

โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต

Synthesis of Layered Double Hydroxide Intercalated by Dicarboxylate for Chromate Adsorbent

ชื่อนิสิต นางสาวกุลิสรา บุตรพุดม

นางสาวเป็นปดิม เนตรพระฤทธิ

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2557



การสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต

Synthesis of Layered Double Hydroxide Intercalated by Dicarboxylate for Chromate Adsorbent



โดย

นางสาวกุลิสรา บุตรพุด

นางสาวเป็นปลื้ม เนตรพระฤทธิ

ภาควิชาเคมี

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

เรื่อง การส่งเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต

โดย นางสาวกุลิสรา บุตรพุดม และ นางสาวเป็นปลื้ม เนตรพระฤทธิ

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ



รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....*วสุชัย พาราสุข*.....
ภาควิชา.....
คณะวิทยาศาสตร์.....
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.....หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ 22 เดือน พ.ค. พ.ศ. 2558

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ

ดีมาก ดี พอใช้

ชื่อโครงการ การสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต

ชื่อนิสิตในโครงการ นางสาวกุลิสรา บุตรพุด เลขประจำตัว 5433063823

นางสาวเป็นปल्ली เนตรพระฤทธิ เลขประจำตัว 5433118723

ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ดร. นิปกา สุขภิรมย์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2557

บทคัดย่อ

ปัจจุบันน้ำทิ้งที่ปล่อยจากโรงงานอุตสาหกรรมมีการปนเปื้อนของโครเมียมในปริมาณมากเกินมาตรฐาน โครเมียมเมื่ออยู่ในรูปสารละลายจะสร้างพันธะกับออกซิเจนกลายเป็นสารประกอบโครเมต ซึ่งเป็นสารพิษที่อันตรายและนำไปสู่การเกิดโรคมะเร็งได้ งานวิจัยนี้มุ่งสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH) ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลต (มาโลเนต) เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับโครเมต โดยพัฒนาประสิทธิภาพของตัวดูดซับด้วยการแทรกมาโลเนตเข้าไประหว่างแผ่น LDH เนื่องจากมีระยะห่างระหว่างแผ่นเพิ่มขึ้นจึงเอื้อให้ LDH ที่สังเคราะห์ได้สามารถดูดซับโครเมตโดยเข้าสู่จุดสมดุลได้เร็วยิ่งขึ้น ในงานวิจัยนี้จะสังเคราะห์ LDH ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยแบ่งเป็น 5 กลุ่มตามลำดับการผสมมาโลเนต ได้แก่ (1) ก่อนการเกิดโครงสร้าง LDH (LDHm1), (2) หลังการเกิดโครงสร้าง LDH (LDHm2) และ (3-5) ระหว่างการเกิดโครงสร้าง LDH โดยทำการทดลองที่สภาวะการกวนสารละลายแตกต่างกันดังนี้ ไม่มีการกวนสารละลาย กวนด้วยเครื่องส่งคลื่นความถี่สูง และกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก ตามลำดับ (LDHm3, LDHm4 และ LDHm5) เทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ในงานวิจัยนี้คือ Infrared Spectroscopy (IR), Thermogravimetric Analysis (TGA) และ Powder X-ray Diffraction (PXRD) ผลจาก IR ระบุว่าผลิตภัณฑ์ทั้งหมดยกเว้น LDHm3 มีการปรากฏของมาโลเนต อย่างไรก็ตามผลจาก PXRD แสดงถึง d-spacing ที่ไม่เปลี่ยนแปลง แสดงว่ามาโลเนตไม่ได้เข้าไปสอดแทรกระหว่างชั้นของผลิตภัณฑ์ LDH ตัวใดเลย เพียงแต่เกาะที่พื้นผิวภายนอกเท่านั้น และเนื่องจาก LDHm4 กับ LDHm5 มีความเป็นผลึกต่ำซึ่งมีแนวโน้มในการดูดซับที่ดีกว่าดังนั้นจึงถูกเลือกใช้ในการดูดซับโครเมต โดยการดูดซับวัดผลด้วย UV-VIS Spectrophotometer ผลปรากฏว่าความสามารถในการดูดซับโครเมตของ LDH, LDHm4 และ LDHm5 ขนาด = 0.02 g LDH / 10 mL ที่สภาวะความเป็นกรดเบส = 2.5 และความเข้มข้นของโครเมต = 100 ppm คือ 35.29, 27.20 และ 25.59 mg Cr / g LDH ตามลำดับ LDHm4 และ LDHm5 มีความสามารถในการดูดซับโครเมตน้อยกว่า LDH สันนิษฐานว่าเนื่องจากพื้นที่ผิวภายนอกของ LDHm4 และ LDHm5 ถูกแทนที่ด้วยมาโลเนต จึงทำให้พื้นที่ผิวภายนอกในการดูดซับโครเมตน้อยกว่า

คำสำคัญ : เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์, การตกตะกอนร่วม, มาโลเนต, การดูดซับโครเมต

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยในหัวข้อ “การสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต” สำเร็จได้ด้วยดีอันเนื่องมาจากความอนุเคราะห์ของ ดร. นิปกา สุขภิรมย์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ ซึ่งเป็นผู้ที่คอยชี้แนะทั้งงานด้านปฏิบัติการในห้องทดลอง การแก้ไขปัญหาที่เกิดจากการสังเคราะห์อย่างใกล้ชิดและการเขียนรายงานฉบับนี้ คำชี้แนะของอาจารย์นอกจากจะทำให้งานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จได้ด้วยดีแล้ว ยังช่วยพัฒนาศักยภาพในการเรียนรู้ การแก้ไขปัญหาอันเป็นรากฐานสำคัญในการทำงานต่อไป ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร. ดวงกมล ตุงคะสมิต และอาจารย์ ดร. เจริญขวัญ ไกรยา ที่ให้เกียรติเป็นคณะกรรมการประเมินโครงการ ขอขอบคุณ คุณสุนทร สุวอเขียว หัวหน้าห้องปฏิบัติการวิจัยที่อำนวยความสะดวกและแนะนำการใช้ห้องปฏิบัติการด้วยดีมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้คณะผู้จัดทำรู้สึกซาบซึ้งใจเป็นอย่างยิ่งที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย มอบโอกาสเพื่อสถานที่และสนับสนุนค่าใช้จ่ายในโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ปีงบประมาณ 2557 จนโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ในหัวข้อเรื่อง “การสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต” สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี และทำให้ผู้จัดทำมีแรงบันดาลใจในการศึกษาต่อไป

คณะผู้วิจัย

นางสาวกุลิสรา บุตรพุด

นางสาวเป็นปल्ली เนตรพระฤทธิ

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หัวข้อ	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	ค
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ญ
คำย่อ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 โครเมียม	1
1.2 ที่มาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ	2
1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ	4
1.5 ขอบเขตการวิจัย	4
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎี	5
2.1 ข้อมูลทั่วไปของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH)	5
2.2 เทคนิคการสังเคราะห์ LDH	7
2.3 การดูดซับ	8
2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและความสามารถในการดูดซับ	8
2.4.1 Powder X-ray Diffractometer (PXRD)	8
2.4.2 Infrared Spectrometer (IR)	10
2.4.3 Thermogravimetric Analysis (TGA)	11
2.4.4 UV-VIS Spectrophotometer (UV-VIS)	12



ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3 วิธีการทดลอง	14
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง	14
3.2 สารเคมี	15
3.3 การสังเคราะห์ตัวดูดซับ	15
3.3.1 สังเคราะห์ Mg-Al LDH	15
3.3.2 สังเคราะห์ Mg-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยมาไลเนต	18
3.4 การวิเคราะห์ข้อมูลด้วย Powder X-ray Diffractometer	18
3.5 การวิเคราะห์ข้อมูลด้วย Thermogravimetric Analysis	18
3.6 การวิเคราะห์ข้อมูลด้วย Infrared Spectrometer	19
3.7 การศึกษาสมบัติการดูดซับโครเมตแบบแบปท์	19
3.7.1 การสร้าง Calibration Curve	19
3.7.2 การศึกษาการดูดซับโครเมตด้วย LDH ที่สังเคราะห์	19
3.7.3 สูตรคำนวณความสามารถในการดูดซับ (Adsorption Capacity)	19
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	20
4.1 การสังเคราะห์ LDH	20
4.2 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของ LDH	21
4.3 สมบัติการดูดซับโครเมตแบบแบปท์	35
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	37
เอกสารอ้างอิง	39
ประวัติผู้วิจัย	41
ภาคผนวก	42

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตาราง 4.2.1 d-spacing ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1	21
ตาราง 4.2.2 เลขคลื่นและสัญญาณ IR ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1	23
ตาราง 4.2.3 d-spacing ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2	26
ตาราง 4.2.4 เลขคลื่นและสัญญาณ IR ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2	28
ตาราง 4.2.5 d-spacing ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5	30
ตาราง 4.2.6 เลขคลื่นและสัญญาณ IR ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5	31
ตาราง 4.2.7 น้ำหนักที่สูญเสียไปจากการสลายตัวด้วยความร้อนของ LDHm4 และ LDHm5 เปรียบเทียบกับ LDH2	33
ตาราง 4.3.1 ความสามารถในการดูดซับโครเมตของ LDH2 LDHm4 และ LDHm5	35

สารบัญรูปและภาพประกอบ

รูป	หน้า
รูปที่ 2.1 A แบบจำลอง LDH	6
รูปที่ 2.1 B แบบจำลอง LDH ที่สอดแทรกด้วยสารอินทรีย์	6
รูปที่ 2.2 การเกิดคาวีเทชัน	8
รูปที่ 2.4 A การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในผลึก	8
รูปที่ 2.4 B Powder X-ray Diffractometer	9
รูปที่ 2.4 C Infrared Spectrometer	10
รูปที่ 2.4 D แผนผังการทำงาน Infrared Spectrometer	11
รูปที่ 2.4 E แผนผังการทำงาน Thermogravimetric Analysis	12
รูปที่ 2.4 G แผนผังการทำงาน UV-VIS Spectrophotometer	13
รูปที่ 2.4 H UV-VIS Spectrophotometer	13
รูปที่ 3.3 แบบจำลอง Mg-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนต	16
รูปที่ 4.1 ขนาดของมาโลเนตที่ได้จากการคำนวณด้วยโปรแกรม Hyperchem professional .Ink	20
รูปที่ 4.2.1 แพทเทิร์น PXRD ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1	21
รูปที่ 4.2.2 สเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1	22
รูปที่ 4.2.3 ภาพขยายสเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDHm1 และ LDHm1-H	22
รูปที่ 4.2 A แบบจำลองโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้แบบ A	25
รูปที่ 4.2 B แบบจำลองโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้แบบ B	25
รูปที่ 4.2 C แบบจำลองโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้แบบ C	25
รูปที่ 4.2.4 แพทเทิร์น PXRD ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2	26
รูปที่ 4.2.5 สเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2	27
รูปที่ 4.2.6 ภาพขยายสเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDHm2 LDHm2-H และ LDHm2-No St	27
รูปที่ 4.2.7 แพทเทิร์น PXRD ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5	29

รูปที่ 4.2.8 สเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5	30
รูปที่ 4.2.9 เทอร์โมแกรม TGA ของ LDH2	33
รูปที่ 4.2.10 เทอร์โมแกรม TGA ของ LDHm4	34
รูปที่ 4.2.11 เทอร์โมแกรม TGA ของ LDHm5	34
รูปที่ 4.3.1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดซับโครเมียมกับเวลา	36



สัญลักษณ์และคำย่อ

LDH	Layered Double Hydroxide
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
PXRD	Powder X-ray Diffractometer
IR	Infrared Spectrometer
TGA	Thermogravimetric Analysis
UV-VIS	UV-VIS Spectrophotometer



บทที่ 1

บทนำ

1.1 โครเมียม

โครเมียมมีเลขออกซิเดชันคือ +2, +3 และ +6 โดยโครเมียมที่มีเลขออกซิเดชัน +3 มีความเสถียรที่สุดในขณะที่ +1, +4 และ +5 นั้นพบได้น้อยในธรรมชาติ โครเมียมสามารถถูกดูดซึมเข้าสู่ร่างกายได้หลายทางได้แก่ การบริโภค การหายใจ ทางผิวหนัง การสะสมของโครเมียมขึ้นอยู่กับปัจจัยต่าง ๆ เช่น เลขออกซิเดชัน ขนาดอนุภาคและการละลายน้ำ โดยโครเมียมที่สะสมอยู่ในเนื้อเยื่อต่าง ๆ จะลดปริมาณลงตามเวลา ยกเว้นในกรณีสะสมที่บริเวณปอดปริมาณโครเมียมที่สะสมจะคงที่ นอกจากนี้แล้วการแพร่กระจายของโครเมียมสามารถส่งต่อจากแม่สู่ลูกในครรภ์ได้

โครเมียมที่มีเลขออกซิเดชัน +3 (Cr_2O_3) เป็นโครเมียมที่ร่างกายต้องการ แต่หากได้รับในปริมาณมากเกินไปนั้นคือมากกว่า 200 ไมโครกรัมต่อวัน โครเมียมส่วนที่เกินจะไปรวมตัวกับทรานสเฟอริน (Transferrin) ในพลาสมา ส่วนโครเมียมที่มีเลขออกซิเดชัน +6 (CrO_4^{2-} และ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) ซึ่งเป็นตัวออกซิไดซ์ที่มีอำนาจสูงจะกัดกร่อนเนื้อเยื่อต่าง ๆ รวมตัวกับสายบีโนอีโมโกลบิน และจะเปลี่ยนรูปเป็นโครเมียมที่มีเลขออกซิเดชัน +3 ส่งผลให้เม็ดเลือดแดงทำงานผิดปกติ นอกจากนี้ยังไปจับกับโปรตีนและกรดนิวคลีอิกทำให้รูปร่างผิดไปจากเดิม ทำให้เกิดการระคายเคืองเยื่อเมือกโพรงจมูก มีอาการคลื่นไส้ อาเจียน ปวดท้อง เป็นอันตรายต่อระบบย่อยอาหาร ทำให้ไตวายหรือเป็นมะเร็งและเสียชีวิตในที่สุด โดยโครเมียมที่มีเลขออกซิเดชัน +6 มีความเป็นพิษสูงกว่าโครเมียมที่มีเลขออกซิเดชัน +3 มาก ยิ่งไปกว่านั้นเมื่อโครเมียมปนเปื้อนในแหล่งน้ำจะส่งผลให้พืชน้ำเจริญเติบโตช้าและทำให้สัตว์น้ำตายได้

1.2 ที่มาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการงาน

สารประกอบโครเมียมถูกนำมาใช้งานด้านอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง โดยนำมาผสมกับโลหะทำให้เกิดความแข็งแรง มีความเหนียวทนทาน ทำให้โลหะไม่เป็นสนิม ทนต่อการผุกร่อน สารประกอบโครเมียมใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องปั้นดินเผา ย้อมสี วัสดุและพอลิเมอร์ ซึ่งเป็นอุตสาหกรรมที่แพร่หลายในประเทศไทย จะเห็นได้ว่าประโยชน์ของสารประกอบโครเมียมมีมากมาย แต่อันตรายก็มีอยู่ไม่น้อย เช่น ทำให้เม็ดเลือดแดงทำงานผิดปกติส่งผลให้เกิดการกลายพันธุ์ของดีเอ็นเอ ทำลายเนื้อเยื่อก่อให้เกิดอาการอักเสบ เป็นอันตรายต่อระบบทางเดินอาหารและระบบทางเดินหายใจอย่างรุนแรง ก่อให้เกิดมะเร็งปอด เป็นต้น^[1]

