



การสังเคราะห์วัสดุซิลเวอร์ไทเทเนียมเอ็มซีเอ็ม 41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ
สำหรับการบำบัดสีย้อม

Synthesis of Ag-Ti-MCM-41 by Microwave Heating for
Dye Decolorization

กนกพล มหันต์

Kanokphon Mahun

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีและการจัดการสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
in Technology and Environmental Management
Prince of Songkla University

2560

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์วัสดุซิลเวอร์ไทเทเนียมเอ็มซีเอ็ม 41 โดยการให้ความร้อนด้วย
ไมโครเวฟสำหรับการบำบัดสีย้อม

ผู้เขียน นายกนกพล มหันต์

สาขาวิชา เทคโนโลยีและการจัดการสิ่งแวดล้อม

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

คณะกรรมการสอบ

.....

(ดร.วิลาสินี ศรีพรหม)

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริลักษณ์ เจียรากร)

..... กรรมการ

(ดร.วิลาสินี ศรีพรหม)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลักร่วม

.....

(ดร.ธนิศา อารีรบ)

..... กรรมการ

(ดร.ธนิศา อารีรบ)

..... กรรมการ

(ดร.วัชรวิดี ลิ้มสกุล)

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อนุสรณ์ บุญปก)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัย
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีและ
การจัดการสิ่งแวดล้อม

.....

(รองศาสตราจารย์ ดร.ธีระพล ศรีชนะ)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้มาจากการศึกษาวิจัยของนักศึกษาเอง และได้แสดงความขอบคุณบุคคลที่มี
ส่วนช่วยเหลือแล้ว

ลงชื่อ.....

(ดร.วิลาสินี ศรีพรหม)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ลงชื่อ.....

(นายกนกพล มหันต์)

นักศึกษา

(4)

ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ผลงานวิจัยนี้ไม่เคยเป็นส่วนหนึ่งในการอนุมัติปริญญาในระดับใดมาก่อน และ
ไม่ได้ถูกใช้ในการยื่นขออนุมัติปริญญาในขณะนี้

ลงชื่อ.....

(นายกนกพล มหันต์)

นักศึกษา

ชื่อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์วัสดุซิลเวอร์ไทเทเนียมเอ็มซีเอ็ม 41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟสำหรับการบำบัดสีย้อม
ผู้เขียน	นายกนกพล มหันต์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีและการจัดการสิ่งแวดล้อม
ปีการศึกษา	2559

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีโซล-เจลแบบผสมรวมโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ และใช้แกลบเป็นแหล่งซิลิกา การเตรียมวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สำหรับใช้บำบัดสีย้อมภายใต้แสงที่ตามองเห็น ประกอบด้วยสองขั้นตอน ดังนี้ 1) การสังเคราะห์ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยการผสมสารละลายไทเทเนียมเจือเงิน และสารละลายผสมระหว่าง CTAB และโซเดียมซิลิเกตเข้าด้วยกัน แล้วนำไปให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ จากนั้นนำของแข็งที่ได้ไปเผาเพื่อกำจัดแม่แบบ CTAB ออก และ 2) การเคลือบวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้บนแผ่นพอลิไสตริโนไพลิมรีไซเคิลเพื่อความสะดวกในการใช้งาน งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาผลของระดับพลังงานไมโครเวฟ ระยะเวลาการให้ความร้อน และความเข้มข้นของโลหะเงินที่มีต่อลักษณะเฉพาะของ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมประเภทอนาเทสและอนุภาคนาโนเงิน แต่ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 นอกจากนี้ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ยืนยันการเกิดพันธะ Ti-O-Si ซึ่งบ่งบอกถึงการที่ Ti^{4+} เข้าไปแทนที่ Si^{4+} ใน silicate framework ของ MCM-41 โดยที่ธาตุไทเทเนียมและโลหะเงินมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอบน MCM-41 ส่งผลให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูและสีย้อมโรห์ตามีน พี ภายใต้แสงที่ตามองเห็นซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS โดยสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 คือ ระดับพลังงานไมโครเวฟ 100 วัตต์ ระยะเวลาการให้ความร้อน 30 นาที และอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 ซึ่งพิจารณาจากประสิทธิภาพการเกิดโฟโตคะตะไลซิสในการกำจัดสีย้อม

คำสำคัญ: วัสดุซิลเวอร์ไทเทเนียมเอ็มซีเอ็ม 41 การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ โฟโตคะตะไลซิส แสงที่ตามองเห็น และการบำบัดสีย้อม

Thesis Title Synthesis of Ag-Ti-MCM-41 by Microwave Heating for Dye
 Decolorization

Author Mister Kanokphon Mahun

Major Program Technology and Environmental Management

Academic Year 2016

ABSTRACT

Ag-Ti-RH-MCM-41 was successfully synthesized *via* in-situ sol-gel technique with microwave irradiation and rice husk was used as a source of silica. There are two steps of Ag-Ti-RH-MCM-41 material preparation for dye decolorization under visible light, 1) synthesis of Ag-Ti-RH-MCM-41 by mixing a Ag-doped TiO₂ solution and a solution of CTAB and sodium silicate and then heating in domestic microwave oven. Finally, the obtained solid were calcined to remove CTAB template and 2) coating of the synthesized Ag-Ti-RH-MCM-41 on a recycled polystyrene foam sheet for the convenient use in dye water treatment application. In this study, the effect of microwave power, irradiation time and the concentration of Ag on the characteristic pattern of the synthesized Ag-Ti-RH-MCM-41 were investigated. According to the studies of crystal structure by XRD technique, there were the characteristic peaks of anatase TiO₂ and Ag nanoparticles whereas three characteristic peaks of RH-MCM-41 were not shown. In addition, the results from XPS technique confirmed the formation of Ti-O-Si bond indicating that the Ti⁴⁺ replaced Si⁴⁺ in the silicate framework of MCM-41. SEM-EDX technique exhibited the uniform dispersion of Si, Ti and Ag on the surface of MCM-41. The studies of photocatalytic performance of methylene blue dye and Rhodamine B decolorization indicated that Ag-Ti-RH-MCM-41 performs effective photocatalytic activity under visible light which corresponds to the UV-DRS results. The optimal conditions of Ag-Ti-RH-MCM-41 synthesis is 100 watts of microwave power, 30 minutes of irradiation time and 0.1 mol Ag: 1 mol Ti: 2 mol Si ratios as indicated by photocatalytic decolorization results.

Keywords: Ag-Ti-RH-MCM-41, Microwave Heating, Photocatalysis, Visible light and Dye Decolorization

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	(5)
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	(6)
กิตติกรรมประกาศ	(7)
สารบัญ	(8)
รายการตาราง	(12)
รายการภาพประกอบ	(14)
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ	(20)
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	4
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	5
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 วัสดุรูพรุนประเภท Mesoporous Molecular Sieve; MCM-41	6
2.1.1 ลักษณะและสมบัติของวัสดุ MCM-41	6
2.1.2 การสังเคราะห์วัสดุ MCM-41	8
2.1.3 การศึกษาคุณสมบัติของวัสดุ MCM-41	11
2.2 กระบวนการโฟโตคะตะติก (Photocatalytic processes)	12
2.2.1 กระบวนการโฟโตคะตะไลติก	12
2.2.2 องค์ประกอบของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก	14
2.2.3 ประเภทของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก	14
2.2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการโฟโตคะตะไลติก	15
2.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide; TiO ₂)	17
2.3.1 สมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์	17
2.3.2 กระบวนการโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์	19
2.3.3 การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์	19
2.3.4 ข้อจำกัดของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์	22

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.4 กระบวนการสังเคราะห์	25
2.4.1 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel)	25
2.4.2 ทฤษฎีการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ	28
2.5 สีย้อมสังเคราะห์	35
2.5.1 สีย้อม (Dye)	35
2.5.2 ประเภทสีย้อม	36
2.5.3 สีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue dye)	37
2.5.4 สีย้อมโรห์ตามีน บี (Rhodamine B dye)	39
บทที่ 3 วิธีการศึกษาวิจัย	42
3.1 วัสดุและเครื่องมือ	42
3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์	42
3.1.2 สารเคมี	43
3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์	44
3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	47
3.2.1 การสกัดซิลิกาจากแกลบ	48
3.2.2 การสังเคราะห์วัสดุ RH-MCM-41	48
3.2.3 การสังเคราะห์วัสดุ Ti-RH-MCM-41	49
3.2.4 การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41	50
3.2.5 การเตรียม Ag-Ti-RH-MCM-41 เคลือบบนผิวของพลาสติก	53
3.2.6 การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วย ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	54
บทที่ 4 ผลการศึกษาและวิจารณ์ผลการศึกษา	58
4.1 การสกัดซิลิกาจากแกลบ	59
4.1.1 การวิเคราะห์ลักษณะทั่วไป	59
4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึก	60
4.1.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี	61

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2 การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจล แบบ In-situ โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน	62
4.2.1 การศึกษาระดับพลังงานที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41	62
4.2.2 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41	71
4.2.3 การศึกษาความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41	79
4.2.4 การพัฒนารูปแบบการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน	92
4.2.5 การศึกษาเปรียบเทียบการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน และวัสดุคະຕະລີສະຕ໌ อื่น ๆ	97
4.3 การศึกษาคุณสมบัติของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบแบบ in-situ ด้วย ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในการสลายสีย้อมเมทิลีนบลู	128
4.3.1 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	128
4.3.2 การศึกษาความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีผลในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	138
4.3.3 การศึกษาปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูที่ถูกกำจัดโดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วย ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	139
4.3.4 การศึกษาปริมาณของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	141
4.4 การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี และจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยา โฟโตคะตะไลติก	142
4.4.1 การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	142
4.4.2 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก	146
บทที่ 5 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	149
5.1 บทสรุป	149
5.2 ข้อเสนอแนะ	150

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง	152
ภาคผนวก	166
ประวัติผู้เขียน	184

รายการตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ปริมาณองค์ประกอบของซิลิกาที่พบในแหล่งต่าง ๆ	9
2.2 การประยุกต์ใช้กระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดมลพิษ	16
2.3 สมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์	18
2.4 การจำแนกประเภทของสีย้อมตามการนำไปใช้ประโยชน์	37
2.5 สมบัติทางกายภาพของสีย้อมเมทิลีนบลู	38
2.6 สมบัติทางกายภาพของสีย้อมโรห์ตามีน บี	39
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาที่สกัดจากแกลบด้วยเทคนิค XRF	61
4.2 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	67
4.3 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	76
4.4 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	84
4.5 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยเทคนิค BET โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	88
4.6 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2	97
4.7 เปรียบเทียบค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงานของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ	104

รายการตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.8 เปรียบเทียบลักษณะการกระจายตัวของธาตุบนพื้นผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาอื่น ๆ ด้วยเทคนิค SEM-EDX	107
4.9 เปรียบเทียบองค์ประกอบและปริมาณธาตุของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาอื่น ๆ ด้วยเทคนิค SEM-EDX	109
4.10 เปรียบเทียบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาอื่น ๆ ด้วยเทคนิค BET	116
4.11 เปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาอื่น ๆ ภายใต้แสง UV	134
4.12 เปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาอื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น	137
4.13 เปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาอื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น	148

รายการภาพประกอบ

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของ M41S ที่สังเคราะห์จาก $C_{16}TA/SiO_2/water$ ในรูปแบบต่าง ๆ	7
2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์วัสดุดูดซับ MCM-41	9
2.3 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกของ MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD	11
2.4 การวิเคราะห์ลักษณะการจัดเรียงตัวของรูพรุนวัสดุ MCM-41 เป็นรูปหกเหลี่ยม ด้วยเทคนิค TEM	12
2.5 กระบวนการโฟโตคะตะไลติก	13
2.6 ผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์	18
2.7 อนุภาคของวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค SEM	20
2.8 เส้นใยของวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค SEM	20
2.9 ท่อของวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค SEM	21
2.10 ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู	22
2.11 ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีเมทิลออเรนจ์	23
2.12 ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู	24
2.13 กระบวนการโซล-เจล	27
2.14 ความถี่คลื่นของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	29
2.15 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุดูดซับ MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD	30
2.16 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุดูดซับ MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD	31
2.17 การวิเคราะห์ลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์บนเส้นใย PVA ด้วยเทคนิค XRD	32
2.18 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของวัสดุ Ti-MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD	33
2.19 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกโดยวิธีการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ด้วยเทคนิค XRD	34
2.20 โครงสร้างของสีย้อมเมทิลีนบลู	38
2.21 โครงสร้างของสีย้อมโรห์ตามีน บี	39
2.22 การกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก	40
2.23 ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก	41

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.1 ชุดขวดเทฟลอนทนความร้อน	44
3.2 แผนผังการทดลอง	47
3.3 แผ่นพลาสติกที่เตรียมได้และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-PS ที่เคลือบบนแผ่นพลาสติก ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร	53
3.4 แผ่นพลาสติกที่เตรียมได้และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-PS ที่เคลือบบนแผ่นพลาสติก ขนาด 1x4 เซนติเมตร	54
3.5 Photocatalytic reactor สำหรับทดสอบการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยา โฟโตคะตะไลติก	56
3.6 Photocatalytic reactor สำหรับทดสอบการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยา โฟโตคะตะไลติก	57
4.1 ลักษณะทั่วไปของแกลบที่นำมาใช้สกัดซิลิกาและซิลิกาที่สกัดได้	59
4.2 ลักษณะโครงสร้างผลึกของซิลิกาที่สกัดจากแกลบด้วยเทคนิค XRD	60
4.3 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ที่ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	63
4.4 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	65
4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	66
4.6 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้น ของโลหะเงิน 0.1 โมล	69

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.7 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	70
4.8 ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	72
4.9 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที ความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	73
4.10 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	75
4.11 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	77
4.12 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล	78
4.13 ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	80
4.14 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	81

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.15 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแลกเปลี่ยนด้วยเทคนิค UV-DRS โดยให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	83
4.16 ไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับก๊าซไนโตรเจนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแลกเปลี่ยน ด้วยเทคนิค BET โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	86
4.17 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแลกเปลี่ยน ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	90
4.18 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2	91
4.19 ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2	93
4.20 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2	95
4.21 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2	96
4.22 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค XRD	99
4.23 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค XRD	101

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.24 เปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิค UV-DRS	103
4.25 เปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิค SEM	106
4.26 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิค TEM	111
4.27 เปรียบเทียบไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับก๊าซไนโตรเจนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิค BET	114
4.28 เปรียบเทียบลักษณะการ Survey องค์ประกอบของธาตุของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิค XPS	117
4.29 เปรียบเทียบลักษณะสเปกตรัม (Spectrum) Si 2p O 1s Ti 2p และ Ag 3d ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยเทคนิค XPS	121
4.30 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV	126
4.31 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น	127
4.32 กลไกการทำงานของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41	128
4.33 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 1 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของเมทิลีนบลูกับระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ภายใต้แสง UV	132
4.34 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 2 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของเมทิลีนบลูกับเศษส่วนระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ภายใต้แสง UV	133
4.35 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 1 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของเมทิลีนบลูกับระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุอะลูมินาชนิดอื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น	135

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.36 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 2 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของเมทิลีนบลูกับเศษส่วนระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น	136
4.37 เปรียบเทียบความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น	139
4.38 เปรียบเทียบปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมซึ่งถูกกำจัดโดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น	140
4.39 เปรียบเทียบปริมาณที่เหมาะสมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น	141
4.40 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น	143
4.41 เปรียบเทียบลักษณะ UV-Vis Spectra การกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น	144
4.42 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 1 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของโรห์ตามีน บี กับระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น	147
4.43 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 2 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของโรห์ตามีน บี กับเศษส่วนระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น	148

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

เนื่องจากประเทศไทยมีการจัดทำแผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ ส่งผลให้ระบบเศรษฐกิจของประเทศมีการขยายตัวเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็ว โดยเฉพาะการพัฒนาทางด้านการเกษตรและอุตสาหกรรม (สำนักงานคณะกรรมการพัฒนาการเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ, 2555) ซึ่งอุตสาหกรรมสิ่งทอและฟอกย้อมเป็นอุตสาหกรรมประเภทหนึ่งที่มีแนวโน้มการพัฒนาทางเศรษฐกิจเพิ่มสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากสิ่งทอเป็นส่วนหนึ่งของปัจจัยที่มนุษย์จำเป็นต้องใช้ในการดำรงชีวิต (สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมสิ่งทอ, 2552) โดยกระบวนการผลิตของอุตสาหกรรมดังกล่าวมีการใช้สารเคมีและสีย้อมผ้าชนิดต่าง ๆ เป็นจำนวนมาก ทำให้เกิดของเสียและน้ำทิ้งจากกระบวนการผลิตที่มีการปนเปื้อนของสีย้อมและสารเคมีในปริมาณสูง หากไม่มีการบำบัดก่อนปล่อยออกสู่แหล่งน้ำธรรมชาติจะส่งผลกระทบต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม รวมทั้งทำลายระบบนิเวศในแหล่งน้ำธรรมชาติอีกด้วย (กัณษริย์ ศรีพงศ์พันธุ์, 2547; Chulhwan, *et al.*, 2007; Shaobin, 2008) ในปัจจุบันได้มีการนำเทคโนโลยีทางด้านต่าง ๆ มาใช้ในการบำบัดน้ำทิ้ง เช่น การดูดซับโดยใช้ถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) (Duygu and Van, 2010) การกรองด้วยเยื่อแผ่น (Membrane) การสร้างรวมตะกอน (Coagulation-flocculation) (ธนกฤต พรหมทอง, 2552) การออกซิเดชันทางเคมี (Chemical Oxidation) (Yang and James, 2006) และกระบวนการโอโซนออกซิเดชัน (Ozone oxidation) (Rice, *et al.*, 1980) เป็นต้น แต่ข้อเสียของเทคโนโลยีดังกล่าวมีค่าใช้จ่ายที่ค่อนข้างสูง อีกทั้งมีตะกอนตกค้างหลังจากการบำบัด จึงมีการนำกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic Processes) มาใช้ในการบำบัดน้ำเสีย โดยเฉพาะน้ำเสียจากกระบวนการฟอกย้อม เนื่องจากสามารถกำจัดสีได้ดีและไม่มีตะกอนหรือสารตกค้างภายหลังการบำบัดอีกด้วย

กระบวนการโฟโตคะตะไลติกเป็นการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ตัวคะตะลิสต์ (Catalyst) ที่เป็นสารกึ่งตัวนำ เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) (Choi, *et al.*, 2007) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) (Yamaguchi, *et al.*, 1998) ซิงค์ซัลไฟด์ (ZnS) (Zhang, *et al.*, 2011) แคดเมียมซัลไฟด์ (CdS) (Li, *et al.*, 2011) ทังสเตนออกไซด์ (WO_3) (Song, *et al.*, 2001) และเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3)

(Faust, *et al.*, 1989) เป็นต้น ซึ่งสารคะตะลิสต์ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อได้รับการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV light) เท่านั้น (Khalil, *et al.*, 1998) ปัจจุบันนิยมนำกระบวนการโฟโตคะตะไลติกมาใช้ในการบำบัดมลพิษกันอย่างแพร่หลาย เช่น การกำจัดสารเมทิลีนบลูในน้ำโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวคะตะลิสต์ (Lakshmi, *et al.*, 1997; Ammar and George, 2005) การบำบัดสารประเภทคลอรีเนตเตดไฮโดรคาร์บอน (Chlorinated hydrocarbon) ในน้ำเสียด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวคะตะลิสต์ (Crittenden, *et al.*, 1997) การบำบัดสารเบนซีนด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในน้ำเสีย โดยใช้วัสดุซีโอไลต์ผสมกับวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์แบบฟิล์มมาเป็นตัวคะตะลิสต์ (Hisanaga and Tanaka, 2002) การบำบัดสารประกอบอินทรีย์ในน้ำด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงในช่วงคลื่นที่ตามองเห็น (Yamashita, *et al.*, 2003) การบำบัดสารในกลุ่มอะโรมาติกแอลกอฮอล์ (Aromatic Alcohols) ในน้ำเสียด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Yurdakal, *et al.*, 2008) การบำบัดก๊าซ BTEX ที่พบในอากาศด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Peerakiatkhajorn, *et al.*, 2012) และการฆ่าเชื้อโรคหรือฆ่าเซลล์มะเร็งด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวคะตะลิสต์ (Blake, *et al.*, 2008) เป็นต้น

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide: TiO_2) นิยมนำมาใช้เป็นตัวคะตะลิสต์ (Catalyst) ในกระบวนการโฟโตคะตะไลติก เนื่องจากมีราคาไม่แพง ความเป็นพิษต่ำ ทนทานต่อการกัดกร่อน และมีความเสถียรทางเคมีสูง (Auvinen and Wirtanen, 2008; Monteiro, *et al.*, 2014; Mukai, *et al.*, 2004; Sun, *et al.*, 2010) อย่างไรก็ตาม ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังคงมีข้อจำกัดในการใช้งาน คือ จำเป็นต้องใช้แสงอัลตราไวโอเล็ตในการกระตุ้นที่ช่วงคลื่นน้อยกว่า 387 นาโนเมตร จึงมีหลายงานวิจัยทำการศึกษาและพัฒนาการสังเคราะห์วัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ให้สามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น (Visible light) โดยการเจือสารกลุ่มโลหะ เช่น แพลตินัม (Pt) (Ismail and Bahnemann, 2012) ทองคำ (Au) (Thomas and Yoon, 2012) และทองแดง (Cu) (Heciak, *et al.*, 2013) เป็นต้น ซึ่งการเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยโลหะเงินเป็นทางเลือกหนึ่งในการทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) สามารถดูดกลืนแสงได้ในช่วงคลื่นที่ตามองเห็น (Hoe, *et al.*, 2009; Viana, *et al.*, 2011; Gupta, *et al.*, 2013) ส่งผลให้ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในช่วงความยาวคลื่นที่กว้างขึ้น จึงได้มีการประยุกต์ใช้เงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ (Ag doped TiO_2) ในงานด้านสิ่งแวดล้อม เช่น บำบัดสารกำจัดศัตรูพืชในแหล่งน้ำ (Cao, *et al.*, 2008) และบำบัดสีย้อมที่เกิดจากอุตสาหกรรมฟอกย้อม (Sahoo, *et al.*, 2005) แต่มีข้อเสีย คือ เมื่อเงินลงบนผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ส่งผลให้พื้นที่ผิวลดลง จึงแก้ปัญหาโดยการนำเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์วางบนพื้นที่ผิวของวัสดุ Mobil Composition Material of Number 41 (MCM-41) เนื่องจากวัสดุ

MCM-41 มีพื้นที่ผิวสูงเฉลี่ย 700–1,500 ตารางเมตรต่อกรัม และโครงสร้างรูพรุนเป็นรูปหกเหลี่ยม จัดเรียงตัวอย่างสม่ำเสมอ (Kresge, *et al.*, 1992; Beck, *et al.*, 1992) ทำให้ได้วัสดุ Ag-Ti-MCM-41 ที่มีคุณสมบัติพื้นที่ผิวและความสามารถในการดูดซับสูง และจัดเรียงตัวกันอย่างสม่ำเสมอ จึงมีการนำมาประยุกต์ใช้ในงานด้านสิ่งแวดล้อม เช่น การกำจัดสารเคมีระเหยง่าย (Volatile Organic Compounds: VOCs) ที่ปนเปื้อนในอากาศ และการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย (Tongon, *et al.*, 2014) เป็นต้น

โดยทั่วไป Ag-Ti-MCM-41 สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel) โดยการใช้ความร้อนในการทำปฏิกิริยา (Deyanira, *et al.*, 2008; Kiraz, *et al.*, 2011) ซึ่งวิธีการให้ความร้อนสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การให้ความร้อนด้วยเครื่องให้ความร้อน (Hot plate) หรือการใช้ตู้อบ (Oven) ซึ่งจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟช่วยให้วัสดุ MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นผลึกและพื้นที่ผิวสูงขึ้น และการจัดเรียงตัวของโครงสร้างรูพรุนดี ในขณะที่ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ลดลง (Wu and Bein, 1996; Kim, *et al.*, 1998) เนื่องจากคลื่นไมโครเวฟสามารถส่งผ่านความร้อนจากภายนอกไปยังภายในเนื้อวัสดุ ทำให้สารละลายได้รับความร้อนอย่างทั่วถึง ส่งผลให้เกิดการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและรวดเร็ว (Rungrodnimitchai and Supjaroenkul, 2009)

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาและพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยใช้แก๊สเป็นแหล่งซิลิกาในการสังเคราะห์ ซึ่งทำการศึกษาผลของสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ได้แก่ ระดับพลังงาน (Microwave power) ระยะเวลาในการให้ความร้อน (Irradiation time) และความเข้มข้นของโลหะเงิน (%mol Ag) โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปเคลือบบนพลาสติกกรีไซเคิลประเภทพอลิสไตรีน (recycled PS) เพื่อความสะดวกและเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไปใช้งาน จากนั้นจึงนำไปศึกษาประสิทธิภาพของ Ag-Ti-RH-MCM-41-PS ในการบำบัดน้ำทิ้งจากสีย้อมในอุตสาหกรรมสิ่งทอและฟอกย้อม

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel technique) แบบ Batch (In-situ) โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

1.2.2 เพื่อพัฒนาแผ่นพลาสติกรีไซเคิลพอลิสไตรีนผสมกับวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ แบบ Batch (In-situ) สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการบำบัดน้ำทิ้งจากสีย้อมในอุตสาหกรรมสิ่งทอและฟอกย้อม

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สังเคราะห์โดยใช้แหล่งซิลิกาที่สกัดได้จากแกลบ (Rice husk silica)

1.3.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel technique) แบบ In-situ โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ได้แก่

- 1) ระดับพลังงาน (Microwave power) คือ 100 200 300 และ 450 วัตต์
- 2) ระยะเวลาในการให้ความร้อน (Irradiation time) คือ 10 20 30 และ 40 นาที

1.3.3 การศึกษาอัตราส่วนของโลหะเงิน (Ag molar ratios) ที่เหมาะสมสำหรับสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel technique) โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ได้แก่ อัตราส่วนของโลหะเงินเท่ากับ 0.01 0.1 0.25 และ 0.5 โดยโมล

1.3.4 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ ถูกนำไปเคลือบบนผิวของพลาสติกรีไซเคิลประเภท Polystyrene recycled (Recycled PS)

1.3.5 การศึกษาประสิทธิภาพของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ในการบำบัดสีย้อมสังเคราะห์เมทิลีนบลู และสีย้อมโรห์ตามีน บี

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยใช้แหล่งซิลิกาจากแกลบ และสามารถนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้ในงานทางด้านสิ่งแวดล้อม เช่น การบำบัดน้ำทิ้งจากสีย้อมในอุตสาหกรรมสิ่งทอและฟอกย้อม และการบำบัดสารอินทรีย์ (Organic compounds) ที่ปนเปื้อนในแหล่งน้ำหรืออากาศ เป็นต้น

1.4.2 ลดการนำเข้าสารตั้งต้นในกระบวนการสังเคราะห์ที่มีราคาสูง เพิ่มมูลค่าให้แก่แกลบ อีกทั้งเป็นการรีไซเคิลขยะเทอร์โมพลาสติกให้เกิดประโยชน์

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 วัสดุรูพรุนประเภท Mesoporous Molecular Sieve; MCM-41

ลักษณะทั่วไปของวัสดุรูพรุนและวัสดุรูพรุนประเภท Mesoporous Molecular Sieve; MCM-41 ที่นำมาใช้ในงานวิจัย มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

2.1.1 ลักษณะและสมบัติของวัสดุ MCM-41

Mesopores Molecular Sieve เป็นวัสดุที่มีความพรุนสูงประมาณ 20-500 อังสตรอม สามารถนำไปใช้เป็นตัวดูดซับและตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการใช้งานจะขึ้นอยู่กับสมบัติความพรุนและพื้นที่ผิวของวัสดุ จากการจำแนกของ International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) วัสดุรูพรุน (Porous materials) สามารถแบ่งได้เป็น 3 กลุ่ม คือ Macropores ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางมากกว่า 500 อังสตรอม Mesopores มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 500-20 อังสตรอม และ Micropores มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 20 อังสตรอม โดยวัสดุรูพรุนประเภท Micropores นิยมนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst support) และวัสดุรูพรุนประเภท Macropores และ Mesopores เช่น ซิลิกาเจล (Silica gals) ถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) และวัสดุ MCM-41 ถูกนำมาใช้เป็นตัวดูดซับ (Adsorbent) กันอย่างแพร่หลาย (Kresge, *et al.*, 1992)

Mobil Composition Material of number 41 (MCM-41) ถูกค้นพบโดยทีมวิจัยของบริษัท Mobil Corporation ในปี ค.ศ. 1992 (Beck, *et al.*, 1992) เป็นวัสดุรูพรุนประเภท Mesoporous Molecular Sieve มีเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนประมาณ 2-50 นาโนเมตร พื้นที่ผิวเฉลี่ย 700-1,500 ตารางเมตรต่อกรัม โครงสร้างรูพรุนเป็นรูปหกเหลี่ยมจัดเรียงตัวกันอย่างสม่ำเสมอ มีความทนต่อความเป็นกรด ทนความร้อนได้ดี มีสมบัติความชอบน้ำ และสามารถปรับผิวสัมผัสได้ด้วยปฏิกิริยาซิลิเลชันและเอสเทอร์ิฟิเคชัน (Kresge, *et al.*, 1992) ดังนั้นวัสดุ MCM-41 จึงถูกนำมาใช้ประโยชน์ เช่น วัสดุดูดซับ (Adsorbent) (Yokoi, *et al.*, 2004) วัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา

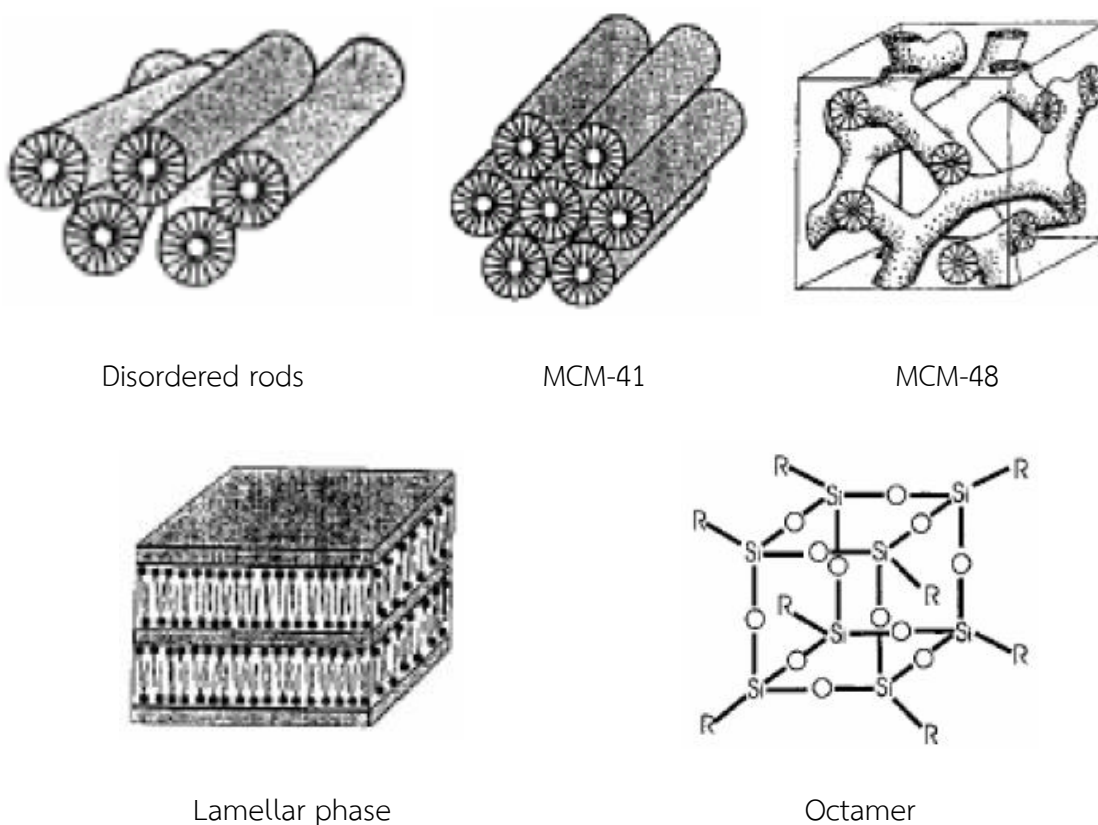
(Catalyst support) (Hu, *et al.*, 2006; Kim, *et al.*, 2010) และวัสดุแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchanger) (Lang and Tuel, 2004; Yonemitsu, *et al.*, 1997)

M41S เป็น Mesoporous Molecular Sieve ที่มีโครงสร้างเป็น SiO_2 แบ่งออกได้เป็น 2 กลุ่ม ได้แก่

1) M41S แบบเสถียร ได้แก่

- MCM-41 มี 1 มิติ การเรียงตัวของรูพรุนเป็นแบบหกเหลี่ยม
- MCM-48 มี 3 มิติ การเรียงตัวของรูพรุนเป็นแบบสี่เหลี่ยม โดยทั้ง 2 กลุ่มสามารถทนต่อสภาพความร้อนสูงได้ดี

2) M41S แบบไม่เสถียร ได้แก่ MCM-50 และ Molecular octamer เกิดจากการเปลี่ยนแปลงรูปเมื่อได้รับความร้อน ซึ่งลักษณะโครงสร้างของ M41S ดังแสดงในรูปที่ 2.1

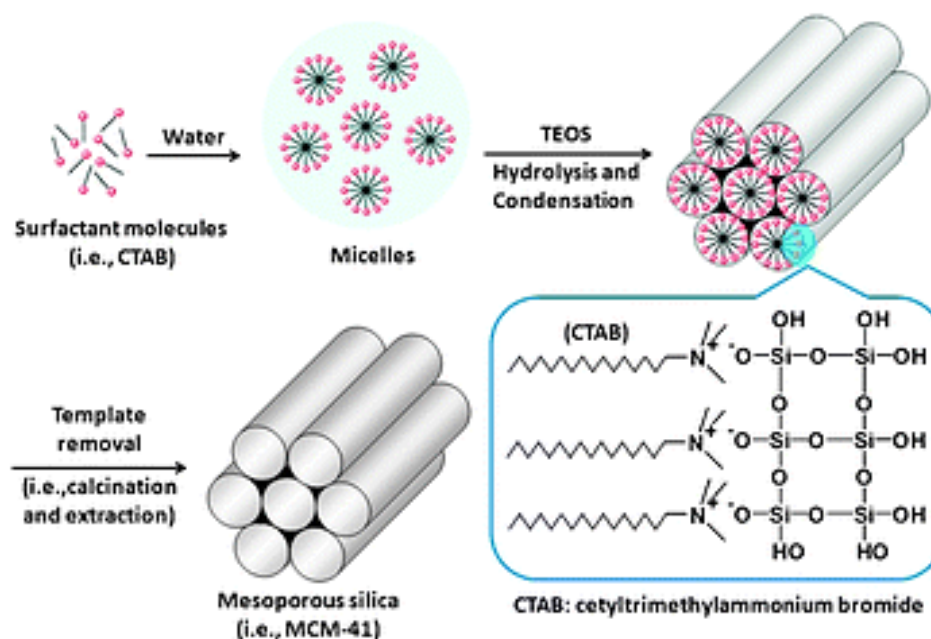


รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ M41S ที่สังเคราะห์จาก $\text{C}_{16}\text{TA}/\text{SiO}_2/\text{water}$ ในรูปแบบต่าง ๆ (Selvam, 2001)

2.1.2 การสังเคราะห์วัสดุ MCM-41

วัสดุ MCM-41 สามารถสังเคราะห์ได้จากสารละลายที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ ซิลิกาที่ใช้อยู่ในรูปของ Fumed silica Sodium silicate หรือ Tetraethyl-orthosilicate (TEOS) โดยเติมสารละลายที่ได้ลงในสารละลายเบสของ Micelle-forming Surfactant เช่น สารลดแรงตึงผิวที่มีประจุบวก (Cationic Surfactant) ในกลุ่มของ Quaternary Ammonium Halides แล้วจึงกวนเพื่อให้เกิดการสร้างผลึก โดยสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เป็นสารที่มีมวลโมเลกุลต่ำ เช่น $C_nH_{2n+1}(CH_3)_3N^+$ ($n=8-22$) หรือ $C_nH_{2n+1}C_5H_5N^+$ ($n= 12$ หรือ 16) ประกอบด้วยส่วนหัว (Head group) ซึ่งเป็นส่วนที่มีขั้ว (Hydrophilic) และส่วนหาง (Tail group) เป็นส่วนที่ไม่มีขั้ว (Hydrophobic) โดยทั่วไปวัสดุ MCM-41 ที่ได้จากการเตรียมโดยสารลดแรงตึงผิวที่มีจำนวนคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 12 14 และ 16 จะมีสมบัติที่ดี เนื่องจากการจัดเรียงตัวที่เสถียรของไมเซลล์ (Micelle) เป็นปัจจัยอย่างหนึ่งที่มีผลต่อการก่อโครงสร้างผลึกของวัสดุ MCM-41 สารลดแรงตึงผิวที่มีมวลโมเลกุลมากกว่า C_{18} จะละลายได้ค่อนข้างยาก และไม่นิยมใช้ในการสังเคราะห์ ในขณะที่สารลดแรงตึงผิวที่มีมวลโมเลกุลขนาดเล็กกว่า C_{10} ทำให้ความสามารถในการเกิดผลึกต่ำ ทำให้อายุของ รูพรุนไม่เสถียร ซึ่งขนาดของรูพรุนควบคุมได้โดยความยาวของสายโซ่ (Alkyl chain) ในสารลดแรงตึงผิว ซึ่งวัสดุ MCM-41 ที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ นั้นสามารถที่จะสังเคราะห์ได้จากสารลดแรงตึงผิวมีส่วนหัว (Head group) ขนาดใหญ่และสายโซ่ยาว

การทำให้เกิดผลึกของวัสดุ MCM-41 ในสารผสมระหว่างสารละลายซิลิกาและสารละลายเบสของสารลดแรงตึงผิวมีขั้นตอนดังนี้ คือ ทำให้ซิลิกาอยู่ในรูปของประจุลบ (Multicharge anions) เพื่อจับกับส่วนหัวของสารลดแรงตึงผิวให้อยู่ในสถานะ Silica-surfactant phase ซึ่งเริ่มเกิดเป็นโครงร่างผลึก (Gel Network) หลังจากนั้นกวนสารละลายด้วยความเร็วที่เหมาะสม และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ เพื่อให้เกิดการสร้างผลึกเป็นเวลา 24-144 ชั่วโมง อุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้ใช้เวลาในการกวนสารละลายน้อยลง และปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย (Synthesis gel) ให้อยู่ในช่วง 8-11 หลังจากเกิดผลึกแล้วซิลิกาเกิดไอออนอยู่ในรูป Siloxane framework ในการทำปฏิกิริยาพบว่าถ้าใช้โซเดียมซิลิเกตในการทำปฏิกิริยา ทำให้เกิดผลึกได้ดีกว่าใช้ซิลิกา (Fume silica) (Chen, *et al.*, 1993) หลังจากนั้นกรองเอาส่วนที่เป็นของแข็งออกมา ก่อนจะนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน อบแห้งให้แห้ง และเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของอากาศหรือก๊าซไนโตรเจน เพื่อกำจัดสารลดแรงตึงผิวออกไปจากโครงสร้างรูพรุน ทำให้ได้ของแข็งสีขาว น้ำหนักเบาที่มีโครงสร้างผลึกเป็นรูปหกเหลี่ยม แต่เนื่องจากอุณหภูมิมิมีผลต่อลักษณะของพื้นที่ผิว ขนาดของรูพรุน และปริมาตรของรูพรุน ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิธีการต่าง ๆ เพื่อใช้ในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวออกจากโครงสร้างรูพรุน ได้แก่ วิธีการใช้กรดในการสกัด (Liquid Phase Extraction) และวิธีการใช้ตัวทำละลายในการสกัด (Solvent Extraction) (Beck, *et al.*, 1992) ซึ่งทำให้ได้ขนาดรูพรุนของวัสดุ MCM-41 ใหญ่กว่าการเผา ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์วัสดุดูดซับ MCM-41

ที่มา: <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2012/cs/c2cs1530/unauth#Abstract>

ในปัจจุบันมีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 ด้วยซิลิกาที่พบได้ทั่วไปตามธรรมชาติในรูปแบบต่างๆ เช่น ไดอะตอม กก แกลบ ชี้เถ้าแกลบ และเถ้าลอย ซึ่งเป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรหรือเป็นของเสียจากกระบวนการผลิตไฟฟ้า โดยปริมาณซิลิกาที่พบได้ในวัสดุต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ปริมาณองค์ประกอบของซิลิกาที่พบในแหล่งต่าง ๆ

แหล่งซิลิกา	ร้อยละโดยน้ำหนักของซิลิกา	แหล่งที่มาของข้อมูล
แกลบ	99.66	Chen, <i>et al.</i> , 2010
กก	98	Ghorbani, <i>et al.</i> , 2013
ชี้เถ้าแกลบ	95	Bhagiyalakshmi, <i>et al.</i> , 2010
ไไดอะตอม	86-94	Tsai, <i>et al.</i> , 2004
เรซิน	80	Liou, 2004
เถ้าลอยถ่านหิน	60-70	Misran, <i>et al.</i> , 2007
เถ้าลอย	42.6	Hui and Chao, 2006

จากตารางที่ 2.1 จะเห็นได้ว่าซิลิกาที่พบในแหล่งต่าง ๆ มีปริมาณของซิลิกาที่แตกต่างกันออกไป โดยซิลิกาที่สกัดได้จากแกลบจะพบปริมาณซิลิกามากที่สุดประมาณร้อยละ 99.66 ดังนั้นที่ผ่านมาจึงมีงานวิจัยหลายชิ้นที่นิยมนำซิลิกาจากแกลบมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 (Chiarakorn, *et al.*, 2007; Bhagiyalakshmi, *et al.*, 2010; Artkla, *et al.*, 2009; Grisdanurak, *et al.*, 2003; Chumee, *et al.*, 2009)

โดยทั่วไปการสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 จากแกลบที่มีปริมาณซิลิการ้อยละ 90-95 สามารถเตรียมได้ด้วยอัตราส่วนความเข้มข้นโมลาร์ $1\text{SiO}_2 : 1.09\text{NaOH} : 0.13\text{CTAB} : 120\text{H}_2\text{O}$ (Chiarakorn, 2003) โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์จะมีวิธีการให้ความร้อนที่แตกต่างกัน ดังนี้

1) การสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 จากซิลิกาแกลบในสภาวะอุณหภูมิห้อง ผสมสารละลายโซเดียมซิลิเกตเข้ากับสารลดแรงตึงผิว CTAB ที่อุณหภูมิห้อง ในสัดส่วนความเข้มข้นของโมลาร์ คือ $1\text{SiO}_2 : 1.09\text{NaOH} : 0.13\text{CTAB} : 120\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้วิธีวิจัยของ Grisadanurak, *et al.* (2003) จากนั้นคนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 2-3 ชั่วโมง ปรับ pH ให้เท่ากับ 10 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น และคนให้เข้ากันเป็นเวลา 48 ชั่วโมง นำมาล้างด้วยน้ำกลั่น กรอง และอบให้แห้ง ขั้นตอนสุดท้ายคือ การนำแม่แบบออกโดยการนำวัสดุดังกล่าวไปให้ความร้อนในระบบปิดที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นล้างด้วยเอทานอล

2) การสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล - ให้ความร้อนด้วยตุ๋น ผสมสารละลายโซเดียมซิลิเกตเข้ากับสารลดแรงตึงผิว CTAB ที่อุณหภูมิห้อง ในสัดส่วนความเข้มข้นของโมลาร์ คือ $1\text{SiO}_2 : 1.09\text{NaOH} : 0.13\text{CTAB} : 120\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้วิธีวิจัยของ Ghorbani, *et al.* (2013) จากนั้นคนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 2-3 ชั่วโมง ปรับ pH ให้เท่ากับ 10 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น และให้ความร้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง นำมาล้าง กรอง และอบให้แห้ง ขั้นตอนสุดท้ายคือ การนำแม่แบบออก โดยการนำไปให้ความร้อนในระบบปิดที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นล้างด้วยเอทานอล

- ให้ความร้อนด้วยเครื่องกวนสารละลาย (Hot plate and stirrer) ผสมสารละลาย (TMA)OH เข้ากับ (CTA)Br ในสัดส่วนความเข้มข้นของโมลาร์คือ $1.00\text{SiO}_2 : 0.19(\text{TMA})\text{OH} : 0.27(\text{CTA})\text{Br} : 40\text{H}_2\text{O}$ จากนั้นนำมาคนและให้ความร้อนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ตามวิธีของ Cheng, *et al.* (1997) เติมซิลิกา ลงไปในสารละลาย คนให้เข้ากันและตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ต่อมานำไปให้ความร้อนด้วย Autoclave reactor เป็นเวลา

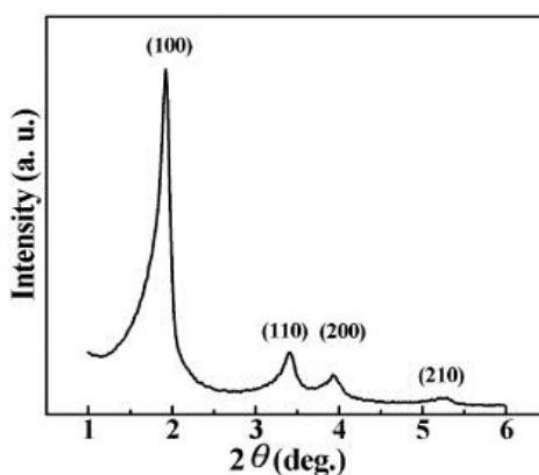
0.5 ชั่วโมง - 14 วัน ที่อุณหภูมิ 70-200 องศาเซลเซียส ขั้นสุดท้ายกรองตะกอนและนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

3) การสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 จากซิลิกาเกลบโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

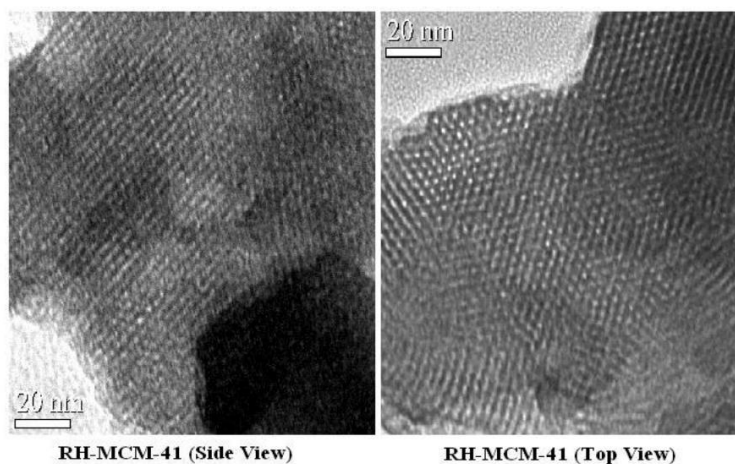
ผสมสารละลายโซเดียมซิลิเกตเข้ากับสารลดแรงตึงผิว CTAB ที่อุณหภูมิห้อง ในสัดส่วนความเข้มข้นของโมลาร์ คือ $1\text{SiO}_2 : 1.09\text{NaOH} : 0.13\text{CTAB} : 120\text{H}_2\text{O}$ โดยใช้วิธีวิจัยของ Ghorbani, *et al.* (2013) จากนั้นคนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 2-3 ชั่วโมง ปรับ pH ให้เท่ากับ 10 ด้วยกรดไฮดรอกลริกเข้มข้น และให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้กำลังวัตต์ที่ 200 400 600 และ 800 วัตต์ และระยะเวลา 10 20 30 และ 60 นาที นำมาล้าง กรอง และอบให้แห้ง ขั้นตอนที่สุดท้ายคือเผาแม่แบบออกโดยการนำไปให้ความร้อนในระบบปิดที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นล้างด้วยเอทานอล

2.1.3 การศึกษาคุณสมบัติของวัสดุ MCM-41

การศึกษาและวิเคราะห์คุณสมบัติของวัสดุ MCM-41 สามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) และเทคนิค Transmission electron microscopy (TEM) ซึ่งสามารถระบุลักษณะจำเพาะเจาะจงของวัสดุดังกล่าว โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD บ่งบอกถึงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในโครงสร้างของวัสดุ MCM-41 ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ซึ่งแสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่งตกระทอบ 100 110 200 และ 210 (Shen, *et al.*, 2003) และการจัดเรียงตัวกันอย่างสม่ำเสมอของวัสดุ MCM-41 สามารถสังเกตได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM (Areerob, 2006) ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.3 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกของ MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD (Shen, *et al.*, 2003)



รูปที่ 2.4 การวิเคราะห์ลักษณะการจัดเรียงตัวของรูพรุนวัสดุ MCM-41 เป็นรูปหกเหลี่ยมด้วยเทคนิค TEM (Areerob, 2006)

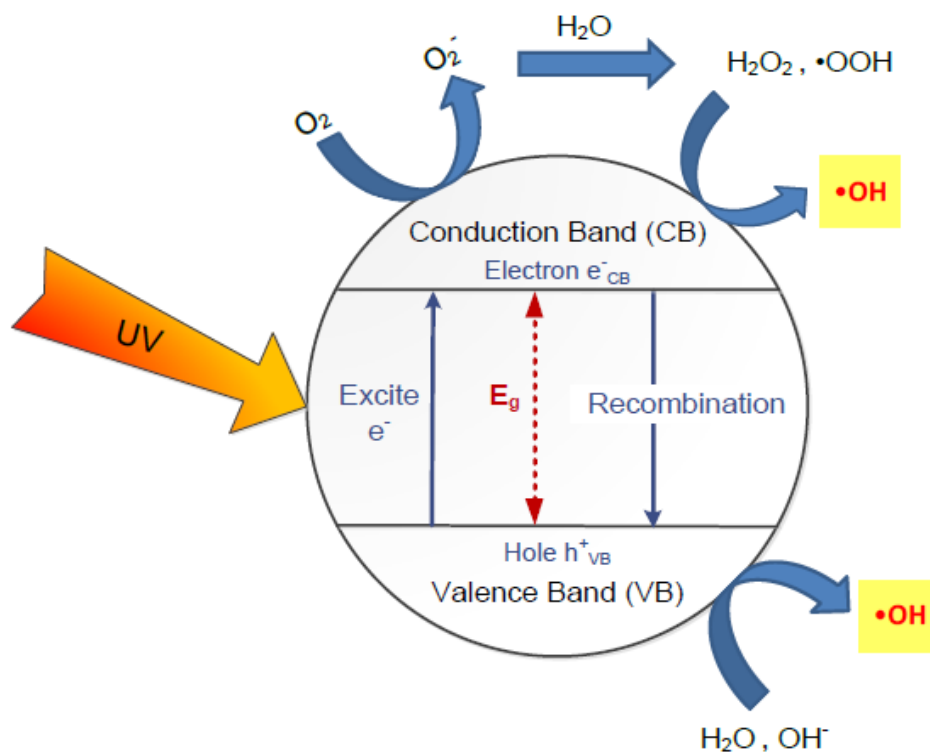
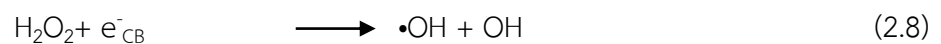
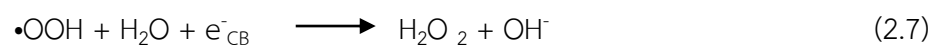
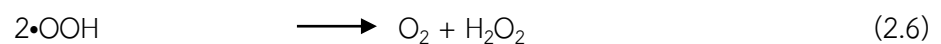
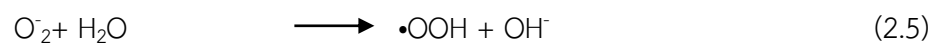
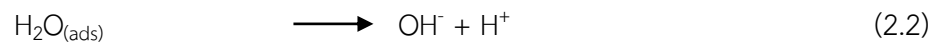
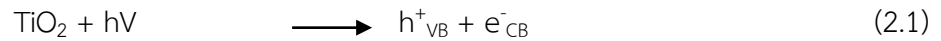
2.2 กระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Photocatalysis processes)

กระบวนการโฟโตคะตะไลติก ถูกค้นพบครั้งแรกโดย Fujishima เมื่อปี ค.ศ. 1967 โดย International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) ได้กำหนดคำจำกัดความว่า “เป็นการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้ตัวคะตะลิสต์ ซึ่งสามารถทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการกระตุ้นด้วยแสง ซึ่งตัวคะตะลิสต์จะทำหน้าที่ลดพลังงานกระตุ้นของการเกิดปฏิกิริยา” ในปัจจุบันโฟโตคะตะไลติกเป็นกระบวนการที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นกระบวนการที่มีประสิทธิภาพในการกำจัดสารอินทรีย์ในอากาศ รวมถึงสามารถบำบัดน้ำเสียที่มีการปนเปื้อนของสีย้อมหรือสารอินทรีย์ให้เป็นสารเคมีประเภทอื่นที่ไม่มีความเป็นพิษหรือย่อยสลายได้ (Mills and Hunte, 1997; Fujishima and Honda, 1972)

2.2.1 กระบวนการโฟโตคะตะไลติก

หลักการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติก เกิดขึ้นเมื่อตัวคะตะลิสต์ถูกกระตุ้นด้วยแสงจะดูดซับพลังงานที่เท่ากับหรือมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy) ทำให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นและกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ทำให้แถบวาเลนซ์เกิดหลุมประจุบวกขึ้น เมื่อมีการสัมผัสกับความชื้นหรือน้ำจะ

ก่อให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ($\text{OH}\cdot$) และซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน (O_2^-) ดังแสดงในสมการที่ (2.1)-(2.8) ซึ่งในที่นี้จะใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวโฟโตคะตะลิสต์ (Zhong, *et al.*, 2010) โดยไฮดรอกซิลเรดิคัลและซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออนเป็นตัวออกซิไดซ์ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาและสลายสารอินทรีย์ (Organic pollutant) ดังแสดงในสมการที่ (2.9)



รูปที่ 2.5 กระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic process) (Zhong, *et al.*, 2010)

2.2.2 องค์ประกอบของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก

กระบวนการโฟโตคะตะไลติก มีองค์ประกอบที่สำคัญ ดังนี้

- 1) ตัวคะตะลิสต์ ได้แก่ สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor)
- 2) พลังงานแสง มีค่ามากกว่าหรือเท่ากับพลังงานโฟตอนของตัวคะตะลิสต์
- 3) น้ำ (H_2O)
- 4) ออกซิเจน หรือตัวออกซิไดซ์อื่น ๆ

สำหรับแสงที่ต้องการในการกระบวนการโฟโตคะตะไลติก คือ แสงที่มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วงของแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV) คือ ช่วง 10-400 นาโนเมตร ซึ่งรังสียูวีสามารถแบ่งช่วงความยาวคลื่นได้ออกเป็น 3 ช่วง คือ ช่วงคลื่นยาว (Long wave UV, UV-A) อยู่ในช่วง 400-320 นาโนเมตร ช่วงคลื่นกลาง (Middle wave, UV-B) อยู่ในช่วง 320-280 นาโนเมตร และช่วงคลื่นสั้น (Short wave UV, UV-C) อยู่ในช่วง 280-200 นาโนเมตร โดยความยาวคลื่นต่ำกว่า 200 นาโนเมตรมีความสำคัญน้อยมาก เนื่องจากรังสีอยู่ในช่วงสุญญากาศซึ่งถูกดูดกลืนในอากาศจนหมดในช่วงระยะทางสั้น ๆ ดังนั้นความเข้มของแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV) ที่ส่องลงมาถึงพื้นโลกจะถูกทำให้ลดลงอย่างมากในชั้นบรรยากาศจากการดูดกลืน และการกระเจิงของแสงที่มีความยาวคลื่นต่ำกว่า 320 นาโนเมตร

2.2.3 ประเภทของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก

กระบวนการโฟโตคะตะไลติกสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภท เมื่อพิจารณาจากสถานะของตัวคะตะลิสต์ ดังนี้

- 1) กระบวนการโฟโตคะตะไลติกแบบสถานะเดียว (Homogeneous photocatalytic)
กระบวนการที่ใช้ตัวคะตะลิสต์ซึ่งมีสถานะเดียวกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด โดยทั่วไปอยู่ในสถานะของเหลว เช่น การย่อยสลาย 2,4 Dinitrofluorene โดยใช้ UV/H_2O_2
- 2) กระบวนการโฟโตคะตะไลติกแบบสถานะต่าง (Heterogeneous photocatalytic)
กระบวนการที่ใช้ตัวคะตะลิสต์ซึ่งมีสถานะต่างกับสารอินทรีย์ที่ต้องการกำจัด เช่น การย่อยสลาย 2-Chlorophenol โดยใช้ UV/TiO_2

การนำตัวคะตะลิสต์มาใช้ในโตะคะตะไลติกแบบต่างสถานะสามารถแบ่งออกเป็น 2 ลักษณะ ได้แก่

1) แบบแขวนลอย (Slurry)

