KKU RESEARCH JOURNAL (GRADUATE STUDIES)
Vol. 19 NO. 4: October-December 2019

การสังเคราะห์วัสดุประกอบขั้วแอโนดแคดเมียมซัลไฟด์บนตัวรองรับไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน

Synthesis Of Composite Material Anode CdS/TiO_2Nanotube

มรรค ชอบชื่น (Mark Chobchuen)[1]* ดร.ขนิษฐา คำวิลัยศักดิ์ (Dr.Khanita Kamwilaisak)**
ดร.พรนภา เกษมศิริ (Dr.Pornnapa Kasemsiri)** ดร.ขวัญจิต วงษ์ชารี (Dr.Khwanchit Wongcharee)***

Received: *September 25, 2018*; Revised: *January 22, 2019*; Accepted: *January 27, 2019*)

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนและแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์มีข้อจำกัดของแถบพลังงานที่สูงและช่วงการดูดกลืนแสงที่แคบ ปัจจัยที่มีผลในการไฮโดรเทอร์มอลที่ศึกษาคือความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 7 ถึง 12 M อุณหภูมิ 120 ถึง160 °C ระยะเวลา 24 ถึง 48 hr และอัตราส่วนของแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์ 0.01:1 ถึง 0.2:1 หาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยด้วยวิธี Bruneur-Emmet-Teller (BET) โครงสร้างภายนอกด้วย Transmission Electron Microscopy (TEM) ค่าแถบพลังงานด้วยเครื่อง UV–Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV–DRs) และโครงสร้างผลึกวิเคราะห์ด้วย X-ray Diffractometer (XRD) จากนั้นทำการทดสอบประสิทธิภาพการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู 300 mg/l พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ 140 °C และมีอัตราส่วนแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสมที่สุดคือ 0.01:1 ได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ 195.89 m^2/g แคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์มีค่าแถบพลังงานที่น้อยลงคือ 2.2 eV และมีความสามารถในการดูดซับแสงที่มากขึ้นและกว้างขึ้นถึงช่วงที่ตามองเห็น เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนมีพีคที่แสดงโครงสร้างผลึกไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทสและมีแคดเมียมซัลไฟด์ในโครงสร้างด้วย จากการทดลองกำจัดสีพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีแคดเมียมซัลไฟด์ สามารถกำจัดสีได้มากถึง 68 และ 46 เปอร์เซ็นต์ในสภาวะแสงยูวีและหลอดแสงจันทร์ตามลำดับ

ABSTRACT

Titanium dioxide is limited by its high energy bandgap. This work studied synthesis of Titanium dioxide nanotube and Cadmium sulfide on Titanium dioxide nanotube via hydrothermal method for enhancement photoactivity of Titanium dioxide. Investigated factors in this work are concentration of Sodium hydroxide 7-12 M, temperature 120-160^oC time of hydrothermal 24-48 hours and ratio of Cadmium sulfide per Titanium dioxide 0.01:1 – 0.2:1. Then this work investigated specific surface area by Bruneur-Emmet-Teller (BET) method, the structure by Transmission Electron Microscopy (TEM), energy bandgap by UV–Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV–DRs) and crystal structure by X-ray Diffractometer (XRD). Efficiency of organic degradation was reported from degradation of methylene blue 300 mg/l. The optimum condition for synthesis of cadmium sulfide on titanium dioxide nanotube are 140 ^oC and ratio of cadmium sulfide to titanium dioxide 0.01:1 for the result of specific surface area 195.89 m^2/g and. Cadmium sulfide on titanium dioxide nanotube has lower value of energy band gap to 2.2 eV, higher ability for light absorption and also wider range of absorption wavelength. The XRD result shows crystallinity structure of titanium dioxide anatase and cadmium sulfide in cadmium sulfide on titanium dioxide nanotube. Methylene blue removal by cadmium sulfide on titanium dioxide was at 68 and 46 percentage under UV light and visible light.

คำสำคัญ: ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน แคดเมียมซัลไฟด์
Keywords: Titanium dioxide, Titanium dioxide Nanotube, Cadmium sulfide

[1]*Correspondent author: mark.chobchuen@gmail.com*
** นักศึกษา หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น*
*** ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น*
**** ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร*

บทนำ

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง มีลักษณะอนุภาคเป็นทรงกลมมีน้ำหนักเบา โดยทั่วไปมีโครงสร้างทั้งหมด 3 แบบ คือ Anatase, Rutile, และ Brookite [1] เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์นั้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดี มีราคาไม่แพง ไม่เป็นพิษ และสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ จึงเป็นสารกึ่งตัวนำที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน [2] แต่ไทเทเนียมไดออกไซด์จะต้องได้รับพลังงานกระตุ้นที่แถบพลังงาน 3.2 eV [3] จากคลื่นรังสียูวีที่ความยาวคลื่น 300-350 nm [4] จึงจะสามารถทำงานได้ดี จากข้อจำกัดนี้จึงทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์เกิดปฏิกิริยาทางแสงได้ค่อนข้างช้า และต้องใช้เวลานานในการเริ่มเกิดปฏิกิริยา ดังนั้นถ้าหากสามารถลดค่าแถบพลังงานกระตุ้น และเพิ่มช่วงการรับแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ จะทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีประสิทธิภาพการทำงานที่ดีขึ้น

ในการปรับปรุงไททาเนียมไดออกไซด์นั้นสามารถทำได้หลายวิธี วิธีที่นิยมมากในปัจจุบันคือเปลี่ยนโครงสร้างอนุภาคให้เป็นท่อนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนมีคุณลักษณะพิเศษที่น่าสนใจ คือ มีลักษณะเป็นชั้นๆ มีพื้นที่ผิวมากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์อนุภาคทรงกลม และมีความกว้างของแถบพลังงานอยู่ที่ค่าระหว่าง 3.1 ถึง 3.87 eV [5] จึงทำให้ใช้พลังงานในการกระตุ้นน้อยลงเพราะอิเล็กตรอนสามารถวิ่งเป็นเส้นตรงได้ทันทีและมีประสิทธิภาพสูงกว่าอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ทั่วไป สามารถนำไปใช้งานได้อย่างแพร่หลาย อาทิ ตัวเร่งปฏิกิริยาในการบำบัดน้ำเสีย ใช้ตรวจสอบองค์ประกอบของแก๊ส และเซลล์พลังงานแสงอาทิตย์ [2] อีกทั้งไทเทเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีที่ไม่มีความเป็นพิษ ทนต่อการกัดกร่อน มีความเสถียร มีราคาถูก และสามารถสังเคราะห์ได้หลากหลายวิธี เช่น Template-Assisted [6] Electrochemical Anodization [7] และ Hydrothermal [8] วิธีไฮโดรเทอร์มอลเพื่อสังเคราะห์ท่อนาโนเป็นวิธีที่สังเคราะห์ได้ง่ายที่อุณหภูมิต่ำ และไม่ซับซ้อน จึงเลือกวิธีการนี้มาใช้ในการวิจัยครั้งนี้ การสังเคราะห์สารกึ่งตัวนำลงไปบนไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นก็สามารถช่วยปรับปรุงได้เช่นกัน ซึ่งการสังเคราะห์สารที่มีแถบพลังงานกระตุ้นน้อยกว่าและมีช่วงความยาวคลื่นรับแสงที่กว้างกว่าเข้าไปผสมกับไททาเนียมไดออกไซด์นั้นสามารถลดพลังงานกระตุ้นและเพิ่มช่วงความยาวคลื่นแสงได้ [9] ในงานวิจัยที่ผ่านมามีการศึกษาการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่สภาวะความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 ถึง 12 M ที่ 140 °C 24 hr [5] และยังมีอีกงานวิจัยที่ศึกษาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 70 ถึง 150 °C 48 hr [10] สารกึ่งตัวนำที่นิยมนำมาสังเคราะห์นั้นคือซิงค์ซัลไฟด์และแคดเมียมซัลไฟด์ พบว่าแคดเมียมซัลไฟด์นั้นมีแถบพลังงานเพียง 2.4 eV [11] ในขณะที่ซิงค์ซัลไฟด์มีมากถึง 3.7 eV [12] นอกจากนี้แคดเมียมซัลไฟด์ยังมีช่วงการรับแสงที่กว้างกว่า คือช่วงมากกว่า 530 nm เป็นต้นไป [13] เมื่อทำการทดลองการดูดซับก็พบว่าแคดเมียมซัลไฟด์สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดี นอกจากนี้แคดเมียมซัลไฟด์ยังสามารถเพิ่มช่วงการรับแสงให้ไททาเนียมไดออกไซด์ดีอีกด้วย [14] ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่ศึกษาการใช้แคดเมียมซัลไฟด์เป็นตัวสนับสนุนเพื่อเพิ่มช่วงการรับแสงให้กับตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งการสังเคราะห์แคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนนั้นจึงเลือกวิธีไฮโดรเทอร์มอลซึ่งเป็นวิธีเดียวกับการเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนเนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย สามารถควบคุมเฟสและผลึกได้ [15]

นอกจากนี้ทำการทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดสีของตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้แสงยูวีด้วยหลอดยูวี และภายใต้แสงจากหลอดแสงจันทร์ (Mercury vapor lamp) ซึ่งมีช่วงความยาวแสงตั้งแต่ช่วงยูวีไปจนถึงช่วงที่ตามองเห็น คือ 380 ถึง 720 nm

วัตถุประสงค์การวิจัย

เพื่อศึกษาการเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนและแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน เพิ่มความสามารถในการทำปฏิกิริยาทางแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ และศึกษาการย่อยสลายสีเมทิลีนบลู

วิธีการวิจัย

1. วัสดุ

วัสดุที่ใช้ในการทดลอง คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ P25 Degussa ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน และแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จาก QRëC New Zealand สารตั้งต้นในการสังเคราะห์แคดเมียมซัลไฟด์ คือโซเดียมซัลไฟด์ (Na_2S) จาก Lobachemie India แคดเมียมไนเตรท ($Cd(NO_3)_2$) จาก Himedia India

2. การเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน

ในงานวิจัยนี้จะเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยนำไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 Degussa ปริมาณ 2.5 g มาเป็นสารตั้งต้น และเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 7 10 และ 12 M 35 ml จากนั้นทำให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันด้วยวิธีการโซนิเคทเป็นระยะเวลา 15 min นำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลใน Teflon-lined autoclave ที่อุณหภูมิ 120 140 และ160 °C และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 24 36 และ 48 hr หลังจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลสิ้นสุด นำสารละลายมาล้างให้เป็นกลางด้วยน้ำกลั่นโดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงช่วยแยกตะกอน จากนั้นแช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริก 0.1 M เป็นระยะเวลา 1 hr ล้างให้เป็นกลางอีกครั้ง และสุดท้ายนำไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 hr

ตารางที่ 1 แสดงสภาวะการทดลองสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น (M)	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (hr)
TNT7/120/48	7	120	48
TNT7/140/48	7	140	48
TNT7/160/48	7	160	48
TNT7/140/24	7	140	24
TNT7/140/36	7	140	36
TNT10/140/48	10	140	48
TNT12/140/48	12	140	48

3. การเตรียมแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน

ในการเตรียมแคดเมียมซัลไฟด์บนไทเทเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล จะใช้ไทเนียมไดออกไซด์ P25 Degussa ปริมาณ 2.5 g เป็นสารตั้งต้น และเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 10 M และใส่สารตั้งต้นของแคดเมียมซัลไฟด์ คือ แคดเมียมซัลเฟตและโซเดียมซัลไฟด์เป็นอัตราส่วนแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์ 0.01:1 0.05 และ 0.2 เป็นปริมาตร 35 ml จากนั้นทำให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันด้วยวิธีการโซนิเคทเป็นระยะเวลา 15 min นำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลใน Teflon-lined autoclave ที่อุณหภูมิ 120 140 และ160 °C และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 48 hr หลังจากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลสิ้นสุด นำสารละลายมาล้างให้เป็นกลางด้วยน้ำกลั่นโดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงช่วยแยก

ตะกอน จากนั้นแช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริก 0.1 Mเป็นระยะเวลา 1hr ล้างให้เป็นกลางอีกครั้ง และสุดท้ายนำไปเผาในเตาเผาอุณหภูมิสูงที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 2 hr

ตารางที่ 2 แสดงสภาวะการทดลองสังเคราะห์แคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน

ตัวอย่าง	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (hr)	อัตราส่วน $CdS:TiO_2$
C120/48/001	120	48	0.01
C140/48/001	140	48	0.01
C160/48/001	160	48	0.01
C140/48/005	140	48	0.05
C140/48/020	140	48	0.20

4. การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารใช้เครื่องมือ X-ray Diffractometer (EMPYREAN Panalytical) ที่มุม $2\theta = 20\text{-}80^{o}$ วิเคราะห์โครงสร้างภายนอกของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) (FEI TECNAI G2 20) วิเคราะห์ค่าแถบพลังงานและช่วงการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV–Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (Specord 200) ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้ โดยใช้การวัดการดูดซับแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ −196 °C ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและรูพรุน (ASAP2460 Micromeritic) ก่อนทำการวิเคราะห์ นำตัวอย่างไป Degas ที่อุณหภูมิ 200 °C ภายใต้สภาวะสุญญากาศ

5. การศึกษาการย่อยสลายสีด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

สีที่ใช้ในการถูกย่อยสลายคือสีย้อมเมทิลีนบลู โดยนำมาละลายในน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้น 300 g/l โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่สังเคราะห์ได้คือแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนและไททาเนียมไดออกไซด์ P25 ในการย่อยสลายเป็นระยะเวลา 6 hr ภายใต้แสงในช่วงยูวีด้วยหลอดยูวีและภายใต้แสงที่มองเห็น (380 ถึง 720 nm)ได้ด้วยหลอดแสงจันทร์ เก็บตัวอย่างที่เวลาต่างๆ และนำไปหาค่าดูดกลืนแสงด้วยเครื่องมือ UV−spectrophotometer (G11034 Agilent) โดยใช้ค่าความยาวคลื่น (λ) เท่ากับ 200 ถึง 800 nm หลังจากทำ Calibration Curve เพื่อหาความเข้มข้นของสีที่ระยะเวลาต่างๆ แล้วคำนวณร้อยละการย่อยสลายสี ได้จากสมการที่ (1)

$$\text{ร้อยละการย่อยสลายสี} = \left(\frac{C_0 - C_t}{C_0}\right) \times 100 \qquad (1)$$

เมื่อ C_0 คือ ค่าความเข้มข้นของสีก่อนการย่อยสลายสี และ C_t คือ ค่าความเข้มข้นของสีในขณะการย่อยสลายสีที่เวลาต่าง ๆ