เมื่อผ่านกระบวนการทางอุตสาหกรรมแล้ว โครเมียมจะอยู่ในรูปโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) ซึ่งปัจจุบันพบว่ามีการปนเปื้อนของโครเมตในแหล่งน้ำทิ้งในขนาดที่มากเกินไปมาตรฐาน ซึ่งส่งผลกระทบต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมเป็นอย่างมาก ดังนั้นการกำจัดโครเมตจึงเป็นสิ่งที่ไม่ได้ จากงานวิจัยเกี่ยวกับวัสดุดูดซับสารพิษมีการประยุกต์ใช้หลากหลายวัสดุเพื่อดูดซับโครเมต เช่น ดูดซับโดยใช้วัสดุจำพวกซีโอไลท์^[2] คาร์บอน^[3] และโคโคซาน^[4] เป็นต้น แต่อย่างไรก็ตามยังพบปัญหาจากตัวดูดซับข้างต้นถึงประสิทธิภาพในการดูดซับต่ำ กระบวนการสังเคราะห์ที่ยุ่งยากและมีต้นทุนการผลิตสูง ประกอบกับมีงานวิจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์ตัวดูดซับชนิดแอนไอออนิกเคลย์ที่เรียกว่า เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH) ซึ่งเป็นกลุ่มของสารที่มีสูตรโมเลกุลดังนี้ $[M^{II}_x M^{III}_y (OH)_z]^{+n} (A^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O$ โดย M^{II} และ M^{III} คือโลหะที่มีเลขออกซิเดชัน +2 และ +3 ตามลำดับ ข้อดีของ LDH คือเป็นวัสดุระดับนาโน มีลักษณะเป็นแผ่นทำให้มีพื้นที่ผิวภายในมาก ดูดซับแอนไอออนได้ดีเนื่องจากมีโครงสร้างเป็นแผ่นที่มีประจุบวกซึ่งแอนไอออนที่สนใจจะดูดซับในงานวิจัยชิ้นนี้คือ โครเมต จากโครงสร้างที่มีขนาดใหญ่อาจจะเป็นอุปสรรคในกระบวนการดูดซับได้ เนื่องจาก LDH มีลักษณะโครงสร้างเป็นแผ่นระดับนาโนซ้อนทับกันเป็นชั้น การที่ไอออนของโครเมตจะเข้าไปแทรกระหว่างชั้นนั้น ไอออนต้องแพร่ผ่านบริเวณแคบ ๆ ระหว่างชั้น แต่ LDH สามารถดัดแปลงส่วนประกอบภายในโครงสร้างเพื่อให้เอื้ออำนวยต่อการนำไปใช้งานได้หลากหลาย ผู้เสนอโครงการจึงเล็งเห็นถึงช่องทางในการพัฒนา LDH เพื่อให้มีประสิทธิภาพสูงสุด โดยการนำสารอินทรีย์จำพวกไดคาร์บอกซิเลต (มาโลเนต) เข้าไปสอดแทรกระหว่างชั้นของ LDH เพื่อเพิ่มระยะห่างระหว่างแผ่น LDH ซึ่งเมื่อมีระยะห่างระหว่างชั้นมากขึ้น ก็จะเอื้อให้การดูดซับโครเมตถึงจุดสมดุลเร็วขึ้น โดยการทดลองนี้จะใช้วิธีการตกตะกอนร่วม (Coprecipitation) ในการสังเคราะห์ LDH เนื่องจากเป็นวิธีสังเคราะห์ที่ง่ายและใช้เวลาน้อย ส่วนสารไดคาร์บอกซิเลตที่เลือกมาเป็นตัวสอดแทรกระหว่างชั้นคือ มาโลเนต เมื่ออยู่ในสารละลายที่เป็นเบส กรดมาโลนิคจะแตกโปรตอนออกมาเป็นมาโลเนต และจะเข้าไปแทรกตัวระหว่าง LDH แต่ละแผ่นลักษณะคล้ายแซนวิช เพื่อขยายระยะห่างระหว่างชั้นโครงสร้าง ทำให้การดูดซับโครเมตเข้าถึงจุดสมดุลได้เร็วขึ้น ซึ่งโครงการนี้จะสังเคราะห์ LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนต โดยออกแบบการทดลองที่มีลำดับการผสมกรดมาโลนิคที่แตกต่างกัน และเปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลอง 2 ปัจจัยคือการให้ความร้อนและการกวนสารละลายระหว่างการสังเคราะห์ตัวดูดซับ เพื่อให้ได้ตัวดูดซับชนิดใหม่ที่สามารถดูดซับโครเมตโดยใช้เวลาเข้าสู่จุดสมดุลน้อยลง และเป็นแนวทางในการพัฒนาด้านวัสดุนาโนในการประยุกต์ใช้ดูดซับสารพิษต่อไป

1.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปี ค.ศ. 1998 Goswamee และคณะศึกษาศึกษาการดูดซับโครเมตด้วย LDH^[5] เป็นการศึกษาการดูดซับ Cr(VI) ด้วย LDH หลายชนิด ได้แก่ Mg-Al, Ni-Al และ Zn-Cr LDH ทั้งที่ให้ความร้อนและไม่ให้ความร้อนในระหว่างการสังเคราะห์ โดยวิธี แลกเปลี่ยนไอออน พบว่า LDH ที่ไม่ได้ให้ความร้อนมีอัตราการดูดซับต่ำกว่าและมีความสามารถในการดูดซับน้อยกว่า LDH ที่ให้ความร้อน โดยลำดับปริมาณการดูดซับ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ จากมากไปน้อยคือ Mg-Al, Ni-Al และ Zn-Cr LDH ตามลำดับ

ปี ค.ศ. 2004 Gago และคณะศึกษาศึกษาการสังเคราะห์ LDH ที่สอดแทรกด้วยไดคาร์บอกซิเลตสองชนิด คือ เทอเรฟทาเลตและไดเฟนิลไดคาร์บอกซิเลต^[6] โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม จากการทดลองดังกล่าวพบว่า สามารถสังเคราะห์ LDH ที่สอดแทรกด้วยเทอเรฟทาเลตและไดเฟนิลไดคาร์บอกซิเลตได้เช่นเดียวกับวิธีอื่น ๆ โดยพิสูจน์ทราบ ด้วยเทคนิค PXRD, FTIR, FT Raman และ MAS NMR จากผลการทดลองพบว่าเทอเรฟทาเลตเข้าแทรกในแนวตั้งฉาก ส่วน ไดเฟนิลไดคาร์บอกซิเลตเข้าแทรกในแนวเฉียงกับแผ่น LDH

ปี ค.ศ. 2007 Tzou และคณะศึกษาศึกษาการดูดซับโครเมตด้วย Li-Al LDH^[7] พบว่า Li-Al LDH มีความสามารถในการดูดซับสูง และรวดเร็ว คือภายในระยะเวลาหนึ่งนาที่เท่านั้น แต่ความสามารถในการดูดซับจะลดลงเมื่ออุณหภูมิของปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เนื่องจากการหลุดออกของลิเทียมไอออนซึ่งเป็นการสูญเสียประจุบวกของ LDH โดยตัวดูดซับสามารถนำกลับมาใช้ซ้ำได้อีก

ปี ค.ศ. 2009 Wang และคณะศึกษาศึกษาการสังเคราะห์ Organic LDH ด้วยวิธีสังเคราะห์ชั้นเดียว โดยเปรียบเทียบกับวิธีสังเคราะห์แบบแลกเปลี่ยนแอนไอออน^[8] พบว่าวิธีสังเคราะห์ชั้นเดียวเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพเพราะให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นผลึกสูงและสามารถสังเคราะห์ LDH ที่มีตัวสอดแทรกได้ดี แม้อยู่ภายใต้สภาวะที่มี CO_3^{2-} ครอบงวน (CO_3^{2-} มีความสามารถในการเข้าสอดแทรกระหว่างแผ่น LDH ได้ดี) ซึ่งเป็นวิธีที่ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์แบบแลกเปลี่ยนแอนไอออน

ปี ค.ศ. 2011 Hongo และคณะพัฒนา LDH เพื่อดูดซับโครเมตด้วยการเปลี่ยนแปลงชนิดของไอออนที่สอดแทรกระหว่างชั้นของ LDH^[9] ซึ่ง Mg-Al LDH ที่มี Cl^- , NO_3^- และ SO_4^{2-} เป็นตัวสอดแทรก สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม และนำไปดูดซับแอนไอออนที่เป็นพิษ (F^- , CrO_4^{2-} , HAsO_4^{2-} และ HSeO_3^-) โดยพบว่า LDH มีความสามารถในการดูดซับได้ดีโดยมีลำดับตัวสอดแทรกเป็นดังนี้ $\text{NO}_3^- > \text{Cl}^- > \text{SO}_4^{2-}$ โดย Mg-Al LDH ที่มี NO_3^- สอดแทรกเข้าสู่จุดสมดุลงในการดูดซับเพียงครึ่งชั่วโมง ซึ่งใช้เวลาที่น้อยที่สุดเมื่อเทียบกับ LDH ที่สอดแทรกด้วย Cl^- และ SO_4^{2-}

1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.4.1 สังเคราะห์ LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมต

1.4.2 ศึกษาความสามารถในการดูดซับโครเมตของ LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนตที่สังเคราะห์ได้

1.5 ขอบเขตการวิจัย

1.5.1 สังเคราะห์ Mg-Al LDH ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยมีมาโลเนตเป็นตัวสอดแทรก โดยศึกษาสภาวะการทดลองที่แตกต่างกันดังนี้

- เปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่มีลำดับการผสมสารละลายมาโลเนตที่แตกต่างกัน คือ ผสมมาโลเนตก่อน ระหว่าง และหลังการเกิดโครงสร้าง LDH
- เปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่ให้ความร้อนและไม่ให้ความร้อนระหว่างการสังเคราะห์ LDH
- เปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่กวนและไม่กวนสารละลายระหว่างการสังเคราะห์ LDH

1.5.2 ศึกษาความสามารถในการดูดซับไอออนของโครเมตแบบแบทช์ที่เวลาต่าง ๆ คือ 30, 60, 90 และ 120 นาที

โดยขนาดที่ใช้ในการดูดซับคือ 0.02 g LDH / 10 mL ความเข้มข้นของโครเมต = 100 ppm ในสภาวะ pH = 2.5

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนตเพื่อใช้เป็นตัวดูดซับโครเมต

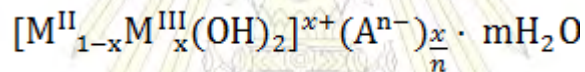
ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

ทฤษฎี

2.1 ข้อมูลทั่วไปของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH) ^[10]

LDH เป็นแอนไอออนิกเคลย์ชนิดหนึ่งค่อนข้างพบยากในธรรมชาติ ส่วนมากจะได้จากการสังเคราะห์ และโครงสร้างที่ได้จะอยู่ในรูปแบบ Hydrotalcite $[Mg_3Al_2(OH)_{16}]CO_3 \cdot 4H_2O$ LDH ถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1842 และสังเคราะห์ได้เมื่อปี ค.ศ. 1942 โดย Feitknecht อย่างไรก็ตามโครงสร้างของ LDH ยังไม่เป็นที่เข้าใจจนกระทั่งปลายยุค 1960 Allmann, Taylor และทีมงานได้ศึกษาจนเข้าใจโครงสร้างทั้งหมดของ LDH โดยสามารถเขียนสูตรทั่วไปของ LDH ได้ดังนี้



เมื่อ M^{II} คือ โลหะ (เลขออกซิเดชัน +2)

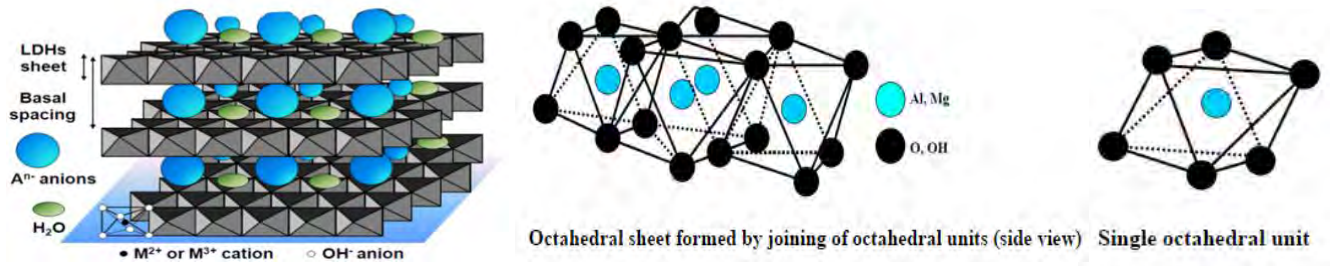
M^{III} คือ โลหะ (เลขออกซิเดชัน +3)

A คือ ชนิดของแอนไอออน

X คือ ประจุสุทธิในแอนไอออน

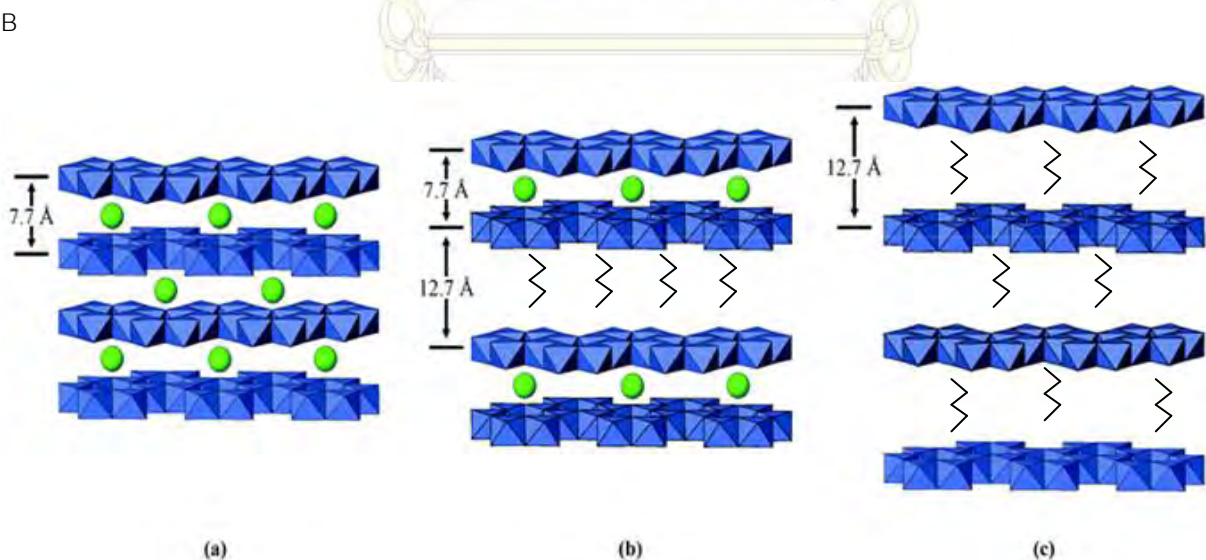
M คือ จำนวนโมเลกุลของน้ำ

โครงสร้างของ LDH ถูกดัดแปลงมาจากโครงสร้างของ Brucite, $Mg(OH)_2$ ที่ประกอบด้วยทรงแปดหน้าต่อกันเป็นแผ่นยาว พื้นผิวมีประจุเป็นกลาง โดย LDH คือ Brucite ที่แทนที่โลหะเลขออกซิเดชัน +2 ด้วยโลหะเลขออกซิเดชัน +3 ทำให้มีประจุบวกเป็นประจุสุทธิ โลหะทั้งสองถูกล้อมรอบด้วยหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลที่มุมทั้งหกของรูปทรงแปดหน้า มาเชื่อมต่อกันทำให้เกิดรูปร่างลักษณะเป็นแผ่นและจะถูกแทรกด้วยชั้นของประจุลบ เพื่อทำให้โครงสร้างทั้งหมดเป็นกลางทางไฟฟ้า นอกจากนี้ด้วยสมบัติที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) จึงมีน้ำสอดแทรกอยู่ด้วย เรียกบริเวณนี้ว่า Interlayer Region ดังรูปที่ 2.1 A



รูปที่ 2.1 A แบบจำลอง LDH

ในส่วนของ Interlayer Region ซึ่งเป็นบริเวณที่สามารถเกิดกระบวนการที่เรียกว่าการแลกเปลี่ยนแอนไอออน (Anion exchange) ทำให้ LDH มีความสามารถในการดูดซับแอนไอออนได้ ซึ่งแอนไอออนดังกล่าวสามารถเป็นได้ทั้งสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ สมบัติในข้อนี้จึงเอื้อต่อการนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับแอนไอออนที่เป็นพิษ ในการสังเคราะห์ LDH สามารถใช้โลหะหลากหลายชนิดแทน M^{II} และ M^{III} ได้ เช่น Mg^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Co^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} , Ti^{3+} เป็นต้น ในปัจจุบันจึงมีการสังเคราะห์ LDH ได้หลากหลายรูปแบบ นอกจากนี้จะเปลี่ยนโลหะได้หลากหลายแล้วยังสามารถเปลี่ยนแอนไอออนที่บริเวณ Interlayer Region เพื่อสังเคราะห์ให้ได้สารที่เหมาะสมแก่การนำมาใช้งานมากขึ้น ยกตัวอย่างแอนไอออนจำพวกสารอนินทรีย์ที่เป็นตัวสอดแทรกบริเวณ Interlayer Region ของ LDH เช่น คลอไรด์ คาร์บอเนต ไนเตรต เป็นต้น ส่วนแอนไอออนจำพวกสารอินทรีย์ เช่น แอลคิลซัลเฟต กรดคาร์บอกซิลิก กรดไดคาร์บอกซิลิก เป็นต้น โดย LDH ที่สอดแทรกด้วยสารอินทรีย์จะมีลักษณะดังรูปที่ 2.1 B



รูปที่ 2.1 B แบบจำลอง LDH ที่สอดแทรกด้วยสารอินทรีย์

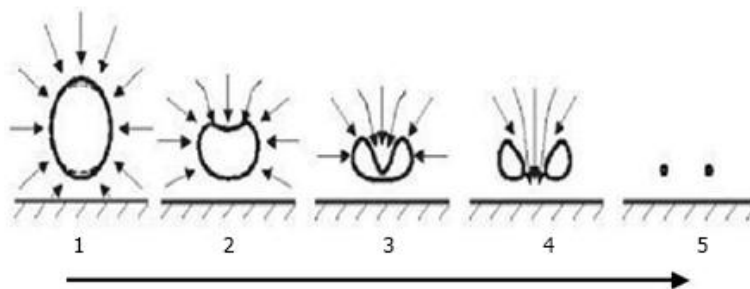
2.2 เทคนิคการสังเคราะห์ LDH^[10]

