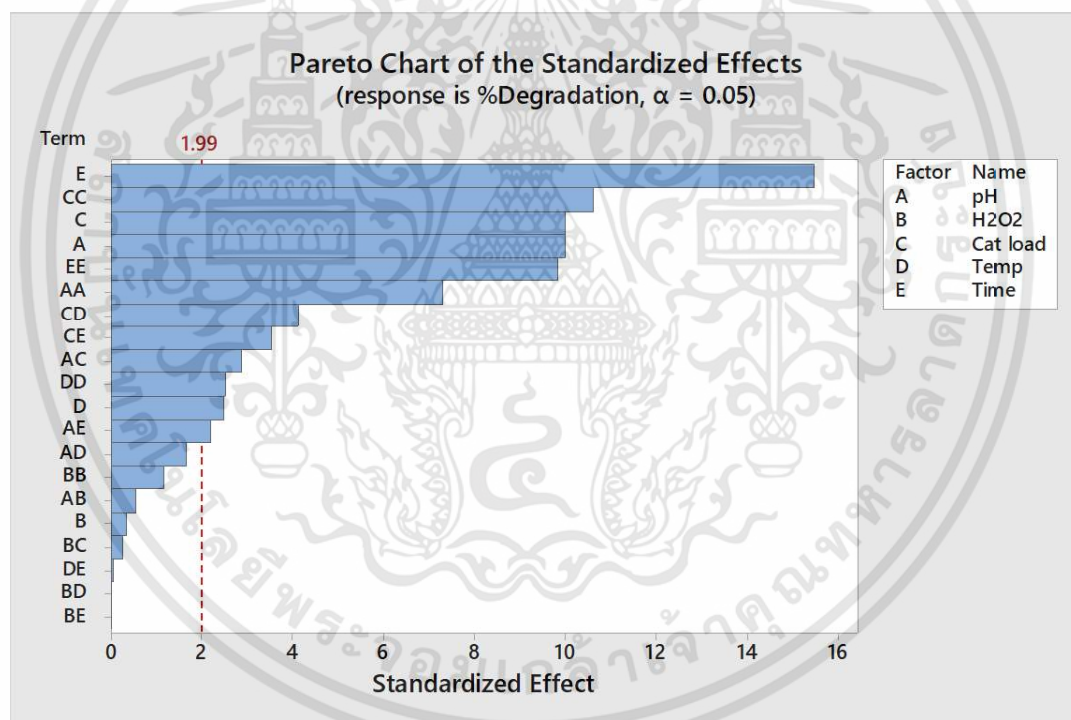
โดย A คือ pH

B คือ ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (มิลลิโมลาร์)

C คือ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (กรัม/ลิตร)

D คือ อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)

E คือ เวลา (นาที)



รูปที่ 4.6 Pareto Chart ของปัจจัยต่างๆ ต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยวิธี Box-Behnken

ผลของการวิเคราะห์ร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken จากรูปที่ 4.6 เมื่อพิจารณาที่ค่า p-value ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ($\alpha = 0.05$) พบว่า ปัจจัยที่มีค่า p-value มากกว่า 0.05 เป็นปัจจัยที่ไม่มีนัยสำคัญต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (B) ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์*ปริมาณไฮโดรเจน

เปอร์ออกไซด์ (BB) pH*ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (AB) pH*อุณหภูมิ (AD) ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์*ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (BC) ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์*อุณหภูมิ (BD) ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์*เวลา (BE) และอุณหภูมิ*เวลา (DE) ซึ่งสอดคล้องกับ Pareto Chart แต่ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จัดเป็นปัจจัยที่มีนัยสำคัญแม้ว่าจะมีค่า p-value มากกว่า 0.5 เนื่องจากเป็นปัจจัยที่จะก่อให้เกิดปฏิกิริยาเฟนตันเพื่อผลิตอนุมูลไฮดรอกซิลสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

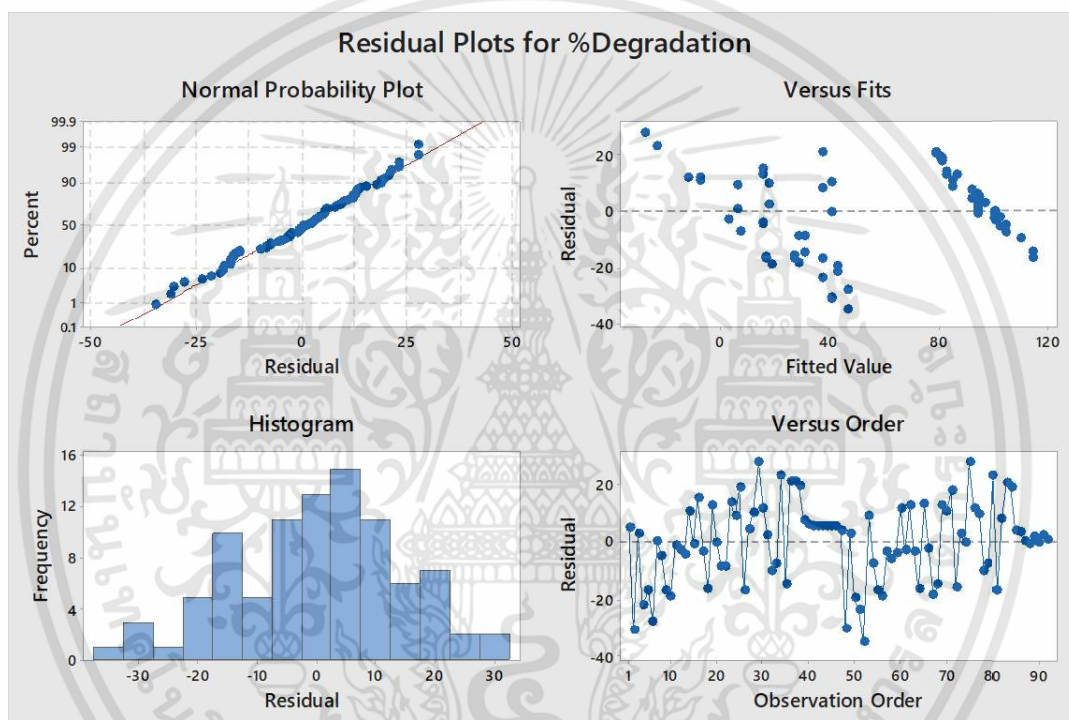
ดังนั้นปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH (A) ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (B) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (C) อุณหภูมิ (D) เวลา (E) pH*pH (AA) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (CC) อุณหภูมิ*อุณหภูมิ (DD) เวลา*เวลา (EE) pH*ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (AC) pH*เวลา (AE) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*อุณหภูมิ (CD) และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*เวลา (CE) ซึ่งได้จากการตัดปัจจัยที่ไม่มีนัยสำคัญออก ผลของการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยวิธี Box-Behnken แสดงดังรูปที่ 4.7 โดยมีสมการการถดถอย (Regression Equation) ในการทำนายการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ดังสมการที่ 4.4

