

บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

ในบทนี้ได้กล่าวถึงผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง สำหรับนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำรงแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ ประกอบไปด้วย ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง ผลการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง ด้วยเทคนิคต่างๆ และผลการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาดำรงแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์

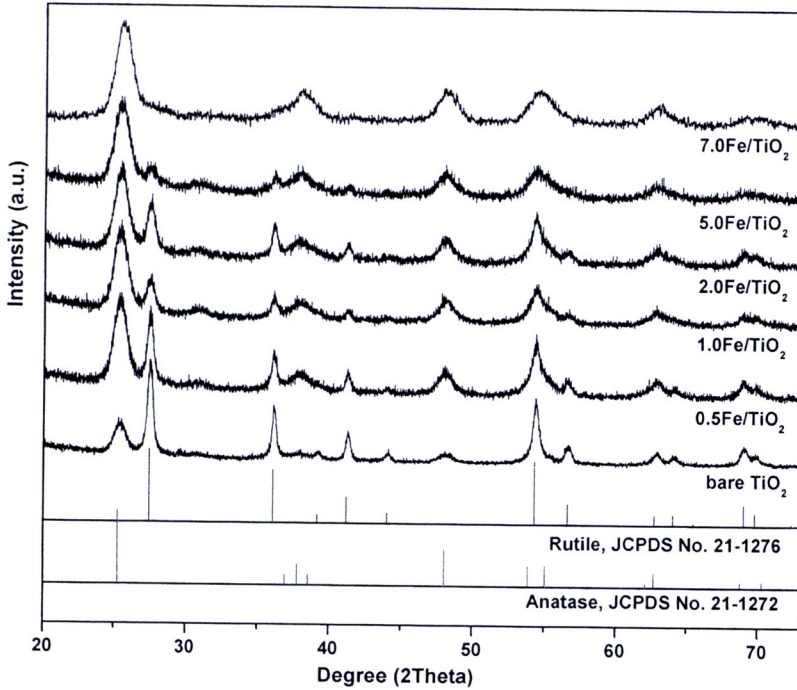
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงในปริมาณร้อยละโดยอะตอมต่างๆ

ตาราง 4.1 ลักษณะทางกายภาพ และน้ำหนักของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงในปริมาณร้อยละโดยอะตอมต่างๆ

ตัวอย่าง	ลักษณะของผง
Bare TiO ₂	สีขาวเนื้อเดียวกัน
0.5 at% Fe doped TiO ₂ 1.0 at% Fe doped TiO ₂ 2.0 at% Fe doped TiO ₂ 5.0 at% Fe doped TiO ₂ 7.0 at% Fe doped TiO ₂	การเจือด้วยเหล็กปริมาณน้อยๆ ทำให้ผงมีลักษณะเป็นสีน้ำตาลอ่อนๆ และมีสีน้ำตาลเข้มขึ้นตามปริมาณการเจือเหล็กที่เพิ่มขึ้น
0.5 at% Cu doped TiO ₂ 1.0 at% Cu doped TiO ₂ 2.0 at% Cu doped TiO ₂ 5.0 at% Cu doped TiO ₂	การเจือด้วยทองแดงปริมาณน้อยๆ ทำให้ผงมีลักษณะเป็นสีเขียวอ่อนๆ และมีสีเขียวเข้มขึ้นตามปริมาณการเจือทองแดงที่เพิ่มขึ้น

4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

4.2.1 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก



รูป 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กในปริมาณต่างๆ และผ่านการเฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่ามีโครงสร้างเป็นเฟสผสมระหว่างอะนาเทสกับรูไทล์ ทั้งสองเฟสนี้มีโครงสร้างเป็นแบบเทตระโกนอล โดยที่ได้ผลแสดงดังรูป 4.1 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล Joint Committee Powder Diffraction Standards, JCPDS file ปรากฏว่าโครงสร้างเฟสอะนาเทสตรงกับ JCPDS file หมายเลข 21-1272 โดยมีพีคหลักขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.28 และ 48.05 ซึ่งตรงกับระนาบ (101) และ (200) ตามลำดับ ส่วนโครงสร้างเฟसरูไทล์เมื่อตรวจสอบแล้วพบว่าตรงกับ JCPDS file หมายเลข 21-1276 โดยมีพีคหลักขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.45 และ 36.09 ซึ่งตรงกับระนาบ (110) และ (101) ตามลำดับ

ตาราง 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างการเจือด้วยเหล็กที่ปริมาณต่างๆ กับค่ามุม 2θ

ตัวอย่าง	ค่ามุม 2θ (degree) ของระนาบหลัก			
	Anatase (101)	Anatase (200)	Rutile (110)	Rutile (101)
Standard	25.28	48.05	27.45	36.09
Bare TiO ₂	25.28	48.01	27.45	36.22
0.5Fe/TiO ₂	25.32	47.93	27.56	36.06
1.0Fe/TiO ₂	25.41	47.77	27.54	36.11
2.0Fe/TiO ₂	25.46	47.96	27.53	36.02
5.0Fe/TiO ₂	25.29	47.98	27.47	37.91
7.0Fe/TiO ₂	25.34	48.02	-	-

ตาราง 4.3 การเปลี่ยนแปลงปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

ตัวอย่าง	แลตทิซพารามิเตอร์(nm) (Anatase)		ปริมาตร หน่วยเซลล์ (nm ³)	แลตทิซพารามิเตอร์ (nm) (Rutile)		ปริมาตร หน่วยเซลล์ (nm ³)
	a	c		a	c	
Standard	3.785	9.513	136.3	4.593	2.959	62.43
Bare TiO ₂	3.778	9.548	136.3	4.594	2.957	62.40
0.5Fe/TiO ₂	3.783	9.527	136.3	4.595	2.957	62.45
1.0Fe/TiO ₂	3.785	9.532	136.5	4.599	2.959	62.58
2.0Fe/TiO ₂	3.795	9.491	136.7	4.62	2.9	61.96
5.0Fe/TiO ₂	3.782	9.516	136.2	4.596	2.96	62.53
7.0Fe/TiO ₂	3.781	9.52	136.1	4.594	2.9578	62.43

จากการตรวจสอบพิกัดหลักของทั้งโครงสร้างอะนาเทสและรูไทล์เทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (Standard ; Anatase = JCPDS no. 21-1072, Rutile = JCPDS no. 21-1076) พบว่าพิกัดหลักนั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งค่ามุม 2θ ซึ่งอาจจะเป็นผลมาจากการเจือด้วยเหล็กในปริมาณต่างๆ เนื่องจากรัศมีไอออนของอะตอมเหล็กและไทเทเนียมนั้นใกล้เคียงกัน คือ รัศมีไอออนของอะตอม

เล็กเท่ากับ 0.156 nm และรัศมีอ็อกตอนของอะตอมไทเทเนียมเท่ากับ 0.176 nm ซึ่งอะตอมของเหล็กนั้นสามารถเข้าไปแทนที่อะตอมของไทเทเนียมได้ การเปลี่ยนแปลงตำแหน่งฟิสิกหลักนั้นเป็นผลเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงแลททิซพารามิเตอร์ a และ แลททิซพารามิเตอร์ c ในโครงสร้างเตตระโกนอลของไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งส่งผลทำให้ปริมาตรหน่วยเซลล์ในโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กนั้นมีปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงไปด้วย

ตาราง 4.4 องค์ประกอบเฟส และขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

ตัวอย่าง	ขนาดผลึกเฉลี่ย (nm)		องค์ประกอบเฟส (wt%)	
	อะนาเทส ระนาบ (101)	รูไทล์ ระนาบ (110)	อะนาเทส	รูไทล์
bare TiO ₂	9.0	17.9	33.40	66.60
0.5 at.% Fe-doped TiO ₂	8.5	16.4	75.20	24.80
1.0 at.% Fe-doped TiO ₂	8.4	16.8	81.45	18.45
2.0 at.% Fe-doped TiO ₂	8.9	13.4	86.30	13.70
5.0 at.% Fe-doped TiO ₂	8.1	20.1	89.99	10.01
7.0 at.% Fe-doped TiO ₂	8.2	19.7	90.80	9.20

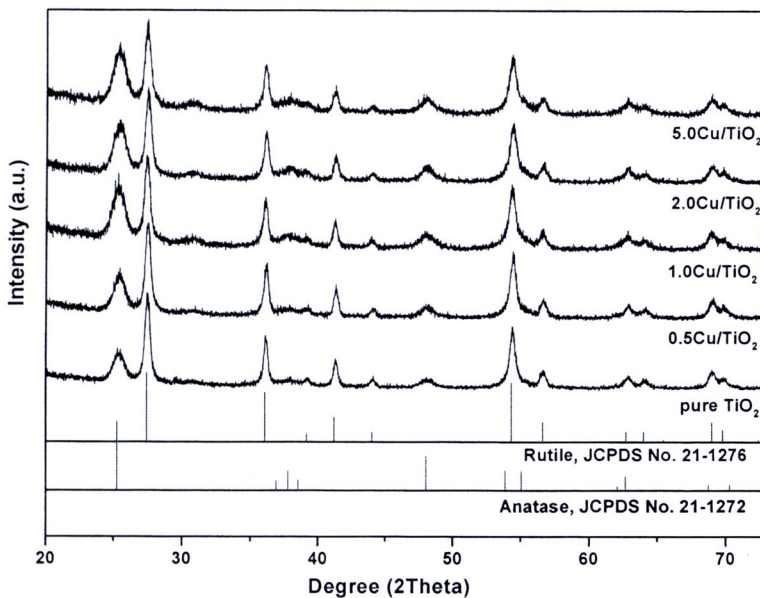
ตาราง 4.4 แสดงองค์ประกอบเฟส และขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก จากการวิเคราะห์ขนาดผลึกโดยคำนวณจากสมการของ Scherrer ดังสมการที่ 3.1 พบว่าโครงสร้างอะนาเทสมีขนาดผลึกเฉลี่ยใกล้เคียงกันที่ 8.1–9.0 นาโนเมตร การเจือด้วยเหล็กทำให้ผลึกของอะนาเทสมีขนาดเล็กลง โดยที่ตัวอย่างของ 5.0 at.% Fe-doped TiO₂ มีขนาดผลึกอะนาเทสเฉลี่ยเล็กที่สุดเท่ากับ 8.1 นาโนเมตร ส่วนขนาดผลึกของเฟसरูไทล์เฉลี่ยนั้นมีขนาดอยู่ในช่วง 13.4–20.1 นาโนเมตร และพบว่าขนาดผลึกรูไทล์เฉลี่ยของตัวอย่าง 5.0 at.% Fe-doped TiO₂ มีขนาดใหญ่ที่สุดเท่ากับ 20.1 นาโนเมตร

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์จะสังเกตเห็นว่าลักษณะฟิสิกมีความเข้มต่ำแสดงให้เห็นว่ามีความเป็นผลึกต่ำ แต่ฐานของฟิสิกกว้างแสดงให้เห็นว่ามีขนาดผลึกที่เล็ก ดังที่สังเกตได้จาก

รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของเฟสอะนาเทสในระนาบ (101) เมื่อปริมาณการเจือด้วยเหล็กที่เพิ่มขึ้นทำให้ฐานฟิล์มนั้นกว้างขึ้น ขนาดผลึกมีขนาดที่เล็กลง และมีความเข้มฟิล์ที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือด้วยเหล็ก แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วยเหล็กในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ทำให้ความเป็นผลึกสูงขึ้นด้วย ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ของ Scherrer

องค์ประกอบเฟสซึ่งเป็นการวิเคราะห์อัตราส่วนของปริมาณเฟสอะนาเทสและเฟสรูไทล์ที่เกิดขึ้น โดยองค์ประกอบเฟสนี้วิเคราะห์จากวิธี Rietveld refinement และพบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กในปริมาณที่เพิ่มขึ้น จะทำให้ปริมาณเฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้นด้วยในขณะที่ปริมาณเฟสรูไทล์ลดลง ดังนั้นอาจเป็นไปได้ว่าการเจือด้วยเหล็กเข้าไปในไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นไปขัดขวางการเกิดขึ้นของเฟสรูไทล์

4.2.2 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง



รูป 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงในปริมาณต่างๆ และผ่านการเฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่ามีโครงสร้างเป็นเฟส

ผลระหว่างอะนาเทสกับรูไทล์ ทั้งสองเฟสนั้นมีโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล โดยที่ได้ผล
แสดงดังรูป 4.2 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล Joint Committee Powder Diffraction Standards,
JCPDS file ปรากฏว่าโครงสร้างเฟสอะนาเทสตรงกับ JCPDS file หมายเลข 21-1272 โดยมีพีค
หลักขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.28 และ 48.05 ซึ่งตรงกับระนาบ (101) และ (200) ตามลำดับ
ส่วนโครงสร้างเฟสรูไทล์เมื่อตรวจสอบแล้วพบว่าตรงกับ JCPDS file หมายเลข 21-1276 โดยมีพีค
หลักขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.45 และ 36.09 ซึ่งตรงกับระนาบ (110) และ (101) ตามลำดับ
ทั้งสองเฟสมี JCPDS file หมายเลขที่ตรงกับในกรณีของการเจือด้วยเหล็ก

ตาราง 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างการเจือด้วยทองแดงที่ปริมาณต่างๆ กับค่ามุม 2θ

ตัวอย่าง	ค่ามุม 2θ (degree) ของระนาบหลัก			
	Anatase (101)	Anatase (200)	Rutile (110)	Rutile (101)
Standard	25.28	48.05	27.45	36.09
Bare TiO ₂	25.29	48.01	27.45	36.22
0.5 at% Cu doped TiO ₂	25.50	48.08	27.45	36.20
1.0 at% Cu doped TiO ₂	25.35	47.93	27.43	36.17
2.0 at% Cu doped TiO ₂	25.55	48.02	27.45	36.15
5.0 at% Cu doped TiO ₂	25.35	48.09	27.42	36.12

ตาราง 4.6 การเปลี่ยนแปลงปริมาตรหน่วยเซลล์ของโครงสร้างเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์
บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง

ตัวอย่าง	แลตทิซพารามิเตอร์(nm) (Anatase)		ปริมาตร หน่วยเซลล์ (nm ³)	แลตทิซพารามิเตอร์(nm) (Rutile)		ปริมาตร หน่วยเซลล์ (nm ³)
	a	c		a	c	
Standard	3.785	9.514	136.3	4.593	2.959	62.43
Bare TiO ₂	3.778	9.548	136.3	4.594	2.957	62.40
0.5Cu/TiO ₂	3.777	9.547	136.2	4.594	2.956	62.37
1.0Cu/TiO ₂	3.776	9.543	136.1	4.594	2.955	62.36
2.0Cu/TiO ₂	3.779	9.538	136.2	4.594	2.957	62.41
5.0Cu/TiO ₂	3.777	9.544	136.1	4.593	2.955	62.35