การสังเคราะห์ LDH สามารถทำได้หลายวิธีดังนี้

1. Coprecipitation method
2. Anion exchange method
3. Reconstruction method
4. Hydrothermal method
5. Salt-oxide method

ในงานวิจัยนี้ใช้วิธีการสังเคราะห์แบบ Coprecipitation method หรือการตกตะกอนไฮดรอกไซด์ร่วมกันของแคโทไอออนเลขออกซิเดชัน +2 และ +3 แบบฉับพลัน ส่วนแคโทไอออนของโลหะจะเข้ามาอยู่ระหว่างชั้น LDH หรือที่เรียกว่า Interlayer Anion การสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่ทำได้ง่าย โดยการสังเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพนั้นขึ้นอยู่กับควบคุมสภาวะต่าง ๆ ให้เหมาะสมกับการทดลองมากที่สุด เช่น pH อุณหภูมิ ความเข้มข้นของโลหะทั้งสอง อัตราเร็วในการผสมสาร เป็นต้น การตกตะกอนร่วมนั้นประกอบด้วยสองกลไกหลัก คือ การเกิดนิวเคลียสและการเติบโตของผลึก นิวเคลียสจะเกิดขึ้นเมื่อสารละลายอยู่ในสภาวะอิ่มตัวด้วยยิ่ง โมเลกุลของสารจะรวมตัวกันจนเกิดเป็นของแข็งอนุภาคเล็ก การรวมตัวดังกล่าวเกิดขึ้นจากการรวมกลุ่มของ Hexa-aqua complexes ในสารละลาย เพื่อสร้างแผ่นผลึกโครงสร้างคล้าย Brucite ที่มีโลหะเลขออกซิเดชัน +2 และ +3 กระจายตัวเป็นโครงสร้างหลักในแผ่นผลึกนั้น ในการเกิดขึ้นต้นถ้ามีนิวเคลียสเกิดขึ้นมากจะส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นผลึกขนาดเล็กและไม่เป็นระเบียบ หลังจากนั้นจะมีการเกาะตัวของนิวเคลียสเล็ก ๆ รวมกันและเติบโตเป็นอนุภาคคอลลอยด์ ซึ่งจะกลายเป็นอนุภาคใหญ่และแยกตัวออกจากสารละลายในที่สุด สำหรับตัวสอดแทรกจำเพาะ (นอกเหนือจากแคโทไอออน) จะเติมปริมาณที่มากเกินไปเมื่อเทียบกับโลหะเลขออกซิเดชัน +3 หลังจากนั้นทิ้งไว้ให้เกิดการก่อตัวอย่างสมบูรณ์

ในขั้นตอนการตกผลึกมีหลายปัจจัยที่ส่งผลต่อขนาดของผลึก เช่น อุณหภูมิ เวลา ตัวทำละลาย การรบกวนระบบ เป็นต้น ในการทดลองมีการรบกวนระบบจากการกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) หรือเครื่องส่งคลื่นความถี่สูง (Sonicator) การรบกวนเหล่านี้มีผลโดยตรงต่อขนาดของผลึก ถ้ารบกวนสารละลายมากก็จะทำให้ในสารละลายมีนิวเคลียสผลึกมากและการเติบโตของผลึกต่ำจึงได้ผลึกขนาดเล็ก เครื่องกวนแม่เหล็กและเครื่องส่งคลื่นความถี่สูงเป็นการรบกวนเชิงกลแต่ในกรณีของเครื่องส่งคลื่นความถี่สูงจะมีกระบวนการที่ซับซ้อนกว่า ซึ่งเรียกว่าการเกิดควิเทชัน (Cavitation)^[11] กระบวนการนี้เกิดจากการสั่นสะเทือนจากคลื่นความถี่สูงทำให้แรงดันน้ำมีความดันต่ำกว่าแรงดันไอน้ำบริเวณนั้น จึงเกิดการขยายตัวจนเดือดกลายเป็นไอ ทำให้เกิดโพรงที่เป็นสุญญากาศอยู่ภายในสารละลายและแตกตัวอย่างรวดเร็วดังรูปที่ 2.2 การทดลองที่กวนสารละลายด้วยเครื่องส่งคลื่นความถี่สูงจึงก่อให้เกิดนิวเคลียสผลึกในสารละลายจำนวนมาก เนื่องจากเกิดการแตกตัวอย่างรวดเร็วจากการรบกวนด้วยคลื่นความถี่สูง ดังนั้นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่กวนสารละลายด้วยเครื่องส่งคลื่นความถี่สูงจึงมีผลึกขนาดเล็กกว่าหรือมีผลึกต่ำกว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองที่กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก



รูปที่ 2.2 การเกิดคาวีเทชัน

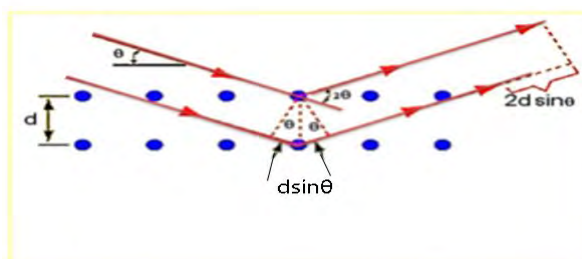
2.3 การดูดซับ^{[12], [13]}

การดูดซับ คือ การยึดเกาะของอะตอมไอออนหรือโมเลกุลในรูปก๊าซ ของเหลวหรือของแข็งที่ละลายกับพื้นผิวของตัวดูดซับ กระบวนการนี้ตัวถูกดูดซับจะไม่แทรกซึมเข้าไปในตัวดูดซับ แต่จะสร้างฟิล์มบนพื้นผิวของตัวดูดซับเท่านั้น IUPAC นิยามการดูดซับว่าเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารบนพื้นผิวของตัวดูดซับ ซึ่งการดูดซับแบ่งออกได้ตามแรงที่กระทำระหว่างพื้นผิวโมเลกุล 2 ชนิด คือ การดูดซับทางกายภาพ แรงที่ใช้ดูดซับเป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างสารที่อยู่ในช่องของเหลวกับตัวดูดซับมีมากกว่าแรงดึงดูดระหว่างสารในช่องของเหลวกับของเหลว ทำให้สารที่อยู่ในช่องของเหลวเข้าติดอยู่ที่ตัวดูดซับแทน และการดูดซับทางเคมีเป็นการดูดซับที่เกิดพันธะทางเคมีระหว่างตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับ ทำให้ตัวถูกดูดซับเกาะติดบนผิวตัวดูดซับด้วยแรงที่มากกว่าการดูดซับทางกายภาพ

2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและความสามารถในการดูดซับ

2.4.1 Powder X-ray Diffractometer (PXRD)^[14]

Powder X-ray Diffractometer (PXRD) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่มีการใช้กันแพร่หลายในการวิเคราะห์วัสดุต่าง ๆ สามารถใช้ในการวิเคราะห์ทดสอบลักษณะของสารประกอบผลึกรูปแบบต่าง ๆ ได้ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อลำรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหของลำรังสีสะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบดังรูปที่ 2.4 A



รูปที่ 2.4 A การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก

จากรูปที่ 2.4 A สามารถอธิบายความสัมพันธ์ได้จากกฎของแบรกก (Bragg's law) คือ

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda$$

โดยที่ λ แทน ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

n แทน ลำดับการสะท้อน

d_{hkl} แทน ระยะห่างระหว่างระนาบ

PXRD สามารถแยกประเภทผลึกของสารประกอบและแร่ของวัสดุที่พบในธรรมชาติว่ามีรูปแบบโครงสร้างลักษณะใด เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึกแตกต่างกันและระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม (d-spacing) ที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบก็แตกต่างกันไป ขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอม จึงทำให้สารประกอบแต่ละชนิดมีแพทเทิร์น PXRD ที่แตกต่างกัน โดยแพทเทิร์น PXRD ได้จากการวัดค่าความเข้มของรังสีสะท้อนออกมาที่มุมต่าง ๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDs)

หลักการทำงาน

เทคนิค PXRD นั้นจะใช้ลำรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว (0.1-1 nm) ฉายลงบนตัวอย่างที่ถูกวางอยู่บนแท่นหมุน เป็นมุม $\theta = 0 - 90$ องศาที่เลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดแล้วบันทึกค่าความเข้มของสัญญาณ ณ มุมใด ๆ แล้วนำมาพล็อตดิฟแฟร็กโตแกรมซึ่งประกอบด้วยพีคต่าง ๆ โดยที่พีคแต่ละพีคสอดคล้องกับระยะระหว่างระนาบที่ปรากฏในผลึกนั้น ๆ



รูปที่ 2.4 B Powder X-ray Diffractometer

แพทเทิร์น PXRD นอกจากจะใช้แยกประเภทโครงสร้างของผลึกแล้ว ยังสามารถบ่งบอกขนาดของผลึกได้จากความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีก ซึ่งจะมีความสัมพันธ์เป็นไปตามสมการเชอร์เรอร์ (Scherer's equation)

$$\tau = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

โดยที่	T	แทน ขนาดเฉลี่ยของผลึก
	K	แทน ค่าคงที่ ปกติมีค่าประมาณ 0.9 ขึ้นกับรูปร่างของผลึก
	λ	แทน ค่าความยาวคลื่นจากรังสีเอ็กซ์
	β	แทน ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีก
	θ	แทน มุมแบรอก

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง PXRD เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ของ LDH ที่สังเคราะห์ได้ และติดตามการสอดแทรกของมาโลเนตระหว่างระนาบของ LDH รวมถึงเปรียบเทียบความเป็นผลึกของ LDH ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีต่าง ๆ

2.4.2 Infrared Spectrometer (IR) ^{[15], [16]}

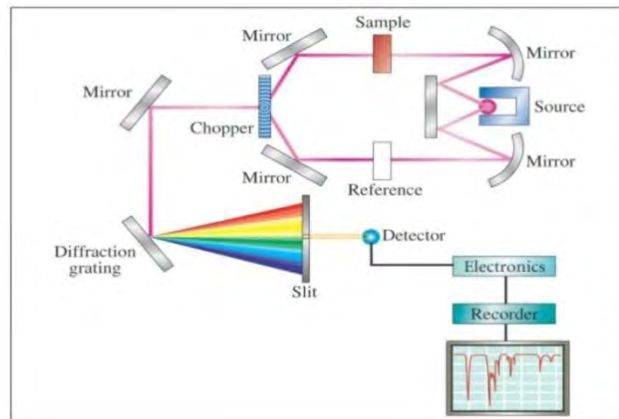


รูปที่ 2.4 C Infrared Spectrometer

Infrared spectroscopy (IR) เป็นเทคนิคพิสูจน์เอกลักษณ์สารด้วยการผ่านรังสีอินฟราเรดเข้าไปที่สาร และวัดค่าการส่องผ่านกับค่าความถี่ออกมาเป็นสเปกตรัม โดยทั่วไปค่าสัญญาณที่ได้จะเขียนในรูปของเลขคลื่น (cm^{-1}) โดยการเก็บข้อมูลส่วนใหญ่จะอยู่ในช่วง $700\text{-}5000\text{ cm}^{-1}$ ที่เลขคลื่นดังกล่าวจะมีค่าพลังงานมากพอที่จะไปสั่นพันธะต่าง ๆ ให้โมเลกุลเกิดการยืด-หดหรือโค้งงอ พันธะต่างชนิดกันจะเกิดการยืด-หดในช่วงความถี่ที่ต่างกัน ดังนั้นสเปกตรัม IR จึงสามารถบ่งบอกถึงชนิดของพันธะที่มีอยู่ในโมเลกุล

หลักการทํางาน

รังสีอินฟราเรดถูกปล่อยผ่านสารไปยังตัวรับสัญญาณ หากสารไม่ดูดกลืนพลังงานแสงก็จะผ่านไปสูตัวรับสัญญาณหมดแต่ถ้าหากแสงถูกดูดซับเครื่องประมวลผลก็จะคำนวณหาปริมาณแสงที่เหลืออยู่ จากนั้นจะสร้างกราฟที่มีความสัมพันธ์ระหว่างค่าปริมาณแสงที่ถูกส่งผ่านมา ณ ตำแหน่งเลขคลื่นใด ๆ

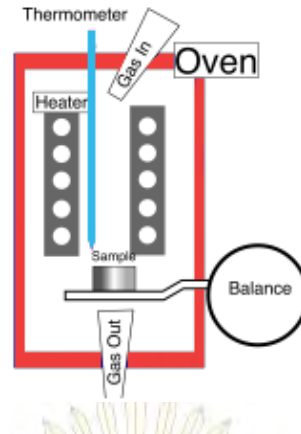


รูปที่ 2.4 D แผนผังการทํางาน Infrared Spectrometer^[16]

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง IR เพื่อพิสูจน์ทราบไฮออนมาโลเนตในผลิตภัณฑ์

2.4.3 Thermogravimetric Analysis (TGA)^[17]

Thermogravimetric Analysis (TGA) เป็นเครื่องมือที่วัดปริมาณน้ำหนักที่เปลี่ยนไปเมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่าง ๆ เมื่อได้รับความร้อนภายใต้สภาวะบรรยากาศที่กำหนด สารแต่ละชนิดจะมีการเปลี่ยนแปลงต่าง ๆ เช่น การระเหยของสารโมเลกุลเล็ก การสลายตัว การเปลี่ยนเฟส เป็นต้น โดยทั่วไปจะใช้เครื่อง TGA เพื่อวัดความเสถียรต่ออุณหภูมิ ความชื้นและตัวทำละลายที่เหลืออยู่ในวัสดุตัวอย่าง และเปอร์เซ็นต์สารประกอบที่อยู่ในวัสดุตัวอย่าง โดยวัสดุตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์มักจะอยู่ในรูปของแข็ง ในการวิเคราะห์วัสดุตัวอย่างจะถูกบรรจุบนจานขนาดเล็กที่เชื่อมต่อกับเครื่องซึ่งที่ไวต่อการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก ทั้งหมดจะอยู่ในเตาอบที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศภายในระบบได้ จากนั้นข้อมูลที่ได้จะถูกส่งเข้าสู่ระบบประมวลผลได้เทอร์โมแกรมที่พล็อตระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนไปกับอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 2.4 E แผนผังการทำงาน Thermogravimetric Analysis

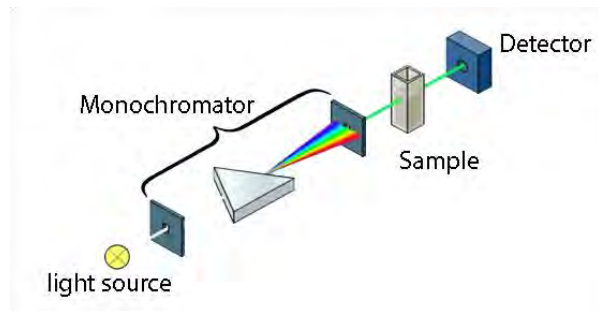
ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง TGA เพื่อหาปริมาณของมาโลเนตในผลิตภัณฑ์

2.4.4 UV-VIS Spectrophotometer (UV-VIS) ^[18]

UV-VIS Spectrophotometer (UV-VIS) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวด้วยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ เมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้เกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่าง ๆ ตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert's law) โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่างและปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณของสารนั้นๆ

หลักการทำงาน

แหล่งกำเนิดแสงในเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์จะต้องให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่องและคงที่ตลอดเวลา รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอด้วย จากนั้นแสงจะถูกส่งผ่านไปยังโมโนโครเมเตอร์ให้เป็นลำแสงเดี่ยวซึ่งเป็นแถบแสงแคบ ๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียว เมื่อแสงถูกส่งผ่านไปยังเซลล์ที่ใส่สารตัวอย่าง สารตัวอย่างจะดูดกลืนแสงที่ความเข้มค่าหนึ่ง ๆ จากนั้นลำแสงที่ส่งผ่านจะถูกวัดค่าด้วยเครื่องตรวจจับสัญญาณและเข้าสู่ระบบประมวลผล ได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มในการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่นช่วงหนึ่ง



รูปที่ 2.4 G แผนผังการทำงาน UV-VIS Spectrophotometer



รูปที่ 2.4 H UV-VIS Spectrophotometer

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง UV-VIS เพื่อหาปริมาณการดูดซับโครเมตของ LDH ที่สังเคราะห์

