



การศึกษาสมบัติของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{S-N}$ และ $\text{TiO}_2/\text{Ni-B}$
ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ โซล-เจล และ กระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ

**Investigation of Photocatalytic Property of TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{S-N}$ and $\text{TiO}_2/\text{Ni-B}$
Synthesized by Sol-Gel Process and Low Temperature Heat Treatment**

กำธร ตั้งวงศ์ศิริกุล

Kumthorn Tangwongsirikul

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of
Master of Engineering in Materials Engineering
Prince of Songkla University**

2558

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อวิทยานิพนธ์ การศึกษาสมบัติของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{S-N}$ และ $\text{TiO}_2/\text{Ni-B}$ ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ โชล-เจล และ กระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ

ผู้เขียน นายกำธร ตั้งวงศ์ศิริกุล

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

คณะกรรมการสอบ

.....

.....ประธานกรรมการ

(ดร.อานอบ คันทะชา)

(ดร.วิษณุ ราชเพ็ชร)

.....กรรมการ

(ดร.วิษณุ ราชเพ็ชร)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

.....กรรมการ

.....

(รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง)

(รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง)

.....กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.เจษฎา วรรณสินธุ์)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

.....

(รองศาสตราจารย์ ดร.ธีระพล ศรีชนะ)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อวิทยานิพนธ์ การศึกษาสมบัติของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของ TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{S-N}$ และ $\text{TiO}_2/\text{Ni-B}$ ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ โชล-เจล และ กระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ

ผู้เขียน นายกำธร ตั้งวงศ์ศิริกุล

สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

ปีการศึกษา 2557

บทคัดย่อ

จากการศึกษางานวิจัยเดิมของ ฉัฐพงษ์ ม่วงไตรรัตน์และคณะ 2554 ได้ศึกษาการพัฒนาสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนบนเหล็กกล้าไร้สนิม โดยพบปัญหาคือมีการเกิดปฏิกิริยาออกไซด์บนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงในการสังเคราะห์ทั้งเฟสอะนาเทสและเฟสรูไทล์ งานวิจัยดังกล่าวยังได้เสนอแนะว่าอุณหภูมิสูงสุดที่ไม่ทำให้ชิ้นงานเกิดสนิม คือ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ในงานวิจัยนี้จึงเป็นการพัฒนาการสังเคราะห์สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ให้เกิดเฟสอะนาเทสที่อุณหภูมิต่ำ คือ 80 องศาเซลเซียส นอกจากนี้โครงการวิจัยนี้ได้ศึกษาเปรียบเทียบการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซัลเฟอร์-ไนโตรเจนและไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยนิกเกิล-โบรอนโดยใช้กระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำดังกล่าว ซึ่งแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซัลเฟอร์-ไนโตรเจนและไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยนิกเกิล-โบรอนด้วยกระบวนการ โชล-เจล ทำให้ได้กระบวนการดังนี้ การรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสแล้วทำการควมแน่นไของสารในการทดลองด้วยน้ำที่อุณหภูมิ 3-5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วอบสารให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำผงที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างซึ่งปรากฏว่าเกิดโครงสร้างของเฟสอะนาเทส ส่วนที่สองเป็นการศึกษาสารสังเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซัลเฟอร์-ไนโตรเจนและ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยนิกเกิล-โบรอนด้วยวิธีการจุ่มเคลือบลงบนเหล็กกล้าไร้สนิม (AISI 304) เพื่อให้ฟิล์มเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมได้ดี แผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมจะต้องเคลือบด้วยซิลิกอนออกไซด์ก่อนเพื่อให้ซิลิกอนออกไซด์ ทำหน้าที่ในการเป็นตัวประสานระหว่างแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ หลังจากนั้นนำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ได้เคลือบด้วยสารไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซัลเฟอร์-ไนโตรเจนและไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยนิกเกิล-โบรอนแล้วนำมาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการศึกษาสมบัติของสารเคลือบที่ได้ ได้แก่ สมบัติการเปียกน้ำโดยการวัดมุมสัมผัส และปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิส (อัตราการย่อยสลายสารอินทรีย์และการยับยั้งแบคทีเรียเอสเชอริเชีย โคลิ) ผลการศึกษาพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยนิกเกิล-

โบริอนมีสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) โดยมีมุมสัมผัสถึง 137 องศาในสถานะแสงปกติและมีมุมถึง 133 องศา ในสถานะภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต และมีอัตราการย่อยสลายเมทิลีนบลูและการยับยั้งแบคทีเรียอีโคไลได้ใกล้เคียงหรือดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้เจือสารใดๆเลย สำหรับฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยซัลเฟอร์-ไนโตรเจน มีมุมสัมผัส 77 องศา ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต มีอัตราการย่อยสลายเมทิลีนบลูและการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* เร็วที่สุด

Thesis Title	Investigation of photocatalytic property of TiO ₂ , TiO ₂ /S-N and TiO ₂ /Ni-B synthesized by sol-gel process and low temperature heat treatment
Author	Mr. Kumthorn Tangwongsirikun
Major Program	Material Engineering
Academic Year	2014

According to the study of N. Muangtrairat and et al (2011) in the topic of “Development of Nano TiO₂ Coating Material on Stainless Steel”, the result shown that the oxidation of stainless steel was occurred at high temperature. Therefore, anatase and rutile phases also happened. This research also suggested the highest temperature where no oxidation reaction was 250 ° C. Continuously, in this research we synthesized TiO₂ coatings at lower temperature (80 ° C). Moreover, there was the comparison between TiO₂ doped by S-N and Ni-B using the same procedure at low temperature. The method was divided in to 2 parts; the first part is to develop the process of synthesizing at low temperature of titanium dioxide, titanium dioxide doped by S-N and titanium dioxide doped by Ni-B. The sol-gel process was as follow; refluxing at 80 ° C by condensing the solution vapor with water cooling system at 3 to 5 ° C for 4 hours. The titanium dioxide was the obtained after oven-dried at temperature of 80° C for 24 hours. The powder were identified as anatase after XRD spectrum. The second part was the comparison of different titanium dioxide films which were synthesized by the same procedure above. The comparison films were titanium dioxide, titanium dioxide doped by S-N and titanium dioxide doped by Ni-B. All films were dip coated on stainless steel (AISI 340). To improve the adhesion between titanium dioxide films and stainless steel substrate, silica films was used at bonding layer. After dip coating all TiO₂ films were dried at 80 ° C for 2 hours. All films were characterized and investigated on wettability by measuring contact angle and photocatalytic reaction by studying the decomposition of methylene blue and *Escherichia coli* (*E.coli*) inhibition. The result found that TiO₂ doped by Ni-B was hydrophobic with contact angle about 137 degree under normal light and 133 degree after 60 minutes of ultra-violet light radiation. Methylene blue decomposition rate and *E.coli* inhibition rate were quite equal or lower in compare to undoped TiO₂ . In the meanwhile the S-N doped titanium dioxide film had the contact angle about 77 degree after 60 minutes of ultra-violet radiation. Moreover this film was the best in methylene blue decomposition and *E.coli* inhibition.

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนใคร่ขอขอบพระคุณ ดร.วิญญู ราชเพ็ชร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก และ รองศาสตราจารย์ ดร.เล็ก สีคง อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ได้เสียสละเวลาอันมีค่ายิ่ง ในการให้คำแนะนำที่ดี คอยให้คำปรึกษาแนะนำดูแลตลอดช่วงการทำวิจัยเสมอมาตลอดจนช่วย ตรวจสอบวิทยานิพนธ์และให้ข้อเสนอแนะที่เอื้อประโยชน์ต่องานวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ ดร.อานอบ คันทะชา ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำแนะนำเพิ่มเติมในการสอบสัมภาษณ์ปากเปล่าขั้นสุดท้าย และแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้มีความถูกต้องและสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่าน ที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาการ ตลอดจนเป็นแบบอย่างในการนำวิชาความรู้ไปใช้ในการดำเนินชีวิตต่อไป ตลอดจนคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่สนับสนุนงบประมาณในการทำวิจัยครั้งนี้ ขอขอบคุณบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้งบประมาณอุดหนุนบางส่วนในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ บุคคลากรภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ และ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้ความร่วมมือ และให้คำปรึกษาต่างๆ เป็นอย่างดี และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ที่เอื้อเพื่ออุปกรณ์และเครื่องมือทดสอบในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่เป็นกำลังใจช่วยเหลือแนะนำและเป็นที่ยกย่องที่ดีในทุกโอกาส

ผู้วิจัยขออุทิศส่วนดี และประโยชน์อันพึงมีจากการทำวิทยานิพนธ์นี้ แต่คุณพ่อ อธิป คุณแม่จันทร์เพ็ญ และครอบครัวตั้งวงศ์ศิริกุล ซึ่งเป็นผู้ที่คอยให้กำลังใจ คำปรึกษา และเป็นกำลังใจที่ดีที่สุดทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

กำธร ตั้งวงศ์ศิริกุล

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(3)
กิตติกรรมประกาศ	(6)
สารบัญ	(8)
รายการตาราง	(11)
รายการรูป	(13)
สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ	(16)
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 บทนำ	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	2
1.2.1 กระบวนการโซล-เจล	2
1.2.2 กระบวนการรีฟลักซ์	5
1.2.3 เหล็กกล้าไร้สนิม	5
1.2.4 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂)	6
1.2.5 กระบวนการจุ่มเคลือบ	9
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	9
1.4 วัตถุประสงค์การวิจัย	12
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	12
1.6 ขอบเขตการวิจัย	12
2 วิธีการวิจัย	14
2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย	14
2.2 วิธีการวิจัย	15
2.3 กระบวนการสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ และสารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือสาร	15
2.3.1 การสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสาร	15
2.3.2 การสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซัลเฟอร์-ไนโตรเจน	16
2.3.3 การสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์เจือนิกเกิล-โบรอน	16
2.3.4 กระบวนการความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ (การรีฟลักซ์)	20

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.4 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	20
2.5 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในการย่อยสลายเมทิลีนบลู	22
2.5.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน	22
2.5.2 ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลสต์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู	23
2.6 กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งแบคทีเรียของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์	24
2.6.1 ขั้นตอนการเตรียมแบคทีเรีย	24
2.6.2 ขั้นตอนการเตรียมอาหารในการเพาะเลี้ยงแบคทีเรีย	24
2.6.3 ขั้นตอนการยับยั้งแบคทีเรีย	25
2.7 การตรวจสอบคุณลักษณะของผงและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้	25
2.7.1 X-ray diffractometry (XRD)	25
2.7.2 X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)	26
2.7.3 Atomic Force Microscope (AFM)	26
2.7.4 Contact angle	26
2.7.5 Ultraviolet-Vis Diffusive Refraction spectrophotometer (UV-Vis DRS)	28
2.8 สมการอัตรา	29
3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	33
3.1 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์	33
3.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD	33
3.1.2 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค UV-Vis DRS	34
3.2 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	36
3.2.1 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)	36

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวด้วยเทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM)	38
3.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM)	40
3.2.4 การวัดมุมสัมผัส (Contact angle)	42
3.3 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	44
3.3.1 การย่อยสลายเมทิลีนบลู	44
3.3.2 การฆ่าเชื้อแบคทีเรีย E.coli	51
3.3.3 สรุปผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ของฟิล์มไทเทเนียม ไดออกไซด์	59
4 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	61
4.1 บทสรุป	61
4.2 ข้อเสนอแนะ	62
4.3 ปัญหาที่พบบ่อยระหว่างการทดลอง	63
บรรณานุกรม	66
ภาคผนวก	71
ก. ตารางย่อยสลายสีเมทิลีนบลู	72
ข. ตารางประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย E.coli	75
ค. การเผยแพร่ในการประชุมวิชาการ	80
ประวัติผู้แต่ง	

รายการตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 สมบัติทางกายภาพของโครงสร้างไทเทเนียมไดออกไซด์	7
2.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	14
3.1 ขนาดผลึกของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ คำนวณตาม Sherrer's equation	33
3.2 แสดงช่วงการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิลและแถบช่องว่างพลังงานของผงไทเทเนียมไดออกไซด์	35
3.3 ขนาดของอะตอมของธาตุที่ใช้เจือ	38
3.4 ลักษณะและความขรุขระของพื้นผิว	39
ก.1 ร้อยละของการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู ณ เวลา 6 ชั่วโมง	72
ก.2 กราฟแสดงการย่อยสลายของเมทิลีนบลูความเข้มข้น 10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตรที่เวลา 48 ชั่วโมง	72
ก.3 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 6 ถึง 48 ชั่วโมง ของแสงอัลตราไวโอเลต และ เหล็กหล้าไรสนิมที่ไม่มีการเคลือบฟิล์ม	72
ก.4 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 4 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% Ni – 3mol% B	73
ก.5 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 4 ถึง 12 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% Ni – 3mol% B	73
ก.6 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 12 ถึง 48 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% Ni – 3mol% B	74
ก.7 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 6 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% S-N	74
ข.1 พฤติกรรมการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตและแสงฟลูออเรสเซนซ์	75

รายการตาราง (ต่อ)

	หน้า
ข.2 ประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5%mol S-N ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตและแสงฟลูออเรสเซนซ์	76
ข.3 ประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5%mol Ni – 3%mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตและแสงฟลูออเรสเซนซ์	77
ข.4 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่างๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต	78
ข.5 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่างๆ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์	79
ก.1 ผลงานที่ตีพิมพ์	80

รายการรูป

รูปที่		หน้า
1.1	กระบวนการโซล-เจล	2
1.2	โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์ (ก) อะนาเทส (ข) รูไทล์ (ค) บรูคไคต์	8
1.3	กระบวนการเคลือบแบบจุ่ม	9
2.1	การเตรียมผงและฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ด้วยวิธีโซล-เจล	17
2.2	การเตรียมผงและฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5%mol S-N ด้วยวิธีโซล-เจล	18
2.3	การเตรียมผงและฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5%mol Ni – 3%mol B ด้วยวิธี โซล-เจล	19
2.4	กระบวนการรีฟลักซ์และการควมแน่น	20
2.5	การจุ่มเคลือบฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี โซล-เจล	21
2.6	ลักษณะของจำนวนชั้นฟิล์มที่ได้ผ่านการเคลือบ	21
2.7	โครงสร้างของเมทิลีนบลู	22
2.8	ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลู 1×10^{-6} – 1×10^{-5} โมลาร์ กับ ค่า Absorbance ที่ได้จากเครื่อง UV-VIS spectrophotometer	23
2.9	การวัดมุมสัมผัส	26
2.10	รูปแสดงการเปียกและมุมสัมผัสค่าต่าง ๆ	27
2.11	การลากเส้นเพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (Zhang et al., 2000)	28
3.1	ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค XRD	34
3.2	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis spectroscopy ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N และ ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B	35
3.3	ผลการวิเคราะห์ค่าพลังงานของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N และ ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ด้วยเทคนิค XPS	37

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.4	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใดๆ ด้วยเทคนิค AFM	38
3.5	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% S-N ด้วยเทคนิค AFM	39
3.6	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5%mol Ni – 3%mol B ด้วยเทคนิค AFM	39
3.7	ภาพความหนาฟิล์มที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM	40
3.8	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (ก.) ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใดๆ (ข.) ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% S-N (ค.) ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ 5%mol Ni – 3%mol B	41
3.9	ลักษณะของหยดน้ำภายใต้แสง UV ณ เวลาต่าง ๆ	43
3.10	ร้อยละของการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู ณ เวลา 6 ชั่วโมง	44
3.11	กราฟแสดงการย่อยสลายของเมทิลีนบลูความเข้มข้น 10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตรที่เวลา 48 ชั่วโมง	45
3.12	กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 6 ถึง 48 ชั่วโมงของแสงอัลตราไวโอเล็ต และ เหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่มีการเคลือบฟิล์ม	46
3.13	กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 4 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% Ni – 3mol% B	47
3.14	กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 4 ถึง 12 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% Ni – 3mol% B	48
3.15	กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 12 ถึง 48 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% Ni – 3mol% B	49

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.16	กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 6 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5mol% S-N	49
3.17	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	51
3.18	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์	52
3.19	พฤติกรรมการณ์ฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนซ์	52
3.20	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	53
3.21	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์	54
3.22	ประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนซ์	54
3.23	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	55
3.24	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์	56
3.25	ประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนซ์	56
3.26	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือจากการฆ่าของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต	57
3.27	ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่เหลือการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต	58

รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.28	เปรียบเทียบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่าง ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต	58
3.29	เปรียบเทียบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่างๆ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์	59
4.1	การเกิดจุดสนิมบนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	63
4.2	การเกิดสนิมบนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	64
4.3	การเกิดสนิมบนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์	65

สัญลักษณ์คำย่อและตัวย่อ

TTIP	Titanium (IV) isopropoxide
AFM	Atom Force Microscopy
XRD	X-Ray Diffraction
SEM	Scanning Electron Microscope
XPS	X-ray Photoelectron Spectroscopy
UV-VIS	UV-Vis Absorption Spectroscopy
<i>E.coli</i>	Escherichia coli
C	ความเข้มข้นของเมทิลีนบลู ณ เวลาทดสอบ
C ₀	ความเข้มข้นเริ่มต้นของเมทิลีนบลู
N	จำนวนเชื้อ ณ เวลาทดสอบของ <i>E.coli</i>
N ₀	จำนวนเชื้อเริ่มต้นของ <i>E.coli</i>
MB	เมทิลีนบลู
Under UV	ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต
Under Visible	ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์
θ	มุมสะท้อน (องศา)
R _a	ค่าความสูงเฉลี่ยของยอดคลื่นทั้งหมดในหนึ่งหน่วย ไมโครเมตร

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำ

เหล็กกล้าไร้สนิม หรือ สแตนเลส นั้น ในทางโลหกรรมแล้ว เป็นโลหะผสมเหล็ก ที่มีโครเมียมอย่างน้อยที่สุด 10.5% เนื่องจากโลหะผสมดังกล่าวไม่เป็นสนิมอันเนื่องมาจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างออกซิเจนในอากาศกับโครเมียมในเนื้อสแตนเลส เกิดเป็นฟิล์มบางๆของโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) เคลือบผิวไว้ ทำหน้าที่ปกป้องการเกิดความเสียหายให้กับตัวเนื้อสแตนเลสได้เป็นอย่างดี ปกป้องการเกิดการกัดกร่อนที่พบใช้งานกันอย่างแพร่หลาย คือ สแตนเลสเกรด 18-8 ตัวเลขบ่งชี้ถึง ธาตุที่เจือลงในเนื้อเหล็กคือ โครเมียมและนิกเกิล ตามลำดับ ซึ่งเราสามารถจำแนกประเภทของสแตนเลสได้จากเลขรหัสที่กำหนดขึ้นตามมาตรฐาน AISI โดยเกรด 304 และ 304L มักจะนำมาทำอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับอาหาร เช่น ช้อน ส้อม ถาด ถ้วยใส่อาหารที่ใช้ในโรงพยาบาล เนื่องจากมีความสะอาด ปลอดภัย และง่ายในการทำ ความสะอาด เกรด 420 ใช้ทำอุปกรณ์เครื่องมือผ่าตัด เช่น มีดผ่าตัด กรรไกรผ่าตัด นอกจากนี้ยังใช้ทำเครื่องมือเจาะ เครื่องมือคว้าน เกรด 430 ใช้ทำอุปกรณ์พวกโต๊ะที่ใช้ในการผ่าตัด ถาดที่ใช้สำหรับใส่อุปกรณ์ผ่าตัด และเกรด 440C ใช้ทำอุปกรณ์ผ่าตัดที่มีคุณภาพสูง เช่น มีดผ่าตัด เนื่องจากเป็นเกรดที่มีปริมาณของคาร์บอนสูงทำให้มีความแข็งแรง

เชื้อแบคทีเรียอีโคไล (*E.coli*) คือ แบคทีเรียชนิดหนึ่ง ที่อาศัยอยู่ในลำไส้ (Intestine) ของมนุษย์ และสัตว์ บางประเภทอาจมีอันตรายถึงชีวิต แต่โดยส่วนใหญ่แล้วจะไม่มีอันตรายใด ๆ เชื้อแบคทีเรียสามารถติดเชื้อบาดได้โดยทั่วไปโดยมีแมลงวันเป็นตัวพาหะ ซึ่งเป็นเรื่องที่ยากแต่ก็สามารถป้องกันได้ เช่น ทานอาหารที่สุกใหม่ๆ ล้างมือให้สะอาด และรักษาบริเวณโดยรอบห้องครัวให้สะอาด ซึ่งในปัจจุบันอาคารบ้านเรือนมีการตกแต่งด้วยแสงไฟแสงสีต่าง ๆ การนำสารไทเทเนียมไดออกไซด์ มาเคลือบบนภาชนะ ประตูลูกบิด หรืออุปกรณ์อื่นๆ โดยแสงจะไปกระตุ้นให้ไทเทเนียมไดออกไซด์เกิด “ปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์” ซึ่งปฏิกิริยานี้จะช่วยในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียและสลายสารอินทรีย์ที่เป็นอันตรายต่อสุขภาพของมนุษย์

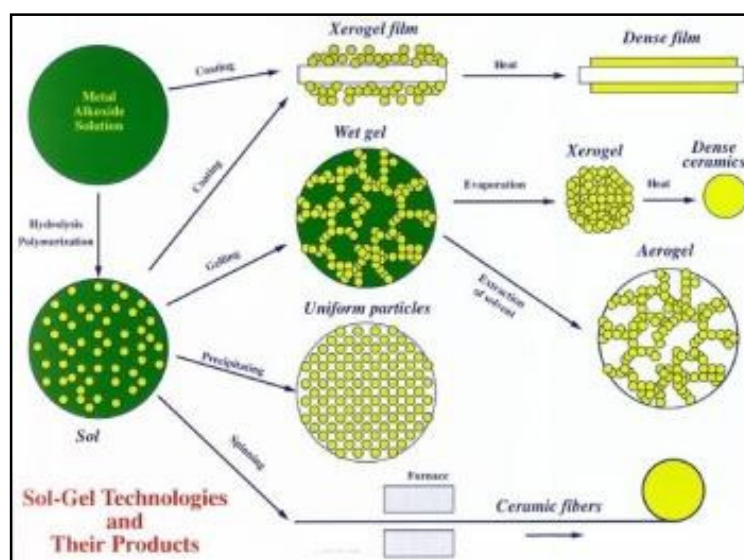
ปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ (photocatalyst) เกิดได้โดยการที่ให้แสงอัลตราไวโอเล็ตที่มีความยาวคลื่นประมาณ 390 นาโนเมตร ไปกระตุ้นอิเล็กตรอนที่แถบวาเลนซ์ (Valence-band) ของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ได้เป็นสารประกอบประเภทกึ่งตัวนำ ที่สามารถทำปฏิกิริยากับโมเลกุลของน้ำที่ผิวและเป็นสารอนุมูลอิสระ กลุ่มไฮดรอกซิล ไอออน (Hydroxyl ions, OH^-) และซูเปอร์ออกไซด์

ไฮดรอกซิล (Superoxide ions, O_2^-) สามารถประยุกต์ใช้ในการกำจัดและย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำ อากาศ และสิ่งมีชีวิต ทำให้ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาผลิตภัณฑ์ที่สามารถใช้ประโยชน์จากโฟโตแคตะลิสต์ ด้วยการเคลือบวัสดุด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อใช้ในการกำจัดเชื้อโรค กลิ่นอับ และย่อยสลายสารอินทรีย์ เช่น เชื้อแบคทีเรีย เชื้อไวรัส รา รวมถึงอนุภาคสารเคมีกลิ่น สารพิษ โดยทำให้สารเหล่านั้นเกิดการแตกตัวไปเป็นน้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ระเหยและสลายไปในอากาศในที่สุด

1.2 ทฤษฎี และหลักการ

1.2.1 กระบวนการโซล-เจล

กระบวนการโซล-เจล เป็นกระบวนการทางเคมีที่อาศัยการเกิดพันธะทางเคมีของสารตั้งต้นในระดับโมโนเมอร์ ผลิตภัณฑ์ของ โซล-เจล มีหลายรูปแบบ เช่น อยู่ในรูปของผงละเอียด ฟิล์มบาง เส้นใย และก้อน เป็นต้น โดยทำให้เกิดโครงตาข่ายของสารอนินทรีย์ (Inorganic networks) ผ่านการเกิดเป็นโซล (sol) แล้วให้กระบวนการทางความร้อนกับโซลซึ่งจะทำให้โซลเกิดการฟอร์มโครงตาข่ายไปเรื่อยๆ ได้เป็นเจล (gel) ซึ่งเกิดเป็นของแข็งระดับมาโครโมเลกุล (Macromolecules) อยู่รวมกับของเหลว ซึ่งกระบวนการโซล-เจล เป็นเทคนิคที่ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ไม่สูง แต่ได้สารที่มีความบริสุทธิ์และเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous) มากกว่าวิธี conventional process ซึ่งใช้อุณหภูมิสูงกว่าในการสังเคราะห์

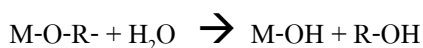


รูปที่ 1.1 กระบวนการโซล-เจล

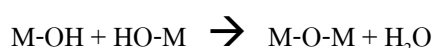
ที่มา : <http://www.kmutt.ac.th/hyanae> : 5/9/2557

ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ

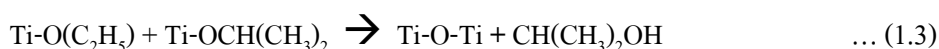
1. Hydrolysis คือ ปฏิกิริยาที่มีน้ำเข้าไปสลายพันธะ ทำให้สารโมเลกุลใหญ่ แตกตัวเป็นสารที่มีโมเลกุลเล็กลง



