

สมบัติโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปเหล็กเคลือบบนใยแก้ว

Photocatalytic Properties of Fe-doped TiO₂ Thin Films Coated on Glass Fiber

วีระชัย แสงฉาย^{1*}

^{1*} คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา ต.เขารูปช้าง อ.เมือง จ.สงขลา 90000

โทร 074-336933 E-mail: weerachai.sang@yahoo.com

บทคัดย่อ

จุดประสงค์ของงานวิจัยในครั้งนี้ เป็นการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็ก (0 1 3 และ 5 % mol) ด้วยกระบวนการโซล-เจล แล้วนำไปเคลือบบนใยแก้วด้วยวิธีการแบบจุ่มเคลือบ หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ลักษณะโครงสร้างต่าง ๆ ของฟิล์มที่สังเคราะห์จะใช้เทคนิค XRD และ SEM ในการวิเคราะห์ พร้อมทั้งทดสอบสมบัติโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนซ์ ผลการทดลองพบว่าปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้น จะส่งผลให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนซ์เพิ่มสูงขึ้น โดยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็ก เท่ากับ 5 % mol ให้ค่าปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนซ์ที่สูงที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับร้อยละ 71.82 และ 48.83 ตามลำดับ

คำสำคัญ: ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็ก, กระบวนการโซล-เจล, สมบัติโฟโตแคตะไลติก

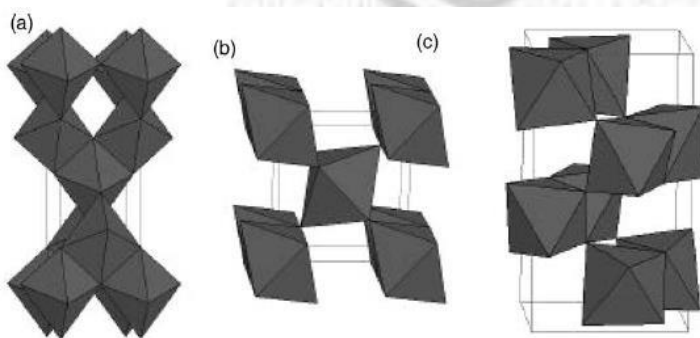
Abstract

Fe-doped TiO₂ thin films were successfully coated on to glass fiber using sol-gel and dip-coating methods. The doping amounts were 0 1 3 and 5 % mol. The thin films were calcined at 500 °C for 2 hours with the heating rate of 10 °C/min. Phase composition and surface morphologies of the as-prepared thin films were characterized using XRD and SEM. The photocatalytic activity of the Fe-doped thin films was also examined via the degradation of methylene blue (MB) solution under UV and fluorescence irradiations. The results showed that the photocatalytic efficiency increased with the doping content and became highest (71.82 and 48.83% under UV and fluorescence irradiations, respectively) when the doping amount was 5% mol.

Keywords : Fe-doped TiO₂ thin films, Sol-gel process, Photocatalytic properties

1. บทนำ

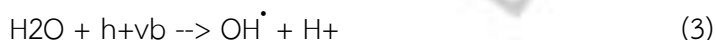
ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเป็นปฏิกิริยาที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมกับการกระตุ้นด้วยแสง โดยการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกต้องอาศัย 2 องค์ประกอบ ได้แก่ ตัวเร่งปฏิกิริยาและพลังงานแสง โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ส่วนใหญ่จะเป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) เนื่องจากในสารกึ่งตัวนำจะมีระยะห่างระหว่างแถบวาเลนซ์ (Valence band, VB) และแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band, CB) หรือที่เรียกว่า “แถบช่องว่างพลังงาน” (Band gap, Bg) ค่อนข้างมาก แต่ในโลหะทรานสิชัน (Transition metal) VB และ CB จะอยู่ติดกันทำให้อิเล็กตรอน (Electron, e^-) ที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงไปที่ CB มีโอกาสกลับมายัง VB ได้ และส่งผลให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาลดลง ดังนั้นจึงไม่นิยมใช้โลหะทรานสิชันหรือโลหะตัวนำเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก (Comsup, 2013) สารกึ่งตัวนำที่นิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการศึกษาวิจัยมากที่สุด คือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2) เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีความสามารถในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้ดีมีเสถียรภาพทางเคมีสูง และราคาถูก (Amin et al., 2009; Chen et al., 2006; Gupta et al., 2011; Magdalena et al., 2009; Savinkina et al., 2012) ไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้าง 3 แบบ ได้แก่ รูไทล์ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ Tetragonal อะนาเทส มีโครงสร้างผลึกแบบ Tetragonal และบรูไคต์ มีโครงสร้างผลึกแบบ Orthorhombic ซึ่งอะนาเทสมีแถบช่องว่างพลังงาน 3.22 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) ซึ่งมากกว่ารูไทล์ (3.02 eV) (Carp et al., 2003; Diebold, 2002; Gupta et al., 2011; Landmann et al., 2012; Savinkina et al., 2012; Ulrike, 2003) อะนาเทสจึงมีสมบัติเป็นโฟโตแคตะลิสต์ที่สูงกว่ารูไทล์ เพราะอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นของผลึกรูไทล์จะกลับมารวมตัวกับหลุมประจุบวกเร็วมากและเร็วกว่ากรณีของอะนาเทส จึงทำให้ปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกเกิดขึ้นในช่วงเวลาสั้น ๆ และมีประสิทธิภาพต่ำ นอกจากนั้นไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปเฟสอะนาเทสมีความเป็นผลึกสูงและพื้นที่ผิวมากที่สุด เมื่อเทียบกับเฟสอื่น ๆ (Gupta et al., 2011; Yang et al., 2002) ซึ่งสมบัติเหล่านี้ส่งผลต่อการเป็นโฟโตแคตะลิสต์ของไทเทเนียมไดออกไซด์