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

1. Powder X-ray Diffractometer ยี่ห้อ Rigaku รุ่น DMAX 2200 Ultima+
2. UV-VIS Spectrophotometer ยี่ห้อ Agilent รุ่น 8453
3. Infrared Spectrometer ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700
4. Thermogravimetric Analysis ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Pyris 1
5. เครื่องกวนแม่เหล็ก ยี่ห้อ HL Instruments รุ่น MS 115
6. เครื่องส่งคลื่นความถี่สูง ยี่ห้อ Vibracell รุ่น VCX 500
7. เครื่องเขย่า ยี่ห้อ Velp Scientifica รุ่น Rotax 6.8
8. เครื่องวัดค่าความเป็นกรดเบส ยี่ห้อ Denver Instrument รุ่น Ultrabasic
9. ตู้อบ ยี่ห้อ Becthai รุ่น Memmert
10. เครื่องชั่งสี่ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น Classic
11. เดซีเคเตอร์
12. ปีเปต
13. หลอดฉีดยา
14. ไทรีนจีฟิลเตอร์ ขนาด 0.45 μm
15. กระดาษกรอง ยี่ห้อ Whatman เบอร์ 4
16. ขวดพลาสติกพร้อมฝา ขนาด 50 mL

3.2 สารเคมี

1. แมกนีเซียมไนเตรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ยี่ห้อ Lobacheme เกรด AR
2. อะลูมิเนียมไนเตรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ยี่ห้อ Ajax เกรด Unilab Analyzed
3. กรดมาโลนิก ($\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_4$) ยี่ห้อ Fluka Chemika เกรด Purum $\geq 98\%$
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ยี่ห้อ CARLO ERBA 97.0%
5. กรดไนตริก (HNO_3) 65% ยี่ห้อ Merck
6. โพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) ยี่ห้อ Fisher เกรด AR
7. น้ำ DI

3.3 การสังเคราะห์ตัวดูดซับ

3.3.1 สังเคราะห์ Mg-Al LDH

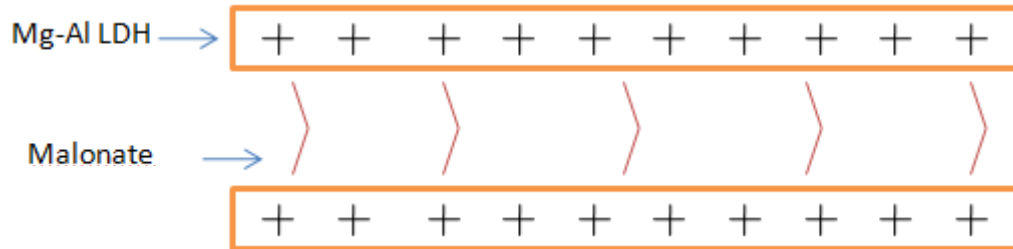
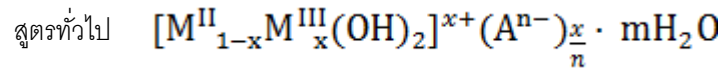
การทดลองที่ 1. LDH1-H : ผสมสารละลาย Mg^{2+} และ Al^{3+} ปริมาตรรวม 20 mL ($\text{Mg}^{2+} : \text{Al}^{3+} = 2 : 1 \text{ mol}$) ปรับค่า pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 M จนมีค่าเท่ากับ 11.24 กวนข้ามคืนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 C เป็นเวลา 5.09 ชั่วโมง จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้า

การทดลองที่ 2. LDH2 : ผสมสารละลาย Mg^{2+} และ Al^{3+} ปริมาตรรวม 40 mL ($\text{Mg}^{2+} : \text{Al}^{3+} = 2 : 1 \text{ mol}$) ปรับค่า pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 M จนมีค่าเท่ากับ 10.47 กวนข้ามคืนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้า

3.3.2 สังเคราะห์ Mg-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนต

โดยแบ่งวิธีการสังเคราะห์เป็น 5 กลุ่ม ได้แก่

- | | |
|---------------------|--|
| กลุ่มที่ 1 | ผสมมาโลเนตก่อนการเกิดโครงสร้าง LDH |
| กลุ่มที่ 2 | ผสมมาโลเนตหลังจากการเกิดโครงสร้าง LDH แล้ว |
| กลุ่มที่ 3, 4 และ 5 | ผสมมาโลเนตพร้อมกับการเกิดโครงสร้าง LDH |



รูปที่ 3.3 แบบจำลอง Mg-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนต

สัญลักษณ์ในการทดลอง

- ให้
- LDHm1 คือ ผลิตภัณฑ์จากวิธีการทดลองกลุ่มที่ 1
 - LDHm2 คือ ผลิตภัณฑ์จากวิธีการทดลองกลุ่มที่ 2
 - LDHm3 คือ ผลิตภัณฑ์จากวิธีการทดลองกลุ่มที่ 3
 - LDHm4 คือ ผลิตภัณฑ์จากวิธีการทดลองกลุ่มที่ 4
 - LDHm5 คือ ผลิตภัณฑ์จากวิธีการทดลองกลุ่มที่ 5

หมายเหตุ H = heat, No St = not stir

กลุ่มที่ 1

การทดลองที่ 3. LDHm1-H : ผสมสารละลาย Mg^{2+} , Al^{3+} และมาโลเนต ปริมาตรรวม 20 mL ($Mg^{2+} : Al^{3+} : H^+ = 4 : 1 : 13$ mol) ปรับค่า pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 M จนมีค่าเท่ากับ 10 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 C เป็นเวลา 4.15 ชั่วโมง โดยกวนเป็นครั้งคราวด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้า

การทดลองที่ 4. LDHm1 : ทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3 โดยไม่มีการให้ความร้อนระหว่างสังเคราะห์

กลุ่มที่ 2

การทดลองที่ 5. LDHm2-H : ผสมสารละลาย Mg^{2+} และ Al^{3+} ปริมาตรรวม 20 mL ($Mg^{2+} : Al^{3+} = 3 : 1$ mol) ปรับค่า pH ด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 M จนมีค่าเท่ากับ 10 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $90^{\circ}C$ เป็นเวลา 3.50 ชั่วโมง โดยกวนเป็นครั้งคราวด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก ใส่มาโดนเต 2 mol ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้า

การทดลองที่ 6. LDHm2 : ทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 5 โดยไม่มีการให้ความร้อนระหว่างสังเคราะห์

การทดลองที่ 7. LDHm2-No St : ทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 5 โดยไม่มีการให้ความร้อนและไม่กวนสารละลายระหว่างสังเคราะห์

กลุ่มที่ 3

การทดลองที่ 8. LDHm3-H : เตรียมสารละลายสองชุดได้แก่ A และ B ดังนี้

A : ผสมสารละลาย Mg^{2+} และ Al^{3+} ปริมาตรรวม 40 mL ($Mg^{2+} : Al^{3+} = 2 : 1$ mol)

B : ผสมสารละลายมาโดนเตและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตรรวม 70 mL ($H^+ : OH^- = 1 : 8.1$ mol)

จากนั้นค่อย ๆ หยดสารละลาย A ลงใน B กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กจนสารละลายขึ้น ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$ เป็นเวลา 3.30 ชั่วโมง ทิ้งไว้ข้ามคืน จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยเดซิเคเตอร์

การทดลองที่ 9. LDHm3 : ทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 8 โดยไม่มีการให้ความร้อนระหว่างสังเคราะห์

กลุ่มที่ 4

การทดลองที่ 10. LDHm4 : เตรียมสารละลายสองชุดได้แก่ A และ B ดังนี้

A : ผสมสารละลาย Mg^{2+} และ Al^{3+} ปริมาตรรวม 40 mL

B : ผสมสารละลายมาโดนเตและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตรรวม 50 mL

($Mg^{2+} : Al^{3+} : H^+ : OH^- = 6 : 2 : 1 : 16$ mol)

จากนั้นกวน B ด้วยเครื่องส่งคลื่นความถี่สูง 2 นาที หยด A ลงไประหว่างที่กวน B เป็นเวลา 10 นาที วัดค่า pH = 10 กวนข้ามคืน จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้า

กลุ่มที่ 5

การทดลองที่ 11. LDHm5 : เตรียมสารละลายสองชุดได้แก่ A และ B ดังนี้

A : ผสมสารละลาย Mg^{2+} และ Al^{3+} ปริมาตรรวม 40 mL

B : ผสมสารละลายมาโลเนตและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตรรวม 50 mL

($Mg^{2+} : Al^{3+} : H^+ : OH^- = 6 : 2 : 1 : 16 \text{ mol}$)

จากนั้นกวน B ด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก 2 นาที หยด A ลงไปเป็นเวลา 40 นาที ปรับค่า pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 M จนมีค่าเท่ากับ 10 กวนข้ามคืน จากนั้นกรองผลึก ล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารละลายเป็นกลางและทำให้แห้งด้วยตู้อบไฟฟ้า

3.4 การวิเคราะห์ข้อมูลด้วย Powder X-ray Diffractometer

ใช้ PXRD เพื่อยืนยันเอกลักษณ์ LDH ที่สังเคราะห์ได้ โดยสภาวะการทดลองมีแหล่งกำเนิดคือ $CuK - \alpha$ (40 kV, 30 mA), Scan rate = $5^\circ / \text{min}$ และ $2\theta = 5 - 70^\circ$

3.5 การวิเคราะห์ข้อมูลด้วย Thermogravimetric Analysis

ใช้หาปริมาณมาโลเนตใน LDH ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ระบบ Nitrogen gas ซึ่งมีอัตราการไหล $20 \text{ mL} / \text{min}$, $50-580^\circ \text{C}$, Rate = $10^\circ \text{C} / \text{min}$

3.6 การวิเคราะห์ข้อมูลด้วย Infrared Spectrometer

ใช้พิสูจน์ทราบไอออนมาโลเนตใน LDH ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ KBr transmission mode

3.7 การศึกษาสมบัติการดูดซับโครเมตแบบแบทช์

3.7.1 การสร้าง Calibration Curve

เตรียม Stock Solution ที่มีความเข้มข้นของโพแทสเซียมไดโครเมต 60 ppm โดยชั่งสารโพแทสเซียมไดโครเมตมา 0.003 g ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ปิเปตสารจาก Stock Solution ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 mL 5 ขวด ๆ ละ 1, 2, 3, 4 และ 5 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ซึ่งจะได้ความเข้มข้นของโครเมตเท่ากับ 2.11, 4.23, 6.35, 8.47 และ 10.59 ppm ตามลำดับ สุดท้ายนำไปตรวจวัดด้วย UV-VIS Spectrophotometer เพื่อนำผลไปสร้าง Calibration Curve

3.7.2 การศึกษาการดูดซับโครเมตด้วย LDH ที่สังเคราะห์

เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตที่มีความเข้มข้นโครเมตเท่ากับ 99 ppm ซึ่งเตรียมโดยชั่งโพแทสเซียมไดโครเมตมา 0.0703 g ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ปรับค่า pH ด้วยกรดไนตริก 1 M จนมีค่าเท่ากับ 2.52 ใส่สารละลายลงในขวดพลาสติกที่มีฝาปิดขวดละ 10 mL ที่บรรจุ LDH อยู่ 0.0200 g จำนวน 24 ขวด (LDH ที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองที่ 2, 10 และ 11 อย่างละ 8 ขวด) เขย่าเป็นเวลา 30, 60, 90 และ 120 นาที โดยทำซ้ำเวลาละ 2 แบทช์ นำมากรอง วัดค่า pH ตรวจวัดปริมาณโครเมตที่ดูดซับได้ด้วย UV-VIS Spectrophotometer

3.7.3 สูตรคำนวณความสามารถในการดูดซับ (Adsorption Capacity)

$$\text{ความสามารถในการดูดซับโครเมียม} = \left(\frac{\text{ปริมาณโครเมียมที่ถูกดูดซับ}}{\text{น้ำหนักของแอลดีเอช}} \right) = \left(\frac{A - B}{1000 \times C} \times V \right)$$

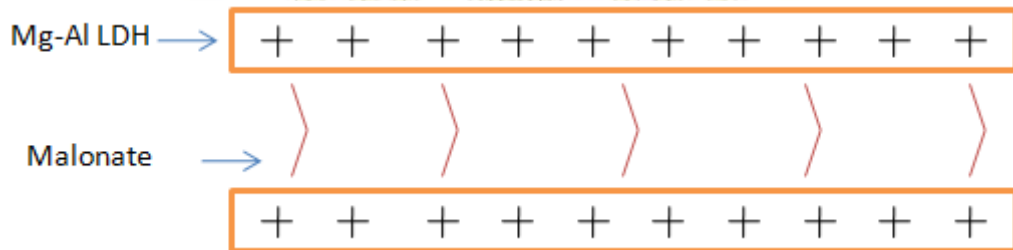
- เมื่อ
- A คือ ความเข้มข้นของโครเมียมเริ่มต้น (ppm)
 - B คือ ความเข้มข้นของโครเมียมหลังถูกดูดซับ (ppm)
 - C คือ น้ำหนักของ LDH (g)
 - V คือ ปริมาตรสารละลายโครเมต (mL)

บทที่ 4

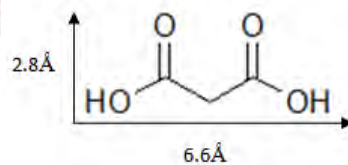
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 แบบจำลองแมกนีเซียมอะลูมิเนียมแอลดีเอช (Mg-Al LDH) ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนต

ในงานวิจัยนี้ต้องการสอดแทรกมาโลเนตเข้าไปในระหว่างชั้นของ Mg-Al LDH โดยมีแบบจำลองดังรูปที่ 3.3 แผ่นชั้นของ LDH มีความหนาประมาณ 4.8 Å^[19] ขนาดของมาโลเนตที่ได้จากการคำนวณด้วยโปรแกรม Hyperchem professional .Ink ดังรูปที่ 4.1 แสดงขนาดมาโลเนตในแนวนอนมีค่าประมาณ 2.8 Å และในแนวตั้งมีค่าประมาณ 6.6 Å



รูปที่ 3.3 แบบจำลอง Mg-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนต

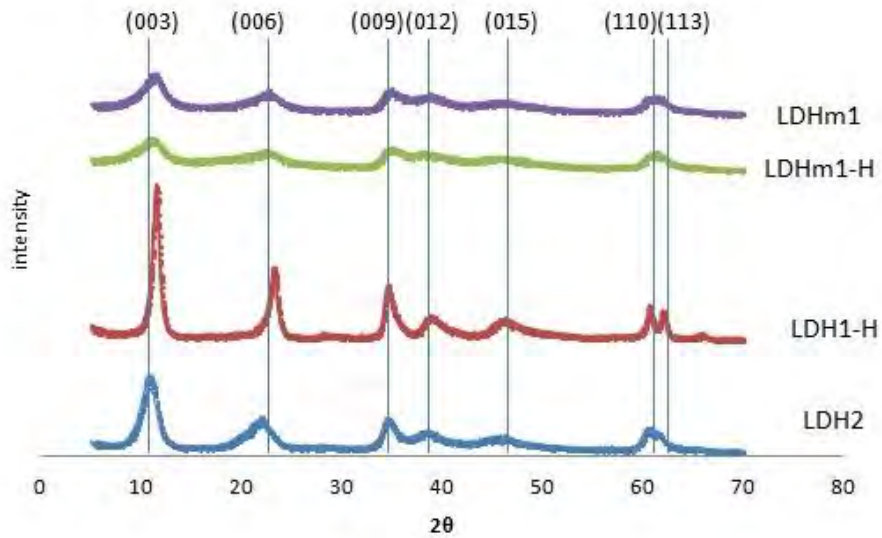


รูปที่ 4.1 ขนาดของมาโลเนตที่ได้จากการคำนวณด้วยโปรแกรม Hyperchem professional .Ink

4.2 การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์ LDH

ในการทดลองสังเคราะห์ Mg-AI LDH ที่สอดแทรกด้วยมาไลเนตโดยเทคนิคการตกตะกอนร่วม ซึ่งแบ่งวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน 5 กลุ่มการทดลอง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงของแข็งสีขาว แล้วนำไปตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค IR และ PXRD

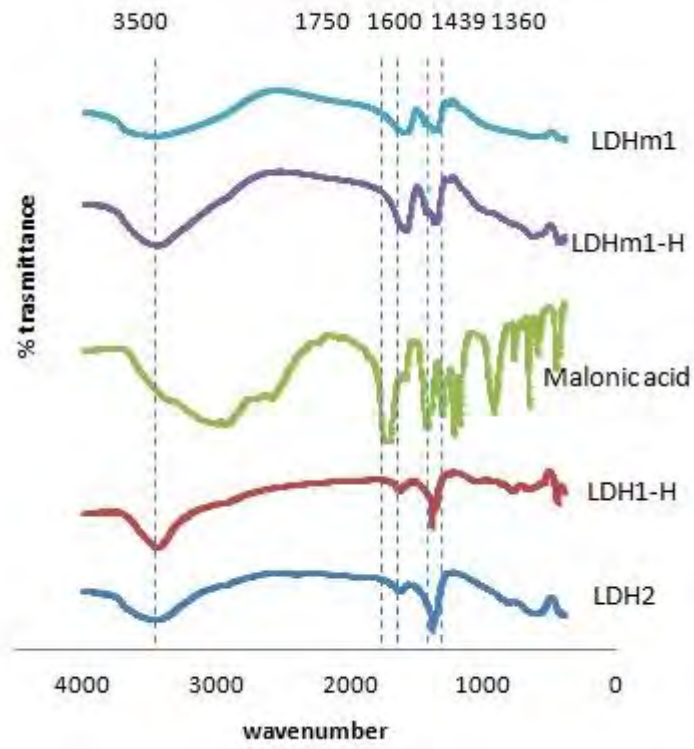
- แพทเทิร์น PXRD และสเปกตรัม IR ของการสังเคราะห์ LDH กลุ่มที่ 1 โดยผสมมาไลเนตก่อนการเกิดโครงสร้าง LDH