2. Water condensation คือ การควบแน่นด้วยน้ำจะเป็นการสร้างพันธะแบบโควาเลนต์จะได้โมเลกุลของน้ำ



3. Alcohol condensation คือ การควบแน่นแอลกอฮอล์จะเป็นการสร้างพันธะแบบโควาเลนต์จะได้โมเลกุลของแอลกอฮอล์



เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce และ OR แทน Alkoryl group

ปัจจัยสำคัญที่มีต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ ค่า pH อุณหภูมิ และ ตัวเร่งปฏิกิริยาของน้ำและโลหะ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในภาวะที่ต่างกันจึงทำให้เกิดเป็น โซลและเจลที่มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน

วิธีโซล-เจล จะประกอบไปด้วย 3 ขั้นตอน

1. การเตรียมเจล (Preparation of gel) คือ การนำสารตั้งต้นมาทำปฏิกิริยาแล้วได้สารแขวนลอยซึ่งเกิดกระบวนการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)

2. การทำให้เกิดเจล (Aging of gel) คือ การให้สารจากการเตรียมเจลทำปฏิกิริยาต่อเนื่อง โดยมีการกวนและให้ความร้อนต่างๆ ในระยะเวลาหนึ่ง ซึ่งคือการปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation)

3. การทำให้แห้ง (Drying of gel) คือ การนำไปผ่านความร้อนที่อุณหภูมิสูง เพื่อระเหยสารอินทรีย์ที่เหลือจากปฏิกิริยา จนเหลือแต่โลหะออกไซด์ เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นต้น

สารตั้งต้นที่ใช้กระบวนการโซล-เจล แบ่งได้ออกเป็น 2 กลุ่ม

1. Colloidal sol-gel สารตั้งต้นพวกจำพวก Hydrated/Anhydrous metal oxides หรือ Metal salt solution ที่มีหมู่โลหะจับกับกลุ่ม OH ซึ่งมีขนาดอนุภาคระดับคอลลอยด์ เช่น $Fe_2O_3 \cdot Al_2O_3 \cdot xH_2O$ เป็นต้น

2. Polymeric sol-gel สารตั้งต้นที่ใช้พวกโลหะอินทรีย์ เช่น โลหะอัลคอกไซด์ (Metal Alkoxides) หรือ $M(OR)_n$ โดย M^{n+} แทนที่หมู่โลหะ (Metal Cation) OR แทนหมู่ Alkoxide เช่น $Zr(C_3H_7O)_4$

การเกิดเจล (Gel Formation) มีทฤษฎีอธิบายไว้ 2 ทฤษฎี

1. Colloidal gels สามารถอธิบายโดยใช้ทฤษฎีของ DLVD (Derjagnin Landan Verway and Overbeek) กล่าวว่อนุภาคในของเหลวมีพื้นที่ผิวและขนาดไม่เท่ากันทำให้ความหนาแน่นของประจุที่พื้นที่ผิวไม่เท่ากันทำให้เกิดแรงทางไฟฟ้า (Electrostatic) เช่น แรงวาเลนซ์เดอว์วาล์ ทำให้อนุภาคเกาะตัวกัน เชื่อมโยงกันเพิ่มมากขึ้นทำให้เกิดเจลในตัวของเหลว

2. Polymeric gels เกิดจากสารตั้งต้นมีโลหะอัลคอกไซด์เป็นองค์ประกอบสารประกอบนี้ประกอบด้วยแคทไอออน (Cation) สร้างพันธะกับหมู่อัลคิล (Alkyl groups) และอะตอมของออกซิเจน

การทำให้เจลแห้งไปเป็นเซรามิกเกิดขึ้นภายใต้กระบวนการทางความร้อนดังนี้

1. การทำให้แห้ง (Drying) และการไล่สารอินทรีย์ (Pyrolysis) โดยทั่วไปในช่วงอุณหภูมิ 300-800 องศาเซลเซียส

2. การเรียงตัวของโครงสร้างภายในสารและการเพิ่มความหนาแน่น (Structural rearrangement and densification)

3. การเกิดผลึก (Crystallization) ซึ่งกระบวนการเกิดเฟสสามารถทำได้โดยการควบคุมกระบวนการให้ความร้อนช่วง 600-1100 องศาเซลเซียส

1.2.2 กระบวนการรีฟลักซ์

การรีฟลักซ์ คือการรวบเอาไอของสารละลายที่ได้นำไปทำให้เกิดการควบแน่นแล้วย้อนกลับตกลงมาในขวดสารละลายที่กำลังเดือดทำให้สารละลายมีปริมาณคงที่ นอกจากนั้นปฏิกิริยาการควบแน่นช้าลงทำให้อนุภาคมีขนาดเล็ก ซึ่งจะแตกต่างกับการกลั่นที่ไอสารนั้นจะระเหยออกไป ทำให้ปฏิกิริยาการควบแน่นเดินหน้าไปแต่สารละลายจะหายไปด้วย ทำให้ไม่สามารถทำปฏิกิริยาได้นานพอที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์

การรีฟลักซ์มักใช้ในกรณีที่มีปฏิกิริยาที่ต้องใช้ความร้อนและเวลานานโดยนำ สาร A ทำปฏิกิริยากับ สาร B เกิดเป็นสาร C โดยที่สาร C จะเกิดขึ้นมาได้นั้นต้องมีความร้อนและเวลาเข้ามาเกี่ยวข้องในการสังเคราะห์ ถ้าสาร A และสาร B เป็นของเหลวทั้งคู่ เมื่อผสมกัน แล้วนำไปเข้าสู่กระบวนการรีฟลักซ์ หลังจากนั้นสังเกตดูว่าเกิดสาร C ขึ้นในระบบแล้วหรือยัง ถ้ายังไม่เกิดสาร C ในระบบก็ทำการรีฟลักซ์ต่อไปเรื่อยๆจนได้สาร C แล้วหยุดกระบวนการรีฟลักซ์

1.2.3 เหล็กกล้าไร้สนิม

เหล็กกล้าไร้สนิม ในทางโลหกรรมถือว่าเป็นเหล็ก ที่มีโครเมียมอย่างน้อยที่สุด 10.5% เนื่องจากโลหะผสมดังกล่าวไม่เป็นสนิมที่มีสาเหตุจากการทำปฏิกิริยากันระหว่าง ออกซิเจนในอากาศกับโครเมียมในเนื้อสแตนเลส เกิดเป็นฟิล์มบางๆเคลือบผิวไว้ ทำหน้าที่ป้องกันการเกิดความเสียหายให้กับตัวเนื้อสแตนเลสได้เป็นอย่างดี ป้องกันการกัดกร่อน และไม่ซำรุดหรือสีกร่อนง่ายอย่างโลหะ ซึ่งในทางโครงสร้างของเหล็กกล้าไร้สนิมสามารถแบ่งตามโครงสร้างได้เป็น 4 โครงสร้าง คือ

1) กลุ่มออสเทนนิติก (Austenitic) มีส่วนผสมของโครเมียม 16% คาร์บอนอย่างมากที่สุด 0.15% มีส่วนผสมของธาตุ निकเกิด 8%

2) กลุ่มเฟอร์ริติก (Ferritic) มีธาตุคาร์บอนผสมปริมาณที่ต่ำ และมีโครเมียมเป็นธาตุผสมหลักที่สำคัญอาจอยู่ระหว่าง 10.5%-27% และมี निकเกิดเป็นส่วนผสมอยู่น้อยมากหรือไม่มีเลย

3) กลุ่มมาร์เทนซิติก (Martensitic) มีส่วนผสมของโครเมียม 12-14% และมีธาตุคาร์บอนผสมอยู่ปานกลาง มีโมลิบดีนัมเป็นส่วนผสมอยู่ประมาณ 0.2-1% ไม่มี निकเกิด

4) กลุ่มคูเพล็กซ์ (Duplex) มีโครงสร้างผสมระหว่าง โครงสร้างเฟอร์ริค และออสเทนนิติก มีโครเมียมเป็นธาตุผสมอยู่ระหว่าง 19-28% และโมลิบดีนัมสูงกว่า 5% และมีนิกเกิลน้อยกว่าตระกูลออสเทนนิติก

1.2.4 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ หรือ ไทเทเนีย (Titania) มีสูตรโมเลกุล คือ TiO₂ เป็นสารประเภทสารกึ่งตัวนำกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น (N) มักเป็นกลุ่มสารกึ่งตัวนำที่มีแถบพลังงานกว้าง (wide band gap semiconductor) และมักถูกเตรียมให้อยู่ในรูปของฟิล์มบางที่มีลักษณะเป็นรูพรุนสูง (High porous) และเมื่อถูกเคลือบด้วยโมเลกุลของเม็ดสีย้อมทำให้สามารถดูดกลืนแสงอาทิตย์ในช่วงที่ตาเรามองเห็นได้เป็นอย่างดี เนื่องจากต้องการให้โมเลกุลของสีย้อมมีการดูดกลืนแสงให้ได้มากที่สุด

สารกึ่งตัวนำที่ใช้ควรจะไม่ดูดกลืนแสงในช่วงที่ตามองเห็น ทำให้ต้องเลือกใช้สารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้างมากกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์ และระดับพลังงานของขอบล่างของแถบการนำ (Conduction band edge) ควรจะมีค่าต่ำกว่าระดับพลังงานที่สถานะถูกกระตุ้นของโมเลกุลของสีย้อม เพื่อทำให้เกิดการส่งผ่านอิเล็กตรอนจากโมเลกุลของเม็ดสีมายังสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ได้นอกจากนั้นสารกึ่งตัวนำยังต้องมีค่าคงที่ของการนำไฟฟ้า (dielectric constant, ϵ) ที่สูง มีความเสถียรราคาถูกและไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม สารกึ่งตัวนำในกลุ่มโลหะออกไซด์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดคือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) ในรูปของโครงสร้างผลึกแบบอะนาทาส (Anatase) (อะนาทาสมีค่า $E_g = 3.2$ อิเล็กตรอนโวลต์) ซึ่งผลึกแบบ อะนาทาสมีค่าคงที่การนำไฟฟ้าสูง ($\epsilon = 80$) และมีค่าดัชนีหักเหของแสงสูง ($n = 2.5$) ทำให้มีการสะท้อนของแสงกลับไปกลับมาได้ดีเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดกลืนแสงของโมเลกุลของเม็ดสีย้อม

สารโฟโตแคตะลิสต์ (Photocatalyst) ที่สามารถถูกเร่งปฏิกิริยาได้ด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตแล้วสามารถสลายสารอินทรีย์ หรือสารอันตรายบางชนิด เช่น CO และ NO_x ได้ นอกจากนั้นยังสามารถฆ่าเชื้อโรค หรือมีสมบัติผิวที่สามารถทำความสะอาดตัวเองได้ โดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้าง 3 รูปแบบ (รูปที่ 1.2 และ ตารางที่ 1.1) คือ อะนาทาสมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลมีการจัดเรียงตัวแบบมุมต่อมุม รูไทล์มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลมีการจัดเรียงตัวแบบขอบต่อขอบ และบรูไคต์มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิกมีการจัดเรียงตัวแบบมุมต่อขอบ โดยอะนาทาสมีแถบช่องว่างพลังงาน 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งมากกว่ารูไทล์ (3.02 อิเล็กตรอนโวลต์) อะนาทาสจึงมีสมบัติเป็นโฟโตแคตะลิสต์ที่สูงกว่ารูไทล์ อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นของผลึกรูไทล์จะกลับมารวมตัวกับ

หลุมประจุบวกเร็วมากและเร็วกว่ากรณีของอะนาทาส จึงทำให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเกิดขึ้นในช่วงเวลาสั้นๆ และมีประสิทธิภาพต่ำ

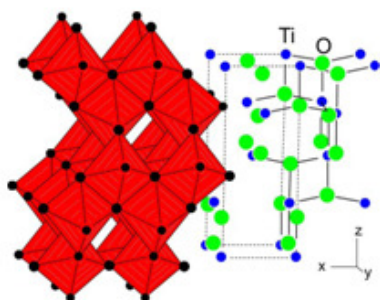
นอกจากนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปอะนาทาสมีความเป็นผลึกสูงและพื้นที่ผิวมากที่สุดเมื่อเทียบกับเฟสอื่นๆ ซึ่งสมบัติเหล่านี้ส่งผลต่อการเป็นโฟโตแคตะลิสต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ คือ อัตราส่วนพื้นที่ผิวสำหรับการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและหลุมประจุบวก เมื่อเผาภายใต้บรรยากาศจะเกิดเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยที่ไทเทเนียมไดออกไซด์มีสมบัติเป็นโฟโตแคตะลิสต์ที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการย่อยสลายสารที่เป็นอันตรายในน้ำหรืออากาศ เนื่องจากเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงแล้ว จะเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสซิส (Photocatalysis) ได้ นอกจากนี้ยังถูกประยุกต์ใช้ในการยับยั้งจุลินทรีย์ เช่น แบคทีเรีย หรือราได้ โดยส่วนใหญ่แล้วการเตรียมสารหรือสังเคราะห์ มักอยู่ในรูปฟิล์มที่เคลือบบนวัสดุ หรือเป็นผงอนุภาคระดับนาโน โดยมีวิธีผลิตหลายวิธีเช่น โซล-เจล (Sol-gel), Chemical vapor deposition (CVD) เช่น MOCVD, Hydrothermal, Electrophoresis deposition (EPD), Physical vapor deposition (PVD) เช่น Sputtering และ Ion implantation เป็นต้น

ตารางที่ 1.1 สมบัติทางกายภาพของโครงสร้างไทเทเนียมไดออกไซด์

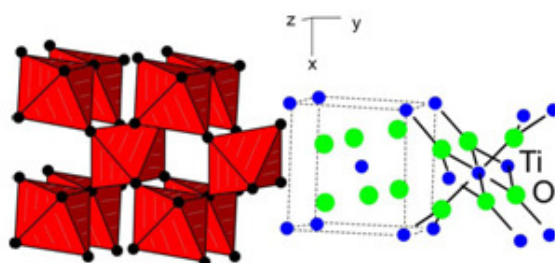
Properties	Rutile	Anatase	Brookite
composition	TiO ₂	TiO ₂	TiO ₂
System	Tetragonal	Tetragonal	Orthorhombic
Temperature (°C)	25	25	25
<i>a</i> (Å)	4.593 (2)	3.7842 (13)	9.174 (2)
<i>b</i> (Å)	4.593 (2)	3.7842 (13)	5.449 (2)
<i>c</i> (Å)	2.959 (2)	9.5146 (15)	5.138 (2)
<i>α</i> (deg)	90	90	90
<i>β</i> (deg)	90	90	90
<i>γ</i> (deg)	90	90	90
Unit cell volume (Å ³)	62.42	136.3	257
<i>D_x</i> (g/cm ³)	4.25	3.89	4.13
Space group	<i>P4₂/mnm</i> (No.136)	<i>I4₁/amd</i> (No.141)	<i>Pbca</i> (No.61)

ที่มา: Meagher, E.P; Lager, G.A. *The Canadian Mineralogist*. Horn, M.; Schwerdtfeger, C.F.; *Zeitschrift fur Kristallographie* 1979, 17, 77, 1972,273

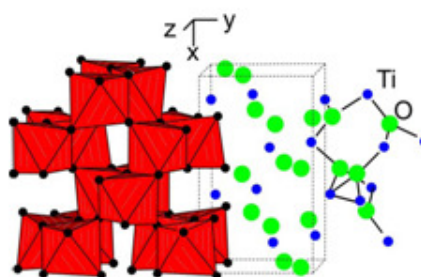
(ก) อะนาเทส



(ข) รูไทล์



(ค) บรูคไคต์

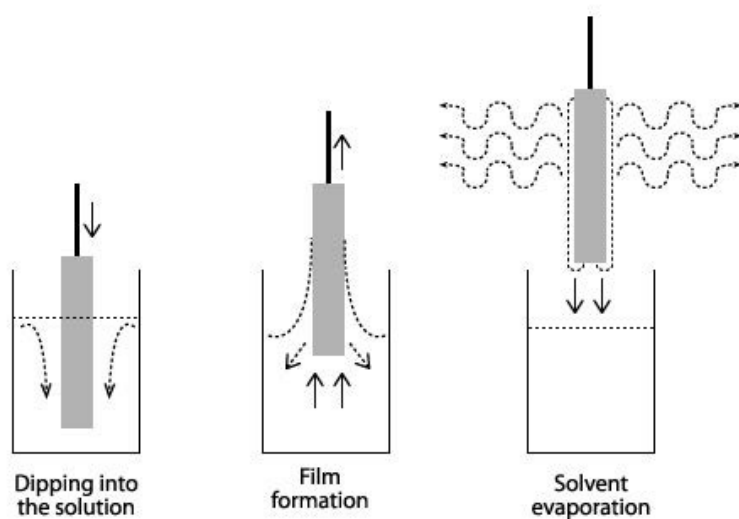


รูปที่ 1.2 โครงสร้างผลึกของเฟสไทเทเนียมไดออกไซด์ (ก) อะนาเทส (ข) รูไทล์ (ค) บรูคไคต์

(ที่มา: <http://www.staff.aist.go.jp/.../english/itscgallery-e.htm>: 19/11/2553)

1.2.5 กระบวนการจุ่มเคลือบ

กระบวนการจุ่มเคลือบเป็นการเคลือบผิวโดยการนำชิ้นงานมาจุ่มในสารละลายที่ได้เตรียมจากกระบวนการอื่นๆ ทำให้เกิดการเรียงตัวของอนุภาคบนพื้นผิวของชิ้นงานและเกิดเป็นฟิล์มบางขึ้น จากนั้นนำฟิล์มบางที่ได้ไปให้ความร้อน เพื่อให้ฟิล์มสามารถยึดติดบนผิวของชิ้นงานได้ดี ทั้งนี้ความหนาของผิวเคลือบขึ้นอยู่กับความหนืดของสารละลายและระยะเวลาในการจุ่มเคลือบเป็นสำคัญ



รูปที่ 1.3 กระบวนการเคลือบแบบจุ่ม

ที่มา : <http://www.kmutt.ac.th/hynae/:5/6/2557>

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในการศึกษาสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถสังเคราะห์ได้หลายกระบวนการ แต่กระบวนการที่เป็นที่นิยมจะเป็นกระบวนการ โชล-เจล เนื่องจากกระบวนการดังกล่าว ง่ายต่อการเตรียม มีค่าใช้จ่ายในการเตรียมน้อยกว่ากระบวนการอื่นๆ

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยส่วนใหญ่แล้ว มักจะสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิสูง ในปัจจุบันนี้เทคนิคและกระบวนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์มีด้วยกันที่หลากหลายวิธี เช่น ในงานวิจัยของ Chung-Yi และคณะ (2013) ซึ่งศึกษาประสิทธิภาพของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ความเข้มข้นพบว่าความเข้มข้นของ TTIP ที่ 0.1 โมลาร์จะให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายกรดเคิลโล17 (Acid Yellow17) ได้ดีกว่าการใช้สาร

ตั้งต้น (TTIP) ที่ 0.3 โมลาร์ เนื่องจาก TTIP เข้มข้น 0.1 โมลาร์ให้ความหนาของฟิล์มที่เหมาะสมคือ 93 นาโนเมตรซึ่งเป็นความหนาที่แสงสามารถทะลุผ่านได้ ในงานวิจัยของ Xuemin และคณะ (2012) ศึกษาปริมาณการเจือเงิน(Ag) ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าที่ 5% เงินให้ประสิทธิภาพของการฆ่าเชื้อ *E.coli* ดีที่สุดและยังพบอีกว่าการเจือที่ 1% เงินทำให้ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์มีสมบัติที่เปียกน้ำได้ดี ซึ่งมีมุมสัมผัส 6 องศา

ส่วนงานวิจัยของ Yongjun และคณะ (2006) ซึ่งได้ศึกษาการลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จาก 600 องศาเซลเซียสเหลือ 500 องศาเซลเซียสพบว่า โครงสร้างและความหนาของฟิล์มมีการเปลี่ยนแปลงซึ่งเป็นผลดีต่อสมบัติของโฟโตแคตะลิสต์ โดยที่การเผา 500 องศาเซลเซียสสมบัติเชิงกลที่ดีมากกว่าฟิล์มที่เตรียมที่ 600 องศาเซลเซียส Shuai และคณะ (2014) ได้ทำการศึกษาสังเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการ Sputtering พบว่าการเจือในโตรเจน(N) ลงไปจะช่วยลดการเปลี่ยนแปลงเฟสจากอะนาเทสเป็นรูไทล์ที่อุณหภูมิ 350-800 องศาเซลเซียสและยังทำให้มีโครงสร้างขนาดเล็กและเป็นเนื้อเดียวกันและช่วยให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกดีอีกด้วย งานวิจัยของ Pagacova และคณะ (2014) พบว่าการใช้กรดอะซิติกทำให้โมเลกุลของไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดเล็กลงและมีความไม่ชอบน้ำมากขึ้น และส่งผลให้เวลาในกระบวนการนานขึ้น ซึ่งทำให้ฟิล์มมีความเรียบมากขึ้น แต่ความแข็งและการยึดเกาะกันลดลง

การเจือสารต่างๆลงไปในไทเทเนียมไดออกไซด์จะสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์ เช่น งานวิจัยของ Changseok และคณะ (2011) ได้ศึกษาการเจือซัลเฟอร์(S) ในไทเทเนียมไดออกไซด์พบว่าการเจือซัลเฟอร์ดังกล่าวทำให้ฟิล์มมีผลึกขนาดเล็กและมีรูพรุนกระจายทั่วชิ้นงาน Hamadian และคณะ (2009) ได้ศึกษาการเจือซัลเฟอร์ 0.05 %mol ลงใน ไทเทเนียมไดออกไซด์และนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงจนได้เฟสอะนาเทสและสามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ได้ดีมากขึ้น และในงานวิจัยของ Maria และคณะ (2008) ได้เจือซัลเฟอร์ในไทเทเนียมไดออกไซด์ แล้วนำไปทดสอบประสิทธิภาพของการย่อยสลายมลพิษทางอากาศและมลพิษทางน้ำ พบว่าการเจือซัลเฟอร์สามารถช่วยกำจัดมลพิษทางน้ำได้ดีและสามารถกำจัดคลอไรด์ได้ดีด้วยเช่นกันและในงานวิจัยของ Wingkei และคณะ (2006) ศึกษาสังเคราะห์การเจือซัลเฟอร์ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอล(hydrothermal)ที่อุณหภูมิต่ำพบว่าซัลเฟอร์สามารถไปขวางการจับกันของ Ti และ O ได้ โดยจับเป็น TiS ซึ่งให้ผลในการทำปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกดีขึ้น

งานวิจัยของ Soni และคณะ (2013) ศึกษาการเจือในโตรเจน(N) ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าฟิล์มมีสมบัติในการยับยั้งแบคทีเรียเหมาะกับการนำไปใช้ในทางการแพทย์ สิ่งแวดล้อม และ

อุตสาหกรรมอาหาร และในงานวิจัยของ Pomoni และคณะ (2008) เจือไนโตรเจนลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตมีความไวมากขึ้นและสามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ได้ไวขึ้น ส่วนงานวิจัยของ Tao และคณะ (2014) ศึกษาการใส่ निकิล(Ni) ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่านิกิลทำให้ผิวมีความขรุขระมาก แต่เมื่อเจือเงิน(Ag) ลงไปทำให้ความขรุขระของผิวฟิล์มลดลงและยังช่วยลดการเปลี่ยนเฟสจากอะนาเทสไปเป็นรูไทล์อีกด้วยและทำให้ฟิล์มมีสมบัติไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น

งานวิจัยของ Suzana และคณะ (2011) ศึกษาการเจือพอลิเอทิลีนไกลคอล (polyethylene glycol ,PEG) ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์แล้วนำไปเคลือบลงบนกระจกพบว่าประสิทธิภาพของฟิล์มที่เจือ PEG มีประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้เจือ Manole และคณะ (2013) ศึกษาโดยเจือไนโอเบียม(Nb)ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าเนื่องจากจำนวนเกรนเพิ่มมากขึ้นทำให้ความขรุขระลดลงและมีค่าดัชนีการหักเหของแสงเพิ่มขึ้น งานวิจัยของ Mama และคณะ (2011) ศึกษาผงไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์มาจากระบวนการโซล-เจล เมื่อเจือด้วยซีโอไลต์ (zeolite) พบว่ามีการยึดเกาะกันได้ดีระหว่างซีโอไลต์กับไทเทเนียมไดออกไซด์ และยังช่วยรักษาเสถียรภาพโดยที่ผลึกยังคงอยู่ในรูปของอะนาเทสหลังการเผาที่อุณหภูมิสูง

นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่มีการเจือสารช่วยเพิ่มประสิทธิภาพให้กับไทเทเนียมไดออกไซด์จำนวนมากว่าหนึ่งชนิด ได้แก่ งานวิจัยของ Penghua และคณะ (2011) และ Mohsen และคณะ (2012) ได้เจือซัลเฟอร์(S)-ไนโตรเจน(N) ร่วมกันลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าซัลเฟอร์และไนโตรเจนจะไปเป็นตัวขัดขวางการเปลี่ยนเฟสจากอะนาเทสเป็นเฟสรูไทล์ที่อุณหภูมิสูง และสามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ได้ดีมากเนื่องจากเป็นเฟสอะนาเทส และในงานวิจัยของ Caballero และคณะ (2013) เตรียมผงไทเทเนียมไดออกไซด์และเจือด้วยแพลทินัม(Pt) คาร์บอน(C) และไนโตรเจน(N) เพื่อศึกษาการย่อยสลายสารอินทรีย์และยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* พบว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์มีประสิทธิภาพมากในการย่อยสลายสารอินทรีย์และยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli*

สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำนั้น มีงานวิจัยของ Lei และคณะ (2011) ศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำที่ 80 องศาเซลเซียสด้วยกระบวนการ Liquid phase deposition (LPD) เพื่อใช้ในงานป้องกันการกัดกร่อนของโลหะ พบว่าสามารถป้องกันได้ดี เนื่องจากฟิล์มช่วยทำให้อิเล็กโตรดมีค่าเพิ่มมากขึ้น งานวิจัยของ Atashbar และคณะ (1998) เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ด้วยการเจือไนโอเบียมออกไซด์ และตรวจฟิล์มที่ได้โดยใช้เทคนิค XPS ในการวิเคราะห์ธาตุ โดยพบว่ามีการ

ของไทเทเนียมมีความโดดเด่นมากและด้วยสาเหตุนี้ฟิล์มสามารถตรวจวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าได้เพิ่มขึ้นถึง 40% ในการทำการทดลองที่อุณหภูมิต่ำที่ 190 องศาเซลเซียส และในงานวิจัยของ Koohee และคณะ (2012) ศึกษาซิลิกอนไดออกไซด์ ด้วยกระบวนการโซล-เจล เพื่อศึกษากลุ่ม alkoxy ที่เหลือจากการเผาพวยที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จะให้โครงสร้างที่ดีโดยที่โครงสร้างดังกล่าวจะช่วยเพิ่มสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ

จากการศึกษางานวิจัยที่ได้กล่าวมา พบว่าการสารเจือมีผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพให้กับไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการเจือซัลเฟอร์(S)และไนโตรเจน(N) จะทำให้ไทเทเนียมมีประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรียได้ดี

1.4 วัตถุประสงค์การวิจัย

1. สังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล เพื่อใช้เป็นสารเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 304
2. ศึกษาชนิดของสารเจือต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมสารเคลือบ และกระบวนการในการเคลือบด้วยวิธีโซล-เจล
3. เพื่อศึกษาผลของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกและผลของการยับยั้งจุลินทรีย์บางชนิดของสารเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 304

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทำให้ทราบถึงวิธีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล
2. ทำให้ทราบถึงผลของกระบวนการ ในการเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมแบบต่าง ๆ
3. ทำให้ทราบถึงกลไกในการยับยั้งจุลินทรีย์บางชนิดของสารเคลือบ และใช้เป็นแนวทางเพื่อการพัฒนาและนำไปใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรมต่อไป

1.6 ขอบเขตการวิจัย

1. เคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ลงบนเหล็กกล้าไร้สนิมเกรด 304 จากนั้นนำมาวิเคราะห์โดยใช้เครื่องมือ XRD, SEM, XPS, AFM และ UV-Vis
2. ทดสอบสมบัติของผิวเคลือบด้วยเครื่องมือต่างๆ

3. ทดสอบประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่สังเคราะห์ได้โดยการย่อยสลายเมทิลีนบลู (Methylene blue)

4. ทดสอบประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรีย *Escherichia coli* ของไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิม

บทที่ 2

วิธีการวิจัย

ในการงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ร่วมกับกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ(การรีฟลักซ์)ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยมีกระบวนการในการเตรียมโซลไทเทเนียมไดออกไซด์และการเคลือบโซลไทเทเนียมไดออกไซด์ลงบนเหล็กกล้าไร้สนิม ดังนี้

2.1 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

ตารางที่ 2.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

ชื่อเต็มสารเคมี	ชื่อย่อสารเคมี	สูตรโครงสร้างทางเคมี	บริษัทที่ผลิต
Titanium (IV) isopropoxide	TTIP	$C_{12}H_{28}O_4Ti$	Aalorich Chemistry
Thiourea	S - N	$CS(NH_2)_2$	Ajax Finechem Pty Ltd
Nickel nitrate Hexahydrate	Ni	$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	Aalorich Chemistry
Borsaur	B	H_3BO_3	MERCK
Ethanol	EtOH	C_2H_5OH	Avantor Performance Materials, Inc.
Hydrochloric Acid	HCl	HCl in water (H_2O)	Merck KGaA
Acetic Acid	HOAc	CH_3COOH	Avantor Performance Materials, Inc.

