

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงในอัตราส่วนร้อยละโดยอะตอมต่างๆ โดยวิธีซอล-เจลแบบดัดแปรเพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำแสง ซึ่งวิธีการทดลองได้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน คือ การสังเคราะห์ การหาลักษณะเฉพาะ และการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาดำแสงในการย่อยสลายประกอบอินทรีย์

3.1 การสังเคราะห์

3.1.1 สารเคมีที่ใช้

- (1) ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) isopropoxide (TTIP), $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) 97% ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (2) ไอรอนไนเตรตโนนไฮเดรต (Iron (III) nitrate ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 98% ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (3) คอปเปอร์ไนเตรตไตรไฮเดรต (Copper (II) nitrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 99.5% ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba
- (4) กรดเอทาไลน์ไดมินเตตระอะซีติก (Ethylenediaminetetraacetic acid, EDTA) 99% ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (5) กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3) 65% ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
- (6) สารละลายแอมโมเนีย (Ammonia solution, NH_3) ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศสหราชอาณาจักร
- (7) ไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า Degussa P25

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้

- (1) บีกเกอร์ขนาด 50, 100, 250, 400, 800 และ 1000 มิลลิลิตร
- (2) ปิเปตขนาด 10 มิลลิลิตร
- (3) ครกบดสารทำด้วย agate

- (4) กระดาษเซลโลเฟน (cellophane membrane)
- (5) แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร
- (6) แท่งแก้วกวนสาร
- (7) ช้อนตักสาร
- (8) เครื่องช่างความละเอียด 4 ตำแหน่ง
- (9) เครื่อง Heater & Stirrer รุ่น IKA C-MAG HS7
- (10) เครื่อง centrifuge สาร รุ่น Hettich Universal 320 ประเทศเยอรมนี
- (11) เตาอบรุ่น VOS-300 SD ผลิตโดยบริษัท Eyela ประเทศญี่ปุ่น
- (12) เตาเผาไฟฟ้า ผลิตโดยบริษัท Lenton Furnace ประเทศอังกฤษ
- (13) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น Philips X' Pert MPD
- (14) เครื่องเคลือบผิวทองคำ
- (15) เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-6355FE ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
- (16) เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) รุ่น JEOL JEM-2010
- (17) เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (Brunauer Emmett Teller, BET) รุ่น Atocob 1 MP, Quantachrome
- (18) เครื่องฟูริเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) รุ่น IR510 ผลิตโดยบริษัท Nicolet ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (19) เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี (UV-Vis diffuse reflectance spectrophotometry) รุ่น Lambda 650S

3.1.3 การเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงโดยวิธีโซล-เจลแบบดัดแปร

สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ได้แก่ ไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์, ไอรอนไนเตรต, คอปเปอร์ไนเตรต, กรดไนตริกเข้มข้น และน้ำกลั่นบริสุทธิ์