การนำตัวคะตะลิสต์มาผสมกับสารละลายอินทรีย์ โดยตัวคะตะลิสต์จะแขวนลอยอยู่ในสารละลาย ลักษณะแบบนี้จะพบปัญหาเมื่อแยกตัวคะตะลิสต์ออกจากน้ำที่บำบัดแล้ว โดยในปัจจุบันยังไม่มีวิธีที่จะแยกออกและนำมาใช้ใหม่ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

2) แบบเคลือบผิว (Immobilize)

การนำตัวคะตะลิสต์ไปเคลือบบนตัวกลาง (Media) หรือพื้นที่ผิวของถังปฏิกิริยา ลักษณะแบบนี้จะสะดวกกว่าแบบแขวนลอย เนื่องจากไม่ต้องแยกออกจากน้ำที่ผ่านการบำบัดแล้ว

2.2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการโตะคะตะไลติก

1) ความเข้มแสง (Light intensity)

การเพิ่มความเข้มของแสงจะเป็นการเพิ่มจำนวนโฟตอนให้มากขึ้น และจะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยามากขึ้นด้วย

2) ปริมาณตัวคะตะลิสต์ (Catalyst dosage)

เนื่องจากตัวคะตะลิสต์ทำหน้าที่ดูดซับ ทำให้กระบวนการโตะคะตะไลติกเกิดขึ้นที่ผิวของคะตะลิสต์ ดังนั้นในการเพิ่มปริมาณคะตะลิสต์ก็จะทำให้เพิ่มพื้นที่ผิวของการดูดซับเช่นกัน ส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นด้วย

3) ความเข้มข้นของสารละลาย (Initial substrate concentration)

เมื่อความเข้มข้นของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น การเกิดกระบวนการโตะคะตะไลติกจะลดลง เนื่องจากขณะที่มีการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดสารอินเตอร์มีเดียตเพิ่มขึ้น ซึ่งสารดังกล่าวที่เกิดขึ้นสามารถเข้าไปยับยั้งการย่อยสลายสารอินทรีย์ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้น้อยลง

4) ออกซิเจนและตัวรับอิเล็กตรอนอื่น ๆ

ออกซิเจนและตัวรับอิเล็กตรอนอื่น ๆ จะจับตัวกับอิเล็กตรอนทำให้การกลับมารวมตัวกันอีกครั้งของอิเล็กตรอนกับโฮลต์เป็นไปได้ยาก ดังนั้นประสิทธิภาพของการย่อยสลายสารอินทรีย์ขึ้นอยู่กับปริมาณออกซิเจนที่ละลายอยู่ในสารละลาย

5) ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH)

6) อิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte)

นอกจากสารประกอบอินทรีย์แล้ว ไอออนบางตัวก็อาจจะถูกดูดติดบนพื้นผิวของ คະตะลิสต์ ซึ่งไอออนเหล่านี้จะเป็นตัวยับยั้งปฏิกิริยา ดังนั้นไอออนจึงมีอิทธิพลต่ออัตราการ เกิดปฏิกิริยาและจลศาสตร์โดยรวมของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (He, *et al.*, 2009)

ตารางที่ 2.2 การประยุกต์ใช้กระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดมลพิษ (Hoffman, *et al.*, 1995)

ประเภทแหล่งมลพิษ	การประยุกต์ใช้ของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก
น้ำ	การลดกลิ่น
	การฆ่าเชื้อ
	ย่อยสลายสารปราบศัตรูพืช
	กำจัดมลสารอินทรีย์
	กำจัดสารตั้งผิว
	ย่อยสลายสี
	สารระเหยอินทรีย์
อากาศ	ออกซิเดชันออกไซด์ของไนโตรเจน
	ลดกลิ่นภายในอาคาร
	ฆ่าเชื้อโรคในอากาศ
ดิน	บำบัดสารฆ่าแมลงในพื้นที่เกษตร
	ลดกลิ่นในพื้นที่เลี้ยงสัตว์

2.3 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide; TiO₂)

2.3.1 สมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) หรือไททาเนีย (Titania) เป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ชนิดหนึ่ง โดยมักพบในรูปออกไซด์ของธาตุไทเทเนียม มีลักษณะเป็นโลหะสีเทา มีมวลอะตอมเท่ากับ 47.0 มีความเป็นพิษต่ำ ทนทานต่อการกัดกร่อน และมีความเสถียรสูง (Auvinen and Wirtanen, 2008; Monteiro, *et al.*, 2014; Mukai, *et al.*, 2004; Sun, *et al.*, 2010) ดังแสดงในตารางที่ 2.5 ปัจจุบันมีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์มาประยุกต์ใช้งานหลากหลาย เช่น ใช้ในการผลิตอะลูมิเนียมคลอไรด์ (AlCl₃) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาหรือตัวคะตะลิสต์ เป็นสารเคลือบผิวและสารเพิ่มสี และการใช้งานทางด้านทันตกรรม เป็นต้น

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะโครงสร้างผลึกทั่วไปตามธรรมชาติอยู่ 3 รูปแบบ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ได้แก่

1) อนาเทส (Anatase)

มีลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล มีความเสถียรภาพมากที่สุด อุณหภูมิต่ำกว่ารูไทล์ ลักษณะผลึกชนิดนี้นิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการโฟโตคะตะลิสติก

2) รูไทล์ (Rutile)

มีลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล สามารถทำให้เกิดเสถียรภาพมากได้ที่อุณหภูมิสูง ผลึกชนิดนี้นิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเกือบทุกประเภท เช่น โรงงานสี โรงงานผลิตเครื่องสำอางค์ โรงงานผลิตอาหาร เป็นต้น

3) บรูไคต์ (Brookite)

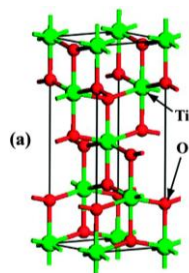
เป็นผลึกที่พบในแร่เท่านั้น และมีโครงสร้างเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) เป็นเฟสที่ไม่ค่อยเสถียรนัก โดยจะพบในช่วงกลางของการเปลี่ยนเฟสจากอนาเทส เป็นเฟสของรูไทล์

จากการที่ไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกัน ส่งผลให้มีคุณสมบัติที่แตกต่างกันออกไป สำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสนั้น มีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 3.894 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร ซึ่งน้อยกว่าความหนาแน่นของรูไทล์ที่มี 4.250 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร และผลึกแบบอนาเทสมีค่าเท่ากับ 3.23 โวลต์ ในขณะที่รูไทล์มีค่าเท่ากับ 3.02 โวลต์ จึงทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าผลึกแบบรูไทล์ นอกจากนั้นลักษณะโครงสร้างผลึกแบบบรูไคต์สามารถทำให้บริสุทธิ์ได้ยาก ส่วนโครงสร้างแบบรูไทล์จะเกิดการรวมตัวใหม่ของอิเล็กตรอน (e⁻) และโฮลด์ (h⁺) ได้ง่าย ทั้งยัง

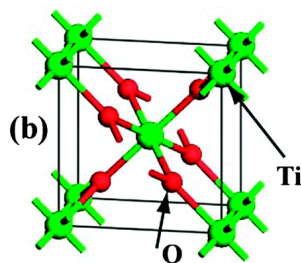
มีความสามารถในการดูดติดผิวต่ำกว่าโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส ดังนั้นในปัจจุบันจึงนิยมใช้โครงสร้างผลึกแบบอนาเทสมากกว่าแบบอื่น ๆ (Tongon, *et al.*, 2014)

ตารางที่ 2.3 สมบัติทางกายภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์

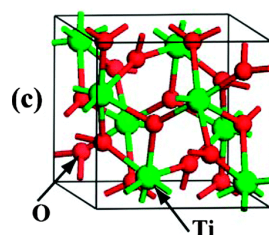
สูตรทางเคมี	TiO ₂
ชื่อเรียก	ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide) ไททานีย (Titania)
พื้นที่ผิว	50 ตารางเมตรต่อกรัม
ขนาดอนุภาค	20 นาโนเมตร
ความหนาแน่น	130 กรัมต่อลิตร
มวลโมเลกุล	79.9 กรัมต่อโมล
ความถ่วงจำเพาะ	0.7



(a) อนาเทส



(b) รูไทล์



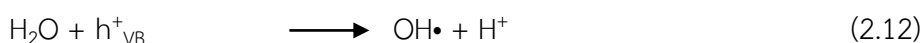
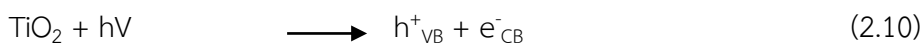
(c) บรูไคต์

รูปที่ 2.6 ผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ (Zhang, *et al.*, 2014)

2.3.2 กระบวนการโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกนำมาใช้เป็นตัวคะตะลิสต์ในกระบวนการโฟโตคะตะไลติกกันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำ อากาศ และแก๊สพิษ อีกทั้งสามารถสลายสารประกอบอินทรีย์ได้เกือบทุกชนิดเมื่ออยู่ภายใต้แสง UV ปัจจุบันมีผลิตภัณฑ์เกี่ยวกับสิ่งแวดล้อมและสุขภาพมากมายที่ผลิตขึ้นโดยอาศัยประสิทธิภาพของวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์ เช่น เสื้อผ้าที่สามารถทำความสะอาดได้ด้วยตัวเอง กระเบื้องปราศจากเชื้อโรค การสลายสารไนโตรเจนไดออกไซด์ในอากาศ การสลายฮอร์โมนที่เร่งการสุกของพืช การเก็บรักษาดอกไม้ที่ถูกตัดเก็บไว้ หรือการสลายมลพิษต่าง ๆ เช่น Trichloroethylene จากน้ำเสีย เป็นต้น (Cao, *et al.*, 2007; Wang, *et al.*, 2007)

กระบวนการของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ เริ่มจากเมื่อเกิดแสงมากระทบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ อิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นจากแถบเวเลนซ์ (Valence Band, VB) ไปยังแถบการนำ (Conduction Band, CB) ส่งผลให้โมเลกุลของออกซิเจนมีพลังงานเพิ่มขึ้น และเรียกออกซิเจนนี้ว่า “ซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน (O_2^-)” กระบวนการที่ถูกกระตุ้นนี้เกิดขึ้นหลังจากเกิดช่องว่าง (vacancy) เมื่อประจุบวกหลุดออกไป หรือที่เรียกว่า “hole (h^+)” และ h^+ นี้ทำให้เกิดการ oxidizing อย่างรุนแรงหรือทำให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH\cdot$) ดังสมการที่ (2.10)-(2.12) (Zaleska, 2008; Hashimoto, *et al.*, 2005) จากนั้นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน และไฮดรอกซิลเรดิคัลจะสลายสารอินทรีย์ต่าง ๆ ให้แตกตัวออกกลายเป็นน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ ตามลำดับ

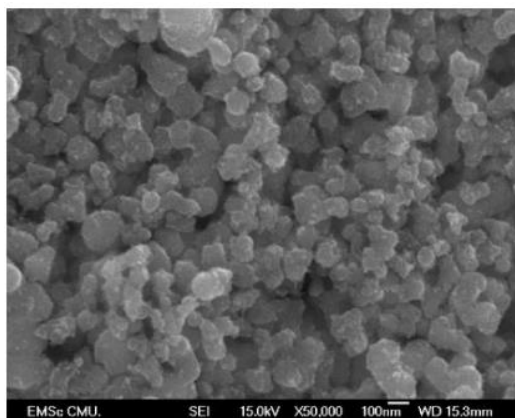


2.3.3 การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับเป็นตัวคะตะลิสต์ในกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก ได้มีผู้ทำการวิจัยและพัฒนาอย่างต่อเนื่อง ดังตัวอย่างงานวิจัยที่กล่าวถึงต่อไปนี้

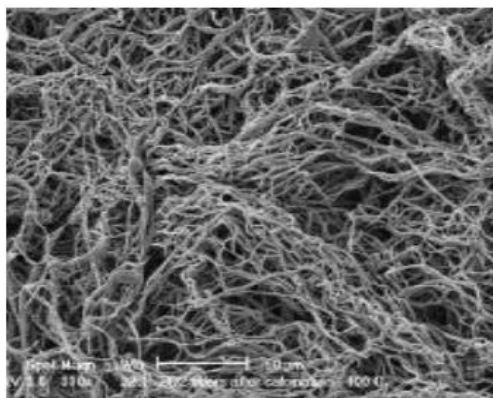
Dechakiatkrai, *et al.* (2007) การสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล-เจล โดยใช้ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ($Ti[OCH(CH_3)_2]_4$) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาควบแน่นและไฮโดรไลซิสเกิดเป็นโซลและเจล ตามลำดับ และนำไป

เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จะได้อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 20 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.7



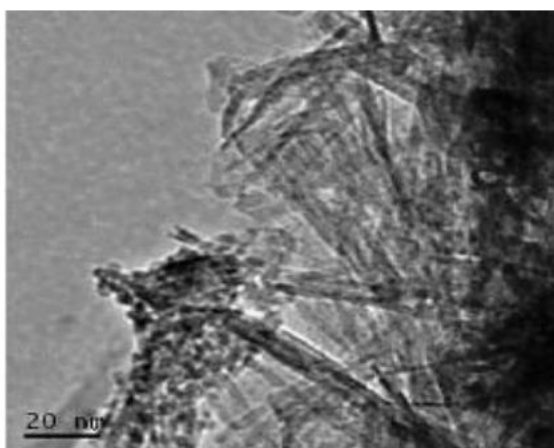
รูปที่ 2.7 อนุภาคของวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค SEM (Dechakiatkrai, *et al.*, 2007)

Madhugiri, *et al.* (2004) ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ โดยใช้ Tetra-n-butyl titanate ($\text{Ti}[\text{OC}_4\text{H}_9]_4$) ที่มีการผสมพอลิเมอร์จำพวกสารลดแรงตึงผิวเป็นสารตั้งต้นเพื่อขึ้นรูปวัสดุผสมให้มีลักษณะเป็นเจล จากนั้นให้ค่าศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 20 กิโลโวลต์ วัสดุผสมจะถูกฉีดผ่านเข็มลงบนแผ่นพอลิเอทิลีนซึ่งวางห่างจากปลายเข็มเป็นระยะทาง 23 เซนติเมตร ต่อไปนำเส้นใยที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 130 400 และ 600 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เพื่อกำจัดสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ผสมกับสารตั้งต้นออก โดยลักษณะของเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 เส้นใยของวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค SEM (Madhugiri, *et al.*, 2004)

Bavykin, *et al.* (2004) ศึกษาการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เจือพลาเดียม (Palladium) ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลภายใต้สภาวะเบส ซึ่งใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ก่อนจะนำไปเผาที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 22 ชั่วโมง ด้วยเครื่องนึ่งฆ่าเชื้อ (autoclave) จากนั้นนำผงของไทเทเนียมไดออกไซด์มาล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) เท่ากับ 7 จึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โดยลักษณะของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ท่อของวัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค SEM (Bavykin, *et al.*, 2004)

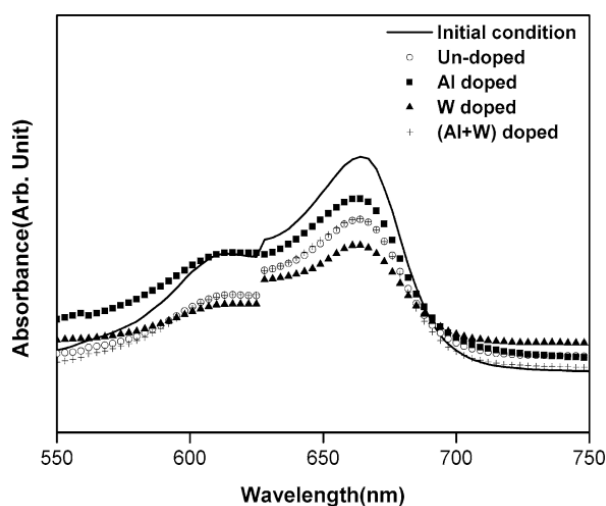
Vijayalakshmi and Rajendran (2012) ทำการศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีที่แตกต่างกัน และทำการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ที่ต่างกันพบว่า การเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุนาโนมากที่สุด เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย ราคาถูก และสามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น ผงละเอียด ฟิล์มบาง เส้นใย และวัสดุก้อน ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ต่อไป เมื่อเปรียบเทียบการสังเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล กับเทคนิคอื่น ๆ เช่น ไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้สารตั้งต้นเป็นไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ ($\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$) และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมด้วยวิธีโซล-เจลมีขนาดผลึกประมาณ 7 นาโนเมตร และแถบช่องว่างพลังงานแคบลงตามขนาดอนุภาคที่เล็กลง

2.3.4 ข้อจำกัดของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์

ปัจจุบันกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้รับความนิยมนำมาใช้ในการบำบัดมลพิษ โดยอาศัยกระบวนการทางเคมีสลายสารอินทรีย์ (Organic compounds) ซึ่งกระบวนการดังกล่าวจะต้องได้รับการกระตุ้นด้วยแสง UV ที่ความยาวคลื่นมากกว่า 400 นาโนเมตร เท่านั้น ซึ่งเป็นข้อจำกัดในการนำมาใช้งานภายในอาคารหรือในสถานที่ปราศจากแสง UV จึงมีงานวิจัยที่ผ่านมามีได้ศึกษาการลดระดับพลังงานที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ให้อยู่ในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น โดยการเจือสารกลุ่มโลหะ เช่น แพลตินัม (Pt) (Ismail and Bahnemann, 2012) ทองคำ (Au) (Thomas and Yoon, 2012) และทองแดง (Cu) (Heciak, *et al.*, 2013) เป็นต้น

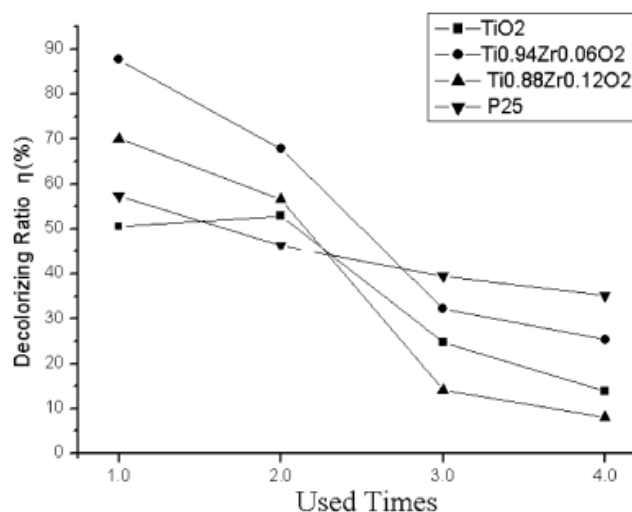
การเพิ่มประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการเจือสารกลุ่มโลหะได้มีผู้ทำการวิจัยและพัฒนาอย่างต่อเนื่อง ดังตัวอย่างงานวิจัยที่กล่าวถึงต่อไปนี้

Lee, *et al.* (2003) ศึกษาปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก และสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilicity) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยอะลูมิเนียม (Al) ทังสแตน (W) และอะลูมิเนียมผสมทังสแตน (Al+W) โดยวิธีการโซล-เจล และนำไปเคลือบบนกระจกฟิล์มก่อนจะนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เมื่อนำมาทดสอบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกด้วยการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู ภายใต้แสง UV แสดงให้เห็นว่าฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยทังสแตน (W) แสดงปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกที่ดีที่สุด และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วยอะลูมิเนียม (Al) แสดงประสิทธิภาพดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู

Wang, *et al.* (2004) ทำการศึกษาประสิทธิภาพการเป็นตัวคะตะลิสต์ด้วยการเจือไทเทเนียมไดออกไซด์กับเซอร์โคเนียมไอออน (Zr^{4+}) ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ $ZrOCl_2Ti(OC_4H_9)_4$ เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ และใช้ปริมาณของเซอร์โคเนียมไอออนที่แตกต่างกัน ได้แก่ 0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, และ 0.12 จากการทดลองพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมไอออนมีประสิทธิภาพสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ อีกทั้งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเซอร์โคเนียมไอออนที่อัตราส่วน 0.06 ดีที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 2.11 เนื่องจากการเจือด้วยเซอร์โคเนียมไอออนทำให้ขนาดของผลึกเล็กลง ในขณะที่พื้นที่ผิวมากขึ้นส่งผลให้ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกเกิดขึ้นได้ดี

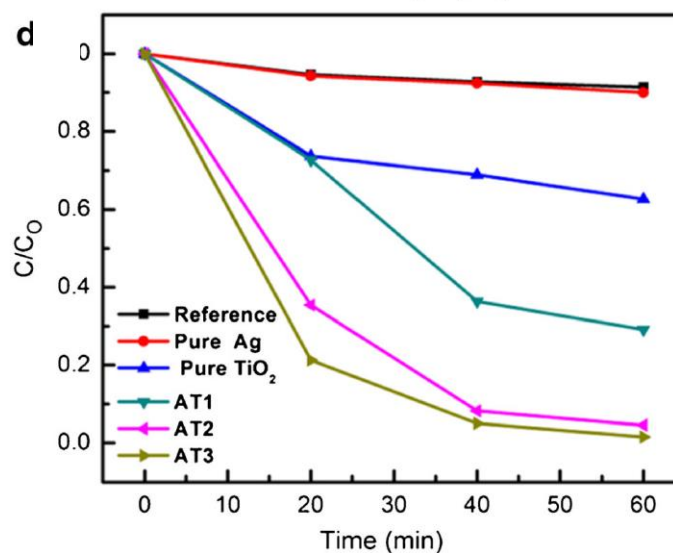


รูปที่ 2.11 ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีเมทิลออเรนจ์ (Wang, *et al.*, 2004)

Sangchay, *et al.* (2014) ทำการศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อ *E. coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยการเจือด้วย Fe โดยใช้กระบวนการโซล-เจลในการสังเคราะห์ เริ่มจากการนำ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ปริมาณร้อยละ 0 1 3 และ 5 โดยโมล ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ผสมกับเอทานอลและไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ปริมาณ 10 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดไนตริก และนำไปเคลือบบนกระจก ทิ้งไว้ให้แห้งและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง จากการทดลองพบว่าผลการตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD พบเฉพาะเฟสอนาเทสที่มีขนาดอยู่ในช่วง 13-20 นาโนเมตร และความหนาของแผ่นฟิล์มไทเทเนียมเมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM มีค่าประมาณ 0.30 ไมโครเมตร เมื่อนำมาทดสอบสมบัติของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกด้วยการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูแสดงให้เห็นว่าแผ่นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย Fe ร้อยละ 5 โดยโมล

มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุดถึงร้อยละ 56.3 เมื่อได้รับแสง UV เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง และประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย Fe เพิ่มขึ้น โดยปริมาณ Fe เท่ากับร้อยละ 5 โดยโมล แสดงประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อ *E.coli* ที่ดีที่สุดถึงร้อยละ 100 เมื่อได้รับแสง UV เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง

Singh, *et al.* (2016) ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก และการเพิ่มความสามารถในการดูดกลืนแสงของวัสดุโครงสร้างนาโนไฮบริดพลาสมอนิก Ag-TiO₂ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก โดยสังเคราะห์ขึ้นด้วยวิธี facile wet chemical method ซึ่งวัสดุนาโน Ag-TiO₂ ที่สังเคราะห์ได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ นอกจากนี้กระบวนการโฟโตคะตะไลติก ของวัสดุโครงสร้างนาโนผสม Ag-TiO₂ ทดสอบโดยการใช้แสงอาทิตย์เป็นตัวขับเคลื่อนในการทำปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของในการสลายสีย้อมเมทิลีนบลู (MB) และสีย้อมเมทิลออเรนจ์ (MO) ในน้ำเสียสังเคราะห์ จากการศึกษาพบว่าวัสดุโครงสร้างนาโนผสม Ag-TiO₂ สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการสลายสีย้อม MB และ MO ซึ่งประสิทธิภาพดังกล่าวเพิ่มขึ้นก็ต่อเมื่อปริมาณอนุภาคซิลเวอร์นาโนเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.12 ประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู โดยศึกษาความเข้มข้นของ Ag ที่เหมาะสม เมื่อ AT1 AT2 และ AT3 คือ ความเข้มข้นของ Ag เท่ากับ 0.25 0.5 และ 1 มิลลิโมล ตามลำดับ (Singh, *et al.*, 2016)

2.4 กระบวนการสังเคราะห์

2.4.1 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel)

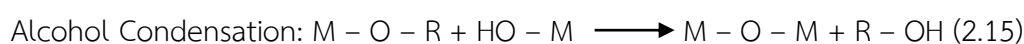
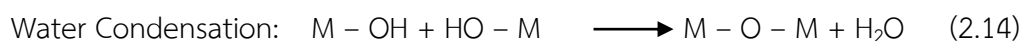
กระบวนการผลิตโดยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel Technology) เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกและแก้ว โดยเฉพาะการผลิตวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “Sol” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอน เป็นสถานะของแข็งที่เรียกว่า “Gel”

สุวรัตน์ จิรภัทรสกุล (2547) ได้ให้คำจำกัดความของคำว่า โซล-เจล ไว้ดังนี้

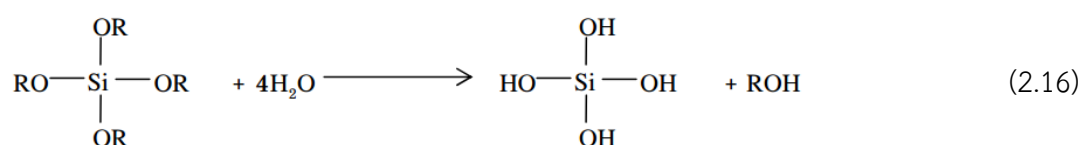
โซล (Sol) คือ การแขวนลอยของอนุภาคของแข็งอยู่ในของเหลว โดยที่โซลจะมีความหนาแน่นของอนุภาคของแข็งมากกว่าของเหลวที่อยู่รอบ ๆ อนุภาคของของแข็งที่อยู่ภายในของเหลวจะมีขนาดเล็กมาก (ประมาณ 1-1,000 นาโนเมตร) จนมีแรงต้านทานแรงโน้มถ่วง จึงไม่มีการตกตะกอนและมีการกระจายตัวอยู่ทั่วไป โดยคอลลอยด์บางชนิดจะเปลี่ยนสภาพกลับไปมาระหว่างโซลกับเจลได้ ซึ่งจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ

เจล (Gel) เป็นคอลลอยด์ที่เป็นของแข็ง ซึ่งเกิดจากการแขวนลอยอยู่ในของเหลวเป็นโครงข่ายเชื่อมโยง 3 มิติของของแข็งที่มีความพรุนที่กระจายปกคลุมอยู่ทั่วเฟสของเหลว เมื่อผ่านกระบวนการกำจัดตัวทำละลาย (Solvents) และการทำให้แห้งที่เหมาะสม จะทำให้ได้ผงของโลหะออกไซด์ที่มีลักษณะดี เนื่องจากกระบวนการเริ่มต้นในระดับของนาโนเมตรและอยู่ภายใต้ปฏิกิริยาระดับนาโนเมตร ดังนั้นวัสดุที่ได้จะอยู่ในระดับนาโนเมตรด้วย (Trewyn, *et al.*, 2007; Tushar, *et al.*, 2008)

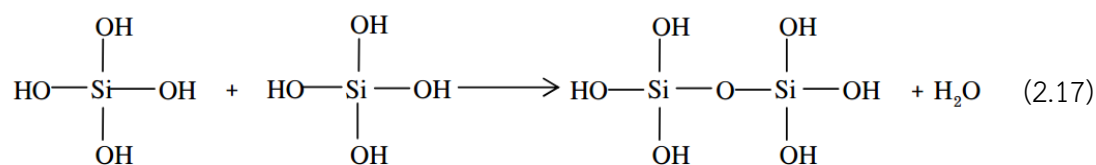
ปฏิกิริยาในกระบวนการโซล-เจล ประกอบด้วย 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นเป็นน้ำ (Water condensation) และการควบแน่นเป็นแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังแสดงในสมการที่ (2.13)-(2.15) จากการศึกษาพบว่าปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ ความเป็นกรด-ด่าง (pH) ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสภาวะที่แตกต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน (Assink and Kay, 1988)



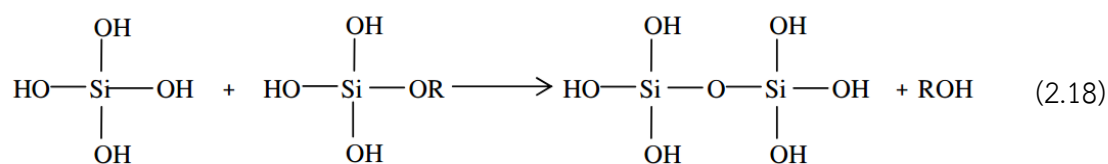
ขั้นตอนในการเตรียมโซล-เจลเริ่มต้นจากการผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ (Water) โดยสารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล-เจลเป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะบางชนิดที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal Alkoxide เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากมีการทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetrathoxy silane (TEOS) ส่วน Alkoxide ชนิดอื่น เช่น Aluminate Titanate และ Borate มีการใช้งานกันอย่างแพร่หลายโดยมักจะใช้ร่วมกับ TEOS เช่น $\text{Si}(\text{OR})_4$ ซึ่ง R คือ CH_3 (TMOS) C_2H_5 (TEOS) หรือ C_3H_7 โดยจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของน้ำ ดังแสดงสมการที่ (2.16)



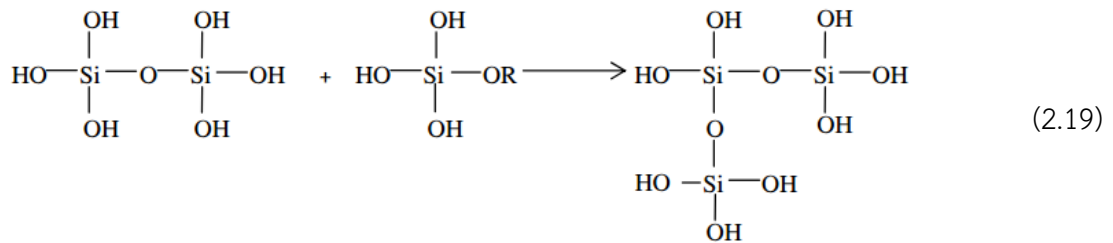
และขณะเดียวกันจะเกิดปฏิกิริยาควบน้ำกับน้ำ (Water Condensation) ดังแสดงในสมการที่ (2.17)



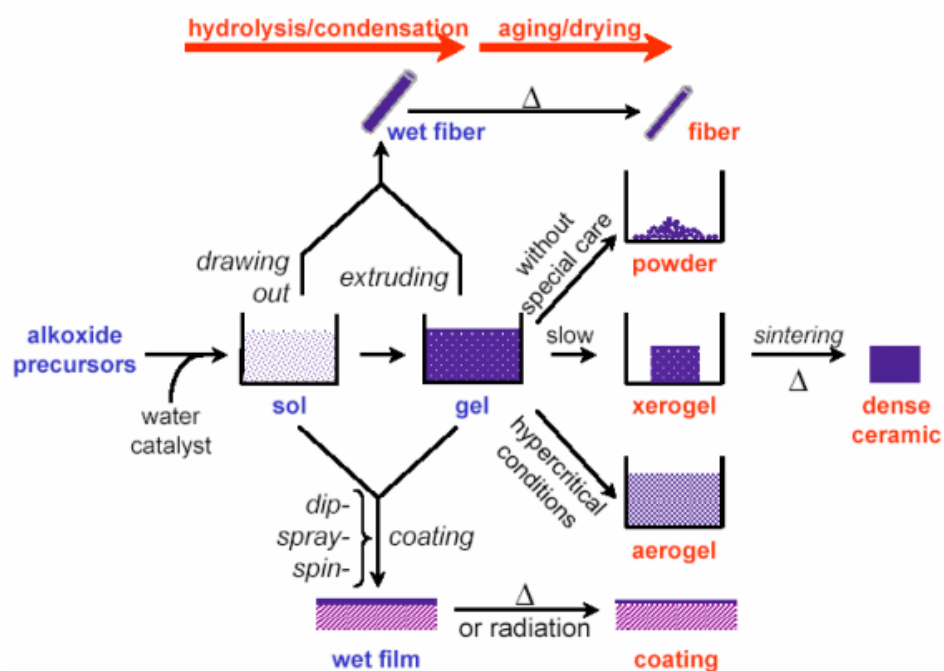
หรือการควบน้ำเป็นแอลกอฮอล์ (Alcohol Condensation) ดังแสดงในสมการที่ (2.18)



สารประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยาควบนั่นต่อไปจนกลายเป็นโครงสร้างตาข่ายซิลิกา (Silica network) ในสถานะที่เรียกว่า เจล จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวนี้ว่า “พอลิคอนดีนเซชัน” ดังแสดงในสมการที่ (2.19)



โดยในกระบวนการผลิตทั้งจากสถานะที่เป็นโซลและเจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่าง ๆ เช่น fiber aerogel xerogel powder และ coating film เป็นวัสดุพิเศษสำหรับอุตสาหกรรมอื่น ๆ (Le, *et al.*, 1996; Lev, *et al.*, 1995; Brinker and Scherer, 1990)



รูปที่ 2.13 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel process)

ที่มา: <http://phys.suwon.ac.kr/~jgyoon/lab/solgel.htm>

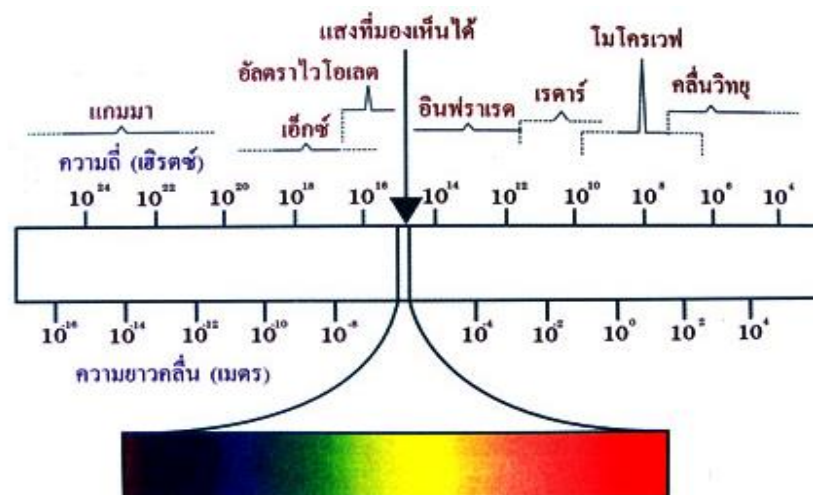
การประยุกต์ใช้เทคโนโลยีโซล-เจล (Sol-gel Technology) มาใช้ประโยชน์ต่าง ๆ สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น ผงละเอียด พิล์มบาง เส้นใย และวัสดุก้อน ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ได้แก่ แก้ว ซิลิกา สารเคลือบป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสง และการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น เทคโนโลยีโซล-เจลจะเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารหรือวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัว หรือต้องการความบริสุทธิ์สูง แม้แต่การผลิตสารหรือวัสดุแทนการใช้แร่หรือทรัพยากรธรรมชาติที่หายากและมีอยู่จำกัด

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลจะมีความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากเป็นการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุล ทำให้สามารถกำหนดสมบัติต่าง ๆ ที่ต้องการได้ง่าย นับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น การนำเทคโนโลยีโซล-เจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม ยังต้องมีการศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมและลักษณะหรือสมบัติของสารหรือวัสดุที่ต้องการ ซึ่งมีความแตกต่างกันในแต่ละผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามแนวโน้มการนำเทคโนโลยีดังกล่าวมาใช้ประโยชน์เชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากกระบวนการโซล-เจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรมโดยสามารถตอบสนองความต้องการของผู้บริโภคได้

2.4.2 ทฤษฎีการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่งที่มีความถี่คลื่นอยู่ระหว่าง 300 เมกะเฮิร์ตซ์ (MHz) - 300 จิกะเฮิร์ตซ์ (GHz) และมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 1 มิลลิเมตร - 1 เมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ความถี่คลื่นที่นำมาใช้ในอุตสาหกรรมโดยทั่วไปคือ 915 เมกะเฮิร์ตซ์ และ 2.45 จิกะเฮิร์ตซ์ ซึ่งใช้กับเตาไมโครเวฟอุ่นอาหารในครัวเรือนโดยทั่วไป และยังมีความถี่ 5.8 จิกะเฮิร์ตซ์ และ 24.124 จิกะเฮิร์ตซ์ ซึ่งใช้กับงานเฉพาะทางวิทยาศาสตร์และทางการแพทย์อื่น ๆ

กลไกการเกิดความร้อนภายใต้คลื่นไมโครเวฟเกิดจากการที่วัสดุร้อนขึ้นได้ภายใต้คลื่นไมโครเวฟนั้น เกิดขึ้นจากกลไก 2 ประการ คือ กระบวนการโพลาไรเซชัน (Polarization process) หรือเกิดจากการนำไฟฟ้าของวัสดุ (Conduction process) กระบวนการโพลาไรเซชันนั้น จะเกี่ยวข้องกับการจัดเรียงตัวของประจุใหม่ การสั่นหรือการหมุนตัวของไดโพล ภายใต้สนามไฟฟ้าหรือแม่เหล็กซึ่งถือเป็นการเคลื่อนที่ของประจุในระยะสั้น (Short-range displacement) เมื่อเทียบกับการเคลื่อนที่ของประจุ ซึ่งเกิดจากกระบวนการนำไฟฟ้า



รูปที่ 2.14 ความถี่คลื่นของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

ที่มา: http://www.oocities.org/nawo_chemicalsandbeauty/what_is_UV_ray.htm

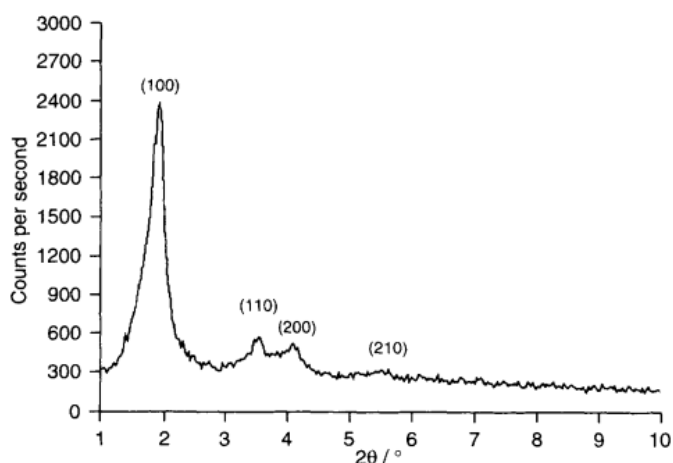
คลื่นไมโครเวฟจะถูกดูดกลืนและไปเหนี่ยวนำเข้ามาในเนื้อวัสดุให้เกิดสนามไฟฟ้าขึ้นภายในและสนามไฟฟ้านี้จะทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของประจุต่าง ๆ หรือเกิดกระบวนการโพลาไรเซชันขึ้นภายในวัสดุนั้น แรงต้านทานการเคลื่อนที่ซึ่งรวมไปถึงแรงเฉื่อย แรงยึดหยุ่น และแรงเสียดทานจากการชนกันของประจุต่าง ๆ เหล่านี้เอง ทำให้เกิดเป็นความร้อนในที่สุด หรือที่เรียกกันว่า Losses ในเนื้อวัสดุ ซึ่งจะเป็นความร้อนที่เกิดขึ้นทั่วทั้งวัสดุ (Volumetric heating) หลังการเกิดความร้อนนี้สามารถอธิบายว่าน้ำภายในเตาไมโครเวฟร้อนได้ เนื่องจากโมเลกุลของน้ำที่ไม่เป็นกลางทางไฟฟ้ากลับตัวไปตามความถี่ของคลื่นไมโครเวฟที่ใช้ (2.45 จิกะเฮิร์ตซ์) เป็นจำนวน 2,450 ล้านรอบต่อวินาที ซึ่งในหนึ่งรอบคลื่นจะประกอบด้วยคลื่นช่วงบวกและคลื่นช่วงลบของโมเลกุลไปทางขั้วบวกของสนามไฟฟ้าอีก 2,450 ล้านครั้งต่อวินาที รวมแล้วโมเลกุลต้องกลับขั้วถึง 4,900 ล้านครั้งต่อวินาที ทำให้เกิดการชนเสียดสีเกิดเป็นความร้อนทำให้อุณหภูมิของน้ำสูงขึ้นในที่สุด นอกจากนี้การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟยังช่วยลดระยะเวลาในการสังเคราะห์ เพิ่มอัตราการเร่งปฏิกิริยา ได้ผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น และลดการใช้พลังงานอีกด้วย ดังนั้นจึงทำให้การประยุกต์ใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งความร้อนในการสังเคราะห์ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการให้ความร้อนแบบทั่วไป พบว่าเป็นการให้ความร้อนจากภายนอกวัตถุและแพร่เข้าสู่ภายในวัตถุ ซึ่งส่งผลให้เนื้อวัสดุได้รับความร้อนที่ไม่ทั่วถึง เกิดปฏิกิริยาได้ไม่ดี ใช้เวลานานในการสังเคราะห์ และสิ้นเปลืองพลังงานเป็นอย่างมาก (Froschl, *et al.*, 2012; Zhang, *et al.*, 2009)

แม้ว่าไมโครเวฟสามารถให้ความร้อนทั่วทั้งวัตถุได้ในระยะเวลาสั้น ๆ แต่ไมโครเวฟยังมีข้อจำกัดในเรื่องความปลอดภัยในการใช้งานของคลื่นไมโครเวฟ โดยเฉพาะอันตรายจากการรั่วของคลื่นไมโครเวฟ ฉะนั้นจึงต้องทำการศึกษาถึงอันตรายจากย่านความถี่คลื่นไมโครเวฟ เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดอันตรายในขณะใช้งานจริง นอกจากนี้ในการทดลองระบบไมโครเวฟสำหรับการให้ความร้อน โดยทั่วไปยังมีข้อจำกัดอยู่ว่าวัสดุที่นำมาทดลองมีปริมาณไม่มากนักและอยู่ในสภาพหยุดนิ่ง

จากการศึกษาพบว่าได้มีหลายงานวิจัยศึกษาและพัฒนาโดยนำวิธีการโซล-เจล และการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟมาใช้อย่างต่อเนื่อง ดังตัวอย่างงานวิจัยที่กล่าวถึงต่อไปนี้

Wu and Bein (1996) สามารถทำการสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 โดยการผสมโซเดียมอะลูมิเนียมไดออกไซด์กับ $C_{16}H_{33}NMe_3Cl/OH$ คนให้เข้ากันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเติมเตตระเมทิลแอมโมเนียมซิลิเกต ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 นาที ขั้นสุดท้ายนำมากรองและเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง

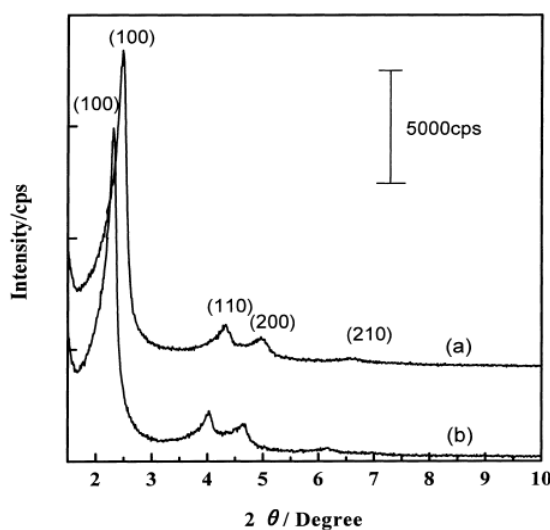
จากงานวิจัยนี้พบว่าวัสดุ MCM-41 ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ มีการจัดเรียงโครงสร้างผลึกที่ดี มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 900-1,000 ตารางเมตรต่อกรัม ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะของโครงสร้างวัสดุคูดซ์ MCM-41 ที่ตำแหน่งตกกระทบเท่ากับ 100 110 200 และ 210 ตามลำดับ และมีโครงสร้างรูพรุนเป็นหกเหลี่ยมจัดเรียงตัวอย่างสม่ำเสมอ



รูปที่ 2.15 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุคูดซ์ MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD (Wu and Bein, 1996)

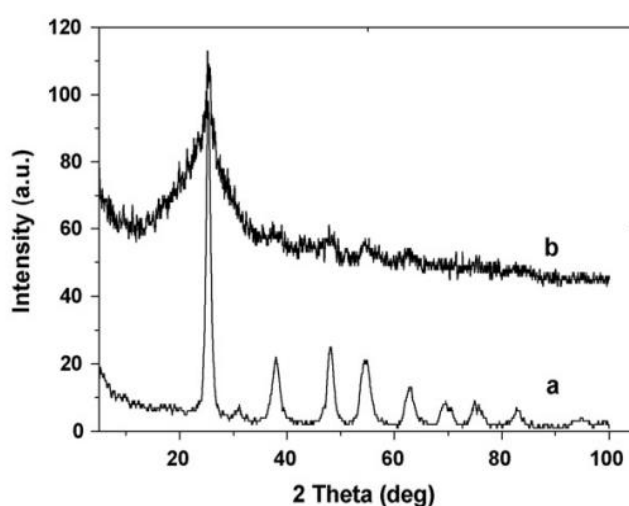
Park, *et al.* (1998) ทำการสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 โดยการผสมสารละลายโซเดียม-ซิลิเกตกับ MTAB คนให้เข้ากันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 100-150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1-30 นาที ปรับ pH ให้เท่ากับ 9 จากนั้นกรองและอบให้แห้ง ขั้นตอนสุดท้ายนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

จากงานวิจัยนี้พบว่า การสังเคราะห์วัสดุดูดซับ MCM-41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ อุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ 100-120 องศาเซลเซียส นาน 40 นาที มีพื้นที่ผิว 1,020 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรรูพรุน 0.745 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นออสัญฐาน ดังแสดงในรูปที่ 2.16 ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะของโครงสร้างวัสดุดูดซับ MCM-41 ที่ตำแหน่งตกระทบเท่ากับ 100 110 200 และ 210 ตามลำดับ ซึ่งวัสดุดูดซับ MCM-41 ที่ได้ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ (A) แสดงให้เห็นความเข้มของพีค XRD ที่สูงกว่า เมื่อเทียบกับความเข้มของพีค XRD ของวัสดุดูดซับ MCM-41 ที่ให้ความร้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (B)



รูปที่ 2.16 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุดูดซับ MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD (a) การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ (b) การให้ความร้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Park, *et al.*, 1998)

Liuxue, *et al.* (2006) ได้ทำการศึกษาการเคลือบฟิล์มบาง (Thin film) ของวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์บนเส้นใย PVA (Polyvinyl alcohol) โดยทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยไมโครเวฟที่ 200 วัตต์ เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทำการเคลือบเส้นใยโดยใช้วิธีการจุ่มเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.14 โมลต่อลิตร ก่อนนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จากการศึกษาพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟเกิดโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการให้ความร้อนแบบไฮโดรเทอร์มอล ดังแสดงในรูปที่ 2.17 และเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกที่ดี

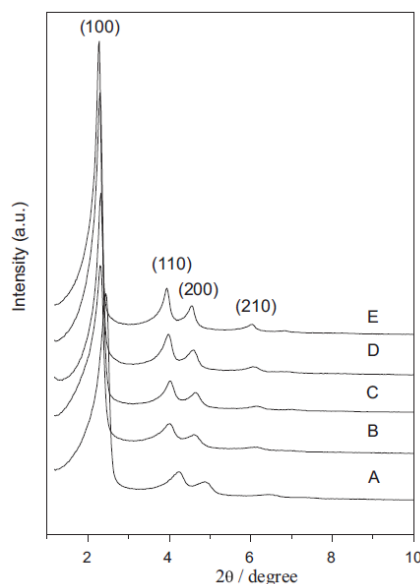


รูปที่ 2.17 การวิเคราะห์ลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์บนเส้นใย PVA ด้วยเทคนิค XRD (Liuxue, *et al.*, 2006)

Addamo, *et al.* (2008) ได้ทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งความร้อน ซึ่งมี Titanium tetraisopropoxide (TTIP) เป็นสารตั้งต้น จากนั้นนำไปให้ความร้อนโดยใช้อุณหภูมิของไมโครเวฟที่แตกต่างกันตั้งแต่ช่วง 393-873 เคลวิน ซึ่งจากการทดลองพบว่าเมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิตั้งแต่ 393-773 เคลวิน จะเกิดเฟสของอนาเทสเท่านั้น แต่เมื่อเพิ่มความร้อนเป็นอุณหภูมิ 873 เคลวิน จะเกิดการเปลี่ยนเฟสจากอนาเทสเป็นรูไทล์

Wang, *et al.* (2011) ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุ Ti-MCM-41 โดยการผสมสารละลาย TEOS (Tetraethyl orthosilicate) กับสารละลาย TBOT (Tetrabutyl titanate) และคนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 40 นาที ก่อนนำไปปรับ pH ให้เท่ากับ 11 จากนั้นนำไปให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 80-140 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 40 นาที อบให้แห้งและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

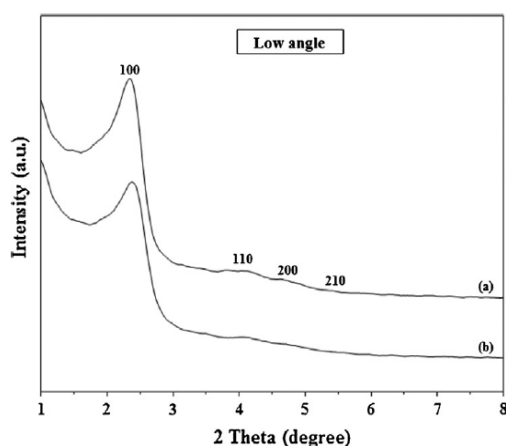
จากการศึกษาพบว่าวัสดุ Ti-MCM-41 ที่สังเคราะห์ขึ้นโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 40 นาที มีความเหมาะสมมากที่สุด โดยมีพื้นที่ผิวเฉลี่ย 896 ตารางเมตรต่อกรัม และปริมาตรรูพรุน 0.839 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET และเมื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุ Ti-MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD ปรากฏความเข้มของพีค XRD ที่คล้ายคลึงกันกับพีค XRD ของวัสดุ Ti-MCM-41 ที่ให้ความร้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ดังแสดงในรูปที่ 2.18



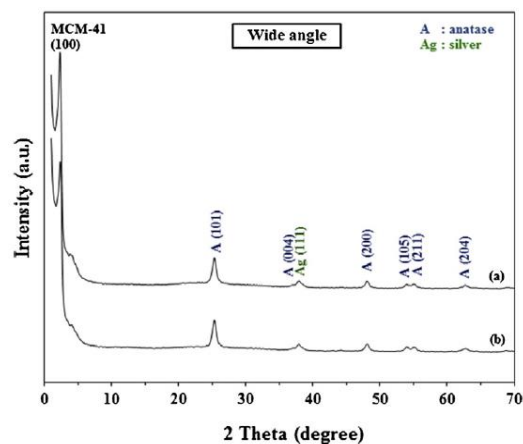
รูปที่ 2.18 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของวัสดุ Ti-MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD โดย (A)-(D) เป็นการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 80 100 120 140 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และ (E) เป็นการให้ความร้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Wang, *et al.*, 2011)

นอกจากนี้ Tongon, *et al.* (2014) ทำการศึกษาวิธีการเตรียมนาโนคอมโพสิตฟิล์มที่สามารถตอบสนองต่อการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น ซึ่งนาโนคอมโพสิตฟิล์มสามารถเตรียมโดยการนำไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเงินผสมกับวัสดุนาโนซิลิกา MCM-41 (As-synthesized MCM-41) ด้วยเทคนิคการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล และใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งความร้อน ซึ่งนำไปให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่ 100 วัตต์ ระยะเวลา 5 นาที จากนั้นนำวัสดุนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้เคลือบลงบนผิวของแผ่นฟิล์มบาง

จากการศึกษาและเปรียบเทียบการให้ความร้อนระหว่างไฮโดรเทอร์มอลและไมโครเวฟด้วยเทคนิค XRD พบว่าลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ MCM-41 ที่เตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีค่า Intensity ที่สูงกว่าการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ เนื่องจากวิธีไฮโดรเทอร์มอลมีการใช้ความร้อนยาวนานกว่าในการก่อโครงสร้างผลึก ดังแสดงในรูปที่ 2.19 (ก) นอกจากนี้ลักษณะโครงสร้างผลึกอนาเทสที่มีการให้ความร้อนทั้งสองวิธี สังเกตได้ว่าพีคจะมีลักษณะที่ไม่แตกต่างกัน โดยพบว่าการเตรียมด้วยไมโครเวฟมีข้อดีกว่า เนื่องจากใช้ระยะเวลาในการก่อโครงสร้างผลึกเพียง 5 นาที ซึ่งใช้ระยะเวลาสั้นกว่าการเตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ใช้เวลามากถึง 48 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 2.19 (ข) อย่างไรก็ตามการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟเป็นวิธีที่ง่าย สะดวก และประหยัดพลังงาน



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.19 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกโดยวิธีการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ด้วยเทคนิค XRD (ก) ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ MCM-41 และ (ข) ลักษณะโครงสร้างผลึกอนาเทส (Tongon, *et al.*, 2014)

2.5 สีย้อมสังเคราะห์

2.5.1 สีย้อม (Dyes)

รัชนิย์ รุกขชาติ (2544) ให้คำจำกัดความของคำว่า “สีย้อม” ว่า สีย้อม คือ สารเคมีที่เกิดขึ้นจากกระบวนการสกัดน้ำมันปิโตรเลียมหรือถ่านหินธรรมชาติ เมื่อผ่านกระบวนการสกัดแล้วจะได้สารไฮโดรคาร์บอนประเภทไม่อิ่มตัว ได้แก่ เบนซีน ไซลีน แอนทราซีน โทลูอิน และพาราฟิน เป็นต้น โดยสารเหล่านี้จะถูกนำมาผ่านกรรมวิธีต่าง ๆ เพื่อผลิตเป็นสีย้อมที่มีลักษณะเป็นผงผลึกหรือผงละเอียดนั่นเอง สีย้อมบางชนิดจะละลายน้ำได้และบางชนิดจะละลายน้ำไม่ได้แต่จะละลายในตัวทำละลายประเภทอินทรีย์ได้ ขณะนำไปใช้งานในกระบวนการฟอกย้อมนั้นโมเลกุลของสีย้อมจะเข้าไปแทรกซึมภายในโมเลกุลของเส้นใยและจะทำลายโครงสร้างของผลึกนั้นชั่วคราว โดยจะเกิดพันธะกับวัตถุนั้นโดยตรง

การนำสีย้อมมาใช้ในกระบวนการฟอกย้อมเพื่อให้ได้ผลดีนั้น จะขึ้นอยู่กับอิทธิพลของการรวมตัวกันของสีย้อมและเส้นใยผ้า โดยจะต้องมีอิทธิพลมากกว่าน้ำ ซึ่งจะสามารถทำให้เกิดสถานะที่เหมาะสมนี้ได้เมื่อโมเลกุลของสีย้อมมีหมู่อะตอมที่มีการจัดเรียงตัวกันในลักษณะที่สามารถติดต่อกับเส้นใยได้เอง (Substantively) ต่อเส้นใยและเกิดพันธะยึดเหนี่ยวกันอย่างดี อาจจะกล่าวได้ว่าอิทธิพลเชิงเคมี 4 ชนิด ทำให้สีสามารถติดต่อกับเส้นใย ได้แก่

1) พันธะไฮโดรเจน

ไฮโดรเจนในกลุ่มไฮดรอกซี (Hydroxyl) จะยึดกันอย่างหลวม ๆ กับอะตอมชนิดอื่น ๆ เกิดเป็นวาเลนซ์ที่สอง (Secondary valance)

2) แรงแวนเดอร์วาลส์

แรงชนิดนี้จะเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ โดยจะเป็นแรงที่ทำให้อะตอมและโมเลกุลต่าง ๆ เข้ามายึดกันได้ โดยเฉพาะโมเลกุลระหว่างสีย้อมและเส้นใยของผ้าจะเกิดแรงนี้ยึดให้ติดกันได้เอง

3) พันธะไอออนิก

การเกิดของพันธะจะเกิดขึ้นได้เอง เนื่องจากการให้และการรับอิเล็กตรอนระหว่างอะตอมของธาตุ 2 ชนิดที่แตกต่างกัน โดยอะตอมของธาตุที่ให้อิเล็กตรอนนั้นจะทำให้ตัวเองมีอิเล็กตรอนน้อยลงทำให้แสดงอำนาจไฟฟ้าบวกออกมา และอะตอมของธาตุที่รับอิเล็กตรอนจะแสดงอำนาจไฟฟ้าลบทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างขั้วที่แตกต่างกันเกิดขึ้น

4) พันธะโควาเลนต์

เป็นพันธะทางเคมีที่อะตอมตั้งแต่สองชนิดหรือมากกว่านั้นเกาะกันด้วยการใช้อิเล็กตรอนวงนอกสุดร่วมกัน พันธะนี้จะมีความแข็งแรงกว่าแรงของพันธะชนิดอื่น ๆ

