

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน

สารเคมีที่ใช้

- $Ti(OPr)_4$
- Methylene blue
- รงทอง
- NH_4OH
- HCl
- ไม้ฝาง
- NaOH
- Ethanol
- แก่นขนุน
- Na_2CO_3
- ครั่ง

การสังเคราะห์ amorphous TiO_2 photocatalyst

เตรียมโดยใช้ Titanium (IV) isopropoxide ปริมาตร 10.0 มิลลิลิตร เป็นสารตั้งต้นละลายในเอทานอล ปริมาตร 90 mL ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นจึงค่อยๆเติมลงในขวดก้นกลมที่มีน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 mL และ EtOH ปริมาตร 100 mL กวนสารละลายอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกรองตะกอนที่สังเคราะห์ได้ด้วยชุดกรองแบบลดความดัน และใช้กระดาษกรอง 0.1 ไมครอน แล้วนำไปอบไล่ความชื้นด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ $60^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

การสังเคราะห์ natural dye sensitized- TiO_2

โดยสีธรรมชาติที่เลือกใช้ในงานนี้เป็นสารสกัดจากสารสกัดจากครั่ง แก่นฝาง แก่นขนุนและรงทอง

เริ่มจากการเตรียมสารละลายสีธรรมชาติ จากวัตถุดิบทั้ง 4 ชนิด จากครั่ง แก่นฝาง แก่นขนุนและรงทอง โดยใช้วัตถุดิบแห้งปริมาณ 1, 2.5, 5 และ 10 กรัม ต้มในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 mL ที่อุณหภูมิ $55^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

จากนั้นเติม amorphous TiO_2 0.5 g ลงในสารละลายสีธรรมชาติที่เตรียมไว้ที่ความเข้มข้นต่างๆ เก็บในที่มืด กวนสารละลายอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer) ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นกรองตะกอนด้วยชุดกรองแบบลดความดัน และใช้กระดาษกรอง 0.1 ไมครอน แล้วนำไปอบไล่ความชื้นด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ $80^\circ C$ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

การวิเคราะห์สมบัติของ natural dye sensitized- TiO_2

natural dye sensitized- TiO_2 ที่เตรียมจากสารสกัดจากครั่ง แก่นฝาง แก่นขนุนและรงทอง เป็นสี ย้อมไวแสง ทดสอบสมบัติทางเคมีด้วยเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ต่างๆ ดังนี้

X-Ray Diffractometry (XRD)

เพื่อระบุชนิดของผลึกโครงสร้าง ความบริสุทธิ์ของผลึกที่ได้ และคำนวณขนาดผลึก

Scanning Electron Microscopy (SEM) หรือ Transmission Electron Microscopy (TEM)

เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาและขนาด

Diffused reflectance UV-Visible spectrophotometer

เพื่อศึกษาพฤติกรรมดูดซับแสงและค่า band gap energy (E_g)

Fourier-transformed Infrared Spectrophotometry (FT-IR)

เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชัน

การทดสอบประสิทธิภาพการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู

ทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู โดยใช้ผง amorphous TiO_2 และ natural dye sensitized- TiO_2 ที่เตรียมจากสารสกัดจากครั้ง แก่นฝาง แก่นขนุนและรงทอง ปริมาณ 0.05 กรัมต่อสารละลายสีย้อม ความเข้มข้น 1×10^{-5} M ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ใส่ในปิกเกอร์แล้ววางในตู้มืดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวางในตู้ฉายแสงวิชิเบิล เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สุ่มเก็บตัวอย่างสารละลายสีย้อม 3 มิลลิลิตร ทุก 1 ชั่วโมง กรองผ่าน nylon syringe filter เก็บในที่มืด วัดความเข้มข้นของสารละลายที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer แล้วบันทึกผลเพื่อศึกษาอัตราการลดลงของความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลู

ร้อยละการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลู (%Degradation of methylene blue) สามารถคำนวณได้จากสูตรดังสมการ

$$\% \text{Degradation} = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสีย้อมเมทิลีนบลู เท่ากับ 1.00×10^{-5} M

C_t คือความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบ (M)

ตารางที่ 1 สัญลักษณ์ของ Laccic acid sensitized- TiO_2 ที่เตรียมจากสารสกัดจากครั้ง

สัญลักษณ์	ปริมาณครั้ง (กรัม)	ตัวทำละลายของสารละลายครั้ง
0.5lac - TE	0.5	DI water
1 lac - TE	1	DI water
2.5 lac - TE	2.5	DI water
5 lac - TE	5	DI water
10 lac - TE	10	DI water

ตารางที่ 2 สัญลักษณ์ของ Brazilin sensitized- TiO_2 ที่เตรียมจากสารสกัดจาก แก่นฝาง

สัญลักษณ์	ปริมาณแก่นฝาง (กรัม)	ตัวทำละลายของสารละลายแก่นฝาง
0.5 bra - TE	0.5	DI water : MeOH 1:1
1 bra - TE	1	DI water : MeOH 1:1
2.5 bra - TE	2.5	DI water : MeOH 1:1
5 bra - TE	5	DI water : MeOH 1:1
10 bra - TE	10	DI water : MeOH 1:1

ตารางที่ 3 สัญลักษณ์ของ Morin sensitized- TiO₂ ที่เตรียมจากแก่นขนุน

สัญลักษณ์	ปริมาณแก่นขนุน (กรัม)	ตัวทำละลายของ สารละลายแก่นขนุน
1mor- TE	1	DI water
2.5mor - TE	2.5	DI water
5mor- TE	5	DI water
10mor - TE	10	DI water

ตารางที่ 4 สัญลักษณ์ของ Gambogic sensitized- TiO₂ ที่เตรียมจากสารสกัดจากรงทอง

สัญลักษณ์	ปริมาณรงทอง (กรัม)	ตัวทำละลายของ สารละลายรงทอง
0.5 gam - TE	1	DI water
1gam - TE	2.5	DI water
2.5gam- TE	5	DI water
5gam - TE	10	DI water