2.2 วิธีการวิจัย

การวิจัยแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 สังเคราะห์และเตรียมสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ สารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเจือสารด้วยกระบวนการ โซล-เจล โดยทำการรีฟลักซ์ด้วยการควบแน่นของไอที่อุณหภูมิต่ำที่อุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส และแบ่งสารที่สังเคราะห์ขึ้นนำไปอบให้แห้งให้ได้ในรูปของผงที่อุณหภูมิในการอบที่ 80 องศาเซลเซียส แล้วนำสารที่สังเคราะห์ในรูปของผงไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD และ วิเคราะห์ช่องว่างพลังงาน DRS

ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาประสิทธิภาพการทำปฏิกิริยาของสารที่สังเคราะห์ได้จากขั้นตอนที่ 1 โดยนำไปเคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิม เกรด 304 ด้วยวิธีจุ่มเคลือบและนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิมไปวิเคราะห์คุณลักษณะด้วยเครื่อง XPS, AFM และ มุมสัมผัส

ขั้นตอนที่ 3 ศึกษาการนำไปประยุกต์ใช้โดยนำเหล็กกล้าไร้สนิมที่ทำการเคลือบด้วยสารที่สังเคราะห์ขึ้นไปทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกด้วยการกระตุ้นด้วยแสง โดยการทดสอบการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลูและการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย โดยเชื้อที่ทดสอบคือเชื้อ *E.coli* ในปริมาตร 40 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 10^4 CFC/ml ภายใต้รังสียูวี (Black light 110 วัตต์) ความเข้มแสง 3.05 mW/cm^2 และภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์

2.3 กระบวนการสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ และสารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือสาร

2.3.1 การสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสาร

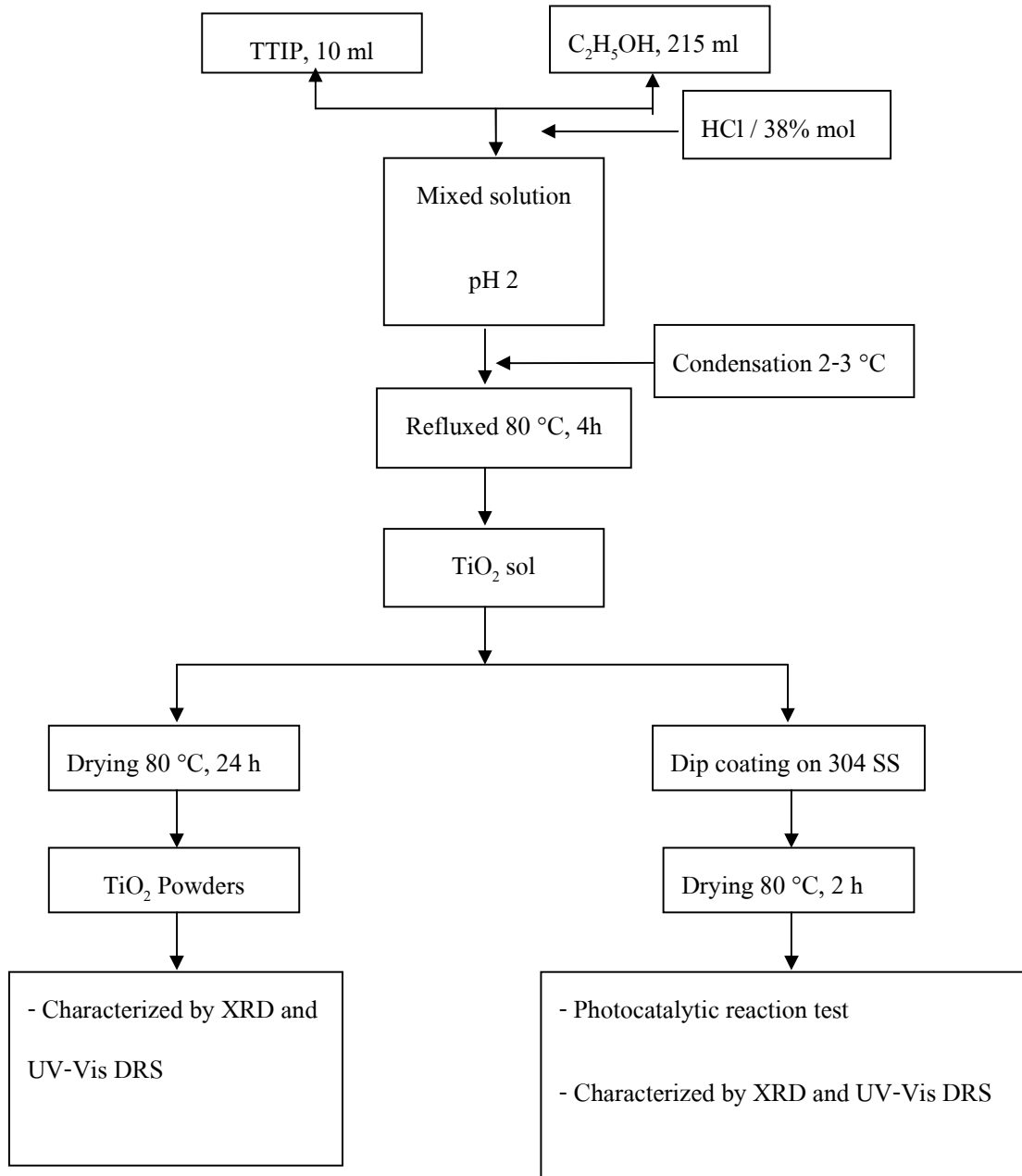
นำ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) 10 มิลลิลิตร ละลายในเอทานอล 215 มิลลิลิตรแล้วกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากหลังจากนั้นค่อยๆปรับ pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 38% ให้ได้ค่า pH อยู่ที่ 2 (เสถียรลักษณะและคณะ 2554) และกวนต่อไปอีก 30 นาที (รูปที่ 2.1) จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ

2.3.2 การสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์เจือซัลเฟอร์-ไนโตรเจน (5 %mol S - N)

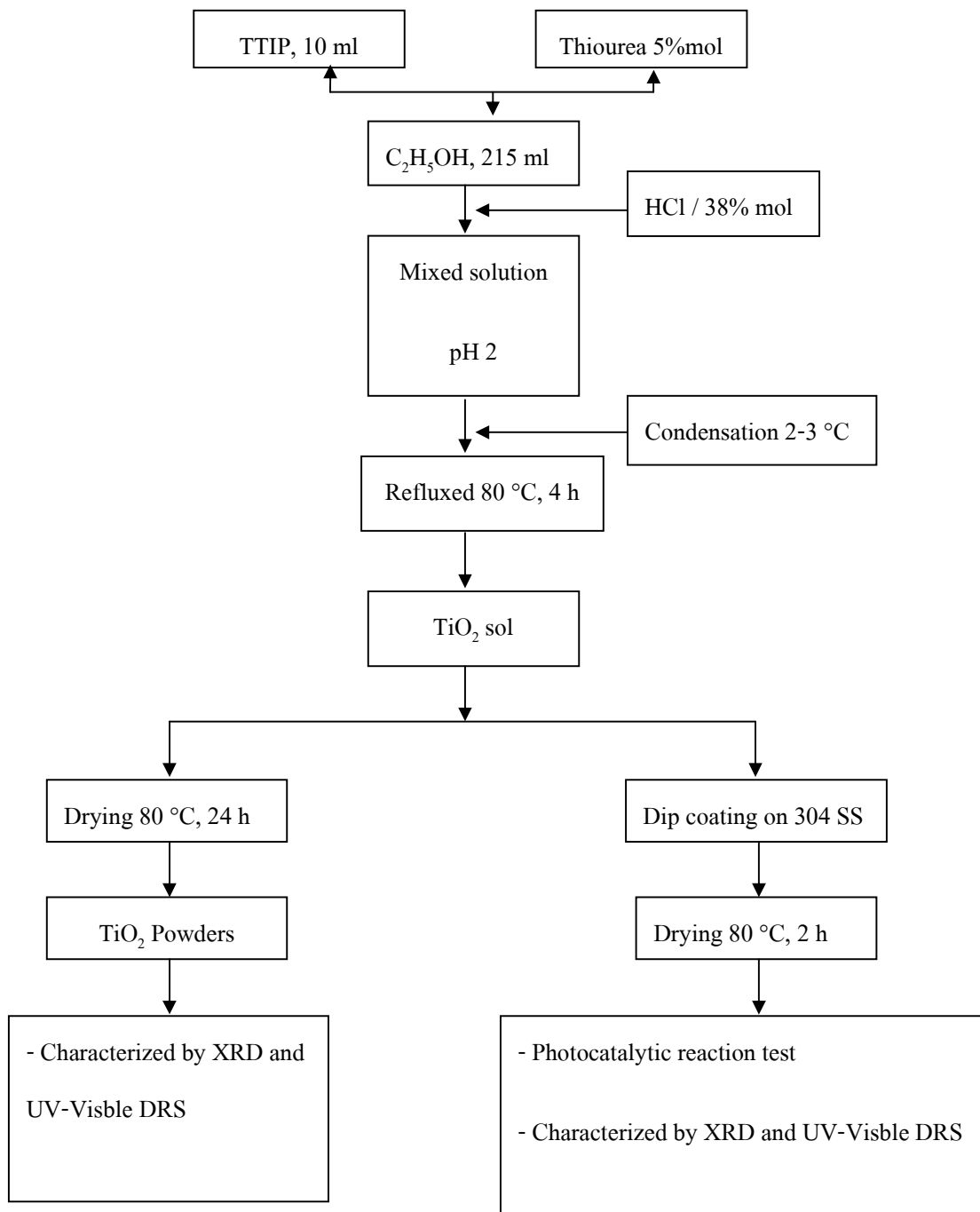
นำ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) 10 มิลลิลิตร ละลายในเอทานอล 215 มิลลิลิตร แล้วกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม 5 %mol ซัลเฟอร์-ไนโตรเจน (เบญจมาศและคณะ 2557) กวนอีก 30 นาทีแล้ว ค่อยๆปรับ pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 38% ให้ได้ค่า pH อยู่ที่ 2 และกวนต่อไปอีก 30 นาที (รูปที่ 2.2) จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ

2.3.3 การสังเคราะห์สารไทเทเนียมไดออกไซด์เจือนิกเกิล-โบรอน (5%molNi-3%molB)

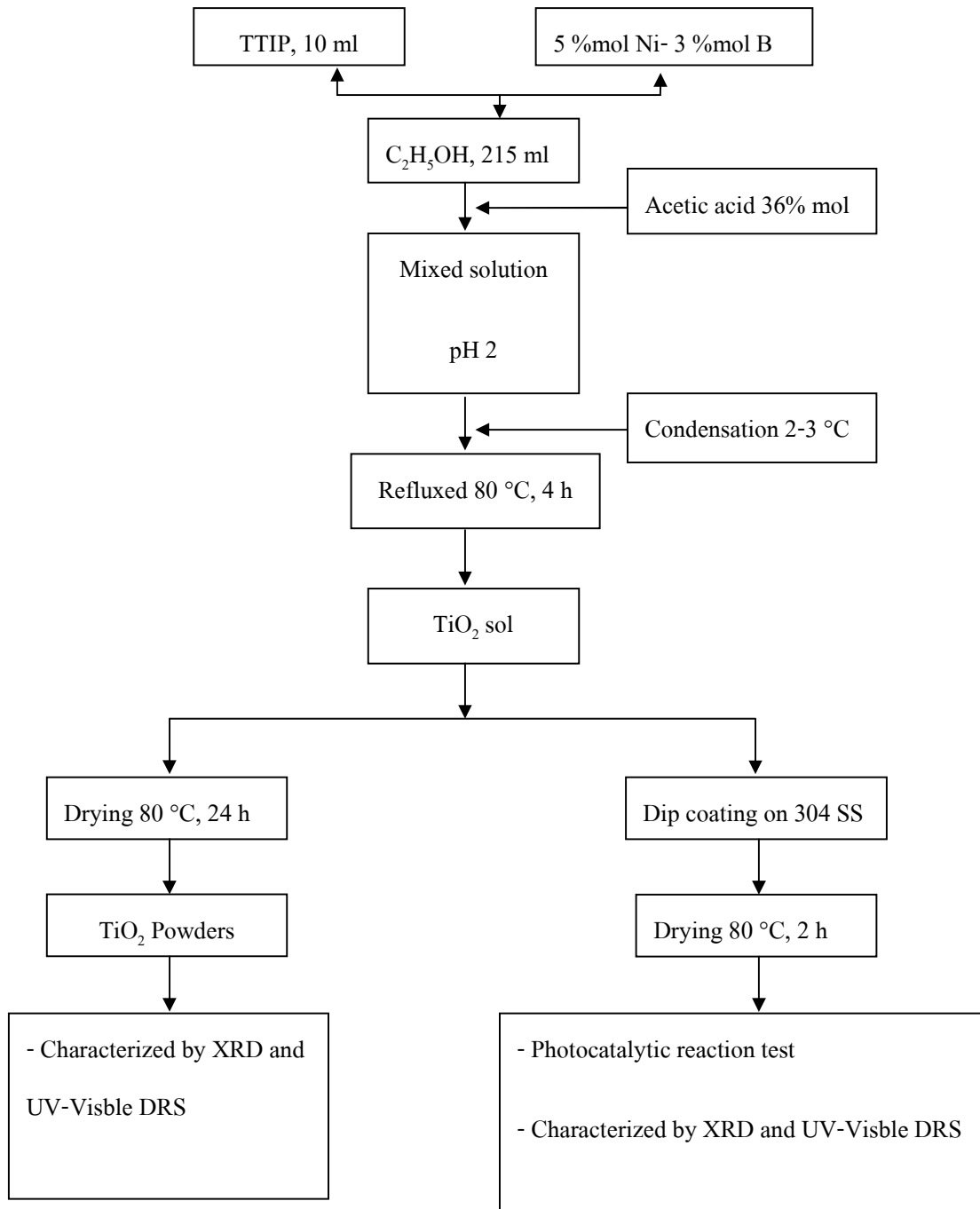
นำ Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) 10 มิลลิลิตร ละลายในเอทานอล 215 มิลลิลิตร แล้วกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม 5 %mol Ni- 3 %mol B (มาหามะชูโฮมีและคณะ 2554) กวนอีก 30 นาทีแล้ว ค่อยๆปรับ pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 38% ให้ได้ค่า pH อยู่ที่ 2 และกวนต่อไปอีก 30 นาที (รูปที่ 2.3) จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ



รูปที่ 2.1 การเตรียมผงและฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ด้วยวิธี โชล-เจล



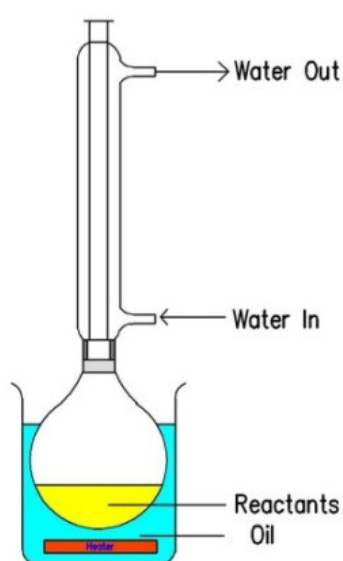
รูปที่ 2.2 การเตรียมผงและฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ด้วยวิธี โชล-เจล



รูปที่ 2.3 การเตรียมผงและฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ด้วยวิธี โซล-เจล

2.3.4 กระบวนการความร้อนที่อุณหภูมิต่ำ (การรีฟลักซ์)

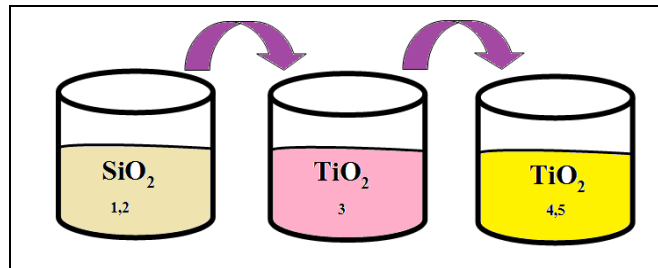
กระบวนการรีฟลักซ์เป็นงานประยุกต์ (เสาวลักษณ์และคณะ 2554) โดยนำโซลโทเทเนียมไดออกไซด์, โซลโทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยซัลเฟอร์ – ไนโตรเจนและโซลโทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยนิกเกิล – โนรอน ร่วมกับการให้ความร้อนโดยผ่านตัวกลางที่เป็นน้ำมันที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสและหล่อเย็นที่อุณหภูมิ 2 - 3 องศาเซลเซียส (รูปที่ 2.4) เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก็จะได้เจลที่พร้อมนำไปทำการจุ่มเคลือบ



รูปที่ 2.4 กระบวนการรีฟลักซ์และการควบแน่น

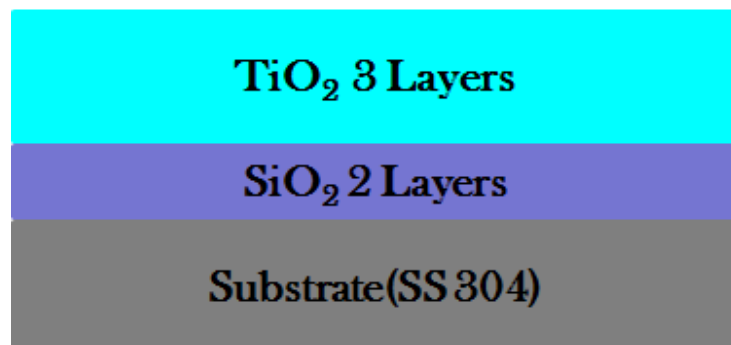
2.4 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง

ในการเคลือบฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์และสารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ ใช้วิธีการเคลือบแบบจุ่มเคลือบ(รูปที่ 2.5)โดยนำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมขนาด 6x6 ตารางเซนติเมตร มาจุ่มเคลือบในโซลของซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมไว้โดยจุ่มลงด้วยอัตราเร็ว 1 เซนติเมตรต่อนาที แล้วแช่ไว้ในโซลโทเทเนียมไดออกไซด์เป็นเวลา 1 นาทีแล้วดึงขึ้นด้วยอัตราเร็ว 1 เซนติเมตรต่อนาที จากนั้นนำมาตากให้แห้งพอสมควร ๆ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที



รูปที่ 2.5 การจุ่มเคลือบฟิล์มบางของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธี โซล-เจล

หลังจากนั้นนำแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมที่ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้องมาแช่ในโซลของซิลิกอนไดออกไซด์อีกครั้งเป็นเวลา 1 นาที ด้วยอัตราเร็วในการจุ่มลงและดึงขึ้นที่ 1 เซนติเมตรต่อนาทีและทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องให้พอแห้ง จากนั้นนำไปแช่ในโซลของไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นเวลา 1 นาที ด้วยอัตราเร็วในการจุ่มลงและดึงขึ้นที่ 1 เซนติเมตรต่อนาที แล้วนำขึ้นมาตากให้แห้งที่อุณหภูมิห้องให้พอแห้ง แล้วจุ่มเป็นครั้งที่ 2 และ 3 เหมือนครั้งที่ 1 ในโซลของไทเทเนียมไดออกไซด์ หลังจากนั้นปล่อยให้แห้งในอุณหภูมิห้องแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้ฟิล์มที่มีโครงสร้างดังรูปที่ 2.6

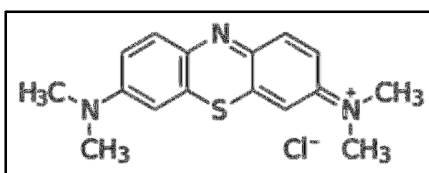


รูปที่ 2.6 ลักษณะของจำนวนชั้นฟิล์มที่ได้ผ่านการเคลือบ

2.5 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในการย่อยสลายเมทิลีนบลู

2.5.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

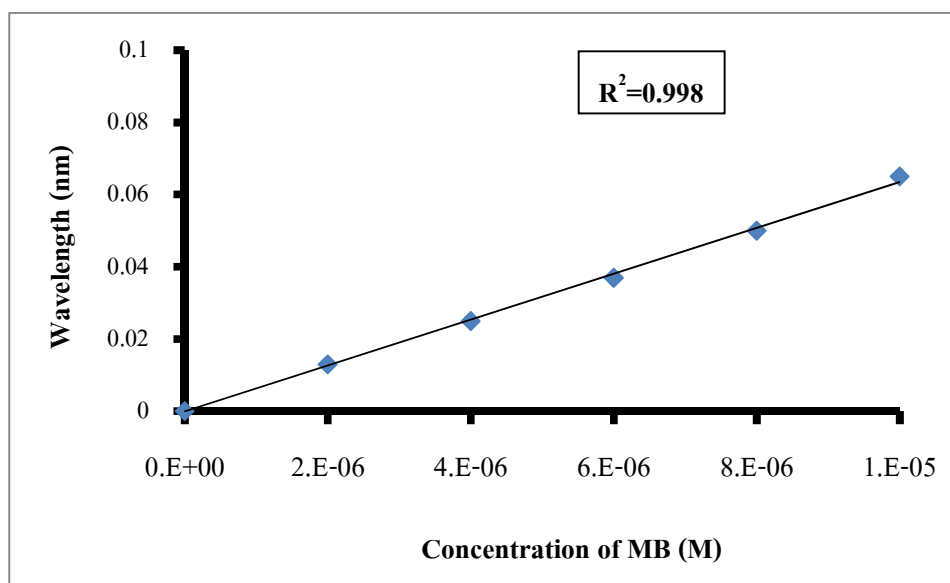
เตรียมสารละลายมาตรฐานเพื่อสร้างกราฟมาตรฐานในการนำไปวิเคราะห์ผล โดยเตรียมสารละลายเมทิลีนบลูที่มีโครงสร้างตามรูปที่ 2.7 ซึ่งมีความเข้มข้นอยู่ที่ 1×10^{-6} โมลาร์ แล้ววัดการดูดกลืนแสงโดย Ultraviolet-visible spectrophotometer ช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตรและเลือกความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ในการวัดค่า Absorbance ของเมทิลีนบลู



รูปที่ 2.7 โครงสร้างทางเคมีของเมทิลีนบลู

(ที่มา: <http://tamagozilla.blogspot.com> : สืบค้นเมื่อวันที่ 19/08/2557)

กราฟมาตรฐานของสารละลายเมทิลีนบลูที่ 1×10^{-6} โมลาร์ ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.8 ซึ่งเขียนกราฟระหว่าง ความเข้มข้นกับค่า Absorbance มีค่าความถูกต้องของกราฟ R^2 เท่ากับ 0.998 เพื่อนำมาหาค่าความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับแสงยูวีและฟลูออเรสเซนซ์ที่เวลาต่าง ๆ กัน



รูปที่ 2.8 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่ 1×10^{-6} โมลาร์ กับ ค่า Absorbance ที่ได้จากเครื่อง UV-VIS spectrophotometer

2.5.2 ปฏิกริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ในการย่อยสลายสีของเมทิลีนบลู

นำเมทิลีนบลูความเข้มข้น 1×10^{-6} โมลาร์ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ใส่ในจานแก้วใสลักษณะทรงกระบอก จากนั้นนำตัวอย่างฟิล์มบางที่เคลือบด้วยโซลไทเทเนียมไดออกไซด์, โซลไทเทเนียมไดออกไซด์เติม 5 %mol S - N และโซลไทเทเนียมไดออกไซด์เติม 5 %mol Ni - 3 %mol B ขนาดพื้นที่ผิวเท่ากับ 6x6 ตารางเซนติเมตรใส่สารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 1×10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตรลงไป โดยให้สารละลายเมทิลีนบลูท่วมทั่วทั้งชิ้นงาน จากนั้นนำไปวางในที่มืดเป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อการดูดซับของฟิล์ม จากนั้นนำมาทดสอบภายใต้แสง UV 110 วัตต์ ที่มีความเข้มแสง 3.05 mW/cm^2 โดยความยาวคลื่นผ่านแสงยูวี (310-400 นาโนเมตร) โดยทำการเก็บตัวอย่างทุกๆ 30 นาที เป็นเวลา 6 ชั่วโมงและเก็บตัวอย่างต่อเนื่องทุกๆ 3 ชั่วโมงจนครบ 48 ชั่วโมง วัดความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง Ultraviolet-visible spectrophotometer (UV-VIS) แล้วบันทึกผล เพื่อศึกษาอัตราการสลายความเข้มข้น

ของเมทิลีนบลู เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น โดยที่สภาวะต่างๆ ทดสอบชิ้นงานละ 3 ตัวอย่าง เพื่อหาค่าเฉลี่ยและความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลู (C/C_0) กับ เวลา (hrs) ที่เปลี่ยนแปลงไป

การคำนวณหาค่า Percent of Degradation ของเมทิลีนบลู โดยใช้สูตรดังสมการที่ 2.1

$$\text{Percent of Degradation} = \left[1 - \frac{(C_0 - C)}{C_0}\right] \times 100 \quad \dots (2.1)$$

เมื่อ

C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น เท่ากับ 1×10^{-6} และ 1×10^{-5} โมลาร์

C คือ ความเข้มข้น ณ เวลาที่ทดสอบ (โมลาร์)

2.6 กระบวนการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการยับยั้งแบคทีเรียของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์

2.6.1 ขั้นตอนการเตรียมแบคทีเรีย

แบคทีเรียที่ใช้ในการทดสอบคือเชื้อ *E.coli* เริ่มต้นโดยนำเชื้อ (ได้รับความอนุเคราะห์จากภาควิชาจุลชีววิทยา มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์) ใส่ลงในหลอดที่มีอาหารเหลว (Trypticase soy broth) แล้วนำไปบ่มที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำเชื้อที่บ่มแล้วใส่ลงใน 0.85% NaCl (9 มิลลิลิตร) โดยใช้วิธี Serial dilution แล้วนำไปหยดลงบนอาหารสำเร็จรูปที่ใช้สำหรับการเพาะเลี้ยงแบคทีเรีย

2.6.2 ขั้นตอนการเตรียมอาหารในการเพาะเลี้ยงแบคทีเรีย

นำอาหารสำเร็จรูปที่ใช้สำหรับการเพาะเลี้ยงเชื้ออาหารแข็ง (Macconkey) 50 กรัม มาละลายในน้ำต้มสุก 1 ลิตรเขย่าให้เข้ากันแล้วนำไปอบในหม้อความดันที่ความดัน 20 ปอนด์ต่อตารางนิ้วเป็นเวลา 15 นาทีจากนั้นนำมาเทใส่จานทรงกระบอกแล้วทิ้งไว้ให้เย็นจากนั้นนำไปเก็บในอุณหภูมิ 4-5 องศาเซลเซียส

2.6.3 ขั้นตอนการยับยั้งแบคทีเรีย

นำเชื้อที่เพาะในอาหารเหลว (ในหัวข้อ 2.5.1) ไว้แล้วมา 1 มิลลิลิตร ละลายในน้ำเกลือให้ได้เชื้อ *E.coli* 10^3 CFU/ml ในปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำจานทรงกระบอก (ในหัวข้อ 2.5.2) ที่เตรียมไว้ใส่เหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์แล้วใส่เชื้อที่เตรียมไว้ที่ 10^3 CFU/ml ปริมาตร 40 มิลลิลิตร โดยการสูบลำตัวอย่างแบคทีเรีย *E.coli* จากหลอดทดลองที่มีความเข้มข้นของแบคทีเรียที่ 10^3 CFU/ml มา 0.1 มิลลิลิตร จากนั้นใช้เทคนิค Spread plate แล้วนำไปบ่มเพาะในที่มืดที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนับจำนวนเชื้อให้อยู่ในช่วงจำนวน 300 โคโลนีต่อมิลลิลิตร หลังจากที่อยู่จำนวนเชื้อเริ่มต้นแล้วนำเชื้อที่ได้ไปฉายภายใต้แสง UV 110 วัตต์ แล้วเก็บตัวอย่างทุกๆ 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 90, 120, 150 และ 180 นาที โดยทำการดูเชื้อที่ผ่านแสง UV ที่เวลาต่างๆเป็นปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร โดยมีความเข้มข้นเชื้อประมาณ 10^3 CFU/ml หยดลงบนอาหารแข็งแล้วใช้เทคนิค Spread plate อีกครั้งแล้วนำไปบ่มเพาะในที่มืดที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนับจำนวนเชื้อที่บ่มแล้วมานับจำนวนแบคทีเรียที่เหลือ

2.7 การตรวจสอบคุณลักษณะของผงและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

2.7.1 X-ray diffractometry (XRD)

ศึกษาโครงสร้างผลึกของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึก ซึ่งมีสูตรคำนวณหาขนาดของผลึกของแต่ละเฟสที่เกิดขึ้นในผงและฟิล์มที่สังเคราะห์ได้โดยใช้สมการ Scherer ดังสมการที่ 2.2

$$t = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad \dots (2.2)$$

เมื่อ	t	คือ ขนาดของผลึก (นาโนเมตร)
	λ	คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (CuK α = 0.15406 นาโนเมตร)
	β	คือ Line width at half maximum height (เรเดียน)
	θ	คือ มุมสะท้อน (องศา)

2.7.2 X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

XPS เป็นเทคนิควิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ที่สามารถให้ข้อมูลสมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของวัสดุ เช่น ชนิด จำนวนธาตุ องค์ประกอบ โครงสร้างทางเคมี ชนิดพันธะทางเคมี และสถานะออกซิเดชันของอะตอม (AXIS Ultra DLD, Kratos Analytical Ltd)

2.7.3 Atomic Force Microscope (AFM)

กษาโครงสร้างความราบเรียบของพื้นผิวเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการเคลือบด้วยสารที่สังเคราะห์ได้โดยอาศัยหัวเข็มกวาดเป็นบริเวณ 1x1 ตารางไมโครเมตร (AFM, easyScan 2 version 2.0, Nanosurf)

2.7.4 Contact angle

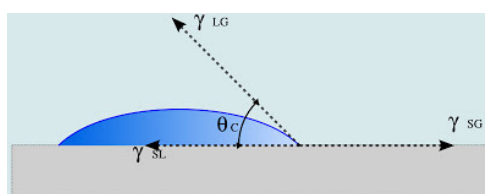
มุมสัมผัส (Contact angle) คือมุมระหว่างหยดของของเหลววัดเทียบกับผิววัสดุ ณ จุดที่ผิวทั้งสองเกาะติดกันสามารถคำนวณ ณ มุมสัมผัสได้จากสมการที่ 2.3

$$T_{sg} = T_{sl} + T_{lg} \cos \theta \quad \dots (2.3)$$

T_{sg} คือ แรงตึงผิวระหว่างของแข็งกับก๊าซ (solid – gas surface tension)

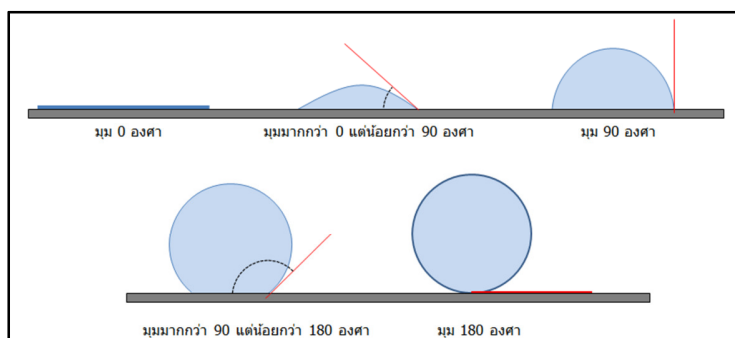
T_{sl} คือ แรงตึงผิวระหว่างของแข็งกับของเหลว (solid – liquid surface tension)

T_{lg} คือ แรงตึงผิวระหว่างของเหลวกับก๊าซ (liquid – gas surface tension)



รูปที่ 2.9 การวัดมุมสัมผัส

(ที่มา : <http://www.nectec.or.th>: 20/8/2557)



รูปที่ 2.10 การเปียกและมุมสัมผัสค่าต่างๆ

ที่มา : <http://www.vcharkarn.com> : 27/9/2557

1. มุมสัมผัสที่มีค่าไม่เกิน 15 องศา (Superhydrophilic) (Meirong และคณะ 2013) คือการเปียกอย่างสมบูรณ์ ซึ่งเป็นกรณีที่แรงยึดติดมีค่ามากกว่าแรงเชื่อมแน่นมากๆ เมื่อของเหลวถูกหยดลงบนผิวของเหลวจะกระจายไปตามผิวของของแข็งจนกลายเป็นชั้นของของเหลวบางๆ ครอบคลุมพื้นผิวของของแข็งเป็นบริเวณกว้างที่สุด
2. มุมสัมผัสมีค่าระหว่าง 15 ถึง 90 องศา (Hydrophilic) คือ เกิดการเปียกได้ดี ของเหลวจะกระจายไปบนผิวได้เป็นบริเวณกว้าง แต่ก็ยังคงเกาะกันเป็นหยดนูนขึ้นเล็กน้อยจากผิวของของแข็ง
3. มุมสัมผัสมีค่าตั้งแต่ 90 แต่ไม่ถึง 150 องศา (Hydrophobic) เรียกว่าผิวเปียกยาก คือของเหลวจะรวมกันเป็นหยดรูปทรงค่อนข้างกลม จะมีบริเวณเล็กๆ ที่ฐานของหยดที่ของเหลวยังคงแตะกับผิวของแข็ง
4. มุมสัมผัสมีค่ามากกว่า 150 องศา (Superhydrophobic) (W.L. Storm และคณะ 2014) เรียกว่า ผิวไม่เปียก เกิดขึ้นเมื่อแรงยึดติดมีค่าน้อยกว่าแรงเชื่อมแน่นมากๆ ดังนั้นเหลวจะรวมกันเป็นหยดทรงกลม บริเวณที่ของเหลวแตะกันผิวของแข็งจะอยู่ที่ฐานของทรงกลม ซึ่งเล็กมากจนแทบจะเป็นจุด เมื่อเป็นแบบนี้ ของเหลวสามารถกลิ้งไปมาบนผิวได้อิสระเหมือนลูกบอลกลิ้งบนพื้นเรียบ

2.7.5 Ultraviolet-Vis Diffusive Refraction spectrophotometer (UV-Vis DRS)

UV-Vis DRS เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวัดการดูดกลืนแสงของสารที่สังเคราะห์ได้คำนวณแถบช่องว่างระหว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์, ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือ 5 %mol S - N และ ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือ 5 %mol Ni - 3 %mol B โดยใช้ BaSO₄ เป็นตัวอ้างอิงแถบพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์ในการวัด จะลากเส้นความชันสัมผัสกับเส้นโค้งไปตัดแกนของความยาวคลื่น ดังแสดงในรูปที่ 2.11 เพื่อนำไปคำนวณแถบช่องว่างระหว่างพลังงานจากสมการที่ 2.4

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1239.8}{\lambda} \quad \dots (2.4)$$

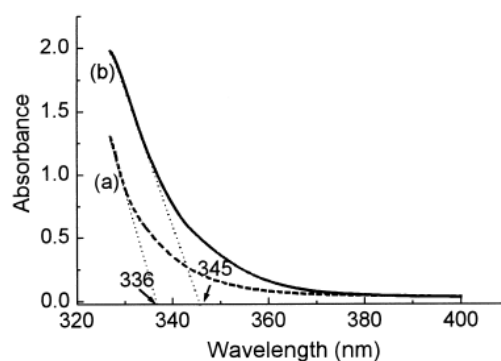
เมื่อ

E_g คือ แถบช่องว่างแถบพลังงาน (อิเล็กตรอน โวลต์)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ (6.67×10^{-34} จูลวินาที)

c คือ ความเร็วของแสง (3×10^8 เมตรต่อวินาที)

λ คือ ความยาวคลื่นที่ดูดกลืน (นาโนเมตร)



รูปที่ 2.11 การลากเส้นเพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (Zhang et al., 2000)

2.8 สมการอัตราการเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลาย

สมการอัตรา คือ การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารในปฏิกิริยามักจะทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดการเปลี่ยนแปลงด้วย ซึ่งใช้ กฎอัตรา (Rate law) หรือ สมการอัตรา (Rate equation) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเกิดปฏิกิริยากับความเข้มข้นของสารตั้งต้น ซึ่งสมการปฏิกิริยา สามารถมีได้หลายอันดับดังสมการ 2.5

$$\text{rate} = \frac{-d[C]}{dt} = k[C]^n \quad \dots (2.5)$$

อันดับของปฏิกิริยา (Order of Reaction)

เมื่อ $n = 0$ จะเรียกว่าปฏิกิริยาอันดับศูนย์ (สมการ 2.7)

$$\text{rate} = \frac{-d[C]}{dt} = k[C]^0 = k \quad \dots (2.6)$$

หรือ

$$d[C] = -kdt \quad \dots (2.7)$$

เมื่ออินทิเกรตระหว่างเวลา $t = 0$ และ $t = t$ ที่ ความเข้มข้น $[C]_0$ และ $[C]$ ได้สมการ 2.8

$$\int_{[C]_0}^{[C]} d[C] = [C] - [C]_0 = - \int_0^t kdt = -kt \quad \dots (2.8)$$

และจะได้สมการปฏิกิริยาอันดับศูนย์ตามสมการที่ 2.9

$$[C] = [C]_0 - kt \quad \dots (2.9)$$

เมื่อ $n = 1$ จะเรียกว่าปฏิกิริยาอันดับหนึ่ง (สมการ 2.11)

$$\text{rate} = \frac{-d[C]}{dt} = k[C]^1 = k[C] \quad \dots (2.10)$$

หรือ

$$\frac{1}{[C]} d[C] = -kdt \quad \dots (2.11)$$

เมื่ออินทิเกรตระหว่างเวลา $t = 0$ และ $t = t$ ที่ ความเข้มข้น $[C]_0$ และ $[C]$ ดังสมการ 2.12

$$\int_{[C]_0}^{[C]} \frac{1}{[C]} d[C] = - \int_0^t kdt \quad \dots (2.12)$$

และจะได้สมการปฏิกิริยาอันดับหนึ่ง ดังสมการ 2.14

$$\ln \frac{[C]}{[C]_0} = -kt \quad \dots (2.13)$$

หรือ

$$[C] = [C]_0 e^{-kt} \quad \dots (2.14)$$

เมื่อ $n = 2$ จะเรียกว่าปฏิกิริยาอันดับสอง (สมการ 2.16)

$$\text{rate} = \frac{-d[C]}{dt} = k[C]^2 \quad \dots (2.15)$$

จะได้

$$\frac{1}{[C]^2} d[C] = -kdt \quad \dots (2.16)$$

อินทิเกรตระหว่าง $t = 0$ และ $t = t$ ที่ ความเข้มข้น $[C]_0$ และ $[C]$ (สมการ 2.17)

$$\int_{[C]_0}^{[C]} \frac{1}{[C]^2} d[C] = - \int_0^t kdt \quad \dots (2.17)$$

และจะได้สมการปฏิกิริยาอันดับสองตามสมการ 2.19

$$\frac{1}{[C]} - \frac{1}{[C]_0} = kt \quad \dots (2.18)$$

หรือ

$$\frac{1}{[C]} = \frac{1}{[C]_0} + kt \quad \dots (2.19)$$

เมื่อ $n = 3$ จะเรียกว่าปฏิกิริยาอันดับสาม (สมการ 2.21)

$$\text{rate} = \frac{-d[C]}{dt} = k[C]^3 \quad \dots (2.20)$$

หรือ

$$\frac{1}{[C]^3} d[C] = -kdt \quad \dots (2.21)$$

อินทิเกรตระหว่าง $t = 0$ และ $t = t$ ที่ ความเข้มข้น $[C]_0$ และ $[C]$ (สมการ 2.22)

$$\int_{[C]_0}^{[C]} \frac{1}{[C]^3} d[C] = - \int_0^t kdt \quad \dots (2.22)$$

และจะได้สมการปฏิกิริยาอันดับสองตามสมการ 2.24

$$\frac{1}{C^2} - \frac{2}{[C][C_0]} + \frac{1}{C_0^2} = kt \quad \dots (2.23)$$

หรือ

$$\frac{1}{C^2} = kt + \frac{2}{[C][C_0]} - \frac{1}{C_0^2} \quad \dots (2.24)$$

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์

ในการศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์และสารไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้ปด้วยสารต่างๆ แล้วนำไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิค่า ที่ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวิเคราะห์สมบัติต่างๆของตัวอย่าง ได้ผลดังนี้

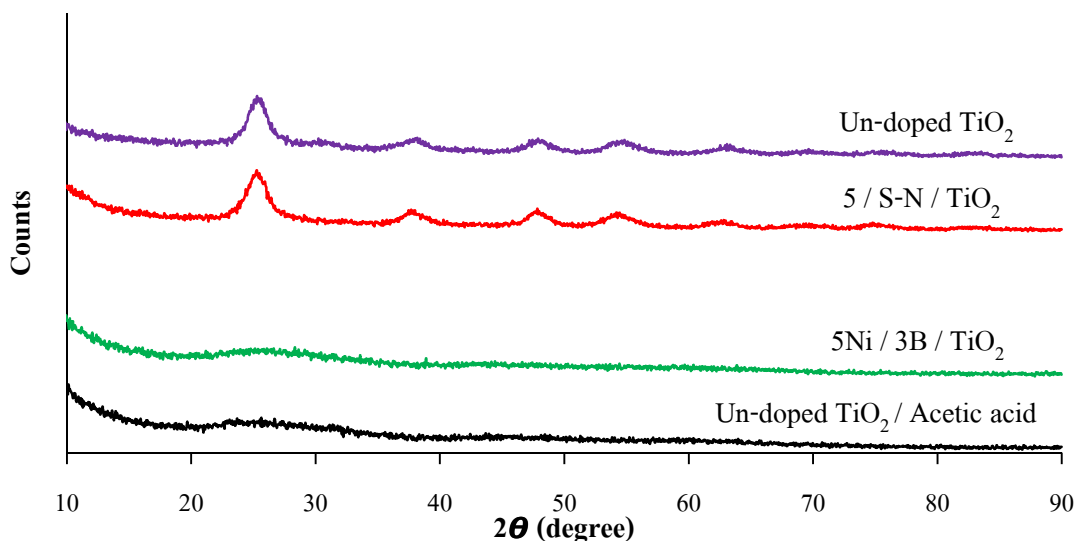
3.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

จากผลการวิเคราะห์ด้วยผงไทเทเนียมไดออกไซด์และผงไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol S-N โมลาร์ซึ่งปรับด้วยกรดไฮโดรคลอริก (รูปที่ 3.1) พบว่าเกิดโครงสร้างเตตระโกนอล (tetragonal) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ชนิดอะนาเทส โดยมีตำแหน่งกราฟ (2θ) ที่ 25.5,37.9,48.1,57.6 และ 63.6 และสามารถคำนวณขนาดของผลึกจากสมการของเชียร์เรอร์ (Sherrer's equation) ได้ว่ามีขนาดผลึกเท่ากับ 10.3 และ 11.8 นาโนเมตร ตามลำดับ ส่วนผงไทเทเนียมไดออกไซด์และผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B แล้วปรับด้วยกรดอะซิติก ให้โครงสร้างผลึกเป็นโครงสร้างอสัณฐาน (Amorphous)

อนึ่งการที่ต้องปรับด้วยกรดอะซิติกสำหรับในการเจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B นั้น เพื่อให้กรดดังกล่าวส่งผลกระทบต่อสารตั้งต้น อีกทั้งยังสามารถกำจัดง่ายและไม่เหลือสารตกค้างด้วยความร้อนในขั้นตอนต่อไป ทั้งนี้จะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนจากกรดไฮโดรคลอริกเป็นกรดอะซิติกทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์เปลี่ยนจากโครงสร้างเตตระโกนอลเป็นอสัณฐาน

ตารางที่ 3.1 ขนาดผลึกของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ คำนวณตาม Sherrer's equation

ตัวอย่างผง	ขนาดผลึก (nm)
Un-doped TiO ₂	10.3
5 %mol S-N doped TiO ₂	11.8
5 %mol Ni – 3 %mol B doped TiO ₂	N/A
Un-doped TiO ₂ ปรับด้วยกรด Acetic	N/A



รูปที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค XRD

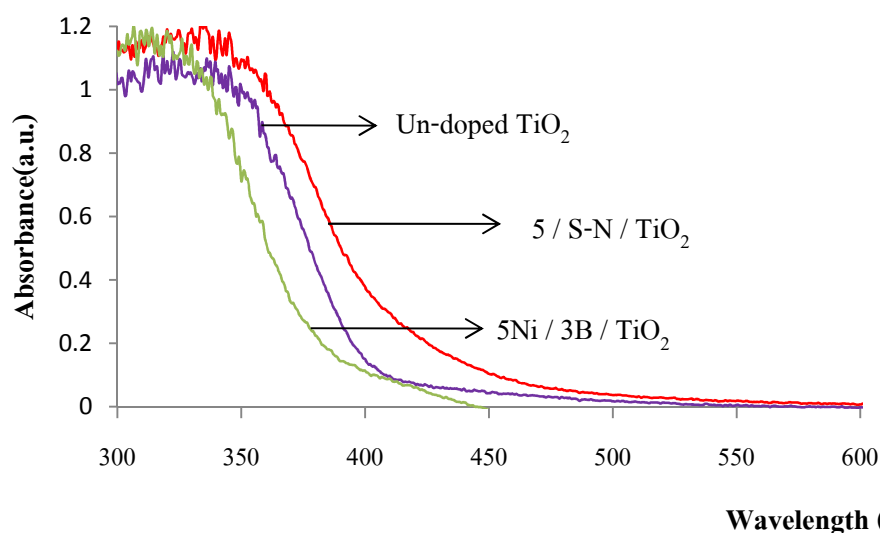
3.1.2 ผลการวิเคราะห์ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค UV-Vis DRS

จากผลการทดลองวัดการดูดกลืนแสงในช่วงยูวี-วิสิเบิลของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเครื่อง UV-Vis เพื่อคำนวณหาแถบช่องว่างของพลังงาน (Band gap energy) ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้ BaSO_4 เป็นตัวอ้างอิงแถบพลังงานของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ (รูปที่ 3.2 และตารางที่ 3.1) พบว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์ สามารถดูดกลืนแสงวิสิเบิลในช่วงความยาวคลื่น 405 นาโนเมตรและมีแถบช่องว่างพลังงาน 3.06 อิเล็กตรอนโวลต์ การเจือ 5 %mol S-N ลงไปในไทเทเนียมออกไซด์ ทำให้สามารถดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นสูงขึ้น คือ 420 นาโนเมตรและมีค่าแถบช่องว่างพลังงานลดลงมาที่ 2.88 อิเล็กตรอนโวลต์ กล่าวคือ การเจือ 5 %mol S-N ลงไปในไทเทเนียมออกไซด์ทำให้สามารถเลื่อนการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์มาในช่วงแสงที่มองเห็นได้ (Visible light) และสามารถเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวได้ที่พลังงานต่ำ ทั้งนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N มีโครงสร้างผลึกที่เหมือนกัน คือ โครงสร้างอะนาทาส แต่มีสีผงแตกต่างกัน กล่าวคือการเจือซัลเฟอร์-ไนโตรเจนลงไปในไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำให้โครงสร้างเกิดการเปลี่ยนแปลง โดยผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N มีโครงสร้างผลึกเป็นโครงสร้างอะนาทาส โดยที่ซัลเฟอร์-ไนโตรเจนที่เจือลงไปในผงไทเทเนียมไดออกไซด์ทำให้สีผงเปลี่ยนจากขาวเป็นสีเหลืองอ่อนๆ ซึ่งสีเหลืองมีช่วงความยาวคลื่นที่มากกว่าสีขาวจึงสามารถดูดซับคลื่นได้ในช่วงที่กว้างกว่า

ส่วนการเจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ลงในไทเทเนียมออกไซด์ ให้ผลในทางกลับกัน กล่าวคือ ทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิลที่มีความยาวคลื่นต่ำลง คือที่ 390 นาโนเมตร แต่มีค่าแถบช่องว่างพลังงานสูงขึ้นเป็น 3.22 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนหนึ่งน่าจะเกิดจากการเจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B มีผลที่มีลักษณะของสีเขียวอ่อนๆและมีโครงสร้างอัญฐานซึ่งมีการจัดเรียงตัวของอะตอมที่ไม่เป็นระเบียบทำให้ดูดซับแสงของฟลูออเรสเซนส์ได้น้อย ซึ่งช่วงความยาวคลื่นของสีเขียวมีช่วงความยาวคลื่นที่ต่ำกว่า ซึ่งมีงานวิจัยของ Shanshan และคณะ(2014) Supat และคณะ(2011) และ Xin และคณะ(2014) ศึกษาไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งมีโครงสร้างที่เป็นโครงสร้างผลึกอัญฐานและทำการวัดความยาวคลื่นเหมือนกันผลจากการวัดความยาวคลื่นได้ผลที่อยู่ในช่วงเดียวกันทั้งหมดคือช่วงความยาวคลื่น 375-385 นาโนเมตร

ตารางที่ 3.2 แสดงช่วงการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิลและแถบช่องว่างพลังงานของผงไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่างผง	ช่วงการดูดกลืนแสง (nm)	แถบช่องว่างพลังงาน (eV)
Un-doped TiO ₂	405	3.06
5 %mol S-N doped TiO ₂	430	2.88
5 %mol Ni – 3 %mol B doped TiO ₂	390	3.22



รูปที่ 3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-Vis spectroscopy ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N และ ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

3.2 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ สังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจลแบบรีฟลักซ์โดยการควบแน่นของ ไอที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส แล้วเคลือบลงบนเหล็กกล้าไร้สนิมโดยกระบวนการจุ่มเคลือบ จำนวน 3 ชั้น แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส มีผลการศึกษาดังนี้

3.2.1 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

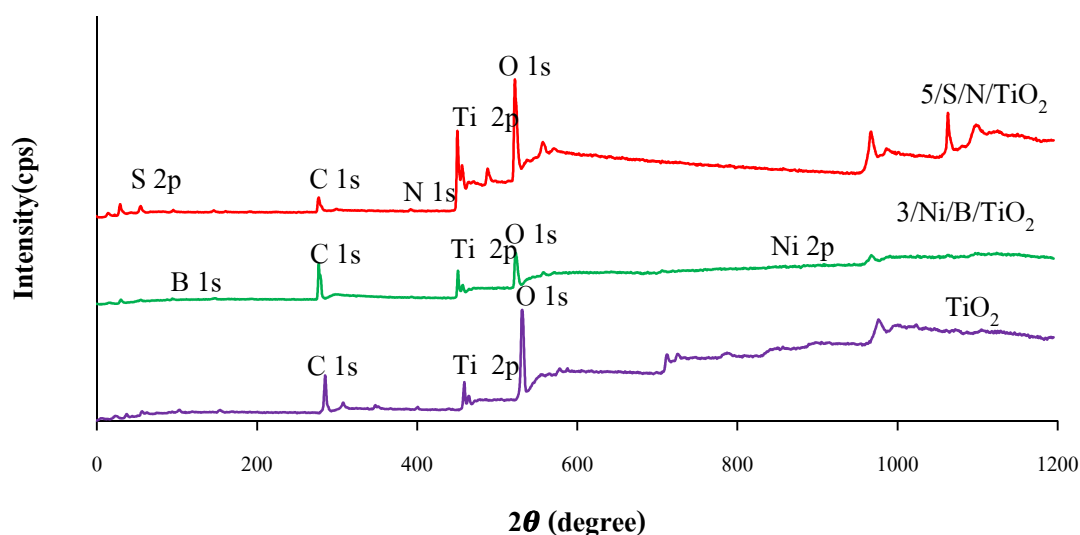
การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XPS (รูปที่ 3.3) พบว่ามีวงเคลือบทั้ง 3 ชนิดเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยฟิล์มที่ไม่มีการเจือสารใด ๆ เลยจะปรากฏว่ามีการดูดกลืนรังสีที่ค่าพลังงาน 459 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับ Ti 2p ซึ่งพบในรูปของ Ti 2p_{3/2} ทำให้ทราบได้ว่ามี Ti⁴⁺ ที่อยู่ในรูปของ O-Ti-O ในไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) Hajar และคณะ (2015), Chung และคณะ (2013) และ Yongjun และคณะ (2006) และ 531 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับ O 1s อิเล็กตรอนโวลต์ ออกซิเจนจะอยู่ในรูปของหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) Srinivas และคณะ (2010)

เมื่อเจือ 5%mol S-N ลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่าปรากฏว่ามีการดูดกลืนรังสีที่ค่าพลังงาน 458 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับ Ti 2p และ 530 อิเล็กตรอนโวลต์ สำหรับ O 1s ซึ่งยืนยันการเกิดไทเทเนียมไดออกไซด์ นอกจากนั้นยังมีการดูดกลืนพลังงานที่ 178 และ 399 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเป็นตำแหน่งของ S 2p_{3/2} ซึ่งพบในรูปโครงสร้างของ S⁶⁺ Adrian และคณะ (2007) และ N 1s มีการเกิดการออกซิเดชันเกิดเป็นออกไซด์ในโครงสร้าง Ti-N-O ตามลำดับ เนื่องจากอะตอมของ N และ S มีขนาดเล็กกว่าขนาดอะตอมของ Ti (ตารางที่ 3.2) จึงคาดว่า อะตอมของ N และ S จะไปแทรกอยู่ระหว่างอะตอม (interstitial) ของ Ti

ส่วนการเจือ 5%mol Ni - 3%mol B นั้น ถึงแม้จะทำให้สารที่ได้เป็นอสัณฐาน แต่ก็ยังคงเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยมีตำแหน่งการดูดกลืนพลังงานของ Ti 2p และ O 1s ที่ 458 และ 530 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่วน B 1s ซึ่งพบในรูปของโครงสร้าง B³⁺ ที่อยู่ในรูป O-Ti-B Xi และคณะ (2014) และ Ni 2p_{3/2} ซึ่งพบในรูปของโครงสร้าง Ni³⁺ ที่อยู่ในรูป Ti-Ni-O Bhosale และคณะ (2012) ที่เจือเข้าไป ก็ปรากฏมีการดูดกลืนพลังงานที่ 188 และ 853 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ เนื่องจาก Ni มีขนาดอะตอมใกล้เคียงกับ Ti จึงเป็นไปได้ที่มีการแทนที่ (substitution) Ti ด้วย Ni ส่วน B อาจจะไปอยู่ในตำแหน่งช่องว่างระหว่างอะตอม Ti

สำหรับตำแหน่งที่มีการดูดกลืนพลังที่ประมาณ 285 อิเล็กตรอนโวลต์ ที่ปรากฏในฟิล์มทั้ง 3 ชนิด เป็นตำแหน่งของ C 1s ที่เกิดจากสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแล้วยังหลงเหลืออยู่ในสารประกอบดังกล่าวอันเนื่องมาจากการอบที่อุณหภูมิต่ำ

ทั้งนี้จะเห็นได้ว่าไม่มีเหล็ก (Fe) ปรากฏในฟิล์มเลย เนื่องจากกระบวนการสังเคราะห์ฟิล์มด้วยกระบวนการโซล-เจล แบบบริฟลักซ์ทำที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งจากการศึกษาของ ณัฐพงษ์ และคณะ (2554) ได้ศึกษาการเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์บนเหล็กกล้าไร้สนิมพบว่าอุณหภูมิสูงสุดที่ไม่ทำให้เกิดการแพร่ของเหล็กออกไซด์ อันเนื่องมาจากการเคลือบผิวอุณหภูมิสูงจะอยู่ที่ไม่เกิน 250 องศาเซลเซียส ดังเช่นในงานวิจัยของ Cheraghi และคณะ (2012) ศึกษาที่ 600 องศาเซลเซียส และ Lidijal และคณะ (2013) ศึกษาที่ 550 องศาเซลเซียส จะมีเหล็กออกไซด์ที่ปะปนมาในฟิล์มอันเนื่องมาจากอุณหภูมิสูง



รูปที่ 3.3 ผลการวิเคราะห์ค่าพลังงานของของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N และ ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ด้วยเทคนิค XPS

ตารางที่ 3.3 ขนาดของอะตอมของธาตุที่ใช้เจือ

ธาตุ	ขนาดอะตอม (pm)	ธาตุ	ขนาดอะตอม (pm)	ธาตุ	ขนาดอะตอม (pm)
Ti	147	S	103	Ni	124
O	73	N	75	B	85

(ที่มา : เคมี 1 Chemistry : 10/2/2558)

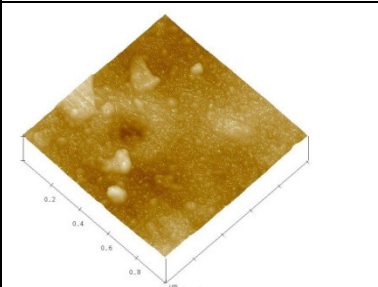
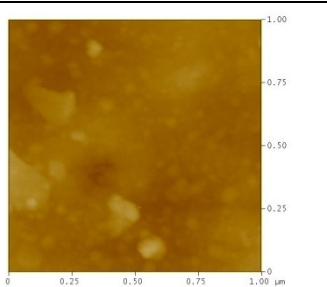
3.2.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวด้วยเทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM)

จากการศึกษาลักษณะของฟิล์มที่เคลือบบนเหล็กกล้าไร้สนิม เมื่อมองด้วยตาเปล่าจะเห็นว่าฟิล์มจะมีลักษณะ เรียบและเคลือบสีรุ้งตลอดชิ้นงาน และเมื่อนำมาสแกนพื้นผิวด้วย AFM ของพื้นที่ 1x1 ตารางไมโครเมตร จำนวน 5 จุด ตัวอย่าง

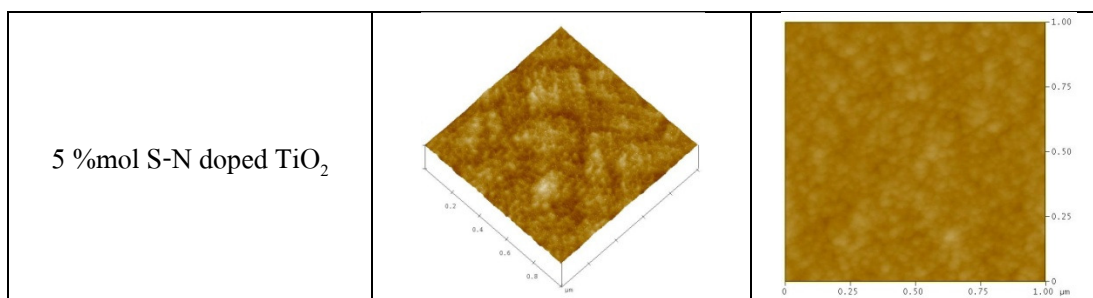
ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใด ๆ (รูปที่ 3.4 และตารางที่ 3.4) จะมีผิวที่ค่อนข้างเรียบ แต่จะมีผิวขรุขระเป็นจุดๆไป (ราบเรียบแต่ไม่สม่ำเสมอ) มีค่าความขรุขระ (Ra) คือ 4.9 นาโนเมตร

ส่วนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N (รูปที่ 3.5 และตารางที่ 3.4) พบว่าผิวเคลือบมีลักษณะเรียบและสม่ำเสมอทั่วชิ้นงาน (ราบเรียบ สม่ำเสมอ) มีค่าความขรุขระ (Ra) คือ 0.8 นาโนเมตร

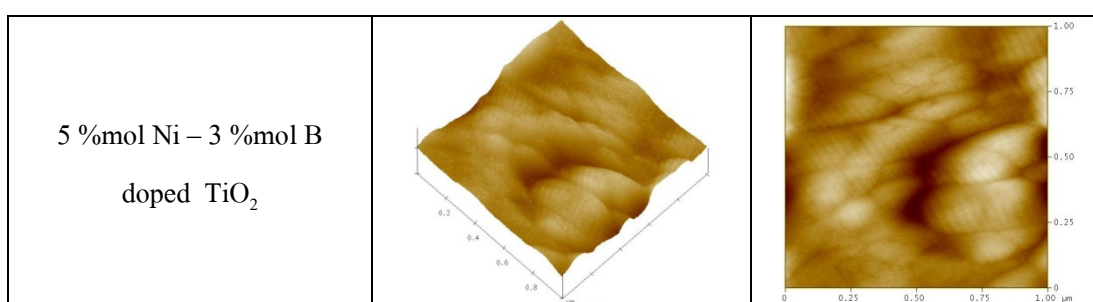
ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B (รูปที่ 3.6 และตารางที่ 3.4) ผิวเคลือบมีลักษณะตะปุ่มตะป่ำคล้ายคลื่น (หยาบ) มีค่าความขรุขระ (Ra) คือ 4.1 นาโนเมตร

ตัวอย่างสาร	3 มิติ	ภาพด้านบน
Un-doped TiO ₂		

รูปที่ 3.4 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใดๆด้วยเทคนิค AFM



รูปที่ 3.5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ด้วยเทคนิค AFM



รูปที่ 3.6 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ด้วยเทคนิค AFM

ตารางที่ 3.4 ลักษณะและความขรุขระของพื้นผิว

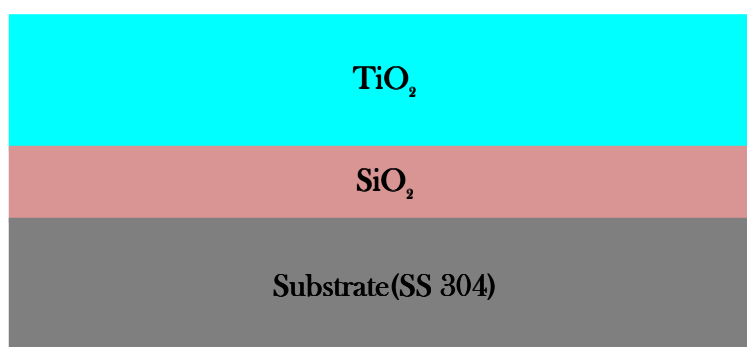
ชนิดผิวเคลือบ	ลักษณะผิวฟิล์ม	Ra (μm)
Un-doped TiO ₂	ราบเรียบแต่ไม่สม่ำเสมอ	4.9
5 %mol S-N doped TiO ₂	ราบเรียบ สม่ำเสมอ	0.8
5 %mol Ni – 3 %mol B doped TiO ₂	หยาบ	4.1

3.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวด้วยเทคนิค Scanning Electron

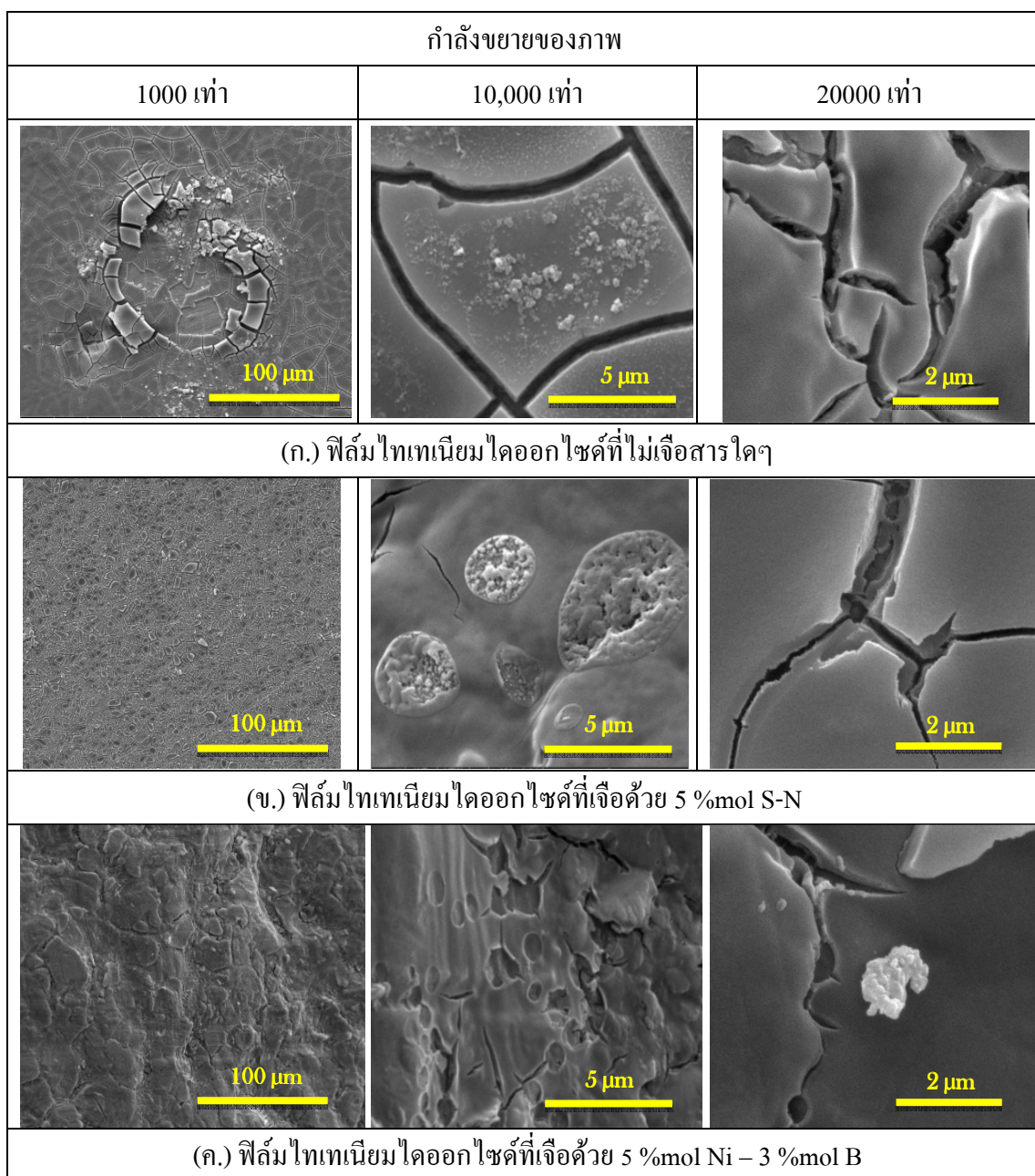
Microscope (SEM)

ผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใดๆมีลักษณะเรียบ แต่ไม่สม่ำเสมอ ซึ่งยืนยันผลจากการศึกษาด้วย AFM นอกจากนั้นยังพบรอยแตกทั่วไปทั้งชิ้นงาน (รูปที่ 3.8 ก.) อันน่าจะมาจากการหดตัวของผิวเคลือบภายหลังการเย็นตัว ส่วนฟิล์มไทเทเนียมที่เจือด้วย 5 %mol S-N (รูปที่ 3.8 ข.) จะค่อนข้างเรียบและมีความไม่สม่ำเสมอให้เห็น สำหรับความขรุขระของฟิล์มไทเทเนียมที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่พบในการศึกษาจาก AFM ก็พบเห็นจาก SEM (รูปที่ 3.8 ค.) เช่นกัน ทั้งนี้เป็นที่น่าสังเกตว่า การเจือสารไม่ว่าจะเป็น 5 %mol S-N หรือ 5 %mol Ni – 3 %mol B จะไปลดการหดตัวของฟิล์มหลังจากอบแห้งแล้ว และจากการทำ EDX พบว่าการทำรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำเหล็กกล้าไร้สนิมไปเคลือบโซลไทเทเนียมไดออกไซด์ แล้วนำเหล็กกล้าไร้สนิมที่ทำการเคลือบด้วยโซลไทเทเนียมไดออกไซด์ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะการกระจายตัวของสารมีการกระจายทั่วทั้งชิ้นงาน และมีคลอไรด์ฝังอยู่ในเนื้อของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ สาเหตุเนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการอบฟิล์มต่ำและเวลาที่ใช้ในการอบน้อยจึงทำให้มีคลอไรด์หลงเหลืออยู่ในเนื้อฟิล์ม

การทดสอบความหนาของฟิล์มใช้เทคนิค Electron Microanalysis - Thin Film analysis ซึ่งเป็นการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค EDX เพื่อวิเคราะห์ธาตุในแต่ละชั้น จากนั้นนำข้อมูลพื้นฐานของแต่ละธาตุที่พบไปคำนวณเพื่อวิเคราะห์ความหนา พบว่าความหนาของชั้นซิลิกอนไดออกไซด์ที่เคลือบเป็นจำนวน 2 ชั้นฟิล์ม มีความหนาโดยรวม 17.46 นาโนเมตร และความหนาของชั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบเป็นจำนวน 3 ชั้นฟิล์ม มีความหนาโดยรวม 158.24 นาโนเมตร (รูปที่ 3.7)



รูปที่ 3.7 ภาพความหนาฟิล์มที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM
















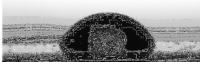

รูปที่ 3.8 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (ก.) फिल्मไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใดๆ (ข.) फिल्मไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N (ค.) फिल्मไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

3.2.4 การวัดมุมสัมผัส (Contact angle)

การวัดมุมสัมผัสทำโดยการหยดน้ำกลั่นปริมาตร 3 มิลลิลิตร ลงบนผิวเคลือบ แล้ววัดมุมสัมผัส ณ เวลาต่าง ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงดังแสดงในตารางที่ 3.4 และรูปที่ 3.9

การเปลี่ยนแปลงของมุมสัมผัสบนผิวไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือธาตุใด ๆ เลย พบว่าก่อนฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต ผิวเคลือบมีมุมสัมผัส 94 องศา และค่ามุมสัมผัสค่อย ๆ ลดลงเมื่ออยู่ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต จนเหลือที่ 76 องศา ซึ่งบ่งบอกว่าฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต ค่อยเปลี่ยนสมบัติเป็นสามารถเปียกน้ำได้ขึ้นเรื่อย ทั้งนี้เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ของน้ำในอากาศที่จะเปลี่ยนเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (OH⁻) บริเวณรอบ ทำให้ผิวมีสมบัติเปียกน้ำมากขึ้น Meirong และคณะ (2013) และ Storm และคณะ (2014) ซึ่งเราจะสังเกตเห็นปรากฏการณ์ดังกล่าวในฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol S-N ด้วยเช่นกัน โดยจะมีการลดลงของมุมสัมผัสจาก 97 องศาเหลือ 77 องศา ซึ่งใกล้เคียงกัน

ส่วนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่มีผิวขรุขระ มีค่ามุมสัมผัสเริ่มต้นที่ค่อนข้างสูง คือ 138 องศา มีลักษณะที่มีแนวโน้มไปเป็นผิวสัมผัสแบบไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) เมื่อได้รับการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตมุมสัมผัสก็มีแนวโน้มลดลง แต่ในอัตราที่น้อยกว่า ฟิล์มฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์และฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol S-N คาดว่าน่าจะมาจากผลที่ว่าฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B มีแถบช่องว่างพลังงานกว้างกว่า ทำให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์เกิดได้น้อยกว่า

ผิวเคลือบ เวลา (นาที)	Un-doped TiO ₂	5 %mol S-N doped TiO ₂	5 %mol Ni – 3 %mol B doped TiO ₂
0	94° 	97° 	138° 
10	89° 	92° 	132° 
20	85° 	70° 	127° 
40	89° 	100° 	125° 
60	76° 	77° 	133° 

รูปที่ 3.9 ลักษณะของหยดน้ำภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต ณ เวลาต่างๆ

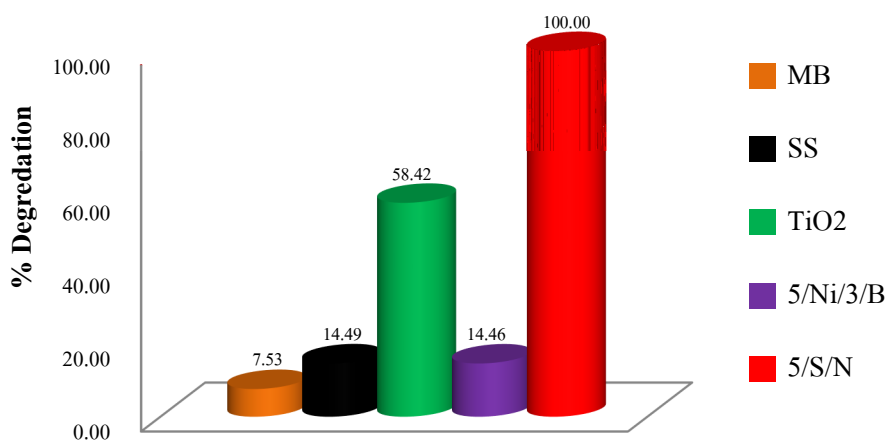
3.3 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