2.5.2 ประเภทของสีย้อม

สีย้อมที่มีการใช้ในกระบวนการผลิต และอุตสาหกรรมฟอกย้อม สามารถจำแนกออกเป็น 3 ประเภท (พงษ์ศักดิ์ ชาวอินทร์, 2555) ดังนี้

1) จำแนกตามแหล่งกำเนิด

- สีย้อมธรรมชาติ เป็นสีย้อมที่มาจากแหล่งธรรมชาติ โดยสกัดจากพืชและสิ่งมีชีวิต สีย้อมจากพืชจะสกัดจากส่วนของลำต้น ดอก เปลือก และใบ เป็นต้น
- สีย้อมสังเคราะห์ เกิดขึ้นจากกระบวนการทางเคมีที่มีการสกัดจากน้ำมัน ประเภทปิโตรเลียม และถ่านหิน

2) จำแนกตามลักษณะทางกายภาพ

- สีย้อมที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้
- สีย้อมที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ แต่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์

3) จำแนกตามการนำไปใช้ประโยชน์

การจำแนกสีย้อมที่นิยมใช้มากที่สุดนั้น กลุ่มโรงงานอุตสาหกรรมฯ ได้แบ่งออกเป็น 11 ประเภท ดังตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 การจำแนกประเภทของสีย้อมตามการนำไปใช้ประโยชน์ โดยกลุ่มโรงงานอุตสาหกรรม (อภิชาติ สนธิสมบัติ, 2545)

ประเภท	สมบัติทางเคมี		
	ประเภทของประจุ	ความสามารถในการละลายน้ำ	ลักษณะการยึดติดของสี
สีย้อมแอซิด (Acid dye)	ลบ	ละลายน้ำได้ดี	ติดไม่แน่น
สีย้อมไดเรกต์ (Direct dye)	ลบ	ละลายน้ำได้ดี	ติดไม่แน่น
สีย้อมเบสิก (Basic or Cationic dye)	ลบ	ละลายน้ำได้ดี	ติดแน่น
สีย้อมดิสเพิร์ส (Disperse dye)	ไม่มีประจุ	ไม่ละลายน้ำ	ติดแน่น
สีย้อมรีแอกทีฟ (Reactive dye)	ลบ	ละลายน้ำได้ดี	ติดแน่น
สีย้อมอะโซอิก (Azoic dye)	N/A	ไม่ละลายน้ำ	ติดแน่น
สีแว้ต (Vat dye)	N/A	ไม่ละลายน้ำ	N/A
สีมอร์ดนต์ (Mordant dye)	N/A	ละลายน้ำได้	N/A
สีอินเกรน	N/A	ไม่ละลายน้ำ	N/A
สีออกซิเดชัน (Oxidation dye)	N/A	ละลายน้ำ	ติดแน่น
สีซัลเฟอร์ (Sulfer dye)	N/A	ไม่ละลายน้ำ	ติดแน่น

2.5.3 สีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue dye)

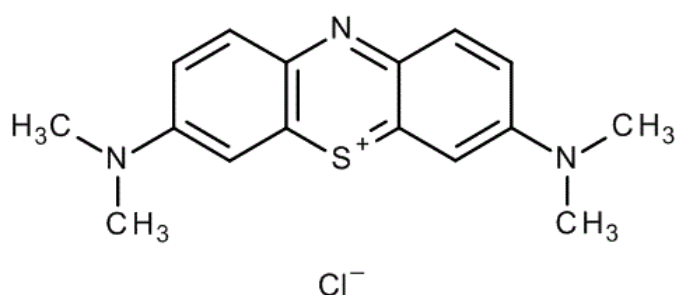
สีย้อมเมทิลีนบลูถูกจัดอยู่ในประเภทสีเบสิก (Basic dye) ที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ดี มีสถานะเป็นของแข็ง อนุกรมสีเหลือง ลักษณะโดยทั่วไปเป็นผงผลึกสีเขียวเข้ม หากละลายอยู่ในของเหลวจะมีสีน้ำเงินเข้ม โครงสร้างประกอบด้วยผลึกน้ำ 3 โมเลกุลต่อโมล อีกทั้งมีส่วนประกอบของแคทไอออนที่สามารถทำให้เกิดสีได้ จึงนิยมนำสีดังกล่าวมาใช้เป็นสีย้อมในอุตสาหกรรมและเป็นตัวแทนของสีย้อมสังเคราะห์สำหรับใช้งานในห้องปฏิบัติการทางวิทยาศาสตร์

โดยปกติแล้วเมทิลีนบลูเป็นสารเคมีที่ไม่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยามากนัก (Chemically inert) มีความเป็นพิษ (Toxic) และมีความเสถียรในสิ่งแวดล้อม (Stable) นอกจากนี้ยังไม่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Non-biodegradable) อีกด้วย หากมนุษย์ได้รับเข้าสู่ร่างกายในปริมาณมากเกินไปอาจส่งผลให้เกิดอาการแสบร้อนในปากหรือท้อง คลื่นไส้ อาเจียน เจ็บหน้าอก แน่นหน้าอก หายใจเร็ว เกิดอาการวิงเวียนศีรษะ ระบายท้องระบบทางเดินปัสสาวะ หรืออาจจะทำให้ผิวหนังมีสีน้ำเงินได้ และหากมีการปนเปื้อนในน้ำจะก่อให้เกิดผลกระทบต่อแหล่งน้ำและอาจทำอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตที่อาศัยอยู่ในแหล่งน้ำโดยตรงได้ จึงจำเป็นต้องมีการบำบัดก่อนปล่อยออกสู่

แหล่งน้ำธรรมชาติ ซึ่งในการบำบัดนั้นสามารถดำเนินการได้หลายวิธี เช่น กระบวนการดูดซับ เป็นวิธีการที่ได้รับความนิยมเนื่องจากไม่ต้องเติมสารเคมีลงไป在水里เสีย ใช้เงินลงทุนน้อย ใช้สถานที่ไม่มากนัก แต่วิธีดังกล่าวยังมีข้อจำกัดอยู่เพราะจะต้องนำวัสดุดูดซับเหล่านั้นไปกำจัดต่อไป ปัจจุบันจึงมีการใช้กระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic process) เข้ามาช่วยในการกำจัดสีย้อมดังกล่าว เนื่องจากสามารถกำจัดสีได้ดีและไม่มีตะกอนหรือสารตกค้างภายหลังการบำบัดอีกด้วย (Chau, *et al.*, 2012)

ตารางที่ 2.5 สมบัติทางกายภาพของสีย้อมเมทิลีนบลู

สูตรทางเคมี	$C_{16}H_{18}N_3S^+Cl^-$
ชื่อเรียก	เมทิลีนบลู (Methylene blue)
ลักษณะ	ผงผลึกสีเขียวเข้ม
มวลโมเลกุล	319.86 กรัมต่อโมล
ความหนาแน่น	400-600 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร
ค่า pH	3 (10 กรัมต่อลิตร/ H_2O / 20 องศาเซลเซียส)



รูปที่ 2.20 โครงสร้างของสีย้อมเมทิลีนบลู

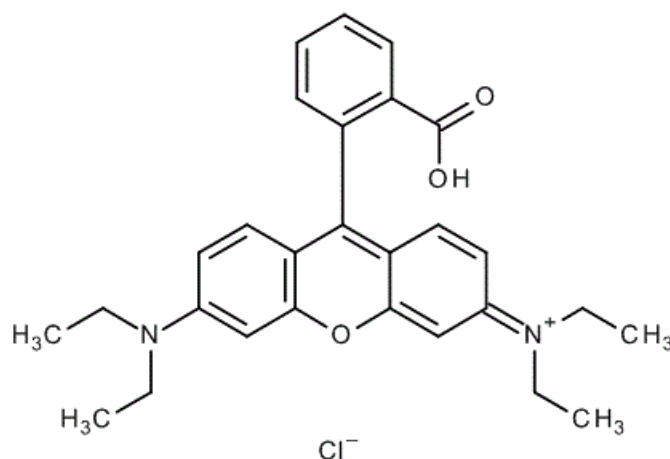
ที่มา: http://www.merckmillipore.com/TH/en/product/Methylene-blue-%28C.I.-52015%29,MDA_CHEM-159270?ReferrerURL=https%3A%2F%2Fwww.google.co.th%2F

2.5.4 สีย้อมโรห์ตามีน บี (Rhodamine B dye)

สีย้อมโรห์ตามีน บี ถูกจัดอยู่ในประเภทสีเบสิค (Basic dye) ที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ดี มีสถานะเป็นของแข็ง อนุกรมมิห้อง ลักษณะโดยทั่วไปเป็นผงผลึกสีเขียวเข้ม หากละลายอยู่ในของเหลวจะมีสีแดง สีย้อมดังกล่าวได้รับความนิยมในการนำมาใช้เป็นสีย้อม Tracer ในน้ำ เพื่อใช้ตรวจสอบอัตราและทิศทางการไหลของน้ำ นอกจากนี้ยังถูกนำมาใช้งานอย่างแพร่หลายในงานวิจัยทางด้านเทคโนโลยีชีวภาพอีกด้วย

ตารางที่ 2.6 สมบัติทางกายภาพของสีย้อมโรห์ตามีน บี

สูตรทางเคมี	$C_{28}H_{31}ClN_2O_3$
ชื่อเรียก	โรห์ตามีน บี (Rhodamine B)
ลักษณะ	ผงผลึกสีเขียวเข้ม
มวลโมเลกุล	479.02 กรัมต่อโมล
ความหนาแน่น	250 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร
ค่า pH	3-4 (10 กรัมต่อลิตร/ H_2O / 20 องศาเซลเซียส)



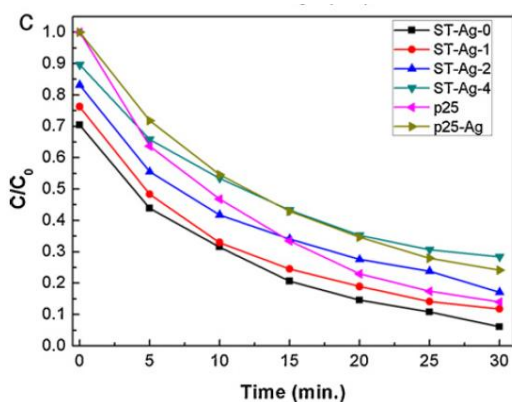
รูปที่ 2.21 โครงสร้างของสีย้อมโรห์ตามีน บี

ที่มา: http://www.merckmillipore.com/TH/en/product/Rhodamine-B-%28C.I.45170%29,MDA_CHEM107599?ReferrerURL=https%3A%2F%2Fwww.google.co.th%2F

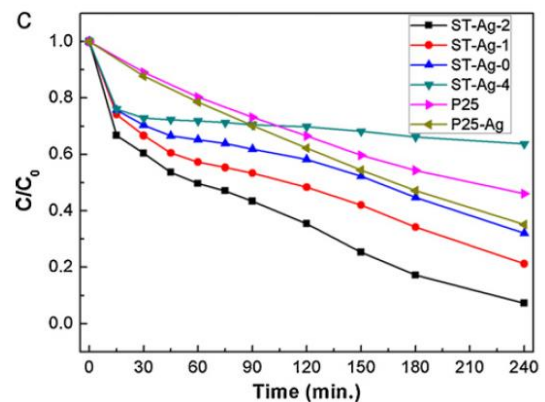
จากการศึกษาพบว่าได้มีหลายงานวิจัยศึกษาและพัฒนาโดยนำกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic process) มาใช้ในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ ดังตัวอย่างงานวิจัยที่กล่าวถึงต่อไปนี้

Hou, *et al.* (2009) ได้ทำการศึกษาการกำจัดสีย้อมเมทิลีน ออเรนจ์ (Methylene orange) ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV โดยได้สังเคราะห์วัสดุโฟโตคะตะไลติก Ag/TiO₂ แบบฟิล์มสำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ามีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีน ออเรนจ์ ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติกถึงร้อยละ 73 เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาผ่านไป 200 นาที ภายใต้แสง UV โดยกระบวนการกำจัดสีย้อมเมทิลีนออเรนจ์นั้นจะเป็นการไปทำลายโครงสร้างของสีดังกล่าวให้กลายเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ

Zhao, *et al.* (2011) ทำการสังเคราะห์วัสดุนาโนไฮบริด Ag modified hollow SiO₂/TiO₂ ซึ่งเป็นตัวคะตะลิสต์สำหรับเร่งปฏิกิริยาของกระบวนการโฟโตคะตะไลติก เพื่อใช้ในการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี (Rhodamine B, RhB) ในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic) จากการทดลองพบว่าอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการสังเคราะห์วัสดุนาโนไฮบริด Ag modified hollow SiO₂/TiO₂ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร มากกว่าร้อยละ 90 เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาผ่านไป 30 นาที ภายใต้แสง UV และระยะเวลา 240 นาที ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 2.22



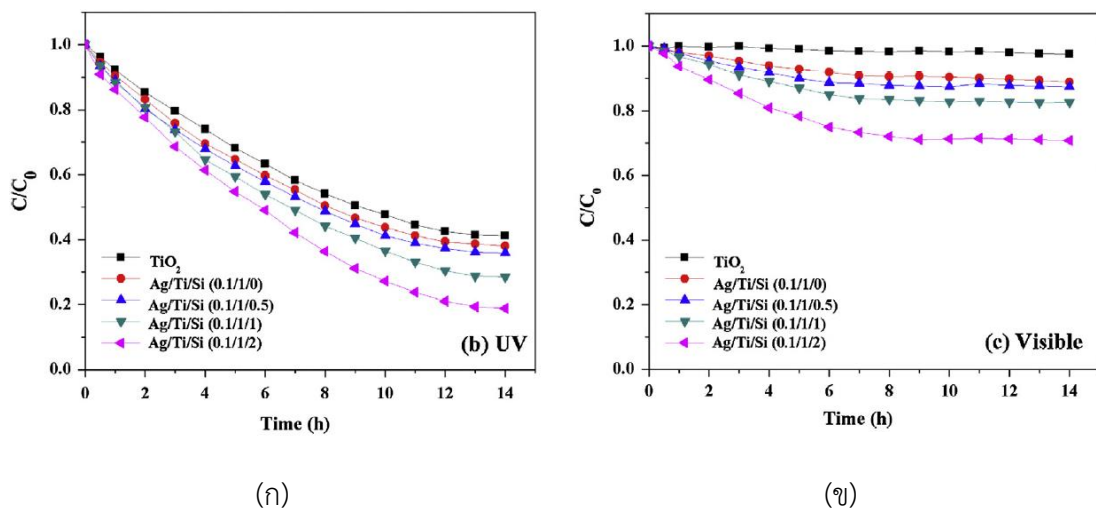
(ก)



(ข)

รูปที่ 2.22 การกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (ก) ภายใต้แสง UV และ (ข) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (Zhao, *et al.*, 2011)

และ Tongon, *et al.* (2014) ทำการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมโพสิต Ag/TiO₂/MCM-41 แบบฟิล์มที่ตอบสนองภายใต้แสงที่ตามองเห็นด้วยเทคนิคโซล-เจลโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งความร้อน เพื่อใช้เป็นตัวคะตะลิสต์ในกระบวนการโฟโตคะตะไลติกสำหรับการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue) ในน้ำเสีย ซึ่งในการทดลองครั้งนี้จะใช้น้ำเสียสังเคราะห์ของสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 10⁻⁵ โมลาร์ ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เมื่อทำการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูภายใต้สภาวะการฉายแสงด้วย UV และแสงที่ตามองเห็นพบว่าอัตราส่วนที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์วัสดุนาโนคอมโพสิต Ag/TiO₂/MCM-41 แบบฟิล์ม คือ Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูดีที่สุดในช่วง 81 ภายใต้แสง UV และร้อยละ 30 ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ซึ่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในการลดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยวัสดุนาโนคอมโพสิตฟิล์มแสดงลักษณะการเกิดปฏิกิริยาแบบ pseudo first-order และมีค่า R² มากกว่า 0.9 ดังแสดงในรูปที่ 2.23



รูปที่ 2.23 ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue) ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก (ก) ภายใต้แสง UV และ (ข) ภายใต้แสงที่ตามองเห็น (Tongon, *et al.*, 2014)

บทที่ 3

วิธีการศึกษาวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบ (Rice husk silica) ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel) แบบ In-situ โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ได้แก่ ระดับพลังงาน (Microwave power) ระยะเวลาในการให้ความร้อน (Irradiation Time) และอัตราส่วนของโลหะเงิน (Ag molar ratios) ที่เหมาะสมในการก่อโครงสร้างผลึก โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สังเคราะห์ได้ถูกนำไปเคลือบบนพลาสติกรีไซเคิลประเภทโพลิสไตรีน (recycled PS) จากนั้นจึงนำไปศึกษาประสิทธิภาพของการบำบัดน้ำทิ้งสีย้อมจากอุตสาหกรรมสิ่งทอและฟอกย้อม

3.1 วัสดุและเครื่องมือ

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

- กระดาษกรอง เบอร์ 42 และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 110 มิลลิเมตร (Whatman)
- กระดาษลิสมีสีน้ำเงิน (Whatman)
- กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง (Merck)
- แกลบ (Rice husk) จากโรงสีข้าว อำเภอสิงหนคร จังหวัดสงขลา
- เครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer) ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG
- เครื่องชั่งสารเคมี 4 ตำแหน่ง (Digital Balance) ยี่ห้อ METTIER TOLEDO
- เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) ยี่ห้อ SARTORIUS Docu-pH meter รุ่น PY-P11
- ชุดขวดเทฟลอนทนความร้อน (PTFE autoclave bottles)
- ชุดเครื่องแก้วสำหรับสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41

- ตู้อบ (Oven) ยี่ห้อ MEMMERT รุ่น UNB 100-500
- เตาเผาความร้อนสูง (Muffle furnace) ยี่ห้อ CARBOLITE รุ่น RWF 110
- ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump) ยี่ห้อ GAST พร้อมชุดกรองสุญญากาศ (Buchner funnel)
- โฟมพอลิสไตรีน (PS foam)
- ไมโครเวฟ (Domestic microwave oven) ยี่ห้อ Samsung รุ่น MS231301 ขนาด 25 ลิตร
- หลอดฟลูออเรสเซนต์ ขนาด 15 วัตต์ ความยาว 45 เซนติเมตร (Philips)
- หลอดไฟฆ่าเชื้อโรค UVC ขนาด 15 วัตต์ ความยาว 45 เซนติเมตร
- หลอดประหยัดไฟอิเล็กทรอนิกส์คู่เดย์ไลท์ ขนาด 23 วัตต์ (Panasonic)

3.1.2 สารเคมี

- กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3 , 65%, Merck)
- กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid 37%, HCl , Merck)
- ซิลเวอร์ไนเตรท (Silver nitrate, AgNO_3 , 99%, POCH S.A.)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH , Merck)
- ทินเนอร์ (Thinner, C_7H_8 , 100%, Barco, TOA paint)
- ไทเทเนียมไดออกไซด์ ประเภทอนาเทส (Titanium (IV) oxide, anatase, TiO_2 , 99.7%, Merck)
- ไทเทเนียมบิวทอกไซด์ (Titanium (IV) butoxide, $\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$, 97%, Fluka)
- น้ำกลั่น (Deionized water)
- สีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue, $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{ClS} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Merck)
- อะซิโตน (Acetone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$, Merck)
- อะซิetylอะซิโตน (Acetylacetone, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$, 99%, Merck)
- เอทานอล (Ethanol 70%, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, Commercial Grade, Merck)
- เฮกซะเดกซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB, $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrNH}_4$, 96%, Fluka)



รูปที่ 3.1 ชุดขวดเทฟลอนทนความร้อน (PTFE autoclave bottles)

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์

- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer (XRF)

ซิลิกาที่สกัดได้จากแกลบ (RH Silica) ถูกนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง XRF (WDXRF PW 2004, Philips) ซึ่งในการวิเคราะห์องค์ประกอบและปริมาณธาตุนั้นใช้กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของเครื่องที่ 100 มิลลิแอมแปร์ และ 24 กิโลโวลต์ ตามลำดับ โดยทำการตรวจวัดปริมาณรังสีเอ็กซ์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence) ที่ปลดปล่อยออกมาจากธาตุองค์ประกอบชนิดต่าง ๆ

- เครื่อง X-ray Diffraction Spectroscopy (XRD)

ซิลิกาที่สกัดได้จากแกลบ RH-MCM-41 และวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยา Ag-Ti-RH-MCM-41 ถูกนำมาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะและโครงสร้างผลึก ด้วยเครื่อง XRD (D8 Discover with Acbel mirror; Bruker) ด้วย $\text{CuK}\alpha$ ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ โดยการสแกนทุก 0.02 องศาต่อวินาที ในระยะเวลา 0.4 วินาทีต่อครั้ง ในตัวอย่างของซิลิกาที่มุม 2θ ในช่วง 10–35 องศา สำหรับตัวอย่าง RH-MCM-41 ที่มุม 1–8 องศา และสำหรับตัวอย่างวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยา Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่มุม 20–70 องศา

- เครื่อง UV-visible Diffuse Reflectance Spectrometer (UV-DRs)

วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ในรูปของผง (Powder) ถูกนำมาเคลือบลงบนแผ่นพลาสติก ขนาด 3x3 เซนติเมตร และนำมาใช้ในการวิเคราะห์ความแตกต่างของปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนในช่วงคลื่นแสง UV และแสงที่ตามองเห็นด้วยเครื่อง UV-visible diffuse reflectance spectrometer (U-4100, Hitachi) โดยทำการสแกนที่ความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร

- เครื่อง Brunauer Emmett Teller Surface Analyzer (BET)

วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ในรูปของผง (Powder) จำนวน 0.1 มิลลิกรัม ถูกนำไปกำจัดความชื้นและสิ่งสกปรกเจือปน (Impurity) จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางด้านพื้นที่ผิว (Surface area) และความเป็นรูพรุน (Porosity) ด้วยเครื่อง BET (Autosorb 1 MB, Quantachrome) โดยอาศัยเทคนิคการดูดซับ-การคายซับ (Adsorption-Desorption) ของก๊าซไนโตรเจน (N_2 gas) ภายใต้สภาวะการไหลของก๊าซไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 3-8 ชั่วโมง และวิเคราะห์ความดันสัมพันธ์ (P/P_0) ของการดูดซับ-การคายซับตามทฤษฎี BET ทั้งหมด 99 จุด

- เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer

เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer (Genesys10-S, Thermo Electron Co.) ถูกนำมาใช้ในการศึกษาประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic reaction) ของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ โดยทำการวิเคราะห์ปริมาณการลดลงของสีย้อมเมทิลีนบลูและสีย้อมโรห์ตามีน บี จากการเปลี่ยนแปลงของการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างระหว่างการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic reaction) จนกระทั่งถึงจุดสมดุลจากการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิด ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 664 และ 554 นาโนเมตร สำหรับสีย้อมเมทิลีนบลูและสีย้อมโรห์ตามีน บี ตามลำดับ

- เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM)

เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) ถูกนำมาใช้ในการถ่ายภาพเพื่อวิเคราะห์คุณสมบัติของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ เช่น ลักษณะของรูพรุน รูปแบบการกระจายของรูพรุน และสามารถนำมาใช้ในการประมาณเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนและขนาดของผลึกได้ด้วยเครื่อง TEM (TECNAI 20, Philips) โดยใช้แรงดันไฟฟ้า 100 กิโลโวลต์ กำลังขยายตั้งแต่ 89,000-680,000 เท่า ซึ่งในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างนั้นต้องนำวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียม

ได้ในรูปของผง (Powder) มากระจายตัวในสารละลายเอทานอล (ethanol, C_2H_4O) ก่อนนำไปหยดลงบนแผ่นฟิล์มสำหรับใช้ในการวิเคราะห์

- เครื่อง Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer (SEM-EDX)

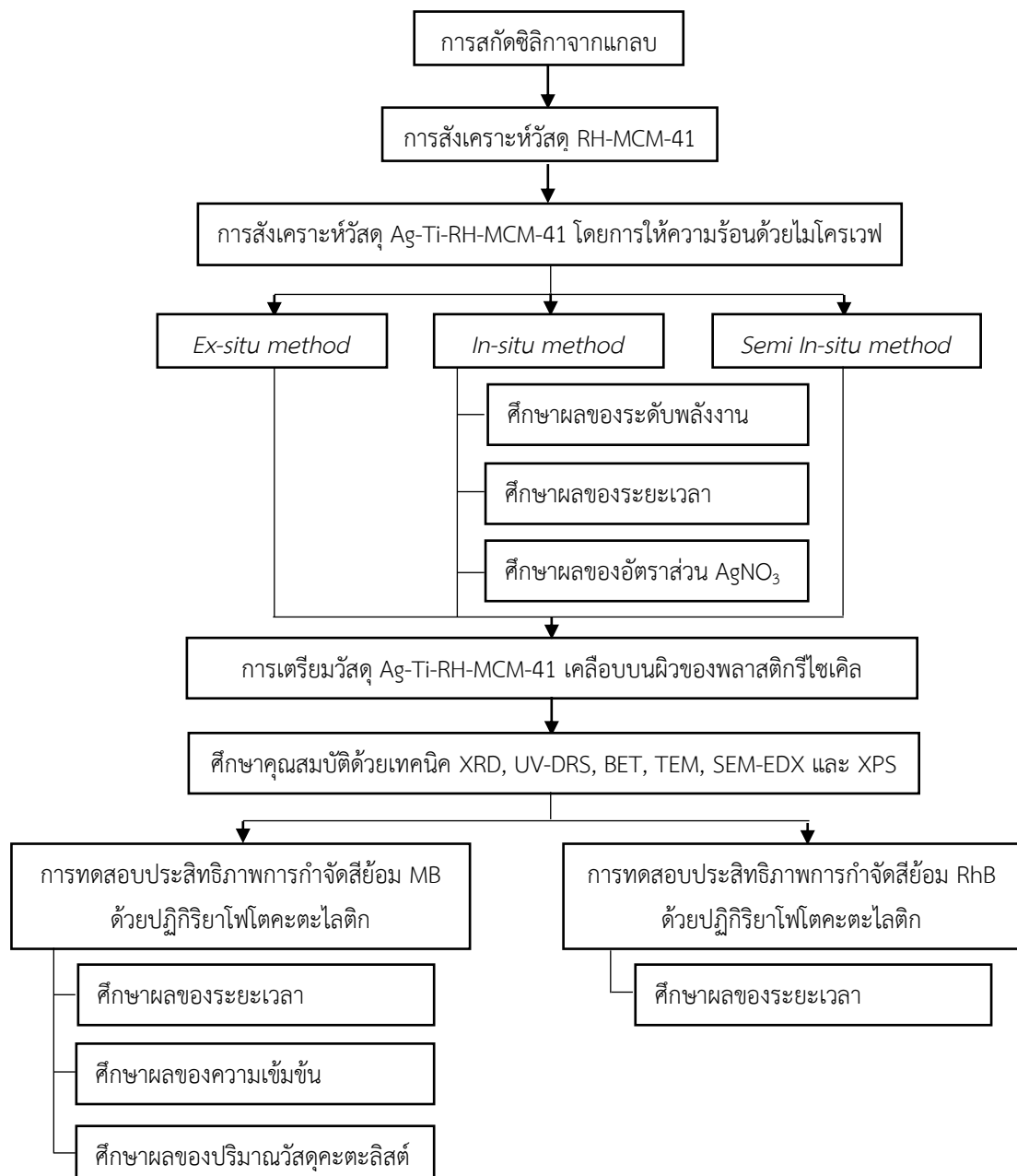
เครื่อง Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer (SEM-EDX) ถูกนำมาใช้วิเคราะห์ลักษณะอนุภาค ปริมาณธาตุ และการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ บนพื้นผิวของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง SEM-EDX (Quanta 400, SEM-Quanta, FEI) และติดตั้งตัวตรวจวัด EDX (Oxford, X-Max 80) โดยอาศัยหลักการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่กำลังขยาย 15,000–20,000 เท่า

- เครื่อง X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ในรูปของผง (Powder) ถูกนำมาเคลือบลงบนแผ่นพลาสติกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางวงกลม 0.5 เซนติเมตร จากนั้นนำมาใช้วิเคราะห์ค่าพลังงานจลน์ด้วยเครื่อง X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ซึ่งบ่งบอกถึงองค์ประกอบและการเกิดพันธะของธาตุชนิดต่าง ๆ ที่พบในวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพด้วยเครื่อง XPS (AXIS Ultra DLD, Kratos) โดยอาศัยการยิงรังสี X-ray และศึกษาจากค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ของโฟโตอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากอะตอมของตัวอย่าง

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานศึกษาวิจัย แบ่งขั้นตอนการดำเนินงานออกเป็นขั้นตอน ดังแผนผังการดำเนินงานทดลอง แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนผังการทดลอง (Experimental procedure)

3.2.1 การสกัดซิลิกาจากแกลบ

การสกัดซิลิกาจากแกลบ (RH Silica) สำหรับนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุ RH-MCM-41 และ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยประยุกต์ใช้ขั้นตอนการสกัดของ Grisadanurak, *et al.* (2003) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) ทำความสะอาดแกลบด้วยน้ำสะอาด เพื่อล้างสิ่งสกปรกและฝุ่นผงออก จากนั้นนำไปอบให้แห้ง
- 2) หลังจากนั้นนำแกลบที่ผ่านการทำความสะอาดและอบแห้งแล้ว จากนั้นนำมาต้มด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 2 ชั่วโมง
- 3) จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นและนำมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เป็นกลาง ก่อนนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง
- 4) นำแกลบที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ทั้งหมดออก
- 5) นำซิลิกาที่สกัดได้จากแกลบไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีด้วยเครื่อง XRD และ XRF

3.2.2 การสังเคราะห์วัสดุ RH-MCM-41

ซิลิกาจากแกลบถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุ RH-MCM-41 อัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ $1\text{SiO}_2 : 1.09\text{NaOH} : 0.13\text{CTAB} : 120\text{H}_2\text{O}$ โดยประยุกต์ใช้ขั้นตอนการสังเคราะห์จาก Grisadanurak, *et al.* (2003) และ Ergun, *et al.* (2013) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) เตรียมสารละลาย CTAB โดยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.26 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 150 มิลลิลิตร จากนั้นผสม CTAB 3 กรัม ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์คนให้เข้ากัน
- 2) เตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.88 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 8 มิลลิลิตร จากนั้นผสมซิลิกาแกลบ 4.32 กรัม ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์คนให้เข้ากัน
- 3) ผสมสารละลาย CTAB และสารละลายโซเดียมซิลิเกต คนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง ให้เท่ากับ 10 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

- 4) ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้ระดับพลังงาน 200 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที
- 5) จากนั้นกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยเอทานอลและน้ำกลั่น ก่อนนำผลึกที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ผลึกที่เกิดขึ้นในขั้นตอนนี้เรียกว่า “As-synthesized RH-MCM-41”
- 6) นำผลึก As-synthesized RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้มาเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง ผลึกที่เกิดขึ้นในขั้นตอนนี้เรียกว่า “RH-MCM-41”
- 7) นำวัสดุ RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีด้วยเครื่อง XRD, UV-DRS, BET, TEM, SEM-EDX, XPS และการทดสอบประสิทธิภาพด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

3.2.3 การสังเคราะห์วัสดุ Ti-RH-MCM-41

วัสดุ Ti-RH-MCM-41 สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel) โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ซึ่งใช้วิธีการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) อัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ Ti : Si เท่ากับ 1 : 2 โดยประยุกต์ใช้ขั้นตอนการสังเคราะห์จาก (Tongon, *et al.*, 2014) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการผสมไทเทเนียมบิวทอกไซด์ 12.25 มิลลิลิตร สารละลายเอทานอล 37.85 มิลลิลิตร สารละลายเอซิทิลอะซิโตน 1.85 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 1.3 มิลลิลิตร และกรดไนตริก (65%) 0.5 มิลลิลิตร พร้อมคนที่อุณหภูมิห้อง
- 2) จากนั้นเติม As-synthesized RH-MCM-41 4.32 กรัม ลงไปในสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์ และคนที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง
- 3) ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 นาที
- 4) จากนั้นนำไปอบให้แห้ง และเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 5 ชั่วโมง
- 5) นำวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีด้วยเครื่อง XRD, UV-DRS, BET, TEM, SEM-EDX, XPS และการทดสอบประสิทธิภาพด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

3.2.4 การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41

วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel) โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ซึ่งสามารถแบ่งวิธีการสังเคราะห์ออกเป็น 2 วิธี คือ วิธีการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) และวิธีการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) โดยประยุกต์ใช้ขั้นตอนการเตรียมจาก Tongon, *et al.* (2014) ตามอัตราส่วน $1\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4 : 18\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} : 0.5\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2 : 2\text{H}_2\text{O} : 0.2\text{HNO}_3 : 0.1\text{AgNO}_3$ (ร้อยละ 10 โดยโมล ของโลหะเงิน) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

วิธีการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ)

- 1) เตรียมเจือโลหะเงินลงบนผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการผสมไทเทเนียมบิวทอกไซด์ 12.25 มิลลิลิตร และซิลเวอร์ไนเตรท 0.61 กรัม คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมสารละลายเอทานอล 37.85 มิลลิลิตร สารละลายเอซิทิลอะซิโตน 1.85 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 1.3 มิลลิลิตร และกรดไนตริก (65%) 0.5 มิลลิลิตร พร้อมคนที่อุณหภูมิห้อง
- 2) จากนั้นเติม As-synthesized RH-MCM-41 4.32 กรัม ลงไปในโลหะเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ และคนที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง
- 3) นำสารที่เตรียมได้มาให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 นาที
- 4) จากนั้นนำไปอบให้แห้ง และเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 5 ชั่วโมง
- 5) นำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีด้วยเครื่อง XRD, UV-DRS, BET, TEM, SEM-EDX, XPS และการทดสอบประสิทธิภาพด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

วิธีการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ)

- 1) เตรียมสารละลาย CTAB โดยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.26 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 150 มิลลิลิตร จากนั้นผสม CTAB 3 กรัม ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์คนให้เข้ากัน
- 2) เตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.88 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 8 มิลลิลิตร จากนั้นผสมซิลิกาแกลบ 4.32 กรัม ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์คนให้เข้ากัน

- 3) ผสมสารละลาย CTAB และสารละลายโซเดียมซิลิเกต คนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง พร้อมกับควบคุมความเป็นกรด-ด่าง ให้เท่ากับ 10 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
- 4) เตรียมเจือโลหะเงินลงบนผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการผสมไทเทเนียมบิวทอกไซด์ 12.25 มิลลิลิตร และซิลเวอร์ไนเตรท 0.61 กรัม คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมสารละลายเอทานอล 37.85 มิลลิลิตร สารละลายเอซิทิลอะซิโตน 1.85 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 1.3 มิลลิลิตร และกรดไนตริก (65%) 0.5 มิลลิลิตร พร้อมคนที่อุณหภูมิห้อง
- 5) ผสมสารละลายโลหะเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ลงในสารละลายผสมระหว่าง CTAB และสารละลายโซเดียมซิลิเกต และคนที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง พร้อมกับควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่างให้เท่ากับ 10 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
- 6) นำสารละลายที่เตรียมได้มาให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที
- 7) จากนั้นกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยเอทานอลและน้ำกลั่น ก่อนนำฟิล์มที่ได้ไปอบให้แห้ง และเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง
- 8) นำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ที่สังเคราะห์ได้ วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีด้วยเครื่อง XRD, UV-DRS, BET, TEM, SEM-EDX, XPS และการทดสอบประสิทธิภาพด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก
- 9) ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1) – 7) โดยศึกษาระยะเวลาในการให้ความร้อนที่เหมาะสม สำหรับการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 คือ 10 20 30 และ 40 นาที
- 10) ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1) – 7) โดยศึกษาอัตราส่วนของโลหะเงิน (Ag molar ratios) ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ คือ อัตราส่วนของโลหะเงิน เท่ากับ 0.01 0.1 0.25 และ 0.5 โดยโมล

วิธีการสังเคราะห์แบบกึ่งผสม (Semi in-situ)

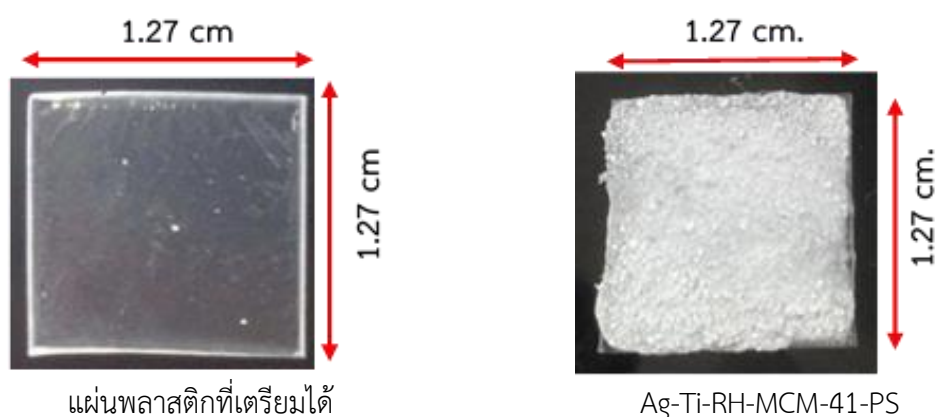
- 1) เตรียมสารละลาย CTAB โดยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.26 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 150 มิลลิลิตร จากนั้นผสม CTAB 3 กรัม ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์คนให้เข้ากัน
- 2) เตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.88 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 8 มิลลิลิตร จากนั้นผสมซิลิกาแกลบ 4.32 กรัม ลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์คนให้เข้ากัน
- 3) ผสมสารละลาย CTAB และสารละลายโซเดียมซิลิเกต คนให้เข้ากันเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง และปรับความเป็นกรด-ด่าง ให้เท่ากับ 10 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
- 4) ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้ระดับพลังงาน 200 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที
- 5) เตรียมเจือโลหะเงินลงบนผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการผสมไทเทเนียมบิวทอกไซด์ 12.25 มิลลิลิตร และซิลเวอร์ไนเตรท 0.61 กรัม คนจนเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมสารละลายเอทานอล 37.85 มิลลิลิตร สารละลายเอซิทิลอะซิโตน 1.85 มิลลิลิตร น้ำกลั่น 1.3 มิลลิลิตร และกรดไนตริก (65%) 0.5 มิลลิลิตร พร้อมคนที่อุณหภูมิห้อง
- 6) ผสมสารละลายเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ลงในสารละลายผสมระหว่าง CTAB และสารละลายโซเดียมซิลิเกต และคนที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง พร้อมกับควบคุมปริมาณค่าความเป็นกรด-ด่าง ให้เท่ากับ 10 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
- 7) ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟโดยใช้ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที
- 8) จากนั้นกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ก่อนนำไปล้างตะกอนออกด้วยเอทานอลและน้ำกลั่น จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ไปอบให้แห้งและเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

- 9) นำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ที่สังเคราะห์ได้ วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีด้วยเครื่อง XRD, UV-DRS และการทดสอบประสิทธิภาพด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

3.2.5 การเตรียม Ag-Ti-RH-MCM-41 เคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS)

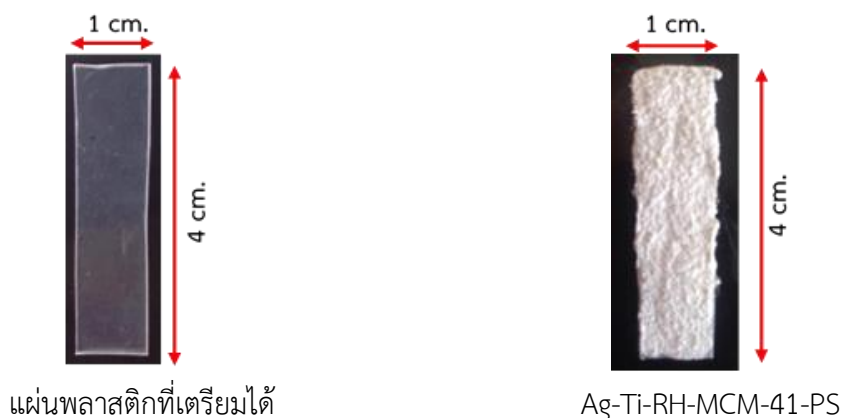
การนำ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่เตรียมได้ไปเคลือบบนผิวของพลาสติกรีไซเคิลพอลิสไตรีน (recycled PS) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการใช้งานของวัสดุ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายโฟมพอลิสไตรีน (PS foam) โดยนำโฟมพอลิสไตรีนจำนวน 30 กรัม ตัดแบ่งเป็นชิ้นเล็ก ๆ จากนั้นใส่โฟมลงในสารละลายผสมระหว่างทินเนอร์ 150 มิลลิลิตร และสารละลายอะซิโตน 50 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันที่สภาวะอุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง
- 2) จากนั้นเทสารละลายผสมที่เตรียมได้ลงไปแม่พิมพ์ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ทิ้งไว้จนแห้ง
- 3) นำแผ่นพลาสติกที่แห้งแล้วมาตัดให้มีขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) สำหรับใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผ่นพลาสติกที่เตรียมได้ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-PS ที่เคลือบบนแผ่นพลาสติกขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร

- 4) นำแผ่นพลาสติกที่ได้มาทาเคลือบด้วยสารละลายผสมอีกครั้ง ก่อนนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โรยลงบนแผ่นพลาสติกปริมาณ 50 มิลลิกรัมต่อตารางเซนติเมตร และทิ้งไว้จนแห้ง
- 5) วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแผ่นวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-PS ที่เคลือบด้วยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยเทคนิค UV-DRS และ XPS รวมทั้งทดสอบประสิทธิภาพการใช้งานด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก
- 6) ทำการทดลองซ้ำข้อ 1) และ 2) ตัดให้มีขนาด 1x4 เซนติเมตร สำหรับใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสารอินทรีย์ระเหยง่ายด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผ่นพลาสติกที่เตรียมได้ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-PS ที่เคลือบบนแผ่นพลาสติกขนาด 1x4 เซนติเมตร

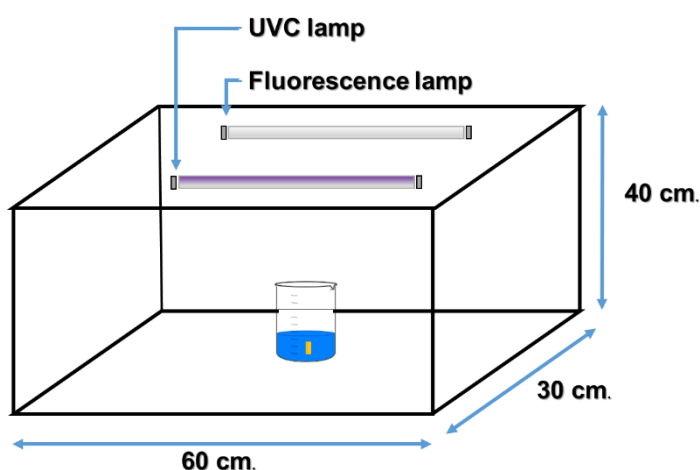
3.2.6 การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Photocatalytic reaction)

การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ที่เคลือบลงบนแผ่นวัสดุ recycled PS ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก โดยการทดลองนี้ใช้สีย้อมสังเคราะห์ ได้แก่ สีย้อมเมทิลีนบลู และสีย้อมโรห์ตามีน บี ซึ่งเป็นตัวแทนสีย้อมผ้าประเภทดิสเพิร์ส และประยุกต์ใช้ขั้นตอนการทดสอบของ Klankaw, *et al.* (2012); Sahoo, *et al.* (2013); Zhao, *et al.*, (2011) ซึ่งแบ่งเป็นขั้นตอนดังนี้

**การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก
ของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้**

- 1) นำแผ่นวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ ใส่ลงในสีย้อมเมทิลีนบลู 60 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1×10^{-5} โมลาร์ จากนั้นนำไปไว้ใน Photocatalytic reactor สำหรับฉายแสงด้วยหลอด UVC ดังแสดงในรูปที่ 3.5
- 2) ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูที่ลดลงด้วยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายสีย้อมเมทิลีนบลูคงที่ หรือมีค่าเท่ากับศูนย์
- 3) ทำการทดลองซ้ำข้อ 1) และ 2) โดยนำแผ่นวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ ใหม่ ใส่ลงในสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นเริ่มต้น แล้วนำไปฉายแสงด้วยหลอดไฟฟลูออเรสเซนต์
- 4) จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยามาเปรียบเทียบกับประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น และศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก (Kinetic reaction)
- 5) ทำการทดลองซ้ำข้อ 1) – 3) แต่ศึกษาความเข้มข้นของสีย้อมสังเคราะห์ เมทิลีนบลูที่เหมาะสม โดยเตรียมสีย้อมสังเคราะห์เมทิลีนบลู 60 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน ตั้งแต่ 1×10^{-5} – 5×10^{-5} โมลาร์ และในขั้นตอนสุดท้ายนำค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยามาเปรียบเทียบกับประสิทธิภาพ การกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น เพื่อหาความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสม
- 6) ทำการทดลองซ้ำข้อ 1) – 3) แต่ศึกษาปริมาณของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม โดยใส่จำนวนแผ่นวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน ตั้งแต่ 1-5 แผ่น ปริมาณเท่ากับ 30 60 90 120 และ 150 มิลลิกรัม ตามลำดับ และในขั้นตอนสุดท้ายนำค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยามาทำ

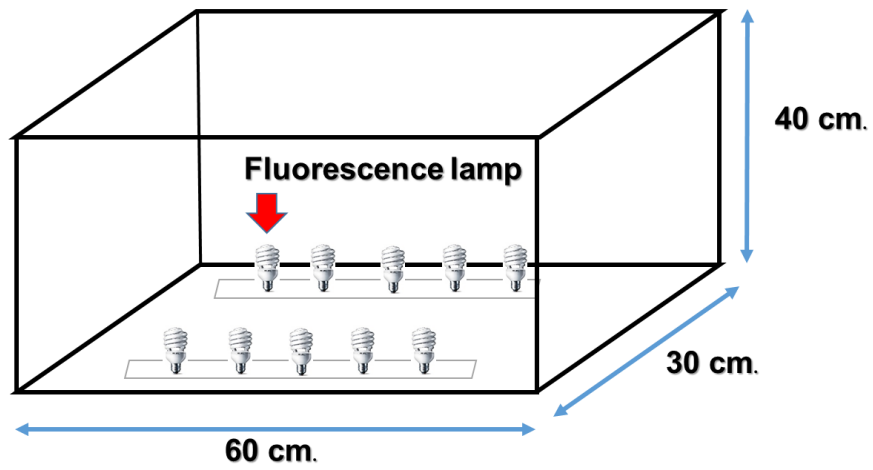
การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็นเพื่อหาปริมาณของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม



รูปที่ 3.5 Photocatalytic reactor สำหรับทดสอบการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

- 1) นำแผ่นวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ ใส่ลงไปในสีย้อมโรห์ตามีน บี 45 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นนำไปไว้ในกล่อง Photocatalytic reactor สำหรับฉายแสงด้วยหลอดไฟฟลูออเรสเซนต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.6
- 2) ทำการวัดค่าสเปกตรัมด้วยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายสีย้อมโรห์ตามีน บี คงที่หรือมีค่าเท่ากับศูนย์



รูปที่ 3.6 Photocatalytic reactor สำหรับทดสอบการกำจัดสีของโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

บทที่ 4

ผลการศึกษาและวิจารณ์ผลการศึกษา

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบ (Rice husk silica) ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel) แบบ In-situ โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ซึ่งปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ระดับพลังงาน (Microwave power) ระยะเวลา (Reaction Time) และความเข้มข้นของโลหะเงิน (Silver concentration) ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปเคลือบบนพลาสติกกรีซเคลสจากโฟมเหลือทิ้งประเภทพอลิสไตรีน (recycled PS) จากนั้นจึงนำไปศึกษาประสิทธิภาพการบำบัดน้ำทิ้งสีย้อมสังเคราะห์ โดยแบ่งงานวิจัยออกเป็น 4 ส่วน ดังนี้

- 1) การสกัดซิลิกาจากแกลบ
- 2) การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจล แบบ In-situ โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน
- 3) การทดสอบประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

4.1 การสกัดซิลิกาจากแกลบ

การศึกษาลักษณะทั่วไป โครงสร้างผลึก และองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาที่สกัดจากแกลบ โดยการสกัดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง ก่อนวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ XRF

4.1.1 การวิเคราะห์ลักษณะทั่วไป

การสกัดซิลิกาจากแกลบด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ และเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเถ้าที่ได้มีลักษณะเป็นผงสีขาว ดังแสดงในรูปที่ 4.1 โดยลักษณะดังกล่าวเกิดจากพันธะของเซลลูโลสและลิกนินของแกลบถูกทำลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกด้วยการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และเมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ทำให้เซลลูโลสและลิกนินเกิดการสลายตัวกลายเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำจากการเผาไหม้ที่ความร้อนสูง



แกลบ

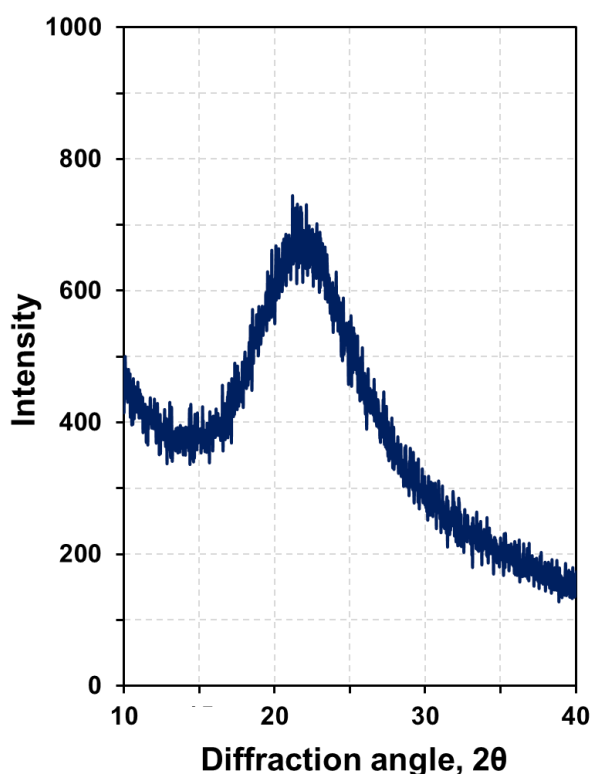


ซิลิกาจากแกลบ

รูปที่ 4.1 ลักษณะทั่วไปของแกลบที่นำมาใช้สกัดซิลิกา และซิลิกาที่สกัดได้

4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึก

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของซิลิกาที่สกัดจากแกลบด้วยเทคนิค XRD โดยใช้ $\text{CuK}\alpha$ ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ สแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 10 ถึง 40 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.2 พบว่าสเปกตรัมของ XRD ที่วิเคราะห์ได้ปรากฏพีคที่มีลักษณะเป็นฐานกว้าง (Broad peak) จุดกึ่งกลางของพีคอยู่ที่ตำแหน่ง 23 องศา ซึ่งช่วงพีคดังกล่าวแสดงถึงลักษณะเฉพาะของซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous silica) (Yalcin, *et al.*, 2001) ดังนั้นซิลิกาที่สกัดจากแกลบจึงสามารถนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ ได้แก่ RH-MCM-41 Ti-RH-MCM-41 และ Ag-Ti-RH-MCM-41 ได้



รูปที่ 4.2 ลักษณะโครงสร้างผลึกของซิลิกาที่สกัดจากแกลบด้วยเทคนิค XRD โดยผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง

4.1.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาที่สกัดจากแกลบด้วยเทคนิค XRF โดยใช้กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของเครื่อง 100 มิลลิแอมแปร์ และ 24 กิโลโวลต์ ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าถ้าที่ได้จากการเผาแกลบที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง มีองค์ประกอบหลัก คือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ปริมาณร้อยละ 99.76 โดยน้ำหนัก และ มีองค์ประกอบทางเคมีของสาร Oxide อื่น ๆ ปะปนอยู่เล็กน้อย เช่น AlO_3 , CaO , Fe_2O_3 , K_2O , P_2O_5 และ SO_3 อย่างไรก็ตามปริมาณซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ที่พบนั้นเป็นปริมาณที่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ ได้แก่ วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ได้

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาที่สกัดจากแกลบด้วยเทคนิค XRF โดยผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 4 ชั่วโมง

<i>Element</i>	<i>Rice husk (%wt)</i>
SiO_2	99.76
Al_2O_3	0.10
CaO	0.01
Fe_2O_3	0.03
K_2O	0.01
P_2O_5	0.14
SO_3	0.02

4.2 การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ In-situ โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ In-situ โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ได้แก่ ระดับพลังงาน ระยะเวลา และความเข้มข้นของโลหะเงิน ซึ่งสภาวะเริ่มต้นที่ใช้ในการศึกษา คือ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล จากนั้นจึงนำวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพด้วยเทคนิค XRD, UV-DRS, TEM, SEM-EDX, BET และ XPS และการทดสอบประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

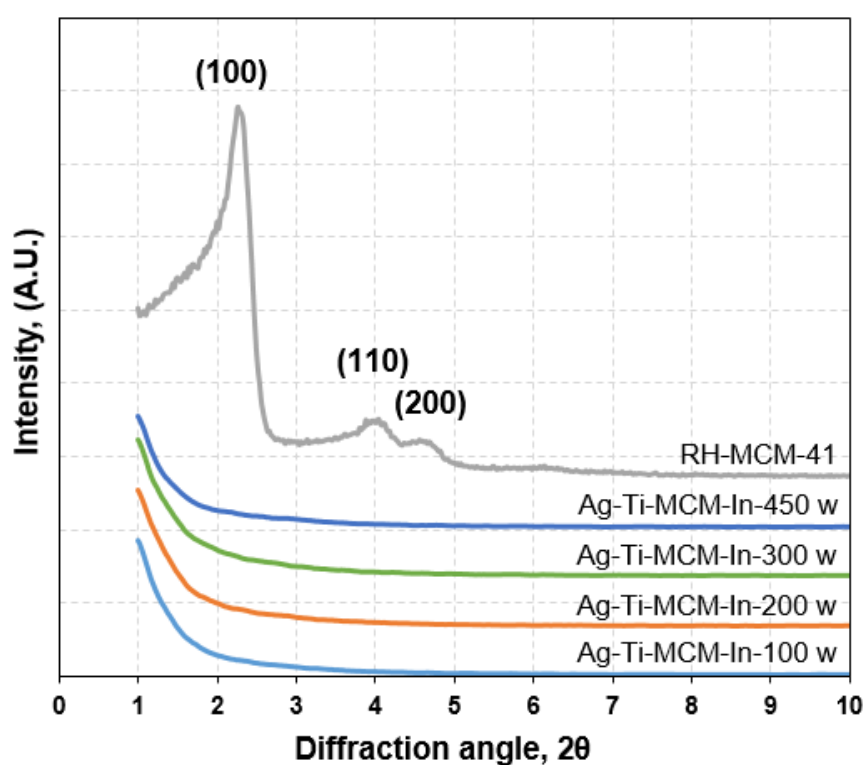
4.2.1 การศึกษาระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41

การศึกษาระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ In-situ โดยทำการศึกษาระดับพลังงานที่ 100 200 300 และ 450 วัตต์ ควบคุมระยะเวลาคงที่ 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติด้วยเทคนิค XRD และ UV-DRS และการทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

1) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยเทคนิค XRD โดยใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสี ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ สแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 1-8 องศา เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของ MCM-41 ดังแสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ไม่ปรากฏพิกที่บ่งบอกลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 และโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ซึ่งโดยทั่วไปปรากฏพิก 3 ตำแหน่ง

