

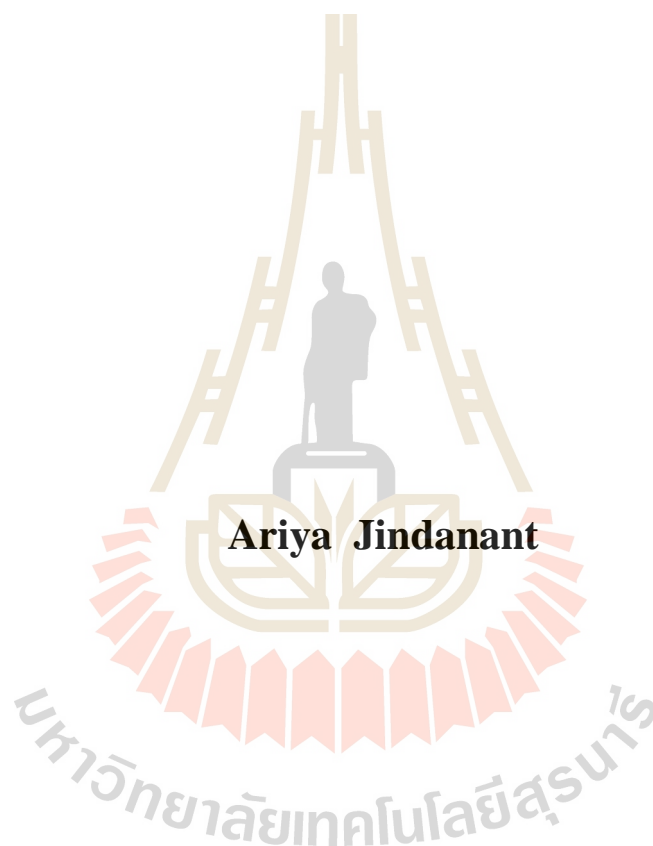
การวิเคราะห์ซีไอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียม-ไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอนโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



นางสาวอริยา จินดามันท์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2560

**ANALYSIS OF COD BY PHOTOELECTROCATALYSIS
USING PULSE ANODIZED TITANIUM DIOXIDE
NANOTUBES AS CATALYST**



Ariya Jindanant

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Environmental Engineering**

Suranaree University of Technology

Academic Year 2017

การวิเคราะห์ซีไอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียม-ไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

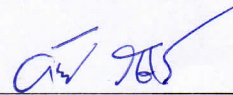
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



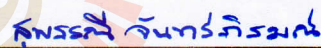
(ผศ. ดร.จรีชา ยี่มรัตน์บวร)

ประธานกรรมการ



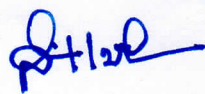
(อ. ดร.อภิชน วัชรินทร์วงศ์)

กรรมการ (อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์)



(อ. ดร.สุพรรณี จันท์ภิรมณ์)

กรรมการ



(ศ. ดร.สันติ แม่นศิริ)

รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและพัฒนาความเป็นสากล



(รศ. ร.อ. ดร.กนต์ธร ชำนิประศาสน์)

คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

อริยา จินตานันท์ : การวิเคราะห์ซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา
(ANALYSIS OF COD BY PHOTOELECTROCATALYSIS USING PULSE ANODIZED TITANIUM DIOXIDE NANOTUBES AS CATALYST)
อาจารย์ที่ปรึกษา : อาจารย์ ดร.อภิชน วัชรนทร์วงศ์, 163 หน้า.

ซีโอดี (Chemical Oxygen Demand ; COD) เป็นพารามิเตอร์ที่สำคัญในการตรวจวัดคุณภาพน้ำ เนื่องจากคล้ายกับบีโอดี เป็นดัชนีประเมินคุณภาพของน้ำเสียที่จะปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามวิธีมาตรฐานไดโครเมตที่นิยมใช้กันในปัจจุบันนั้น จำเป็นต้องใช้สารเคมีหลายชนิด ซึ่งเป็นสารเคมีที่อันตราย มีฤทธิ์ในการกัดกร่อนสูง รวมถึงมีราคาแพง เพื่อลดปัญหาดังกล่าวของวิธีการหาค่าซีโอดีตามวิธีมาตรฐานไดโครเมต งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยมีการปรับปรุงตัวเร่งปฏิกิริยาดังกล่าวด้วยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์ ทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกล้อง FESEM และศึกษาความหนาของชั้นออกไซด์ด้วยกล้อง FIB-FESEM พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อทุกสภาวะการสังเคราะห์มีลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่คล้ายกันทั้งหมด และความหนาของชั้นออกไซด์จะเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งเลือกใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ที่ 1.5 ชั่วโมง เนื่องจากให้ Photocurrent density สูงที่สุด คือ 0.039 มิลลิแอมป์ต่อตารางเซนติเมตร ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกนำมาวัดค่าซีโอดีและคำนวณหาค่าซีโอดีโดยอาศัยหลักการแยกสารด้วยไฟฟ้าตามกฎของฟาราเดย์ และทำการเปรียบเทียบกับการวิเคราะห์ด้วยวิธีมาตรฐานไดโครเมตแบบ Close Reflux โดยสารละลายมาตรฐานที่ใช้คือกลูโคสและโพแทสเซียมไฮโดรเจนพลาเตด พบว่าสามารถวัดซีโอดีได้ในช่วง 20 – 500 มิลลิกรัมต่อลิตร และ $R^2 = 0.9742$ อย่างไรก็ตามการวัดค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสยังมีความแม่นยำน้อย ดังนั้นจึงต้องมีการวิจัยและการศึกษาเพิ่มเติม เพื่อพัฒนาให้วิธีนี้มีความน่าเชื่อถือมากขึ้น

สาขาวิชา วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม
ปีการศึกษา 2560

ลายมือชื่อนักศึกษา อริยา จินตานันท์
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ดร.อภิชน วัชรนทร์วงศ์

ARIYA JINDANANT : ANALYSIS OF COD BY

PHOTOELECTROCATALYSIS USING PULSE ANODIZED TITANIUM

DIOXIDE NANOTUBES AS CATALYST. THESIS ADVISOR : APICHON

WATCHARENWONG, Ph.D., 163 PP.

TITANIUM DIOXIDE NANOTUBES / PHOTOELECTROCATALYSIS /

PULSE ANODIZED / COD

Chemical Oxygen Demand is an important water quality parameter because, similar to BOD, it provides an index to assess the effect discharged wastewater will have on the receiving environment. Standard Dichromate is a presently widely used method for investigating COD. This method, however, requires chemicals which are sometimes hazardous, corrosive, expensive to analyze. In order to reduce those problems, this research focuses on a synthesis of Titanium dioxide pulse anodized for using as catalyst in photoelectrocatalysis for investigating COD of wastewater. The alteration pulse anodization waveforms were applied. The morphologies of TiO₂ nanotubes was characterized using field emission scanning electron microscope. The thickness of the nanotube oxide layer was investigated using FIB- FESEM. All TiO₂ nanotube samples were look alike and the thickness of the oxide layer increased when increasing the anodization time. Therefore use the anodization time was 1.5 hrs due to the highest photocurrent density of 0.0394 mA/cm². Titanium dioxide were used to measured COD and were calculated COD value

by Faraday's law. And finally were compared with standard dichromate analysis by closed reflux method. Glucose and Potassium hydrogen phthalate were used as probe for COD measurement. It was suitable for COD measurement with the range of 20- 500 mg/ L with a linear equation of $y = 0.0896x + 18.5$ and $R^2 = 0.9742$. However, COD measurement by photoelectrocatalysis method has less accuracy so further research and studies are required for more reliability.



School of Environmental Engineering

Academic Year 2017

Student's Signature Ariya Jindanant

Advisor's Signature อ.ว. 965

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้สำเร็จล่วงด้วยดี ผู้วิจัยขอขอบพระคุณบุคคล และกลุ่มบุคคลต่าง ๆ ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำรวมทั้งให้คำปรึกษาอย่างดียิ่งทั้งด้านวิชาการ และด้านการดำเนินงานวิจัยดังต่อไปนี้

อาจารย์ ดร.อภิชน วัชรนทรวัรงค์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่ได้ให้คำปรึกษาแนะนำแนวทางอันเป็นประโยชน์ยิ่งต่องานวิจัย รวมถึงได้ช่วยตรวจทานและแก้ไขรายงานวิทยานิพนธ์เล่มนี้จนมีความบริบูรณ์พร้อมทางด้านวิชาการ รวมทั้งเป็นกำลังใจและแนะแนวทางอันเป็นประโยชน์ในการดำเนินชีวิตแก่ผู้วิจัยเสมอมา

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จรียา ยิ้มรัตนบวร และอาจารย์ อ.ดร.สุพรรณิ จันทร์ภิรมณ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และคณาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารีทุกท่าน ที่ได้กรุณาให้คำปรึกษาแนะนำ และความรู้ทางด้านวิชาการอย่างดียิ่งมาโดยตลอด

คุณสินีนานู นอกกระโทก และคุณมานพ จรโลกกรวด เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ที่ได้ให้ความช่วยเหลือด้านการดำเนินการวิจัยเป็นอย่างดี รวมถึงคุณนารี กลั่นกลาง และคุณอลิษา ศรีคราม ที่คอยให้คำแนะนำปรึกษาเกี่ยวกับการจัดทำวิทยานิพนธ์มาโดยตลอด

นางสาวพิมพ์ชนก เหลือสูงเนิน และนักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาทุกท่าน รวมถึงมิตรสหายทั้งในอดีตและปัจจุบันที่คอยให้กำลังใจในการทำวิจัยมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอขอบคุณอาจารย์ผู้สอนทุกท่านที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ทางด้านต่าง ๆ ทั้งในอดีตและปัจจุบัน และขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา รวมถึงญาติพี่น้องของผู้วิจัยทุกท่านที่ได้ให้ความรัก ความอบอุ่น ความหวังใจ การอบรมเลี้ยงดู และคอยเป็นกำลังใจ ทำให้ผู้วิจัยประสบความสำเร็จในชีวิตเรื่อยมา

อริยา จินดานันท์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและความเป็นมา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	4
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	4
1.4 สมมติฐานงานวิจัย.....	4
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
2 ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 กระบวนการโฟโตคะตะไลซิส (Photocatalysis).....	6
2.1.1 กลไกของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส.....	6
2.2 พลังงานแสง.....	8
2.3 ตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	10
2.3.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	12
2.3.2 กระบวนการแอโนไดเซชันและการพัลส์.....	13
2.4 ไฟฟ้าเคมี (Electrochemistry).....	17
2.4.1 หลักการของเซลล์ไฟฟ้าเคมี.....	17
2.4.2 อิเล็กโทรไลซิส (Electrolysis).....	19
2.4.3 เซลล์ไฟฟ้าแบบสามขั้ว (three-electrode cell).....	20

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5	กระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส (Photoelectrocatalysis)	22
2.5.1	การวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส	23
2.6	มลพิษน้ำ	24
2.6.1	แหล่งกำเนิดน้ำเสีย	24
2.6.2	ประเภทของน้ำเสีย	25
2.7	ซีโอดี	26
2.7.1	หลักการวิเคราะห์ซีโอดีด้วยวิธีมาตรฐานไดโครเมต	27
2.7.2	สารละลายมาตรฐานซีโอดี	28
2.8	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	29
2.8.1	การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์	29
2.8.2	การวิเคราะห์ซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส	30
3	วิธีดำเนินการวิจัย	32
3.1	การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	32
3.1.1	การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นไทเทเนียมที่มีต่อลักษณะพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์	36
3.2	การวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้	38
3.2.1	ชุดการทดลองการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์	38
3.2.1.1	ชุดการทดลองที่ 1	38
3.2.1.2	ชุดการทดลองที่ 2	40
3.2.1.3	ชุดการทดลองที่ 3	41
3.2.2	การทดลองชุดควบคุมโดยการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามทฤษฎี	41

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.2.3	ตรวจสอบความถูกต้อง แม่นยำและเสถียรของวิธีการหาค่าซีไอดี ด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส.....	43
3.2.3.1	การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วย ชุดการทดลองที่ 1.....	43
3.2.3.2	การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วย ชุดการทดลองที่ 2.....	43
3.2.3.3	การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วย ชุดการทดลองที่ 3.....	45
3.2.4	การคำนวณหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส.....	50
3.3	วิธีวิเคราะห์ตัวอย่าง.....	51
4	ผลการศึกษาและการอภิปรายผล.....	52
4.1	การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการเอโนโคเซชันแบบพัลส์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	52
4.1.1	การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยา.....	52
4.1.2	การวิเคราะห์ความหนาของออกไซด์.....	65
4.1.3	การวิเคราะห์การตอบสนองปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแสง.....	67
4.1.4	การวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกออกไซด์.....	72
4.1.5	การวิเคราะห์ค่าดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยา.....	73
4.2	การทดลองสำหรับหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส.....	74
4.2.1	การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ ชุดการทดลองที่ 1.....	74
4.2.2	การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ ชุดการทดลองที่ 2.....	77
4.2.3	การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ ชุดการทดลองที่ 3.....	83

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

5	สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ.....	94
5.1	สรุปการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมด้วยการเอโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	94
5.2	สรุปการทดลองสำหรับการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมด้วยการเอโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	95
5.3	ข้อเสนอแนะ.....	96
	รายการอ้างอิง.....	97
ภาคผนวก		
ภาคผนวก ก.	รายละเอียดเครื่องมือวิเคราะห์คุณลักษณะสมบัติไทเทเนียมไดออกไซด์.....	103
ภาคผนวก ข.	ผลการทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 1.....	113
ภาคผนวก ค.	ข้อมูลผลการทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 3.....	118
ภาคผนวก ง.	ผลการทดลองของสารละลายมาตรฐาน KHP ที่นำไปสร้างกราฟมาตรฐาน.....	127
ภาคผนวก จ.	การทดลองทดสอบประสิทธิภาพแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยการย่อยสารละลายเมทิลีนบลู.....	145
ภาคผนวก ฉ.	ภาพถ่ายลักษณะสีฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยสารละลายเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส.....	148
ภาคผนวก ช.	บทความที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในระหว่างศึกษา.....	156
	ประวัติผู้เขียน.....	163

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ช่วงของความยาวคลื่นของรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV).....	10
2.2 ตำแหน่งช่องว่างพลังงาน และขนาดช่องว่างพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดต่าง ๆ.....	11
3.1 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นไทเทเนียมที่มีต่อลักษณะพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์.....	37
3.2 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาประเภทของสารอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 2.....	44
3.3 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาหาค่าความต่างศักย์ที่เหมาะสมต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 2.....	44
3.4 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาประเภทของขั้วไฟฟ้าร่วมที่ส่งผลต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 2.....	45
3.5 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาความต่างศักย์ที่เหมาะสมของชุดการทดลองที่ 3 ส่งผลต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส.....	46
3.6 สารละลายมาตรฐานกลูโคสความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้เป็นตัวแทนน้ำเสียในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 ครั้งที่ 1.....	47
3.7 สารละลายมาตรฐานกลูโคสความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้เป็นตัวแทนน้ำเสียในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 ครั้งที่ 2.....	48
3.8 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) ความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้เป็นตัวแทนน้ำเสียในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3.....	49
3.9 วิธีวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียม โดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดี.....	51
4.1 สภาวะการทดลองที่จะเปรียบเทียบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM).....	54
4.2 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 1.....	55

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.3 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 2.....	56
4.4 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 3.....	57
4.5 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 4.....	58
4.6 เปรียบเทียบลักษณะไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในแต่ละสภาวะการสังเคราะห์.....	61
4.7 สภาวะการทดลองลดระยะเวลาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด.....	62
4.8 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการทดลองลดระยะเวลาการสังเคราะห์ ทั้งหมด.....	63
4.9 ค่า Photocurrent density ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์และแบบการจ่ายความ ต่างศักย์คงที่ ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง.....	67
4.10 ค่า Photocurrent density ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์.....	69
4.11 ค่า Photocurrent density ที่สภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับ 3 ชั่วโมง.....	71
4.12 เปรียบเทียบพื้นที่ได้กราฟของเบลงค์และสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ ที่ความเข้มข้นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่าง ๆ.....	81
4.13 ค่าซีโอดีจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสเปรียบเทียบกับค่าซีโอดีทฤษฎี.....	87
4.14 เปรียบเทียบค่าพื้นที่ได้กราฟจากสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท.....	93
จ.1 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสของตัวเร่งปฏิกิริยา ไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่น.....	146
จ.2 ทดสอบทางสถิติด้วยวิธี ANOVA ของการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการ โฟโตคะตะไลซิสของตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่น.....	147
ฉ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลัง ในทดลองย่อยเมทิลีนบลู ด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส.....	149

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	ค่าช่องว่างของพลังงาน (Band Gap) ของสารกึ่งตัวนำชนิดต่างๆค่าช่องว่างของพลังงาน (Band Gap) ของสารกึ่งตัวนำชนิดต่างๆ..... 7
2.2	สเปกตรัมคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า..... 9
2.3	โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์..... 12
2.4	โครงสร้างหกเหลี่ยมของชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์..... 14
2.5	รูปแบบการเกิดชั้นออกไซด์บนพื้นผิวไทเทเนียมไดออกไซด์..... 15
2.6	สัญญาณพัลส์..... 16
2.7	ส่วนประกอบของสัญญาณพัลส์..... 16
2.8	หลักการเซลล์ไฟฟ้าเคมีทองแดงและสังกะสี..... 18
2.9	กระบวนการอิเล็กโทรไลซิส..... 19
2.10	เซลล์ไฟฟ้าแบบสามขั้ว (three-electrode cell)..... 20
2.11	กระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส (Photoelectrocatalysis)..... 22
2.12	การวัดซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสแบบ Nonexhaustive..... 31
3.1	ขั้นตอนการศึกษาวิจัย..... 33
3.2	การเตรียมแผ่นไทเทเนียมที่จะใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์..... 34
3.3	ลักษณะการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน..... 35
3.4	วิธีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน..... 35
3.5	ลักษณะการแอนโนไดซ์แบบพัลส์..... 38
3.6	ถึงปฏิกรณ์ชุดการทดลองที่ 1..... 39
3.7	เครื่องมือที่ใช้จ่ายค่าความต่างศักย์และวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่สร้างขึ้น..... 39
3.8	ถึงปฏิกรณ์ชุดการทดลองที่ 2..... 40
3.9	เครื่องดิจิทัล มัลติมิเตอร์ รุ่น keysight 34465a ที่ใช้ในการวัดกระแส..... 41

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.10 วิธีวิเคราะห์ค่าซีโอดีด้วยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด (Close Reflux, Titrimetric Method).....	42
3.11 กราฟที่ได้จากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส.....	50
4.1 ภาพถ่าย FESEM กำลังขยาย 50,000 เท่าของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์ ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์(แบบต่อเนื่อง) เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง.....	53
4.2 ภาพถ่าย FIB-FESEM แสดงความหนาชั้นออกไซด์ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์.....	65
4.3 ภาพถ่าย FIB-FESEM แสดงความหนาชั้นออกไซด์ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์ ตามระยะเวลาที่ใช้การสังเคราะห์ทั้งหมด.....	66
4.4 กราฟ Photocurrent density ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์และ แบบการจ่ายความต่างศักย์คงที่ ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง.....	68
4.5 กราฟ Photocurrent density ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ทั้งหมด.....	68
4.6 กราฟ Photocurrent density ของแผ่น TiO ₂ ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ โดย เปรียบเทียบระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 0.5 1 1.5 และ 3 ชั่วโมง.....	70
4.7 กราฟ Photocurrent density ที่สภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับ 3 ชั่วโมง.....	71
4.8 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของออกไซด์ที่เกินบนพื้นผิวของแผ่น TiO ₂ ด้วยเครื่อง XRD.....	72
4.9 การดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง UV/VIS Spectrophotometer.....	73
4.10 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 (ครั้งที่1).....	74
4.11 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 (ครั้งที่2).....	75
4.12 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 (ครั้งที่3).....	76

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.13 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าเปรียบเทียบการใช้ปากจระเข้คืบที่แผ่นไทเทเนียม-ไดออกไซด์โดยตรง กับการคืบผ่านโลหะชนิดอื่น.....	77
4.14 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่เปรียบเทียบประเภทของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของชุดการทดลองที่ 2.....	78
4.15 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์และ 2.0 โวลต์ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์ ของชุดการทดลองที่ 2.....	79
4.16 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์และ 2.0 โวลต์ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต 0.5 โมลาร์ ของชุดการทดลองที่ 2.....	80
4.17 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์และ 2.0 โวลต์ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต 0.5 โมลาร์ ของชุดการทดลองที่ 2.....	81
4.18 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่เปรียบเทียบประเภทของขั้วไฟฟ้ารวม.....	82
4.19 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.1 (ก) และ 0.2 (ข) โวลต์ของชุดการทดลองที่ 3.....	83
4.20 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.3 V 0.4 V 0.5 V และ 1.0 V ของชุดการทดลองที่ 3.....	84
4.21 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 1).....	85
4.22 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 2).....	86
4.23 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าซีโอดีทางทฤษฎีและค่าซีโอดีจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3.....	87
4.24 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากแบลงค์ โดยไม่มีการคืบสายไฟใหม่ของชุดการทดลองที่ 3.....	88

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.25 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีไอดีทางทฤษฎีของชุด การทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 1).....	89
4.26 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีไอดีทางทฤษฎีของชุด การทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 2).....	90
4.27 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีไอดีทางทฤษฎีของชุด การทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 2) เมื่อตัดชุดข้อมูล.....	90
4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีไอดีทางทฤษฎีของชุด การทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 3).....	91
4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีไอดีทางทฤษฎีของชุด การทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 3) เมื่อตัดชุดข้อมูล.....	91
ก.1 เครื่องมือ FESEM รุ่น JSM 7800F อาคารเครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี....	104
ก.2 เครื่องมือ FIB-FESEM อาคารเครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.....	105
ก.3 การทำงานของเครื่อง FIB.....	106
ก.4 เครื่องโพเทนชิโอสแตทที่อาคารเครื่องมือ 6 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.....	107
ก.5 การหักเหของรังสี X-Ray.....	109
ก.6 เครื่องมือ X-ray Diffractometer (XRD) ที่ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.....	110
ก.7 เครื่องมือ UV-VIS Spectrophotometer ที่ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี.....	111
ข.1 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่4).....	114
ข.2 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่5).....	115
ข.3 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่6).....	116

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
ข.4 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่ 6).....	117
ค.1 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 3).....	119
ค.2 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 4).....	120
ค.3 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 5).....	121
ค.4 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 6).....	122
ค.5 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 7).....	123
ค.6 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 8).....	124
ค.7 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 9).....	125
ค.8 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการ โฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 10).....	126
ง.1 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 5 mg/L ครั้งที่ 1.....	128
ง.2 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 10 mg/L ครั้งที่ 1.....	129
ง.3 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 20 mg/L ครั้งที่ 1.....	129
ง.4 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 50 mg/L ครั้งที่ 1.....	130
ง.5 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 100 mg/L ครั้งที่ 1.....	130

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
ง.6 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 150 mg/L ครั้งที่ 1.....	131
ง.7 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 200 mg/L ครั้งที่ 1.....	131
ง.8 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 250 mg/L ครั้งที่ 1.....	132
ง.9 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 300 mg/L ครั้งที่ 1.....	132
ง.10 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 400 mg/L ครั้งที่ 1.....	133
ง.11 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 500 mg/L ครั้งที่ 1.....	133
ง.12 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 5 mg/L ครั้งที่ 2.....	134
ง.13 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 10 mg/L ครั้งที่ 2.....	134
ง.14 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 20 mg/L ครั้งที่ 2.....	135
ง.15 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 50 mg/L ครั้งที่ 2.....	135
ง.16 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 100 mg/L ครั้งที่ 2.....	136
ง.17 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 150 mg/L ครั้งที่ 2.....	136
ง.18 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 200 mg/L ครั้งที่ 2.....	137
ง.19 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 250 mg/L ครั้งที่ 2.....	137
ง.20 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 300 mg/L ครั้งที่ 2.....	138
ง.21 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 400 mg/L ครั้งที่ 2.....	138
ง.22 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 500 mg/L ครั้งที่ 2.....	139
ง.23 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 5 mg/L ครั้งที่ 3.....	139
ง.24 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 10 mg/L ครั้งที่ 3.....	140
ง.25 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 20 mg/L ครั้งที่ 3.....	140
ง.26 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 50 mg/L ครั้งที่ 3.....	141
ง.27 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 100 mg/L ครั้งที่ 3.....	141
ง.28 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 150 mg/L ครั้งที่ 3.....	142

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
ง.29 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 200 mg/L ครั้งที่ 3.....	142
ง.30 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 250 mg/L ครั้งที่ 3.....	143
ง.31 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 300 mg/L ครั้งที่ 3.....	143
ง.32 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 400 mg/L ครั้งที่ 3.....	144
ง.33 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 500 mg/L ครั้งที่ 3.....	144
จ.1 เปรียบเทียบการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสของ ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่น.....	147



บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความสำคัญและความเป็นมา

น้ำเป็นส่วนประกอบของผิวโลกในอัตรา 3 ใน 4 ส่วน โดยสภาพส่วนใหญ่อยู่ในสภาพของน้ำเค็มในทะเล 97 เปอร์เซ็นต์ เป็นน้ำแข็งตามขั้วโลก 2 เปอร์เซ็นต์ และเป็นน้ำจืดตามแม่น้ำ ลำคลองต่าง ๆ 1 เปอร์เซ็นต์ น้ำเป็นทรัพยากรที่สามารถเกิดหมุนเวียนได้เรื่อย ๆ ไม่มีวันหมดสิ้น อีกทั้งยังเป็นสิ่งที่สำคัญและมีความจำเป็นในการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตทุกชนิด และยังมีความจำเป็นทั้งในภาคเกษตรกรรมและอุตสาหกรรม ซึ่งมีความสำคัญอย่างยิ่งในการพัฒนาประเทศ ปัจจุบันความต้องการน้ำมีมากขึ้น ตรงกันข้ามกับคุณภาพน้ำที่มีคุณภาพต่ำลง และเกิดเป็นปัญหา น้ำเสีย โดยปัญหาการเกิดน้ำเสียมีหลากหลายสาเหตุ ได้แก่ ทั้งจากบ้านเรือน น้ำเสียจากโรงงาน อุตสาหกรรม น้ำฝนพัดพาเอาสารพิษที่ตกค้างจากแหล่งเกษตรกรรมลงสู่แม่น้ำลำคลอง รวมถึงขยะมูลฝอยและสิ่งปฏิกูลที่ถูกล้างลงสู่แม่น้ำลำคลองก็เป็นอีกหนึ่งสาเหตุที่ทำให้เกิดปัญหาน้ำเน่าเสีย ซึ่งน้ำเสียที่เกิดขึ้นเหล่านี้เป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตทุกชนิดในน้ำ ส่งผลต่อสุขภาพอนามัยของมนุษย์ และทำให้ไม่สามารถนำน้ำในแม่น้ำนั้นกลับมาใช้ประโยชน์ได้ทั้งทางอุปโภค บริโภค เกษตรกรรม และอุตสาหกรรม ในการตรวจสอบความสกปรกของน้ำเสียจำเป็นต้องมีดัชนีหรือตัวชี้วัด ซึ่งในการวิเคราะห์คุณลักษณะของน้ำเสียที่นิยมใช้ ได้แก่ การวิเคราะห์ค่าออกซิเจนละลายน้ำ (DO), ค่าบีโอดี (BOD), ค่าซีโอดี (COD), ค่าความกรด-ด่าง (pH) เป็นต้น

สารอินทรีย์คาร์บอนที่สามารถย่อยสลายได้เป็นส่วนประกอบหนึ่งในน้ำ ซึ่งสามารถใช้เป็นตัวชี้วัดคุณภาพของน้ำได้ ซึ่งสารอินทรีย์นี้เป็นสาเหตุของการลดลงของปริมาณออกซิเจนละลายน้ำที่มีความจำเป็นในการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตในน้ำ ดังนั้นในการประเมินปริมาณสารอินทรีย์ในน้ำทิ้งหรือน้ำเสียจากแหล่งต่าง ๆ จึงนิยมตรวจค่าบีโอดี (Biochemical oxygen demand : BOD) ซึ่งก็คือค่าปริมาณออกซิเจนที่จุลินทรีย์ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำ แต่ปัญหาการตรวจค่าบีโอดี คือ ไม่สามารถทำได้รวดเร็วทันที่ ต้องใช้ระยะเวลาไม่ต่ำกว่า 5 วัน จึงจะทราบผลการวิเคราะห์ ฉะนั้นค่าซีโอดี (Chemical oxygen demand : COD) จึงเป็นที่นิยมใช้กันมากในการประเมินปริมาณสารอินทรีย์ในน้ำทิ้ง เนื่องจากเป็นวิธีที่ให้ผลการวิเคราะห์ในระยะเวลาอันสั้น (3 – 5 ชั่วโมง) เมื่อเทียบกับการวัดในรูปแบบของค่าบีโอดี

ค่าซีโอดี (Chemical oxygen demand : COD) เป็นวิธีวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ต้องการเพื่อใช้ในการออกซิไดซ์ (Oxidize) สารอินทรีย์ในน้ำให้กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามวิธีมาตรฐานมีด้วยกัน 3 วิธี ได้แก่ วิธี Open Reflux, วิธี Closed Reflux ; Titrimetric Method และ วิธี Closed Reflux ; Colorimetric Method ซึ่งในแต่ละวิธีจะมีข้อบ่งชี้ในการใช้ที่แตกต่างกันแต่ทุกวิธีจะมีหลักการเหมือนกัน กล่าวคือ สารอินทรีย์ในน้ำเกือบทั้งหมดจะถูกออกซิไดซ์ด้วยตัวออกซิไดซ์อย่างแรง (Strong Oxidizing Agent) ซึ่งปัจจุบันนี้ใช้โปแตสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate : $K_2Cr_2O_7$) ภายใต้สภาวะที่เป็นกรด ดังนั้นจึงจำเป็นต้องใช้การรีฟลักซ์ (Reflux) เพื่อป้องกันการสูญหายของสารเคมีและสารที่ระเหยได้ จากนั้นจึงไทเทรตหาปริมาณ โปแตสเซียมไดโครเมตที่เหลืออยู่ด้วยเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (ferrous ammonium sulfate : FAS) โดยใช้เฟอโรอิน (ferroin) เป็นอินดิเคเตอร์ มีการเติมสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อเร่งปฏิกิริยาการออกซิไดซ์ของพวกกรดไขมันที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ๆ และในการวิเคราะห์ค่าซีโอดีมีสารรบกวนที่สำคัญคือ คลอไรด์ (Cl^-) ฉะนั้นจึงต้องใส่เมอร์คิวริกซัลเฟต ($HgSO_4$) เพื่อไปจับกับคลอไรด์ ให้อยู่ในรูปของ mercuric chloride complex จึงจะทำให้ได้ค่าซีโอดีที่ถูกต้อง

จากวิธีการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีที่กล่าวมานั้น ชี้ให้เห็นว่าในการวิเคราะห์จำเป็นต้องใช้สารเคมีที่มีส่วนประกอบของโลหะหนักและสารเคมีอันตราย เช่น $HgSO_4$ และ $K_2Cr_2O_7$ นอกจากนี้ยังมีกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ซึ่งเป็นกรดชนิดเข้มข้น มีความสามารถในการกัดกร่อนสูง รวมไปถึงสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) ที่มีราคาแพง ทั้งหมดนี้ถือได้ว่าเป็นข้อเสียของการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามวิธีมาตรฐานไดโครเมต

ในระยะเวลาหลายปีที่ผ่านมา มีนักวิจัยคิดค้นวิธีการหาค่าซีโอดีด้วยวิธีต่าง ๆ เช่น อาศัยหลักการออกซิไดซ์โดยคลื่นไมโครเวฟ (microwave-assisted) หรือหลักการอัลตราซาวด์ (ultrasound – assisted) (Domini, Hidalgo, Marken, & Canals, 2006) เพื่อช่วยในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ รวมถึงยังมีการเพิ่มตัว oxidizing agent เพื่อให้การออกซิไดซ์สารอินทรีย์นั้นมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น (Domini, Vidal, & Canals, 2009) รวมถึงยังมีนักวิจัยหลายกลุ่มได้ทำการศึกษาการประยุกต์ใช้กระบวนการโฟโตคะตะไลซิสเพื่อช่วยในการย่อยสลายสารอินทรีย์แทนการใช้สารเคมี โดยมีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาหลากหลายรูปแบบ เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบเม็ดลูกบิด (Kim et al., 2001) หรือจะเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบฟิล์มบาง (Chen et al., 2005) เป็นต้น นอกจากนี้วิธีการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสก็ยังสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีได้อีกด้วย โดยกลุ่มนักวิจัยได้ทำการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาต่าง ๆ ได้แก่ การประยุกต์ใช้ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์รูพรุนขนาดนาโน

เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Zhao, Jiang, Zhang, Catterall, & John, 2004), การใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนานาโนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (J. Zhang et al., 2009) รวมไปถึงการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเส้นใยในระดับนาโนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Mu, Li, Zhang, & Wang, 2011) เป็นต้น

กระบวนการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการเป็นกระบวนการที่อาศัยวัสดุที่นำมาร่วมกับการใช้พลังงานแสง โดยพลังงานแสงที่ใช้อาจเป็นแสงจากดวงอาทิตย์หรือแสงจากหลอดยูวี ซึ่งจะต้องมีพลังงานมากพอที่จะกระตุ้นให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกมา กระบวนการนี้จำเป็นจะต้องอาศัยวัสดุที่มีคุณสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง เพื่อมาเพิ่มประสิทธิภาพของกระบวนการ เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2), ทังสเตนไดรอกไซด์ (WO_3) หรือซิงก์ออกไซด์ (ZnO) เป็นต้น ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่นิยมใช้กันมาก คือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากก่อให้เกิดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมน้อย อีกทั้งมีราคาถูกเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุชนิดอื่น เช่น ตะกั่วเทลลูไรด์ เป็นต้น

กลไกการเร่งปฏิกิริยาดำเนินการเริ่มจาก เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีความยาวคลื่นที่ทำให้พลังงานมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน ซึ่งมักใช้ที่ความยาวคลื่นต่ำกว่า 390 นาโนเมตร โดยไปกระตุ้นอิเล็กตรอนที่แถบเวเลนซ์ (valence-band) ให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ไปยังแถบคอนดักชัน (conduction band) ทำให้เกิดช่องว่างที่ไม่มีอิเล็กตรอนขึ้นที่แถบเวเลนซ์ เรียกว่าช่องว่างอิเล็กตรอนหรือโฮล (hole: h^+) ซึ่งมีประจุบวก ในขณะที่อิเล็กตรอนมีประจุลบ และที่ช่องว่างอิเล็กตรอนจะทำปฏิกิริยากับน้ำและหมู่ไฮดรอกซิล (OH) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (hydroxyl radical; $\text{OH}\cdot$) ซึ่งเป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรง สามารถทำให้โมเลกุลของสารอินทรีย์แตกตัวกลายเป็นน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ในที่สุด

การวิเคราะห์หาค่าซีโอดีในครั้งนี้ใช้กระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้หลักการของกระบวนการนี้คือ การนำกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสมาประยุกต์เข้ากับเซลล์ไฟฟ้าแบบ 3 ขั้ว กล่าวคือ มีการให้พลังงานแสงจากแหล่งกำเนิดแสงภายนอก เช่น แสงอัลตราไวโอเล็ตกับตัวตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อกระตุ้นทำให้เกิดอิเล็กตรอนและที่ว่างของอิเล็กตรอน และในที่สุดจะเกิดเรดิคัลที่มีความสามารถในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้ และเมื่อต่อเข้ากับเซลล์ไฟฟ้าแบบ 3 ขั้ว ซึ่งมีการจ่ายความต่างศักย์ให้ขั้วไฟฟ้าใช้งานด้วยเพื่อช่วยให้การออกซิไดซ์สารอินทรีย์เป็นไปอย่างสมบูรณ์มากขึ้น และสามารถวัดค่าความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ของเซลล์ไฟฟ้าที่อยู่ในสารละลายได้อีกด้วย

1.2. วัตถุประสงค์

1.2.1. เพื่อสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดเซชันแบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อประยุกต์ใช้ในกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสในการวิเคราะห์ค่าซีโอดี

1.2.2. เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อในการวิเคราะห์ค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส

1.3. ขอบเขตการศึกษา

1.3.1. ทำการศึกษาวิเคราะห์คุณลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน โดยศึกษาลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM), ศึกษาความหนาของชั้นออกไซด์จากกล้อง Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopes (FIB-FESEM), อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในรูปของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการฉายแสงผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา (Photocurrent density), วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) และ การศึกษาคุณสมบัติของการดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

1.3.2. ทำการหาค่าซีโอดี ด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์

1.3.3. ตรวจสอบปัจจัยที่มีผลต่อการวิเคราะห์ค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยการเปรียบเทียบกับวิธีวิเคราะห์ค่าซีโอดีมาตรฐานโคโครเมตแบบ Close reflux

1.4. สมมติฐาน

1.4.1. ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์สามารถให้ Photocurrent density ที่สูงกว่าการแอโนไดซ์แบบจ่ายความต่างศักย์คงที่

1.4.2. ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่ทำการแอโนไดซ์แบบพัลส์ สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการวัดค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส

1.5. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1. ทำให้ทราบถึงปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา และทราบถึงความถูกต้องและแม่นยำของตัวเร่งปฏิกิริยาในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดี เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานไดโครเมต

1.5.2. การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อ สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน

1.5.3. ทำให้ทราบถึงปัจจัยที่ส่งผลต่อการวิเคราะห์ค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส



บทที่ 2

ปรีทัศน์วรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1. กระบวนการโฟโตคะตะไลซิส (Photocatalysis)

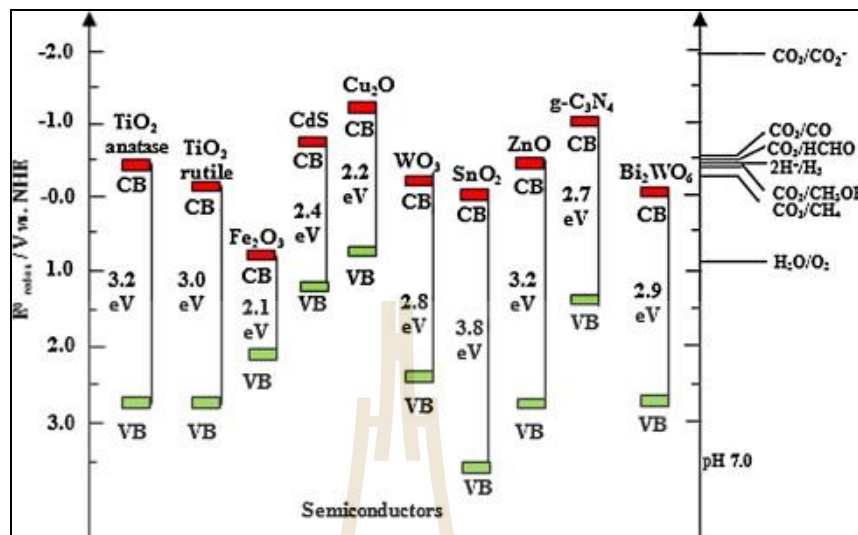
กระบวนการโฟโตคะตะไลซิสมีพื้นฐานมาจากปฏิกิริยาโฟโตเคมี (Photochemistry) เป็นปฏิกิริยาที่ใช้แสงเป็นตัวกระตุ้นโมเลกุลของสาร และหากการกระตุ้นด้วยแสงนั้นมีการกระตุ้นร่วมกับตัวเร่งปฏิกิริยาจะเรียกว่า โฟโตคะตะไลซิส (Photocatalysis)

กระบวนการโฟโตคะตะไลซิสถือเป็นกระบวนการออกซิเดชัน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ประกอบด้วยกันสองขั้นตอน คือ การดูดติด (Adsorption) และการฉายแสง (Irradiation) ซึ่งมีองค์ประกอบพื้นฐานสำคัญสองอย่าง ได้แก่ พลังงานแสงและตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ ทังสเตนไดรอกไซด์ เป็นต้น กระบวนการโฟโตคะตะไลซิสสามารถบำบัดมลพิษน้ำและอากาศได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่ยังมีอีกหลาย ๆ ปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส เช่น ความเป็นกรดด่าง อุณหภูมิ ปริมาณออกซิเจนละลายน้ำ ความเข้มแสง และความเข้มข้นเริ่มต้นของสารมลพิษ เป็นต้น

2.1.1. กลไกของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส

วัสดุกึ่งตัวนำที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถแบ่งออกตามโครงสร้างพลังงานของอิเล็กตรอนได้ 2 แถบพลังงาน คือ แถบวาเลนซ์แบนด์ (Valence band) เป็นแถบพลังงานที่มีพลังงานอิเล็กตรอนสูง และแถบคอนดักชันแบนด์ (Conduction band) เป็นแถบพลังงานที่ไม่มีอิเล็กตรอนอยู่ แถบพลังงานทั้งสองจะถูกแยกออกจากกันด้วยระยะห่างที่เรียกว่า แบนด์แกป (Band gap) ค่าของช่องว่างพลังงาน (Energy Gap) จะขึ้นอยู่กับชนิดของตัวกลาง โดยตัวกลางแต่ละชนิดจะมีค่าต่างกันออกไปดังรูปที่ 2.1 จากนั้นเมื่อวัสดุกึ่งตัวนำได้รับพลังงานแสงที่มากกว่าแบนด์แกป อิเล็กตรอนในชั้นวาเลนซ์แบนด์จะถูกกระตุ้นให้เคลื่อนที่ไปยังคอนดักชันแบนด์ ทำให้เกิดเป็นที่ว่างของอิเล็กตรอน (Hole ; h^+) ขึ้นที่วาเลนซ์แบนด์ ดังสมการที่ 2.2 ซึ่ง Hole จะทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล (Hydroxyl radical ; OH^\bullet) ดังสมการที่ 2.3 ส่วนในแถบคอนดักชันแบนด์อิเล็กตรอนจะเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับออกซิเจนที่อยู่รอบ ๆ เกิดเป็นซูเปอร์ออกไซด์ไอออนเรดิคัล (Superoxide Ion Radical: $O_2^{\bullet-}$)

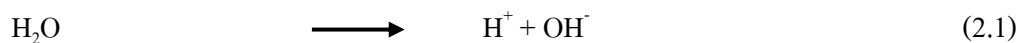
ดังสมการที่ 2.4 และเกิดเปอร์ไฮดรอกซิลเรดิคัล (Perhydroxyl Radical: $\text{OH}_2\bullet$) ดังสมการที่ 2.5 (Kazuhito, Hiroshi, & Akira, 2005; Tseng, Juang, & Huang, 2012)



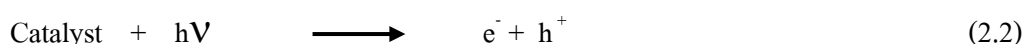
รูปที่ 2.1 ค่าช่องว่างของพลังงาน (Band Gap) ของสารกึ่งตัวนำชนิดต่างๆ (Bard & Faulkner, 1980; Ola & Maroto-Valer, 2015; Tran, Wong, Barber, & Loo, 2012; K. Wang et al., 2015)

กรณีที่อยู่ในระบบการทดลองมีออกซิเจนไม่เพียงพอ โฟตอน (H^+) ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของน้ำ (สมการที่ 2.1) จะเข้ามามีบทบาทเข้ารับอิเล็กตรอนแทนและเกิดเป็นไฮโดรเจนเรดิคัล (Hydrogen Radical : $\text{H}\bullet$) ตามสมการที่ 2.6 จากการศึกษพบว่าไฮดรอกซิลเรดิคัลเป็นตัวออกซิแดนซ์หลักในกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส เนื่องจากไฮดรอกซิลเรดิคัลเป็นสารที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยาและสามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำได้ทุกชนิด หากไม่มีตัวรับหรือตัวให้อิเล็กตรอนในระบบ อิเล็กตรอนสามารถรวมตัวกับที่ว่างของอิเล็กตรอน ได้อีกเกิดปฏิกิริยาที่เรียกว่าปฏิกิริยา Recombination ดังสมการที่ 2.7 ซึ่งจะรวมตัวเป็นความร้อนบริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา (Dionysiou, Burbano, Suidan, Baudin, & Lainé, 2002; Wu, 2004)

กลไกของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส (Mechanism of Photocatalysis Reaction)



การกระตุ้น



การเกิดเรดิคอลล จาก e^- , h^+



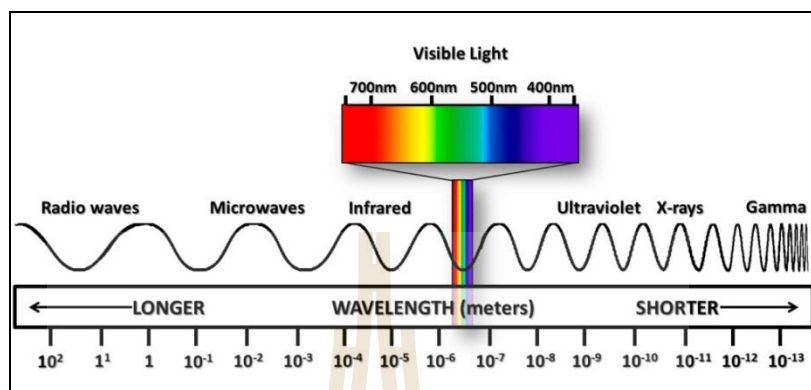
การรวมตัวกันใหม่ของ e^- , h^+ (electron-hole Recombination)



2.2. พลังงานแสง

พลังงานแสงเป็นรังสี หรือคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าแต่ละชนิดมีความยาวคลื่น หรือความถี่คลื่นแตกต่างกัน โดยรังสีที่ประสาทตาสามารถรับรู้ได้ เรียกว่า แสง โดยมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 4×10^{-7} ถึง 7×10^{-7} เมตร ส่วนรังสีที่มีความยาวคลื่นยาวกว่า หรือสั้นกว่าแสง ประสาทตาจะไม่สามารถรับรู้ได้ เรียกว่า รังสีที่มองไม่เห็น เมื่อจัดเรียงลำดับตามความยาวคลื่น และความถี่ของคลื่นเหล่านี้จะได้ สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Spectrum) แสดงดังรูปที่ 2.2 โดยรังสีที่มีความถี่สูงจะมีพลังงานสูงกว่ารังสีที่มีความถี่ต่ำ แม้มีแหล่งกำเนิดและการตรวจจับได้ที่แตกต่างกัน แต่ก็มีสมบัติที่สำคัญเหมือนกัน คือ เคลื่อนที่ไปได้ด้วยความเร็วเท่ากับความเร็วแสง

(3×10^8 เมตรต่อวินาที) และมีพลังงานส่งผ่านไปในรูปแบบของคลื่น โดยพลังงานแสงที่เลือกมาใช้ในกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสส่วนใหญ่จะอยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ตและช่วงแสงขาว (Visible) (Serpone & Pelizzetti, 1989)



รูปที่ 2.2 สเปกตรัมคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

รังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV) หรือรังสีเหนือม่วงเป็นรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 190 - 400 นาโนเมตร มีคุณสมบัติไม่แตกตัว รังสีอัลตราไวโอเล็ตเป็นเส้นแบ่งของรังสีชนิดแตกตัวได้และแตกตัวไม่ได้ สามารถแบ่งได้เป็นยูวีเอ (UVA) หรือรังสีอัลตราไวโอเล็ตคลื่นยาว ยูวีบี (UVB) หรือรังสีอัลตราไวโอเล็ตคลื่นกลาง และยูวีซี (UVC) หรือรังสีอัลตราไวโอเล็ตคลื่นสั้น ความยาวคลื่นในช่วงต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 2.1 แหล่งกำเนิดที่สำคัญของรังสีอัลตราไวโอเล็ตได้แก่ 1) การแผ่รังสีของดวงอาทิตย์จะมีการปล่อยรังสีออกมาหลายความยาวคลื่น โดยรังสีอัลตราไวโอเล็ตและแสงขาวที่เดินทางมายังผิวโลก จะถูกดูดซับไว้โดยชั้นบรรยากาศทำให้ความเข้มข้นของรังสีลดลงอย่างรวดเร็ว เพราะถูก โอโซนที่ชั้นสตราโตสเฟียร์ดูดซับไว้ก่อนมาถึงพื้นโลก 2) แหล่งกำเนิดที่มนุษย์สร้างขึ้น วัตถุทุกชนิดที่ถูกทำให้ร้อนจนมีอุณหภูมิสูงกว่า 2,500 เคลวิน จะสามารถปล่อยรังสีอัลตราไวโอเล็ตได้ วัตถุประสงค์หลักที่มนุษย์นำรังสีนี้มาใช้เพื่อประโยชน์ต่อสิ่งมีชีวิต สามารถทำได้จากอุปกรณ์สร้างประกายไฟฟ้า หรือหลอดฟลูออเรสเซนต์ หรือแหล่งกำเนิดของแสงที่สามารถปล่อยความยาวคลื่นในช่วงที่ต่ำกว่า 260 นาโนเมตรได้ และสามารถทำให้เกิดโอโซนที่ใช้ประโยชน์ในการฆ่าเชื้อโรค

ตารางที่ 2.1 ช่วงของความยาวคลื่นของรังสีอัลตราไวโอเล็ต (UV)

สเปกตรัมรังสี	ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)	
Ultraviolet	100-400	
	UV-A	315-400
	UV-B	280-315
	UV-C	100-280
Visible Radiation (Light)	400-760	

การฉายแสงในกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส เป็นการให้พลังงานกับระบบในรูปของพลังงานโฟตอนที่มากพอจะทำให้เกิดปฏิกิริยาขึ้นได้ สามารถคำนวณได้ด้วยสมการที่ 2.8 (Goswami, Hingorani, Greist, Goswami, & Block, 1999)

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.8)$$

เมื่อ E	คือ	ค่าพลังงานโฟตอน (จูล)
h	คือ	ค่าคงที่ของพลังค์ (4.135×10^{-15} อิเล็กตรอน โวลต์ต่อวินาที)
ν	คือ	ค่าความถี่ (ต่อวินาที)
c	คือ	ค่าความเร็วแสง (299×10^6 เมตรต่อวินาที)
λ	คือ	ค่าความยาวคลื่น (นาโนเมตร)

ในกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสที่ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานประมาณ 3.2 โวลต์ ดังนั้นการใช้พลังงานกับระบบจะต้องให้พลังงานที่มากกว่าหรือเท่ากับค่าของช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน เมื่อแทนค่าลงในสมการที่ 2.8 พบว่าแสงที่ใช้จะต้องมีความยาวคลื่นต่ำกว่า 386 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงแสงยูวีปฏิกิริยาจึงจะสามารถเกิดขึ้นได้

2.3. ตัวเร่งปฏิกิริยาและการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ถูกนำมาใช้ในกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส ได้แก่ โลหะตัวนำ (Transition Metal) เช่น ทองแดง นิกเกิล โคโรเมียม เป็นต้น แต่ที่นิยมใช้กันมากจะเป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ซึ่งมีหลายชนิด (Hoffmann, Martin, Choi, & Bahnemann, 1995) ทั้งที่อยู่ในรูป

ออกไซด์ และซัลไฟด์ สารกึ่งตัวนำแต่ละชนิด เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ทังสเดนไดรออกไซด์ (WO_3) ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) และแร่สฟาเลอไรต์ (ZnS) เป็นต้น จะมีค่าช่องว่างพลังงานที่แตกต่างกันตามตารางที่ 2.2

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวกลางที่นิยมใช้กันมากที่สุด เนื่องจากมีช่วงของช่องว่างพลังงานที่กว้างเมื่อเปรียบเทียบกับสารกึ่งตัวนำชนิดอื่น ๆ ยกเว้นสารกึ่งตัวนำชนิดที่มีสังกะสีเป็นส่วนประกอบ แต่เนื่องจากสังกะสีมีความเป็นพิษ ซึ่งเป็นอันตรายต่อสุขภาพอนามัย จึงไม่นิยมใช้ ฉะนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์จึงได้รับความสนใจในด้านต่าง ๆ เนื่องจากมีคุณสมบัติพิเศษที่เป็นประโยชน์ในหลาย ๆ ด้าน เช่น มีความเสถียรต่อสารเคมี ไม่มีความเป็นพิษสูง หลังการใช้งานจะเกิดการกัดกร่อนเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เป็นตัวดูดซับสารอินทรีย์ที่ดี โครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์เหมาะที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันสารอินทรีย์ รวมถึงสามารถรีดักชันออกซิเจนได้ ในขณะเดียวกัน อีกทั้งราคาค่อนข้างถูกเมื่อเปรียบเทียบกับสารกึ่งตัวนำชนิดอื่น ในด้านสิ่งแวดล้อมมีการใช้งานไทเทเนียมไดออกไซด์อย่างแพร่หลาย ไม่ว่าจะเป็นด้านการทำน้ำให้บริสุทธิ์ การบำบัดน้ำเสีย การควบคุมของเสียอันตราย และการบำบัดอากาศ

นอกจากนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในด้านการเปลี่ยนพลังงานแสงไปเป็นพลังงานรูปอื่น เช่น เปลี่ยนเป็นพลังงานไฟฟ้าในเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar cell) (Sun et al., 2009) และเปลี่ยนเป็นพลังงานเคมีในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง (Photocatalysis) เป็นต้น

ตารางที่ 2.2 ตำแหน่งช่องว่างพลังงาน และขนาดช่องว่างพลังงานของสารกึ่งตัวนำชนิดต่าง ๆ

(Robertson, 1996)

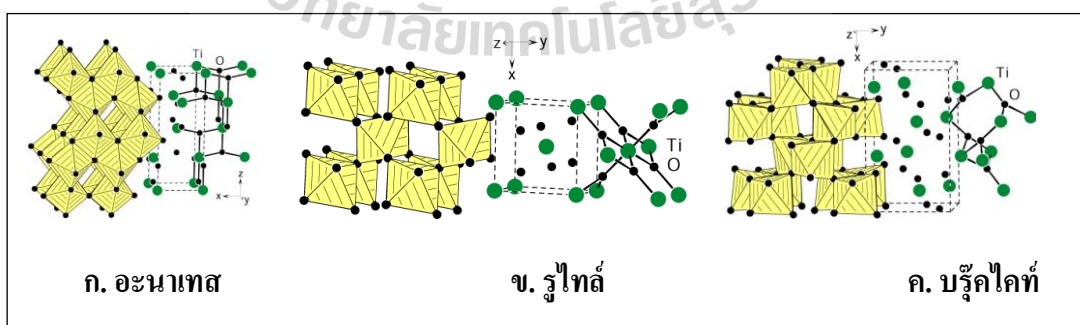
Semiconductor	Valence Band (eV)	Conductance Band (eV)	Band gap (eV)	Band gap Wavelength (nm)
TiO_2 (Rutile)	+3.1	+0.1	3.0	380
TiO_2 (anatase)	+2.9	-0.3	3.4	380
SnO_2	+4.1	+0.3	3.9	318
ZnO	+3.0	-0.2	3.2	390
ZnS	+1.4	-2.3	3.7	336
WO_3	+3.0	+0.2	2.8	443
CdS	+2.1	-0.4	2.5	497
CdSe	+1.6	-0.1	1.7	730

2.3.1. ไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์ หรือมีชื่อเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า ไทเทเนีย (Titania) ซึ่งเป็นสารประกอบของออกไซด์ของโลหะไทเทเนียมซึ่งอยู่ในกลุ่มของโลหะทรานซิชัน ไทเทเนียมไดออกไซด์จัดเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) (Lee et al., 2009) ซึ่งมีข้อมูลสมบัติทางกายภาพทั่วไปของไทเทเนียมไดออกไซด์ (บุรภัทร์ อินทรีย์สังวร, 2548) ดังนี้

สูตรเคมี	: TiO_2
น้ำหนักโมเลกุล	: 79.9 เอเอ็มยู (Atomic Mass Unit)
จุดเดือด	: 2,500 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	: 1,830 องศาเซลเซียส
ความหนาแน่น	: อะนาเทส 3.84 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร

ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตรมีพื้นที่ผิวจำเพาะมาก เป็นข้อดีในการนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากสารอินทรีย์ที่ในน้ำจะดูดซับบนบริเวณพื้นผิว ไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ในปริมาณมาก ทำให้เกิดกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสได้ดีกว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ ไทเทเนียมไดออกไซด์จะอยู่ในรูปของผลึก 3 รูปแบบ คือ อะนาเทส (Anatase) รูไทล์ (Rutile) และบรูคไคท์ (Brookite) โดยที่เฟสอะนาเทส และรูไทล์จะมีโครงสร้างแบบเทตระกอนอล ส่วนบรูคไคท์มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรมบิก โดยทุกโครงสร้างจะประกอบขึ้นจากหน่วยพื้นฐานรูปทรงแปดหน้า ไทเทเนียมหนึ่งอะตอมถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจนหกอะตอม แต่ละรูปแบบโครงสร้างขึ้นอยู่กับการบิดเบี้ยวของการจัดเรียงรูปทรงแปดหน้าบริเวณขอบ มุม และหน้า ดังแสดงในรูปที่ 2.3



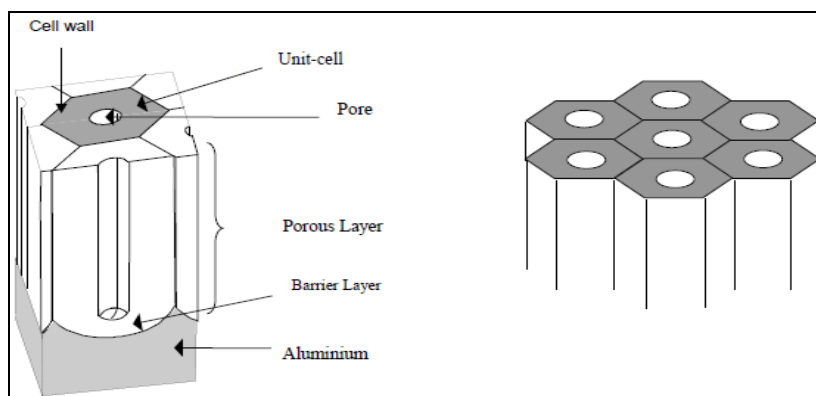
รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์
(ที่มา: <http://www.hardmaterials.de/html/tio2.html>)

โดยปกติจะพบไทเทเนียมไดออกไซด์ในโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสและรูไทล์ โครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสสามารถเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกรูไทล์ได้ที่อุณหภูมิสูง โครงสร้างผลึกทั้งอะนาเทสและรูไทล์เป็นที่นิยมนำมาศึกษากันโดยทั่วไปสำหรับปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส ซึ่งโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสจะให้ประสิทธิภาพในปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกรูไทล์ เนื่องจากโครงสร้างผลึกอะนาเทสเกิดการรวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอนและโฮลในอัตราที่ต่ำกว่า เพราะมีแถบช่องพลังงานที่มากกว่ารูไทล์ ยิ่งไปกว่านั้นโครงสร้างผลึกอะนาเทส สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ ทำให้พื้นผิวมีไฮดรอกไซด์อิออน (OH⁻) มากกว่า ซึ่งจะสามารถผลิตไฮดรอกซิลเรดิคอล (OH[•]) ได้มาก

จากคุณสมบัติที่แตกต่างกัน ทำให้โครงสร้างอะนาเทสและรูไทล์มีแถบช่องว่างพลังงาน 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์และ 3.0 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ โดยโครงสร้างผลึกอะนาเทสสามารถดูดกลืนแสงได้ในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 384 นาโนเมตร ในขณะที่โครงสร้างผลึกรูไทล์สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 410 นาโนเมตร ส่งผลกระทบโดยตรงต่อประสิทธิภาพ อีกทั้งโครงสร้างอะนาเทสยังมีความสามารถในการดูดซับผิวสูงกว่า ส่วนโครงสร้างผลึกแบบบรูคไคท์ จะเกิดการรวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอนและโฮลได้ง่าย และยังมี ความสามารถในการดูดซับผิวที่ต่ำกว่าโครงสร้างแบบอื่น ๆ ปัจจุบันจึงนิยมใช้โครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสมากกว่าแบบอื่น

2.3.2. กระบวนการแอโนไดเซชันและการพอลิ

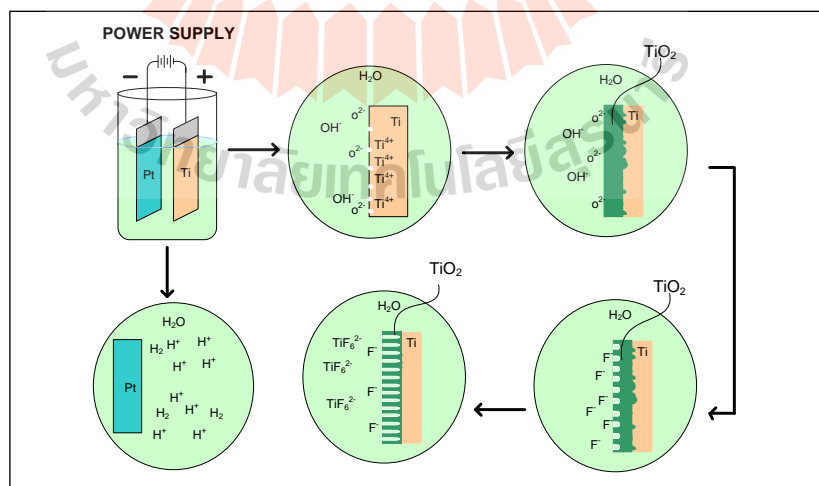
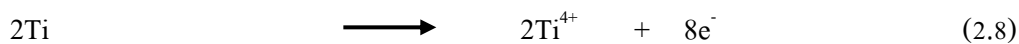
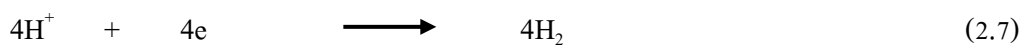
กระบวนการแอโนไดเซชันถูกคิดค้นโดย Bengough-Stuart ในปี 1923 (Wernick, Pinner, & Sheasby, 1992) เริ่มจากการใช้อะลูมิเนียมเป็นวัสดุปลูก (Substrate) ประกอบด้วย ชั้นออกไซด์ที่มีความบางมีลักษณะเนื้อแน่น (Compact) เรียกว่าชั้น Barrier ซึ่งมีความหนาประมาณ 0.1 ถึง 2.0 ไมครอนของความหนาทั้งหมด การเกิดออกไซด์ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารละลายนำไฟฟ้า (Electrolyte) และค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า (Voltage) ที่ใช้ และชั้นออกไซด์ที่มีรูพรุนเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็ก และจะมีการก่อตัวเป็นท่อซึ่งมีผนังท่อ (Cell wall) แสดงดังรูปที่ 2.4 ซึ่งแสดงโครงสร้างหกเหลี่ยมของชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์



รูปที่ 2.4 โครงสร้างหกเหลี่ยมของชั้นอะลูมิเนียมออกไซด์ (Wernick et al., 1992)

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโดยกระบวนการแอนโนไดเซชัน เป็นเทคนิคการทำให้เกิดออกไซด์ที่มีลักษณะเฉพาะบนผิวหน้าของโลหะ ทำได้โดยการให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าแก่โลหะที่มีผิวสัมผัสกับสารละลายนำไฟฟ้า จากนั้นจ่ายกระแสไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดไปสู่เซลล์เคมีไฟฟ้า ซึ่งประกอบด้วย 2 ขั้วไฟฟ้า คือ ขั้วไฟฟ้าใช้งาน และขั้วไฟฟาร่วม โดยใช้แผ่นโลหะเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานต่อเข้ากับขั้วบวกของแหล่งจ่ายไฟฟ้าในที่นี้ คือ โลหะไทเทเนียม และใช้แพลทินัม (Pt) เป็นขั้วไฟฟาร่วมต่อเข้ากับขั้วลบของแหล่งจ่ายไฟฟ้า โดยจุ่มขั้วไฟฟ้าทั้งสองในสารละลายนำไฟฟ้า (Electrolyte) เพื่อให้เกิดการก่อตัวของออกไซด์บนพื้นผิวแผ่นโลหะ โดยออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีรูปแบบลักษณะแบบท่อมีเส้นผ่านศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร

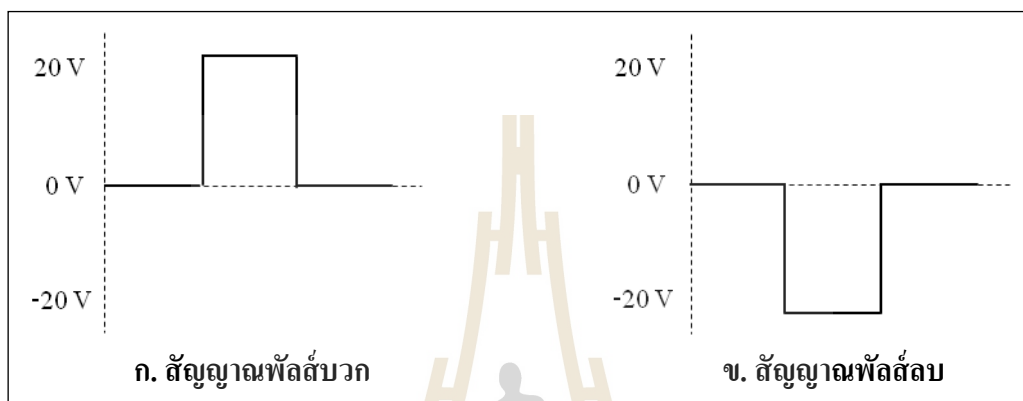
กลไกในการเกิดไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโนแสดงดังรูป 2.5 โดยบนผิวของแพลทินัมจะเกิดไฮโดรเจนขึ้น (Liao & Que, 2010) ดังสมการที่ 2.9 การก่อตัวของออกไซด์บนชั้นของผิวโลหะไทเทเนียมในช่วงแรกนั้นจะเกิดออกไซด์ขึ้นบนผิวโลหะก่อน เนื่องจากแรงขับเคลื่อนของความต่างศักย์ไฟฟ้าทำให้เกิดไทเทเนียมไดออกไซด์ขึ้นบนแผ่นไทเทเนียม โดยเกิดจากการทำปฏิกิริยาของไทเทเนียมไอออน (Ti^{4+}) ออกซิเจนไอออน (O^{2-}) และไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) ในน้ำ (Choi, Chung, Cho, & Kim, 2011; Liu, Wang, Hoivik, & Jakobsen, 2012; Mor, Varghese, Paulose, Shankar, & Grimes, 2006) ดังสมการ 2.10 ถึง 2.15 หลังจากนั้นจะมีรูพรุนขนาดเล็กระดับนาโนเมตรเกิดขึ้นบนชั้นออกไซด์ เนื่องจากการกัดกร่อนด้วยสารละลาย (สารละลายที่ประกอบด้วยฟลูออไรด์ไอออน (F^-)) โดยไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ถูกกัดกร่อนจะสลายตัวออกมารวมตัวกับฟลูออไรด์ไอออนในน้ำ (TiF_6^{2-}) ได้ดังสมการที่ 2.14 ถึง 2.16 ต่อมา รูพรุนเหล่านี้จะเพิ่มความลึกขึ้นเรื่อยๆ จนเป็นท่อที่มีขนาดนาโนเมตร โดยที่ท่อเหล่านี้จะเกิดขึ้นทั่วพื้นผิวไทเทเนียมไดออกไซด์



รูปที่ 2.5 รูปแบบการเกิดชั้นออกไซด์บนพื้นผิวไทเทเนียมไดออกไซด์

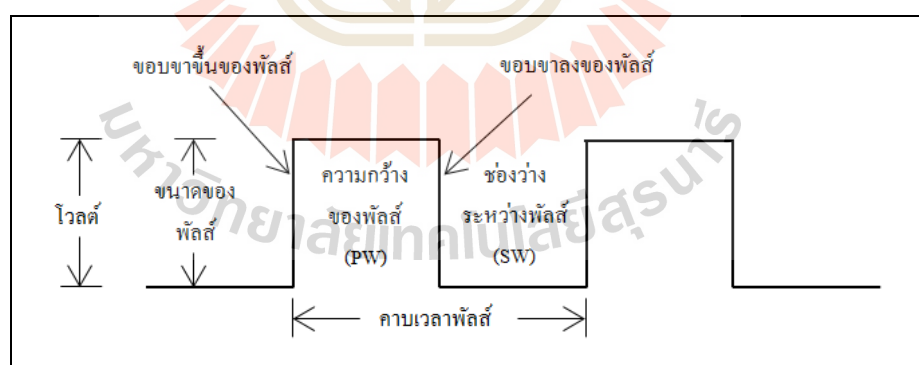
(Minagar, Berndt, Wang, Ivanova, & Wen, 2012)

สัญญาณพัลส์เป็นปรากฏการณ์ที่เกิดจากระดับสัญญาณไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงจากระดับหนึ่งไปสู่อีกระดับหนึ่งที่มีความแตกต่างกันระหว่างแรงดันต่ำสุดกับแรงดันสูงสุดอย่างรวดเร็ว อาจมีความต่อเนื่องหรือไม่ก็ได้ แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ สัญญาณพัลส์บวก และสัญญาณพัลส์ลบ แสดงดังรูปที่ 2.6 (กรกฎ ชูเจริญ, 2554)



รูปที่ 2.6 สัญญาณพัลส์

ส่วนประกอบของสัญญาณพัลส์ แสดงได้ดังรูปที่ 2.7 ซึ่งประกอบได้ด้วยส่วนที่สำคัญดังนี้



รูปที่ 2.7 ส่วนประกอบของสัญญาณพัลส์

1. **ขนาดของพัลส์ (Pulse amplitude)** หมายถึง ค่าที่วัดจากระดับแรงดันศูนย์ไปถึงค่าสูงสุด (Peak value)
2. **ขอบขาของพัลส์ (Edge)** มี 2 ลักษณะ
 - 2.1. **ขอบขาขึ้นของพัลส์ (Leading edge or rising edge or positive – going edge)** หมายถึง ค่าของสัญญาณที่เปลี่ยนค่าจากระดับแรงดันต่ำไประดับแรงดันสูงสุด พิจารณาที่เวลา $t = 0$
 - 2.2. **ขอบขาลงของพัลส์ (Trailing edge or falling edge or negative – going edge)** หมายถึง ค่าของสัญญาณที่เปลี่ยนค่าจากระดับแรงดันสูงสุดไปสู่ระดับต่ำสุดของพัลส์
3. **ความกว้างของพัลส์ (Pulse Width of PW)** หมายถึง ช่วงเวลาที่วัดจากขอบขาขึ้นของพัลส์จนถึงขอบขาลงของพัลส์
4. **ช่องว่างของพัลส์ (Space Width of SW)** หมายถึง ช่วงเวลาที่วัดจากขอบขาลงของพัลส์ในรูปคลื่นแรกจนถึงขอบขาขึ้นในรูปคลื่นถัดไป
5. **คาบของเวลาพัลส์ (Time period of T)** หมายถึง ระยะเวลาที่วัดจากขอบขาขึ้นของพัลส์ที่เวลา $t = 0$ จนถึงขอบขาขึ้นของพัลส์รูปคลื่นต่อไป
6. **ความถี่ของพัลส์ (Pulse Repetition Frequency or F)** หมายถึง ค่าส่วนกลับของเวลา

2.4. ไฟฟ้าเคมี (Electrochemistry)

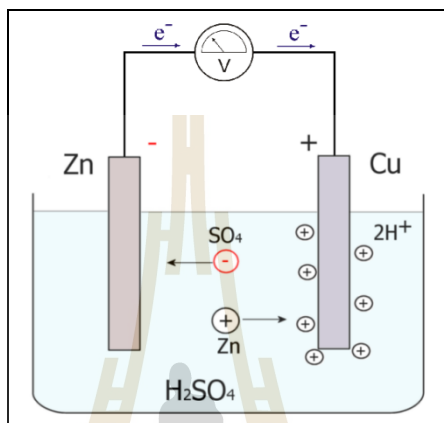
ไฟฟ้าเคมี เป็นความสัมพันธ์ระหว่างปฏิกิริยาเคมีและพลังงานไฟฟ้า ซึ่งกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีจะเกิดจากการถ่ายโอนอิเล็กตรอนจากสารหนึ่งไปยังสารหนึ่ง และเมื่อมีการถ่ายโอนอิเล็กตรอน ปฏิกิริยาเคมีก็จะสามารถทำให้เกิดพลังงานไฟฟ้าได้ หากใช้การถ่ายเทอิเล็กตรอนเป็นเกณฑ์แล้ว จะสามารถแบ่งปฏิกิริยาได้เป็น 2 ประเภท คือ ปฏิกิริยาที่มีการถ่ายเทอิเล็กตรอน เรียกว่า ปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox Reaction) และปฏิกิริยาที่ไม่มีการถ่ายเทอิเล็กตรอน เรียกว่า ปฏิกิริยานอนรีดอกซ์ (Non redox Reaction) โดยปฏิกิริยารีดอกซ์นั้นประกอบด้วย สารที่ทำให้อิเล็กตรอน เรียกว่า ตัวรีดิวซ์ (Reduce Agent) เกิดเป็นปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation Reaction) และสารที่รับอิเล็กตรอน เรียกว่า ตัวออกซิไดซ์ (Oxidizing Agent) เกิดเป็นปฏิกิริยารีดักชัน (Reduction Reaction)

2.4.1. หลักการของเซลล์ไฟฟ้าเคมี

หลักการของเซลล์ไฟฟ้าเคมี คือ การเปลี่ยนจากพลังงานเคมีเป็นพลังงานไฟฟ้า มีส่วนประกอบที่สำคัญ 2 ส่วน คือ

1) ขั้วไฟฟ้า ซึ่งจะต้องเป็นขั้วโลหะ 2 ชนิด ที่เมื่อเกิดปฏิกิริยาเคมีแล้วสามารถให้และรับอิเล็กตรอนได้ต่างกัน โดยขั้วหนึ่งจะให้อิเล็กตรอนได้ดีกว่า ทำหน้าที่เป็นขั้วลบ และขั้วที่รับอิเล็กตรอนได้ดีกว่าจะทำหน้าที่เป็นขั้วบวก

2) สารละลายสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เป็นสารละลายที่ยอมให้กระแสไหลผ่านได้ เช่น กรดซัลฟิวริกเจือจาง เป็นต้น



รูปที่ 2.8 หลักการเซลล์ไฟฟ้าเคมีทองแดงและสังกะสี

จากรูปที่ 2.8 เมื่อนำแผ่นสังกะสีและแผ่นทองแดงจุ่มลงในสารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจาง สังกะสีและทองแดงจะแตกตัวเป็นไอออน โดยที่สังกะสีสามารถแตกตัวและให้อิเล็กตรอนได้ดีกว่าทองแดงจึงมีศักย์ไฟฟ้าต่ำกว่า (ทำหน้าที่เป็นขั้วลบ) ส่วนทองแดงที่สามารถแตกตัวและให้อิเล็กตรอนได้น้อยกว่าจึงมีศักย์ไฟฟ้าสูงกว่า (ทำหน้าที่เป็นขั้วบวก) เมื่อศักย์ไฟฟ้าของทั้งสองขั้วต่างกัน อิเล็กตรอนจึงไหลจากขั้วที่มีศักย์ไฟฟ้าต่ำไปยังขั้วที่มีศักย์ไฟฟ้าสูง นั่นคืออิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากขั้วสังกะสีผ่านเครื่องวัดกระแสไฟฟ้าไปยังขั้วทองแดงเกิดเป็นกระแสอิเล็กตรอนขึ้น และในขณะเดียวกันจะมีกระแสไฟฟ้าซึ่งเป็นกระแสสมมติ ไหลจากขั้วทองแดงไปยังขั้วสังกะสี หรือจากขั้วบวกไปยังขั้วลบ อิเล็กตรอนหรือประจุลบจากแผ่นสังกะสีจะเคลื่อนที่ไปยังแผ่นทองแดง จนกระทั่งศักย์ไฟฟ้าของขั้วทั้งสองเท่ากัน หรือไม่มีความต่างศักย์ อิเล็กตรอนจึงจะหยุดเคลื่อนที่ แต่ที่อิเล็กตรอนยังคงไหลอยู่เรื่อย ๆ เนื่องจาก ไฮโดรเจนไอออน (H^+) ใน สารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งมีประจุบวกจะมารับอิเล็กตรอนที่ขั้วทองแดง เกิดเป็นก๊าซไฮโดรเจน (H_2) อยู่ตลอดเวลา จึงทำให้ประจุลบที่ขั้วทองแดงน้อยกว่าขั้วสังกะสีอยู่เสมอ ส่วนขั้วสังกะสีจะสึกกร่อนไปเรื่อย ๆ เพราะจะต้องแตกตัวและให้อิเล็กตรอนกับขั้วทองแดงอยู่ตลอดเวลาเช่นกัน

2.4.2. อิเล็กโทรไลซิส (Electrolysis)

กระบวนการอิเล็กโทรไลซิสเป็นกระบวนการเกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงทางเคมี โดยอาศัยพลังงานไฟฟ้าจากแหล่งภายนอก ส่วนประกอบที่สำคัญของไฟฟ้าเคมี ได้แก่ แหล่งกำเนิดไฟฟ้าจากภายนอก สารละลายอิเล็กโทรไลต์ และขั้วไฟฟ้าสองขั้ว (Bard & Faulkner, 1980)

แหล่งกำเนิดกระแสไฟฟ้าภายนอกเป็นส่วนที่ใช้เพื่อจ่ายกระแสไฟฟ้าซึ่งควบคุมปริมาณของกระแสไฟฟ้าหรือศักย์ไฟฟ้าที่ผ่านเข้าระบบตามที่กำหนด ส่วนสารละลายอิเล็กโทรไลต์ทำหน้าที่ส่งผ่านกระแสโดยผ่านทางไอออนต่าง ๆ ที่อยู่ในสารละลาย ซึ่งไอออนเหล่านี้จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการเดินทางของกระแสผ่านไปยังขั้วไฟฟ้าทั้ง 2 ขั้ว ในกระบวนการไฟฟ้าเคมี สมบัติของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพของปฏิกิริยาและกระบวนการ เช่น องค์ประกอบ ความเข้มข้น ค่าความเป็นกรด-ด่าง หรือแม้กระทั่งอุณหภูมิและขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้ว ซึ่งขั้วไฟฟ้าเกิดปฏิกิริยา เรียกว่า แอโนด ส่วนขั้วไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยารีดักชัน เรียกว่า แคโทด แสดงดังรูปที่ 2.9

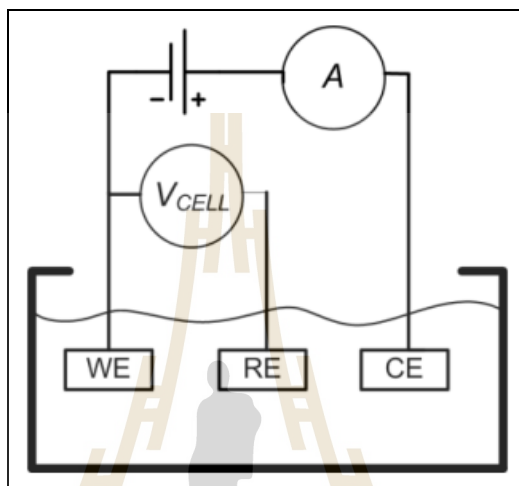


รูปที่ 2.9 กระบวนการอิเล็กโทรไลซิส

(ที่มา: <http://www.elatefrica.org/elate/chemistry/electrolysis/electrolysisintro.html>)

2.4.3. เซลล์ไฟฟ้าแบบสามขั้ว (three-electrode cell)

เซลล์ไฟฟ้าแบบ 3 ขั้ว เป็นอุปกรณ์พื้นฐานสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณเกี่ยวกับสมบัติสารกักตัวของวัสดุต่าง ๆ ซึ่งอุปกรณ์นี้จะถูกใช้ได้ในหลายรูปแบบที่เกี่ยวข้องกับการกักกร่อน แต่ก็สามารถนำมาใช้วัดค่าความสัมพันธ์ระหว่างกระแสและความต่างศักย์ของเซลล์ไฟฟ้าที่อยู่ในสารละลายได้เช่นกัน โดยส่วนประกอบของเซลล์ไฟฟ้าชนิดนี้แสดงดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 เซลล์ไฟฟ้าแบบสามขั้ว (three-electrode cell)

1) ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) เป็นชื่อสำหรับใช้เรียกขั้วไฟฟ้าที่จะถูกวัดค่าต่าง ๆ โดยปกติแล้วขั้วไฟฟ้าใช้งานนี้จะต้องมีพื้นที่ประมาณ 1 ตารางเซนติเมตร เพื่อความสะดวกในการใช้งาน โดยสามารถแปลงค่ากระแส (Measured current) ที่วัดได้ไปเป็นความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า (Current density) ได้เลย แต่ไม่จำเป็นที่จะต้องมีย่านเท่ากับ 1 ตารางเซนติเมตรก็ได้ ขึ้นอยู่กับขนาดของชิ้นงานที่สามารถเตรียมได้และจำเป็นต้องใช้ในแต่ละประเภทงาน สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งานสามารถเตรียมได้หลายวิธี โดยวิธีที่ง่ายที่สุด คือ การตัดชิ้นงานลงบนฐานรองที่ทำด้วยเรซินที่ทนทานต่อสารละลายที่ใช้ และต่อสายไฟออกมายังวงจรภายนอก เมื่อเกิดปฏิกิริยาเคมีและมีอิเล็กตรอนเกิดขึ้นในขั้ว อิเล็กตรอนนั้นก็จะถูกขับด้วยแหล่งจ่ายพลังงาน (Power Source) ไปยังขั้วไฟฟ้าคู่ใช้งาน ทำให้เกิดการครบวงจรและเกิดเป็นกระแสที่สามารถวัดได้ด้วยแอมป์มิเตอร์ ซึ่งกระแสที่วัดได้นี้จะเป็นตัวแทนของกระแสหรืออิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาในสารละลาย

2) ขั้วไฟฟ้าคู่ใช้งาน (Counter electrode) เป็นชื่อที่ใช้เรียกขั้วไฟฟ้าอีกประเภทหนึ่งที่ใช้ในเทคนิคนี้ โดยขั้วไฟฟ้านี้จะถูกออกแบบให้กระแสที่เกิดขึ้นในวงจรไหลผ่านได้และถูก

วัดออกมา ซึ่งจะไม่พิจารณาความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นระหว่างขั้วไฟฟ้าชนิดนี้กับขั้วไฟฟ้าใช้งาน โดยทั่วไปแล้วจะนิยมใช้แท่งคาร์บอน (Carbon rod) แต่สามารถใช้วัสดุอื่น ๆ ที่ไม่ก่อให้เกิดการเจือปนของไอออนในสารละลายแทนได้เช่นกัน ซึ่งแพลทินัม และทองคำเป็นที่นิยมนำมาใช้เช่นกัน รวมทั้งไทเทเนียมด้วย

3) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) โดยทั่วไปแล้วการทดลองด้วยเทคนิคนี้จะนิยมใช้ขั้วไฟฟ้าคาโลเมลอิ่มตัว (Saturated calomel electrode, SCE) หรือขั้วไฟฟ้าอิลเล็กโทรดแบบซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง โดยขั้วอ้างอิงนี้จะมีหลอดเงินต่อกับซิลเวอร์คลอไรด์และจุ่มซิลเวอร์คลอไรด์ลงในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride : KCl) ชนิดอิ่มตัว KCl นี้จะซึมผ่านรูเล็ก ๆ ที่ปลายของหลอดแก้วเพื่อสัมผัสกับสารละลายที่จะวัด การเชื่อมต่อระหว่างสารละลายทั้งสองนี้ เรียกว่า salt bridge รูที่เชื่อมต่อนี้มักจะมีสารเอสเบสต่อสหรือเซรามิก วางคั่นเอาไว้ เพื่อให้การไหลของ KCl คงที่ตลอดเวลาขณะทำการวัด ขั้วไฟฟ้าประเภทนี้ถูกสร้างขึ้นเพื่อสร้างความเสถียรให้กับการวัดค่าความต่างศักย์ในระบบ เนื่องจากเมื่อเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าคู่ใช้งานจะเกิดค่าความต่างศักย์ตกคร่อม ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง ทำให้การวัดค่าความต่างศักย์บริเวณนี้มีความคลาดเคลื่อน ดังนั้นการใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่วัดเฉพาะความต่างศักย์ของไอออนที่เกิดขึ้นในสารละลายแทนการวัด โดยตรงที่ขั้วทั้งสอง จะช่วยลดค่าความคลาดเคลื่อนได้ โดยขั้วไฟฟ้านี้จะต้องไม่มีกระแสที่เกิดขึ้นจากขั้วไฟฟ้าใช้งาน ไหลผ่าน ถ้ามีกระแสจากขั้วไฟฟ้าใช้งาน ไหลผ่านจะทำให้ค่าความต่างศักย์ที่วัดได้ไม่คงที่ ซึ่งเป็นเรื่องสำคัญสำหรับขั้วไฟฟ้าประเภทนี้ และสามารถแก้ไขได้ด้วยการนำโวลต์มิเตอร์ที่มีค่าอิมพีแดนซ์สูง ๆ มาต่อระหว่างขั้วไฟฟ้าอ้างอิงและขั้วไฟฟ้าใช้งาน เพื่อป้องกันไม่ให้กระแสไหลย้อนมาทางขั้วไฟฟ้าอ้างอิง แต่ข้อควรระวัง คือ ขั้วเปรียบเทียบที่ใช้ต้องเป็นชนิดเดียวกับอิลเล็กโทรดในขั้วแก้ว นอกจากนี้ความเข้มข้นของสารละลาย KCl ในอิลเล็กโทรดอ้างอิงต้องเท่ากับในขั้วแก้วด้วย

โดยการใช้เทคนิคนี้ กระแสที่เกิดขึ้นจะไหลระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานกับขั้วไฟฟ้าคู่ใช้งานและถูกวัดออกมาด้วยแอมป์มิเตอร์ สำหรับความต่างศักย์จะถูกวัดระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงโดยอาศัยโวลต์มิเตอร์ โดยแอมป์มิเตอร์จะต้องมีความสามารถในการอ่านค่าได้ละเอียดถึงระดับไมโครแอมป์เป็นอย่างน้อย ในขณะที่โวลต์มิเตอร์จะต้องกันกระแสที่เกิดขึ้นจากการทดลองไม่ให้เข้ามารบกวนการวัดค่าความต่างศักย์ตลอดการทดลอง โดยทั่วไปแล้วจะนิยมใช้โพเทนทิโอมิเตอร์ (potentiometer) เพื่อป้องกันความคลาดเคลื่อนดังกล่าว แต่อย่างไรก็ตาม เครื่องมือวัดแบบดิจิตอลสมัยใหม่ (modern digital meter) ก็มีความสามารถในการวัดที่ให้ค่าความถูกต้องได้ใกล้เคียงกับโพเทนทิโอมิเตอร์

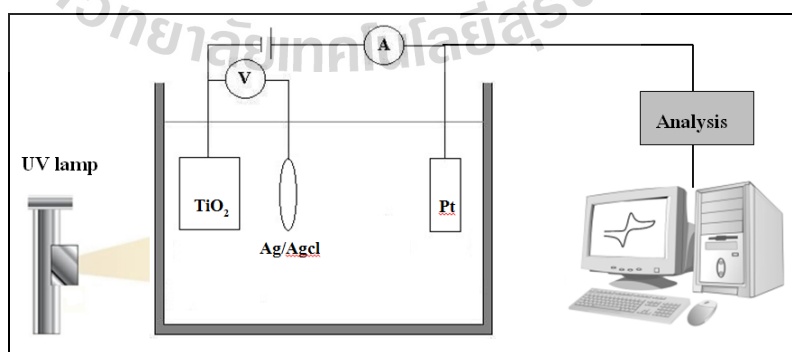
4) สารละลาย (electrolyte) ทำหน้าที่เป็นสะพานเกลือ (salt bridge) ให้กับระบบไฟฟ้าเคมี โดยทั่วไปแล้วการเลือกใช้สารละลายนั้น ไม่จำเป็นต้องคำนึงถึงปัจจัยอื่นมากมาย เพียงแค่

เป็นสารที่สอดคล้องกับการทดลองที่ต้องการเท่านั้นและที่สำคัญคือ สารละลายนั้นจะต้องแตกตัวเป็นไอออนบวกและไอออนลบเมื่ออยู่ในน้ำเพื่อให้เซลล์ไฟฟ้าเคมีเกิดเป็นวงจรปิด และสามารถเกิดการนำไฟฟ้าได้

ชุดอุปกรณ์ไฟฟ้า (source of potential) เป็นแหล่งพลังงานที่ทำให้ขั้วไฟฟ้าใช้งานเกิดปฏิกิริยา โดยทั่วไปสำหรับนักวิทยาศาสตร์ที่ทดลองเกี่ยวกับการกัดกร่อนมักจะใช้เครื่องโพเทนทิโอสแตต (potentiostats) ที่มีขายทั่วไปเป็นแหล่งพลังงาน ซึ่งเครื่องโพเทนทิโอสแตตจะให้ความต่างศักย์ที่มีค่าเปลี่ยนแปลงเป็นช่วง ไปยังขั้วไฟฟ้าใช้งานและจะทำให้เกิดการไหลของกระแส และในขณะที่เดียวกันก็จะทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าอ้างอิง

2.5. กระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส (Photoelectrocatalysis)

กระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส (Photoelectrocatalysis) นั้นจะมีหลักการคล้ายกระบวนการกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส (Photocatalysis) โดยได้นำเซลล์ไฟฟ้าแบบ 3 ขั้วเข้ามาาร่วมด้วย กล่าวคือ มีขั้วไฟฟ้าใช้งานเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ แพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้ารวม โดยจะมีการให้พลังงานแสง เช่น แสงจากรังสีอัลตราไวโอเลตเพื่อกระตุ้นให้เกิดอิเล็กตรอนและที่ว่างของอิเล็กตรอน สุดท้ายเกิดเป็นเรดิคอลที่มีความสามารถในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้สูง จากนั้นจะทำการจ่ายศักย์ไฟฟ้าให้กับขั้วไฟฟ้าใช้งาน เพื่อช่วยเร่งให้การออกซิไดซ์สารอินทรีย์นั้นเป็นไปอย่างสมบูรณ์มากขึ้น เมื่อมีการจ่ายศักย์ไฟฟ้าจะทำให้เกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าคู่ใช้งานขึ้น เกิดเป็นความต่างศักย์คร่อมขั้วไฟฟ้าทั้งสอง ส่งผลให้การวัดค่าความต่างศักย์นั้นมีค่าคลาดเคลื่อนไป จึงใช้ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเพื่อสร้างความเสถียรให้กับการวัดค่าความต่างศักย์ในระบบแสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 กระบวนการ โฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส (Photoelectrocatalysis)

2.5.1. การวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส

ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสนั้น จะต้องประกอบด้วยเซลล์ไฟฟ้า 3 ชั้น ต่อเข้ากับ เครื่องจ่ายความต่างศักย์ไฟฟ้าจะสามารถวัดค่า กระแสไฟฟ้าเมื่อมีการฉายแสงไปยังตัวเร่งปฏิกิริยาได้ออกมาเป็น photocurrent: I_{ph} และเมื่อ กล่าวถึงการออกซิไดซ์สารประกอบอินทรีย์ที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้า สามารถแสดงได้ดังสมการที่ 2.16



การหาค่าซีโอดีนี้จะอาศัยกฎของฟาราเดย์ (Faraday's law) ซึ่งสามารถใช้หาความเข้มข้น ของสารอินทรีย์ในน้ำ

$$Q = \int I_{ph} dt = nFVC \quad (2.17)$$

โดยที่ I_{ph} คือกระแสไฟฟ้าขณะมีการฉายแสง (photocurrent) ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ t คือเวลาที่เกิดขึ้น Q คือปริมาณประจุไฟฟ้า n คือจำนวนอิเล็กตรอนที่เปลี่ยนไป F คือค่าคงที่ของ ฟาราเดย์ V คือปริมาตร และ C คือความเข้มข้นของสารอินทรีย์

สมการการแตกตัวของออกซิเจน ($O_2 + 4H^+ + 4e^- \longrightarrow 2H_2O$) จะได้ว่า O_2 1 โมล ให้ $4e^-$ ซึ่งเมื่อแทนค่าในสมการ 2.17 จะได้ค่าความเข้มข้นออกซิเจน ซึ่งเทียบเท่ากับได้ค่าซีโอดี ดังสมการ 2.18

$$\begin{aligned} \text{COD (mg/L of } O_2) &= \left(\frac{nC}{4}\right) \times 32,000 \\ &= \left(\frac{Q}{4FV}\right) \times 32,000 = KQ \end{aligned} \quad (2.18)$$

ดังนั้นจะได้ว่า

$$\text{COD}_{\text{total}} = KQ_{\text{net}} \quad (2.19)$$

กล่าวคือ เมื่อสารอินทรีย์ในน้ำถูกออกซิไดซ์ จะมีการให้พลังงานไฟฟ้าออกมาในรูปกระแสไฟฟ้า (I_{ph}) นำค่ามาสร้างกราฟความสัมพันธ์กับเวลา จะพบว่า พื้นที่ใต้กราฟ จะให้ค่า Q ตามสมการ 2.17 และสามารถหาค่าซีโอดีได้จากสมการ 2.19 โดยที่ $K = \frac{32,000}{4FV}$

2.6. มลพิษน้ำ

มลพิษน้ำ (water pollution) หมายถึง การที่น้ำตามธรรมชาติถูกทำให้มีคุณสมบัติเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมจนไม่สามารถใช้ประโยชน์จากน้ำนั้นได้ หรือเป็นอุปสรรคต่อการใช้ประโยชน์จากน้ำในแหล่งน้ำ มลพิษทางน้ำที่เกิดขึ้น และปรากฏให้เห็น ได้แก่ น้ำในแหล่งน้ำเดิมซึ่งมีลักษณะเป็นธรรมชาติเกิดเปลี่ยนแปลง มีกลิ่นเหม็น มีสีค้ำ ซึ่งเรียกกันโดยทั่วไปว่า “น้ำเน่า”

ส่วนน้ำเสีย ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรมฉบับที่ 2 (พ.ศ.2539) เรื่องกำหนดคุณลักษณะของน้ำทิ้งที่ระบายออกจากโรงงาน ใช้ควบคุมการปล่อยน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม โดยอาศัยการวัดความสกปรกของน้ำเสียที่นิยมวัดพารามิเตอร์ต่างๆที่สำคัญโดยได้นิยามความหมายของน้ำทิ้ง ว่าเป็นน้ำเสียที่เกิดจากการประกอบกิจการโรงงานอุตสาหกรรมที่ระบายลงสู่แหล่งน้ำสาธารณะหรือออกสู่สิ่งแวดล้อมและให้ความหมายรวมถึงน้ำเสียจากการใช้น้ำของโรงงาน รวมทั้งจากกิจกรรมอื่นในโรงงานอุตสาหกรรม เช่น น้ำที่ปนเปื้อนด้วยเชื้อโรคและน้ำที่ปนเปื้อนด้วยโลหะหนักหรือสารพิษ ซึ่งไม่สามารถสังเกตถึงการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพได้ ซึ่งเรียกโดยทั่วไปว่า “น้ำเสีย”

2.6.1. แหล่งกำเนิดน้ำเสีย

สำหรับแหล่งที่มาของมลพิษน้ำ ส่วนใหญ่มาจากน้ำเสียของแหล่งชุมชน จากกิจกรรมสำหรับการดำรงชีวิตของคนเรา เช่น อาคารบ้านเรือน หมู่บ้านจัดสรร คอนโดมิเนียม โรงแรม ตลาดสด โรงพยาบาล เป็นต้น และน้ำเสียจากกิจกรรมอุตสาหกรรม ได้แก่ น้ำเสียจากขบวนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรมรวมทั้งน้ำหล่อเย็นที่มีความร้อนสูง และน้ำเสียจากห้องน้ำห้องส้วมของโรงงานด้วย สิ่งสกปรกในน้ำเสียจะเป็นพวกสารเคมีที่เป็นพิษและพวกโลหะหนักต่าง ๆ รวมทั้งพวกสารอินทรีย์ต่าง ๆ ที่มีความเข้มข้นสูงด้วย ซึ่งมาจากแหล่งต่าง ๆ ดังนี้

1) สิ่งปฏิกูลจากบ้านเรือน

ที่อยู่อาศัยของคนที่อยู่รวมกันเป็นชุมชนเป็นย่านที่อยู่อาศัย และย่านการค้าขาย ในอาณาบริเวณดังกล่าวนี้ ย่อมจะมีน้ำทิ้งจากการอุปโภคและบริโภค เช่น น้ำจากการซักล้างและการทำครัว น้ำจากส้วมที่ไม่ได้ผ่านการบำบัดให้มีคุณภาพตามมาตรฐานและอยู่ไม่ไกลจากแม่น้ำลำคลอง น้ำทิ้งเช่นนี้จะทำให้เกิดน้ำเน่าน้ำเสียได้

2) สิ่งปลูกิจจากการเกษตรกรรม

ในการเพาะปลูกปัจจุบันนี้ เกษตรกรใช้สารเคมีมากขึ้น เช่น ปุ๋ย สารเคมีกำจัดศัตรูพืช ซึ่งบางชนิดสลายด้วยยาก สารอาจจะตกค้างอยู่ตามพืชผักผลไม้ ก่อให้เกิดอันตรายแก่ผู้บริโภค และบางส่วนอาจจะกระจายอยู่ตามพื้นดิน เมื่อฝนตกน้ำฝนจะชะล้างสิ่งเหล่านี้ลงแม่น้ำลำคลอง เป็นเหตุให้กุ้ง ปลา หอย ปู และสัตว์น้ำอื่น ๆ เป็นอันตรายถึงตายได้ ถ้าสัตว์น้ำได้รับสารเคมีบางชนิดในปริมาณไม่มากก็อาจสะสมอยู่ในตัวสัตว์ เมื่อคนจับสัตว์น้ำเหล่านี้มาทำอาหาร สารเคมีนั้นก็จะเข้าไปสะสมอยู่ในร่างกายของคนอีกทอดหนึ่งบริเวณเพาะปลูกอาจมีมูลสัตว์ปนอยู่ เมื่อฝนตกหรือเมื่อใช้น้ำรดพืชผักผลไม้ น้ำก็จะชะล้างสิ่งปลูกิจ คือมูลสัตว์นี้ลงสู่แม่น้ำลำคลอง ในมูลสัตว์อาจมีเชื้อโรคและพยาธิปนอยู่เป็นเหตุให้ผู้ใช้แม่น้ำลำคลอง ได้รับเชื้อ โรคจากสิ่งปลูกิจนั้น ได้

3) สิ่งปลูกิจจากการอุตสาหกรรม

โรงงานอุตสาหกรรมทั่วไปใช้น้ำในปริมาณมากน้อยต่างกัน น้ำที่ใช้ทำความสะอาดเครื่องมือและพื้นที่ในโรงงานและน้ำทิ้งจากโรงงาน จะเป็นน้ำเสียไหลลงสู่แม่น้ำ ลำคลอง บางโรงงานอาจมีวัสดุเหลือจากผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมบางประเภทปนไปกับน้ำทิ้งทั้งหมดนี้ เป็นเหตุให้น้ำในแม่น้ำลำคลองเน่า สังกัดเหม็น มีสารพิษปะปนอยู่กลายเป็นมลภาวะที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมบริเวณนั้น น้ำมันจากโรงงานอุตสาหกรรมก็มีส่วนทำความเสียหายต่อสิ่งแวดล้อม หากใช้น้ำมันโดยขาดความระมัดระวัง เช่น การเทน้ำมันหล่อลื่นที่ใช้แล้วลงน้ำ ตลอดจนการทำความสะอาดโรงงาน น้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมที่ปล่อยลงแม่น้ำลำคลองเช่นนี้ จะมีคราบน้ำมันลอยเป็นฝ้าทำให้ก๊าซออกซิเจนในอากาศไม่สามารถจะละลายลงไปในน้ำมีผลทำให้สิ่งมีชีวิตที่อาศัยอยู่ในน้ำขาดก๊าซออกซิเจน ยิ่งกว่านั้นถ้ามีคราบน้ำมันคลุมผิวพื้นน้ำ แสงแดดส่องลอดลงไปได้ น้ำไม่ได้ ทำให้พืชในน้ำบางชนิดไม่สามารถสร้างอาหารและเจริญเติบโต แล้วยังมีผลเสียต่อเนื่องทำให้สัตว์ในน้ำตายด้วยเพราะพืชเล็ก ๆ ในน้ำ ซึ่งเป็นอาหารของสัตว์ตายเพราะน้ำเสีย

2.6.2. ประเภทของน้ำเสีย

ลักษณะของน้ำเสียโดยทั่วไปมี 3 ลักษณะ คือ ลักษณะน้ำเสียทางกายภาพ ลักษณะน้ำเสียทางเคมี และลักษณะน้ำเสียทางชีววิทยา

1) ลักษณะน้ำเสียทางกายภาพ

ลักษณะน้ำเสียทางกายภาพ คือ สสารที่อยู่ในน้ำเสียที่จำแนกออกได้ในรูปของของแข็งในฟอร์มต่างๆ กลิ่น อุณหภูมิ สี และความขุ่น

2) ลักษณะน้ำเสียทางเคมี

ลักษณะน้ำเสียทางเคมี คือ สสารที่อยู่ในน้ำเสียที่จำแนกออกได้ในรูปของสารอินทรีย์ (organics) เช่น คาร์โบไฮเดรต โปรตีน ไขมันและน้ำมัน นิยมทำการตรวจวัดปริมาณ

สารอินทรีย์ในรูปของ BOD, COD, และ TOC และสารอนินทรีย์ (inorganic) เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง คลอไรด์ ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส ซัลเฟอร์ โลหะหนักและก๊าซละลายน้ำ

3) ลักษณะน้ำเสียทางชีววิทยา

ลักษณะน้ำเสียทางชีวภาพ คือ น้ำเสียที่มีส่วนประกอบทางชีวภาพ เช่น แบคทีเรีย รา สาหร่าย โปรโตซัว ไวรัส เป็นต้น

2.7. ซีโอดี

Chemical Oxygen Demand หรือที่เรียกสั้น ๆ ว่า COD นั้น เป็นค่าความต้องการออกซิเจนของน้ำที่หาได้โดยวิธีทางเคมี หรือเป็นค่าที่แสดงถึงความสกปรกของน้ำเสีย ปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดในน้ำทิ้งที่จุลินทรีย์สามารถย่อยสลายได้และย่อยสลายไม่ได้ เนื่องจากการหาค่าซีโอดีเป็นวิธีที่ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วเพียง 2-3 ชั่วโมง ทำให้สามารถแก้ไขข้อผิดพลาดและควบคุมระบบได้อย่างทันทั่วทั้งที่ เมื่อเปรียบเทียบกับการวัดในรูปแบบของค่าบีโอดี (BOD) ซึ่งต้องใช้ระยะเวลาถึง 5 วัน จึงจะสามารถวิเคราะห์ผลได้ นอกจากนี้การวิเคราะห์ค่าซีโอดียังสามารถวิเคราะห์ได้ในน้ำตัวอย่างทุกชนิด แม้จะเป็นน้ำตัวอย่างในกลุ่มโรงงานอุตสาหกรรมที่มีสารพิษหรือสารที่สามารถฆ่าเชื้อ (Antibiotic) ที่เจือปนอยู่ ซึ่งในกรณีดังกล่าว ไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณสารอินทรีย์ปนเปื้อนได้ด้วยการวิเคราะห์บีโอดี (สุวิทย์ โชควิชิตกุล และคณะ, 2011)

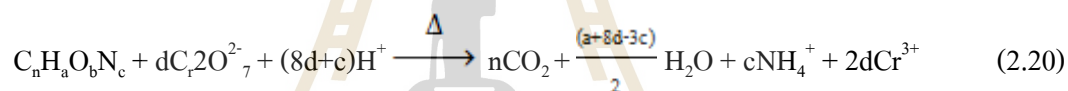
สารละลายที่สามารถใช้ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีมีหลายชนิด แต่ที่นิยมใช้กันมากคือ โพแทสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate) เนื่องจากเป็นสารเคมีที่มีราคาไม่แพงมาก สามารถออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้หลายชนิด และสามารถออกซิไดซ์จนเกือบสมบูรณ์ อีกทั้งวิธีการวัดปริมาณไดโครเมตที่เกินพอสามารถทำได้ง่ายและให้ผลที่แน่นอน ซึ่งการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีเป็นวิธีการวัดปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ต้องการใช้ในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ในน้ำทางเคมีให้เป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยอาศัยหลักการว่าสารอินทรีย์เกือบทั้งหมดสามารถที่จะถูกออกซิไดซ์โดยตัวเดิมออกซิเจนอย่างแรงภายใต้สภาวะที่เป็นกรด วิธีการวิเคราะห์ซีโอดีที่เป็นวิธีมาตรฐานมี 3 วิธีคือ วิธีการรีฟลักซ์แบบเปิดโดยการไตเตรต (Open Reflux, Titrimetric Method), วิธีการรีฟลักซ์แบบปิดโดยการไตเตรต (Close Reflux, Titrimetric Method) และวิธีการรีฟลักซ์แบบปิดโดยการวัดสี (Close Reflux, Colorimetric Method)

2.7.1. หลักการวิเคราะห์ซีโอดีด้วยวิธีมาตรฐานไดโครเมต

สารอินทรีย์ส่วนใหญ่สามารถถูกออกซิไดซ์ได้ด้วยตัวออกซิไดซ์ที่รุนแรง ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีจะใช้โปแตสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate : $K_2Cr_2O_7$) เป็นตัวออกซิไดซ์ในสารละลายกรดซัลฟูริก โดยใช้ซิลเวอร์ซัลเฟตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในสภาวะที่ร้อนและมีความเป็นกรดสูง สารผสมระหว่างกรดโครมิก และกรดซัลฟูริก จะออกซิไดซ์สารประกอบอินทรีย์ในสารละลาย ซึ่งสารละลายผสมนี้มีความสามารถในการออกซิไดซ์สูงมากในสภาวะที่ร้อน



สารละลายโปแตสเซียมไดโครเมตที่ทราบปริมาณและความเข้มข้นที่แน่นอน ถูกเติมลงในน้ำตัวอย่างในปริมาณที่มากพอ ทำการย่อยที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในสภาวะปิด สารละลายที่มีสภาพเป็นกรดเข้มข้น ซึ่งเติมสารละลายโปแตสเซียมไดโครเมตในปริมาณมากพอที่จะทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ดังสมการที่ 2.20



หลังจากย่อยแล้วปริมาณของสารละลายโปแตสเซียมไดโครเมตที่เหลือ (ยังไม่ถูกรีดิวซ์) จะถูกไทเทรตกับสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต โดยใช้เฟอร์โรอินเป็นอินดิเคเตอร์ เพื่อหาปริมาณของสารละลายโปแตสเซียมไดโครเมตที่ถูกในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ดังสมการที่ 2.21



2.7.2. สารละลายมาตรฐานซีโอดี

สารละลายที่ใช้เป็นมาตรฐานสำหรับการตรวจสอบวิธีการวิเคราะห์และการดำเนินการวิเคราะห์นั้น มีหลายชนิดแต่ที่ใช้กัน โดยทั่วไปมี 2 ชนิด คือ กลูโคส (Glucose) และ โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (Potassium Hydrogen Phthalate)

1) กลูโคส (Glucose)

เมื่อนำกลูโคสมาทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมไดโครเมตตามวิธีการหาค่าซีโอดี กลูโคสจะถูกออกซิไดซ์อย่างสมบูรณ์ ตามทฤษฎีจะได้ผลิตภัณฑ์คือน้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ดังสมการที่ 2.22



2) โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (Potassium Hydrogen Phthalate)

เมื่อนำโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (Potassium Hydrogen Phthalate) มาทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมไดโครเมตตามวิธีการหาค่าซีโอดี โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลทจะถูกออกซิไดซ์อย่างสมบูรณ์ตามทฤษฎีได้ผลิตภัณฑ์คือ โพแทสเซียมออกไซด์ น้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเมื่อเทียบกับการใช้ออกซิเจนในการออกซิไดซ์จะได้ดังสมการที่ 2.23



2.8. งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.8.1. การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์

ปัจจุบัน ได้มีการปรับปรุงโครงสร้างและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนด้วยวิธีการต่าง ๆ ให้มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้น ซึ่งการพัลส์เป็นวิธีการหนึ่งที่ได้นำมาใช้กัน (Han, Choi, Zhao, Baik, & Lee, 2007) ซึ่งได้มีศึกษาผลของสารละลายอิเล็กโทรไลต์และการจ่ายศักย์ไฟฟ้าแบบพัลส์ด้วยวิธีการแอโนไดซ์ ในด้านสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้เป็นแอมโมเนียมฟลูออไรด์ (Ammonium fluoride : NH_4F) และกลีเซอรอล (Glycerol) พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีส่วนผสมของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ในกลีเซอรอลมีรูปร่างและขนาดรูพรุนเล็กกว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้แอมโมเนียมฟลูออไรด์เพียงอย่างเดียว และในด้านการใช้ศักย์ไฟฟ้าแบบพัลส์นั้น พบว่าขนาดของรูพรุนเล็กลง ความหนาแน่นกระแสที่ถูกกระตุ้นจากแสงยังมีค่าเพิ่มขึ้นอีกด้วย (Chanmanee et al., 2007) ในด้านการย่อยสลายสีเมทิลีนบลูและการฆ่าเชื้อแบคทีเรียด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์ โดยระหว่างการแอโนไดซ์จะแบ่งการทดลองให้มีการกวนสารละลายอิเล็กโทรไลต์และไม่กวนร่วมด้วย ซึ่งพบว่าเมื่อมีการกวนในระหว่างแอโนไดซ์นั้น ความยาวของท่อจะเพิ่มขึ้น เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อมีขนาดเล็กลง แต่จะให้รูปร่างลักษณะของท่อที่ไม่เป็นระเบียบ ส่วนในด้านการย่อยสลายของสีเมทิลีนบลูนั้น พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการกวนนั้นให้ประสิทธิภาพดีที่สุด ซึ่งหมายความว่ารูปร่างที่ไม่เป็นระเบียบนั้นไม่ส่งผลต่อการย่อยสลายของสี แต่ในด้านการฆ่าเชื้อโรคด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นจะแบ่งปฏิกิริยาออกเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนแรกจะเป็นการทำลายเยื่อหุ้มภายนอกของเซลล์แบคทีเรีย ในขั้นตอนนี้ปฏิกิริยาจะเกิดอย่างช้า ๆ และเมื่อเยื่อหุ้มภายนอกเซลล์ถูกทำลายแล้วจะเข้าสู่ขั้นตอนที่ 2 คือการทำลายเซลล์นั้น ๆ ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดในขั้นตอนนี้จะเกิดอย่างรวดเร็ว (Sunada, Watanabe, & Hashimoto, 2003) ซึ่งตรงกับผลการทดลองที่พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้นั้นจะใช้เวลาในขั้นตอนแรก 2 – 3 ชั่วโมง และ 30 นาที ถึง 1 ชั่วโมงในขั้นตอนที่สอง และยังให้ประสิทธิภาพในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียมากถึง 95% (Chang, Lee, Chen, Liu, & Weng, 2011)

ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์นั้น นอกจากขนาดของรูพรุนที่เล็กกว่าวิธีการแอโนไดซ์แบบธรรมดาแล้ว ยังทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นโครงสร้างลักษณะไม้ไผ่ (Bamboo-type) ซึ่งข้อดีโครงสร้างลักษณะไม้ไผ่คือทำให้มีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นเมื่อเทียบกับลักษณะท่อที่เกิดขึ้นแบบปกติ (Roy, Berger, & Schmuki, 2011) และยังปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแสงที่มากขึ้นอีกด้วย (Xie et al., 2012)

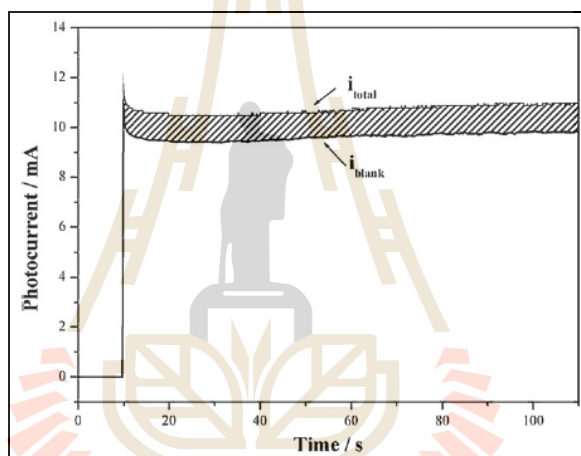
2.8.2. การวิเคราะห์ซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส

การวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโทรเคมีคอล (Photoelectrochemical) นั้น ได้ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบผงเคลือบบนกระจก ITO (Indium Titanium Oxide : ITO) จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความหนาของรูพรุนประมาณ 1 ไมโครเมตร (Zhao, Jiang, Zhang, Catterall, & John, 2004) จากนั้นได้ทำการประกอบเป็น Reactor ขึ้น โดยติดตั้งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ระยะห่าง 0.10 มิลลิเมตร และ 0.18 มิลลิเมตร เพื่อทำการวัดค่าซีโอดี สารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการหาค่าซีโอดีคือ Potassium hydrogen phthalate (KHP) พบว่าที่ 0.10 มิลลิเมตร มีประสิทธิภาพดีกว่าที่ 0.18 มิลลิเมตร พลังงานที่เลือกในการใช้ คือ UG5 มีช่วงของความยาวคลื่นอยู่ที่ 220 – 420 นาโนเมตร ค่าความเป็นกรด – ด่างที่เหมาะสมควรอยู่ในช่วง 4 – 10 และเมื่อทดลองกับน้ำเสียจริง โดยใช้วิธีการโฟโตอิเล็กโทรเคมีคอล เทียบกับวิธีมาตรฐาน (ไดโครเมตเมมธอด) พบว่ามีค่าใกล้เคียงกันมาก ซึ่งให้ค่า $R^2 = 0.992$ จากทั้งหมด 28 ตัวอย่าง (S. Zhang, Zhao, Jiang, & John, 2004) จากนั้นได้มีการพัฒนาไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อขนาดนาโน (TiO_2 nanotubes) ด้วยการเตรียมในสารละลายฟอสเฟตที่มีส่วนประกอบของฟลูออไรด์ไอออนอยู่ด้วย โดยใช้แผ่นไทเทเนียมที่มีความหนา 0.1 มิลลิเมตรเป็น working electrode ใช้แพลทินัม (Pt) เป็น counter electrode และใช้ Ag/AgCl เป็น reference electrode โดยมีการควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้า ค่าความเป็นกรด – ด่างและระยะเวลา จนทำให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อขนาดนาโน ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 40 – 100 นาโนเมตร และมีความยาวในช่วง 100 นาโนเมตร ถึง 4 ไมโครเมตร (Tsuchiya et al., 2005) โดยให้ผลที่สอดคล้องกับค่าซีโอดีที่หาได้ด้วยวิธีการโฟโตคะตะไลซิส ซึ่งสารละลายมาตรฐานซีโอดีที่ใช้จะเป็นกลูโคสที่มีโครเมียม +6 ผสมอยู่ด้วย เมื่อทำการทดลองพบว่าโครเมียม +6 สามารถลดให้เหลือโครเมียม +3 ได้ดีที่สุดที่สภาวะค่าความเป็นกรด – ด่างเท่ากับ 0.7 และอุณหภูมิเท่ากับ 60 องศาเซลเซียส (J. Li, Li, Zheng, Xian, & Jin, 2006)

นอกจากวิธีการโฟโตอิเล็กโทรเคมีคอลและวิธีการโฟโตคะตะไลซิสที่กล่าวมาแล้ว การหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสยังเป็นทางเลือกหนึ่งที่สามารถทำได้ และยังให้ผลการทดลองที่แม่นยำอีกด้วย โดยได้ทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชันที่สภาวะต่างกัน พบว่า สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีความเข้มข้น 1% HF เมื่อทำการแอโนไดเซชันที่ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 20 โวลต์ เป็นเวลา 5 นาที และอุณหภูมิในการเผาเท่ากับ 450 องศาเซลเซียส เป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุด สามารถวิเคราะห์หาค่าซีโอดีได้ตั้งแต่ 0 – 850 mg/L (J. Zhang et al., 2009) ส่วนในด้านกร่อยสลายนี้อย่างอื่น ๆ นั้น ได้มีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ได้ไปทำการย่อยสลาย Reactive Brilliant Red และเมทิลออเรนจ์ด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส พบว่าสีสองสามารถย่อยสลายได้มากกว่าร้อยละ 50 (Hua, Zhang, Ma, Li,

& Wang, 2009; L. Li et al., 2012) ส่วนไทเนียมไดออกไซด์ที่ถูกเตรียมขึ้นจากกระบวนการอื่น ๆ นอกจากกระบวนการแอนโนไดเซชันนั้น เมื่อนำมาวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส พบว่าค่าซีโอดีออกมานั้นมีค่าใกล้เคียงกับวิธีมาตรฐานไดโครเมต

ในการหาค่าซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส นั้น ได้มีการทดลองโดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลตมาเป็นตัวแทนน้ำเสียในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดี (C. Wang et al., 2013) เนื่องจากสารละลายมาตรฐานชนิดนี้เป็นสารละลายที่ออกซิไดซ์ยากเหมาะสำหรับการทดลองแบบ Nonexhaustive (ไม่สิ้นสุด) แสดงดังรูปที่ 2.12 ดังนั้นกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการทดลองจะคงที่ตลอดเวลาทั้งสารละลายมาตรฐานและแบลงค์ เนื่องจากการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำไม่สมบูรณ์



รูปที่ 2.12 การวัดซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสแบบ Nonexhaustive

จากนั้นจะทำการหาพื้นที่ใต้กราฟระหว่างสารละลายมาตรฐานและแบลงค์ (Q_{net}) แล้วทำการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าซีโอดีที่ได้จากการเตรียมทางทฤษฎีและค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) ซึ่งวิธีนี้จะต้องใช้ค่าความเข้มข้นซีโอดีหลาย ๆ ความเข้มข้นเพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน และจากบทความพบว่าสามารถหาค่าซีโอดีได้แม่นยำ ให้ค่า R^2 สูงถึง 0.9915 ที่ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต 20 – 280 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งได้ทำการทดลองกับสารละลายมาตรฐานซีโอดีต่าง ๆ เช่น กลูโคส กรดแลคติก เป็นต้น รวมถึงยังทำการทดลองโดยใช้น้ำเสียจริงที่ความเข้มข้นต่าง ๆ อีกด้วย

บทที่ 3

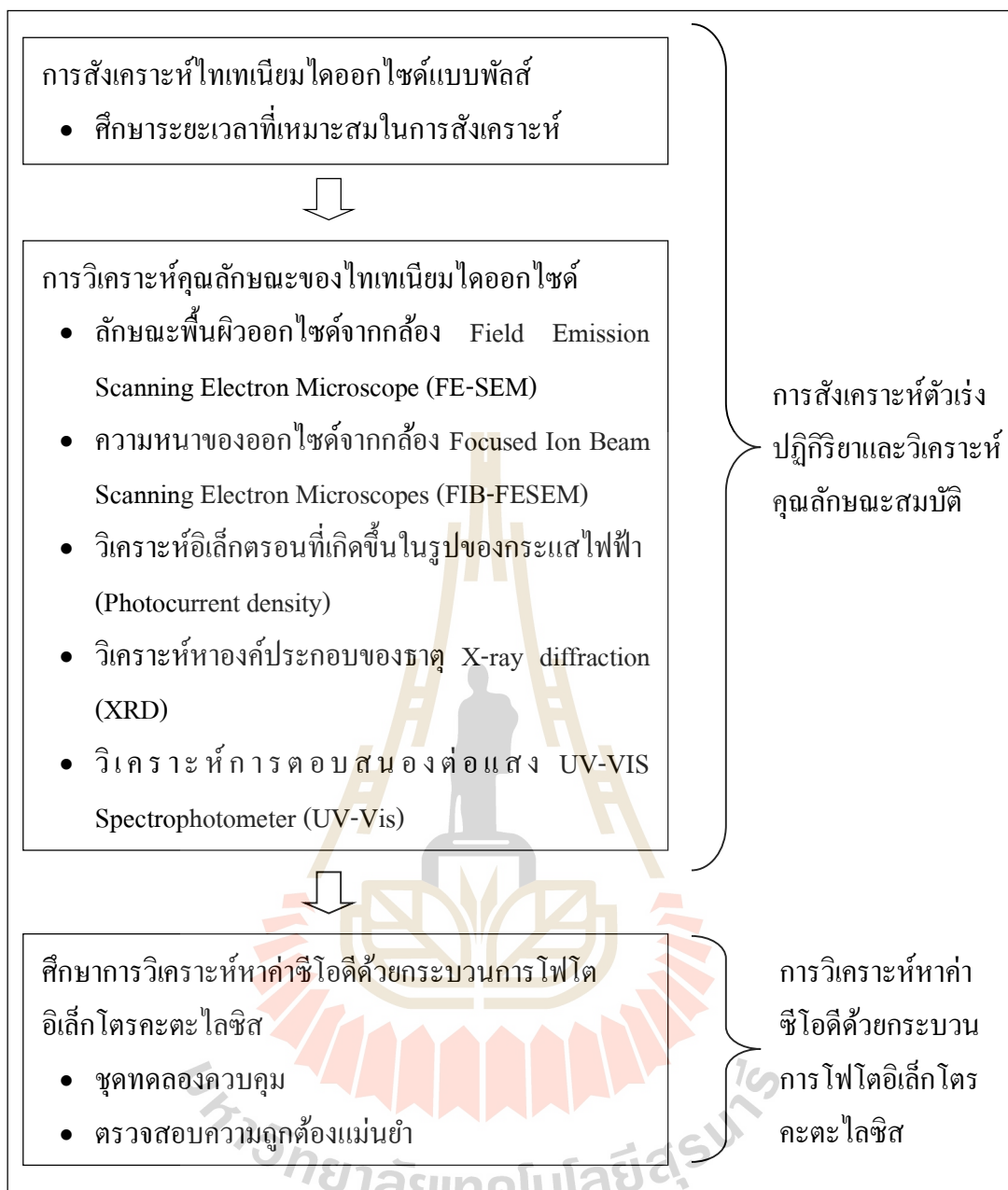
วิธีดำเนินงานวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการศึกษาทดลองเพื่อหาแนวทางในการนำกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส ซึ่งเป็นหนึ่งในเทคโนโลยีขั้นสูงมาประยุกต์ใช้ในงานด้านวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ในการวิจัยครั้งนี้มุ่งเน้นไปที่การวิเคราะห์หาค่าซีโอดี ซึ่งการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามวิธีมาตรฐาน นั้น มีการใช้สารเคมีหลายชนิด และบางชนิดเป็นสารเคมีอันตราย เช่น H_2SO_4 เป็นกรดชนิดเข้มข้น มีความสามารถในการกัดกร่อนสูง นอกจากนี้ยังมีการใช้สารเคมีที่มีราคาแพง เช่น Ag_2SO_4 และ Hg_2SO_4 เป็นต้น ทั้งหมดนี้ถือได้ว่าเป็นข้อดีของการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามวิธีมาตรฐาน การศึกษาในครั้งนี้ได้นำไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นรูปท่อขนาดนาโนเมตร นำมาใช้เป็นตัวเร่งในกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส เพื่อทดลองหาค่าซีโอดี

สถานที่ทำการศึกษานี้ได้ทำการทดลอง ณ ห้องปฏิบัติการสิ่งแวดล้อม อาคารเครื่องมือ 4 อาคารเครื่องมือ 5 และอาคารเครื่องมือ 11 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา วิธีการวิจัยแบ่งเป็นสองส่วน ดังรูปที่ 3.1 ส่วนแรกเป็นการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียม โดยการแอโนไดเซชันแบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และส่วนที่สองเป็นการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มาเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

3.1. การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์โดยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโนสามารถทำได้โดยกระบวนการแอโนไดเซชัน ซึ่งเป็นเทคนิคที่ทำให้เกิดออกไซด์บนพื้นผิวหน้าของไทเทเนียม มีลักษณะเป็นท่อนาโน (Nanotubes) กระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียม เกิดจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าเป็นจังหวะจากแหล่งกำเนิดไปสู่อิเล็กโทรดเคมีไฟฟ้า (Electrodechemical cell) ซึ่งประกอบด้วยสองขั้วไฟฟ้า คือ ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) และขั้วไฟฟ้าร่วม (Counter electrode) เพื่อให้เกิดการก่อตัวของออกไซด์บนพื้นผิวแผ่นไทเทเนียม โดยออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีรูปแบบลักษณะที่แตกต่างกันออกไปตามแต่ชนิดของตัวกลาง และสถานะในการสังเคราะห์



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการศึกษาวิจัย

โดยขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันนั้น จะใช้แผ่นไทเทเนียมบริสุทธิ์ 99.5% หนา 0.25 มิลลิเมตร ตัดด้วยกรรไกรให้ได้ขนาด 1 x 4 เซนติเมตร หรือมีพื้นที่รวม 4 ตารางเซนติเมตร โดยจุ่มแผ่นไทเทเนียมในสารละลายนำไฟฟ้าให้มีพื้นที่ที่เกิดออกไซด์ขนาด 3 ตารางเซนติเมตร (กว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 3 เซนติเมตร) ส่วนที่เหลือใช้ต่อเข้ากับอุปกรณ์ในการกระบวนการแอนโนไดเซชัน โดยมีขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ดังต่อไปนี้

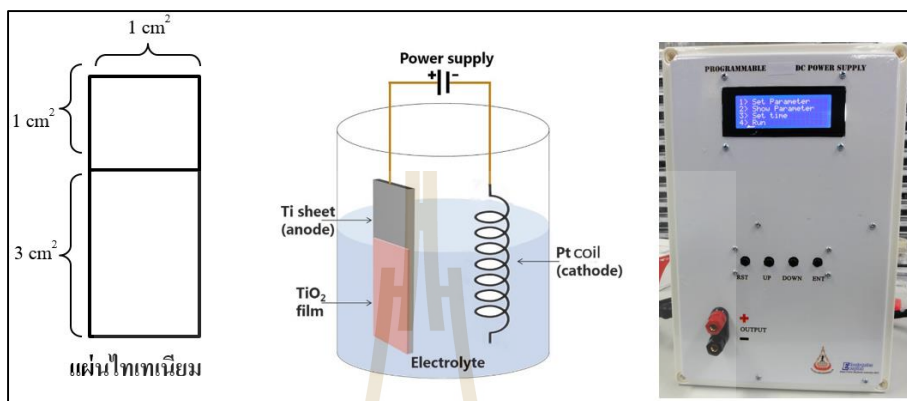
1) การเตรียมแผ่นไทเทเนียมที่จะใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ตามรูป 3.2 โดยตัดแผ่นไทเทเนียมขนาดที่ต้องการ แล้วนำไปล้างด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic) 3 ขั้นตอน ใช้เวลาขั้นตอนละ 5 นาที คือ ล้างด้วยอะซิโตน (Acetone) ทุ-โพรพานอล (2-propanol) และน้ำปราศจากไอออน (Deionized water, DI) ตามลำดับ จากนั้นนำไปเป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนให้แห้งเพื่อไม่ให้เกิดออกไซด์อื่นบนพื้นผิวของไทเทเนียมก่อนการสังเคราะห์



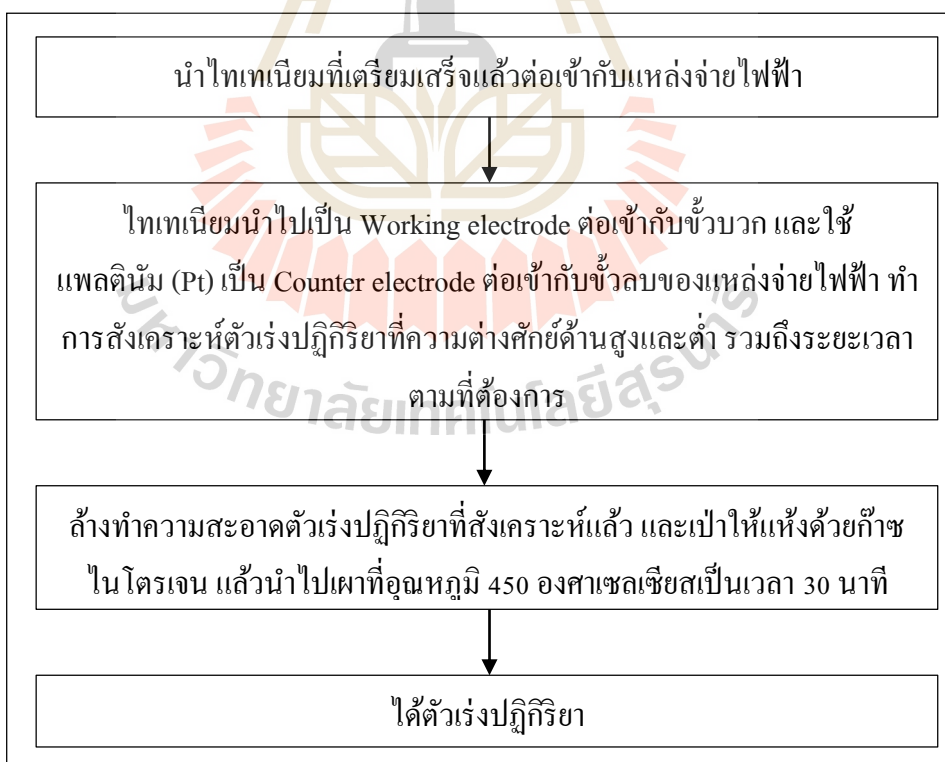
รูปที่ 3.2 การเตรียมแผ่นไทเทเนียมที่จะใช้ในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

2) การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน มีอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.3 ประกอบด้วย ชุดแหล่งจ่ายไฟฟ้า (Power supply) โวลต์มิเตอร์ สายไฟ ไทเทเนียม (Ti) แพลทินัม (Pt) สารเคมีที่นำมาใช้เป็นสารละลายนำไฟฟ้า คือ แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (NH_4F) และกลีเซอรอล (Glycerol) ในการทดลองใช้แผ่นไทเทเนียมเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) ต่อเข้ากับขั้วบวกของแหล่งจ่ายไฟฟ้า และใช้แพลทินัมเป็นขั้วไฟฟาร่วม (Counter electrode) ต่อเข้ากับขั้วลบของแหล่งจ่ายไฟฟ้า โดยจุ่มขั้วไฟฟ้าทั้งสองในสารละลายนำไฟฟ้า (Electrolyte) กำหนดความต่างศักย์ด้านสูงและต่ำ รวมถึงระยะเวลาตามที่ต้องการ หลังจากสังเคราะห์เสร็จแล้ว นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปล้างให้สะอาดด้วยน้ำ DI เป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน เพื่อไม่ให้เกิดออกไซด์อื่นบนพื้นผิวของไทเทเนียมหลังการสังเคราะห์ และนำไปเผา

ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้คุณสมบัติของโครงสร้างไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโนที่ได้เป็นเฟสอะนาเทส (Anatase) ก่อนนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาค่าซีไอดี ด้วยกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงต่อไป แสดงวิธีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ตามรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.3 ลักษณะการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน



รูปที่ 3.4 วิธีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอนโนไดซ์

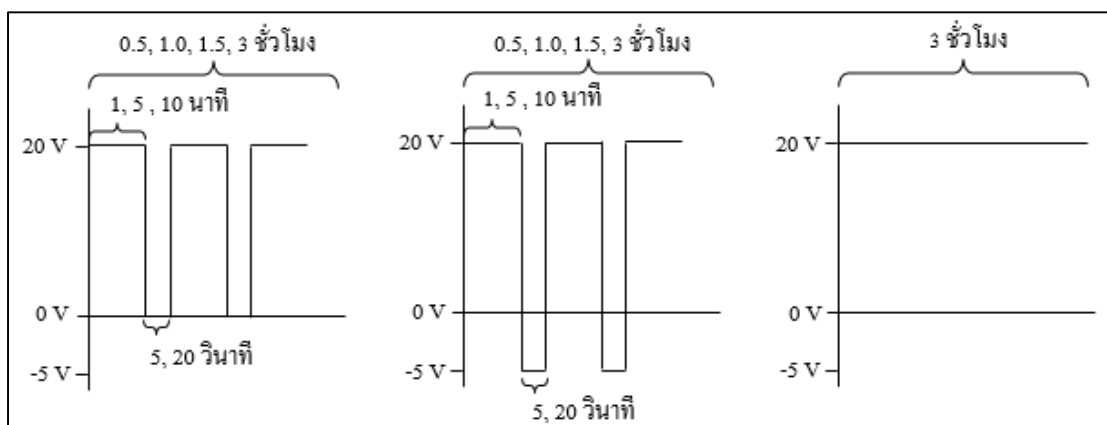
3.1.1. การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นไทเทเนียมที่มีต่อลักษณะพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์

การสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน กำหนดให้ ความเข้มข้นของสารละลายนำไฟฟ้าเท่ากับ 0.30 โมลาร์ ของแอมโมเนียม ฟลูออไรด์ ผสมด้วย กลีเซอรอลและน้ำในอัตราส่วน 60 : 40 (ศรีบุญญา ; 2555) ทำการศึกษาค่าความต่างศักย์ ระยะเวลาที่ใช้ด้านสูงและต่ำ รวมถึงระยะเวลาทั้งหมดที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่เหมาะสม ดังรูปที่ 3.5 จากนั้นนำไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้อง FESEM ดูความหนาของชั้นออกไซด์ด้วยเครื่อง FIB-FESEM วิเคราะห์ Photocurrent density เพื่อวัดอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นบนไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์ในรูปของกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการฉายแสงผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา ในการตรวจสอบการตอบสนองต่อแสงของแผ่นนั้นใช้เทคนิค UV-VIS Spectrophotometer เพื่อดูว่าแผ่นตอบสนองในช่วง UV หรือ Visible สุดท้ายวิเคราะห์ X-ray Diffractometer (XRD) เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของออกไซด์ที่เกิดบนพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งตรวจสอบว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นนั้นเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทส โดยสภาวะการทดลองมีดังตารางที่ 3.1



ตารางที่ 3.1 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แผ่นไทเทเนียมที่มีต่อลักษณะพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์

ลำดับ	สารละลายนำไฟฟ้า	สภาวะการสังเคราะห์	ระยะเวลาทั้งหมด (ชั่วโมง)
1	0.30 M NH_4F , Glycerol: H_2O (60 : 40)	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	0.5
2		20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	
3		20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	1.0
4		20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	
5		20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	1.5
6		20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	
7		20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	3.0
8		20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	
9		20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	
10		20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	
11		20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	
12		20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	
13		20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	
14		20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	
15		20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	
16		20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	
17		20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	
18		20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	



รูปที่ 3.5 ลักษณะการแอโนไดซ์แบบพัลส์

3.2. การวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

ในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น ได้ทำการศึกษาปัจจัยในการตรวจสอบความถูกต้องแม่นยำในการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีโดยเทียบกับสารละลายมาตรฐานที่เตรียมได้ทางทฤษฎี

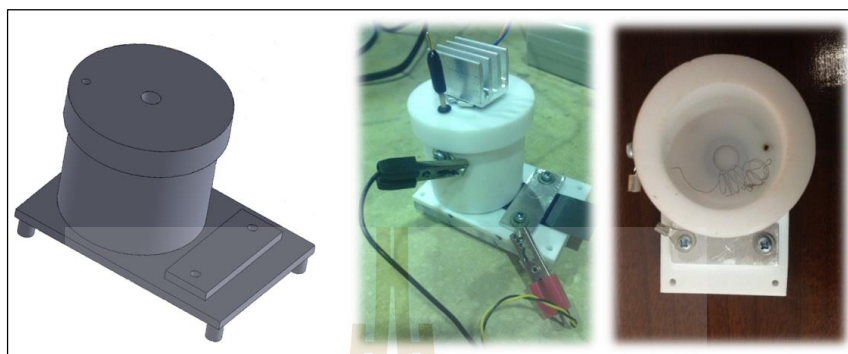
3.2.1. ชุดการทดลองการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์

ชุดการทดลองการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมโดยการแอโนไดซ์แบบพัลส์นั้น จะใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) ทวดแพลทินัม (Pt) เป็นขั้วไฟฟ้าร่วม (Counter electrode) และใช้ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) แหล่งกำเนิดแสงใช้หลอดไฟ LED (ความยาวคลื่น 365 นาโนเมตร) ขนาด 5 วัตต์ ซึ่งจะมีชุดการทดลองทั้งหมด 3 ชุด ดังนี้

3.2.1.1. ชุดการทดลองที่ 1

ถังปฏิกิริยาเป็นรูปทรงกระบอก ฐานรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้า แสดงดังรูป 3.6 ซึ่งตัวถังปฏิกิริยากับฐานจะแยกกัน เพื่อให้สามารถวางตัวเร่งปฏิกิริยาได้ โดยทำการเจาะร่องวางโอริง (O-Ring) ป้องกันไม่ให้น้ำซึมออกจากตัวถังปฏิกิริยา จากนั้นจะไขน็อตด้านล่างให้แน่น

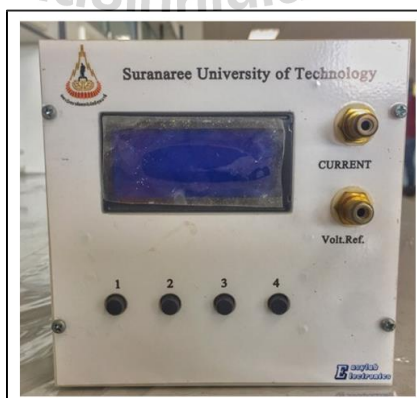
เพื่อยึดฐานกับตัวถังปฏิกิริยา ชุดการทดลองนี้ทำจากเทฟลอน (Teflon) ปริมาตรน้ำที่ใส่ได้ตั้งแต่ 5 – 30 มิลลิลิตร แหล่งกำเนิดแสงจะติดกับฝาปิดของถังปฏิกิริยาเพื่อป้องกันไม่ให้หลอดไฟนั้น สัมผัสกับน้ำ โดยพื้นผิวของแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาจะใช้พื้นที่ 1 ตารางเซนติเมตร



รูปที่ 3.6 ถังปฏิกิริยาสชุดการทดลองที่ 1

การวัดซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 1 นั้น ทำการจ่ายค่าความต่างศักย์ (V) และวัดค่ากระแสไฟฟ้า (I) ด้วยเครื่องมือที่ประกอบขึ้น แสดงดังรูป 3.7 เครื่องสามารถจ่ายความต่างศักย์ตั้งแต่ 0.1 โวลต์ – 5.0 โวลต์ เป็นระยะเวลาต่อเนื่อง 5 นาที และสามารถเก็บข้อมูลในรูปของกระแสไฟฟ้าได้ทุก ๆ 0.05 วินาที หน่วยความละเอียดในการวัดได้ต่ำสุดคือมิลลิแอมป์ (mA)

ถังปฏิกิริยาของชุดการทดลองที่ 1 เมื่อทดลองจะไม่ใช้หัวหนีบปากจระเข้ที่ขั้วใช้งาน (Working electrode) และขั้วไฟฟ้าร่วม (Counter electrode) โดยตรง ส่งผลให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ระหว่างเบลงค์และสารละลายมาตรฐานมีค่าไม่แตกต่างกัน



รูปที่ 3.7 เครื่องมือที่ใช้จ่ายค่าความต่างศักย์และวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่สร้างขึ้น

3.2.1.2. ชุดการทดลองที่ 2

เป็นการแก้ปัญหาที่เกิดจากถังปฏิกรณ์ของชุดการทดลองที่ 1 โดยในชุดการทดลองนี้ ถังปฏิกรณ์ทำจากซิลิโคน แสดงดังรูป 3.8 (ก) พื้นที่ของแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สัมผัสกับน้ำ 1 ตารางเซนติเมตร แหล่งกำเนิดแสงจะติดกับพลาสติกที่ทำการฉีดขึ้นรูป ซึ่งสามารถครอบถังปฏิกรณ์ไว้ได้พอดี แสดงดังรูป 3.8 (ข) ถังปฏิกรณ์นี้สามารถใส่น้ำได้ตั้งแต่ 2 - 5 มิลลิลิตร และในการวัดซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองนี้ จะใช้เครื่องมือที่ใช้จ่ายค่าความต่างศักย์และวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่สร้างขึ้น (รูป 3.7)

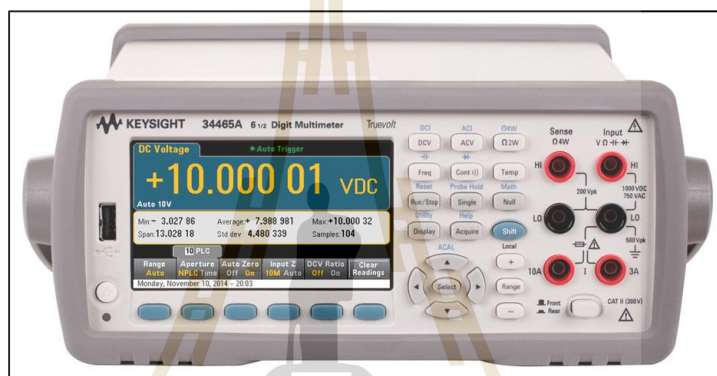
ในชุดการทดลองที่ 2 เมื่อนำข้อมูลกระแสกระแสไฟฟ้าที่วัดได้จากแอมป์และสารละลายมาตรฐานมาพล็อตกราฟ พบว่า กระแสที่ได้นั้นออกมาเป็นเส้นเดียวกัน



รูปที่ 3.8 ถังปฏิกรณ์ชุดการทดลองที่ 2

3.2.1.3. ชุดการทดลองที่ 3

จะใช้ถึงปฏิบัติการจากชุดการทดลองที่ 2 (รูป 3.8) แต่ในการวัดซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส นั้น จะทำการจ่ายค่าความต่างศักย์ด้วยเครื่องมือที่ใช้จ่ายค่าความต่างศักย์และวัดค่ากระแสไฟฟ้าที่สร้างขึ้น (รูป 3.7) ในส่วนของการวัดกระแสนั้น จะวัดด้วยเครื่องดิจิทัลมิเตอร์ รุ่น keysight 34465a แสดงดังรูปที่ 3.9 เพื่อแก้ไขปัญหาที่เกิดจากชุดการทดลองที่ 2 ซึ่งเครื่องมือวัดกระแสสามารถวัดได้เร็วถึง 50,000 rdgs/sec ทำให้ข้อมูลที่ได้รับความละเอียดมากพอที่จะทำให้การคำนวณหาพื้นที่ใต้กราฟนั้นมีความแม่นยำมากขึ้น



รูปที่ 3.9 เครื่องดิจิทัล มิเตอร์ รุ่น keysight 34465a ที่ใช้ในการวัดกระแส

(<https://www.meilhaus.de/en/34465a.htm>)

3.2.2. การทดลองชุดควบคุม โดยการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามทฤษฎี

ศึกษาผลของการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีตามทฤษฎี (COD_{Theory}) โดยวิธีการคำนวณจากความต้องการออกซิเจนทั้งหมดตามทฤษฎี มีสารละลายมาตรฐาน 2 ชนิด คือ สารละลายมาตรฐาน กลูโคส (D-glucose) และสารละลายมาตรฐาน โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) โดยจะทำการเปรียบเทียบกับค่าซีโอดีที่วิเคราะห์ได้ด้วยวิธีมาตรฐานไดโครเมต

1) วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐาน (Najafpour et al., 2008)

สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) ; ชั่งสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท 425 กรัม อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ประมาณ 2 ชั่วโมง นำไปละลายในน้ำกลั่น ปริมาณจนได้ 1,000 มิลลิลิตร สารละลายนี้จะมีค่าซีโอดี 500 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยที่ในทางทฤษฎีโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลทมีค่าซีโอดี 1.176 มิลลิกรัมออกซิเจน (O_2) ต่อ มิลลิกรัม

สารละลายมาตรฐานกลูโคส (D-glucose) ; ซึ่งสารละลายกลูโคส 469 กรัม
เจือจางในน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร สารละลายนี้จะมีค่าซีไอดี 500 มิลลิกรัมต่อลิตร
โดยที่ในทางทฤษฎี กลูโคสมีค่าซีไอดี 1.067 มิลลิกรัมออกซิเจน (O₂) ต่อมิลลิกรัม

2) วิธีการวิเคราะห์ซีไอดีด้วยวิธีมาตรฐานไดโครเมต



รูปที่ 3.10 วิธีวิเคราะห์ค่าซีไอดีด้วยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด (Close Reflux, Titrimetric Method)

3) การคำนวณค่าซีไอดีด้วยวิธีมาตรฐานโคโรเมต

$$\text{ซีไอดี (มิลลิกรัมต่อลิตร)} = \frac{(A-B) \times N \times 8,000}{C}$$

A = ปริมาตรของสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) ที่ใช้ในการไตเตรทน้ำกลั่น (Blank) หน่วยเป็น มิลลิลิตร

B = ปริมาตรของสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) ที่ใช้ในการไตเตรทน้ำตัวอย่าง หน่วยเป็น มิลลิลิตร

N = ความเข้มข้นของสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (FAS) หน่วยเป็น นอร์มัลลิตี

C = ปริมาตรน้ำตัวอย่างที่ใช้ หน่วยเป็น มิลลิลิตร

3.2.3. ตรวจสอบความถูกต้องแม่นยำและความเสถียรของวิธีการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส

ในการตรวจสอบความถูกต้อง แม่นยำ และความเสถียรของวิธีการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส นั้น จะทำการแบ่งขั้นตอนการทดลองตามชุดการทดลอง ทั้ง 3 ชุด โดยแต่ละชุดการทดลอง มีขั้นตอนดังนี้

3.2.3.1. การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 1

ในการทดลองนี้เป็นการทดสอบการวัดค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสเบื้องต้น โดยจะทำการแปรเปลี่ยนค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคส (D-glucose) ตั้งแต่ 1 – 500 มิลลิกรัมต่อลิตร และกำหนดค่าความต่างศักย์เท่ากับ 0.5 โวลต์ ปริมาตรน้ำ 5 มิลลิลิตร ใช้โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) 0.1 M เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งจะใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่นต่อการทดลอง 1 ชุดข้อมูล

3.2.3.2. การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 2

ในการวัดค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส นั้น จะต้องทำการหาสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสม เพื่อที่จะให้การวัดนั้นแม่นยำและมีประสิทธิภาพ โดยทุกการทดลองนั้นจะใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 ชุดข้อมูล ซึ่งแต่ละสภาวะมีการทดลองดังต่อไปนี้

1) ศึกษาประเภทของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ; ในการทดลองหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส จะต้องทำการเติมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าของระบบ (Nurdin, Zaeni, Rammang, Maulidiyah, & Wibowo, 2017) โดยสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่จะใช้ทดสอบมี 2 ชนิด คือ โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) และ โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (NaH_2PO_4) ซึ่งสภาวะที่ทำการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาประเภทของสารอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 2

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	ความต่างศักย์ (โวลต์)	ปริมาตรน้ำ (มิลลิลิตร)
กลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na_2SO_4 1.0 โมลาร์	0.5	3
	NaH_2PO_4 1.0 โมลาร์		

หมายเหตุ , ขั้วไฟฟ้าร่วมที่ใช้ คือ แผ่นกราไฟต์

2) ศึกษาความต่างศักย์ที่เหมาะสม ; เพื่อให้ไอเล็กตรอนที่เกิดขึ้นที่แถบคอนดักชันเกิดการไหลจากขั้วไฟฟ้าแอนโนดไปยังขั้วแคโทด นอกจากนี้ยังช่วยเร่งการไหลอิเล็กตรอนระหว่างขั้วไฟฟ้าได้ ที่สำคัญยังช่วยป้องกันการกลับมารวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอน/โฮล (Recombination) (Zhang, Li, Zhao, & Li, 2009) การทดลองทำการแปรเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ที่ความเข้มข้นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่าง ๆ และใช้กราไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้าร่วม ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาหาค่าความต่างศักย์ที่เหมาะสมต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 2

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้นสารละลายอิเล็กโทรไลต์	ความต่างศักย์ (โวลต์)	ปริมาตรน้ำ (มิลลิลิตร)
กลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na_2SO_4 0.1 โมลาร์	0.5	3
		2.0	
	Na_2SO_4 0.5 โมลาร์	0.5	
		2.0	
	Na_2SO_4 1.0 โมลาร์	0.5	
		2.0	

3) ศึกษาประเภทของขั้วไฟฟ้าร่วม (Counter electrode) ; นอกจากประเภทของสารละลายอิเล็กโทรไลต์กับค่าความต่างศักย์ที่ส่งผลต่อปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นแล้ว สิ่งที่สำคัญอีกอย่างคือประเภทของขั้วไฟฟ้าร่วม เนื่องจากทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี (ชานินและคณะ, 2555) จะทำหน้าที่รับพลังงานไฟฟ้าจากขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเคมีของสารตัวอย่างระหว่างการวิเคราะห์ ขั้วไฟฟ้าใช้งานมักมีพื้นที่ผิวมาก ๆ เพื่อให้การนำไฟฟ้าเป็นไปได้ดี ซึ่งในการทดลองนี้จะใช้วัสดุ 2 ชนิด ได้แก่ ลวดแพลทินัม และ แผ่นกราไฟต์ โดยมีการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาประเภทของขั้วไฟฟ้าร่วมที่ส่งผลต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 2

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น สารละลายอิเล็กโทรไลต์	ขั้วไฟฟ้าร่วม	ความต่างศักย์ (โวลต์)
กลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na ₂ SO ₄ 1.0 โมลาร์	ลวดแพลทินัม	0.5
		แผ่นกราไฟต์	

หมายเหตุ , ปริมาตรน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร

3.2.3.3. การหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 3

เนื่องจากปัญหาที่เกิดขึ้นในชุดการทดลองที่ 2 ดังที่ได้กล่าวในหัวข้อ 3.2.1.2. จึงได้ทำการหาสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมใหม่ ซึ่งทุกการทดลองจะใช้ขั้วไฟฟ้าร่วมคือ ลวดแพลทินัม โดยมีการทดลองดังต่อไปนี้

1) ศึกษาความต่างศักย์ที่เหมาะสม แสดงดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สภาวะทดลองเพื่อศึกษาความต่างศักย์ที่เหมาะสมของชุดการทดลองที่ 3 ส่งผลต่อกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น สารละลายอิเล็กโทรไลต์	ความต่างศักย์ (โวลต์)	ปริมาตรน้ำ (มิลลิลิตร)
กลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na ₂ SO ₄ 0.1 โมลาร์	0.1	3
		0.2	
		0.3	
		0.4	
		0.5	
		1.0	

หมายเหตุ , 1. คีบสายไฟใหม่ทุกครั้ง

2. ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อ 1 ความต่างศักย์

2) เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมจากตารางที่ 3.5 แล้ว จึงได้ทำการหาค่าซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้สารละลายมาตรฐานกลูโคสความเข้มข้นต่าง ๆ เป็นตัวแทนน้ำเสีย แสดงดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สารละลายมาตรฐานกลูโคสความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้เป็นตัวแทนน้ำเสียในการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 ครั้งที่ 1

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น สารละลายอิเล็กโทรไลต์	ความต่างศักย์ (โวลต์)	ปริมาณน้ำ (มิลลิลิตร)
กลูโคส 5 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na ₂ SO ₄ 0.1 โมลาร์	สถานะที่ได้จาก ตารางที่ 3.5	3
กลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 50 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 75 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 200 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 500 มิลลิกรัมต่อลิตร			

หมายเหตุ , 1. คีบสายไฟใหม่ทุกครั้ง

2. ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อทุกความเข้มข้น

จากการทดลองนี้พบว่าปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคสส่วนใหญ่จะมีค่าต่ำกว่าปริมาณกระแสที่ได้จากแบลจค์ จึงตั้งสมมติฐานว่า อาจเกิดจากการที่ใช้แผ่นไทเทเนียมแผ่นเดิมเพียงแผ่นเดียวต่อทุกความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ ส่งผลให้แผ่นนั้นหมดสภาพ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3) จากการทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยวิธีการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสดังตารางที่ 3.6 แล้วเกิดปัญหา จึงได้ทำการทดสอบสมมติฐานโดยใช้แผ่นไทเทเนียม-ไดออกไซด์ใหม่ทุกครั้งที่เปลี่ยนความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน โดยการทดลองมีดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สารละลายมาตรฐานกลูโคสความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้เป็นตัวแทนน้ำเสียในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 ครั้งที่ 2

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น สารละลายอิเล็กโทรไลต์	ความต่างศักย์ (โวลต์)	ปริมาตรน้ำ (มิลลิลิตร)
กลูโคส 5 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na ₂ SO ₄ 0.1 โมลาร์	สถานะที่ได้จาก ตารางที่ 3.5	3
กลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 50 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 200 มิลลิกรัมต่อลิตร			
กลูโคส 500 มิลลิกรัมต่อลิตร			

หมายเหตุ , 1. คีบสายไฟใหม่ทุกครั้ง

จากการทดลองนี้ได้ทำการตรวจเช็คกราฟกระแสที่ได้จากแอมป์ พบว่าแต่ละซ้ำ กระแสที่ได้ไม่เป็นเส้นเดียวกัน จึงตั้งสมมติฐานว่าอาจเกิดจากการที่คีบสายไฟใหม่ทุกครั้ง (ไม่ใช่ตำแหน่งเดิม) โดยได้ทดสอบสมมติฐาน โดยทุกครั้งที่เปลี่ยนน้ำตัวอย่างจะใช้ Dropper ในการนำน้ำตัวอย่างออก เพื่อให้สายไฟอยู่ตำแหน่งเดิม

นอกจากนี้ซีโอดีที่ได้จากกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสนั้นมีค่าไม่เท่ากับค่าซีโอดีทางทฤษฎี จึงได้ทำการเปลี่ยนสารละลายมาตรฐานจากสารละลายมาตรฐานกลูโคส เป็นสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP)

4) ทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) ความเข้มข้นต่าง ๆ เพื่อนำไปสร้างกราฟมาตรฐาน (Wang et al., 2013) การทดลองแสดงดังตารางที่ 3.8 โดยในการทดลองนี้ได้ทำการซ้ำทั้งหมด 3 ครั้ง เพื่อความถูกต้องและแม่นยำ

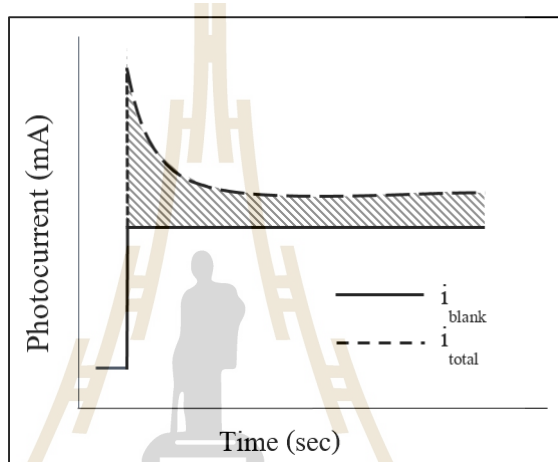
ตารางที่ 3.8 สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) ความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้เป็นตัวแทนน้ำเสียในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3

สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้น สารละลายอิเล็กโทรไลต์	ความต่างศักย์ (โวลต์)	ปริมาตรน้ำ (มิลลิลิตร)
KHP 5 มิลลิกรัมต่อลิตร	Na ₂ SO ₄ 0.1 โมลาร์	สถานะที่ได้จาก ตารางที่ 3.5	3
KHP 10 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 20 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 50 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 100 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 150 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 200 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 250 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 300 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 400 มิลลิกรัมต่อลิตร			
KHP 500 มิลลิกรัมต่อลิตร			



3.2.4 การคำนวณหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส

ในการทดลองหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส จะได้ข้อมูลในรูปของกราฟ ดังรูปที่ 3.11 จะเห็นว่าเมื่อยังไม่ได้เปิดไฟ จะเห็นว่าไม่มีกระแสไฟฟ้าเกิดขึ้น จากนั้นเมื่อมีการฉายแสงจะเห็นว่ามีการเกิดกระแสไฟฟ้าเกิดขึ้น เรียกว่า Photocurrent จากทั้งแบลนด์ (i_{blank}) และตัวอย่างที่มีสารอินทรีย์ (i_{total}) จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ก่อนที่จะลดลงมาอยู่ในระดับคงที่ หากนำตัวอย่างถูกออกซิไดซ์จนหมด เส้น Photocurrent ระหว่าง i_{blank} และ i_{total} จะบรรจบกัน ซึ่งหมายความว่าปฏิกิริยาการย่อยสลายเกิดอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.11 กราฟที่ได้จากกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส

หลังจากเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายสามารถหา Q_{blank} และ Q_{total} ได้จากสมการ 3.1 และ 3.2 ซึ่งสามารถหาได้จากกราฟอินทิเกรตหาพื้นที่ใต้กราฟของ Photocurrent ทั้ง i_{blank} และ i_{total}

$$Q_{\text{total}} = \int i_{\text{total}} dt \quad (3.1)$$

$$Q_{\text{blank}} = \int i_{\text{blank}} dt \quad (3.2)$$

ปริมาณประจุไฟฟ้าทั้งหมด (Net charge) หรือ Q_{net} ที่เกิดจากการออกซิไดซ์สารอินทรีย์หาได้โดยการลบ Q_{blank} จาก Q_{total} (พื้นที่แรเงาในรูป 3.9) จากนั้นสามารถใช้ Q_{net} เพื่อหาค่าซีไอดีของน้ำตัวอย่างได้ดังสมการ 2.19

$$Q_{\text{net}} = Q_{\text{total}} - Q_{\text{blank}} \quad (3.3)$$

3.3. วิธีวิเคราะห์ตัวอย่าง

วิธีวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการ
แอนโนไดเซชันแบบพัลส์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาค่าซีไอดี แสดงดังตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 วิธีวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมโดยการ
แอนโนไดเซชันแบบพัลส์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาค่าซีไอดี

วิธีการวิเคราะห์	ลักษณะสมบัติ	สถานที่
Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)	ลักษณะพื้นผิว	ศูนย์เครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopes (FIB-FESEM)	ความหนาของชั้นออกไซด์	ศูนย์เครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
X-ray Diffractometer (XRD)	วิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างผลึกของธาตุ	ศูนย์เครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
UV-VIS Spectrophotometer (UV-Vis)	การตอบสนองต่อแสง	ศูนย์เครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
Photocurrent density	อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในรูป ของกระแสไฟฟ้า	ศูนย์เครื่องมือ 6 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
วิธีมาตรฐานโคโครเมต	ซีไอดี	ห้องปฏิบัติการวิศวกรรม สิ่งแวดล้อม ศูนย์เครื่องมือ 11 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

รายการอ้างอิง

- กรกฏ ชูเจริญ. (2554). ศึกษาอิทธิพลของสัญญาณพัลส์ที่มีต่อการผลิตไฮโดรเจนจากกระบวนการอิเล็กโทรไลซิส. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี. 55 น.
- บุรภัทร์ อินทรีย์สังวร. (2548). การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 72 น.
- สุวิทย์ โชควิจิตรกุล, จักรกฤษณ์ ศิวะเดชาเทพ, ศรีศักดิ์ สุนทรไชย. (2554). การเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์ที่ใช้อัตราในน้ำเสียโดยวิธีการรีฟลักซ์แบบปิดด้วยหม้อนึ่งมาเชื้อและวิธีรีฟลักซ์แบบเปิด. การประชุมวิชาการเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาประจำปี ครั้งที่ 12. มหาวิทยาลัยขอนแก่น. ขอนแก่น
- ศรัณญา ทองอุ่น. (2555). การบำบัดคาร์บอนมอนอกไซด์ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโน. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี. 79 น.
- อานันท์ปภา ชื่นทรัพย์. (2555). การบำบัดคาร์บอนมอนอกไซด์ในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิสโดยใช้ทังสเตนไดรอกไซด์. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี. 91 น.

Primary Sources

Secondary Sources

Uncategorized References

- Nuridin, M., Zaeni, A., Rammang, E. T., Maulidiyah, M., & Wibowo, D. (2017). *Reactor design development of chemical oxygen demand flow system and its application* (Vol. 9).
- Wang, C., Wu, J., Wang, P., Ao, Y., Hou, J., & Qian, J. (2013). Investigation on the application of titania nanorod arrays to the determination of chemical oxygen demand. *Analytica Chimica Acta*, 767(Supplement C), 141-147. doi: <https://doi.org/10.1016/j.aca.2013.01.028>
- Zhang, S., Li, L., Zhao, H., & Li, G. (2009). A portable miniature UV-LED-based photoelectrochemical system for determination of chemical oxygen demand in wastewater.

Sensors and Actuators B: Chemical, 141 (2) , 634 - 640 . doi:

<https://doi.org/10.1016/j.snb.2009.07.019>



บทที่ 4

ผลการทดลองและการอภิปรายผล

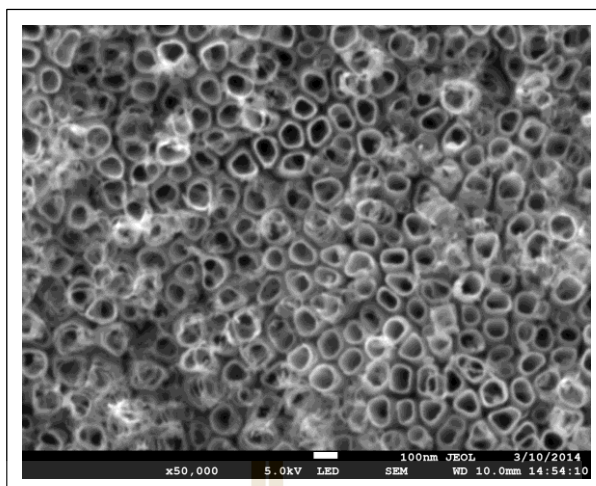
กระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส คือการประยุกต์กระบวนการโฟโตคะตะไลซิส ร่วมกับเซลล์ไฟฟ้า 3 ขั้ว โดยจะต้องมีการกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาคด้วยพลังงานแสง เพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดอิเล็กตรอนและที่ว่างของอิเล็กตรอน ในที่สุดจะเกิดเป็นเรดิคอล ที่มีความสามารถในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ (1) การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส และ (2) การทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส โดยตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นจะสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชันแบบพัลส์ แล้วจะนำไปวิเคราะห์คุณลักษณะเบื้องต้น เพื่อหาสภาวะการสังเคราะห์ที่ดีที่สุด แล้วนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสต่อไป

4.1. การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชันแบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

4.1.1. การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา

การทดลองเบื้องต้นของการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอโนไดซ์ เริ่มต้นด้วยการใช้แผ่นไทเทเนียมขนาด 4 ตารางเซนติเมตร (กว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 4 เซนติเมตร) นำไปล้างด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 3 ขั้นตอน ด้วยอะซิโตน ทู-โพรพานอล และน้ำปราศจากไอออน ขั้นตอนละ 5 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำไปเป่าให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจนก่อนจะนำไปใช้ในกระบวนการแอโนไดซ์

กระบวนการแอโนไดซ์นั้น ใช้แผ่นไทเทเนียมที่เตรียมได้จากข้างต้นมาเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน ต่อเข้ากับขั้วบวกของแหล่งจ่ายไฟฟ้า และใช้แพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าร่วมต่อเข้ากับขั้วลบของแหล่งจ่ายไฟฟ้า จุ่มขั้วไฟฟ้าทั้งสองในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.30 โมลาร์ ของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ ผสมด้วยกลีเซอรอลและน้ำในอัตราส่วน 60 : 40 จ่ายความต่างศักย์ 20 โวลต์ (แบบต่อเนื่อง) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) พบว่าลักษณะพื้นผิวของไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะเป็นรูปท่อนานาโนเมตร แสดงดังรูป 4.1



รูปที่ 4.1 ภาพถ่าย FESEM กำลังขยาย 50,000 เท่าของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอโนไดซ์ ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์(แบบต่อเนื่อง) เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง

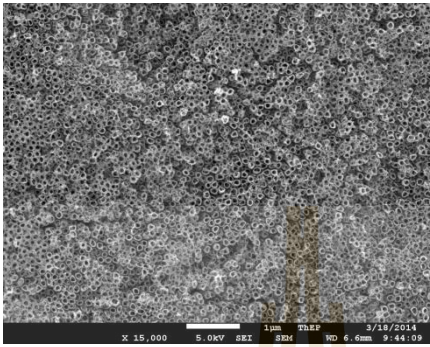
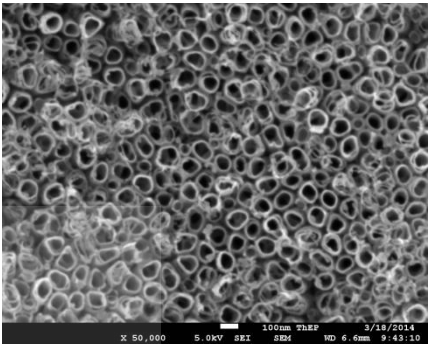
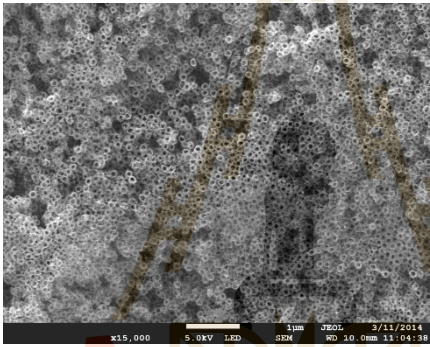
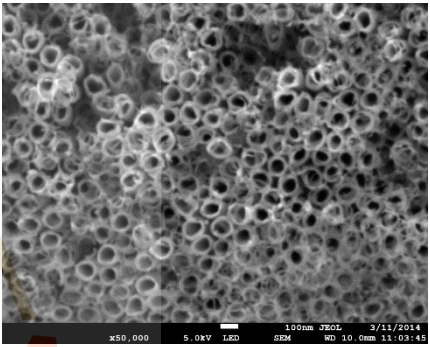
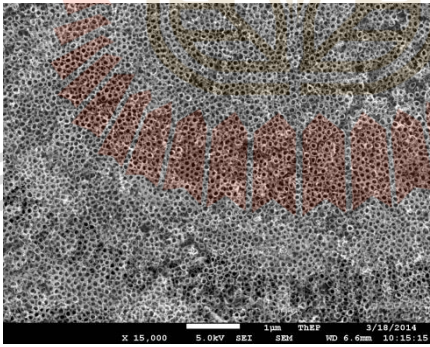
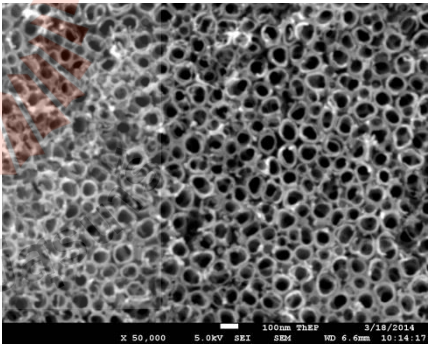
ขั้นแรกได้ทำการทดลองโดยปรับเปลี่ยนความต่างศักย์ด้านสูงและต่ำ เพื่อหาสภาวะการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม ซึ่งยังคงใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.30 โมลาร์ของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ ผสมด้วยกลีเซอรอลและน้ำในอัตราส่วน 60 : 40 แผ่นไทเทเนียมขนาด 4 ตารางเซนติเมตร (กว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 4 เซนติเมตร) รวมถึงระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมงดั้งเดิม ซึ่งสามารถเปรียบเทียบได้ทั้งหมด 4 สภาวะ ดังตารางที่ 4.1 และผลการทดลองการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) แสดงดังตารางที่ 4.2 – 4.4

ตารางที่ 4.1 สภาวะการทดลองที่จะเปรียบเทียบลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM)

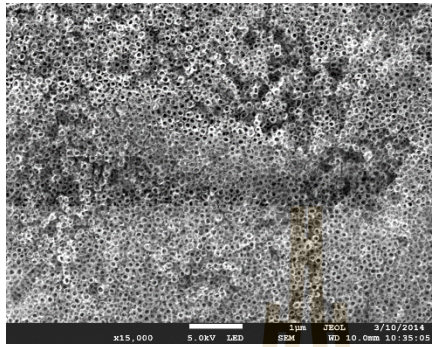
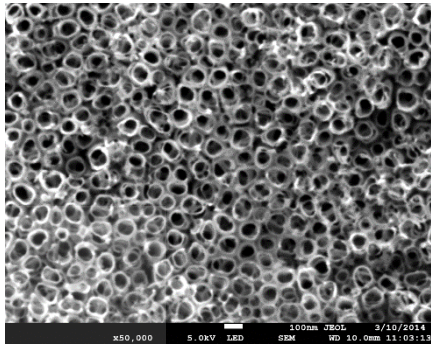
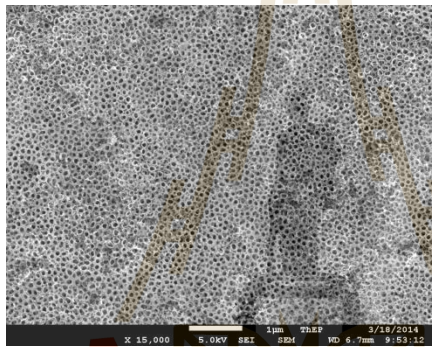
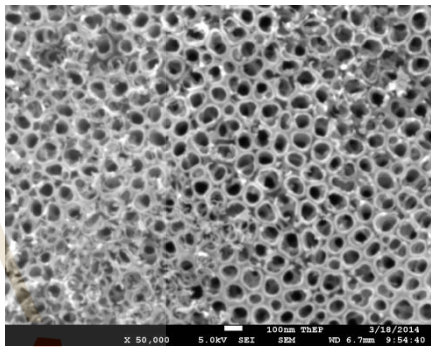
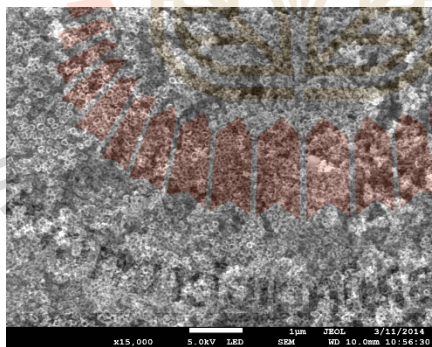
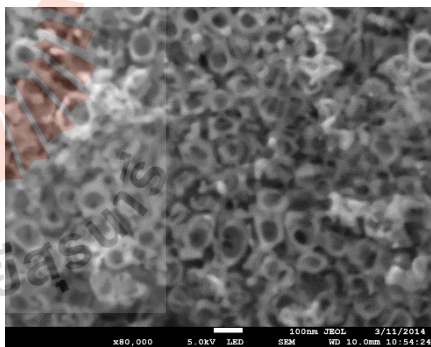
ลำดับ	Lable	สภาวะการสังเคราะห์
สภาวะการทดลองที่ 1	A ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที
	A ₂	20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที
	A ₃	20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที
สภาวะการทดลองที่ 2	B ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที
	B ₂	20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที
	B ₃	20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที
สภาวะการทดลองที่ 3	C ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที
	C ₂	20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที
	C ₃	20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที
สภาวะการทดลองที่ 4	D ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที
	D ₂	20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที
	D ₃	20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที

จากตารางที่ 4.1 ข้อแตกต่างที่ใช้ในการเปรียบเทียบของแต่ละสภาวะการทดลองคือ ความถี่ของระยะเวลาที่ใช้ในพัลส์ด้านสูง (20 โวลต์ 10 นาที 5 นาที และ 1 นาที) โดยสิ่งที่เหมือนกันคือศักย์ไฟฟ้าและระยะเวลาที่ใช้ในพัลส์ด้านต่ำ

ตารางที่ 4.2 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ
แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 1

Lable	กำลังขยายเครื่อง FESEM	
	15,000 เท่า	50,000 เท่า
<p>A₁</p> <p>20 V 10 min /</p> <p>0 V 5 sec</p> <p>3 hr</p>		
<p>A₂</p> <p>20 V 5 min /</p> <p>0 V 5 sec</p> <p>3 hr</p>		
<p>A₃</p> <p>20 V 1 min /</p> <p>0 V 5 sec</p> <p>3 hr</p>		

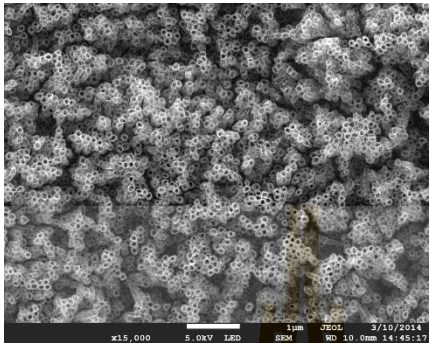
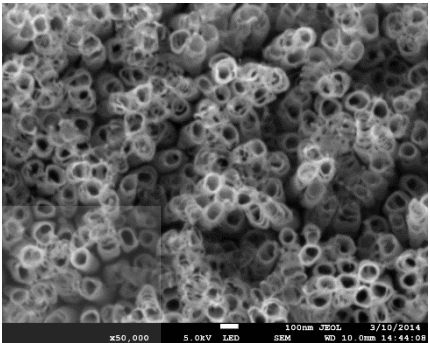
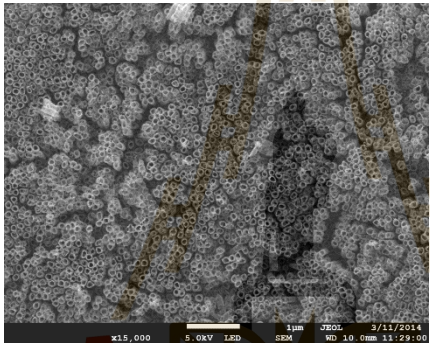
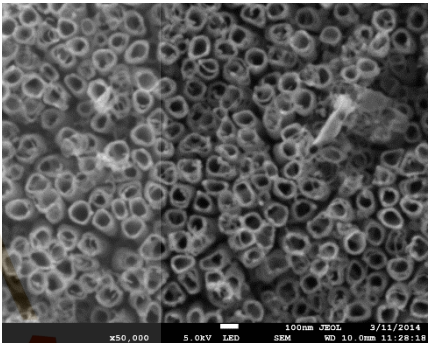
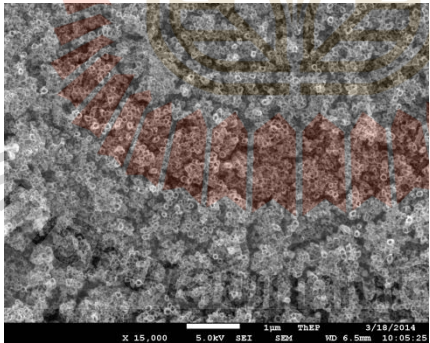
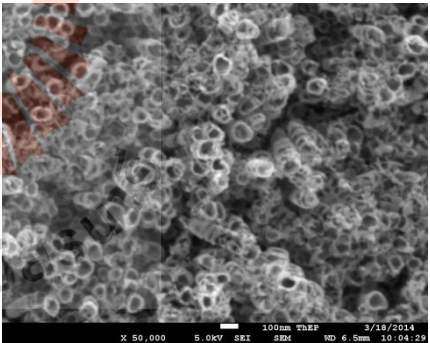
ตารางที่ 4.3 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ
แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 2

Lable	กำลังขยายเครื่อง FESEM	
	15,000 เท่า	50,000 เท่า
<p>B₁</p> <p>20 V 10 min / 0 V 20 sec 3 hr</p>		
<p>B₂</p> <p>20 V 5 min / 0 V 20 sec 3 hr</p>		
<p>B₃</p> <p>20 V 1 min / 0 V 20 sec 3 hr</p>		

ตารางที่ 4.4 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ
 แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 3

Lable	กำลังขยายเครื่อง FESEM	
	15,000 เท่า	50,000 เท่า
<p>C₁</p> <p>20 V 10 min / -5 V 5 sec 3 hr</p>		
<p>C₂</p> <p>20 V 10 min / -5 V 5 sec 3 hr</p>		
<p>C₃</p> <p>20 V 10 min / -5 V 5 sec 3 hr</p>		

ตารางที่ 4.5 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ
 แอนโนไดซ์แบบพัลส์ของสภาวะการทดลองที่ 4

Lable	กำลังขยายเครื่อง FESEM	
	15,000 เท่า	50,000 เท่า
D ₁ 20 V 10 min / -5 V 20 sec 3 hr		
D ₂ 20 V 10 min / -5 V 20 sec 3 hr		
D ₃ 20 V 10 min / -5 V 20 sec 3 hr		

จากตารางที่ 4.2 เมื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้อง FESEM ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และ 50,000 เท่า พบว่าทุกสภาวะลักษณะของออกไซด์ที่เกิดเป็นรูปท่อ

- สภาวะ A_1 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ความสูงของท่อไม่แตกต่างกันมาก และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ลักษณะออกไซด์ที่เกิดมีรูปร่างเป็นของท่อที่ชัดเจน ผนังท่อแยกจากกัน และส่วนมากจะเกิดออกไซด์ของท่อที่ซ้อนทับกันอยู่

- สภาวะ A_2 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า พบว่าความสูงของท่อแตกต่างกันอย่างชัดเจน และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ลักษณะออกไซด์มีขนาดท่อที่แตกต่างกันหลายขนาด เกิดท่อออกไซด์ที่ซ้อนทับกัน และผนังท่อส่วนใหญ่เชื่อมติดกัน

- สภาวะ A_3 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ออกไซด์รูปท่อที่เกิดนั้น ส่วนใหญ่มีความสูงสม่ำเสมอ และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ท่อที่มีผนังเชื่อมติดกัน มีทั้งผนังท่อที่ชัดเจน และผนังที่ขาดไม่เป็นท่อ และบางส่วนมีแผ่นออกไซด์เกิดซ้อนทับกันอยู่อย่างชัดเจน

จากตารางที่ 4.3 เมื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้อง FESEM ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และ 50,000 เท่า มีทั้งสภาวะที่เป็นออกไซด์รูปท่อและไม่เป็นรูปท่อ ดังนี้

- สภาวะ B_1 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ความสูงของออกไซด์รูปท่อ มีทั้งส่วนที่สม่ำเสมอ และส่วนที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน ที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ลักษณะออกไซด์เป็นรูปท่อที่ค่อนข้างชัดเจน ท่อมีขนาดที่ใกล้เคียงกัน และมีออกไซด์ที่ซ้อนทับเพียงเล็กน้อย

- สภาวะ B_2 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ความสูงของออกไซด์ที่เกิด มีความสม่ำเสมอมาก แต่ที่กำลังขยาย 40,000 เท่า พบว่าท่อมีผนังที่เชื่อมติดกัน และบางส่วนของผนังท่อขาด รวมถึงมีออกไซด์เกิดซ้อนทับกันอยู่

- สภาวะ B_3 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ลักษณะออกไซด์ที่ได้เป็นรูพรุนขนาดเล็กที่เกิดซ้อนทับกันอยู่เป็นจำนวนมาก และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ออกไซด์ที่เกิดนั้นเป็นรูพรุนที่มีลักษณะเป็นรูปท่อ แต่เป็นท่อที่ยังไม่สมบูรณ์ ผนังท่อบางส่วนเชื่อมติดกัน และส่วนใหญ่ผนังขาดไม่เป็นรูปท่อ

จากตารางที่ 4.4 เมื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้อง FESEM ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และ 50,000 เท่า แสดงลักษณะออกไซด์ที่เกิดดังนี้

- สภาวะ C_1 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ท่อที่เกิดมีความสูงต่ำที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน เกาะกันเป็นกลุ่ม และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ท่อนั้นลู่เข้าหากัน เกาะกันกลุ่ม ๆ แต่มีผนังท่อที่เกิดชัดเจน

- สภาวะ C_2 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ท่อที่เกิดมีความหนาแน่นที่สม่ำเสมอ แต่ความสูงของนั้นยังไม่เท่ากัน และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ท่อนั้นลู่เข้ากันน้อยลงเมื่อเทียบกับสภาวะ C_1 แต่ผนังท่อส่วนใหญ่ขาด และมีขนาดท่อที่แตกต่างกันหลายขนาด

- สภาวะ C_3 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ท่อที่เกิดนั้นแยกชั้นความสูงต่ำออกจากกันอย่างชัดเจน ท่อที่สูงขึ้นมากกว่าชั้นแรก จะลู่เข้าหากัน เกาะกันเป็นกลุ่ม และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ท่อชั้นแรกบางส่วนมีลักษณะเป็นรูปท่อที่ชัดเจน บางส่วนยังเป็นท่อที่ไม่สมบูรณ์ ผนังของท่อแยกออกจากกัน เช่นเดียวกันกับท่อที่สูงขึ้นมา

จากตารางที่ 4.5 เมื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้อง FESEM ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า และ 50,000 เท่า แสดงลักษณะที่เป็นออกไซด์ที่เกิดเป็นรูปท่อดังนี้

- สภาวะ D_1 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ท่อที่เกิดมีความสูงที่ไม่เท่ากัน แต่ไม่แตกต่างกันมากเกินไป ความหนาแน่นที่เกิดนั้นสม่ำเสมอ และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ลักษณะท่อมีผนังที่ชัดเจน ไม่เชื่อมติดกัน แต่บางส่วนก็มีผนังท่อที่ขาดเกิดขึ้นเช่นกัน

- สภาวะ D_2 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ท่อนั้นมีการกระจายตัว และความสูงต่ำที่สม่ำเสมอ ที่กำลังขยาย 40,000 เท่า ท่อที่เกิดนั้นมีขนาดที่แตกต่างกัน แต่ไม่มีการเชื่อมติดกันของผนังท่อเลย

- สภาวะ D_3 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า ลักษณะออกไซด์ที่เกิดเป็นรูพรุน เกิดขึ้นทับซ้อนกันเป็นชั้น ๆ และที่กำลังขยาย 40,000 เท่า พบว่ารูพรุนที่เกิดมีลักษณะเป็นรูปท่อ เกิดซ้อนทับกันอยู่ แต่ยังเป็นท่อไม่สมบูรณ์ ผนังท่อขาด และมีขนาดท่อที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 4.6 เปรียบเทียบลักษณะไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นในแต่ละสภาวะการสังเคราะห์

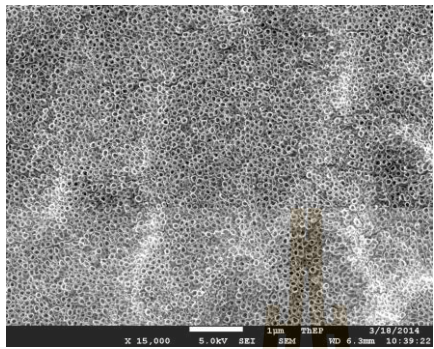
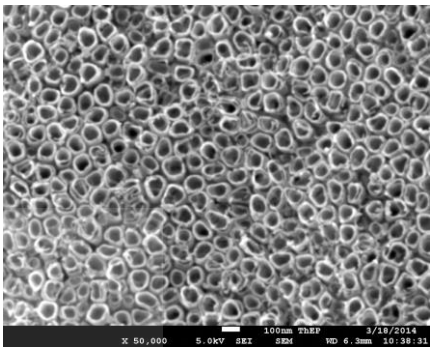
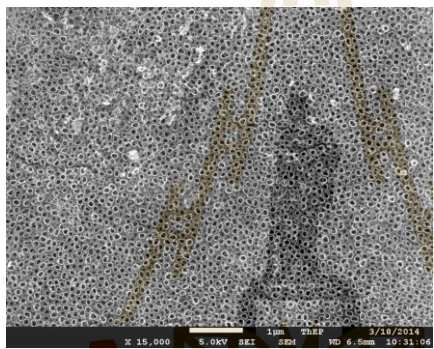
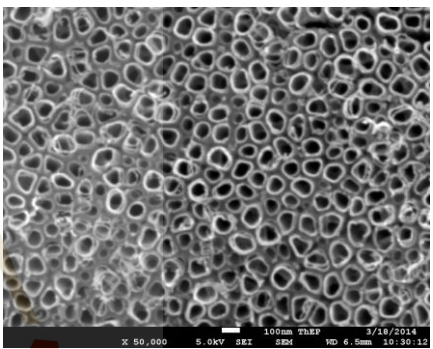
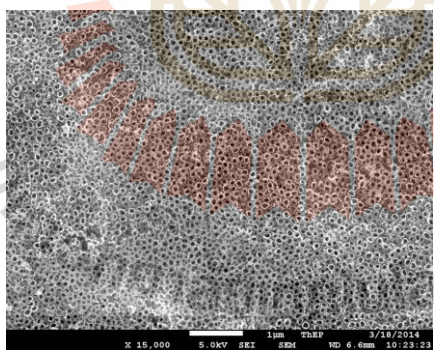
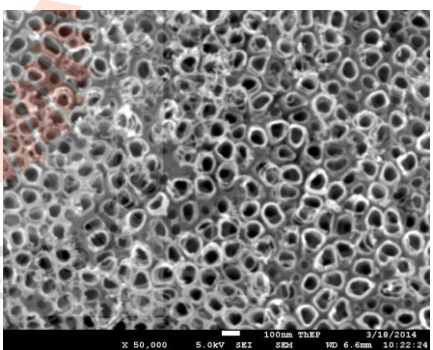
Lable	สภาวะการสังเคราะห์	ลักษณะท่อ	เส้นผ่านศูนย์กลางท่อ
A ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	รูปร่างชัดเจน มีขนาดแตกต่างกัน	35-100 nm
A ₂	20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	ผนังท่อเชื่อมติดกัน เกิดออกไซด์ซ้อนทับกัน	35-100 nm
A ₃	20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	รูปร่างชัดเจน ผนังท่อขาดและเชื่อมติดกัน	35-100 nm
B ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	รูปร่างชัดเจน ท่อมีขนาดใกล้เคียงกัน	40-100 nm
B ₂	20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	ผนังท่อเชื่อมติดกัน เกิดออกไซด์ซ้อนทับกัน	40-100 nm
B ₃	20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	เป็นรูพรุน ไม่เป็นรูปท่อที่ชัดเจน	0
C ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	ท่อสูงต่ำแตกต่างกันชัดเจน ลูเข้าหา เกาะกันเป็นกลุ่ม	50-85 nm
C ₂	20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	ท่อสูงต่ำแตกต่างกันชัดเจน ผนังท่อขาด	50-85 nm
C ₃	20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	ท่อสูงต่ำแตกต่างกันชัดเจน ท่อบางส่วนยังไม่สมบูรณ์	50-85 nm
D ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	ท่อสูงไม่เท่ากัน ผนังท่อไม่เชื่อมติดกัน	50-150 nm
D ₂	20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	ขนาดท่อแตกต่างกัน	25-150 nm
D ₃	20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	เป็นรูพรุน ไม่เป็นรูปท่อที่ชัดเจน	20-100 nm

เมื่อเปรียบเทียบลักษณะของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นทั้ง 12 สภาวะการสังเคราะห์นั้น สรุปได้ดังตารางที่ 4.6 พบว่า ไม่มีสภาวะการสังเคราะห์ใดเลยที่เกิดออกไซด์รูปท่อที่สมบูรณ์ ส่วนใหญ่ออกไซด์รูปท่อที่ได้จะมีผนังท่อที่ขาดหรือเชื่อมติดกัน สิ่งเหล่านี้มีความสำคัญในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาดัวยแสง ในกรณีที่พื้นที่ของแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาเท่ากัน หากออกไซด์มีผนังท่อเชื่อมติดกัน พื้นที่ผิว (Surface areas) ในการเกิดปฏิกิริยาก็น้อยกว่าออกไซด์ที่ผนังท่อไม่เชื่อมติดกัน ด้วยเหตุนี้จึงไม่นำสภาวะการสังเคราะห์ที่ผนังท่อเชื่อมติดกันหรือผนังท่อขาดมาเป็นเกณฑ์ในการเลือกสภาวะการสังเคราะห์ที่เหมาะสม ในส่วนของท่อที่มีความสูงต่ำไม่สม่ำเสมอกันคาดว่าอาจเกิดจากการที่ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ทั้งหมด (3 ชั่วโมง) มากเกินไป จึงได้เลือกสภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที (B_1) และสภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที (D_1) มาเป็นตัวแทนในการทดลองต่อไป คือ ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมดลง แสดงดังตารางที่ 4.7 และผลการทดลองการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) แสดงดังตาราง 4.8

ตารางที่ 4.7 สภาวะการทดลองระยะเวลาการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมด

Lable		สารละลายนำไฟฟ้า	สภาวะการสังเคราะห์	ระยะเวลาทั้งหมด
E_1	จาก B_1	0.30 M NH_4F , Glycerol: H_2O (60 : 40)	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	0.5 ชั่วโมง
E_2			20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	1.0 ชั่วโมง
E_3			20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	1.5 ชั่วโมง
F_1	จาก D_1		20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	0.5 ชั่วโมง
F_2			20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	1.0 ชั่วโมง
F_2			20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	1.5 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.8 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการทดลองลดระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด

Lable	กำลังขยายเครื่อง FESEM	
	15,000 เท่า	50,000 เท่า
E_1 20 V 10 min / 0 V 20 sec 0.5 hr		
E_2 20 V 10 min / 0 V 20 sec 1.0 hr		
E_3 20 V 10 min / 0 V 20 sec 1.5 hr		

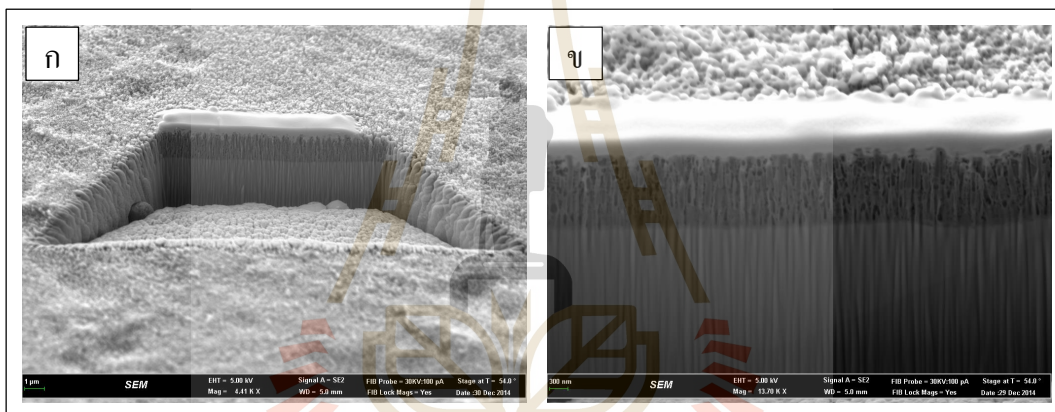
ตารางที่ 4.8 ลักษณะสัณฐานของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำการทดลองลดระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด (ต่อ)

Lable	กำลังขยายเครื่อง FESEM	
	15,000 เท่า	50,000 เท่า
<p>F₁</p> <p>20 V 10 min / -5 V 20 sec 0.5 hr</p>		
<p>F₂</p> <p>20 V 10 min / -5 V 20 sec 1.0 hr</p>		
<p>F₃</p> <p>20 V 10 min / -5 V 20 sec 1.5 hr</p>		

จากตารางที่ 4.8 ที่กำลังขยาย 15,000 เท่า จะเห็นว่าออกไซด์รูปลูก้อนที่เกิดขึ้นมีความสูง และขนาดท่อที่สม่ำเสมอมากขึ้นเมื่อลดระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมดลงเหลือ 0.5 1 และ 1.5 ชั่วโมง

4.1.2. การวิเคราะห์ความหนาของออกไซด์

การศึกษาความหนาของชั้นออกไซด์นั้น สามารถวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Focused Ion Beam Scanning Electron Microscopes (FIB-FESEM) เทคนิค FIB จะทำหน้าที่เจาะผิวตัวอย่างหรือชิ้นงานด้วยลำไอออนโฟกัส เพื่อศึกษาโครงสร้างภายใน การทดลองเบื้องต้นนั้นได้ใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการแอนโนไดซ์มาทดลองหาความหนาของท่อที่เกิด แสดงดังรูปที่ 4.2 ในการเจาะผิวหน้าของตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำมุมประมาณ 30 องศากับพื้นผิว (รูป 4.2 ก) โดยก่อนเจาะตัวอย่าง จะทำการเคลือบผิวออกไซด์ด้วยการพ่นแพลทินัมก่อน เพื่อป้องกันไม่ให้ความสูงของท่อถูกทำลาย จากรูป 4.2 ข จะเห็นได้ว่ามีชั้นที่เกิดทั้งหมด 3 ชั้น คือ 1. แพลทินัมที่พ่นเคลือบไว้ 2. ชั้นความหนาของออกไซด์รูปท่อของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอนโนไดซ์ และ 3. ชั้นพื้นผิวของไทเทเนียม (Substrate)

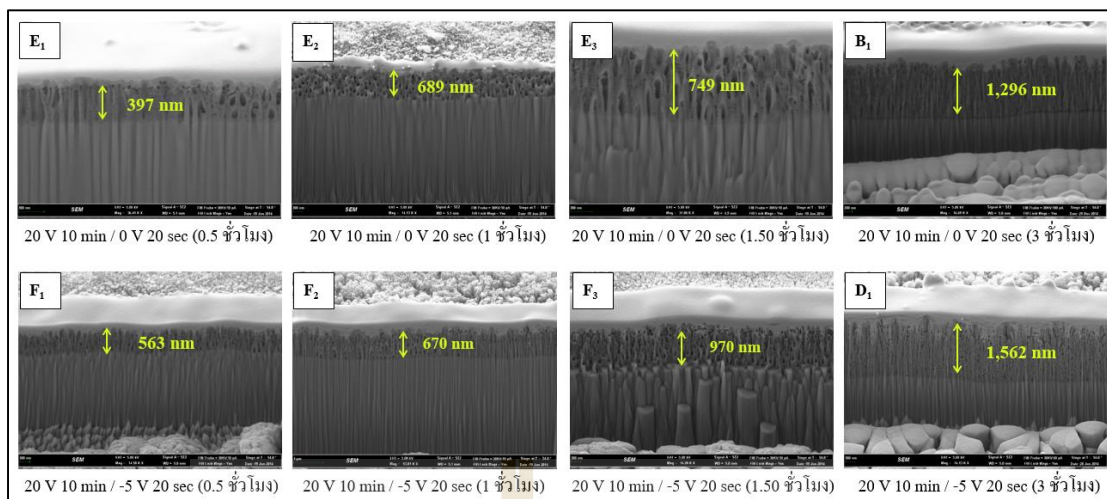


รูปที่ 4.2 ภาพถ่าย FIB-FESEM แสดงความหนาชั้นออกไซด์ของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอนโนไดซ์

ก) ลักษณะการเจาะผิวหน้าแผ่นบนแผ่น TiO_2

ข) ลักษณะของชั้นออกไซด์เมื่อผ่านการเจาะด้วยลำไอออนโฟกัส

จากนั้นได้นำแผ่น TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ มาวิเคราะห์ความหนาของชั้นออกไซด์ที่เกิด โดยการเปรียบเทียบตามระยะเวลาที่ใช้การสังเคราะห์ทั้งหมด คือ 0.5 1 1.5 และ 3 ชั่วโมง ซึ่งสถานะที่นำมาเปรียบเทียบมีทั้งหมด 2 สถานะการสังเคราะห์คือ 20 โวลต์ 10 นาที / 0 โวลต์ 20 วินาที และ 20 โวลต์ 10 นาที / -5 โวลต์ 20 วินาที แสดงดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย FIB-FESEM แสดงความหนาชั้นออกไซด์ของแผ่น TiO₂ ที่ผ่านการเอโนไดซ์ตามระยะเวลาที่ใช้การสังเคราะห์ทั้งหมด

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อระยะเวลาที่ใช้การสังเคราะห์มากขึ้น ออกไซด์ที่เกิดขึ้นผิวเพิ่ม ซึ่งหมายความว่าท่อที่เกิดจะยาวมากขึ้น ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาในการย่อยสลายสารอินทรีย์ได้ดีมากขึ้นตามไปด้วย สอดคล้องกับงานวิจัยของ (Sun, Wang, & Yan, 2011) ซึ่งทดลองเอโนไดซ์ที่ระยะเวลาต่างกันคือ 10 30 60 และ 120 นาที พบว่า ระยะเวลา 120 นาที ทำให้ออกไซด์มีความหนามากที่สุด และงานวิจัยของ (Kontos et al., 2012) มีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโนด้วยกระบวนการเอโนไดซ์ที่ระยะเวลาต่างกัน คือ 1 2 และ 4 ชั่วโมง พบว่า ความหนาของออกไซด์มีขนาด 7 13.8 และ 24.8 ไมโครเมตร ตามลำดับ

4.1.3. การวิเคราะห์การตอบสนองปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแสง

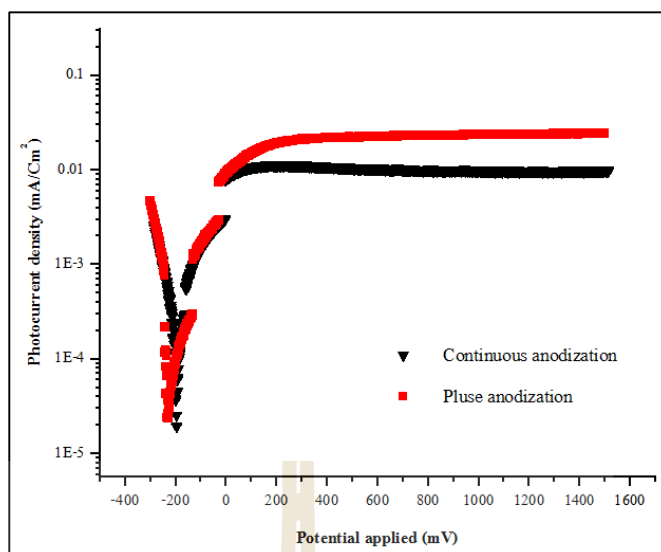
การวิเคราะห์การตอบสนองปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแสงของของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นการวัดอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในรูปของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Photocurrent density) ที่เกิดจากการฉายแสงผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา วิธีนี้สามารถนำมาใช้เป็นตัวบ่งชี้คุณภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิสได้ในอีกทางหนึ่ง (Becker, Zheng, Elton, & Saeki, 1986)

เบื้องต้นได้ทำการวิเคราะห์ได้นำแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการแอนโนไดซ์แบบพัลส์และแบบการจ่ายความต่างศักย์คงที่ ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง มาฉายแสง เพื่อวัดความสามารถในการปลดปล่อยอิเล็กตรอนของตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อได้รับการกระตุ้นด้วยแสง โดยทำการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการกระตุ้นด้วยแสง (Photocurrent density) ที่ความต่างศักย์ 500 มิลลิโวลต์ ซึ่งเป็นช่วงที่กระแสไฟฟ้าเริ่มเข้าสู่สภาวะสมดุล แสดงดังตารางที่ 4.9 และรูปที่ 4.4

ตารางที่ 4.9 ค่า Photocurrent density ของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์และแบบการจ่ายความต่างศักย์คงที่ ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง

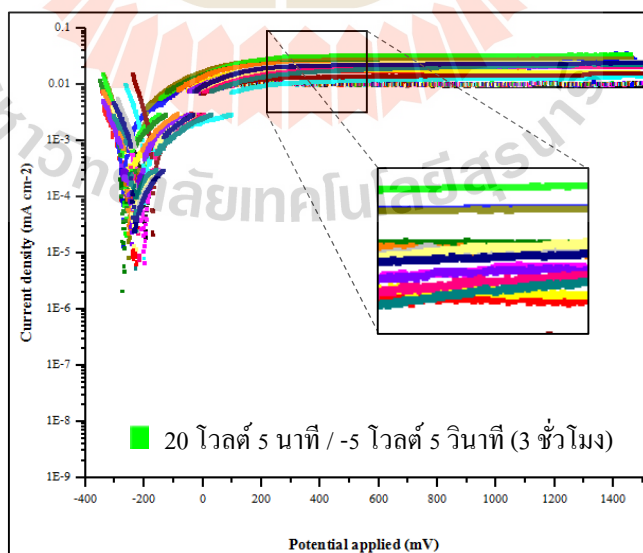
สภาวะการสังเคราะห์	Photocurrent density @ 500 mV (มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
การแอนโนไดซ์แบบพัลส์ (20 V 10 min / 0 V 20 sec , 3 hr)	0.0182
การแอนโนไดซ์จ่ายความต่างศักย์คงที่ (20 โวลต์ , 3 hr)	0.0106

พบว่าที่สภาวะการทดลองแอนโนไดซ์แบบพัลส์ มีความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการกระตุ้นด้วยแสง (Photocurrent density) มากกว่าการแอนโนไดซ์แบบจ่ายความต่างศักย์คงที่ คือ 0.0182 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และ 0.0106 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ (Chanmanee et al., 2007; Kim, Ghicov, Albu, & Schmuki, 2008; Y.-L. Xie et al., 2012) พบว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนด้วยกระบวนการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ ให้ค่า Photocurrent density มากกว่าการแอนโนไดซ์ที่จ่ายความต่างศักย์แบบคงที่



รูปที่ 4.4 กราฟ Photocurrent density ของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์และแบบการจ่ายความต่างศักย์คงที่ ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง

จากนั้นได้นำไทเทเนียมที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ทั้งหมดมาเปรียบเทียบความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการกระตุ้นด้วยแสง (Photocurrent density) ที่ความต่างศักย์ 500 มิลลิโวลต์ จากตารางที่ 4.10 และรูปที่ 4.5 พบว่า สภาวะที่ให้ Photocurrent density มากที่สุดคือ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.0337 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร

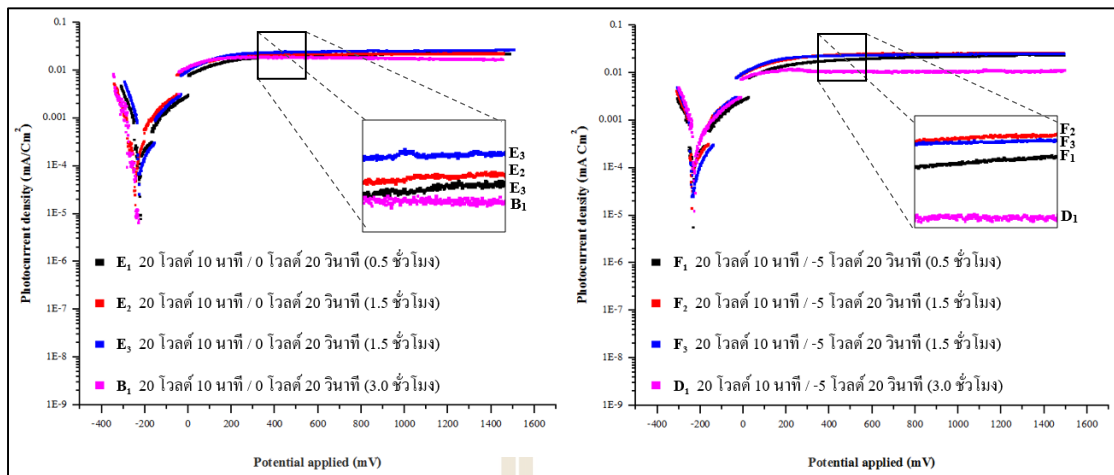


รูปที่ 4.5 กราฟ Photocurrent density ของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ทั้งหมด

ตารางที่ 4.10 ค่า Photocurrent density ของแผ่น TiO₂ ที่ผ่านการแอโนไดซ์แบบพัลส์

สภาวะการสังเคราะห์		ระยะเวลาทั้งหมด	Photocurrent density @ 500 mV (มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
A ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที	3 ชั่วโมง	0.0301
A ₂	20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที		0.0298
A ₃	20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 5 วินาที		0.0248
B ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที		0.0182
B ₂	20 โวลต์ 5 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที		0.0208
B ₃	20 โวลต์ 1 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที		0.0145
C ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที		0.0121
C ₂	20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที		0.0337
C ₃	20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที		0.0234
D ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที		0.0106
D ₂	20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที		0.0188
D ₃	20 โวลต์ 1 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที		0.0145
E ₁	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที		0.5 ชั่วโมง
E ₂	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	1.0 ชั่วโมง	0.0209
E ₃	20 โวลต์ 10 นาที/0 โวลต์ 20 วินาที	1.5 ชั่วโมง	0.0236
F ₁	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	0.5 ชั่วโมง	0.0185
F ₂	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	1.0 ชั่วโมง	0.0241
F ₂	20 โวลต์ 10 นาที/-5 โวลต์ 20 วินาที	1.5 ชั่วโมง	0.0227

นอกจากนี้ยังได้ทำการเปรียบเทียบความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการกระตุ้นด้วยแสง (Photocurrent density) ที่ความต่างศักย์ 500 มิลลิโวลต์ ในด้านของระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด โดยแบ่งเป็น 2 สภาวะการสังเคราะห์คือ 20 โวลต์ 10 นาที / 0 โวลต์ 20 วินาที และ 20 โวลต์ 10 นาที / -5 โวลต์ 20 วินาที ทั้ง 2 สภาวะการทดลองนั้นใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมดที่ 0.5 1 1.5 และ 3 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟ Photocurrent density ของแผ่น TiO_2 ที่ผ่านการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ โดยเปรียบเทียบระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 0.5 1 1.5 และ 3 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบ Photocurrent density ที่ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด คือ 0.5 1 1.5 และ 3 ชั่วโมง ของสถานะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 10 นาที่ / 0 โวลต์ 20 วินาที (E_1 , E_2 , E_3 และ B_1) พบว่า Photocurrent density สูงที่สุด มีค่าเท่ากับ 0.0236 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ที่ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง ที่สถานะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 10 นาที่ / -5 โวลต์ 20 วินาที (F_1 , F_2 , F_3 และ D_1) นั้น Photocurrent density ที่ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง ให้ค่าที่ใกล้เคียงกัน คือ 0.0241 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และ 0.0227 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ และที่เหมือนกันทั้งสองสถานะการทดลองคือ ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมดที่ 3 ชั่วโมง ให้ Photocurrent density ที่ต่ำที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ (Kang, Smith, Taylor, & Durstock, 2009) ที่กล่าวว่าเมื่อใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์นานขึ้น จะทำให้เกิดท่อที่ยาวมากขึ้นตามไปด้วย ซึ่งท่อที่ยาวเกินไปอาจจะเป็นการไปลด Recombination center ทำให้เกิดการกลับมารวมตัวกันระหว่างอิเล็กตรอนและช่องว่างได้ง่ายขึ้น และออกไซด์รูปท่อที่ยาวเกินไปอาจไปบดบังแสง ทำให้บางส่วนไม่ได้รับการฉายแสง ส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการกระตุ้นด้วยแสงลดลง

จากที่กล่าวมาข้างต้นคาดว่าสถานะการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ 20 โวลต์ 5 นาที่ / -5 โวลต์ 5 วินาที ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ 1.5 ชั่วโมง เนื่องจาก

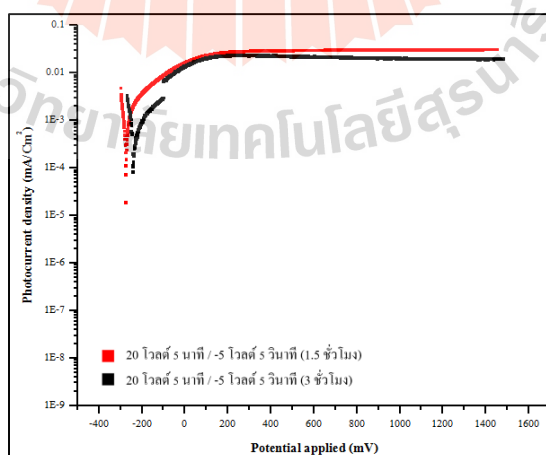
1) จากตารางที่ 4.10 และรูปที่ 4.5 จากสถานะที่ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง พบว่าสถานะที่ให้ Photocurrent density มากที่สุด คือ 20 โวลต์ 5 นาที่ / -5 โวลต์ 5 วินาที

2) เมื่อเปรียบเทียบในด้านของระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ทั้งหมด คือ 0.5 1.5 และ 3 ชั่วโมง พบว่าที่ระยะเวลาการสังเคราะห์ 1.5 ชั่วโมงนั้นให้ Photocurrent density สูงที่สุด จึงได้ทำการสังเคราะห์ที่สภาวะการทดลอง 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง แสดงผล Photocurrent density ที่ความต่างศักย์ 500 มิลลิโวลต์ ดังตารางที่ 4.11 และรูปที่ 4.7 ซึ่งพบว่าที่ระยะเวลาการสังเคราะห์ 1.5 ชั่วโมง ให้ Photocurrent density ที่สูงกว่าระยะเวลาการสังเคราะห์ 3 ชั่วโมง คือ 0.0410 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร และ 0.0337 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ตามลำดับ

ตารางที่ 4.11 Photocurrent density ที่สภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับ 3 ชั่วโมง

สภาวะการสังเคราะห์	ระยะเวลาทั้งหมด	Photocurrent density @ 500 mV (มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)
20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	1.5 ชั่วโมง	0.0394
20 โวลต์ 5 นาที/-5 โวลต์ 5 วินาที	3 ชั่วโมง	0.0337

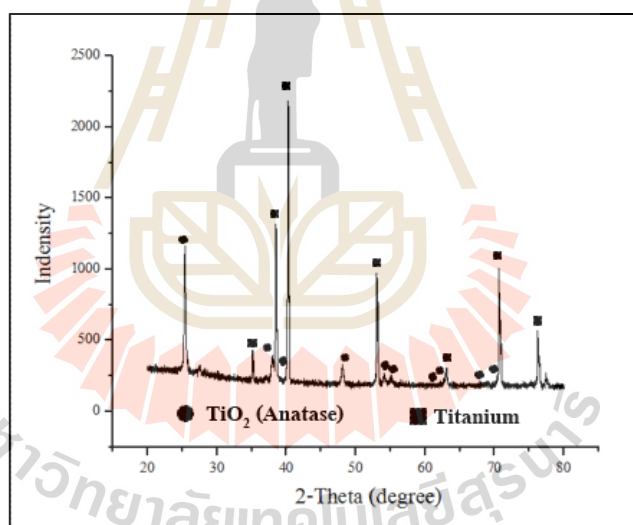
ดังนั้นจึงได้เลือกสภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง เป็นสภาวะที่เหมาะสม และนำไปใช้กำหนดในการทดลองต่อไปทุกการทดลอง



รูปที่ 4.7 กราฟ Photocurrent density ที่สภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับ 3 ชั่วโมง

4.1.4. การวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกของออกไซด์

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของออกไซด์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) ของตัวอย่างที่สภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที (1.5 ชั่วโมง) โดยใช้ Cu-K ($\lambda = 1.54060$ อังสตรอม) กวาดมุม 2θ ตั้งแต่ $20 - 80$ องศาที่ อัตราการกวาด (scan rate) 0.02 องศาต่อ 0.2 วินาที แสดงผลดังรูปที่ 4.8 พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เกิดเป็นโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมที่ตำแหน่ง 35.16° 38.49° 40.00° 53.06° 63.03° และ 70.68° ตามลำดับ (เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 44-1294) และเกิดเป็นโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส ปรากฏที่ตำแหน่ง 25.15° 37.88° 38.70° 48.12° 53.90° และ 70.44° ตามลำดับ (เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 21-1272) ซึ่งข้อมูลเหล่านี้ สอดคล้องกับงานวิจัยของ (Ji, Lin, Zheng, Zhu, & Samia, 2011; Li et al., 2012; Liu et al., 2008; Luan & Wang, 2014; Y. Xie, Zhou, & Lu, 2009; Zhang et al., 2010) ที่แสดงให้เห็นว่าออกไซด์ที่เกิดขึ้นเป็นโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส ที่มีแผ่นไทเทเนียมเป็นสารตั้งต้น (Substrate)

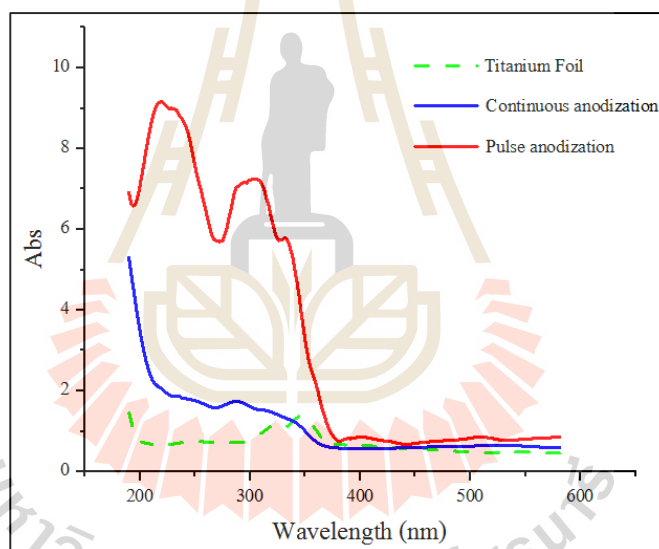


รูปที่ 4.8 โครงสร้างผลึกของออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของแผ่น TiO₂ ด้วยเครื่อง XRD

โดยทั่วไปโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสนิยมใช้ในปฏิกิริยาการเร่งด้วยแสง เนื่องจากโครงสร้างแบบอนาเทสจะให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างรูไทล์ ด้วยโครงสร้างของอนาเทสที่มีแถบช่องว่างพลังงานที่สูงกว่ารูไทล์ ทำให้การรวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอนและโฮลมีอัตราการเกิดที่ต่ำ นอกจากนี้โครงสร้างแบบอนาเทสสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำ ทำให้มีพื้นที่ผิวสูง ดังนั้นจึงสามารถผลิตไฮดรอกซิลเรดิคัลได้มาก ส่งผลให้การเกิดปฏิกิริยาในการบำบัดมลพิษนั้นมีประสิทธิภาพมากกว่า

4.1.5. การวิเคราะห์ค่าดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยา

การศึกษาคุณสมบัติของการดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer ที่ช่วงความยาวคลื่น 190 – 600 นาโนเมตร ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างโดยเปรียบเทียบแผ่นไทเทเนียมที่ใช้เป็นวัสดุตั้งต้นกับแผ่นไทเทเนียมที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์ (สภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที, 1.5 ชั่วโมง) และแบบจ่ายความต่างศักย์คงที่ แสดงดังรูปที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการแอโนไดซ์แบบพัลส์ มีการตอบสนองต่อแสงที่มากกว่าการแอโนไดซ์ชั้นที่จ่ายความต่างศักย์คงที่ โดยจะตอบสนองต่อแสงในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 190 – 360 นาโนเมตร หรืออยู่ในช่วงของรังสียูวี ส่วนแผ่นไทเทเนียมที่ใช้เป็นวัสดุตั้งต้นนั้นมีการตอบสนองต่อแสงน้อยมาก หรือแทบจะไม่มี การตอบสนองต่อแสงเลย



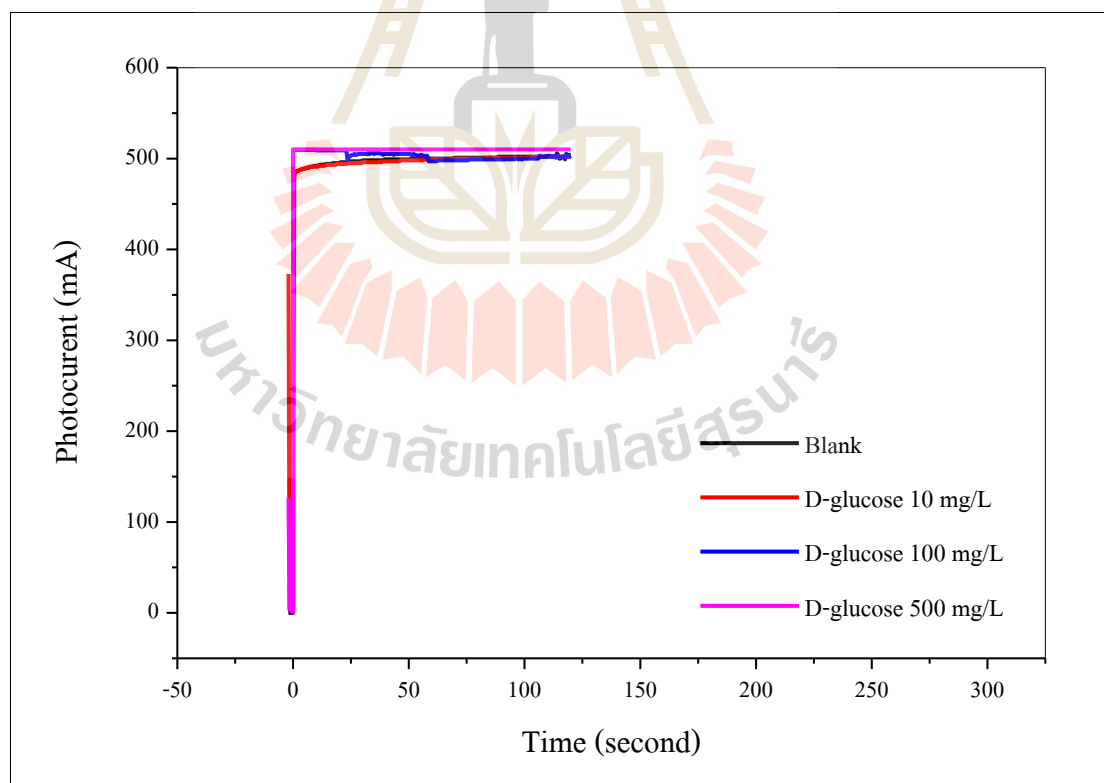
รูปที่ 4.9 การดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง UV/VIS Spectrophotometer

4.2. การทดลองสำหรับหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส

ในการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในกระบวนการแอนโนไดเซชันแบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการทดลองจะใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) แพลทินัม (Pt) เป็นขั้วไฟฟ้าคู่ใช้งาน (Counter electrode) และใช้ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) แหล่งกำเนิดแสงใช้หลอดไฟ LED (ความยาวคลื่น 365 นาโนเมตร) ขนาด 5 วัตต์

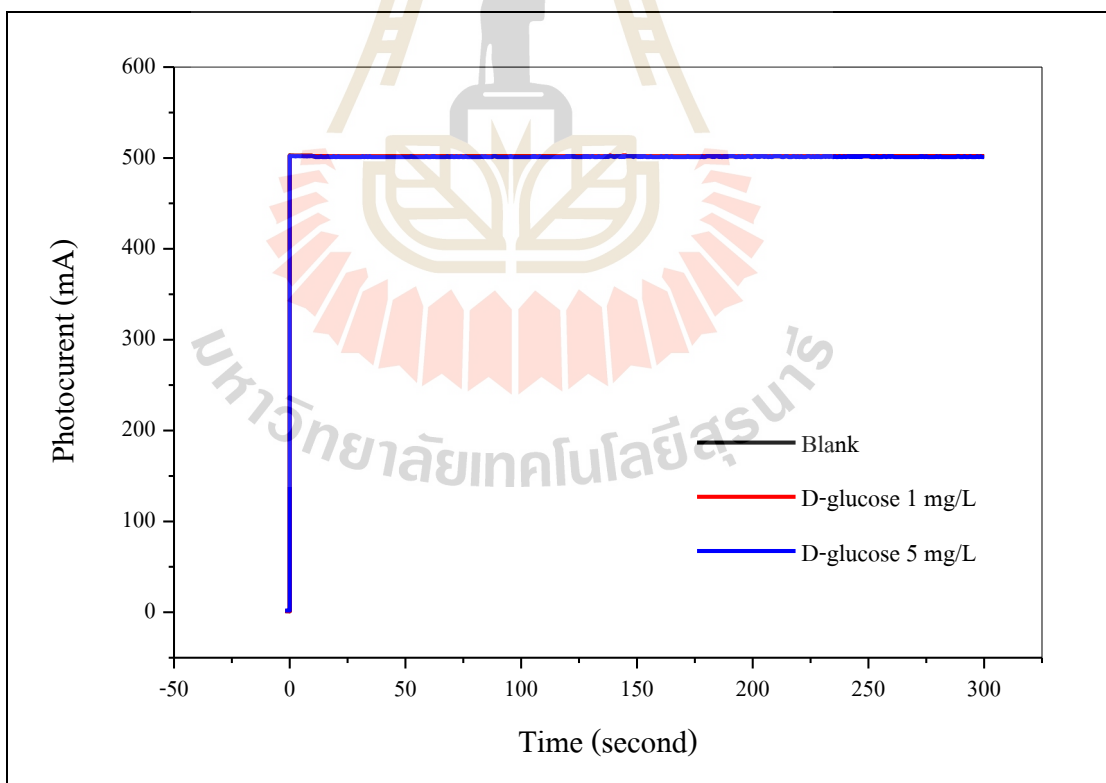
4.2.1. การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ชุดการทดลองที่ 1

สารละลายมาตรฐานที่ใช้ในชุดการทดลองนี้คือสารละลายมาตรฐานกลูโคส (D-glucose) มีโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) 0.1 โมลาร์ เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ กำหนดค่าความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ ปริมาณน้ำ 5 มิลลิลิตร และพื้นที่ผิวแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สัมผัสกับน้ำ 1 ตารางเซนติเมตร เริ่มต้นทดลองโดยแปรเปลี่ยนค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคส 3 ความเข้มข้น คือ 10 100 และ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร จ่ายความต่างศักย์ 100 วินาที ทุกความเข้มข้นใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์แผ่นเดียว ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.10

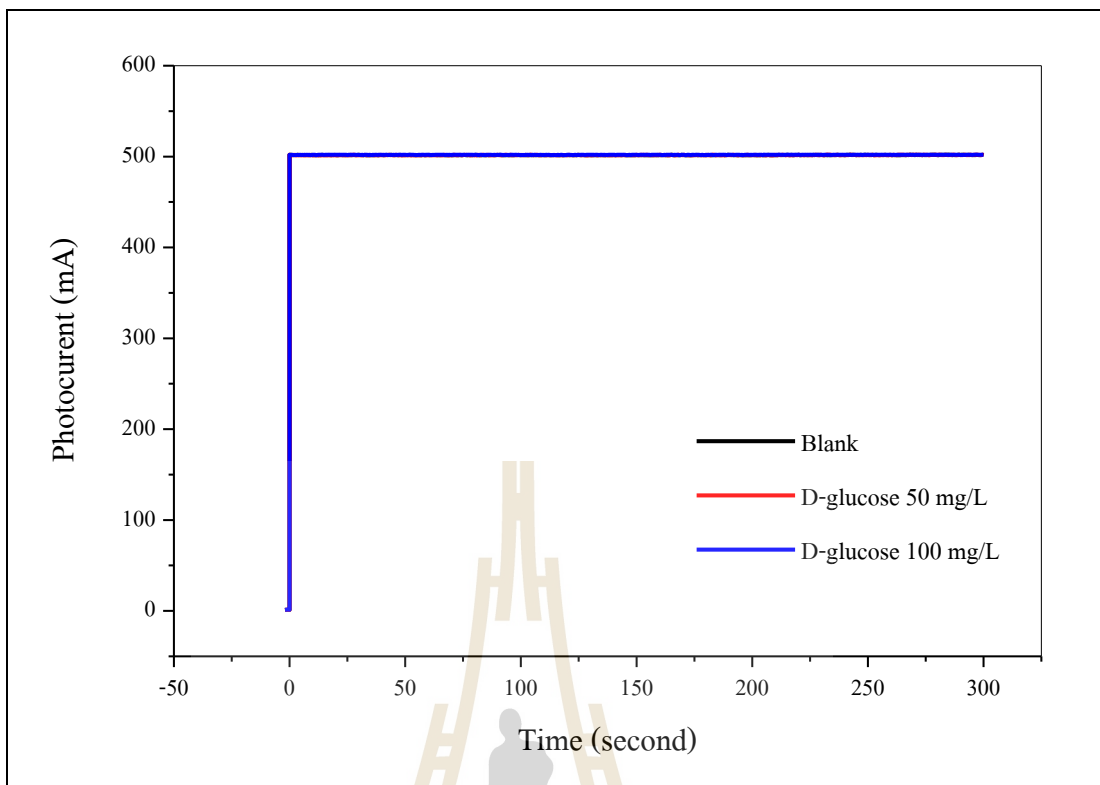


รูปที่ 4.10 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 (ครั้งที่ 1)

จากผลการทดลองพบว่าที่สารละลายมาตรฐานกลูโคสเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร กระแสไฟฟ้าที่วัดได้ต่ำกว่าแบลงค์ (น้ำปราศจากไอออนที่เติม Na_2SO_4 0.1 M เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์) ซึ่งไม่สามารถนำไปคำนวณหาค่าซีโอดีได้ แต่ที่ความเข้มข้นกลูโคส 100 และ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร กระแสไฟฟ้าจากสารละลายมาตรฐานกลูโคสสูงกว่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากแบลงค์ แต่กราฟที่ได้ไม่บรรจบกัน ซึ่งหมายความว่าสารอินทรีย์ที่อยู่ในน้ำนั้นถูกออกซิไดซ์ไม่หมด จึงเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 5 นาที (300 วินาที) ใช้สารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ คือ 1 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.11 พบว่ากราฟที่ได้จากกระแสไฟฟ้าจากสารละลายมาตรฐานกลูโคสทุกความเข้มข้นรวมถึงแบลงค์ เป็นเส้นเดียวกัน สันนิษฐานว่าความเข้มข้นของกลูโคสอาจต่ำเกินไป ทำให้กระแสไฟฟ้าที่วัดออกมาได้มีค่าไม่แตกต่างกัน จึงทำการทดลองซ้ำ โดยเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคสเท่ากับ 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งจากผลการทดลองที่ได้ พบว่ากระแสไฟฟ้าที่วัดออกมามีค่าไม่แตกต่างกันเช่นเดิม แสดงผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.12 (ผลการทดลองเพิ่มเติมแสดงดังภาคผนวก ข.)



รูปที่ 4.11 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 (ครั้งที่ 2)

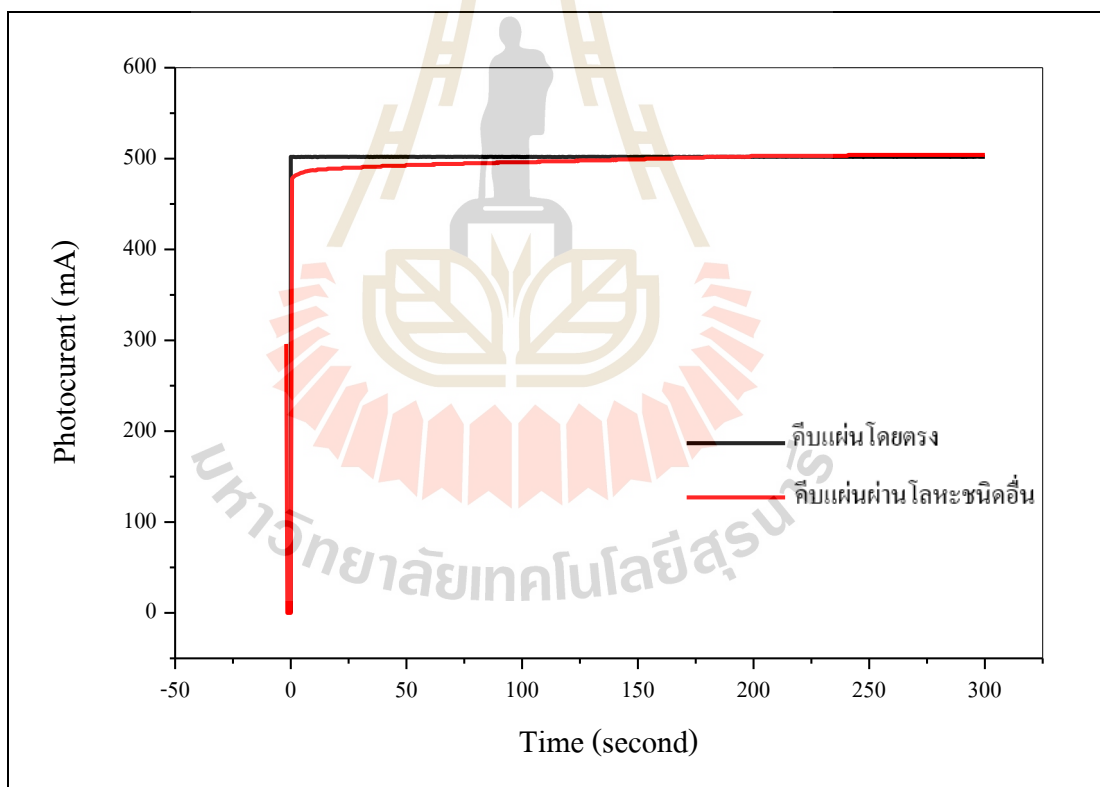


รูปที่ 4.12 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 (ครั้งที่ 3)

จากผลการทดลองหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 ที่กล่าวมาทั้งหมดข้างต้น จะเห็นว่ากราฟที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแบลงค์นั้นเป็นเส้นเดียวกัน ทำให้ไม่สามารถหาค่าซีโอดีได้ เนื่องจากไม่มีพื้นที่ใต้กราฟที่แตกต่างกันระหว่างสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแบลงค์ จึงตั้งสมมติฐานว่า อาจเกิดจากการวัดกระแสไฟฟ้าที่คลาดเคลื่อน เนื่องจากไม่ได้ใช้ใช้หัวหนีบปากจระเข้ที่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้เป็นขั้วใช้งาน และขดลวดแพลทินัมที่เป็นขั้วไฟฟ้าร่วมโดยตรง ได้ทำการแก้ไขโดยเปลี่ยนถึงอุปกรณ์ใหม่

4.2.2. การหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ชุดการทดลองที่ 2

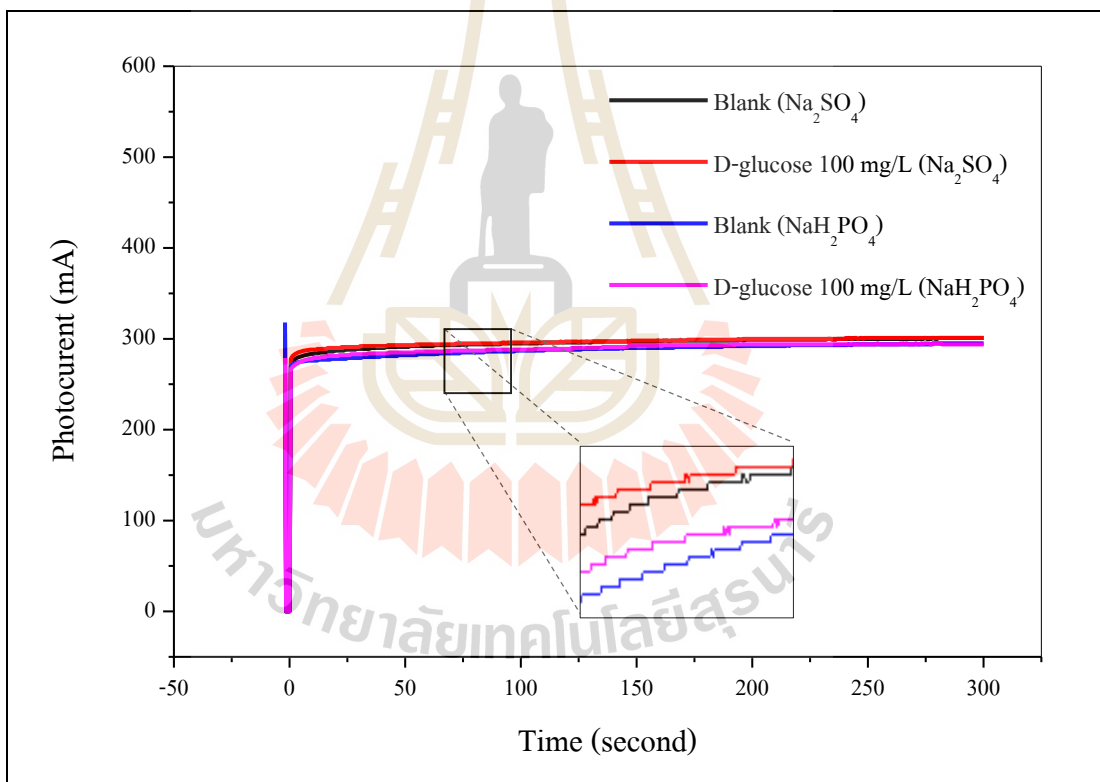
ปัญหาที่เกิดจากชุดการทดลองที่ 1 คือกราฟที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคส และแบลคเป็นเส้นเดียวกัน คาดว่าเกิดจากการที่ไม่ใช้คิปปากจระเข้ที่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ และขดลวดแพลทินัมโดยตรง จึงได้ทำการสร้างถังปฏิกรณ์ใหม่ โดยชุดการทดลองที่ 2 ถังปฏิกรณ์ ทำขึ้นมาจากซิลิโคน แหล่งกำเนิดแสงติดไว้กับพลาสติกที่ทำการฉีดขึ้นรูปเพื่อให้กรอบตัวถัง ปฏิกรณ์ (ดังรูป 3.7) จากนั้นทำการวัดค่าซีโอดีที่สภาวะเดิมคือ ใช้สารละลายมาตรฐานกลูโคสความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่มีสารละลายโซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ จ่ายความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ แต่สิ่งที่แตกต่างกันคือการวัดกระแสโดยการใช้อุปกรณ์ที่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยตรง กับการคิปปากจระเข้ที่แผ่นโลหะชนิดอื่น ผลการทดลองแสดงดังรูป 4.13 พบว่ากระแสไฟที่ได้จากการใช้อุปกรณ์ที่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์และขดลวดแพลทินัม โดยตรงให้กระแสที่สูงกว่าการคิปปากจระเข้ที่แผ่นโลหะชนิดอื่น



รูปที่ 4.13 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าเปรียบเทียบการใช้อุปกรณ์ที่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์โดยตรง กับการคิปปากจระเข้ที่แผ่นโลหะชนิดอื่น

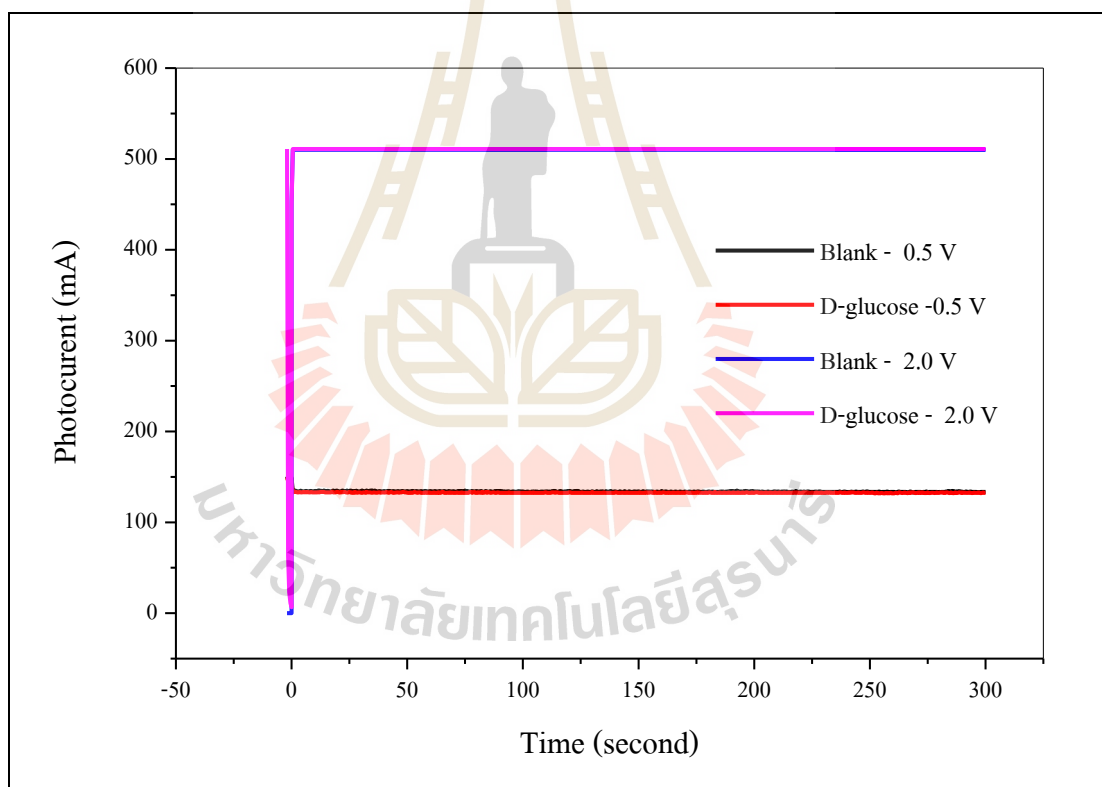
จากนั้นทำการหาสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมก่อน ดังนี้

1) ศึกษาประเภทของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ; ได้ทำการแปรเปลี่ยนประเภทของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 2 ชนิดคือ โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) และ โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (NaH_2PO_4) ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ กำหนดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณน้ำ 3 มิลลิลิตร ใช้แผ่นกราฟไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้าร่วม จ่ายความต่างศักย์ 0.3 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที) และในการทดลองนี้ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์เพียงแผ่นเดียว ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.14 พบว่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากแหล่งและสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่มีโซเดียมซัลเฟตเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ให้กระแสไฟฟ้าที่สูงกว่ากราฟที่มีโซเดียมซัลเฟตเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ดังนั้นในการทดลองขั้นต่อไปจะใช้สารละลายโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในทุกการทดลอง

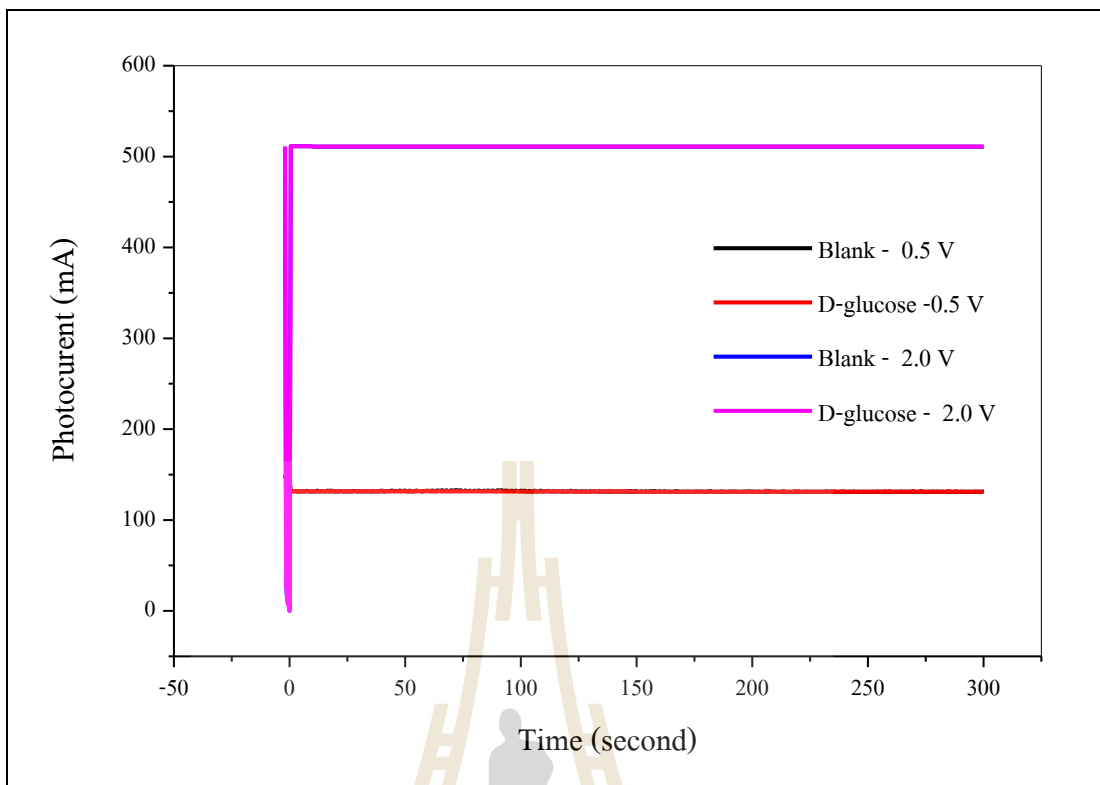


รูปที่ 4.14 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่เปรียบเทียบประเภทของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของชุดการทดลองที่ 2

2) ศึกษาความต่างศักย์ที่เหมาะสม ; ทำการแปรเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ โดยระยะเวลาการจ่ายความต่างศักย์เท่ากับ 5 นาที กำหนดสารละลายมาตรฐานกลูโคสเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร มีโซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ปริมาณน้ำ 3 มิลลิตร ใช้แผ่นกราไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้าร่วม และใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์เพียงแผ่นเดียว แสดงผลการทดลองดังรูปที่ 4.15 พบว่าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ กระแสไฟฟ้าจากสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแบลงค์เป็นเส้นเดียวกัน ซึ่งที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ กระแสไฟฟ้าที่วัดได้นั้น ต่ำกว่าที่ความต่างศักย์ 2.0 โวลต์ จึงได้ทดลองเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟตจากเดิม 0.1 โมลาร์ เป็น 0.5 โมลาร์ และ 1.0 โมลาร์ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.16 และ 4.17

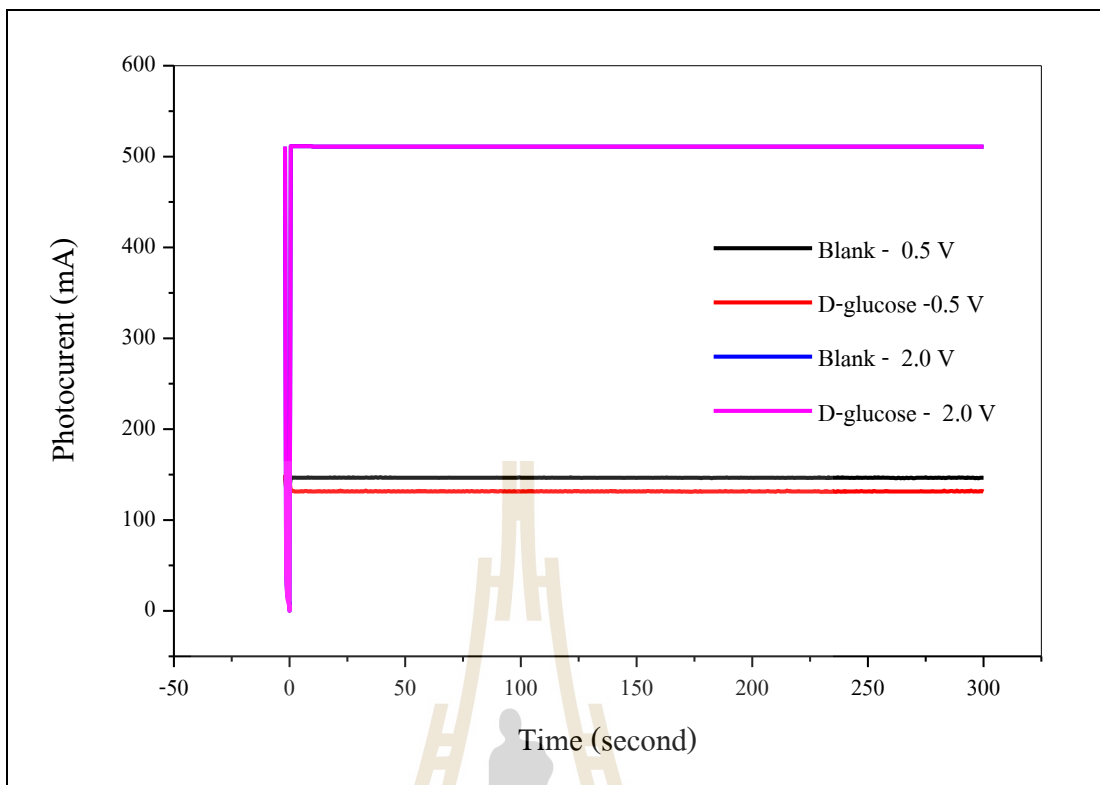


รูปที่ 4.15 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์และ 2.0 โวลต์ ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์ ของชุดการทดลองที่ 2



รูปที่ 4.16 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์และ 2.0 โวลต์ ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต 0.5 โมลาร์ ของชุดการทดลองที่ 2

จากผลการทดลองรูปที่ 4.16 แสดงกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแหล่งและสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ โดยมีโซเดียมซัลเฟต 0.5 โมลาร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยการทดลองนี้ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์เพียงแผ่นเดียว พบว่ากราฟกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากแหล่งและสารละลายมาตรฐานกลูโคสเป็นเส้นเดียวกัน ทั้งที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ โดยที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์นั้นจะให้กระแสไฟฟ้าที่ต่ำกว่าความต่างศักย์ 2.0 โวลต์ ซึ่งเมื่อไปดูพื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากแหล่งและสารละลายมาตรฐานกลูโคสดังตารางที่ 4.12 พบว่าพื้นที่ใต้กราฟมีค่าใกล้เคียงกันมาก และจากผลการทดลองรูปที่ 4.17 แสดงกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแหล่งและสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ โดยมีโซเดียมซัลเฟต 1.0 โมลาร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ พบว่า ที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ มีความต่างเกิดขึ้นระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแหล่ง แต่กราฟกระแสที่ได้จากแหล่งนั้นสูงกว่ากราฟกระแสที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคส ส่วนที่ความต่างศักย์ 2.0 โวลต์นั้น กราฟที่ได้นั้นยังคงเป็นเส้นเดียวกันอยู่เช่นเดิม



รูปที่ 4.17 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์และ 2.0 โวลต์ ที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์โซเดียมซัลเฟต 1.0 โมลาร์ ของชุดการทดลองที่ 2

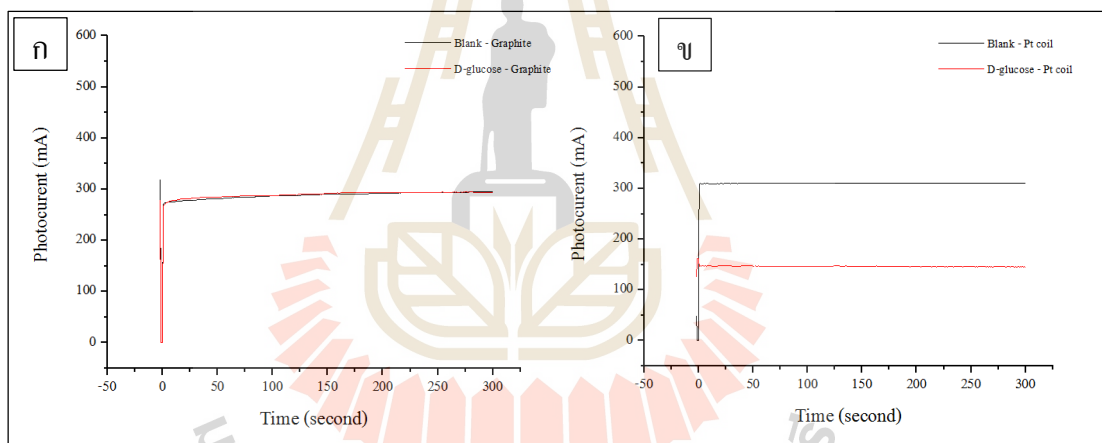
ตารางที่ 4.12 เปรียบเทียบพื้นที่ใต้กราฟของแบลงค์และสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความต่างศักย์ 0.5 โวลต์ และ 2.0 โวลต์ ที่ความเข้มข้นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่าง ๆ

พื้นที่ใต้กราฟ	Na ₂ SO ₄ 0.1 M		Na ₂ SO ₄ 0.5 M		Na ₂ SO ₄ 1.0 M	
	0.5 โวลต์	2.0 โวลต์	0.5 โวลต์	2.0 โวลต์	0.5 โวลต์	2.0 โวลต์
Q _b	12259388	45968019	12047823	46085907	13373192	46091658
Q _t	12146968	46164878	12028297	46084447	12039174	46089367

หมายเหตุ , 1. Q_b = พื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากแบลงค์

2. Q_t = พื้นที่ใต้กราฟที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคส (ความเข้มข้น 100 mg/L)

3) ศึกษาประเภทของขั้วไฟฟ้าร่วม (Counter electrode) ; ทำการเปรียบเทียบขั้วไฟฟ้าร่วม 2 ชนิด คือ ลวดแพลทินัม และแผ่นกราไฟต์ ซึ่งกำหนดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคสเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร มีโซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์เป็นอิเล็กโทรไลต์ ปริมาณน้ำ 3 มิลลิตร จ่ายความต่างศักย์ 0.3 โวลต์เป็นระยะเวลา 5 นาที และใช้แผ่นไทเทเนียม-ไดออกไซด์เพียงแผ่นเดียว จากผลการทดลองรูปที่ 4.18 พบว่า กราฟกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการใช้แผ่นกราไฟต์เป็นขั้วไฟฟ้าร่วมของสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแบลงค์นั้นมีความต่างกันน้อยมากเมื่อเปรียบเทียบกับกราฟที่ได้จากขดลวดแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าร่วม ซึ่งการใช้ขดลวดแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้าร่วมนั้น พบว่ากราฟกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแบลงค์มีความแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้กระแสไฟฟ้าที่เกิดจากขดลวดแพลทินัมยังให้กระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าแผ่นกราไฟต์อีกด้วย



รูปที่ 4.18 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่เปรียบเทียบประเภทของขั้วไฟฟ้าร่วม

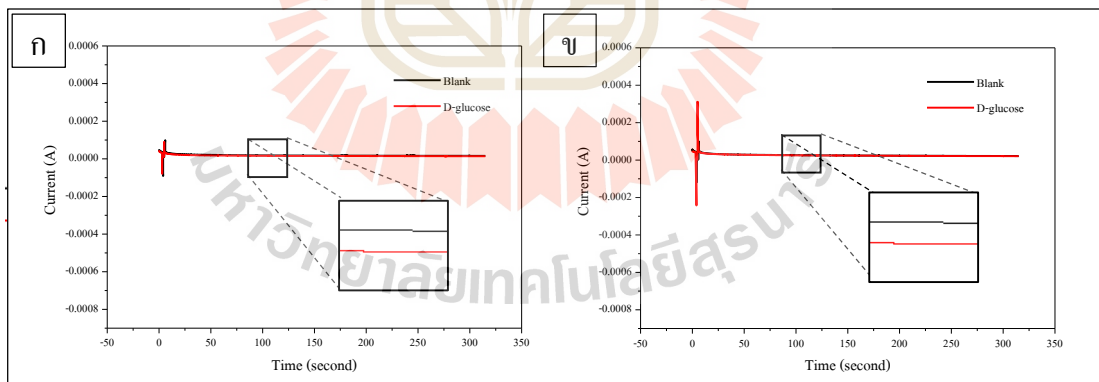
ก) แผ่นกราไฟต์

ข) ลวดแพลทินัม

4.2.3. การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ชุดการทดลองที่ 3

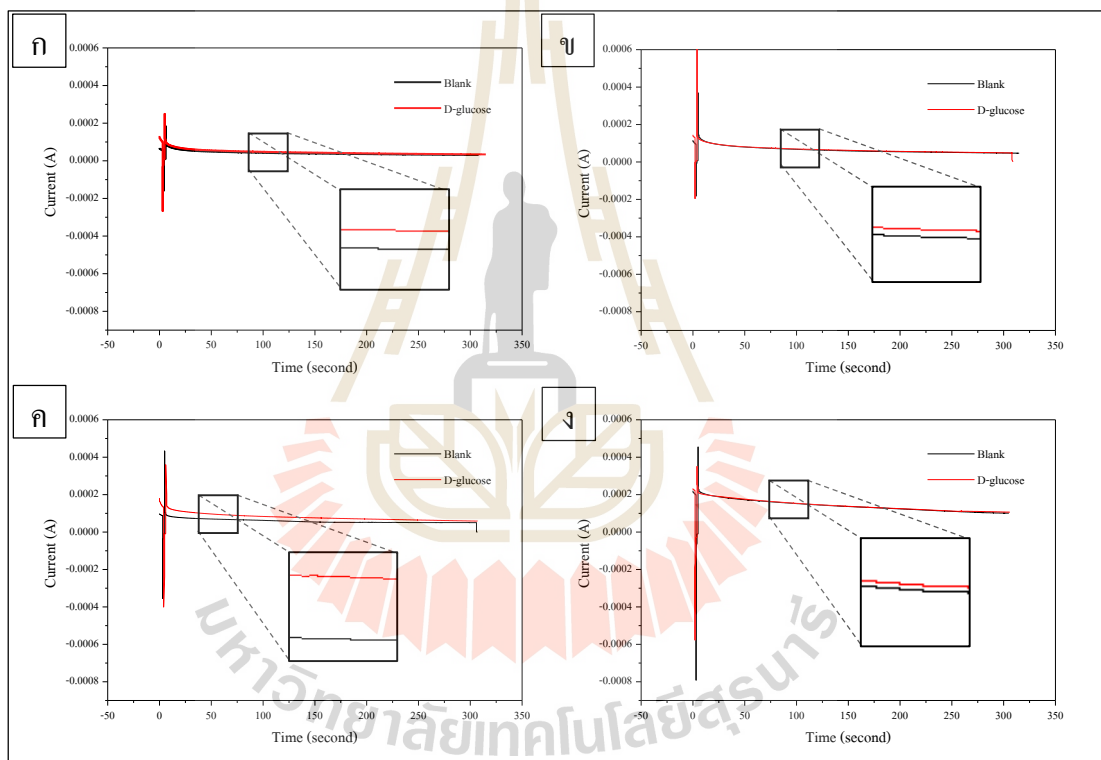
ในการทดลองชุดที่ 3 นั้นจะใช้ถึงปฏิกรณ์ที่ทำจากซิลิโคนเช่นเดิม แต่ในวัดกระแสไฟฟ้านั้นจะใช้เครื่องดิจิทัลมิเตอร์แทน ซึ่งการทดลองชุดที่ 1 และ 2 นั้นในการวัดกระแสไฟฟ้าและจ่ายความต่างศักย์จะใช้เครื่องมือที่สร้างขึ้นเอง (รูปที่ 3.6) ฉะนั้นจึงต้องทำการหาสภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมใหม่ ซึ่งทุกการทดลองจะใช้ขั้วไฟฟ้าร่วมคือ ขดลวดแพลทินัม โดยในชุดการทดลองนี้มีขั้นตอนและผลการทดลองดังนี้

1) ศึกษาความต่างศักย์ที่เหมาะสม ; ทำการแปรเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ดังนี้ 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 และ 1.0 โวลต์ ระยะเวลาการจ่ายเท่ากับ 5 นาที กำหนดสารละลายมาตรฐาน กลูโคสเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ใช้โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ปริมาณน้ำ 3 มิลลิตร โดยครั้งนี้จะใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่นต่อ 1 ความต่างศักย์ และในการวัดตัวอย่างนั้นจะทำการวัดแบบลง 4 ชั่วโมง และสารละลายมาตรฐาน 4 ชั่วโมง จากนั้นนำมาหาค่าเฉลี่ย แล้วทำการพล็อตกราฟที่ได้จากค่าเฉลี่ยของแบบลงและสารละลายมาตรฐาน ซึ่งทุกครั้งที่ทำซ้ำจะต้องเปลี่ยนน้ำตัวอย่าง และทำการสืบสายไฟที่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์และขดลวดแพลทินัมใหม่ทุกครั้ง ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.19 – 4.20 พบว่าการจ่ายความต่างศักย์ที่ 0.1 โวลต์ (รูปที่ 4.19 ก) และ 0.2 โวลต์ (รูปที่ 4.19 ข) กราฟที่ได้จากกระแสไฟฟ้าของแบบลงสูงกว่ากราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคส



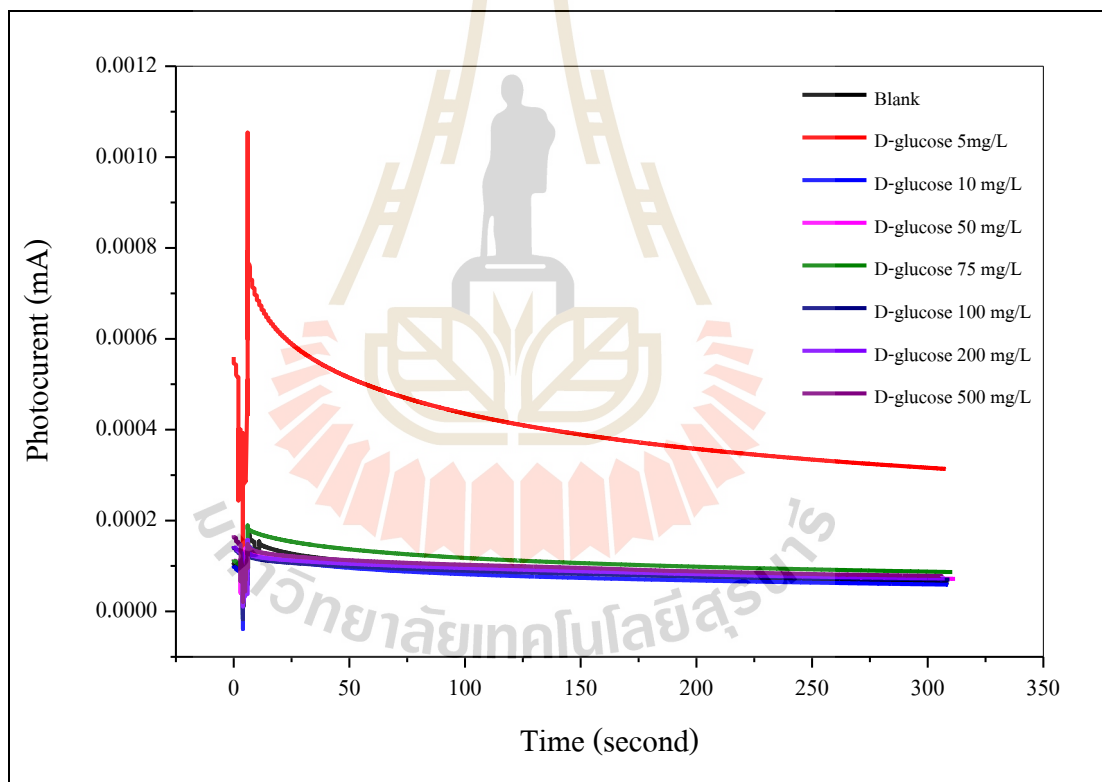
รูปที่ 4.19 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.1 (ก) และ 0.2 (ข) โวลต์ของชุดการทดลองที่ 3

ส่วนที่ความต่างศักย์ 0.3, 0.4 และ 0.5 โวลต์ กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นนั้นมีค่าใกล้เคียงกัน กราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคสสูงกว่ากราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแบลงค์ แสดงดังรูปที่ 4.20 ก – ค. และที่ความต่างศักย์ 1.0 โวลต์ (รูปที่ 4.20 ง) กระแสไฟฟ้าที่สูงที่สุด แต่พบว่าที่ความต่างศักย์นี้ กระแสไฟฟ้าที่เกิดจากแบลงค์นั้นมีมากกว่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดจากสารละลายมาตรฐาน นอกจากนี้ กราฟกระแสไฟฟ้าระหว่างแบลงค์ และสารละลายมาตรฐานมีเส้นที่ไม่บรรจบกัน ซึ่งหมายความว่าสารละลายเกิดการออกซิไดซ์ไม่หมด หรือเกิดการย่อยสลายไม่สมบูรณ์ แต่จะทำการเลือกใช้ความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นตัวแทนในการทดลองต่อไป เนื่องจากกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากแบลงค์ และสารละลายมาตรฐานมีระยะห่างที่มากกว่าความต่างศักย์อื่น ๆ

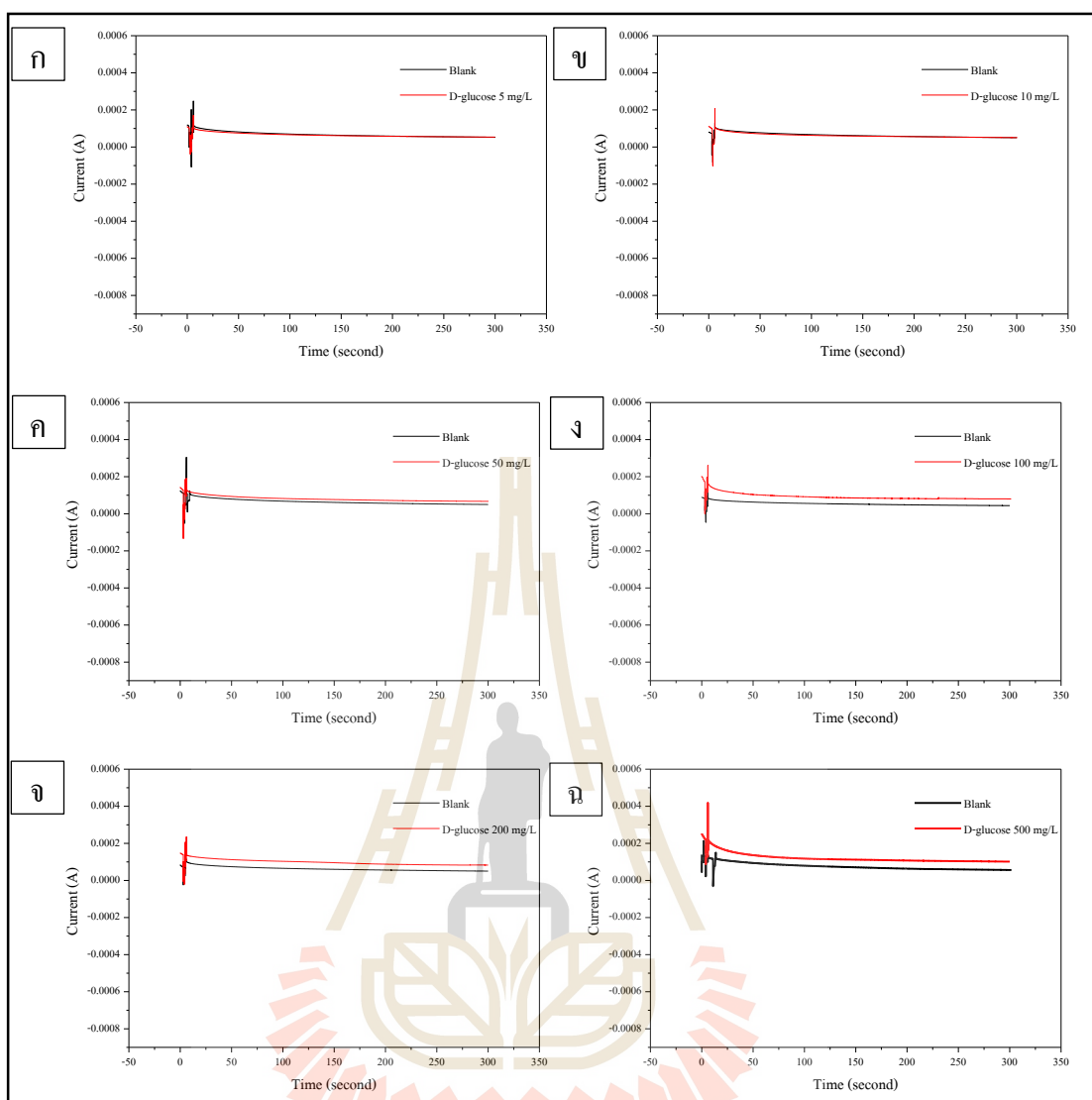


รูปที่ 4.20 เปรียบเทียบการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ความต่างศักย์ 0.3 (ก) 0.4 (ข) 0.5 (ค) และ 1.0 (ง) ของชุดการทดลองที่ 3

2) เมื่อได้ค่าความต่างศักย์ที่เหมาะสมแล้ว คือ 0.5 โวลต์ จึงได้ทำการทดลองหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส โดยทำการหาค่าซีโอดีจากสารละลายมาตรฐานกลูโคสทั้งหมด 7 ความเข้มข้น ตั้งแต่ 5 – 500 มิลลิกรัมต่อลิตร (แสดงดังตารางที่ 3.5) ใช้โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ปริมาณน้ำ 3 มิลลิลิตร จ่ายความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ ระยะเวลา 5 นาที และใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์เพียงแผ่นเดียวเท่านั้น แสดงผลการทดลองดังรูปที่ 4.21 พบว่ามีเพียงสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความเข้มข้น 5 และ 75 มิลลิกรัมต่อลิตรเท่านั้น ที่มีกราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายมาตรฐานกลูโคสสูงกว่าเบลม์ค์ ที่เป็นเช่นนี้สันนิษฐานว่าอาจเกิดจากการที่ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์เพียงแผ่นเดียวต่อทุกความเข้มข้น ส่งผลให้แผ่นนั้นหมดสภาพ จึงแก้ไขโดยจะใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่นต่อ 1 ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน ซึ่งจากผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.22



รูปที่ 4.21 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 1)

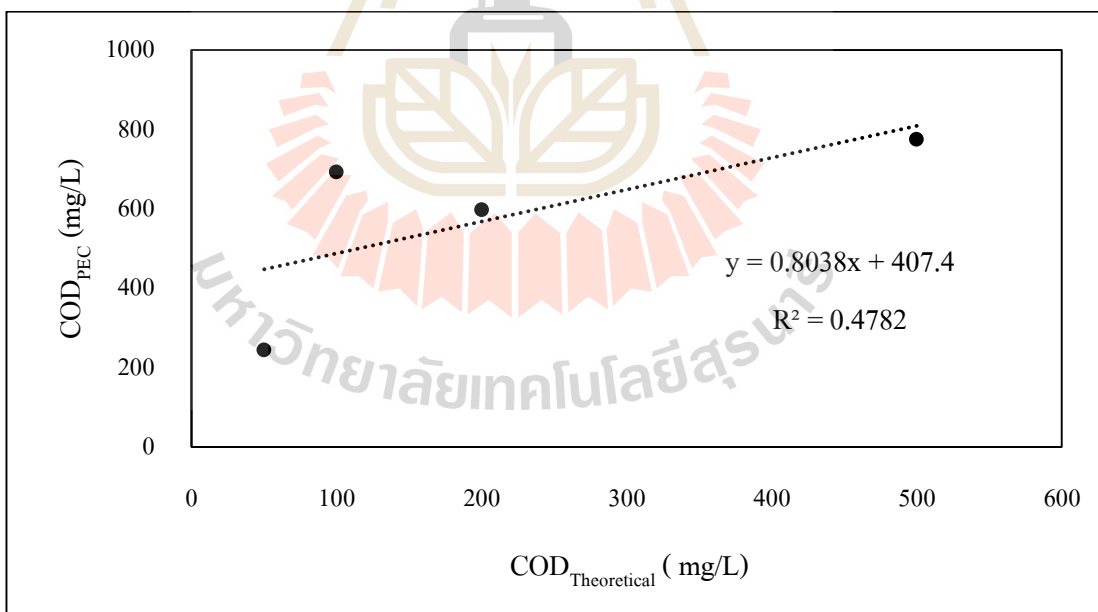


รูปที่ 4.22 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส
ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 2)

ตารางที่ 4.13 ค่าซีโอดีจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสเปรียบเทียบกับค่าซีโอดีทฤษฎี

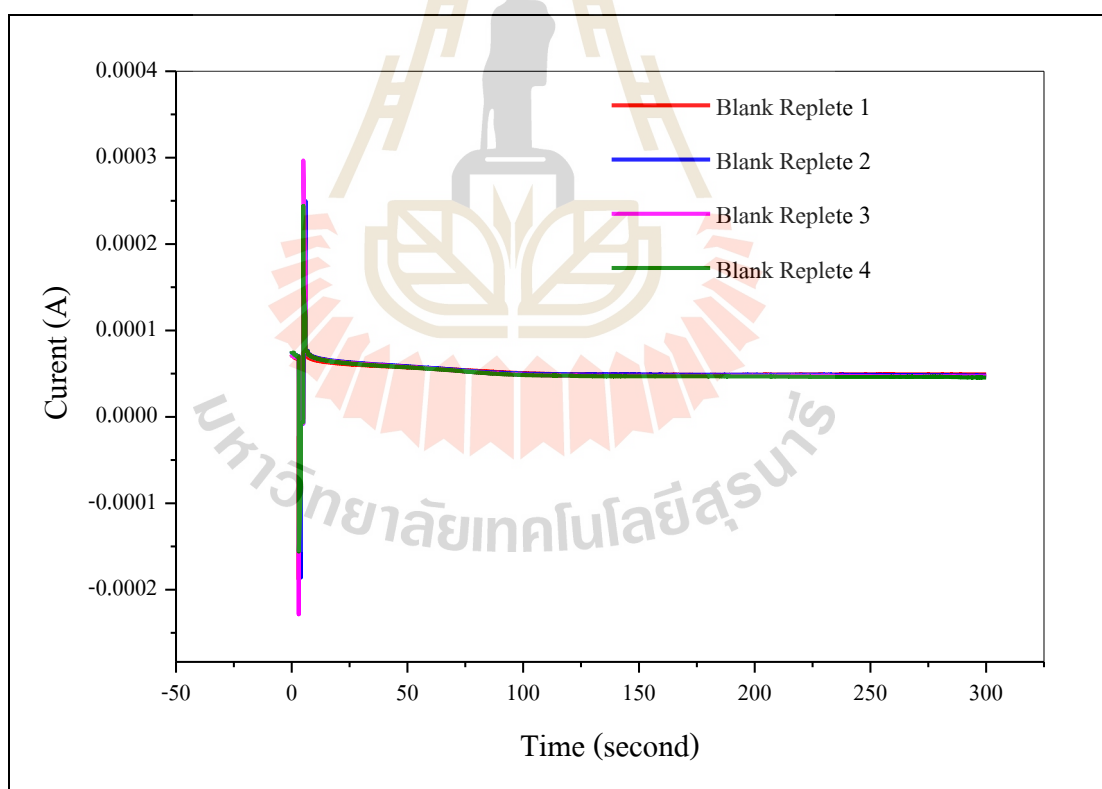
ซีโอดีทางทฤษฎี (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ซีโอดีจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส (มิลลิกรัมต่อลิตร)
50	244.18478
100	694.16055
200	598.11021
500	776.40833

จากผลการทดลองรูปที่ 4.22 พบว่าสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความเข้มข้น 5 และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร กราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแหล่งสูงกว่าสารละลายมาตรฐาน ซึ่งไม่สามารถนำมาคำนวณหาค่าซีโอดีได้ ส่วนความเข้มข้นที่สามารถคำนวณหาค่าซีโอดีได้ แสดงดังตารางที่ 4.13 พบว่าค่าซีโอดีที่ได้จากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสนั้นมีค่าไม่ใกล้เคียงกับค่าซีโอดีทางทฤษฎี ซึ่งเมื่อนำไปสร้างกราฟความสัมพันธ์นั้นได้ค่า R^2 เพียง 0.4782 แสดงดังรูปที่ 4.23



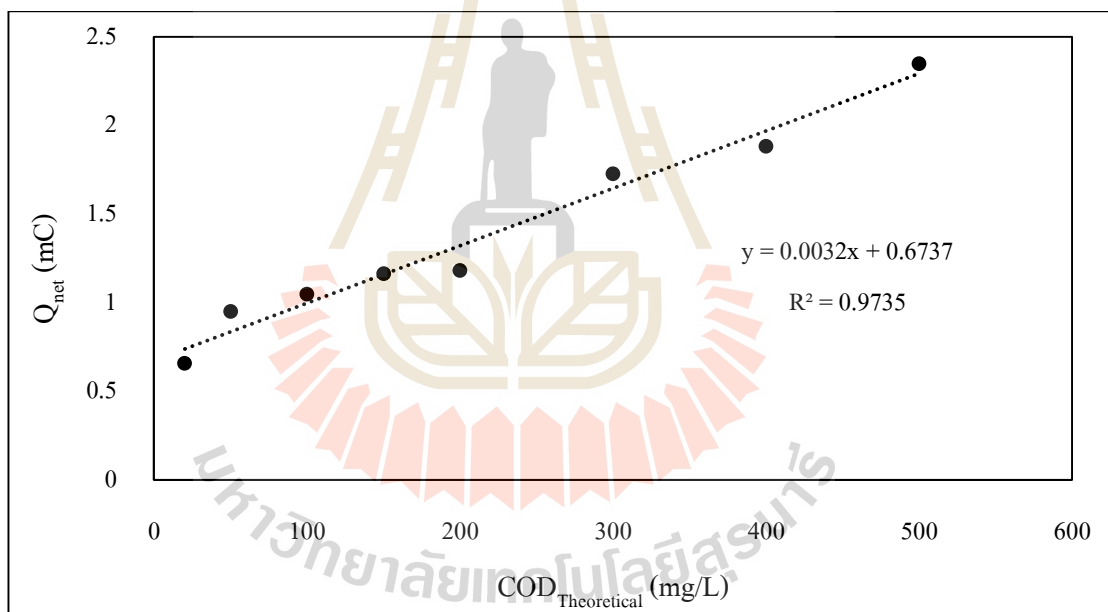
รูปที่ 4.23 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าซีโอดีทางทฤษฎีและค่าซีโอดีจาก กระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3

จากการที่ค่าซีไอดีที่ได้จากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสนั้นไม่เท่ากับค่าซีไอดีทางทฤษฎี จึงได้ทำการตั้งสมมติฐานว่าอาจเกิดจากการคืบสายไฟใหม่ทุกครั้ง จึงได้ทำการทดลองทดสอบสมมติฐาน โดยการวัดกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแหล่งเพียงอย่างเดียวทั้งหมด 4 ชั่วโมง โดยที่ไม่มีการคืบสายไฟใหม่ การเปลี่ยนน้ำตัวอย่างจะใช้ Dropper ในการดูน้ำตัวอย่างออก ซึ่งผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.24 พบว่ากราฟกระแสที่ได้จากแต่ละชั่วโมงใกล้เคียงกันมาก ซึ่งเมื่อคำนวณหาพื้นที่ใต้กราฟจากแต่ละชั่วโมงก็พบว่าค่าที่ได้มีค่าใกล้เคียงเช่นเดียวกัน จึงได้ทดสอบการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสอีกครั้ง แสดงดังภาคผนวก ก. พบว่ากราฟกระแสไฟฟ้าของแหล่งและสารละลายมาตรฐานกลูโคสนั้นไม่แตกต่างกัน จากวรรณกรรมของ Wang, 2013 พบว่าใช้สารละลายมาตรฐานที่โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) ในการทดลองหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส จึงได้ทำการทดลองตามวรรณกรรมที่พบทวนมา

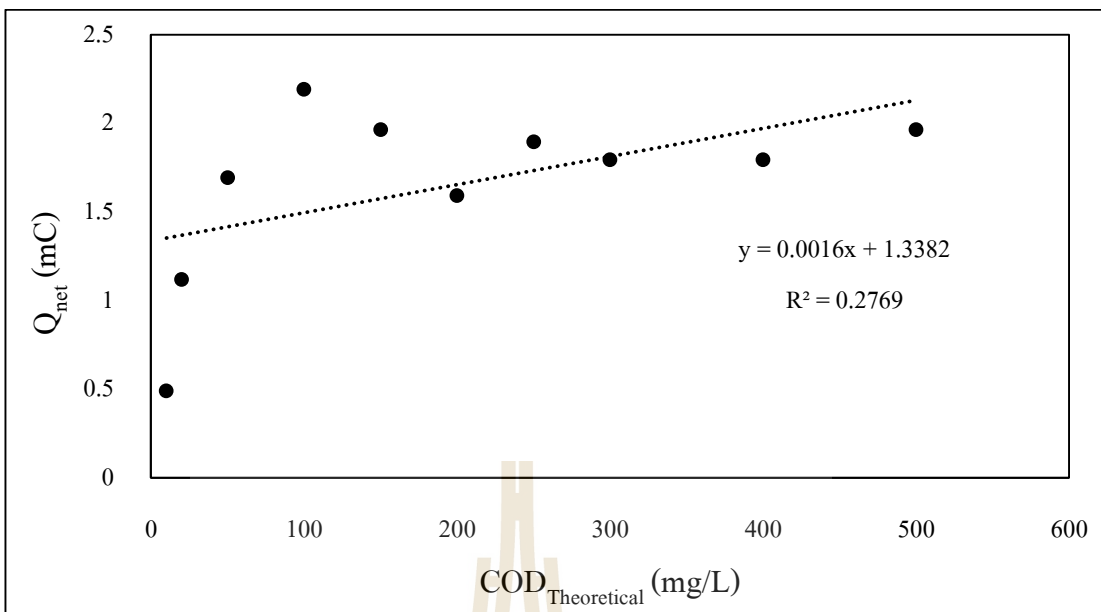


รูปที่ 4.24 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากแหล่ง โดยไม่มีการคืบสายไฟใหม่
ของชุดการทดลองที่ 3

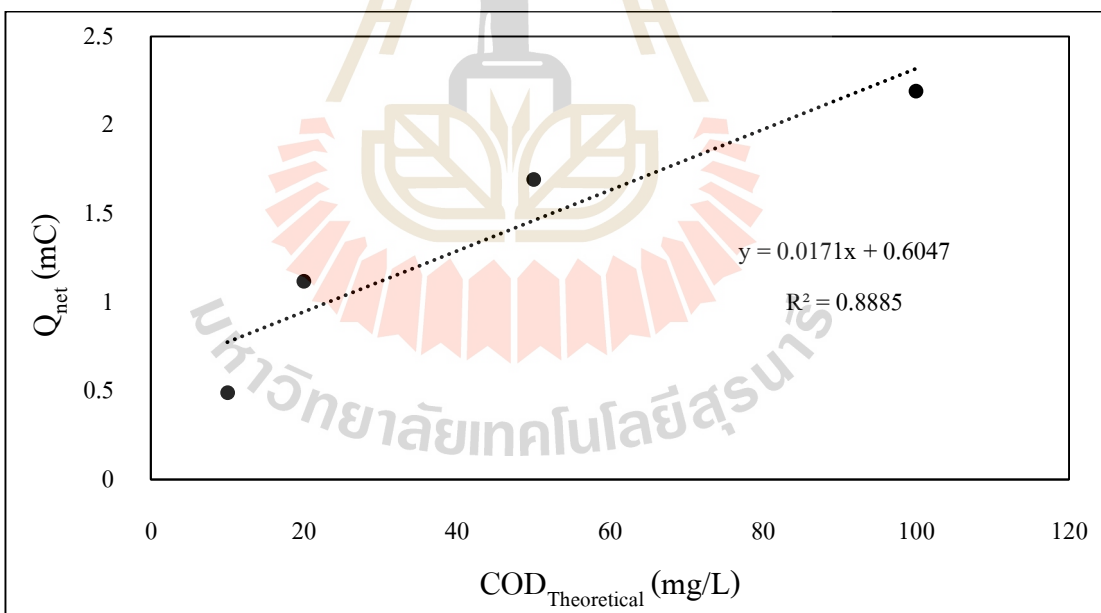
3) การทดลองสร้างกราฟมาตรฐานด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส เพื่อนำไปใช้ในการอ่านค่าซีไอดี ซึ่งใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) 11 ความเข้มข้น โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) 0.1 โมลาร์ เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ความต่างศักย์ที่ใช้เท่ากับ 0.5 โวลต์ จ่ายเป็นระยะเวลา 100 วินาที ปริมาณน้ำ 3 มิลลิลิตร และใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่นต่อ 1 ความเข้มข้น ไม่มีการคืบสายไฟใหม่ทุกครั้งที่เปลี่ยนน้ำตัวอย่าง ซึ่งจะใช้ Dropper ในการควบน้ำตัวอย่างออก ซึ่งผลการทดลองเบื้องต้นพบว่าสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลทความเข้มข้น 5 และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร กระแสไฟฟ้าที่ได้จากแหล่งที่สูงกว่าสารละลายมาตรฐาน นอกนั้นสามารถนำไปคำนวณหาพื้นที่ใต้กราฟเพื่อสร้างเป็นกราฟมาตรฐานได้ แสดงดังรูปที่ 4.25 พบว่าได้ค่า $R^2 = 0.9742$ จากนั้นทำการทดลองซ้ำเพื่อเก็บบันทึกข้อมูล และตรวจเช็คค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเดิมนั้นได้ใกล้เคียงกันหรือไม่ (การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของแต่ละความเข้มข้นแสดงดังภาคผนวก ง.)



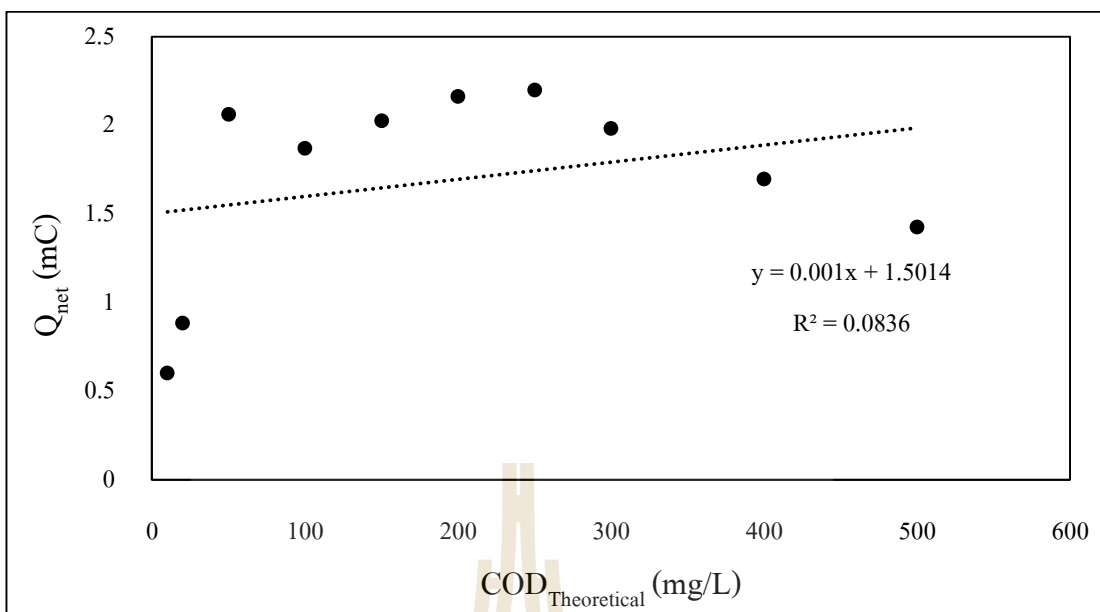
รูปที่ 4.25 มาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีไอดีทางทฤษฎีของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 1)



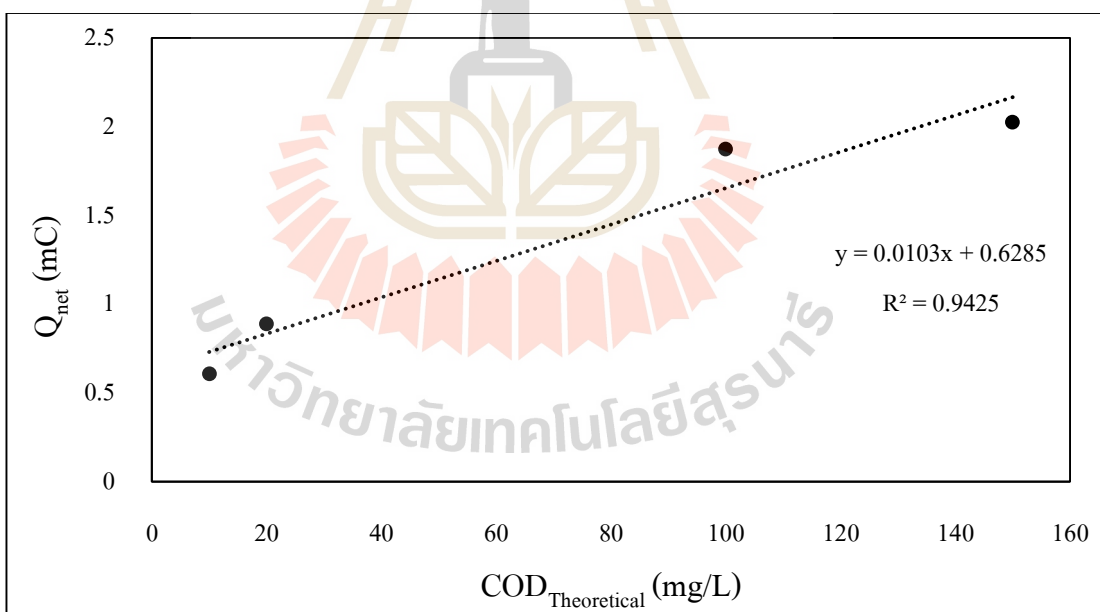
รูปที่ 4.26 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีโอดีทางทฤษฎีของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 2)



รูปที่ 4.27 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีโอดีทางทฤษฎีของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 2) เมื่อตัดชุดข้อมูล



รูปที่ 4.28 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีโอดีทางทฤษฎีของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 3)



รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าพื้นที่ใต้กราฟ (Q_{net}) กับค่าซีโอดีทางทฤษฎีของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 3) เมื่อตัดชุดข้อมูล

จากการทดลองซ้ำของการสร้างกราฟมาตรฐานด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กทริกคะตะไลซิส เพื่อนำไปใช้ในการอ่านค่าซีโอดี ในรูปที่ 4.26 และ 4.28 นั้นพบว่าค่า R^2 ที่ได้มีค่าต่ำมาก คือ 0.2769 และ 0.0836 ตามลำดับ จึงได้ตัดข้อมูลออกเพื่อให้ชุดข้อมูลนั้นเป็นเส้นตรงมากขึ้น จากรูป 4.27 เป็นกราฟมาตรฐานของการทดลองซ้ำครั้งที่ 2 และ รูป 4.29 เป็นกราฟมาตรฐานของการทดลองซ้ำครั้งที่ 3 ซึ่งทั้งสองรูปนั้นเป็นกราฟที่ได้จากการตัดข้อมูลเรียบร้อยแล้ว จากรูป 4.27 นั้นพบว่าข้อมูลมีค่า R^2 มากที่สุดในช่วงความเข้มข้น KHP เท่ากับ 10 – 100 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่า R^2 เท่ากับ 0.885 และจากรูปที่ 4.29 พบว่า R^2 สูงสุดนั้นอยู่ในช่วง KHP ความเข้มข้นเท่ากับ 10 – 200 มิลลิกรัมต่อลิตร และได้ R^2 เท่ากับ 0.9425

เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ได้รับพลังงานแหล่งกำเนิดแสงที่มากกว่าช่องว่างแถบพลังงาน หรือแบนด์แกป จะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์แบนด์ถูกกระตุ้นให้เคลื่อนที่ไปยังแถบคอนดักชันแบนด์ ส่งผลให้เกิดช่องว่างของอิเล็กตรอนที่เรียกว่าโฮลในแถบวาเลนซ์แบนด์ ส่งผลให้เกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮลกระจายตัวเต็มผิวตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยที่โฮลมีส่วนสำคัญในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับไฮดรอกไซด์ไอออน ทำให้เกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคัล ซึ่งมีหน้าที่เป็นตัวออกซิไดซ์สารอินทรีย์ในน้ำ (Daghrir, Drogui, & Robert, 2012; Wang et al., 2013; Zhang, Chang, & Chen, 2016)

กลไกในการออกซิเดชันของสารละลายกลูโคสที่เกิดจากกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ได้รับการศึกษาโดย Zmudzinsk et al., 2010 กล่าวคือ ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส การออกซิเดชันของสารละลายกลูโคส จะทำให้เกิดอนุพันธ์กรดอินทรีย์ (Acid derivatives) โดยไฮดรอกซิลเรดิคัล ($\text{OH}\cdot$) จะเข้าไปทำลายอะตอมคาร์บอนไฮดรอกซิลในสารละลายกลูโคส ก่อให้เกิดกลุ่มคาร์บอนิล (Carbonyl group) และอนุพันธ์กรดอินทรีย์ของสารละลายกลูโคสที่ได้จากปฏิกิริยานี้คือ กรดกลูโคนิก (Gluconic acid) และ กรดกลูคูโรนิก (Glucuronic acid) สอดคล้องกับงานวิจัยของ (Colmenares, Magdziarz, & Bielejewska, 2011) ที่ตรวจพบ กรดกลูโคนิก (Gluconic acid) และกรดกลูคาร์ริก (glucaric acid) ในสถานะของน้ำ และพบก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เป็นส่วนมากในสถานะก๊าซ และกลไกของสารละลายโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) จะถูกออกซิไดซ์ได้ผลิตภัณฑ์โพแทสเซียมออกไซด์ น้ำ และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

จากนั้นได้นำค่าพื้นที่ใต้กราฟของทั้ง 3 ซ้ำมาเปรียบเทียบกันดังตารางที่ 4.14 พบว่า ที่ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) เดียวกันนั้น แต่พื้นที่ใต้กราฟที่คำนวณได้จากแต่ละซ้ำนั้น มีค่าไม่ใกล้เคียงกันเลย จึงได้ทำการทดสอบประสิทธิภาพแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 6 แผ่นด้วยการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูและทำการทดสอบทางสถิติด้วยวิธี ANOVA แสดงดังภาคผนวก จ. พบว่าแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาทั้ง 6 แผ่นไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ความเชื่อมั่น 95%

ตารางที่ 4.14 เปรียบเทียบค่าพื้นที่ใต้กราฟจากสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท

ค่าซีไอดีทางทฤษฎี (มิลลิกรัมต่อลิตร)	Q _{net} (mC)		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
10	-	0.493	0.605
20	0.656	1.119	0.886
50	0.949	1.696	2.063
100	1.048	2.194	1.873
150	1.164	1.964	2.026
200	1.182	1.595	2.164
250	1.906	1.897	2.200
300	1.724	1.796	1.985
400	1.880	1.798	1.700
500	2.346	1.964	1.426

- Becker, R. S., Zheng, T., Elton, J., & Saeki, M. (1986). Synthesis and photoelectrochemistry of In₂S₃. *Solar Energy Materials*, 13(2), 97-107. doi: [https://doi.org/10.1016/0165-1633\(86\)90038-9](https://doi.org/10.1016/0165-1633(86)90038-9)
- Chanmanee, W., Watcharenwong, A., Chenthamarakshan, C. R., Kajitvichyanukul, P., de Tacconi, N. R., & Rajeshwar, K. (2007). Titania nanotubes from pulse anodization of titanium foils. *Electrochemistry Communications*, 9(8), 2145-2149. doi: <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2007.06.006>
- Ji, Y., Lin, K.-C., Zheng, H., Zhu, J.-j., & Samia, A. C. S. (2011). Fabrication of double-walled TiO₂ nanotubes with bamboo morphology via one-step alternating voltage anodization. *Electrochemistry Communications*, 13(9), 1013-1015. doi: <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2011.06.030>
- Kang, T.-S., Smith, A. P., Taylor, B. E., & Durstock, M. F. (2009). Fabrication of Highly-Ordered TiO₂ Nanotube Arrays and Their Use in Dye-Sensitized Solar Cells. *Nano Letters*, 9(2), 601-606. doi: 10.1021/nl802818d
- Kim, D., Ghicov, A., Albu, S. P., & Schmuki, P. (2008). Bamboo-Type TiO₂ Nanotubes: Improved Conversion Efficiency in Dye-Sensitized Solar Cells. *Journal of the American Chemical Society*, 130(49), 16454-16455. doi: 10.1021/ja805201v
- Kontos, A. G., Katsanaki, A., Likodimos, V., Maggos, T., Kim, D., Vasilakos, C., . . . Falaras, P. (2012). Continuous flow photocatalytic oxidation of nitrogen oxides over anodized nanotubular titania films. *Chemical Engineering Journal*, 179(Supplement C), 151-157. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2011.10.072>
- Li, L., Zhou, Z., Lei, J., He, J., Wu, S., & Pan, F. (2012). Facile fabrication of a dual hierarchical TiO₂ nanostructure. *Materials Letters*, 68(Supplement C), 290-292. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.10.104>
- Liu, Z., Zhang, X., Nishimoto, S., Jin, M., Tryk, D. A., Murakami, T., & Fujishima, A. (2008). Highly Ordered TiO₂ Nanotube Arrays with Controllable Length for Photoelectrocatalytic Degradation of Phenol. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(1), 253-259. doi: 10.1021/jp0772732
- Luan, X., & Wang, Y. (2014). Preparation and photocatalytic activity of Ag/bamboo-type TiO₂ nanotube composite electrodes for methylene blue degradation. *Materials Science in*

- Semiconductor Processing*, 25 (Supplement C), 43 - 51 . doi:
<https://doi.org/10.1016/j.mssp.2013.10.023>
- Sun, Y., Wang, G., & Yan, K. (2011). TiO₂ nanotubes for hydrogen generation by photocatalytic water splitting in a two-compartment photoelectrochemical cell. *International Journal of Hydrogen Energy*, 36 (24) , 15502 - 15508 . doi:
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.08.112>
- Xie, Y.-L., Li, Z.-X., Xu, H., Xie, K.-F., Xu, Z.-G., & Zhang, H.-L. (2012). Fabrication of TiO₂ nanotubes with extended periodical morphology by alternating-current anodization. *Electrochemistry Communications*, 17 (Supplement C), 34 - 37 . doi:
<https://doi.org/10.1016/j.elecom.2012.01.021>
- Xie, Y., Zhou, L., & Lu, J. (2009). Photoelectrochemical behavior of titania nanotube array grown on nanocrystalline titanium. *Journal of Materials Science*, 44(11), 2907-2915. doi:
10.1007/s10853-009-3384-0
- Zhang, Y., Wang, D., Pang, S., Lin, Y., Jiang, T., & Xie, T. (2010). A study on photo-generated charges property in highly ordered TiO₂ nanotube arrays. *Applied Surface Science*, 256(23), 7217-7221. doi: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.05.054>
- ZMUDZIŃSKI, W. Preliminary results of glucose oxidation by photocatalysis on titanium dioxide–primary intermediates.

บทที่ 5

สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ

การศึกษาในครั้งนี้เพื่อศึกษาหาสภาวะการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีแอนโนไดเซชันแบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากนั้นนำมาใช้ในกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสเพื่อนำมาหาค่าซีโอดี โดยทำการเปรียบเทียบกับซีโอดีทางทฤษฎีที่เตรียมขึ้นจากสารละลายมาตรฐานกลูโคสและสารละลายมาตรฐาน โฟแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท สรุปผลการศึกษาได้ดังนี้

5.1. สรุปการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมด้วยการแอนโนไดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1) สังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันแบบพัลส์ที่สภาวะการสังเคราะห์ต่าง ๆ ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.30 โมลาร์ ของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ ผสมด้วยกลีเซอรอลและน้ำในอัตราส่วน 60 : 40 ใช้ระยะเวลาสังเคราะห์ทั้งหมด 3 ชั่วโมง เมื่อนำมาตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) พบว่าทุกสภาวะการทดลองเกิดออกไซด์ทั่วทั้งพื้นผิว มีลักษณะเป็นรูปท่อ แต่ยังท่อที่ได้ยังมีความสูงต่ำที่ไม่สม่ำเสมอกัน รวมถึงผนังท่อที่ขาดและเชื่อมติดกัน ซึ่งไม่เหมาะที่จะนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2) การทดลองสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันแบบพัลส์ โดยลดระยะเวลาสังเคราะห์ทั้งหมดจาก 3 ชั่วโมงลง เป็น 0.5 1 และ 1.5 ชั่วโมง เมื่อนำไปส่องกล้อง FESEM พบว่าได้ลักษณะออกไซด์รูปท่อที่มีความสูงสม่ำเสมอมากขึ้น รวมถึงขนาดท่อที่ได้นั้นมีขนาดใกล้เคียงกันมากกว่าระยะเวลาการสังเคราะห์ 3 ชั่วโมง

3) ศึกษาความหนาของออกไซด์ด้วยกล้อง FIB-FESEM ของตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอนโนไดซ์แบบพัลส์ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบระยะเวลาที่ใช้การสังเคราะห์ทั้งหมดคือ 0.5 1 1.5 และ 3 ชั่วโมง พบว่าความหนาของชั้นออกไซด์จะเพิ่มมากขึ้นตามระยะเวลาการสังเคราะห์ที่ใช้มากขึ้น

4) ศึกษาการตอบสนองปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแสง เพื่อวัดความสามารถในการปลดปล่อยอิเล็กตรอนของตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อได้รับการกระตุ้นด้วยแสง โดยทำการเปรียบเทียบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการเอโนโซเซชันแบบพัลส์พบว่า สภาวะที่ให้ Photocurrent density มากที่สุด คือ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ที่ระยะเวลาการสังเคราะห์ 3 ชั่วโมง แต่เมื่อเปรียบเทียบเพียงแค่ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด พบว่าที่ระยะเวลาสังเคราะห์ 1.5 ชั่วโมงนั้นให้ Photocurrent density ที่มากกว่าระยะเวลาการสังเคราะห์อื่น ๆ จึงเลือกสภาวะการสังเคราะห์ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ใช้ระยะเวลาการสังเคราะห์ทั้งหมด 1.5 ชั่วโมง เป็นสภาวะที่เหมาะสม และนำไปใช้ในทุก ๆ การทดลองถัดไป

5) ด้านการศึกษาโครงสร้างผลึกของออกไซด์พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้เป็นโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส ที่มีแผ่นไทเทเนียมเป็นสารตั้งต้น (Substrate) และมีการตอบสนองต่อแสงในช่วงรังสียูวี (190 – 360 นาโนเมตร)

5.2. สรุปการทดลองสำหรับการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อนที่เตรียมด้วยการเอโนโดซ์แบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1) จากการหาค่าซีโอดีด้วยการบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสโดยใช้ชุดการทดลองที่ 1 เกิดปัญหาคือกราฟกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ออกมาจากทั้งแบบลค์และสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความเข้มข้นต่าง ๆ นั้นเป็นเส้นเดียวกัน ซึ่งไม่สามารถนำมาหาค่าซีโอดีได้ โดยสันนิษฐานว่า อาจเกิดจากการที่ไม่ได้ใช้หัวหนีบปากจระเข้ที่ขั้วใช้งาน (Working electrode) และขั้วไฟฟ้าช่วย (Counter electrode) โดยตรง

2) สภาวะต่าง ๆ ที่เหมาะสมสำหรับการหาค่าซีโอดีด้วยการบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส ใช้สารละลายโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) 0.1 โมลาร์ เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ขั้วร่วมไฟฟ้าที่ใช้ คือ แพลททินัม ทำการจ่ายความต่างศักย์เท่ากับ 0.5 โวลต์ ปริมาณที่ใช้ในการทดลอง 3 มิลลิลิตร นอกจากนี้จะต้องทำการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อ 1 ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โดยห้ามก๊ิบสายไฟใหม่ ซึ่งหากทำการเปลี่ยนน้ำตัวอย่างจะใช้ Dropper ในการคูดน้ำออก (ก๊ิบสายไฟใหม่ได้ต่อเมื่อเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาแผ่นใหม่)

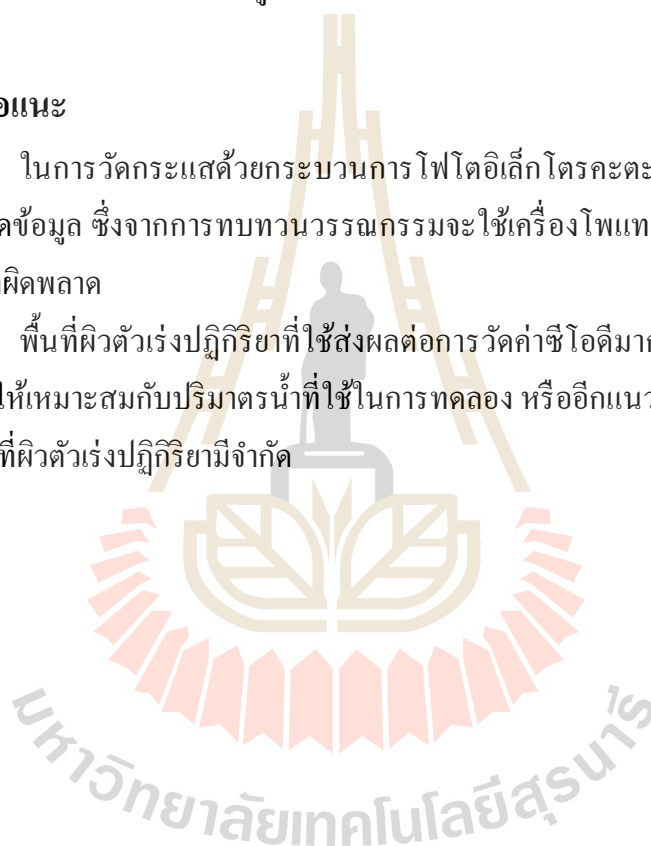
3) การหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์รูปท่อที่เตรียมด้วยกระบวนการแอโนไดเซชันแบบพัลส์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้นได้ทำการสร้างกราฟมาตรฐานขึ้นมา โดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท (KHP) 11 ความเข้มข้น ซึ่งได้ค่า $R^2 = 0.9742$ ในช่วงสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 20 – 500 มิลลิกรัมต่อลิตร

4) ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้เมื่อทดลองซ้ำที่ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเดิม พบว่าได้ค่าพื้นที่ใต้กราฟที่ไม่เท่ากัน แต่เมื่อทำการทดสอบประสิทธิภาพของแผ่นปฏิกิริยาด้วยการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู แล้วทดสอบทางสถิติพบว่า ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

5.3 ข้อเสนอแนะ

1) ในการวัดกระแสด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสควรใช้เครื่องมือที่เสถียรในการวัดข้อมูล ซึ่งจากการทบทวนวรรณกรรมจะใช้เครื่องโพเทนชิโอสแตท เพื่อป้องกันการเก็บข้อมูลที่ผิดพลาด

2) พื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ส่งผลต่อการวัดค่าซีไอดีมาก ซึ่งควรกำหนดพื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยาให้เหมาะสมกับปริมาตรน้ำที่ใช้ในการทดลอง หรืออีกแนวทางคือลดปริมาตรน้ำให้น้อยลงหากพื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยามีจำกัด



รายการอ้างอิง

- กรกฎ ชูเจริญ. (2554). ศึกษาอิทธิพลของสัญญาณพัลส์ที่มีต่อการผลิตไฮโดรเจนจากกระบวนการอิเล็กโทรไลซิส. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี. 55 น.
- ชานินทร์ แดงกวางรัมย์ และ จิราภรณ์ กิติกุล. (2555) การประดิษฐ์ไมโครเซนเซอร์ทางเคมีไฟฟ้าสำหรับตรวจวัดตะกั่วสำหรับงานภาคสนามในน้ำฝิ่งในเขตเมริม จังหวัดเชียงใหม่. รายงานวิจัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้. 82 น.
- บุรภัทร์ อินทรีย์สังวร. (2548). การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 72 น.
- ภัทรานิตฐ์ ทองเทพ. (2558). การพัฒนาเทคนิคโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสเพื่อผลิตก๊าซไฮโดรเจนจากกระบวนการกำจัดสีข้อมอินทรีย์. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี. 96 น.
- สุวิทย์ โชควิจิตรกุล, จักรกฤษณ์ ศิวะเดชาเทพ, ศรีศักดิ์ สุนทรไชย. (2554). การเปรียบเทียบวิธีวิเคราะห์ซีโอดีในน้ำเสียโดยวิธีการรีฟลักซ์แบบปิดด้วยหม้อน้ำเชื่อมและวิธีรีฟลักซ์แบบเปิด. การประชุมวิชาการเสนองานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาประจำปี ครั้งที่ 12. มหาวิทยาลัยขอนแก่น. ขอนแก่น
- ศรัณญา ทองอุ่น. (2555). การบำบัดคาร์บอนมอนอกไซด์ในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโน. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี. 79 น.
- อานันท์ปภา ชื่นทรัพย์. (2555). การบำบัดคาร์บอนมอนอกไซด์ในปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิสโดยใช้ทั้งสแตนด์ตรออกไซด์. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี. 91 น.

- Bard, A. J., & Faulkner, L. R. (1980). *Electrochemical methods: fundamentals and applications* (Vol. 2): Wiley New York.
- Becker, R. S., Zheng, T., Elton, J., & Saeki, M. (1986). Synthesis and photoelectrochemistry of In₂S₃. *Solar Energy Materials*, 13(2), 97-107.
- Chang, Y.-J., Lee, J.-W., Chen, H.-P., Liu, L.-S., & Weng, G.-J. (2011). Photocatalytic characteristics of TiO₂ nanotubes with different microstructures prepared under different pulse anodizations. *Thin Solid Films*, 519(10), 3334-3339.
- Chanmanee, W., Watcharenwong, A., Chenthamarakshan, C. R., Kajitvichyanukul, P., de Tacconi, N. R., & Rajeshwar, K. (2007). Titania nanotubes from pulse anodization of titanium foils. *Electrochemistry Communications*, 9(8), 2145-2149.
- Chen, J., Zhang, J., Xian, Y., Ying, X., Liu, M., & Jin, L. (2005). Preparation and application of TiO₂ photocatalytic sensor for chemical oxygen demand determination in water research. *Water Research*, 39(7), 1340-1346.
- Choi, W.-Y., Chung, J., Cho, C.-H., & Kim, J.-O. (2011). Fabrication and photocatalytic activity of a novel nanostructured TiO₂ metal membrane. *Desalination*, 279(1-3), 359-366.
- Dionysiou, D. D., Burbano, A. A., Suidan, M. T., Baudin, I., & Laine, J.-M. (2002). Effect of Oxygen in a Thin-Film Rotating Disk Photocatalytic Reactor. *Environmental Science & Technology*, 36(17), 3834-3843.
- Domini, C. E., Hidalgo, M., Marken, F., & Canals, A. (2006). Comparison of three optimized digestion methods for rapid determination of chemical oxygen demand: Closed microwaves, open microwaves and ultrasound irradiation. *Analytica Chimica Acta*, 561(1-2), 210-217.
- Domini, C. E., Vidal, L., & Canals, A. (2009). Trivalent manganese as an environmentally friendly oxidizing reagent for microwave- and ultrasound-assisted chemical oxygen demand determination. *Ultrasonics Sonochemistry*, 16(5), 686-691.
- Goswami, T. K., Hingorani, S. K., Greist, H., Goswami, D. Y., & Block, S. S. (1999). Photocatalytic System to Destroy Bioaerosols in Air. *Journal of Advanced Oxidation Technologies*, 4(2), 185-188.
- Han, I., Choi, J. H., Zhao, B. H., Baik, H. K., & Lee, I.-S. (2007). Changes in anodized titanium surface morphology by virtue of different unipolar DC pulse waveform. *Surface and Coatings Technology*, 201(9-11), 5533-5536.

- Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., & Bahnemann, D. W. (1995). Environmental applications of semiconductor photocatalysis. *Chemical reviews*, 95(1), 69-96.
- Hua, X.-S., Zhang, Y.-J., Ma, N.-H., Li, X.-F., & Wang, H.-W. (2009). A new coral structure TiO₂/Ti film electrode applied to photoelectrocatalytic degradation of Reactive Brilliant Red. *Journal of Hazardous Materials*, 172(1), 256-261.
- Ji, Y., Lin, K.-C., Zheng, H., Zhu, J.-j., & Samia, A. C. S. (2011). Fabrication of double-walled TiO₂ nanotubes with bamboo morphology via one-step alternating voltage anodization. *Electrochemistry Communications*, 13(9), 1013-1015.
- Kang, T.-S., Smith, A. P., Taylor, B. E., & Durstock, M. F. (2009). Fabrication of Highly-Ordered TiO₂ Nanotube Arrays and Their Use in Dye-Sensitized Solar Cells. *Nano Letters*, 9(2), 601-606.
- Kazuhito, H., Hiroshi, I., & Akira, F. (2005). TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *Japanese Journal of Applied Physics*, 44(12R), 8269.
- Kim, D., Ghicov, A., Albu, S. P., & Schmuki, P. (2008). Bamboo-Type TiO₂ Nanotubes: Improved Conversion Efficiency in Dye-Sensitized Solar Cells. *Journal of the American Chemical Society*, 130(49), 16454-16455.
- Kim, Y.-C., Sasaki, S., Yano, K., Ikebukuro, K., Hashimoto, K., & Karube, I. (2001). Photocatalytic sensor for the determination of chemical oxygen demand using flow injection analysis. *Analytica Chimica Acta*, 432(1), 59-66.
- Kontos, A. G., Katsanaki, A., Likodimos, V., Maggos, T., Kim, D., Vasilakos, C., . . . Falaras, P. (2012). Continuous flow photocatalytic oxidation of nitrogen oxides over anodized nanotubular titania films. *Chemical Engineering Journal*, 179(Supplement C), 151-157.
- Lee, B.-G., Choi, J.-W., Lee, S.-E., Jeong, Y.-S., Oh, H.-J., & Chi, C.-S. (2009). Formation behavior of anodic TiO₂ nanotubes in fluoride containing electrolytes. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19(4), 842-845.
- Li, J., Li, L., Zheng, L., Xian, Y., & Jin, L. (2006). Determination of chemical oxygen demand values by a photocatalytic oxidation method using nano-TiO₂ film on quartz. *Talanta*, 68(3), 765-770.
- Li, L., Zhou, Z., Lei, J., He, J., Wu, S., & Pan, F. (2012). Facile fabrication of a dual hierarchical TiO₂ nanostructure. *Materials Letters*, 68(Supplement C), 290-292.

- Li, L., Zhou, Z., Lei, J., He, J., Zhang, S., & Pan, F. (2012). Highly ordered anodic TiO₂ nanotube arrays and their stabilities as photo(electro)catalysts. *Applied Surface Science*, 258(8), 3647-3651.
- Liao, Y., & Que, W. (2010). Preparation and photocatalytic activity of TiO₂ nanotube powders derived by a rapid anodization process. *Journal of Alloys and Compounds*, 505(1), 243-248.
- Liu, G., Wang, K., Hoivik, N., & Jakobsen, H. (2012). Progress on free-standing and flow-through TiO₂ nanotube membranes. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 98(0), 24-38.
- Liu, Z., Zhang, X., Nishimoto, S., Jin, M., Tryk, D. A., Murakami, T., & Fujishima, A. (2008). Highly Ordered TiO₂ Nanotube Arrays with Controllable Length for Photoelectrocatalytic Degradation of Phenol. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(1), 253-259.
- Luan, X., & Wang, Y. (2014). Preparation and photocatalytic activity of Ag/bamboo-type TiO₂ nanotube composite electrodes for methylene blue degradation. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 25(Supplement C), 43-51.
- Minagar, S., Berndt, C. C., Wang, J., Ivanova, E., & Wen, C. (2012). A review of the application of anodization for the fabrication of nanotubes on metal implant surfaces. *Acta Biomaterialia*, 8(8), 2875-2888.
- Mor, G. K., Varghese, O. K., Paulose, M., Shankar, K., & Grimes, C. A. (2006). A review on highly ordered, vertically oriented TiO₂ nanotube arrays: Fabrication, material properties, and solar energy applications. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 90(14), 2011-2075.
- Mu, Q., Li, Y., Zhang, Q., & Wang, H. (2011). TiO₂ nanofibers fixed in a microfluidic device for rapid determination of chemical oxygen demand via photoelectrocatalysis. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 155(2), 804-809.
- Nurdin, M., Zaeni, A., Rammang, E. T., Maulidiyah, M., & Wibowo, D. (2017). *Reactor design development of chemical oxygen demand flow system and its application* (Vol. 9).
- Ola, O., & Maroto-Valer, M. M. (2015). Review of material design and reactor engineering on TiO₂ photocatalysis for CO₂ reduction. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 24(Supplement C), 16-42.
- Robertson, P. K. J. (1996). Semiconductor photocatalysis: an environmentally acceptable alternative production technique and effluent treatment process. *Journal of Cleaner Production*, 4(3-4), 203-212.

- Roy, P., Berger, S., & Schmuki, P. (2011). TiO₂ Nanotubes: Synthesis and Applications. *Angewandte Chemie International Edition*, 50(13), 2904-2939.
- Serpone, N., & Pelizzetti, E. (1989). *Photocatalysis: fundamentals and applications*: Wiley New York.
- Sun, L., Li, J., Wang, C. L., Li, S. F., Chen, H. B., & Lin, C. J. (2009). An electrochemical strategy of doping Fe³⁺ into TiO₂ nanotube array films for enhancement in photocatalytic activity. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 93(10), 1875-1880.
- Sun, Y., Wang, G., & Yan, K. (2011). TiO₂ nanotubes for hydrogen generation by photocatalytic water splitting in a two-compartment photoelectrochemical cell. *International Journal of Hydrogen Energy*, 36(24), 15502-15508.
- Sunada, K., Watanabe, T., & Hashimoto, K. (2003). Studies on photokilling of bacteria on TiO₂ thin film. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 156(1-3), 227-233.
- Tran, P. D., Wong, L. H., Barber, J., & Loo, J. S. C. (2012). Recent advances in hybrid photocatalysts for solar fuel production. *Energy & Environmental Science*, 5(3), 5902-5918.
- Tseng, D.-H., Juang, L.-C., & Huang, H.-H. (2012). Effect of Oxygen and Hydrogen Peroxide on the Photocatalytic Degradation of Monochlorobenzene in Aqueous Suspension. *International Journal of Photoenergy*.
- Tsuchiya, H., Macak, J. M., Taveira, L., Balaur, E., Ghicov, A., Sirotna, K., & Schmuki, P. (2005). Self-organized TiO₂ nanotubes prepared in ammonium fluoride containing acetic acid electrolytes. *Electrochemistry Communications*, 7(6), 576-580.
- Wang, C., Wu, J., Wang, P., Ao, Y., Hou, J., & Qian, J. (2013a). Investigation on the application of titania nanorod arrays to the determination of chemical oxygen demand. *Analytica Chimica Acta*, 767(0), 141-147.
- Wang, C., Wu, J., Wang, P., Ao, Y., Hou, J., & Qian, J. (2013b). Investigation on the application of titania nanorod arrays to the determination of chemical oxygen demand. *Analytica Chimica Acta*, 767(Supplement C), 141-147.
- Wang, K., Li, Q., Liu, B., Cheng, B., Ho, W., & Yu, J. (2015). Sulfur-doped g-C₃N₄ with enhanced photocatalytic CO₂-reduction performance. *Applied Catalysis B: Environmental*, 176-177(Supplement C), 44-52.

- Wernick, S., Pinner, R., & Sheasby, P. (1992). The Surface treatment and Finishing of Aluminum and its Alloys. *S. Wernick, R. Pinner, and P. G. Sheasby, 1320 pages, 5 th edition, 2 volumes, 492 illustrations, 230 tables and 2534 references. Price. 170(US\$ 340. 00). Book.*
- Wu, C.-H. (2004). Comparison of azo dye degradation efficiency using UV/single semiconductor and UV/coupled semiconductor systems. *Chemosphere, 57(7)*, 601-608.
- Xie, Y.-L., Li, Z.-X., Xu, H., Xie, K.-F., Xu, Z.-G., & Zhang, H.-L. (2012a). Fabrication of TiO₂ nanotubes with extended periodical morphology by alternating-current anodization. *Electrochemistry Communications, 17(0)*, 34-37.
- Xie, Y.-L., Li, Z.-X., Xu, H., Xie, K.-F., Xu, Z.-G., & Zhang, H.-L. (2012b). Fabrication of TiO₂ nanotubes with extended periodical morphology by alternating-current anodization. *Electrochemistry Communications, 17(Supplement C)*, 34-37.
- Xie, Y., Zhou, L., & Lu, J. (2009). Photoelectrochemical behavior of titania nanotube array grown on nanocrystalline titanium. *Journal of Materials Science, 44(11)*, 2907-2915.
- Zhang, J., Zhou, B., Zheng, Q., Li, J., Bai, J., Liu, Y., & Cai, W. (2009). Photoelectrocatalytic COD determination method using highly ordered TiO₂ nanotube array. *Water Research, 43(7)*, 1986-1992.
- Zhang, S., Li, L., Zhao, H., & Li, G. (2009). A portable miniature UV-LED-based photoelectrochemical system for determination of chemical oxygen demand in wastewater. *Sensors and Actuators B: Chemical, 141(2)*, 634-640.
- Zhang, S., Zhao, H., Jiang, D., & John, R. (2004). Photoelectrochemical determination of chemical oxygen demand based on an exhaustive degradation model in a thin-layer cell. *Analytica Chimica Acta, 514(1)*, 89-97.
- Zhang, Y., Wang, D., Pang, S., Lin, Y., Jiang, T., & Xie, T. (2010). A study on photo-generated charges property in highly ordered TiO₂ nanotube arrays. *Applied Surface Science, 256(23)*, 7217-7221.
- Zhao, H., Jiang, D., Zhang, S., Catterall, K., & John, R. (2004). Development of a direct photoelectrochemical method for determination of chemical oxygen demand. *Analytical Chemistry, 76(1)*, 155-160.

ภาคผนวก ก

รายละเอียดเครื่องมือวิเคราะห์คุณลักษณะสมบัติไทเทเนียมไดออกไซด์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ก.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

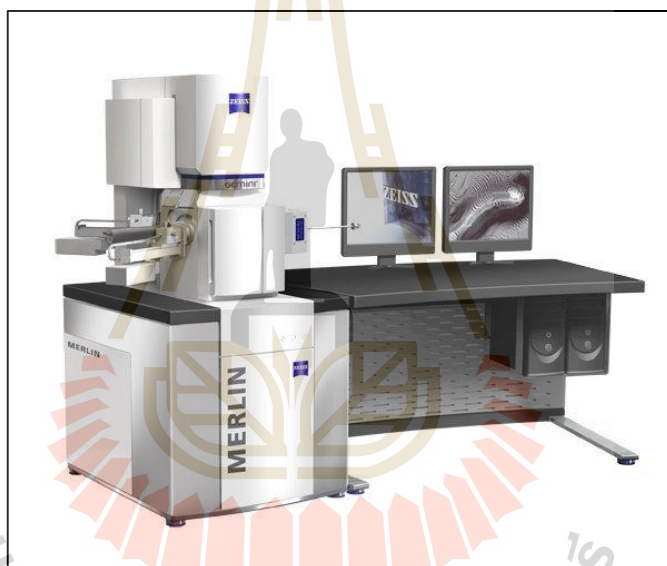
Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) รุ่น JSM 7800F มี resolution เท่ากับ 0.8 นาโนเมตร ที่ 15 กิโลโวลต์ ความสามารถของกำลังขยาย 25 เท่า - 1,000,000 เท่า (ขึ้นอยู่กับตัวอย่างที่นำมาทดสอบ) และศักย์เร่งอิเล็กตรอนสามารถปรับเปลี่ยนในช่วง 0.01-30 กิโลโวลต์ FESEM เป็นเครื่องมือที่มีประโยชน์ในการศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับจุลภาค ทำให้สามารถศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับไมโครหรือนาโนได้ นอกจากนี้ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษาชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้อีกด้วย โดยหลักการทำงานของเครื่องเริ่มจากการป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้าให้กับหลอดจนถึงค่า Breakdown Voltage เพื่อเร่งการปลดปล่อยอิเล็กตรอน ซึ่งเป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิ อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกบีบโดยใช้เลนส์เพื่อรวบรวมอิเล็กตรอนให้หนาแน่นขึ้นให้ลงมายังเลนส์รองรับภาพและโฟกัสลงไปยังชิ้นงาน โดยหลอดจะเป็นตัวบังคับให้ลำอิเล็กตรอนส่องกราดไปทั่วทั้งชิ้นงานในระนาบ X-Y ของพื้นที่ผิวตัวอย่าง ทำให้เกิดสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิส่งเข้าสู่ดีเทคเตอร์แปลงเป็นสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสัญญาณเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนให้เป็นสัญญาณภาพด้วยอุปกรณ์วัดที่เหมาะสมและส่งผ่านสัญญาณให้ระบบแสดงภาพบนหน้าจอการถ่ายภาพด้วยเครื่อง FESEM แสดงลักษณะของเครื่องมือ ดังรูป ก.1



รูปที่ ก.1 เครื่องมือ FESEM รุ่น JSM 7800F ที่อาคารเครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

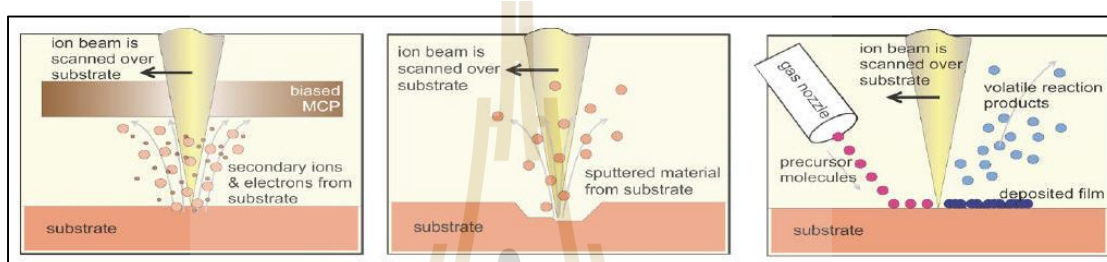
ก.2 Focused Ion Beam

หน้าตาของเครื่อง Focused Ion Beam นี้ก็จะคล้ายกับเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) แสดงดังรูป ก.2 ที่ใช้สำหรับถ่ายรูประดับ Micro หรือ Nano ทั่วไป หลักการการทำงานก็ใกล้เคียงกัน แต่ต่างกันตรงที่ Focused Ion Beam จะใช้ไอออน ในขณะที่ FESEM จะใช้อิเล็กตรอน ในการยิงเข้าหาวัตถุที่เราสนใจ เนื่องจากไอออนจะมีขนาดใหญ่กว่า และหนักกว่าอิเล็กตรอน ทำให้มีโมเมนตัมที่มากกว่าในพลังงานที่เท่ากัน ไอออนจึงเกิดปฏิกิริยา ส่วนใหญ่กับอิเล็กตรอนชั้นนอกของวัตถุที่เรายิง ซึ่งไอออนสามารถทำลายพันธะ (chemical bonds) ของอะตอมต่าง ๆ ในวัตถุนั้น ๆ ได้



รูปที่ ก.2 เครื่องมือ FIB - FESEM เครื่องมือ FESEM อาคารเครื่องมือ 10 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

โดยทั่วไป Focused Ion Beam จะสามารถทำงานได้ 3 อย่างคือ 1. การถ่ายภาพ (imaging) 2. การแกะสลัก (Etching) และ 3. การเคลือบผิว (Deposition) แสดงดังรูปที่ ก.3 ในการเจาะพื้นผิวของ ออกไซด์โดย Focused Ion Beam จะใช้ Ga^+ ไอออน ยิ่งเข้าไปยังเส้นผมด้วยพลังงานค่าหนึ่ง ที่พอจะทำให้อะตอมบนเส้นผมหลุดออกมาได้ โดยเราสามารถที่จะแกะสลักรูปต่างๆได้โดยการใช้ Image processing รวมกับการควบคุมทิศทางของลำไอออน (beam position) เวลาในการยิง (dwell time) ความเข้ม(Intensity) และ ขนาด(size) ของลำไอออน



รูปที่ ก.3 การทำงานของเครื่อง FIB

ก.3 การวิเคราะห์การตอบสนองปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแสงด้วยเครื่องโพเทนชิโอสแตท

การวิเคราะห์การตอบสนองปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีแสง เพื่ออธิบายอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นในรูปของค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการฉายแสงผ่านตัวเร่งปฏิกิริยา (Photocurrent density) ซึ่งหลักการทำงานของเครื่องโพเทนชิโอสแตท (รูปที่ ก.4) ประยุกต์มาจากสมการของเนินส์ โดยวัดค่าแรงขับเคลื่อนไฟฟ้า (Electromotive force, emf) หรือค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ไฟฟ้าเคมี โดยต่อเข้ากับแหล่งจ่ายศักย์ไฟฟ้า คือ เครื่องโพเทนชิโอสแตท ขั้วไฟฟ้า (Electrode) ที่ใช้มี 3 ส่วน ดังนี้

1. Reference electrode เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ Working electrode จะได้ศักย์ไฟฟ้าของโลหะนั้น
2. Counter electrode เป็นขั้วอ้างอิงเมื่อวัดเทียบกับ Working electrode จะได้กระแสไฟฟ้าของโลหะนั้น ซึ่งในการทดลองใช้ลดขดลวดแพลทินัม
3. Working electrode เป็น โลหะที่ต้องการทดสอบในที่นี้คือ โทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้



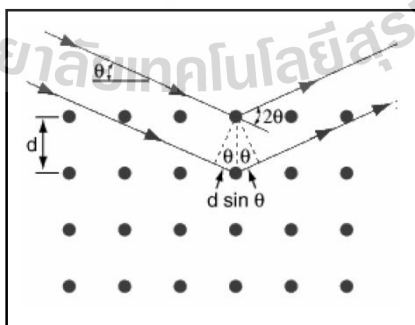
รูปที่ ก.4 เครื่องโพเทนชิโอสแตทที่อาคารเครื่องมือ 6 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

เครื่องโพเทนชิโอสแตท ซึ่งควบคุมด้วยคอมพิวเตอร์ถูกนำมาต่อเข้ากับเซลล์ทดสอบค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า โดยจุ่มขั้วไฟฟ้าใช้งานคือไทเทเนียมไดออกไซด์ และขั้วไฟฟ้าร่วมคือขดลวดแพลทินัมลงในสารละลายโซเดียมซัลเฟต ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ใช้ซิลเวอร์ – ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซึ่งถูกเชื่อมต่อเข้าสู่เซลล์ทดสอบด้วยสะพานเกลือ ก่อนทำการทดลองจะต้องกำจัดออกซิเจนออกจากสารละลายโซเดียมซัลเฟต ด้วยก๊าซไนโตรเจนก่อนเป็นเวลา 20 นาที และแช่แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ให้อิ่มตัวด้วยสารละลายโซเดียมซัลเฟต ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ เป็นระยะเวลา 30 นาที การทำงานควบคุมด้วยโปรแกรม NoVA 1.8 และใช้แหล่งกำเนิดแสงคือหลอดยูวีเอ โดยจะต้องใช้กล่องครอบชุดการทดลองไว้เพื่อไม่ให้มีแสงรบกวนจากภายนอก



ก.4 เครื่องมือ X-ray Diffractometer (XRD)

เครื่องมือ X-ray Diffractometer (XRD) อาศัยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหของลำรังสีสะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบ เป็นหลักการพื้นฐานที่ใช้สำหรับวิเคราะห์แร่ธาตุสำหรับนักวิจัยในการวิเคราะห์สารในสถานะที่เป็นของแข็ง การวิเคราะห์ XRD มีการวิเคราะห์ตัวอย่างแบบผงและแบบแผ่น ซึ่งมีการใช้วิเคราะห์หลัก ๆ 2 แบบ คือ วิเคราะห์ผลึกของวัสดุ และการวิเคราะห์โครงสร้าง ซึ่งสามารถหาขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ของสารประกอบได้ หลักการทำงานของ XRD คือ การฉายรังสี X-Ray ไปยังชิ้นงานและวัดรังสีที่หักเหบนระนาบ ดังรูปที่ ก.5 ซึ่งมุมในการหักเหรังสี (2θ) จะขึ้นอยู่กับลักษณะโครงสร้างของสาร สารต่างชนิดกัน โครงสร้างต่างกัน ตำแหน่งของมุมในการหักเหรังสีก็จะแตกต่างกันไป เช่น ผลึกไทเทเนียม (Titanium Hexagonal JPCDS NO. 44-1294) พบมากที่สุดที่ 2θ ประมาณ 40° ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบอนาเทส (Titanium dioxide Anatase JPCDS NO. 21-1272) จะพบได้มากที่สุดที่ 2θ ประมาณ 25° ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์โครงสร้างแบบรูไทล์ (Titanium dioxide Rutile JPCDS NO. 21-1276) จะพบได้มากที่สุดที่ 2θ ประมาณ 27° เป็นต้น และความเข้มของรังสีที่หักเหออกมาปรากฏ ณ ตำแหน่งมุมนั้นๆ (ทศนิยม วรรพินุลพงศ์, 2548) ก็จะเป็นตัวบ่งบอกว่าพบโครงสร้างรูปแบบนั้นมากน้อยเพียงใด คือถ้ามีความเข้มของรังสีมากก็มีแนวโน้มว่าเป็นโครงสร้างรูปแบบนั้นๆ มากด้วย โดยแสดงเครื่องมือ XRD ดังรูปที่ ก.6



รูปที่ ก.5 การหักเหของรังสี X-Ray



รูปที่ ก.6 เครื่องมือ X-ray Diffractometer (XRD) ที่ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี



ก.5 เครื่องมือ UV-VIS Spectrophotometer (UV-Vis)

UV-VIS Spectrophotometer แสดงดังรูป ก.7 เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่า intensity ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืน โดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง นอกจากนี้ยังสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการวัดการดูดกลืนและการทะลุผ่านของคลื่นแสง เช่น ซีนตัวอย่างกระจก แก้ว แว่นตากันแดดคอนแทคเลนส์ กระจกเคลือบด้วยฟิล์มบาง หมึกพิมพ์ เครื่องสำอาง ตัวอย่างทางด้านชีวภาพ รวมถึงแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วย

คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่าเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่างได้



รูปที่ ก.7 เครื่องมือ UV-VIS Spectrophotometer ที่ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ส่วนประกอบของเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

1. แหล่งกำเนิดแสง ; แหล่งกำเนิดแสงในเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์จะต้องให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่องและคงที่ตลอดเวลา รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอด้วย หลอดกำเนิดแสง มีหลายชนิดตามความยาวคลื่นแสงที่เปล่งออกมา ซึ่งต้องเลือกใช้ให้ถูกต้องเหมาะสมกับของเหลวที่นำมาวัดค่าดูดกลืนแสง

ตัวอย่างแหล่งกำเนิดแสง ช่วง UV ใช้หลอด H₂ and D₂ lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ในย่าน 160-380 nm ชนิดของสเปกโทรสโกปี UV molecular absorption และช่วง visible ใช้หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240-2,500 nm ชนิดของสเปกโทรสโกปีเป็นแบบ UV/visible/near-IR molecular absorption

2. Monochromator ; ส่วนประกอบนี้เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติก ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียว ใช้ฟิลเตอร์(กระจกสี) ปริซึม (prism) หรือ เกรตติง (grating)

3. เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่าง ; เซลล์ที่ใส่สารตัวอย่าง (cell sample) บางครั้งอาจเรียกว่า คิวเวท (cuvettes) รูปแบบที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วธรรมดา จะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะเนื้อแก้วธรรมดาถูกดูดกลืนแสงในช่วงยูวีได้ และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกาและควอตซ์ (quartz) ใช้ได้ทั้งช่วงยูวีและวิสิเบิล

4. Detector ; ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืน โดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้าเครื่องตรวจจับสัญญาณที่ดีต้องมีสภาพไวสูง คือแม้ปริมาณแสงจะเปลี่ยนไปเล็กน้อย ก็สามารถตรวจจับสัญญาณความแตกต่างได้ เครื่องวัดแสงที่ยังนิยมกันอยู่ในปัจจุบัน คือ หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube, PMT) และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด (silicon diode detector)



ภาคผนวก ข

ผลการทดลองการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิสด้วย

ชุดการทดลองที่ 1

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

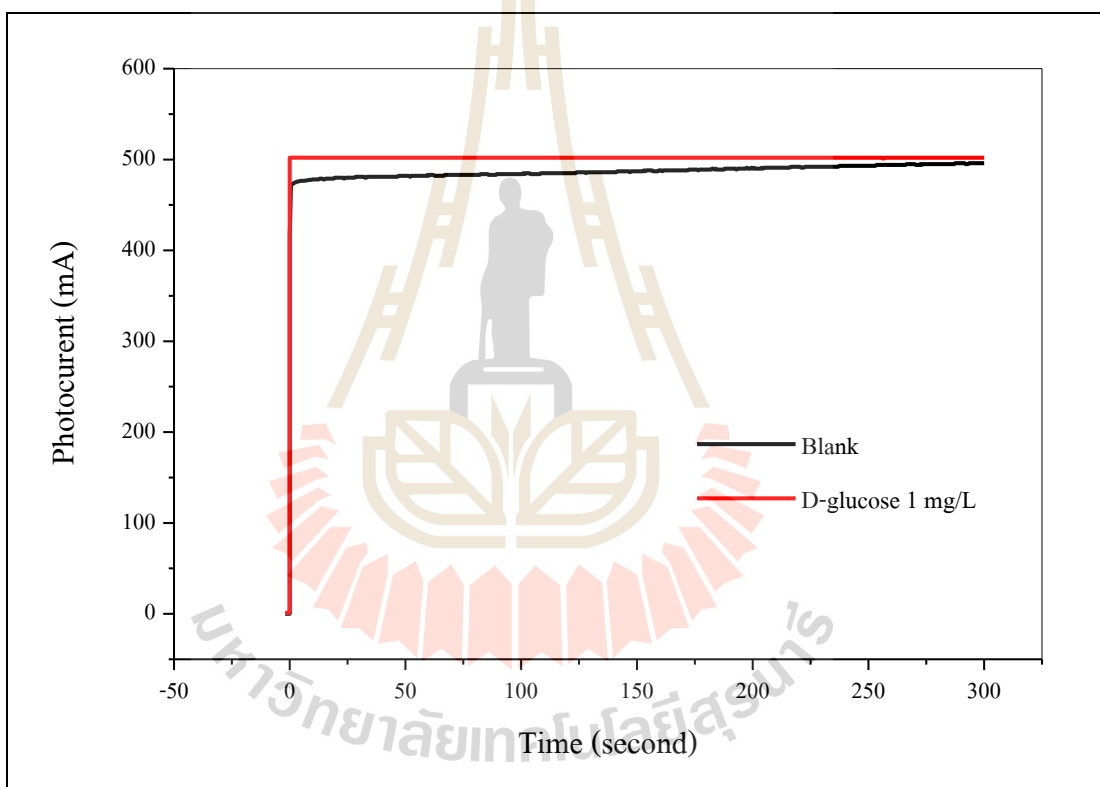
ข.1 ข้อมูลผลทดลองการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 1 เพิ่มเติม

– ทำการแปรเปลี่ยนค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคสในช่วง 1 – 500 มิลลิกรัมต่อลิตร

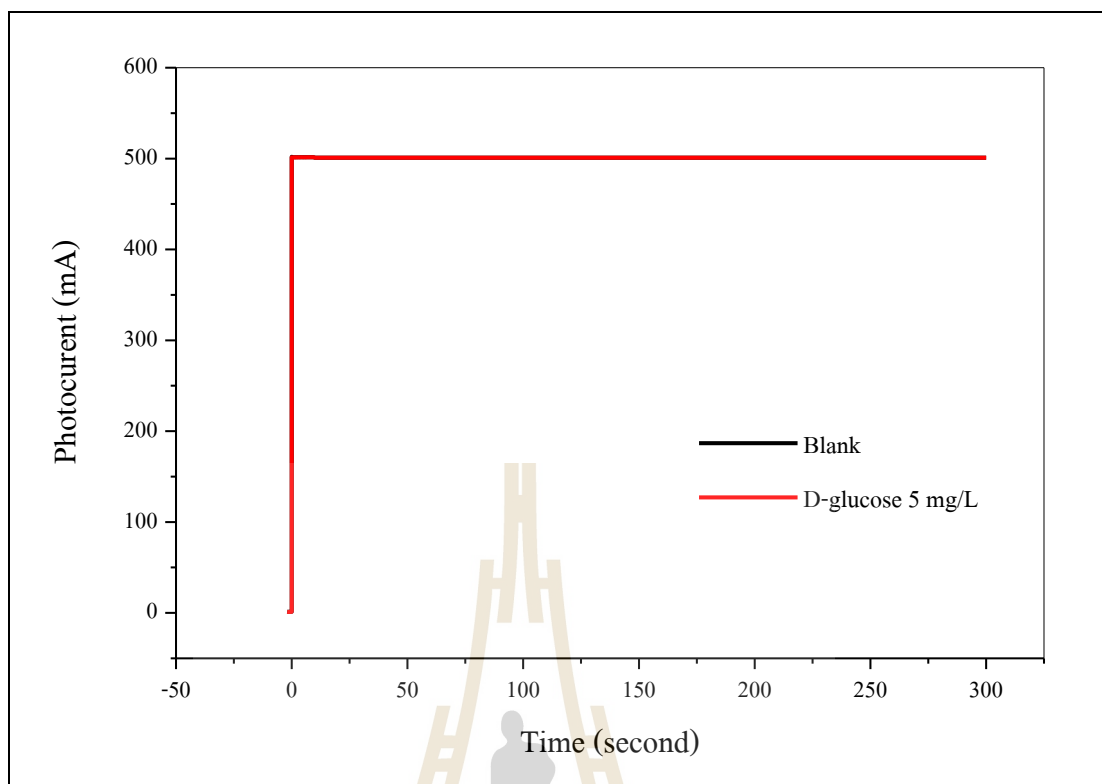
– กำหนดจ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)

– สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์

– ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 ชุดข้อมูล

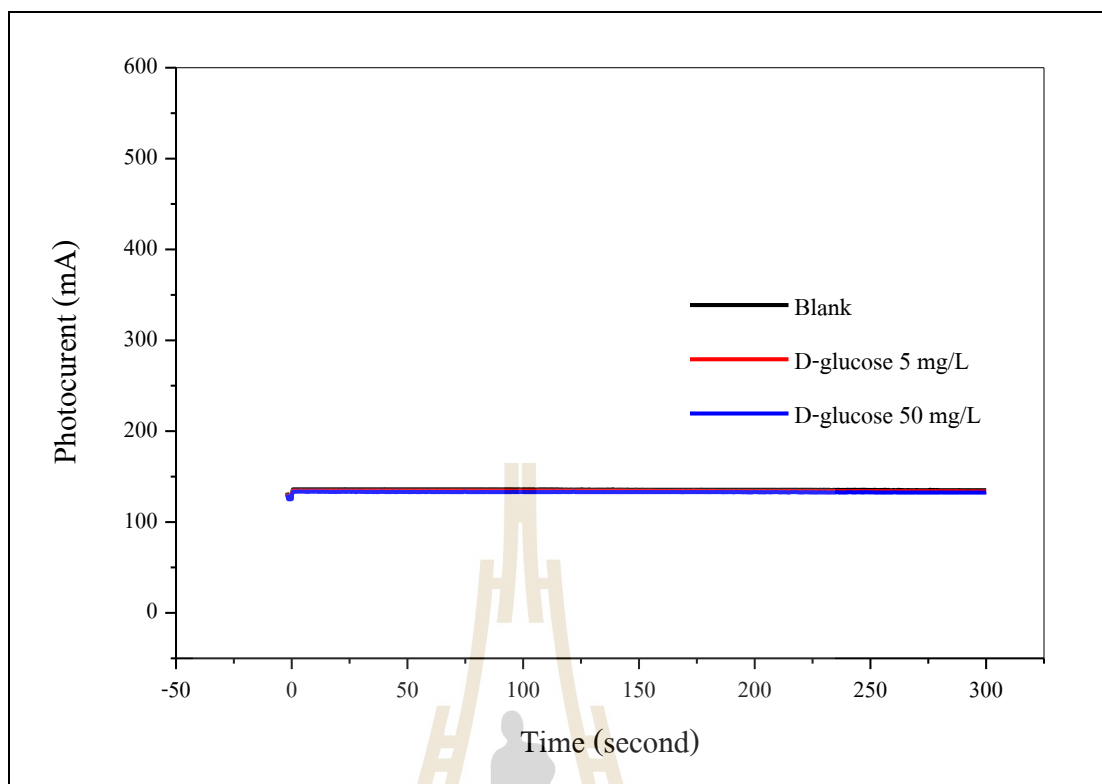


รูปที่ ข.1 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่4)



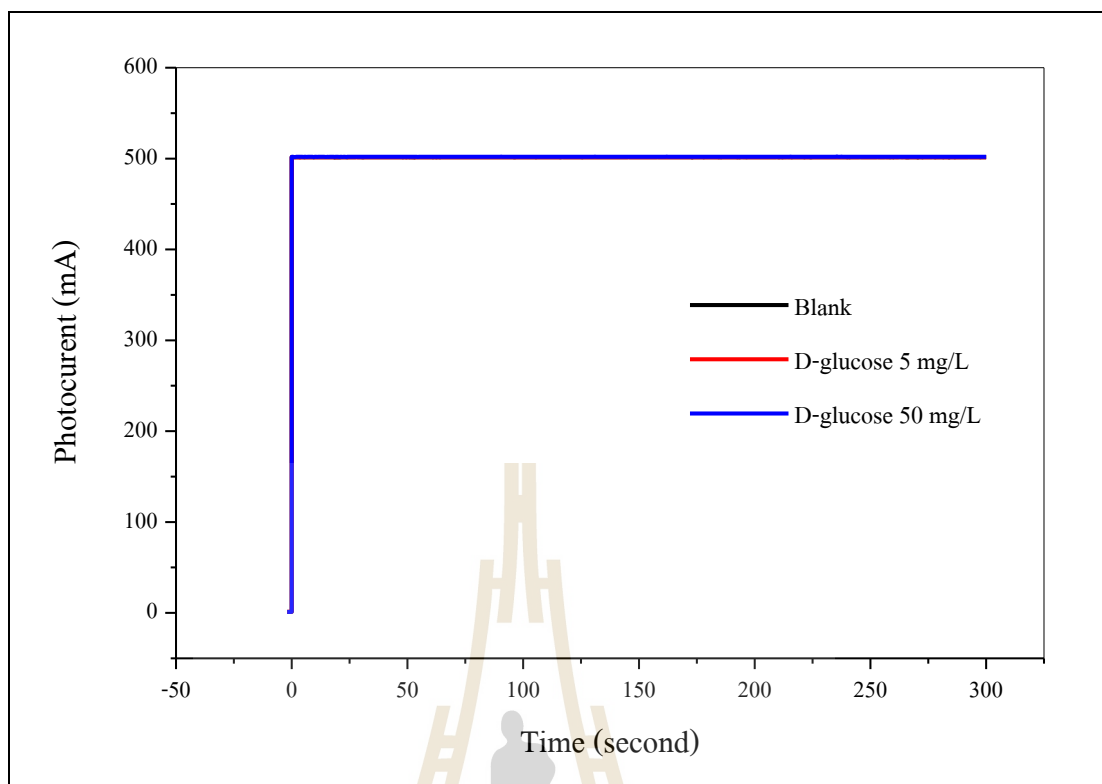
รูปที่ ข.2 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 5 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่ 5)

จากรูปที่ ฉ.1 จะเห็นว่าค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคสนั้นสูงกว่าแบลงค์สามารถนำไปคำนวณหาค่าซีไอดีได้เท่ากับ 26846.32 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งถือว่าข้อมูลที่ได้แตกต่างจากความเข้มข้นที่เตรียมทางทฤษฎีมาก และรูปที่ ฉ.2 พบว่ากราฟที่ได้จากกระแสไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานกลูโคสและแบลงค์นั้นเป็นเส้นเดียวกัน



รูปที่ ข.3 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 5 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่ 6)

จากรูปพบว่ากราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแบงค์และสารละลายมาตรฐานกลูโคสที่ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรเป็นเส้นเดียวกัน จึงได้ทดลองเพิ่มโดยเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกลูโคสเป็น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์แผ่นเดิม พบว่าก็ยังได้กราฟเป็นเส้นเดียวกันเช่นเดิม จึงได้ทำการทดลองที่ความเข้มข้นเดิมแต่เปลี่ยนแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ ข.4



รูปที่ ข.4 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากระบบการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส
ของชุดการทดลองที่ 1 ที่ความเข้มข้นกลูโคส 5 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ครั้งที่ 7)

จากรูป ข.4 พบว่าที่กราฟกระแสไฟฟ้าที่ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานกลูโคส 5 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร รวมถึงกราฟกระแสไฟฟ้าที่ได้จากแบบถ่วงน้ำหนักนั้นก็ยังคงเป็นเส้นเดียวกันเช่นเดิม แต่เมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ ข.3 พบว่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากการเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยานั้นสูงกว่าเดิม



ภาคผนวก ค

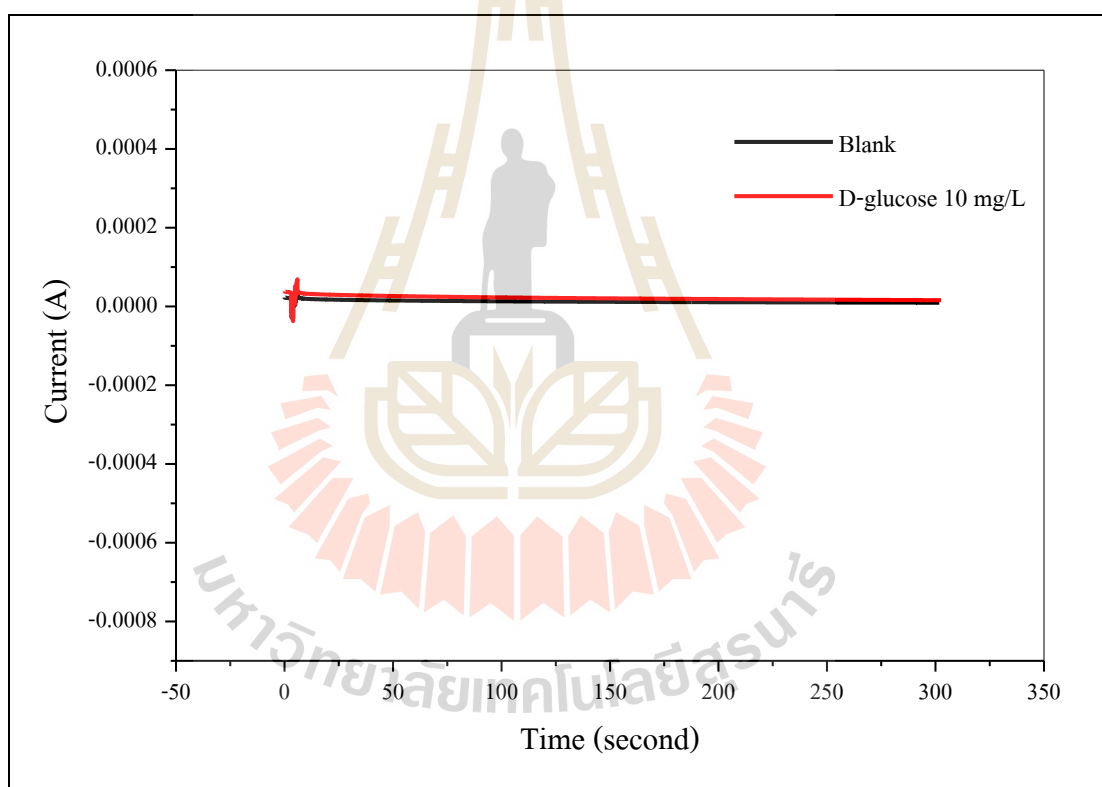
ข้อมูลผลการทดลองการหาค่าซีโอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโตรคะตะไลซิส

ด้วยชุดการทดลองที่ 3

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

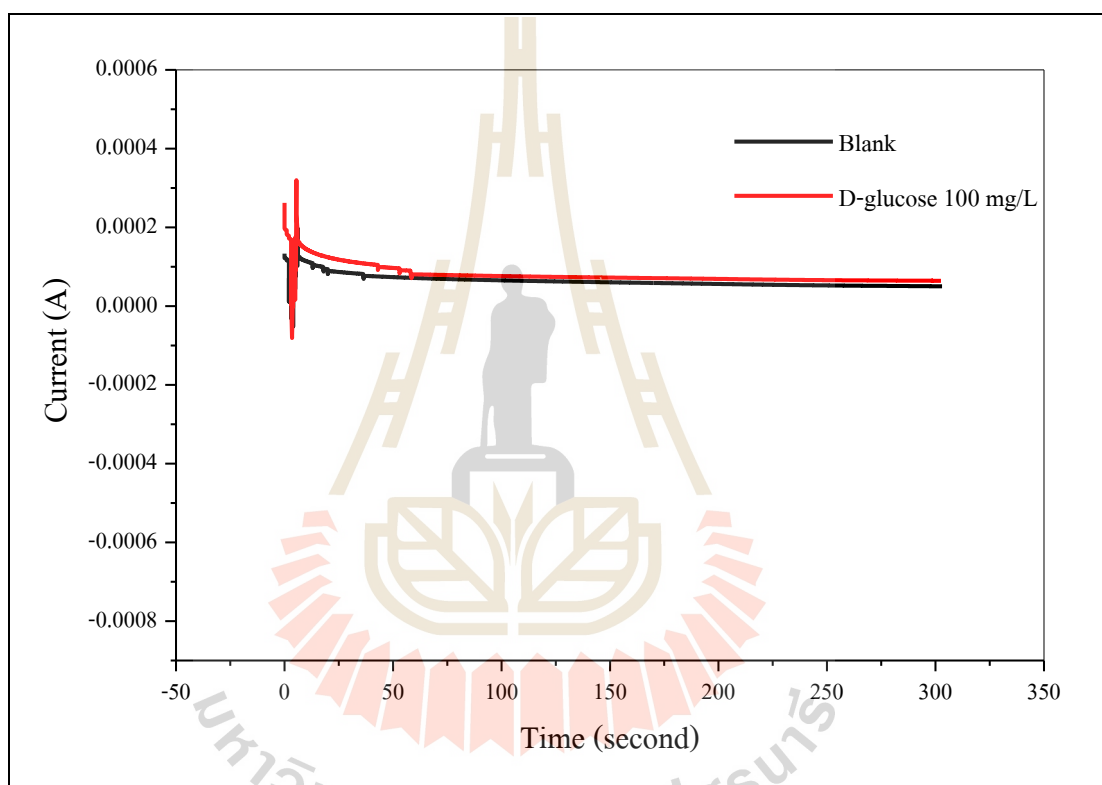
ค.1 ข้อมูลผลทดลองการหาค่าซีไอดีด้วยกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสด้วยชุดการทดลองที่ 3 เพิ่มเติม

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานกลูโคส 10 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาณน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไมค์บสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper คูดน้ำตัวอย่างออก



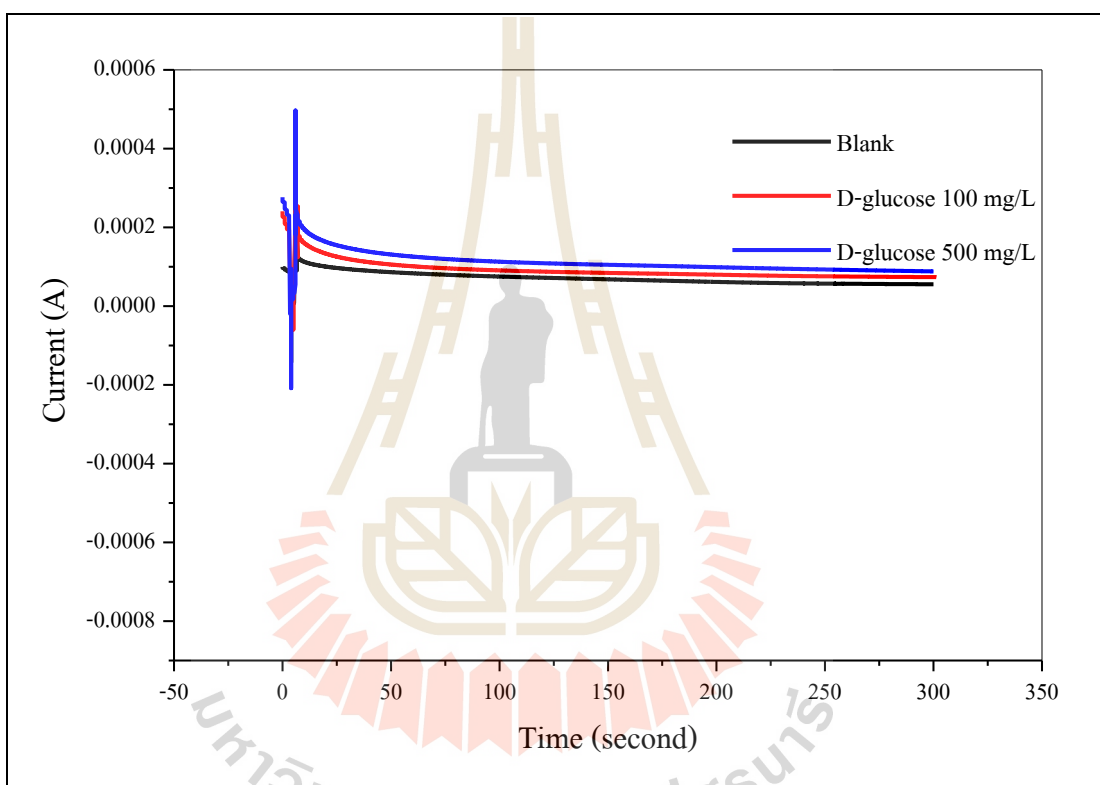
รูปที่ ค.1 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 3)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานกลูโคส 100 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาตรน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper คูลน้ำตัวอย่างออก



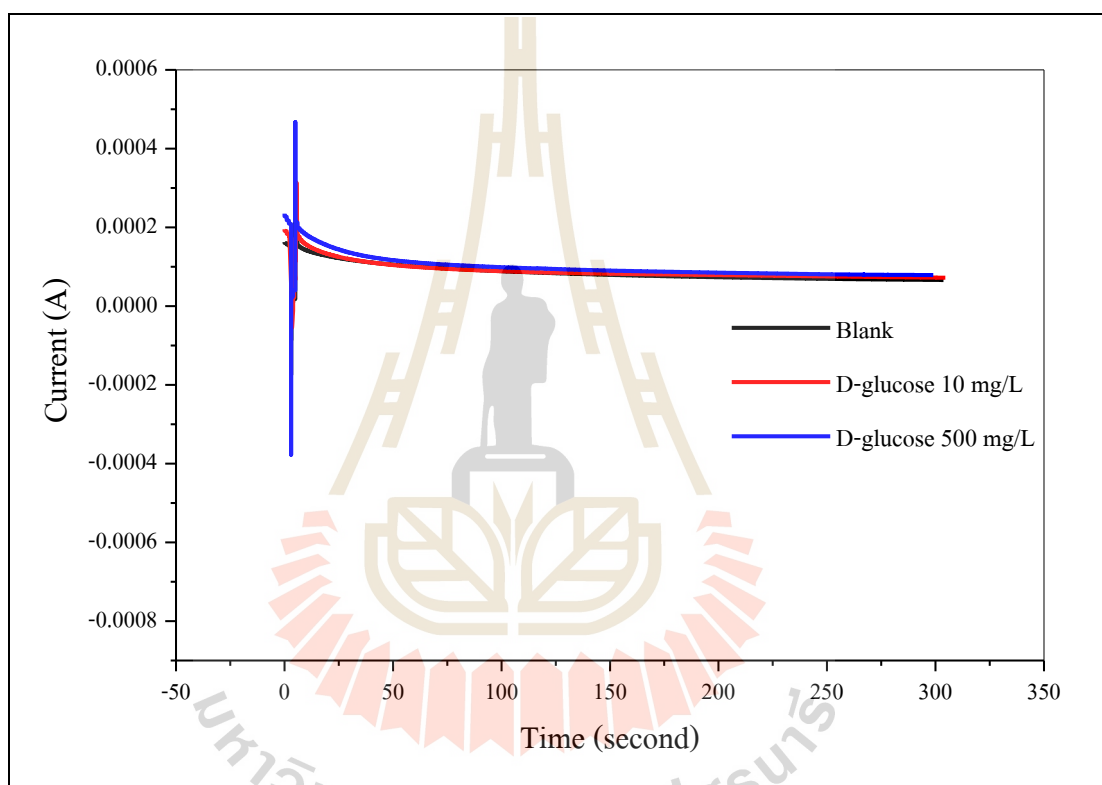
รูปที่ ค.2 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 4)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานกลูโคส 100 และ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาตรน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สถานะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper คูลน้ำตัวอย่างออก



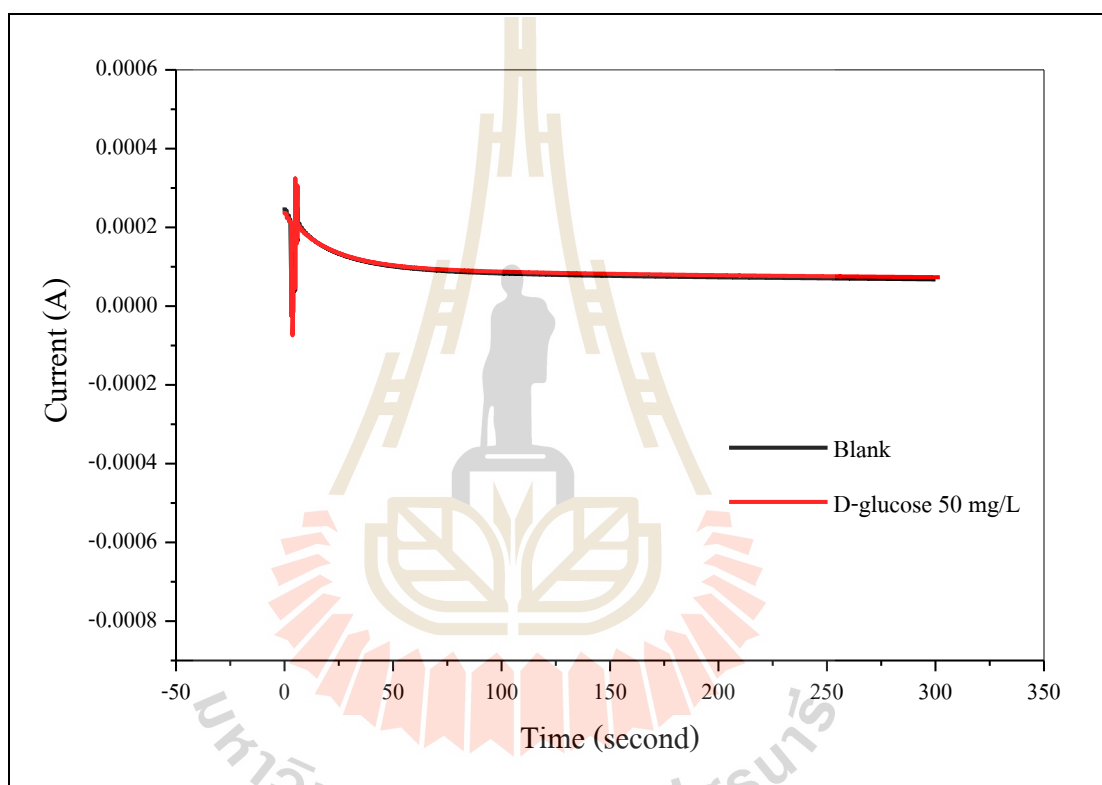
รูปที่ ค.3 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส
ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 5)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานกลูโคส 10 และ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาตรน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper ควบน้ำตัวอย่างออก



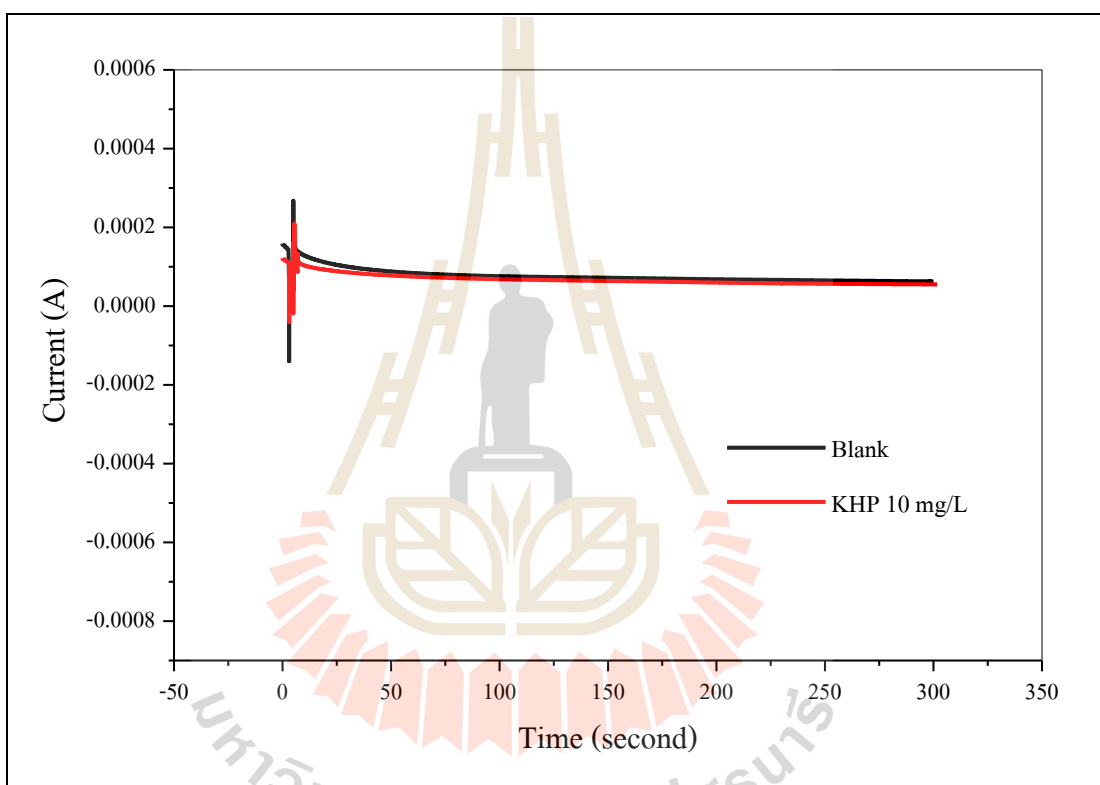
รูปที่ ค.4 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 6)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานกลูโคส 500 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาตรน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper คูลน้ำตัวอย่างออก



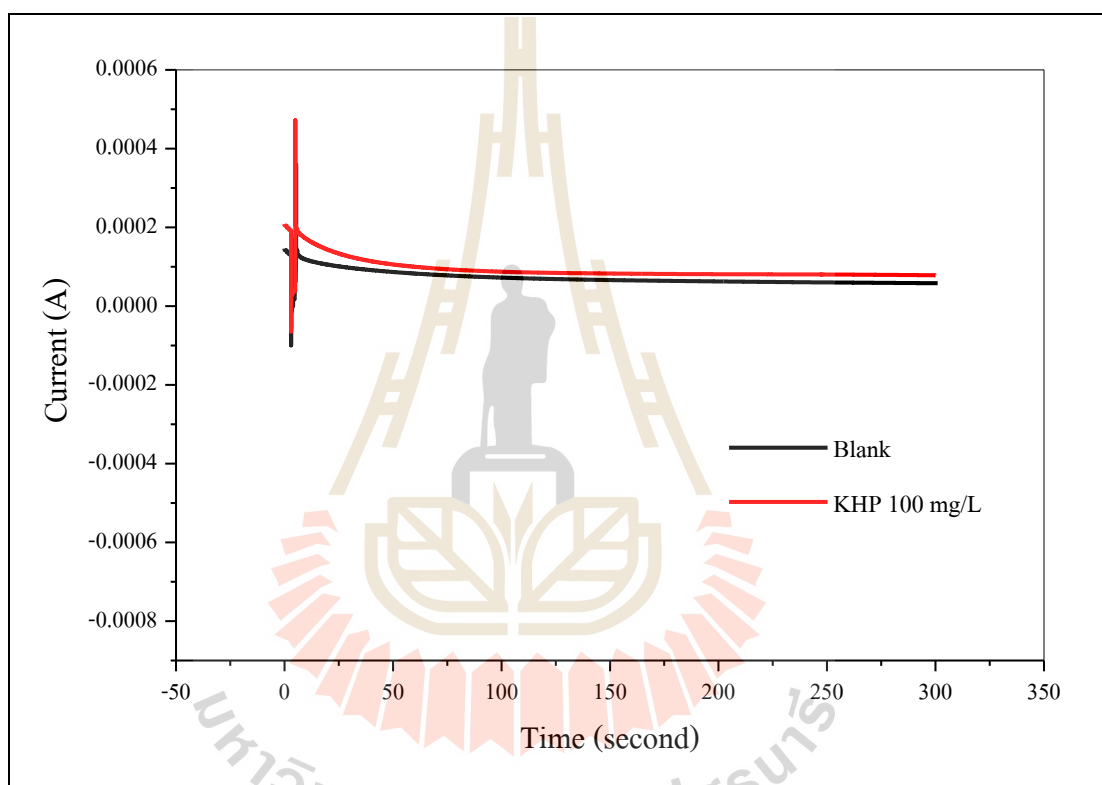
รูปที่ ค.5 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส
ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 7)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท 10 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาตรน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper คูลน้ำตัวอย่างออก



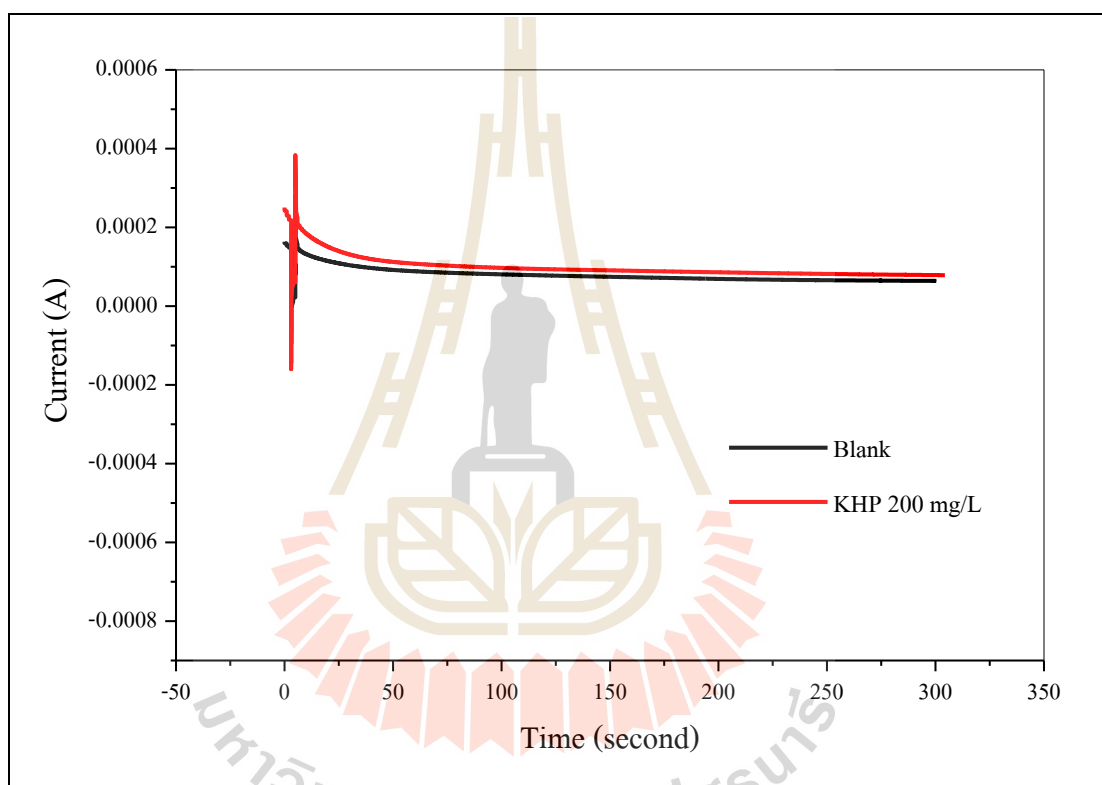
รูปที่ ค.6 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 8)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท 100 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาณน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper ควบน้ำตัวอย่างออก



รูปที่ ค.7 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิส
ของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 9)

- ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท 200 มิลลิกรัมต่อลิตร
- จ่ายค่าความต่างศักย์ที่ 0.5 โวลต์ เป็นระยะเวลา 5 นาที (300 วินาที)
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ โซเดียมซัลเฟต 0.1 โมลาร์
- ปริมาณน้ำที่ใช้ 3 มิลลิลิตร
- ใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 แผ่น ต่อการทดลอง 1 สภาวะการทดลอง
- ไม่คืบสายไฟใหม่ โดยใช้ Dropper ควบน้ำตัวอย่างออก



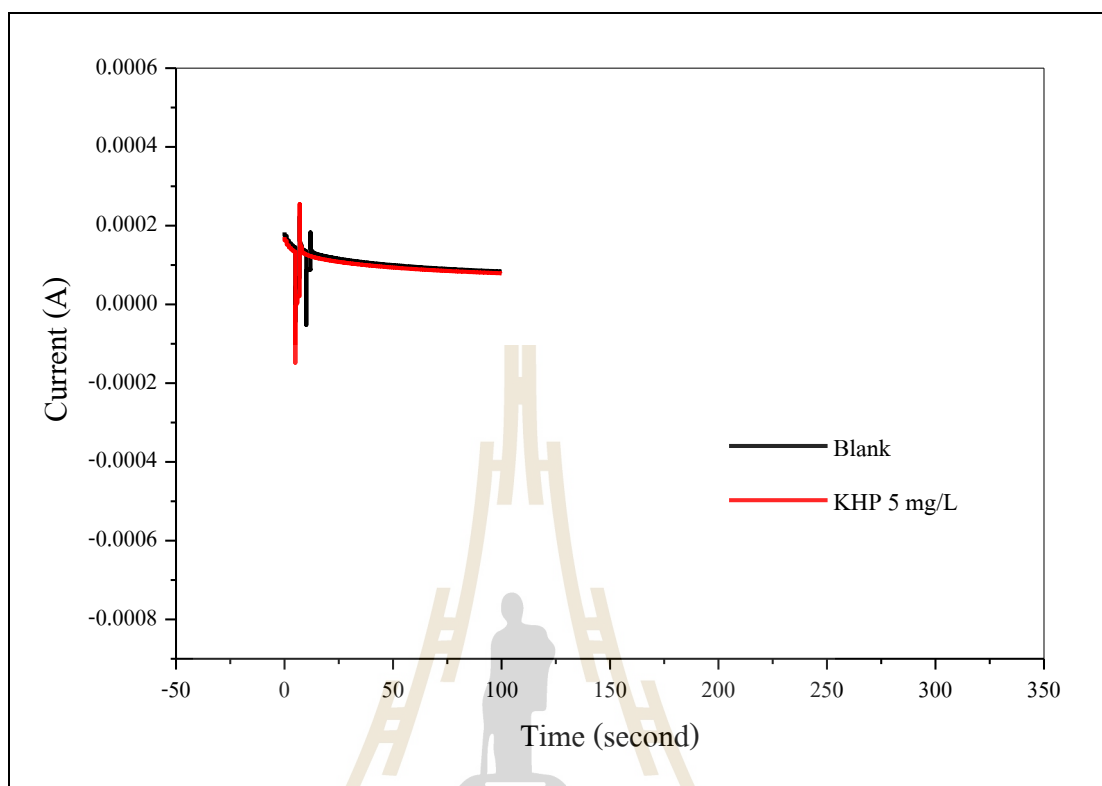
รูปที่ ค.8 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าจากกระบวนการโฟโตอิเล็กโทรคะตะไลซิสของชุดการทดลองที่ 3 (ครั้งที่ 10)

ภาคผนวก ง

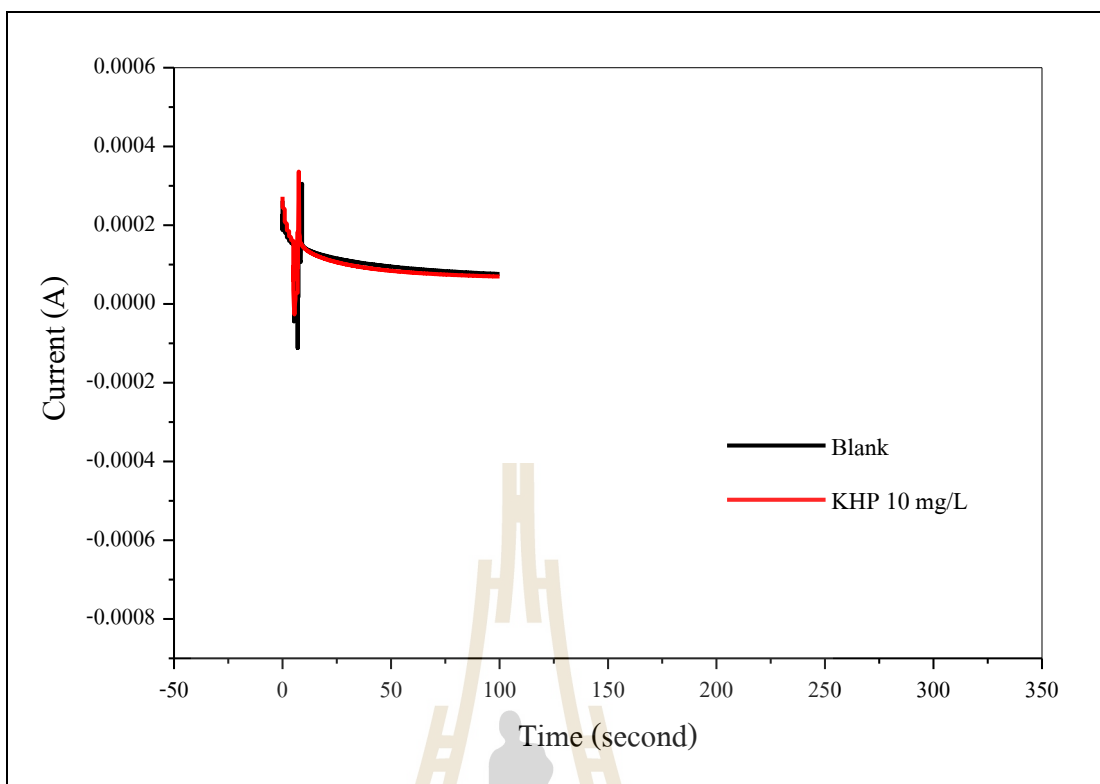
ผลการทดลองของสารละลายมาตรฐาน KHP ที่นำไปสร้างกราฟมาตรฐาน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

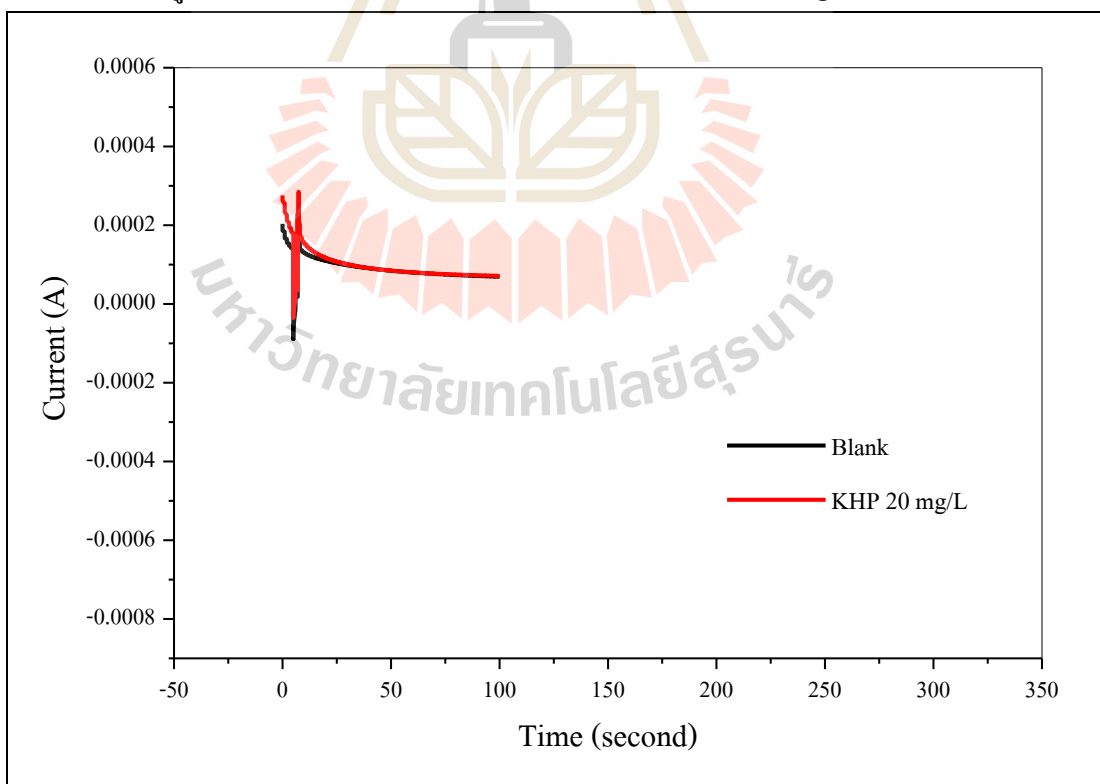
ง.1 ผลการทดลองของสารละลายมาตรฐาน KHP ที่นำไปสร้างกราฟมาตรฐานครั้งที่ 1



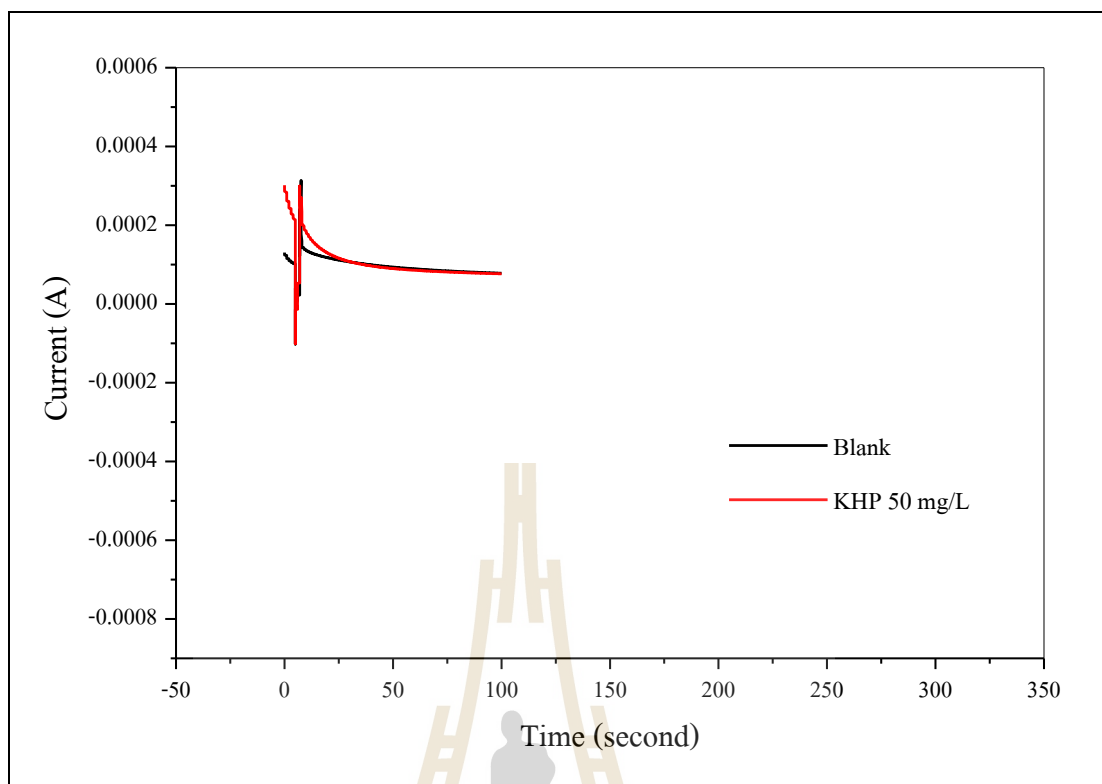
รูปที่ ง.1 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 5 mg/L ครั้งที่ 1



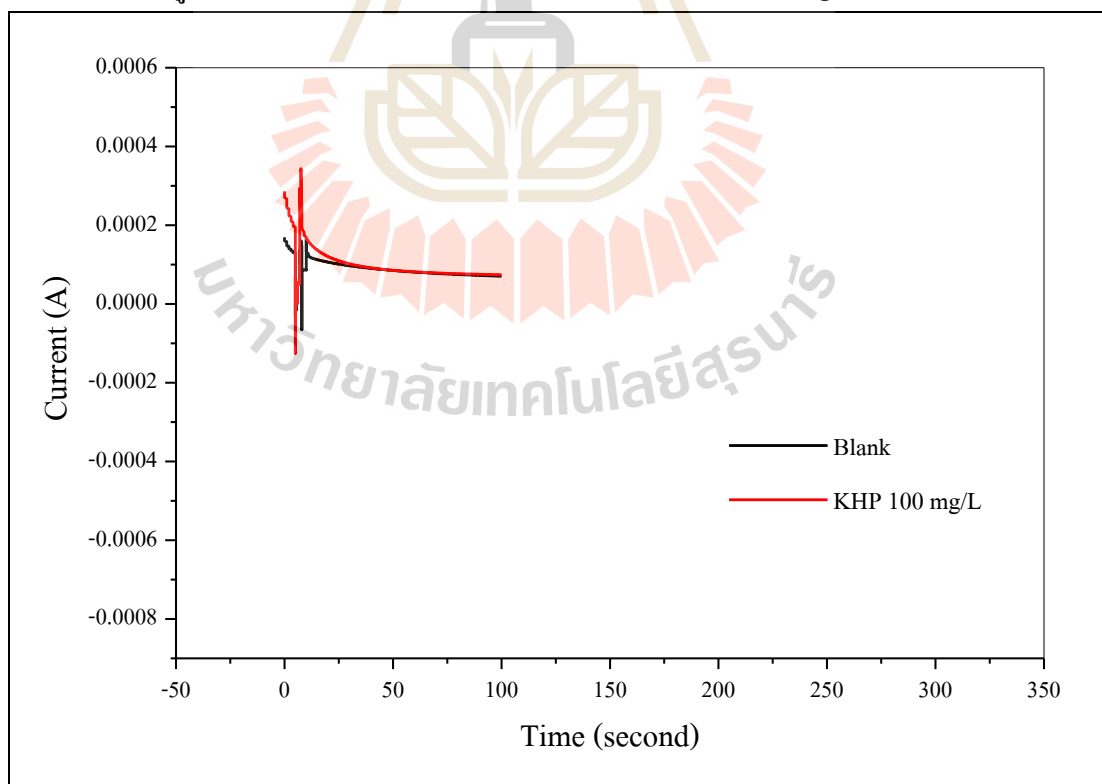
รูปที่ 3.2 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 10 mg/L ครั้งที่ 1



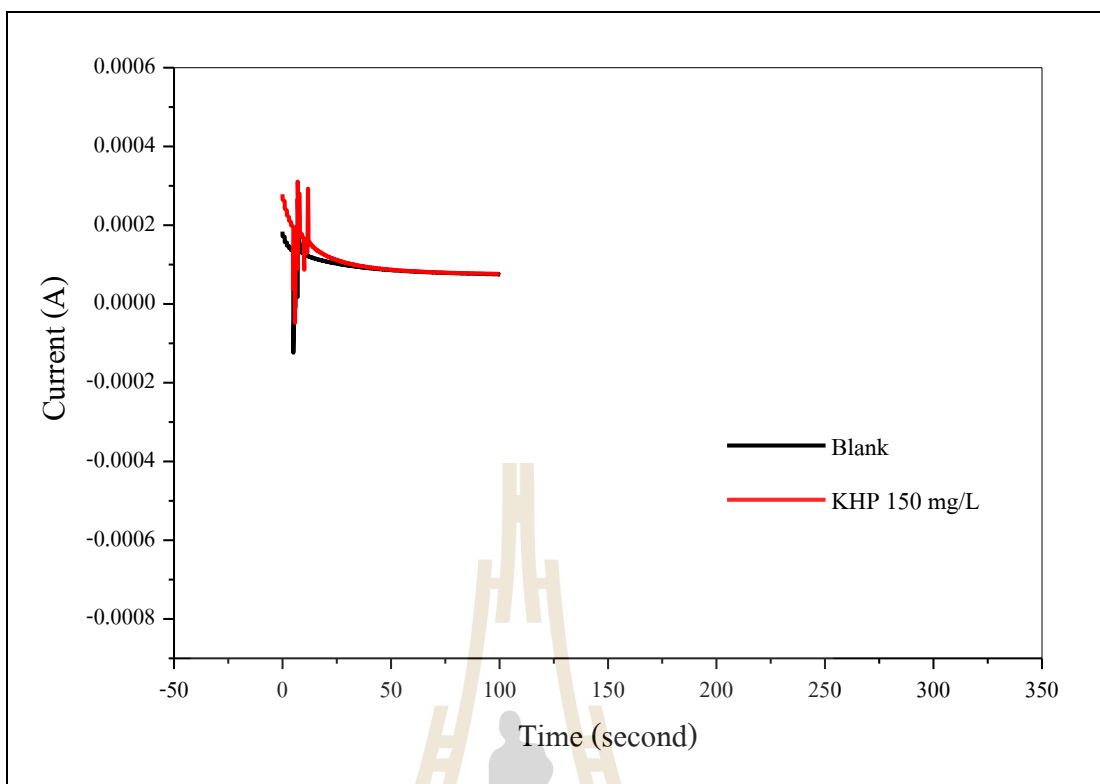
รูปที่ 3.3 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 20 mg/L ครั้งที่ 1



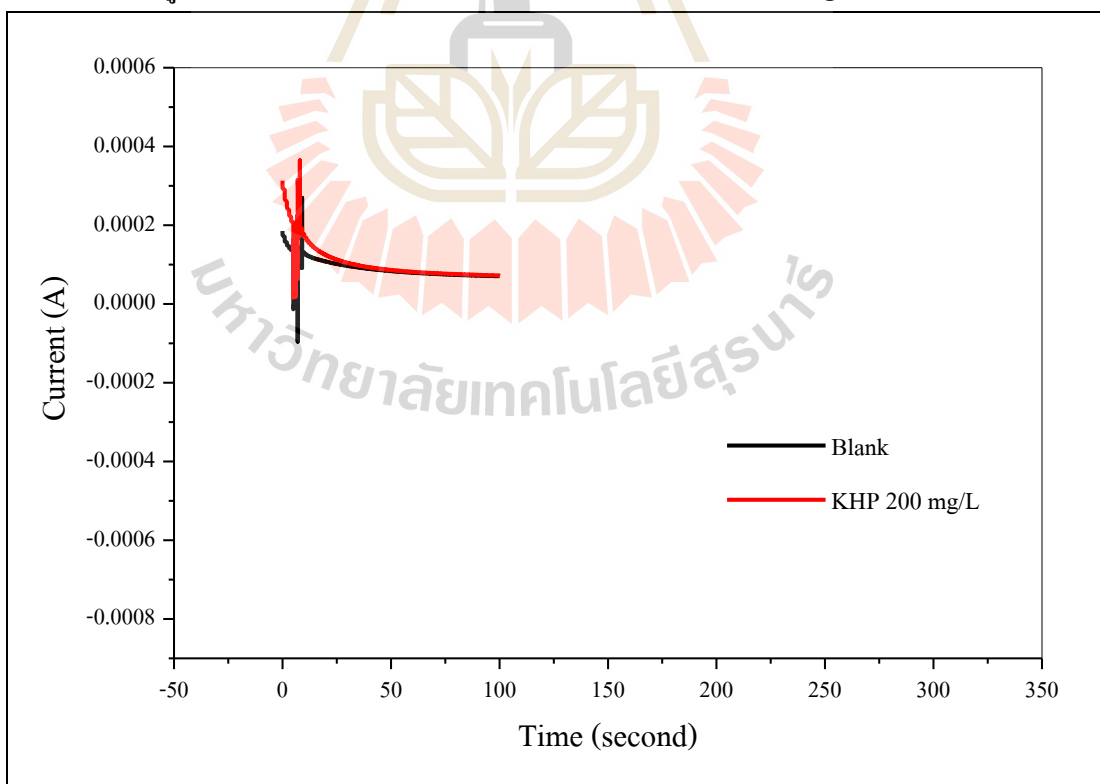
รูปที่ ง.4 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 50 mg/L ครั้งที่ 1



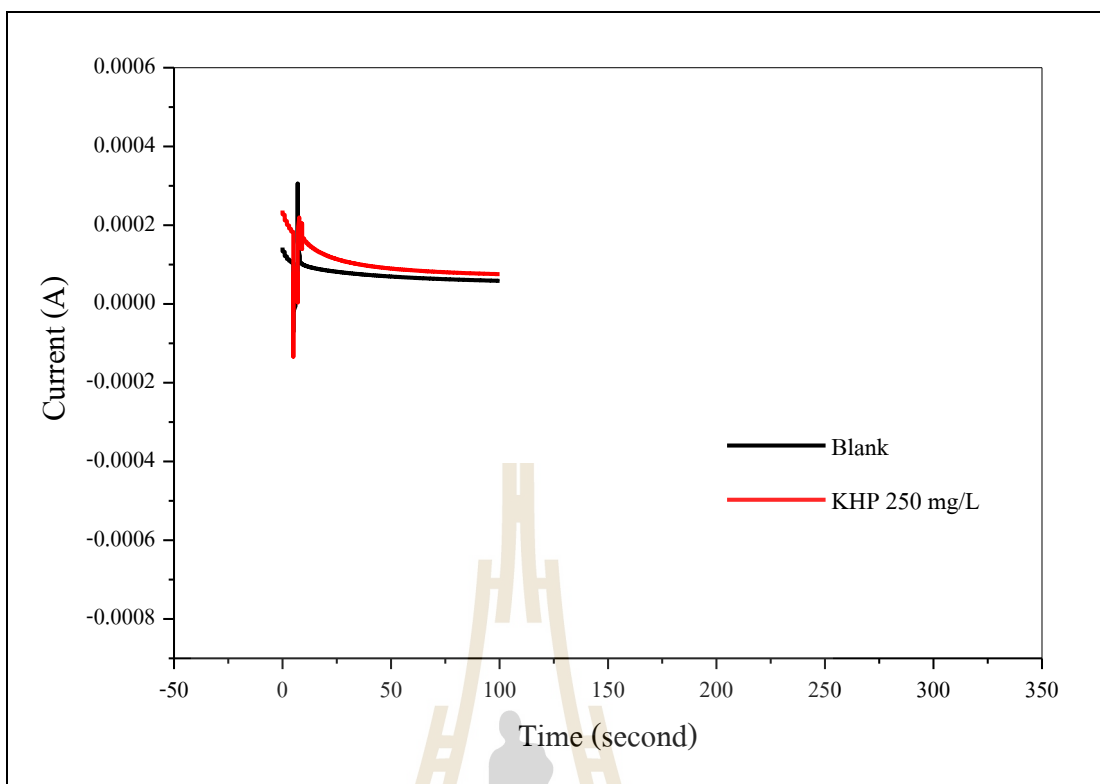
รูปที่ ง.5 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 100 mg/L ครั้งที่ 1



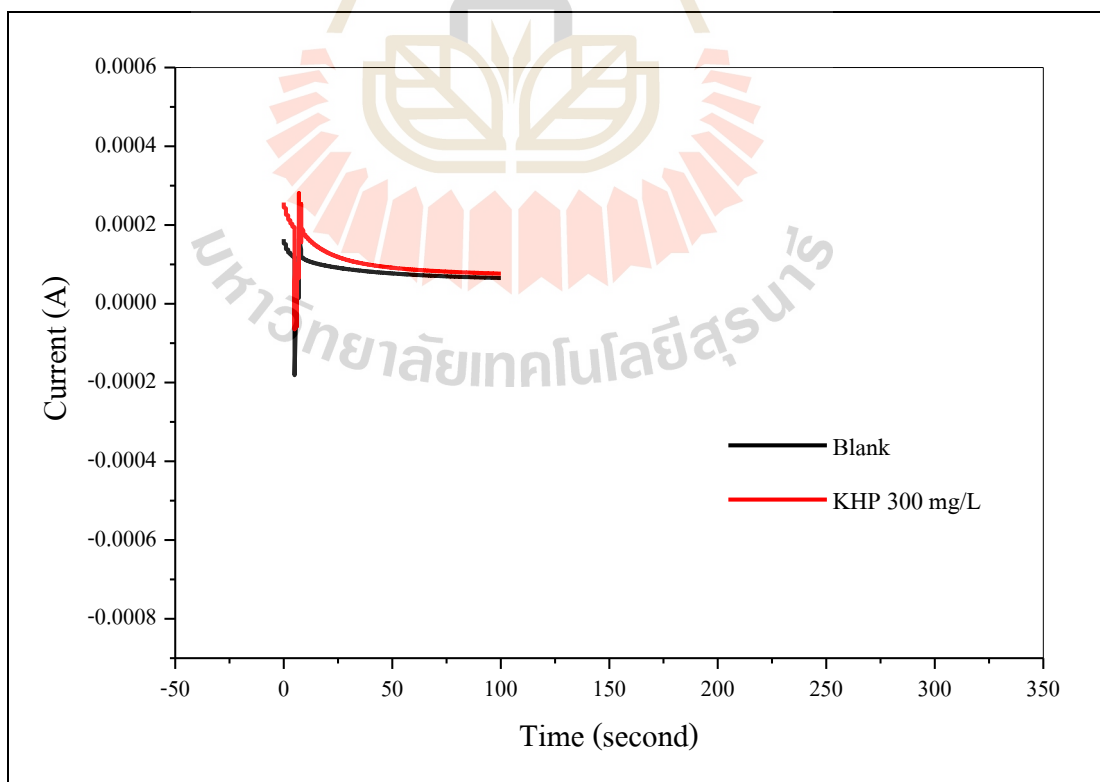
รูปที่ ๖.๖ การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 150 mg/L ครั้งเดียวที่ 1



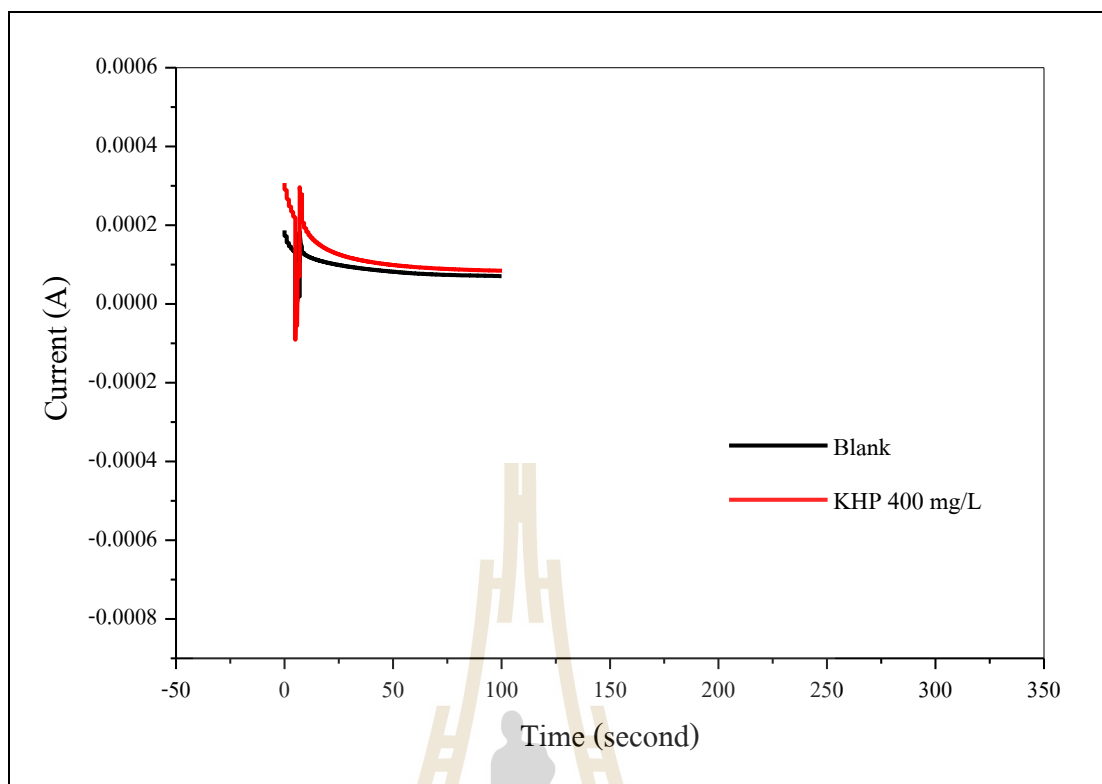
รูปที่ ๖.๗ การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 200 mg/L ครั้งเดียวที่ 1



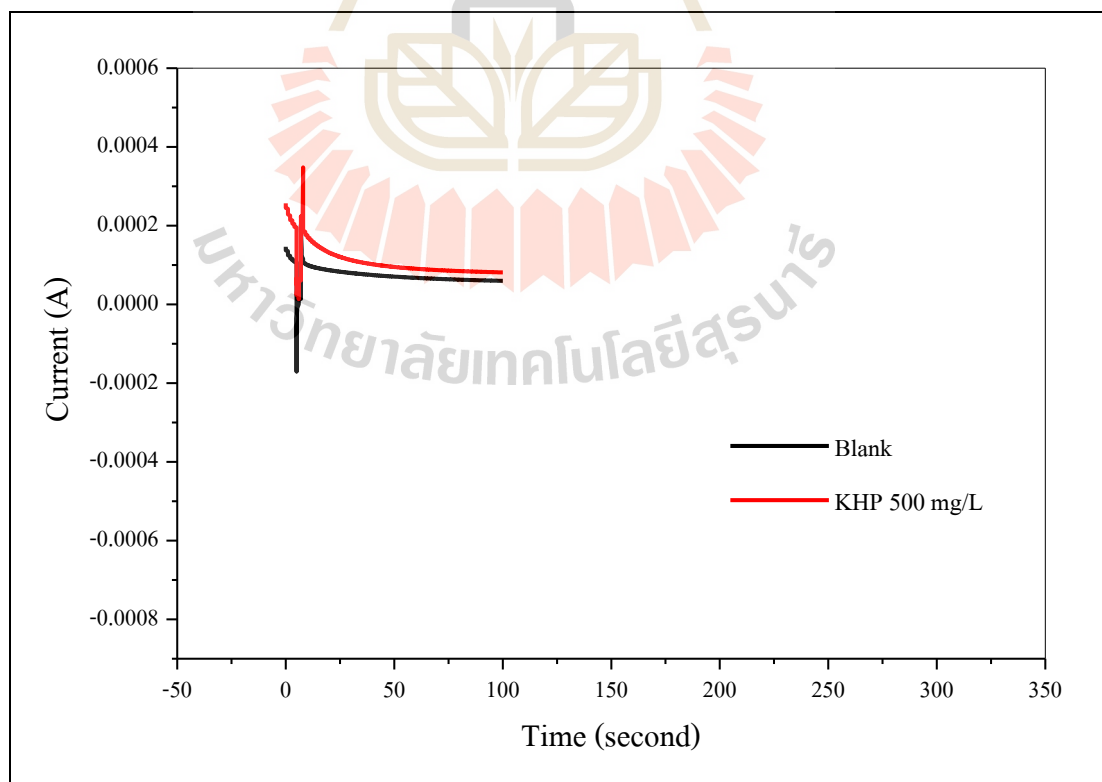
รูปที่ ๘.๘ การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 250 mg/L ครั้งที่ 1



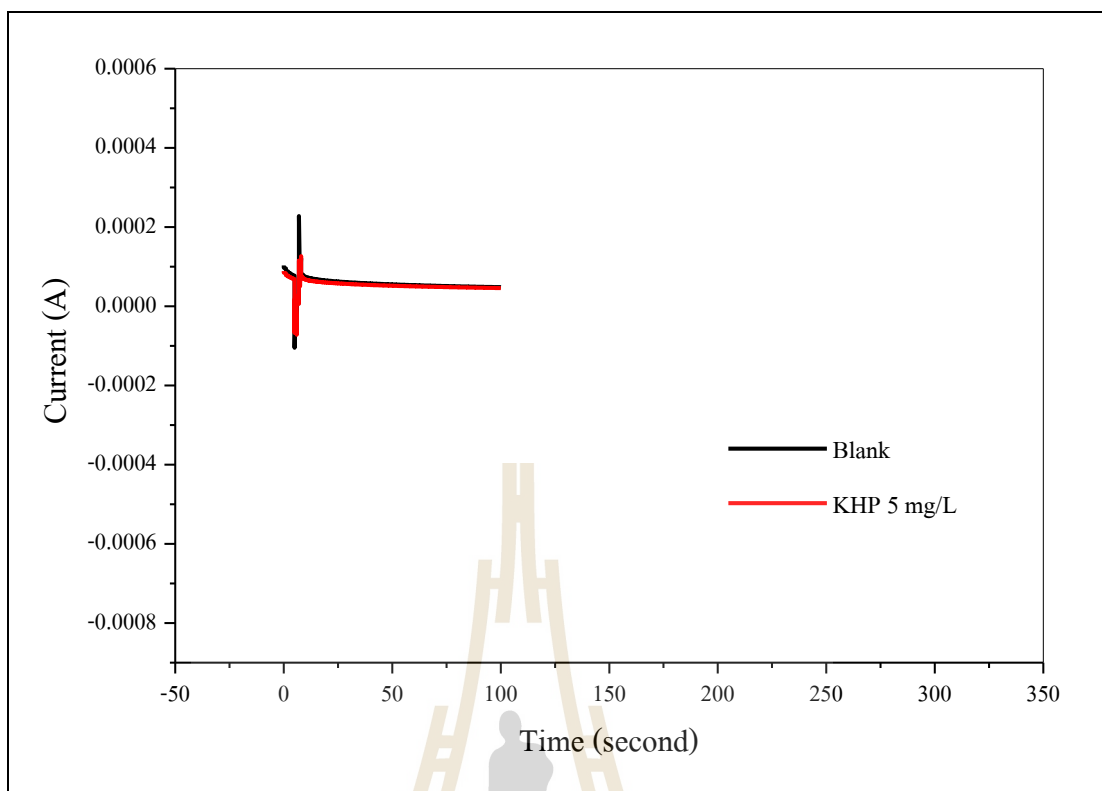
รูปที่ ๘.๙ การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 300 mg/L ครั้งที่ 1



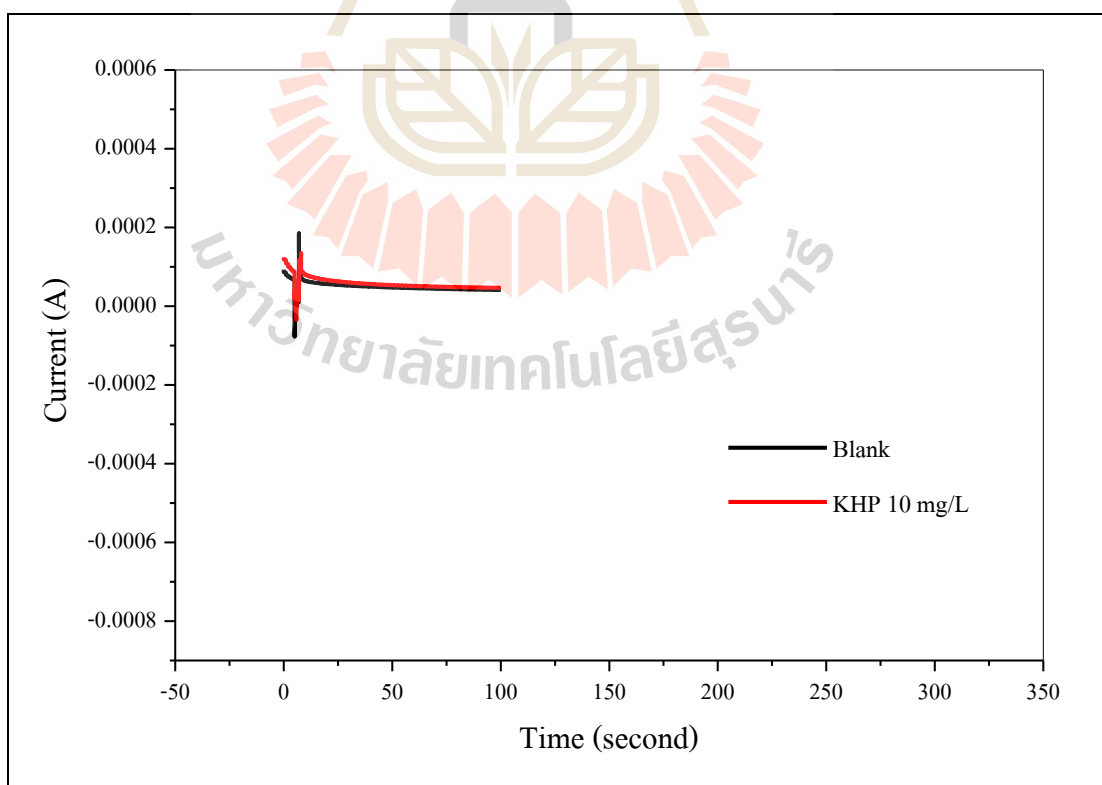
รูปที่ ๑.10 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 400 mg/L ครั้งที่ 1



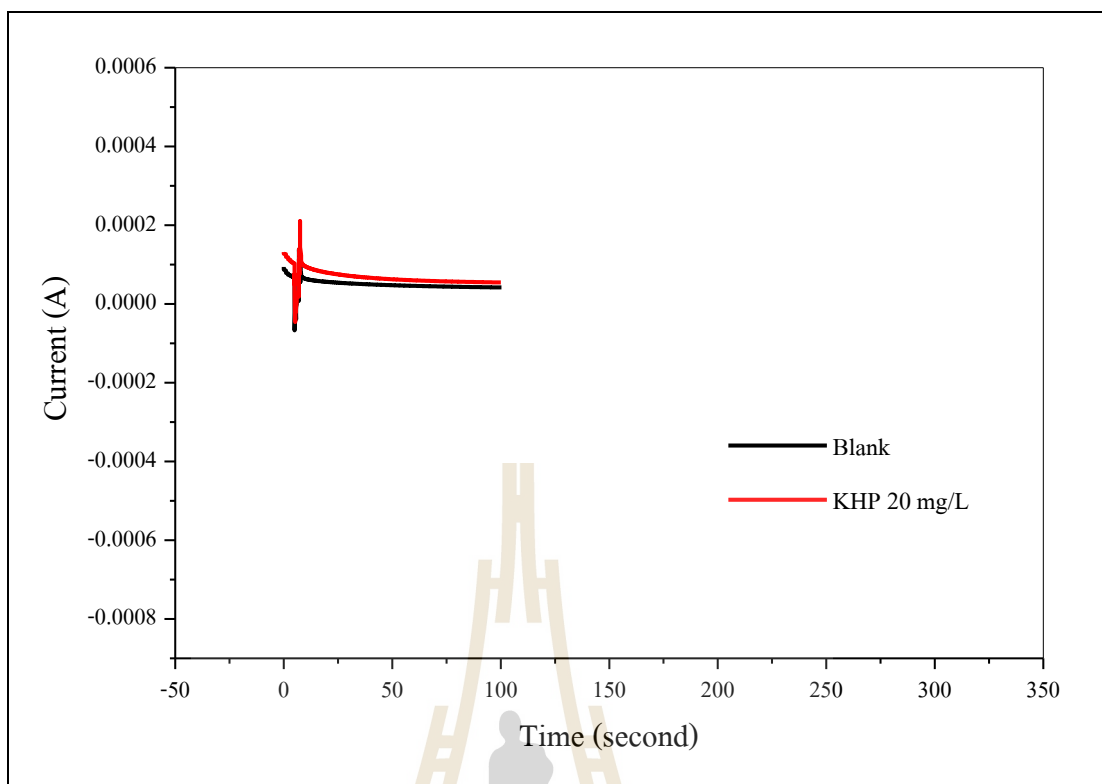
รูปที่ ๑.11 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 500 mg/L ครั้งที่ 1



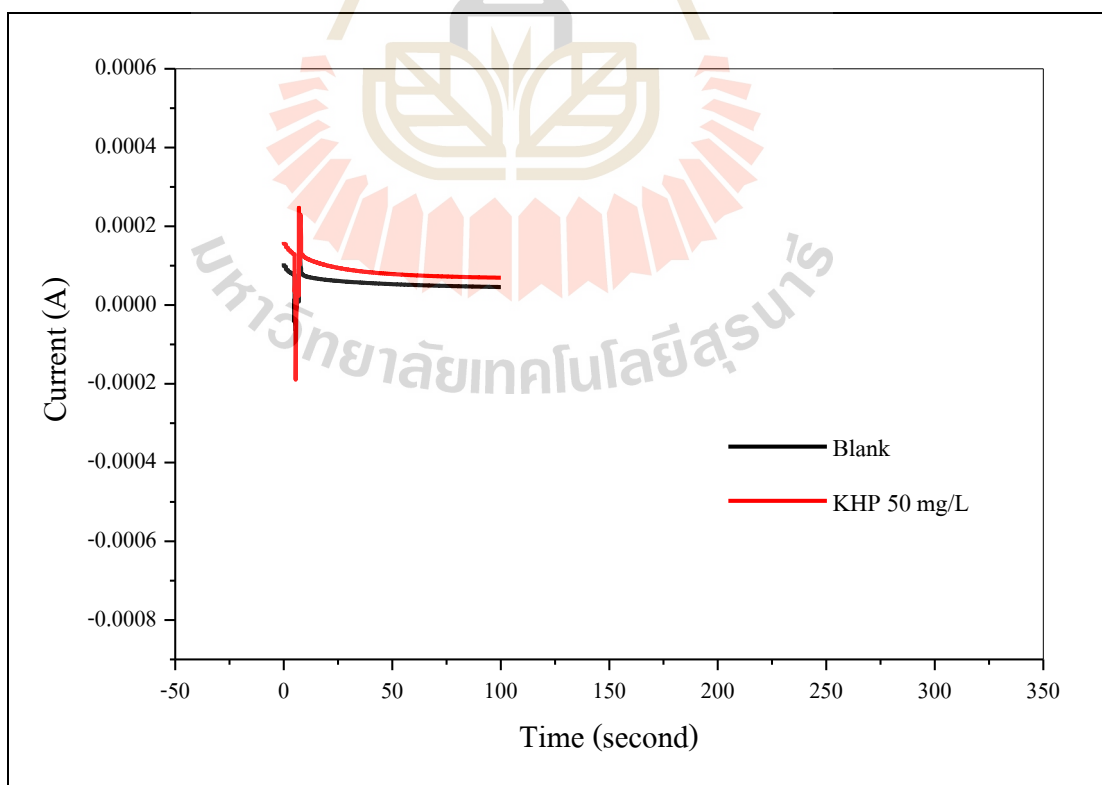
รูปที่ ง.12 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 5mg/L ครั้งที่ 2



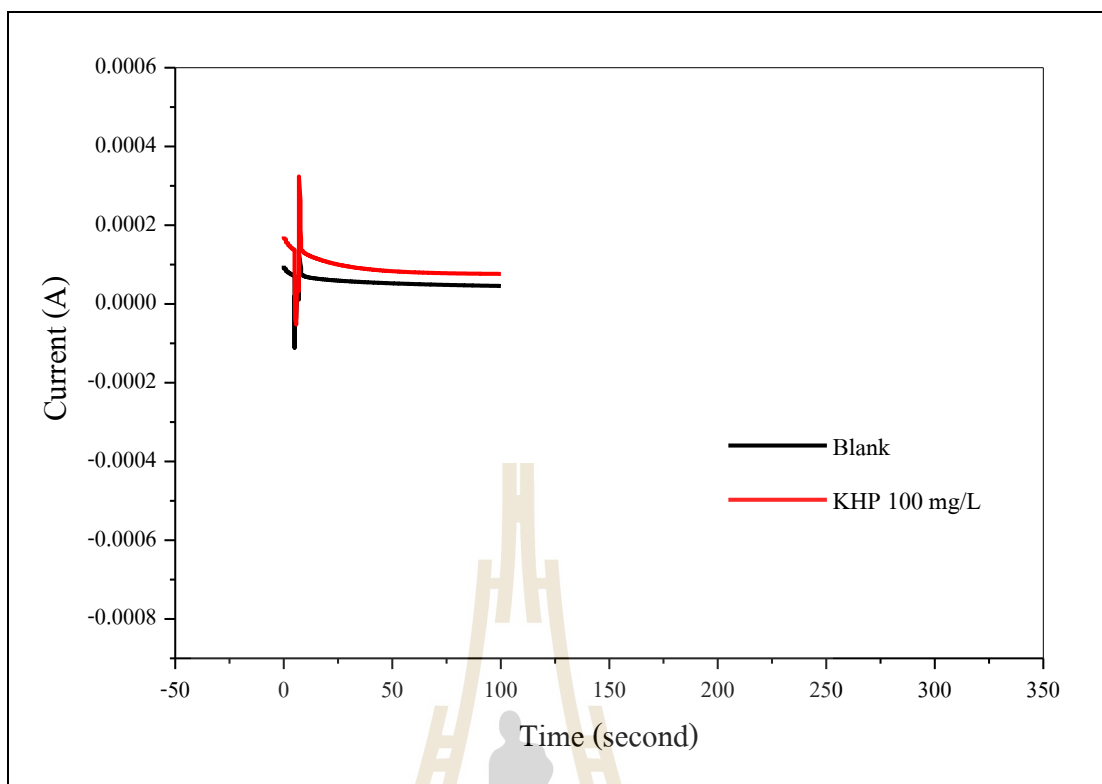
รูปที่ ง.13 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 10 mg/L ครั้งที่ 2



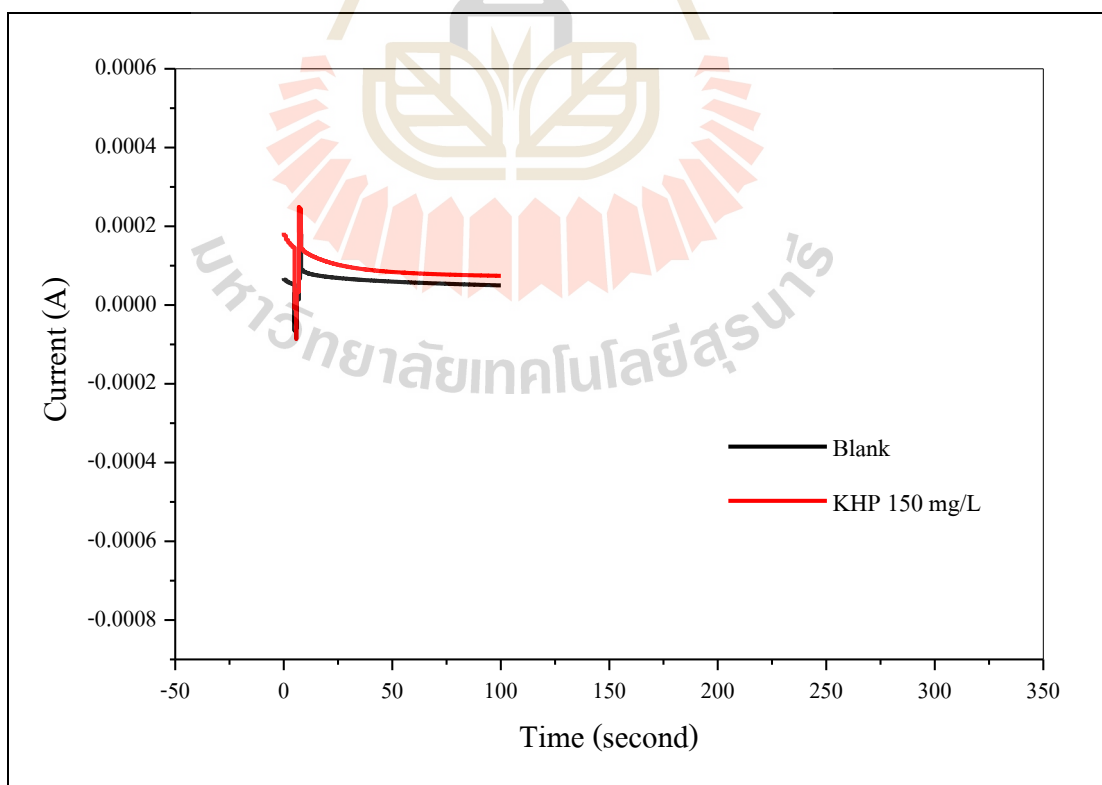
รูปที่ ๑.14 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 20 mg/L ครั้งที่ 2



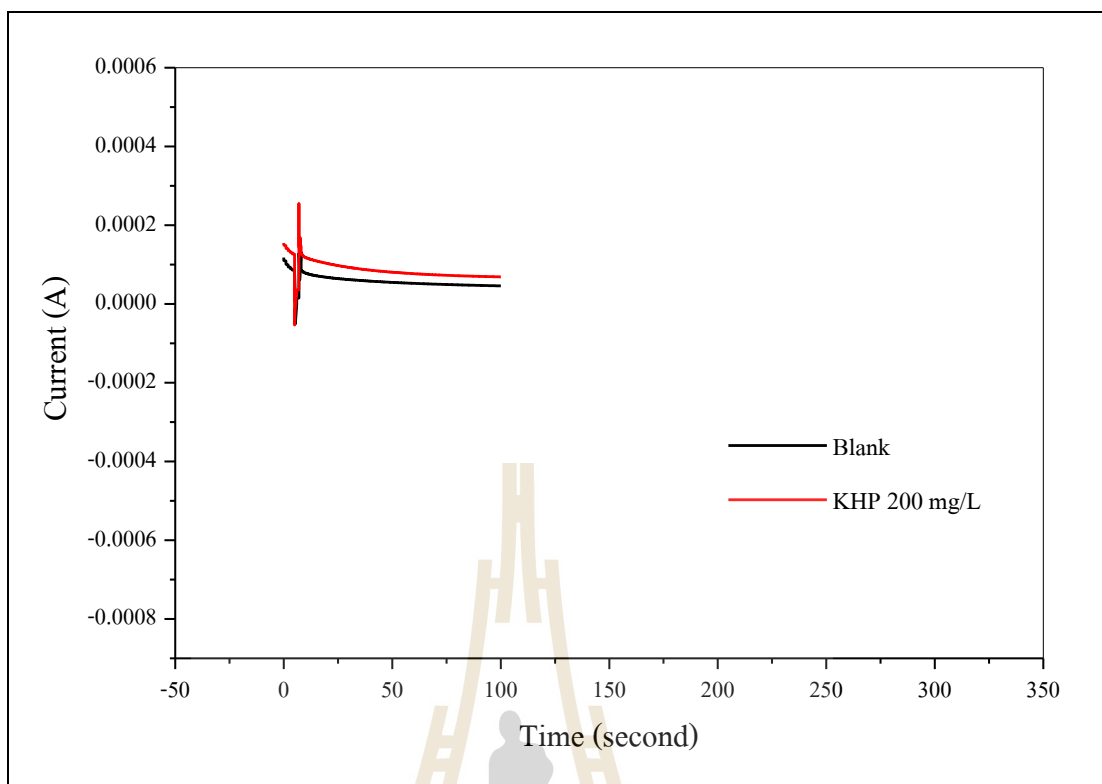
รูปที่ ๑.15 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 50 mg/L ครั้งที่ 2



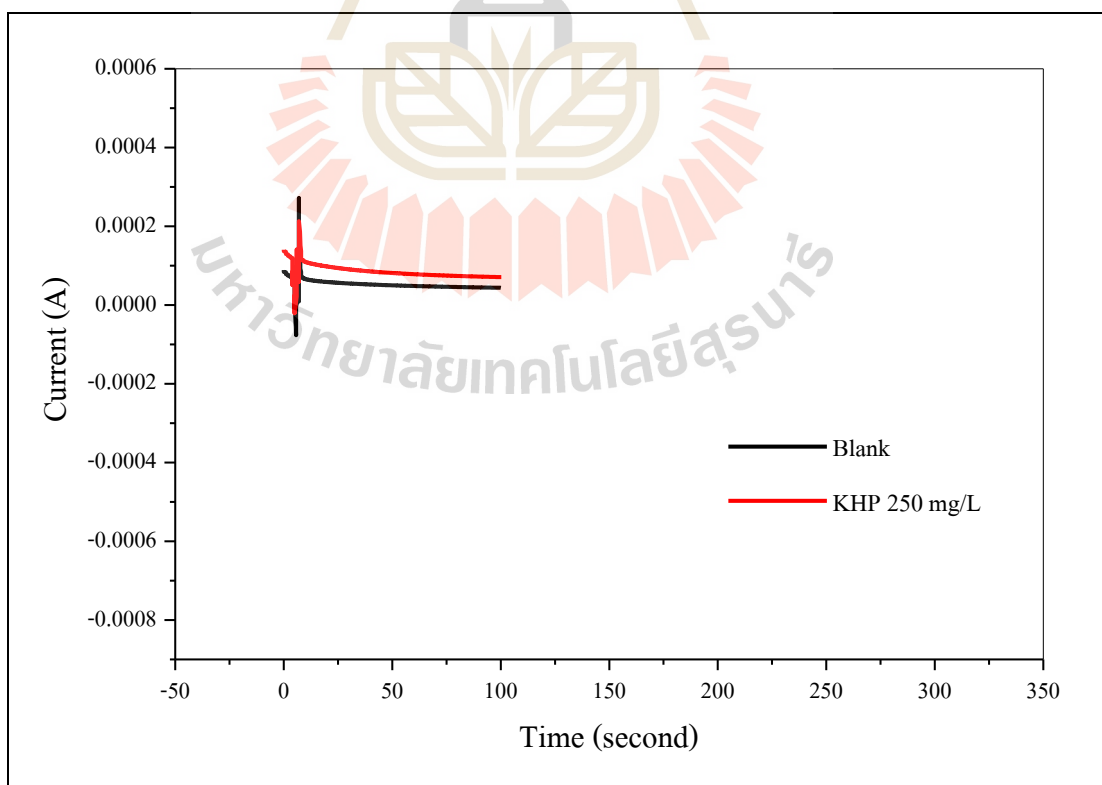
รูปที่ ง.16 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 100 mg/L ครั้งที่ 2



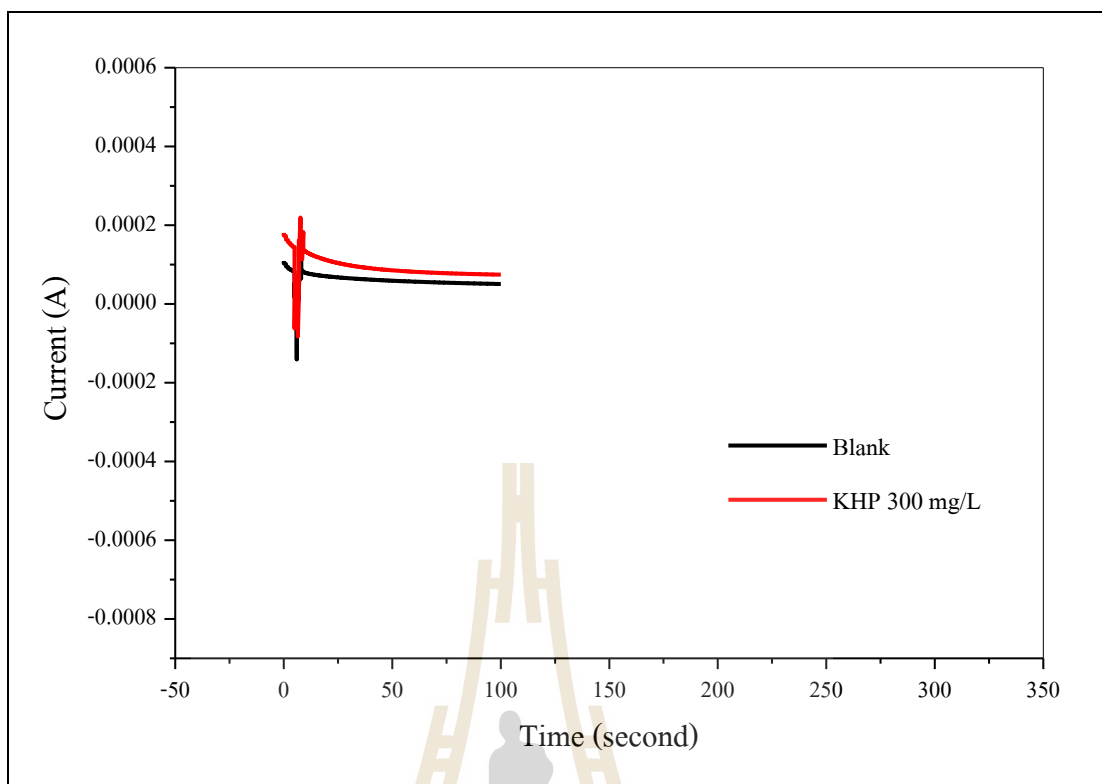
รูปที่ ง.17 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 150 mg/L ครั้งที่ 2



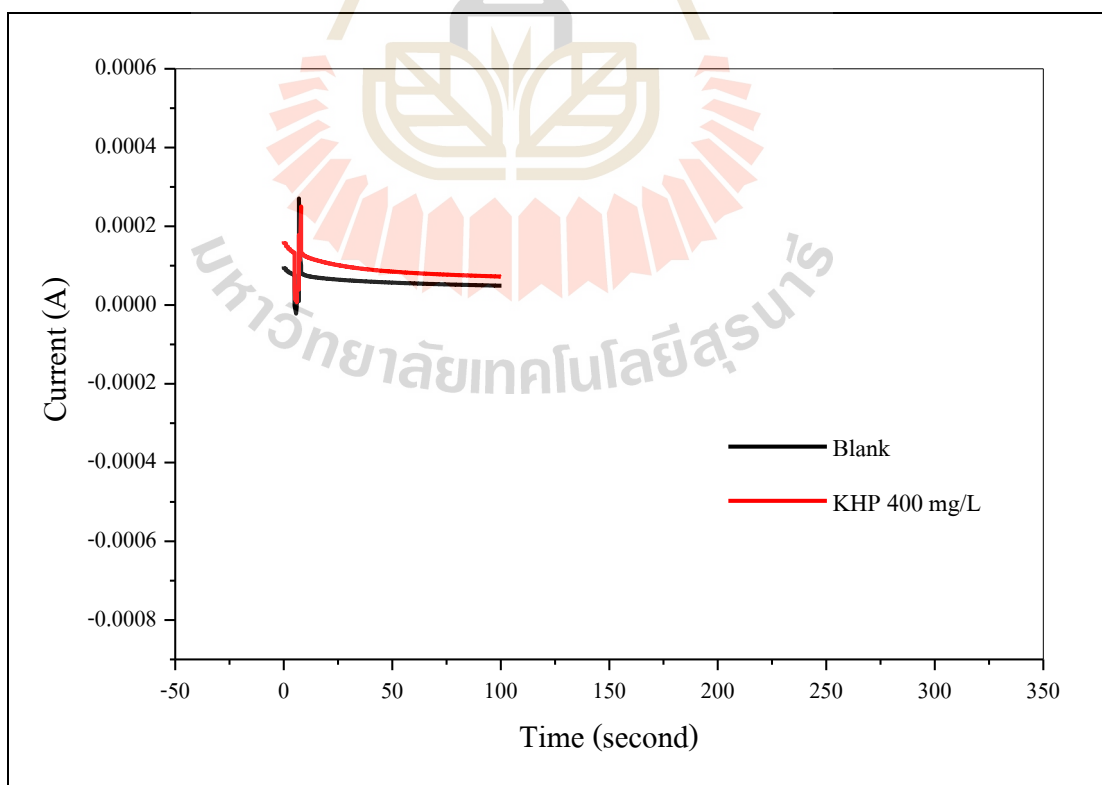
รูปที่ ง.18 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 200 mg/L ครั้งที่ 2



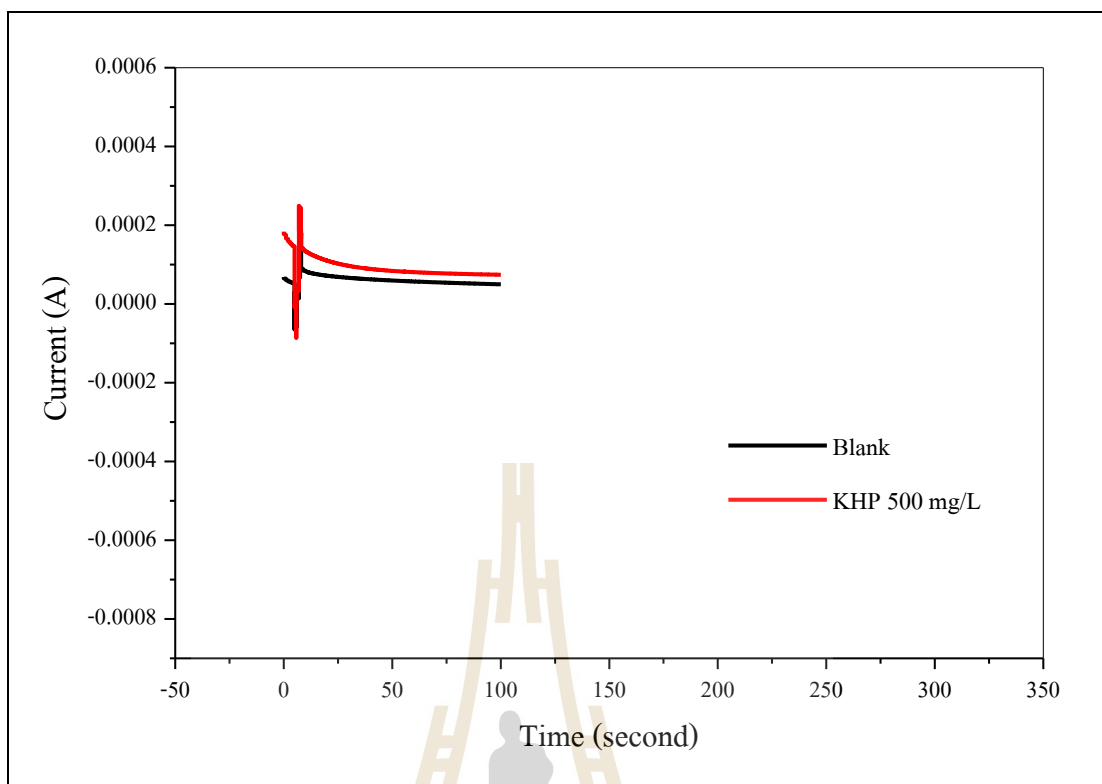
รูปที่ ง.19 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 250 mg/L ครั้งที่ 2



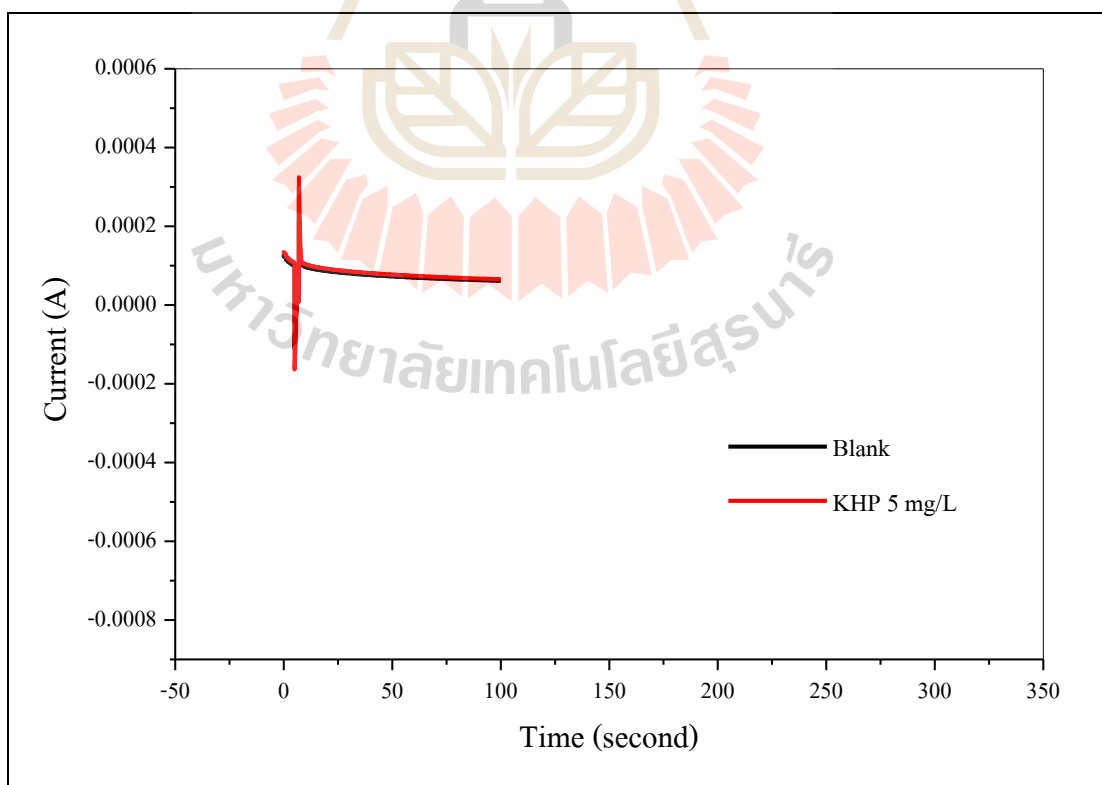
รูปที่ ง.20 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 300 mg/L ครั้งที่ 2



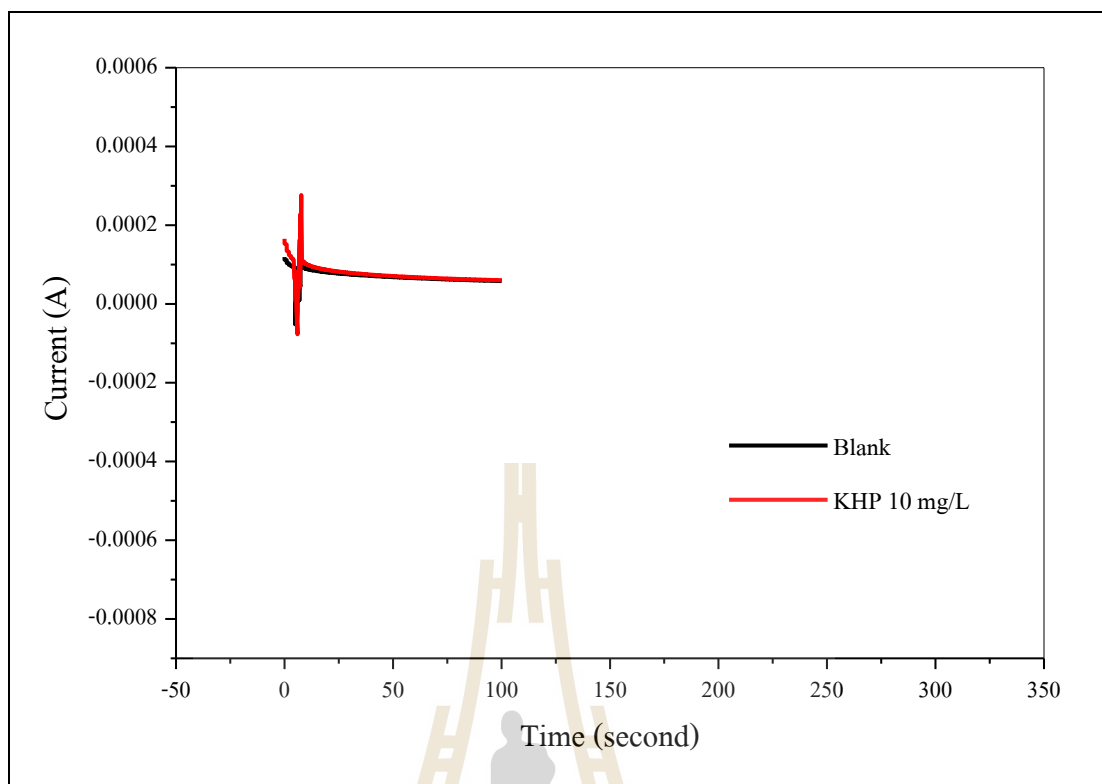
รูปที่ ง.21 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 400 mg/L ครั้งที่ 2



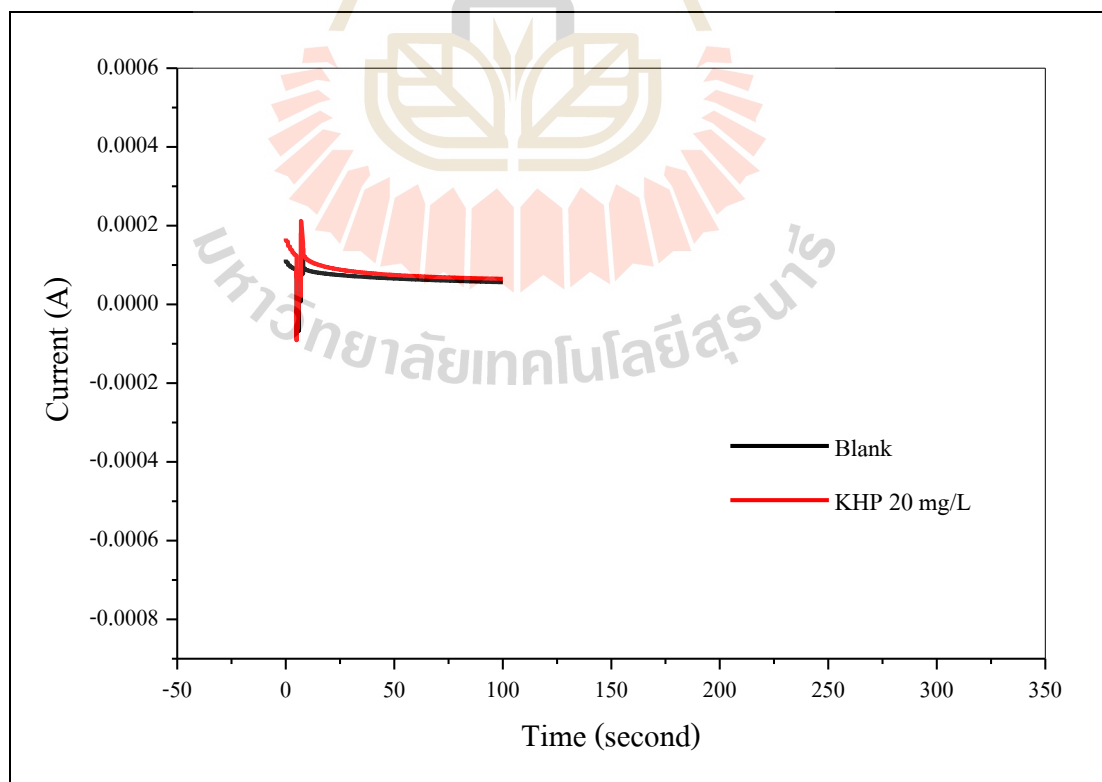
รูปที่ ง.22 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 500 mg/L ครั้งที่ 2



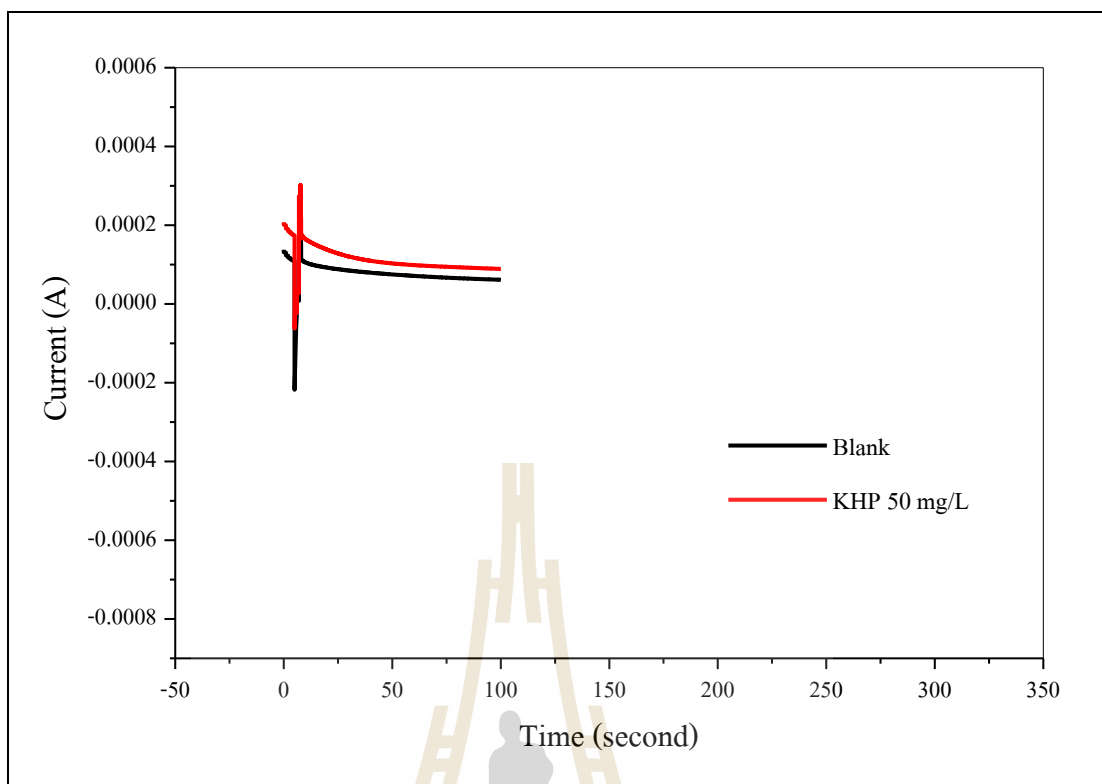
รูปที่ ง.23 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 5 mg/L ครั้งที่ 3



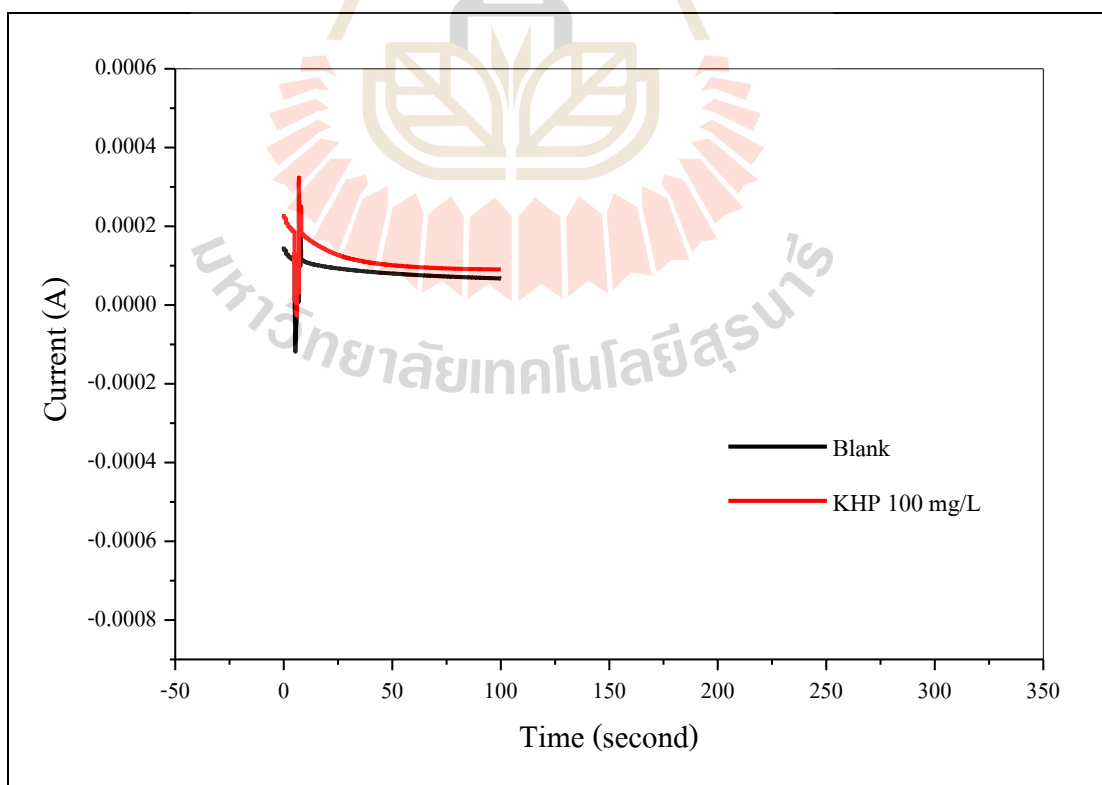
รูปที่ ๒.๒๔ การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 10 mg/L ครั้งที่ 3



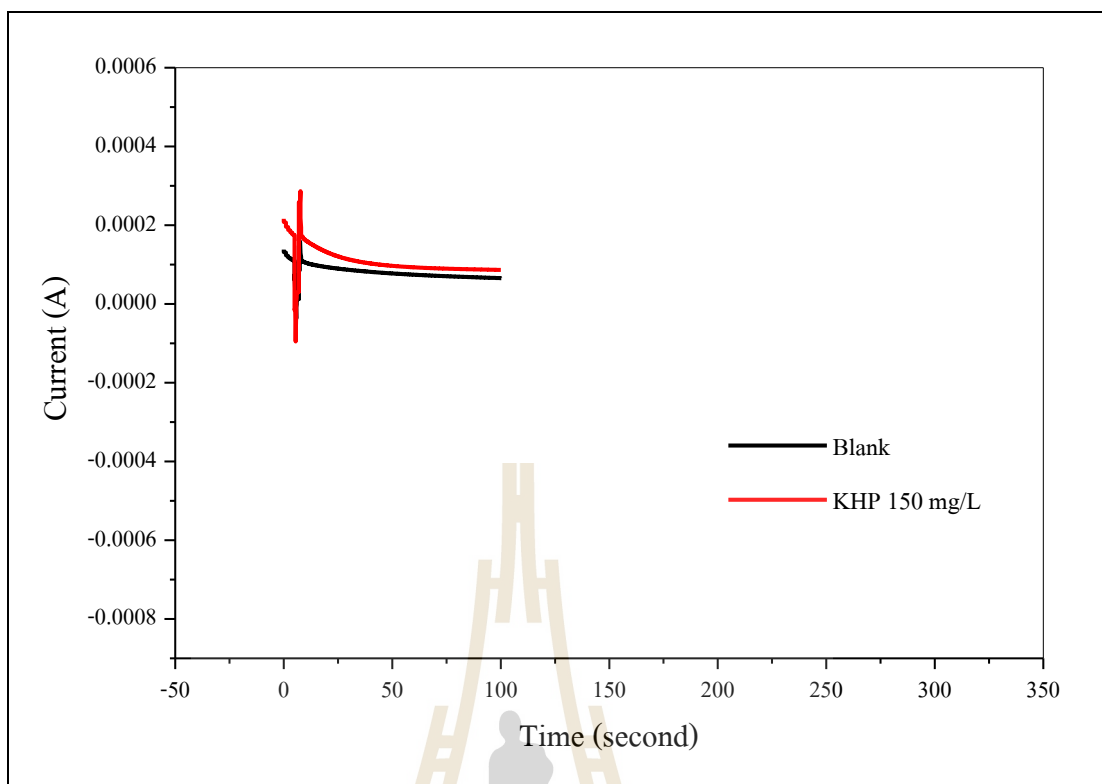
รูปที่ ๒.๒๕ การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 20 mg/L ครั้งที่ 3



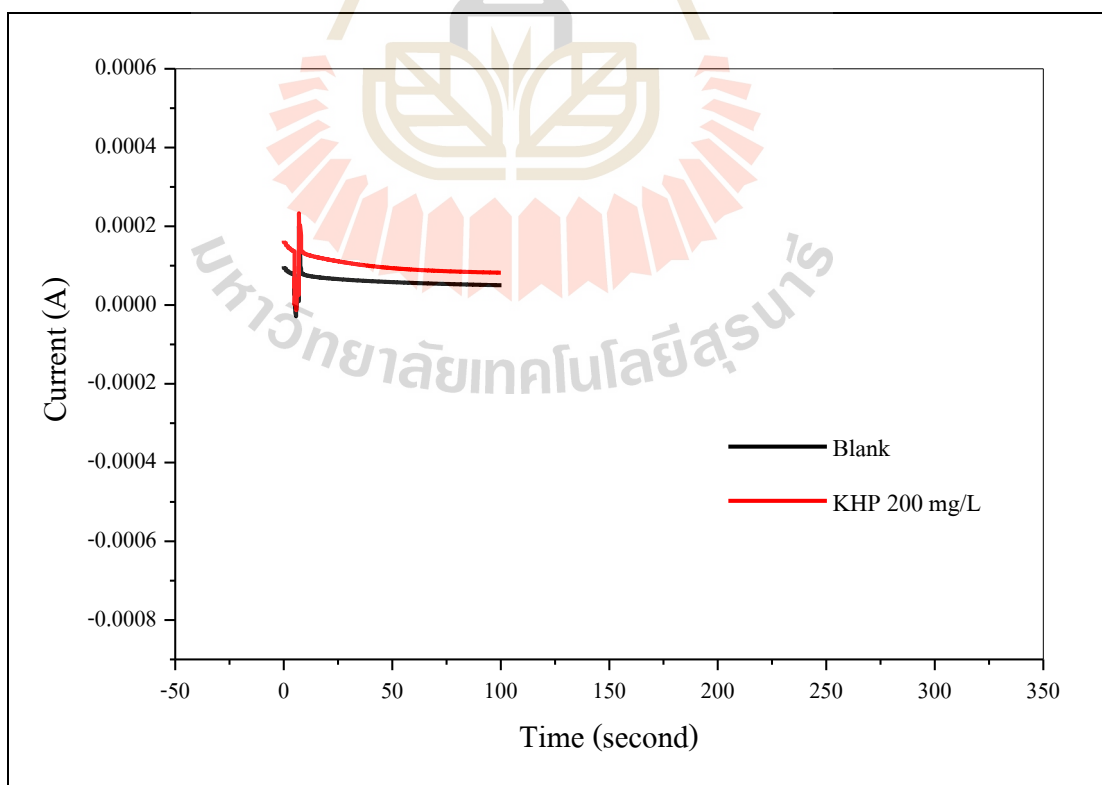
รูปที่ ง.26 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 50 mg/L ครั้งที่ 3



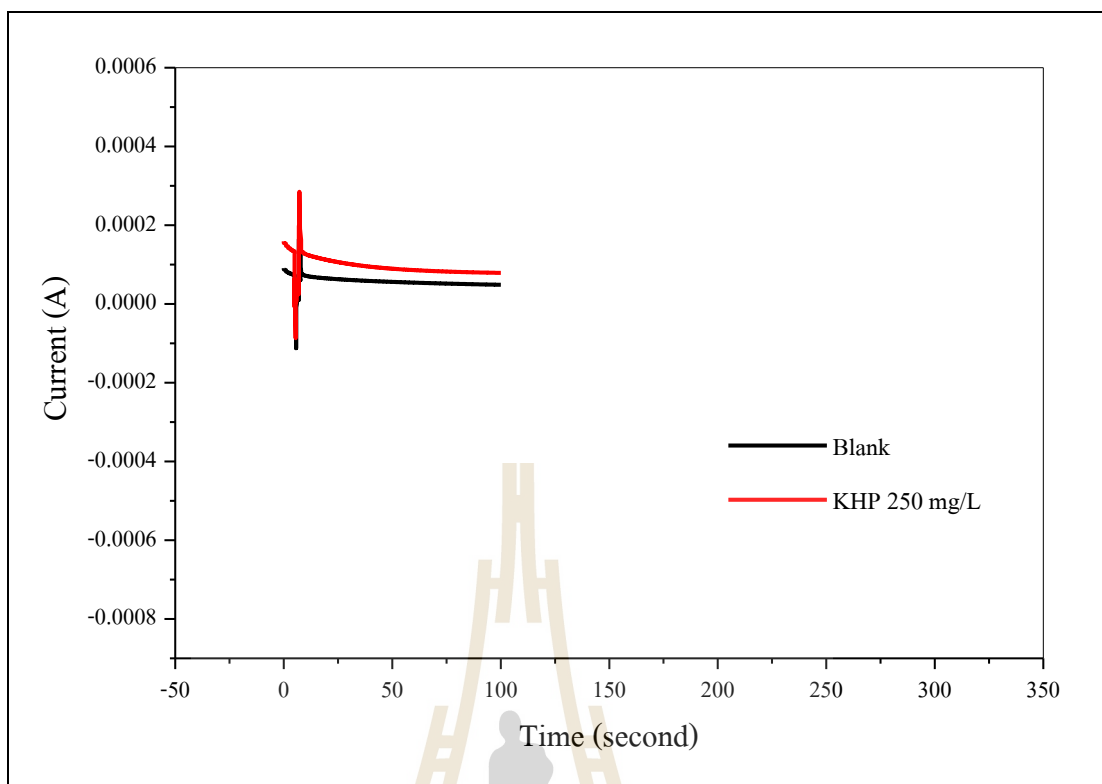
รูปที่ ง.27 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 100 mg/L ครั้งที่ 3



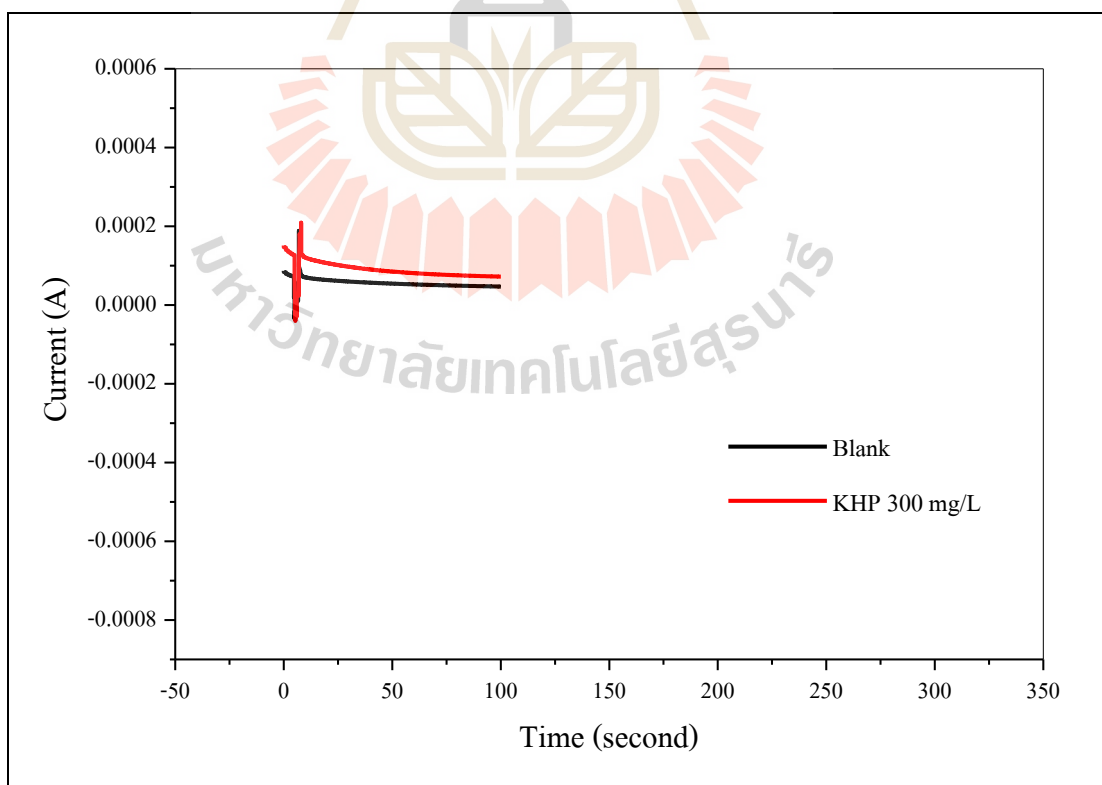
รูปที่ ง.28 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 150 mg/L ครั้งที่ 3



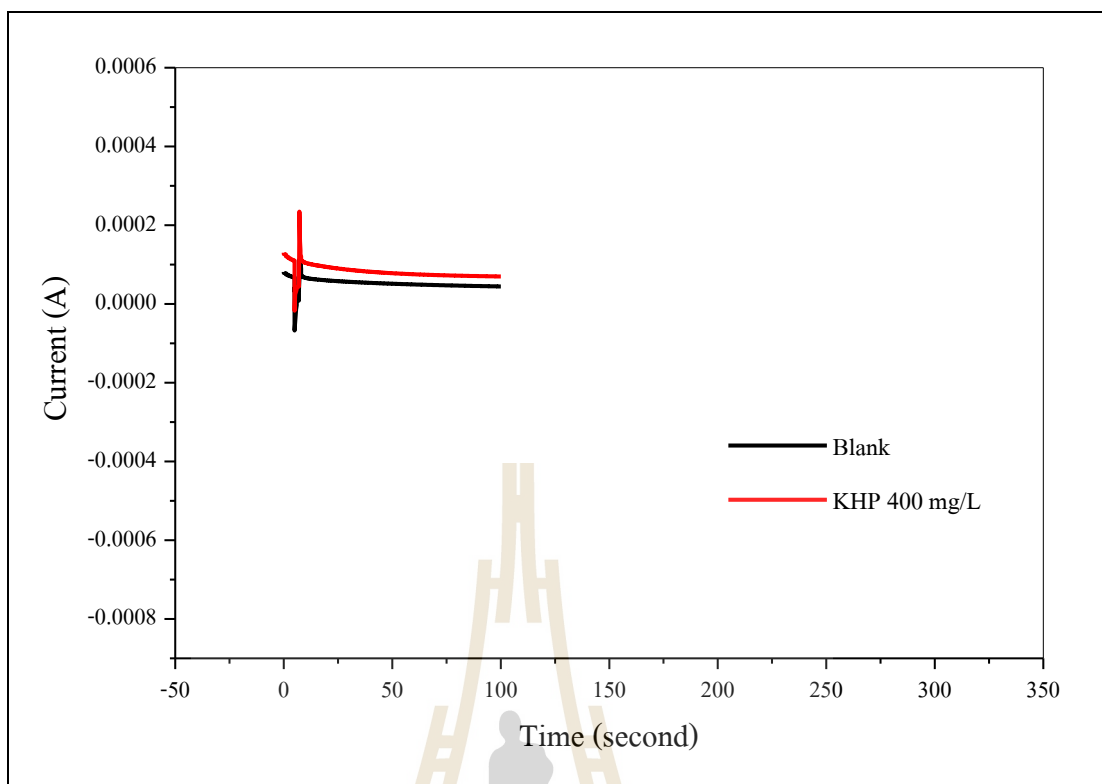
รูปที่ ง.29 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 200 mg/L ครั้งที่ 3



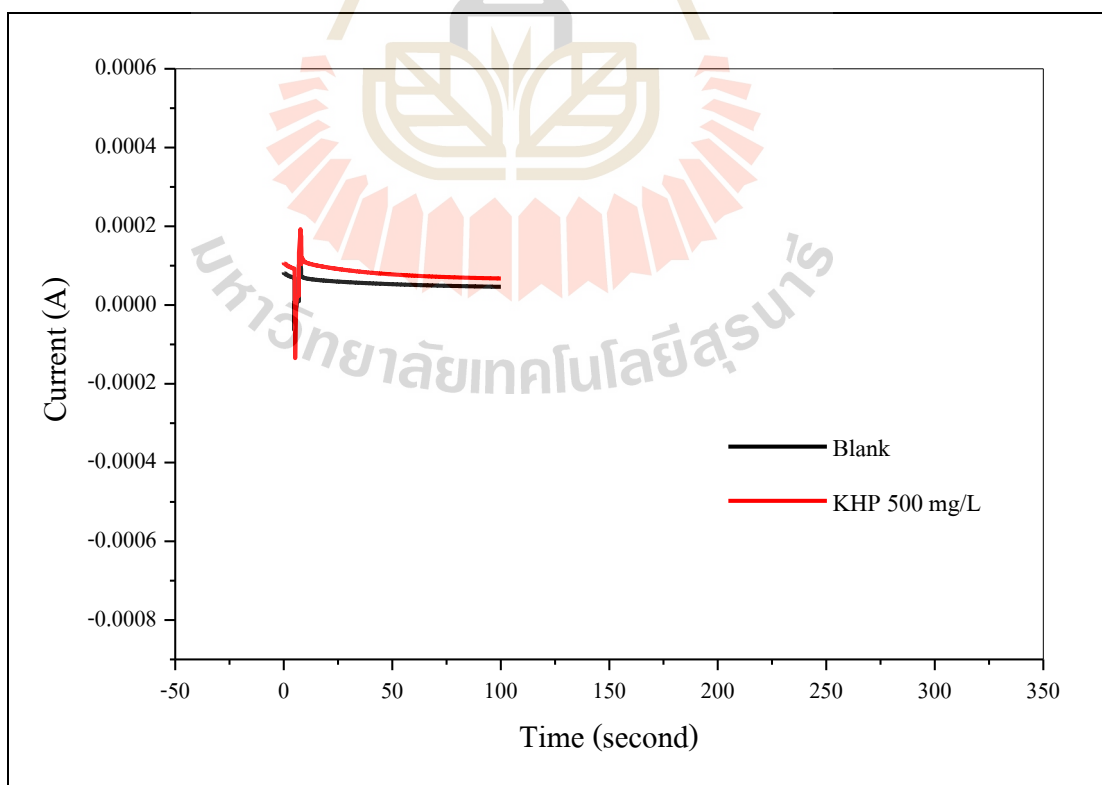
รูปที่ ง.30 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 250 mg/L ครั้งที่ 3



รูปที่ ง.31 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 300 mg/L ครั้งที่ 3



รูปที่ 3.32 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 400 mg/L ครั้งที่ 3



รูปที่ 3.33 การตอบสนองของกระแสไฟฟ้าของ KHP 500 mg/L ครั้งที่ 3

ภาคผนวก จ

การทดลองทดสอบประสิทธิภาพแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยการย่อย

สารละลายเมทิลีนบลู

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

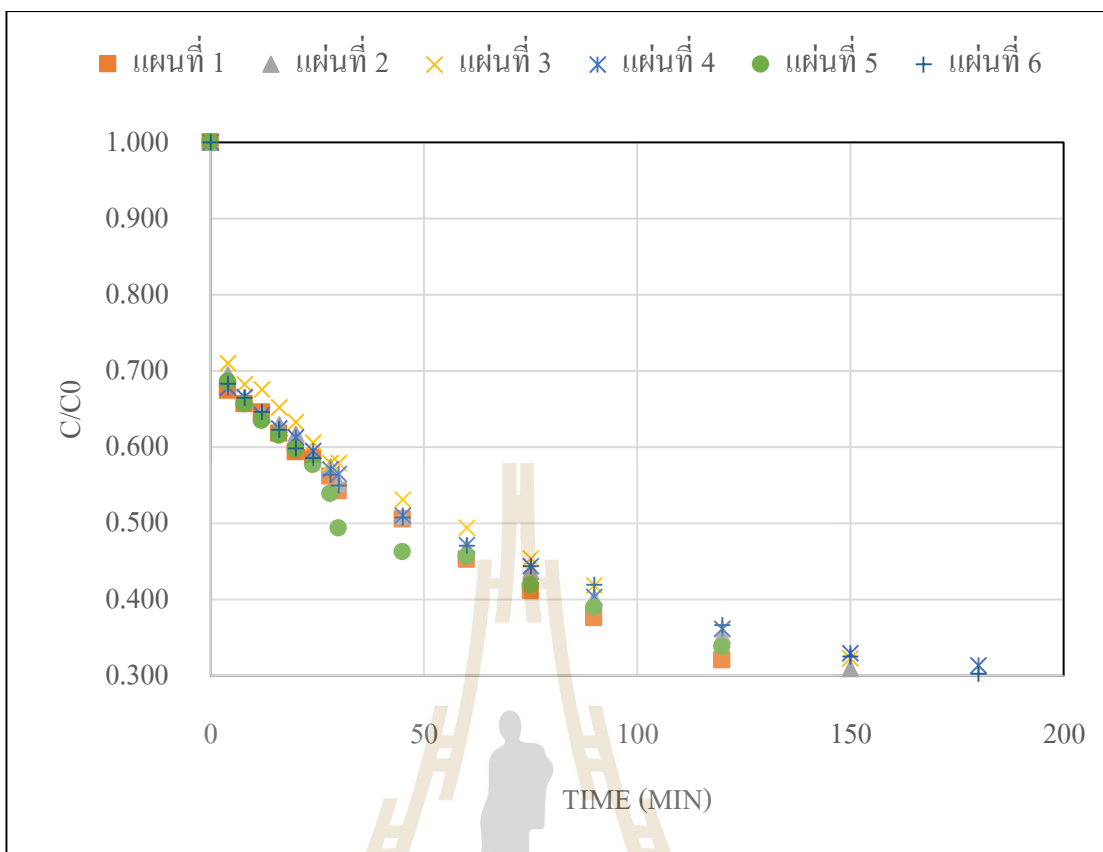
จ.1 การศึกษาประสิทธิภาพแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยการย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส

ในการศึกษาประสิทธิภาพแผ่นนั้นจะใช้สารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 20 ไมโครโมลาร์ ปริมาตร 15 มิลลิลิตร ใช้พื้นที่ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 ตารางเซนติเมตร โดยสภาวะการสังเคราะห์ที่นำมาใช้นั้นคือ 20 โวลต์ 5 นาที / -5 โวลต์ 5 วินาที ระยะเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากับ 1.5 ชั่วโมง ก่อนเริ่มทำการทดลองได้ทำตัวเร่งปฏิกิริยาอิมตัวด้วยออกซิเจน และในระหว่างการทดลองก็มีการเติมออกซิเจนตลอด ใช้ระยะเวลาในการทดสอบการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู 3 ชั่วโมง ความยาวคลื่นที่ใช้คือ 664 นาโนเมตร และในการทดสอบจะใช้แผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้งหมด 6 ตัวอย่าง (ใช้ครั้งละ 1 แผ่น) แสดงประสิทธิภาพการย่อยสลายดังตารางและรูปที่ จ.1

ตาราง จ.1 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสของตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่น

	เปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพการย่อยสลายสารเมทิลีนบลู
แผ่นที่ 1	76.226
แผ่นที่ 2	72.302
แผ่นที่ 3	76.413
แผ่นที่ 4	68.703
แผ่นที่ 5	74.284
แผ่นที่ 6	69.781

จากนั้นได้นำไปทำการทดสอบทางสถิติด้วยวิธี ANOVA ซึ่งข้อมูลที่มาทดสอบของแต่ละแผ่นคือช่วงเวลา 120, 150 และ 180 นาที พบว่าแผ่นตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่นนั้นไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ที่ความเชื่อมั่นร้อยละ 95 แสดงดังตาราง จ.2



รูปที่ จ.1 เปรียบเทียบการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสของ
ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่น

ตาราง จ.2 ทดสอบทางสถิติด้วยวิธี ANOVA ของการย่อยสลายสารเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟ
โตคะตะไลซิสของตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้ง 6 แผ่น

ANOVA						
Source of Variation	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	0.007	5.000	0.001	0.740	0.608	3.106
Within Groups	0.021	12.000	0.002			
Total	0.028	17.000				

หมายเหตุ ; ถ้า P-value > 0.05 แสดงว่าไม่ต่างอย่างมีนัยสำคัญ

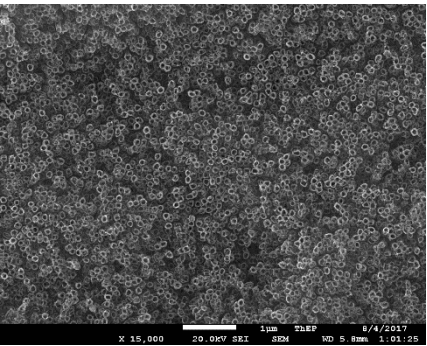
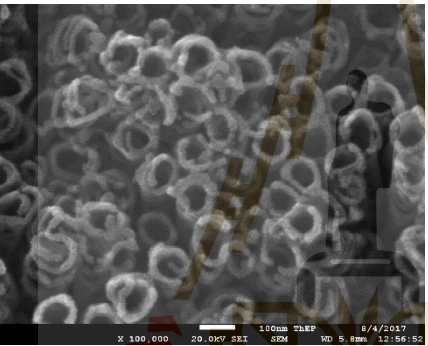
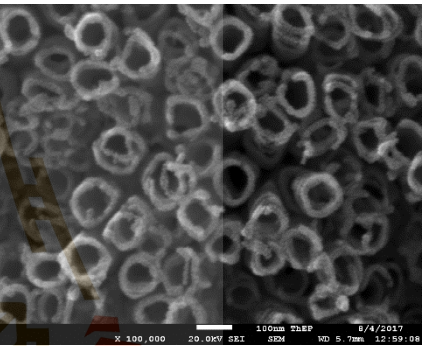
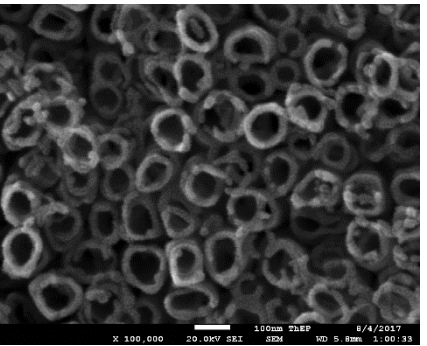
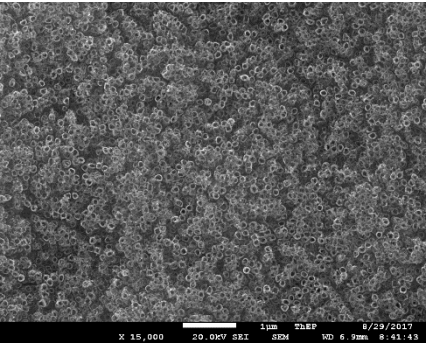
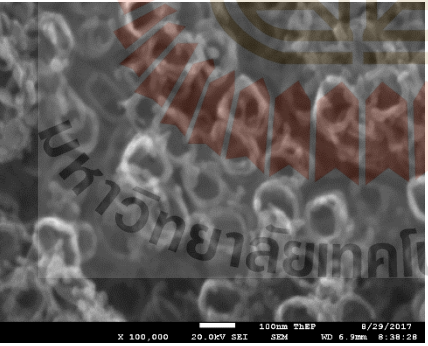
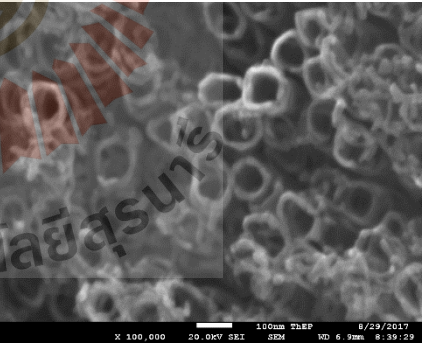
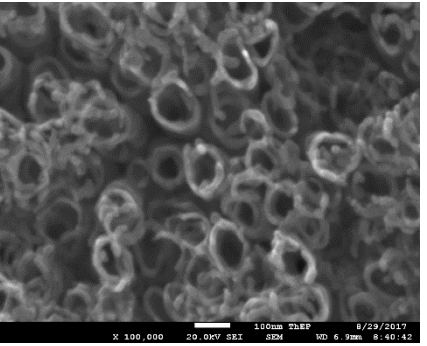


ภาคผนวก ฉ

ภาพถ่ายลักษณะสันฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลัง
ในทดลองย่อยสารละลายเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

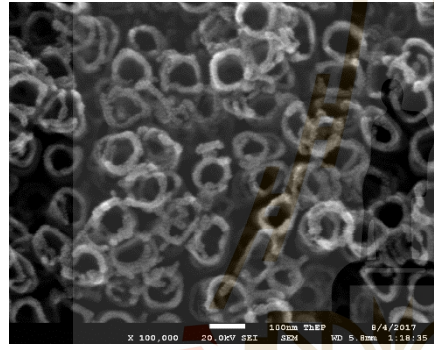
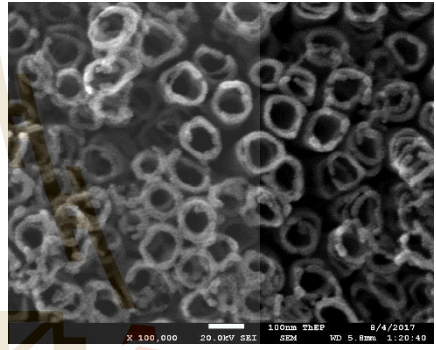
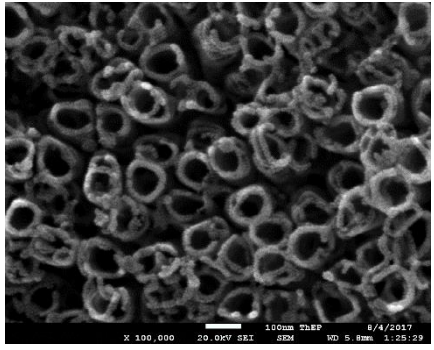
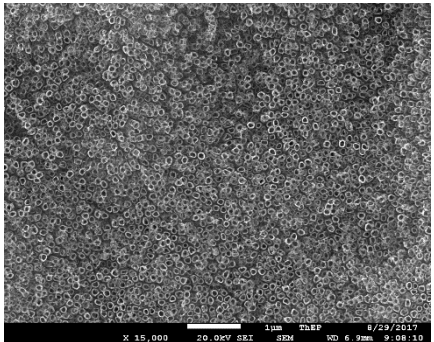
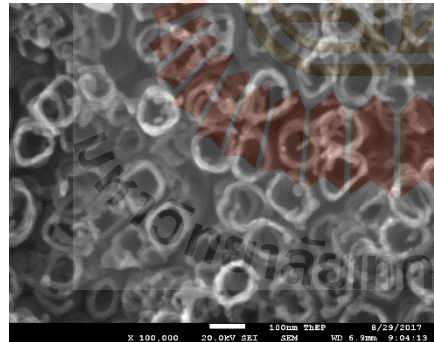
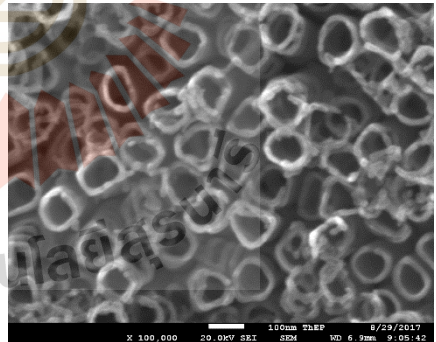
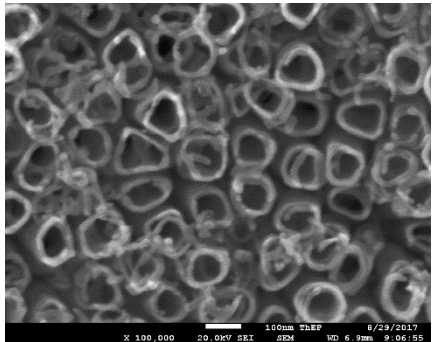
ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส

		แผ่นที่ 1			
		15000X	100000X		
			รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย	MB				
หลังย่อย	MB				

ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส (ต่อ)

	แผ่นที่ 2			
	15000X	100000X		
		รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย MB				
หลังย่อย MB				

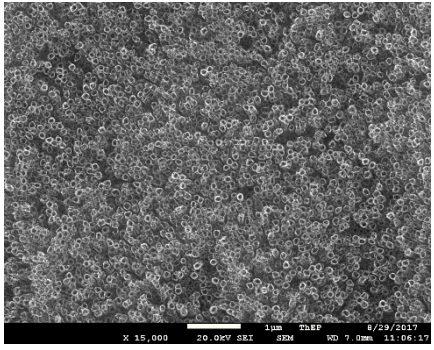
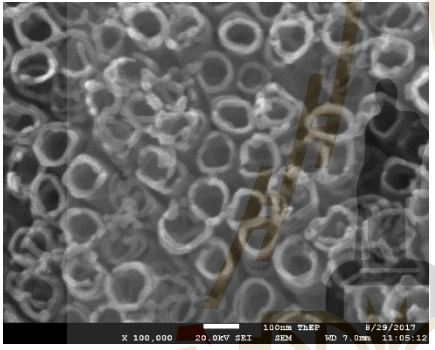
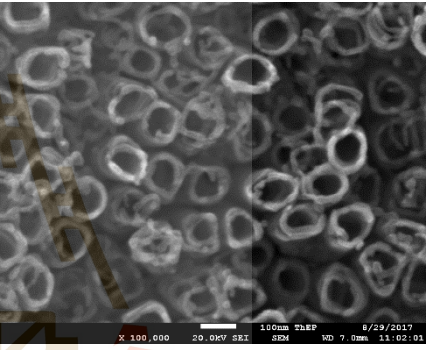
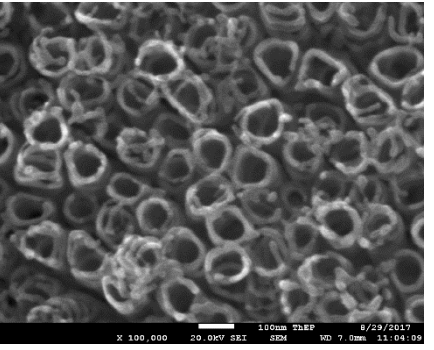
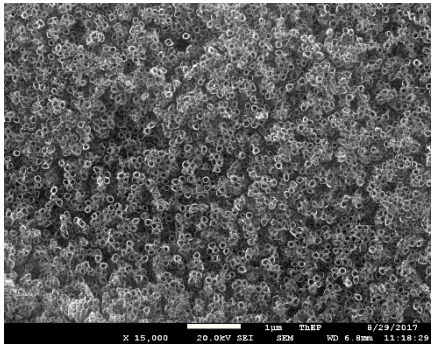
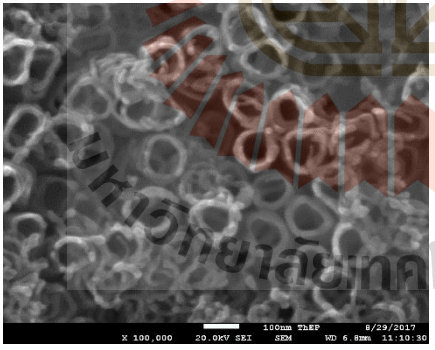
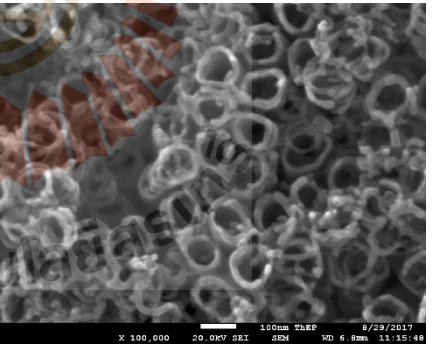
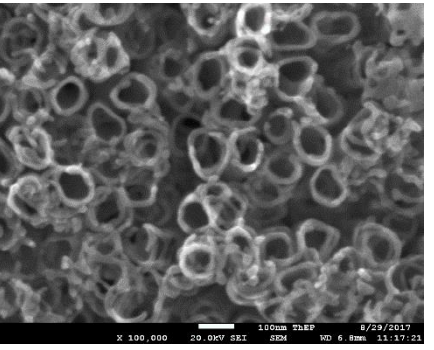
ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส (ต่อ)

		แผ่นที่ 3			
		15000X	100000X		
			รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย MB					
หลังย่อย MB					

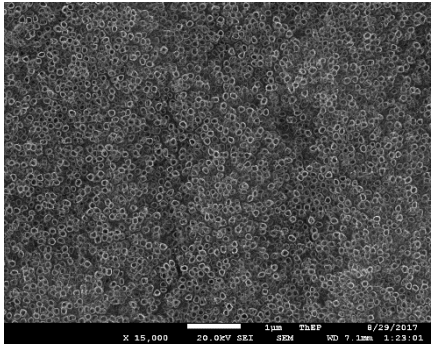
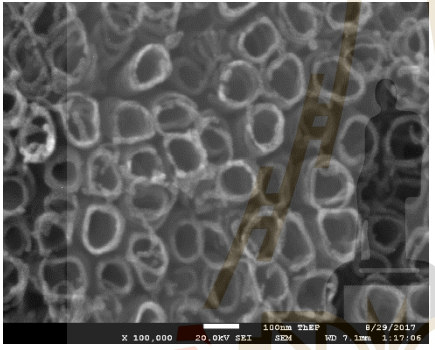
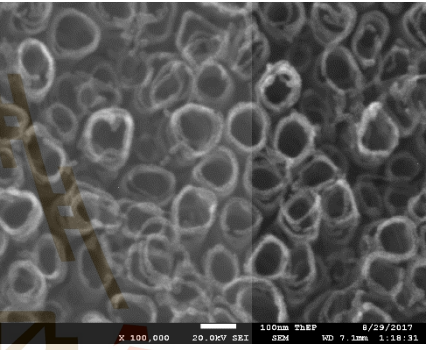
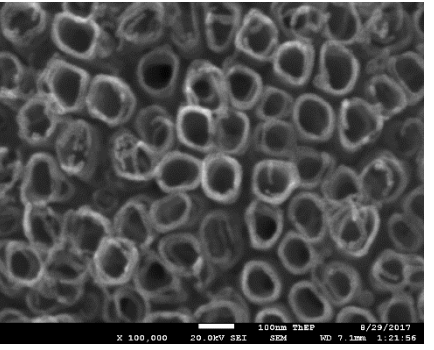
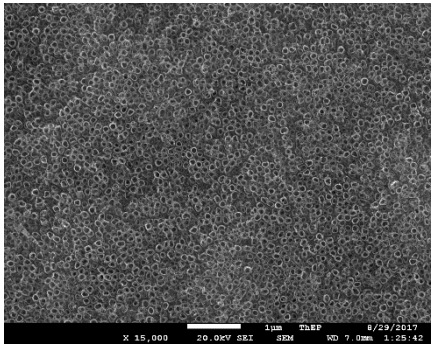
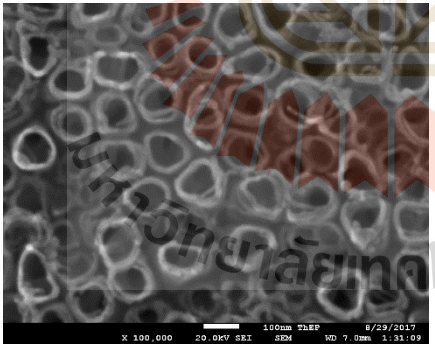
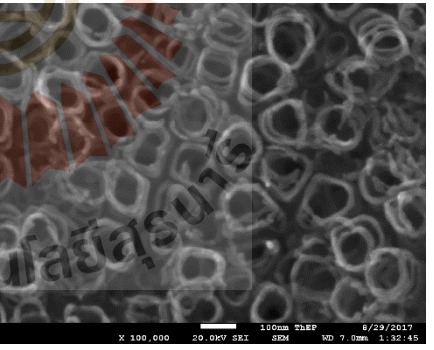
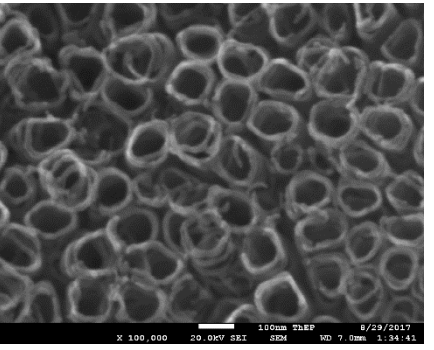
ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส (ต่อ)

	แผ่นที่ 4			
	15000X	100000X		
		รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย MB				
หลังย่อย MB				

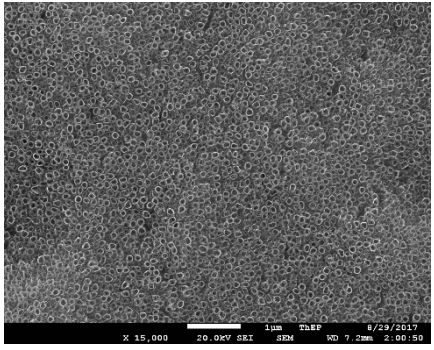
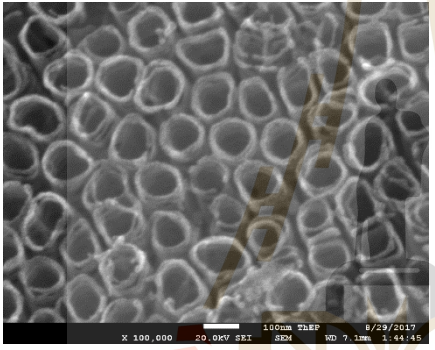
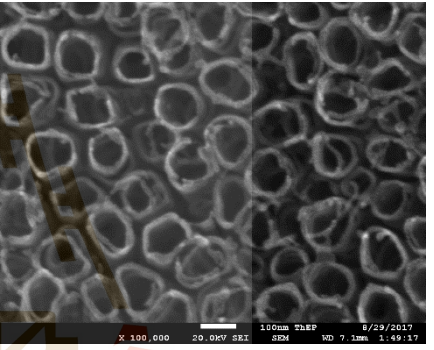
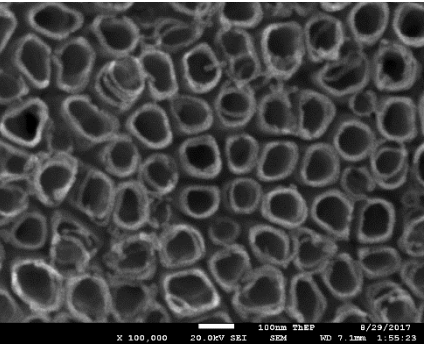
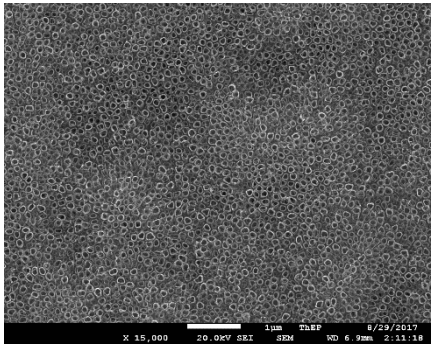
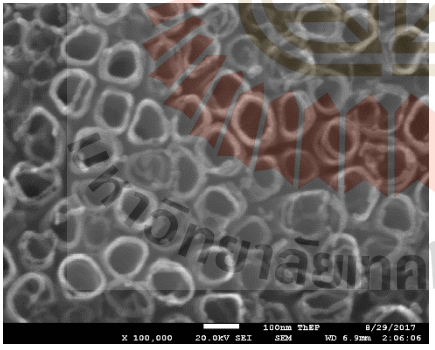
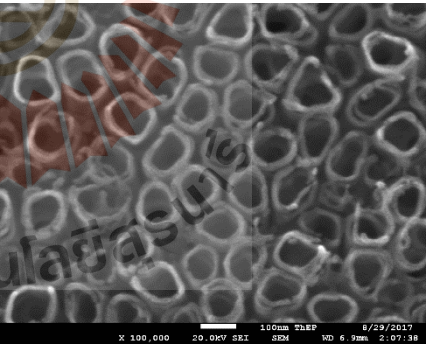
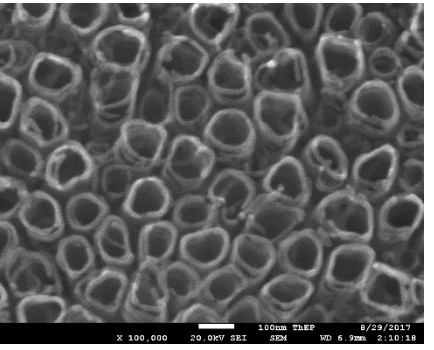
ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส (ต่อ)

		แผ่นที่ 5			
		15000X	100000X		
			รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย	MB				
หลังย่อย	MB				

ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส (ต่อ)

		แผ่นที่ 6			
		15000X	100000X		
			รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย MB					
หลังย่อย MB					

ตาราง จ.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแผ่นไทเทเนียมไดออกไซด์ก่อน – หลังในทดลองย่อยเมทิลีนบลูด้วยกระบวนการโฟโตคะตะซิส (ต่อ)

		แผ่นที่ 7			
		15000X	100000X		
			รูปที่ 1	รูปที่ 2	รูปที่ 3
ก่อนย่อย MB					
หลังย่อย MB					

ภาคผนวก ช

บทความวิชาการที่ได้รับการตีพิมพ์ในระหว่างการศึกษา

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

Characterization of Pulse Anodized Titanium Dioxide Nanotubes

Apichon Watcharenwong^{1, a *}, Ariya Jindanant^{1, b} and

Puangrat Kajitvichyanukul^{2, c}

¹ School of Environmental Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand

² Centre of Excellence on Environmental Research and Innovation, Faculty of Engineering, Naresuan University, 65000, Thailand

^aw.apichon@sut.ac.th, ^bariya.jindanant@gmail.com, ^cpuangratk@nu.ac.th

Keywords: pulse anodization, titanium dioxide, TiO₂ nanotubes, absorption spectrum

Abstract. TiO₂ nanotubes with a highly ordered structure were grown by a self-organized electrochemical anodization in the viscous organic electrolyte. The alteration pulse anodization waveforms were applied. The applied potentials were between positive of 20 V 10 min and a reverse voltage of 0 V or -5 V 20 sec. The morphologies of samples were examined using a field emission scanning electron microscope and focused ion beam field emission scanning electron microscopes (FIB-FESEM). The crystalline structures of the TiO₂ nanotubes were confirmed by X-ray diffraction. The UV-Vis diffuse reflection absorption were recorded by a UV-vis spectrometer. All TiO₂ nanotube samples prepared by pulse anodization technique were anatase phase and responded to UV region. The best-defined TiO₂ nanotube morphology was obtained from the anodization condition: 20 V 10 min/-5 V 20 sec for 1 h. The thickness of the oxide layer increased with the increasing anodization time. All eight TiO₂ nanotube samples responded to the light in the wavelength ranging from 190-360 nm which was UV region indicated the good photocatalytic property of these materials.

Introduction

Titanium dioxide (TiO₂) is the most famous photocatalyst which is useful in many fields such as pollution treatment [1], solar energy conversion [2, 3], energy storage [4], and self-cleaning surfaces [4]. The advantages of this photocatalyst include high efficiency, strong oxidizing power, low cost, and good chemical [5, 6] and photochemical stability [7, 8]. The band gap of titanium dioxide is about 3.2 eV which is specific for both of UVA and UVB [9] radiation. Titanium dioxide catalyst has high efficiency under ultraviolet light. Three phases of titanium dioxide were found in natural; anatase, rutile, and brookite [10, 11]. Anatase phase and rutile phase are more popular used as a catalyst for photocatalysis process than brookite phase because anatase and rutile phase have electron - hole recombination less than brookite phase [12]. Main factors affecting the photocatalytic efficiency included the absorption spectrum and specific surface area of the photocatalyst. These led to increased research efforts to develop the better light response and the high surface area TiO₂ photocatalyst. Therefore nano scale TiO₂ was studied. There are several methodologies for synthesizing of titanium dioxide nanotube such as sol-gel [13], sputtering [14], hydrothermal, and anodization. However, anodization technique is widely used because of low cost [15], easy synthetic and high efficiency for buildup nanotube. The important factors for synthesizing TiO₂ nanotubes depend on total time, the electrolyte used and applied potential [16]. Also, pulse anodization technique could generate bamboo type TiO₂ nanotubes that can reduce recombination reaction [17] and produce the high photocurrent density [18,19].

The objective of this work is to examine the morphologies and photocurrent response of TiO₂ nanotubes prepared with different conditions by pulse anodization. The influence of anodization time on the nanotube formation, the oxide layer formation and the thickness of the oxide layer was reported. These properties can be the useful indicators for the responsiveness of ultraviolet light which enhances the good photocatalytic property.

Experimental

Titanium foil (Alfa Aesar, 0.25 mm thick, 99.5%) used as the substrate for growth of the oxide nanotube. Strips (1 cm × 4 cm) was cleaned in three 5 min step in ultrasonicated acetone, 2-Propanal, and rinsed with deionized water before drying in flowing N₂ stream; the cleaned strips were used immediately. The anodization was carried out in a two-electrode cell with titanium foil as the working electrode and platinum coil as the counter electrode. Voltages were pulsed between positive of 20 V and a reverse voltage at 0 and -5 V. The pulse duration were 10 min and 20 sec for positive and reverse the intervals, respectively (Fig. 1). The sample was anodized in a mixture of glycerol + water (60:40 of volume ratio) in 0.3 M NH₄F. After anodized, the as-prepared sample was washed with deionized water and dried with N₂ stream. Then it was annealed at 450 °C in the air for 30 min.

The morphologies of the sample were examined using a field emission scanning electron microscope (FESEM, JEOL, JSM-7800F) and focused ion beam field emission scanning electron microscopes (FIB-FESEM). The crystalline structures of the TiO₂ nanotubes were confirmed by X-ray diffraction (XRD-D8, Bruker). The UV-vis diffuse reflection absorption were recorded by a UV-vis spectrometer (UV-Vis, Cary 300, Agilent Technologies).

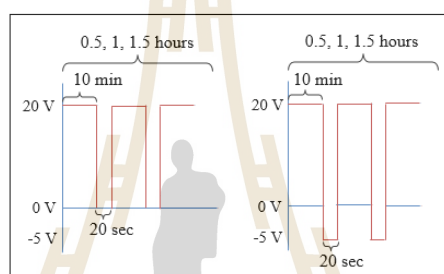


Figure 1. Characteristic pulse anodized

The applied voltage consisted of a high pulse voltage of 20 V for 10 min and a following low pulse voltage of 0 V and -5 V for 20 sec as shown in Fig.1. The anodization times were 0.5, 1.0, 1.5, and 3 hours. The preparation conditions of pulse anodized TiO₂ nanotubes were illustrated in Table 1.

Table 1. Preparation conditions of pulse anodized titanium dioxide nanotubes

Entry no.	Electrolyte	Conditions	Total time (hours)
A ₁	0.30 M NH ₄ F , Glycerol:H ₂ O (60 : 40)	20V 10 min 0 / V 20 sec	0.5
A ₂		20V 10 min 0 / V 20 sec	1.0
A ₃		20V 10 min 0 / V 20 sec	1.5
A ₄		20V 10 min 0 / V 20 sec	3.0
B ₁		20V 10 min 5- / V 20 sec	0.5
B ₂		20V 10 min 5- / V 20 sec	1.0
B ₃		20V 10 min 5- / V 20 sec	1.5
B ₄		20V 10 min 5- / V 20 sec	3.0

Result and Discussion

Morphology and Thickness. The top morphology of TiO₂ nanotubes was characterized using FESEM as shown in Fig. 2. The thickness of the nanotube oxide layer was investigated using FIB-

FESEM with an accelerating voltage of 5.0 KV as shown in Fig. 3. From Fig. 2, all TiO₂ nanotube samples were look alike except for only the samples obtained for longer anodization time up to 3 h which had a bumpy surface. TiO₂ nanotubes prepared from 20 V 10 min/-5 V 20 sec for 1 h (B₂) showed better-defined nanotubes morphologies than others.

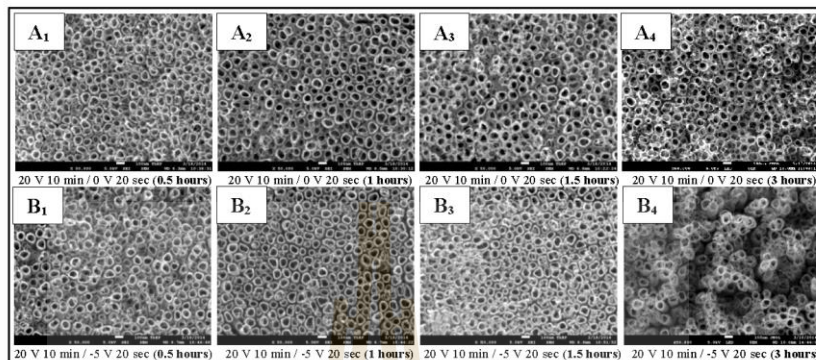


Figure 2. FE-SEM images of TiO₂ nanotubes.

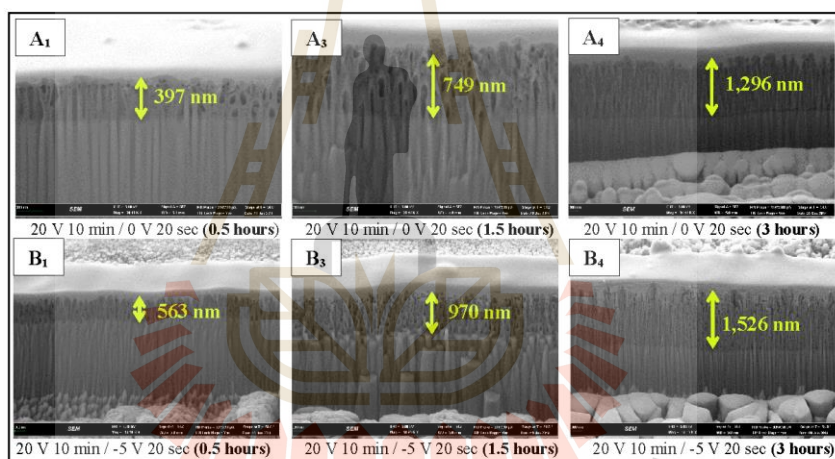


Figure 3. FIB-FESEM images of TiO₂ nanotubes.

Comparing from Fig. 3, the thickness of the oxide layer increased when increasing the anodization time. It was worth noting that TiO₂ nanotubes obtained from reverse voltage -5 V 20 sec (B₁, B₃, B₄) had thicker oxide layer than the condition of reverse voltage 0 V 20 sec (A₁, A₃, A₄). This phenomenon could be explained by the electro adsorbed NH₄⁺ on the nanotube walls, during the -5 V pulse, enhanced oxide layer thickness and also reduced the nanotube diameter as described in Wilaiwan's work [4]

Photocurrent density. A potentiostat was used to measure the photocurrent density of TiO₂ nanotubes. Photocurrent density was defined as electrons which are the mobile charge carriers on its surface after exposing to the light. For the 0 V pulse, it was found that TiO₂ nanotubes obtained from 20 V 10 min / 0 V 20 sec for 1.5 h (A₃) had highest photocurrent density of 0.0236mA/cm² as shown

in Fig. 4. Whereas for the -5 V pulse, the TiO_2 nanotubes synthesized from 20 V 10 min/ -5 V 20 sec for 1 h (B_2) showed highest photocurrent density of 0.0241 mA/cm².

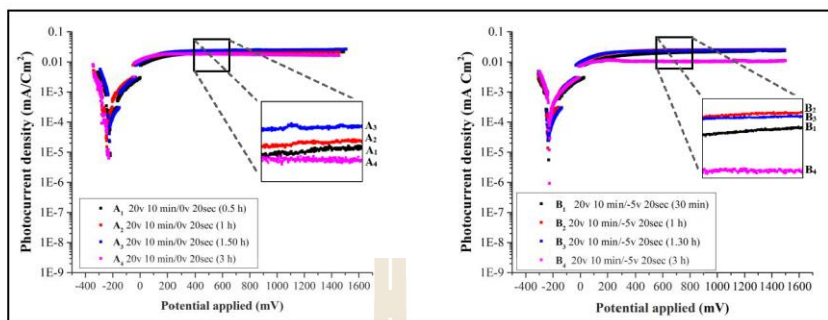


Figure 4. Show photocurrent density of TiO_2 nanotubes prepared by pulse anodization.

XRD pattern. The crystalline phases of the TiO_2 nanotubes were characterized using X ray diffraction with Cu K α radiation ($\lambda = 1.54060$ nm) in the 2θ range of 20° to 80° at a scan rate of $0.02^\circ/0.2$ seconds. The X-ray diffractogram (Fig. 5) showed that all samples had an anatase phase as JCPDS card (No. 01-1238, $a = 2.6591$ nm, $c = 4.9353$ nm) with 2θ peak = 25.15° 37.88° 38.70° 48.12° 53.90° and 70.44° respectively [20, 21]. Titanium peaks (hollow square) were following JCPDS cards (No. 36-1451, $a = 0.3249$ nm, $c = 0.5206$ nm) with 2θ peak = 35.16° 38.49° 40.00° 53.06° 63.03° and 70.68° respectively [22-24].

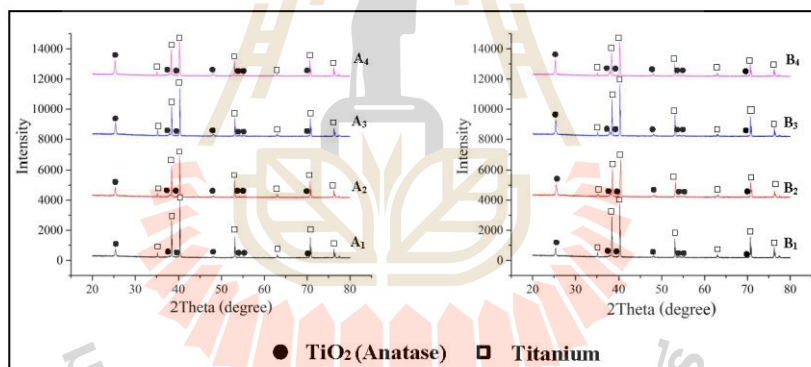


Figure 5. XRD patterns of the as-anodized TiO_2 nanotubes samples.

Absorption spectrum. The UV-Visible spectrophotometer was used to characterize the optical absorption properties of TiO_2 nanotubes in diffuse reflectance mode. Comparative studies between the two set revealed differences in their response to the light intensity at a wavelength of 190 - 600 nm. From Fig. 6, it was clearly seen that the TiO_2 nanotubes samples showed better light responsive than pure titanium foil. All eight TiO_2 nanotube samples responded to the light in the wavelength ranging from 190 - 360 nm which was UV region.

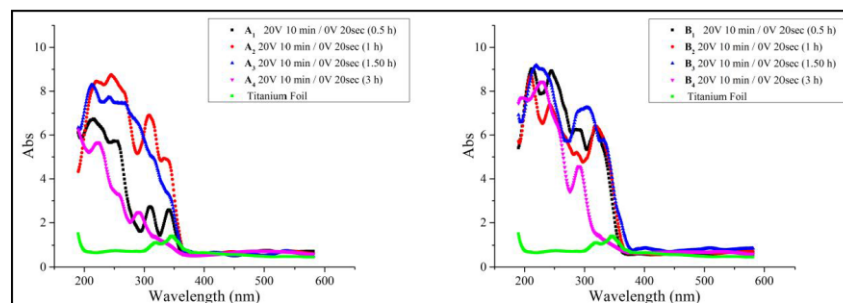


Figure 6. UV-visible diffuse reflectance absorption spectrum of TiO₂ nanotubes samples.

Summary

In this work, the morphologies and photocurrent response of TiO₂ nanotubes prepared with different conditions by pulse anodization were examined. The different types of TiO₂ nanotubes were prepared by pulse anodization of Ti foil in 0.3 M NH₄F with the mixture of glycerol and water. The influence of anodization time on the nanotube formation, the oxide layer formation and the thickness of the oxide layer was reported. Results show that TiO₂ nanotubes prepared from 20 V 10 min/-5 V 20 sec for 1 h showed the best-defined nanotube morphology. The thickness of the oxide layer increased with the increasing anodization time. Moreover, the negative pulse potential could affect the oxide layer formation. All eight TiO₂ nanotube samples responded to the light in the wavelength ranging from 190-360 nm which was UV region. These properties can be the useful indicators for the responsiveness of ultraviolet light which enhances the good photocatalytic property

Acknowledgments

This work was supported by Suranaree University of Technology under the research and development fund / One Research One Grant program (OROG).

References

- [1] Y. M. Wang, S. W. Liu, M. K. Lu, S. F. Wang, F. Gu, X. Z. Gai, X. P. Cui, J. Pan, Preparation and photocatalytic properties of Zr⁴⁺-doped TiO₂ nanocrystals. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 215 (2004) 137-142.
- [2] G.K. Kiema, M.J. Colgan, M.J. Brett, Dye Sensitized solar cells incorporating obliquely deposited titanium oxide layers. *Solar Energy Materials and Solar cell* 85 (2005) 321-331.
- [3] K.S. Raji, T. Gandhi, M. Misra, Effect of water content of ethylene glycol as electrolyte for synthesis of ordered titania nanotube. *Electrochemistry Communications* 9 (2007) 1069-1076.
- [4] C. Wilaiwan, W. Apichon, C. R. Chenthamarakshan, K. Puangrat, N. R. de Tacconi, K. Rajeshwar, Titania nanotubes from pulse anodization of titanium foils. *Electrochemistry Communications* 9 (2007) 2145-2149.
- [5] O. Carp, C.L. Huisman, A. Reller, *Prog. Solid State Chem* 32 (2004) 33-177.
- [6] A. Fujishima, T. N. Rao, D. A. Tryk, Titanium dioxide photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 1 (2000) 1-21.
- [7] E. Ritter, Dielectric film materials for optical applications. *Physics of thin film* 8 (1975) 1-49.
- [8] H. K. Pulker, Coatings on Glass Substrates. *Thin Solid Film* 77 (1981) 203-212.
- [9] L.E. Fraga, M.A. Anderson, M.L.P.M.A. Beatriz, F.M.M. Paschoal, L.P. Romão, M.V.B. Zanoni, Evaluation of the photoelectrocatalytic method for oxidizing chloride and simultaneous removal of microcystin toxins in surface water. *Electrochim. Acta* 54 (2009) 2069-2076.

- [10] P.Y. Simons, F. Dache, The structure of TiO_2II , a high-pressure phase of TiO_2 . *Acta Crystallor* 23 (1967) 334-336.
- [11] Y. Takahashi, N. Kijima, J. Akimoto, Synthesis, Structural Change upon Heating, and Electronic Structure of Ramsdellite-Type TiO_2 . *Chem Mater* 18 (2006) 748-752.
- [12] Y. Ao, Y. Gao, P. Wang, C. Wang, J. Hou, J. Quan, Solvent-controlled preparation and photocatalytic properties of nanostructured TiO_2 thin films with different morphologies. *Materials Research Bulletin* 49 (2014) 223-228.
- [13] N. I. Ermokhina, V. A. Nevinskiy, P. A. Manorik, V. G. Ilyin, N. N. Sheherbatyuk, D. O. Klymchyuk, A. M. Puziy, Synthesis of large-pore mesoporous nanocrystallin TiO_2 microspheres. *Material Letters* 75 (2012) 68-70.
- [14] M. Kitano, K. Funatsu, M. Matsuoka, M. Ueshima, M. Anpo, Preparation of nitrogen-substituted TiO_2 thin film photocatalysts by the radio frequency magnetron sputtering deposition method and their photocatalytic reactivity under visible light irradiation. *The Journal of Physical chemistry B* 50 (2006) 110.
- [15] T. Oishi, T. Matsubara, A. Katagiri, Formation of porous TiO_2 by anodic oxidation and chemical etching of titanium. *Electrochemistry* 68 (2000) 106-111.
- [16] P. Roy, S. Berger, P. Schmuki, TiO_2 Nanotube: Synthesis and Application. *Anewandte Chemie* 50 (2011) 2904-2939.
- [17] S.H. Wang, X.W. Zhou, X.R. Xiao, Y.Y. Fang, Y. Lin, An Increase in conversion efficiency of Dry-Sensitized solar cells using bamboo-type TiO_2 Nanotube Arrays. *Electrochimica Acta* 116 (2014) 26-30.
- [18] D. Kim, A. Ghicov, S. P. Albu, P. Schmuki, Bamboo-Type TiO_2 Nanotubes: Improved Conversion Efficiency in Dye-Sensitized Solar Cell. *Department of Materials Science* (2008).
- [19] Y.L. Xie, Z.X. Li, H. Xu, K.F. Xie, Z.G. Xu, H.L. Zhang, Fabrication of TiO_2 nanotube with extended periodical morphology by alternating-current anodization. *Electrochemistry Communications* 17 (2012) 34-37.
- [20] Z.Y. Liu, X.T. Zhang, S. Nishimoto, M. Jin, D.A. Tryk, T. Murakami, Highly ordered TiO_2 nanotube arrays with controllable length for photoelectrocatalytic degradation of phenol. *Phys Chem C* 112 (2008) 253-259.
- [21] Y.B. Xie, L.M. Zhou, J. Lu, Photoelectrochemical behavior of titania nanotube array grown on nanocrystallin titanium. *Mater Sci* 44 (2009) 2907-2915.
- [22] L. Li, Z. Zhou, J. Lei, J. He, S. Wu, F. Pan, Facile fabrication of a dual hierarchical TiO_2 nanostructure. *Master Lett* 68 (2012) 290-292.
- [23] Y. Zhang, D.J. Wang, S. Pang, Y.H. Lin, T.F. Jiang, T.F. Xie, A study on photogenerated charges property in highly ordered TiO_2 nanotube array. *Appl Surf Sci* 256 (2010) 7217-7221.
- [24] H. P. Klun, L. E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Material. John Wiley & Sons Incorporated, New York (1974) 791-859.

ประวัติผู้เขียน

นางสาวอริยา จินดามันท์ เกิดเมื่อวันที่ 14 กรกฎาคม 2531 ที่จังหวัดสุพรรณบุรี เริ่มศึกษา
ชั้นประถมศึกษาที่โรงเรียนสุพรรณภูมิ ศึกษาระดับมัธยมตอนต้นและตอนปลายที่โรงเรียนบ่อกรุ
วิทยา สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมสิ่งแวดล้อม) สำนักวิชา
วิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี จ.นครราชสีมา ในปีการศึกษา 2554 และได้เข้า
ศึกษาต่อในระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ณ สถาบัน
เดิม

ในระหว่างที่ทำการศึกษาได้เผยแพร่บทความทางวิชาการเรื่อง **“Characterization of
Pulse Anodized Titanium Dioxide Nanotubes”** ในการประชุมวิชาการ International Conference
on Material Science and Engineering Technology (ICMSET 2016) ระหว่างวันที่ 14 – 16 ตุลาคม
2559 ณ โรงแรมป่าตอง เมอร์ลิน อ.กะทู้ จ.ภูเก็ต แสดงดังภาคผนวก ข

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี