JSET-RMU
Journal of Science, Engineering, and Technology
Rajabhat Maha Sarakham University
https://ph03.tci-thaijo.org/index.php/jsetRMU

บทความวิจัย (Research Article) **Volume 4, No. 2, July-December 2025, ISSN: 2821-9066 (Print)**

การเตรียม CSNPs-TiO_2@SiNPs นาโนคอมโพสิตจากแกลบเพื่อใช้กำจัดสียอม

Preparation of CSNPs-TiO_2@SiNPs Nanocomposite from Rice Husk for Decolorization of Dyes

ธนินทรา มาคิน[1] เกตน์นิภา มาตรโสภา[1] ภารตา อามาตย์พล[1] โยษิตา รัตนธรรม[1]
ปฏิมาพร วงศ์นุกูล[1] และ อัญชลี มาคิน[2*]
Thaninthra Makhin[1], Ketnipha Matsopha[1], Pharata Armatpon[1], Patimaporn Vongnukul[1],
Yosita Rattanathum[1] and Anchalee Makhin[2*]
[1] นักเรียนระดับชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 6 โรงเรียนสารคามพิทยาคม จังหวัดมหาสารคาม
[2] สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
[1] Secondary School Year 6, Sarakham Pittayakhom School, Maha Sarakham Province
[2] Department of chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajabhat Maha Sarakham University
[*]Corresponding author E-mail: makinchemistry9@gmail.com

Received: Jun 9, 2025/ **Revised:** Aug 3, 2025/ **Accepted:** Aug 17, 2025

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมวัสดุผสมระดับนาโน CSNPs-TiO_2@SiNPs โดยใช้สารตั้งต้นนาโนไคโตซาน (Chitosan, CSNPs) จากเปลือกกุ้งร่วมกับนาโนไทเทเนียม ในนาโนซิลิกา (SiNPs) ที่เตรียมได้จากแกลบข้าว เพื่อใช้ประโยชน์ในด้านการเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดสลายสีย้อม (เมทิลีน บลู) ทำการศึกษาคุณลักษณะองค์ประกอบของวัสดุผสมอนุภาคระดับนาโน CSNPs-TiO_2@SiNPs โดยอาศัย เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractrometer, XRD) เทคนิคฟูเรียสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FT-IR) การวิเคราะห์อนุภาคโดยใช้การกระเจิงแสงแบบไดนามิก (Dynamic Light Scattering - DLS) และเทคนิคจุลทรรศอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) การทดสอบประสิทธิภาพของปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติกในการเร่งปฏิกิริยารีดักชันของสารละลายเมทิลีนบลูด้วยเทคนิค UVVisible spectroscopy ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า TiO_2 มีโครงสร้างลักษณะรูปร่างแบบอนาเทส การวิเคราะห์อนุภาคโดยใช้การกระเจิงแสงแบบไดนามิก พบว่าอนุภาคของ CSNPs TiO_2 และ SiNPs มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคระดับนาโน 356.7, 224.3 และ 422.8 นาโนเมตร ตามลำดับ การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของวัสดุผสมอนุภาคระดับนาโน CSNPs-TiO_2@SiNPs เตรียมได้จาก อัตราส่วน TiO_2 0.5, 1.0 และ 3 กรัม พบว่า นาโนไคโตซานและไทเทเนียมไดออกไซด์กระจายไปทั่วรูพรุนของซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบข้าว ประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลู ความเข้มข้นเริ่มต้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร CSNPs-TiO_2@SiNPs พบว่ามี

ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูได้สูงกว่า CNPS TiO_2 และ SiNPs แสดงว่า CSNPs และ SiO_2 สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเร่งเชิงแสงของ TiO_2 ได้ นอกจากนี้ยังพบว่าวัสดุผสม CSNPs-TiO_2@SiNPs มีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีของสารละลายเมทิลีนบลูได้ถึงร้อยละ 99.998 ที่เวลา 1 นาที

คำสำคัญ : วัสดุผสมระดับนาโน ไคโตซาน ไทเทเนียม ซิลิกา การย่อยสลาย

Abstract

This research to study on the preparation of a nanocomposite material, CSNPs-TiO_2@SiNPs, using chitosan nanoparticles (CSNPs) derived from shrimp shells combined with titanium dioxide (TiO_2) embedded in silica nanoparticles (SiNPs) synthesized from rice husk ash. The purpose of this composite is to enhance the efficiency of dye degradation, specifically methylene blue. The characterization of the CSNPs-TiO_2@SiNPs nanocomposite was carried out using several techniques, including X-ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR), Dynamic Light Scattering (DLS), and Scanning Electron Microscopy (SEM). The photocatalytic activity for the reduction of methylene blue was tested using UV-Visible spectroscopy.

XRD analysis revealed that TiO_2 exhibited an anatase crystal structure. DLS analysis showed that the particle sizes of CSNPs, TiO_2, and SiNPs were 356.7 nm, 224.3 nm, and 422.8 nm, respectively. SEM analysis of the CSNPs-TiO_2@SiNPs composite, prepared with TiO_2 at varying amounts (0.5, 1.0, and 3 grams), indicated that chitosan and TiO_2 were well-dispersed within the porous structure of the silica derived from rice husk. In terms of photocatalytic performance, with an initial methylene blue concentration of 100 mg/L, the CSNPs-TiO_2@SiNPs composite showed significantly higher dye degradation efficiency compared to individual CSNPs, TiO_2 and SiNPs indicating that both CSNPs and SiNPs enhance the photocatalytic activity of TiO_2. Moreover, the CSNPs-TiO_2@SiNPs composite demonstrated a remarkable degradation efficiency of 99.998% for methylene blue within just 1 minute.

Keywords: Nanocomposite material, Chitosan, Titanium dioxide, Silica, Dye degradation

บทนำ

ในปัจจุบันเทคโนโลยีออกซิเดชันแบบใช้แสงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Photocatalytic Oxidation) โดยใช้สารกึ่งตัวนำได้ถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในการย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม ในการศึกษาวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนียม (IV) ออกไซด์ (TiO_2) สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพเหมาะสำหรับการนำมาใช้ในการกำจัดสารมลพิษทั้งอินทรีย์และอนินทรีย์หลากหลายชนิด เนื่องจาก TiO_2 มีความเสถียรต่อแสง ปลอดภัย ไม่เป็นพิษ พบมากในธรรมชาติ และสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ (Habiba et al., 2019)

ไคโตซาน คือ สารประกอบธรรมชาติที่ได้จากไคติน ซึ่งเป็นส่วนประกอบสำคัญของเปลือกสัตว์ไม่มีกระดูกสันหลัง เช่น กุ้ง ปู และปลาหมึก ไคโตซานมีคุณสมบัติพิเศษมากมาย เช่น ช่วยยับยั้งเชื้อโรคในพืช ช่วยปรับปรุงสภาพดิน น้ำ และอากาศ นอกจากนี้ ไคโตซานยังสามารถใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น การผลิตอาหาร เครื่องสำอาง สิ่งทอ และการบำบัดน้ำเสีย ซึ่งมีการนำมาใช้เตรียมเป็นวัสดุดูดซับ โดยมีคุณสมบัติในการดูดซับไอออนโลหะและสีย้อมจากน้ำเสียได้อย่างดีเยี่ยม จึงได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายในการนำมาใช้ในการบำบัดน้ำเสีย มีรายงานระบุว่าความสามารถในการดูดซับสีย้อมของไคโตซานในน้ำเสียอยู่ที่ประมาณ 1,000–1,100 กรัมต่อกิโลกรัม ซึ่งสูงกว่าถ่านกัมมันต์หลายเท่า ความสามารถในการดูดซับนี้มี

สาเหตุมาจากหมู่อะมิโน ($–NH_2$) และหมู่ไฮดรอกซี (–OH) ที่อยู่บนสายโซ่ของไคโตซาน ซึ่งสามารถประสานและทำปฏิกิริยากับสารปนเปื้อนในน้ำเสียได้ (Xiang et al., 2015) ไคโตซาน (Chitosan, CS) เป็นอีกหนึ่งวัสดุที่สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของกระบวนการโฟโตแคตาไลซิสได้ โดยสามารถดูดซับสารตั้งต้นอินทรีย์ผ่านแรงดึงดูดทางไฟฟ้าสถิตระหว่างหมู่ฟังก์ชัน $–NH_2$ กับสารละลายในน้ำ ส่งผลให้อนุภาคนาโน TiO_2 มีประสิทธิภาพในการดูดซับและย่อยสลายสารมลพิษดีขึ้น (Al-Obaidi et al., 2023)

แม้ว่าไคโตซานจะมีศักยภาพสูงในการนำมาใช้สำหรับการบำบัดน้ำเสีย แต่อย่างไรก็ตาม ไคโตซานที่ใช้งานแล้วไม่สามารถแยกและนำกลับมาใช้ใหม่ได้อย่างมีประสิทธิภาพ ด้วยเหตุนี้ การพัฒนาวัสดุผสมระดับนาโนซิลิกา (SiO_2) จึงได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากซิลิกามีพื้นผิวรูพรุนสูงสามารถนำมาใช้ในการบรรจุโลหะไว้ภายในรูพรุน และนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการต่าง ๆ ซิลิกามีในธรรมชาติ สามารถเตรียมได้จากแกลบ มีวิธีการเตรียมง่าย ต้นทุนต่ำ จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า วัสดุผสมที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ ส่งผลให้วัสดุผสมนั้นมีศักยภาพในการนำมาใช้เป็นวัสดุดูดซับ และยังสามารถควบคุมขนาดอนุภาคของสารที่ถูกดูดซับได้ การรวมคุณสมบัติการเร่งปฏิกิริยาแสงของนาโน TiO_2 เข้ากับคุณสมบัติการดูดซับของไคโตซาน จึงนับเป็นแนวทางที่เอื้อต่อทั้งการกำจัดสารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับ สามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้ เนื่องจากคุณสมบัติเฉพาะตัวของนาโนอนุภาคของโลหะออกไซด์ที่เป็นส่วนหนึ่งของวัสดุผสมระดับนาโน ทำให้มีการนำไปใช้เพื่อจุดประสงค์ในการดูดซับเพิ่มมากขึ้น (Banivaheb et al., 2021)

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของ CSNPs-TiO_2@SiNPs นาโนคอมโพสิต ต่อการย่อยสลายสีย้อม (เมทิลีนบลู) ในสภาวะปกติ

วิธีดำเนินการวิจัย

วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และเครื่องมือ

เปลือกกุ้งและแกลบข้าวเหนียวได้จากอำเภอเมือง จังหวัดมหาสารคาม สารเคมีที่ใช้ทั้งหมดเป็นเกรดวิเคราะห์ ได้แก่ ไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนียม (IV) ออกไซด์ (TiO_2, 99%, Carlo Erba) กรดไฮโดรคลอริก (HCl, 37%, Q RëC™) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, 99%, Q RëC™) เมทิลีนบลู ($C_{16}H_{18}ClN_3S$, 99%, Q RëC™) กรดอะซิติก (CH_3COOH, 99.8%, Q RëC™) โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต (TPP, 65-70%, KemAus™) น้ำกลั่น (ความต้านทานไฟฟ้า ≥ 18.2 $M\Omega/cm^3$)

การเตรียมนาโนไคโตซานจากเปลือกกุ้ง

ล้างเปลือกกุ้งด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด ตากแดดให้แห้งจนน้ำหนักคงที่ นำเปลือกกุ้งมาบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรง เบอร์ 40 จะได้ตัวอย่างเปลือกกุ้ง ชั่งตัวอย่างเปลือกกุ้งจำนวน 30 กรัม นำไปแช่ในสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร โดยใช้อัตราส่วนระหว่างตัวอย่างเปลือกกุ้งต่อสารละลายเท่ากับ 1:16 (โดยมวลต่อปริมาตร) ที่อุณหภูมิห้อง (25±2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 48 ชั่วโมง กรองสารละลายออกแล้วล้างของแข็งให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นจนกว่าสารละลายที่ผ่านกระดาษกรองค่า pH เท่ากับ 7 จากนั้นนำของแข็งไปแช่ในสารละลาย กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง (25±2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง กรองสารละลายออกแล้วล้างของแข็งให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นจนกว่าสารละลายที่ผ่านกระดาษกรองค่า pH เท่ากับ 7 นำของแข็งไปอบให้แห้งที่ 80 องศาเซลเซียส จะได้ ไคติน

ชั่งไคตินจำนวน 10.0 กรัม ลงในสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้นร้อยละ 4 โดยมวลต่อปริมาตร โดยใช้อัตราส่วนระหว่างไคตินต่อสารละลาย 1:10 (โดยมวลต่อปริมาตร) ที่อุณหภูมิ 100±2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา

1 ชั่วโมง กรองสารละลายออกแล้วล้างของแข็งให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นจนกว่าสารละลายที่ผ่านกระดาษกรองค่า pH เท่ากับ 7 นำของแข็งไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้ได้ไคโตซาน (CS)

ชั่งไคโตซาน 10.0 กรัม ละลายด้วยสารละลายกรดอะซิติก (CH_3COOH) ความเข้มข้นร้อยละ 2 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 40±2 องศาเซลเซียส พร้อมคนด้วยแท่งแม่เหล็กที่ความเร็ว 700 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นค่อย ๆ หยดสารละลาย โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต (TPP) ความเข้มข้น1.83 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วคนสารต่อเป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้ไปผ่านกระบวนการทำแห้งแบบเยือกแข็ง แล้วนำของแข็งที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างนาโนไคโตซาน (CSNPs) (Naghizadeh & Ghofouri, 2019)

การเตรียมนาโนซิลิกาจากแกลบ (SiNPs)

ซิลิกาที่มีรูพรุนระดับนาโนจากแกลบข้าวเตรียมโดยใช้กรรมวิธีที่ดัดแปลงจากงานวิจัยของ Anchalee Makhin, Chanukorn Tabtimsai, Patcharaporn Pimchan (2017) ล้างแกลบข้าวเหนียวจำนวน 20 กรัม ด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 500 มิลลิลิตร (3 ครั้ง) นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำไปรีฟลักซ์ด้วยกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร ปริมาตร 250 มิลลิลิตร เป็นเวลา 4 ชั่วโมง กรองสารละลายออกแล้วล้างของแข็งให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นจนกว่าสารละลายที่ผ่านกระดาษกรองค่า pH เท่ากับ 7 อบของแข็งให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ในเตาเผาแบบปิด จะได้นาโนซิลิกา (SiNPs)

การเตรียมนาโนคอมโพสิต CSNPs-TiO_2@SiNPs

การเตรียมนาโนคอมโพสิต CSNPs-TiO_2@SiNPs โดยวิธีโซลเจล ชั่งสารนาโนไคโตซาน (CSNPs) 0.5 กรัม ละลายในสารละลายกรดอะซิติก (CH_3COOH) ความเข้มข้น 2 โดยมวลต่อปริมาตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส พร้อมคนด้วยแท่งแม่เหล็กที่ความเร็ว 700 รอบต่อนาที จากนั้นเติม TiO_2 และ SiNPs ลงในสารละลาย CSNPs ในอัตราส่วนที่แตกต่างดังแสดงใน**ตารางที่ 1** ปรับ pH ของสารละลายให้เท่ากับ 10 โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร จะได้ตะกอนเกิดขึ้น ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ จากนั้นกรองสารละลายออกและล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนกว่าสารละลายที่ผ่านกระดาษกรองค่า pH เท่ากับ 7 นำตะกอนไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้นาโนคอมโพสิต CSNPs-TiO_2@SiNPs (Huang & Peng, 2011; Afzala et. al.,2023)

ตารางที่ 1 อัตราส่วนที่ใช้ในการเตรียมการเตรียมนาโนคอมโพสิต CSNPs-TiO_2@SiNPs ต่าง ๆ

นาโนคอมโพสิต	CSNPs (กรัม)	TiO_2 (กรัม)	SiNPs (กรัม)
CTS-1	0.5	0.5	5
CTS-2	0.5	1.5	5
CTS-3	0.5	3.0	5

การกำจัดสีย้อมเมทิลีน บลู ด้วยนาโนคอมโพสิต (CSNPs-TiO_2@SiNPs)

ตวงสารละลายเมทิลีน บลู ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ลงในหลอดทดลอง แล้วเติมนาโนคอมโพสิต (CSNPs-TiO_2@SiNPs) จำนวน 0.1 กรัม นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง (25±2 องศาเซลเซียส) ทำการสุ่มตัวอย่าง ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่เวลา 1, 5, 10, 15, 20, 60 และ 120 นาที แล้วนำไปแยกของแข็งออกโดยการหมุนเหวี่ยงที่

ความเร็ว 4,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร โดยนำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้ไปเทียบสัดส่วนกับกราฟมาตรฐาน เพื่อคำนวนกลับในหน่วยความเข้มข้นของสารละลายเมทิลีน บลู จากนั้นเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมของนาโนคอมโพสิตด้วยการทดลองแบบเดียวกัน แต่ใช้ CSNPs, SiNPs และ TiO_2 แทน

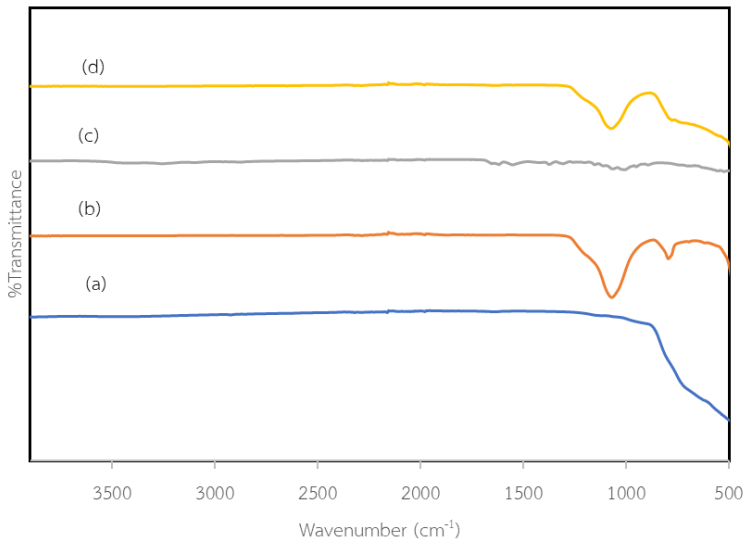
การตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของสารตัวอย่าง

นำสารตัวอย่างที่เตรียมไว้ทั้งหมด ตรวจสอบคุณลักษณะโครงสร้างผลึกการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction : XRD) ตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุล โดยอาศัยหลักการของการดูดกลืนคลื่นรังสีช่วงกลางอินฟราเรด ประมาณ 400 - 4000 cm^{-1} (Fourier Transform Infrared Spectrometer : FT-IR) การวัดขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างด้วยเทคนิค Zeta particle size และ การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope : SEM)

ผลและการอภิปรายผล

การวิเคราะห์ชนิดและการสั่นของพันธะด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

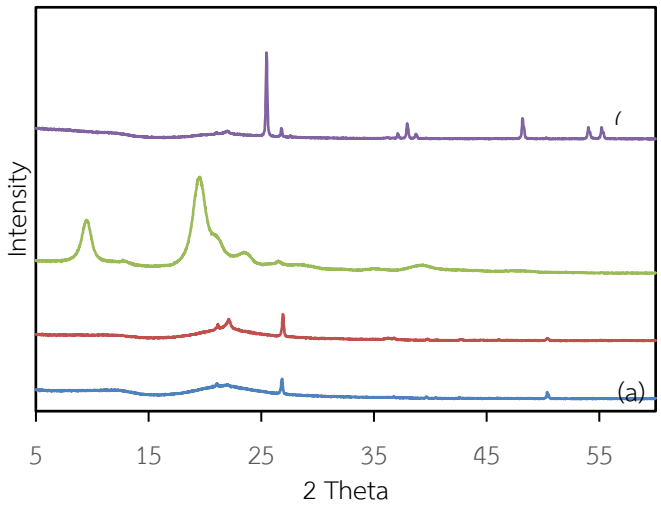
จากภาพที่1 แสดงการเปรียบเทียบสเปกตรัมของ ของ TiO_2 CSNPs, SiNPs และ CSNPs-TiO_2@SiNPs ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 526 cm^{-1} เป็นการสั่นของ Ti-O ภาพที่1(a) (Chougala et al., 2017) สเปกตรัม SiNPs พบการสั่นของ Si-O-Si ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 798 cm^{-1} และ 1093 cm^{-1} (ภาพที่1(b)) (Saravanan and Dubey, 2020) ไคโตซาน (CSNPs) พบการสั่นของ N-H , C-O ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 564 cm^{-1} และ 711 cm^{-1} การยืดพันธะของ C-O-C ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1174 cm^{-1} (ภาพที่1(c)) (Varma & Vasudevan, 2020) (ภาพที่1(d)) สเปกตรัมของวัสดุผสม CSNPs-TiO_2@SiNPs พบการสั่นของ Si-O-Si ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 800 cm^{-1} พบ Si-O ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1085 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างของ SiNPs และพบการสั่นของ Ti-O-Ti ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 838 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างของ TiO_2 ซึ่งเป็นการยืนยันได้ว่าในการเตรียมวัสดุผสมเตรียมได้ สารผสมระหว่าง TiO_2 และ SiNPs (พัชราภรณ์ พิมพ์จันทร์, 2562) แต่ไม่สามารถเห็นสเปกตรัมของไคโตซานในวัสดุผสมได้เนื่องจากมีขนาดเล็ก



ภาพที่ 1 FT-IR สเปกตรัมของ TiO_2(a), SiNPs(b), CSNPs(c) และ CSNPs-TiO_2@SiNPs(d)

การวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction : XRD)

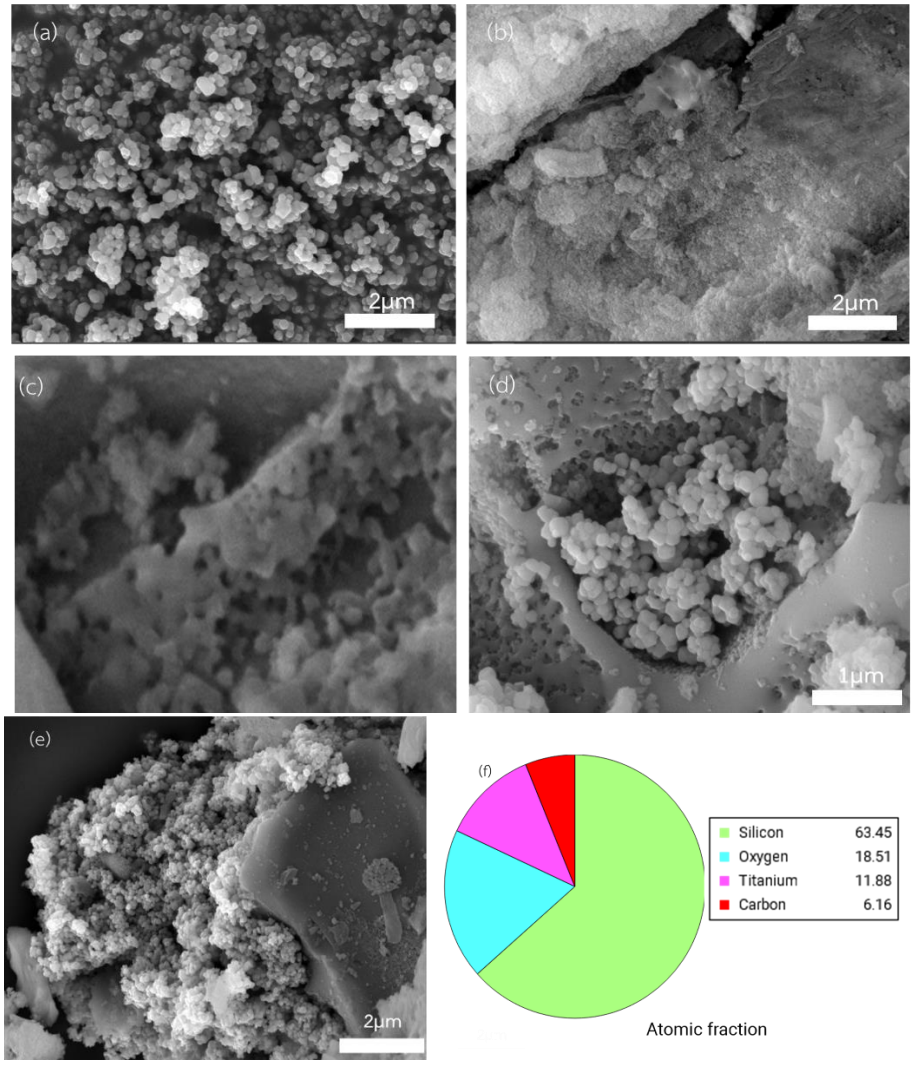
จากการศึกษาลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ SiNPs ที่เตรียมได้จากแกลบ (ภาพที่ 2(a)) พบตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบน 2θ ที่ 21.9° และ 26.6 ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างของ SiNPs (Saceda et al., 2011) ยืนยันได้ว่า SiNPs สามารถเตรียมได้จากแกลบ การเตรียมวัสดุผสมระหว่าง TiO_2 (ภาพที่ 2(b)) พบตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบน 2θ ที่ 24.40° และ 27.45° ซึ่งเป็น ลักษณะของโครงสร้างของ TiO_2 (Aliaa and Othman, 2023) และพบลักษณะของโครงสร้างไคโตซาน (ภาพที่ 2(c)) ที่ตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบน 2θ 4.075° และ 21.8° แสดงให้เห็นว่าไคโตซานมีระดับความเป็นผลึกสูงและเป็นโครงร่างผลึกตาข่าย (Ali et al., 2011) อย่างไรก็ตาม เมื่อเตรียมวัสดุผสมระดับนาโน CSNPs-TiO_2@SiNPs (ภาพที่ 2(d)) ตำแหน่งมุมการเลี้ยวเบน 2θ 4.075°, 21.8° และ 24.40°จะมีตำแหน่งพีคที่อ่อนลง ในขณะเดียวกัน เมื่อเปรียบเทียบกับ TiO_2 ที่เตรียมไว้แล้ว ความเข้มและความคมชัดของกราฟของ CSNPs-TiO_2@SiNPs ลดลง ซึ่งเราสามารถตัดสินได้ว่าการเติมสารเจือปนไคโตซานสามารถลดความเป็นผลึกของ TiO_2 ได้เล็กน้อยซึ่งแสดงให้เห็นว่าวัสดุที่เตรียมได้ผสมระหว่างสารประกอบไคโตซานร่วมกับไทเทเนียมออกไซด์ผสมกับซิลิกา (Shao et al., 2019)



ภาพที่ 2 แผนการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD) ของ SiNPs(a), TiO_2(b), CSNPs(c) และ CSNPs-TiO_2@SiNPs(d)

การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)

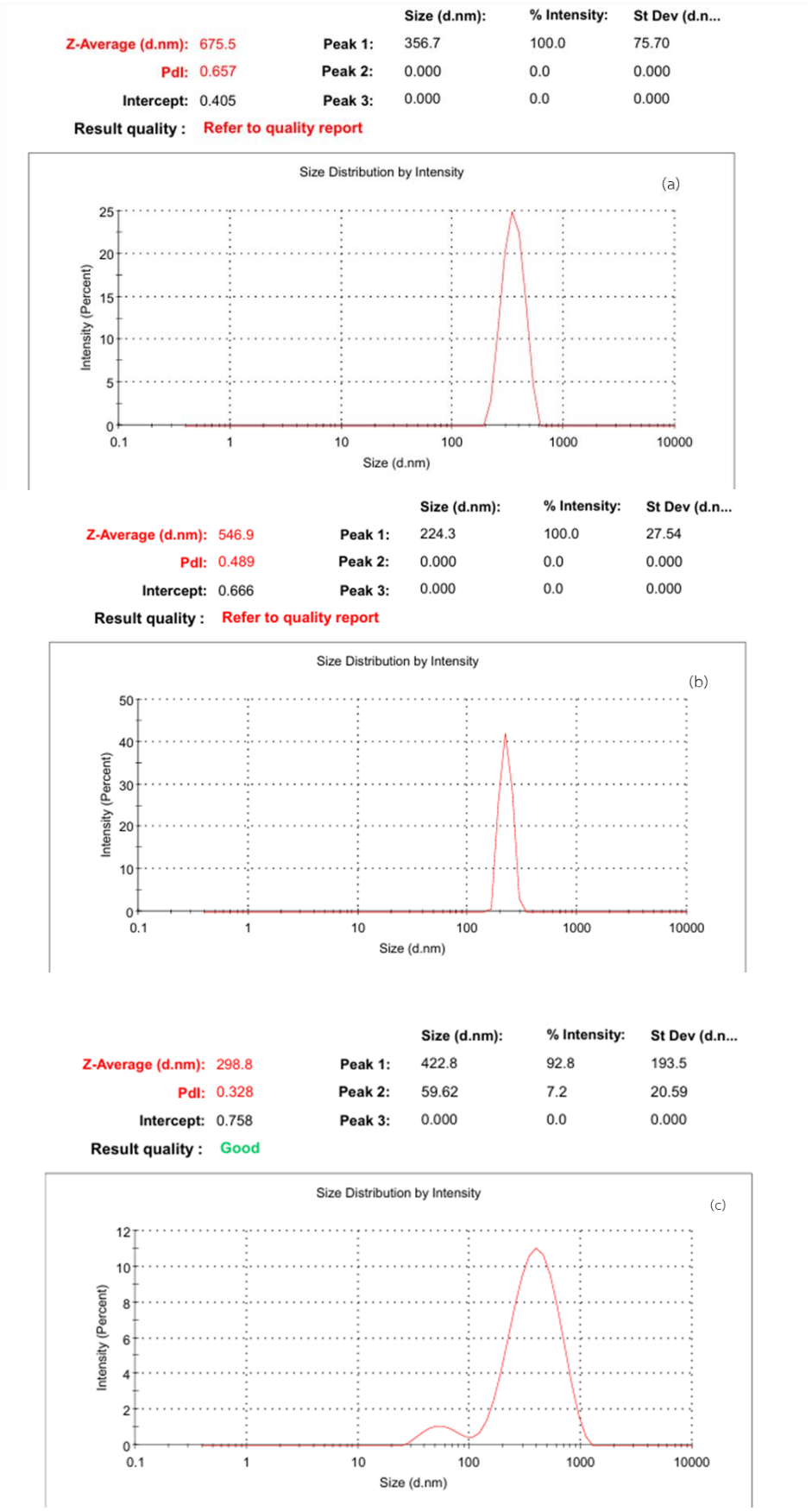
เมื่อนำ TiO_2 SiNPs CSNPs และวัสดุผสมอนุภาคระดับนาโนของ CSNPs-TiO_2@SiNPs จากแกลบ วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากภาพที่ 3(a) จะเห็นได้ว่าอนุภาค TiO_2 จะมีขนาดและรูปร่างไม่สม่ำเสมอ เกาะเป็นกลุ่มไม่กระจายตัว ภาพที่3(b) SiNPs จะมีลักษณะเป็นรูพรุนระดับนาโน ลักษณะของรูพรุนมีขนาดของรูพรุนไม่เท่ากัน ภาพที่ 3(c) อนุภาคระดับนาโนของ CSNPs มีรูปร่างไม่แน่นอน และภาพที่ 3(d-f) CNPs และ TiO_2 จะดูดซับเข้าไปในบริเวณพื้นผิวและรูพรุนของซิลิกาจากแกลบ จากภาพไม่สามารถไม่มองเห็นอนุภาคของไคโตซาน สามารถยืนยันการมี CSNPs และ TiO_2 แทรกในรูพรุนของ SiNPs ได้จากภาพที่ 3(f)



ภาพที่ 3 SEM ของ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) (a), ซิลิกา (SiNPs) (b), ไคโตซาน (CSNPs) วัสดุผสมไคโตซานร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ใน ซิลิกา (CSNPs-TiO_2@SiNPs) (d-e) และ อัตราส่วนวัสดุผสมไคโตซานร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในซิลิกา (f)

การวิเคราะห์อนุภาคโดยใช้การกระเจิงแสงแบบไดนามิก (Dynamic Light Scattering - DLS)

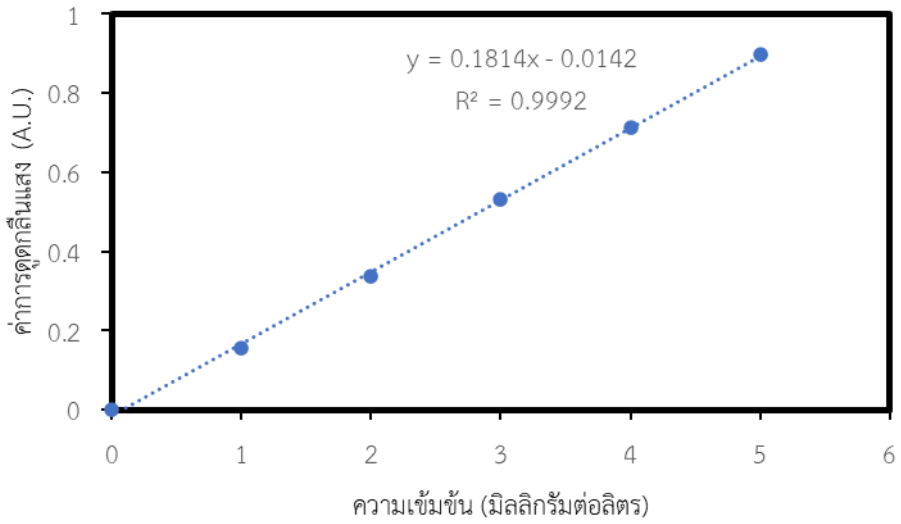
การวิเคราะห์ขนาดเฉลี่ยและการกระจายขนาดของอนุภาคนาโนของสาร CSNPs TiO_2 และSiNPs วิเคราะห์โดยใช้เทคนิค การวิเคราะห์อนุภาคโดยใช้การกระเจิงแสงแบบไดนามิก (Dynamic Light Scattering - DLS) กระจายขนาดตามที่แสดงใน (ภาพที่ 4(a)) แสดงขนาดอนุภาคระดับนาโนไคโตซาน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 356.7 นาโนเมตร อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 224.3 นาโนเมตร (ภาพที่4(b)) และอนุภาคนาโนซิลิกา ขนาดมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 422.8 นาโนเมตร (ภาพที่4(c))



ภาพที่ 4 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของอนุภาคของไคโตซาน (a) ไทเทเนียม (b) และซิลิการจากแกลบ (c)

ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อมสีเมทิลีน บลู

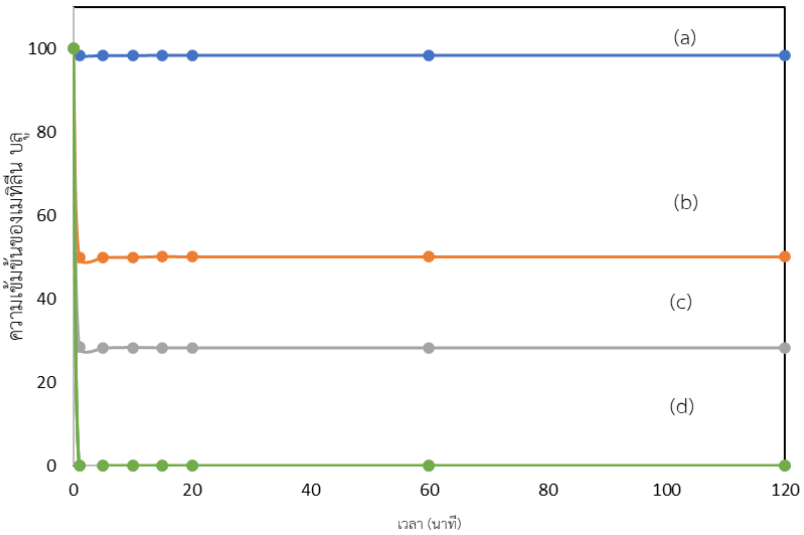
กราฟมาตรฐานสารละลายสีย้อมเมทิลีนบลู จากการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อม (เมทิลีน บลู) ที่ความเข้มข้น 1 ถึง 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร พบว่า ความสัมพันธ์ของค่าการดูดกลืนแสงแปรผันตรงกับความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลู แสดงดังภาพที่ 5 สอดคล้อง กับสมการเส้นตรง y = 0.1814x + 0.0142 และมีค่า สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) เท่ากับ 0.9992



ภาพที่ 5 กราฟมาตรฐานของสีย้อม (เมทิลีน บลู) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

การทดลองประสิทธิภาพการสลายสีเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เมื่อทำการทดลอง โดยใช้ไคโตซาน (CSNPs) ซิลิกา (SiNPs) ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และวัสดุผสมระดับนาโนไคโตซานร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในซิลิกา (CSNPs-TiO_2@SiNPs) 0.1 กรัม ทำปฏิกิริยาเวลา 0, 1, 5, 10, 15, 20, 60 และ 120 นาที พบว่าสารละลายเมทิลีนบลูที่ใช้ไคโตซาน(CSNPs) มีประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมได้น้อยที่เวลา 120 นาที ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมได้ร้อยละ 1.57 ซิลิกา (SiNPs) สามารถกำจัดสีย้อมได้ ตั้งแต่ 1 นาที จนถึงเวลา 120 นาที ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมได้ร้อยละ 49.88 เปอร์เซ็นต์ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมได้ร้อยละ71.718 และวัสดุผสมระดับนาโนไคโตซานร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในซิลิกา (CSNPs-TiO_2@SiNPs) มีแนวโน้มความเข้มข้นลดลงตั้งแต่นาทีที่ 1 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมได้ร้อยละ 99.998 (กราฟที่ 6(a))

เปรียบเทียบประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อม (เมทิลีน บลู) ที่ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ของวัสดุผสมระดับนาโนไคโตซานร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในซิลิกา (CSNPs-TiO_2@SiNPs) ที่สามอัตราส่วนพบประสิทธิภาพการย่อยสีย้อม (เมทิลีน บลู) ดังนี้ ภายในเวลา 1 นาที CTS-1, CTS-3 และ CTS-2 ประสิทธิภาพการย่อยสลายสีย้อมได้ร้อยละ 99.985, 99.996 และ 99.998 ตามลำดับ



ภาพที่ 6 ประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อม (เมทิลีน บลู) ด้วย CSNPs(a), SiNPs(b), TiO_2(c) และ CSNPs-TiO_2@SiNPs (CTS-1, CTS-2 และ CTS-3) (d) สภาวะเมทิลีน บลู ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง (25±2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 120 นาที

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

การวิจัยนี้ได้ศึกษาเตรียมวัสดุนาโนของไคโตซานจากเปลือกกุ้งร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ และซิลิกาจากแกลบ เพื่อใช้สำหรับในการกำจัดสีย้อม (เมทิลีน บลู) การศึกษาปริมาณของไทเทเนียม ไดออกไซด์ที่ใช้ในการเตรียม คือ 0.5, 1.5 และ 3 กรัม ร่วมกับไคโตซานจากเปลือกกุ้ง ในซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบข้าว พบว่าสามารถกำจัดสีย้อม (เมทิลีน บลู) ได้ดีที่สุดที่ความ เข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ภายใต้แสงจากธรรมชาติ ผลที่ได้สรุปได้ดังนี้

1. SiNPs ที่เตรียมได้จากแกลบข้าวเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เป็นการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ ทำให้เกิดรูพรุนระดับนาโนที่ชัดเจน ขนาดมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 422.8 นาโนเมตร เหมาะสำหรับการใช้เตรียมเป็นวัสดุสำหรับการดูดซับที่ดี

2. CSNPs ที่เตรียมได้จากเปลือกกุ้ง สามารถเตรียมนาโนไคโตซานได้ มีขนาดมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 356.7 นาโนเมตร

3. TiO_2 ที่เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เกิดโครงสร้างผลึกผสม ระหว่างอะนาเทสและรูไทล์ มีขนาดอนุภาคระดับนาโน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 224.3 นาโนเมตร เมื่อนำไปเตรียมร่วมกับ CSNPs ในรูพรุนของ SiNPs ที่เตรียมได้จาก แกลบข้าว ซึ่งช่วยในการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสมากขึ้น ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของ TiO_2 มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้น ทั้งในสภาวะภายใต้แสงจากธรรมชาติ

4. วัสดุนาโน CSNPs-TiO_2@SiNPs ที่เตรียมได้ เมื่อนำไปเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงในเมทิลีนบลู พบว่าสามารถกำจัดสีของเมทิลีนบลูได้ 99.998 เปอร์เซ็นต์ ภายในเวลา 1 นาที ซึ่งเร็วกว่าในวัสดุนาโน CSNPs SiNPs และ TiO_2 เท่านั้น

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณสาขาวิชาเคมีและศูนย์วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม ที่ให้คำปรึกษา ความอนุเคราะห์สถานที่ทำการทดลอง

เอกสารอ้างอิง

พัชราภรณ์ พิมพ์จันทร์. (2562). การเตรียมวัสดุผสม SiO_2-TiO_2 โดยใช้สารตั้งต้น SiO_2 จากแกลบข้าว (วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม).

Afzal, S., Naeem, R., Sherino, B., Nabi, N., Behlil, F., & Julkapli, N. M. (2023). Impact of chitosan on CS/TiO_2 composite system for enhancing its photocatalytic performance towards dye degradation. *Desalination and Water Treatment, 283,* 274–279.

Aliaa, R. N., & Othman, S. A. (2023). Characterization of doped titanium dioxide (TiO_2) at different calcination temperature using X-ray diffraction (XRD). *ASM Science Journal, 18*, 1-8.

Ali, S. W., Rajendran, S., & Joshi, M. (2011). Synthesis and characterization of chitosan and silver loaded chitosan nanoparticles for bioactive polyester. *Carbohydrate Polymers, 83*(2), 438–446.

Al-Obaidi, N. S., Sadeq, Z. E., Mahmoud, Z. H., Abd, A. N., Al-Mahdawi, A. S., & Ali, F. K. (2023). Synthesis of chitosan-TiO_2 nanocomposite for efficient Cr(VI) removal from contaminated wastewater sorption kinetics, thermodynamics and mechanism. *Journal of Oleo Science, 72*(3), 337–346.

Banivaheb, S., Dan, S., Hashemipour, H., & Kalantari, M. (2021). Synthesis of modified chitosan TiO_2 and SiO_2 hydrogel nanocomposites for cadmium removal. *Journal of Saudi Chemical Society, 25*(8), Article 101283.

Chougala, L. S., Yatnatti, M. S., Linganagoudar, R. K., Kamble, R. R., & Kadadevarmath, J. S. (2017). A simple approach on synthesis of TiO_2 nanoparticles and its application in dye sensitized solar cells. *Journal of Nano- and Electronic Physics, 9*(4), Article 04005.

Habiba, U., Tan, C. J., Shezan, S. K. A., Das, R., Ang, B. C., & Afifi, A. M. (2019). Synthesis and characterization of chitosan/TiO_2 nanocomposite for the adsorption of Congo red. *Desalination and Water Treatment, 164*, 361–367.

Huang, C., & Peng, B. (2021). Photocatalytic degradation of patulin in apple juice based on nitrogen-doped chitosan-TiO_2 nanocomposite prepared by a new approach. *LWT - Food Science and Technology, 140*, Article 110726.

Makhin, A., Chaikham, A., & Saelee, K. (2017). The photocatalytic reaction of TiO_2@SiO_2 nanocomposites. In Proceedings of the 7th International Conference on Sciences and Social Sciences (pp. 667–677). Rajabhat Maha Sarakham University.

Naghizadeh, A., & Ghofouri, M. (2019). Synthesis of low cost nanochitosan from Persian Gulf shrimp shell for efficient removal of Reactive Blue 29 (RB29) dye from aqueous solution. *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering, 38*(6), 251–262.

Saceda, J.-J. F., de Leon, R. L., Rintramee, K., Prayoonpokarach, S., & Wittayakun, J. (2011). properties of silica from rice husk and rice husk ash and their utilization for zeolite Y synthesis. *Quim. Nova, 34*(8), 1394-1397.

Saravanan, S., & Dubey, R. S. (2020). Synthesis of SiO_2 nanoparticles by sol-gel method and their optical and structural properties. *Romanian Journal of Information Science and Technology, 23*(1), 105–112.

Shao, L., Liu, H., Zeng, W., Zhou, C., Li, D., Wang, L., Lan, Y., Xu, F., & Liu, G. (2019). Immobilized and photocatalytic performances of PDMS-SiO_2-chitosan@TiO_2 composites on pumice under simulated sunlight irradiation. *Applied Surface Science, 478*, 1017–1026.

Varma, R., & Vasudevan, S. (2020). Extraction, characterization, and antimicrobial activity of chitosan from horse mussel Modiolus modiolus. *ACS Omega, 5*(32), 20224–20230.

Xiang, Y., Wang, H., He, Y., & Song, G. (2015). Efficient degradation of methylene blue by magnetically separable Fe_3O_4/chitosan/TiO_2 nanocomposites. *Desalination and Water Treatment, 55*(4), 1018–1025.