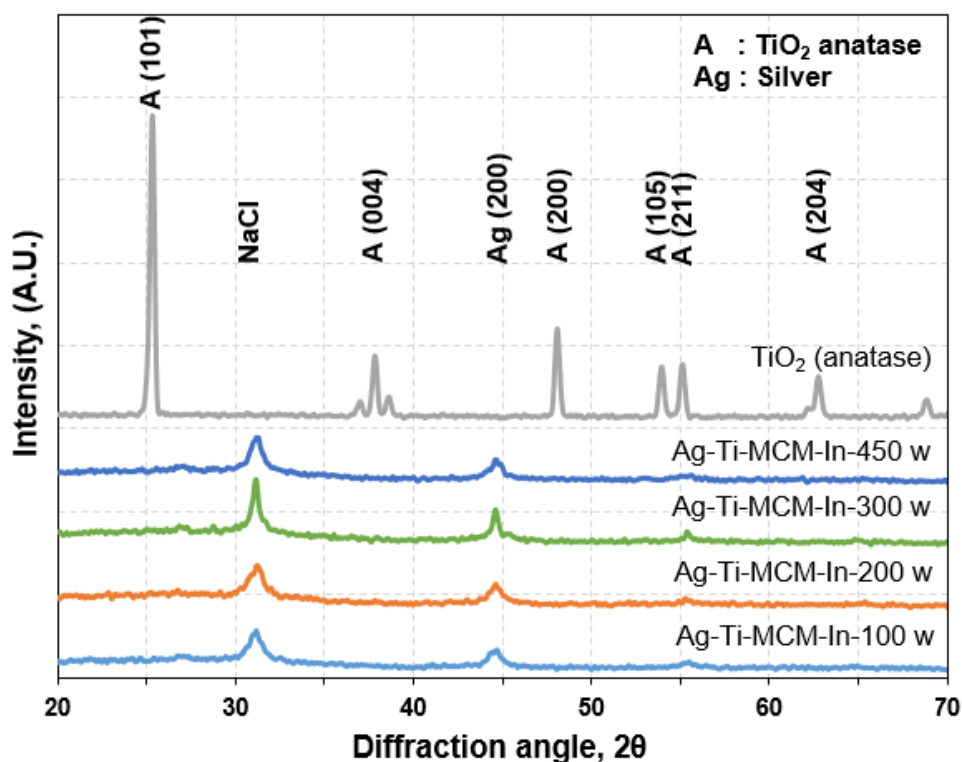
สอดคล้องกับค่า hkl ของการตกกระทบที่ตำแหน่งเท่ากับ 100 110 และ 200 ตามลำดับ (Beck, *et al.*, 1992) สาเหตุที่ไม่ปรากฏพีคดังกล่าวเกิดขึ้นจาก Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส และอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ที่มีขนาดอะตอมใหญ่กว่าซิลิกอนเข้าไปแทนที่ Si^{4+} ภายในโครงสร้างของ MCM-41 (Braconnier, *et al.*, 2009) ส่งผลให้การก่อโครงสร้าง Silicate framework และลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 เกิดความเสียหายและจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ



รูปที่ 4.3 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ที่ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

เมื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์และอนุภาคนาโนเงิน โดยสแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง $20-70$ องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าโดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ รูปแบบอนาเทสที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 (101) 37.9 (004) 48.1 (200) 53.9 (105) 55.0 (211) และ 62.7 (204) องศา ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 แต่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ปรากฏพีคที่ตำแหน่งเดียวกันทุกระดับพลังงานที่ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ คือ ปรากฏให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 55.0 องศา (211) ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 เท่านั้น และปรากฏให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 44.2 องศา (200) ตามมาตรฐาน JCPDS 03-0921 บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) เท่านั้น อย่างไรก็ตามเมื่อผู้วิจัยเพิ่มระดับพลังงานในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟเป็น 450 วัตต์ ส่งผลให้น้ำที่ใช้เป็นตัวทำละลายบางส่วนเกิดการระเหยออกจากระบบ ซึ่งทำให้ CTAB ไม่สามารถก่อตัวเป็นโครงสร้าง Hexagonal array ได้สมบูรณ์ อีกทั้งไม่สามารถทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับโซเดียมซิลิเกตได้ดี (Barrera, *et al.*, 2011) สำหรับสาเหตุที่วัสดุดังกล่าวไม่ปรากฏพีคไม่ครบทุกตำแหน่ง เนื่องจากระหว่างขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีการโซล-เจลโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ In-situ เป็นการผสมรวมกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท คือ สารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียม และสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกต จึงทำให้เกิดการรวมตัวกันระหว่างไทเทเนียม โลหะเงิน ซิลิกอน และออกไซด์ ในระหว่างการให้ความร้อน เพื่อก่อตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมได้เป็นอย่างดี จึงส่งผลให้เกิดเป็นโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่ไม่เกิดการแยกเฟสกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท

นอกจากนี้ยังพบพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 31 องศา บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโซเดียมคลอไรด์ เนื่องจากขั้นตอนการสังเคราะห์มีการใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการควบคุมความเป็นกรด-ด่าง ซึ่งความเข้มข้นของสารทั้งสองชนิดที่มากเกินไป ทำให้เกิดการรวมตัวกันระหว่าง Na^+ ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ Cl^- ของกรดไฮโดรคลอริก จึงเกิดเป็นโครงสร้างผลึกโซเดียมคลอไรด์ขึ้น (Tong on, 2013) ดังนั้นการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยเทคนิค XRD ไม่สามารถยืนยันได้ว่าระดับพลังงานที่ใช้ในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟมีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ

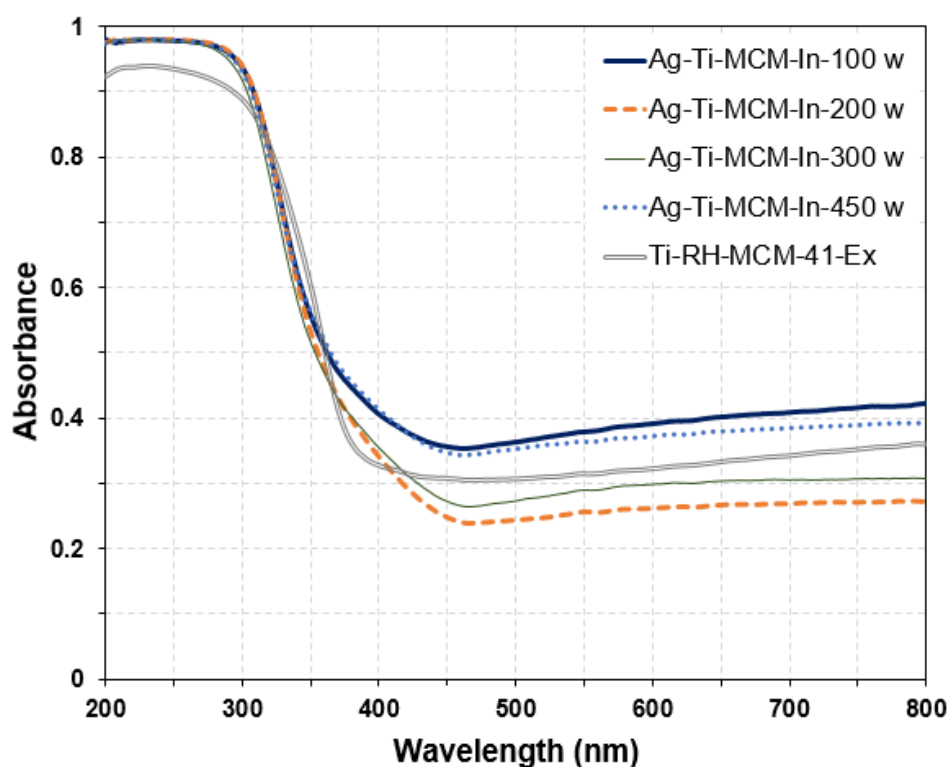


รูปที่ 4.4 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

2) การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค UV-DRS

การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) จากนั้นนำมาสแกนที่ความยาวคลื่นระหว่าง 200-800 นาโนเมตร และวัดค่าความเข้มแสง (Intensity) ที่สะท้อนกลับจากวัสดุเมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าโดยทั่วไปวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ไม่มีการดูดกลืนในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นหรือช่วงคลื่นระหว่าง 400-700 นาโนเมตร (Klankaw, *et al.*, 2012) แต่เมื่อนำโลหะเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ผสมกับ RH-MCM-41 ทำให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟที่ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น โดยระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่น

แสงที่ตามองเห็นมากที่สุด สาเหตุที่มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นนั้น เกิดจากการกระจายตัวของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ภายในโครงสร้าง Ti-O-Si และพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ทำหน้าที่ช่วยลดช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) และทำให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นก่อนกระโดดไปยังแถบการนำ (Conduction band) ได้ง่ายภายใต้แสงที่ตามองเห็น



รูปที่ 4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

การศึกษาค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบ ดังแสดงในตารางที่ 4.2 โดยคำนวณจากสมการ Band gap energy (E_g) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 พบว่าระดับพลังงาน 100 และ 300 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีค่า Absorption edge เท่ากับ 448 และ 455 นาโนเมตร และมีค่า Band gap energy เท่ากับ 2.77 และ 2.73 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ และระดับพลังงาน 200

และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีค่า Absorption edge เท่ากับ 440 นาโนเมตร และมีค่า Band gap energy เท่ากับ 2.82 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงให้เห็นว่า ระดับพลังงาน 300 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที มีค่า Band gap energy น้อยที่สุด ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถถูกกระตุ้นจากแถบวาเลนซ์ (Valence band) ขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ได้ง่ายในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น

ดังนั้นระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS คือ ระดับพลังงาน 100 วัตต์

ค่าของช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) คำนวณได้ดังสมการ ดังนี้

$$E_g = \frac{hc}{e\lambda} \quad (4.1)$$

เมื่อ E_g คือ ค่าของช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) (อิเล็กตรอนโวลต์)

h คือ กฎของแพลงก์ (Planck's law) มีค่า 6.626×10^{-34} จูล-นาฬิกา

c คือ ความเร็วแสง มีค่า 3×10^8 เมตรต่อนาฬิกา

e คือ 1.6×10^{-19} จูลต่ออิเล็กตรอนโวลต์

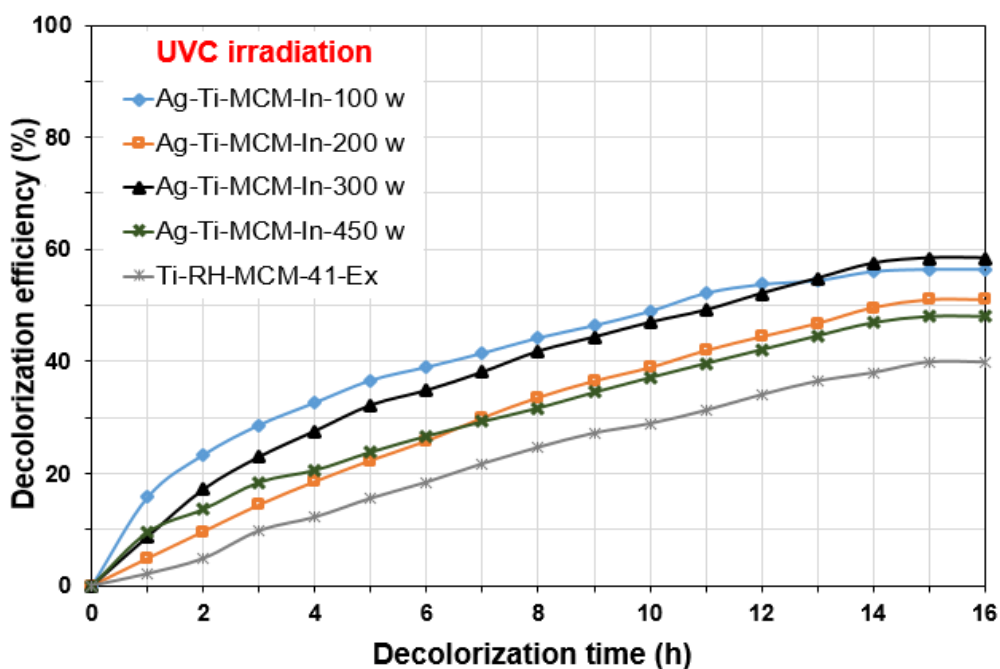
λ คือ ความยาวคลื่นตัดทิ้ง (Cut off wavelength)

ตารางที่ 4.2 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

ระดับพลังงาน (วัตต์)	$\lambda_{cut-off}$ (นาโนเมตร)	E_g (อิเล็กตรอนโวลต์)
Ag-Ti-MCM-In-100 w	448	2.77
Ag-Ti-MCM-In-200 w	440	2.82
Ag-Ti-MCM-In-300 w	455	2.73
Ag-Ti-MCM-In-450 w	440	2.82
Ti-RH-MCM-41-Ex	382	3.25

3) การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ซึ่งใช้สีย้อมเมทิลีนบลูเป็นตัวแทนน้ำเสียสี โดยนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 80 มิลลิกรัมโดยเฉลี่ย มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ภายใต้แสง UV ด้วยหลอดไฟ UVC ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด และภายใต้แสงที่ตามองเห็นด้วยหลอดไฟฟลูออเรสเซนต์ ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ จากการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าช่วงระยะเวลา 10 ชั่วโมงแรก มีการลดลงอย่างต่อเนื่องโดยระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 48.93 เมื่อเปรียบเทียบกับระดับพลังงาน 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู ร้อยละ 37.88 46.91 และ 37.15 ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงต่อเนื่องทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ที่ระยะเวลา 15 ชั่วโมง โดยระดับพลังงาน 100 และ 300 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 56.45 และ 58.42 ตามลำดับ รองลงมา คือ ระดับพลังงาน 200 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู ร้อยละ 51.01 และระดับพลังงาน 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูต่ำที่สุด ร้อยละ 48.09 อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ti-RH-MCM-41 แสดงประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพียงร้อยละ 39.90 เท่านั้น



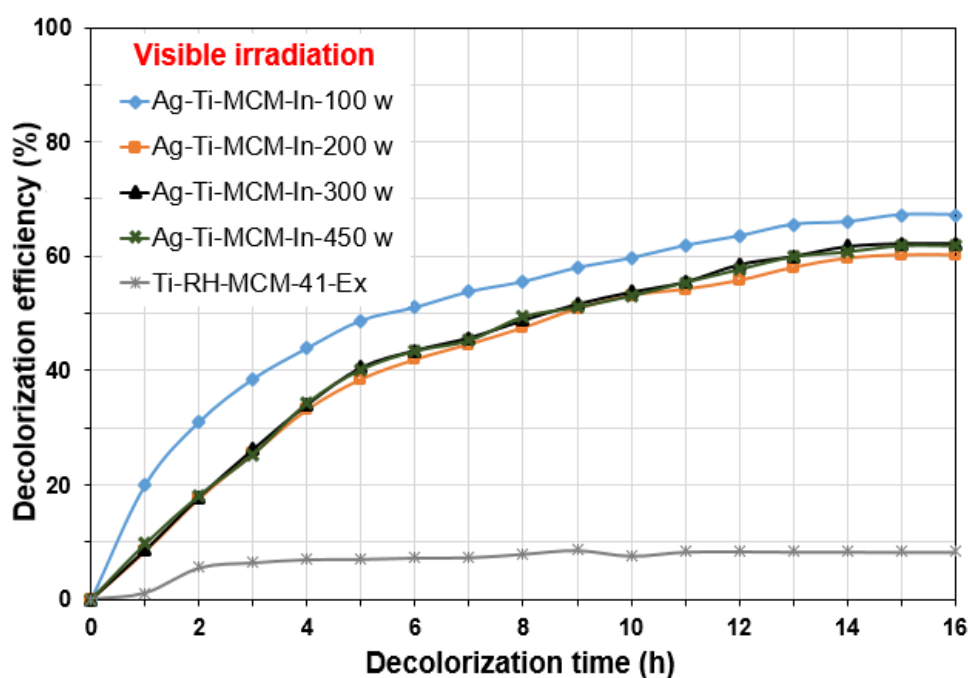
รูปที่ 4.6 ประสิทธิภาพการกำจัดสีของเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสง UV โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 4.7 พบว่าในช่วงระยะเวลา 10 ชั่วโมงแรก ความเข้มข้นของสีเมทิลีนบลูลดลงอย่างต่อเนื่อง โดยระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีของเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 59.64 เมื่อเปรียบเทียบกับระดับพลังงาน 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ที่มีประสิทธิภาพกำจัดสีของเมทิลีนบลู ร้อยละ 53.17 53.74 และ 51.02 ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการค่าการดูดกลืนแสงต่อเนื่องทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ที่ระยะเวลา 15 ชั่วโมง พบว่าที่ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีของเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 67.23 รองลงมา คือ ระดับพลังงาน 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีของเมทิลีนบลู ร้อยละ 62.24 และ 61.79 ตามลำดับ และระดับพลังงาน 200 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพ

การกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูต่ำที่สุด ร้อยละ 60.26 ตามลำดับ อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ti-RH-MCM-41 แสดงประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพียงร้อยละ 8.31 เท่านั้น

เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็นพบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นมากที่สุด เนื่องจากโลหะเงินสามารถช่วยป้องกันการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและโฮลต์ (Charge recombination) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงที่ตามองเห็น นอกจากนี้ภายใต้แสง UV ยังพบว่ามีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกมากกว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ถึงแม้ว่าโลหะเงินจะทำงานได้ไม่ดีภายใต้แสง UV

ดังนั้นระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น คือ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS ที่มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นมากที่สุด อีกทั้งยังมีค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) น้อยอีกด้วย



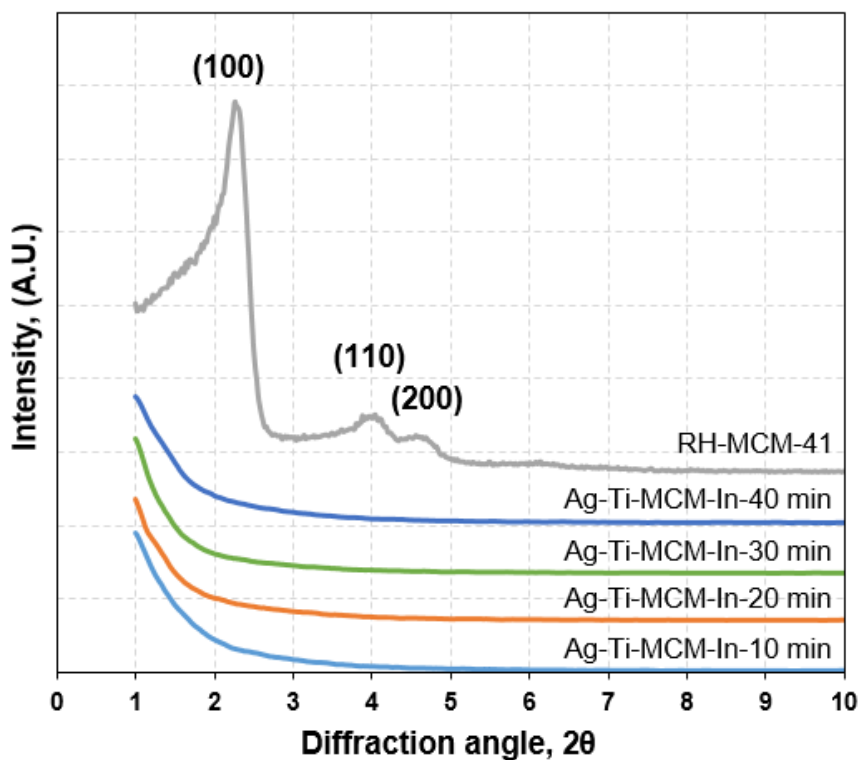
รูปที่ 4.7 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

4.2.2 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41

จากการศึกษาระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแลกเปลี่ยนด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ In-situ พบว่าการให้พลังงานความร้อนด้วยไมโครเวฟที่ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ทำให้ได้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกสูงที่สุด จากนั้นจึงทำการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการให้ความร้อนขณะสังเคราะห์การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยไมโครเวฟ โดยควบคุมระดับพลังงานที่ 100 วัตต์ ความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล และศึกษาการเปลี่ยนแปลงระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที ด้วยเทคนิค XRD และ UV-DRS และการทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

1) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแลกเปลี่ยนด้วยเทคนิค XRD โดย $\text{CuK}\alpha$ ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ สแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 1-8 องศา เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของ MCM-41 ดังแสดงในรูปที่ 4.8 พบว่าระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ซึ่งโดยทั่วไปปรากฏพีค 3 ตำแหน่ง สอดคล้องกับค่า hkl ของการตกกระทบที่ตำแหน่งเท่ากับ 100 110 และ 200 ตามลำดับ ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะของโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 (Beck, *et al.*, 1992) สาเหตุที่ไม่ปรากฏพีคดังกล่าวเกิดขึ้นจาก Ti^{4+} ของไทเทเนียม ไดออกไซด์ รูปแบบอนาเทส และอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ที่มีขนาดอะตอมใหญ่กว่าซิลิกอนเข้าไปแทนที่ Si^{4+} ภายในโครงสร้างของ MCM-41 (Braconnier, *et al.*, 2009) ส่งผลให้ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 เปลี่ยนแปลงไป

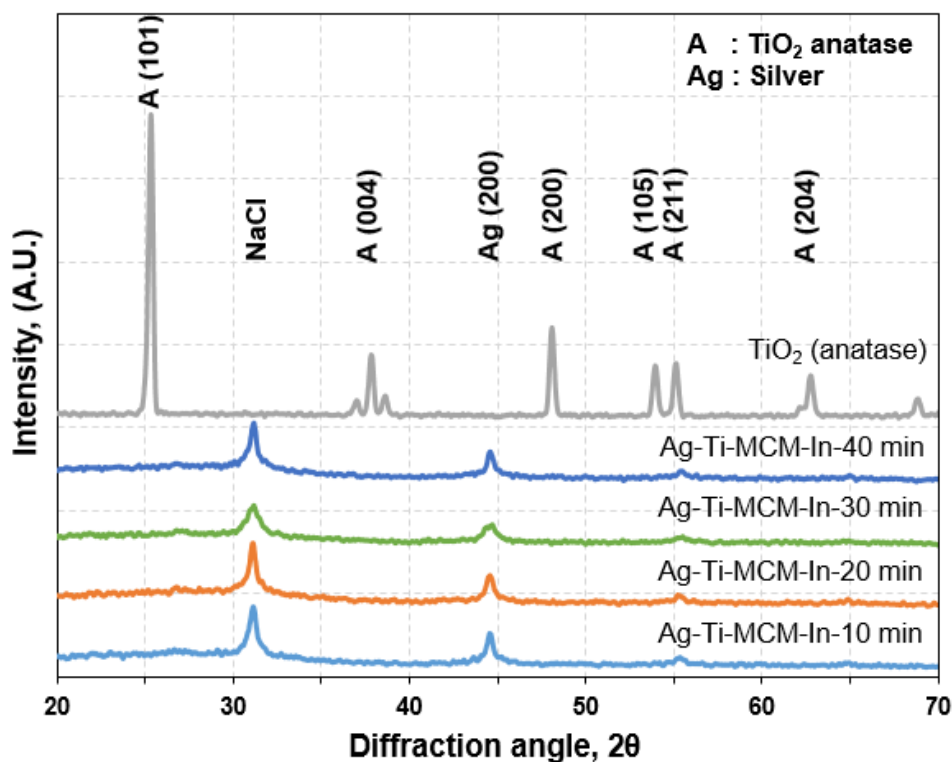


รูปที่ 4.8 ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

เมื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ และอนุภาคนาโนเงิน โดยสแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 20-70 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.9 พบว่าโดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 (101) 37.9 (004) 48.1 (200) 53.9 (105) 55.0 (211) และ 62.7 (204) องศา ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 แต่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ปรากฏพีคที่ตำแหน่งเดียวกันทุกระดับพลังงานที่ให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ คือ ปรากฏให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 55.0 องศา (211) ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 เท่านั้น และปรากฏให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 44.2 องศา (200) ตามมาตรฐาน JCPDS 03-0921 ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) อย่างไรก็ตามเมื่อผู้วิจัยเพิ่มระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟเป็น 40 นาที ส่งผลให้น้ำที่ใช้เป็นตัวทำละลายบางส่วนเกิดการระเหยออกจากระบบ ซึ่งทำให้ CTAB

ไม่สามารถก่อตัวเป็นโครงสร้าง Hexagonal array ได้สมบูรณ์ อีกทั้งไม่สามารถทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับโซเดียมซิลิเกตได้ดี (Barrera, *et al.*, 2011) สำหรับสาเหตุที่วัสดุดังกล่าวไม่ปรากฏพีคไม่ครบทุกตำแหน่ง เนื่องจากระหว่างขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยวิธีการโซล-เจลโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ In-situ เป็นการผสมรวมกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท คือ สารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียมและสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกต จึงทำให้เกิดการรวมตัวกันระหว่างไทเทเนียม โลหะเงิน ซิลิกอน และออกไซด์ ในระหว่างการให้ความร้อนเพื่อก่อตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมได้เป็นอย่างดี จึงส่งผลให้เกิดเป็นโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่ไม่เกิดการแยกเฟสกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท

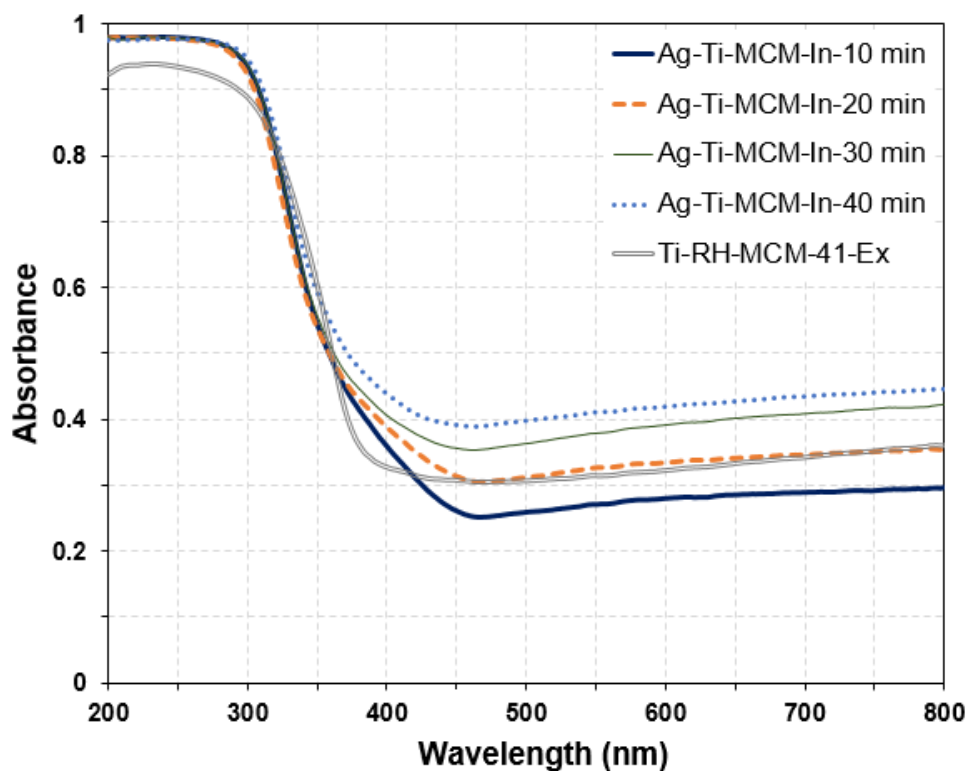
ดังนั้นการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแคลบ ด้วยเทคนิค XRD ไม่สามารถยืนยันระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟมีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแคลบ



รูปที่ 4.9 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแคลบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

2) การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค UV-DRS

การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบ ซึ่งทำการศึกษาระยะเวลาที่มีผลต่อการก่อผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) จากนั้นนำมาสแกนที่ความยาวคลื่นระหว่าง 200-800 นาโนเมตร และวัดค่าความเข้มแสง (Intensity) ที่สะท้อนกลับจากวัสดุเมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.10 พบว่าโดยทั่วไปวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ไม่มีการดูดกลืนในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น หรือในช่วงคลื่นระหว่าง 400-700 นาโนเมตร (Klankaw, *et al.*, 2012) แต่เมื่อนำโลหะเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ผสม RH-MCM-41 ทำให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น โดยระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นน้อยที่สุด และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟขึ้น ปรากฏว่าระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 20 และ 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นมากขึ้น กระทั่งระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล พบว่ามีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นมากที่สุด สาเหตุที่มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาเพิ่มขึ้นนั้นเกิดจากสารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียมและสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกตมีระยะเวลาในการก่อโครงสร้างผลึกและทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้มีระยะเวลามากพอที่อนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) จะเข้าไปกระจายตัวภายในโครงสร้าง Ti-O-Si และพื้นที่ผิวของ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ทำหน้าที่ช่วยลดช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ทำให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นและกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ได้ง่ายขึ้นภายใต้แสงที่ตามองเห็น



รูปที่ 4.10 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

การศึกษาค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบ ดังแสดงในตารางที่ 4.3 โดยคำนวณจากสมการ Band gap energy (E_g) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 พบว่าระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 และ 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีค่า Absorption edge และค่า Band gap energy เท่ากัน คือ 448 นาโนเมตร และ 2.77 อิเล็กตรอนโวลต์ และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการให้ความร้อนโดยไมโครเวฟเป็นระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ค่า Absorption edge ลดลงและค่า Band gap energy เพิ่มขึ้นเท่ากับ 445 นาโนเมตร และ 2.79 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ จากการศึกษาดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟไม่มีผลต่อค่า Band gap energy อย่างมีนัยสำคัญ

ดังนั้นระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS คือ ระยะเวลา 40 นาที

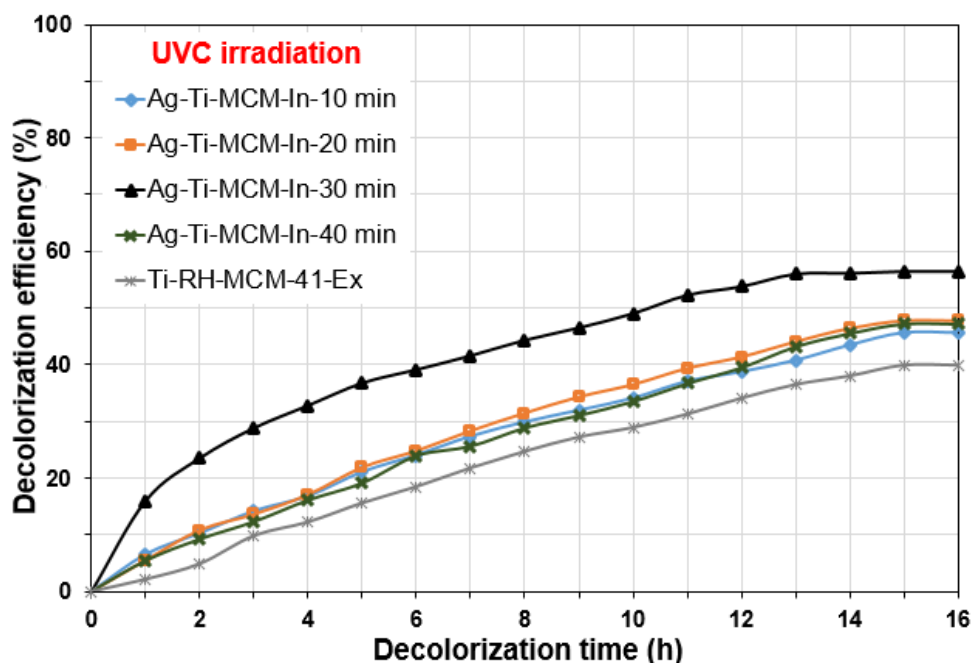
ตารางที่ 4.3 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

ระยะเวลา (นาที)	$\lambda_{cut-off}$ (นาโนเมตร)	E_g (อิเล็กตรอนโวลต์)
Ag-Ti-MCM-In-10 min	448	2.77
Ag-Ti-MCM-In-20 min	448	2.77
Ag-Ti-MCM-In-30 min	448	2.77
Ag-Ti-MCM-In-40 min	445	2.79
Ti-RH-MCM-41-Ex	382	3.25

3) การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบแบบ Batch (In-situ) ซึ่งใช้สีย้อมเมทิลีนบลูเป็นตัวแทนน้ำเสียสี โดยนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 80 มิลลิกรัมโดยเฉลี่ย มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ภายใต้แสง UV ด้วยหลอดไฟ UVC ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด และภายใต้แสงที่ตามองเห็นด้วยหลอดไฟลูออเรสเซนต์ ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ จากการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.11 พบว่าระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 56.47 รองลงมา คือ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 20 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูร้อยละ 47.73 และ 47.23 ตามลำดับ และระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูต่ำที่สุด

ร้อยละ 45.55 อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ti-RH-MCM-41 แสดงประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูร้อยละ 39.90 เท่านั้น



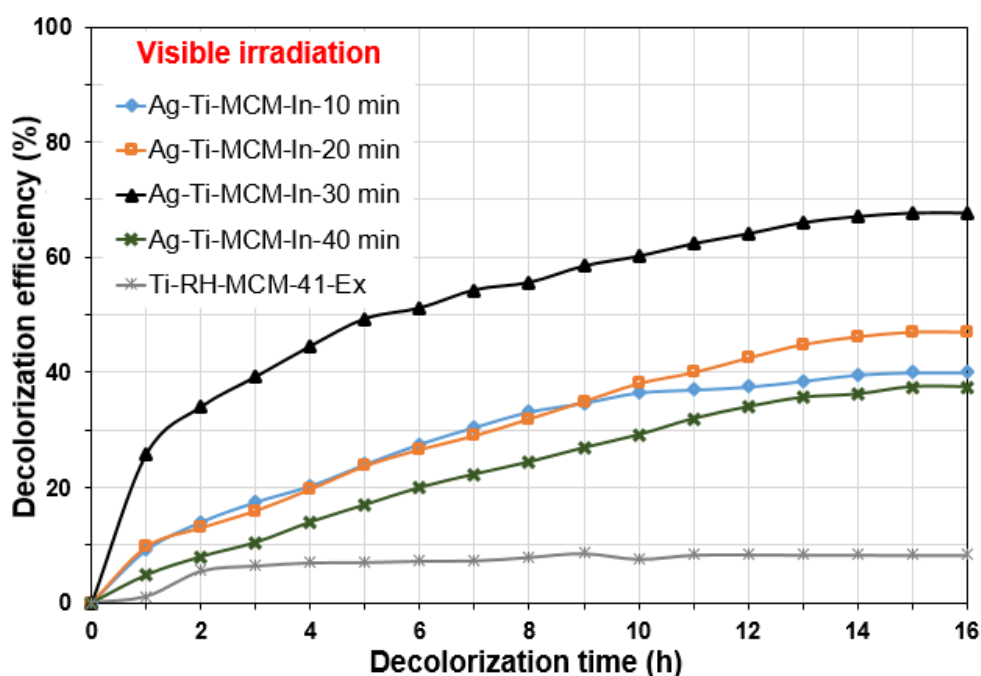
รูปที่ 4.11 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 4.12 พบว่าความเข้มข้นของสีเมทิลีนบลูลดลงอย่างต่อเนื่องในช่วง 1-13 ชั่วโมงแรก จากนั้นความเข้มข้นของสีเมทิลีนบลูเริ่มคงที่จนถึงชั่วโมงที่ 15 ซึ่งวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สังเคราะห์ขึ้นที่ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 67.62 รองลงมา คือ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 และ 20 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู ร้อยละ 40.00 และ 47.06 ตามลำดับ และระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล มีประสิทธิภาพ

การกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูต่ำที่สุด ร้อยละ 37.48 อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ti-RH-MCM-41 แสดงประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพียงร้อยละ 8.31 เท่านั้น

เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น พบว่าเมื่อระยะเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูก็จะเพิ่มขึ้นตาม โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นมากที่สุด เนื่องจากโลหะเงินสามารถช่วยป้องกันการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและโฮลต์ (Charge recombination) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงที่ตามองเห็น นอกจากนี้ภายใต้แสง UV ยังพบว่าประสิทธิภาพมากกว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ถึงแม้ว่าโลหะเงินจะทำงานได้ไม่ดีภายใต้แสง UV

ดังนั้นระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น คือ ระยะเวลา 30 นาที



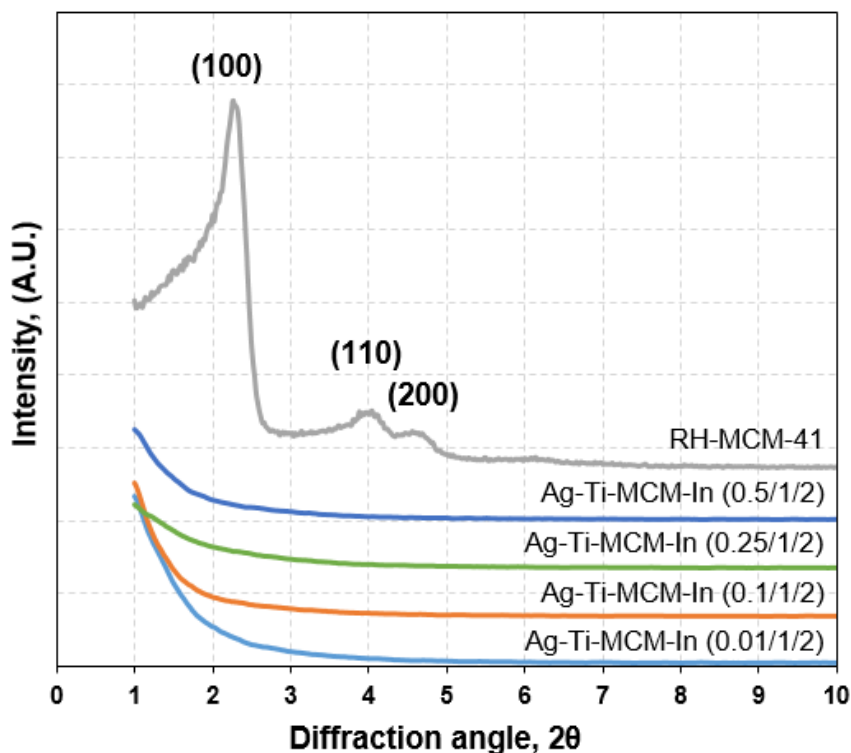
รูปที่ 4.12 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

4.2.3 การศึกษาความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41

การศึกษาระดับพลังงาน และระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ In-situ พบว่าระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกสูงที่สุด จากนั้นจึงทำการศึกษาความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสม โดยทำการควบคุมที่ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และศึกษาอัตราส่วนของโลหะเงินที่มีผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น คือ Ag/Ti/RH-MCM-41 (Ag/Ti/Si) เท่ากับ X/1/2 โดยที่ X มีค่า 0.01 0.1 0.25 และ 0.5 โดยโมล วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติด้วยเทคนิค XRD, UV-DRS, BET และการทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

1) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

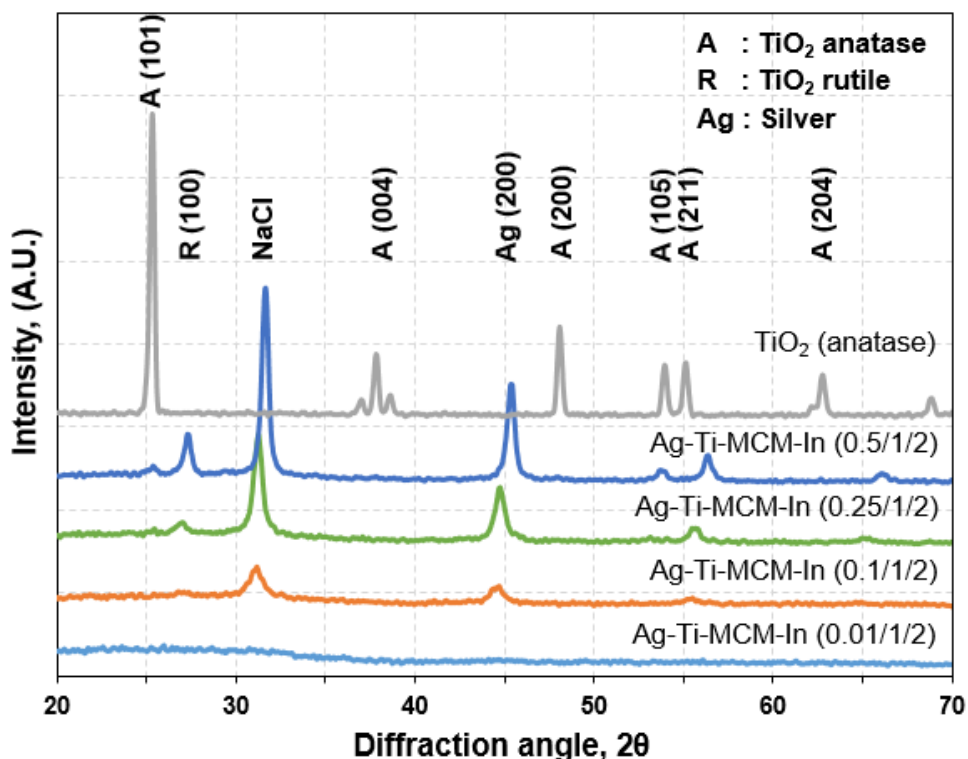
การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยเทคนิค XRD โดยใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสี ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ สแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 1-8 องศา เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของ MCM-41 ดังแสดงในรูปที่ 4.13 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วน Ag/Ti/Si ต่างกัน ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 เนื่องจาก Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส และอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ที่มีขนาดใหญ่กว่า Si^{4+} เข้าไปแทนที่ภายในโครงสร้างของ MCM-41 (Braconnier, *et al.*, 2009) ส่งผลให้การก่อโครงสร้าง Silicate framework และลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 เกิดความเสียหายและจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ



รูปที่ 4.13 ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

เมื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ และโลหะเงิน โดยสแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 20-70 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.14 พบว่าโดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 (101) 37.9 (004) 48.1 (200) 53.9 (105) 55.0 (211) และ 62.7 (204) องศา ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 แต่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 ไม่แสดงให้เห็นพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) และไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส เนื่องจากความเข้มข้นของโลหะเงินที่น้อยเกินไปเข้าไปรบกวนการก่อตัวของ Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส จากนั้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็นอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 และ 0.25/1/2 แสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 44.2 องศา (200) และ 55.0 องศา (211) บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) และไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส ตามลำดับ แต่ความเข้มของพีคของผลึกอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0)

ที่ตำแหน่ง 44.2 องศา (200) ของอัตราส่วน 0.25/1/2 สูงกว่าอัตราส่วน 0.1/1/2 แสดงให้เห็นว่าปริมาณของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของ Ag และที่อัตราส่วน 0.25/1/2 แสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 27.3 องศา (100) ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมประเภทรูไทล์ และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 เป็น 0.5/1/2 ลักษณะพีค XRD ยังคงแสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 44.2 องศา (200) ของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) แต่ความเข้มพีคสูงกว่าที่อัตราส่วน 0.1/1/2 และ 0.25/1/2 นอกจากนี้ยังพบพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 องศา (101) 53.9 องศา (105) และ 56.2 องศา (204) ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส และพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 27.3 องศา (100) ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูไทล์



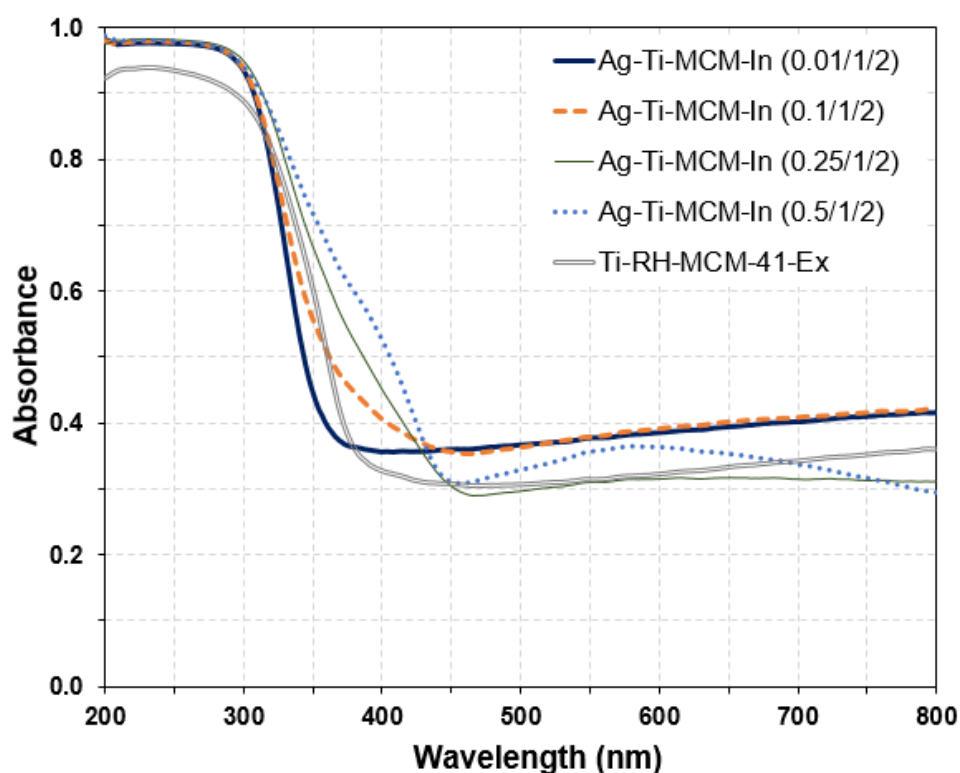
รูปที่ 4.14 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

สาเหตุที่ปรากฏฟีกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูโพล์ขึ้น เนื่องจากโดยทั่วไป RH-MCM-41 สามารถไปยับยั้งการก่อโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูโพล์ แต่เมื่อความเข้มข้นของโลหะเงินเพิ่มขึ้น จึงไปรบกวนการก่อโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ส่งผลให้ RH-MCM-41 ไม่สามารถยับยั้งการก่อโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูโพล์ จึงทำให้ปรากฏฟีกดังกล่าวขึ้น (Braconnier, *et al.*, 2009) นอกจากนี้สังเกตได้ว่าฟีก XRD ที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) เกิดการเปลี่ยนตำแหน่งของฟีก (Shift) ไปในช่วงมุมสูง (High angle) เมื่อความเข้มข้นของโลหะเงินเพิ่มขึ้น เกิดจากผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) มีค่าความหนาแน่น (Density) เปลี่ยนแปลงไปจากเดิม ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดอะตอม (Atomic size) และน้ำหนักของอะตอม (Atomic weight) เพิ่มขึ้นนั่นเอง (Bokolia, *et al.*, 2015)

2) การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค UV-DRS

การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) จากนั้นนำมาสแกนที่ความยาวคลื่นระหว่าง 200-800 นาโนเมตร และวัดค่าความเข้ม (Intensity) ที่สะท้อนกลับจากวัสดุ เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.15 พบว่า Ti-RH-MCM-41 และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่ต่ำกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสง UV เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์และ RH-MCM-41 มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสง UV เท่านั้น อีกทั้งความเข้มข้นของโลหะเงินที่ 0.01 โดยโมล เป็นความเข้มข้นที่น้อยเกินไปจึงไม่สามารถกระตุ้นให้เกิดการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นได้ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโลหะพบว่าที่อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น โดยที่อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นน้อยที่สุด จากนั้นเมื่อความเข้มข้นของโลหะเงินเพิ่มขึ้นเป็น 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 การดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นมากขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็นอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.5/1/2 พบฟีกฐานกว้าง (Broad peak) จุดกึ่งกลางของฟีกอยู่ที่ช่วงคลื่นประมาณ 580 นาโนเมตร เนื่องจากความเข้มข้นของโลหะเงินที่ใช้มีปริมาณมากเกินไปทำให้เกิดอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ส่วนเกินขึ้น สอดคล้องกับผลการทดลองของ Hou, *et al.* (2009); Zhao, *et al.* (2011)

และ Tongon, *et al.* (2014) โดยที่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของโลหะเงินเพิ่มขึ้น และสามารถเข้าไปกระจายตัวภายในโครงสร้าง Ti-O-Si และพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ซึ่งอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) เหล่านั้นมีหน้าที่ดักจับอิเล็กตรอนของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่หลุดออกจากโฮสต์ เพื่อช่วยป้องกันการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและโฮสต์ (Charge recombination) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยเมื่อวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ได้รับการกระตุ้นด้วยแสง อิเล็กตรอนของไทเทเนียมไดออกไซด์ในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นและขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อนจะย้ายไปยังแถบวาเลนซ์ (Valence band) ของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) และหากความเข้มข้นของโลหะเงินเพิ่มขึ้น ช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ก็จะลดลงและความสามารถของอิเล็กตรอนและโฮสต์ที่กลับมารวมกันก็เกิดได้ยากขึ้น (Hou, *et al.*, 2009)



รูปที่ 4.15 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค UV-DRS โดยให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

จากผลการศึกษาการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นสอดคล้องกับค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบ ดังแสดงในตารางที่ 4.4 โดยคำนวณจากสมการ Band gap energy (E_g) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 พบว่าเมื่ออัตราส่วนของ Ag เพิ่มขึ้น ค่า Band gap energy ลดลง จากเดิมวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ที่มีค่า Band gap energy เท่ากับ 3.25 เปลี่ยนเป็น 2.76 ถึง 2.79 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถถูกกระตุ้นจากแถบวาเลนซ์ (Valence band) ขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ได้ง่ายโดยการใช้พลังงานในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น สอดคล้องกับผลการทดลองของ Singh, *et al.* (2016)

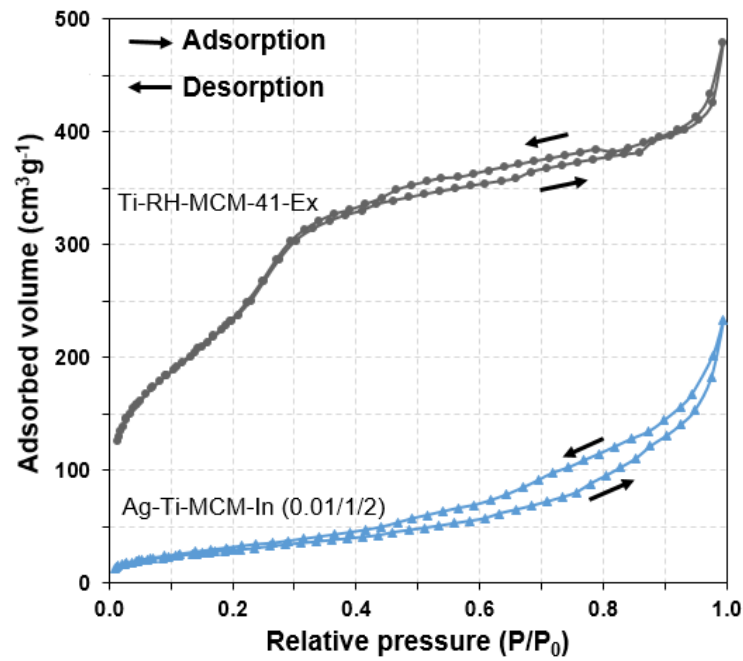
ดังนั้นความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยเทคนิค UV-DRS คือ อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2

ตารางที่ 4.4 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

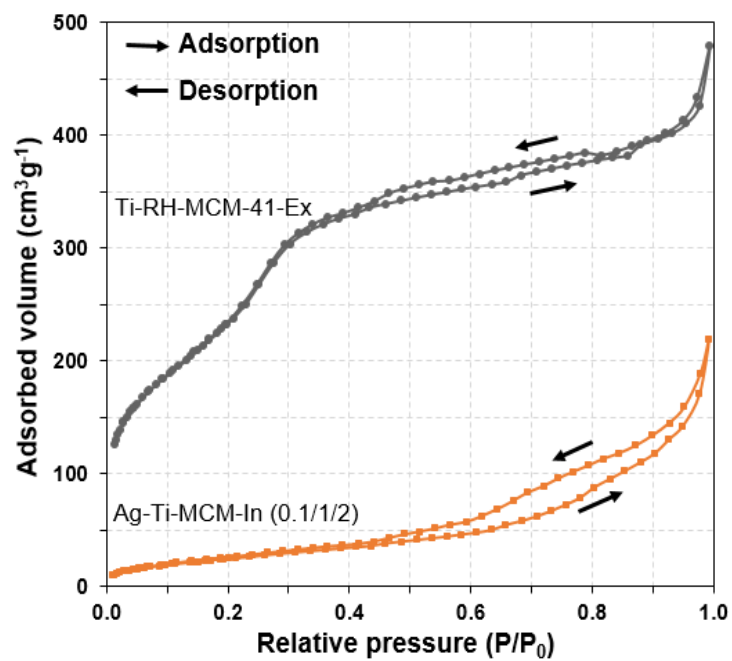
อัตราส่วน Ag/Ti/Si	$\lambda_{cut-off}$ (นาโนเมตร)	E_g (อิเล็กตรอนโวลต์)
Ag-Ti-MCM-In (0.01/1/2)	355	3.50
Ag-Ti-MCM-In (0.1/1/2)	448	2.77
Ag-Ti-MCM-In (0.25/1/2)	450	2.76
Ag-Ti-MCM-In (0.5/1/2)	445	2.79
Ti-RH-MCM-41-Ex	382	3.25

3) การวิเคราะห์พื้นที่ผิว และความพรุนด้วยเทคนิค BET

การวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิคการดูดซับ-การคายซับ (Adsorption- Desorption) ของก๊าซไนโตรเจน (N_2 gas) ดังแสดงในรูปที่ 4.16 พบว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีความสอดคล้องกับกราฟไอโซเทอร์มตามมาตรฐานที่กำหนดโดยสหภาพเคมีบริสุทธิ์และเคมีประยุกต์ระหว่างประเทศ (International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC) ของการดูดซับแบบที่ 4 (Type IV) แสดงให้เห็นว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีขนาดรูพรุนแบบขนาดกลางหรือ Mesoporous ซึ่งเป็นวัสดุที่มีรูพรุนในช่วง 1.5-100 นาโนเมตร จากกราฟไอโซเทอร์มของการดูดซับปรากฏลักษณะการดูดซับ 2 ช่วงของความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) คือ ช่วงแรกความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0-0.1 มีลักษณะการดูดซับเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณความดันสัมพัทธ์ที่เพิ่มขึ้น แสดงถึงการดูดซับบนพื้นผิวบริเวณภายนอกรูพรุนหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 และในช่วงที่สองความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0.1-1 คือ เมื่อปริมาณความดันสัมพัทธ์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณการดูดซับสูงขึ้นจนเริ่มคงที่ที่ความดันสัมพัทธ์ประมาณ 0.8 แสดงถึงการดูดซับก๊าซไนโตรเจนบนพื้นผิวภายในรูพรุนหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 แต่เมื่อเติมโลหะเงินและไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไปบน RH-MCM-41 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 ตามลำดับ แสดงลักษณะของไอโซเทอร์มการดูดซับและการคายซับสอดคล้องกับกราฟไอโซเทอร์มการดูดซับแบบที่ 2 (Type II) บ่งบอกว่าพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มีลักษณะการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) ส่งผลให้มีปริมาณการดูดซับของก๊าซไนโตรเจนที่ค่อนข้างต่ำ (Sung-Suh, *et al.*, 2004; Klankaw, *et al.*, 2012; Lin, *et al.*, 2012; Yang, *et al.*, 2014) นอกจากนี้กราฟไอโซเทอร์มปรากฏ Hysteresis loop เกิดขึ้น อธิบายได้ว่าวัสดุ RH-MCM-41 ที่มีการเติมโลหะเงินและไทเทเนียมไดออกไซด์มีการจัดเรียงตัวของรูพรุนไม่เป็นระเบียบและขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้ปริมาตรการดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนไนโตรเจนไม่เท่ากัน จากผลการวิเคราะห์ลักษณะรูพรุนข้างต้นสอดคล้องกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค XRD ที่ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะการจัดเรียงรูพรุนรูปหกเหลี่ยมอย่างเป็นระเบียบของ RH-MCM-41

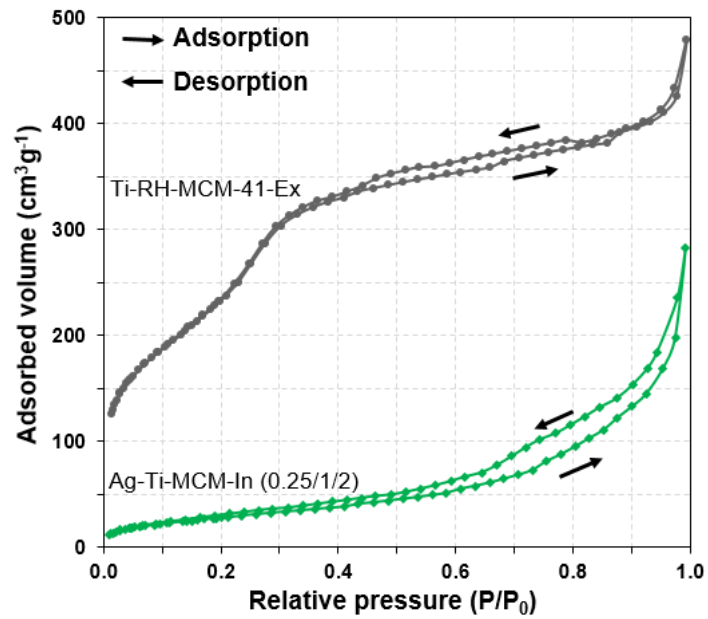


Ag-Ti-MCM-In (0.01/1/2)

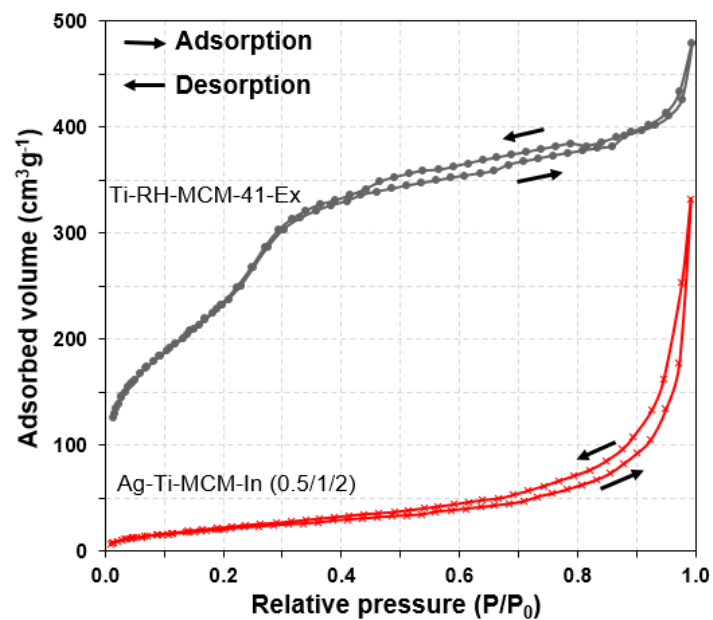


Ag-Ti-MCM-In (0.1/1/2)

รูปที่ 4.16 ไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับก๊าซไนโตรเจนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค BET โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2



Ag-Ti-MCM-In (0.25/1/2)



Ag-Ti-MCM-In (0.5/1/2)

รูปที่ 4.16 ไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับก๊าซไนโตรเจนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค BET โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 (ต่อ)

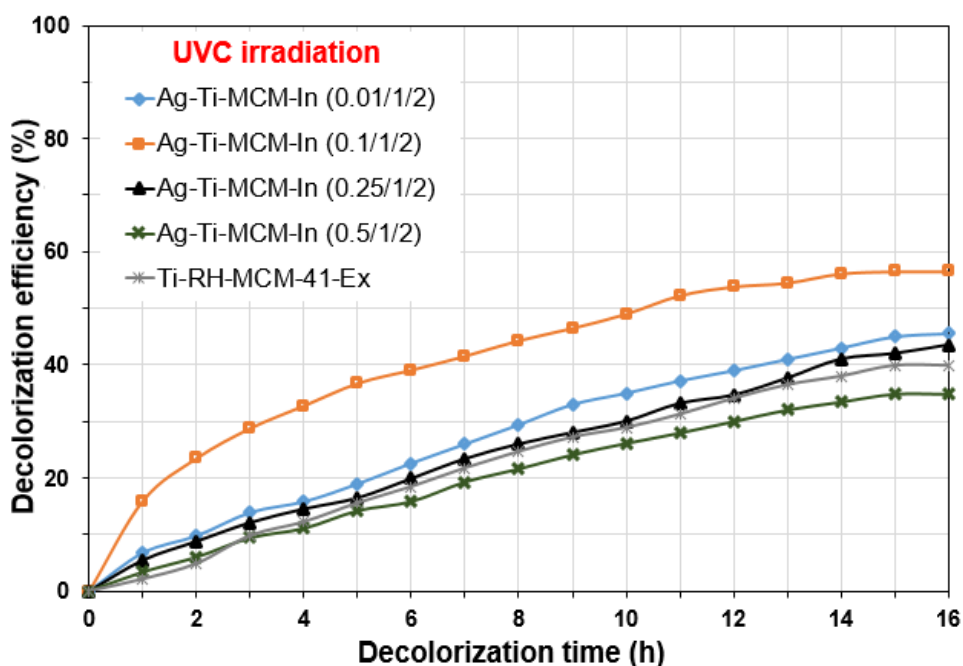
การวิเคราะห์พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ดังแสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีพื้นที่ผิวสูงประมาณ 900.48 ± 50 ตารางเมตร ต่อกรัม ปริมาตรรูพรุน 0.74 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และขนาดรูพรุน 3.29 นาโนเมตร แต่เมื่อเติมโลหะเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไป ใน RH-MCM-41 ส่งผลให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มีพื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนลดลง แต่ขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของโลหะเงินเพิ่มขึ้น อนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ได้เข้าไปกระจายบริเวณพื้นที่ผิวและรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จึงทำให้พื้นที่ผิวดังกล่าวลดลงตามความเข้มข้นของโลหะเงินที่เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS คือ เมื่อความเข้มข้นของโลหะเงินที่เพิ่มขึ้นจนมากเกินไป ทำให้เกิดอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ส่วนเกินเกิดขึ้น ซึ่งอนุภาคเหล่านี้สามารถรบกวนการก่อโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมของ MCM-41 ได้ นอกจากนี้สาเหตุที่วัสดุดังกล่าวมีขนาดรูพรุนไม่สม่ำเสมอและจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบนั้น เกิดจากขั้นตอนการสังเคราะห์สารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียมเป็นการสังเคราะห์แบบ In-situ ซึ่งผสมระหว่างซิลิกา ไทเทเนียม และโลหะเงินในขั้นตอนเดียวกัน ทำให้โลหะเงินและ Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสได้เข้าไปรบกวนการก่อโครงสร้าง ส่งผลให้ CTAB ไม่สามารถก่อตัวเป็นโครงสร้าง Hexagonal array ได้สมบูรณ์ และไม่สามารถทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) กับโซเดียมซิลิเกตได้ดี

ตารางที่ 4.5 พื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค BET โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

อัตราส่วน Ag/Ti/Si	พื้นที่ผิว (ตารางเมตร/กรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร/กรัม)	ขนาดรูพรุน (นาโนเมตร)
Ag-Ti-MCM-In (0.01/1/2)	112.46 ± 50	0.36	12.80
Ag-Ti-MCM-In (0.1/1/2)	98.96 ± 50	0.34	13.70
Ag-Ti-MCM-In (0.25/1/2)	106.80 ± 50	0.44	16.34
Ag-Ti-MCM-In (0.5/1/2)	85.03 ± 50	0.53	24.78
Ti-RH-MCM-41-Ex	900.48 ± 50	0.74	3.29

4) การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์

การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ซึ่งใช้สีย้อมเมทิลีนบลูเป็นตัวแทนน้ำเสียสี โดยนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 80 มิลลิกรัมโดยเฉลี่ย มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ภายใต้แสง UV ด้วยหลอดไฟ UVC ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด และภายใต้แสงที่ตามองเห็นด้วยหลอดไฟฟลูออเรสเซนต์ ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ จากการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.17 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่มีการเจือโลหะเงินที่อัตราส่วนเพิ่มขึ้นมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้น โดยที่อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 56.53 รองลงมา คือ อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 และ 0.25/1/2 มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูร้อยละ 45.55 และ 43.52 ตามลำดับ อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราส่วน Ag/Ti/Si เพิ่มขึ้นเท่ากับ 0.5/1/2 พบว่าประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูลดลงเหลือเพียงร้อยละ 34.86 สาเหตุดังกล่าวเกิดจากอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ที่มากเกินไปได้เข้าไปกระจายบริเวณพื้นผิวและรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สอดคล้องกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค BET ที่แสดงให้เห็นว่ามีพื้นที่ผิวลดลงเมื่ออัตราส่วนของโลหะเงินเพิ่มขึ้น อีกทั้งอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ยังรบกวนการทำงานของไทเทเนียมไดออกไซด์ในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และเมื่อเปรียบเทียบวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ti-MCM-41 พบว่าวัสดุ Ti-MCM-41 มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพียงร้อยละ 39.90 เท่านั้น ในขณะที่เมื่อเติมโลหะเงินที่ความเข้มข้น 0.01 0.1 และ 0.25 โดยไม่ลดลงในวัสดุ Ti-RH-MCM-41 สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูให้สูงกว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41



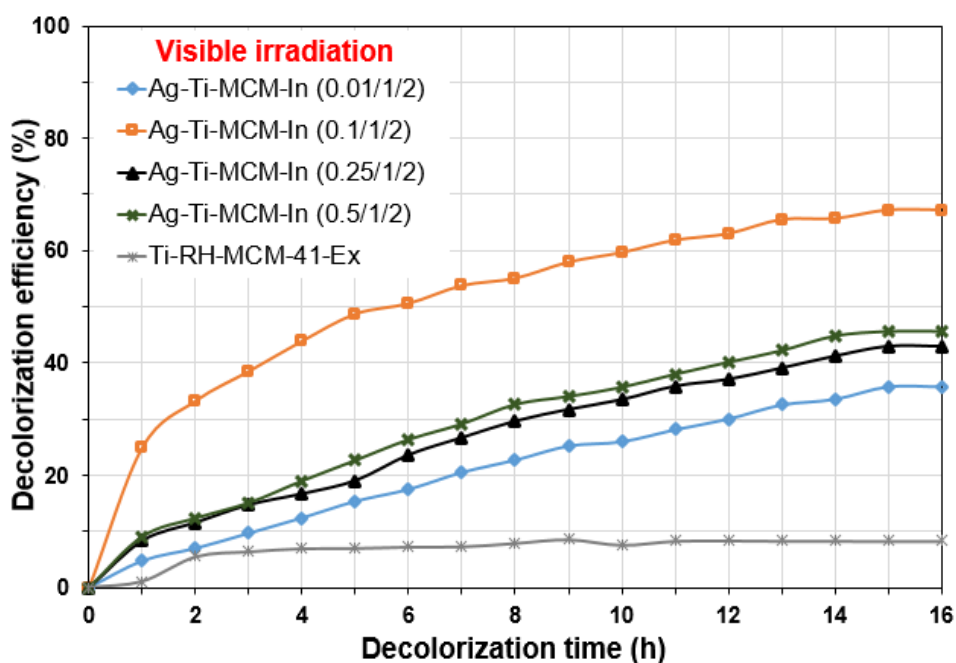
รูปที่ 4.17 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลบ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

การทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 4.18 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วน Ag/Ti/Si จาก 0.01/1/2 เป็น 0.1/1/2 ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้น ในขณะที่เมื่อเพิ่มอัตราส่วน Ag/Ti/Si เป็น 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูลดลง โดยอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 67.23 เมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ที่มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพียงร้อยละ 8.31 เท่านั้น ซึ่งสาเหตุที่เมื่อเพิ่มอัตราส่วน Ag/Ti/Si เป็น 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูลดลงนั้นสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS คือ ปรากฏพีคฐานกว้างเกิดขึ้นในการศึกษาค่าความดูดกลืนแสงของความเข้มข้นดังกล่าว ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดอนุภาคโลหะเงินส่วนเกินเกิดขึ้น ทำให้เกิดการรบกวนการก่อสร้างรูพรุน

รูปหกเหลี่ยมของ MCM-41 และการทำงานของวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์ในกระบวนการโฟโตคะตะไลติก

เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็นพบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูภายใต้แสงที่ตามองเห็นมากที่สุด เนื่องจากโลหะเงินสามารถช่วยป้องกันการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและโฮลต์ (Charge recombination) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงที่ตามองเห็น นอกจากนี้ภายใต้แสง UV ยังพบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ถึงแม้ว่าโลหะเงินจะทำงานได้ไม่ดีภายใต้แสง UV

ดังนั้นความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น คือ อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS ที่มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นมากที่สุด



รูปที่ 4.18 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2

4.2.4 การพัฒนารูปแบบการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน

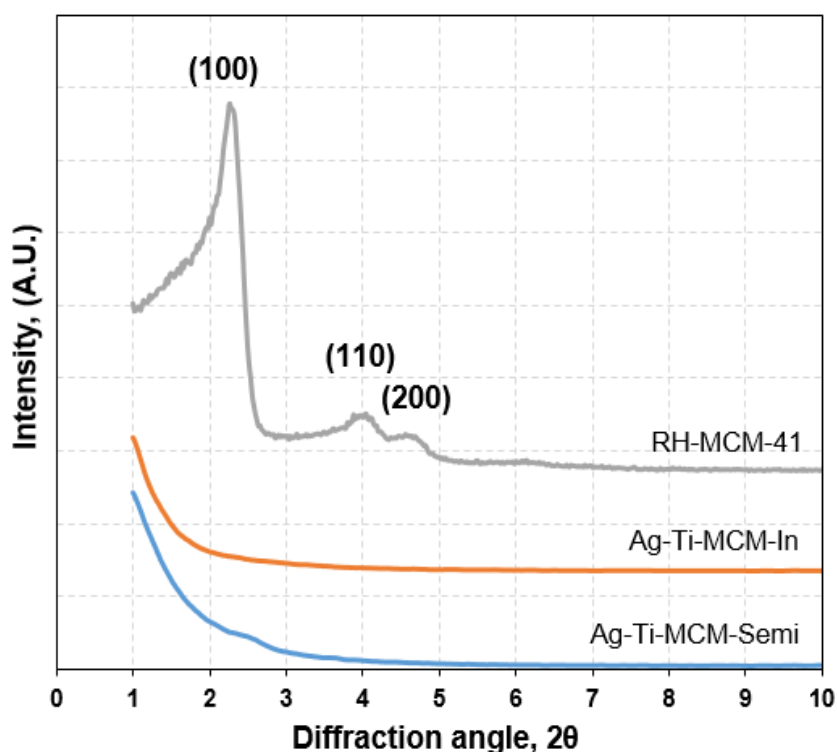
การศึกษาระดับพลังงาน ระยะเวลา และความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ Batch (In-situ) พบว่าระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 มีความเหมาะสมมากที่สุด และมีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ร้อยละ 56.53 ภายใต้แสง UV และร้อยละ 67.23 ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ตามลำดับ อย่างไรก็ตามเมื่อศึกษาด้วยเทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่าลักษณะโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal) ของ RH-MCM-41 เปลี่ยนแปลงไป และไม่ปรากฏพีกที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสครบทุกตำแหน่ง โดยเฉพาะพีกที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 องศา (101) ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 ซึ่งเป็นพีกหลักที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส

ดังนั้นผู้วิจัยจึงพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจลโดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ Semi in-situ ซึ่งวิธีนี้เป็นสังเคราะห์โดยใช้ระดับพลังงาน ระยะเวลา และความเข้มข้นของโลหะเงินที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ที่ได้ทำการศึกษามาแล้วในหัวข้อ 4.2.1-4.2.3 จากนั้นจึงทำการศึกษาดูด้วยเทคนิค XRD และ UV-DRS โดยกระบวนการสังเคราะห์แบบ Semi in-situ แตกต่างจากแบบ In-situ ในขั้นตอนการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ เนื่องจากการสังเคราะห์แบบ Semi in-situ เป็นการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ 2 ครั้ง คือ การให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟเพื่อก่อตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ RH-MCM-41 ก่อน และครั้งต่อมาจึงผสมรวมกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท คือ สารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียม และสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกต (ที่ผ่านการสังเคราะห์แล้ว) จากนั้นนำไปให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟอีกครั้ง

1) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบแบบ Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD โดย $\text{CuK}\alpha$ ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ สแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 1-8 องศา เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของ

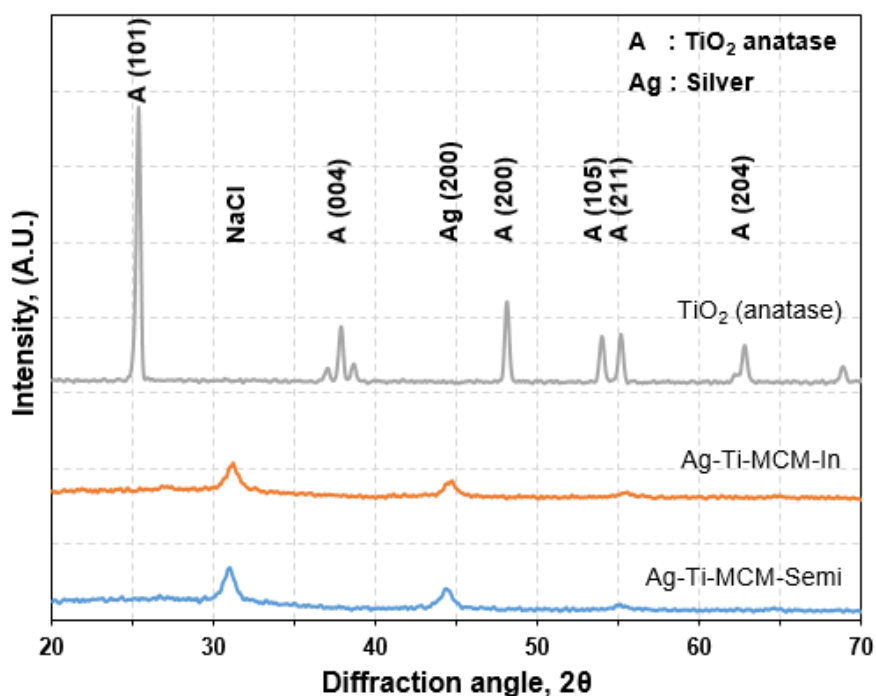
RH-MCM-41 ดังแสดงในรูปที่ 4.19 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 เหมือนกันกับวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ซึ่งโดยทั่วไปปรากฏพีค 3 ตำแหน่ง สอดคล้องกับค่า hkl ของการตกกระทบที่ตำแหน่งเท่ากับ 100 110 และ 200 ตามลำดับ โดยสาเหตุที่ไม่ปรากฏพีคดังกล่าวนั้น เกิดจากเมื่อนำวัสดุ RH-MCM-41 ที่ผ่านการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟเพื่อก่อตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) มาผสมกับสารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียมและให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟอีกครั้ง ซึ่งการให้ความร้อนครั้งนี้ส่งผลให้โครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) สลายตัวไปและเปลี่ยนแปลงไป อีกทั้งภายในโครงสร้างดังกล่าวถูกรบกวนและแทนที่ด้วย Ti^{4+} ของไทเทเนียม ไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส และอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0)



รูปที่ 4.19 ลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2

เมื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์และโลหะเงิน โดยสแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง $20-70$ องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.20 พบว่าโดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 (101) 37.9 (004) 48.1 (200) 53.9 (105) 55.0 (211) และ 62.7 (204) องศา ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 แต่วัสดุ Ag-Ti-MCM-41-Semi in-situ แสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 44.2 องศา (200) ตามมาตรฐาน JCPDS 03-0921 บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) และพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 55.0 องศา (211) ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส แต่ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูโหล ซึ่งลักษณะพีคที่ปรากฏดังกล่าวมีลักษณะเกี่ยวกับการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ที่ได้ทำการศึกษามาแล้วในหัวข้อ 4.2.1-4.2.3 อีกทั้งยังพบพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 31 องศา บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโซเดียมคลอไรด์เช่นเดียวกันอีกด้วย

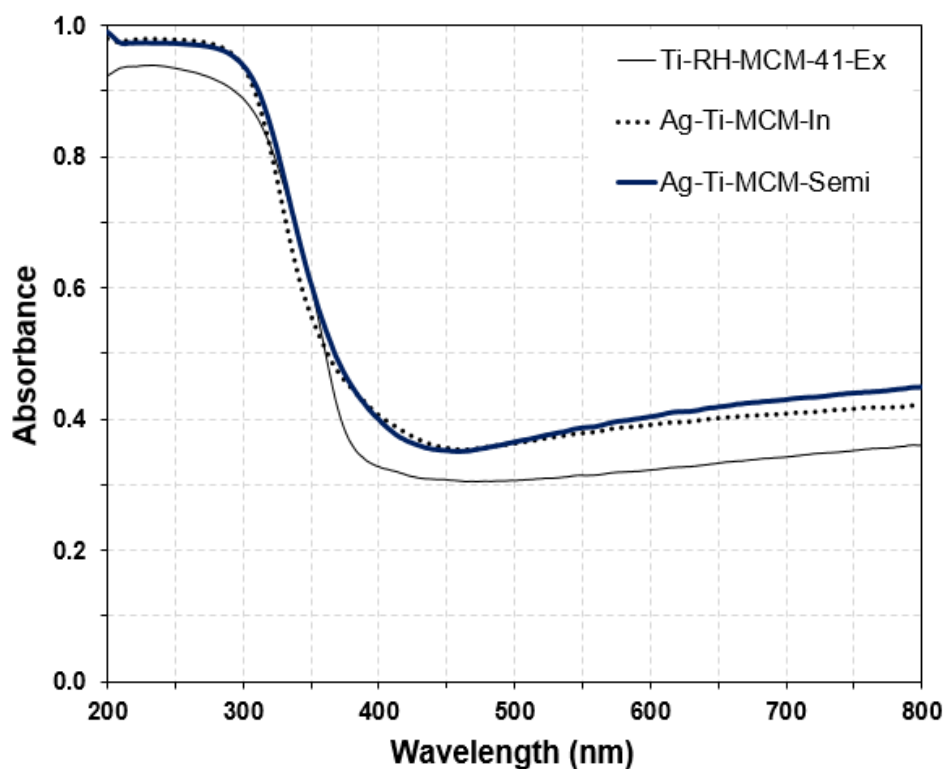
ดังนั้นการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบ แบบ Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD พบว่าการสังเคราะห์แบบดังกล่าวไม่ทำให้เกิดโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ RH-MCM-41 แต่อย่างไรก็ตาม โดยมีลักษณะโครงสร้างผลึกไม่แตกต่างจากการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบ ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ Batch (In-situ) แม้วิธีการสังเคราะห์จะแตกต่างกันในบางขั้นตอน



รูปที่ 4.20 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2

2) การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค UV-DRS

การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแลกเปลี่ยน Semi in-situ ด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) จากนั้นนำมาสแกนที่ความยาวคลื่นระหว่าง 200-800 นาโนเมตร และวัดค่าความเข้ม (Intensity) เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.21 พบว่าโดยทั่วไปวัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีการดูดกลืนในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นน้อย หรือช่วงคลื่นระหว่าง 400-700 นาโนเมตร (Klankaw, *et al.*, 2012) แต่เมื่อนำโลหะเงินเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ผสมกับ RH-MCM-41 ทำให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับ Ti-RH-MCM-41 และเมื่อพัฒนารูปแบบการสังเคราะห์จากแบบ Batch (In-situ) เป็นแบบ Semi in-situ ปรากฏว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน



รูปที่ 4.21 ค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2

การศึกษาค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Semi in-situ ดังแสดงในตารางที่ 4.6 โดยคำนวณจากสมการ Band gap energy (E_g) ดังแสดงในสมการที่ 4.6 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ มีค่า Absorption edge เท่ากับ 448 และ 430 นาโนเมตร และมีค่า Band gap energy เท่ากับ 2.77 และ 2.89 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ ในขณะที่วัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีค่า Band gap energy เท่ากับ 3.25 อิเล็กตรอนโวลต์ เนื่องจากอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ที่กระจายตัวภายในโครงสร้าง Ti-O-Si และพื้นที่ผิวของ Ag-Ti-RH-MCM-41 ช่วยลดช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ทำให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นและกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ได้ง่ายขึ้น และทำให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 มีการดูดกลืนแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็นเพิ่มขึ้น

ดังนั้นการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบ แบบ Semi in-situ ด้วยเทคนิค UV-DRS มีลักษณะการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่ตามองเห็น และมีค่า Band gap energy ไม่แตกต่างจากการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ Batch (In-situ) ถึงแม้รูปแบบ การสังเคราะห์ที่แตกต่างกันบ้างก็ตาม

ตารางที่ 4.6 ค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ โดยให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และ อัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2

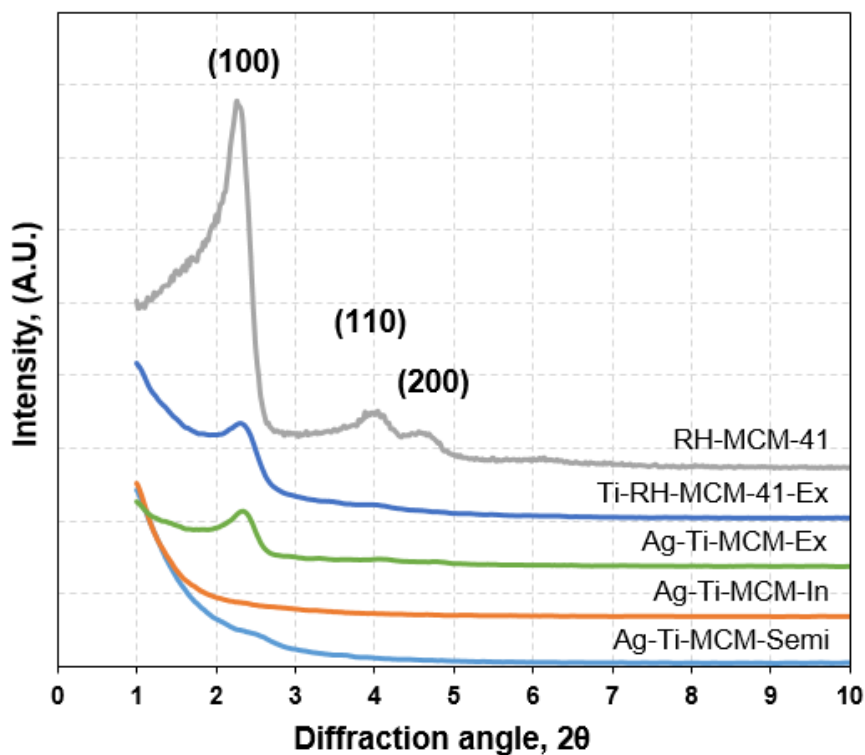
ตัวอย่าง	$\lambda_{cut-off}$ (นาโนเมตร)	E_g (อิเล็กตรอนโวลต์)
Ti-RH-MCM-41-Ex	382	3.25
Ag-Ti-MCM-In	448	2.77
Ag-Ti-MCM-Semi	430	2.89

4.2.5 การศึกษาเปรียบเทียบการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน และวัสดุ คະຕະລີສ្ត์อื่น ๆ

การศึกษการเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อนแบบ Batch (In-situ) ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2 โดยทำการ เปรียบเทียบกับวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD, UV-DRS, SEM-EDX, TEM, BET, และ XPS และการทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วย ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

1) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุอะตอมลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค XRD โดย $\text{CuK}\alpha$ ที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5 อังสตรอม 40 กิโลโวลต์ และ 40 มิลลิแอมแปร์ สแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 1-8 องศา เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของ RH-MCM-41 ดังแสดงในรูปที่ 4.22 พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 ปรากฏพีค 3 ตำแหน่ง สอดคล้องกับค่า hkl ของการตกกระทบที่ตำแหน่งเท่ากับ 100 110 และ 200 ตามลำดับ บ่งบอกถึงลักษณะของโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 (Beck, *et al.*, 1992) นอกจากนี้วัสดุ Ti-RH-MCM-41 และ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ยังปรากฏพีคสอดคล้องกับค่า hkl ของการตกกระทบที่ตำแหน่งเท่ากับ 100 แต่ความเข้มพีคลดลง ชี้ให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกยังคงมีลักษณะเป็นรูพรุนรูปหกเหลี่ยม แต่มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกในบางส่วน เนื่องจากการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) เป็นการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์และเงินเจือไทเทเนียมหลังจาก RH-MCM-41 ก่อโครงสร้างเป็นรูพรุนรูปหกเหลี่ยมแล้ว จึงทำให้อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์และเงินเจือไทเทเนียมเข้าไปในโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมและกระจายตัวบนพื้นผิวของวัสดุ RH-MCM-41 ส่งผลให้รูพรุนเสียโครงสร้าง ในขณะที่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกลักษณะโครงสร้างผลึกของ RH-MCM-41 เนื่องจากวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ เป็นการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) ทำให้ Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสและอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) เข้าไปรบกวนและแทนที่ Si^{4+} ภายในโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ส่งผลให้ลักษณะโครงสร้างผลึกของ RH-MCM-41 ภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ไม่สามารถก่อโครงสร้างเป็นรูพรุนรูปหกเหลี่ยมอย่างสมบูรณ์แบบได้ สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ที่ปรากฏลักษณะโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมและมีการกระจายตัวของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์อยู่บริเวณพื้นผิวของวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ แต่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ไม่ปรากฏโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมแต่อย่างใด

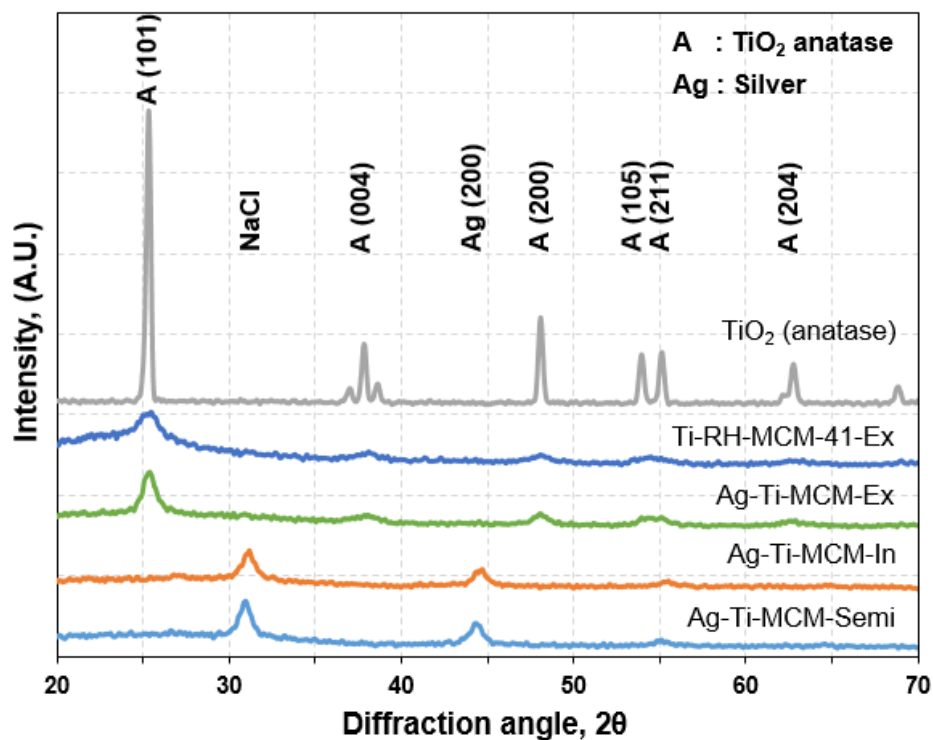


รูปที่ 4.22 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 ภายในวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO_2 (anatase) วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD

เมื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์และโลหะเงิน โดยสแกนที่มุม 2θ ในช่วงระหว่าง 20-70 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.23 พบว่าวัสดุ TiO_2 (anatase) ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 25.3 องศา (101) 37.9 องศา (004) 48.1 องศา (200) 53.9 องศา (105) 55.0 องศา (211) และ 62.7 องศา (204) ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 แต่ไม่พบพีคของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูไทล์ จึงทำการเจือไทเทเนียมไดออกไซด์กับ RH-MCM-41 แบบ Sequence (Ex-situ) พบว่าความเข้มพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสที่ตำแหน่ง 2θ ทั้ง 5 ช่วง ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 ลดลงอย่างเห็นได้ชัด และไม่พบพีคของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูไทล์เช่นกัน กระทั่งทำการศึกษาวัสดุ Ag-Ti-MCM-41-Ex-situ สังเกตได้ว่าลักษณะพีคที่พบเหมือนกับวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ที่มีการลดลงของความเข้มพีคทั้ง 5 ช่วง และไม่พบพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน

(Ag⁰) ซึ่งปกติแสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 38.1 องศา (111) 44.2 องศา (200) 64.4 (220) องศา ตามมาตรฐาน JCPDS 89-3722 สาเหตุที่วัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-MCM-41-Ex-situ มีการลดลงของความเข้มพีค เนื่องจากมีการรบกวนของโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 และสาเหตุที่วัสดุ Ag-Ti-MCM-41-Ex-situ ไม่พบพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) อาจเป็นเพราะความเข้มข้นของโลหะเงินที่ค่อนข้างต่ำ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Tongon, *et al.*, (2014)

อย่างไรก็ตามเมื่อเปลี่ยนรูปแบบการสังเคราะห์จากแบบ Sequence (Ex-situ) เป็นแบบ Batch (In-situ) พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ปรากฏพีคที่ตำแหน่งเดียวกัน โดยแสดงให้เห็นพีคที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 44.2 องศา (200) ตามมาตรฐาน JCPDS 03-0921 และ 55.0 องศา (211) ตามมาตรฐาน JCPDS 21-1272 ตามลำดับ บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) และไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทส แต่ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบรูไทล์ ซึ่งอธิบายได้ว่าในขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ เป็นการผสมรวมกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท จึงทำให้เกิดการรวมตัวกันได้ดีระหว่างไทเทเนียม โลหะเงิน ซิลิกอน และออกซิเจน ในระหว่างการให้ความร้อนเพื่อก่อตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 และโครงสร้างผลึกของ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ทำให้พีคบางช่วงของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสหายไป อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์แบบ In-situ ทำให้พบพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) ช่วยให้อนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) กระจายตัวได้ดีบนพื้นที่ผิวสอดคล้องกับผลการทดสอบการกระจายตัวของธาตุ Ag บนวัสดุ RH-MCM-41 ด้วยเทคนิค SEM และโครงสร้างรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ เมื่อเทียบกับการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) ซึ่งไม่พบพีคของอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) และถึงแม้จะมีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ โดยนำสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกตมาให้ความร้อนเพื่อก่อโครงสร้างผลึก RH-MCM-41 ก่อนนำไปผสมกับสารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียมและให้ความร้อนอีกครั้ง ก็ยังปรากฏพีคเหมือนวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ เนื่องจากเกิดการรวมตัวกันได้ดีระหว่างสารละลายผสมทั้งสอง ประเภทในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สอง



รูปที่ 4.23 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ TiO_2 (anatase) วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค XRD

นอกจากนี้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ยังพบพีกที่ตำแหน่ง 2θ ในช่วง 31 องศา ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของโซเดียมคลอไรด์ เนื่องจากระหว่างการสังเคราะห์วัสดุดังกล่าว มีการใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการควบคุมความเป็นกรด-ด่าง ซึ่งความเข้มข้นของสารทั้งสองชนิดที่มากเกินไป ทำให้เกิดการรวมตัวกันระหว่าง Na^+ ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ Cl^- ของกรดไฮโดรคลอริก จึงเกิดเป็นโครงสร้างผลึกโซเดียมคลอไรด์ขึ้นภายในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ (Tong on, 2014; Singh, *et al.*, 2016) สอดคล้องกับวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM-EDX ที่มีการพบปริมาณของธาตุโซเดียม (Cl) และคลอรีน (Cl) ในปริมาณมาก อย่างไรก็ตามวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ไม่พบพีกดังกล่าว เนื่องจากมีการสังเคราะห์วัสดุ As-synthesized RH-MCM-41 ให้เสร็จก่อน โดยทำการรองและล้างสิ่งสกปรกหรือสารเคมีปนเปื้อนออกก่อนนำผงวัสดุ As-synthesized RH-MCM-41 มาทำการสังเคราะห์อีกครั้งเป็นวัสดุ Ti-RH-MCM-41

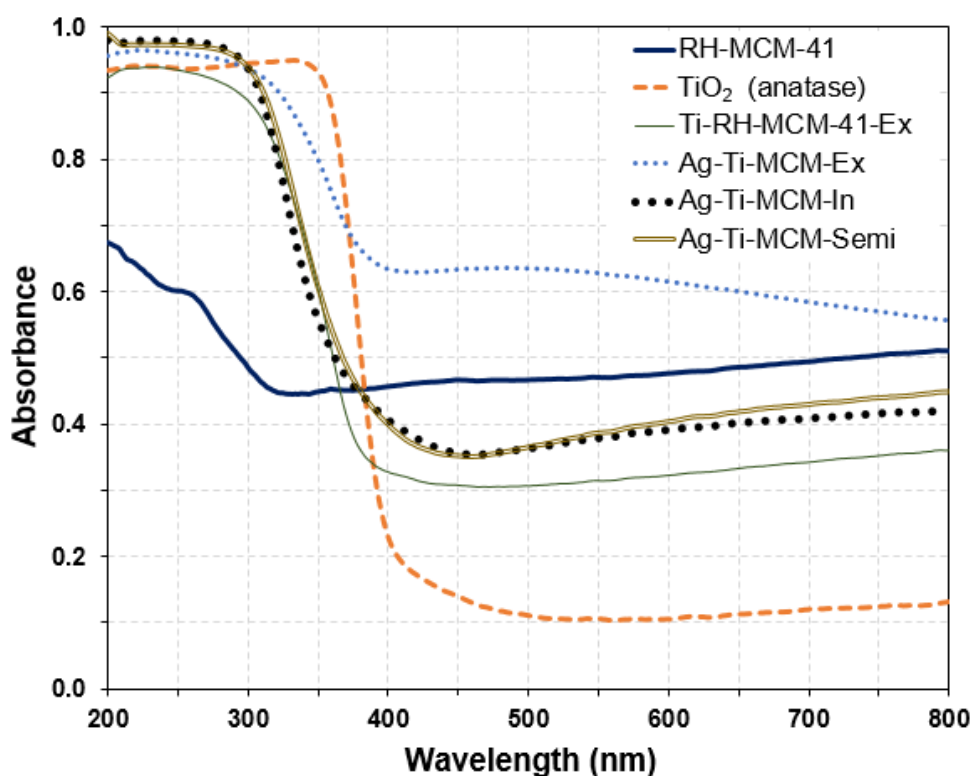
และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ต่อไป และในการสังเคราะห์ครั้งนี้มีเพียงการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการควบคุมความเป็นกรด-ด่างเท่านั้น

2) การวิเคราะห์ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค UV-DRS

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุอะตอมลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค UV-DRS โดยการนำวัสดุอะตอมลิสต์มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) จากนั้นนำมาสแกนที่ความยาวคลื่นระหว่าง 200-800 นาโนเมตร และวัดค่าความเข้ม (Intensity) เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.24 พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO₂ (anatase) และวัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่ต่ำกว่า 420 นาโนเมตร หรือมีการดูดกลืนในช่วงคลื่นแสง UV เท่านั้น สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhao, *et al.* (2011); Klankaw, *et al.* (2012); Singh, *et al.* (2016) จากนั้นเมื่อเติมโลหะเงินเจือไทเทเนียมลงไปใน MCM-41 ส่งผลให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่สูงกว่า 420 นาโนเมตร หรือในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็น เนื่องจากโลหะเงินมี Surface plasma resonance ทำให้เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงจึงเกิดการแยกตัวระหว่างอิเล็กตรอนและโฮลต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ จากนั้นอนุภาคโลหะเงินจึงดักจับอิเล็กตรอน เพื่อป้องกันการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและโฮลต์ ส่งผลให้สามารถดูดกลืนแสงในช่วงที่ตามองเห็นได้ (Zhou, *et al.*, 2011; Yu, *et al.*, 2013) นอกจากนี้การที่อนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) เข้าไปกระจายตัวภายในโครงสร้าง Ti-O-Si และพื้นที่ผิวของ Ag-Ti-RH-MCM-41 ทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ลดลงและอิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ที่ถูกกระตุ้นสามารถกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ได้ง่ายขึ้นภายใต้แสงที่ตามองเห็น

การเปรียบเทียบค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุอะตอมลิสต์อื่น ๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.7 โดยคำนวณจากสมการ Band gap energy (Eg) ดังแสดงในสมการที่ 4.1 พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 TiO₂ (anatase) และ Ti-RH-MCM-41 ที่มีการดูดกลืนแสง UV มีค่า Absorption edge เท่ากับ 310 405 และ 382 นาโนเมตร และมีค่า Band gap energy เท่ากับ 4.00 3.07 และ 3.25 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ โดยสาเหตุที่วัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีค่า Band gap energy สูงกว่า

วัสดุ TiO_2 (anatase) เนื่องจากวัสดุ RH-MCM-41 มีค่า Band gap energy ที่สูงมาก จึงทำให้ค่า Absorption edge ของวัสดุ Ti-RH-MCM-41 เลื่อนไปอยู่ในช่วงคลื่น UV ที่มีความยาวคลื่นต่ำ ในขณะที่วัสดุ RH-MCM-41 ที่มีการเจือโลหะเงินลงไป ทำให้วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ มีค่า Absorption edge เพิ่มขึ้นเท่ากับ 382 448 และ 430 นาโนเมตร และมีค่า Band gap energy เท่ากับ 3.25 2.77 2.89 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ จากการศึกษาดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าถึงแม้ว่าการเติมโลหะเงิน เพื่อให้มีค่า Band gap energy ลดลง แต่ค่าดังกล่าวยังคงค่อนข้างสูง เนื่องจากค่า Band gap energy ของ RH-MCM-41 ที่สูงมากนั่นเอง สาเหตุที่วัสดุ RH-MCM-41 มีค่า Band gap energy เนื่องจาก SiO_2 ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุ MCM-41 มีช่วง Band gap energy ที่กว้างมาก โดยประมาณ 8.9 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงส่งผลให้วัสดุคะตะลิสต์ที่เจือผสมด้วยวัสดุ RH-MCM-41 มีค่าสูงตาม



รูปที่ 4.24 เปรียบเทียบค่าการดูดกลืนแสงของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO_2 (anatase) วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ ด้วยเทคนิค UV-DRS

ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ

ตัวอย่าง	$\lambda_{cut-off}$ (นาโนเมตร)	E_g (อิเล็กตรอนโวลต์)
RH-MCM-41	310	4.00
TiO ₂ (anatase)	405	3.07
Ti-RH-MCM-41-Ex	382	3.25
Ag-Ti-MCM-Ex	382	3.25
Ag-Ti-MCM-In	448	2.77
Ag-Ti-MCM-Semi	430	2.89

3) การวิเคราะห์ปริมาณธาตุ และการกระจายตัวบนพื้นผิวด้วยเทคนิค SEM-EDX

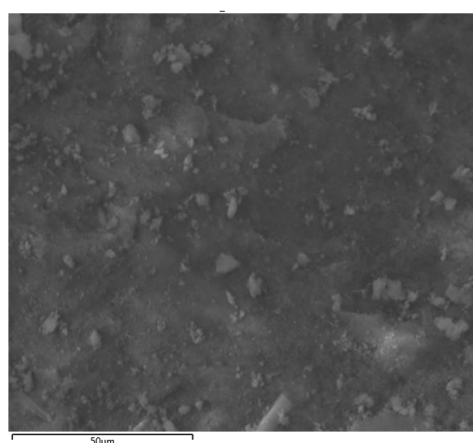
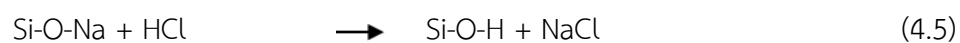
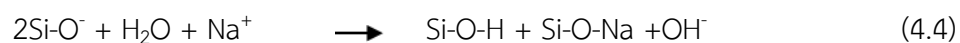
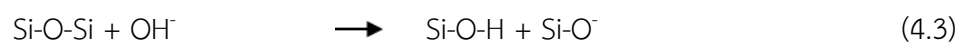
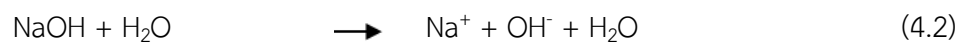
การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบปริมาณธาตุและลักษณะการกระจายตัวบนพื้นผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive และเทคนิค X-ray Spectrometry (SEM-EDX) ดังแสดงในรูปที่ 4.25 จะเห็นได้ว่าลักษณะอนุภาคของวัสดุคะตะลิสต์ไม่มีความแตกต่างกัน ซึ่งลักษณะอนุภาคมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และลักษณะการกระจายตัวของธาตุต่าง ๆ เช่น ซิลิกอน (Si) ไทเทเนียม (Ti) โลหะเงิน (Ag) และธาตุอื่น ๆ บนพื้นผิวของวัสดุคะตะลิสต์ แสดงดังตารางที่ 4.8 พบว่าลักษณะการกระจายตัวของธาตุไทเทเนียม (Ti) บนวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ มีลักษณะการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ โดยไทเทเนียมไดออกไซด์มีการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน เนื่องจากวัสดุดังกล่าวเป็นการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) ทำให้ไทเทเนียมไม่สามารถที่กระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอบนพื้นผิวและภายในโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ RH-MCM-41 แต่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีลักษณะการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ เนื่องจากในกระบวนการสังเคราะห์เป็นการผสมรวมกันระหว่างสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภท จึงทำให้ไทเทเนียมสามารถกระจายตัวกันได้อย่างสม่ำเสมอบนพื้นผิวและภายในโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ RH-MCM-41 เมื่อเปรียบเทียบลักษณะการกระจายตัวของธาตุโลหะเงิน (Ag) บนวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ

และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ มีลักษณะการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ โดยธาตุโลหะเงิน (Ag) มีการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนอยู่บริเวณเดียวกันกับธาตุไทเทเนียม ในขณะที่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีลักษณะการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ เช่นเดียวกับธาตุซิลิกอน (Si) และธาตุไทเทเนียม (Ti) เนื่องจากเป็นการสังเคราะห์แบบผสมรวมกันของสารละลายทั้ง 2 ประเภท จึงทำให้โลหะเงินสามารถกระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอ สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เนื่องจากวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ เกิดการทำปฏิกิริยาและก่อพันธะกันได้ดี จึงทำให้ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะโครงสร้างผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสไม่ครบทุกตำแหน่ง นอกจากนี้ยังสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ที่แสดงให้เห็นถึงการรวมตัวกันของสารละลายผสมทั้ง 2 ประเภทได้ดีอีกด้วย

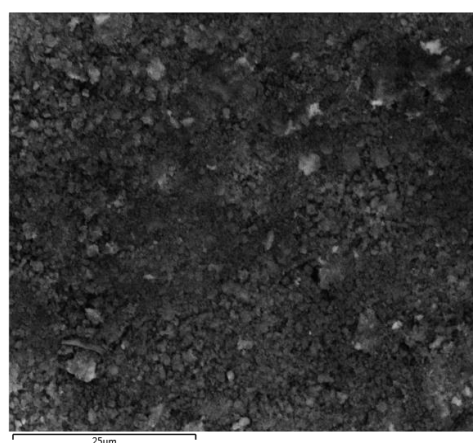
เมื่อเปรียบเทียบปริมาณของธาตุแต่ละชนิดบนวัสดุคะตะลิสต์ชนิดต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.8 พบว่าปริมาณธาตุไทเทเนียม (Ti) ในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) ทำให้มีปริมาณธาตุไทเทเนียม (Ti) และธาตุโลหะเงิน (Ag) มากกว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-ex-situ ถึง 2 และ 1.6 เท่า ตามลำดับ เนื่องจากการสังเคราะห์แบบ In-situ นั้นช่วยให้ไทเทเนียมและโลหะเงินทำปฏิกิริยาและสามารถกระจายตัวบนพื้นที่ผิวและภายในโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ RH-MCM-41 ได้ดีกว่าแบบ Ex-situ จึงทำให้ไม่มีไทเทเนียมและโลหะเงินส่วนเกินที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยากันหลุดออกไป สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XPS ที่พบความเข้มข้นพีคของ Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์และอนุภาคโลหะเงิน (Ag^0) ในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ In-situ สูงกว่าการสังเคราะห์แบบ Ex-situ

ดังนั้นจากผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุ และการกระจายตัวบนพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค SEM-EDX ดังแสดงในตารางที่ 4.9 พบว่าสามารถช่วยยืนยันได้ว่าการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) ช่วยให้เกิดการกระจายตัวกันอย่างสม่ำเสมอของธาตุต่าง ๆ บนพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ อีกทั้งยังทำให้มีปริมาณของธาตุไทเทเนียม (Ti) และโลหะเงิน (Ag) ในวัสดุที่สังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) มากกว่าการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) ที่อัตราส่วนการสังเคราะห์เท่ากัน (Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.1/1/2) นอกจากนี้สามารถยืนยันการพบพีค XRD ที่แสดงถึงโครงสร้างผลึกของโซเดียมคลอไรด์จากปริมาณธาตุโซเดียม

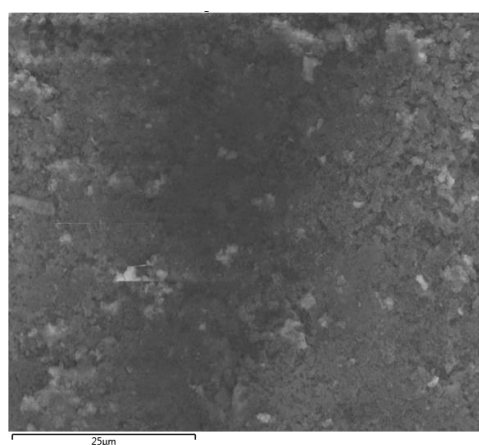
ที่พบสูงถึงร้อยละ 8.4 ซึ่งโซเดียมดังกล่าวเกิดจากการรวมตัวกันระหว่าง Na^+ ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และ Cl^- ของกรดไฮโดรคลอริก (Kiel, *et al.*, 2012) อธิบายได้ดังสมการที่ 4.2-4.5



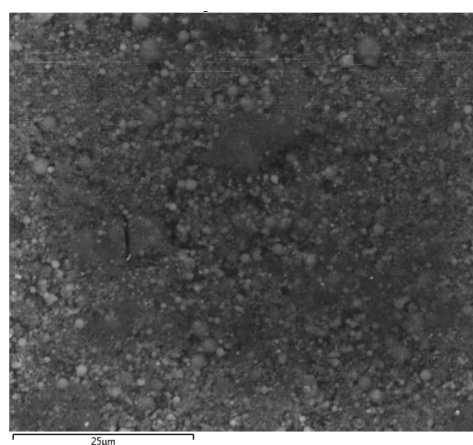
RH-MCM-41



Ti-RH-MCM-41-Ex



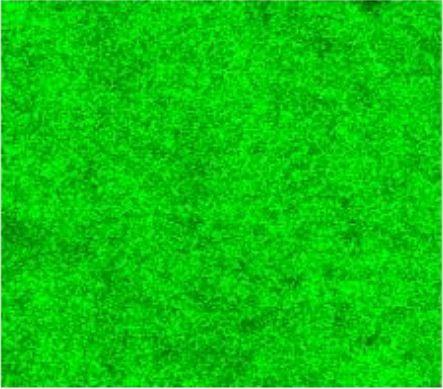
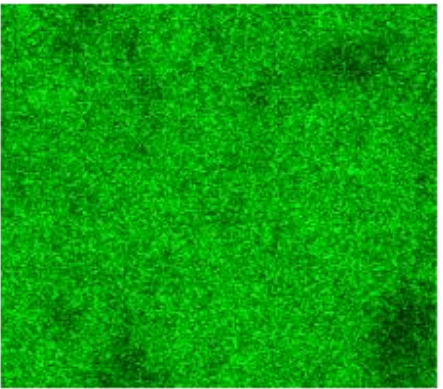
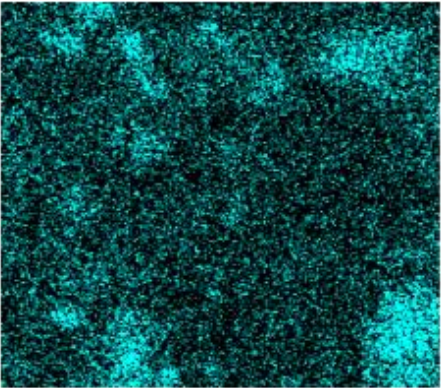
Ag-Ti-MCM-Ex



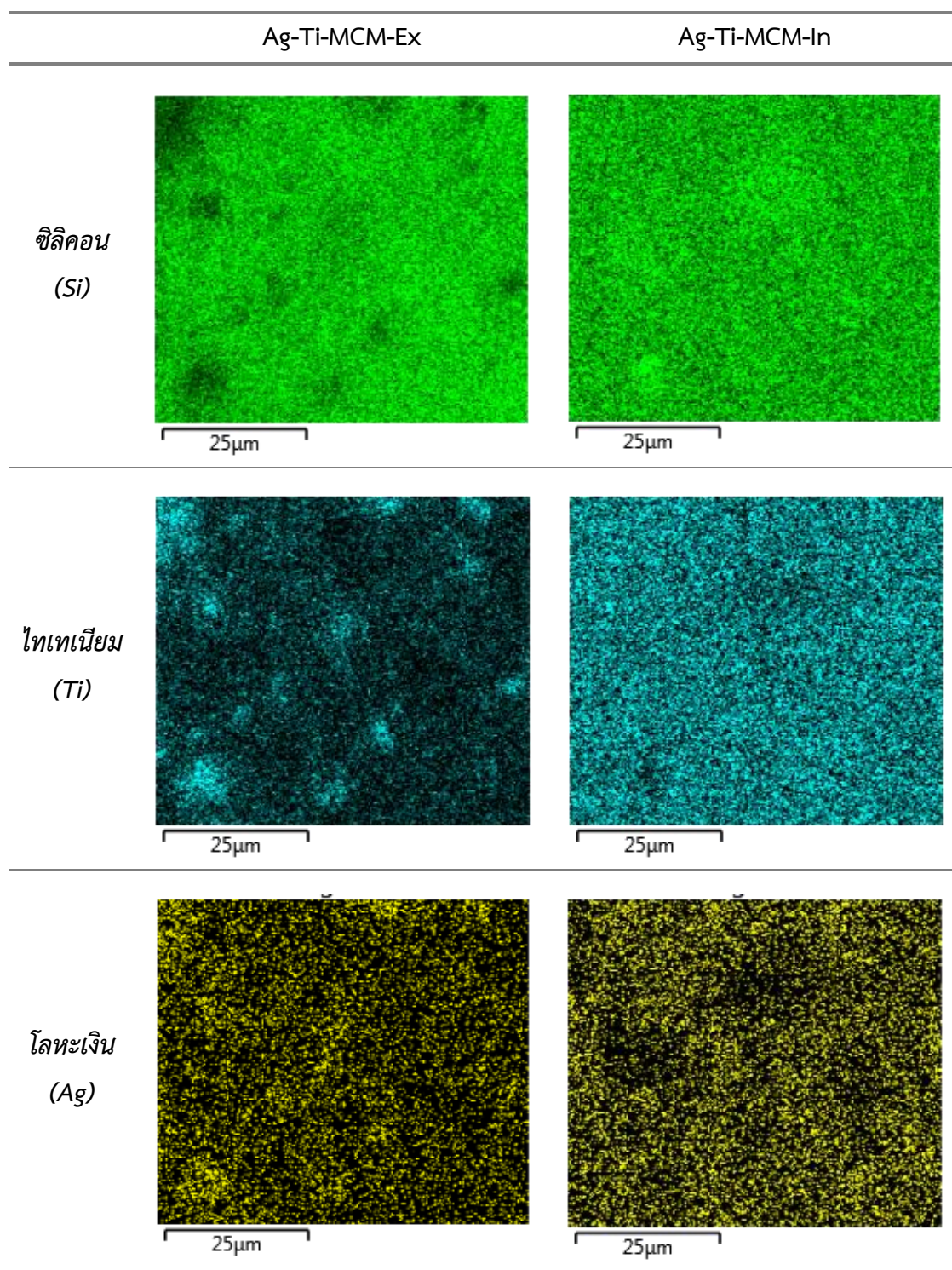
Ag-Ti-MCM-In

รูปที่ 4.25 เปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค SEM

ตารางที่ 4.8 เปรียบเทียบลักษณะการกระจายตัวของธาตุบนพื้นผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค SEM-EDX

	RH-MCM-41	Ti-RH-MCM-41-Ex
ซิลิคอน (Si)	 50µm	 25µm
ไทเทเนียม (Ti)		 25µm

ตารางที่ 4.8 เปรียบเทียบลักษณะการกระจายตัวของธาตุบนพื้นผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค SEM-EDX (ต่อ)



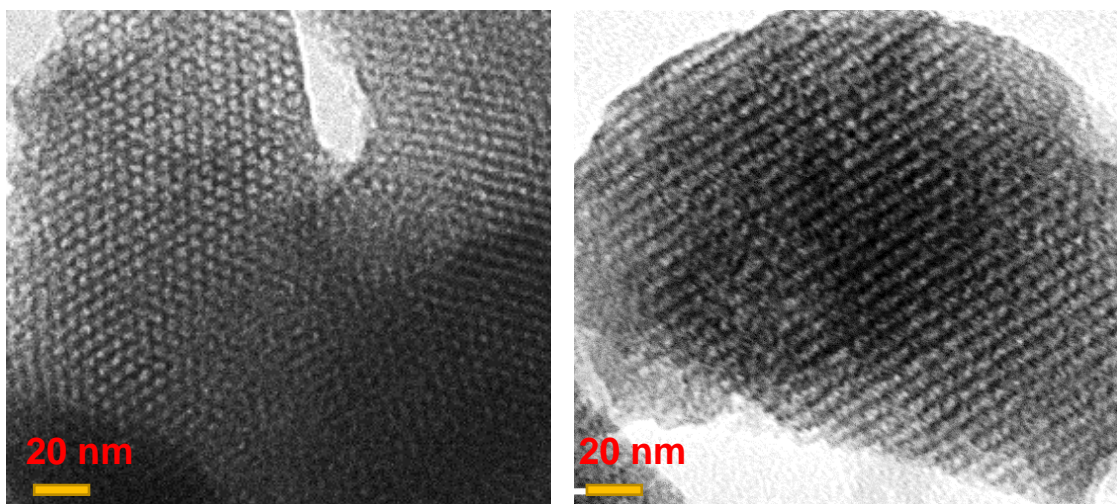
ตารางที่ 4.9 เปรียบเทียบองค์ประกอบ และปริมาณธาตุของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค SEM-EDX

ตัวอย่าง	ออกซิเจน (O)	ซิลิคอน (Si)	ไทเทเนียม (Ti)	โลหะเงิน (Ag)	โซเดียม (Na)	อลูมิเนียม (Al)	คลอรีน (Cl)
RH-MCM-41	51.9	39.4	N.A.	N.A.	0.6	0.2	0.1
Ti-RH-MCM-41-Ex	60.9	22.0	6.1	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.
Ag-Ti-MCM-Ex	52.7	27.7	6.2	2.2	N.A.	N.A.	N.A.
Ag-Ti-MCM-In	52.0	21.7	12.3	3.6	8.4	1.5	0.5

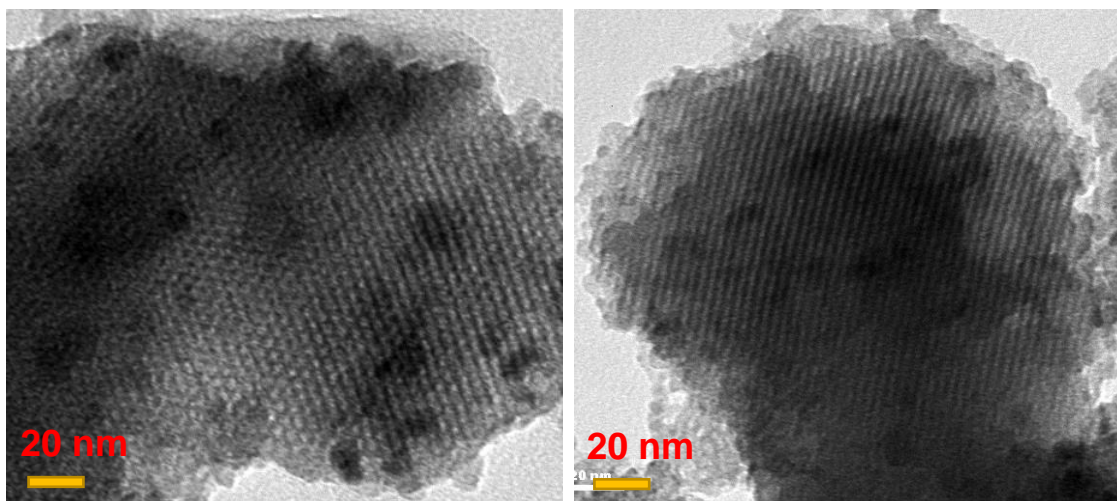
4) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างรูพรุนด้วยเทคนิค TEM

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุอะลูมิเนียมอื่น ๆ ด้วยเทคนิค TEM กำลังขยาย 350,000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.26 พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 มีลักษณะรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) คล้ายรังผึ้ง มีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างรูพรุนอย่างเป็นระเบียบ และขนาดของรูพรุนสม่ำเสมอ สอดคล้องงานวิจัยของ Beck, *et al.* (1992) และเมื่อเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไปใน RH-MCM-41 พบว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ยังคงมีโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม แต่ปรากฏอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะจุดวงกลมสีดำกระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของรูพรุนของวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ในขณะที่การเติมโลหะเงินเจือไทเทเนียมลงไปใน RH-MCM-41 แบบ Sequence (Ex-situ) พบว่าลักษณะโครงสร้างรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ยังคงมีโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมไม่แตกต่างไปจากวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ti-RH-MCM-41 แต่ไม่พบลักษณะของอนุภาคโลหะเงิน เนื่องจากอนุภาคดังกล่าวมีขนาดเพียง 2-5 นาโนเมตรเท่านั้น

เมื่อวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบที่สังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) พบว่าไม่ปรากฏลักษณะรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) คล้ายรังผึ้งและการจัดเรียงตัวของโครงสร้างรูพรุนอย่างเป็นระเบียบที่เป็นลักษณะเฉพาะของ MCM-41 หายไป สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD โดยสาเหตุที่ไม่ปรากฏลักษณะดังกล่าวเนื่องจากการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) ทำให้อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์และนาโนเงิน (Ag^0) ที่เข้าไปกระจายตัวภายในโครงสร้าง silicate framework (Si-O-Si) ระหว่างก่อดัวเป็นรูพรุนรูปหกเหลี่ยม ซึ่งอนุภาคไทเทเนียมและนาโนเงิน (Ag^0) มีขนาดใหญ่ ทำให้เกิดการรบกวนการจัดเรียง silicate framework แบบสมมาตรจึงทำให้ลักษณะพันธะระหว่าง Ti-O-Si หรือ Ag-O-Si มีการบิดตัวและไม่จัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมในวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ที่สังเคราะห์แบบ In-situ (Chena, *et al.*, 2010; Xie, *et al.*, 2006)

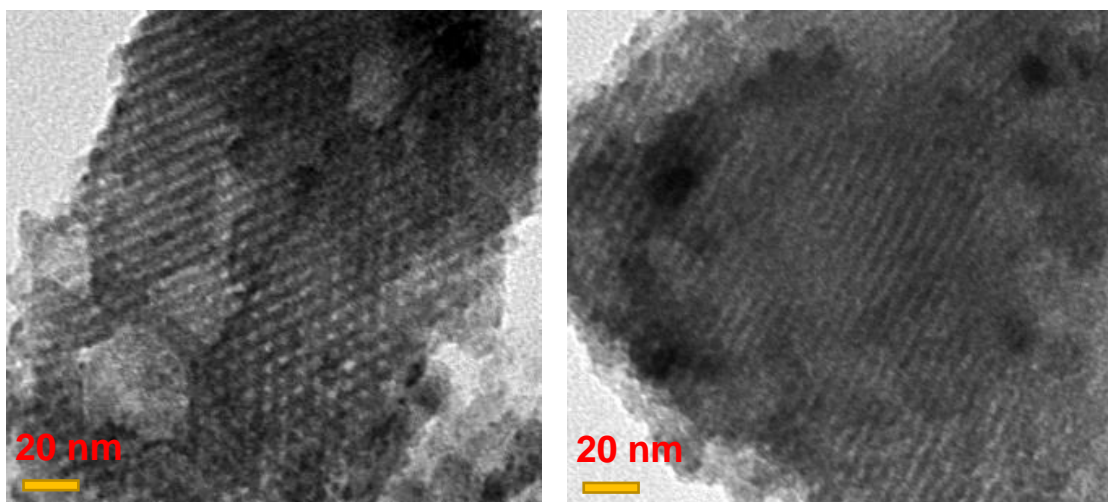


RH-MCM-41

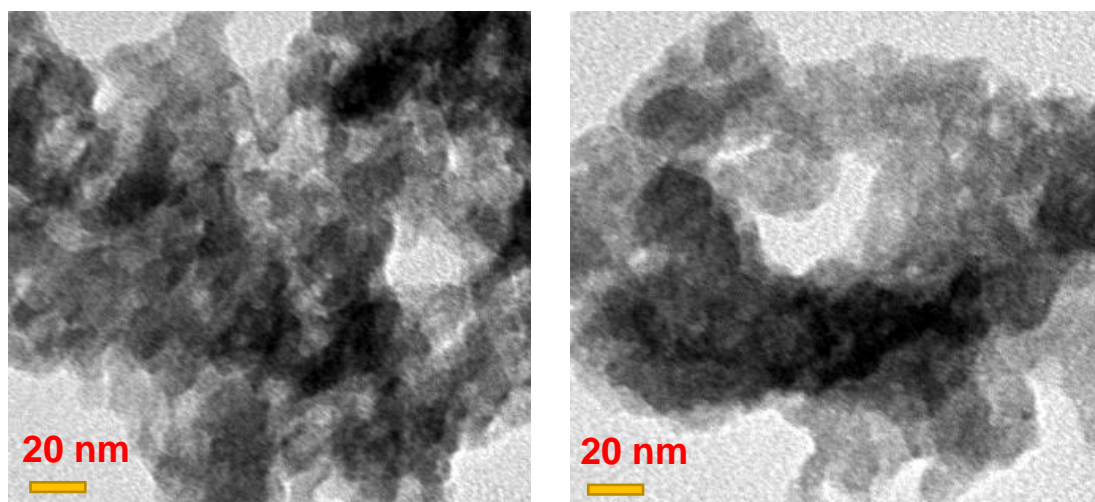


Ti-RH-MCM-41-Ex

รูปที่ 4.26 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างรูพรุนของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค TEM (กำลังขยาย x350,000 เท่า)



Ag-Ti-MCM-Ex



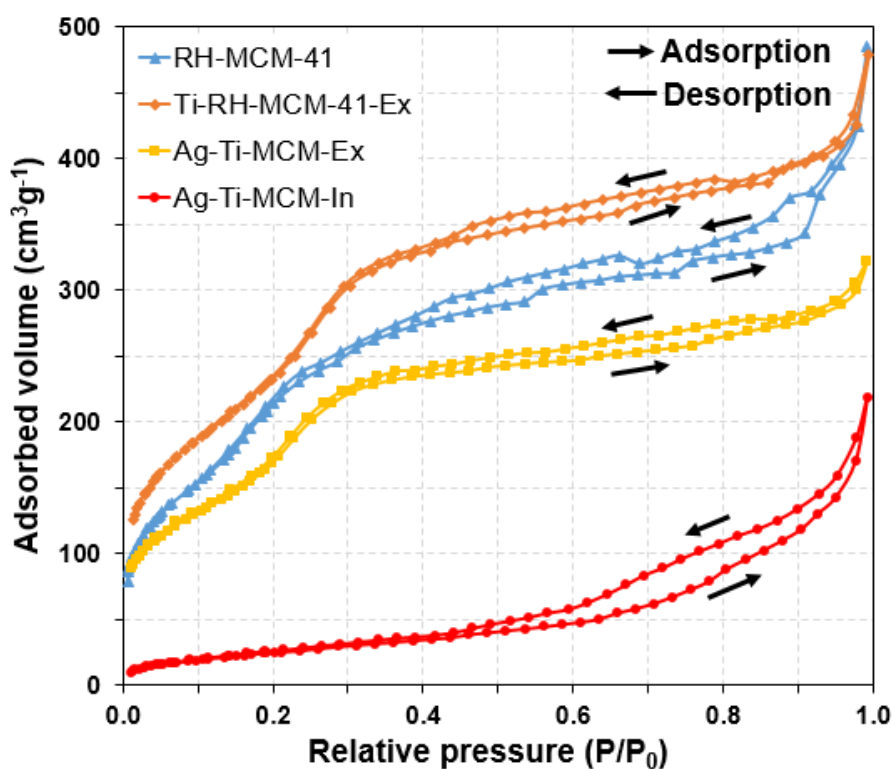
Ag-Ti-MCM-in

รูปที่ 4.26 เปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างรูพรุนของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค TEM (กำลังขยาย x350,000 เท่า) (ต่อ)

5) การวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความพรุนด้วยเทคนิค BET

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบลักษณะพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุอะตอมลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิคการดูดซับ-การคายซับ (Adsorption-Desorption) ก๊าซไนโตรเจน (N_2 gas) ดังแสดงในรูปที่ 4.27 พบว่ากราฟไอโซเทอร์มของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ มีความสอดคล้องกับกราฟไอโซเทอร์มตามมาตรฐานที่กำหนดโดยสหภาพเคมีบริสุทธิ์และเคมีประยุกต์ระหว่างประเทศ (International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC) ของการดูดซับแบบที่ 4 (Type IV) แสดงให้เห็นว่าวัสดุดังกล่าวมีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างรูพรุนแบบขนาดกลางหรือ Mesoporous ซึ่งมีรูพรุนตั้งแต่ 1.5-100 นาโนเมตร และจากกราฟไอโซเทอร์มของการดูดซับปรากฏลักษณะการดูดซับของความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 2 ช่วง คือ ช่วงแรกความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0-0.1 ของวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0-0.2 ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ มีลักษณะการดูดซับเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณความดันสัมพัทธ์ที่เพิ่มขึ้น อธิบายได้ว่าการดูดซับก๊าซไนโตรเจนที่บริเวณบริเวณภายนอกรูพรุนหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 และในช่วงที่สองความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0.1-1 ของวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) 0.2-1 ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ เมื่อปริมาณความดันสัมพัทธ์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ปริมาณการดูดซับสูงขึ้นเช่นกัน แสดงถึงการดูดซับก๊าซไนโตรเจนภายในรูพรุนหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่ปรากฏพีค 3 ตำแหน่ง ซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะของโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ MCM-41 อย่างไรก็ตามเมื่อวิเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) พบว่ากราฟไอโซเทอร์มมีรูปแบบการดูดซับแบบที่ 2 (Type II) แสดงให้เห็นว่าพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีลักษณะการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) เท่านั้น ส่งผลให้มีปริมาณการดูดซับก๊าซไนโตรเจนที่ค่อนข้างต่ำ ซึ่งลักษณะการดูดซับที่เปลี่ยนแปลงไปแสดงให้เห็นถึงการที่โครงสร้างรูพรุนหกเหลี่ยมถูกทำลายเมื่อสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Batch (In-situ) (Klankaw, *et al.*, 2012; Sung-Suh, *et al.*, 2004) สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ที่ไม่แสดงลักษณะโครงสร้างรูพรุนและการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบของ MCM-41

นอกจากนี้กราฟไอโซเทอร์มของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ปรากฏ Hysteresis loop เกิดขึ้น อธิบายได้ว่าวัสดุดังกล่าวขนาดรูพรุนไม่สม่ำเสมอและจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ ส่งผลให้ปริมาณการดูดซับและคายซับของไนโตรเจนไม่เท่ากัน ซึ่งสาเหตุที่วัสดุดังกล่าวมีขนาดรูพรุนไม่สม่ำเสมอ และจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบเกิดจากในขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุ RH-MCM-41 สารละลาย CTAB ไม่สามารถก่อตัวเป็นโครงสร้าง Hexagonal array ได้สมบูรณ์ และไม่สามารถทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) กับโซเดียมซิลิเกตได้ดี ดังนั้นจึงปรากฏ Hysteresis loop เกิดขึ้น



รูปที่ 4.27 เปรียบเทียบไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับก๊าซไนโตรเจนของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค BET

จากตารางที่ 4.10 แสดงผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุอะตอมลิสต์อื่น ๆ พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 มีพื้นที่ผิว 939.61 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรรูพรุน 0.75 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และขนาดรูพรุน 3.84 นาโนเมตร เมื่อเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไปวัสดุ RH-MCM-41 ส่งผลให้วัสดุ Ti-RH-MCM-41 มีพื้นที่ผิวลดลงเล็กน้อยเป็น 900.58 ตารางเมตรต่อกรัม ในขณะที่เมื่อเติมโลหะเงินเจือไทเทเนียมลงไปวัสดุ RH-MCM-41 แบบ Sequence (Ex-situ) ทำให้วัสดุ Ag-Ti-MCM-41-Ex-situ มีพื้นที่ผิวลดลงเป็น 654.65 ตารางเมตรต่อกรัม เนื่องจาก Ti^{4+} ของไทเทเนียมไดออกไซด์และอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) ได้เข้าไปกระจายตัวบนพื้นที่ผิวและในรูพรุนของ RH-MCM-41 ทำให้วัสดุ Ti-MCM-41 และ Ag-Ti-MCM-41-Ex-situ มีพื้นที่ผิวลดลง ตามลำดับ

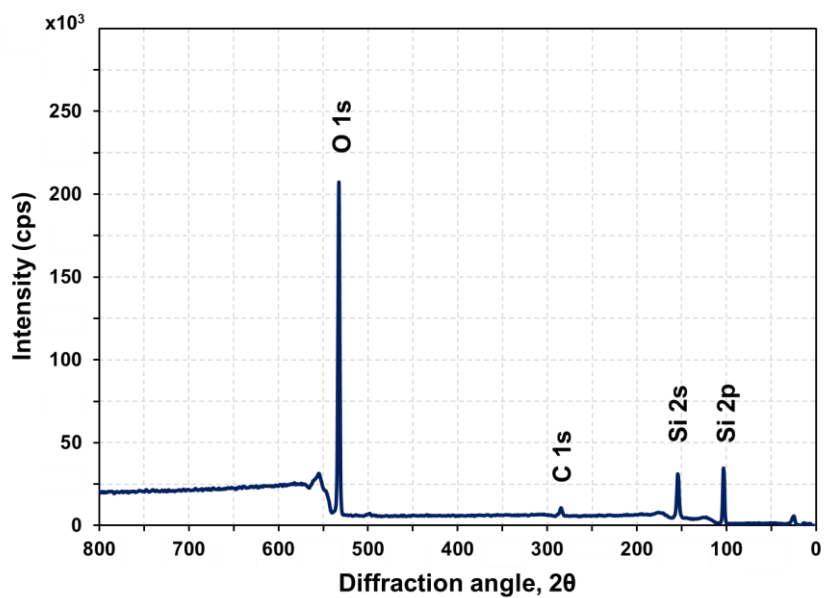
เมื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) มีพื้นที่ผิวลดลงเป็น 98.96 ตารางเมตรต่อกรัม ในขณะที่ขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้นเป็น 13.70 นาโนเมตร ซึ่งพื้นที่ผิวของวัสดุดังกล่าวแตกต่างจากการสังเคราะห์แบบ Sequence (Ex-situ) อย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากการสังเคราะห์แบบ Batch (In-situ) เป็นการสังเคราะห์แบบผสมสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ พร้อมกัน คือ สารละลายผสมเงินเจือไทเทเนียมและสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกต ซึ่งขนาดโมเลกุลของ Ti^{4+} ของไทเทเนียม ประเภทอนาเทส และอนุภาคนาโนเงิน (Ag^0) มีขนาดใหญ่กว่า Si^{4+} ของ MCM-41 (Braconnier, *et al.*, 2009) จึงทำให้ระหว่างก่อตัวเป็นโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม โมเลกุลของเงินเจือไทเทเนียมและโซเดียมซิลิเกตไม่สามารถก่อตัวเป็นโครงสร้าง Hexagonal array ได้สมบูรณ์ ส่งผลให้โครงสร้างรูพรุนจึงเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาด้วยเทคนิค XRD ในหัวข้อที่ 4.2.1-4.2.3 โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ไม่แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกของ MCM-41 และไทเทเนียมไดออกไซด์ไม่แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกที่สมบูรณ์ของรูปแบบอนาเทสและรูไทล์

ตารางที่ 4.10 เปรียบเทียบพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดรูพรุนของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค BET

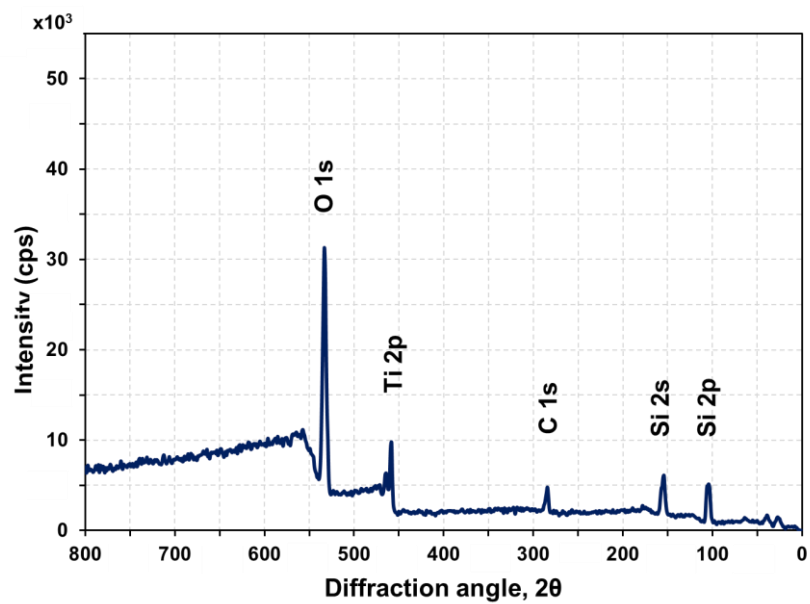
ตัวอย่าง	พื้นที่ผิว (ตารางเมตร/กรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร/กรัม)	ขนาดรูพรุน (นาโนเมตร)
RH-MCM-41	939.61±50	0.75	3.84
Ti-RH-MCM-41-Ex	900.48±50	0.74	3.29
Ag-Ti-MCM-Ex	654.65±50	0.50	0.10
Ag-Ti-MCM-In	98.96±50	0.34	13.70

6) การวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิค XPS

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงและเปรียบเทียบองค์ประกอบของธาตุของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยเทคนิค XPS ดังแสดงในรูปที่ 4.28 พบว่าจากการ Survey องค์ประกอบของธาตุปรากฏที่ ซึ่งแสดงถึงธาตุที่เป็นองค์ประกอบพื้นฐานของ RH-MCM-41 คือ ธาตุซิลิกอน (Si) คาร์บอน (C) และออกซิเจน (O) เมื่อเติมไทเทเนียมลงในวัสดุ RH-MCM-41 ทำให้ XPS ของวัสดุ Ti-RH-MCM-41 ปรากฏที่ของไทเทเนียม (Ti) และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ปรากฏที่แสดงถึงโลหะเงิน (Ag) แต่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ไม่ปรากฏที่ของธาตุโลหะเงิน (Ag) ดังนั้นเพื่อความชัดเจนจึงทำตรวจสอบลักษณะทางเคมีที่ความละเอียดสูง ดังแสดงในรูปที่ 4.29

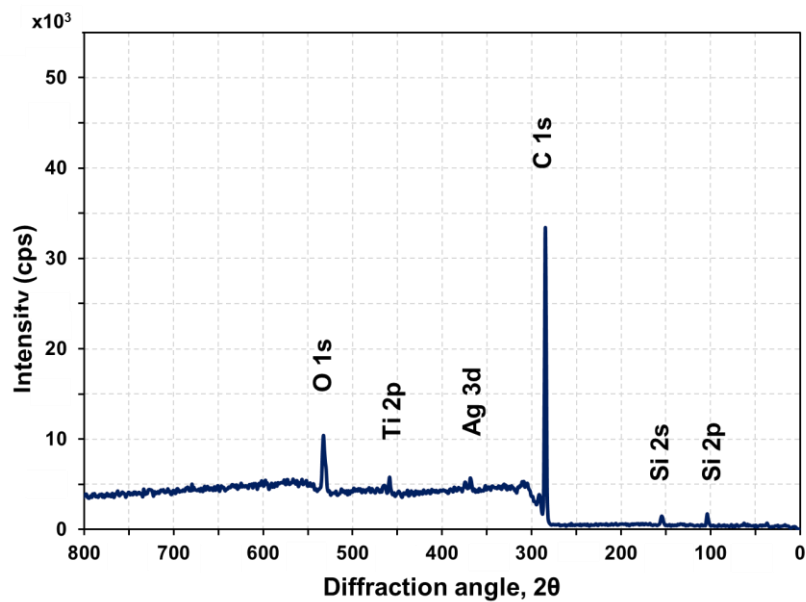


RH-MCM-41

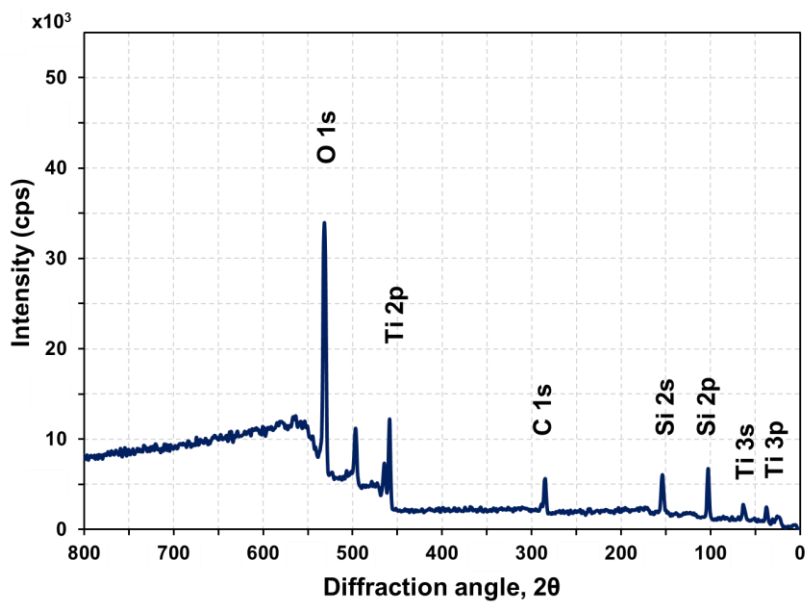


Ti-RH-MCM-41-Ex

รูปที่ 4.28 เปรียบเทียบลักษณะการ Survey องค์ประกอบของธาตุของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค XPS



Ag-Ti-MCM-Ex



Ag-Ti-MCM-In

รูปที่ 4.28 เปรียบเทียบลักษณะการ Survey องค์ประกอบของธาตุของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค XPS (ต่อ)

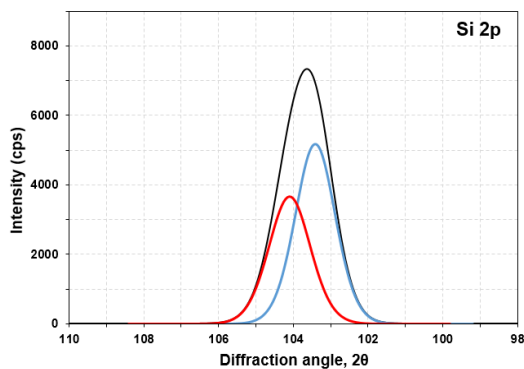
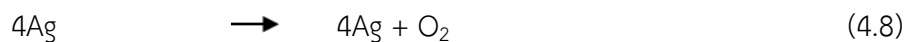
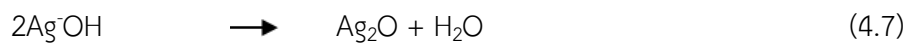
การตรวจสอบลักษณะทางเคมีของธาตุซิลิกอน Si 2p พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 ปรากฏพีคของการสลายพันธะสูงสุดเท่ากับ 103.4 และ 104.1 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดพันธะ Si-OH และ Si-O-Si ของซิลิกา เมื่อเจือไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไป ใน RH-MCM-41 ส่งผลให้วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ที่ปรากฏพีคของการสลายพันธะสูงสุดของธาตุซิลิกอน Si 2p เท่ากับ 104.1 104.1 และ 103.1 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ อย่างไรก็ตามวัสดุทั้ง 3 ประเภทที่มีการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไป ใน RH-MCM-41 ไม่ปรากฏของการสลายพันธะสูงสุดเท่ากับ 102.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ที่บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ Ti-O-Si ของ Si^{4+} ที่เข้าไปแทนที่ในโครงสร้างของไทเทเนียม (Balachandran, *et al.*, 2010) แต่ปรากฏพีคของธาตุซิลิกอน O 1s ที่แสดงถึงการเกิดพันธะ Ti-O-Si

การตรวจสอบลักษณะทางเคมีของธาตุซิลิกอน O 1s พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 ปรากฏพีคของการสลายพันธะสูงสุดเท่ากับ 531.2 533.0 และ 534.3 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดพันธะ Si-O-Si ของซิลิกาและออกซิเจนที่แสดงถึงการก่อโครงสร้าง silicate framework อย่างไรก็ตามวัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ปรากฏพีคของการสลายพันธะสูงสุดตั้งแต่เท่ากับ 528.0 ถึง 537.0 อิเล็กตรอนโวลต์โดยพีคของการสลายพันธะสูงสุดเท่ากับ 530.6 อิเล็กตรอนโวลต์ บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ Ti-O-Ti ของออกซิเจนและไทเทเนียม 531.4 อิเล็กตรอนโวลต์ บ่งบอกถึงการเกิดพันธะ Ti-O-Si ของซิลิกาและไทเทเนียมบนพื้นผิวและโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม และ 532.7 อิเล็กตรอนโวลต์ บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (OH group) ของพันธะ Ti-OH และ Si-OH (Zhao, *et al.*, 2011) อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ In-situ และแบบ Ex-situ ซึ่งให้เห็นว่าการสังเคราะห์แบบ In-situ ช่วยให้เกิดการก่อผลึกระหว่างพันธะ Ti-O-Si ได้ดีกว่าการสังเคราะห์แบบ Ex-situ สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่ไม่ปรากฏพีคที่บ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของ MCM-41 และปรากฏพีคของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปแบบอนาเทสไม่ครบทุกตำแหน่ง อีกทั้งยังสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ TEM อีกด้วย เนื่องจากมีการทำปฏิกิริยาเป็นเนื้อเดียวกันได้ดีจนทำให้ไม่มีการก่อโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยมของ MCM-41

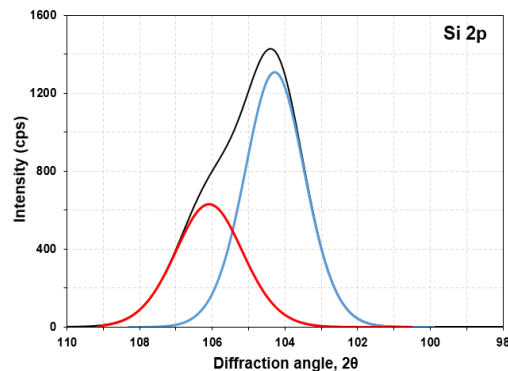
การตรวจสอบลักษณะทางเคมีของธาตุไทเทเนียม Ti 2p พบว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ปรากฏพีคของการสลายพันธะสูงสุดตั้งแต่เท่ากับ 456.0 ถึง 468.0 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งพีคที่พันธะสูงสุดเท่ากับ 458.6 และ 464.3 อิเล็กตรอนโวลต์ ตรงกับลักษณะของ Ti 2p_{3/2} และ Ti 2p_{1/2} ตามลำดับ ซึ่งเป็นการบ่งบอกถึง Ti⁴⁺ (Tetravalent) ของไทเทเนียมที่เข้าไปทำปฏิกิริยาและก่อโครงสร้างผลึกของ silicate framework ร่วมกับซิลิกา ทำให้เกิดเป็นพันธะ Ti-O-Si (Wang, *et al.*, 2012; Bianchi, *et al.*, 2014) ในขณะที่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ปรากฏพีคเพียง 2 ตำแหน่งของการสลายพันธะสูงสุดเท่ากับ 459.3 และ 469.3 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งตรงกับลักษณะของ Ti 2p_{3/2} เท่านั้น อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ In-situ และแบบ Ex-situ ชี้ให้เห็นว่าการสังเคราะห์แบบ In-situ มีค่าความเข้มพีคที่พันธะสูงสุดสูงกว่าการสังเคราะห์แบบ Ex-situ สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM-EDX ที่แสดงปริมาณของธาตุไทเทเนียม (Ti) ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ In-situ สูงกว่าการสังเคราะห์แบบ Ex-situ ถึง 2 เท่า

การตรวจสอบลักษณะทางเคมีของธาตุโลหะเงิน Ag 3d พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ปรากฏพีคของการสลายพันธะสูงสุดเท่ากับ 368.1 ถึง 374.1 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งตรงกับลักษณะของ Ag 3d_{5/2} และ Ag 3d_{3/2} ตามลำดับ ดังนั้นจากผลของ XPS สามารถยืนยันได้ว่าพีคที่ปรากฏเป็นของโลหะเงิน (Ag⁺) โดยโลหะเงินในหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล (OH group) ของพันธะ Ag-OH สามารถเปลี่ยนเป็นซิลเวอร์ไดออกไซด์ (Ag₂O) และสลายตัวเป็นอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) เมื่อได้รับความร้อนสูง (Chen, *et al.*, 2013; Viana, *et al.*, 2013) ซึ่งในการศึกษาครั้งนี้ซิลเวอร์ไดออกไซด์ (Ag₂O) ได้สลายตัวเป็นอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) ในขั้นตอนของการเผาเพื่อกำจัดแม่แบบออกอธิบายดังสมการที่ 4.6-4.8 (Hou, *et al.*, 2009; Zhao, *et al.*, 2011; Tongon, 2013)

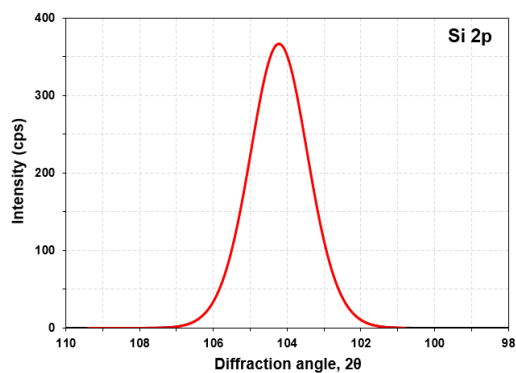
อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ In-situ และแบบ Ex-situ พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ In-situ มีค่าความเข้มพีคของการสลายพันธะสูงสุดต่ำกว่าการสังเคราะห์แบบ Ex-situ เนื่องจากการสังเคราะห์แบบดังกล่าวเป็นการผสมรวมระหว่างสารละลายผสมทั้งสองประเภท ทำให้เกิดการก่อผลึกและทำปฏิกิริยากันได้ระหว่างออกซิเจนไทเทเนียม และซิลิกอน ส่งผลให้พบอนุภาคนาโนเงิน (Ag⁰) ในปริมาณน้อย สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS ที่พบการดูดกลืนแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็นมากที่สุด



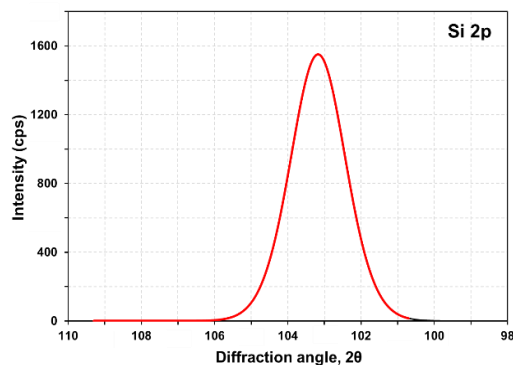
RH-MCM-41



Ti-RH-MCM-41-Ex

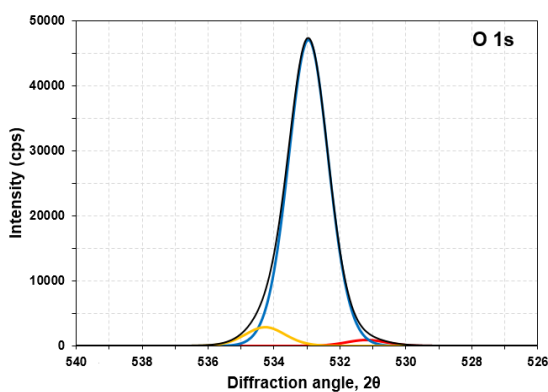


Ag-Ti-MCM-Ex

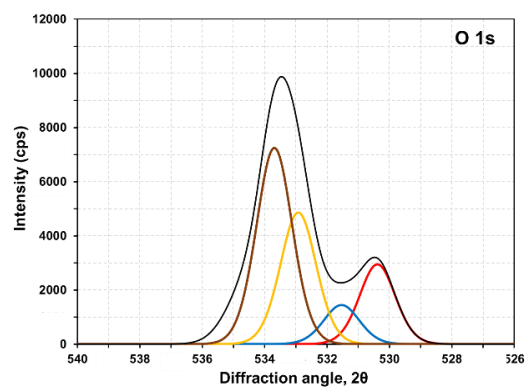


Ag-Ti-MCM-In

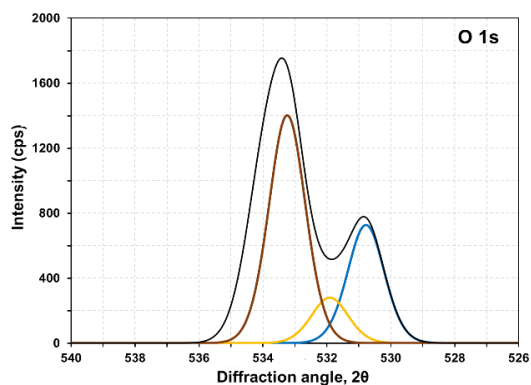
รูปที่ 4.29 เปรียบเทียบลักษณะสเปกตรัม (Spectrum) Si 2p O 1s Ti 2p และ Ag 3d ของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค XPS



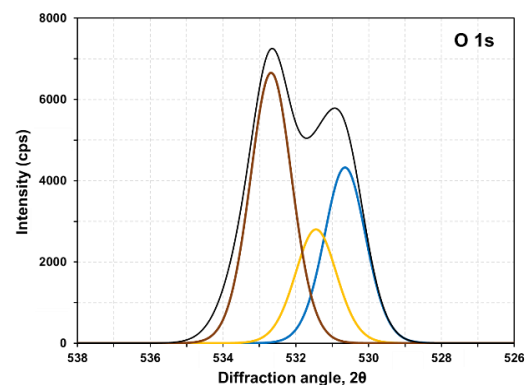
RH-MCM-41



Ti-RH-MCM-41-Ex

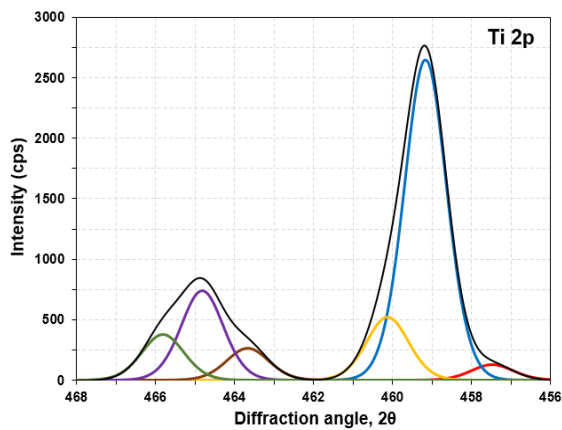


Ag-Ti-MCM-Ex

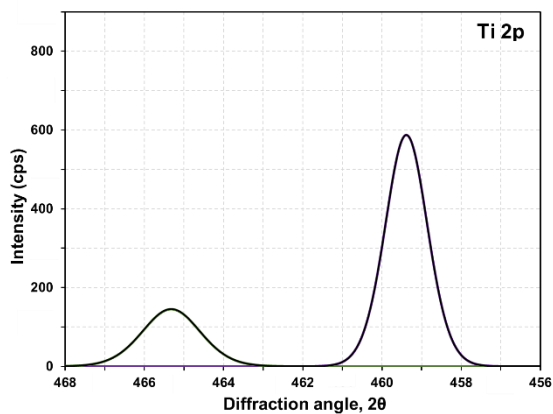


Ag-Ti-MCM-In

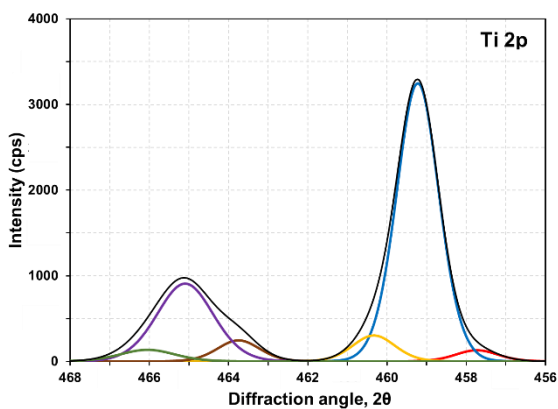
รูปที่ 4.29 เปรียบเทียบลักษณะสเปกตรัม (Spectrum) Si 2p O 1s Ti 2p และ Ag 3d ของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค XPS (ต่อ)



Ti-RH-MCM-41-Ex

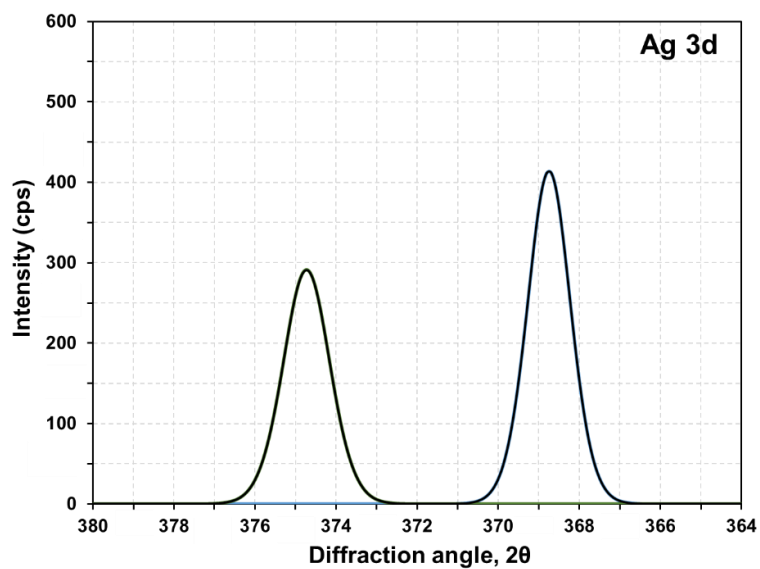


Ag-Ti-MCM-Ex

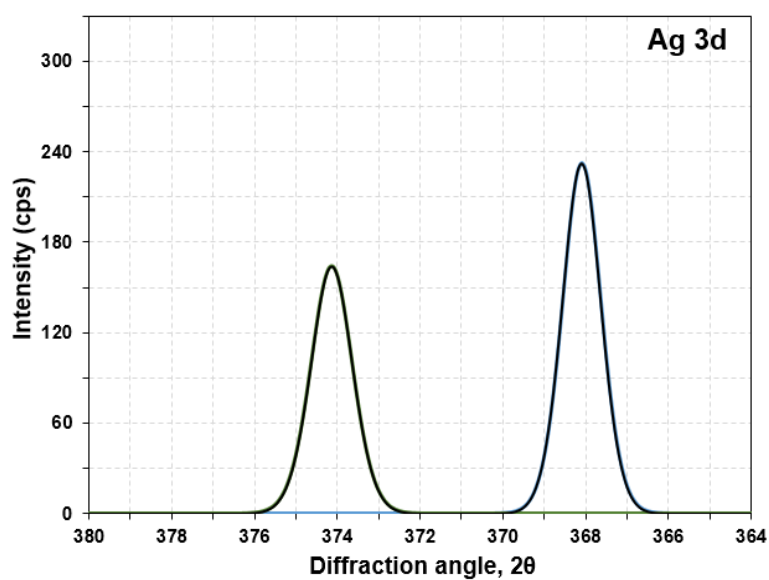


Ag-Ti-MCM-In

รูปที่ 4.29 เปรียบเทียบลักษณะสเปกตรัม (Spectrum) Si 2p O 1s Ti 2p และ Ag 3d ของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค XPS (ต่อ)



Ag-Ti-MCM-Ex



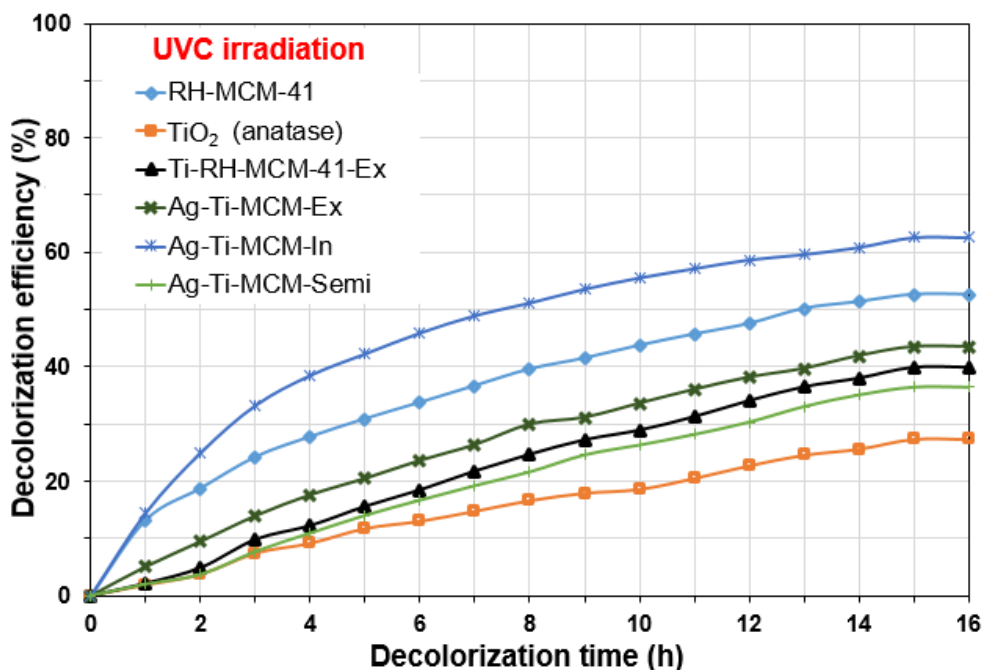
Ag-Ti-MCM-In

รูปที่ 4.29 เปรียบเทียบลักษณะสเปกตรัม (Spectrum) Si 2p O 1s Ti 2p และ Ag 3d ของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยเทคนิค XPS (ต่อ)

7) การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

การทดสอบเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก โดยนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 80 มิลลิกรัมโดยเฉลี่ย มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ภายใต้แสง UV ด้วยหลอดไฟ UVC ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด และภายใต้แสงที่ตามองเห็นด้วยหลอดไฟลูออเรสเซนต์ ขนาด 15 วัตต์ จำนวน 1 หลอด ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่

จากการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ดังแสดงในรูปที่ 4.30 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 62.57 รองลงมา คือ วัสดุ RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูร้อยละ 52.61 อย่างไรก็ตามวัสดุ TiO_2 (anatase) มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูต่ำที่สุด ร้อยละ 27.36 ซึ่งสาเหตุที่วัสดุ TiO_2 (anatase) มีประสิทธิภาพน้อยที่สุดนั้นเกิดจากความเข้มแสงที่ใช้ค่อนข้างต่ำ โดยในการทดลองนี้ใช้หลอดไฟเพียง 15 วัตต์ เท่านั้น จึงทำให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นได้ไม่เต็มที่และไม่สามารถกระโดดไปยังแถบการนำ (Conduction band) ได้ ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกได้ไม่ดี อีกทั้งวัสดุดังกล่าวมีพื้นที่ผิวในการดูดซับน้อย เมื่อเทียบกับวัสดุ RH-MCM-41 จึงทำให้วัสดุ RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพดีกว่าแม้การกำจัดสีเกิดจากกระบวนการดูดซับเท่านั้นสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET ในขณะที่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS เนื่องจากอนุภาคโลหะเงินช่วยลดค่า Band gap energy และช่วยดักจับอิเล็กตรอนเพื่อป้องกันการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและโฮลต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ จึงทำให้วัสดุดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงแม้จะมีกระตุ้นด้วยแสงที่ความเข้มแสงต่ำ นอกจากนี้ยังสอดคล้องกับผลวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM-EDX และ TEM ที่พบการกระจายตัวได้ดีของธาตุไทเทเนียม ซิลิกอน โลหะเงิน และออกซิเจนภายในพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จึงช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู

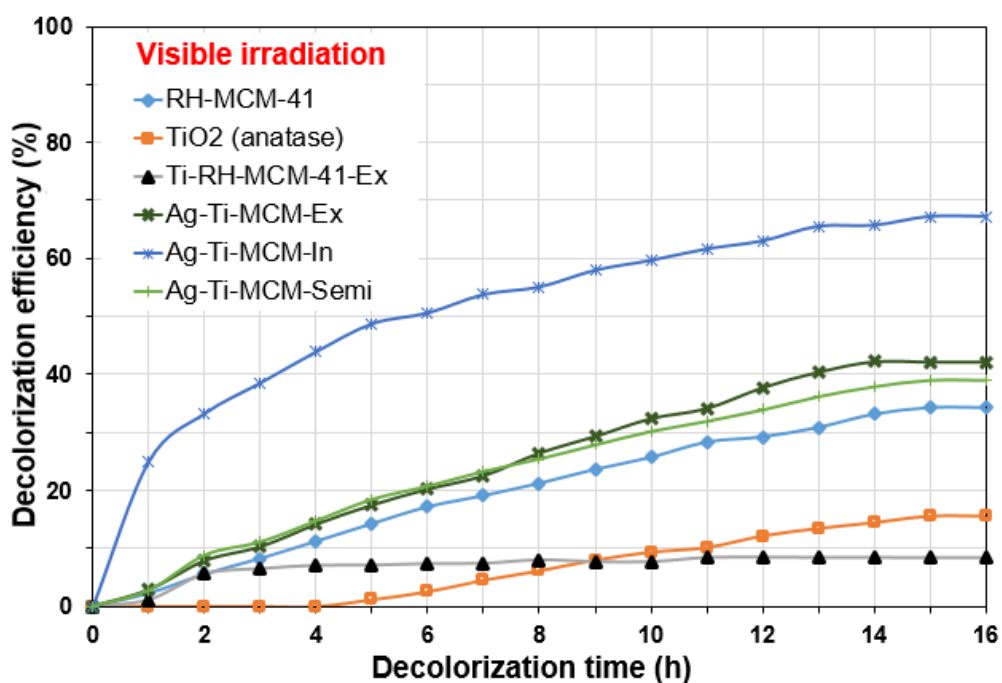


รูปที่ 4.30 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV

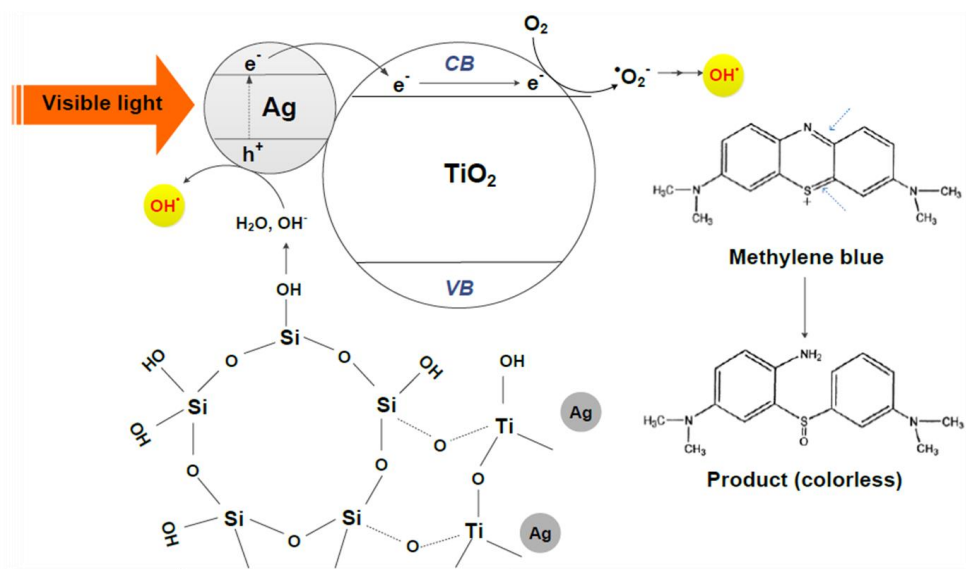
การเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 4.31 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีของวัสดุสูงที่สุด ร้อยละ 67.62 รองลงมา คือ วัสดุ RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพการดูดซับสีของวัสดุ ร้อยละ 42.14 อย่างไรก็ตามวัสดุ TiO₂ (anatase) และ Ti-RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพการกำจัดสีของวัสดุต่ำที่สุด ร้อยละ 15.50 และ 8.60 ตามลำดับ ซึ่งสาเหตุที่วัสดุ TiO₂ (anatase) และ Ti-RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพที่ต่ำที่สุดนั้น เนื่องจากวัสดุดังกล่าวไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกได้ภายใต้แสงที่ตามองเห็น ถึงแม้ว่าวัสดุ Ti-RH-MCM-41 จะมีพื้นที่ผิวสูงก็ตาม ดังนั้นวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีของวัสดุมากที่สุดภายใต้แสงที่ตามองเห็นสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS เนื่องจากเมื่อวัสดุดังกล่าวได้รับการกระตุ้นด้วยแสงภายใต้แสงที่ตามองเห็น ทำให้อิเล็กตรอนของโลหะเงินเคลื่อนที่จากแถบวาเลนซ์ (Valence band) ไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ของโลหะเงิน จากนั้นจึงย้ายไปอยู่ในแถบการนำ (Conduction band) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งทำให้อิเล็กตรอนเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนในน้ำกลายเป็นไฮดรอกซิล

เรดิคัล (OH radicals) ออกมา ต่อมาโฟตอนของโลหะเงินจะทำปฏิกิริยากับน้ำและไฮดรอกซิลไอออนที่เกิดจากกระบวนการไฮโดรไลซิสของไซลันอลกรู๊ปใน RH-MCM-41 เกิดเป็นเกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH radicals) ออกมาเช่นเดียวกัน โดยไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH radicals) มีความสามารถในการสลายโมเลกุลของสีย้อมเมทิลีนบลู ดังแสดงในรูปที่ 4.32 ส่งผลให้วัสดุดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูมากที่สุด

การทดสอบเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคະຕະລີສ្ត័រ ៗ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูมากที่สุด



รูปที่ 4.31 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น



รูปที่ 4.32 กลไกการทำงานของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ (Tongon, 2013)

4.3 การศึกษาคุณสมบัติของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ in-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในการสลายสีย้อมเมทิลีนบลู

การศึกษาคุณสมบัติของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในการสลายสีย้อมเมทิลีนบลู ได้แก่ จลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก (Kinetic reaction) ความเข้มข้นของสีย้อมสังเคราะห์ที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก และปริมาณที่เหมาะสมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Batch (In-situ) สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

4.3.1 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก (Kinetic reaction)

การศึกษาจลนพลศาสตร์ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่นๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก (Kinetic reaction) ในการสลายสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ โดยใช้สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียม

(Pseudo first-order) ซึ่งคำนวณจากค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในสมการที่ 4.9-4.12

$$r = -\frac{d[C]}{dt} = k [C] \quad (4.9)$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่หนึ่ง (ต่อนาที)
 r คือ อัตราเกิดปฏิกิริยา (โมลต่อลิตรต่อนาที)
 C คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น (โมลต่อลิตร)

จากสมการที่ (4.10) จัดรูปแบบใหม่ ดังนี้

$$\frac{dC}{dt} = -kdt \quad (4.10)$$

หาปริพันธ์ (Integration) $t=0$ ถึง $t=t$ จากสมการที่ 4.10 ดังนี้

$$\int_{C_0}^C \frac{dC}{dt} = \int_0^t -dt \quad (4.11)$$

เมื่อ C_0 เป็นความเข้มข้น C ที่เวลา $t=0$ จะได้

$$\ln \frac{C_0}{C} = kt \quad (4.12)$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น (โมลต่อลิตร)
 C คือ ความเข้มข้นที่เวลาใด ๆ (โมลต่อลิตร)
 t คือ เวลาในการฉายแสง (นาที)

และการสลายตัวของสี่อ้อมเมทิลีนบลูของสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม (Pseudo second-order) คำนวณจากค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในสมการที่ 4.13-4.17

$$r = -\frac{d[C]}{dt} = k[C]^2 \quad (4.13)$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่หนึ่ง (ต่อนาที)
 r คือ อัตราการเกิดปฏิกิริยา (โมลต่อลิตรต่อนาที)
 C คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น (โมลต่อลิตร)

จากสมการที่ (4.13) จัดรูปแบบใหม่ ดังนี้

$$\frac{-dC}{dt} = -kdt \quad (4.14)$$

หาปริพันธ์ (Integration) $t=0$ ถึง $t=t$ จากสมการที่ 4.14 ดังนี้

$$-\int_{C_0}^C \frac{dC}{dt} = k \int_0^t -dt \quad (4.15)$$

เมื่อ C_0 เป็นความเข้มข้น C ที่เวลา $t=0$ จะได้

$$\frac{1}{C} + \frac{1}{C_0} = kt \quad (4.16)$$

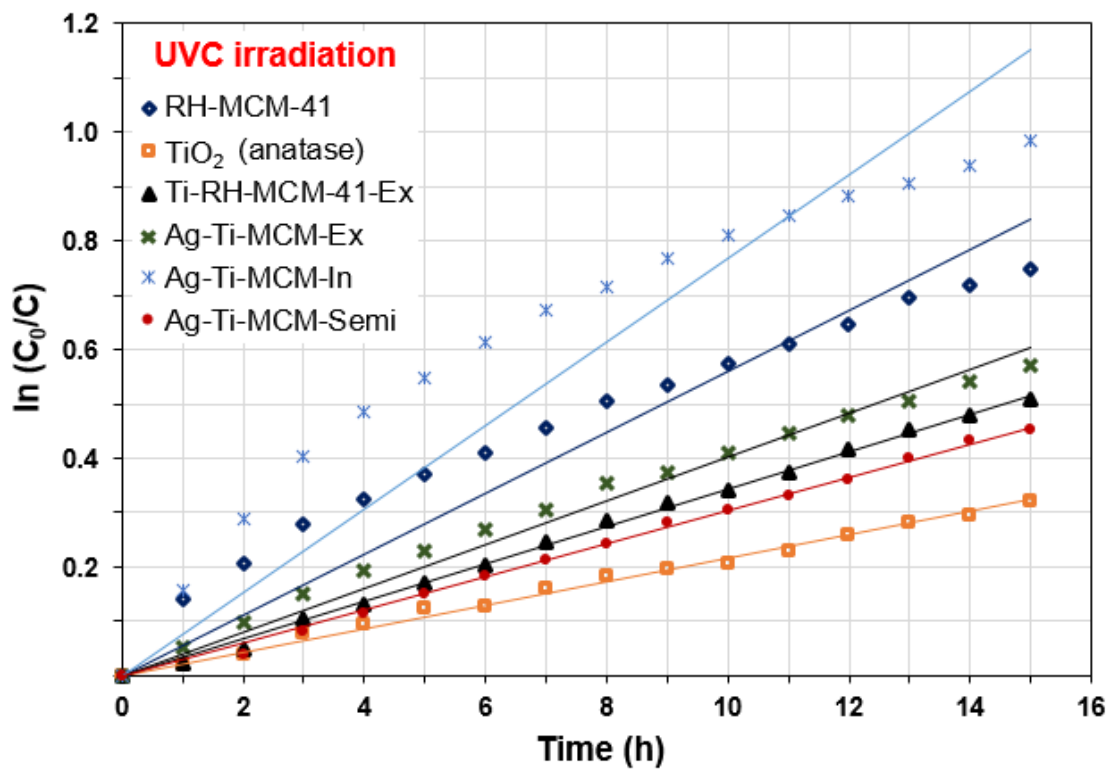
$$\frac{1}{C} = kt + \frac{1}{C_0} \quad (4.17)$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่สอง (ต่อโมลาร์ต่อนาที)
 C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น (โมลต่อลิตร)
 C คือ ความเข้มข้นที่เวลาใด ๆ (โมลต่อลิตร)
 t คือ เวลาในการฉายแสง (นาที)

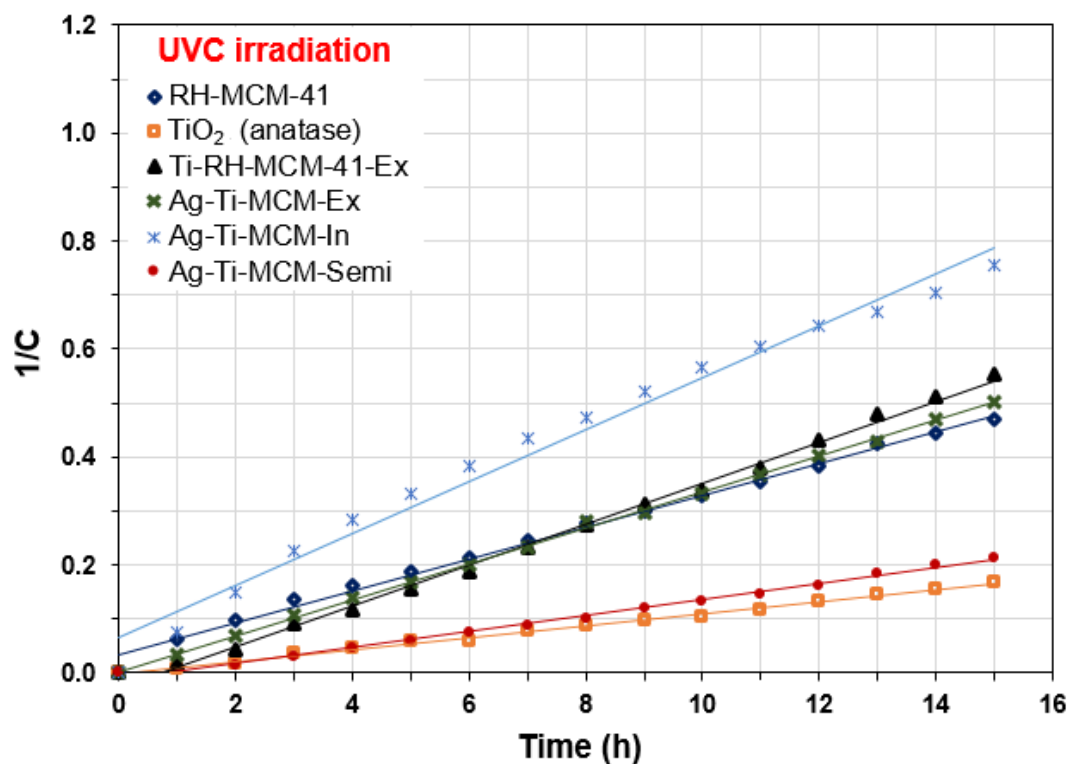
- การสลายตัวของสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาแกลบแบบ Batch (In-situ) ที่สังเคราะห์ได้ ภายใต้แสง UV

เมื่อนำความเข้มข้นการสลายตัวของสีย้อมเมทิลีนบลู ความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ในช่วงระยะเวลาการฉายแสง 15 ชั่วโมง ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาแกลบแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ มาวิเคราะห์ความสัมพันธ์ของปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียม คือ $\ln C$ กับระยะเวลา ดังแสดงในรูปที่ 4.33 และความสัมพันธ์ของปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม คือ $1/C$ กับระยะเวลา ดังแสดงในรูปที่ 4.34 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Batch (In-situ) ที่สังเคราะห์ได้มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2 เข้าใกล้ 1) ของความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 2 มากกว่าความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 1 ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ในรูปที่ 4.30 อธิบายได้ว่าปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV ที่เกิดขึ้นมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็น 2 เท่า เนื่องจากที่พื้นผิวของวัสดุนาโนที่เตรียมได้เกิดกลไกการกำจัดสี 2 รูปแบบพร้อมกันคือ 1) การแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนระหว่างวัสดุนาโนกับสีย้อมเมทิลีนบลู และ 2) การเกิดการดูดซับสีที่พื้นผิวของวัสดุนาโนพร้อมกันจึงทำให้ช่วงแรกปฏิกิริยาการสลายตัวของสีย้อมเมทิลีนบลูเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วและทันที แต่เมื่อเวลาผ่านไปปฏิกิริยาเริ่มเข้าสู่สภาวะสมดุลหรือจุดยุติจึงทำให้การสลายตัวของสีย้อมเมทิลีนบลูลง

จากการคำนวณค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ดังแสดงในตารางที่ 4.11 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) มากที่สุดเท่ากับ 0.0504 ต่อโมลต่อลิตรต่อชั่วโมง แสดงให้เห็นว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีความเร็วในการเกิดปฏิกิริยากับสีย้อมเมทิลีนบลูได้ดีเมื่อเทียบกับวัสดุนาโนชนิดอื่น ๆ ภายใต้แสง UV เนื่องจากวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ที่น้อย ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้เร็วจึงเกิดปฏิกิริยากับสีย้อมเมทิลีนบลูได้ดีที่สุดสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS



รูปที่ 4.33 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 1 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของเมทิลีนบลูกับระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสง UV



รูปที่ 4.34 เปรียบเทียบความสัมพันธ์แบบปฏิกิริยาอันดับ 2 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของสีย้อม เมทิลีนบลูกับเศษส่วนระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสง UV

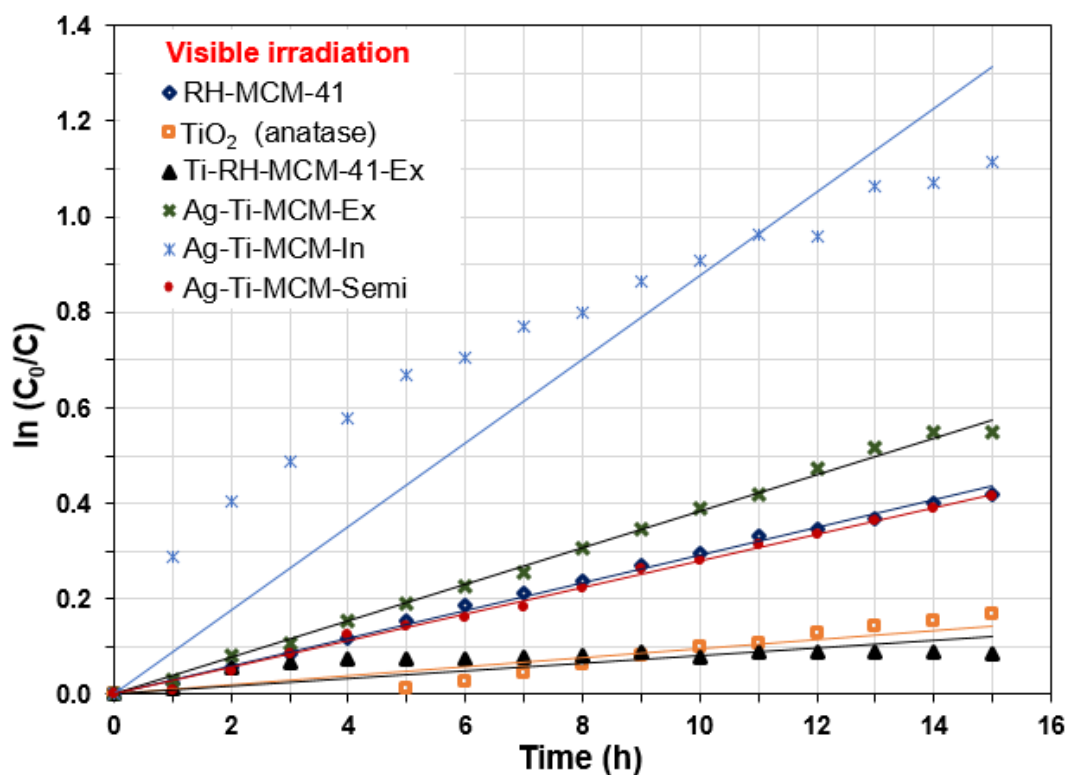
ตารางที่ 4.11 เปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ของวัสดุ TiO_2 (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสง UV

ตัวอย่าง	Pseudo-first order		Pseudo-second order	
	R^2	k (h^{-1})	R^2	k ($M^{-1}h^{-1}$)
RH-MCM-41	0.8959	0.0498	0.9943	0.0312
TiO_2 (anatase)	0.9939	0.0213	0.9953	0.0113
Ti-RH-MCM-41-Ex	0.9979	0.0339	0.9963	0.0369
Ag-Ti-MCM-Ex	0.9840	0.0380	0.9993	0.0335
Ag-Ti-MCM-In	0.8208	0.0655	0.9833	0.0504
Ag-Ti-MCM-Semi	0.9941	0.0302	0.9959	0.0142

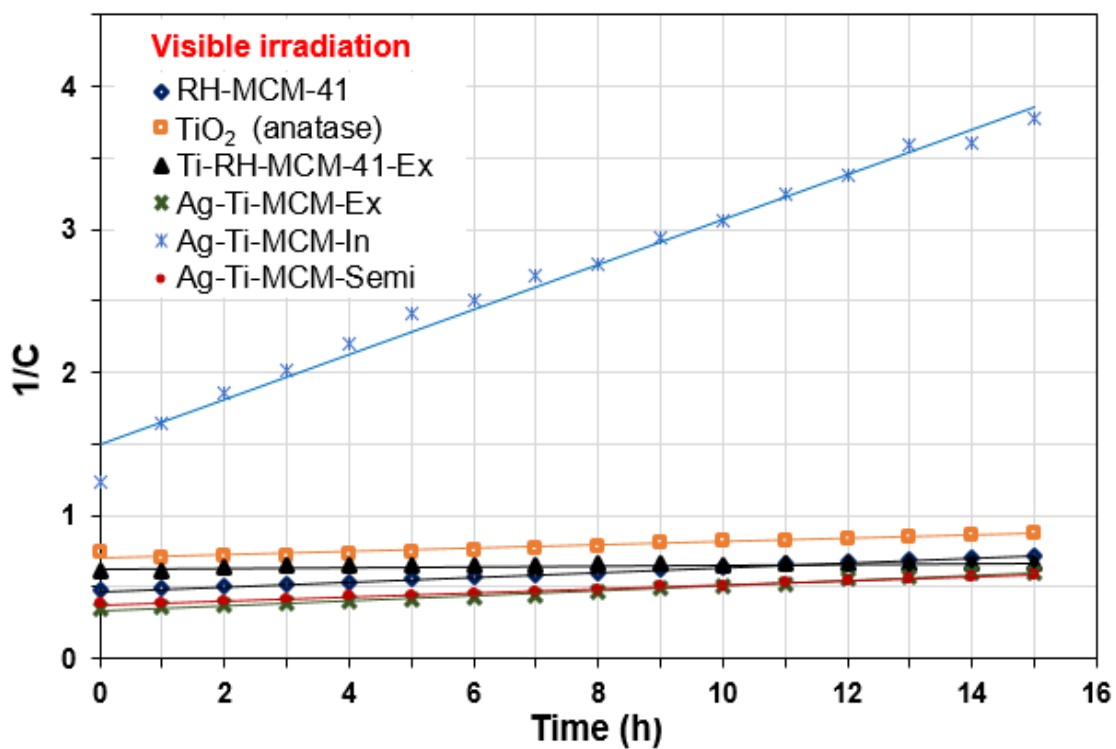
- การสลายตัวของสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบแบบ Batch (In-situ) ที่สังเคราะห์ได้ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

เมื่อนำความเข้มข้นการสลายตัวของสีย้อมเมทิลีนบลู ความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ในช่วงระยะเวลาการฉายแสง 15 ชั่วโมง ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสงที่ตามองเห็นของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ มาเขียนความสัมพันธ์ของปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียม ดังแสดงในรูปที่ 4.35 และความสัมพันธ์ของปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม ดังแสดงในรูปที่ 4.36 พบว่าวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ได้และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2 เข้าใกล้ 1) ของความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 2 มากกว่าความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 1 ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นในรูปที่ 4.31 อธิบายได้ว่าปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นที่เกิดขึ้นมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็น 2 เท่า แต่วัสดุส่วนมากจะมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เข้าใกล้ 1 ในกรณีความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 2 อธิบายได้ว่าปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นที่เกิดขึ้นมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเป็น 2 เท่าของความเข้มข้นสีย้อมเมทิลีนบลู ยกเว้นวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2 เข้าใกล้ 1)

ของความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 1 มากกว่าความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เนื่องจากปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นของวัสดุดังกล่าวขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสีเมทิลีนบลู



รูปที่ 4.35 เปรียบเทียบความสัมพันธ์แบบปฏิกิริยาอันดับ 1 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูกับเศษส่วนระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ TiO₂(anatase) วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น



รูปที่ 4.36 เปรียบเทียบความสัมพันธ์แบบปฏิกิริยาอันดับ 2 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูกับเศษส่วนระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

จากการคำนวณค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R²) ดังแสดงในตารางที่ 4.12 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) มากที่สุดเท่ากับ 0.1693 ต่อโมลต่อลิตรต่อชั่วโมง แสดงให้เห็นว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีความเร็วในการเกิดปฏิกิริยากับสีย้อมเมทิลีนบลูได้ดีเมื่อเทียบกับวัสดุนาโนชนิดอื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น เนื่องจากวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ที่น้อย ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้เร็วจึงเกิดปฏิกิริยากับสีย้อมเมทิลีนบลูได้ดีที่สุดสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS

ตารางที่ 4.12 เปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R²) ของวัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

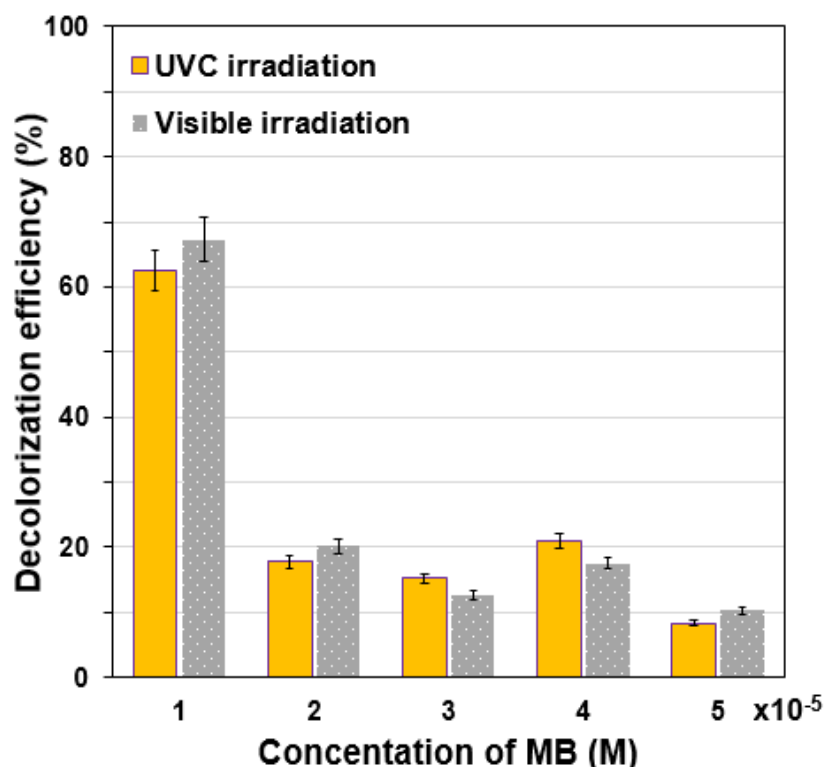
ตัวอย่าง	Pseudo-first order		Pseudo-second order	
	R ²	k (h ⁻¹)	R ²	k (M ⁻¹ h ⁻¹)
RH-MCM-41	0.9962	0.0279	0.9987	0.0165
TiO ₂ (anatase)	0.8055	0.0112	0.9532	0.0090
Ti-RH-MCM-41-Ex	0.0503	0.0058	0.6193	0.0037
Ag-Ti-MCM-Ex	0.9963	0.0365	0.9908	0.0167
Ag-Ti-MCM-In	0.7369	0.0744	0.9857	0.1693
Ag-Ti-MCM-Semi	0.9967	0.0277	0.9958	0.0132

ดังนั้นจากการศึกษาจลนพลศาสตร์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น (Kinetic reaction) ในการสลายสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10⁻⁵ โมลาร์ พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีความสอดคล้องกับความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม และอัตราในการเกิดปฏิกิริยาของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ เกิดขึ้นเร็วกว่าวัสดุคะตะลิสต์ชนิดอื่น ๆ

4.3.2 การศึกษาความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีผลในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

การศึกษาความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก โดยนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบแบบ Batch (In-situ) มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 1×10^{-5} ถึง 5×10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ จากการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ดังแสดงในรูปที่ 4.37 พบว่าที่ความเข้มข้น 1×10^{-5} โมลาร์ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-in-situ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูร้อยละ 62.57 และ 67.23 ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ตามลำดับ ซึ่งสาเหตุที่เมื่อความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูสูงขึ้นแต่ค่าประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูลดลง เนื่องจากขณะที่มีการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกจะเกิดสารมัธยันตร์ (intermediate) เพิ่มขึ้น ซึ่งสารดังกล่าวสามารถเข้าไปยับยั้งการย่อยสลายสารอินทรีย์ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้น้อยลง นอกจากนี้ความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูยังมีผลต่อการส่องผ่านของแสงไปยังวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-in-situ หากความเข้มข้นสูงส่งผลให้สารละลายสีมีความเข้มข้นมากแสงจึงส่องผ่านไปยังวัสดุเร่งปฏิกิริยาได้น้อย การเกิดอิเล็กตรอนและโฮลต์เกิดได้ไม่เต็มที่จึงผลิตไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH radicals) ได้ไม่เต็มที่เท่าที่ควร ส่งผลให้การเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็นในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูลดลง

ดังนั้นความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น คือ 1×10^{-5} โมลาร์



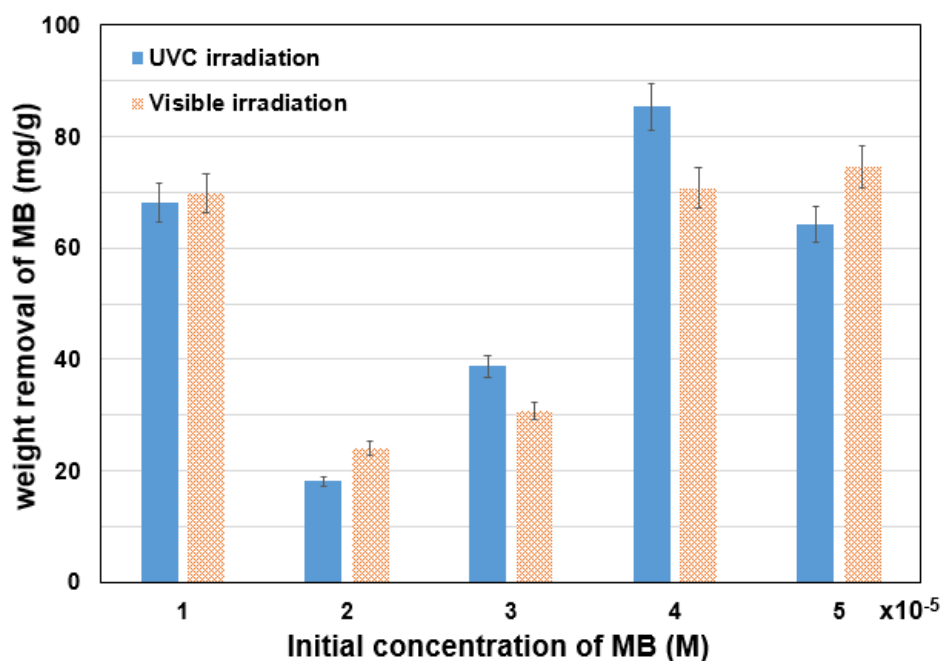
รูปที่ 4.37 เปรียบเทียบความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-in-situ ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น

4.3.3 การศึกษาปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูที่ถูกกำจัดโดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

การศึกษาปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูที่ถูกกำจัดโดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น โดยนำผลการศึกษาความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีผลในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ในหัวข้อ 4.3.2 มาวิเคราะห์ปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูที่ถูกกำจัดออกไปโดยปริมาณวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 1 กรัม ดังแสดงในรูปที่ 4.38 จากการศึกษพบว่าที่ความเข้มข้น 1×10^{-5} โมลาร์ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-in-situ มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูถึง 68.14 และ 69.97 มิลลิกรัมต่อกรัม ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ตามลำดับ จากนั้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 2×10^{-5} โมลาร์ ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูลดลง เนื่องจากความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นทำให้สีมีความเข้มมาก แสงจึงส่องผ่านไปยังวัสดุดังกล่าวได้น้อย ส่งผลให้อิเล็กตรอนและโฮลต์เกิดได้ไม่เต็มประสิทธิภาพจึงผลิตไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH radicals) ได้ไม่ดีเท่าที่ควร อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 3×10^{-5} - 5×10^{-5} โมลาร์ พบว่า

ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงขึ้นตามความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เพิ่มขึ้นภายใต้แสงที่ตามองเห็น ซึ่งสาเหตุดังกล่าวเกิดจากเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นทำให้โมเลกุลของสีย้อมเมทิลีนบลูมีความหนาแน่นมากขึ้นในปริมาตรเท่าเดิม จึงทำให้โมเลกุลดังกล่าวถูกดูดติดบนพื้นผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้นนั่นเอง

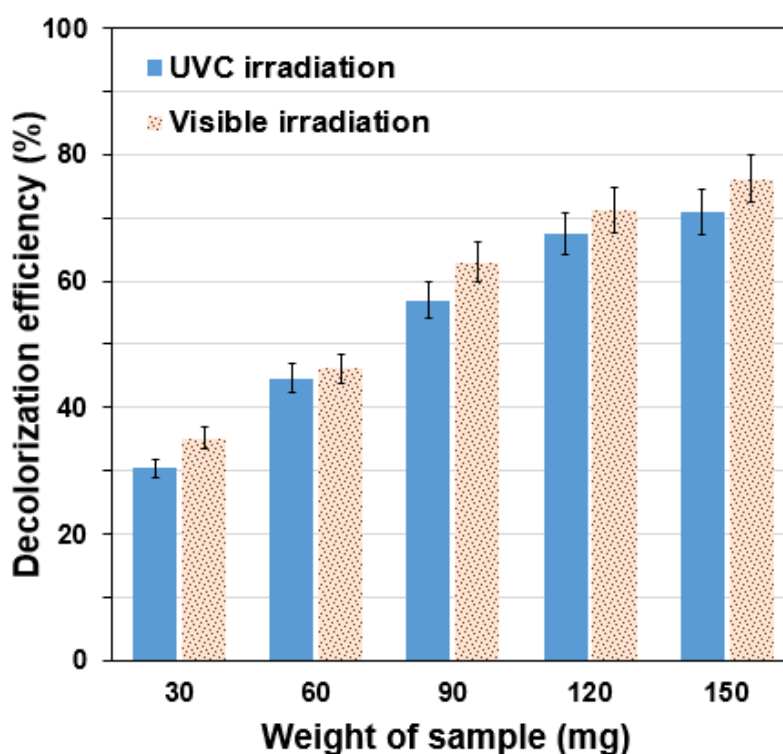
ดังนั้นปริมาณความเข้มข้นที่เหมาะสมสำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น คือ 4×10^{-5} โมลาร์ สามารถกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูได้ 85.34 และ 70.77 มิลลิกรัมต่อกรัม เนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้นอื่น ๆ แสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการกำจัดปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูมากที่สุด จากผลดังกล่าวยังชี้ให้เห็นว่าถึงแม้ว่าน้ำเสียสีย้อมเมทิลีนบลูเกินค่ามาตรฐาน แต่วัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นมีประสิทธิภาพในการกำจัดใกล้เคียงกับน้ำเสียสีย้อมที่สามารถปล่อยได้ไม่เกินค่ามาตรฐานคือ 1×10^{-5} โมลาร์ ตามมาตรฐาน Japanese industrial standard (JIS R 1703-2) (Japanese Industrial Standard, 2001)



รูปที่ 4.38 เปรียบเทียบปริมาณสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมซึ่งถูกกำจัดโดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น

4.3.4 การศึกษาปริมาณของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

การศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) โดยนำวัสดุดังกล่าวปริมาณ 30 60 90 120 และ 150 มิลลิกรัม มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1.27x1.27 เซนติเมตร (0.5x0.5 นิ้ว) และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมเมทิลีนบลูทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ จากการศึกษาก่อเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ดังแสดงในรูปที่ 4.39 พบว่าเมื่อปริมาณวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-in-situ เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้นตาม โดยเมื่อเพิ่มปริมาณของวัสดุดังกล่าวเป็น 150 มิลลิกรัม มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูสูงที่สุด ร้อยละ 70.99 และ 76.18 ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ตามลำดับ



รูปที่ 4.39 เปรียบเทียบปริมาณที่เหมาะสมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น

การศึกษาปริมาณของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ที่เหมาะสมสำหรับการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ปริมาณ 90 มิลลิกรัม มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเหมาะสมที่สุด โดยสาเหตุที่เลือกปริมาณ 90 มิลลิกรัม เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณของวัสดุดังกล่าวเป็น 90 และ 120 มิลลิกรัม ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งการเพิ่มขึ้นดังกล่าวบ่งบอกถึงประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

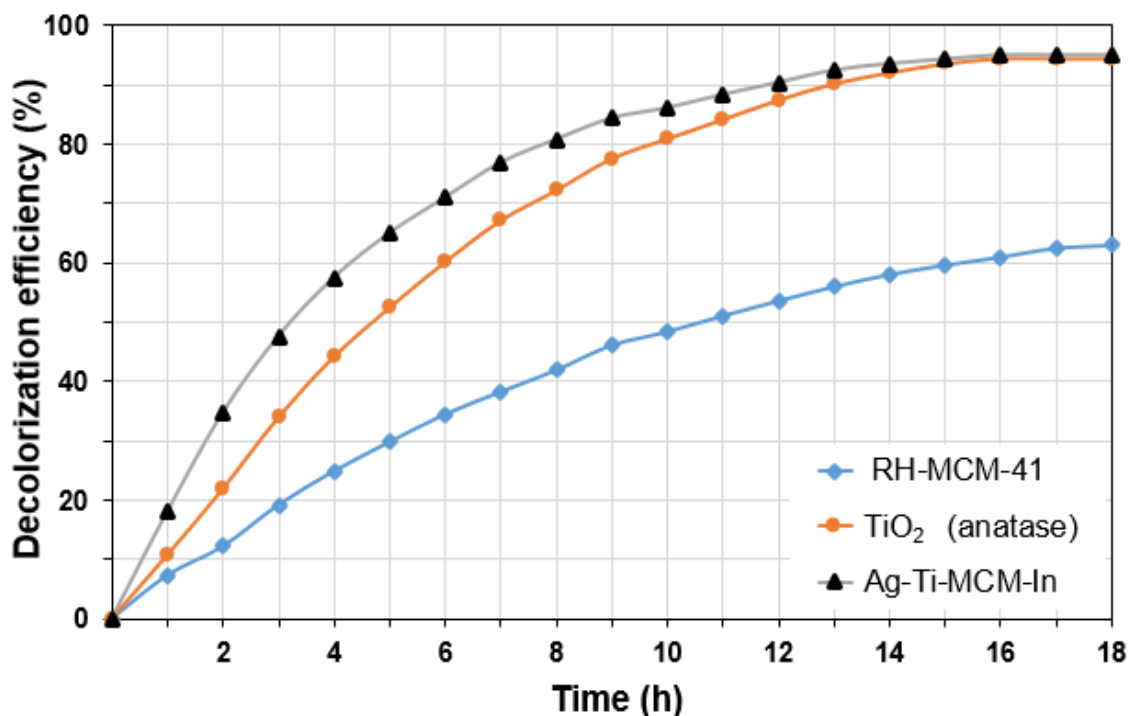
4.4 การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี และจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยวิธีการโซล-เจล โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ได้แก่ การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก และจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก (Kinetic reaction)

4.4.1 การทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

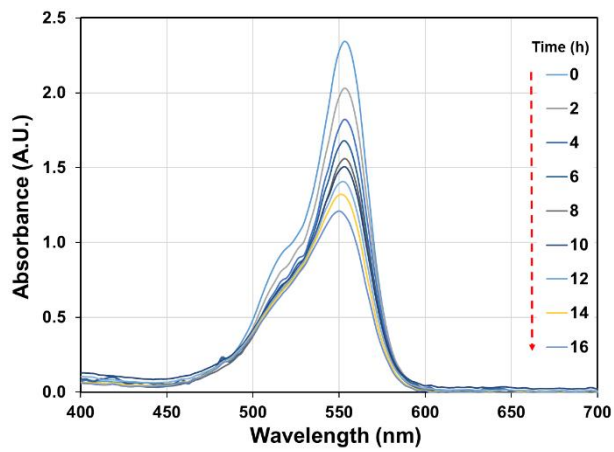
การทดสอบเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก โดยนำวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 100 มิลลิกรัม มาเคลือบบนผิวของพลาสติก (Recycled PS) ขนาด 1x4 เซนติเมตร และมีความหนา 0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 45 มิลลิลิตร ภายใต้แสงที่ตามองเห็นด้วยหลอดประหยัดไฟอิเล็กทรอนิกส์คูเดย์ไลท์ ขนาด 23 วัตต์ จำนวน 8 หลอด ซึ่งทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อมโรห์ตามีน บี ทุก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งค่าการดูดกลืนแสงคงที่ จากการศึกษาการเกิดปฏิกิริยา

โฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น ดังรูปที่ 4.40 พบว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี สูงที่สุด ร้อยละ 95.01 รองลงมา คือ วัสดุ TiO₂ (anatase) มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ร้อยละ 94.53 อย่างไรก็ตามวัสดุ RH-MCM-41 มีประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อมโรห์ตามีน บี ต่ำที่สุด ร้อยละ 62.05 ซึ่งสาเหตุที่วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีประสิทธิภาพมากที่สุดนั้นเกิดจากวัสดุดังกล่าวสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีภายใต้แสงที่ตามองเห็นสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, UV-DRS, SEM-EDX, TEM และ XPS ที่มีการกระจายตัวของธาตุซิลิกอน ไทเทเนียม โลหะเงิน และออกซิเจนได้ดีบนพื้นผิวของวัสดุดังกล่าว อีกทั้งยังทำปฏิกิริยาและก่อผลึกได้ดี ส่งผลให้มีการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นและมีค่า Band gap energy ที่ต่ำที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ สำหรับสาเหตุที่วัสดุ TiO₂ (anatase) มีประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี เนื่องจากในการศึกษาดังกล่าวใช้หลอดไฟที่มีกำลังวัตต์สูงถึง 180 วัตต์ จึงส่งผลให้วัสดุ TiO₂ (anatase) ที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.7 สามารถเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกได้ภายใต้แสงที่ตามองเห็นเมื่อกำลังวัตต์ของแสงเพิ่มขึ้นนั่นเอง

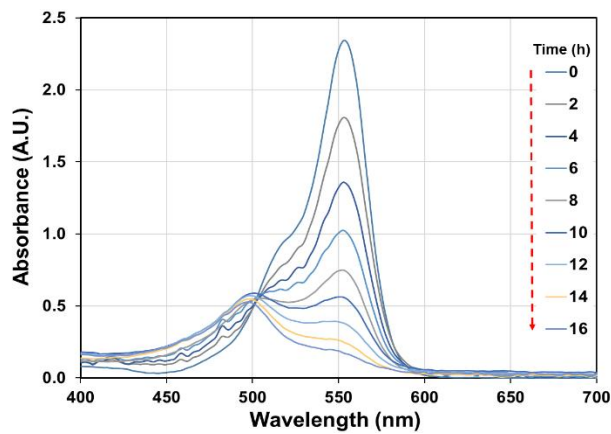
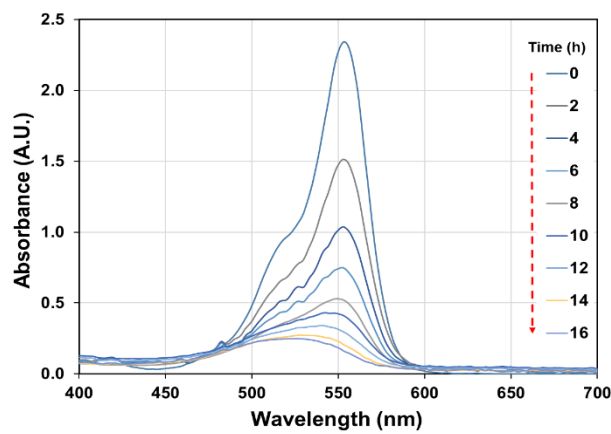


รูปที่ 4.40 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ของวัสดุ TiO₂ วัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น

อย่างไรก็ตามในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกบนวัสดุ TiO_2 (anatase) พบว่าเมื่อระยะเวลาในการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี เพิ่มขึ้น ลักษณะโครงสร้างโมเลกุลของสีย้อมดังกล่าวเปลี่ยนแปลงไปโดยเกิด Blue shift จาก 554 นาโนเมตร ไปยัง 496 นาโนเมตร สังเกตได้จากวัสดุ TiO_2 (anatase) มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสีย้อมโรห์ตามีน บี เป็นที่ละลำดับขั้น คือ N,N,N'-triethyl rhodamine (539 นาโนเมตร, TER) N,N'-diethyl rhodamine (522 นาโนเมตร, DER) N-ethylrhodamine (510 นาโนเมตร, MER) และเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ rhodamine ที่ความยาวคลื่น 498 นาโนเมตร (Zhao, *et al.*, 2011) แสดงให้เห็นว่า TiO_2 (anatase) ไม่สามารถกำจัดโมเลกุลของสีได้ทั้งหมดและเปลี่ยนโครงสร้างสีเท่านั้น จึงทำให้ความเข้มสีที่ 554 นาโนเมตร ลดลง ดังแสดงในรูปที่ 4.41



RH-MCM-41

TiO₂ (anatase)

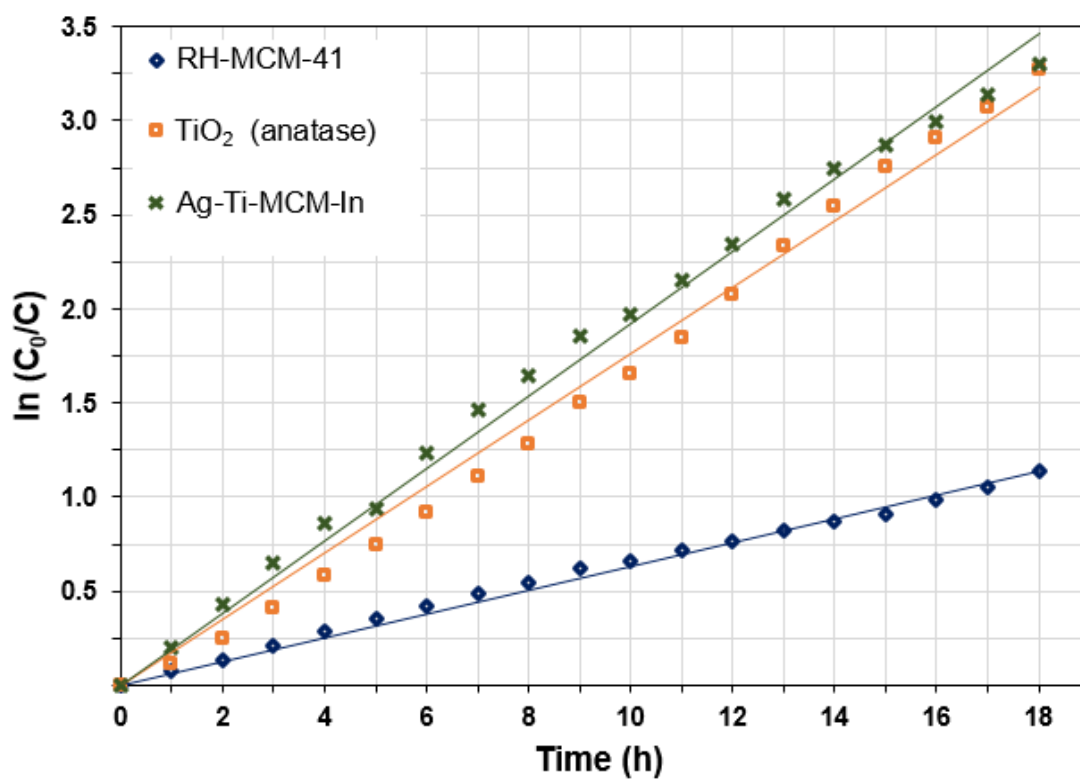
Ag-Ti-MCM-In

รูปที่ 4.41 เปรียบเทียบลักษณะ UV-Vis Spectra การกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ของวัสดุ TiO₂ วัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น

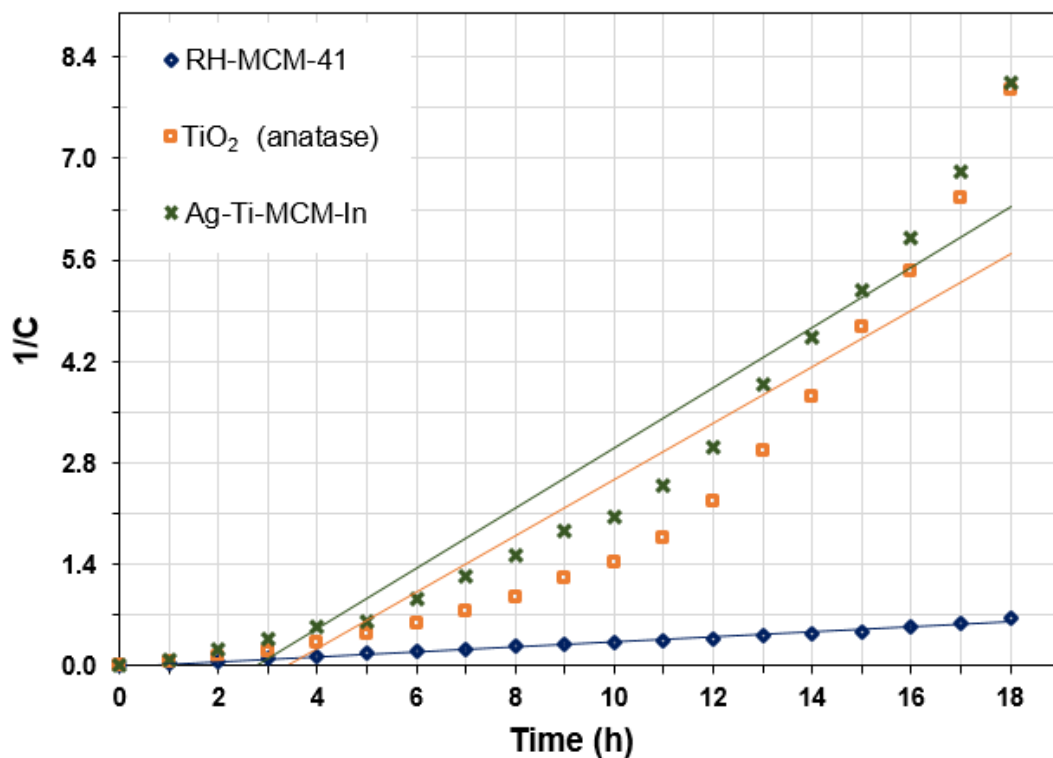
4.4.2 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก (Kinetic reaction)

การศึกษาจลนพลศาสตร์ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก (Kinetic reaction) ในการสลายสีย้อมโรห์ตามีน บี ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียม (Pseudo first-order) ซึ่งคำนวณจากค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในสมการที่ 4.9-4.12 และอัตราการเกิดปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม (Pseudo second-order) คำนวณจากค่าคงที่ของอัตราการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในสมการที่ 4.13-4.17

เมื่อนำความเข้มข้นการสลายตัวของสีย้อมโรห์ตามีน บี ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ในช่วงระยะเวลาการฉายแสง 18 ชั่วโมง ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะติก ภายใต้แสงที่ตามองเห็นของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแบบ Batch (In-situ) และวัสดุคะตะลิสต์อื่น ๆ มาเขียนความสัมพันธ์ของปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียม คือ $\ln C$ กับระยะเวลา ดังแสดงในรูปที่ 4.42 และความสัมพันธ์ของปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม ดังแสดงในรูปที่ 4.43 พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO_2 (anatase) และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2 เข้าใกล้ 1) ของปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียมมากกว่าปฏิกิริยาอันดับที่ 2 เทียม ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นในรูปที่ 4.40 อธิบายได้ว่าปฏิกิริยาโฟโตคะตะติกภายใต้แสงที่ตามองเห็นขึ้นอยู่กับความเข้มข้นสีย้อมโรห์ตามีน บี ซึ่งจากการคำนวณค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ดังแสดงในตารางที่ 4.13 พบว่าวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO_2 (anatase) และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ของความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับที่ 1 เทียม มีค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) เท่ากับ 0.0630 0.1819 และ 0.1833 ต่อโมลต่อลิตรต่อชั่วโมง ตามลำดับ และมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) 0.9928 0.9909 และ 0.9934 ตามลำดับ โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) มากที่สุด แสดงให้เห็นว่าวัสดุดังกล่าวมีความเร็วในการเกิดปฏิกิริยากับสีย้อมโรห์ตามีน บี ได้ดีเมื่อเทียบกับวัสดุนาโนชนิดอื่น ๆ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น เนื่องจากวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ มีค่าช่องว่างระหว่างชั้นพลังงาน (Band gap energy) ที่น้อยสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-DRS ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้เร็วจึงเกิดปฏิกิริยากับสีย้อมเมทิลีนบลูได้ดีที่สุด



รูปที่ 4.42 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 1 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของโรห์ตามีน ปี กับระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น



รูปที่ 4.43 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ปฏิกิริยาอันดับ 2 เทียม ระหว่างความเข้มข้นของโรห์ตามีน ปี กับระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ TiO₂ (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

ตารางที่ 4.13 เปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา (k) และค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R²) ของวัสดุ TiO₂ วัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

ตัวอย่าง	Pseudo-first order		Pseudo-second order	
	R ²	k (h ⁻¹)	R ²	k (h ⁻¹)
RH-MCM-41	0.9928	0.0630	0.9887	0.0372
TiO ₂ (anatase)	0.9909	0.1819	0.8356	0.4418
Ag-Ti-MCM-In	0.9934	0.1833	0.9047	0.4465

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกา แกลบ (Rice husk silica) ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-gel) โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน ได้แก่ ระดับพลังงาน (Microwave power) ระยะเวลา (Reaction time) และอัตราส่วนของโลหะเงิน (Ag molar ratios) ที่เหมาะสมในการก่อโครงสร้างผลึก โดยวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Batch (In-situ) ที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปเคลือบบนพลาสติกกรีไซเคิลประเภทพอลิสไตรีน (recycled PS) จากนั้นจึงนำไปศึกษาประสิทธิภาพของการบำบัดน้ำทิ้งสีย้อมจากอุตสาหกรรมสิ่งทอและพอกย้อม ซึ่งสามารถสรุปผลการศึกษาได้ตามลำดับดังนี้

5.1.1 การสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจล แบบ Batch (In-situ) โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน พบว่าระดับพลังงานและระยะเวลาที่เหมาะสมในการให้ความร้อนเพื่อก่อโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 คือ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วนของโลหะเงินที่เหมาะสม (Ag/Ti/Si) เท่ากับ 0.1/1/2 ซึ่งวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ที่สังเคราะห์ได้ คิดเป็นร้อยละ 83 ของน้ำหนักหลังการสังเคราะห์ มีพื้นที่ผิวเฉลี่ย 98.96 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรรูพรุน 0.34 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และขนาดรูพรุนประมาณ 13.70 นาโนเมตร อีกทั้งยังแสดงการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นเพิ่มขึ้นอีกด้วย

5.1.2 การเปรียบเทียบวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยโซล-เจลแบบ Batch (In-situ) และการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Semi in-situ พบว่าการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Semi in-situ ไม่ส่งผลให้เกิดโครงสร้างรูพรุนรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal pore) ของ RH-MCM-41 เหมือนกับการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41

แบบ Batch (In-situ) อีกทั้งมีลักษณะการดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นที่ตามองเห็น และมีค่า Band gap energy ใกล้เคียงกับวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Batch (In-situ) อีกด้วย ถึงแม้จะมีรูปแบบของวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันบ้างก็ตาม

5.1.3 การเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ Batch (In-situ) และการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Sequence (Ex-situ) โดยใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน พบว่าการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 แบบ Batch (In-situ) ทำให้เกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของธาตุบนพื้นที่ผิวของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และให้การดูดกลืนแสงในช่วงคลื่นแสงที่ตามองเห็นมากกว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ นอกจากนี้ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็นของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ สูงกว่าวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ ถึง 1.4 เท่า และ 1.6 เท่า ตามลำดับ

5.1.4 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ Batch (In-situ) มีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู ร้อยละ 62.57 และ 67.62 ภายใต้แสง UV และแสงที่ตามองเห็น ตามลำดับ และมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมโรดามีน บี ร้อยละ 95.01 ภายใต้แสงที่ตามองเห็น โดยมีประสิทธิภาพสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ TiO_2 (anatase) วัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ควรทำการศึกษาอัตราส่วนของสารละลายผสม CTAB และโซเดียมซิลิเกต และสารละลายผสมไทเทเนียมบิวทอกไซด์ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาแกลบด้วยวิธีการโซล-เจลแบบ Batch (In-situ) ซึ่งอาจมีผลต่อการก่อโครงสร้างผลึกอนุรูปหกเหลี่ยมและผลึกไทเทเนียมประเภทอนาเทส

5.2.2 ควรทำการศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกและ pH_{zpc} ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบแบบ Batch (In-situ) ซึ่งอาจมีผลต่อการนำไปใช้งานในการกำจัดสารอินทรีย์ที่พบในสิ่งแวดล้อม

5.2.3 เนื่องจากในขั้นตอนการใช้งานในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูและสีย้อมโรห์ตามีน บี ใช้ระยะเวลาที่ค่อนข้างนาน จึงควรศึกษาความเข้มของแสงที่ใช้ (กำลังวัตต์) และการเติมสารที่เป็นแหล่งไฮดรอกซิล (H_2O_2) ที่เหมาะสม เพื่อให้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้เร็วยิ่งขึ้น

5.2.4 เนื่องจากในขั้นตอนการใช้งานเป็นการกำจัดสีย้อมที่สังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ และเป็นวิธีการทดลองกำจัดแบบกลุ่ม (Batch) ภายในห้องปฏิบัติการเท่านั้น จึงควรศึกษาการนำไปใช้งานในการกำจัดน้ำทิ้งจากอุตสาหกรรมฟอกย้อมที่เกิดขึ้นจริง และใช้วิธีการกำจัดแบบต่อเนื่อง (Continuous) อีกทั้งศึกษาการนำวัสดุดังกล่าวมาใช้งานซ้ำ (Regenerations) อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

- กันตริย์ ศรีพงศ์พันธุ์. (2557). *มลพิษทางน้ำ*, มหาวิทยาลัยศิลปากร, กรุงเทพฯ.
- ธนกฤต พรหมทอง. (2552). “การกำจัดสีและสารอินทรีย์ของน้ำทิ้งโรงงานสกัดน้ำมันปาล์มด้วยน้ำหมักชีวภาพแลเฟนตันรีเอเจนต์.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, การจัดการสิ่งแวดล้อม, คณะการจัดการสิ่งแวดล้อม, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- พงษ์ศักดิ์ ชาวอินทร์. (2555). “การกำจัดสีย้อมจากน้ำทิ้งโรงงานฟอกย้อมโดยใช้ปฏิกิริยาชนิดฟีนฟูสภาพได้.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, วิศวกรรมเคมี, คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- รัชนีย์ รุกขชาติ. (2544). “การกำจัดสีในน้ำเสียโดยใช้ควอร์เทอร์ไนซ์โครอสส์ลิงก์เซลลูโลสจากต้นมันสำปะหลัง ใบสับประรด และกาบมะพร้าว.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม, คณะวิศวกรรมศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สถาบันพัฒนาอุตสาหกรรมสิ่งทอ. (2552). “ศูนย์ข้อมูลเชิงลึกสิ่งทอ.” (ออนไลน์) เข้าถึงได้ที่ http://www.thaitextile.org/th/textile_intel/index.asp (วันที่ 20 สิงหาคม 2558).
- สำนักงานคณะกรรมการพัฒนาการเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ. (2555). “แผนพัฒนาเศรษฐกิจและสังคมแห่งชาติ ฉบับที่ 11 (พ.ศ. 2555-2559).” (ออนไลน์) เข้าถึงได้ที่ http://www.nesdb.go.th/Portals//0/news/plan/p/11/11_SummaryPlan11_thai.pdf (วันที่ 20 สิงหาคม 2558).
- สุดารัตน์ จิรภัทรสกุล. (2547). “การจัดทำฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้ไดเอทาโนลาไมนในวิธีโซล-เจลสำหรับการกำจัดโครเมียม (VI) ออกจากน้ำเสีย.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต, วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม, คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- อภิชาติ สนธิสมบัติ. (2544). *กระบวนการทางเคมีสิ่งทอ*, สถาบันเทคโนโลยีราชมงคล, ปทุมธานี.

- Addamo, M., Augugliaro, V., Paola, A.D., Lopez, E.G., Loddo, V., Marci, G. and Palmisano, L. (2008). "Photocatalytic thin films of TiO₂ formed by a sol-gel process using titanium tetraisopropoxide as the precursor." *Thin Solid Films*, 516, 3802-3807.
- Amar, K. and George, C. (2005). "Synthesis of Iron (III)-doped titania nanoparticles and its application for photodegradation of sulforhodamine-B pollutant." *J Nanopart Res*, 7, 489-498.
- Areerob, T. (2006). "Surface modification of RH-MCM-41 by sialylation for volatile organic compounds adsorption.", *Thesis for Master Degree in Environmental Technology*, Mater of Science, King Mongkut's University of Technology Thonburi.
- Artkla, S., Kim, W., Choi, W. and Wittayakun, J. (2009). "Highly enhanced photocatalytic degradation of tetramethylammonium on the hybrid catalyst of titania and MCM-41 obtained from rice husk silica." *Applied Catalysis B: Environmental*, 91, 157-164.
- Assink, R.A. and Kay, B.D. (1988). "Sol-gel kinetics I. functional group kinetics." *J Non-Crystalline Solids*, 99, 359-370.
- Auvinen, J. and Wirtanen, L. (2008). "The influence of photocatalytic interior paints on indoor air quality" *Atmos Environ*, 42, 4101-4112.
- Balachandran, K., Vnckatesh, R. and Sivaraj, R. (2010). "Synthesis of nano TiO₂-SiO₂ composite using sol-gel method: effect on size, surface morphology and thermal stability." *J Eng Sci Techol*, 2, 3695-3700.
- Barrera, D., Rocha, V.J., Marengo, L., Oliva, M., and Sapag, K. (2011). "Non-hydrothermal synthesis of cylindrical mesoporous materials: influence of the surfactant/silica molar ratio Adsorpt." *Sci Technol*, 29, 975-988.

- Bavykin, D.V., Parmon, V.N., Lapkin, A.A. and Walsh, F.C. (2004). "The effect of hydrothermal conditions on the mesoporous structure of TiO₂ nanotubes." *J Mater Chem*, 14, 3370-3377.
- Beck, J.S., Vartuli, J.C., Roth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, C.T.W., Olson, D.H., Sheppard, E.W., Mccullen, S.B., Higgins, J.B. and Schlenker, J.L. (1992). "A new family of mesoporous molecular sieves prepared with liquid crystal templates." *J Am Chem Soc*, 114, 10834-10843.
- Behnajady, M.A., Modirshahla, N., Daneshvar, N. and Rabbani, M. (2007). "Photocatalytic degradation of an azo dye in a tubular continuous-flow photoreactor with immobilized TiO₂ on glass plates." *Chem Eng J*, 127, 167-176.
- Bhagiyalakshmi, M., Yun, L.J., Anuradha, R. and Jang, H.T. (2010). "Synthesis of chloropropylamine grafted mesoporous MCM-41, MCM-48 and SBA-15 from rice husk ash: their application to CO₂ chemisorption." *J Porous Mater*, 17, 475-484.
- Blake, D.M., Manessa, P.C., Huang, Z., Wolfruma, J.E., Huang, J. and Jacoby, W.A. (2008). "Application of the photocatalytic chemistry of titanium dioxide to disinfection and the killing of cancer cells." *Sep Purif Rev*, 28, 1-50.
- Bokolia, R., Thakur, O.P., Rai, V.K., Sharma, S.K. and Sreenivas, K. (2015). "Dielectric, ferroelectric and photoluminescence properties of Er³⁺ doped Bi₄Ti₃O₁₂ ferroelectric ceramics." *Ceram Inter*, 41, 6055-6066.
- Bougheloum, C., Messalhi, A. (2009). "Photocatalytic degradation of benzene derivatives on TiO₂ catalyst." *Physics Proc*, 2, 1055-1058.
- Braconnier, B., Paez, C.A., Lambert, S., Alie, C., Henrist, C. and Poelman, D. (2009). "Ag- and SiO₂-doped porous TiO₂ with enhanced thermal stability." *Micropor Mesop Mater*, 122, 247-254.

- Brinker, C.J. and Scherer, G.W. (1990). *Sol-Gel Science*, Academic Press, INC., San Diego.
- Cao, Y., Tan H., Shi, T., Tang, T., and Li, J. (2008). "Preparation of Ag-doped TiO₂ nanoparticles for photocatalytic degradation of acetamiprid in water." *J Chem Technol Biotechnol*, 83, 546-552.
- Chau, T.N., Sung, Y.T., Wang, B.B. and Yang, W.D. (2012). "Study on the photocatalytic degradation of methylene blue dye on titanate nanotube powders prepared by methanol-thermal process.", *Appl Mech Mater*, 234, 11-16.
- Chen, C.Y., Sandra, L.B., Xin, L.H. and Davis, M.E. (1993). "Studies on mesoporous materials II. Synthesis mechanism of MCM-41." *Microporous Mater*, 2, 27-34.
- Chen, H., Wang, F., Zhang, C., Shi, Y., Jin, G. and Yuan, S. (2010). "Preparation of nano-silica materials: the concept from wheat straw." *J non-Cryst Solids*, 356, 2781-2785.
- Cheng, C., Zhou, W., Park, D.H., Klinowski, J., Hargreaves, M. and Gladdenc L.F. (1997). "Controlling the channel diameter of the mesoporous molecular sieve MCM-41." *J Chem Soc*, 93, 359-363.
- Chiarakorn, S. (2003). "Utilization of rice husk silica for synthesis of mesoporous molecular sieve MCM-41 applied for catalytic hydrodechlorination of chlorinated volatile organic compounds.", *Dissertation for degree of Doctor of philosophy in Environmental Management*, Graduate School, Chulalongkorn University.
- Chiarakorn, S., Areerob, T. and Grisdanurak, N. (2007). "Influence of functional silanes on hydrophobicity of MCM-41 synthesized from rice husk." *Sci Technol Adv Mat*, 8, 110-115.
- Choi, H., Stathatos, E. and Dionysiou, D.D. (2007). "Photocatalytic TiO₂ films and membranes for the development of efficient wastewater treatment and reuse systems." *Desalination*, 202, 199-206.

- Chulhwan, P., Myunggu, L., Byunghwan, L., SeungWook, K., Howard, A.C., Jinwon, L., and Sangyong, K. (2007). "Biodegradation and biosorption for decolorization of synthetic dyes by *Funalia troglia*." *Bioche En J*, 36, 59-65.
- Chumee, J., Grisdanurak, N., Neramittagapong, A. and Wittayakun, J. (2009). "Characterization of platinum-iron catalysts supported on MCM-41 synthesized with rice husk silica and their performance for phenol hydroxylation." *Sci Technol Adv Mater*, 10, 1-6.
- Crittenden, J.C., Liu, J., Hand, D.W. and Perram, D.L. (1997). "Photocatalytic oxidation of chlorinated hydrocarbons in water." *Water Res*, 31, 429-438.
- Dechakiatkrai, C., Chen, J., Lynam, C., Phanichphant, S. and Wallace, G.G. (2007). "Photocatalytic oxidation of methanol using titanium dioxide/single-walled carbon nanotube composite." *J Electrochem Soc*, 154, 407-411.
- Deyanira, A.B., Guillermo, N.S., Leticia, L.R., Martin, A.I.A., and Francisco, J.C. (2008) "Titanium-modified MCM-41 prepared by ultrasound and by hydrothermal treatment, catalysts for acetylation reactions." *J Mex Chem Soc*, 52, 175-180.
- Duygu, O.H. and Van L.J. (2010). "Removal of color from fruit candy waste by activated carbon adsorption." *J Food Eng*, 101, 106-112.
- Ergun, A.N., Kocabaş, Z.O., Baysal, M., Yurum A., and Yurum Y. (2013). "Synthesis of mesoporous MCM-41 materials with low-power microwave heating." *Chem Eng Comm*, 200, 1057-1070.
- Faust, B.C., Hoffmann, M.R. and Bahnemann, D.W. (1989). "Photocatalytic oxidation of sulfur dioxide in aqueous suspensions of alpha-iron oxide (Fe_2O_3)." *J Phys Chem*, 93, 6371-6381.
- Froschl, T., Hormann, U., Kubiak, P., Kucerova, G., Pfanzelt, M., Weiss, C.K., Behm, R.J., Husing, N., Kaiser, U., Landfester, K. and Mehrens, M.E. (2012). "High surface area crystalline titanium dioxide: potential and limits in electrochemical energy storage and catalysis.", *Chem Soc Rev*, 41, 5313-5360.

- Fujishima, A. and Honda, K. (1972). "TiO₂ photoelectrochemistry and photocatalysis." *Nature*, 238, 37-38.
- Ghorbani, F., Younesi, H., Mehrabanb, Z., Celikc, M.S., Ghoreyshid, A.A. and Anbiae, M. (2013). "Aqueous cadmium ions removal by adsorption on APTMS grafted mesoporous silica MCM-4 1 in batch and fixed bed column processes." *Int J Eng*, 26, 473-488.
- Grisdanurak, N., Chiarakorn, S. and Wittayakun, J. (2003). "Utilization of mesoporous molecular sieves synthesized from natural source rice husk silica to Chlorinated Volatile Organic Compounds (CVOCs) adsorption." *Korean J Chem Eng*, 20, 950-955.
- Gupta, K., Singh, R.P., Pandey, A., and Pandey, A. (2013). "Photocatalytic antibacterial performance of TiO₂ and Ag-doped TiO₂ against *S. aureus*, *P. aeruginosa* and *E. coli*." *Beilstein J Nanotechnol*, 4, 345-351.
- Hashimoto, K., Engberg, G., Shimizu, E., Nordin, C., Lindstrom, L.H. and Iyo, M. (2005). "Reduced d-serine to total serine ratio in the cerebrospinal fluid of drug naive schizophrenic patients." *Progress in Neuro-Psychopharmacology and Biological Psychiatry*, 29, 767-769.
- He, J., Cai, Q.Z., Ji, Y.G., Luo, H.H., Li, D.J. and Yu, B. (2009). "Influence of fluorine on the structure and photocatalytic activity of TiO₂ film prepared in tungstate-electrolyte via micro-arc oxidation." *J Alloy Compd*, 482, 476-481.
- Heciak, A., Morawski, A.W., Grzmil, B., and Mozia, S. (2013). "Cu-modified TiO₂ photocatalysts for decomposition of acetic acid with simultaneous formation of C₁-C₃ hydrocarbons and hydrogen." *Appl Catal B-Environ*, 140-141, 108-114.
- Hisanaga, T. and Tanaka, K. (2002). "Photocatalytic degradation of benzene on zeolite-incorporated TiO₂ film." *J Hazard Mater*, 93, 331-337.

- Hoffman M.R., Martin, S.T., Choi, W. and Bahneman, D.W. (1995). "Environmental applications of semiconductor photocatalysis." *Chem Rev*, 95, 69-96.
- Hou, X.G., Huang, M.D., Wu, X.L., and Liu, A.D. (2009). "Preparation and studies of photocatalytic silver-loaded TiO₂ films by hybrid sol-gel method." *Chem Eng J*, 146, 42-48.
- Hu, Y., Martra, G., Zhang, J., Higashimoto, S., Coluccia, S. and Anpo, M. (2006). "Characterization of the local structures of Ti-MCM-41 and their photocatalytic reactivity for the decomposition of NO into N₂ and O₂." *J Phys Chem*, 110, 1680-1685.
- Hui, K.S. and Chao C.Y.H. (2006). "Synthesis of MCM-41 from coal fly ash by a green approach: Influence of synthesis pH." *J Hazard Mater*, 137, 1135-1148.
- Ismail, A.A., and Bahnemann, D.W. (2012). "Pt colloidal accommodated into mesoporous TiO₂ films for photooxidation of acetaldehyde in gas phase." *Chem Eng J*, 203, 174-181.
- Jagdale, T.C., Takale, S.P., Sonawane, R.S., Joshi, H.M., Patil, S.I., Kale, B.B. and Ogale, S.B. (2008). "N-doped TiO₂ nanoparticle based visible light photocatalyst by modified peroxide sol-gel method." *J Phys Chem*, 112, 14595-14602.
- Japanese Industrial Standard. (2001), *Fine ceramics-test method for evaluating self-cleaning performance of photocatalyst materials*, Japanese Standards Association, Tokyo.
- Khalil, M.A.K., Rasmussen, R.A., Shearer, M.J., Chen, Z., Yao, H., and Yang, J. (1998). "Emissions of methane, nitrous oxide, and other trace gases from rice fields in China." *J Geophys Res*, 103, 25241-25250.
- Kiel, S., Grinberg, O., Perkas, N., Charmet, J., Kepner, H. and Gedanken, A. (2012). "Forming nanoparticles of water-soluble ionic molecules and embedding them into polymer and glass substrates." *The Beilstein Journal of Nanotechnology*, 3, 267-276.

- Kim H.J., Han, B., Kim Y.J. and Yoa, S.J. (2010). "Characteristics of an electrostatic precipitator for submicron particles using non-metallic electrodes and collection plates." *J Aerosol Sci*, 41, 987-997.
- Kim, D.S., Chang, J.S., and Kim, W.Y. (1998). "Synthesis of MCM-41 using microwave heating with ethylene glycol, Sang-Eon Park Corresponding author contact information." *Catal Today*, 44, 301-308.
- Kiraz, N., Burunkaya, E., Kesmez, O., Camurlu, H.E., Asilturk, M., Yesil, Z., and Arpac E. (2011) "Preparation of Sn doped nanometric TiO₂ powders by reflux and hydrothermal syntheses and their characterization" *J Sol-Gel Sci Technol*, 59, 381-386.
- Klankaw, P., Chawengkijwanich, C., Grisdanurak, N., and Chiarakorn, S. (2012). "The hybrid photocatalyst of TiO₂-SiO₂ thin film prepared from rice husk silica." *Superlattice Micros*, 51, 343-352.
- Kresge, C.T., Leonowicz, E.M., Roth, W.J., Vartuli, J.C. and Beck, J.S. (1992). "Ordered mesoporous molecular sieves synthesized by a liquid-crystal template mechanism." *Nature*, 359, 710-712.
- Lakshmi, B.B., Dorhout, P.K. and Martin, C.R. (1997). "Sol-gel template synthesis of semiconductor nanostructures." *Chem Mater*, 9, 857-862.
- Lang, N. and Tuel, A. (2004). "A fast and efficient ion-exchange procedure to remove surfactant molecules from MCM-41." *Chem Mater*, 16, 1961-1966.
- Le, D.B., Passerini, S., Guo, J., Ressler, J., Owens, B.B. and Smyrl, W.H. (1996). "High surface area V₂O₅ aerogel intercalation electrodes." *J Electrochem Soc*, 143, 2099-2104.
- Lee, Y.C., Hong, Y.P., Lee, H.Y., Kim, H., Jung, Y.J., Ko, K.H., Jung, H.S. and Hong, K.S. (2003). "Photocatalysis and hydrophilicity of doped TiO₂ thin films." *J Colloid Interf Sci*, 267, 127-131.

- Lev, O., Tsionsky, M., Rabinovich, L., Glezer, V., Sampath, S., Pankratov, I. and Gun, J. (1995). "Organically modified sol-gel sensors." *Anal Chem*, 67, 22–30.
- Li, Q., Guo, B., Yu, J., Ran, J., Zhang, B., Yan, H. and Gong, J.R. (2011). "Highly efficient visible-light-driven photocatalytic hydrogen production of CdS-cluster-decorated graphene nanosheets." *J Am Chem Soc*, 133, 10878-10884.
- Liou, T.H. (2004). "Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk." *Mater Sci Eng*, 364, 313-323.
- Liu, Y., Zeng, Z., Zeng, G., Tang, L., Pang, Y., Li, Z., Liu, C., Lei, X., Wu, M., Ren, P., Liu, Z., Chen, M. and Xie, G. (2012). "Immobilization of laccase on magnetic bimodal mesoporous carbon and the application in the removal of phenolic compounds." *Bioresource Technol*, 115, 21-26.
- Liuxue, Z., Peng, L. and Zhixing, S. (2006). "A low temperature preparation and photocatalytic activities of PDVB[®] TiO₂ hybrid microspheres." *J Mater Sci*, 41, 7218-7224.
- Luepong, K. and Sasitorn, N. (2010). "Dye effluent treatment with photocatalytic technique and adsorption process.", Faculty of Industrial Textile and Fashion Design, Rajamangala University of Technology Phra Nakhon.
- Madhugiri, S., Sun, B., Smirniotis, P.G., Ferraris, J.P., Balkus, K.J.J. (2004). "Electrospun mesoporous titanium dioxide fibers." *Micropor Mesopor Mat*, 69, 77-83.
- Mills, A. and Hunte, S.L. (1997). "An overview of semiconductor photocatalysis." *J Photoch Photobio A*, 108, 1-35.
- Misran, H., Singh, R., Begum, S. and Yarmo M.A. (2007). "Processing of mesoporous silica materials (MCM-41) from coal fly ash." *J Mater Process Tech*, 186, 8–13.
- Monteiro, R.A.R., Lopes, F.V.S., Silva, A.M.T., Angeloc, J., Silva, G.V., Mendes, A.M., Boaventuraa, R.A.R. and Vilar, V.J.P. (2014). "Are TiO₂-based exterior paints useful catalysts for gas-phase photooxidation processes? A case study on n-decane abatement for air detoxification." *Appl Catal B-Enviro*, 147, 988-999.

- Moza, S., Tomaszewska, M. and Morawski, A.W. (2007). "Photodegradation of azo dye Acid Red 18 in a quartz labyrinth flow reactor with immobilized TiO₂ bed." *Dyes Pigments*, 75, 60-66.
- Mukai, S.R., Nishihara, H., Shichi, S. and Tamon, H. (2004). "Preparation of porous TiO₂ cryogel fibers through unidirectional freezing of hydrogel followed by freeze-drying." *Chem Mater*, 16, 4987-4991.
- Park, S., Kim, D.S., Chang, J., and Kim, W.Y. (1998). "Synthesis of MCM-41 using microwave heating with ethylene glycol." *Catal Today*, 44, 301-308.
- Peerakiatkhajorn, P., Chawengkijwanich, C., Onreabroy, W. and Chiarakorn S. (2012). "Novel photocatalytic Ag/TiO₂ thin film on polyvinyl chloride for gaseous BTEX treatment." *Mater Sci Forum*, 712, 133-145.
- Rice, R.G., Miller, G.W., Robson, C.M. and Hill, A.G. (1980). "Ozone utilization in Europe. In. AIChE Symposium Series, Ozone Institute." *Toronto*, 117-134.
- Rungrodnimitchai, S., and Supjaroenkul, U. (2009). "Modification of rice straw for heavy metal ion adsorbents by MW heating." Prague Meetings on Macromolecules, Prague, Republic of Czech.
- Sahoo, C., Gupta, A.K. and Pal An. (2005). "Photocatalytic degradation of Methyl Red dye in aqueous solutions under UV irradiation using Ag⁺ doped TiO₂" *Desalination*, 181, 91-100.
- Sahoo, C., Gupta, A.K., and Pillai, I.M.S. (2013). "Photocatalytic degradation of methylene blue dye from aqueous solution using silver ion-doped TiO₂ and its application to the degradation of real textile wastewater." *J Environ Sci Heal A*, 47, 1428-1438.
- Sangchay, W. (2014). "Fe doped TiO₂ thin films coated on glass fiber to inhibit bacterial of *e. coli* prepared by sol-gel method." *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 9, 1593-1601.

- Selvam, P., Bhatia, S.K. and Sonwane, C.G. (2001). "Recent advances in processing and characterization of periodic mesoporous MCM-41 silicate molecular sieves." *Ind Eng Chem Res*, 40, 3237–3261.
- Shaobin, W. (2008). "A comparative study of fenton and fenton-like reaction kinetics in decolourisation of wastewater." *Dyes Pigments*, 76, 714-720.
- Shen, J.L., Lee, Y.C., Lui, Y.L., Cheng, P.W. and Cheng, C.F. (2003), "Blue-green photoluminescence in MCM-41 mesoporous nanotubes." *J Phys Condens Matter*, 15, 297-304.
- Singh, J., Satpati, B. and Mohapatra, S. (2016) "Structural, optical and plasmonic properties of Ag-TiO₂ hybrid plasmonic nanostructures with enhanced photocatalytic activity." *Plasmonics*, 12, 877-888.
- Song, K.Y., Park, M.K., Kwon, Y.T., Lee, H.W., Chung, W.J. and Lee, W.I. (2001). "Preparation of transparent particulate MoO₃/TiO₂ and WO₃/TiO₂ films and their photocatalytic properties." *Chem Mater*, 13, 2349-2355.
- Sun, S., Ding, J., Bao, J., Gao, C., Qi, Z. and Li, C. (2010). "Photocatalytic oxidation of gaseous formaldehyde on TiO₂: An in situ DRIFTS study." *Catal Lett*, 137, 239-246.
- Sung-Suh, H.M., Choi, J.R., Hah, H.J., Koo, S.M. and Bae, Y.C. (2004). "Comparison of Ag deposition effects on the photocatalytic activity of nanoparticulate TiO₂ under visible and UV light irradiation." *J Photoch Photobio A*, 163, 37-44.
- Thomas, J., and Yoon, M. (2012). "Facile synthesis of pure TiO₂ (B) nanofibers doped with gold nanoparticles and solar photocatalytic activities." *Appl Catal B-Environ*, 111, 502–508.
- Tongon, W. (2013) "Ag and MCM-41 doped TiO₂ thin film and its applications to indoor air treatment." Doctor of Philosophy in Environmental Technology, Graduate School of Energy and Environment, King Mongkut's University of Technology Thonburi.

- Tongon, W., Chawengkijwanich, C, and Chiarakorn, S. (2014) "Visible light responsive Ag/TiO₂/MCM-41 nanocomposite films synthesized by a microwave assisted sol-gel technique" *Superlattice Microst*, 69, 108-121.
- Trewyn, B.G., Slowing, I.I., Giri, S., Chen, H.T. and Lin, V.S.Y. (2007). "Synthesis and functionalization of a mesoporous silica nanoparticle based on the sol-gel process and applications in controlled release." *Acc Chem Res*, 40, 846-853.
- Tsai, W.T., Hsien, K.J. and Yang, J.M. (2004). "Silica adsorbent prepared from spent diatomaceous earth and its application to removal of dye from aqueous solution." *J Colloid and Interf Sci*, 275, 428-433.
- Viana, M.M., Paula, C.C., Miquita, D.R., and Mohallem, N.D.S. (2011). "Preparation of nano and microcrystals of silver using titania xerogel matrix as template." *J Sol-Gel Sci Technol*, 59, 19-24.
- Vijayalakshmi, R. and Rajendran, V. (2012). "Effect of reaction temperature on size and optical properties of NiTiO₃ nanoparticles." *E-Journal of Chemistry*, 9, 282-288.
- Wang, H., Wu, Z., Zhao, W. and Guan, B. (2007). "Photocatalytic oxidation of nitrogen oxides using TiO₂ loading on woven glass fabric." *Chemosphere*, 66, 185-190.
- Wang, J., Yu, Y., Li, S. Guo, L., Wang, E. and Cao, Y. (2013). "Doping behavior of Zr⁴⁺ ions in Zr⁴⁺-doped TiO₂ nanoparticles." *J Phys Chem*, 117, 27120-27126.
- Wang, S., Shi, Y., and Ma, X. (2012). "Microwave synthesis, characterization and transesterification activities of Ti-MCM-41." *Micropor Mesopor Mat*, 156, 22-28.
- Wang, Y.M., Liu, S.W., Lu, M.K., Wang, S.F., Gu, F., Gai, X.Z., Cui, X.P. and Pan, J. (2004). "Preparation and photocatalytic properties of Zr⁴⁺-doped TiO₂ nanocrystals." *J Mol Catal A-Chem*, 215, 137-142.
- Wu, C.G. and Bein, T. (1996). "Microwave synthesis of molecular sieve MCM-41." *Chem Commu*, 8, 925-926.

- Yalcin, N. and Sevinc, V. (2001). "Studies on silica obtained from rice husk", *Ceram Int*, 27, 219-224.
- Yamaguchi, Y., Yamazaki, M., Yoshihara, S. and Shirakashi, T. (1998). "Photocatalytic ZnO films prepared by anodizing." *J Electroanal Chem*, 442, 1-3.
- Yamashita, H., Harada, M., Misaka, J., Takeuchi, M., Neppolian, B. and Anpo, M. (2003). "Photocatalytic degradation of organic compounds diluted in water using visible light-responsive metal ion-implanted TiO₂ catalysts: Fe ion-implanted TiO₂." *Catal Today*, 84, 191-196.
- Yang, D., and James, D.E. (2006). "Treatment of landfill leachate by the Fenton process." *Water Res*, 40, 3683-3694.
- Yokoi, T., Tatsumi, T. and Yoshitake, H. (2004). "Fe³⁺ coordinated to amino-functionalized MCM-41: an adsorbent for the toxic oxyanion with high capacity, resistibility to inhibiting anions and reusability after a simple treatment." *J Colloid Interf Sci*, 274, 451-457.
- Yonemitsu, M., Tanaka, Y., and Iwamoto, M. (1997). "Metal ion-planted MCM-41. 1. planting of manganese(II) ion into MCM-41 by a newly developed template-ion exchange method." *Chem Mater*, 9, 2679-2681.
- Yu, C., Wei, L., Li, X., Chen, J., Fan, Q. and Yu, J.C. (2013). "Synthesis and characterization of Ag/TiO₂-B nanosquares with high photocatalytic activity under visible light irradiation." *Mater Sci Eng B*, 178, 344-348.
- Yurdakal, S., Palmisano, G., Loddo, V., Augugliaro, V. and Palmisano, L. (2008). "Nanostructured rutile TiO₂ for selective photocatalytic oxidation of aromatic alcohols to aldehydes in water." *J Am Chem Soc*, 130, 1568-1569.
- Zaleska, A. (2008). "Doped-TiO₂: A Review." *Recent patents on engineering*, 2, 157-164.

- Zhang, P., Yin, S. and Sato, T. (2009). "Synthesis of high-activity TiO₂ photocatalyst via environmentally friendly and novel microwave assisted hydrothermal process." *Appl Catal B-Environ*, 89, 118-122.
- Zhang, J., Yu, J., Zhang, Y., Li, Q. and Gong, J.R. (2011). "Visible light photocatalytic H₂-production activity of CuS/ZnS porous nanosheets based on photoinduced interfacial charge transfer." *Nano Lett*, 11, 4774-4779.
- Zhang, J., Zhou, P., Liu, J. and Yu, J. (2014). "New understanding of the difference of photocatalytic activity among anatase, rutile and brookite TiO₂." *Phys Chem Chem Phys*, 16, 20382-20386.
- Zhao, W., Feng, L., Yang, R., Zheng, J. and Li, X. (2011). "Synthesis, characterization, and photocatalytic properties of Ag modified hollow SiO₂/TiO₂ hybrid microspheres." *Appl Catal B-Environ*, 103, 101-108.
- Zhong, L., Haghghat, F., Blondeau, P. and Kozinski, J. (2010). "Modelling and physical interpretation of photocatalytic oxidation efficiency in indoor air applications." *Build Environ*, 45, 2689-2697.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

น้ำหนักของวัสดุคะตะลิสต์ที่ได้จากการสังเคราะห์

ตารางภาคผนวกที่ 1 น้ำหนักของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จากการศึกษาในระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

ระดับพลังงาน (วัตต์)	น้ำหนักก่อนการกำจัด สารแม่แบบ (กรัม)	น้ำหนักหลังการกำจัด สารแม่แบบ (กรัม)	ร้อยละ
100	1	0.83	83
200	1	0.87	87
300	1	0.84	84
450	1	0.86	86

ตารางภาคผนวกที่ 2 น้ำหนักของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จากการศึกษาในระดับระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล

ระยะเวลา (นาที)	น้ำหนักก่อนการกำจัด สารแม่แบบ (กรัม)	น้ำหนักหลังการกำจัด สารแม่แบบ (กรัม)	ร้อยละ
10	1	0.84	84
20	1	0.83	83
30	1	0.83	83
40	1	0.86	86

ตารางภาคผนวกที่ 3 น้ำหนักของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จากการศึกษาอัตราส่วนของโลหะเงิน (Ag molar ratios) ที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ และระยะเวลา 30 นาที

อัตราส่วนของโลหะเงิน	น้ำหนักก่อนการกำจัดสารแม่แบบ (กรัม)	น้ำหนักหลังการกำจัดสารแม่แบบ (กรัม)	ร้อยละ
0.01	1	0.88	88
0.10	1	0.83	83
0.25	1	0.90	90
0.50	1	0.87	87

ตารางภาคผนวกที่ 4 น้ำหนักของวัสดุดูดซับ RH-MCM-41 และวัสดุคะตะลิสต์ประเภทอื่น ๆ

ตัวอย่าง	น้ำหนักก่อนการกำจัดสารแม่แบบ (กรัม)	น้ำหนักหลังการกำจัดสารแม่แบบ (กรัม)	ร้อยละ
MCM-41	1	0.77	77
TiO ₂ (anatase)	N/A	N/A	N/A
Ti-RH-MCM-41	1	0.88	88
Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ	1	0.73	73
Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ	1	0.82	82

หมายเหตุ ผู้ศึกษาไม่ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุ TiO₂ ขึ้นมาเอง ทำให้ไม่มีข้อมูลดังกล่าว โดยศึกษาเลือกใช้วัสดุ TiO₂ ทางการค้ามาใช้ในการทดลองแทนการสังเคราะห์

ภาคผนวก ข

น้ำหนักของวัสดุคะตะลิสต์บนแผ่นพลาสติกกรีไฮเคิลพอลิสไตรีน

ตารางภาคผนวกที่ 5 น้ำหนักของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จากการศึกษาในระดับพลังงานที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล บนแผ่นพลาสติกกรีไฮเคิลพอลิสไตรีน ขนาด 0.5 x 0.5 นิ้ว (1.27 x 1.7 เซนติเมตร)

ระดับพลังงาน	แผ่นที่					น้ำหนักเฉลี่ย (กรัม)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	1	2	3	4	5		
100	0.0438	0.0852	0.0572	0.0370	0.0754	0.0597	0.0204
200	0.0538	0.0568	0.0525	0.0535	0.0498	0.0533	0.0025
300	0.0728	0.0813	0.0355	0.0457	0.0665	0.0604	0.0191
450	0.0501	0.0903	0.0509	0.0433	0.0712	0.0612	0.0193

ตารางภาคผนวกที่ 6 น้ำหนักของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จากการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล บนแผ่นพลาสติกกรีไฮเคิลพอลิสไตรีน ขนาด 0.5 x 0.5 นิ้ว (1.27 x 1.7 เซนติเมตร)

ระยะเวลา (นาที)	แผ่นที่					น้ำหนักเฉลี่ย (กรัม)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	1	2	3	4	5		
10	0.0301	0.0538	0.0645	0.0534	0.0701	0.0544	0.0153
20	0.0399	0.0657	0.0543	0.0552	0.0531	0.0536	0.0092
30	0.0438	0.0852	0.0572	0.0370	0.0754	0.0597	0.0204
40	0.0403	0.0409	0.0561	0.0491	0.0844	0.0542	0.0181

ตารางภาคผนวกที่ 7 น้ำหนักของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ จากการศึกษาความเข้มข้นของโลหะเงิน (Ag molar ratios) ที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที บนแผ่นพลาสติกกรีไซเคิลพอลิสไตรีน ขนาด 0.5 x 0.5 นิ้ว (1.27 x 1.7 เซนติเมตร)

ความเข้มข้น Ag	แผ่นที่					น้ำหนักเฉลี่ย (กรัม)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	1	2	3	4	5		
0.01	0.0262	0.0183	0.0421	0.3055	0.0590	0.0902	0.1214
0.10	0.0586	0.0542	0.0352	0.0314	0.0754	0.0510	0.0180
0.25	0.0086	0.0205	0.0412	0.0658	0.0719	0.0416	0.0276
0.50	0.0537	0.0904	0.0466	0.0837	0.1171	0.0783	0.0287

ตารางภาคผนวกที่ 8 น้ำหนักของวัสดุดูดซับ RH-MCM-41 และวัสดุคະตะลิสต์ประเภทอื่น ๆ บนแผ่นพลาสติกกรีไซเคิลพอลิสไตรีน ขนาด 0.5 x 0.5 นิ้ว (1.27 x 1.7 เซนติเมตร)

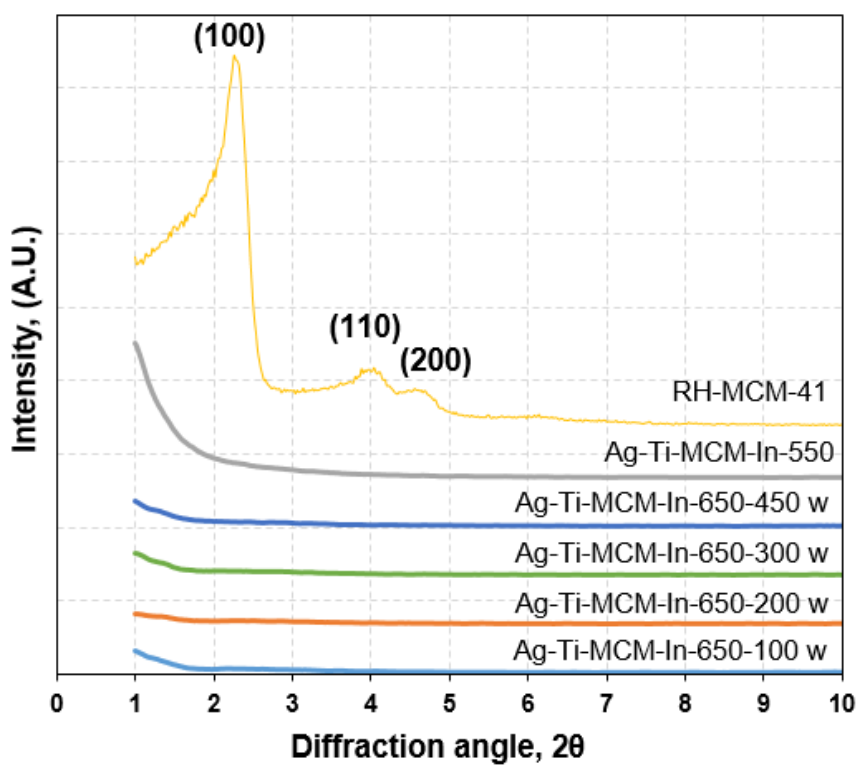
ตัวอย่าง	แผ่นที่					น้ำหนักเฉลี่ย (กรัม)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน
	1	2	3	4	5		
MCM-41	0.0168	0.0331	0.0565	0.0452	0.0928	0.0489	0.0286
TiO ₂ (anatase)	0.0431	0.0251	0.0532	0.1194	0.0563	0.0594	0.0357
Ti-RH-MCM-41	0.0393	0.0321	0.0510	0.0339	0.0822	0.0477	0.0206
Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ	0.0246	0.0437	0.0367	0.0413	0.0410	0.0375	0.0076
Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi in-situ	0.0189	0.0215	0.0320	0.0238	0.0754	0.0489	0.0286

ตารางภาคผนวกที่ 9 น้ำหนักของวัสดุดูดซับ RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และ วัสดุอะคะตะลิสต์ประเภทอื่นๆ บนแผ่นพลาสติกกรีไซเคิลพอลิสไตรีน ขนาด 0.39 x 1.57 นิ้ว (1 x 4 เซนติเมตร)

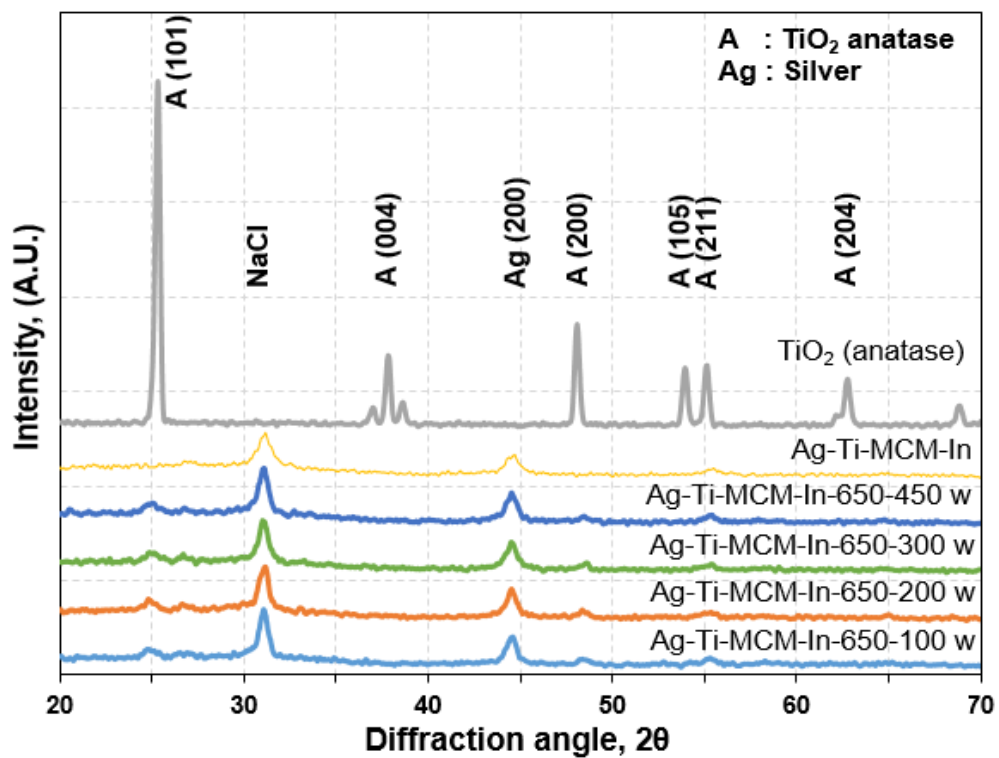
ตัวอย่าง	แผ่นที่					น้ำหนักเฉลี่ย (กรัม)	ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
	1	2	3	4	5		
MCM-41	0.1201	0.1282	0.1348	0.0858	0.0974	0.1133	0.0209
TiO ₂ (anatase)	0.1237	0.1661	0.2339	0.2226	0.1249	0.1742	0.0523
Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ	0.0827	0.0730	0.0638	0.1078	0.0841	0.0823	0.0164

ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41
แบบ In-situ โดยเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส



รูปภาคผนวกที่ 1 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซีลีกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ที่ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล และเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส

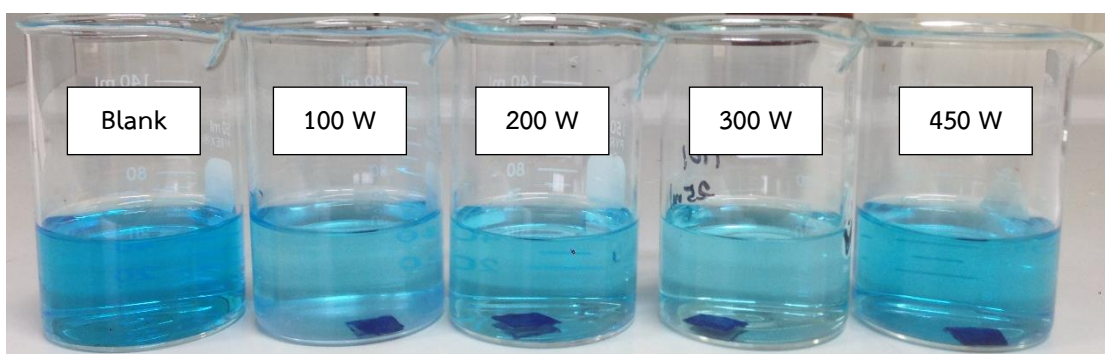


รูปภาคผนวกที่ 2 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 จากซิลิกาเคลือบด้วยเทคนิค XRD โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล และเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส

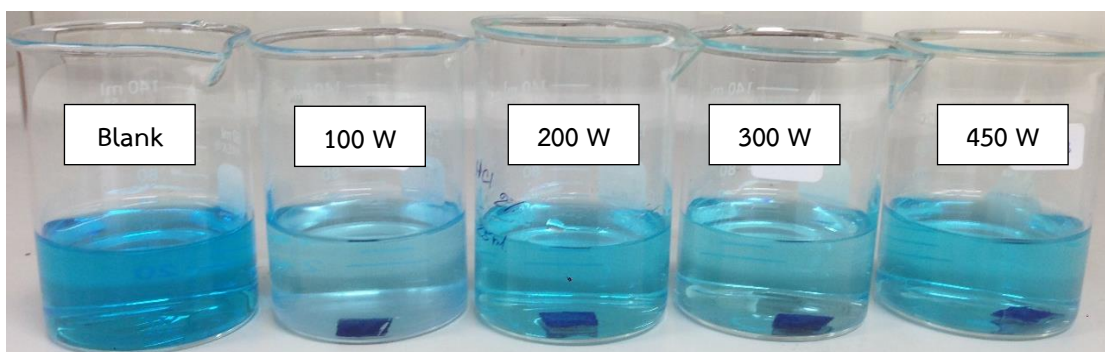
ภาคผนวก ง

การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

1. การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

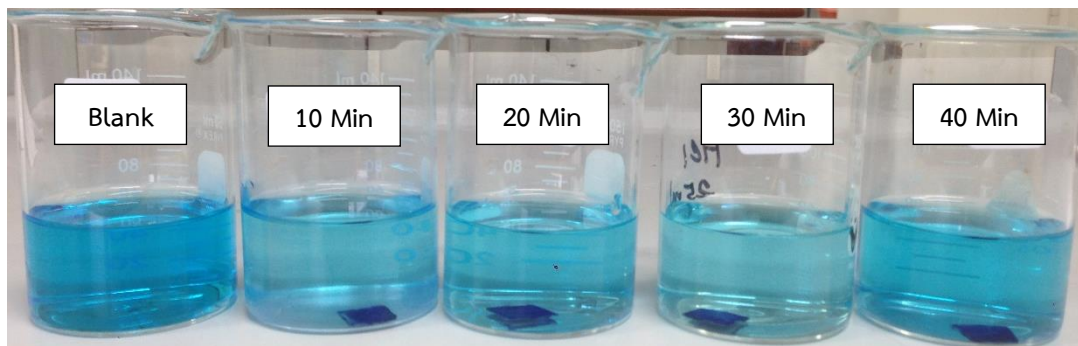


ภายใต้แสง UV

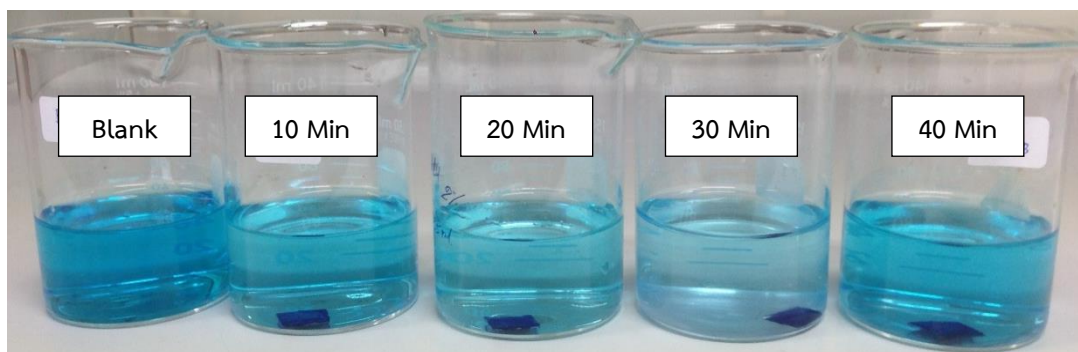


ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

รูปภาคผนวกที่ 3 การลดลงของสีย้อมเมทิลีนบลูภายหลังการกำจัดด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 200 300 และ 450 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ภายใต้แสง UV และภายใต้แสงที่ตามองเห็น

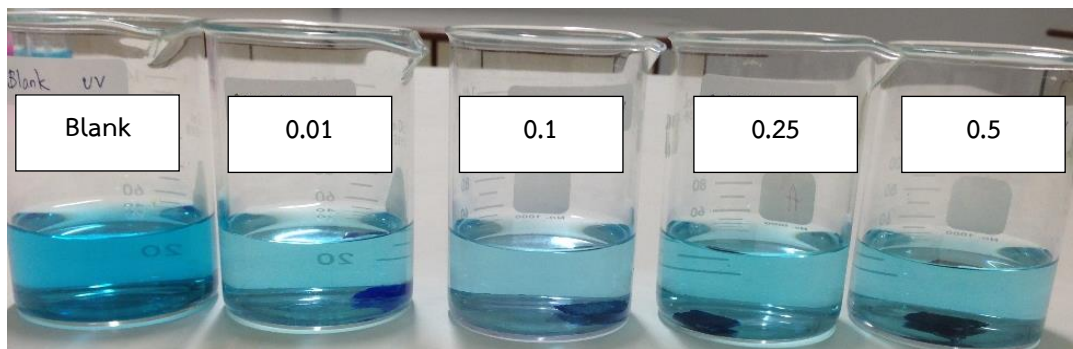


ภายใต้แสง UV

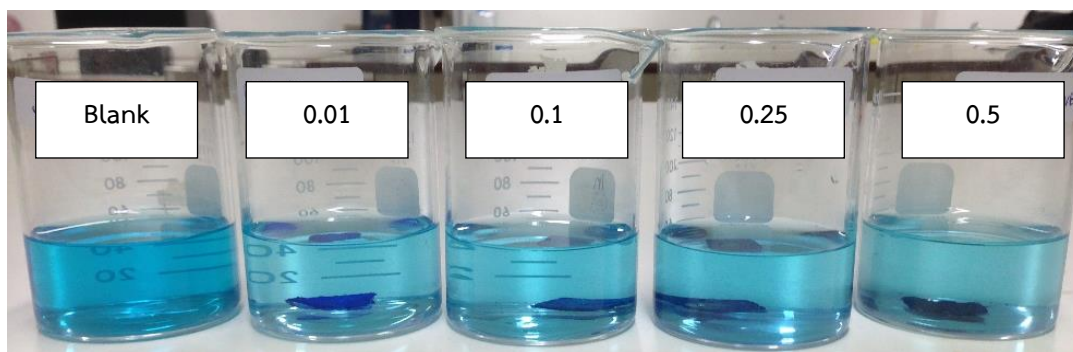


ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

รูปภาคผนวกที่ 4 การลดลงของสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสง UV และการกำจัดด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 10 20 30 และ 40 นาที และความเข้มข้นของโลหะเงิน 0.1 โมล ภายใต้แสง UV และภายใต้แสงที่ตามองเห็น

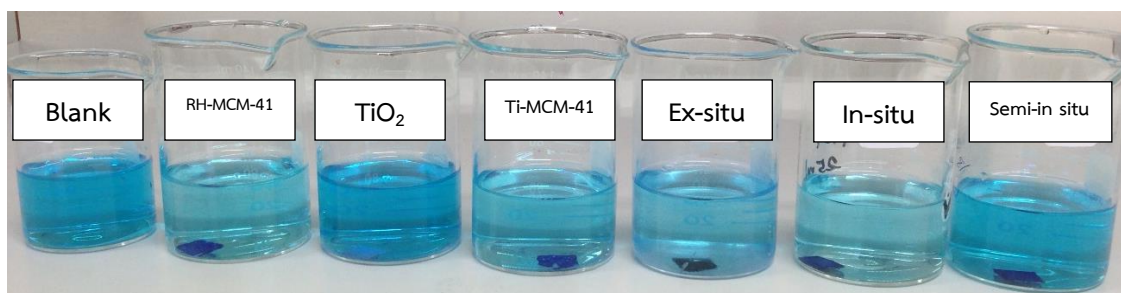


ภายใต้แสง UV

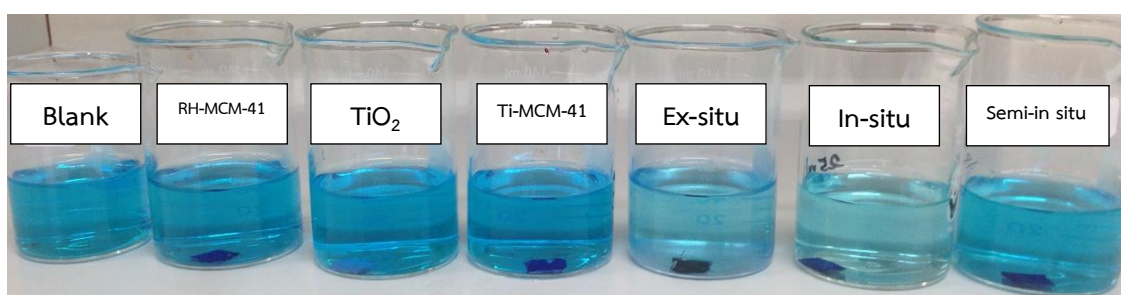


ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

รูปภาพผนวกที่ 5 การลดลงของสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสง UV หลังจากการกำจัดด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 โดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ ระดับพลังงาน 100 วัตต์ ระยะเวลา 30 นาที และอัตราส่วน Ag/Ti/Si เท่ากับ 0.01/1/2 0.1/1/2 0.25/1/2 และ 0.5/1/2 โมล ภายใต้แสง UV และภายใต้แสงที่ตามองเห็น



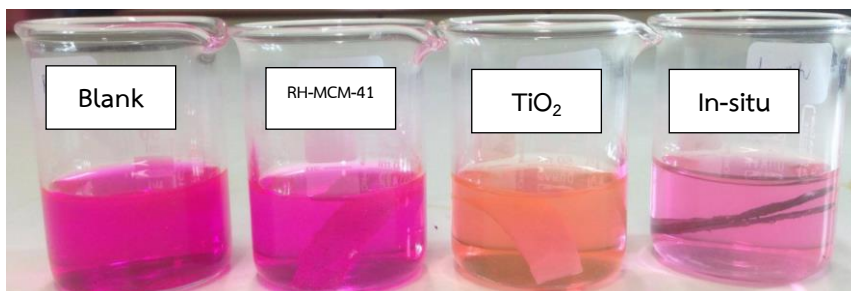
ภายใต้แสง UV



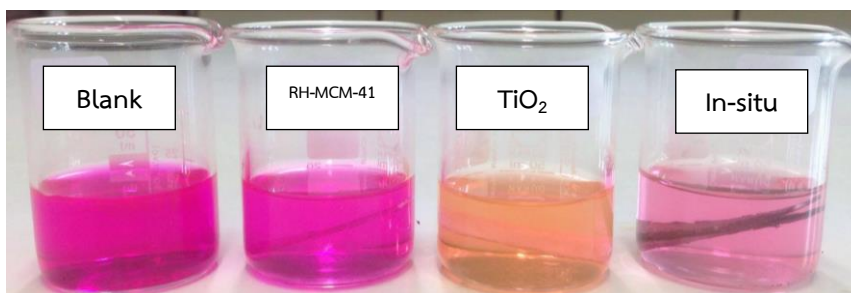
ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

รูปภาคผนวกที่ 6 เปรียบเทียบการลดลงของสีของเมทิลีนบลูภายใต้แสง UV หลังจากการกำจัดด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ Ti-RH-MCM-41 วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Ex-situ วัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-Semi In-situ ภายใต้แสง UV และภายใต้แสงที่ตามองเห็น

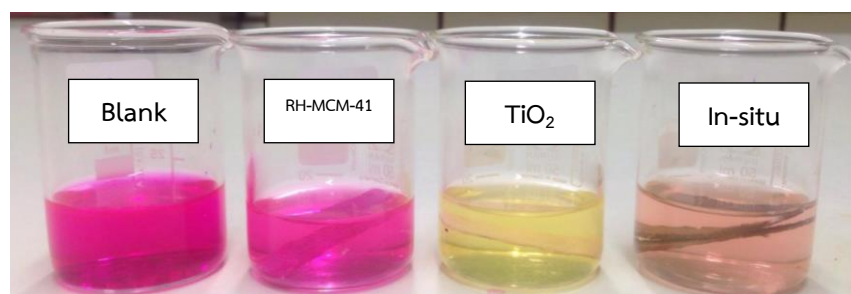
2. การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมโรห์ตามีน บี ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก



ก. เมื่อระยะเวลาฉายแสงผ่านไป 14 ชั่วโมง



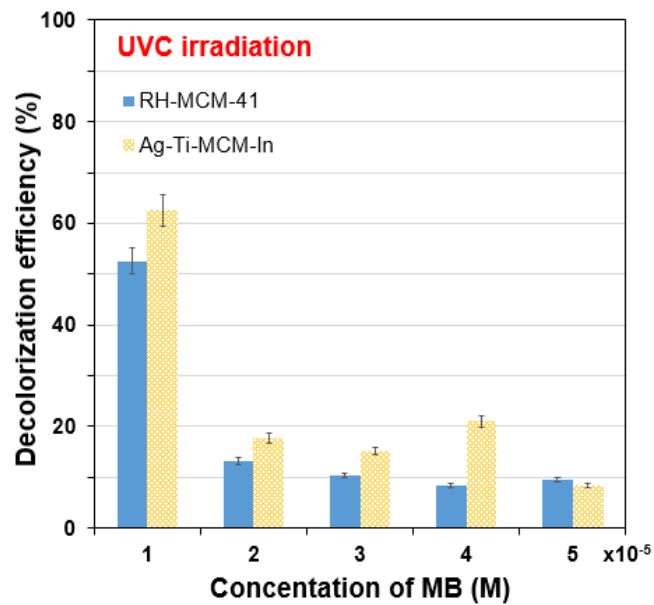
ข. เมื่อระยะเวลาฉายแสงผ่านไป 16 ชั่วโมง



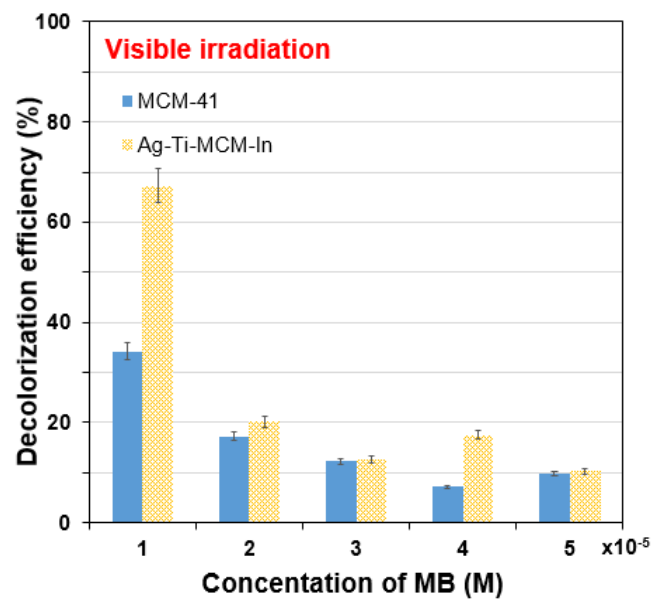
ค. เมื่อระยะเวลาฉายแสงผ่านไป 24 ชั่วโมง

รูปภาพผนวกที่ 7 เปรียบเทียบการลดลงของสีย้อมโรห์ตามีน บี ภายหลังจากการกำจัดด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO₂ และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ภายใต้อาสงที่ตามองเห็น

3. การศึกษาความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่มีผลในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

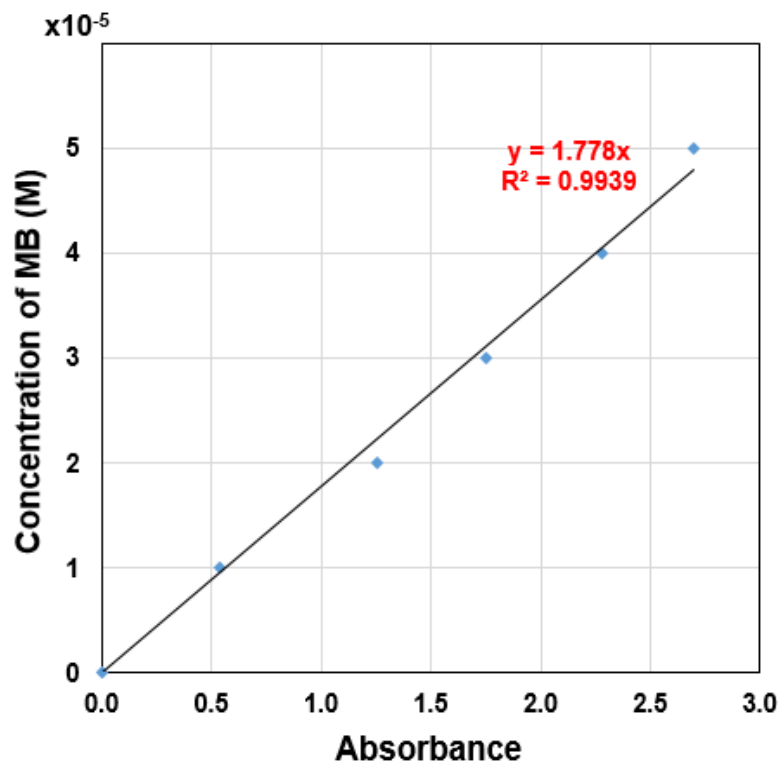


รูปภาคผนวกที่ 8 เปรียบเทียบความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ภายใต้แสง UV



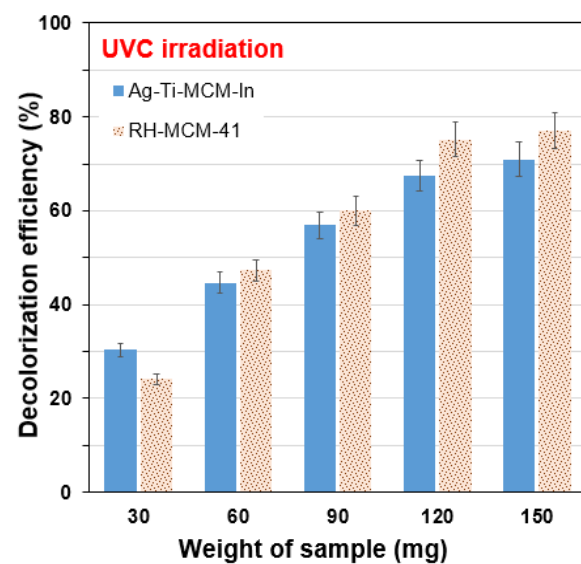
รูปภาคผนวกที่ 9 เปรียบเทียบความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกของวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ภายใต้แสงที่ตามองเห็น

4. กราฟความเข้มข้นมาตรฐาน (Calibration Curve) ของสีย้อมเมทิลีนบลู

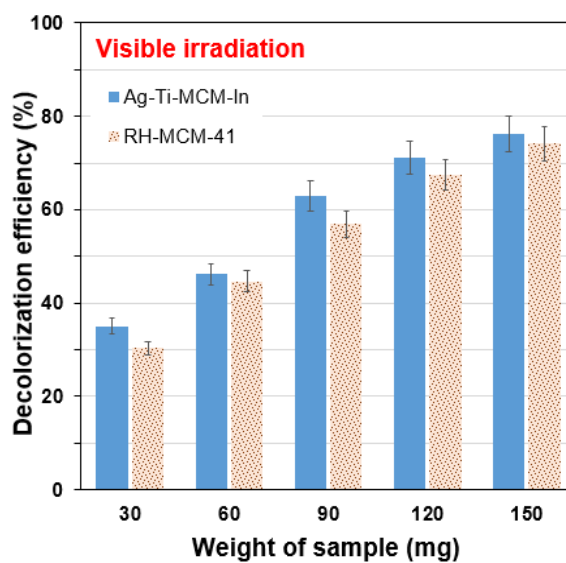


รูปภาคผนวกที่ 10 กราฟความเข้มข้นมาตรฐาน (Calibration Curve) ของสีย้อมเมทิลีนบลู

5. การศึกษาปริมาณของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41 สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก



รูปภาคผนวกที่ 11 เปรียบเทียบปริมาณที่เหมาะสมของวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสง UV

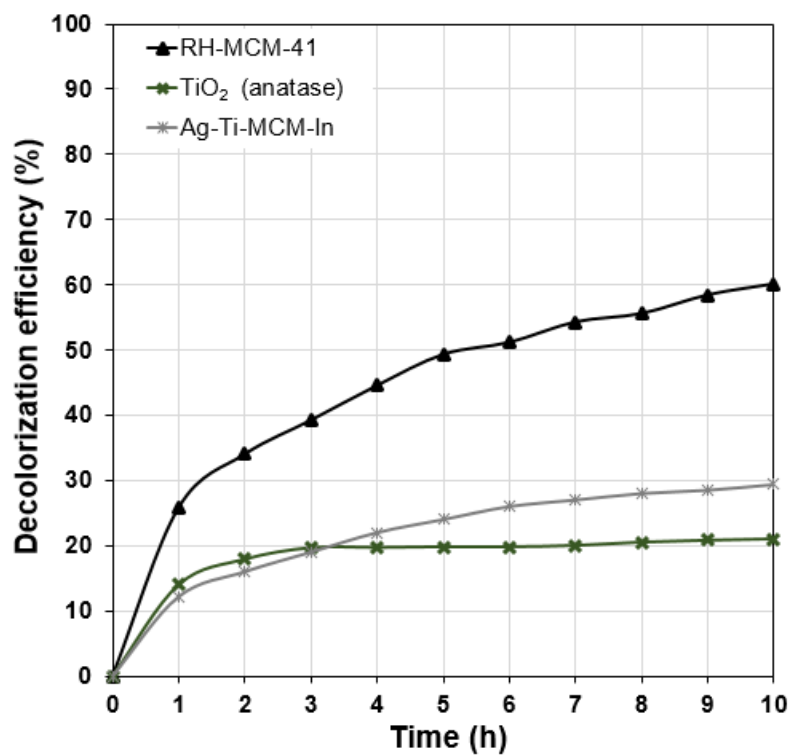


รูปภาคผนวกที่ 12 เปรียบเทียบปริมาณที่เหมาะสมของวัสดุ RH-MCM-41 และวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ สำหรับกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น

ภาคผนวก จ

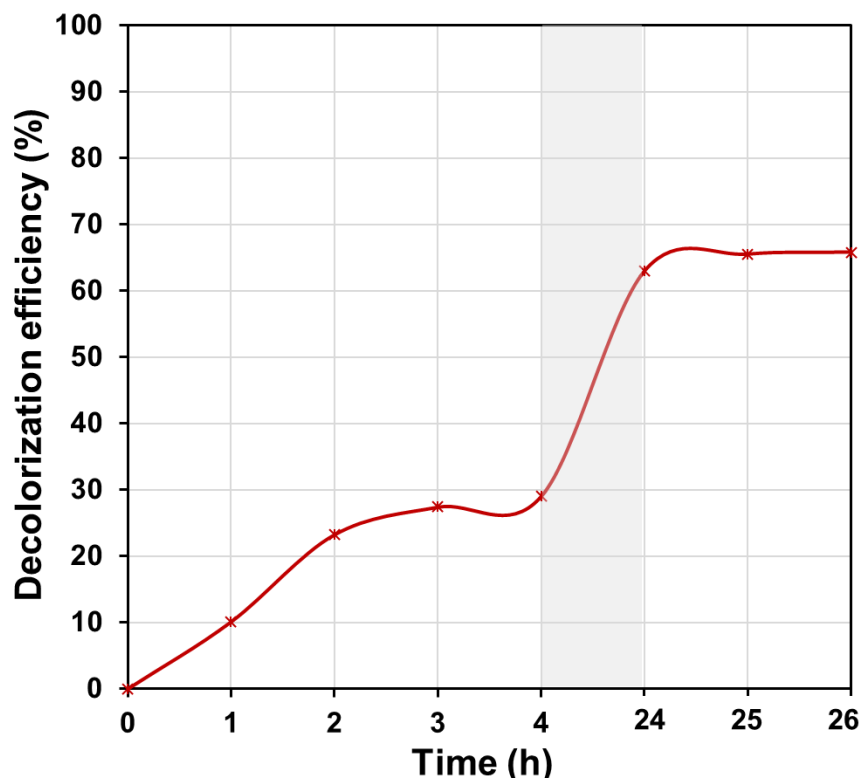
การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสารอินทรีย์ระเหยง่ายด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก

1. การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสารเบนซีนด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก



รูปภาคผนวกที่ 13 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารเบนซีนของวัสดุ RH-MCM-41 วัสดุ TiO₂ และ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น

2. การทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสารอะซีโตนด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก



รูปภาคผนวกที่ 14 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารอะซีโตนของวัสดุ Ag-Ti-RH-MCM-41-In-situ ด้วยปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกภายใต้แสงที่ตามองเห็น