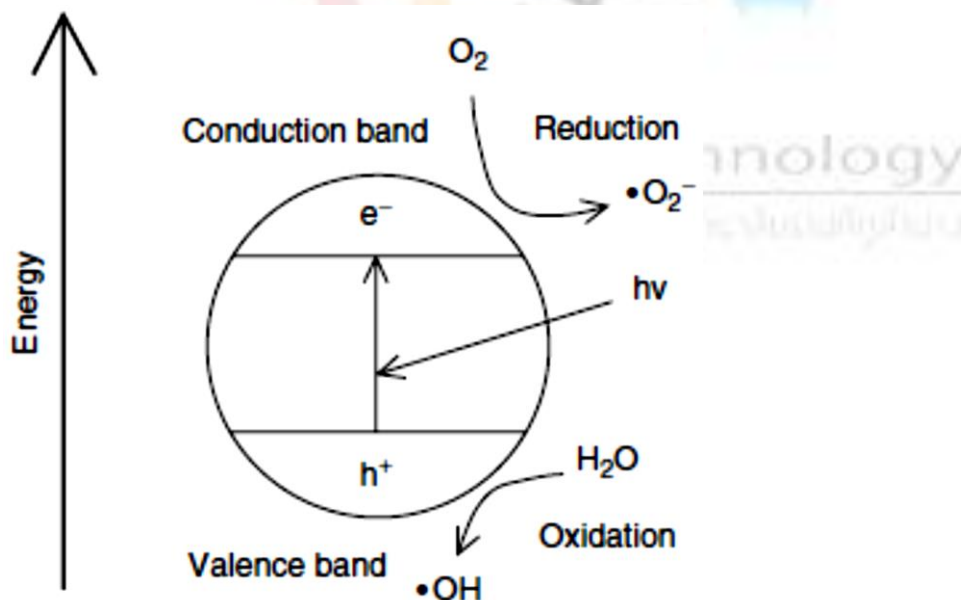
ภาพที่ 1 โครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ (a) อะนาเทส (b) รูไทล์ และ (c) บรูไคต์ (Carp et al., 2003; Savinkina et al., 2012)

กลไกของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังภาพที่ 2 เริ่มต้นเมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงจะดูดซับพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าแถบช่องว่างพลังงาน ทำให้อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ถูกกระตุ้นและจะกระโดดขึ้นไปอยู่ในแถบการนำส่งผลให้ในแถบ

เวเลนซ์เกิดหลุมประจุบวก (Hole, h^+) ขึ้น เมื่อหลุมประจุบวกสัมผัสกับความชื้นหรือน้ำจะก่อให้เกิดไฮดรอกซิลเรดิคัล (Hydroxyl radical, $OH^\bullet$) และซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออน (Superoxide radical anions, O_2^-) (Amy et al., 1995) ปฏิกริยาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นแสดงดังสมการที่ (1) - (3) (Hashimoto et al., 2005; Zaleska, 2008) โดยไฮดรอกซิลเรดิคัลและซูเปอร์ออกไซด์เรดิคัลแอนไอออนเป็นตัวออกซิไดซ์ที่ดี และสามารถเกิดปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ทำให้เกิดการสลายตัวได้จากสมบัติโฟโตแคตะไลติกที่ดีของไทเทเนียมไดออกไซด์ จึงมีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์ไปประยุกต์ใช้งานในหลาย ๆ ด้าน เช่น Selective organic synthesis, Water purification, Air cleaning, Disinfection and anti-tumoral activity และ Photoactive materials เป็นต้น (Carp et al., 2003)



จากข้อมูลทีกล่าวมาข้างต้น งานวิจัยในครั้งนี้เป็นการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเหล็กที่ปริมาณเหล็กเท่ากับ 0 1 3 และ 5 % mol ด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเคลือบบนใยแก้วด้วยการจุ่มเคลือบ จากนั้นนำฟิล์มไปเผาภายใต้บรรยากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปศึกษาโครงสร้างทางกายภาพด้วย XRD และ SEM พร้อมทั้งทดสอบสมบัติโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนต์



ภาพที่ 2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของไทเทเนียมไดออกไซด์

2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้บด้วยเหล็กด้วยกระบวนการโซล-เจล

3. วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมีที่สำคัญสำหรับการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้ ได้แก่ Ethanol (C_2H_5OH) (98% บริษัท Fluka Sigma-Aldrich), Titanium (IV) isopropoxide (TTIP) (98% บริษัท Fluka Sigma-Aldrich), Iron (III) nitrate nonahydrate ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) (98% Fluka Sigma-Aldrich), Hydrochloric acid (HCl) (98% บริษัท Fluka Sigma-Aldrich) ความเข้มข้น 2 โมลาร์ น้ำกลั่น และใยแก้ว (รุ่น FW2400 ชนิดใยพัน winding roving 2400 บริษัท J.N. TRANSOS (THAILAND) CO., LTD.)

3.2 การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บเหล็กเคลือบบนใยแก้ว

การเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วสำหรับงานวิจัยในครั้งนี้ จะดำเนินการด้วยกระบวนการโซล-เจล เพราะมีข้อดีในหลาย ๆ ด้าน เช่น เป็นวิธีการที่เสียค่าใช้จ่ายน้อย ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำ และมีความบริสุทธิ์สูง (Akpan et al., 2010; Su et al., 2004; Ting et al., 2010; Uhlmann, 1998) แล้วนำมาเคลือบบนใยแก้วด้วยวิธีการแบบจุ่มเคลือบ โดยการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วในครั้งนี้ จะประยุกต์ขั้นตอนการดำเนินงานจากงานวิจัยที่ผ่านมาของผู้วิจัย (Sangchay, 2014) โดยมีรายละเอียดดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 : การเตรียมสารละลาย เริ่มต้นโดยการนำ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ที่มีการแปรผันปริมาณเท่ากับ 0 1 3 และ 5 % mol ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ผสมกับ C_2H_5OH ปริมาตร 150 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแท่งแม่เหล็กด้วยความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที จนครบ 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง แล้วผสม TTIP ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงไป หลังจากนั้นเติม HNO_3 ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 3 มิลลิลิตร (pH เท่ากับ 3-4) กวนต่อไปอีกจนครบ 45 นาที ก็จะได้เป็นสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็ก ที่ปริมาณเหล็กต่าง ๆ

ขั้นตอนที่ 2 : การเคลือบฟิล์ม โดยนำสารละลายไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็กที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 ไปเคลือบบนใยแก้วด้วยวิธีจุ่มเคลือบ แล้วปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปเผาด้วยเตาเผาไฟฟ้าภายใต้ภาวะบรรยากาศที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ทิ้งไว้ ณ อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อสิ้นสุดขั้นตอนจะได้ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว ที่มีการแปรผันปริมาณเหล็ก เท่ากับ 0 1 3 และ 5 % mol ซึ่งในการทดลองจะแทนด้วยสัญลักษณ์ TP T1Fe T3Fe และ T5Fe ตามลำดับ

3.3 การตรวจคุณสมบัติ

งานวิจัยในครั้งนี้ ใช้เทคนิค X-Ray Diffractometry (XRD) (รุ่น X'Pert MPD, PHILIPS, Netherlands) ศึกษาโครงสร้างของเฟส และคำนวณหาขนาดของผลึกของเฟสอะนาเทสตามสมการ Scherer (Kamwilaisak et al., 2013; Sangchay, 2013) ดังแสดงในสมการที่ 4 ซึ่งขั้นตอนที่ใช้ในการตรวจสอบจะมีลักษณะเป็นวง เพราะข้อจำกัดของเครื่อง XRD ที่ใช้ในงานวิจัยครั้งนี้ สามารถตรวจสอบได้เฉพาะขั้นตอนที่มีลักษณะเป็นวงเท่านั้น โดยผงไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็กสามารถดำเนินการได้ดังนี้ นำสารละลายในขั้นตอนที่ 1 ของการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด้บด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น มาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา

24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปเผาด้วยเตาเผาไฟฟ้าภายใต้ภาวะบรรยากาศ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ังไว้ ณ อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก็จะได้เป็นผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก และสำหรับการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วจะใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) (รุ่น Quanta400, FEI, Czech Republic)

$$t = k \lambda / \beta \cos \theta \quad (4)$$

เมื่อ t คือ ขนาดผลึก (นาโนเมตร), λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ($\text{CuK}\alpha = 0.15406$ นาโนเมตร), β คือ Line width at half maximum height (เรเดียน) และ θ คือ มุมสะท้อน (องศา)

3.4 การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว เริ่มต้นนำใยแก้วที่ผ่านการเคลือบด้วยฟิล์มสังเคราะห์ จำนวน 2.5 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นผสมสารละลายเมทิลีนบลู (Methylene blue, MB) ความเข้มข้น 1×10^{-5} โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงไป แล้วนำบีกเกอร์ดังกล่าวไปวางในที่มืดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อลดผลจากการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลู จากนั้นจึงนำไปวางในตู้ฉายแสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนต์ขนาด 100 วัตต์ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วเก็บตัวอย่างสารละลายเมทิลีนบลูทุก ๆ 1 ชั่วโมง นามาวัดความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีนบลูที่เปลี่ยนแปลงไปด้วยเครื่อง Ultraviolet Visible spectrophotometer (UV-Vis) (ยี่ห้อ GENESYS TM10S) โดยทดสอบภาวะละ 3 ตัวอย่าง แล้วนำมารายงานผลเป็นค่าเฉลี่ยของอัตราการลดลงของความเข้มข้นสารละลายเมทิลีนบลูหรืออัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู (C/C_0) และร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูหรือประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูตามสูตรในสมการที่ 5 (Sangchay, 2013; Sangchay, 2014)

$$\% \text{Degradation of MB} = 100 \times (C_0 - C) / C_0 \quad (5)$$

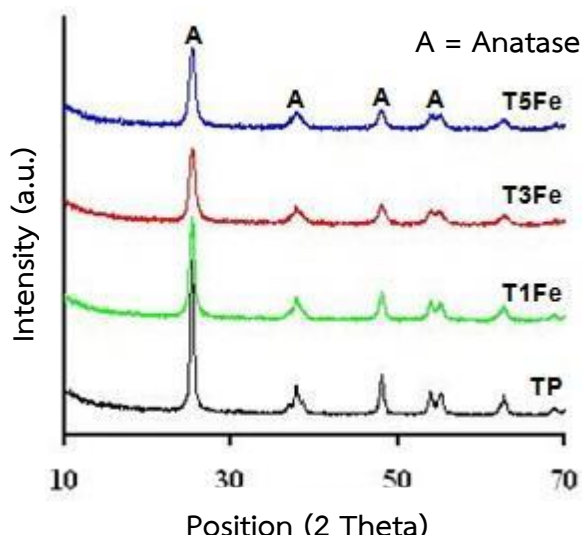
เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเมทิลีนบลู เท่ากับ 1×10^{-5} โมลาร์ และ C คือ ความเข้มข้น ณ เวลาทดสอบของสารละลายเมทิลีนบลู (หน่วยเป็นโมลาร์)

4. ผลการวิจัย

4.1 ผลการตรวจคุณสมบัติ

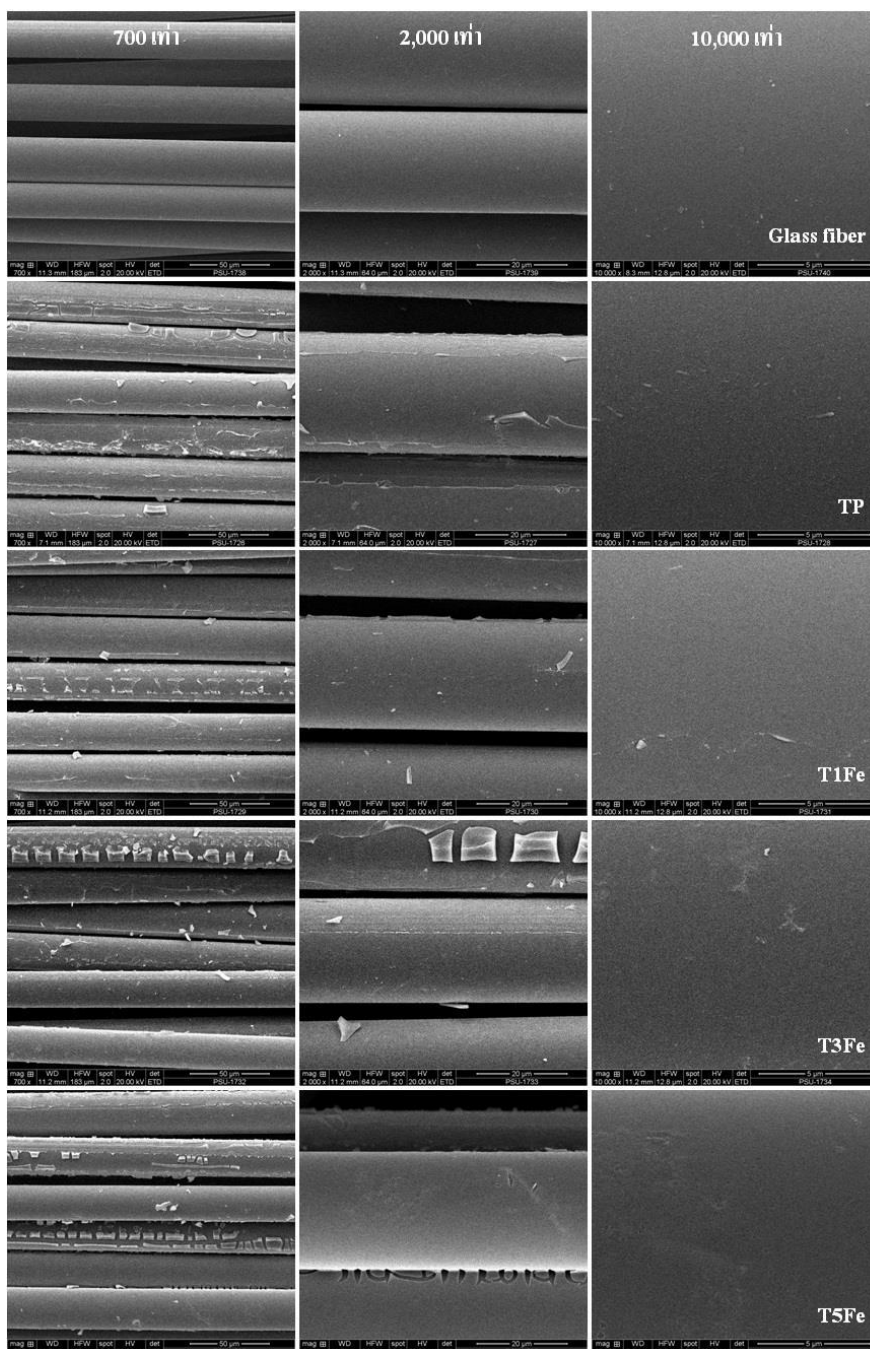
การตรวจโครงสร้างเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเครื่อง XRD สำหรับงานวิจัยครั้งนี้ จะใช้ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นผงในการตรวจสอบดังที่กล่าวมาแล้ว ผลการตรวจสอบโครงสร้างเฟสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก ที่ปริมาณเหล็ก เท่ากับ 0 1 3 และ 5 % mol แสดงดังภาพที่ 3 ผลการตรวจสอบพบว่า จะเกิดเพียงเฟสอะนาเทสเพียงอย่างเดียว โดยจะเกิดที่ตำแหน่งประมาณ 25° 37° 48° 54° และ 62° ซึ่งจะสอดคล้องกับงานวิจัยของนักวิจัยท่านอื่น ๆ (Radhiyah et al., 2009; Thamaphat et al., 2008; Vijayalakshmi et al., 2012) ในส่วนของเฟสของเหล็กไม่สามารถ

ตรวจสอบได้ เนื่องจากปริมาณที่ผสมลงไปไนเทเนียมไดออกไซด์มีปริมาณน้อย จึงไม่สามารถตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ได้ผลการคำนวณพบว่า ขนาดผลึกของอะนาเทสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก (T1Fe T3Fe และ T5Fe) จะมีขนาดผลึกอะนาเทสที่เล็กกว่าขนาดผลึกอะนาเทสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการได้ป (TP) และขนาดผลึกอะนาเทสมีแนวโน้มเล็กลง เมื่อมีการได้ปเหล็กในปริมาณที่เพิ่มขึ้น เพราะเหล็กจะไปขัดขวางการเติบโตของผลึกอะนาเทส ซึ่งขนาดผลึกอะนาเทสที่คำนวณได้เท่ากับ 20.7 16.9 16.6 และ 13.8 นาโนเมตร สำหรับผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก ที่ปริมาณเหล็กเท่ากับ 0 1 3 และ 5 % mol ตามลำดับ และสามารถสรุปได้ว่าผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก 5 % mol (T5Fe) จะมีขนาดผลึกอะนาเทสที่เล็กที่สุด ส่วนปริมาณเฟสของอะนาเทสของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก ทุกตัวอย่างมีค่าเท่ากับร้อยละ 100 เพราะตรวจสอบพบเพียงเฟสอะนาเทสเพียงเฟสเดียว



ภาพที่ 3 ผล XRD ของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก

ภาพที่ 4 แสดงภาพถ่ายด้วยเครื่อง SEM ของใยแก้วและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว ที่ปริมาณเหล็ก เท่ากับ 0, 1, 3 และ 5 % mol ที่กำลังขยายของภาพ เท่ากับ 700 เท่า 2,000 เท่า และ 10,000 เท่า ตามลำดับ จากรูปเมื่อเปรียบเทียบผิวของใยแก้วที่มีการเคลือบด้วยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก TP T1Fe T3Fe และ T5Fe กับใยแก้วที่ไม่มีการเคลือบด้วยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก พบว่าผิวของใยแก้วที่มีการเคลือบด้วยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก จะมีการเกาะติดของฟิล์มและฟิล์มมีพื้นผิวที่เรียบ แต่มีบางจุดที่ผิวของฟิล์มมีความหนาที่มากกว่าส่วนอื่น ๆ เนื่องมาจากมีการซ้อนทับกันของใยแก้ว

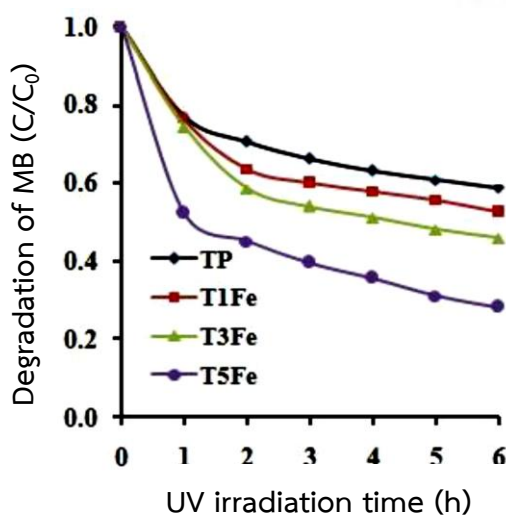


ภาพที่ 4 ภาพ SEM ของใยแก้วและฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้บดด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว

4.2 ผลการทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก

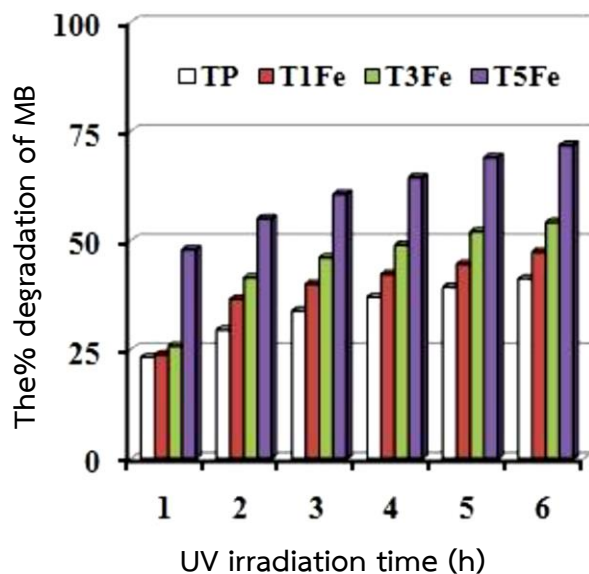
การทดสอบปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้บดด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วสำหรับงานวิจัยในครั้งนี้ จะรายงานผลเป็นค่าเฉลี่ยของอัตราการลดลงของความเข้มข้นสารละลายเมทิลีนบลูหรืออัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู และร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูหรือประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนต์ โดยมีรายละเอียดดังนี้

อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติก และร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่าง ๆ แสดงดังภาพที่ 5 และ ภาพที่ 6 ตามลำดับ จากภาพที่ 5 พบว่าอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเวลาในการได้รับแสงยูวีเพิ่มขึ้น เพราะแสงยูวีจะไปกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลกที่ดี โดยอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว T1Fe, T3Fe และ T5Fe จะมีค่าสูงกว่าอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว (TP) และพบว่าอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วมีค่าสูงขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณการได้ปเหล็กลงไป เนื่องมาจากการได้ปเหล็กจะส่งผลให้เฟสอะนาเทสที่เกิดขึ้นมีขนาดที่เล็กลง เมื่อขนาดขนาดผลึกของอะนาเทสเล็กลงจะส่งผลให้อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลกที่ดี โดยอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว T5Fe > T3Fe > T1Fe > TP ตามลำดับ



ภาพที่ 5 อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่าง ๆ

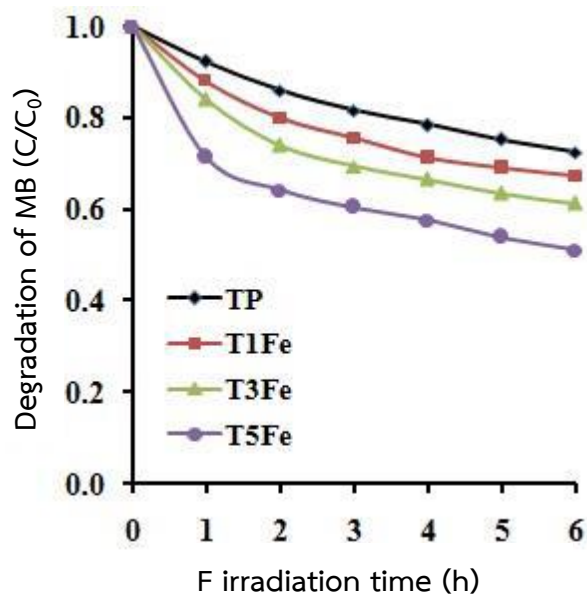
ภาพที่ 6 แสดงค่าร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่าง ๆ ผลการศึกษาพบว่า เมื่อเวลาในการได้รับแสงยูวีเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งค่าร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว TP, T1Fe, T3Fe และ T5Fe หลังจากได้รับแสงยูวีเป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับร้อยละ 41.21, 47.38, 54.16 และ 71.82 ตามลำดับ จากข้อมูลสามารถสรุปได้ว่าฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเท่ากับ 5 % mol เคลือบบนใยแก้ว (T5Fe) แสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีที่ดีที่สุด



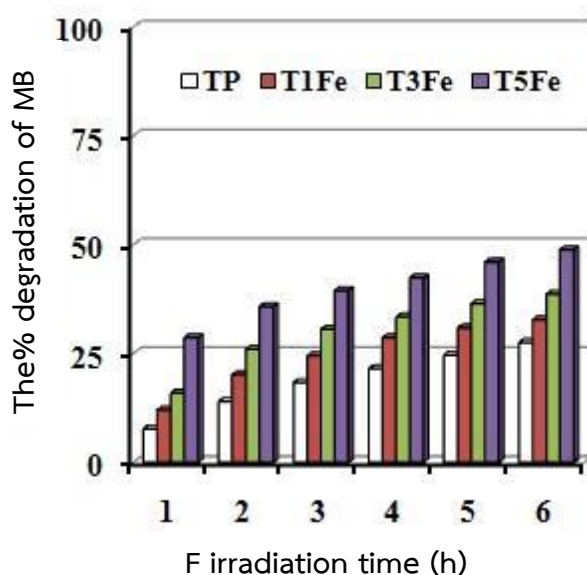
ภาพที่ 6 ร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงยูวีที่เวลาต่าง ๆ

อัตราและร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู ของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ที่เวลาต่าง ๆ แสดงดังภาพที่ 7 และ ภาพที่ 8 ตามลำดับ จากภาพที่ 7 พบว่าอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ที่เวลาต่าง ๆ มีแนวโน้มการเกิดปฏิกิริยาเช่นเดียวกับกรณีทดสอบภายใต้แสงยูวี โดยอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเวลาในการได้รับแสงฟลูออเรสเซนต์เพิ่มขึ้น แต่จะมีค่าน้อยกว่ากรณีทดสอบภายใต้แสงยูวี เพราะพลังงานจากแสงฟลูออเรสเซนต์ มีค่าน้อยกว่าแสงยูวี (Sangchay et al., 2012) จึงส่งผลให้อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมีค่าน้อยกว่า โดยอัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว $T5Fe > T3Fe > T1Fe > TP$ ตามลำดับ ภาพที่ 8 แสดงค่าร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลู ของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ที่เวลาต่าง ๆ ผลการศึกษาเป็นเช่นเดียวกับกรณีทดสอบภายใต้แสงยูวี โดยเมื่อเวลาในการได้รับแสงฟลูออเรสเซนต์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งค่าร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว TP, T1Fe, T3Fe และ T5Fe หลังจากได้รับแสงยูวีเป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับร้อยละ 27.51, 32.79, 38.69 และ 48.83 ตามลำดับ

จากข้อมูลของการศึกษาปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้ว พบว่าฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์โด๊ปด้วยเหล็กเท่ากับ 5 % mol เคลือบบนใยแก้ว (T5Fe) แสดงประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตแคตะไลติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด ทั้งภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนต์



ภาพที่ 7 อัตราการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ที่เวลาต่าง ๆ



ภาพที่ 8 ร้อยละการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็กเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงฟลูออเรสเซนต์ที่เวลาต่าง ๆ

5. สรุปผลและการอภิปรายผล

การดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้ เป็นการเตรียมฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ปด้วยเหล็ก ที่ปริมาณเหล็กเท่ากับ 0, 1, 3 และ 5 % mol ด้วยวิธีการโซล-เจล แล้วนำไปเคลือบบนใยแก้วด้วยการจุ่มเคลือบ จากนั้นนำฟิล์มไปเผาภายใต้บรรยากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปศึกษาโครงสร้างทางกายภาพด้วย XRD และ SEM พร้อมทั้งทดสอบสมบัติโฟโตแคตะไลติก

ในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนซ์ ผลการทดลองสามารถสรุปได้ดังนี้

5.1 ผลการตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ตรวจสอบพบเฉพาะเฟสของไทเทเนียมไดออกไซด์เท่านั้น โดยขนาดผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ในช่วง 13.8 - 20.7 นาโนเมตร

5.2 ประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้พบด้วยหลักเคลือบบนใยแก้วมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อเวลาในการได้รับแสงเพิ่มขึ้น และปริมาณหลักในการได้พบเพิ่มขึ้น

5.3 ประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้พบด้วยหลักเคลือบบนใยแก้วภายใต้แสงยูวีจะสูงกว่าภายใต้แสงฟลูออเรสเซนซ์ โดยฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ได้พบด้วยหลักเท่ากับ 5 % mol เคลือบบนใยแก้ว แสดงประสิทธิภาพปฏิกิริยาโฟโตแคตะติกในการย่อยสลายสารละลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีและแสงฟลูออเรสเซนซ์ที่ดีที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับร้อยละ 71.82 และ 48.83 ตามลำดับ ในเวลา 6 ชั่วโมง

6. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณสถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา ที่ได้สนับสนุนทุนสำหรับการดำเนินงานวิจัย และขอบคุณคณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยราชภัฏสงขลา และภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ได้สนับสนุนอุปกรณ์ เครื่องมือทดสอบ และสถานที่สำหรับการดำเนินงานวิจัย

7. เอกสารอ้างอิง

- Akpan, U.G. and Hameed, B.H. (2010). The advancements in sol-gel method of doped-TiO₂ photocatalysts, **Applied Catalysis A: General**, vol. 375, pp. 1-11.
- Amin, S.A., Pazouki, M. and Hosseinnia, A. (2009). Synthesis of TiO₂-Ag nanocomposite with sol-gel method and investigation of its antibacterial activity against *E.coli*, **Powder Technology**, vol. 196, pp. 241-245.
- Amy, L.L., Guangquan, L., John, T. and Yates, J. (1995). Photocatalysis on TiO₂ surface: principles, mechanisms, and selected result, **Chemical Reviews**, vol. 95, pp. 735-758.
- Carp, O., Huisman, C.L. and Reller, A. (2003). Photoinduced reactivity of titanium dioxide, **Progress in Solid State Chemistry**, vol. 32, pp. 33-177.
- Chen, W., Hua, D., Jun-ying T. and Ji-mei, Z. (2006) Photocatalytic activity enhancing for TiO₂ photocatalyst by doping with La, **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, vol. 16, pp. 728-731.
- Comsup, N. (2013). Effect of non-metal doping on the visible light photocatalytic activity of titanium dioxide, **Ladkrabang Engineering Journal**, vol. 30(2), pp. 19-24.

- Diebold, U. (2002). Structure and properties of TiO₂ surface: a brief review, **Applied Physics A: Materials Science & Processing**, vol. 76, pp. 1-7.
- Gupta, S.M. and Tripathi, M. (2011). A review of TiO₂ nanoparticles, **Chinese Science Bulletin**, vol. 56(16), pp. 1639-1657.
- Hashimoto, K., Irie, H. and Fujishima, A. (2005). TiO₂ photocatalysis: a historical overview and future prospects, **Japanese Journal of Applied Physics**, vol. 44(12), pp. 8269-8285.
- Kamwilaisak, K. and Thiamsinsangwon, P. (2013) Preparation of nanostructured crystalline titanium dioxide (TiO₂) by sol-gel technique, **KKU Engineering Journal**, vol. 40(2), pp. 147-153.
- Landmann, M., Rauls, E. and Schmidt, W.G. (2012). The electronic structure and optical response of rutile, anatase and brookite TiO₂, **Journal of Physics: Condensed Matter**, vol. 24, pp. 1-6.
- Magdalene, J., Beata, T., Ewalina, K., Tomoki, T., Masahiro, T., Michio, I. and Antoni, W.M. (2009). TiO₂ nanoparticles with high photocatalytic activity under visible light, **Catalysis Letters**, vol. 128, pp. 36-39.
- Radhiyah, A.A. and Iis, S. (2009). Synthesis of TiO₂-SiO₂ powder and thin film photocatalysts by sol-gel method, **Indian Journal of Chemistry**, vol. 48A, pp. 951-957.
- Sangchay, W. (2013). Photocatalytic and antibacterial activity of Ag-doped TiO₂ nanoparticles, **KKU Research Journal**, vol. 18(5), pp. 731-738.
- Sangchay, W. (2014). Contact angle of TiO₂/SnO₂ thin films coated on glass substrate, **Walailak Journal of Science and Technology**, vol. 11(5), pp. 429-436.
- Sangchay, W., Sikong, L. and Kooptarnond, K. (2012). Comparison of photocatalytic reaction of commercial P25 and synthetic TiO₂-AgCl nanoparticles, **Procedia Engineering**, vol. 32, pp.590-559.
- Savinkina, E., Kuzmicheva, G. and Obolenskaya, L. (2012). A novel titania-based photocatalyst for water purification, **International Journal of Energy and Environment**, vol. 6(2), pp. 268-275.
- Su, C., Hong, B.Y. and Tseng, C.M. (2004). Sol-gel preparation and photocatalysis of titanium dioxide, **Catalysis Today**, vol. 96, pp. 119-126.
- Thamaphat, K., Limsuwan, P. and Ngotawornchai, B. (2008). Phase characterization of TiO₂ powder by XRD and TEM, **Kasetsart Journal (Natural Science)**, vol. 42, pp. 357-361.

- Ting, K.T., Yi, S.L., Yi, J.C. and Hsin, C. (2010). A review of photocatalysts prepared by sol-gel method for VOCs removal, **International Journal of Molecular Science**, vol. 11, pp. 2336-2361.
- Ulrike, D. (2003). The surface science of titanium dioxide, **Surface Science Report**, vol. 48, pp. 53-229.
- Uhlmann, D.R. (1998). Sol-gel science and technology: current state and future prospects, **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, vol. 13, pp. 153-162.
- Vijayakshmi, R. and Rajendram, V. (2012). Synthesis and characterization of nano-TiO₂ via different methods, **Archives of Applied Science Research**, vol. 4(2), pp. 1183-1190.
- Yang, J., Li, D., Wang, X., Yang, X. and Lu, L. (2002). Rapid synthesis of nanocrystalline TiO₂/SnO₂ binary oxides and their photoinduced decomposition of methyl orange, **Journal of Solid State Chemistry**, vol. 165, pp. 193-198.
- Zaleska, A. (2008). Dope-TiO₂: a review, **Recent Patents on Engineering**, vol. 2, pp. 157-164.