



ประสิทธิภาพการย่อยสลายยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลในแหล่งน้ำ  
ที่เพาะปลูกข้าวในเขตอำเภอพิชัย จ.อุตรดิตถ์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา  
ชนิดฟิล์มระหว่างอินเดียมซัลไฟด์และซิงค์ออกไซด์  
ภายใต้การฉายแสงอาทิตย์

ณัฐกฤตา บุณณ์ประกอบ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์  
ประจำปีงบประมาณ 2560

<b>โครงการวิจัย</b>	ประสิทธิภาพการย่อยสลายยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลในแหล่งน้ำที่เพาะปลูกข้าวในเขตอำเภอพิชัย จ.อุตรดิตถ์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์มระหว่างอินเดียมซัลไฟด์และซิงค์ออกไซด์ภายใต้การฉายแสงอาทิตย์
<b>ชื่อผู้วิจัย</b>	อาจารย์ ดร.ณัฐกฤตา บุณณ์ประกอบ
<b>ปีที่ทำวิจัย</b>	2560

### บทคัดย่อ

ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์มอินเดียมซัลไฟด์/ซิงค์ออกไซด์คอมโพสิตถูกเตรียมขึ้นโดยวิธีการตกตะกอนร่วมแบบรีฟลักซ์ โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณโดยน้ำหนักของอินเดียมซัลไฟด์จาก 17.5%, 35% และ 70% ตามลำดับ จากผลวิเคราะห์สเปกตรัมจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบลักษณะพิเศษเฉพาะตัวของทั้ง  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{ZnO}$  ที่ชัดเจนและแคบแสดงถึงการเกิดโครงสร้างเฟสอย่างสมบูรณ์ ตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงชนิดคอมโพสิตสามารถดูดกลืนแสงวิชิเบิลได้ดีมากและมีค่าแถบพลังงานที่ลดลงอย่างเห็นได้ชัด เทคนิค XPS ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีและออกซิเดชันสเตต จากนั้นนำตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตมาเปรียบเทียบกับประสิทธิภาพการย่อยสลายแหล่งน้ำที่เพาะปลูกข้าวที่มียาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลในเขตอำเภอพิชัยภายใต้แสงอาทิตย์จริง กับตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{ZnO}$  นอกจากนั้นการใช้แสงจำลองช่วงวิชิเบิลในห้องปฏิบัติการเพื่อเป็นการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการทั้งหมดที่ทำการสังเคราะห์ อีกทั้งยังใช้  $\text{ZnO}$  ทางการค้ามาเปรียบเทียบกับประสิทธิภาพการย่อยสลายอีกด้วย ผลการทดลองพบว่าทั้งแหล่งแสงวิชิเบิลและแสงอาทิตย์จริง พบว่าเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายของเมทโทมิลที่เจือปนอยู่ในน้ำมีค่าสูงถึง 69.5 เปอร์เซ็นต์จากตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิตชนิด 35%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  และตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิตทุกตัวแสดงประสิทธิภาพการย่อยสลายที่ดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{ZnO}$  ทั้งนี้เนื่องจากปัจจัยหลายสิ่งที่ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิตสามารถย่อยสลายเมทโทมิลได้ดีกว่า คือ ขนาดอนุภาคนาโนขนาดเล็กที่มีพื้นที่ผิวที่สูง นอกจากนี้การเกิดคอมโพสิตที่สมบูรณ์ทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ในส่วนของการเชื่อมต่อของพื้นที่ผิวได้และค่าแถบพลังงานที่แคบลงทำให้สามารถใช้พลังงานที่ต่ำทำให้ดูดกลืนแสงในช่วงวิชิเบิลจากแสงอาทิตย์ได้มากขึ้น ทำให้เกิดการปรับปรุงประสิทธิภาพการย่อยสลายได้ดีขึ้น

**Research Title** Photocatalytic Degradation of Aqueous Methomyl Insecticide Effluent over a Novel Indium sulfide and Zinc Oxide Heterojunction Photocatalyst Film under Natural Solar Light

**Authors** Dr. Natkritta Bookprakob

**Year of research** 2017

### Abstract

Indium sulfide ( $\text{In}_2\text{S}_3$ )/Zinc oxide (ZnO) composite photocatalyst films have successfully synthesized by a facile co-precipitation method. The weight percentage of  $\text{In}_2\text{S}_3$  was added increasingly to ZnO to form the composite film, respectively. The  $\text{In}_2\text{S}_3$ /ZnO composite demonstrated both characteristic peaks of ZnO and  $\text{In}_2\text{S}_3$  with sharp and narrow XRD patterns. The drastically DR-UV-Vis spectrum of composites have significantly shifted into the visible light region and reduced optical band gap energies. The photocatalytic degradation of wastewater contaminated of methomyl insecticide from rice growing area in Pichai district, Uttaradit province were investigated over obtained photocatalysts under natural solar light irradiation. In addition, the photocatalytic efficiencies of aqueous methomyl solution was also revealed under simulated visible light. Both of two light sources, the nanocatalysts exhibited significantly higher performance of photodegradation of methomyl comparing with pure  $\text{In}_2\text{S}_3$ , pure ZnO and commercial ZnO in all sampling area. The highest percentage of methomyl degradation was found from 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3$  /ZnO composite (69.5 %). The major factors could be ascribed the enhanced solar-light-driven catalyst were small particles with high specific area ( $21.45 \text{ m}^2/\text{g}$ ) with the interfacial between  $\text{In}_2\text{S}_3$  and ZnO particles. Furthermore, the narrowed band gap energy and successfully composited photocatalyst were also confirmed the good results to harvest the light irradiation for enhanced photocatalytic activity.

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณทุนสนับสนุนงบประมาณแผ่นดิน (งปม. สวพ.02, วช.60) มหาวิทยาลัยราชภัฏอุดรดิตถ์ อธิการบดี สำนักวิจัย และสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติให้การสนับสนุนในการวิจัยครั้งนี้ ผู้วิจัยขอบคุณผู้ช่วยทางการวิเคราะห์คือ นางสาวสรันญา จันทาภิรมย์ที่ให้ความช่วยเหลือทางการเตรียมสารเพื่อทำการส่งวิเคราะห์เครื่องมือ ณ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่และมหาวิทยาลัยนเรศวร ตามลำดับ ขอขอบคุณสมาชิก NB นาโนแล็บทุกคนที่ช่วยเหลือในการเตรียมสารและช่วยเหลือด้านการเตรียมอุปกรณ์ต่างๆ รวมถึงการเก็บน้ำตัวอย่าง นอกจากนี้ ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุรภัทร์ อินทรีย์สังวร ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ที่ให้คำชี้แนะตรวจทานแก้ไขเล่มวิจัย รวมไปถึงแก้ไขบทความภาษาอังกฤษสำหรับตีพิมพ์ในระดับนานาชาติ นอกจากนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณหลักสูตรเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏอุดรดิตถ์ ที่ให้ความเอื้อเพื่อในการใช้เครื่องมือต่าง ๆ จากหลักสูตรเคมี ขอขอบคุณศูนย์วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่เอื้อเพื่อในการใช้เตาเผาอุณหภูมิสูงไว้ นอกจากนี้ยังขอขอบคุณ Mr. Chaiyuth Sae-kung, IPRI School of Chemistry, University of Wollongong, Australia สำหรับการเอื้ออำนวยความสะดวกด้านวารสารนานาชาติระบบฐานพิเศษและในการช่วยวัดค่าความหนาของฟิล์มและเครื่องวัดความเข้มของแสง ผู้วิจัยขอขอบพระคุณไว้ ณ ที่นี้ด้วย

ผู้ทำวิจัย

# สารบัญ

	หน้า
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.3 กรอบแนวคิดวิจัย	3
1.4 ขอบเขตของการวิจัย	4
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย	4
<b>บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	5
2.1 หลักการของปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์	5
2.2 ข้อมูลพื้นฐานของซิงค์ออกไซด์	7
2.3 การประยุกต์ใช้งานซิงค์ออกไซด์	9
2.4 อินเดียมซัลไฟด์	10
2.5 วิธีการเตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอินเดียมซัลไฟด์	12
2.6 หลักการและทฤษฎีสำหรับเทคนิคต่างๆ ที่ใช้วิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางกายภาพ	14
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย</b>	25
3.1 สถานที่ทำการทดลอง	25
3.2 อุปกรณ์และสารเคมี	25
3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา	30
3.4 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา	33
3.5 การขึ้นรูปฟิล์มตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิต $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$	35

3.6	การศึกษาย่อยสลายที่เจือปนยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลในแหล่งน้ำที่ เพาะปลูกข้าวในเขตอำเภอพิชัย จังหวัดอุตรดิตถ์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยานาโน คอมโพสิทชนิดอินเดียมซัลไฟด์และซิงค์ออกไซด์ด้วยแสงอาทิตย์	36
-----	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----

		หน้า
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัย</b>		39
4.1	ผลการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา	39
4.2	ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคที่เตรียมได้	40
4.3	ผลของสเปรตริมเพื่อหาการดูดกลืนแสงและแถบช่องว่างพลังงาน	41
4.4	ผลการวิเคราะห์เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและ การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (SEM-EDS)	43
4.5	ผลการวิเคราะห์เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)	49
4.6	ผลการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการย่อยสลายที่เจือปนยาฆ่าแมลงชนิด เมทโทมิลในแหล่งน้ำที่เพาะปลูกข้าวในเขตอำเภอพิชัย จ.อุตรดิตถ์	51
<b>บทที่ 5 สรุป อภิปรายผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ</b>		62
5.1	สรุปผลการวิจัย	62
5.2	อภิปรายผลการวิจัย	63
5.3	ข้อเสนอแนะ	65
<b>เอกสารอ้างอิง</b>		67
<b>ภาคผนวก</b>		71
<b>ประวัติผู้วิจัย</b>		77

## สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า	
2.1	คุณสมบัติของ ZnO	8
2.2	ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของ $\text{In}_2\text{S}_3$	12
3.1	สารเคมี ความบริสุทธิ์ สูตรโมเลกุล น้ำหนักโมเลกุล และบริษัทผู้ผลิตของสารเคมี	27
3.2	สภาวะในการย่อยสลายน้ำเสียที่เจือปนด้วยยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลด้วยแสงวิชิเบิล	37
4.1	การหาขนาดผลึกและพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้	41
4.2	ค่าการดูดกลืนแสงและแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้	45
4.3	สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม ZnO	45
4.4	สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม ZnO	46
4.5	สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม $\text{In}_2\text{S}_3$	47
4.6	สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม 35.0 wt.% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$	48
4.7	ค่าการดูดกลืนแสง ( $\text{Abs. } \lambda_{\text{max}}$ ) ความเข้มของเมทโทมิล ณ ความเข้มข้นต่างๆ	52
4.8	ความเข้มข้นของสารละลายเมทโทมิลที่ถูกย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 4 ชั่วโมงในห้องปฏิบัติการ	54
4.9	ความเข้มข้นของน้ำเสียเจือปนด้วยเมทโทมิลที่ถูกย่อยสลายในเวลา 5 ชั่วโมง	57
4.10	ความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีเมทโทมิลเจือจางจากแหล่งเพาะปลูกตำบลในเมือง ที่ถูกย่อยสลาย ( $C_t/C_0$ ) และร้อยละในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 300 นาที	57
4.11	ความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีเมทโทมิลเจือจางจากแหล่งเพาะปลูกตำบลชัยบ้านดารา ที่ถูกย่อยสลาย ( $C_t/C_0$ ) และร้อยละในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 300 นาที	58
4.12	ความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีเมทโทมิลเจือจางจากแหล่งเพาะปลูกตำบลชัยชุมพล ที่ถูกย่อยสลาย ( $C_t/C_0$ ) และร้อยละในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 8 ชั่วโมงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงด้วยแสงอาทิตย์จริง	61

## สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	กระบวนการเมื่อสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง	5
2.2	กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์	7
2.3	โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์	8
2.4	ZnO ขนาดนาโนที่อยู่รูปของผง	9
2.5	อนุภาค ZnO ขนาดนาโนซึ่งเป็นรูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่าน	9
2.6	เฟสไดอแกรมของ $\text{In}_2\text{S}_3$ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ	11
2.7	โครงสร้างผลึกของ of (a) เตตระโกนอล $\beta\text{-In}_2\text{S}_3$ , (b) cubic $\alpha\text{-In}_2\text{S}_3$ , และ (c) cubic $\gamma\text{-In}_2\text{S}_3$	11
2.8	การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล	13
2.9	X-ray Diffractometer	14
2.10	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตามกฎของแบรกก์	15
2.11	องค์ประกอบของเครื่อง SEM	16
2.12	สัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับวัสดุตัวอย่าง	17
2.13	การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน	19
2.14	Transmission Electron Microscope	20
2.15	องค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)	20
2.16	การเกิดอันตรกิริยาของสารเคมีกับการแผ่รังสีหรือแสง	21
3.1	การเตรียม Pure ZnO โดยวิธีการตกตะกอนร่วม	31
3.2	ขั้นตอนในการเตรียม $\text{In}_2\text{S}_3$ (ก) ชั้นที่เติม Thioacetamide จำนวน 10 mL (ข) ชั้นที่เติม Thioacetamide จนครบตามจำนวนปริมาตรสารละลาย	32
3.3	ขั้นตอนในการเตรียมคอมพอสิต 35 wt.% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ (ก) ขั้นตอนการเตรียม ZnO (ข) ชั้นตอนที่เติม $\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และ Thioacetamide (ค) ขั้นตอนการให้ความร้อนแบบรีฟลักซ์	33
3.4	การย่อยสลายด้วยแสงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา	38
4.1	ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ชนิดผง	39
4.2	ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ชนิดฟิล์ม	40
4.3	รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทั้งหมด	40

4.4	สเปกตรัมการดูดซับแสงฟังก์ชัน Kubelka-Munk ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้	42
4.5	สเปกตรัมการหาแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้	43
4.6	ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่าง Pure ZnO (ก) กำลังขยาย 50,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ค) กำลังขยาย 150,000 เท่า	44

### สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.7	การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ ZnO (EDS)	44
4.8	ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{In}_2\text{S}_3$ (ก) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 120,000 เท่า (ค) กำลังขยาย 150,000 เท่า	45
4.9	การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ pure $\text{In}_2\text{S}_3$ (EDS)	
4.10	ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิต 35 wt.% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ (ก) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ค) กำลังขยาย 150,000 เท่า	48
	การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา 35.0 wt.% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ (EDS)	48
4.11	การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา 35.0 wt.% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ (EDS)	
4.12	ฟิล์มแผ่นบางของตัวเร่งปฏิกิริยา 35.0 wt.% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$	49
4.13	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของตัวเร่งปฏิกิริยา ชนิด ZnO (ก) กำลังขยาย 135,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 360,000 เท่า	50
4.14	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด $\text{In}_2\text{S}_3$ (ก) กำลังขยาย 135,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 360,000 เท่า	50

4.15	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิต 35 wt% $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ (ก) กำลังขยาย 150,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 350,000 เท่า ในบริเวณ A (ค) กำลังขยาย 650,000 เท่า ในบริเวณ B	51
4.16	กราฟสอบเทียบสารละลายมาตรฐาน (Calibration curve) ของสารละลายเมทโทมิล	53
4.17	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของเมทโทมิล ( $\lambda_{\text{max}}$ ) ณ ความยาวคลื่นสูงสุดในช่วงความยาวคลื่น 200–300 nm เมื่อมีการฉายแสงรวมทั้งหมด 4 ชั่วโมง	54
4.18	กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทโทมิล แสดงความสัมพันธ์ของ $C_t/C_0$ กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงของตัวเร่งที่เตรียมได้	55
4.19	ตัวอย่างน้ำที่ได้มาจากการเก็บน้ำที่เจือปนด้วยเมทโทมิลจาก 5 ตำบลในอ.พิชัย	56

### สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.20	กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว ตำบลในเมือง แสดงความสัมพันธ์ของ $C_t/C_0$ กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงของตัวเร่งที่เตรียมได้	58
4.21	กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว ตำบลบ้านดาราแสดงความสัมพันธ์ของ $C_t/C_0$ กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงของตัวเร่งที่เตรียมได้	59
4.22	การศึกษาการย่อยสลายน้ำเสียที่เจือปนเมทโทมิลจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว จากเขตตำบลในเมืองด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงอาทิตย์จริง	60
4.23	กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว ตำบลในเมือง แสดงความสัมพันธ์ของ $C_t/C_0$ ในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 8 ชั่วโมงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงด้วยแสงอาทิตย์จริง	61



# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของการวิจัย

ในปัจจุบันประเทศไทยเป็นประเทศที่ใช้จ่ายค่าแมลงสูงเป็นลำดับที่ 5 ของโลก (องค์การอาหารและเกษตร..., 2552) เพื่อใช้สำหรับทั้งกำจัดศัตรูพืชในแหล่งเพาะปลูกพืชต่างๆ โดยเฉพาะการกำจัดศัตรูในแหล่งเพาะปลูกข้าว ในเขตพื้นที่จังหวัดอุดรดิตถ์มีพื้นที่ปลูกข้าวที่สำรวจในปี 2557 จำนวน 430,000 ไร่ (พิชยา ว่องตระกูล, 2558) ซึ่งจากข้อมูลพบว่าอำเภอพิชัยมีการระบาดของข้าววัชพืชหนัก (วลัยพร และคณะ, 2554) เมทโรนิลถูกใช้เป็นสารกำจัดแมลงที่เกษตรกรนิยมใช้กันอย่างแพร่หลายเพื่อใช้กำจัดศัตรูพืชนอนมีสีอ่อน เพี้ยอ่อน กำจัดเพลี้ยไฟ มวน หนอนเจาะสมอฝ้าย นอกจากนี้ยังใช้เป็นสารกำจัดเห็บ หมัด อีกด้วย (พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์, 2556) ดังนั้นปริมาณที่ใช้สูงจึงเกิดการปนเปื้อนในผลิตผลทางการเกษตรและตกค้างทั้งในแหล่งน้ำเพาะปลูกและบริเวณเพาะปลูกอย่างแน่นอน การบำบัดน้ำสำหรับใช้อุปโภคหรือนำน้ำกลับมาใช้หมุนเวียนให้กับเกษตรกรมาอย่างปลอดภัยเริ่มได้รับความสนใจมาในช่วง 20 ปีที่ผ่านมาโดยวิธีการแบบดั้งเดิมต่างๆ เช่น การดูดซับด้วย activated carbon (Aggarwal et al., 1999) อลูมินา (Goss et al., 2002) ซิลิกา (Hao et al., 2012) อีกวิธีหนึ่งที่น่าสนใจและเป็นวิธีใหม่ซึ่งเป็นการบำบัดน้ำเสียโดยใช้กระบวนการทางเคมีคือการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีประสิทธิภาพสูงดัดแปลงนำมาใช้สำหรับปฏิกิริยาการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยแสง (photocatalysis) จากงานวิจัยมากมายได้เผยแพร่การนำไปใช้ประโยชน์แล้วได้แก่  $\text{TiO}_2$  (Lim et al., 2006),  $\text{ZnS}$  (Wu et al., 2009), และ  $\text{CeO}_2$  (Zhai et al., 2007) ซึ่งสารกึ่งตัวนำเหล่านี้มีข้อดีคือ ราคาต่ำ มีความเสถียรทั้งทางกายภาพและทางเคมีได้ดี และหาได้ง่าย อย่างไรก็ตามตัวเร่งกลุ่มเหล่านี้มีข้อจำกัดในการดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงอุลตราไวโอเล็ต (UV) เท่านั้นซึ่งมีปริมาณแค่ 4-5% ในแสงวิสิเบิล (visible light) หรือแสงอาทิตย์ (solar light) (Liu et al., 2011) และมีแถบช่องว่างพลังงาน (band gap energy) กว้างอยู่ในช่วง 3.0-3.3 eV (Chen et al., 2011) ดังนั้นนักวิจัยจึงพยายามที่จะปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาให้สามารถดูดกลืนแสงในช่วงวิสิเบิลได้ดีและลด band gap energy ให้แคบลงเพื่อเพิ่มความสามารถในการกระโดดของอิเล็กตรอนจากคอนดักชันแบนด์สู่วาเลนซ์แบนด์โดยใช้พลังงานที่ต่ำลงซึ่งเป็นพลังงานจากแสงอาทิตย์ หนึ่งวิธีที่มีประสิทธิภาพคือการนำเอาสารกึ่งตัวนำที่มีค่าดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงวิสิเบิล มีค่า band gap energy ( $E_g$ ) ที่ต่ำ มีความเสถียรสูง เช่น  $\text{BiVO}_4$  (Gao และคณะ. 2013),  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  (Liu et al., 2012) และ  $\text{V}_2\text{O}_5$  (Saravanan et al., 2013) เป็นต้น หนึ่งในนั้นคือ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ซึ่งค่า  $E_g$  อยู่ในช่วง 2.1-2.3 eV มาทำการเฮเทอโรจังก์ชันหรือคอมพอสิต์รวมกันกับตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวได้อย่างมีประสิทธิภาพ

การย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำเสียสังเคราะห์ประเภทยาฆ่าแมลง โดยใช้เทคโนโลยีนาโนมาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงที่มองเห็นได้หรือแสงวิสิเบิลซึ่งมีปริมาณมากจากแสงอาทิตย์ โดยสารที่สนใจศึกษา คือ อินเดียมซัลไฟด์ (Indium sulfide,  $\text{In}_2\text{S}_3$ ) ที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม และศึกษาปัจจัยหรือสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ เช่น อุณหภูมิ ค่าความเป็นกรด-เบส (pH) และระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เพื่อให้ได้  $\text{In}_2\text{S}_3$  ที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารอินทรีย์ประเภทสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ได้ดีที่สุด (หนึ่งฤทัย เอกธรรมทัศน์ และจิราภรณ์ บัวส่อง, 2559)

ปัจจุบันได้มีกระบวนการบำบัดน้ำเสีย และกรรมวิธีต่างๆ ในการกำจัดสารอินทรีย์ ทำให้น้ำมีความบริสุทธิ์เพิ่มมากขึ้น แต่เนื่องจากอัตราการเกิดปฏิกิริยาช้า ดังนั้นวิธีที่เป็นทางเลือกใหม่ในการกำจัดสารที่เป็นมลภาวะทางน้ำได้โดยมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาค่อนข้างเร็วคือกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis process) ที่เป็นกระบวนการที่อนุภาคของสารมีส่วนร่วมในการทำให้เกิดอัตราการเปลี่ยนแปลงทางเคมีโดยที่ตัวเองไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อสิ้นสุดกระบวนการ และเรียกละสารที่เพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีโดยการลดพลังงานกระตุ้น (The activation energy) ว่า สารเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalyst) ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลซิสต้องมีองค์ประกอบ คือ แคตาลิสต์ เช่น สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) พลังงานแสงซึ่งมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับพลังงานโฟตอนของตัวออกซิเจน หรือตัวออกซิแดนท์ (Oxidants) อื่นๆ แคตาลิสต์เป็นสารกึ่งตัวนำมีมากมายหลายชนิด (ปิยะรัตน์ หลิวสิริแสง, 2554)

$\text{In}_2\text{S}_3$  ประกอบด้วยธาตุ Indium (In) และ Sulphur (S) สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 24 ชั่วโมง ในสภาวะที่เป็นกรดคือ ค่า pH เท่ากับ 3 โดยค่า pH ของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์ส่งผลต่อรูปร่างและสมบัติการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  โดยที่ค่า pH เท่ากับ 3  $\text{In}_2\text{S}_3$  ที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างคล้ายดอกไม้ (flower-like) และมีความเป็นผลึกสูง เมื่อทำการเพิ่มค่า pH ของสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์จาก 2 ไปยัง 3 และ 4 พบว่า รูปร่างเปลี่ยนไป ความเป็นผลึกของสารผลิตภัณฑ์ลดลง ขนาดเล็กลงแต่ขนาดที่เล็กลงนั้นก็ส่งผลให้มีสมบัติการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงดีขึ้น เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาจะเกิดบริเวณพื้นผิวของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ดังนั้น ขนาดที่เล็กลงส่งผลให้ปริมาณพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้น อัตราการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจึงเพิ่มขึ้นนั่นเอง (หนึ่งฤทัย เอกธรรมทัศน์ และจิราภรณ์ บัวส่อง, 2559) ซึ่งในปัจจุบันได้รับการนิยมนำมาใช้อย่างกว้างขวางเพื่อนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

$\text{In}_2\text{S}_3$  จัดเป็นสารกลุ่มโลหะซัลไฟด์ ซึ่งในปัจจุบันได้รับการนิยมนำมาใช้อย่างกว้างขวางเพื่อนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง  $\text{In}_2\text{S}_3$  มีช่องว่างของแถบพลังงาน (Band Gap Energy,  $E_g$ ) ที่แคบคือ 2.0-2.2 อิเล็กตรอนโวลต์ (Electron volt, eV) และสามารถดูดกลืนแสงในช่วงที่ตามองเห็นได้ ZnO จัดเป็นสารกึ่งตัวนำที่มี  $E_g$  ค่อนข้างกว้างคือ 3.37 eV มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอล และมี

ความโปร่งแสงสูง มีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง และสมบัติด้านการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ดังนั้น เพื่อจะปรับปรุงประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3$  การทำคอมโพสิทระหว่าง  $\text{In}_2\text{S}_3$  กับ  $\text{ZnO}$  จะช่วยทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เคลื่อนเข้าสู่บริเวณวิสิเบิลซึ่งเป็นพลังงานที่มีมากใน แสงอาทิตย์

การเตรียมสารด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีการแยกไอออนหรือโมเลกุลของสารที่สนใจ ซึ่งอยู่ในเฟสของสารละลายจะถูกทำให้กระจายอยู่ในเฟสของของแข็ง หรือที่เรียกว่าตะกอนโดยเพิ่มสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการตกตะกอน เช่น pH ความเข้มข้นของสารที่อยู่ร่วมกันและอัตราส่วน การผสมของสารละลาย เป็นต้น ซึ่งจะบริสุทธิ์ขนาดไหนนั้นจะพิจารณาจากการเปรียบเทียบระหว่าง ค่าผลคูณของไอออน (Ion product) กับค่าคงที่ของการละลาย (Solubility product constant,  $K_{sp}$ ) วิธีการตกตะกอนเป็นวิธีการเตรียมที่ไม่ยุ่งยาก ได้ผลผลิตสูง และจะเรียกชื่อวิธีการเตรียมตามชนิด ตัวกลางของสารหลักที่ใช้ (วิรัชชา เครือฟู และภูสิต ปุกมณี, 2552).

$\text{In}_2\text{S}_3$  เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งมีการศึกษาค้นคว้าวิจัยในช่วงทศวรรษที่ผ่านมา และเป็นสารที่ ค่อนข้างใหม่ สารกลุ่มเหล่านี้ได้รับความสนใจจากนักวิจัยมากมายเนื่องจาก เป็นสารกลุ่มที่ไม่ใช่ ไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งใช้มาอย่างกว้างขวางแล้ว อีกทั้งค่าแถบช่องว่างพลังงานของสารกลุ่มนี้ยังมีค่า ต่ำกว่าสารกลุ่มไทเทเนียมอีก  $\text{In}_2\text{S}_3$  มีแถบช่องว่างพลังงานแคบที่สุดคือ 2.4-2.8 eV (Ye et al., 2014)

$\text{In}_2\text{S}_3$  เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาขนาดนาโนที่ค่อนข้างใหม่ มีแถบพลังงานประมาณ 1.8 eV สามารถ ดูดกลืนแสงในช่วง 550-650 nm (Li, 2012) ดังนั้นการนำนาโนคอมโพสิทชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{TiO}_2$  จาก คุณสมบัติของ  $\text{TiO}_2$  ที่มีพื้นที่ผิวสูงจะส่งผลให้มีบริเวณ active site มากขึ้น ในขณะที่การเจือ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ที่มีค่าแถบพลังงานที่ต่ำจะจะช่วยลดแถบพลังงานของ In ให้แคบลงเพื่อใช้งานได้ในแสงวิสิเบิลใน ขณะเดียวกันซึ่งส่งผลต่ออย่างยิ่งต่อการย่อยสลายน้ำเสียที่มีสีขุ่นได้

ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะศึกษาและปรับปรุงประสิทธิภาพการย่อยสลายด้วยแสงของ สารประกอบน้ำที่เจือปนยาฆ่าแมลงที่มีเมทโทมิลเจือปน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิทระหว่าง  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{ZnO}$  เพื่อเป็นแนวทางในการลดมลพิษทางน้ำดังกล่าวที่น่าสนใจและเป็นวิธีใหม่ซึ่งเป็นการ บำบัดน้ำเสียโดยใช้กระบวนการทางเคมีคือ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (photocatalyst) ในการ ย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ที่อยู่ในน้ำเสียให้ลดลงหรือหมดไป ตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยเพิ่มอัตราเร็ว ของปฏิกิริยาทำให้เกิดปฏิกิริยาเข้าสู่สมดุลเร็วขึ้นโดยที่ตัวมันเองไม่ถูกใช้อย่างถาวรในปฏิกิริยา โดย จะเรียกกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ตัวเร่งปฏิกิริยาไม่ถูกใช้ไปอย่างถาวรในปฏิกิริยาและ สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ว่าปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์ (heterogeneous photocatalysis) (พลชัย พงษ์วัน, 2555)

## 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.2.1 เพื่อเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์มคอมโพสิตชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  ด้วยวิธีทางเคมี
- 1.2.2 ศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่เตรียมได้เพื่อสามารถอธิบายถึงประสิทธิภาพในการย่อยสลาย
- 1.2.3 ศึกษาประสิทธิภาพของระบบตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ในสารละลายยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลที่ปนอยู่ในแหล่งน้ำในนาข้าว

## 1.3 กรอบแนวคิดวิจัย

สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์มคอมโพสิต  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  เพื่อดูดกลืนแสงอาทิตย์ได้ (แสงช่วงวิซิเบิลมีถึงร้อยละ 95%) โดยขึ้นรูปเป็นฟิล์ม นำกลับมาใช้ใหม่ได้และนำไฟฟ้าได้ดี ประยุกต์โดยการใส่ไฟฟ้าเพิ่มเข้าไปได้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยโดยใช้วิธีคอมโพสิตเป็นวิธีที่ง่ายเพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาใช้แสงกระตุ้นในช่วงวิซิเบิลหรือแสงที่ตามองเห็นได้

## 1.4 ขอบเขตของการวิจัย

การศึกษาวิจัยครั้งนี้ ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงชนิดนาโนคอมโพสิต  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  โดยใช้แสงอาทิตย์จริงในการย่อยสลายยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลที่ปนอยู่ในแหล่งน้ำในนาข้าว (เปรียบเทียบกับแบบจำลองแสงช่วงมองเห็นได้ในห้องปฏิบัติการ) การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงชนิดฟิล์มคอมโพสิต  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$

## 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

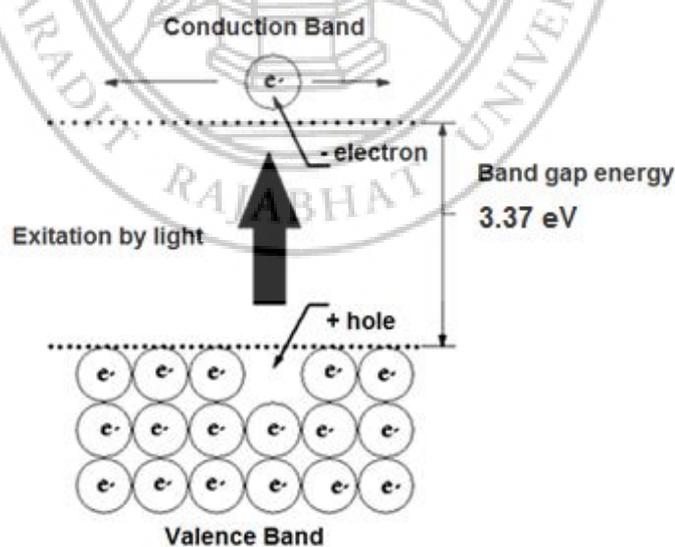
- 1.5.1 ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาฟิล์มคอมโพสิตชนิดใหม่ที่มีประสิทธิภาพสูง
- 1.5.2 คาดว่าจะได้นำเสนอผลงานระดับนานาชาติ หรือตีพิมพ์ในวารสารฐาน TCI เป็นอย่างต่ำ
- 1.5.3 ทราบถึงประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทโทมิลในน้ำที่อยู่ในแหล่งเพาะปลูกข้าว
- 1.5.4 ได้นำไปสู่อีกแนวทางในการบำบัดน้ำสำหรับอุปโภคแก่ท้องถิ่นต่อไป

## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 หลักการของปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์

เนื่องจากซิงค์ออกไซด์มีตำแหน่งที่ว่างของออกซิเจนในโครงสร้างผลึก ไทเทเนียมไดออกไซด์จึงจัดได้ว่าเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงที่เป็นสารกึ่งตัวนำนั้นจะมีความสามารถในการดูดซับสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยา 2 ชนิดไปพร้อมๆ กัน ซึ่งสามารถก่อให้เกิดทั้งปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน (Oxidation and reduction reactions) โดยการกระตุ้นด้วยการดูดกลืนโฟตอนที่มีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าพลังงานของแถบช่องว่างพลังงาน ความสามารถของสารกึ่งตัวนำที่จะถ่ายโอนอิเล็กตรอนไปยังสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยาที่ถูกดูดซับไว้นั้นขึ้นอยู่กับตำแหน่งของแถบช่องว่างพลังงานของสารกึ่งตัวนำและตำแหน่งของศักย์พลังงานในการเกิดรีด็อกซ์ (Redox) ของสารที่ถูกดูดซับ โดยปกติแล้วระดับของพลังงานที่ต่ำที่สุดของแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band) จะเป็นระดับของศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันด้วยอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น (Excited electron) ในทางกลับกัน ระดับของพลังงานที่สูงที่สุดของแถบวาเลนซ์ (Valence band) จะเป็นระดับศักย์พลังงานที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโฮล (Hole) ที่เหลืออยู่หลังจากที่อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นไปแล้วดังรูปที่ 2.1 (ตะวัน สุขน้อย, 2543)



รูปที่ 2.1 กระบวนการเมื่อสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสง

(จินดา ศิริตา, 2548)

การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในน้ำประกอบด้วยแสงที่ส่องผ่านน้ำไปยังตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งมีพลังงานโฟตอน ( $h\nu$ ) ที่มากกว่าหรือเท่ากับพลังงานของแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นจากแถบวาเลนซ์ให้เคลื่อนที่ไปยังแถบการนำไฟฟ้า ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮลซึ่งจะวิ่งกระจายอยู่ที่ผิวของสารกึ่งตัวนำ ดังสมการ 2.1

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่แถบวาเลนซ์ซึ่งมีโฮล จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) โดยที่โฮลจะทำปฏิกิริยากับน้ำและไฮดรอกไซด์ไอออน ( $OH^-$ ) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (hydroxyl radical,  $OH^\bullet$ ) สามารถเขียนเป็นสมการได้ดังสมการ 2.2–2.3 ซึ่งเป็นตัวออกซิเดนต์ที่แรงในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง สามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ต่างๆ ได้ อีกทางด้านหนึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่แถบการนำไฟฟ้า คืออิเล็กตรอนจะเคลื่อนจากแถบการนำไฟฟ้าไปยังตัวรับอิเล็กตรอน (electron acceptor) ในสารละลายจะเกิดปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) ในสภาวะปกติความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุของอิเล็กตรอนที่แถบการนำไฟฟ้าไม่มีศักย์รูปที่พอที่จะบำบัดสารอินทรีย์ได้ แต่เนื่องจากในระบบบำบัด มีออกซิเจนละลายน้ำอยู่ ออกซิเจนนี้จะเป็นตัวรับอิเล็กตรอนเกิดปฏิกิริยารีดักชัน เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัล (superoxide radical,  $O_2^{\bullet-}$ ) ซึ่งเป็นตัวรีดิวซ์ ดังสมการ 2.4–2.7 ซึ่งเป็นอนุมูลอิสระที่สามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ได้ นอกจากนั้นแล้วเมื่อซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลทำปฏิกิริยาต่อจะสามารถเกิด ไฮดรอกไซด์เรดิคัลขึ้นได้ และการรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนและโฮลจะเกิดเป็นพลังงานความร้อนดังสมการ 2.7 ผลลัพธ์สุดท้ายจากการย่อยสลายสารอินทรีย์คือคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงสามารถเขียนเป็นสมการได้ดังนี้คือ

ปฏิกิริยาการกระตุ้นด้วยแสงหรือโฟตอน



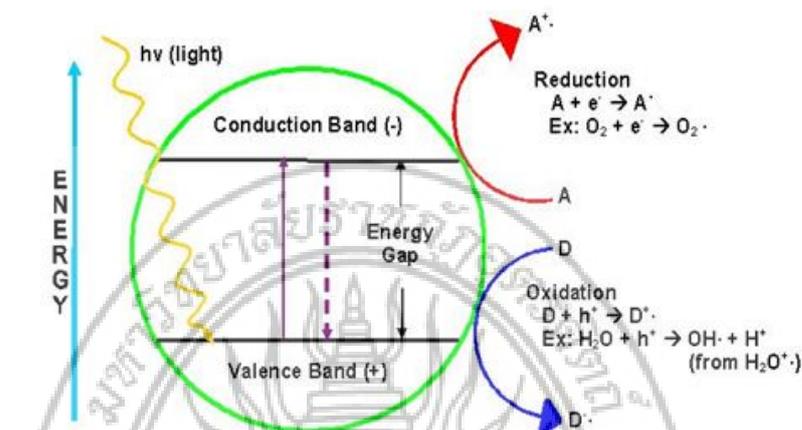
ปฏิกิริยาออกซิเดชัน



ปฏิกิริยารีดักชัน



ปฏิกิริยาการรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนและโฮล (electron-hole recombination)



รูปที่ 2.2 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์  
(พลุชัย พงษ์วัน, 2555)

จากรูปที่ 2.2 กลไกการเร่งปฏิกิริยาการด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะ โดยโลหะที่เจือนั้นจะไปเกาะติดอยู่ที่ผิวของซิงค์ออกไซด์ และทำหน้าที่เป็นตัวดักจับอิเล็กตรอนเพื่อยับยั้งการรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนกับโฮล ซึ่งหากเกิดการรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนและโฮล จะเกิดเป็นพลังงานความร้อน ทำให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงลดลง (สิชลและคณะ, 2555: ออนไลน์) นอกจากนี้โลหะซึ่งเป็นตัวรับอิเล็กตรอนได้ดีนั้นจะไปสร้างชั้นของระดับพลังงานย่อยระหว่างแถบการนำไฟฟ้าและแถบวาเลนซ์ อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากแถบวาเลนซ์ไปยังชั้นระดับพลังงานย่อยเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง ทำให้แถบช่องว่างพลังงานแคบลงซึ่งส่งผลให้ความต้องการใช้พลังงานน้อยลงในการกระตุ้น ซิงค์ออกไซด์ปกติต้องใช้พลังงานสูงในช่วงความยาวคลื่นของแสงยูวีในการกระตุ้น แต่เมื่อมีชั้นของระดับพลังงานย่อยระหว่างแถบการนำไฟฟ้าและแถบวาเลนซ์จะสามารถใช้พลังงานที่อยู่ในช่วงความยาวคลื่นของแสงวิสิเบิลก็เพียงพอสำหรับการกระตุ้นให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ได้ (จตุพร วิทยาคุณ, 2547)

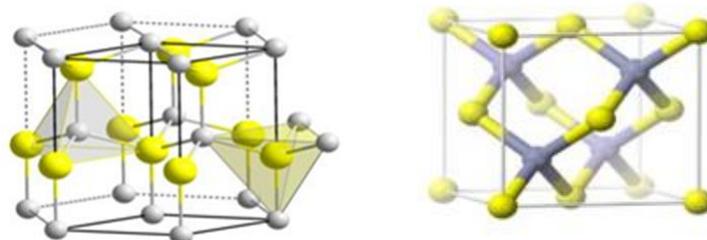
## 2.2 ข้อมูลพื้นฐานของซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่ประกอบด้วยธาตุ Zn และ O รู้จักกันดีในชื่อของ “คาลาไมล์” (Calamine) มีลักษณะทั่วไปเป็นผงสีขาว ไม่ละลายน้ำ ละลายได้ดีในกรดและเบส ZnO เกิดจากการให้ความร้อนกับธาตุ Zn ที่อุณหภูมิ 600-900 °C สมบัติของ ZnO แสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติของ ZnO

ข้อมูล	ค่าหรือคุณสมบัติ
ชื่อตามระบบ IUPAC	zinc oxide หรือ oxozinc
CAS number	1314-13-2
สูตรโมเลกุล	ZnO
มวลโมเลกุล	81.408 กรัมต่อโมล
ความหนาแน่น	5.606 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดหลอมเหลว	1975 องศาเซลเซียส
จุดเดือด	2360 องศาเซลเซียส
ดัชนีหักเห	2.0041

ลักษณะโครงสร้างทางเคมีมี 2 รูปแบบคือแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซต์ (Hexagonal wurtzite) และเมื่อให้ความดันสูงถึง 10 เมกะปาสคาล ZnO จะเปลี่ยนลักษณะโครงสร้างเป็นแบบคิวบิกซิงค์เบลนด์ (Cubic Zinc blend) ดังรูปที่ 2.3(ก) และ 2.3(ข) ตามลำดับ



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของ ZnO (ก) เฮกซะโกนอลเวิร์ทไซต์ ZnO (ข) คิวบิกซิงค์เบลนด์ (Wetchakun et al., 2012)

ซิงก์ออกไซด์ (Zinc Oxide; ZnO) เป็นสารกึ่งตัวนำ มีช่องว่างแถบพลังงานประมาณ 3.37eV โครงสร้างผลึกของ ซิงก์ออกไซด์เป็นแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ภายในโครงสร้างมีออกซิเจนไอออน (Oxygen ions :  $O^{2-}$ ) แทรกอยู่ตรงตำแหน่งกึ่งกลางระหว่าง ซิงค์ไอออน (Zinc ions :  $Zn^{2+}$ ) ซิงก์ออกไซด์มีค่าคงที่ผลึก (Lattice constants) a เท่ากับ 3.24 อังสตรอมและ c = 5.19 อังสตรอม เนื่องจากซิงก์ออกไซด์ (Zinc oxide; ZnO) มีช่องว่างแถบพลังงานที่กว้างจึงสามารถประยุกต์ใช้ในอุณหภูมิต่ำกว่าสารกึ่งตัวนำไม่ใช่อินทรีย์ (Wide band gap) ค่าช่องว่างแถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำมีความสัมพันธ์กับค่าความยาวคลื่น ตามสมการดังนี้

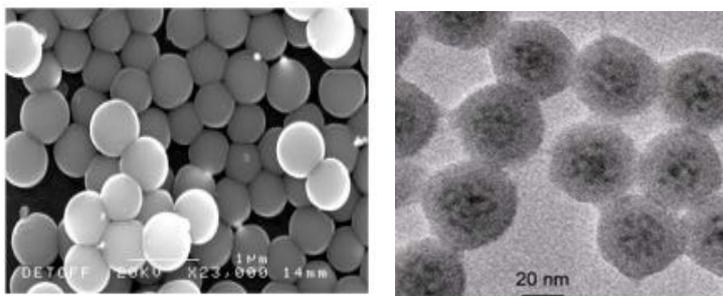
$$E_g = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad \text{หรือ} \quad E_g \text{ ในหน่วย eV} = \frac{1241}{\lambda}$$

เมื่อ  $E_g$  = พลังงานของช่องว่างแถบพลังงาน (Band gap energy)  
 $c$  = ความเร็วของแสง (Velocity of light) มีค่าเท่ากับ  $3.0 \times 10^8$  เมตรต่อวินาที (m/s)  
 $h$  = ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck constant) มีค่าเท่ากับ  $6.6 \times 10^{-34}$  จูลวินาที (J.S)  
 $\lambda$  = ค่าความยาวคลื่น (Emitted wavelength) มีหน่วยเป็นเมตร (m)

เนื่องจากโครงสร้างผลึกของ ZnO เป็น Wurtzite (Hexagonal) ซึ่งไม่มีสมบัตินิสมมาตรแบบกลับ (Inversion symmetry) จึงทำให้เมื่อออกแรงกับแกน ของ ZnO จะสามารถสร้างกระแสไฟฟ้าได้ ตัวอย่างนาโนซิงก์ออกไซด์ (nano-ZnO) เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการเปลี่ยนขนาด อนุภาค ZnO ให้มีขนาดเล็กลงอยู่ในระดับ  $10^{-9}$  เมตร หรือนาโนเมตร และมีความบริสุทธิ์สูง โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ทั้งสามแบบได้แสดงดังรูปที่ 2.4 และรูปที่ 2.5 แสดงถึงอนุภาคนาโนซึ่งเป็นรูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่าน



รูปที่ 2.4 ZnO ขนาดนาโนที่อยู่รูปของผง  
(ณัฐวุฒิ เทียมจันทร์, 2553)



รูปที่ 2.5 อนุภาค ZnO ขนาดนาโนซึ่งจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่าน (Lam et. al., 2014)

## 2.3 การประยุกต์ใช้งานเชิงค็อกซ์ไต์

### 2.3.1 นาโนคอมโพสิต

การรวมกันของวัสดุ 2 ชนิด หรือมากกว่า ในระดับมหัพภาค (Macroscopic Level) โดยที่วัสดุทั้ง 2 ชนิดไม่ได้เกิดปฏิกิริยาต่อกัน (Insoluble in each other) เกิดเป็น 2 เฟส ได้แก่ เฟสหลัก (Matrix Phase) เฟสหลักของวัสดุและเฟสรอง/เฟสกระจาย (Disperse Phase) - เฟสของวัสดุที่กระจายเข้าไปอยู่ในเฟสหลัก วัสดุผสมที่ได้จะสามารถแสดงสมบัติเด่นของเฟสทั้งสอง Nano Composite วัสดุประกอบนาโนนั้นเฟสใดเฟสหนึ่งของวัสดุประกอบ มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร

### 2.3.2 ผลกระทบป้องกันรังสี UV (UV protection)

อนุภาค ZnO สะท้อนแสงออกมาทำให้เห็นเป็นสีขาวเวลาทาบน ผิวหนัง ถ้าอนุภาคขนาดนาโนเมตร จะโปร่งใสแต่ก็ยังสามารถในการสะท้อนรังสียูวี

### 2.3.3 อุตสาหกรรมยาง (Rubber Industry)

ZnO ดูดกลืนความร้อนได้ดี และ ZnO + Copper oxide เป็น Zinc-Copper salt สำหรับการติดยางบนทองเหลือง ZnO เร่งปฏิกิริยาในกระบวนการอบร้อนยาง

### 2.3.4 อุตสาหกรรมแก้วและเซรามิก

ZnO ใช้เป็นส่วนประกอบสำคัญสำหรับแก้วที่สามารถ หลอมเหลวในอุณหภูมิต่ำ เช่น ใช้ในการเชื่อมแก้วและโลหะเข้าด้วยกัน ZnO เซรามิก มวลเบา ทนความร้อนสูง ทนกระแสไฟฟ้า ZnO เป็นเซรามิกใส เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงๆ

### 2.3.5 อุตสาหกรรมเครื่องสำอางและเวชภัณฑ์

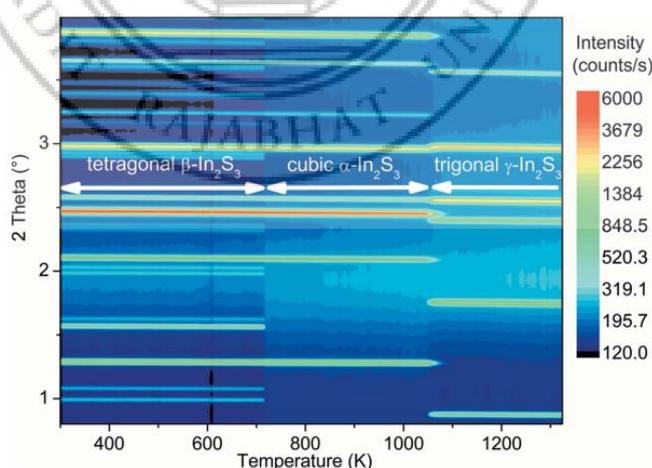
ZnO ใช้ในเครื่องสำอาง โดยช่วยป้องกันรังสี UV ZnO ช่วยฆ่าเชื้อแบคทีเรีย รักษาแผล อุดฟัน (อัมัลกัม, eugenol cement) พลาสเตอร์ยาปิดแผล

### 2.3.6 อนุภาคนาโนเชิงค็อกซ์ไต์ทางการเกษตร

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์รักษาโรคแคงเกอร์ในสวนมะนาว โรงแคงเกอร์เกิดจากเชื้อแบคทีเรีย *Xanthomonas campestris* pv. *citri* (Hasse) Dye ผสม ZnO ~15 กรัม กับ น้ำ 200 ลิตร ฉีดพ่นทุกๆ 10-15 วัน สามารถยับยั้งการเกิดเชื้อรากับต้นและผลมะนาวได้ดี ศูนย์วิจัยนาโนเทคโนโลยีเพื่อการเกษตร อ.ด่านช้าง จ.สุพรรณบุรี แผ่นยางพาราที่มีการผสมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ สามารถยับยั้งการเกิดเชื้อรากับแผ่นยางพารา ทำให้เก็บรักษาได้นานมากกว่า 3 เดือน สีเหลืองทอง สม่ำเสมอ เนื้อยางใส ลายดอกชัดเจน สามารถรับแรงกระทำสูงสุด 8.23 นิวตัน และระยะยืด 435.1 มิลลิเมตร ซึ่งอยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน หมู่บ้านยางพารานาโนพระจอมเกล้าลาดกระบัง อ.กาญจนดิษฐ์ จ.สุราษฎร์ธานี

## 2.4 อินเดียมซัลไฟด์ (Indium sulfide, $\text{In}_2\text{S}_3$ )

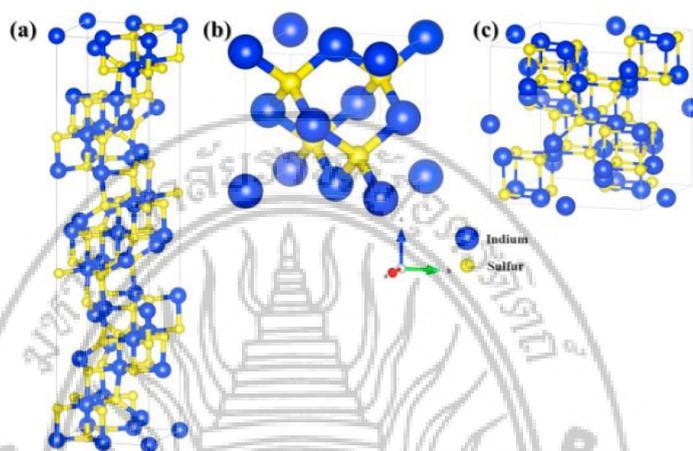
อินเดียมซัลไฟด์ (Pistor et. al., 2016) เป็นสารกึ่งตัวนำที่แถบพลังงานอยู่ในช่วง 2.4-2.8 อิเล็กตรอนโวลต์ มีคุณสมบัติเป็นทั้งสารที่นำไฟฟ้าด้วยแสงและเป็นสารเรืองแสง ซึ่งส่งผลให้เป็นสารกึ่งตัวนำที่ประยุกต์ใช้สำหรับการออปโตอิเล็กทรอนิกส์ อินเดียมซัลไฟด์นั้นมีโครงสร้างทางผลึกโดยมีการเชื่อมต่อพันธะไอออนิกกับแบบไม่ซับซ้อนของ In-S โดยในปี 1949 ฮานส์และคณะได้รายงานผลการสังเคราะห์เฟสคิวบิกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 600 เคลวิน ซึ่งเรียกว่าเฟส  $\alpha\text{-In}_2\text{S}_3$  หากเปลี่ยนเกิดการเฟสขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเป็น  $\beta\text{-In}_2\text{S}_3$  สามารถแสดงการเปลี่ยนเฟสโดยสัมพันธ์กับค่าอุณหภูมิตั้งรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 เฟสไดอะแกรมของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ

(Pistor et. al., 2016)

$\text{In}_2\text{S}_3$  เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล พบทั้งหมด 3 เฟสได้แก่  $\beta\text{-In}_2\text{S}_3$ ,  $\alpha\text{-In}_2\text{S}_3$  และ  $\gamma\text{-In}_2\text{S}_3$  โครงสร้างได้แสดงดังรูปที่ 2.7 นอกจากนี้ในแต่ละเฟสมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์แตกต่างกันดังแสดงในตารางที่ 2.2



รูปที่ 2.7 โครงสร้างผลึกของ (a) เตตระโกนอล  $\beta\text{-In}_2\text{S}_3$ , (b) cubic  $\alpha\text{-In}_2\text{S}_3$ , and (c) cubic  $\gamma\text{-In}_2\text{S}_3$  (Pistor et. al., 2016)

ตารางที่ 2.2 ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของ  $\text{In}_2\text{S}_3$

	Temperature (K)	Space group	Number	$a_0 = b_0$ (Å)	$c_0$ (Å)	$\alpha = \beta$ (°)	$\gamma$ (°)	
#1	$\beta\text{-In}_2\text{S}_3$	309	$I4_1/amd$	141	7.6231 (4)	32.358 (3)	90	90
#2	$\alpha\text{-In}_2\text{S}_3$	749	$Fd\bar{3}m$	227	10.8315 (2)	10.8315 (2)	90	90
#3	$\gamma\text{-In}_2\text{S}_3$	1099	$P\bar{3}m1$	164	3.8656 (2)	9.1569 (5)	90	120

(Pistor et. al., 2016)

## 2.5 วิธีการเตรียมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และอินเดียมซัลไฟด์

### 2.5.1 วิธีการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) (Dutta และคณะ, 2005)

การตกตะกอนจะอาศัยวิธีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ หรือความดันของสารละลาย เพื่อให้เกิดมีตะกอนขึ้น ซึ่งขบวนการหลักที่เกิดขึ้นในการตกตะกอนจะประกอบด้วย การเกิดนิวเคลียส และการเติบโตของนิวเคลียส โดยทั่วไปแล้วถ้าระบบมีอัตราการเกิดนิวเคลียสสูง แต่มีอัตราการเติบโตช้าๆ อนุภาคของตะกอนที่ได้ออกมาจะมีขนาดเล็ก ตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อความบริสุทธิ์และลักษณะทางกายภาพของตะกอนที่เตรียมได้ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อุณหภูมิ pH และอัตราการผสมสารละลาย เป็นต้น วิธีการตกตะกอนนี้สามารถที่จะเลือกตะกอนได้ทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ สารที่ตกตะกอนได้จะมีความเหมาะสมหรือไม่เพียงใดนั้นขึ้นอยู่กับเงื่อนไข 4 ข้อ คือ

- 1) สารนั้นต้องมีการละลายต่ำทั้งนี้เพื่อให้ตะกอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์ และไม่เกิดการสูญเสียตะกอนในขณะล้างตะกอน
- 2) สารที่ตกตะกอนได้ต้องมีความบริสุทธิ์สูง
- 3) ตะกอนที่ได้ต้องมีขนาดพอเหมาะเพื่อที่จะสามารถกรองได้ง่าย
- 4) สารที่ตกตะกอนได้ต้องไม่เกิดปฏิกิริยาเคมีขณะทำให้แห้งหรือขณะเผา และสารที่เตรียมได้ต้องมีสัดส่วนขององค์ประกอบที่แน่นอน

เทคนิคการตกตะกอนร่วมกันเริ่มจากการผสมสารละลายของพวกโลหะที่เป็นเกลือกับสารที่ช่วยให้ตกตะกอน (precipitation agent) ได้แก่ กรดออกซาลิก กรดซิตริก หรือพวกกรดอินทรีย์อื่นๆ ที่มีความสามารถในการละลายต่ำ ในระหว่างการตกตะกอนร่วมกันนั้นลักษณะของตะกอนที่เป็นไปได้มีอยู่ด้วยกัน 2 แบบคือ การตกตะกอนร่วมแท้ (true precipitation) ซึ่งเป็นการตกตะกอนของสารผสมระหว่างโลหะของสารตั้งต้นที่เป็นไปตามปริมาณสัมพันธ์เคมีและการตกตะกอนร่วมที่มีการจับก้อนในเวลาเดียวกัน (simultaneous co-precipitation and co-aggregation) ซึ่งเป็นการตกตะกอนที่เกิดจากการจับก้อนกันของกระจุกตะกอนที่เกิดจากอนุภาคต่างพวกกัน การตกตะกอนจะเกิดแบบใดนั้นขึ้นอยู่กับสมบัติทางเทอร์โมไดนามิกส์ของสารละลายที่ใช้

#### ข้อดี

1. วิธีการตกตะกอนเป็นเทคนิคที่ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง
2. สามารถควบคุมสัณฐานวิทยา (morphology) และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (particle size distribution) ได้เป็นอย่างดี

#### ข้อเสีย

1. วิธีการตกตะกอนเป็นเทคนิคที่จะต้องมีการแยกตะกอนออกจากสารละลายจึงอาจทำให้สารสูญหายไปในช่วงตอนนี้ได้
2. การทำให้แห้งและการให้ความร้อนแก่ตะกอนมักจะทำให้ตะกอนเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate)

#### 2.5.2 วิธีซอล-เจล (Sol-gel method) (Yang et. al, 2009)

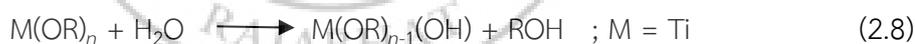
ในการเตรียมสารด้วยวิธีนี้เริ่มจากการใช้สารตั้งต้นที่อยู่ในรูปสารละลายซึ่งผสมเข้ากันได้เป็นอย่างดีและสามารถทำปฏิกิริยากันในระดับโมเลกุล ทำให้เกิดโมเลกุลที่เป็นสายโซ่ยาว หรือเกิดอนุภาคที่มีขนาดเล็กกระจายอยู่ในของเหลวที่เรียกว่า ซอล (sol) เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น ความหนืดของสารละลายจะสูงขึ้นจนกระทั่งกลายสภาพที่เป็นสารกึ่งแข็งกึ่งเหลวที่เรียกว่า เจล (gel) จากนั้นจึงนำเจลที่ได้ไปทำให้แห้งสนิทดังรูปที่ 2.8 แล้วบดให้เป็นผงละเอียดก่อนจะนำไปเผาแคลไซน์ด้วยอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อไป



รูปที่ 2.8 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล  
(Yang et. al, 2009)

วิธีการเตรียมซอล-เจล จะทำให้ได้ผลที่มีขนาดเล็กและมีความบริสุทธิ์สูงมาก แต่อย่างไรก็ตามสารตั้งต้นที่นำมาใช้ส่วนใหญ่มีราคาสูงและวิธีการค่อนข้างยุ่งยากซับซ้อนกว่าวิธีมิกซ์ออกไซด์ ซึ่งเป็นไปในปฏิกิริยาดังสมการที่ 2.8–2.11

1. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

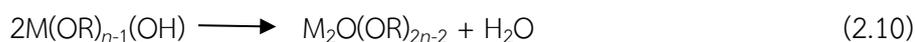


2. ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน

ออกโซเลชัน:



โอเลชัน:



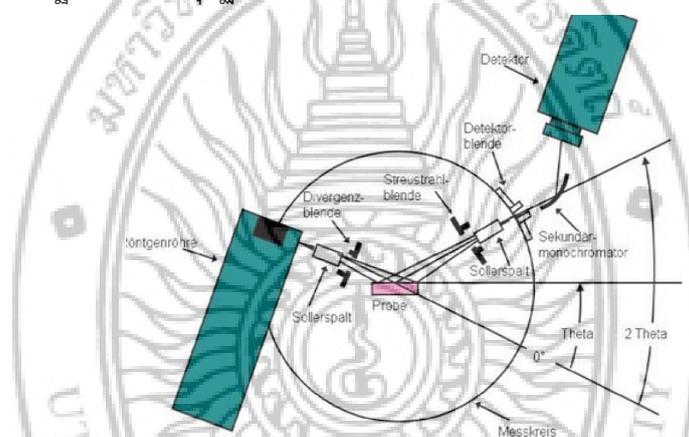
ปฏิกิริยารวม:



## 2.6 หลักการและทฤษฎีสำหรับเทคนิคต่างๆ ที่ใช้วิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางกายภาพ

### 2.6.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer : XRD) (สุพล อนันตา, 2544)

X-ray diffractometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-destructive method) ดังรูปที่ 2.9 โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์เปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิวัฒนาการองค์ประกอบของสารตัวอย่าง



รูปที่ 2.9 X-ray Diffractometer  
(นิตดา เวชชากุล, 2555)

#### หลักการและวิธีการวิเคราะห์

วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ  $d$  ซึ่งค่าระยะ  $d$  จะมีค่าแตกต่างกันไปตามธรรมชาติของผลึก

การทดสอบสารโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์มีหลักการสำคัญที่อันตรกิริยาระหว่างสารกับรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ เมื่อรังสีเอ็กซ์แผ่ผ่านอะตอม มันจะเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนที่อยู่ในอะตอม และทำให้ลำรังสีเอ็กซ์เกิดการกระเจิงออกจากอะตอม พลังงานของรังสีเอ็กซ์ก่อนและหลังอันตรกิริยาจะสอดคล้องกับทฤษฎีควอนตัมของอะตอม ซึ่งความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่กระเจิงออกจากอะตอมโดยรวมก็จะแปรผันตามลักษณะของการจัดเรียงตัวของอะตอม นั่นคือ การจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบมากกว่าจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่สามารถเสริมสร้างกันและให้ความเข้มสูงกว่า ซึ่งลักษณะเช่นนี้ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนจากวัสดุอสัณฐาน (amorphous materials) กับวัสดุที่เป็น

ผลึก (crystalline materials) มีความแตกต่างกันโดยสิ้นเชิง

เมื่อ ปี ค.ศ. 1912 Bragg นักวิทยาศาสตร์สองพ่อลูกได้เสนอแนวคิดที่สำคัญสำหรับการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยผลึก แบบจำลองที่เขาเสนอคือ กำหนดให้ผลึกมีลักษณะการจัดเรียงตัวเป็นชั้น ๆ แต่ละชั้นคือระนาบของอะตอม (Plane of atoms) และระนาบเหล่านี้สามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยที่มุมตกเท่ากับมุมสะท้อน ถ้าความแตกต่างระหว่างวิถีทางเดิน (Path difference) ของคลื่นสะท้อนที่อยู่ใกล้เคียงกันมีค่าเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ จะทำให้คลื่นสะท้อนมีการรวมกันแบบเสริมสร้างและทำให้มีความเข้มสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับคลื่นสะท้อนเดี่ยว ๆ จากแนวคิดนี้โดยการแสดงความสัมพันธ์ในเชิงเรขาคณิต ดังรูปที่ 2.10 เราจะได้ความสัมพันธ์ที่เรียกว่าสมการของแบรกก์ ซึ่งมีรูปที่สมการดังนี้

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.13)$$

สมการดังกล่าวเรียกว่า “Bragg’s Law”

โดยที่  $n = 1, 2, 3, \dots$ ,  $\lambda$  คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

$d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

$\theta$  คือ มุมเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์



รูปที่ 2.10 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์

(จินดา ศิริตา, 2548)

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กัน รังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน การเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน

สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

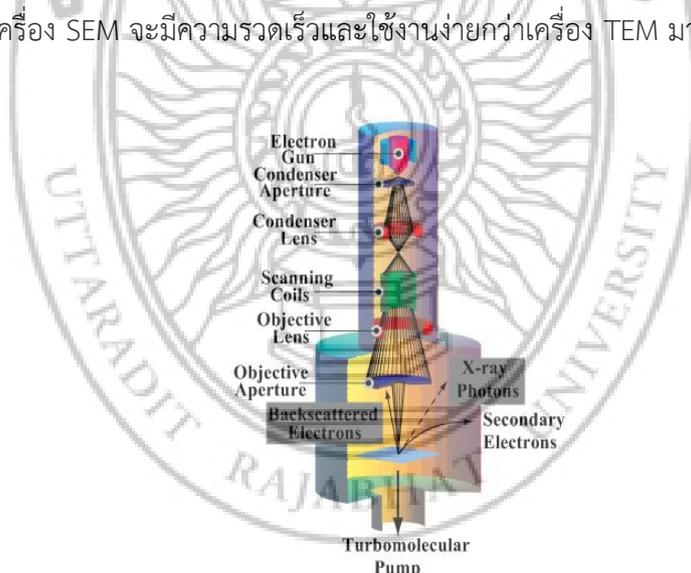
- 1) รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
- 2) ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าความยาวคลื่นใกล้เคียงกับรังสีเอกซ์

## 2.6.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกราด

(Scanning electron microscopy: SEM)

เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับเครื่อง TEM (เครื่อง SEM มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร) การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM นี้ไม่จำเป็นต้องที่ตัวอย่างจะต้องมีขนาดบางเท่ากับเมื่อดูด้วยเครื่อง TEM ก็ได้ (เพราะไม่ได้ตรวจวัดจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง) การสร้างรูปที่ทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งรูปที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นรูปที่ลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษา สัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น แสดงดังรูปที่ 2.11

ข้อดีของเครื่อง SEM เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง TEM คือ รูปที่โครงสร้างที่เห็นจากเครื่อง SEM จะเป็นรูปที่ลักษณะ 3 มิติ ในขณะที่รูปที่จากเครื่อง TEM จะให้รูปที่ลักษณะ 2 มิติ อีกทั้งวิธีการใช้งานเครื่อง SEM จะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่าเครื่อง TEM มาก

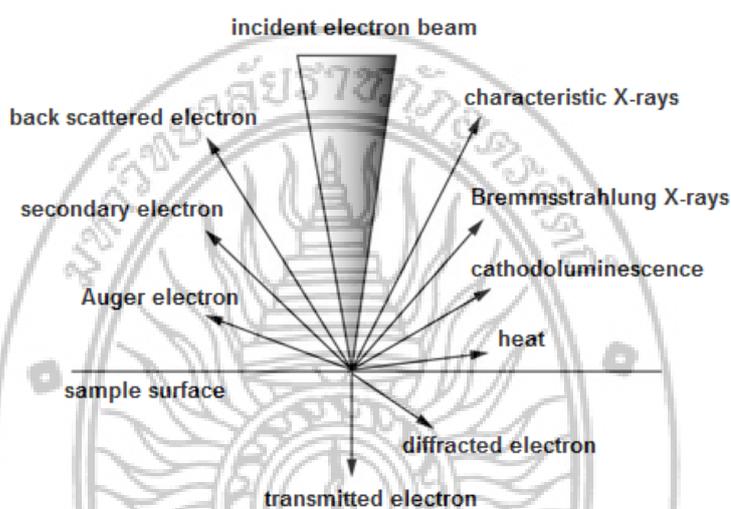


รูปที่ 2.11 องค์ประกอบของเครื่อง SEM

(Cullity et. al., 1978)

หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการหากต้องการรูปที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับ

ระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นรูปที่บนจอโทรทัศน์ต่อไป และสามารถบันทึกรูปที่จากหน้าจอตีพิมพ์ได้เลยดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 สัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับวัสดุตัวอย่าง (Bragg's law, ไม่ปรากฏผู้แต่ง, 2555)

สัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับวัสดุตัวอย่าง

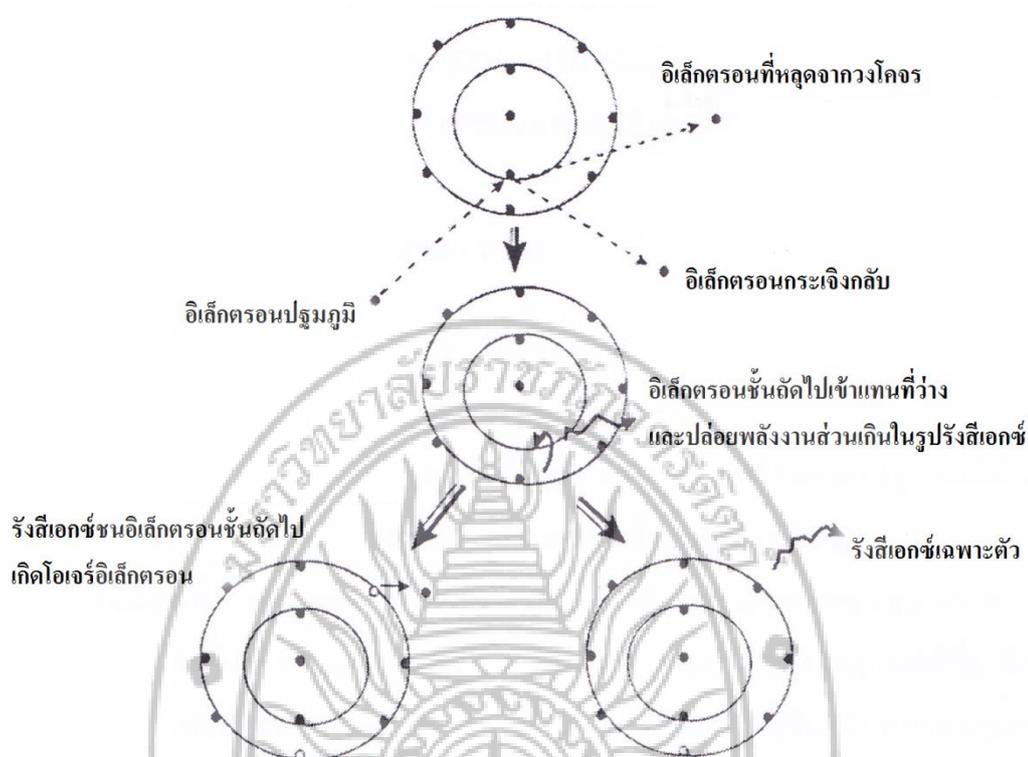
1. การกระเจิงกลับ (Back scattering) เกิดจากอิเล็กตรอนชนกับอะตอมต่างๆ ในตัวอย่างแล้วเกิดการกระเจิงหรือสะท้อนกลับออกมา เกิดได้ดีในช่วงความลึกน้อยกว่า 2 ไมโครเมตร ซึ่งการกระเจิงจะเกิดได้ดีขึ้นเมื่อมวลของอะตอมที่ถูกชนเพิ่มขึ้น
2. การเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons) หรือโฟโตอิเล็กตรอน (Photoelectrons) เกิดจากการที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิเข้าชนอะตอมในวัสดุแล้วทำให้อิเล็กตรอนของอะตอมดังกล่าวหลุดออกมา เกิดได้ดีในช่วงความลึกประมาณไม่เกิน 100 อังสตรอม
3. การเลี้ยวเบน (Diffraction) เกิดจากการที่อิเล็กตรอนชนกับตัวอย่างแล้วเกิดการกระเจิง (Scattering) และการแทรกสอด (interference) ระหว่างคลื่นอิเล็กตรอนที่กระเจิงจากระนาบต่างกัน ให้ข้อมูลเชิงผลึกศาสตร์ (Crystallography)
4. การส่องผ่าน (transmission) ถ้าวัสดุไม่หนามากนัก อิเล็กตรอนบางส่วนจะทะลุผ่านออกมา

โดยไม่สูญเสียพลังงาน หรือสูญเสียพลังงานเพียงเล็กน้อยโดยประมาณอิเล็กตรอนที่ผ่านออกมาจะขึ้นกับความหนาแน่นและความหนาของวัสดุ ถ้าเอาตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนมารองรับอิเล็กตรอนส่องผ่านจะได้รูปที่สองมิติ หลักการนี้เป็นหลักการของทำงานของกล้อง TEM

5. การเกิดรังสีเอ็กซ์ (X-rays) เมื่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิชนกับอะตอมในตัวอย่าง ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในของอะตอมตัวอย่างหลุดออกไป อิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้นถัดไปจะลดพลังงานลงมาแทนที่ตำแหน่งที่ว่าง โดยคายพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปที่รังสีเอ็กซ์
6. การเกิดอิเล็กตรอนออเจอร์ (Auger electrons) รังสีเอ็กซ์ที่ถูกปล่อยออกมาเข้าชนกับอิเล็กตรอนตัวอื่นที่หลุดออกมา เรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาว่า อิเล็กตรอนออเจอร์ เกิดในช่วงความถี่ประมาณ 1-3 อังสตรอม และจะให้ข้อมูลเชิงคุณภาพที่และปริมาณเกี่ยวกับองค์ประกอบของผิวหน้า
7. การปลดปล่อยโฟตอนในช่วงพลังงานตั้งแต่ช่วงอัลตราไวโอเล็ตถึงอินฟราเรด อิเล็กตรอนอาจไปกระตุ้นการสั่นภายในโมเลกุลของตัวอย่าง ทำให้สูญเสียพลังงานบางส่วนซึ่งทำให้สามารถศึกษาสเปกโทรสโกปีของการสั่นได้
8. อิเล็กตรอนปฐมภูมิอาจถูกจับไว้ในวัสดุ เนื่องจากสูญเสียพลังงานจากการชนกับอะตอมอื่นๆ เนื่องจากอิเล็กตรอนผ่านเข้าไปในตัวอย่างลึกเกินไปและสูญเสียพลังงานจากการชนหลายๆ ครั้ง ซึ่งเป็นการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic collision) จนกระทั่งไม่มีพลังงานจลน์เหลือและถูกจับไว้ในวัสดุ เกิดขึ้นในกรณีที่วัสดุมีความหนาแน่นมาก

### 2.6.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive spectrometry, EDS)

เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม เช่น ชั้น K หรือ L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกิน พลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ของชั้นโคจรจึงหลุดออกจากวงโคจรและทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสภาวะถูกกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปที่ของรังสีเอ็กซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่พลังงานส่วนเกินนี้มีพลังงานเท่ากับค่าความต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน และเฉพาะของธาตุนั้นๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เรียกรังสีเอ็กซ์ชนิดนี้ว่า “รังสีเอ็กซ์เฉพาะตัว” ซึ่งแสดงการกระตุ้นให้เกิดรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 การกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวโดยใช้ลำอิเล็กตรอน  
(Geochemical analysis, ไม่ปรากฏผู้แต่ง, 2555)

ในระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์แบบ EDS หัววัดรังสีที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือ หัววัดรังสีแบบ Si (Li) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่มีพลังงานในช่วง 1 ถึง 30 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ หรือหัววัดชนิดเจอร์มาเนียมความบริสุทธิ์สูง ซึ่งสามารถวัดรังสีเฉพาะตัวได้ช่วงกว้างคือ 3 ถึง 200 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ทั้งนี้หัววัดรังสีเอกซ์ทั้งสองแบบ จะเปลี่ยนพลังงานของรังสีให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปที่ของศักย์ไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกของหัววัดจะแปรผันตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด จากนั้นวงจรขยายแบบช่องเดี่ยวหรือหลายช่องสัญญาณไฟฟ้าจากหัววัดในหน่วยความจำที่อยู่ในเครื่อง และแสดงผลการวิเคราะห์บนจอรูปที่ในรูปที่สเปกตรัม พร้อมทั้งผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพที่โดยโปรแกรมสำเร็จรูป

#### 2.6.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM)

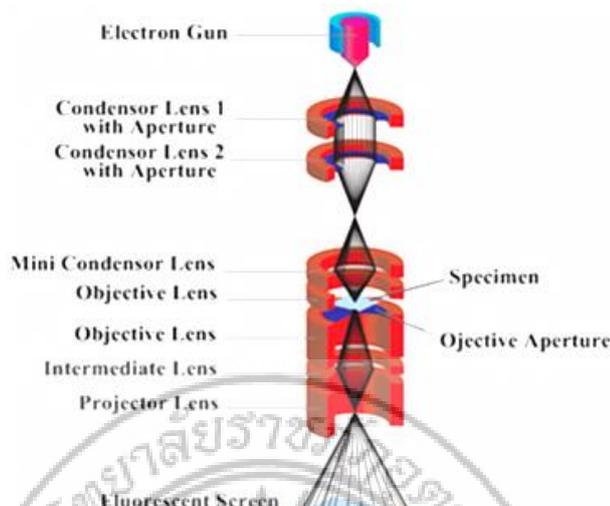
รูปที่ 2.14 และ 2.15 แสดงรูปที่เครื่องมือจริงและแสดงส่วนประกอบของกล้อง TEM ที่อยู่ในท่อสุญญากาศตามลำดับ ลักษณะการทำงานของ TEM จะเหมือนกับกล้องจุลทรรศน์ธรรมดา

เพียงแต่ใช้อิเล็กตรอนแทนแสงและเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic lenses) หลักการทำงานเริ่มจากลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิที่มีพลังงานและความเข้มสูงผ่านเลนส์รวมแสง (Condenser lenses) กลายเป็นลำอิเล็กตรอนที่ขนานกัน เข้ากระทบกับตัวอย่าง การลดลงของความเข้มที่ผ่านออกมาจะทำให้เกิดรูปที่ฉาย (Projection) แบบสองมิติขึ้นซึ่งจะถูกขยายต่อไปด้วยออปติกส์อิเล็กตรอน (Electron optics) ทำให้เกิดรูปที่เรียกว่ารูปที่สนามสว่าง (bright field image) ส่วนรูปที่สนามมืด (Dark field image) นั้นจะได้จากอิเล็กตรอนที่เลี้ยวเบนซึ่งจะมีมุมต่างจากอิเล็กตรอนสำหรับ TEM และ SEM

สภาวะการทำงานของ TEM ส่วนใหญ่จะใช้ลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงาน 100-200 KeV ความดันสุญญากาศ  $10^{-6}$  bar และความละเอียด 0.5 นาโนเมตร โดยมีกำลังขยายประมาณ  $3 \times 10^5 - 10^6$  เท่า



รูปที่ 2.14 Transmission Electron Microscope  
(ประกายทิพย์ เรื่องประเสริฐ, 26 มิถุนายน 2552)



รูปที่ 2.15 องค์ประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)  
(วีระศักดิ์ พินกาญนงชัย, 2543)

ลักษณะความเปรียบต่างหรือคอนทราสต์ (contrast) ของรูปที่จาก TEM เกิดจากความเข้มของอิเล็กตรอนที่ผ่านออกมา โดยจะมีผลมาจากความเข้มของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ความหนาของตัวอย่าง รวมถึงการเลี้ยวเบนและการเกิดการแทรกสอดด้วย ตัวอย่างเช่น อนุภาคใน TEM จะแสดงคอนทราสต์ที่น้อยกว่าอนุภาคที่เหมือนกันทุกประการถ้ามันอยู่ในทิศทางที่ทำให้เกิดการเลี้ยวเบน (Bragg diffraction) ได้ดี เนื่องจากอิเล็กตรอนที่เลี้ยวเบนจะไม่เกี่ยวข้องกับการทำให้เกิดรูปที่ การเอียงเพื่อปรับมุมของตัวอย่างจะทำให้เกิดคอนทราสต์มากขึ้น

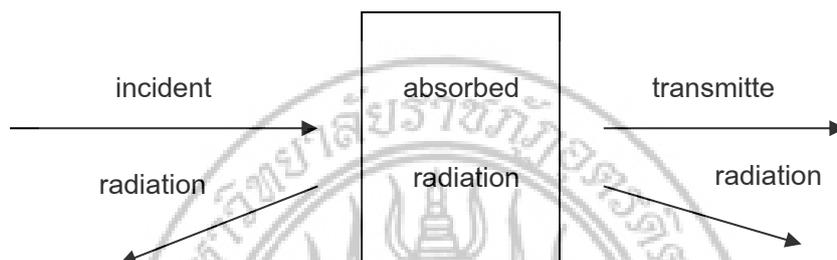
#### 2.6.5 การวิเคราะห์โดยเทคนิคอุลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี (UV-vis diffuse reflectance spectrophotometry, UV-vis DRS) (แมนและอมร, 2539)

สเปกโทรสโคปี (Spectroscopy) เป็นศาสตร์ที่ศึกษาเกี่ยวกับการวัดการดูดกลืน (Absorption) หรือการคาย (Emission) รังสีแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) ของสาร โดยเฉพาะสารส่วนใหญ่สามารถดูดกลืนคลื่นในช่วงอัลตราไวโอเลต (ultraviolet UV) และช่วงแสงที่มองเห็นได้ (Visible) ได้ จากสมบัตินี้จึงนำมาใช้เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่เรียกว่า ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี (UV-vis spectrophotometer)

การดูดกลืนแสงหรือรังสีที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิล ซึ่งอยู่ในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190–800 นาโนเมตร ของสารเคมี สมบัติของสารดังกล่าวนี้ได้นำมาใช้เป็นวิธีวิเคราะห์ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณอย่างกว้างขวาง เพราะวิธีนี้ให้ความถูกต้องแม่นยำและมีรูปร่างไว (sensitivity) สูง โดยอาจทำการวิเคราะห์อยู่ในรูปที่ของธาตุหรือโมเลกุลก็ได้ แต่การที่จะพิสูจน์ว่า

สารตัวอย่างเป็นสารอะไร มีโครงสร้างอย่างไร จำเป็นต้องใช้เทคนิคอื่นเข้าช่วยเพื่อให้เกิดความถูกต้องแม่นยำ

เมื่อให้ลำแสงที่เคลื่อนที่อย่างต่อเนื่องกัน (Continuous beam of radiation) ผ่านเข้าไปในวัสดุใส จะพบว่าแสงบางส่วนถูกดูดกลืน บางส่วนเกิดการสะท้อน บางส่วนกระเจิง และบางส่วนทะลุออกไปดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 การเกิดอันตรกิริยาของสารเคมีกับการแผ่รังสีหรือแสง

ถ้าให้ลำแสงที่ทะลุออกไปนั้นผ่านเข้าเครื่องกระจายแสง (เช่น ปริซึม หรือเกรตติง) จะเห็นว่าสเปกตรัมหายไปบางส่วน ส่วนที่หายไปจะเรียกว่า absorption spectrum และพลังงานที่ถูกดูดกลืนไปนั้นจะทำให้โมเลกุลหรืออะตอมเปลี่ยนระดับของพลังงานจากสถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้น

## 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Juang et. al., (2014) ได้ศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายยาฆ่าแมลงชนิดเมโทมิลซึ่งเป็นสารอยู่ในกลุ่มคาร์บาเมตและพาราไทออนซึ่งเป็นยาฆ่าแมลงกลุ่มออร์แกโนฟอสเฟตโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{TiO}_2$  ภายใต้การฉายแสง UV โดยใช้  $\text{TiO}_2$  ทางการค้า (Degussa P25) มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 55 ตารางเมตรต่อกรัม โดยใช้หลอมชนิดปรอท 400 วัตต์และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 30 นาโนเมตร โดยมีการศึกษาปัจจัยเริ่มต้นทั้งหมดดังนี้ ความเข้มข้นเริ่มต้นของยาฆ่าแมลงทั้งสองชนิดคือ 10–30 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งผลการทดลองพบว่าใช้ความเข้มข้นเริ่มต้น ณ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในช่วง 0.0–1.5 กรัมต่อลิตร ซึ่งพบว่าโดสที่เหมาะสมคือ 0.75 กรัมต่อลิตร pH เริ่มต้นของสารละลายที่ปรับโดยใช้  $\text{H}_2\text{SO}_4$  เข้มข้น 0.1 โมลาร์ และ  $\text{NaOH}$  เข้มข้น 0.1 โมลาร์และศึกษาค่า 4, 7 และ 10 พบว่า pH ที่ 10 ให้การย่อยสลายได้ดีที่สุดเนื่องจาก ค่า pzc ของ  $\text{TiO}_2$  นั้นอยู่ในช่วง pH 6.2–6.6 เมื่อ pH ของระบบมากกว่า 7 ทำให้พื้นผิวของ  $\text{TiO}_2$  เป็นประจุลบซึ่งเหมาะที่จะให้โมเลกุลของเมโทมิลหรือพาราไทออนมีประจุเป็นบวกทำให้เกิดการดูดซับได้ดีขึ้นได้ดีมาก จึง

ส่งผลการย่อยได้ดีสามารถย่อยเมทโทมิลได้ 73 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 2 ชั่วโมงและย่อยพาราไทออนได้ 68 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

Xing et. al., (2014) ได้ทำการย่อยสลาย Rhodamine B ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยานาโนคอมโพสิตชนิด  $\beta$ - $\text{In}_2\text{S}_3/\text{g-C}_3\text{N}_4$  ภายใต้แสงวิชิเบิล ( $\lambda > 420$  นาโนเมตร) ตัวเร่งปฏิกิริยาถูกสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยทำการเปลี่ยนแปลงร้อยละการเติม  $\text{In}_2\text{S}_3$  ตั้งแต่ 30, 40, 50, 60, และ 70 โดยน้ำหนัก โดยใช้สภาวะการย่อยสลายสารอินทรีย์ชนิด Rhodamine B ดังนี้ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา 1.0 กรัมต่อลิตร ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย Rhodamine B เท่ากับ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร จากผลการศึกษาค้นสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตประสบความสำเร็จไปด้วยดี พบ peak ที่เป็นเอกลักษณ์ของ  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  และ  $\text{In}_2\text{S}_3$  แต่เมื่อค่อยเพิ่มจำนวนในการเจือ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ลงไปทำให้ peak หลักที่ 27.4 องศา มีความกว้างมากขึ้นซึ่งแสดงถึงว่า  $\text{In}_2\text{S}_3$  ได้เข้าไปเป็นส่วนหนึ่งของแผ่น  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  ในการย่อยสลาย Rhomamine B พบว่า pure  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  และ pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  สามารถย่อยสลายได้แค่ 34 เปอร์เซ็นต์ และ 50 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ในขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดคือ 40%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{g-C}_3\text{N}_4$  สามารถย่อยสลายได้สูงถึง 96 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 30 นาทีเนื่องจากผลของ photoluminescence ได้แสดงถึงว่ามีการลดลงของการรวมตัวกันระหว่างโฮลและอิเล็กตรอนอย่างเห็นได้ชัด ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการย่อยดีขึ้น

Gao et. al., (2010) ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{TiO}_2$  โดยวิธี wet chemical deposition มีการศึกษาการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่าง In/Ti เป็น 0 : 10, 2 : 10, 4 : 10, 6 : 10, และ 10 : 0 ตามลำดับ จากผล XRD พบว่า เจอเฟสทั้งสองเฟสที่บริสุทธิ์ทั้ง  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{TiO}_2$  ที่เป็นพีคหลักจาก JCPDS file หมายเลข 65-0459 และ 21-1272 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มจำนวนเปอร์เซ็นต์ของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  มากขึ้นทำให้พีคของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  กว้างขึ้น บ่งบอกถึงขนาดที่เล็กลงของอนุภาคที่สามารถแทรกตัวเข้าอยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตได้อย่างสมบูรณ์ รูปสัณฐานวิทยาที่ได้จาก TEM แสดงถึงผลของตัวเร่งปฏิกิริยา 60%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{TiO}_2$  ออกมาอย่างสมบูรณ์แบบซึ่งแสดงลักษณะเป็นรูป nanoflake สามารถหาค่า d-spacing ได้เท่ากับ 0.35 นาโนเมตร แสดงว่าขึ้นรูปผลึกได้ดี ผลของการดูดกลืนแสงในช่วงวิชิเบิลได้เคลื่อนตัวเข้าสู่ 600 นาโนเมตร อย่างเห็นได้ชัดเมื่อค่อยๆ เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งเมื่อทำการศึกษากการย่อยสลายเมธิลออเรนจ์โดยใช้หลอดไฟชนิด Xe โดยการฉายแสงทั้งยูวีและแสงวิชิเบิล ( $\lambda > 420$  นาโนเมตร) โดยใช้ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.2 กรัม

ผลการศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายเมธิลออเรนจ์ด้วยตัวเร่ง 60%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{TiO}_2$  แสดงประสิทธิภาพที่ดีกว่า  $\text{In}_2\text{S}_3$  ทั้งภายใต้แสงยูวีและวิซีบีล ภายใต้การฉายแสงยูวีให้ประสิทธิภาพสูงสุดภายใน 30 นาที และภายใต้การฉายแสงวิซีบีลใช้เวลาไป 2.5 ชั่วโมง อัตราการย่อยสลายสารละลายเมธิลออเรนจ์ได้ได้เป็นชนิดลำดับ pseudo-first

An et. al., (2013) ได้ทำการสังเคราะห์แผ่นซีทคอมโพสิตระหว่าง  $\text{In}_2\text{S}_3$  และกราฟีนออกไซด์ (GO) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้ซีทเทินเป็นแหล่งตัวจ่ายซัลเฟอร์ให้กับ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการย่อยสลายเมธิลออเรนจ์ (MO) พบการศึกษาจาก XRD พบว่า  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{GO}$  พบว่าเฟสของทั้ง pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{In}_2\text{S}_3/1\% \text{GO}$  นั้นมีลักษณะที่ไม่แตกต่างกันและแสดงพีคหลักของทั้ง GO และ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ตามลำดับ การศึกษาที่ย่อยสลายนั้นได้ทำการเปลี่ยนแปลงหลายปัจจัยได้แก่ ปริมาณของ GO ตั้งแต่ 0-2% พบว่าตัวที่มีประสิทธิภาพที่สุดคือ  $\text{In}_2\text{S}_3/1\% \text{GO}$  ปัจจัยในการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการสังเคราะห์วิธีไฮโดรเทอร์มอล 150-200 องศาเซลเซียส พบว่า ณ อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ส่งผลในการย่อยสลายสูงสุด การเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนระหว่าง S/In ตั้งแต่ 1-4 พบว่า S/In =3 ส่งผลต่อประสิทธิภาพการย่อยได้ดีที่สุดและปัจจัยสุดท้ายได้แก่ แหล่งของซัลเฟอร์ที่ใช้ มีการใช้สารเคมีอยู่ 3 ชนิด ได้แก่ Thiourea, Thioacetamide และ Cysteine พบว่าแรงประจุนระหว่างซีทเทินให้เกิดการยึดพื้นผิวได้ดีที่สุด ส่งผลให้มีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมธิลออเรนจ์สูงสุด

Liu et. al., (2015) ได้ทำการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตชนิด  $\text{In}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$  โดยวิธีทางเคมี โดยใช้ตกตะกอนร่วมและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้นี้เพื่อสลายสารละลายสีย้อมที่มีเมธิลีนบลูที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 10 ppm ใช้แหล่งกำเนิดแสงคือ Xe ขนาด 130 วัตต์ โดยใช้ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากับ 0.5 กรัมต่อลิตร ภายใต้การฉายแสงวิซีบีล การสังเคราะห์คอมโพสิตเป็นวิธีที่ง่ายและสามารถประยุกต์ใช้ได้ในห้องปฏิบัติการขนาดเล็ก ผลของ XRD แสดงถึงการเกิดโครงสร้างผลึกที่เป็นระเบียบของ  $\text{ZnO}$  ที่มีเฟสเป็นลักษณะ hexagonal มีลักษณะเป็น nanodisk และ  $\text{In}_2\text{O}_3$  อยู่ในโครงสร้างผลึกแบบ body-centered cubic structure ส่วนตัวอย่างคอมโพสิต พบทั้งสองเฟสยังคงแสดงพีคที่แหลมซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาประสบความสำเร็จและได้สารที่มีความเป็นผลึกสูง โครงสร้างของ  $\text{In}_2\text{O}_3/\text{ZnO}$  มีรูปร่างเป็นลักษณะ hexagonal-disk ซึ่งมีขนาดอยู่ในช่วง 40-200 นาโนเมตร ประสิทธิภาพ

รูปการย่อยสลายเมธิลีนบลู พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้สามารถย่อยสลายได้ถึง 98% ในเวลา 2.5 ชั่วโมงซึ่งมีประสิทธิภาพสูงกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด pure ZnO และ  $\text{In}_2\text{O}_3$  อย่างเห็นได้ชัด



### บทที่ 3

## วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 สถานที่ทำการทดลอง

- หลักสูตรเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์

#### 3.2 อุปกรณ์และสารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ทั้งหมดแสดงดังในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สารเคมี ความบริสุทธิ์ สูตรโมเลกุล น้ำหนักโมเลกุล และบริษัทผู้ผลิตของสารเคมี

สารเคมี	ความบริสุทธิ์	สูตรโมเลกุล	น้ำหนักโมเลกุล	บริษัทผู้ผลิต
Zinc acetate dihydrate	99 %	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$	183.48	Ajax
Sodium hydroxide	99 %	NaOH	39.997	EMSURE
Deionized water	100 %	$H_2O$	18	-
Ethanol	95 %	$C_2H_5OH$	46.08	Ajax
Absolute ethanol	99.95	$C_2H_5OH$	46.08	Ajax
Ammonium hydroxide	28 %	$NH_4OH$	17.00	Qrec

สารเคมี	ความบริสุทธิ์	สูตรโมเลกุล	น้ำหนักโมเลกุล	บริษัทผู้ผลิต
Perchloric acid	70 %	HClO <sub>4</sub>	100.47	Ajax
Potassium Iodide	100 %	KI	166.00	Ajax
Commercial Zinc Oxide	98%	ZnO		PubChem
Indiumtrichloride tetrahydrate	99.9 %	InCl <sub>3</sub> .4H <sub>2</sub> O	126.07	Ajax
Ethanol	95 %	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	46.00	BDH
Thioacetamine	97%	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NS	75.13	LOBBA
Distilled water	100%	H <sub>2</sub> O	18.00	-
Cooling water	100%	H <sub>2</sub> O	18.00	-
methomyl	99.99%	C <sub>14</sub> H <sub>14</sub> N <sub>3</sub> NaO <sub>3</sub> S	327.33	PubChem
Acetic acid	65%	CH <sub>3</sub> COOH	60.03	PubChem

### อุปกรณ์

- (1) ปีกเกอร์ขนาด 5, 10, 50, 100, 250, 600, 800 และ 1000, 2000 มิลลิลิตร
- (2) โกร่งบดสารทำด้วย agate
- (3) แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร
- (4) แท่งแก้วกวนสาร
- (5) หลอดเซนส์ทรีฟิวส์
- (6) หลอดไพฮาโลเจน ขนาด 50 วัตต์
- (7) ฟรอยด์ห่อ
- (8) เทปพันสายไฟ
- (9) สวิตช์
- (10) ถังมือยาง
- (11) ขวดน้ำกลั่น

### อุปกรณ์ (ต่อ)

- (12) บีกเกอร์ขนาด 50, 100, 250, 600, 800 และ 1000 มิลลิลิตร
- (13) ขวดวัดปริมาตรขนาด 25, 50, 100, 250, 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- (14) ครกบดสารทำด้วย agate
- (15) แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร
- (16) แท่งแก้วกวนสาร
- (17) หลอดเซนส์ทรีฟิวส์
- (18) หลอดไฟฮาโลเจน ขนาด 50 วัตต์
- (19) สายยางน้ำหล่อเย็น
- (20) ฟรอยด์ห่อ
- (21) เทปพันสายไฟ
- (22) สวิตช์
- (23) ถังมือยาง
- (24) กระจกสไลด์
- (25) ที่ตัดกระจก
- (26) ทัพขนาดเล็กและขนาดกลาง
- (27) ไมโครปิเปตขนาด 20 ไมโครลิตร และ 200 ไมโครลิตร
- (28) ปากกาเขียนแบบถาวร
- (29) ที่รองตัดกระจก
- (30) เทปกาวชนิดใส
- (31) หยอดหยดปลายแหลม
- (32) ขวดน้ำกลั่น
- (33) फिल्मสำหรับซีลขวด
- (34) ขวดใส่สารขนาด 5 มิลลิลิตร
- (35) ขวดใส่สารขนาด 250 มิลลิลิตร
- (36) ที่กรองสารแบบไซริงค์ 0.22 ไมโครเมตร
- (37) ซ้อนตักสาร
- (38) กระจกนาฬิกา
- (39) pH meter
- (40) เทอร์โมมิเตอร์
- (41) ขวดเก็บน้ำตัวอย่างสีขาขนาด 1000 มิลลิลิตร

- (42) เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
- (43) เครื่อง Heater & Stirrer รุ่น IKA C-MAG HS7
- (44) กล้องสำหรับจำลองการทำงานย่อยสลายในห้องปฏิบัติการ
- (45) กล้องสำหรับจำลองการทำงานย่อยสลายภายใต้แสงอาทิตย์
- (46) เครื่อง Centrifuge สาร รุ่น Hettich Universal 320 ประเทศเยอรมนี
- (47) เตอบรูน VOS-300 SD ผลิตโดยบริษัท Eyela ประเทศญี่ปุ่น
- (48) เตเผาอุณหภูมิสูง Furnace-Carbolite-RHF 16-8.
- (49) เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น PanAnalytical X' Pert MPD ผลิตโดยบริษัท PanAnalytical ประเทศเยอรมัน
- (50) เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น Hitachi S-4800FE ผลิตโดยบริษัท Hitachi ประเทศญี่ปุ่น
- (51) เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) รุ่น Hitachi S-4800FE ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศญี่ปุ่น
- (52) เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี (UV-Vis diffuse reflectance spectrophotometry) รุ่น PG Instrument T92
- (53) เครื่องดิฟฟิวส์เรฟเลกแทนด์ ยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์ (DR-UV-vis Spectrophotometer) Shimudzu รุ่น UV-3600PC
- (54) เตเผาอุณหภูมิสูง (Muffle Furnace)-Carbolite-RHF 16-8
- (55) เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (Brunauer Emmett Teller, BET) รุ่น Autocopb 1 MP, Quantachrome

### 3.3 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

#### 3.3.1 ZnO

เตรียมสารละลาย  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.2 โมลาร์เป็นสารตั้งต้น (precursor) ของ Zn และเตรียมสารละลาย NaOH เข้มข้น 0.4 โมลาร์เพื่อเป็นสารตั้งต้นของ O โดยอัตราส่วนระหว่าง Zn ต่อ Na เท่ากับ 1:2 โดยโมล โดยมีวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารละลาย  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  จำนวน 300 มิลลิลิตร ใส่ลงในปิกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร ทำการคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
2. บรรจุสารละลาย NaOH จำนวน 300 มิลลิลิตร ในบิวเรต จากนั้นค่อยๆ หยดอย่างช้าๆ ลงในสารละลายข้อที่ 1 จนหมด จะได้ซัสเพนชันดังรูปที่ 3.1

3. จากนั้นคนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ( $\pm 3$  องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง ทำการนำสารละลาย ลงจาก water bath รอสารละลาย เย็น
5. นำตะกอนที่ได้ไปเหวี่ยงที่ความเร็ว 5000 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที
6. ล้างตะกอนด้วย 95% ethanol 2 ครั้ง และน้ำปราศจากไอออนจำนวน 3 ครั้ง อบตะกอนที่ได้ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 24 ชั่วโมง นำไปบดให้เป็นผงให้ ละเอียดด้วยโกร่งหินอ่อน
7. นำไปเผาเพื่อไล่สารอินทรีย์ออก (calcine) ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อสารเย็นแล้วทำการบดสารอีกครั้งแล้วบดที่คาน้ำหนักผง ZnO ที่ได้ เก็บในตู้ดูดความชื้น (desiccator)



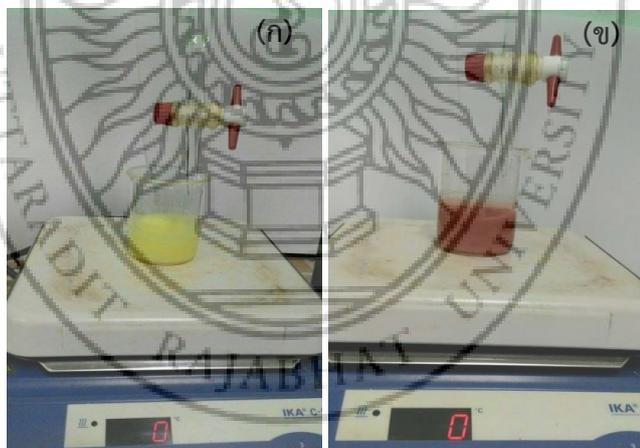
รูป 3.1 การเตรียม Pure ZnO โดยวิธีตกตะกอนร่วม

### 3.3.2 $\text{In}_2\text{S}_3$

การเตรียม  $\text{In}_2\text{S}_3$  ได้ถูกดัดแปลงมาจากวิธีของ Bai และคณะ (2009) โดยวิธี ตกตะกอนร่วมแล้วทำการรีฟลักซ์ ซึ่งมีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารละลาย  $\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.001 โมลาร์และเตรียมสารละลาย  $\text{CH}_2\text{NS}$  เข้มข้น 0.0025 mol โดยอัตราส่วนระหว่าง In ต่อ S เท่ากับ 1 : 2.5 โดยโมล

2. เตรียมสารละลาย  $\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  0.2935 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 50 มิลลิลิตร จากนั้นคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และเขย่าแบบโซนิค 10 นาที
3. เตรียมสารละลาย  $\text{CH}_2\text{NS}$  0.1878 กรัม ละลายใน DI ปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดย คนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และ sonicate 10 นาที
4. เทสารละลาย  $\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  และ  $\text{CH}_2\text{NS}$  ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นวัดค่า pH และปรับให้ค่า pH เท่ากับ 3.00 โดยกรดเปอร์คลอริกและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
5. เทสารละลายผสมลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร สารละลายถูกทำโดยกระบวนการ reflux ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 3.2
6. เมื่อครบ 5 ชั่วโมง นำสารละลายลงจาก water bath รอให้สารละลายเย็น นำตะกอนที่ได้ไปเหวี่ยงที่ความเร็ว 5000 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที ล้างตะกอนด้วย 95% ethanol 3 ครั้ง และน้ำปราศจากไอออน 4 ครั้ง จากนั้นอบตะกอนที่ได้ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
7. นำไปบดให้เป็นผงให้ละเอียดด้วยโม่หินอ่อน แล้วบันทึกค่าน้ำหนักของผง  $\text{In}_2\text{S}_3$  ที่ได้ เก็บในตู้ดูดความชื้น

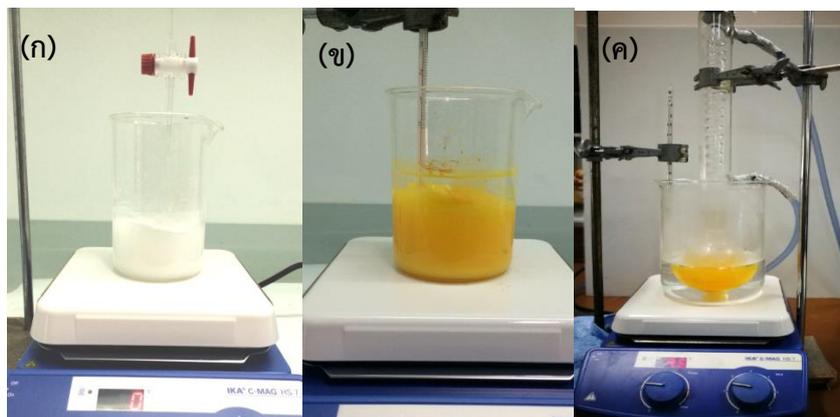


รูปที่ 3.2 ขั้นตอนในการเตรียม  $\text{In}_2\text{S}_3$  (ก) ขั้นที่เติม Thioacetamide จำนวน 10 มิลลิลิตร (ข) ขั้นที่เติม Thioacetamide จนครบตามจำนวนปริมาตรสารละลาย

### 3.3.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมพอสิต In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/ZnO

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมพอสิต In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> ได้ทำเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> ที่คำนวณลงไปในการคอมโพสิตกับ ZnO เป็น 17.5, 35.0 และ 70.0 เปอร์เซ็นต์ , โดยขอยกตัวอย่างการสังเคราะห์ตัวอย่าง 35 wt.% In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/ZnO โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารละลาย ZnO 0.4 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 60 มิลลิลิตร จากนั้นทำการโซนิค ZnO เป็นเวลา 60 นาทีเพื่อให้ ZnO กระจายเป็นซัสเพนชัน
2. เตรียมสารละลาย InCl<sub>3</sub>.4H<sub>2</sub>O 0.2935 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 20 มิลลิลิตร คนสารละลายอย่างต่อเนื่อง 30 นาที ที่อุณหภูมิ 40°C และ sonicate 10 นาที ดังรูปที่ 3.3 (ก)
3. เตรียมสารละลาย CH<sub>2</sub>NS 0.1878 กรัม ละลายใน DI ปริมาตร 20 มิลลิลิตร คนสารละลายอย่างต่อเนื่อง 30 นาที ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และ sonicate 10 นาที
4. เทสารละลาย InCl<sub>3</sub>.4H<sub>2</sub>O และ CH<sub>2</sub>NS ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร วัดค่า pH และปรับให้ค่า pH เท่ากับ 3. จากนั้นเทสารละลายผสมลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
5. สารละลายถูกทำโดยกระบวนการ reflux ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
6. เมื่อสารละลาย In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> มีสีส้ม ดังรูปที่ 3.3 (ข) ให้หยุด reflux รอให้สารละลายเย็น ใส่สารละลาย ZnO วัดค่า pH และปรับให้ค่า pH เท่ากับ 3.00 ทำการ reflux ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.3 (ค)
7. เมื่อครบ 5 ชั่วโมง นำสารละลายลงจาก water bath รอให้สารละลายเย็น นำตะกอนที่ได้ไปเหวี่ยงด้วยความเร็ว 5000 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที ล้างตะกอนด้วย 95% ethanol 3 ครั้ง และน้ำปราศจากไอออน 4 ครั้ง อบตะกอนที่ได้ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
8. นำไปบดให้เป็นผงให้ละเอียดด้วยโกร่งหินอ่อน แล้วบันทึกค่าน้ำหนักของผง In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/ZnO ที่ได้ เก็บในตู้ดูดความชื้น



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนในการเตรียมคอมพอสิต 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  (ก) ขั้นตอนการเตรียม ZnO (ข)  
ขั้นตอนที่เติม  $\text{InCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  และ Thioacetamide (ค) ขั้นตอนการให้ความร้อนแบบรีฟลักซ์

### 3.4 การศึกษาลักษณะทางกายรูปของตัวเร่งปฏิกิริยา

3.4.1 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

1) วิเคราะห์โครงสร้างเฟสของสารตัวอย่าง

นำตัวที่ได้จากการเผามาบดให้ละเอียด ใช้ข้อตักสารตักใส่ลงใน Holder ให้เต็มใช้แท่งอะลูมิเนียมกดอัดให้แน่นหลังจากนั้นนำกระจกสไลด์ปิดส่วนเกินออกแล้วนำฐานมาประกบปิดนำออกมาจากแท่นแล้วนำไปติดตั้งในส่วนของตัวอย่างที่เครื่อง XRD โดยกำหนดพารามิเตอร์ดังนี้

มุมเริ่มต้น (Start angle) = 20 องศา      มุมสิ้นสุด (End angle) = 70 องศา (2Theta)  
ขนาดของขั้นตอน (Step size) = 0.01 องศา      เวลาต่อขั้นตอน (Time/ step) = 4.00  
แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ = Cu ( $K\alpha$ )      ศักย์ไฟฟ้า = 40 กิโลโวลต์  
กระแสไฟฟ้า = 35 มิลลิแอม      สภาพในการวิเคราะห์ = บรรยากาศปกติ

จากนั้นนำข้อมูลที่ได้เปรียบเทียบกับฐานข้อมูลจาก Joint Committee Powder Diffraction Standards (JCPDS file) ของ เฟสเวิร์สไซต์ ZnO เลขที่ 31-6530 และ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เลขที่ 10-0445

3.4.2 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) และเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive spectrometry, EDS)

1) นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในเอทานอลปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใช้เครื่องอัลตราโซนิกสั่นให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว

2) หยดสารลงบนสตั๊ปที่ติดด้วยเทปทองแดงหรือเทปอลูมิเนียม (กรณีของอนุภาคนาโนไทเทเนียมที่เจือด้วยเหล็กจะใช้สตั๊ปที่ติดด้วยเทปทองแดง ส่วนในกรณีของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองแดงจะใช้สตั๊ปที่ติดด้วยเทปอลูมิเนียม) จากนั้นระเหยแห้งที่อุณหภูมิห้อง

3) นำตัวอย่างที่เตรียมบนสตั๊ปแล้วไปเคลือบพลาสมาเทียมเพื่อให้สารตัวอย่างนำไฟฟ้าด้วยวิธี sputtering

4) ตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยกล้อง SEM และวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในสารตัวอย่างด้วยเทคนิค EDS

5) วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาค

3.4.3 การหาลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM)

1) นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในเอทานอลปริมาณ 10 มิลลิลิตร ใช้เครื่องอัลตราโซนิกสั่นให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว

2) หยดสารลงบนกริดทองแดง (copper grid) แล้วทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ

3) ตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยกล้อง TEM

4) วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาค

5) วิเคราะห์แบบรูปการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน

6) วิเคราะห์รีเวิร์กการแทรกสอดของอิเล็กตรอน

3.4.4 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 เป็นค่าการสะท้อนแสงที่ความยาวคลื่นต่างๆ จากค่าการสะท้อนแสงสามารถเปลี่ยนเป็นค่าการดูดกลืนแสงได้โดยใช้ฟังก์ชันของ Kubelka-Munk (KM absorption) หรือ remission function,  $F(R_\infty)$  ดังแสดงในสมการที่ 3.2

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

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

เมื่อ  $R_\infty$  คือ ค่าการสะท้อนแสงที่สัมพันธ์กับความหนาของตัวอย่าง ( $\infty \rightarrow 1$ ) เกิดการสะท้อนแสงทั้งหมด,  $\infty \rightarrow 0$  = เกิดการทะลุผ่านของแสงหรือการดูดกลืนแสง)

$I$  คือ ความเข้มของแสงที่ตกกระทบ

$I_0$  คือ ความเข้มของแสงที่กระเจิง

แถบช่องว่างพลังงานสามารถหาได้จากความสัมพันธ์ระหว่างสมการที่ 3.4 และ 3.5

$$E_g = [F(R_\infty)hv]^2 \quad (3.4)$$

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

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

$hv$  คือ พลังงานโฟตอน (eV)

$h$  คือ ค่าคงที่ของพลังค์

$c$  คือ ความเร็วแสง

$\lambda_{onset}$  คือ ความยาวคลื่นในช่วงที่ทำการทดลอง (nm)

3.4.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค Brunauer Emmett and Teller (BET-Specific surface area)

- 1) ใช้สารตัวอย่างที่บดละเอียดแล้วประมาณ 1 g
- 2) กำจัดไอที่เกาะอยู่บนพื้นผิวเดิมออกด้วยวิธี outgassing ผ่านแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 3) นำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ

### 3.5 การขึ้นรูปฟิล์มตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิต $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$

การขึ้นรูปฟิล์มของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดที่ทำการศึกษาเพื่อใช้ในปฏิกิริยาการย่อยสลายน้ำที่เจือปนเมทิลโทลีน ใช้วิธีการขึ้นรูปแบบ doctor blading โดยมีวิธีการทดลองดังนี้

- 1) นำผงคอมโพสิตอัตราส่วน 1:2, 1:4, 1:8, ZnO บริสุทธิ์,  $\text{In}_2\text{S}_3$  บริสุทธิ์ และ ZnO ทางการค้า (ใช้เป็นตัวแทนเปรียบเทียบ) แต่ละตัวมาบดให้ละเอียดในบดสารเป็นเวลา 5 นาที
- 2) เติม 65%  $\text{CH}_3\text{COOH}$  จำนวน 80 ไมโครลิตร โดยใช้ไมโครปิเปตเติมจำนวนครั้งละ 40 ไมโครลิตร จำนวน 2 ครั้ง โดยเติมลงไปเว้นเวลาระยะห่างกัน 5 นาที โดยคนอย่างต่อเนื่อง
- 3) จากนั้นเติมน้ำปราศจากไอออนครั้งละ 100 ไมโครลิตร จำนวน 10 ครั้งรวมปริมาตรทั้งหมด 2 มิลลิลิตร โดยทำการเติมเว้นระยะห่างกัน 2 นาที จากนั้นทำการคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลาทั้งหมด 15 นาที นำซัสเพนชันที่ได้ใส่ขวดแก้ว นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10

นาที่ เตรียมแผ่นกระจก slide ที่ได้กำหนดขนาด 2 x 5 cm ทำการติดเทปกาวชนิดใสโดยรอบเป็นจำนวน 5 ชั้น

4) หยดซัสเพนชันเหลวลงไปด้วยด้วยหลอดหยดจำนวน 10 หยด แล้วทำการขึ้นฟิล์ม โดยการหลอดหยดปาดฟิล์มขึ้นและลงอย่างรวดเร็ว จะได้ฟิล์มเต็มแผ่นกระจกสไลด์

5) ทำให้ฟิล์มแห้งและระเหยสารอินทรีย์ออกโดยนำฟิล์มให้ความร้อนบน hot plate ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลา รอให้ฟิล์มเย็น เก็บไว้ตู้ดูดความชื้น เพื่อรอการนำไปใช้เป็นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์มแผ่นบาง

### 3.6 การศึกษาย่อยสลายที่เจือปนยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลในแหล่งน้ำที่เพาะปลูกข้าวในเขตอำเภอพิชัย จ.อุตรดิตถ์ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพลีทชนิดบิสมัทสออกซีไอโอไดต์ และซิงค์ออกไซด์ด้วยแสงอาทิตย์

การศึกษการย่อยสลายน้ำที่เจือปนเมทโทมิลจากแหล่งน้ำที่เพาะปลูกข้าวในเขตอำเภอพิชัย จังหวัดอุตรดิตถ์นั้นได้ทำการแยกส่วนในการศึกษาออกเป็นทั้งหมด 3 ขั้นตอนด้วยกัน

1) การเตรียมสารละลายมาตรฐานเมทโทมิลเพื่อใช้ในห้องปฏิบัติการและเป็นมาตรฐานเทียบน้ำที่เก็บจากแหล่งน้ำเพาะปลูกข้าว

2) การศึกษการย่อยสลายสารละลายเมทโทมิลโดยใช้ฟิล์มตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ ภายใต้แสงวิเชียลในห้องปฏิบัติการ

3) การเก็บน้ำตัวอย่างจากแหล่งน้ำจริงจำนวน 5 ตำบลในอำเภอพิชัยและทำการย่อยสลายด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ภายใต้แสงอาทิตย์จริง โดยมีการตามลำดับขั้นตอนดังต่อไปนี้

#### 3.6.1. การเตรียมสารละลายมาตรฐานเมทโทมิล

(1) เตรียมสารมาตรฐานชนิดเมทโทมิล มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร โดย ชั่งสารมาตรฐาน 100 มิลลิกรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน

(2) ถ่ายใส่ในขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1000 มิลลิลิตร

(3) ทำการเจือจางสารโดยปิเปตตามปริมาณที่คำนวณไว้ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร สารละลายมาตรฐานเพื่อเตรียมสารละลายเมทโทมิลมีความเข้มข้นดังนี้ 20, 15, 10, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, และ 0.25 มิลลิกรัมต่อลิตร

(4) นำสารละลายที่ความเข้มข้นต่างๆ ที่เตรียมได้ไปวัดค่าการดูดกลืนของแสงด้วยเครื่อง UV-vis Spectrophotometer โดยใช้โหมดสแกนตั้งแต่ความยาวคลื่น 200–300 นาโนเมตร โดยใช้ภาชนะคือ ควอทซ์ เป็นภาชนะบรรจุสารในการวัด 2 อัน โดยอันที่ 1 บรรจุ Blank คือตัวทำละลายในที่นี้คือน้ำกลั่นบริสุทธิ์ อันที่ 2 บรรจุสารละลายความเข้มข้นต่าง ๆ ตามลำดับ เมทโทมิล ดูดกลืนแสงสูงสุดได้ที่ความยาวคลื่น 234 นาโนเมตร

(5) เมื่อได้ค่าการดูดกลืนแสงมาแล้ว สามารถที่จะสร้างกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) เพื่อใช้หาความเข้มข้นของสารที่ทำการย่อยสลายด้วยแสง ณ เวลาต่าง ๆ ต่อไป

### 3.6.2 การย่อยสลายน้ำที่เจือปนด้วยเมทโทมิลในห้องปฏิบัติการ

ในการย่อยสลายน้ำที่เจือปนด้วยเมทโทมิลในห้องปฏิบัติการมีสถานะในการทำการทดลองดังต่อไปนี้

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เพื่อการสลายด้วยแสงนั้นในเชิงเปรียบเทียบมีทั้งหมด 8 ตัวอย่างได้แก่ ZnO, In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, 17.5 wt.% In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/ZnO, 35 wt.% In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/ZnO, 70 wt.% In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>/ZnO และ ZnO ทางการค้า (Sigma-Aldrich, 99%) เป็นตัวเปรียบเทียบ โดยย่อยสลายในช่วงแสงวิชิเบิลด้วยกล่อง Black box ที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นเอง ประกอบด้วยหลอดไฟแฮโลเจนขนาด 50 วัตต์ ขวดรีเอคเตอร์ชนิดแก้วโบโรซิลิเกตความจุ 100 มิลลิลิตร มีเครื่องกวนสาร (Magnetic stirrer) โดยจะมีลำดับขั้นตอนการย่อยสลายสถานะการย่อยจะเป็นไปตามตารางที่ 3.2 ดังนี้

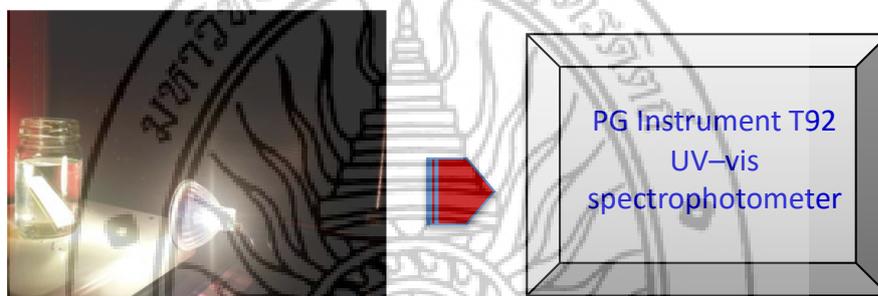
ตารางที่ 3.2 สถานะในการย่อยสลายเมทโทมิลด้วยแสงวิชิเบิล

ตัวแปร	สถานะที่ใช้
ความเข้มข้นของเมทโทมิลเตรียมจากเมทโทมิลในห้องปฏิบัติการ	20 มิลลิกรัมต่อลิตร
ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา	0.8 กรัมต่อลิตร
ความยาวคลื่นของแสง	$\lambda > 400$ นาโนเมตร
ปริมาณวัตต์ของหลอดไฟ	50 วัตต์
ความเข้มของแสง	640 วัตต์ต่อตารางเมตร
ระยะเวลาในการเก็บตัวอย่าง	ทุกๆ 60 นาที
ปริมาณในการ sampling	4 มิลลิลิตร

(1) ก่อนจะเปิดหลอดไฟ พิล์มของตัวเร่งปฏิกิริยาจะจุ่มลงในน้ำที่เป็นเวลา 60 นาที ในที่มีตจนกว่าเข้าสู่สภาวะการดูดซับอิ่มตัว

(2) จากนั้นเปิดหลอดไฟ ซัสเพนชันจะถูกดึงออกครั้งละ 4 มิลลิลิตร ในทุกๆ 60 นาที

(3) นำไปวัดการดูดกลืนแสงของด้วย UV-spectrophotometer และเปลี่ยนให้เป็นความเข้มข้นด้วยการเทียบ Calibration curve จากกฎของเบียร์ส์ที่ถูกทำไว้แล้ว การคำนวณความเข้มข้นที่ลดลงเทียบกับความเข้มข้นเริ่มต้นต่อเวลาถูกนำไป plot กราฟเพื่อดูการลดลงของความเข้มข้นของเมทโทมิลดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การย่อยสลายด้วยแสงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา

3.6.3 การย่อยสลายน้ำที่เจือปนด้วยเมทโทมิลจากแหล่งเพาะปลูกข้าวในเขต อ.พิชัย โดยใช้แสงจำลองในห้องปฏิบัติการ

1) การเก็บน้ำตัวอย่างได้เก็บใน 5 ตำบลที่มีการเพาะปลูกข้าว ได้แก่ ตำบลในเมือง บ้านดารา บ้านโคก ท่ามะเฟือง และนาอิน โดยสุ่มมาอย่าง 2 ขวดขวดละ 1000 มิลลิลิตร

2) จากนั้นทำการตั้งขวดน้ำไว้เป็นเวลา 3 วันเพื่อให้ตะกอนดินหรือตะไคร่น้ำและสิ่งเจือปนที่แขวนลอยนั้นตกตะกอนอยู่ด้านล่าง และทำการกรองสุญญากาศ

3) ทำการวัดค่าความเข้มข้นของเมทโทมิลจากน้ำที่มาจากแหล่งเพาะปลูกข้าวด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer

4) นำไปทำการย่อยสลายด้วยแสงจำลองในห้องปฏิบัติการซึ่งวิธีการเหมือนข้อ 3.6.2 เพียงแต่เปลี่ยนที่มาของแหล่งน้ำเท่านั้น

5) ทำการคำนวณค่าความเข้มข้นของเมทโทมิลที่เริ่มต้นและลดลงเมื่อเวลาในการย่อยสลายเพิ่มขึ้นครบ 4 ชั่วโมง ดังสมการที่ 3.6

$$\% \text{ degradation} = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ % degradation คือ ร้อยละของเมทโทมิลที่ถูกย่อยสลาย

$C_0$  คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของเมทโทมิล (มิลลิกรัมต่อลิตร)

$C_t$  คือ ความเข้มข้น ณ เวลานั้นๆ ของเมทโทมิล (มิลลิกรัมต่อลิตร)

3.6.4 การย่อยสลายน้ำที่เจือปนด้วยเมทโทมิลจากแหล่งเพาะปลูกข้าวในเขต อ.พิชัย โดยใช้แสงอาทิตย์จริง

การทดลองทำวิธีเดียวกันกับข้อ 3.6.2 แต่เปลี่ยนแหล่งกำเนิดแสงในการย่อยสลายจากห้องปฏิบัติการเป็นแสงอาทิตย์จริง



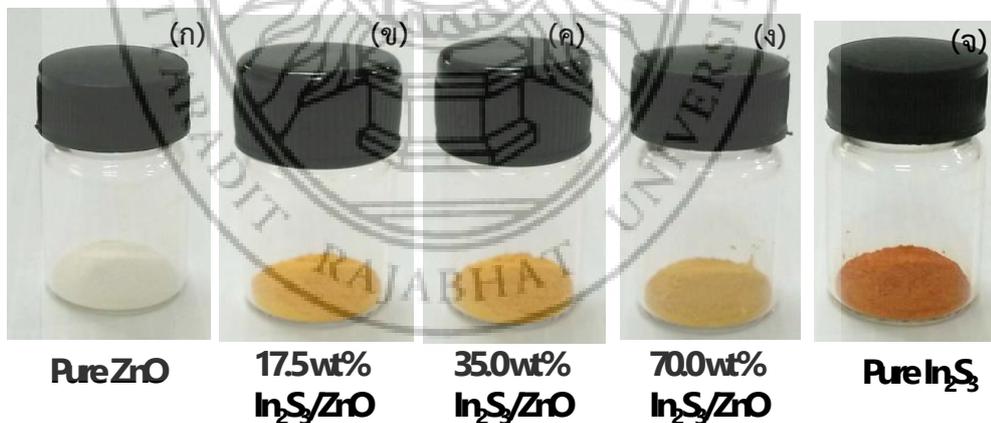
## บทที่ 4

### ผลการวิจัย

#### 4.1 ผลตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้

##### 4.1.1 ชนิดผงนาโน (Nanopowder catalyst)

Pure ZnO ที่ได้มีสีขาวนวลอมเหลืองอ่อนมาก มีลักษณะเป็นผงละเอียดเมื่อผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ซึ่งอุณหภูมินี้ก็สามารถที่จะไล่สิ่งเจือปนและสารอินทรีย์ต่างๆ ที่ได้จากการสังเคราะห์ และสามารถเปลี่ยนโครงสร้างและก่อให้เกิดเวสไซต์แบบเฮกซะโกนอล (hexagonal wurtzite) ได้อย่างสมบูรณ์แบบ ดังแสดงในรูปที่ 4.1(ก) ส่วน Pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  สารตัวอย่างมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีส้ม แสดง ดังรูป 4.1(จ) การในส่วนของการเตรียมตัวอย่างคอมโพสิทชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  นั้นได้ทำการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เพิ่มขึ้นตามร้อยละตามน้ำหนัก โดยให้ชื่อสารตัวอย่างว่าคอมโพสิทชนิด 17.5 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ , 35 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3$  และ 70 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3$  wt.% ตามลำดับแสดงดังรูปที่ 4.1 (ข) (ค) และ (ง) ซึ่งจากรูปจะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ที่คอมโพสิทลงไปจะทำให้สีส้มปานกลาง ส้มเข้มและส้มมน้ำตาลตามลำดับ

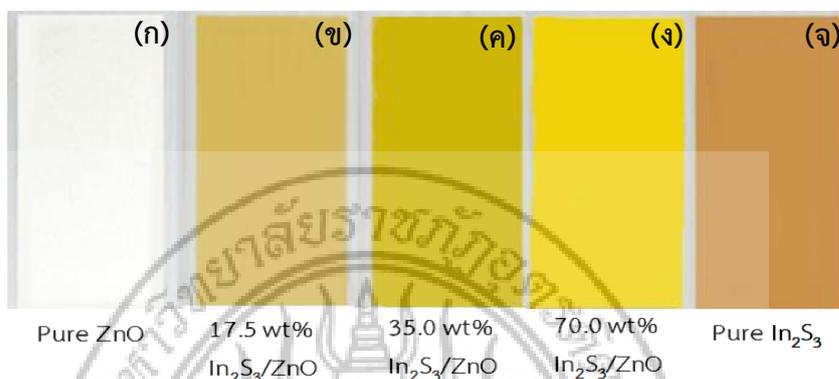


รูปที่ 4.1 ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ชนิดผง

##### 4.1.2 ชนิดฟิล์ม (Nanofilms catalyst)

เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดผงที่เตรียมได้มาขึ้นรูปด้วยวิธี doctor blading ทำให้ฟิล์มของตัวเร่งปฏิกิริยาของ pure ZnO จากการสังเคราะห์ คอมโพสิทชนิด 17.5 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ , 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ , 70 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  และ pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  แสดงดังรูป 4.2 ตามลำดับ ซึ่งวัด

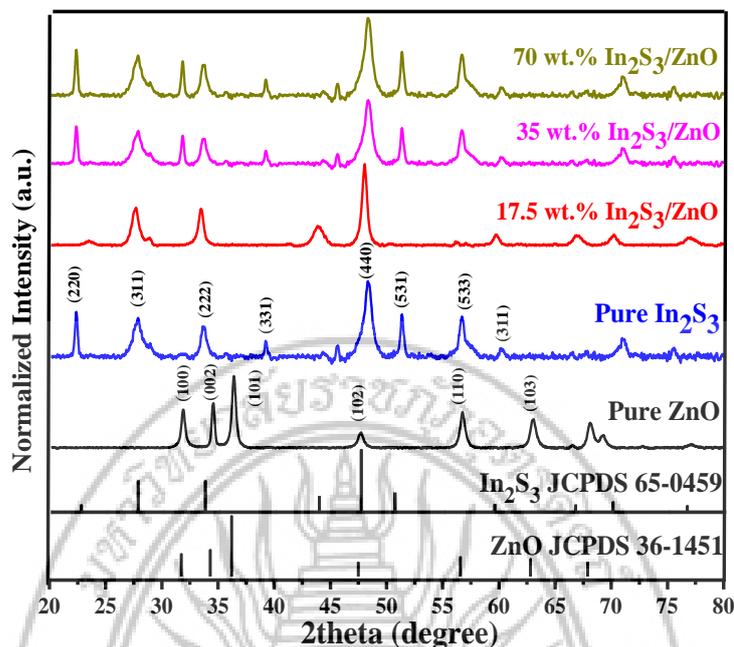
ความหนาของฟิล์มที่ขึ้นรูปด้วยเครื่อง Profilometer ได้ค่าความหนาของฟิล์มดังต่อไปนี้ 13.8, 14.0, 13.9, 13.8 และ 14.0 ไมครอน ตามลำดับ



รูปที่ 4.2 ตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ชนิดฟิล์ม

#### 4.2 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคที่เตรียมได้ (XRD Patterns)

ผลการวิเคราะห์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้นั้นเพื่อที่จะพิสูจน์คุณลักษณะของเฟสโครงสร้างเชิงผลึกแสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่า ZnO มีมุมของพีค ณ  $31.7^\circ$ ,  $34.4^\circ$ ,  $36.3^\circ$ ,  $47.5^\circ$ ,  $56.6^\circ$  and  $62.9^\circ$  คล้องกับระนาบของผลึกดังนี้ (100), (002), (101), (102), (110) และ (103) ซึ่งตรงกันกับไฟล์ JCPDS หมายเลข 36-1451 (Sahu et al., 2014) ในขณะที่มุมของพีค In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> แสดงที่มุม  $22.5^\circ$ ,  $27.6^\circ$ ,  $34.3^\circ$ ,  $39.3^\circ$ ,  $48.6^\circ$ ,  $51.5^\circ$ ,  $56.5^\circ$  และ  $67.1^\circ$  ซึ่งตรงกับระนาบของผลึกคือ (220), (311), (222), (331), (440), (531), (533) และ (311) ตรงกับระนาบผลึกของของเฟส  $\beta$ -cubic In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> ตาม ไฟล์ JCPDS หมายเลข 65-0459 ( Xing et al., 2014)



รูปที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ทั้งหมด

#### 4.2.1 การหาขนาดผลึกและพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสง

วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกและอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และทำการตรวจวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) ด้วยวิธี BET นอกจากนี้นำผลการทดลอง ในส่วนของ XRD มาคำนวณหาขนาดผลึกโดยใช้สมการของ Scherrer (สุธรรม, 2554) ในสมการที่ 4.1 และแสดงผลในตารางที่ 4.1

$$L = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4.1)$$

- เมื่อ
- L คือ ขนาดของผลึก (nm)
  - $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (เท่ากับ 0.154 nm)
  - $\beta$  คือ ค่า Full width at half maximum (FWHM) (radian)
  - $\theta$  คือ ค่ามุมที่เกิดพีคสูงสุด (degree)

ตารางที่ 4.1 การหาขนาดผลึกและพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

ตัวเร่งปฏิกิริยา	ขนาดผลึก (nm)		พื้นที่ผิวจำเพาะ( $S_{BET}$ ) ( $m^2/g$ )
	ZnO (110) plane	In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> (311) plane	
Pure ZnO	10.34	-	25.36
17.5 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	11.28	33.02	21.45
35.0 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	9.58	30.13	17.91
70.0 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	7.89	24.19	13.83
Pure In <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	-	34.65	9.35

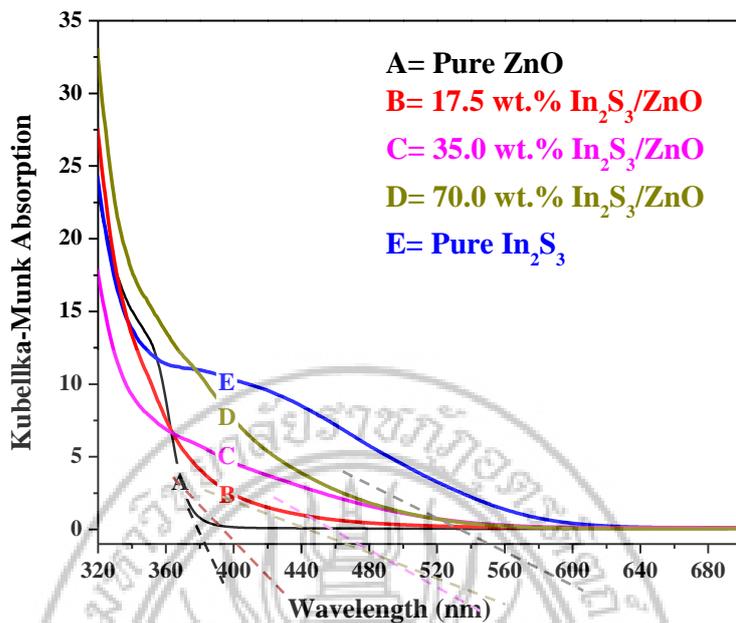
#### 4.3 ผลของสเปกตรัมเพื่อหาการดูดกลืนแสงและแถบช่องว่างพลังงาน (DR-UV-vis absorption และ Band gap energies)

ผลที่ได้จากเครื่องมือ UV-Vis DRS ซึ่งเป็นข้อมูลดิบที่ได้แก่การใช้โหนด %R (Relectance) หรือค่าการสะท้อน โดยวัดความยาวคลื่นในช่วง 300-700 นาโนเมตร จะได้ ค่า %R และต้องมาแปลงโดยให้เป็นเฉพาะค่า R และทำการเขียนกราฟความสัมพันธ์อยู่ 3 ค่าด้วยกัน (ข้อมูลดิบและการคำนวณค่าต่างๆ แสดงในภาคผนวก) ได้แก่

(1) %R และความยาวคลื่น ซึ่งเป็นข้อมูลดิบที่ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์

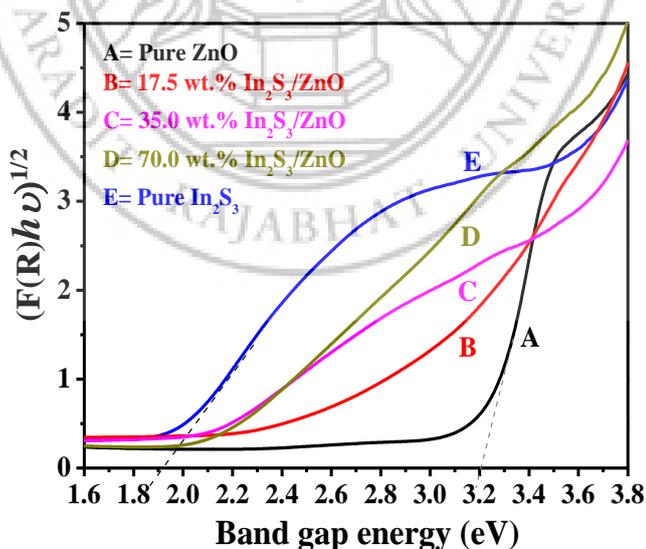
(2) ค่าการดูดกลืนแสงชนิดฟังก์ชันของ Kubelka-Munk (Wetchakun et al., 2007) ช่วงของการดูดกลืนแสงของตัวอย่างหาได้จากการสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสมการ 3.2 และความยาวคลื่น โดยให้ ฟังก์ชันของ Kubelka-Munk เป็นแกน y และความยาวคลื่นเป็นแกน x จากนั้นลากเส้นสัมผัสตัดแกน x ที่  $y = 0$  ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างประมาณได้จากความยาวคลื่นที่เส้นสัมผัสนั้นตัดผ่านได้แสดงดังรูปที่ 4.4

(3) ส่วนการหาแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy) หาได้จากการสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสมการ 3.4 และสมการ 3.5 โดยให้สมการ 3.4 เป็นแกน y และสมการ 3.5 เป็นแกน x จากนั้นลากเส้นสัมผัสตัดแกน x ที่  $y = 0$  ซึ่งแถบช่องว่างพลังงานของตัวอย่างประมาณได้จากความยาวคลื่นที่เส้นสัมผัสนั้นตัดผ่าน โดยใช้แถบช่องว่างพลังงานคำนวณโดยใช้สมการ 3.5 ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.4 สเปกตรัมการดูดซับแสงฟังก์ชัน Kubellka-Munk ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

ผลของการคำนวณค่าการดูดกลืนแสง (Abs) และค่าแถบช่องว่างพลังงานดังแสดงดังรูปที่ 4.5 และตารางที่ 4.2



รูปที่ 4.5 สเปกตรัมการหาแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

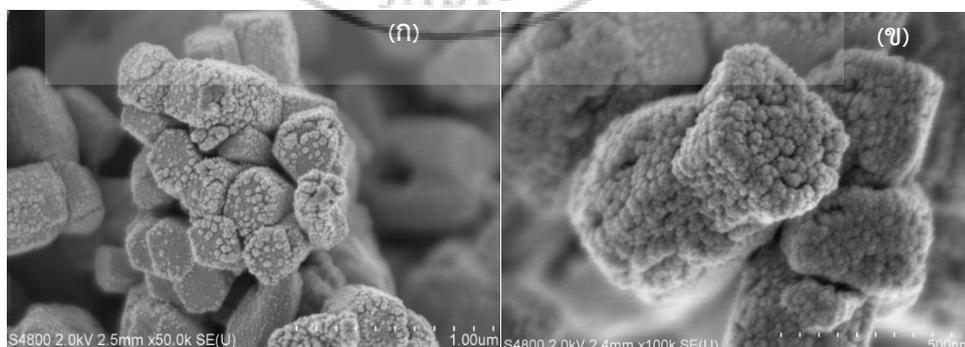
ตารางที่ 4.2 ค่าการดูดกลืนแสงและแถบช่องว่างพลังงานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

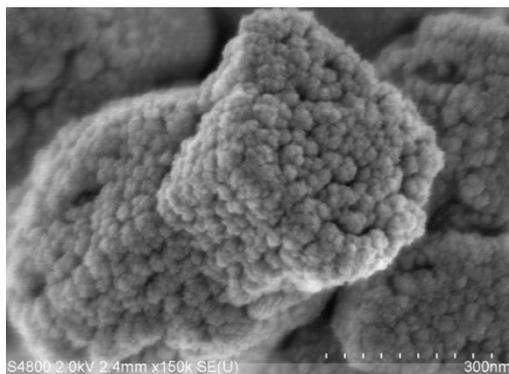
ตัวอย่าง	ความยาวคลื่น (nm)	แถบช่องว่างพลังงาน (eV)
Pure ZnO	~377	~3.20
17.5 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	~420	~2.70
35 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	~520	~2.21
70 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	~540	~2.05
Pure In <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	~610	~1.90

#### 4.4 ผลการวิเคราะห์เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (SEM-EDS)

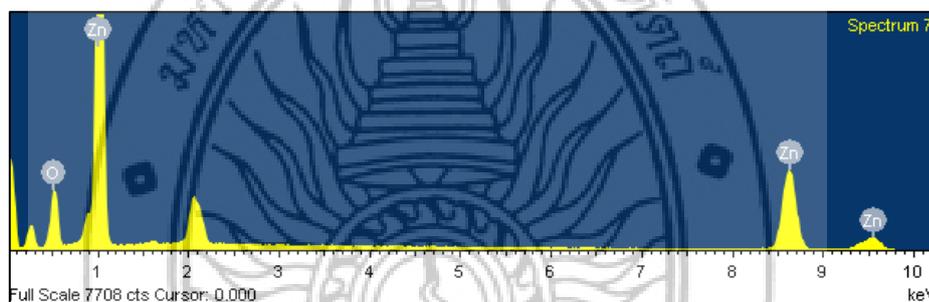
##### 4.4.1 ZnO

การวิเคราะห์กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดทำให้รูปร่างของตัวเร่งปฏิกิริยาในรูปแบบ 3 มิติในกำลังขยายที่แตกต่างกันและบริเวณที่แตกต่างด้วยนั้นแสดงในรูปที่ 4.6 จากรูป 4.6 (ก) แสดงอนุภาคของ ZnO ที่มีกำลังขยาย 50,000 เท่า แสดงว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลมมาเกาะรวมตัวกันทั้งรวมกันเป็นทรงหกเหลี่ยม อยู่ในช่วง 150-200 นาโนเมตร และเมื่อขยายอนุภาคเป็น 100,000 เท่าจะเป็นอนุภาคขนาดเล็กมากๆ ของ ZnO ที่เป็นจุดขาวกลมๆ รวมตัวกันเป็นแท่งขนาดนาโนดังรูป 4.6 (ข) และ 4.6 (ค) รวมถึงการหาการกระจายพลังงานของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวเร่งปฏิกิริยา ZnO แสดงในรูปที่ 4.7 และตารางที่ 4.3 พบว่ามีธาตุ Zn และ O เป็นองค์ประกอบ ส่วน ด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักโดยรวม คือ Zn:O = 1 : 1





รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่าง Pure ZnO (ก) กำลังขยาย 50,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ค) กำลังขยาย 150,000 เท่า



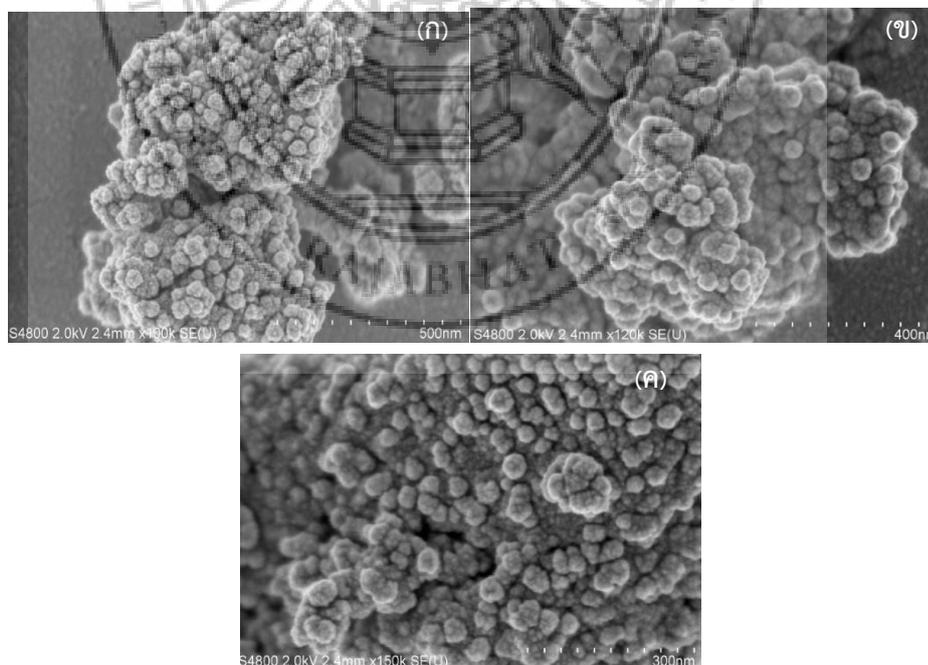
รูปที่ 4.7 การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ ZnO (EDS)

ตารางที่ 4.3 สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม ZnO

Element	App Conc.	Intensity Corn.	Weight%	Atomic%
O K	8.78	1.3025	0.28	49.78
Zn L	22.46	0.8080	0.28	50.22
Totals			100.00	100.00

#### 4.4.2 $\text{In}_2\text{S}_3$

ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3$  มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นแบบทรงกลมขนาดเล็กมากมารวมตัวกันมีความกว้างเฉลี่ยประมาณ 40-50 นาโนเมตร ดังแสดงในรูป 4.8 (ก) และรวมตัวกันเป็นลักษณะก้อนรวมคล้ายดอกกะหล่ำดังรูปที่ 4.8 (ข) และ (ค) มีขนาดรวมเป็นก้อนอยู่ในช่วง 100-150 นาโนเมตร



**รูปที่ 4.8** ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3$   
(ก) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 120,000 เท่า (ค) กำลังขยาย 150,000 เท่า

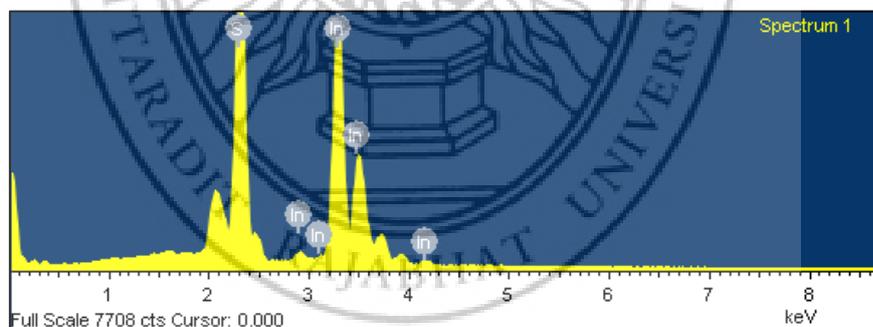
การหาการกระจายพลังงานของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3$  แสดงในรูปที่ 4.9 และตารางที่ 4.4 พบว่ามีธาตุ I และ S เป็นองค์ประกอบ พบว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนัก ใกล้เคียง

กั บ  
: 3

Element	App Conc.	Intensity Corrn.	Weight%	Atomic%
S K	15.73	1.1213	27.20	57.22
In L	35.87	0.9553	72.80	42.78
Totals			100.00	100.00

คือ 2

ตารางที่ 4.4 สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม  $\text{In}_2\text{S}_3$



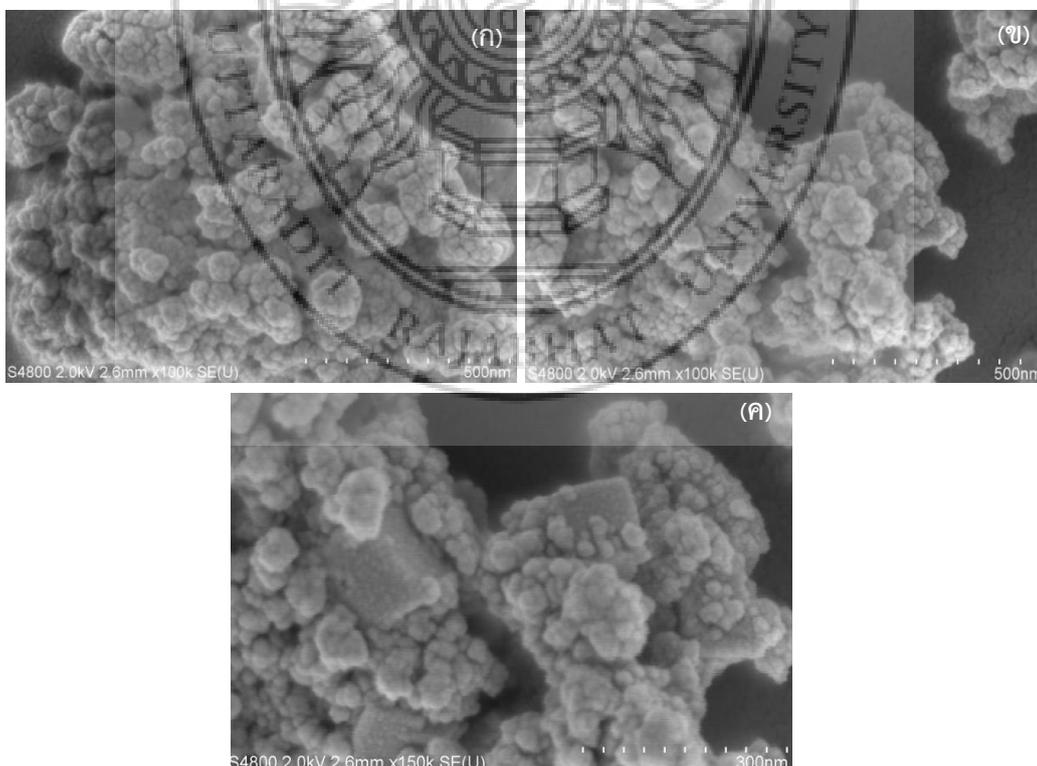
**รูปที่ 4.9** การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  (EDS)

#### 4.4.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิต $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$

จากผลของปฏิกิริยาการย่อยสลายเมทโทมิลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดที่เตรียมได้ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิตชนิด 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  แสดงประสิทธิภาพการย่อยได้ดีที่สุด ดังนั้นจึงใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานี้เป็นตัวแทนในการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่าในทุกรูป (ก), (ข) และ (ค) ปรากฏลักษณะอนุภาคของทั้ง  $\text{ZnO}$  ที่มีโครงสร้างเป็นคล้ายก้อนกลมขนาดเล็ก ไปเกาะอยู่บนทรงสี่เหลี่ยมหรือทรงคล้ายดอกกำล่ำของ

โครงสร้างอนุภาค  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{ZnO}$  กับ  $\text{In}_2\text{S}_3$  นั้นมีโครงสร้างที่ติดกันเป็นคอมโพสิตอย่างสมบูรณ์ ในขณะที่ผลของการกระจายพลังงานของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวเร่งปฏิกิริยา 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  นั้นในสเปกตรัมพบทั้ง Zn, O, S และ In ครบทุกองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยานี้ นอกจากนี้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ได้ขึ้นรูปเป็นชนิดฟิล์มบางด้วยวิธี doctor blading และทำการวิเคราะห์ความหนาและโครงสร้างดังรูปที่ 4.11 พบว่าฟิล์มมีความหนาประมาณ 13.9 ไมครอน มีลักษณะพื้นผิวหน้าที่ค่อนข้างเรียบและมีอนุภาคของทั้ง  $\text{ZnO}$  และ  $\text{In}_2\text{S}_3$  รวมตัวกันอยู่อย่างสมบูรณ์

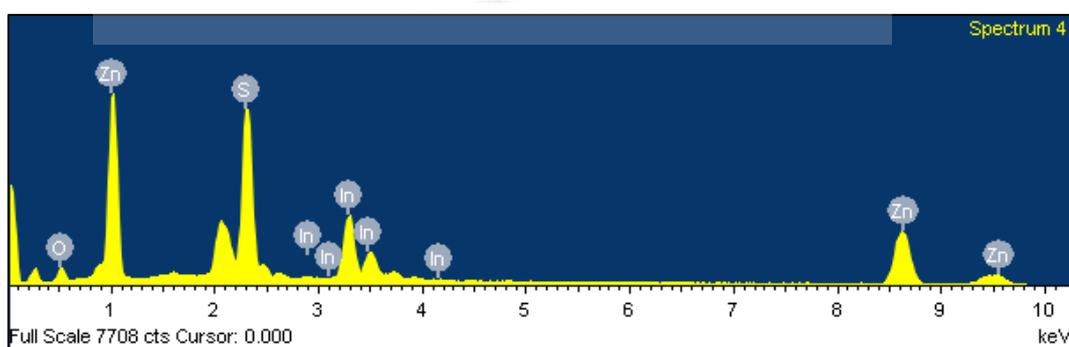
ทั้งนี้การวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เป็นเพียงการส่องดูโครงสร้างสามมิติและไม่สามารถดูโครงสร้างขนาดเล็กได้ ดังนั้นเพื่อสามารถทราบถึงขนาดของอนุภาคได้มากกว่าผลของ SEM การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) จึงถูกนำมาวิเคราะห์ในการวิจัยนี้ นอกจากนี้ยังพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิตนั้นประกอบไปด้วยธาตุ In, Zn, O และ S องค์ประกอบซึ่งแสดงร้อยละในตารางที่ 4.6 และสเปกตรัมดังรูปที่ 4.11 นอกจากนี้ฟิล์มของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิตแสดงลักษณะเรียบและมีความความหนาประมาณ 13.9 ไมครอน แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่ามีค่าใกล้เคียงกันกับการวัดความหนาด้วยเครื่อง Profilometer อีกด้วย



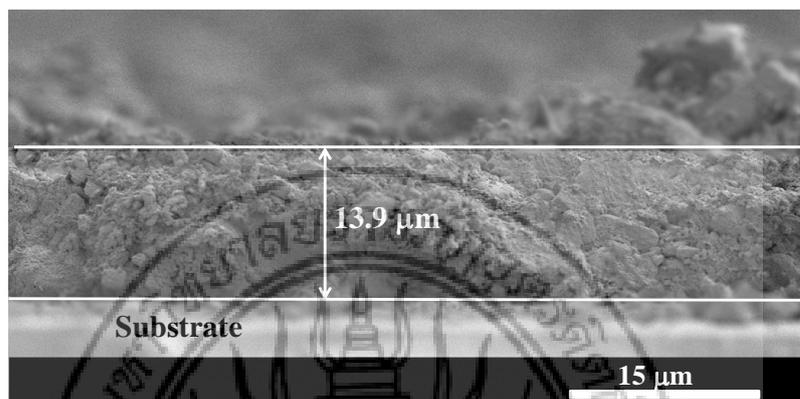
รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิต  
35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  (ก) กำลังขยาย 100,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 100,000 เท่า  
(ค) กำลังขยาย 150,000 เท่า

ตารางที่ 4.6 สเปกตรัมจาก EDS ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์ม 35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$

Element	Intensity	Weight%	Weight%	Atomic%
	Cornn.	Sigma		
O K	0.5779	0.35	7.16	22.06
S K	0.9675	0.21	22.10	33.99
Zn L	0.5720	0.32	41.77	31.51
In L	0.8844	0.31	28.97	12.44
Totals			100.00	100.00



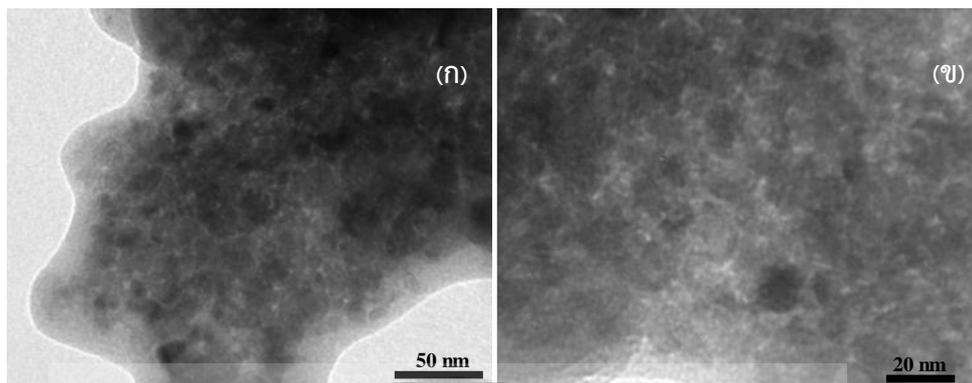
รูปที่ 4.11 การกระจายพลังงานสเปกตรัมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา  
35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  (EDS)



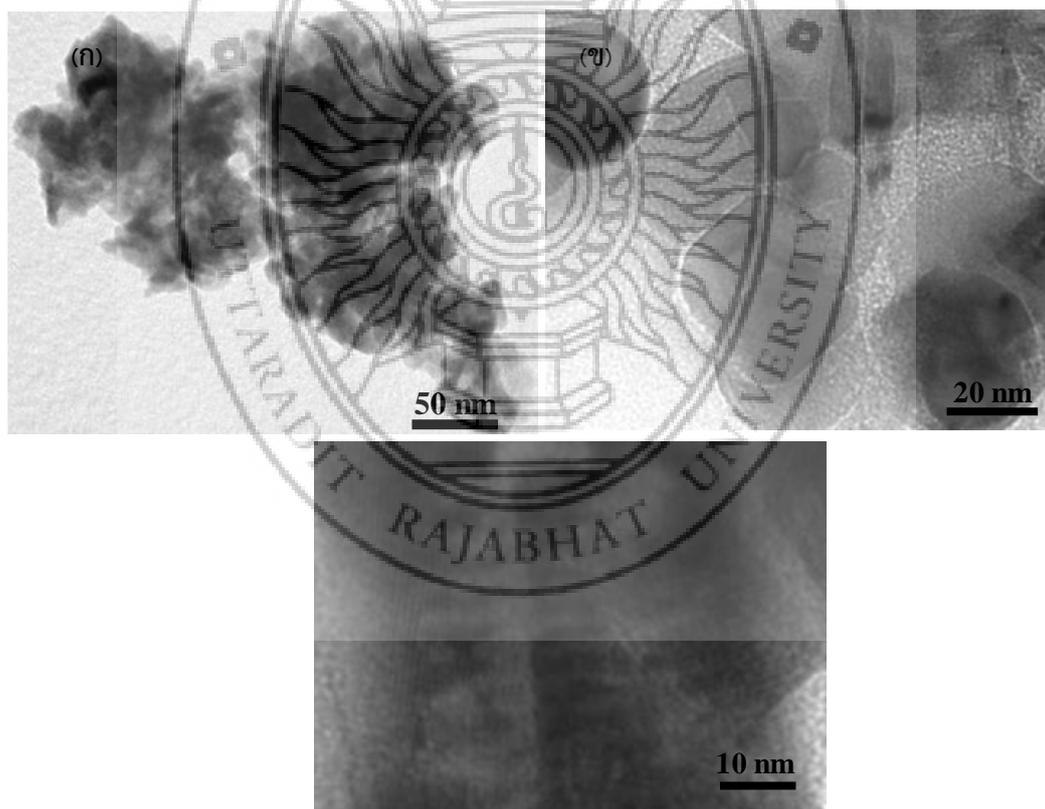
รูปที่ 4.12 พิล์มแผ่นบางของตัวเร่งปฏิกิริยา 35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$

#### 4.5 ผลการวิเคราะห์เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

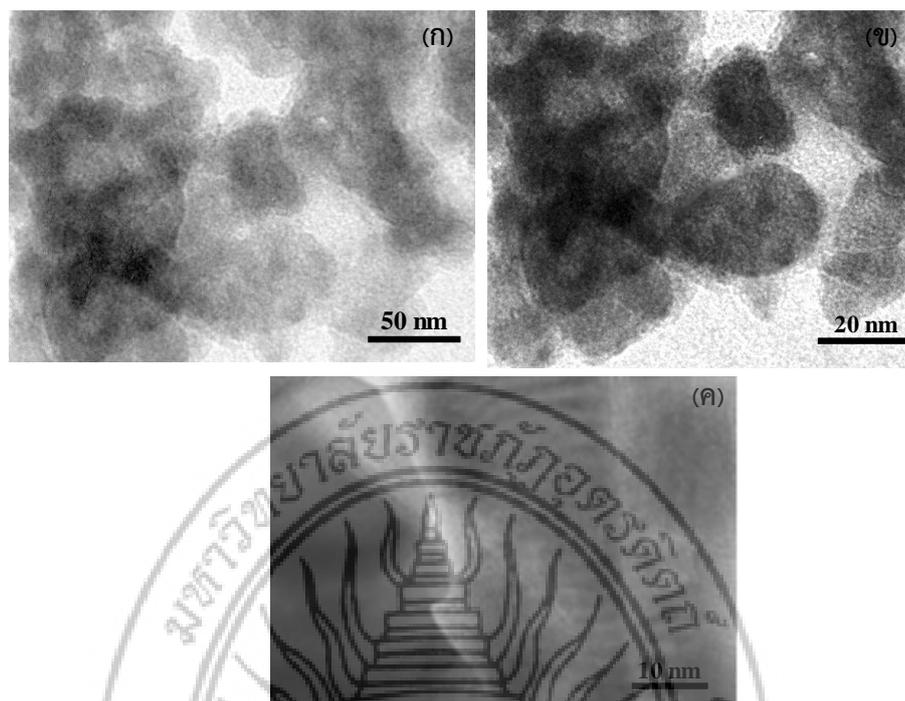
ผลการวิเคราะห์กล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านทำให้เห็นถึงอนุภาคขนาดเล็กและรูปร่างที่ชัดเจนขึ้น ผลของ TEM ของตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{ZnO}$ ,  $\text{In}_2\text{S}_3$  และคอมโพสิต 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  ได้แสดงดังรูปที่ 4.13, 4.14, 4.15 ตามลำดับ พบว่าในรูป 4.13 (ก) ได้มองเห็นภาพรวมของอนุภาคของ  $\text{ZnO}$  ขนาดเล็กมาเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ซึ่งสอดคล้องกับผลของ SEM ในขณะที่รูป 4.8 (ข) บ่งชี้ได้ว่าขนาดของอนุภาคนาโน  $\text{ZnO}$  มีอนุภาคอยู่ในช่วง 5-10 นาโนเมตร ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับกับขนาดผลึกที่สามารถคำนวณได้จากสมการ Scherrer แสดงดังตาราง 4.1 และเมื่อกำลังขยายเพิ่มสูงขึ้นจะเห็นอนุภาคกลมขนาดเล็กมากเกาะรวมตัวกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่มีโครงสร้างคล้ายเหลี่ยมหรือบางครั้งกลม มารวมตัวกันเป็นคล้ายทรงกลมอย่างเป็นระเบียบ ในรูป 4.14(ก) และ (ข) ได้แสดงลักษณะป็นทรงคล้ายสี่เหลี่ยมหรือคล้ายทรงกลมของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  อย่างชัดเจน ซึ่งจะเห็นว่าแผ่นขนาด 20-35 นาโนเมตร เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่ม ขนาดใหญ่ซึ่งสามารถซ้อนทับกันเป็นชั้นอย่างชัดเจน ในขณะที่ ตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิต 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  ดังแสดงในรูป จะพบทั้งบริเวณที่เป็นลักษณะการรวมตัวกันระหว่าง  $\text{In}_2\text{S}_3$  โดยมี  $\text{ZnO}$  ฝังตัวอยู่บนพื้นผิวของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  บางบริเวณพบ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เกิดการรวมตัวเป็นชั้นๆ และฝังตัวอยู่ในโครงสร้างของ  $\text{ZnO}$  ยิ่งไปกว่านั้นในรูป 4.15 (ง) พบว่าอนุภาคของ  $\text{ZnO}$  มีลักษณะทรงกลมกระจายตัวอยู่ทั่วทั้งบริเวณของตัวอย่างมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 5-7 นาโนเมตร



รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด ZnO (ก) กำลังขยาย 135,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 360,000 เท่า



รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิด  $\text{In}_2\text{S}_3$  (ก) กำลังขยาย 135,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 360,000 เท่า



รูปที่ 4.15 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดคอมโพสิต 35 wt%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  (ก) กำลังขยาย 150,000 เท่า (ข) กำลังขยาย 350,000 เท่า ในบริเวณ A (ค) กำลังขยาย 650,000 เท่า ในบริเวณ B

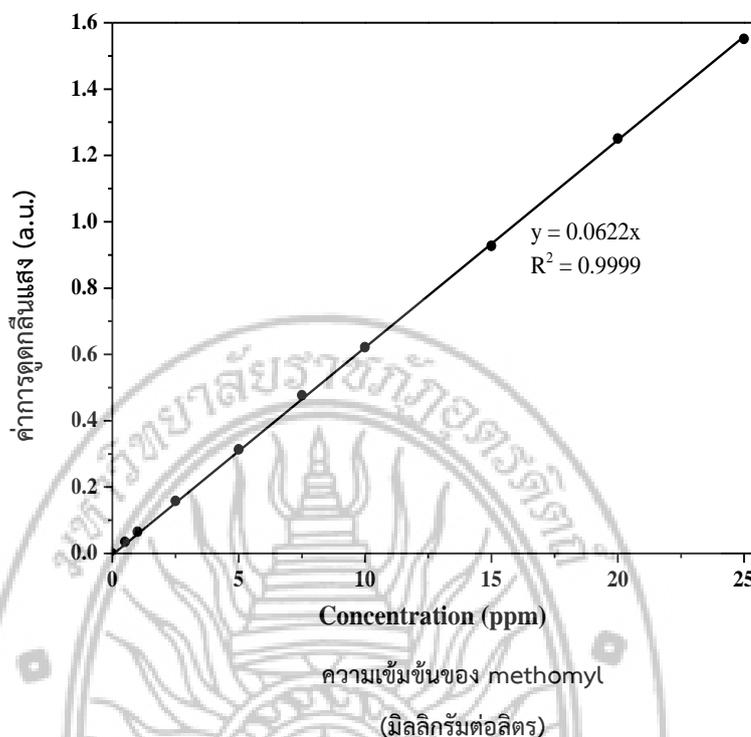
#### 4.6 ผลการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการย่อยสลายที่เจือปนยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิลในแหล่งน้ำที่เพาะปลูกน้ำจากนาข้าวในเขตอำเภอพิชัย จ.อุตรดิตถ์

##### 4.6.1 ผลการเตรียมสารละลายมาตรฐานยาฆ่าแมลงชนิดเมทโทมิล (Calibration curve)

กราฟสอบเทียบสารละลายมาตรฐาน (Calibration curve) ของเมทโทมิล ณ ความเข้มข้นต่างๆ มีค่าการดูดกลืนแสงดังแสดงดังตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.16 จากรูป ค่า  $y = 0.0622x$ ,  $y$  หมายถึง ค่าการดูดกลืนแสง และ ค่า  $x$  หมายถึง ค่าความเข้มข้นของสารละลายเมทโทมิล ณ ที่ความเข้มข้นต่างๆ นอกจากนี้ยังแสดงค่า  $R^2$  ซึ่งหมายถึง ค่าความแน่นอนที่สามารถยอมรับได้ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.9999

ตารางที่ 4.7 ค่าการดูดกลืนแสง (Abs.  $\lambda_{\max}$ ) ความเข้มข้นของเมทโทมิล ณ ความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของ methomyl (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ค่าการดูดกลืนแสง (a.u.)
0.00	0.000
0.50	0.035
1.00	0.065
2.50	0.158
5.00	0.314
7.50	0.477
10.00	0.622
15.00	0.927
20.00	1.251
25.00	1.551

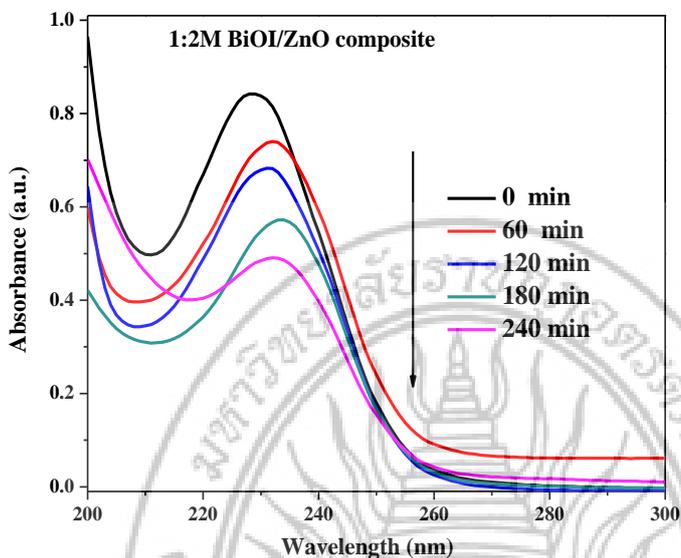


รูปที่ 4.16 กราฟสอบเทียบสารละลายมาตรฐาน (Calibration curve) ของสารละลายเมทโทมิล

#### 4.6.2 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทโทมิลด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่เตรียมได้ในห้องปฏิบัติการ

สารละลายเมทโทมิลที่เตรียมจากห้องปฏิบัติการถูกย่อยสลายด้วยแสงจำลองในห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นแสงวิเชียเบิล ( $\lambda > 400$  นาโนเมตร) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด คือ ZnO,  $\text{In}_2\text{S}_3$ , 17.5 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ , 35 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3$ % และ 70 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3$  wt.%, ZnO ทางการค้าและใช้แสงโดยปราศจากตัวเร่งปฏิกิริยาเปรียบเทียบกัน สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของเมทโทมิล ( $\lambda_{\text{max}}$ ) ณ ความยาวคลื่นสูงสุดในช่วงความยาวคลื่น 200-300 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.17 และเมื่อได้ค่า  $\lambda_{\text{max}}$  ณ เวลาต่างๆ แล้ว แปลงเป็นความเข้มข้นโดยใช้สมการจาก Calibration curve หาความเข้มข้นของเมทโทมิลที่ลดลงได้ตามลำดับเวลา (ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยานาโนคอมพอสิต 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  เป็นตัวแทน) เมื่อครบเวลาทั้ง 5 ชั่วโมงแล้ว เมทโทมิลจะถูกย่อยสลายและมีความเข้มข้นลดลงตามลำดับโดยสามารถคิดค่าร้อยละการย่อยสลาย (% degradation) ประสิทธิภาพจากปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดแสดงดังรูปที่ 4.18 จากรูปที่ 4.18 และ

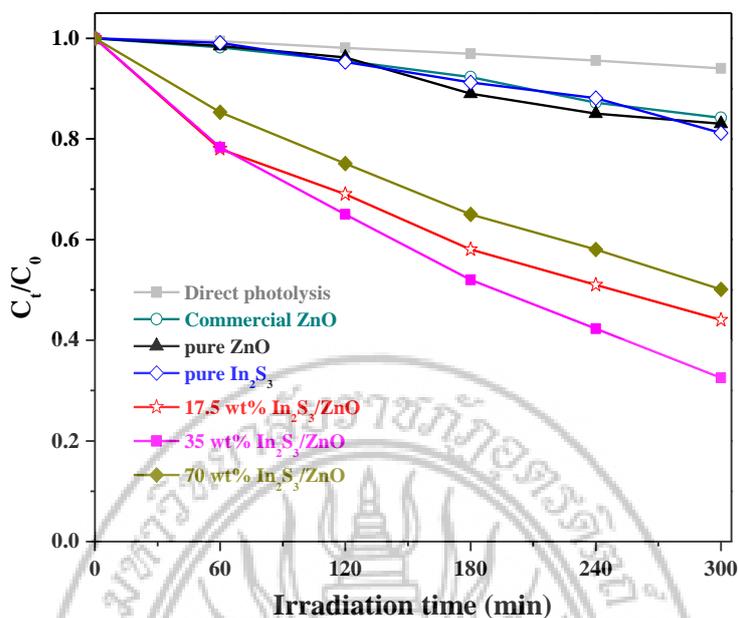
ค่าจากตารางที่ 4.8 พบว่าเมื่อเวลาการฉายแสงทั้งหมด 5 ชม. พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยานาโนคอมโพสิต 35 wt.% ZnO-In<sub>2</sub>S<sub>3</sub>% มี % degradation เท่ากับ 67.50 % เมื่อเทียบกับฟิล์มตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นๆ



รูปที่ 4.17 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของเมทโทมิล ( $\lambda_{max}$ ) ณ ความยาวคลื่นสูงสุดในช่วงความยาวคลื่น 200–300 นาโนเมตร เมื่อมีการฉายแสงรวมทั้งหมด 4 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.8 ความเข้มข้นของสารละลายเมทโทมิลที่ถูกย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 4 ชั่วโมงในห้องปฏิบัติการ

เวลา (นาท)	Direct photolysis	Commercial ZnO	ZnO	In <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	17.5 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO composite	35 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO composite	70 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO composite
0	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
60	0.994	0.982	0.985	0.991	0.780	0.783	0.853
120	0.981	0.955	0.962	0.953	0.690	0.650	0.751
180	0.969	0.923	0.890	0.912	0.580	0.520	0.650
240	0.956	0.872	0.850	0.881	0.510	0.423	0.580
300	0.940	0.842	0.830	0.812	0.440	0.325	0.501
%degradation	6.00	15.80	17.00	18.80	51.40	67.50	46.90



รูปที่ 4.18 กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายเมทิลเมอร์คิวรี แสดงความสัมพันธ์ของ  $C_t/C_0$  กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงของตัวเร่งที่เตรียมได้

#### 4.6.3 ประสิทธิภาพการย่อยสลายน้ำเสียเจือปนเมทิลเมอร์คิวรีจากแหล่งเพาะปลูกข้าวจากนาข้าวในเขตอ.พิชัย ที่ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่เตรียมได้ในห้องปฏิบัติการ

จากผลสำรวจของเกษตรกรผู้ปลูกข้าว จากนาข้าวในเขต 5 ตำบลในอำเภอพิชัย เกษตรกรจะใช้เมทิลเมอร์คิวรี หรือที่เรียกกันเป็นชื่อทางการค้าว่า “แลนเนท” จะใช้ฉีดพ่นในช่วงต้นฤดูการปลูกได้ 3-4 สัปดาห์แรก ซึ่งต้นข้าวมีความสูงอยู่ที่ไม่เกิน 10 เซนติเมตร เพื่อทำลายเพลี้ยหอนอน้ำจากนาข้าว ซึ่งเป็นตัวการหลักทำให้เกิดการเน่าเสียของรากและกินต้นอ่อนของน้ำจากนาข้าว ดังนั้นในการศึกษาประสิทธิภาพการย่อยสลายเจือปนเมทิลเมอร์คิวรีจากแหล่งเพาะปลูกข้าวจากนาข้าวเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมว่าตัวเร่งปฏิกิริยาใดจะเหมาะสมที่สุด ทำการเก็บน้ำเสียจากแหล่งน้ำในเขต 5 แหล่งแล้วนำมาวิเคราะห์หาค่าความเข้มข้นเริ่มต้น (Initial concentration,  $C_0$ ) จากนั้นนำมาตกตะกอนเป็นเวลา 3 วันและกรองด้วยสุญญากาศเพื่อให้ได้น้ำที่ปราศจากสิ่งเจือปนแขวนลอย จากนั้นวัดปริมาณของเมทิลเมอร์คิวรีที่เจือปนอยู่ในน้ำแต่ละแหล่งโดยใช้ UV-vis spectrophotometer หาปริมาณที่มีอยู่ ณ  $\lambda \sim 234$  นาโนเมตร และนำมาย่อยสลายโดยกล่องที่แสงอาทิตย์จำลองในห้องปฏิบัติการ ตัวอย่างน้ำที่ได้มาจากการเก็บน้ำที่เจือปนด้วยเมทิลเมอร์คิวรีจาก 5 ตำบล ได้แก่ ตำบลในเมือง บ้านดารา บ้านโคก ท่ามะเฟือง และนาอิน แสดงดังรูปที่ 4.19



**รูปที่ 4.19** ตัวอย่างน้ำที่ได้มาจากการเก็บน้ำที่เจือปนด้วยเมทโทมิลจาก 5 ตำบลในอ.พิชัย

ความเข้มข้นของสารละลายเมทโทมิลที่เจือปนอยู่ในน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าวมีค่าความเข้มข้นดังตารางที่ 4.9 พบว่าตำบลบ้านดาราพบปริมาณของเมทโทมิลมากที่สุดเนื่องจากมีพื้นที่เพาะปลูกน้ำจากนาข้าวเป็นจำนวนมาก การเกิดสารตกค้างทางเกษตรจึงพบมากที่สุดเมื่อเทียบกับตำบลอื่นๆ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกแหล่งน้ำจาก 2 พื้นที่ที่มีความเข้มข้นสูงทั้ง 2 ตำบลคือตำบลบ้านโคกและบ้านดารา มาทดสอบเพื่อหาตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการย่อยให้เหมาะสมที่สุด

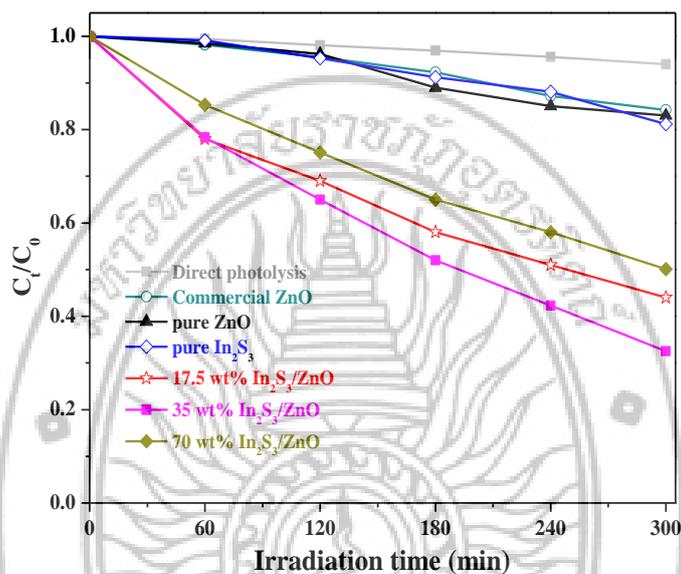
**ตารางที่ 4.9** ความเข้มข้นของน้ำเสียเจือปนด้วยเมทโทมิลที่ถูกย่อยสลายในเวลา 5 ชั่วโมง

ตำบลของแหล่งน้ำเสียในอำเภอพิชัย	ความเข้มข้นของเมทโทมิลที่ตรวจสอบได้ (ppm)
ในเมือง	19.24
บ้านดารา	27.99
บ้านโคก	20.12
ท่ามะเฟือง	15.65
นาอิน	17.36

**ตารางที่ 4.10** ความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีเมทโทมิลเจือจางจากแหล่งเพาะปลูกตำบลบ้านโคก ที่ถูกย่อยสลาย ( $C_t/C_0$ ) และร้อยละในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 300 นาที

เวลา (นาที)	Direct photolysis	Commercial ZnO	ZnO	In <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	17.5 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	35 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	70 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO
0	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
60	0.994	0.992	0.982	0.994	0.731	0.831	0.896
120	0.991	0.946	0.946	0.956	0.659	0.761	0.830
180	0.977	0.900	0.890	0.910	0.605	0.716	0.769

240	0.966	0.854	0.850	0.870	0.560	0.668	0.715
300	0.955	0.811	0.827	0.847	0.531	0.627	0.676
%degradation	4.55	18.91	17.26	15.31	46.93	37.30	32.43

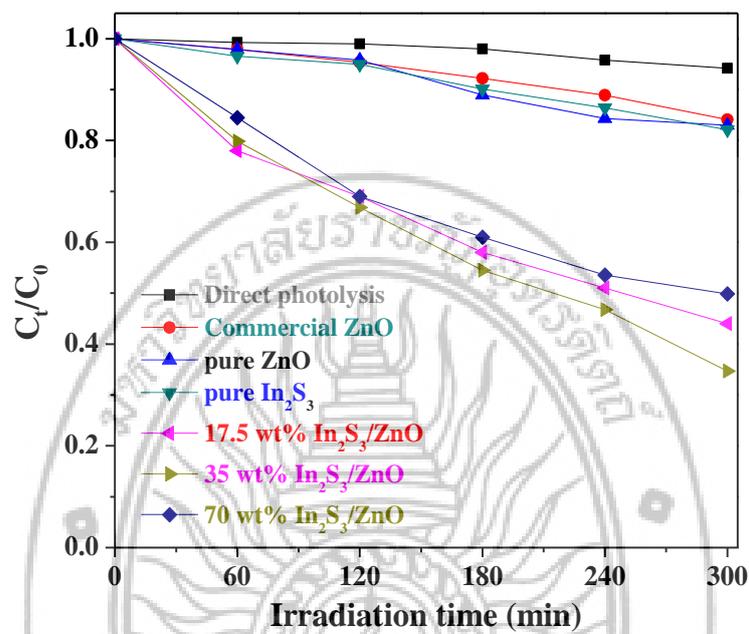


รูปที่ 4.20 กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว ตำบลบ้านโคกแสดงความสัมพันธ์ของ  $C_t/C_0$  กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงของตัวเร่งที่เตรียมได้

ตารางที่ 4.11 ความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีเมทิลโทมิลเจือจางจากแหล่งเพาะปลูกตำบลชัยบ้านดารา ที่ถูกย่อยสลาย ( $C_t/C_0$ ) และร้อยละในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 300 นาที

เวลา (นาที)	Direct photolysis	Commercial ZnO	ZnO	In <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	17.5 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	35 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	70 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO
0.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
60.000	0.993	0.979	0.979	0.966	0.780	0.799	0.845
120.000	0.990	0.953	0.958	0.949	0.690	0.669	0.690
180.000	0.980	0.922	0.889	0.901	0.580	0.545	0.599
240.000	0.958	0.889	0.843	0.864	0.510	0.468	0.869
300.000	0.942	0.841	0.830	0.821	0.440	0.347	0.346

%degradation	5.800	15.910	17.012	17.910	56.000	65.323	65.446
--------------	-------	--------	--------	--------	--------	--------	--------



รูปที่ 4.21 กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว ตำบลบ้านดาราแสดงความสัมพันธ์ของ  $C_t/C_0$  กับเวลาที่ใช้ในการฉายแสงของตัวเร่งที่เตรียมได้

#### 4.6.4 ประสิทธิภาพการย่อยสลายน้ำเสียเจือปนเมทิลจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าวในเขต อ.พิชัย ที่ด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงอาทิตย์จริง

การทดลองเพื่อศึกษาประสิทธิภาพได้นำน้ำเสียเจือปนเมทิลจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าวในเขตตำบลในเมืองมาทดสอบกับตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดที่เป็นชนิดฟิล์มดังกล่าว โดยทำการย่อยสลายด้วยแสงอาทิตย์จริงเป็นเวลา 8 ชั่วโมง (9.00 น.-17.00 น.) แล้วเก็บน้ำตัวอย่างในทุกๆ 1 ชั่วโมง และวัดความเข้มข้นของเมทิลที่ลดลงตามลำดับ โดยการทดลองดังรูปที่ 4.22

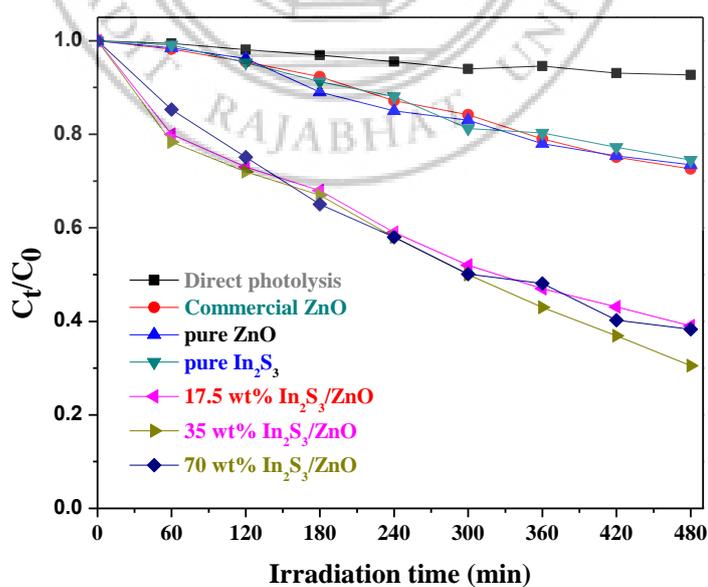


รูปที่ 4.22 การศึกษาการย่อยสลายน้ำเสียที่เจือปนเมทิลีนบลูจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าวจากเขตตำบลในเมืองด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงอาทิตย์จริง

ประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียที่เจือปนเมทิลีนบลูแสดงดังตารางที่ 4.12 และ รูปที่ 4.24 พบว่าเมื่อเวลาผ่านไป 8 ชั่วโมง เมทิลีนบลูที่เจือปนอยู่ในน้ำสามารถย่อยสลายได้โดยใช้แสงอาทิตย์จริงซึ่งแสดงถึงการประสบความสำเร็จในการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการกำจัดสารเคมีในน้ำเสีย ผลการวิจัยพบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงชนิด commercial ZnO, ZnO ที่สังเคราะห์เอง,  $\text{In}_2\text{S}_3$ , และตัวเร่งปฏิกิริยาคอมพอสิตชนิด 17.5 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ , 35 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3\%$  และ 70 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3$  wt.%, ZnO มีเปอร์เซ็นต์การย่อยสลายของเมทิลีนบลูในน้ำเสียเป็น 27.4, 26.5, 25.5, 61.0, 69.5 และ 61.7 % ตามลำดับ ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่แสดงประสิทธิภาพที่ดีที่สุดคือ คอมพอสิต 35 wt.%  $\text{ZnO}-\text{In}_2\text{S}_3\%$  และ แสดงสูงถึง 69.5 % ในเวลา 8 ชั่วโมงภายใต้การฉายแสงอาทิตย์จริง ซึ่งข้อมูลนี้ได้นำกลับไปรายงานกลับสู่เกษตรกรคือ นายวิชัย ผลบุญเกิด เจ้าของนาข้าวตำบลบ้านดารา บริเวณน้ำที่ได้เก็บมามีการสะสมของเมทิลีนบลูมานาน ผลดีที่เกิดกับเจ้าของไร่คือ การทราบถึงความเป็นพิษและผลเสียของการใช้เมทิลีนบลูหรือแลนเนทมาอย่างต่อเนื่องไม่ต่ำกว่า 15 ปี การนำเอาเทคโนโลยีง่ายๆ ไปตัดแปลงในแปลงน้ำจากนาข้าวนั้นสามารถลดปริมาณแลนเนทได้อย่างชัดเจนและมีประสิทธิภาพ

ตารางที่ 4.12 ความเข้มข้นของน้ำเสียที่มีเมทโทมิลเจือจางจากแหล่งเพาะปลูกตำบลชัยชุมพล ที่ถูกย่อยสลาย ( $C_t/C_0$ ) และร้อยละในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 8 ชั่วโมงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงด้วยแสงอาทิตย์จริง

เวลา (นาที)	Direct photolysis	Commercial ZnO	ZnO	In <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	17.5 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	35 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO	70 wt.% In <sub>2</sub> S <sub>3</sub> /ZnO
0	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
60	0.994	0.982	0.985	0.991	0.800	0.783	0.853
120	0.981	0.955	0.962	0.953	0.730	0.720	0.751
180	0.969	0.923	0.890	0.912	0.680	0.670	0.650
240	0.956	0.872	0.850	0.881	0.590	0.580	0.580
300	0.940	0.842	0.830	0.812	0.520	0.500	0.501
360	0.946	0.79	0.78	0.803	0.47	0.43	0.481
420	0.931	0.751	0.754	0.772	0.431	0.369	0.4023
480	0.927	0.726	0.735	0.745	0.39	0.305	0.3832
%degradation	7.300	27.400	26.500	25.500	61.000	69.500	61.680



รูปที่ 4.23 กราฟแสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียซึ่งมาจากแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว ตำบลในเมือง แสดงความสัมพันธ์ของ  $C_t/C_0$  ในการย่อยสลายในฉายแสงเป็นเวลา 8 ชั่วโมงด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงภายใต้การฉายแสงด้วยแสงอาทิตย์จริง



## บทที่ 5

### สรุป อภิปรายผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

การทำวิจัยในครั้งนี้มุ่งเน้นเพื่อประยุกต์ใช้ในงานสิ่งแวดล้อม

อม กล่าวคือ การใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดฟิล์มคอมโพสิต  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  โดยใช้วิธีตกตะกอนร่วมพร้อมกับให้ความร้อน เพื่อบำบัดน้ำเสียที่เจือปนเมทิลโทมิลหรือแลนเทนในแหล่งเพาะปลูกน้ำจากนาข้าว เขตอำเภอพิชัย จ.อุตรดิตถ์ โดยทำการศึกษาการย่อยสลายภายใต้แสงอาทิตย์จริง โดยมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโมลาร์ระหว่าง  $\text{In} : \text{S}$  จากการศึกษาสามารถสรุปผลได้ดังนี้

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

5.1.1 การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{ZnO}$  บริสุทธิ์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วมที่อุณหภูมิต่ำมีความสำเร็จ มีลักษณะเป็นผงสีขาวอมเหลือง สามารถพิสูจน์คุณลักษณะเฟสที่ได้คือ แบบเฮกซะโกนอลเวิร์ชไซด์  $\text{ZnO}$  ตาม JCPDS file 36-1451 และสังเคราะห์ได้ cubic  $\beta\text{-In}_2\text{S}_3$  บริสุทธิ์เป็นผงสีน้ำตาล ลักษณะชั้นง่าย มีโครงสร้างเป็นแบบเทตระโกนอล ตรงตาม JCPDS file 65-0459

5.1.2 ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  17.5 wt.%, 35 wt.% และ 70 wt.% ถูกเตรียมขึ้นอย่างสำเร็จเมื่อใช้วิธีตกตะกอนร่วมและให้ความร้อนที่อุณหภูมิไม่เกิน  $95^\circ\text{C}$  ผลจาก XRD ปรากฏพีคเฮกซะโกนอลเวิร์ชไซด์  $\text{ZnO}$  และเทตระโกนอล  $\text{In}_2\text{S}_3$  ในทุกๆ ตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลาร์ของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ให้เพิ่มขึ้น พบว่าเห็นได้ชัดว่าคริสตัลเฟส (311) เพิ่มขึ้นเห็นได้ชัดขึ้นเพราะโครงสร้างผลึกของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เกิดได้ดีขึ้น ซึ่งทั้งนี้แสดงให้เห็นได้อย่างชัดเจนว่าการเตรียมคอมโพสิต การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวีวิสดีฟฟิวส์รีเฟรคแทนสเปกโทรโฟโตเมทรี พบว่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ กับแถบช่องว่างพลังงานของ pure  $\text{ZnO}$ , pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  และตัวเร่งปฏิกิริยา  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  ระหว่างอินเดียมซัลไฟด์กับซิงค์ออกไซด์ ( $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ ) เปรียบเทียบซิงค์ออกไซด์เชิงพาณิชย์ (Commercial  $\text{ZnO}$ ) และซิงค์ออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์เอง แสดงให้เห็นว่าฟิล์มตัวเร่งปฏิกิริยา ( $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ ) นั้นสามารถช่วยให้มีการดูดกลืนแสงในช่วงของแสงวิสิเบิลที่มีพลังงานต่ำและมีอยู่ในแสงอาทิตย์ถึงร้อยละ 95 และมีแถบช่องว่างพลังงานที่ลดลงอย่างเห็นได้ชัด จึงคาดได้ว่าตัวเร่งปฏิกิริยานาโนคอมโพสิตระหว่างซิงค์ออกไซด์นั้นจะส่งผลดีต่อประสิทธิภาพในการดูดกลืนแสงในช่วงวิสิเบิลและทำให้ประสิทธิภาพในการย่อยสลายเมทิลโทมิลนั้นดีขึ้น

5.1.3 การขึ้นรูปฟิล์มของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดที่ใช้ทดสอบในการย่อยสลายน้ำเสียที่มีเมทโทมิลเจือปนอยู่นั้นประสบความสำเร็จด้วยวิธี doctor blading มีความหนาเฉลี่ยของฟิล์มอยู่ที่  $13.9 \pm 0.2$  ไมโครเมตร

5.1.4 ทดสอบประสิทธิภาพในการย่อยสลายน้ำเสียที่เจือปนเมทโทมิลโดยใช้น้ำตัวอย่างที่มีปริมาณเมทโทมิลสูง 2 ตำบลคือตำบลในเมืองและบ้านดารา มาทำการย่อยสลาย พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดคือ ฟิล์มคอมโพสิต 35 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  สามารถย่อยเมทโทมิลเท่ากับ 69.5 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นๆ ทั้งนี้สามารถสรุปได้ว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาซิงค์ออกไซด์ที่ได้ทำการปรับปรุงโดยใช้วิธีคอมโพสิตนั้นมีประสิทธิภาพดีมากและสามารถปรับปรุงให้สามารถใช้แสงในช่วงที่วิซีเบิล (มีอยู่ในองค์ประกอบจากแสงดวงอาทิตย์ 96% เปอร์เซ็นต์)

## 5.2 อภิปรายผลการวิจัย

5.2.1 จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์บริสุทธิ์และผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พบว่าพิกัดนั้นมีความสอดคล้องเป็นแบบเฮกซะโกนอล เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล Joint Committee Powder Diffraction Standards (JCPDS file) ปรากฏว่าโครงสร้างเฟสตรงตรงกับ JCPDS หมายเลข 36-1451 ในขณะเดียวกันตัวเร่งปฏิกิริยา Pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  มีโครงสร้างเป็นแบบโครงผลึกชัดเจนและสามารถหาโครงสร้างเป็นแบบเทตระโกนอลซึ่งตรงตาม JCPDS หมายเลข 10-0445 (Xie และคณะ, 2012) ในขณะเดียวกันตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตอินเดียมซัลไฟด์และซิงค์ออกไซด์ ( $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}/\text{Zcomposite}$ ) ในตัวอย่างคอมโพสิตทั้ง 3 อัตราส่วนแสดงพิกัดเฉพาะตัวของทั้ง  $\text{ZnO}$  และ 17.5 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  โดยตัวอย่างชนิด 35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  และ 70.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  แสดงพิกัดที่ชัดเจนและแคบซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบของผลึก แต่ในขณะเดียวกันตัวอย่างคอมโพสิตชนิด 70.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  แสดงพิกัดที่ค่อนข้างกว้าง มีความไม่เป็นระเบียบสูงและมีการแตกของพิกัดจำนวนมากขึ้นและมีสัรบกวนค่อนข้างมากทั้งนี้เนื่องจากเมื่อมีปริมาณของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เข้าไปผสมจำนวนที่สูงเกินไปทำให้ระบบผลึกเฮกซะโกนอลของ  $\text{ZnO}$  เกิดการรบกวนและไม่เป็นโครงสร้างผลึกที่สมบูรณ์ (Collapse) (Kato และคณะ, 2011)

5.2.2 ขนาดผลึกที่ได้จากการคำนวณด้วยสมการ Scherer พบว่าขนาดของ  $\text{ZnO}$  เล็กมากกว่า  $\text{In}_2\text{S}_3$  ในตัวอย่างที่ทำการคอมโพสิตพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  จะให้ขนาดผลึกของ  $\text{ZnO}$  มีขนาดลดลงเรื่อยๆ แต่ในทางตรงกันข้ามขนาดผลึกของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เพิ่มขึ้นในตัวอย่างของตัวเร่งปฏิกิริยา ทั้งนี้อาจเนื่องจากการเข้าแทรกของอนุภาค  $\text{In}_2\text{S}_3$  ในโครงสร้างผลึกของ  $\text{ZnO}$  (Jiang และคณะ, 2011) ซึ่งส่งผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ ( $S_{\text{BET}}$ ) พบว่าการคอมโพสิตระหว่าง  $\text{In}_2\text{S}_3$  กับ  $\text{ZnO}$  นั้น อาจจะช่วยให้มีพื้นที่ผิวสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาค  $\text{ZnO}$

และ  $\text{In}_2\text{S}_3$  โดยที่อนุภาคนาโนคอมโพสิทระหว่าง การคอมโพสิทระหว่าง  $\text{In}_2\text{S}_3$  กับ  $\text{ZnO}$  ทั้งนี้เกิดจาก โครงสร้างลักษณะแบบแผ่นของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  เข้าไปแทรกในโครงสร้างเฮกซะโกนอลของ  $\text{ZnO}$  ทำให้ โครงสร้างเกิดการบิดตัว เมื่อมีปริมาณของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงซึ่งเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผล ดีต่อปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสง (Kievena และคณะ, 2008)

5.2.3 การดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้กับความยาวคลื่นเป็นหน่วยนา โนเมตร  $\text{ZnO}$  บริสุทธิ์ มีค่าการดูดซับแสงเท่ากับประมาณ 383 นาโนเมตร ตามลำดับ ซึ่งตรงตาม ทฤษฎีที่ว่าสาร  $\text{ZnO}$  สามารถดูดกลืนแสงเฉพาะในช่วงอุลตราไวโอเล็ตได้เท่านั้น ส่วน  $\text{In}_2\text{S}_3$  มีการ ดูดกลืนแสงอยู่ที่ประมาณ 610 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องตามทฤษฎีคือสามารถดูดกลืนสารได้ดีในช่วง วิชิเบิล เมื่อเราทำการปรับปรุงคุณภาพของ  $\text{ZnO}$  โดยการเตรียมฟิล์มคอมโพสิทอัตราโดยโมลจากมาก ไปหาน้อยได้แก่ฟิล์ม 17.5 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$ , 35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  และ 70.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  ปรับปรุงคุณภาพของค่าการดูดกลืนแสงเข้าไปในช่วงวิชิเบิลทั้ง 3 ตัวอย่างและมีค่าการดูดกลืนแสงอยู่ ที่ประมาณ 570, 555 และ 430 นาโนเมตร ตามลำดับ จากผลการทดลองค่าการดูดซับแสงที่เคลื่อน เข้าสู่ช่วงแสงสีแดงมากขึ้น (Red-shift absorption) เป็นปัจจัยสำคัญหนึ่งที่ส่งผลดีต่อการย่อยสลาย ด้วยแสงที่ตามองเห็นได้อย่างชัดเจน (Zhang และคณะ, 2012) จากค่าการดูดกลืนแสงทำให้เรา สามารถคำนวณแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy,  $E_g$ ) นั้นลดลงอย่างเห็นได้ชัด จึงสามารถ ปรับปรุงคุณภาพของ  $\text{ZnO}$  สามารถดูดกลืนแสงในช่วงวิชิเบิล ซึ่งผลการใช้แสงที่มีพลังงานต่ำได้ เช่น แสงอาทิตย์ซึ่งประกอบด้วยแสงวิชิเบิลถึง 95 เปอร์เซ็นต์ การที่มีแถบช่องว่างพลังงานที่ต่ำกว่าจะเป็น ข้อได้เปรียบสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เนื่องจากใช้พลังงานแสงที่ต่ำกว่าในการกระตุ้น อิเล็กตรอนแล้วเกิดปฏิกิริยา ในทางกลับกันตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีแถบช่องว่างพลังงานที่สูงนั้นจึง จำเป็นต้องใช้พลังงานแสงที่สูงจึงสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาได้

5.2.4 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วย SEM-EDS และ TEM พบว่ารูปร่างของ Pure  $\text{ZnO}$  เป็นแบบคล้ายแท่งขนาดเล็กๆ มารวมตัวกันเกาะกลุ่มคล้ายทรงกลมและขยายเป็นทรงหก เหลี่ยม ซ้อนทับกันขนาดใหญ่ ทำให้เกิดอนุภาคนาโนขนาดใหญ่เกิดขึ้นทั้งนี้เกิดจากการ agglomerate ของ ตัว  $\text{ZnO}$  รูปร่างของ  $\text{ZnO}$  ส่วน  $\text{In}_2\text{S}_3$  มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นแบบแผ่นบางมารวมตัวกันเป็น ลักษณะแผ่นใหญ่ขึ้นคล้ายซ้อนทับกันลักษณะเหมือนทรงกลมรวมกันเป็นชั้นๆ เนื่องจาก  $\text{In}_2\text{S}_3$  ตาม ทฤษฎีมีลักษณะเป็นคล้ายดอกกะหล่ำ จึงเกิดการรวมตัว ซึ่งทำให้มีอนุภาคนาโนขนาดใหญ่ถึง 400 นาโน เมตร ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวจับกันได้น้อยลงกับโมเลกุลของสารอินทรีย์ที่จะเกิดการย่อยสลาย ส่งผลที่ทำให้ ประสิทธิภาพในการย่อยสลายต่ำลง จากผล EDS พบธาตุที่เป็นองค์ประกอบทุกธาตุ คือ In และ S ตามสัดส่วนซึ่งยืนยันว่าสังเคราะห์  $\text{In}_2\text{S}_3$  ได้สำเร็จ ผลจาก SEM ไม่สามารถยืนยันขนาดของอนุภาคที่ แน่นอนเนื่องจากเกิดการรวมตัวกันเป็นอนุภาคนาโนขนาดใหญ่ ดังนั้นจึงต้องถ่ายภาพ TEM เพื่อยืนยัน ภาพถ่าย SEM ของตัวเร่งปฏิกิริยา composite ปรากฏลักษณะอนุภาคของทั้ง  $\text{ZnO}$  ที่มีโครงสร้าง

เป็นแบบเหลี่ยม (rod-like) และลักษณะเป็นแผ่นบางและมี ZnO ขนาดเล็กมากๆ ไปเกาะอยู่บนแผ่นบางของโครงสร้างอนุภาค  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ ZnO กับ  $\text{In}_2\text{S}_3$  นั้นมีโครงสร้างที่ติดกันเป็นคอมโพสิตอย่างสมบูรณ์ ดังนั้นจากผลของ SEM สามารถยืนยันได้ว่าพบทั้งสองอนุภาคเกาะตัวด้วย chemical composite ตรงตามจุดประสงค์ เมื่อมีพื้นที่ผิวที่เกาะตัวกัน ข้อดีคือ ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่า  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ Pure ZnO ดังผลการทดลองในบทที่ 4 ส่งผลดีต่อปฏิกิริยาการย่อยสลาย เนื่องจากพื้นที่ผิวเป็นปัจจัยสำคัญหลัก เมื่อมีพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาสูงจะทำให้มีบริเวณแอคทีฟไซต์ที่จะทำเหมโทมิลมาเกาะตัวและสามารถทำปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยแสงได้ดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัด (Di และคณะ, 2017) ทั้งนี้ผลของ EDS ยังยืนยันว่าพบองค์ประกอบทุกธาตุที่อยู่ในตัวอย่างคอมโพสิตทั้งหมดคือ In, O, S และ Zn ยืนยันผลการสังเคราะห์ที่ประสบความสำเร็จอีกเช่นเดียวกัน นอกจากนี้ยังมีภาพโครงสร้างหน้าแผ่นฟิล์มที่ขึ้นรูปและนำไปใช้จริงในการย่อยสลายได้ความหนาเฉลี่ยอยู่ที่ 13.9  $\mu\text{m}$  ซึ่งผิวหน้าค่อนข้างเรียบ โดยฟิล์มที่ขึ้นรูปได้นำไปวัดความหนาแล้ว ได้ค่าความหนาที่ใกล้เคียงกันอยู่ในช่วง  $13.9 \pm 0.2$  ไมโครเมตร ซึ่งบ่งบอกถึงปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาของแต่ละคอมโพสิตและ Pure ว่ามีปริมาณของตัวเร่งใกล้เคียงกันหรือเกือบเท่ากัน จึงไม่ได้มีผลแตกต่างที่จะทำให้ปฏิกิริยาการย่อยสลายเกิดค่าเบี่ยงเบนแต่อย่างใด

5.2.5 จากผลของ TEM พบว่าขนาดอนุภาคของ Pure ZnO (5-10 นาโนเมตร) และ Pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  (25-35 นาโนเมตร) อยู่ในวัสดุนาโนที่ต้องมีขนาดอยู่ในช่วง 1-100 นาโนเมตร (สุคนธ์พานิชพันธ์, 2549) มีค่าใกล้เคียงกับผลึกที่คำนวณได้จากสมการของ Scherer ตามผล XRD แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมแบบนี้ได้อนุภาคคอมโพสิตที่สมบูรณ์และมีขนาดที่อยู่ในช่วงที่ต้องการ นอกจากนี้บริเวณที่ ZnO ผังตัวอยู่ในแผ่นของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  โดยที่มีทั้งบริเวณเชื่อมต่อกันด้วยและบริเวณที่อยู่รวมตัวกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดการคอมโพสิตที่สมบูรณ์ (Yan และคณะ, 2017) ผลของ TEM ที่ชัดเจนของตัวเร่งปฏิกิริยาคอมโพสิตนี้สามารถอธิบายได้ถึงการโอนถ่ายของอิเล็กตรอนบริเวณที่มีการเชื่อมต่อกันเมื่อเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลซิส ซึ่งส่งผลดีต่อการสลายน้ำเสียจากแหล่งน้ำที่เพาะปลูกน้ำจืดจากนาข้าวที่มีเหมโทมิลเจือปนอยู่ (Chen และคณะ, 2010) และนอกจากนั้นยังสามารถเพิ่มประสิทธิภาพของ ZnO ให้ทำงานได้ดียิ่งขึ้นอีกด้วย

5.2.5 ทั้งการย่อยสลายสารละลายเหมโทมิลในห้องปฏิบัติการด้วยแสงวิซีเบิลและแสงจริง ทั้งนี้จากการเก็บน้ำในตำบลต่างๆ ในอำเภอพิชัย พบว่าประสิทธิภาพของฟิล์มตัวเร่งคอมโพสิตที่เตรียมได้ทั้งหมดมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายที่ดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยา Pure Zn,  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ Commercial ZnO และการย่อยด้วยแสงอาทิตย์จริงใช้เวลา 300 นาที พบว่า ฟิล์มตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีที่สุดในการย่อยสลายคือ 35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  composite สามารถย่อยสลายได้สูงถึง 69.5 เปอร์เซ็นต์ ถ้าเพิ่มเวลาในการย่อยยังจะทำให้เกิดจากย่อยสลายได้อย่างต่อเนื่อง จนได้สารที่ไม่มีอันตราย หรืออันตรายลดลงเรื่อยๆ ทั้งนี้มีปัจจัยหลายที่ส่งผลต่อการย่อยสลายด้วยแสง ได้แก่ พื้นที่ผิว

จำเพาะ ความเป็นกรด-เบสของพื้นผิว ค่าแถบพลังงานที่แคบทำให้สามารถดูดกลืนพลังงานในช่วงวิชิเบิลได้ จากผลการทดลองถ้าพิจารณาแค่ปัจจัย ค่าแถบพลังงานที่แคบอย่างเดียวนั้นตัวที่ดีที่สุดคือ Pure  $\text{In}_2\text{S}_3$  แต่ทั้งนี้ตัวเร่งชนิดนี้มีรูปร่างคล้ายแผ่นๆ โครงร่างผลึกต่ำส่งผลให้มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำมาก ดังนั้นการนำเอา  $\text{In}_2\text{S}_3$  มาคอมโพสิตในปริมาณที่เหมาะสมคือตัวเร่ง 35.0 wt.%  $\text{In}_2\text{S}_3/\text{ZnO}$  ค่าแถบพลังงานลดลงเหลือแค่ 2.21 อิเล็กตรอนโวลต์ เท่ากับ 555 นาโนเมตร ซึ่งเหมาะสมในการดูดซับแสงช่วงอาทิตย์ซึ่งประกอบไปด้วยแสงวิชิเบิลมากกว่า 95 เปอร์เซ็นต์ (Jiang และคณะ, 2017) อีกทั้งการเจือ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ลงในปริมาณที่น้อยทำให้ค่าพื้นที่ผิวเพิ่มสูงขึ้นถึง 21.45 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งส่งผลบริเวณ active site ที่เพียงพอสำหรับเกิดปฏิกิริยาโฟโต้แคตาไลซิส จากผลของภาพถ่าย TEM เป็นผลที่ยืนยันว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการคอมโพสิตมีการเชื่อมต่อกันระหว่างพื้นผิวของ  $\text{In}_2\text{S}_3$  และ  $\text{ZnO}$  นั้นจะทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน ทำให้เกิดการดูดกลืนแสงได้ดีขึ้น จึงเกิดการรวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนกับโฮลได้ยากขึ้น นั้นบ่งบอกว่าอัตราในการ recombination นั้นต่ำลงมากเมื่อเทียบกับ  $\text{ZnO}$  ทำให้แถบช่องว่างพลังงานนั้นแคบลง ต้องการพลังงานโฟตอนที่น้อยลงอย่างเห็นได้ชัด ทำให้สามารถใช้พลังงานในช่วงแสงวิชิเบิลได้อย่างเต็มที่ ส่งผลให้มีการย่อยสลายสารอินทรีย์ โดยเฉพาะสารที่เป็นสีย้อม เมื่อเวลาในการย่อยสลายมากขึ้นสีของสีย้อมจะค่อยๆ จางลงอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้ถ้าเราทำการทดลองต่อเนื่องเพิ่มเวลาลงไปอีกโมเลกุลของเมทิลเกิดการสลายตัวไปเป็นสารอื่นที่มีขนาดโมเลกุลเล็กลงและไม่เป็นสารที่อันตรายแล้วต่อไปได้

### 5.3 ข้อเสนอแนะ

#### 5.3.1 ข้อเสนอแนะทั่วไป

5.3.1.1 ควรทำการทดลองโดยทำการย่อยสลายน้ำเสียที่มีสารอินทรีย์ตัวอื่นๆปนเปื้อนอยู่เพื่อทำการทดลองความสามารถของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

5.3.1.2 ควรศึกษาเพิ่มเติมเรื่องวิธีการเตรียม  $\text{ZnO}$  หรือ  $\text{In}_2\text{S}_3$  ด้วยวิธีอื่นๆ ซึ่งมีประสิทธิภาพ

#### 5.3.2 ข้อเสนอแนะในการทำวิจัยครั้งต่อไป

5.3.2.1 ควรเพิ่มเวลาในการย่อยสลายให้มากขึ้นเป็นหน่วย วันหรือเดือนเพื่อได้ผลการสลายตัวในน้ำเสียและทดสอบสีย้อมได้หมด



ภาคผนวก

## 1. เครื่องมือวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

### 1.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD)



ภาพที่ 1. PANalytical X'Pert PRO MPD XRD diffractometer.

### 1.2 เครื่องหาพื้นที่ผิวจำเพาะ (BET-Surface area analyzer)



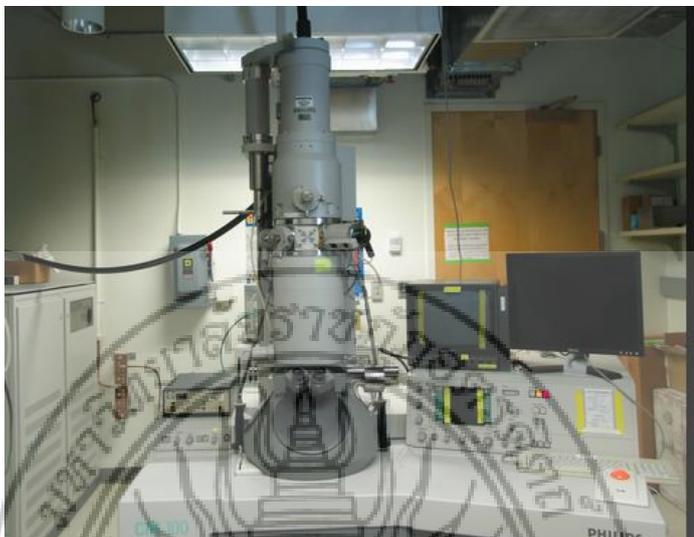
ภาพที่ II. Surface area analyzer, Quantachrome Autosorb 1 MP, USA.

1.3 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM-EDS)



ภาพที่ III. Scanning Electron Microscope & Energy Dispersive X-ray Spectrometer, Hitachi S-4800FE, Hitachi, Japan.

#### 1.4 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)



ภาพที่ IV. Transmission Electron Microscope, CM-1000, Philips

#### 1.5 เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Vis Spectrophotometer)



ภาพที่ V. UV-vis spectrophotometer-PG Instrument T92+.

#### 1.6 เครื่องเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอน (X-ray Photoelectron Spectrophotometer)



ภาพที่ VI. X-ray Photoelectron Spectrophotometer, Versal Prob III, PHI, UK

1.7 เตาเผาอุณหภูมิสูง (Muffle Furnace)



ภาพที่ VII. Muffle Furnace-Carbolite-RHF 16-8.

## 2. การคำนวณหาค่าต่างๆ

### 2.1 ตัวอย่างการหาค่าขนาดของผลึกของ Pure ZnO โดยสมการ Scherer

$$L = K\lambda / (\beta \cos \theta)$$

เมื่อ:  $\lambda = 0.1541$  nanometer,  $K = 0.94$  for rod-like shape  
 $2\theta = 36.27$  (101 plane),  $\theta = 18.135$ ,  
 $\cos(18.135) = 0.95$

FWHM or  $\beta = 0.337$  radian =  $(0.568 \times \pi) / 180 = 0.005879$  degree

$$L = \frac{(0.94)(0.1541)}{(0.337)(0.95)}$$

$$= 25.93 \text{ nm}$$

## 2.2 ตัวอย่างการคำนวณหาแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap energy, $E_g$ )

$$E_g = \text{Onset of the plotting of } 1241/\lambda_{\text{onset}} \text{ and } [F(R)h\nu]^{1/2}$$

Wavelength, $\lambda$ (nm)	R	1-R	(1-R) <sup>2</sup>	2R	$F(R)$ $= \frac{(1-R)^2}{2R}$	$h\nu$ , $E_g$	$F(R)*h\nu$	$[F(R)*h\nu]^{1/2}$ ,Band gap (eV)
600	1.032	-0.032	0.001	2.064	0.000	2.068	0.001	0.032
599	1.032	-0.032	0.001	2.064	0.001	2.072	0.001	0.032
598	1.032	-0.032	0.001	2.064	0.000	2.075	0.001	0.032
597	1.032	-0.032	0.001	2.063	0.000	2.079	0.001	0.032
596	1.031	-0.031	0.001	2.062	0.000	2.082	0.001	0.031
595	1.031	-0.031	0.001	2.063	0.000	2.086	0.001	0.031
594	1.031	-0.031	0.001	2.062	0.000	2.089	0.001	0.031
593	1.031	-0.031	0.001	2.061	0.000	2.093	0.001	0.031
592	1.030	-0.030	0.001	2.060	0.000	2.096	0.001	0.030

## ประวัติผู้วิจัย

### หัวหน้าโครงการ

- ชื่อ (ภาษาไทย) ดร. ณัฐกฤตา บุณณฺ์ประกอบ  
(ภาษาอังกฤษ) Dr. Natkrittta Boonprakob
- เลขหมายบัตรประจำตัวประชาชน 3640900244908
- ตำแหน่งบริหาร/วิชาการ (ที่เป็นปัจจุบัน) อาจารย์
- สถานที่อยู่ที่ติดต่อได้สะดวก สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี  
มหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์ อ.เมือง  
จ.อุตรดิตถ์ 53000  
โทรศัพท์ 055-411096 ต่อ 1308  
โทรศัพท์มือถือ 088-9826149  
E-mail : nboonprakob@gmail.com

### 5. ประวัติการศึกษา

ระดับการศึกษา	มหาวิทยาลัยและประเทศ	ปีที่สำเร็จ	สาขา
ปริญญาตรี วท.บ.	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า พระนครเหนือ ประเทศไทย	2545	เคมีอุตสาหกรรม
ปริญญาโท วท.ม.	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประเทศไทย	2548	ปิโตรเคมีและ วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
ปริญญาเอก ปร.ด.	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย	2557	วิทยาศาสตร์นาโนและ เทคโนโลยีนาโน

### 6. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

วิทยาศาสตร์นาโน เคมีเชิงฟิสิกส์ วัสดุศาสตร์ ปิโตรเคมีทางตัวเร่งปฏิกิริยา

## 7. การเผยแพร่ผลงานวิจัย

### ผลงานนำเสนอในที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

1. Boonprakob N., Wetchakun N., Phanichphant S., Inceesungvorn B., Synthesis and Characterization of Nitrogen doped Titanium dioxide nanoparticles by the modified sol-gel method, oral presentation, International Conference on Materials or Advance Technoly (ICMAT 2011), 26 June-31 July 2011, The Center of Conventional Singapore, Singapore.
2. Boonprakob N., Wetchakun N., Phanichphant S., Inceesungvorn B., Synthesis and Characterization of Nitrogen doped Titanium dioxide nanoparticles by the modified sol-gel method, Poster Presentation, Paccon 2012, 11-13 January 2012, The Empress Hotel, Chiang Mai. Thailand.
3. Boonprakob N., Wetchakun N., Phanichphant S., Chen J., Inceesungvorn B, N-loaded TiO<sub>2</sub> for Photocatalytic Degradation of Methyl orange under Visible Light Irradiation, Oral Presentation, The 2<sup>nd</sup> International Conference on Nanostructures, Nanomaterials and Nanoengineering (ICNNN 2012), 6-7 October 2012, Riverview Hotel, Singapore.
4. Boonprakob N., Wetchakun N., Phanichphant S., Nattestad A., Chen J., Inceesungvorn B, Modified TiO<sub>2</sub> for Photocatalytic Degradation of Methylene Blue under Visible-Light Irradiation, 1<sup>st</sup> International conference on Emerging Advanced Nanomaterials (ICEAN 2012), Hotel Mercure, Brisbane, University of Queensland, Australia.
5. Boonprakob N., Tapad J., Jansanthea P., Inceesungvorn B., Photocatalytic Activity of Phenol over Visible-light-driven Pure BiOI Nanocatalyst, ternational Conference on Chemical, Metallurgy and Material Science Engineering (CMMSE-2015) August 10-11, 2015, Hotel Mercure Pattaya, Thailand.
6. Boonprakob N., Jansanthea P., Inceesungvorn B., Channei D., BiOI/ZnO heterojuction Nanocatalyst for Photocatalytic Degradation of Rhodamine B under Visible Light Irradiation, 1<sup>st</sup> URUICST 2016, Uttaradit Rajabhat University, 1-2 August 2016, Uttaradit, Thailand.

7. Natkritta Boonprakob, Anchalee Masa-ad, Facile synthesis of nanocrystalline wurtzite ZnO and its application for photodegradation activity, MSPT 2017, Hotel Legal Shanghai, 11-12 March 2017, Shanghai, China.
8. Natkritta Boonprakob, Anchalee Masa-ad, Synthesis of Indium sulfide/Zinc oxide Composites Films and Their Photocatalytic Activities, URUCST2018, Uttaradit Rajabhat University, 2-3 August 2018, Uttaradit, Thailand.

#### ผลงานตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

1. Boonprakob N., Wetchakun N., Phanichphant S., Chen J., Inceesungvorn B, N-loaded TiO<sub>2</sub> for Photocatalytic Degradation of Methyl orange under Visible Light Irradiation, *Adv. Mater. Res.*, **622–623**, 2013, 883–888.
2. Ngamta, S., Boonprakob, N., Wetchakun, N., Ounnunkad K., Phanichphant S., Inceesungvorn B., A facile synthesis of nanocrystalline anatase TiO<sub>2</sub> from TiOSO<sub>4</sub> aqueous solution, *Mater. Lett.*, **105**, 2013, 76–79.
3. Natkritta Boonprakob, Natda Wetchakun, Sukon Phanichphant, David Waxler, Peter Sherrell, Andrew Nattestad, Jun Chen, Burapat Inceesungvorn, Enhanced visible-light photocatalytic activity of g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> films, *J. Colloid. Interf. Sci.*, **417**, 2014, 402–409.
4. Pongthep Jansanthea, Natkritta Boonprakob, Jarawan Treenattip, Pusit Pookmanee, and Sukon Phanichphant, Photocatalytic Degradation of Methylene Blue and Methyl Orange over TiO<sub>2</sub> Powder Synthesized via the Solvothermal Method, *Appl. Mechs and Mater.*, **749**, 2015, 51–55.
5. Natkritta Boonprakob, Weerasak Chomkitichai, Jiraporn Ketwaraporn, Aimon Wanaek, Burapat Inceesungvorn, Sukon Phanichphant, Photocatalytic Degradation of Phenol over Highly Visible-light Active BiOI/TiO<sub>2</sub> Nanocomposite Photocatalyst, *Eng. J.*, **21**, 2017, 81-91.
6. Natkritta Boonprakob, Anchalee Masa-ad, Facile synthesis of nanocrystalline wurtzite ZnO and its application for photodegradation activity, Proceeding of 2017 Asia-Pacific Engineering and Technology Conference (APETC 2017) ISBN: 978-1-60595-443-1, (2017) pp. 127-131.