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอล} = & - 326.0 + 153.6*A + 0.048*B + 81.4*C + 4.85*D \\ & + 4.245*E - 25.57*A*A - 150.5*C*C - 0.0801*D*D \\ & - 0.03856*E*E - 30.9*A*C - 0.391*A*E + 4.44*C*D \\ & + 1.268*C*E \end{aligned} \quad (4.4)$$

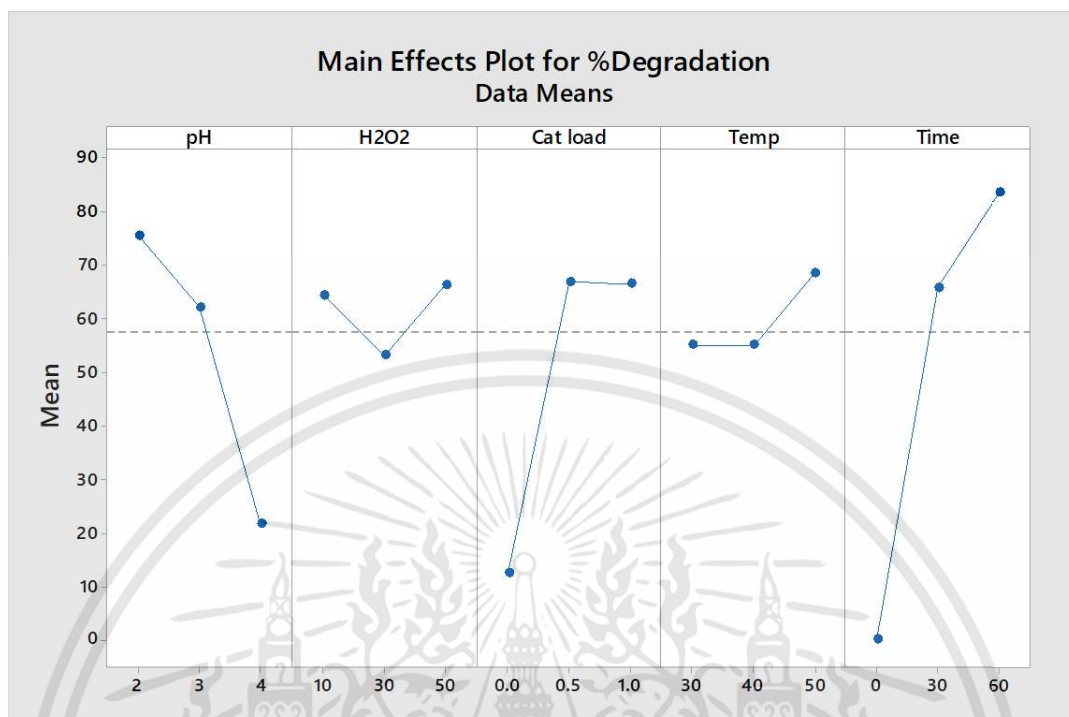
ผลจากการตัดปัจจัยที่ไม่มีนัยสำคัญต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล จะได้ Residual Plots แสดงดังรูปที่ 4.7 ได้ผลดังนี้

- การตรวจสอบการแจกแจงความน่าจะเป็นแบบปกติ (Normal Probability Plot) แสดงการแจกแจงความคลาดเคลื่อนของการทดลอง พบว่า จุดต่างๆ เรียงตัวตามเส้นตรงความชัน 45 องศา บ่งบอกว่าความคลาดเคลื่อนของข้อมูลมีการแจกแจงปกติ โดยมี R^2 อยู่ที่ 90.04% แสดงถึงสมการการถดถอยสามารถจำลองการสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้
- การตรวจสอบความเสถียรของความแปรปรวน (Versus Fits) พบว่า มีการกระจุกตัวอยู่ทางด้านขวา ซึ่งแสดงว่าความแปรปรวนของความคลาดเคลื่อนมีค่าไม่คงที่ และรูปแบบความสัมพันธ์อาจไม่เป็นเชิงเส้น ซึ่งแสดงว่าสมการนั้นสามารถทำนายผลการทดลองได้บางช่วงเท่านั้น

- การตรวจสอบการแจกแจงข้อมูล (Histogram) พบว่า มีการแจกแจงของข้อมูลแบบปกติ ลักษณะคล้ายระฆังคว่ำ
 - การตรวจสอบความเป็นอิสระของ Residual (Versus Order) พบว่า มีความเป็นอิสระของ Residual อยู่ระหว่าง 30 และ -40
- จากการวิเคราะห์ Residual Plot แสดงให้เห็นว่าข้อมูลผลการทดลองสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์ทางสถิติได้



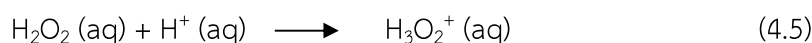
รูปที่ 4.7 Residual Plots ของปัจจัยที่มีนัยสำคัญต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยวิธี Box-Behnken



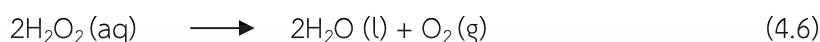
รูปที่ 4.8 ปัจจัยหลักสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

4.3.1 ปัจจัยหลัก (Main Effect)

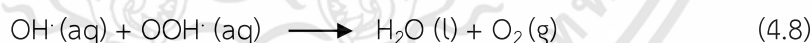
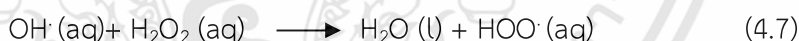
จากการศึกษาผลของปัจจัยด้วยวิธีการออกแบบการทดลองด้วยวิธี Box-Behnken พบว่า ปัจจัยหลักที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลแสดงดังรูปที่ 4.8 ค่า pH ของสารละลายมีผลมากต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล โดยเฉพาะ pH ระหว่าง 2-3 เนื่องจาก pH ช่วงนี้จะเหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาเฟนตันตามสมการเคมีที่ 4.1 และ 4.2 ที่ pH ต่ำกว่า 2 นั้นจะทำให้อนุมูลไฮดรอกซิลลดลงเนื่องจากเกิดการรวมตัวของ $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ จะส่งผลให้เฟอร์รัสไอออนที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเฟนตันลดลง นอกจากนี้ความเข้มข้นของ H^+ ที่สูงเกินไปจะส่งผลให้ H^+ รวมตัวกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แล้วเกิดออกซิเนียมไอออน $[\text{H}_3\text{O}_2]^+$ ได้ [28] ดังสมการเคมีที่ 4.5 จะทำให้ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่จะทำปฏิกิริยาเฟนตันลดลง ส่งผลให้ปริมาณอนุมูลไฮดรอกซิลที่เกิดขึ้นน้อยลงด้วย



ในขณะที่หาก pH สูงขึ้น Fe^{3+} จะตกตะกอนเป็น $\text{Fe}(\text{OH})_3$ และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะแตกตัวเป็นน้ำและออกซิเจน ดังสมการเคมีที่ 4.6 ซึ่งทำให้ปริมาณอนุมูลไฮดรอกซิลน้อยลง อันเนื่องมาจากปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ลดลง [28]



เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเฟนตันตามสมการที่ 4.1 และ 4.2 สำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล จำเป็นต้องมีตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กเฟอร์รัสและเหล็กเฟอร์ริกในการเกิดปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ซึ่งจากการวิเคราะห์ปัจจัยพบว่าปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีค่า p-value มากกว่า 0.05 เป็นปริมาณที่ไม่มีนัยสำคัญต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล อาจเนื่องมาจากเป็นปริมาณที่สามารถก่อให้เกิดปฏิกิริยาเฟนตันในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลทั้ง 3 ปริมาณ แต่มีรายงานว่าหากมีการเพิ่มปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มากจะก่อให้เกิดการรวมตัวกลับของอนุมูลไฮดรอกซิลกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ดังสมการเคมีที่ 4.7 [29] แต่ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยานั้นก็มีความสำคัญเนื่องจากหากมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยจะส่งผลให้เกิดอนุมูลไฮดรอกซิลในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้น้อย แต่หากมีปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยามากเกินไป จะก่อให้เกิดอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลที่มากเกินไปตามสมการที่ 4.1 และ 4.2 ซึ่งอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลเหล่านี้สามารถเกิดปฏิกิริยากับอนุมูลไฮดรอกซิล (Recombination) ดังสมการที่ 4.8 [30] ทำให้ปริมาณอนุมูลไฮดรอกซิลที่ใช้ในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลลดลง



อุณหภูมิเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่มีความสำคัญในกระบวนการเฟนตัน โดยตามทฤษฎีแล้วการเพิ่มอุณหภูมินั้นสามารถเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ จากผลของปัจจัยหลัก พบว่า การเพิ่มอุณหภูมินั้นสามารถเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ แต่มีรายงานว่า การเพิ่มอุณหภูมิมากกว่า 40 องศาเซลเซียสนั้น อาจก่อให้เกิดการสลายของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กลายเป็นน้ำและออกซิเจนได้ นอกจากนี้การเพิ่มอุณหภูมิมิแวนว็อนจะเกิดการหลุดของเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งจะก่อให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ขึ้นร่วมด้วย ซึ่งเป็นผลให้มีการเกิดปฏิกิริยาเฟนตันที่สูงขึ้น [30]

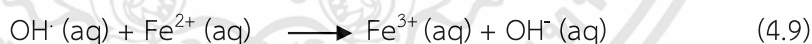
เวลาในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลความสำคัญอย่างมากตามผลของปัจจัยหลัก เนื่องจากการสลาย 4-คลอโรฟีนอลนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของอนุมูลไฮดรอกซิลที่เกิดขึ้น โดยกระบวนการเกิด

อนุมูลไฮดรอกซิลเป็นไปตามสมการที่ 4.1 และ 4.2 ดังนั้น 30 นาทีอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลจะเกิดได้สูง เนื่องจากมีปริมาณอนุมูลไฮดรอกซิลสูง หลังจากนั้นอัตราการสลาย 4-คลอโรฟีนอลจะลดลง เนื่องจากปริมาณอนุมูลไฮดรอกซิลและความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลลดลง

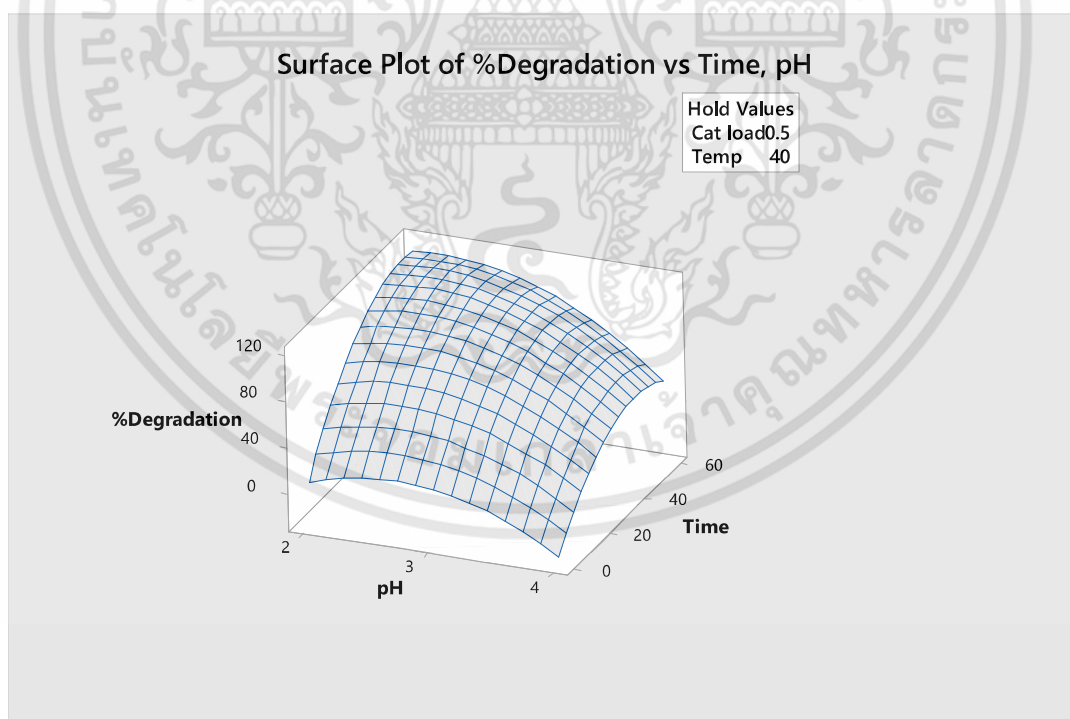
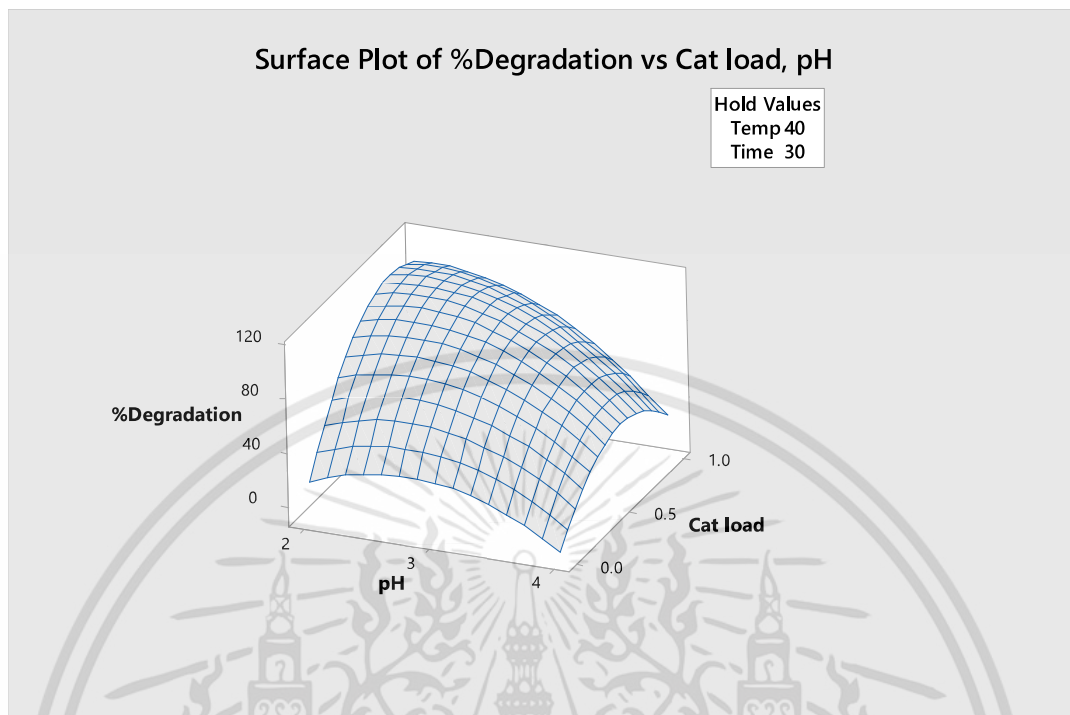
4.3.2 ผลของปัจจัยร่วม (Interaction Effects)

จากข้อมูลในตารางที่ 4.3 พบว่า ปัจจัยที่มี Interaction ต่อกันในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ที่ระดับนัยสำคัญ ได้แก่ pH*ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา (pH*Cat load) pH*เวลา (pH*Time) ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*อุณหภูมิ (Cat load*Temp) และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*เวลา (Cat load*Time) เป็นต้น โดยผลของ Interaction effects ของปัจจัยต่างๆ อธิบายได้ดังนี้

Interaction ระหว่าง pH กับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาจากรูปที่ 4.9 พบว่า ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 และ 1 กรัม/ลิตร สามารถสลายได้ดีที่ pH 2 และ 3 โดย ณ pH 3 ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม/ลิตร มีประสิทธิภาพในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงกว่า เนื่องจากเกิดการรวมตัวของอนุมูลไฮดรอกซิลกับเพอร์ซัลเฟตไอออนและก่อให้เกิดไฮดรอกซิลไอออน ดังสมการที่ 4.9 [28] ดังนั้นการลดลงของเพอร์ซัลเฟตไอออนส่งผลให้เกิดอนุมูลไฮดรอกซิลลดลง จึงส่งผลต่อการลดลงของประสิทธิภาพในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล แต่ที่ pH 2 กลับพบว่าปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม/ลิตร มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่สูงกว่า อาจเนื่องมาจากมีปริมาณเหล็กหลุดออกจากตัวเร่งปฏิกิริยามาก จึงทำให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาแบบเอกพันธ์ ซึ่งส่งผลให้มีการสลายที่สูงขึ้น ส่วนการไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยานั้น พบว่า การสลาย 4-คลอโรฟีนอลล้น้อยมาก เนื่องจากไม่เกิดปฏิกิริยาที่ก่อให้เกิดอนุมูลในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล



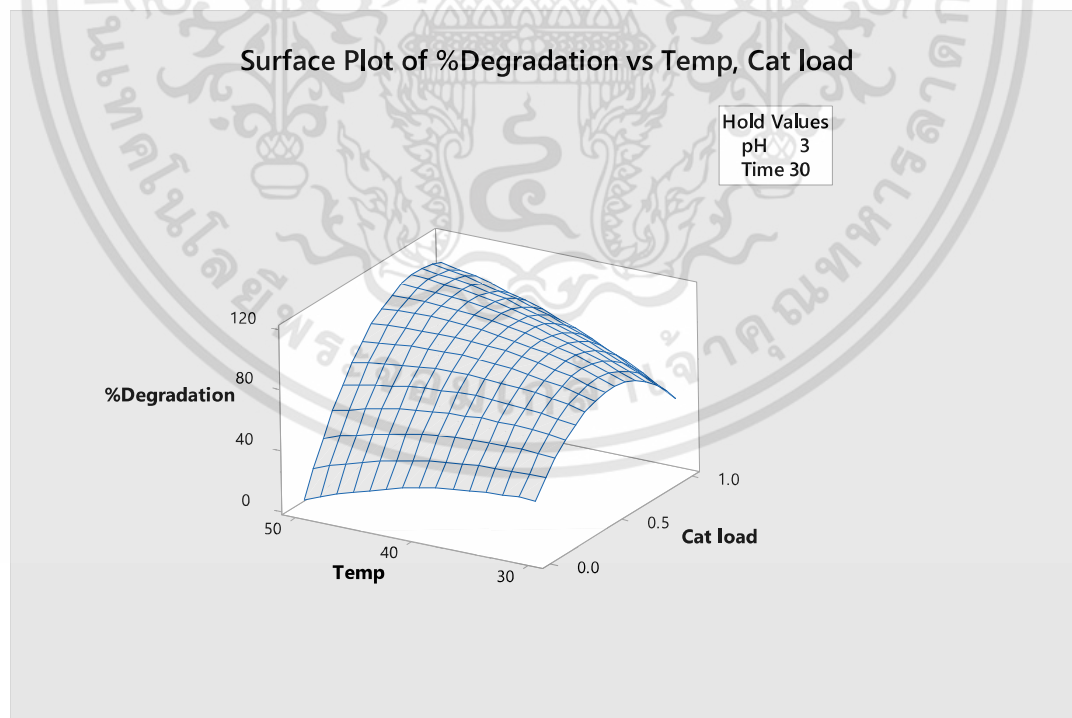
สำหรับ Interaction ของ pH กับเวลา แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่า เมื่อเวลาเพิ่มมากขึ้นจะมีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลมากขึ้น เนื่องจากมีเวลาในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลของอนุมูลไฮดรอกซิลมากขึ้น โดยเวลาที่เวลา 60 มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงสุด และที่ pH 2 มีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงกว่า pH 3 และ 4



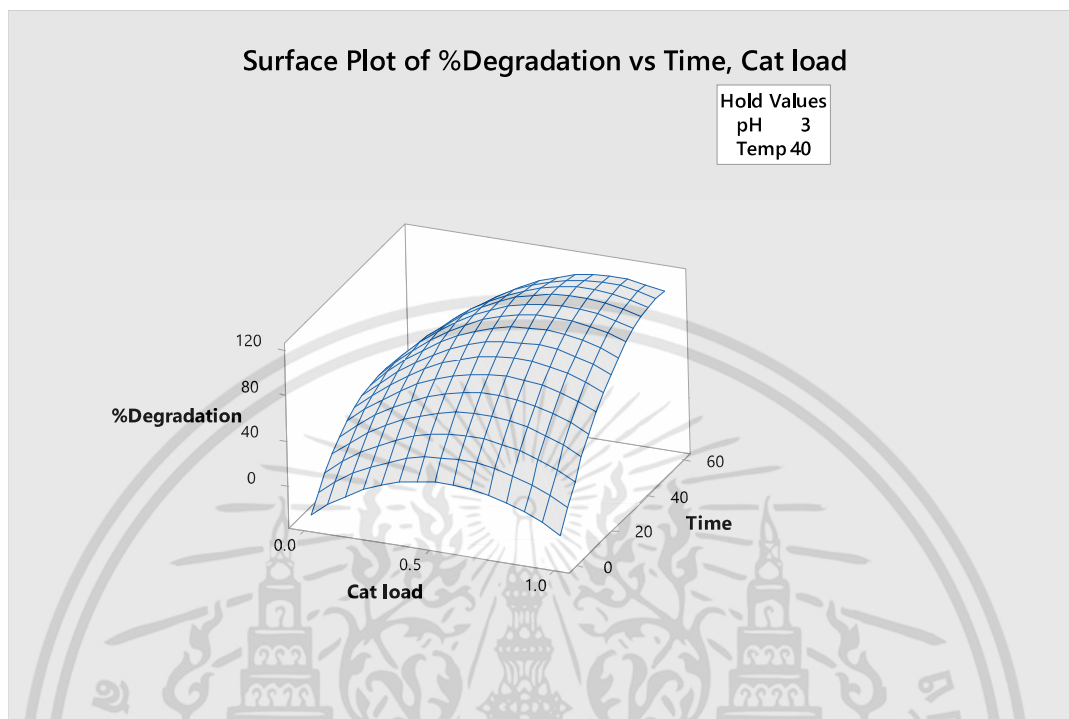
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Interaction ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับอุณหภูมิในรูปที่ 4.11 พบว่า ณ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0 และ 0.5 กรัม/ลิตร ไม่ได้มี Interaction กับอุณหภูมิที่จะส่งผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ในขณะที่ Interaction ระหว่างอุณหภูมิกับปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม/ลิตร มีผลอย่างมากต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล อาจเนื่องมาจากปริมาณเหล็กที่สามารถหลุดออกมาเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น รวมทั้งปริมาณตัวเร่งที่มากก็ยิ่งส่งผลให้มีปริมาณเหล็กหลุดที่มากขึ้นด้วย จึงทำให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์ขึ้นได้ [30] และในกรณีที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เมื่อเปรียบเทียบระหว่างปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 และ 1 กรัม/ลิตร พบว่า ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม/ลิตร มีประสิทธิภาพในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงกว่า เนื่องมาจากปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม/ลิตร จะทำให้เกิดอนุมูลเปอร์ไฮดรอกซิลที่มากเกินไปจนเกิดการรวมตัวกับอนุมูลไฮดรอกซิลตามสมการที่ 4.8 จึงส่งผลต่อปริมาณอนุมูลไฮดรอกซิลสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอลมีจำนวนลดลง ซึ่งหากทำการเพิ่มอุณหภูมิก็จะทำให้ประสิทธิภาพของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1 กรัม/ลิตร สูงขึ้น อาจเนื่องมาจากเกิดการเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์เกิดขึ้น

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยายังมี Interaction กับเวลาดังรูปที่ 4.12 พบว่า การสลาย 4-คลอโรฟีนอลสูงขึ้น เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น เพราะมีเวลาในการทำปฏิกิริยาเฟนตันของตัวเร่งปฏิกิริยามากขึ้น ส่งผลต่อการเกิดอนุมูลไฮดรอกซิลในการสลาย 4-คลอโรฟีนอลมากขึ้น



รูปที่ 4.11 Interaction ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับอุณหภูมิ



รูปที่ 4.12 Interaction ของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยากับเวลา

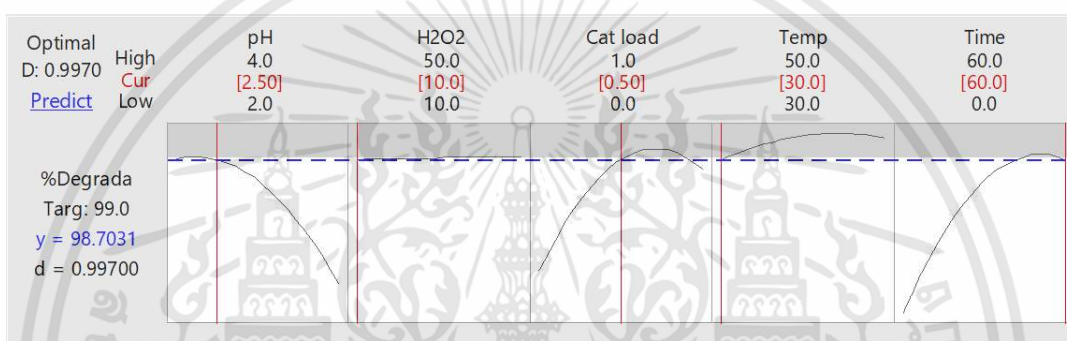
4.4 สภาวะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

สำหรับการออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken สามารถหาสภาวะที่เหมาะสมในการสลาย 4-คลอโรฟีนอล โดยกำหนดร้อยละการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่ 99.0% พร้อมทั้งกำหนดค่าของปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ 10 มิลลิโมลาร์ เนื่องจากมีค่า p-value น้อยกว่า 0.05 แต่มีความสำคัญต่อการเกิดอนุมูลไฮดรอกซิล สำหรับสลาย 4-คลอโรฟีนอล พบว่า สภาวะที่เหมาะสมที่ pH 2.4658 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.4981 กรัม/ลิตร อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที จึงจะสามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้ 99.0% ดังรูปที่ 4.13 หลังจากนั้นได้ทำการปรับค่าปัจจัยต่างๆ เพื่อให้สามารถทำการทดลองได้จริงดังรูปที่ 4.14

จากสภาวะที่ pH 2.5 ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม/ลิตร อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที นำมาทำการทดลองหาการสลาย 4-คลอโรฟีนอล 3 ครั้ง พบว่ามีการสลาย 4-คลอโรฟีนอลเฉลี่ย 97.37% ซึ่งมีค่าคลาดเคลื่อนจากการคำนวณ 1.35%



รูปที่ 4.13 สถานะที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล



รูปที่ 4.14 สถานะที่เหมาะสมที่ถูกปรับสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

การสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite ที่เตรียมด้วยวิธีการโซล-เจลร่วมกับวิธี Dry impregnation เมื่อวิเคราะห์คุณลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย XRD พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diatomite มีโครงสร้างประกอบด้วยควอตซ์และไทเทเนียมไดออกไซด์ในวัฏภาคอนาเทส ผลการวิเคราะห์จาก FT-IR พบว่า มีพันธะ Si-O-Si Ti-O stretching vibration และ Fe-O-Ti stretching vibration ซึ่งแสดงถึงการมีส่วนร่วมของ Diatomite TiO₂ และการตรึงเหล็กอยู่บน TiO₂ ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์ตามเทคนิค BET พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิว 111.90 m²/g ปริมาตรรูพรุน 0.2562 cm³/g และขนาดรูพรุน 12.42 nm ซึ่งเป็นลักษณะของรูพรุนแบบ Mesoporous และผลการวิเคราะห์จาก XRF พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-TiO₂/Diamtomite มีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกา 48.20wt% มีไทเทเนียมไดออกไซด์ 32.00wt% และมีเหล็กในตัวเร่งปฏิกิริยา 5.57wt%

การศึกษาผลของปริมาณเหล็กบนตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า 5 wt% Fe-TiO₂/Diatomite เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตัน เนื่องจากมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาในการผลิตอนุมูลไฮดรอกซิลและเปอร์ไฮดรอกซิลที่เหมาะสมต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลที่สุด

ผลของการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอลด้วยการออกแบบการทดลองตามวิธีการ Box-Behnken พบว่าปัจจัยที่ผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟีนอล ได้แก่ pH ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา อุณหภูมิ เวลา pH*ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา pH*เวลา ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*อุณหภูมิ และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา*เวลา ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ยกเว้นปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ก็จัดเป็นปัจจัยที่สำคัญแม้จะมีค่า p-value มากกว่า 0.05 เนื่องจากเป็นสารตั้งต้นสำคัญที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเฟนตันเพื่อผลิตอนุมูลไฮดรอกซิลสำหรับการสลาย 4-คลอโรฟีนอล อีกทั้งผลของการหาสภาวะที่เหมาะสม พบว่า ที่ pH 2.5 ปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10 มิลลิโมลาร์ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 0.5 กรัม/ลิตร อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และเวลาในการทำปฏิกิริยา 60 นาที สามารถสลาย 4-คลอโรฟีนอลได้สูงถึง 97.37%

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการสลาย 4-คลอโรฟินอลนั้น อาจเกิดผลิตภัณฑ์ที่มีความสำคัญ เช่น ฟีนอล ในระหว่างปฏิกิริยาเฟนตัน ซึ่งอาจจะทำการหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อทำให้เกิดการสลาย 4-คลอโรฟินอลเพื่อผลิตฟีนอล หรือทำการเปรียบเทียบการสลาย 4-คลอโรฟินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นๆ เช่น Diatomite Fe/Diatomite และ Fe/TiO₂ เป็นต้น

เนื่องจากการสลาย 4-คลอโรฟินอลนั้น พบว่าค่า p-value ของปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์นั้นมีค่ามากกว่า 0.05 แสดงว่าปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์อยู่นอกช่วงที่จะทำให้ p-value น้อยกว่า 0.05 ดังนั้นควรปรับช่วงของปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการออกแบบการทดลอง

การละลายของเหล็กจากตัวเร่งปฏิกิริยานั้น ส่งผลต่อการสลาย 4-คลอโรฟินอลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยารีดิวซ์ ทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาร่วมกันของตัวเร่งปฏิกิริยาเอกพันธ์กับตัวเร่งปฏิกิริยารีดิวซ์ ดังนั้นควรมีการตรวจปริมาณเหล็กที่เกิดขึ้นของสารละลายหลังการทำปฏิกิริยา

เอกสารอ้างอิง

เอกสารอ้างอิง

- [1] IARC Monographs, Supplement, vol.7, pp. 154156, 1987.
- [2] N. Kartal Temel, M. Sökmen, **New catalyst systems for the degradation of chlorophenols**, *Desalination*. 281 (2011) 209-214.
- [3] 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.
- [4] 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.
- [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**, งานวิจัยภาคีชีววิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. (2002).
- [7] **การเกิด เทตสรี, ตัวเร่งปฏิกิริยานาโน: เทคโนโลยีการเร่งปฏิกิริยายุคใหม่**, งานวิจัยภาคีวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา. 18 (2013) 2: 274-280.
- [8] N. Banić, B. Abramović, J. Krstić, D. Šojić, D. Lončarević, Z. Cherkezova-Zheleva, V. Guzsvány, **Photodegradation of thiaclopid using Fe/TiO₂ as a heterogeneous photo-Fenton catalyst**, *Appl. Catal., B* 107 (2011) 363-371.
- [9] 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.

- [10] 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.
- [11] 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.
- [12] F. Chen, Y. Li, W.D. Cai, J.L. Zhang, **Preparation and nano-Fenton performance of 4A-zeolite supported alpha-Fe₂O₃**, *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. Oliyera, **Effect of iron precursor on the Fenton-like activity of Fe₂O₃/mesoporous silica catalysts prepared under mild conditions**, *Appl. Catal. B* 144 (2014) 792–799.
- [14] ร.ศ. ดร.เล็ก สีคง, **ไททาเนียมไดออกไซด์โฟโตแคตะลิสต์**, ISBN 978-616-271-391-0.
- [15] Siamchemi. **ไททาเนียมไดออกไซด์/TiO₂ และประโยชน์ไททาเนียมไดออกไซด์**, Retrieved December 1, 2017, From Siamchemi Web Site: <http://www.siamchemi.com/ไททาเนียมไดออกไซด์/>
- [16] ภูสิต ปุกมณี จิราภรณ์ กิติกุล และภัสสรพัฒน์ ศรีวิชัย, **การดูดซับของโลหะหนักจากน้ำเสียโดยไดอะทอมไมต์ที่ปรับปรุงแล้ว**, งานวิจัย คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ เชียงใหม่ (2008)
- [17] จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. **กระบวนการโซลเจล (Sol-Gel Technology)**, Retrieved December 2, 2017, From DPIM Web Site: <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=125&articleid=3251>
- [18] ร.ศ. ดร.สุจิตรา วงศเกษมจิตต์, **วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี “กระบวนการ โซล-เจล”**, วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [19] lit Guwahati. (2014). **Catalysts preparation-supported catalysts**, Retrieved December 2, 2017, From NPTEL Web Site: <http://nptel.ac.in/courses/103103026/9#>.

