

บทที่ 4

ผลของการวิจัย

4.1. อิทธิพลของสารตั้งต้นและอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา ในการสังเคราะห์ซิลิกา

4.1.1. การสังเคราะห์ซิลิกา

การสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้สารตั้งต้นและอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา ปริมาณต่างๆ กันได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ชนิดของซิลิกาที่ใช้สารตั้งต้นและอัตราส่วนโดย โมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา ปริมาณต่างๆ

ชนิดของสารตั้งต้นซิลิกา	CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา (อัตราส่วนโดยโมล)	ชื่อของซิลิกาที่มีรูพรุน ระดับนาโนเมตร
TEOS	0	AA
	0.09	AB
	0.18	AC
ซิลิกาที่ผ่านการเผา ที่อุณหภูมิสูง	0	BA
	0.09	BB
	0.18	BC
ซิลิกาเจล 60	0	CA
	0.09	CB
	0.18	CC

จากผลการสังเคราะห์พบว่าซิลิกาแต่ละชนิดสามารถสังเคราะห์ได้ง่าย ยกเว้นซิลิกา ชนิด AA ที่ใช้อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา เท่ากับ 0 จะเกิดปฏิกิริยานานมาก

4.1.2. การหาคุณลักษณะของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

4.1.2.1. การหาปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกา

การหาปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกาเพื่อพิสูจน์หาว่าสารที่เราใช้ในการสังเคราะห์นั้นมีปริมาณอยู่จริงในซิลิกาเท่าใด ซึ่งผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.2

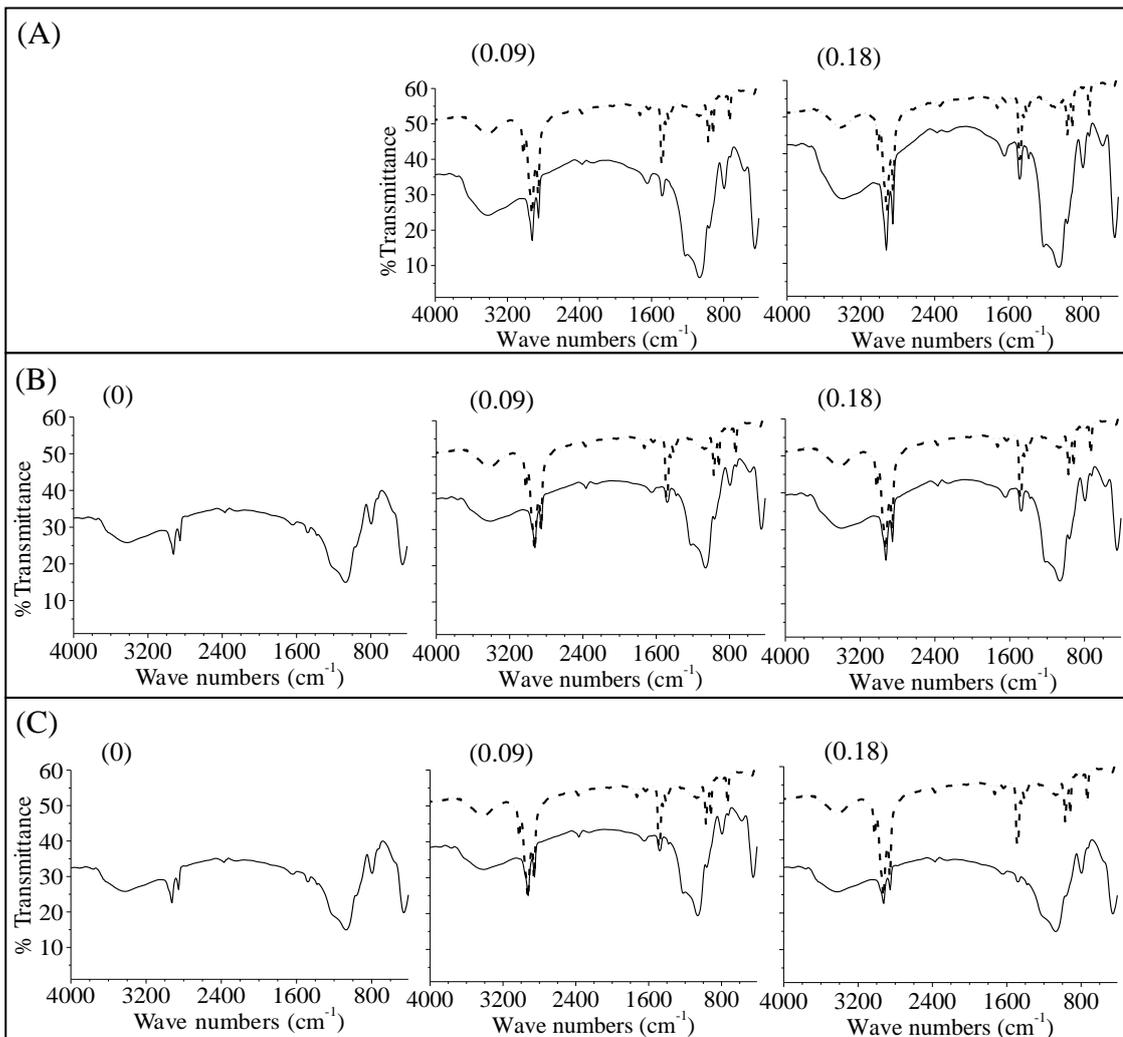
ตารางที่ 4.2 ปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในซิลิกา

สารตั้งต้น ซิลิกา	อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา	ปริมาณสารอินทรีย์ (%)		จากการทดลอง x 100
		จากการทดลอง	จากการคำนวณ	จากการคำนวณ (%)
TEOS	0.09	42.73	29.88	139.6
	0.18	53.28	46.03	115.8
ซิลิกาที่ผ่าน การเผาที่ อุณหภูมิสูง	0	10.07	0	-
	0.09	34.85	29.64	117.5
	0.18	41.96	46.07	91.09
ซิลิกาเจล 60	0	11.34	0	-
	0.09	32.49	29.67	109.5
	0.18	46.45	46.08	100.8

จากตารางค่าปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีค่าน้อยกว่า 100% เนื่องจากอาจมีการสูญเสียสารลดแรงตึงผิวระหว่างการสังเคราะห์ซิลิกา โดยจะเห็นได้จากระหว่าง การ กรอง จะมีฟองอากาศของสารลดแรงตึงผิวเกิดขึ้นมาก ในกรณีที่ปริมาณ ของ สารอินทรีย์มีค่ามากกว่า 100% แสดงว่ายังมีน้ำที่ดูดซับแบบกายภาพอยู่ ซึ่งยังออกไปไม่หมด จึง ทำให้น้ำหนักที่ชั่งได้เกินความเป็นจริง

4.1.2.2 การหาหมู่ฟังก์ชันของซิลิกาด้วยเทคนิค FTIR

การหาหมู่ฟังก์ชันของสารลดแรงตึงผิว และซิลิกาที่สังเคราะห์ได้สามารถใช้เทคนิค FTIR ในการหา ได้ผลการทดลองสรุปดังภาพที่ 4.1



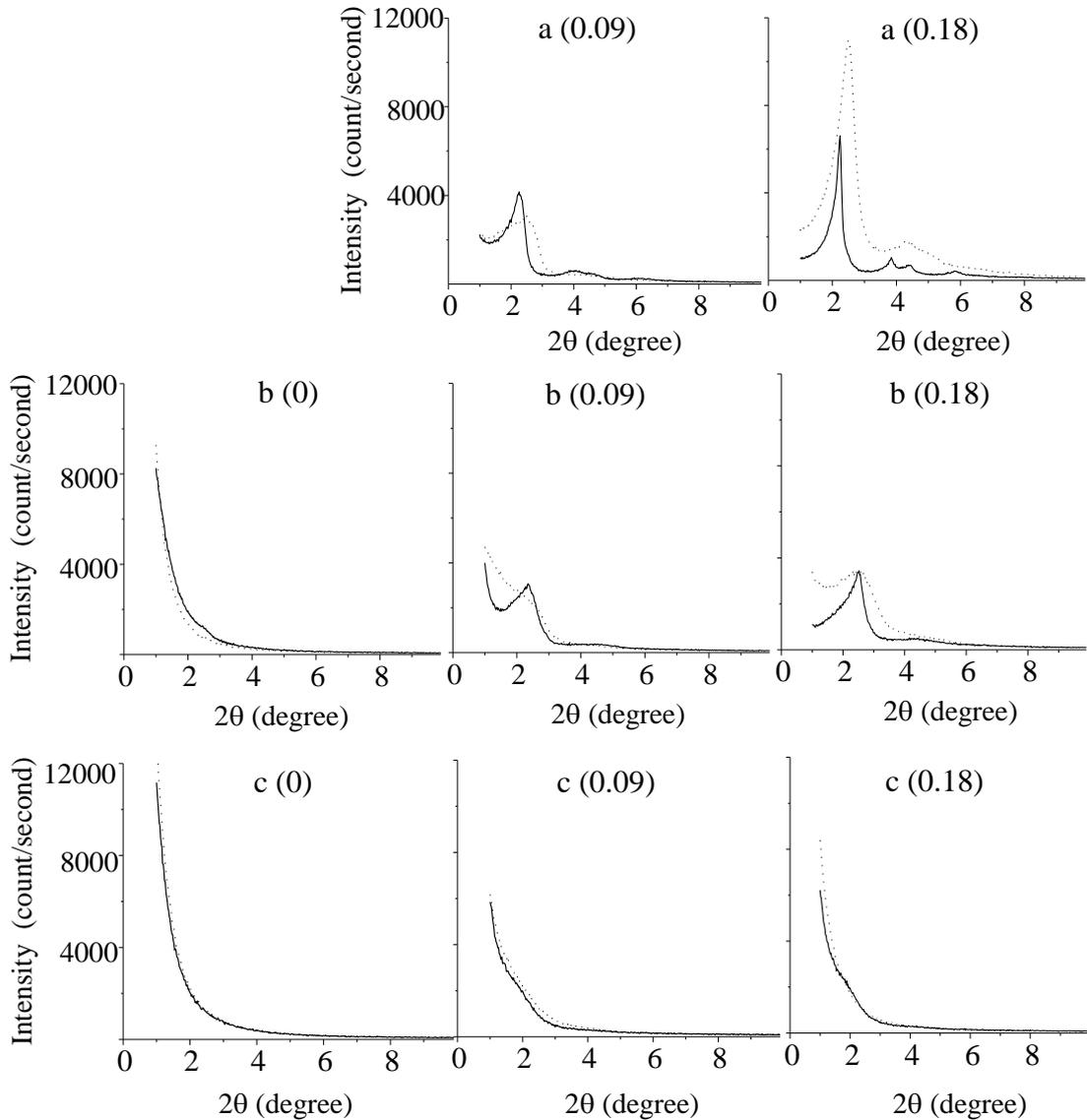
ภาพที่ 4.1 FT-IR สเปกตรัมของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากสาร ตั้งต้นชนิดต่างๆ (A) TEOS, (B) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (C) ซิลิกาเจล 60 (ตัวเลขในวงเล็บคืออัตราส่วน โมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา) เส้นประ คือ CTAB, เส้นทึบ คือ ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

จากภาพที่ 4.1, FT-IR สเปกตรัมของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้แสดงให้เห็นคุณสมบัติเฉพาะของซิลิกา คือ พีคที่ 3416 cm^{-1} คือ พันธะไฮโดรเจนของซิลานอลกรุ๊ปที่ได้จากการดูดซับน้ำทาง

กายภาพ พีคที่ 1050 cm^{-1} และ 794 cm^{-1} แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างของซิลิกา ซึ่งเกิดจากการสั่นของ Si-O พีคที่ 456 cm^{-1} แสดงให้เห็นถึง Si-O-Si

จากผลที่ได้ทั้งหมดนี้แสดงให้เห็นว่าโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการสังเคราะห์อยู่ในซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จริง

4.1.2.3 ความเป็นผลึก



ภาพที่ 4.2 ความเป็นผลึกของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นซิลิกาต่างๆ (a) TEOS, (b) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (c) ซิลิกาเจล 60 (ตัวเลขในวงเล็บ คืออัตราส่วนโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา) เส้นประ คือ ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง, เส้นทึบ คือ ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

ความเป็นผลึกของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้แสดงตามภาพที่ 4.2 พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่เป็น เตตระเอทอกซีไซเลน หรือ ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกามากกว่าหรือเท่ากับ 0.06 จะมีความเป็นผลึก ส่วนซิลิกาที่

สังเคราะห์จากซิลิกาเจล 60 จะมีรูปร่างเป็นอสัณฐานทุกอัตราส่วน และความเป็นผลึกของซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงจะหายไปเนื่องจากการเสียสภาพเมื่อถูกความร้อนสูงและการหลอมตัวของซิลานอลกรู๊ป

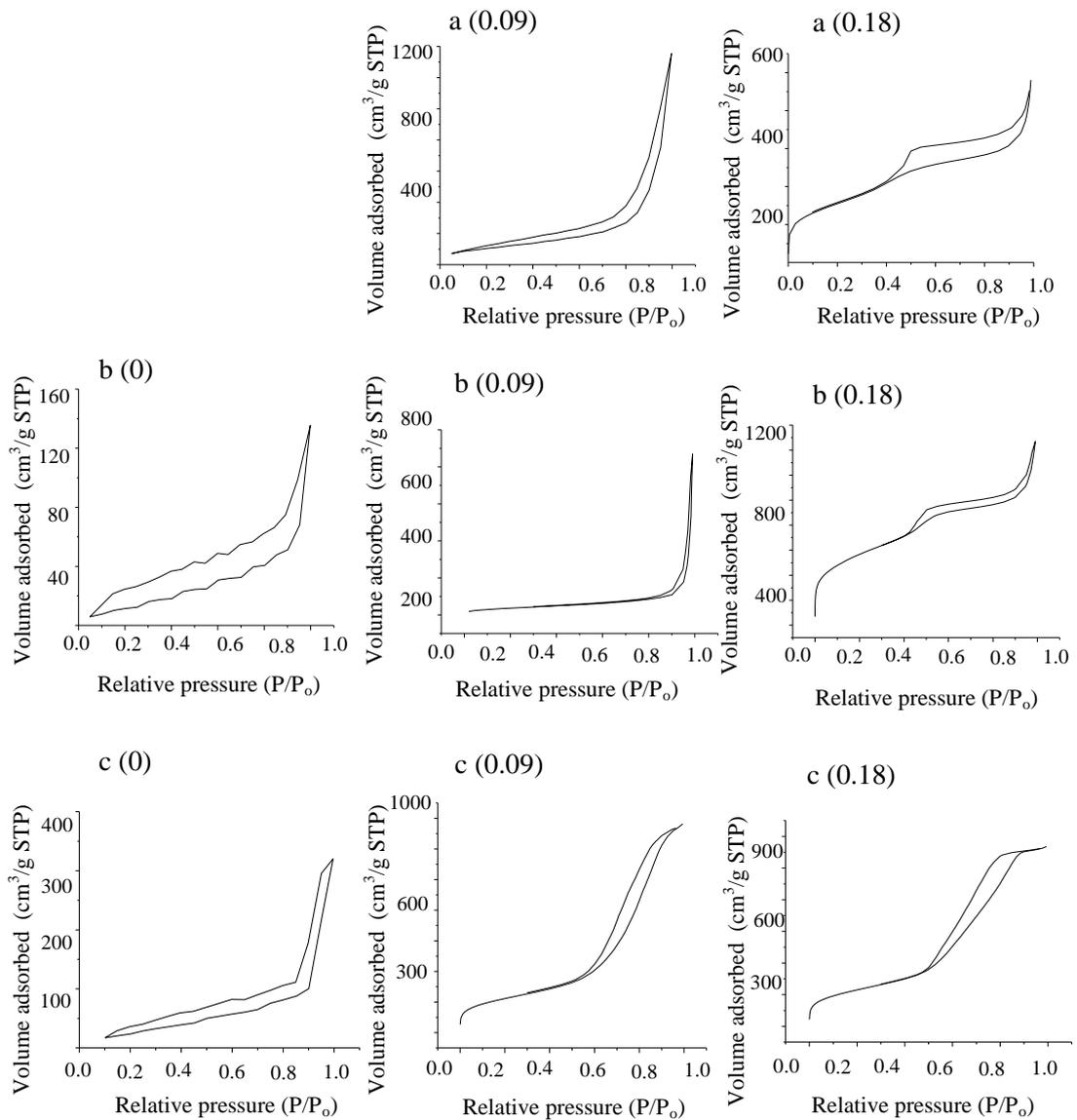
ตารางที่ 4.3 แสดงค่า d-spacing ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้พบว่าค่า d-spacing จะลดลงเมื่อผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง เนื่องมาจากการหลอมตัวของซิลานอลกรู๊ปในผนังของซิลิกาและการหลุดออกของสารลดแรงตึงผิว จึงทำให้ค่า d-spacing ลดลง

ตาราง 4.3 ผล XRD ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นซิลิกาต่างๆ

สารตั้งต้น ซิลิกา	อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา	ซิลิกาก่อนเผา		ซิลิกาหลังเผา	
		2 θ (degree)	d-spacing (Å)	2 θ (degree)	d-spacing (Å)
TEOS	0.09	2.260	39.06	2.500	35.31
		4.060	21.74		
		4.659	18.95		
	0.18	2.238	39.44	2.500	35.31
		3.840	22.99		
		4.381	20.15		
5.859		15.07			
ซิลิกาที่ผ่าน การเผาที่ อุณหภูมิสูง	0	-	-	-	-
	0.09	2.360	37.40	2.250	39.23
		2.650	33.32		
0.18	2.520	35.03	2.580	34.22	
	4.436	19.90			
ซิลิกาเจล 60	0	-	-	-	-
	0.09	1.870	47.21	2.129	41.46
	0.18	1.750	50.45	-	-

4.1.2.4 พื้นที่ผิว, ปริมาตรรูพรุน และขนาดของรูพรุน

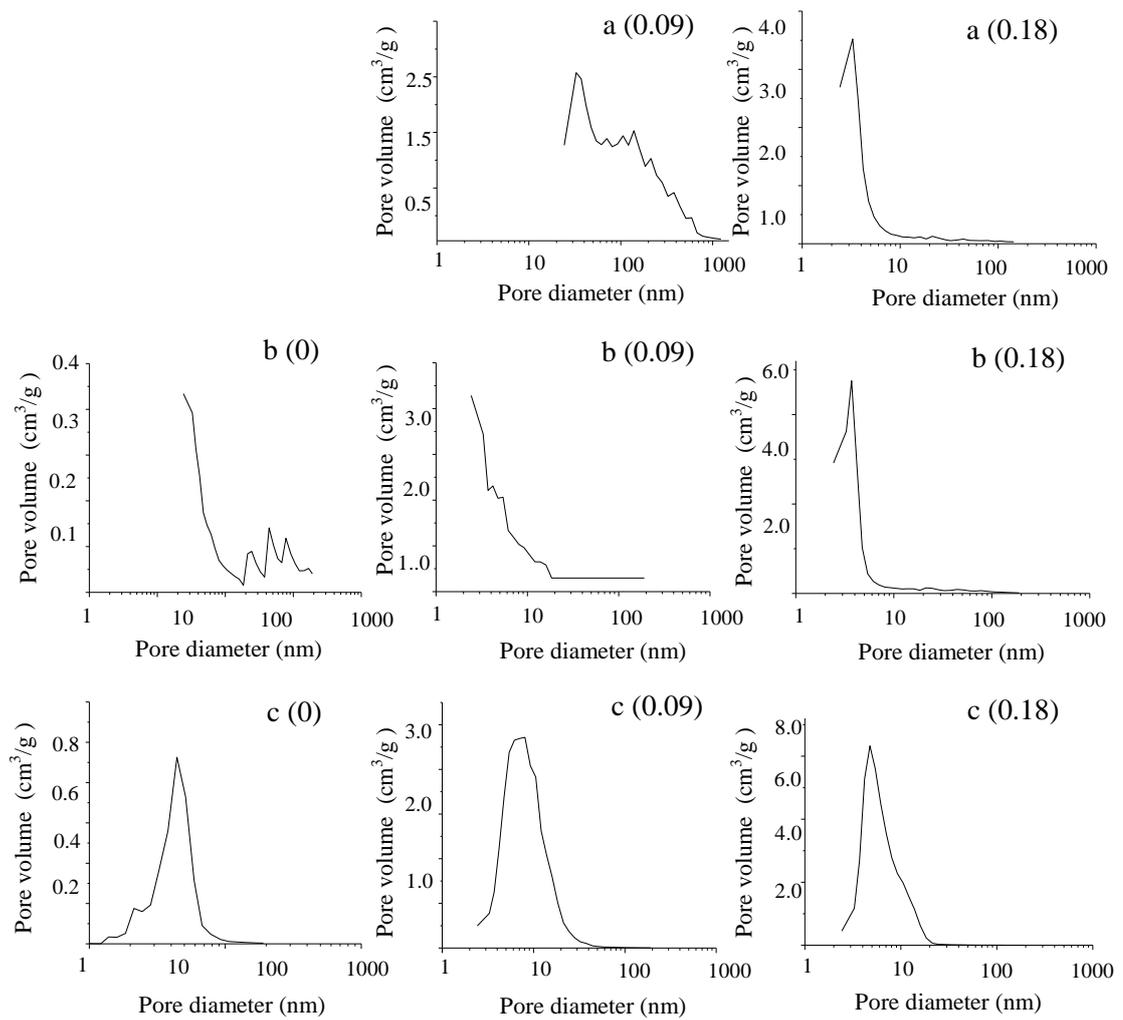
การดูดซับไนโตรเจนเป็นวิธีที่ใช้หาพื้นที่ผิวและคุณสมบัติของซิลิกา พื้นที่ผิวของซิลิกาที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้หาได้โดยวิธีของ BET ขนาดของรูพรุนหาได้โดยใช้สมการของ BJH และปริมาตรรูพรุนหาได้โดยการคำนวณจาก ปริมาตรการดูดซับที่ P/P_0 เท่ากับ 0.99



ภาพที่ 4.3 การดูดซับไนโตรเจนของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ : (a) TEOS, (b) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง , (c) ซิลิกาเจล 60 (ตัวเลขในวงเล็บคืออัตราส่วนโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา)

การดูดซับไนโตรเจนของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้แสดงดังภาพที่ 4.3 ตามการแบ่งของ IUPAC ไอโซเทอมเป็นแบบชนิดที่ 4 และมี hysteresis เป็นแบบ H3 หรือ H4 บ่งบอกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้เป็นแบบแผ่นที่ติดกันและมีรูพรุนที่แคบๆ

ภาพที่ 4.4 แสดงการกระจายตัวของขนาดรูพรุน ซึ่งการกระจายตัวที่มีช่วงแคบเกิดจากซิลิกาที่สังเคราะห์ด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกามากกว่าหรือเท่ากับ 0.09



ภาพที่ 4.4 BJH แสดงขนาดรูพรุนของซิลิกาที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นชนิดต่างๆ : (a) TEOS, (b) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง, (c) ซิลิกาเจล 60 ตัวเลขในวงเล็บคือ อัตราส่วนโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าพื้นที่ผิว, ปริมาตรของรูพรุนและขนาดรูพรุนเฉลี่ยของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ โดยพื้นที่ผิวมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของสารลดแรงตึงผิวมากขึ้น และเพิ่มความเป็นระเบียบให้กับซิลิกาที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตร

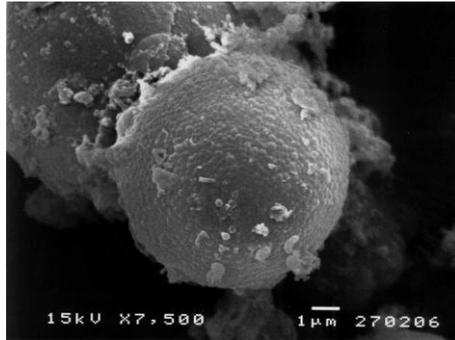
ตารางที่ 4.4 ผลของซิลิกาที่หาได้จากการดูดซับไนโตรเจนที่ 77 K และการทดลอง XRD

ชนิดของซิลิกา		S (m^2/g)	V_p (cm^3/g)	APD (nm)	d_{100} (nm)	a_0 (nm)	w (nm)
สารตั้งต้นซิลิกา	$\frac{CTAB}{\text{Silica precursor}}$ (mole ratio)						
TEOS	0.09	392	1.52	15.51	-	-	-
	0.18	550	0.74	5.38	6.74	23.34	17.96
ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง	0	20	0.13	26.00	-	-	-
	0.09	34	0.33	38.82	-	-	-
	0.18	503	0.57	4.53	-	-	-
ซิลิกาเจล 60	0	142	1.21	34.08	-	-	-
	0.09	397	1.05	10.58	3.11	10.77	0.19
	0.18	410	0.88	8.59	3.73	12.92	4.33

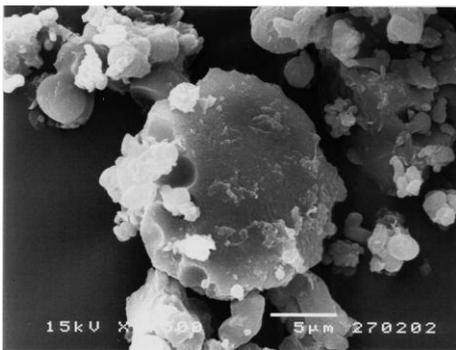
S , พื้นที่ผิว (m^2/g) ; V_p , ปริมาตรรูพรุน (cm^3/g) ; APD , ขนาดของรูพรุนเฉลี่ยคำนวณจาก $4V_p/S$; d_{100} , ค่าที่ได้จาก XRD; a_0 = ความกว้างของผลึก คำนวณจากสูตร $a_0 = 2d_{100}\sqrt{3}$; w , ความหนาของผนังรูพรุน คำนวณจาก $a_0 - APD$.

4.1.2.5. สัณฐานของซิลิกา

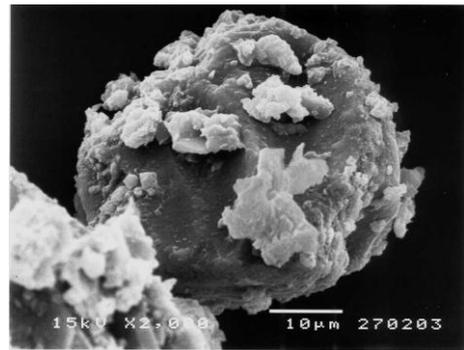
สัณฐานของซิลิกาหาได้โดยใช้เทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) โดยภาพสัณฐานวิทยาแสดงดังรูป 4.5



(a)



(b)



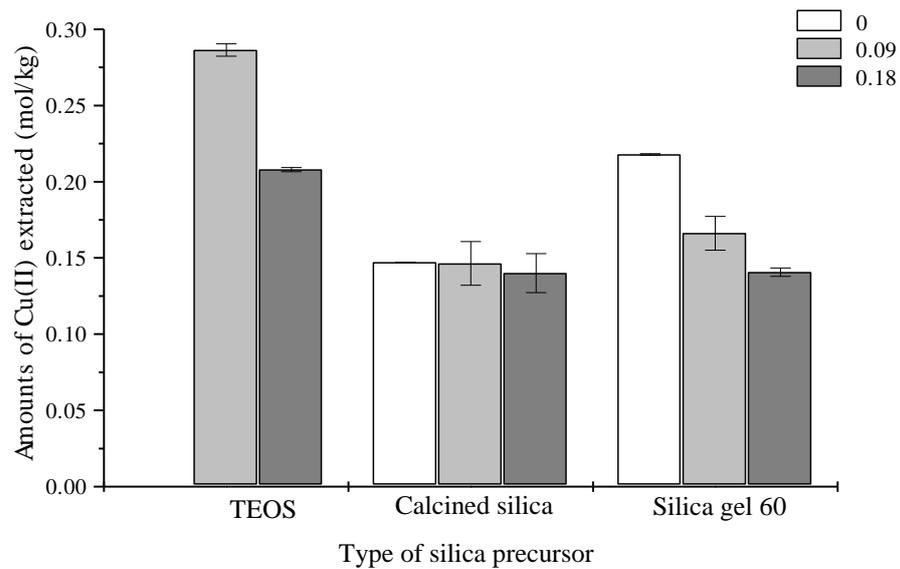
(c)

ภาพที่ 4.5 สัณฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ : (a) TEOS, (b) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง , (c) ซิลิกาเจล 60

สัณฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ โดย TEOS มีลักษณะเป็นทรงกลม ส่วนที่สังเคราะห์จาก ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง และ ซิลิกาเจล 60 มีความเป็นทรงกลมน้อย อย่างไรก็ตามขนาดของอนุภาคของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงระหว่าง 10 ถึง 45 ไมโครเมตร

4.1.3. คุณสมบัติด้านการสกัดของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

การสกัดโลหะทองแดงใช้สภาวะที่มี โซเดียมไนเตรท 0.1 M ที่ pH เท่ากับ 2 โดยทำการทดลอง 3 ซ้ำ และผลการทดลองเป็นกราฟระหว่างปริมาณของทองแดงที่สกัดได้กับชนิดของสารตั้งต้นซิลิกาแสดงดังภาพที่ 4.6



ภาพที่ 4.6 ค่าการสกัดทองแดงของซิลิกาที่มีรูปพรุนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นซิลิกาชนิดต่างๆ และอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกา

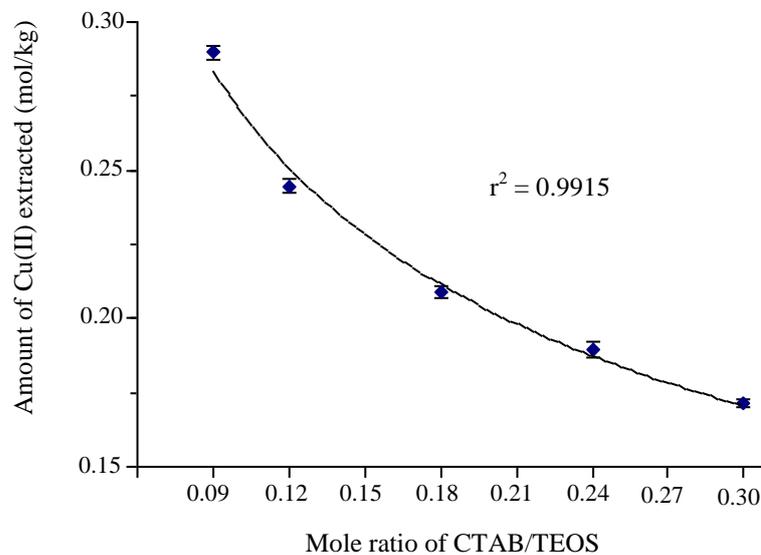
จากรูปพบว่าค่าการสกัดทองแดงของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ลดลงเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/สารตั้งต้นซิลิกาเพิ่มขึ้น เมื่อสารตั้งต้นซิลิกาที่ใช้เป็น TEOS หรือ ซิลิกาเจล 60 ส่วนที่สังเคราะห์จาก ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงผลการสกัดไม่ค่อยต่างกันมากนัก และจากกราฟพบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/ TEOS เท่ากับ 0.09 ให้ค่าการสกัดสูงที่สุด ดังนั้นการทดลองต่อไปจึงเลือกที่จะใช้สารตั้งต้นเป็น TEOS

4.1.3.1 คุณสมบัติด้านการสกัดของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นซิลิกาที่เป็น TEOS

การสกัดโลหะทองแดงของซิลิกาที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน ใช้สภาวะที่มี โซเดียมไนเตรท 0.1 M ที่ pH เท่ากับ 2 ใช้ความเข้มข้นโลหะเริ่มต้น 200 ppm และปริมาณซิลิกาที่ใช้เท่ากับ 0.2 กรัม โดยทำการทดลอง 3 ซ้ำ ผลการทดลองเป็นดังนี้

4.1.3.2 วิธีการแบบ batch

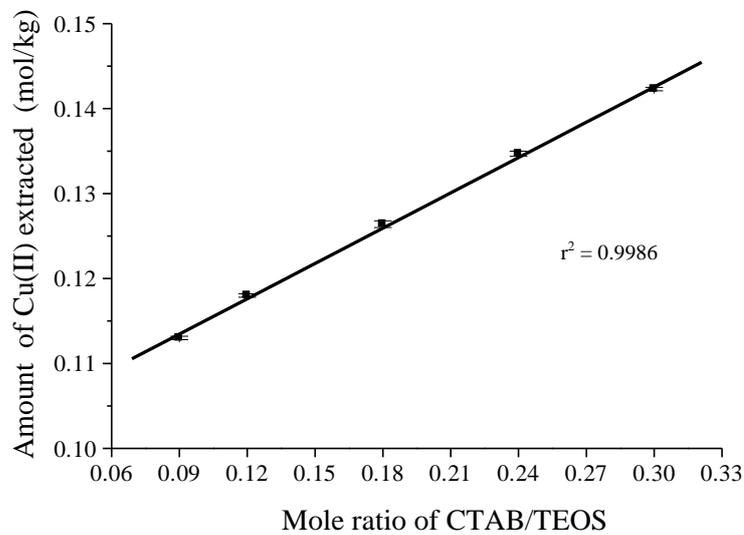
ผลการสกัดทองแดงของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกันที่แสดงในภาพที่ 4.7 จะเห็นได้ว่าปริมาณการสกัดทองแดงจะลดลงเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS เพิ่มมากขึ้น อาจเป็นผลมาจากปริมาณสารลดแรงตึงผิวในซิลิกาและแรงระหว่างประจุบวกของสารลดแรงตึงผิวกับทองแดงมีค่าเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นเมื่อสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นค่าการสกัดจึงลดลง



ภาพที่ 4.7 ปริมาณการสกัดทองแดงโดยใช้ซิลิกาที่มีรูพรุนระดับนาโนเมตรที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆ กัน

4.1.3.3 วิธีการแบบ SPE column

วิธีการแบบ SPE column ทดลองโดยใช้ อัตราการไหลของสารละลาย 1 มิลลิลิตรต่อนาที และทำการทดลอง 3 ซ้ำ ค่าการสกัดทองแดงแสดงในภาพที่ 4.8 ผลการสกัดทองแดงพบว่า จะเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS เพิ่มขึ้น เนื่องจากเวลาที่แรงผลักดันระหว่างประจุบวกของสารลดแรงตึงผิวและทองแดงทำปฏิกิริยาต่อกันมีน้อยแทบจะไม่มีผลเลยเพราะการทดลองทำเร็วมาก



ภาพที่ 4.8 ปริมาณการสกัดทองแดงโดยใช้ซิลิกาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน

การเปรียบเทียบปริมาณการสกัดทองแดงโดยใช้ซิลิกาที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน โดยใช้วิธี SPE column และแบบ Batch แสดงในตารางที่ 4.5 พบว่าค่าการสกัดของ SPE column จะมีค่าน้อยกว่าแบบ Batch ทุกอัตราส่วน เนื่องจากเวลาที่ใช้ในการสกัดน้อยกว่าและทำได้เร็วกว่าแบบ Batch

ตารางที่ 4.5 ปริมาณการสกัดทองแดงโดยใช้ซิลิกาที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน โดยใช้วิธี SPE column และแบบ Batch

CTAB/TEOS (อัตราส่วนโดยโมล)	ค่าการสกัด Cu(II) (โมล/กิโลกรัม)	
	วิธี SPE column	แบบ Batch
0.09	0.1099 ± 0.0002	0.2887 ± 0.0011
0.12	0.1180 ± 0.0002	0.2431 ± 0.0020
0.18	0.1264 ± 0.0004	0.2090 ± 0.0022
0.24	0.1347 ± 0.0003	0.1850 ± 0.0066
0.30	0.1423 ± 0.0002	0.1633 ± 0.0113

4.1.3.4 การสกัดซ้ำของซิลิกา

ค่าการสกัดซ้ำของซิลิกา ทำโดยการทดลองกับสารละลายทองแดงเป็นจำนวนทั้งหมดเจ็ด
 ละ 15 ซ้ำ โดยผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ปริมาณการสกัดทองแดงโดยใช้ซิลิกาที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนโดยโมลของ
 CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน

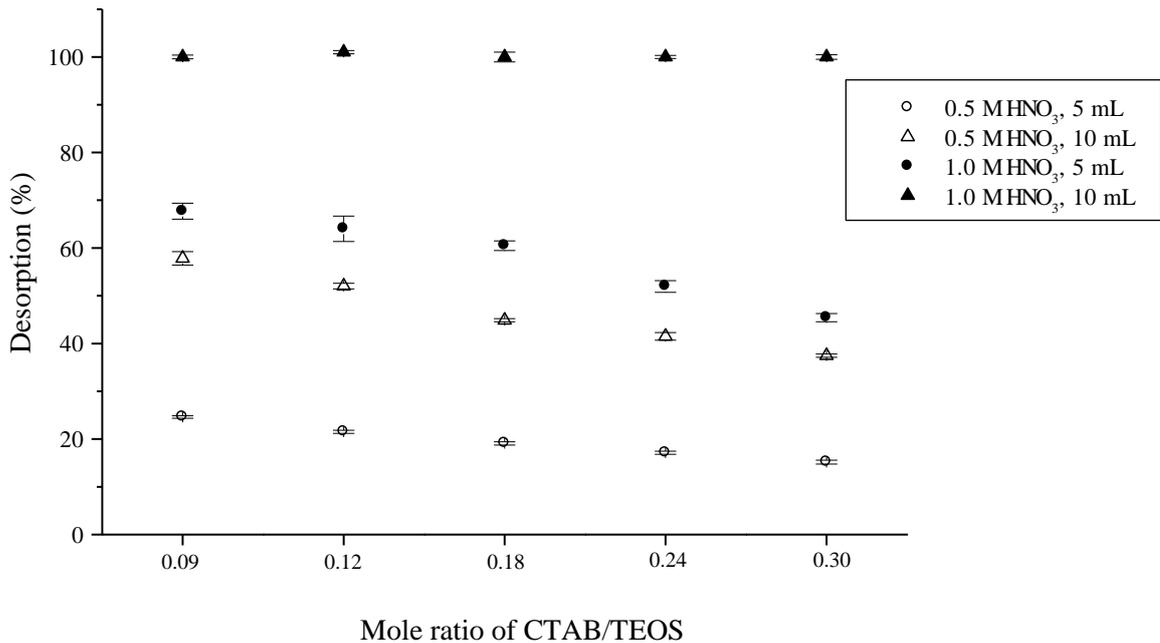
หมายเลขการสกัด	ค่าการสกัด Cu(II) (โมล/กิโลกรัม) ของซิลิกาแต่ละชนิด				
	0.09*	0.12*	0.18*	0.24*	0.30*
1	0.1077	0.1156	0.1238	0.1313	0.1396
2	0.1074	0.1159	0.1240	0.1335	0.1405
3	0.1088	0.1165	0.1252	0.1329	0.1409
4	0.1125	0.1202	0.1292	0.1364	0.1446
5	0.1113	0.1195	0.1277	0.1351	0.1433
6	0.1112	0.1196	0.1278	0.1373	0.1442
7	0.1087	0.1169	0.1249	0.1325	0.1406
8	0.1086	0.1170	0.1249	0.1346	0.1413
9	0.1115	0.1192	0.1281	0.1353	0.1436
10	0.1115	0.1192	0.1281	0.1353	0.1436
11	0.1102	0.1187	0.1266	0.1363	0.1432
12	0.1086	0.1170	0.1251	0.1345	0.1413
13	0.1111	0.1189	0.1277	0.1349	0.1434
14	0.1099	0.1183	0.1262	0.1359	0.1428
15	0.1098	0.1182	0.1264	0.1357	0.1427
ค่าเฉลี่ย	0.1100	0.1181	0.1265	0.1349	0.1425
S.D.	0.0016	0.0015	0.0017	0.0016	0.0015
% RSD	1.45	1.27	1.34	1.19	1.05

* แสดงค่าอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกาแต่ละชนิด

จากตารางที่ 4.6 พบว่าค่า % RSD ในการสกัดของซิลิกาแต่ละชนิดมีค่าน้อยมาก แสดง
 ให้เห็นถึงความสามารถในการสกัดทองแดงซ้ำของซิลิกาแต่ละชนิดได้เป็นอย่างดี

4.1.3.5 การปลดปล่อยโลหะทองแดง

ข้อได้เปรียบของสารดูดซับคือการที่ได้นำกลับมาใช้ใหม่อีกครั้ง ในการทดลองนี้ใช้กรดไนตริกความเข้มข้นตั้งแต่ 0.5 ถึง 1.0 M และปริมาตรที่ใช้คือ 5 mL และ 10 mL โดยผลที่ได้แสดงดังภาพที่ 4.9



ภาพที่ 4.9 ปริมาณการปลดปล่อยทองแดงโดยใช้ซิลิกาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน โดยใช้ปริมาตรและความเข้มข้นของสารที่ชะต่างกัน

จากกราฟจะเห็นได้ว่าค่าการปลดปล่อยทองแดงของซิลิกาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS ค่าต่างๆกัน จะลดลงเมื่ออัตราส่วนของโดยโมลของ CTAB/TEOS เพิ่มขึ้น การปลดปล่อยทองแดงอย่างสมบูรณ์ทำได้โดยใช้กรดไนตริกความเข้มข้น 1.0 M 10 mL โดยซิลิกาที่สังเคราะห์ได้โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS น้อยกว่า 0.18 จะมีปัญหาในการควบคุมอัตราการไหลที่ 1 mL/min ดังนั้นจากคุณสมบัติของซิลิกา, สัณฐานวิทยา, การดูดซับและการปลดปล่อยโลหะ ในการทดลองต่อไปจึงเลือกที่จะใช้ซิลิกาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS เท่ากับ 0.18 ไปทดสอบเชิงลึกต่อไป

4.2 การศึกษาการสกัดทองแดงของซิลิกาที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ CTAB/TEOS เท่ากับ 0.18 โดยใช้วิธี SPE column

4.2.1 ผลของอัตราการไหล

การทดลองนี้ใช้อัตราการไหลในช่วง 1 ถึง 4 mL/min. ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.7

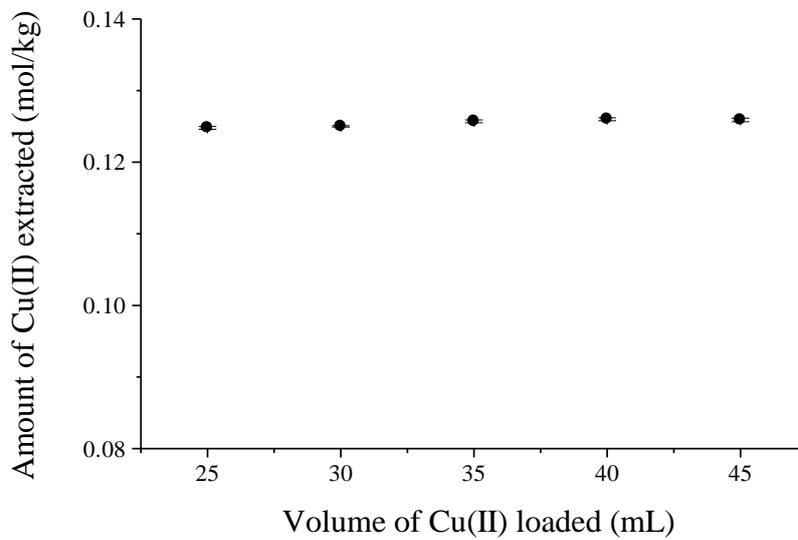
ตารางที่ 4.7 ผลของอัตราการไหลต่อการสกัดทองแดงโดยใช้อัตราการไหลที่ต่างกันและผลของการปลดปล่อยทองแดง

อัตราการไหล (mL/min)	การสกัด (mol/kg)	การปลดปล่อย (%)
1	0.1263 ± 0.0018	101.54 ± 0.33
2	0.1261 ± 0.0005	100.64 ± 0.48
3	0.1256 ± 0.0007	100.68 ± 0.51
4	0.1249 ± 0.0005	101.07 ± 0.48

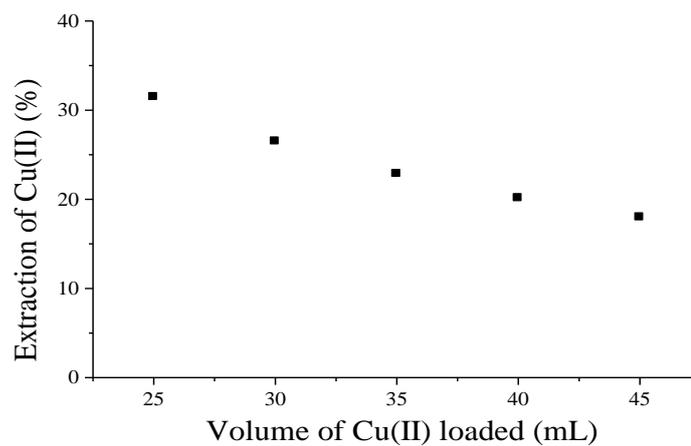
จากตารางค่าการสกัดทองแดงจะลดลงเมื่ออัตราการไหลมากกว่า 2 mL/min แต่อัตราการไหลไม่มีผลต่อการปลดปล่อยทองแดงเลยดังนั้นการทดลองต่อไปจึงเลือกที่จะใช้อัตราการไหลเป็น 2 mL/min

4.2.2 ผลของปริมาตรของสารตัวอย่างต่อการสกัดทองแดง

การทดลองนี้ใช้ปริมาตรของสารตัวอย่างระหว่าง 25 mL to 45 mL โดยใช้อัตราการไหลเป็น 2 mL/min ค่าการสกัดแสดงในภาพที่ 4.10 ผลการทดลองสรุปว่าปริมาตรของสารตัวอย่างไม่มีผลต่อการสกัดทองแดง และรูป 4.11 แสดงให้เห็นถึงเปอร์เซ็นต์การสกัดที่จุดอิ่มตัวจะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาตร แสดงว่าซิลิกาจะอิ่มตัวเมื่อใช้ปริมาตรสารตัวอย่างเท่ากับ 25 mL



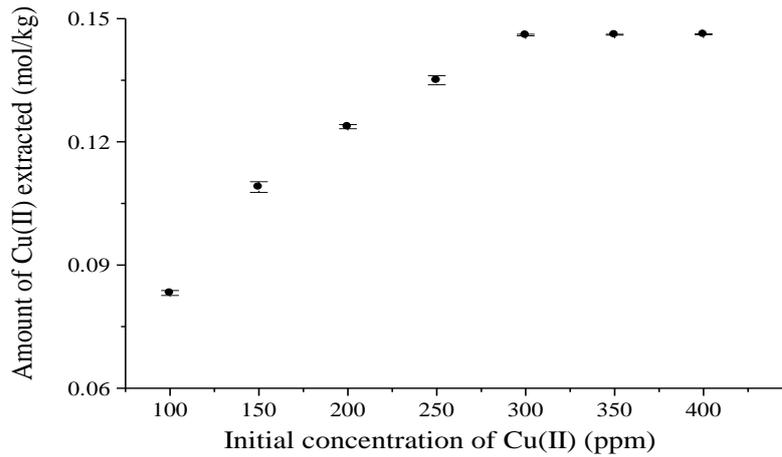
ภาพที่ 4.10 ผลของปริมาตรสารตัวอย่างต่อการสกัดทองแดง



ภาพที่ 4.11 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสกัดทองแดงและปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้

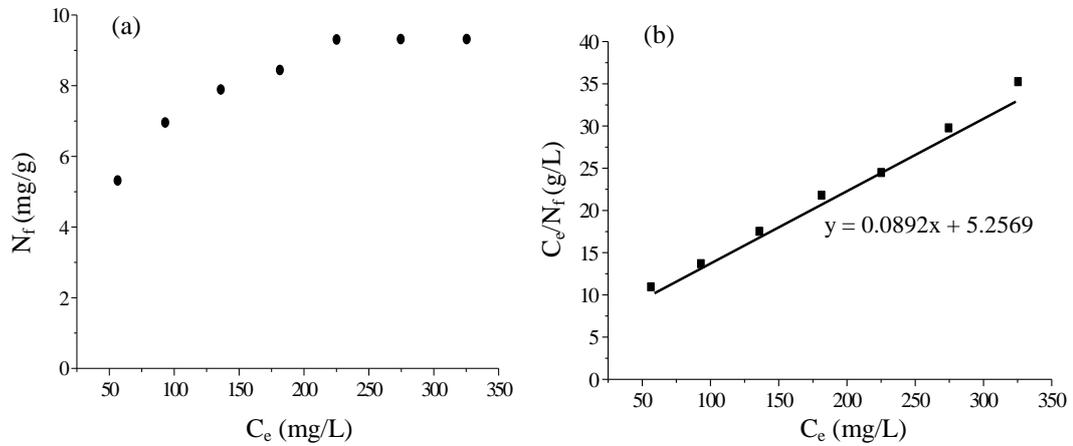
4.2.3. ความจุของคอลัมน์

การทดลองนี้หาความจุของคอลัมน์โดยใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นของทองแดงตั้งแต่ 100 ppm ถึง 400 ppm อัตราการไหลใช้ 2 mL/min ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.12



ภาพที่ 4.12 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นทองแดงต่อการสกัดของซิลิกา

จากภาพที่ 4.12 ค่าการสกัดทองแดงของซิลิกาจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น และเริ่มจะคงที่เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นมากกว่าหรือเท่ากับ 300 ppm ไอโซเทอมของการสกัดให้ผลเป็นแบบ Langmuir model ค่าความสามารถในการสกัดสูงสุดเท่ากับ 12.22 mg/g (0.1647 mol/kg)



ภาพที่ 4.13 (a) ไอโซเทอมของการสกัดทองแดงจากวิธีแบบคอลัมน์ (b) Linearization ของไอโซเทอมของการดูดซับ

4.2.4 ความสามารถในการสกัด

ความสามารถในการสกัดของซิลิกาที่สังเคราะห์นี้ได้โดยใช้วิธีแบบคอลัมน์และใช้อัตราการไหลเท่ากับ 2 mL/min ผลการทดลองจากการทดลอง 5 ครั้งแสดงในตารางที่ 4.8 พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ให้ค่าการสกัดที่ใกล้เคียงกันโดยมีค่าความแปรปรวนที่น้อยมาก

ตารางที่ 4.8 ค่าการสกัดทองแดงของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

การทดลองที่	ค่าการสกัดทองแดง (ไมล/กิโลกรัม)
1	0.1263
2	0.1263
3	0.1260
4	0.1260
5	0.1256
ค่าเฉลี่ย	0.1260
S.D.	0.0003
% RSD	0.24

4.2.5 การใช้ซ้ำ

การใช้ซ้ำเป็นวัตถุประสงค์สำคัญของการพัฒนาสารดูดซับเพราะว่ามันจะช่วยลดค่าใช้จ่ายและของเสียจากการทดลอง การหาความสามารถของการใช้ซ้ำทำได้โดยการทดลองดูดซับและปลดปล่อย โดยใช้ 25 mL ของสารละลายทองแดง 200 ppm ใน 0.1 M NaNO_3 ที่ pH 2 และการปลดปล่อยใช้กรดไนตริก 1.0 M ปริมาตร 10 mL การใช้ซ้ำทำ 5 รอบโดยใช้ซิลิกาอันเดม อัตราการไหลให้คงที่ไว้ที่ 2 mL/min ผลของการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ปริมาณของทองแดงที่ถูกสกัดและปลดปล่อยของซิลิกาในแต่ละรอบ

จำนวนรอบ	ปริมาณของ Cu(II)	
	การดูดซับ (mol/kg)	การปลดปล่อย (%)
1	0.1263 ± 0.0013	100.42 ± 0.50
2	0.1263 ± 0.0013	100.49 ± 0.53
3	0.1260 ± 0.0012	100.76 ± 0.51
4	0.1260 ± 0.0007	100.41 ± 0.32
5	0.1256 ± 0.0017	100.85 ± 0.76

จากตารางพบว่าค่าการดูดซับและการปลดปล่อยทองแดงในการทำแต่ละรอบมีค่าที่ใกล้เคียงกันแสดงว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการใช้ซ้ำเป็นอย่างดีและสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอนาคตได้

4.3 การประยุกต์ใช้ซิลิกากับการสกัดโลหะชนิดอื่น

ได้มีการประยุกต์ใช้ซิลิกากับการสกัดโลหะชนิดอื่นเช่น Zn(II), Fe(III) และ Mn(II) ปัจจัยที่สำคัญต่างๆทำการทดสอบทั้งแบบ batch และ คอลัมน์ ผลการทดลองเป็นดังนี้

4.3.1. วิธีแบบ Batch

4.3.1.1. ความสามารถในการสกัด

ความสามารถในการสกัดใช้ Zn(II) 200 ppm ใน 0.1 M NaNO₃ ที่ pH 3 ค่าการสกัดโลหะแสดงในตารางที่ 4.10

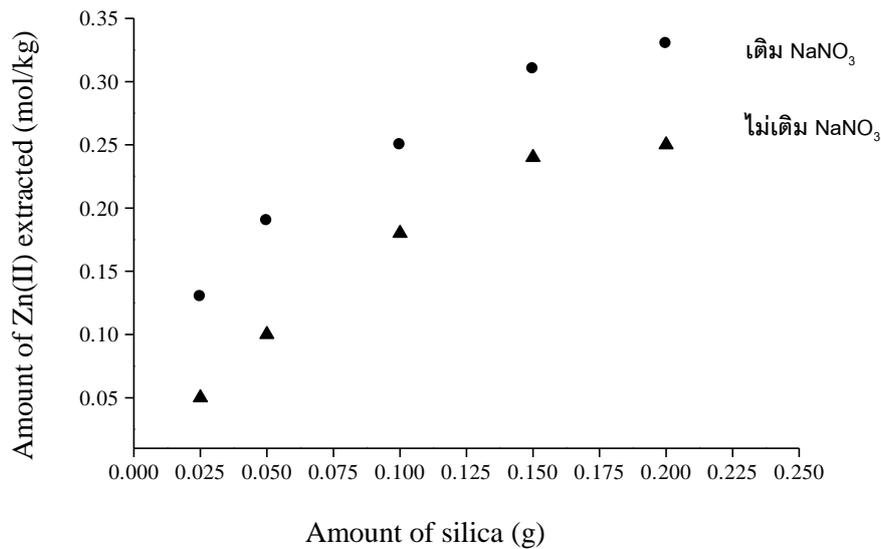
ตารางที่ 4.10 ค่าการสกัด Zn(II) ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

หมายเลขการสกัด	ค่าการสกัด Zn(II) (ไมล/กิโลกรัม)
1	0.2610
2	0.2754
3	0.2897
4	0.2678
5	0.2859
6	0.2856
7	0.2906
ค่าเฉลี่ย	0.2805
S.D.	0.0118
% RSD	4.17

พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ให้ค่าการสกัดที่ใกล้เคียงกันโดยมีค่าความแปรปรวนที่น้อยมาก

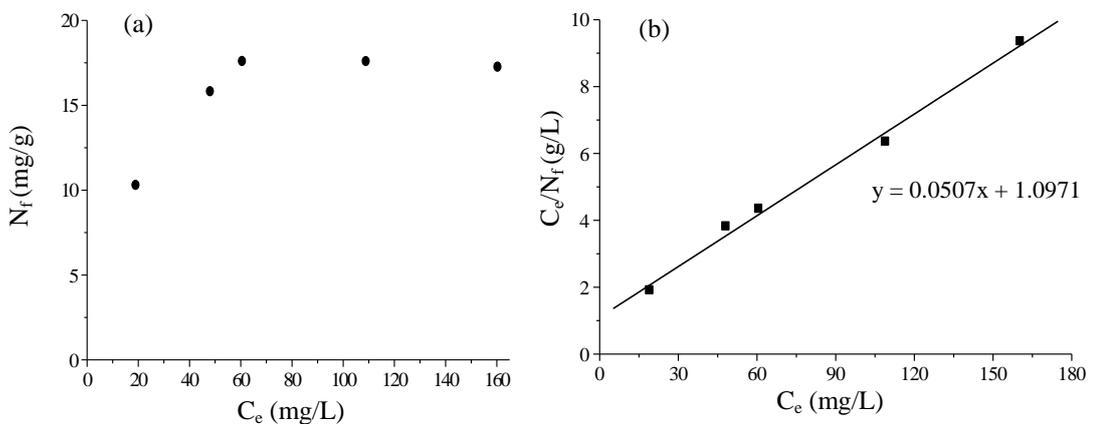
4.3.1.2. ผลของปริมาณซิลิกา

การหาค่าปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดโลหะคือปริมาณของสารดูดซับ การทดลองนี้ใช้ Zn(II) 200 ppm ใน 0.1 M NaNO₃ ที่ pH 3 โดยปริมาณซิลิกาที่ใช้คือตั้งแต่ 0.025 ถึง 0.200 กรัม ค่าการสกัดแสดงดังภาพที่ 4.14 จากรูปพบว่าถ้าปริมาณของซิลิกาเพิ่มขึ้นค่าการสกัดจะเพิ่มมากขึ้น



ภาพที่ 4.14 ผลของปริมาณซิลิกาที่ใช้สกัด Zn(II)

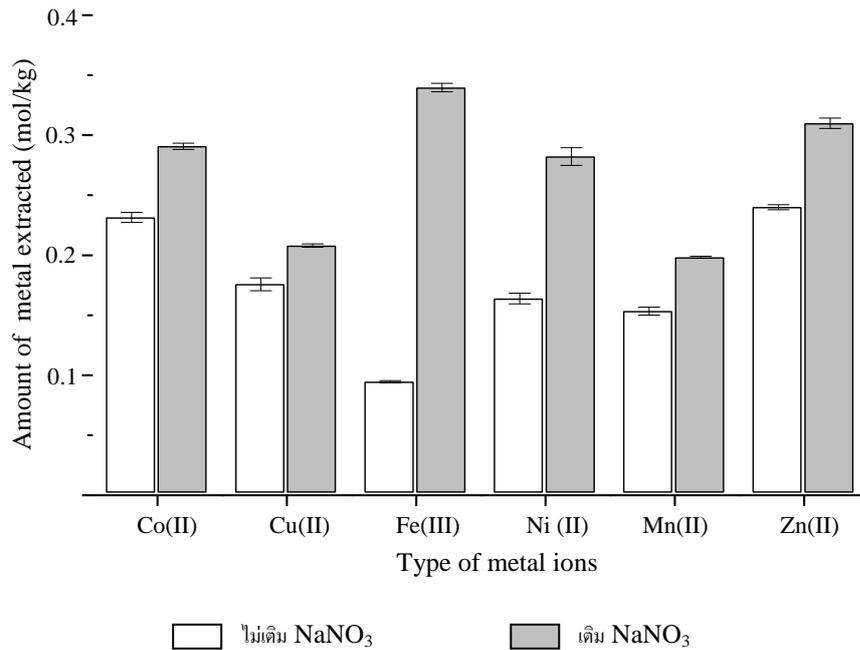
จากภาพที่ 4.15 ค่าการสกัด Zn(II) ของซิลิกา ไอโซเทอมของการสกัดให้ผลเป็นแบบ Langmuir model ค่าความสามารถในการสกัดสูงสุดเท่ากับ 11.21 mg/g (0.1553 mol/kg)



ภาพที่ 4.15 (a) ไอโซเทอมของการสกัด Zn(II) จากวิธีแบบคอลัมน์ (b) Linearization ของไอโซเทอมของการดูดซับ

4.3.1.3. ผลของไซเตียมไนเตรทที่อยู่ในสารละลายโลหะ

ในการทดลองนี้ศึกษาผลของเกลือในการสกัดโลหะชนิดอื่นๆ ของซิลิกา ซึ่งมีอยู่ 6 ชนิด คือ Co(II), Cu(II), Fe(III), Ni(II), Mn(II) และ Zn(II) โดยผลการทดลองทำ 3 ซ้ำแสดงดังภาพที่ 4.16

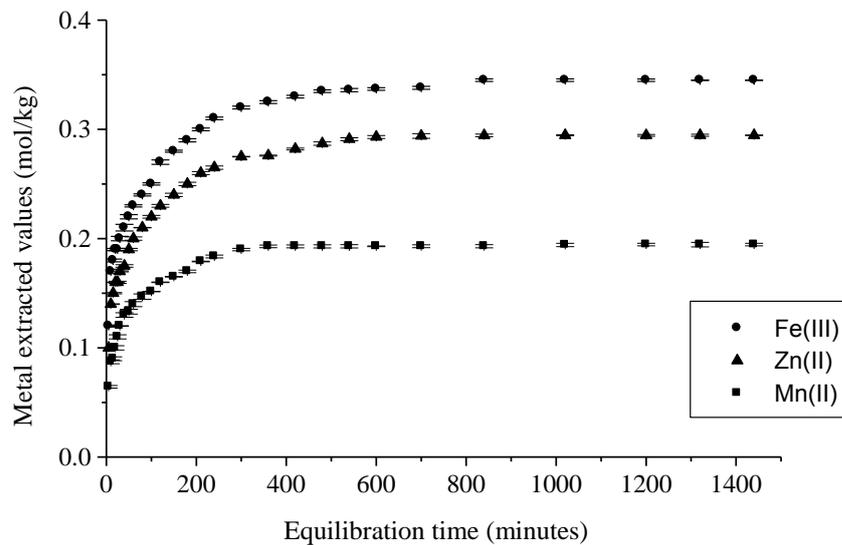


ภาพที่ 4.16 ผลของไซเตียมไนเตรทต่อการสกัดโลหะชนิดต่างๆ ของซิลิกา

จากภาพที่ 4.16 พบว่าการมีไซเตียมไนเตรทจะเพิ่มค่าการสกัดให้มากขึ้นทุกโลหะ โดยเฉพาะ Fe(III) ค่าการสกัดในสภาวะที่มีไซเตียมไนเตรทจะมีค่าการสกัดที่ เพิ่มขึ้นจากที่ไม่เติมมาก โดยอาจจะเป็นผลมาจากการที่ CTA⁺ บนพื้นผิวของซิลิกาถูกแทนที่ด้วย Na⁺ ที่อยู่ในสารละลาย ดังนั้นการกีดขวางจึงมีน้อยดังนั้นค่าการสกัดจึงเพิ่มขึ้น

4.3.1.4 การศึกษา kinetic

การทดลองนี้เพื่อหาเวลาที่ใช้ในการสกัดโลหะ 3 ชนิด คือ Fe(III), Mn(II) and Zn(II) ใช้สารละลายเริ่มต้น 200 ppm และมี 0.1 M NaNO₃. ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.17



ภาพที่ 4.17 Kinetic ของการสกัดโลหะชนิดต่างๆของซีลิกา

จากภาพที่ 4.17 พบว่าเมื่อเวลาน้อยๆ จะมีการสกัดได้อย่างรวดเร็วและเข้าสู่จุดสมดุล หลังจากผ่านไปแล้ว 480 นาที และจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงอีกเมื่อทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง เวลา 50 % sorption ($t_{1/2}$) สำหรับโลหะทั้ง 3 ชนิดน้อยกว่า 20 นาที

4.3.1.5 ความเลือกจำเพาะของซีลิกาต่อการสกัดโลหะ

ความสามารถในการเลือกจำเพาะโลหะที่สกัดของซีลิกา ใช้โลหะผสม 3 ชนิด คือ Fe(III), Mn(II) and Zn(II) โดยค่าการสกัดแสดงตามตาราง 4.11

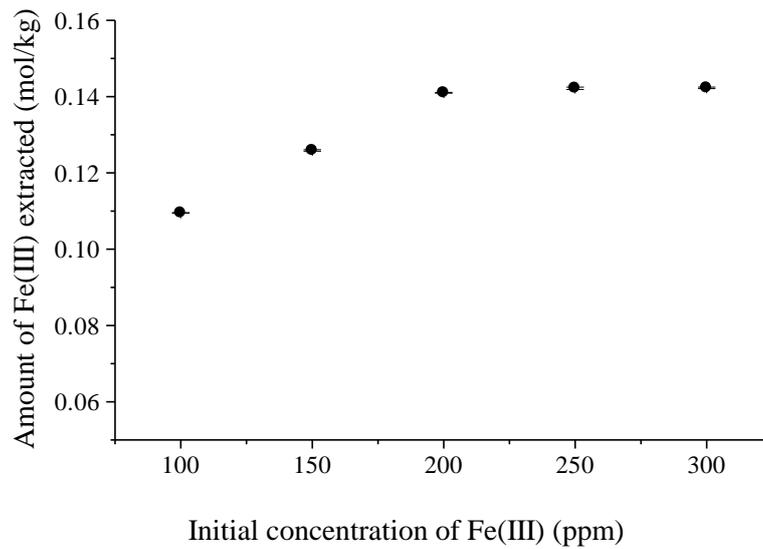
ตารางที่ 4.11 ค่าการสกัดโลหะชนิดต่างๆ แบบ batch method จากสารละลายโลหะผสม

ชนิดของโลหะ	ค่าการสกัด (โมล/กิโลกรัม)
Fe(III)	0.1573 ± 0.0021
Mn(II)	0.0390 ± 0.0025
Zn(II)	0.1126 ± 0.0025

ค่าการสกัดของซีลีกาที่มีรูปอนุภาคขนาดนาโนเมตรต่อโลหะต่างๆ เรียงตามลำดับดังนี้ คือ Fe(III) > Zn(II) >> Mn(II)

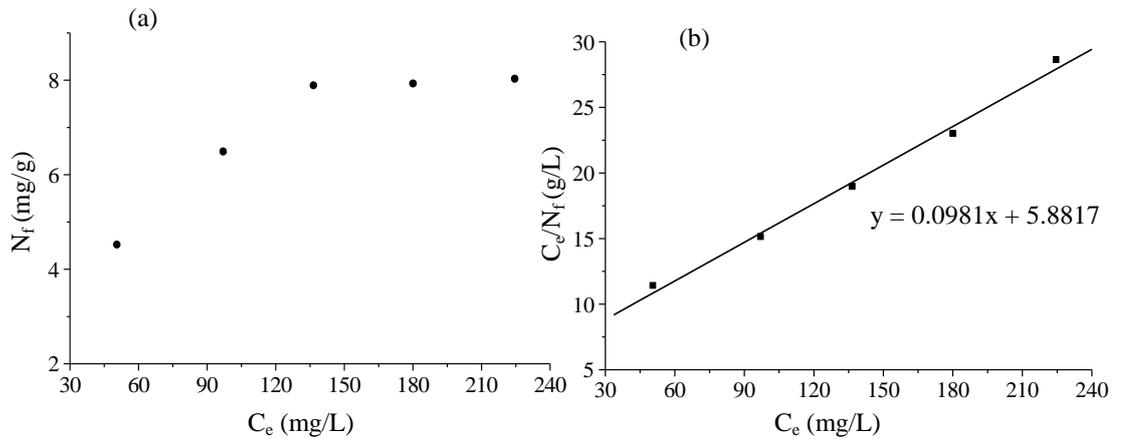
4.3.2. วิธี SPE column

4.3.2.1. การหาค่าความจุคอัลมันน์จากการสกัด Fe(III)



ภาพที่ 4.18 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นต่อการสกัด Fe(III) ของซีลีกา

จากภาพที่ 4.18 พบว่าเมื่อค่าความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้นเพิ่มขึ้นค่าการสกัดก็จะเพิ่มขึ้น จนเริ่มคงที่ ที่ความเข้มข้น 200 ถึง 300 ppm แสดงว่าซีลีกามีความสามารถในการสกัดสูงสุดที่ 200 ppm



ภาพที่ 4.19 (a) ไอโซเทอมของการดูดซับ Fe(III) ของชิลิกา (b) Linearization ของไอโซเทอมการดูดซับ

จากภาพที่ 4.19 พบว่าชิลิกามีค่าการสกัดเท่ากับ 10.19 mg/g (0.1825 mol/kg) และ 0.0167 mL/mg

4.3.2.2. ความเลือกจำเพาะของชิลิกาต่อการสกัดโลหะ

ความสามารถในการเลือกจำเพาะโลหะที่สกัดของชิลิกา ใช้โลหะผสม 3 ชนิด คือ Fe(III), Mn(II) and Zn(II) โดยค่าการสกัดแสดงตามตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 ค่าการสกัดโลหะชนิดต่างๆ แบบ column SPE จากสารละลายโลหะผสม

ชนิดโลหะ	Extraction (mol/kg)
Fe(III)	0.0510 ± 0.0003
Mn(II)	0.0057 ± 0.0022
Zn(II)	0.0091 ± 0.0032

ผลการทดลองพบว่าค่าการสกัดของชิลิกาต่อโลหะต่างๆ เรียงตามลำดับดังนี้ คือ Fe(III) >> Zn(II) > Mn(II)

4.4 การประยุกต์ใช้ซิลิกาเพื่อใช้ในการขจัดโลหะจากน้ำเสียในเขตอุตสาหกรรม

ใช้ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ เพื่อใช้ในการขจัดโลหะจากน้ำเสีย ในเขตอุตสาหกรรม ที่ได้มาจาก แหล่งต่างๆ

4.4.1. การสกัด Co(II) Pb(II) และ Zn(II)

ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์ต้องกรองน้ำเสียที่ได้มาด้วยกระดาษกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตร การทดลองได้ทำ 3 ซ้ำทั้งแบบ batch และ คอลัมน์ SPE ปริมาตรของตัวอย่างที่ใช้คือ 25 ml ผลการสกัดโลหะแสดงดังตารางที่ 4.13 แสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับการกำจัด Co(II) Pb(II) และ Zn(II) จากตัวอย่างน้ำเสียในเขตอุตสาหกรรมได้จริง

ตารางที่ 4.13 ค่าการสกัดโลหะจากน้ำเสียในเขตอุตสาหกรรมโดยใช้การทดลองแบบ batch และ คอลัมน์ SPE ในการสกัด Co(II) Pb(II) และ Zn(II)

ชนิดของโลหะ	ค่าการสกัด (มิลลิกรัม/ลิตร)	
	แบบ Batch	แบบคอลัมน์ SPE
Co(II)	0.1531 ± 0.0002	0.0156 ± 0.0007
Pb(II)	0.0951 ± 0.0001	0.0166 ± 0.0009
Zn(II)	0.1906 ± 0.0009	0.0272 ± 0.0010

4.4.2 การสกัดโลหะจากตัวอย่างน้ำเสียที่มีโลหะปนกันอยู่หลายชนิด

โดยทั่วไปแล้ว ตัวอย่างน้ำเสียจะประกอบไปด้วยโลหะหลายชนิด ในการทดลองนี้จึงสนใจที่จะสกัดโลหะ 3 ชนิดได้แก่ Co(II), Pb(II) and Zn(II). ก่อนที่จำทำการวิเคราะห์ต้องกรองน้ำเสียที่ได้มาด้วยกระดาษกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตร การทดลองได้ทำ 3 ซ้ำทั้งแบบ batch และคอลัมน์ SPE ปริมาตรของตัวอย่างที่ใช้คือ 25 mL และนำผลที่ได้ไปวัดโลหะที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง Atomic absorption Spectrometer ผลการสกัดโลหะแสดงดังตารางที่ 4.14

ตารางที่ 4.14 ค่าการสกัดโลหะจากน้ำเสียในเขตอุตสาหกรรมโดยใช้การทดลองแบบ batch และคอลัมน์ SPE ในการสกัดสารละลายโลหะผสม

ชนิดของโลหะ	ค่าการสกัด (ไมล/กิโลกรัม)	
	แบบ Batch	แบบคอลัมน์ SPE
Co(II)	0.1486 ± 0.0022	0.1142 ± 0.0023
Pb(II)	0.0394 ± 0.0025	0.0176 ± 0.0025
Zn(II)	0.1123 ± 0.0023	0.0256 ± 0.0022

จากตารางที่ 4.14 แสดงให้เห็นว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ได้สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับการกำจัดโลหะผสมจากตัวอย่างน้ำเสียในเขตอุตสาหกรรมได้จริงทั้งแบบ batch และแบบคอลัมน์ SPE