

บทที่ 3

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

3.1. การสังเคราะห์เมโซพอร์สซิลิกา

โครงการวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วยพอร์ไฟรินจำนวนสองชนิด ได้แก่ เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย *meso*-tetraphenylporphyrin (TPP) และ เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย *meso*-tetrakis(*p*-nitrophenyl)porphyrin (TNPP) โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลขององค์ประกอบของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ 1 TEOS : 140 H₂O : 0.18 CTAB : 13 MeOH : 10 DMF : 2.86 x 10⁻⁴ TPP และ 1 TEOS : 140 H₂O : 0.18 CTAB : 13 MeOH : 10 DMF : 2.84 x 10⁻⁴ TNPP ตามลำดับ โดย H₂O อยู่ในรูปของสารละลาย 0.1 M NaOH ซึ่งทำหน้าที่ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วย ผลการสังเคราะห์พบว่าอัตราส่วนดังกล่าวสามารถใช้สังเคราะห์เมโซพอร์สซิลิกาทั้งสองชนิดได้ โดยเมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP มีลักษณะเป็นของแข็งสีชมพูอ่อน อันเนื่องมาจากสีของ TPP ในขณะที่เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP มีลักษณะเป็นของแข็งสีน้ำตาลอ่อนเนื่องมาจากสีของโมเลกุลอินทรีย์ที่ใช้ในการโคปเช่นกัน นอกจากนี้ เมโซพอร์สทั้งสองชนิดที่สังเคราะห์ได้นี้ยังสามารถถูกกรองได้ง่ายด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 5 ซึ่งเมื่อนำสารละลาย supernatant ซึ่งเป็นของเหลวที่ได้จากการสังเคราะห์และน้ำล้างซิลิกาทั้งสองชนิดที่มีลักษณะเป็นสารละลายใสไม่มีสี ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี ปรากฏว่าไม่พบการดูดกลืนแสงใดๆ ในช่วงความยาวคลื่น 300-500 nm เลย แสดงว่าโมเลกุล TPP และ TNPP ทั้งหมดที่ใช้ในการสังเคราะห์สามารถถูกโคปเข้าไปในซิลิกาได้ 100%

อนึ่ง ได้ทำการสังเคราะห์เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของสารในทำนองเดียวกัน พบว่าได้ซิลิกาที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีขาว และสามารถกรองได้ง่ายเช่นเดียวกัน

3.2. การศึกษาสมบัติทางกายภาพของเมโซพอร์สซิลิกา

3.2.1. การหาปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในเมโซพอร์สซิลิกา

ปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ สามารถหาได้โดยใช้วิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง (จะเรียกว่า ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในเมโซพอร์สซิลิกาที่หาได้จากการทดลอง) เปรียบเทียบกับค่าที่หาโดยใช้วิธีการคำนวณทางทฤษฎี (ดูภาคผนวก) ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ ที่หาได้จากการทดลอง และที่หาโดยใช้วิธีการคำนวณทางทฤษฎี

ชนิดของ เมโซพอร์สซิลิกา	ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ ในเมโซพอร์สซิลิกา (%)		ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีเมื่อเทียบ ค่าที่ได้จากการทดลองกับค่าที่ได้ จากทฤษฎี (%)
	จากการทดลอง	จากการคำนวณ ทางทฤษฎี	
ที่ไม่มีกรดเติมหมู่ฟังก์ชัน	36.64	45.92	79.79
โคปด้วย TPP	38.46	49.22	78.14
โคปด้วย TNPP	37.91	49.75	76.20

จากตารางข้างต้น จะเห็นได้ว่าปริมาณสารอินทรีย์ที่หาได้จากการทดลองมีค่าน้อยกว่าปริมาณสารอินทรีย์ที่หาได้จากการคำนวณทางทฤษฎี ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากการที่มีสารลดแรงตึงผิวเพียงบางส่วนเท่านั้นที่สามารถเข้าไปอยู่ในซิลิกาได้ ในขณะที่สารลดแรงตึงผิวอีกส่วนหนึ่งที่เหลือยังคงอยู่ในสารละลาย supernatant อย่างไรก็ตาม เพื่อให้ได้คำตอบที่ชัดเจน จึงควรทำการทดลองเพิ่มเติม โดยการนำสารละลาย supernatant ไปทำการหาปริมาณ CTAB ที่มีอยู่ ซึ่งอาจใช้วิธี ion chromatography หรือหาปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในซิลิกาโดยใช้วิธีอื่นร่วมด้วย เช่น TGA-MS analysis หรือ CHN analysis เป็นต้น

3.2.2. การหาปริมาณพอร์ไฟรินในเมโซพอร์สซิลิกาที่สารละลายสามารถเข้าถึงและทำให้พอร์ไฟรินหลุดออกมาได้ (Accessible porphyrin)

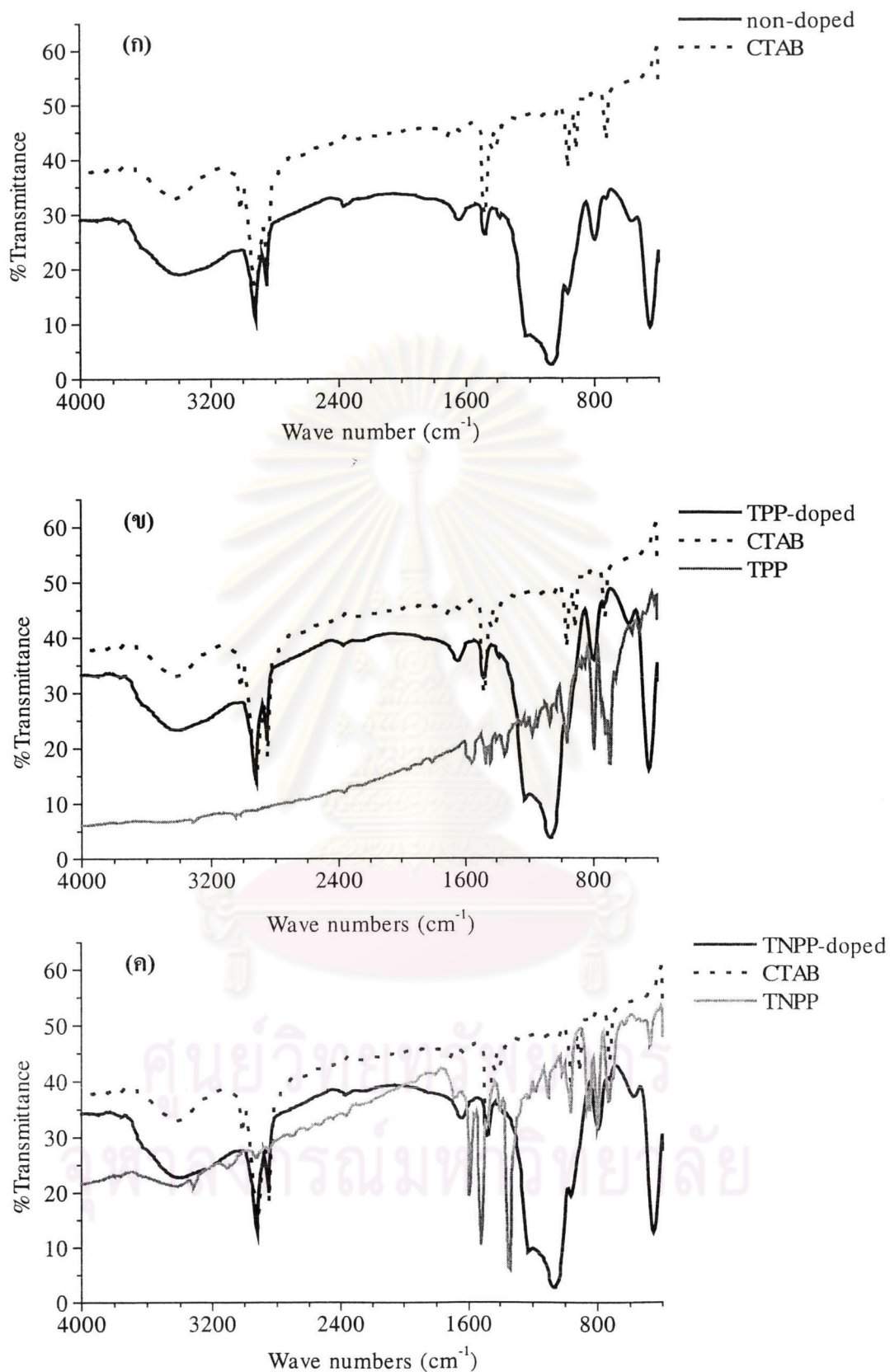
ในการศึกษาเบื้องต้น ได้ทำการหาปริมาณ accessible porphyrin โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง DMF : H₂O เท่ากับ 1 : 1 (v/v) แล้วคนเป็นเวลา 24 ชม. หลังจากนั้นนำสารละลายสีที่ได้ไปตรวจวัดหาปริมาณพอร์ไฟรินด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ผลปรากฏว่าไม่ปรากฏพีกใดๆ เลยในช่วงความยาวคลื่นที่ทำการศึกษา (300-500 nm) จึงอาจเป็นไปได้ว่าตัวทำละลายผสมอัตราส่วนดังกล่าว ไม่สามารถใช้ในการสกัดซิลิกาเพื่อหาปริมาณ accessible porphyrin ได้ ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองใหม่ โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง DMF : H₂O เป็น 8 : 2 (v/v) ผลที่ได้ในครั้งนี้พบว่าปริมาณ accessible TPP และ accessible TNPP เพียงร้อยละ 0.61 ± 0.01 และร้อยละ 3.08 ± 0.19 ตามลำดับ ด้วยเหตุนี้ จึงได้เปลี่ยนอัตราส่วนของตัวทำละลายผสม DMF : H₂O เป็น 9 : 1 (v/v) แทน และพบว่าปริมาณ accessible TPP และ accessible TNPP ร้อยละ 12.86 ± 0.26 และร้อยละ 7.13 ± 1.15 ตามลำดับ ซึ่งการที่ปริมาณ accessible porphyrin ที่หาได้นี้มีค่าน้อย อาจมีสาเหตุมาจากข้อจำกัดในเรื่องความสามารถในการละลายของพอร์ไฟรินในตัวทำละลายผสม หรือ

อาจเป็นเพราะพอร์ไฟรินส่วนใหญ่อยู่ในรูปิด (closed pore) ของเมโซพอร์สซิลิกา ทำให้ตัวทำละลายไม่สามารถเข้าไปละลายพอร์ไฟรินออกมาได้ ดังนั้นจึงควรทำการทดลองเพิ่มเติมโดยอาจใช้ปริมาณของเมโซพอร์สซิลิกาตัวอย่างให้มากขึ้น หรือเปลี่ยนชนิดของตัวทำละลาย เป็นต้น

3.2.3. การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิด ทำได้โดยอาศัยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่า IR สเปกตรัมของซิลิกาทั้งสามชนิด มีแถบที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกา เช่น ในกรณีของเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน ปรากฏแถบที่ความยาวคลื่น $\sim 3500\text{ cm}^{-1}$ (พันธะไฮโดรเจนใน SiO-H, แถบกว้าง), 1071 cm^{-1} (asymmetric Si-O stretching), 963 cm^{-1} (Si-OH stretching), 799 cm^{-1} (symmetric Si-O stretching) และ 456 cm^{-1} (Si-O-Si bending) นอกจากนี้ยังพบแถบที่แสดงลักษณะเฉพาะของสารลดแรงตึงผิว (CTAB) ที่ใช้ในการสังเคราะห์อีกด้วย ได้แก่ แถบที่ความยาวคลื่น 2914 cm^{-1} , 2848 cm^{-1} และ 1475 cm^{-1} (C-H stretching) ซึ่งแสดงว่าในเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน มี CTAB เป็นองค์ประกอบรวมอยู่ด้วย สำหรับในกรณีของเมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP นอกจากตรวจพบแถบที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกาและของ CTAB ในทำนองเดียวกันกับผลของเมโซพอร์สที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันแล้ว ปรากฏว่าไม่พบแถบที่แสดงลักษณะเฉพาะของโมเลกุลพอร์ไฟรินแต่อย่างใด ทั้งนี้อาจเป็นเพราะปริมาณของพอร์ไฟรินที่มีอยู่ในซิลิกาแต่ละชนิดมีน้อยเกินไป หรืออาจเป็นเพราะทั้งพอร์ไฟรินและซิลิกาเกิดการดูดกลืนแสงในช่วงเดียวกัน และเนื่องจากสเปกตรัมของซิลิกานั้นค่อนข้างกว้าง จึงบดบังสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของพอร์ไฟริน สำหรับค่าการดูดกลืนแสงของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ใน IR สเปกตรัมของซิลิกาทั้งสามชนิด สามารถสรุปได้ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



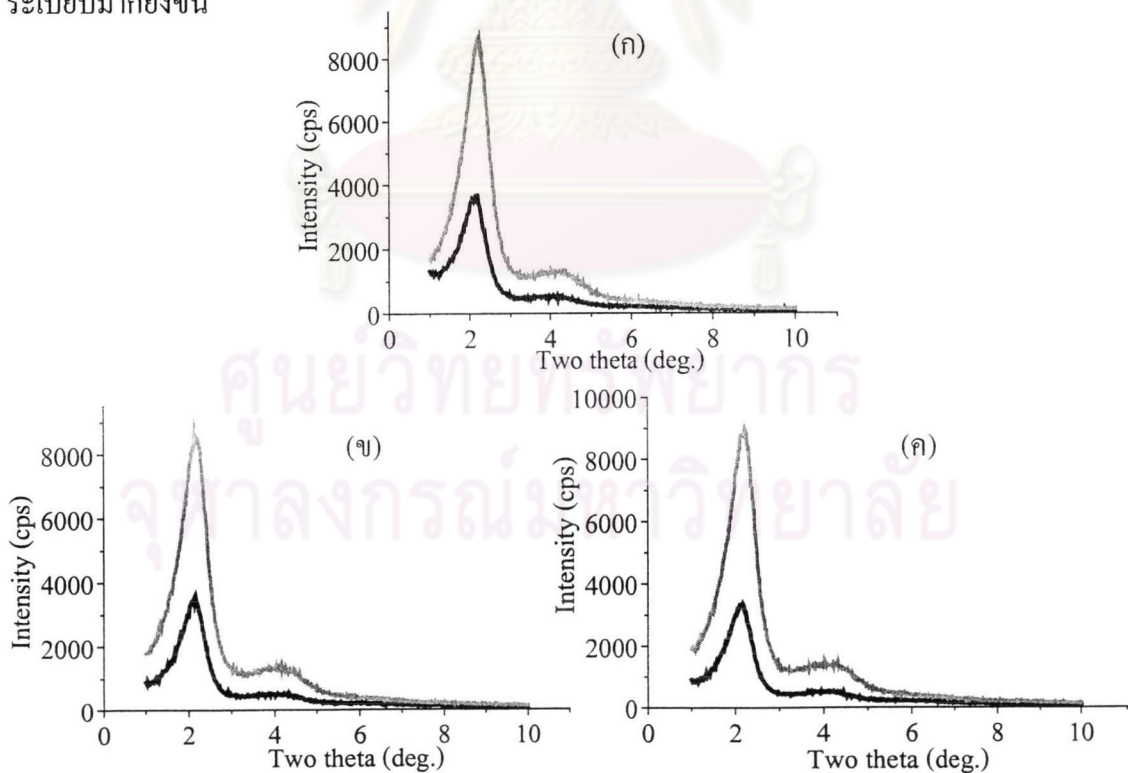
รูปที่ 3.1 IR สเปกตรัมของ (ก) เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันและ CTAB (ข) เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TPP, CTAB และ TPP (ค) เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TNPP, CTAB และ TNPP

ตารางที่ 3.2 ตำแหน่งความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืนแสงของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ใน IR สเปกตรัมของ CTAB, TPP, TNPP และเมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิด

ชนิดสาร	IR สเปกตรัม (cm ⁻¹)	แสดงถึง	ชนิดสาร	IR สเปกตรัม (cm ⁻¹)	แสดงถึง
CTAB	3427 (br)	H bond ใน SiO-H	ซิลิกา ที่ไม่มี การเติม หมู่ ฟังก์ชัน	3426	H bond ใน SiO-H
	2914	C-H stretching		1475	C-H stretching
	2848			1071	asymmetric Si-O stretching
	1475			963	Si-OH stretching
				799	symmetric Si-O stretching
			456	Si-O-Si bending	
TPP	3309	N-H stretching	ซิลิกา โดปด้วย TPP	3416	H bond ใน SiO-H
	3048	C-H stretching		1486	C-H stretching
	1552	C=C stretching		1230	C-N stretching
	1342	C-N stretching		1071	asymmetric Si-O stretching
				958	Si-OH stretching
			794	symmetric Si-O stretching	
			451	Si-O-Si bending	
TNPP	3104	aromatic C-H stretching	ซิลิกา โดปด้วย TNPP	3406	H bond ใน SiO-H
	1598	aromatic C=C stretching		1475	C-H stretching
	1521	asymmetric N=O stretching		1378	N=O stretching
	1342	symmetric N=O stretching		1066	asymmetric Si-O stretching
				963	Si-OH stretching
			794	symmetric Si-O stretching	
			456	Si-O-Si bending	

3.2.4. การศึกษาความเป็นผลึกของเมโซพอร์สซิลิกา

ความเป็นผลึกของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดที่เตรียมได้ สามารถตรวจสอบได้โดยใช้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ตรวจสอบความเป็นผลึกของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดที่ได้จากการสังเคราะห์ (as-synthesized silica) เปรียบเทียบกับเมโซพอร์สซิลิกาชนิดเดียวกันที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (calcined silica) แล้วพิจารณารูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction patterns) ที่ได้ ดังแสดงในรูปที่ 3.2 และสามารถคำนวณหาระยะระหว่างระนาบ (interplanar distance) ของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดได้ ดังแสดงในตารางที่ 3.3 ซึ่งจะเห็นว่า รูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ของเมโซพอร์สซิลิกาทุกชนิดที่ได้จากการสังเคราะห์ ปรากฏให้เห็นอย่างเด่นชัดของระนาบ d_{100} โดยมี 2θ เท่ากับ 2° โดยประมาณ ซึ่งแสดงว่าเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดนี้มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ สำหรับรูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ของซิลิกาทั้งสามชนิดดังกล่าวที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงนั้น พบว่าพิกที่ได้มีความเข้มสูงขึ้นและเคลื่อนที่ไปยังค่า 2θ ที่สูงขึ้นเล็กน้อย แสดงว่าโครงสร้างของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงนั้น มีความเป็นผลึกมากกว่าเมโซพอร์สซิลิกาชนิดเดียวกันที่ได้จากการสังเคราะห์ ทั้งนี้ อาจเป็นผลเนื่องมาจากกระบวนการเผาที่อุณหภูมิสูงได้ทำให้เกิดการเชื่อมโยงข้าม (cross-linking) ของพันธะไซลอคเซนเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้การจัดเรียงตัวเป็นโครงร่างตาข่ายของซิลิกามีความเป็นระเบียบมากยิ่งขึ้น



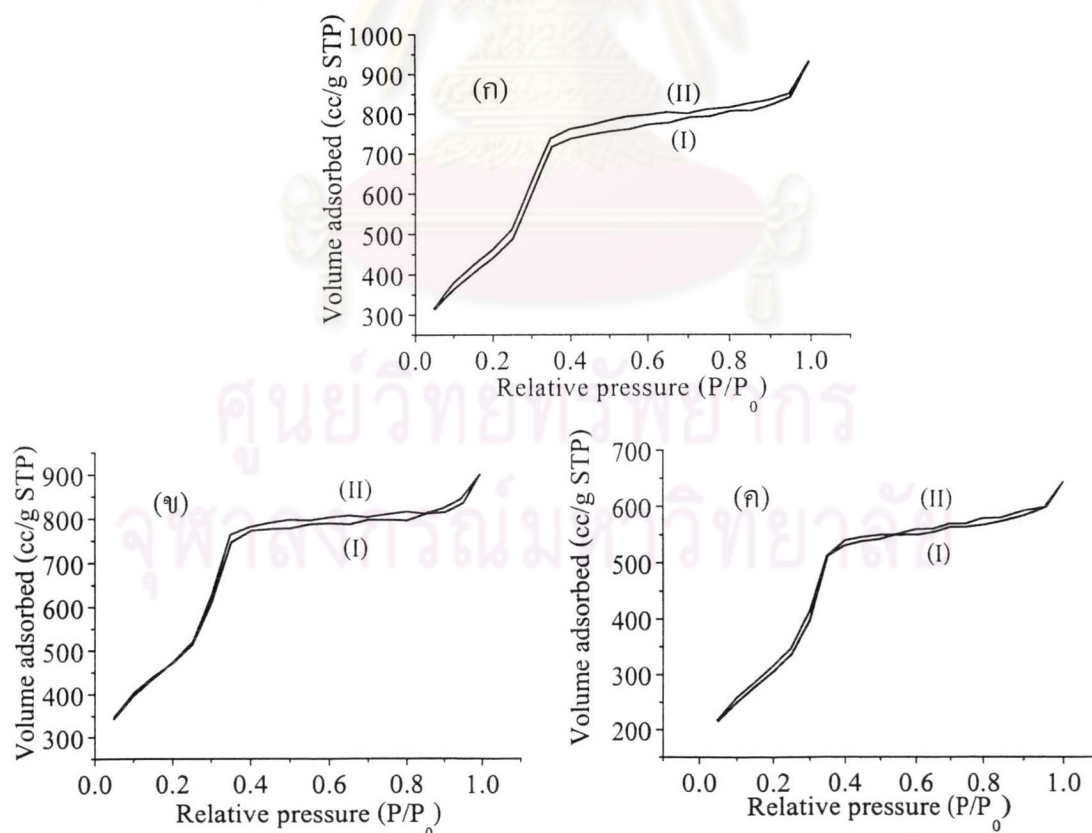
รูปที่ 3.2 รูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน (ข) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP และ (ค) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP (— : as-synthesized silica; — : calcined silica)

ตารางที่ 3.3 ระยะระหว่างระนาบของเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ ที่ได้จากการสังเคราะห์และของเมโซพอร์สซิลิกาชนิดเดียวกันที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง

ชนิดของเมโซพอร์สซิลิกา	as-synthesized silica		calcined silica	
	Two theta	d (Å)	Two theta	d (Å)
ที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน	2.16	40.87	2.22	39.76
	4.22	20.92	4.24	20.83
โคปด้วย TPP	2.12	41.63	2.14	41.24
	4.36	20.27	4.26	20.73
โคปด้วย TNPP	2.16	40.87	2.22	39.76
	4.14	21.32	4.32	20.44

3.2.5. การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของเมโซพอร์สซิลิกา

ความเป็นรูพรุนขนาดกลาง (mesoporosity) ของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดที่ผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิสูง (calcination) สามารถยืนยันได้จาก nitrogen adsorption-desorption isotherms ดังแสดงในรูปที่ 3.3

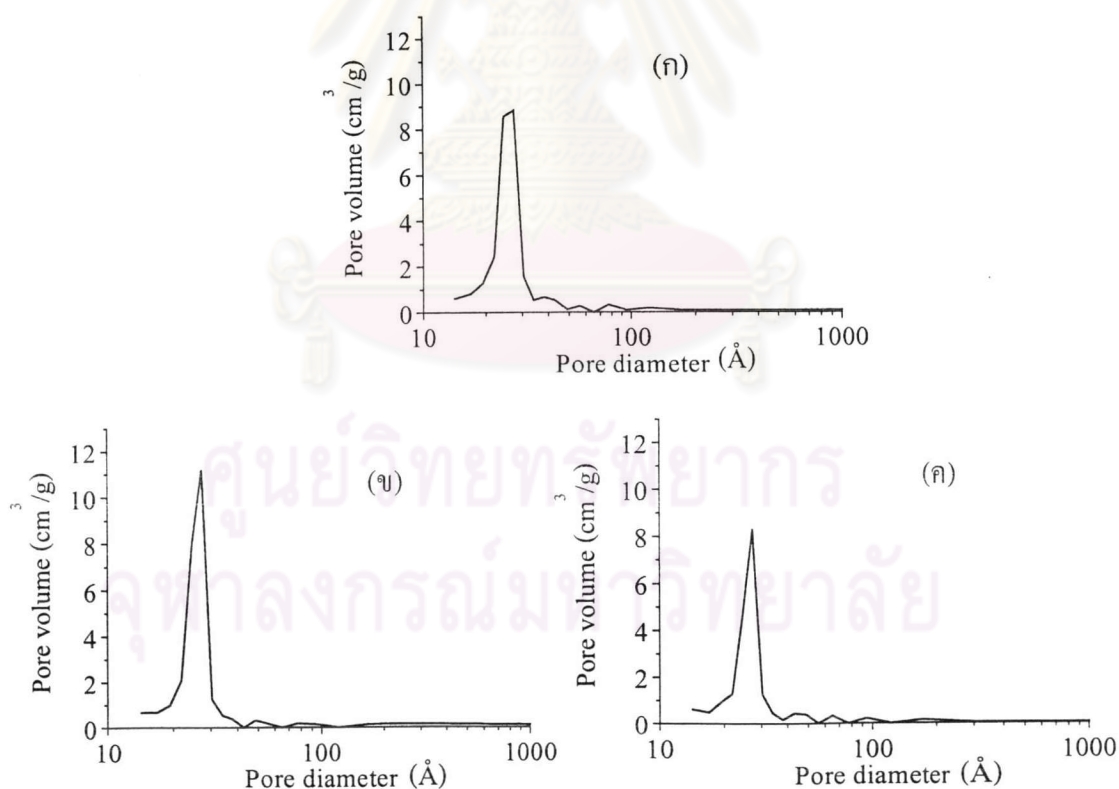


รูปที่ 3.3 Nitrogen adsorption-desorption isotherms ของ (ก) เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน (ข) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP และ (ค) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP

(I: adsorption isotherm, II: desorption isotherm)

จากรูปที่ 3.3 จะเห็นได้ว่าลักษณะของ isotherms ที่ได้ของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดนั้น มีการเกิด hysteresis loop ซึ่งสัมพันธ์กับการเกิด capillary condensation ในรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) โดยในตอนต้นการดูดซับแก๊สจะเกิดที่ความดันสัมพัทธ์ต่ำๆ จนกระทั่งถึงความดันที่ P/P_0 เท่ากับ 0.25 โดยประมาณ พบว่าการดูดซับแก๊สเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ลักษณะดังกล่าวนี้จัดเป็น ลักษณะเฉพาะของ isotherm แบบ Type IV ซึ่งมี hysteresis loop แบบ H4 ตามระบบของ IUPAC แสดงว่าการจัดเรียงโครงสร้างของซิลิกาเป็นแบบ slit-shaped pore โดยรูปร่างและขนาดรูพรุนของ ซิลิกาทุกชนิดมีลักษณะเหมือนกัน

สำหรับขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของเมโซพอร์สซิลิกาที่ผ่านการเผาที่ อุณหภูมิสูง สามารถหาได้จากวิธีของ Barret-Joyner-Halenda (BJH) ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.4 ซึ่ง จะเห็นได้ว่าการกระจายขนาดรูพรุนของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดนี้เป็นไปในทำนองเดียวกัน กล่าวคือ มีการกระจายขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงแคบ (narrow pore size distribution) ซึ่งบ่งบอกว่าเม โซพอร์สซิลิกาทุกชนิดที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้มีขนาดรูพรุนใกล้เคียงกัน โดยมีขนาดรูพรุนส่วน ใหญ่อยู่ที่ค่าระหว่าง 27-31 Å แสดงว่าการเผาซิลิกาที่อุณหภูมิสูงเพื่อกำจัดพอร์ไฟรินออกจากโครง ร้างตาข่ายซิลิกานั้น ไม่มีผลต่อขนาดรูพรุนของซิลิกา



รูปที่ 3.4 BJH pore size distributions ของ (ก) เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน (ข) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP และ (ค) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP

นอกจากนั้น จากข้อมูลในรูปที่ 3.3 และ 3.4 สามารถนำมาใช้หาสมบัติทางกายภาพด้านต่างๆ ของเมโซพอร์สซิลิกาได้อีก ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สมบัติทางกายภาพของเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C

ชนิดของ เมโซพอร์สซิลิกา	Surface area (m ² /g)	Pore volume (cm ³ /g)	Pore size (Å)	d (Å)	a ₀ (Å)	Wall thickness (Å)
ที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน	1840	1.443	31.36	39.76	45.91	14.55
โคปด้วย TPP	1724	1.394	32.34	41.24	47.62	15.28
โคปด้วย TNPP	1233	0.998	32.35	39.76	45.91	13.56

* Specific surface area (a): BET equation; pore volume (V_p): single-point volume at $P/P_0 = 0.99$; pore size: $4V_p/a$, by BET; d = basal spacing from XRD; $a_0 = 2d/3^{1/2}$; wall thickness = a_0 - pore size

จากตารางที่ 3.4 จะเห็นได้ว่า เมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดนี้มีสมบัติทางกายภาพส่วนใหญ่อคล้ายคลึงกัน ยกเว้นในกรณีของเมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่ามาก ทั้งนี้อาจมีสาเหตุมาจากโครงสร้างของโมเลกุล TNPP ซึ่งมีขนาดใหญ่ส่งผลให้มีจำนวนรูพรุนน้อยลง

3.2.6. การศึกษารูปร่างและขนาดอนุภาคของเมโซพอร์สซิลิกา

การศึกษารูปร่างและขนาดของอนุภาคเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดที่ได้จากการสังเคราะห์ (as-synthesized mesoporous silica) ทำได้โดยอาศัยเทคนิค scanning electron microscopy, SEM และได้ผลแสดงดังรูปที่ 3.5 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เมโซพอร์สซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ทั้งสามชนิดมีรูปร่างเป็นทรงกลมและมีขนาดของอนุภาคใกล้เคียงกัน โดยมีขนาดของอนุภาคอยู่ที่ 0.47 ± 0.21 , 0.40 ± 0.11 และ 0.41 ± 0.14 μm สำหรับเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน, เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP และ เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP ตามลำดับ



(ก) non-doped

(ข) TPP-doped

(ค) TNPP-doped

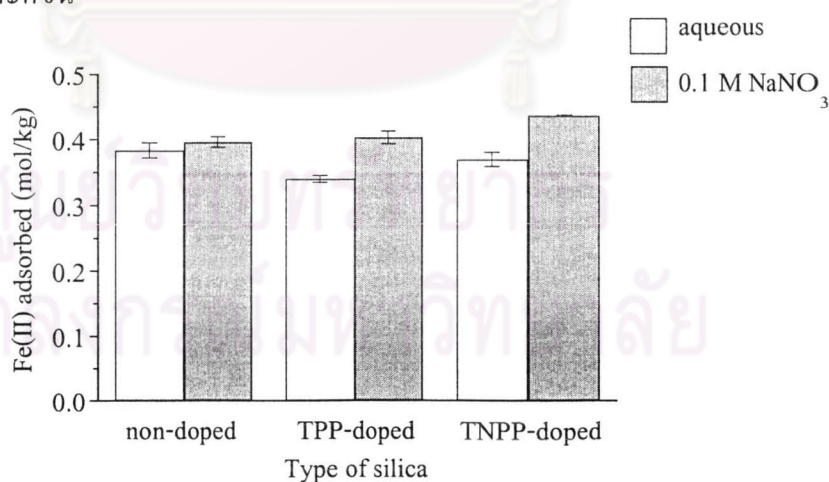
รูปที่ 3.5 ภาพถ่าย SEM ของเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ

3.3. การศึกษาสมบัติด้านการสกัดโลหะของเมโซพอร์สซิลิกา

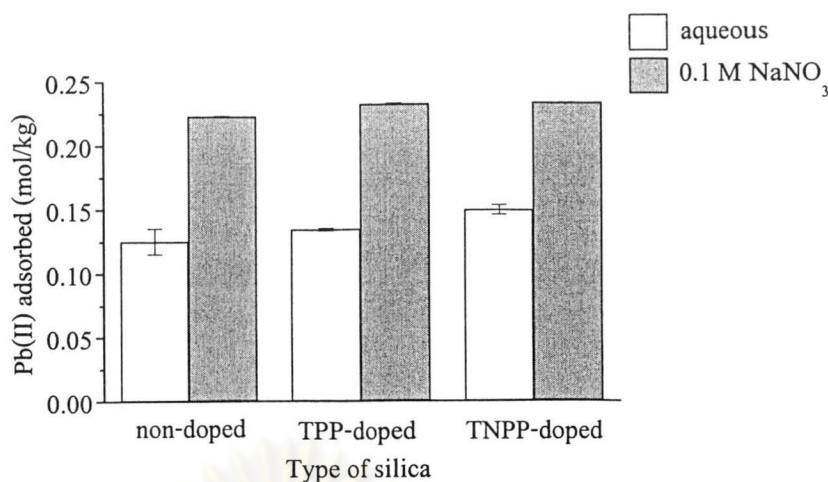
สมบัติด้านการสกัดโลหะของเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เมโซพอร์สซิลิกา โคปด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP สามารถแบ่งออกได้ตามปัจจัยที่ทำการศึกษา โดยในการศึกษาแต่ละปัจจัยใช้เกลือโลหะไนเตรดเป็นสารตั้งต้น โลหะและทำการทดลองจำนวน สามครั้ง ยกเว้นจะกล่าวไว้เป็นอย่างอื่น

3.3.1. การมี NaNO_3 ในสารละลายโลหะ

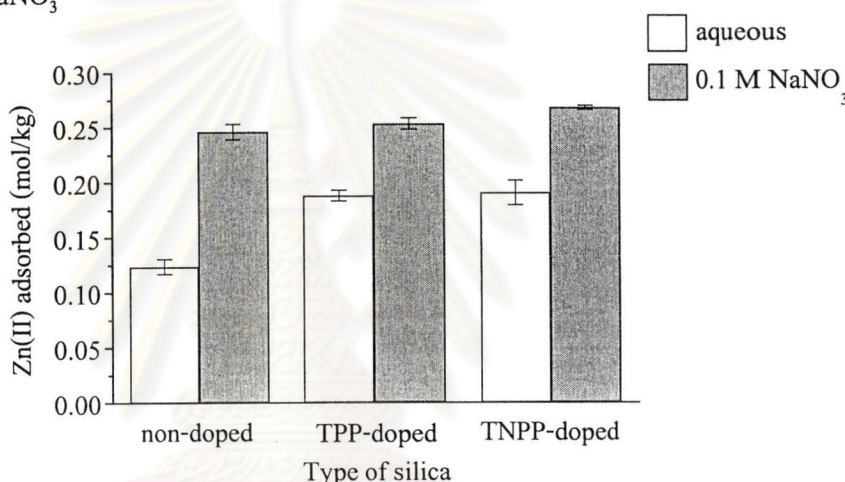
การทดลองนี้เริ่มต้นจากการศึกษาถึงผลของ NaNO_3 ที่มีในสารละลายโลหะแต่ละชนิดต่อความสามารถในการสกัดโลหะของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิด โดยชนิดของโลหะที่ใช้ในการศึกษาได้แก่ Fe(II) จาก $\text{Fe}_2(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$, Pb(II) และ Zn(II) ซึ่งสารละลายของแคตไอออนแต่ละชนิดมีความเข้มข้น 100 ppm และทำการศึกษากการสกัดในภาวะที่ไม่มีและมี 0.1 M NaNO_3 ผสมอยู่ ผลการสกัด Fe(II), Pb(II) และ Zn(II) ที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.6 - 3.8 ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าซิลิกาทั้งสามชนิดสามารถสกัดโลหะดังกล่าวได้ดีมากขึ้น เมื่อมี NaNO_3 ผสมอยู่ในสารละลาย โดยเฉพาะอย่างยิ่งในกรณีของ Pb(II) ซึ่งค่าการสกัดเพิ่มขึ้นเกือบสองเท่า การที่ซิลิกามีความสามารถในการสกัดโลหะเพิ่มขึ้นในภาวะที่มี NaNO_3 ผสมอยู่ในสารละลายนี้อาจเป็นผลมาจากการที่ Na^+ ในสารละลายเข้าไปแทนที่ CTA^+ บางส่วนที่อาจมีอยู่ในซิลิกา โดย CTA^+ นี้อาจมีบทบาทในการขัดขวางไอออนของโลหะไม่ให้เข้าไปทำปฏิกิริยากับ silanol group ของซิลิกา ดังนั้นการแทนที่ของ Na^+ จึงอาจช่วยทำให้ไอออนของโลหะสามารถเข้าไปทำปฏิกิริยากับ active site ของซิลิกาได้สะดวกขึ้น ส่งผลให้การสกัดโลหะดีขึ้น



รูปที่ 3.6 ความสามารถในการสกัด Fe(II) ของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิด จากสารละลาย Fe(II) ในน้ำและใน 0.1 M NaNO_3



รูปที่ 3.7 ความสามารถในการสกัด Pb(II) ของเมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิด จากสารละลาย Pb(II) ในน้ำและใน 0.1 M NaNO₃



รูปที่ 3.8 ความสามารถในการสกัด Zn(II) ของเมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิด จากสารละลาย Zn(II) ในน้ำและใน 0.1 M NaNO₃

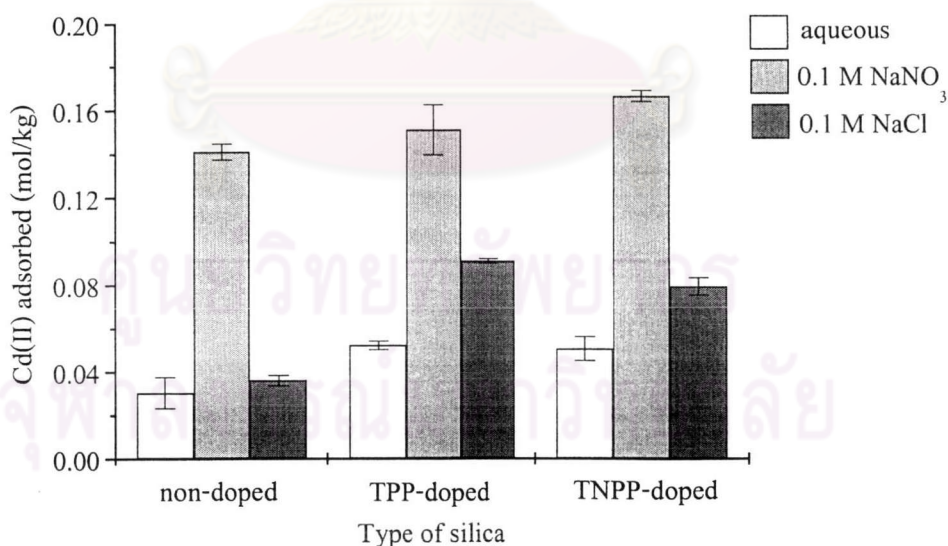
เมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการสกัดโลหะแต่ละชนิดที่แต่ละภาวะ พบว่าซิลิกาทุกชนิดมีแนวโน้มในการสกัดโลหะแต่ละชนิดที่ภาวะเดียวกันในปริมาณที่ไม่แตกต่างกันมากนัก โดยเมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วยพอร์ไฟรินสามารถสกัดโลหะได้มากกว่าเมโซพอร์ซซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันเล็กน้อย ผลการทดลองนี้ แสดงให้เห็นว่าพอร์ไฟรินที่ถูกเติมลงในซิลิกามีส่วนช่วยในการเพิ่มความสามารถในการสกัดโลหะของซิลิกาเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งอาจเป็นผลมาจากปริมาณของพอร์ไฟรินที่ถูกโคลงในซิลิกาได้น้อยเช่นกัน จึงทำให้มองไม่เห็นความแตกต่างระหว่างซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันกับซิลิกาโคปด้วยพอร์ไฟริน

นอกจากนั้น ในกรณีของการสกัด Pb(II) ในภาวะที่มี NaNO₃ ปนอยู่ในสารละลาย พบว่าซิลิกาทั้งสามชนิดสามารถสกัด Pb(II) ได้เกือบ 100% ของปริมาณ Pb(II) เริ่มต้น ดังนั้นในภาวะนี้จึงไม่สามารถบอกความสามารถที่แท้จริงรวมถึงความแตกต่างในการสกัดโลหะชนิดดังกล่าวของซิลิกาแต่ละชนิดได้

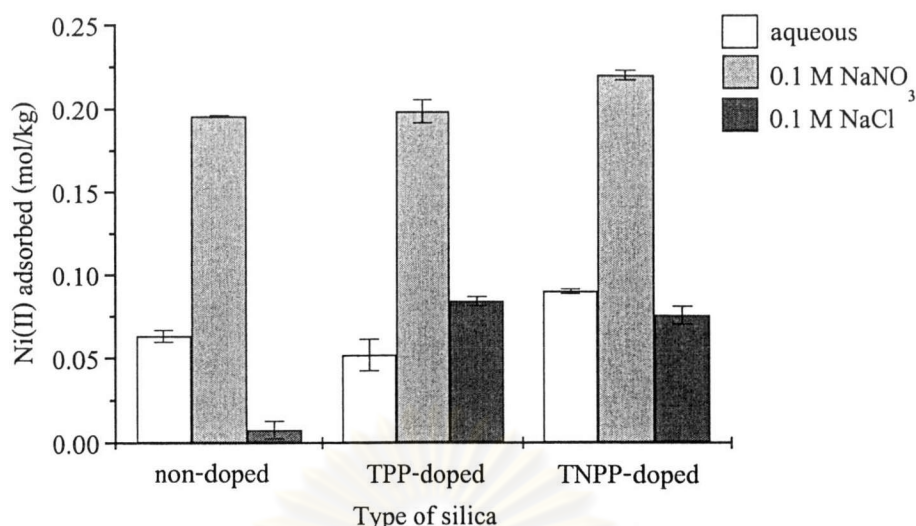
นอกจากการสกัด Fe(II), Pb(II) และ Zn(II) แล้ว ยังได้ทำการศึกษาถึงความสามารถในการสกัด Fe(III) ของซิลิกาทั้งสามชนิดในภาวะที่มี NaNO_3 ปนอยู่ด้วย ผลปรากฏว่ามีเพียงเมโซพอร์สซิลิกาโดยด้วย TNPP เท่านั้นที่สามารถสกัด Fe(III) ได้ แต่ผลการสกัดนั้นมีค่าน้อย คือสามารถสกัด Fe(III) ได้เพียง $0.0217 \pm 0.0025 \text{ mol/kg}$

สำหรับในกรณีของ Cu(II) ได้ทำการทดลองเบื้องต้นโดยศึกษาการสกัด Cu(II) ของซิลิกาทั้งสามชนิดจากสารละลายที่มี pH เริ่มต้นต่างกัน 3 ค่า ได้แก่ 1.91, 2.66 และ 2.75 ในภาวะที่ไม่มีและมี 0.1 M NaNO_3 ร่วมอยู่ด้วย ผลการศึกษาพบว่าซิลิกาทั้งสามชนิดไม่สามารถสกัด Cu(II) ได้เลยในทุกภาวะที่ทำการทดลอง ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองใหม่ โดยใช้สารละลาย 100 ppm Cu(II) pH 2.92 ในภาวะที่ไม่มีและมี 0.1 M NaNO_3 เป็นสารละลายเริ่มต้นในการสกัดแทน ผลปรากฏว่าซิลิกาทั้งสามชนิดไม่สามารถสกัด Cu(II) ได้เลยเมื่อไม่มี NaNO_3 ผสมอยู่ในสารละลาย ส่วนในภาวะที่มี NaNO_3 ผสมอยู่นั้น ไม่สามารถระบุค่าการสกัดที่แท้จริงของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดได้ เนื่องจากพบการตกตะกอนของ Cu(OH)_2 และค่า pH ของสารละลายโลหะหลังการสกัดนั้นมีค่าใกล้เคียงกับ pH ที่ทำให้เกิดการตกตะกอนไฮดรอกไซด์ของคอปเปอร์

สำหรับในกรณีของการสกัด Cd(II) และ Ni(II) นอกจากการศึกษาถึงผลของ NaNO_3 ในสารละลายโลหะที่มีต่อการสกัดโลหะทั้งสองชนิดดังกล่าวแล้ว ยังได้ทำการศึกษาถึงผลของ NaCl ในสารละลายโลหะที่มีต่อการสกัดไอออนดังกล่าวของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดอีกด้วย ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.9 และ 3.10 สำหรับการสกัด Cd(II) และ Ni(II) ตามลำดับ



รูปที่ 3.9 ความสามารถในการสกัด Cd(II) ของเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิด จากสารละลาย Cd(II) ในน้ำ, ใน 0.1 M NaNO_3 และใน 0.1 M NaCl

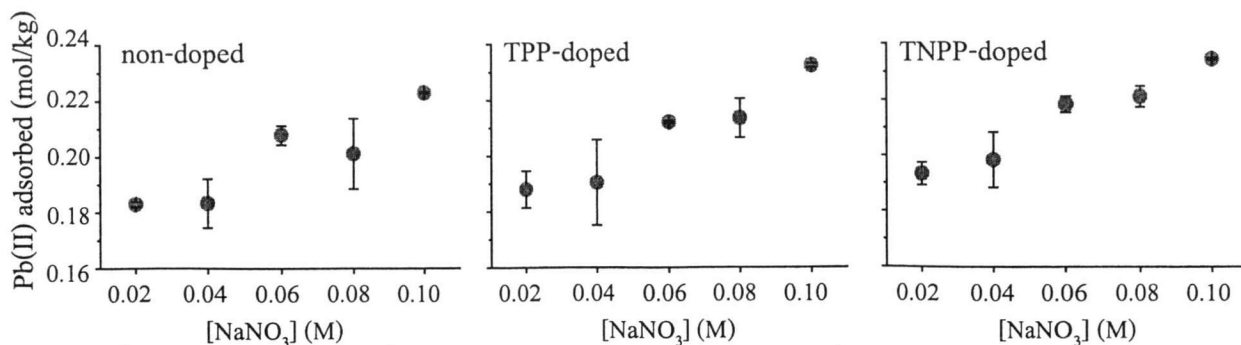


รูปที่ 3.10 ความสามารถในการสกัด Ni(II) ของเมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิด จากสารละลาย Ni(II) ในน้ำ, ใน 0.1 M NaNO₃ และใน 0.1 M NaCl

จากรูปที่ 3.9 และ 3.10 จะเห็นได้ว่าผลการสกัด Cd(II) และ Ni(II) โดยรวมของทั้งเมโซพอร์ซซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วย TPP และเมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วย TNPP มีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้น เมื่อในสารละลายโลหะมี NaNO₃ หรือ NaCl ผสมอยู่ ทั้งนี้อาจเป็นผลเนื่องมาจากไซเดียมไอออนตามที่กล่าวไว้แล้วก่อนหน้านี้ และเมื่อเปรียบเทียบผลของ NaNO₃ กับ NaCl ที่มีอยู่ในสารละลายโลหะต่อการสกัด Cd(II) และ Ni(II) ของซิลิกา พบว่าปริมาณโลหะทั้งสองชนิดที่ถูกสกัดได้ในภาวะที่มี NaCl ปนอยู่ในสารละลายโลหะนั้น มีค่าน้อยกว่าปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้ในภาวะที่มี NaNO₃ ผสมอยู่ ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการที่ Cl⁻ สามารถทำปฏิกิริยากับไอออนของโลหะทั้งสองชนิดได้เกิดเป็นไอออนเชิงซ้อน CdCl₄²⁻ และ NiCl₄²⁻ [32-33] ส่งผลให้เกิดไอออนอิสระที่สามารถทำปฏิกิริยากับ active site ของซิลิกาได้นั้นมีปริมาณลดลง

3.3.2. ความเข้มข้นของ NaNO₃ ที่มีในสารละลายโลหะ

การศึกษาในหัวข้อ 3.3.1 พบว่า การมี NaNO₃ ในสารละลายโลหะ ทำให้ซิลิกาสกัดโลหะต่างๆ ได้ในปริมาณที่มากขึ้น ดังนั้นในหัวข้อนี้ จึงได้ทำการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นของ NaNO₃ ที่มีในสารละลายโลหะต่อประสิทธิภาพในการสกัดของซิลิกาทั้งสามชนิด โดยใช้ Pb(II) เป็นไอออนตัวอย่าง และความเข้มข้นของ NaNO₃ ที่ทำการศึกษามีค่าตั้งแต่ 0.02 - 0.10 M ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.11

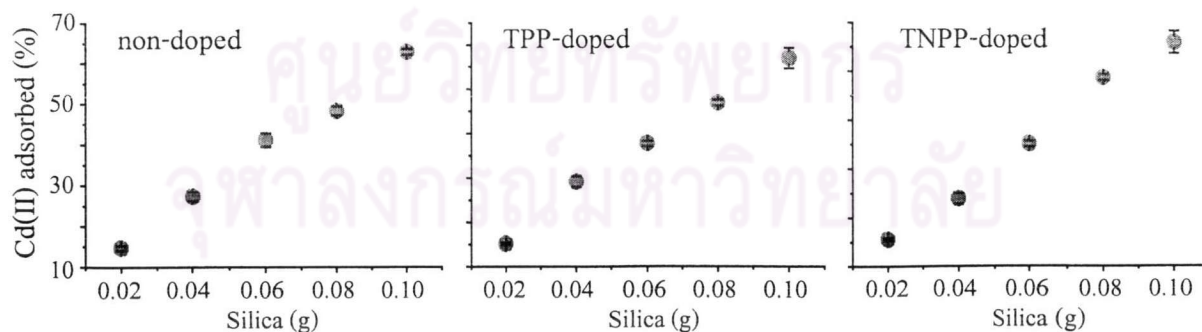


รูปที่ 3.11 ปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดโดยเมโซพอร์สซิลิกา ในภาวะที่มี NaNO₃ ความเข้มข้นค่าต่างๆ ผสมอยู่ในสารละลายโลหะ

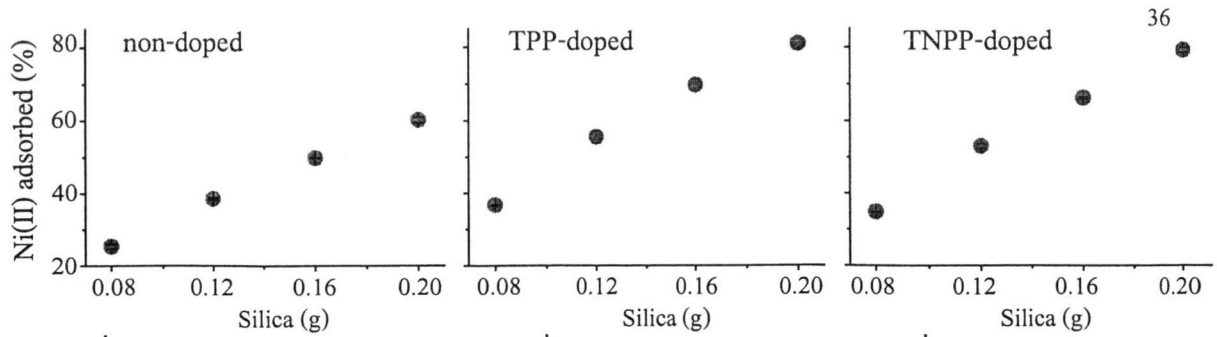
จากรูปที่ 3.11 จะเห็นได้ว่าเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดสามารถสกัด Pb(II) ได้ดีมากขึ้นเมื่อสารละลายมี NaNO₃ ผสมอยู่ในปริมาณที่มากขึ้น ซึ่งอาจเป็นผลมาจากปริมาณ Na⁺ ที่มีมากขึ้นนั้น ทำให้โอกาสในการแทนที่ CTA⁺ ที่อยู่บนซิลิกามีมากขึ้น ส่งผลให้ Pb(II) มีโอกาสในการทำปฏิกิริยากับ active site ของซิลิกาได้มากขึ้นตามไปด้วย การที่มี NaNO₃ ผสมอยู่ในสารละลายแล้วทำให้การสกัด Pb(II) ดีขึ้นนี้ จัดเป็นข้อได้เปรียบในการประยุกต์ซิลิกาทั้งสามชนิดในงานวิจัยนี้กับการสกัด Pb(II) จากสารตัวอย่างที่มีเกลือผสมอยู่ เช่น การสกัด Pb(II) ที่ปนเปื้อนในน้ำทะเล เป็นต้น

