



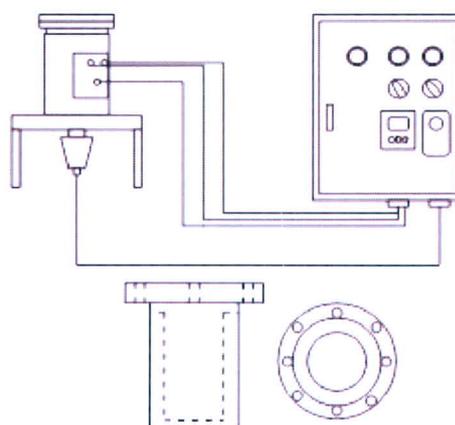
### 3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

#### 3.2.1 สารเคมี

1. แร่อิลเมนไนท์ (Ilmenite mineral)
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
3. กรดไฮโดรคลอริก (HCl, 37%)
4. โพแทสเซียมไอโอไดด์ (Potassium iodide, KI)
5. นาโน  $\text{TiO}_2$  เซิงพาณิชย์ (P25, ST01, JRC01, JRC03, White pigment)

#### 3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดปฏิบัติการแบบควบคุมอุณหภูมิที่ออกแบบและสร้างขึ้นเอง ดังรูปที่ 3.1 และ 3.2

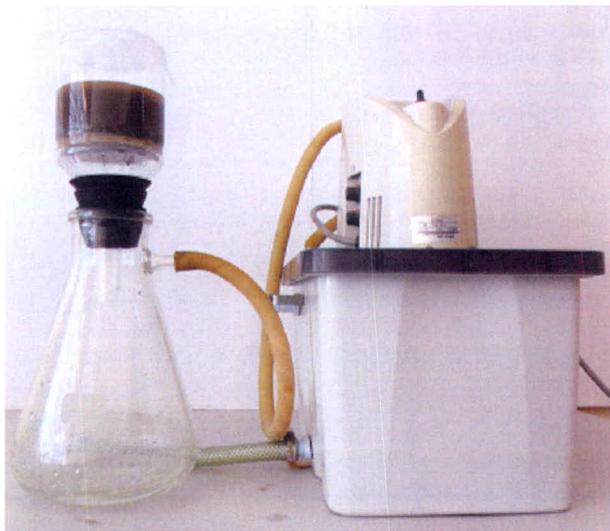


รูปที่ 3.1 แบบจำลองของชุดถังปฏิบัติการแบบควบคุมอุณหภูมิ



รูปที่ 3.2 ชุดถังปฏิบัติการแบบควบคุมอุณหภูมิ

## 2. ชุดกรองแบบสุญญากาศ



รูปที่ 3.3 ชุดกรองแบบสุญญากาศ

## 3. ตู้อบสารเคมี



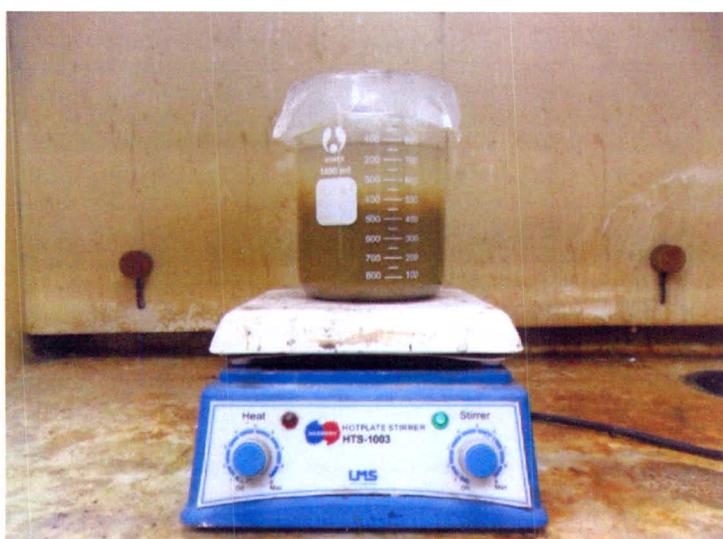
รูปที่ 3.4 ตู้อบสารเคมี

#### 4. เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง



รูปที่ 3.5 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง

#### 5. เครื่องกวนสาร (Hotplate stirrer) รุ่น HTS-1003



รูปที่ 3.6 เครื่องกวนสาร

### 3.3 การเตรียมสารละลาย

การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ที่ใช้ใน งานวิจัย มีรายละเอียดในส่วนต่างๆ ดังนี้

#### 3.3.1 การคำนวณ NaOH 10 M

$$\text{จากสมการ} \quad M = \frac{g}{Mw \times V}$$

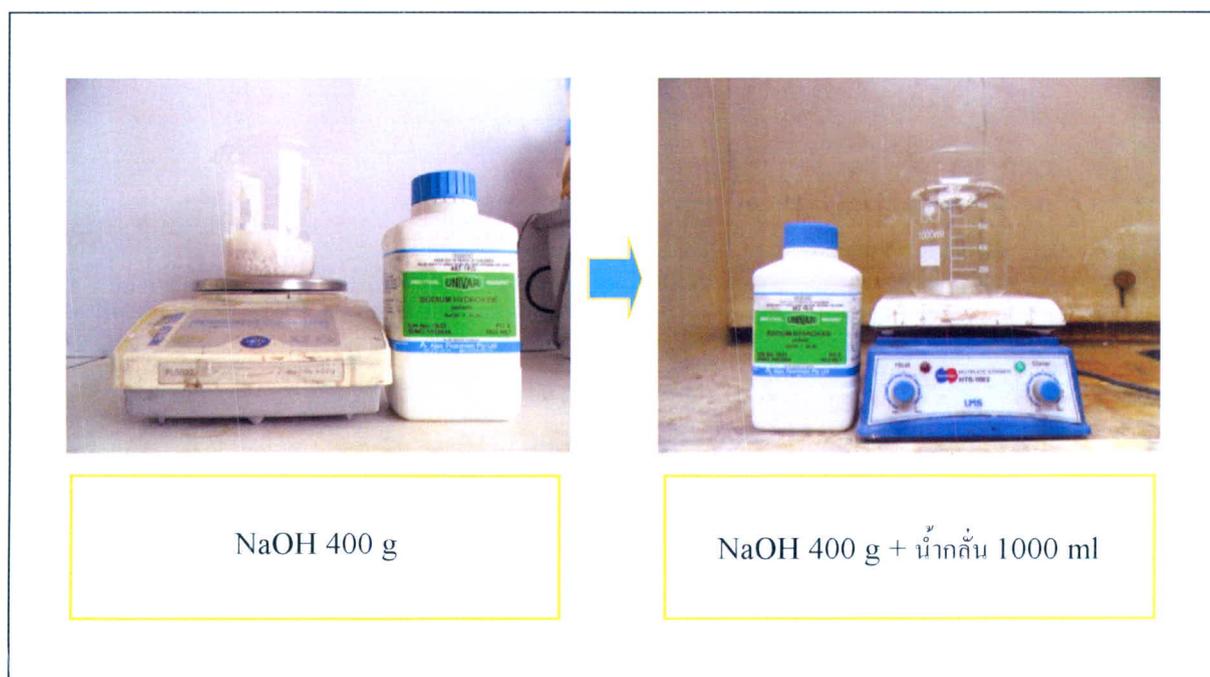
$$Mw \text{ ของ NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{จะได้} \quad g = (10 \text{ mol/l}) \times (40 \text{ g/mol} \times 1.0 \text{ L})$$