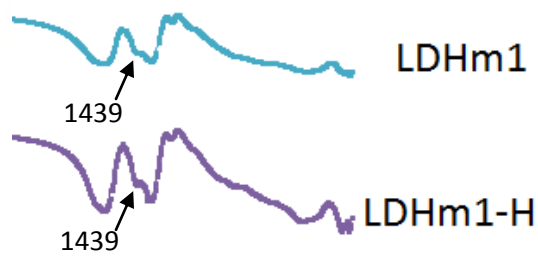
รูปที่ 4.2.1 แพทเทิร์น PXRD ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1

ตาราง 4.2.1 d-spacing ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1

LDH ที่สังเคราะห์	d-spacing 003 (Å)
LDH2	8.2448
LDH1-H	7.7149
LDHm1-H	7.9774
LDHm1	7.9081



รูปที่ 4.2.2 สเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1



รูปที่ 4.2.3 ภาพขยายสเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDHm1 และ LDHm1-H

ตาราง 4.2.2 เลขคลื่นและสัญญาณ IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 1

ชื่อ	เลขคลื่น (cm ⁻¹)	สัญญาณ
LDH2	3444	OH
LDH1-H	1622	
	1377	
	550	
Malonic acid	2500-3600	OH (carboxylic group)
	1750	C=O
LDHm1-H	3500	OH
LDHm1	1600	C=O—Metal, OH
	1360	NO ₃

สัญญาณ IR อ้างอิงจาก ^{[20], [21]}

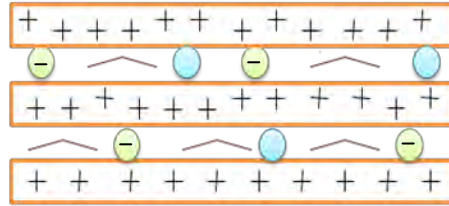
เมื่อพิจารณาแพทเทิร์น PXRD จากแหล่งอ้างอิง ^[22] พบว่าโครงสร้าง LDH จะมีเอกลักษณ์ดังนี้ มีพีค (003) เป็นพีคแรกมีความเข้มสูงที่สุด และมีพีค (006), (009), (012), (015), (110), (113) ตามลำดับซึ่งจากแพทเทิร์น PXRD การทดลองสังเคราะห์ Mg-Al LDH ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทั้งแบบที่ให้ความร้อนและไม่ให้ความร้อน ต่างก็ได้โครงสร้าง LDH ตรงกับแหล่งอ้างอิง โดยในการทดลองที่ให้ความร้อนจะมีความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค PXRD น้อยกว่าการทดลองที่ไม่ให้ความร้อน แสดงถึงขนาดผลึกที่ใหญ่กว่ามีความเป็นผลึกสูงกว่า ตามสมการเชอร์เรอร์ (Scherer's equation) ที่ความสัมพันธ์ของความกว้างพีคเป็นสัดส่วนผกผันกับขนาดของผลึก โดยอาจอธิบายได้ว่าการทดลองที่ให้ความร้อนระหว่างการเกิด LDH ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์มีความเป็นผลึกสูงกว่าการทดลองที่ไม่ให้ความร้อน เนื่องจากเมื่อให้ความร้อนระหว่างการตกผลึก LDH จะค่อย ๆ ตกผลึกอย่างช้า ๆ มีปริมาณนิวเคลียสในสารละลายต่ำและมีการเติบโตของผลึกอย่างเป็นระเบียบ แต่ในทางกลับกันการทดลองที่ไม่ให้ความร้อน LDH จะตกผลึกอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิห้อง

LDHm1-H และ LDHm1 เป็น LDH ที่ผ่านการทดลองกลุ่มที่ 1 คือ ผสมมาโลเนตก่อนการเกิดโครงสร้าง LDH จากข้อมูลขนาดผลึกที่วัดจากความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค PXRD ของ LDHm1-H และ LDHm1 พบว่าผลึกมีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็ก มีความเป็นผลึกต่ำ สาเหตุที่ LDHm1-H และ LDHm1 มีความเป็นผลึกต่ำเนื่องจากผสมมาโลเนตลงไปก่อนการเกิดโครงสร้าง LDH ส่งผลให้มาโลเนตที่มีลักษณะโครงสร้างยาวและเกาะเกาะกว่าในเทรตไปขัดขวางการก่อตัวเป็นผลึกของ LDH โดย LDHm1-H มีความเป็นผลึกสูงกว่า LDHm1 เนื่องจาก LDHm1-H เป็นการทดลองที่ให้ความร้อนระหว่างการสังเคราะห์ นอกจากนี้ข้อมูลจากแพทเทิร์น PXRD ของ LDHm1-H และ LDHm1 พบว่ามีค่า d-spacing 7.9774, 7.9081 Å ตามลำดับซึ่งเมื่อเทียบกับ LDH1-H และ LDH2 ที่มีค่า d-spacing 8.2448, 7.7149 Å ตามลำดับ จะเห็นว่าค่า d-spacing แตกต่างกันน้อยมากหากเทียบกับขนาดของกรตมาโลนิค (6.6×2.8 Å) ที่คาดหวังว่าจะเข้าไปแทรกระหว่างชั้น LDH จากข้อมูลดังกล่าวจึงสันนิษฐานได้ว่ามาโลเนตไม่เข้าเกาะที่ระหว่งชั้นโครงสร้างของ LDH หรือเข้าเกาะในลักษณะแบนราบไปกับระนาบผลึก

แต่อย่างไรก็ตามข้อมูลจากสเปกตรัม IR พบว่า LDHm1-H และ LDHm1 ปรากฏพีคบริเวณ 1600 cm^{-1} ซึ่งเดิมเป็นสัญญาณของหมู่ไฮดรอกซิลใน LDH1-H และ LDH2 มีความเข้มของสัญญาณสูงขึ้นมา แสดงให้เห็นว่ามีหมู่ $\text{C}=\text{O}$ อยู่ในโมเลกุล โดยปกติพีค $\text{C}=\text{O}$ จะขึ้นที่เลขคลื่น 1750 cm^{-1} แต่ในกรณีนี้พีค $\text{C}=\text{O}$ เลื่อนจาก 1750 cm^{-1} มาในบริเวณที่เลขคลื่นต่ำกว่า จากงานวิจัยของ Xu และคณะ^[20] ทำการสังเคราะห์ LDH ที่สอดแทรกด้วยอะซิเตท พบว่าพีคอะซิเตทเลื่อนจาก 1750 เป็น $1595\text{-}1600 \text{ cm}^{-1}$ การเลื่อนของพีคในลักษณะนี้เกิดขึ้นจากการที่มาโลเนตเกาะกับบริเวณที่เป็นประจุบวกในโครงสร้าง LDH ทำให้มีการดึงดูดอิเล็กตรอนจาก $\text{C}=\text{O}$ มาที่บริเวณพันธะระหว่าง LDH ทำให้พันธะ $\text{C}=\text{O}$ อ่อนลงจากเดิม นอกจากนี้ LDHm1-H และ LDHm1 มีพีคปรากฏที่บริเวณเลขคลื่น 1439 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคที่ปรากฏบนสเปกตรัมของมาโลเนตแต่ไม่ปรากฏใน LDH1-H และ LDH2 (LDH ที่ไม่มีมาโลเนตสอดแทรก) จึงสรุปได้ว่ามีการสร้างพันธะระหว่าง LDH กับมาโลเนต

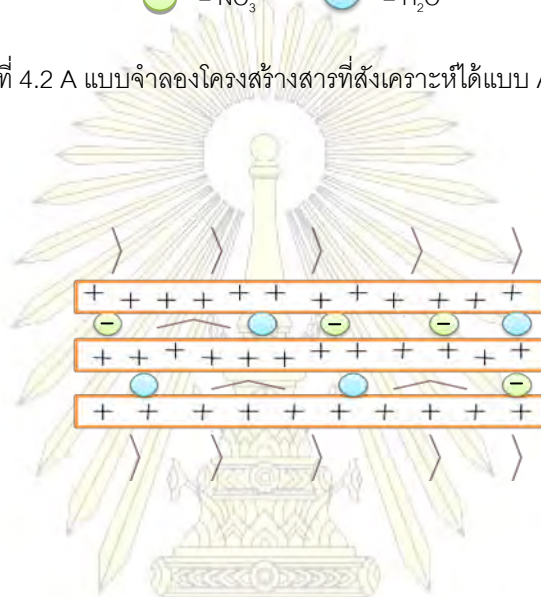
เมื่อเปรียบเทียบปริมาณมาโลเนตระหว่าง LDHm1-H และ LDHm1 พบว่า LDHm1 มีความเข้มของสัญญาณมาโลเนตสูงกว่า LDHm1-H พิจารณาประกอบกับขนาดผลึกของผลึกมีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็กจะมีปริมาณมาโลเนตที่เกาะบนผิว LDH มาก เพราะลักษณะสารที่เป็นผลึกขนาดเล็กมีความเป็นผลึกต่ำจะมีพื้นที่ผิวมาก ทำให้เกิดการเข้าเกาะของมาโลเนต ดังนั้น LDHm1 ที่มีความเป็นผลึกต่ำกว่า LDHm1-H จึงมีมาโลเนตเข้าเกาะบนผิว LDH มากกว่า

จากข้อมูล PXRD และ IR พบว่าโครงสร้างของ LDHm1-H และ LDHm1 เป็นไปได้สามกรณี คือ LDH ที่ลักษณะความเป็นผลึกต่ำมีมาโลเนตเกาะอยู่ด้านในลักษณะแบนราบไปกับระนาบผลึก ดังรูปที่ 4.2 A LDH ที่ลักษณะความเป็นผลึกต่ำมีมาโลเนตส่วนมากเกาะอยู่บนผิวด้านนอก ดังรูปที่ 4.2 B LDH ที่ลักษณะความเป็นผลึกต่ำมีมาโลเนตเกาะอยู่บนผิวด้านนอกเท่านั้น ดังรูปที่ 4.2 C

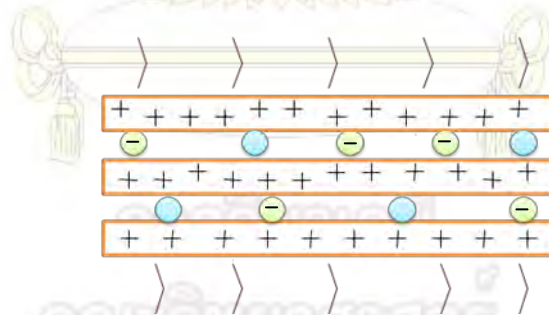


⊖ = NO₃⁻ ⊕ = H₂O

รูปที่ 4.2 A แบบจำลองโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้แบบ A



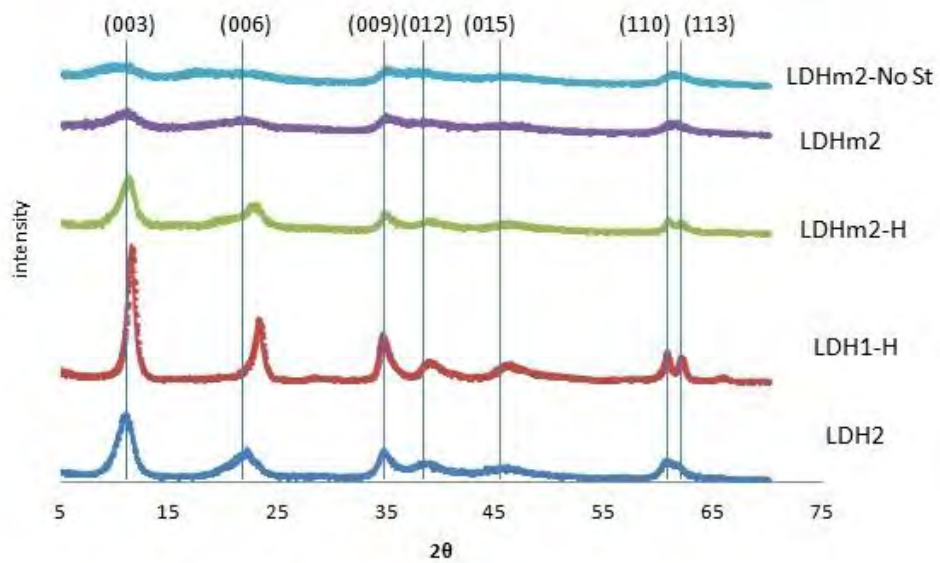
รูปที่ 4.2 B แบบจำลองโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้แบบ B



รูปที่ 4.2 C แบบจำลองโครงสร้างสารที่สังเคราะห์ได้แบบ C

คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

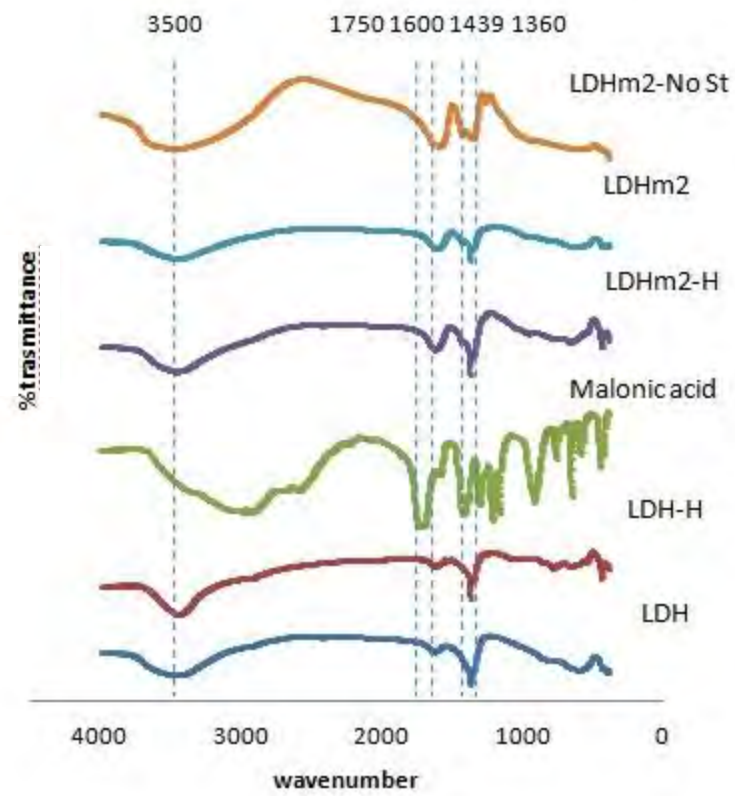
• แพทเทิร์น PXRD และสเปกตรัม IR ของการสังเคราะห์ LDH กลุ่มที่ 2 ผสมมาโลเนตหลังจากการเกิดโครงสร้าง LDH



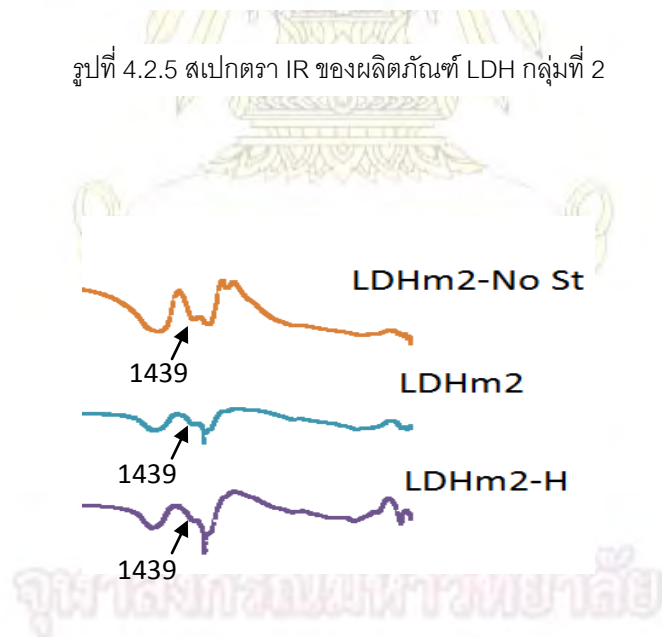
รูปที่ 4.2.4 แพทเทิร์น PXRD ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2

ตาราง 4.2.3 d-spacing ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2

LDH ที่สังเคราะห์	d-spacing 003 (Å)
LDH2	8.2448
LDH1-H	7.7149
LDHm2-H	7.9507
LDHm2	8.0908
LDHm2-No St	8.9757



รูปที่ 4.2.5 สเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2



รูปที่ 4.2.6 ภาพขยายสเปกตรัม IR ของผลิตภัณฑ์ LDHm2 LDHm2-H และ LDHm2-No St

ตาราง 4.2.4 เลขคลื่นและสัญญาณ IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 2

ชื่อ	เลขคลื่น (cm ⁻¹)	สัญญาณ
LDHm2-H	3500	OH
LDHm2	1600	C=O—Metal, OH
LDHm2-No St	1360	NO ₃

LDHm2-H, LDHm2 และ LDHm2-No St เป็น LDH ที่ผ่านการทดลองกลุ่มที่ 2 คือ ผสมมาโลเนตหลังการเกิดโครงสร้าง LDH จากข้อมูลขนาดผลึกที่วัดจากความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค PXRD พบว่า LDHm2 และ LDHm2-No St มีขนาดผลึกที่เล็กกว่า LDHm2-H เนื่องจากผลกระทบของการใช้ความร้อนเช่นเดียวกับผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 1 และจากแพทเทิร์น PXRD พบว่า LDHm2-H, LDHm2 และ LDHm2-No St มีค่า d-spacing 7.9507, 8.0908, 8.9757 Å ตามลำดับ ซึ่งเมื่อเทียบกับ LDH1-H และ LDH2 ที่มีค่า d-spacing 8.2448, 7.7149 Å ค่า d-spacing แตกต่างกันน้อยมากหากเทียบกับขนาดของกรดมอลินิก จึงสันนิษฐานได้ว่ามาโลเนตไม่เข้าเกาะที่ระหว่างชั้นโครงสร้างของ LDH หรือเข้าเกาะในลักษณะแบนราบไปกับระนาบผลึก เช่นเดียวกันกับผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 1

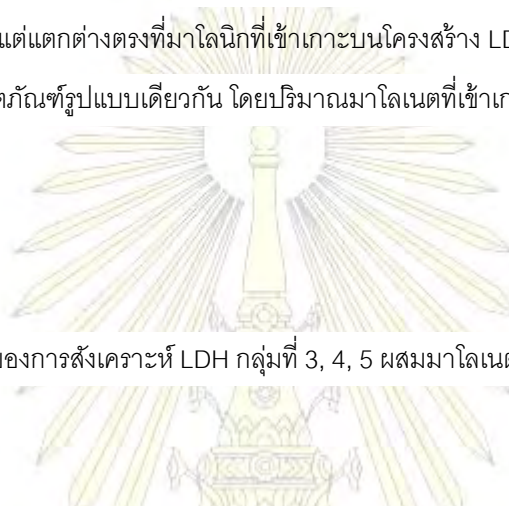
LDHm2-H, LDHm2 และ LDHm2-No St เป็น LDH ที่ผ่านการทดลองกลุ่มที่ 2 คือ ผสมมาโลเนตหลังจากเกิดโครงสร้าง LDH แล้ว จากข้อมูลสเปกตรัม IR พบว่า LDHm2-H และ LDHm2 ปรากฏพีคบริเวณ 1600 cm⁻¹ เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับ LDH1-H และ LDH2 นอกจากนี้ยังปรากฏพีคที่บริเวณเลขคลื่น 1439 cm⁻¹ ด้วยเช่นกัน จึงสรุปได้ว่ามีมาโลเนตเข้าเกาะกับแผ่นโครงสร้าง LDH เช่นเดียวกับการทดลองกลุ่มที่ 1 แต่มาโลเนตที่เข้าเกาะในโครงสร้าง LDHm2-H และ LDHm2 นั้นมีปริมาณน้อยกว่า LDHm1-H และ LDHm1 เนื่องจากเหตุผลสองประการ

ประการแรก คือ ขนาดผลึกที่วัดจากความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค PXRD จากผลการทดลองผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 2 มีผลึกขนาดใหญ่กว่า LDH จึงเกาะกันเป็นระเบียบมากกว่าผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 1 ทำให้ผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 2 มีพื้นที่ผิวภายนอกที่มาโลเนตจะเข้าเกาะน้อยกว่า สาเหตุที่ผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 2 มีผลึกขนาดใหญ่กว่าเพราะ LDH ก่อตัวก่อนผสมมาโลเนต LDH จึงสามารถก่อตัวได้โดยไม่มีความเกาะของโครงสร้างกรดมอลินิกมารบกวน

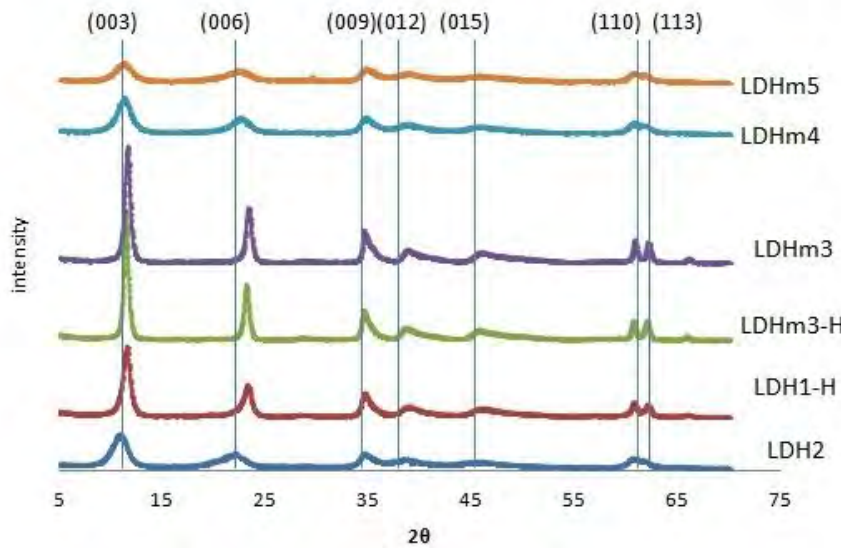
ประการที่สอง คือ การเข้าเกาะของมาโลเนตบนโครงสร้าง LDH จากผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 2 เป็นไปได้ยากกว่า เนื่องจากการทดลองกลุ่มที่ 2 ผสมมาโลเนตหลังจากการเกิดโครงสร้าง LDH แล้ว มาโลเนตจึงต้องผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนแอนไอออนกับไนเตรตที่เกาะอยู่บนผิวประจุบวกของ LDH อยู่ก่อน ซึ่งแตกต่างกับการทดลองกลุ่มที่ 1 ที่มีมาโลเนตในสารละลายอยู่ก่อนแล้ว

เมื่อพิจารณาปริมาณมาโดนตเข้าเกาะบนผิว LDHm2 และ LDHm2-H พบว่ามาโดนตเข้าเกาะบนผิว LDHm2 มากกว่า LDHm2-H เนื่องจาก LDHm2 มีความเป็นผลึกต่ำกว่า LDHm2-H จึงทำให้ LDHm2 มีพื้นที่ผิวที่เอื้อต่อการเกาะบนผิวมากกว่า ในกรณีของ LDHm2-No St ได้ผล PXRD เช่นเดียวกับ LDHm2 แต่สเปกตรัม IR ของ LDHm2-No St ที่บริเวณ 1600 cm^{-1} มีความเข้มของสัญญาณมากกว่า LDHm2 แสดงให้เห็นว่ามีปริมาณมาโดนตมาเกาะในโครงสร้างมากกว่า เนื่องจากระหว่างการสังเคราะห์ไม่มีการกวนสารละลาย ทำให้มาโดนตที่ใส่เข้าไปสามารถเข้าเกาะบนผิว LDH โดยปราศจากการรบกวน

จากข้อมูล PXRD และ IR พบว่าโครงสร้างของ LDHm2-H และ LDHm2 เป็นไปได้สามกรณี คือ รูปที่ 4.2 A, 4.2 B และ 4.2 C เช่นเดียวกับผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 1 แต่แตกต่างตรงที่มาโดนตที่เข้าเกาะบนโครงสร้าง LDH มีปริมาณน้อยกว่าผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 1 และในกรณี LDHm2-No St ก็ได้ผลิตภัณฑ์รูปแบบเดียวกัน โดยปริมาณมาโดนตที่เข้าเกาะใกล้เคียงกับผลิตภัณฑ์กลุ่มที่ 1



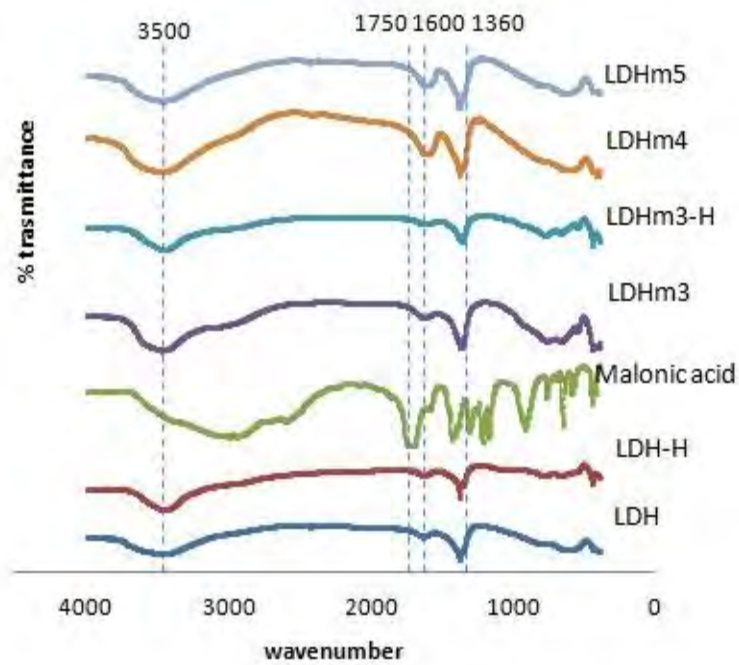
• แพทเทิร์น PXRD และสเปกตรัม IR ของการสังเคราะห์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5 ผสมมาโดนตพร้อมกับการเกิดโครงสร้าง LDH



รูปที่ 4.2.7 แพทเทิร์น PXRD ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5

ตาราง 4.2.5 d-spacing ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5

LDH ที่สังเคราะห์	d-spacing 003 (Å)
LDH2	8.2448
LDH1-H	7.7149
LDHm3-H	7.7415
LDHm3	7.6356
LDHm4	7.8999
LDHm5	7.8936



รูปที่ 4.2.8 สเปกตรัม IR ของผลึกภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5

ตาราง 4.2.6 เลขคลื่นและสัญญาณ IR ของผลิตภัณฑ์ LDH กลุ่มที่ 3, 4, 5

ชื่อ	เลขคลื่น (cm ⁻¹)	สัญญาณ
LDHm3-H	3500	OH
LDHm3	1600	C=O—Metal, OH
LDHm4	1360	NO ₃
LDHm5		

LDHm3-H, LDHm3, LDHm4 และ LDHm5 เป็น LDH ที่ผ่านการทดลองกลุ่มที่ 3 คือ ผสมมาโลเนตพร้อมกับการเกิดโครงสร้าง LDH จากข้อมูลความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค PXRD ของ LDHm3-H และ LDHm3 แสดงถึงผลึกที่มีขนาดใหญ่ มีความเป็นผลึกสูง เนื่องจาก LDHm3-H และ LDHm3 ผ่านการทดลองที่ค่อย ๆ หยดสารละลายกรดมาโลนิคผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงบนสารละลายแมกนีเซียมไนเทรตผสมกับอะลูมิเนียมไนเทรต โดยระหว่างผสมไม่มีการกวนสารละลาย การสังเคราะห์ในลักษณะนี้จะก่อให้เกิดนิวเคลียสของผลึกต่ำ ทำให้ลักษณะผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความเป็นผลึกสูง จากข้อมูล PXRD ของ LDHm3-H และ LDHm3 พบว่ามีค่า d-spacing 7.7415, 7.6356 Å ตามลำดับ ซึ่งเมื่อเทียบกับ LDH1-H และ LDH2 ที่มีค่า d-spacing 8.2448, 7.7149 Å ค่า d-spacing แตกต่างกันน้อยมาก เช่นเดียวกับการทดลองที่กลุ่มที่ 1 และ 2

ข้อมูลจากสเปกตรัม IR พบว่า LDHm3-H และ LDHm3 ไม่มีพีคที่บ่งบอกว่ามีหมู่ C=O ในโครงสร้าง จึงสรุปได้ว่า LDHm3-H และ LDHm3 ไม่มีมาโลเนตเกาะอยู่บนโครงสร้าง LDH เนื่องจากผลิตภัณฑ์มีความเป็นผลึกสูงจึงมีพื้นที่ผิววน้อย ซึ่งพื้นที่ผิวบริเวณนั้นอาจถูกแอนไอออนชนิดอื่นในระบบแย่งจับ เช่น คาร์บอเนต คลอไรด์ ไนเทรต เป็นต้น จึงทำให้มาโลเนตไม่สามารถเข้าเกาะที่ผลิตภัณฑ์ LDHm3-H และ LDHm3 ได้

ในกรณีของ LDHm4 และ LDHm5 ข้อมูลความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค PXRD ยืนยันว่า LDHm4 มีความเป็นผลึกต่ำกว่า LDHm5 เนื่องจากผ่านการทดลองที่กวนสารละลายด้วยการใช้เครื่องส่งคลื่นความถี่สูงและเครื่องกวนแม่เหล็ก ตามลำดับ การกระตุ้นด้วยเครื่องมือทั้งสองจุดประสงค์หลักเพื่อกระตุ้นมาโลเนตให้เข้าสอดแทรกระหว่างชั้น LDH แต่การกวนด้วยวิธีดังกล่าวส่งผลต่อการความเป็นผลึกของผลิตภัณฑ์โดยตรง เนื่องจากการกระตุ้นให้เกิดนิวเคลียสในระบบมากจึงทำให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นผลึกต่ำ ซึ่งจากผล PXRD พบว่า LDHm4 มีความเป็นผลึกต่ำกว่า เนื่องจากเครื่องส่งคลื่นความถี่สูงทำให้เกิดควาวิเทชัน คือ การที่แรงดันน้ำมีความดันต่ำกว่าแรงดันไอน้ำบริเวณนั้น จึงเกิดการขยายตัวจนเดือดกลายเป็นไอ

ทำให้เกิดโพรงที่เป็นสัญญาณภายในสารละลายและแตกตัวอย่างรวดเร็ว จึงได้ผลึกที่มีขนาดเล็กกว่ามีความเป็นผลึกต่ำกว่าผลึกที่ผ่านการกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก

นอกจากนี้ข้อมูลจาก PXRD ระบุว่า LDHm4 และ LDHm5 มีค่า d-spacing 7.8999, 7.8936 Å ตามลำดับ ซึ่งเมื่อเทียบกับ LDH1-H และ LDH2 ที่มีค่า d-spacing 8.2448, 7.7149 Å ค่า d-spacing แตกต่างกันน้อยมากเช่นเดียวกับการทดลองกลุ่มที่ 1 และ 2

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณมาโลเนตที่เข้าเกาะบนผิว LDH ระหว่าง LDHm5 กับ LDHm2-H และ LDHm2 ข้อมูลจากสเปกตรัม IR พบ C=O เกาะอยู่บนผิวผลึก LDHm5 ในปริมาณที่มากกว่า LDHm2-H และ LDHm2 เนื่องจาก LDHm5 ผ่านการทดลองที่มีมาโลเนตในสารละลายขณะการเกิดโครงสร้าง LDH จึงทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนในระบบและเกาะตัวที่พื้นผิวขณะเกิดโครงสร้าง LDH ได้เลย ซึ่งต่างจาก LDHm2-H และ LDHm2 ที่เติมมาโลเนตหลังจากเกิดโครงสร้าง LDH แล้วมาโลเนตจึงเข้าเกาะได้ยากกว่า เนื่องจากต้องแลกเปลี่ยนกับแอนไอออนในชั้นระหว่างแผ่น LDH ที่มีอยู่แต่เดิม แต่เมื่อเปรียบเทียบกับ LDHm1-H และ LDHm1 พบว่า LDHm5 มีปริมาณมาโลเนตที่เข้าเกาะน้อยกว่า เนื่องจากเหตุผลของการแลกเปลี่ยนไอออนเช่นกัน LDHm5 เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนโดยการเติมมาโลเนตเข้าไปในสารละลายขณะการเกิดของโครงสร้าง LDH ในกรณีของ LDHm1-H และ LDHm1 ก็เช่นเดียวกันแต่ต่างกันตรงที่มาโลเนตเข้าผสมเป็นเนื้อเดียวกับสารละลาย Mg และ Al ที่เป็นสารตั้งต้น LDH อยู่ก่อนแล้ว การเข้าเกาะจึงง่ายกว่าวิธีที่เติมลงไป

ข้อมูลจากสเปกตรัม IR ยืนยันว่ามาโลเนตเกาะที่โครงสร้างของ LDHm4 มีปริมาณมากกว่า LDHm5 เพราะผลึก LDHm4 มีความเป็นผลึกต่ำกว่า จึงมีพื้นที่ผิวภายนอกที่เอื้อต่อการเกาะตัวของมาโลเนตมากกว่า

จากข้อมูล PXRD และ IR พบว่าโครงสร้างของ LDHm4 และ LDHm5 เป็นไปได้สามกรณีเช่นเดียวกับผลึกกลุ่มที่ 1 และ 2 คือ รูปที่ 4.2 A, 4.2 B และ 4.2 C แต่แตกต่างตรงที่มาโลเนตที่เข้าเกาะบนโครงสร้าง LDH มีปริมาณน้อยกว่าผลึกกลุ่มที่ 1 แต่มากกว่ากลุ่มที่ 2

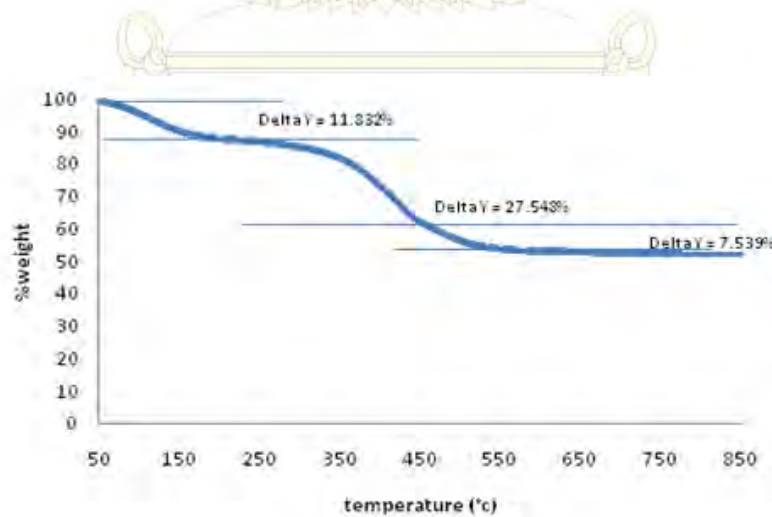
ตาราง 4.2.7 น้ำหนักที่สูญเสียไปจากการสลายตัวด้วยความร้อนของ LDHm4 และ LDHm5 เปรียบเทียบกับ LDH2

ชื่อ	ช่วงอุณหภูมิ (C)	% น้ำหนักที่สูญเสีย	ชนิดของสารที่สลายตัว
LDH2	50-200	11.832	H ₂ O
	200-650	35.087	OH
LDHm4	50-200	13.310	H ₂ O, Malonic acid
	200-650	33.355	OH
LDHm5	50-200	11.219	H ₂ O, Malonic acid
	200-650	36.984	OH

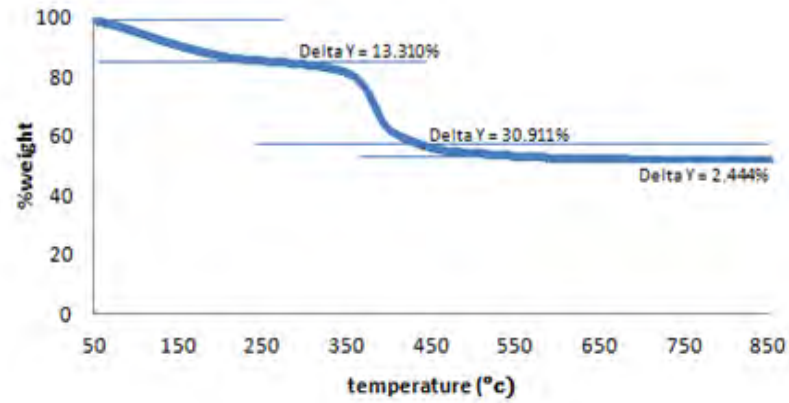
หมายเหตุ กรดมาโลนิคสลายตัวที่อุณหภูมิ 140 C อ้างอิงจาก ^[23]

ข้อมูลช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของสารชนิดต่าง ๆ ในโครงสร้าง LDH อ้างอิงจาก ^[21]

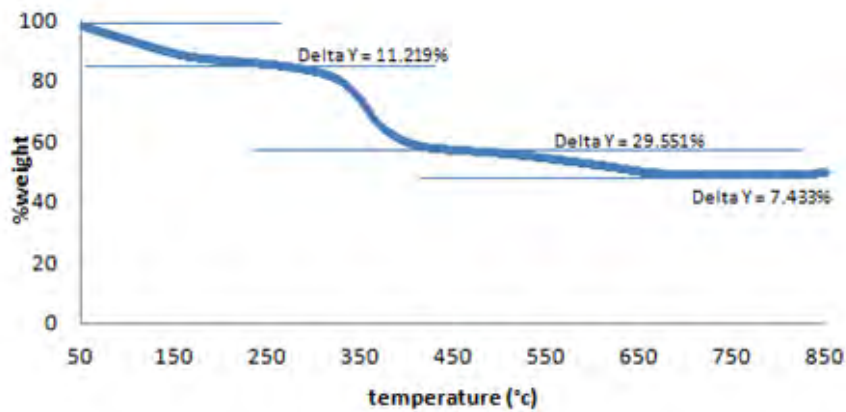
• เทอร์โมแกรม TGA ของผลิตภัณฑ์ LDHm4 และ LDHm5 เปรียบเทียบกับ LDH2



รูปที่ 4.2.9 เทอร์โมแกรม TGA ของ LDH2



รูปที่ 4.2.10 เทอร์โมแกรม TGA ของ LDHm4



รูปที่ 4.2.11 เทอร์โมแกรม TGA ของ LDHm5

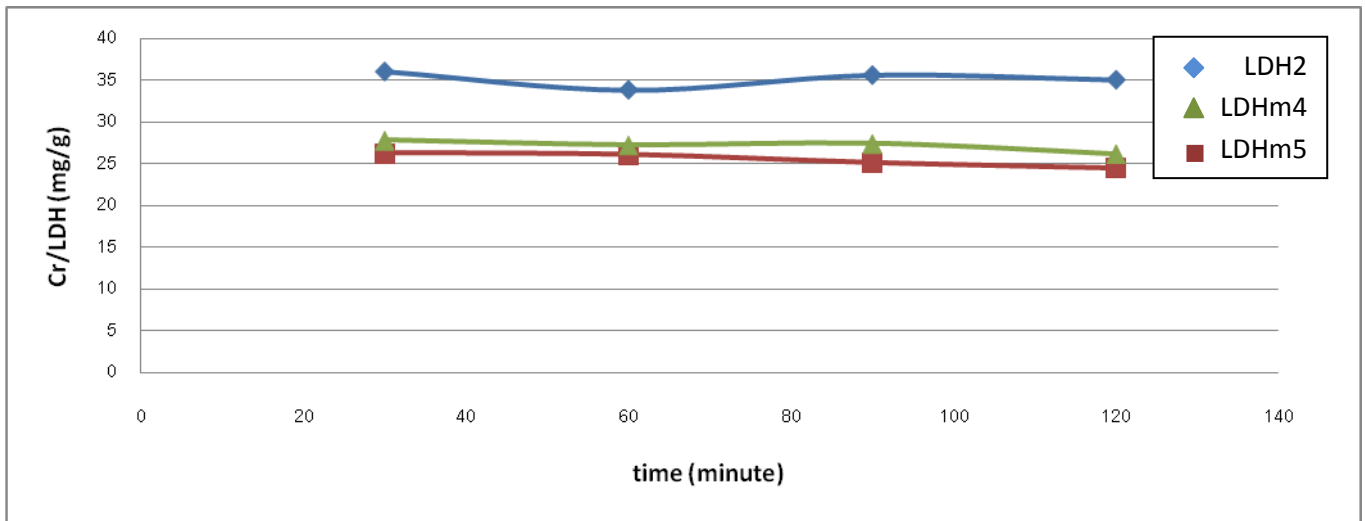
จากการวิเคราะห์เชิงน้ำหนักด้วยเทคนิค TGA ที่อุณหภูมิ 50-850 C พบว่า LDHm4 และ LDHm5 ที่อุณหภูมิ 50-200 C จะเกิดการสลายตัวของน้ำและมาโลเนต ซึ่งเมื่อเทียบกับ LDH2 แล้วพบว่าปริมาณเปอร์เซ็นต์การสูญเสียจากน้ำหนักทั้งหมดมีค่าใกล้เคียงกัน เป็นตัวยืนยันว่ามีมาโลเนตเข้าเกาะบน LDH ในปริมาณน้อยมาก จึงเป็นไปได้ว่ามาโลเนตเกาะบริเวณผิวภายนอกของ LDH เท่านั้น นอกจากนี้ข้อมูลจากสเปกตร้า IR พบว่ามาโลเนตที่เกาะบน LDHm4 มีปริมาณมากกว่า LDHm5 อย่างมีนัยสำคัญ สาเหตุเนื่องมาจาก LDHm4 เป็นผลึกขนาดเล็กมีความเป็นผลึกต่ำกว่า จึงทำให้มีพื้นที่ผิวภายนอกที่มาโลเนตสามารถเกาะได้มากกว่า LDHm5

จาก LDH ที่สังเคราะห์ทั้งหมดผู้ทดลองเลือก LDHm4 และ LDHm5 มาทดสอบความสามารถในการดูดซับโครเมต เนื่องจากข้อมูลสเปกตรัม IR และแพทเทิร์น PXRD ทำให้ทราบว่า LDHm4 และ LDHm5 มีปริมาณมาโดนเตเข้าเกาะบนผิว LDH ในปริมาณที่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ อีกทั้งผลึกมีขนาดเล็กก็มีความเป็นไปได้ที่จะเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีพื้นที่ผิวภายนอกในการดูดซับมาก

4.3 สมบัติการดูดซับโครเมตแบบแบทช์

ตาราง 4.3.1 ความสามารถในการดูดซับโครเมตของ LDH2 LDHm4 และ LDHm5

Capacity (mg/g)	Capacity LDH2	Capacity LDHm4	Capacity LDHm5
	(Cr/LDH) (mg/g)	(Cr/LDH) (mg/g)	(Cr/LDH) (mg/g)
Time (minute)			
30	36.10	27.93	26.38
60	33.94	27.36	26.19
90	35.68	27.54	25.26
120	35.13	26.31	24.62



Condition

pH = 2.5

$[K_2Cr_2O_4]_{int} = 100$ ppm

Dosage = 0.02 g / 10mL

รูปที่ 4.3.1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดซับโครเมียมกับเวลา

จากกราฟรูปที่ 4.3.1 เป็นการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดซับโครเมียมกับเวลา เมื่อเปรียบเทียบการเข้าถึงจุดสมดุลของ LDH สามชนิด คือ LDH2, LDHm4 และ LDHm5 โดยกำหนดสภาวะการทดลองดังนี้ pH ของสารละลายคือ 2.5^[24] ปริมาณ LDH ที่ใช้ต่อปริมาตรสารละลาย $K_2Cr_2O_4$ คือ 0.02 g / 10 mL และความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย $K_2Cr_2O_4$ คือ 100 ppm ซึ่งกราฟ 4.3.1 นั้นแสดงถึงปริมาณการดูดซับโครเมียม (mg Cr / g LDH) ของ LDH ในแกน Y เมื่อเวลาผ่านไป 30, 60, 90, 120 นาที ในแกน X แต่จากการทดลองพบว่าเส้นกราฟเป็นเส้นตรงทั้งสามเส้น แสดงว่าสารทั้งสามนั้นเข้าถึงสมดุลก่อน 30 นาที จึงไม่สามารถสรุปว่า LDH ที่สังเคราะห์และพัฒนาขึ้นนั้นมีความสามารถในการเข้าสู่จุดสมดุลเร็วกว่าจากกราฟสามารถคำนวณหาค่าความสามารถในการดูดซับโครเมียม ณ จุดสมดุลของ LDH2, LDHm4, LDHm5 ได้ 35.21, 27.29 และ 25.62 (mg Cr / g LDH) ตามลำดับ สรุปได้ว่า LDH2 มีความสามารถในการดูดซับโครเมียมสูงกว่า LDHm4 และ LDHm5 ตามลำดับ จากข้อมูลดังกล่าวจึงเป็นข้อยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีมาโลเนตเกาะอยู่ที่พื้นผิวด้านนอก มาโลเนตจึงเป็นตัวแย่งจับบนพื้นผิว LDH ทำให้พื้นที่ผิวภายนอกที่ใช้ดูดซับโครเมียมลดลงและถึงแม้ LDHm4 จะมีมาโลเนตเกาะอยู่บนพื้นที่ผิวมากกว่า LDHm5 แต่ LDHm4 มีความสามารถในการดูดซับโครเมียมได้ดีกว่า เนื่องจากลักษณะผลึกขนาดเล็กกว่ามีความเป็นผลึกต่ำกว่าจึงมีพื้นที่ผิวในการดูดซับมากกว่า

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

จากการวิจัยในครั้งนี้มีจุดมุ่งหมายในการสังเคราะห์ Mg-Al LDH ที่สอดแทรกด้วยมาโลเนตเพื่อเป็นตัวดูดซับโครเมตที่เข้าถึงจุดสมดุลเร็วขึ้น โดยสังเคราะห์ผ่านวิธีการตกตะกอนร่วมและออกแบบการสังเคราะห์ 5 กลุ่ม คือ

กลุ่มที่ 1 ผสมมาโลเนตก่อนการเกิดโครงสร้าง LDH

กลุ่มที่ 2 ผสมมาโลเนตหลังจากการเกิดโครงสร้าง LDH

กลุ่มที่ 3, 4 และ 5 ผสมมาโลเนตพร้อมกับการเกิดโครงสร้าง LDH

นอกจากนี้ในสามกลุ่มหลักจะแบ่งสภาวะในการทดลองที่แตกต่างกัน เพื่อให้ได้มาซึ่งผลิตภัณฑ์ที่คาดหวังไว้

จากผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของ LDH ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค IR, PXRD และ TGA

สรุปว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ทุกกลุ่มการทดลองมีมาโลเนตเกาะอยู่ที่ผิวด้านนอกของ LDH ยกเว้น LDHm3-H และ LDHm3

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณมาโลเนตที่เข้าเกาะที่ผิวด้านนอกเรียงจากมากไปน้อยพบว่า การทดลองกลุ่มที่ 1 > การทดลองกลุ่มที่ 4, 5 > การทดลองกลุ่มที่ 2

- ในสภาวะการทดลองที่ให้ความร้อนระหว่างการสังเคราะห์ LDH จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นผลึกสูงและมีปริมาณมาโลเนตเข้าเกาะที่ผิวด้านนอกของ LDH น้อยกว่าการทดลองที่ไม่ให้ความร้อน

- ในสภาวะการทดลองที่ไม่กวนสารละลายจะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีปริมาณมาโลเนตเข้าเกาะที่ผิวด้านนอกของ LDH มากกว่าการทดลองที่กวนสารละลาย ซึ่งเครื่องมือกวนสารละลายมีผลโดยตรงต่อลักษณะผลึกและการเข้าเกาะของมาโลเนตที่ผิวภายนอกของ LDH โดยการทดลองที่ใช้เครื่องส่งคลื่นความถี่สูงกวนสารละลาย จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นผลึกต่ำกว่าและมีมาโลเนตเข้าเกาะมากกว่าการทดลองที่ใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก

เมื่อพิจารณา LDH ที่สังเคราะห์ทั้งหมดผู้ทดลองเลือก LDHm4 และ LDHm5 มาทดสอบความสามารถในการดูดซับโครเมต เนื่องจากมีปริมาณมาโลเนตเข้าเกาะบนผิว LDH ในปริมาณที่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ อีกทั้งผลึกมีขนาดเล็กมีความเป็นผลึกต่ำจึงคาดว่าจะเป็ผลิตภัณฑ์ที่มีพื้นที่ผิวภายนอกในการดูดซับมาก

ผลการทดลองเปรียบเทียบการเข้าสู่จุดสมมูลของ LDH2, LDHm4, LDHm5 โดยมีขอบเขตเวลา 30, 60, 90, 120 นาที ได้ว่า LDH ทั้งหมดเข้าถึงจุดสมมูลก่อนเวลา 30 นาที จึงไม่สามารถสรุปได้จากการทดลองว่า LDH ตัวใดมีประสิทธิภาพในการถึงจุดสมมูลเร็วกว่าแต่จากการทดลองสามารถคำนวณหาค่าความสามารถในการดูดซับโครเมต ณ จุดสมมูลของ LDH2, LDHm4, LDHm5 ได้ 35.21, 27.29 และ 25.62 (mg Cr / g LDH) ตามลำดับ

งานวิจัยนี้สังเคราะห์ Mg-AI LDH ที่สอดแทรกด้วยมาไลเนตโดยแบ่งวิธีการสังเคราะห์เป็น 5 กลุ่ม ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า การให้ความร้อน ลำดับการผสมสาร เครื่องมือกระตุ้นการกวนสารมีผลต่อลักษณะโครงสร้างของผลิตภัณฑ์อย่างมีนัยสำคัญ ถึงแม้ในงานวิจัยนี้จะไม่สามารถสังเคราะห์ LDH (Mg-AI LDH) ที่สอดแทรกด้วยมาไลเนตที่คาดหวังได้สมบูรณ์ แต่อย่างไรก็ตาม ข้อมูลจากการทดลองที่ได้สามารถนำไปพัฒนาให้ LDH เป้าหมายเพื่อการพัฒนาทางด้านตัวดูดซับโครเมตต่อไป

ข้อเสนอแนะจากการทดลอง

1. เปลี่ยนชนิดของ LDH เป็นโลหะที่ประจุต่ำลง คือ Li-AI LDH เพื่อให้แผ่น LDH มีความหนาแน่นของประจุลดลง ซึ่งจะช่วยให้มาไลเนตมีความสามารถในการแลกเปลี่ยนกับไนเตรตมากขึ้น ซึ่งอาจเพิ่มโอกาสในการสอดแทรกของมาไลเนต
2. เพิ่มคลอไรด์เข้าไปเป็นแอนไอออนร่วมในระบบ เพื่อแย่งจับบนพื้นที่ผิวของ LDH เมื่อเกิดการแลกเปลี่ยนแอนไอออนในขั้นตอนการเติมมาไลเนต คลอไรด์จะสามารถแลกเปลี่ยนกับมาไลเนตได้ง่ายกว่าไฮดรอกไซด์และไนเตรต จึงมีความเป็นไปได้ว่าจะสามารถทำให้มาไลเนตเข้าสู่สอดแทรกระหว่างชั้น LDH เพิ่มขึ้น
3. ศึกษาปัจจัยด้านอื่น ๆ ที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ LDH ที่สอดแทรกด้วยมาไลเนต เช่น pH เวลาในการทำปฏิกิริยา เทคนิคในการสังเคราะห์ LDH เป็นต้น

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

- [1] Dayan, A.D.; Paine, A.J. Mechanisms of Chromium Toxicity, Carcinogenicity and Allergenicity : Review of the Literature from 1985 to 2000. *Hum. Exp. Toxicol.* **2001**, *20*, 439-451.
- [2] Leyva-Ramos, R.; Jacobo-Azuara, A.; Diaz-Flores, P.E.; Guerrero-Coronado, R.M.; Mendoza-Barron, J.; Berber-Mendoza, M.S. Adsorption of Chromium(VI) from an Aqueous Solution on a Surfactant-Modified Zeolite. *Colloid. Surface. A.* **2008**, *330*, 35-41.
- [3] Ramos, R.L.; Martinez, A.J.; Coronado, R.M.G. Adsorption of Chromium-(VI) from Aqueous-solutions on Activated Carbon. *Water. Sci. Technol.* **1994**, *30*, 191-197.
- [4] Bhatt, R.; Sreedhar, B.; Padmaja, P. Adsorption of chromium from aqueous solutions using crosslinked chitosan-diethylenetriaminepentaacetic acid. *Int. J. Biol. Macromol.* **2015**, *74*, 458-466.
- [5] Goswamee, R.L.; Sengupta, P.; Bhattacharyya, K.G.; Dutta, D.K. Adsorption of Cr(VI) in Layered Double Hydroxides. *Appl. Clay. Sci.* **1998**, *13*, 21-34.
- [6] Gago, S.; Pillinger, M.; Santos, T.M.; Goncalves, I.S. Zn-Al Layered Double Hydroxide Pillared by Different Dicarboxylate Anions. *Ceramics-Silykaty.* **2004**, *48*, 155-158.
- [7] Tzou, Y.M.; Wang, S.L.; Hsu, L.C.; Chang, R.R.; Lin, C. Deintercalation of Li/Al LDH and its Application to Recover Adsorbed Chromate from used Adsorbent. *Appl. Clay. Sci.* **2007**, *37*, 107-114.
- [8] Wang, D.; Costa, F.; Vyalikh, A.; Leuteritz, A.; Scheler, U.; Jehnichen, D.; Wagenknecht, U.; Haussler, L.; Heinrich, G. One-step Synthesis of Organic LDH and Its Comparison with Regeneration and Anion Exchange Method. *Chem. Mater.* **2009**, *21*, 4490-4497.
- [9] Hongo, T.; Wakasa, H.; Yamazaki, A. Synthesis and Adsorption Properties of Nanosized Mg-Al Layered Double Hydroxides with Cl^- , NO_3^- or SO_4^{2-} as Interlayer Anion. *Mater. Sci- Poland.* **2011**, *29*, 86-91.
- [10] Yongjun, F. Formation and Properties of Second-Stage Layered Double Hydroxide Materials. Ph.D. Dissertation, Universite blaise pascal, 2006.

- [11] อางหาญ ณ นรงค์. รายละเอียดของสาเหตุและความเสียหายจากการเกิดคาวิเทชั่น.
<http://www.thailandindustry.com/guru/view.php?id=8324§ion=9&count=Y> (accessed on April 13, 2015).
- [12] Adamson, A.W.; Gast, A.P. *Physical Chemistry of Surfaces*, 6th ed.; John Wiley & Sons: New York, 1997; pp 390-398.
- [13] Laidler, K.J. *Chemical Kinetics*, 3rd ed.; Harper & Row: New York, 1987; pp 230-236.
- [14] Whiston, C. *X-ray Methods*; John Wiley & Sons: Singapore, 1991; pp 45-132.
- [15] Skoog, D.A.; Holler, F.S.; Crouch, S.R. *Principles of Instrumental Analysis*, 6th ed.; Brooks/Cole: California, 2007; pp 430-449.
- [16] ธีรยุทธ วิไลวัลย์, วรวรรณ พันธมุนาวิน. อินฟราเรด สเปกโตรสโคปี.
www.chemistry.sc.chula.ac.th/course_info/2302275/ir265.pdf (accessed on March 14, 2015).
- [17] Skoog, D.A.; Holler, F.S.; Crouch, S.R. *Principles of Instrumental Analysis*, 6th ed.; Brooks/Cole: California, 2007; pp 893-897.
- [18] Skoog, D.A.; Holler, F.S.; Crouch, S.R. *Principles of Instrumental Analysis*, 6th ed.; Brooks/Cole: California, 2007; pp 336-348.
- [20] Xu, Z. P.; Braterman, P.S. Synthesis, structure and morphology of organic layered double hydroxide (LDH) hybrids: Comparison between aliphatic anions and their oxygenated analogs, *Appl. Clay. Sci.* **2010**, *48*, 235-242.
- [21] Extremera, R.; Pavlovic, I.; Perez, M.R.; Barriga, C. Removal of acid orange 10 by calcined Mg/Al layered double hydroxides from water and recovery of adsorbed dye, *Chem. Eng. J.* **2012**, *213*, 392-400.
- [22] Teixeira, T. P. F.; Aquino, S. F.; Pereira, S. I.; Dias, A. Use of calcined layered double hydroxides for the removal of color and organic matter from textile effluents: kinetic, equilibrium and recycling studies, *Braz. J. Chem. Eng.* **2013**, *31*, 19-26.
- [23] Material Safety Data Sheet. Malonic acid. http://avogadro.chem.iastate.edu/MSDS/malonic_acid.htm (accessed on February 24, 2015).

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวกุลิสรา บุตรพุดม เกิดวันที่ 2 พฤศจิกายน พ.ศ. 2535 จังหวัดกาฬสินธุ์ สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย สายสามัญ (แผนกวิทยาศาสตร์-คณิตศาสตร์) จากโรงเรียนสตรีวิทยา 2 จังหวัดกรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2553 เข้าศึกษา ต่อในระดับปริญญาตรี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2554 ที่อยู่ปัจจุบัน 567 ซอย 13 หมู่บ้านสินธร ถนนแฮปปี้แลนด์ แขวงคลองจั่น เขตบางกะปิ กรุงเทพมหานคร 10240

นางสาวเป็นปลื้ม เนตรพระฤทธิ เกิดวันที่ 3 ธันวาคม พ.ศ. 2535 จังหวัดนนทบุรี สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอน ปลาย สายสามัญ (แผนกวิทยาศาสตร์-คณิตศาสตร์) จากโรงเรียนอัมพรไพศาล จังหวัดนนทบุรี เมื่อปีการศึกษา 2553 เข้าศึกษา ต่อในระดับปริญญาตรี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2554 ที่อยู่ปัจจุบัน 2 หมู่ 3 ตำบลบ้านกระแซง อำเภอเมือง จังหวัดปทุมธานี 12000

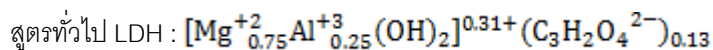


ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก

วิธีการคำนวณสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ LDH

วิธีการคำนวณ : ตัวอย่างจากการทดลองที่ 4 สังเคราะห์ LDHm4



กำหนดสังเคราะห์ LDH 1 กรัม ดังนั้น จำนวนโมลรวม = $\frac{1 \text{ mol}}{71.7445 \text{ g LDH}} \times 1 \text{ g LDH} = 0.0139 \text{ mol}$

1. จากอัตราส่วนโมลของแมกนีเซียม (Mg) จะต้องชั่ง $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$= 0.75 \times 0.0139 \text{ mol} \times \frac{256.41 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 2.6731 \text{ g}$$

2. จากอัตราส่วนโมลของอะลูมิเนียม (Al) จะต้องชั่ง $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

$$= 0.25 \times 0.0139 \text{ mol} \times \frac{375.13 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 1.3036 \text{ g}$$

3. จากอัตราส่วนโมลของไฮดรอกไซด์ (OH) จะต้องชั่ง NaOH

$$= 2 \times 0.0139 \text{ mol} \times \frac{40 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 1.1120 \text{ g}$$

4. จากอัตราส่วนโมลของมาโลเนต $\text{C}_3\text{H}_2\text{O}_4^{2-}$ จะต้องชั่ง $\text{C}_3\text{H}_2(\text{COOH})_2$

$$= 0.125 \times 0.0139 \text{ mol} \times \frac{104.06 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 0.1808 \text{ g}$$

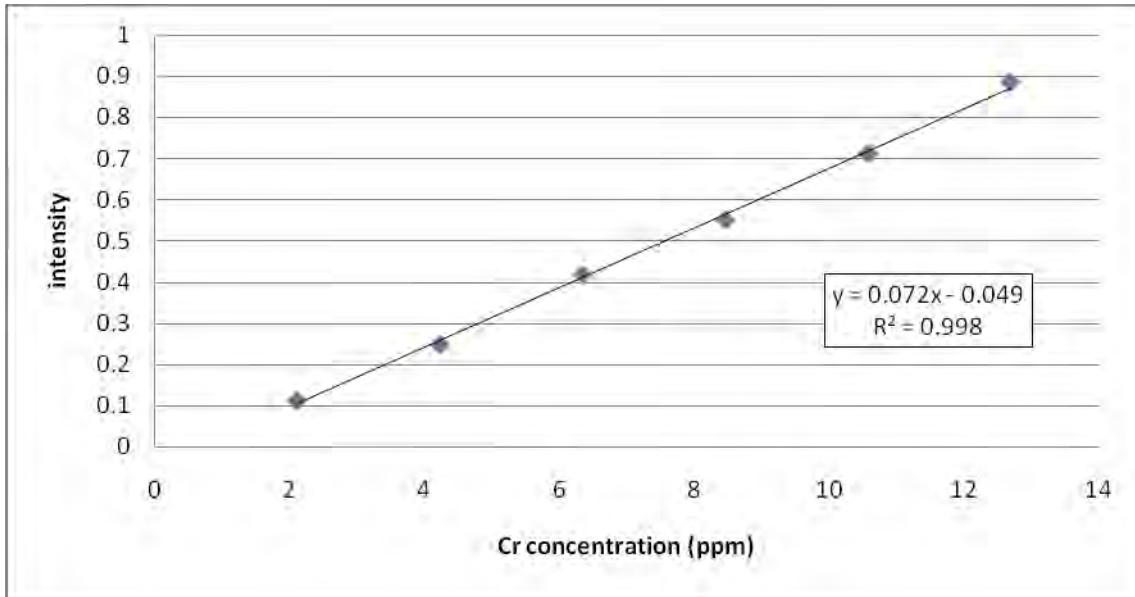
ตารางปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ LDHm4

สารเคมี	น้ำหนักที่คำนวณได้ (g)	น้ำหนักที่ชั่งได้ (g)
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.6731	2.6749
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	1.3036	1.3013
NaOH	1.1120	1.2661
$\text{C}_3\text{H}_2(\text{COOH})_2$	0.1808	0.1808

วัด pH ของสารละลายได้ pH = 10

ตัวอย่างการสร้าง Calibration Curve เพื่อเป็นกราฟวัดเทียบความเข้มข้นของโครเมตที่ถูกดูดซับด้วย LDH

Cr concentration (ppm)	intensity
2.11	0.1132
4.23	0.2486
6.35	0.4186
8.47	0.5517
10.59	0.7119
12.7	0.8853



กราฟ Calibration Curve ของโครเมียมที่มีสมการเป็น $y = 0.072x - 0.049$

ตาราง ความสามารถในการดูดซับโครเมต (mg / g) ของ LDH แต่ละชนิด ภายในเวลาการดูดซับ 30, 60, 90, 120 นาที

Type	No.	[V]tot (mL)	Weight LDH (g)	[Cr]int (ppm)	[Cr]fi (ppm)	[Cr]ad (ppm)	Capacity (mg Cr / g LDH)
LDH2 (30)	1	10	0.0200	87.4918	14.3171	73.1747	36.5873
LDH2 (30)	2	10	0.0199	87.4918	16.6089	70.8829	35.6196
LDH2 (60)	1	10	0.0209	87.4918	17.0719	70.4199	33.6937
LDH2 (60)	2	10	0.0202	87.4918	18.4534	69.0384	34.1774
LDH2 (90)	1	10	0.0198	87.4918	16.4103	71.0815	35.8998
LDH2 (90)	2	10	0.0198	87.4918	17.2822	70.2096	35.4594
LDH2 (120)	1	10	0.0199	87.4918	18.6123	68.8795	34.6128
LDH2 (120)	2	10	0.0200	87.4918	16.1863	71.3055	35.6528
LDHm4 (30)	1	10	0.0200	87.4918	31.2384	56.2534	28.1267

LDHm4 (30)	2	10	0.0198	87.4918	32.5877	54.9041	27.7294
LDHm4 (60)	1	10	0.0199	87.4918	33.1110	54.3808	27.3271
LDHm4 (60)	2	10	0.0203	87.4918	31.9014	55.5904	27.3845
LDHm4 (90)	1	10	0.0202	87.4918	33.3301	54.1617	26.8127
LDHm4 (90)	2	10	0.0198	87.4918	31.5110	55.9808	28.2732
LDHm4 (120)	1	10	0.0198	87.4918	37.4206	50.0713	25.2885
LDHm4 (120)	2	10	0.0199	87.4918	33.0890	54.4028	27.3381
LDHm5 (30)	1	10	0.0201	87.4918	34.4425	53.0493	26.3927
LDHm5 (30)	2	10	0.0198	87.4918	35.2630	52.2288	26.3782
LDHm5 (60)	1	10	0.0199	87.4918	35.4192	52.0726	26.1672
LDHm5 (60)	2	10	0.0198	87.4918	35.5849	51.9069	26.2156
LDHm5 (90)	1	10	0.0198	87.4918	36.1370	51.3548	25.9368
LDHm5 (90)	2	10	0.0200	87.4918	38.3206	49.1713	24.5856
LDHm5 (120)	1	10	0.0200	87.4918	38.2288	49.2630	24.6315
LDHm5 (120)	2	10	0.0200	87.4918	38.2493	49.2425	24.6212

จากตาราง

Type : ชนิด LDH

[Cr]int : ความเข้มข้นของโครเมียมเริ่มต้น (ppm)

No. : ครั้งที่ทดลอง

[Cr]fi : ความเข้มข้นของโครเมียมหลังถูกดูดซับ (ppm)

[V]tot : ปริมาตรสารละลายโครเมต (mL)

[Cr]ad (ppm) : ความเข้มข้นของโครเมียมที่ถูกดูดซับ

Weight LDH : น้ำหนักของ LDH (g)

Capacity : ความสามารถในการดูดซับโครเมียม (mg Cr / g LDH)

ตัวอย่างการคำนวณ ความสามารถในการดูดซับโครเมียม (mg/g) ของLDH2 ที่เวลา 30 นาที ครั้งที่ 1

$$\text{ความสามารถในการดูดซับโครเมียม} = \left(\frac{\text{ปริมาณโครเมียมที่ถูกดูดซับ}}{\text{น้ำหนักของแอลดีเอช}} \right) = \left(\frac{A - B}{1000 \times C} \times V \right)$$

เมื่อ A คือ ความเข้มข้นของโครเมียมเริ่มต้น (ppm)

B คือ ความเข้มข้นของโครเมียมหลังถูกดูดซับ (ppm)

C คือ น้ำหนักของ LDH (g)

V คือ ปริมาตรสารละลายโครเมต (mL)

$$\text{แทนค่าจะได้ความสามารถในการดูดซับโครเมียม} = \left(\frac{(87.4918 - 14.3171) \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}}{1000 \times 0.0200 \text{ g}} \right) = 36.5873$$

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย