# การระบุเลขออกซิเดชันของสารหนู (V) โดยใช้เทคนิคซินโครตรอนเบส เอ็กสเรย์สเปกโทสโกปี

กาญจนา สอนวดี กรวุฒิ จำเริญพัฒน์

การศึกษาอิสระ เสนอเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี มีนาคม 2562 มหาวิทยาลัยพะเยา ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยพะเยา คณะกรรมการสอบการศึกษาอิสระ อาจารย์ที่ปรึกษา และคณบดีคณะวิทยาศาสตร์ได้ พิจารณาการศึกษา เรื่อง "การระบุเลขออกซิเดชันของสารหนู (V) โดยใช้เทคนิคซินโครตรอน เบสเอ็กสเรย์สเปกโทสโกปี" เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ของมหาวิทยาลัยพะเยา

Sel.

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์เอกสุรีย์ ศักดิ์ศรชัย) ประธานกรรมการ

Pervar might

(ดร.ชัยพัฒน์ ลาพินี) กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์จุฑารัตน์ ก๋าวินจันทร์) กรรมการ

NJC

(รองศาสตราจารย์ปรียานันท์ แสนโภชน์) คณบดีคณะวิทยาศาตร์ มีนาคม 2562

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยพะเยา

#### กิตติกรรมประกาศ

ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ ดร.ชัยพัฒน์ ลาพินี ที่ได้ให้คำปรึกษา ข้อคิด และคำแนะนำต่างๆ อันเป็นประโยชน์ พร้อมทั้งสนับสนุนงบประมาณในการทำการศึกษา และทำการตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ตลอดระยะเวลาที่ดำเนินการศึกษา ทำให้ การศึกษาครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์จุฑารัตน์ ก๋าวินจันทร์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์เอกสุรีย์ ศักดิ์ศรชัย ที่ได้สละเวลาอันมีค่าเป็นคณะกรรมการ การสอบ ในครั้งนี้ ตลอดจนให้ความรู้ ข้อเสนอแนะ และตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ขอขอบคุณ คณะครูอาจาร์ยทุกท่าน ที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ตลอดจนข้อเสนอแนะต่างๆ ใน ระหว่างการศึกษาเล่าเรียน

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยพะเยา ที่ อำนวยความสะดวกในเรื่องเครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆ ขอกราบขอบพระคุณ ครอบครัวที่คอย เป็นกำลังใจและคอยให้การสนับสนุนการศึกษาเล่าเรียนจนประสบผลสำเร็จมาโดยตลอด สุดท้ายข้าพเจ้าหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่สนใจศึกษาหาความรู้ เพิ่มเติมและผู้ที่ศึกษาเรื่องนี้ต่อไป

> กาญจนา สอนวดี กรวุฒิ จำเริญพัฒน์

ชื่อเรื่อง	การระบุเลขออกซิเดชันของสารหนู (V) โดยใช้เทคนิคซินโครตรอนเบส
	เอ็กสเรย์สเปกโทสโกปี
ผู้ศึกษาค้นคว้า	นางสาวกาญจนา สอนวดี
	นายกรวุฒิ จำเริญพัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. ชัยพัฒน์ ลาพินี
วิทยาศาสตรบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี
คำสำคัญ	TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ไบเมทัลลิกคอมโพสิท, สภาวะออกซิเดชัน, สารหนู, เทคนิค
	เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโทรสโคปี, เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโต
	มิเตอร์, เทคนิคเอ็กซ์เรย์แอบซอร์บชันสเปกโทรสโกปี, การตกตะกอน
	ร่วม

#### บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/FeSO<sub>4</sub> bimetallic composites ซึ่งใช้ วิธีการสังเคราะห์การตกตะกอนร่วมกับคลื่นอัลตร้าโซนิค โดยใช้ตัวทำละลายเป็น เอทานอล และน้ำ ในอัตราส่วน 1:1 สารbimetallic composite ที่ได้จากการสังเคราะห์นี้นำไปศึกษา คุณลักษณะด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ พบตำแหน่งของ TiO<sub>2</sub> ที่ 20 = 29.5°, 43.2°, 45. 2°, 56.5°, 63.5° และพบตำแหน่งของ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ 20 = 28.2°, 38.8°, 41.8°, 47.8° และ 58.2° ซึ่งจะยืนยันว่าวิธีการสังเคราะห์ในครั้งนี้สามารถสังเคราะห์สารผสมระหว่าง TiO<sub>2</sub> และ 58.2° ซึ่งจะยืนยันว่าวิธีการสังเคราะห์ในครั้งนี้สามารถสังเคราะห์สารผสมระหว่าง TiO<sub>2</sub> และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ได้และทำการศึกษาข้อมูลทางสเปกโทรสโกปี โดยใช้เทคนิค ยูวี–วิลิเบิลสเปกโทร โฟโตมิเตอร์ พบช่วงการดูดแสงอยู่ที่ 370 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงของคลื่นยูวี นอกจากนี้ได้ทำ การระบุเลขออกซิเดชัน โดยเทคนิคเอกซเรย์แอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี พบตำแหน่งของค่า °E ของ สารหนู (V) มีค่า normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative, R-space ที่ 11877.77 eV, 11876.35 eV, 11877.68 eV และ 1.30865 Å ตามลำดับ ซึ่งข้อมูลนี้สามารถใช้เป็นข้อมูล พื้นฐานในการบ่งชี้ถึงชนิดของสารหนูในสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับบน TiO<sub>2</sub> หรือ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> และ bimetallic composite ได้ จากการศึกษาวิธีการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/FeSO<sub>4</sub> bimetallic composites ใน อนาคตอาจมีการนำไปประยุกต์ใช้ประโยชน์ในปฏิกิริยาทางแสงได้และใช้ในการกำจัดสารหนูที่ ปนเปื้อนอยู่ในธรรมชาติได้

Title	Identification of As (V) using synchrotron based x-ray absorption
	spectroscopy
Author	Miss Kanjana Sornwadee
	Mr. Korawut Jamroenpat
Advisor	Dr. Chaipat Lapinee
Bachelor of Science	Program in Chemistry
Keyword	$TiO_2/Fe_2O_3$ bimetallic composites, arsenic, oxidation state, x-ray
	Diffraction spectroscopy, uv-visible spectroscopy, x-ray
	absorption spectroscopy, co-precipitation

#### ABSTRACT

In this research, a synthetic method of  $TiO_2/Fe_2O_3$  bimetallic composites was done using co-precipitating and ultrasonicating processes with ethanol and water mixing solvent at 1:1 v/v ratio. Additionally, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites from the synthetic method were characterized using x-ray diffraction. The results showed TiO<sub>2</sub> position at  $2\theta = 29.5^{\circ}$ , 43.2°, 45. 2°, 56.5°, 63.5° and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> position at  $2\theta = 28.2^{\circ}$ , 38.8°, 41.8°, 47.8° and 58.2°. These results can be used to confirm the synthetic method can mix  $TiO_2$  and  $Fe_2O_3$ . Furthermore, the synthesized bimetallic composites were brought to study the absorption spectra using UV-visible spectroscopy and found the absorption spectra of the composites at wavelength 370 nm which were in UV range. The oxidation states of arsenic were identified using synchrotron based x-ray absorption spectroscopy and the K-edge energy, <sup>0</sup>E of As(V) normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative, R-space at 11877.77 eV, 11876.35 eV, 11877.68 eV and 1.30865 Å respectively. This evidence can be used as the basic information for specify arsenic oxidation states adsorbed on  $TiO_2$ ,  $Fe_2O_3$  or  $TiO_2/Fe_2O_3$  bimetallic composites. The studied method can be applied to prepare  $TiO_2/Fe_2O_3$  bimetallic composites and the bimetallic composites could possibly use for photo-reaction and further adsorption of arsenic from natural water.

# สารบัญ

### หน้า

หน้าอนุมัติ	ກ
กิตติกรรมประกาศ	ิข
บทคัดย่อ	
ABSTRACT	
สารบัญ	จ-ณ
สารบัญภาพ	ญ–ม
สารบัณตาราง	ະ ມ
้ คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ	ୟ କି
ປ	ê6

# บทที่ 1 บทน้ำ

ที่มาและความสำคัญของการวิจัย	1–4
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	4
สมมติฐานการวิจัย	4
ขอบเขตการศึกษาของการวิจัย	4
ระยะเวลาในการทำการวิจัย	4
สถานที่ในการทำการวิจัย	5
ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย	5
	ที่มาและความสำคัญของการวิจัย วัตถุประสงค์ของการวิจัย สมมติฐานการวิจัย ขอบเขตการศึกษาของการวิจัย ระยะเวลาในการทำการวิจัย สถานที่ในการทำการวิจัย ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย

# บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1	สารเคมีที่	ำมาวิเคราะห์6	3
	2.1.1	ไททาเนียมไดออกไซด์6-7	7
	2.1.2	ไอรอน(II)ซัลเฟต	3

#### หน้า

2.2	เทคนิคและ	ะเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	9
	2.2.1	เทคนิคการดูดกลื่นรังสีเอกซ์	9
	2.2.2	หลักการของเทคนิคซินโคตรรอน (XANES)	10–11
	2.2.3	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	12–13
	2.2.4	เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	14–16
2.3	เอกสารที่เ	กี่ยวข้องกับงานวิจัย	16–19

# บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใ	ช้ในการวิเคราะห์การวิจัย	20
3.1.1 สารมาตฐานร	ที่ใช้ในการวิเคราะห์	20
3.1.2 สารเคมีที่ใช้เ	ป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์	20
3.1.3 เครื่องมือและ	ะอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์	20–21
3.2 การเตรียมตัวอย่างในกา	ารวิเคราะห์	21
3.2.1 การเตรียมส	ารตัวอย่าง TiO <sub>2</sub> mineral	21
3.2.2 การเตรียมส	ารตัวอย่าง TiO <sub>2</sub> calcine	21
3.2.3 การเตรียมส	ารตัวอย่าง TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic clay	21–22
3.2.4 การเตรียมส	ารตัวอย่าง TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic semi–crystal .	22
3.2.5 การเตรียมส	ารตัวอย่าง TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic crystal	22–23
3.3 การเตรียมสารตัวอย่าง	สำหรับวิเคราะห์หาช่วงค่าการดูดกลืนแสงของ	
bimetallic composites		23–24
3.4 การเตรียมสารมาตรฐาร	นสำหรับการวิเคราะห์โดยเอกซเรย์	
ดิฟแฟรกโตมิเตอร์		25

### บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปราย

4.1 รายงานต	งลการศึกษาคุณลักษณะของ TiO₂/Fe₂O₃ bimetallic composites	
โดยเทคร์	โคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	
4.1.1	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ	
	TiO <sub>2</sub> mineral และ TiO <sub>2</sub> calcine	26
4.1.2	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ	
	TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic clay	27
4.1.3	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ	
	TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic semi–crystal	
4.1.4	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ	
	$TiO_2/Fe_2O_3$ bimetallic crystal	29
4.2 รายงานผล	ลการศึกษาช่วงการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic compo	osites
โดยเทคนิ	คยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี	
4.2.1	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO $_2$ mineral และ TiO $_2$ calcine	
	ในตัวทำละลาย DI	30
4.2.2	ผลการดูดกลืนแสงของ TiO $_2/Fe_2O_3$ bimetallic clay	
	ในตัวทำละลาย DI	31
4.2.3	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO $_2/{ m Fe}_2{ m O}_3$ bimetallic semi–crystal	
	ในตัวทำละลาย DI	31
4.2.4	ผลการดูดกลืนแสงของ TiO $_2/Fe_2O_3$ bimetallic crystal	
	ในตัวทำละลาย DI	

4.2.5 ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO $_2$ mineral และ TiO $_2$ calcine
ในตัวทำละลาย HNO <sub>3</sub> 33
4.2.6 ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO $_2/{ m Fe}_2{ m O}_3$ bimetallic clay
ในตัวทำละลาย HNO <sub>3</sub> 33
4.2.7 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO $_2$ /Fe $_2$ O $_3$ bimetallic semi–crystal
ในตัวทำละลาย HNO <sub>3</sub> 34
4.2.8 ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO $_2/{ m Fe}_2{ m O}_3$ bimetallic crystal
ในตัวทำละลาย HNO <sub>3</sub> 34–35
4.3 รายงานผลการศึกษา X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) spectra
ของ standard As (III), As (V) และ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
bimetallic composites
4.3.1 ผลการวิเคราะห์ของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES)
spectra ของ standard As (III)
4.3.2 ผลการวิเคราะห์ของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES)
spectra ของ standard As (V)
4.3.3 ผลการวิเคราะห์ของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES)
spectra ของ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic
composites

# บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย

5.1	สรุปผลการสังเคราะห์ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ทั้ง 3 สภาวะ	42–43
5.2	ข้อเสนอแนะจากงานวิจัย	43

Я	น้า
บรรณานุกรม	45
กาคผนวก	
<b>ภาคผนวก ก</b> ภาพประกอบวิธีการดำเนินการวิจัย	60
<b>ภาคผนวก ข</b> ภาพการศึกษาผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES61-6	80
<b>ภาคผนวก ค</b> การคำนวณการเตรียมสารตัวอย่าง	39
ประวัติผู้วิจัย	.91

# สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	แผนที่ประเทศที่พบปัญหาสารหนูในแหล่งน้ำ	1
2	แผนที่อำเภอร่อนพิบูลย์ จังหวัดนครศรีธรรมราช ที่พบสารหนูในแหล่งน้ำ	3
3	โครงสร้างของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์แต่ละชนิด	7
4	กลไกการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น	9
5	กระบวนการทำงานของเครื่องซินโครตรอน	10
6	กระบวนการเกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ เมื่อผ่านการคัดเลือกพลังงาน	10
7	สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในชั้น K (K-edge absroption)ของอะตอมคอปเปอร์	
	(Cu metal)	11
8	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	12
9	ภาพแสดงหลักการของ Bragg's law หรือ 2d sinθ = nλ ในการคำนวณค่าการ	
	เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	12
10	การใส่สารตัวอย่างในภาชนะสำหรับใส่สารตัวอย่าง	13
11	เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	14
12	หลักการทำงานของเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	15
13	เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	23
14	เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์	25
15	การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO <sub>2</sub> mineral และ TiO <sub>2</sub> calcine	26
16	การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO₂/Fe₂O₃ bimetallic clay	27
17	การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO₂/Fe₂O₃ bimetallic semi-crystal	28
18	การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic crystal	29
19	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> mineral และ TiO <sub>2</sub> calcine	30
20	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic clay	31
21	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic semi–crystal	31
22	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO₂/Fe₂O₃ bimetallic crystal	32

# สารบัญภาพ(ต่อ)

ภาพที่	¥	เน้า
23	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> mineral และ TiO <sub>2</sub> calcine	.33
24	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic clay	33
25	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic semi-crystal	34
26	ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic crystal	34
27	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) code	
	$(55247\_As_2O_3\_1.dat\_6)$	36
28	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code	
	(55214_Na_Arsenate_1.dat_8)	37
29	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55300_MB24V_3.dat_18)	
	ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic composites	38

# สารบัญตาราง

หน้า	ที่	ตาราง
	ค่า K-edge energy(°E) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ	1
	standard As (III)	
	ค่า K-edge energy(°E) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ	2
40	standard As (V)	
	ค่า K-edge energy(°E) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ	3
41	As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO <sub>2</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> bimetallic composites	

### คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

XRD = เทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectroscopy)

XAS = เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray adsorption spectroscopy)

- XANES = เทคนิควิธีการวิเคราะห์โครงสร้างการดูดกลืนพลังงานรังสีเอ็กซ์ใกล้ขอบพลังงาน การดูดกลืน (X-ray Absorption Near Edge Structure)
- TiO<sub>2</sub> = ไทเทเนียมไดออกไซด์

FeSO<sub>4</sub> = โอรอน(II)ซัลเฟต

- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = ไอรอน(III)ออกไซด์
- As (III) = อาร์เซไนต์
- As (V) = อาร์เซเนต
- Deg. = องศา (degree)
- eV = อิเล็กตรอนโวลต์
- Å = อังสตรอม เป็นหน่วยวัดความยาว
- °E = K-edge energy

บทที่ 1

#### บทนำ

#### 1.1 ที่มาและความสำคัญของการวิจัย

สารหนู(As) เป็นธาตุกึ่งโลหะและจัดเป็นธาตุที่พบมากเป็นลำดับที่ 20 ของโลก เป็นสาร ที่พบได้ในธรรมชาติ โดยเป็นองค์ประกอบของดิน หิน และแร่ต่างๆ พบมากในสายแร่ทองแดง แมงกานีส ตะกั่ว ดีบุก เงินและทองคำ จึงเป็นธาตุที่ถูกนำมาใช้ประโยชน์ได้ แต่ในทางกลับกันก็ พบว่ามีโทษที่เป็นอันตรายต่อชีวิตด้วยเช่นกัน ซึ่งโดยส่วนใหญ่จะพบการปนเปื้อนสารหนูใน แหล่งน้ำ และเป็นข่าวที่พบเห็นได้อย่างต่อเนื่องทั้งในประเทศและต่างประเทศ การปนเปื้อนนั้น เกิดได้ทั้งจากธรรมชาติ และจากการกระทำของมนุษย์เอง เมื่อมนุษย์ได้รับสารหนูปริมาณมาก จะก่อให้เกิดอาการเฉียบพลัน เช่น ท้องเสีย อาเจียน มึนเมา ตาพร่ามัว เป็นต้น แต่หากได้รับ ปริมาณน้อยและมีระยะเวลานานจะก่อให้เกิดอาการพิษเรื้อรัง เช่นเกิดอาการที่ผิวหนัง เกิด โรคมะเร็ง และเสียชีวิต การศึกษาค้นคว้าและวิจัยเกี่ยวกับการปนเปื้อนสารหนู ได้รับความ สนใจมากขึ้นทั้งในประเด็นของการศึกษาผลกระทบที่เกิดขึ้นต่อสุขภาพอนามัย การแก้ไขปัญหา การปนเปื้อน และการพัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์ ดังนั้นการกำหนดมาตรการป้องกันและ แก้ไขอย่างจริงจังควรได้รับความร่วมมือจากทุกภาคล่วน ในการแก้ปัญหา [1]



**ภาพที่ 1** แผนที่ประเทศที่พบปัญหาสารหนูในแหล่งน้ำ [2]

ประเทศจีนมีรายงานข่าวพบการปนเปื้อนสารหนูในแหล่งน้ำทางตอนใต้ จนทำให้ ประชาชนเกิดอาการหน้าบวม อาเจียน และตาพร่าเป็นจำนวนหลายร้อยคน สาเหตุเกิดจากการ จัดการบ่อบำบัดน้ำเสียของโรงงานถลุงเหล็กไม่มีประสิทธิภาพ เมื่อเกิดพายุฝนขนาดหนัก ทำให้ น้ำเสียเกิดการรั่วไหลสู่สิ่งแวดล้อมและชุมชน [3]

ประเทศบังคลาเทศมีรางยงานแหล่งน้ำปนเปื้อนสารพิษนี้ มีส่วนทำให้ประชาชนเสียชีวิต ไปถึง 43,000 คนในแต่ละปี สาเหตุที่เกิดขึ้นนั้นเกิดจาก การที่รัฐบาลพยายามขุดเจาะพื้นดิน เพื่อหาแหล่งน้ำสะอาดหลายล้านแห่ง สำหรับชาวบ้านในท้องถิ่น ตั้งแต่ปี 2513 แต่เมื่อขุดเจาะ แล้ว กลับไม่สามารถดำเนินการที่จะขจัดสารหนูออกจากแหล่งน้ำบริโภคสำหรับประชาชนได้ ซึ่งขณะนี้ องค์การอนามัยโลกยังได้ออกมากล่าวว่า วิกฤติสารหนูในบังกลาเทศ กำลังทำให้ ประชาชนได้รับสารหนูครั้งใหญ่ที่สุดในประวัติการณ์ และยังพบว่าในน้ำใต้ดินที่ถูกนำมาใช้ บริโภคมีการปนเปื้อนสารหนูเกินมาตรฐาน เกิดจากทรัพยากรแร่ที่มีสารหนูปะปนในปริมาณ มาก ถูกชะล้างและปนเปื้อนลงในน้ำใต้ดิน นอกจากนี้ประเทศกัมพูชา เวียดนาม ทิเบต อาร์เจนตินา ชิลี เม็กซิโก และทางตอนเหนือของสหรัฐอเมริกาก์พบการปนเปื้อนสารหนูในน้ำใต้ ดินสูงเช่นกัน [4]

ประเทศไทยก็พบกับการปนเปื้อนสารหนูในน้ำเช่นกัน ในปี พ.ศ. 2534 มีการปนเปื้อน สารหนูที่ อำเภอร่อนพิบูลย์ จังหวัดนครศรีธรรมราชซึ่งเกิดจากการทำเหมืองแร่ดีบุกซึ่งมีสาร หนูปนเปื้อนมากับสายแร่ ในกระบวนการแยกแร่ธาตุ สารหนูจะถูกแยกไปกับหางแร่และถูกทิ้ง ไว้โดยไม่มีการจัดการที่เหมาะสม จึงทำให้สารหนูปนเปื้อนไปยังแหล่งน้ำของชุมชนใกล้เคียงและ เมื่อปี พ.ศ. 2549 ที่จังหวัดสุพรรณบุรี พบการปนเปื้อนสารหนูในน้ำผิวดินสูงเกินมาตรฐานมาก โดยได้มีการตรวจสอบกลุ่มบุคคลที่อยู่ในพื้นที่พบว่า มีบางรายพบการปนเปื้อนสารหนูใน ปัสสาวะ สาเหตุอาจเกิดจากการปนเปื้อนโดยธรรมชาติและการจัดการเหมืองแร่เก่าที่ไม่ เหมาะสมก็เป็นได้ และยังใช้น้ำในการทำการเกษตร ปรากฏว่าเรื่องนี้ก็สามารถกลายเป็นต้นตอ ให้พิษสารหนูแพร่ถึงร่างกายมนุษย์ได้เช่นกัน ข้าวในประเทศแถบนี้นิยมปลูกกันในนาที่มักมีน้ำ ท่วม โดยที่น้ำดังกล่าวก็อาจมีสารหนูปนเปื้อนอยู่ แล้วมันก็ถูกดึงเข้าสู่เมล็ดข้าวที่ใช้เป็นอาหาร ทำให้ได้รับสารหนูอย่างต่อเนื่องและส่งผลในระยะยาว [5]



**ภาพที่ 2** แผนที่อำเภอร่อนพิบูลย์ จังหวัดนครศรีธรรมราช ที่พบสารหนูในแหล่งน้ำ

ในการใช้ชีวิตในปัจจุบัน มนุษย์มีโอกาสได้รับสารหนูทั้งการสัมผัสที่ผิวหนัง การหายใจ เอาละอองฝุ่นที่มีสารหนูหรือไอระเหยของสารหนู และการรับประทานอาหารหรือน้ำดื่มที่มีการ ปนเปื้อน โดยปกติร่างกายมนุษย์จะขจัดสารหนูที่ได้รับในปริมาณน้อยออกทางปัสสาวะภายใน ระยะเวลา 2 วัน แต่ถ้าหากได้รับสารหนูในปริมาณเพียง 130 มิลลิกรัม จะทำให้ลำไส้และตับถูก ทำลาย อาเจียนมีสีเขียวและเหลือง ท้องเสียอย่างรุนแรง มีนเมา เพ้อ และถึงแก่ชีวิต หากได้รับ ปริมาณน้อย และมีระยะเวลานานเป็นเวลาหลายปี จะทำให้เกิดโรคพิษสารหนูเรื้อรังหรืออาร์ซิ นิโคซิส อาการจะเริ่มตั้งแต่ผิวหนังเกิดการระคายเคืองจนมีความด้านและหนา สีผิวเปลี่ยนเป็น สีดำเช้ม ฝ่ามือและฝ่าเท้าเป็นจุดสีดำใหญ่ จนกระทั่งกลายเป็นมะเร็งผิวหนัง มะเร็งปอด มะเร็ง ไต มะเร็งกระเพาะปัสสาวะ รวมทั้งมีผลต่อระบบหลอดเลือดหัวใจและระบบประสาทจน เสียชีวิตในที่สุด องค์การอนามัยโลกกำหนดให้คุณภาพน้ำสำหรับการบริโภคไม่ควรมีสารหนู ปนเปื้อนเกิน 0.01 มิลลิกรัมต่อลิตร หรือ 10 พีพีบี ในขณะที่ประเทศไทยโดยกรมควบคุมมลพิษ กำหนดให้คุณภาพน้ำผิวดินที่จะนำมาบริโภคที่ผ่านการฆ่าเชื้อโรคและบำบัดเปื้องต้นแล้ว ต้องมี การบนเปื้อนสารหนูไม่เกิน 0.01 มิลลิกรัมต่อลิตรเช่นกัน แต่มาตรฐานอุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์น้ำ อนุโลมให้มีสารหนูปนเปื้อนได้ถึง 0.05 มิลลิกรัมต่อลิตร [6] และวิธีในการตรวจวิเคราะห์ตามมาตรฐานต้องใช้อุปกรณ์ที่เรียกว่า อะตอมมิกแอพซอร์พ ชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์(AAS) ซึ่งมีราคาแพง ใช้เวลานาน และมีเพียงไม่กี่แห่งในประเทศไทย หรือการใช้ชุดตรวจวัดสารหนูภาคสนามก็มีราคาสูงและหาซื้อได้ยาก ทำให้การเฝ้าระวังการ ปนเปื้อนในน้ำดื่มเป็นไปด้วยความยากลำบาก

### 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- เพื่อทำการระบุออกซิเดชันสเตรสของสารหนู (V) โดยใช้เทคนิคซินโครตรอนเบส เอ็กซเรย์สเปกโทสโกปี
- เพื่อทำการศึกษาสภาวะและอัตราส่วนของตัวทำละลายที่เหมาะสม ในการเตรียม bimetallic composites
- เพื่อทำการศึกษาวิธีการเตรียมตัวอย่าง ของตัวดูดซับที่สามารถนำมาใช้เป็นตัวดูดซับ สารหนู (V) ได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงสุด

### 1.3 สมมติฐานการวิจัย

- 1. TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites สามารถเกิดอันตกิริยากับสารหนูได้
- การใช้เทคนิคซินโครตรอนเบสเอ็กซเรย์สเปกโทสโกปี สามารถนำมาใช้ในการ
   วิเคราะห์สปีชีร์ของสารหนูแต่ละชนิดได้

#### 1.4 ขอบเขตการศึกษาของการวิจัย

การศึกษานี้เป็นการทดลองในห้องปฏิบัติการซึ่งเป็นขอบเขตงานวิจัย ดังนี้

- การศึกษาการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ทำปฏิกิริยากับไอออนทูซัลเฟต
- การศึกษาเลขออกซิเดชันของสารหนู (V) โดยใช้เทคนิคซินโครตรอนเบสเอ็กซเรย์ สเปกโทสโกปี

### 1.5 ระยะเวลาในการทำการวิจัย

เดือนมกราคม 2562 – เดือนมีนาคม 2562

# 1.6 สถานที่ในการทำการวิจัย

ห้องปฏิบัติการทางวิทยาศาสตร์ SC3310 และห้องการศึกษาอิสระทางเคมี2 SC4314

# 1.7 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย

- ทำให้เกิดทักษะความรู้ การแก้ปัญหา และกระบวนการทางวิทยาศาสตร์
- ทำให้ทราบถึงกระบวณการสังเคราะห์แบบการตกตะกอนร่วม
- เพื่อน้ำความรู้ที่ได้จากการศึกษามาเป็นแนวทาง เพื่อปรับใช้ในการพัฒนา กระบวนการวิเคราะห์

# บทที่ 2

# เอกสารที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย

# 2.1 สารเคมีที่นำมาวิเคราะห์

#### 2.1.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide : TiO<sub>2</sub>)

ไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไทเทเนียม ที่ถูกนำมาใช้มาก ในอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เนื่องจากมีความเสถียรสูง ไม่เป็นพิษ และราคาถูก มีชื่อทางการค้า คือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titaniumdioxide) ไทเทนิกแอนไฮไดร (Titanic anhydride) และไทเท เนีย (Titania) มีมวลโมเลกุล 79.9 กรัม/โมล ความหนาแน่น 3.84–4.26 กรัม/ลูกบาศก์ เซนติเมตร จุดเดือดอยู่ที่ 2,500 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลวอยู่ที่ 1,850 องศาเซลเซียส และ มีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำ ในปัจจุบันไทเทเนียมไดออกไซด์ที่นิยมนำมาใช้ประโยชน์มาก มักใช้ใน รูปของผลึกแบบ รูไทล์ (rutile) ที่เกี่ยวข้องกับอุตสาหกรรมในด้านต่างๆ ซึ่งพบมากในธรรมชาติ ส่วนชนิดอนาเทส (anatase) นิยมใช้ในกระบวนการใช้แสงขั้นสูง การนำมาใช้ประโยชน์เกี่ยวข้อง กับด้านต่างๆ เช่น ใช้สำหรับสารให้สี ใช้เป็นสารเคลือบผลิตภัณฑ์ เป็นสารกึ่งตัวนำผลิต กระแสไฟฟ้า นำมาใช้ ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และเครื่องสำอางต่างๆ และที่สำคัญ ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังถูกนำมาใช้ในด้านการบำบัดมลพิษ คือ การนำมาใช้เป็นสารดูดซับ โดย ใช้งานในด้านการบำบัดมลพิษทางอากาศ และมลพิษทางน้ำ ทำหน้าที่เป็นสารตัวดูดซับมลพิษ ได้ดี ซึ่งสำหรับการบำบัดมลพิษในน้ำ ด้วยการให้แสงแก่แผ่นตัวกลางนาโนไทเทเนียมได ออกไซด์ที่แขวนอยู่ในน้ำ เมื่อได้รับแสงจะเกิดการปลดปล่อยอนุภาคดังที่กล่าวข้างต้นเข้าทำ ปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ที่แขวนลอยในน้ำกลายเป็นก็าซคาร์บอนไดออกไซด์

#### ชนิดไทเทเนียมไดออกไซด์ แบ่งตามโครงสร้างของผลึก ได้แก่

- รูไทล์ (rutile) มีโครงสร้างผลึกแบบเททระโกนัล (tetragonal) เป็นชนิดที่พบมากที่สุด ในธรรมชาติ มีความคงทน และเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงต่ออุณหภูมิที่สูง
- อนาเทส (anatase) มีโครงสร้างผลึกแบบเททระโกนัล (tetragonal) เป็นชนิดที่พบ ในธรรมชาติปานกลาง หากให้ความร้อนสูงกว่า 915 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยน โครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์

 บรูคไคท์ (brookkite) มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โทรอมบิก (orthorhombic) เป็นชนิด ที่พบได้น้อยในธรรมชาติ มีความเสถียรต่ออุณหภูมิต่ำ หากได้รับความร้อนมากกว่า 750 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแบบรูไทล์



### ภาพที่ 3 โครงสร้างของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์แต่ละชนิด

**นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์** เป็นวิธีการประยุกต์ใช้ประโยชน์จากไทเทเนียมได ออกไซด์ เพื่อทำให้เกิดแผ่นฟิล์มบางๆของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีต่างๆ คือ

- วิธีสปัตเตอริ่ง (sputtering) เป็นการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ก๊าซ Ar<sup>+</sup> ทำให้อิออน Ar<sup>+</sup> วิ่งเข้า ชนกับแผ่นไทเทเนียม จนอะตอมของไทเทเนียมหลุดออกไปทำปฏิกิริยากับ ออกซิเจนแล้วฝังติดบนแผ่นฐานรองจนเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ
- วิธีโกล์วดิสชาร์จ (glow discharge) เป็นวิธีการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่พลาสมาของ ไทเทเนียม ทำให้อะตอมไทเทเนียมหลุดออกไปทำปฏิกิริยากับออกซิเจน และจับตัว ในตำแหน่งที่ต้องการ
- วิธีการตกเคลือบด้วยไอเคมี (chemical vapor deposition: CVD) เป็นวิธีให้ความร้อน แก่ไทเทเนียมจนเกิดไอของไทเทเนียมเข้าทำปฏิกิริยากับออกซิเจนได้เป็นไทเทเนียม ไดออกไซด์รวมตัวกันในตำแหน่งที่ต้องการ [7]

#### 2.1.2 โอรอน(II)ซัลเฟต (Iron(II)sulfate : FeSO<sub>4</sub>)

ไอรอน(II)ซัลเฟต มีชื่อสามัญอื่น คือ เฟอร์รัสซัลเฟต, กรดกำมะถันสีเขียว, กรด กำมะถันเหล็ก, Copperas, Melanterite, Szomolnokite มีสูตรโครงสร้างคือ FeSO₄ • xH<sub>2</sub>O โดย ปกติพบสารประกอบเหล่านี้ส่วนมากอยู่ในรูป heptahydrate (x=7) ซึ่งฟอร์ม hydrated สามารถ ใช้ประโยชน์ในทางการแพทย์ เช่น ใช้ในการรักษาโรคโลหิตจางและใช้รักษาภาวะขาดธาตุเหล็ก เป็นต้น ส่วนการใช้ประโยชน์ทางอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น การทำสีย้อมและกำจัดของเสียโดยทำ ให้เกิดการตกตะตอน เป็นต้น

คุณสมบัติของ FeSO<sub>4</sub> (ปราศจากน้ำ) มีมวลโมเลกุล คือ 151.91 กรัม/โมล มีลักษณะ เป็นผลึกสีขาวมีจุดหลอมเหลว 680 องศาเซลเซียส (1,256 องศาฟาเรนไฮต์ หรือ 953 เคลวิน) มีความหนาแน่น 3.65 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร, FeSO<sub>4</sub> (monohydrate) มีมวลโมเลกุล 169.93 กรัม/โมล มีลักษณะผลึกเป็นสีขาวเหลือง มีจุดหลอมเหลว 300 องศาเซลเซียส (572 องศาฟา เรนไฮต์ หรือ 573 เคลวิน) มีความหนาแน่น 3 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร, FeSO<sub>4</sub> (pentahydrate) มีมวลโมเลกุล 241.99 กรัม/โมล มีความหนาแน่น 2.15 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร, FeSO<sub>4</sub> (hexahydrate) มีมวลโมเลกุล 260.00 กรัม/โมล มีความหนาแน่น 1.934 กรัม/ลูกบาศก์ เซนติเมตร, FeSO<sub>4</sub> (heptahydrate) มีมวลโมเลกุล 278.02 กรัม/โมล มีลักษณะเป็นผลึกสีน้ำเงิน เขียว มีจุดหลอมเหลว 60–64 องศาเซลเซียส (140–147 องศาฟาเรนไฮต์ หรือ 333–337 เคล วิน) มีความหนาแน่น 1.895 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สมบัติการละลายน้ำของ Monohydrate จะละลายได้ 44.69 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (77 องศาเซลเซียส), 35.97 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (90.1 องศาเซลเซียส) การละลายน้ำของ Heptahydrate จะละลายได้ 15.65 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (0 องศาเซลเซียส), 20.5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (10 องศาเซลเซียส), 29.51 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (25 องศาเซลเซียส), 39.89 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (40.1 องศาเซลเซียส), 51.35 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (54 องศาเซลเซียส) [8]

Iron(II) sulfates heptahydrate หรือ Ferrous sulphate heptahydrate เป็นโมเลกุลที่มี โครงสร้างเรขาคณิตแบบ octahedral และมีสมบัติทางแม่เหล็กแบบ paramagnetic การเกิด Ferrous sulphate สามารถเกิดได้จากปฏิกิริยาระหว่างธาตุเหล็กและกรดซัลฟิวริกเกิดเป็นเฟอร์ รัสซัลเฟตและก๊าซไฮโดรเจน (ปฏิกิริยา 1) หรือโดยปฏิกิริยาออกซิเดชันของไพไรต์ (ปฏิกิริยา 2)

> Fe + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> → FeSO<sub>4</sub> + H<sub>2</sub> (ปฏิกิริยา 1) 2FeS<sub>2</sub> +7O<sub>2</sub> + 2H<sub>2</sub>O → 2FeSO<sub>4</sub> + 2H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (ปฏิกิริยา 2)

### 2.2 เทคนิคและเครื่องที่ใช้ในการวิเคราะห์

#### 2.2.1 เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ( X-ray Absorption Spectroscopy )

เทคนิคการตรวจสอบคุณสมบัติของสาร โดยอาศัยการกระตุ้นอะตอมด้วยรังสีเอ็กซ์ที่มี ความยาวคลื่นเหมาะสม เมื่ออะตอมของสารตัวอย่างถูกกระตุ้น คลื่นพลังงานของ สนามแม่เหล็กไฟฟ้าจะเกิดการแกว่ง และเกิดปฏิกิริยากับสนามพันธะของอิเล็กตรอนภายใน อะตอม ส่งผลให้อิเล็กตรอน เหล่านั้นได้รับพลังงานกระตุ้น และเคลื่อนย้ายตำแหน่ง โดยย้าย ระดับพลังงานพร้อมๆกับการปลดปล่อยพลังงานในรูปของแสง



ภาพที่ 4 กลไกการดูดกลืนรังสีเอกซ์ ทำให้อะตอมอยู่ในสถานะกระตุ้น



## 2.2.2 หลักการของเทคนิคซินโคตรรอน (XANES)

**ภาพที่ 5** กระบวนการทำงานของเครื่องซินโครตรอน

เทคนิค XANES คือ การฉายรังสีเอกซ์บนสารที่ต้องการศึกษาและวัดอัตราส่วนการ ดูดกลืนรังสีเอกซ์ที่พลังงานต่างๆ ซึ่งข้อมูลดังกล่าวสามารถใช้บ่งบอกถึงโครงสร้างของสาร ตัวอย่างในระดับอะตอมได้ ระบบลำเลียงแสงและสถานีทดลองนี้สามารถทำงานได้ในช่วง พลังงานแสงซินโครตรอนย่านรังสีเอกซ์ตั้งแต่ 1,240 – 12,100 อิเล็กตรอนโวลต์(eV) โดยใช้ เครื่องคัดเลือกพลังงานแสงแบบผลึกคู่ (Double Crystal Monochromator หรือ DCM)



**ภาพที่** 6 กระบวนการเกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ เมื่อผ่านการคัดเลือกพลังงาน

ในการวัดแบบทะลุผ่าน (ภาพที่ 6) เราจะวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์จากความเข้มของรังสี เอกซ์ที่ลดลงหลังจากที่เดินทางผ่านตัวอย่าง ความเข้มของรังสีก่อน (I<sub>0</sub>) และหลังตัวอย่าง (I) มี ความสัมพันธ์ตามสมการ

$$I = I_0 e^{-\mu x}$$

โดยที่ตัวแปร μ และ x คือ สัมประสิทธิ์ของการดูดกลืนรังสีเอกซ์และความหนาของ ตัวอย่าง ตามลำดับ เราใช้สมการนี้ เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีที่แต่ละพลังงานโฟ ตอน โดยในการทดลองเราจะปรับค่าพลังงานโฟตอนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่องคัดเลือกพลังงาน แสง (x-ray monochromator) เมื่อนำค่า μ(E) มาแสดงเป็นกราฟกับค่าพลังงานโฟตอน E เราจะ ได้สเปกตรัม XANES ของตัวอย่าง (ภาพที่ 7) [9]



**ภาพที่ 7** สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในชั้น K (K-edge absorption) ของอะตอมคอปเปอร์ (Cu metal)



#### 2.2.3 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)

**ภาพที่ 8** เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD, Rigaku รุ่น MiniFlex600)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุขั้นพื้นฐาน ซึ่งเป็นการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก การจัดเรียงตัว ของอะตอมใน โมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและ การกระเจิงของ รังสีเอกซ์ และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงสร้างผลึก เครื่องมือชนิดนี้มี ความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพ การผลิต ใช้สำหรับตรวจสอบสมบัติของ วัตถุดิบและผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตตามขั้นตอนต่าง ๆ



**ภาพที่ 9** หลักการของ Bragg's law หรือ 2d sinθ = nλ ในการคำนวณ ค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์



ภาพที่ 10 การใส่สารตัวอย่างในภาชนะสำหรับใส่สารตัวอย่าง

สารตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์โดยทั่วไปจะอยู่ ในรูปของแข็งที่เป็นผงขนาดเล็กกว่า 45 ไมครอน (325 เมช) ปริมาณผงตัวอย่างที่เหมาะสม ประมาณ 1–2 กรัม (หากตัวอย่างมีน้อย สามารถอัดบนแผ่นวางตัวอย่างแบบ zero background ได้) และอัดด้วยแรงกระทำสม่ำเสมอเท่ากันทุกทิศทาง บริเวณผิวหน้าของตัวอย่างต้องเรียบ สม่ำเสมอ ตัวอย่างที่ดีต้องมีการจัดเรียงตัวของผลึกอย่างอิสระ (random orientation) หาก ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องตัดและขัดหน้าตัวอย่างให้เรียบ ขนาดก้อนตัวอย่างประมาณ 10 x 10 เซนติเมตร การเตรียมตัวอย่าง ที่ดีมีผลมากต่อผลการวิเคราะห์ เช่น หากบดตัวอย่างละเอียด เกินไปจะทำลายโครงสร้างผลึกหรือหากใช้แรงอัดตัวอย่างมากเกินไปจะทำให้เกิด Preferred Orientation ขึ้นได้

XRD มีประโยชน์มากในอุตสาหกรรมการผลิตที่ต้องควบคุมคุณภาพ (quality control) เช่น อุตสาหกรรมปูนซีเมนต์ เป็นที่ทราบกัน โดยทั่วไปว่า การผลิตปูนซีเมนต์เป็นสาเหตุของการ เกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO<sub>2</sub>) ซึ่งเป็นก๊าซเรือนกระจก เพื่อลดปัญหาดังกล่าว ผู้ผลิต ปูนซีเมนต์จึงเติมวัตถุดิบอื่นเพื่อลดการใช้ปูนเม็ด เช่น เถ้าลอย อย่างไร ก็ตามการผสมวัตถุดิบ อื่นเมื่อนำไปเผามีผลทำให้ปูนซีเมนต์ที่ได้มีโครงสร้าง ผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปส่งผลต่อสมบัติการ นำไปใช้งาน เช่น ความแข็งแรง ลดลง การแข็งตัวของปูนช้าลง ผู้ผลิตจึงต้องใช้เทคนิค XRD วิเคราะห์ องค์ประกอบของปูนเพื่อรักษาโครงสร้างผลึกให้สม่ำเสมอ [10]



#### 2.2.4 เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS Spectrophotometer)

**ภาพที่ 11** เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS Spectrophotometer, Jasco รุ่น V-530)

UV-VIS Spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในวิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการ ดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วงUltra violet (UV) และVisible (VIS) ความยาวคลื่น ประมาณ 190-1000 นาโนเมตร โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและ ชนิดของสารที่อยู่ใน ตัวอย่างเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจาก ตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง(absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการ ดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ใน ตัวอย่างได้



**ภาพที่ 12** หลักการทำงานของเครื่องยูวี–วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

### ส่วนประกอบของเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

#### - แหล่งกำเนิดแสง (light source)

แหล่งกำเนิดแสงในเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์จะต้องให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ ต้องการอย่างต่อเนื่องและคงที่ตลอดเวลา รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอด้วย หลอด กำเนิดแสง มีหลายชนิดตามความยาวคลื่นแสงที่เปล่งออกมา ซึ่งต้องเลือกใช้ให้ถูกต้อง เหมาะสมกับของเหลวที่นำมาวัดค่าดูดกลืนแสง

ตัวอย่างแหล่งกำเนิดแสง ช่วง UV ใช้หลอด H<sub>2</sub> and D<sub>2</sub> lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ ในย่าน 160–380 nm ชนิดของสเปกโทรสโกปี UV molecular absorption และช่วง visible ใช้ หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240–2,500 นาโนเมตร ชนิดของสเปกโท รสโกปีเป็นแบบ UV/visible/near-IR molecular absorption

#### Wavelength selector, Monochromator

ส่วนประกอบนี้เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติก ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่น เดียว ใช้ฟิลเตอร์(กระจกสี) ปริซึม (prism) หรือ เกรตติ้ง (grating)

#### เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่าง (Cell หรือ Cuvette)

เซลล์ที่ใส่สารตัวอย่าง (cell sample) บางครั้งอาจเรียกว่า คิวเวทท์ (cuvettes) รูปแบบที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วธรรมดา จะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะเนื้อ แก้วธรรมดาถูกดูดกลืนแสงในช่วงยูวีได้ และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา และควอร์ตซ์ (quartz) ใช้ได้ทั้งช่วงยูวีและวิสิเบิล

#### - ตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector)

ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสี เป็นพลังงานไฟฟ้าเครื่องตรวจจับสัญญาณที่ดีต้องมีสภาพไวสูง คือแม้ปริมาณแสงจะ เปลี่ยนไปเล็กน้อย ก็สามารถตรวจจับสัญญาณความแตกต่างได้ เครื่องวัดแสงที่ยังนิยมกัน อยู่ในปัจจุบัน คือ หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube, PMT) และเครื่องวัด แสงชนิดซิลิกอนไดโอด (silicon diode detector)

#### - บันทึกและแปรผลสัญญาณ (recorder and processor)

ทำหน้าที่ขยายสัญญาณ และแปรผลสัญญาณให้ออกมาในมาตราส่วนแบบล็อก [11]

#### 2.3 เอกสารที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

จากการค้นคว้าฐานข้อมูลของการศึกษาและการสังเคราะห์สารดูดซับชนิดต่าง ๆ พบ ข้อมูลการสังเคราะห์สารดูดซับที่นำไปใช้ประโยชน์ในด้านการกำจัดสารสารหนูที่ปนเปื้อนใน ธรรมชาติ เพื่อนำมาพัฒนาให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น ดังงานวิจัยต่อไปนี้

ในปี พ.ศ. 2554 Mitch D'Arcy และคณะได้ทำการศึกษาวิธีการสังเคราะห์อย่างง่าย ๆ ใช้ต้นทุนที่ประหยัดและประเมินประสิทธิภาพการดูดซับของออกไซด์ผสมที่ได้จาก TiO<sub>2</sub> และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ในช่วงค่า pH 5 และ 9 ซึ่งได้รับการยอมรับว่าเป็นสารดูดซับอาร์เซเนตและฟอสเฟตที่มี ประสิทธิภาพสูงกว่า TiO<sub>2</sub> ที่ใช้กันอย่างแพร่หลายพร้อมกับให้สัญญาณที่ดีสำหรับการกำจัดสาร หนูจากน้ำใต้ดิน [12] ในปี พ.ศ. 2554 Wenshu Tang และคณะได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนา โนอัลตร้าฟีนเหล็กออกไซด์ (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) โดยกระบวนการทางความร้อนของตัวทำละลายและใช้ ในการกำจัดอาร์เซนิกไอออนจากตัวอย่างน้ำที่เตรียมในห้องปฏิบัติการและตัวอย่างน้ำ ธรรมชาติ อนุภาคนาโน α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่สังเคราะห์ได้สันนิษฐานว่ามีรูปร่างใกล้เคียงกับขนาดเฉลี่ย ประมาณ 5 นาโนเมตร โครงสร้างมีรูพรุนสูงและมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงประมาณ 162 m<sup>2</sup>/g ในขณะที่พื้นผิวถูกปกคลุมด้วยกลุ่มไฮดรอกซิล ผลการทดลองการดูดซับของสารหนูแสดงให้ เห็นว่ามีประสิทธิภาพในการกำจัดทั้ง As (III) และ As (V) โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่ความเข้มข้นของ สารหนูที่สภาวะสมดุลต่ำ ในช่วง pH ที่ใกล้เคียงกับค่าที่เป็นกลางมีความสามารถในการดูดซับ As (III) และ As (V) จากตัวอย่างพบว่าไม่น้อยกว่า 95 mg/g และ 47 mg/g ตามลำดับ [13]

ในปี พ.ศ. 2555 Ju-Young Park และคณะได้ทำการศึกษาอิทธิพลของการเติม Fe ต่อ การเปลี่ยนเฟสและการพัฒนาผลึกของเส้นใยนาโนอิเล็กโตรสปัน TiO<sub>2</sub> สำหรับปฏิกิริยาโฟโตแค ตาไลติก เส้นใยนาโนถูกประดิษฐ์โดยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิ่งโดยใช้ poly(vinylpyrrolidine) และ titanium isopropoxide เป็นสารตั้งต้น เมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้นขนาดผลึกของเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> จะเพิ่มสูงขึ้น ผลึกเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> ที่เจือด้วย Fe นั้นมีขนาดใหญ่กว่าผลึกเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> บริสุทธิ์เนื่องจาก Fe ส่งเสริมการเปลี่ยนเฟสแล้วยังเป็นตัวควบคุมการเปลี่ยนเฟสและส่งผลต่อ การพัฒนาของผลึก anatase และจากการศึกษายังพบว่าเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> ที่เจือด้วย Fe นั้นมี ประสิทธิภาพมากกว่าเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> บริสุทธิ์สำหรับการสลายตัวโฟโตแคตาไลติกของ methylene blue อัตราการสลายโฟโตแคตาไลติกได้จากสมการ pseudo first-order มีค่าคงที่ อัตราของเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> บริสุทธิ์และเส้นใยนาโน TiO<sub>2</sub> ที่เจือด้วย Fe 0.5% เป็น 0.276 และ 0.570 ตามลำดับ [14]

ในปี พ.ศ. 2555 Sen Lin และคณะได้ทำการศึกษาการกำจัดการปนเปื้อนสารหนูด้วย อนุภาคนาโน γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่มีคุณสมบัติทางแม่เหล็กที่สังเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่ อุณหภูมิห้องได้ถูกนำมาใช้เพื่อกำจัด As (III) และ As (V) จากสารละลายที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบ การดูดซับของ As (III) หรือ As (V) พบว่าอิ่มตัวภายใน 30 นาทีและได้รับการยืนยันในรูปแบบไอ โซเทอมการดูดซับของ Langmuir ที่อุณหภูมิแตกต่างกันมีความสามารถในการดูดซับ As (III) สูง ถึง 59.25, 67.02 และ 74.83 mg/g ที่อุณหภูมิ 10, 30 และ 50 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ส่วน As (V) มีความสามารถในการดูดซับคือ 88.44, 95.37 และ 105.25 mg/g ตามลำดับ นอกจากนี้ ยังได้ทดสอบผลกระทบของ pH และไอออนที่มีต่อการดูดซับของอาร์เซไนต์และอาร์เซเนตพบว่า ความสามารถในการดูดซับยังคงไม่เปลี่ยนแปลงในช่วงของค่า pH 3 ถึง 11 ส่วนไอออน Cl<sup>-</sup>, SO₄<sup>2-</sup> และ NO<sub>3</sub><sup>-</sup> ไม่มีผลต่อความสามารถในการดูดซับ อย่างไรก็ตาม PO₄<sup>3-</sup> ซึ่งมีโครงสร้าง อิเล็กตรอนภายนอกคล้ายคลึงกันกับสารหนูทำให้ความสามารถในการดูดซับลดลงอย่างมี นัยสำคัญ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR และ XPS สรุปได้ว่าสารเคมีที่จับกับ OH บนพื้นผิว ตัวดูดซับมีความสามารถในการดูดซับ As (III) และ As (V) [15]

ในปี พ.ศ. 2558 Ivan Andjelkovic และคณะได้ทำการสังเคราะห์ตัวดูดซับ TiO<sub>2</sub> และ TiO<sub>2</sub> ที่ถูกเจือด้วยเซอร์โคเนียมด้วยวิธีไมโครเวฟ-ไฮโดรเทอร์มอลซึ่งเป็นวิธีที่สะดวก, รวดเร็ว และใช้ตัวดูดซับสำหรับกำจัด As (III) และ As (V) จากสารละลายที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบ ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและขนาดของตัวดูดซับที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค BET และ XRD การทดลองแสดงให้เห็นว่า TiO<sub>2</sub> ที่เจือด้วย 10% ของ Zr โดยใช้วิธีไมโครเวฟ-ไฮโดรเทอร์มอลมี พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนโดยรวมมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ TiO<sub>2</sub> ที่สังเคราะห์ได้ ด้วยวิธีเดียวกัน นอกจากนี้ตัวดูดซับ TiO<sub>2</sub> ที่ถูกเจือด้วย Zr ยังมีประสิทธิภาพในการกำจัด As (III) และ As (V) ที่เพิ่มขึ้นด้วยและยังมีการทดลองเพิ่มเติมเพื่อทดสอบจลนศาสตร์ของการดูด ซับ, อิทธิพลของค่า pH และผลกระทบของประจุลบทั่วไปที่มีอยู่ในน้ำธรรมชาติ [16]

ในปี พ.ศ. 2559 Zhigang Wei และคณะได้ทำการศึกษาผลของค่า pH ต่อการดูดซับ สารหนูชนิด As (III) และ As (V) ที่บริเวณผิวหน้า (1 0 1) ของ TiO<sub>2</sub> ชนิด anatase ซึ่ง Octahedral TiO<sub>2</sub> nanocrystals (OTNs) ถูกเตรียมขึ้นโดยวิธีไฮโครเทอร์มอลจากพื้นผิวของ (1 0 1) จากการ ทดสอบพฤติกรรมการดูดซับสารหนูของ OTNs ในช่วงค่า pH ตั้งแต่ 1.0 ถึง 13.5 พบว่ามีการดู ซับ As (III) และ As (V) สูงสุดที่ค่า pH เท่ากับ 8 และ 4 ตามลำดับ และพบว่าการดูดซับของ As (III) และ As (V) ต่ำสุดที่ค่า pH 12 จากนั้นค่าการดูดซับจะเพิ่มขึ้นที่ค่า pH ที่สูงขึ้นคือ 13.0 และ 13.5 และการดูดซับจะถูกยับยั้งโดยเฉพาะที่ค่า pH สูงมาก ๆ เทคนิค density functional theory (DFT) ถูกนำมาใช้เสนอเป็นแบบจำลองการดูดซับของ As (III) และ As (V) เนื่องจากแบบจำลอง ของพื้นผิว (1 0 1) TiO<sub>2</sub> ชนิด anatase ซึ่งบางพื้นผิวมีไอออนบวก H<sup>+</sup> บางโมเลกุลของน้ำ หรือ OH<sup>-</sup> ในการวิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับเชิงคุณภาพของชนิดสารหนูต่าง ๆ , น้ำ และ OH<sup>-</sup> พบว่าไอออนลบที่ค่า pH 8 H<sub>2</sub>AsO<sub>3</sub><sup>-</sup> ควรเป็นสารหนูชนิด As (III) ที่ค่า pH 4 H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup> ควร เป็นสารหนูชนิด As (V) และพบไอออนลบสูงที่สุดคือ AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup> และ AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup> สอดคล้องกันกับการ ดูดซับที่ค่า pH สูงคือ 13.0 และ 13.5 [17] ในปี พ.ศ. 2560 Yubao Wang และคณะได้ทำการสังเคราะห์วัสดุรูพรุนนาโนที่ได้จาก TiO<sub>2</sub> และ SiO<sub>2</sub> ที่ทนความร้อนสูงผ่านวิธีการทำให้เป็นไอรวมกับการไหลย้อนกลับของเอทิลีนได เอมินและหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ตัวอย่างที่ได้แสดงให้เห็นว่ามี ประสิทธิภาพสำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชัน, โฟโตแคตาไลติกและการดูดซับการปนเปื้อนของสาร หนูที่ค่า pH ต่าง ๆ โดยเฉพาะการนำ SiO<sub>2</sub> ไปปรับปรุงการดูดซึมของ As (III) และยับยั้งการ เปลี่ยนเฟสคริสตัลของ TiO<sub>2</sub> จาก anatase เป็น rutile ที่อุณหภูมิการเผาสูงซึ่งมีส่วนทำให้ ความสามารถโฟโตแคตาไลติกของ TiO<sub>2</sub> สำหรับปฏิกิริยาออกซิเดชันของAs (III) และAs (V) นอกจากนั้นหลังจากนำกลับมาใช้ใหม่สิบครั้งตัวอย่างยังคงประสิทธิภาพโฟโตแคตาไลติกและ การดูดซับที่ดี [18]

ในปี พ.ศ. 2561 Xing Peng และคณะได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SBA-15 แบบขั้นตอนเดียวและปราศจากกรดสำหรับปรับปรุงการกำจัดสารหนูจากน้ำใต้ดินให้มี ประสิทธิภาพสูงขึ้นโดยใช้ไตรบล็อกโคพอลิเมอร์ pluronic P123 มีการวิเคราะห์ลักษณะของวัสดุ ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค X-ray diffraction (XRD), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) และ Transmission electron microscopy (TEM) ตรวจสอบคุณสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุที่ สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิค Vibrating sample magnetometer (VSM) การทดลองการคูดซับแบบ เป็นชุดแสดงให้เห็นว่าค่า pH ต่ำจะมีประสิทธิภาพที่ดีต่อการกำจัดสารหนู การมีอยู่ของ NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>ไม่มีผลต่อการดูดซับของสารหนูอย่างไรก็ตามการมีอยู่ของ H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup> และ SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup> พบว่ามีผลกระทบในทางลบต่อการกำจัดสารหนู [19]

จากรายงานวิจัย สังเกตได้ว่าการสังเคราะห์สารดูดซับชนิดต่าง ๆ เป็นที่น่าสนใจอย่าง มาก ไม่ว่าจะเป็นชนิดและคุณสมบัติที่ต่างกันของสารที่นำมาสังเคราะห์เป็นสารดูดซับหรือ วิธีการในการสังเคราะห์ โดยสังเกตได้จากการตีพิมพ์วารสารโดยนักวิจัยออกมาอย่างต่อเนื่อง ซึ่งจะมีการศึกษาที่หลายหลากด้าน

### บทที่ 3

# วิธีการดำเนินการวิจัย

### 3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์การวิจัย

### 3.1.1 สารมาตฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์

- Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) commercial grade
- Iron(II)sulfate (FeSO<sub>4</sub>) Heptahydrate Grade AR

#### 3.1.2 สารเคมีที่ใช้เป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

- Ethanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) (Absolute Denatured) Grade AR 99.9  $\underline{\%}$
- Nitric acid (HNO3) (Meet A.C.S Specifications) Grade AR 65  $\underline{\%}$
- Deionized water

### 3.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

- บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 25,100,250 มิลลิลิตร ยี่ห้อ ISOLAB
- ขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 25 มิลลิลิตร ยี่ห้อ Witeg
- กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร ยี่ห้อ BOMEX
- หลอดหยด (Dropper) + จุกยาง
- แท่งแก้วคนสาร (Stirring rod) ขนาด 10 เซนติเมตร
- ช้อนตักสาร (Spatula stainless) ขนาด 13 เซนติเมตร
- ปิเปตแบบตวง (Graduate pipette) ขนาด 10 มิลลิลิตร ยี่ห้อ Witeg
- ขวดน้ำกลั้น (Plastic wash bottle) ขนาด 250 มิลลิลิตร ยี่ห้อ ISOLAB
- กระจกนาฬิกา (watch glass)
- โกร่งบดสาร (Mortar)
- ขวดทนความร้อน (Crusible)
- ที่คืบทนความร้อน (Crusible tong)
- คิวเวทท์ (Cuvette) ยี่ห้อ Hellma

- Magnetic stirrer
- พาราฟิล์ม (Parafilm)
- ถุงมือ
- เครื่องชั่งน้ำหนักดิจิตอล ทศนิยม 4 ต่ำแหน่ง
- เครื่อง Ultrasonic Bath
- เครื่องให้ความร้อน (Hot plate)
- เตาเผาไฟฟ้า (Furnace)
- เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS Spectrophotometer , Jasco รุ่น V-530)
- เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD, Rigaku รุ่น MiniFlex600)

#### 3.2 การเตรียมสารตัวอย่างในการวิเคราะห์

- 3.2.1 การเตรียมสารตัวอย่าง TiO<sub>2</sub> mineral
  - ชั่งน้ำหนัก TiO<sub>2</sub> 3.0002 กรัม สำหรับการนำไปวิเคราะห์ด้วย XRD

#### 3.2.2 การเตรียมสารตัวอย่าง TiO $_2$ calcine

- ชั่งน้ำหนัก TiO<sub>2</sub> 3.0005 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร
- จากนั้นน้ำ TiO<sub>2</sub> ที่ชั่งได้ใส่ลงใน Crusible แล้วน้ำไปอบด้วยเครื่อง Furnace ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- เก็บตะกอนที่ได้ลงในขวดพลาสติก

#### 3.2.3 การเตรียมสารตัวอย่าง TiO\_2/Fe\_2O\_3 bimetallic clay

- ชั่งน้ำหนัก TiO<sub>2</sub> 3.0000 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร
- ชั่งน้ำหนัก Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3.0002 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วทำ การละลายด้วย Ethanol : Deionized water (1:1) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
- น้ำ TiO<sub>2</sub> 3.0000 กรัม และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ทำการละลายและปรับปริมาตรเสร็จ แล้ว มาผสมให้เข้ากัน

- นำมาคนให้เข้ากันด้วย magnetic stirrer เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
- เมื่อครบ 30 นาที นำไป Ultra-sonicate อีกเป็นเวลา 30 นาที
- เมื่อครบเวลา 30 นาที จะเกิดตะกอนเกิดขึ้น ให้ใช้ Dropper ดูดน้ำส่วนที่ใส ออก ให้เหลือแต่ตะกอน
- ตั้งทิ้งไว้ในที่ร่มจนแห้ง จนได้ตะกอนที่แห้งสนิท
- บดตะกอนให้ละเอียดด้วยโกร่งบดสาร และเก็บตะกอนที่ได้ลงในขวด
   พลาสติก

#### 3.2.4 การเตรียมสารตัวอย่าง TiO\_2/Fe $_2O_3$ bimetallic semi-crystal

- ชั่งน้ำหนัก TiO<sub>2</sub> 3.0005 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร
- ชั่งน้ำหนัก Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3.0003 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วทำ การละลายด้วย Ethanol : Deionized water (1:1) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
- น้ำ TiO<sub>2</sub> 3.0005 กรัม และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ทำการละลายและปรับปริมาตรเสร็จ แล้ว มาผสมให้เข้ากัน
- นำมาคนให้เข้ากันด้วย magnetic stirrer เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
- เมื่อครบ 30 นาที นำไป Ultra-sonicate อีกเป็นเวลา 30 นาที
- เมื่อครบเวลา 30 นาที จะเกิดตะกอนเกิดขึ้น ให้ใช้ Dropper ดูดน้ำส่วนที่ใส ออก ให้เหลือแต่ตะกอน
- จากนั้นน้ำส่วนที่เหลือไปให้ความร้อนด้วย hot plate จนตะกอนแห้งสนิท
- บดตะกอนให้ละเอียดด้วยโกร่งบดสาร และเก็บตะกอนที่ได้ลงในขวด
   พลาสติก

#### 3.2.5 การเตรียมสารตัวอย่าง TiO\_2/Fe\_2O\_3 bimetallic crystal

- ชั่งน้ำหนัก TiO<sub>2</sub> 3.0008 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร
- ชั่งน้ำหนัก Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 3.0003 กรัม ลงใน Beaker ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วทำ การละลายด้วย Ethanol : Deionized water (1:1) ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
- น้ำ TiO<sub>2</sub> 3.0008 กรัม และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ทำการละลายและปรับปริมาตรเสร็จ แล้ว มาผสมให้เข้ากัน
- นำมาคนให้เข้ากันด้วย magnetic stirrer เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
- เมื่อครบ 30 นาที นำไป Ultra-sonicate อีกเป็นเวลา 30 นาที
- เมื่อครบเวลา 30 นาที จะเกิดตะกอนเกิดขึ้น ให้ใช้ Dropper ดูดน้ำส่วนที่ใส ออก ให้เหลือแต่ตะกอน
- จากนั้นนำตะกอนที่ได้ใส่ลงใน Crusible แล้วนำไปอบด้วยเครื่อง Furnace ที่
  อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จนตะกอนแห้งสนิท
- บดตะกอนให้ละเอียดด้วยโกร่งบดสาร และเก็บตะกอนที่ได้ลงในขวด พลาสติก

## 3.3 การเตรียมสารตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์หาช่วงค่าการดูดกลืนแสงของ bimetallic

composites



**ภาพที่ 13** เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS Spectrophotometer, Jasco รุ่น V-530)

## 3.3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์หาช่วงค่าการดูดกลืนแสงของ bimetallic

#### composites

- เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS Spectrophotometer)
- คิวเวทท์ (Cuvette) ยี่ห้อ Hellma
- ขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 25 มิลลิลิตร ยี่ห้อ Witeg
- ขวดน้ำกลั่น (Plastic wash bottle)

#### 3.3.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานในการวิเคราะห์

TiO<sub>2</sub> mineral, TiO<sub>2</sub> calcine, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi–crystal, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal ในการวิเคราะห์โดยใช้ Deionized water และ\_Nitric acid (HNO<sub>3</sub>) ที่ความเข้มข้นต่างกันเป็นตัวทำละลาย

#### - เตรียมโดยใช้ Deionized water เป็นตัวทำละลาย

ชั่ง TiO<sub>2</sub> mineral, TiO<sub>2</sub> calcine, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi–crystal, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal ที่น้ำหนัก 0.0025, 0.0050, 0.0075, 0.0100, 0.0125 กรัมต่อ Deionized water 25 มิลลิลิตร ในอัตราส่วน (1:1), (2:1), (3:1), (4:1), (5:1) ตามลำดับ

#### - เตรียมโดยใช้ Nitric acid (HNO3) เป็นตัวทำละลาย

ชั่ง TiO<sub>2</sub> mineral, TiO<sub>2</sub> calcine, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal ที่น้ำหนัก 0.0025, 0.0050, 0.0075, 0.0100, 0.0125 กรัมต่อ Nitric acid (HNO<sub>3</sub>) ความเข้มข้น 0.1 โมล ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ในอัตราส่วน (1:1), (2:1), (3:1), (4:1), (5:1) ตามลำดับ 3.4 การเตรียมสารมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโต มิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD)



**ภาพที่ 14** เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์(X-ray diffractometer : XRD, Rigaku รุ่น MiniFlex600)

### 3.4.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

- แผ่นบรรจุสารตัวอย่าง
- โกร่งบดสาร (Morta)

#### 3.4.2 เตรียมสารมาตรฐานในการวิเคราะห์

TiO<sub>2</sub> mineral, TiO<sub>2</sub> calcine, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal ที่บดละเอียดก่อนนำไป ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

#### บทที่ 4

#### ผลการวิจัยและการอภิปราย

## 4.1 รายงานผลการศึกษาคุณลักษณะของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites โดย เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

จากการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites ที่เตรียมโดยการผสม TiO<sub>2</sub> และ FeSO<sub>4</sub> โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม และการใช้คลื่น Ultrasonic ในการให้ TiO<sub>2</sub> และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ทำ ปฏิกิริยาและสามารถตกตะกอนด้วยกันได้ โดยสามารถดูได้จากรูปแบบ X-ray diffraction (XRD) ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) สามารถใช้ในการยืนวิธีการ ในการสังเคราะห์ได้ดังนี้

## 4.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชั้นของ TiO<sub>2</sub> mineral และ TiO<sub>2</sub> calcine



**ภาพที่ 15** การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub> mineral และ TiO<sub>2</sub> calcine

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub> mineral และ TiO<sub>2</sub> calcine ปรากฏรูปแบบ สัญญาณ XRD ที่เหมือนกันทั้งหมด และพบสัญญาณที่แสดงถึง TiO<sub>2</sub> anatase ที่ตำแหน่ง **2**0 = 29.5°, 43.2°, 56.5°, 63.5°, 65.0°



4.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

bimetallic clay

**ภาพที่ 16** การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay พบสัญญาณที่แสดง ถึง TiO<sub>2</sub> anatase ที่ตำแหน่ง **2**0 = 29.5°, 43.2°, 44.2°, 56.5°, 63.5° และพบสัญญาณที่แสดง ถึง Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ตำแหน่ง **2**0 = 28.2°, 38.2°, 41.8°, 47.8°, 58.2°



4.1.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

bimetallic semi-crystal

**ภาพที่ 17** การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal พบสัญญาณที่ แสดงถึง TiO<sub>2</sub> anatase ที่ตำแหน่ง **2**0 = 29.5°, 43.2°, 45.2°, 56.5°, 63.5° และพบสัญญาณที่ แสดงถึง Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ตำแหน่ง **2**0 = 28.2°, 38.8°, 47.8°, 58.2°



4.1.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ TiO₂/Fe₂O₃

bimetallic crystal

**ภาพที่ 18** การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ TiO₂/Fe₂O₃ bimetallic crystal พบว่ามีสัญญาณ ของสารรบกวนน้อยที่สุด และปรากฏสัญญาณที่แสดงถึง TiO₂ anatase ที่ตำแหน่ง 2θ = 29.5°, 43.2°, 45.2°, 56.5°, 63.5° และพบสัญญาณที่แสดงถึง Fe₂O₃ ที่ตำแหน่ง 2θ = 28.2°, 38.8°, 41.8°, 47.8°, 58.2°

## 4.2 รายงานผลการศึกษาช่วงการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites โดยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

ในการสังเคราะห์ bimetallic composites จะเตรียมได้โดยการผสมกันระหว่าง TiO<sub>2</sub> และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> โดยใช้วิธีการในการตกตะกอนร่วม ที่ทำการ Ultrasonic ซึ่งจะทำให้ TiO<sub>2</sub> และ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ทำ ปฏิกิริยากันและได้ตะกอนออกมา จากนั้นจึงนำมาทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยการใช้ เทคนิคยูวี–วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี และพบว่ามีการดูดกลืนแสงอยู่ในช่วงความยาวคลื่น 200– 400 นาโนเมตร



4.2.1 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub> mineral และ TiO<sub>2</sub> calcine ในตัวทำละลาย DI

**ภาพที่ 19** ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub> mineral และ TiO<sub>2</sub> calcine



4.2.2 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO2/Fe2O3 bimetallic clay ในตัวทำละลาย DI

**ภาพที่ 20** ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay

#### 4.2.3 ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO\_2/Fe\_2O\_3 bimetallic semi-crystal



ในตัวทำละลาย DI

**ภาพที่ 21** ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi–crystal



4.2.4 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO2/Fe2O3 bimetallic crystal ในตัวทำละลาย DI

**ภาพที่ 22** ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ของ TiO<sub>2</sub> mineral, TiO<sub>2</sub> calcine, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal และ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal ที่ละลายในตัวทำละลายน้ำ DI ปรากฏสัญญาณที่มีลักษณะของพีคที่คล้ายกัน ทั้งหมดซึ่งอาจมีผลมาจากตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์ และพบว่ามีการดูดกลืนแสงอยู่ ในช่วงความยาวคลื่น 200-400 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงคลื่นของแสงอัลตราไวโอเลต โดยมีค่า การดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่น 370 นาโนเมตร (ภาพที่ 19, 20, 21, 22) ดังนั้นวัสดุที่ สังเคราะห์มีแนวโน้มที่สามารถนำไปใช้ในปฏิกิริยาทางแสงในช่วงคลื่นของแสงอัลตราไวโอเลต ได้



4.2.5 ผลการดูดกลื่นแสงของ TiO $_2$  mineral และ TiO $_2$  calcine ในตัวทำละลาย

HNO<sub>3</sub>

ภาพที่ 23 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub> mineral และ TiO<sub>2</sub> calcine



**ภาพที่ 24** ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay

TiO2/Fe2O3 bimetallic clay



4.2.7 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO\_2/Fe2O3 bimetallic semi-crystal ในตัว

**ภาพที่ 25** ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal

#### 4.2.8 ผลการดูดกลืนแสงของ TiO2/Fe2O3 bimetallic crystal ในตัวทำละลาย

HNO<sub>3</sub>

ทำละลาย HNO3



**ภาพที่ 26** ผลการดูดกลืนแสงของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ของ TiO<sub>2</sub> mineral, TiO<sub>2</sub> calcine, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal และ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal ที่ละลายในตัวทำละลาย HNO<sub>3</sub> ปรากฏสัญญาณที่มีลักษณะของพีคที่ คล้ายกันทั้งหมดซึ่งอาจมีผลมาจากตัวทำละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์ และพบว่ามีการดูดกลืน แสงอยู่ในช่วงความยาวคลื่น 200-400 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงคลื่นของแสงอัลตราไวโอเลต โดยมีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่น 370 นาโนเมตร (ภาพที่ 23, 24, 25, 26) ดังนั้นวัสดุที่สังเคราะห์มีแนวโน้มที่สามารถนำไปใช้ในปฏิกิริยาทางแสงในช่วงคลื่นของแสง อัลตราไวโอเลตได้ 4.3 รายงานผลการศึกษา X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) spectra
 ของ standard As (III), As (V) และ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน bimetallic composites

ในการศึกษาด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เป็น การศึกษาเพื่อหาค่า K-edge energy(°E) และได้ผลในการวิเคราะห์ที่แตกต่างกัน ดังต่อไปนี้

4.3.1 ผลการวิเคราะห์ของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) spectra ของ standard As (III)









ซึ่งภาพ (A) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ normalized, (B) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 1<sup>st</sup> derivative, (C) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 2<sup>nd</sup> derivative, (D) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 2<sup>nd</sup> derivative, (D) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ R-space และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เพื่อศึกษาค่า K-edge energy(°E) ของ standard As (III) code (55247\_As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_1.dat\_6) (ภาพที่ 27) ได้ผลสเปกตรัมของ XANES ในรูปแบบของ normalized,

1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงานเท่ากับ 11873.6, 11872.2 และ 11873.2 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As(III)-O (R-space) 1.41108 Å

4.3.2 ผลการวิเคราะห์ของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) spectra ของ standard As (V)





ซึ่งภาพ (A) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ normalized (B) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 1<sup>st</sup> derivative, (C) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 2<sup>nd</sup> derivative, (D) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 2<sup>nd</sup> derivative, (D) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ R-space และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เพื่อศึกษาค่า K-edge energy(°E) ของ standard As (V) code (55214\_Na\_Arsenate\_1.dat\_8) (ภาพที่ 28) ได้ผลสเปกตรัมของ XANES ในรูปแบบของ normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงานเท่ากับ 11876.9, 11875.0 และ 11875.9 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As (III)-O (R-space) 1.16892 Å



## 4.3.3 ผลการวิเคราะห์ของ X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) spectra ของ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

**ภาพที่ 29** ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55300\_MB24V\_3.dat\_18) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

ซึ่งภาพ (A) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ normalized, (B) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 1<sup>st</sup> derivative, (C) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 2<sup>nd</sup> derivative, (D) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ 2<sup>nd</sup> derivative, (D) สเปกตรัมของ XANES รูปแบบ R-space และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เพื่อศึกษาค่า K-edge energy(°E) ของ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites code (55300\_MB24V\_3.dat\_18) (ภาพที่ 29) ได้ผลสัญญาณสเปกตรัม ของ XANES ในรูปแบบสัญญาณของ normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงาน เท่ากับ 11877.7, 11876.4 และ 11877.7 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As (III)-O (R-space) 1.31786 Å

Standard As (III) code	°E (eV)			R-space
	normalized	1 <sup>st</sup>	2 <sup>nd</sup>	(Å)
		derivative	derivative	
55247_ As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _1.dat_18	11873.5	11872.4	11873.0	1.40609
55247_ As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _1.dat_6	11873.6	11872.2	11873.2	1.41108
55251_ As <sub>2</sub> 0 <sub>3</sub> _3.dat_18	11872.5	11871.0	11873.0	-
55252_ As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _4.dat_18	11872.5	11871.0	11872.9	-
55253_ As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _5.dat_18	11872.4	11871.0	11872.4	_
55255_ As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> _7.dat_18	11872.4	11871.0	11872.9	-
Average	11872.8	11871.4	11872.9	1.40859

**ตารางที่ 1** ค่า K-edge energy(°E) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ

standard As (III)

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เพื่อ ศึกษาค่า K-edge energy(°E) ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) (ตารางที่ 1) ได้ผลสัญญาณสเปกตรัมของ XANES ในรูปแบบสัญญาณของ normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงานเฉลี่ยเท่ากับ 11872.8, 11871.4 และ 11872.9 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As (III)-O (R-space) 1.40859 Å

Standard As (V) code	°E (eV)			R-space
	normalized	1 <sup>st</sup>	2 <sup>nd</sup>	(Å)
		derivative	derivative	
55214_Na_Arsenate_1.dat_5	11876.9	11874.9	11875.9	1.16892
55214_Na_Arsenate_1.dat_8	11876.9	11875.0	11875.9	1.16892
55219_Na_Arsenate_1.dat_5	11876.5	11874.4	11875.9	1.16452
55219_Na_Arsenate_1.dat_8	11876.5	11874.5	11876.0	1.15621
55221_Na_Arsenate_1.dat_5	11876.5	11874.9	11875.9	1.15182
55221_Na_Arsenate_1.dat_8	11876.5	11875.0	11875.9	1.16012
55222_Na_Arsenate_2.dat_5	11876.4	11874.9	11876.5	1.14302
Average	11876.6	11874.8	11876.0	1.15908

**ตารางที่ 2** ค่า K-edge energy(°E) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ

standard As (V)

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เพื่อ ศึกษาค่า K-edge energy(°E) ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) (ตารางที่ 2) ได้ผลสัญญาณสเปกตรัมของ XANES ในรูปแบบสัญญาณของ normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงานเฉลี่ยเท่ากับ 11876.6, 11874.8 และ 11876.0 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As (III)-O (R-space) 1.15908 Å

As (V) MB code	°E (eV)			R-space
	normalized	1 <sup>st</sup>	2 <sup>nd</sup>	(Å)
		derivative	derivative	
55298_MB24V_1.dat_18	11877.7	11876.4	11877.2	1.25627
55299_MB24V_2.dat_18	11877.7	11876.4	11877.7	1.31786
55300_MB24V_3.dat_18	11877.7	11876.4	11877.7	1.31786
55301_MB24V_4.dat_18	11877.7	11876.4	11877.8	1.28734
55302_MB24V_5.dat_18	11877.8	11876.4	11877.8	1.31786
55303_MB24V_6.dat_18	11877.7	11875.9	11877.3	1.31786
55305_MB24V_2.dat_18	11878.3	11876.4	11878.2	1.31786
55306_MB24V_3.dat_18	11877.7	11876.4	11877.7	1.31786
55307_MB24V_4.dat_18	11877.7	11876.4	11877.7	1.31786
55308_MB24V_5.dat_18	11877.7	11876.4	11877.7	1.31786
Average	11877.8	11876.4	11877.7	1.30865

**ตารางที่ 3** ค่า K-edge energy(°E) ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ

As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) เพื่อ ศึกษาค่า K-edge energy(°E) ของ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites (ตารางที่ 3) ได้ผลสัญญาณสเปกตรัมของ XANES ในรูปแบบสัญญาณของ normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงานเฉลี่ยเท่ากับ 11877.8, 11876.4 และ 11877.7 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As (III)-O (R-space) 1.30865 Å เมื่อนำข้อมูล ของค่าพลังงานเฉลี่ย °E ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลของ standard As (V) (ตารางที่ 2) เพื่อ ตรวจสอบยืนยันชนิดของ As ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites พบว่ามีค่า พลังงานเฉลี่ย °E ที่ใกล้เคียงกัน จากผลการเปรียบเทียบค่า °E แสดงว่าเป็นชนิดของ As (V) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

## บทที่ 5

## สรุปผลการวิจัย

# 5.1 สรุปผลการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ทั้ง 3 สภาวะ คือ bimetallic clay, bimetallic semi-crystal, bimetallic crystal ที่เตรียมโดยการใช้วิธีตกตะกอนร่วม(co-precipitation)

จากการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal และ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal เป็นการสังเคราะห์โดยการใช้ตัวทำละลาย คือ เอทานอลและน้ำ ในอัตราส่วน 1:1 โดยการสังเคราะห์สารทั้ง 3 สภาวะเป็นการทำตะกอนให้แห้งโดยการให้ความ ร้อนที่ต่างกัน คือ การสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay คือ การนำตะกอนที่ได้จากการ สังเคราะห์มาทำให้แห้งโดยการตั้งทิ้งไว้ให้สารละลายระเหยจนแห้งสนิท การสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal คือ การนำตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal คือ การนำตะกอนที่ได้จากการ ร้อนบน hot plate จนตะกอนแห้งสนิท และการสังเคราะห์ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal คือ การนำตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์ นำมาให้ความร้อนโดยการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศา เซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และเมื่อทำการสังเคราะห์ทั้ง 3 สภาวะแล้ว จึงนำตะกอนที่ได้มา ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆ

ผลการศึกษาคุณลักษณะด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) พบว่าสัญญาณ XRD ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal มีสัญญาณของสารรบกวนน้อย ที่สุด และปรากฏสัญญาณที่แสดงถึง TiO<sub>2</sub> anatase ที่ตำแหน่ง **20** = 29.5°, 43.2°, 45. 2°, 56.5°, 63.5° และปรากฏสัญญาณที่แสดงถึง Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ที่ตำแหน่ง **20** = 28.2°, 38.8°, 41.8°, 47.8° และ 58.2° ซึ่งสามารถยืนยันวิธีการสังเคราะห์ในครั้งนี้ได้

ผลการศึกษาค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UVvisible spectrophotometer) จากทั้ง 3 สภาวะที่ทำการสังเคราะห์ คือ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic clay, TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal และ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal พบว่าทั้งหมดมีค่าการ ดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่น 370 นาโนเมตร ซึ่งอยู่ในช่วงคลื่นของแสงอัลตราไวโอเลต ดังนั้นวัสดุที่สังเคราะห์มีแนวโน้มที่สามารถนำไปใช้ในปฏิกิริยาทางแสงในช่วงคลื่นของแสง อัลตราไวโอเลตได้

ผลการศึกษาสภาวะออกซิเดชันของสารหนูที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) ได้ทราบค่าพลังงาน เฉลี่ย °E ของสารหนูที่แสดงสัญญาณสเปกตรัมในรูปแบบของสัญญาณ normalized, 1<sup>st</sup> derivative, 2<sup>nd</sup> derivative มีค่าพลังงานเฉลี่ยเท่ากับ 11877.7, 11876.4, และ 11877.7 eV ตามลำดับ และมีระยะห่างระหว่างพันธะของ As(III)−O (R-space) 1.31786 Å จากข้อมูล ดังกล่าวเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับค่าพลังงานเฉลี่ย °E ของมาตรฐานสารหนู (V) เพื่อตรวจสอบ ยืนยันชนิดของสารหนูที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites พบว่ามีค่าพลังงาน เฉลี่ย °E ที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นสารหนูที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites จึง เป็นสารหนู (V)

#### 5.2 ข้อเสนอแนะจากงานวิจัย

- 5.2.1 ศึกษาตัวทำละลายอื่นๆ เพื่อทำการเปรียบเทียบกับผลการทดลอง
- 5.2.2 ศึกษาการประยุกต์ใช้การดูดซับสารหนู และสารพิษชนิดอื่นๆที่มีอยู่ใน สิ่งแวดล้อม โดยใช้ตัวสังเคราะห์ที่ศึกษาในครั้งนี้ไปประยุกต์ใช้
- 5.2.3 ขั้นตอนการเตรียม bimetallic clay ในการศึกษาในครั้งนี้มีระยะเวลาที่นาน ควร ศึกษาขั้นตอนการเตรียมอื่นที่ใช้สามารถลดระยะเวลาในการเตรียมได้

#### บรรณานุกรม

- [1] สารหนู(As) ได้จาก : https://www.siamchemi.com. สืบค้นเมื่อวันที่ 11 มกราคม 2562
- [2] ภาพแสดงแผนที่ประเทศที่พบปัญหาสารหนูในแหล่งน้ำ ได้จาก : http://www.etm.sc.mahidol.ac.th. สืบค้นเมื่อวันที่ 11 มกราคม 2562
- [3] ข่าวประเทศจีน ได้จาก : https://waymagazine.org. สืบค้นเมื่อวันที่ 18 มกราคม 2562
- [4] ประเทศบังคลาเทศมีรางยงานข่าว ได้จาก : http://www.chemtrack.org/News-Detail.
  สืบค้นเมื่อวันที่ 18 มกราคม 2562
- [5] ข่าวมลพิษของประเทศไทย ได้จาก : http://www.etm.sc.mahidol.ac.th. สืบค้น
  เมื่อวันที่ 18 มกราคม 2562
- [6] การกำหนดให้คุณภาพน้ำผิวดิน ได้จาก : http://worldchemical.co.th. สืบค้น เมื่อวันที่ 18 มกราคม 2562
- [7] ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide : TiO<sub>2</sub>) ได้จาก : http://www.lpnh.go.th. สืบค้น
  เมื่อวันที่ 22 มกราคม 2562
- [8] ไอรอน(II)ซัลเฟต (Iron(II)sulfate : FeSO<sub>4</sub>) ได้จาก : https://www.slri.or.th. สืบค้น เมื่อวันที่ 24 มกราคม 2562
- [9] หลักการของเทคนิคซินโคตรรอน (XANES) ได้จาก : https://www.it.chula.ac.th. สืบค้น เมื่อวันที่ 24 มกราคม 2562
- [10] เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ได้จาก : http://kanchanapisek.or.th. สืบค้นเมื่อวันที่ 24 มกราคม 2562
- [11] หลักการทำงานของเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ได้จาก : http://kanchanapisek.or.th. สืบค้นเมื่อวันที่ 24 มกราคม 2562
- [ 12 ] D'Arcy, M.; Weiss, D.; Bluck, M.; Vilar R. Journal of Colloid and Interface Science.
  2011, 364, 205–212
- [ 13 ] Tang, W.; Li, Q.; Gao, S.; Shang, J.K. *Journal of Hazardous Materials*. 2011, 192, 131–138
- [ 14 ] Park, J.Y.; Lee, J.H.; Choi, D.Y.; Hwang, C.H.; Lee, J.W. Materials Letters. 2012, 88, 156–159

#### บรรณานุกรม(ต่อ)

- [15] Lin, S.; Lu, D.; Liu, Z. Chemical Engineering Journal. 2012, 211–212, 46–52
- [16] Andjelkovic, I.; Stankovic, D.; Jovic, M.; Markovic, M.; Krstic, J.; Manojlovic, D.;
  Roglic, G. *Journal of Saudi Chemical Society*. 2015, 19, 429–435
- [ 17 ] Wei, Z.; Liang, K.; Wu, Y.; Zou, Y.; Zuo, J.; Arriagada, D.C. Journal of Colloid and Interface Science. 2016, 462, 252–259
- [ 18 ] Wang, Y.; Xing, Z.; Li, Z.; Wu, X.; Wang, G.; Zhou, W. Journal of Colloid and Interface Science. 2017, 485, 32–38
- [19] Peng, X.; Zhao, Y.; Yang, T.; Yang, Y.; Jiang, Y.; Ma, Z.; Li, X.; Hou, J.; Xi, B.; Liu,
  H. *Microporous and Mesoporous Materials.* 2018, 258, 36–32

ภาคผนวก

#### ภาคผนวก ก

## ภาพประกอบวิธีการดำเนินการวิจัย

## สารตัวอย่างที่ 1 : TiO<sub>2</sub> mineral



ทำการชั่ง TiO<sub>2</sub> 3.0000 กรัม ใส่ลงในขวดพลาสติก



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี–วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี





ทำการชั่ง TiO<sub>2</sub> 3.0000 กรัม



นำไปเผาในตู้อบอุณหภูมิสูง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี–วิสิเบิล สเปกโทรสโกปี

สารตัวอย่างที่ 3 : TiO₂/FeSO₄ bimetallic clay



ทำการชั่ง TiO<sub>2</sub> 3.0000 กรัม ลงในปีกเกอร์ขนาด 10 มิลลิลิตร



ทำการชั่ง FeSO<sub>4</sub> 3.0000 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นละลายด้วย เอทานอล : DI (1:1) ปริมาตร 66 มิลลิลิตร



นำ TiO<sub>2</sub> ที่เตรียมไว้เทลงไปในบีกเกอร์ที่มี FeSO<sub>4</sub>



นำไป stirrer เป็นเวลา 30 นาที ณ อุณหภูมิห้อง



นำสารไปโซนิเคท ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 30 นาที



เมื่อเกิดการตกตะกอน จะดูดสารละลายส่วนใสออกหมด และรอจนสารละลายระเหยหมด จนได้ตะกอนที่แห้งสนิท



ใช้โกร่งบดสารบดตะกอนที่ได้ให้ละเอียด



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี–วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

สารตัวอย่างที่ 4 : TiO2/FeSO4 bimetallic semi-crystal



ทำการชั่ง TiO<sub>2</sub> 3.0002 กรัม ลงในปีกเกอร์ขนาด 10 มิลลิลิตร



ทำการชั่ง FeSO4 3.0000 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นละลายด้วย เอทานอล : DI (1:1) ปริมาตร 66 มิลลิลิตร



น้ำ TiO<sub>2</sub> ที่เตรียมไว้เทลงไปในบีกเกอร์ที่มี FeSO<sub>4</sub> ที่ละลายแล้ว



นำไป stirrer เป็นเวลา 30 นาที ณ อุณหภูมิห้อง



นำสารไปโซนิเคท ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 30 นาที



เมื่อเกิดการตกตะกอน จะดูดสารละลายส่วนใสออกหมด



นำไปให้ความร้อนด้วย hot plate จนตะกอนแห้งสนิท



ใช้โกร่งบดสารบดตะกอนที่ได้ให้ละเอียด



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี–วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

สารตัวอย่างที่ 5 : TiO₂/FeSO₄ bimetallic crystal



ทำการชั่ง TiO<sub>2</sub> 3.0005 กรัม ลงในปีกเกอร์ขนาด 10 มิลลิลิตร



ทำการชั่ง FeSO4 3.0000 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จากนั้นละลายด้วย เอทานอล : DI (1:1) ปริมาตร 66 มิลลิลิตร



นำ TiO<sub>2</sub> ที่เตรียมไว้เทลงไปในปีกเกอร์ที่มี FeSO<sub>4</sub> ที่ละลายแล้ว



นำไป stirrer เป็นเวลา 30 นาที ณ อุณหภูมิห้อง



นำสารไปโซนิเคท ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 30 นาที



เมื่อเกิดการตกตะกอน จะดูดสารละลายส่วนใสออกหมด


นำตะกอนที่ได้เผาในตู้อบอุณหภูมิสูง ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง



ใช้โกร่งบดสารบดตะกอนให้ละเอียด



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์



นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวี–วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ภาคผนวก ข

### ภาพการศึกษาผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES

## ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) ของ standard As (III)



### normalized XANES spectra

### 1<sup>st</sup> derivative XANES spectra



ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) code (55247\_As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_1.dat\_18)









ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) code (55251\_As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_3.dat\_18)





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) code (55252\_As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_4.dat\_18)





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) code (55253\_As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_5.dat\_18)





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (III) code (55255\_As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>\_7.dat\_18)



## ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) ของ standard As (V)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code

(55214\_Na\_Arsenate\_1.dat\_5)





### 1<sup>st</sup> derivative XANES spectra



2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code

(55219\_Na\_Arsenate\_1.dat\_5)









2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

R-space XANES spectra

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code

(55219\_Na\_Arsenate\_1.dat\_8)





### 1<sup>st</sup> derivative XANES spectra



2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code

(55221\_Na\_Arsenate\_1.dat\_5)









2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code

(55221\_Na\_Arsenate\_1.dat\_8)





### 1<sup>st</sup> derivative XANES spectra



2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ standard As (V) code

(55222\_Na\_Arsenate\_2.dat\_5)



# ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray Absorption Near Edge Structure (XANES) ของ As (V) ที่ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55298\_MB24V\_1.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites





2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55299\_MB24V\_2.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55301\_MB24V\_4.dat\_18) ที่

ถูกดูดซับอยู่บน TiO\_2/Fe $_2$ O $_3$  bimetallic composites





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55302\_MB24V\_5.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55303\_MB24V\_6.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

### 2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

### **R-space XANES spectra**









2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55305\_MB24V\_2.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites









2<sup>nd</sup> derivative XANES spectra

**R-space XANES spectra** 

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55306\_MB24V\_3.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites







ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55307\_MB24V\_4.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites





ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XANES ของ As (V) code (55308\_MB24V\_5.dat\_18) ที่ ถูกดูดซับอยู่บน TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic composites

#### ภาคผนวก ค

### การคำนวณการเตรียมสารตัวอย่าง

### การคำนวณการเตรียมสารประกอบ bimetallic ที่ได้จากการสังเคราะห์ TiO₂/FeSO₄

 การเตรียมสารตัวอย่าง bimetallic composites ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ในสภาวะ bimetallic clay จาก TiO<sub>2</sub> และ 0.6 M FeSO<sub>4</sub> ละลายด้วย เอทานอล : DI (1:1) สามารถคำนวณหาปริมาตร อัตราส่วนที่ใช้ได้จากสมการ

> <u>น้ำหนักสาร (g)</u> มวลโมเลกุล (g/mol) = ความเข้มข้นสาร (mol/L) × ปริมาตรตัวทำละลาย (mL) 1000 (mL) × 1 (L)

คำนวณได้จาก 0.6 M FeSO4

3.0000 (g)	0.6 (mol/L) × ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ (mL)
= 151.908 (g/mol)	1000 (mL) × 1 (L)

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ = 32.915 mL

ดังนั้น ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ละลาย 0.6 M FeSO₄ เท่ากับ 33.00 มิลลิลิตร

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ละลาย TiO<sub>2</sub> เท่ากับ 33.00 มิลลิลิตร เพราะฉะนั้น ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียม bimetallic composites TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ใน สภาวะ bimetallic clay ทั้งหมด 66.00 มิลลิลิตร ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้คือ เอทานอล : DI ใน อัตราส่วน 1:1  การเตรียมสารตัวอย่าง bimetallic composites ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic semi-crystal จาก TiO<sub>2</sub> และ 0.6 M FeSO<sub>4</sub> ละลายเอทานอล : DI (1:1) สามารถคำนวณหาปริมาตรอัตราส่วนที่ ใช้ได้จากสมการ

คำนวณได้จาก 0.6 M FeSO₄

 3.0000 (g)
 0.6 (mol/L) × ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ (mL)

 151.908 (g/mol)
 1000 (mL) × 1 (L)

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ =  $rac{3.0000 \ (g) imes 1000 \ (mL) imes 1 \ (L)}{0.6 \ (mol/L) imes 151.908 \ (g/mol)}$ 

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ = 32.915 mL

ดังนั้น ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ละลาย 0.6 M FeSO<sub>4</sub> เท่ากับ 33.00 มิลลิลิตร ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ละลาย TiO<sub>2</sub> เท่ากับ 33.00 มิลลิลิตร เพราะฉะนั้น ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียม bimetallic composites TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ใน สภาวะ bimetallic semi–crysta ทั้งหมด 66.00 มิลลิลิตร ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้คือ เอทานอล : DI ในอัตราส่วน 1:1  การเตรียมสารตัวอย่าง bimetallic composites ของ TiO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bimetallic crystal จาก TiO<sub>2</sub> และ 0.6 M FeSO<sub>4</sub> ละลายเอทานอล : DI (1:1) สามารถคำนวณหาปริมาตรอัตราส่วนที่ใช้ได้ จากสมการ

น้ำหนักสาร (g) มวลโมเลกุล (g/mol) = ความเข้มข้นสาร (mol/L) × ปริมาตรตัวทำละลาย (mL) 1000 (mL) × 1 (L)

คำนวณได้จาก 0.6 M FeSO₄

3.0000 (g) 151.908 (g/mol) = 0.6 (mol/L) × ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ (mL) 1000 (mL) × 1 (L)

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ =  $rac{3.0000 \ (g) imes 1000 \ (mL) imes 1 \ (L)}{0.6 \ (mol/L) imes 151.908 \ (g/mol)}$ 

ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ = 32.915 mL

ดังนั้น ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ละลาย 0.6 M FeSO₄ เท่ากับ 33.00 มิลลิลิตร ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ละลาย TiO₂ เท่ากับ 33.00 มิลลิลิตร เพราะฉะนั้น ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ในการเตรียม bimetallic composites TiO₂/Fe₂O₃ ใน สภาวะ bimetallic crystal ทั้งหมด 66.00 มิลลิลิตร ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้คือ เอทานอล : DI ใน อัตราส่วน 1:1

# การคำนวณการเตรียมสารประกอบ bimetallic ที่ได้จากการสังเคราะห์ TiO₂/FeSO₄ ละลายด้วย เอทานอล:DI (1:1) และข้อมูลต่างๆ สำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี–วิสิ เบิลสเปกโทรสโคปี

การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 1:1 หรือ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (100 ppm) ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของ สารได้จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) =  $\frac{น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{15ิมาตรของสารละลาย (L)}$   $100 (mg/L) = \frac{น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{25 (mL) \times 10^{-3} (L)}$ น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 100 (mg/L) × 25 (mL) × 10<sup>-3</sup> (L) น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 2.5 mg น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0025 g ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0025 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร

 การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 2:1 หรือ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร (200 ppm) ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของสาร ได้จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) =  $rac{ extsf{u}^2$ ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{ extsf{u}^2ปริมาตรของสารละลาย (L) $200 \ (mg/L) = rac{ extsf{u}^2$ ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{ extsf{u}^2 \ (mL) imes 10^{-3} \ (L)}  $extsf{u}^2$ าหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 200 (mg/L) imes 25 (mL) imes 10^{-3} \ (L) $extsf{u}^2$ าหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 5.0 mg $extsf{u}^2$ าหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0050 g

ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0050 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 3:1 หรือ 300 มิลลิกรัมต่อลิตร (300 ppm) ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของ สารได้จากสมการ

 การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 4:1 หรือ 400 มิลลิกรัมต่อลิตร (400 ppm) ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของสาร ได้จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) =   

$$\frac{น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{15ิมาตรของสารละลาย (L)}$$
  
 $400 (mg/L) = \frac{น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{25 (mL) \times 10^{-3} (L)}$   
น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 400 (mg/L) × 25 (mL) × 10<sup>-3</sup> (L)  
น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 10 mg  
น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0100 g  
ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0100 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น  
25 มิลลิลิตร

 การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 5:1 หรือ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร (500 ppm) ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของ สารได้จากสมการ

การคำนวณการเตรียมสารประกอบ bimetallic ที่ได้จากการสังเคราะห์ TiO₂/FeSO₄ โดย มี 0.5% กรดไนตริก เป็นตัวทำละลาย และข้อมูลต่างๆ สำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี-วิ สิเบิลสเปกโทรสโคปี

 การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 1:1 หรือ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร (100 ppm) ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของสารได้ จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) = 
$$rac{u^{1}$$
้าหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{ปริมาตรของสารละลาย (L)}  
100 (mg/L) =  $rac{u^{1}$ ้าหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{25 (mL) × 10<sup>-3</sup>(L)}  
น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 100 (mg/L) × 25 (mL) × 10<sup>-3</sup>(L)  
น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 2.5 mg  
น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0025 g  
ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0025 กรัม ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25

มิลลิลิตร

 การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 2:1 หรือ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร (200 ppm) ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของสารได้ จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) =  $\frac{น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{15ิมาตรของสารละลาย (L)}$   $200 (mg/L) = \frac{น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)}{25 (mL) \times 10^{-3} (L)}$ น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 200 (mg/L) × 25 (mL) × 10<sup>-3</sup> (L) น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 5.0 mg น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0050 g ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0050 กรัม ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร

การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 3:1 หรือ 300 มิลลิกรัมต่อลิตร (300 ppm) ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของ สารได้จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) = 
$$rac{u^{1}หนักของตัวถูกละลาย (mg)}{ปริมาตรของสารละลาย (L)}$$
  
300 (mg/L) =  $rac{u^{1}หนักของตัวถูกละลาย (mg)}{25 (mL) imes 10^{-3} (L)}$ 

น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 300 (mg/L) × 25 (mL) × 10<sup>-3</sup>(L) น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 7.5 mg

น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0075 g

ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0075 กรัม ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร

 การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 4:1 หรือ 400 มิลลิกรัมต่อลิตร (400 ppm) ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของสารได้ จากสมการ

ดังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0100 กรัม ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร  การเตรียมสารละลายที่ความเข้มข้นในอัตราส่วน 5:1 หรือ 500 มิลลิกรัมต่อลิตร (500 ppm) ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร คำนวณน้ำหนักของ สารได้จากสมการ

จากสูตร ppm (mg/L) = <u>น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)</u> <u>500 (mg/L)</u> = <u>น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg)</u> <u>25 (mL) × 10<sup>-3</sup>(L)</u> น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 500 (mg/L) × 25 (mL) × 10<sup>-3</sup>(L) น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 12.5 mg น้ำหนักของตัวถูกละลาย (mg) = 0.0125 g คังนั้น ชั่งตัวถูกละลาย 0.0125 กรัม ละลายด้วย 0.5% กรดไนตริก ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร

# ประวัติผู้วิจัย



ชื่อ นามสกุล	นางสาวกาญจนา สอนวดี
วัน เดือน ปีเกิด	02 มิถุนายน 2540
ประวัติการศึกษา	ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนเสรีศึกษา อำเภอชนแดน
	จังหวัดเพชรบูรณ์ ปีที่จบ 2554
	ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนเสรีศึกษา อำเภอชนแดน
	จังหวัดเพชรบูรณ์ ปีที่จบ 2557
	ระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมี มหาวิทยาลัยพะเยา ปีที่
	จบ 2562
ที่อยู่ปัจจุบัน	43 หมู่5 ตำบลซับเป็บ อำเภอวังโป่ง จังหวัดเพชรบูรณ์ 67240
อีเมล	aantacin.kanjana@gmail.com

# ประวัติผู้วิจัย



ชื่อ นามสกุล	นายกรวุฒิ จำเริญพัฒน์
วัน เดือน ปีเกิด	13 มิถุนายน 2539
ประวัติการศึกษา	ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนกำแพงเพชรพิทยาคม อำเภอเมือง
	จังหวัดกำแพงเพชร จบปีที่ 2554
	ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนกำแพงเพชรพิทยาคม อำเภอเมือง
	จังหวัดกำแพงเพชร จบปีที่ 2557
	ระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมี มหาวิทยาลัยพะเยา ปีที่
	จบ 2562
ที่อยู่ปัจจุบัน	8 ซอย37 ถนนเทศา2 ตำบลในเมือง อำเภอเมือง จังหวัดกำแพงเพชร
	62000
อีเมล	korawut.wa@gmail.com