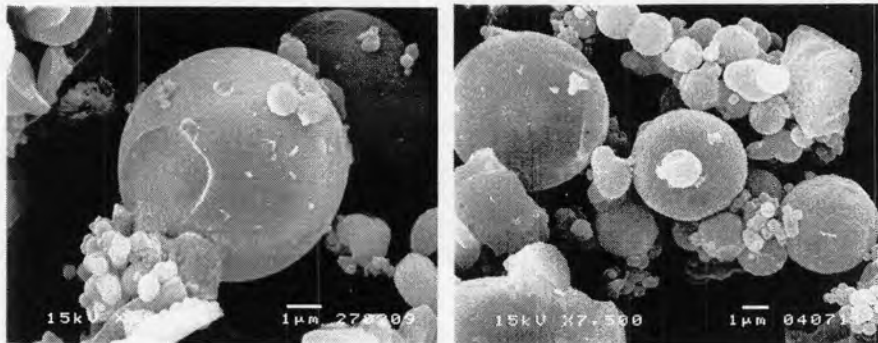


บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

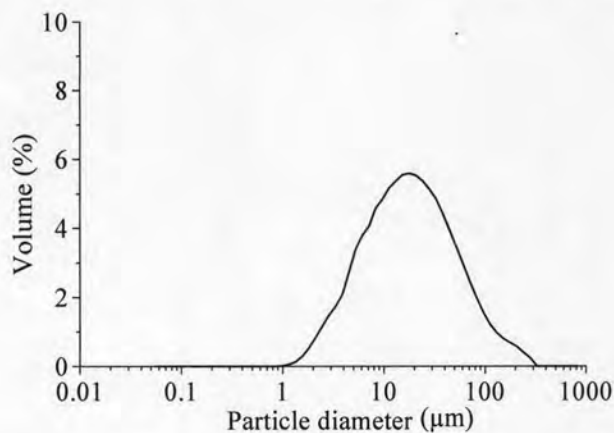
4.1.สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของซิลิกาที่เตรียมโดยอาศัยสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB เป็นสารต้นแบบ

การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB ตามวิธีของ Boos และคณะ [42] ทำให้ได้ซิลิกาที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว ซึ่งเมื่อนำไปตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของซิลิกาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างเป็นทรงกลม และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ $7.65 \mu\text{m}$ (รูปที่ 4.1)



รูปที่ 4.1 ลักษณะรูปร่างของซิลิกาที่มีสารต้นแบบ CTAB อยู่ภายใน โครงร่างเมื่อตรวจสอบโดยเทคนิค SEM

สำหรับผลการหาขนาดอนุภาคซิลิกาและการกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกาโดยใช้เทคนิค Malvern laser diffraction พบว่า การกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกาส่วนใหญ่มากกว่า 30 % อยู่ใน ช่วง $12.21 - 30.53 \mu\text{m}$ โดยขนาดของอนุภาคที่พบมากที่สุด คือ $18.01 \pm 0.31 \mu\text{m}$ (รูปที่ 4.2)

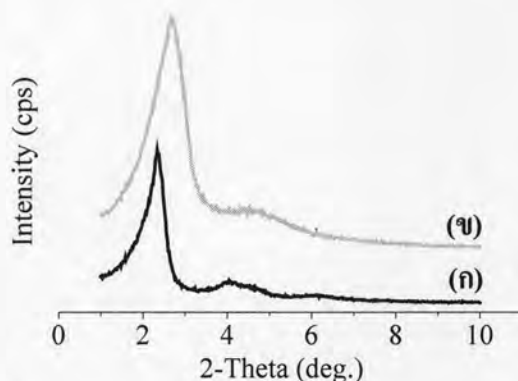


รูปที่ 4.2 ขนาดอนุภาคซิลิกาและการกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกาที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Malvern laser diffraction

สำหรับลักษณะทางกายภาพอื่นๆ รวมทั้งสมบัติด้านการสกัด โลหะของซิลิกาที่มีสารตั้งแบบ CTAB อยู่ภายใน โครงร่างเป็นดังนี้

4.1.1. ลักษณะการจัดเรียงโครงสร้างของซิลิกา

จากรูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction pattern) ของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ (as-synthesized silica) และซิลิกาชนิดเดียวกันที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C (calcined silica) ซึ่งแสดงในรูปที่ 4.3 ทำให้คำนวณหาระยะระหว่างระนาบ (interplanar distance) ของซิลิกาได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.3 รูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ และของ (ข) ซิลิกาชนิดเดียวกันที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C

ตารางที่ 4.1 ระยะระหว่างระนาบ (d) ของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์และของซิลิกาชนิดเดียวกันที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C

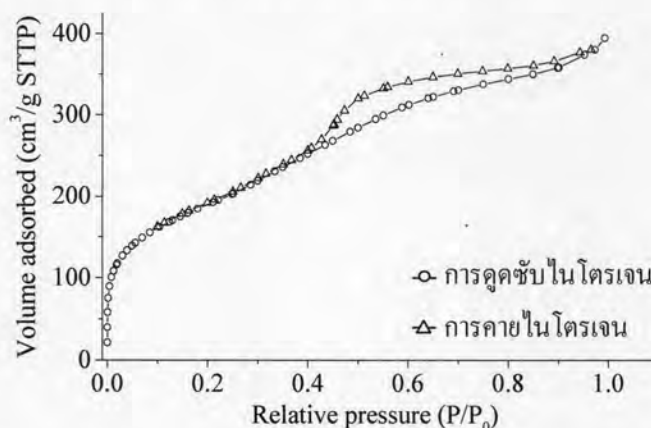
As-synthesized silica		Calcined silica	
2θ	d (nm)	2θ	d (nm)
2.34	3.77	2.72	3.24
4.66	1.89	4.54	1.94

จากผลการทดลองข้างต้นจะเห็นได้ว่ารูปแบบการเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ปรากฏให้เห็นอย่างเด่นชัดที่ระนาบ d_{100} แสดงว่าซิลิกาชนิดนี้มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ และเมื่อนำซิลิกาชนิดนี้ไปเผาที่อุณหภูมิ 540 °C พบว่า ซิลิกามีความเป็นระเบียบสูงขึ้นสังเกตได้จากพีกที่มีความเข้มสูงขึ้นและเคลื่อนไปยัง 2θ ที่มากขึ้น ซึ่งอาจเป็นผลมาจากพันธะไฮดรอกเซนที่มีการเชื่อมโยงข้ามกัน (cross-linking) มากขึ้นหลังการเผาได้โมเลกุลสารอินทรีย์ออกไป นอกจากนั้น เมื่อเปรียบเทียบระยะห่างระหว่างระนาบของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์กับ

ระยะห่างระหว่างระนาบของซิลิกาที่ผ่านการเผา พบว่า ซิลิกาที่ผ่านการเผามีระยะห่างระหว่างระนาบลดลง แสดงว่าการเผาทำให้รูพรุนเกิดการหดตัว

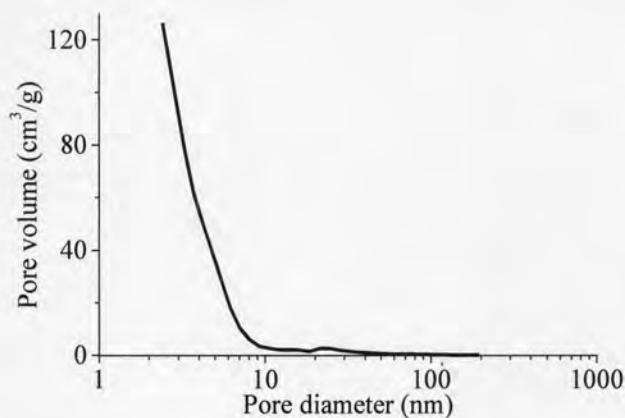
4.1.2. พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของซิลิกา

การศึกษาความเป็นรูพรุนของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ พบว่า ซิลิกาชนิดนี้มีพื้นที่ผิวจำเพาะเพียง $25 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ขนาดรูพรุน 10.3 nm และมีปริมาตรรูพรุนเพียง $0.065 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ อย่างไรก็ตาม การศึกษาโครงสร้างที่แท้จริงของซิลิกาจำเป็นต้องทำการเผาซิลิกาที่อุณหภูมิสูงเพื่อไล่สารอินทรีย์ที่มีอยู่ในโครงร่างซิลิกาออกไปก่อน ดังนั้น จึงได้ทำการเผาซิลิกาที่อุณหภูมิ 540°C แล้วจึงทำการศึกษาโครงสร้างโดยใช้เทคนิค Nitrogen sorption analysis ซึ่งพบว่า ลักษณะความเป็นรูพรุนขนาดกลาง (mesoporosity) ของซิลิกาชนิดนี้เมื่อผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิสูงสามารถยืนยันได้จากไอโซเทอมของการดูดซับและการคายไนโตรเจน (รูปที่ 4.4) ซึ่งเป็นแบบ Type IV และมี hysteresis loop เป็นแบบ H4 ตามระบบ IUPAC [31] แสดงถึงรูพรุนที่เกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคในลักษณะที่ทำให้เกิดรูพรุนแบบแผ่นที่มีขนาดและรูปร่างแบบเดียวกันหมด



รูปที่ 4.4 ไอโซเทอมของการดูดซับและการคายไนโตรเจนของซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540°C

สำหรับขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงนั้น คำนวณได้จากวิธีของ Barret-Joyner-Halenda (BJH) และได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.5 ซึ่งจะเห็นได้ว่า ซิลิกาชนิดนี้มีการกระจายขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงแคบ (narrow pore size distribution) โดยมีขนาดรูพรุนส่วนใหญ่อยู่ที่ 2.40 nm แสดงถึงความเป็นเมโซพอร์สซิลิกา



รูปที่ 4.5 รูปแบบการกระจายขนาดรูพรุนของซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C

จากข้อมูลในรูปที่ 4.4 - 4.5 สามารถนำมาคำนวณสมบัติเชิงกายภาพด้านต่างๆ ของเมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C ได้ดังตารางที่ 4.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผา มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงกว่าซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์

ตารางที่ 4.2 สมบัติทางกายภาพของซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์และซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C

ชนิดซิลิกา	Surface area (m ² g ⁻¹)	Pore volume (cm ³ g ⁻¹)	Pore size (nm)	d (nm)	a ₀ (nm)	Wall thickness (nm)
As-synthesized silica	25	0.065	10.307	3.770	13.060	2.753
Calcined silica	681	0.607	3.565	3.246	11.244	7.679

* 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; $a_0 = 2d\sqrt{3}$; wall thickness = $a_0 - \text{pore size}$.

4.1.3. ปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกา

การหาปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในซิลิกาโดยใช้วิธีการเผาที่อุณหภูมิ 540 °C พบว่า ปริมาณสารอินทรีย์ที่หาได้จากการทดลองมีค่ามากกว่าปริมาณสารอินทรีย์ที่คำนวณจากองค์ประกอบของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เล็กน้อย (ตารางที่ 4.3) ผลการทดลองดังกล่าวน่าจะมีสาเหตุมาจากปริมาณน้ำที่ยังคงเหลืออยู่ในซิลิกาซึ่งการอบซิลิกาที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำซิลิกาไปเผาที่อุณหภูมิสูงนั้น ไม่เพียงพอต่อการกำจัดน้ำทั้งที่เป็น physisorption และ chemisorption ซึ่งต้องใช้อุณหภูมิสูงถึง 170 และ 400 °C ตามลำดับ [43]

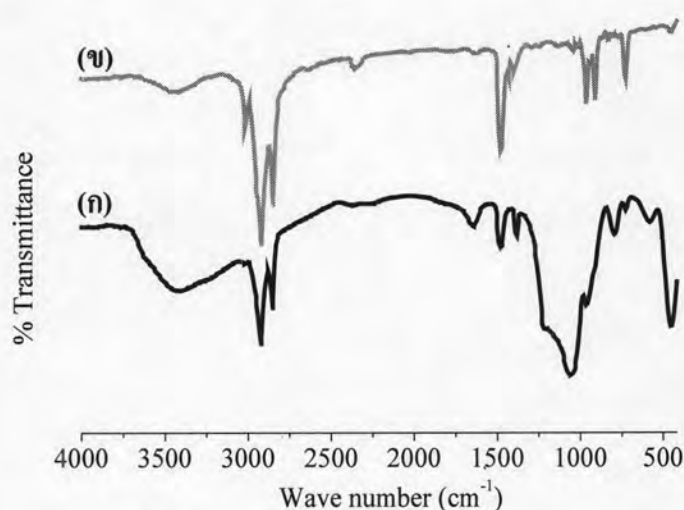
ตารางที่ 4.3 ปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกาที่หาได้จากการทดลองและที่คำนวณจากองค์ประกอบของสารตั้งต้น

ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ครั้งที่	ปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกา (%)		ผลต่างของปริมาณสารอินทรีย์ที่หาได้จากค่าการทดลองกับที่คำนวณตามทฤษฎี (%)
	จากการทดลอง	ที่คำนวณจากองค์ประกอบของสารตั้งต้น*	
1	49.20	46.02	6.91
2	49.57	46.00	7.76
3	49.52	46.02	7.60
4	48.00	46.00	4.35

*วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก 1

4.1.4. การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ที่อยู่ในซิลิกา

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ที่อยู่ในซิลิกาโดยใช้เทคนิค IR ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.6 ซึ่งจะเห็นได้ว่า IR สเปกตรัมปรากฏแถบที่แสดงลักษณะของซิลิกา ได้แก่ แถบที่ความยาวคลื่น 3420 cm^{-1} (พันธะไฮโดรเจนใน Si-OH, แถบกว้าง), 1070 cm^{-1} (asymmetric Si-O stretching), 964 cm^{-1} (Si-OH stretching), 796 cm^{-1} (asymmetric Si-O stretching) และ 450 cm^{-1} (Si-O-Si bending) นอกจากนี้ ยังพบแถบที่แสดงลักษณะเฉพาะของ CTAB อีกด้วย ได้แก่ แถบที่ความยาวคลื่น 2914 cm^{-1} , 2848 cm^{-1} และ 1475 cm^{-1} (C-H stretching) ซึ่งยืนยันถึงการมีโมเลกุลของสารลดแรงดึงผิวในโครงร่างตาข่ายของซิลิกา



รูปที่ 4.6 IR spectra ของ (ก) ซิลิกาที่มีสารตั้งต้นแบบ CTAB อยู่ในโครงร่าง (ข) โมเลกุล CTAB

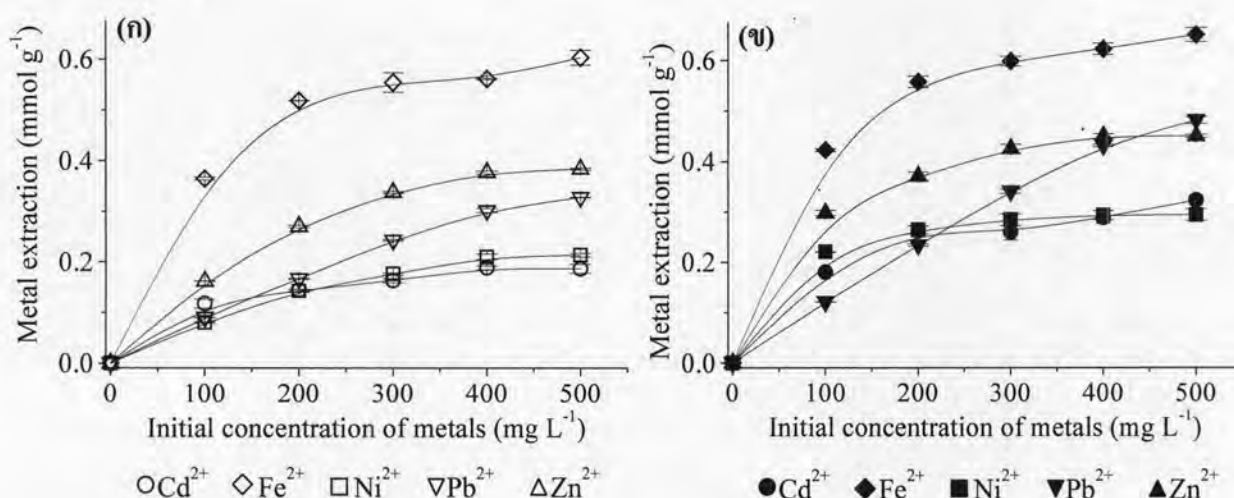
4.1.5. สมบัติด้านการสกัดโลหะของซลิคาที่มี CTAB เป็นสารต้นแบบในการสังเคราะห์

สมบัติด้านการสกัดโลหะของซลิคาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB ในงานวิจัยนี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 รูปแบบ ได้แก่ การสกัดโลหะในรูปแบบแบทช์และการสกัดโลหะในรูปแบบคอลัมน์ ผลการทดลองในแต่ละหัวข้อเป็นดังนี้

4.1.5.1. การสกัดโลหะในรูปแบบแบทช์

4.1.5.1.1. ความสามารถในการสกัดโลหะของซลิคา

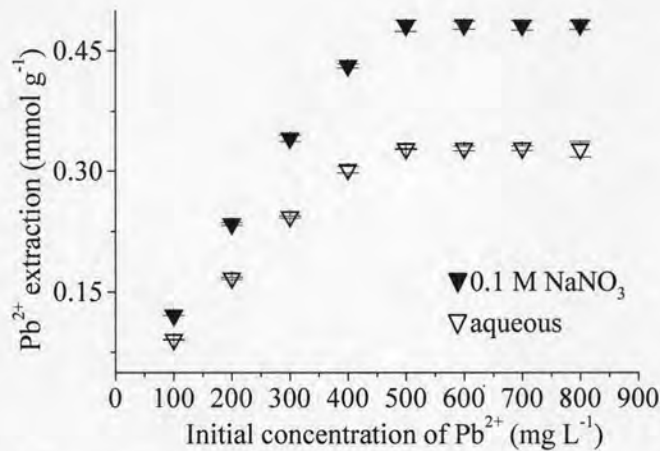
ได้ทำการศึกษาศสมบัติด้านการสกัดโลหะชนิดต่างๆ ของซลิคา โดยมีชนิดของโลหะที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ Cd^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} และ Zn^{2+} ที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 100-500 ppm ทำการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็นน้ำและที่อยู่ในสารละลาย 0.1 M NaNO_3 ผลการสกัดโลหะแต่ละชนิดแสดงดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 ปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ถูกสกัดโดยซลิคาเมื่อใช้สารละลายโลหะความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ และทำการสกัดในตัวอย่างที่เป็น (ก) น้ำ และ (ข) สารละลาย 0.1 M NaNO_3

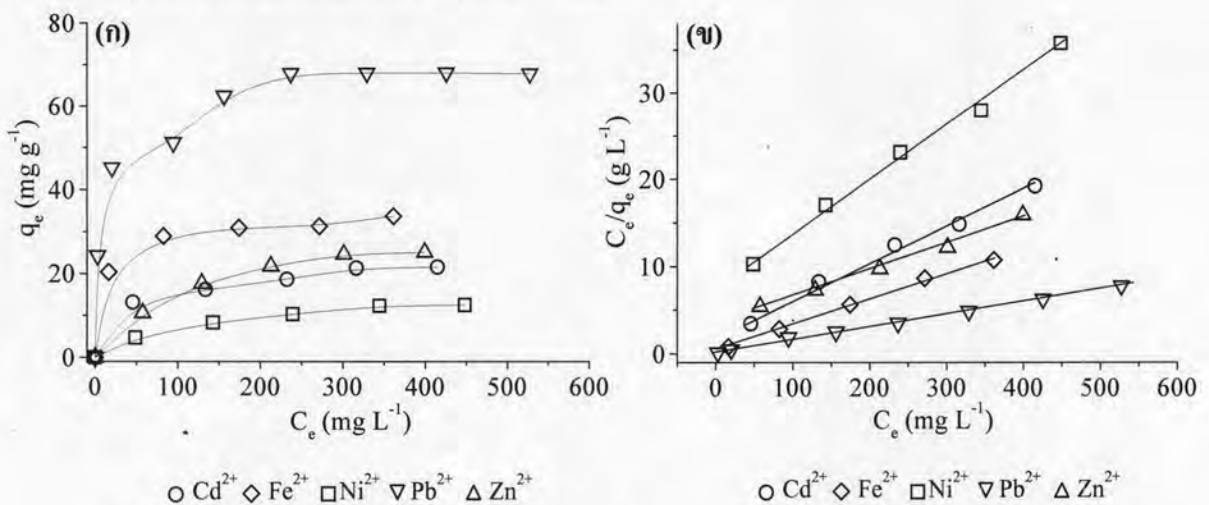
จากรูปที่ 4.7 จะเห็นได้ว่าปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ถูกสกัดได้มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงต้น และเริ่มคงที่เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายโลหะสูงขึ้น แสดงถึงการเกิดอันตรกิริยาที่ศีรษะหว่างพื้นผิวของซลิกากับไอออนของสารละลายโลหะ [44] เมื่อเปรียบเทียบผลการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็นน้ำกับในตัวอย่างที่เป็นสารละลาย 0.1 M NaNO_3 พบว่า การสกัดโลหะจากสารละลาย 0.1 M NaNO_3 ให้ผลการสกัดที่สูงกว่า ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการที่โซเดียมไอออนเข้าไปแทนที่ไอออนของสารลดแรงตึงผิว (hexadecyltrimethylammonium ion, CTA^+) ที่อยู่บนซลิคา โดย CTA^+ นี้จะมีบทบาทในการขัดขวางไอออนของโลหะไม่ให้เข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ซิลานอลของซลิคา ดังนั้นการแทนที่ของโซเดียมไอออนจึงอาจส่งผลให้โลหะมีโอกาสในการทำปฏิกิริยากับ active site ของซลิคาเพิ่มขึ้น จึงส่งผลให้การสกัดโลหะดีขึ้น นอกจากนั้น เมื่อพิจารณาแนวโน้มความสามารถในการสกัดโลหะแต่ละชนิดของซลิคาในตัวอย่างที่เป็นสารละลาย 0.1 M NaNO_3 พบว่า ซลิคาสามารถสกัดโลหะต่างๆ ได้ดังนี้: $\text{Fe}^{2+} > \text{Pb}^{2+} > \text{Zn}^{2+} > \text{Ni}^{2+} > \text{Cd}^{2+}$

อย่างไรก็ตาม ในกรณีของ Pb^{2+} เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นที่ใช้ในการสกัดเป็น 500 ppm พบว่า ซิลิกายังคงสามารถสกัด Pb^{2+} เพิ่มได้อีกเมื่อเทียบกับการสกัดโดยใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นเป็น 400 ppm ดังนั้นเพื่อให้ได้ค่าความสามารถสูงสุดในการสกัด Pb^{2+} ของซิลิกา จึงได้ทำการทดลองเพิ่มความเข้มข้นเริ่มต้นของ Pb^{2+} ขึ้นอีกจนถึง 800 ppm ผลการทดลองที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.8 ซึ่งจะเห็นได้ว่าค่าการสกัด Pb^{2+} ของซิลิกานั้นเพิ่มขึ้น และเริ่มเข้าสู่ค่าคงที่เมื่อความเข้มข้นของ Pb^{2+} มีค่าตั้งแต่ 500 ppm ขึ้นไป

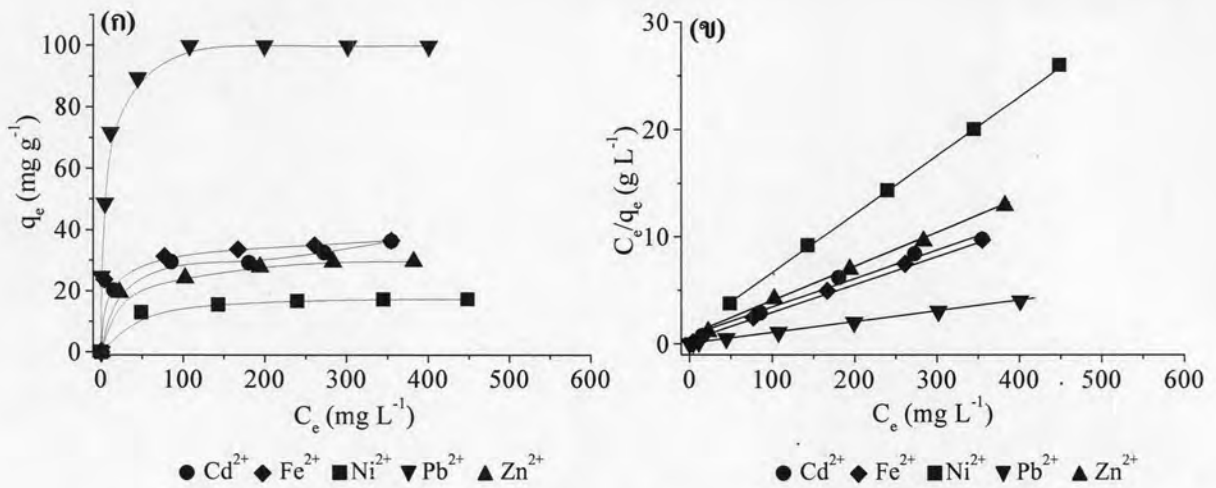


รูปที่ 4.8 ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดโดยซิลิกาเมื่อใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นของ Pb^{2+} ค่าต่างๆ และทำการสกัดในตัวอย่างที่เป็นน้ำ และสารละลาย 0.1 M $NaNO_3$

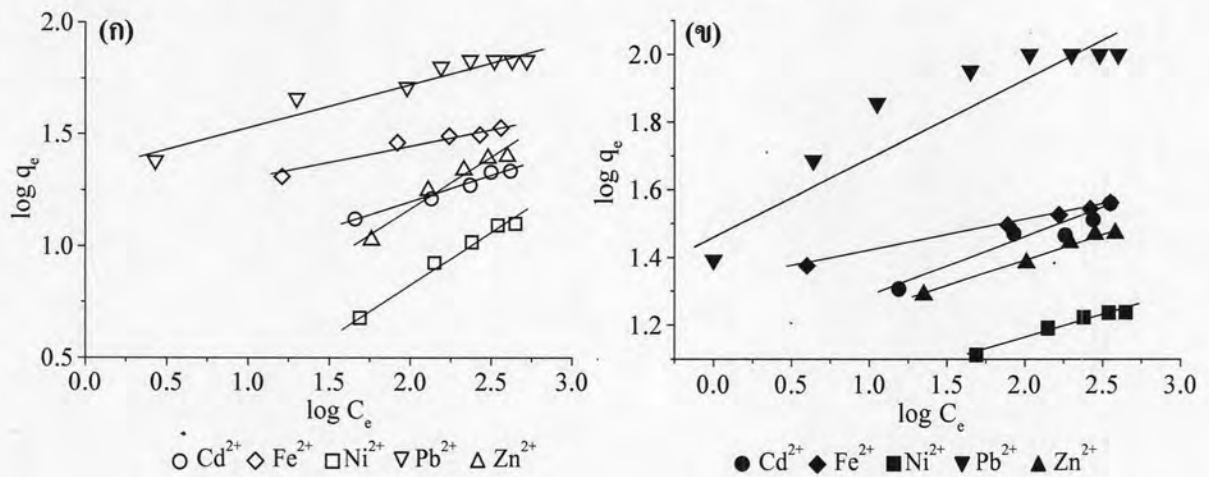
การคำนวณหาค่าความสามารถสูงสุดในการดูดซับโลหะของซิลิกาทำได้โดยการนำความเข้มข้นที่ภาวะสมดุลของสารละลายโลหะ (C_e) และปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุล (q_e) จากการทดลองมาเทียบกับสมการ (2.3) และ (2.4) ตามวิธีของ Langmuir และ Freundlich ตามลำดับ ปรากฏผลดังแสดงในรูปที่ 4.9 - 4.11



รูปที่ 4.9 (ก) ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่ภาวะสมดุลของสารละลายโลหะต่อปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุล เมื่อทำการสกัดโลหะของซิลิกาในตัวอย่างที่เป็นน้ำ และ (ข) ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Langmuir isotherm



รูปที่ 4.10 (ก) ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่ภาวะสมดุลของสารละลายโลหะต่อปริมาณโลหะแต่ละชนิดที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุล เมื่อทำการสกัดโลหะของซิลิกาในตัวอย่างที่เป็น 0.1 M NaNO₃ และ (ข) ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Langmuir isotherm



รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Freundlich isotherm ของผลการสกัดโลหะของซิลิกาจากตัวอย่างที่เป็น (ก) น้ำ และ (ข) สารละลาย 0.1 M NaNO₃

จากรูปที่ 4.9 – 4.11 สามารถคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2), ค่าคงที่ของแลงเมียร์ (b), empirical parameter (n) และปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุล (N ในกรณีของ Langmuir isotherm หรือ k_f ในกรณีของ Freundlich isotherm) ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.4 และ 4.5

ตารางที่ 4.4 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ค่าคงที่ของแลงเมียร์ (b) empirical parameter (n) และ ปริมาณ โลหะที่ถูกดูดซับบนซิติกา ณ ภาวะสมดุลที่ได้จาก Langmuir isotherm และ Freundlich isotherm เมื่อทำการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็นน้ำ

ชนิดโลหะ	Langmuir isotherm				Freundlich isotherm			
	R^2	b	N		R^2	n	k_f	
			(mg g ⁻¹)	(mmol g ⁻¹)			(mg g ⁻¹)	(mmol g ⁻¹)
Cd ²⁺	0.9913	0.02	24.09	0.214	0.9808	4.28	2.06	0.018
Fe ²⁺	0.9973	0.06	34.25	0.613	0.9518	6.41	3.11	0.056
Ni ²⁺	0.9946	0.01	16.18	0.276	0.9847	2.21	0.93	0.016
Pb ²⁺	0.9853	4.71	69.93	0.338	0.9739	5.15	3.83	0.018
Zn ²⁺	0.9952	0.01	32.89	0.503	0.9571	2.19	1.29	0.020

ตารางที่ 4.5 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ค่าคงที่ของแลงเมียร์ (b) empirical parameter (n) และ ปริมาณ โลหะที่ถูกดูดซับบนซิติกา ณ ภาวะสมดุลที่ได้จาก Langmuir isotherm และ Freundlich isotherm เมื่อทำการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็นสารละลาย 0.1 M NaNO₃

ชนิดโลหะ	Langmuir isotherm				Freundlich isotherm			
	R^2	b	N		R^2	n	k_f	
			(mg g ⁻¹)	(mmol g ⁻¹)			(mg g ⁻¹)	(mmol g ⁻¹)
Cd ²⁺	0.9844	0.04	36.76	0.327	0.9372	5.92	3.04	0.027
Fe ²⁺	0.9978	0.1	36.76	0.625	0.9989	10.6	3.74	0.067
Ni ²⁺	0.9998	0.05	18.11	0.308	0.965	7.39	2.44	0.041
Pb ²⁺	0.997	0.28	101.01	0.488	0.93	4.64	4.56	0.022
Zn ²⁺	0.9982	0.05	31.15	0.476	0.9877	6.41	2.94	0.045

จากตารางจะเห็นได้ว่าค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ที่ได้จาก Langmuir isotherm มีค่าใกล้เคียง 1 มากกว่าค่า R^2 ที่ได้จาก Freundlich isotherm แสดงว่าลักษณะการดูดซับของสารน่าจะเป็นแบบ monolayer และ โมเลกุลที่ถูกดูดซับนั้น ไม่เกิดอันตรกิริยากัน

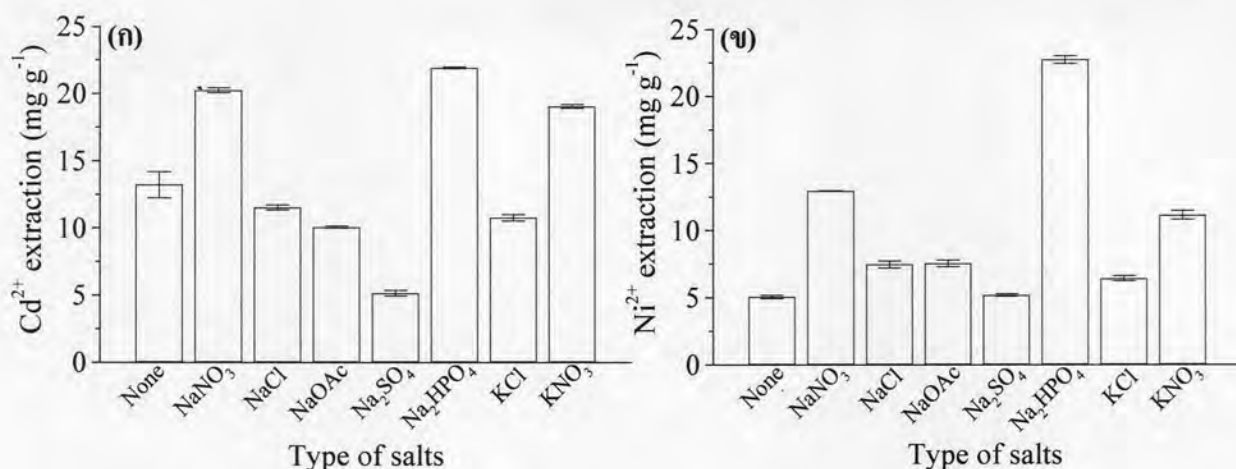
ผลการเปรียบเทียบในการสกัดโลหะของซิติกาในงานวิจัยนี้กับงานวิจัยอื่น แสดงดังตารางที่ 4.6 ซึ่งจะเห็นได้ว่าซิติกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB จากงานวิจัยนี้สามารถสกัด Pb²⁺ ได้ดีกว่างานวิจัยอื่นๆ

ตารางที่ 4.6 ความสามารถในการสกัดโลหะของซิติกาในงานวิจัยนี้เทียบกับซิติกาจากงานวิจัยอื่น

ชนิดของซิติกา	ค่าการสกัดโลหะของสารดูดซับ (mmol g ⁻¹)				
	Cd ²⁺	Fe ²⁺	Ni ²⁺	Pb ²⁺	Zn ²⁺
ซิติกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนชนิด CTAB (จากงานวิจัยนี้)	0.327	0.625	0.308	0.488	0.476
ซิติกาเจลที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน acetophenone [37]	0.062	-	0.260	0.07	0.199
ซิติกาที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน 3-aminopropyltrimethoxysilane [39]	0.710	-	0.690	-	-
ซิติกาเจลที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน <i>p</i> -dimethylaminobenzaldehyde [40]	-	-	1.150	0.450	0.560
ซิติกาเจลที่มีการเติมหมู่ฟังก์ชัน aminopropyltrimethoxysilane [41]	-	0.460	-	-	0.370

4.1.5.1.2. ผลของเกลือต่อสมบัติในการสกัดโลหะของซิติกา

จากการทดลองที่ผ่านมา พบว่า ซิติกาที่มีความสามารถในการสกัดโลหะชนิดต่างๆ เพิ่มขึ้นเมื่อทำการสกัดโลหะจากสารละลายที่มี NaNO₃ ผสมอยู่ ดังนั้น ในการทดลองนี้จึงได้ทำการศึกษาผลของเกลือชนิดอื่นๆ ต่อสมบัติในการสกัดโลหะของซิติกา โดยมีชนิดของเกลือที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ NaNO₃, NaCl, NaOAc, Na₂SO₄, Na₂HPO₄, KCl และ KNO₃ ซึ่งเป็นเกลือที่พบบ่อยในสิ่งแวดล้อม โดยมีที่มาจากแหล่งเกษตรกรรม และ/หรือ โรงงานอุตสาหกรรม [45, 46] สำหรับโลหะตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ Cd²⁺ และ Ni²⁺ เข้มข้นอย่างละ 100 ppm โดยให้อิออนของโลหะเหล่านี้ละลายอยู่ในตัวกลางที่เป็นสารละลายเกลือข้างต้นที่มีความเข้มข้น 0.1 M ผลการทดลองที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.12

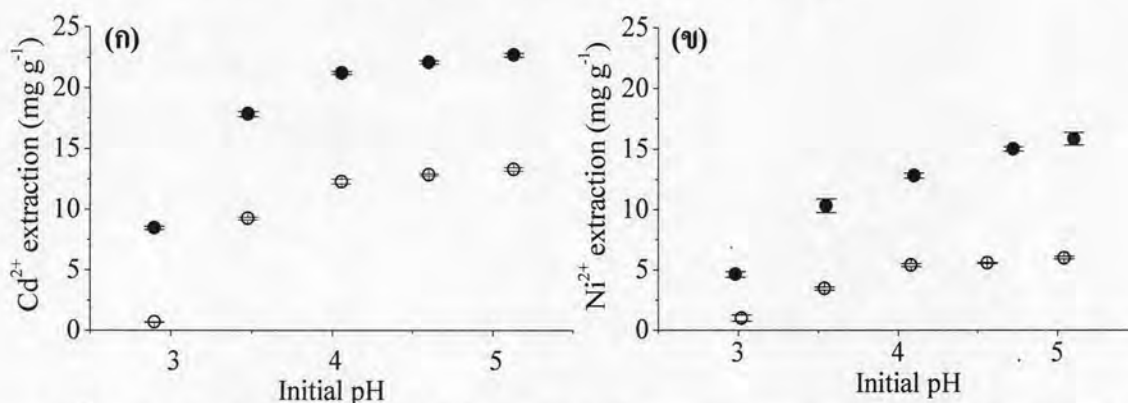


รูปที่ 4.12 ผลของเกลือชนิดต่างๆ ต่อสมบัติในการสกัด (ก) Cd²⁺ และ (ข) Ni²⁺ ของชิลิกา

จากรูปที่ 4.12 พบว่า การมีเกลือผสมอยู่ในสารละลายโลหะส่งผลให้ค่าการสกัด Ni²⁺ ของชิลิกาดีขึ้น ส่วนค่าการสกัด Cd²⁺ ของชิลิกาเพิ่มขึ้นเมื่อมีเกลือ NaNO₃, Na₂HPO₄ และ KNO₃ ผสมอยู่ในสารละลายเท่านั้น ทั้งนี้ น่าจะมีสาเหตุมาจากการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Cd²⁺ กับแอนไอออนของเกลือดังกล่าว เช่น CdCl₄²⁻ [47, 48] และ Cd(OAc)⁺ [49] เป็นต้น จึงส่งผลให้มี Cd²⁺ ที่สามารถทำปฏิกิริยากับ active site ของชิลิกาได้น้อยลง

4.1.5.1.3. ผลของ pH สารละลายโลหะต่อสมบัติในการสกัดโลหะของชิลิกา

เนื่องจาก pH ของสารละลายโลหะอาจเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อสมบัติในการสกัดโลหะของชิลิกา ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาผลของ pH ต่อความสามารถในการสกัด Cd²⁺ และ Ni²⁺ ของชิลิกา โดยใช้สารละลายโลหะเข้มข้น 100 ppm ในตัวกลางที่เป็นน้ำและที่อยู่ในสารละลาย 0.1 M NaNO₃ เป็นสารละลายเริ่มต้น โดยค่า pH ที่ได้จากการเตรียมสารละลาย Cd²⁺ และ Ni²⁺ เป็น 7.0 และ 6.0 ตามลำดับ แต่ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสกัดโลหะที่ pH 3.0 - 5.0 จึงทำการปรับค่า pH ของสารละลายโลหะโดยใช้ 1 M HNO₃ ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.13



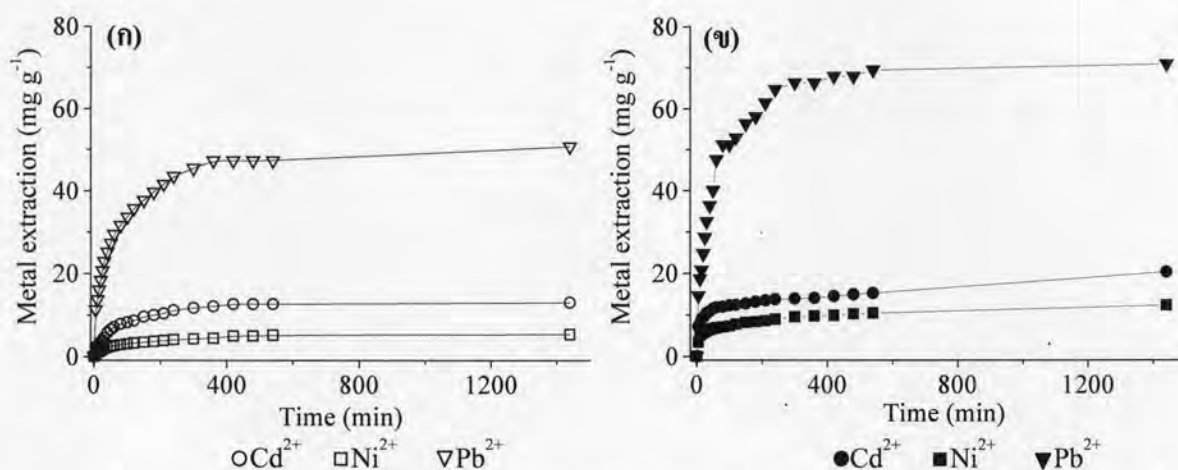
รูปที่ 4.13 ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้เมื่อทำการสกัดโลหะจากสารละลายที่มี pH เริ่มต้นค่าต่างๆ ในตัวกลางที่เป็นน้ำ (วงกลมว่าง) และในตัวกลางที่เป็นสารละลาย 0.1 M NaNO₃ (วงกลมทึบ) (ก) Cd²⁺ และ (ข) Ni²⁺

จากรูปที่ 4.13 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้สารละลายโลหะที่มี pH เริ่มต้นต่ำกว่า 4 ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้มีค่าน้อยกว่าเมื่อทำการสกัดโลหะในสารละลายที่มี pH สูงขึ้น ทั้งนี้อาจอธิบายได้ว่าที่ pH ต่ำกว่า 2 พื้นผิวของซิลิกาจะมีหมู่ซิลานอล (SiOH) เป็นส่วนใหญ่ ส่งผลให้มี H^+ อยู่เป็นจำนวนมาก จึงทำให้โอกาสที่หมู่ซิลานอลจะแตกตัวเป็นซิลิกาที่มีประจุลบ (SiO^-) นั้นน้อยลง ดังนั้น ค่าการสกัดที่ได้จึงต่ำ [7]

นอกจากนั้น เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความสามารถสูงสุดในการสกัด Cd^{2+} และ Ni^{2+} ที่มี pH เป็น 7.0 และ 6.0 ตามลำดับ พบว่า ค่าการสกัดไม่แตกต่างจากที่ pH 5 มากนัก

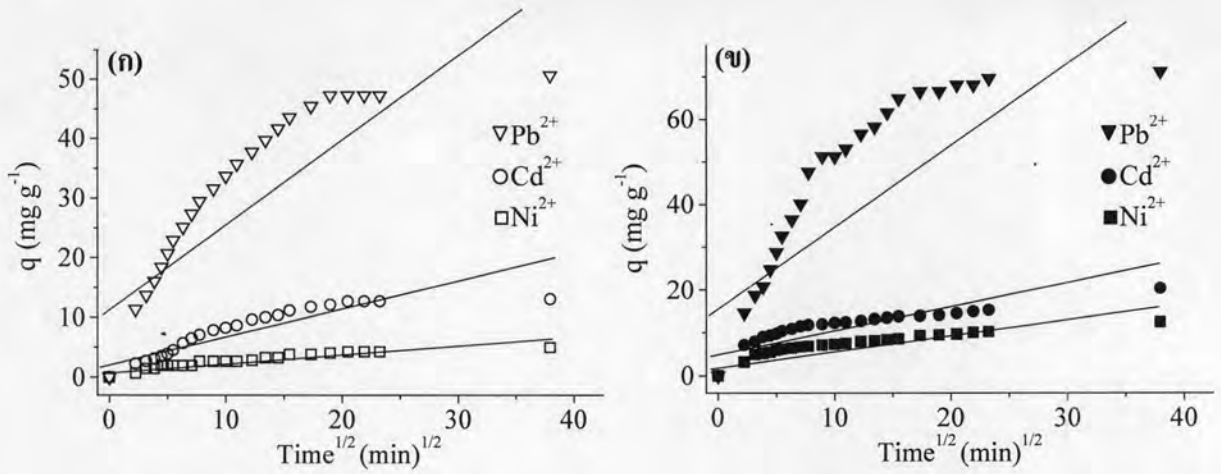
4.1.5.1.4. อัตราเร็วในการสกัดโลหะของซิลิกา

อัตราเร็วในการสกัดโลหะของซิลิกาเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญ เนื่องจาก เป็นปัจจัยที่แสดงถึงค่าการสกัดโลหะตามเวลาที่เปลี่ยนแปลงไป การศึกษาในหัวข้อนี้ทำโดยใช้ซิลิกาสกัด Cd^{2+} , Ni^{2+} และ Pb^{2+} ในตัวกลางที่เป็นน้ำและสารละลาย 0.1 M NaNO_3 ที่เวลาตั้งแต่ 5-1440 นาที ผลการทดลองที่ได้ พบว่า ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงเวลา 90 นาที และหลังจากนั้นเมื่อเวลาผ่านไป 300 นาทีปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้จึงเริ่มคงที่ (รูปที่ 4.14)

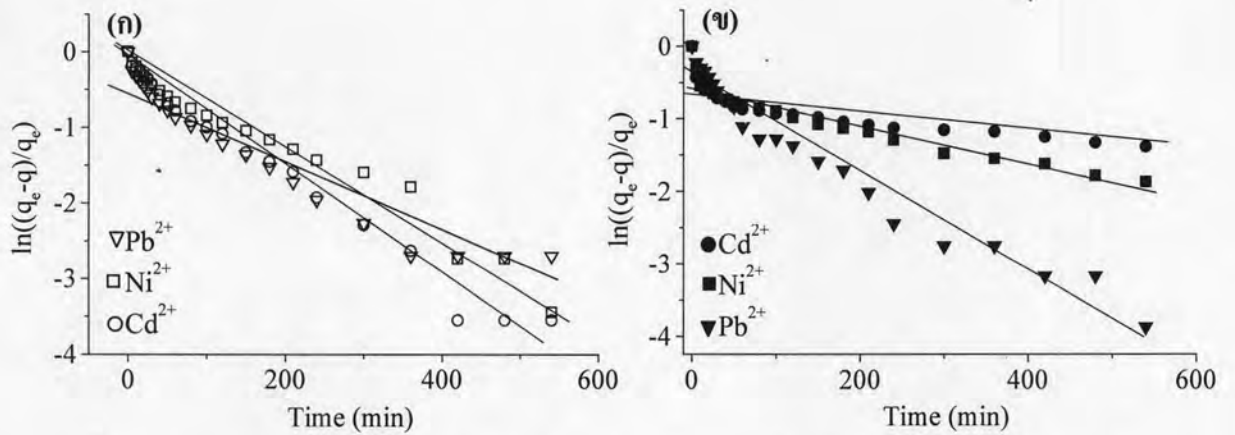


รูปที่ 4.14 ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดโดยซิลิกา ณ เวลาต่างๆ เมื่อทำการสกัดในตัวกลางที่เป็น (ก) น้ำ และ (ข) สารละลาย 0.1 M NaNO_3

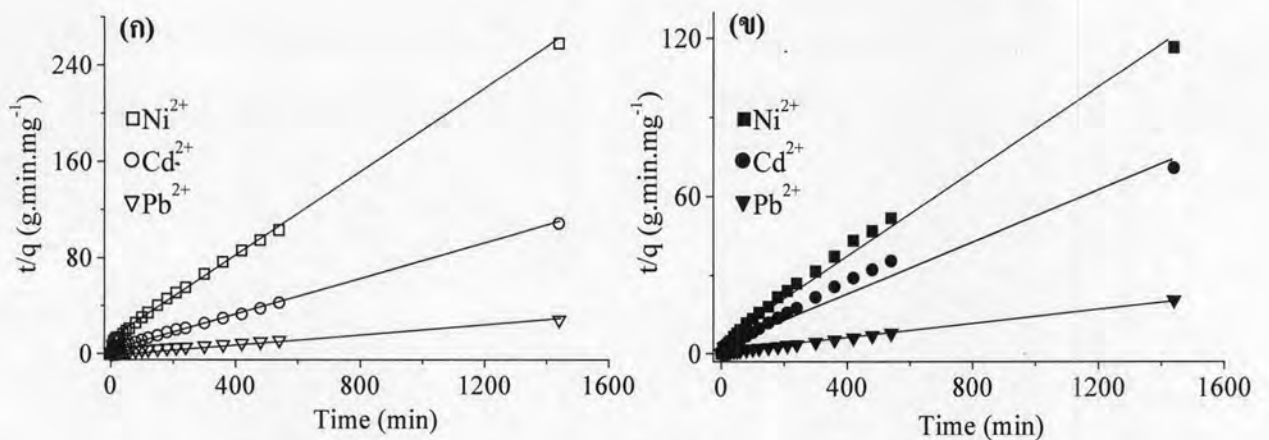
เมื่อนำค่าการสกัดโลหะที่ได้มาทำการเขียนกราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ intra-particle diffusion, pseudo-first-order kinetic และ pseudo-second-order kinetic เพื่อหาลักษณะอัตราการดูดซับของซิลิกา (รูปที่ 4.15-4.17) และคำนวณหาสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ค่าคงที่อัตราในรูปแบบต่างๆ และปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับ ณ ภาวะสมดุล (q_e) (ตารางที่ 4.6 และ 4.7 ตามลำดับ) พบว่า ลักษณะอัตราการดูดซับน่าจะเป็นแบบ pseudo-second-order kinetic model เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ใกล้เคียง 1 มากที่สุด โดยมีลักษณะการดูดซับเป็นแบบ monolayer ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ Azizian [28] และ Ho [29]



รูปที่ 4.15 ความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างปริมาณ โลหะที่ถูกดูดซับบนซลิคา ณ ช่วงเวลาใดๆ กับรากที่สองของเวลา (เทียบกับรูปแบบ intra-particle diffusion) จากผลการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็น (ก) น้ำ และ (ข) สารละลาย 0.1 M NaNO₃



รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่าง $\ln((q_e - q)/q_e)$ กับเวลา (เทียบกับรูปแบบ pseudo-first-order kinetic) จากผลการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็น (ก) น้ำ และ (ข) สารละลาย 0.1 M NaNO₃



รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่าง t/q กับเวลา (เทียบกับรูปแบบ pseudo-second-order kinetic) จากผลการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็น (ก) น้ำ และ (ข) สารละลาย 0.1 M NaNO₃

ตารางที่ 4.7 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ค่าคงที่อัตราในรูปแบบต่างๆ และปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับโดยซลิคา ณ ภาวะสมดุล (q_e) เมื่อทำการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็นน้ำ

ชนิดโลหะ	intra-particle diffusion			pseudo-first-order kinetic		pseudo-second-order kinetic		
	R^2	k_{dif}	C ($mg\ g^{-1}$)	R^2	k_1	R^2	k_2	q_e ($mg\ g^{-1}$)
Cd^{2+}	0.7938	0.4072	3.02	0.9820	0.0069	0.9980	0.0015	13.69
Ni^{2+}	0.8583	0.1308	1.16	0.9720	0.0055	0.9961	0.0029	5.73
Pb^{2+}	0.7773	1.4102	15.29	0.9338	0.0052	0.9983	0.0005	51.81

ตารางที่ 4.8 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ค่าคงที่อัตราในรูปแบบต่างๆ และปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับโดยซลิคา ณ ภาวะสมดุล (q_e) เมื่อทำการสกัดโลหะในตัวอย่างที่เป็นสารละลาย 0.1 M $NaNO_3$

ชนิดโลหะ	Intra-particle diffusion			pseudo-first-order kinetic		pseudo-second-order kinetic		
	R^2	k_{dif}	C ($mg\ g^{-1}$)	R^2	k_1	R^2	k_2	q_e ($mg\ g^{-1}$)
Cd^{2+}	0.7747	0.3830	7.25	0.7209	0.0017	0.9703	0.0009	19.37
Ni^{2+}	0.8256	0.2708	4.04	0.8979	0.0027	0.9880	0.0016	12.18
Pb^{2+}	0.7284	2.0200	22.69	0.9564	0.0066	0.9995	0.0006	71.94

อนึ่ง เมื่อเปรียบเทียบปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับ ณ ภาวะสมดุลระหว่างค่าปริมาณโลหะที่ได้จากการทดลอง (q_{exp}) กับปริมาณโลหะที่ได้จาก pseudo-second-order kinetic แสดงดังตารางที่ 4.8 จะเห็นได้ว่า ทั้งสองค่ามีค่าใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4.9 ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้โดยซลิคาจากการทดลองและจาก pseudo-second-order kinetic ในตัวอย่างที่เป็นน้ำและที่เป็นสารละลาย 0.1 M $NaNO_3$

ชนิดโลหะ	ปริมาณโลหะที่ถูกสกัดได้			
	ในตัวอย่างที่เป็นน้ำ		ในตัวอย่างที่เป็นสารละลาย 0.1 M $NaNO_3$	
	จากการทดลอง ($mg\ g^{-1}$)	จาก pseudo-second-order kinetic ($mg\ g^{-1}$)	จากการทดลอง ($mg\ g^{-1}$)	จาก pseudo-second-order kinetic ($mg\ g^{-1}$)
Cd^{2+}	13.21	13.70	20.26	19.37
Ni^{2+}	4.74	5.73	12.95	12.18
Pb^{2+}	51.17	51.81	70.62	71.94

4.1.5.1.5. Reproducibility ของซัลฟิด

เนื่องจากในงานวิจัยนี้จำเป็นต้องใช้ซัลฟิดจำนวนมาก แต่การสังเคราะห์ซัลฟิดแต่ละครั้งได้ซัลฟิดเพียง 2.5 กรัม จึงต้องทำการสังเคราะห์ซัลฟิดหลายครั้งเพื่อให้มีซัลฟิดเพียงพอตลอดทั้งงานวิจัยและเพื่อให้มั่นใจได้ว่าซัลฟิดที่นำมาใช้ในการทดลองทุกหัวข้อไม่มีความแตกต่างกัน จึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบสมบัติด้าน reproducibility ของซัลฟิด โดยใช้ซัลฟิดจำนวน 9 ชุด และแต่ละชุดประกอบด้วย ซัลฟิดที่มาจาก การสังเคราะห์จำนวน 8 – 10 ครั้ง ทำการสกัดสารละลาย 300 ppm Pb^{2+} ในตัวกลางที่เป็นน้ำ ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.9 ซึ่งจากข้อมูลจะเห็นได้ว่าซัลฟิดเหล่านี้มี reproducibility ที่ดี เนื่องจากมีเปอร์เซ็นต์ของค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (relative standard deviation) ต่ำ (<3 %) [49]

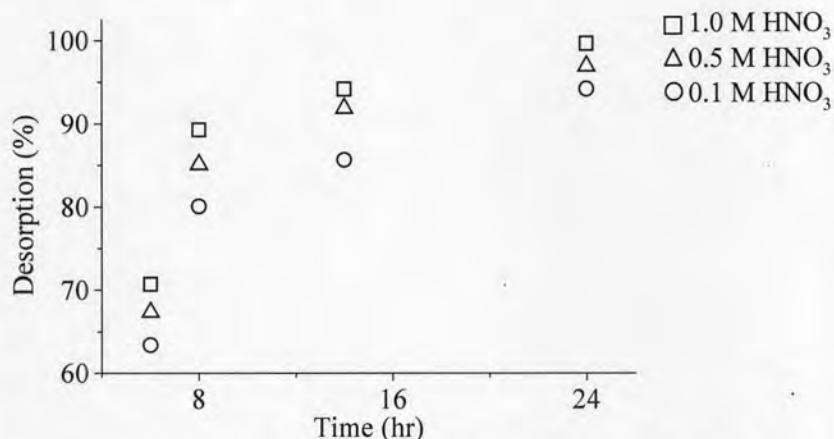
ตารางที่ 4.10 Reproducibility ของซัลฟิดแต่ละชุด

ซัลฟิดจากการสังเคราะห์ ชุดที่	ค่าการสกัด Pb^{2+}	
	(mmol g ⁻¹)	(mg g ⁻¹)
1	0.2458	50.9319
2	0.2347	48.6302
3	0.2436	50.4723
4	0.2384	49.3933
5	0.2380	49.3080
6	0.2422	50.1762
7	0.2423	50.2095
8	0.2469	51.1625
9	0.2449	50.7320
ค่าเฉลี่ย	0.2419	50.1129
S.D.	0.0041	0.8413
% RSD	1.68	1.68

4.1.5.1.6. การคายโลหะของซัลฟิด

สารดูดซับที่ดีเมื่อนำไปใช้ในการสกัดสารแล้ว ควรสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีก อันจะนำมาซึ่งการใช้ประโยชน์จากสารดูดซับอย่างคุ้มค่า ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษาการคายโลหะของซัลฟิด โดยนำซัลฟิดที่ผ่านการสกัด Pb^{2+} มาทำการชะปริมาณโลหะออกจากซัลฟิด โดยมีกรดไนต

ริกที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.1 – 1 M ทำหน้าที่เป็นตัวชะ (eluent) ซึ่งใช้เวลาในการชะ โลหะตั้งแต่ 6 – 24 ชั่วโมง ผลการทดลองที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 ร้อยละของการคาย Pb²⁺ ของชิลิกาเมื่อใช้กรดไนตริกที่มีความเข้มข้นต่างๆ เป็นตัวชะ โลหะ (eluent) ในเวลาที่ต่างกัน

จากรูปที่ 4.18 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้ 0.1 M HNO₃ เป็นตัวชะ Pb²⁺ ในเวลา 6 ชั่วโมง พบว่า สามารถคาย Pb²⁺ ออกมาได้มากกว่า 50 % อย่างไรก็ตาม ปริมาณ Pb²⁺ ที่ถูกคายออกมานั้นยังถือว่า มีปริมาณที่ต่ำ แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดไนตริกและเวลาที่ใช้ในการคาย Pb²⁺ พบว่า สามารถ คาย Pb²⁺ ออกจากชิลิกาได้มากขึ้น โดยสามารถคาย Pb²⁺ ออกจากชิลิกาได้มากกว่า 90% เมื่อใช้เวลา ในการคายโลหะเป็น 24 ชั่วโมง และเพื่อให้การคาย Pb²⁺ เกิดขึ้นอย่างมีประสิทธิภาพมากที่สุด ใน การทดลองต่อไป จึงเลือกใช้ 1 M HNO₃ เป็นตัวชะสำหรับการคาย Pb²⁺ และใช้เวลาในการคาย เป็น 24 ชั่วโมง

สำหรับผลการคายโลหะแต่ละชนิดออกจากชิลิกาดังแสดงในตารางที่ 4.11 จะเห็นได้ว่า 1 M HNO₃ เป็นสารละลายโลหะที่มีประสิทธิภาพต่อการคาย Fe²⁺, Pb²⁺ และ Zn²⁺ เท่านั้น ส่วนในกรณี ของ Cd²⁺ และ Ni²⁺ นั้น การคายโลหะทั้งสองชนิดโดยใช้สารละลาย 1 M HNO₃ ยังไม่มีประสิทธิ ภาพดีพอ จึงอาจเปลี่ยนไปใช้สารละลายโลหะชนิดอื่น เช่น HCl และ H₂SO₄ เป็นต้น หรือเพิ่มความเข้มข้นหรือปริมาตรของสารละลายโลหะให้มากขึ้น

ตารางที่ 4.11 ปริมาณ โลหะแต่ละชนิดที่ถูกคายออกจากซีลิกาที่ผ่านการสกัดโลหะในตัวกลางที่เป็นน้ำหรือสารละลาย 0.1 M NaNO₃ โดยใช้ 1 M HNO₃ เป็นสารคายโลหะ

ชนิดโลหะ	ร้อยละของการคายโลหะออกจากซีลิกาที่ผ่านการสกัดในตัวกลางที่เป็น	
	น้ำ	สารละลาย 0.1 M NaNO ₃
Cd ²⁺	49.64	74.22
Fe ²⁺	92.81	95.39
Ni ²⁺	40.46	55.45
Pb ²⁺	99.63	99.84
Zn ²⁺	81.11	90.52

4.1.5.1.7. การนำซีลิกากลับมาใช้ใหม่ (recyclability)

สมบัติที่ดีอีกประการหนึ่งของสารดูดซับ คือ ต้องสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้โดยความสามารถในการสกัดสารของสารดูดซับไม่ควรเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมมากนัก การศึกษาเรื่องการนำซีลิกา กลับมาใช้ใหม่ในงานวิจัยนี้ทำโดยสกัด Pb²⁺ 300 ppm และคายโลหะเป็นจำนวนทั้งสิ้น 5 รอบ ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.12 ปริมาณ Pb²⁺ ที่ถูกสกัดและคายได้ในแต่ละรอบของการสกัดในรูปแบบแบทช์และร้อยละของการคาย Pb²⁺ ออกจากซีลิกา

การสกัดและคาย Pb ²⁺ รอบที่	ปริมาณ Pb ²⁺ ที่ถูกสกัด		ปริมาณ Pb ²⁺ ที่ถูกคายออกจากซีลิกา	
	mg g ⁻¹	จำนวนซ้ำ	%	จำนวนซ้ำ
1	50.22 ± 0.24	15	99.69 ± 0.25	13
2	49.80 ± 0.38	12	99.69 ± 0.25	9
3	49.32 ± 0.37	8	99.57 ± 0.23	7
4	48.87 ± 0.44	6	99.64 ± 0.23	5
5	48.69 ± 0.48	4	99.29 ± 0.30	3

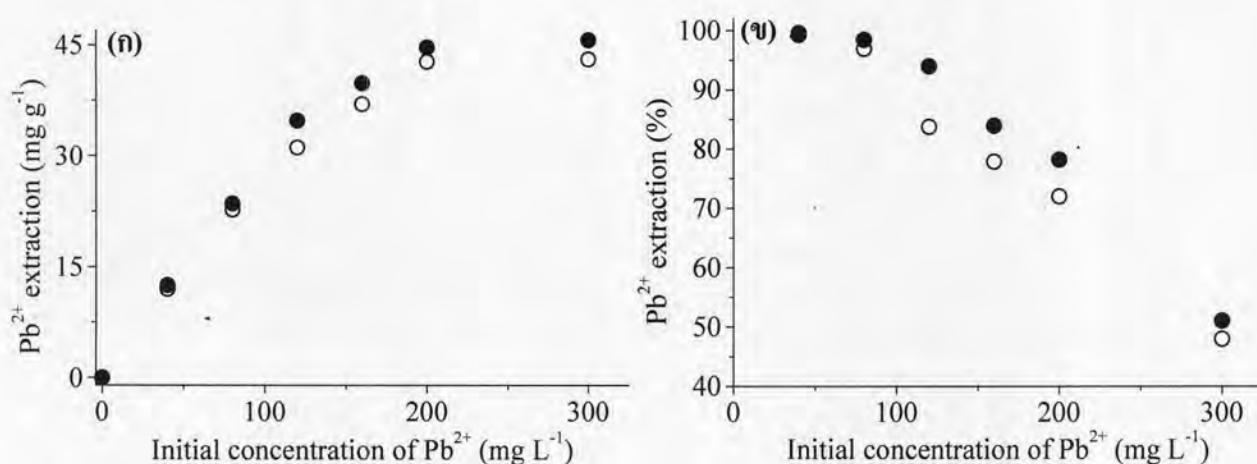
จากตารางที่ 4.11 จะเห็นได้ว่า เมื่อเปรียบเทียบปริมาณ Pb²⁺ ที่ถูกสกัดได้ในรอบที่ 1 กับ 5 พบว่า ค่าการสกัดยังคงให้ผลที่ดี โดยลดลงเพียง 3.04 % ซึ่งถือว่าน้อยมาก นอกจากนี้ เมื่อทำการพิจารณาเปรียบเทียบ Pb²⁺ ที่ถูกคายออกจากซีลิกาในแต่ละครั้ง พบว่า ค่าที่ได้ยังคงใกล้เคียง 100% ดังนั้น ซีลิกานชนิดนี้จึงมีสมบัติเหมาะสมในการทำหน้าที่เป็นสารดูดซับที่ดี

4.1.5.2. การสกัดโลหะในรูปแบบคอลัมน์

จากการศึกษาในหัวข้อที่ผ่านมาพบว่า ซิลิกาที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีความสามารถในการสกัด Pb^{2+} ดีกว่าไอออนของโลหะชนิดอื่น ดังนั้น เพื่อให้เข้าใจถึงความสามารถในการสกัดโลหะของซิลิกา จึงได้ทำการศึกษสมบัติด้านการสกัดโลหะของซิลิกาในรูปแบบคอลัมน์โดยใช้ Pb^{2+} เป็นไอออนตัวอย่างยกเว้นจะกล่าวไว้เป็นอย่างอื่น โดยมีปัจจัยในการศึกษาดังนี้

4.1.5.2.1. ความสามารถในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์ของซิลิกา

การศึกษาความสามารถในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์ของซิลิกา ทำโดยใช้สารละลาย Pb^{2+} เข้มข้น 40-300 $mg L^{-1}$ เป็นสารละลายตัวอย่างในการสกัด Pb^{2+} ในตัวกลาง 2 ชนิด ได้แก่ ในน้ำ และในสารละลาย $5 \times 10^{-3} M NaNO_3$ ผลการทดลองที่ได้แสดงในรูปของปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดได้ในหน่วย $mg g^{-1}$ และร้อยละของการสกัด ดังรูปที่ 4.19 (ก) และ 4.19 (ข) ตามลำดับ

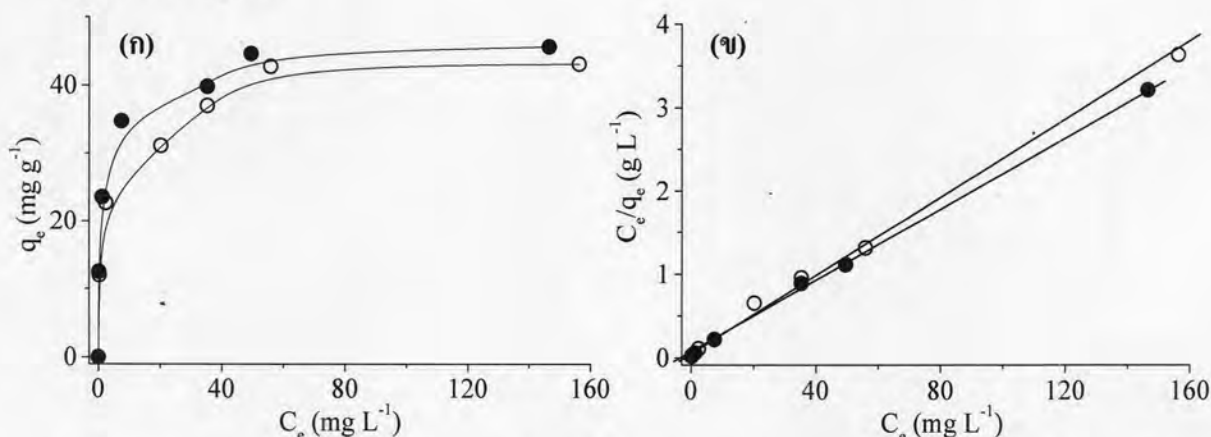


รูปที่ 4.19 ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดได้เมื่อใช้สารละลาย Pb^{2+} เริ่มต้นค่าต่างๆ ในการสกัด จากตัวกลางที่เป็นน้ำ (วงกลมว่าง) และจากที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} M NaNO_3$ (วงกลมทึบ) โดยแสดงในหน่วย (ก) $mg g^{-1}$ (ข) ร้อยละของการสกัด

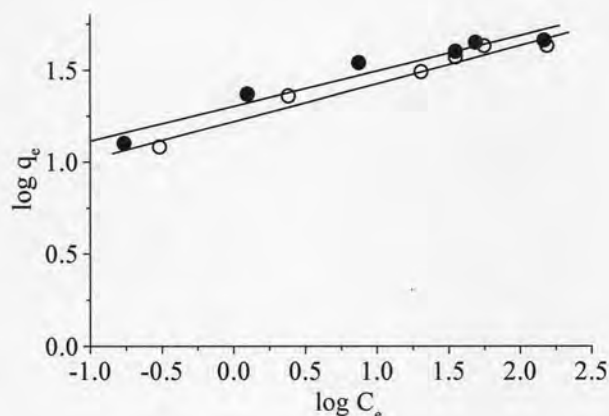
จากรูปที่ 4.19 (ก) จะเห็นได้ว่าปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดได้มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงต้นและเริ่มคงที่เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของ Pb^{2+} สูงขึ้น ซึ่งเมื่อทำการพิจารณารูปที่ 4.19 (ข) จะเห็นว่าร้อยละของการสกัดที่ความเข้มข้นเริ่มต้น Pb^{2+} ต่ำกว่า 100 ppm ค่าการสกัดที่ได้มีค่าเกือบ 100 % ซึ่งแสดงให้เห็นถึงค่าการสกัดที่ได้ถูกจำกัดด้วยปริมาณโลหะเริ่มต้น ดังนั้น ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดได้เมื่อใช้ความเข้มข้นเริ่มต้น Pb^{2+} น้อยกว่า 100 ppm จึงไม่ใช่ความสามารถที่แท้จริงของซิลิกาในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์

เมื่อทำการเปรียบเทียบผลการสกัด Pb^{2+} จากตัวกลางที่เป็นน้ำกับจากตัวกลางที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} M NaNO_3$ พบว่า การสกัด Pb^{2+} จากตัวกลางที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} M NaNO_3$ มีค่าสูงกว่าจากตัวกลางที่เป็นน้ำ ทั้งนี้อาจเป็นผลเนื่องจากจาก โซเดียมไอออนตามที่ได้กล่าวไว้แล้วก่อนหน้า

การคำนวณหาค่าความสามารถสูงสุดในการดูดซับ Pb^{2+} ของซีลิกาตามวิธีของ Langmuir และ Freundlich แสดงดังรูปที่ 4.20 และ 4.21 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2), ค่าคงที่ของแลงเมียร์ (b), empirical parameter (n) และปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับบนซีลิกา ณ ภาวะสมดุล (N ในกรณีของ Langmuir isotherm หรือ k_f ในกรณีของ Freundlich isotherm) ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.12 พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ที่ได้จาก Langmuir isotherm มีค่าใกล้เคียง 1 มากกว่าค่า R^2 ที่ได้จาก Freundlich isotherm แสดงว่าลักษณะการดูดซับของสารน่าจะเป็นแบบ monolayer โดยเมื่อทำการพิจารณาเปรียบเทียบความสามารถสูงสุดในการสกัด Pb^{2+} ระหว่างรูปแบบแบทช์กับรูปแบบคอลัมน์ จะเห็นได้ว่า ความสามารถสูงสุดในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบแบทช์มีค่าที่สูงกว่าในรูปแบบคอลัมน์ ซึ่งความสามารถสูงสุดในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบแบทช์มีค่าเป็น 101.01 มิลลิกรัม Pb^{2+} ต่อปริมาณซีลิกา 1 กรัม ในขณะที่รูปแบบคอลัมน์มีค่าเป็น 46.08 มิลลิกรัม Pb^{2+} ต่อปริมาณซีลิกา 1 กรัม ทั้งนี้ น่าจะมีสาเหตุมาจากการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบแบทช์มีระยะเวลาที่นานกว่าในรูปแบบคอลัมน์ จึงทำให้โอกาสที่ Pb^{2+} สามารถเกิดอันตรกิริยาบนพื้นผิวซีลิกามีสูงกว่า



รูปที่ 4.20 (ก) ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่ภาวะสมดุลของสารละลาย Pb^{2+} ต่อปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกดูดซับบนซีลิกา ณ ภาวะสมดุล เมื่อทำการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์จากตัวกลางที่เป็นน้ำ (วงกลมว่าง) และจากตัวกลางที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} M NaNO_3$ (วงกลมทึบ) และ (ข) ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Langmuir isotherm



รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Freundlich isotherm ของผลการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์ จากตัวกลางที่เป็นน้ำ (วงกลมว่าง) และจากตัวกลางที่เป็นสารละลาย 5×10^{-3} M $NaNO_3$ (วงกลมทึบ)

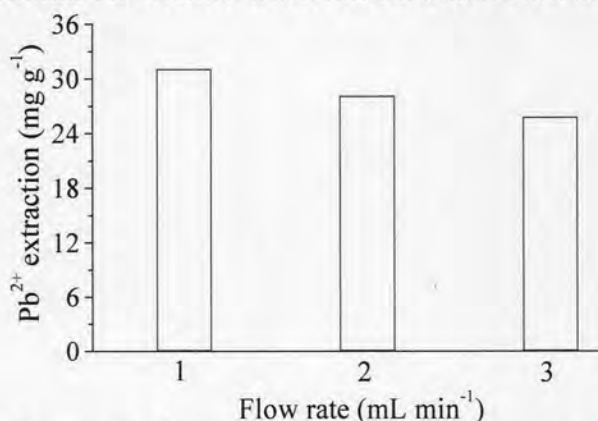
ตารางที่ 4.13 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ค่าคงที่ของแลงเมียร์ (b) empirical parameter (n) และ ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุลที่ได้จาก Langmuir isotherm และ Freundlich isotherm เมื่อทำการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์จากตัวกลางที่เป็นน้ำและที่เป็นสารละลาย 5×10^{-3} M $NaNO_3$

ตัวกลาง	Langmuir isotherm				Freundlich isotherm			
	R^2	b	N		R^2	n	k_f	
			($mg\ g^{-1}$)	($mmol\ g^{-1}$)			($mg\ g^{-1}$)	($mmol\ g^{-1}$)
น้ำ	0.9973	0.25	44.05	0.213	0.9631	4.76	3.41	0.016
5×10^{-3} M $NaNO_3$	0.999	0.47	46.08	0.222	0.9376	5.22	3.69	0.018

4.1.5.2.2. อัตราการไหลของสารละลาย Pb^{2+}

อัตราการไหลของสารละลาย Pb^{2+} เป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญต่อความสามารถในการสกัดโลหะของซิลิกา เนื่องจากเป็นปัจจัยที่บ่งบอกถึงเวลาที่สารดูดซับจะมีโอกาสเกิดอันตรกิริยาต่างๆ กับโลหะได้ สำหรับงานวิจัยนี้ได้ศึกษาหาอัตราการไหลที่เหมาะสมของสารละลาย Pb^{2+} โดยผ่านสารละลาย 120 ppm Pb^{2+} จำนวน 300 มิลลิลิตร เข้าสู่คอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1, 2 หรือ 3 มิลลิลิตร ต่อนาที ผลการศึกษา พบว่า เมื่อให้สารละลาย Pb^{2+} ไหลผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็วที่เพิ่มขึ้น ค่าการสกัด Pb^{2+} ของซิลิกามีแนวโน้มลดลง (รูปที่ 4.22) ทั้งนี้ น่าจะมีสาเหตุมาจากเวลาที่ไอออนของโลหะจะสามารถเข้าไปเกิดอันตรกิริยากับ active site ของซิลิกามีน้อยลง อย่างไรก็ตาม แม้ว่าค่าการสกัด Pb^{2+} ของคอลัมน์จะสูงที่สุดเมื่อใช้อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที แต่เวลาที่ใช้ในทดลองนั้นนาน

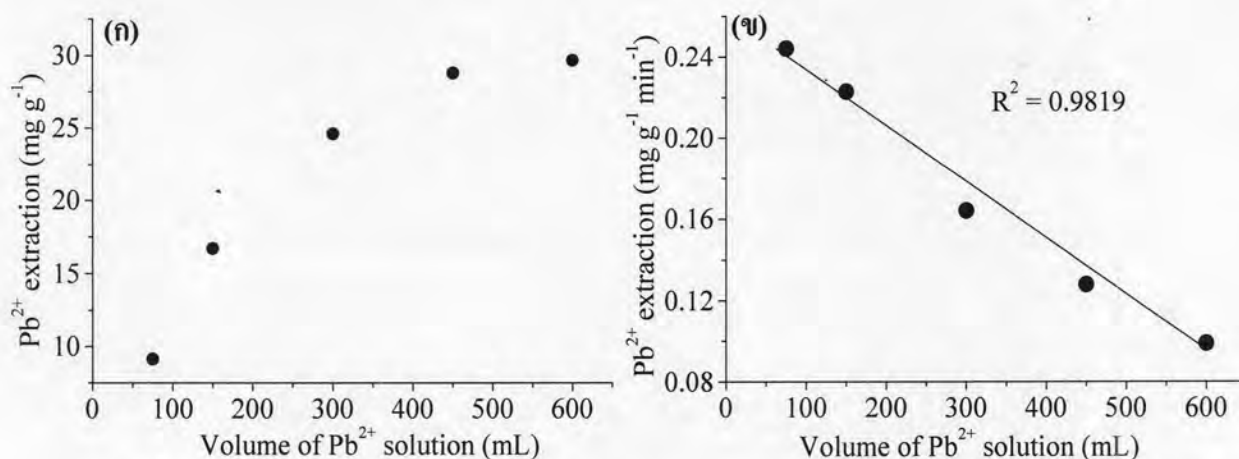
มาก (8 ชั่วโมง) จึงไม่เหมาะต่อการใช้งานกับสารตัวอย่างที่มีปริมาณมากๆ ดังนั้น การศึกษาในหัวข้อถัดๆ ไป จึงเลือกใช้อัตราการไหลของสารละลายผ่านคอลัมน์เป็น 2 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อให้การสกัดยังคงมีประสิทธิภาพดีและใช้เวลาในการทำการทดลองแต่ละครั้งไม่นานจนเกินไป



รูปที่ 4.22 ปริมาณ Pb²⁺ ที่ถูกสกัดได้เมื่อใช้สารละลาย Pb²⁺ ไหลผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน

4.1.5.2.3. ปริมาตรสารละลาย Pb²⁺ ต่อความสามารถในการสกัดโลหะของซิลิกา

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะปนเปื้อนในแหล่งน้ำจากสิ่งแวดล้อมนั้น การสกัดในรูปแบบคอลัมน์เป็นวิธีที่เหมาะสมเนื่องจากวิธีนี้ช่วยให้เราสามารถสกัดสารละลายโลหะได้อย่างต่อเนื่อง งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสกัด Pb²⁺ ที่มีความเข้มข้น 120 ppm โดยมีปริมาตร 75-600 มิลลิลิตร ผ่านเข้าสู่คอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 2 มิลลิลิตรต่อนาที ผลการสกัดที่ได้แสดงในหน่วย mg g⁻¹ และ mg g⁻¹ min⁻¹ ดังรูปที่ 4.23 (ก) และ 4.23 (ข) ตามลำดับ



รูปที่ 4.23 ปริมาณ Pb²⁺ ที่ถูกสกัดได้ในหน่วย (ก) mg g⁻¹ (ข) mg g⁻¹ min⁻¹ เมื่อใช้สารละลายเริ่มต้นปริมาตรต่างๆ กัน

จากรูปที่ 4.23 (ก) จะเห็นได้ว่า ค่าการสกัด Pb²⁺ เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่องและจากนั้นจึงเริ่มคงที่และเมื่อเขียนกราฟระหว่างค่าการสกัด Pb²⁺ ในหน่วย mg g⁻¹ min⁻¹ กับปริมาตรสารละลาย Pb²⁺ ที่ใช้พบว่า ค่าทั้งสองมีความสัมพันธ์แบบแปรผกผันกัน (รูปที่ 4.23 (ข)) อย่างไรก็ตาม เนื่องจากข้อจำกัด

ในด้านของเวลาในการทดลองซึ่งต้องรวมเวลาในการเตรียมคอลัมน์ก่อนการผ่านสารละลายโลหะ และเวลาในการล้างคอลัมน์หลังเสร็จสิ้นการทดลองด้วย ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ในการศึกษาสำหรับหัวข้อถัดๆไป

4.1.5.2.4. ผลของความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้เป็นตัว (eluent) ต่อการคายโลหะออกจากซีลิกา

การหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายที่ใช้เป็นตัวชะ ในงานวิจัยนี้ได้ใช้กรดไนตริกที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.1 - 1 M ทำหน้าที่เป็นตัวชะสารละลาย Pb^{2+} 40 ppm ออกจากซีลิกาที่ผ่านการสกัด Pb^{2+} ในตัวกลางที่เป็นน้ำและในสารละลาย 5×10^{-3} M $NaNO_3$ ด้วยอัตราเร็ว 1 มิลลิลิตร ต่อนาที ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.13 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดไนตริกที่ใช้ในการคาย Pb^{2+} ให้สูงขึ้น ปริมาณ Pb^{2+} ที่คายออกจากซีลิกามีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้น โดย 1 M HNO_3 สามารถคาย Pb^{2+} ออกมาได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้น จึงได้เลือก 1 M HNO_3 เพื่อทำหน้าที่เป็นตัวชะสารละลายโลหะชนิดอื่น ได้แก่ Cd^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} และ Zn^{2+} ที่ผ่านการสกัดโดยซีลิกาในตัวกลางที่เป็นน้ำและสารละลาย 5×10^{-3} M $NaNO_3$ ซึ่งผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.14 ซึ่งจะเห็นได้ว่า 1 M HNO_3 ยังคงให้ประสิทธิภาพที่ดีในการคายโลหะ โดยเฉพาะการคาย Fe^{2+} และ Zn^{2+} ออกจากซีลิกา ซึ่งสามารถคายออกมาได้มากกว่า 70% อย่างไรก็ตาม ปริมาณ โลหะที่ถูกคายออกมานั้นยังถือว่าไม่มากนัก ดังนั้น เพื่อให้การคายโลหะนั้นสมบูรณ์ยิ่งขึ้นจึงน่าจะมีการเพิ่มความเข้มข้นหรือปริมาตรของกรดไนตริกที่ใช้ต่อไป

ตารางที่ 4.14 ผลของปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกคายออกมาต่อความเข้มข้นของกรดไนตริกที่ใช้ในการคายโลหะออกจากซีลิกาที่ผ่านการสกัด Pb^{2+} ในตัวกลางที่เป็นน้ำและสารละลาย 5×10^{-3} M $NaNO_3$

ความเข้มข้นของกรดไนตริก ที่ใช้ในการคาย Pb^{2+} (M)	ร้อยละของการคาย Pb^{2+} ออกจากซีลิกาที่ผ่านการสกัด Pb^{2+} ในตัวกลางที่เป็น	
	น้ำ	สารละลาย 5×10^{-3} M $NaNO_3$
0.1	83.97	92.85
0.5	96.82	97.63
1.0	98.83	98.80

ตารางที่ 4.15 ปริมาณ โลหะแต่ละชนิดที่ถูกคายออกมาเมื่อใช้ 1 M HNO₃ ในการคายโลหะออกจาก ซิลิกาที่ผ่านการสกัดโลหะในตัวกลางที่เป็นน้ำและสารละลาย 5 x 10⁻³ M NaNO₃

ชนิดโลหะ	ร้อยละของการคายโลหะออกจากซิลิกาที่ผ่านการสกัดในตัวกลางที่เป็น	
	น้ำ	สารละลาย 5x10 ⁻³ M NaNO ₃
Cd ²⁺	36.14	61.63
Fe ²⁺	83.30	70.18
Ni ²⁺	22.59	46.82
Zn ²⁺	70.27	77.52

4.1.5.2.5. Reproducibility ของซิลิกา

การตรวจสอบ reproducibility ในการสกัดสารในรูปแบบคอลัมน์ของซิลิกานั้นเป็นเรื่องจำเป็นเนื่องจากปริมาณซิลิกาที่ใช้บรรจุในแต่ละคอลัมน์คือ 1 กรัม แต่ในการสังเคราะห์ซิลิกาแต่ละครั้งได้ปริมาณซิลิกาประมาณ 2.5 กรัม เพื่อให้มีปริมาณซิลิกาเพียงพอต่อการศึกษาปัจจัยทั้งหมดของการสกัดในรูปแบบคอลัมน์ จึงได้นำซิลิกาจากการเตรียมแต่ละครั้งมารวมกัน ได้ซิลิกาจำนวน 3 ชุด และแต่ละชุดมีปริมาณ 18 กรัม เพื่อให้แน่ใจว่าซิลิกาทั้ง 3 ชุดดังกล่าวไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ จึงได้ทำการตรวจสอบ reproducibility ของซิลิกา โดยนำซิลิกาแต่ละชุดมาทำการสกัดสารละลาย 120 ppm Pb²⁺ ที่ผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 2 มิลลิลิตรต่อนาที (ตารางที่ 4.15) จะเห็นได้ว่า ซิลิกาเหล่านี้มี reproducibility ที่ดี เนื่องจากมีเปอร์เซ็นต์ของค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ต่ำ (< 3 %) [49]

ตารางที่ 4.16 ผลของ Pb²⁺ ที่ถูกสกัดต่อซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นได้ในแต่ละชุด

ซิลิกาจากการสังเคราะห์ ชุดที่	ค่าการสกัด Pb ²⁺	
	(mmol g ⁻¹)	(mg g ⁻¹)
1	0.1358	28.1261
2	0.1310	27.1395
3	0.1319	27.3189
ค่าเฉลี่ย	0.1329	27.5282
S.D.	0.0026	0.5255
% RSD	1.92	1.91

4.1.5.2.6. การนำซลิคากลับมาใช้ใหม่ในการสกัดแบบคอลัมน์

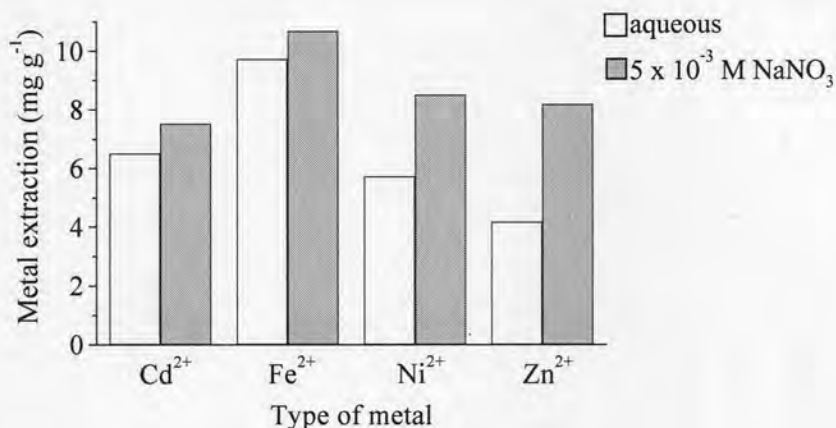
การศึกษาในหัวข้อนี้ใช้ซลิกาทำการดูดซับ 300 ppm Pb^{2+} ปริมาตร 300 มิลลิลิตร และคายโลหะผ่านคอลัมน์เป็นจำนวนทั้งสิ้น 3 รอบ ด้วยอัตราเร็ว 2 มิลลิลิตรต่อนาที ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.16 จะเห็นได้ว่า เมื่อทำการเปรียบเทียบค่าการสกัด Pb^{2+} ของซลิกาทั้ง 3 รอบ พบว่ามีค่าลดลงเล็กน้อย (3.04 %) นอกจากนั้น ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกคายออกจากซลิกาในแต่ละรอบยังมีค่าเป็น 100 % ดังนั้น ซลิกาชนิดนี้จึงมีสมบัติเหมาะสมในการทำน้ำที่เป็นสารดูดซับที่ดี

ตารางที่ 4.17 ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดและคายได้ในแต่ละรอบของการสกัดในรูปแบบคอลัมน์และร้อยละของการคาย Pb^{2+} ออกจากซลิกา

การสกัดและคาย Pb^{2+} รอบที่	ปริมาณ Pb^{2+}	
	ที่ถูกสกัดโดยซลิกา ($mg\ g^{-1}$)	ที่ถูกคายออกจากซลิกา (%)
1	27.78	99.72
2	26.24	99.13
3	25.20	98.50

4.1.5.2.7. ความสามารถในการสกัดโลหะชนิดอื่นๆ ในรูปแบบคอลัมน์

นอกจากความสามารถในการสกัด Pb^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์แล้ว ในงานวิจัยนี้ยังได้ศึกษาถึงความสามารถในการสกัด Cd^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} และ Zn^{2+} ของซลิกาในรูปแบบคอลัมน์เช่นกัน โดยในการศึกษาความสามารถในการสกัดโลหะแต่ละชนิดใช้สารละลายตัวอย่างซึ่งมีโลหะชนิดนั้นๆ เข้มข้น 40 ppm ในน้ำหรือใน 5×10^{-3} M $NaNO_3$ จำนวน 300 มิลลิลิตร ผ่านเข้าสู่คอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1 มิลลิลิตรต่อนาที ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.24 ซึ่งจะเห็นได้ว่า ซลิกาสามารถสกัด $Fe^{2+} > Cd^{2+} > Ni^{2+} > Zn^{2+}$ ตามลำดับ และค่าการสกัดโลหะทุกชนิดมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อทำการสกัดโลหะในตัวกลางที่มี $NaNO_3$ อยู่ด้วย ทั้งนี้อาจเป็นผลเนื่องจาก โซเดียมไอออนที่ได้กล่าวไว้แล้วในการศึกษาก่อนหน้านี้

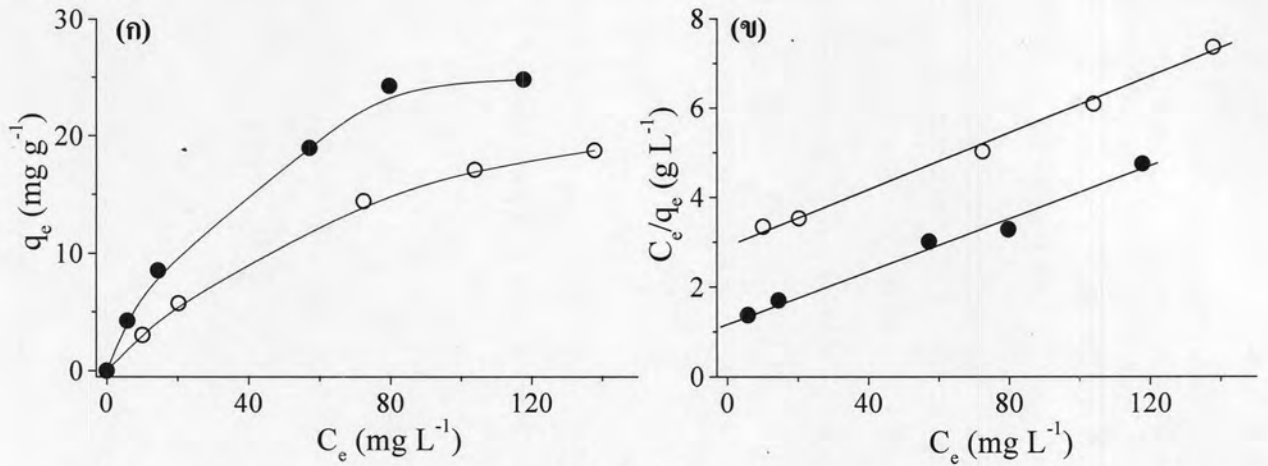


รูปที่ 4.24 ปริมาณ โลหะแต่ละชนิดที่ถูกสกัดได้โดยซลิกาในตัวกลางที่เป็นน้ำและที่เป็นสารละลาย 5×10^{-3} M NaNO₃ โดยแสดงในหน่วย mg g⁻¹

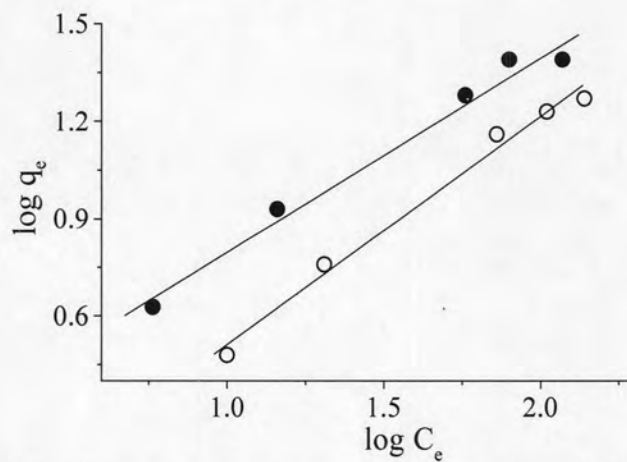
นอกจากนั้น ในงานวิจัยนี้ยังได้ทำการศึกษาถึงความสามารถในการสกัด Ni²⁺ ในรูปแบบคอลัมน์ของซลิกา ทำโดยใช้สารละลาย Ni²⁺ เข้มข้น 40-300 mg L⁻¹ เป็นสารละลายตัวอย่าง ในตัวกลางที่เป็นน้ำและในสารละลาย 5×10^{-3} M NaNO₃ พบว่า ปริมาณ Ni²⁺ เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามความเข้มข้นที่สูงขึ้น หลังจากนั้นจึงเริ่มคงที่

เมื่อทำการเปรียบเทียบผลการสกัด Ni²⁺ จากตัวกลางที่เป็นน้ำกับจากตัวกลางที่เป็นสารละลาย 5×10^{-3} M NaNO₃ พบว่า ในตัวกลางที่เป็นสารละลาย 5×10^{-3} M NaNO₃ ให้ค่าการสกัด Ni²⁺ ที่สูงกว่า ทั้งนี้อาจเป็นผลเนื่องจากจากโซเดียมไอออนตามที่ได้กล่าวไว้แล้วในการศึกษาก่อนหน้านี้

สำหรับการหาความสามารถสูงสุดในการดูดซับ Ni²⁺ ตามวิธีของ Langmuir และ Freundlich แสดงดังรูปที่ 4.25 และ 4.26 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังได้หาสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R²), ค่าคงที่แลงเมียร์ (b), empirical parameter (n) และปริมาณ Ni²⁺ ที่ถูกดูดซับบนซลิกา ณ ภาวะสมดุล (N ในกรณีของ Langmuir isotherm หรือ k_f ในกรณีของ Freundlich isotherm) แสดงในตารางที่ 4.17 จะเห็นได้ว่า ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R²) ที่ได้จาก Langmuir isotherm มีค่าใกล้เคียง 1 มากกว่า ซึ่งแสดงถึงลักษณะการดูดซับของสารเป็นแบบ monolayer ตามที่เคยได้กล่าวมาข้างต้น โดยเมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการสกัด Ni²⁺ ในรูปแบบแบทช์กับรูปแบบคอลัมน์ จะเห็นได้ว่า ความสามารถในการสกัด Ni²⁺ ในรูปแบบแบทช์มีปริมาณที่สูงกว่า โดยมีค่าเป็น 70.62 มิลลิกรัม Ni²⁺ ต่อปริมาณซลิกา 1 กรัม และความสามารถในการสกัด Ni²⁺ ในรูปแบบคอลัมน์เป็น 34.60 มิลลิกรัม Ni²⁺ ต่อปริมาณซลิกา 1 กรัม ทั้งนี้ น่าจะมีสาเหตุมาจากการสกัด Ni²⁺ ในรูปแบบแบทช์มีระยะเวลาที่นานกว่าในรูปแบบคอลัมน์ จึงทำให้โอกาสที่ Ni²⁺ สามารถเกิดอันตรกิริยาบนพื้นผิวซลิกามีสูงกว่าตามที่เคยได้กล่าวไว้แล้วในการศึกษาก่อนหน้านี้



รูปที่ 4.25 (ก) ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่ภาวะสมดุลของสารละลาย Ni^{2+} ต่อปริมาณ Ni^{2+} ที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุล เมื่อทำการสกัด Ni^{2+} ในรูปแบบคอลลอยด์จากตัวกลางที่เป็นน้ำ (วงกลมว่าง) และจากตัวกลางที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} \text{ M NaNO}_3$ (วงกลมทึบ) และ(ข) ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Langmuir isotherm



รูปที่ 4.26 ความสัมพันธ์เชิงเส้นแบบ Freundlich isotherm ของการสกัด Ni^{2+} ในรูปแบบคอลลอยด์จากตัวกลางที่เป็นน้ำ (วงกลมว่าง) และจากตัวกลางที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} \text{ M NaNO}_3$ (วงกลมทึบ)

ตารางที่ 4.18 สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2), ค่าคงที่แลงเมียร์ (b), empirical parameter (n) และ ปริมาณ Ni^{2+} ที่ถูกดูดซับบนซิลิกา ณ ภาวะสมดุลที่คำนวณได้จาก Langmuir isotherm และ Freundlich isotherm เมื่อทำการสกัด Ni^{2+} ในรูปแบบคอลัมน์จากตัวกลางที่เป็นน้ำและที่เป็นสารละลาย $5 \times 10^{-3} \text{ M NaNO}_3$

ชนิดของตัว กลาง	Langmuir isotherm				Fruendlich isotherm			
	R^2	b	N		R^2	n	k_f	
			(mg g^{-1})	(mmol g^{-1})			(mg g^{-1})	(mmol g^{-1})
น้ำ	0.9948	0.34	32.05	0.546	0.9884	1.42	0.82	0.014
0.1 M NaNO_3	0.9869	0.81	34.60	0.589	0.985	1.65	3.31	0.056

4.2. การประยุกต์ซิลิกากับการสกัดโลหะปนเปื้อนในสารตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อม

จากการทดลองที่ผ่านมาจะเห็นได้ว่าซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออนที่เตรียมขึ้นใช้ในงานวิจัยนี้มีความสามารถในการสกัดไอออนของโลหะต่างๆ ได้เป็นอย่างดีโดยเฉพาะอย่างยิ่งความสามารถในการสกัด Pb^{2+} ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการประยุกต์ซิลิกากับการสกัด Pb^{2+} ที่ปนเปื้อนในน้ำจาก 3 แหล่ง ได้แก่ น้ำประปาจากอาคารมหามกุฏ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย น้ำจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่ทำการเก็บตัวอย่างจากบริเวณริมท่าเรือสี่พระยา ต.เจริญกรุง เขตบางรัก กรุงเทพฯ และน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมของบริษัทผลิตอุปกรณ์คอมพิวเตอร์ จังหวัดปทุมธานี โดยเก็บตัวอย่างบริเวณบ่อกักน้ำเสียภายในโรงงาน สำหรับขั้นตอนการเก็บน้ำตัวอย่างเป็นดังนี้

นำน้ำตัวอย่างจาก 3 แหล่งที่เก็บอยู่ในขวดขนาด 1000 มิลลิลิตร มาทำการกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 5 เพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนและเก็บสารละลายส่วนใสที่ได้ไปทำการวัด pH หลังจากนั้นตรวจวัดหาปริมาณ Pb^{2+} ด้วยเครื่อง AAS ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.18 ซึ่งจะเห็นได้ว่า น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมมีปริมาณ Pb^{2+} ที่สูงแสดงว่าน้ำตัวอย่างนี้สามารถนำมาใช้ในการทดลองได้โดยไม่ต้องมีการ spike Pb^{2+} อีก ในขณะที่น้ำประปาและน้ำจากแม่น้ำเจ้าพระยาพบว่า ปริมาณที่ถูกตรวจวัดมีค่าต่ำกว่า detection limit ดังนั้น น้ำตัวอย่างจาก 2 แหล่งดังกล่าว จึงจำเป็นต้องมีการ spike Pb^{2+} ลงไป และเพื่อตรวจสอบเมทริกซ์อื่นๆ ที่ละลายอยู่ในน้ำตัวอย่างที่ส่งผลต่อค่าร้อยละ recovery

ตารางที่ 4.19 ค่า pH ของน้ำตัวอย่างและปริมาณ Pb^{2+} ที่ตรวจวัดได้

แหล่งน้ำ	pH	ปริมาณของ Pb^{2+} ที่ตรวจพบ (ppm)
น้ำประปา	5.1	BDL
น้ำจากแม่น้ำเจ้าพระยา	6.99	BDL
น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม	2.58	2801.28

BDL Below the detection limit of AAS (< 6 ppm)

จากปริมาณ Pb^{2+} ที่ตรวจพบในน้ำตัวอย่างแต่ละชนิด ก่อนทำการศึกษานี้จึงจำเป็นต้องมีการเตรียมน้ำตัวอย่างจากทั้งสามแหล่งให้มีความเข้มข้นอยู่ในช่วง 300 – 500 ppm โดยน้ำประปาและน้ำตัวอย่างจากแม่น้ำเจ้าพระยาได้มีการ spike Pb^{2+} ลงไป ส่วนในกรณีของน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมทำการเจือจางด้วยน้ำขจัดไอออน แล้วจึงนำน้ำตัวอย่างทั้งสามแหล่งที่เตรียมได้มาทำการตรวจสอบ % recovery ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.19 และ 4.20 ซึ่งจะเห็นได้ว่า ในกรณีของน้ำประปาและน้ำตัวอย่างจากแม่น้ำเจ้าพระยาที่มีการ spike Pb^{2+} ลงไปนั้น มี %recovery ใกล้เคียง 100% แสดงว่าไม่มีการสูญเสียปริมาณ Pb^{2+} ในขั้นตอนการเตรียมน้ำตัวอย่างจากทั้งสองแหล่ง ส่วนในกรณีของการเตรียมน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม พบว่าความเข้มข้นของ Pb^{2+} ที่เตรียมกับที่ตรวจวัดได้จาก AAS มีค่าใกล้เคียงกัน แสดงว่าไม่มีการสูญเสียปริมาณ Pb^{2+} ในขั้นตอนการเตรียมเช่นกัน

ตารางที่ 4.20 %recovery ของ Pb^{2+} หลังการ spike Pb^{2+} ลงในน้ำตัวอย่างจากน้ำประปาและน้ำตัวอย่างจากแม่น้ำเจ้าพระยา

น้ำตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ Pb^{2+} ในน้ำตัวอย่างที่ได้จากการ spike (ppm)	ความเข้มข้นของ Pb^{2+} ที่ตรวจวัดได้จาก AAS (ppm)	Recovery (%)
น้ำประปา	300.46	299.88	99.81
	402.62	401.85	99.81
	500.77	497.68	99.38
แม่น้ำเจ้าพระยา	300.46	297.05	98.87
	402.62	399.00	99.10
	500.77	498.75	99.60

ตารางที่ 4.21 ผลการเปรียบเทียบความเข้มข้นของ Pb^{2+} ในน้ำตัวอย่างจากโรงงานอุตสาหกรรมที่เตรียมได้หลังการเจือจางกับความเข้มข้นของ Pb^{2+} ที่ตรวจวัดได้จาก AAS

ความเข้มข้นของ Pb^{2+} ในน้ำตัวอย่างหลังการเจือจาง (ppm)	ความเข้มข้นของ Pb^{2+} ที่ตรวจวัดได้จาก AAS (ppm)	ความแตกต่างระหว่างความเข้มข้น Pb^{2+} ที่เตรียมได้กับที่ตรวจพบ (%)
299.55	308.14	2.86
404.14	401.71	0.6
500.01	497.86	0.43

สำหรับผลการประยุกต์ซิลิกากับการสกัดโลหะปนเปื้อนในสารตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อม แสดงดังตารางที่ 4.21 ซึ่งจะเห็นได้ว่า ซิลิกาสามารถสกัด Pb^{2+} ในน้ำประปาและน้ำตัวอย่างจากแม่น้ำเจ้าพระยาได้ในปริมาณที่มากกว่าน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ทั้งนี้จะเป็นเพราะในน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมอาจมีการปะปนของโลหะไอออนชนิดอื่น (co-ions) และมี pH ที่ต่ำ จึงส่งผลให้มี H^+ อยู่เป็นจำนวนมาก จึงทำให้โอกาสที่หมู่ซิลานอลจะแตกตัวเป็นซิลิกาที่มีประจุลบ (SiO^-) นั้นน้อยลงดังที่เคยกล่าวไว้แล้วข้างต้น อย่างไรก็ตาม จากผลการทดลองนี้พอที่จะสรุปได้ว่าการประยุกต์ซิลิกากับการสกัดโลหะปนเปื้อนในสารตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อมให้ผลเป็นที่น่าพอใจ

ตารางที่ 4.22 ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดโดยซิลิกาเมื่อใช้สารละลาย Pb^{2+} ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ ในน้ำตัวอย่างแหล่งต่างๆ โดยแสดงในหน่วย ร้อยละของการสกัด $mg\ g^{-1}$ และ $mmol\ g^{-1}$

น้ำตัวอย่าง	ความเข้มข้น (ppm)	ปริมาณ Pb^{2+} ที่ถูกสกัดได้		
		(%)	($mg\ g^{-1}$)	($mmol\ g^{-1}$)
น้ำประปา	300	60.89	45.60	0.220
	400	55.60	55.77	0.269
	500	46.20	57.35	0.277
น้ำจากแม่น้ำเจ้าพระยา	300	60.37	44.79	0.216
	400	53.85	53.57	0.259
	500	44.56	55.44	0.268
น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม	300	18.66	13.95	0.067
	400	18.15	18.20	0.088
	500	15.74	19.56	0.094