

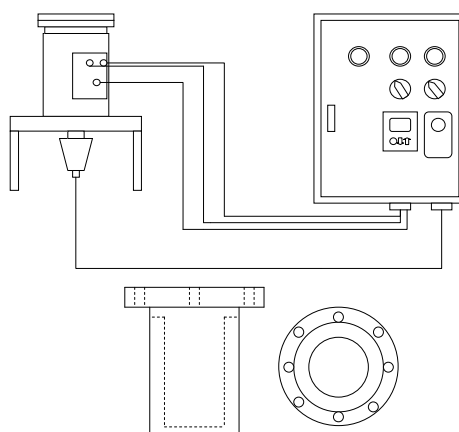
3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 สารเคมี

1. ไทเทเนียมบิวทอกไซด์ (Titanium (IV) butoxide, 97%)
2. อะซิติก อะซิโตน (Acetylacetone, $\geq 99\%$)
3. แอมโมเนีย (NH_3 , 28%)
4. กรดไฮโดรคลอริก (HCl , 37%)

3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุดอุปกรณ์แบบควบคุมอุณหภูมิที่ออกแบบและสร้างขึ้นเอง ดังรูปที่ 3.1 และ 3.2

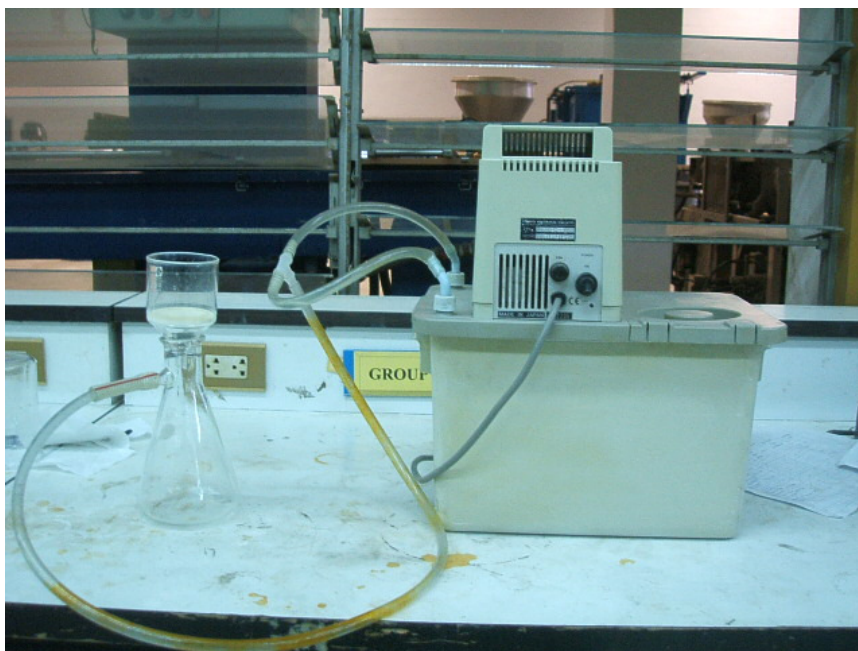


รูปที่ 3.1 แบบจำลองการติดตั้งถังปฏิกรณ์แบบควบคุมอุณหภูมิ



รูปที่ 3.2 เครื่องปฏิกรณ์แบบควบคุมอุณหภูมิ

2. ชุดกรองแบบสุญญากาศ



รูปที่ 3.3 ชุดกรองแบบสุญญากาศ

3. เครื่องทำให้แห้งเยือกแข็งยี่ห้อ Flexi-Dry



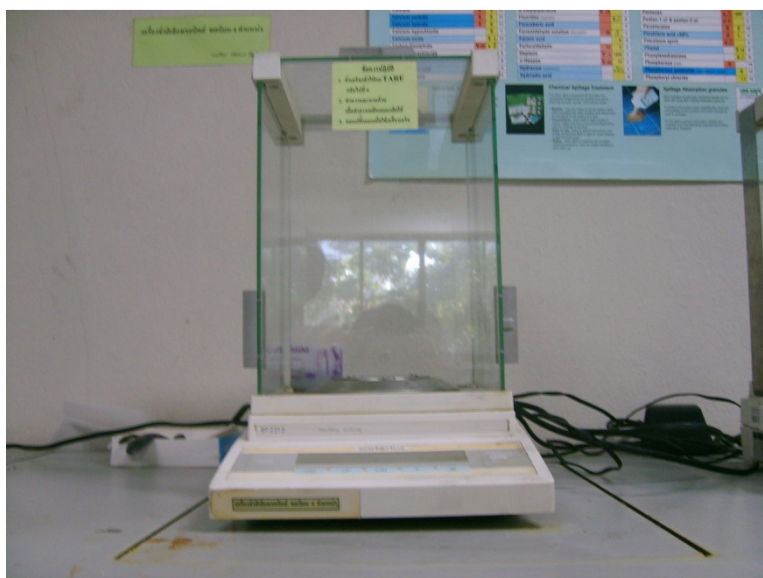
เครื่อง Freeze dryer



เครื่องทำเยือกแข็ง

รูปที่ 3.4 เครื่องทำให้แห้งเยือกแข็ง

4. เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง



รูปที่ 3.5 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง

5. เตาเผาหี้อ CARBOLITE



รูปที่ 3.6 เตาเผา

6. เครื่องกวนสาร (Hotplate stirrer) รุ่น HTS-1003



รูปที่ 3.7 เครื่องกวนสาร

3.3 การเตรียมสารละลาย

การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในงานวิจัย มีรายละเอียดในส่วนต่างๆ ดังนี้

3.3.1 การคำนวณ 1.0 M HCl

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

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

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

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

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

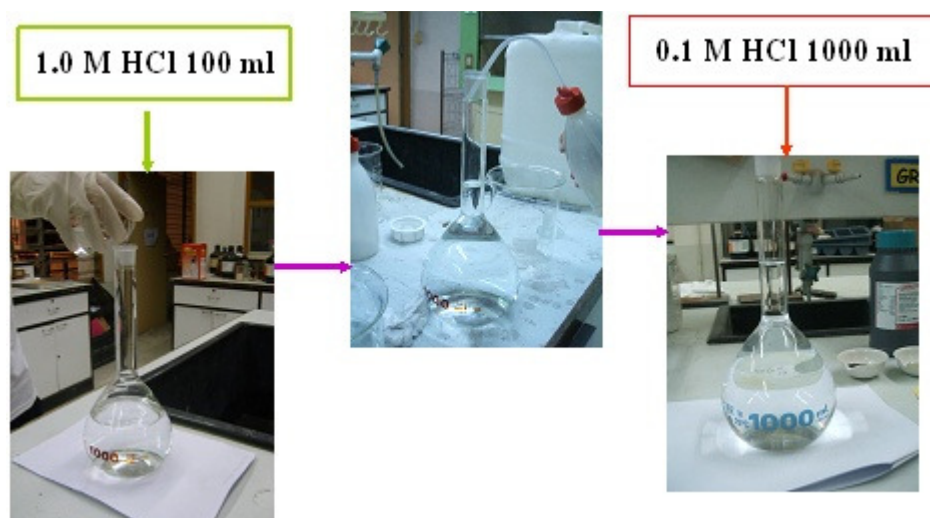
$$V_1 = 83.54 \text{ ml}$$

เตรียม HCl 83.54 ml แล้วเติมน้ำให้ได้ปริมาตร 1000 ml

3.3.2 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M (แสดงดังรูปที่ 3.9)

1. นำกรดไฮโดรคลอริกมา 83.54 ml มาละลายในน้ำกลั่น 1000 ml จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 M

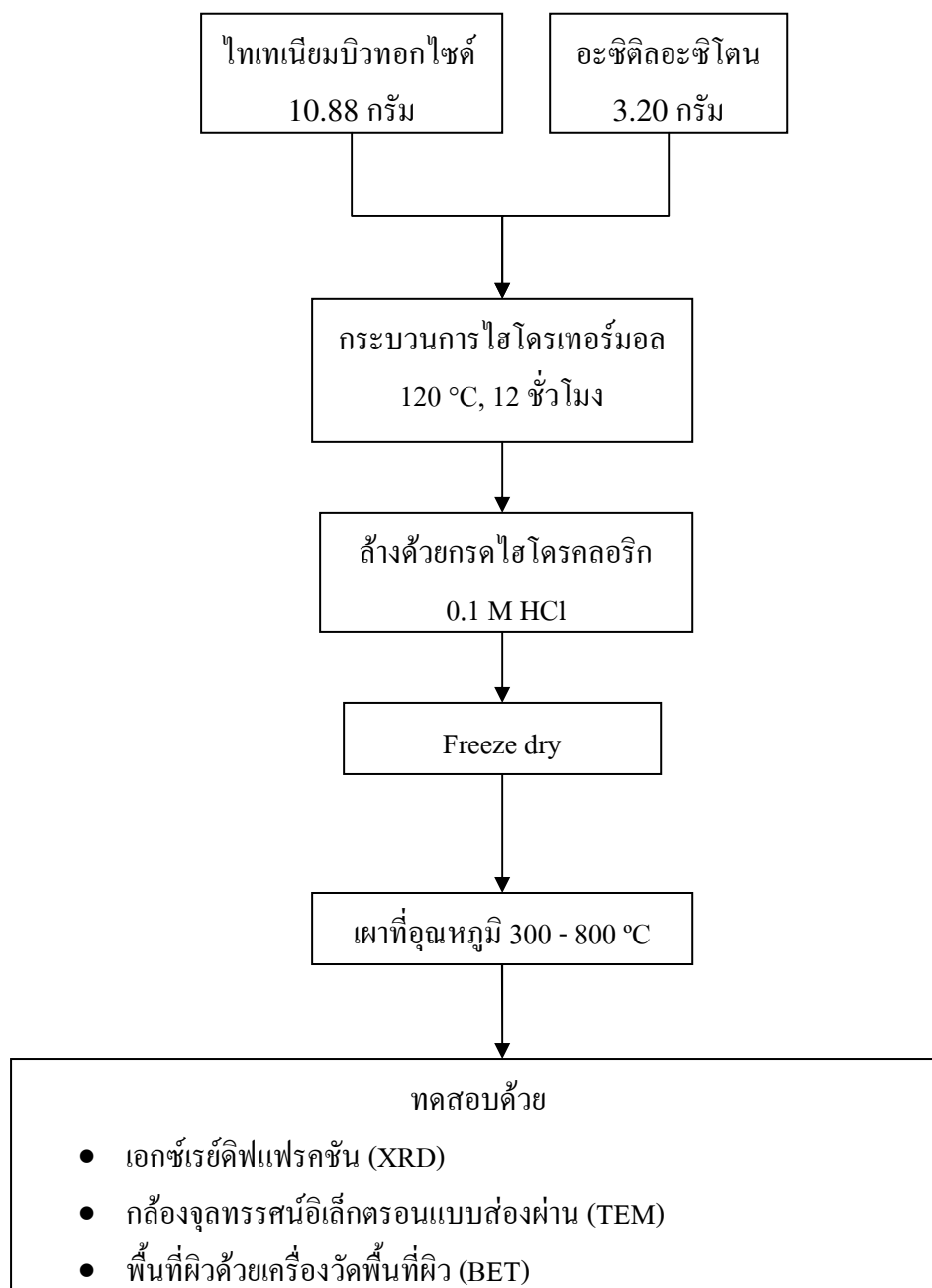
2. นำสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 M มา 100 ml มาละลายในน้ำกลั่น 1000 ml จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M



รูปที่ 3.8 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M

3.4 วิธีการทดลอง

การทดลองได้ดำเนินการวิจัยโดยศึกษาคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของแผ่นบางนาโนที่ไม่เผาและที่เผาในอุณหภูมิที่กำหนดไว้ ซึ่งมีรายละเอียดดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.9 วิธีการทดลอง

3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของแผ่นบางนาโน

3.5.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของแผ่นบางนาโนด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD)

โดยเครื่อง XRD ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ PANalytical X'Pert-Pro รุ่น PW-3040/60



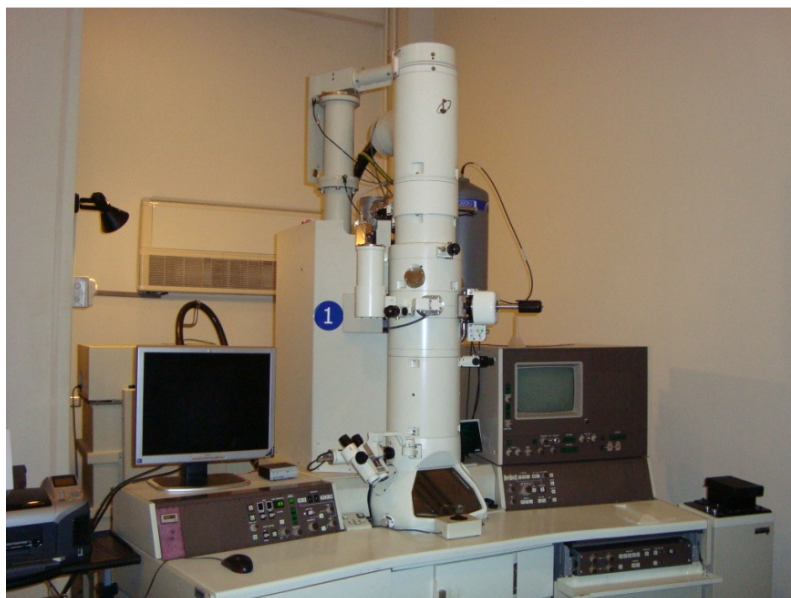
รูปที่ 3.10 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน

XRD เป็นเครื่องมือที่วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของแผ่นบางนาโน โดยนำตัวอย่างที่ไม่เผาและที่เผาอุณหภูมิ 300, 400, 500, 600, 700 และ 800 °C จากนั้นนำตัวอย่างมาวิเคราะห์ดังนี้

1. บดตัวอย่างที่เตรียมไว้ให้ละเอียด แล้วใส่ลงในบ้าแก้ว โดยเกลี่ยให้เต็มแล้วกดให้แน่น
2. นำตัวอย่างเข้าเครื่องวิเคราะห์ฟิสิกส์ที่เกิดขึ้นเทียบกับตารางค่ามาตรฐาน โดยทำที่ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

3.5.2 การเตรียมตัวอย่างสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM)

โดยเครื่อง TEM ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ JEOL JEM-2010 Electron Microscope



รูปที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

TEM เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาตัวอย่างผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะ โครงสร้างของแผ่นบางนาโน โดยจะนำแผ่นบางนาโนที่ไม่เผาและแผ่นบางนาโนที่เผาที่อุณหภูมิ 300 และ 800 °C โดยทำการทดลองดังนี้

1. นำตัวอย่างที่เตรียมได้ใส่ในหลอดทดลอง โดยใส่สารละลายเอทานอล
2. ทำให้ตัวอย่างแตกตัว โดยใส่ในเครื่องอัลตราโซนิกส์เป็นเวลา 30 นาที
3. หยดสารละลายที่เตรียมไว้ลงบนกริดทองแดง
4. ทำให้กริดแห้ง โดยใช้คอมไฟส่องให้ความร้อน
5. นำกริดที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ด้วย TEM โดยทำที่ศูนย์วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

3.5.3 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (BET)

โดยเครื่อง BET ดังกล่าวเป็นของยี่ห้อ Quantachrome instruments รุ่น Autosorb-1

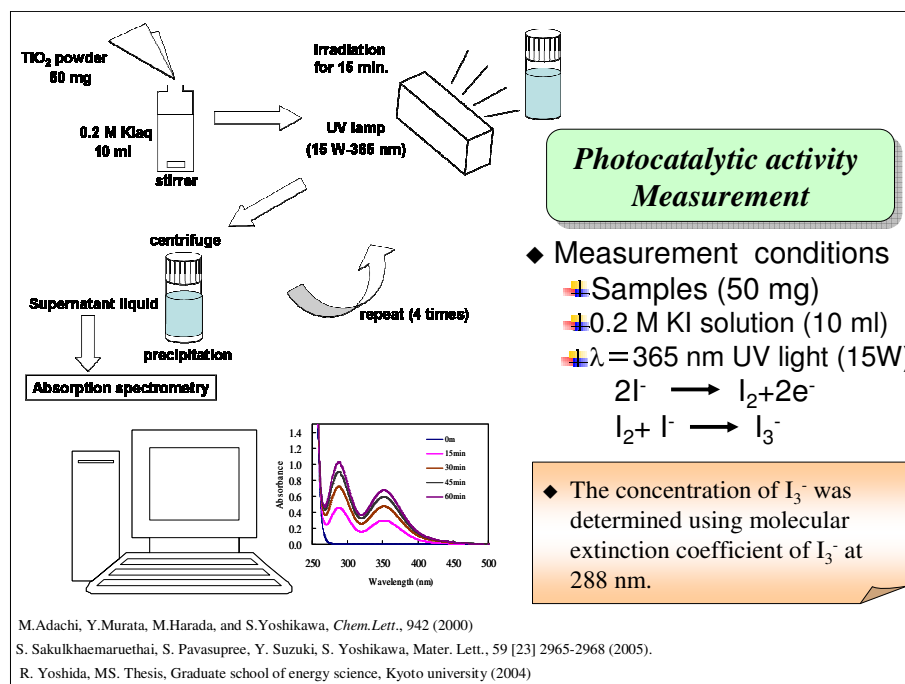


รูปที่ 3.12 เครื่องวัดพื้นที่ผิว

งานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของแผ่นบางนาโน โดยอาศัยการวัดปริมาตรแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของแผ่นบางนาโนที่ไม่เผาและแผ่นบางนาโนที่เผาอุณหภูมิ 300 และ 800 °C แล้วนำมาวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของแผ่นบางนาโน โดยทำที่ศูนย์วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

3.6 การเตรียมเครื่องมือและอุปกรณ์การกระตุ้นปฏิกิริยาโดยใช้แสงร่วม

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดและทดสอบการใช้วัสดุที่สังเคราะห์ได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง แสดงดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 กระบวนการเตรียมและทดสอบการกระตุ้นปฏิกิริยาแบบใช้แสงร่วม
(Photocatalytic activity) [15]