

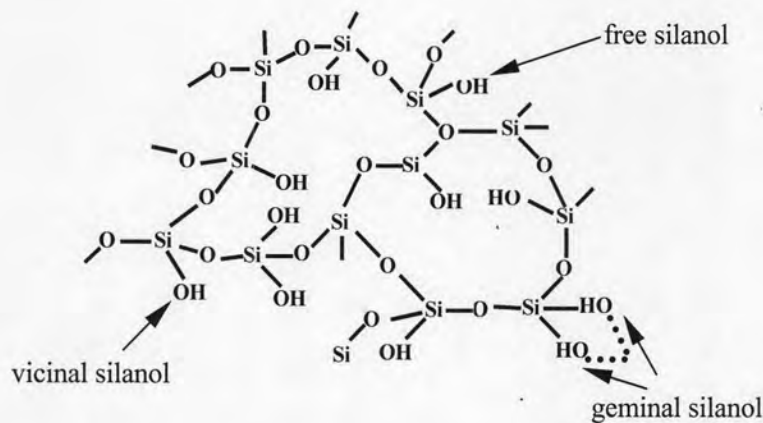
บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 ซิลิกา

2.1.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซิลิกา

ซิลิกาเป็นสารดูดซับที่ได้รับความนิยมมากที่สุดในงานด้านการวิเคราะห์ เนื่องจากซิลิกาเป็นวัสดุที่มีความเสถียรสูง ทนต่อแรงกระทำทางกายภาพและทางเคมี ไม่บวมน้ำจึงสามารถใช้กับสารตัวอย่างที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายได้ดี ซิลิกาประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญ 2 หมู่ ได้แก่ พันธะซิลอกเซน (siloxane bond, Si-O-Si) และ หมู่ซิลานอล (silanol group, Si-OH) ซึ่งเป็นหมู่ที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากกว่าพันธะซิลอกเซน เนื่องจากมีสมบัติเป็นกรดอ่อนๆ ซิลานอลมี 3 แบบ ได้แก่ free silanol, geminal silanol และ vicinal silanol (รูปที่ 2.1)



รูปที่ 2.1 ลักษณะ โครงสร้างของซิลิกา [3]

ซิลิกาสามารถแบ่งออกเป็นประเภทต่างๆ ได้โดยขึ้นกับเกณฑ์ที่ใช้แบ่ง เช่น

1. แบ่งตามขนาดรูพรุน (pore size) [4]

1.1 ไมโครพอร์สซิลิกา (microporous silica) คือ ซิลิกาที่มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนน้อยกว่า 2 nm

1.2 เมโซพอร์สซิลิกา (mesoporous silica) คือ ซิลิกาที่มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนอยู่ระหว่าง 2 nm ถึง 50 nm

1.3 แมโครพอร์สซิลิกา (macroporous silica) คือ ซิลิกาที่มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนมากกว่า 50 nm

2. แบ่งตามลักษณะโครงสร้างของซิลิกา ได้แก่

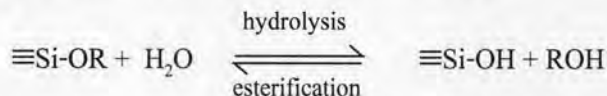
2.1 amorphous silica คือ ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างไม่เป็นระเบียบ

2.2 crystalline silica คือ ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ

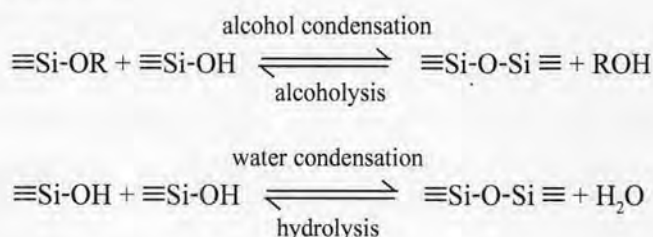
2.1.2 การสังเคราะห์ซิลิกา

การสังเคราะห์ซิลิกาสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การสังเคราะห์ซิลิกาในทางอุตสาหกรรม [5] ทำโดยนำทรายมาหลอมรวมกับโซเดียมคาร์บอเนต เพื่อให้เกิดเป็นโซเดียมซิลิเกตซึ่งละลายน้ำได้ หลังจากนั้น จึงทำสารละลายดังกล่าวให้เป็นกรดด้วยกรดซัลฟิวริกเพื่อให้ได้ผงซิลิกา หรือการสังเคราะห์ซิลิกาจากกรดซิลิซิก (silicic acid) โดยผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน [6] นอกจากนี้ ซิลิกายังสามารถเตรียมผ่านกระบวนการโซล-เจล [7] ซึ่งใช้ภาวะในการสังเคราะห์ไม่รุนแรง การควบคุมปัจจัยต่างๆ เพื่อให้ได้ซิลิกาที่มีสมบัติตามต้องการจึงทำได้ง่าย การสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีนี้มักใช้ซิลิกอนอัลคอกไซด์เป็นสารตั้งต้น เช่น tetramethoxysilane (TMOS) และ tetraethoxysilane (TEOS) ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลาย ที่นิยมได้แก่ เมทานอลและเอทานอล และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งอาจเป็นกรดหรือเบส โดยมีปฏิกิริยาเคมีที่เกี่ยวข้อง ดังนี้

1: ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis reaction) เป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างน้ำกับซิลิกอนอัลคอกไซด์เพื่อให้ได้หมู่ซิลานอลและมีแอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์ร่วม



2. ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน (condensation reaction) เป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่อเนื่องกันที่จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยหมู่ซิลานอลจะทำปฏิกิริยากับซิลิกอนอัลคอกไซด์หรือทำปฏิกิริยากันเอง ทำให้ได้ พันธะซิลอกเซนเกิดขึ้น

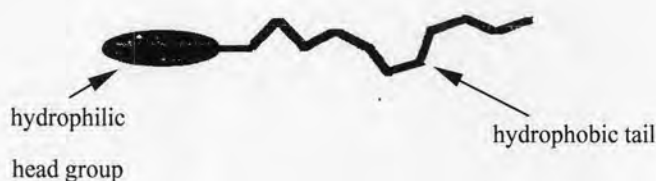


การสังเคราะห์ซิลิกาตามปฏิกิริยาข้างต้นมักได้ไมโครพอร์ตซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างไม่เป็นระเบียบ ต่อมาในปี 1992 Beck และคณะ [1] ได้ค้นพบวิธีการสังเคราะห์เมโซพอร์ตซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดแคตไอออนที่มีหมู่ quaternary ammonium ทำหน้าที่เป็นสารต้นแบบ (template) โดยเมโซพอร์ตซิลิกาที่เตรียมได้นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นแถวเรียงกันเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (hexagonal array) มีพื้นที่ผิวสูง (> 1000 m²/g) และมีขนาดรูพรุนตั้งแต่ 85 Å – 120 Å จากข้อได้เปรียบนี้ จึงได้มีงานวิจัยจำนวนมากที่

ศึกษาเกี่ยวกับการพัฒนาวิธีการเตรียมเมโซพอร์ซิลิกาเพื่อใช้ประโยชน์ด้านต่างๆ เช่น ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [8] หรือใช้เป็นสารดูดซับ [9] เป็นต้น

2.1.3 สารลดแรงตึงผิว

สารลดแรงตึงผิว (surfactant) เป็นสารที่เมื่อละลายน้ำแล้วจะช่วยลดแรงตึงผิวของน้ำ คำว่า surfactant มาจากคำว่า surface active agent มีลักษณะที่สำคัญ 2 ส่วน ได้แก่ ส่วนหัวที่เป็น hydrophilic (ชอบน้ำ) และส่วนหางที่เป็น hydrophobic (ไม่ชอบน้ำแต่ชอบน้ำมัน) แสดงดังรูปที่ 2.2 โดยหลักการทำงานของสารลดแรงตึงผิวคือ ส่วนที่ชอบน้ำจะทำการจับน้ำ และส่วนที่ชอบน้ำมันจะทำการจับสิ่งสกปรกพวกไขมันที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ ทำให้สิ่งสกปรกหลุดออกไปแล้วแขวนลอยอยู่ในน้ำ [10]



รูปที่ 2.2 ลักษณะรูปร่างของสารลดแรงตึงผิว [11]

สารลดแรงตึงผิวแบ่งออกออกได้ 3 ประเภท ตามประจุไฟฟ้าบนส่วนประกอบที่ละลายน้ำได้ ดังนี้ [10]

ก. สารลดแรงตึงผิวแคตไอออน (cationic surfactant) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนประกอบที่ละลายน้ำได้มีประจุบวก ได้แก่ quaternary ammonium เช่น cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) [9] สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้ไม่สามารถทำงานได้ในภาวะแวดล้อมที่มีความเป็นเบส เนื่องจากเกลือแอมโมเนียมสูญเสียประจุบวกทำให้เกิดเป็นตะกอนแอมโมเนีย

ข. สารลดแรงตึงผิวแอนไอออน (anionic surfactant) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนประกอบที่ละลายน้ำได้มีประจุลบ เช่น sodium dodecyl sulfate (SDS) [12]

ค. สารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีประจุ (nonionic surfactant) สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้แตกต่างจากสารลดแรงตึงผิวประเภทแคตไอออนและแอนไอออนตรงที่โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวชนิดนี้ไม่มีประจุ โดยมีพวก polyether หรือ polyhydroxyl เป็นกลุ่มที่ทำหน้าที่แสดงสมบัติคล้ายพวกที่มีประจุ เช่น TritonX100 [13]

2.1.3.1 กลไกการทำงานของสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์ซิลิกา

สำหรับกลไกการทำงานของสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์ซิลิกาสามารถแบ่งออกได้เป็น ดังนี้

ก. กลไกการทำงานของสารลดแรงตึงผิวแคตไอออน (S^+) ส่วนใหญ่มักเกิดการรวมตัวกันกับสารอนินทรีย์ที่เป็นประจุลบ (I^-) หรือบางครั้งก็สามารถรวมตัวกับสารอนินทรีย์ที่เป็นประจุบวก (I^+) ได้ แต่จำเป็นต้องมีไฮโดรอกไซด์ไอออน (X^-) ที่เป็นสารอื่นร่วมด้วยในขณะที่ทำการสังเคราะห์

ข. กลไกการทำงานของสารลดแรงตึงผิวแอนไอออน (S^-) มักเกิดการรวมตัวกันกับสารอนินทรีย์ที่เป็นประจุบวก (I^+) หรือบางครั้งก็สามารถรวมตัวกันกับสารอนินทรีย์ที่เป็นประจุลบ (I^-) ได้ แต่จำเป็นต้องมีไอออนของโลหะ (M^+) อยู่ในขณะที่ทำการสังเคราะห์เสมอ

ค. กลไกการทำงานของสารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีประจุ (S^0) มักเกิดการรวมตัวกันกับสารอนินทรีย์ที่มี 2 ขั้ว โดยจะเรียกการรวมตัวแบบนี้ว่า neutral path เช่น S^0I^+ เป็นต้น

2.2 เทคนิคการสกัดด้วยเฟสของแข็ง (Solid-phase extraction, SPE)

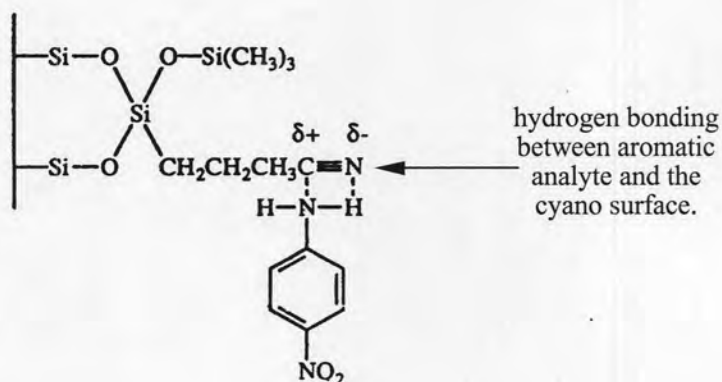
เทคนิคการสกัดด้วยเฟสของแข็งเป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่อยู่ในเฟสของเหลวด้วยสารดูดซับที่อยู่ในเฟสของแข็ง จึงทำให้สารที่ต้องการวิเคราะห์มีความบริสุทธิ์มากขึ้น นอกจากนั้น เทคนิคนี้ยังเหมาะกับการวิเคราะห์สารปริมาณน้อย (trace level) ที่ปนเปื้อนในสารตัวอย่างได้เป็นอย่างดี เทคนิคนี้มีข้อดีคือ ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ในปริมาณน้อยจึงลดการเกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและลดต้นทุนในการกำจัดสารอินทรีย์ เทคนิค SPE ยังสามารถต่อเชื่อมกับเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ได้ เช่น เครื่องลิควิดโครมาโทกราฟี (liquid chromatography, LC) หรือเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer, AAS) จึงทำให้สามารถทำงานในลักษณะต่อเนื่อง (on-line) ได้ จากข้อได้เปรียบเหล่านี้ เทคนิค SPE จึงได้รับความนิยมเป็นอย่างมากในงานด้านการวิเคราะห์สารประเภทต่างๆ เช่น การวิเคราะห์โลหะชนิดต่างๆ ที่ปนเปื้อนในน้ำ [14, 15] การวิเคราะห์หาปริมาณยาฆ่าแมลงในน้ำที่ผิวดินและใต้ดิน [16, 17] การวิเคราะห์ยาในเลือด [18] หรือการวิเคราะห์สารพิษในอาหาร [19] เป็นต้น

2.2.1 กลไกการทำงานของเทคนิคการสกัดด้วยเฟสของแข็ง

การสกัดด้วยเฟสของแข็งมีกลไกในการทำงาน 4 แบบ [20, 3] ดังนี้

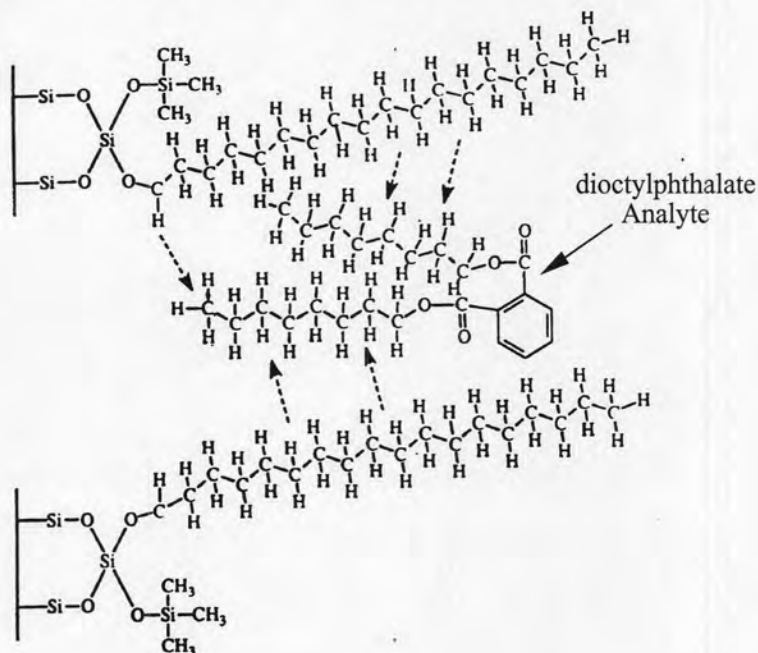
2.2.1.1 Normal phase SPE ใช้ในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ (analyte) ซึ่งเป็นสารที่มีขั้วออกจากสารตัวอย่าง (sample) ที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วน้อย โดยมีสารดูดซับ (sorbent) ซึ่งเป็นสารที่มีขั้ว ทำหน้าที่เป็นเฟสคงที่ในการแยกสาร โดยกลไกการดูดซับนั้นเกี่ยวข้องกับพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ฟังก์ชันของสารที่ต้องการวิเคราะห์กับ active site ของสารดูดซับหรือเกิดผ่าน

dipole-dipole interaction ตัวอย่างสารดูดซับที่ทำงานในลักษณะนี้ ได้แก่ ซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชัน cyanopropyl (CN), aminopropyl (NH₂) และ diol (COHCOH) เป็นต้น



รูปที่ 2.3 กลไกการทำงานแบบ normal phase SPE [3]

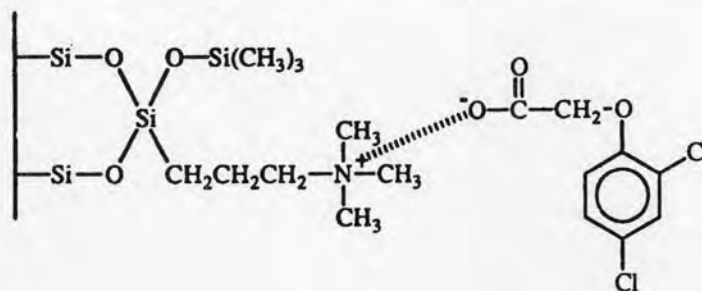
2.2.1.2 Reversed phase SPE ใช้สารดูดซับที่ไม่มีขั้วแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่ไม่มีขั้วออกจากสารตัวอย่างที่มีขั้วโดยอาศัยแรง van der Waal's ตัวอย่างสารดูดซับที่ทำงานในลักษณะนี้ ได้แก่ ซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชัน cyclohexyl, octadecyl (C-18) และ octyl (C-8) เป็นต้น



รูปที่ 2.4 กลไกการทำงานแบบ reversed phase SPE [3]

2.2.1.3 Ion-exchange SPE ใช้ในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีประจุโดยอาจจะเป็นประจุบวกหรือประจุลบก็ได้ออกจากสารตัวอย่าง โดยสารดูดซับที่ใช้มักมีประจุตรงกันข้ามกับ

ประจุของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยกลไกการทำงานของ ion-exchange SPE นี้สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ cation exchange SPE และ anion exchange SPE



รูปที่ 2.5 กลไกในการดูดซับแบบ Ion-exchange SPE [3]

2.2.1.4 adsorption SPE มักเกิดขึ้นเมื่อสารที่ต้องการวิเคราะห์ถูกดูดซับไว้บนพื้นผิวของสารดูดซับผ่านแรงยึดเหนี่ยวซึ่งอาจเป็น hydrophobic หรือ hydrophilic ก็ได้ขึ้นอยู่กับชนิดของสารทั้งสอง

2.2.2 การสกัดโลหะด้วยเฟสของแข็งเชิงปริมาณวิเคราะห์

การสกัดด้วยเฟสของแข็งมีหลักการในการสกัด คือ ทำให้สารที่ต้องการวิเคราะห์ (analyte) ซึ่งอยู่ในเฟสของเหลวกระจายตัวไปอยู่ในเฟสของแข็ง เมื่อการกระจายตัวของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในทั้งสองเฟสนั้นถึงภาวะสมดุล อัตราส่วนของการกระจายตัวของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในเฟสของแข็งและเฟสของเหลวจะมีค่าคงที่ เรียกอัตราส่วนนี้ว่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (D, distribution coefficient) [21]

$$D = q/C_e \quad (2.1)$$

$$q = (C_i - C_e) \times L/W \quad (2.2)$$

โดย D คือ สัมประสิทธิ์การกระจาย ($L \text{ kg}^{-1}$)

q คือ ปริมาณของโลหะที่ดูดซับบนเฟสของแข็ง (mol kg^{-1} หรือ mg g^{-1})

C_e คือ ความเข้มข้นของสารละลายโลหะที่ภาวะสมดุล (mol L^{-1})

C_i คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายโลหะ (mol L^{-1})

L คือ ปริมาตรของสารละลาย (L)

W คือ น้ำหนักของสารดูดซับ (kg)

สำหรับการคำนวณหาความสามารถในการดูดซับโลหะของซิลิกาทำได้โดยการนำความเข้มข้นที่ภาวะสมดุลของสารละลายโลหะและปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุลมาเทียบกับสมการแสดงลักษณะการดูดซับตามวิธีของ Langmuir [22] และ Freundlich [23] ซึ่งจะได้ลักษณะเป็น Langmuir isotherm และ Freundlich isotherm ตามลำดับ

ก) Langmuir isotherm เกิดขึ้นบนสมมติฐานที่ว่า การดูดซับของสารเป็นแบบ monolayer และ โมเลกุลที่ถูกดูดซับนั้น ไม่เกิดอันตรกิริยากัน ดังนั้น เมื่อการดูดซับถึงภาวะอิ่มตัว (saturate) ก็จะไม่มีการดูดซับเกิดขึ้นอีก ลักษณะ Langmuir isotherm แสดงดังสมการที่ (2.3) [24]

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{C_e}{N} + \frac{1}{Nb} \quad (2.3)$$

โดย C_e คือ ความเข้มข้นของสารละลายโลหะ ณ ภาวะสมดุล (mg L^{-1})
 q_e คือ ปริมาณ โลหะที่ถูกดูดซับบนซลิิกา ณ ภาวะสมดุล (mg g^{-1})
 N คือ ความสามารถในการดูดซับโลหะของซลิิกา (mg g^{-1})
 b คือ ค่าคงที่แลงเมียร์

โดยความสามารถในการดูดซับ โลหะของซลิิกาและค่าคงที่แลงเมียร์หาได้จากความชัน (slope) และ ส่วนตัดของกราฟ (intercept) เมื่อเขียนกราฟระหว่าง C_e/q_e กับ C_e

ข) Freundlich isotherm ใช้ธิบายลักษณะการดูดซับแบบ multilayer หรือการดูดซับที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวต่างชนิดกัน (heterogeneous surface) โดยมีสมการที่ใช้พิจารณาคือ

$$\log q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad (2.4)$$

โดย k_f คือ ความสามารถในการดูดซับโลหะของซลิิกา (mg g^{-1})
 n คือ empirical parameter

โดยเมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\log q_e$ กับ $\log C_e$ จะสามารถหาค่า n และ k_f ได้จากความชัน และ ส่วนตัดของกราฟ ตามลำดับ [25]

2.2.3 อัตราเร็วในการดูดซับ

อัตราเร็วในการสกัดสารของสารดูดซับเป็นปัจจัยหนึ่งที่บอกลักษณะการดูดซับของสารบนสารดูดซับ โดยอาศัยแบบจำลองต่างๆ ดังนี้

ก) Intra-particle diffusion model แสดงลักษณะการกระจายของโลหะไอออนที่แทรกเข้าไปสู่ภายในสารดูดซับ ไม่ว่าจะเป็นทั้งบนพื้นผิวและในรูพรุน โดยลักษณะการกระจายโลหะไปสู่สารดูดซับพิจารณาจากสมการที่ (2.5) [26, 27]

$$q = k_{\text{dif}} \sqrt{t} + C \quad (2.5)$$

เมื่อ q คือ ปริมาณ โลหะที่ถูกดูดซับบนซลิิกา ณ ช่วงเวลาใดๆ (mg g^{-1})
 k_{dif} คือ Intra-particle diffusion rate constant
 t คือ ช่วงเวลาของการดูดซับ
 C คือ thickness of the boundary layer

โดย Intra-particle diffusion rate constant (k_{dif}) และ C หาได้จากความชัน (slope) และ ส่วนตัดของกราฟ (intercept) เมื่อเขียนกราฟระหว่าง q กับ \sqrt{t}

ข) pseudo-first-order kinetic model เป็นรูปแบบที่แสดงถึงลักษณะการดูดซับที่เป็นสัดส่วนระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกับสารดูดซับ ซึ่งลักษณะการดูดซับเป็นแบบ multilayer โดยพิจารณาได้จากสมการ (2.6) [28, 29]

$$\ln \frac{(q_e - q)}{q_e} = -k_1 t \quad (2.6)$$

เมื่อ q_e คือ ปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับโดยซิลิกา ณ ภาวะสมดุล (mg g^{-1})

k_1 คือ rate constant of pseudo-first-order adsorption

โดย rate constant of pseudo-first-order adsorption (k_1) หาได้จากความชันและส่วนตัดของกราฟ เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\ln((q_e - q)/q_e)$ กับ t

ค) pseudo-second-order kinetic model ใช้อธิบายลักษณะการดูดซับระหว่างโลหะไอออนกับจำนวนของ active site บนสารดูดซับ โดยมีลักษณะการดูดซับเป็นแบบ monolayer ซึ่งพิจารณาได้จากสมการที่ (2.7) [28, 29]

$$\frac{t}{q} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (2.7)$$

เมื่อ k_2 คือ rate constant of pseudo-second-order adsorption

โดยปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับ ณ ภาวะสมดุล ของซิลิกา (q_e) และ rate constant of pseudo-second-order adsorption (k_2) หาได้จากความชันและส่วนตัดของกราฟ โดยเขียนกราฟระหว่าง t/q และ t

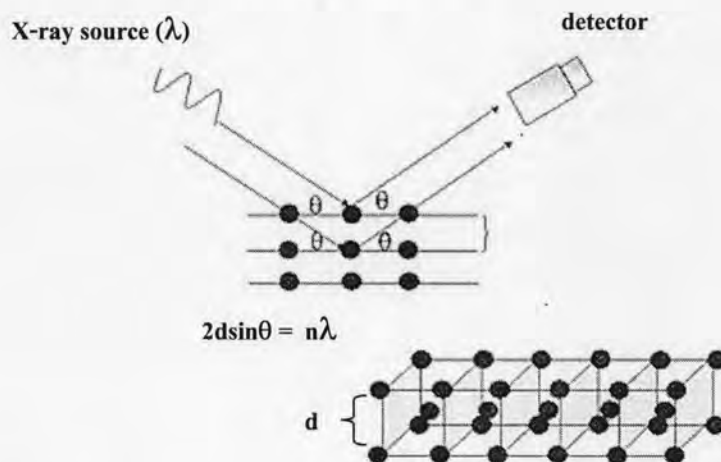
2.3 เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาคุณลักษณะของซิลิกา

2.3.1. เทคนิคการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry, XRD)

เทคนิคการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอ็กซ์ไปกระทบชิ้นงานแล้วสังเกตการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆ กัน โดยมีเครื่องตรวจหา (detector) เป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากสารประกอบและธาตุที่มีส่วนผสมโครงสร้างต่างกันจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนที่มุมที่มีองศาต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ ได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำไปหาปริมาณและขนาดของผลึกของสารประกอบในสารตัวอย่างได้อีกด้วย อีกทั้งยังจัดเป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายโครงสร้างของสาร

ในการวิเคราะห์โครงสร้างของโมเลกุลที่มีขนาด 10^{-5} ถึง 10^{-7} เมตร ต้องใช้แสงที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียงหรือน้อยกว่าขนาดของอะตอม แสงที่มีความยาวคลื่นขนาดดังกล่าว ได้แก่ รังสีเอ็กซ์ เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบอะตอมหรือไอออนภายในโครงสร้างของสาร โดยทำมุมเท่ากับ θ (theta) โดยบางส่วนของรังสีเอ็กซ์จะเกิดการกระเจิงจากชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของ

ลำรังสีเอ็กซ์จะผ่านลงไปยังชั้นที่สองของอะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือก็จะผ่านไปยังชั้นที่สามของอะตอม ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบอะตอม [30]

จากรูปที่ 2.6 ลำรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเลี้ยวเบนในลักษณะเดียวกัน ถ้าอะตอมในผลึกเรียงตัวอยู่อย่างเป็นระเบียบและห่างเท่าๆ กัน การเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนในเกรตติง

โดยข้อมูลจากเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตแกรมซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมของ Bragg (2θ) กับความเข้ม (I , intensity) ของรังสีที่เลี้ยวเบน โดยอาจอยู่ในรูปของค่า I หรือค่า I/I_0 ก็ได้ โดยที่ I_0 เป็นความเข้มของรังสีเอ็กซ์ในฟลักที่มีความเข้มสูงสุด โดยให้ฟลักที่มีความเข้มสูงสุดมีค่า $I/I_0 = 100$ จากค่า 2θ สามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอม (d) ในโครงสร้างของผลึกจากสมการของ Bragg ได้ (สมการ 2.8) ซึ่งระยะห่างระหว่างชั้นนี้เป็นค่าเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด

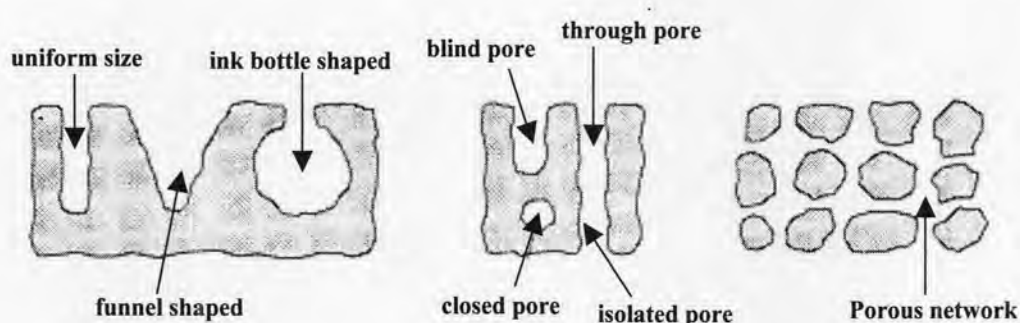
$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.8)$$

| | | | |
|-------|-----------|---|---|
| เมื่อ | n | = | เลขจำนวนเต็ม |
| | λ | = | ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (nm) |
| | d | = | ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกที่ทำการตรวจสอบ (nm) |
| | θ | = | มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนหรือมุมระหว่างรังสีเอ็กซ์กับระนาบของแลตทิซ (lattice plane) (degree) |

ในงานวิจัยนี้ จึงได้นำเทคนิค XRD มาใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างของเมโซพอร์ซซิลิกาว่าเป็นผลึก (crystalline) หรือเป็นวัสดุอสัณฐาน (amorphous) โดยทั่วไป ถ้าเมโซพอร์ซซิลิกามีโครงสร้างเป็นอสัณฐานจะไม่ปรากฏฟลักใดๆ ในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตแกรม แต่ถ้าซิลิกามีโครงสร้างเป็นผลึกจะพบฟลักปรากฏในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตแกรมที่มีลักษณะต่างๆ กัน อันเป็นลักษณะเฉพาะของโครงสร้างแต่ละแบบ

2.3.2 เทคนิควิเคราะห์การดูดซับไนโตรเจน (nitrogen sorption analysis)

เทคนิควิเคราะห์การดูดซับไนโตรเจนเป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในการบอกลักษณะและขนาดของรูพรุน รวมทั้งใช้หาพื้นที่ผิวของวัสดุต่างๆ โดยทั่วไป ลักษณะรูพรุนสามารถแบ่งออกได้หลายแบบขึ้นอยู่กับเกณฑ์ที่ใช้แบ่ง เช่น รูพรุนรูปทรงกระบอก (cylinders) ซึ่งมักพบในออกไซด์บางชนิดของอลูมินาและแมกนีเซียม รูพรุนแบบเป็นแผ่นยาว (slits) ที่พบใน activated carbon และในดินเหนียว (clay) หรือรูพรุนที่เกิดจากช่องว่างระหว่างอนุภาค (voids) เช่น ในซิลิกา เป็นต้น นอกจากนี้รูพรุนอาจมีขนาดเท่ากันตลอด (uniform size) หรือลักษณะของรูพรุนอาจเป็นแบบมีช่องว่างภายในใหญ่กว่าปากของรูพรุน (ink-bottle shape) หรือเป็นรูพรุนรูปกรวย (funnel shape) ดังแสดงตามรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 รูปร่างลักษณะของรูพรุนแต่ละชนิด [4]

นอกจากนั้น ยังมีรูพรุนแบบปิด โดยจะไม่สามารถเชื่อมต่อกับด้านนอกได้ (closed pore) หรือเป็นรูพรุนที่มีลักษณะเปิดด้านใดด้านหนึ่ง (blind pore) หรือเป็นรูพรุนที่มีทางออกทั้งสองด้าน (through pore) ซึ่งรูพรุนแต่ละแบบอาจแยกตัวอยู่ต่างหาก (isolated pore) หรือเชื่อมต่อกันจนมีลักษณะเป็นตาข่ายรูพรุน (porous network) ก็ได้

การตรวจสอบลักษณะรูพรุนของสารพิจารณาได้จากรูปแบบของไอโซเทอมของการดูดซับและการคายไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption isotherm) ซึ่ง IUPAC ได้จำแนกไว้เป็น 6 รูปแบบ (type) ตามลักษณะโครงสร้างของรูพรุนของสารนั้นๆ [31] โดยไอโซเทอมเหล่านี้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของสารตัวอย่างกับความดันสัมพัทธ์ ตามรูปที่ 2.8 โดยมีรายละเอียดดังนี้

ไอโซเทอม Type I มักพบกับของแข็งที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (microporous solids) โดยพื้นที่ผิวภายนอกน้อย เช่น activated carbon, molecular sieve, zeolites และออกไซด์บางชนิด เป็นต้น ในส่วนของการดูดซับแก๊สจะเกิดขึ้นที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำๆ (< 0.3) และเกิดการดูดซับในลักษณะที่เป็น monolayer formation process

ไอโซเทอม Type II เป็นรูปแบบไอโซเทอมที่เกิดจากการดูดซับที่ไม่มีรูพรุน (non-porous) หรือมีรูพรุนขนาดใหญ่ (macroporous) การดูดซับที่เกิดขึ้นมักเป็นแบบ monolayer-multilayer โดย

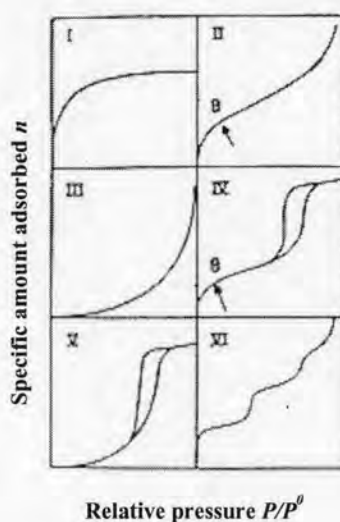
มีการหักโค้งที่จุด B ซึ่งแสดงว่าการดูดซับแก๊สในลักษณะ monolayer เสร็จสมบูรณ์แล้ว และกำลังเกิดการดูดซับในชั้นอื่นๆ (multilayer) ต่อไป

ในส่วนของไอโซเทอม Type III นั้นมักจะไม่น่าพบบ่อยนัก แต่เกิดกับบางระบบ เช่น ในกรณีของแก๊สไนโตรเจนกับพอลิเอทิลีน ซึ่งการเกิดไอโซเทอมแบบนี้ อันตรกิริยาระหว่างสารดูดซับกับสารที่ถูกดูดซับจะมีบทบาทสำคัญมาก

ในกรณีของ Type IV isotherm มีลักษณะที่เด่นชัดและมักสังเกตพบได้คือการมี hysteresis loop ซึ่งสัมพันธ์กับการเกิด capillary condensation ในรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) ในตอนต้นที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำๆ การดูดซับแก๊สที่เกิดขึ้นจะเป็นแบบ monolayer-multilayer เช่นเดียวกับที่พบในไอโซเทอม Type II หลังจากนั้นที่ความดันสัมพัทธ์สูงขึ้น การดูดซับใน mesoporous จะเป็นลักษณะ multilayer จนกระทั่งถึงความดันค่าหนึ่ง จะเกิดการ condensation ขึ้น ทำให้การดูดซับแก๊สเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ตัวอย่างสารที่ให้ไอโซเทอมรูปแบบนี้ ได้แก่ ออกไซด์ส่วนใหญ่ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในทางอุตสาหกรรมและสารดูดซับที่มีรูพรุนขนาดกลางทั้งหลาย

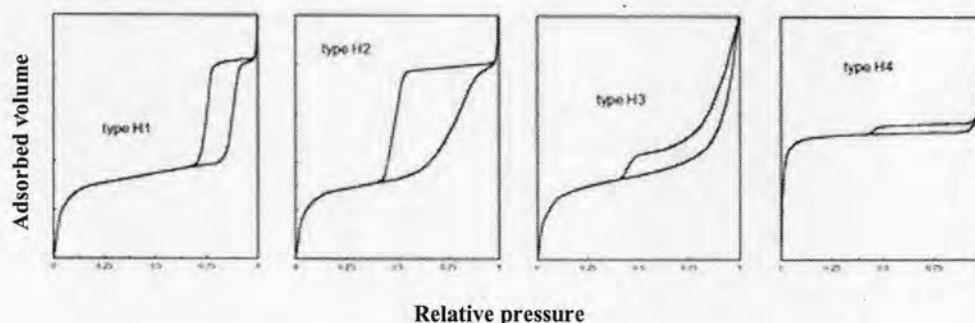
ในไอโซเทอม Type V นั้น พบไม่บ่อยนัก ต่างกับไอโซเทอม type III คือ อันตรกิริยาระหว่างสารดูดซับกับสารที่ถูกดูดซับนั้นมีน้อยมากหรือแทบจะไม่มีเลย โดยในไอโซเทอม type V พบได้ในรูพรุนของสารดูดซับบางชนิดเท่านั้น

และในส่วนของไอโซเทอม type VI มีลักษณะเป็นขั้นบันไดแสดงถึงการดูดซับในลักษณะ multilayer ที่มีลักษณะเป็นชั้นๆ บนพื้นผิวที่เป็น uniform non-porous หรือเป็น uniform ultramicroporous โดยความชันของแต่ละขั้นนั้นขึ้นกับระบบและอุณหภูมิที่ใช้ นอกจากนั้น ความสูงในแต่ละขั้นยังแสดงถึงความสามารถในการดูดซับของแก๊สในแต่ละ monolayer ตัวอย่างของระบบที่ให้ไอโซเทอมรูปแบบนี้ ได้แก่ การดูดซับแก๊สอาร์กอนหรือคริปทอนบน graphitised carbon blacks ที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว



รูปที่ 2.8 ไอโซเทอมของการดูดซับและการคายไนโตรเจนตาม IUPAC [31]

สำหรับ hysteresis loops ใน ไอโซเทอมมักพบได้เมื่อมี capillary condensation เกิดขึ้นใน โครงสร้างของสารที่เป็น mesoporous โดย hysteresis loops เหล่านี้บ่งบอกถึงรูปร่างของรูพรุนที่ แตกต่างกันได้ โดยสามารถแบ่งชนิดตาม IUPAC ได้ 4 แบบ [4] ดังนี้



รูปที่ 2.9 Hysteresis loops ทั้ง 4 แบบ [4]

Hysteresis แบบ H1 และ H2 มักพบกับอนุภาคที่มีรูพรุนในลักษณะที่เป็น cylindrical channel, ink-bottle shape หรือเกิดกับรูพรุนที่เกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลม โดยแบบ H1 จะเกิดกับรูพรุนที่มีขนาดและรูปร่างเหมือนกันหมด (uniform size and shape) ในขณะที่แบบ H2 มักเกิดกับรูพรุนที่มีขนาดและรูปร่างที่ไม่สม่ำเสมอทั้งหมด (nonuniform size and shape)

สำหรับ hysteresis แบบ H3 และ H4 เกิดกับรูพรุนที่เกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคใน ลักษณะที่ทำให้เกิด slit shaped pores กล่าวคืออนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแผ่นหรืออนุภาคที่มีมุม เช่น ลูกบาศก์ โดยอาจมีขนาดและรูปร่างแบบเดียวกันหมด (แบบ H4) หรือมีขนาดและรูปร่างแตกต่างกัน ออกไป (แบบ H3)

ในส่วนของสมการ BET (Brunauer-Emmett-Teller equation) ที่ใช้ในการคำนวณหาพื้นที่ผิวและความเป็นรูพรุนของซิลิกาแสดงในรูปของสมการเส้นตรงได้ดังนี้

$$\frac{P}{n(P_0 - P)} = \frac{1}{nC} + \frac{(C-1)}{n_m C} \frac{P}{P_0} \quad (2.9)$$

| | | | |
|-------|-------|-----|---|
| เมื่อ | n | คือ | ปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับที่ความดัน P/P_0 |
| | n_m | คือ | monolayer capacity |
| | C | คือ | ค่าคงที่ความร้อน |

โดยสมการดังกล่าวสามารถประยุกต์ใช้ในการคำนวณหาพื้นที่ผิวจากค่า n_m ได้ดังนี้

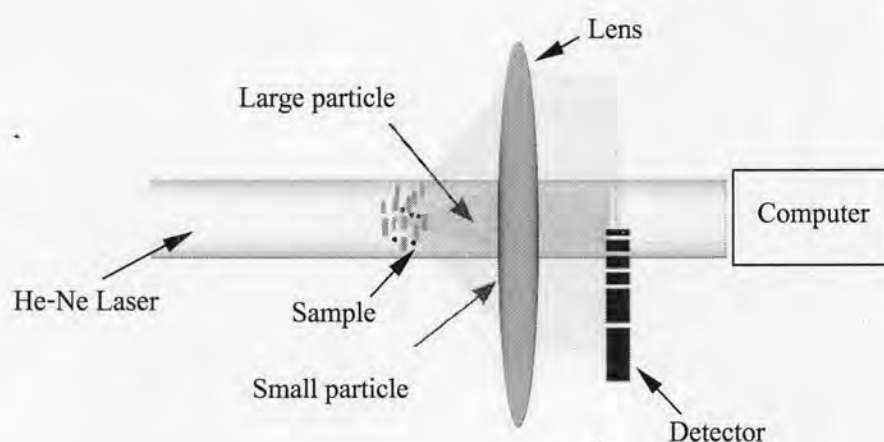
$$A(\text{BET}) = n_m \cdot L \cdot a_m \quad (2.10)$$

| | | | |
|-------|-----------------|-----|---|
| เมื่อ | $A(\text{BET})$ | คือ | พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทำหน้าที่เป็นสารดูดซับ |
| | L | คือ | Avogadro number |
| | a_m | คือ | 0.162 nm^2 |

2.3.3 เทคนิคการเบี่ยงเบนลำแสงเลเซอร์ของมาลเวิร์น (Malvern laser diffraction)

เทคนิคการเบี่ยงเบนลำแสงเลเซอร์ของมาลเวิร์นเป็นวิธีที่ใช้ในการตรวจวัดขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ โดยอาศัยการตรวจวัดการกระเจิงของแสงหลังจากผ่านลำแสงไปยังอนุภาค ซึ่งลักษณะขนาดอนุภาคนั้นจะขึ้นอยู่กับมุมของแสงที่กระเจิงออก โดยมีทฤษฎีที่ใช้ในการอธิบายหลักการกระเจิงของแสง 2 ทฤษฎี ได้แก่ ทฤษฎีของ Mie ที่อธิบายว่าความเข้มแสงที่มุมกระเจิงมุมใดมุมหนึ่งจะสัมพันธ์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค โดยการกระเจิงของแสงเกิดขึ้นได้กับทุกอนุภาคไม่ว่าจะมีขนาดเท่าใดก็ตามและแสงที่กระเจิงออกจากอนุภาคขนาดใหญ่จะเบนเข้าหาเลนส์ ส่วนทฤษฎีของ Rayleigh กล่าวว่า การกระเจิงของแสงเกิดขึ้นเนื่องจากอนุภาคมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่าความยาวคลื่นที่ตกกระทบ

รูปที่ 2.10 แสดงลักษณะการทำงานของเครื่อง Malvern laser diffraction โดยเริ่มจากการผ่านแสงเลเซอร์ฮีเลียม-นีออนที่มีขนาดลำแสง 632.8 นาโนเมตรไปยังอนุภาคซิลิกาที่แขวนลอยในน้ำ ลำแสงที่ถูกทำให้กระเจิงโดยอนุภาคจะถูกส่งผ่านไปยังเลนส์รวมแสง (condenser lens) ทำให้เกิดภาพเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนแบบฟาร์ฟิลด์ (far field diffraction pattern) ที่ photocell detector โดยความเข้มแสงจะสูงที่มุมกระเจิงมุมใดมุมหนึ่งซึ่งสัมพันธ์กับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค จากค่าการกระเจิงของอนุภาคนี้นำไปใช้ในการคำนวณหาขนาดของอนุภาคต่อไป

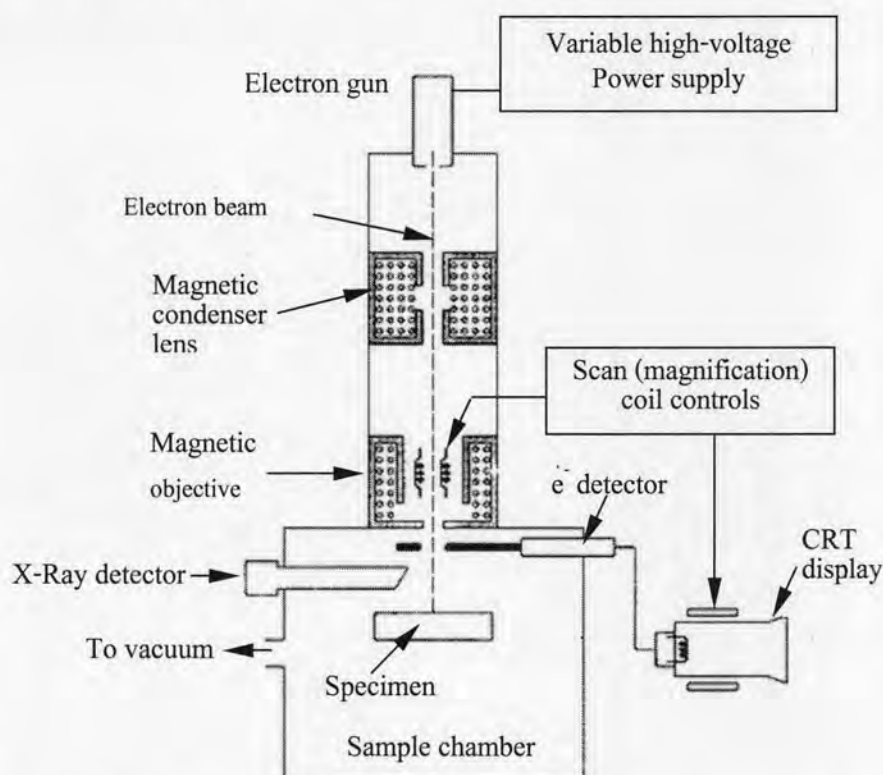


รูปที่ 2.10 ลักษณะการทำงานของเครื่อง Malvern laser diffraction [32]

2.3.4 เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM)

เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นวิธีที่ใช้ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของซิลิกา โดยอาศัยลำแสงจากกล้องจุลทรรศน์ส่องผ่านไปที่สารตัวอย่างผ่านเลนส์ที่ทำหน้าที่เป็นตัวขยายภาพเพื่อให้ได้ภาพที่ชัดเจน อย่างไรก็ตาม กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะไม่เกิดเป็นภาพจริงของสารตัวอย่างในทันที แต่ตรวจสอบได้โดยแสดงใน cathode ray tube (CRT) ลักษณะการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังรูปที่ 2.11

อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่มาที่สารตัวอย่างตามคอลัมน์ซึ่งมีสภาพสุญญากาศ โดยลำแสงจะส่องกราดไปที่สารตัวอย่างอย่างรวดเร็ว ซึ่งบริเวณพื้นที่ผิวของสารตัวอย่างที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนนี้จะเกิดสัญญาณต่างๆ ขึ้นหลายชนิดในเวลาเดียวกัน เช่น เอ็กซ์เรย์ (X-Ray) อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron, SE) และอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (back scattered electrons, BSE) เป็นต้น โดยเฉพาะสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิเป็นสัญญาณที่ถูกนำมาใช้ในการสร้างภาพมากที่สุด ซึ่งเมื่อสัญญาณนี้ถูกตรวจพบมันจะถูกส่งต่อไปยังส่วนแสดงภาพ (CRT display) โดยภาพที่ได้จะเกิดเป็นภาพ 3 มิติและถูกบันทึกไว้โดยกล้องถ่ายภาพเพื่อใช้ในการรายงานผลต่อไป



รูปที่ 2.11 ลักษณะการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [33]

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การสังเคราะห์เมโซพอร์ซซิลิกาโดยใช้ CTAB เป็นสารต้นแบบได้รับการพัฒนาอย่างต่อเนื่อง ซึ่งมีนักวิจัยหลายกลุ่มได้ประยุกต์ซิลิกาดังกล่าวมาใช้ในการด้านการสกัดโลหะ โดยตัวอย่างงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้ CTAB เป็นสารต้นแบบ รวมถึงการนำซิลิกาที่เตรียมได้ไปใช้ประโยชน์ในด้านการสกัดโลหะ เช่น

Sayari และคณะ [34] ศึกษาถึงวิธีการเพิ่มขนาดรูพรุนของเมโซพอร์ซซิลิกาชนิด MCM-41 โดยได้ทำการสังเคราะห์ซิลิกาชนิดดังกล่าวขึ้นมาก่อน โดยใช้ CTAB เป็นสารต้นแบบ แล้วจึงนำซิลิกาที่ได้ไปทำการขยายขนาดรูพรุน โดยใช้ N,N-dimethyldecylamine (DMDA) เป็นสารต้นแบบ ชนิดที่สอง จากนั้นนำซิลิกาที่ผ่านการขยายขนาดรูพรุนนี้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิสูง แล้วทำการ

ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพโดยใช้วิธีการดูดซับในโครเจน ผลที่ได้พบว่าซิลิกาชนิดนี้มีพื้นที่ผิว $1192 \text{ m}^2/\text{g}$, มีขนาดรูพรุน 11.0 nm และมีปริมาณรูพรุน $2.60 \text{ cm}^3/\text{g}$ เมื่อนำซิลิกาชนิดดังกล่าวไปทำการกำจัด DMDA ออกจากโครงร่างโดยใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction) แล้วจึงนำซิลิกาที่ได้ไปศึกษาสมบัติในการดูดซับโลหะ ผลการศึกษาพบว่าซิลิกาชนิดนี้สามารถดูดซับ Co(II) , Ni(II) , และ Cu(II) ได้ในปริมาณ 9.40, 0.34 และ 0.40 mg/g ตามลำดับ สำหรับผลการประยุกต์ซิลิกาที่ผ่านการกำจัด DMDA กับการดูดซับสารปนเปื้อนอินทรีย์ในน้ำเสีย ปรากฏว่าวัสดุชนิดนี้สามารถดูดซับ 4-chloroguaiacol และ 2,6-dinitrophenol ได้ในปริมาณ 95 และ 110 mg/g ตามลำดับ

Zhao และคณะ [35] ทำการศึกษาถึงผลของสารต้นแบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ต่อสมบัติในการดูดซับสารปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมของเมโซพอร์สซิลิกา โดยมีชนิดของสารต้นแบบที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ cetylpyridinium bromide (CPB) และ CTAB และมีชนิดของสารปนเปื้อนที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ mono-, di-, tri-chloroacetic acid, toluene, naphthalene และ methyl orange ผลการศึกษาพบว่า เมโซพอร์สซิลิกาที่เตรียมโดยปราศจากสารต้นแบบนั้นไม่สามารถดูดซับสารอินทรีย์เป้าหมายที่ใช้ในการศึกษาได้เลย ในขณะที่เมโซพอร์สซิลิกาที่ใช้สารต้นแบบร่วมด้วยในการสังเคราะห์สามารถดูดซับสารอินทรีย์ทั้ง 6 ชนิดดังกล่าวได้ โดยปริมาณของ mono-, di-, tri-chloroacetic acid, toluene, naphthalene และ methyl orange ที่ถูกดูดซับโดยซิลิกาที่เตรียมจากสารต้นแบบ CPB มีค่าเท่ากับ 44.5, 84.0, 98.1, 60.7, 89.6 และ 99.4% ตามลำดับ ส่วนซิลิกาที่เตรียมจากสารต้นแบบ CTAB สามารถดูดซับสารปนเปื้อนดังกล่าวได้ในปริมาณ 63.8, 86.3, 94.9, 31.3, 71.6 และ 99.7% ตามลำดับ

Intasiri [36] ทำการสังเคราะห์เมโซพอร์สซิลิกา โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้น CTAB เป็นสารต้นแบบ และใช้ NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมีอัตราส่วนโดยโมลของสารในการสังเคราะห์เป็น $1 \text{ TEOS} : 140 \text{ H}_2\text{O} : 13 \text{ MeOH} : 0.18 \text{ CTAB}$ แล้วทำการกำจัดสารต้นแบบออกโดยใช้วิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง จากนั้นจึงนำซิลิกาที่ได้หลังการเผาไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพโดยใช้เทคนิคการดูดซับในโครเจน ผลที่ได้พบว่า ซิลิกาชนิดนี้มีขนาดรูพรุน 38 \AA และมีรูปร่างรูพรุนเป็นแบบแผ่นยาว (slit pore shape) นอกจากนี้ได้นำซิลิกาไปทำการสกัด Cu^{2+} ที่ pH 2.5 ในตัวกลางที่เป็นสารละลาย 0.1 M NaNO_3 พบว่า ซิลิกาชนิดนี้ไม่สามารถสกัด Cu^{2+} ได้ในภาวะดังกล่าว

Goswami และคณะ [37] ทำการเตรียมซิลิกาเจลที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันด้วย acetophenone เพื่อนำไปศึกษาสมบัติในการสกัดโลหะ พบว่า ที่ pH 5-7.5 ซิลิกาชนิดนี้สามารถสกัด Pb^{2+} , Fe^{3+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , และ Cd^{2+} ได้ เป็น 0.070, 0.279, 0.199, 0.372, 0.260 และ 0.0062 มิลลิโมลต่อปริมาณซิลิกา 1 กรัม ตามลำดับ

Benitez และคณะ [38] ทำการสังเคราะห์เมโซพอร์สซิลิกา โดยใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้น มี CTAB เป็นสารต้นแบบ ร่วมกับสารประกอบออร์กาโนซิลิโคนที่มีอนุพันธ์ยูเรีย ชนิด 1, 4-

diaminobutane เป็นองค์ประกอบ หลังจากนั้นทำการกำจัดสารต้นแบบออกโดยใช้สารละลาย *n*-heptane ภายใต้ภาวะที่เป็นกรด แล้วได้ทำการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของซิลิกา พบว่ามีพื้นที่ผิว $584 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ โดยมีไอโซเทอมเป็นแบบ Type IV มีปริมาตรรูพรุนอยู่ที่ $0.49 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ และมีขนาดอนุภาค 30 \AA ในงานวิจัยนี้ยังได้นำซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชันดังกล่าว ไปทำการสกัด Fe^{3+} พบว่า สามารถสกัด Fe^{3+} ได้ 0.19 มิลลิโมลต่อปริมาณซิลิกา 1 กรัม

Lam และคณะ [39] ได้ทำการสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกา โดยใช้ CTAB เป็นสารต้นแบบ และใช้ TEOS เป็นสารตั้งต้น ด้วยอัตราส่วน $6.6 \text{ TEOS} : 1 \text{ CTAB} : 292 \text{ NH}_4\text{OH} : 2773 \text{ H}_2\text{O}$ แล้วกำจัดสารต้นแบบออกโดยใช้การเผาที่อุณหภูมิ $550 \text{ }^\circ\text{C}$ หลังจากนั้นจึงนำซิลิกาที่ได้มาเพิ่มหมู่ฟังก์ชันโดยใช้ 3-aminopropyltrimethoxysilane แล้วจึงตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของซิลิกา ดังกล่าวด้วยเทคนิคการดูดซับในโตรเจน พบว่า ซิลิกามีพื้นที่ผิว $750 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ขนาดรูพรุนอยู่ที่ 2.90 nm และมีปริมาตรรูพรุนเป็น $0.56 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ หลังจากนั้นได้นำซิลิกาไปทำการสกัด Cd^{2+} และ Ni^{2+} พบว่า สามารถสกัดได้ 0.710 และ 0.690 มิลลิโมลต่อปริมาณซิลิกา 1 กรัม ตามลำดับ

Cui และคณะ [40] ได้ทำการเตรียมซิลิกาเจลที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน *p*-dimethylaminobenzaldehyde เพื่อนำไปศึกษาสมบัติในการสกัดโลหะ พบว่า ซิลิกาชนิดนี้สามารถสกัด Cr^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} และ Zn^{2+} ได้ 0.58 , 0.40 , 1.15 , 0.45 และ 0.56 มิลลิโมลต่อปริมาณซิลิกา 1 กรัม ตามลำดับ

Zhu และคณะ [41] ได้ทำการเตรียมซิลิกาเจลที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน aminopropyltrimethoxysilane เพื่อนำไปศึกษาสมบัติในการสกัดโลหะ พบว่า ที่ pH 4 ซิลิกาชนิดนี้สามารถสกัด Cu^{2+} , Fe^{3+} และ Zn^{2+} ได้ 0.63 , 0.46 และ 0.37 มิลลิโมลต่อปริมาณซิลิกา 1 กรัม ตามลำดับ

จากงานวิจัยดังกล่าว จะเห็นได้ว่า การนำซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB ไปใช้ในการสกัดโลหะนั้นยังมีน้อย ทั้งที่ซิลิกาชนิดนี้มีสมบัติทางกายภาพที่เหมาะสมต่อการทำหน้าที่เป็นสารดูดซับ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในด้านการมีโครงสร้างที่เป็นระเบียบ ดังนั้น การศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการนำซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB ไปใช้ประโยชน์กับงานด้านการสกัดโลหะในน้ำ การศึกษาถึงสมบัติและปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการสกัดโลหะของซิลิกาชนิดดังกล่าว รวมทั้งการประยุกต์ซิลิกากับการสกัดโลหะปนเปื้อนในสารตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อมจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจ และเป็นเป้าหมายหลักของงานวิจัยนี้

2.5 วัตถุประสงค์

1. สังเคราะห์ซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออน
2. ศึกษาสมบัติทางกายภาพและการดูดซับโลหะของซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออน