

การสังเคราะห์คาร์บอนดัดแปลงพื้นผิวของทินออกไซด์ขนาดนาโนเมตรพร้อมทั้งศึกษาคุณสมบัติใน การเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง โดย นายวรเซฐ สมบูรณ์นะ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2566 ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศิลปากร การสังเคราะห์คาร์บอนดัดแปลงพื้นผิวของทินออกไซด์ขนาดนาโนเมตรพร้อมทั้งศึกษา คุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2566 ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศิลปากร

SYNTHESIS OF CARBON-MODIFIED TIN OXIDE NANOPARTICLES AND STUDY ON PHOTOCATALYTIC PROPERTIES



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for Master of Science PHYSICS Department of PHYSICS Academic Year 2023 Copyright of Silpakorn University

หัวข้อ	การสังเคราะห์คาร์บอนดัดแปลงพื้นผิวของทินออกไซด์ขนาดนาโน
	เมตรพร้อมทั้งศึกษาคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง
โดย	นายวรเชฐ สมบูรณ์นะ
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มนตรี เอี่ยมพนากิจ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. ชีวิตา สุวรรณชวลิต

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นรงค์ ฉิมพาลี)	E.
พิจารณาเห็นซอบโดย	
TO OF IT	
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อิสระ มะศิริ)	
GIGRACC	<u></u> อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มนตรี เอี่ยมพนากิจ)	<i>٤)</i>
	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(รองศาสตราจารย์ ดร. ชีวิตา สุวรรณชวลิต)	201
	ผู้ทรงคุณวุฒิภายใน
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชวรัตน์ ศิริวงษ์)	
	_ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก
(ดร. มนฤดี เลี้ยงรักษา)	

650720003 : ฟิสิกส์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

คำสำคัญ : ทินออกไซด์ คาร์บอนดอท การย่อยสลายสีย้อม การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง

นาย วรเชฐ สมบูรณ์นะ: การสังเคราะห์คาร์บอนดัดแปลงพื้นผิวของทินออกไซด์ขนาดนาโน เมตรพร้อมทั้งศึกษาคุณสมบัติในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มนตรี เอี่ยมพนากิจ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อระบุสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์สารกึ่งตัวนำทิน ้ออกไซด์และเพิ่มประสิทธิภาพโดยการปรับปรุงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท วัสดุดังกล่าวได้รับการ ออกแบบให้ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงสำหรับการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวี การสังเคราะห์ทินออกไซด์โดยใช้วิธีการตกตะกอนอย่างง่ายที่พีเอชต่าง ๆ สารสังเคราะห์ถูกเผาที่ อุณหภูมิต่างกันและดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทในปริมาณที่แตกต่างกัน พบว่าทินออกไซด์ที่ สังเคราะห์ภายใต้สภาวะที่เป็นกรดแสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาเป็นแผ่นระดับขนาดนาโนเมตรที่ เกาะเป็นกลุ่มทรงกลมขนาดระดับไมโครเมตร อย่างไรก็ตามทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ภายใต้สภาวะที่ เป็นด่างแสดงลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมขนาดระดับนาโนเมตรที่อัดตัวแน่นบนพื้นผิวเมื่อเผาที่ อุณหภูมิต่ำ การวิเคราะห์โครงสร้างโดยใช้การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์พบว่าโครงสร้างของสารสังเคราะห์ เปลี่ยนจากทินไฮดรอกไซด์เป็นทินออกไซด์และทินไดออกไซด์เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 150 เป็น 250 องศาเซลเซียส ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานอยู่ระหว่าง 3.15 ถึง 3.80 อิเล็กตรอนโวลต์ ขึ้นอยู่กับเฟส ของสารสังเคราะห์ ในแง่ของการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีพบว่าสารสังเคราะห์ที่พีเอช 2 ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูอยู่ที่ 98.41 เปอร์เซ็นต์ ภายใน 40 นาที ภายใต้แสงยูวี เมื่อปรับปรุงพื้นผิวทินออกไซด์ด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูเพิ่มขึ้นเป็น 99.22 เปอร์เซ็นต์ ภายใน 10 นาที นอกจากนี้ยังสามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้อย่างน้อยสองรอบ การค้นพบนี้ชี้ให้เห็นถึง ศักยภาพของการดัดแปลงพื้นผิวทินออกไซด์ด้วยคาร์บอนดอทในด้านการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง สำหรับการใช้งานต่อไป

650720003 : Major PHYSICS

Keyword : Carbon dot, Degradation of dye, Photocatalysis, Tin oxide

MR. Worrachead SOMBOONNA : Synthesis of Carbon-modified Tin Oxide Nanoparticles and Study on Photocatalytic Properties Thesis advisor : Assistant Professor Montri Aiempanakit, Ph.D.

This research aimed to identify optimal conditions for synthesizing tin oxide semiconductors and enhancing their efficiency by surface modification with carbon dots. The materials were designed to function as photocatalysts for the degradation of methylene blue dye under UV irradiation. The synthesis of tin oxide using a simple precipitation method under acid-basic conditions. The synthetic tin oxide was calcined at different temperatures and modified with varying amounts of carbon dots. It found that the tin oxide synthesized under acidic conditions exhibited a morphology characterized by nanosheets grouped into microspheres. However, synthetic tin oxide under alkaline conditions showed nanometer-sized spherical particles densely packed on the surface when calcined at low temperatures. Structural analysis using X-ray diffraction revealed that the substance's structure transitioned from tin hydroxide to tin oxide and tin dioxide as the temperature increased from 150 to 250°C. The energy gap ranged from 3.15 to 3.80 eV depending on the phase of the tin oxide. In terms of methylene blue dye degradation under UV irradiation, we found that the substance synthesized at a pH of 2, calcined at 150°C, the efficiency of methylene blue degradation was 98.41 % within 40 minutes under UV irradiation. When the tin oxide surface was modified with 2.5 % by mass of carbon dot, it was found that the efficiency of methylene blue degradation increased to 99.22 % within 10 minutes. Furthermore, it demonstrated the ability to be reused for at least two cycles. These findings suggest its potential as a photocatalyst for further applications.

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จได้ด้วยดี ผู้วิจัยขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ และภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์ ในการอนุเคราะห์ให้ใช้ห้องปฏิบัติการและ เครื่องมือวิเคราะห์ต่าง ๆ ขอขอบคุณนางสาวชุติมา นาคมุข ที่ช่วยเหลือและให้คำแนะนำวิธีการ สังเคราะห์สาร นางสาวกัญญาพร วงษ์แหวน ซึ่งได้ช่วยเหลือและให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือ วิเคราะห์ต่าง ๆ คุณวิฑูรย์ วรรธนะนิตย์ สำหรับความรู้และประสบการณ์มากมาย และอีกหลายท่านใน ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร สำหรับความรู้และ คำแนะนำระหว่างการใช้เครื่องมือ



วรเชฐ สมบูรณ์นะ

สารบัญ

หน้	ı
บทคัดย่อภาษาไทย	٩
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ)
กิตติกรรมประกาศ)
สารบัญข	ſ
สารบัญตาราง]
สารบัญภาพรู)
บทที่ 1 บทนำ	L
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา 1	L
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	1
2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	1
2.1.1 ทีนออกไซด์ (SnO)	1
2.1.2 ทินไดออกไซด์ (SnO2)	1
2.1.3 คาร์บอนดอท (CDs)	1
2.1.4 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม	5
2.1.5 ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส (Photocatalysis)	5
2.2 เครื่องมือที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์	5
2.2.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)	5
2.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)6	5
2.2.3 เครื่องยูวี-วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer, UV-Vis)6	5

2.2.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared
spectrometer, FT-IR)
2.2.5 เครื่องวิเคราะห์พื้นผิวและรูพรุน (Surface area and porosity analyzer)7
2.2.6 สเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray
Spectroscopy, EDS)
2.2.7 สเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy,
XPS)
2.2.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope,
TEM)
2.3 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง
บทที่ 3 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการดำเนินงานวิจัย
3.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย
3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย
3.3 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย
3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย
3.4.1 การสังเคราะห์ทินออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน16
3.4.2 การสังเคราะห์คาร์บอนดอท17
3.4.3 การสังเคราะห์สารผสมระหว่างทินออกไซด์และคาร์บอนดอท
3.5 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของทินออกไซด์17
3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างและคุณสมบัติต่าง ๆ
3.5.2 การตรวจสอบลักษณะรูปร่างและวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ
3.5.3 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน
3.5.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสง
3.5.5 การตรวจสอบการกระจายตัวของอนุภาค
3.5.6 การตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุน19

3.6 การย่อยสลายสีย้อม
3.6.1 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อม19
3.6.2 การทดสอบปริมาณอนุมูลที่เกิดขึ้น
3.6.3 ประสิทธิภาพการใช้ซ้ำของตัวเร่งปฏิกิริยา
บทที่ 4 ผลการทดลอง และอภิปรายผล21
4.1 การสังเคราะห์ทินออกไซด์ที่สภาวะต่าง ๆ21
4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน
4.1.2 โครงสร้างทางเคมีของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน
4.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน
4.1.4 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน
4.1.5 พื้นที่ผิวของทินออกไซด์ที่ pH ต่างกัน32
4.1.6 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน34
4.2 การสังเคราะห์ SnO ที่อุณหภูมิต่าง ๆ
 4.2 การสังเคราะห์ SnO ที่อุณหภูมิต่าง ๆ
 4.2 การสังเคราะห์ SnO ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.3.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาของคาร์บอนดอท54
4.3.3 การศึกษาการเรื่องแสงของคาร์บอนดอทด้วยเทคนิคโฟโตลูมิเนสเซนต์54
4.3.4 การสั่นของพันธะของคาร์บอนดอทโดยการดูดกลื่นแสงอินฟราเรด
4.3.4 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท56
4.3.5 การศึกษาสัณฐานวิทยาของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท56
4.3.6 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 58
4.3.7 การศึกษาการสั่นของพันธะของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 60
4.3.8 การศึกษาองค์ประกอบเคมีที่พื้นผิวของทินออกไซด์ที่มีการดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอน
ดอท
4.3.9 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท62
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง
รายการอ้างอิง
ประวัติผู้เขียน
MARTIN (CARAGO)
ั้วทยาลัยสิลบ

สารบัญตาราง

หน้า
ตารางที่ 1 ขนาดผลึกโดยเฉลี่ยคำนวณจากสมการเชอร์เรอร์ของทินออกไซด์แต่ละเงื่อนไข
ตารางที่ 2 องค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ผ่านการเผา
ตารางที่ 3 องค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH เผาที่ 400 องศาเซลเซียส
ตารางที่ 4 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ในแต่ละเงื่อนไข
ตารางที่ 5 พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของทินออกไซด์
ตารางที่ 6 เปอร์เซ็นต์การดูดซับสีย้อมในที่มีดและประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงยูวีใน
เวลา 90 นาที
ตารางที่ 7 องค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา
ตารางที่ 8 ศักย์ซีตาของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา
ตารางที่ 9 ค่า $\lambda_{ m onset}$ และช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ที่แต่ละอุณหภูมิเผา
ตารางที่ 10 พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของทินออกไซด์เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ
ตารางที่ 11 $\lambda_{ ext{onset}}$ และช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวทินออกไซด์
ด้วยปริมาณคาร์บอนดอทต่าง ๆ
ตารางที่ 12 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมกับงานวิจัยอื่น65

สารบัญภาพ

หน้	้ำ
ภาพที่ 1 กลไกการย่อยสลายสีย้อมของ SnO โดยการกระตุ้นด้วยแสงยูวี	2
ภาพที่ 2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ SnO1	16
ภาพที่ 3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ CDs1	16
ภาพที่ 4 แผนภาพขั้นตอนการทดลองทั้งหมด2	20
ภาพที่ 5 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ผ่านการเผา	22
ภาพที่ 6 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส .2	22
ภาพที่ 7 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 โดยผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ2	23
ภาพที่ 8 XRD ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ผ่านการเผา2	25
ภาพที่ 9 XRD ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH ผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส	26
ภาพที่ 10 SEM ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ผ่านการเผากำลังขยาย 100,000 เท่า2	28
ภาพที่ 11 SEM กำลังขยาย 100,000 เท่า ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH เผาที่ 400 องศาเซลเซียส.2	29
ภาพที่ 12 การหา $oldsymbol{\lambda}_{ ext{onset}}$ ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่เผา3	31
ภาพที่ 13 การหา $oldsymbol{\lambda}_{ m onset}$ ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ	32
ภาพที่ 14 การดูดซับและคายซับก๊าซไนโตรเจนของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่เผา	33
ภาพที่ 15 การกระจายขนาดรูพรุนในทินออกไซด์ที่ pH ต่าง ๆ3	33
ภาพที่ 16 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่เผา	35
ภาพที่ 17 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ในแต่ละอุณหภูมิเผา3	35
ภาพที่ 18 XRD ของทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิเผาต่างกัน	37
ภาพที่ 19 SEM ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผากำลังขยาย 100,000 เท่า3	38
ภาพที่ 20 TEM ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส	39
ภาพที่ 21 ศักย์ซีตาของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา4	12

ภาพที่ 22 การหา $\lambda_{ m onset}$ ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา
ภาพที่ 23 การดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนพื้นผิวของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละ
อุณหภูมิเผา
ภาพที่ 24 การกระจายขนาดรูพรุนในทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ
ภาพที่ 25 การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา
ภาพที่ 26 XPS spectra ของทินออกไซด์ที่เผาที่ 150 องศาเซลเซียส
ภาพที่ 27 การดูดซับสีย้อมในที่มีด 60 นาที ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา 48
ภาพที่ 28 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา 48
ภาพที่ 29 การหาค่าคงที่การย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ 19
49 ภาพที่ 30 การดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 644 นาโนเมตร ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส
ภาพที่ 31 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมที่ใส่สารดักจับอนุมูลชนิดต่าง ๆ ของทินออกไซด์ที่ pH
เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส
ภาพที่ 32 ประสิทธิภาพการย่อยสลายซ้ำในแต่ละรอบของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส
ภาพที่ 33 การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส
หลังจากทดสอบซ่ำ 3 ครั้ง
ภาพที่ 34 XRD ของทินออกไซด์หลังจากใช้ย่อยสลายสีย้อม 3 รอบ ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส
ภาพที่ 35 ลักษณะทางกายภาพของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท
ภาพที่ 36 การดูดกลืนแสงของคาร์บอนดอท53
ภาพที่ 37 ศักย์ซีตาของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท
ภาพที่ 38 TEM ของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท
ภาพที่ 39 ความเข้มของการเรื่องแสงของคาร์บอนดอทที่พลังงานกระตุ้น 355 นาโนเมตร

ภาพที่ 40 การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของคาร์บอนดอท55
ภาพที่ 41 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์เผาที่ 150 องศาเซลเซียส แล้วดัดแปลงพื้นผิวด้วย คาร์นอนคอทในปรินาณต่าง ๆ
ภาพที่ 42 SEM ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทกำลังขยาย 100,000 เท่า 57
ภาพที่ 43 TEM ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์
ภาพที่ 44 การหา $oldsymbol{\lambda}_{ ext{onset}}$ ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์
ภาพที่ 45 การดูดซับแสงอินฟราเรดของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5
เปอร์เซ็นต์
ภาพที่ 46 XPS Spectra ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ 61
ภาพที่ 47 การดูดซับเมทิลีนบลูในที่มืดของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทในปริมาณที่
ต่างกัน
ภาพที่ 48 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูด้วยทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท
ปริมาณต่างกัน
ภาพที่ 49 ค่าคงที่การย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5
เปอร์เซ็นต์
ภาพที่ 50 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโดยใส่สารจับอนุมูลแต่ละชนิดของทินออกไซด์ที่ดัดแปลง
พื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์
ภาพที่ 51 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ในแต่ละรอบ

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

มลพิษทางน้ำเป็นหนึ่งในปัญหาใหญ่ที่สุดในยุคปัจจุบันซึ่งทวีความรุนแรงมากขึ้นทุกปี โดยมี สาเหตุหลายประการ เช่น ธรรมชาติ เกษตรกรรม พฤติกรรมของมนุษย์ และที่ใหญ่ที่สุดคือ ภาคอุตสาหกรรม [1] เช่น การผลิตยาง พลาสติก หนัง กระดาษ เครื่องสำอาง สิ่งพิมพ์ อาหาร [2] โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมสิ่งทอจะมีสีย้อมปนเปื้อนมากับน้ำทิ้ง ในปัจจุบันหลายงานวิจัยให้ ้ความสนใจในเรื่องนี้ เนื่องจากความเป็นพิษและความอันตรายของสีย้อมเมื่อปนเปื้อนกับแหล่งน้ำใน ธรรมชาติ สีย้อมคือสารอินทรีย์ที่ให้ความเป็นสีกับสารอื่น ซึ่งมีด้วยกันหลายประเภทขึ้นกับชนิดของ อุตสาหกรรม สามารถจำแนกได้ 3 ชนิด คือ สีย้อมประจุบวก ประจุลบ และแบบไม่มีประจุ โดยที่สีย้อม ประจุลบจะมีความอันตรายมากกว่าสีย้อมประจุบวก [3] และเมื่อสีย้อมปนเปื้อนเข้าสู่ห่วงโซ่อาหาร อาจส่งผลให้เกิดโรคภูมิแพ้ ผิวหนังอักเสบ หรือแม้แต่การกลายพันธุ์ในมนุษย์ [4] การกำจัดสีย้อมใน อดีตที่ผ่านมามีด้วยกันหลายวิธี เช่น การตกตะกอนหนัก การเกาะกลุ่มตกตะกอน การกรอง การ ตกตะกอน การดูดซับ และการย่อยสลายด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาจากแสง ซึ่งการบำบัดน้ำเสียโดยใช้ตัวเร่ง ปฏิกิริยาด้วยแสงนั้นมีข้อดีคือต้นทุนต่ำ ประสิทธิภาพและเสถียรภาพสูง ทนต่อการกัดกร่อนและ อุณหภูมิ รวมถึงเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมเนื่องจากไม่ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ใหม่ที่เป็นพิษเพิ่มขึ้น โดยตัวเร่ง ปฏิกิริยาด้วยแสงที่นิยมใช้ในปัจจุบัน ได้แก่ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO2) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ไอรอน ออกไซด์ (Fe₂O₃) ทั้งสเตนออกไซด์ (WO₃) ทิน (IV) ออกไซด์ (SnO₂) และทินออกไซด์ (SnO) เป็นต้น ซึ่งการพัฒนาประสิทธิภาพของสารเหล่านี้ สามารถทำได้ตั้งแต่กระบวนการสังเคราะห์ เช่น ปรับเปลี่ยนรูปร่าง ขนาด เพิ่มความเป็นผลึก เป็นต้น [5]