3.3.1 การย่อยสลายเมทิลีนบลู

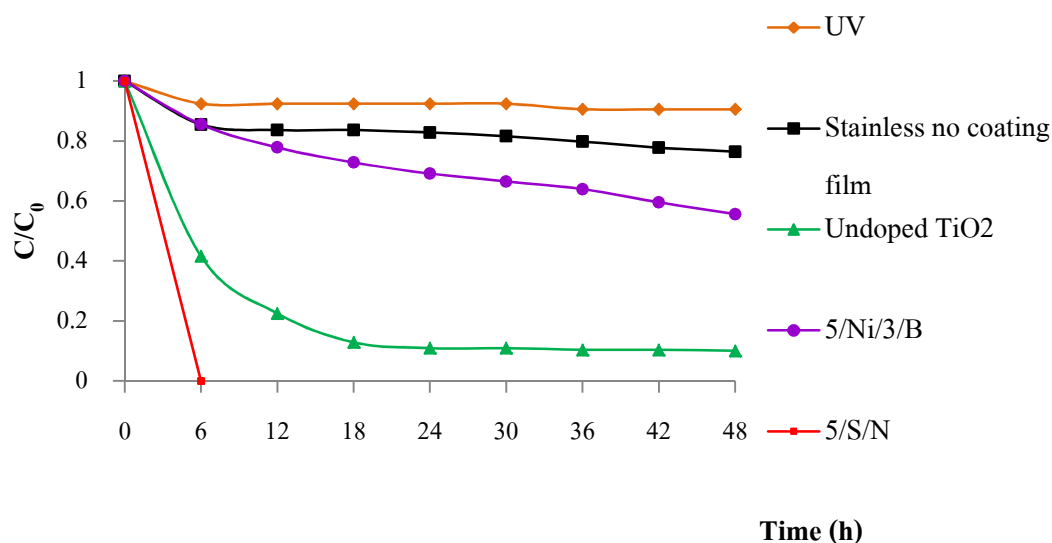
การศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลู ทำโดยการนำหลักกล้าไร้สนิมที่เคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาด 60 x 60 ตารางมิลลิเมตร ไปแช่ในสารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต ที่กำลัง 110 วัตต์ แล้วทำการซักตัวอย่างสารละลายเมทิลีนบลูทุก ๆ 6 ชั่วโมง เพื่อทำการตรวจวัดปริมาณเมทิลีนบลูที่เหลือ พบว่าสารเคลือบที่สามารถย่อยสลายสีเมทิลีนบลูได้ดีที่สุด คือสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol S-N ที่สามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ทั้งหมดภายใน 6 ชั่วโมง (รูปที่ 3.10 และ 3.11) รองลงมาคือฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ ที่เวลา 6 ชั่วโมง สามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูไปได้ร้อยละ 58 (รูปที่ 3.10) การย่อยสลายยังคงมีต่อไปเรื่อยๆ แต่ในอัตราที่ช้าลงและจะไม่มีการย่อยสลายอีกหลังจากชั่วโมงที่ 18 โดยสามารถย่อยสลายไปได้ร้อยละ 90 ส่วนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B มีการย่อยสลายได้ดีกว่าแผ่นหลักกล้าไร้สนิมที่ไม่มีการเคลือบผิวเพียงเล็กน้อย โดยย่อยสลายได้เพียงร้อยละ 40 ขณะที่แผ่นหลักกล้าไร้สนิมอย่างเดียวย่อยสลายได้ประมาณร้อยละ 20 หลังจากผ่านไป 48 ชั่วโมง (รูปที่ 3.11)

อนึ่งได้ทำการทดสอบการย่อยสลายไปเองของเมทิลีนบลูภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตพบว่าแสงอัลตราไวโอเลตอย่างเดียวสามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูได้เพียงประมาณร้อยละ 7 (รูปที่ 3.10)

ผลการเปรียบเทียบการย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่เวลา 6 ชั่วโมง



รูปที่ 3.10 ร้อยละของการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู ณ เวลา 6 ชั่วโมง



รูปที่ 3.11 กราฟแสดงการย่อยสลายของเมทิลีนบลูความเข้มข้น 10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ที่เวลา 48 ชั่วโมง

อัตราการย่อยสลายของเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตรที่เวลา 48 ชั่วโมงพบว่า การย่อยสลายในช่วง 0 ถึง 4 ชั่วโมงการย่อยสลายจะเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็ว เนื่องจากสีของเมทิลีนบลูมีความเข้มข้นอยู่มากทำให้การสัมผัสกันระหว่างสีของเมทิลีนบลูกับผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมมีมากจึงทำให้เกิดปฏิกิริยาการดูดซับและมีการย่อยสลายในช่วงที่มีการดูดซับอย่างรวดเร็ว เมื่อเวลาผ่านไปจนถึงเวลาที่ 18 ชั่วโมง สีของเมทิลีนบลูมีความเข้มข้นที่น้อยลง เนื่องจากก่อนหน้านี้ได้เกิดการดูดซับและย่อยสลายของเมทิลีนบลูไปแล้ว ทำให้เมทิลีนบลูที่เหลือมีการย่อยสลายได้น้อยลง เมื่อให้เวลาในการย่อยสลายไปจนถึง 48 ชั่วโมงพบว่า การย่อยสลายเกิดขึ้นได้น้อยมากเนื่องมาจากความเข้มข้นของสารเมทิลีนบลูมีความเจือจางมากทำให้การย่อยสลายไม่ดีเท่าที่ควร ซึ่งอัตราการย่อยสลายของเมทิลีนบลูของไทเทเนียมออกไซด์ทั้ง 3 แบบ เป็นไปตามกฎของสมการอัตราการเกิดปฏิกิริยา (Rate equation) ที่แตกต่างกัน และสามารถสรุปได้ดังนี้

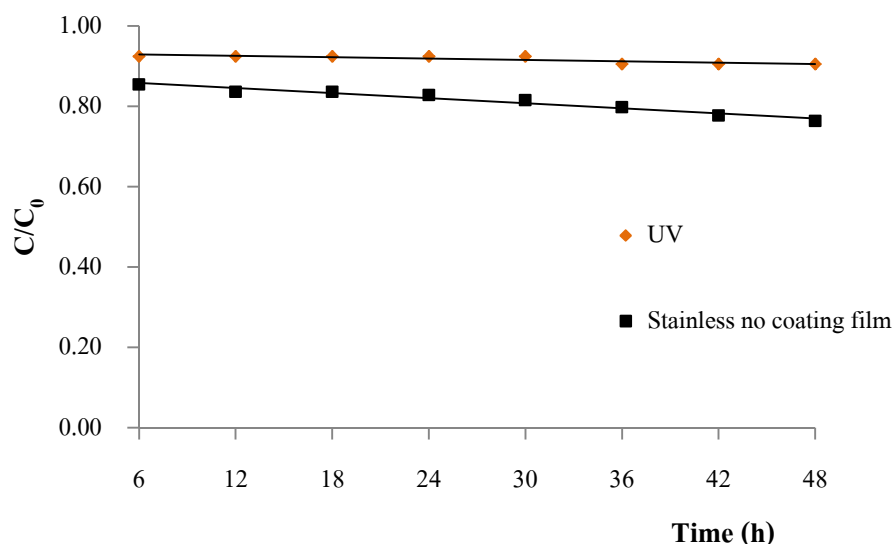
การย่อยสลายของเมทิลีนบลูภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตโดยที่ไม่มีแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมและมีแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมแต่ไม่มีการเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำไว้เพื่อเป็นจุดอ้างอิงในการทดสอบการย่อยสลายเมทิลีนบลู ซึ่งพบว่า การย่อยสลายเมทิลีนบลูเป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับ ศูนย์ (รูปที่ 3.12) และมีสมการปฏิกิริยาตามสมการ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูโดยไม่มีแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

$$y = -5.6 \times 10^{-4} x + 0.93 \quad \dots (3.1)$$

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูโดยมีแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิม

$$y = -2.1 \times 10^{-4} x + 0.87 \quad \dots (3.2)$$



รูปที่ 3.12 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 6 ถึง 48 ชั่วโมง ของแสงอัลตราไวโอเล็ต และ เหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่มีการเคลือบฟิล์ม

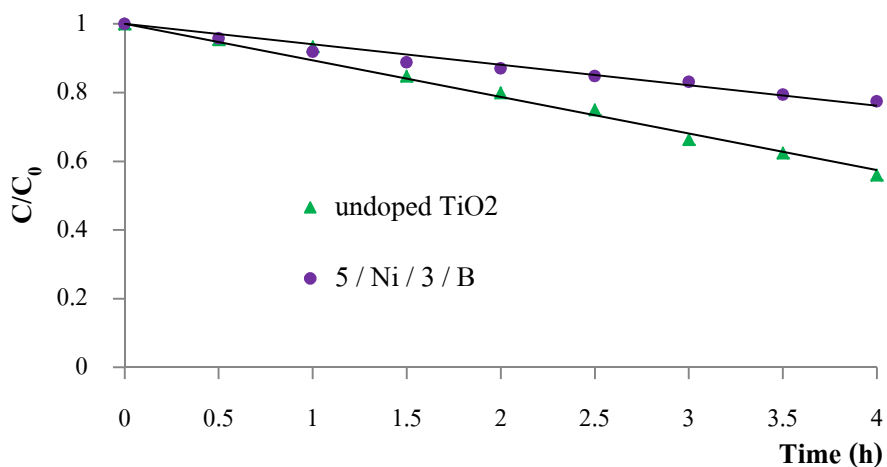
ส่วนการย่อยเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆและที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่ชั่วโมงที่ 0 ถึงชั่วโมงที่ 4 อัตราการย่อยสลายจะเป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับที่ ศูนย์ (รูปที่ 3.13) และมีสมการดังสมการที่ 3.3 และ 3.4 ตามลำดับ

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

$$y = -0.10x + 1.0 \quad \dots (3.3)$$

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ

$$y = -0.06x + 1.0 \quad \dots (3.4)$$



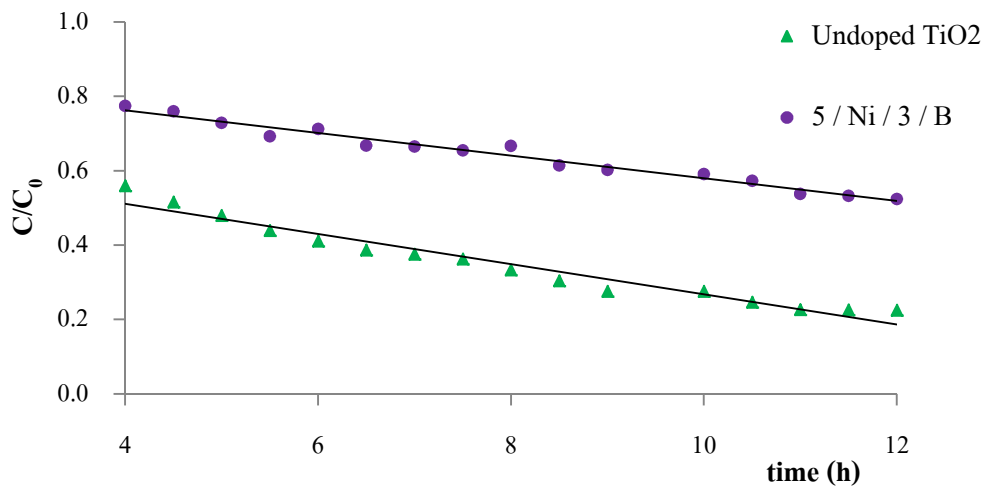
รูปที่ 3.13 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 4 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใด ๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

ส่วนการย่อยเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆและที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่ชั่วโมงที่ตั้งแต่ 4 ถึงชั่วโมงที่ 12 อัตราการย่อยสลายจะเป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับที่ ศูนย์ (รูปที่ 3.14) และมีสมการดังสมการที่ 3.5 และ 3.6 ตามลำดับ สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

$$y = -0.03x + 0.89 \quad \dots (3.5)$$

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด

$$y = -0.04x + 0.67 \quad \dots (3.6)$$



รูปที่ 3.14 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 4 ถึง 12 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

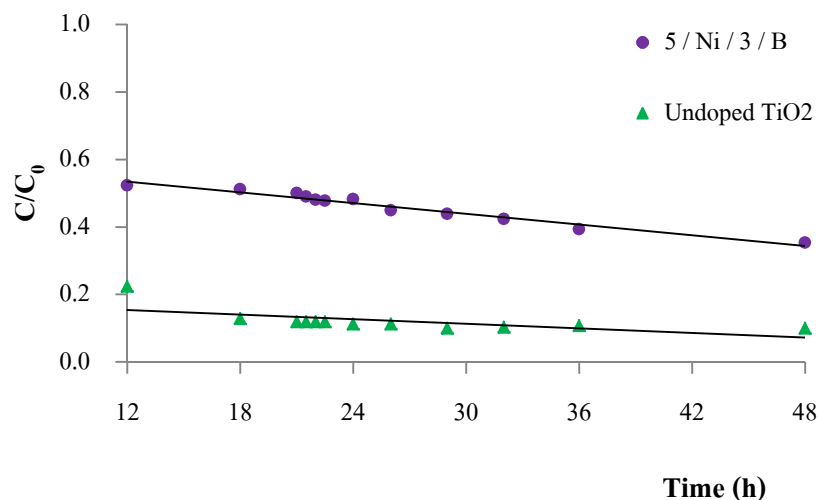
หลังจากชั่วโมงที่ 12 เป็นต้นไป อัตราการย่อยสลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมและฟิล์มไทเทเนียมเจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B จะเป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับ ศูนย์ (รูปที่ 3.15) และมีสมการปฏิกิริยาดังสมการที่ 3.7 และ 3.8 ตามลำดับ

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

$$y = -2.29 \times 10^{-4} x + 0.18 \quad \dots (3.7)$$

สำหรับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด

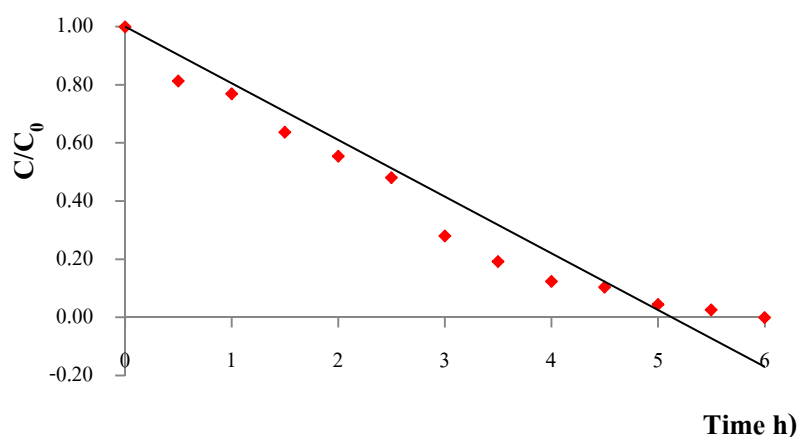
$$y = -5.30 \times 10^{-4} x + 0.60 \quad \dots (3.8)$$



รูปที่ 3.15 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 12 ถึง 48 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเจือสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B

ส่วนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วย 5 %mol S-N มีการย่อยสลายเมทิลีนบลูในช่วงเวลา 0 ถึง 4 ชั่วโมง เป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับ ศูนย์ (รูปที่ 3.16) ก่อนที่จะค่อยๆชะลออัตราเร็วของปฏิกิริยาลงหลังจากนั้น มีค่า R^2 เท่ากับ 0.928 ซึ่งมีสมการของปฏิกิริยาตามสมการ 3.9

$$y = -0.16x + 1.0 \quad \dots (3.9)$$



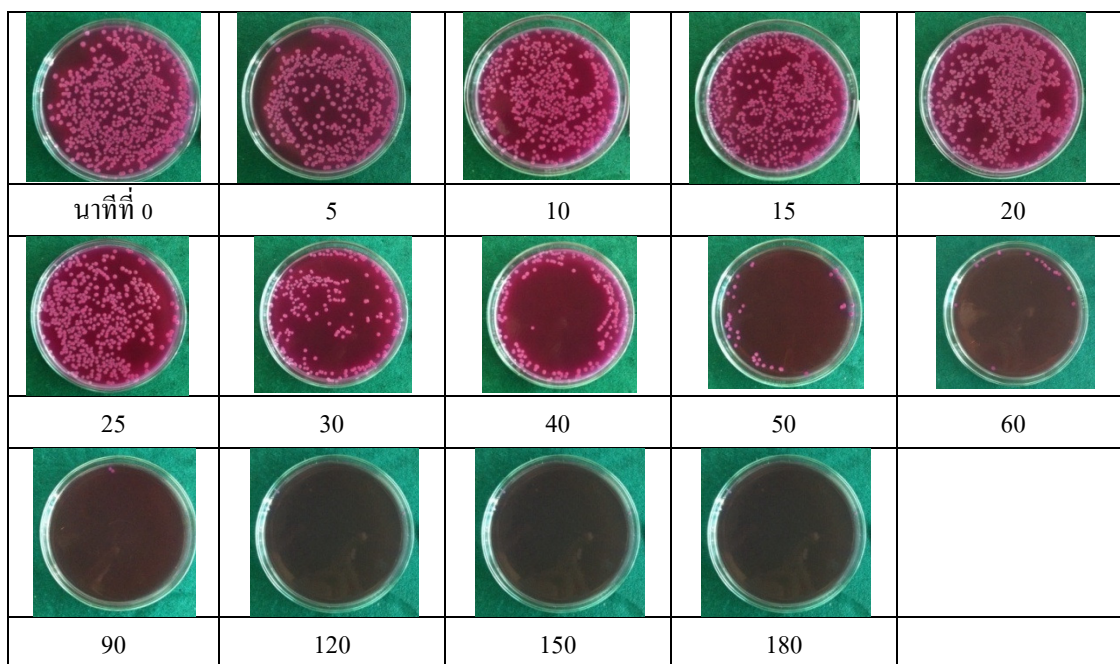
รูปที่ 3.16 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมทิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 6 ชั่วโมง ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N

จากการศึกษาลักษณะการย่อยสลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 3 ชนิด พบว่า ตอนช่วงต้นที่ความเข้มข้นของเมทิลีนบลูยังสูง (ประมาณชั่วโมงที่ 0 – 4) จะเป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับที่ ศูนย์ โดยที่ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือ 5 %molS-N มีความเร็วสูงสุด (ความชันติดลบมากที่สุด) หลังจากนั้นอัตราการย่อยสลายจะชะลอลงจนเป็นไปตามสมการปฏิกิริยาอันดับที่ หนึ่ง แล้วก็กลับมาเป็นสมการอันดับที่ ศูนย์ ใหม่แต่มีอัตราเร็วเข้าใกล้ศูนย์และใกล้เคียงกับอัตราการตายเองของแบคทีเรียที่มีแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

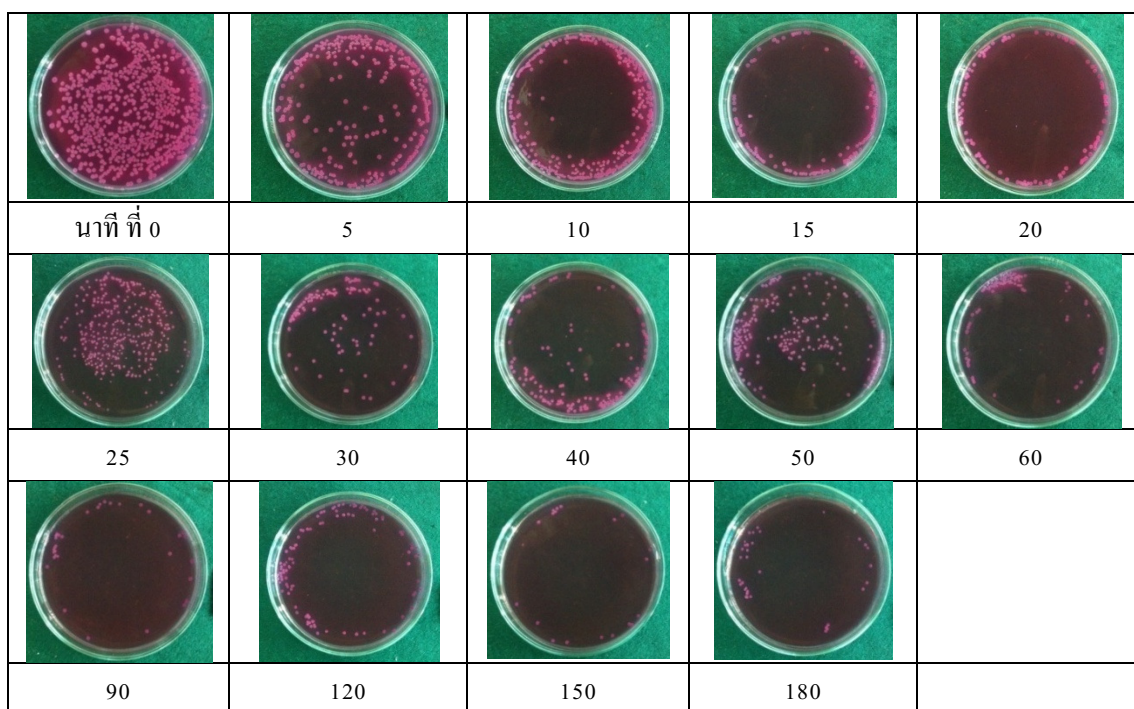
3.3.2 การฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.coli*

การศึกษาจะทำเปรียบเทียบกันระหว่างสารเคลือบทั้ง 3 ชนิด โดยจะศึกษาการฆ่าแบคทีเรีย *E.coli* ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์ที่เป็นตัวแทนของแสงในช่วงที่มองเห็นได้ (visible light) ที่กำลัง 110 วัตต์ เป็นเวลา 180 นาที โดยจะทำการชั่งตัวอย่างเป็นช่วงเวลา ได้ผลดังนี้

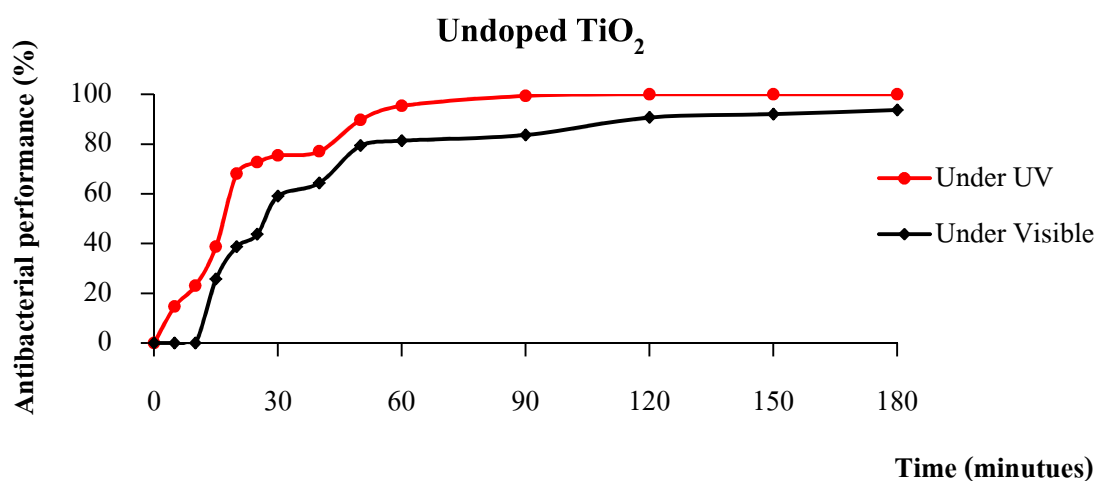
ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ สามารถฆ่าเชื้อ *E.coli* ได้หมดภายใน 90 นาที ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต (รูปที่ 3.17 และ 3.19) การยับยั้งแบคทีเรียจะเริ่มทันที และอัตราการยับยั้งจะสูงในช่วงประมาณ 20-30 นาทีแรก หลังจากนั้นจะชะลอตัว แต่ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ จะเริ่มยับยั้งแบคทีเรียหลังจากผ่านไปประมาณ 10 นาที อัตราการยับยั้งจะสูงในช่วงประมาณนาทีที่ 10 ถึงนาทีที่ 30 แล้วจะค่อยๆชะลออัตราการยับยั้งลง หลังจากผ่านไป 180 นาที ยังเหลือเชื้อ *E.coli* อีกประมาณ 6.33 % (รูปที่ 3.18 และ 3.19)



รูปที่ 3.17 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

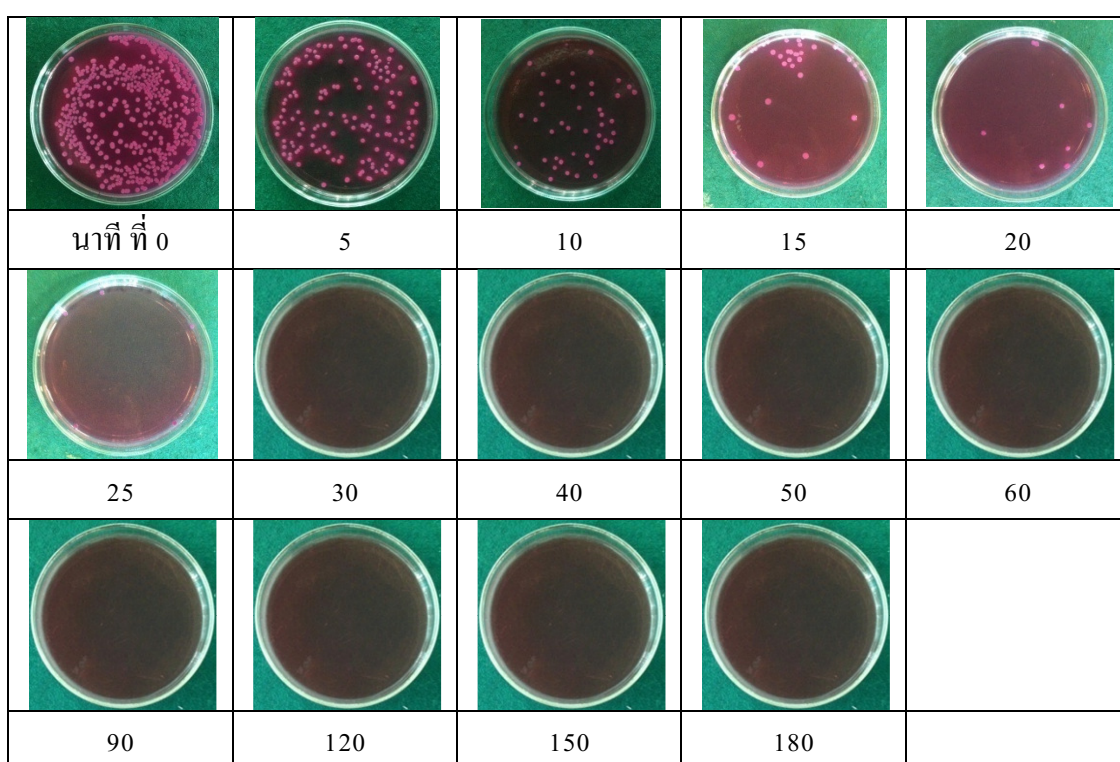


รูปที่ 3.18 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์

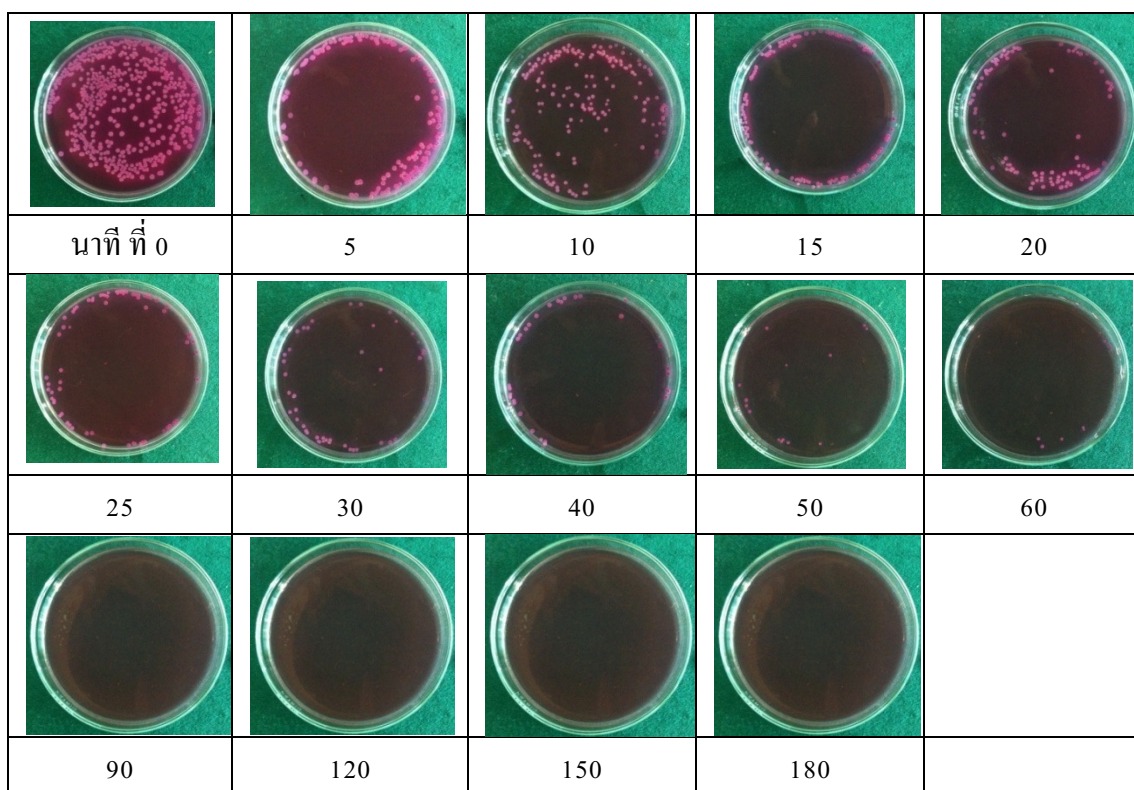


รูปที่ 3.19 พฤติกรรมการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใด ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์

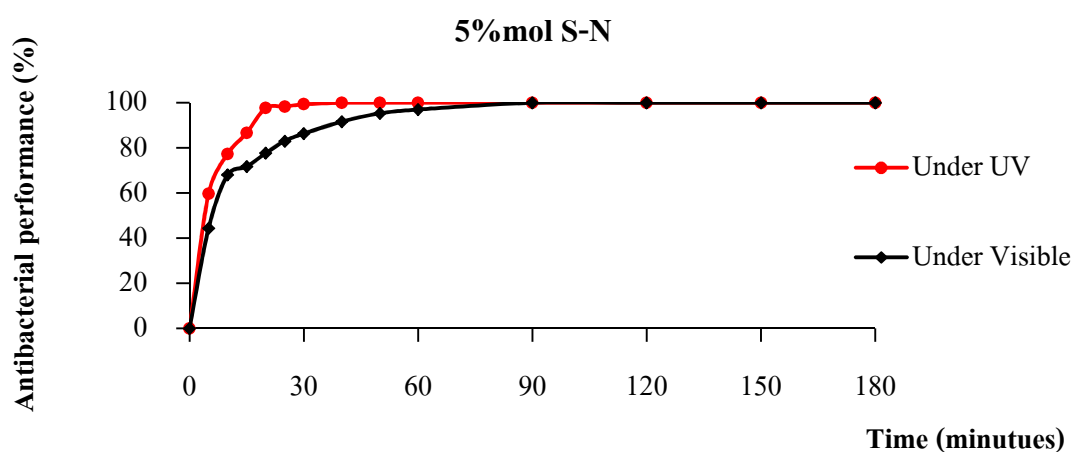
ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N สามารถฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตได้ทันที และมีอัตราการยับยั้งที่รวดเร็ว สามารถยับยั้งได้หมดภายใน 20 นาที (รูปที่ 3.20 และ 3.22) การยับยั้งแบคทีเรียภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ ก็จะเริ่มยับยั้งทันทีเช่นกัน แต่ในอัตราที่ช้ากว่าภายใต้แสงอัลตราไวโอเลตเล็กน้อย อัตราการยับยั้งจะสูงในช่วงประมาณ 30 นาทีแรก แล้วจะค่อยๆชะลออัตราการยับยั้งลง และจะยับยั้งเชื้อ *E.coli* ได้หมดภายใน 90 นาที (รูปที่ 3.21 และ 3.22)



รูปที่ 3.20 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต

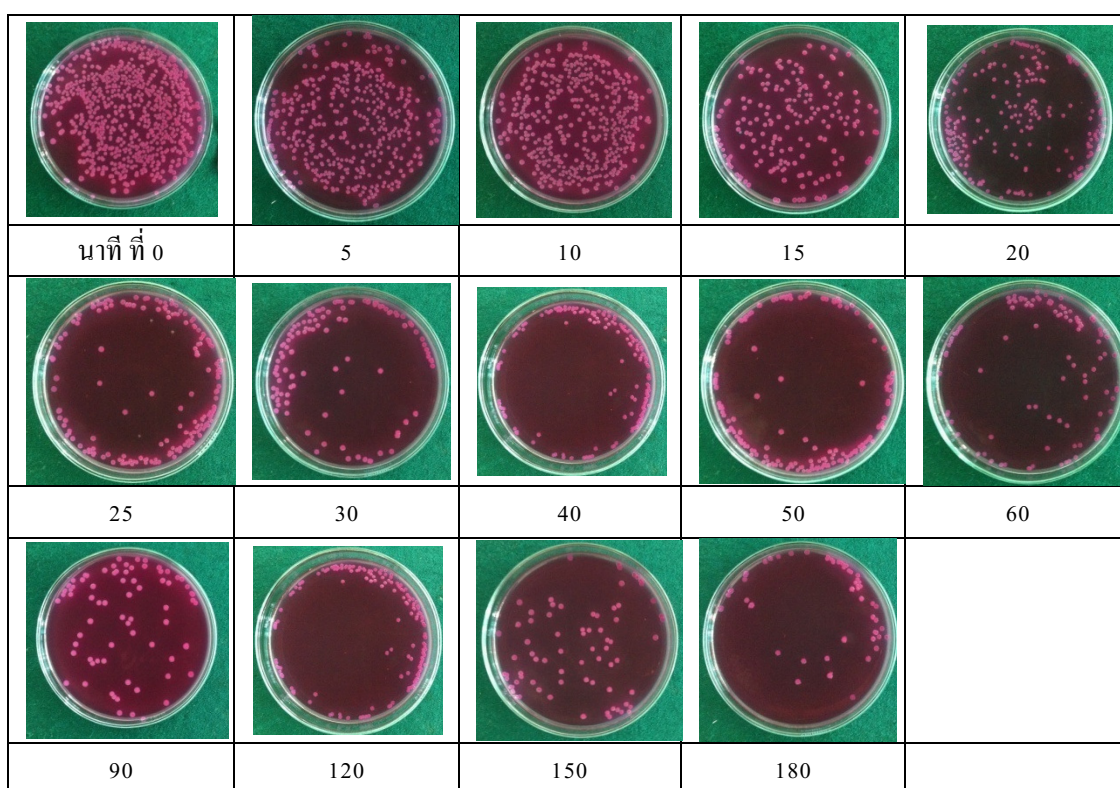


รูปที่ 3.21 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์

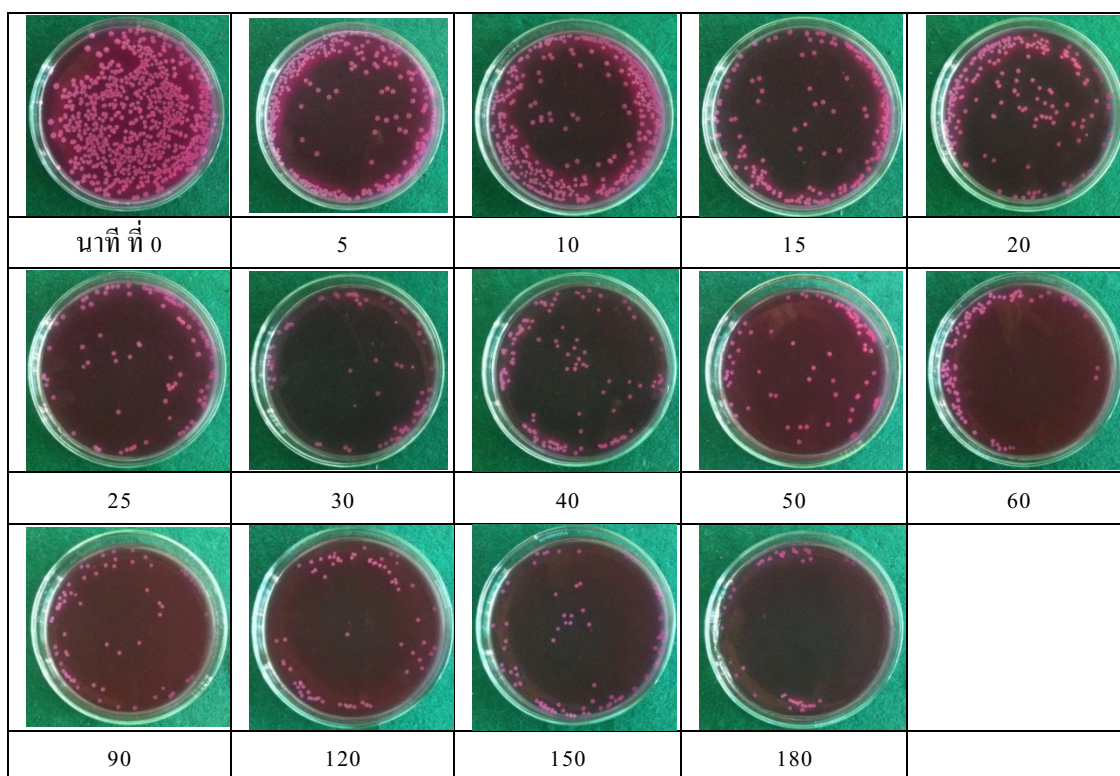


รูปที่ 3.22 ประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์

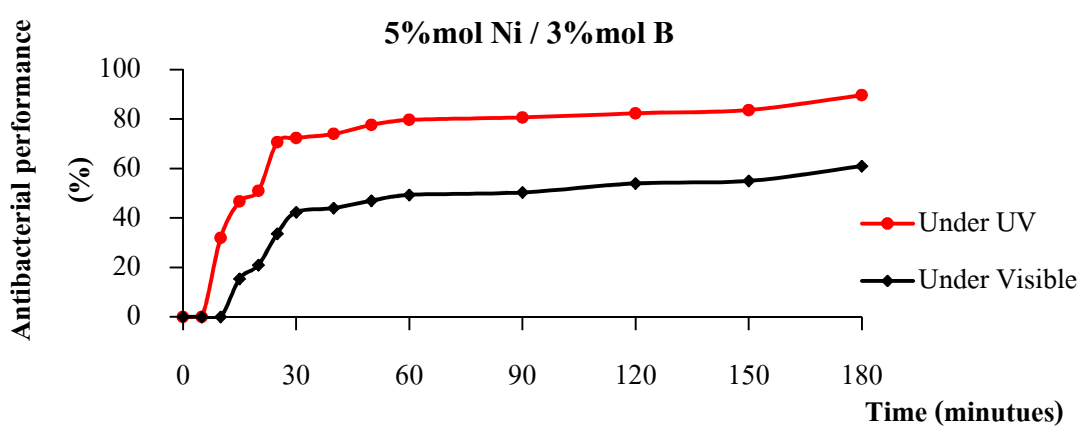
ส่วนการฆ่าเชื้อ *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตจะเริ่มหลังจากนาที่ที่ 5 และมีอัตราการยับยั้งที่รวดเร็วใน 30 นาทีแรก และอัตราการยับยั้งจะชะลอลง หลังจากผ่านไป 180 นาที เชื้อ *E.coli* ที่เหลือจากการยับยั้งอีกประมาณ 10 % (รูปที่ 3.23 และ 3.25) ในทำนองเดียวกัน การฆ่าเชื้อ *E.coli* ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์ ก็จะเริ่มหลังจากนาที่ที่ 10 ในอัตราที่ช้ากว่าภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต อัตราการยับยั้งจะสูงในช่วงประมาณ 30 นาทีแรกเช่นกัน แล้วจะค่อยๆชะลออัตราการยับยั้งลง และหลังจากผ่านไป 180 นาที จะเหลือเชื้อ *E.coli* อีกประมาณ 40 % (รูปที่ 3.24 และ 3.25)



รูปที่ 3.23 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

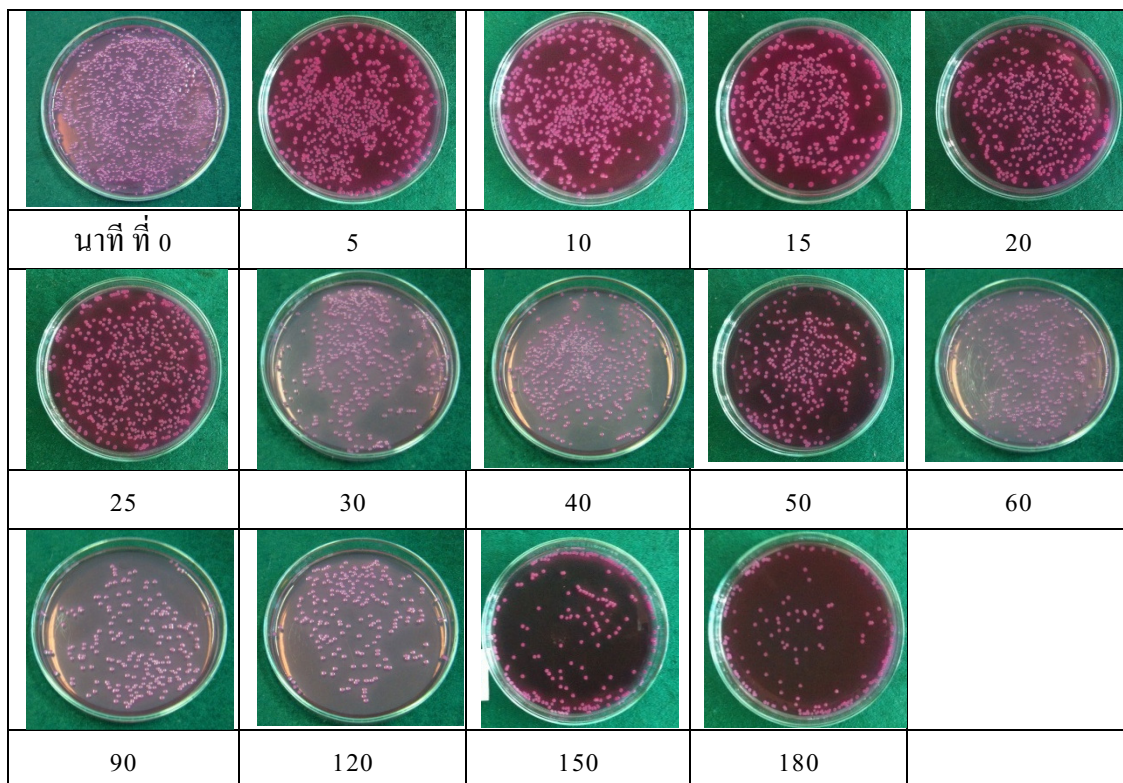


รูปที่ 3.24 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการย่อยสลายของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์

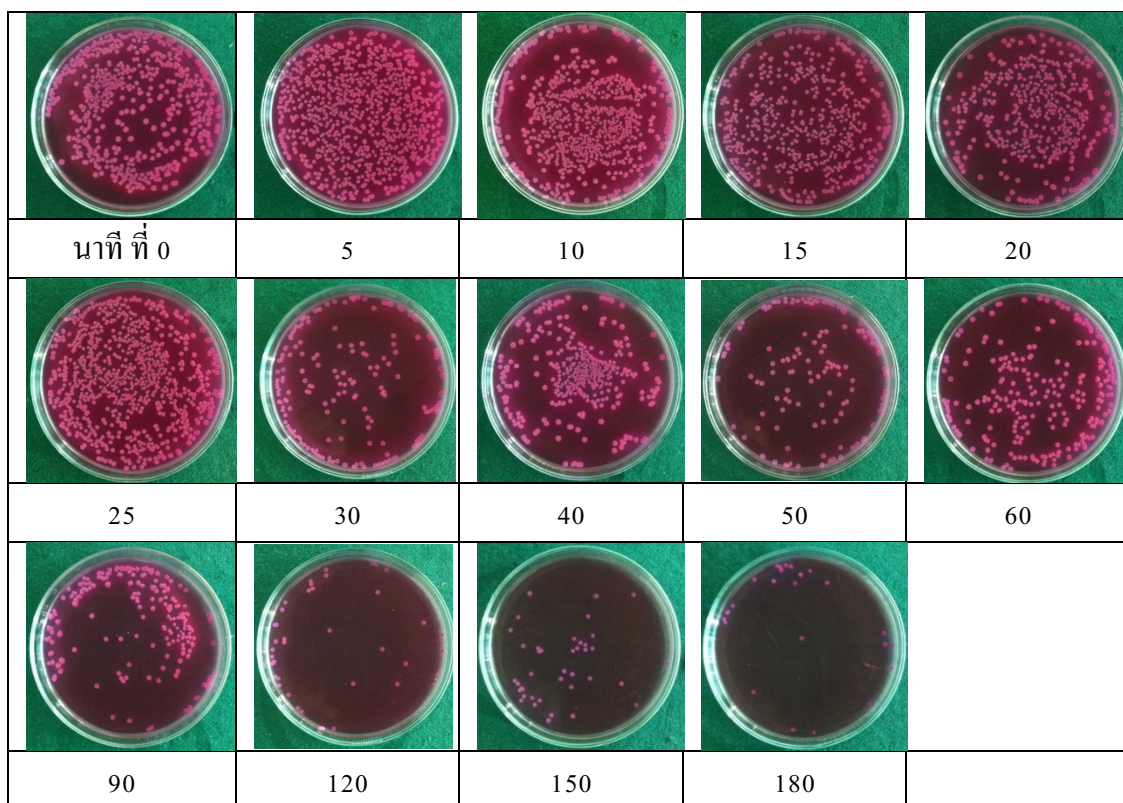


รูปที่ 3.25 ประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์

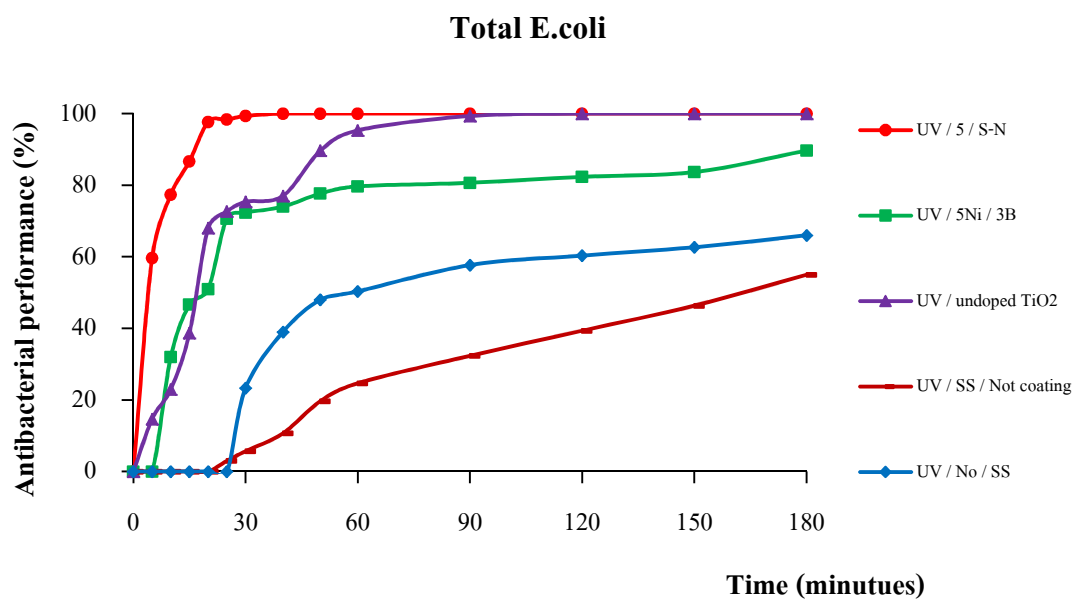
รูปที่ 3.26 และ 3.27 แสดงการตายของเชื้อ *E.coli* โดยไม่มีฟิล์มไบโเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งแสดงมีอัตราการตายต่ำกว่าตอนมีฟิล์มไบโเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 3 ชนิด เพื่อเป็นการยืนยันว่าฟิล์มไบโเทเนียมไดออกไซด์สามารถฆ่าเชื้อ *E.coli* ได้



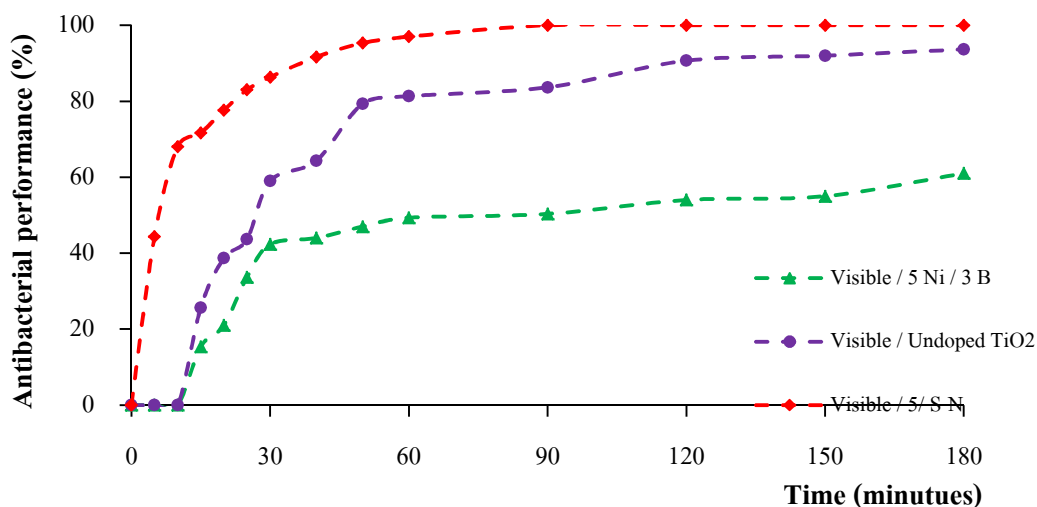
รูปที่ 3.26 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการฆ่าของแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต



รูปที่ 3.27 ภาพถ่ายปริมาณเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ที่เหลือจากการฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต



รูปที่ 3.28 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่าง ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต



รูปที่ 3.29 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการฆ่าเชื้อแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่างๆ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์

3.3.3 สรุปผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

เมื่อเปรียบเทียบการฆ่าเชื้อ *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 3 ชนิด (รูปที่ 3.28 และ 3.29) ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์ พบว่า การเจือ 5 %mol S-N มีอัตราการยับยั้งแบคทีเรียสูงที่สุด อันดับสองคือ ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เจือสารใดเลย ส่วนการเจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ส่งผลให้อัตราการยับยั้งแบคทีเรียลดลงกว่าที่ไม่เจือเลย แนวโน้มดังกล่าวเป็นไปในทำนองเดียวกับการย่อยสลายเมทิลีนบลูของฟิล์มทั้ง 3 ชนิด

สำหรับการยับยั้งแบคทีเรียจะมีอัตราสูงในช่วงประมาณ 30 นาทีแรก โดยอัตราดังกล่าวจะขึ้นกับสารเจือเป็นสำคัญ หลังจากนั้นอัตราการยับยั้งแบคทีเรียจะชะลอตัวลง และคงที่ที่เวลาผ่านไปนาน ถ้าปริมาณแบคทีเรียไม่หมดเสียก่อน

สำหรับผลของสารเจือที่มีต่อปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์นั้น ในงานวิจัยนี้ก็พบเหมือนในหลายงานวิจัยจะพบว่าจะไปช่วยลดแถบช่องว่างพลังงานในการเกิดปฏิกิริยาแสง ทำให้การเกิดปฏิกิริยาง่ายขึ้น ยกเว้นการเจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่ไม่ช่วยลดทำแถบดังกล่าว แต่ก็เป็นการยืนยันว่าแถบช่องว่างพลังงานดังกล่าวเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B มีการย่อยสลายแบคทีเรียและเมทิลีนบลูต่ำสุด แต่นอกจากความกว้างของแถบช่องว่างดังกล่าว ในงานวิจัยนี้พบว่ามีเรื่องความเป็นผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ สมบัติการเปียกน้ำ ที่สามารถเปลี่ยนแปลงได้ตามสารเจือ ซึ่งสมบัติดังกล่าว โดยเฉพาะ

สมบัติการเปียกน้ำน่าจะมีผลต่อการย่อยสลายเมทิลีนบลูและแบคทีเรียด้วยเช่นกัน ในงานวิจัยนี้พบว่าผิวที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำก็น่าที่จะไม่ส่งเสริมให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์เช่นกัน

บทที่ 4

บทสรุปและข้อเสนอแนะ

4.1 บทสรุป

จากงานวิจัยเรื่องการเตรียมการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส แล้วทำการรีฟลักซ์ไอของสารเป็นเวลา 4 ชั่วโมงแล้วนำสารที่ได้มาเคลือบบนแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยวิธีการจุ่มเคลือบได้ผลการทดลองดังนี้

1) อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย 5 %mol S-N ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส สามารถทำให้เกิดเฟสของโครงสร้างผลึกอะนาทาสและอุณหภูมิที่ใช้ในการอบฟิล์มให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส สามารถป้องกันการแพร่ของเหล็กที่อุณหภูมิสูงมาสู่ฟิล์ม

2) 5 %mol S-N ที่เจือลงในไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถช่วยเพิ่มปฏิกิริยาโฟโตแคตะลิสต์ได้ดี (การย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูและการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli*) ได้ดีเยี่ยม โดยสามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ 100% ที่เวลา 6 ชั่วโมง และยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* ได้หมด 100% ในเวลา 25 นาที

3) 5 %mol Ni – 3 %mol B ที่เจือลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ทำให้ฟิล์มมีคุณสมบัติทางด้านการทำความสะอาดได้ด้วยตนเอง (self-cleaning) โดยมีมุมสัมผัส 137 องศา ก่อนได้รับแสงอัลตราไวโอเล็ตและมีมุม 133 องศา หลังรับแสงอัลตราไวโอเล็ต

4) สารที่ใช้ในการปรับค่า pH มีผลต่อการทำให้เกิดผลึกโดยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) จะช่วยให้เกิดโครงสร้างผลึกอะนาทาส โดยสารที่ใช้ต้องเหมาะสมกับสารตั้งต้น เพื่อเป็นการป้องกันการเกิดเป็นสารตัวใหม่ในระบบ

4.2 ข้อเสนอแนะ

1) ควรมีการพัฒนาให้ 5mol% Ni – 3mol% B ให้ได้มุมสัมผัสที่ดีด้านของ Super hydrophobic

2) ควรวางสารเคลือบให้คายความชื้นก่อนเคลือบ เนื่องจากการเก็บสารเคลือบหลังจากการเตรียมหรือการใช้งานแล้วไว้ในตู้เย็นจะทำให้สารเคลือบมีความหนืดเพิ่มมากขึ้น

3) ควรทำการจุ่มเคลือบด้วยความเร็วคงที่ตลอดการทำงานเพื่อความหนาของชิ้นงานจะได้มีความหนาที่เท่ากันอย่างสม่ำเสมอ

4) ควรทำการหมุนเหวี่ยงแผ่นหลักกล้าไร้สนิมหลังจากการจุ่มเคลือบเพื่อไม่ให้สารเคลือบไหลลงมารวมกันที่จุดใดจุดหนึ่ง

5) ในกรณีที่เจือสารอื่นใดลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ ควรที่จะเป็นสารเดียวกันแล้วทำการปรับปริมาณที่ใช้ให้แตกต่างกันเพื่อดูแนวโน้มการเกิดปฏิกิริยา

6) ในกรณีที่เติมสารอื่นใดลงในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นสารที่แตกต่างกัน ควรมีเปอร์เซ็นต์โมลาร์ที่เท่ากันเพื่อที่จะได้ศึกษาข้อแตกต่างระหว่างสารที่ใช้

4.3 ปัญหาที่พบบ่อยระหว่างการทดลอง



รูปที่ 4.1 การเกิดจุดสนิมบนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

สาเหตุของการเกิดจุดสนิม

เกิดจากในโซลไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่า pH เป็น 2 ซึ่งมีความเป็นกรดมาก

การแก้ปัญหา

เคลือบแผ่นเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ ก่อน 1 ชั้นแล้วนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส 15 นาทีแล้วนำมาเคลือบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ อีก 1 ชั้นแล้วทิ้งไว้ให้แห้งที่ อุณหภูมิห้องก่อนนำไปเคลือบโซลไทเทเนียมไดออกไซด์



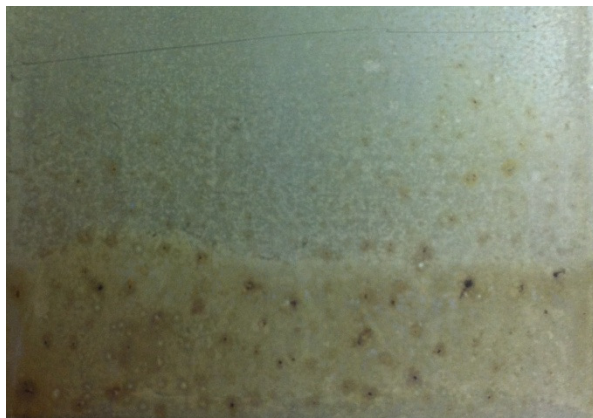
รูปที่ 4.2 การเกิดสนิมบนฟิล์มโพลีเอทิลีนไดออกไซด์

สาเหตุของการเกิดสนิมทั่วทั้งชิ้นงาน

เกิดจากธาตุเหล็กในเหล็กกล้าไร้สนิมเกิดการแพร่ออกมาในเนื้อฟิล์ม เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการอบสูง (มากกว่า 150 องศาเซลเซียส)

การแก้ปัญหา

ลดอุณหภูมิในการอบให้ต่ำลงเพื่อป้องกันไม่ใช้ธาตุเหล็กแพร่ออกมายังฟิล์ม ในการทดลองได้ทำการอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.3 การเกิดสนิมบนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

สาเหตุของที่ความหนาในแต่ละชั้นที่ไม่เท่ากันทั้งชิ้นงาน

เกิดจากการเก็บรักษาโซลไทเทเนียมไดออกไซด์ไว้ในความชื้น จึงส่งผลให้โซลไทเทเนียมไดออกไซด์ความหนึ่ดมาก

การแก้ปัญหา

นำโซลออกมาตั้งให้คลายความชื้นก่อนเคลือบ หรือ ใช้ระบบหมุนเหวี่ยงที่ความเร็วรอบต่ำ ๆ โดยจับที่มุมทั้ง 4 ของแผ่นเหล็กกล้าให้ยกเพื่อให้ผิวทั้งข้างบนและข้างล่างของเหล็กกล้าไร้สนิมได้สัมผัสกับอากาศ

บรรณานุกรม

- [1] เล็ก สีคง, วัสดุวิศวกรรมและอุตสาหกรรม หน่วยโสตทัศนศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ สงขลา 2547
- [2] สุเมธา สุวรรณบูรณ์, การสังเคราะห์และสมบัติของวัสดุนาโน ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีวัสดุ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2555
- [3] รศ.ดร. นภดล ไชยคำ และ รศ.กรวาลย์ พันธุ์แพ, เคมี 1 Chemistry หน้า 392, บริษัท สำนักพิมพ์ ท็อป จำกัด 2554
- [3] มาหามะซูโฮมี มะแซ, แม่พิมพ์เซรามิก/แก้วที่ทำความสะอาดตัวเองได้สำหรับผลิตภัณฑ์แบบจุ่ม, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2554
- [4] เสาวลักษณ์ บุญยอด, ปฏิกริยาโฟโตแคตะไลติกและพฤติกรรมการฆ่าเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์บนพอลิเมอร์, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2554
- [5] ฉัฐพงษ์ ม่วงไตรรัตน์, การพัฒนาสารเคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนบนเหล็กกล้าไร้สนิม, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2554
- [6] เบญจมาศ หนูพุ่ม, การสังเคราะห์อนุภาคเงินบนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เจือในไตรเจนร่วมกับซัลเฟอร์ที่เคลือบบนใยแก้วเพื่อบำบัดน้ำดื่ม, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2557
- [7] J. Pagacova, A. Plsko , K. Michalkova, J. Sulcova, B. Bielikova and M. Tomagova: The influence of “small molecules” on properties of TiO₂ films prepared by sol-gel method: (2014): Journal of Non-Crystalline Solids 401, p. 164–168.
- [8] S.S. Soni, G.S. Dave, M.J. Henderson and A. Gibaud: Visible light induced cell damage of Gram positive bacteria by N-doped TiO₂ mesoporous thin films: (2013): Thin Solid Films 531, p. 559–565.

- [9] K. Pomoni, A. Vomvas and Chr. Trapalis: Dark conductivity and transient photoconductivity of nanocrystalline undoped and N-doped TiO₂ sol–gel thin films: (2008): *Thin Solid Films* 516, p. 1271–1278.
- [10] R.R. Bhosale, S.R. Pujari, M.K. Lande, B.R. Arbad, S.B. Pawar and A.B. Gambhire: Photocatalytic activity and characterization of sol–gel-derived Ni-doped TiO₂-coated active carbon composites: (2012): *Applied Surface Science* 261, p.835–841.
- [11] H. Cheraghi, M. Shahmiri and Z. Sadeghian: Corrosion behavior of TiO₂–NiO nanocomposite thin films on AISI 316L stainless steel prepared by sol–gel method: (2012): *Thin Solid Films* 522, p. 289 –296.
- [12] L. Caballero, K.A. Whitehead, N.S. Allen and J. Verran: Photocatalytic inactivation of *Escherichia coli* using doped titanium dioxide under fluorescent irradiation: (2013): *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 276, p. 50– 57.
- [13] A.V. Manole, M. Dobromir, M. Girtan, R. Mallet, G. Rusu and D. Luca: Optical properties of Nb-doped TiO₂ thin films prepared by sol–gel method: (2013): *Ceramics International* 39, p. 4771–4776.
- [14] C.X. Lei, H. Zhou, Z.D. Feng, Y.F. Zhu and R.G. Du: Low-temperature liquid phase deposited TiO₂ films on stainless steel for photogenerated cathodic protection applications: (2011): *Applied Surface Science* 257, p. 7330–7334.
- [15] M.Z. Atashbar, H.T. Sun, B. Gong, W. Wlodarski and R. Lamb: XPS study of Nb-doped oxygen sensing TiO₂ thin films prepared by sol-gel method: (1998): *Thin Solid Films* 326, p. 238–244.
- [16] M. Hamadani, A.R. Vanani and A. Majedi: Preparation and characterization of S-doped TiO₂ nanoparticles, effect of calcination temperature and evaluation of photocatalytic activity: (2009): *Materials Chemistry and Physics* 116, p. 376–382.
- [17] C.Y. Wu, Y.L. Lee, Y.S. Lo, C.J. Lin and C.H. Wu: Thickness-dependent photocatalytic performance of nanocrystalline TiO₂ thin films prepared by sol–gel spin coating: (2013): *Applied Surface Science* 280, p. 737– 744.

- [18] X. Wang, X. Hou, W. Luan, D. Li and K. Yao : The antibacterial and hydrophilic properties of silver-doped TiO₂ thin films using sol–gel method : (2012) : Applied Surface Science 258, p. 8241– 8246.
- [19] Y. Chen and D.D. Dionysiou: Effect of calcination temperature on the photocatalytic activity and adhesion of TiO₂ films prepared by the P-25 powder-modified sol–gel method: (2006): Journal of Molecular Catalysis A: Chemical 244, p. 73–82.
- [20] S. Cao, B. Liu, L. Fan, Z. Yue, B. Liu and B. Cao : Highly antibacterial activity of N-doped TiO₂ thin films coated on stainless steel brackets under visible light irradiation : (2014) : Applied Surface Science 309, p. 119–127.
- [21] C. Han, M. Pelaez, V. Likodimos, A.G. Kontos, P. Falaras, K.O. Shea and D.D. Dionysiou: Innovative visible light-activated sulfur doped TiO₂ films for water treatment: (2011): Applied Catalysis B: Environmental 107, p. 77– 87.
- [22] M. Crisan, A. Braileanu, M. Raileanu, M. Zaharescu, D. Cris_an, N. Dragan, M. Anastasescu, A. Ianculescu, I. Nitoi, V.E. Marinescu and S.M. Hodoroega: Sol–gel S-doped TiO₂ materials for environmental protection: (2008): Journal of Non-Crystalline Solids 354, p. 705–711.
- [23] W. Ho, J.C. Yu and S. Lee: Low-temperature hydrothermal synthesis of S-doped TiO₂ with visible light photocatalytic activity: (2006): Journal of Solid State Chemistry 179, p. 1171–1176.
- [24] T. Fu, Y. Shen, Z. Alajmi, Y. Wang, S. Yang and G. Li: Sol–gel derived Ag-containing TiO₂ films on surface roughened biomedical NiTi alloy: (2014): Ceramics International 40, p. 12423–12429.
- [25] S. Segota, L. Curkovic, D. Ljubas, V. Svetlicic and I.F. Houra, Nenad Tomasic: Synthesis, characterization and photocatalytic properties of sol–gel TiO₂ films: (2011): Ceramics International 37, p. 1153–1160.

- [26] M. Lafjah, F. Djafri, A. Bengueddach, N. Keller and V. Keller: Beta zeolite supported sol-gel TiO₂ materials for gas phase photocatalytic applications: (2011): *Journal of Hazardous Materials* 186, p. 1218–1225.
- [27] P. Wang, P.S. Yap and T.T. Lim: C–N–S tridoped TiO₂ for photocatalytic degradation of tetracycline under visible-light irradiation: (2011): *Applied Catalysis A: General* 399, p. 252–261.
- [28] M. Behpour and V. Atouf: Study of the photocatalytic activity of nanocrystalline S, N-codoped TiO₂ thin films and powders under visible and sun light irradiation: (2012): *Applied Surface Science* 258, p. 6595–6601.
- [29] K. Han and J.H. Kim: Fabrication of TiO₂/SiO₂ multilayer film structure by the sol-gel process with efficient thermal treatment methods: (2012): *Applied Surface Science* 263, p. 69–72.
- [30] S. Xiao, L. Zhao, X. Leng, X. Lang and J. Lian: Synthesis of amorphous TiO₂ modified ZnO nanorod film with enhanced photocatalytic properties: (2014): *Applied Surface Science* 299, p.97-104.
- [31] S. Buddee, S. Wongnawa, U. Sirimahachai and W. Puetpaibool: Recyclable UV and visible light photocatalytically active amorphous TiO₂ doped with M (III) ions (M = Cr and Fe): (2011): *Materials Chemistry and Physics*, p.167-177.
- [32] L.C. Urkovic, H. Otmacic, C. Urkovic, S. Salopek, M.M. Renjo and S. Segota: Enhancement of corrosion protection of AISI 304 stainless steel by nanostructured sol-gel TiO₂ films: (2013): *Corrosion Science* 77, p.176–184.
- [33] H. Khalilian, M. Behpour, V. Atouf and S.N. Hosseini: Immobilization of S, N-codoped TiO₂ nanoparticles on glass beads for photocatalytic degradation of methyl orange by fixed bed photoreactor under visible and sunlight irradiation: (2015): *Solar Energy* 112, p.239–245.
- [34] A. Zaleska, P.G. Rska, J.W. Sobczak and J. Hupka: Thioacetamide and thiourea impact on visible light activity of TiO₂: (2007): *Applied Catalysis B: Environmental* 76, p.1–8.

- [35] X. Lan, L. Wang, B. Zhang, B. Tian and J. Zhang: Preparation of lanthanum and boron co-doped TiO₂ by modified sol-gel method and study their photocatalytic activity: (2014): Catalysis Today 224, p.163–170.
- [36] B. Noophum, L. Sikong and K. Kooptanond: Photocatalytic properties of nitrogen-sulfur co-doped TiO₂ film coated on glass fiber: (2013): Advanced Materials Research Vols. 781-784 ,p. 2237-2240.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก.1 จากรูปที่ 3.9 ร้อยละของการย่อยสลายสีเมททีลีนบลู ณ เวลา 6 ชั่วโมง

ชนิดฟิล์ม	%degradation	
MB	0	7.53
SS	0	14.49
Ti	0	58.42
Ni-B	0	14.46
Thiourea	0	100.00

ภาคผนวก ก.2 จากรูปที่ 3.10 กราฟแสดงการย่อยสลายของเมททีลีนบลูความเข้มข้น 10^{-6} โมลาร์ ปริมาตร 40 มิลลิลิตรที่เวลา 48 ชั่วโมง

ชนิดฟิล์ม	C/C ₀							
	6 ชั่วโมง	12 ชั่วโมง	18 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง	30 ชั่วโมง	36 ชั่วโมง	42 ชั่วโมง	48 ชั่วโมง
MB	0.925	0.925	0.925	0.925	0.925	0.906	0.906	0.906
SS	0.855	0.836	0.837	0.829	0.816	0.798	0.778	0.764
Ti	0.416	0.225	0.129	0.109	0.109	0.103	0.103	0.100
Ni-B	0.855	0.779	0.729	0.691	0.665	0.639	0.596	0.556
Thiourea	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

ภาคผนวก ก.3 จากรูปที่ 3.11 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมททีลีนบลูตั้งแต่ 6 ถึง 48 ชั่วโมง ของแสงอัลตราไวโอเล็ต และ เหล็กกล้าไร้สนิมที่ไม่มีการเคลือบฟิล์ม

ชนิดฟิล์ม	C/C ₀							
	6 ชั่วโมง	12 ชั่วโมง	18 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง	30 ชั่วโมง	36 ชั่วโมง	42 ชั่วโมง	48 ชั่วโมง
MB	0.925	0.925	0.925	0.925	0.925	0.906	0.906	0.906
SS	0.855	0.836	0.837	0.829	0.816	0.798	0.778	0.764

ภาคผนวก ก.4 จากรูปที่ 3.12 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมททิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 4 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเติมสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติม 5 %mol Ni – 3 %mol B

ชนิดฟิล์ม	C/C ₀							
	30 นาที	60 นาที	90 นาที	120 นาที	150 นาที	180 นาที	210 นาที	240 นาที
Ti	0.9538	0.9336	0.8483	0.7997	0.7498	0.6636	0.6245	0.5601
Ni-B	0.9584	0.9184	0.8878	0.8706	0.8481	0.8310	0.7943	0.7740

ภาคผนวก ก.5 จากรูปที่ 3.13 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมททิลีนบลูตั้งแต่ 4 ถึง 12 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเติมสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติม 5 %mol Ni – 3 %mol B

ชนิดฟิล์ม	C/C ₀							
	240 นาที	270 นาที	300 นาที	330 นาที	360 นาที	390 นาที	420 นาที	450 นาที
Ti	0.5601	0.5154	0.4793	0.4388	0.4108	0.3868	0.3752	0.3625
Ni-B	0.7740	0.7596	0.7287	0.6925	0.7119	0.6672	0.6646	0.6545
ชนิดฟิล์ม	C/C ₀							
	480 นาที	510 นาที	540 นาที	600 นาที	630 นาที	660 นาที	690 นาที	720 นาที
Ti	0.3335	0.3036	0.2753	0.2753	0.2462	0.2269	0.2255	0.2250
Ni-B	0.6661	0.6140	0.6021	0.5904	0.5729	0.5375	0.5325	0.5238

ภาคผนวก ก.6 จากรูปที่ 3.14 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมททิลีนบลูตั้งแต่ 12 ถึง 48 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการเติมสารใดๆ และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติม 5 %mol Ni – 3 %mol B

ชนิดฟิล์ม	C/C ₀					
	720 นาที	1230 นาที	1260 นาที	1290 นาที	1320 นาที	1350 นาที
Ti	0.2250	0.1285	0.1193	0.1188	0.1188	0.1188
Ni-B	0.5238	0.5119	0.5007	0.4899	0.4811	0.4779
ชนิดฟิล์ม	C/C ₀					
	1440 นาที	1560 นาที	1740 นาที	1920 นาที	2160 นาที	2880 นาที
Ti	0.1125	0.1125	0.1002	0.1034	0.1081	0.1003
Ni-B	0.4830	0.4493	0.4393	0.4242	0.3930	0.3539

ภาคผนวก ก.7 จากรูปที่ 3.15 กราฟแสดงแนวโน้มการย่อยสลายเมททิลีนบลูตั้งแต่ 0 ถึง 6 ชั่วโมงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติม 5 %mol S-N

ชนิดฟิล์ม	C/C ₀					
	30	60	90	120	150	180
Thiourea	0.8140	0.7699	0.6377	0.5545	0.4811	0.2804
ชนิดฟิล์ม	C/C ₀					
	210	240	270	300	330	360
Thiourea	0.1923	0.1238	0.1042	0.0450	0.0267	0.0000

ภาคผนวก ข.1 จากรูปที่ 3.18 พฤติกรรมการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่เติมสารใด ๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์

เวลา(นาที)	Undoped TiO ₂ (Antibacterial performance (%))	
	UV	Visible
0	0.00	0.00
5	14.67	0.00
10	23.00	0.00
15	38.67	25.67
20	68.00	38.67
25	72.67	43.67
30	75.33	59.00
40	77.00	64.33
50	89.67	79.33
60	95.33	81.33
90	99.33	83.67
120	100.00	90.67
150	100.00	92.00
180	100.00	93.67

ภาคผนวก ข.2 จากรูปที่ 3.21 ประสิทธิภาพการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วย 5 %mol S-N ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์

เวลา(นาที)	5 mol % Thiourea (Antibacterial performance (%))	
	UV	Visible
0	0.00	0.00
5	59.67	44.33
10	77.33	68.00
15	86.67	71.67
20	97.67	77.67
25	98.33	83.00
30	99.33	86.33
40	100.00	91.67
50	100.00	95.33
60	100.00	97.00
90	100.00	100.00
120	100.00	100.00
150	100.00	100.00
180	100.00	100.00

ภาคผนวก ข.3 จากรูปที่ 3.24 ประสิทธิภาพการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมด้วย 5 %mol Ni – 3 %mol B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงฟลูออเรสเซนต์

	5mol%Ni – 3mol%B (Antibacterial performance (%))	
เวลา(นาที)	UV	Visible
0	0.00	0.00
5	0.00	0.00
10	32.00	0.00
15	46.67	15.33
20	51.00	21.00
25	70.67	33.67
30	72.33	42.33
40	74.00	44.00
50	77.67	47.00
60	79.67	49.33
90	80.67	50.33
120	82.33	54.00
150	83.67	55.00
180	89.67	61.00

ภาคผนวก ข.4 จากรูปที่ 3.27 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่างๆ ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต

เวลา (นาที)	UV (Antibacterial performance (%))				
	No Coating	Pure UV No SS	5 Ni / 3 B / TiO ₂	Un-doped TiO ₂	5 / S-N / TiO ₂
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
5	0.00	0.00	0.00	14.67	59.67
10	0.00	0.00	32.00	23.00	77.33
15	0.00	0.00	46.67	38.67	86.67
20	0.00	0.00	51.00	68.00	97.67
25	3.00	0.00	70.67	72.67	98.33
30	5.67	23.33	72.33	75.33	99.33
40	10.67	39.00	74.00	77.00	100.00
50	19.67	48.00	77.67	89.67	100.00
60	24.67	50.33	79.67	95.33	100.00
90	32.33	57.67	80.67	99.33	100.00
120	39.33	60.33	82.33	100.00	100.00
150	46.33	62.67	83.67	100.00	100.00
180	55.00	66.00	89.67	100.00	100.00

ภาคผนวก ข.5 จากรูปที่ 3.28 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการยับยั้งแบคทีเรีย *E.coli* ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์แบบต่างๆ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์

เวลา (นาที)	Visible (Antibacterial performance (%))		
	5Ni / 3B / TiO ₂	Undoped TiO ₂	5 / S-N / TiO ₂
0	0.00	0.00	0.00
5	0.00	0.00	44.33
10	0.00	0.00	68.00
15	15.33	25.67	71.67
20	21.00	38.67	77.67
25	33.67	43.67	83.00
30	42.33	59.00	86.33
40	44.00	64.33	91.67
50	47.00	79.33	95.33
60	49.33	81.33	97.00
90	50.33	83.67	100.00
120	54.00	90.67	100.00
150	55.00	92.00	100.00
180	61.00	93.67	100.00

ภาคผนวก ค.การเผยแพร่ในการประชุมวิชาการ

ชื่อเรื่องผลงานที่นำเสนอ Comparison Study of TiO_2 Ni-B and Thiourea doped TiO_2 synthesized by Sol-Gel Process at Temperature.

ชื่อการประชุม 8th International Conference on Materials Science and Technology.

วันเดือนปีและสถานที่จัดประชุม December 15-16, 2014 at Swissotel Le Concorde, Bangkok, Thailand.

ชื่อหน่วยงานที่จัดประชุม National Metal and Materials Technology Center

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล

นายกำธร ตั้งวงศ์ศิริกุล

รหัสประจำตัวนักศึกษา

5310120047

วุฒิการศึกษา

วุฒิ

ชื่อสถาบัน

ปีที่สำเร็จการศึกษา

วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

2558

(วิศวกรรมวัสดุ)

ทุนการศึกษา (ที่ได้รับระหว่างการศึกษา)

- ทุนก้นกุฎี ของนักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชื่อเรื่องผลงานที่นำเสนอ

Comparison Study of TiO_2 Ni-B and Thiourea doped TiO_2 synthesized by Sol-Gel Process at Temperature.

ชื่อการประชุม 8th International Conference on Materials Science and Technology.