3.1.3.1 การเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

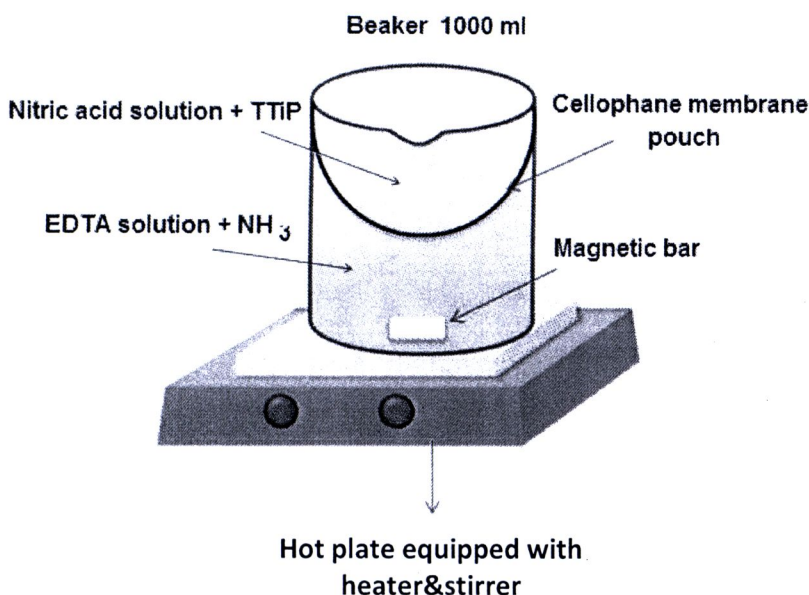
- (1) เตรียมสารละลายกรดไนตริกโดยใช้กรดไนตริกเข้มข้นปริมาณ 3.5 มิลลิลิตรลงในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ 500 มิลลิลิตร (แบ่งมาใช้ครั้งละ 250 มิลลิลิตร)
- (2) เติมไทเทเนียมไอโซโพรพอกไซด์ 20 มิลลิลิตรลงไปอย่างช้าๆ ในสารละลายที่ถูกลั่นอยู่ตลอดเวลา จะเกิดตะกอนสีขาวขึ้นทันทีและเกิดเป็นสารแขวนลอยสีขาวขุ่น ซึ่งสารแขวนลอยนี้จะถูกลั่นอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จนกระทั่งได้สารละลายที่ใส
- (3) สารละลายที่ใสที่ได้จะถูกปรับพีเอชโดยใช้กระดาษเซลโลเฟนทำเป็นถุงคล้ายถุงกาแฟเพื่อใส่สารละลายที่ใสของไทเทเนียมไดออกไซด์ไว้ในรูป 3.1 จากนั้นล้างด้วยสารละลาย EDTA ที่มีความเข้มข้น 0.001 โมลลาร์ในน้ำปริมาณ 1000 มิลลิลิตร (แบ่งมาใช้ 700 มิลลิลิตร) และ เติมแอมโมเนียปริมาณ 20 มิลลิลิตร ให้ความร้อนประมาณ 70–80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- (4) นำสารผสมของไทเทเนียมไดออกไซด์ล้างด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์ 2-3 ครั้งโดยการปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่อง centrifuge ความเร็ว 5000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที จนกระทั่ง $\text{pH} = 7$
- (5) นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและบดเป็นผง
- (6) นำผงที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- (7) ได้ผงของไทเทเนียมไดออกไซด์สีขาว

3.1.3.2 การเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง

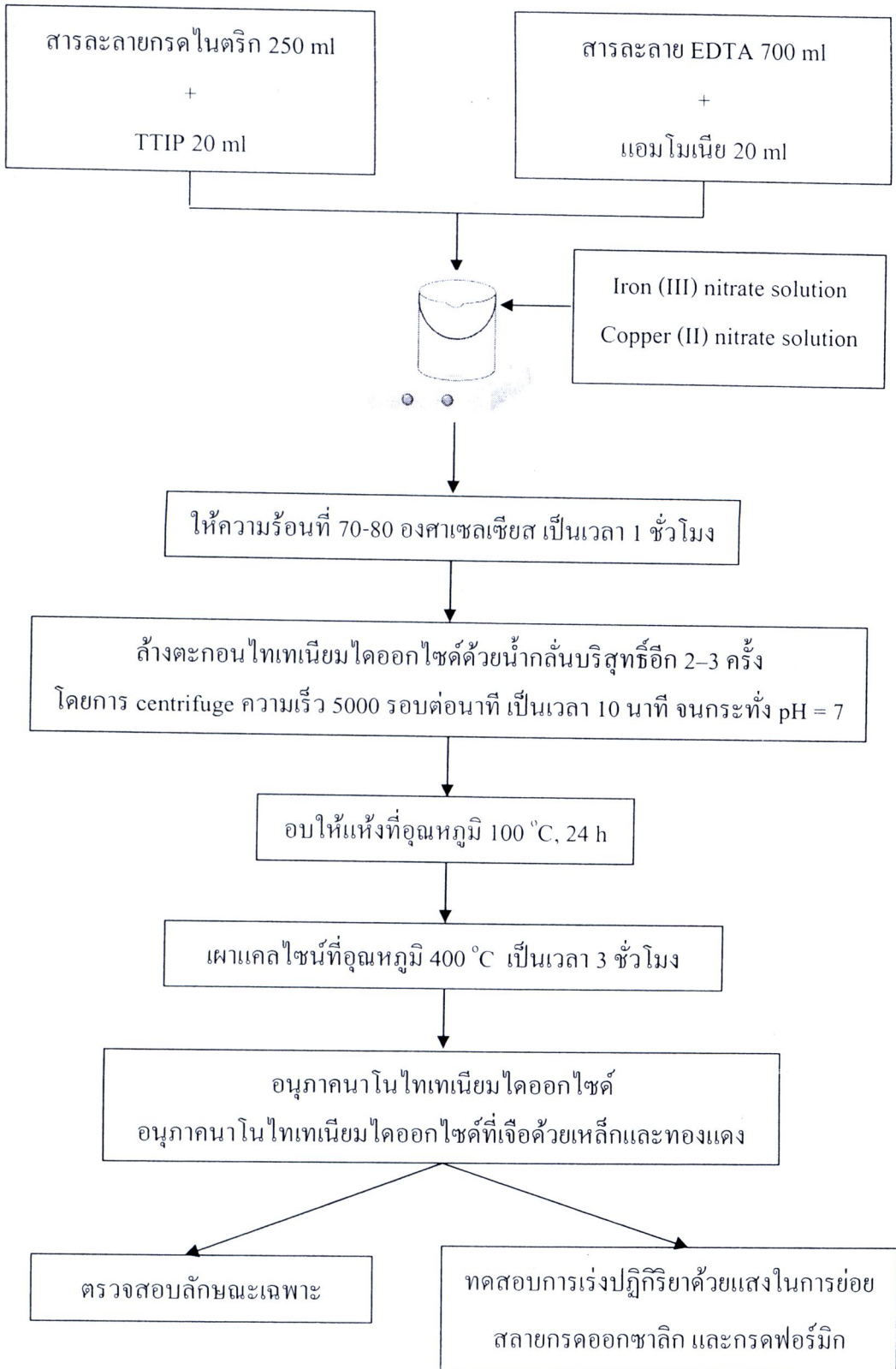
- (1) กรณิเจือด้วยเหล็กให้เตรียมสารละลายไอรอนไนเตรต โดยละลายไอรอนไนเตรตปริมาณที่คำนวณเป็นน้ำหนักแล้วจากร้อยละ 0.5 1.0 2.0 5.0 และ 7.0 โดยอะตอมในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ 2 มิลลิลิตร

- (2) กรณิเจือด้วยทองแดงให้เตรียมสารละลายคอปเปอร์ไนเตรด โดยละลายคอปเปอร์ไนเตรดปริมาณที่คำนวณเป็นน้ำหนักแล้วจากร้อยละ 0.5 1.0 2.0 และ 5.0 โดยอะตอมในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ 2 มิลลิลิตร
- (3) เตรียมสารละลายตามข้อ (1)–(3) ในหัวข้อ 3.1.3.1 โดยหดยคสารละลายไอรอนไนเตรด (กรณิเจือด้วยเหล็ก) และสารละลายคอปเปอร์ไนเตรด (กรณิเจือด้วยทองแดง) หลังจากให้อุณหภูมิประมาณ 70–80 องศาเซลเซียส คนสารทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง
- (4) ปฏิบัติตามข้อ (4)–(6) ในหัวข้อ 3.1.3.1
- (5) ได้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กเป็นสีน้ำตาล ซึ่งสีน้ำตาลจะเข้มขึ้นตามปริมาณการเจือเหล็กที่เพิ่มขึ้น
- (6) ได้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงเป็นสีเขียว ซึ่งสีเขียวจะเข้มขึ้นตามปริมาณการเจือทองแดงที่เพิ่มขึ้น

สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง สามารถเขียนสรุปลำดับขั้นตอนเป็นแผนผังได้ดังรูป 3.2



รูป 3.1 แสดงการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ด้วยวิธีซอล-เจลแบบดัดแปร



รูป 3.2 ลำดับขั้นตอนการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีโซล-เจล

3.2 วิธีการหาลักษณะเฉพาะและวิธีการวิเคราะห์

3.2.1 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

1) วิเคราะห์โครงสร้างเฟสของสารตัวอย่าง

นำตัวอย่างที่ได้จากการเผามาบดให้ละเอียด ใช้ช้อนตักสารตักใส่ลงใน Holder ให้เต็ม ใช้แท่งอะลูมิเนียมกดอัดให้แน่น หลังจากนั้นนำกระจกสไลด์ปิดส่วนเกินออก แล้วนำฐานมาประกบปิด นำออกมาจากแท่นแล้วนำไปติดตั้งในส่วนของตัวอย่างที่เครื่อง XRD โดยกำหนดพารามิเตอร์ดังนี้

มุมเริ่มต้น (Start angle) = 20°

มุมสิ้นสุด (End angle) = 80°

ขนาดของขั้นตอน (Step size) = 0.01°

เวลาต่อขั้นตอน (Time/ step) = 3.00 sec

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ = Cu (K $_{\alpha 1}$)

ศักย์ไฟฟ้า = 40 kV

กระแสไฟฟ้า = 35 mA

สภาวะในการวิเคราะห์ = บรรยากาศปกติ

จากนั้นนำข้อมูลที่ได้เปรียบเทียบกับฐานข้อมูลจาก Joint Committee Powder Diffraction Standards (JCPDS file)

2) วิเคราะห์องค์ประกอบเฟสและหาการเปลี่ยนแปลงปริมาณของหน่วยเซลล์ด้วยวิธี Rietveld refinement โดยใช้โปรแกรม X'Pert High Score Plus เวอร์ชัน 2.0.1

3) วิเคราะห์ขนาดผลึกจากสมการของ Scherrer (Scherrer's equation)

การวิเคราะห์ขนาดผลึก สามารถวิเคราะห์ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์โดยใช้สมการของ Scherrer ดังสมการ 3.1

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta_{(anatase,rutile)} \cos \theta} \quad (3.1)$$

เมื่อ D คือ ขนาดผลึกเฉลี่ย

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์เรย์ที่ใช้

θ คือ มุมแบรกก์ (เรเดียน)

β คือ half width of the full maximum, HWFM (เรเดียน)

3.2.2 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) และเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ (Energy dispersive spectrometry, EDS)

1) นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในเอทานอลปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใช้เครื่องอัลตราโซนิกสั่นให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว

2) หยดสารลงบนสตั๊ปที่ติดด้วยเทปทองแดงหรือเทปอลูมิเนียม (กรณีของอนุภาคนาโนไทเทเนียมที่เจือด้วยเหล็กจะใช้สตั๊ปที่ติดด้วยเทปทองแดง ส่วนในกรณีของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงจะใช้สตั๊ปที่ติดด้วยเทปอลูมิเนียม) จากนั้นระเหยแห้งที่อุณหภูมิห้อง

3) นำตัวอย่างที่เตรียมบนสตั๊ปแล้วไปเคลือบทองคำเพื่อให้สารตัวอย่างนำไฟฟ้าด้วยวิธี sputtering

4) ตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยกล้อง SEM และวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค EDS

5) วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาค

3.2.3 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM)

1) นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในเอทานอลปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใช้เครื่องอัลตราโซนิกสั่นให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว

2) หยดสารลงบนกริดทองแดง (copper grid) แล้วทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ

3) ตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยกล้อง TEM

4) วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาค

5) วิเคราะห์แบบรูปการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน

6) วิเคราะห์การแทรกสอดของอิเล็กตรอน

3.2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรดเพกโตรสโกปี (Fourier transform infrared spectrophotometry, FTIR)

การสั่นของอะตอมหรือหมู่ของอะตอมภายในโมเลกุลมีระดับพลังงานเฉพาะและพลังงานการดูดกลืนของการสั่นเหล่านี้ตกอยู่ในช่วงรังสีสีแดงถึงรังสีไมโครเวฟของรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า โมเลกุลที่ลักษณะโครงสร้างง่าย ๆ ก็สามารถให้การดูดกลืนที่ซับซ้อนได้ และมีลักษณะเป็นแบบที่

เฉพาะ อย่างไรก็ตามโมเลกุลของสารประกอบจะประกอบด้วยอะตอมหลากหลายชนิดต่อกันด้วยพันธะต่าง ๆ กัน ทำให้พันธะเหล่านี้เกิดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่มีลักษณะและอยู่ในช่วงความถี่ที่ค่อนข้างเฉพาะ การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดจึงเป็นเทคนิคที่สำคัญและใช้กันมากสำหรับการตรวจสอบและจำแนกสารอินทรีย์ ซึ่งการเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR เตรียมได้ดังนี้คือ

- 1) นำสารตัวอย่างมาอบให้แห้งและบดให้ละเอียด
- 2) นำสารตัวอย่างบดผสมกับ potassium bromide (KBr) ในอัตราส่วน 1:10 แล้วบดผสมให้ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน
- 3) นำไปอัดเป็นแผ่นฟิล์มบางด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก โดยให้แสงทะลุผ่านได้
- 4) นำแผ่นฟิล์มบางไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR
- 5) วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่เกิดจากการสั่นของโมเลกุลของสารอินทรีย์

3.2.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค UV-vis diffuse reflectance spectrophotometry (UV-vis

DRS)

- 1) นำผงของสารตัวอย่าง 0.2 กรัม ใส่ลงในช่องใส่ตัวอย่างของเครื่อง UV-vis DRS
- 2) นำตัวอย่างที่เตรียมเสร็จแล้ววิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-vis DRS
- 3) นำข้อมูลมาวิเคราะห์ช่วงความยาวคลื่นของการดูดกลืนแสง
- 4) แปลผลเพื่อวิเคราะห์หาค่าแถบช่องว่างพลังงาน

ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง UV-vis DRS เป็นค่าการการสะท้อนแสงที่ความยาวคลื่นต่างๆ จากค่าการสะท้อนแสงสามารถเปลี่ยนเป็นค่าการดูดกลืนแสงได้โดยใช้ฟังก์ชันของ Kubelka-Munk (K-M) หรือ remission function, $F(R_\infty)$ ดังแสดงในสมการที่ 3.2

$$F(R_\infty) = \frac{(1 - R_\infty)^2}{2R_\infty} \quad (3.2)$$

$$\text{โดยที่} \quad R_\infty = \frac{I}{I_0} \quad (3.3)$$

เมื่อ R_∞ คือ ค่าการสะท้อนแสงที่สัมพันธ์กับความหนาของตัวอย่าง

($\infty \rightarrow 1$ = เกิดการสะท้อนแสงทั้งหมด, $\infty \rightarrow 0$ = เกิด

การทะลุผ่านของแสงหรือการดูดกลืนแสง)

I คือ ความเข้มของแสงที่ตกกระทบ

I_0 คือ ความเข้มของแสงที่กระเจิง

แถบช่องว่างพลังงานสามารถหาได้จากความสัมพันธ์ระหว่างสมการที่ 3.4 และ 3.5

$$[F(R_\infty)h\nu]^2 \quad (3.4)$$

$$E_g = h\nu = \frac{hc}{\lambda_{onset}} = \frac{1241}{\lambda_{onset}} \quad (3.5)$$



เมื่อ $F(R_\infty)$ คือ ฟังก์ชันของ Kubelka-Munk

$h\nu$ คือ พลังงานโฟตอน ($eV, 1.602 \times 10^{-19} J$)

h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ ($6.626 \times 10^{-34} J \cdot s$)

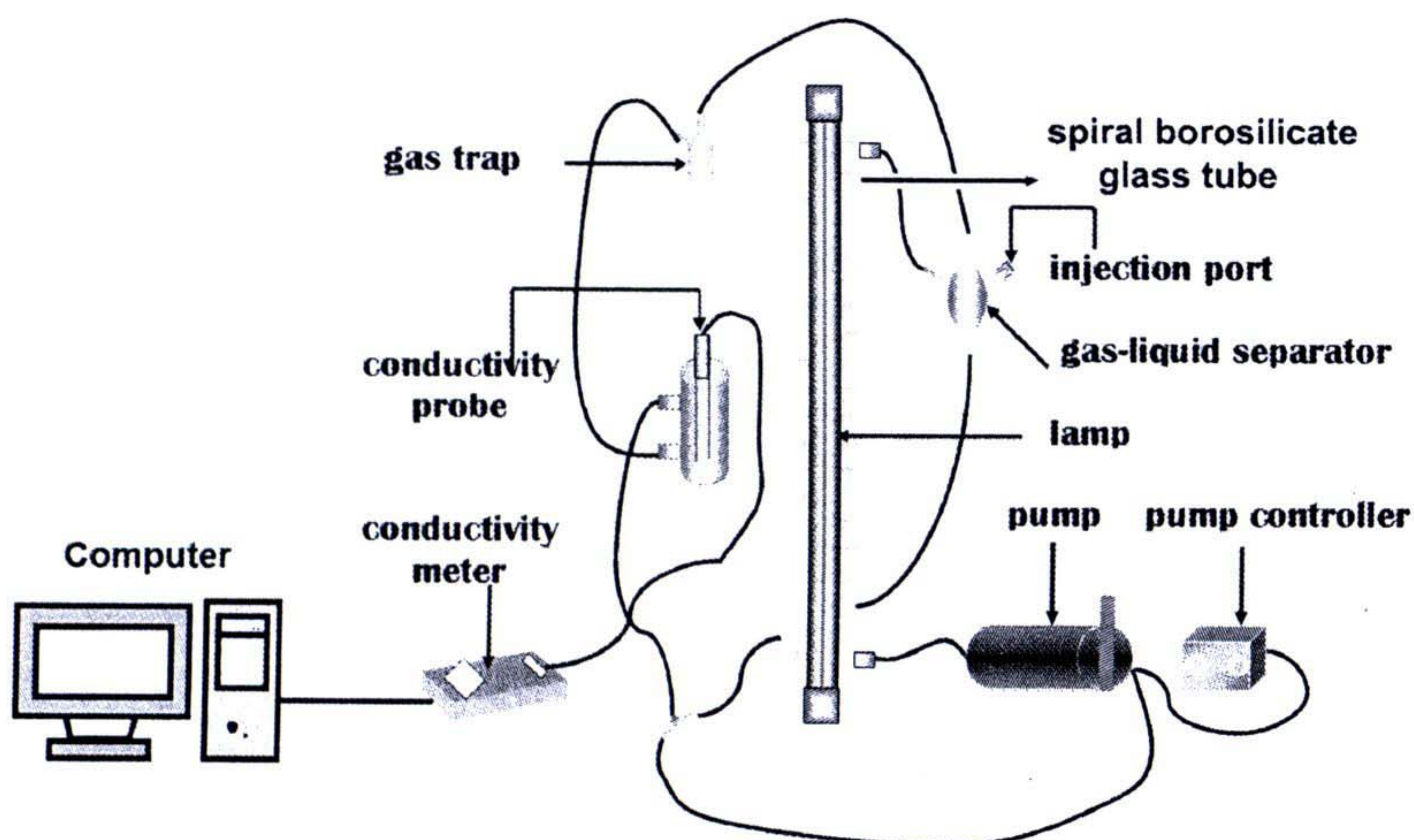
c คือ ความเร็วแสง ($2.998 \times 10^8 m/s$)

λ_{onset} คือ ความยาวคลื่นในช่วงที่ทำการทดลอง (nm)

3.2.6 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค Brunauer Emmett and Teller (BET)

- 1) ใช้สารตัวอย่างที่บดละเอียดแล้วประมาณ 1 กรัม
- 2) กำจัดไอน้ำที่เกาะอยู่บนพื้นผิวเดิมออกด้วยวิธี outgassing ผ่านแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 3) นำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ

3.3 การทดสอบการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง



รูป 3.3 แผนผังของ photoreactor สำหรับทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์

รูป 3.3 แสดงการติดตั้งระบบ photoreactor สำหรับการทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ เริ่มจากเมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงมาละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์แล้วเติมเข้าไปในระบบของ photoreactor ตรง injection port จากนั้นปรับการไหลของสารละลายตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงให้เหมาะสมด้วยปั๊มรีดสารละลายของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจะไหลในระบบผ่าน spiral glass tube ที่ล้อมรอบหลอดไฟสำหรับใช้เป็นแสงในปฏิกิริยา ในปฏิกิริยาแก๊สที่เกิดขึ้นจะลอยขึ้นผ่านสายยางด้านบนของ injection port ไปยังตำแหน่งของ gas trap แล้วส่งไปยังหัววัด (conductivity probe) จากนั้นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะทำปฏิกิริยากับน้ำกลายเป็นกรดคาร์บอนิกซึ่งสามารถนำไฟฟ้าได้ จากนั้นบันทึกข้อมูลเป็นค่าการนำไฟฟ้า นำไปแปรผลอยู่ในปริมาณของไมโครกรัมคาร์บอน

สำหรับสารละลายของตัวเร่งปฏิกิริยานั้นเมื่อถูกเติมเข้าไปในระบบของ photoreactor อาจมีแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ติดอยู่ในระบบก่อนการฉีดสารประกอบอินทรีย์เข้าไป ดังนั้นจึงจำเป็นต้องกำจัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ส่วนนั้นออกไปก่อน โดยการเปิดหลอดยูวีที่มีพลังงานสูงกว่าแสงวิสิเบิลในระบบเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หรือจนกว่าแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เหล่านั้นจะหมดไปจากระบบก่อนทำการทดสอบ

ในการทดสอบความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง สารประกอบอินทรีย์ที่นำมาใช้ทดสอบในปฏิกิริยาการย่อยสลายคือ กรดออกซาลิก และกรดฟอร์มิก มีขั้นตอนการทดลองดังนี้คือ

3.3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- กรดเปอร์คลอริก (perchloric acid, HClO_4) 70% ผลิตโดยบริษัท Pzureac
- กรดออกซาลิก (oxalic acid, $(\text{COCH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 99.5% ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba
- กรดฟอร์มิก (formic acid, HCOOH) 90% ผลิตโดยบริษัท BDH ประเทศอังกฤษ
- ผงอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ผงอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง และผงไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

3.3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- คอมพิวเตอร์ + ซอร์ฟแวร์

- เครื่องอ่านค่าการนำไฟฟ้า + หัววัด (conductivity meter + probe) รุ่น Eutech CoN1500
- เครื่องวัดค่า pH รุ่น Eutech PC5500
- บั๊มรีดสำหรับควบคุมการไหลของของเหลวในระบบ รุ่น BT600-2J
- หลอดไฟยูวีเอ รุ่น Sylvania 18 วัตต์ ($\lambda = 315-400 \text{ nm}$)
- หลอดไฟฟลูออเรสเซนต์ รุ่น Sylvania fluorescent 18 วัตต์ + ฟิลเตอร์กรองแสงให้เหลือความยาวคลื่นสูงกว่า 400 นาโนเมตร
- สายยางทนกรด-เบส
- ไมโครไซริงค์ (microsyringe)
- ไมโครปิเปต
- เครื่องอัลตราโซนิก
- Beaker 150 ml
- Dropper

3.3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.3.1 ปรับเทียบเครื่องโฟโตรีแอคเตอร์สำหรับการทดสอบการย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรอฟอรั่มิก $500 \mu\text{g C}$

- (1) เตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ 1 กรัมต่อลิตร ในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ โดยชั่งไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ 0.1 กรัม ผสมในน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วนำไปเขย่าให้เข้ากันด้วยเครื่องอัลตราโซนิก
- (2) เปิดบั๊ม ล้างเครื่องโฟโตรีแอคเตอร์ด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์ประมาณ 2-3 ครั้ง เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีสิ่งปนเปื้อน
- (3) นำไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ที่เตรียมไว้เทใส่ลงไปในระบบของเครื่องโฟโตรีแอคเตอร์ ปิดฝาให้แน่นสนิท เปิดหลอดยูวีเอเพื่อกำจัดแก๊สคาร์บอนที่อาจติดค้างภายในระบบของเครื่องโฟโตรีแอคเตอร์เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง หรือรอจนสังเกตได้ว่าค่าการนำไฟฟ้าที่วัดได้นั้นคงที่
- (4) ปิดหลอดยูวีเอและเปิดฝาที่ใช้เทสารใส่เครื่องโฟโตรีแอคเตอร์ออก ล้าง หัววัดคาร์บอนด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์ รอให้ค่าการนำไฟฟ้าในระบบกลับสู่ค่าต่ำสุด

- (5) ทำการฉีดกรดออกซาลิก ที่มีปริมาณคาร์บอนเท่ากับ 100 300 500 700 และ 1000 $\mu\text{g C}$ โดยก่อนทำการฉีดกรดออกซาลิกแต่ละครั้งจะต้องรอจนกว่าค่าการนำไฟฟ้าคงที่
- (6) บันทึกค่าการนำไฟฟ้า ที่เพิ่มขึ้น โดยใช้โปรแกรม Cybercomm Professional 500 และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(C)$ และ $\ln(\Delta k)$ เมื่อ C คือ ปริมาณอะตอมคาร์บอน และ (Δk) คือ ค่าการนำไฟฟ้าที่เปลี่ยนไป จะได้กราฟเป็นเส้นตรง สามารถใช้กราฟนี้เปลี่ยนค่าการนำไฟฟ้าเป็นปริมาณอะตอมคาร์บอนที่ถูกละลายไปได้

3.3.3.2 ขั้นตอนการทดลองการย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรดฟอรั่มิก

- (1) เตรียมสารละลายกรดออกซาลิก และกรดฟอรั่มิก (500 $\mu\text{g C}$ ในสารละลาย 100 μL)
- (2) เตรียม suspension ของสารตัวอย่าง 0.1 g ในน้ำกลั่นบริสุทธิ์ 100 ml ในบีกเกอร์ขนาด 150 ml
- (3) นำ suspension มาทำการสั่นเพื่อให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาที
- (4) นำ suspension มาปรับ pH ให้เท่ากับ 3 โดยใช้ดรอพเปอร์หยดกรดเปอร์คลอริก ความเข้มข้น 0.2 M ในการปรับ
- (5) นำ suspension มาเติมลงไปในระบบของ photoreactor และใช้ไมโครปิเปตดูดตะกอนของสารตัวอย่างที่เหลืออยู่เข้าไปในระบบให้หมด จากนั้นปรับระดับการไหลให้เหมาะสม
- (6) เปิดหลอดยูวีเอเพื่อกำจัดคาร์บอนที่อาจติดค้างอยู่ในระบบเป็นเวลา 1 ชั่วโมงก่อนที่จะทำการฉีดกรดออกซาลิกหรือกรดฟอรั่มิก
- (7) เปลี่ยนจากหลอดยูวีเอเป็นหลอดหลอดวิสเบิล แล้วนำไมโครไพริ่งค์ดูดและฉีดกรดออกซาลิกหรือกรดฟอรั่มิก 100 μL ลงไปในระบบของ photoreactor
- (7) บันทึกค่าและแปรผล
- (8) วิเคราะห์ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาคายแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาคายแสง