



## โครงการ การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

**ชื่อโครงการ** การแยกสารประกอบอาร์เซนิกโดยวิธีตกตะกอนร่วมกับสารประกอบเลเยอร์  
ดับเบิลไฮดรอกไซด์  
Speciation of arsenic by coprecipitation with layered double  
hydroxides

**ชื่อนิสิต** นางสาวนิศากร ตุลาภวงค์

**ภาควิชา** เคมี

**ปีการศึกษา** 2559

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การแยกสารประกอบอาร์เซนิกโดยวิธีตกตะกอนร่วมกับสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์  
(Speciation of arsenic by coprecipitation with layered double hydroxides)

โดย  
นางสาวนิศากร ตูลายวงศ์

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ปีการศึกษา 2559

เรื่อง การแยกสารประกอบอาร์เซนิกโดยวิธีตกตะกอนร่วมกับสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

โดย นางสาวนิศากร ตูลายกวงค์

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

.....  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูร) ประธานกรรมการ

.....  
(อาจารย์ ดร.นิปกา สุขภิรมย์) อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

.....  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิชาติ อิมยิ้ม) อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการร่วม

.....  
(อาจารย์ ดร.พรรณณี สีลาดี) กรรมการ

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดย หัวหน้าภาควิชาเคมี

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร. วุฒิชัย พาราสุข)  
หัวหน้าภาควิชาเคมี  
..... / ..... / .....

คุณภาพของการเขียนรายงานฉบับนี้อยู่ในระดับ:  ดีมาก  ดี  พอใช้

ชื่อโครงการ	การแยกสารประกอบอาร์เซนิกโดยวิธีตกตะกอนร่วมกับสารประกอบ เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์	
ชื่อนิติในโครงการ	นางสาวนิศากร ตูลายวงศ์	เลขประจำตัว 5633096723
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร.นิปกา สุขภิรมย์	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิชาติ อิมยิ้ม	
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2559		

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมกับสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (layered double hydroxides, LDH) โดยใช้หลักการของแรงระหว่างประจุระหว่างโครงสร้างที่เป็นชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ที่สามารถจับกับแอนไอออนชนิดต่าง ๆ ได้ และสมบัติของอาร์เซนเนตและอาร์เซไนต์แอนไอออนที่ปรากฏรูปที่ความเป็นกรดเบสต่างกัน การศึกษาเริ่มต้นจากการหาช่วงความเป็นกรดเบสที่สามารถเกิดสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Mg/Al LDH) แล้วตรวจสอบโครงสร้างของสารโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมสามารถตกตะกอนร่วมเกิดเป็นสารประกอบ LDH ได้ที่ค่าความเป็นกรดเบสตั้งแต่ 7 ขึ้นไป แต่ที่ค่าความเป็นกรดเบสต่ำกว่า 7 จะได้สารประกอบที่มีลักษณะเป็นอสัณฐาน ต่อมาจึงศึกษาร้อยละการกำจัด (%RV) As(III) และ As(V) ด้วยการตกตะกอนร่วมทั้งหมด 3 ปัจจัย ได้แก่ ค่าความเป็นกรดเบส ชนิดของเกลือของโลหะ และเวลาของการตกตะกอนร่วม พบว่าภาวะที่สังเกตเห็นความแตกต่างของ %RV ระหว่าง As(III) และ As(V) คือ ที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 ใช้เกลือคลอไรด์ของโลหะ และเวลาในการตกตะกอนร่วมเท่ากับ 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงตรวจสอบภาวะในการตกตะกอนของสารละลายผสม As(III) และ As(V) พบว่าไม่สามารถแยก As(III) และ As(V) ออกจากกันได้อย่างชัดเจน

**คำสำคัญ:** การแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก, การตกตะกอนร่วม, สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

**Title** Speciation of arsenic by coprecipitation with layered double hydroxides

**Student name** Miss Nisakorn Tulayakawong ID 5633096723

**Advisor** Dr. Nipaka Sukpirom

**Co-advisor** Assistant Professor Dr. Apichat Imyim

**Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic year 2016**

### Abstract

The speciation of arsenic based on the coprecipitation with layered double hydroxides (LDH) was investigated. The idea was based on the coulombic interaction between the positive layers of LDH structure and anionic species, as As(III) and As(V) anions presenting at different pH. The study was divided into three steps. Firstly, using XRD for the characterization, the range of pH for the precipitation of Mg/Al LDH was found to be 7 or higher. The lower pH resulted to the amorphous phase. The next study was to find the precipitation condition including pH, the types of metal salts and reaction time, that could distinguish the removal percentage of As (III) and As(V). The largest difference of %RV was found using pH 7, metal chlorides, and 1 h. The last step was to test the conditions on the mixed solution of As(III) and As (V). It was found that the method was not effective to speciate the arsenic species.

**Keywords:** Speciation of arsenic, Coprecipitation, Layered double hydroxides (LDH)



## กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยในครั้งนี้ได้รับความกรุณาอย่างสูงจากอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ และอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการร่วม อาจารย์ ดร.นิปกา สุขภิรมย์ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิชาติ อิ่มยิ้ม ที่ได้กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำ และแนะแนวทางในการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนแนวคิดในการแก้ไขปัญหาตลอดช่วงระยะเวลาการทำวิจัย อีกทั้งการช่วยตรวจทานแก้ไข ให้คำปรึกษา และปรับปรุงรายงานด้วยความเอาใจใส่เป็นอย่างดี และขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรุณศิริ ชิตางกูรและอาจารย์ ดร.พรรณี สีลาดี ที่กรุณาสละเวลาอันมีค่าให้เกียรติในการเป็นประธานกรรมการ และกรรมการในการสอบงานวิจัยครั้งนี้

ขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับสถานที่ในการทำงานวิจัย เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีต่าง ๆ ที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบคุณหน่วยปฏิบัติการวิจัยด้านเคมีวัสดุและการเร่งปฏิกิริยา และหน่วยปฏิบัติการวิจัยการวิเคราะห์เชิงสภาวะแวดล้อม (Environmental Analysis Research Unit) ที่กรุณาให้คำปรึกษาชี้แนะ และให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคในการวิจัยครั้งนี้ ตลอดจนนิสิตปริญญาเอกและนิสิตปริญญาโททุกคนที่ให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคต่าง ๆ การใช้และการดูแลเครื่องมือ อีกทั้งยังเอื้อเพื่ออุปกรณ์และสารเคมีที่จำเป็นในงานวิจัย

ผู้วิจัย



## สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูปภาพ.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	3
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
1.5 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	4
1.5.1 อาร์เซนิก.....	4
1.5.2 สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์.....	5
1.5.3 การวิเคราะห์หาธาตุในสารละลายโดยเทคนิค ICP-OES.....	7
1.5.4 การวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	8
1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	11
บทที่ 2 การทดลอง.....	13
2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี.....	13
2.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	13
2.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	13
2.1.3 สารเคมี.....	14
2.2 การทดลอง.....	14
2.2.1 การศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH.....	14
2.2.2 การศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก.....	15
2.2.3 การทดลองเพื่อทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก.....	17

บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง .....	19
3.1 การศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH .....	19
3.2 การศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก .....	20
3.2.1 ค่าความเป็นกรดเบส .....	20
3.2.2 ชนิดของเกลือของโลหะ .....	23
3.2.3 เวลา .....	24
3.3 การทดลองเพื่อทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก .....	25
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง .....	27
4.1 สรุปผลการทดลอง .....	27
4.2 ข้อเสนอแนะสำหรับการทดลองในอนาคต .....	27
เอกสารอ้างอิง .....	29
ภาคผนวก .....	32
ประวัติผู้วิจัย .....	36





## สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
ตารางที่ 1	รายการสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง..... 14
ตารางที่ 2	ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ..... 20
ตารางที่ 3	ประสิทธิภาพการกำจัด As(V) ออกจากสารละลายที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ..... 21
ตารางที่ 4	ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายเมื่อใช้เกลือของโลหะต่างชนิดกัน.. 23
ตารางที่ 5	ประสิทธิภาพการกำจัด As(V) ออกจากสารละลายเมื่อใช้เกลือของโลหะต่างชนิดกัน.. 23
ตารางที่ 6	ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายที่เวลา 1 ชั่วโมง และ 5 นาที..... 25
ตารางที่ 7	ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) และ As(V)..... 25

### ภาคผนวก

ตารางที่ 1	ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเบสต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก..... 34
ตารางที่ 2	ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของชนิดของเกลือต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก..... 35
ตารางที่ 3	ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของเวลาในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก..... 35
ตารางที่ 4	ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก..... 35



สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
รูปที่ 1 ปริมาณการแตกตัวของ As(III) และ As(V) ที่ ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ .....	4
รูปที่ 2 โครงสร้างทั่วไปของสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ .....	5
รูปที่ 3 โครงสร้างของแร่บรูไซต์ .....	6
รูปที่ 4 โครงสร้างทั่วไปของสารประกอบ LDH .....	6
รูปที่ 5 เครื่องมือ ICP-OES .....	8
รูปที่ 6 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ .....	9
รูปที่ 7 เครื่องมือ XRD .....	10
รูปที่ 8 โครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัล .....	10
รูปที่ 9 diffraction pattern ของสารประกอบ Mg/Al-CO <sub>3</sub> LDH .....	20
รูปที่ 10 diffraction pattern ของสารประกอบ Mg/Al-As(III) LDH .....	22
รูปที่ 11 diffraction pattern ของสารประกอบ Mg/Al-As(V) LDH .....	22

ภาคผนวก

รูปที่ 1 กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเบสต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก .....	33
รูปที่ 2 กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของชนิดของเกลือและผลของเวลาต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก .....	33
รูปที่ 3 กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการทดสอบภาวะในการการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก .....	34





# บทที่ 1 บทนำ

## 1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ

อาร์เซนิกหรือสารหนูเป็นธาตุกึ่งโลหะที่ปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมทั่วไปตามธรรมชาติโดยเป็นองค์ประกอบของเปลือกโลก หรือชั้นหิน อาร์เซนิกสามารถละลายได้ง่ายและแทรกซึมเข้าสู่แหล่งน้ำ ส่งผลให้เกิดการปนเปื้อนทั้งในพื้นดิน อากาศ แหล่งอาหาร และแหล่งน้ำได้ [1] นอกจากนี้ในปัจจุบันมีการใช้อาร์เซนิกในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น การผลิตยากำจัดศัตรูพืช อุตสาหกรรมฟอกหนัง โรงงานถลุงเหล็ก เป็นต้น เมื่อโรงงานอุตสาหกรรมปล่อยน้ำเสียที่ยังกำจัดอาร์เซนิกไม่หมดจึงทำให้เกิดการปนเปื้อนของอาร์เซนิกในผัก ผลไม้ น้ำดื่ม และอาหารทะเล ส่งผลให้เกิดอันตรายต่อร่างกายของผู้บริโภคได้ [2]

อาร์เซนิกที่พบในธรรมชาติอยู่ในรูปไตรเวเลนด (As(III)) และเพนตะเวเลนด (As(V)) รูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกที่มักพบได้แก่  $H_3AsO_4$ ,  $H_2AsO_4^-$ ,  $HAsO_4^{2-}$  และ  $AsO_4^{3-}$  สำหรับ As(V) และ  $H_3AsO_3$ ,  $H_2AsO_3^-$ ,  $HAsO_3^{2-}$  และ  $AsO_3^{3-}$  สำหรับ As(III) โดยปริมาณของแต่ละรูปแบบขึ้นกับค่าความเป็นกรดเบสของสารละลาย [3] เป็นที่ทราบกันว่าอาร์เซนิกเป็นธาตุที่มีพิษและส่งผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพของสิ่งมีชีวิต โดยองค์การอนามัยโลก (World Health Organization, WHO) ได้กำหนดให้ปริมาณอาร์เซนิกสามารถปนเปื้อนในน้ำดื่มได้ไม่เกิน 10  $\mu\text{g/L}$  [4] นอกจากนี้จากการรายงานพบว่า As(III) มีความเป็นพิษมากกว่า As(V) [5] ดังนั้น การแยกอาร์เซนิกออกจากสารละลายพร้อมกับการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกจึงมีความสำคัญ เพื่อเป็นการประเมินความเป็นพิษของสารปนเปื้อน และยังเป็นประโยชน์ในการควบคุมคุณภาพดิน และคุณภาพน้ำจากแหล่งน้ำในธรรมชาติ หรือน้ำที่มาจากโรงงานอุตสาหกรรม

สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Layered Double Hydroxides, LDH) ได้เข้ามามีบทบาทมากในการเป็นตัวดูดซับ การแลกเปลี่ยนไอออน ตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวขนส่งยา หรือวัสดุใช้ทำอิเล็กทรอนิกส์ [6] โครงสร้างทั่วไปของสารประกอบ LDH ประกอบด้วยชั้นของประจุบวกซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนไฮดรอกไซด์ของโลหะ (metal hydroxide layers) ที่แยกออกจากกันโดยมีประจุลบและโมเลกุลของน้ำแทรกอยู่ระหว่างชั้น โดยประจุบวกและประจุลบจะยึดเหนี่ยวกันด้วยแรงทางไฟฟ้า สูตรทั่วไปของสารประกอบ LDH คือ  $[M^{2+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)_2]^{x+}[A^{n-}]_{x/n} \cdot mH_2O$  เมื่อ  $M^{2+}$  และ  $M^{3+}$  คือ โลหะไดเวเลนดและโลหะไตรเวเลนดตามลำดับ  $A^{n-}$  คือ แอนไอออนประจุ  $n^-$  ที่เข้ามาสอดแทรก และ  $x$  มีค่าอยู่ในช่วง 0 ถึง 0.33 [6, 7]

ปัจจุบันการแยกอาร์เซนิกออกจากสารละลายมีหลายวิธี เช่น การใช้เทคนิคอิเล็กโทรลิซิส การดูดซับด้วยตัวดูดซับของแข็ง การตกตะกอนร่วม เป็นต้น เทคนิคการตกตะกอนร่วมเพื่อแยกอาร์เซนิกออกจากสารละลายเป็นเทคนิคที่สามารถแยกอาร์เซนิกออกจากสารละลายโดยใช้สมบัติความเป็นประจุลบของอาร์เซไนต์และอาร์เซเนตแอนไอออนที่สามารถตกตะกอนร่วมกับโลหะไดเวเลนต์และโลหะไตรเวเลนต์บางชนิดเกิดเป็นสารประกอบ LDH ได้ วิธีดังกล่าวเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูงและทำได้สะดวก [8, 9] ทั้งยังกำจัดสารเคมีที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและเก็บกักสารพิษให้อยู่ในรูปของของแข็งซึ่งมีพิษน้อยลงได้

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การแยกอาร์เซนิกออกจากสารละลายโดยใช้สารประกอบ LDH แบ่งเป็น 2 วิธี ได้แก่

1. การแลกเปลี่ยนประจุลบ (anion exchange) เป็นการใส่สารประกอบ LDH เป็นตัวดูดซับ ซึ่งมีกลไกการดูดซับเป็นการแลกเปลี่ยนประจุลบ โดยประจุลบในสารประกอบ LDH ที่สังเคราะห์เกิดการแลกเปลี่ยนกับประจุลบในสารละลายที่ต้องการกำจัด ความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุลบจะขึ้นกับความแข็งแรงของแรงทางไฟฟ้าระหว่างประจุบวกบนชั้นของสารประกอบ LDH และประจุลบที่เข้ามาแลกเปลี่ยน โดยสามารถเรียงความแข็งแรงของการเข้าจับของแอนไอออนในสารประกอบ LDH ได้ดังนี้  $\text{CO}_3^{2-} > \text{SO}_4^{2-} > \text{OH}^- > \text{F}^- > \text{Cl}^- > \text{Br}^- > \text{NO}_3^- > \text{I}^-$  [7]

2. การตกตะกอนร่วม (coprecipitation) เป็นการตกตะกอนร่วมเพื่อเกิดเป็นสารประกอบ LDH โดยมีประจุลบในสารประกอบ LDH เป็นประจุลบที่ต้องการกำจัดจากสารละลาย ตัวอย่างเช่น งานวิจัยของ Prasanna และ Kamath [9] ใช้วิธีการตกตะกอนร่วมแมกนีเซียม อะลูมิเนียม และอาร์เซเนต เกิดเป็นสารประกอบ Mg/Al-AsO<sub>4</sub> LDH ซึ่งพบว่ามีประสิทธิภาพในการแยก As(V) ออกจากสารละลายได้ดีกว่าวิธีการแลกเปลี่ยนไอออนโดยสารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์-ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Mg/Al LDH) งานวิจัยนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Sommella และคณะ [8]

ตัวอย่างงานวิจัยอื่น ๆ ที่ศึกษาผลของความเป็นกรดเบสที่สามารถสังเคราะห์สารประกอบ LDH เช่น งานวิจัยของ Seron และ Delorme พบว่าค่าความเป็นกรดเบสในช่วง 8.5 – 13.2 เป็นช่วงที่สามารถใช้ในการเตรียมสารประกอบ LDH ได้ [10] และเนื่องจากอาร์เซเนตและอาร์เซไนต์แอนไอออนจะปรากฏรูปที่ความเป็นกรดเบสของสารละลายต่างกัน ทำให้สามารถนำสมบัตินี้มาสังเคราะห์สารประกอบ LDH ที่มีแอนไอออนสอดแทรกเป็นอาร์เซเนตหรืออาร์เซไนต์แอนไอออนได้อย่างใดอย่างหนึ่งได้

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการตกตะกอนร่วมเพื่อเกิดเป็นสารประกอบ LDH ที่สอดแทรกด้วยอาร์เซเนตหรืออาร์เซไนต์แอนไอออน เพื่อแยกรูปแบบทางเคมีของ As(III) และ As(V) ออกจากสารละลายโดยอาศัยความแตกต่างของสภาวะทางเคมีของอาร์เซนิกที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ



## 1.2 วัตถุประสงค์

ออกแบบและสังเคราะห์สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Layered Double Hydroxides, LDH) ที่สอดแทรกด้วยอาร์เซเนตหรืออาร์เซไนต์แอนไอออนโดยวิธีการตกตะกอนร่วม และหาภาวะที่เหมาะสมในการแยก As(III) และ As(V)

## 1.3 ขอบเขตการศึกษา

งานวิจัยนี้แบ่งขอบเขตการศึกษาออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่

- 1.3.1 การศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Mg/Al LDH) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ และนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปพิสูจน์โครงสร้างของสารด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction (XRD)
- 1.3.2 การศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก ได้แก่ ค่าความเป็นกรดเบส ชนิดของเกลือของโลหะ และเวลาในการตกตะกอนร่วม จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปพิสูจน์โครงสร้างของสารด้วยเทคนิค XRD และนำสารละลายส่วนน้ำจากการตกตะกอนร่วมมาตรวจวัดปริมาณอาร์เซนิกด้วยเทคนิค inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)
- 1.3.3 การทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกจากภาวะในการตกตะกอนร่วมที่เลือกในการศึกษาส่วนที่ 2 โดยตกตะกอนร่วมโลหะไดเวเลนต์และโลหะไตรเวเลนต์ กับสารละลายผสมอาร์เซเนตและอาร์เซไนต์แอนไอออน เกิดเป็นสารประกอบ LDH จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปพิสูจน์โครงสร้างของสารด้วยเทคนิค XRD และนำสารละลายส่วนน้ำจากการตกตะกอนร่วมมาตรวจวัดปริมาณอาร์เซนิกด้วยเทคนิค ICP-OES

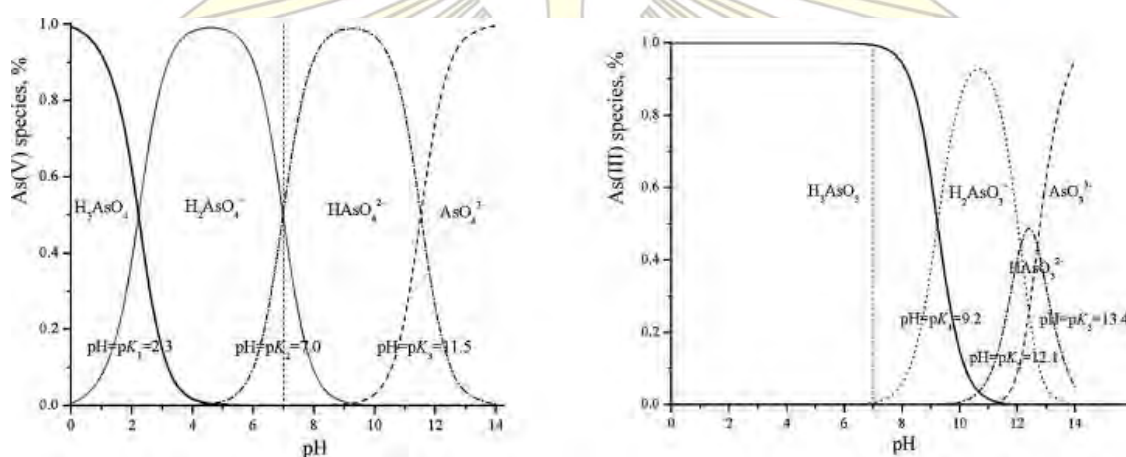
## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 นิสิตได้ความรู้ และพัฒนากระบวนการคิดอย่างเป็นระบบบนพื้นฐานทางวิทยาศาสตร์ มีความเข้าใจในขั้นตอน และ หลักการในการตกตะกอนร่วมเพื่อสังเคราะห์สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์
- 1.4.2 ภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกโดยวิธีการตกตะกอนร่วมเพื่อสังเคราะห์สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

## 1.5 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

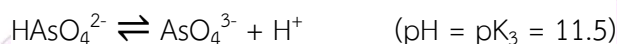
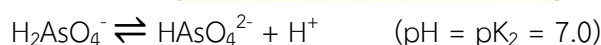
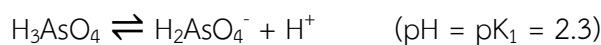
### 1.5.1 อาร์เซนิก

อาร์เซนิก (arsenic) หรือสารหนูเป็นธาตุกึ่งโลหะที่มีสัญลักษณ์ทางเคมี คือ As จัดอยู่ในอันดับที่ 33 ของตารางธาตุ มวลโมเลกุลเท่ากับ 74.921595 g/mol ความหนาแน่น 5.727 g/cm<sup>3</sup> [5] จุดระเหิดเท่ากับ 887 เคลวิน [11] อาร์เซนิกมีหลายรูปแบบตามธรรมชาติ อาจอยู่ในรูปไตรเวเลนดต์ (As(III)) หรือเพนตะเวเลนดต์ (As(V)) รูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกที่มักพบได้แก่ H<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup>, HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup> และ AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup> สำหรับ As(V) และ H<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>AsO<sub>3</sub><sup>-</sup>, HAsO<sub>3</sub><sup>2-</sup> และ AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup> สำหรับ As(III) โดยปริมาณของแต่ละรูปแบบขึ้นกับค่าความเป็นกรดเบสของสารละลาย [3] ดังรูปที่ 1

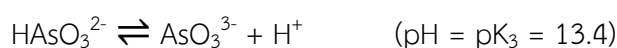
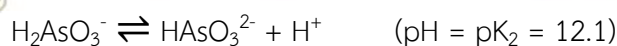
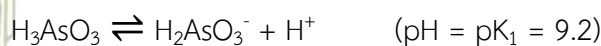


รูปที่ 1 ปริมาณการแตกตัวของ As(III) และ As(V) ที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ [3]

จากรูปที่ 1 สามารถพิจารณารูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกได้ดังนี้ As(V) จะอยู่ในรูปแอนไอออนที่ทุกค่าความเป็นกรดเบส โดยอยู่ในรูปของ H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup>, HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup> และ AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup> และมีการแตกตัวได้ 3 ครั้ง ดังนี้



ในขณะที่ As(III) จะเริ่มอยู่ในรูปของแอนไอออนตั้งแต่ที่ค่าความเป็นกรดเบสประมาณ 7 โดยอยู่ในรูปของ H<sub>2</sub>AsO<sub>3</sub><sup>-</sup>, HAsO<sub>3</sub><sup>2-</sup> และ AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup> และมีการแตกตัวได้ 3 ครั้งเช่นกัน ดังนี้





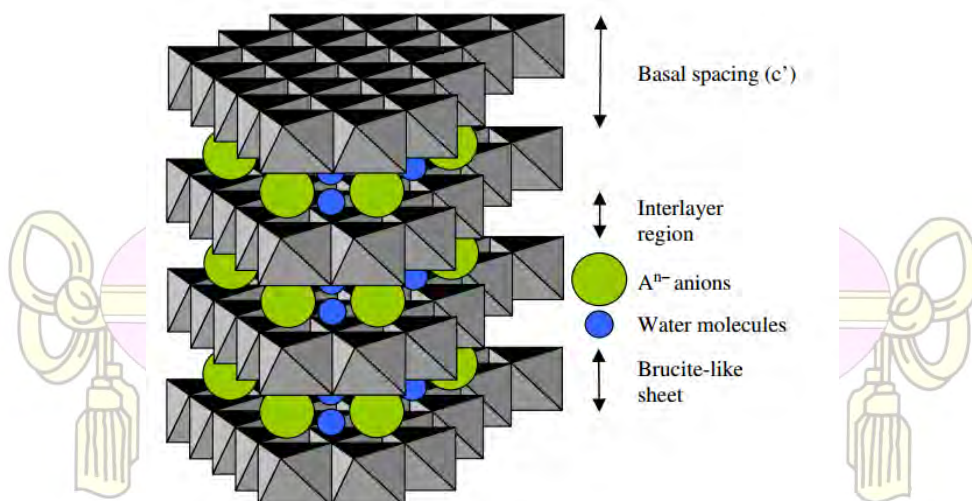
โดยในการศึกษาครั้งนี้ ผู้วิจัยสนใจศึกษาหาภาวะในการทดลองเพื่อแยก As(III) และ As(V) จึงใช้หลักการของการแตกตัวของอาร์เซนิกที่แต่ละค่าความเป็นกรดเบสมาพิจารณาในการหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกโดยใช้การตกตะกอนร่วมโลหะไดเวเลนต์ โลหะไตรเวเลนต์ และอาร์เซนิก เพื่อเกิดเป็นสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยอาร์เซเนตหรืออาร์เซไนต์แอนไอออน

### 1.5.2 สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Layered Double Hydroxides, LDH)

สารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์หรือสารประกอบแบบไฮโดรทัลไซต์ (hydrotalcite-like compounds) ถูกค้นพบครั้งแรกประมาณกลางคริสต์ศตวรรษที่ 19 ต่อมาในปี 1915 Manasse ค้นพบสูตรทั่วไปของไฮโดรทัลไซต์ คือ  $[Mg_6Al_2(OH)_{16}]CO_3 \cdot 4H_2O$  [12]

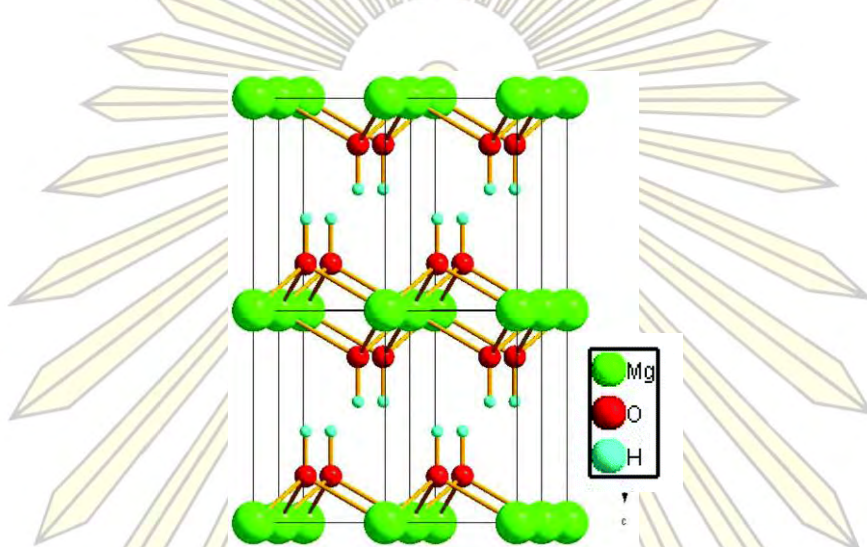
ในปี 1942 Feitknecht สังเคราะห์สารประกอบ LDH ในห้องปฏิบัติการครั้งแรก แต่ยังไม่สามารถหาโครงสร้างที่แน่ชัดได้ จนกระทั่ง Allmann และ Taylor ศึกษาโครงสร้างของสารประกอบนี้พบว่า สารประกอบ LDH ประกอบด้วยชั้นของประจุบวกซึ่งเป็นสารประกอบเชิงซ้อนไฮดรอกไซด์ของโลหะ (metal hydroxide layers) ที่แยกออกจากกันโดยมีประจุลบและโมเลกุลของน้ำแทรกอยู่ระหว่างชั้น โดยประจุบวกและประจุลบยึดเหนี่ยวกันด้วยแรงทางไฟฟ้า [12]

สูตรทั่วไปของสารประกอบ LDH คือ  $[M^{2+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)_2]^{x+}[A^{n-}]_{x/n} \cdot mH_2O$  เมื่อ  $M^{2+}$  และ  $M^{3+}$  คือ โลหะไดเวเลนต์และโลหะไตรเวเลนต์ตามลำดับ  $A^{n-}$  คือ แอนไอออนประจุ  $n^-$  ที่เข้ามาสอดแทรก และ  $x$  มีค่าอยู่ในช่วง 0 ถึง 0.33 [6, 7] โครงสร้างทั่วไปของสารประกอบ LDH แสดงดังรูปที่ 2



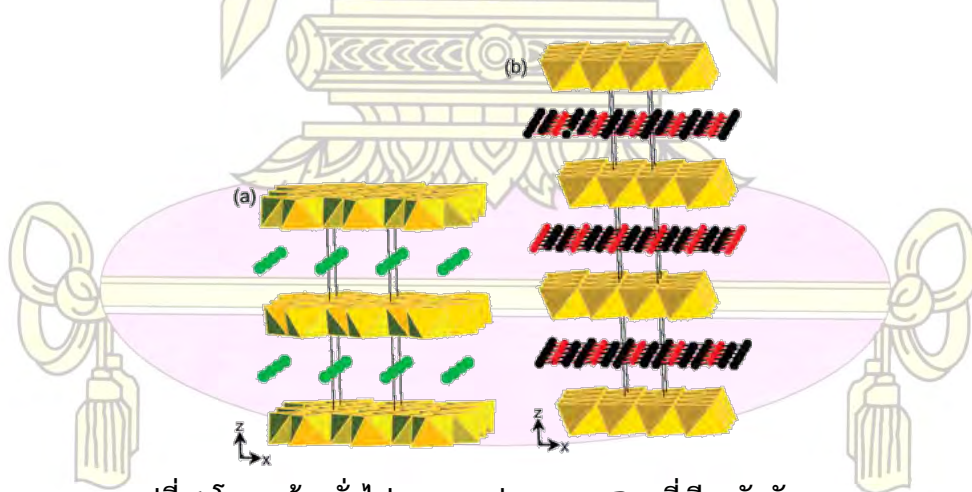
รูปที่ 2 โครงสร้างทั่วไปของสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ [13]

โครงสร้างของสารประกอบ LDH มีพื้นฐานโครงสร้างมาจากโครงสร้างของแร่บรูไซต์ (brucite,  $Mg(OH)_2$ ) ซึ่งจัดเรียงแบบโครงสร้างของ  $CdI_2$  โครงสร้างของแร่บรูไซต์นี้ประกอบด้วยโครงสร้างแบบออกตะฮีดรอลของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่เรียงต่อกันโดย edge sharing โดยใช้อะตอมของออกซิเจนของลิแกนด์ไฮดรอกไซด์ร่วมกัน [14] ดังรูปที่ 3 แต่ในสารประกอบ LDH มีทั้งโลหะไดวาเลนต์และไตรวาเลนต์ทำให้เกิดการแทนที่โลหะไดวาเลนต์ด้วยโลหะไตรวาเลนต์ในชั้นของสารเชิงซ้อนไฮดรอกไซด์ของโลหะของโครงสร้าง



รูปที่ 3 โครงสร้างของแร่บรูไซต์ [15]

โดยทั่วไปโครงสร้างของสารประกอบ LDH มี 2 รูปแบบ ได้แก่ แบบรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) และแบบเฮกซะโกนัล (hexagonal) [12] แสดงดังรูปที่ 4



รูปที่ 4 โครงสร้างทั่วไปของสารประกอบ LDH ที่เรียงตัวกันแบบ

(a) เฮกซะโกนัล (b) รอมโบฮีดรอล [12]



ในปัจจุบันมีการนำสารประกอบ LDH มาใช้ประโยชน์ในหลาย ๆ ด้าน เช่น ด้านตัวเร่งปฏิกิริยา (catalysis) ด้านเคมีแสง (photochemistry) ด้านเคมีไฟฟ้า (electrochemistry) ด้านอุตสาหกรรมยา (pharmaceutical) ด้านพอลิเมอร์ (polymer) ด้านสิ่งแวดล้อม (environmental) เป็นต้น [6-10] โดยสารประกอบ LDH มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนแอนไอออน เนื่องจากโครงสร้างของสารประกอบมีแอนไอออนสอดแทรกอยู่ระหว่างชั้นที่เป็นประจุบวก แต่ข้อเสียคือความไม่จำเพาะของแอนไอออนที่เข้ามาแลกเปลี่ยนในสารประกอบ LDH

ความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุจะขึ้นกับความแข็งแรงของแรงทางไฟฟ้าระหว่างชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH และประจุลบที่เข้ามาแลกเปลี่ยน โดยสามารถเรียงความแข็งแรงของการเข้าจับของแอนไอออนในสารประกอบ LDH ได้ดังนี้  $\text{CO}_3^{2-} > \text{SO}_4^{2-} > \text{OH}^- > \text{F}^- > \text{Cl}^- > \text{Br}^- > \text{NO}_3^- > \text{I}^-$  [7]

### 1.5.3 การวิเคราะห์หาธาตุในสารละลายโดยเทคนิค Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)

เทคนิค Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy [17] เป็นหนึ่งในเทคนิค Optical Emission Spectroscopy ที่ใช้วิเคราะห์หาธาตุในสารละลายได้หลายธาตุพร้อมกัน สามารถวิเคราะห์สารละลายได้ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative analysis) และเชิงปริมาณ (quantitative analysis)

หลักการของเทคนิค ICP-OES คือ การทำให้สารละลายที่นำมาวิเคราะห์แตกตัวออกเป็นละอองเล็ก ๆ โดยส่วนประกอบของเครื่อง คือ nebulizer ละอองเหล่านี้จะเคลื่อนที่เข้าไปในพลาสมา ซึ่งเป็นแก๊สที่มีอิเล็กตรอนอิสระและไอออนที่มีประจุบวก และยังมีอุณหภูมิสูงถึงประมาณ 10,000 K เมื่ออะตอมหรือไอออนได้รับการกระตุ้นจากพลาสมา อะตอมหรือไอออนนั้นจะปล่อยแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะตัวออกมา และถูกตรวจวัด ทำให้เทคนิค ICP-OES สามารถบอกได้ว่าสารละลายที่นำมาวิเคราะห์มีธาตุชนิดใดบ้าง นอกจากนั้นยังสามารถนำไปคำนวณความเข้มข้นของปริมาณธาตุในสารละลายได้อีกด้วย

การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเทคนิค ICP-OES จำเป็นต้องใช้สารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน (standard solution) เพื่อนำมาสร้างเส้นเทียบมาตรฐาน (calibration curve) ซึ่งเทคนิค ICP-OES มีช่วงความเข้มข้นในการสร้างเส้นเทียบมาตรฐานนี้กว้างมาก สามารถวิเคราะห์ความเข้มข้นได้ในช่วงต่ำกว่า ppb จนถึง ppm ได้



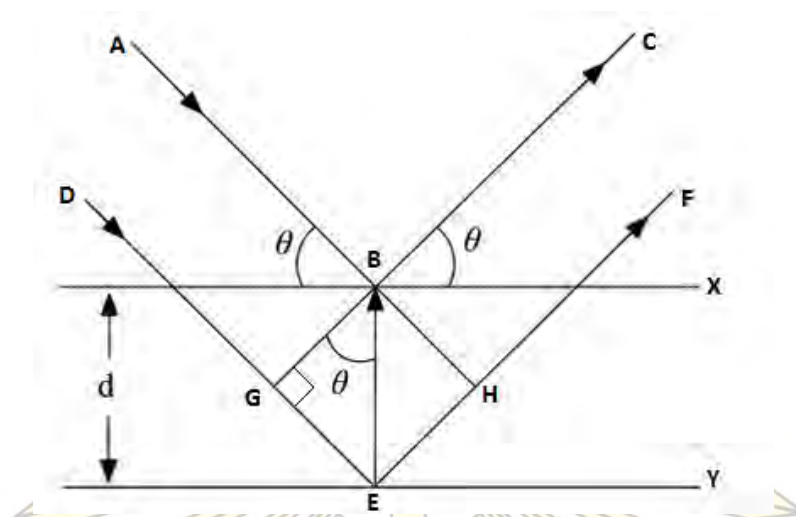
รูปที่ 5 เครื่องมือ ICP-OES [18]

#### 1.5.4 การวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray powder diffraction, XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [19] เป็นเทคนิคที่ใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างและขนาดของผลึก และการวิเคราะห์องค์ประกอบของสารเคมี โดยเทคนิคนี้ไม่ทำลายสารตัวอย่าง ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์อยู่ในช่วง  $0.01 - 10 \text{ \AA}$  เป็นช่วงความยาวคลื่นในช่วงเดียวกับขนาดของระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกในสสารแทบทุกชนิด การใช้เทคนิค XRD ศึกษาโครงสร้างผลึกซึ่งมีรูปแบบการเรียงตัวที่ซ้ำ ๆ กันนี้ ผลึกจะทำหน้าที่เสมือนเป็นเกรตติงให้กับรังสี-เอกซ์ที่ผ่านเข้าไป ผลการตรวจวัดจะปรากฏเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (diffraction pattern)

การพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้ จะอาศัยหลักการของ Bragg หรือ Bragg's law ที่กล่าวไว้ว่าเมื่อรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดี่ยวตกกระทบไปบนผลึกหรือโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวเป็นระนาบอย่างมีระเบียบ จะเกิดการสะท้อนบนระนาบ หากผลต่างของระยะเดินทางของรังสีเอกซ์มีค่าเท่ากับจำนวนเท่าของความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ จะเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็น diffraction pattern ดังนั้นสามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างผลึกได้ หากทราบความยาวคลื่นและมุมที่เกิดการเลี้ยวเบน ซึ่งคือสมการของ Bragg [20]





รูปที่ 6 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [20]

Bragg's Law

$$2d\sin\theta = n\lambda$$

เมื่อ  $n$  คือ เลขจำนวนเต็ม

$d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

$\theta$  คือ มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์บนระนาบ

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

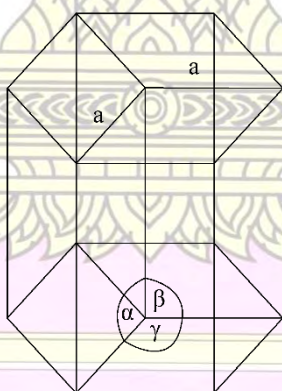
Diffraction pattern ที่เกิดขึ้นจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์กับความเข้มสัมพัทธ์ (Intensity) ของพีคของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดย diffraction pattern นี้จะเป็นลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละสารประกอบ เทคนิคนี้ใช้พิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยระบุว่าเป็นสารอะไรโดยเปรียบเทียบ diffraction pattern ที่ได้กับสารมาตรฐาน

อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้ยังมีข้อจำกัดอยู่จำนวนหนึ่ง เช่น ไม่สามารถจำแนกสารที่ไม่มีรูปร่างเป็นผลึกหรือเป็นสารอสัณฐาน (amorphous) ได้ หรือ หากองค์ประกอบที่มีอยู่ในของผสมมีในปริมาณที่ต่ำกว่า 5% โดยน้ำหนัก จะทำให้ไม่สามารถตรวจวัดโดยเทคนิคนี้ได้ เป็นต้น [19]



รูปที่ 7 เครื่องมือ XRD [21]

การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารประกอบ Mg/Al LDH สามารถใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ระบุว่าเป็นสารประกอบที่สังเคราะห์ได้นั้นเป็นสารประกอบ LDH หรือไม่ โดยจะพบพีคของระนาบของผลึกตามเอกสารอ้างอิง PDF#89-0460 ซึ่งมีระนาบที่สำคัญ ได้แก่ (003) (006) (012) (015) (110) และ (113) ซึ่งระนาบผลึกนี้เป็นชนิดเฮกซะโกนัล (hexagonal crystal) มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์  $a = b \neq c$  และ มุม  $\alpha = \beta = 90^\circ$  และ  $\gamma = 120^\circ$  ดังรูปที่ 8



รูปที่ 8 โครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนัล



## 1.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปัจจุบันมีการนำเคมีวิเคราะห์มาประยุกต์ใช้ในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกหลายวิธี โดยขั้นตอนในการแยกนั้นจะประกอบไปด้วย การเตรียมสารตัวอย่าง การแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก และการตรวจวัด [22] การแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกมีหลายวิธี เช่น การสกัดด้วยเฟสของแข็ง (solid phase extraction) การสกัดด้วยเฟสของเหลว (liquid-liquid extraction) เทคนิคไฮไดรด์เจเนอเรชัน (hydride generation) โครมาโทกราฟีของเหลว (liquid chromatography) โครมาโทกราฟีแบบแลกเปลี่ยนไอออน (ion-exchange chromatography) โครมาโทกราฟีของเหลววิกฤตยิ่งยวด (supercritical fluid chromatography) แคพิลลารีอิเล็กโทรโฟรีซิส (capillary electrophoresis) เป็นต้น [23, 24] อย่างไรก็ตามยังไม่เคยมีการรายงานที่สามารถนำสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์มาใช้ในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกได้

ในปี 2007 Seron และ Delorme [10] ศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเบสในการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH และกลไกในการเกิดสารประกอบ พบว่าค่าความเป็นกรดเบสที่สามารถสังเคราะห์สารประกอบ LDH ได้ คือ 10 – 13.2 โดยกลไกในการเกิดสารประกอบ Mg/Al LDH จะเริ่มเกิดจากอะลูมิเนียมก่อนที่อะตอมของอะลูมิเนียมจะถูกแทนที่โดยแมกนีเซียมในชั้นประจุมวกของสารประกอบ LDH

ประโยชน์ทางด้านสิ่งแวดล้อมของสารประกอบ LDH จะใช้ความสามารถในการแลกเปลี่ยนแอนไอออน และการดูดซับสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ที่ปนเปื้อนในน้ำเสียจากอุตสาหกรรม ตัวอย่างงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า สารประกอบ LDH สามารถแลกเปลี่ยนและดูดซับแอนไอออนได้หลายชนิด ไม่ว่าจะเป็นสารอนินทรีย์ เช่น โครเมต ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) ฟอสเฟต ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) ซัลเฟต ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) บอเรต ( $\text{BO}_3^{3-}$ ) ไนเตรต ( $\text{NO}_3^-$ ) อาร์เซนิต ( $\text{HAsO}_4^{2-}$ ,  $\text{AsO}_4^{3-}$ ) อาร์เซไนต์ ( $\text{H}_2\text{AsO}_3$ ) ฟลูออไรด์ (F) คลอไรด์ (Cl) โบรไมด์ (Br) ไอโอดีน (I) หรือสารอินทรีย์ เช่น เมทิลออเรนจ์ (methyl orange) ฟีนีลอะลานีน (phenylalanine) เป็นต้น [6-10, 12-16, 21] ซึ่งการสอดแทรกของแอนไอออนในช่องว่างระหว่างชั้นของสารประกอบ LDH ส่งผลให้ระยะห่างระหว่างชั้นของสารประกอบ LDH เกิดการเปลี่ยนแปลงไปตามขนาดของแอนไอออน

นอกจากการแลกเปลี่ยนแอนไอออนแล้ว สารประกอบ LDH ยังสามารถกำจัดแอนไอออนได้โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ซึ่งเป็นการกำจัดแอนไอออนจากสารละลายโดยตรงจากวิธีการสังเคราะห์สารประกอบ LDH การสังเคราะห์สารประกอบ LDH โดยวิธีการนี้ เป็นการตกตะกอนร่วมกันของสารละลายโลหะไดวาเลนต์และไตรวาเลนต์ กับสารละลายของแอนไอออนที่ต้องการกำจัด ตัวอย่างงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การตกตะกอนร่วมเพื่อเกิดสารประกอบ LDH นี้สามารถกำจัดแอนไอออนได้หลายชนิด เช่น โครเมต อาร์เซนิต ฟอสเฟต เป็นต้น [6,8,9]

ในปี 2009 Prasanna และ Kamath [9] ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ LDH เพื่อกำจัด โลหะ As(V) ออกจากสารละลายโดยวิธีการแลกเปลี่ยนแอนไอออน โดยใช้คูโลหะหลายชนิด ได้แก่ Mg/Al Zn/Al Zn/Cr Ni/Al และ Co/Al นอกจากนี้เขายังศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ LDH เพื่อกำจัด As(V) ออกจากสารละลายโดยวิธีการตกตะกอนร่วมด้วย พบว่าการตกตะกอนร่วมของคูโลหะ Mg/Al เท่านั้นที่สามารถตกตะกอนร่วมกับอาร์เซเนตได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบ LDH เพราะค่าการละลายของอาร์เซเนตจะขึ้นกับชนิดของโลหะที่ใช้ในการตกตะกอนร่วม หากเป็นโลหะอัลคาไลน์จะละลายได้ดี แต่หากเป็นโลหะอัลคาไลน์เอิร์ท หรือ โลหะทรานสิชันจะละลายได้ไม่ดี ส่งผลให้การสังเคราะห์สารประกอบ LDH ของโลหะอัลคาไลน์เอิร์ท และ โลหะทรานสิชันไม่ได้อัตโนมัติเป็นสารประกอบ LDH แต่ได้ผลิตภัณฑ์เป็นเกลืออาร์เซเนตของโลหะนั้น ๆ แทน

ในปี 2014 Jiang และคณะ [25] ศึกษาการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายโดยใช้สารประกอบ Mg/Fe-Cl LDH ในการแลกเปลี่ยนแอนไอออนกับอาร์เซไนต์ในสารละลาย พบว่าสามารถกำจัด As(III) ได้ โดยการกำจัด As(III) จะขึ้นกับแอนไอออนที่มาแข่งขันในการเข้าแย่งจับกับสารประกอบ LDH และความเข้มข้นของสารละลายอาร์เซไนต์

ต่อมาในปี 2015 Sansuk และคณะ [6] ศึกษาวิธีการกำจัดโครเมตออกจากสารละลายโดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วมเพื่อเกิดเป็นสารประกอบ LDH โลหะไดเวเลนต์และไตรเวเลนต์ที่ใช้ คือ แมกนีเซียมและอะลูมิเนียม แต่ไม่ได้มีการศึกษาเรื่องโครงสร้างของสารประกอบที่ได้มากนัก

และในปีเดียวกันนั้น Sommella และคณะ [8] ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ LDH ที่มีโลหะเป็นแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม แอนไอออนที่แทรกระหว่างชั้น คือ อาร์เซเนต (Mg/Al-AsO<sub>4</sub> LDH) โดยศึกษาปัจจัยที่เกี่ยวข้องในการตกตะกอนร่วม 3 ปัจจัย ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าความเป็นกรดเบส และเวลาในการตกตะกอนร่วม พบว่าความเป็นผลึกของ LDH จะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าความเป็นกรดเบสและเวลาเพิ่มขึ้น และความเข้มข้นของอาร์เซนิกลดลง ในทางตรงกันข้าม ความเป็นผลึกของ LDH จะลดลงเมื่อค่าความเป็นกรดเบสและเวลาลดลง และความเข้มข้นของอาร์เซนิกเพิ่มขึ้น นอกจากนี้อาร์เซเนตจะไปขัดขวางการเกิดสารประกอบ LDH ทำให้ความเป็นผลึกลดลง และการตกตะกอนร่วมดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการแยก As(V) ออกจากสารละลายได้ดีกว่าวิธีการใช้สารประกอบแมกนีเซียมอะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (Mg-Al LDH) เป็นตัวดูดซับ และเกิดการแลกเปลี่ยนประจุลบ

จากที่กล่าวมาทั้งหมด พบว่า การกำจัดอาร์เซนิกออกจากสารละลายโดยใช้สารประกอบ LDH นั้นทำได้ทั้งสองวิธีคือ การแลกเปลี่ยนแอนไอออน และการตกตะกอนร่วม เนื่องจากอาร์เซนิกที่พบในธรรมชาติอยู่ในรูป As(III) และ As(V) รูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกในน้ำจะอยู่ในรูปของออกซิแอนไอออน ซึ่ง As(III) และ As(V) จะมีโครงสร้างและรูปแบบของสารประกอบต่างกัน ทำให้ความสามารถในการถูกกำจัดต่างกันด้วย

## บทที่ 2

### การทดลอง

#### 2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

##### 2.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. Inductively Couple Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) model iCAP 6500 series (Thermo Fisher Scientific).
2. X-Ray Diffraction Rigaku, Dmax-2200 Ultima+
3. เครื่องเซนทรีฟิวจ์
4. เครื่องชั่ง
5. เตาอบ
6. pH meter
7. Hot plate

##### 2.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ปีกเกอร์
2. ขวดกำหนดปริมาตร
3. กรวยแก้ว
4. ซ้อนตักสาร
5. เข็มฉีดยา (syringe)
6. ที่กรองสารสำหรับเข็มฉีดยา (syringe filter) ขนาด 0.45 ไมครอน
7. ไมโครปิเปต
8. หลอดหยดสาร
9. ซ้อนตักสาร
10. แ่งแก้วคนสาร
11. ครกบดสาร
12. หลอดเซนทรีฟิวจ์ขนาด 50 mL



### 2.1.3 สารเคมี

ตารางที่ 1 รายการสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	ความบริสุทธิ์ (%)	บริษัทที่ผลิต
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	99.0-102.0	Loba Chemie
$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	99.0-102.0	Ajax Finechem
$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	98.0	Ajax Finechem
$AlCl_3 \cdot 6H_2O$	95.0-102.0	Ajax Finechem
$Na_2HAsO_4$	$\geq 98.0$	Sigma Aldrich
$NaAsO_2$	$\geq 90.0$	Sigma Aldrich
$Na_2CO_3$	100.1	Baker
NaOH	$\geq 99.0$	Merck
HCl	37.0-38.0	Merck
$HNO_3$	$\geq 65.0$	Merck

## 2.2 การทดลอง

### 2.2.1 การศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ

1. ปิเปตสารละลาย 0.02 M  $Na_2CO_3$  50 mL ลงในบีกเกอร์แล้วใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร จากนั้นนำ pH meter มาจุ่มในสารละลายเพื่อควบคุมและวัดค่าความเป็นกรดเบสตลอดการตกตะกอนร่วม ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้เท่ากับ 5 โดยใช้สารละลาย 1 M NaOH และสารละลาย 1 M  $HNO_3$
2. ปิเปตสารละลาย 0.6 M  $Mg(NO_3)_2$  และ 0.2 M  $Al(NO_3)_3$  มาอย่างละ 10 mL ลงในบีกเกอร์ จากนั้นจึงเริ่มหยดสารละลายผสมนี้ลงในสารละลาย 0.02 M  $Na_2CO_3$  ที่ปรับค่าความเป็นกรดเบสแล้ว และในระหว่างการทดลองให้ปรับค่าความเป็นกรดเบส ให้คงที่ตลอดเวลา
3. เมื่อหยดสารละลายผสมระหว่าง  $Mg(NO_3)_2$  และ  $Al(NO_3)_3$  จนครบให้กวนสารผสมทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (นับจากหยดสารละลายผสมหยดแรก)
4. นำสารผสมไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนโดยใช้ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 20 นาที แล้วล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สามารถ นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 วัน



5. บดตะกอนและนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยใช้เทคนิค XRD
6. ทำการทดลองซ้ำข้อ 1 – 5 แต่ปรับค่าความเป็นกรดเบสเป็น 6, 7, 9 และ 11 ตามลำดับ

## 2.2.2 การศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

### 2.2.2.1 ค่าความเป็นกรดเบส

1. ปิเปตสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  50 mL ลงในบีกเกอร์แล้วใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar) จากนั้นนำ pH meter มาจุ่มในสารละลายเพื่อควบคุมและวัดค่าความเป็นกรดเบสตลอดการตกตะกอนร่วม ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้เท่ากับ 7 โดยใช้สารละลาย 1 M NaOH และสารละลาย 1 M  $\text{HNO}_3$
2. ปิเปตสารละลาย 0.24 M  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  และ 0.08 M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  มาอย่างละ 10 mL ลงในบีกเกอร์ จากนั้นจึงเริ่มหยดสารละลายผสมนี้ลงในสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  ที่ปรับค่าความเป็นกรดเบสแล้ว และในระหว่างการทดลองให้ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้คงที่ตลอดเวลา
3. เมื่อหยดสารละลายผสมระหว่าง  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  และ  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  จนครบให้กวนสารผสมทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (นับจากหยดสารละลายผสมหยดแรก)
4. นำสารผสมไปปั่นเหวี่ยงตะกอนโดยใช้ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 20 นาที

#### ส่วนตะกอน

ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สามครั้ง นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 วัน บดตะกอนและนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยใช้เทคนิค XRD

#### ส่วนน้ำ

กรองด้วย syringe filter ขนาด 0.45  $\mu\text{m}$  หยดกรด  $\text{HNO}_3$  เข้มข้น 1 หยด จากนั้นนำไปหาปริมาณของอาร์เซนิกในสารละลายหลังการตกตะกอนร่วมด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับสารละลายก่อนการตกตะกอนร่วม

5. ทำการทดลองข้อที่ 1 – 4 โดยปรับค่าความเป็นกรดเบสเป็น 9 และ 11 ตามลำดับ
6. ทำการทดลองข้อที่ 1 – 5 โดยเปลี่ยนสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  เป็นสารละลาย 0.0008 M  $\text{NaH}_2\text{AsO}_3$



### 2.2.2.2 ชนิดของเกลือของโลหะ

1. ปิเปตสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  50 mL ลงในบีกเกอร์แล้วใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร จากนั้นนำ pH meter จุ่มในสารละลายเพื่อควบคุมและวัดค่าความเป็นกรดเบสตลอดการ ตกตะกอนร่วม ปรับค่าความเป็นกรดเบส ให้เท่ากับ 7 โดยใช้สารละลาย 1 M NaOH และ สารละลาย 1 M  $\text{HNO}_3$
2. ปิเปตสารละลาย 0.24 M  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  และ 0.08 M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  มาอย่างละ 10 mL ลงในบีกเกอร์ จากนั้นจึงเริ่มหยดสารละลายผสมนี้ลงในสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  ที่ปรับค่าความเป็นกรดเบสแล้ว และในระหว่างการทดลองให้ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้คงที่ตลอดเวลา
3. เมื่อหยดสารละลายผสมระหว่าง  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  และ  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  จนครบให้กวนสารผสมทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (นับจากหยดสารละลายหยดแรก)
4. นำสารผสมไปปั่นเหวี่ยงตะกอนโดยใช้ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 20 นาที

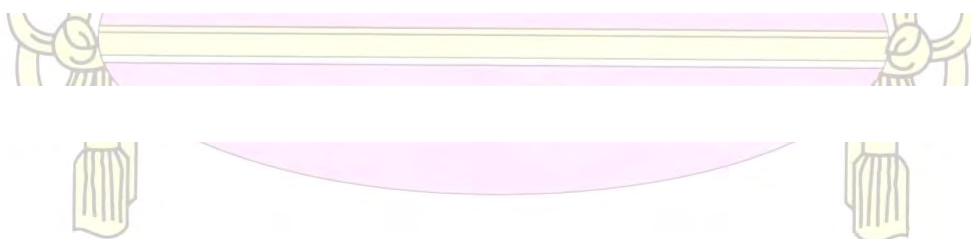
#### ส่วนตะกอน

ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สามครั้ง นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 วัน บดตะกอนโดยและนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยใช้เทคนิค XRD

#### ส่วนน้ำ

กรองด้วย syringe filter ขนาด 0.45  $\mu\text{m}$  หยดกรด  $\text{HNO}_3$  เข้มข้น 1 หยด จากนั้นนำไปหาปริมาณของอาร์เซนิกในสารละลายหลังการตกตะกอนร่วมด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับสารละลายก่อนการตกตะกอนร่วม

5. ทำซ้ำการทดลองข้อที่ 1 – 4 แต่ปรับ ค่าความเป็นกรดเบสเป็น 9 และ 11 ตามลำดับ
6. ทำซ้ำการทดลองข้อที่ 1 – 5 แต่เปลี่ยนสารละลาย 0.24 M  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  และ 0.08 M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  เป็นสารละลาย 0.24 M  $\text{MgCl}_2$  และ 0.08 M  $\text{AlCl}_3$  และปรับค่าความเป็นกรดเบสโดยใช้สารละลาย 1 M HCl และ 1 M NaOH
7. ทำการทดลองข้อที่ 1 – 6 โดยเปลี่ยนสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  เป็นสารละลาย 0.0008 M  $\text{NaH}_2\text{AsO}_3$



### 2.2.2.3 เวลา

1. ปิเปตสารละลาย 0.0008 M  $\text{NaH}_2\text{AsO}_3$  50 mL ลงในบีกเกอร์แล้วใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร จากนั้นนำ pH meter มาจุ่มในสารละลายเพื่อควบคุมและวัดค่าความเป็นกรดเบสตลอดการตกตะกอนร่วม และปรับค่าความเป็นกรดเบสให้เท่ากับ 7 โดยใช้สารละลาย 1 M NaOH และสารละลาย 1 M HCl
2. ปิเปตสารละลาย 0.24 M  $\text{MgCl}_2$  และ 0.08 M  $\text{AlCl}_3$  มาอย่างละ 10 mL ลงในบีกเกอร์ จากนั้นจึงเริ่มหยดสารละลายผสมนี้ลงในสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  ที่ปรับค่าความเป็นกรดเบสแล้ว และในระหว่างการทดลองให้ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้คงที่ตลอดเวลา
3. เมื่อหยดสารละลายผสมระหว่าง  $\text{MgCl}_2$  และ  $\text{AlCl}_3$  จนครบให้กวนสารผสมทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที (นับจากหยดสารละลายผสมหยดแรก)
4. นำสารผสมไปปั่นเหวี่ยงตะกอนโดยใช้ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 20 นาที

#### ส่วนตะกอน

ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สามครั้ง นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 วัน บดตะกอนและนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยใช้เทคนิค XRD

#### ส่วนน้ำ

กรองด้วย syringe filter ขนาด 0.45  $\mu\text{m}$  หยดกรด HCl เข้มข้น 1 หยด จากนั้นนำไปหาปริมาณของอาร์เซนิกในสารละลายหลังการตกตะกอนร่วมด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับสารละลายก่อนการตกตะกอนร่วม

5. ทำซ้ำการทดลองข้อที่ 1 – 4 แต่ปรับ ค่าความเป็นกรดเบส เป็น 9 และ 11 ตามลำดับ

### 2.2.3 การทดลองเพื่อทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

1. ปิเปตสารละลาย 0.0008 M  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  25 mL และ สารละลาย 0.0008 M  $\text{NaH}_2\text{AsO}_3$  25 mL ลงในบีกเกอร์แล้วใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar) จากนั้นนำ pH meter จุ่มในสารละลายเพื่อควบคุมและวัดค่าความเป็นกรดเบสตลอดการตกตะกอนร่วม ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้เท่ากับ 7 โดยใช้สารละลาย 1 M NaOH และสารละลาย 1 M HCl
2. ปิเปตสารละลาย 0.24 M  $\text{MgCl}_2$  และ 0.08 M  $\text{AlCl}_3$  มาอย่างละ 10 mL ลงในบีกเกอร์ จากนั้นจึงเริ่มหยดสารละลายผสมนี้ลงในสารละลายผสม  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$  และ  $\text{NaH}_2\text{AsO}_3$  ที่ปรับค่าความเป็นกรดเบสแล้ว และในระหว่างการทดลองให้ปรับค่าความเป็นกรดเบสให้คงที่ตลอดเวลา
3. เมื่อหยดสารละลายผสมระหว่าง  $\text{MgCl}_2$  และ  $\text{AlCl}_3$  จนครบให้กวนสารผสมทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (นับจากหยดสารละลายผสมหยดแรก)

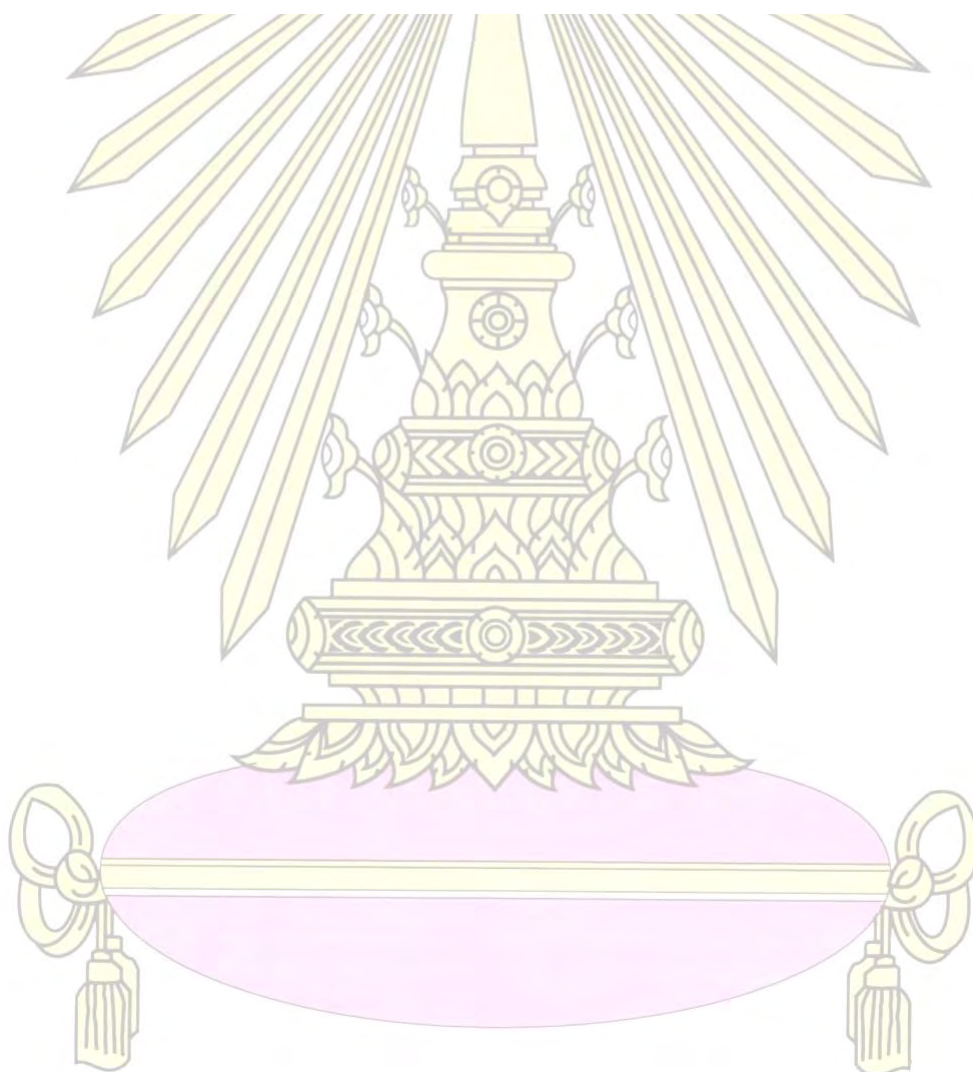


4. นำสารผสมไปปั่นเหวี่ยงตะกอนโดยใช้ความเร็ว 3000 rpm เป็นเวลา 20 นาที  
ส่วนตะกอน

ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI สามครั้ง นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 วันหรือจนตะกอนแห้ง บดตะกอนโดยใช้ครกบดสารและนำไปพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารโดยใช้เทคนิค XRD

ส่วนน้ำ

กรองด้วย syringe filter ขนาด 0.45  $\mu\text{m}$  หยดกรด HCl เข้มข้น 1 หยด จากนั้นนำไปหาปริมาณของอาร์เซนิกในสารละลายหลังการตกตะกอนร่วมด้วยเทคนิค ICP-OES เทียบกับสารละลายก่อนการตกตะกอนร่วม



### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

#### 3.1 การศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ

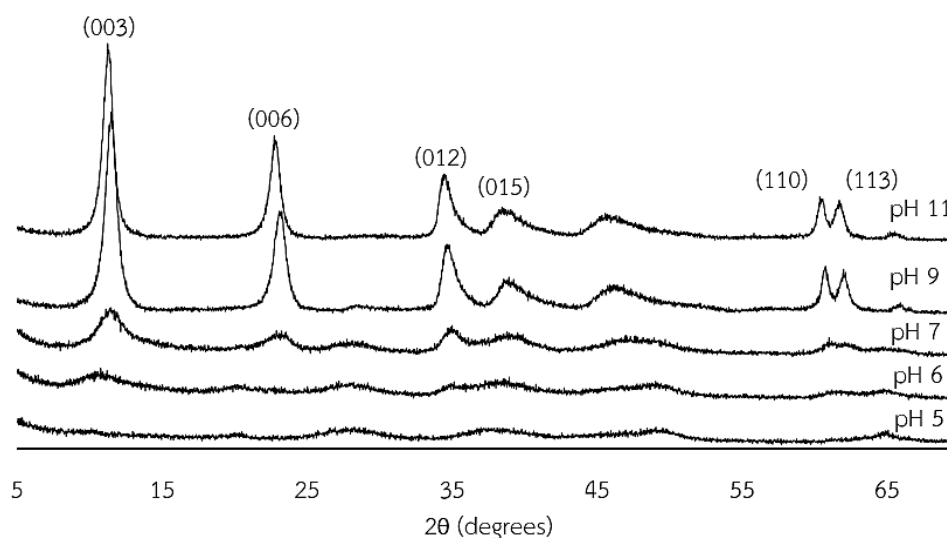
การสังเคราะห์สารประกอบ LDH โดยพิจารณาชนิดของคูโลหะที่สามารถเกิดเป็นสารประกอบ LDH ได้ที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ เริ่มต้นศึกษาบนพื้นฐานของงานวิจัยของ Prasanna และ Kamath ที่รายงานว่าคูโลหะแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมเท่านั้นที่สามารถตกตะกอนร่วมกับอาร์เซนเตแอนไอออนได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบ LDH [9] ผู้วิจัยจึงเลือกศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al-CO<sub>3</sub> LDH โดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 5, 6, 7, 9 และ 11 โดยมีอัตราส่วนของแมกนีเซียมต่ออะลูมิเนียมเท่ากับ 3:1

การสังเคราะห์ Mg/Al-CO<sub>3</sub> LDH ทำได้โดยหยดสารละลายผสมของโลหะแมกนีเซียมและอะลูมิเนียม (ในการทดลองนี้ใช้ Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> และ Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) ลงไปในสารละลาย Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> และควบคุมค่าความเป็นกรดเบสให้คงที่ตลอดการตกตะกอนร่วมด้วยสารละลาย NaOH และ HNO<sub>3</sub>

จากการสังเคราะห์พบว่าตะกอนของสารที่สังเคราะห์ได้เกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว มีลักษณะเป็นสีขาวกระจายอยู่ทั่วสารผสม เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบโดยเทคนิค XRD จาก diffraction pattern พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้ที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7, 9 และ 11 เป็นสารประกอบ LDH โดยมีระนาบที่สำคัญปรากฏอยู่ 6 ระนาบ ได้แก่ (003) (006) (012) (015) (110) และ (113) ซึ่ง diffraction pattern ที่ได้เป็นไปตามงานวิจัยของ Wang และคณะ [27] ส่วนสารประกอบที่สังเคราะห์ได้ที่ค่าความเป็นกรดเบส 5 และ 6 มีลักษณะเป็นอสัณฐาน (amorphous) ดังรูปที่ 9 จึงสรุปได้ว่า สามารถสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH ได้ที่ค่าความเป็นกรดเบสตั้งแต่ 7 ขึ้นไป และที่ค่าความเป็นกรดเบสต่ำกว่า 7 จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นอสัณฐาน เนื่องจากปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออนไม่มากพอที่จะเกิดเป็นสารประกอบเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ได้

ระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) เป็นระยะห่างที่รวมชั้นของ metal hydroxides 1 ชั้น และระยะห่างระหว่างชั้นของประจุบวก ซึ่งเป็นที่อยู่ของแอนไอออนที่เข้ามาจับกับชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ระยะห่างระหว่างระนาบ (003) นี้แสดงดังรูปที่ 2 โดยเรียกว่า basal spacing

จาก diffraction pattern ดังรูปที่ 9 สามารถคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) ของสารประกอบ Mg/Al-CO<sub>3</sub> LDH ที่สังเคราะห์ได้ดังนี้ ที่ค่าความเป็นกรดเบส 7, 9 และ 11 มีค่าเท่ากับ 7.7029 Å, 7.7014 Å และ 7.8655 Å ตามลำดับ



รูปที่ 9 diffraction pattern ของสารประกอบ Mg/Al-CO<sub>3</sub> LDH

### 3.2 การศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

#### 3.2.1 ค่าความเป็นกรดเบส

การสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al-As(III) LDH และ Mg/Al-As(V) LDH ทำได้โดยหยดสารละลายผสมของโลหะแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมลงในสารละลาย Na<sub>2</sub>HAsO<sub>4</sub> หรือ NaH<sub>2</sub>AsO<sub>3</sub> และควบคุมค่าความเป็นกรดเบสให้คงที่ตลอดการตกตะกอนร่วม จากนั้นนำสารละลายส่วนน้ำที่ได้จากการตกตะกอนร่วมไปตรวจวัดปริมาณอาร์เซนิกด้วยเทคนิค ICP-OES และคำนวณ %Removal (%RV) ดังสมการ

$$\%RV = \frac{\text{ปริมาณ As ก่อนการตกตะกอนร่วม} - \text{ปริมาณ As หลังการตกตะกอนร่วม}}{\text{ปริมาณ As ก่อนการตกตะกอนร่วม}} \times 100$$

ตารางที่ 2 ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ

pH	ความเข้มข้น As(III) ก่อนการ	ความเข้มข้น As(III) หลังการ	%RV
	ตกตะกอนร่วม (mg/L)	ตกตะกอนร่วม (mg/L)	
7	22.68	7.62	66.4
9	22.68	0.00	100
11	22.68	9.38	58.6



ตารางที่ 3 ประสิทธิภาพการกำจัด As(V) ออกจากสารละลายที่ค่าความเป็นกรดเบสต่าง ๆ

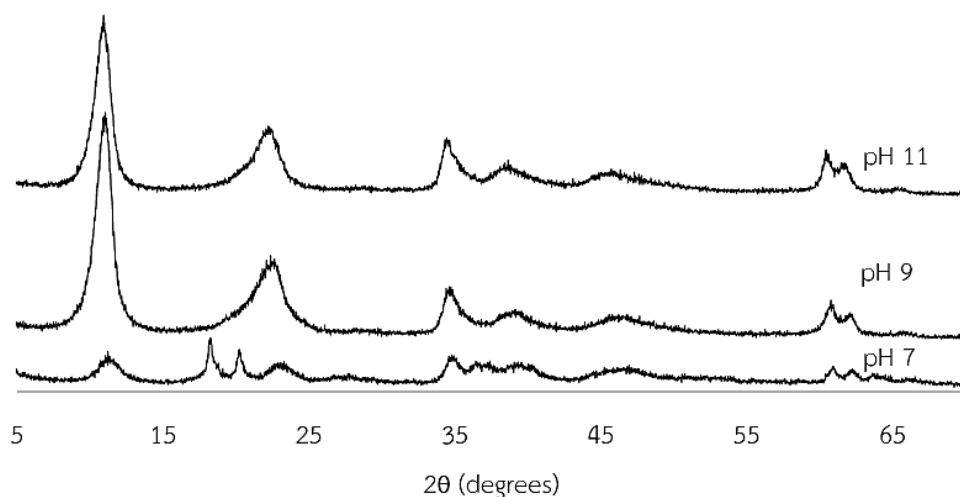
pH	ความเข้มข้น As(V) ก่อนการตกตะกอนร่วม (mg/L)	ความเข้มข้น As(V) หลังการตกตะกอนร่วม (mg/L)	%RV
7	28.32	0.00	100
9	28.32	0.00	100
11	28.32	0.00	100

จากผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 2 และ 3 พบว่า ความเป็นกรดเบสมีผลต่อการกำจัด As(III) และ As(V) ออกจากสารละลายต่างกัน สำหรับ As(V) พบว่า ที่ค่าความเป็นกรดเบส 7, 9 และ 11 ซึ่งเป็นค่าความเป็นกรดเบสที่ As(V) อยู่ในรูปแอนไอออน ทำให้ As(V) สามารถเข้าจับกับชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ได้ทั้งหมด ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองที่ได้ %RV เท่ากับ 100%

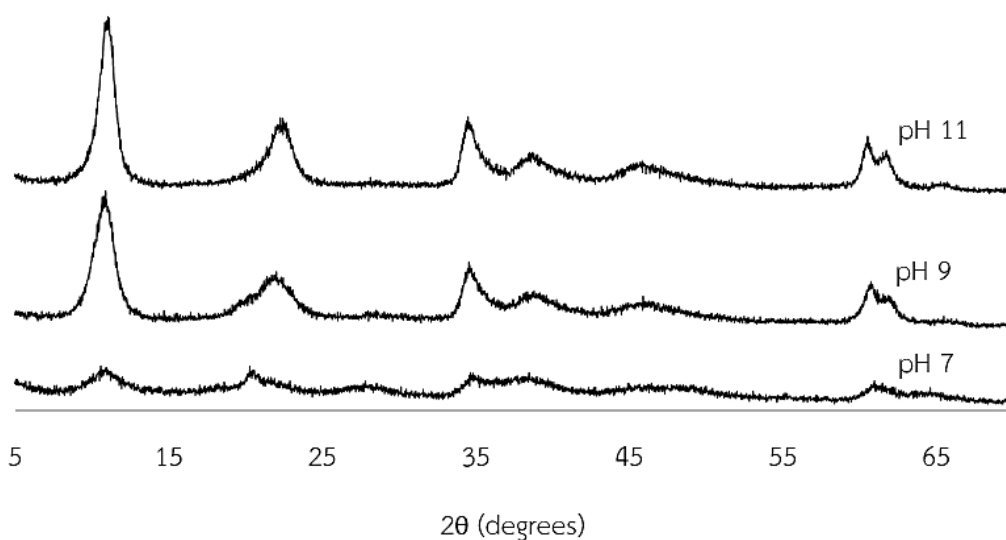
สำหรับ As(III) พบว่า ที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 ซึ่งเป็นค่าความเป็นกรดเบส ที่ As(III) ส่วนใหญ่อยู่ในรูปไม่มีประจุ ซึ่งหากเป็นไปตามสมมติฐานจะพบว่า %RV ควรมีค่าต่ำ แต่จากผลการทดลองพบว่า %RV เท่ากับ 66.4 % มีสาเหตุมาจากสมดุลเคมีเปลี่ยนไปตามกฎของเลอชาเตลิเอ จากสมการการแตกตัวครั้งแรกของ As(III):  $\text{H}_3\text{AsO}_3 \rightleftharpoons \text{H}_2\text{AsO}_3^- + \text{H}^+$  เมื่อเกิดสารประกอบ LDH ในสารละลายจะทำให้ปริมาณของ  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$  ลดลงเนื่องจาก  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$  ซึ่งเป็นแอนไอออนนี้จะเข้าไปจับกับชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ส่งผลให้สมดุลต้องเลื่อนไปทางขวา  $\text{H}_3\text{AsO}_3$  ซึ่งอยู่ในรูปไม่มีประจุจะเปลี่ยนรูปเป็น  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$  ซึ่งเป็นแอนไอออนและสามารถเข้าไปจับกับชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ได้ ส่งผลให้ %RV เพิ่มขึ้น

ในขณะที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 9 จะพบ As(III) ในรูปแบบ  $\text{H}_3\text{AsO}_3$  และ  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$  อย่างละประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากเป็นค่าความเป็นกรดเบสที่เป็นการแตกตัวครั้งแรกของ As(III) แต่จากผลการทดลองพบว่า %RV เท่ากับ 100 % ซึ่งอธิบายได้ด้วยเหตุผลเดียวกับที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 และเมื่อพิจารณาที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 11 ซึ่งเป็นค่าความเป็นกรดเบสที่ As(III) ส่วนใหญ่อยู่ในรูปแอนไอออน หากเป็นไปตามสมมติฐานจะพบว่า %RV ควรมีค่าสูง แต่จากผลการทดลองพบว่าได้ %RV เท่ากับ 58.6% เป็นผลมาจากปริมาณ  $\text{OH}^-$  ในสารละลายมีมากทำให้  $\text{OH}^-$  ไปแย่งจับกับชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ซึ่งเป็นการแข่งขันกับอาร์เซนิตแอนไอออน

จากการทดลองนี้จึงสรุปได้ว่าค่าความเป็นกรดเบสที่เหมาะสมในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก โดยดูดซับ As(V) ได้ดี แต่ดูดซับ As(III) ได้น้อยที่สุด ได้แก่ ที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 นอกจากนี้ยังตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่ได้โดยเทคนิค XRD ได้ผลดังรูปที่ 10 และ 11



รูปที่ 10 diffraction pattern ของสารประกอบ Mg/Al-AsO<sub>3</sub> LDH ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 11 diffraction pattern ของสารประกอบ Mg/Al-AsO<sub>4</sub> LDH ที่สังเคราะห์ได้

จาก diffraction pattern ดังรูปที่ 10 และ 11 สามารถคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) ได้ดังนี้ สำหรับสารประกอบ Mg/Al-As(III) LDH มีระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) ที่ค่าความเป็นกรดเบส 7, 9 และ 11 เท่ากับ 7.8098 Å, 7.9787 Å และ 8.0946 Å ตามลำดับ และสำหรับสารประกอบ Mg/Al-As(V) LDH มีระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) ที่ค่าความเป็นกรดเบส 7, 9 และ 11 เท่ากับ 8.1829 Å, 8.0945 Å และ 8.0653 Å ตามลำดับ สังเกตได้ว่าค่าระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) ของสารประกอบ LDH ที่ได้จากการตกตะกอนร่วมกับอาร์เซเนตหรืออาร์เซไนต์แอนไอออนจะมีค่ามากกว่า LDH ที่ตกตะกอนร่วมกับคาร์บอเนตแอนไอออน เนื่องจากอาร์เซเนตและอาร์เซไนต์แอนไอออนมีขนาดใหญ่กว่าคาร์บอเนตแอนไอออน (รัศมีไอออน:

$\text{CO}_3^{2-} = 0.189 \text{ nm}$   $\text{AsO}_2^- = 0.211 \text{ nm}$  และ  $\text{AsO}_4^{2-} = 0.248 \text{ nm}$  [13] ) ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบที่ระนาบ (003) มีขนาดกว้างกว่า

### 3.2.2 ชนิดของเกลือของโลหะ

ใช้วิธีการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al-As(III) LDH และ Mg/Al-As(V) LDH โดยวิธีการตกตะกอนร่วมเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1 ที่ค่าความเป็นกรดเบส 7, 9 และ 11 ตามลำดับ โดยใช้เกลือของโลหะต่างชนิดกัน ในการทดลองนี้ใช้เกลือคลอไรด์ของโลหะเปรียบเทียบกับเกลือไนเตรตของโลหะ จากนั้นนำสารละลายส่วนน้ำที่ได้จากการตกตะกอนร่วมไปตรวจวัดปริมาณอาร์เซนิกด้วยเทคนิค ICP-OES และคำนวณ %Removal (%RV)

ตารางที่ 4 ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายเมื่อใช้เกลือไนเตรตและเกลือคลอไรด์ของโลหะ

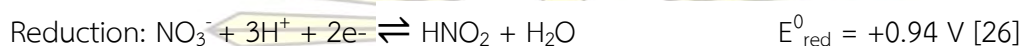
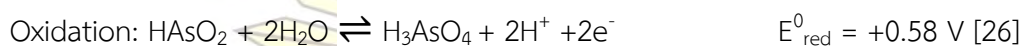
pH	%RV	
	เกลือไนเตรต	เกลือคลอไรด์
7	66.4	55.2
9	100	99.6
11	58.6	71.5

ตารางที่ 5 ประสิทธิภาพการกำจัด As(V) ออกจากสารละลายเมื่อใช้เกลือไนเตรตและเกลือคลอไรด์ของโลหะ

pH	%RV	
	เกลือไนเตรต	เกลือคลอไรด์
7	100	100
9	100	100
11	100	100



จากผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4 และ 5 พบว่า การกำจัด As(III) ออกจากสารละลาย ที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 และใช้เกลือไนเตรต มี %RV เท่ากับ 66.4 แต่เมื่อใช้เกลือคลอไรด์ %RV เท่ากับ 55.2 จึงสรุปได้ว่าชนิดของเกลือมีผลต่อการแยก As(III) ออกจากสารละลาย ทั้งนี้สาเหตุที่เกลือไนเตรตส่งผลให้สามารถดูดซับ As(III) ได้มากกว่าเดิม อาจเนื่องมาจากไนเตรตสามารถออกซิไดส์ As(III) เป็น As(V) ดังสมการ



เมื่อ As(III) ถูกออกซิไดส์กลายเป็น As(V) ซึ่งมีรูปแบบเป็นแอนไอออนที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 จึงตกตะกอนร่วมเป็น LDH ได้มากขึ้น ส่งผลให้ไม่สามารถแยก As(III) และ As(V) ออกจากกันได้ ในกรณีของ As(V) ชนิดของเกลือของโลหะไม่มีผลต่อการกำจัด As(V) เนื่องจาก As(V) ไม่สามารถถูกออกซิไดส์ได้อีกต่อไปแล้ว จึงสรุปได้ว่าเกลือคลอไรด์ของโลหะเป็นชนิดของเกลือของโลหะที่เหมาะสม การทดลองต่อไปจึงใช้เกลือคลอไรด์ของโลหะ

### 3.2.3 เวลา

เนื่องจากในการทดลองที่ 3.2.1 พบว่าที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 ซึ่งควรเป็นภาวะที่สามารถดูดซับ As(III) ได้น้อย แต่จากผลการทดลองพบว่า ได้ %RV เท่ากับ 55.2 ซึ่งมีค่ามาก ต่อมาจึงทำการทดลองโดยการลดเวลาเพื่อดูว่าการดูดซับอาร์เซนิกแตกต่างกันหรือไม่

ใช้วิธีการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al-As(III) และ Mg/Al-As(V) โดยวิธีการตกตะกอนร่วมเหมือนการทดลองที่ 3.2.1 ที่ค่าความเป็นกรดเบส 7, 9 และ 11 ตามลำดับ ในการทดลองนี้ใช้เกลือของโลหะชนิดเดียวกันคือเกลือคลอไรด์มาเปรียบเทียบผลของเวลาของการกำจัด As(III) ออกจากสารละลาย โดยทำการทดลองที่เวลา 5 นาทีเปรียบเทียบกับเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำสารละลายส่วนน้ำที่ได้จากการตกตะกอนร่วมไปตรวจวัดปริมาณอาร์เซนิกด้วยเทคนิค ICP-OES และคำนวณ %Removal (%RV) ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) ออกจากสารละลายที่เวลา 1 ชั่วโมง และ 5 นาที

pH	%RV ที่เวลา	
	1 ชั่วโมง	5 นาที
7	55.2	75.7
9	99.6	90.8
11	71.5	66.2

จากการทดลองพบว่า %RV ของการกำจัด As(III) ที่เวลา 5 นาที และ 1 ชั่วโมง ไม่มีแนวโน้มที่ชัดเจน อาจเนื่องมาจากเวลาที่ใช้ในการตกตะกอนร่วมเร็วเกินไป เนื่องจากต้องผสมสารตั้งต้นเข้าด้วยกันในอัตราที่เร็วขึ้น ทำให้การแพร่ของสารตั้งต้นไม่เป็นเนื้อเดียวกันตลอดภาชนะ ผู้วิจัยจึงเลือกเวลา 1 ชั่วโมงในการทดลองเนื่องจากสามารถควบคุมภาวะในการทดลองได้

### 3.3 การทดลองเพื่อทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

ภาวะในการทดลองที่ใช้คือ ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 ใช้เกลือคลอไรด์ของโลหะ และเวลาในการตกตะกอนร่วมเท่ากับ 1 ชั่วโมง โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วมแมกนีเซียม อะลูมิเนียม และสารละลายผสมของ As(III) และ As(V) โดยให้จำนวนโมลรวมสุดท้ายเท่ากับการทดลองที่ 3.2 จากนั้นนำสารละลายส่วนน้ำที่ได้จากการตกตะกอนร่วมไปตรวจวัดปริมาณอาร์เซนิกด้วยเทคนิค ICP-OES และคำนวณ %Removal (%RV) ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 7

ตารางที่ 7 ประสิทธิภาพการกำจัด As(III) และ As(V) ออกจากสารละลายที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7

ครั้งที่	ความเข้มข้นรวม As ก่อนการตกตะกอนร่วม (mg/L)	ความเข้มข้น As หลังการตกตะกอนร่วม (mg/L)	%RV
1	25.55	2.91	88.6
2	25.55	3.97	84.5
3	25.55	4.17	83.7
เฉลี่ย	25.55	3.68	85.6

จากผลการทดลองพบว่าได้ %RV เฉลี่ยเท่ากับ 85.6 โดยมี %RSD เท่ากับ 3.06 และจากผลการทดลองในตอนๆที่ 3.2.2 สามารถคำนวณประสิทธิภาพการกำจัด As(III) และ As(V) ออกจากสารละลายได้ดังนี้  $\%RV_{As(III) + As(V)} = (\%RV_{As(III)} + \%RV_{As(V)})/2 = (100+55.2)/2 = 77.6\%$

เมื่อนำค่าที่ได้จากการคำนวณมาเปรียบเทียบกับค่าที่ได้จากการทดลอง พบว่า %RV ที่ได้จากการทดลองมีค่ามากกว่าการคำนวณเล็กน้อย อาจมีสาเหตุมาจากพื้นที่ในการดูดซับของ As(III) มากขึ้น เนื่องจากปริมาณของโลหะตั้งต้นในการเตรียม LDH มีค่าเป็นสิบเท่าของ As(III) + As(V) ในขณะที่ As(V) ตกตะกอนร่วมกับ LDH ได้ 100% ทำให้ As(III) มีโอกาสตกตะกอนกับปริมาณของโลหะที่เหลืออยู่ในสัดส่วนที่มากกว่าสิบเท่าของ As(III) ในขณะที่การทดลองที่ 3.2.2 ทำการทดลองหาค่า %RV ของ As(III) โดยให้ปริมาณโลหะเป็นสิบเท่าของ As(III)





## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลอง

#### 4.1 สรุปผลการทดลอง

การทดลองในส่วนที่หนึ่งเป็นการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH โดยตกตะกอนร่วมแมกนีเซียม อะลูมิเนียม และคาร์บอนेट ที่ค่าความเป็นกรดเบส 5, 6, 7, 9 และ 11 และตรวจสอบโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) พบว่า ช่วงความเป็นกรดเบสที่สามารถสังเคราะห์สารประกอบ Mg/Al LDH ได้ คือที่ค่าความเป็นกรดเบสมากกว่าหรือเท่ากับ 7 และที่ค่าความเป็นกรดเบสต่ำกว่า 7 จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นอสัณฐาน

การทดลองส่วนที่สองเป็นการหาภาวะที่เหมาะสมในการแยก As(III) และ As(V) โดยพิจารณาจากความสามารถในการดูดซับอาร์เซนิกแต่ละชนิด พบว่าภาวะที่เหมาะสมโดยดูดซับ As(V) ได้ดี แต่ดูดซับ As(III) ได้น้อยที่สุด ได้แก่ ที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 ใช้เกลือคลอไรด์ของโลหะ และเวลาในการตกตะกอนร่วมเท่ากับ 1 ชั่วโมง

เมื่อทดสอบภาวะในการทดลองเพื่อแยก As(III) และ As(V) พบว่าผลที่ได้จากการทดลองไม่แตกต่างจากการคำนวณมากนัก โดยผลที่ได้จากการทดลองมีค่ามากกว่าการคำนวณเล็กน้อย เป็นผลมาจากพื้นที่ในการดูดซับ As(III) มากขึ้น ทำให้ As(III) ถูกดูดซับได้มากกว่า

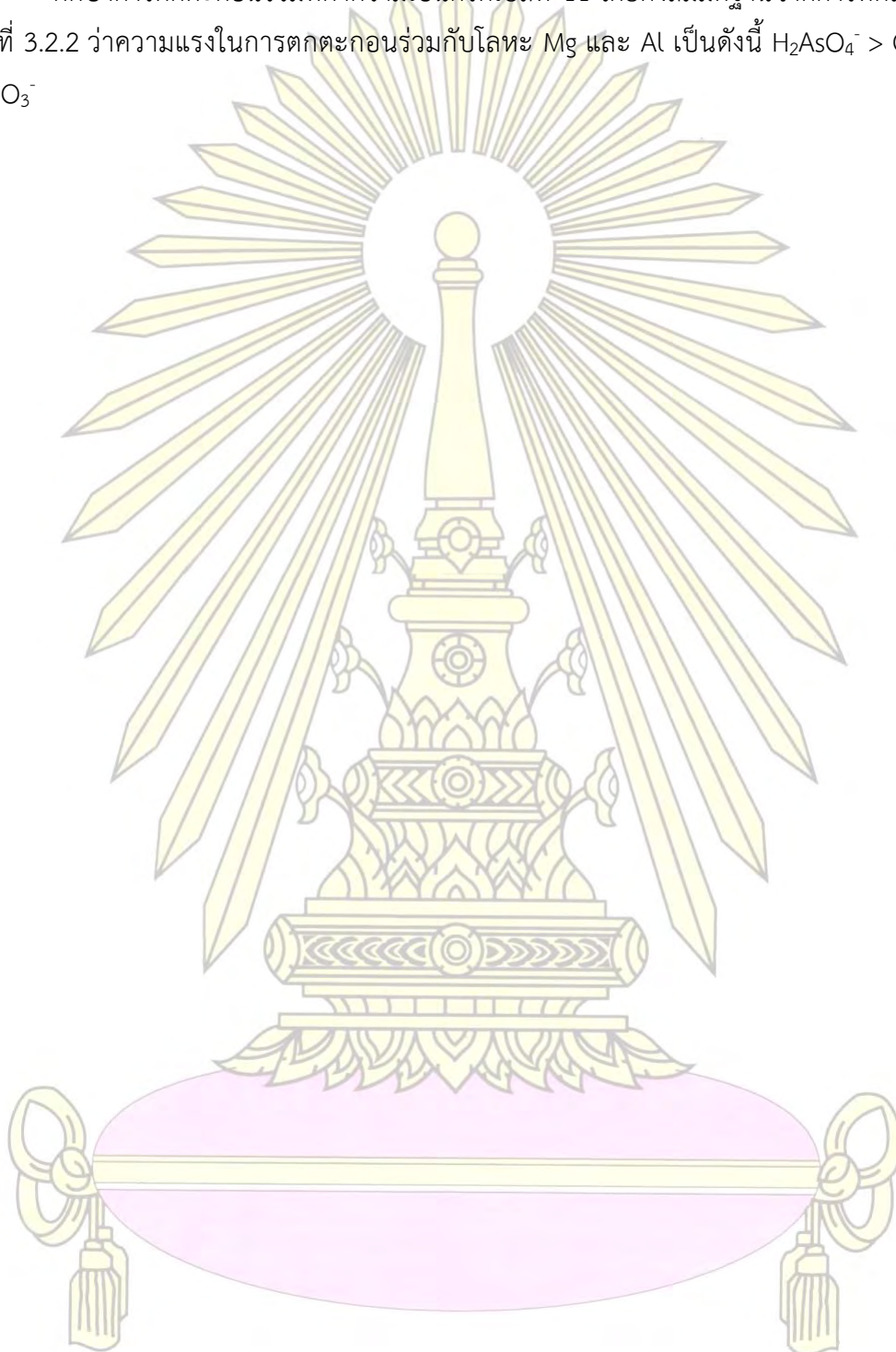
จากการทดลองทั้งสามส่วนสามารถสรุปได้ว่าวิธีการตกตะกอนร่วมเพื่อเกิดเป็นสารประกอบ LDH นี้ไม่สามารถแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิกได้ดี มีสาเหตุมาจากที่ค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 เป็นช่วงที่ As(III) เริ่มแตกตัวเป็นไอออนและสามารถเข้าจับกับชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ได้ ส่งผลให้แอนไอออนในสารละลายลดลง ระบบจะปรับสมดุลให้แอนไอออนในสารละลายเพิ่มขึ้น ทำให้กำจัด As(III) ได้มากกว่าเดิม จึงแยกรูปแบบทางเคมีของ As(III) และ As(V) ไม่ได้

#### 4.2 ข้อเสนอแนะสำหรับการทดลองในอนาคต

- ศึกษาการตกตะกอนร่วมโดยลดอัตราส่วนพื้นที่ของชั้นประจุบวกของสารประกอบ LDH ต่อปริมาณของ As(III)
- ศึกษาผลของความแรงไอออนและการใช้สารละลายบัฟเฟอร์เพื่อควบคุมความเป็นกรดเบสในการตกตะกอนร่วมเพื่อดูดซับ As(III) ออกจากสารละลาย

- ศึกษาการตกตะกอนร่วมระหว่างแมกนีเซียม อะลูมิเนียม และอาร์เซนิกแต่ละรูปแบบที่ค่าความเป็นกรดเบสน้อยกว่า 7

- ศึกษาการตกตะกอนร่วมที่ค่าความเป็นกรดเบสที่ 11 โดยตั้งสมมติฐานจากการทดลองในตอนๆ 3.2.2 ว่าความแรงในการตกตะกอนร่วมกับโลหะ Mg และ Al เป็นดังนี้  $\text{H}_2\text{AsO}_4^- > \text{OH}^- > \text{H}_2\text{AsO}_3^-$



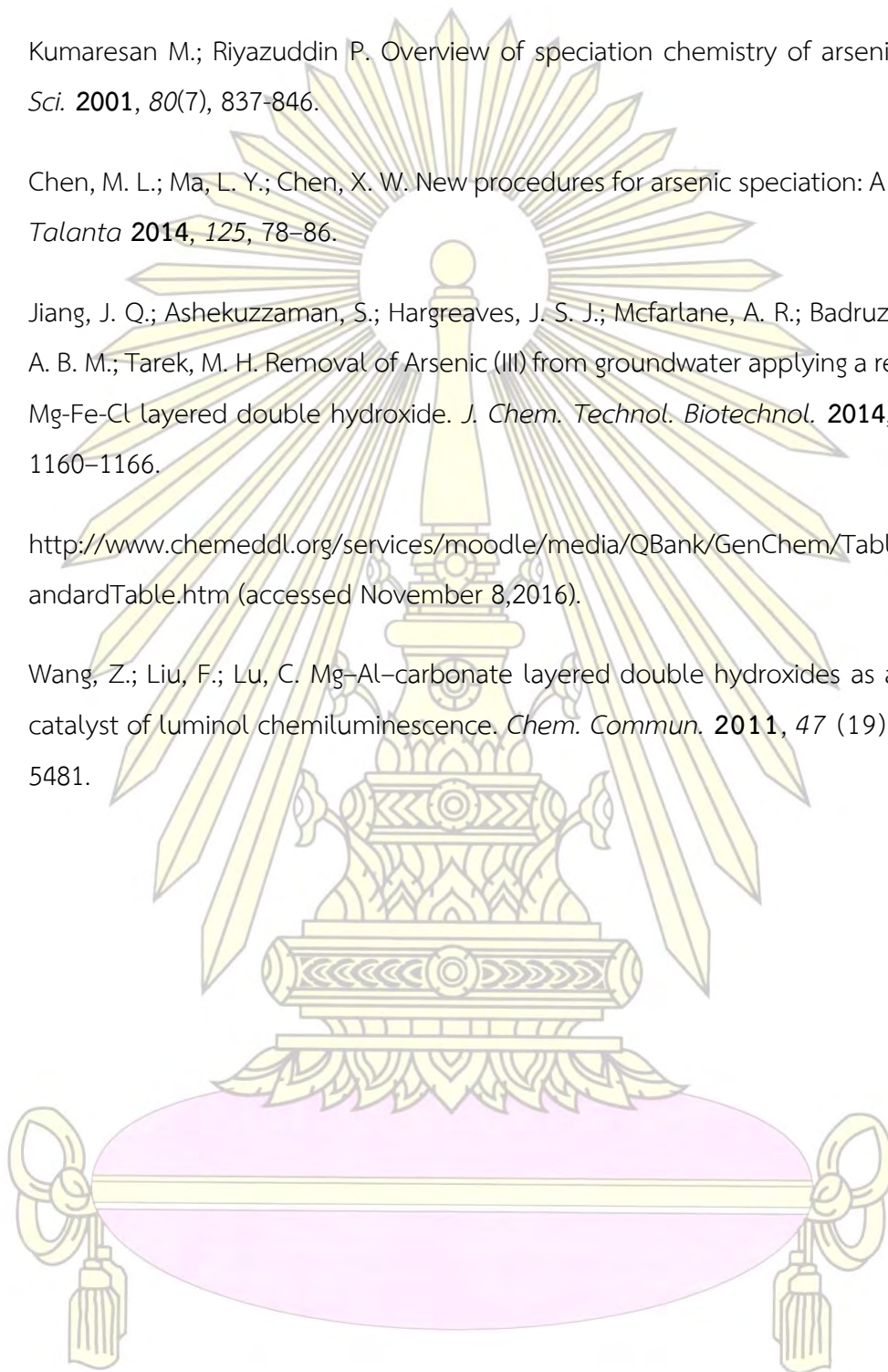
## เอกสารอ้างอิง

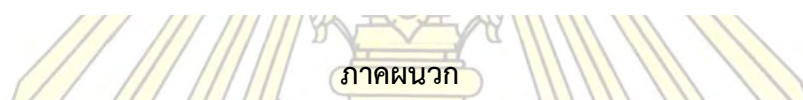
1. Vahter, M. Health effects of early life exposure to arsenic. *Basic Clin. Pharmacol. Toxicol.* **2008**, *102*, 204–211.
2. เนตติกานต์ แก้วขอมดี และ สุทธิพันธ์ แต่บรรพกุล. ทำไมต้องวิเคราะห์รูปฟอร์มของธาตุ. *Metrology Info.* **2014**, *16*, 16-21.
3. Issa, N. B.; Rajaković-Ognjanović, V. N.; Marinković, A. D.; Rajaković, L. V. Separation and Determination of Arsenic Species in Water by Selective Exchange and Hybrid Resins. *Anal. Chim. Acta* **2011**, *706*, 191-198.
4. WHO. Guidelines for Drinking Water Quality, 3rd edn. World Health Organization, Geneva, Switzerland, **2004**.
5. Tao, S. H.; Bolger, P. Toxic Metals: Arsenic. *Encyclopedia of Food Safety.* **2014**, 342–345.
6. Sansuk, S.; Nanan, S.; Srijaranai, S. New Eco-Friendly Extraction of Anionic Analytes Based on Formation of Layered Double Hydroxides. *Green Chem.* **2015**, *17*, 3837-3843.
7. Miyata, S. Anion-Exchange Properties of Hydrotalcite-Like Compounds. *Clay. Clay. Miner.* **1983**, *31*, 305-311.
8. Sommella, A.; Caporale, A. G.; Denecke, M. A.; Mangold, S.; Pigna, M.; Santoro, A.; Terzano, R.; Violante, A. Nature and Reactivity of Layered Double Hydroxides Formed by Coprecipitating Mg, Al and As(V): Effect of Arsenic Concentration, pH, and Aging. *J. Hazard. Mater.* **2015**, *300*, 504-512.
9. Prasanna, S. V.; Kamath, P. V. Synthesis and Characterization of Arsenate-Intercalated Layered Double Hydroxides (LDHs): Prospects for Arsenic Mineralization. *J. Colloid. Interf. Sci.* **2009**, *331*, 439-445.



10. Seron, A.; Delorme, F. Synthesis of Layered Double Hydroxides (LDHs) with Varying pH: A Valuable Contribution to the Study of Mg/Al LDH Formation Mechanism. *J. Phys. Chem. Solids*. **2008**, *69*, 1088-1090.
11. <https://en.wikipedia.org/wiki/Arsenic> (accessed October 15,2016).
12. Khan, A. I.; O'Hare, D. J. Intercalation chemistry of layered double hydroxides: recent developments and applications. *Mater. Chem*. **2002**, *12* (11), 3191–3198.
13. Goh, K. H.; Lim, T. T.; Dong, Z. Application of layered double hydroxides for removal of oxyanions: A review. *Water Research* **2008**, *42* (6-7), 1343–1368.
14. Duan, X.; Evans, D. G. Layered double hydroxides; Springer: Berlin, **2005**.
15. Wang Q.; Li C.; Guo M.; Luo S.; Hu C. Transesterification of dimethyl carbonate with phenol to diphenyl carbonate over hexagonal Mg(OH)<sub>2</sub> nanoflakes. *Indore. Chem. Front*. **2015**, *2*, 47-54
16. Gillman, G. P.; Noble, M. A.; Raven, M. D. Anion substitution of nitrate-saturated layered double hydroxide of Mg and Al. *Appl. Clay Sci*. **2008**, *38* (3–4), 179–186.
17. แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, **2539**.
18. <http://www.jcesr.org/edl/analytical-electrochemistry-lab/inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry-icp-ms/> (accessed November 14,2016).
19. แม้น อมรสิทธิ์ และคณะ. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์ชวนพิมพ์, **2555**.
20. <https://www.sciencetopia.net/physics/braggs-law> (accessed November 8,2016).
21. [http://en.openei.org/wiki/X-Ray\\_Diffraction\\_\(XRD\)](http://en.openei.org/wiki/X-Ray_Diffraction_(XRD)) (accessed November 14,2016).

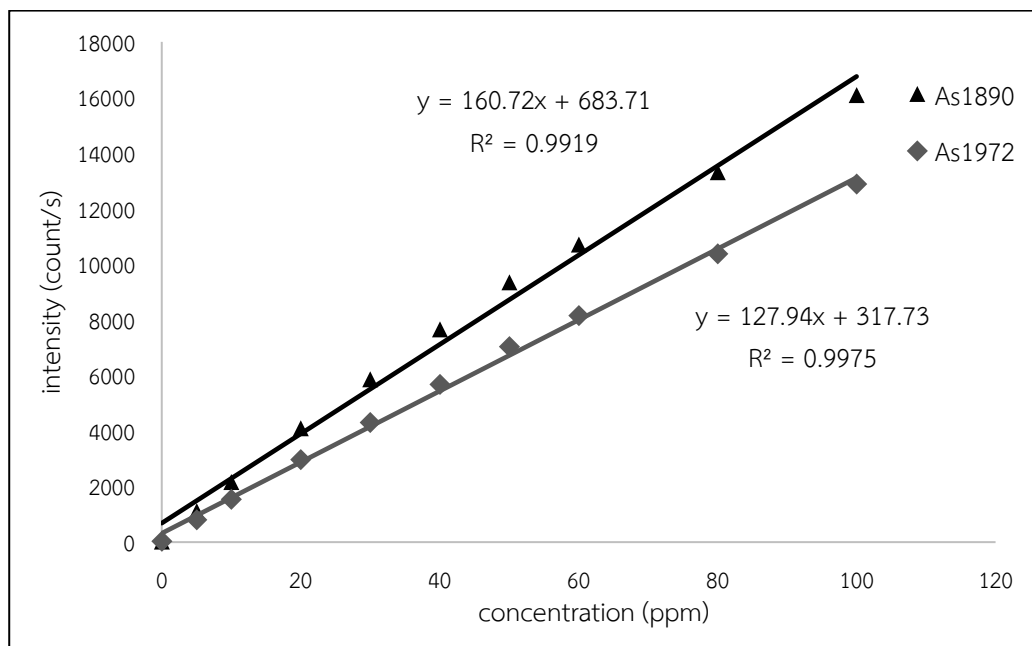
22. Benramdane, L.; Bressolle, F.; Vallon. Arsenic Speciation in Humans and Food Products: A Review. *J. J. J. Chromatogr. Sci.* **1999**, *37* (9), 330–344.
23. Kumaresan M.; Riyazuddin P. Overview of speciation chemistry of arsenic. *Curr. Sci.* **2001**, *80*(7), 837-846.
24. Chen, M. L.; Ma, L. Y.; Chen, X. W. New procedures for arsenic speciation: A review. *Talanta* **2014**, *125*, 78–86.
25. Jiang, J. Q.; Ashekuzzaman, S.; Hargreaves, J. S. J.; Mcfarlane, A. R.; Badruzzaman, A. B. M.; Tarek, M. H. Removal of Arsenic (III) from groundwater applying a reusable Mg-Fe-Cl layered double hydroxide. *J. Chem. Technol. Biotechnol.* **2014**, *90* (6), 1160–1166.
26. <http://www.chemeddl.org/services/moodle/media/QBank/GenChem/Tables/ESTandardTable.htm> (accessed November 8,2016).
27. Wang, Z.; Liu, F.; Lu, C. Mg–Al–carbonate layered double hydroxides as a novel catalyst of luminol chemiluminescence. *Chem. Commun.* **2011**, *47* (19), 5479-5481.



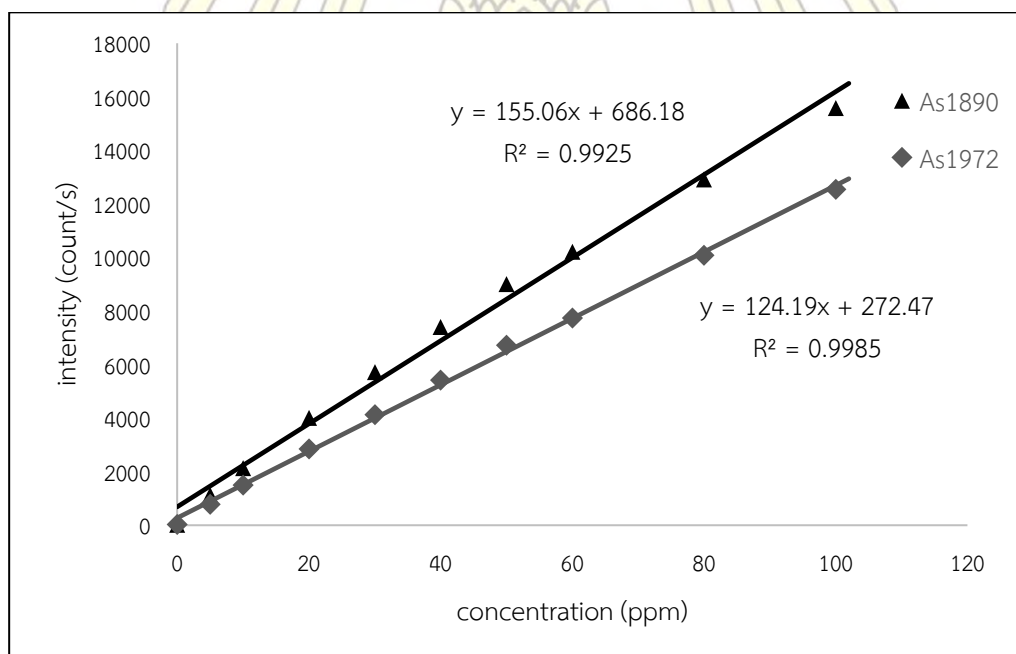




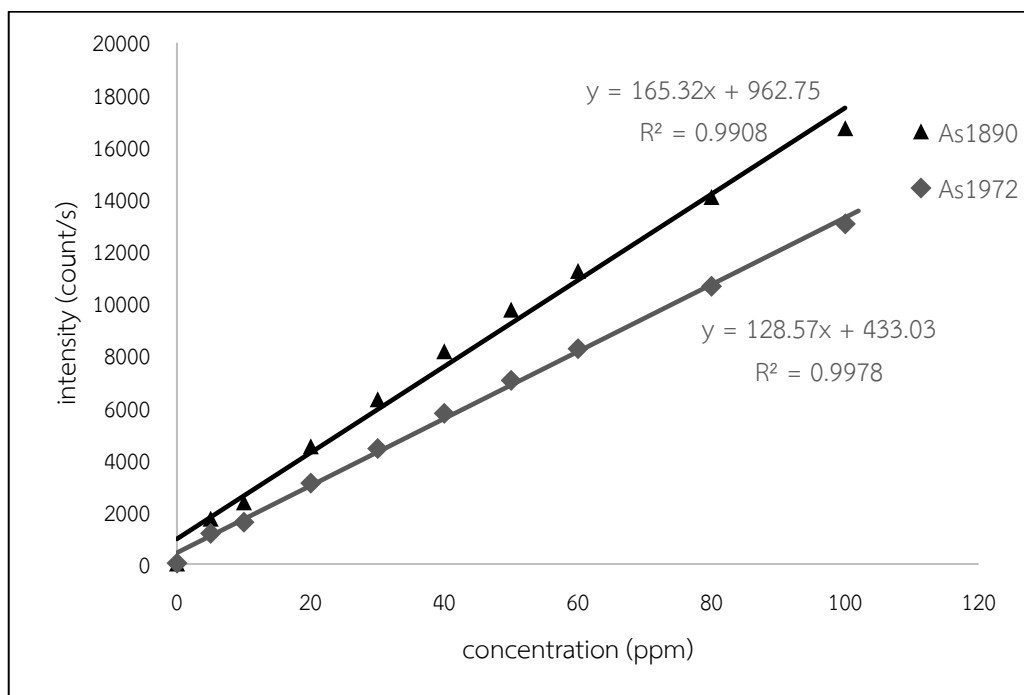
### 1. กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกที่สัญญาณ As1890 และ As1972



รูปที่ 1 กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกที่สัญญาณ As1890 และ As1972 ของการทดลอง การศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเบสต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก



รูปที่ 2 กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกที่สัญญาณ As1890 และ As1972 ของการทดลอง การศึกษาผลของชนิดของเกลือและผลของเวลาต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก



รูปที่ 3 กราฟมาตรฐานสารละลายอาร์เซนิกที่สัญญาณ As1890 และ As1972 ของการทดลอง การทดสอบภาวะในการการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

## 2. สัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิก

ตารางที่ 1 ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเบสต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

สารละลาย		ค่าสัญญาณ ICP-OES As1972 (count/s)				
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
As(III)	เริ่มต้น	6121.6	6119.3	6120.8	6120.6	1.2
	pH 7.0	1296.1	1287.5	1293.5	1292.3	4.4
	pH 9.0	278.6	277.4	276.3	277.4	1.2
	pH 11.0	1516.8	1523.6	1514.3	1518.2	4.8
As(V)	เริ่มต้น	7574.4	7545.0	7570.2	7563.2	15.9
	pH 7.0	57.7	57.2	56.7	57.2	0.5
	pH 9.0	48.7	48.2	47.4	48.1	0.7
	pH 11.0	43.4	43.3	43.4	43.4	0.1

ตารางที่ 2 ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของชนิดของเกลือต่อการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

สารละลาย		ค่าสัญญาณ ICP-OES As1972 (count/s)				
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
As(III)	เริ่มต้น	5636.4	5615.9	5602.4	5618.2	17.1
	pH 7.0	1471.1	1472.8	1465.2	1469.7	4.0
	pH 9.0	284.4	281.7	283.6	286.2	1.4
	pH 11.0	1036.6	1035.7	1028.1	1033.5	4.7
As(V)	เริ่มต้น	7510.7	7450.0	7453.9	7488.1	30.2
	pH 7.0	35.5	34.2	35.0	34.9	0.6
	pH 9.0	32.0	32.2	31.7	32.0	0.3
	pH 11.0	30.7	29.6	29.4	29.9	0.7

ตารางที่ 3 ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการศึกษาผลของเวลาในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

สารละลาย		ค่าสัญญาณ ICP-OES As1972 (count/s)				
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
As(III)	เริ่มต้น	5422.6	5419.8	5432.7	5425.1	6.8
	pH 7.0	898.5	896.9	897.1	897.5	0.9
	pH 9.0	512.3	511.1	507.4	510.3	2.6
	pH 11.0	1145.1	1140.5	1144.6	1143.4	2.6

ตารางที่ 4 ค่าสัญญาณ ICP-OES ของสารละลายอาร์เซนิกของการทดลองการทดสอบภาวะในการแยกรูปแบบทางเคมีของอาร์เซนิก

สารละลาย	ค่าสัญญาณ ICP-OES As1972 (count/s)				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย	SD
ครั้งที่ 1	812.9	808.3	801.1	807.5	6.0
ครั้งที่ 2	946.7	942.9	939.9	943.2	3.4
ครั้งที่ 3	973.7	970.3	962.8	968.9	5.6



### ประวัติผู้วิจัย

นางสาวนิศากร ตุลาถกวงศ์ เกิดเมื่อวันที่ 11 เดือนตุลาคม พ.ศ.2538 ที่จังหวัดปราจีนบุรี สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายสามัญ แผนการเรียนการสอนวิทยาศาสตร์ – คณิตศาสตร์ จากโรงเรียนสวนกุหลาบวิทยาลัย รังสิต จังหวัดปทุมธานี ต่อมาในปี 2556 เข้าศึกษาต่อระดับอุดมศึกษา หลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้หลังสำเร็จการศึกษาคือ บ้านเลขที่ 28 หมู่ 1 ตำบลบ้านพระ อำเภอมะนัง จังหวัดยะลา 95230