3.3.3. ปริมาณซิลิกาที่ใช้ในการสกัด

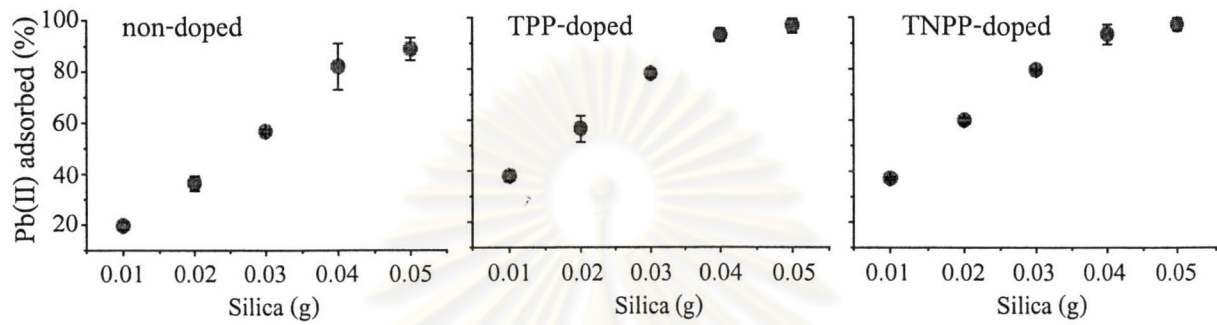
ปริมาณสารดูดซับที่ใช้ในการสกัดอาจเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการสกัดโลหะด้วยเฟสของแข็ง ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงได้ทำการศึกษาถึงผลของปริมาณซิลิกาที่มีต่อการสกัด Cd(II), Ni(II) และ Pb(II) จากสารละลายโลหะที่มี 0.1 M NaNO₃ ผสมอยู่ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.12 - 3.14



รูปที่ 3.12 ผลของปริมาณซิลิกาชนิดต่างๆ ที่ใช้ในการสกัดต่อปริมาณ Cd(II) ที่ถูกสกัดได้



รูปที่ 3.13 ผลของปริมาณซิลิกาชนิดต่างๆ ที่ใช้ในการสกัดต่อปริมาณ Ni(II) ที่ถูกสกัดได้

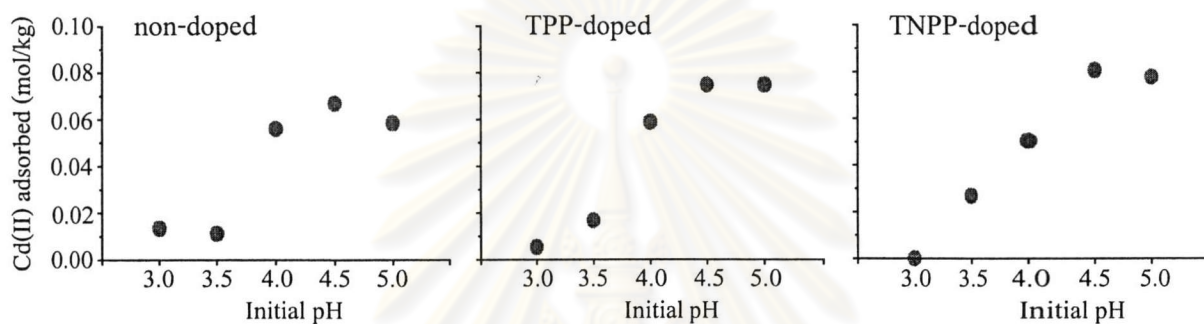


รูปที่ 3.14 ผลของปริมาณซิลิกาชนิดต่างๆ ที่ใช้ในการสกัดต่อปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดได้

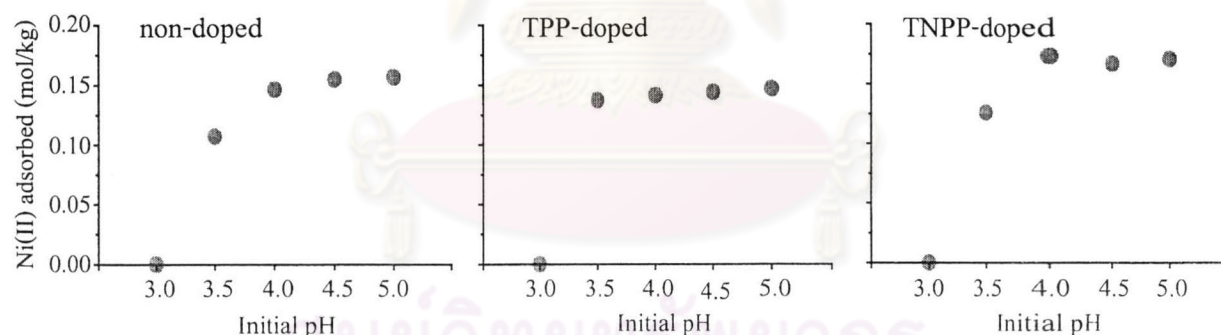
จากรูปที่ 3.12 - 3.14 จะเห็นได้ว่า ผลการสกัด Cd(II), Ni(II) และ Pb(II) เป็นไปในทำนองเดียวกัน กล่าวคือ ปริมาณโลหะทั้งสามชนิดที่ถูกสกัดได้มีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับปริมาณซิลิกาแต่ละชนิดที่ใช้ในการสกัด โดยเมื่อใช้ปริมาณซิลิกาในการสกัดเพิ่มขึ้น ทำให้การสกัดโลหะมีค่ามากขึ้นตามไปด้วย และเมื่อพิจารณาผลการสกัดโลหะแต่ละชนิดพบว่า ในกรณีของการสกัด Cd(II) นั้น ทั้งเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TNPP สามารถสกัด Cd(II) ได้ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน แสดงว่าการมีหมู่ฟังก์ชันพอร์ไฟรินในซิลิกาไม่มีผลต่อการเพิ่มความสามารถในการสกัด Cd(II) แต่อย่างใด ซึ่งตรงข้ามกับในกรณีของผลการสกัด Ni(II) ซึ่งปรากฏว่า เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วยพอร์ไฟรินทั้งสองชนิดนั้นสามารถสกัด Ni(II) ได้ในปริมาณที่มากกว่าเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน จึงแสดงว่าทั้ง TPP และ TNPP น่าจะมีบทบาทสำคัญต่อการเพิ่มความสามารถในการสกัด Ni(II) ของซิลิกา ส่วนผลการสกัด Pb(II) ของซิลิกาทั้งสามชนิดนั้น พบว่า เมื่อใช้ปริมาณซิลิกาน้อยกว่า 0.03 g ซิลิกาโดยดัดด้วยพอร์ไฟรินมีแนวโน้มในการสกัด Pb(II) ได้ในปริมาณที่มากกว่าปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดโดยเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน แต่เมื่อปริมาณซิลิกาที่ใช้ในการสกัดมีค่า 0.05 g ปรากฏว่า Pb(II) ทั้งหมดที่มีอยู่ในสารละลายสามารถถูกสกัดได้ทั้งหมด ในขณะที่ซิลิกาปริมาณเดียวกันนี้ สกัด Cd(II) ได้เพียง 35% และอาจไม่สกัด Ni(II) เลย จึงแสดงว่าซิลิกาทั้งสามชนิดนี้มีสมบัติที่เหมาะสมต่อการสกัด Pb(II) มากกว่าการสกัด Cd(II) และ Ni(II) ตามลำดับ

3.3.4. pH ของสารละลายโลหะ

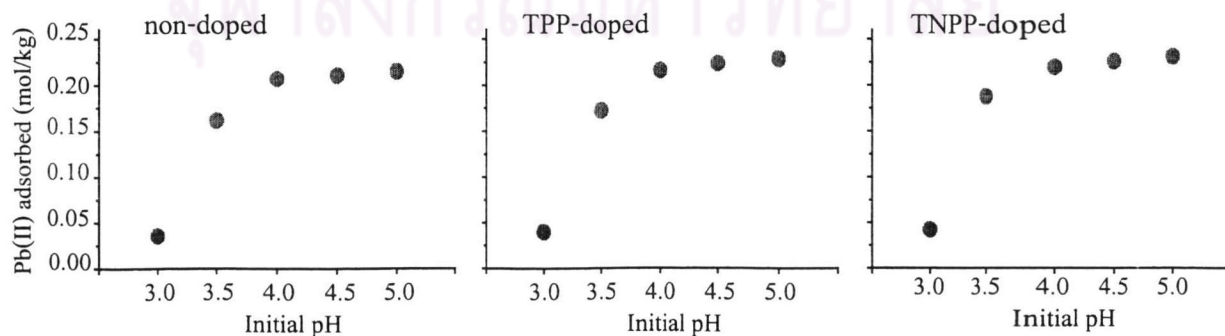
เนื่องจาก pH ของสารละลายโลหะอาจเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการสกัดโลหะของสารดูดซับ ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงได้ทำการศึกษาถึงผลของ pH ของสารละลายโลหะที่มีต่อความสามารถในการสกัด Cd(II), Ni(II) และ Pb(II) ของเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TNPP โดยใช้สารละลายโลหะแต่ละชนิดที่มี pH ค่าต่างๆ ตั้งแต่ 3.0 - 5.0 และมี 0.1 M NaNO₃ ผสมอยู่ด้วย เป็นสารละลายเริ่มต้น โดยทำการปรับ pH ของสารละลายด้วย 1 M HNO₃ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.15, 3.16 และ 3.17 สำหรับการสกัด Cd(II), Ni(II) และ Pb(II) ตามลำดับ



รูปที่ 3.15 ปริมาณ Cd(II) ที่ถูกสกัดโดยเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน, เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TNPP จากสารละลายโลหะที่มี pH เริ่มต้นค่าต่างๆ



รูปที่ 3.16 ปริมาณ Ni(II) ที่ถูกสกัดโดยเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน, เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TNPP จากสารละลายโลหะที่มี pH เริ่มต้นค่าต่างๆ

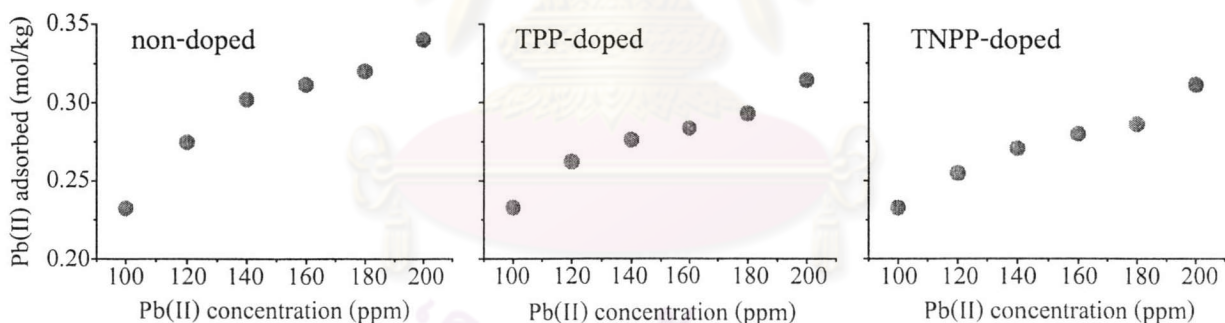


รูปที่ 3.17 ปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดโดยเมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน, เมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TPP และเมโซพอร์สซิลิกาโดยดัดด้วย TNPP จากสารละลายโลหะที่มี pH เริ่มต้นค่าต่างๆ

จากรูปที่ 3.15 - 3.17 จะเห็นได้ว่า pH เริ่มต้นของสารละลายโลหะมีผลต่อการสกัด Cd(II), Ni(II) และ Pb(II) ของเมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิด โดยเมื่อสารละลายมี pH ต่ำ ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้มีน้อย และซิลิกาสามารถสกัดโลหะได้มากขึ้น เมื่อสารละลายมี pH สูงขึ้น โดยสกัดโลหะได้มากที่สุดเมื่อสารละลายมี pH ตั้งแต่ 4 ขึ้นไป การที่ความสามารถในการสกัดโลหะมีค่าน้อย เมื่อสารละลายมี pH ต่ำนั้น น่าจะมีสาเหตุมาจากการที่มี H^+ อยู่ในสารละลายเป็นจำนวนมาก ทำให้เกิดการแข่งขันกับไอออนของโลหะในการเข้าไปทำปฏิกิริยากับ active site ของซิลิกา

3.3.5. ความสามารถในการสกัด Pb(II) ของเมโซพอร์ซซิลิกา

จากผลการสกัด Pb(II) ในหัวข้อ 3.3.3 ซึ่งพบว่า เมื่อใช้ซิลิกา 0.05 g ในการสกัด 100 ppm Pb(II) แล้วปรากฏว่า เมโซพอร์ซซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วย TPP และเมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วย TNPP สามารถสกัด Pb(II) ที่มีอยู่ในสารละลายได้ทั้งหมด จึงทำให้ไม่สามารถระบุความสามารถที่แท้จริงในการสกัด Pb(II) ของซิลิกาทั้งสามชนิดได้ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้ทำการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย Pb(II) ที่มีต่อประสิทธิภาพในการสกัดไอออนชนิดดังกล่าวของซิลิกาทั้งสามชนิด โดยใช้ปริมาณซิลิกาแต่ละชนิดในการสกัดเป็น 0.1 g และใช้สารละลาย Pb(II) เข้มข้นตั้งแต่ 100 - 200 ppm ในภาวะที่มี 0.1 M $NaNO_3$ ผสมอยู่เป็นสารละลายเริ่มต้น ผลการสกัดที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.18

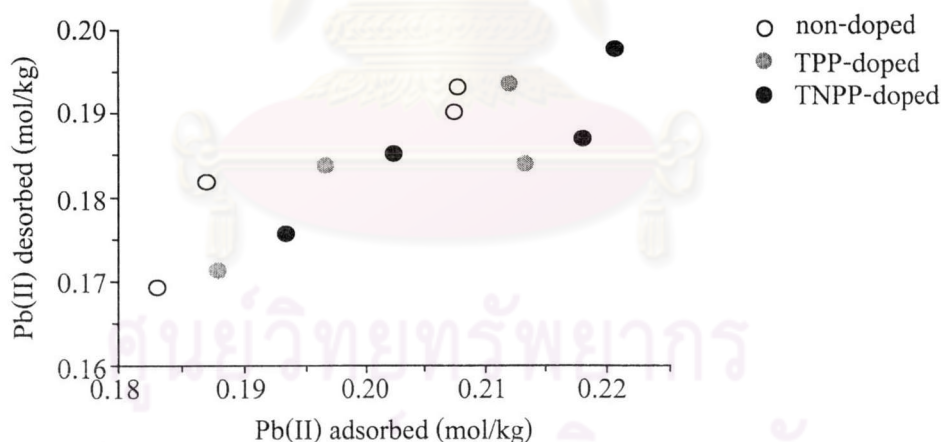


รูปที่ 3.18 ผลของความเข้มข้นของสารละลาย Pb(II) ต่อปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดได้โดยเมโซพอร์ซซิลิกาชนิดต่างๆ

จากรูปที่ 3.18 จะเห็นได้ว่า เมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิดสามารถสกัด Pb(II) ได้ในปริมาณที่มากขึ้น เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายโลหะมีค่ามากขึ้นและเมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการสกัด Pb(II) ของเมโซพอร์ซซิลิกาทั้งสามชนิด จะเห็นได้ว่าสามารถสกัด Pb(II) ได้ในปริมาณที่ใกล้เคียงกันและสามารถสกัด Pb(II) ได้มาก ดังนั้นทั้งเมโซพอร์ซซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน เมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วย TPP และเมโซพอร์ซซิลิกาโคปด้วย TNPP จึงเป็นสารดูดซับที่เหมาะสมต่อการนำไปใช้สกัด Pb(II) ในน้ำ โดยเฉพาะในกรณีที่สารตัวอย่างมี Pb(II) ปนอยู่ในปริมาณมาก

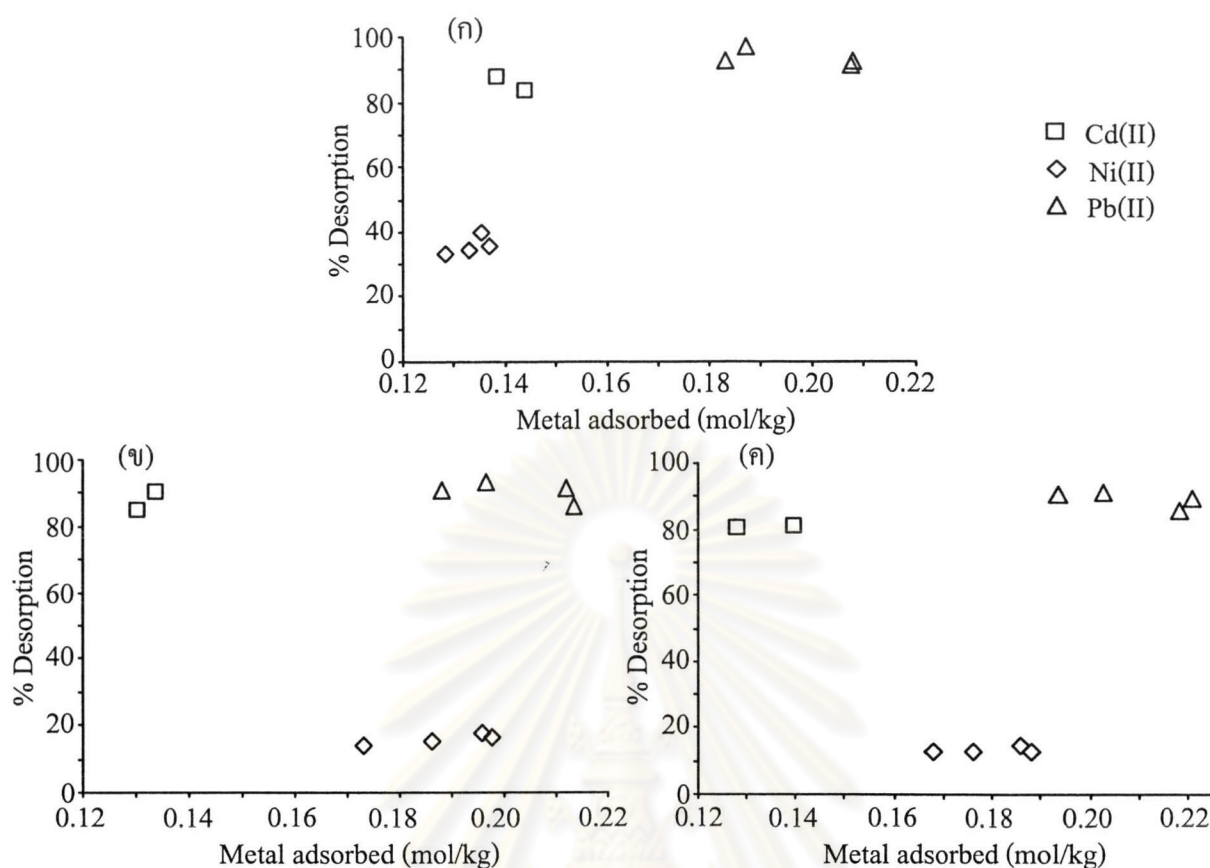
3.4. การคายโลหะ (desorption) ออกจากเมโซพอร์สซิลิกา

การสกัดด้วยเฟสของแข็งมีสารดูดซับเป็นปัจจัยสำคัญ ซึ่งคุณสมบัติที่ดีข้อหนึ่งของสารดูดซับคือ เมื่อนำไปใช้ในการสกัดสารแล้ว ต้องสามารถชะสารนั้นๆ ออกจากสารดูดซับได้ เพื่อที่จะนำสารดูดซับดังกล่าวกลับมาใช้ใหม่ได้อีก อันจะนำมาซึ่งการใช้ประโยชน์จากสารดูดซับอย่างคุ้มค่า ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาถึงการคายโลหะออกจากเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิด โดยในการศึกษาเบื้องต้น ได้ทำการศึกษาถึงการคาย Pb(II) ออกจากซิลิกาที่ผ่านการสกัด Pb(II) แล้ว ซึ่งมีปัจจัยที่ทำการศึกษาได้แก่ ความเข้มข้นของกรดไนตริกที่ทำหน้าที่เป็นสารคายโลหะ (desorption agent) โดยความเข้มข้นที่ใช้มี 2 ค่าได้แก่ 0.1 M และ 0.5 M ส่วนซิลิกาที่นำมาศึกษาเป็นซิลิกาที่ได้หลังการสกัด Pb(II) ในภาวะที่มี 0.1 M NaNO₃ ผสมอยู่ (ดูหัวข้อ 3.3.1) ผลการศึกษาพบว่า ความเข้มข้นของกรดไนตริกที่ใช้ทั้งสองความเข้มข้น ให้ค่าการสกัดโลหะที่ไม่แตกต่างกัน โดยสามารถปลดปล่อยโลหะได้มากกว่า 90% ดังนั้นในการศึกษาครั้งต่อมาจึงใช้ 0.1 M HNO₃ เป็นสารคายโลหะออกจากซิลิกาที่ผ่านการสกัด Pb(II) ในภาวะที่มี NaNO₃ ความเข้มข้นค่าต่างๆ ผสมอยู่ (ดูหัวข้อ 3.3.2) ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.19 ซึ่งจะเห็นได้ว่า ปริมาณโลหะที่ถูกชะออกจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้ อย่างไรก็ตาม การคายโลหะของซิลิกาทั้งสามชนิดนั้นยังคงมีค่ามากกว่า 90% จึงสรุปได้ว่า สารละลายโลหะที่ใช้ในการทดลองนี้ซึ่งได้แก่ 0.1 M HNO₃ นั้น มีความเหมาะสมเป็นอย่างยิ่งต่อการคาย Pb(II) ออกจากเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิด



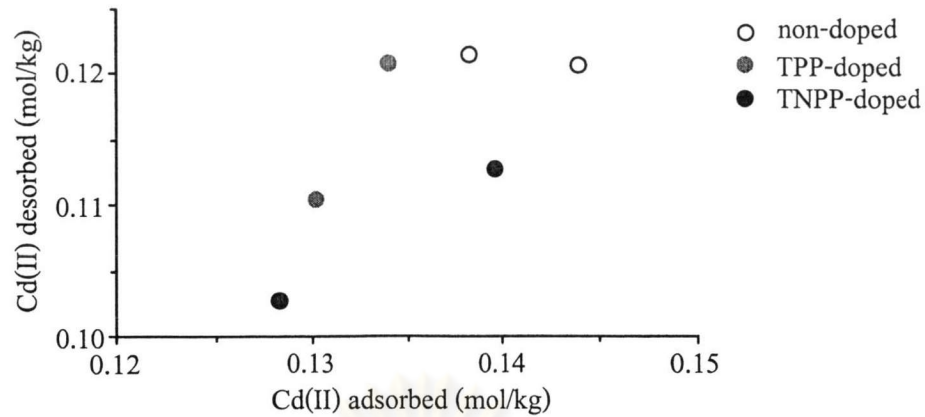
รูปที่ 3.19 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Pb(II) ที่ถูกคายออกโดยใช้ 0.1 M HNO₃ เป็นสารคายโลหะต่อปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดได้โดยเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ

นอกจากการคาย Pb(II) แล้ว ในงานวิจัยนี้ยังได้ทำการศึกษาถึงการคาย Cd(II) และ Ni(II) ออกจากเมโซพอร์สซิลิกาทั้งสามชนิดโดยใช้ 0.1 M HNO₃ เป็นสารคายโลหะด้วยเช่นกัน ซึ่งซิลิกาที่นำมาศึกษาเป็นซิลิกาที่ผ่านการสกัด Cd(II) และ Ni(II) ในภาวะที่มี NaNO₃ ผสมอยู่ในสารละลาย (ดูหัวข้อ 3.3.3) ผลการศึกษาที่ได้จากการคาย Cd(II) และ Ni(II) ออกจากซิลิกาทั้งสามชนิดเปรียบเทียบกับผลการคาย Pb(II) แสดงดังรูปที่ 3.20

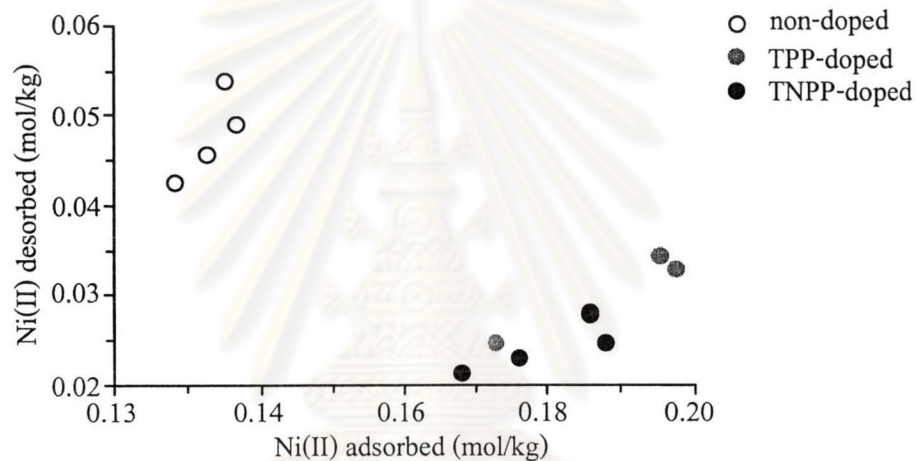


รูปที่ 3.20 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ โลหะที่ถูกคายออกโดยใช้ 0.1 M HNO_3 เป็นสารคายโลหะ ต่อปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้เมื่อใช้ (ก) เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน (ข) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TPP และ (ค) เมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วย TNPP เป็นสารดูดซับ

จากรูปที่ 3.20 จะเห็นได้ว่า การใช้ 0.1 M HNO_3 เป็นสารคายโลหะนั้น ให้ประสิทธิภาพที่ดี ในการคาย Cd(II) ออกจากซิลิกาเช่นกัน กล่าวคือ สามารถคาย Cd(II) ออกจากซิลิกาได้ในปริมาณที่มากกว่า 80% ของปริมาณ Cd(II) ที่ถูกสกัดได้ ในทางตรงกันข้ามกับกรณีของการคาย Ni(II) พบว่ามีปริมาณ Ni(II) ที่ถูกคายออกเพียง 33 - 40% ของปริมาณ Ni(II) ที่ถูกสกัดได้เมื่อใช้เมโซพอร์สซิลิกาที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชันเป็นสารดูดซับ ยิ่งไปกว่านั้น ในกรณีของการใช้สารดูดซับเป็นเมโซพอร์สซิลิกาโคปด้วยพอร์ไฟริน พบปริมาณ Ni(II) ที่ถูกคายออกเพียง 13 - 18% เท่านั้น อย่างไรก็ตาม แนวโน้มในการคาย Cd(II) และ Ni(II) ออกจากซิลิกายังคงมีลักษณะเดียวกันกับการคาย Pb(II) กล่าวคือค่าการคาย Cd(II) และ Ni(II) นั้นเพิ่มขึ้นตามปริมาณ Cd(II) และ Ni(II) ที่ถูกสกัดได้ (รูปที่ 3.21 และ รูปที่ 3.22 ตามลำดับ)



รูปที่ 3.21 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Cd(II) ที่ถูกคายออกโดยใช้ 0.1 M HNO₃ เป็นสารคายโลหะต่อปริมาณ Cd(II) ที่ถูกสกัดได้โดยเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ



รูปที่ 3.22 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ Ni(II) ที่ถูกคายออกโดยใช้ 0.1 M HNO₃ เป็นสารคายโลหะต่อปริมาณ Ni(II) ที่ถูกสกัดได้โดยเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ

3.5. การสกัดซ้ำ (readsorption)

สารดูดซับที่ดีเมื่อนำกลับมาใช้ใหม่ ควรมีความสามารถในการสกัดคงที่ หรือความสามารถในการสกัดของสารดูดซับไม่ควรเปลี่ยนแปลงมากนัก ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาสมบัติในการสกัด Pb(II) ของซิลิกาที่เคยผ่านการสกัด Pb(II) มาแล้วครั้งหนึ่งและได้ทำการคาย (desorb) โลหะออกจากซิลิกาชนิดนั้นๆ ได้มากกว่า 90% โดยภาวะที่ใช้ในการทำการสกัดซ้ำ (readsorption) นั้น เหมือนกับการสกัดครั้งแรก (adsorption) กล่าวคือ ใช้สารละลาย 200 ppm Pb(II) ในภาวะที่มี 0.1 M NaNO₃ ผสมอยู่ด้วยเป็นสารละลายเริ่มต้น และใช้ปริมาณซิลิกาในการสกัดแต่ละครั้งเป็น 0.1 g ผลการสกัดที่ได้จากการสกัดซ้ำเทียบกับผลการสกัดครั้งแรกของเมโซพอร์สซิลิกาชนิดต่างๆ แสดงดังตารางที่ 3.5 ซึ่งจะเห็นได้ว่าการสกัดซ้ำให้ผลการสกัด Pb(II) ลดลงจากการสกัดครั้งแรก อย่างไรก็ตาม ปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดได้จากการสกัดซ้ำนั้นยังคงมีค่าสูงกว่า 75% ของความเข้มข้นเริ่มต้น

ของสารละลาย Pb(II) ที่ใช้ในการสกัด ดังนั้น ซิลิกาทั้งสามชนิดนี้จึงน่าจะสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ดี ในระดับหนึ่ง

ตารางที่ 3.5 ปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดโดยเมโซพอร์ซิลิกาชนิดต่างๆ จากการสกัดซ้ำเทียบกับการสกัดครั้งแรก

เมโซพอร์ซิลิกา	ปริมาณ Pb(II) ที่ถูกสกัดได้			
	การสกัดครั้งแรก		การสกัดซ้ำ	
	(mol/kg)	(%)*	(mol/kg)	(%)*
ที่ไม่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน	0.2351	100.0	0.1728	74.64
โดปด้วย TPP	0.2352	100.0	0.1746	75.24
โดปด้วย TNPP	0.2392	100.0	0.1754	75.84

* % การสกัดเมื่อเทียบกับความเข้มข้นเริ่มต้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย