

การเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมด้วยการ
ลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์
EFFICIENCY ENHANCEMENT OF DYE DEGRADATION BY
DECREASING PARTICLES SIZE ZnO



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคณะศึกษาศาสตร์ปริญญาโท สาขาวิชาศึกษาศาสตร์
สาขาวิชาศึกษาศาสตร์
คณะศึกษาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

การเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสี้อมด้วยการ
ลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์
EFFICIENCY ENHANCEMENT OF DYE DEGRADATION BY
DECREASING PARTICLES SIZE ZnO



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ภาควิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

EFFICIENCY ENHANCEMENT OF DYE DEGRADATION BY DECREASING PARTICLES SIZE ZnO



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN APPLIED PHYSICS
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2014

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมด้วยการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์

EFFICIENCY ENHANCEMENT OF DYE DEGRADATION BY DECREASING PARTICLES SIZE ZnO

ชื่อนักศึกษา

นางสาวช่อทิพย์ จันทภูมิ รหัสนักศึกษา 54050507

นางสาวนรรัตน์ นาเชียงใต้ รหัสนักศึกษา 54050542

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์

ภาควิชา

ฟิสิกส์

ปีการศึกษา

2557

อาจารย์ที่ปรึกษา

รศ.วิชาญ เตชิตธีระ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี	ศ.ทิพวรรณ คล้ายบุญมี
ดร.พิชชานันท์ ธีเศรษฐ์โสภณ	พิชชานันท์ ธี
อ.ธนภรณ์ สีสาวพัฒนานนท์	ธนภรณ์
รศ.วิชาญ เตชิตธีระ	วิชาญ

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมด้วยการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวช่อทิพย์ จันทภูมิ	รหัสนักศึกษา 54050507
	นางสาวนรรัตน์ นาเชียงใต้	รหัสนักศึกษา 54050542
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์	
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
ปีการศึกษา	2557	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.วิชาญ	เดชิตธีระ

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการลดขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide) ให้มีขนาดอนุภาคเล็กลงในระดับนาโนเมตรโดยวิธีการบดละเอียดแบบบอลมิลล์ ศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene Blue) ด้วยกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ที่มีต่อประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู ซึ่งในการทดลองได้ทำการลดขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ โดยการนำซิงค์ออกไซด์เข้ากระบวนการบดละเอียดแบบบอลมิลล์ เป็นเวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมงตามลำดับ แล้วนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ได้ผสมกับสารละลายสีย้อมเมธิลีนบลูที่เตรียมไว้ จากนั้นวิเคราะห์สมบัติและโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) , วิเคราะห์ขนาดอนุภาคและพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู โดยวัดการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลูด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer จากการวิเคราะห์สมบัติและโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และวิเคราะห์ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในการทดลองมีโครงสร้างแบบ hexagonal และมีขนาดที่เล็กลงเมื่อเพิ่มระยะเวลาในกระบวนการบดให้มากขึ้น และเมื่อศึกษาการสลายสีย้อมของเมธิลีนบลูภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง จากผลการวิเคราะห์พบว่าสีย้อมมีการสลายที่มากขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาในการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่มากขึ้นและเมื่อมีการเพิ่มระยะเวลาในกระบวนการบดมากขึ้น ซึ่งระยะเวลาในการบดด้วยลูกบดที่เหมาะสมที่สุดในการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์คือ 18 ชั่วโมง เพราะมีอัตราการย่อยสลายที่สูงที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.16 ต่อนาที

คำสำคัญ : ซิงค์ออกไซด์ เมธิลีนบลู การบดละเอียดแบบบอลมิลล์ เทคนิคโฟโตแคตาไลติก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	EFFICIENCY ENHANCEMENT OF DYE DEGRADATION BY DECREASING PARTICLES SIZE ZnO
Students	Miss Chortip Juntapoom Student ID 54050507 Miss Nararat Nachiangtai Student ID 54050542
Degree	Bachelor of Science in Applied Physics
Department	Physics
Academic Year	2014
Advisor	Assoc. Prof. WicharnTechitdheera

Abstract

This aims of the special project are to study the particle size decreasing of zinc oxide by ball-milling process, study the efficiency enhancement of methylene blue degradation by photocatalytic process by using zinc oxide as a catalyst and study the relativity between particles size of zinc oxide and efficiency of methylene blue degradation. The results found that zinc oxide has hexagonal structure and particle size is reduced with increasing ball-milling time. By measuring the ultraviolet light absorption, the results showed that the dye is degraded increases when the period of ultraviolet radiation and ball-milling time increases. The optimum condition of ball-milling time for reduction particle size of zinc oxide is 18 hours because it has the highest rate of degradation which is 0.16 per minute.

Keywords : Zinc Oxide, Methylene blue, Ball-milling process, Photocatalytic process

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษเรื่อง การเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมด้วยซิงค์ออกไซด์ นี้สำเร็จ ลุล่วงไปได้ด้วยดีโดยได้รับความกรุณาจาก รศ.วิชาญ เตชิตธีระ อาจารย์ประจำสาขาวิชาฟิสิกส์ ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้และ ให้คำปรึกษาทางด้านวิชาการ ตลอดจนปลูกฝังคุณธรรม จริยธรรมให้แก่ข้าพเจ้า

ขอขอบคุณ ดร.พิชานันท์ ธีเศรษฐ์โสภณ อาจารย์ประจำสาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะ วิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้ในการใช้เครื่องมือ และอุปกรณ์ต่าง ๆ ในห้องปฏิบัติการเครื่องมือและพลังงานประยุกต์ (IAERL Lab)

ขอขอบคุณ ดร.เชษฐา อาจารย์ประจำสาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบัน เทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือใน กระบวนการบดละเอียดแบบบอลมิลล์

ขอขอบคุณ คุณนักศึกษาปริญญาโท ประจำห้อง Optical Development Laboratory (ODL) สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้และให้คำปรึกษาการใช้เครื่องมือวิเคราะห์การดูดกลืนแสงของสีย้อม (UV-Vis Spectrophotometer)

ขอขอบคุณ คุณจิรวัดน์ รัตนรักษ์ มหาบัณฑิตสาขาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และคุณธนพร พุกสังข์ทอง บัณฑิตสาขาวิชา ฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ให้ความรู้ คำปรึกษา ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง และแนะแนววิธีการทำโครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณบิดา มารดา เพื่อน ๆ และบุคคลที่มีส่วนช่วยในการผลักดันและให้การสนับสนุน โครงการพิเศษนี้จนสำเร็จ ทั้งทางด้านกำลังใจ และแนวคิดดี ๆ

นางสาวช่อทิพย์ จันทภูมิ

นางสาวนรรัตน์ นาเซียงใต้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	1
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 คุณสมบัติพื้นฐานของซิงค์ออกไซด์	3
2.2 คุณสมบัติพื้นฐานของเมธิลีนบลู	5
2.3 เทคนิคโฟโตแคตตาไลติก	5
2.4 การบดละเอียด	7
2.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	10
2.5.1 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer)	10
2.5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer)	15
2.5.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)	20
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	
3.1 วิธีการดำเนินงานวิจัย	24
3.1.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	24
3.2 การเตรียมซิงค์ออกไซด์ในการทดลอง	27
3.3 ขั้นตอนการวัดการสลายตัวของสีย้อมเมธิลีนบลู	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.1 การเตรียมสีย้อมเมธิลีนบลู	27
3.3.2 การทดสอบการสลายตัวของเมธิลีนบลู	27
3.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ของซิงค์ออกไซด์	28
3.4.1 การวิเคราะห์การดูดกลืนของแสงด้วยเครื่อง (UV-Visible spectrophotometer)	28
3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติของสารซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่อง วิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer)	28
3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติของซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)	28
3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยการวัดการสลายตัวของ สีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้แสงยูวี	29
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	
4.1 ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	30
4.1.1 การวิเคราะห์สมบัติของสารซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่อง วิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer)	30
4.1.2 การวิเคราะห์สมบัติของสารซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	33
4.2 ผลการทดลองปฏิบัติการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	35
4.2.1 ภายใต้อัลตราไวโอเล็ต (UV light)	35
4.2.2 การดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง (UV-VIS Spectrophotometer)	37
4.3 อัตราการย่อยสลายสีย้อมของเมธิลีนบลูโดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา	39
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง	43
5.2 ข้อเสนอแนะ	44
เอกสารอ้างอิง	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงประเภทและสมบัติของเม็ดบดชนิดต่าง ๆ	8
4.1 พื้นที่ได้กราฟจากกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบด	31
4.2 อัตราการย่อยสลายสี้อมด้วยแสงของเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	42



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์	4
2.2 สูตรโครงสร้างโมเลกุลของเมธิลีนบลู (Methylene blue)	5
2.3 แสดงแนวคิดของการลดขนาด	8
2.4 กระบวนการบดโดยใช้ลูกบด	9
2.5 UV-VIS spectrum	11
2.6 Monochromator	12
2.7 องค์ประกอบของเครื่อง UV-VIS spectrophotometer	13
2.8 Double beam spectrophotometer	14
2.9 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	15
2.10 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก	16
2.11 วิเคราะห์วัฏภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน	18
2.12 วิเคราะห์วัฏภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ	19
2.13 วิเคราะห์ขนาดของผลึก และความเครียดระดับจุลภาค	19
2.14 วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ ต่างกัน	20
2.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	20
2.16 ส่วนประกอบที่สำคัญของ SEM	21
2.17 สัญญาณที่เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่าง	23
3.1 การเตรียมซิงค์ออกไซด์ผสมกับสีย้อมเมธิลีนบลู	27
3.2 การทดลองโดยทำในที่มืด	27
4.1 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด	30
4.2 พื้นที่ใต้กราฟจากกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบด ด้วยลูกบดเป็นเวลา 0,6 ,18 และ 30 ชั่วโมง	32
4.3 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด เป็นเวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง	32
4.4 การวิเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	33
4.5 การวิเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง	33

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.6 การวิเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง	34
4.7 การวิเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง	34
4.8 การย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู ด้วยซิงค์ออกไซด์	35
4.9 สีย้อมเมธิลีนบลู ที่ถูกย่อยสลายด้วยซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบด เป็นเวลา 6 ชั่วโมง	35
4.10 สีย้อมเมธิลีนบลู ที่ถูกย่อยสลายด้วยซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบด เป็นเวลา 18 ชั่วโมง	36
4.11 สีย้อมเมธิลีนบลู ที่ถูกย่อยสลายด้วยซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบด เป็นเวลา 30 ชั่วโมง	36
4.12 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	37
4.13 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	37
4.14 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	38
4.15 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	38
4.16 อัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	39
4.17 อัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	40
4.18 อัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	40
4.19 อัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ ที่ปิดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	41
4.20 อัตราการย่อยสลายสีย้อมด้วยแสงของเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่ปิดด้วยลูกบด เป็นเวลา 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	41

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

การลดขนาดอนุภาคของสารเคมีเป็นกระบวนการที่มีความจำเป็น เนื่องจากการลดขนาดอนุภาคจะเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิว และทำให้รูปร่างอนุภาคเปลี่ยนไป ซึ่งจะส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยาทางกายภาพและเคมีของอนุภาคนั้น นอกจากนี้ การลดขนาดอนุภาคยังสามารถปรับปรุงสมบัติของอนุภาคได้อีกหลายประการ เช่น กำจัดสิ่งเจือปนการสลายสารอินทรีย์ในน้ำ เป็นต้น

การลดขนาดอนุภาคของสารเคมีโดยการบดละเอียด (Grinding or Milling) ด้วยวิธีการบอลมิลล์ (Ball Mill) ทำให้ขนาดของอนุภาคเล็กลงจนถึงขั้นละเอียดมาก (Pulverization) โดยการใช้การกระทบ, กระทบ และ การเสียดสีกันระหว่างสารเคมี ตัวลูกบด (Grinding Media)

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide : ZnO) เป็นสารประกอบอนินทรีย์ ที่ประกอบด้วยธาตุ Zn และ O ลักษณะทั่วไปเป็นผงอนุภาคละเอียดสีขาว, ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ดีในกรดและเบส โดยทั่วไป ZnO จะมีโครงสร้างแบบ Wurtzite (Hexagonal) เป็นวัสดุในกลุ่มโลหะออกไซด์ที่มีการนำมาใช้งานในรูปแบบของวัสดุนาโน ได้แก่ การใช้งานในกลุ่มของอิเล็กทรอนิกส์หรืออุปกรณ์ตรวจจับก๊าซ ใช้สำหรับการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียในทางทันตกรรม และใช้ในชีวิตประจำวัน ใช้เป็นส่วนประกอบสำหรับเครื่องสำอางบางประเภท ใช้ในการบำบัดสิ่งแวดล้อมเนื่องจากมีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง และสมบัติด้านการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาการลดขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide:ZnO) โดยวิธีการบดละเอียดแบบบอลมิลล์
2. ศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue) ด้วยกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis)

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาการเตรียมซิงค์ออกไซด์ให้มีขนาดอนุภาคเล็กลงในระดับนาโนเมตร โดยวิธีการบดละเอียดแบบบอลมิลล์
2. ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ และ ประสิทธิภาพของการสลายสีย้อมเมธิลีนบลู

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้รับความรู้เกี่ยวกับการลดขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนเมตร ด้วยวิธีการบอลมิลล์
2. ได้รับความรู้ในการใช้เครื่องมือในการเตรียมซิงค์ออกไซด์ด้วยการบดละเอียดโดยวิธีการบอลมิลล์
3. ได้รับความรู้ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis)
4. สามารถนำผลการทดลองที่ได้ไปประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสียจากสีย้อมในธรรมชาติได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 คุณสมบัติพื้นฐานของซิงค์ออกไซด์

ซิงค์ออกไซด์ เป็นสารประกอบที่สามารถพบเห็นได้ในธรรมชาติ เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) เป็นสารที่มีคุณสมบัติพิเศษทางแสง โดยเรืองแสงได้และมีค่าความต่างศักย์ต่ำ มีความยาวคลื่นสั้นในช่วงสีเขียวยถึงฟ้า จึงนำไปใช้เป็นไดโอดที่เปล่งแสงได้

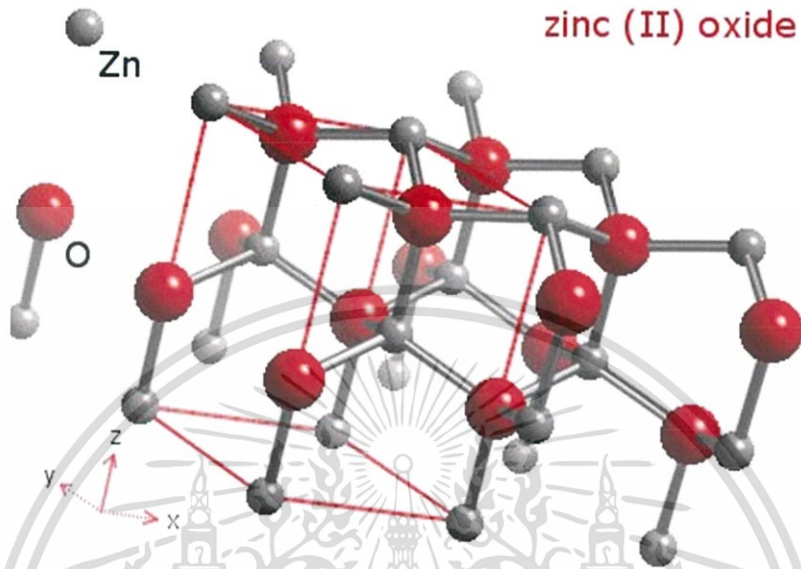
2.1.1 สมบัติทั่วไปของซิงค์ออกไซด์

ชื่อ	ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide) หรือซิงค์ (II) ออกไซด์ (zinc (II) oxide) หรือซิงค์ไวท์ (zinc white)
สูตรโมเลกุล	ZnO
น้ำหนักโมเลกุล	81.37 amu
สถานะและลักษณะ	ของแข็งผงอสัณฐาน (amorphous) สีขาวหรือสีเหลืองอ่อน ๆ ไม่มีกลิ่น
ความหนาแน่น	5.606 g/cm ³
ความถ่วงจำเพาะ ณ อุณหภูมิห้อง	5.642 g/cm ³
ความถ่วงจำเพาะ ณ อุณหภูมิ 20 °C	5.607 g/cm ³
จุดหลอมเหลว (melting point)	1975 °C
จุดเดือด (boiling point)	ระเหิดที่ 1800 °C
ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสัมพัทธ์	8.656
ดัชนีหักเห	2.008, 2.029
ความสามารถละลายน้ำ	ไม่ละลายน้ำ (ละลายได้ในกรดอ่อนไม่ละลาย ในแอลกอฮอล์)
pH	6.95
แถบช่องว่างพลังงาน	3.2 eV
การดูดกลืนรังสี	รังสีที่อยู่ในย่านของรังสีอัลตราไวโอเล็ต แทบทั้งหมดซึ่งมีความยาวคลื่นต่ำกว่า 360 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์

โครงสร้างผลึกโดยทั่วไปของซิงค์ออกไซด์ เป็นแบบ wurtzite หรือ hexagonal โดยมีโครงสร้างผลึกดังรูปที่ 2.1

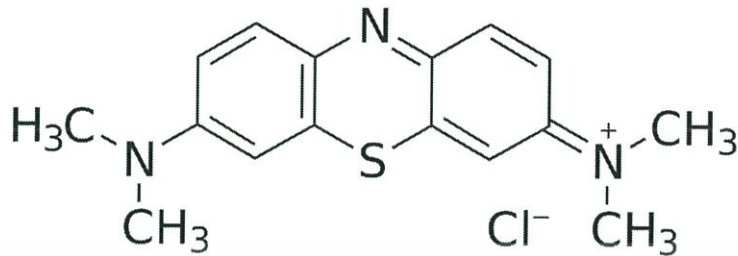


รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ [8]

ลักษณะที่สำคัญของโครงสร้าง wurtzite คือ เป็นโครงสร้างสมมาตรที่ไม่มีอะตอมกลางและลักษณะผิวมีขั้ว โดยมีแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameters) $a = 0.3296$ nm และ $c = 0.52065$ nm โครงสร้างออกไซด์ เกิดจากการยึดเกาะกันของอะตอมโลหะ (ประจุบวก) กับอะตอมออกซิเจน (ประจุลบ) ด้วยพันธะไอออนิก โดยอะตอมออกซิเจนเรียงตัวยึดกันแน่นชิดกันมากที่สุดแบบ hexagonal close packing เกิดช่องว่างเตตระฮีดรอล (tetrahedral hole) โดยมีอะตอมของโลหะแทรกอยู่ในช่องว่างเพียงครึ่งหนึ่งของจำนวนช่องที่มีอยู่ทั้งหมด หรือแบบ hole เว้น hole ซึ่งในโครงสร้าง wurtzite ของ ZnO ประกอบไปด้วย ไอออนบวก (Zn^{2+}) จะเกิดการโคออร์ดิเนตกับไอออนลบ (O^{2-}) และไอออนชนิดหนึ่งจะถูกล้อมรอบด้วยไอออนตรงข้ามเป็นแบบเตตระฮีดรอล มีเลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 4 : 4

2.2 คุณสมบัติพื้นฐานของเมธิลีนบลู (Methylene blue)

เมธิลีนบลู มีชื่อเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า สวิสบลู (Swiss blue) เมื่อละลายน้ำแล้วจะเป็นสีน้ำเงิน มีสูตรโครงสร้างโมเลกุลแสดงดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างโมเลกุลของเมธิลีนบลู (Methylene blue) [9]

2.2.1 สมบัติทั่วไปของเมธิลีนบลู

สูตรโมเลกุล	$C_{16}H_{18}N_3Cl$
น้ำหนักโมเลกุล	319.85 g/mol
ความสามารถในการละลายน้ำ	3.55 %
จุดหลอมเหลว (melting point)	100-110 °C

2.3 เทคนิคโฟโตแคตตาไลติก (Photocatalytic process)

เทคนิคโฟโตแคตตาไลติก (Photocatalytic process) เป็นการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ตัวแคตตาไลสต์ซึ่งสามารถทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการกระตุ้นด้วยแสงตัวแคตตาไลสต์นี้จะทำหน้าที่ลดพลังงานกระตุ้นของการเกิดปฏิกิริยา หลักการทำงานของกระบวนการ photocatalytic oxidation คือ การให้พลังงานแสงเข้าไปในระบบเพื่อเอาชนะค่าแถบพลังงาน (Energy band gap) ซึ่งเป็นค่าของความแตกต่างระหว่างพลังงานของแถบนำไฟฟ้า (Conduction band) กับแถบพลังงานที่เต็มแล้ว (Valence band) ซึ่งเมื่อพลังงานแสงที่ให้แก่ระบบมากกว่าค่าแถบพลังงานแล้วจะมีการสร้างอิเล็กตรอนที่มีประจุ (Electron hole pairs) ที่ผิวของสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ซึ่งกระบวนการนี้เรียกว่ากระบวนการ Pho-oxidation สำหรับกระบวนการ Photocatalytic oxidation แสงที่ให้แก่ระบบมักเป็นแสงอัลตราไวโอเล็ต

พื้นฐานของกระบวนการโฟโตแคตตาไลซิสประกอบด้วย การปล่อยอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ (VB) ไปยังแถบนำไฟฟ้า (CB) ของสารกึ่งตัวนำ (ZnO) และการสร้างโฮล (h^+) ในแถบวาเลนซ์ กระบวนการนี้จึงสามารถถูกใช้ในการทำลายมลสารได้อย่างมีประสิทธิภาพ สำหรับปรากฏการณ์ของกระบวนการที่เกิดขึ้นจากการที่มีการส่องแสงลงบนสารกึ่งตัวนำทำให้เกิดค่าอิเล็กตรอนและโฮล ($e^- - h^+$) โดยประจุที่เกิดขึ้นนี้มีผลทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันในสารละลายในความสามารถที่เหมาะสมของปฏิกิริยารีดอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกต้องมียังประกอบ คือ

1. แคตตาลิสต์ เช่น สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor)
2. พลังงานแสงซึ่งมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับพลังงานโฟตอนของตัวแคตตาลิสต์
3. น้ำ
4. ออกซิเจน หรือ ตัวออกซิแดนซ์ อื่นๆ

2.3.1 ชนิดของโฟโตแคตตาไลติก

โฟโตแคตตาไลติกสามารถแยกได้ 2 ประเภท เมื่อพิจารณาจากสถานะของตัวแคตตาลิสต์ ดังนี้

1. โฟโตแคตตาไลติกแบบสถานะเดียว (Homogeneous photocatalysis) ซึ่งเป็นกระบวนการที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ซึ่งมีสถานะเดียวกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด
2. โฟโตแคตตาไลติกแบบสถานะต่าง (Heterogeneous photocatalysis) ซึ่งเป็นกระบวนการที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ซึ่งมีสถานะต่างกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด

2.3.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

ตัวเร่ง หรือแคตตาลิสต์ หมายถึงสารที่ช่วยให้ปฏิกิริยาเคมีเกิดเร็วขึ้น มีส่วนร่วมในปฏิกิริยา เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปจนสมบูรณ์ ได้ผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นแล้ว จะได้ตัวเร่งกลับคืนมาในลักษณะเหมือนเดิม

2.3.3 ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst)

สารที่ใช้เป็นตัว Catalyst ในปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติก ได้แก่

1. โลหะตัวนำ (Transition metal) เช่น ทองแดง โคโรเมียม นิกเกิล เป็นต้น
2. สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ แคดเมียมซัลไฟด์ ซิงค์ออกไซด์ เป็นต้น

องค์ประกอบของโลหะตัวนำและสารกึ่งตัวนำ ประกอบด้วยวาเลนซ์แบนด์ (Valence band) และคอนดักชันแบนด์ (Conduction band) ในโลหะตัวนำจะมีวาเลนซ์แบนด์และคอนดักชันแบนด์ติดกัน แต่ในสารกึ่งตัวนำวาเลนซ์แบนด์และคอนดักชันแบนด์จะไม่ติดกันโดยเกิดเป็นช่องว่างซึ่งเรียกว่า แบนด์แกพ (Band gap) เมื่ออิเล็กตรอน (Electron, e^-) ที่อยู่ในวาเลนซ์แบนด์ ได้รับพลังงานโฟตอนจากแสง ($h\nu$) อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ไปยังคอนดักชันแบนด์ ในขณะที่เดียวกันที่บริเวณวาเลนซ์แบนด์จะเกิดโฮล (Hole, h^+) ซึ่งเป็นประจุบวกสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระในวาเลนซ์แบนด์ ส่วนคอนดักชันแบนด์อิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่มาจากคอนดักชันแบนด์จะเคลื่อนที่อย่างเป็นอิสระทั่วคอนดักชันแบนด์เช่นกัน ปรากฏการณ์นี้ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล (e^- / h^+) ซึ่งสามารถเคลื่อนที่ไปมาระหว่างวาเลนซ์แบนด์และคอนดักชันแบนด์ได้ง่ายและรวดเร็วเพราะว่าไม่มีแบนด์แกพ เหตุนี้จึงเป็นสาเหตุให้ e^- / h^+ รวมตัวกันใหม่ได้ง่าย สำหรับโลหะตัวนำ ในทางตรงกันข้ามนั้นการรวมตัวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ใหม่ของ e^- / h^+ ในสารกึ่งตัวนำเกิดได้ยากเพราะว่ามีแบนด์แก๊ปชั้นอยู่ทำให้ e^- / h^+ แยกจากกันได้นาน

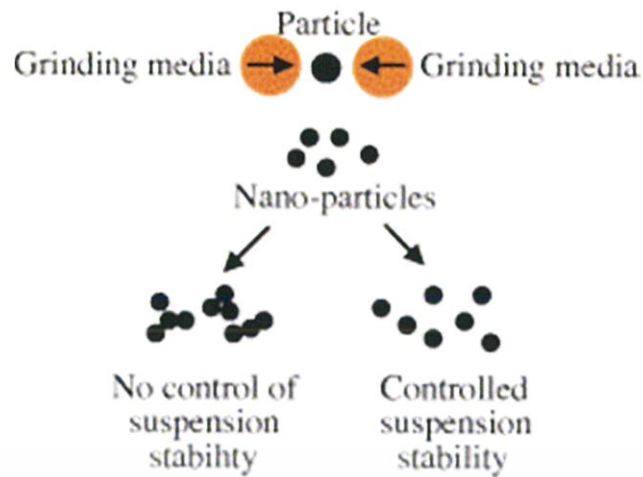
2.3.4 กลไกการเกิดปฏิกิริยา (Reaction mechanism)

การเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลซิสภายในสารกึ่งตัวนำเกิดได้จากภายในสารกึ่งตัวนำจะประกอบด้วยวาเลนซ์แบนด์ (Valence band) และคอนดักชันแบนด์ (Conduction band) โดยมี Band gap ชั้นอยู่ระหว่างแบนด์ทั้งสอง เมื่อสารกึ่งตัวนำหนึ่งได้รับพลังงานแสงที่มากกว่า Band gap อิเล็กตรอนในสารกึ่งตัวนำจะถูกกระตุ้นให้เคลื่อนที่จากวาเลนซ์แบนด์ (Valence band) ไปยังคอนดักชันแบนด์ (Conduction band) ทำให้เกิดเป็นโฮล (Hole) ชั้นที่วาเลนซ์แบนด์ ลักษณะเช่นนี้เรียกว่าเกิดเป็นคู่อิเล็กตรอน-โฮล (e^- / h^+ pairs) การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเกิดขึ้น 2 แบบ คือ อิเล็กตรอนเคลื่อนที่จากคอนดักชันแบนด์ไปยังตัวรับอิเล็กตรอนในสารละลาย (เกิดเป็นปฏิกิริยารีดักชัน) หรืออิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากตัวให้อิเล็กตรอนในสารละลายไปยังโฮลในวาเลนซ์แบนด์ (เกิดเป็นปฏิกิริยาออกซิเดชัน)

2.4 การบดละเอียด

2.4.1 วิธีการบดด้วยลูกบด (Ball-milling process)

วิธีการบดด้วยลูกบดเป็นวิธีการลดขนาดของอนุภาคประเภทหนึ่ง โดยทั่วไปการลดขนาดด้วยการบดเป็นวิธีการที่ใช้พลังงานมากกว่าวิธีอื่น ๆ อย่างไรก็ตามการลดขนาดโดยการใช้ลูกบดในการบดจะทำให้สามารถใช้พลังงานได้น้อยลงและได้ขนาดอนุภาคที่ต้องการ ซึ่งแนวคิดทั่วไปของการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนด้วยวิธี Break-down (Top-down) method แสดงดังรูปที่ 2.4 การผลิตอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่าระดับไมโครเมตรได้ทำการศึกษาด้วยวิธีการบดในหม้อบด โดยเฉพาะการบดด้วยลูกบดเป็นวิธีการหลักซึ่งเป็นวิธีการที่ใช้พลังงานน้อยและใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น แร่ธาตุ, วัสดุเซรามิก, เม็ดสี, เกสซ์กรรม, สารเคมี และเชื้อจุลินทรีย์



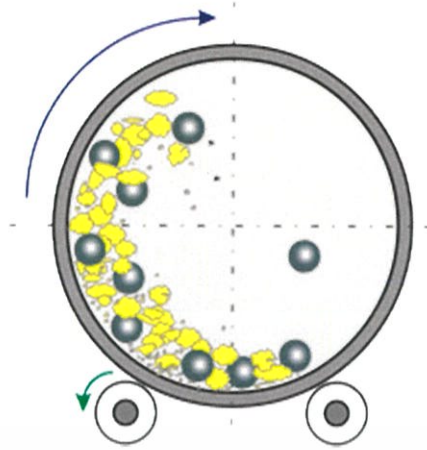
รูปที่ 2.3 แสดงแนวคิดของการลดขนาด [7]

กระบวนการบดโดยใช้ลูกบดสามารถลดขนาดสารเคมีให้เล็กลงได้โดยใช้ลูกบอลแบบกลมเป็นตัวบดสาร ลูกบดที่ใช้มีหลากหลายประเภทและหลากหลายขนาดขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่ต้องการนำมาบด แสดงดังตารางที่ 2.1 จึงควรเลือกชนิดและขนาดของลูกบดให้เหมาะสมกับสารที่นำมาบด ซึ่งลูกบดขนาดใหญ่จะทำให้ขนาดของสารแบบหยาบ แต่ถ้าต้องการสารที่มีขนาดที่ค่อนข้างละเอียดจะต้องใช้ลูกบดที่มีขนาดเล็ก วัสดุที่ใช้ในการทำลูกบดตามปกติแล้วจะทำมาจากโลหะ เหล็กหรือเซรามิก ซึ่งในกระบวนการการบดนั้นอาจมีการปนเปื้อนซึ่งเกิดขึ้นได้จากสารละลายที่เติมเข้าไปในกระบวนการหรืออาจปนเปื้อนมาจากวัสดุที่ใช้ทำเม็ดบอลและวัสดุที่ใช้ทำหม้อบด

ตารางที่ 2.1 แสดงประเภทและสมบัติของเม็ดบดชนิดต่าง ๆ

ชนิดของลูกบด	ส่วนประกอบ	ประสิทธิภาพการบด	ราคา	การสึกหรอ
Pebble stone	SiO ₂	ต่ำ	ถูก	สูง
Porcelain	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	ปานกลาง	ปานกลาง	สูง
Steatite	MgO , Al ₂ O ₃ , SiO ₂	ปานกลาง	ปานกลาง	ปานกลาง
Alumina	Al ₂ O ₃	สูง	สูง	ต่ำ
Zirconia	ZrO ₂	สูงมาก	สูงมาก	ต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 กระบวนการบดโดยใช้ลูกบด [11]

หลักการการทำงานของกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดนั้นจะอาศัยกระบวนการการหมุนของภาชนะทรงกระบอก ซึ่งด้านในภาชนะนั้นจะใส่สารเคมีที่เราต้องการบดและลูกบดขนาดต่าง ๆ ตามที่เราต้องการเอาไว้ แสดงในรูป 2.5 เมื่อภาชนะเกิดการหมุนลูกบดที่อยู่ภายในภาชนะนั้นจะเคลื่อนตัวขึ้นไปตามผนังของภาชนะตามความเร็วของการหมุน เมื่อลูกบดเคลื่อนที่ขึ้นไปถึงจุด ๆ หนึ่งลูกบดจะตกลงมากระทบกับสารเคมีและลูกบดด้านล่าง ในขณะที่เกิดการกระทบกันนั้นเองสารเคมีจะแตกออก เมื่อเกิดกระบวนการนี้ซ้ำ ๆ เป็นเวลาตามที่กำหนดจะได้สารเคมีที่มีขนาดลดลงตามต้องการ ซึ่งการบดจะเกิดจากแรง 2 แรงด้วยกัน คือ

1. แรงเหวี่ยง (Centrifugal force) ซึ่งจะช่วยให้วัสดุและลูกบดกิ้งตัวเกาะติดกับผนังหม้อบด ร่วมกับแรงดึงดูดของโลกจะทำให้ตกลงมาตรงส่วนล่างของหม้อบด ซึ่งจะทำให้เกิดแรงกระแทก (Shear impact)

2. การกระทบกันของลูกบดภายในหม้อบด

ปัจจัยที่สำคัญอีกอย่างหนึ่งของกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดก็คือความเร็ววิกฤติ การกำหนดความเร็วในการหมุนของกระบวนการมีความสำคัญต่อขนาดของสารเคมีที่ทำการบด ถ้าใช้ความเร็วในการหมุนมากจะทำให้เกิดการบดในอัตราที่สูงจากแรงกระแทกโดยการที่ลูกบดตกกระทบสารเคมี แต่ถ้าใช้ความเร็วที่ช้าเกินไปจะเกิดแค่เพียงการขัดถูเท่านั้น ความเร็วที่เหมาะสมสำหรับการบดแบบหยาบนิยมใช้ความเร็วประมาณ 80-90 % ของความเร็ววิกฤติ และการบดละเอียดนั้นนิยมใช้ความเร็วประมาณ 60-70% ของความเร็ววิกฤติ ซึ่งความเร็ววิกฤติสามารถคำนวณได้จากสมการที่ (2.1)

$$n_c = \frac{42.2}{\sqrt{D-d}} \quad (2.1)$$

โดยที่	n_c	คือ	ความเร็ววิกฤติ (รอบต่อนาที)
	D	คือ	เส้นผ่านศูนย์กลางหม้อบด
	d	คือ	เส้นผ่านศูนย์กลางลูกบอล

2.4.1 การบดแบบแห้ง (Dry grinding)

การบดแบบแห้งโดยการใช้เม็ดบอลลบดนั้นเป็นวิธีการที่นิยมใช้น้อยกว่าการบดแบบเปียก วิธีการบดแบบแห้งอนุภาคระดับนาโนที่ได้จะอยู่ในระดับที่มากกว่า 200 นาโนเมตร ข้อเสียของการบดแบบแห้งนั้นคืออนุภาคจะมีระดับขนาดที่กระจายตัวค่อนข้างสูงและยากลำบากมากในการที่จะแยกอนุภาคออกจากกัน และอนุภาคที่ได้จะมีความหยาบ การลดขนาดแบบแห้งมีข้อจำกัดบางประการในการลดขนาดอนุภาค เช่น ต้องใช้การลงทุนที่สูง, อนุภาคที่ได้จากการบดจะมีลักษณะที่หยาบ, ขนาดอนุภาคที่ได้จะมีระดับการกระจายตัวมากกว่าการบดแบบเปียก และใช้พลังงานสิ้นเปลืองมากกว่าวิธีการบดแบบเปียก

2.4.2 การบดแบบเปียก (Wet grinding)

การบดแบบเปียกเป็นวิธีการ Top-down อย่างหนึ่งที่ใช้ในการผลิตแร่ธาตุที่มีอนุภาคในระดับนาโน การบดแบบเปียกโดยการใช้เม็ดบอลลบดเป็นวิธีการบดที่มีข้อดีมากกว่าวิธีการบดแบบอื่น เนื่องจากเป็นวิธีที่มีความสะดวกและง่าย สามารถลดขนาดได้ในอัตราที่สูง และใช้พลังงานน้อยกว่าการบดโดยใช้ลูกบดแบบแห้งเนื่องจากมีสารละลายหรือของเหลวที่ต้องใส่เพิ่มไปในกระบวนการ จะช่วยทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวได้ดีขึ้นและช่วยชะลอการรวมตัวกันของอนุภาคได้

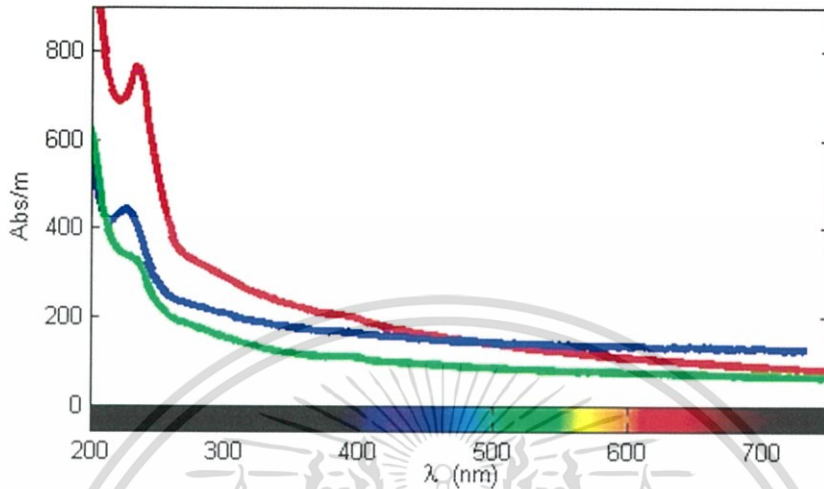
2.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

2.5.1 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer)

UV-VIS spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในวิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) ความยาวคลื่นประมาณ 190-1000 nm ส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน หรือสารอนินทรีย์ ทั้งที่มีสีและไม่มีสี สารแต่ละชนิดจะดูดกลืนรังสีในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกันและปริมาณการดูดกลืนรังสีก็ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารนั้น การดูดกลืนแสงของสารต่างๆเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสาร จึงสามารถวิเคราะห์ได้ในเชิงคุณภาพและปริมาณ เป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวที่ดี และใช้กันอย่างแพร่หลายผลที่ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) และ ค่าความยาวคลื่น (Wavelength) ซึ่งเรียกว่า Spectrum ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.5 UV-VIS spectrum [13]

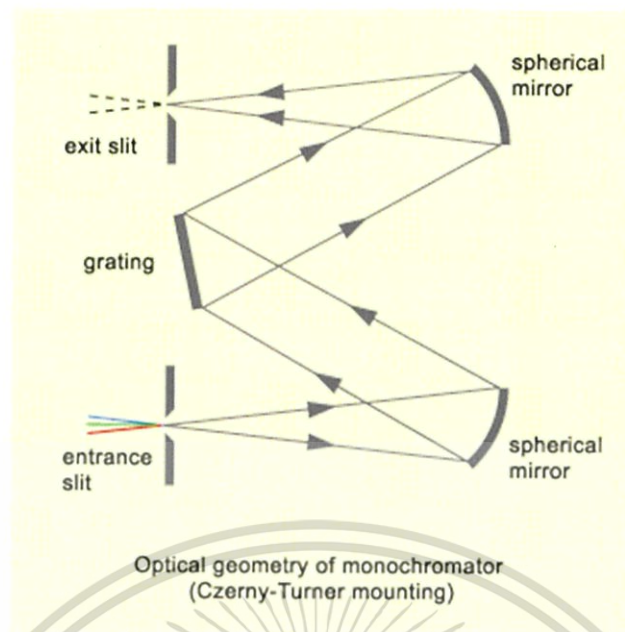
2.5.1.1 ส่วนประกอบ

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-VIS spectrophotometer ประกอบไปด้วย

1. Light source แหล่งกำเนิดรังสีเป็นส่วนที่ให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการ ออกมาอย่างต่อเนื่องและคงที่ รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอ หลอดกำเนิดรังสีมีหลายชนิดตามความยาวคลื่นรังสีที่เปล่งออกมา เช่น ช่วง UV จะใช้หลอด H2 and D2 lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ในย่าน 160 - 380 nm และช่วง Visible ใช้หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240-2,500 nm เป็นต้น

2. Monochromator (Wavelength selector) เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติก ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียวใช้ฟิลเตอร์ปริซึมหรือ เกรตติ้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



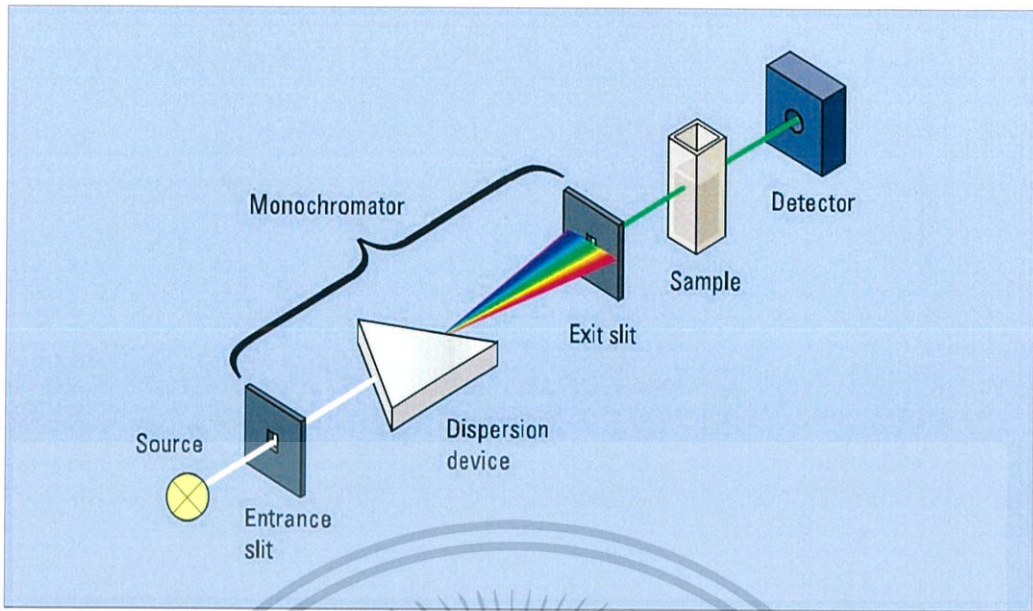
รูปที่ 2.6 Monochromator [13]

3. Cell Sample เป็นอุปกรณ์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ บางครั้งอาจเรียกว่า Cuvettes โดยจะต้องมีลักษณะโปร่งแสง การวิเคราะห์ในช่วง UV วัสดุที่นิยมนำมาใช้ ได้แก่ Quartz หรือ Fused silica และในการวิเคราะห์ช่วง Visible จะนิยมใช้วัสดุที่เป็น Silicate Glasses

4. Detector เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจวัดแสงที่ผ่านสารตัวอย่างออกมา ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้า เครื่องวัดรังสีมีหลายชนิดที่นิยม ได้แก่ Photomultiplier tube ซึ่งเป็น detector ที่ไวต่อแสงทั้งในช่วง UV และ visible โดยสามารถตรวจวัดได้อย่างรวดเร็วและตรวจวัดสารที่มีปริมาณต่ำ ๆ ได้ดีในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร และ Photodiode array detector เป็น detector ที่สามารถตรวจวัดในทุกความยาวคลื่นของแสงได้ในเวลาเดียวกันซึ่งสามารถตรวจวัดได้ตั้งแต่ช่วงความยาวคลื่น 190-1100 นาโนเมตรและเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด Silicon diode detector

5. เครื่องแสดงค่า ทำหน้าที่เปลี่ยนสัญญาณที่มาจาก detector เป็นค่าที่ใช้งาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



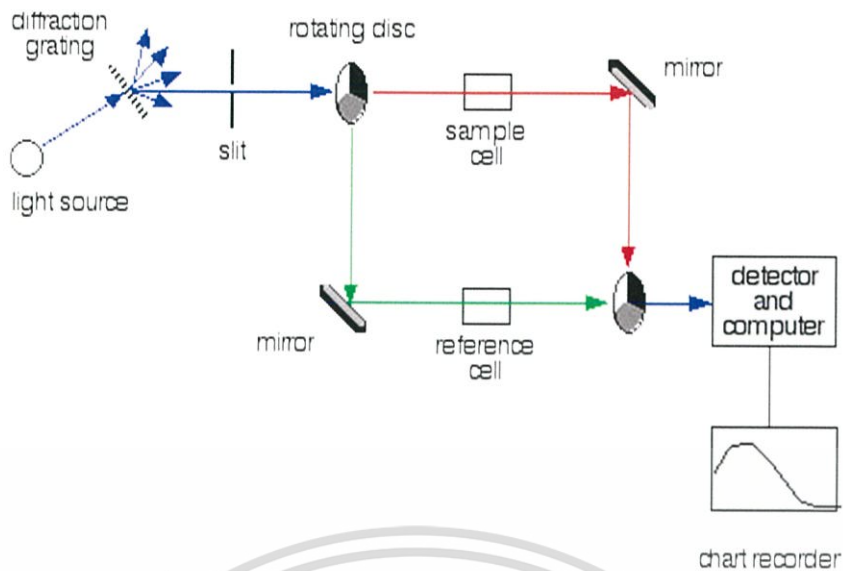
รูปที่ 2.7 องค์ประกอบของเครื่อง UV-VIS spectrophotometer [13]

2.5.1.2 ประเภทของ UV-VIS spectrophotometer

เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่

1. Single-Beam spectrophotometer (รูปที่ 2.9) เมื่อลำรังสีออกจากแหล่งกำเนิดรังสีจะผ่านเลนส์ โมนโครเมเตอร์ที่เป็น Grating ผ่านสารตัวอย่าง แล้วจึงเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ เนื่องจาก สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ประเภทนี้ใช้ลำรังสีเพียงลำเดียวผ่านจากโมนโครเมเตอร์ไปสู่สารละลายที่ต้องการวัดลำรังสีนี้จะเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณเลย การวัดแต่ละครั้งจึงต้องใช้เซลล์ 2 เซลล์ให้ลำรังสีผ่านสลับกัน

2. Double-Beam Spectrophotometer ลำรังสีจะผ่านโมนโครเมเตอร์ 2 ครั้งด้วยกัน ทำให้ได้ลำรังสีความยาวคลื่นเดียวอย่างมีประสิทธิภาพและความละเอียดมากขึ้น เมื่อออกจาก Exit slit แล้วลำรังสีจะไปสู่อุปกรณ์ตัดลำรังสี (Beam chopper) ก็จะสะท้อนไปผ่านสารตัวอย่าง ในขณะที่เดียวกันลำรังสีจะผ่านไปผ่านสารอ้างอิง ด้วยวิธีนี้ ลำรังสีลำเดียวที่ผ่านโมนโครเมเตอร์จะถูกอุปกรณ์ตัดลำรังสีแยกออกเป็นลำรังสีสองลำที่มีความเข้มเท่ากันตลอดเวลา เมื่อลำรังสีทั้งสองนี้ไปตกกระทบบ phototube ความแตกต่างของความเข้มจะกลายเป็นสัญญาณส่งต่อไปยังอุปกรณ์บันทึกสัญญาณต่อไปในการใช้สเปกโตรโฟโตมิเตอร์แบบลำรังสีคู่



รูปที่ 2.8 Double beam spectrophotometer [13]

2.5.1.3 การสอบเทียบ UV-VIS Spectrophotometer

1. Wavelength accuracy/repeatability

1.1 Wavelength accuracy : ตรวจสอบความแม่นยำของความยาวคลื่นที่อ่านได้จากเครื่องว่าเบี่ยงเบนไปจากความยาวคลื่นจริงเท่าใด (ตรวจสอบ wavelength scale)

1.2 Wavelength repeatability : ตรวจสอบความเที่ยง (precision) ของความยาวคลื่นที่อ่านได้จากเครื่อง เมื่อ scan ซ้ำ ๆ

2. Photometric accuracy/repeatability

2.1 Photometric accuracy : ตรวจสอบความแม่นยำของค่า absorbance/%T ที่อ่านได้จากเครื่องว่า เบี่ยงเบนไปจากค่าจริงเท่าใด

2.2 Photometric repeatability : ตรวจสอบความเที่ยง (precision) ของค่า absorbance/%T ที่อ่านได้เมื่อทดสอบซ้ำ โดยอ่านค่า absorbance/%T ที่ความยาวคลื่นใดความยาวคลื่นหนึ่งซ้ำ ๆ

3. Photometric linearity : ตรวจสอบการดูดกลืนรังสีว่า linear ตลอดช่วงที่ใช้ทำงานหรือไม่

4. Stray light : ตรวจสอบว่ามีแสงอื่นๆ นอกเหนือจากความยาวคลื่นที่ตั้งไว้ ผ่านเข้า detector หรือไม่

5. Baseline stability : การตรวจสอบความสามารถของเครื่องว่า baseline คงที่ตลอดช่วงเวลาหนึ่งๆ หรือไม่

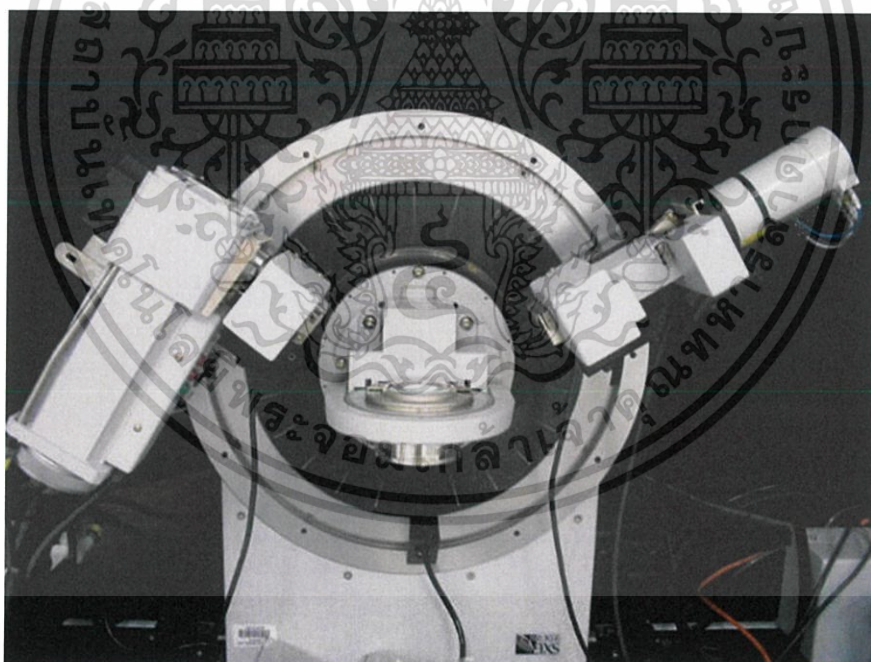
6. Baseline flatness : การตรวจสอบเพื่อที่จะดูระดับ baseline ในขณะที่ไม่มีตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่าง ๆ กันซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้จะนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุองค์ประกอบของสารตัวอย่าง โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้ Pattern ของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับ Pattern การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้ ซึ่งจะทำให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบอะไรบ้าง

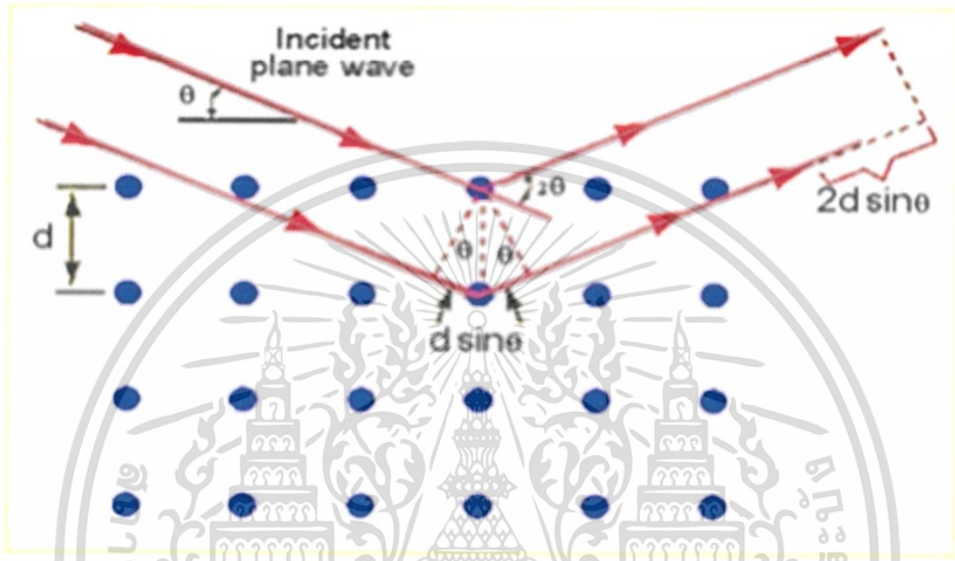
นอกจากนี้ ผลการวิเคราะห์ของ XRD จะสามารถหาลำดับองค์ประกอบของตัวอย่างได้แล้วนั้นยังสามารถคำนวณหา ปริมาณขององค์ประกอบต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่าง , คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell, ความเครียดของตัวอย่าง, ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างได้อีกด้วย นอกจากนี้ยังสามารถทำการวิเคราะห์ องค์ประกอบของฟิล์มบาง และคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบางได้อีกด้วย



รูปที่ 2.9 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลายในการวิเคราะห์วัสดุต่าง ๆ โดยสามารถใช้ในการวิเคราะห์ทดสอบชนิดปริมาณคุณภาพของสารประกอบแบบผลึกต่าง ๆ ในชิ้นงานได้โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อลำรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาค จะเกิดการหักเหของลำรังสีออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผลึก [15]

จากรูปที่ 2.10 สามารถอธิบายความสัมพันธ์ได้จากสมการของ Bragg's Law คือ

$$2d_{hkl} \sin \Theta = n\lambda \quad (2.2)$$

โดยที่ λ แทน ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์
 n แทน ลำดับการสะท้อน
 d_{hkl} แทน ระยะห่างระหว่างระนาบ

กฎของแบรกก์ในทางผลึกวิทยา (Crystallography) สามารถมองผลึกได้ว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่าง ๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ (h k l) เรียกว่าดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,... ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ (h k l) และค่าคงที่โครงผลึก (a, b, c, α , β , γ) ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีค่าต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่าง ๆ ในกรณีอย่างง่ายเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงสร้างผลึก ดังนี้ $a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.3)$$

ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงสร้างผลึกดังสมการ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (2.4)$$

เมื่อ	a	คือ	ค่าคงที่แลตทิซ
	λ	คือ	ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
	θ	คือ	มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่าง ๆ ในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้วระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อทราบข้อมูลดังกล่าวแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงสร้างผลึกจากสมการ Scherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้ (Grain size)

$$D = \frac{K\lambda\chi}{\beta 2\theta \cos\theta} \quad (2.5)$$

เมื่อ	D	คือ	ขนาดของเม็ดผลึก
	K	คือ	ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ($0.89 \leq K \leq 0.94$)
	θ	คือ	มุมของการเลี้ยวเบน
	$\beta 2\theta$	คือ	ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak : FWHM)
	$\lambda\chi$	คือ	ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบและแร่สามารถแยกแยะประเภทและชนิดของวัสดุที่พบในธรรมชาติว่ามีรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบใดหรือจำแนกได้ว่าวัสดุที่พบเห็นนั้นเป็นธาตุชนิดใดโดยทำการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัด โดยองค์กร JCPDs (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึกแตกต่างกันและระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบก็แตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอมสารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัวเปรียบเช่นเดียวกับลายนิ้วมือของคนที่แตกต่างกันจากหลักการทำงานของ XRD มีการนำมาใช้ประโยชน์ในการวิเคราะห์วัสดุที่มีสูตรโครงสร้างทางเคมีเหมือนกันแต่มีโครงสร้างผลึกต่างกัน

2.5.2.1 ความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ของเครื่อง XRD

1. วิเคราะห์วัฏภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis)

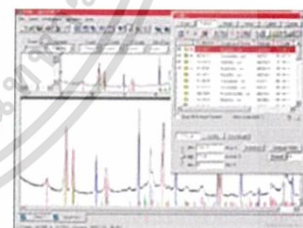
รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัฏภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บ่งได้ว่า สารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยวัฏภาคที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง



สารตัวอย่างที่เป็นแผ่นฟิล์ม



สารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียด



รูปที่ 2.11 วิเคราะห์วัฏภาคโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วิเคราะห์วิฤภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative Analysis)

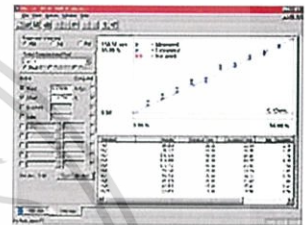
ความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณของวิฤภาคที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีคคำนวณหาปริมาณวิฤภาคองค์ประกอบต่าง ๆ ในสารตัวอย่างได้



สารตัวอย่างที่เป็นแผ่นฟิล์ม



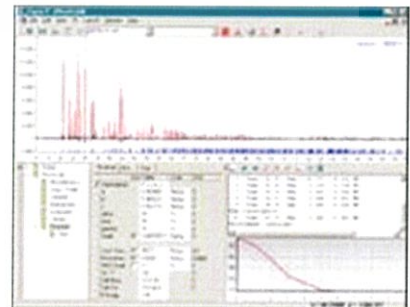
สารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียด



รูปที่ 2.12 วิเคราะห์วิฤภาคองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ

3. วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystallite size) และความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain)

ความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหาขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ได้



รูปที่ 2.13 วิเคราะห์ขนาดของผลึก และความเครียดระดับจุลภาค

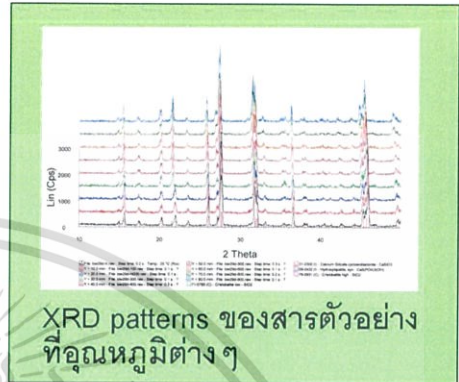
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

เมื่อใช้หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16 ร่วมกับเครื่อง XRD จะทำให้สามารถวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ภายใต้สภาวะตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1600°C ทั้งในบรรยากาศปกติ สุญญากาศ หรือบรรยากาศของก๊าซเฉื่อยได้



หน่วยควบคุมอุณหภูมิ HTK16



XRD patterns ของสารตัวอย่างที่อุณหภูมิต่าง ๆ

รูปที่ 2.14 วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

2.5.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้อิเล็กตรอนแบบลำกวาดและเกิดภาพจากการสะท้อนของอิเล็กตรอนที่ผิวชิ้นงาน กล้องจุลทรรศน์แบบนี้เหมาะกับการที่ต้องการรายละเอียดบนพื้นผิวชิ้นงาน



รูปที่ 2.15 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

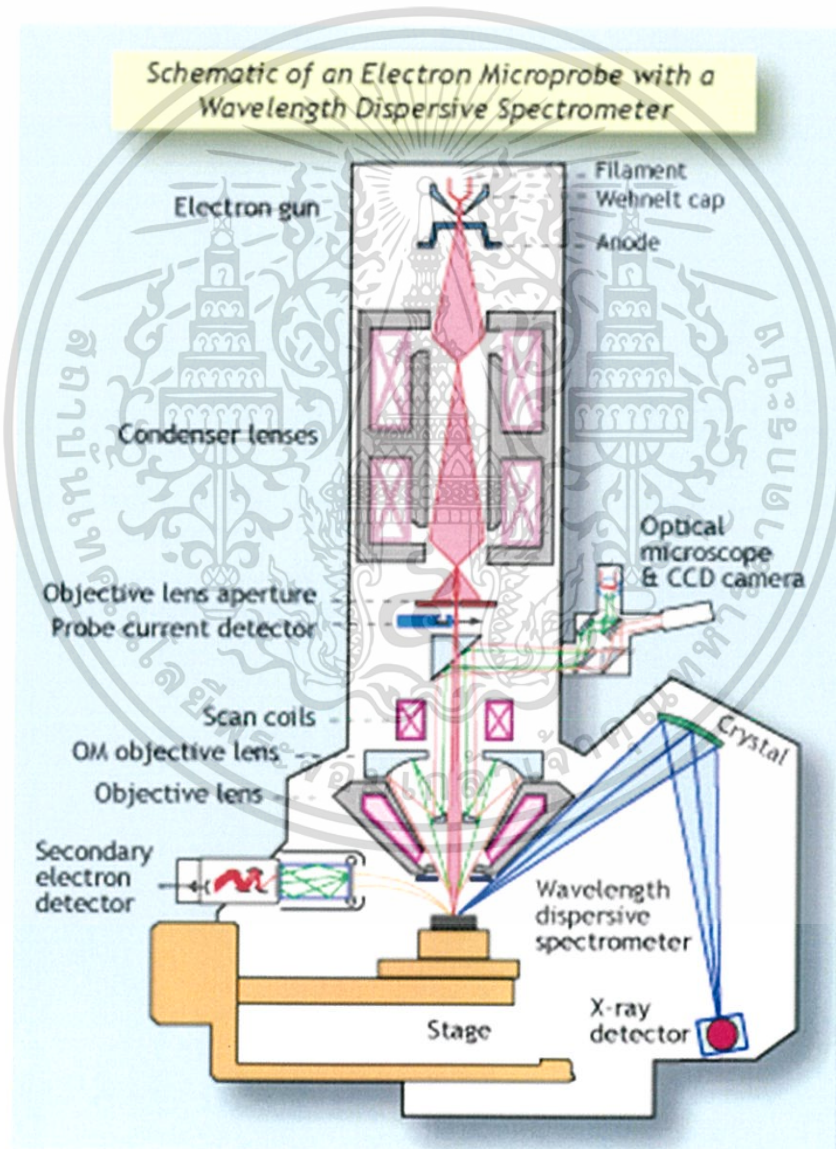
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.3.1 ส่วนประกอบที่สำคัญของSEM

1. Electron Gun เป็นส่วนที่ใช้เป็นแหล่งผลิตอิเล็กตรอนการหลุดของอิเล็กตรอนส่วนใหญ่เป็นการหลุดจากความร้อน (thermionic emission) อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจะวิ่งผ่านบริเวณศักย์ไฟฟ้าประมาณ $10^2 - 10^3$ V

2. Condenser Lens เป็นส่วนที่ใช้ในการควบคุมความเข้มของลำอิเล็กตรอน condenser lens ส่วนใหญ่จะประกอบด้วย 2 เลนส์ เพื่อให้ลำอิเล็กตรอนลู่ไปสู่ชิ้นงาน

3. Objective Lens เป็นส่วนที่สำคัญที่สุดของกล้องจุลทรรศน์เพราะจะทำให้เกิดภาพของชิ้นงาน objective lens จะเลนส์ที่มีความยาวโฟกัสสั้นๆ เพื่อให้วางใกล้ชิ้นงานให้มากที่สุดจึงจะได้รายละเอียดของชิ้นงานมากๆ



รูปที่ 2.16 ส่วนประกอบที่สำคัญของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.3.2 หลักการสร้างภาพของ SEM

SEM มีหลักการสร้างภาพซึ่งพอจะอธิบายได้ดังนี้ อิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron Gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี้อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวา เมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกชั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบ Fram การกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า raster scan และเมื่อครบ frame แล้วก็จะไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่

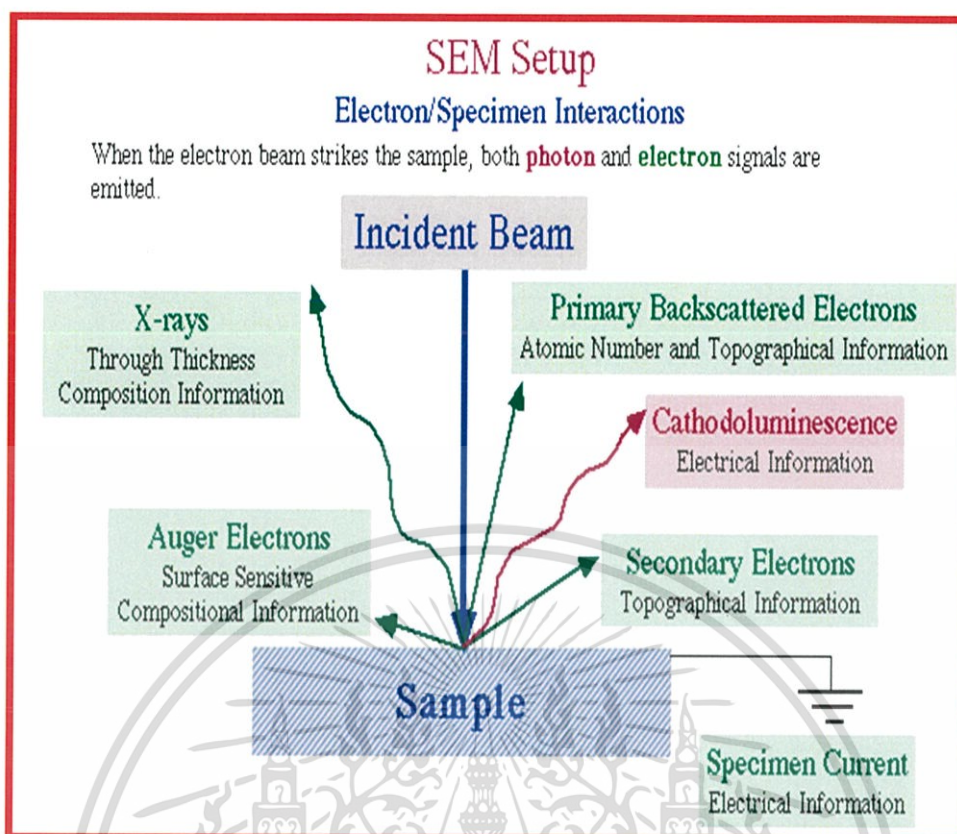
2.5.3.3 สัญญาณที่เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่าง

1. Secondary Electrons (SE) เป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำที่เกิดจาก Primary Electrons ไปชนเอาอิเล็กตรอนที่ผิวตัวอย่างหลุดออกมา โดยจะหลุดออกจากผิวตัวอย่างที่ความลึกจากพื้นผิวไม่เกิน 10 นาโนเมตร ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ความเข้มของ SE จะขึ้นกับมุมที่ Primary Electrons ตกใส่ และสภาพพื้นผิวตัวอย่าง ให้ภาพที่มีรายละเอียดสูง ภาพที่ได้จาก SE เรียกว่า Secondary Electron Image, SEI

2. Back Scattered Electrons (BSE) คือ Primary Electrons ที่กระเจิงกลับออกมาจากผิวตัวอย่าง กล่าวคือ เมื่อ Primary Electrons วิ่งเข้าใกล้หรือเข้าชนนิวเคลียสของอะตอมบนผิวตัวอย่างก็จะเกิดการเปลี่ยนทิศทางกระเจิงกลับออกมาจากผิวตัวอย่าง โดย BSE จะเกิดมากกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง ความเข้มของสัญญาณ BSE จะขึ้นกับมุมที่ Primary Electrons ตกใส่ ตัวอย่าง และยังขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุที่ผิวตัวอย่าง ภาพที่ได้จาก BSE เราเรียกว่า Back Scattered Electron Image (BEI) หรือ Primary Electron Image

3. Characteristic X-rays เกิดจากการที่เมื่ออิเล็กตรอนวงในของธาตุตัวอย่างถูกชนโดย Primary Electrons จนหลุดออกไป ก็จะเกิดเป็นระดับชั้นพลังงานที่ว่าง ทำให้อิเล็กตรอนที่ระดับพลังงานสูงกว่าระดับพลังงานลง พร้อมกันนี้ก็ปล่อยพลังงานในรูป X-Rays ออกมา พลังงานของ X-Rays ที่ได้จะมีรูปแบบของระดับพลังงานเฉพาะตัวแตกต่างกันไปในแต่ละธาตุเรียกว่า Characteristic X-Rays ดังนั้นจึงสามารถทำให้วิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบที่ผิวตัวอย่างโดยอาศัยประโยชน์จากการวิเคราะห์พลังงานหรือความยาวคลื่นของ X-rays ที่เกิดขึ้นนี้

4. Cathodoluminescence ธาตุบางชนิดเมื่อได้รับการถ่ายทอดพลังงานจาก Primary Electrons ก็จะปลดปล่อยพลังงานในรูปของแสงในช่วงที่ตาเห็นหรืออาจเลยไปถึงช่วง UV ปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นในตัวอย่างบางชนิดเท่านั้น



รูปที่ 2.17 สัญญาณที่เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

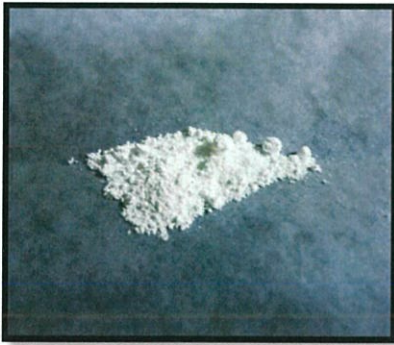
3.1 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในการทดลอง เป็นศึกษาการลดขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ให้มีขนาดเล็กลง เพื่อดูปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลซิส (การสลายสีย้อม) โดยมีซิงค์ออกไซด์เป็นตัวคะตะลิสต์ โดยใช้อุปกรณ์ดังนี้

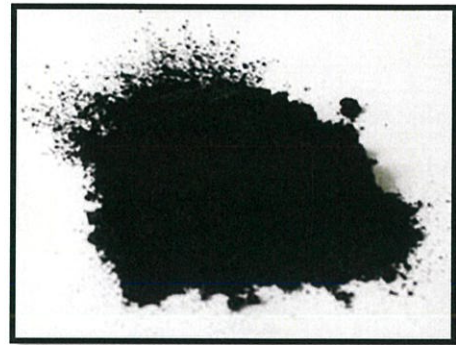
3.1.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)
2. เมธิลีนบลู (Methylene blue)
3. Deionized water
4. เครื่องซังสาร
5. กระจกซังสาร
6. เครื่องกวนสาร
7. หลอดฉายแสงยูวี
8. แมกเนติกบาร์
9. เครื่องแก้ว
10. ครอบพลาสติก
11. เม็ดบดอะลูมินา
12. เครื่องบดสาร
13. ตู้อบให้ความร้อน

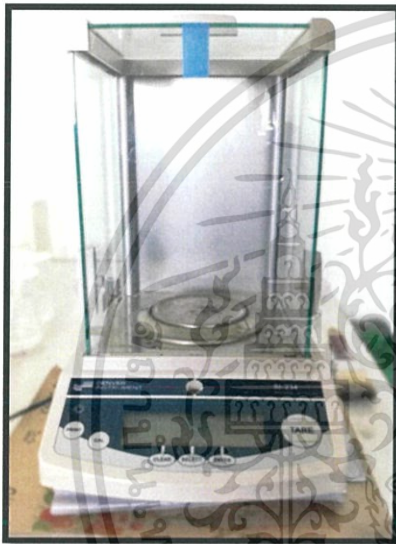
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)



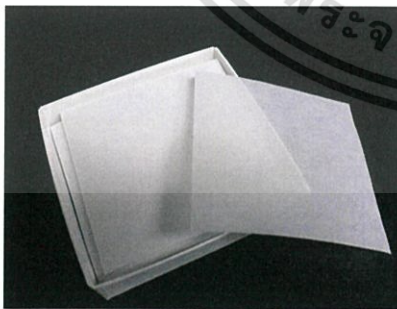
เมธิลีนบลู (Methylene blue)



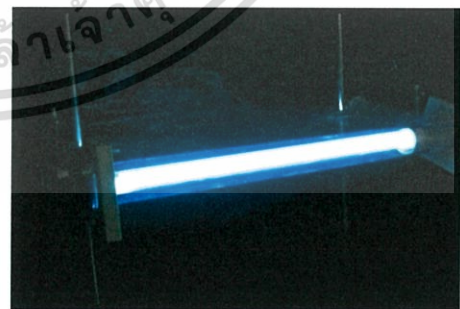
เครื่องชั่งสาร



เครื่องทวนสาร



กระดาษชั่งสาร



หลอดฉายแสงยูวี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



แมกเนติกบาร์



เม็ดบดอะลูมินา



กระบอกลพลาสติก



ตู้อบให้ความร้อน



เครื่องบดสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 การเตรียมซิงค์ออกไซด์ในการทดลอง

นำซิงค์ออกไซด์ไปเข้ากระบวนการบดละเอียดด้วยวิธีการบอลมิลล์ (Ball Mill) ณ เวลาต่างๆ ดังนี้ 0 , 6, 18 และ 30 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณสารซิงค์ออกไซด์ 10 กรัม และน้ำ DI 250 มิลลิลิตรที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำผล (ขนาดอนุภาค) มาเปรียบเทียบ

3.3 ขั้นตอนการวัดการสลายตัวของสีย้อมโดยใช้เมธิลีนบลู (Methylene blue)

3.3.1 การเตรียมสีย้อมเมธิลีนบลู

นำสีย้อมเมธิลีนบลู ปริมาณ 0.002 กรัม ผสมกับน้ำ DI 1 ลิตร

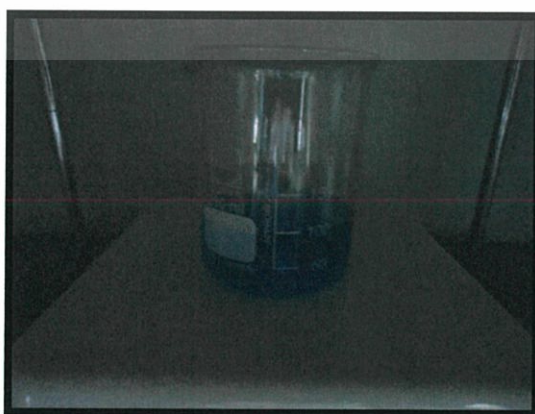
3.3.2 การทดสอบการสลายตัวของเมธิลีนบลู

1. นำซิงค์ออกไซด์ที่บอลมิลล์ ณ เวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง ปริมาณ 0.200 กรัม ผสมกับสารละลายสีย้อมเมธิลีนบลู ที่เตรียมไว้ในหัวข้อ 3.3.1 ในปริมาณ 100 มิลลิลิตร ดังรูป 3.1



รูปที่ 3.1 การเตรียมซิงค์ออกไซด์ผสมกับสีย้อมเมธิลีนบลู

2. จับเวลาโดยทำในที่มืด 5 นาที จากนั้นฉายแสงยูวี และเก็บตัวอย่างทุก ๆ 5 นาที รวมเป็นเวลา 45 นาที



รูปที่ 3.2 การทดลองโดยทำในที่มืด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับส่งมอบงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ของซิงค์ออกไซด์

3.4.1 การวิเคราะห์การดูดกลืนของแสงด้วยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer

UV-VIS spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในวิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) ความยาวคลื่นประมาณ 190-1000 nm ส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน หรือสารอนินทรีย์ ทั้งที่มีสีและไม่มีสี สารแต่ละชนิดจะดูดกลืนรังสีในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกันและปริมาณการดูดกลืนรังสีก็ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารนั้น การดูดกลืนแสงของสารต่างๆเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสาร จึงสามารถวิเคราะห์ได้ในเชิงคุณภาพและปริมาณ เป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวที่ดี และใช้กันอย่างแพร่หลาย

3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติของสารซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้ Pattern ของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับ Pattern การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้ ซึ่งจะทำให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบอะไรอยู่บ้างโดยทำการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัด

3.4.3 การวิเคราะห์สมบัติของซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้อิเล็กตรอนแบบลำกวาดและเกิดภาพจากการสะท้อนของอิเล็กตรอนที่ผิวชิ้นงาน กล้องจุลทรรศน์แบบนี้เหมาะสำหรับงานที่ต้องการรายละเอียดบนพื้นผิวชิ้นงาน SEM มีหลักการสร้างภาพซึ่งพอจะอธิบายได้ดังนี้ อิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron Gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี้อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวา เมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกชั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบ Frame การกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า raster scan และเมื่อครบ frame แล้วก็จะไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่

3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยการวัดการสลายตัวของสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้แสงยูวี

โดยการวัดการสลายตัวของสีย้อมเมธิลีนบลู (สีน้ำเงิน) ด้วยกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้หลักการโฟโตแคตตาไลติก



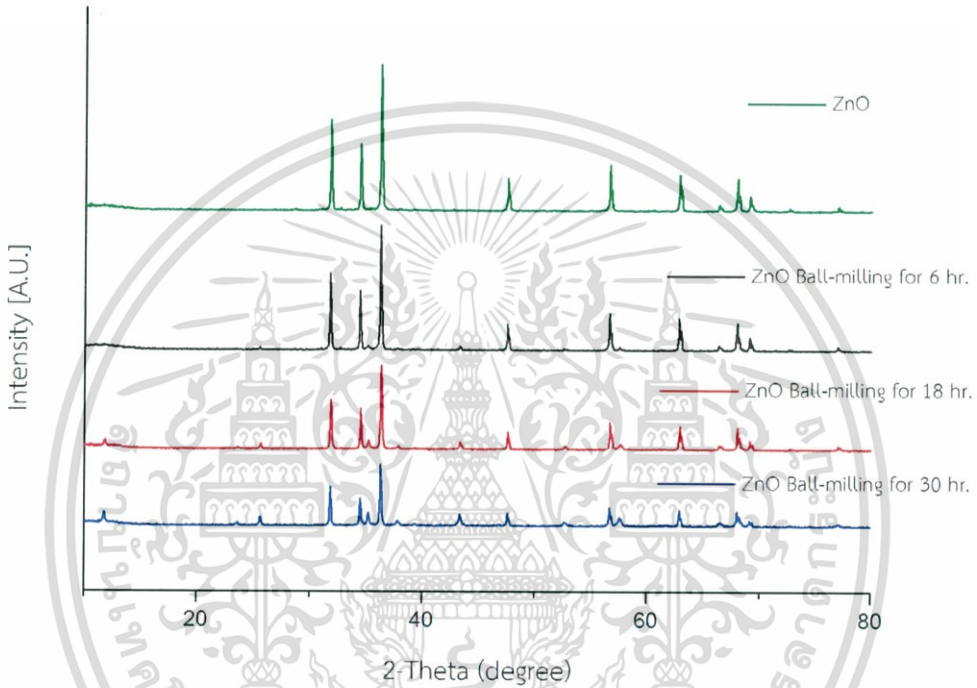
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

4.1.1 การวิเคราะห์สมบัติของสารซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer)



รูปที่ 4.1 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

จากกราฟแสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดโดยใช้ลูกบดเป็นเวลา 0, 6, 18 และ 30 ชั่วโมง ผลจากการเลี้ยวเบนพบว่า มีระนาบผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0 ชั่วโมง มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลที่ตำแหน่ง $2\theta = 31.769^\circ, 34.422^\circ, 36.239^\circ$ ระนาบผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลที่ตำแหน่ง $2\theta = 31.759^\circ, 34.404^\circ, 36.243^\circ$ ระนาบผลึกของซิงค์ออกไซด์ ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลที่ตำแหน่ง $2\theta = 31.877^\circ, 34.518^\circ, 36.358^\circ$ และระนาบผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลที่ตำแหน่ง $2\theta = 31.836^\circ, 34.486^\circ, 36.329^\circ$, ซึ่งตรงกับระนาบของซิงค์ออกไซด์ (100), (002) และ (101) ตามลำดับ

จากนั้นนำค่าที่ได้จากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มาคำนวณหาขนาดผลึกจากสมการ

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4.1)$$

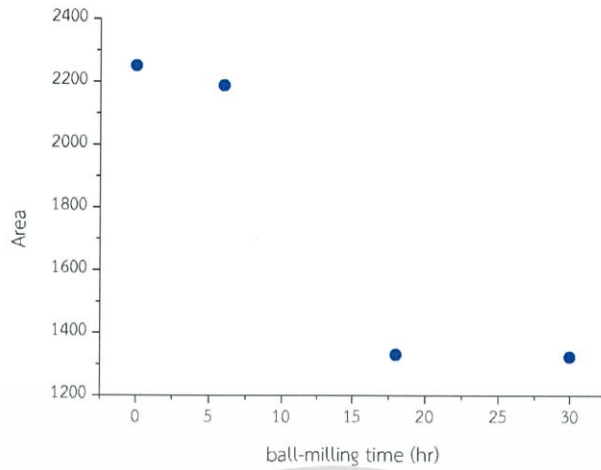
จากการคำนวณจะได้ว่าขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0 ชั่วโมงมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ย = 60.83 นาโนเมตร ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมงมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ย = 66.37 นาโนเมตร ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมงมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ย = 60.46 นาโนเมตร และขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมงมีค่าขนาดผลึกเฉลี่ย = 59.55 นาโนเมตร

เมื่อหาพื้นที่ใต้กราฟจากกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด จากรูปที่ 4.2 โดยใช้โปรแกรม OriginLab จะได้ค่าพื้นที่ใต้กราฟดังตารางที่ 4.1

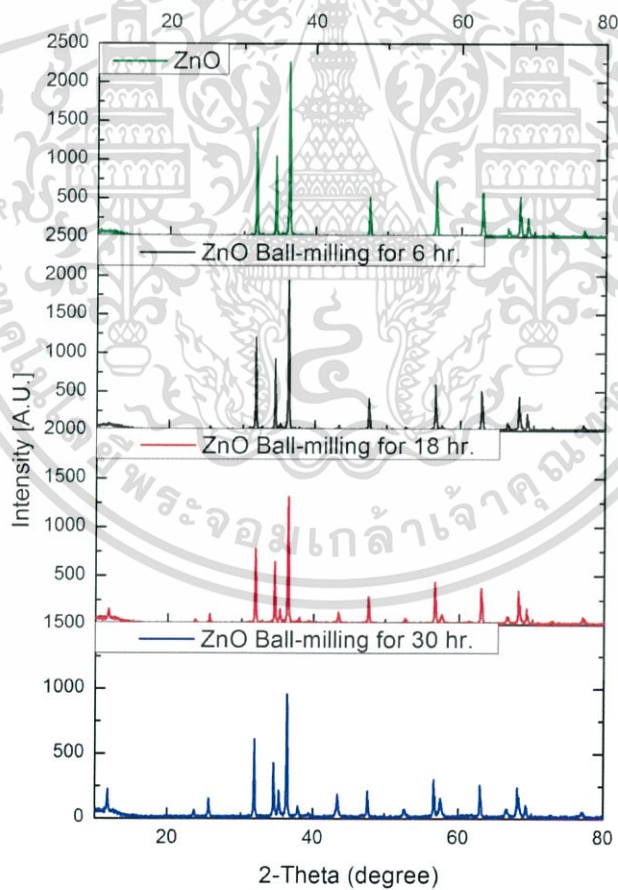
ตารางที่ 4.1 พื้นที่ใต้กราฟจากกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด

ระยะเวลาที่ใช้ในการบดละเอียดแบบบอลมิลล์	พื้นที่ใต้กราฟ
0 ชั่วโมง	2250.00
6 ชั่วโมง	2188.50
18 ชั่วโมง	1329.72
30 ชั่วโมง	1323.12

จากตารางพบว่า ค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ได้มีค่าลดลง เมื่อใช้ระยะเวลาในการบดเพิ่มมากขึ้น แสดงให้เห็นว่าผลึกของซิงค์ออกไซด์หายไป ซึ่งอาจเกิดจากซิงค์ออกไซด์ไปทำปฏิกิริยากับสารชนิดอื่น ทำให้ความเป็นซิงค์ออกไซด์หายไป หรือ อาจเกิดจากซิงค์ออกไซด์หมดสภาพความเป็นผลึกแบบ hexagonal เปลี่ยนไปเป็น Amorfus ซึ่งมีความละเอียดมากจึงทำให้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตรวจไม่พบ



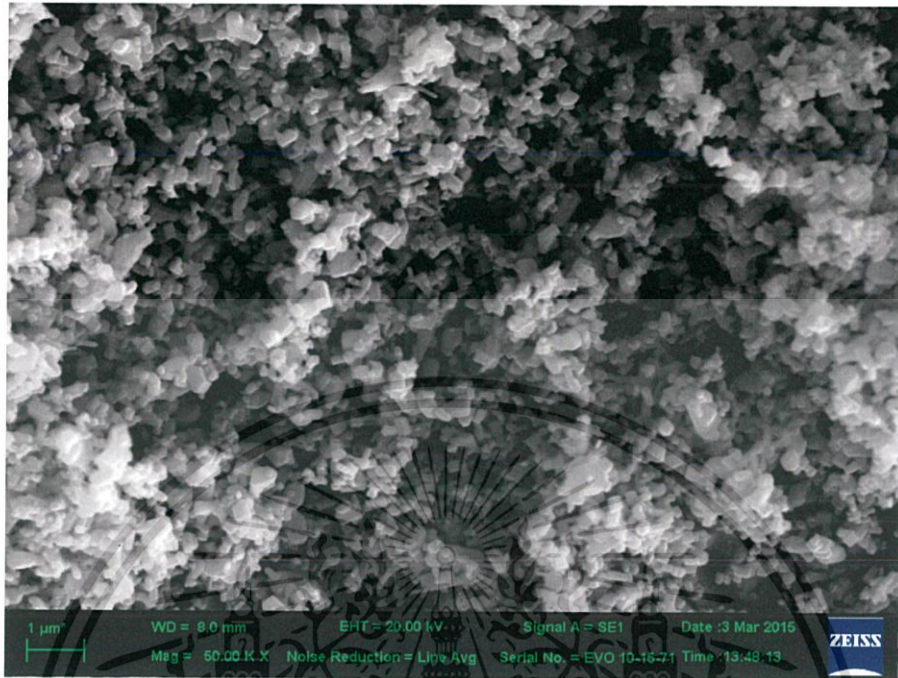
รูปที่ 4.2 แสดงพื้นที่ใต้กราฟจากการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0, 6, 18 และ 30 ชั่วโมง



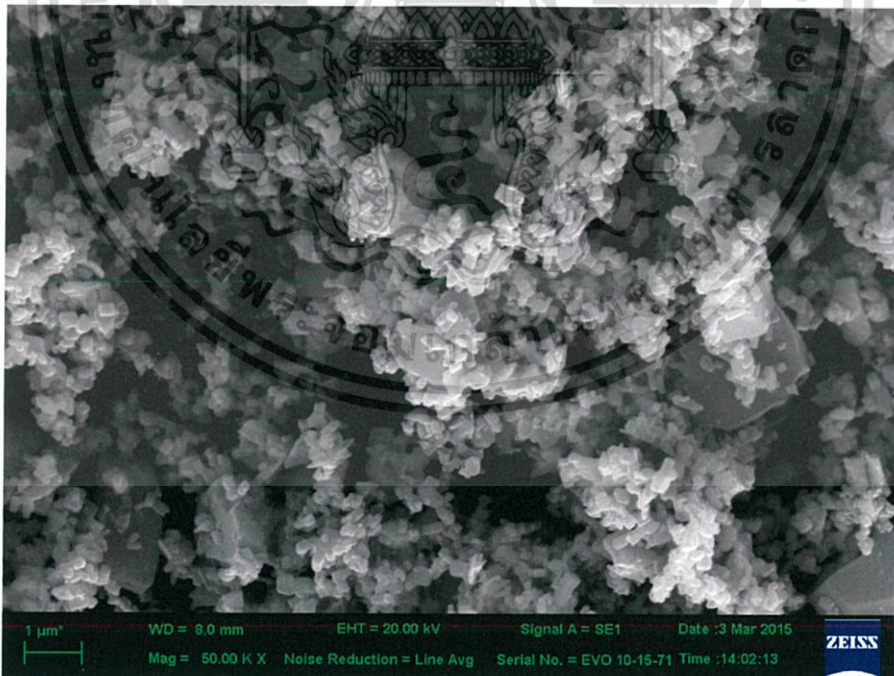
รูปที่ 4.3 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีการบดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การวิเคราะห์สมบัติของสารซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

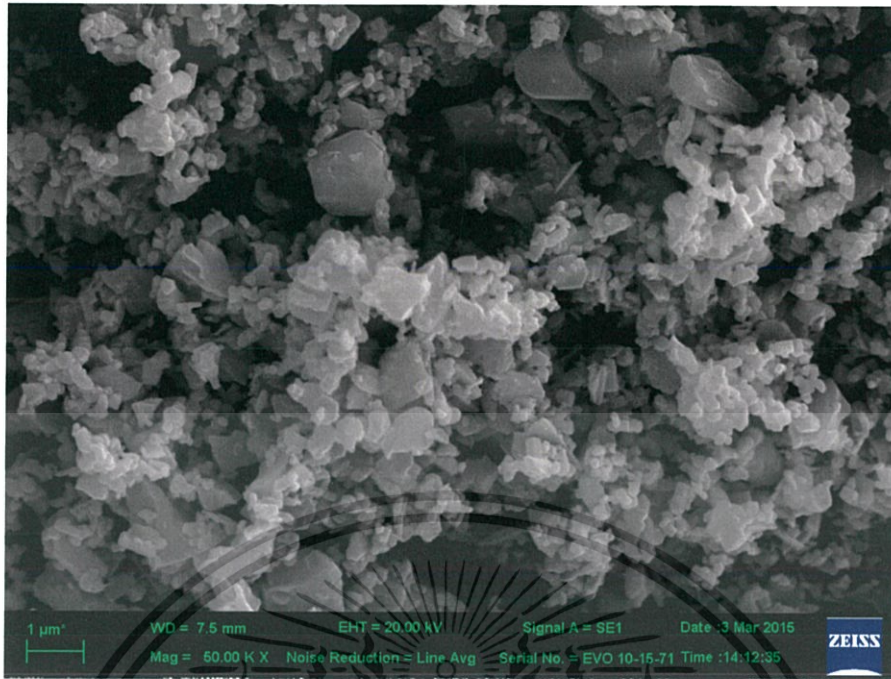


รูปที่ 4.4 รูปแสดงการวิเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



รูปที่ 4.5 รูปแสดงการวิเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่บำบัดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 รูปแสดงการวิเคราะห์เชิงคอออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง



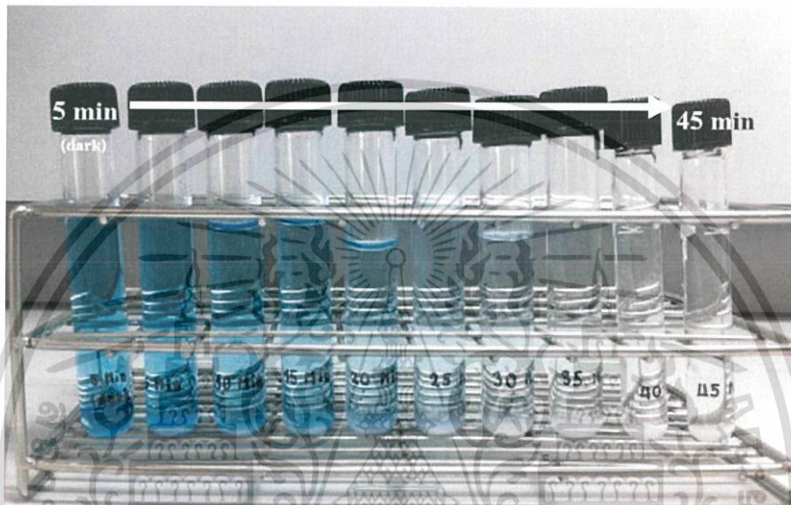
รูปที่ 4.7 รูปแสดงการวิเคราะห์เชิงคอออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

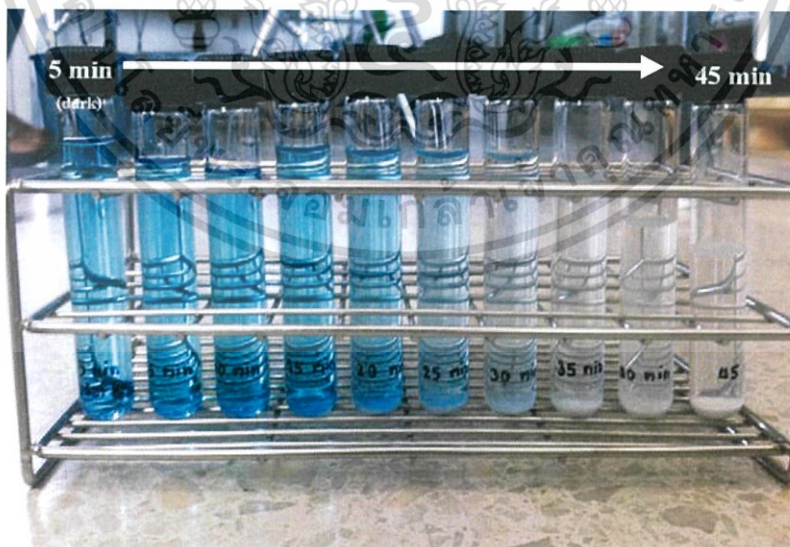
จากการนำซิงค์ออกไซด์เข้ากระบวนการบดด้วยลูกบดในเวลาที่แตกต่างกัน และนำไปวิเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะพบว่า ซิงค์ออกไซด์มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง เมื่อใช้ระยะเวลาในการบดที่มากขึ้น

4.2 ผลการทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

4.2.1 ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต (UV light)

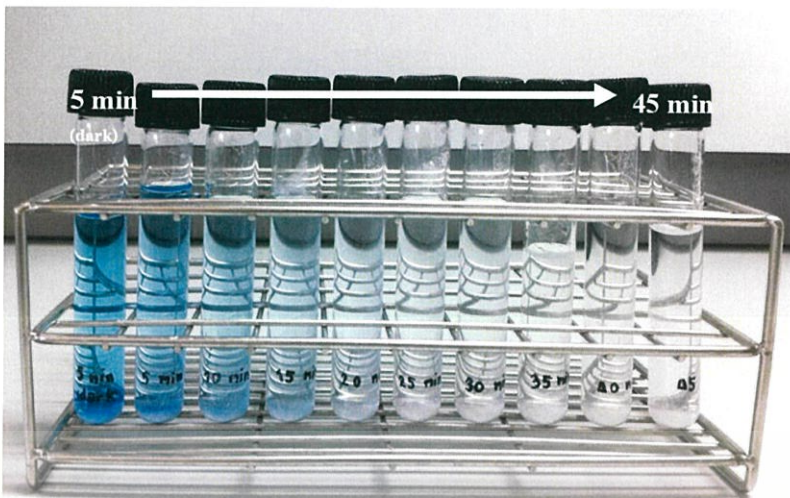


รูปที่ 4.8 การย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) ด้วยซิงค์ออกไซด์



รูปที่ 4.9 สีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) ที่ถูกย่อยสลายด้วยซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



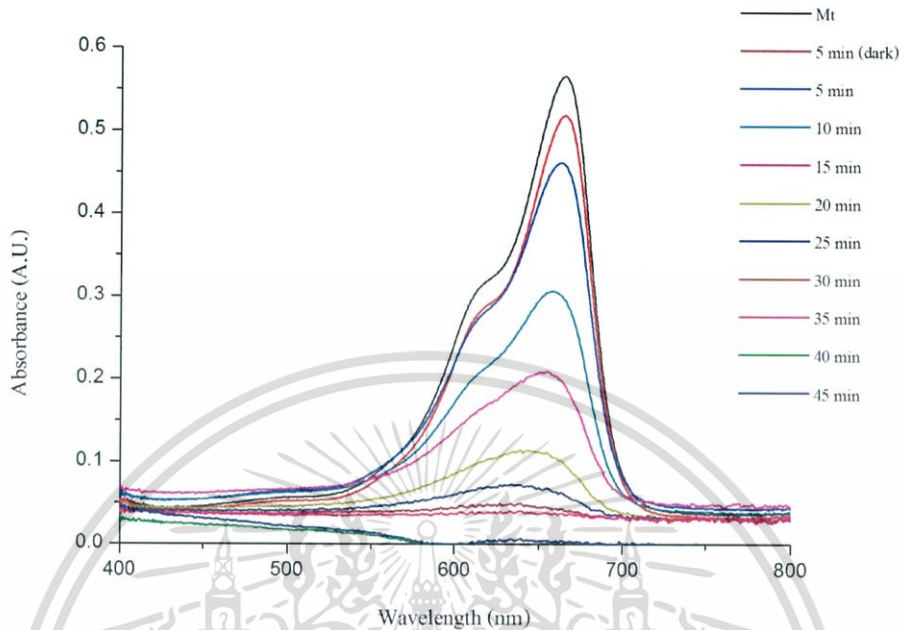
รูปที่ 4.10 สีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) ที่ถูกย่อยสลายด้วยซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง



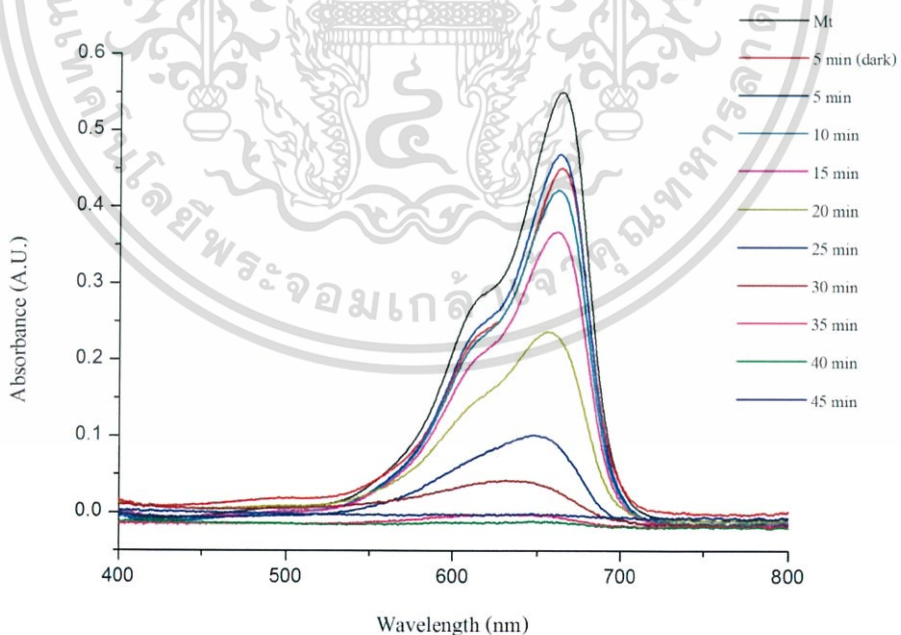
รูปที่ 4.11 สีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) ที่ถูกย่อยสลายด้วยซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 การดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

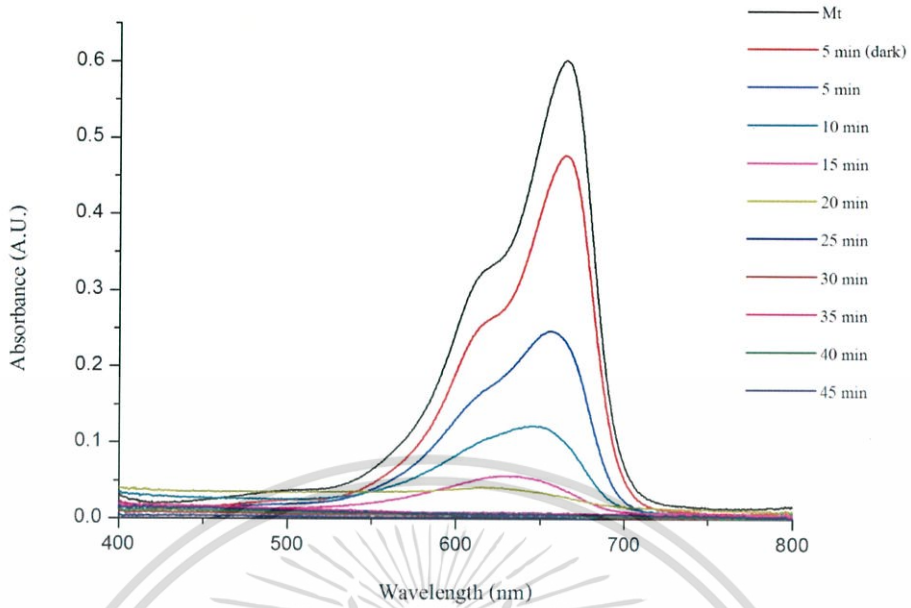


รูปที่ 4.12 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

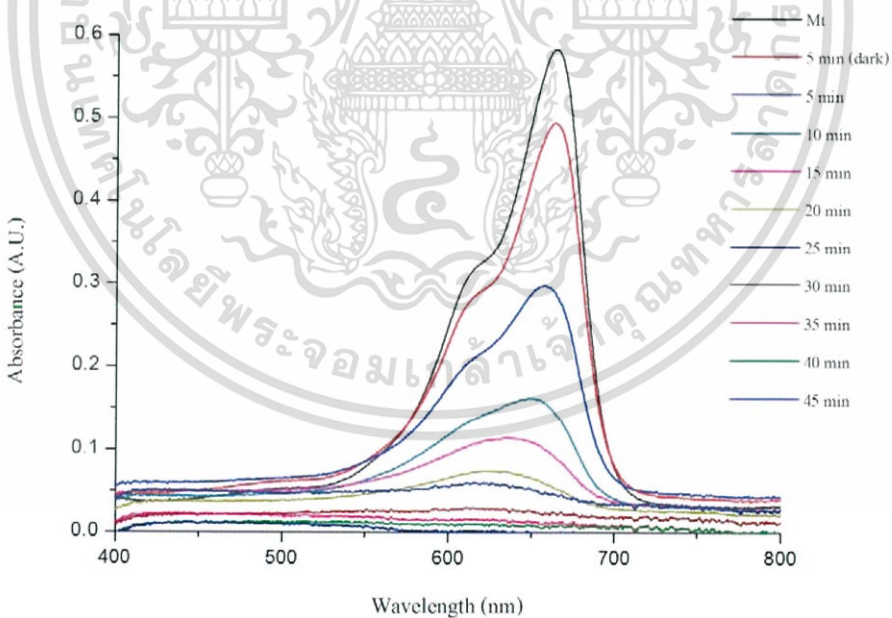


รูปที่ 4.13 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

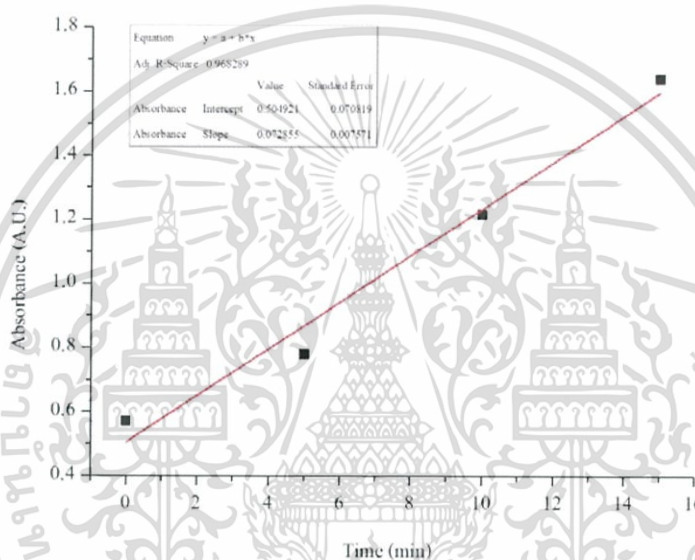


รูปที่ 4.15 การดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

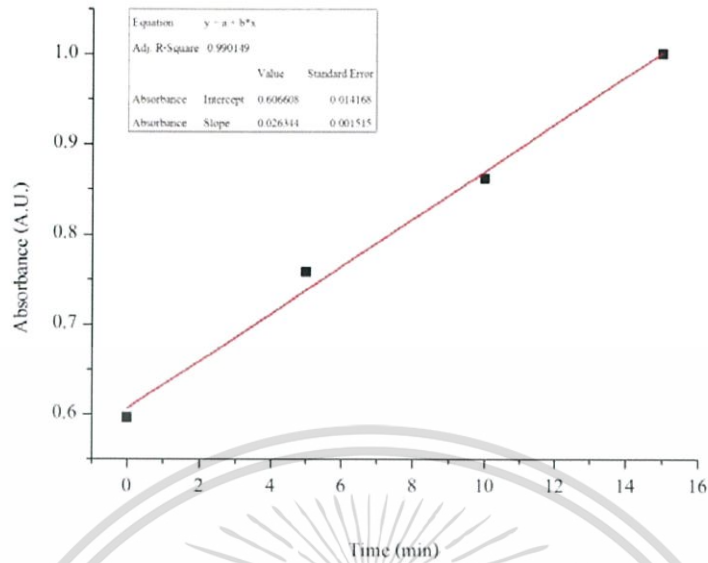
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายสีของเมธิลีนบลู (Methylene blue) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตจากหลอดยูวี โดยที่ซิงค์ออกไซด์มีค่าแถบพลังงาน เท่ากับ 3.2 eV ซึ่งสามารถตอบสนองต่อแสงในย่านอัลตราไวโอเล็ตได้ และทำการวัดการดูดกลืนด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่น 400 - 800 นาโนเมตร จากการทดลองพบว่ากระบวนการบดด้วยลูกบดนั้นจะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายสีดีขึ้น

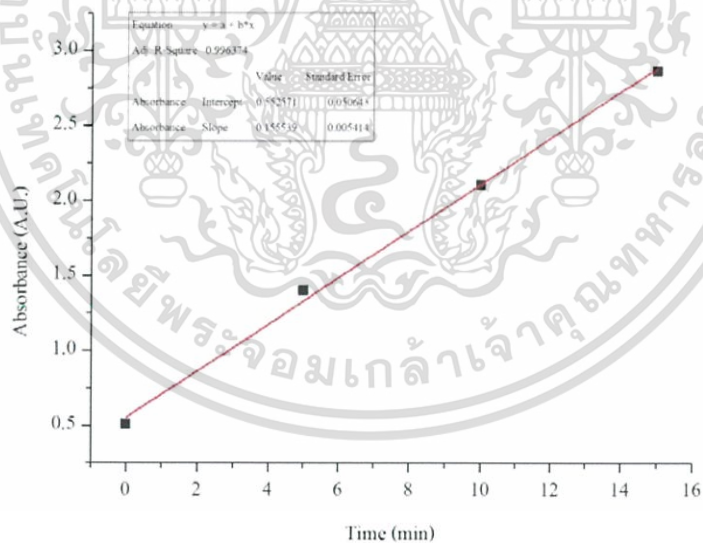
4.3 อัตราการย่อยสลายสีของเมธิลีนบลูโดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 4.16 แสดงอัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีของเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

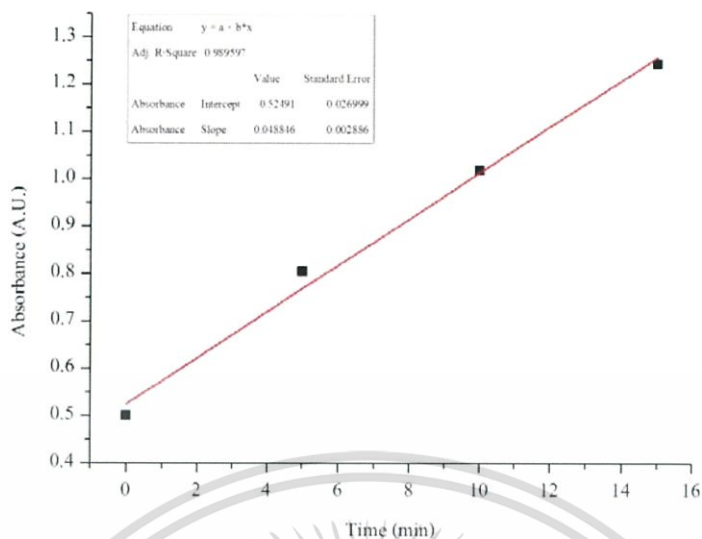


รูปที่ 4.17 แสดงอัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้รังสีออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

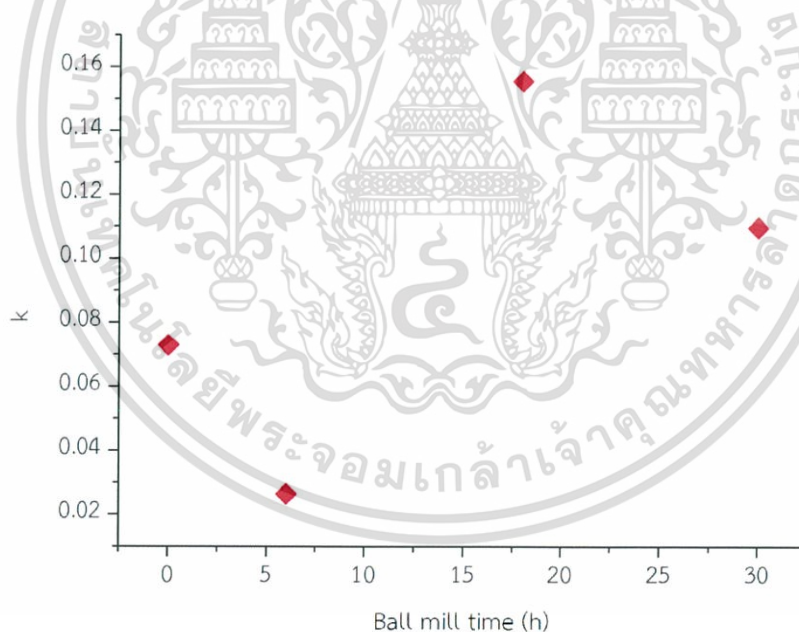


รูปที่ 4.18 แสดงอัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้รังสีออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.19 แสดงอัตราส่วนการย่อยสลายด้วยแสงของสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสง อัลตราไวโอเล็ต



รูปที่ 4.20 อัตราการย่อยสลายสีย้อมด้วยแสงของเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 อัตราการย่อยสลายสีย้อมด้วยแสงของเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

ระยะเวลาที่ใช้ในการบดด้วยลูกบด	อัตราการย่อยสลาย (min^{-1})
0 ชั่วโมง	0.07
6 ชั่วโมง	0.03
18 ชั่วโมง	0.16
30 ชั่วโมง	0.11

จากข้อมูลผลการทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู โดยใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา สามารถนำค่าการดูดกลืนสูงสุดของสีย้อมที่ถูกย่อยสลายในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 660 นาโนเมตร มาหาอัตราการย่อยสลายได้จากความสัมพันธ์

$$-\ln\left(\frac{C}{C_0}\right) = kt \quad (4.2)$$

เมื่อ C_0 คือ ค่าการดูดกลืนสูงสุดของสีย้อมที่เวลา 0 min
 C คือ ค่าการดูดกลืนที่เปลี่ยนไป
 t คือ เวลาที่เปลี่ยนไป (min)
 k คือ อัตราการย่อยสลาย (min^{-1})

จากรูปที่ 4.19 อัตราการย่อยสลายสีย้อมด้วยแสงของเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยใช้ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต จะเห็นว่าซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง มีอัตราการย่อยสลายที่สูงที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.16min^{-1}

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้จะศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพของซิงค์ออกไซด์โดยการลดขนาดอนุภาคด้วยการบดด้วยลูกบด (Ball Mill) ในระยะเวลาที่กำหนด คือ 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง ซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัส เพื่อนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง จากนั้นนำไปวิเคราะห์สมบัติและโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer : XRD) , วิเคราะห์ขนาดอนุภาคและพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM) และทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู (Methylene blue : Mt) โดยวัดการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลูด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer

จากการวิเคราะห์สมบัติและโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในการทดลองมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) และมีขนาดผลึก 60.83 , 66.37 , 60.46 และ 59.55 นาโนเมตร เมื่อนำเข้าสู่กระบวนการบดด้วยลูกบดเป็นเวลา 0 , 6 , 18 และ 30 ชั่วโมง ตามลำดับ เมื่อวิเคราะห์พื้นที่ใต้กราฟจากกราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงค์ออกไซด์ จะพบว่าค่าพื้นที่ใต้กราฟ หรือค่า Intensity มีค่าลดลง เนื่องจากผลึกของซิงค์ออกไซด์หายไป ตามระยะเวลาของการบดที่เพิ่มมากขึ้น ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าเมื่อใช้ระยะเวลาในการบดด้วยลูกบดมากขึ้น ซิงค์ออกไซด์ที่ได้จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง และสามารถสังเกตเห็นการปนเปื้อนของอะลูมินา และจากการทดลองปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อมเมธิลีนบลู (Mt) ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต เมื่อกำหนดให้ระยะเวลาในการฉายแสงเป็นตัวแปรต้น ปริมาณสีย้อมที่เหลือ ณ เวลานั้น ๆ เป็นตัวแปรตาม พบว่าเมื่อใช้ระยะเวลาในการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตที่มากขึ้นก็จะทำให้มีการสลายสีย้อมมากขึ้นตาม โดยสังเกตได้จากกราฟการวัดการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมธิลีนบลูด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer จะเห็นว่าที่ความยาวคลื่นเดียวกัน เมื่อใช้ระยะเวลาในการฉายแสงมากขึ้นจะมีการดูดกลืนแสงของสีย้อมลดลง ซึ่งหมายถึงสีย้อมได้ถูกย่อยสลายมากขึ้น จากนั้นนำไปหาอัตราการย่อยสลายสีย้อม (k) จากความสัมพันธ์ $-\ln(C/C_0) = kt$ พบว่า ซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง มีอัตราการย่อยสลายที่สูงที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.16 min^{-1} ซึ่งเป็นระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการลดขนาดอนุภาคโดยการบดด้วยลูกบด ถ้าใช้ระยะเวลาในการบดที่มากกว่า อัตราการย่อยสลายของสีย้อมจะมีค่าลดลง อาจเกิดจากขนาดอนุภาคของซิงค์ออกไซด์มีขนาดที่เล็กเกินไปทำให้เกิดการลอยตัวของผงซิงค์ออกไซด์ ซึ่งจะไปลดการทำปฏิกิริยาต่อสีย้อม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาสมบัติของสารเคมีที่จะนำมาใช้ในการทดลองให้เข้าใจ ก่อนเริ่มทำการทดลองเพื่อเป็นการป้องกันอันตรายและความผิดพลาดที่จะเกิดขึ้นในระหว่างที่ทำการทดลอง
2. เม็ดบดที่นำมาใช้ในการทดลองควรมีประสิทธิภาพที่ดี ไม่ก่อให้เกิดสิ่งเจือปนในสารเคมีที่นำมาทำการทดลอง
3. อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองต้องสะอาด และไม่ใช้ร่วมกับการทดลองอื่น
4. ควรมีการกำหนดตัวแปรต่าง ๆ ให้ชัดเจน เพื่อเป็นการป้องกันความคลาดเคลื่อนของผลการทดลอง
5. ศึกษาคุณสมบัติของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ให้ละเอียด
6. หากมีการนำงานวิจัยนี้ไปพัฒนา ควรเก็บตัวอย่างการทดลองในระยะเวลาการฉายแสงที่มากขึ้น อาจทำให้ผลการทดลองที่ได้มีความแตกต่างที่ชัดเจนขึ้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] ชวรัตน์ ศิริวงษ์. 2550. “ผลของแพลเลเดียมต่อความสามารถโฟโตแคตตาไลติกของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ ที่สังเคราะห์โดยเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [2] จินดา ศิริตา. 2548. “การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [3] ศิริรัตน์ สุริโย และเอมอร ชันฉวีจิตร. 2547. “การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อมชนิดเมธิลีนบลูโดยซีโอไลต์ชนิดบีต้าและชนิด ZSM-5.” ปริญญานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [4] กาญจนา ลือพงษ์ และนนุช ศศิธร. 2553. “การบำบัดน้ำเสียจากกระบวนการฟอกย้อมด้วยเทคนิคโฟโตแคตตาไลติคร่วมกับกระบวนการดูดซับ.” งานวิจัยคณะอุตสาหกรรมสิ่งทอและออกแบบแฟชั่น, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลพระนคร.
- [5] สำเนียง อภิสันติยาคม. 2551. *กลไกการเกิดปฏิกิริยาเคมีอินทรีย์เบื้องต้น*. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [6] จิรวัดน์ รัตนรักษ์. 2557. “การเพิ่มประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยการบัดด้วยลูกบอลและการเจือเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่กระตุ้นด้วยแสงย่านมองเห็น.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [7] S. Sakthivel, RP. 2012. “ Venkatesh. Solid state syn-thesis of nano-mineral particles.” *Int J Min Technol*. vol.22.
- [8] [Online]. Available :
http://www.webelements.com/compounds/zinc/zinc_oxide.html
- [9] [Online]. Available:
http://en.wikipedia.org/wiki/Methylene_blue
- [10][Online]. Available:
<https://banchemkroosa.files.wordpress.com/2012/09/16.png>
- [11][Online]. Available:
http://www.quadroytron.com/menu_app/pharma_HV0
- [12][Online]. Available :
<http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/micro-analysis-instrument-menu/item/113-particle-size-analyzer.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[13][Online].Available:

<http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/component/k2/item/140-uv-visible-spectrophotometer.html>

[14][Online]. Available:

<http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/x-ray-analysis-instrument-menu/item/87-เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์-xrd.html>

[15][Online]. Availabl :

<http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/physics/16-x-ray-driffraction>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

คำนวณหาขนาดผลึกจากสมการ

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.1)$$

เมื่อ $\frac{180}{\lambda}$	เพื่อแปลงหน่วยจากองศาเป็นเรเดียน
K	คือ ค่าคงที่ของเซอร์เรอร์ ค่าดีฟอดด์ มีค่าเท่ากับ 0.89
λ	คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่หักเห มีค่าเท่ากับ 1.54060 อังสตรอม
β	คือ FWHM หรือ ความกว้างของพีคที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความสูง(เรเดียน)
θ	คือ ตำแหน่งมุมหักเหของพีค (กราฟ XRD จะให้ค่ามุมเป็น 2θ)

1.ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.148) \cos(31.78)} = 624.43$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.157) \cos(34.42)} = 606.59$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.122) \cos(47.46)} = 593.77$$

$$\text{เฉลี่ย} \frac{624.43 + 606.59 + 593.77}{3} = 608.26$$

ดังนั้น ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์มีค่าเท่ากับ 60.83 นาโนเมตร

2. ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.147) \cos(31.76)} = 628.54$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.129) \cos(34.42)} = 738.25$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.156) \cos(36.24)} = 624.38$$

เฉลี่ย $\frac{628.54 + 738.25 + 624.38}{3} = 663.72$

ดังนั้น ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 66.38 นาโนเมตร

3. ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.162) \cos(31.86)} = 570.96$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.144) \cos(34.54)} = 662.30$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.168) \cos(36.36)} = 580.67$$

เฉลี่ย $\frac{570.9600681 + 662.3001619 + 580.6725538}{3} = 740.45$

ดังนั้น ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 18 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 74.05 นาโนเมตร

4. ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.157)\cos(31.80)} = 588.7606618$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.159)\cos(34.56)} = 599.9632014$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.163)\cos(36.28)} = 597.8706209$$

$$d = \frac{180}{\lambda} \cdot \frac{(0.89)(1.54060)}{(0.128)\cos(56.56)} = 1113.758328$$

เฉลี่ย $\frac{588.7606618 + 599.9632014 + 597.8706209 + 1113.758328}{4} = 725.088203$

ดังนั้น ขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยลูกบดเป็นเวลา 30 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 72.50 นาโนเมตร

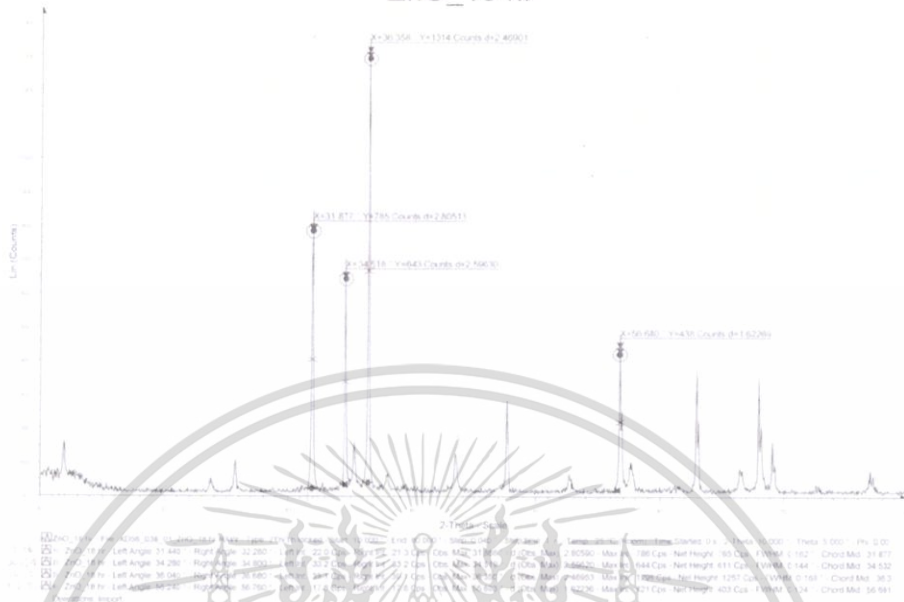
ภาคผนวก ข

ZnO

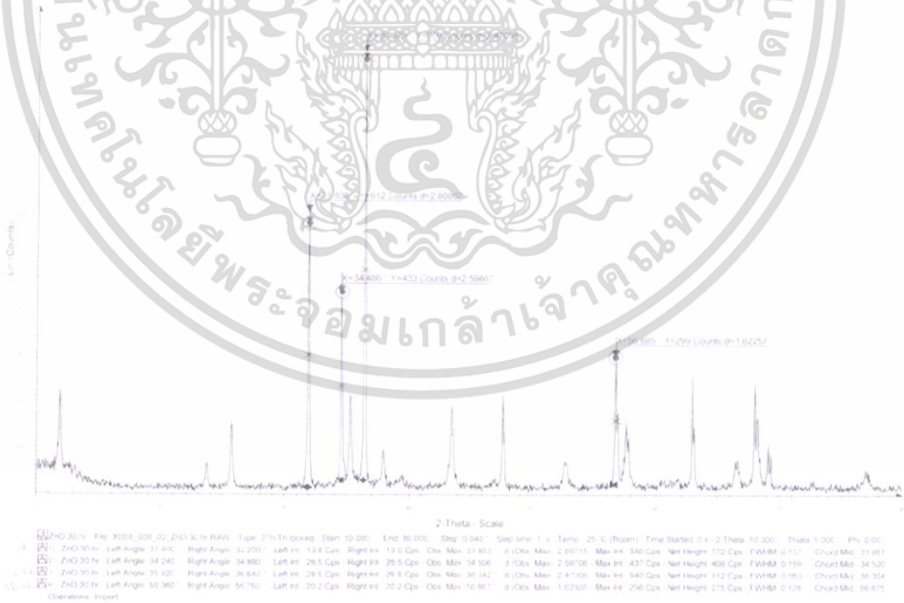


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ZnO_18 hr

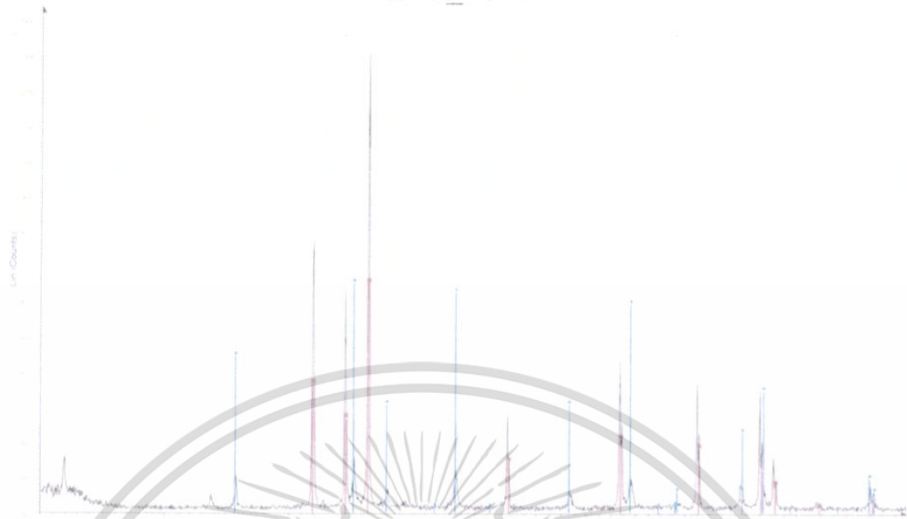


ZnO_30 hr



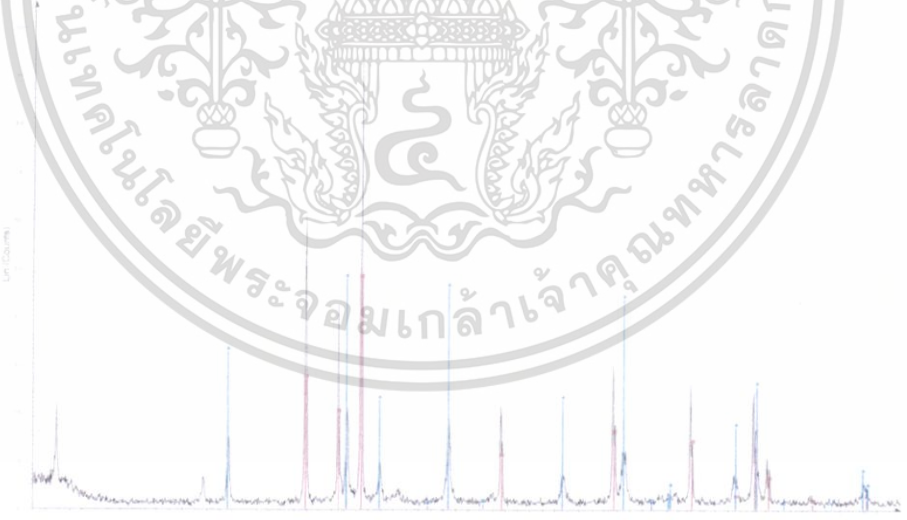
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ZnO_18 hr



ZnO_18 hr: File: XRD_2018_03_01_ZnO_18 hr.RAW; Type: 2Theta Scan; Start: 10.000; End: 60.000; Step: 0.040; Slit: 1.0; Temp: 25.0; C (Room); Time Started: 34; 2-Theta: 10.000; Theta: Operators Input
* 75-2025 (C) ZnO (hex) ZnO 1-50.00% 4x by 1- (W: 1.5406; Hexagonal; a: 3.24170; b: 3.24170; c: 5.18176; alpha: 90.000; beta: 90.000; gamma: 120.000; P1: 0.186; P2: 0.186; 2: 41.211)
* 81-2290 (C) Aluminum Oxide Al2O3 1-50.00% 3x by 1- (W: 1.5406; Hexagonal; a: 4.75400; b: 4.75400; c: 12.96200; alpha: 90.000; beta: 90.000; gamma: 120.000; P1: 0.187; P2: 0.187; 0)

ZnO_30 hr



ZnO_30 hr: File: XRD_2018_03_01_ZnO_30 hr.RAW; Type: 2Theta Scan; Start: 10.000; End: 60.000; Step: 0.040; Slit: 1.0; Temp: 25.0; C (Room); Time Started: 34; 2-Theta: 10.000; Theta: Operators Input
* 75-2025 (C) ZnO (hex) ZnO 1-50.00% 4x by 1- (W: 1.5406; Hexagonal; a: 3.24170; b: 3.24170; c: 5.18176; alpha: 90.000; beta: 90.000; gamma: 120.000; P1: 0.186; P2: 0.186; 2: 41.211)
* 81-2290 (C) Aluminum Oxide Al2O3 1-50.00% 3x by 1- (W: 1.5406; Hexagonal; a: 4.75400; b: 4.75400; c: 12.96200; alpha: 90.000; beta: 90.000; gamma: 120.000; P1: 0.187; P2: 0.187; 0)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

Pattern : 81-2266 Radiation = 1.540600 Quality : Calculated

Al ₂ O ₃	2th	l	h	k	l
	25.601	68	0	1	2
	35.182	100	1	0	4
Aluminum Oxide	37.818	47	1	1	0
	41.711	1	0	0	6
	43.399	96	1	1	3
	46.228	2	2	0	2
	52.606	47	0	2	4
	57.556	91	1	1	6
	59.810	2	2	1	1
	61.200	3	1	2	2
	61.358	9	0	1	8
	66.593	35	2	1	4
	68.291	53	3	0	0
	70.495	1	1	2	5
	74.377	1	2	0	8
	76.948	15	1	0	10
	77.315	9	1	1	9
	80.509	1	2	1	7
	80.901	6	2	2	0
	83.316	1	3	0	6
	84.463	5	2	2	3
	85.250	1	1	3	1
	85.493	4	2	1	2
	85.692	3	1	2	8
	89.094	6	0	2	10

Lattice : Rhombohedral Mol. weight = 101.96
 S.G. : R-3c (167) Volume [CD] = 254.09
 a = 4.75400 Dx = 3.998
 c = 12.98200

Z = 6 I/cdf = 1.02

ICSD COLLECTION CODE 073724
 TEMPERATURE FACTOR AT
 REMARKS FROM ICSD REM DEN



*Calculated from ICSD using PCWD-12++ (1997) primary reference
 *Acta Crystallogr. Sec. B: Structural Science, volume 49, page 973 (1993)
 Maslen, E.N., Streltsov, V.A., Streltsova, N.R., Ishizawa, N., Sawada, M.

Radiation : CuKα1 Filter : Not specified
 Lambda : 1.54060 d-sp : Calculated spacings

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 79-205

Radiation = 1540600

Quality : Calculated

Zn O

Zinc Oxide

2th l h k l

31850	56	1	0	0
34552	41	0	0	2
36358	100	1	0	1
47698	22	1	0	2
56751	32	1	1	0
63093	28	1	0	3
66565	4	2	0	0
68168	24	1	1	2
69291	12	2	0	1
72876	2	0	0	4
77214	4	2	0	2
81729	2	1	0	4
89953	8	2	0	3

Lattice : Hexagonal

Mol. weight = 81.36

S.G. : P63mc (186)

Volume [CD] = 47.21

a = 3.24170

Dx = 5.725

c = 5.18760

Z = 2

llocr = 5.65

ICSD COLLECTION CODE: 065119
TEMPERATURE FACTOR: 4TF
REMARKS FROM ICSD: REM TEM 20
TEST FROM ICSD: At least one TF implausible

*Calculated from ICSD using POWD-12++ v1997 primary reference

*Acta Crystallogr. Sec. B: Structural Science, volume 45, page 34, 1989,
Albertsson, J., Abrahams, S.C., Kvick, K.

Radiation : CuKα1

Filter : Not specified

Lambda : 154060

d-sp : Calculated spacings

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern : 79-206

Radiation = 1.540600

Quality : Calculated

Zn O	2th	l	h	k	i
	31.768	58	1	0	0
	34.422	42	0	0	2
Zinc Oxide	36.253	100	1	0	1
	47.539	21	1	0	2
	56.594	30	1	1	0
	62.858	27	1	0	3
	66.374	4	2	0	0
	67.947	21	1	1	2
	69.085	10	2	0	1
	72.568	2	0	0	4
	76.959	3	2	0	2
	81.387	2	1	0	4
	89.613	6	2	0	3

Latice : Hexagonal **Mol. weight =** 81.38
S.G. : P63mc (186) **Volume [CD] =** 47.62
a = 3.24992 **Dx =** 5.675
c = 5.20658
Z = 2 **I/cor =** 5.30

ICSD COLLECTION CODE: 065120
TEMPERATURE FACTOR: ATP
REMARKS FROM ICSD: REM TEM 300

*Calculated from ICSD using POWD-1244 (1997) primary reference

*Acta Crystallogr., Sec. B Structural Science, volume 45, page 34 (1989)
Albertsson, J., Abrahams, S.C., Kwick, A.

Radiation : CuK α 1

Filter : Not specified

Lambda : 1.54060

d-sp : Calculated spacings

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้