จากการตรวจสอบพิกัดหลักของทั้งโครงสร้างอะนาเทสและรูไทล์เทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (Standard ; Anatase = JCPDS no. 21-1272, Rutile = JCPDS no. 21-1276) พบว่าพิกัดหลักนั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งค่ามุม 2θ ซึ่งอาจจะเป็นผลมาจากการเจือด้วยทองแดงในปริมาณต่างๆ เนื่องจากรัศมีอะตอมของทองแดงและไทเทเนียมนั้นใกล้เคียงกัน คือ รัศมีไอออนของอะตอมทองแดงเท่ากับ 0.154 nm และรัศมีไอออนของอะตอมไทเทเนียมเท่ากับ 0.176 nm ซึ่งอะตอมของหลักนั้นสามารถเข้าไปแทนที่อะตอมของไทเทเนียมได้ แต่การแทนที่กันของอะตอมทองแดงกับอะตอมไทเทเนียมจะยากกว่าในกรณีของการเจือด้วยเหล็ก เพราะวรัศมีไอออนของอะตอมเหล็กกับรัศมีไอออนของอะตอมไทเทเนียมนั้นมีความใกล้เคียงกันมากกว่า การเปลี่ยนแปลงตำแหน่งพิกัดหลักนั้นมีผลมาจากมีการเปลี่ยนแปลงแลตทิซพารามิเตอร์ a และแลตทิซพารามิเตอร์ c ในโครงสร้างแบบเทอร์โกนอลของไทเทเนียมไดออกไซด์ และส่งผลทำให้ปริมาตรหน่วยเซลล์ในโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นมีปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงไปด้วย

ตาราง 4.7 องค์ประกอบเฟส ขนาดผลึก และพื้นที่ผิวจำเพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ที่เคลือบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

ตัวอย่าง	ขนาดผลึกเฉลี่ย (nm)		องค์ประกอบเฟส (wt%)	
	อะนาเทส ระนาบ (101)	รูไทล์ ระนาบ (110)	อะนาเทส	รูไทล์
bare TiO ₂	9.0	17.9	33.40	66.60
0.5 at.% Cu-doped TiO ₂	9.1	17.4	37.00	63.00
1.0 at.% Cu-doped TiO ₂	8.7	16.8	42.27	57.73
2.0 at.% Cu-doped TiO ₂	9.0	15.6	53.90	46.10
5.0 at.% Cu-doped TiO ₂	9.0	15.4	57.50	42.50

จากตาราง 4.7 แสดงองค์ประกอบเฟส และขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง พบว่าโครงสร้างอะนาเทสมีขนาดผลึกเฉลี่ยอยู่ในช่วง 8.7–9.1 นาโนเมตร การเจือด้วยทองแดงทำให้ผลึกของอะนาเทสมีขนาดเปลี่ยนแปลงที่น้อยมาก ส่วนขนาดผลึกของเฟसरูไทล์เฉลี่ยนั้นมีขนาดอยู่ในช่วง 15.4–21.9 นาโนเมตร และพบว่าขนาดผลักรูไทล์เฉลี่ยของตัวอย่าง 5.0 at% Fe-doped TiO₂ มีขนาดใหญ่ที่สุดเท่ากับ 20.1 นาโนเมตร

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์จะสังเกตได้ว่าลักษณะพีกมีความเข้มต่ำแสดงให้เห็นว่ามีความเป็นผลึกต่ำ แต่ฐานของพีกกว้างแสดงให้เห็นว่ามีขนาดผลึกที่เล็ก ดังที่สังเกตได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ของเฟสอะนาเทสในระนาบ (101) เมื่อปริมาณการเจือด้วยทองแดงที่เพิ่มขึ้นฐานพีกนั้นมีความกว้างเท่าเดิม แสดงให้เห็นว่าขนาดผลึกมีขนาดใกล้เคียงกัน และมีความเข้มพีกที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือด้วยทองแดง แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วยเหล็กในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ทำให้ความเข้มพีกสูงขึ้นด้วย ในขณะที่ความเข้มพีกของเฟสรูไทล์ในระนาบ (200) มีความเข้มพีกใกล้เคียงกันทั้งหมด แสดงให้เห็นว่ามีความเป็นผลึกใกล้เคียงกัน แต่ฐานพีกนั้นกว้างขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการเจือทองแดงที่เพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเจือด้วยทองแดงที่ปริมาณเพิ่มขึ้นทำให้ขนาดของผลึกเล็กลงด้วย

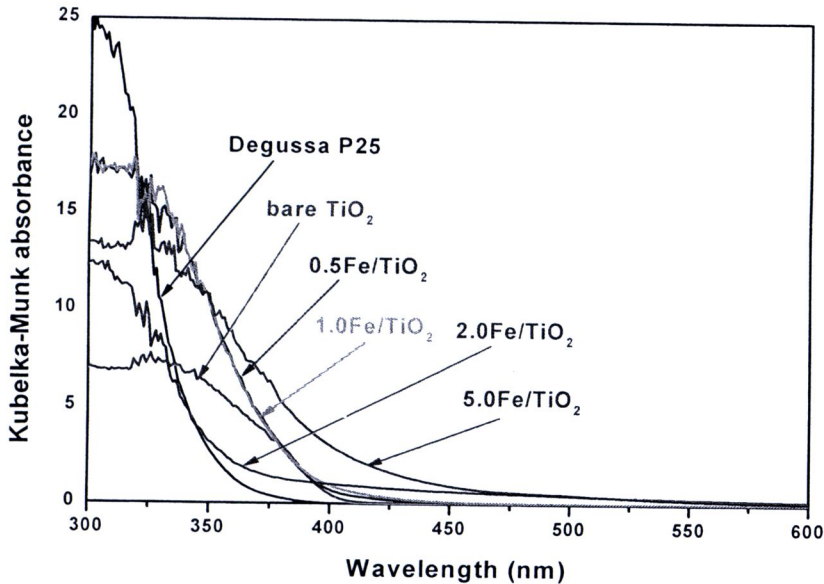
จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วยวิธี Rietveld refinement พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงในปริมาณที่เพิ่มขึ้น จะทำให้ปริมาณเฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้นด้วยในขณะที่ปริมาณเฟสรูไทล์ลดลง ดังนั้นอาจเป็นไปได้ว่าการเจือด้วยทองแดงเข้าไปในไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นทำให้เกิดการต่อต้านการเกิดขึ้นของเฟสรูไทล์ แต่เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีของการเจือด้วยเหล็กนั้น การลดลงขององค์ประกอบเฟสรูไทล์จากการเจือด้วยทองแดงเกิดขึ้นน้อยกว่า

4.3 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค UV-vis diffuse reflectance spectrophotometry (UV-vis DRS)

4.3.1 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค UV-vis DRS ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

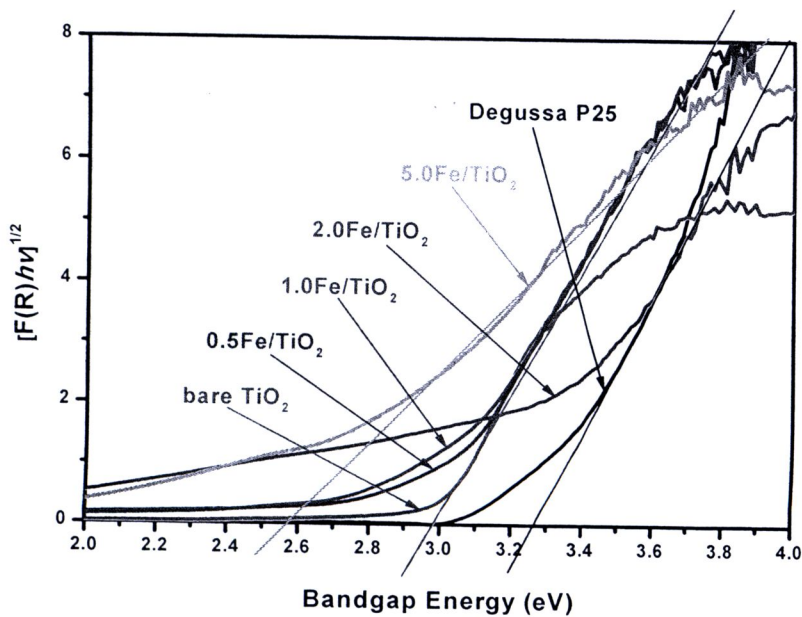
ช่วงของการดูดกลืนแสงของตัวอย่างหาได้จากการสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างฟังก์ชันของ Kubelka-Munk จากสมการ 3.2 และความยาวคลื่น โดยให้ ฟังก์ชันของ Kubelka-Munk เป็นแกน y และความยาวคลื่นเป็นแกน x จากนั้นลากเส้นสัมผัสตัดแกน x ที่ $y = 0$ ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างประมาณได้จากความยาวคลื่นที่เส้นสัมผัสนั้นตัดผ่าน ส่วนการหาแถบช่องว่างพลังงานหาได้จากการสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสมการ 3.4 และสมการ 3.5 จากนั้น โดยให้สมการ 3.4 เป็นแกน y และสมการ 3.5 เป็นแกน x จากนั้นลากเส้นสัมผัสตัดแกน x ที่ $y = 0$ ซึ่งแถบช่องว่างพลังงานของตัวอย่างประมาณได้จากความยาวคลื่นที่เส้นสัมผัสนั้นตัดผ่าน การหาค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างจากความฟังก์ชันของ Kubelka-Munk จะคลาดเคลื่อนจากความจริงเนื่องจากการทดลองด้วยเครื่อง UV-vis DRS อิเล็กตรอนบางส่วนมี

การสูญเสียพลังงานจึงไม่สามารถเปลี่ยนมาเป็นพลังงานโฟตอนได้ทั้งหมด ดังนั้นค่าการดูดกลืนแสงที่ถูกต้องสามารถหาได้โดยใช้แถบช่องว่างพลังงานคำนวณโดยใช้สมการ 3.5



รูป 4.3 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

รูป 4.3 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ช่วงของการดูดกลืนแสงสามารถหาได้โดยลากเส้นสัมผัสของแต่ละสเปกตรัมจากความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับ Kubelka-Munk absorbance โดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์จะดูดกลืนแสงในช่วงของแสงยูวีที่ความยาวคลื่นต่ำกว่า 400 นาโนเมตร จากผลการทดลอง พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 350 นาโนเมตร ซึ่งดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงของแสงยูวีอย่างชัดเจน ไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 415 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่เข้าใกล้ความยาวคลื่นของแสงวิสิเบิล ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กนั้นดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิล ยกเว้นตัวอย่างไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 2.0 โดยอะตอม ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 370 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงของแสงยูวี ตัวอย่างที่มีการดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิลที่ความยาวคลื่นสูงที่สุด คือไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 430 นาโนเมตร



รูป 4.4 สเปกตรัมการหาแถบช่องว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

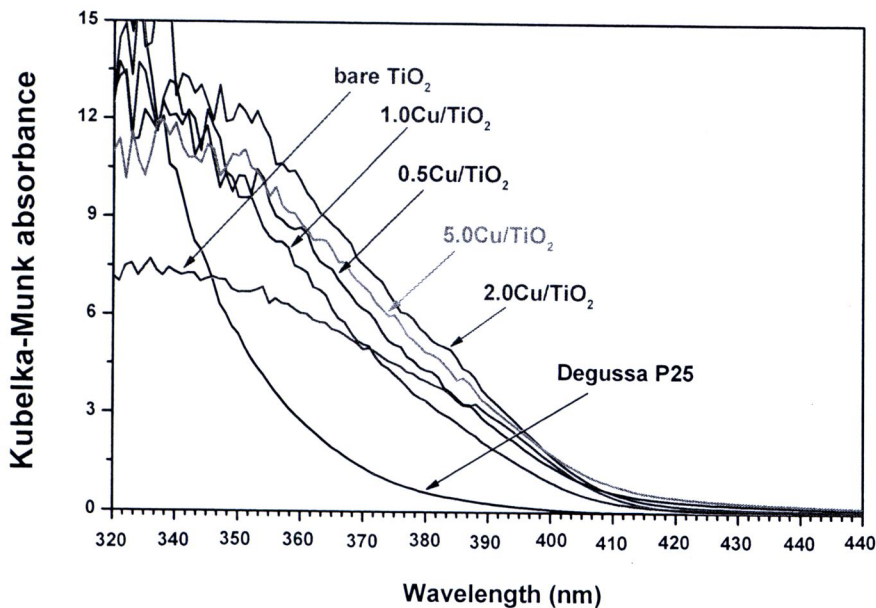
แถบช่องว่างพลังงานหาได้โดยการลากเส้นสัมผัสของแต่ละสเปกตรัมจากความสัมพันธ์ระหว่าง Bandgap energy (eV) กับ $[F(R_{\infty})/h\nu]^{1/2}$ ซึ่งแสดงดังรูป 4.4 และสามารถสรุปค่าของแถบช่องว่างพลังงานของแต่ละตัวอย่างได้ ดังตาราง 4.8 จากการทดลองตัวอย่างของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม ให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำสุดคือประมาณ 2.56 eV ซึ่งมีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

ตาราง 4.8 ค่าการดูดกลืนแสงและแถบช่องว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

ตัวอย่าง	ความยาวคลื่น (nm)	แถบช่องว่างพลังงาน (eV)
Degussa P25	~384	~3.23
Bare TiO ₂	~415	~2.99
0.5 at.% Fe-doped TiO ₂	~414	~3.00
1.0 at.% Fe-doped TiO ₂	~414	~3.00
2.0 at.% Fe-doped TiO ₂	~376	~3.30
5.0 at.% Fe-doped TiO ₂	~485	~2.56

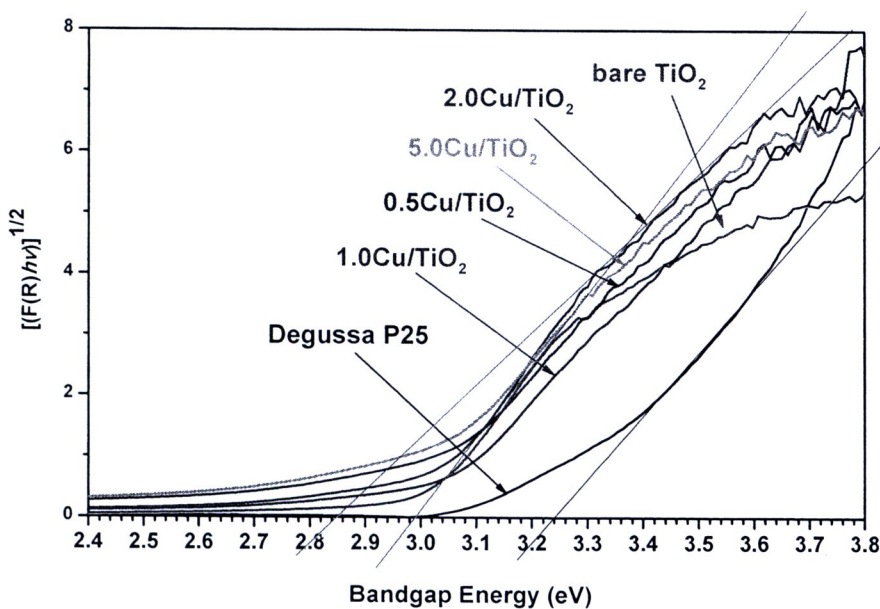
จากความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ กับแถบช่องว่างพลังงาน ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วยเหล็กนั้นสามารถช่วยให้มีการดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิล และมีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำลง จึงคาดได้ว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กนั้นจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำรงแสงได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า การที่มีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำกว่าจะเป็นข้อได้เปรียบสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาดำรงแสง เนื่องจากใช้พลังงานแสงที่ต่ำกว่าในการกระตุ้นอิเล็กตรอนแล้วเกิดปฏิกิริยา ในทางกลับกันตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีแถบช่องว่างพลังงานที่สูงนั้นจึงจำเป็นต้องใช้พลังงานแสงที่สูงจึงสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาได้

4.3.2 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค UV-vis DRS ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)



รูป 4.5 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

จากรูป 4.5 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ช่วงของการดูดกลืนแสงสามารถหาได้ด้วยวิธีเดียวกันกับกรณีของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก จากผลการทดลอง พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร ซึ่งดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงของแสงยูวีอย่างชัดเจน ไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 415 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่เข้าใกล้ความยาวคลื่นของแสงวิสิเบิล ส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงนั้นดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิลที่ความยาวคลื่นประมาณ 400–420 นาโนเมตร ตัวอย่างที่มีการดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิลที่ความยาวคลื่นสูงที่สุด คือไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม ดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 420 นาโนเมตร



รูป 4.6 สเปกตรัมการหาแถบช่องว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงและไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

รูป 4.6 แสดงสเปกตรัมการหาแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยาดำแสง และสามารถสรุปค่าของแถบช่องว่างพลังงานของแต่ละตัวอย่างได้ ดังตาราง 4.9 จากการทดลอง ตัวอย่างของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม ให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำสุดคือประมาณ 2.82 eV ซึ่งมีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

ตาราง 4.9 ค่าการดูดกลืนแสงและแถบช่องว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

ตัวอย่าง	ความยาวคลื่น (nm)	แถบช่องว่างพลังงาน (eV)
Degussa P25	~384	~3.23
Bare TiO ₂	~415	~2.99
0.5 at.% Cu-doped TiO ₂	~428	~2.90
1.0 at.% Cu-doped TiO ₂	~424	~2.93
2.0 at.% Cu-doped TiO ₂	~435	~2.85
5.0 at.% Cu-doped TiO ₂	~421	~2.95

จากความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ กับแถบช่องว่างพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) แสดงให้เห็นว่าการเจือด้วยทองแดงนั้นสามารถช่วยให้มีการดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิล และมีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำลง จึงคาดได้ว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงนั้นจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดูดกลืนแสงภายใต้แสงวิสิเบิลได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า แต่อย่างไรก็ตามไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอมนั้นมีการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ต่ำกว่าในกรณีของการเจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม และทำให้มีแถบช่องว่างพลังงานที่สูงกว่า ซึ่งทำให้สามารถคาดได้ว่าในกรณีของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอมนั้นน่าจะมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาดูดกลืนแสงได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม

4.4 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area)

ตัวอย่างที่ถูกนำมาตรวจสอบพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค Brunauer Emmett and Teller, BET นั้นได้ตรวจสอบภายใต้สภาวะดังนี้คือ

Absorbate	=	Nitrogen gas
Out gas temperature	=	100°C
Out gas time	=	3-4 hours
Operating time	=	44.1–49.3 min

4.4.1 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

จากการทดลอง พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กซึ่งได้แสดงไว้ดังตาราง 4.10 จากการตรวจสอบพบว่าการเจือด้วยเหล็กนั้นจะช่วยให้มีพื้นที่ผิวสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปราศจากการเจือด้วยเหล็ก โดยที่อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอมนั้นให้พื้นที่ผิวสูงที่สุดเท่ากับ 134 m²/g ในขณะที่อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปราศจากการเจือด้วยเหล็กนั้นมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 87.5 m²/g ซึ่งพื้นที่ผิวมีความสอดคล้องกับผลของขนาดผลึกเฉลี่ยที่คำนวณจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยใช้สมการที่ของ Scherrer คือไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กมีขนาดผลึกที่เล็กลง และผลของการเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวจำเพาะนั้นแสดงให้เห็นว่าอนุภาคนั้นมีขนาดเล็กลงด้วย การที่อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงนั้นมีขนาดเล็กหรือมีพื้นที่ผิวมากนั้น ทำให้สามารถคาดได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงนั้นมีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดใหญ่หรือมีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อย เนื่องจากการมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงนั้นจะทำให้มีบริเวณผิวสัมผัสที่จะทำปฏิกิริยาบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงสูงขึ้นด้วย

ตาราง 4.10 พื้นที่ผิวจำเพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m ² /g)
Bare TiO ₂	87.5
0.5 at.% Fe-doped TiO ₂	117
1.0 at.% Fe-doped TiO ₂	95
2.0 at.% Fe-doped TiO ₂	109
5.0 at.% Fe-doped TiO ₂	134

4.2.2 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง

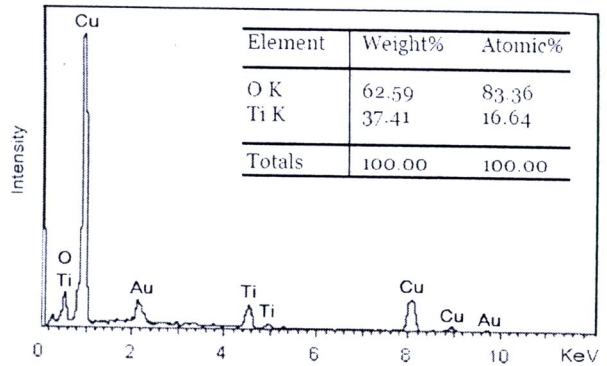
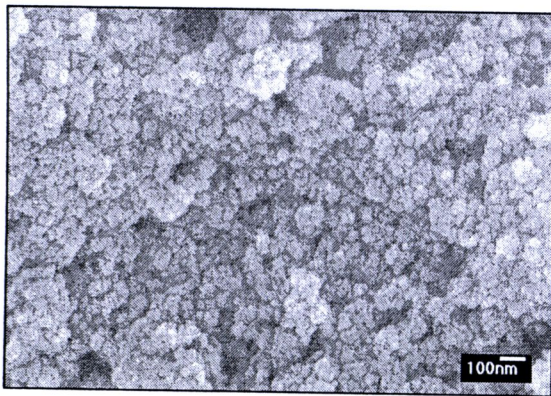
ตาราง 4.11 พื้นที่ผิวจำเพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m ² /g)
Bare TiO ₂	87.5
0.5 at.% Cu-doped TiO ₂	89.3
1.0 at.% Cu-doped TiO ₂	111
2.0 at.% Cu-doped TiO ₂	104
5.0 at.% Cu-doped TiO ₂	95.6

จากตาราง 4.11 ได้แสดงพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง พบว่าการเจือทองแดงนั้นช่วยให้พื้นที่ผิวสูงขึ้น โดยที่อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 1.0 โดยอะตอมนั้นให้พื้นที่ผิวสูงที่สุดเท่ากับ 111 m²/g เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 87.5 m²/g แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงนั้นยังให้พื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่าในกรณีของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก การที่ตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงนั้นมีพื้นที่ผิวมากกว่าส่งผลทำให้ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงนั้นดีกว่าด้วย เนื่องจากมีบริเวณ active site ที่สูงกว่า

4.5 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) เทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ (energy dispersive X-ray spectroscopy with SEM instrument, SEM-EDS)

4.5.1 ผลการวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค SEM และ เทคนิค SEM-EDS ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์



รูป 4.7 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์

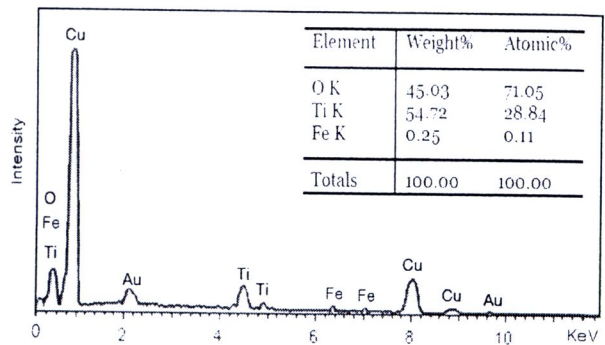
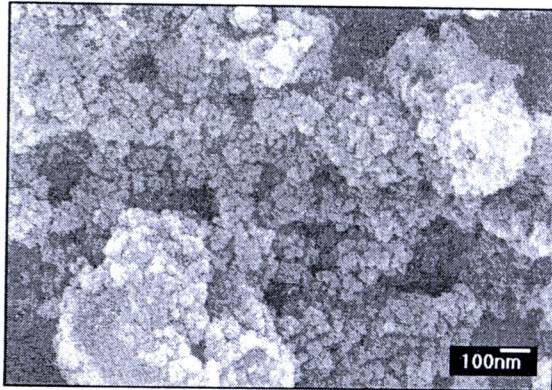
การตรวจสอบและวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy, SEM) ได้ตรวจสอบภายใต้ปัจจัยของกล้อง SEM ดังนี้คือ

- (1) ถ่ายภาพจากสัญญาณของ secondary electron (SEI)
- (2) ใช้กำลังขยาย = 50,000 เท่า
- (3) ความต่างศักย์ = 15.0 KV
- (4) Working distance (WD) = 15.0 mm

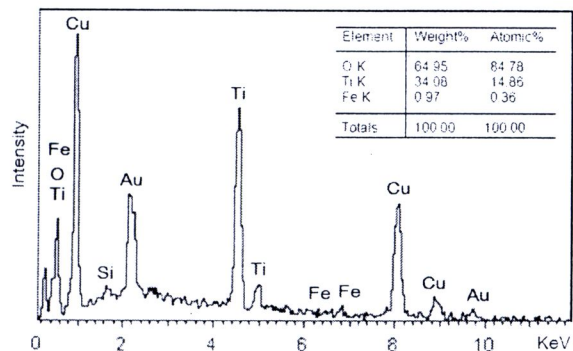
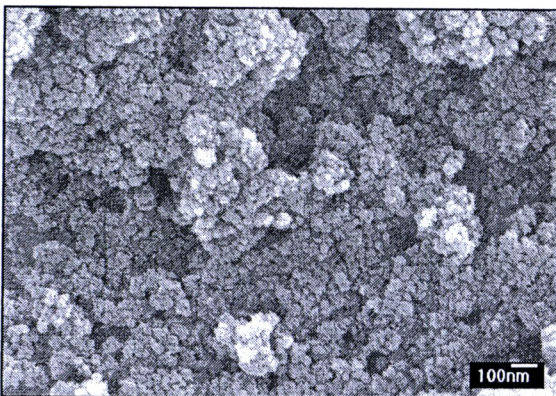
รูป 4.7 แสดงภาพถ่าย SEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปราศจากการเจือด้วยเหล็กและทองแดง ซึ่งสังเกตได้ว่าอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะคล้ายทรงกลม มีขนาดอยู่ในช่วง 20–40 นาโนเมตร และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบองค์ประกอบธาตุ และปริมาณขององค์ประกอบธาตุ พบว่าในตัวอย่างของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปราศจากการเจือด้วยเหล็กและทองแดง ประกอบด้วย ไทเทเนียม ออกซิเจน ทอง และทองแดง ดังแสดงในรูป 4.8 สเปกตรัมของทองและทองแดงที่สังเกตได้เป็นสเปกตรัมที่ไม่ต้องการวิเคราะห์ปริมาณ เนื่องจากทองเป็นสเปกตรัมที่เกิดจากกระบวนการเคลือบทองเพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้าได้ ส่วนทองแดงเป็นสเปกตรัมของขั้วสเตรทที่ใช้เป็นฐานรองการกระจายตัวของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

4.5.2 ผลการวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค SEM และ เทคนิค SEM-EDS ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

ลักษณะพื้นฐานวิทยาจากภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมแสงการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 0.5 1.0 2.0 5.0 และ 7.0 โดยอะตอม ได้แสดงไว้ดังรูป 4.8–4.12

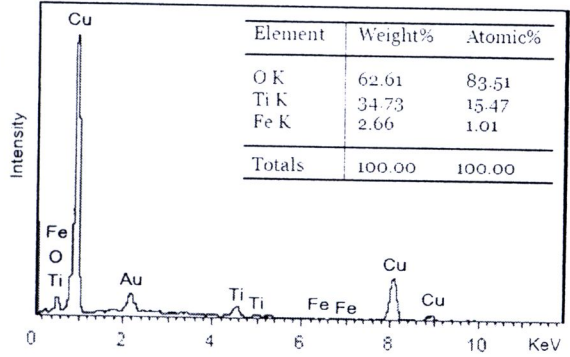
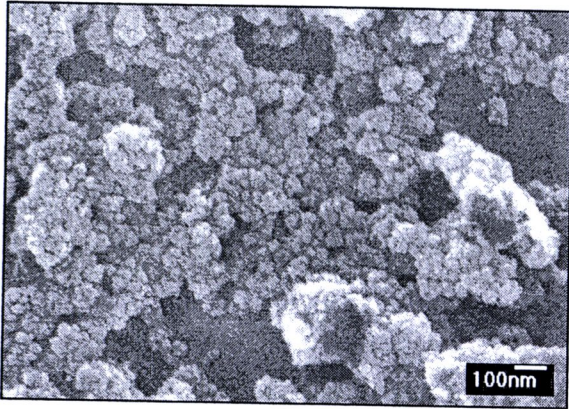


รูป 4.8 ภาพถ่าย SEM และ สเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 0.5 โดยอะตอม

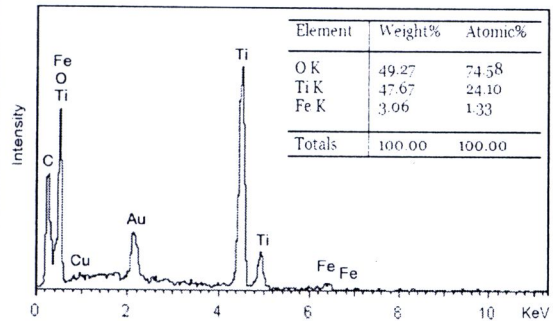
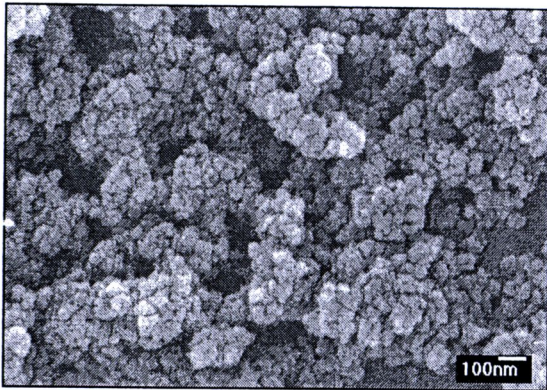


รูป 4.9 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 1.0 โดยอะตอม

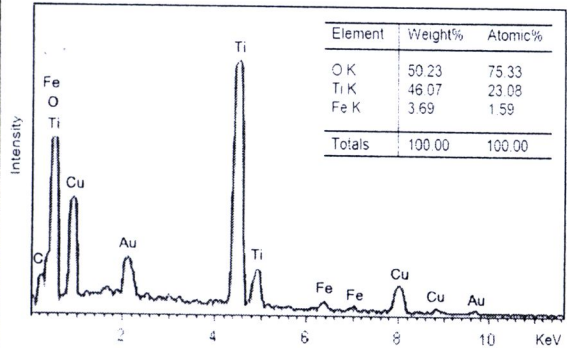
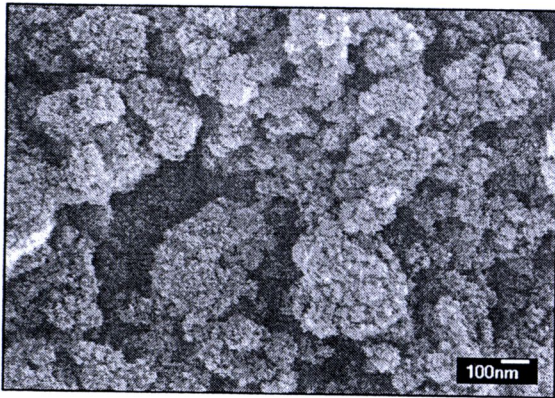




รูป 4.10 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 2.0 โดยอะตอม



รูป 4.11 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม



รูป 4.12 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 7.0 โดยอะตอม

จากการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 0.5–7.0 โดยอะตอม และตรวจสอบภายใต้เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM เช่นเดียวกับกรณีของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปราศจากการเจือด้วยเหล็กและทองแดง สามารถวิเคราะห์ได้ดังนี้

จากรูป 4.8–4.12 แสดงภาพถ่าย SEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 0.5 1.0 2.0 5.0 และ 7.0 โดยอะตอม ตามลำดับ อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะคล้ายทรงกลมกระจายตัว และอนุภาคมีขนาดต่างๆ ดังที่แสดงในตาราง 4.12 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบองค์ประกอบธาตุ และปริมาณขององค์ประกอบธาตุ สรุปได้ดังตาราง 4.13 สเปกตรัมของทองและทองแดงที่สังเกตได้เป็นสเปกตรัมที่ไม่ต้องการวิเคราะห์ปริมาณ เนื่องจากทองเป็นสเปกตรัมที่เกิดจากระบวนการเคลือบทองเพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้าได้ ส่วนทองแดงเป็นสเปกตรัมของขั้วสเตรทที่ใช้เป็นฐานรองการกระจายตัวของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ส่วนสเปกตรัมของซิลิกอนที่ตรวจพบในตัวอย่างที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 1.0 โดยอะตอม เกิดขึ้นเนื่องจากเกิดปรากฏการณ์พีคแทรกซ้อนซิลิกอน (silicon interference peak) ซึ่งอะตอมของผลึกซิลิกอนที่ถูกกระตุ้นในตัวตรวจวัด (detector) แล้วคายรังสีเอกซ์ $\text{Si } K_{\alpha}$ ซึ่งมีพลังงานที่ 1.74 KeV

การตรวจสอบการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองเหล็กเป็นวิธีหนึ่งที่สามารถยืนยันได้ว่าในระบบของสารที่สังเคราะห์นั้นมีเหล็กอยู่จริง และ

การตรวจสอบแบบเลือกพื้นที่ในการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ พบว่าปริมาณของเหล็กเพิ่มขึ้นตามการเจือเหล็กในปริมาณร้อยละโดยอะตอมที่เพิ่มขึ้น

ตาราง 4.12 ขนาดอนุภาคของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

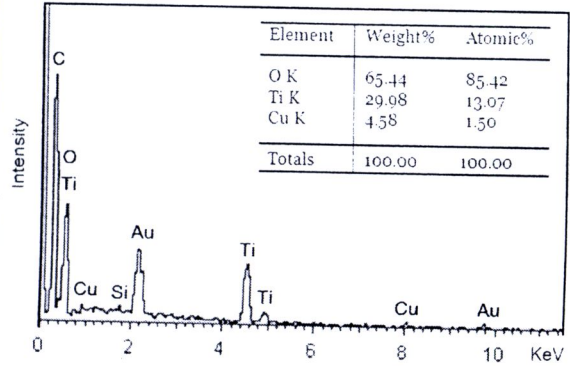
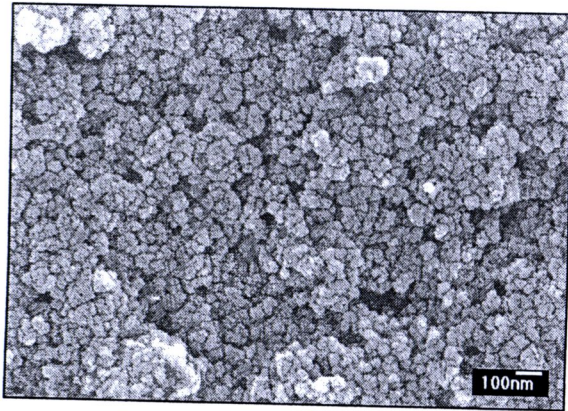
ตัวอย่าง	ขนาดอนุภาค (nm)
0.5 at.% Fe-doped TiO ₂	20–40
1.0 at.% Fe-doped TiO ₂	15–40
2.0 at.% Fe-doped TiO ₂	15–35
5.0 at.% Fe-doped TiO ₂	6–25
7.0 at.% Fe-doped TiO ₂	10–20

ตาราง 4.13 องค์ประกอบธาตุของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

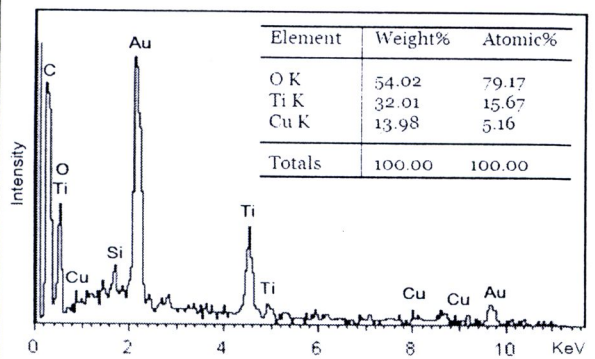
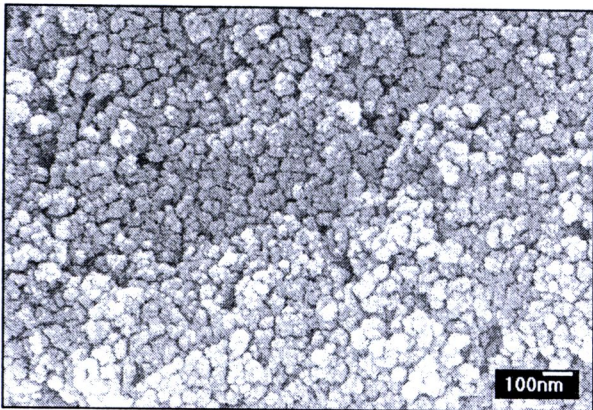
ตัวอย่าง	องค์ประกอบธาตุ (Weight %)		
	Ti	O	Fe
0.5 at.% Fe-doped TiO ₂	28.84	71.05	0.11
1.0 at.% Fe-doped TiO ₂	14.86	84.78	0.36
2.0 at.% Fe-doped TiO ₂	15.47	83.51	1.01
5.0 at.% Fe-doped TiO ₂	24.10	74.58	1.33
7.0 at.% Fe-doped TiO ₂	23.08	75.33	1.59

4.5.3 ผลการวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค SEM และ เทคนิค SEM-EDS ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง

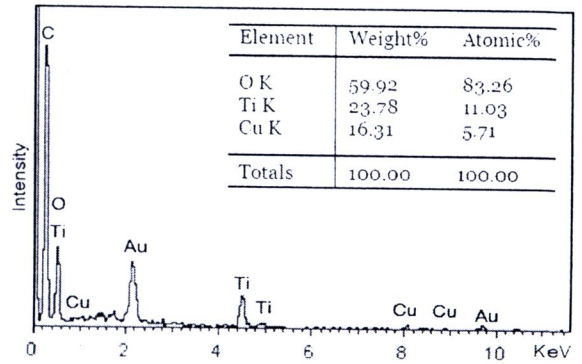
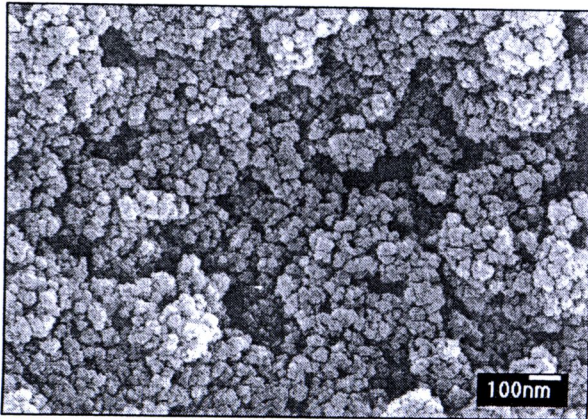
ลักษณะฐานันฐานวิทยาจากภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมแสงการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยด้วยทองแดงร้อยละ 0.5 1.0 2.0 และ 5.0 โดยอะตอม ได้แสดงไว้ดังรูป 4.13–4.16



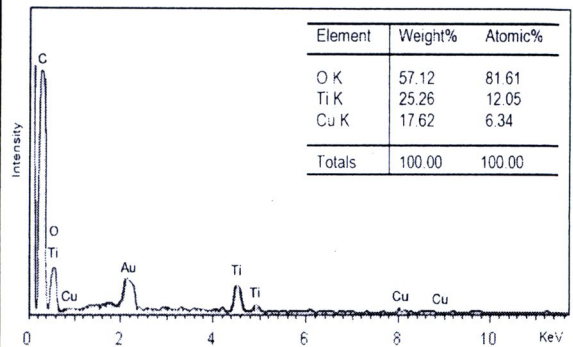
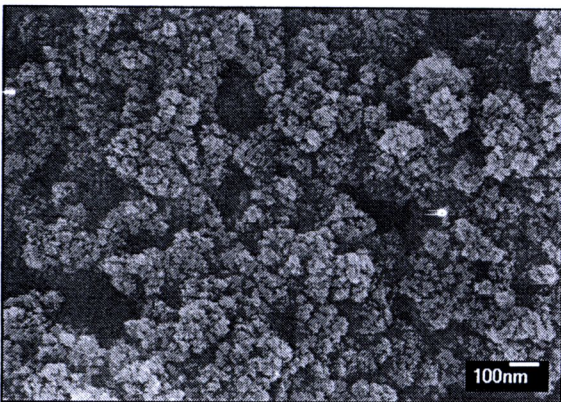
รูป 4.13 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 0.5 โดยอะตอม



รูป 4.14 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 1.0 โดยอะตอม



รูป 4.15 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม



รูป 4.16 ภาพถ่าย SEM และสเปกตรัมการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 5.0 โดยอะตอม

จากการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 0.5–5.0 โดยอะตอม และตรวจสอบภายใต้ปัจจัยของกล้อง SEM เช่นเดียวกับกรณีของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปราศจากการเจือด้วยเหล็ก สามารถวิเคราะห์ได้ดังนี้

รูป 4.13–4.16 แสดงภาพถ่าย SEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 0.5 1.0 2.0 และ 5.0 โดยอะตอม ตามลำดับ อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะคล้ายทรงกลมกระจายตัวเช่นเดียวกับกรณีของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และอนุภาคมีขนาดต่างๆ ดังที่แสดงในตาราง 4.14 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบองค์ประกอบธาตุ และปริมาณขององค์ประกอบธาตุ สรุปได้ดังตาราง 4.15 สเปกตรัมทองแดงที่สังเกตได้เป็นสเปกตรัมที่เกิดขึ้นจากการเจือด้วยทองแดงเข้าไปในไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งต่างจากสเปกตรัมของทองแดงที่สังเกตได้ในกรณีตัวอย่างของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก ซึ่งเป็นสเปกตรัมของทองแดงที่เป็นขั้วสเตรทที่ไม่ต้องการวิเคราะห์ปริมาณ ในกรณีของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงนั้นจะใช้ขั้วสเตรทเป็นอลูมิเนียมแทน สเปกตรัมของทองแดงเกิดจากกระบวนการเคลือบทองเพื่อให้ชิ้นงานนำไฟฟ้าได้ ส่วนสเปกตรัมของซิลิกอนที่ตรวจพบในตัวอย่างที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 0.5 และ 1.0 โดยอะตอม เกิดขึ้นเนื่องจากเกิดปรากฏการณ์พีคบกวอนซิลิกอน (silicon interference peak) เช่นเดียวกับตัวอย่างของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 1.0 โดยอะตอม การตรวจสอบการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของตัวอย่างไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงเป็นวิธีหนึ่งที่สามารถยืนยันได้ว่าในระบบของสารที่สังเคราะห์นั้นมีทองแดงอยู่จริง และการตรวจสอบแบบเลือกพื้นที่ในการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์พบว่าปริมาณของทองแดงเพิ่มขึ้นตามการเจือทองแดงในปริมาณร้อยละโดยอะตอมที่เพิ่มขึ้น

ตาราง 4.14 ขนาดอนุภาคของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยแดง

ตัวอย่าง	ขนาดอนุภาค (nm)
0.5 at.% Cu-doped TiO ₂	30–45
1.0 at.% Cu-doped TiO ₂	30–45
2.0 at.% Cu-doped TiO ₂	15–35
5.0 at.% Cu-doped TiO ₂	10–30

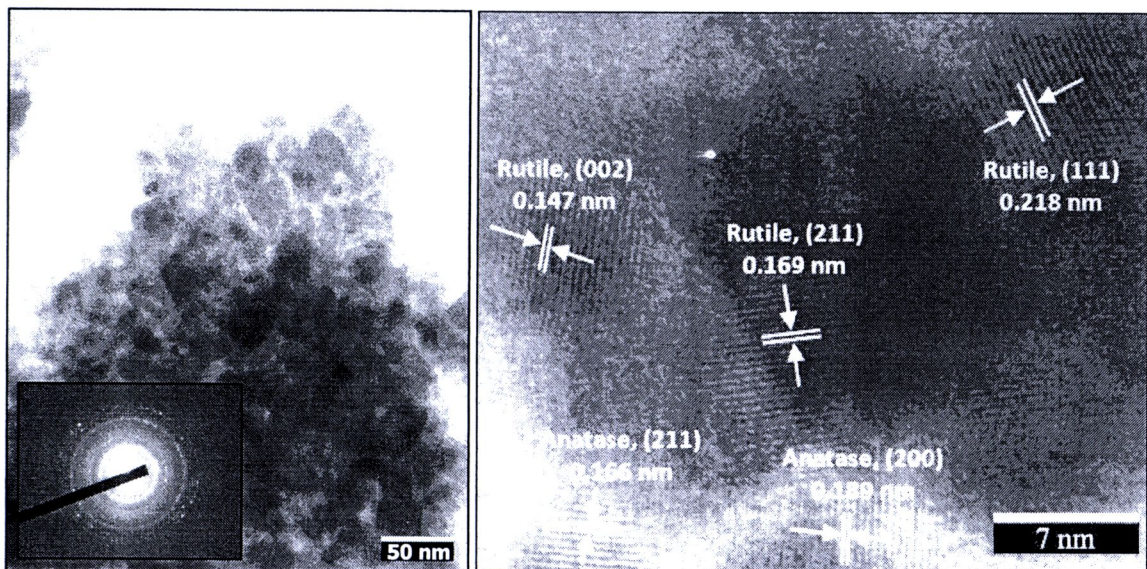
ตาราง 4.15 องค์ประกอบธาตุของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง

ตัวอย่าง	องค์ประกอบธาตุ (Weight %)		
	Ti	O	Cu
0.5 at.% Cu-doped TiO ₂	13.07	85.42	1.50
1.0 at.% Cu-doped TiO ₂	15.67	79.17	5.16
2.0 at.% Cu-doped TiO ₂	11.03	83.26	5.71
5.0 at.% Cu-doped TiO ₂	12.05	81.61	6.34

4.6 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy, TEM)

จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค TEM ประกอบไปด้วยภาพถ่ายลักษณะพื้นฐานวิทยาโดยใช้กำลังขยาย 40,000 เท่า สำหรับภาพถ่ายริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ใช้กำลังขยาย 300,000 เท่า และภาพถ่ายแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern)

4.6.1 ผลและการวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์

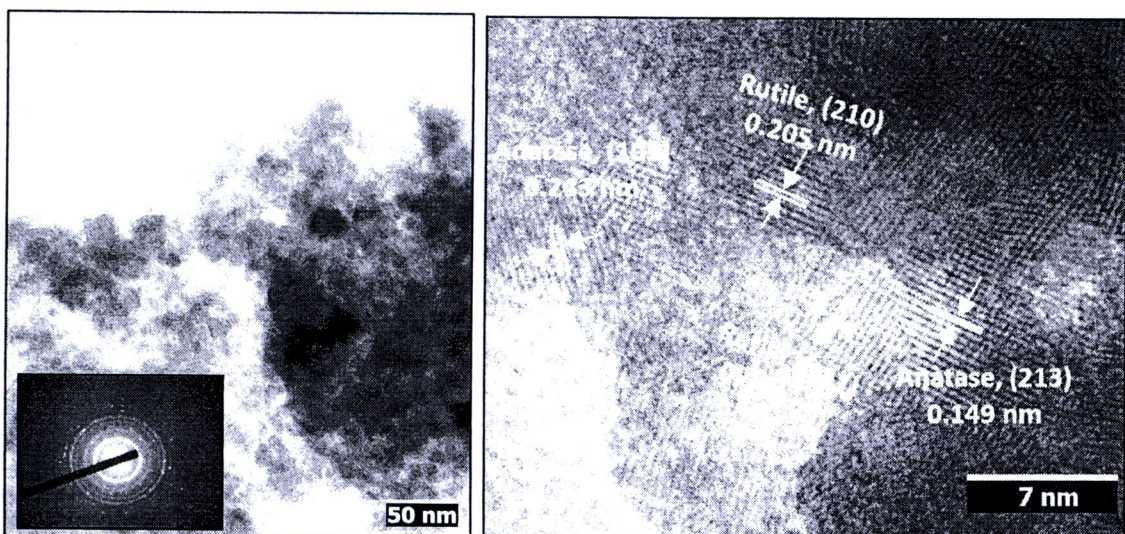


รูป 4.17 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์

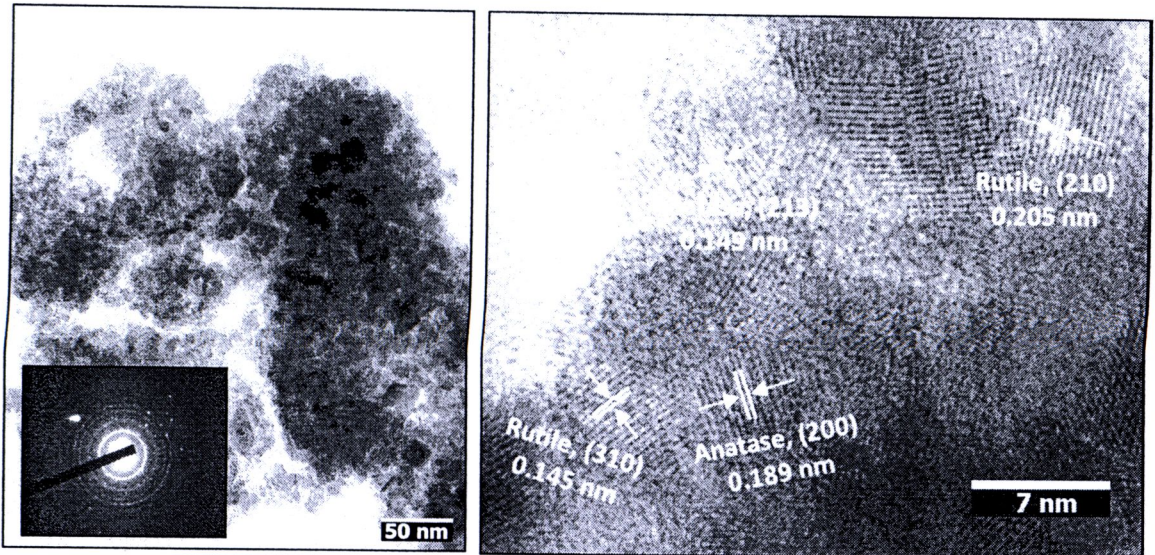
รูป 4.17 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ลักษณะสัณฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม มีการซ้อนทับกันของอนุภาค ซึ่งสังเกตได้จากบริเวณที่มีความเข้มสูง ขนาดของอนุภาคอยู่ระหว่าง 20–40 นาโนเมตร ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM ริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) เป็นข้อมูลที่ช่วยยืนยันเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากระยะห่างของริ้วการแทรกสอดจากภาพถ่าย TEM นั้นคือระยะห่างระหว่างระนาบซึ่งเปรียบเทียบได้จากฐานข้อมูล JCPDS file จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จากริ้วการแทรกสอดของระนาบของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ พบว่าที่ระยะห่างของริ้วการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.147 nm และ 0.189 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (002) และเฟสอะนาเทสระนาบ (200) ตามลำดับ ส่วนภาพถ่ายแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) ที่เป็นลักษณะเฉพาะของโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

4.6.2 ผลและการวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

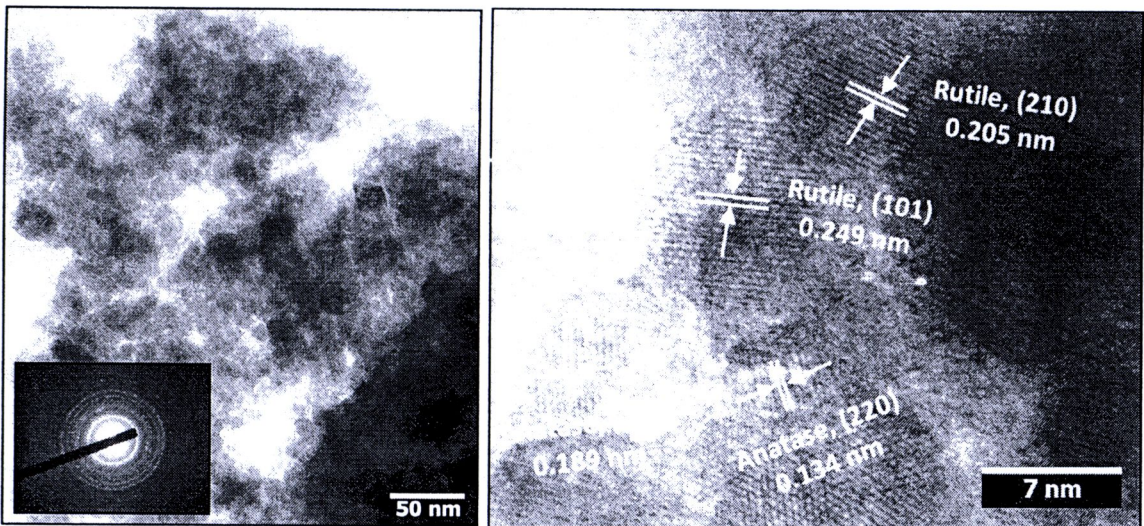
ลักษณะสัณฐานวิทยาจากภาพถ่าย TEM แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยด้วยทองเหลืองร้อยละ 0.5 1.0 2.0 และ 5.0 โดยอะตอม ได้แสดงไว้ดังรูป 4.18–4.21



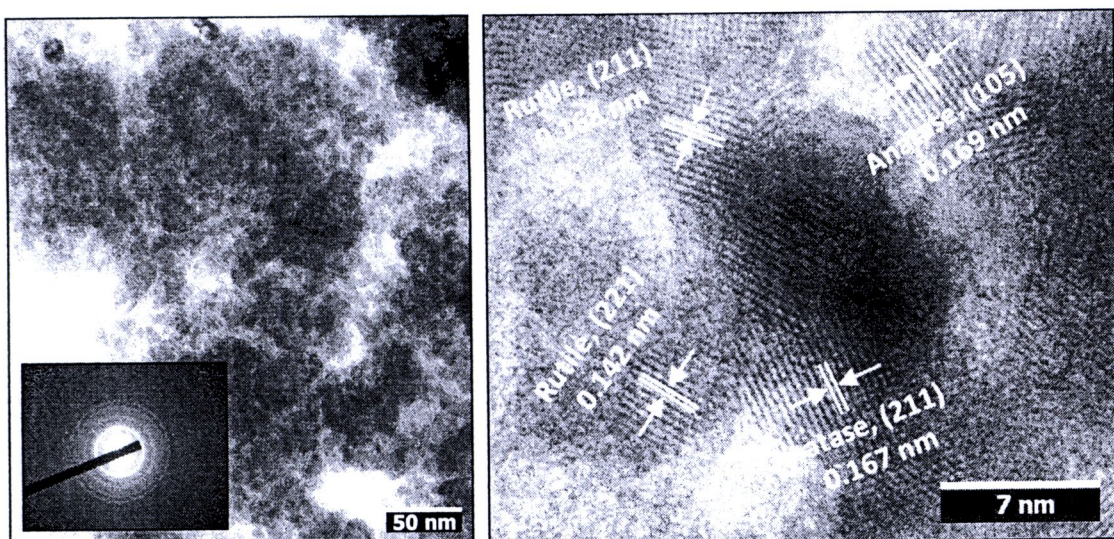
รูป 4.18 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 0.5 โดยอะตอม



รูป 4.19 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 1.0 โดยอะตอม



รูป 4.20 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 2.0 โดยอะตอม



รูป 4.21 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม

ลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กสามารถวิเคราะห์ได้ดังนี้คือ

รูป 4.18 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 0.5 โดยอะตอม พบว่าลักษณะฐานวิทยาศาสตร์แสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 20–40 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM ริ้วการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของริ้วการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.205 nm และ 0.166 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (210) และเฟสอะนาเทสระนาบ (211) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

รูป 4.19 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 1.0 โดยอะตอม พบว่าลักษณะฐานวิทยาศาสตร์แสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 15–35 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM ริ้วการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของริ้วการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.205 nm และ 0.189 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (210) และเฟสอะนาเทสระนาบ (200) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

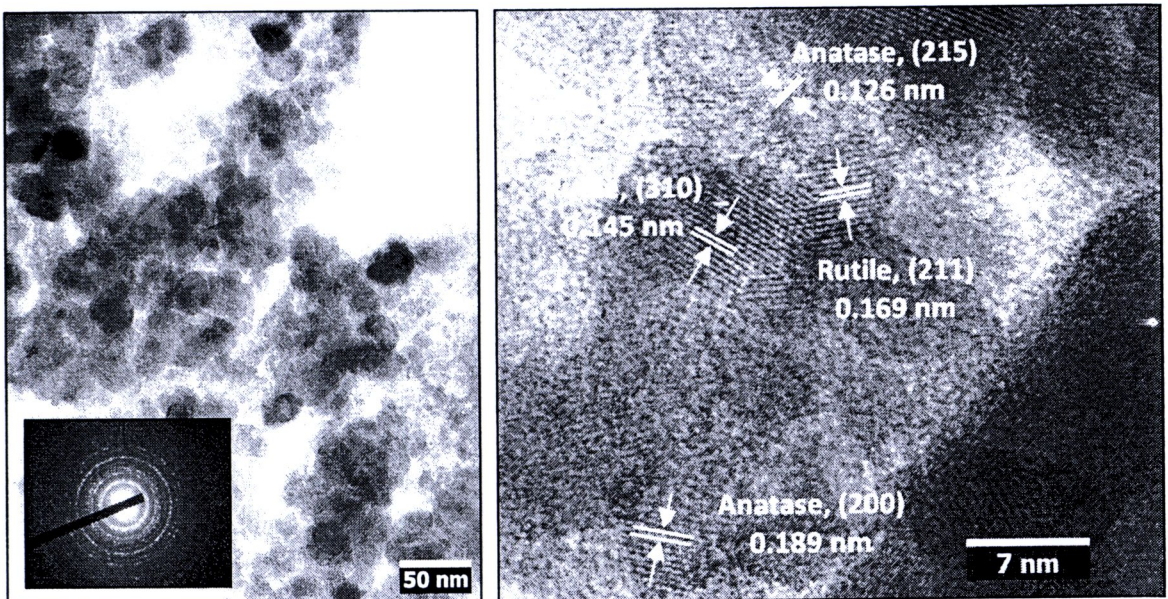
รูป 4.20 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย

เหล็กร้อยละ 2.0 โดยอะตอม พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 10–30 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM รีวการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของรีวการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.249 nm และ 0.189 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (101) และเฟสอะนาไทสระนาบ (200) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

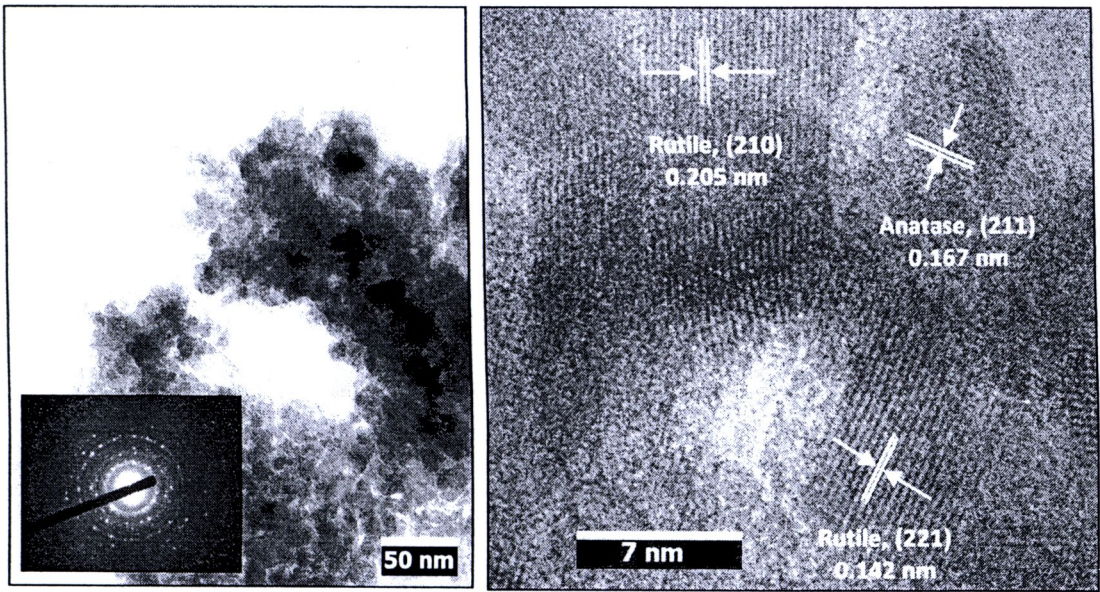
รูป 4.21 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และรีวการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 1.0 โดยอะตอม พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 6–25 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM รีวการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของรีวการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.168 nm และ 0.187 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (211) และเฟสอะนาไทสระนาบ (200) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

4.6.3 ผลและการวิเคราะห์ผลโดยเทคนิค TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย

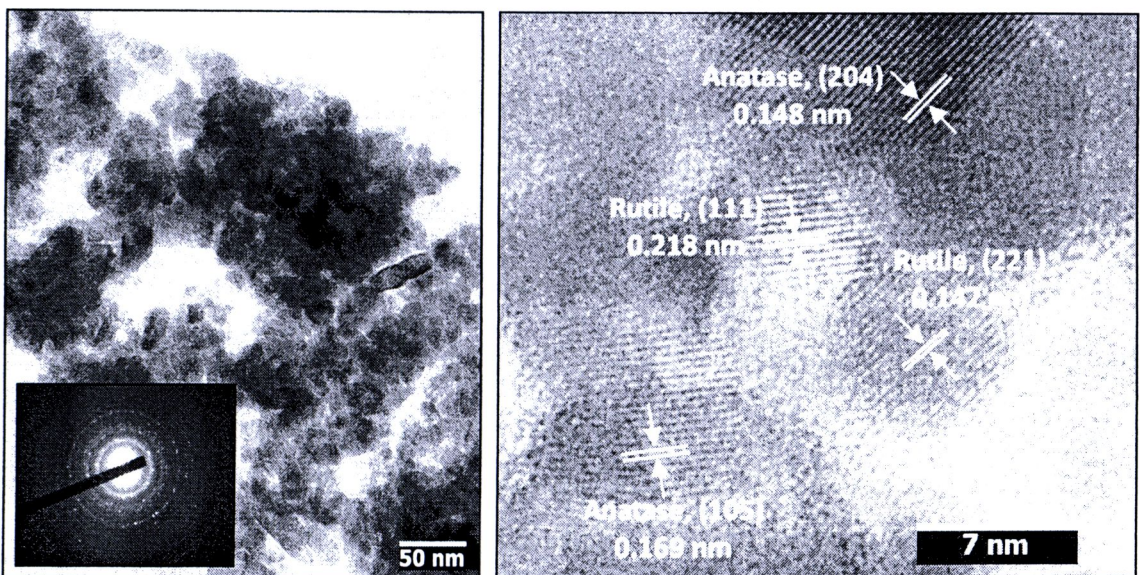
ทองแดง



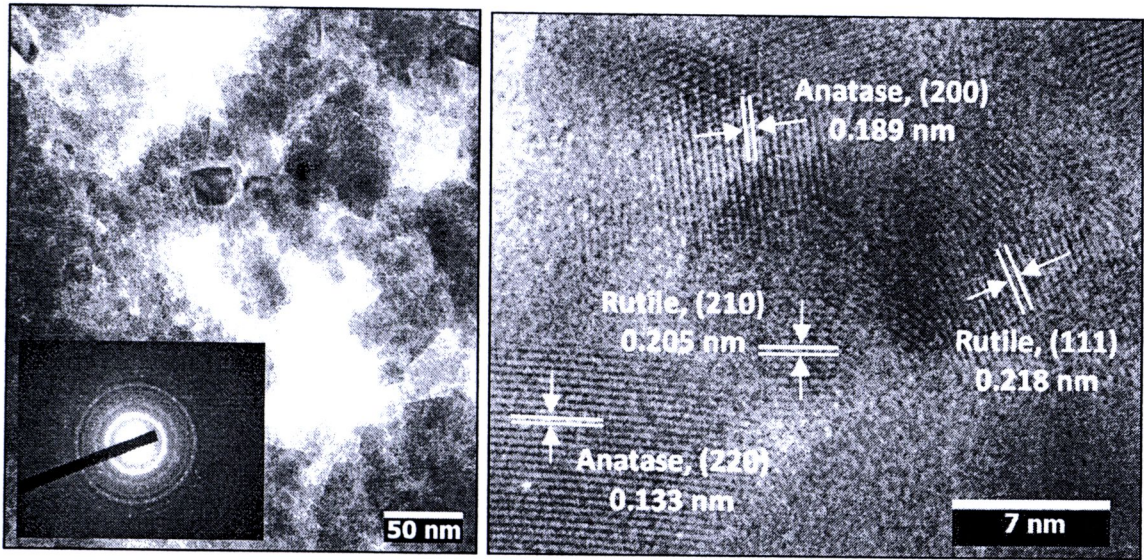
รูป 4.22 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 0.5 โดยอะตอม



รูป 4.23 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 1.0 โดยอะตอม



รูป 4.24 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม



รูป 4.25 ภาพถ่าย TEM ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 5.0 โดยอะตอม

รูป 4.22 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 0.5 โดยอะตอม พบว่าลักษณะฐานวิทยาศาสตร์แสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 30–45 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM ริ้วการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของริ้วการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.169 nm และ 0.189 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (211) และเฟสอะนาเทสระนาบ (200) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

รูป 2.23 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 1.0 โดยอะตอม พบว่าลักษณะฐานวิทยาศาสตร์แสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 30–45 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM ริ้วการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของริ้วการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.142 nm และ 0.205 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (221) และเฟสอะนาเทสระนาบ (210) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

รูป 2.24 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยาศาสตร์ แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และริ้วการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วย

ทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม พบว่าลักษณะฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 15–35 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM รีวการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของรีวการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.218 nm และ 0.169 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (111) และเฟสอะนาเทสระนาบ (105) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

รูป 4.25 แสดงภาพถ่ายลักษณะฐานวิทยา แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) และรีวการแทรกสอดของระนาบ (lattice fringe) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 5.0 โดยอะตอม พบว่าลักษณะฐานวิทยาแสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาค 10–30 nm ซึ่งสัมพันธ์กับขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค SEM รีวการแทรกสอดของระนาบ พบว่าที่ระยะห่างของรีวการแทรกสอดของระนาบเท่ากับ 0.229 nm และ 0.189 nm ตรงกับ d_{hkl} จาก JCPDS file ของเฟสรูไทล์ระนาบ (200) และเฟสอะนาเทสระนาบ (200) ตามลำดับ ส่วนแบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (ring pattern) แสดงให้เห็นว่าเป็นพหุผลึก

4.7 ผลการวิเคราะห์ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic activity)

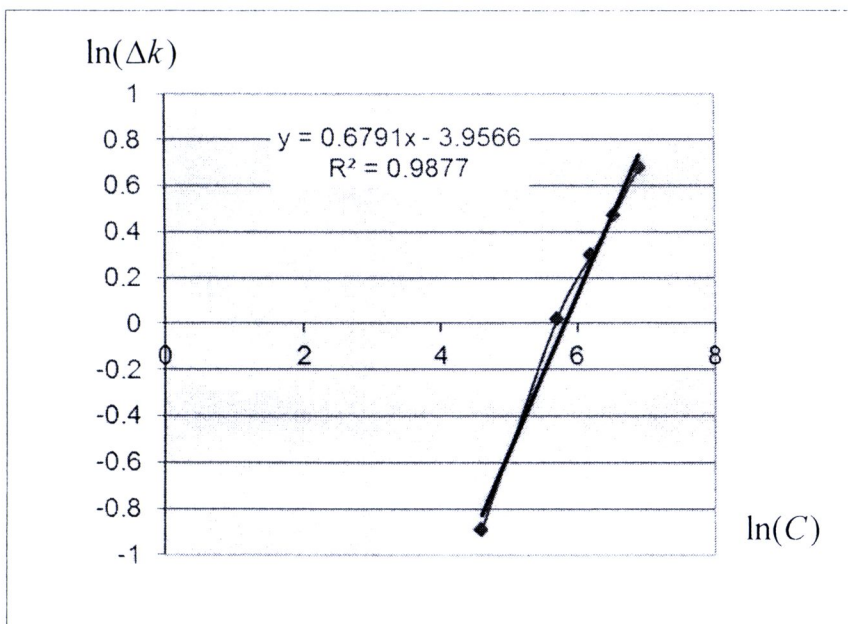
การทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง ทดสอบโดยการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์คือ กรดออกซาลิก และกรดฟอร์มิก ภายใต้การฉายแสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที โดยได้ทำการทดสอบประสิทธิภาพเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ซึ่งได้ผลดังนี้คือ

4.7.1 การเปรียบเทียบปริมาณความเข้มข้นของกรดออกซาลิก

ตาราง 4.16 เป็นตารางทำการเปรียบเทียบปริมาณความเข้มข้นของกรดออกซาลิก เป็นการเปรียบเทียบเพื่อที่จะนำข้อมูลไปเปรียบเทียบกับข้อมูลจากการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง โดยใช้สมการที่เส้นตรงในรูป 4.26 ในการย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

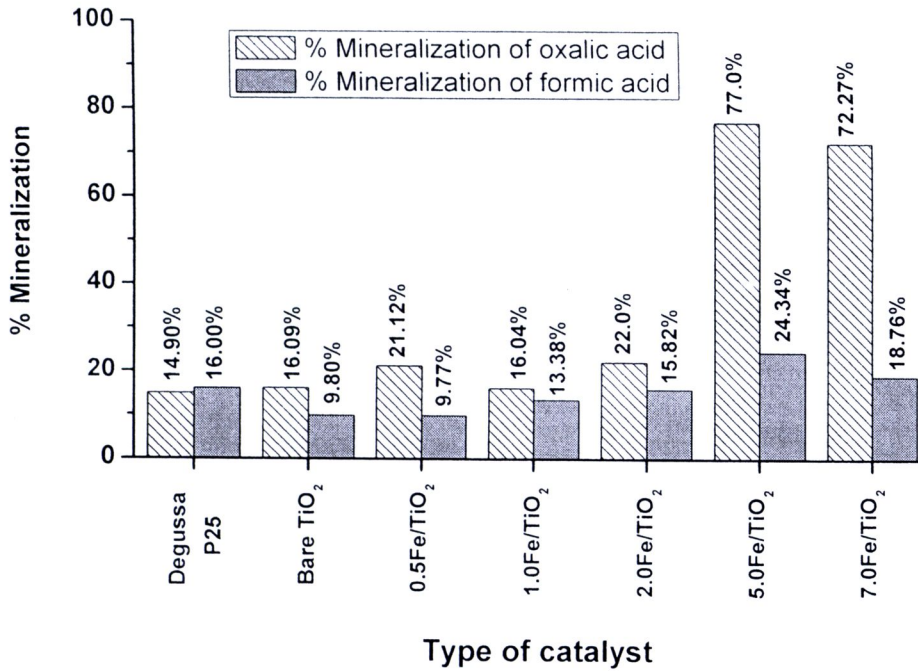
ตาราง 4.16 ข้อมูลเปรียบเทียบปริมาณความเข้มข้นของกรดออกซาลิก

Amount of carbon (μg)	$\ln(C)$	Conductivity (k , $\mu\text{S}/\text{cm}$) (Initial value $k = 0.83$)	delta k	$\ln(k)$	$\ln(\Delta k)$
100	4.605	1.241	0.411	0.215	-0.889
300	5.704	1.848	1.018	0.614	0.018
500	6.215	2.177	1.347	0.778	0.298
700	6.551	2.436	1.606	0.890	0.473
1000	6.908	2.801	1.971	1.030	0.679



รูป 4.26 Calibration curve สำหรับหาค่าความเข้มข้นคาร์บอน

4.8.1 ผลการวิเคราะห์ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก

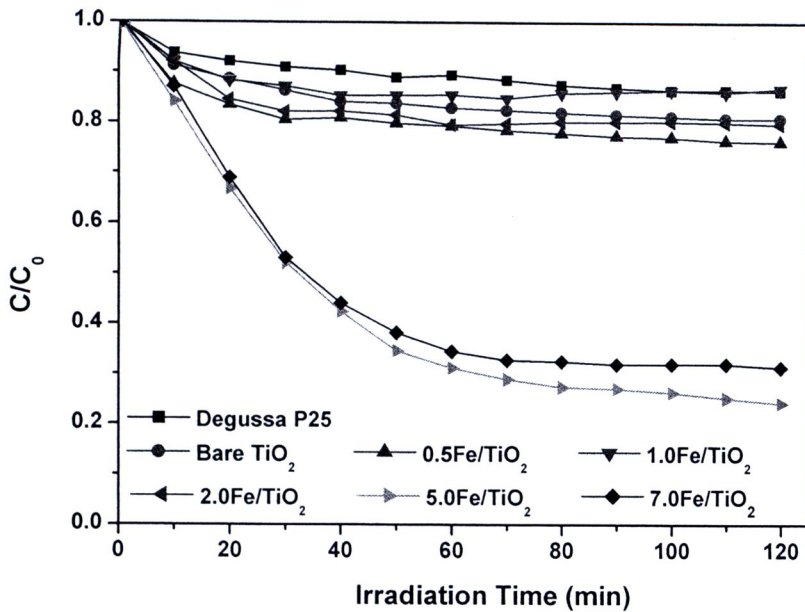


รูป 4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิกกับตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

รูป 4.27 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายกับตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

ในการทดสอบการย่อยสลายด้วยกรดออกซาลิก แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดคือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5 โดยอะตอม โดยสามารถย่อยสลายกรดออกซาลิกได้ 77.0 % ซึ่งมีประสิทธิภาพดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดออกซาลิกเท่ากับ 16.1% และ 14.9% ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือเหล็กเป็นร้อยละ 7 โดยอะตอม พบว่าประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดออกซาลิกลดลงเหลือ 72.3% เมื่อนำความเข้มข้นของปริมาณคาร์บอนที่เวลา

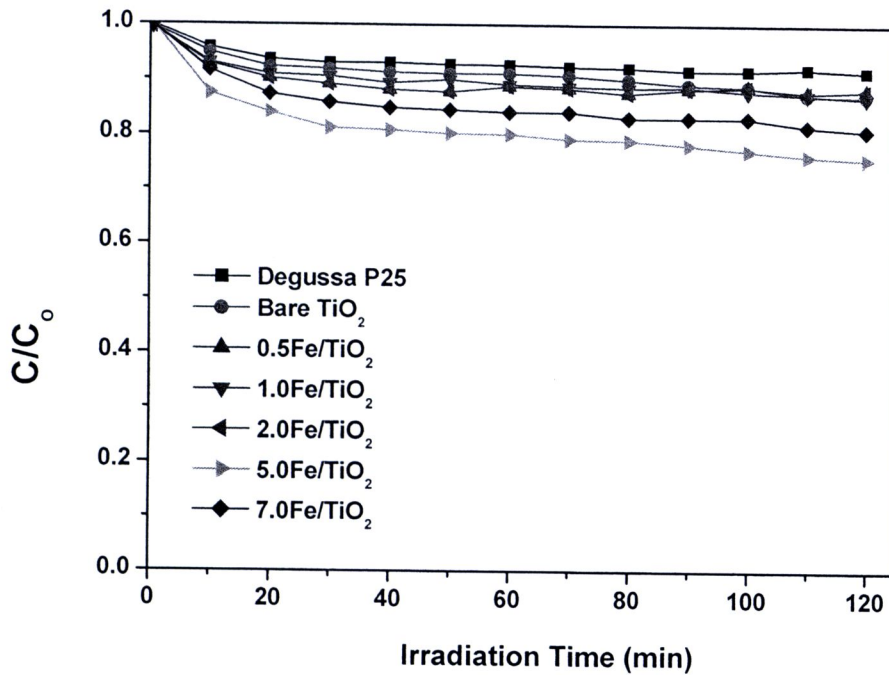
ต่างๆ ต่อปริมาณคาร์บอนเริ่มต้นคือ $500 \mu\text{g C (C/C}_0\text{)}$ มาเขียนความสัมพันธ์กับเวลาในการฉายด้วยแสงวิสิเบิล สามารถเขียนเป็นความสัมพันธ์ได้ดังรูป 4.28 แสดงให้เห็นว่าที่เวลาในการฉายด้วยแสงวิสิเบิลเพิ่มขึ้นความเข้มข้นของ C/C_0 ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอมมีการลดลงต่ำที่สุด



รูป 4.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของ C/C_0 กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสง ของตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ในการย่อยสลายกรดออกซาลิก ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

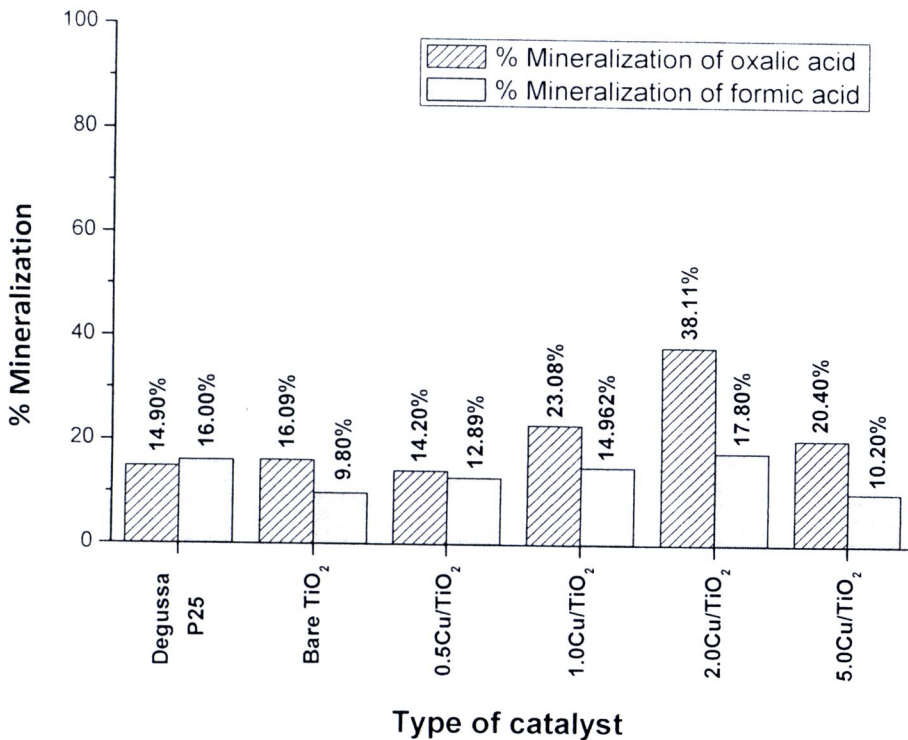
ส่วนในการทดสอบการย่อยสลายด้วยกรดฟอร์มิก แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดคือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5 โดยอะตอม โดยสามารถย่อยสลายกรดฟอร์มิกได้ 24.3 % ซึ่งมีประสิทธิภาพดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ (Bare TiO₂) และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดฟอร์มิกเท่ากับ 9.80% และ 16.0% ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือเหล็กเป็นร้อยละ 7 โดยอะตอม พบว่าประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดฟอร์มิกลดลงเหลือ 18.8% เมื่อนำความเข้มข้นของปริมาณคาร์บอนที่เวลาต่างๆ ต่อปริมาณคาร์บอนเริ่มต้นคือ $500 \mu\text{g C (C/C}_0\text{)}$ มาเขียนความสัมพันธ์กับเวลาในการฉายด้วยแสงวิสิเบิล สามารถเขียนเป็นความสัมพันธ์ได้ดังรูป 4.29 แสดงให้เห็นว่าที่เวลาในการฉายด้วยแสงวิสิ

เปิดเพิ่มขึ้นความเข้มข้นของ C/C_0 ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม มีการลดลงต่ำที่สุด



รูป 4.29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของ C/C_0 กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสง ของตัวเร่งปฏิกิริยาดำยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็ก และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ในการย่อยสลายกรดฟอร์มิก ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

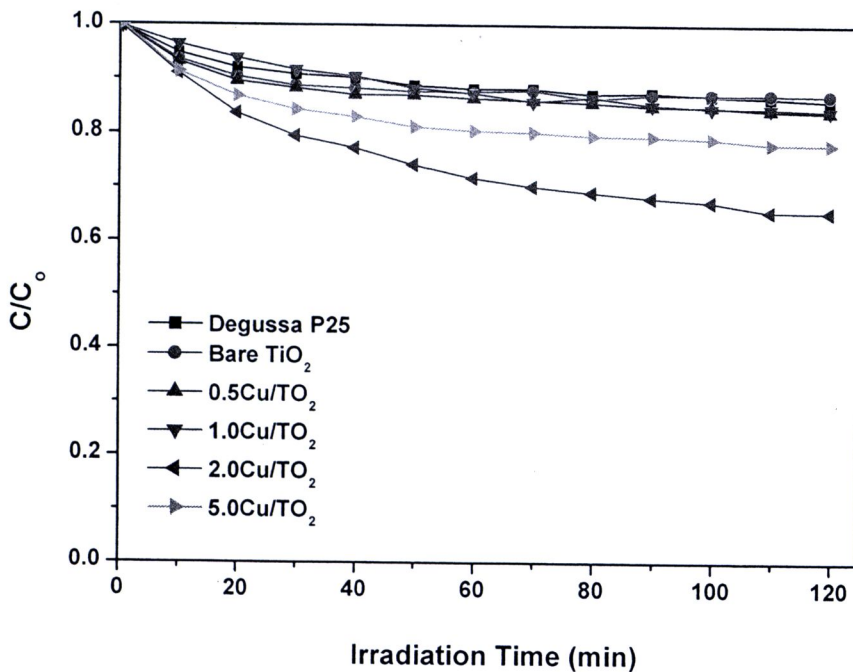
4.8.2 ผลการวิเคราะห์ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง



รูป 4.30 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิกกับตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

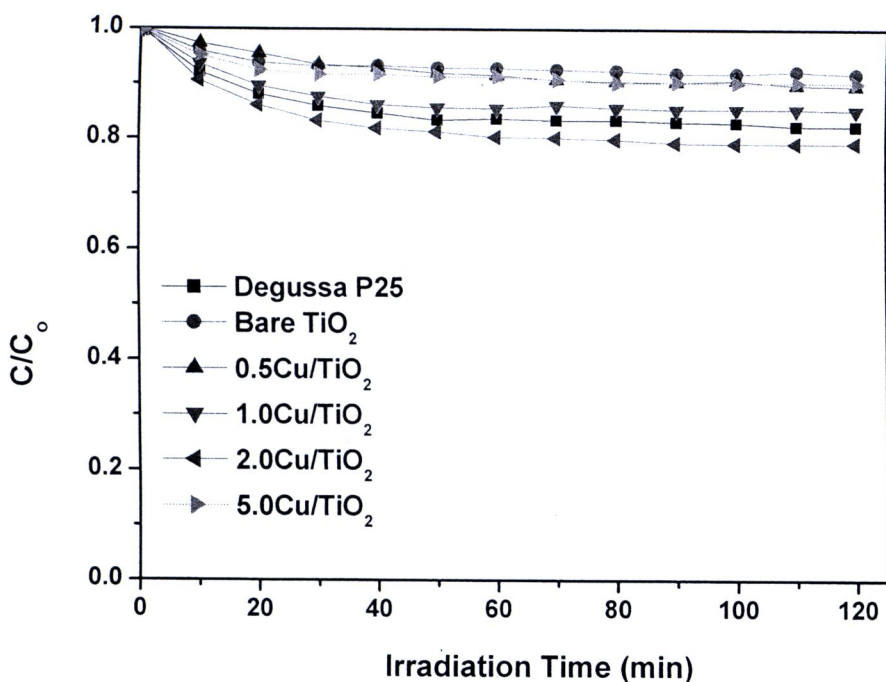
จากรูป 4.30 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายกับตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25)

ในการทดสอบการย่อยสลายด้วยกรดออกซาลิก แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดคือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2 โดยอะตอม โดยสามารถย่อยสลายกรดออกซาลิกได้ 38.1 % ซึ่งมีประสิทธิภาพดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดออกซาลิกเท่ากับ 16.1% และ 14.9% ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือทองแดงเป็นร้อยละ 5 โดยอะตอม พบว่าประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดออกซาลิกลดลงเหลือ 20.4%



รูป 4.31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของ C/C_0 กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสง ของตัวเร่งปฏิกิริยาดัวยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ในการย่อยสลายกรดออกซาลิก ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

ในการทดสอบการย่อยสลายด้วยกรดฟอร์มิก แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดคือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2 โดยอะตอม โดยสามารถย่อยสลายกรดฟอร์มิกได้ 17.8% ซึ่งมีประสิทธิภาพดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดฟอร์มิกเท่ากับ 16.1% และ 14.1% ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือด้วยทองแดงเป็นร้อยละ 5 โดยอะตอม พบว่าประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดฟอร์มิกลดลงเหลือ 10.2% เมื่อนำความเข้มข้นของปริมาณคาร์บอนที่เวลาต่างๆ ต่อปริมาณคาร์บอนเริ่มต้นคือ $500 \mu\text{g C (C/C}_0\text{)}$ มาเขียนความสัมพันธ์กับเวลาในการฉายด้วยแสงวิสิเบิล สามารถเขียนเป็นความสัมพันธ์ได้ดังรูป 4.32 แสดงให้เห็นว่าที่เวลาในการฉายด้วยแสงวิสิเบิลเพิ่มขึ้นความเข้มข้นของ C/C_0 ของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอมมีการลดลงต่ำที่สุด



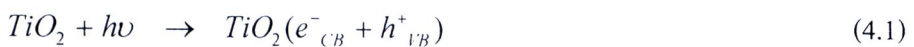
รูป 4.32 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของ C/C_0 กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสง ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดง และไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (Degussa P25) ในการย่อยสลายกรดฟอร์มิก ภายใต้แสงวิสิเบิลเป็นเวลา 120 นาที

จากการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดง มีปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพสำหรับการเร่งปฏิกิริยาเช่น โครงสร้างเฟส ค่า pH ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดอนุภาค พื้นที่ผิวจำเพาะ แลบช่องว่างพลังงาน ดังจะเห็นในกรณีของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม นั้นมีพื้นที่อนุภาคขนาดเล็กซึ่งให้พื้นที่ผิวสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยอื่น อีกทั้งยังมีแถบช่องว่างพลังงานต่ำกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยอื่น เช่นเดียวกับกรณีของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงนั้นมีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยแล้วเล็กกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยอื่น และค่า pH = 3 เป็นค่าที่ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์อยู่ในสถานะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

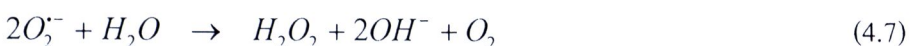
การที่ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงนั้นมีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำทำให้สามารถใช้พลังงานต่ำอยู่ในช่วงของแสงวิสิเบิลมากระตุ้นให้เกิดการเร่งปฏิกิริยาได้ การที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงเข้าไป

ในไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นสามารถลดแถบช่องว่างพลังงานได้เนื่องจากการสร้างแถบพลังงานย่อยของของเหล็กและทองแดงในโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำให้สามารถใช้พลังงานที่ต่ำเพื่อกระตุ้นให้อิเล็กตรอนจากชั้นวาเลนซ์เคลื่อนที่ไปยังแถบพลังงานย่อยก่อนที่จะเคลื่อนที่ไปยังชั้นการนำ นอกจากนั้นเหล็กและทองแดงที่เจือเข้าไปในไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นยังสามารถไปเกาะที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ด้วยซึ่งช่วยทำหน้าที่เป็นตัวดักจับอิเล็กตรอนไว้ที่ผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อลดการเกิดการรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนกับโฮล สามารถทำให้ปฏิกิริยานั้นเกิดขึ้นได้นาน

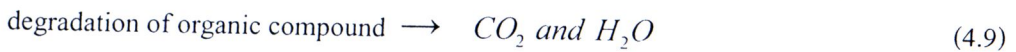
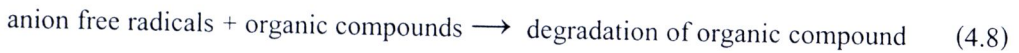
การเกิดการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ในสารละลายของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เริ่มจากการที่สารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกพลังงานจากแสงกระตุ้น แล้วเกิดการสร้างคู่อิเล็กตรอนและโฮลที่ผิวของสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ดังสมการที่ที่ 4.1 แล้วเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ชั้นวาเลนซ์โดยโฮล และปฏิกิริยารีดักชันที่ชั้นการนำโคอีเล็กตรอน ในปฏิกิริยานั้นสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้โดยตรงของสารประกอบอินทรีย์เนื่องจากเกิดโฮลที่ชั้นวาเลนซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ดังสมการที่ที่ 4.2 และปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอีกทางคือการสร้างอนุมูลอิสระมาย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ ได้แก่ โฮลที่ชั้นวาเลนซ์ทำปฏิกิริยากับน้ำแล้วเกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^\cdot$) แสดงดังสมการที่ที่ 4.3 โฮลที่ชั้นวาเลนซ์ทำปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ($OH^\cdot$) แสดงดังสมการที่ที่ 4.4



ที่ชั้นการนำของสารกึ่งตัวนำไทเทเนียมไดออกไซด์ อิเล็กตรอนทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในน้ำแล้วเกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัล ($O_2^{\cdot-}$) ซึ่งแสดงในสมการที่ที่ 4.5 ซึ่งซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลก็อาจทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์แล้วสร้างเปอร์ออกไซด์ของสารอินทรีย์ ดังสมการที่ที่ 4.6 หรือสร้างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ดังสมการที่ที่ 4.7



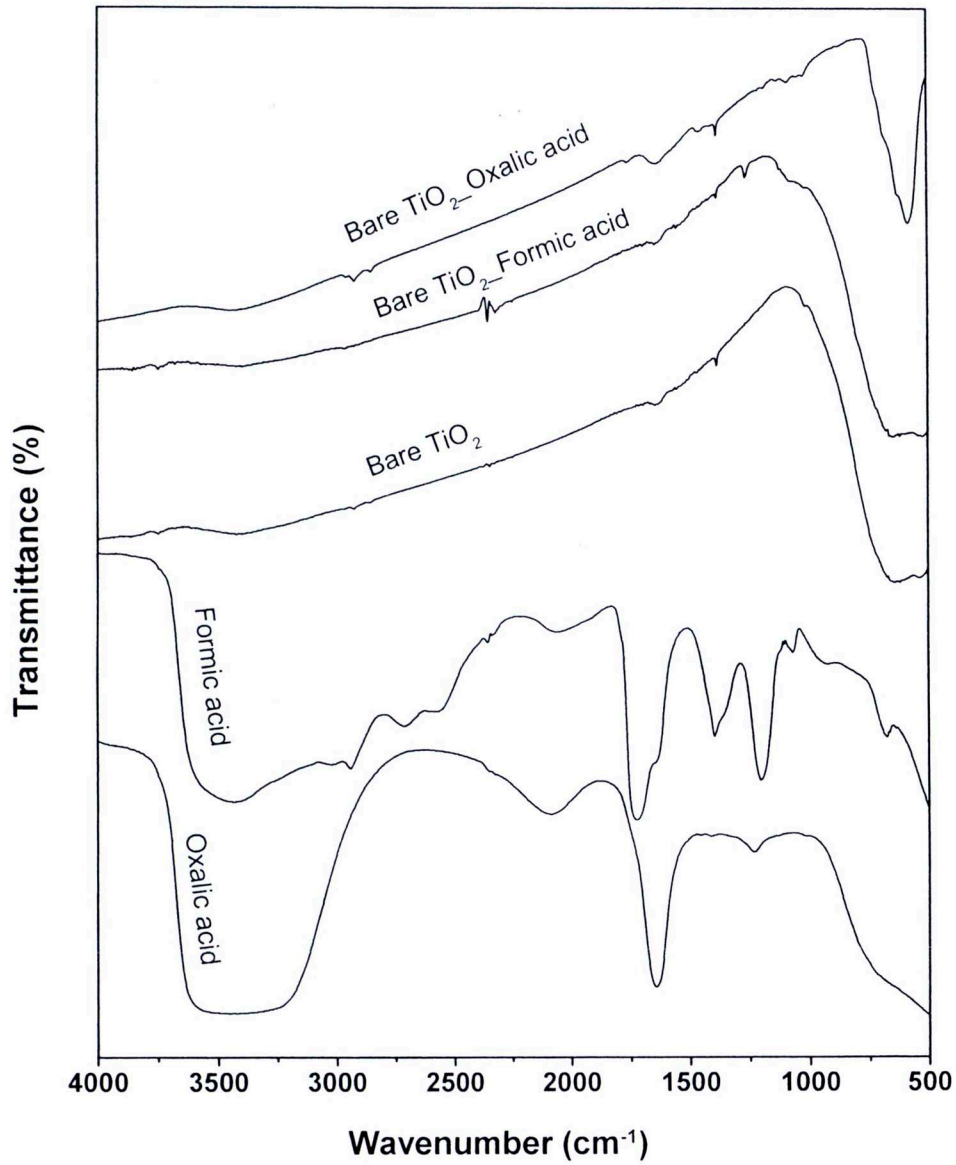
สำหรับในกระบวนการย่อยสลายนั้นอนุมูลอิสระจะทำปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์แล้วเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลาย ดังสมการที่ที่ 4.8 และผลิตภัณฑ์สุดท้ายจากปฏิกิริยาคือ น้ำและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ดังแสดงในสมการที่ที่ 4.9



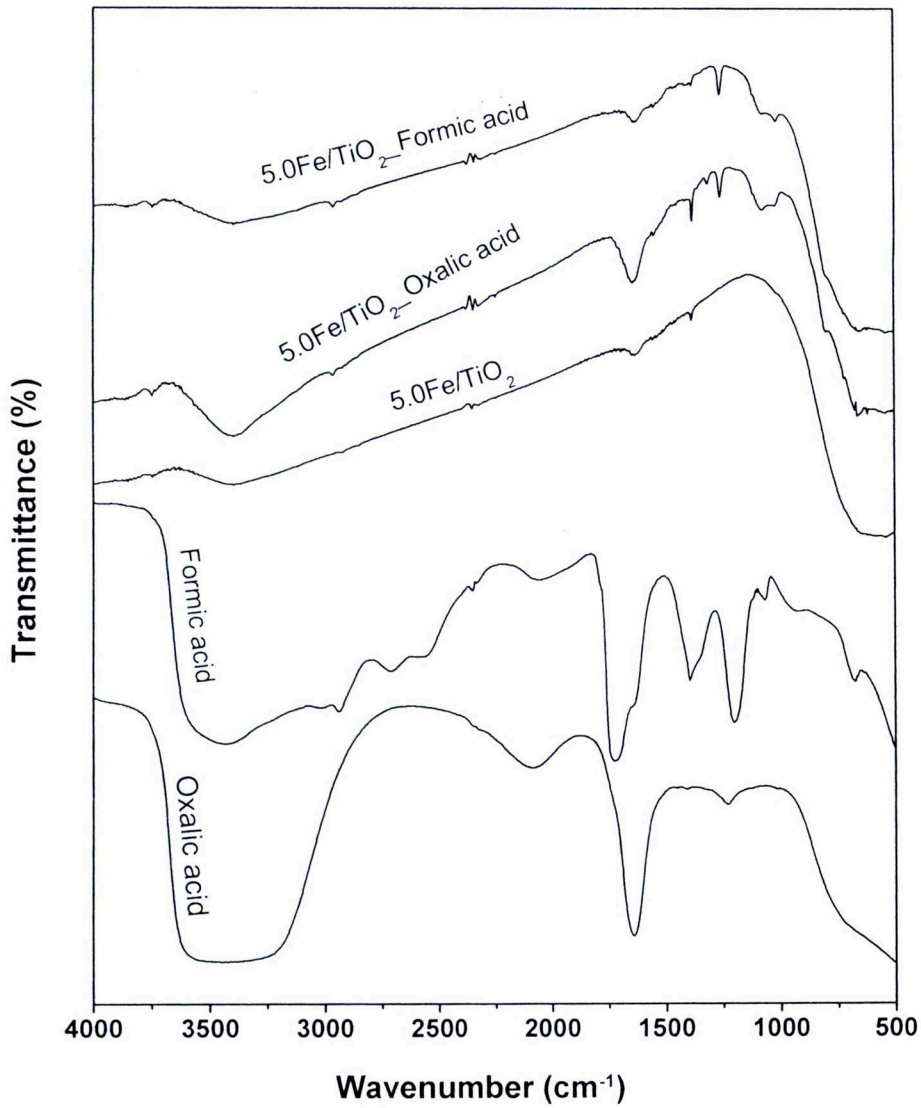
4.8 ผลการวิเคราะห์โดยเทคนิฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectrophotometry, FT-IR)

ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ได้เลือกทำการวิเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงที่มีประสิทธิภาพสูงสุดในการย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิกเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงสุด ผลของสเปกตรัม FT-IR ได้แสดงดังรูป 4.27–4.29 และสามารถสรุปชนิดของการสั่นของโมเลกุลที่เป็นลักษณะเฉพาะของกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิกแสดงได้ดังตาราง 4.15

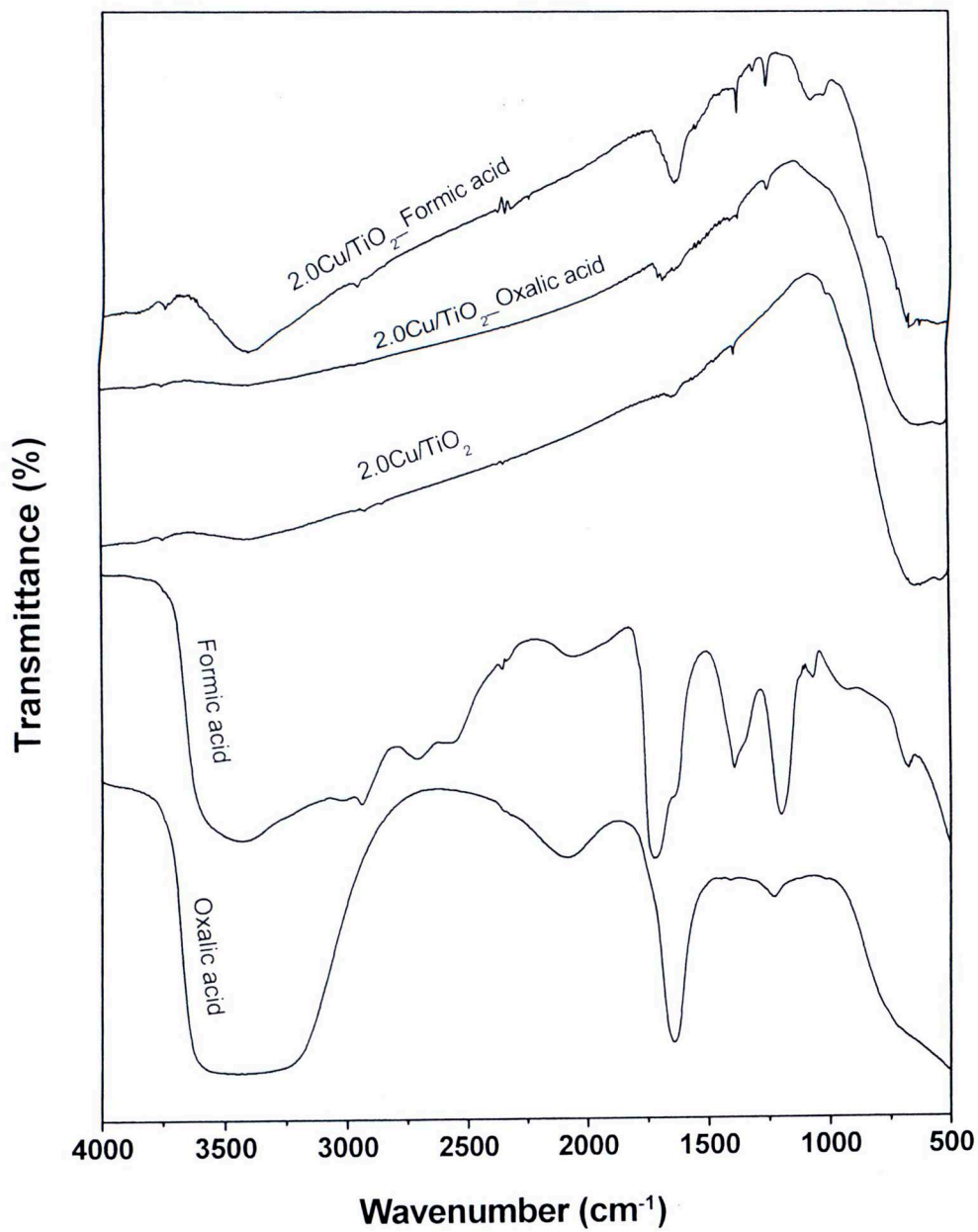
การเพิ่มประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ สำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กและทองแดงนั้นจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนเกิดขึ้นคือ Fe-oxalate, formate และ Cu-oxalate, formate



รูป 4.33 FT-IR สเปกตรัมของไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์, ไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ที่ทำปฏิกิริยากับกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิก เปรียบเทียบกับ FT-IR สเปกตรัมของกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิก



รูป 4.34 FT-IR สเปกตรัมของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5 โดยอะตอม และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5 โดยอะตอม ที่ทำปฏิกิริยากับกรดออกซาลิก และกรดฟอร์มิก เปรียบเทียบกับ FT-IR สเปกตรัมของกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิก



รูป 4.35 FT-IR สเปกตรัมของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2 โดยอะตอม และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2 โดยอะตอม ที่ทำปฏิกิริยากับกรดออกซาลิก และกรดฟอร์มิก เปรียบเทียบกับ FT-IR สเปกตรัมของกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิก

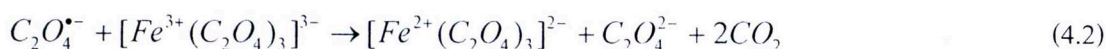
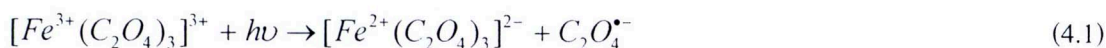
ตาราง 4.17 สรุปความถี่และชนิดของการสั่นในอินฟราเรดสเปกตรัมของกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิก

เลขคลื่น (cm ⁻¹)	ชนิดของการสั่น
กรดออกซาลิก	
3700 – 2500	O-H stretch, very broad
1740 – 1680	C=O stretch
1440 – 1395	C-O-H in plane bending
1280 – 1160	C-O, stretch, strong
กรดฟอร์มิก	
3700 – 2500	O-H stretch
1724 – 1722	C=O stretch
1214 – 1185	C-O, stretch, strong
1066	CO-OH

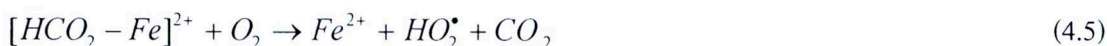
FT-IR สเปกตรัมในรูป 4.33–4.35 แสดงชนิดของการสั่นของโมเลกุลได้ตามช่วงของเลขคลื่นดังที่สรุปในตาราง 4.15 แสดงชนิดของการสั่นของกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิก การเกิดพีคที่เลขคลื่น 3700–2500 cm⁻¹ เป็นพีคที่เกิดขึ้นเนื่องจากการสั่นของโมเลกุลของน้ำที่เกาะอยู่กับตะกอน ซึ่งสังเกตได้จากทุกตัวอย่างของตัวเร่งปฏิกิริยา ลักษณะพีคจะกว้าง สำหรับการอธิบายถึงประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์นั้น พีคที่สนใจจะเกิดขึ้นที่เลขคลื่น 1690–1080 cm⁻¹ ซึ่งเกิดจากการสั่นของโมเลกุลเนื่องจากการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างโลหะกับออกซาเลตไดอนและฟอเมตไดอนที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

จากการศึกษาจากงานวิจัยที่ผ่านมา โดยทั่วไปสถานะของเหล็กและทองแดงจะอยู่ในรูป Fe³⁺ และ Cu²⁺ เมื่อศึกษาถึงความสามารถการเร่งปฏิกิริยาในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์นั้น การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ Fe³⁺/formate, Fe³⁺/oxalate และ Cu²⁺/formate, Cu²⁺/oxalate นั้นแสดงถึงมีการสร้างอนุมูลอิสระในปฏิกิริยาการย่อยสลาย สำหรับการสร้างอนุมูลอิสระจากการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ Fe³⁺/oxalate เกิดขึ้นเนื่องจากผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาถูกกระตุ้นด้วยแสง ทำให้ออกซาเลตเรดิคอล (C₂O₄^{•-}) เคลื่อนที่ออกจากผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาแล้วเกิดการสั่นจากนั้น (C₂O₄^{•-}) จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนเกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคอล (O₂^{•-}) และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) ซึ่งซูเปอร์ออกไซด์เรดิคอลเป็นตัวออกซิแดนซ์ในปฏิกิริยาการย่อย

สลายสารประกอบอินทรีย์ ชูปเปอร์ออกไซด์เรดิคัลที่เกิดขึ้นเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำยังสามารถแตกตัวเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัลซึ่งเป็นตัวออกซิแดนท์ที่แรงได้ด้วยการทำให้ความสามารถในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์มีประสิทธิภาพสูงขึ้น ปฏิกิริยาการสร้างอนุมูลอิสระจากการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน $Fe^{3+}/oxalate$ แสดงดังสมการที่ที่ 4.1–4.3 [44]



ส่วนการเกิดปฏิกิริยาของ $Fe^{3+}/formate$ เกิดขึ้นได้ดังสมการที่ที่ 4.4–4.5 [45] อนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยาคือ เปอร์ไฮดรอกซิลเรดิคัล ($HO_2^{\bullet}$)



สำหรับปฏิกิริยาของ $Cu^{2+}/formate$ และ $Cu^{2+}/oxalate$ นั้นเกิดขึ้นเช่นเดียวกันกับกรณีของ $Fe^{3+}/formate$ และ $Fe^{3+}/oxalate$ การสร้างอนุมูลอิสระซึ่งเป็นตัวออกซิแดนท์ได้จำนวนมากในปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสง แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีความสามารถในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ได้ดี ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาดังแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม และไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ พบว่าที่ตำแหน่งพิก 1690–1080 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งพิกของการสั่นเนื่องจากปฏิกิริยาของโลหะทรานซิชันกับออกซาลेटและฟอร์มेट ในกรณีของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม มีความเข้มพิกสูงกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม และไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ ดังนั้นปฏิกิริยาของโลหะทรานซิชันกับออกซาลेटและฟอร์มेटจึงเกิดขึ้นได้มากกว่า และมีการสร้างไฮดรอกซิลเรดิคัลได้จำนวนมากกว่า ส่งผลไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยเหล็กร้อยละ 5.0 โดยอะตอม มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายกรดออกซาลิกและกรดฟอร์มิกได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงร้อยละ 2.0 โดยอะตอม และไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์