

บทที่ 3

การทดลอง

3.1. อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1. อุปกรณ์

ค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายหาโดยใช้เครื่อง pH (Denver instrument 215) ลักษณะโครงสร้างของซิลิกาตรวจสอบโดยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (Rigaku X-ray diffractometer) ปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในซิลิกาหาโดยใช้วิธีการเผาที่อุณหภูมิสูงโดยใช้เตาเผา (Carbolite RHF 1600) การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์ในซิลิกาทำโดยใช้เครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Nicolet Impact 410) ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของซิลิกาตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JEOL JSM 5410LV) พื้นที่ผิวขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของเมโซพอร์ซิลิกาหาโดยใช้เครื่อง Belsorp mini-II การศึกษาสมบัติด้านการสกัดโลหะในรูปแบบแบทช์อาศัยเครื่องเขย่าชนิดหมุนวน (Ratek OM11) และการสกัดโลหะในรูปแบบคอลัมน์อาศัยปั๊ม HPLC (waters model 510) ปริมาณโลหะในสารละลายหาโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Perkin AAnalyst 100) ใช้เครื่องทำน้ำจืดไอออน (Millipore ZMQS5V00Y) ในการผลิตน้ำจืดไอออน

3.1.2. สารเคมี

สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา ได้แก่ tetraethoxysilane (TEOS, 98%, Fluka), โซเดียมคลอไรด์ (NaCl, 99.5%, Fluka), เอทานอล (EtOH, Merck), hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB, 96%, Fluka), เมทานอล (MeOH, 99.9 %, Merck), โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, 99%, Merck) ส่วนสารเคมีที่ใช้ในการศึกษาด้านการดูดซับ ได้แก่ แคลเซียมไนเตรด ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 99.0%, Fluka), ซิงค์ไนเตรด ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99.0%, Fluka), เพอร์ริกไนเตรด ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, Fluka), นิกเกิลไนเตรด ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99.0%, Fluka), ตะกั่วไนเตรด ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 99.0%, Fluka), โซเดียมไนเตรด (NaNO_3 , 99.5%, Carlo Erba), กรดไนตริก (HNO_3 , 65%, Merck), โซเดียมแอซิเตด ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Carlo Erba) นอกจากนั้นได้ใช้น้ำจืดไอออน ($>18 \text{ M}\Omega/\text{cm}^3$) ตลอดการทดลองในงานวิจัยนี้

3.2. วิธีการทดลอง

3.2.1. การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB

การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB ในงานวิจัยนี้ ทำตามวิธีการสังเคราะห์ของ Boos และคณะ [39] ซึ่งมีอัตราส่วนโดยโมลขององค์ประกอบของสารดังนี้ 1 TEOS : 140 H₂O : 0.18 CTAB : 13 MeOH โดยในการสังเคราะห์แต่ละครั้งใช้อัตราส่วนของการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ซิลิกาจำนวน 0.025 โมล ซึ่งรายละเอียดของวิธีการสังเคราะห์เป็นดังนี้

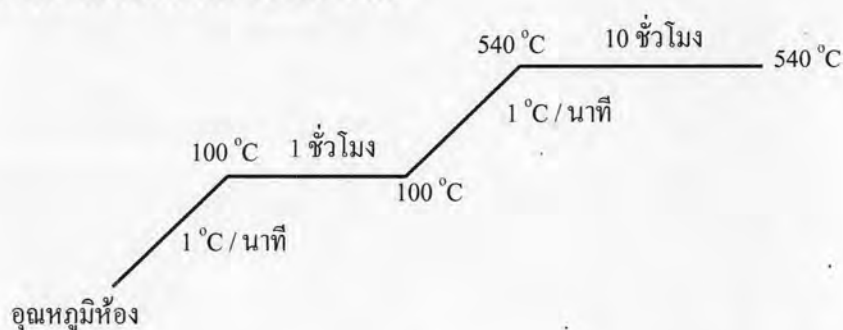
เติมสารละลาย 0.1 M NaOH ลงในขวดสังเคราะห์ที่บรรจุ CTAB อยู่ แล้วนำไปคนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นเติม MeOH และ TEOS ลงในขวดดังกล่าว ทำการคนต่อที่อุณหภูมิเดียวกันเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 23 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ กรองซิลิกาที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 5 แล้วทำการล้างซิลิกาด้วยน้ำจืดไอออนและ/หรือ 10⁻³ M HNO₃ จนสารละลายที่ได้จากการกรองมีสมบัติเป็นกลาง (วัดด้วย pH meter) นำซิลิกาที่ผ่านการล้างเรียบร้อยแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.2. การศึกษาสมบัติทางกายภาพของซิลิกา

3.2.2.1. การหาปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในซิลิกา (organic matter contents)

การหาปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในซิลิกาทำโดยใช้วิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง (calcination) ดังนี้

ซึ่งซิลิกา 300 มิลลิกรัม ใส่ลงในถ้วยครุชเบิลสำหรับเผาสารแล้ววางในเตาเผา ทำการเผาซิลิกาตามรูปแบบการเพิ่มอุณหภูมิ (รูปที่ 3.1) เมื่อเสร็จสิ้นการเผาให้ชั่งน้ำหนักของสารที่เหลืออยู่แล้วทำการเปรียบเทียบค่าที่ได้กับน้ำหนักซิลิกาเริ่มต้น



รูปที่ 3.1 รูปแบบการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการหาปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในซิลิกา

3.2.2.2. การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ในซีลิกา

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ในซีลิกา ทำโดยอาศัยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (IR spectroscopy) โดยนำซีลิกามาบดรวมกับ KBr แล้ววัดค่าการส่องผ่านในช่วง $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (FT-IR spectrometer)

3.2.2.3. การศึกษาลักษณะการจัดเรียงโครงสร้างของซีลิกา

การศึกษาลักษณะการจัดเรียงโครงสร้างของซีลิกา ทำโดยนำซีลิกาตัวอย่างอัดใส่แผ่นกระจกแล้วนำไปสแกนค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตั้งแต่ 1° ถึง 10° โดยใช้ความเร็วรอบในการสแกนเป็น $0.02^\circ/\text{นาที}$ ด้วยเครื่อง Rigaku X-ray diffractometer

3.2.2.4. การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของซีลิกา

การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของซีลิกาทำโดยใช้เทคนิค Nitrogen sorption analysis มีวิธีทำดังนี้ นำซีลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (calcination) มาศึกษาการดูดซับและการคายแก๊สไนโตรเจนของพื้นผิวซีลิกาที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ตั้งแต่ 0 ถึง 1 kPa แล้วนำผลที่ได้ไปคำนวณหาขนาดรูพรุนของซีลิกาโดยใช้สมการ BET (Brunauer-Emmett-Teller equation) และหาพื้นที่ผิวของซีลิกาจากสมการ BJH (Barrett-Joyner-Halenda equation)

3.2.2.5. การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของซีลิกา

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของซีลิกาทำโดยนำซีลิกาตัวอย่างมาทำการเคลือบผิวด้วยทองแล้วนำไปวางที่แท่นวางวัตถุ จากนั้นผ่านอิเล็กตรอน (primary electron) ไปที่ผิวของซีลิกา โดยอิเล็กตรอนที่กระดอนกลับหลังจากตกกระทบที่ผิวซีลิกา (backscattering electron) จะให้สัญญาณต่างๆ ส่งไปยังหน่วยตรวจวัด (detector) ซึ่งจะแปลผลเป็นภาพต่อไป

3.2.2.6. การศึกษาขนาดอนุภาคของซีลิกา

การตรวจสอบขนาดอนุภาคของซีลิกา ทำโดยใช้เครื่อง Malvern laser diffraction โดยผ่านลำแสงไปยังอนุภาคซีลิกาที่แขวนลอยอยู่ในน้ำ ซึ่งจะเกิดการกระเจิงของแสง โดยค่าการกระเจิงของอนุภาคนี้นี้จะนำไปใช้ในการคำนวณหาขนาดอนุภาคต่อไป

3.2.3. การศึกษาสมบัติด้านการสกัดโลหะของซีลิกา

รูปแบบที่ใช้ในการศึกษาสมบัติในการสกัดโลหะของซีลิกาในงานวิจัยนี้มี 2 รูปแบบ ได้แก่ การสกัดในรูปแบบเบตซ์และการสกัดในรูปแบบคอลลัมน์ โดยในแต่ละชุดการสกัด ทำการทดลอง 3 ซ้ำ ยกเว้นจะกล่าวไว้เป็นอย่างอื่น

3.2.3.1. การสกัดโลหะในรูปแบบเบตซ์

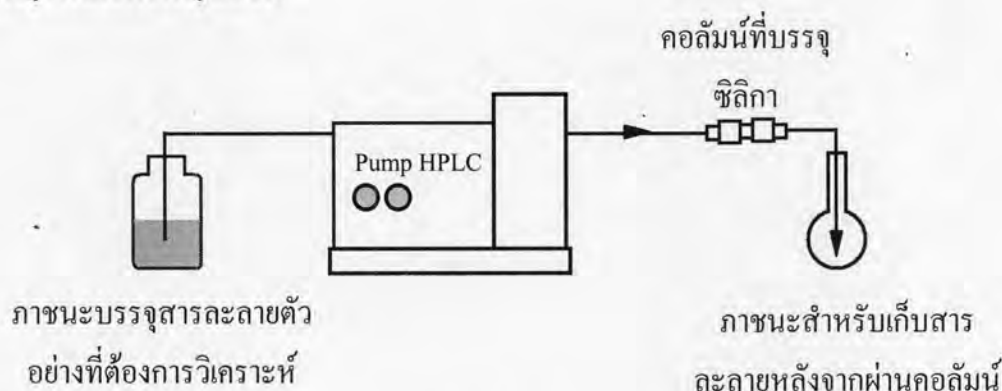
ปีเปตสารละลายโลหะ 25 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดสกัดที่บรรจุซีลิกาอยู่ 100 มิลลิกรัม เขย่าส่วนผสมดังกล่าวโดยใช้เครื่องเขย่าชนิดหมุนวน (orbital shaker) ที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นแยกสารละลายส่วนในสมาทำการวัดค่า pH ด้วย

เครื่อง pH meter และตรวจหาปริมาณ โลหะที่อยู่ในสารละลายหลังการสกัดด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ทำการเปรียบเทียบค่าที่ได้กับปริมาณ โลหะเริ่มต้น

โดยทำการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่ใช้ในการสกัด ได้แก่ ความสามารถในการสกัด โลหะของซิติกา ผลของเกลือต่อสมบัติในการสกัด โลหะของซิติกา ผลของ pH สารละลาย โลหะต่อสมบัติในการสกัด โลหะของซิติกา อัตราเร็วในการสกัด โลหะของซิติกา Reproducibility ของซิติกา การคายโลหะของซิติกา และการนำซิติกากลับมาใช้ใหม่ (recyclability)

3.2.3.2. การสกัดโลหะในรูปแบบคอลัมน์

บรรจุซิติกา 900 มิลลิกรัม ลงในคอลัมน์ขนาด 30 x 9.5 มิลลิเมตร แล้วต่อคอลัมน์เข้ากับปั๊ม ความดันสูง ดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ส่วนประกอบต่างๆ ที่ใช้ในการสกัด โลหะในรูปแบบคอลัมน์

เริ่มต้นการทดลอง โดยการเตรียมคอลัมน์ให้มีภาวะที่เหมาะสมต่อการใช้งาน โดยผ่านน้ำขจัดไอออน 40 มิลลิลิตร ตามด้วยสารละลาย 10^{-3} M HNO_3 40 มิลลิลิตร เข้าไปในคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1 มิลลิลิตรต่อนาที หลังจากนั้นจึงเข้าสู่ขั้นตอนการสกัด โลหะโดยผ่านสารละลาย โลหะจำนวน 300 มิลลิลิตร เข้าสู่คอลัมน์ตามด้วยน้ำขจัดไอออนจำนวน 15 มิลลิลิตร เก็บสารละลาย โลหะที่ออกจากคอลัมน์ไว้ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ทำการปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 10^{-2} M HNO_3 แล้วนำไปตรวจหาปริมาณ โลหะด้วยเครื่อง AAS เพื่อเปรียบเทียบค่าที่ได้กับปริมาณ โลหะเริ่มต้น

สำหรับขั้นตอนการคายโลหะทำโดยผ่านสารละลาย 1 M HNO_3 20 มิลลิลิตร ตามด้วยน้ำขจัดไอออน 20 มิลลิลิตร เก็บสารละลายที่ออกจากคอลัมน์ไว้ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย 10^{-2} M HNO_3 แล้ววิเคราะห์หาปริมาณ โลหะที่ถูกคายออกมาด้วยเครื่อง AAS

โดยมีปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ความสามารถในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์ของซิติกา อัตราการไหลของสารละลาย Pb^{2+} ปริมาตรสารละลาย Pb^{2+} ต่อความสามารถในการสกัด โลหะของซิติกา ผลของความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้เป็นตัวชะ (eLuent) ต่อการคายโลหะออกจากซิติกา Reproducibility ของซิติกา การนำซิติกากลับมาใช้ใหม่ในการสกัดในรูปแบบคอลัมน์ และความสามารถในการสกัด โลหะชนิดอื่นๆ ในรูปแบบคอลัมน์