$$\text{ซึ่ง NaOH} = 400 \text{ g}$$

#### 3.3.2 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 M ปริมาตร 1000 ml

1. นำโซเดียมไฮดรอกไซด์มาชั่ง 400 g
2. เติมน้ำกลั่นจนกระทั่งได้ปริมาตร 1000 ml



รูปที่ 3.7 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 M

### 3.3.3 การคำนวณ 1.0 M HCl

Mw ของ HCl = 36.48, ความเข้มข้นของ HCl = 37%, ความหนาแน่นของ HCl = 1.18

$$\text{mol/dm}^3 = \frac{\% \times 10 \times d}{M} = \frac{37 \times 10 \times 1.18}{36.48}$$

$$C_1 = 11.97 \text{ mol/dm}^3$$

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$11.97(V_1) = 1(1000)$$

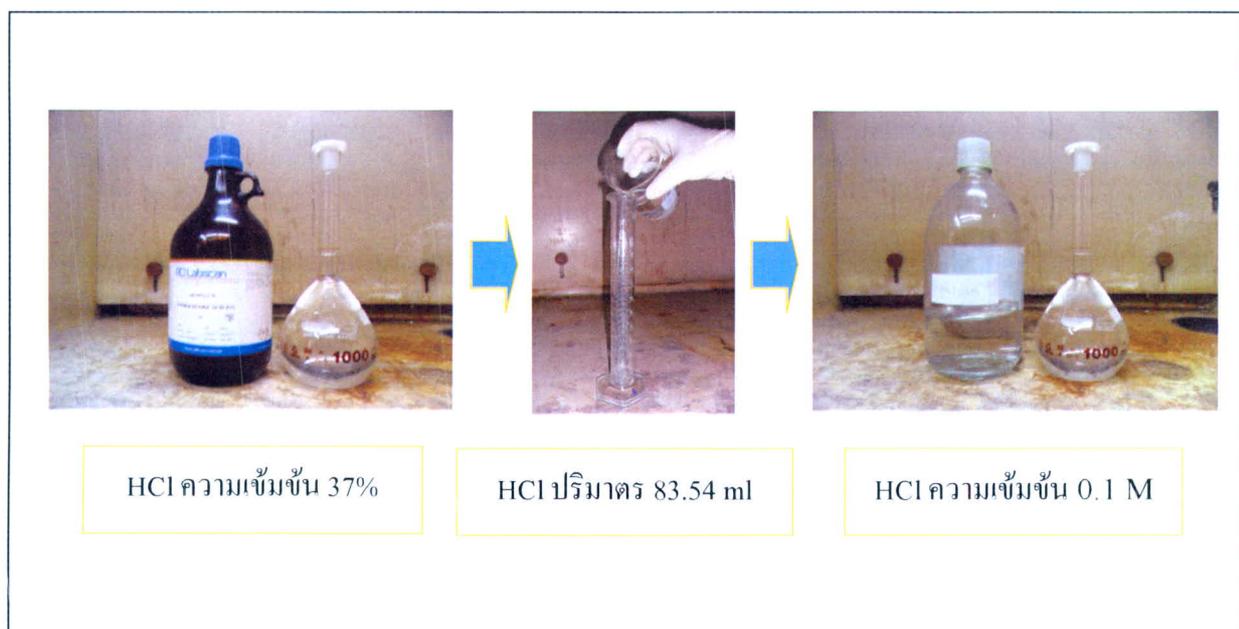
$$V_1 = 83.54 \text{ ml}$$

เตรียม HCl 83.54 ml แล้วเติมน้ำให้ได้ปริมาตร 1000 ml

### 3.3.4 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M (แสดงดังรูปที่ 3.9)

1. นำกรดไฮโดรคลอริกมา 83.54 ml มาละลายในน้ำกลั่น 1000 ml จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 M

2. นำสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 M มา 100 ml มาละลายในน้ำกลั่น 1000 ml จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M

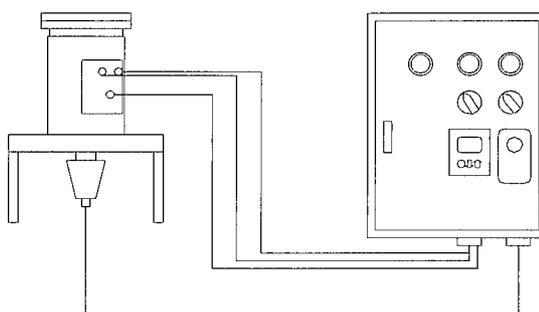


รูปที่ 3.8 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M

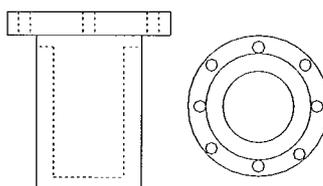
### 3.4 วิธีการทดลอง

#### 3.4.1. การออกแบบ สร้างถึงปฏิกรณ์และชุดสังเคราะห์

โดยปรับปรุงและพัฒนาจากงานวิจัย [15 -17] เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนจากแร่ลูโคซีน โดยใช้ถึงปฏิกรณ์ที่ออกแบบและสร้างเองในประเทศ ดังรูปที่ 3.9 และ 3.10



(a)

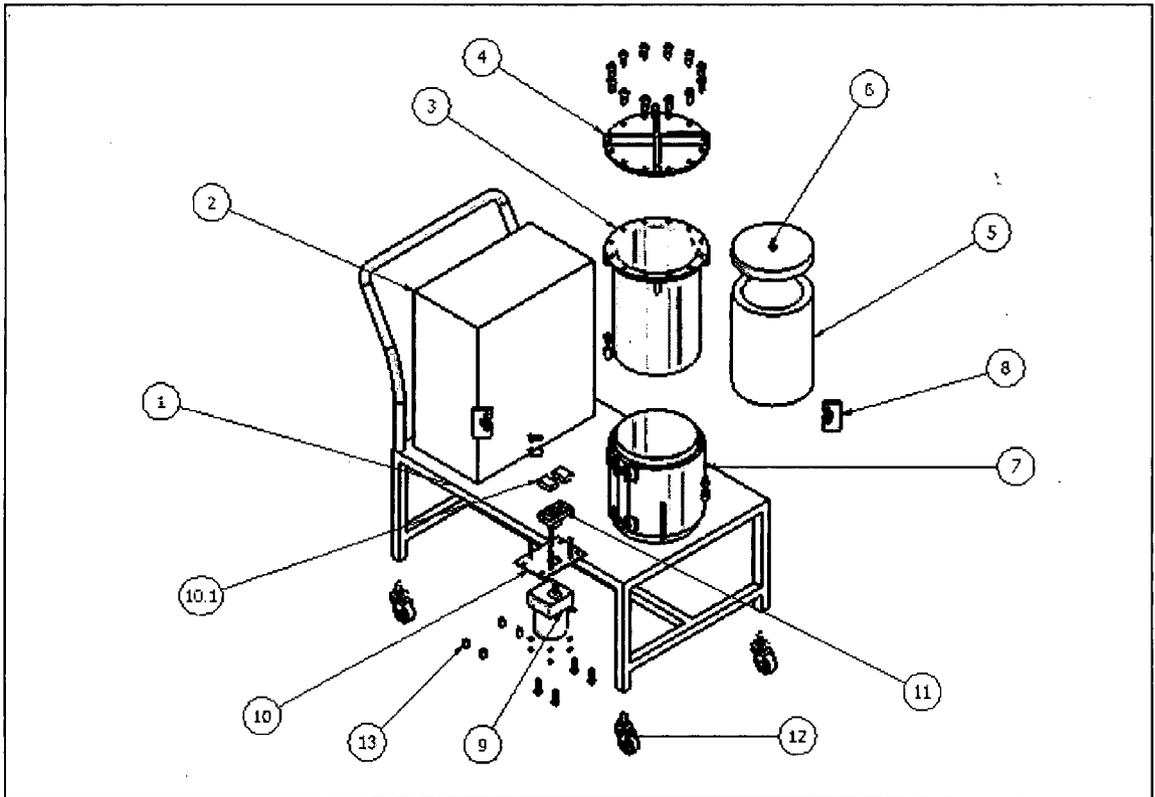


(b)

รูปที่ 3.9 แบบจำลองชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

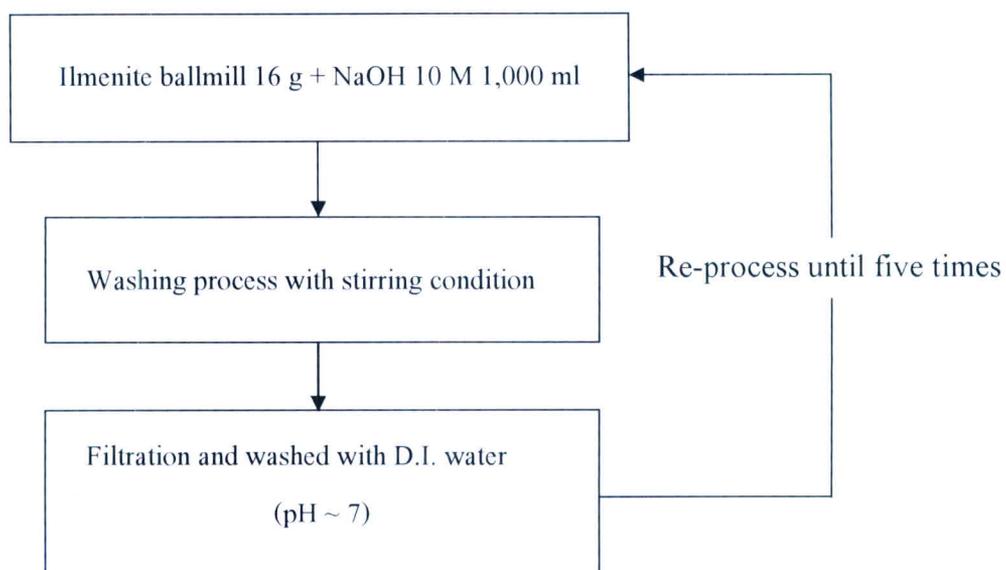
a) อุปกรณ์ควบคุมถึงปฏิกรณ์ที่จะใช้ในกระบวนการเตรียมวัสดุท่อนาโน และ b) ถึงปฏิกรณ์





รูปที่ 3.11 แบบชุดถังปฏิกรณ์ที่จะใช้ในการเตรียมวัสดุนาโน

3.4.2. การสังเคราะห์วัสดุท่อนาโนจากวัสดุราคาถูก (แร่อลูมิเนียม) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล การสังเคราะห์ท่อนาโนจากแร่อลูมิเนียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ขั้นตอนแรกจะเริ่มจากนำแร่อลูมิเนียมที่ผ่านการบดปริมาณ 16 กรัมไปผ่านกระบวนการล้างด้วยสารละลาย NaOH ที่มีความเข้มข้น 10 โมลาร์ จำนวน 5 รอบ ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ซึ่งมีขั้นตอนการล้างดังนี้คือ แร่อลูมิเนียมที่ผ่านการบดปริมาณ 16 กรัม จะถูกผสมกับสารละลาย NaOH ที่มีความเข้มข้น 10 โมลาร์ ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร (ดังรูปที่ 3.13) ในถังสแตนเลสที่บุด้วยเทฟลอนที่ภายในใส่ตัวกวนชนิดแม่เหล็ก (magnetic bar) ทำการปิดฝาถังให้แน่นแล้วนำไปใส่ชุดกวนสารทำการกวนสารเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยไม่มีการให้ความร้อน เมื่อครบเวลา 24 ชั่วโมง แล้วย่นำสารออกมารองและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (D.I. water) ทำการกรองและล้างจนกระทั่งมีค่าความเป็นกรด-เบส (pH) เป็นกลาง จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปล้างด้วยสารละลาย NaOH ตามขั้นตอนที่ได้กล่าวไว้ในตอนต้นจนครบ 5 รอบ



รูปที่ 3.12 กระบวนการล้างแร่โอลิเมนไนต์ด้วยสารละลาย NaOH



รูปที่ 3.13 ขั้นตอนการล้างแร่โอลิเมนไนต์ (a) ชั่งแร่โอลิเมนไนต์ปริมาณ 16 กรัม (b) ผสมแร่โอลิเมนไนต์กับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10 M (c) กวนสารละลายเป็นเวลา 24 ชั่วโมง



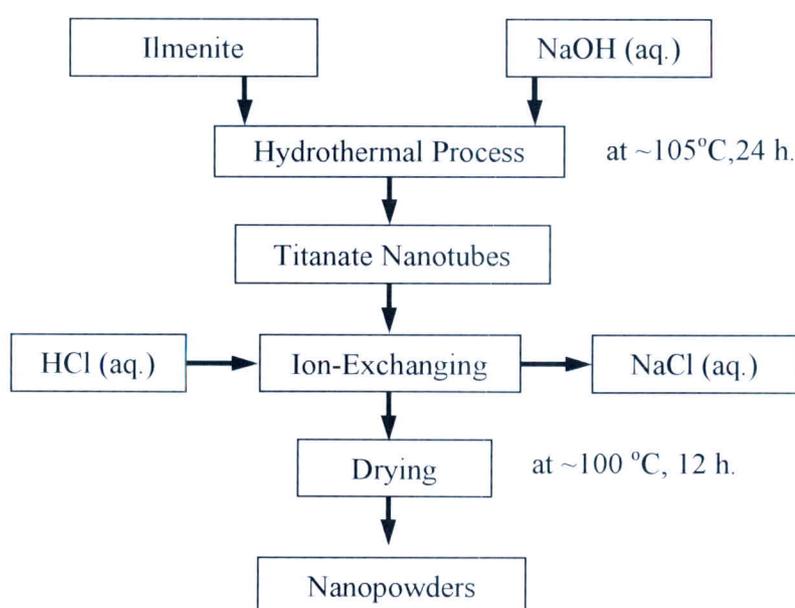
รูปที่ 3.14 การล้างแร่โอลิเมนท์ด้วยน้ำ D.I. จนกระทั่งได้ค่า pH เป็นกลาง



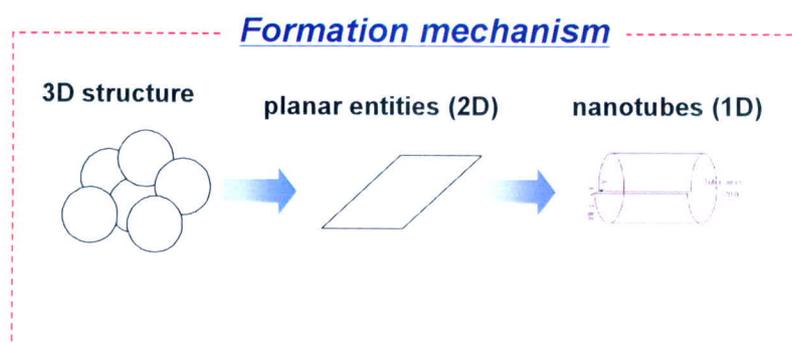
รูปที่ 3.15 การกรองแร่โอลิเมนท์ด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ

ขั้นตอนต่อมาจะทำการสังเคราะห์ท่อนาโนจากแร่โอลิเมนท์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลซึ่งมีกระบวนการสังเคราะห์และกลไกการเกิดท่อนาโน แสดงดังรูปที่ 3.15 และ 3.16 โดยจะนำตัวอย่างแร่โอลิเมนท์ที่ผ่านการล้าง 5 รอบ ผสมลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 10 โมลาร์ ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร สารละลายจะถูกนำไปกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5

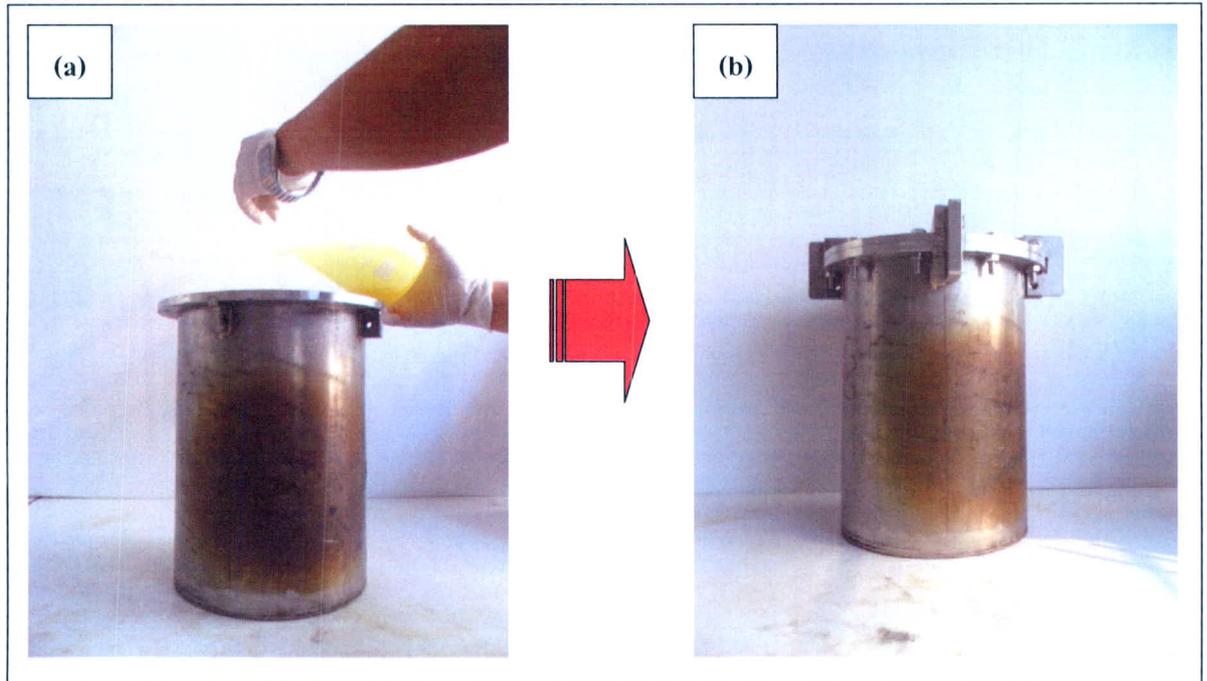
นาที หลังจากกวนสารเสร็จแล้วจึงนำสารละลายไปใส่ในชุดตั้งปฏิกรณ์ ที่ทำด้วย สแตนเลสที่เคลือบด้วยเทฟลอนอยู่ภายใน ดังรูปที่ 3.18 - 3.19 และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 105 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะการกวนอย่างต่อเนื่องด้วยตัวกวนชนิดแม่เหล็ก (Magnetic bar) หลังจากสังเคราะห์เสร็จสิ้นแล้วจึงปล่อยให้ตัวตั้งปฏิกรณ์ให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำสารออกไปล้างกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.1 โมลาร์ และน้ำปราศจากไอออน (Deionized water: DI) กระทั่งมีค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 7 หรือเป็นกลาง แล้วจึงนำสาร ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง



รูปที่ 3.16 กระบวนการการสังเคราะห์ท่อนาโนจากแร่ธรรมชาติ



รูปที่ 3.17 กลไกการเกิดท่อนาโน



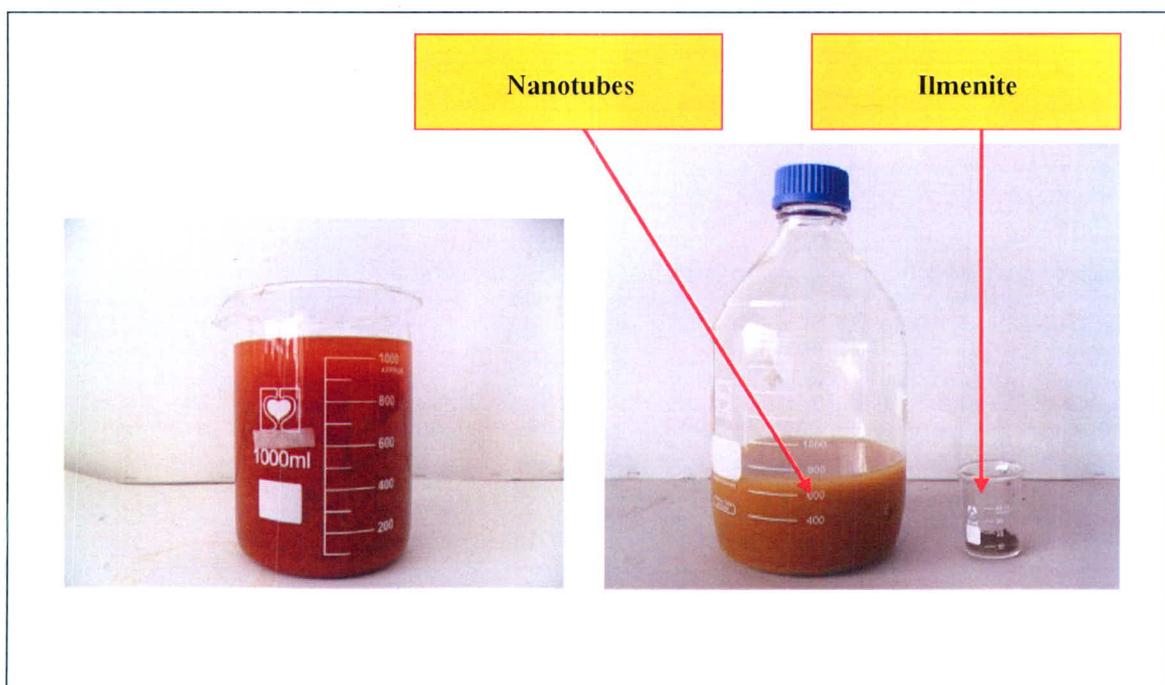
รูปที่ 3.18 การเตรียมการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอน (a) ผสมสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 10 โมลาร์กับ แร่ลignite ที่บดที่ผ่านการล้าง 5 รอบในถังปฏิกรณ์ (b) ปิดฝาถังและล็อคให้แน่น



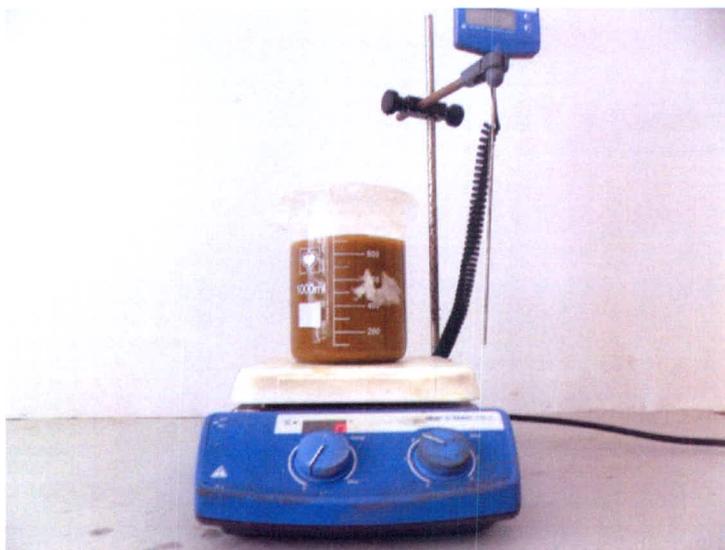
รูปที่ 3.19 การประกอบถังปฏิกรณ์เข้ากับชุดให้ความร้อนและชุดกวนสาร



รูปที่ 3.20 การปรับและควบคุมอุณหภูมิในการสังเคราะห์วัสดุนาโน



รูปที่ 3.21 วัสดุนาโนที่เตรียมได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล



รูปที่ 3.22 การล้างวัสดุนาโนด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์และน้ำปราศจากไอออน (DI)



รูปที่ 3.23 การกรองวัสดุนาโนด้วยเครื่องกรองแบบสุญญากาศ



รูปที่ 3.24 การอบวัสดุนาโนด้วยตู้อบสารเคมี

### 3.4.3 การศึกษาลักษณะและสมบัติทางกายภาพของวัสดุท่อนาโนที่เตรียมได้

การศึกษาคณะสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของท่อนาโนโดยท่อนาโนที่ศึกษาคือท่อนาโนที่ได้จากการนำแร่โอลิเมนที่ผ่านการบดล้างด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น 10 M จำนวน 5 รอบ เพื่อขจัดสิ่งเจือปนก่อนนำไปสังเคราะห์ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งการศึกษาลักษณะและสมบัติทางกายภาพของวัสดุท่อนาโนที่เตรียมได้มีรายละเอียดดังต่อไปนี้คือ โครงร่างผลึกและเฟสของตัวอย่างจะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) (X'Pert PRO MPD model pw3040/60, PANalytical) องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างจะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) (ED-2000, Oxford) ลักษณะโครงสร้างของวัสดุที่เตรียมได้นั้นจะถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (JSM-6510, JEOL) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) (TECNAI G<sup>2</sup>20, FEI) สำหรับพื้นที่ผิวและลักษณะของรูพรุนของตัวอย่างนั้นจะถูกวิเคราะห์โดยเครื่องวัดพื้นที่ผิวด้วยวิธี The Brunauer-Emmett-Teller (BET) (BELSORP-Mini, Rubotherm)

- การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและเฟสของตัวอย่างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) โดยเครื่อง XRD ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ PANalytical, X'Pert PRO MPD model pw3040/60 ดังรูปที่ 3.25



รูปที่ 3.25 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction, XRD)

- การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence, XRF) โดยเครื่อง XRF ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ ED-2000, ED-2000 ดังรูปที่ 3.26



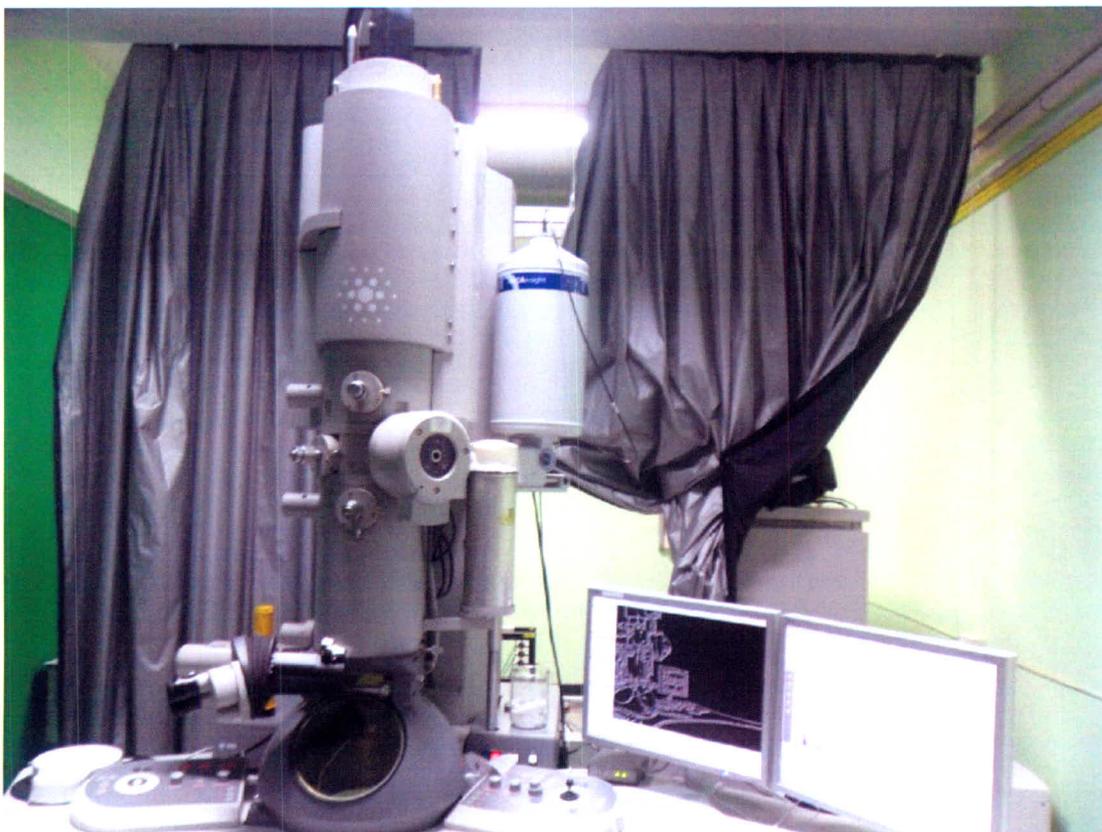
รูปที่ 3.26 เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence, XRF)

- การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) โดยเครื่อง SEM ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ JEOL, JSM-6510 ดังรูปที่ 3.27



รูปที่ 3.27 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

- การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM) โดยเครื่อง TEM ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ FEI, TECNAI G<sup>2</sup>20 ดังรูปที่ 3.28



รูปที่ 3.28 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM)

- การวิเคราะห์พื้นที่ผิวและลักษณะของรูพรุนของตัวอย่างด้วยเทคนิคการดูดซับไนโตรเจนด้วยวิธี BET (The Brunauer-Emmett-Teller, BET) โดยเครื่อง BET ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ Rubotherm, BELSORP-Mini ดังรูปที่ 3.29

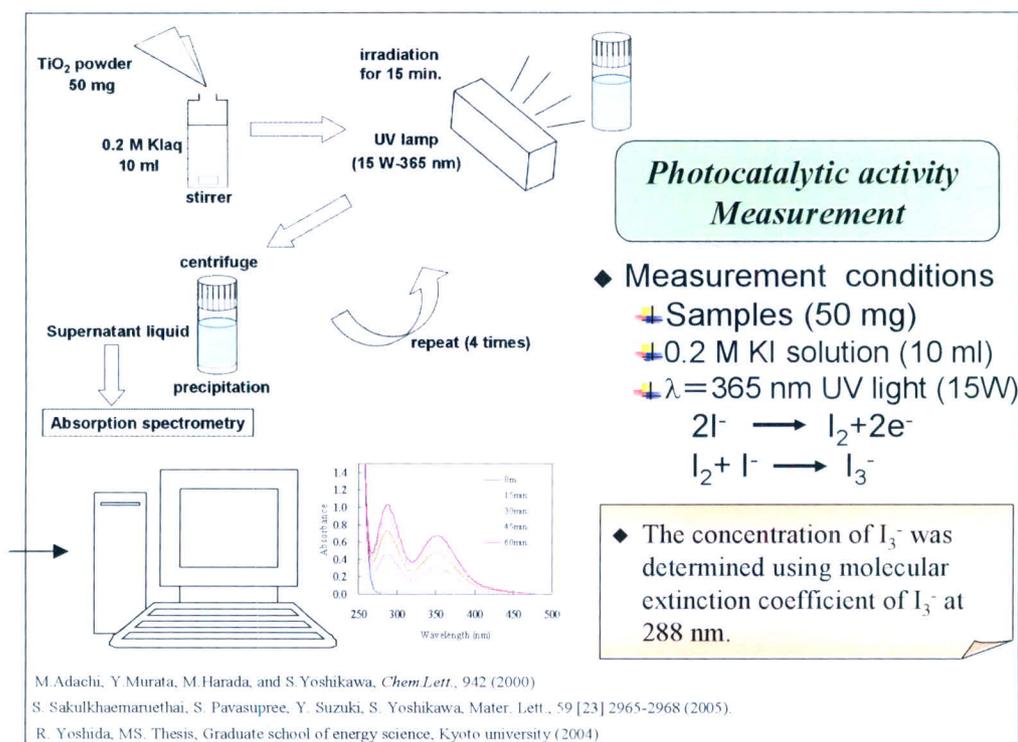


รูปที่ 3.29 เครื่องวัดพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุน (The Brunauer-Emmett-Teller, BET)

#### 3.4.4 การเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของวัสดุนาโนที่เตรียมได้

โดยทำการเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโน, ท่อนาโนจากงานวิจัยก่อนหน้านี้ และ  $\text{TiO}_2$  เซิงพาณิชย์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนนั่นก็คือ P-25, JRC-01, JRC-03, และผงสีขาว (White pigment) เพื่อศึกษาแนวโน้มในการนำมาประยุกต์ใช้ในเชิงอุตสาหกรรม

3.4.5 การทดลองนำเอาวัสดุนาโนที่เตรียมได้ไปใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้แสง โดยทำการปรับปรุงและพัฒนาจาก [19, 24, 27] โดยหลักการและอุปกรณ์การทดลอง สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 3.30 - 3.36 ตามลำดับ

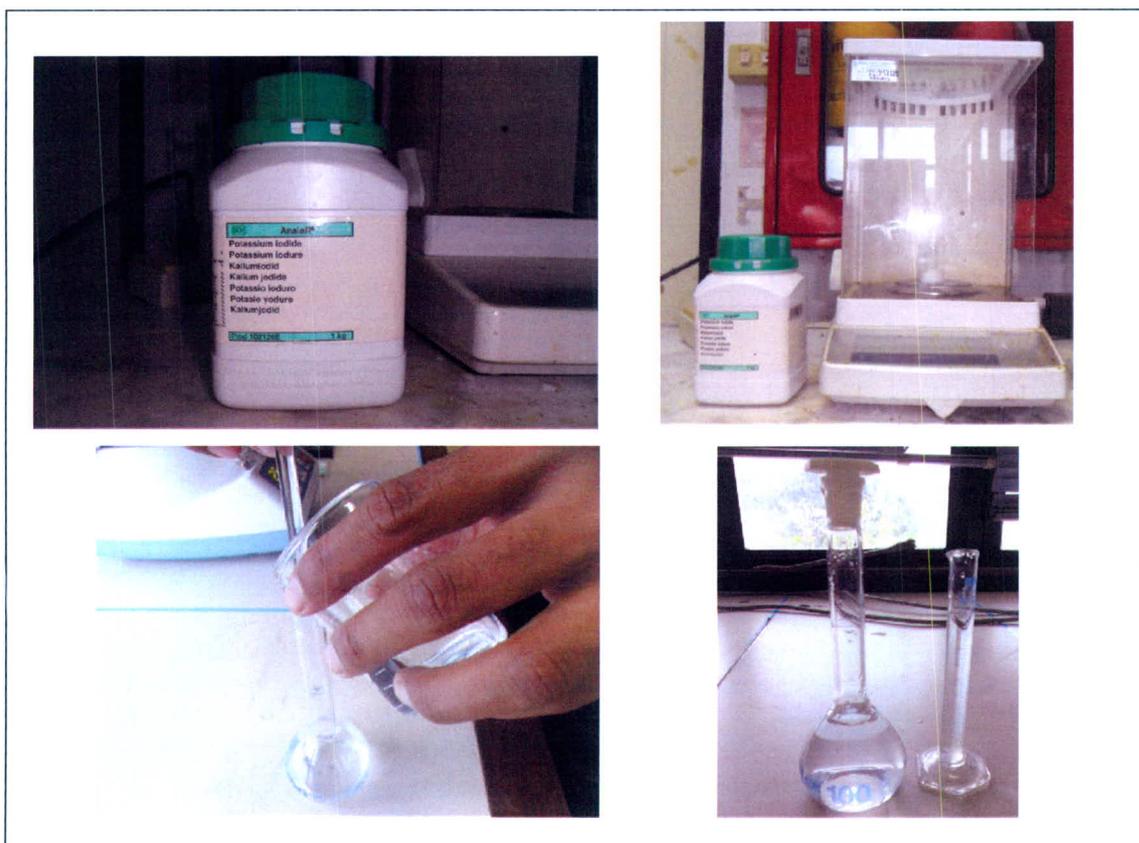


รูปที่ 3.30 หลักการวัดการกระตุ้นปฏิกิริยาโดยใช้แสง [19, 24, 27].

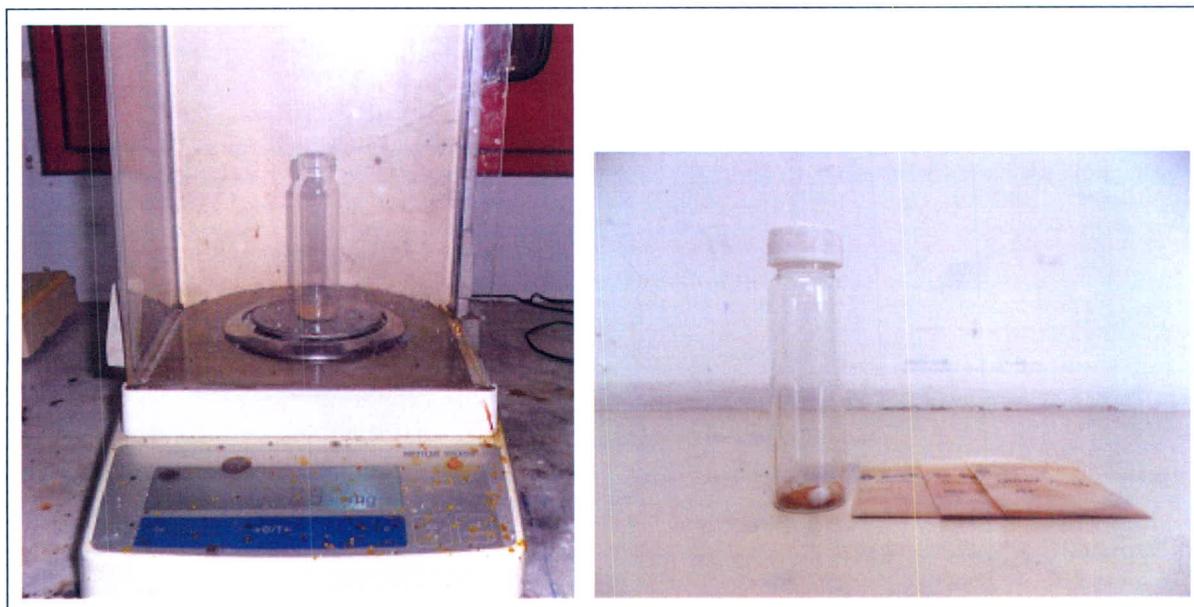
การวัดค่าการกระตุ้นปฏิกิริยาโดยใช้แสง (Photocatalytic activity) การวัดจะวัดจากค่าความเข้มข้นของ  $\text{I}_3^-$  ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาโฟโต้ออกซิเดชันของ  $\text{I}^-$  เป็น  $\text{I}_2$  ในสถานะที่มี  $\text{I}^-$  มากเกินพอ ดังสมการที่ 1 และ 2



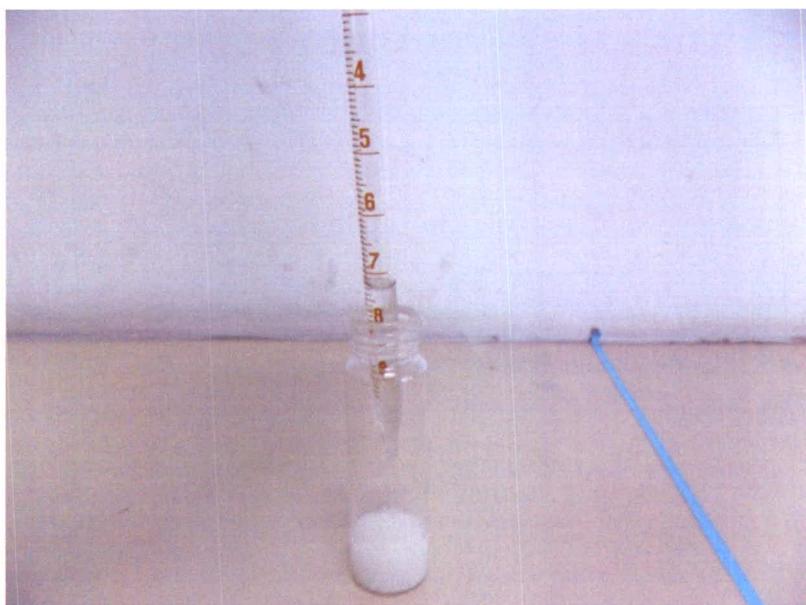
โดยมีวิธีการทดลองคือทำการชั่งวัสดุนาโนที่เตรียมได้ปริมาณ 0.05 กรัม ใส่ในขวดขนาด 15 มิลลิลิตร ที่มีสารละลาย Potassium Iodide (KI) 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปวางไว้ในที่ที่อับแสง จากนั้นทำการให้แสง UV ซึ่งมีความยาวคลื่น 365 nm ที่กำลังไฟฟ้า 15 W ภายใต้การกวน ณ อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการแยกสารละลายด้วยวิธีหมุนเหวี่ยงจากจุดศูนย์กลาง (Centrifuge) แล้วนำมาทำให้เจือจางเป็นจำนวน 10 ครั้ง เพื่อนำไปวัดความเข้มข้นของไอออน ด้วยการดูดซับคลื่นแสงที่มีความยาวคลื่น 288 nm โดยใช้เครื่อง UV-visible spectrophotometer (UV-1601 SHIMADZU) นำค่าที่วัดได้จากเครื่อง UV-visible spectrophotometer ไปคำนวณความเข้มข้นของ  $I_3^-$  (สมบัติการกระตุ้นปฏิกิริยาโดยใช้แสง) ของวัสดุนาโนที่เตรียมได้



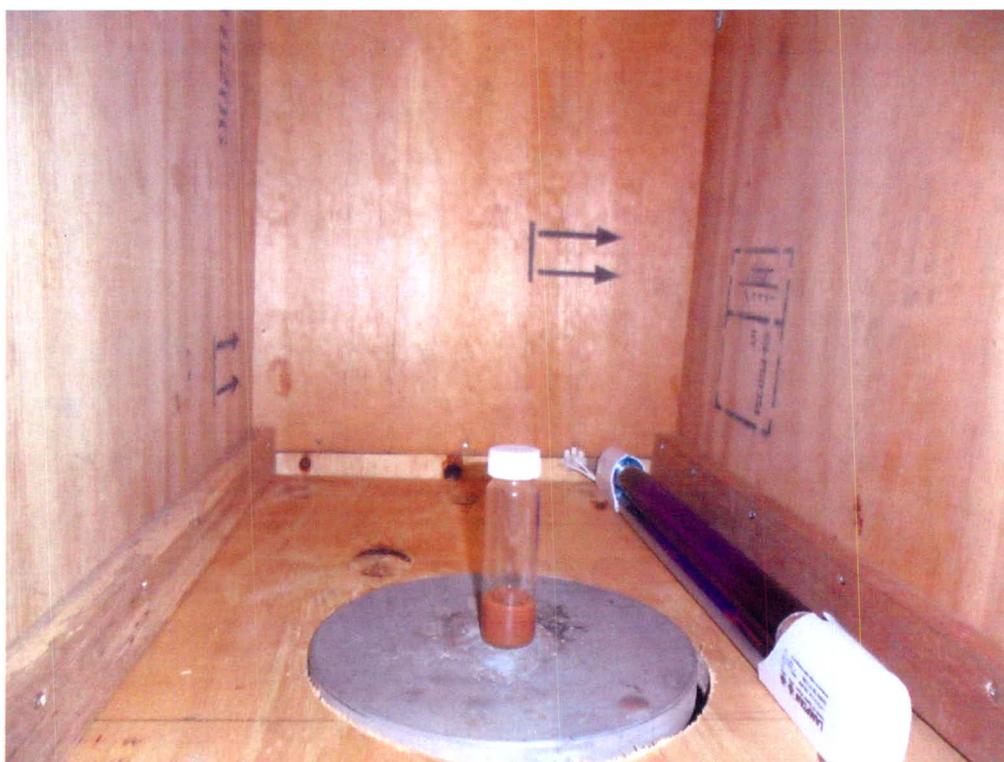
รูปที่ 3.31 การเตรียมสารละลาย Potassium Iodide (KI) 0.2 โมลาร์



รูปที่ 3.32 การชั่งวัสดุนาโนที่เตรียมได้ปริมาณ 0.05 กรัม ใส่ในขวดขนาด 15 มิลลิลิตร



รูปที่ 3.33 การตวงสารละลาย KI 0.2 M ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดที่ชั่งตัวอย่างที่จะทดสอบ สมบัติการกระตุ้นปฏิกิริยาโดยใช้แสง



รูปที่ 3.34 การทดสอบการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้แสงของวัสดุนาโนที่เตรียมโดยใช้แสง UV



รูปที่ 3.35 การตกตะกอนสารตัวอย่างโดยใช้เครื่อง Centrifugal



รูปที่ 3.36 รูปเครื่อง UV Spectrophotometer (UV-1601 SHIMADZU) ใช้สำหรับวัดการดูดกลืนแสงเพื่อใช้ในการคำนวณความเข้มข้นของ  $I_3^-$  (สมบัตการกระตุ้นปฏิกิริยาโดยใช้แสง) ของวัสดุนาโนที่เตรียมได้