- [20] Y. Wang, X. Lin, Z. Shao, D. Shan, G. Li, A. Irini, **Comparison of Fenton, UV-Fenton and Nano-Fe₃O₄ catalyzed UV-Fenton in degradation of phloroglucinol under neutral and alkaline conditions: role of complexation of Fe³⁺ with hydroxyl group in phloroglucinol**, *J. Chem. Eng.* (2016).
- [21] 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.
- [22] S. Navalon, M. Alvaro, H. Garcia, **Heterogeneous Fenton catalysts based on clays, silicas and zeolites**, *Appl. Catal., B* 99 (2010) 1-26.
- [23] M., T., M. Zainuri, D., **Synthesis of SiO₂ nanopowders containing quartz and cristobalite phases from silica sands**, *Materials science-Pland*, 33(1) (2015) 47-55.
- [24] S. A., J., R. Bongiovanni, D. L., M., **Surface modification of iron oxide (Fe₂O₃) pigment particles with amino-functional polysiloxane for improved dispersion stability and hydrophobicity**, *Pigment and Resin Technology*, 43(4) (2014) 219-227.
- [25] สิริพร ทองอ่อน. การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือวานาเดียมและไทเทเนียมไดออกไซด์เจือสังกะสีโดยวิธีโซล-เจล เพื่อสมบัติต้านแบคทีเรีย วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี (2016).
- [26] F. Nemati, M. M. Heravi, A. Elhampour, **Magnetically nano-Fe₃O₄@TiO₂/Cu₂O 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.
- [27] ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร, **วัสดุพรุนคืออะไร**, วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 20 ฉบับที่ 1 เดือนมกราคม – มิถุนายน 2554.
- [28] 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) 1-10.

- [29] M. Bayat, M. Sohrabi, S. J. Royaei, **Degradation of phenol by heterogeneous Fenton reaction using Fe/clinoptilolite**, Journal of Industrial and Engineering Chemistry. 18 (2012) 957–962.
- [30] A. Mirzaei, Z. Chen, F. Haghighat, L. Yerushalmi, **Removal of pharmaceuticals from water by homo/heterogeneous Fenton-type processes e A review**, Chemosphere. 174 (2017) 665-688.
- [31] Z. Huang, P. Wu, B. Gong, X. Zhang, Z. Liao, P.-Ch. Chiang, X. Hu, L. Cui, **Immobilization of visible light-sensitive (N, Cu) co-doped TiO₂ onto rectorite for photocatalytic degradation of p-chlorophenol in aqueous solution**, Applied Clay Science. 142 (2017) 128–135.
- [32] N. Ichaurrondo, C.P. Ramos, G. Zerjav, J. Font, A. Pintar, P. Haure, **Modified diatomites for Fenton-like oxidation of phenol**, Microporous and Mesoporous Materials. 239 (2017) 396-408.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก
ข้อมูลผลการทดลอง

ข้อมูลผลการออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken

ตารางที่ ก.1 ผลการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken

ลำดับ	pH	H ₂ O ₂ (mM)	ปริมาณ ตัวเร่ง ปฏิกิริยา (g/L)	อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	เวลา (นาที)	ร้อยละการสลาย 4- คลอโรฟีนอล
1	2	10	0.5	40	30	99.6509
2	4	10	0.5	40	30	9.7578
3	2	50	0.5	40	30	99.6561
4	4	50	0.5	40	30	20.9823
5	3	30	0	30	30	20.1979
6	3	30	1	30	30	18.8460
7	3	30	0	50	30	6.6464
8	3	30	1	50	30	99.6508
9	3	10	0.5	40	0	0.0000
10	3	50	0.5	40	0	0.0000
11	3	10	0.5	40	60	99.4365
12	3	50	0.5	40	60	99.8315
13	2	30	0	40	30	11.1382
14	4	30	0	40	30	3.5570
15	2	30	1	40	30	99.8919
16	4	30	1	40	30	30.8889
17	3	30	0.5	30	0	0.0000
18	3	30	0.5	50	0	0.0000

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1 ผลการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken (ต่อ)

19	3	30	0.5	30	60	99.4920
20	3	30	0.5	50	60	99.7961
21	3	10	0	40	30	20.1532
22	3	50	0	40	30	22.0355
23	3	10	1	40	30	96.5887
24	3	50	1	40	30	93.5243
25	2	30	0.5	30	30	99.8213
26	4	30	0.5	30	30	10.4184
27	2	30	0.5	50	30	98.7473
28	4	30	0.5	50	30	50.5324
29	3	30	0	40	0	0.0000
30	3	30	1	40	0	0.0000
31	3	30	0	40	60	20.1537
32	3	30	1	40	60	99.7446
33	2	30	0.5	40	0	0.0000
34	4	30	0.5	40	0	0.0000
35	2	30	0.5	40	60	99.7257
36	4	30	0.5	40	60	58.1595
37	3	10	0.5	30	30	99.8193
38	3	50	0.5	30	30	99.9352
39	3	10	0.5	50	30	99.8406
40	3	50	0.5	50	30	99.8296
41	3	30	0.5	40	30	99.7333
42	3	30	0.5	40	30	99.6846
43	3	30	0.5	40	30	99.7882
44	3	30	0.5	40	30	99.8278
45	3	30	0.5	40	30	99.7770
46	3	30	0.5	40	30	99.8352

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1 ผลการสลาย 4-คลอโรฟีนอลโดยออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken (ต่อ)

47	2	10	0.5	40	30	98.6610
48	4	10	0.5	40	30	10.2659
49	2	50	0.5	40	30	99.4152
50	4	50	0.5	40	30	23.1559
51	3	30	0	30	30	13.6179
52	3	30	1	30	30	11.9577
53	3	30	0	50	30	15.1988
54	3	30	1	50	30	96.8907
55	3	10	0.5	40	0	0.0000
56	3	50	0.5	40	0	0.0000
57	3	10	0.5	40	60	97.1485
58	3	50	0.5	40	60	96.6938
59	2	30	0	40	30	11.6395
60	4	30	0	40	30	4.5625
61	2	30	1	40	30	97.6751
62	4	30	1	40	30	28.3660
63	3	30	0.5	30	0	0.0000
64	3	30	0.5	50	0	0.0000
65	3	30	0.5	30	60	99.7961
66	3	30	0.5	50	60	97.7459
67	3	10	0	40	30	10.1679
68	3	50	0	40	30	15.8387
69	3	10	1	40	30	95.7283
70	3	50	1	40	30	95.5877
71	2	30	0.5	30	30	98.8458
72	4	30	0.5	30	30	11.1045
73	2	30	0.5	50	30	97.3717
74	4	30	0.5	50	30	40.2025

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ก.1 ผลการสลาย 4-คลอโรฟินอลโดยออกแบบการทดลองด้วยวิธีการ Box-Behnken (ต่อ)

75	3	30	0	40	0	0.0000
76	3	30	1	40	0	0.0000
77	3	30	0	40	60	27.2622
78	3	30	1	40	60	99.8848
79	2	30	0.5	40	0	0.0000
80	4	30	0.5	40	0	0.0000
81	2	30	0.5	40	60	97.4324
82	4	30	0.5	40	60	45.2223
83	3	10	0.5	30	30	99.0691
84	3	50	0.5	30	30	99.4733
85	3	10	0.5	50	30	96.1847
86	3	50	0.5	50	30	97.1990
87	3	30	0.5	40	30	94.7783
88	3	30	0.5	40	30	93.6860
89	3	30	0.5	40	30	96.0101
90	3	30	0.5	40	30	94.1820
91	3	30	0.5	40	30	96.5186
92	3	30	0.5	40	30	95.2802

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

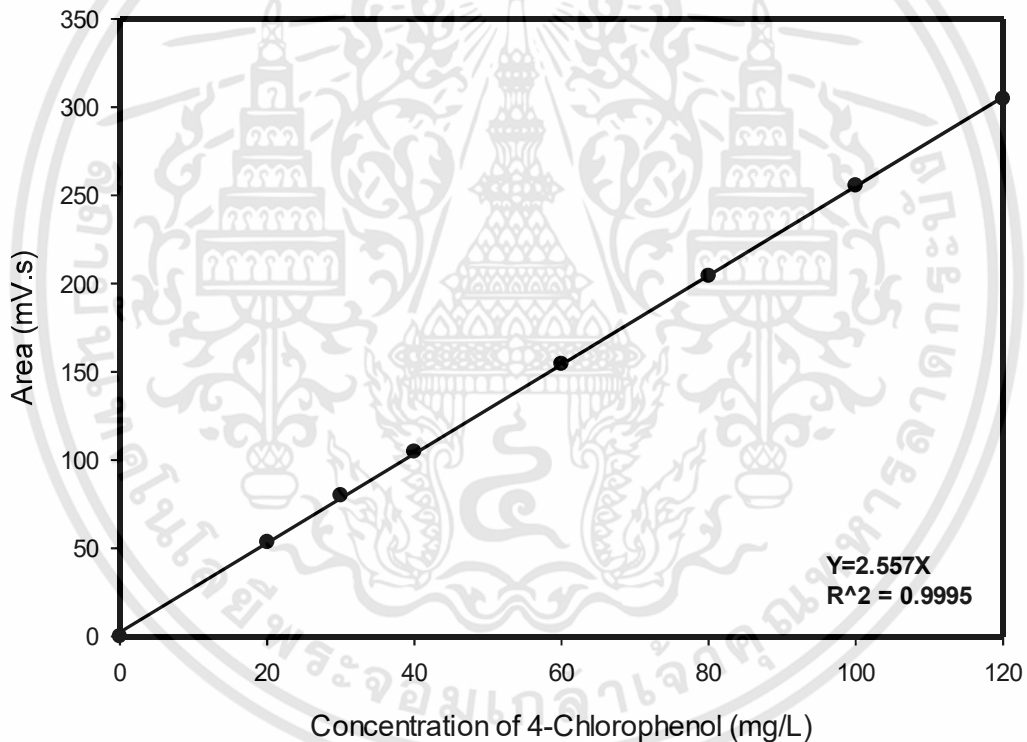
ภาคผนวก ข

การคำนวณที่เกี่ยวเนื่องในการทดลอง

ข.1 ผลการวิเคราะห์ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลในสารตัวอย่าง

ข.1.1 การคำนวณความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลที่เตรียมเป็นมาตรฐาน

เตรียมสารละลาย 4-คลอโรฟีนอลที่มีความเข้มข้น 20 30 40 60 80 100 และ 120 mg/L แล้วนำมาวิเคราะห์หาพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมด้วยเครื่อง HPLC แล้วนำค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมของ 4-คลอโรฟีนอลที่ได้มาสร้างกราฟมาตรฐานความเข้มข้น 4-คลอโรฟีนอล แสดงดังรูปที่ ข.1



รูปที่ ข.1 กราฟมาตรฐานเปรียบเทียบค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมกับความเข้มข้นของสารละลาย 4-คลอโรฟีนอล

สมการมาตรฐานความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลคือ $y = 2.557x$

โดย y คือ ค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรม (mV.s)

x คือ ความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอล (mg/L)

ข.3.1.2 การคำนวณความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลที่ได้จากการเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐาน

จากการทดลองหาการสลายของ 4-คลอโรฟีนอลด้วยปฏิกิริยาเฟนตันโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 5wt%Fe-TiO₂/Diatomite สารตัวอย่างจะถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง HPLC ตามขั้นตอนที่ได้กล่าวไว้ในข้อ 3.4 หลังจากนั้นจะนำค่าพื้นที่ใต้พีคโครมาโตแกรมของสารตัวอย่างที่ถูกวิเคราะห์มาเปรียบเทียบกับความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐานดังแสดงในรูปที่ ข.1 ทำให้ทราบถึงความเข้มข้นของ 4-คลอโรฟีนอลได้



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นายอธิพงษ์ ไพค์านาม
วัน เดือน ปีเกิด	30 ธันวาคม 2538 ที่กรุงเทพมหานคร
ที่อยู่	60/410 หมู่บ้านมินบุรีการ์เด็นโฮม ซอยราษฎร์อุทิศ 48 แขวงแสนแสบ เขตมีนบุรี กรุงเทพมหานคร 10510 โทร.083-8037065
ประวัติการศึกษา	2561 วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี (เกียรตินิยมอันดับ 2) สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ประสบการณ์	
พ.ศ.2560	ฝึกงานที่ Schlumberger ตำแหน่ง Field Engineer ณ จังหวัดพิษณุโลก เป็นระยะเวลา 2 เดือน
พ.ศ.2561	นำเสนอผลงานวิชาการในหัวข้อ The Optimization for 4-Chlorophenol Degradation by Fenton Reaction using Fe-TiO ₂ /Diatomite Catalyst ในงาน The 8 th International Thai Institute of Chemical Engineering and Applied Chemistry Conference 2018 (ITICHe 2018) ณ โรงแรม A-ONE The Royal Cruise, พัทยา จังหวัดชลบุรี และได้รับการตีพิมพ์ใน วารสาร Engineering Transactions Vol. 21, No.2(45), July-December 2018, Special Issue

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้