ผลการวิจัย

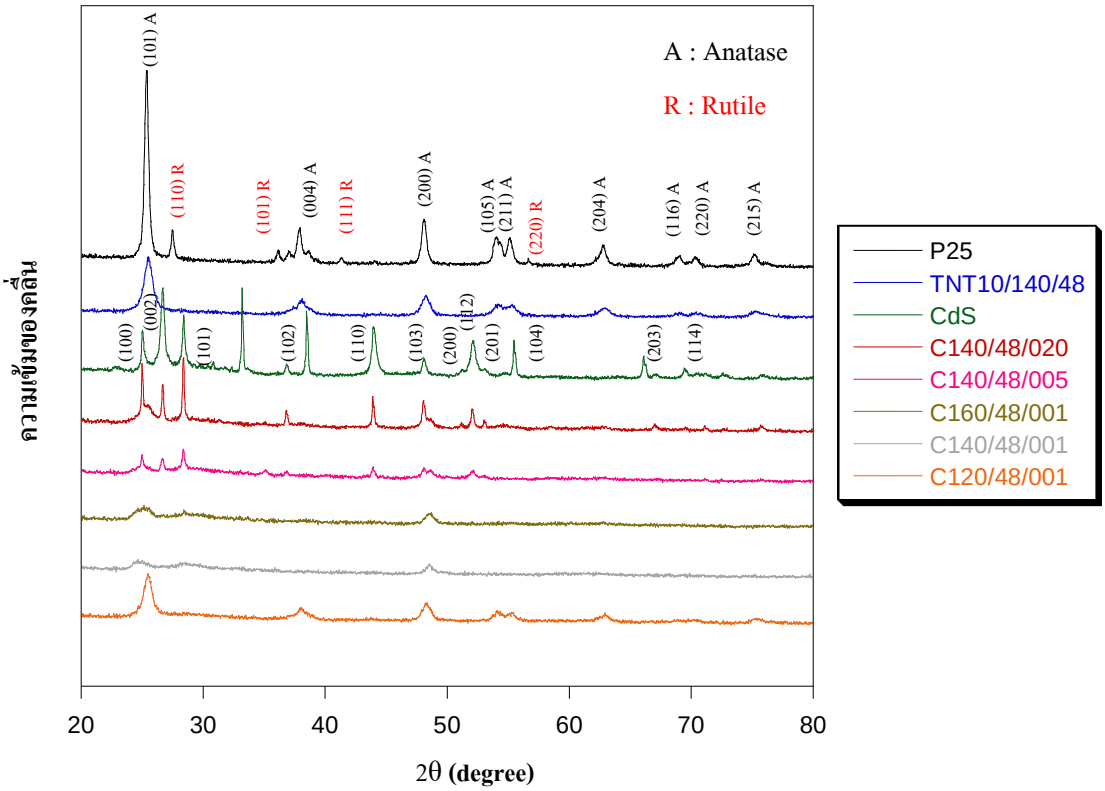
1. คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

1.1 วิเคราะห์โครงสร้างผลึก

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้จะใช้เครื่องมือ XRD $2\theta = 20\text{-}80^{\circ}$ ซึ่งได้ผลดังภาพที่ 1 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีพีคของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์ที่หายไปคือ 27° 36° 41.5° และ57° ซึ่งตรงกับระนาบ (110) (101) (111) และ (220) [16] [17] ตัวอย่างแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ทั้งหมดนั้นมีพีคของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส 25.2° คาบเกี่ยวกับพีคของแคดเมียมซัลไฟด์ 24.9° แสดงให้เห็นถึงการมีอยู่ของโครงสร้างผลึกของทั้งแคดเมียมซัลไฟด์และไททาเนียมไดออกไซด์ นอกจากนี้ทั้ง 5 ตัวอย่างยังมีพีคที่บอกถึงโครงสร้างผลึกของแคดเมียมซัลไฟด์อีกคือ 24.9° 26.6° 28.3° 36.8° 43.9° 48.1° 51.1° 52.1° 53.1° 54.9° 67.1° และ 72.8° ตรงกับระนาบ (100) (002) (101) (102) (110) (103) (200) (112) (201) (004) (202) (210) และ(105) และยังมีพีคของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทสอีกที่ 53.97° 55.05° 62.70° และ 75.05° ซึ่งตรงกับระนาบ (105) (211) (204) และ (215) [17] เมื่อเปรียบเทียบพีคของตัวอย่าง C140/48/001 C140/48/005 และ C140/48/020 ซึ่งมีการใช้อัตราส่วนแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ 0.01 0.05 และ 0.2 ตามลำดับ พบว่าพีคที่แสดงถึงโครงสร้างของแคดเมียมซัลไฟด์เพิ่มขึ้นตามลำดับเนื่องจากมีแคดเมียมในโครงสร้างที่มากขึ้น [18] เมื่อเปรียบเทียบ C120/48/001 C140/48/001 และ C160/48/001 คือใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันกัน 120 140 และ160 °C จะพบว่าที่อุณหภูมิ 120 °C จะได้โครงสร้างไททาเนียมเฟสอนาเทสที่มีความบริสุทธิ์สูงมากที่สุด

1.2 วิเคราะห์โครงสร้างภายนอก

ในการทดลองนี้ได้ทำการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนจากไททาเนียมไดออกไซด์ P25 ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล จากภาพที่ 2 คือภาพถ่ายจากเครื่องมือ TEM ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่สภาวะความเข้มข้นโซเดียมไฮโดรอกไซด์ 7 M 48 hr ที่อุณหภูมิ 120 (ข) 140 (ค) และ160 (ง) °C เทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์ P25 (ก) พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์จากปฏิกิริยาที่ 120 °C (ข) มีการกระจายตัวออกเป็นแผ่นเนื่องจากกระบวนการแตกพันธะทางเคมีของไททาเนียมไดออกไซด์ และมีบางส่วนม้วนเข้าเป็นรูปท่อเนื่องจากประจุของโซเดียมและไฮโดรเจนในโครงสร้างของท่อนาโน [1] เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 140 °C (ค) จะพบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ม้วนตัวเป็นท่อที่มีความสมบูรณ์มากขึ้นแต่ยังมีลักษณะที่ไม่สมบูรณ์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาว่าอุณหภูมิที่ทำให้ท่อมีความสมบูรณ์คือช่วง 130 – 150 °C [1] แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 160 °Cพบว่ามีท่อบางส่วนม้วนตัวมากเกินไปจนผิดรูป หรืออาจม้วนจนเป็นลักษณะท่อไฟเบอร์เนื่องจากผลจากการเพิ่มอุณหภูมิมากเกินไป [1] จึงพบว่าอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่ 140 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมท่อนาโน



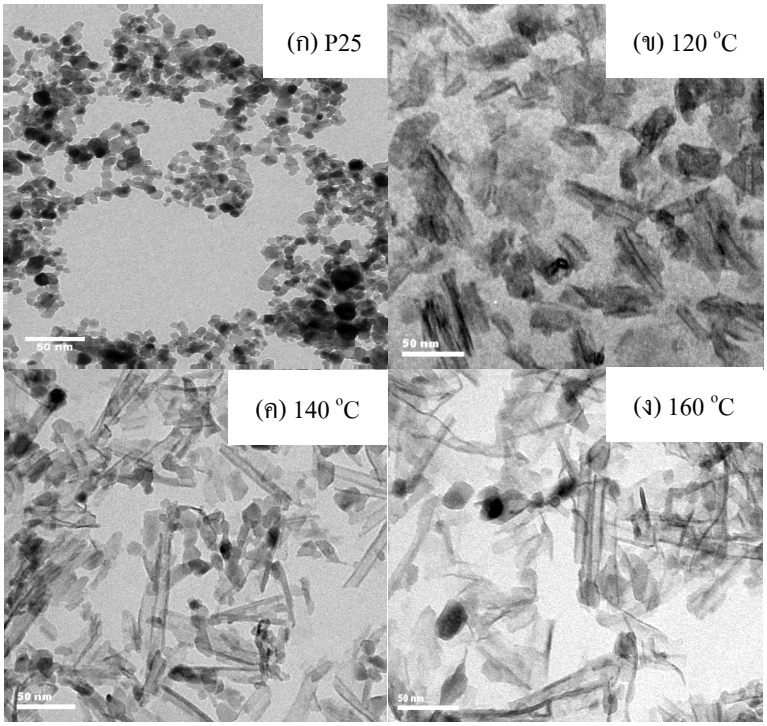
ภาพที่ 1 XRD ของไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน แคดเมียมซัลไฟด์ และแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน

ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลต่อการเกิดท่อนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์แสดงในภาพที่ 3 โดยสภาวะการทดลองที่ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 7 M และอุณหภูมิ 140 °C พบว่าที่เวลา 24 hr ไททาเนียมไดออกไซด์ส่วนใหญ่ยังมีลักษณะเป็นแผ่น และมีบางส่วนยังม้วนไม่สำเร็จ เกิดจากการที่ให้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์กลายเป็นแผ่นไม่เพียงพอ [1] เมื่อเพิ่มระยะเวลาเป็น 36 (ค) และ 48 hr (ง) จะพบว่าท่อส่วนใหญ่สามารถม้วนตัวเป็นทรงได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้นช่วงระยะเวลาที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ให้ได้ทรงท่อคือ 36 ถึง 48 hr

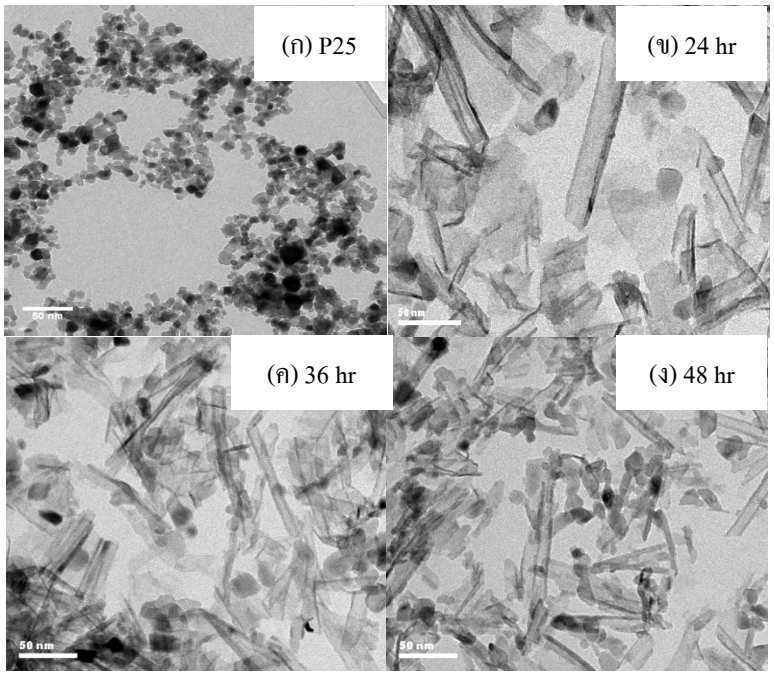
ผลของความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการไฮโดรเทอร์มอลที่มีต่อลักษณะโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนแสดงภาพที่ 4 โดยสภาวะการทดลองที่อุณหภูมิ 140 °C ระยะเวลา 48 hr ที่ความเข้มข้น 7 ถึง 10 Mพบว่าการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่มีผลที่ชัดเจนต่อสภาพโครงสร้างภายนอกของท่อนาโน แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 12 M จะพบท่อหลายส่วนที่บิดและเสียรูปทรง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Camposeco ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์จนถึง 10 M จะเกิดรูปทรงท่อนาโน แต่การเพิ่มโซเดียมไฮดรอกไซด์ขึ้นไปอีกจะทำให้เกิดรูปทรงลวดนาโน [5]

ภาพที่ 5 แสดงภาพถ่ายจากเครื่องมือ TEM ของแคดเมียมซัลไฟด์บนท่อนาโนที่สภาวะอุณหภูมิ 120 °C 48 hr และมีอัตราส่วนของแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์ ที่ 0.01:1 พบว่ามีอนุภาคแคดเมียมเกาะอยู่บนไททาเนียมไดออกไซด์ลักษณะเป็นท่อ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 140 °C รูป (ข) พบว่าท่อมีขนาดยาวขึ้นเนื่องจากการใช้เวลาทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่นานขึ้น [2] ในรูป (ค) คือสภาวะที่อุณหภูมิ 140 °C ระยะเวลา 48 hr แต่เพิ่มอัตราส่วนของ

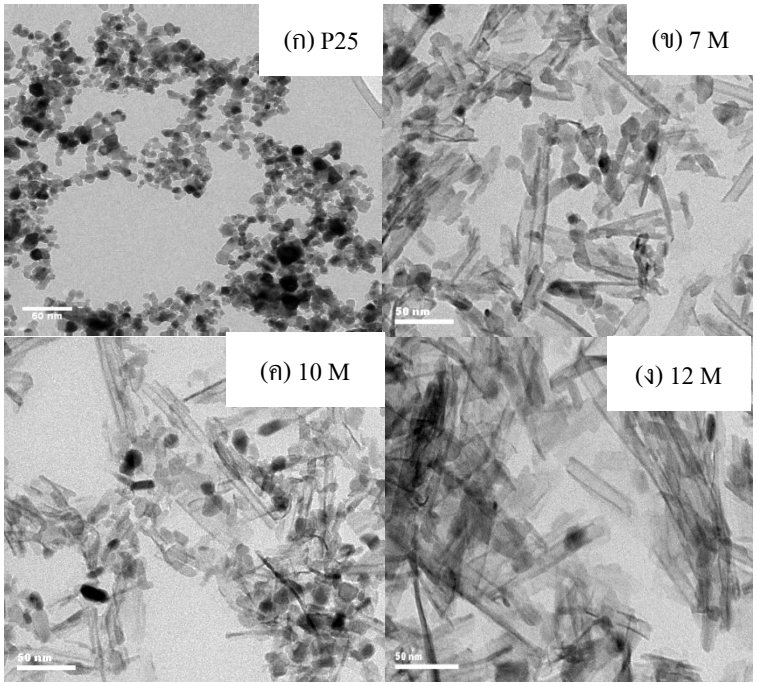
แคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์ 0.05:1 และเพิ่มเป็น 0.2:1 ดังภาพ (ง) ซึ่งมีจำนวนของอนุภาคแคดเมียมซัลไฟด์มากขึ้นเนื่องจากการเพิ่มสารตั้งต้นของแคดเมียมมากขึ้นทำให้เกิดแคดเมียมซัลไฟด์ที่มากขึ้น



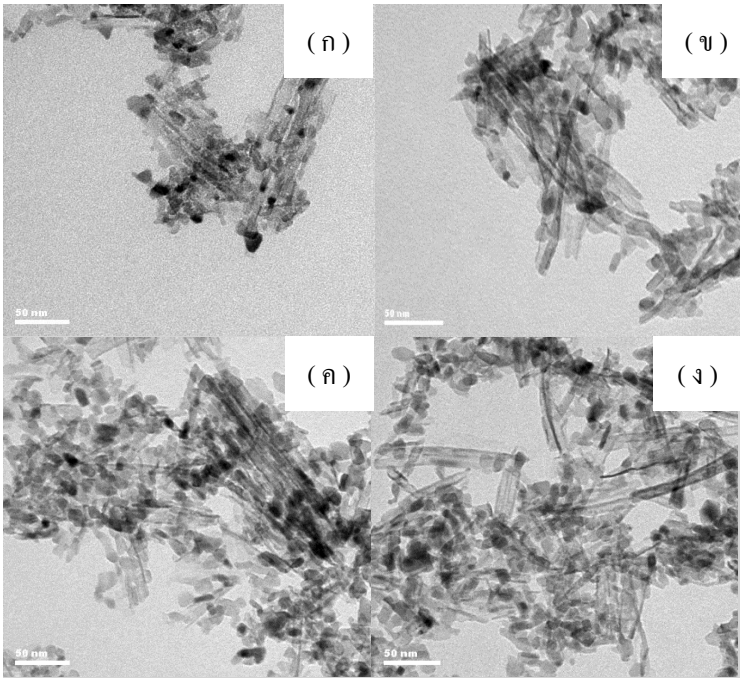
ภาพที่ 2 ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยาย 13500 เท่าของ TiO_2 P25 เทียบกับ TNTs ที่สภาวะความเข้มข้น NaOH 7 M 48 hr ที่อุณหภูมิต่างๆ



ภาพที่ 3 ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยาย 13500 เท่าของ TiO_2 P25 เทียบกับ TNTs ที่สภาวะความเข้มข้น NaOH 7 M 140 °C ที่ใช้เวลาทำปฏิกิริยาต่างๆ



ภาพที่ 4 ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยาย 13500 เท่าของ TiO_2 P25 เทียบกับ TNTs ที่ 140 ^oC 48 hr และใช้ความเข้มข้น NaOH ที่ความเข้มข้นต่างๆ



ภาพที่ 5 ภาพถ่าย TEM ที่กำลังขยาย 13500 เท่าของแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่สภาวต่างๆ (ก) 120 ^oC 48 hr CdS:TiO_2 ที่ 0.01:1 (ข) 140 ^oC 48 hr CdS:TiO_2 ที่ 0.01:1 (ค) 140 ^oC 48 hr CdS:TiO_2 ที่ 0.05:1 (ง) 120 ^oC 48 hr CdS:TiO_2 ที่ 0.20:1

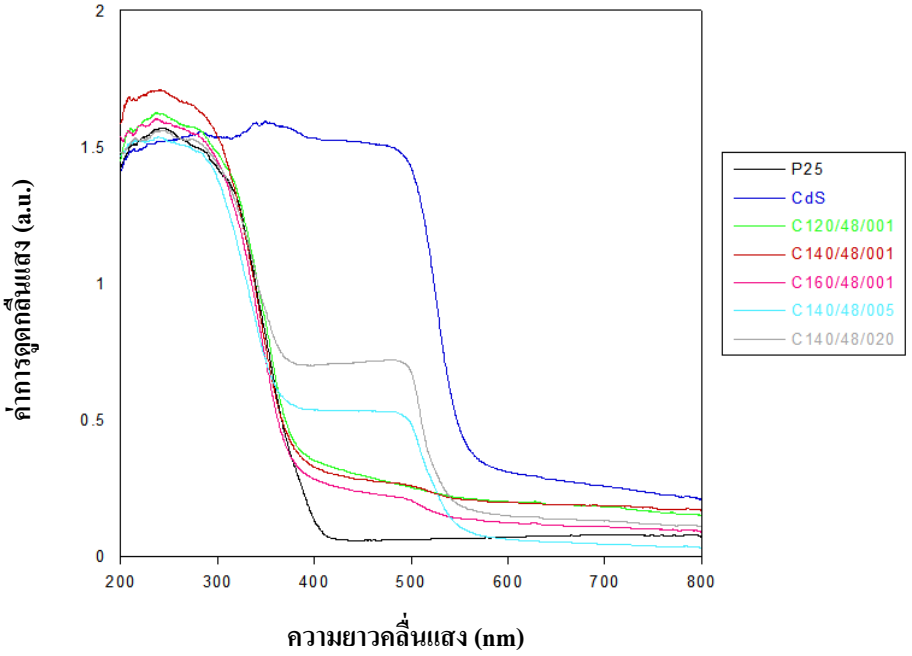
1.3 วิเคราะห์ค่าแถบพลังงานและช่วงการดูดกลืนแสง

เนื่องจากลักษณะของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เปลี่ยนไปเป็นทรงท่อมีโครงสร้างที่เป็นเส้นตรงตามท่อ ทำให้การถ่ายโอนอิเล็กตรอนเกิดขึ้นได้ง่ายกว่าโครงสร้างแบบอนุภาคทรงกลม [19] ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนจึงมีค่าแถบพลังงานที่ลดลง นอกจากนี้แล้วการเพิ่มแคดเมียมซัลไฟด์ลงไปในโครงสร้างซึ่งมีค่าแถบพลังงานเพียง 2.4 ทำให้การรับและส่งอิเล็กตรอนโดยรวมง่ายขึ้น จากตารางที่ 3 จะเห็นว่าการเพิ่มอัตราส่วนแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์ จาก 0.01:1 เป็น 0.05:1 และ 0.2:1 ทำให้ค่าแถบพลังงานลดลงจาก 2.2 เป็น 2.19 และ 2.16 ตามลำดับ เนื่องจากหลังจากการเกิดฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล จะเกิดแคดเมียมซัลไฟด์ในโครงสร้างมากขึ้น ทำให้ค่าแถบพลังงานโดยรวมลดลงไปอีก

ตารางที่ 3 แสดงพื้นที่ผิวจำเพาะของแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนสภาวะต่างๆ

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น (M)	อุณหภูมิ (°C)	อัตราส่วน Cd/Ti	แถบพลังงาน (eV)
P25	-	-	-	3.20
TNT10/140/48	10	140	-	2.76
C140/48/001	10	140	0.01	2.20
C140/48/005	10	140	0.05	2.19
C140/48/020	10	140	0.2	2.16

เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงมาหาความสัมพันธ์กับช่วงของแสง จากภาพที่ 6 ในช่วงความยาวคลื่น 200 ถึง 400 nm เป็นช่วงของรังสียูวี ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนและแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนมีค่าการดูดกลืนแสงที่สูงขึ้น จึงควรมีประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับ P25 ในช่วงความยาวคลื่นนี้ พบว่าแคดเมียมซัลไฟด์ที่มีค่าการดูดกลืนแสงมากถึง 570 nm เมื่อนำมาสังเคราะห์ร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีค่าการดูดกลืนแสงไม่เกิน 400 nm สามารถเพิ่มช่วงการรับแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนได้ สภาวะที่มีค่าการดูดกลืนแสงในช่วงยูวีสูงที่สุดคือ C140/48/001 เนื่องจากมีความเป็นท่อนาโนสูงที่สุด จึงมีความสามารถในการดูดกลืนแสงเหมือนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน และสภาวะที่มีค่าการดูดกลืนแสงในช่วงที่ตามองเห็นสูงที่สุดคือ C140/48/020 ซึ่งมีอัตราส่วนของแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียม 0.02 ต่อ 1 เนื่องจากปริมาณของแคดเมียมซัลไฟด์ในโครงสร้างที่สูงที่สุด จึงส่งผลให้แคดเมียมซัลไฟด์ช่วยดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ตามองเห็นได้สูงขึ้น นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบการงานวิจัยที่ผ่านมา ซึ่งสังเคราะห์แคดเมียมซัลไฟด์ลงบนไททาเนียมไดออกไซด์เช่นกัน พบว่าแนวโน้มของการเพิ่มช่วงการดูดกลืนแสงที่คล้ายกัน คือแคดเมียมซัลไฟด์สามารถเพิ่มช่วงการดูดกลืนแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ให้มากกว่า 400 ถึง 550 nm [20]



ภาพที่ 6 ค่าการดูดกลืนแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่อุณหภูมิต่างๆ

1.4 วิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ

จากการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยทฤษฎีของ The Brunauer Emmett-Teller (BET) แสดงในตารางที่ 4 พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของทุกสภาวะมีค่ามากขึ้นกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ P25 ที่มีค่า 52.04 (m^2/g) แต่ละสภาวะที่ทำการศึกษาใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 7 M และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 48 hr โดยที่ใช้อุณหภูมิ 120, 140 และ160 °C ที่สภาวะความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 7 M และใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 48 hr โดยที่ใช้อุณหภูมิ 120 °C พบว่ามีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะมากขึ้นถึง 178.57 m^2/g และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 140 °C มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะมากขึ้นเป็น 246.67 m^2/g แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 160 °C มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงเป็น 97.89 m^2/g เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิมากเกินไปจะทำให้ท่อมีความยาวที่มากขึ้นแต่เส้นผ่าศูนย์กลางลดลง หรืออาจกลายเป็นโครงสร้างแบบลวดนาโนซึ่งอาจทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง [1]

เมื่อทำการศึกษาสภาวะ 140 °C 10 M ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 hr มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะมากขึ้นเป็น 249.93 m^2/g และเมื่อเพิ่มเวลาเป็น 48 hr มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะใกล้เคียงกันคือ 246.69 m^2/g การเพิ่มระยะเวลาการทำไฮโดรเทอร์มอลช่วยให้การเกิดท่อสมบูรณ์มากขึ้น [1]

เมื่อทำการทดลองสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 48 hr อุณหภูมิ 140 °C และความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 7, 10 และ 12 M พบว่าที่สภาวะความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 7 M มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ 246.69 m^2/g เมื่อใช้ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์เพิ่มเป็น 10 Mมีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มเป็น 247.56 m^2/g แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกเป็น 12 มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงเหลือ 223.47 m^2/g การเพิ่มขึ้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับท่อนาโนได้ แต่หากเพิ่มมากเกินไปจะทำให้รูปทรงเปลี่ยนไปและอาจส่งผลต่อพื้นที่ผิว [21] ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมา คือโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลโดยตรงกับการเปลี่ยนสภาพของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ไปเป็นท่อนาโน ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลโซเดียมจะเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของไททาเนียมซึ่งมีลักษณะเป็นแผ่นโซเดียมไททาเนท Ti-O-Na หลังจาก

กระบวนการล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ไฮโดรเจนจะเข้าไปแทนที่โซเดียม Ti-O-H ซึ่งจะส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงประจุภายในแผ่นและเกิดการม้วนตัวในที่สุด [21] ดังนั้นการที่มีโซเดียมในโครงสร้างของแผ่นโซเดียมไททาเนทน้อยเกินไปจึงทำให้การม้วนตัวไม่สมบูรณ์และการที่มีโซเดียมในโครงสร้างมากเกินไปจะทำให้เกิดประจุมากและเกิดการม้วนตัวเกินกว่าที่ท่อนาโนควรจะเป็น [22] ดังนั้นค่าความเข้มข้นที่เหมาะสมที่สุดในการทดลองนี้คือ 10 M

ตารางที่ 4 ตารางแสดงพื้นที่ผิวจำเพาะของไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนสภาวะต่างๆ

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น (M)	อุณหภูมิ (ºC)	เวลา (hr)	พื้นที่ผิวจำเพาะ(m^2/g)
TNT7/120/48	7	120	48	178.57
TNT7/140/48	7	140	48	246.69
TNT7/160/48	7	160	48	97.89
TNT7/140/24	7	140	24	160.05
TNT7/140/36	7	140	36	249.93
TNT7/140/48	7	140	48	246.69
TNT7/140/48	7	140	48	246.69
TNT10/140/48	10	140	48	247.56
TNT12/140/48	12	140	48	223.47

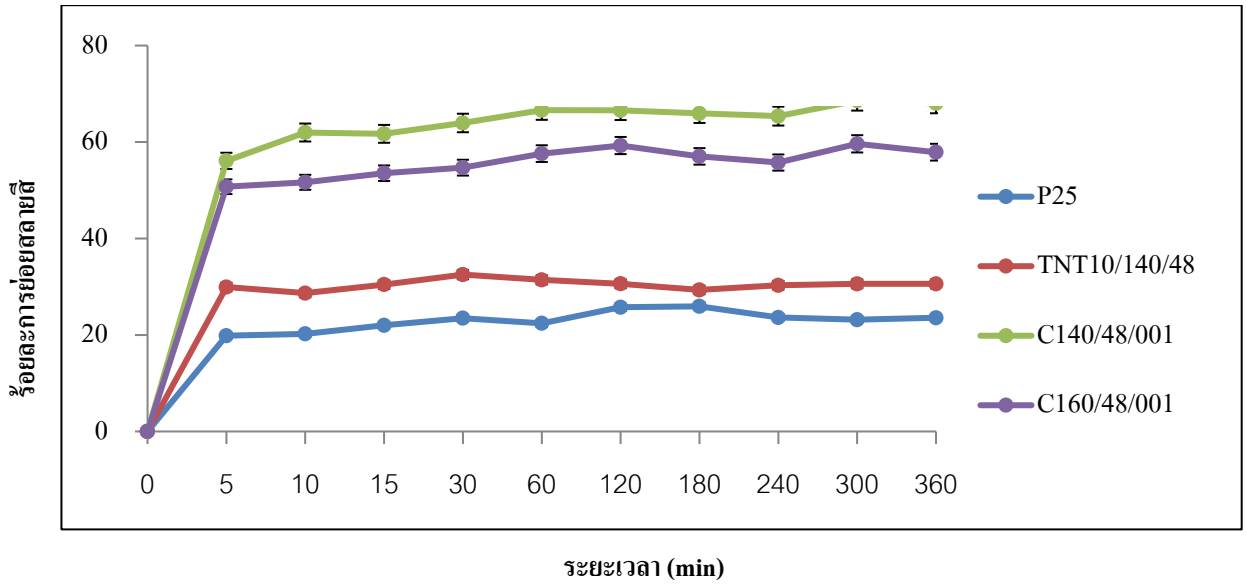
จากตารางที่ 5 แสดงผลการวัดพื้นที่ผิวของแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ใช้เวลาทำปฏิกิริยา 48 hr มีอัตราส่วนของแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์เนียม 0.01:1 และใช้อุณหภูมิ 120 140 และ160 °C พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขึ้น ท่อนาโนจะมีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นคือ 193.67 m^2/g 195.89 m^2/g และ 227.82 m^2/g ตามลำดับ เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิมากขึ้นจะช่วยทำให้ท่อมีความยาวที่มากขึ้นเล็กน้อยซึ่งส่งผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะ เมื่อนำผลวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนและแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่มีสภาวะการสังเคราะห์ที่เหมือนกันคือความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 M 140 °C และ 48 hr มาเปรียบเทียบกันพบว่าแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่ลดลงเมื่อเทียบกับทาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน 21.6% เนื่องจากแคดเมียมซัลไฟด์มีพื้นที่ผิวการทำปฏิกิริยาน้อยมากเมื่อเทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน เมื่อสังเคราะห์แคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล แคดเมียมซัลไฟด์อาจจะมาเกาะกับอนุภาคท่อนาโน ถึงแม้ว่าแคดเมียมซัลไฟด์จะช่วยลดค่าแถบพลังงานลงได้ แต่ส่งผลบดบังและทำให้พื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนลดลงเช่นกัน

ตารางที่ 5 ตารางแสดงพื้นที่ผิวจำเพาะของแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนสภาวะต่างๆ

ตัวอย่าง	ความเข้มข้น (Molar)	อุณหภูมิ (ºC)	อัตราส่วน Cd/Ti	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)
C120/48/001	10	120	0.01	193.67
C140/48/001	10	140	0.01	195.89
C160/48/001	10	160	0.01	227.82
C140/48/005	10	140	0.05	196.03
C140/48/020	10	140	0.2	151.35

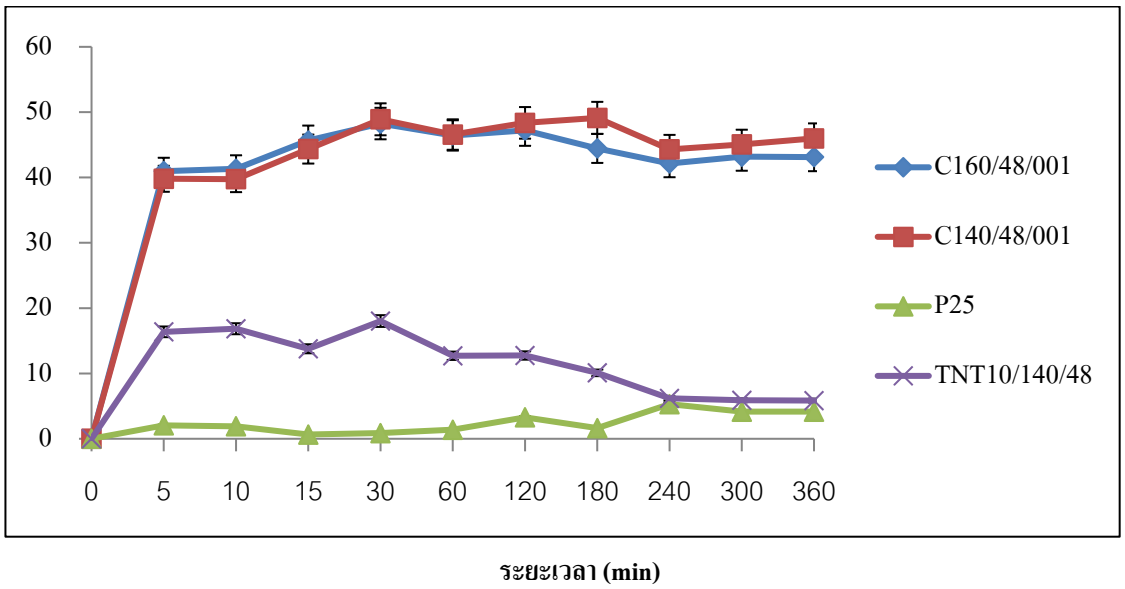
2. การย่อยสลายสีด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมได้

จากการทดลองย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นสี 300 ppm แสดงในภาพที่ 7 โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.3 g ในสารละลายสี 300 ml เป็นระยะเวลา 6 hr ภายใต้แสงยูวี พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ P25 สามารถกำจัดสีได้ 23 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน TNT10/140/48 สามารถกำจัดสีได้ถึง 30 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ C140/48/001 และ C160/48/001 สามารถกำจัดสีได้ 58 และ 68 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโนมและสอดคล้องกับผลการทดลองในงานวิจัยนี้



ภาพที่ 7 การย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นสี 300 ppm เป็นระยะเวลา 6 hrภายใต้แสงยูวี

ภาพที่ 8 คือการทดลองย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นสี 300 ppm โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา 0.3 gในสารละลายสี 300 ml เป็นระยะเวลา 6 hr ภายใต้หลอดแสงจันทร์ 160 Watt พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ P25 สามารถกำจัดสีได้ 4 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน TNT10/140/48 สามารถกำจัดสีได้ถึง 6 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ C140/48/001 และ C160/48/001 สามารถกำจัดสีได้ 43 และ 46 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ซึ่งมีแนวโน้มและสอดคล้องกับผลการย่อยสลายสีอื่นๆในงานวิจัยนี้ แต่ในการดูดซับและย่อยสลายสีภายใต้หลอดแสงจันทร์มีประสิทธิภาพที่ต่ำกว่าการดูดซับและย่อยสลายสีภายใต้หลอดยูวี เนื่องจากหลอดแสงจันทร์มีความเข้มของแสงในช่วงยูวีที่ต่ำกว่าหลอดยูวีที่ 380 410 และ 440 nm ถึงแม้หลอดแสงจันทร์จะมีความเข้มแสงในช่วงที่ตามองเห็นคือ 560 nm แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีช่วงการดูดซับแสงในช่วง 560 nmที่ไม่สูงมากนัก อย่างไรก็ตามการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้สามารถทำปฏิกิริยาที่แสงที่ตามองเห็นได้อย่างเห็นได้ชัด เมื่อเทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีแคดเมียมซัลไฟด์ซึ่งสามารถกำจัดสีได้เพียง 4 ถึง 6 เปอร์เซ็นต์เท่านั้น



ภาพที่ 8 การย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นสี 300 ppm เป็นระยะเวลา 6 hr ภายใต้หลอดแสงจันทร์

อภิปรายและสรุปผลการวิจัย

การสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นไปได้ด้วยดี จากการศึกษาผลของปัจจัยที่มีต่อพื้นที่ผิวและสภาพทางกายภาพของท่อ พบว่าสภาวะอุณหภูมิ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา และความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์มีผลต่อการเกิดท่อนาโน และการม้วนตัวของท่อนาโน จากการทดลองข้างต้นสามารถสรุปได้ว่าสภาวะที่ได้ทำการศึกษาทั้ง 3 ปัจจัย สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนเพื่อให้ได้ท่อที่มีความสมบูรณ์คือ ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 M เมื่อใช้อุณหภูมิ 140 °C และใช้เวลาทำปฏิกิริยา 48 hr ได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ 247.56 m^2/g

การสังเคราะห์แคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นไปได้ด้วยดี จากการศึกษาผลของปัจจัยที่มีต่อพื้นที่ผิวและสภาพทางกายภาพของท่อ พบว่าสภาวะที่ได้พื้นที่ผิวมากที่สุดคือ 160 °C ได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ 227.82 m^2/g และได้ท่อมีขนาดที่ยาวมากที่สุด เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนที่สภาวะเดียวกัน พบว่าแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่า เมื่อศึกษาผลของอัตราส่วนของแคดเมียมซัลไฟด์ต่อไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีต่อพื้นที่ผิว พบว่าสภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือ 0.01:1 มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 195.89 m^2/g เมื่อนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ที่ $2\theta = 20^\circ$ ถึง 80° พบว่าแคดเมียมซัลไฟด์บนไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโนมีพีคที่แสดงถึงการมีอยู่ของโครงสร้างผลึกไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส และมีโครงสร้างผลึกของแคดเมียมอยู่ในโครงสร้าง เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย UV-DRs พบแนวโน้มที่สอดคล้องกับความสมบูรณ์ของท่อและพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งก็คือตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีท่อที่สมบูรณ์กว่าจะมีช่วงแถบพลังงานที่แคบกว่าและค่าการดูดกลืนที่สูงกว่า และผลการวิเคราะห์นี้ยังสามารถยืนยันการเพิ่มแคดเมียมซัลไฟด์ลงไปในโครงสร้างสามารถช่วยเพิ่มความยาวคลื่นที่ตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถดูดซับได้ไปจนถึงช่วงที่ตามองเห็น

เมื่อทำการทดสอบการดูดซับและย่อยสลายสีเมทิลีนบลูที่ 300 ppm ทั้งในระบบแสงช่วงยูวีและหลอดแสงจันทร์ พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีแคดเมียมซัลไฟด์ C140/48/010 สามารถกำจัดสีได้มากถึง 68 และ 46 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ในขณะที่ไททาเนียมไดออกไซดท่อนาโน TNT10/140/48 สามารถกำจัดสีได้ 30 และ 6 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ

และ P25 สามารถกำจัดสีได้ 4 และ 23 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ การทดลองนี้จึงแสดงให้เห็นว่าแคดเมียมซัลไฟด์และคุณสมบัติของท่อนาโนสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดสีช่วงความยาวคลื่นแสงต่างๆได้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนและส่งเสริมการทำวิทยานิพนธ์จากกลุ่มวิจัยวิศวกรรมประยุกต์เพื่อพืชเศรษฐกิจที่สำคัญของภาคตะวันออกเฉียงเหนือ

เอกสารอ้างอิง

1. D Reyes-Coronado and G Rodríguez-Gattorno and M E Espinosa-Pesqueira and C Cab and R de Coss and G Oskam. Phase-pure TiO 2 nanoparticles: anatase, brookite and rutile. Nanotechnology. 2008;19(14):145605.
2. Pang YL, Lim S, Ong HC, Chong WT. A critical review on the recent progress of synthesizing techniques and fabrication of TiO2-based nanotubes photocatalysts. Appl Catal Gen. 2014 Jul 5;481:127–142.
3. Roy P, Berger S, Schmuki P. TiO2 Nanotubes: Synthesis and Applications. Angew Chem Int Ed. 2011 Mar 21;50(13):2904–2939.
4. Shei SC. Optical and Structural Properties of Titanium Dioxide Films from and Starting Materials Annealed at Various Temperatures. Vol. 2013. 2013. 1 p.
5. Camposeco R, Castillo S, Mejia-Centeno I, Navarrete J, Gómez R. Effect of the Ti/Na molar ratio on the acidity and the structure of TiO2 nanostructures: Nanotubes, nanofibers and nanowires. Mater Charact. 2014 Apr 1;90:113–120.
6. Lee J-H, Leu I-C, Hsu M-C, Chung Y-W, Hon M-H. Fabrication of Aligned TiO2 One-Dimensional Nanostructured Arrays Using a One-Step Templating Solution Approach. J Phys Chem B. 2005 Jul 1;109(27):13056–13059.
7. Ghicov A, Tsuchiya H, Macak JM, Schmuki P. Titanium oxide nanotubes prepared in phosphate electrolytes. Electrochem Commun. 2005 May 1;7(5):505–509.
8. Wu H-W. A review of recent development: Transport and performance modeling of PEM fuel cells. Appl Energy. 2016 Mar 1;165:81–106.
9. Lee HJ, Bang J, Park J, Kim S, Park S-M. Multilayered Semiconductor (CdS/CdSe/ZnS)-Sensitized TiO2 Mesoporous Solar Cells: All Prepared by Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction Processes. Chem Mater. 2010 Oct 12;22(19):5636–5643.
10. Seo H-K, Kim G-S, Ansari SG, Kim Y-S, Shin H-S, Shim K-H, et al. A study on the structure/phase transformation of titanate nanotubes synthesized at various hydrothermal temperatures. Sol Energy Mater Sol Cells. 2008;92(11):1533–1539.
11. Luo J, Ma L, He T, Ng CF, Wang S, Sun H, et al. TiO2/(CdS, CdSe, CdSeS) Nanorod Heterostructures and Photoelectrochemical Properties. J Phys Chem C. 2012 Jun 7;116(22):11956–11963.

12. Raubach CW, de Santana YVB, Ferrer MM, Longo VM, Varela JA, Avansi W, et al. Strutural and optical approach of CdS@ZnS core–shell system. Chem Phys Lett. 2012 May 21;536:96–99.
13. Pandya S. PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF CADMIUM SULPHIDE NANOCRYSTALLINE THIN FILM GROWN BY CHEMICAL METHOD. Vol. 7. 2016. 14887 p.
14. Wang B, Zhang H, Lu X-Y, Xuan J, Leung MKH. Solar photocatalytic fuel cell using CdS–TiO2 photoanode and air-breathing cathode for wastewater treatment and simultaneous electricity production. Chem Eng J. 2014 Oct 1;253:174–182.
15. Chen Y, Wang L, Lu G (Max), Yao X, Guo L. Nanoparticles enwrapped with nanotubes: A unique architecture of CdS/titanate nanotubes for efficient photocatalytic hydrogen production from water. J Mater Chem. 2011;21(13):5134–5141.
16. Yu L, Wang D, Ye D. CdS nanoparticles decorated anatase TiO2 nanotubes with enhanced visible light photocatalytic activity. Sep Purif Technol. 2015 Dec 17;156:708–714.
17. Manique MC, Silva AP, Alves AK, Bergmann CP. TITANATE NANOTUBES PRODUCED FROM MICROWAVE-ASSISTED HYDROTHERMAL SYNTHESIS: CHARACTERIZATION, ADSORPTION AND PHOTOCATALYTIC ACTIVITY. Braz J Chem Eng. 2017;34:331–339.
18. Jiang B, Yang X, Li X, Zhang D, Zhu J, Li G. Core-shell structure CdS/TiO2 for enhanced visible-light-driven photocatalytic organic pollutants degradation. J Sol-Gel Sci Technol. 2013 Jun 1;66(3):504–11.
19. Yan J, Zhou F. TiO2 nanotubes: Structure optimization for solar cells. J Mater Chem. 2011;21(26):9406–18.
20. Li X, Chen X, Niu H, Han X, Zhang T, Liu J, et al. The synthesis of CdS/TiO2 hetero-nanofibers with enhanced visible photocatalytic activity. J Colloid Interface Sci. 2015 Aug 15;452:89–97.
21. Bavykin DV, Parmon VN, Lapkin AA, Walsh FC. The effect of hydrothermal conditions on the mesoporous structure of TiO2 nanotubes. J Mater Chem. 2004;14(22):3370–3377.
22. Sreekantan S, Wei LC. Study on the formation and photocatalytic activity of titanate nanotubes synthesized via hydrothermal method. J Alloys Compd. 2010 Feb 4;490(1):436–442.