



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การดูดซับสารตะกั่วในน้ำด้วยซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียม

Adsorption of Lead in Water by Selenium-doped Mesoporous Silica

ชื่อนิสิต นางสาวชารฎา สมคิด

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2558

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การดูดซับสารตะกั่วในน้ำด้วยซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียม

Adsorption of Lead in Water by Selenium-doped Mesoporous Silica



โดย
นางสาวชารฎา สมคิด

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เรื่อง การดูฉบับสารตะกั่วในน้ำด้วยซิลิกาที่มีรูปทรงขนาดกลางที่เจือด้วยซิลิเนียม

โดย นางสาวชารฎา สมคิด

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย


คณะกรรมการสอบโครงการ


.....ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อภิชาติ อิ่มยิ้ม)


.....อาจารย์ที่ปรึกษา

(อาจารย์ ดร. นำพล อินสิน)


.....กรรมการ

(อาจารย์ ดร. นิปกา สุขภิรมย์)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี


.....

(รองศาสตราจารย์ ดร. วุฒิชัย พาราสุข)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วัน..... เดือน พ.ศ.

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ



ดีมาก



ดี



พอใช้

ชื่อโครงการ การดูดซับสารตะกั่วในน้ำด้วยซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียม
ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวชารฎา สมคิด เลขประจำตัว 5533073123
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ดร. นำพล อินลิน
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2558

บทคัดย่อ

พัฒนาวัสดุดูดซับซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางชนิดใหม่เพื่อใช้ในการดูดซับสารตะกั่วโดยการเจือซีลีเนียมลงในซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางชนิด SBA-15 (Se-doped SBA-15) โดยทำการสังเคราะห์วัสดุดูดซับออกเป็น 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 ใช้ผงซีลีเนียมเป็นสารตั้งโดยปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของซิลิกาต่อซีลีเนียมโดยน้ำหนักเท่ากับ 1:0.1, 1:0.2 และ 1:0.3 และวิธีที่ 2 ใช้โซเดียมซีลีไนท์เป็นสารตั้งต้น โดยมีอัตราส่วนซิลิกาต่อซีลีเนียมโดยน้ำหนักเท่ากับ 1:0.3 และตกผลึก 7 วัน จากนั้นทำการตกผลึกที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสภายในภาชนะทนความดันสูง ทำการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับด้วยเทคนิค XRD, FESEM, SEM/EDS, TEM, XRF, FTIR และ Surface area analyzer สำหรับการศึกษการดูดซับสารตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15 จะใช้วิธี AAS ในการตรวจวัดปริมาณสารตะกั่ว จากนั้นทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลกระทบต่อการทำงานของ ดั้งนี้ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว และเวลาที่ใช้ในการกวนเพื่อดูดซับสารตะกั่ว พบว่าสภาวะในการดูดซับสารตะกั่วที่ pH 5 และใช้เวลาในการดูดซับทั้งสิ้น 2 ชั่วโมง ได้ประสิทธิภาพในการดูดซับสูงสุดเท่ากับ 24.40 เปอร์เซ็นต์

คำสำคัญ : การดูดซับ, ตะกั่ว, ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลาง, ซีลีเนียม

Title Adsorption of Lead in Water by Selenium-doped Mesoporous Silica

Student name Miss. Charada Somkit ID 5533073123

Advisor name Dr. Numpon Insin

Department of Chemistry, Faculty of science, Chulalongkorn University, Academic year 2015

Abstract

In this study, new mesoporous silica adsorbent materials for lead adsorption were prepared by doping selenium into SBA-15 (Se-doped SBA-15). The synthesis methods were divided into two routes: For the first one, selenium powder was used as a reactant, and the weight ratios of silica to selenium were varied as 1:0.1, 1:0.2 and 1:0.3. In the second route, sodium selenite was used as a reactant with weight ratio of Si:Se = 1:0.3 with 7 days of crystallization. Then, the products were synthesized by hydrothermal method at 100 °C. XRD, FESEM, SEM/EDS, TEM, XRF, FTIR and Surface Area Analyzer techniques were used to characterize the prepared products. To study on the adsorption of lead by Se-doped SBA-15, AAS was used to quantify lead concentration. Furthermore, the effects of initial concentration of lead, pH and shaking time for lead adsorption were investigated. The results indicated that the adsorption was the experiment with two hours shaking time at pH 5, resulting in the highest percent removal of 24.40.

Keywords : Adsorption, lead, mesoporous silica, selenium

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.นำพล อินสิน อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการวิจัยนี้ ที่ได้กรุณาให้ความรู้ ข้อคิดเห็น และแนวทางการดำเนินงานวิจัยอันมีประโยชน์เป็นอย่างยิ่งต่อผู้จัดทำ และขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อภิชาติ อิ่มยิ้ม และ อาจารย์ ดร. นิปกา สุขภิรมย์ ที่ยินดีสละเวลาในการตรวจทานแก้ไข ให้คำแนะนำ และให้เกียรติเป็นประธานกรรมการและกรรมการตามลำดับ นอกจากนี้ขอขอบคุณนางสาวภัทราภรณ์ จันทร์หอม, นางสาววิษุฒดา อินจำปา, นายชวลิต ทาคุณ และนางสาวจรรยาพรพรณ ยังเจริญยืนยง ตลอดจนนิสิตปริญญาโทและปริญญาเอกในหน่วยวิจัยทุกท่านที่ให้ความรู้เกี่ยวกับเทคนิคต่าง ๆ การดูแลรักษาเครื่องมือ และเชื้อเพื่ออุปกรณ์และสารเคมีที่จำเป็น สุดท้ายนี้ผู้จัดทำขอขอบพระคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้ความรู้ต่างๆ อันมีประโยชน์แก่ผู้จัดทำตลอด 4 ปีที่ผู้จัดทำได้ศึกษาอยู่ และขอขอบพระคุณ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนสนับสนุนการวิจัยครั้งนี้ ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งที่ทำให้งานวิจัยสำเร็จได้ด้วยดี

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ค
Abstract	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ฉ
สารบัญตาราง	ฎ
คำอธิบายและสัญลักษณ์ย่อ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	3
1.2.1 ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลาง (Mesoporous silica)	3
1.2.2 การสังเคราะห์ SBA-15	4
1.2.3 สารตะกั่ว (Lead, Pb)	5
1.2.4 การดูดซับ (Adsorption)	5
1.2.5 ไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption isotherm)	6
1.3 วัตถุประสงค์และขอบเขตของงานวิจัย	8
1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	8
บทที่ 2 วิธีการทดลอง	12
2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	12
2.2 สารเคมี	14

2.3 วิธีการทดลอง	15
2.3.1 การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียม (Se-doped mesoporous silica)	15
2.3.2 การศึกษาการดูดซับสารตะกั่วของ Se-doped mesoporous silica	19
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	22
3.1 การพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับ (Se-doped SBA-15)	22
3.1.1 X-ray powder diffraction (XRD).....	22
3.1.2 Field Emission Scanning electron microscopy (FESEM).....	26
3.1.3 Transmission electron microscopy (TEM).....	32
3.1.4 X-Ray Fluorescence (XRF)	33
3.1.5 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)	37
3.1.6 Surface Area and Porosity Analyzer (BET)	39
3.2 การศึกษาการดูดซับของสารตะกั่ว.....	42
3.2.1 การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มของสารละลายตะกั่วด้วยวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ในความเข้มข้นระดับ mg/L	43
3.2.2 การศึกษาปัจจัยของเวลาในการดูดซับของสารตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) ในความเข้มข้นระดับ mg/L	44
3.2.3 การศึกษาปัจจัยของ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) ในความเข้มข้นระดับ mg/L	45
บทที่ 4 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะจากการทดลอง	48
4.1 สรุปผลการทดลอง.....	48
4.2 ข้อเสนอแนะ	48
บรรณานุกรม.....	50



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 1.1	a) MCM-41 มีขนาดของโพรงอยู่ระหว่าง 1.5-10 nm (8), b) SBA-15 มีขนาดของโพรงอยู่ระหว่าง 5-30 nm (9)	3
รูปที่ 1.2	กลไกการเกิดสารประกอบที่มีลักษณะเป็นโพรงโดยการใช้สารต้นแบบได้โพรงขนาด mesoporous และเป็น mesoporous silica ชนิด SBA-15 (10).....	4
รูปที่ 1.3	เอกลักษณ์ของ SBA-15 ที่ทำการวิเคราะห์โดย XRD ได้เป็น <i>P6mm</i> hexagonal mesoporous silica โดยใช้สารลดแรงตึงผิว คือ P123 (16)	9
รูปที่ 1.4	ภาพถ่ายด้วยเทคนิค TEM ของ SBA-15 รูป (a) แสดงทิศทางตามแกนของโพรง (b) แสดงทิศทางในแกนตั้งฉากของโพรง (17).....	10
รูปที่ 1.5	ผลของ pH ในการดูดซับสารตะกั่ว ของ Fe ₃ O ₄ @SBA-15-NH ₂ -H.(18)	10
รูปที่ 2.1	การสังเคราะห์ Se-doped mesoporous silica ที่ต่อเข้ากับ Schlenk line ภายใต้ N ₂ ...	18
รูปที่ 2.2	การล้าง template ด้วยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอลภายใต้ N ₂	19
รูปที่ 3.1	รูปแบบ XRD ของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e) ในช่วงที่ 1 (2θ = 0.7-5 องศา).....	23
รูปที่ 3.2	รูปแบบ XRD ของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e), และรูปแบบของซีลีเนียม (PDF#86-2246) (f) ในช่วงที่ 2 (2θ = 20-70 องศา).....	24
รูปที่ 3.3	ภาพถ่าย FESEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า ของวัสดุดูดซับ ภาพ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e).	26
รูปที่ 3.4	ภาพถ่าย FESEM ที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของวัสดุดูดซับ ภาพ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e).	27

รูปที่ 3.5	SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) SEM (a), การกระจายตัวของอะตอมซิลิกาแทนด้วยสีเขียว (b) และการกระจายตัวของอะตอมซีลีเนียมแทนด้วยสีแดง (c)...28	28
รูปที่ 3.6	ภาพถ่าย SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) แสดงภาพ SEM (a), การกระจายตัวของอะตอมซิลิกาแทนด้วยสีเขียว (b), การกระจายตัวของอะตอมซีลีเนียมแทนด้วยสีแดง (c) และการรวมภาพการกระจายของอะตอมซิลิกาและอะตอมซีลีเนียม (d). 29	29
รูปที่ 3.7	ภาพถ่าย SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) แสดงภาพ SEM (a), การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาแทนด้วยสีเขียว (b), การกระจายตัวของอนุภาคซีลีเนียมแทนด้วยสีแดง (c) และการรวมภาพการกระจายของอนุภาคซิลิกาและอนุภาคซีลีเนียม (d).....30	30
รูปที่ 3.8	สเปกตรัมของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3)31	31
รูปที่ 3.9	สเปกตรัมของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days))31	31
รูปที่ 3.10	ภาพถ่าย TEM ของ วัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ที่ 100 nm SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e).32	32
รูปที่ 3.11	สเปกตรัมจากเทคนิค XRF ของ SBA-15.....35	35
รูปที่ 3.12	สเปกตรัมจากเทคนิค XRF ของ Se-doped SBA-1536	36
รูปที่ 3.13	แสดงสเปกตรัมของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ 1. SBA-15 2. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) 3. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) 4. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) 5. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days))37	37
รูปที่ 3.14	ผลของการกำจัด template โดยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอล ของวัสดุดูดซับชนิด Si:Se = 1:0.2 (a) และ Si:Se = 1:0.2 กับ P123 (b).....38	38
รูปที่ 3.15	แสดง adsorption / desorption isotherm SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d), และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e).39	39
รูปที่ 3.16	แสดงส่วนของขนาดปากโพรง (pore size) และ ขนาดของข้างในโพรง42	42
รูปที่ 3.17	การศึกษาผลของ pH เริ่มต้นของสารตะกั่วกับค่าร้อยละการกำจัด (%removal) ของการดูดซับด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารละลายตะกั่ว ปริมาตร 25 mL ความเข้มข้นที่ 25 mg/L วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g46	46

รูปที่ 3.18 การกระจายตัวของชนิด Pb^{2+} ที่ pH ต่าง ๆ ตามค่าคงที่สมดุล (23)46

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 3.1 เปอร์เซ็นต์ของธาตุ O, Si และ Se ของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด.....33

ตารางที่ 3.2 แสดงคุณสมบัติของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด โดยใช้เทคนิค BET40

ตารางที่ 3.3 แสดงค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับสารตะกั่วของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิดที่ความเข้มข้น 25, 50, 100, 150 และ 200 mg/L43

ตารางที่ 3.4 แสดงผลการศึกษาเวลาในการดูดซับของสารตะกั่วกับค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se =1:0.1) สารละลายตะกั่วปริมาตร 25 mL ความเข้มข้นที่ 25 mg/L วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g.....45

ภาควิชาเคมี
 คณะวิทยาศาสตร์
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คำอธิบายและสัญลักษณ์ย่อ

TEOS	Tetraethyl orthosilicate
P123	Pluronic 123
XRD	X-ray powder diffraction
SEM	Scanning electron microscopy
EDS	Energy-dispersive X-ray spectroscopy
TEM	Transmission electron microscopy
XRF	X-ray fluorescence
FTIR	Fourier-transformed infrared spectroscopy
BET	Surface Area and Porosity Analyzer
FESEM	Field Emission Scanning electron microscopy
AAS	Atomic Absorption Spectroscopy

ภาควิชาเคมี
 คณะวิทยาศาสตร์
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันมีการขยายตัวของโรงงานอุตสาหกรรมเป็นจำนวนมาก รวมถึงความก้าวหน้าของเทคโนโลยีต่าง ๆ เป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดมลพิษจากโลหะหนัก โดยสาเหตุการปนเปื้อนมาจากกระบวนการผลิต วัตถุดิบหรือสารเคมีที่ถูกปลดปล่อยออกมาจากโรงงานอุตสาหกรรมทำให้เกิดปัญหาการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อม โดยเกิดการสะสมในดิน น้ำ พืช หรือสัตว์ต่าง ๆ จึงอาจส่งผลกระทบต่อห่วงโซ่อาหารของมนุษย์เราได้ โลหะหนักมีอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตทั้งคน สัตว์และพืช ตัวอย่างของโลหะหนักที่พบในสิ่งแวดล้อม ได้แก่ปรอท ดีบุก ตะกั่ว แคดเมียม สังกะสี ทองแดง สารหนู เป็นต้น การปนเปื้อนของโลหะหนัก เช่น การปนเปื้อนของโลหะหนักในน้ำ ซึ่งเป็นปัญหาของสิ่งแวดล้อมที่ร้ายแรงเนื่องจากโลหะหนักมีความเป็นพิษสูงแม้ที่ระดับความเข้มข้นต่ำและสามารถสะสมในสิ่งมีชีวิตและก่อให้เกิดความผิดปกติต่อมนุษย์ได้ (1) ดังนั้นจึงต้องการหาวิธีการตรวจสอบและวิธีการกำจัดโลหะหนักออกไปจากสิ่งแวดล้อม

ในที่นี้เราสนใจในการลดปริมาณของสารตะกั่วในน้ำ โดยผลของสารตะกั่วเมื่อเข้าสู่ร่างกายจะก่อให้เกิดอันตราย เช่น ยับยั้งเอนไซม์ที่มีผลต่อการสร้างฮีโมโกลบิน นอกจากนี้ยังมีผลต่อดับ หัวใจ และยังเป็นสาเหตุของโรคมะเร็งอีกด้วย

วิธีการกำจัดสารตะกั่วมีหลายวิธี เช่น การตกตะกอนโดยใช้สารเคมี การแยกโดยใช้กระแสไฟฟ้า การแยกด้วยแผ่นเมมเบรน การบำบัดทางชีวภาพ การใช้สารดูดซับ การแลกเปลี่ยนไอออน เป็นต้น ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้เลือกวิธีการใช้ตัวดูดซับในการกำจัดโลหะหนัก เนื่องจากเป็นวิธีที่สะดวกและมีประสิทธิภาพที่ดี

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีการใช้ตัวดูดซับที่มีรูพรุนขนาดกลางเพื่อกำจัดสารตะกั่วในน้ำด้วยการดัดแปลงตัวดูดซับ และมีวิธีการที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับ ดังนี้

โดย Thu และคณะ (2) ทำการสังเคราะห์ thiol-functionalized SBA-15 silica โดยใช้สมบัติความมีพื้นที่ผิวสูงเพื่อใช้ในการดูดซับตะกั่ว โดยทำการศึกษาปัจจัยของ pH ความเข้มข้น และปริมาณของหมู่ฟังก์ชันที่นำไปต่อกับ SBA-15 และยังสามารถนำตัวดูดซับกลับมาใช้ใหม่ได้

Idris และคณะ (3) ทำการสังเคราะห์ MCM-41 ซึ่งเป็นซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลาง โดยแสดงโครงสร้างที่มีลักษณะเป็น hexagonal มีปริมาตรของรูพรุนขนาดใหญ่ไม่เกิน $0.99 \text{ cm}^3/\text{g}$ และมีขนาดโพรงขนาดใหญ่ไม่เกิน 9.74 nm แสดงให้เห็นถึงศักยภาพของ MCM-41 ว่ามีความสามารถในการดูดซับสูง จากนั้นทำการดัดแปลงพื้นผิวของ MCM-41 ด้วยหมู่ฟังก์ชันอะมิโนและเมอร์แคปโตเพื่อใช้ในการดูดซับสารตะกั่วในน้ำ โดยมีค่าความจุของการดูดซับไม่เกิน $1000 \mu\text{mol/g}$

Chen และคณะ (4) ได้สังเคราะห์ตัวดูดซับที่มีรูพรุนขนาดกลางชนิด MCM-41 โดยดัดแปลงหมู่ฟังก์ชันที่ตัวดูดซับด้วยหมู่อะมิโน และแทนที่ซิลิกาด้วยอะลูมิเนียม เพื่อเพิ่มความสามารถในการกำจัดสารตะกั่วในน้ำ โดยทำการศึกษาปัจจัยต่างๆ คือ ความเข้มข้น หมู่ฟังก์ชันที่ใช้ในการดัดแปลงตัวดูดซับ

สำหรับงานวิจัยที่ได้กล่าวมานั้นพบว่า mesoporous silica มีสมบัติที่สามารถถูกปรับปรุงด้วยหมู่ฟังก์ชันได้ มีพื้นที่ผิวและมีสมบัติความเป็นรูพรุนสูง จึงเหมาะแก่การใช้เป็นตัวดูดซับ

อย่างไรก็ตาม เนื่องจากตะกั่วเป็นโลหะที่มีสมบัติความเป็น hard-soft acid อยู่ช่วงรอยต่อระหว่าง hard และ soft ทำให้การเลือกใช้หมู่ฟังก์ชันซึ่งทำหน้าที่ Lewis base ที่สามารถจับกับตะกั่วได้ดีนั้นยังคงต้องทำการศึกษา โดยงานวิจัยที่ผ่านมาข้างต้น มีการใช้ thiol ซึ่งมีอะตอม sulphur เป็น Lewis base และได้ผลค่อนข้างน่าพอใจ ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะศึกษาการดูดซับสารตะกั่วโดยการให้ซีสไธเนียมเป็น Lewis base แทน นอกจากนี้ จากงานวิจัยที่ผ่านมายังพบว่ามีการใช้ซีสไธเนียมเพื่อช่วยเพิ่มความสามารถในการกำจัดสารพิษ โดย Nenavathu และคณะ (5) พบว่าการทิ้งน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมสีย้อมผ้าที่เป็นพิษ ส่วนใหญ่มีการกำจัดสารพิษอยู่ 2 วิธีคือ การดูดซับสารที่เป็นพิษจากสีย้อมผ้าบนพื้นผิวที่เหมาะสม และการสลายตัวของสีย้อมผ้า ในที่นี้มีการเจือซีสไธเนียมใน ZnO NPs เพื่อศึกษาการสลายของสีย้อมที่เป็นพิษ ซีสไธเนียมได้รับเลือกในการใช้เนื่องจากมีสมบัติทางเคมีที่เหมาะสม