SnO เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพี (p – type semiconductor) ซึ่งมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (energy gap, E_s) ประมาณ 2.5 – 3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ [6] ซึ่งมีคุณสมบัติเด่นคือ ถูกกระตุ้นโดยแสง ได้ง่ายตามกลไกดังแสดงในภาพที่ 1 และยังเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม วิธีการสังเคราะห์ไม่ซับซ้อน ต้นทุน การสังเคราะห์ต่ำ บางงานวิจัย สังเคราะห์ทินออกไซด์และดัดแปลงประสิทธิภาพด้วยการเติมคลอรีน (Cl) [7] และบดผสม 8 ชั่วโมง พบว่ามีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ 99 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 30 นาที มีการเพิ่มประสิทธิภาพของทินออกไซด์ด้วยการใส่สารลดแรงตึงผิวใน ขั้นตอนการสังเคราะห์ พบว่าสามารถย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ 94 เปอร์เซ็นต์ ภายใน 30 นาที ภายใต้ แสงยูวี และ 30 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงช่วงที่ตามองเห็นได้ โดยใช้อัตราส่วนตัวเร่งปฏิกิริยากับสีย้อม เป็น 0.8 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร [8] บางงานวิจัยศึกษาเกี่ยวกับสารที่ช่วงในการสังเคราะห์ SnO โดยใช้ โซเดียมไฮดรอกไซด์ แอมโมเนีย โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไบคาร์บอเนต พบว่าทินออกไซด์ที่ได้ จากการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์มีลักษณะเป็นรูปผลึกคล้ายแผ่นของทินออกไซด์ ซึ่งมีประสิทธิภาพการ ย่อยสลายและดูดซับสีย้อมในที่มีดได้ดีที่สุด โดยมีการดูดซับเมทิลีนบลูในที่มีดได้ 22.6 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 9 ชั่วโมง และมีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลู 30.75 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสง ยูวีในเวลา 10 ชั่วโมง เนื่องจากการมีผลึกของ SnO คล้ายแผ่นที่บางที่สุดเทียบกับการใช้สารตั้งต้นตัว อื่น

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้ศึกษาเงื่อนไขในการสังเคราะห์ SnO ที่ดีที่สุดในการย่อยสลายสีย้อมเมทิ ลีนบลูภายใต้แสงยูวี ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างคาร์บอนดอท (CDs) ที่สังเคราะห์ได้จาก เครื่องดื่มยี่ห้อซี-วิท (C-vitt) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงยูวีของ SnO เป็น 1 2.5 และ 5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล



ภาพที่ 1 กลไกการย่อยสลายสีย้อมของ SnO โดยการกระตุ้นด้วยแสงยูวี

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

 เพื่อศึกษาเงื่อนไขที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์ทินออกไซด์ (SnO) และทินออกไซด์ที่ดัดแปลง พื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท (CDs/SnO)

2. เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยา ลักษณะเฉพาะ และคุณสมบัติเชิงแสงของ SnO และ CDs/SnO

3. เพื่อศึกษาความสามารถในการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูของ SnO และ CDs/SnO ภายใต้ แสงยูวี

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

 สังเคราะห์ SnO และ CDs/SnO ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม และใช้อัตราส่วนคาร์บอนดอทต่อ ทินออกไซด์เป็น 1 2.5 และ 5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล

2. ศึกษาลักษณะเฉพาะของ SnO และ CDs/SnO รวมถึงโครงสร้างสัณฐานวิทยา ขนาด อนุภาค และคุณสมบัติเชิงแสง

3. ศึกษาประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี่ย้อมเมทิลีนบลูของ SnO และ CDs/SnO ภายใต้แสง

ຍູວີ

*ระบาท*ยาลัยศิลปาก

บทที่ 2 ทฤษฎีและวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1.1 ทินออกไซด์ (SnO)

ทินออกไซด์หรือดีบุกออกไซด์ มีชื่อตาม IUPAC ว่า Tin(II) oxide สูตรโมเลกุลคือทินออกไซด์ และมีมวลต่อโมลเป็น 134.709 กรัมต่อโมล เป็นสารประกอบระหว่างธาตุดีบุก (Sn) กับออกซิเจน (O) โครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล ไม่ละลายน้ำ โดย Sn ต้องมีสถานะออกซิเดชันเป็น +2 มี โครงสร้างสองแบบสังเกตได้จากสีของสาร คือ โครงสร้างแบบเสถียรจะมีสีน้ำเงินเข้มหรือกรมท่า แต่ จะเปลี่ยนเป็นสีขาวถ้าอยู่ในน้ำ ส่วนโครงสร้างกึ่งเสถียรจะมีสีแดง ถ้าทินออกไซด์อยู่ภายใต้อุณหภูมิสูง จะเปลี่ยนเฟลเป็นทินไดออกไซด์ (SnO₂) [9]

2.1.2 ทินไดออกไซด์ (SnO₂)

ทินไดออกไซด์มีชื่อตาม IUPAC ว่า Tin(IV) oxide สูตรโมเลกุลคือ SnO₂ และมีมวลต่อโมล เป็น 150.708 กรัมต่อโมล เป็นสารประกอบระหว่างดีบุกสถานะออกซิเดชันเท่ากับ 4 กับออกซิเจน โครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์เตตระโกนอล ไม่ละลายน้ำ มีสีเทาอ่อน หรือสีเหลืองอ่อน เป็นสารกึ่ง ตัวนำชนิดเอ็น (N – type semiconductor) [10] ซึ่งเกิดขึ้นได้เองตามธรรมชาติ มีช่องว่างระหว่าง แถบพลังงานประมาณ 3.6 อิเล็กตรอนโวลต์ ทินไดออกไซด์ถูกใช้ในงานหลากหลายประเภทเช่นก๊าซ เซ็นเซอร์ ตัวเก็บประจุ เซลล์แสงอาทิตย์ หรือเครื่องมือทางแสงต่าง ๆ [11] และในการสังเคราะห์ SnO₂ ทำได้โดยเผาดีบุกภายใต้บรรยากาศปกติ [12]

2.1.3 คาร์บอนดอท (CDs)

คาร์บอนดอท มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก มีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 1 ถึง 10 นาโนเมตร มี หมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ บนพื้นผิว ส่งผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพ เคมี และทางแสง ปลอดภัย สังเคราะห์ ง่าย ต้นทุนต่ำ คาร์บอนดอทสามารถวาวแสงฟลูออเรสเซนซ์ได้หลายสีเมื่อเปลี่ยนความยาวคลื่นของ แสงที่กระตุ้น ซึ่งการวาวแสงขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง เช่น ขนาดของคาร์บอนดอทที่เล็กลงจะส่งผลให้ เกิดช่องว่างระหว่างแถบพลังงานมาก ส่งผลให้พลังงานกระตุ้นและแสงที่เกิดจากการวาวเปลี่ยนไป หมู่ ฟังก์ชันของคาร์บอนดอทที่ต่างชนิดกันส่งผลให้การวาวแสงต่างกัน ปรากฏการณ์สถานะโมเลกุลเป็น ปรากฏการณ์ที่การวาวแสงถูกกำหนดโดยโมเลกุลที่เชื่อมต่อกันของคาร์บอนดอท และการคาย พลังงานเมื่อเกิดการเชื่อมขวาง เป็นการวาวแสงที่พบในคาร์บอนดอทที่เกิดจากการเชื่อมกันของสาร ตั้งต้นที่เป็นโพลิเมอร์ การวาวแสงของคาร์บอนดอทอาจเกิดจากหลายกลไกแต่สามารถสรุปได้ว่า คาร์บอนดอทมีคุณสมบัติการวาวแสงที่น่าสนใจ [13] นอกจากนี้คาร์บอนดอทสามารถนำไปใช้ในชีว เวชศาสตร์ เซ็นเซอร์ หรือไดโอดเปล่งแสง [14]

2.1.4 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม

ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO เริ่มจากทินคลอไรด์ไดไฮเดรต (SnCl₂·2H₂O) ละลายในน้ำ จากนั้นไฮดรอกไซด์ไอออน (OH) ที่เกิดขึ้นเข้าแทนที่คลอรีนในโมเลกุล ทินคลอไรด์ไดไฮเดรต มีผลให้ เกิดกรดไฮโดรคลอริก (HCl) และน้ำในปฏิกิริยา (1) จากนั้นเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) อีก ครั้งได้ทินไฮดรอกไซด์ (Sn(OH)₂) [15] จากนั้นทินไฮดรอกไซด์ทำปฏิกิริยากับไฮดรอกไซด์ไอออน (OH⁻) เกิดทินออกไซด์จาก Sn(OH)₂ (3) อีกด้วย [16]

$$SnCl_2 \cdot 2H_2O + H_2O \longrightarrow Sn(OH)Cl + HCl + 2H_2O$$
 (1)

$$Sn(OH)Cl + H_2O \rightarrow Sn(OH)_2 + HCl$$
(2)

$$Sn(OH)_2 \rightarrow SnO + H_2O$$
 (3)

2.1.5 ปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลซิส (Photocatalysis)

เมื่อ SnO ถูกกระตุ้นด้วยพลังงานที่มากกว่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานจะเกิดอิเล็กตรอน (e) และโฮล (h⁺) ขึ้นที่ผิวของ SnO ดังสมการที่ (4) หลังจากนั้นอิเล็กตรอนที่แถบการนำ (Conduction band, CB) ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนเกิดอนุมูลซูเปอร์ออกไซด์ (O₂[•]) (5) และโฮลที่ แถบวาเลนซ์ (Valence band, VB) จะเกิดปฏิกิริยาออกซิไดซ์ของน้ำเกิดเป็นอนุมูลไฮดรอกซิล ([•]OH) (6) เกิดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂) ขึ้นเนื่องจากอนุมูลซูเปอร์ออกไซด์ดังสมการที่ (7) สุดท้าย อนุมูลไฮดรอกซิลทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสีย้อม (8) ได้เป็นน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์

$$SnO + h\mathbf{V} \longrightarrow SnO(e^{-} + h^{+})$$
 (4)

$$SnO(e^{-}) + O_2 \longrightarrow SnO_2 + O_2^{-}$$
 (5)

$$SnO (h^{+}) + H_2O \longrightarrow SnO + OH + H^{+}$$
(6)

$$2O_2^{\bullet} + 2H^+ \longrightarrow H_2O_2 + H_2O \tag{7}$$

2.2 เครื่องมือที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์

2.2.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเครื่องมือที่อาศัยกฎของแบรก (Bragg's Law) คือเมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับระนาบของอะตอมภายในผลึก รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนที่มุมสะท้อน เท่ากับมุมตกกระทบ ทำให้มีการนำมาใช้ศึกษารูปแบบโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง ซึ่งผลึกของสาร ตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของหน่วยเซลล์ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ ออกมาแตกต่างกัน จึงทำให้สามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่าง ๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบน รังสีเอกซ์ได้ ทำให้สามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ (Identification) โครงสร้างผลึกของวัสดุหรือสารตัวอย่าง นั้น ๆ ได้

2.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ที่สร้างภาพโดย การตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ โดยผลที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะ พื้นผิวของตัวอย่าง นิยมนำมาตรวจสอบลักษณะผิวภายนอกของตัวอย่าง ตรวจสอบการเรียงตัวของ ผลึกด้วยระบบการรับสัญญาณเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิง วิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่ในสาร ตัวอย่างด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive Spectrometry, EDS) ที่ติดอยู่กับ SEM

2.2.3 เครื่องยูวี-วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer, UV-Vis) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการตรวจวัดปริมาณของแสง และค่าความเข้มแสงในช่วง แสงยูวีจนถึงช่วงแสงที่ตามองเห็นที่เกิดจากทั้งการทะลุผ่าน การส่องผ่าน และการสะท้อนของวัสดุ ตัวอย่างที่ถูกวางไว้ในตัวเครื่องมือ หลักการของการฉายแสงในช่วงความยาวคลื่นดังกล่าวที่มีพลังงาน ที่เหมาะสมไปที่วัสดุตัวอย่างทำให้เกิดการย้ายระดับพลังงานของอิเล็กตรอนภายในอะตอมของสสาร นั้นทำให้อิเล็กตรอนเหล่านั้นไปอยู่ในระดับชั้นพลังงานที่สูงกว่า แล้วเกิดการคายพลังงานออกมาอยู่ใน ระดับชั้นพลังงานที่เหมาะสมในรูปของความยาวคลื่นต่าง ๆ ซึ่งตัวเครื่องจะทำการตรวจจับช่วงของ พลังงานเหล่านั้นเพื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านการสะท้อน

(8)

แล้วนำมาทำการเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่าง ๆ ตามกฎของเบียร์แลมเบิร์ด (Beer-Lambert) โดยค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) จะแปรผันตรงกับจำนวนโมเลกุลที่มีการ ดูดกลืนแสง ดังนั้น เราจึงสามารถนำเทคนิคนี้มาใช้สำหรับการระบุทั้งชนิด และปริมาณของสารต่าง ๆ ที่มีอยู่ในวัสดุตัวอย่างได้

2.2.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FT-IR)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นสารอินทรีย์หรืออนินทรีย์ เพื่อตรวจวิเคราะห์หา โครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุล โดยอาศัยหลักการของการดูดกลืนความยาวคลื่นแสงช่วง อินฟราเรดกลาง (Middle infrared region) คือประมาณ 400 - 4000 ต่อเซนติเมตร เมื่อโมเลกุล ได้รับพลังงานจากคลื่นแสงอินฟราเรดที่มีความถี่ตรงกับความถี่ของการสั่น (Stretching) หรือการงอ (Bending) ของพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุล จะทำให้โมเลกุลดังกล่าวเกิดการดูดกลืนแสง และมีการ เปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole moment) ของโมเลกุล จากนั้นเครื่องมือจะวัดค่าความเข้มแสง ต่อความถี่หรือความยาวคลื่นได้ผลเป็นสเปกตรัม ซึ่งในแต่ละพันธะของหมู่ฟังก์ชันจะแสดงค่าความ ยาวคลื่นเฉพาะต่างกัน ทำให้จำแนกพันธะของสสารที่ทำการทดสอบได้

2.2.5 เครื่องวิเคราะห์พื้นผิวและรูพรุน (Surface area and porosity analyzer)

เป็นเครื่องที่ใช้วิธีการดูดซับก๊าซไนโตรเจนบนพื้นผิววัสดุ [17] ซึ่งถูกศึกษาโดย บรูนัวร์ เอ็ม เมทท์และเทลเลอร์ (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) ทั้งนี้เทคนิค ดังกล่าวถูกเรียกย่อ ๆ ว่าเทคนิค BET โดยมีหลักการคือวัดการดูดซับก๊าซไนโตรเจนที่ผิวของวัสดุ ซึ่ง เป็นสมบัติทางกายภาพของสารที่อุณหภูมิของก๊าซเหลว พบว่าก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับไว้บนพื้นผิว จะมีส่วนหนึ่งที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิว จากนั้นก๊าซ ในโตรเจนที่เหลือแพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิว จากนั้นก๊าซ การศึกษานี้ สามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของก๊าซที่ถูกดูดซับ (*W*) กับความดัน สัมพัทธ์ (*P*/*P*₀) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้นเป็นสมการที่เรียกว่าสมการของ BET คือ

$$\frac{1}{W\left(\frac{P}{P_0}\right) - 1} = \frac{1}{W_m C} + \frac{C - 1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0}\right)$$
(9)

โดยที่ W คือ ปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P₀

- P คือ ความดันของก๊าซไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำาการทดลอง (มิลลิเมตรปรอท)
- P₀ คือ ความดันอิ่มตัวของก๊าซไนโตรเจน (มิลลิเมตรปรอท)
- C คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ

เมื่อเขียนกราฟสมการ (9) ระหว่าง $rac{1}{W\left(rac{P}{P_0}
ight)-1}$ และ $rac{P}{P_0}$ จะได้กราฟเส้นตรงที่มีความขัน (S) และจุดตัด แกน (i) ตามสมการที่ (10) และ (11) ตามลำดับ

$$S = \frac{C-1}{W_m C}$$
(10)
$$i = \frac{1}{W_m C}$$
(11)

การดูดซับก๊าซบนพื้นผิวของวัสดุมีลักษณะเป็นโมเลกลุชั้นเดียว ดังนั้นปริมาณของก๊าซที่ดูดซับบน พื้นผิว (*W_m*) คำนวณได้จากการนำค่า *S* และ *i* ที่ได้จากการทดลองแทนค่าในสมการ

$$W_m = \frac{1}{s+i} \tag{12}$$

และสามารถคำนวณพื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุ (W_m) ได้ตามสมการ

$$S_t = \frac{WNA_{cs}}{M} \tag{13}$$

โดย S_t คือ พื้นที่ผิวของวัสดุ หน่วยตารางเมตร

N คือ เลขอาโวกราโดร ประมาณ 6.02×10²³ โมเลกุลต่อโมล

M คือ มวลต่อโมลของก๊าซไนโตรเจน ประมาณ 28 กรัมต่อโมล

$$A_{cs}$$
 คือ พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลก๊าซไนโตรเจน ประมาณ 16.2x10⁻²³ ตารางเมตร

2.2.6 สเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDS)

เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยที่ใช้ร่วมกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราด หลักการคือเมื่อตัวอย่างที่ต้องการศึกษาถูกชนด้วยลำอิเล็กตรอน จะเกิดการแตกตัวเป็นไอออน (Ionization) ด้วยการผลักให้อิเล็กตรอนของตัวอย่างให้หลุดออกจากอะตอม อิเล็กตรอนที่อยู่วงโคจร ชั้นถัดไปจะลงเข้ามาแทนที่และปลดปล่อยพลังงานออกมาในรูปรังสีเอกซ์ (X-ray) ซึ่งเรียกว่ารังสีเอกซ์ แบบแคแรกเทอริสติก (Characteristic X-ray) โดยพลังงานของรังสีเอกซ์ชนิดนี้มีค่าเฉพาะตามชนิด ของธาตุ จากนั้นเมื่อรังสีเอกซ์เข้าสู่หัววัดจะสร้างสัญญาณไฟฟ้าซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของ แสงที่ตกกระทบ และส่งไปยังระบบคอมพิวเตอร์เพื่อประเมินและรายงานผลเป็นค่าสเปกตรัมรังสี เอกซ์ต่อไป จึงสามารถใช้ระบุชนิดของธาตุได้

2.2.7 สเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) สเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron spectroscopy, XPS) เป็นเทคนิคที่วิเคราะห์ธาตุและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณพื้นผิวของวัสดุ หลักการคืออิเล็กตรอนใน อะตอมของวัสดุที่ทำการวัดจะดูดกลืนลำแสงโฟตอน (Photon) จนหลุดออกมาพร้อมพลังงานจลน์ค่า หนึ่ง โดยเรียกปรากฏการณ์นี้ว่าโฟโตอิเล็กตริก (Photoelectric effect) เมื่ออิเล็กตรอนวงนอกเข้ามา แทนที่ก็จะคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ ถ้าพลังงานนี้ทำให้อิเล็กตรอนตัวอื่นดูดกลืนแล้ว หลุดออกไปจะเรียกว่าอิเล็กตรอนโอเจ (Auger electron) โดยเครื่องจะทำการวัดพลังงานจลน์ ดังกล่าวแล้วเทียบกับค่าพลังงานยึดเหนียว (Binding energy) ของธาตุที่เราวัด โดยทั่วไปแล้ว สเปกตรัมที่เกิดขึ้นจากอิเล็กตรอนในชั้นต่าง ๆ จะไม่เหมือนกันในแต่ละธาตุ ทำให้สามารถระบุธาตุ องค์ประกอบและสถานะทางเคมีบริเวณพื้นผิวได้ [18]

2.2.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ใช้สำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบ ภายในของตัวอย่าง ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่น เนื่องจากมีกำลังขยายและ ประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก หลักการสร้างภาพโดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุ ผ่านตัวอย่างที่ต้องการศึกษา ซึ่งให้ภาพ 2 มิติ กำลังขยาย 50 ถึง 600,000 เท่า ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า สูงสุด 120 กิโลโวลต์ สามารถทำงานร่วมกับเครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy dispersive xray spectrometer, EDS) ซึ่งทำให้สามารถศึกษาชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุ ของวัสดุหรือสารมลทินบนพื้นผิวของวัสดุที่นำมาศึกษา [19]

2.3 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

Kaizra, Louafi และคณะวิจัย (ปี 2015) สามารถเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย แสงในฟิล์มบางซึ่งเตรียมด้วยเทคนิคการตกตะกอนด้วยไฟฟ้าเคมีโดยใช้ผลึกของทินบริสุทธิ์เป็นสารตั้ง ้ต้น พบว่าในการย่อยสีย้อมเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 10 ส่วนในล้านส่วน ได้ 67 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้แสงช่วงที่มองเห็นได้ โดยการปลูกฟิล์มทินออกไซด์ลงบนเป้าทิน [20] Lee, Kim และ คณะวิจัย (ปี 2019) ประสบความสำเร็จในการเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูได้ 4 – 9 เปอร์เซ็นต์ จากปกติ 37 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงช่วงที่สามารถมองเห็นได้ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้ ้วิธีปลูกทินออกไซด์ลงบนไทเทเนียมไดออกไซด์ [21] Liang, Sun และคณะวิจัย (ปี 2018) สามารถเพิ่ม ประสิทธิภาพของทินออกไซด์ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ซึ่งย่อยสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ได้ 98.3 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 40 นาที ภายใต้แสงความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร ภายใต้เงื่อนไขการเผาที่ 225 องศาเซลเซียส และพบว่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์จะน้อยที่สุดเมื่อเผาที่ 225 องศาเซลเซียส รองลงมาคือ 200 100 ตามลำดับ [22] Liang, Zhang และคณะวิจัย (ปี 2019) ทำการ เพิ่มประสิทธิภาพของทินออกไซด์โดยการเติมคลอรีน และใช้วิธีบดเชิงกลเป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่าการ ย่อยสลายเมทิลออเรนจ์ได้ถึง 99 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 30 นาที ภายใต้แสงช่วงที่ตามองเห็นได้ด้วยความ ยาวคลื่น 420 นาโนเมตร [7] Cui, Wang และคณะวิจัย (ปี 2015) สังเคราะห์ทินออกไซด์ โดยวิธีไฮโดร เทอร์มัลให้เป็นรูปผลึกคล้ายดอกไม้ขนาดเฉลี่ยประมาณ 12 ไมโครเมตร ส่วนที่เป็นกลีบดอกกว้าง 400 ยาว 800 และหนาประมาณ 27 นาโนเมตร ตามลำดับ มีพื้นที่ผิว 7.59 ตารางเมตรต่อกรัม พบว่ามี ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์ 83 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 150 นาที ภายใต้แสงยูวีความ ยาวคลื่น 365 นาโนเมตร [6]

Chen, Jiang และคณะวิจัย (ปี 2021) ประสบความสำเร็จในการตกแต่งคาร์บอนดอทบนทิน ไดออกไซด์โดยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัล พบว่าเพิ่มประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมโรโดมีนบีจาก 20.1 เปอร์เซ็นต์ เป็น 99 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 120 นาที ภายใต้แสงช่วงที่ตามองเห็นได้ [23] Haspulat, Saribel และคณะวิจัย (ปี 2020) ประสบความสำเร็จในการใช้สารลดแรงตึงผิวร่วมกับการสังเคราะห์ ทินออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มัล พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูและโรโดมีนบีเป็น 100 และ 91 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 60 นาที ภายใต้แสงยูวี และสำหรับแสงในช่วงที่สามารถมองเห็นได้คือ 50 และ 60 เปอร์เซ็นต์ [8] Luque และคณะวิจัย (ปี 2020) ใช้แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดเปลือกส้มช่วย

ในการสังเคราะห์ทินไดออกไซด์โดยใช้ความเข้มข้นของสารสกัดเป็น 1 2 และ 4 เปอร์เซ็นต์ ในการ ตกตะกอน เมื่อเผาที่ 400 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง พบว่าทินออกไซด์ที่ได้มีขนาด 4.5 นาโนเมตร และ เมื่อใช้ความเข้มข้นสารสกัดผสมในสารละลายที่ใช้สังเคราะห์ 4 เปอร์เซ็นต์ สารที่ได้จะมีช่องว่าง ระหว่างแถบพลังงาน 3.49 อิเล็กตรอนโวลต์ และมีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยู วีเท่ากับ 95 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 120 นาที [15] Garrafa-Galvez และคณะวิจัย (ปี 2019) ใช้ แหล่งคาร์บอนจากเปลือกมะเขือเทศเป็นสารละลายตัวกลางสังเคราะห์ทินไดออกไซด์ ด้วยวิธี ตกตะกอน หลังจากเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าการใช้สารสกัดจากเปลือก มะเขือเทศผสมในสารละลายตอนสังเคราะห์ 4 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลต่อปริมาตร ทำให้ประสิทธิภาพ การย่อยสลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีดีที่สุดคือ 99 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 120 นาที โดยมีช่องว่าง ระหว่างแถบพลังงานเป็น 4.1 อิเล็กตรอนโวลต์ เนื่องจากขนาดอนุภาคเล็ก และยังพบว่าการผสมสาร สกัด 1 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลต่อปริมาตร ทินออกไซด์จะมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำที่สุดคือ 3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ [24] Singh และคณะวิจัย (ปี 2019) ใช้แหล่งคาร์บอนจากใบทับทิมเป็นสารละลาย ตัวกลางสังเคราะห์ ทินไดออกไซด์โดยวิธีตกตะกอน เผาที่ 400 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง พบว่าทิน ออกไซด์มีการเกาะกลุ่มกันขนาดเล็ก โดยมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน 2.96 อิเล็กตรอนโวลต์ และมี ประสิทธิภาพการย่อยเมทิลีนบลูภายใต้แสงอาทิตย์เท่ากับ 75 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 24 ชั่วโมง [25] González และคณะวิจัย (ปี 2022) ใช้แหล่งคาร์บอนจากต้นลินผสมในสารละลายในการสังเคราะห์ ทินไดออกไซด์ โดยวิธีตกตะกอน หลังจากเผาที่ 400 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง พบว่าการความเข้มข้น ของสารผสมที่มาก มีผลในการลดการรวมตัวของคู่อิเล็กตรอนโฮล (recombination) โดยพบว่าการ ผสมสารสกัด 2 เปอร์เซ็นต์ มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายเมทิลีนบลูเท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์ ในชั่วโมง แรกภายใต้แสงยูวี และ 83.5 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงอาทิตย์เป็นเวลา 180 นาที [26] Honarmand และคณะวิจัย (ปี 2019) ใช้แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดพุทราผสมในสารละลายตอนสังเคราะห์ทินได ้ออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน เผาที่ 500 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง พบว่ามีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมพิ ้ ลีนบลูเท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 5 ชั่วโมง ภายใต้แสงอาทิตย์ และเมื่อทดสอบรอบการใช้งาน 4 รอบ พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมลดลงเพียงเล็กน้อย [27] Chinchillas-Chinchillas และคณะวิจัย (ปี 2022) ใช้แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดเปลือกตะลุมพุก (Tamilnadia uliginosa) เป็นสารละลายตัวกลางสังเคราะห์ ZnO และ ทินออกไซด์₂ ด้วยวิธีตกตะกอน หลังจากเผาที่ 400 องศา เซลเซียส 1 ชั่วโมง เมื่อทดสอบการย่อยสลายเมทิลีน บลูพบว่าซิงค์ออกไซด์และทินไดออกไซด์มี ประสิทธิภาพอยู่ที่ 100 และ 95 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 210 นาที ภายใต้แสงยูวี โดยมีช่องว่าง

ระหว่างแถบพลังงานอยู่ที่ 3.8 และ 3.5 อิเล็กตรอนโวลต์ [28] Gomathi และคณะวิจัย (ปี 2021) ใช้ แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดเปลือกกีวี่ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลต่อประมาตร ผสมใน สารละลายที่ใช้สังเคราะห์ทินไดออกไซด์ โดยวิธีตกตะกอน พบว่าหลังจากเผาที่ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากับ 3.96 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยมีขนาดอนุภาค ประมาณ 45 นาโนเมตร และมีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ 89 เปอร์เซ็นต์ เมทิลออเรนจ์ 87 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 8 นาที และมีประสิทธิภาพการย่อยสลายโรดามีนบีได้ 97 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 6 นาที [29] Fatimah และคณะวิจัย (ปี 2020) ใช้แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดดอกอัญชัน ้ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลต่อปริมาตร ผสมในสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์ทินได ้ออกไซด์ ด้วยวิธีตกตะกอนแล้วเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อย่อยสลายโรดามีนบี ภายใต้แสงยูวี พบขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 7 นาโนเมตร โดยมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเพิ่มขึ้น จาก 3.54 เป็น 3.66 อิเล็กตรอนโวลต์ และพื้นที่ผิวของทินออกไซด์ร่วมกับสารสกัดจากดอกอัญชัน มากกว่า 2 เท่า และประสิทธิภาพการย่อยสลายสี่ย้อมยังดีกว่าไม่ใช้สารสกัดจากดอกอัญชันถึง 30 เปอร์เซ็นต์ [30] I. Buniyamin และคณะวิจัย (ปี 2021) ใช้แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดใบต้นกายูการู เป็นสารละลายตัวกลางสังเคราะห์ทินไดออกไซด์ โดยวิธีตกตะกอน พบว่าหลังจากเผาที่ 700 องศา เซลเซียส 3 ชั่วโมง แล้วทดสอบการย่อยสลายเมทิลีนบลูมีประสิทธิภาพ 83 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 70 นาที ภายใต้แสงยูวีและ 80 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงฟลูออเรสเซนท์ [31] Wicaksono และคณะวิจัย (ปี 2020) ใช้แหล่งคาร์บอนจากสารสกัดผักโขมแดงผสมในสารละลายที่ใช้สังเคราะห์ทินไดออกไซด์โดย ้วิธีตกตะกอน พบว่าหลังจากเผาที่ 400 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ทินไอออกไซด์มีช่องว่างระหว่างแถบ พลังงงานเป็น 3.52 อิเล็กตรอนโวลต์ เมื่อทดสอบการย่อยสลายโบรโมฟีนอลบลู พบว่าประสิทธิภาพ อยู่ที่ 96.04 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 180 นาที ภายใต้แสงยูวี [32] Baoyan Liang และคณะวิจัย (ปี 2018) พบว่าการสังเคราะห์ทินออกไซด์โดยการเผาที่ 225 องศาเซลเซียส จะมีประสิทธิภาพที่ดีที่สุดใน การย่อยสลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์เท่ากับ 98.3 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 40 นาที ภายใต้แสงช่วงที่ตา มองเห็น เนื่องจากมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานต่ำที่สุดคือ 1.40 อิเล็กตรอนโวลต์ [22] Wenxiu LIU และคณะวิจัย (ปี 2018) ได้ทำการสังเคราะห์ทินออกไซด์โดยเปลี่ยนจากน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายเป็นเอ ทานอล พบว่าขนาดอนุภาคของทินออกไซด์ลดจาก 4 ถึง 10 ไมโครเมตร เหลือเพียง 1 ถึง 2 ไมโครเมตร และความหนาของแผ่นผลึกทินออกไซด์ลดจาก 200 ถึง 500 นาโนเมตร เหลือ 20 ถึง 30 นาโนเมตร แต่มีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเป็น 3.12 อิเล็กตรอนโวลต์ เทียบกับการใช้น้ำเป็นตัวทำ ละลายคือ 2.88 อิเล็กตรอนโวลต์ [33]

Yuwei Chen และคณะวิจัย (ปี 2021) ได้ทำการดัดแปลงผิวของทินไดออกไซด์ด้วยไนโตรเจน และคาร์บอนดอท 1 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล พบว่าสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโรดามีน บีได้จาก 20.1 เป็น 99.0 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงช่วงที่ตามองเห็นได้ในเวลา 120 นาที และลดช่องว่าง ระหว่างแถบพลังงานจาก 3.31 เป็น 3.14 อิเล็กตรอนโวลต์ [23] Hui Zhang และคณะวิจัย (ปี 2016) ได้ดัดแปลงพื้นผิว g-C₃N₄ ด้วยคาร์บอนดอท 0.5 เปอร์เซ็นต์ พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายฟันอล ดีขึ้น 3.7 เท่า หรือภายใน 200 นาที ภายใต้แสงที่ตามองเห็น เมื่อเทียบกับ g-C₃N₄ เพียงอย่างเดียวซึ่ง ย่อยสลายได้เพียง 50 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากคาร์บอนดอทที่ใช้ดัดแปลงผิวทำหน้าที่ลดพลังงานกระตุ้น ได้ [34] Zhijie Xie และคณะวิจัย (ปี 2018) ได้ทำการดัดแปลงผิวของ g-C₃N₄ และ MoO₃/ g-C₃N₄ ด้วยคาร์บอนดอท 0.5 เปอร์เซ็นต์ พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายเตตระไซคลินภายใต้แสงที่ตา มองเห็นภายใน 90 นาที ดีขึ้น 46.2 และ 3.5 เท่า ตามลำดับ เทียบกับตัวเร่งที่ไม่ได้ดัดแปลงพื้นผิว [35]



บทที่ 3

้เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

- เครื่อง X-ray diffraction spectroscopy ยี่ห้อ Malvern Panalytical รุ่น Aeris

- เครื่อง Field emission scanning electron microscopy/Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (FE-SEM/EDS) ยี่ห้อ Tescan รุ่น Mira3

- เครื่อง Dynamic Light Scattering Nano-Particle Size Analyzer (DLS) ยี่ห้อ Malvern รุ่น Nano ZS

- เครื่อง UV-visible diffuse reflectance spectroscopy (UV-Vis) รุ่น Shimadzu UV 2600i

- เครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น Frontier

- เครื่อง Transmission electron microscope (TEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM3100F

- เครื่อง Surface area and porosity analyzer (BET) ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น TriStar II

3020

- เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) ยี่ห้อ Axis Ultra รุ่น DLD
- เครื่องไมโครเวฟ ยี่ห้อ Samsung รุ่น MS23F300EEK
- หลอดยูวี ยี่ห้อ EVE รุ่น BLB 18 W

3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

- บีกเกอร์ขนาด 50 100 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- ขวดปริมาตรขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร
- ตะแกรงใส่หลอดทดลอง
- ปิเปตขนาด 1 3 5 และ 50 มิลลิลิตร

- แท่งแก้วคนสาร
- กระบอกตวง
- หลอดหยดสาร
- ไมโครปิเปต
- เครื่องกวนสาร
- ตู้อบแห้ง
- เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
- ขวดแก้วสังเคราะห์สาร 100 มิลลิลิตร
- หลอดทดลอง
- เครื่องปั่นเหวี่ยง
- 3.3 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย
 - Tin(II) chloride dihydrate (SnCl₂·2H₂O) (AR grade, Kemaus)
 - Sodium hydroxide (NaOH) (AR grade, Kemaus)
 - Methylene blue (C₁₆H₁₈ClN₃S) (AR grade, Carlo Erba)
 - 1,4 Benzoquinone (Acros organic)
 - Tert-butyl alcohol (t-butanal) (Fluka chemika)
 - Ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA) (Fluka)

- เครื่องดื่มยี่ห้อซี-วิท (C–Vitt) มีส่วนประกอบเป็นน้ำตาล 11 เปอร์เซ็นต์ น้ำมะนาว (จากน้ำ มะนาวเข้มข้น) 6 เปอร์เซ็นต์ และวิตามินซี 0.06 เปอร์เซ็นต์

- Hydrogen peroxide (H $_2O_2$) 50 % (W/W) (Standard grade, Thai peroxide)
- น้ำกลั่น

3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การสังเคราะห์ทินออกไซด์ด้วยวิธีตกตะกอน

การเตรียมทินออกไซด์ทำได้โดยชั่งทินคลอไรด์ไดไฮเดรต 2.256 กรัม ใส่ลงในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร จากนั้นกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก 3 นาที แล้วหยดโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร จนได้ค่า pH เท่ากับ 2 4 6 8 และ 10 ภายในเวลา 10 นาที จากนั้นกวนต่ออีก 1 ชั่วโมง นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยงให้ตกตะกอน แล้วนำตะกอนที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่น 7 รอบ และเอทานอล 3 รอบ ก่อนที่จะนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำมาบดให้ละเอียด จากนั้นทดสอบประสิทธิภาพการย่อย สลายสีย้อมเพื่อหาเงื่อนไขการสังเคราะห์ดีที่สุด นำทินออกไซด์ที่มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสี ย้อมเมทิลีนบลูที่ดีที่สุด เพิ่มเงื่อนไขอุณหภูมิเผาเป็น 100 150 200 250 และ 300 องศาเซลเซียส เป็น เวลา 3 ชั่วโมง



ภาพที่ 3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ CDs

3.4.2 การสังเคราะห์คาร์บอนดอท

การสังเคราะห์คาร์บอนดอท (CDs) ทำได้โดยนำไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล ปริมาตร 3 มิลลิลิตร ใส่ลงในเครื่องดื่มยี่ห้อซี-วิท ปริมาตร 35 มิลลิลิตร แล้วใส่ใน ตู้ไมโครเวฟ ใช้กำลังไฟ 800 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที เมื่อปั่นเหวี่ยง 5 นาที แล้วแยกตะกอนออกจะได้ สารละลายคาร์บอนดอท ดังแสดงในภาพที่ 3

3.4.3 การสังเคราะห์สารผสมระหว่างทินออกไซด์และคาร์บอนดอท

การสังเคราะห์สารผสมระหว่างทินออกไซด์และคาร์บอนดอททำได้โดยนำทินออกไซด์ 0.4 กรัม ใส่ลงในน้ำกลั่น 150 มิลลิลิตร หยุดสารละลายคาร์บอนดอทความเข้มข้น 63.84 มิลลิกรัมต่อ มิลลิลิตร ปริมาตร 0.063 0.16 และ 0.33 มิลลิลิตร หรือ 1 2.5 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ตามลำดับ จากนั้นกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก 2 ชั่วโมง แยกตะกอนออกโดยใช้เครื่องเหวี่ยง 5 นาที อบที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เพื่อไล่ความชื้น 20 ชั่วโมง เมื่อบดให้ละเอียดจึงได้สารผสมคาร์บอนดอท ในอัตรา 1 2.5 และ 5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล

3.5 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของทินออกไซด์

3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างและคุณสมบัติต่าง ๆ

ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของทินออกไซด์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD, X-ray diffraction spectroscopy, Malvern Panalytical, Aeris model) โดยใช้แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์เป็น ทองแดง ความยาวคลื่น 0.154 นาโนเมตร ทดสอบที่มุม 20 – 80 องศา คำนวณขนาดผลึกด้วยสมการ เชอร์เรอร์

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{14}$$

โดย *K* คือ ค่าคงที่ของรูปร่างซึ่งใช้ค่าประมาณ 0.9

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการทดสอบ ประมาณ 0.154 นาโนเมตร β คือ ความกว้างของพีค ณ ความสูงครึ่งหนึ่ง (full width half maximum,

FWHM) หน่วยองศาเรเดียน

θ คือ มุมของแบรก หน่วยองศา

3.5.2 การตรวจสอบลักษณะรูปร่างและวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ

ศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM, field emission scanning electron microscope, Tescan Mira 3 model) และเครื่อง TEM (Transmission electron microscope, JEOL/ JEM3100F) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยส เปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์ (Energy dispersive X-ray analysis)

3.5.3 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน

จำแนกประเภทของสารอินทรีย์ด้วยเครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีของ สารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วงอินฟราเรด (Fourier transform infrared spectroscopy, PerkinElmer, Frontier) และศึกษาองค์ประกอบทางเคมีที่พื้นผิวด้วยเครื่องวิเคราะห์วัสดุนาโนโดย เทคนิคสเปกโตรสโกปีโฟโตอิเล็กตรอนด้วยรังสีเอกซ์ (X – ray photoelectron spectroscopy, Axis Ultra DLD)

3.5.4 การตรวจสอบสมบัติทางแสง

ทดสอบดูดกลืนแสงในช่วงยูวีจนถึงแสงช่วงที่ตามองเห็นได้ด้วยเครื่องยูวี-วิสสิเบิลสเปกโทร โฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectroscopy, Orion Aquamate 8000) ศึกษาช่องว่างระหว่าง แถบพลังงานด้วยเครื่องวัดการสะท้อนกระจายของแสงยูวีและแสงช่วงที่ตามองเห็นได้ (UV-visible diffuse reflectance spectroscopy, Shimadzu UV-2600i) โดยใช้ค่าความยาวคลื่นที่ทินออกไซด์ ดูดกลืนคำนวณหาช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน [36] ตามสมการของพลังค์

$$E_g = \frac{hc}{e\lambda_{onset}} \approx \frac{1240}{\lambda_{onset}}$$
(15)

- โดย E_a คือ ช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน หน่วยอิเล็กตรอนโวลต์
 - λ_{onset} คือ ความยาวคลื่นที่ทินออกไซด์ดูดกลืน หน่วยนาโนเมตร
 - h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ ประมาณ 6.626×10⁻³⁴ จูลวินาที
 - c คือ ความเร็วคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ประมาณ 3x10⁸ เมตรต่อวินาที
 - e คือ ประจุอิเล็กตรอน ประมาณ 1.6x10⁻¹⁹ คูลอมบ์

3.5.5 การตรวจสอบการกระจายตัวของอนุภาค

ศึกษาการกระจายตัวของกลุ่มอนุภาคที่จับตัวกันของทินออกไซด์ด้วยเครื่อง Dynamic Light Scattering Nano-Particle Size Analyzer (DLS) ยี่ห้อ Malvern รุ่น Nano ZS

3.5.6 การตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุน

ตรวจสอบพื้นที่ผิวโดยการดูดซับก๊าซด้วยเครื่อง Surface area and porosity analyzer (BET) ยี่ห้อ Micromeritics รุ่น TriStar II 3020

3.6 การย่อยสลายสีย้อม

3.6.1 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อม

เตรียมสารละลายสีย้อมเมทิลีนบลูเข้มข้น 15 ส่วนในล้านส่วน หรือประมาณ 4.69×10⁻⁵ โมล ต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ทินออกไซด์จำนวน 0.05 กรัม แล้วกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กในที่ มืด 60 นาที เพื่อให้ผิวของทินออกไซด์อิ่มตัวจากการดูดซับสีย้อม จากนั้นคำนวณค่าประสิทธิภาพการ ย่อยสลายสีย้อม (%*C*/*C*₀) ภายใต้แสงยูวีโดยการเก็บสารละลายตัวอย่าง 3 มิลลิลิตร ทุก 10 นาที เพื่อ หาประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมจากค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ที่วัดด้วย เครื่องยูวี-วิสสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งคำนวณได้จากสมการ

$$\% C/C_0 = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100$$
 (16)

และค่าคงที่การย่อยสลายสีย้อม (k) คำนวณได้จากสมการ

$$\ln\left(\frac{c}{c_0}\right) = -kt \tag{17}$$

โดยที่ \mathcal{C}_0 และ \mathcal{C} คือ ความเข้มข้นของสีย้อมก่อนเริ่มทำการทดลอง และความเข้มข้น ณ เวลา t ใด ๆ ในหน่วยนาที

3.6.2 การทดสอบปริมาณอนุมูลที่เกิดขึ้น

การทดสอบปริมาณของอนุมูลในทินออกไซด์ทำได้โดย เตรียมสารละลายสีย้อมเข้มข้น 4.69×10⁻⁵ โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร แล้วใส่ทินออกไซด์ 0.05 กรัม จำนวน 4 บิกเกอร์ จากนั้น เติมน้ำกลั่น เบนโซควิโนน บิวทานอล กรดเอทิลีนไดอามีนเตตราอาเซติกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร เพื่อเป็นการอ้างอิง และจับอนุมูลซูเปอร์ออกไซด์ (O₂*) อนุมูลไฮดรอกซิล (*OH) และโฮล (h*) ตามลำดับ แล้วกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กในที่มืด 60 นาที หลังจากฉายแสงยูวี สุ่มเก็บตัวอย่างครั้ง ละ 3 ถึง 5 มิลลิลิตร ทุก 10 นาที เพื่อนำไปวัดความเข้มข้นของสีย้อมที่ลดลงโดยพิจารณาที่ความยาว คลื่น 664 นาโนเมตร ด้วยเครื่องด้วยเครื่องยูวี-วิสสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.6.3 ประสิทธิภาพการใช้ซ้ำของตัวเร่งปฏิกิริยา

ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมซ้ำทำได้โดย นำทินออกไซด์ที่ผ่านการทดสอบการย่อย สลายสีย้อมแล้วมาปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน จากนั้นอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง แล้ว ทำการทดสอบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมซ้ำ ซึ่งแผนภาพขั้นตอนการทดลองทั้งหมดแสดงไว้ใน ภาพที่ 4



บทที่ 4 ผลการทดลอง และอภิปรายผล

4.1 การสังเคราะห์ทินออกไซด์ที่สภาวะต่าง ๆ

4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน

การสังเคราะห์สารโดยปรับเปลี่ยนค่า pH ของสารละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ตั้งแต่ pH เท่ากับ 2 ถึง 12 พบลักษณะของทินออกไซด์แสดงในภาพที่ 5 และจากภาพที่ 5 พบว่าเมื่อไม่ใช้ โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการทำปฏิกิริยา พบว่าทินออกไซด์จะมีสีค่อนข้างขาวเนื่องจากเฟสของ ้องค์ประกอบเป็นทินไฮเดรตค่อนข้างมาก เพราะมีไฮดรอกไซด์ไอออนไม่มากพอในการทำปฏิกิริยา คอนเดนเซชัน แต่เมื่อเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์จน pH เป็น 2 พบว่าสีชองทินออกไซด์เป็นสีเทา และที่ pH เท่ากับ 4 ทินออกไซด์มีสีดำแสดงถึงเฟสหลักของทินออกไซด์ที่มีสีดำ ที่ pH สูงขึ้นทินออกไซด์จะมี เฟสของทินออกไซด์น้อยลงเนื่องจากสีจางลง [37] เหตุผลเพราะเมื่อหมู่ไฮดรอกไซด์จากโซเดียมไฮดร อกไซด์มีมากเกินพอจะทำให้ทินไฮดรอกไซด์เปลี่ยนเป็นทินออกไซด์ได้เร็ว จึงเป็นทินไดออกไซด์ได้เร็ว เช่นกัน และอีกเหตุผลหนึ่งคือหมู่ไฮดรอกไซด์ในสารละลายที่มากทำให้ทินไฮดรอกไซด์เปลี่ยนเป็นทิน ออกไซด์ได้น้อย ทินออกไซด์ที่ pH ตั้งแต่ 6 ขึ้นไปจึงเริ่มมีสีออกขาวซึ่งเป็นสีของทินไดออกไซด์และ ทินไฮดรอกไซด์ ภาพที่ 6 แสดงลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์โดย (a) ไม่เติมโซเดียมไฮดรอก ไซด์ (b) pH เท่ากับ 2 (c) pH เท่ากับ 4 (d) pH เท่ากับ 6 (e) pH เท่ากับ 8 (f) pH เท่ากับ 10 และ (e) pH เท่ากับ 12 และเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าสีของทินออกไซด์ ออกไปทางสีเทาดำทั้งหมด ทั้งนี้เนื่องจากการเปลี่ยนเฟสของทินไฮเดรตซึ่งมีสีขาว ไปเป็นเฟสของทิน ออกไซด์และทินไดออกไซด์เนื่องจากอุณหภูมิเผาที่สูงขึ้น แต่ไม่สูงพอที่จะทำให้ทินออกไซด์เปลี่ยนเฟส เป็นทินไดออกไซด์ได้ทั้งหมด ในภาพที่ 7 แสดงลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 โดย (a) ไม่เผา และเผาที่ (b) 100 (c) 150 (d) 200 (e) 250 และ (f) 300 องศาเซลเซียส พบทิน ออกไซด์มีสีเทาดำผสมกันแสดงถึงเฟสผสมกันของทินไฮเดรตทินออกไซด์และทินไฮดรอกไซด์


ภาพที่ 6 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 7 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 โดยผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.1.2 โครงสร้างทางเคมีของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน

ผลการวิเคราะห์ทินออกไซด์ในแต่ละ pH ด้วยเครื่อง XRD โดยไม่ผ่านการเผาแสดงในภาพที่
พบว่าถ้าไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ทินออกไซด์ที่ได้มีลีกษณะอสัณฐาน เนื่องจากไม่มีหมู่ไฮดรอก
ไซต์ในสารละลายมากพอในการเกิดทินออกไซด์ จึงคงเหลือไว้แต่เฟสของทินไฮเดรต แต่เมื่อเติม
โซเดียมไฮดรอกไซด์จนสภาวะของสารละลายมีค่า pH ตั้งแต่ 2 ขึ้นไปพบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม
29.86 33.29 31.13 47.79 50.72 57.38 62.03 และ 69.90 องศา แสดงถึงระนาบ (101) (110) (002)
(200) (112) (211) (202) และ (220) ตามสำดับ ตรงกับ JCPDS 72 - 1012 [38] ระบุว่าเป็นทิน
ออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล และที่มุม 25.18 26.97 31.97 35.79 39.57 46.98
47.43 51.51 52.93 54.41 56.80 59.10 และ 63.14 องศา แสดงถึงระนาบ (112) (211) (212) (310)
(004) (313) (214) (420) (332) (314) (215) (501) และ (512) ตามลำดับ ระบุว่าเป็นทินไฮเดรตที่มี
โครงสร้างแบบเตตระโกนอล ซึ่งตรงกับ JCPDS 46 - 1486 [39] ซึ่งผลเป็นไปตามสมการที่ (19) ถึง
(22) [40] ส่งผลให้ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยของเฟสทินออกไซด์โดยสมการเซอร์เรอร์เท่ากับ 22.01
19.08 และ 18.67 นาโนเมตร ซึ่งเล็กลงตามลำดับเนื่องจากสมดุลของปฏิกิริยาดังที่กล่าวมา ตั้งแต่ที่
pH เท่ากับ 8 และ 10 ขนาดอนุภาคจะเริ่มใหญ่ขึ้นเป็น 30.67 และ 35.77 นาโนเมตร ตามลำดับ
เนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกไซด์จากโซด์จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีปริมาณมากขึ้น เมื่อสารละอายอยู่ในสภาวะเบส

จะมีเฟสของทินไฮดรอกไซด์มากขึ้น ทำให้เกิดเฟสของทินออกไซด์มากขึ้นตามไปด้วย และเฟสของทิน ออกไซด์บางส่วนจะเริ่มเปลี่ยนเป็นเฟสของทินไดออกไซด์ตามสมการที่ (23) ถึง (25) [41] โดย พิจารณาจากมุม 26.61 33.89 และ 51.78 แสดงถึงระนาบ (110) (101) และ (211) ตามลำดับ ตรง กับ JCPDS 41 – 1445 [42] ระบุว่าเป็นทินไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล

ภาพที่ 8 แสดง XRD ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียสเป็น เวลา 3 ชั่วโมง พบเฟสของทินไดออกไซด์โครงสร้างผลึกเตตระโกนอลจาก JCPDS 41 – 1445 ในทุก เงื่อนไขการสังเคราะห์ เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้น [43] แต่ที่ pH เท่ากับ 8 และ 10 พบเฟสของทิน ออกไซด์ตาม JCPDS 72 – 1012 ทั้งนี้เนื่องจากหมู่ไฮดรอกไซด์ที่มากเกินพอในกระบวนการสังเคราะห์ ทำให้มีเฟสของทินไฮดรอกไซด์อยู่มาก / / ทำให้พลังงานจากการเผาไม่เพียงพอที่จะเปลี่ยนเฟสทิน ออกไซด์เป็นทินไดออกไซด์ทั้งหมด จึงเหลือผลึกของเฟสทินออกไซด์อยู่เล็กน้อยที่ pH เท่ากับ 8 และ มากขึ้นเมื่อ pH เป็น 10 ขนาดผลึกของเฟสทินไดออกไซด์ในเงื่อนไขทินออกไซด์ที่เติมโซเดียมไฮดรอก ไซด์ตามสมการเชอร์เรอร์เป็น 13.75 นาโนเมตร แต่ทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 มีขนาดผลึกเฉลี่ยเป็น 12.01 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าเนื่องจากการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ทำให้เกิดปฏิกิริยาคอนเดน เซชันมากขึ้น ส่งผลให้อนุภาคของทินออกไซด์ในเฟสของทินออกไซด์แยกเป็นเกรนได้ชัดขึ้น จึงมีพื้นที่ สัมผัสความร้อนจากการเผาได้มากขึ้น ทินไฮดรอกไซด์จึงเปลี่ยนเฟสเป็นทินออกไซด์และทินได ออกไซด์ได้ง่ายกว่าในเงื่อนไขที่ไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 4 และ 6 จะมี ขนาดผลึกของเฟสทินไดออกไซด์ใหญ่ขึ้น เป็น 16.71 และ 24.35 นาโนเมตร เนื่องจากในการ สังเคราะห์มีปฏิกิริยาคอนเดนเซชันที่มากกว่า จึงเกิดหมู่ไฮดรอกไซด์จากโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ มากกว่า ทำให้ทินไฮเดรตเปลี่ยนเป็นทินออกไซด์มากและสมบูรณ์ขึ้น ดังนั้นเฟสของทินออกไซด์จึงมี พื้นที่สัมผัสความร้อนมากตั้งแต่เริ่มเผา และความร้อนจากการเผาสามารถทำให้ผลึกโตขึ้นได้โดยไม่ เสียพลังงานมากเท่ากับทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 และที่ไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในการเปลี่ยน เฟสทินไฮเดรตที่เหลือเป็นทินออกไซด์ก่อนแล้วจึงเป็นทินไดออกไซด์ ส่วนทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 8 และ 10 ขนาดผลึกจะเริ่มลดลงอยู่ที่ 19.38 และ 18.94 นาโนเมตร เนื่องจากหมู่ไฮดรอกไซด์จาก โซเดียมไฮดรอกไซด์ระหว่างปฏิกิริยาตกตะกอนร่วม ทำให้เกิดเฟสของทินไฮเดรตมากขึ้นตามสมการที่ (22) จึงส่งผลให้การเปลี่ยนเฟสเป็นทินไดออกไซด์ตามสมการที่ (23) ถึง (25) เป็นไปได้ช้าลง ทำให้ ขนาดผลึกเฉลี่ยเล็กลง โดยในตารางที่ 1 แสดงขนาดผลึกโดยเฉลี่ยของทินออกไซด์แต่ละเงื่อนไข

$$SnCl_2 \cdot 2H_2O + H_2O \leftrightarrow Sn^{2+} + 2Cl^- + 3H_2O$$
 (18)

$$Sn^{2+} + H_2 0 \iff Sn(OH)^+ + H^+ \tag{19}$$

$$2Sn^{2+} + 2H_2O \iff Sn_2(OH)_2^{2+} + 2H^+$$
(20)

$$3Sn^{2+} + 4H_20 \iff Sn_3(0H)_4^{2+} + 4H^+$$
(21)

$$2Sn_3(0H)_4^{2+} + 40H^- \leftrightarrow Sn_6O_4(0H)_4 + 4H_2O$$
⁽²²⁾

$$Sn_6O_4(OH)_4 \to 6SnO + 2H_2O \tag{23}$$





ภาพที่ 8 XRD ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ผ่านการเผา



ภาพที่ 9 XRD ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH ผ่านการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส

พินอออไซล์ที่สุดภายต่าง ต	ขนาดผลึกที่คำนวณได้ (นาโนเมตร)			
N 1 9 9 1 1 9 9 1 4 9	ไม่เผา	เผาที่ 400 องศาเซลเซียส		
No – NaOH	อสัณฐาน	13.75		
pH = 2	22.01	12.01		
pH = 4	19.08	16.71		
pH = 6	18.67	24.35		
pH = 8	30.67	19.38		
pH = 10	35.77	18.94		

ตารางที่ 1 ขนาดผลึกโดยเฉลี่ยคำนวณจากสมการเซอร์เรอร์ของทินออกไซด์แต่ละเงื่อนไข

4.1.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน

ภาพที่ 13 (a) แสดง SEM กำลังขยาย 100,000 เท่า จะสังเกตเห็นอนุภาคของทินไฮเดรต ชัดเจน และภาพที่ 10 (b) แสดงเฟสของทินออกไซด์ที่มีลักษณะคล้ายแผ่นขนาดเฉลี่ยประมาณ 39.4 นาโนเมตร เกาะก้อนกัน โดยมีเฟสของทินไฮเดรตปนอยู่น้อยที่สุด และมากขึ้นในทินออกไซด์ pH เท่ากับ 4 ดังแสดงในภาพที่ 10 (c) ซึ่งมีลักษณะของความพรุนตัวมากที่สุด จากภาพที่ 11 (a) แสดง SEM กำลังขยาย 100,000 เท่า ของทินออกไซด์ที่ไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เผาที่อุณหภูมิ 400 องศา

พบว่าทินออกไซด์มีลักษณะอนุภาคของทินไดออกไซด์ที่ผิวเชื่อมติดกันที่ผิว เมื่อเติม เซลเซียส โซเดียมไฮดรอกไซด์จนได้ pH เป็น 2 และ 4 ดังภาพที่ 11 (b) และ 11 (c) ตามลำดับ พบว่าลักษณะ ของทินออกไซด์มีความพรุนหลังการเผาค่อนข้างมาก เนื่องจากก่อนเผาทินออกไซด์มีเฟสของทิน ้ออกไซด์เป็นแผ่นเกาะกันเป็นทรงกลม เมื่อเผาแล้วส่วนที่สัมผัสกับความความร้อนจะเปลี่ยนเฟสเป็น ทินไดออกไซด์ซึ่งมีลักษณะเป็นอนุภาคขนาดระดับนาโนเมตรอัดกันแน่น จึงทำให้ทินออกไซด์มี ้ลักษณะดังที่เห็น เมื่อทินออกไซด์มี pH เท่ากับ 6 ในภาพที่ 11 (d) จะเริ่มมีลักษณะแน่นขึ้นเนื่องจาก ้ก่อนการเผาทินออกไซด์มีลักษณะเป็นผลึกเล็ก ๆ ทำให้เมื่อทินออกไซด์สัมผัสกับความร้อนแล้วเปลี่ยน เฟสเป็นทินไดออกไซด์ที่มีลักษณะแน่นขึ้น ส่วนภาพที่ 11 (e) และ 11 (f) มีลักษณะเป็นอนุภาคชัดเจน และมีเฟส ส่วนที่มีลักษณะเป็นแผ่นคือเฟสทินออกไซด์ตาม XRD เนื่องจากก่อนการเผามีเฟสของทินไฮ จึงทำให้เมื่อเผาแล้วไม่สามารถเปลี่ยนเฟสเป็นทินไดออกไซด์ได้ทั้งหมด ดรอกไซด์ค่อนข้างมาก เนื่องจากทินไฮดรอกไซด์ต้องเปลี่ยนเป็นทินออกไซด์ก่อน จึงเปลี่ยนเป็นทินไดออกไซด์ได้ เมื่อพิจารณา จากองค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่ไม่ผ่านการเผาจาก EDS ดังแสดงในตารางที่ 2 พบว่า อัตราส่วนของ Sn : O จะน้อยลงตามค่า pH ที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากในสารละลายสภาวะกรดหมู่ไฮดร อกไซด์ที่มาจากโซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำปฏิกิริยาคอนเดนเซชันกับทินไฮดรอกไซด์เกิดเป็นทิน ออกไซด์ และเมื่อไฮดรอกไซด์ไอออนเพิ่มขึ้นจะเกิดเป็นทินไดออกไซด์เพิ่มขึ้นในสารละลายสภาวะเบส สังเกตจากผลการทดลองที่ pH เท่ากับ 8 ขึ้นไปจะมีองค์ประกอบของออกซิเจนมากขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ตารางที่ 3 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH เผาที่ 400 องศาเซลเซียส พบว่า ออกซิเจนมากขึ้นในทุกเงื่อนไข pH เนื่องจากอุณหภูมิจากการเผาทำให้ทินออกไซด์เปลี่ยนเฟสจาก ทินไฮเดรตเป็นทินออกไซด์และเป็นทินไดออกไซด์ตามลำดับ



(a) ไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์













ภาพที่ 11 SEM กำลังขยาย 100,000 เท่า ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH เผาที่ 400 องศาเซลเซียส

ทินออกไซด์ที่		Sp. ()					
สภาวะต่าง ๆ	Sn	0	С	Cl	อะตอมเจือปน	5n : U	
No – NaOH	37.15	29.13	18.17	12.29	3.26	1:0.78	
pH = 2	33.16	30.16	23.80	9.83	3.05	1:0.91	
pH = 4	35.13	36.73	20.36	4.11	3.67	1 : 1.05	
pH = 6	34.23	35.67	19.87	6.83	3.40	1:1.04	
pH = 8	36.67	45.84	12.18	2.34	2.97	1 : 1.25	
pH = 10	34.80	44.25	16.75	0.57	3.63	1 : 1.27	

ตารางที่ 2 องค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ผ่านการเผา

4.1.4 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน

ภาพที่ 12 แสดงความยาวคลื่นซึ่งถูกดูดกลืนโดยทินออกไซด์แต่ละ pH โดยไม่เผา พบว่าค่า ความยาวคลื่นที่กระตุ้นอิเล็กตรอนได้มากที่สุด (λ_{onset}) คือที่ pH เท่ากับ 6 pH เท่ากับ 4 pH เท่ากับ 2 และไม่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีค่าเป็น 394 377 378 และ 364 นาโนเมตร ตามลำดับ ซึ่งเมื่อ คำนวณด้วยสมการของพลังค์จะได้ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานดังแสดงไว้ในตารางที่ 4 ซึ่งมีค่า ใกล้เคียงกัน แต่ทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 8 และ pH เท่ากับ 10 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานจะมาก ขึ้นเนื่องจากเกิดเฟสของทินไดออกไซด์เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับผลของ XRD SEM และ EDS ในภาพที่ 13 แสดงการหา λ_{onset} ของทินออกไซด์แต่ละ pH เผาที่ 400 องศาเซลเซียส พบว่าช่องว่างระหว่าง แถบพลังงานที่คำนวณได้มีค่าประมาณ 3.55 - 3.64 อิเล็กตรอนโวลต์ [44] เนื่องจากเฟสของทินได ออกไซด์ที่เกิดจากอุณหภูมิเผาซึ่งสอดคล้องกับผล XRD SEM และ EDS เช่นเดียวกัน

ทินออกไซด์ที่		Sp. ()				
สภาวะต่าง ๆ	Sn	0	c	CL	อะตอมเจือปน	50.0
No – NaOH	42.43	41.19	12.54	1.21	2.63	1:0.97
pH = 2	31.63	46.03	17.62	1.32	3.40	1 : 1.45
pH = 4	34.59	45.44	15.05	1.41	3.51	1 : 1.31
pH = 6	36.79	44.95	13.76	1.08	3.51	1 : 1.22
pH = 8	35.33	45.64	14.54	0.86	3.63	1 : 1.29
pH = 10	35.06	35.06	14.59	0.92	4.13	1 : 1.29

ตารางที่ 3 องค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH เผาที่ 400 องศาเซลเซียส









ภาพที่ 13 การหา **λ**_{onset} ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.1.5 พื้นที่ผิวของทินออกไซด์ที่ pH ต่างกัน

ภาพที่ 14 แสดงกราฟการดูดซับและคายก๊าซไนโตรเจนของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่ เผา ซึ่งเป็นกราฟไอโซเทอมชนิดที่ 4 (type IV) โดยพบว่าพื้นที่ผิวของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 มีค่า มากที่สุด รองลงมาคือ pH เท่ากับ 4 และ pH เท่ากับ 6 ตามลำดับ รวมถึงขนาดรูพรุนเฉลี่ยและ ปริมาตรรูพรุนซึ่งแสดงไว้ในตารางที่ 5 เนื่องจากในการสังเคราะห์ที่ pH สูงขึ้น ในระบบจะมีหมู่ไฮดร อกไซด์ที่มากซึ่งมาจากโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำให้เกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันได้เร็วมากขึ้น ผลคือทิน ออกไซด์จะมีลักษณะเป็นอนุภาคที่ชัดเจนและใหญ่ขึ้นตามลำดับ จึงทำให้พื้นที่ผิวน้อยลงตามลำดับ ภาพที่ 15 แสดงการกระจายของขนาดรูพรุนของทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH เท่ากับ 2 4 และ 6 พบว่ารูพรุนของทินออกไซด์ทุกเงื่อนไขการสังเคราะห์มีรูพรุนทั้ง 3 ชนิดอยู่ด้วยกัน คือ รูพรุนขนาดเล็ก มีขนาดน้อยกว่า 2 นาโนเมตร รูพรุนขนาดกลางมีขนาด 2 ถึง 50 นาโนเมตร และรูพรุนขนาดใหญ่กว่า 50 นาโนเมตร

พินอออไซด์ที่สุดวาะต่าง ต	ช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (eV)			
	ไม่เผา	เผาที่ 400 องศาเซลเซียส		
No - NaOH	3.40	3.55		
pH = 2	3.29	3.60		
pH = 4	3.28	3.64		
pH = 6	3.15	3.62		
pH = 8	3.67	3.57		
pH = 10	3.67	3.57		

ตารางที่ 4 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ในแต่ละเงื่อนไข

a	_	ਕ ਕ	9				9	ч	6
ตารางท	5	9/19/19/	เผาและ	<u>'</u> 9191'	າ໑ຘຆຨ	ราเขอ	(19/19 J	ิจจกไ	ଶ୍ୱାର
VII OINVI	\mathcal{I}	11101	111 9 9 9 9 9 1 6	Uю	I VI d VI	ă 16 O O	11110	0011	OVI

ทินออกไซด์ที่	พื้นที่ผิว (ตารางเมตร	ขนาดรูพรุนเฉลี่ย	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์
สภาวะต่าง ๆ	ต่อกรัม)	(นาโนเมตร)	เซนติเมตรต่อกรัม)
pH = 2	36.37	21.4695	0.1908
pH = 4	25.72	27.9185	0.1703
pH = 6	9.62	26.6296	0.0573



ภาพที่ 15 การกระจายขนาดรูพรุนในทินออกไซด์ที่ pH ต่าง ๆ

4.1.6 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์เมื่อสังเคราะห์ที่ pH ต่างกัน

ภาพที่ 16 แสดงประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูความเข้มข้น 150 ส่วนในล้าน ส่วน ของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่เผา พบว่าประสิทธิภาพของการย่อยสลายสีย้อมของทิน ออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ย่อยสลายสีย้อมได้ดีที่สุดรองลงมาคือ pH เท่ากับ 4 และ pH เท่ากับ 6 ตามลำดับ ถึงแม้กว่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ที่ pH 2 ไม่ได้น้อยที่สุด แต่มีพื้นที่ผิว มากที่สุด จึงทำให้เกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตะลิสได้ดีที่สุด ผู้วิจัยจึงได้ศึกษาทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 และเปลี่ยนอุณหภูมิการเผาเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับใช้เป็นตัวเร่งในการสลายสีย้อมเมทิลี นบลูต่อไป โดยประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูภายใต้แสงยูวีที่ 120 นาที และร้อยละการดูดซับ สีย้อมของทินออกไซด์ในที่มืด 60 นาที แสดงในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 เปอร์เซ็นต์การดูดซับสีย้อมในที่มีดและประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงยูวีใน เวลา 90 นาที

ทินออกไซด์ที่สภาวะ	การดูดซับสีย้อมในที่มืด	ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อม	
ต่าง ๆ	(เปอร์เซ็นต์)	(เปอร์เซ็นต์)	
No – NaOH	8.5	20.6	
pH = 2	10.11	94.12	
pH = 4	11.61	78.67	
pH = 6	10.57	50.25	
pH = 8	8.96	8.71	
pH = 10	8.39	60.23	
	V97799		



ภาพที่ 16 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ที่แต่ละ pH โดยไม่เผา



ภาพที่ 17 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ในแต่ละอุณหภูมิเผา

4.2 การสังเคราะห์ SnO ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.2.1 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ภาพที่ 17 แสดงลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 โดยไม่ผ่านและผ่านการ เผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 100 ถึง 300 องศาเซลเซียส พบว่าสีของสารมีลักษณะเป็นสีเทา แสดงให้เห็นว่ามี เฟสของทินไฮเดรตและทินไดออกไซด์ซึ่งมีสีขาว และทินออกไซด์ที่มีสีดำผสมกันอยู่

4.2.2 โครงสร้างของทินออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ภาพที่ 18 แสดงรูปแบบ XRD ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ในแต่ละอุณหภูมิเผา พบว่า เมื่อเผาทินออกไซด์ที่ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส เฟสของเตตระโกนอลทินไฮเดรตตาม JCPDS 46 – 1486 [39] เปลี่ยนเป็นเฟสเตตระโกนอลทินออกไซด์ตาม JCPDS 72 – 1012 [38] และมากขึ้น ตามอุณหภูมิเผาที่สูงขึ้น เนื่องจากพลังงานความร้อนที่สูงขึ้นทำให้หมู่ไฮดรอกไซด์หลุดออกไปมากขึ้น เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เฟสของทินออกไซด์มีความเป็นผลึกชัดมากที่สุดเนื่องจาก พลังงานความร้อนที่มากพอ และเมื่ออุณหภูมิเผาถึง 250 องศาเซลเซียส เฟสของทินออกไซด์เริ่ม เปลี่ยนเป็นเตตระโกนอลทินไดออกไซด์บางส่วนตาม JCPDS 41 – 1445 [42] และที่ 300 องศา เซลเซียส เฟสของทินไดออกไซด์เป็นผลึกชัดที่สุด ขนาดผลึกโดยเฉลี่ยของทินออกไซด์คำนวณจาก สมการของเชอร์เรอร์จากทินออกไซด์ที่ไม่ถูกเผามีค่า 22.01 นาโนเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับทินออกไซด์ที่ เผา 100 องศาเซลเซียส คือ 22.60 นาโนเมตร เมื่อเผาทินออกไซด์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ขนาดผลึกของทินออกไซด์จะเล็กที่สุด คือ 12.27 นาโนเมตร เนื่องจากเฟสของทินไฮเดรตเปลี่ยนเป็น เฟสของทินออกไซด์แล้ว และผลึกของทินออกไซด์ใหญ่ขึ้นเป็น 19.51 นาโนเมตร เมื่ออุณหภูมิเผาถึง 200 องศาเซลเซียส ทั้งนี้เพราะอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้ผลึกโตขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิเผาถึง 250 องศา เซลเซียส จะเกิดเฟสของทินไดออกไซด์ขึ้นโดยมีขนาดผลึกเท่ากับ 11.68 นาโนเมตร และโตขึ้นเป็น 12.01 นาโนเมตร เมื่อเผาที่ 300 องศาเซลเซียส สาเหตุที่ผลึกทินไดออกไซด์เล็กกว่าทินออกไซด์ เนื่องจากการเปลี่ยนเฟสเกิดที่ผิวของทินออกไซด์



ภาพที่ 18 XRD ของทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิเผาต่างกัน

4.2.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของทินออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ภาพถ่าย SEM ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 กำลังขยาย 100,000 เท่า สังเกตเห็นเฟสของ ความพรุนตัวของอนุภาคทินออกไซด์อย่างชัดเจนในอุณหภูมิการเผา 100 และ 150 องศาเซลเซียส ดัง ภาพที่ 19 (b) และ 19 (c) ตามลำดับ ซึ่งแสดงถึงพื้นที่ผิวที่มาก แต่เมื่อเผาที่ 200 250 และ 300 องศา เซลเซียส ดังภาพที่ 19 (d) 19(e) และ 19 (f) ผิวของทินออกไซด์จะมีลักษณะแน่น รูพรุน และพื้นที่ผิว ลดลง เนื่องจากอนุภาคของทินไดออกไซด์ [42] ที่มีลักษณะคล้ายทรงกลมและเกิดที่ผิวของทิน ออกไซด์ ผลการทดสอบ EDS พบว่าอัตราส่วนร้อยละของอะตอมออกซิเจนต่อทินของทินออกไซด์ที่ไม่ เผาและเผาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ใกล้เคียงกัน และมากขึ้นใกล้เคียงกันเมื่ออุณหภูมิเผา 150 และ 200 องศา แสดงถึงเฟสที่ใกล้เคียงกัน และการเปลี่ยนเฟสจากทินไฮดรอกไซด์เป็นทินออกไซด์ ที่ อุณหภูมิเผา 250 และ 300 องศาเซลเซียส อัตราส่วนออกซิเจนต่อทินสูงที่สุดและใกล้เคียงกัน แสดง ถึงการเปลี่ยนเฟสเป็นทินไดออกไซด์มากขึ้น ซึ่งข้อมูลแสดงไว้ในตารางที่ 7 ในภาพที่ 20 แสดง TEM ของทินออกไซด์ที่ pH 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคของทินออกไซด์รูปแบบก้อนกลม ขนาด 2.8 ถึง 8.8 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบไปด้วยอะตอมออกซิเจนและทินโดยมีอัตราส่วน 1.89 ต่อ 1 แสดงถึงเฟสผสมระหว่างทินออกไซด์ที่มีอัตราส่วนเป็น 1 ต่อ 1 และทินไดออกไซด์ที่มีอัตราส่วนเป็น 2 ต่อ 1



ภาพที่ 19 SEM ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผากำลังขยาย 100,000 เท่า



ภาพที่ 20 TEM ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

ทินออกไซด์ที่อุณหภูมิเผาต่าง ๆ	น้ำหนักอะตอม	50.0	
(องศาเซลเซียส)	Sn	0	511.0
80	33.16	30.16	1:0.91
100	37.48	33.31	1:0.89
150	30.27	34.06	1 : 1.12
200	29.98	35.29	1:1.17
250	29.05	38.22	1 : 1.32
300	35.81	48.16	1 : 1.34

ตารางที่ 7 องค์ประกอบทางเคมีของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา

4.2.4 ประจุบนพื้นผิวและขนาดอนุภาคของทินออกไซด์ที่เผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ภาพที่ 21 แสดงค่าศักย์ซีตาของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา ซึ่งสรุปได้ใน ตารางที่ 8 พบว่าศักย์ซีตาในทุกเงื่อนไขของทินออกไซด์ที่ผ่านการเผาและไม่เผามีค่าเป็นบวกทั้งหมด โดยทินออกไซด์ที่เผา 100 และ 200 องศาเซลเซียส มีค่าสูงที่สุดคือ 50.2 และ 50.4 มิลลิโวลต์ ตามลำดับ แสดงถึงทินออกไซด์กระจายตัวได้ดีที่สุดในสีย้อม เนื่องจากการผลักกันของประจุบนพื้นผิว รองลงมาคือทินออกไซด์ที่ไม่ผ่านการเผามีค่า 40.7 มิลลิโวลต์ และค่าศักย์ซีตาน้อยลงเป็น 22.4 20.6 และ 1.42 มิลลิโวลต์ ตามลำดับ ที่อุณหภูมิการเผาทินออกไซด์ที่ 150 300 และ 250 องศาเซลเซียส ตามลำดับ







ภาพที่ 21 ศักย์ซีตาของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา

ทินออกไซด์ที่อุณหภูมิการเผาต่าง ๆ	ศักย์ซีตา (บิลลิโวลต์)
(องศาเซลเซียส)	
80	40.7
100	50.2
150	22.4
200	50.4
250	1.42
300	_20.6

ตารางที่ 8 ศักย์ซีตาของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา

4.2.5 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ภาพที่ 22 แสดงการทา **λ**_{onset} ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ที่ไม่ผ่านและผ่านการเผา พบว่าช่องว่างระหว่างแถบพลังงานโดยสมการของพลังค์ที่อุณหภูมิการเผา 200 องศาเซลเซียสมีค่า น้อยที่สุดคือ 3.00 อิเล็กตรอนโวลต์ และเพิ่มขึ้นเป็น 3.21 ที่อุณหภูมิเผา 100 องศาเซลเซียส ส่วนทิน ออกไซด์ที่ไม่เผาและเผาที่ 150 องศาเซลเซียส มีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากันที่ 3.29 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนที่อุณหภูมิการเผา 250 และ 300 องศาเซลเซียส ช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน งานมีค่ามากเป็น 3.56 และ 3.80 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงถึงการเปลี่ยนเฟสเป็นทินไดออกไซด์ ดังแสดง ไว้ในตารางที่ 9



					UD				
ตารา.พี่	ด ค่า	ıλ.	และช่องว่า	เงระเหว่า	งแกงเพลังงา	າງທຸລ.ງາທີ່ງາ	เฉลกไซด์จ์	້ຳແຜ່ລະລຸຄ	เหกิบเยา
VIIGINVI	211	• • onset	66610 0019	1 9 1 9 1 9 1	N 66 6 I U M 6 I N N	RUDIN	001160717	IPPLIPIO	ง ที่เจา 641 6 FA 1 ช

ทินออกไซด์ที่อุณหภูมิเผาต่าง ๆ) ()	ช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน
(องศาเซลเซียส)	ุ∧ _{onset} (นาเนเมตร)	(อิเล็กตรอนโวลต์)
ไม่เผา	377	3.29
100	385	3.21
150	377	3.29
200	412	3.00
250	348	3.56
300	326	3.80

4.2.6 พื้นที่ผิวของทินออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

ภาพที่ 23 แสดงการดูดซับและคายซับก๊าซที่ผิวของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส พบว่าทินออกไซด์มีพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนตามตารางที่ 10 โดยเป็นไอ โซเทอมชนิดที่ 4 (type IV) โดยการเผาทินออกไซด์ที่ 150 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิวมากที่สุดคือ 34.73 ตารางเมตรต่อกรัม ภาพที่ 24 แสดงกราฟการกระจายตัวของรูพรุนพบว่าทินออกไซด์ที่เผาทุกอุณหภูมิ มีขนาดรูพรุน 3 ชนิด เช่นเดียวกัน คือรูพรุนขนาดเล็กกว่า 2 นาโนเมตร ขนาด 2 ถึง 50 นาโนเมตร และขนาดมากกว่า 50 นาโนเมตร

ทินออกไซด์ที่อุณหภูมิเผา	พื้นที่ผิว (ตาราง	ขนาดรูพรุน	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์
ต่าง ๆ (องศาเซลเซียส)	เมตรต่อกรัม)	(นาโนเมตร)	เซนติเมตรต่อกรัม)
100	21.71	29.3002	0.1457
150	34.73	20.5967	0.1609
200	19.78	28.7941	0.1227

ตารางที่ 10 พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของทินออกไซด์เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ



ภาพที่ 23 การดูดซับและคายซับของก๊าซไนโตรเจนบนพื้นผิวของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละ อุณหภูมิเผา



ภาพที่ 24 การกระจายขนาดรูพรุนในทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.2.7 ศึกษาการสั่นของพันธะด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

ภาพที่ 25 แสดงการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา พบว่าที่เลขคลื่น 3,700 ถึง 3,853 ต่อเซนติเมตร เป็นการสั่นของพันธะของหมู่ไฮดรอกไซด์ (O – H) [45] เนื่องจากความชื้นในกระบวนการสังเคราะห์และในบรรยากาศที่ผิวของทินออกไซด์ (Sn – O) [46] ที่เลขคลื่น 3,415 ต่อเซนติเมตร แสดงถึงการสั่นของแบบยึดหดของพันธะทินและหมู่ไฮดรอกไซด์ [47] ซึ่งจะน้อยลงเมื่ออุณหภูมิการเผาทินออกไซด์สูงขึ้น แสดงถึงการหมดไปของเฟสทินไฮเดรต สอดคล้องกับ XRD เลขคลื่น 3,400 ถึง 1,600 ต่อเซนติเมตร แสดงถึงการสั่นแบบยึดหดระหว่าง โมเลกุลของน้ำโดยหมู่ของไฮดรอกไซด์และพันธะไฮโดรเจนของหมู่ไฮดรอกไซด์เช่นกัน [48] เลขคลื่น 1,636 ต่อเซนติเมตร แสดงถึงการสั่นแบบโค้งงอของอะตอมไฮโดรเจนและออกซิเจนในโมเลกุลของน้ำ (O – H) การสั่นของอะตอมทินและออกซิเจนแสดงที่เลขคลื่น 1,022 ต่อเซนติเมตร จากการสั่นของทิน กับหมู่ไฮดรอกไซด์ ยืนยันว่าเกิดพันธะของทินและออกซิเจน (Sn – O) และออกซิเจนกับไฮโดรเจน (O – H) ในโมเลกุลของทินไดออกไซด์ [49, 50] ส่วนเฟสของทินไดออกไซด์แสดงโดยเลขคลื่น 606 ต่อ เซนติเมตร [51] ซึ่งสอดคล้องกับผล XRD ว่าการเผาทินออกไซด์ที่อุณหภูมิ 250 และ 300 องศา เซลเซียส จะเกิดเฟสของทินไดออกไซด์มากขึ้นตามลำดับ



ภาพที่ 25 การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา

4.2.8 การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีที่พื้นผิวด้วยเทคนิค XPS

ภาพที่ 26 (a) และ 26 (b) แสดงสเปกตรัมแบบเซอเวย์และไฮเรโซลูชันของ Sn 3d พบว่า พลังงานยึดเหนี่ยวที่ 486.8 และ 495.2 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงถึง Sn 3d_{5/2} ของเฟสทินออกไซด์ [7] พลังงานขดเหนี่ยวที่ 488.1 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงถึงเฟสทินไดออกไซด์ [52] ภาพที่ 26 (c) แสดง พลังงานยึดเหนี่ยวของออกซิเจนในทินออกไซด์ พบว่าที่พลังงานยึดเหนี่ยว 530.4 อิเล็กตรอนโวลต์ ของ O 1s แสดงถึงเฟสของทินออกไซด์ [53] ที่พลังงานยึดเหนี่ยวประมาณ 531.8 อิเล็กตรอนโวลด์ แสดงถึงพันธะระหว่างออกซิเจนในโบเลกุลของน้ำ [55] ในส่วนของพลังงานยึดเหนี่ยวของ คาร์บอน C 1s เกิดจากการปนเปื้อนของคาร์บอนในบรรยากาศที่ถูกผิวของทินออกไซด์ดูดซับไว้ [56] ซึ่งมีอยู่ 12.55 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล



4.2.9 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูของทินออกไซด์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างกัน จากภาพที่ 27 แสดงการดูดซับเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในที่มืดเป็นเวลา 60 นาที พบว่าทินออกไซด์ที่เผา 200 และ 150 องศาเซลเซียส มีการดูดซับสีย้อม ได้ดีที่สุดและใกล้เคียงกันคือ 23.01 และ 22.59 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับภาพจาก SEM ส่วนทินออกไซด์ที่ไม่ผ่านและผ่านการเผาที่ 100 องศาเซลเซียส มีการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูเท่ากับ 20.79 และ 18.61 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เนื่องจากมีเฟสของทินไฮเดรตค่อนข้างมากติดอยู่ที่ผิวด้าน ้นอกส่งผลให้พื้นที่ผิวน้อยลง โดยสังเกตได้จากภาพ SEM ส่วนทินออกไซด์ที่เผา 250 และ 300 องศา เซลเซียส จะมีการดูดซับเมทิลีนบลูในที่มืดเป็น 6.4 และ 10.75 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งน้อยลงอย่างชัดเจน เนื่องจากอุณหภูมิของการเผาทำให้เกิดการเปลี่ยนเฟสจากแผ่นของทินออกไซด์ที่เป็นเกาะกลุ่มกันเป็น ทินไดออกไซด์อัดกันแน่นที่ผิวภายนอกทำให้พื้นที่ผิวลดลง สอดคล้องกับผล SEM ในภาพที่ 28 แสดงผลทดสอบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 โดยไม่ ้ผ่านและผ่านการเผา พบว่าเมื่อเผาทินออกไซด์ที่ 200 และ 150 องศาเซลเซียส จะมีประสิทธิภาพการ ้ย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ดีที่สุดใกล้เคียงกันคือ 98.78 และ 98.41 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 30 นาที รองลงมาคือเผาที่ ภายใต้แสงยูวี 100 องศาเซลเซียส และไม่ผ่านการเผา ทินออกไซด์จะมี

ประสิทธิภาพของการย่อยสลายเมทิลีนบลู 98.2 และ 97.63 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเผาเป็น 250 และ 300 องศาเซลเซียส ทินออกไซด์จะไม่สามารถย่อยสลายสีย้อมได้เนื่องจากการเปลี่ยนเฟส ของทินออกไซด์เป็นทินไดออกไซด์ ซึ่งมีพลังงานกระตุ้นสูงกว่าพลังงานจากแหล่งกำเนิดซึ่งมีค่า 3.35 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อมได้



ภาพที่ 27 การดูดซับสีย้อมในที่มืด 60 นาที ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา



ภาพที่ 28 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละอุณหภูมิเผา

ภาพที่ 29 แสดงการหาค่าคงที่ของย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 แต่ละ อุณหภูมิเผา พบว่าเมื่อเผาทินออกไซด์ที่ 150 200 100 องศาเซลเซียส และไม่ผ่านการเผา มีค่าคงที่ การย่อยสลาย (k) เป็น 0.13 0.09 0.03 และ 0.03 ต่อนาที ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าการเผาทิน ออกไซด์ที่ 150 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมได้เร็วที่สุด หรือเป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดีที่สุด ในส่วนของการเผาทินออกไซด์ที่ 250 และ 300 องศาเซลเซียส คำนวณ ค่าคงที่การย่อยสลายสีย้อมได้ใกล้เคียงศูนย์ แสดงว่าทินออกไซด์ดังกล่าวไม่สามารถย่อยสลายสีย้อม ได้ เนื่องจากการเปลี่ยนเฟสของทินออกไซด์เป็นทินไดออกไซด์สอดคล้องกับผลทดสอบจาก XRD และ ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานมีมากเกินกว่าแสงยูวีที่ใช้ทดสอบซึ่งมีความยาวคลื่น 370 นาโนเมตร หรือ มีพลังงานกระตุ้นเพียง 3.35 อิเล็กตรอนโวลต์ เท่านั้น ในภาพที่ 30 แสดงการดูดซับสเปกตรัมที่ความ ยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ของทินออกไซด์ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส เพื่อใช้ในการ คำนวณประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมและค่าคงที่การย่อยสลาย



ภาพที่ 29 การหาค่าคงที่การย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 ที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ





ภาพที่ 31 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมที่ใส่สารดักจับอนุมูลชนิดต่าง ๆ ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส

ภาพที่ 31 แสดงประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส โดยใส่น้ำ สารละลายเบนโซควิโนน ทีบิวทานอล และอีดีทีเอ ความ เข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร เพื่อเป็นการทดลองอ้างอิง และจับอนุมูลซูเปอร์ออกไซด์ อนุมูลไฮดรอกซิล และโฮล ตามลำดับ พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงยูวีเมื่อเวลาผ่านไป 40 นาที ของทินออกไซด์ที่ใส่น้ำมีค่ามากที่สุดคือ 94.76 เปอร์เซ็นต์ รองลงมาคือตัวอย่างที่ใส่อีดีทีเอ 89.87 เปอร์เซ็นต์ ส่วนตัวอย่างที่ใส่เบนโซควิโนนและทีบิวทานอล มีประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลู ใกล้เคียงกันคือ 77.97 และ 78.17 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอนุมูลหลักในปฏิกิริยาโฟโต

้คะตะลิสคืออนุมูลซูเปอร์ออกไซด์ (O₂ •) อนุมูลไฮดรอกซิล (•OH) และโฮล (h⁺) ตามลำดับ ภาพที่ 32 แสดงประสิทธิภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส ของการย่อยสลายเมทิลี ้นบลูซ้ำ 3 รอบ เมื่อเปรียบเทียบให้การย่อยสลายครั้งแรกเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ พบว่าประสิทธิภาพใน การใช้เป็นตัวเร่งซ้ำลดลง 4.1 0.73 และ 20.57 เปอร์เซ็นต์ ในรอบที่ 1 2 และ 3 ตามลำดับ นั่นคือทิน ้ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเงื่อนไขดังกล่าวสามารถใช้ช้ำได้อย่างน้อย 3 ครั้ง ภาพที่ 33 แสดงการ ดุดกลืนแสงอินฟราเรดของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังใช้เป็น ้ตัวเร่งพบว่าเลขคลื่น 2,918 2,850 และ 1,424 ต่อเซนติเมตร แสดงถึงพันธะของคาร์บอนกับ ไฮโดรเจน (CH2 และ CH3) และพันธะคู่ของคาร์บอนกับออกซิเจน (C = O) ที่เลขคลื่น 1,616 และ 1,729 ต่อเซนติเมตร พันธะคาร์บอนกับออกซิเจนแสดงที่เลขคลื่น 1,315 และพันธะระหว่างคาร์บอน กับไนโตรเจน (C – N) ในช่วงเลขคลื่น 1,027 ถึง 1,157 ต่อเซนติเมตร แสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยา ระหว่างทินออกไซด์และไนโตรเจนซึ่งเป็นส่วนหนึ่งของพันธะในโมเลกลของเมทิลีนบลู [57] ในส่วน ของเลขคลื่น 1,140 และ 854 ต่อเซนติเมตร แสดงถึงพันธะระหว่างในโตรเจนและไฮโดรเจน และ พันธะระหว่างคาร์บอนกับไนโตรเจนที่ติดอยู่กับโมเลกุลเมทิลีนบลู [58] ภาพที่ 34 แสดง XRD ของทิน ออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 และ 400 องเศาเซลเซียส ที่ไม่ผ่านและผ่านการย่อยสลายสีย้อม เมทิลีนบลู 3 รอบ พบว่าเฟสของทินออกไซด์เปลี่ยนโครงสร้างเป็นทินไดออกไซด์ แต่ยังเปลี่ยนไม่มาก เท่ากับการเผาที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ขึ้นไป



ภาพที่ 32 ประสิทธิภาพการย่อยสลายซ้ำในแต่ละรอบของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 34 XRD ของทินออกไซด์หลังจากใช้ย่อยสลายสีย้อม 3 รอบ ของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศาเซลเซียส

4.3 การสังเคราะห์ทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

4.3.1 ลักษณะทางกายภาพและสมบัติของคาร์บอนดอท

ภาพที่ 35 (a) และ 35 (b) แสดงลักษณะทางกายภาพของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จาก เครื่องดื่มซี-วิท ภายใต้แสงช่วงที่ตามองเห็นและแสงยูวี พบว่าเกิดการเรืองแสงขึ้นภายใต้แสงยูวีซึ่งเป็น คุณสมบัติของคาร์บอนดอท ภาพที่ 36 แสดงการดูดกลืนแสงของคาร์บอนดอท พบว่าคาร์บอนดอทที่ สังเคราะห์ได้มีการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 230 นาโนเมตร ซึ่งเกิดจากการเคลื่อนที่ของ อิเล็กตรอนจากชั้น π ไปยัง π^* ซึ่งแสดงพันธะ C = C ในวงแหวนอโรมาติก การดูดกลืนแสงในช่วง 330 และ 400 นาโนเมตร แสดงถึงพันธะ C = O เกิดจากการเคลื่อนที่จากชั้น n ไปยัง π^* [59] และ คาร์บอนดอทที่สังเคราะห์นี้มีค่าศักย์ซีตาเป็นลบ 12.8 มิลลิโวลต์ ดังแสดงในภาพที่ 37



ภาพที่ 35 ลักษณะทางกายภาพของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท



ภาพที่ 36 การดูดกลืนแสงของคาร์บอนดอท

4.3.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาของคาร์บอนดอท

ภาพที่ 38 แสดง TEM ของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์ขึ้นจากเครื่องดื่มซี-วิท พบว่าคาร์บอน ดอทที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคประมาณ 2 ถึง 3 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับคุณสมบัติในการเรือง แสงยูวีในภาพที่ 35 (b)

4.3.3 การศึกษาการเรื่องแสงของคาร์บอนดอทด้วยเทคนิคโฟโตลูมิเนสเซนต์

จากการศึกษาการเรืองแสงของสารละลาย CDs ที่พลังงานกระตุ้น 355 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง ฟลูออเรสเซนต์สเปกโทรมิเตอร์ในภาพที่ 39 พบว่า CDs ที่สังเคราะห์ได้จากเครื่องดื่มซี-วิทมีการ ปลดปล่อยพลังงานสูงสุดที่ความยาวคลื่น 444 นาโนเมตร เนื่องจากการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ส่งผลทำให้อนุภาคของ CDs ที่มีขนาดระหว่าง 1 ถึง 10 นาโนเมตร เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความเข้มของการ เรืองแสงเพิ่มขึ้นในช่วงความยาวคลื่นดังกล่าว



ภาพที่ 38 TEM ของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท

4.3.4 การสั่นของพันธะของคาร์บอนดอทโดยการดูดกลืนแสงอินฟราเรด

ภาพที่ 40 แสดงการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท พบว่ามีพันธะระหว่างออกซิเจนกับไฮโดรเจน (O – H) ที่เลขคลื่นประมาณ 3,457 ส่วนที่เลขคลื่น 1,637 1,371 และ 1,023 ต่อเซนติเมตร แสดงถึงการสั่นของพันธะของคาร์บอนกับออกซิเจนกับ คาร์บอน (C – O – C) และคาร์บอนกับไฮโดรเจนสองอะตอม (CH₂) และคาร์บอนกับออกซิเจน (C – O) [60, 61] การสั่นของพันธะคาร์บอนกับไฮโดรเจน (C – H) ที่เลขคลื่น 2,938 และ 2,878 ต่อ เซนติเมตร การสั่นของพันธะคาร์บอนกับหมู่ไฮดรอกไซด์ (C – OH) ที่เลขคลื่น 1,200 ต่อเซนติเมตร [62] และการสั่นของพันธะคู่ระหว่างคาร์บอนกับออกซิเจน (C = O) ที่เลขคลื่น 1,726 ต่อเซนติเมตร [62] ที่เลขคลื่น 900 – 675 ต่อเซนติเมตร เป็นการสั่นของพันธะในวงแหวนของคาร์บอนกับไฮโดรเจน (C – H) [63]



ภาพที่ 39 ความเข้มของการเรื่องแสงของคาร์บอนดอทที่พลังงานกระตุ้น 355 นาโนเมตร



ภาพที่ 40 การดูดกลืนแสงอินฟราเรดของคาร์บอนดอท

4.3.4 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

ภาพที่ 41 แสดงลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เผาที่ 150 องศา เซลเซียส ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท พบว่าทินออกไซด์ที่ ดัดแปลงพื้นผิวและไม่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทมีลักษณะเป็นผงสีขาวเหลืองนวลคล้ายกัน เนื่องจากปริมาณคาร์บอนดอทที่ใช้ดัดแปลงพื้นผิวมีเพียงเล็กน้อย และสีของคาร์บอนดอทออกเหลือง ดังนั้นเมื่อดัดแปลงพื้นผิวของทินออกไซด์ด้วยคาร์บอนดอทแล้วทินออกไซด์จึงเปลี่ยนสีไม่มากนัก

4.3.5 การศึกษาสัณฐานวิทยาของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

ภาพที่ 42 (a) แสดง SEM ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า ของทินออกไซด์ที่ผสมกับน้ำกลั่นแล้ว กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยไม่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท พบว่าที่ผิวของ ทินออกไซด์ซึ่งปกติจะมีเฟสหลักเป็นแผ่นทินออกไซด์ขนาดระดับนาโนเมตร เกาะกล่มกันเป็นก้อน ได้เปลี่ยนเฟสที่ผิวเป็นทินไดออกไซด์เนื่องจากการทำปฏิกิริยาระหว่างทิน ขนาดระดับไมโครเมตร ออกไซด์กับออกซิเจนในน้ำ ซึ่งสังเกตได้จากลักษณะที่เป็นแผ่นของทินออกไซด์น้อยลง ในภาพที่ 42 (b) 42 (c) และ 42 (d) แสดง SEM ที่กำลังขยาย 100,000 เท่า ของทินออกไซด์ที่ผสมกับน้ำกลั่นแล้ว กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 1 2.5 และ 5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลตามลำดับ พบว่าผลของการดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทในทินออกไซด์ทำให้ ผิวของทินออกไซด์มีลักษณะเป็นแฉกมากขึ้น แต่การดัดแปลงพื้นผิวคาร์บอนดอทด้วยอัตราส่วนที่ ต่างกัน ไม่ได้ส่งผลแตกต่างอย่างชัดเจนในการศึกษาสัณฐานวิทยา ภาพที่ 43 (a) แสดง TEM ของทิน ออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ และภาพที่ 43 (b) แสดงการกระจายของ ธาตุในพื้นที่ผิวของภาพ 43 (a) และภาพที่ 43 (c) 43 (d) และ 43 (e) แสดงการกระจายของทิน ออกซิเจน และคาร์บอนตามลำดับ บ่งชี้ว่าคาร์บอนดอทที่ใช้ดัดแปลงพื้นผิวกระจายตัวและเกาะติดอย่ ที่ผิวของทินออกไซด์



ภาพที่ 41 ลักษณะทางกายภาพของทินออกไซด์เผาที่ 150 องศาเซลเซียส แล้วดัดแปลงพื้นผิวด้วย คาร์บอนดอทในปริมาณต่าง ๆ



(c) 2.5% CDs

(d) 5% CDs

ภาพที่ 42 SEM ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทกำลังขยาย 100,000 เท่า


ภาพที่ 43 TEM ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์

4.3.6 ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

ภาพที่ 44 (a) 44 (b) 44 (c) และ 44 (d) แสดงการดูดกลืนสเปกตรัมของทินออกไซด์ที่ไม่ ดัดแปลงพื้นผิวและดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 1 2.5 และ 5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวลตามลำดับ พบว่าทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 1 เปอร์เซ็นต์ มีช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน ต่ำสุดที่ 3.22 อิเล็กตรอนโวลต์ และสูงขึ้นเป็น 3.27 และ 3.30 อิเล็กตรอนโวลต์ เมื่อดัดแปลงพื้นผิว ด้วยคาร์บอนดอท 5 และ 2.5 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แต่ทุกเงื่อนไขที่ทินออกไซด์ที่มีการดัดแปลงพื้นผิว ด้วยคาร์บอนดอทมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานที่ต่ำกว่าทินออกไซด์ที่ไม่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอน ดอททั้งหมด คือ 3.32 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งบ่งบอกให้รู้ว่าคาร์บอนดอทที่ดัดแปลงพื้นผิวนั้นมีผลทำให้ ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานโดยรวมลดลง ดังข้อมูลในตารางที่ 11



ตารางที่ 11 λ_{onset} และช่องว่างระหว่างแถบพลังงานของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวทินออกไซด์ด้วย ปริมาณคาร์บอนดอทต่าง ๆ

ปริมาณการดัดแปลงพื้นผิวทิน ออกไซด์ด้วยคาร์บอนดอท (เปอร์เซ็นต์ โดยมวล)	λ _{onset} (นาโนเมตร)	ช่องว่างระหว่างแถบพลังงาน (อิเล็กตรอนโวลต์)						
0	374	3.32						
1	384	3.22						
2.5	376	3.30						
5	380	3.27						

4.3.7 การศึกษาการสั่นของพันธะของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

ภาพที่ 45 แสดงการดูดซับแสงอินฟราเรดของ SnO ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท ปริมาณ 2.5 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล พบว่าที่เลขคลื่น 1,637 1,371 และ 1,023 ต่อเซนติเมตร แสดงถึง การสั่นของพันธะของคาร์บอนกับออกซิเจนกับคาร์บอน (C – O – C) และคาร์บอนกับไฮโดรเจนสอง อะตอม (CH₂) [60] การสั่นของพันธะคาร์บอนกับหมู่ไฮดรอกไซด์ (C – OH) ที่เลขคลื่น 1,200 ต่อ เซนติเมตร [62] และการสั่นของพันธะคู่ระหว่างคาร์บอนกับออกซิเจน (C = O) ที่เลขคลื่น 1,726 ต่อ เซนติเมตร [62] และที่การสั่นของพันธะ Sn – O ที่เลขคลื่น 606 ต่อเซนติเมตร [51] แสดงให้เห็นว่า เมื่อดัดแปลงพื้นผิวของทินออกไซด์ด้วยคาร์บอนดอทแล้ว มีคาร์บอนดอทติดอยู่เล็กน้อยเนื่องจาก กราฟการส่องผ่านของรังสีอินฟราเรดแสดงรูปแบบคล้ายคาร์บอนดอทเล็กน้อย ซึ่งผลที่ได้สอดคล้อง กับข้อมูล XPS

4.3.8 การศึกษาองค์ประกอบเคมีที่พื้นผิวของทินออกไซด์ที่มีการดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

ภาพที่ 46 (a) และ 46 (b) แสดง XPS ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอน 2.5 เปอร์เซ็นต์ แบบเซอเวย์และไฮเรโซลูชันตามลำดับ พบว่า Sn 3d_{5/2} มีพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 486 และ 488.4 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งแสดงถึงทินออกไซด์และทินไดออกไซด์ตามลำดับ ภาพที่ 46 (c) แสดง XPS แบบไฮเรโซลูชันของ O 1S พบความเข้มของพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 530.65 531.9 และ 533 อิเล็กตรอน โวลต์ บ่งซี้ถึงทินออกไซด์ ทินไดออกไซด์ และพันธะคู่ของออกซิเจนกับคาร์บอน ตามลำดับ และภาพที่ 46 (d) แสดง XPS แบบไฮเรโซลูชันของ C 1S พบความเข้มของพลังงานยึดเหนี่ยวที่ประมาณ 285 และ 286.2 อิเล็กตรอนโวลต์ แสดงถึงพันธะ C=O และ C-C [64] พลังงานยึดเหนี่ยวที่ประมาณ 287.7 และ 289 อิเล็กตรอนโวลต์ บ่งซี้ว่าเป็นพันธะ C=O และ O-C=O [65] แสดงให้เห็นว่าคาร์บอนดอทที่ ดัดแปลงพื้นผิวลงไปไม่ได้ทำปฏิกิริยากับทินออกไซด์สอดคล้องกับการทดสอบการสั่นของพันธะโดย การดูดกลืนแสงอินฟราเรด



ภาพที่ 46 XPS Spectra ของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์

4.3.9 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสี่ย้อมของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท

ภาพที่ 47 แสดงประสิทธิภาพของการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูในที่มืดเป็นเวลา 60 นาที ของ ทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทในปริมาณต่าง ๆ พบว่าการดัดแปลงพื้นผิวทินออกไซด์ ด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ มีการดูดซับสีย้อมในที่มีดมากที่สุดคือ 41.42 เปอร์เซ็นต์ รองลงมา ้คือที่การดัดแปลงพื้นผิวคาร์บอนดอท 5 และ 1 เปอร์เซ็นต์ สามารถดูดซับสีย้อมได้ 32.95 และ 29.76 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เนื่องจากคาร์บอนดอทมีประจุที่พื้นผิวหรือค่าศักย์ซีตาเป็นลบในขณะที่เมทิลี นบลูเป็นสีย้อมประจุบวกจึงทำให้ให้เกิดการจับตัวกันด้วยแรงทางไฟฟ้าส่งผลให้การดูดซับในที่มืดเกิด ได้เร็วขึ้นมาก จากภาพที่ 48 พบว่าประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ที่ดัดแปลง พื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ มีประสิทธิภาพมากที่สุดคือ 99.22 เปอร์เซ็นต์ รองลงมาคือ ทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 5 และ 1 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งมีค่าเป็น 94.82 และ 93.58 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ทั้งนี้ประสิทธิภาพของการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ดัดแปลง พื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท จะดีกว่าทินออกไซด์ที่ไม่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทซึ่งมีประสิทธิภาพ การย่อยสลายอยู่ที่ 68.60 เปอร์เซ็นต์ ภายใต้แสงยูวีเป็นเวลา 10 นาที นอกจากเหตุผลด้านศักย์ซีตา แล้ว คาร์บอนดอทยังช่วยยับยั้งการรวมตัวของอิเล็กตรอนกับโฮลหลังถูกกระตุ้นด้วยแสงยูวี ทำให้มี อิเล็กตรอนและโฮลมากขึ้นส่งผลให้การสร้างอนุมูลซูเปอร์ออกไซด์และอนุมูลไฮดรอกซิลมากขึ้น จึง เป็นอีกเหตุผลในการย่อยสลายเมทิลีนบลูได้ดีขึ้น ภาพที่ 49 แสดงการหาค่าคงที่ของการย่อยสลายสี ย้อม พบว่าทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ มีค่าคงที่การย่อยสลายสี ย้อมมากที่สุดเป็น 0.49 ต่อนาที และรองลงมาคือการดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 5 และ 1 เปอร์เซ็นต์ มีค่าคงที่การย่อยสลายเป็น 0.3 และ 0.27 ต่อนาที แสดงให้เห็นว่าทินออกไซด์ที่ดัดแปลง พื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ มีความเร็วมากที่สุดในการย่อยสลายสีย้อมเมทิลีนบลู



ภาพที่ 47 การดูดซับเมทิลีนบลูในที่มืดของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทในปริมาณที่ ต่างกัน



ภาพที่ 48 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูด้วยทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท ปริมาณต่างกัน



ภาพที่ 49 ค่าคงที่การย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์

ภาพที่ 50 แสดงประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของ CDs/SnO โดยใส่สารเบนโซควิโนน บิวทานอล และอีดีทีเอ เพื่อดักจับ O₂ • OH และ h⁺ ตามลำดับ พบว่าตัวอย่างที่ใส่อีดีทีเอมี ประสิทธิภาพลดลงเทียบกับตัวอย่างที่ใส่น้ำมากที่สุด รองลงมาคือเบนโซควิโนนและบิวทานอล แสดง ว่าอนุมูลที่มีผลต่อการย่อยสลายสีย้อมของ CDs/SnO มากที่สุดคือ h⁺ รองลงมาคือ O₂ • และ •OH ตามลำดับ ภาพที่ 51 แสดงประสิทธิภาพของการย่อยสลายสีย้อมซ้ำโดยคำนวณให้การย่อยสลายสี ย้อมครั้งแรกเป็น 100 เปอร์เซ็นต์ จะเห็นได้ว่าการใช้ทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ ย่อยสลายสีย้อมซ้ำครั้งแรกได้ 67.8 เปอร์เซ็นต์ เทียบกับการใช้งานครั้งแรก และเมื่อ พิจารณาจากการย่อยสลายสีย้อมครั้งที่สองจะมีประสิทธิภาพการย่อยสลายอยู่ที่ 22.67 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจากการดัดแปลงพื้นผิวคาร์บอนดอททำให้พื้นที่ผิวมากขึ้น ดังนั้นการเปลี่ยนเฟสจากทิน ออกไซด์เป็นทินไดออกไซด์ก็มากขึ้นตามลำดับ ทำให้ประสิทธิภาพลดลงเร็วกว่าเมื่อเทียบกับทิน ออกไซด์ที่ไม่ได้ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อม ของงานวิจัยนี้กับงานวิจัยอื่นพบว่ามีข้อได้เปรียบคือใช้วิธีการสังเคราะห์ง่ายกว่า และประสิทธิภาพ ดีกว่าดังแสดงในตารางที่ 12



ภาพที่ 50 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมโดยใส่สารจับอนุมูลแต่ละชนิดของทินออกไซด์ที่ดัดแปลง พื้นผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์



ภาพที่ 51 ประสิทธิภาพการย่อยสลายเมทิลีนบลูของทินออกไซด์ในแต่ละรอบ

ตารางที่ 12 แสดงการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของงานวิจัยนี้เทียบกับ งานวิจัยอื่น พบว่าตัวเร่ง Sn/SiO₂ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซลเจลใช้ปริมาณตัวเร่ง 1 มิลลิกรัมต่อ ปริมาตรเมทิลีนบลูความเข้มข้น 3.75x10⁻⁵ โมลต่อลิตร ปริมาตร 1 มิลลิลิตร มีประสิทธิภาพการย่อย สลายเมทิลีนบลู 99.4 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใกล้เคียงกับงานวิจัยนี้คือ 99.22 เปอร์เซ็นต์ แต่ในงานวิจัยนี้ใช้ ปริมาณตัวเร่งเท่ากันคือ 1 มิลลิกรัมต่อปริมาตรเมทิลีนบลูความเข้มข้น 4.69x10⁻⁵ โมลต่อลิตร ซึ่งสูง กว่า แต่ใช้เวลาย่อยสลายเพียง 10 นาที ซึ่งน้อยกว่างานวิจัยที่กล่าวมาในข้างต้นถึง 96 เท่า อีกทั้ง วิธีการสังเคราะห์ง่าย และประหยัดต้นทุนมากกว่าด้วย

ประเภท ของตัวเร่ง	วิธีการ สังเคราะห์	ປริมาณ ตัวเร่ง (กรัม/ ลิตร)	ความ เข้มข้นเมทิ ลีนบลู (โมล/ลิตร)	แหล่งกำเนิด แสงที่ใช้ ทดสอบ	เวลา (นาที)	ประสิทธิภาพ การย่อย สลายสีย้อม (เปอร์เซ็นต์)	อ้างอิง
CDs/SnO	ตกตะกอน	A	4.69×10 ⁻⁵	หลอดยูวี (370 nm)	10	99.22	งานนี้
Sn/SiO ₂	โซลเจล		3.75x10 ⁻⁵	หลอดยูวี (320 nm)	960	99.40	[66]
SnO	ไฮโดรเทอร์ มอล	0.8	1×10 ⁻⁵	50W หลอด ฮาโลเจน	60	50.00	[8]
SnO/TiO ₂	Atomic layer deposition	0.6	7.82x10 ⁻⁵	400W Metal halide lamp	40	46.00	[21]
SnO	ไฮโดรเทอร์ มอล	2	3.13×10 ⁻⁵	25W หลอด ฟลูออเรส เซนส์	6000	30.75	[67]

ตารางที่ 12 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมกับงานวิจัยอื่น

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง

ค่าของ pH มีผลต่อทินออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอน โดยพบว่าทินออกไซด์ที่สภาวะกรดจะมี เฟสทินออกไซด์เป็นแผ่นหนาประมาณ 30 นาโนเมตร เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนทรงกลมขนาดตั้งแต่ 1 ถึง 10 ไมโครเมตร เมื่อสังเคราะห์สารที่สภาวะเบสจะมีเฟสของทินไดออกไซด์และทินไฮเดรตเกิดเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 18.67 ถึง 35.77 นาโนเมตร โดยที่ pH เท่ากับ 6 ขนาดผลึกทินออกไซด์จะ เล็กที่สุด และที่ pH เท่ากับ 10 ขนาดผลึกเฉลี่ยของทินออกไซด์จะใหญ่ที่สุด โดยมีช่องว่างระหว่าง แถบพลังงานมีค่าตั้งแต่ 3.15 ถึง 3.67 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 6 มีช่องว่าง ระหว่างแถบพลังงานน้อยที่สุด เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าทินออกไซด์เปลี่ยนเป็น เฟสของทินไดออกไซด์เป็นหลัก แต่ที่ pH เท่ากับ 8 และ pH เท่ากับ 10 มีเฟสของทินออกไซด์ปนอยู่ เนื่องจากเฟสของทินไฮดรอกไซด์มีมากก่อนเผา จึงทำให้พลังงานความร้อนไม่มากพอที่จะเปลี่ยนเฟส เป็นทินไดออกไซด์ได้ทั้งหมด ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 12.01 ถึง 24.35 นาโนเมตร โดยทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 มีค่าน้อยที่สุด และ pH เท่ากับ 6 มีค่ามากที่สุด ทั้งนี้เนื่องจากเฟสก่อนเริ่มเผาเป็นผลึก ทินออกไซด์ที่เล็กที่สุด จึงมีพื้นที่สัมผัสความร้อนมากที่สุด หลังจากเผาจึงเป็นผลึกทินไดออกไซด์ที่ใหญ่ ที่สุด โดยมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานใกล้เคียงกันตั้งแต่ 3.55 ถึง 3.64 อิเล็กตรอนโวลต์ ไม่มี ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมเนื่องจากพลังงานกระตุ้นที่ใช้ไม่มากพอ ทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 150 และ 250 องศาเซลเซียส ทินออกไซด์จะเปลี่ยนเฟสจากทินไฮเดรตเป็นเตตระ โกนอลทินออกไซด์และเตตระโกนอลทินไดออกไซด์ตามลำดับ โดยขนาดผลึกเฉลี่ยของทินออกไซด์ที่ อุณหภูมิเผา 150 องศาเซลเซียส เล็กที่สุดเท่ากับ 12.27 นาโนเมตร และใหญ่ขึ้นเป็น 19.51 นาโนเมตร ที่อุณหภูมิเผา 200 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ค่าศักย์ซีตาอยู่ที่ 22.4 มิลลิโวลต์ ซึ่งมีค่าน้อยที่สุดเทียบ กับเฟสของทินออกไซด์ ทำให้มีการเกาะก้อนกันมากที่สุด ช่องว่างระหว่างแถบพลังงานมีค่า 3.29 อิเล็กตรอนโวลต์ มีพื้นที่ผิวมากที่สุดเมื่อเผาที่ 150 องศาเซลเซียส เป็น 36.37 ตารางเมตรต่อกรัม ที่ อุณหภูมิเผา 200 และ 150 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมสูงสุดเป็น 98.78 และ 98.41 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ภายในเวลา 40 นาที ภายใต้แสงยูวี แต่ที่อุณหภูมิเผา 150 องศาเซลเซียส ้มีค่าคงที่การย่อยสลาย 0.13 ต่อนาที ซึ่งเร็วที่สุดเทียบกับการเผาที่อุณหภูมิอื่น โดยมีประสิทธิภาพการ ดุดซับสีย้อมในที่มืดเป็น 22.59 ตารางเมตรต่อกรัม ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมของทินออกไซด์ ที่เผาตั้งแต่ 250 องศาเซลเซียส ขึ้นไป ไม่สามารถย่อยสลายสีย้อมได้ เนื่องจากแสงยูวีจากแหล่งกระตุ้น มีพลังงานไม่สูงพอ ทินออกไซด์ที่ไม่ผ่านการเผาจะมีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมดีที่สุดที่ Hq เท่ากับ 2 และทินออกไซด์ที่ pH เท่ากับ 2 จะมีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมดีที่สุดที่อุณหภูมิเผา 150 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า 98.78 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 30 นาที ภายใต้แสงยูวี โดยประสิทธิภาพ ในการใช้ซ้ำสองรอบลดลงเพียงแค่ 17.4 เปอร์เซ็นต์ โดยมีอนุมูลซูเปอร์ออกไซด์ที่เป็นบริบทหลักใน การทำปฏิกิริยา

คาร์บอนดอทที่สังเคราะห์จากเครื่องดื่มซี-วิท มีขนาดประมาณ 2 นาโนเมตร มีการคาย สเปกตรัมมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 444 นาโนเมตร เมื่อกระตุ้นด้วยสเปกตรัม 355 นาโนเมตร เมื่อ ดัดแปลงผิวของทินออกไซด์ด้วยคาร์บอนดอท พบว่าถ้าใช้คาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ พบว่าพื้นผิว ของอนุภาคมีลักษณะเป็นหยักมากขึ้น ส่งผลให้พื้นที่ผิวมากขึ้นเนื่องจากประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อม ในที่มีดสูงที่สุดเป็น 41.42 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 60 นาที โดยมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานเท่ากับ 3.22 จนถึง 3.32 อิเล็กตรอนโวลต์ ถ้าใช้คาร์บอนดอท 1 เปอร์เซ็นต์ โดยมวล มีค่าน้อยที่สุด ส่วนทินออกไซด์ ที่ใส่คาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ มีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานมากที่สุดเป็น 3.30 อิเล็กตรอนโวลด์ อย่างไรก็ตาม ทินออกไซด์ที่ดัดแปลงพื้นผิวด้วยคาร์บอนดอทมีช่องว่างระหว่างแถบพลังงานงานน้อย กว่าทินออกไซด์ที่ไม่ดัดแปลงผิวด้วยคาร์บอนดอท 2.5 เปอร์เซ็นต์ มีค่ามากที่สุดคือ 99.22 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 10 นาที ใต้แสงยูวี

ข้อเสนอแนะ

 ทินออกไซด์มีขนาดผลึกระดับนาโนเมตรแต่เกาะกลุ่มกันในระดับไมโครเมตร ดังนั้นควรใช้ สารชะลอการทำปฏิกิริยา (Capping agent) เพื่อทำให้ทินออกไซด์ไม่เกาะกลุ่มกัน จะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิว ในการทำปฏิกิริยาย่อยสลายสีย้อมได้ดีขึ้น

 ทินออกไซด์ที่ไม่เผาและเผาที่อุณหภูมิน้อยกว่า 200 องศาเซลเซียส สามารถย่อยสลายสี ย้อมได้ทั้งหมด ดังนั้นควรเลือกเงื่อนไขของทินออกไซด์ที่ไม่เผาในการวิจัยพัฒนาเพิ่ม เนื่องจากเป็น เงื่อนไขการสังเคราะห์ที่ต้นทุนต่ำที่สุด และทำได้ง่ายที่สุด

รายการอ้างอิง

- 1. Lin, L., H. Yang, and X. Xu, *Effects of water pollution on human health and disease heterogeneity: a review.* Frontiers in Environmental Science, 2022: p. 975.
- Rangabhashiyam, S. and P. Balasubramanian, Adsorption behaviors of hazardous methylene blue and hexavalent chromium on novel materials derived from Pterospermum acerifolium shells. Journal of Molecular Liquids, 2018. 254: p. 433-445.
- 3. El-Sayed, G.O., *Removal of methylene blue and crystal violet from aqueous solutions by palm kernel fiber.* Desalination, 2011. **272**(1-3): p. 225-232.
- 4. Lellis, B., et al., *Effects of textile dyes on health and the environment and bioremediation potential of living organisms*. Biotechnology Research and Innovation, 2019. **3**(2): p. 275-290.
- 5. Luque, P., et al., Improved photocatalytic efficiency of SnO2 nanoparticles through green synthesis. Optik, 2020. **206**: p. 164299.
- Cui, Y., et al., Synthesis of novel 3D SnO flower-like hierarchical architectures selfassembled by nano-leaves and its photocatalysis. Materials Research Bulletin, 2015. 70: p. 784-788.
- 7. Liang, B., L. Zhang, and W. Zhang, *Preparation of Cl doped SnO powder with excellent photocatalytic property by mechanical alloying.* Ceramics International, 2019. **45**(7): p. 8908-8913.
- 8. Haspulat, B., M. Sarıbel, and H. Kamış, *Surfactant assisted hydrothermal synthesis of SnO nanoparticles with enhanced photocatalytic activity.* Arabian Journal of Chemistry, 2020. **13**(1): p. 96-108.
- Giefers, H., F. Porsch, and G. Wortmann, *Kinetics of the disproportionation of SnO.* Solid state ionics, 2005. **176**(1-2): p. 199-207.
- 10. Smart, L.E. and E.A. Moore, *Solid state chemistry: an introduction*. 2012: CRC press.

- 11. Doyan, A., et al. *The effect of dopant material to optical properties: energy band gap Tin Oxide thin film.* in *Journal of Physics: Conference Series.* 2021. IOP Publishing.
- 12. Holleman, A., E. Wiberg, and N. Wiberg, *Inorganic Chemistry (Translated by Eagleson, M, Brewer, W).* 2001.
- ขาวสนิท, โ., การเตรียมคาร์บอนด็อทดัดแปลงบนตัวเร่งปฏิกิริยา *TiO2* และสมบัติการเป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยาเชิงแสง. 2022, มหาวิทยาลัยศิลปากร. p. 102.
- Ozyurt, D., et al., *Properties, synthesis, and applications of carbon dots: A review.* Carbon Trends, 2023: p. 100276.
- Luque, P., et al., Efficient sunlight and UV photocatalytic degradation of Methyl Orange, Methylene Blue and Rhodamine B, using Citrus× paradisi synthesized SnO2 semiconductor nanoparticles. Ceramics International, 2021. 47(17): p. 23861-23874.
- Ulyankina, A.A., A.B. Kurişanova, and N.V. Smirnova, Photocatalytic properties of SnO2–SnO nanocomposite prepared via pulse alternating current synthesis. Mendeleev Communications, 2019. 29(2): p. 215-217.
- รงค์, ข.ภ.ฤ.ท., ก.เ.พ. กิจ, and อ.ท. ปรึกษา, การ ศึกษา ผล ของ การ ดูด ซับ ของ วัสดุ เชิง ประกอบ เค ล ย์ ใน โครงสร้าง พอ ลิ เม อ ร์ และ สมบัติ กายภาพ. 2013, มหาวิทยาลัย ธรรมศาสตร์.
- Lab, T.S.N. XPS X-Ray Photoemission spectroscopy. 12 March 2017; Available from: <u>https://www.slri.or.th/th/bl5-3-xps.html</u>.
- 19. Division, S.E.a.R. *Transmission electron microscope: TEM-Hitachi HT7700*. 2024; Available from: chromeextension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www3.rdi.ku.ac.th/cl/doc uments/Sampling_forTEM_Material.pdf.
- 20. Kaizra, S., et al., *Electrochemical growth of tin (II) oxide films: application in photocatalytic degradation of methylene blue.* Materials Science in Semiconductor Processing, 2015. **30**: p. 554-560.
- Lee, J.K., et al., SnO-decorated TiO2 nanoparticle with enhanced photocatalytic performance for methylene blue degradation. Applied Surface Science, 2019.
 480: p. 1089-1092.

- 22. Liang, B., et al., *Effect of annealing temperature on structure and photocatalytic efficiency of SnO microspheres synthesized by ultrasonic reaction method.* Ceramics International, 2018. **44**(18): p. 23334-23338.
- 23. Chen, Y., et al., Facile fabrication of N-doped carbon quantum dots modified SnO2 composites for improved visible light photocatalytic activity. Vacuum, 2021.
 191: p. 110371.
- 24. Garrafa-Galvez, H., et al., Green synthesis of SnO2 nanoparticle using Lycopersicon esculentum peel extract. Journal of Molecular Structure, 2019.
 1197: p. 354-360.
- 25. Singh, J., et al., *Green synthesis of SnO2 NPs for solar light induced photocatalytic applications.* Materials Research Express, 2019. **6**(11): p. 115007.
- 26. González, E.Q., et al., A Study of the Optical and Structural Properties of SnO2 Nanoparticles Synthesized with Tilia cordata Applied in Methylene Blue Degradation. Symmetry, 2022. **14**(11): p. 2231.
- 27. Honarmand, M., M. Golmohammadi, and A. Naeimi, *Biosynthesis of tin oxide* (*SnO2*) nanoparticles using jujube fruit for photocatalytic degradation of organic dyes. Advanced Powder Technology, 2019. **30**(8): p. 1551-1557.
- 28. Chinchillas-Chinchillas, M.J., et al., Comparative Study of SnO2 and ZnO Semiconductor Nanoparticles (Synthesized Using Randia echinocarpa) in the Photocatalytic Degradation of Organic Dyes. Symmetry, 2022. **14**(10): p. 1970.
- 29. Gomathi, E., M. Jayapriya, and M. Arulmozhi, *Environmental benign synthesis of tin oxide (SnO2) nanoparticles using Actinidia deliciosa (Kiwi) peel extract with enhanced catalytic properties.* Inorganic Chemistry Communications, 2021. **130**: p. 108670.
- Fatimah, I., et al., One-pot biosynthesis of SnO2 quantum dots mediated by Clitoria ternatea flower extract for photocatalytic degradation of rhodamine B. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2020. 8(4): p. 103879.
- Buniyamin, I., et al., *Bio-synthesized Tin Oxide Nanoparticles (SnO2 NPs) as a Photocatalyst Model.* Malaysia Journal of Invention and Innovation, 2023. 2(3): p. 1-5.

- 32. Wicaksono, W.P., et al., *Biofabricated SnO2 nanoparticles using Red Spinach* (Amaranthus tricolor L.) extract and the study on photocatalytic and electrochemical sensing activity. Materials Research Express, 2020. **7**(7): p. 075009.
- Liu, W., et al., One-step synthesis of SnO hierarchical architectures under room temperature and their photocatalytic properties. Nanotechnology, 2018. 29(28): p. 284002.
- 34. Zhang, H., et al., Carbon dots decorated graphitic carbon nitride as an efficient metal-free photocatalyst for phenol degradation. Applied Catalysis B: Environmental, 2016. 180: p. 656-662.
- 35. Xie, Z., et al., Construction of carbon dots modified MoO3/g-C3N4 Z-scheme photocatalyst with enhanced visible-light photocatalytic activity for the degradation of tetracycline. Applied Catalysis B: Environmental, 2018. **229**: p. 96-104.
- 36. Wallace, A.M., et al., Accurate determination of the onset wavelength (λonset) in optical spectroscopy. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, 2021. **265**: p. 107544.
- Wang, J., et al., Controlled synthesis of Sn-based oxides via a hydrothermal method and their visible light photocatalytic performances. RSC advances, 2017.
 7(43): p. 27024-27032.
- 38. Bhatnagar, M., et al., Structural and photoluminescence properties of tin oxide and tin oxide: C core-shell and alloy nanoparticles synthesised using gas phase technique. AIP Advances, 2016. **6**(9).
- 39. JaŚkaniec, S., et al., Solvent engineered synthesis of layered SnO for highperformance anodes. npj 2D Materials and Applications, 2021. **5**(1): p. 27.
- 40. Ibarguen, C.A., et al., *Synthesis of SnO2 nanoparticles through the controlled precipitation route.* Materials Chemistry and Physics, 2007. **101**(2-3): p. 433-440.
- 41. Mahana, S., et al., *Structural and electronic phase evolution of Tin dioxide.* arXiv preprint arXiv:1606.08137, 2016.

- 42. Rahaman, M.M., et al., *Structure, morphology and opto-electrical properties of nanostructured indium doped SnO2 thin films deposited by thermal evaporation.* European Scientific Journal, ESJ, 2016. **12**.
- 43. Sarker, P. and M.N. Huda, *Understanding the thermodynamic pathways of SnOto-SnOx phase transition.* Computational Materials Science, 2016. **111**: p. 359-365.
- 44. Drake, C. and S. Seal, *Band gap energy modifications observed in trivalent In substituted nanocrystalline SnO2.* Applied physics letters, 2007. **90**(23).
- 45. SE, A., et al., Preparation and characterization of activated carbon from palm kernel shell by chemical activation. Res. J. Chem. Sci, 2013. **2231**: p. 606X.
- 46. Zima, T. and I. Bataev, Morphology and phase transformations of tin oxide nanostructures synthesized by the hydrothermal method in the presence of dicarboxylic acids. Journal of Solid State Chemistry, 2016. **243**: p. 282-289.
- 47. Campo, C.M., J.E. Rodríguez, and A.E. Ramírez, *Thermal behaviour of romarchite phase SnO in different atmospheres: a hypothesis about the phase transformation*. Heliyon, 2016. **2**(5).
- 48. Meybodi, S.M., et al., *Synthesis of wide band gap nanocrystalline NiO powder via a sonochemical method.* Ultrasonics sonochemistry, 2012. **19**(4): p. 841-845.
- 49. Petrov, T., et al., SEM AND FT-IR SPECTROSCOPY STUDY OF Cu, Sn AND Cu-Sn NANOPARTICLES. Journal of the University of Chemical Technology & Metallurgy, 2012. 47(2).
- 50. Malik, R., et al., *One-pot hydrothermal synthesis of porous SnO2 nanostructures for photocatalytic degradation of organic pollutants.* Energy and Environment Focus, 2015. **4**(4): p. 340-345.
- 51. Haridas, D., et al., Effect of thickness of platinum catalyst clusters on response of SnO2 thin film sensor for LPG. Sensors and Actuators B: Chemical, 2011. 153(1):
 p. 89-95.
- 52. Li, G., et al., *Ionic liquid stabilizing high refficiency tin halide perovskite solar cells.*Advanced Energy Materials, 2021. 11(32): p. 2101539.

- 53. Kwoka, M. and M. Krzywiecki, Impact of air exposure and annealing on the chemical and electronic properties of the surface of SnO2 nanolayers deposited by rheotaxial growth and vacuum oxidation. Beilstein journal of nanotechnology, 2017. **8**(1): p. 514-521.
- 54. Idriss, H., On the wrong assignment of the XPS O1s signal at 531–532 eV attributed to oxygen vacancies in photo-and electro-catalysts for water splitting and other materials applications. Surface science, 2021. **712**: p. 121894.
- 55. McNulty, D., et al., Long cycle life, highly ordered SnO2/GeO2 nanocomposite inverse opal anode materials for Li-ion batteries. Advanced Functional Materials, 2020. **30**(51): p. 2005073.
- 56. Kwoka, M., et al., Surface properties of SnO2 nanowires deposited on Si substrate covered by Au catalyst studies by XPS, TDS and SEM. Nanomaterials, 2018. 8(9):
 p. 738.
- 57. Abdelkarim, S., H. Mohammed, and B. Nouredine, *Sorption of methylene blue dye from aqueous solution using an agricultural waste.* Trends Green Chem, 2017. **3**(1): p. 1-7.
- 58. Xia, Y., et al., Comparative adsorption of methylene blue by magnetic baker's yeast and EDTAD-modified magnetic baker's yeast: equilibrium and kinetic study. Arabian Journal of Chemistry, 2019. 12(8): p. 2448-2456.
- 59. Liu, M., Optical properties of carbon dots: a review. Nanoarchitectonics, 2020: p. 1-12.
- 60. Andrade, P.F., G. Nakazato, and N. Durán. *Additive interaction of carbon dots extracted from soluble coffee and biogenic silver nanoparticles against bacteria.* in *Journal of Physics: Conference Series*. 2017. IOP Publishing.
- 61. De, B., B. Voit, and N. Karak, Carbon dot reduced Cu 2 O nanohybrid/hyperbranched epoxy nanocomposite: mechanical, thermal and photocatalytic activity. RSC advances, 2014. **4**(102): p. 58453-58459.
- 62. Shaikh, A.F., et al., *Bioinspired carbon quantum dots: an antibiofilm agents.* Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 2019. **19**(4): p. 2339-2345.

- 63. Gogoi, N. and D. Chowdhury, *Novel carbon dot coated alginate beads with superior stability, swelling and pH responsive drug delivery.* Journal of Materials Chemistry B, 2014. **2**(26): p. 4089-4099.
- 64. Piriya, V.A., et al., *Synergistic role of electrolyte and binder for enhanced electrochemical storage for sodium-ion battery.* ACS omega, 2018. **3**(8): p. 9945-9955.
- 65. Morais, A., et al., Enhanced photovoltaic performance of inverted hybrid bulkheterojunction solar cells using TiO 2/reduced graphene oxide films as electron transport layers. Journal of Photonics for Energy, 2015. **5**(1): p. 057408-057408.
- 66. Adam, F., et al., Utilization of tin and titanium incorporated rice husk silica nanocomposite as photocatalyst and adsorbent for the removal of methylene blue in aqueous medium. Applied Surface Science, 2013. **264**: p. 718-726.
- 67. Zhang, R., et al., Morphology modulation of SnO photocatalyst: From microplate to hierarchical architectures self-assembled with thickness controllable nanosheets. CrystEngComm, 2018. **20**(32): p. 4651-4665.





ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล วุฒิการศึกษา ผลงานตีพิมพ์ วรเชฐ สมบูรณ์นะ 14 พฤศจิกายน 2526 นครปฐม

