บทที่ 4 ผลการวิจัย

4.1 การพิสูจน์เอกลัษณ์ของ TiO₂ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ 4.1.1 การพิสูจน์เอกลัษณ์ของ TiO₂ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

จากผลการพิสูจน์เอกลัษณ์โครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray powder diffraction (XRD) ของ TiO, ที่ไม่เผา และทำการเผาที่อุณหภูมิ 300, 400 และ 500°C ให้รูปแบบการเลี้ยวเบนที่ตำแหน่ง 2**0** เดียวกันดังภาพที่ 4.1 ซึ่งพบว่าในโครงสร้างของ TiO₂ มีเฟสอะนาเทส (2 θ = 25°, 37° และ 48°), รูไทล์ (2**θ** = 27.8°, 36.7° และ 41.8°) และอสัณฐาน แต่อย่างไรก็ตามพบว่าความเข้ม (Intensity) ของพีคมีการ เปลี่ยนแปลงไป แสดงให้เห็นการเปลี่ยนเฟสของอสัณฐานไปเป็นอะนาเทส หรือรูไทล์ที่แตกต่างกันเมื่อ ทำการเผา TiO, ที่อุณหภูมิ ต่างๆ จากรูปแบบการเลี้ยวเบนดังกล่าว สามารถหาปริมาณความเข้มของพีค ้ที่เป็นเฟสอะนาเทสและเฟสรไทล์ได้จากพื้นที่ใต้พืก แล้วนำไปเข้าอัตราส่วนความเข้มของเฟสอะนาเทส ต่อเฟสรูไทล์ (IA/IR) ได้โดยแสดงในตารางที่ 4.1 พบว่าอุณหภูมิในการเผามีผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้าง ผลึกของ TiO, คืออุณหภูมิในการเผา TiO, ที่ 300, 400 และ 500°C มีอัตราส่วนความเข้มระหว่าง ้อะนาเทสต่อรูไทล์ (I_{a}/I_{b}) คือ 15.64, 22.39 11.85 ตามลำดับ ซึ่งมีค่ามากกว่า TiO, ที่ไม่เผา (I_{a}/I_{b} = 10.48) ้ดังนั้นที่อุณหภูมิ ในการเผา 400°C ทำให้มีเป็นเฟสอะนาเทสมากกว่า TiO, ที่ใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 300, 500°C และไม่เผา ทั้งนี้เนื่องจากอุณหภูมิในการเผาที่เหมาะสม ทำให้ส่วนที่เป็นอสัณฐานเปลี่ยนเป็น เฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราส่วนระหว่างอะนาเทสต่อรูไทล์มีค่ามากขึ้น ถ้าอุณหภูมิในการเผาต่ำ ้เกินไปส่วนที่เป็นอสัณฐานสามารถเกิดการเปลี่ยนเป็นเฟสอะนาเทสได้น้อยกว่า แต่ถ้าอุณหภูมิในการเผา ้สูงมากจะทำให้เฟสอะนาเทสสามารถเปลี่ยนเป็นรูไทล์ได้ ทำให้ค่า I_A/I_R ลดลงเช่นกัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้ อุณหภูมิในการเผา TiO_ ที่เหมาะสมคือ 400°C ซึ่งทำให้มีเฟสอะนาเทสมากที่สุด



ภาพที่ **4.1** รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD pattern) ของ TiO₂ ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ; (a) ไม่เผา (NC), (b) 300°C, (c) 400°C และ (d) 500°C

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) ของ TiO₂ ไม่เผาและเผาที่ อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิในการเผา (°C)	ไม่เผา	300	400	500
ความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I _A /I _R)	10.48	15.64	22.39	11.85

4.1.2 การดูดกลืนแสงยูวีของ TiO₂ ด้วยเทคนิค Diffuse reflective UV-visible spectroscopy (DRUV)



ภาพที่ **4.2** ค่าการดูดกลืนแสงยูวีด้วยเทคนิก DRUV ของ TiO₂ ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ; (a) ไม่เผา (NC), (b) 300°C, (c) 400°C และ (d) 500°C

จากผลการวิเคราะห์ช่วงการดูคกลื่นแสงยูวีของ TiO₂ ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิ 300, 400 และ 500°C ด้วยเทคนิค DRUV พบว่าที่ความยาวคลื่นเดียวกัน TiO₂ เผาที่อุณหภูมิ 400°C ให้ค่าการดูคกลื่น แสงยูวี-วิสิเบิลสูงสุด รองมาอุณหภูมิ 300, 500°C และไม่เผา (NC) เนื่องจากอุณหภูมิที่เหมาะสมทำให้ ช่องว่างแถบพลังงานแคบลง ส่งผลให้มีการกระโดดข้ามชั้นพลังงานจากชั้นวาเลนซ์แบนด์ไปคอนดักชัน แบนด์ของอิเล็กตรอนอิสระได้รวดเร็วและมากขึ้น จากนั้นอิเล็กตรอนอิสระสามารถเกิดปฏิกิริยากับออก-ซิเจนสร้างสปีชีส์ของซุปเปอร์ออกซิเจนแอนไอออนเรดิคอล (O_2^-) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำ เกิดเป็น ไฮดรอกซิลเรดิคัล (OH^{\bullet}) ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาที่สูง

4.2 ศึกษาอุณหภูมิในการเผา TiO₂ ที่มีผลต่อการสลายตัวของฟิล์ม LDPE 4.2.1 การหาค่าดัชนีคาร์บอนิล (Carbonyl index, C.I.) ของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ด้วยเทคนิค Fourier transformed infrared Spectrophotometer (FTIR)

ศึกษาการสลายตัวของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ โดยพิจารณาจาก ก่าดัชนีการ์บอนิล ซึ่งกลไกในการสลายตัวของพอลิเมอร์เกิดขึ้นดังสมการ



ภาพที่ 4.3-4.4 แสดงสเปกทราของฟิล์มตัวอย่าง LDPE ที่ผสม TiO₂ ที่ไม่เผา ในปริมาณ 1 php หลังการฉายแสงยูวี 8 วัน ด้วยเทคนิค FTIR และ FTIR-ATR จากผลการทดลองพบว่ามีพึกที่สำคัญ ดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลของการวิเคราะห์ IR สเปกทรัม

Sample	เลขคลื่น (cm ⁻¹)	หมู่ฟังก์ชัน
LDT1(NC)	2900 – 2800	C-H stretching
	1465	CH_2 bending
	725	C-H stretching
	1715	C=O stretching

จากสเปกทรัมนี้สามารถนำมาคำนวณค่าดัชนีคาร์บอนิล (Carbonyl index, CI) โดยพิจารณาจาก พื้นที่ใต้พึกที่ 1715 cm⁻¹และพึกที่ 725 cm⁻¹ ดังสมการนี้

C.I. = Peak area at 1715 cm⁻¹

Peak area at 725 cm⁻¹

นำค่าดัชนีคาร์บอนิลที่ได้จากการคำนวณมาสร้างกราฟแสดงดังภาพที่ 4.5



ภาพที่ 4.3 FTIR สเปกทรัมของฟิล์ม LDPE ผสม TiO2 ที่ไม่เผาในปริมาณ 1 php หลังฉายแสงยูวี 8 วัน



ภาพที่ 4.4 FTIR-ATR สเปกทรัมของฟิล์ม LDPE ผสม TiO2 ที่ไม่เผาในปริมาณ 1 php

หลังฉายแสงยูวี 8 วัน



ภาพที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Carbonyl index กับเวลาในการฉายแสงยูวีของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO, ปริมาณ 1 php เผาที่อุณหภูมิต่างๆกัน

จากผลการทคลองข้างต้นจะเห็นได้ว่าเมื่อทำการผสม TiO₂ ใน LDPE พบว่าดัชนีคาร์บอนิลมีค่า เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับฟิล์ม LDPE ที่ไม่ได้ผสม TiO₂ เนื่องจาก TiO₂ ทำหน้าที่ในการช่วยเร่งปฏิกิริยาการ ดูดกลืนแสงยูวี เกิดเป็นอิเล็กตรอนอิสระและโฮล (Hole) ขึ้น จากนั้นอิเล็กตรอนอิสระที่ถูกปล่อยออก มาทำปฏิกิริยากับตัวรับอิเล็กตรอน คือ ออกซิเจน และเกิดการสร้างสปีชีส์ของซุปเปอร์ออกซิเจน แอนไอออนเรดิกัล (O_2^{-}) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำเกิดเป็น ไฮครอกซิลเรดิกัล (OH) ที่ว่องไว และสามารถเกิดปฏิกิริยากับไฮโดรการ์บอนในสายโซ่ของ LDPE ทำให้เกิดการตัดขาดของสายโซ่ของ LDPE และสลายตัวในที่สุด ดังสมการข้างต้น

เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าดัชนีคาร์บอนิลของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ในสูตรเดียวกัน แต่มี จำนวนวันในการฉายแสงยูวีแตกต่างกัน พบว่าค่าดัชนีคาร์บอนิลเพิ่มขึ้นเมื่อฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ผ่านการฉายแสงยูวีเป็นเวลานานขึ้น อธิบายได้ว่าระยะเวลาในการฉายแสงที่เพิ่มขึ้น ทำให้ TiO2 ดูดกลืน แสงยูวีได้นานขึ้น และสร้างอิเล็กตรอนอิสระเกิดเป็นไฮครอกซิลเรคิกัล (OH) ได้เพิ่มขึ้น และเข้าทำ ปฏิกิริยาออกซิเดชันในสายโซ่ของ LDPE ส่งผลให้เกิดการตัดขาดของสายโซ่ (Chain scission) ของ LDPE เพิ่มมากขึ้น

เมื่อพิจารณาฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าก่าดัชนีการ์บอนิล ของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 เผาที่อุณหภูมิ 400°C มีก่ามากที่สุด เนื่องจาก TiO2 ที่ท่าการเผาที่อุณหภูมิ 400°C มีก่าอัตราส่วนระหว่างอะนาเทสต่อรูไทล์ (IA_/IR_) มากที่สุด สามารถดูดกลืนแสงยูวีได้มากที่สุด เป็นผลทำให้สร้างอิเล็กตรอนอิสระและไฮดรอกซิลเรดิกัล (·OH) จำนวนมาก ส่งผลให้เกิดการตัดขาด ของสายโซ่ (Chain scission) ของ LDPE ในปริมาณมาก ทำให้ฟิล์ม LDPE เกิดการย่อยสลายได้ อย่างรวดเร็ว

4.2.2 การทดสอบความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2

การทดสอบค่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับผง TiO2 ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิ ต่างๆ ก่อนการฉายแสงยูวีและหลังการฉายแสงยูวี 4 วัน แสดงภาพที่ 4.6



ภาพที่ 4.6 ค่าความแข็งแรงคึง (Tensile Strength) ของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ปริมาณ 2 php เผาที่อุณหภูมิต่างๆกันก่อนและหลังฉายแสงยูวี 4 วัน

ผลการทดสอบก่าความแข็งแรงดึง (Tensile Strength) ของฟิล์ม LDPE ผสมกับ TiO₂ ที่ไม่เผา และเผาที่อุณหภูมิ 300, 400 และ 500°C (ภาพที่ 4.6) พบว่าก่อนฉายแสงยูวี ก่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ผสม TiO₂ ที่ไม่เผาและเผา มีก่าใกล้เกียงกัน 23.5-25 MPa เนื่องจากอุณหภูมิในการเผาไม่มีผล ต่อสมบัติกวามแข็งแรงดึง แต่เมื่อฉายแสงยูวีเป็นเวลา 4 วัน พบว่าก่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ผสม TiO₂ ที่ไม่เผาและเผาลดลงเมื่อเทียบกับฟิล์มก่อนฉายแสงยูวี ทั้งนี้เนื่องจากฟิล์ม LDPE ผสม TiO₂ เมื่อได้รับพลังงานเกิดอิเล็กตรอนอิสระ ทำให้ฟิล์มมีการตัดขาดของสายโซ่ (Chain scission) เกิดการ สลายตัวมากขึ้นส่งผลให้สมบัติกวามแข็งแรงดึงลดลง

4.3 ศึกษาผลของปริมาณ TiO₂ ที่มีผลต่อการย่อยสลายของฟิล์ม LDPE ภายใต้แสงยูวี 4.3.1 สมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) โดยการหาอุณหภูมิในการ หลอมเหลว (Tm) ปริมาณความร้อนที่ใช้ในการหลอมเหลว (∆Hr) ความร้อนที่ใช้ในการเกิดผลึก และ สามารถทราบถึงเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของวัสดุได้

สารตัวอย่าง	T _m (°C)	T _c (°C)	$\Delta H_{f}(J/g)$	% Crystallinity
LDPE	115	94	45.49	15.5
LDPE +TiO ₂ 1 php	114	94	49.44	17.2
LDPE +TiO ₂ 2 php	113	96	47.84	16.7
LDPE +TiO ₂ 3 php	113	95	39.78	14.1

ตารางที่ 4.3 ผลการทคสอบสมบัติทางความร้อนด้วย DSC

จากการวิเคราะห์ทางความร้อนของแผ่นฟิล์มตัวอย่าง LDPE ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter สามารถแสดงผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 4.3 เมื่อทำการเติมผง TiO₂ ลงในฟิล์ม LDPE พบว่า อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (T_m) มีค่าอยู่ในช่วง 113–115 °C อุณหภูมิในการเกิดผลึก (T_o) ของฟิล์ม LDPE ทั้งที่ทำการไม่เติมและเติมผง TiO₂ มีค่าใกล้เคียงกัน และค่าเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกมีค่าอยู่ในช่วง 14-18 % แสดงว่าการเติม TiO₂ ไม่มีผลต่อการจัดเรียงตัวของผลึกในสายโซ่ LDPE ทำให้ขนาดและ เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกมีค่าใกล้เคียงกัน

4.3.2 การหาค่าดัชนีคาร์บอนิลของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ในปริมาณต่างๆ

จากการวิเคราะห์ค่าดัชนีคาร์บอนิล ในภาพที่ 4.8 พบว่าเมื่อท่าการเพิ่มปริมาณ TiO2 ปริมาณ 1, 2 และ 3 php ลงในฟิล์ม LDPE ค่าดัชนีคาร์บอนิลมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจาก TiO2 ทำหน้าที่เป็นตัวช่วยเร่ง ปฏิกิริยาการดูดกลืนพลังงานจากแสงยูวี เมื่อปริมาณผง TiO2 เพิ่มขึ้น สามารถดูดกลืนแสงยูวีได้มาก และทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระและโฮลเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย นำไปสู่การตัดขาดของสายโซ่ (Chain scission) LDPE ที่มากขึ้น ทำให้เกิดการสลายตัวในสายโซ่ของฟิล์ม LDPE ซึ่งกลไกการสลายตัวที่เกิดขึ้น สอดกล้องกับกลไกการสลายตัวของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อที่ 4.2.1



ภาพที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า Carbonyl index กับเวลาในการฉายแสงยูวีของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO, ปริมาณต่างๆ

4.3.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์ม LDPE ที่เติม TiO₂ ในปริมาณต่างๆ

จากการศึกษาสัญฐานวิทยา (Morphology) ของฟิล์ม LDPE ที่เติมผง TiO₂ ในปริมาณ 1, 2 และ 3 php โดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 3000 เท่า โดยดูภาพจากภาค ตัดขวางเพื่อวิเคราะห์ดูการกระจายตัวของผง TiO₂ ที่เติมลงใน LDPE พบว่าอนุภาคของ TiO₂ เกิดการ กระจายตัวที่ดี (Dispersion) แต่ยังมีการแบ่งส่วนใน LDPE ยังไม่ดี (Distribution) เนื่องมาจากผง TiO₂ มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรซึ่งเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กมาก มีความเป็นขั้ว ในขณะที่ LDPE มีความ ไม่มีขั้ว จากการที่มีสภาพขั้วแตกต่างกันจึงทำให้อนุภาค TiO₂ มีโอกาสเกิดการแบ่งส่วนใน LDPE ได้ไม่ดีนัก แสดงดังภาพที่ 4.8-4.10







ภาพที่ 4.9 ลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์ม LDPE ผสมกับผง TiO2 ในปริมาณ 2 php



ภาพที่ 4.10 ลักษณะภาคตัดขวางของฟิล์ม LDPE ผสมกับผง TiO2 ในปริมาณ 3 php

4.3.4 การทดสอบความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2ในปริมาณต่างๆ



การทคสอบค่าความแข็งแรงคึงของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่เติมผง TiO2ในปริมาณ 1, 2 และ 3 php ก่อนการฉายแสงยูวีและหลังการฉายแสงยูวี 4 วัน แสดงคังภาพที่ 4.11



ผลการวิเคราะห์ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์ม LDPE และฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ในปริมาณ 1, 2 และ 3 php พบว่าฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ในปริมาณต่างๆ นี้ ก่อนฉายแสงยูวี มีความสามารถในการรับแรงดึงสูงขึ้นเมื่อเทียบกับฟิล์ม LDPE เนื่องจากผง TiO₂เป็นสารอนินทรีย์ที่มี ความแข็งแรงสูง เมื่อผสมกับ LDPE จึงทำให้ฟิล์ม LDPE มีความแข็งแรงขึ้น และเมื่อทำการฉายแสง ยูวีเป็นเวลา 4 วัน พบว่าค่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับผง TiO₂ในปริมาณ 1, 2 และ 3 php มีค่าลดลงเมื่อเทียบกับฟิล์ม LDPE เนื่องจากการเพิ่มปริมาณผง TiO₂ ในฟิล์ม LDPE เมื่อได้รับแสงยูวี สามารถช่วยเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายได้มากขึ้น ทำให้ความแข็งแรงดึงลดลง

4.4 ศึกษาอุณหภูมิในการเผา TiO₂ ที่ถูกเจือด้วย ZnSO₄ ที่มีผลต่อโครงสร้างผลึก

จากตารางที่ 4.4 ศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาผง TiO₂ ที่ถูกเจือด้วย ZnSO₄ ที่อุณหภูมิ 300, 400 และ 500 °C พบว่า ZnSO₄ และอุณหภูมิในการเผา มีผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างเฟสของ TiO₂ โดย อุณหภูมิในการเผาผง TiO₂ ที่ถูกเจือด้วย ZnSO₄ ที่ 300°C มีปริมาณเฟสอะนาเทสเพิ่มขึ้น ทำให้มีค่าอัตรา ส่วนความเข้มระหว่างอะนาเทสต่อรูไทล์ I_A/I_R มากกว่าอุณหภูมิในการเผาที่ 400 และ 500 °C แสดงว่า การเจือด้วย ZnSO4 ทำให้ใช้อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำกว่าผง TiO2 ที่ไม่ถูกเจือ เนื่องจาก ZnSO4 ช่วยทำให้ เฟสที่เป็นอสัณฐานเปลี่ยนเป็นเฟสอะนาเทสได้ที่อุณหภูมิต่ำลง

ตารางที่ 4.4 อัตราส่วนความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I_A/I_R) ของ TiO₂ ที่เจือด้วย ZnSO₄ เผาที่ อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิในการเผา (°C)	300	400	500
ความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I _A /I _R)	25.28	14.05	9.45

4.5 ศึกษาผลของประเภทสารตั้งต้นสังกะสีที่ใช้ในการเจือลงในผง TiO₂ที่มีผลต่อการสลายตัวของฟิล์ม LDPE ภายใต้แสงยูวี

สังเคราะห์ผง TiO₂ โดยการเจือด้วย ZnSO₄, Zn(NO₃)² และ (CH₃COO)²Zn ในปริมาณ 4% mol ในการสังเคราะห์นี้ทำเหมือนหัวข้อที่ 4.4 แล้วนำ TiO₂ที่ถูกเจือด้วย ZnSO₄, (CH₃COO)²Zn _และ (CH₃COO)²Zn ไปเผาที่อุณหภูมิ 300°C จากนั้นผสม TiO₂ ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีชนิดต่างๆ กับ LDPE ในปริมาณ 1 php ด้วยกระบวนการอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ แล้วนำไปขึ้นรูปฟิล์มหนา 25-30 ไมโครเมตร นะฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติการย่อยสลายด้วยเครื่อง QUV เป็นเวลา 4, 8 และ 12 วัน เพื่อศึกษาการย่อยสลายตัวของฟิล์ม LDPE ที่ใส่ TiO₂ ที่ถูกเจือ แล้วนำไปวิเคราะห์ผลต่างๆดังนี้

4.5.1 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค X-ray powder diffraction (XRD)



ภาพที่ 4.12 XRD pattern ของ TiO₂ ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ; (a) (CH3COO)2Zn , (b) Zn(NO3)2, (c) ZnSO4

เมื่อทำการเจือ ZnSO₄, Zn(NO₃)² และ (CH₃COO)²Zn ปริมาณ 4% mol ของ TiO₂ เผาที่อุณหภูมิ 300°C วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าผง TiO₂ ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ กัน มีเฟสอะนาเทสและมีเฟสรูไทล์เกิดขึ้นที่ตำแหน่งเดียวกันกับในหัวข้อที่ 4.1.1 ซึ่งมี XRD pattern ที่คล้าย คลึงกับผง TiO₂ ที่ไม่ผ่านการเผา แต่ลักษณะของพีกมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของเฟสอะนา-เทสและเฟสรูไทล์ไม่เท่ากันซึ่งสามารถหาปริมาณความเข้มข้นของพีกที่เป็นเฟสอะนาเทสและเฟสรูไทล์ ได้จากพื้นที่ใต้พีกแล้วนำไปเข้าอัตราส่วนความเข้มของเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (IA/IR) ได้ดังแสดงใน ตารางที่ 4.5

<mark>ตารางที่ 4.5</mark> อัตราส่วนความเข้มของเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (IA/IR) ของ TiO₂ ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้น สังกะสีประเภทต่างๆ

ประเภทของสารตั้งต้นสังกะสี	ZnSO ₄	$Zn(NO_3)_2$	(CH ₃ COO) ₂ Zn
ความเข้มเฟสอะนาเทสต่อเฟสรูไทล์ (I _A /I _R)	25.28	27.11	21.82

ซึ่งการเจือ Zn(NO₃)₂ ให้ค่า Ia/IR สูงสุด ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อเผาผง TiO₂ สารเจือ Zn(NO₃)₂ จะสลายตัวเป็นสารประกอบสังกะสีออกไซค์ได้อย่างสมบูรณ์ได้ดีกว่า ZnSO₄ และ (CH3COO)2Zn ทำให้ ส่วนที่เป็นอสัณฐานเปลี่ยนเป็นเฟสอะนาเทสเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ Ia/IR เพิ่มมากขึ้น

4.5.2 การดูดกลืนแสงของ TiO2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ ด้วยเทคนิค Diffuse Reflective UV-Visible Spectroscopy (DRUV)



ภาพที่ 4.13 ค่าดูดกลืนแสงยูวีของ TiO₂ ที่ถูกเจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ; (a) (CH3COO)2Zn , (b) ZnSO4, (c) Zn(NO3)2

ผลการวิเคราะห์ช่วงการดูคกลื่นแสงยูวี-วิสิเบิลของ TiO₂ ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีชนิดต่างๆ ((CH₃COO)₂Zn, ZnSO₄, Zn(NO₃)₂) (ภาพที่ 4.13) พบว่าที่ความยาวคลื่นเดียวกัน TiO₂ ที่เจือด้วย Zn(NO₃)₂ ให้ค่าการดูคกลื่นแสงยูวี-วิสิเบิลสูงสุด เนื่องจาก Zn(NO₃)₂ ทำให้ช่องว่างระดับพลังงาน (Band gap energy) ของ TiO₂ แคบลง ลดพลังงานในการกระตุ้นอิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนสามารถถ่ายเท ได้มากขึ้น ดังนั้นจึงสามารถดูดกลื่นพลังงานแสงยูวี-วิสิเบิลได้ที่ความยาวกลื่นมากขึ้น

4.5.3 การหาค่าดัชนีคาร์บอนิลของฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับผง TiO₂ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีชนิดต่างๆ



ภาพที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า C.I. กับเวลาในการฉายแสงยูวีของฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับ TiO2เงือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภทต่างๆ ปริมาณ 4%mol เผาที่อุณหภูมิ 300°C เทียบกับฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ที่ไม่เงือ (300°C)

ผลการทดลองหาค่าดัชนีการ์บอนิลของฟิล์มสูตรต่างๆ พบว่า LDPE ที่ผสม TiO₂ ที่ไม่เจือ (300°C) มีค่าสูงกว่าฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ที่เจือด้วย (CH₃COO)₂Zn, ZnSO₄, และ Zn(NO₃)₂ แสดงว่า TiO2 ที่ไม่เจือช่วยเร่งปฏิกิริยาการย่อยสลายสายโซ่ของฟิล์ม LDPE ใด้ดีกว่า อาจเนื่องมาจาก อะตอมของ ZnO ที่เกาะอยู่บนพื้นผิวของ TiO₂ มีประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดูดกลืนแสงได้น้อยกว่า สามารถบดบังการดูดกลืนแสงยูวีของ TiO₂ ทำให้มีโอกาสเกิดเป็นอิเล็กตรอนอิสระและโฮลน้อยลง จึงเกิด การตัดขาดของสายโซ่ของ LDPE ได้น้อยกว่า

4.5.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ที่เจือด้วย Zn(NO₃)₂

จากการศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) ของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ที่เจือด้วย Zn(NO₃)₂ใน ปริมาณ 1 php โดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 3000 เท่า โดยดูภาพ จากพื้นผิวเพื่อวิเคราะห์ลักษณะการย่อยสลายของฟิล์มก่อนและหลังการฉายแสงยูวีเป็นเวลา 4, 8 และ 12 ้วัน จากภาพที่ 4.15 พบว่าพื้นผิวของฟิ้มหลังการฉายแสงยูวีมมีลักษณะเป็นรอยแตก และจำนวนรูเพิ่ม มากขึ้น เมื่อผ่านการฉายแสงเป็นเวลานานขึ้น ซึ่งแสดงว่าการผสม TiO $_2$ ที่เจือด้วย $Zn(NO_3)_2$ ช่วยเร่งให้ เกิดการตัดขาดของสายโซ่ของ LDPE จึงทำให้ฟิล์มมีลักษณะเป็นรอยแตก และเป็นรู



5kV X2,000

(c)

(d)

(b)

ภาพที่ 4.15 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์ม LDPE ผสม TiO2 ที่เจือด้วย Zn(NO₃)₂ ในปริมาณ 1 php; (a) ก่อนการฉายแสงยูวี, (b) หลังการฉายแสงยูวี 4 วัน, (c) หลังการฉายแสงยูวี 8 วัน และ (d) หลังการฉายแสงยูวี 12 วัน

4.5.5 การทดสอบความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO2 ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีประเภท ต่างๆ

การทดสอบก่าความแข็งแรงดึงของฟิล์ม LDPE ผสม TiO₂ (ปริมาณ 1 php) ที่เจือด้วย ZnSO₄, Zn(NO₃)₂ และ (CH₃COO)₂Zn ปริมาณ 4%mol เมื่อเทียบกับฟิล์ม LDPE ก่อนการฉายแสงยูวีและหลัง การฉายแสงยูวี 4 วัน แสดงดังภาพที่ 4.16 พบว่าฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับ TiO₂ ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสึ ชนิดต่างๆ ก่อนการฉายแสงยูวีมีก่าใกล้เกียงกัน แต่การทดสอบฟิล์มหลังการฉายแสงยูวี พบว่าฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับ TiO₂ ที่เจือด้วย Zn(NO₃)₂ มีก่าน้อยที่สุด แสดงว่า Zn(NO₃)₂ สามารถช่วยเร่งปฏิกิริยา การย่อยสลายที่มีประสิทธิภาฟได้ดีกว่า ZnSO₄ และ (CH₃COO)₂Zn ซึ่งผลสอดคล้องกับผลการศึกษา โครงสร้างผลึกที่พบว่าการเจือ Zn(NO₃)₂ ทำให้ส่วนที่เป็นอสัณฐานของ TiO₂ เปลี่ยนเป็นเฟสอะนาเทส ได้มากที่สุด ส่งผลให้เกิดการสลายสายโซ่ LDPE เพิ่มมากขึ้น ทำให้ความแข็งแรงดึงลดลง



ภาพที่ 4.16 ค่าความแข็งแรงคึงของฟิล์ม LDPE ที่ผสม TiO₂ ที่เจือด้วยสารตั้งต้นสังกะสีชนิดต่างๆ เทียบกับฟิล์ม LDPE ที่ผสมกับ TiO₂ ไม่เจือ ก่อนฉายแสงและหลังฉายแสงยูวีเป็นเวลา 4 วัน