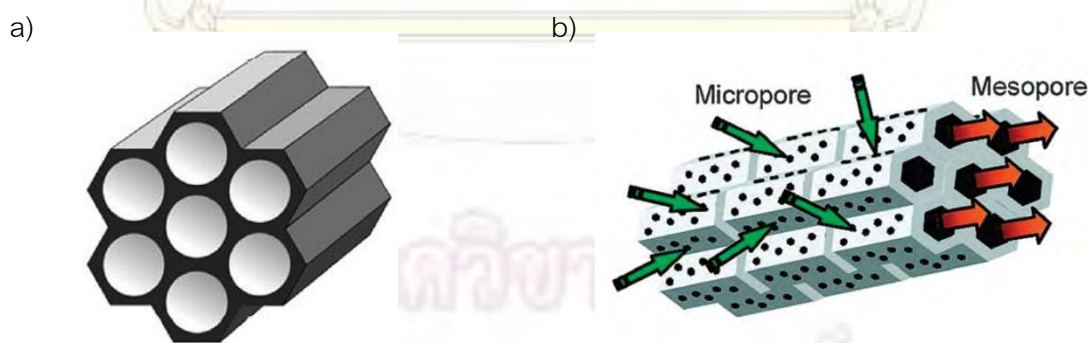
จากแนวความคิดที่กล่าวมาข้างต้นนั้นทำให้ผู้วิจัยสนใจพัฒนาวัสดุดูดซับสารตะกั่วที่ใช้ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลาง ซึ่งผู้วิจัยเลือกซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางชนิด SBA-15 เนื่องจากมีความเป็นรูพรุนสูง มีพื้นที่ผิวมาก และสามารถดัดแปลงผิววัสดุได้ง่าย อีกทั้งยังมีการใช้อย่างแพร่หลายในงานดูดซับ นอกจากนี้ผู้วิจัยยังเลือกใช้การเจือด้วยซีสไธเนียมโดยตั้งสมมติฐานว่าซีสไธเนียมจะเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับตะกั่ว โดยผู้วิจัยจะทำการสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีสไธเนียม (Se-doped mesoporous silica) ขึ้นมา จากนั้นจะนำวัสดุที่สังเคราะห์ได้มาใช้เป็นตัวดูดซับสารตะกั่วใน

น้ำ แล้วศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับ ได้แก่ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว ค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว และเวลาที่ใช้ในการดูดซับ

1.2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.2.1 ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลาง (Mesoporous silica)

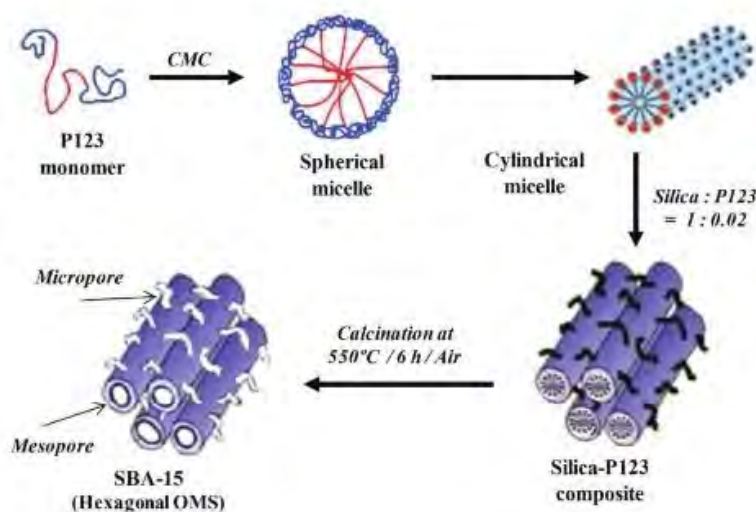
วัสดุที่มีรูพรุนสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ชนิดตามขนาดของโพรงหรือรูพรุน คือ 1. วัสดุที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ (macroporous) มีขนาดโพรงมากกว่า 50 nm เช่น sintered metal และ ceramics 2. วัสดุที่มีรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) มีขนาดโพรงประมาณ 2-50 nm เช่น mesoporous silica และ activated carbon 3. วัสดุที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (microporous) มีขนาดโพรงน้อยกว่า 2 nm เช่น zeolite, activated carbon และ metal organic framework (6) ซึ่ง mesoporous silica จัดอยู่ในประเภท mesoporous โดยการมีโพรงระดับกลางสามารถที่จะดูดซับสารได้มากกว่าวัสดุจำพวก microporous และยังมีค่าเฉพาะเจาะจงกับสารที่ทำการดูดซับมากกว่าวัสดุจำพวก macroporous เนื่องจากมีขนาดโพรงที่เล็กกว่า ทำให้เกิดการเลือกจำเพาะต่อสารที่ถูกลดดูดซับเฉพาะที่มีขนาดเหมาะสม นอกจากนี้วัสดุจำพวก mesoporous silica ยังมีพื้นผิวสัมผัสสูงถึง 700-1500 m²/g mesoporous silica มีหลายชนิดแต่ที่นิยมใช้กันอย่างมาก คือ MCM-41 และ SBA-15 เนื่องจากวัสดุทั้ง 2 ชนิดนี้มีการกระจายของรูพรุนที่สม่ำเสมอ มีความเป็นรูพรุนสูง (7) ด้วยสมบัติในข้อนี้จึงมีการนำมาใช้เป็นวัสดุดูดซับ โดยอาจทำการดัดแปลงหมู่ฟังก์ชันที่พื้นผิวหรือทำการเจือสารลงบนวัสดุ



รูปที่ 1.1 a) MCM-41 มีขนาดของโพรงอยู่ระหว่าง 1.5-10 nm (8), b) SBA-15 มีขนาดของโพรงอยู่ระหว่าง 5-30 nm (9)

1.2.2 การสังเคราะห์ SBA-15

การสังเคราะห์ SBA-15 นำซิลิกาที่เป็นโครงสร้างหลักมาจาก Tetraethyl orthosilicate (TEOS) และใช้สารต้นแบบ (template) ที่ใช้เพื่อกำหนดโครงสร้างของ SBA-15 template คือ Pluronic 123 (P123) โดยสารต้นแบบจะเป็นพอลิเมอร์สายยาวที่มีสมบัติ คือ สามารถจัดเรียงตัวกันเป็นกลุ่มของโมเลกุล เรียกว่า ไมเซลล์ (micelle) โดยจะหันด้านที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) เข้าด้านใน และหันด้านที่ชอบน้ำ (hydrophilic) ออกด้านนอก เมื่อผสมองค์ประกอบต่าง ๆ ตามอัตราส่วนที่เหมาะสม ได้แก่ ซิลิกาที่เป็นโครงสร้างหลัก (silica source) สารต้นแบบ (template) น้ำ กรด ทั้งหมดแล้ว โดย P123 ที่เป็น organic template จะรวมตัวกันเป็น copolymer micelle มีลักษณะเป็นทรงกลม จากนั้น micelles จะเริ่มจัดโครงสร้างเป็นทรงกระบอก โดยมีการเรียงตัวให้เสถียรที่สุด จากนั้นซิลิเกตไฮดรอกไซด์ที่มีความเป็นขั้วนั้นจะเกาะบนผิวของไมเซลล์ เกิดโครงสร้างที่เรียกว่า silica-P123 composite ซึ่งไฮดรอกไซด์ซิลิเกตเกาะอยู่จะไปรวมกับไมเซลล์อื่น ๆ เกิดเป็นโครงสร้างตาข่ายขึ้น จากนั้นนำส่วนผสมทั้งหมดไปตกผลึกที่อุณหภูมิ ความดันและเวลาที่เหมาะสม จะได้ผลิตภัณฑ์ออกมา แต่จะยังมี template อยู่ในโพรง จึงทำการนำเอา template ออก โดยการเผาที่อุณหภูมิสูง ประมาณ 550 องศาเซลเซียส หรือ ทำการรีฟลักซ์เอา template ออก จะทำให้เกิดช่องว่างเป็นโพรงของสารประกอบซิลิเกตขึ้น เรียกว่า mesoporous silica ชนิดนี้ว่า SBA-15 โดยโพรงมีขนาดเป็น mesoporous และที่ผิวจะมีโพรงขนาด microporous อยู่ กลไกที่ใช้ในการสังเคราะห์ SBA-15 สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 1.2



รูปที่ 1.2 กลไกการเกิดสารประกอบที่มีลักษณะเป็นโพรงโดยการนำสารต้นแบบได้โพรงขนาด mesoporous และเป็น mesoporous silica ชนิด SBA-15 (10)

1.2.3 สารตะกั่ว (Lead, Pb)

เป็นโลหะหนัก สีเทาแกมน้ำเงิน มีจุดหลอมเหลวที่ 327 องศาเซลเซียส ลักษณะอ่อนสามารถดัดให้เป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้ จึงนำมาใช้ประโยชน์ได้ในหลาย ๆ ด้าน แต่เนื่องจากตะกั่วมีความอันตราย จึงมีการลดใช้สารชนิดนี้ลง อย่างไรก็ตาม สารตะกั่วที่ปนเปื้อนสู่สิ่งแวดล้อมสามารถพบได้ทั้งในดิน น้ำ พืชและอากาศ จากสำนักงานปกป้องสิ่งแวดล้อมสหรัฐ (11) พบว่าในน้ำประปาไม่ควรมีความเข้มข้นของสารตะกั่วเกิน 15 ppb การรับสารตะกั่วเข้าสู่ร่างกายสามารถรับเข้ามาได้หลายทาง เช่น การรับประทาน การสัมผัสทางผิวหนัง เป็นต้น เมื่อเข้าสู่ร่างกายแล้ว สารตะกั่วจะเข้าไปในระบบหมุนเวียนโลหิต จะทำให้สารตะกั่วไปจับกับเม็ดเลือดแดงแทนที่เหล็ก ให้เกิดภาวะโลหิตจางได้ ถ้าตะกั่วไปสะสมที่ฟัน จะเห็นสีม่วงหรือดำบริเวณเหงือก เรียกว่า เส้นตะกั่ว ซึ่งถ้ามีอาการรุนแรงอาจทำให้ฟันหลุดได้ ถ้ามีการสะสมของสารตะกั่วในร่างกาย จะแสดงอาการ คือ อาการทางระบบย่อยอาหาร ได้แก่ เกิดการปวดท้อง ท้องเสีย ท้องผูก อาจมีผลเกี่ยวกับระบบประสาท เกิดประสาทหลอน มีภาวะซีด ชัก และอาจเสียชีวิตได้ ส่วนในด้านอุตสาหกรรมที่มักพบสารตะกั่ว ได้แก่ โรงงานทำแบตเตอรี่, อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ และคอมพิวเตอร์ เป็นต้น (12)

1.2.4 การดูดซับ (Adsorption)

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสะสมตัวของสาร หรือความเข้มข้นของสารที่บริเวณผิวหรือระหว่างผิวน้ำ (interface) โดยสามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สถานะ เช่น ของเหลวกับของเหลว ของแข็งกับของเหลว ก๊าซกับของเหลว ก๊าซกับของแข็ง เป็นต้น ซึ่งในการดูดซับประกอบด้วยสารถูกดูดซับ เรียกว่า adsorbate เป็นคอลลอยด์หรือโมเลกุลที่ถูกดูดซับ ส่วนสารดูดซับเรียก adsorbent ทำหน้าที่เป็นตัวดูดซับ โดยสามารถแบ่งการดูดซับออกเป็น 2 ประเภทคือ 1. การดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption) 2. การดูดซับทางเคมี (chemical adsorption) โดยการแบ่งประเภทของการดูดซับใช้ปัจจัยของแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของตัวดูดซับ (13)

1.2.4.1 การดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption)

เป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลอย่างอ่อน เป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals forces) ประกอบด้วยแรง 2 ชนิด คือ แรงกระจาย (London dispersion force) และแรงทางไฟฟ้าสถิตย์ (electrostatic force) การดึงดูดด้วยแรงอย่างอ่อนนี้ทำให้การดูดซับมีการคายพลังงานความร้อนออกมาน้อย โดยคายพลังงานมาต่ำกว่า 20 กิโลจูลต่อโมล อีกทั้งยังสามารถเกิดการผันกลับของกระบวนการได้ง่าย จุดนี้นับเป็นข้อดีของการดูดซับทางกายภาพ เพราะตัวดูดซับสามารถฟื้นฟูสภาพได้ง่าย ผิวของตัวดูดซับจะมีสารที่ถูกดูดซับมาเกาะอยู่ได้หลายๆชั้น (multilayer) ซึ่งจำนวนชั้นเป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับ และแปรผันตรงตามความเข้มข้นที่สูงขึ้นของตัวถูกละลายในสารละลาย (13)

1.2.4.2 การดูดซับทางเคมี (Chemosorption)

การดูดซับทางเคมีจะเกิดขึ้นโดยตัวดูดซับทำปฏิกิริยากับตัวถูกละลาย ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของตัวถูกละลาย โดยมีการเกิดพันธะทางเคมีที่แข็งแรงขึ้น อาจมาจากการทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมเดิมแล้วมีการจัดเรียงอะตอมใหม่ขึ้น จะมีพลังงานกระตุ้นเข้ามาเกี่ยวข้องส่งผลถึงความร้อนของการดูดซับ ซึ่งมีค่าประมาณ 50-400 กิโลจูลต่อโมล นับว่ามีค่าความร้อนที่สูง บ่งชี้ถึงการนำเอาตัวถูกละลายออกจากผิวของตัวดูดซับนั้นจะทำได้ยาก หรืออีกนัยหนึ่งคือไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาผันกลับได้ (irreversible) และการดูดซับทางเคมีจะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) เท่านั้น (13)

1.2.5 ไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption isotherm)

1.2.5.1 ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) (14)

ไอโซเทอมการดูดซับของแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) เป็นแบบจำลองที่ง่ายที่สุด ถูกเสนอโดย Irving Langmuir ในปี ค.ศ. 1916 ซึ่งเป็นแบบจำลองแบบแรกที่ได้รับการเสนอขึ้นมาโดยอาศัยพื้นฐานทางทฤษฎีการดูดซับของโมเลกุลแบบชั้นเดียว (monolayer) ด้วยความง่ายของแบบจำลองนี้ จึงถูกนำมาใช้ในการสร้างแบบจำลองของปฏิกิริยาต่างๆ โดยไอโซเทอมการดูดซับของแลงเมียร์ มีข้อสมมุติดังนี้ (14)

1. สารที่ถูกดูดซับ (adsorbed species) จะถูกดูดซับบนผิวของตัวดูดซับโดยแต่ละตำแหน่งของตัวดูดซับสามารถจับสารที่ถูกดูดซับได้เพียงตัวเดียวเท่านั้น และสามารถเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) เท่านั้น และคาดว่าเกิดการดูดซับสารแบบชั้นเดียวได้มากที่สุด (14)

2. ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ กล่าวว่าพื้นผิวดูดซับมีลักษณะเหมือนกันหมด ไม่มีแรงกระทำต่อกันระหว่างโมเลกุลที่ลงไปเกาะก่อนกับโมเลกุลที่กำลังจะลงไปเกาะบนผิวของตัวดูดซับ และถือว่าการความแตกต่างระหว่างพลังงานของการดูดซับไม่ขึ้นกับปริมาณของสารที่ถูกดูดซับลงไปบนผิวก่อนหน้า (14)

จากการศึกษาไอโซเทอมของแลงเมียร์ที่สภาวะสมดุล สามารถแสดงความสัมพันธ์ของการดูดซับสารละลายได้ ดังสมการ (15)

$$Q_e = Q_{\max} b C_e / (1 + b C_e) \text{ ----- (1.1)}$$

เมื่อ Q_e = ปริมาณของสารที่ถูกดูดซับบนสารดูดซับหนักหนึ่งกรัมที่ภาวะสมดุล (mg/g)

C_e = ความเข้มข้นของสารละลายที่ภาวะสมดุล (mg/L)

Q_{\max} = ปริมาณของสารที่ถูกดูดซับอิ่มตัวแบบชั้นเดียว (mg/g)

b = ค่าคงที่แลงเมียร์ที่อุณหภูมิหนึ่งๆ

$$\text{หรือ } C_e / Q_e = 1 / b Q_{\max} + C_e / Q_{\max} \text{ ----- (1.2)}$$

เมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C_e / Q_e กับ C_e จะได้กราฟเส้นตรง จุดตัดแกน C_e / Q_e ที่ $1 / b Q_{\max}$ และมีความชันเท่ากับ $1 / Q_{\max}$

1.2.5.2 ไอโซเทอมแบบฟรอนด์ลิช (Freundlich isotherm) (14)

ไอโซเทอมแบบฟรอนด์ลิชถูกเสนอโดย Herbert Max Finlay Freundlich ในปี ค.ศ.1909 โดยมีสมการแสดงความสัมพันธ์ปริมาณของสารดูดซับกับความเข้มข้นของสารละลาย ดังสมการ (15)

$$Q_e = K_f C_e^{1/n} \text{ ----- (1.3)}$$

เมื่อ K_f = ค่าคงที่ที่อุณหภูมิหนึ่งซึ่งขึ้นกับความสามารถของตัวดูดซับ

n = ค่าคงที่ของการดูดซับที่อุณหภูมิหนึ่งๆ

จากสมการฟรอนดิช เมื่อใส่ลอการิทึม (logarithm) จะได้สมการ

$$\ln Q_e = \ln K_f + (1/n) \ln C_e \text{ ----- (1.4)}$$

เมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln Q_e$ กับ $\ln C_e$ ที่อุณหภูมิคงที่ จะได้กราฟเส้นตรงจุดตัดแกนสามารถนำมาหาค่า K_f ได้ และความชันของกราฟจะเท่ากับ $1/n$

บางกรณีการสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln Q_e$ กับ $\ln C_e$ แล้วไม่ได้เส้นตรงแสดงว่าเกิดการเบี่ยงเบนไปจากสมการของฟรอนดิช เช่น การดูดซับสารละลายที่ไม่ได้วัดน้ำหนักจริงของตัวดูดซับแต่ผู้ทดลองได้ชั่งน้ำหนักของตัวดูดซับมากเกินไปกว่าค่าที่ใช้ ทำให้หลังทำการดูดซับพบว่าสารที่ถูกดูดซับมีความเข้มข้นน้อยกว่าความเป็นจริง จึงส่งผลให้การนำค่า Q_e มาคำนวณในสมการฟรอนดิชผิดพลาดไป

1.3 วัตถุประสงค์และขอบเขตของงานวิจัย

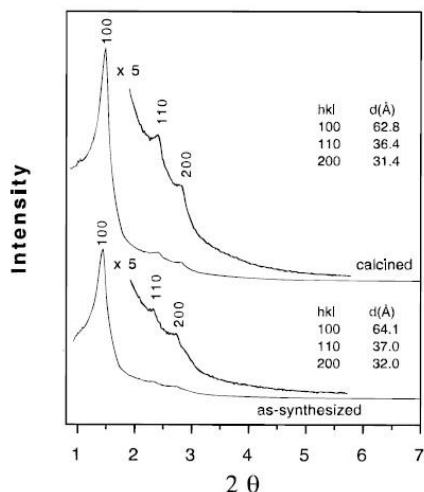
- 1) สังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียม (Se-doped SBA-15) ที่มีสมบัติในการดูดซับสารตะกั่ว
- 2) ศึกษาปัจจัย ความเข้มข้นของโลหะหนัก ค่าความเป็นกรด-เบส และเวลาในการดูดซับต่อการดูดซับโลหะหนักในน้ำโดยวัสดุที่เตรียมขึ้น

1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ SBA-15 เพื่อให้ได้วัสดุซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous silica) และนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ ในลำดับถัดไป ได้แก่

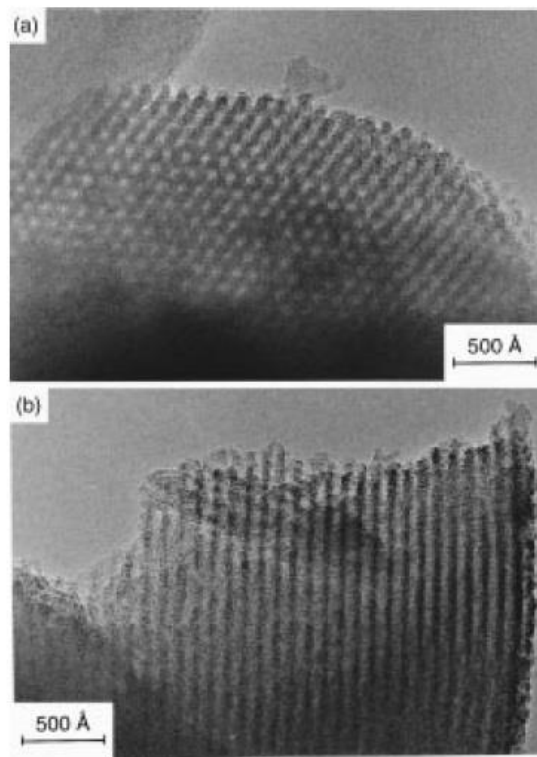
Zhao และคณะ (16) สังเคราะห์สาร Silica-block copolymer mesophases เป็นสารจำพวกซิลิกาที่มีความเป็นรูพรุนสูงหลายชนิด ซึ่งส่วนหนึ่งของงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ SBA-15 โดยมีพื้นที่ผิวสูงประมาณ $690\text{-}1040 \text{ m}^2/\text{g}$ มีขนาดของโพรง $46\text{-}300 \text{ \AA}$ ผนังของซิลิกามีความหนาที่ $31\text{-}64 \text{ \AA}$ มีปริมาตรของโพรง $2.5 \text{ cm}^3/\text{g}$ และมีรูปแบบ XRD ของ SBA-15 แสดงดังรูปที่ 1.3

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



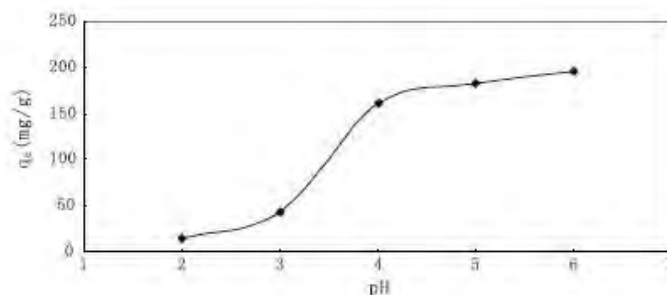
รูปที่ 1.3 เอกลักษณะของ SBA-15 ที่ทำการวิเคราะห์โดย XRD ได้เป็น $P6mm$ hexagonal mesoporous silica โดยใช้สารลดแรงตึงผิว คือ P123 (16)

Luan และคณะ (17) ทำการสังเคราะห์ SBA-15 เพื่อใช้ประโยชน์ในการแลกเปลี่ยนไอออน มีวิธีการ คือ ใช้ P123 เป็นสารลดแรงตึงผิว เพื่อใช้ในการสร้างรูปแบบของโครงสร้าง (template) ละลายในน้ำ และสารละลายกรด HCl 2 M จากนั้นใช้ซิลิกาที่เป็นโครงสร้างหลักจาก TEOS ทำการคนจนสารละลายรวมเป็นเนื้อเดียวกันกลายเป็นเจล จากนั้นคนสารละลายที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ขั้นตอนนี้สุดท้ายทำการตกผลึกโดยใส่เจลลงใน เทฟลอน ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน เมื่อทำการตกผลึกเสร็จแล้วทำการล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน และทำให้ผลึกแห้งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการเผาเพื่อนำเอา template ออกที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ SBA-15 ออกมา ซึ่งมีลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีขาว และแสดงลักษณะของโพรงด้วยเทคนิค TEM ดังรูปที่ 1.4



รูปที่ 1.4 ภาพถ่ายด้วยเทคนิค TEM ของ SBA-15 รูป (a) แสดงทิศทางตามแกนของโพรง (b) แสดงทิศทางในแกนตั้งฉากของโพรง (17)

Wang และคณะ (18) ทำการสังเคราะห์วัสดุคอมพอสิตของอนุภาคแม่เหล็ก ที่ใส่หมู่ฟังก์ชันอะมิโน เพื่อใช้ในการดูดซับสารตะกั่ว โดยมีค่าความจุของการดูดซับ (Adsorption capacity) เท่ากับ 243.9 mg/g โดยตัววัสดุดูดซับสามารถแยกออกมาได้โดยให้สนามแม่เหล็กภายนอก และวัสดุดูดซับยังสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้โดยการล้างด้วยกรด โดยสภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการดูดซับ pH 6.5 เวลาที่ใช้ในการดูดซับในช่วง 0-30 นาทีสามารถดูดซับได้เร็ว แต่เมื่อเวลา 12 ชั่วโมง วัสดุดูดซับมีความสามารถในการดูดซับสารตะกั่วได้ลดลง อาจเป็นเพราะมีตำแหน่งที่เกิดปฏิกิริยาลดลง



รูปที่ 1.5 ผลของ pH ในการดูดซับสารตะกั่ว ของ $\text{Fe}_3\text{O}_4@SBA-15-NH_2-H$. (18)

และจากงานวิจัยที่เสนอวิธีในการเตรียม NaHSe เพื่อนำไปใช้ในงานทดลองต่อไป ได้เสนอ โดย Klayman และคณะ (19) ทำการเตรียม NaHSe จากผงซีลีเนียม โดยใช้สมการดังนี้



ในส่วนของขั้นตอนการเตรียม NaHSe แสดงดังนี้ นำ NaBH_4 (2.3 g) ละลายในน้ำ 25 mL จากนั้นทำการคนสารละลายที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการใส่สารละลาย NaBH_4 ลงในผงซีลีเนียมที่เติมน้ำลงไป 25 mL ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาประมาณ 5 นาที จะได้สารละลายใสไม่มีสีของ NaHSe โดยการเตรียมใช้การทดลองภายใต้ N_2

จากงานวิจัยข้างต้นนำมาเป็นแนวทางของงานวิจัยนี้ คือ แนวทางการสังเคราะห์ SBA-15 เพื่อให้ได้สมบัติของความเป็นรูพรุนสูง มีพื้นที่ผิวมาก ซึ่งเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นวัสดุดูดซับ นอกจากนี้ยังสามารถนำวิธีการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์จากงานวิจัยดังกล่าวมาใช้อ้างอิง และงานนี้ ผู้วิจัยต้องการเจือซีลีเนียมลงบน SBA-15 จึงได้วิธีนำการเตรียม NaHSe จากงานวิจัยของ Klayman และคณะ (19) มาเป็นสารตั้งต้นในการเจือซีลีเนียม นอกจากนี้ ผู้วิจัยยังได้ใช้แนวทางจากงานวิจัยข้างต้นในการออกแบบการทดลองการดูดซับสารตะกั่ว และทำให้ทราบแนวโน้มเบื้องต้นของปัจจัยต่าง ๆ เช่น เวลาที่เหมาะสมและ pH ที่ใช้ในการดูดซับ

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่อง ultrasonicator ยี่ห้อ Elma รุ่น S 30 tt
2. เครื่องชั่งไฟฟ้า 4 ตำแหน่งยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204-S
3. เครื่องชั่งไฟฟ้า 5 ตำแหน่งยี่ห้อ Precisa รุ่น XR 205SM-DR
4. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR) ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700
5. เครื่อง X-ray diffraction (XRD) ยี่ห้อ Rigaku รุ่น D-MAX 2000
6. เครื่อง X-ray fluorescence spectrometry (XRF) รุ่น Bruker model S8 Tiger
7. เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) ยี่ห้อ Philips technai F20
8. เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5410LV
9. เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) ยี่ห้อ JSM7610F, JEOL, Japan
10. เครื่อง Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)
11. เครื่อง Surface Area and Porosity Analyzer (BET) รุ่น Belsorp-mini
12. เครื่องวัด pH (pH meter) ยี่ห้อ SUMTEX รุ่น SP-2100
13. เครื่องกวนสาร (Stirrer) ยี่ห้อ Clifton Ceratir และ ยี่ห้อ Heidolph รุ่น MR Hei-Tec
14. เครื่องปั่นแยก (Centrifuge) ยี่ห้อ Fisher Scientific Isotemp
15. เครื่องกรองสุญญากาศ
16. ตู้อบลมร้อน ยี่ห้อ Memert
17. เครื่องเขย่าสารละลาย model รุ่น HS 500I

18. เครื่องกวนสารละลายแบบแกนหมุน (Mechanical stirrer)
19. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 25, 50, 100, 500, 1000 mL
20. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 25, 250, 1000mL
21. แท่งแก้วกวนสาร (Stirring Rod)
22. ขวดก้นกลมพร้อมข้อต่อ (Round Bottom Flask Joint)
23. กระดาษกรอง ใยห่อ Whatman ขนาด 125 mm
24. ช้อนตักสาร (Spatula)
25. ครกบดสาร (Pestle & Mortar)
26. กระบอกตวง (Cylinder)
27. คอนเดนเซอร์ไล้ตรง (Liebig Condenser)
28. ขวดพลาสติกพร้อมฝา ขนาด 100, 250 mL
29. หลอดหยดสาร (Dropper)
30. กรวยแก้ว (Filtering Funnel)
31. ลูกยาง (Pipettes Bulb)
32. ปิเปตแบบปริมาตร (Volumetric Pipette) ขนาด 25 mL
33. ไมโครปิเปต (Micro pipette) ขนาด 10, 100, 1000 μ L
34. เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2 สารเคมี

1. Tetraethyl orthosilicate (TEOS) 99.999% trace metals (Sigma-Aldrich, United States)
2. Selenium powder $\geq 99\%$, powder, gray (Riedel-de Haen, United States)
3. Sodium selenite, anhydrous 99% min, typically 99.75% min (metals basis) (Alfa Aesar)
4. Pluronic123 (P123) PEG, 30 wt. % (Sigma-Aldrich, United States)
5. Sodium borohydride granular, 99.99% trace metals basis (Sigma-Aldrich, United States)
6. Lead(II) nitrate 99% (DAE JUNG)
7. Lead standard for ICP, 1000 mg/L (Sigma-Aldrich, United States)
8. Ethyl alcohol, Pure 200 proof, ACS reagent, $\geq 99.5\%$ (Merck, Germany)
9. Nitric acid 60% (Merck, Germany)
10. Hydrochloric acid fuming 37% (Merck, Germany)
11. Sodium hydroxide pellets (Ajax Finechem Pty Ltd)

ภาควิชาเคมี
 คณะวิทยาศาสตร์
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียม (Se-doped mesoporous silica)

2.3.1.1 การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางชนิด SBA-15

การสังเคราะห์ SBA-15 ได้ดัดแปลงวิธีการจากวิธีการสังเคราะห์ aminopropyl-functionalized SBA-15 mesoporous materials ที่รายงานโดย Wang และคณะ (20) แต่ปรับเปลี่ยนโดยไม่ได้ APTES ซึ่งให้หมู่อะมิโนสำหรับการเพิ่มหมู่ฟังก์ชันลงไปในเจล โดยมีวิธีการดังต่อไปนี้

วิธีการสังเคราะห์

- 1) เตรียมสารละลาย P123 ซึ่งใช้เป็น สารต้นแบบ (template) โดยใช้ P123 4.00 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน 30 mL ในบีกเกอร์ขนาด 500 mL จากนั้นเติม กรด HCl 2 M คนสารละลายประมาณ 30 นาที หรือสังเกตจนเห็นการละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
- 2) เทสารละลายที่ได้จากข้อที่ 1 ลงในขวด 2 คอ คนสารละลายด้วยอัตราเร็ว 250 รอบต่อ นาทีพร้อมทั้งให้อุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง
- 3) ค่อยๆหยด TEOS 8.5 mL ลงในสารละลายในข้อที่ 2 จนหมด จากนั้นตั้งปฏิกิริยานี้ไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 4) เมื่อครบเวลา ทำการถ่ายเจลที่ได้ใส่ในขวดเพฟลอน ปิดฝาให้แน่น และนำไปตกผลึกที่ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 5) นำเจลที่ได้ไปกรองแบบดูดด้วยปั๊มสุญญากาศและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จน pH ใกล้เคียงกับน้ำปราศจากไอออน ด้วยปั๊มกรองระบบวนน้ำ จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปอบที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ผลึกแห้ง
- 6) นำผลึกที่ได้ไปล้าง template ออกโดยวิธีการรีฟลักซ์ภายใต้ N_2 ด้วยเอทานอล เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 7) หลังจากอบแล้ว ได้ของแข็งสีขาวของ SBA-15 จากนั้นนำไปบดให้ละเอียด แล้วเก็บไว้ในขวดพลาสติกที่ปิดด้วยพาราฟินและนำไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้น

- 8) นำผลึกที่ได้ไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่อง XRD, SEM, TEM, XRF, FTIR, BET

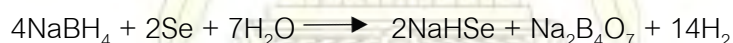
2.3.1.2 การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดที่เจือด้วยซีลีเนียม

(Se-doped mesoporous silica) โดยใช้ mesoporous silica ชนิด SBA-15

ผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์ Se-doped mesoporous silica 2 วิธี โดยทั้งสองวิธีนี้มีความแตกต่างกันในด้านชนิดของสารตั้งต้นซีลีเนียมที่ใช้ กระบวนการเตรียมและเวลาที่ใช้ในการตกผลึก โดยวิธีที่ 1 ใช้วิธีการสังเคราะห์โดยดัดแปลงวิธีมาจากการสังเคราะห์ Se-doped graphene quantum dot ที่รายงานโดย Yang และคณะ (21) แต่ปรับเปลี่ยนโดยการใช้ SBA-15 แทน graphene วิธีที่ 2 ใช้วิธีการสังเคราะห์โดยดัดแปลงมาจากการสังเคราะห์ selenite doped MCM-41 (22) แต่ปรับเปลี่ยนโดยการใช้ SBA-15 แทน MCM-41

วิธีที่ 1

วิธีการนี้ใช้ NaHSe เป็นสารตั้งต้นของซีลีเนียม โดยสมการที่ใช้เตรียม NaHSe ที่รายงานโดย Klayman และคณะ (19) แสดง ดังนี้



ขั้นตอนในการเตรียม Se-doped SBA-15 มีรายละเอียดดังนี้

- 1) เตรียมสารละลาย P123 (ใช้เป็น template) โดยใช้ P123 4.00 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 500 mL จากนั้นเติม กรด HCl 2 M คนสารละลายประมาณ 30 นาที หรือสังเกตจนเห็นการละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
- 2) เทสารละลายที่ได้จากข้อที่ 1 ลงในขวด 2 คอ คนสารละลายด้วยอัตราเร็ว 250 รอบต่อ นาทีพร้อมทั้งให้อุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง
- 3) ค่อย ๆ หยด TEOS 8.5 mL ลงในสารละลายในข้อที่ 2 จนหมด
- 4) จากนั้นย้ายการทดลองทั้งหมดไปต่อเข้ากับ Schlenk line ภายใต้ N_2 อุณหภูมิที่ใช้คนสารละลายตั้งไว้ที่ 40 องศาเซลเซียส

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

- 5) ทำการเตรียม Se-doped mesoporous silica โดยอัตราส่วนระหว่าง Si:Se = 1:0.1 โดยน้ำหนัก ขั้นแรกชั่ง selenium powder 0.7931 กรัม นำไปใส่ในขวด 2 คอ จากนั้นนำอุปกรณ์ทั้งหมดไปต่อเข้ากับ Schlenk line ภายใต้ N_2
- 6) ชั่ง $NaBH_4$ 0.7600 กรัม นำมาละลายกับน้ำปราศจากไอออน 30 mL จากนั้นดูดสารละลาย $NaBH_4$ ใส่ลงใน selenium powder ที่เตรียมไว้ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน คนสารละลายจนเห็นสารละลายใสไม่มีสีของ $NaHSe$ ตามสมการที่แสดงไว้ข้างต้น แสดงว่าปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์
- 7) นำสารละลายใสที่ได้ในข้อที่ 6 ค่อย ๆ หยดลงในสารละลายในข้อที่ 3 จนหมด จากนั้นตั้งปฏิกิริยานี้ไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 8) เมื่อครบเวลา ทำการถ่ายเจลที่ได้ใส่ในขวดเทฟลอน นำไปตกผลึกที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 9) นำเจลที่ได้ไปกรองแบบดูดด้วยปั๊มสุญญากาศและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จน pH ใกล้เคียงกับน้ำปราศจากไอออน ด้วยปั๊มกรองระบบวนน้ำ จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปอบที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ผลึกแห้ง
- 10) นำผลึกที่ได้ไปล้าง template ออกโดยวิธีการรีฟลักซ์ภายใต้ N_2 ด้วยเอทานอล เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 11) หลังจากอบแล้ว จะได้ของแข็งสีเทาของ Se-doped mesoporous silica นำไปบดให้ละเอียด แล้วเก็บไว้ในขวดปิดด้วยพาราฟินและนำไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้น
- 12) ในการปรับเปลี่ยนปริมาณซีลีเนียม ทำการทดลองเหมือนเดิมจากข้อ 1-11 แต่เปลี่ยนอัตราส่วน Si:Se เป็น 1:0.2 และ 1:0.3 โดยน้ำหนัก
- 13) นำผลึกที่ได้ (Si:Se = 1:0.1, 1:0.2, 1:0.3 โดยน้ำหนัก) ไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่อง XRD, SEM, TEM, XRF, FTIR, BET



รูปที่ 2.1 การสังเคราะห์ Se-doped mesoporous silica ที่ต่อเข้ากับ Schlenk line ภายใต้ N_2

วิธีที่ 2

- 1) เตรียมสารละลาย P123 (ใช้เป็น template) โดยใช้ P123 4.00 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 500 mL จากนั้นเติม กรด HCl 2 M คนสารละลายประมาณ 30 นาที หรือสังเกตจนเห็นสารละลายละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
- 2) เทสารละลายที่ได้จากข้อที่ 1 ลงในขวด 2 คอ คนสารละลายด้วยอัตราเร็ว 250 รอบต่อ นาที พร้อมทั้งให้อุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง
- 3) ค่อย ๆ หยด TEOS 8.5 mL ลงในสารละลาย ข้อที่ 2 จนหมด
- 4) ชั่ง Na_2SeO_3 5.3287 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออน 30 mL อัตราส่วน Si:Se คือ 1:0.3 โดยกรัม จากนั้นค่อย ๆ หยด สารละลายลงในเจลจนหมด จากนั้นตั้งปฏิกิริยานี้ไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 5) เมื่อครบเวลา ทำการถ่ายเจลที่ได้ใส่ในขวดเทฟลอน นำไปตกผลึกที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 วัน
- 6) นำเจลที่ได้ไปกรองแบบดูดด้วยปั๊มสุญญากาศและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จน pH ใกล้เคียงกับน้ำปราศจากไอออน ด้วยปั๊มกรองระบบวนน้ำ จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปอบที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้ผลึกแห้ง

- 7) นำผลึกที่ได้ไปล้าง template ออกโดยวิธีการรีฟลักซ์ภายใต้ N_2 ด้วยเอทานอล เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- 8) หลังจากอบแล้ว จะได้ของแข็งสีเทาของ Se-doped mesoporous silica นำไปบดให้ละเอียด แล้วเก็บไว้ในขวดปิดด้วยพาราฟินและนำไปเก็บไว้ในโถดูดความชื้น
- 9) นำผลึกที่ได้ (Si:Se = 1:0.3 โดยน้ำหนัก) ไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่อง XRD, SEM, TEM, XRF, FTIR, BET (ในที่นี้ให้ชื่อตัวอย่างนี้ว่า Si:Se = 1:0.3 (7 days))



รูปที่ 2.2 การล้าง template ด้วยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอลภายใต้ N_2

2.3.2 การศึกษาการดูดซับสารตะกั่วของ Se-doped mesoporous silica

หลังจากการสังเคราะห์ Se-doped mesoporous silica เพื่อใช้ในการดูดซับสารตะกั่วแล้ว มาทำการศึกษาการดูดซับสารตะกั่ว และศึกษาปัจจัยต่าง ๆ คือ ความเข้มข้นเริ่มต้น, pH เริ่มต้น และเวลาในการดูดซับสารตะกั่ว ซึ่งจะหาเป็นค่าร้อยละการกำจัด (%removal) ของการดูดซับสารตะกั่ว โดยวัสดุที่ใช้ในการดูดซับ มีทั้งหมด 5 ชนิด ได้แก่ SBA-15, Se-doped SBA-15 ที่ใช้เวลา

ในการตกผลึก 1 วัน ได้แก่ Si:Se เท่ากับ 1:0.1, 1:0.2 และ 1:0.3 โดยน้ำหนัก และ Se-doped SBA-15 ที่ใช้เวลาในการตกผลึก 7 วัน คือ Si:Se เท่ากับ 1:0.3 โดยน้ำหนัก

ศึกษาการดูดซับสารตะกั่ว

ทำการศึกษาปัจจัยคือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว, เวลาที่ใช้ในการกวนเพื่อดูดซับสารตะกั่วด้วยวัสดุดูดซับ และ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว

1) ทำการเตรียมความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วเพื่อศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับ ดังนี้

1.1 ศึกษาความเข้มข้นเริ่มต้น : เตรียมความเข้มข้นต่าง ๆ ได้แก่ 25, 50, 100, 150 และ 200 mg/L ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 mL

1.2 ศึกษา pH เริ่มต้น : เตรียมความเข้มข้น 25 mg/L ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 mL จำนวน 3 ขวดจากนั้นทำการปรับ pH ของสารละลายแต่ละขวด ดังนี้ pH 3, pH 5 และ pH 7

1.3 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการกวนสาร : เตรียมความเข้มข้น 25 mg/L ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 mL ที่ pH 5

2) ทำการเตรียมวัสดุดูดซับสำหรับการศึกษาปัจจัยในการดูดซับ

2.1 ศึกษาความเข้มข้นเริ่มต้น : ทำการชั่งตัวดูดซับทั้ง 5 ชนิด มาชนิดละ 0.05 กรัม จากนั้นปิเปตสารละลายที่เตรียมไว้ในขั้นตอนที่ 1.1 ปริมาตร 25 mL ลงในวัสดุดูดซับแต่ละชนิด

2.2 ศึกษา pH เริ่มต้น : ทำการชั่งวัสดุดูดซับชนิด Si:Se = 1:0.1 มา 0.05 กรัม จากนั้นปิเปตสารละลายปริมาตร 25 mL ที่ pH 3, pH 5 และ pH 7 ลงในวัสดุดูดซับ

2.3 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการกวนสาร : ทำการชั่งวัสดุดูดซับชนิด Si:Se = 1:0.1 มา 0.05 กรัม จากนั้นเปิดสารละลายที่เตรียมไว้ในชั้นตอนที่ 1.3 ปริมาตร 25 mL ลงในวัสดุดูดซับ

3) ทำการกวนสารละลายที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้เครื่องกวนสาร 180 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาที่แตกต่างกันดังนี้

3.1 ศึกษาความเข้มข้นเริ่มต้น : ใช้เวลากวนสารละลาย 2 ชั่วโมง

3.2 ศึกษา pH เริ่มต้น : ใช้เวลากวนสารละลาย 2 ชั่วโมง

3.3 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการกวนสาร : ใช้เวลากวนสารละลายในเวลาต่าง ๆ ดังนี้ 15, 30 และ 3, 6, 12, 24 ชั่วโมง

4) นำสารละลายที่ได้หลังจากการดูดซับสารตะกั่วไว้ในหลอดเซนตริฟิวก์ จากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยง 5000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที

5) ทำการกรองสารละลายที่ได้ด้วย syringe filter ขนาด 0.45 μm

6) นำสารละลายที่ได้มาทำการตรวจวัดปริมาณสารตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS

7) คำนวณค่าร้อยละการกำจัด (% removal) สามารถคำนวณได้ดังนี้

$$\% \text{ removal} = \left(\frac{\text{ความเข้มข้นก่อนการดูดซับ } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) - \text{ความเข้มข้นหลังการดูดซับ } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{ความเข้มข้นก่อนการดูดซับ } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)} \right) \times 100$$

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุดูดซับสารตะกั่วทั้งหมด 5 ชนิด ตามหัวข้อที่ 2.3.1 ได้แก่

1. SBA-15
2. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1)
3. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2)
4. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3)
5. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days))

หลังจากนั้นทำการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด หลังจากนั้นทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ในการดูดซับสารตะกั่ว ได้แก่ ความเข้มข้นของสารตะกั่วเริ่มต้น ค่าความเป็นกรดเบสของสารละลาย (pH) และเวลาที่ใช้ในการดูดซับ

3.1 การพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับ (Se-doped SBA-15)

จากการสังเคราะห์วัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ตามหัวข้อที่ 2.3.1 ทำการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค ดังนี้ X-ray powder diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), scanning electron microscopy energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM/EDS), transmission electron microscopy (TEM), X-ray fluorescence (XRF) Elemental analysis, Fourier-transformed infrared spectroscopy (FTIR), Surface Area and Porosity Analyzer (BET)

3.1.1 X-ray powder diffraction (XRD)

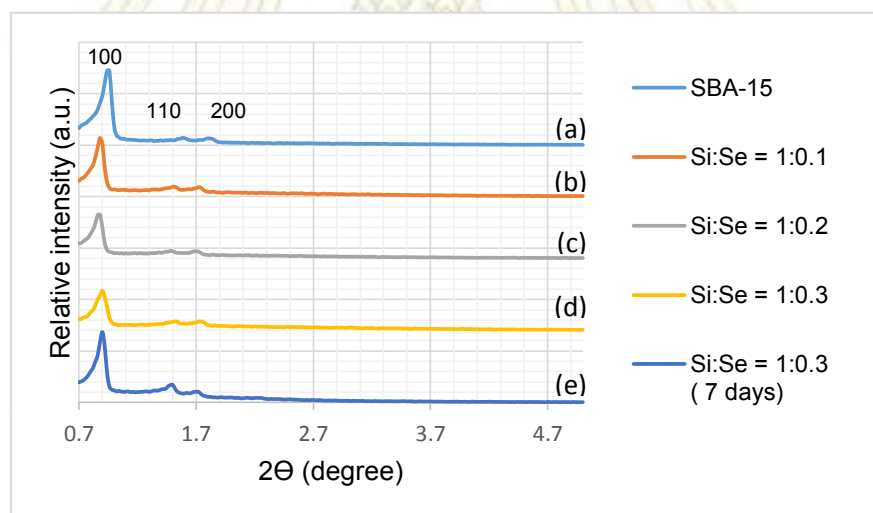
X-ray powder diffraction หรือ XRD เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดไม่ทำละลาย ตัวอย่าง โดยการใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกของสารตัวอย่าง อาศัยหลักการของ Bragg's law โดยมีสมการดังนี้

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

- เมื่อ n คือ เลขจำนวนเต็ม
 λ คือ ความยาวของคลื่นรังสีเอกซ์
 d คือ ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกที่วิเคราะห์
 θ คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนหรือมุมระหว่างรังสีเอกซ์กับระนาบของแลกทิส

จากการนำวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ที่สังเคราะห์ไปพิสูจน์ทราบด้วยเทคนิค XRD ได้ทำการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ออกเป็น 2 ช่วง ได้แก่ ช่วงที่ 1 ช่วง $2\theta = 0.7-5$ องศา เพื่อดูโครงสร้างผลึกของ SBA-15 และช่วงที่ 2 ช่วง $2\theta = 20-70$ องศา เพื่อยืนยันว่าสามารถเจือซีลีเนียมลงในวัสดุดูดซับ ชนิด SBA-15 ได้

เมื่อพิจารณารูปแบบของ XRD ในช่วงที่ 1 ช่วง $2\theta = 0.7-5$ องศา แสดงผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 3.1

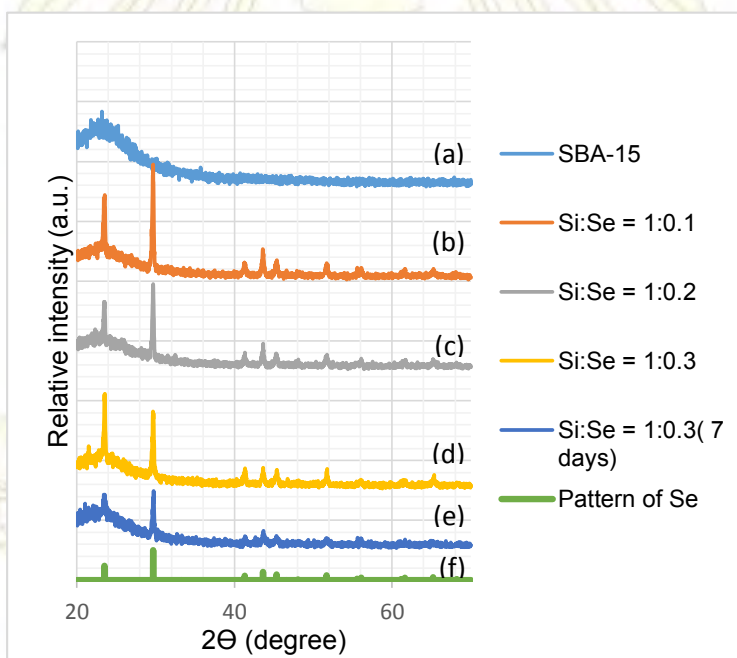


รูปที่ 3.1 รูปแบบ XRD ของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e) ในช่วงที่ 1 ($2\theta = 0.7-5$ องศา)

จากรูปที่ 3.1 แสดงรูปแบบ XRD (XRD pattern) ของ SBA-15 ที่สังเคราะห์ได้ พบว่ามีลักษณะของรูปแบบที่แสดงโครงสร้างผลึกของ SBA-15 ตรงตามที่รายงานวิจัยอื่น ๆ (16) กล่าวคือ SBA-15 แสดงพีค 2θ ที่ 0.940, 1.581 และ 1.801 ให้ระนาบ (100), (110), (200) ตามลำดับ แสดง

unit cell เป็น hexagonal และมี space group คือ $P6mm$ (16) เป็นลักษณะที่บ่งบอกถึงความเป็น mesoporous ชนิด SBA-15 จากนั้นทำการเปรียบเทียบพีคของ SBA-15 กับ Se-doped SBA-15 ทั้ง 4 ชนิด พบว่าเมื่อทำการเจือซีลีเนียมลงไป SBA-15 ทั้งวิธีที่ 1 และวิธีที่ 2 ซึ่งมีอัตราส่วนของ Si:Se โดยน้ำหนักตามที่ระบุไว้แล้วข้างต้น พบว่ายังแสดงพีคของ SBA-15 ครบทั้ง 3 พีค แสดงให้เห็นว่ายังมี ความเป็นผลึกของ SBA-15 อยู่ แต่พีคของ Se-doped SBA-15 (100) ทั้ง 4 ชนิด มีการเลื่อนไป ทางด้านซ้ายมือเมื่อเทียบกับรูปแบบของ SBA-15 แสดงว่าการเจือซีลีเนียมอาจจะส่งผลต่อโครงสร้าง ผลึกของ SBA-15 ผู้วิจัยคาดว่าอาจจะเกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดของ unit cell เล็กน้อย และขนาด ของรูพรุนมีการเปลี่ยนแปลง

เมื่อพิจารณารูปแบบของ XRD ในช่วงที่ 2 ช่วง $2\theta = 20-70$ องศา แสดงผลการวิเคราะห์ดังรูป ที่ 3.2



รูปที่ 3.2 รูปแบบ XRD ของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ ได้แก่ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e), และรูปแบบของซีลีเนียม (PDF#86-2246) (f) ในช่วงที่ 2 ($2\theta = 20-70$ องศา)

จากรูปที่ 3.2 แสดงรูปแบบ XRD ในช่วง $2\theta = 20-70$ องศา โดยซีลีเนียมมีรหัสของรูปแบบคือ PDF#86-2246 (f) ซึ่งเป็นรูปแบบของ Se^0 เพื่อแสดงว่าสามารถเจือซีลีเนียมลงใน SBA-15 ได้ โดย

เริ่มจาก รูปแบบ XRD ของ SBA-15 ไม่ปรากฏพีคของซีลีเนียม (Se^0) แต่เมื่อเปรียบเทียบกับ Se-doped SBA-15 อีก 4 ชนิดพบว่า มีพีคของซีลีเนียมเกิดขึ้นแสดงให้เห็นถึง SBA-15 ถูกเจือด้วยซีลีเนียมจริง และทำการเปรียบเทียบ วิธีที่ 1 Si:Se = 1:0.3 (d) กับวิธีที่ 2 Si:Se = 1:0.3 (7 days) (e) โดยทั้ง 2 วิธีมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ ซีลีเนียมเท่ากัน พบว่าวิธีที่หนึ่งให้ intensity สูงกว่า และมีลักษณะของพีคแหลมกว่า วิธีที่ 2 แสดงว่าวิธีที่ 1 มีความเป็นผลึกของซีลีเนียมมากกว่า และจากการคำนวณขนาดผลึกของซีลีเนียมเลือกใช้พีคที่มี intensity สูงสุดมาคำนวณ โดยใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ พบว่าวิธีที่ 1 Si:Se = 1:0.3 (d) ที่ 2θ 23.557 องศา มีขนาดผลึกเท่ากับ 36 nm และ ที่ 2θ 29.660 องศา มีขนาดผลึกเท่ากับ 33 nm และวิธีที่ 2 Si:Se = 1:0.3 (7 days) (e) ที่ 2θ 23.562 มีขนาดผลึกเท่ากับ 38 nm และที่ 2θ 29.721 มีขนาดผลึกเท่ากับ 40 nm เมื่อทำการเปรียบเทียบการสังเคราะห์ Se-doped SBA-15 ของทั้ง 2 วิธี พบว่า วิธีที่ 2 มีขนาดผลึกใหญ่กว่าวิธีที่ 1 ซึ่งการคำนวณหาขนาดผลึกใช้ Scherrer equation ซึ่งแสดงไว้ดังนี้

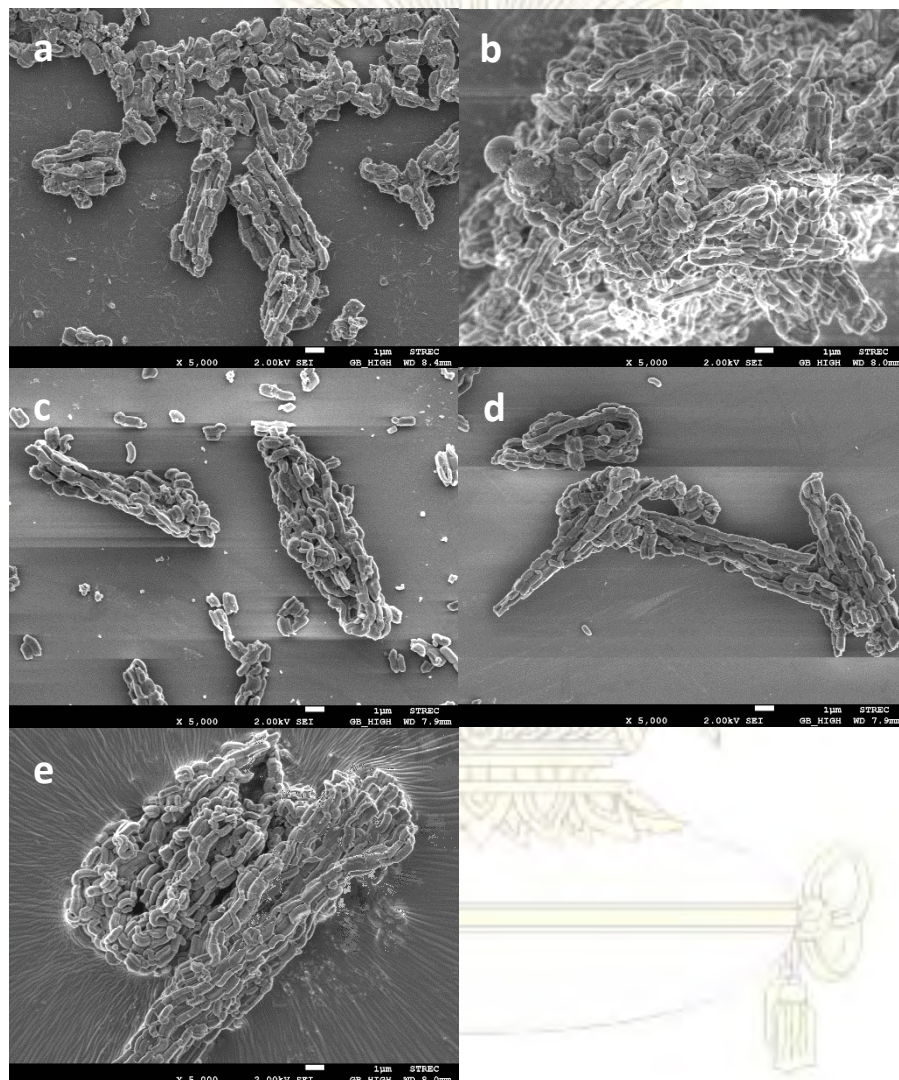
$$B = \frac{0.9\lambda}{t \cos\theta}$$

เมื่อ	B	คือ	ความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของพีค
	λ	คือ	ค่าความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์
	θ	คือ	มุมของแบรกก (Bragg's angle)
	t	คือ	ขนาดผลึก

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1.2 Field Emission Scanning electron microscopy (FESEM)

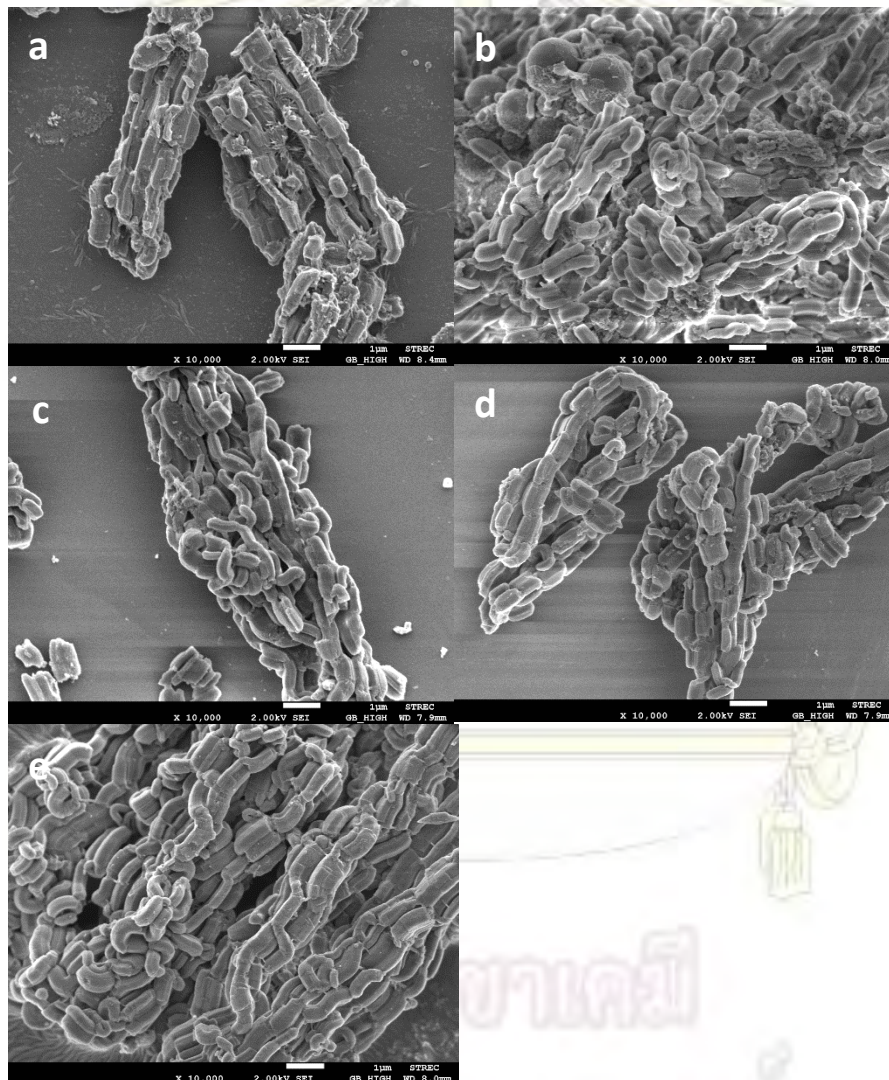
สำหรับการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด โดยใช้ภาพถ่ายจาก FESEM แสดงดังนี้



รูปที่ 3.3 ภาพถ่าย FESEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า ของวัสดุดูดซับ ภาพ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e)

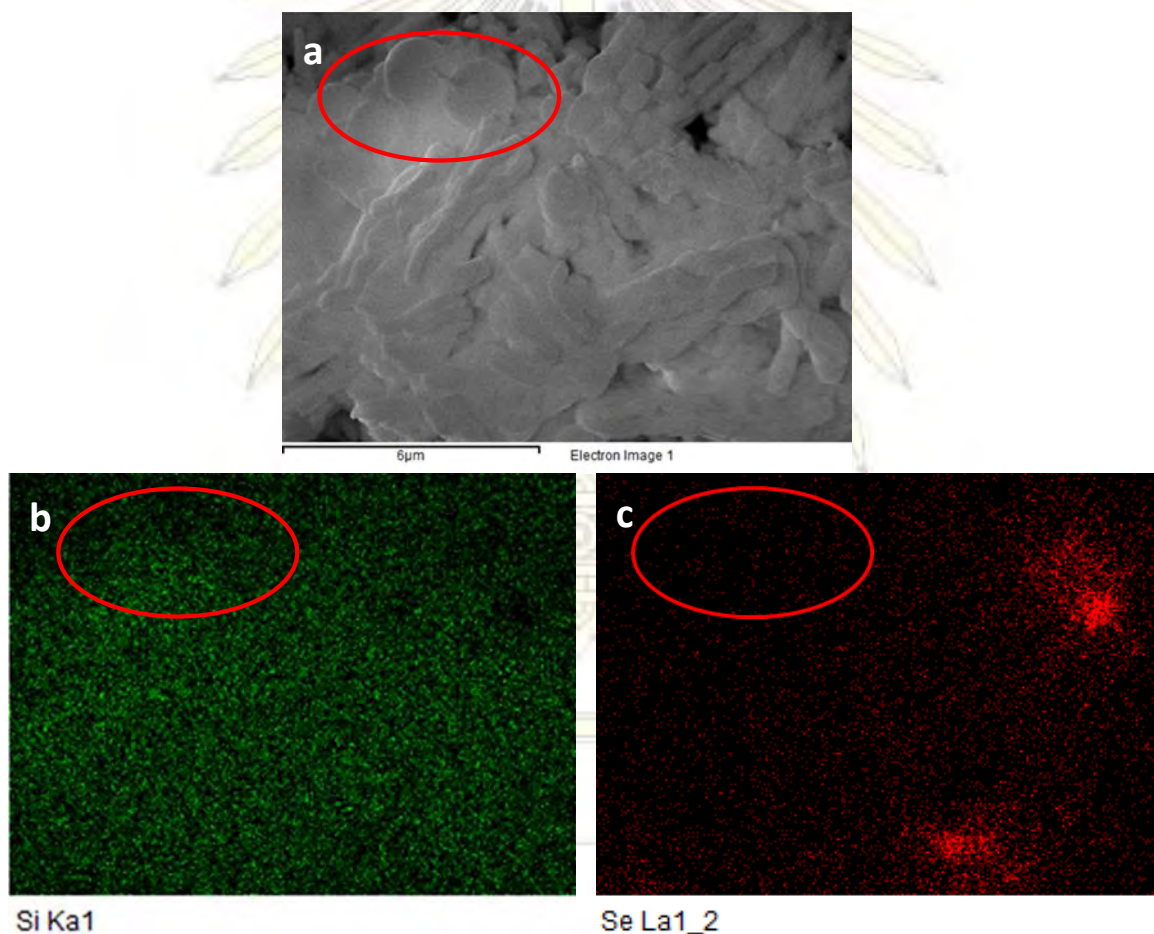
จากรูปที่ 3.3 ภาพถ่าย SEM ของ SBA-15 มีลักษณะเป็นแท่งโดยค้ำกันเป็นเกลียว ส่วนวัสดุคุดซึบที่มีซีลีเนียมเจืออยู่ (ภาพ b, c, d, e) พบว่ายังมีสัณฐานวิทยาเหมือนกับ SBA-15 สอดคล้องกับงานวิจัยของ Thu และคณะ (2)

ผู้วิจัยได้ทำการขยายภาพ SEM ไปที่กำลังขยาย 10000 เท่า เพื่อดูสัณฐานวิทยาของวัสดุคุดซึบแต่ละชนิด



รูปที่ 3.4 ภาพถ่าย FESEM ที่กำลังขยาย 10000 เท่า ของวัสดุคุดซึบ ภาพ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e)

จากรูปที่ 3.4 ภาพ FESEM เมื่อทำการเพิ่มกำลังขยายพบว่าสามารถมองเห็นสัณฐานวิทยาของวัสดุระดับ 5 ชนิดได้ชัดเจนมากขึ้น โดยทั้งหมดมีลักษณะเป็นท่อเรียงต่อกัน แสดงว่าการเจือซีลีเนียมลงไปใน SBA-15 ยังมีความเป็นผลึกของ SBA-15 อยู่ ส่วนในรูปแบบ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b) เห็นอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลม ผู้วิจัยคาดว่าน่าจะเป็นซิลิกาที่ไม่ได้รวมตัวกับ organic template และไม่เกิด copolymer micelle ทำให้เกิดเฟสของซิลิกาแยกตัวออกมา โดยยืนยันด้วยภาพจาก SEM/EDS ดังรูปที่ 3.5



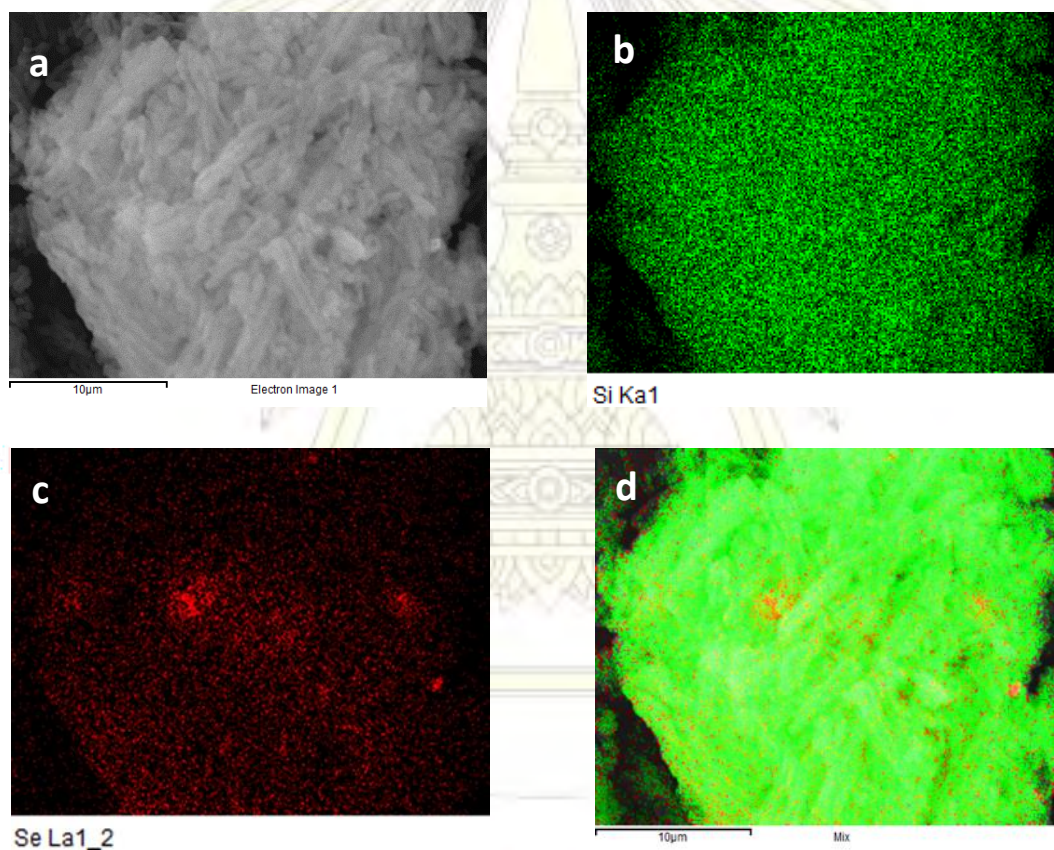
รูปที่ 3.5 SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) SEM (a), การกระจายตัวของอะตอมซิลิกาแทนด้วยสีเขียว (b) และการกระจายตัวของอะตอมซีลีเนียมแทนด้วยสีแดง (c)

จากรูปที่ 3.5 พบว่าบริเวณอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลม เมื่อทำ SEM/EDS แล้ว พบการแต่มีการกระจายตัวของอะตอมซีลีเนียมน้อย แต่มีการกระจายตัวของอะตอมซิลิกาอย่างหนาแน่น จึงสรุปได้ว่า อนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมคือซิลิกาจริง

3.1.3 Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS)

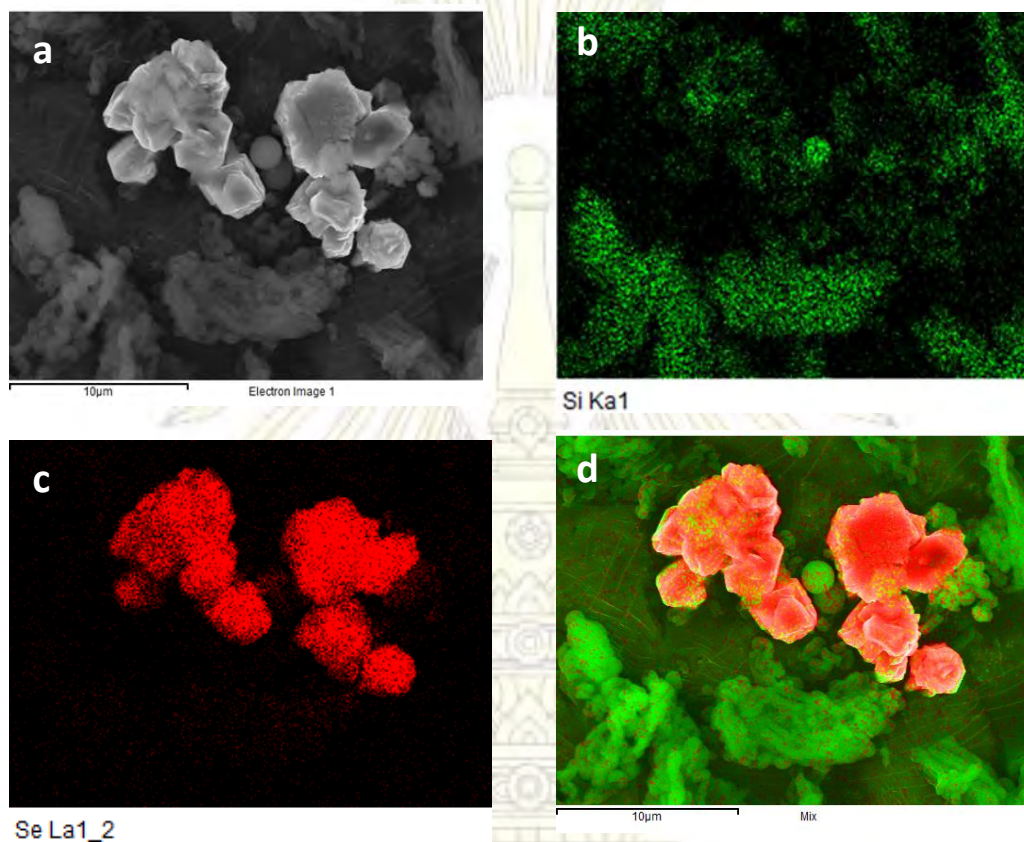
สำหรับการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับซึ่งผู้วิจัยใช้วัสดุดูดซับ 2 ชนิด มาทำการวิเคราะห์โดยใช้ภาพถ่ายจาก SEM/EDS โดยจะทำการเปรียบเทียบของ 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) และ วิธีที่ 2 Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) โดยวัสดุดูดซับทั้งสอง มีปริมาณซีลีเนียมตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เท่ากัน โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้แสดง ดังนี้

สำหรับ SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) แสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 ภาพถ่าย SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) แสดงภาพ SEM (a), การกระจายตัวของอะตอมซิลิกาแทนด้วยสีเขียว (b), การกระจายตัวของอะตอมซีลีเนียมแทนด้วยสีแดง (c) และการรวมภาพการกระจายของอะตอมซิลิกาและอะตอมซีลีเนียม (d)

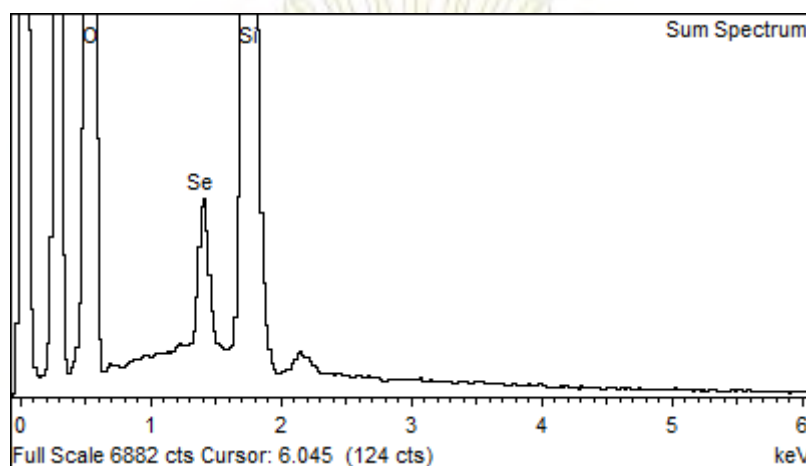
สำหรับ SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) แสดงดังรูปที่ 3.7



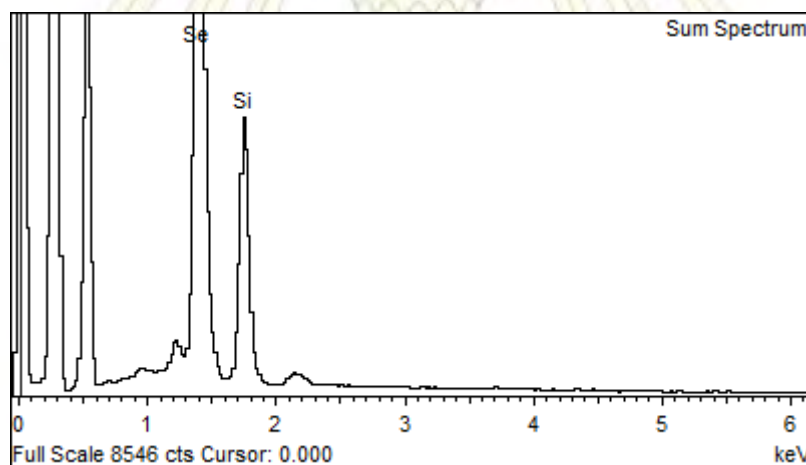
รูปที่ 3.7 ภาพถ่าย SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) แสดงภาพ SEM (a), การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาแทนด้วยสีเขียว (b), การกระจายตัวของอนุภาคซีลีเนียมแทนด้วยสีแดง (c) และการรวมภาพการกระจายของอนุภาคซิลิกาและอนุภาคซีลีเนียม (d)

จากรูปที่ 3.6 พบว่า Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) มีการกระจายตัวของอนุภาคซีลีเนียมไปทั่วทั้งตัวอย่าง และตรงกับตำแหน่งของซิลิกา แต่จากรูปที่ 3.7 พบว่า Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) พบการอยู่รวมกันเป็นกลุ่มของซีลีเนียม มีลักษณะเป็นผลึกเกาะอยู่บนซิลิกา เมื่อดูจากภาพ 3.7 (a) จะเห็นจุดสว่างของภาพ SEM เด่นขึ้นมา โดยผู้วิจัยคาดว่าเป็นผลึกของซีลีเนียม เนื่องจากซีลีเนียมเป็นธาตุที่มีอะตอมหนักจึงเห็นภาพที่สว่างกว่าธาตุซิลิกา โดยทั้งรูปที่ 3.6 และ 3.7 เป็นการยืนยันว่าทั้ง 2 วิธี มีซีลีเนียมเกาะอยู่บน SBA-15 จริง แต่การสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 จะให้การกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และวิธีที่ 2 มีขนาดผลึกของซีลีเนียมใหญ่กว่า วิธีที่ 1 ซึ่งสอดคล้องกับผลของ XRD

สำหรับสเปกตรัมจากการ SEM/EDS ของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days))



รูปที่ 3.8 สเปกตรัมของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3)



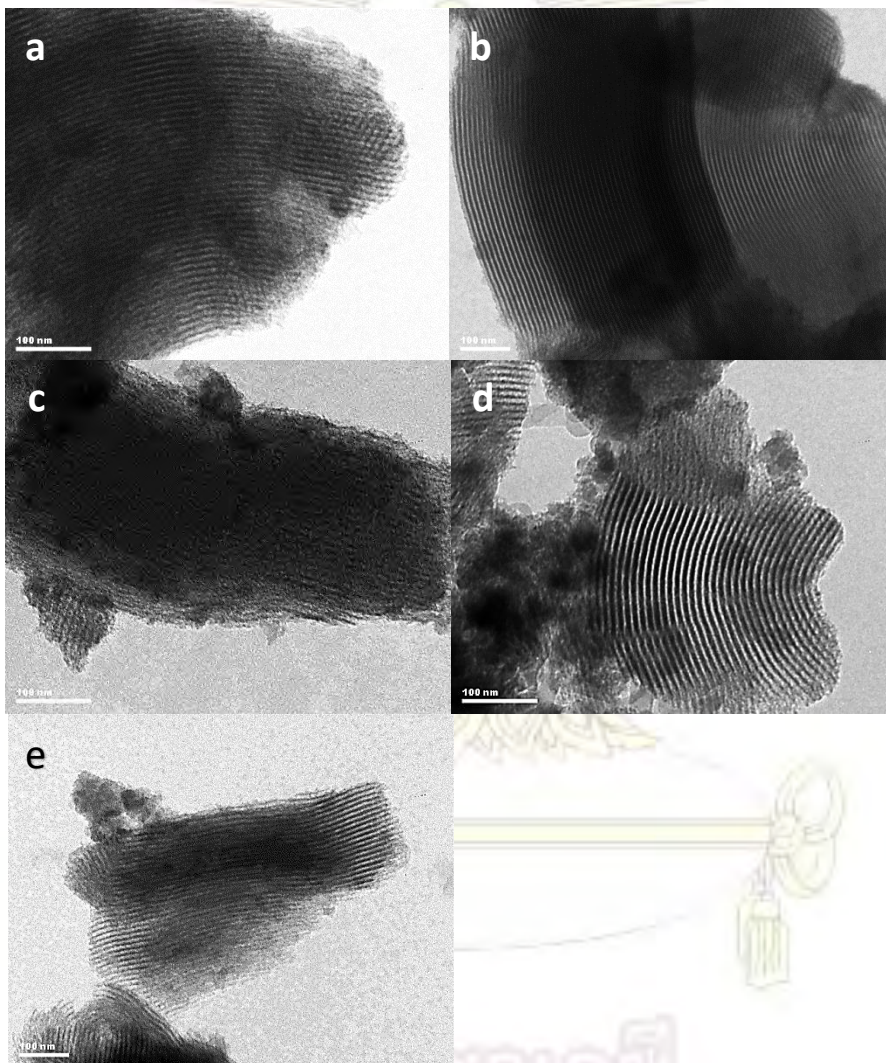
รูปที่ 3.9 สเปกตรัมของ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days))

จากรูปที่ 3.8 และ 3.9 พบว่าทั้ง 2 วิธี สังเกตเห็นพีคของซีลีเนียม แสดงว่ามีซีลีเนียมเจืออยู่บน SBA-15 จริง สำหรับการหาปริมาณวิเคราะห์นั้น ทางผู้วิจัยใช้เทคนิค XRF Elemental analysis แทน เนื่องจาก XRF เป็นเทคนิคความเที่ยงตรงสูงกว่า และมีความไวต่อการตรวจจับธาตุมากกว่า EDS

คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1.3 Transmission electron microscopy (TEM)

สำหรับการพิสูจน์ทราบเอกลักษณ์ของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด โดยใช้ภาพถ่ายจาก TEM โดย TEM จะให้รายละเอียดมากกว่า SEM และมีกำลังขยายสูงกว่า แสดงดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 ภาพถ่าย TEM ของ วัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ที่ 100 nm SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e)

จากรูปที่ 3.10 พบว่า SBA-15 มีการเรียงกันเป็นริ้วท่ออย่างเป็นระเบียบ และยังเห็นโครงเป็นลักษณะ hexagonal array (17) ซึ่งเป็นลักษณะเด่นของ SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b) เห็นการเรียงกันเป็นริ้วท่ออย่างเป็นระเบียบ และเห็นโครงเป็นลักษณะ hexagonal array ที่ไม่ค่อยเห็น hexagonal array เป็นเพราะถ่ายภาพไม่เห็นระนาบที่เป็น hexagonal array, Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c) ยังคงเห็นเป็นริ้วท่ออยู่ แต่ไม่เห็นชัดจนอาจเป็นเพราะว่าในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างนั้น สารมีปริมาณมากเกินไป ทำให้ไม่ได้ตัวอย่างที่บางพอ สำหรับการนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM, Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d) พบการเรียงกันของริ้วท่อ และสังเกตเห็นกลุ่มอนุภาคสีดำ ๆ อาจจะเป็นอนุภาคของซีลีเนียม, Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e) ยังคงพบการเรียงตัวกันเป็นริ้วท่อ โดยจาก TEM ยังไม่ค่อยสังเกตเห็นอนุภาคของซีลีเนียม อาจจะเป็นเพราะซีลีเนียมที่ถูกเจืออยู่บน SBA-15 มีปริมาณที่น้อย และการเตรียมตัวอย่าง TEM ใช้ปริมาณสารที่น้อยมาก ยิ่งทำให้โอกาสพบซีลีเนียมน้อยลงไปด้วย แต่ในวัสดุดูดซับ Se-doped SBA-15 ทั้ง 4 ชนิด ก็ยังแสดงความเป็น SBA-15 อยู่ โดยแสดงเป็นริ้วท่อเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ และมีโครงเป็น hexagonal array ซึ่งสอดคล้องกับผลจาก XRD ที่ได้ระนาบแสดง unit cell แบบ hexagonal

3.1.4 X-Ray Fluorescence (XRF)

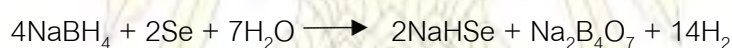
XRF เป็นเทคนิคที่สามารถทำได้ทั้งวิเคราะห์ธาตุเดี่ยว ๆ ที่ละธาตุหรือวิเคราะห์หลายธาตุพร้อม ๆ กันสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์

ตารางที่ 3.1 เปอร์เซนต์ของธาตุ O, Si และ Se ของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด

ชนิดของ ตัวดูดซับ	%ของธาตุ			
	ผลรวม(%)	O (%)	Si (%)	Se (%)
SBA-15	100.00	57.50	42.50	0.00
Si:Se = 1:0.1	100.00	31.10	55.30	13.60
Si:Se = 1:0.2	100.00	43.30	48.50	8.17
Si:Se = 1:0.3	100.00	43.60	48.20	8.20
Si:Se = 1:0.3 (7 days)	100.00	50.40	46.30	3.38

จากผลของ XRF แสดงให้เห็นว่า วิธีที่ 1 มีซีลีเนียมเจืออยู่บน SBA-15 มากกว่า วิธีที่ 2 ผู้วิจัยคาดว่าอาจจะเป็นจากขั้นตอนของการสังเคราะห์ แบ่งออกเป็น 3 สาเหตุคือ สาเหตุที่ 1 เกิดจากขั้นตอนของการเป็นเจล โดยวิธีที่ 1 (Si:Se = 1:0.3) ซีลีเนียมอาจจะสามารถรวมตัวกับซิลิกาได้ดีกว่าในวิธีที่ 2 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) ทำให้วิธีที่ 1 มีปริมาณซีลีเนียมเจืออยู่มากกว่า สาเหตุที่ 2 เกิดจากขั้นตอนการตกผลึก สภาวะในวิธีที่ 1 (Si:Se = 1:0.3) อาจกระตุ้นให้ซีลีเนียมสามารถตกผลึกได้ดีกว่าวิธีที่ 2 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) เนื่องจากวิธีที่ 1 สามารถตกผลึกโดยใช้เวลา 1 วัน แต่วิธีที่ 2 ตกผลึกโดยใช้เวลามากกว่า คือ 7 วัน บ่งบอกว่าวิธีที่ 1 มีปฏิกิริยาในการตกผลึกที่ดีกว่าวิธีที่ 2 ทำให้เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF วิธีที่ 1 จึงมีเปอร์เซ็นต์ของธาตุซีลีเนียมมากกว่า และสาเหตุที่ 3 คือ SBA-15 มีขีดจำกัดของการเจือด้วยซีลีเนียมของวิธีที่ 1 และ วิธีที่ 2 ไม่เท่ากัน

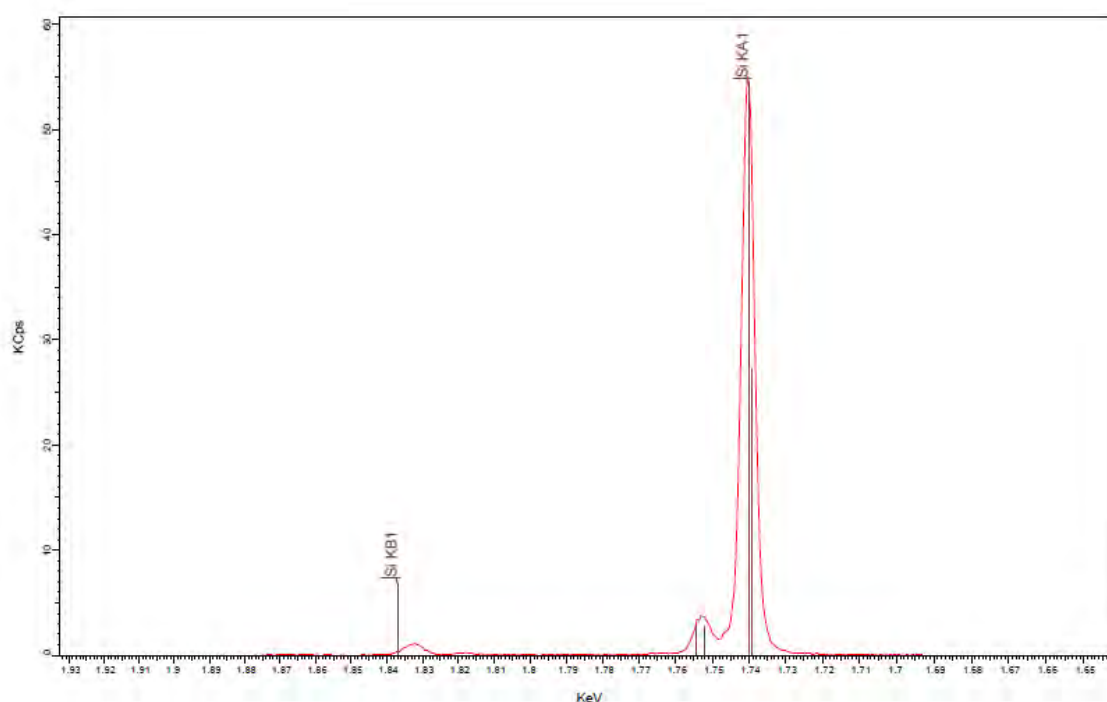
จากการเปรียบเทียบวิธีที่ 1 ทั้ง 3 สัดส่วน คือ 1) Si:Se = 1:0.1, 2) Si:Se = 1:0.2 และ 3) Si:Se = 1:0.3 โดยที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของซีลีเนียมต่างกัน พบว่าเปอร์เซ็นต์ซีลีเนียมของ 1) Si:Se = 1:0.1 มากที่สุด คือ 13.60 เปอร์เซ็นต์ โดยผู้วิจัยคาดว่าเกิดจากขั้นตอนของการเตรียมซีลีเนียมเพื่อนำไปหยดลงไปในขั้นตอนการรวมเจล จากสมการ



โดยที่ Si:Se = 1:0.1 พบว่าเมื่อผสมสารตั้งต้นระหว่าง NaBH_4 และ Se ปฏิกิริยามีก๊าซเกิดขึ้น ซึ่งเป็นก๊าซ H_2 แต่เนื่องด้วยมีก๊าซเกิดในระบบมาก ผู้วิจัยจึงต่อท่อเพื่อปล่อยก๊าซออกสู่ภายนอกเพื่อลดความดันของระบบลง (ปฏิกิริยาทำในตู้ดูดควัน) แต่พบว่ามีกลิ่นออกมา ซึ่งถ้าเกิดก๊าซ H_2 เพียงอย่างเดียว ไม่น่ามีกลิ่นออกมา เนื่องจากก๊าซชนิดนี้ไม่มีกลิ่น ผู้วิจัยจึงคาดว่าน่าจะเกิดก๊าซชนิดอื่นปนด้วย นั่นก็คือก๊าซ H_2Se โดยในระบบมี Se และ H_2 จึงน่าจะสามารถเกิด H_2Se ได้ ซึ่งเป็นก๊าซที่มีกลิ่นค่อนข้างรุนแรง ผู้วิจัยจึงต้องทำการนำท่อที่ระบายก๊าซใส่ลงใน NaOH เพื่อให้เป็นตัวดักจับก๊าซ H_2Se ผู้วิจัยได้สังเกตสีของ NaOH เปลี่ยนจากสารละลายใสไม่มีสี เปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อนเมื่อมีก๊าซเกิดขึ้น แสดงว่ามีก๊าซ H_2Se เกิดขึ้นจริง เพราะถ้าเป็นก๊าซ H_2 ไม่น่าเปลี่ยนสีของ NaOH เมื่อผู้วิจัยทำการเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Se เพิ่มขึ้นเป็น Si:Se = 1:0.2 และ Si:Se = 1:0.3 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ Se ปริมาณของ NaBH_4 ที่ใช้ในการเป็นสารตั้งต้นก็เพิ่มขึ้นด้วย อีกทั้งปฏิกิริยาในการเกิดก๊าซก็แรงขึ้นด้วยเนื่องจากมีก๊าซ H_2 เพิ่มขึ้น และจากการสังเกตของผู้วิจัยสีของสารละลาย NaOH เปลี่ยนจากสารละลายใสไม่มีสีเป็นสารละลายสีเหลืองเข้มโดยถ้ายังเพิ่มปริมาณ Se สีเหลืองในสารละลาย NaOH ก็ยิ่งเข้มขึ้น แสดงว่ามีก๊าซ H_2Se เพิ่มขึ้น ด้วยเหตุนี้เองอาจจะทำให้ปริมาณของ Se ที่เจือใน

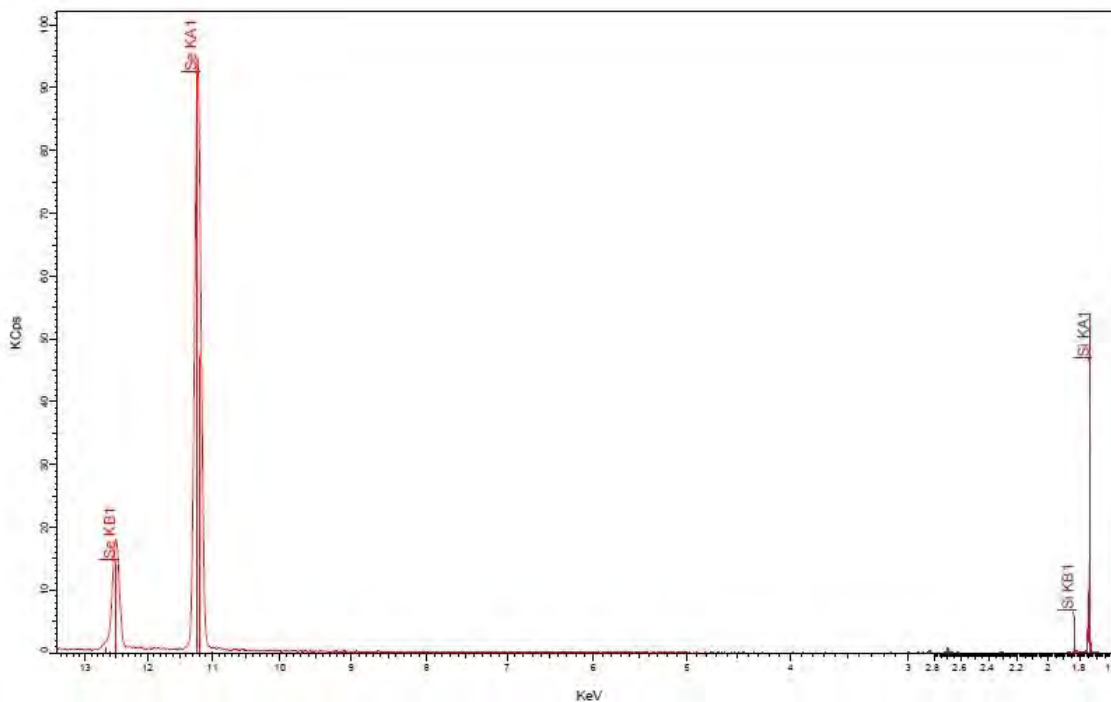
Si:Se = 1:0.2 และ Si:Se = 1:0.3 มีปริมาณน้อยกว่า Si:Se = 1:0.1 เพราะ Se ถูกนำไปเกิดเป็นก๊าซ H_2Se แทนที่จะเป็น NaHSe ทั้งหมดเพื่อนำไปรวมในขั้นตอนการเกิดเจล

จึงสรุปว่าวิธีที่ 1 ให้เปอร์เซ็นต์ Se มากกว่า วิธีที่ 2 และวิธีที่ 1 ที่อัตราส่วน Si:Se = 1:0.1 ได้เปอร์เซ็นต์ของซีดีเนียมมากที่สุด และทำการยืนยันการเจือซีดีเนียมลงบน SBA-15 ด้วยสเปกตรัมของ XRF ดังรูปที่ 3.11-3.12



รูปที่ 3.11 สเปกตรัมจากเทคนิค XRF ของ SBA-15

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



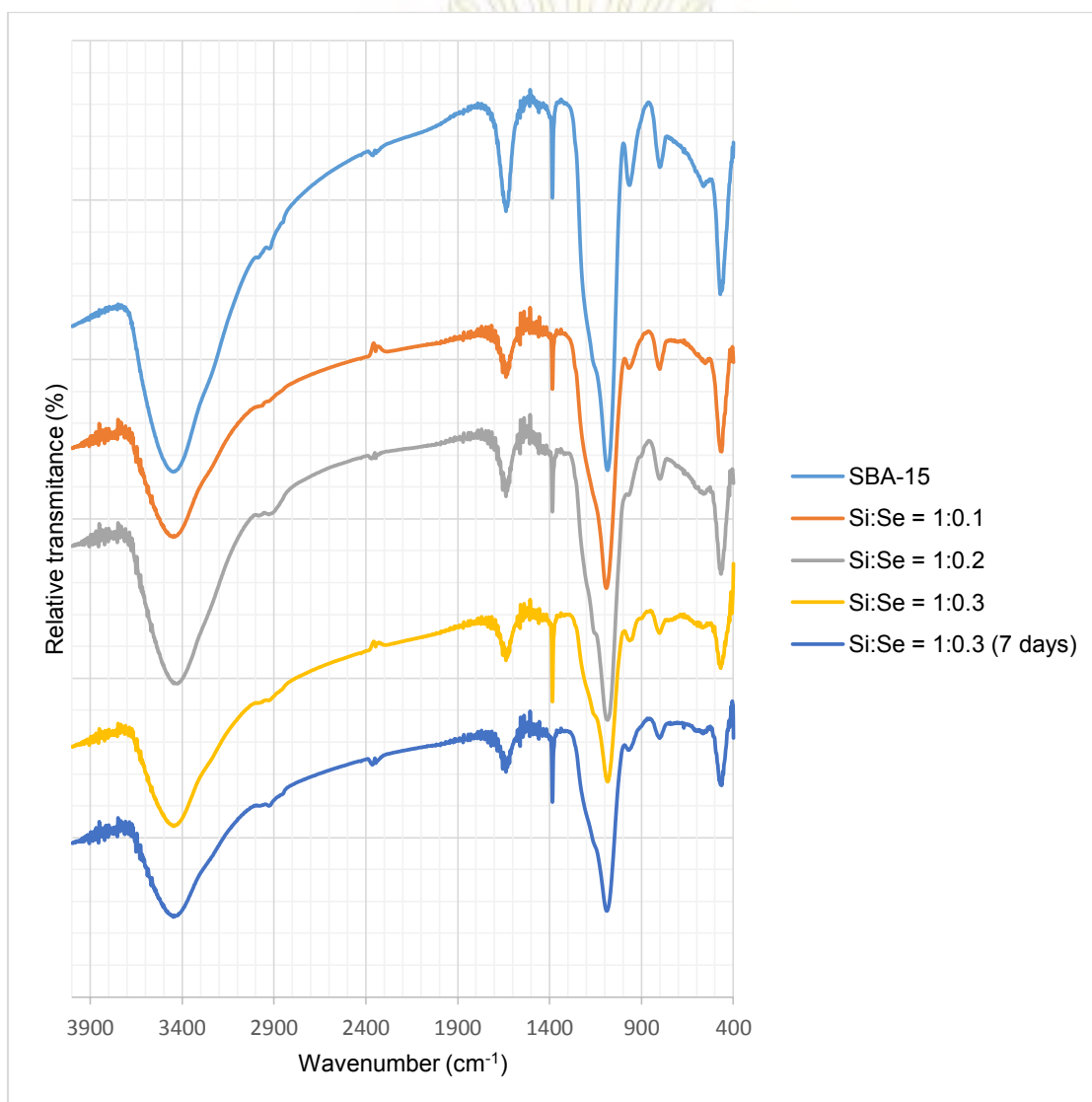
รูปที่ 3.12 สเปกตรัมจากเทคนิค XRF ของ Se-doped SBA-15

จากรูปสเปกตรัมจากเทคนิค XRF พบว่าสามารถเจือซีลีเนียมลงบน SBA-15 ได้จริง โดยเปรียบเทียบระหว่างสเปกตรัมของ SBA-15 รูปที่ 3.11 พบเพียงพีคของ Si แต่สเปกตรัมของ Se-doped SBA-15 รูปที่ 3.12 พบพีคของ Si และ พีคของ Se

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1.5 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

ทำการวิเคราะห์วัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิดด้วยเทคนิค FTIR แสดงข้อมูลดังรูปที่ 3.13

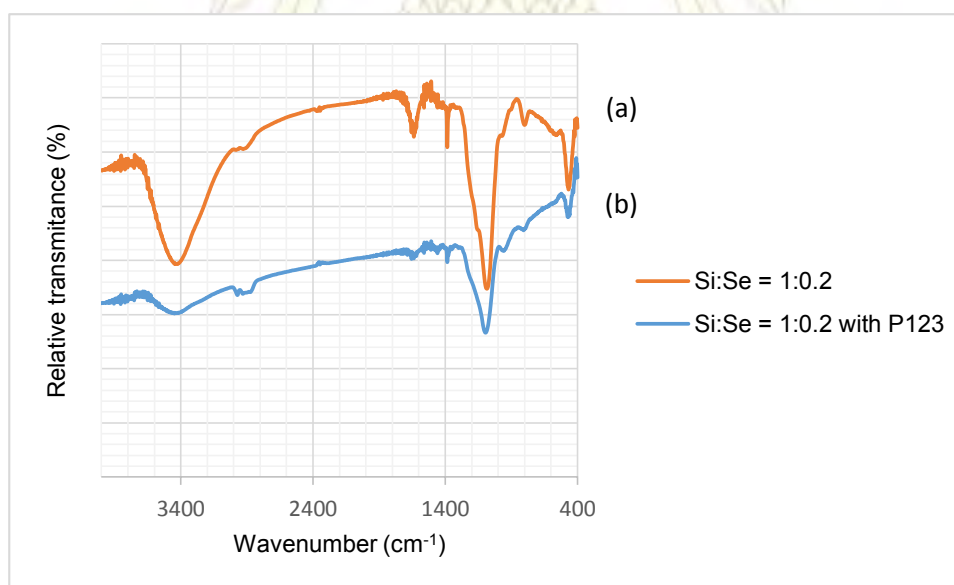


รูปที่ 3.13 แสดงสเปกตรัมของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ได้แก่ 1. SBA-15 2. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) 3. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) 4. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) 5. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days))

จากรูปที่ 3.13 สเปกตรัมของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด มีตำแหน่งของแต่ละพีคตรงกันหมด โดยจะสามารถพบ O-H stretching ที่ประมาณ 3432-3448 cm⁻¹, พบ Si-O-Si ที่ประมาณ 1083-1091 cm⁻¹,

800 cm^{-1} และ 463-470 cm^{-1} , พบ O-H bending และ vibration ที่เป็น strong peak ของน้ำ ที่ประมาณ 1637-1655 cm^{-1} , พบ weak peak ของ Si-OH ที่ประมาณ 953-969 cm^{-1} ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวัสดุดูดซับของ Se-doped SBA-15 ทั้ง 4 ชนิด เทียบกับ FTIR ของ SBA-15 ยังคงมีพีคที่แสดงถึงเอกลักษณ์ของ SBA-15 อยู่ และไม่พบพีคอื่น ๆ เพิ่มเติม ดังนั้นผู้วิจัยคิดว่าซีลีเนียมน่าจะอยู่ในรูป Se^0 จึงไม่เกิดการสั่นและปรากฏพีคใน FTIR โดยสอดคล้องกับผลของ XRD ที่มีรูปแบบการขึ้นของพีคตรงกับ Se^0

ในส่วนของ FTIR ที่ตำแหน่งของพีคประมาณ 2900 cm^{-1} ในวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด น่าจะเป็นพีคของ C-H stretching, และที่ประมาณ 1384 cm^{-1} น่าจะเป็นพีคของ C-O-C ผู้วิจัยคิดว่าเป็นพีคของ P123 ซึ่งเป็น template ที่ใช้ในการกำหนดโครงสร้างนั้นหลงเหลืออยู่ แสดงว่าการกำจัด template โดยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอลนั้นยังไม่สามารถล้าง template ออกไปได้ทั้งหมด ซึ่งผู้วิจัยทำการพิสูจน์ผลของการกำจัด template โดยการรีฟลักซ์เอทานอล ทำการวิเคราะห์ด้วย FTIR ของวัสดุดูดซับ Si:Se = 1:0.1 ก่อนและหลังการกำจัด template เพื่อศึกษาผลของการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอล แสดงดังรูปที่ 3.14

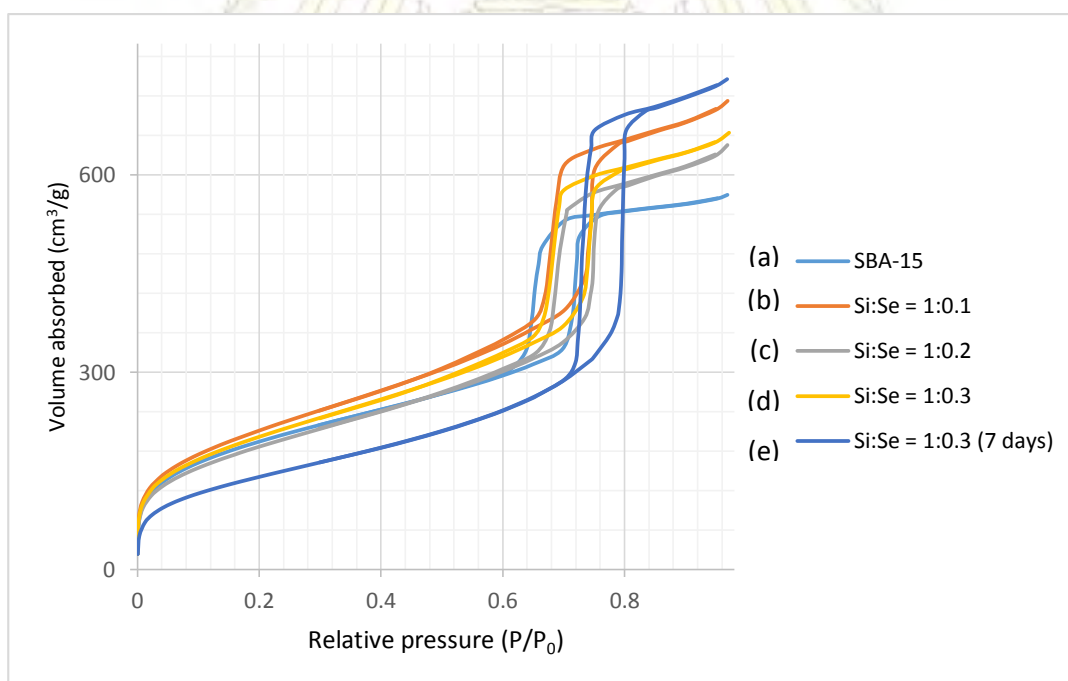


รูปที่ 3.14 ผลของการกำจัด template โดยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอล ของวัสดุดูดซับชนิด Si:Se = 1:0.2 (a) และ Si:Se = 1:0.2 กับ P123 (b)

จากรูปที่ 3.14 Si:Se = 1:0.2 (a) คือ ก่อนนำ Si:Se = 1:0.2 ไปทำการกำจัด template ออก Si:Se = 1:0.2 กับ template (b) คือ หลังการกำจัด template ออกโดยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอล พบว่าที่พีคประมาณ 2900 cm^{-1} หลังการกำจัด template (a) C-H stretching มี intensity และรอยหยักของพีคลดลง เมื่อเทียบกับก่อนการกำจัด template (b) แสดงให้เห็นว่าการกำจัด template โดยการรีฟลักซ์ด้วยเอทานอลสามารถทำได้จริง ในความคิดเห็นของผู้วิจัย ถ้าต้องการกำจัด template ออกให้หมด อาจจะต้องเพิ่มเวลาในการรีฟลักซ์ แต่เนื่องด้วยเวลาที่มีจำกัดผู้วิจัยจึงยังไม่สามารถทำการทดลองส่วนนี้ (ในการทดลองนี้ใช้เวลาในการรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 วัน)

3.1.6 Surface Area and Porosity Analyzer (BET)

เทคนิค Surface Area and Porosity Analyzer หรือ BET เป็นเทคนิคการวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิว (Surface area) ของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยอาศัยเทคนิคการแทนที่พื้นที่ผิวหรือรูพรุนด้วยก๊าซไนโตรเจน



รูปที่ 3.15 แสดง adsorption / desorption isotherm SBA-15 (a), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) (b), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) (c), Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) (d), และ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) (e)

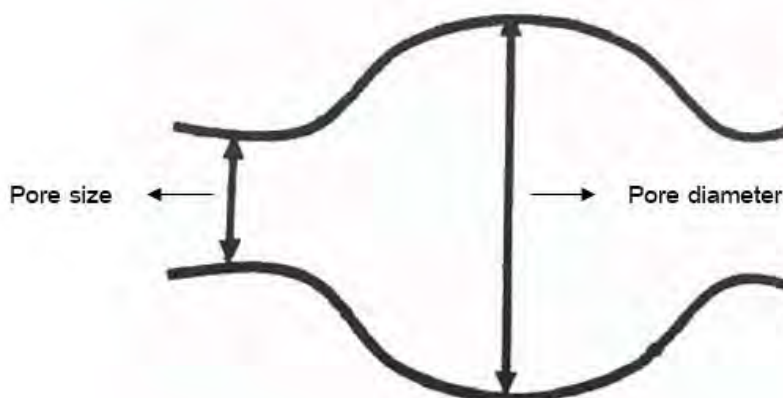
จากรูปที่ 3.15 adsorption / desorption isotherm ที่ P/P_0 ตั้งแต่ 0-0.98 ของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ที่ P/P_0 ต่ำสามารถเกิดการดูดซับของ N_2 แสดงให้เห็นว่ามีโพรงขนาด microporous โดย SBA-15 จะมีโพรงขนาด microporous อยู่บนผิว ซึ่งได้กล่าวไว้ในบทนำตามหัวข้อที่ 1.2.2 แล้ว (11) จากนั้นเมื่อค่าของ P/P_0 เพิ่มขึ้น N_2 สามารถดูดซับได้มากขึ้น เนื่องจาก N_2 ถูกดูดซับเข้าไปในโพรงของวัสดุดูดซับเกิดกระบวนการที่เรียกว่า adsorption เมื่อ N_2 เกิด adsorption สมบูรณ์ที่ความดันสูงสุดแล้ว จะเกิดกระบวนการ desorption โดยการลดความดันเพื่อนำเอา N_2 ออกจากวัสดุดูดซับ พบว่าเกิด hysteresis loops ขึ้น ลักษณะที่แสดงมาทั้งหมดนี้บ่งบอกถึงวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิดมี adsorption isotherm type IV ซึ่งเป็นลักษณะของวัสดุประเภท mesoporous

การเกิด hysteresis loops เนื่องจากวัสดุดูดซับมีปากโพรงที่แคบเมื่อทำการ กระบวนการ adsorption เกิดขึ้นได้ง่าย แต่กระบวนการ desorption เพื่อนำเอา N_2 ออกจากโพรงเกิดขึ้นได้ยาก เพราะทางออกของ N_2 นั้นเล็ก เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า bottle neck effect และมี hysteresis loops ประเภท H1 แสดงให้เห็นถึงโครงสร้างที่เป็นโพรงขนาดเดียว สังเกตเห็นว่าที่วัสดุดูดซับชนิด Si:Se = 1:0.3 (7 days) ต้องใช้ P/P_0 สูงกว่าวัสดุดูดซับชนิดอื่น อาจเป็นเพราะมีพื้นที่ในการทำปฏิกิริยาที่ไม่ดี มีพื้นที่ผิวน้อยกว่าหรือมีปากโพรงที่ใหญ่กว่าเมื่อเทียบกับตัวอื่น และจาก hysteresis loops พบว่า N_2 เกิด adsorption สมบูรณ์โดยใช้ปริมาตรของ N_2 มากกว่าวัสดุดูดซับชนิดอื่นที่ความดันสูงสุด อาจเป็นเพราะว่ามีปริมาตรของโพรงที่มากกว่าตัวดูดซับชนิดอื่น

ตารางที่ 3.2 แสดงคุณสมบัติของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด โดยใช้เทคนิค BET

	BET surface area (m ² /g)	Pore volume (cm ³ /g)	Pore diameter (nm)	Pore size (nm)
SBA-15	721.03	0.88	4.89	3.53
Si:Se = 1:0.1	780.52	1.10	5.65	4.03
Si:Se = 1:0.2	692.50	1.00	5.77	4.03
Si:Se = 1:0.3	747.78	1.03	5.50	4.03
Si:Se = 1:0.3 (7days)	525.10	1.15	8.79	5.29

จากตารางที่ 3.2 เมื่อพิจารณาพื้นที่ผิว (BET surface area (m^2/g)) ของตัวดูดซับทั้ง 5 ชนิด พบว่าวิธีที่ 1 ได้แก่ Si:Se = 1:0.1, Si:Se = 1:0.2 และ Si:Se = 1:0.3 มีพื้นที่ผิวที่ใกล้เคียงกับ SBA-15 ผู้วิจัยคาดว่า การเจือซีลีเนียมไม่ได้ส่งผลให้พื้นที่ผิวของ SBA-15 ลดลง โดยเมื่อดูจากผลของ SEM/EDS แล้วพบว่า มีการกระจายตัวของซีลีเนียมบน SBA-15 เกิดเพียงแค່แรงอ่อน ๆ ระหว่าง SBA-15 และซีลีเนียม ไม่ได้ไปทำลายพื้นที่ผิวของ SBA-15 ส่วนวิธีที่ 2 Si:Se = 1:0.3 (7days) พบว่ามีพื้นที่ผิวลดลงไปมาก เหลือเพียง $525 \text{ (m}^2/\text{g)}$ โดยเมื่อดูจากผลของ SEM/EDS พบว่า มีอนุภาคของซีลีเนียมรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนค่อนข้างใหญ่คล้ายผลึกมาเกาะกับ SBA-15 จึงอาจส่งผลให้ SBA-15 เมื่อถูกเจือด้วยซีลีเนียมด้วยวิธีที่ 2 แล้วทำให้พื้นที่ผิวลดลง เมื่อพิจารณาขนาดข้างในโพรง (pore diameter) พบว่าขนาดข้างในโพรงของ SBA-15 มีขนาด 4.89 nm ส่วนวิธีที่ 1 ได้แก่ Si:Se = 1:0.1, Si:Se = 1:0.2 และ Si:Se = 1:0.3 พบว่ามีขนาดของข้างในโพรง คือ 5.65 , 5.77 และ 5.50 nm ตามลำดับ โดยเมื่อเจือซีลีเนียมลงไปแล้วทำให้ปากของโพรง SBA-15 ขยายขึ้น ผู้วิจัยคาดว่าซีลีเนียมอาจจะส่งผลในขั้นตอนการเตรียมเจลให้การรวมตัวกันระหว่างซิลิกเกตไฮดรอกไซด์กับ template มีการเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อย รวมถึงในขั้นตอนการตกผลึก ซีลีเนียมอาจจะไปรบกวนการเกิดโครงสร้างผลึกก็เป็นได้ ส่วนขนาดข้างในโพรงของวิธีที่ 2 Si:Se = 1:0.3 (7 days) มีขนาดข้างในโพรงเพิ่มขึ้นเป็น 8.79 nm ผู้วิจัยคาดว่า เป็นเหตุผลเดียวกันกับวิธีที่ 1 แต่เนื่องด้วยวิธีที่ 2 อนุภาคของซีลีเนียมรวมกันเป็นกลุ่มก้อนใหญ่กว่าวิธีที่ 1 จึงส่งผลต่อขนาดของข้างในโพรงมากกว่า เมื่อพิจารณาปริมาตรของโพรง (pore volume) และขนาดของปากโพรง (pore size) มีความสอดคล้องกันระหว่างปริมาตรของโพรง, ขนาดของปากโพรงและขนาดของข้างในโพรง โดยเมื่อขนาดของข้างในโพรงเพิ่มขึ้นปริมาตรของโพรงและขนาดของปากโพรงก็เพิ่มขึ้นด้วย และผู้วิจัยคาดว่า การเจือซีลีเนียมลงไปบน SBA-15 ซีลีเนียมไม่ได้เข้าไปอยู่ในโพรง โดยยืนยันจากผลการทดลอง 3 เทคนิคที่สอดคล้องกัน คือ 1. ผลของปริมาตรของโพรง ขนาดของข้างในโพรงไม่ได้ลดลง แสดงว่าไม่มีซีลีเนียมอยู่ในโพรง เนื่องจากถ้าเข้าไปอยู่แล้วผลของทั้งปริมาตรโพรงและขนาดของข้างในโพรงน่าจะลดลง 2. ผลของ TEM ถ้าซีลีเนียมเข้าไปอยู่ในโพรงน่าจะเห็นอนุภาคของซีลีเนียมเป็นกลม ๆ เล็กอยู่ในโพรง แต่กลับเห็นเป็นกลุ่มสีดำ ๆ ที่มีขนาดใหญ่กว่าโพรงอยู่บน SBA-15 แทน 3. ผลของ SEM/EDS ที่แสดงให้เห็นว่าซีลีเนียมกระจายตัวอยู่บนผิวของ SBA-15 ในวิธีที่ 1 และ ซีลีเนียมรวมกันเป็นกลุ่มคล้ายผลึกมาเกาะบนผิวของ SBA-15 ในวิธีที่ 2



รูปที่ 3.16 แสดงส่วนของขนาดปากโพรง (pore size) และ ขนาดของข้างในโพรง

จากรูปที่ 3.16 แสดงให้เห็นความแตกต่างของคำว่าขนาดของปากโพรง (pore size) และ ขนาดข้างในโพรง (pore diameter)

3.2 การศึกษาการดูดซับของสารตะกั่ว

จากการสังเคราะห์วัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด 1. SBA-15 2. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) 3. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) 4. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) 5. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) เพื่อใช้ในการดูดซับสารตะกั่วในน้ำ เพื่อศึกษาปัจจัยต่าง ๆ คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว เวลาที่ใช้ในการกวนเพื่อดูดซับสารตะกั่วด้วยวัสดุดูดซับ และ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว ซึ่งค่าร้อยละการกำจัด (% removal) สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\% \text{ removal} = \left(\frac{\text{ความเข้มข้นก่อนการดูดซับ} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) - \text{ความเข้มข้นหลังการดูดซับ} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right)}{\text{ความเข้มข้นก่อนการดูดซับ} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right)} \right) \times 100$$

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.1 การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่วด้วยวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด ในความเข้มข้นระดับ mg/L

เป็นการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว ซึ่งรายงานเป็นค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับโดยใช้วัสดุดูดซับทั้งหมด 5 ชนิด คือ 1. SBA-15 2. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) 3. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.2) 4. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3) 5. Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.3 (7 days)) ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว 25, 50, 100, 150 และ 200 mg/L เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ pH 5 โดยใช้วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g หลังจากนั้นทำการตรวจวัดปริมาณสารตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วย AAS ซึ่งค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่วที่ใช้หาค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับได้มาจากการคำนวณ และผลการศึกษาระบุแสดงตารางที่ 3.3 ดังนี้

ตารางที่ 3.3 แสดงค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับสารตะกั่วของวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิดที่ความเข้มข้น 25, 50, 100, 150 และ 200 mg/L

% Removal					
Conc. (mg/L)	SBA-15	Si:Se = 1:0.1	Si:Se = 1:0.2	Si:Se = 1:0.3	Si:Se = 1:0.3 (7 days)
25	25.96	24.40	16.56	15.76	14.76
50	8.92	12.64	11.16	9.10	9.24
100	6.86	7.87	6.07	6.37	6.21
150	15.47	10.80	4.80	11.87	1.40
200	11.95	4.90	5.58	14.05	4.65

จากตารางที่ 3.3 พบว่าค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับสารตะกั่วของ SBA-15 ในทุก ๆ ความเข้มข้นเปรียบเทียบกับวัสดุที่เจือด้วยซีลีเนียมทั้ง 4 ชนิด มีค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ที่ไม่แตกต่างกันแสดงว่าการเจือซีลีเนียมลงใน SBA-15 ยังไม่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับสารตะกั่วได้ ผู้วิจัยคาดว่าอาจจะยังใช้ปัจจัยไม่เหมาะสมในการศึกษาการดูดซับ เช่น pH ที่ใช้เป็นต้น

จากตารางที่ 3.3 พบว่า วัสดุดูดซับ Si:Se = 1:0.1 มีค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับสารตะกั่วได้มากที่สุด แต่ก็มีค่าใกล้เคียงกับ SBA-15 ที่ไม่มีการเจือซีลีเนียม โดยการดูดซับสารตะกั่วนั้นผู้วิจัยคาดว่าสารตะกั่ว (Pb^{2+}) อาจเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนกับโปรตอนที่หมู่ฟังก์ชัน -OH ซึ่งอยู่ที่ผิวของ SBA-15 ไม่ได้เกิดจากความสามารถของซีลีเนียมที่ถูกเจืออยู่

3.2.2 การศึกษาปัจจัยของเวลาในการดูดซับของสารตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15

(Si:Se = 1:0.1) ในความเข้มข้นระดับ mg/L

เป็นการศึกษาผลของเวลาในการดูดซับของสารตะกั่ว ซึ่งรายงานเป็นค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับโดยใช้วัสดุดูดซับ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) ที่เวลา 15, 30 นาที และ 3, 6, 12, 24 ชั่วโมง ที่ pH 5 ใช้สารละลายตะกั่วปริมาตร 25 mL ที่ความเข้มข้น 25 mg/L โดยใช้วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g หลังจากนั้นทำการตรวจวัดปริมาณสารตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วย AAS ผลการศึกษาแสดงดังตารางที่ 3.4

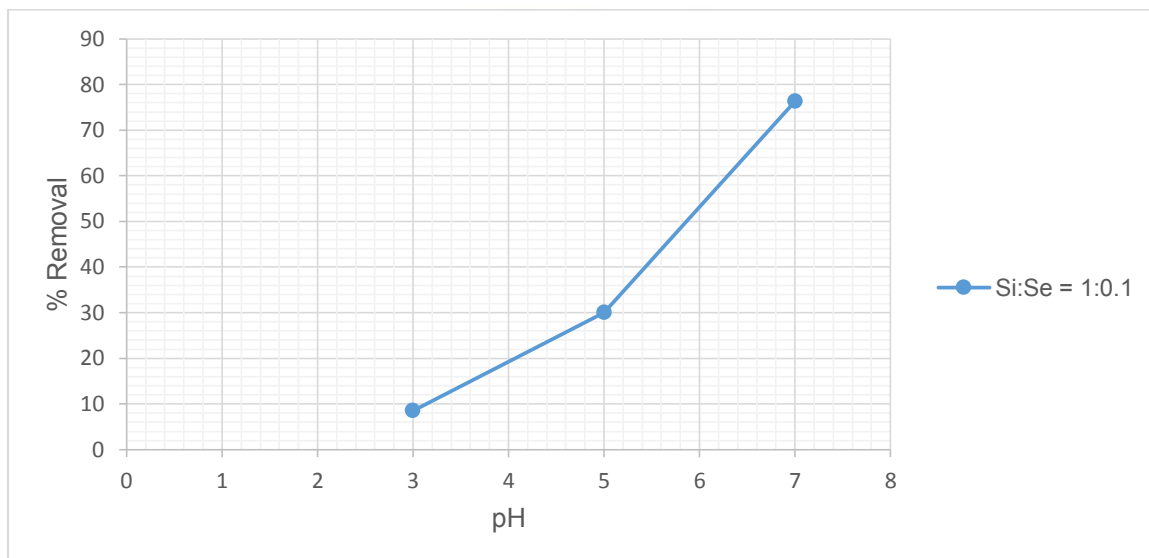
ตารางที่ 3.4 แสดงผลการศึกษาเวลาในการดูดซับของสารตะกั่วกับค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se =1:0.1) สารละลายตะกั่วปริมาตร 25 mL ความเข้มข้นที่ 25 mg/L วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g

Time(min)	%Removal
	Si:Se = 1:0.1
15	19.40
30	17.88
180 (3 h)	20.60
360 (6 h)	21.72
720 (12 h)	21.04
1440 (24 h)	22.00

จากตารางที่ 3.4 จะเห็นว่าเมื่อเวลาผ่านไปค่าร้อยละการกำจัด (% removal) การดูดซับด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) เพิ่มขึ้นน้อยมาก แสดงว่าการเจือซีลีเนียมลงใน SBA-15 ไม่ได้เพิ่มประสิทธิภาพของการดูดซับสารตะกั่ว

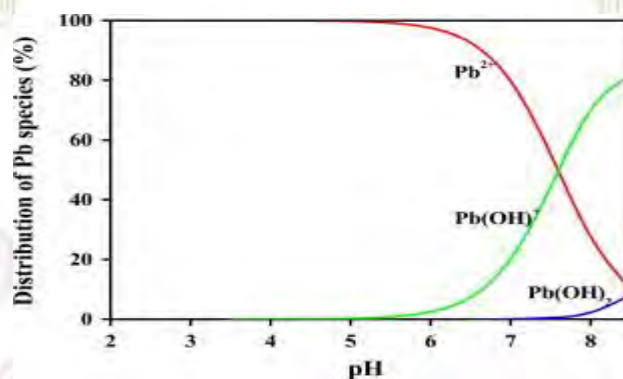
3.2.3 การศึกษาปัจจัยของ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) ในความเข้มข้นระดับ mg/L

เป็นการศึกษาผลของ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว ซึ่งรายงานเป็นค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับโดยใช้วัสดุดูดซับ Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) ที่ pH 3, 5 และ 7 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้สารละลายตะกั่วปริมาตร 25 mL ที่ความเข้มข้น 25 mg/L โดยใช้วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g หลังจากนั้นทำการตรวจวัดปริมาณสารตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วย AAS ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 3.17



รูปที่ 3.17 การศึกษาผลของ pH เริ่มต้นของสารตะกั่วกับค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารละลายตะกั่วปริมาตร 25 mL ความเข้มข้นที่ 25 mg/L วัสดุดูดซับหนัก 0.05 g

จากรูปที่ 3.17 เป็นการศึกษาผลของ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่ว เมื่อ pH เพิ่มขึ้นค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ของการดูดซับก็เพิ่มขึ้นด้วย โดยถ้า pH มีค่ามากเกินไปจะทำให้เกิดการตกตะกอนของ $Pb(OH)_2$ ทำให้ความเข้มข้นของไอออนตะกั่วในน้ำมีค่าลดลง โดยค่า K_{sp} ของ $Pb(OH)_2 = 1.43 \times 10^{-20}$ ทำให้สารตะกั่วจะเริ่มตกตะกอนเป็น $Pb(OH)_2$ ที่ pH ประมาณ 7 (23) เป็นต้นไป โดยที่ pH 7 มีค่าร้อยละการกำจัด (% removal) ที่มากขึ้น ซึ่งไม่ได้เกิดจากความสามารถของวัสดุดูดซับ แต่เป็นเพราะที่ pH 7 เกิดการตกตะกอนของ $Pb(OH)_2$



รูปที่ 3.18 การกระจายตัวของชนิด Pb^{2+} ที่ pH ต่าง ๆ ตามค่าคงที่สมดุล (23)

จากรูปที่ 3.18 การกระจายตัวของชนิด Pb^{2+} ที่ pH ต่างๆ แสดงให้เห็นว่า Pb^{2+} จะเริ่มตกตะกอนที่ pH 7 ทำให้ค่าความเข้มข้นของ Pb^{2+} ลดลง

จากการทดลองข้างต้น พบว่าวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ขึ้นมายังมีประสิทธิภาพในการดูดซับสารตะกั่วที่ต่ำ โดยซีลีเนียมไม่ได้เพิ่มความสามารถของการดูดซับสารตะกั่ว เนื่องจากซีลีเนียมที่สังเคราะห์ได้เป็น Se^0

จากการทดลองประสิทธิภาพการดูดซับสารตะกั่ว สามารถสรุปได้ดังนี้

1. จากการการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มของสารละลายตะกั่วด้วยวัสดุดูดซับทั้ง 5 ชนิด พบว่าที่ความเข้มข้นระดับ mg/L pH 5 เวลาในการดูดซับสารตะกั่ว 2 ชั่วโมง พบว่ามีประสิทธิภาพในการดูดซับต่ำ โดยมีค่าร้อยละการกำจัด (% removal) สูงสุดที่ 24.40
2. จากการศึกษำปัจจัยของเวลาในการดูดซับของสารตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) เมื่อเวลาเพิ่มขึ้นค่าร้อยละการกำจัด (% removal) เพิ่มขึ้นน้อยมาก แสดงว่าการเจือซีลีเนียมลงใน SBA-15 ไม่ได้เพิ่มประสิทธิภาพของการดูดซับสารตะกั่ว
3. การศึกษำปัจจัยของ pH เริ่มต้นของสารละลายตะกั่วด้วย Se-doped SBA-15 (Si:Se = 1:0.1) พบว่าที่ความเข้มข้นระดับ mg/L ที่ pH 7 เกิดการตกตะกอนของ $Pb(OH)_2$

จากบทสรุปพบว่าวัสดุดูดซับ Se-doped SBA-15 ยังมีประสิทธิภาพในการดูดซับต่ำ โดยการเจือซีลีเนียมลงใน SBA-15 ไม่ได้เพิ่มความสามารถในการดูดซับสารตะกั่ว

บทที่ 4

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะจากการทดลอง

4.1 สรุปผลการทดลอง

สามารถสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางที่เจือด้วยซีลีเนียมได้ โดยสังเคราะห์วัสดุดูดซับ ออกเป็น 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 ใช้ผงซีลีเนียมโดยมีอัตราส่วนของซิลิกาต่อซีลีเนียม ดังนี้ 1:0.1, 1:0.2 และ 1:0.3 และวิธีที่ 2 ใช้โซเดียมซีลีเนตเป็นสารตั้งต้น โดยมีอัตราส่วนซิลิกาต่อซีลีเนียม เท่ากับ 1:0.3 โดยวิธีที่ 1 สามารถเจือซีลีเนียมได้มากกว่าวิธีที่ 2 แต่วิธีที่ 2 มีขนาดผลึกของซีลีเนียมใหญ่กว่าและมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าวิธีที่ 1

การศึกษาการดูดซับสารตะกั่วของวัสดุดูดซับ Se-doped SBA-15 ยังมีประสิทธิภาพในการดูดซับต่ำ ซึ่งการเจือซีลีเนียมลงบน SBA-15 ไม่ได้เพิ่มความสามารถในการดูดซับสารตะกั่ว โดยมีร้อยละการกำจัด (%removal) ของการดูดซับสารตะกั่วสูงสุด คือ 24.40 ที่ความเข้มข้น 25 mg/L, pH5 และใช้เวลาในการดูดซับ 2 ชั่วโมง

4.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุดูดซับการเติมสารละลายต่างๆควรเติมอย่างช้า ในขณะที่ยกวนสารละลายตลอดเวลาด้วยอัตราเร็วคงที่ เพื่อให้สารละลายทำปฏิกิริยากันได้อย่างสมบูรณ์
2. ในขั้นตอนการเตรียมซีลีเนียมเพื่อใช้ในการเจือ SBA-15 ควรทำในระบบ N_2 เนื่องจากสารสามารถทำปฏิกิริยากับอากาศได้ ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการเกิดขึ้น
3. ในขั้นตอนการกำจัด template อาจจะใช้เวลาในการรีฟลักซ์เพิ่มขึ้น เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการกำจัด template
4. อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ควรควบคุมให้เหมาะสม เนื่องจากส่งผลต่อผลึกที่เกิดขึ้น อาจจะทำให้ไม่ได้ผลึกที่ต้องการ

5. หากมีการศึกษาปัจจัยในการดูดซับเพิ่มเติมควรใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่วระดับ mg/L, ที่ pH 7 และใช้เวลาในการดูดซับ 2 ชั่วโมง ซึ่งเป็นช่วงที่เหมาะสมที่สุดในการดูดซับ เพื่อทำการเปรียบเทียบผลของการดูดซับจากงานวิจัยนี้ซึ่งใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายตะกั่วระดับ mg/L, ที่ pH 5 และใช้เวลาในการดูดซับ 2 ชั่วโมง



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บรรณานุกรม

1. Tang, W.; Duan, S.; Shan, B.; Zhang, H.; Zhang, W.; Zhao, Y.; Zhang, C. Concentrations, Diffusive Fluxes and Toxicity of Heavy Metals in Pore Water of the Fuyang River, Haihe Basin. *Ecotox. Environ. Safe.* **2016**, *127*, 80-86.
2. Thu, P. T. T.; Thanh, T. T.; Phi, H. MN.; Vo, V. Adsorption of Lead from Water by Thiol-functionalized SBA-15 Silicas. *J. Mater. Sci.* **2010**, *45*, 2952-2957.
3. Idris, S. A.; Davidson, C. M.; Manamon, C. M.; Morris, M. A.; Anderson, P.; Gibson, L. T. Large Pore Diameter MCM-41 and its Application for Lead Removal from Aqueous Media. *J. Hazard. Mater.* **2011**, *185*, 898-904.
4. Chen, F.; Wu, Q.; LU, Q.; Xu, Y.; Yu, Y. Synthesis and Characterization of Bifunctional Mesoporous Silica Adsorbent for Simultaneous Removal of Lead and Nitrate Ions. *Sep. Purif. Technol.* **2015**, *151*, 225-231.
5. Nenavathu, B. P.; Rao, A.V.R.K.; Goyal, A.; Kapoor, A.; Dutta, R. K. Synthesis, Characterization and Enhanced Photocatalytic Degradation Efficiency of Se Doped ZnO Nanoparticles Using Trypan Blue as a Model Dye. *Appl. Catal. A-Gen.* **2013**, *459*, 106-113.
6. Sing, K. S. W. Reporting Physisorption Data for Gas/Solid System with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity. *Pure. Appl. Chem.* **1982**, *54*, 2201-2218.
7. Lin, H. P.; Tang, C. Y.; Lin, C. Y. Detailed Structural Characterizations of SBA-15 and MCM-41 Mesoporous Silicas on a High Resolution Transmission Electron Microscope. *J. Chin Chem Soc-Taip.* **2002**, *49*, 981-988.
8. Gibson, L. T. Mesosilica Materials and Organic Pollutant Adsorption: Part B Removal from Aqueous Solution. *Chem. Soc. Rev.* **2014**, *43*, 5173.
9. Gibson, L. T. Mesosilica Materials and Organic Pollutant Adsorption: Part A Removal from Air. *Chem. Soc. Rev.* **2014**, *43*, 5163.

10. Selvam, P.; Kuppan, B. Ordered Mesoporous Carbon-supported Nano-platinum Catalyst: Application in Direct Methanol Fuel Cells. *Micro & Nano Engineering of fuel*. **2001**, 131-149.
11. Baum, C. R.; Shannon, M. W. The Lead Concentration of Reconstituted Infant Formula. *Clin. Toxicol.* **1997**, *35*(4), 371-375.
12. Bosch, A. C.; Neill, B.; Sigge, G. O.; Kerwath, S. E. Heavy Metals in Marine Fish Meat and Consumer Health: a Review. *J. Sci. Food. Agr.* **2016**, *96*, 32-48.
13. Dash, J. G. *The Physics and Chemistry of Physical Adsorption: Films on Solid Surfaces.*; Academic Press New York San Francisco: London, 1975.
14. Yuan, Q.; Li, N.; Chi, Y.; Geng, W.; Yan, W.; Zhao, Y. Effect of Large Pore Size of Multifunctional Mesoporous Microsphere on Removal of Heavy Metal Ions. *J. Hazard. Mater.* **2013**, *254-255*, 157-165.
15. Li, X.; Wang, Z.; Li, Q.; Ma, J.; Zhu, M. Preparation, Characterization, and Application of Mesoporous Silica-grafted Graphene Oxide for Highly Selectivity Lead Adsorption. *Chem. Eng. J.* **2015**, *273*, 630-637.
16. Zhou, L.; Wang, Y.; Liu, Z.; Huang, Q. Characteristics of Equilibrium, Kinetics Studies for Adsorption of Hg(II), Cu(II), and Ni(II) Ions by Thiourea-Modified Magnetic Chitosan Microspheres. *J. Hazard. Mater.* **2009**, *161*, 995-1002.
17. Luan, Z.; Hartmann, M.; Zhao, D.; Zhou, W.; Kevan, L. Alumination and Ion Exchange of Mesoporous SBA-15 Molecular Sieves. *Chem. Mater.* **1999**, *11*, 1621-1627.
18. Wang, S.; Wang, K.; Dai, C.; Shi, H.; Li, J. Adsorption of Pb²⁺ on Amino-Functionalized Core-shell Magnetic Mesoporous SBA-15 Silica Composite. *Can. J. Chem. Eng.* **2015**, *262*, 897-903.
19. Klayman, D. L.; Griffin, T. S. Reaction of Selenium with Sodium Borohydride in Protic Solvent. A Facile Method for the Introduction of Selenium into Organic Molecules. *J. Am. Chem. Soc.* **1973**, *95*, 197-199.

20. Wang, X.; Lin, K.S.K.; Chan, J.C.C.; Cheng, S. Direct Synthesis and Catalytic Applications of Ordered Large Pore Aminopropyl-Functionalized SBA-15 Mesoporous Materials. *J. Phys. Chem.* **2005**, *109*, 1763-1769.
21. Yang, S.; Sun, J.; He, P.; Deng, X.; Wang, Z.; Hu, C.; Ding, G.; Xie, X. Selenium Doped Graphene Quantum Dots as an Ultrasensitive Redox Fluorescent Switch. *Chem. Mater.* **2015**, *27*, 2004-2011.
22. Mi, Y.; Yang, Z.; Liu, Z.; Yang, F.; Sun, Q.; Tao, H.; Wang, W.; Wang, J. Liquid Phase Oxidation of Cyclohexene Over Selenite Doped MCM-41. *Catal Lett.* **2009**, *129*, 499-506.
23. Huang, J.; Ye, M.; Qu, Y.; Chu, L.; Chen, R.; He, Q.; Xu, D. Pb (II) Removal from Aqueous Media by EDTA-modified Mesoporous Silica SBA-15. *J. Colloid. Interf. Sci.* **2012**, *385*, 137-146.



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวชารภา สมคิด เกิดเมื่อวันที่ 25 เดือน ตุลาคม พ.ศ. 2536 ที่จังหวัดราชบุรี สำเร็จชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนนารีวุฒิ เมื่อปีการศึกษา 2554 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2555 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 28 ถนนแสงชูโต 14 ตำบลตะคร้ำเอน อำเภอท่ามะกา จังหวัดกาญจนบุรี รหัสไปรษณีย์ 71130 อีเมล charada.somkit@gmail.com



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย