



โครงการ
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์ซิลิกา
Adsorption of Surfactant by Mesoporous Silica

ชื่อนิสิต นางสาวธนากร มีทรัพย์
ภาควิชา เคมี
ปีการศึกษา 2559

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์ซิลิกา
Adsorption of Surfactant by Mesoporous Silica

โดย

นางสาวธนากร มีทรัพย์

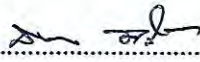
รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2559

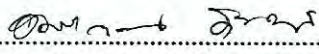
โครงการ การดูฉบับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์ซิลิกา

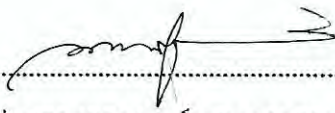
โดย นางสาวธนากร มีทรัพย์

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธรรมรัตน์ อารีย์)


..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมรรตณ อินทศิริ)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรวรรณ พันธุ์นาวิณ)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

..... หัวหน้าภาควิชาเคมี
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

วันที่..... เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2560

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ ดีมาก ดี พอใช้

ชื่อโครงการ การดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์ซิลิกา
ชื่อนิติในโครงการ นางสาวณามร มีทรัพย์ เลขประจำตัว 5633082923
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมรรารณ อินทศิริ
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2559

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการดูดซับแพตตีแอลกอฮอล์อีทอกซีเลตบนเมโซพอร์ซิลิกา วัสดุถูกเตรียมโดยใช้เทระเอทอกซีไฮเลน (TEOS) เป็นสารตั้งต้น และเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) เป็นสารต้นแบบ จากนั้นจึงนำซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ไปเผาที่อุณหภูมิสูง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ทั้งหมดออกจากซิลิกา นอกจากนี้ สมบัติทางกายภาพของซิลิกาถูกแสดงลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิค FTIR, XRD และการดูดซับไนโตรเจน ผลการทดลองที่ได้ยืนยันถึงความเป็นเมโซพอร์ซิลิกาที่มีโครงสร้างเป็นผลึก และมีพื้นที่ผิวสูง สำหรับการตรวจสอบสมบัติในการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์ซิลิกาใช้วิธีการแบบแบทช์ในการทดลองเรื่องการดูดซับ โดยมีหลากหลายปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ เวลา ปริมาณซิลิกา และความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสารลดแรงตึงผิว ผลการศึกษาพบว่า ประสิทธิภาพในการดูดซับที่ดีที่สุดสามารถได้มาภายในเวลา 15 นาที มีไอโซเทิร์มการดูดซับเป็นไปตามแบบจำลองของแลงเมียร์ ค่าความสามารถสูงสุดของซิลิกาในการดูดซับคือ 588.24 mg/g และค่าคงที่สมดุลการดูดซับคือ 7.33×10^{-2} L/mg งานวิจัยนี้บ่งบอกถึงการประยุกต์ที่ดีของเมโซพอร์ซิลิกากับการดูดซับสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ

คำสำคัญ: ซิลิกา, สารลดแรงตึงผิว, แอลกอฮอล์อีทอกซีเลต, การสกัดด้วยเฟสของแข็ง

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมรารวรรณ อินทศิริ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ที่กรุณาให้ความช่วยเหลือแก่ผู้วิจัยเป็นอย่างดีตลอดการวิจัย รวมทั้งให้ความรู้ ความเอาใจใส่ คำแนะนำและคำปรึกษาตลอดจนให้แง่คิดที่ดีต่างๆ ในการทำวิจัยรวมถึงการเขียนรายงานฉบับนี้จนเสร็จสมบูรณ์

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.ธรรมรัตน์ อารีย์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วรวรรณ พันธุนาวิน ที่ให้ความสนใจและเป็นเกียรติอย่างยิ่งในการมาเป็นกรรมการสอบในครั้งนี้ อีกทั้งยังเสียสละเวลาอันมีค่าในการตรวจทานแก้ไขและให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์สำหรับการปรับปรุงรายงานฉบับนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ดร.วิชาญ แก้วทิพย์ นักวิจัยภาควิชาจุลชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้คำปรึกษาแก่ผู้วิจัยตลอดการวิจัย

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ TA และอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เอื้อเฟื้อเครื่องมือสำหรับใช้ในการศึกษาในงานวิจัยนี้

เหนือสิ่งอื่นใดกราบขอบพระคุณบิดา มารดาของผู้วิจัย ขอขอบคุณรุ่นพี่ และเพื่อนภาควิชาเคมี ที่คอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมา ทำให้ผู้วิจัยผ่านพ้นอุปสรรคต่างๆ มาได้ด้วยดีจนเสร็จสิ้นการวิจัย

โครงการนี้ได้รับเงินสนับสนุนจากโครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมสร้างประสบการณ์ของคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประจำปีการศึกษา 2559 ซึ่งช่วยให้โครงการนี้ดำเนินไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ	ฉ
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูป	ฌ
สัญลักษณ์และคำย่อ	ฎ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย	2
1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	2
1.3.1 สารลดแรงตึงผิว	2
1.3.1.1 สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในงานวิจัยนี้	4
1.3.2 ซิลิกา	5
1.3.2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซิลิกา	5
1.3.2.2 ประเภทของซิลิกา	6
1.3.2.3 การสังเคราะห์ซิลิกา	6
1.3.2.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกา	7
1.3.3 การสกัดด้วยเฟสของแข็ง (solid phase extraction, SPE)	11
1.3.3.1 กลไกการทำงานของเทคนิคการสกัดด้วยเฟสของแข็ง	12
1.3.3.2 การสกัดด้วยเฟสของแข็งเชิงปริมาณวิเคราะห์	13
1.3.3.3 ไอโซเทอร์มการดูดซับ (adsorption isotherm)	14
1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	17
บทที่ 2 การทดลอง	21
2.1 สารเคมีและอุปกรณ์	21
2.1.1 สารเคมี	21
2.1.2 อุปกรณ์	21
2.2 ขั้นตอนการทดลอง	22
2.2.1. การเตรียมเมโซพอร์ซิลิกาที่ใช้ในการดูดซับสารลดแรงตึงผิว	22
2.2.1.1 การสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกา	22

2.2.1.2 การกำจัดสารต้นแบบออกจากซิลิกาด้วยวิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcination)	22
2.2.1.3 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของซิลิกา	22
2.2.2 การศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์รัสซิลิกา	23
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	
3.1 การสังเคราะห์เมโซพอร์รัสซิลิกา	24
3.1.2 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในเมโซพอร์รัสซิลิกา	24
3.1.3 การศึกษาลักษณะความเป็นผลึกของเมโซพอร์รัสซิลิกา	25
3.1.4 การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายรูพรุนของเมโซพอร์รัสซิลิกา	26
3.2 การดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์รัสซิลิกา	27
3.2.1 การศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์รัสซิลิกา	27
3.2.1.1 ผลของเวลาต่อปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ของเมโซพอร์รัสซิลิกา	27
3.2.1.2 การศึกษาผลของปริมาณซิลิกาต่อปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5	27
3.2.1.3 ความสามารถสูงสุดในการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ของเมโซพอร์รัสซิลิกา	28
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	31
เอกสารอ้างอิง	32
ภาคผนวก	35
ประวัติผู้วิจัย	36



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารอินทรีย์ที่ในซิลิกาที่หายไปจากการเผาที่อุณหภูมิสูง	24
ตารางที่ 3.2 สมบัติทางกายภาพของเมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง	26
ตารางที่ 3.3 ปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับ เมื่อใช้เวลาในการดูดซับต่างกัน	27
ตารางที่ 3.4 ร้อยละของปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับโดยซิลิกา เมื่อใช้สารละลาย LS5 ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ	28
ตารางที่ ก.1 องค์ประกอบโดยโมลของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกาและปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกาทางทฤษฎี	35



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1.1 ลักษณะของสารลดแรงตึงผิว	2
รูปที่ 1.2 โครงสร้างต่างๆ ของสารลดแรงตึงผิว (a) surfactant monomer (b) circular micelle (c) rod-shape micelle (d) micelle layer (e) vesicle representation	3
รูปที่ 1.3 สูตรโครงสร้างของ fatty alcohol ethoxylate	4
รูปที่ 1.4 ลักษณะโครงสร้างของซิลิกา	5
รูปที่ 1.5 เมโซพอร์สซิลิกาที่มีลักษณะของโครงสร้างเป็นชั้นแผ่น	7
รูปที่ 1.6 IR สเปกตรัมของ fused silica	8
รูปที่ 1.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบอะตอม	8
รูปที่ 1.8 ไอโซเทอร์มของการดูดซับและการคายไนโตรเจนตาม IUPAC	10
รูปที่ 1.9 Hysteresis loops ทั้ง 4 แบบตาม IUPAC	11
รูปที่ 1.10 กลไกการดูดซับแบบ Normal phase SPE	12
รูปที่ 1.11 กลไกการดูดซับแบบ reverse phase SPE	12
รูปที่ 1.12 กลไกการดูดซับแบบ Ion-exchange SPE	13
รูปที่ 1.13 ไอโซเทอร์มการดูดซับแบบแลงเมียร์	14
รูปที่ 1.14 แบบจำลองการดูดซับของแลงเมียร์ในรูปแบบกราฟเส้นตรง	15
รูปที่ 1.15 การวิเคราะห์ไอโซเทอร์มการดูดซับของฟลูออไรด์บน quintinite โดยการทำให้ non-linear regression ของผลการทดลองโดยใช้แบบจำลองแลงเมียร์และฟรอยนดัลลิช	16
รูปที่ 1.16 แบบจำลองการดูดซับของฟรอยนดัลลิชในรูปแบบกราฟเส้นตรง	17
รูปที่ 1.17 ลักษณะของสารลดแรงตึงผิวเป็นไมเซลล์ที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของอนุภาคซิลิกา โดยส่วนเฮทิลีนออกไซด์ แสดงด้วยเส้นสีดำ และส่วนที่ไม่ชอบน้ำแสดงด้วยเส้นสีเทา	18
รูปที่ 1.18 ลักษณะความแตกต่างของพฤติกรรมดูดซับสารลดแรงตึงผิวบนอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 nm (S11) และ 15 nm (S15)	18
รูปที่ 1.19 ลักษณะของสารลดแรงตึงผิวถูกดูดซับบนพื้นผิวของซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นค่าต่างๆ (I) ณ ความเข้มข้นต่ำมากๆ แรงดูดซับเกิดจากพันธะไฮโดรเจน (II) ณ ความเข้มข้น 1/3 ของ CMC (III) ณ ความเข้มข้นประมาณ CMC (IV) ณ ความเข้มข้นมากกว่า CMC (V) ณ ความเข้มข้นหลังจากเข้าสู่สมดุล สารลดแรงตึงผิวมีลักษณะเป็น bilayer	19
รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวและรีเอเจนต์หลักที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา	21
รูปที่ 2.2 รูปแบบการเพิ่มอุณหภูมิของการเผาซิลิกาในเตาเผา	22
รูปที่ 3.1 IR สเปกตรัมของ (a) เมโซพอร์สซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ (As-synthesized silica) และ (b) เมโซพอร์สซิลิกาผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcined silica)	25
รูปที่ 3.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่ผ่านการเผาอุณหภูมิสูง	25

รูปที่ 3.3 (a) Nitrogen adsorption-desorption isotherm และ (b) BJH pore size distribution ของซิลิกา 26
 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง

รูปที่ 3.4 ปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับที่ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ เมื่อใช้ปริมาณซิลิกาต่างกัน 28

รูปที่ 3.5 ปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์ซิลิกา เมื่อใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ 29

รูปที่ 3.6 ไอโซเทอร์มการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 บนเมโซพอร์ซิลิกา และการทำ non-linear regression 29
 ของผลการทดลองโดยแบบจำลองของแลงเมียร์และฟรอยนดลิช

รูปที่ 3.7 ไอโซเทอร์มการดูดซับสารลดแรงตึงผิว DEHYDOL LS5 บนเมโซพอร์ซิลิกา ตามความสัมพันธ์เชิง 30
 เส้นตรงของ (a) แบบจำลองของแลงเมียร์ และ (b) แบบจำลองฟรอยนดลิช



สัญลักษณ์และคำย่อ

FTIR	fourier transform infrared spectroscopy
XRD	X-ray powder diffraction
BET	Brunauer-Emmett-Teller equation
BJH	Barret-Joyner-Halenda equation
TEOS	tetraethoxysilane
APTES	(3-aminopropyl)triethoxysilane
CTAB	cetyltrimethyl ammonium bromide
SDS	sodium dodecylsulfate
MeOH	methanol
EtOH	ethanol
MS	ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์
CS	ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง
LS5	Dehydol LS5 TH เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ
wt	น้ำหนัก (weight)
deg	degree



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

สารลดแรงตึงผิวมีบทบาทที่สำคัญในการดำรงชีวิตของมนุษย์ แต่ละวันมนุษย์ใช้สารลดแรงตึงผิวในแทบทุกกิจกรรม เช่น การทำความสะอาดร่างกายและของใช้ การใช้เครื่องสำอาง การย่อยอาหาร กระบวนการผลิตในอุตสาหกรรม และ ปีโตรเลียม รวมถึงระบบบำบัดน้ำเสีย เป็นต้น ปริมาณการผลิตสารลดแรงตึงผิวของโลก ประมาณ 7.2 ล้านตัน มักถูกปล่อยออกมาจากโรงงานอุตสาหกรรมและครัวเรือนสู่แหล่งน้ำธรรมชาติ ในปี 2006 มีรายงานว่าความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในน้ำเสียสูงถึง 32 mg/L ซึ่งสารลดแรงตึงผิวสามารถย่อยสลายในทางชีวภาพได้ แต่ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำ ปริมาณจุลินทรีย์ และเวลาที่ใช้ในการย่อยสลาย เป็นต้น หากปัจจัยเหล่านี้มีจำกัดจะทำให้สารลดแรงตึงผิวสลายตัวได้ลดลง อาจทำให้เกิดการสะสมของสารลดแรงตึงผิวในแหล่งน้ำ ก่อให้เกิดอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ และทำให้น้ำเน่าเสียได้ นอกจากนี้ยังมีสารลดแรงตึงผิวบางชนิดที่สลายตัวได้ยาก หรือมีผลพลอยได้ที่เป็นสารอันตรายจากกระบวนการผลิต เช่น Nonyl Phenol Alcohol Ethoxylate (NPEO) เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุที่ถูกวิเคราะห์แล้วว่า เป็นสารก่อมะเร็ง และมีการออกกฎหมายห้ามใช้ในหลายๆ ประเทศ ส่งผลให้มีการผลิตสารลดแรงตึงผิวกลุ่ม fatty alcohol ethoxylate ขึ้นมาทดแทนผลิตภัณฑ์กลุ่มดังกล่าว และถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในปัจจุบัน ด้วยเหตุนี้จึงจำเป็นต้องมีการกำจัดหรือกระตุ้นการสลายตัวของสารลดแรงตึงผิว ซึ่งมีหลากหลายวิธี เช่น กระบวนการโฟโตคะตะไลติก (photocatalytic process) กระบวนการออกซิเดชัน (oxidation Process) เป็นต้น แต่วิธีเหล่านี้ยังมีความยุ่งยาก ซับซ้อน และใช้เวลานาน [1-4]

เทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจสำหรับนำมาใช้ในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวที่เจือปนอยู่ในน้ำ ได้แก่ เทคนิคการดูดซับด้วยตัวดูดซับหรือการสกัดด้วยเฟสของแข็ง เนื่องจากเป็นวิธีที่มีราคาถูก สามารถใช้ร่วมกับเครื่องมือวิเคราะห์อื่นๆ ไม่ต้องใช้อุปกรณ์จำเพาะ สามารถใส่ลงไปในสารละลายได้โดยตรง มักนำมาใช้ในการแยกสารเป้าหมายออกจากสารละลาย หรือทำให้สารที่ต้องการวิเคราะห์มีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้น ไม่ต้องใช้สารเร่งปฏิกิริยาที่อาจเป็นอีกสาเหตุหนึ่งในการที่เพิ่มมลพิษแก่สิ่งแวดล้อม ตัวดูดซับบางชนิดสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้อีกหลายครั้ง โดยหนึ่งในตัวดูดซับที่เป็นที่นิยม ได้แก่ ซิลิกา เพราะเป็นวัสดุที่มีความเสถียรสูง ทนต่อแรงกระทำทางกายภาพและทางเคมี มีคุณสมบัติ ที่ไม่บวมน้ำ ไม่เป็นพิษ จึงสามารถใช้กับสารที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายได้ดี อีกทั้งยังเกิดกลไกการดูดซับได้หลายแบบ และสามารถประยุกต์หรือควบคุมโครงสร้างให้ เป็นไปในทางที่เหมาะสมได้ [5, 6]

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาวิธีการกำจัดสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุโดยใช้เทคนิคการดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์ซิลิกา เนื่องจากเมโซพอร์ซิลิกามีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นระเบียบ มีขนาดรูพรุนสม่ำเสมอ และมีพื้นที่ผิวสูง จึงน่าจะเป็นตัวดูดซับสำหรับการดูดซับสารลดแรงตึงผิวได้ดี

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

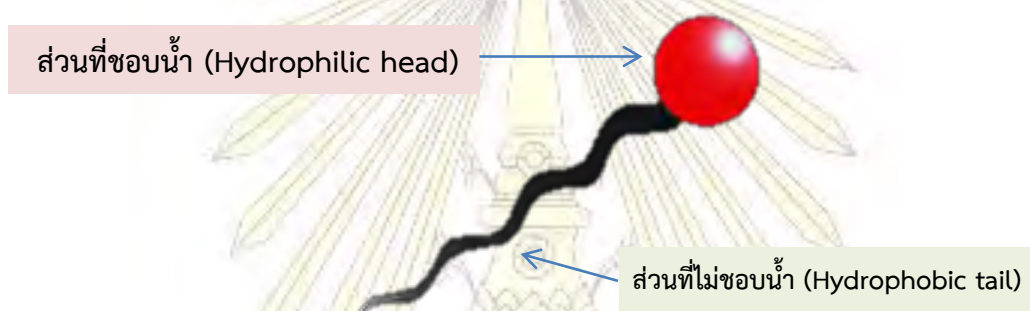
เพื่อศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์ซิลิกา

1.3 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1.3.1 สารลดแรงตึงผิว

สารลดแรงตึงผิวเป็นส่วนประกอบที่สำคัญในผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด ซึ่งในปัจจุบันได้กลายเป็นส่วนหนึ่งในชีวิตประจำวันของทุกคนรอบตัว ไม่ว่าจะเป็นของใช้ส่วนตัว เช่น สบู่ ยาสระผม ฯลฯ หรือจะเป็นของใช้ในครัวเรือน เช่น ผงซักฟอก น้ำยาทำความสะอาดพื้น น้ำยาล้างจาน เป็นต้น

สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นสารที่เมื่อละลายน้ำแล้วช่วยลดแรงตึงผิวของน้ำ คำว่า surfactant มาจากคำว่า surface active agent มีคุณลักษณะที่สำคัญ 2 ส่วน ได้แก่ ส่วนหัวที่เป็น hydrophilic (ชอบน้ำ) และส่วนหางที่เป็น hydrophobic (ไม่ชอบน้ำแต่ชอบน้ำมัน) ลักษณะของสารลดแรงตึงผิวแสดงดังรูปที่ 1.1 โดยหลักการทำงานของสารลดแรงตึงผิวคือ ส่วนที่ชอบน้ำจะทำการจับน้ำ และส่วนที่ชอบน้ำมันจะทำการจับสิ่งสกปรกจำพวกไขมันที่ไม่สามารถละลายน้ำได้ ทำให้สิ่งสกปรกหลุดออกไปแล้วแขวนลอยอยู่ในน้ำ [7]



รูปที่ 1.1 ลักษณะของสารลดแรงตึงผิว (www.sciencelearn.org.nz)

สารลดแรงตึงผิวแบ่งออกเป็น 4 ประเภท ขึ้นกับประจุไฟฟ้าบนส่วนประกอบที่ละลายน้ำ ได้แก่

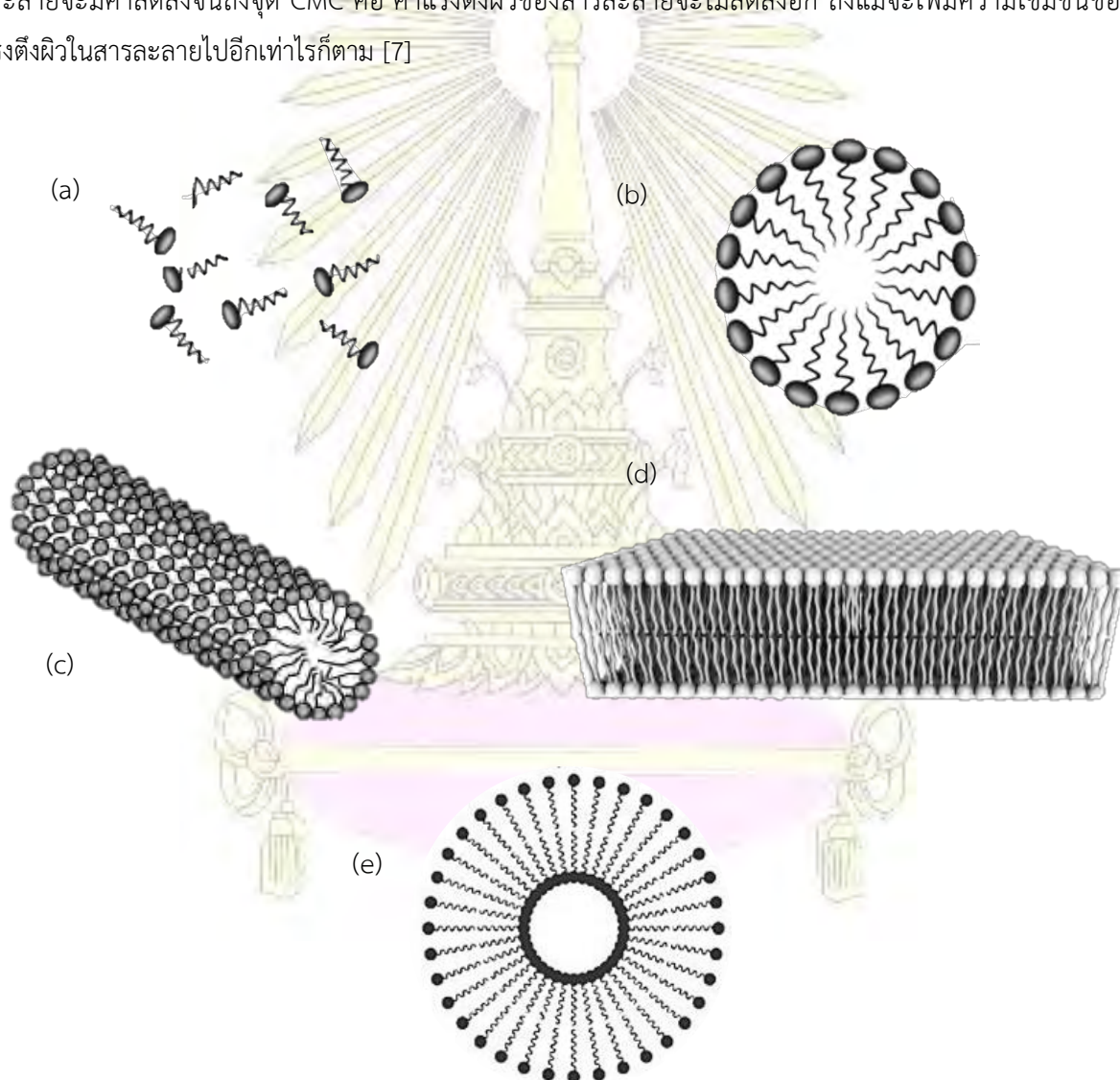
1. สารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออน (Anionic surfactant) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ละลายน้ำเป็นลบ ส่วนมากแสดงอยู่ในรูปคาร์บอกซิเลต ซัลเฟต ซัลโฟเนต และฟอสเฟต สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้ใช้มากในอุตสาหกรรมประเภทผงซักฟอก ผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด น้ำยาล้างจาน เป็นต้น โดยใช้มากถึง 49% ของสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด เนื่องจากสามารถใช้ขจัดคราบสกปรกได้ดี

2. สารลดแรงตึงผิวชนิดแคตไอออน (Cationic surfactant) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบน hydrophilic ให้ประจุบวก ส่วนมากมักจะเป็นพวก quaternary ammonium สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้ไม่สามารถทำงานได้ในภาวะแวดล้อมที่เป็นเบสสูง (pH 10-11) เนื่องจากเกลือแอมโมเนียมมีการสูญเสียประจุบวก ทำให้เกิดการตกตะกอนได้ สารลดแรงตึงผิวชนิดแคตไอออนทำให้เกิดการระคายเคืองมากกว่าสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออน นิยมใช้ในพวกน้ำยาปรับผ้านุ่ม ครีมนวดผม และผลิตภัณฑ์เกี่ยวกับการจัดแต่งทรงผม เป็นต้น

3. สารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีประจุ (Nonionic surfactant) สารลดแรงตึงผิวประเภทนี้ต่างจากสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออนและแคตไอออน ตรงที่เป็นโมเลกุลที่ไม่มีประจุ โดยมีพอลิเอเทอร์ หรือพอลิไฮดรอกซิล เป็นกลุ่มที่แสดงสมบัติคล้ายพวกที่มีประจุ ใช้มากในผงซักฟอก น้ำยาล้างถ้วยชาม ผลิตภัณฑ์ทำความสะอาดพื้นผิว เป็นต้น

4. สารลดแรงตึงผิวแอมโฟเทอริกหรือซวิตเตอร์ไอออน (Amphoteric surfactant หรือ Zwitterions) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำ เป็นได้ทั้งประจุบวกและลบ โดยประจุที่แสดงขึ้นกับสภาพความเป็นกรด-เบสของภาวะแวดล้อม ถ้าภาวะแวดล้อมเป็นเบส ($pH > 7$) ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำจะให้ประจุลบ ถ้าภาวะแวดล้อมเป็นกรด ($pH < 7$) ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำจะให้ประจุบวก และในภาวะที่เป็นกลางจะไม่เกิดการให้ประจุไฟฟ้าบนส่วนที่ชอบน้ำ เช่น อัลคิลบีเทน (alkylbetaine) เป็นต้น

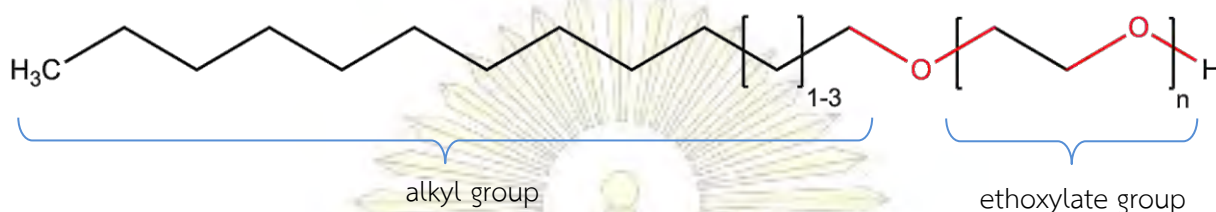
เมื่อสารลดแรงตึงผิวมีความเข้มข้นมากขึ้นในตัวทำละลาย โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะหันส่วนที่ไม่ชอบน้ำเข้าหากัน ด้วยแรงจับกันของสารลดแรงตึงผิว (surfactant self-association) เกิดเป็นโครงสร้างที่เรียกว่า “ไมเซลล์” (micelle) ขึ้น ลักษณะการเกิดไมเซลล์แสดงดังรูปที่ 1.2 ซึ่งความเข้มข้น ณ จุดที่ทำให้โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวมารวมตัวกันนี้ เป็นสมบัติเฉพาะของสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิด เรียกความเข้มข้น ณ จุดนี้ว่า critical micelle concentration (CMC) การเกิดไมเซลล์มีผลต่อค่าแรงตึงผิวของสารละลาย เมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารละลายเพิ่มขึ้น ค่าแรงตึงผิวของสารละลายจะมีค่าลดลงจนถึงจุด CMC คือ ค่าแรงตึงผิวของสารละลายจะไม่ลดลงอีก ถึงแม้จะเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารละลายไปอีกเท่าไรก็ตาม [7]



รูปที่ 1.2 โครงสร้างต่างๆ ของสารลดแรงตึงผิว (a) surfactant monomer (b) circular micelle (c) rod-shape micelle (d) micelle layer (e) vesicle representation (Myera, 1992)

1.3.1.1 สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในงานวิจัยนี้

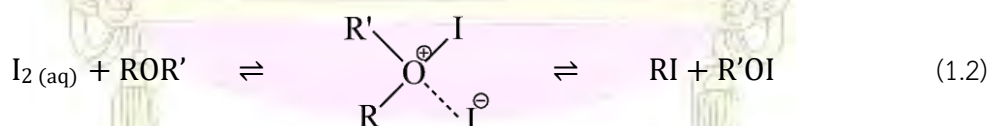
สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ศึกษาในงานวิจัยนี้ คือ DEHYDOL LS5 TH หรือ Laureth-5 (INCI name) เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ในกลุ่ม alkyl alcohol ethoxylate โดยมีสูตรโครงสร้างประกอบด้วยหมู่ alkyl ที่มีจำนวนคาร์บอน 12-14 อะตอม และหมู่อีทอกซีเลต 5 โมล ($n=5$) ความหนาแน่น เท่ากับ 0.924 g/cm^3 , critical micelle concentration (CMC) เท่ากับ 26.4 mg/L และค่า hydrophile-lipophile balance (HLB) เท่ากับ 10.3 ทำหน้าที่เป็นอิมัลซิไฟเออร์ชนิดน้ำมันในน้ำ (oil in water emulsifier) เป็นส่วนประกอบที่สำคัญในผลิตภัณฑ์ทำความสะอาดในครัวเรือน เช่น แชมพูล้างมือ น้ำยาล้างจาน เป็นต้น [8]



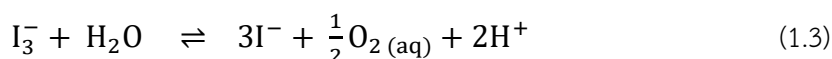
รูปที่ 1.3 สูตรโครงสร้างของ fatty alcohol ethoxylate

สำหรับการวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิว ในปี 1972 Baleux [9] ได้วิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุกลุ่ม ethoxylate โดยการเติมสารละลายไอโอดีน-ไอโอดेट์ ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไอโอดีนกับสารลดแรงตึงผิวที่มีสี จึงง่ายเมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 500 nm ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงมีสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว ต่อมาในปี 1993 Francis และคณะ [10] ได้อธิบายว่า วิธีสเปกโตรโฟโตเมตริกในการตรวจวัดออกซิเจนของ Winkler ถูกปรับเปลี่ยนมาใช้ในการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ซึ่งสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ส่วนมากสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไอโอดีนที่ผลิตจากไอโอดेट์ แสดงดังสมการ 1.1 ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคยูวีสเปกโตรสโคปี (UV spectroscopy)

Charge-transfer complex (CTC) เป็นปฏิกิริยาหลักระหว่างสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุกับไอโอดีน คือ มีการถ่ายเทประจุระหว่างสารทั้งสองโดยอะตอมออกซิเจนของสารลดแรงตึงผิวจะทำหน้าที่เป็นผู้ให้อิเล็กตรอน (donor) และไอโอดีน ทำหน้าที่เป็นผู้รับอิเล็กตรอน (acceptor) แสดงดังสมการ 1.2



ในบางครั้ง ไอโอดेट์ถูกออกซิไดซ์ได้เป็นไอโอดีน และออกซิเจนในสารละลายกรด ส่งผลให้เกิดค่าความผิดพลาดของออกซิเจน (oxygen error) แสดงดังสมการ 1.3 ซึ่งปฏิกิริยานี้ขึ้นกับความเข้มข้นของไอโอดेट์ที่เหมาะสม ซึ่งการทดสอบนี้ต้องการสารละลายไตรไอโอดेट์ (triiodide) ที่มีความเป็นกรดมากๆ ($\text{pH} \approx 2$) และไอโอดेट์ที่มากเกินไป



เนื่องจากสารตัวอย่างจะมีความเป็นกรดอยู่แล้วและค่าคงที่สมดุลน้อย ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของไอโอดีน จึงไม่ได้ส่งผลต่อค่าความผิดพลาดในการวิเคราะห์ห้อย่างมีนัยสำคัญ



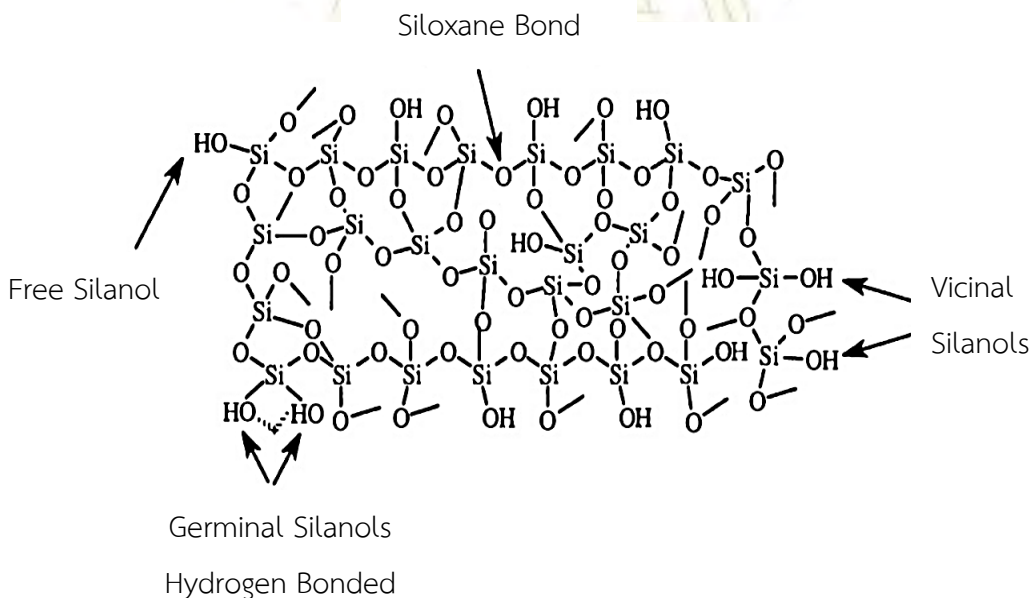
ปฏิกิริยาข้างเคียงที่มีผลรบกวนมากที่สุด คือ การระเหยของไอโอดีน แต่เมื่อเติมสารลดแรงตึงผิวโดยเฉพาะชนิดไม่มีประจุลงไปแล้วจะช่วยลดความผิดพลาดนี้ได้



1.3.2 ซิลิกา

1.3.2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซิลิกา

ซิลิกาเป็นสารดูดซับที่นิยมศึกษากันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีความเสถียรสูง ทนต่อแรงกระทำทางกายภาพและทางเคมี มีสมบัติที่ไม่บวมน้ำ จึงสามารถใช้กับสารที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายได้ดี อีกทั้งยังเกิดกลไกการดูดซับได้หลากหลาย ส่วนประกอบหลักคือซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) ที่จัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรัล (tetrahedral) จนเกิดเป็นโครงร่างตาข่ายที่แข็งแรงและมีลักษณะทางกายภาพเป็นของแข็งที่มีรูพรุน (pore) มีสูตรทั่วไปคือ $SiO_2 \cdot nH_2O$ โดยผิวจะประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่ ได้แก่ พันธะซิลอกเซน (siloxane bond, Si-O-Si) และหมู่ซิลานอล (silanol group, Si-OH) ทำให้พื้นผิวของซิลิกามีความเป็นขั้วสูง ซึ่งลักษณะสมบัตินี้จะเพิ่มขึ้นตามจำนวนของหมู่ซิลานอลที่มีสมบัติเป็นกรดอ่อนๆ ทำให้่วงไวต่อการเกิดปฏิกิริยา จึงได้นำเอาสมบัตินี้มาใช้ในการแยกสาร โดยหมู่ซิลานอลนี้ สามารถแบ่งออกเป็นได้ 3 แบบ ได้แก่ Free Silanol คือหมู่ไฮดรอกซิลที่แยกตัวอยู่เดี่ยวๆ บนพื้นผิวของซิลิกา Geminal Silanol คือหมู่ไฮดรอกซิลสองหมู่ที่อยู่บนซิลิกอนอะตอมเดียวกัน และ Vicinal Silanol คือหมู่ไฮดรอกซิลสองหมู่ที่อยู่บนซิลิกอนที่เชื่อมต่อกัน ดังแสดงในรูปที่ 1.4 [11-12]



รูปที่ 1.4 ลักษณะโครงสร้างของซิลิกา (Thurman, 1998)

1.3.2.2 ประเภทของซิลิกา

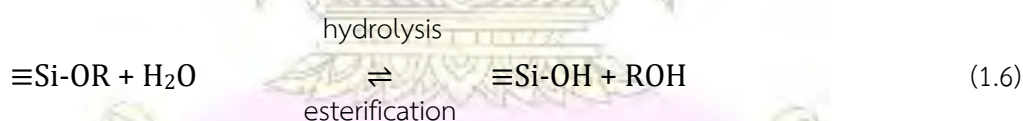
ซิลิกามีโครงสร้างทั้งแบบที่เป็นผลึก (crystalline silica) ซึ่งมีการจัดตัวอย่างเป็นระเบียบเช่น ควอตซ์ (Quartz) และซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) ซึ่งมีการจัดตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ นิยมใช้เป็นวัสดุเพื่อการดูดซับ เพื่อการสกัด หรือการประยุกต์ใช้เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซิลิกาชนิดที่มีการศึกษาวิจัยเพื่อการดูดซับ คือ ซิลิกาที่มีรูพรุน (porous silica) โดยสามารถแบ่งตามขนาดของรูพรุน (pore size) ซึ่งเป็นการแบ่งตาม IUPAC [11] ได้ดังนี้

- 1.1 Microporous silica คือ ซิลิกาที่มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนน้อยกว่า 2 nm
- 1.2 Mesoporous silica คือ ซิลิกาที่มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนอยู่ในช่วง 2-50 nm
- 1.3 Macroporous silica คือ ซิลิกาที่มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนมากกว่า 50 nm

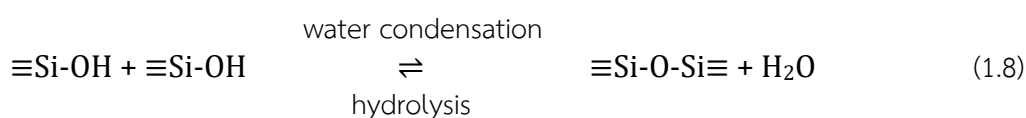
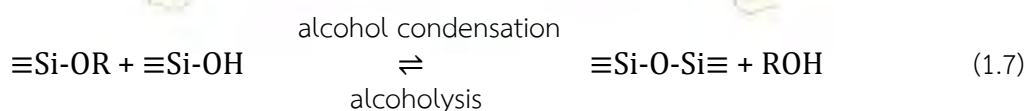
1.3.2.3 การสังเคราะห์ซิลิกา

การสังเคราะห์ซิลิกาสามารถทำได้หลายวิธี เช่น ในทางอุตสาหกรรม ใช้วิธีการหลอมทรายกับโซเดียมคาร์บอเนตได้เป็นโซเดียมซิลิเกตที่ละลายในน้ำ แล้วนำมาตกตะกอนซิลิกาด้วยกรดซัลฟิวริก หรือการสังเคราะห์จากกรดซาลิซิก (Salicylic acid) โดยผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) และวิธีหนึ่งที่ยอมรับใช้สังเคราะห์ คือ วิธีโซล-เจล (sol-gel method) ซึ่งเป็นวิธีที่เกิดปฏิกิริยาที่ไม่รุนแรง สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิไม่สูงและความดันบรรยากาศปกติ สามารถควบคุมปัจจัยต่างๆ เพื่อให้ได้ซิลิกาในรูปแบบที่ต้องการได้ง่าย เป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดโครงร่างของออกไซด์ผ่านปฏิกิริยาควบแน่นของสารตั้งต้นในระบบของเหลว (polycondensation reaction) โดย “โซล” (sol) คือ อนุภาคคอลลอยด์หรือพอลิเมอร์ที่กระจายตัวอย่างเสถียรในตัวทำละลาย และ “เจล” (gel) คือ องค์กรประกอบที่มีโครงสร้างเป็นโครงร่างแบบต่อเนื่องสามมิติ การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้มักใช้ซิลิกอนแอลคอกไซด์เป็นสารตั้งต้น เช่น เทตระเมทอกซีไฮเลน (tetramethoxysilane, TMOS) หรือเทตระเอทอกซีไฮเลน (tetraethoxysilane, TEOS) โดยใช้แอลกอฮอล์อย่างเมทานอลหรือเอทานอลเป็นตัวทำละลาย และใช้กรดหรือเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผ่านกลไกปฏิกิริยาที่สำคัญ 2 ปฏิกิริยา [14-16] ดังนี้

1. *ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis reaction)* เป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างน้ำกับซิลิกอนแอลคอกไซด์เพื่อให้ได้หมู่ซิลานอลและได้แอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์ร่วม

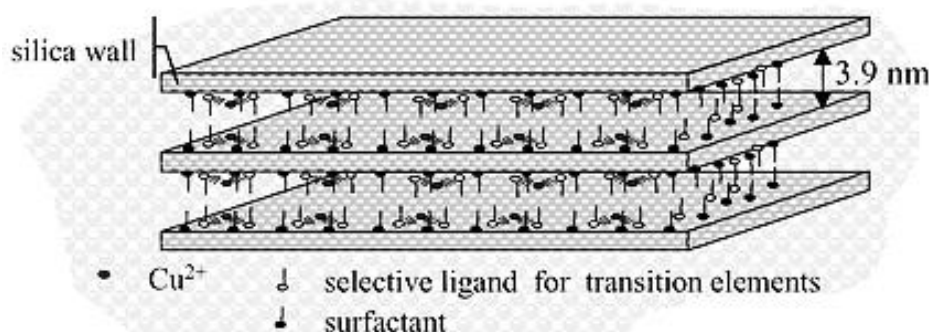


2. *ปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation reaction)* เป็นปฏิกิริยาที่เกิดต่อเนื่องกันที่จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยหมู่ซิลานอลจะทำปฏิกิริยากับซิลิกอนแอลคอกไซด์หรือทำปฏิกิริยากันเอง เกิดเป็นพันธะซิลอกเซนต่อเนื่องกันเป็นโครงร่างตาข่าย



การสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีข้างต้นมักได้ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างไม่เป็นระเบียบจึงได้มีการพัฒนาการสังเคราะห์ซิลิกาให้มีโครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบมากขึ้น โดยในปี 1992 Beck และคณะ [17] ได้ค้นพบวิธีการสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดแคตไอออนที่เป็นหมู่ quaternary ammonium ทำหน้าที่เป็นสารต้นแบบ (template) โดยเมโซพอร์ซิลิกาที่เตรียมได้นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นแถวเรียงกันเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (hexagonal array) มีพื้นที่ผิวสูง (>1000 m²/g) และมีขนาดรูพรุนตั้งแต่ 85 Å – 120 Å

ต่อมาในปี 2002 Boos และคณะ [18] ทำการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้สารตั้งต้นเป็น TEOS และสารลดแรงตึงผิวชนิดแคตไอออน ได้แก่ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) เป็นสารต้นแบบ ในอัตราส่วนโดยโมลในการสังเคราะห์ของ TEOS : CTAB : H₂O : MeOH คือ 1 : 0.18 : 140 : 13 โดยใช้น้ำในรูป 0.1 M NaOH พบว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้เป็นเมโซพอร์ซิลิกาที่มีลักษณะของโครงสร้างเป็นชั้นแผ่นบางซ้อนกัน (lamellar) โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนประมาณ 39 Å และพื้นที่ผิวจำเพาะ 960 m²/g ซึ่งงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ซิลิกาตามวิธีนี้



รูปที่ 1.5 เมโซพอร์ซิลิกาที่มีลักษณะของโครงสร้างเป็นชั้นแผ่น (Boos, 2002)

1.3.2.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกา

1. เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR Spectroscopy)

เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของสาร โดยพิจารณาจากพลังงานที่สารดูดกลืน (absorption) หรือปลดปล่อยออกมา (transmission) เพื่อใช้ในการสันของพันธะของโมเลกุลในรูปแบบต่างๆ เมื่อสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงพลังงาน 2-10 กิโลแคลอรี/โมล พลังงานของแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงนี้ ทำให้เกิดการสั่นแบบยืด (Stretching) และแบบงอ (bending) ของพันธะในโมเลกุลของสาร การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเป็นกระบวนการควอนไทซ์ (quantized) กล่าวคือ การที่สารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดนั้น ความถี่ของรังสีที่ถูกดูดกลืนจะต้องตรงกับค่าของความถี่ของการสั่นของพันธะนั้น โดยสมการที่ใช้ในการคำนวณหาพลังงานและเลขคลื่น (wavenumber) [18] ได้แก่

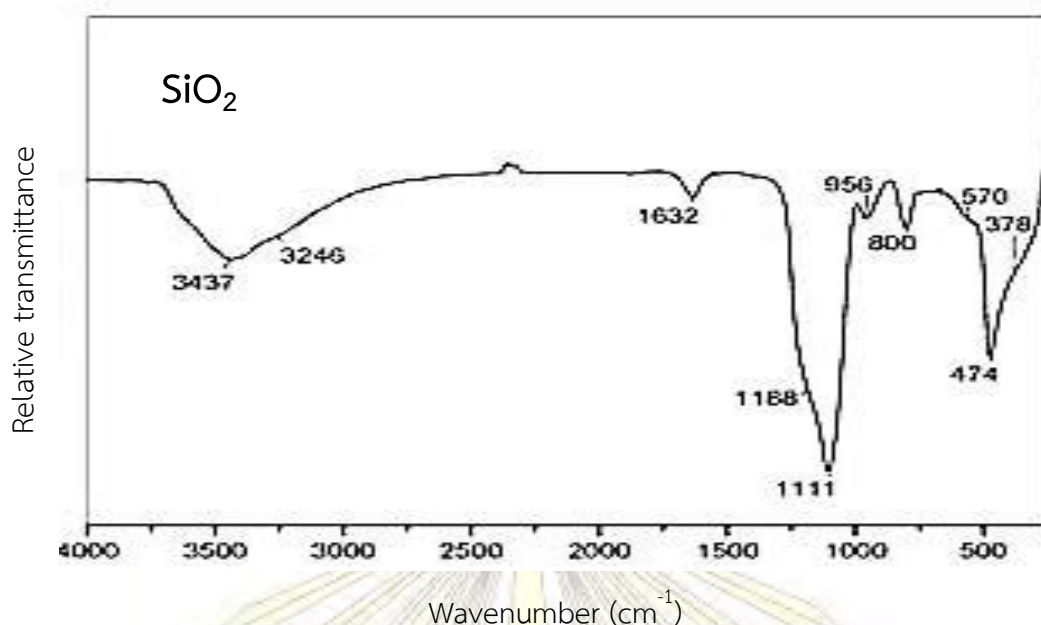
$$E = h\bar{\nu} = \frac{hc}{\lambda} \quad (1.9)$$

$$\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda} \quad (1.10)$$

เมื่อ $\bar{\nu}$ คือ wavenumber (cm⁻¹)

λ คือ ความยาวคลื่น (nm)

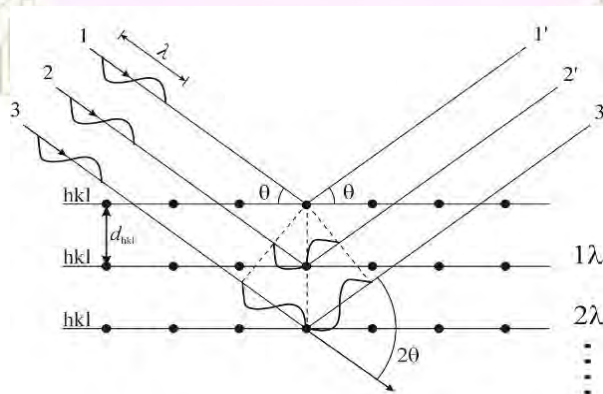
สำหรับหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญที่พบในซิลิกา แสดงดังรูปที่ 1.6 ได้แก่ หมู่ซิลานอล (Si-OH) ซึ่งพิกซ์ขึ้นที่ความยาวคลื่น 3,437 และ 3,246 cm^{-1} และหมู่ไซลอกเซน (Si-O-Si) ซึ่งขึ้นแถบแบนที่ 1,188, 1,111, 956, 800, 474 และ 378 cm^{-1}



รูปที่ 1.6 IR สเปกตรัมของ fused silica (Bock, 1970)

2. เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray powder diffractometry, XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray powder diffractometry, XRD) เป็นเทคนิคพื้นฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์การจัดเรียงโครงสร้างของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ เทคนิคนี้อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ไปกระทบกับผิวหน้าของสารประกอบ แล้วเกิดการกระเจิงและเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุมต่างๆ กัน เมื่อรังสีเอกซ์ไปกระทบกับผิวหน้าของสารประกอบโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงจากผิวหน้าของอะตอม บางส่วนจะผ่านลงไปยังชั้นที่สองของอะตอม บางส่วนเกิดก็เกิดการกระเจิงกลับขึ้นมา และส่วนที่เหลือจะทะลุผ่านลงไปยังชั้นที่สามของอะตอม ถ้าหากสารประกอบมีความเป็นผลึกเรียงตัวอยู่อย่างเป็นระเบียบและห่างเท่าๆ กัน รังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นจะเกิดการเลี้ยวเบนเท่าๆ กัน โดยมีเครื่องตรวจหา (detector) ทำหน้าที่รับและแปลงข้อมูล ข้อมูลที่ได้รับสามารถนำมาศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของความเป็นผลึกของสารนั้น นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำไปหาปริมาณและขนาดของผลึกของสารประกอบนั้นได้อีกด้วย อีกทั้งยังเป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายสารอีกด้วย [19]



รูปที่ 1.7 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบอะตอม (<http://fys.kuleuven.be/iks>)

ข้อมูลที่ได้จากเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตแกรมแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมของ Bragg (2θ) กับความเข้มข้น (I , Intensity) ของรังสีที่เลี้ยวเบน โดยอาจอยู่ในรูปของค่า I หรือค่า I/I_0 ก็ได้ โดยที่ I_0 เป็นความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ของฟลักที่มี ความเข้มข้นมากที่สุด โดยให้ฟลักที่มีความเข้มข้นสูงสุด $I/I_0 = 100$ จากค่า 2θ สามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอม (d) ในโครงสร้างของผลึกได้จากสมการของ Bragg ซึ่งระยะระหว่างชั้นนี้เป็นค่าเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1.11)$$

เมื่อ	n	คือ	เลขจำนวนเต็ม
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (nm)
	d	คือ	ระยะห่างระหว่างชั้นของผลึกที่วิเคราะห์ (nm)
	θ	คือ	มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนหรือมุมระหว่างรังสีเอกซ์กับระนาบของแลตทิซ (degree)

ในงานวิจัยนี้ ได้ใช้เทคนิค XRD มาใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างของซิลิกาว่ามีความเป็นผลึก (crystalline) หรือเป็น วัสดุอสัณฐาน (amorphous) ซึ่งโดยทั่วไปซิลิกามีโครงสร้างเป็นอสัณฐานจึงไม่ปรากฏฟลักใดๆ ในเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตแกรม แต่ก็มีบางโครงสร้างของซิลิกาที่มีความเป็นผลึกอันเป็นลักษณะเฉพาะเช่นกัน

3. เทคนิคการวิเคราะห์การดูดซับไนโตรเจน (nitrogen sorption analysis)

เทคนิคการวิเคราะห์การดูดซับไนโตรเจนเป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาลักษณะและขนาดของรูพรุน รวมทั้งพื้นที่ผิว จำเพาะของวัสดุดูดซับ โดยอาศัยการดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนพื้นผิวของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ และคำนวณหาพื้นที่ผิว ได้จากสมการของ Brunauer-Emmett-Teller (BET) ซึ่งสามารถแสดงในรูปของสมการเส้นตรงได้ดังนี้

$$\frac{P}{n(P_0 - P)} = \frac{1}{nC} + \frac{(C-1)}{n_m C} + \frac{P}{P_0} \quad (1.12)$$

เมื่อ	n	คือ	ปริมาณของแก๊สที่ดูดซับที่ความดัน P/P_0
	n_m	คือ	monolayer capacity
	C	คือ	ค่าคงที่ความร้อน

โดยสมการดังกล่าวสามารถประยุกต์ใช้ในการคำนวณหาพื้นที่ผิวจากค่า n_m ได้ดังนี้

$$A(BET) = n_m \times L \times a_m \quad (1.13)$$

เมื่อ	$A(BET)$	คือ	พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทำหน้าที่เป็นสารดูดซับ (m^2/g)
	L	คือ	เลขอะโวกาโด (Avogadro number)
	a_m	คือ	พื้นที่ผิวอะตอม $0.162 m^2/g$ ที่ $77 K$ (เมื่อใช้แก๊สไนโตรเจนในการทดสอบ)

สำหรับขนาดรูพรุน สามารถหาได้จากสมการ Barret-Joyner-Hakenda (BJH) ได้ดังนี้

$$r_c = \frac{-(2\gamma W_m \cos\theta)}{RT \ln\left(\frac{P}{P_0}\right)} \quad (1.14)$$

เมื่อ	r_c	คือ	รัศมีของรูพรุน
	γ	คือ	แรงตึงผิวของรูพรุน
	θ	คือ	มุมสัมผัส

การตรวจสอบความเป็นรูพรุนของสารพิจารณาได้จากรูปแบบของไอโซเทอร์มของการดูดซับและการคายไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption isotherm) ซึ่ง IUPAC ได้จำแนกไว้ 6 รูปแบบ ตามลักษณะโครงสร้างของรูพรุนของสารนั้น ดังแสดงในรูปที่ 1.8 โดยไอโซเทอร์มเหล่านี้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของสารตัวอย่างกับความดันสัมพัทธ์ [20]

ไอโซเทอร์มแบบที่ 1 ได้จากของแข็งที่มีรูพรุนขนาดไมโคร (microporous solids) โดยมีพื้นที่ผิวภายนอกน้อย เช่น ถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซีโอไลต์ และสารออกไซด์บางชนิด เป็นต้น ในส่วนของการดูดซับแก๊สจะเกิดขึ้นที่ความดันต่ำๆ (<0.3) และเกิดการดูดซับในลักษณะ monolayer formation process

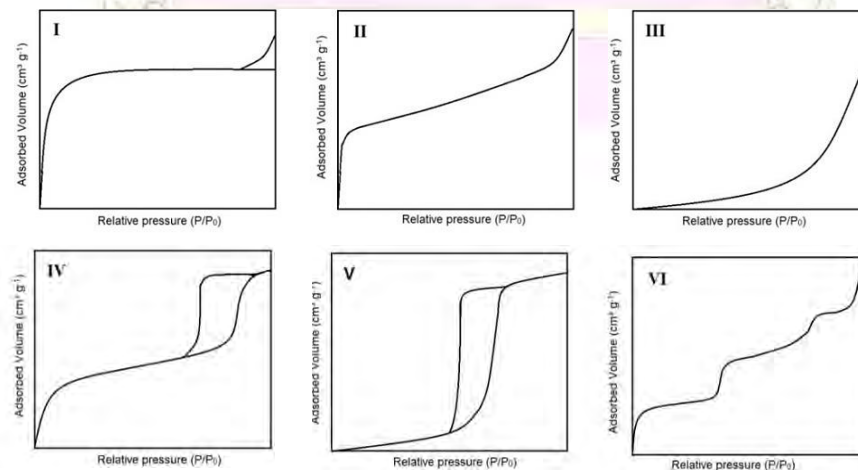
ไอโซเทอร์มแบบที่ 2 เกิดจากการดูดซับที่ไม่มีรูพรุน (non-porous) หรือมีรูพรุนขนาดใหญ่ (macroporous) การดูดซับมักเป็นแบบ monolayer-multilayer โดยมีการหักโค้งที่จุด B ซึ่งแสดงว่ามีการดูดซับแก๊สในลักษณะ monolayer เสร็จสมบูรณ์แล้ว และกำลังเกิดการดูดซับในชั้นอื่นๆ (multilayer) ต่อไป

ไอโซเทอร์มแบบที่ 3 พบไม่บ่อยนักแต่เกิดกับบางกรณี เช่น การดูดซับน้ำบนถ่านที่ไม่เป็นรูพรุน (non-porous carbon) หรือแก๊สไนโตรเจนกับพอลิเอทิลีน ซึ่งการเกิดไอโซเทอร์มแบบนี้ อันตรกิริยาระหว่างสารดูดซับและสารที่ถูกดูดซับมีค่าน้อยกว่าเมื่อเทียบกับอันตรกิริยาระหว่างสารที่ถูกดูดซับและสารที่ถูกดูดซับ

ไอโซเทอร์มแบบที่ 4 มีลักษณะที่เด่นชัดและมักสังเกตพบได้คือ การมี hysteresis loop ซึ่งสัมพันธ์กับการเกิดการควบแน่นในโพรงขนาดเล็ก (capillary condensation) ในรูพรุนขนาดกลาง (mesoporous) โดยในตอนนั้นมีการดูดซับแบบ monolayer-multilayer เช่นเดียวกับแบบที่ 2 หลังจากนั้นที่ความดันสัมพัทธ์สูงขึ้น การดูดซับใน mesoporous จะเป็นลักษณะ multilayer จนกระทั่งถึงค่าหนึ่งจะเกิดการควบแน่นขึ้น ทำให้การดูดซับเพิ่มขึ้นได้รวดเร็ว ตัวอย่างของสารที่ให้ไอโซเทอร์มชนิดนี้ เช่น สารประกอบออกไซด์ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรม เป็นต้น

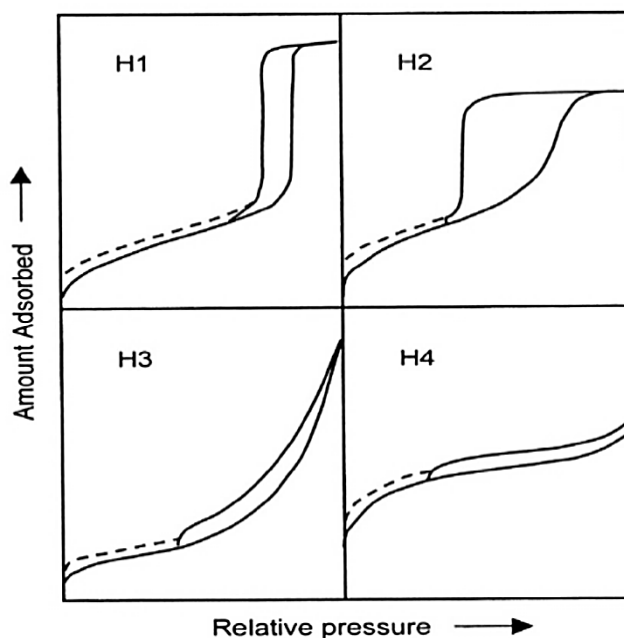
ไอโซเทอร์มแบบที่ 5 พบไม่บ่อยนัก ต่างกับไอโซเทอร์มแบบที่ 3 คืออันตรกิริยาระหว่างสารดูดซับและสารที่ถูกดูดซับมีค่าน้อยมากหรือแทบไม่มีเลย

ไอโซเทอร์มแบบที่ 6 มีลักษณะเป็นขั้นบันไดแสดงการดูดซับแบบ multilayer ที่มีลักษณะเป็นขั้นๆ บนพื้นผิวที่เป็น uniform-nonporous หรือ uniform ultramicroporous โดยความชันของแต่ละขั้นขึ้นกับระบบและอุณหภูมิที่ใช้ และความสูงในแต่ละขั้นแสดงถึงความสามารถในการดูดซับของขั้นนั้นๆ ตัวอย่างของสารที่ให้ไอโซเทอร์มชนิดนี้ เช่น การดูดซับแก๊สอาร์กอนหรือคริปทอนบน graphitized carbon blacks ที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลว



รูปที่ 1.8 ไอโซเทอร์มของการดูดซับและการคายไนโตรเจนตาม IUPAC (Antonio, 2015)

สำหรับ hysteresis loops ในไอโซเทอร์มมักพบได้เมื่อมี capillary condensation เกิดขึ้นในโครงสร้างของ mesoporous materials ซึ่ง hysteresis loops นี้สามารถบอกถึงลักษณะของรูพรุนที่แตกต่างกัน โดยสามารถแบ่งตามชนิดของ IUPAC ออกได้เป็น 4 แบบ ดังแสดงในรูปที่ 1.9



รูปที่ 1.9 Hysteresis loops ทั้ง 4 แบบตาม IUPAC (Zeid, 2012)

Hysteresis loop แบบ H1 และ H2 มักพบในอนุภาคที่มีรูพรุนเป็นลักษณะช่องทรงกระบอก (cylindrical channel) ปากขวดกลมหรือรูพรุนที่เกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคที่เป็นทรงกลม โดยที่ Hysteresis loop แบบ H1 นั้นจะเกิดกับรูพรุนที่มีขนาดรูปร่างที่เหมือนกัน (uniform size and shape)

สำหรับ hysteresis แบบ H3 และ H4 เกิดกับรูพรุนที่เกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคทำให้เกิดลักษณะแบบสลิต (slit shaped pore) กล่าวคืออนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแผ่นหรือมีมุม เช่น ลูกบาศก์ เป็นต้น หากมีขนาดและรูปร่างเหมือนกันจะเป็นแบบ H4 ในทางตรงกันข้าม ขนาดและรูปร่างต่างกันออกไปจะเป็นแบบ H3

1.3.3 การสกัดด้วยเฟสของแข็ง (solid phase extraction, SPE)

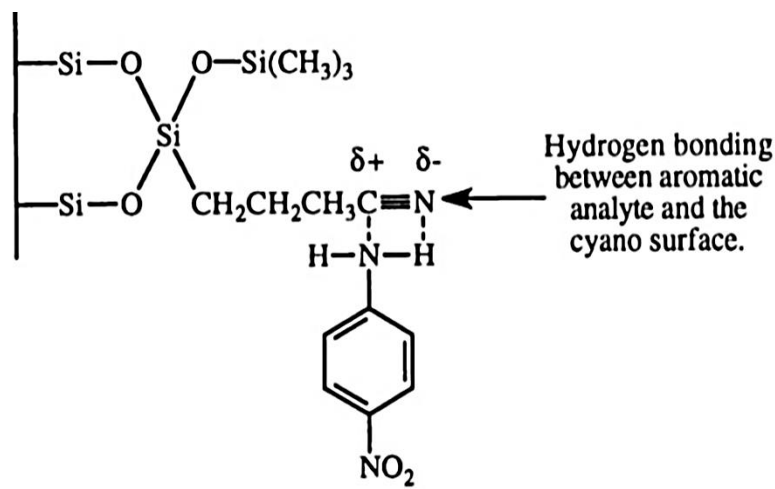
เทคนิคการสกัดเฟสของแข็งเป็นเทคนิคที่ใช้สารซึ่งเป็นของแข็งที่มีรูพรุน ทำหน้าที่เป็นตัวดูดซับ เพื่อดูดซับสารเป้าหมาย ซึ่งมักจะเป็นตัวถูกละลายหรือแขวนลอยอยู่ในเฟสของเหลว (liquid phase) ไว้บนพื้นผิวของเฟสของแข็ง (solid phase) ตามด้วยการชะตัวถูกละลายออกจากเฟสของแข็งด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม จึงสามารถแยกสารเป้าหมายออกจากสารละลาย ทำให้สารที่ต้องการวิเคราะห์มีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้น ทั้งด้านสารเป้าหมายหรือด้านสารละลายก็ดี ข้อดีของเทคนิคนี้คือ ใช้ตัวทำละลายในปริมาณน้อย จึงสามารถวิเคราะห์แม้จะมีสารปริมาณน้อย อีกทั้งยังลดการเกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและช่วยลดต้นทุนในการกำจัดของเสีย [11]

1.3.3.1 กลไกการทำงานของเทคนิคการสกัดด้วยเฟสของแข็ง

กลไกการดูดซับบนเฟสของแข็ง สามารถแบ่งออกได้เป็น 4 แบบ ดังนี้

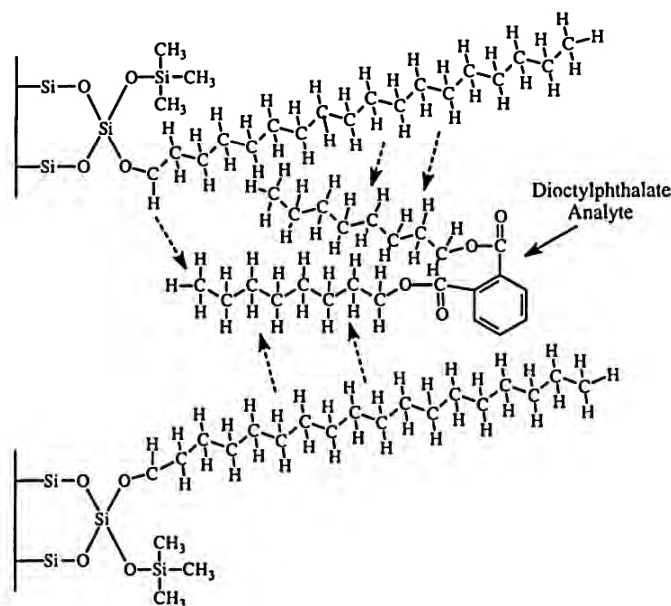
1. Normal phase SPE ใช้ในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ (analyte) ซึ่งเป็นสารที่มีขั้วออกจากสารละลายไม่มีขั้วหรือมีขั้วน้อย โดยมีตัวดูดซับ (sorbent) ซึ่งเป็นสารที่มีขั้ว ทำหน้าที่เป็นเฟสคงที่ ในการแยกสาร โดยกลไกการดูดซับนั้นเกี่ยวข้องกับพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ฟังก์ชันของสารที่ต้องการวิเคราะห์กับบริเวณจับ (active site) ของตัวดูดซับหรือเกิดแรงดึงดูดระหว่างขั้ว (dipole-dipole interaction) ซึ่งตัวดูดซับที่ทำงานในลักษณะนี้ ตัวอย่างเช่น ซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชัน cyanopropyl (CN), aminopropyl (NH₂) และ Diol (OH-R-OH, เมื่อ R คือหมู่ alkyl) เป็นต้น

Cyanopropyl Sorbent



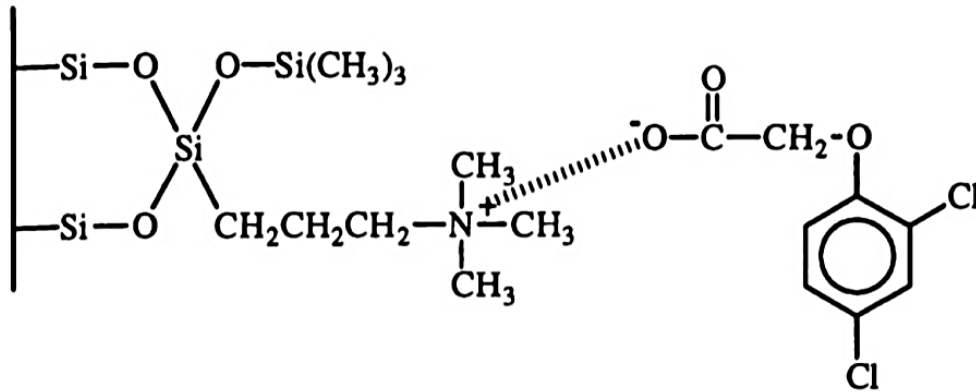
รูปที่ 1.10 กลไกการดูดซับแบบ Normal phase SPE (Thurman, 1998)

2. Reverse phase SPE ใช้ตัวดูดซับ (sorbent) ที่ไม่มีขั้วในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ (analyte) ซึ่งเป็นสารที่ไม่มีขั้วออกจากสารละลายมีขั้ว โดยอาศัยแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals force) ตัวดูดซับที่ทำงานในลักษณะนี้ ตัวอย่างเช่น ซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชัน cyclohexyl, octadecyl และ octyl เป็นต้น



รูปที่ 1.11 กลไกการดูดซับแบบ reverse phase SPE (Thurman, 1998)

3. Ion-exchange SPE ใช้ในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีประจุโดยอาจจะเป็นประจุบวกหรือประจุลบก็ได้ ออกจากสารตัวอย่าง โดยใช้ตัวดูดซับที่ซึ่งมักมีประจุตรงข้ามกับประจุของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยกลไกการทำงานของ Ion-exchange SPE นี้สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ cation exchange SPE และ anion exchange SPE



รูปที่ 1.12 กลไกการดูดซับแบบ Ion-exchange SPE (Thurman, 1998)

4. Adsorption SPE มักเกิดขึ้นเมื่อสารที่ต้องการวิเคราะห์ถูกดูดซับไว้บนพื้นผิวของตัวดูดซับผ่านแรงยึดเหนี่ยวซึ่งอาจเป็น hydrophobic หรือ hydrophilic ก็ได้ ขึ้นอยู่กับชนิดของสารทั้งสอง

1.3.3.2 การสกัดด้วยเฟสของแข็งเชิงปริมาณวิเคราะห์

สมดุลของการดูดซับเป็นสมบัติเฉพาะของตัวดูดซับและสารที่ถูกดูดซับแต่ละชนิด ซึ่งวิธีการทดลองเพื่อศึกษาสมดุลของการดูดซับด้วยเฟสของแข็ง ทำได้ 2 วิธีคือ แบบคอลัมน์ (column method) ที่ทำงานแบบต่อเนื่องและแบบแบทช์ (batch method) ที่ทำงานแบบไม่ต่อเนื่อง โดยงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสมดุลของการดูดซับด้วยวิธีแบบแบทช์ เนื่องจากเป็นวิธีการที่ง่ายต่อการทดลองในห้องปฏิบัติการ

หลักการของวิธีการดูดซับแบบแบทช์ คือ ผสมตัวดูดซับที่ทราบน้ำหนักแน่นอน ซึ่งเป็นเฟสของแข็ง ลงในสารที่ถูกดูดซับ (สารที่ต้องการวิเคราะห์) ซึ่งอยู่ในเฟสของเหลว แล้วนำไปเขย่า เมื่อเวลาผ่านไป จนกระทั่งการดูดซับเข้าสู่สมดุล ความเข้มข้นของสารบนผิวของตัวดูดซับและความเข้มข้นของสารที่อยู่ในของเหลวมีค่าคงที่ ทำให้อัตราส่วนของการกระจายตัวของสารที่ต้องการวิเคราะห์ระหว่างเฟส 2 เฟสคงที่ เรียกอัตราส่วนนี้ว่า “สัมประสิทธิ์การกระจาย (Distribution coefficient, D)” ซึ่งบ่งบอกถึงประสิทธิภาพในการสกัด และทำให้ทราบปริมาณสารที่ถูกดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับได้ ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ 2 สมการ ดังนี้

$$q_e = (C_i - C_e) \times \frac{L}{W} \quad (1.15)$$

$$D = \frac{q_e}{C_e} \quad (1.16)$$

$$\% \text{การดูดซับ} = \frac{C_i - C_e}{C_i} \times 100 \quad (1.17)$$

q_e คือ ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (mg/g)
หรือเรียกว่า ความจุของการดูดซับ (adsorption capacity)

C_i คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารที่ถูกดูดซับ (mg/L หรือ ppm)

C_e	คือ ความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (mg/L)
L	คือ ปริมาตรของสารละลายที่มีตัวถูกดูดซับละลายอยู่ (L)
W	คือ มวลของตัวดูดซับที่ใช้ (g)
D	คือ สัมประสิทธิ์การกระจาย (Distribution coefficient)

1.3.3.3 ไอโซเทอร์มการดูดซับ (adsorption isotherm)

ไอโซเทอร์มการดูดซับ เป็นการพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (q_e) และความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (C_e) ที่อุณหภูมิคงที่ โดยแบบจำลองไอโซเทอร์มในระบบของเหลว/ของแข็ง ที่นิยมใช้ศึกษาสมดุลการดูดซับ ได้แก่ แบบจำลองของแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) และแบบจำลองของฟรอนด์ลิช (Freundlich isotherm) [21-22]

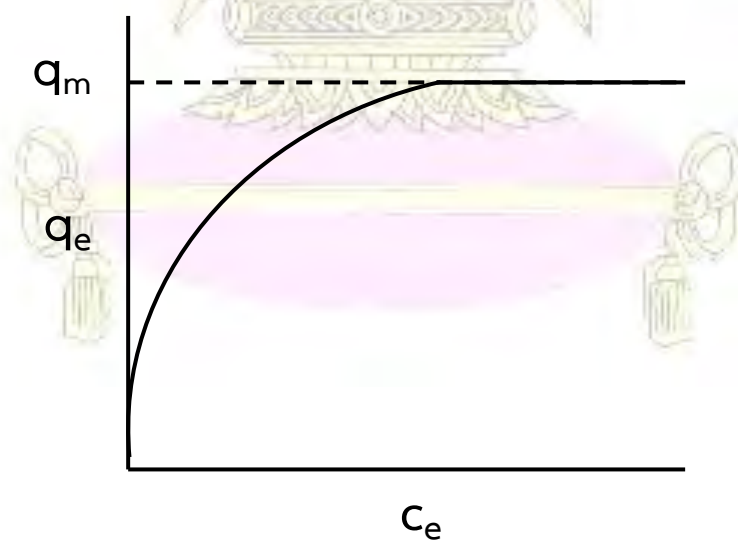
1. แบบจำลองของแลงเมียร์ (Langmuir isotherm)

แลงเมียร์ (Irving Langmuir) ได้เสนอแนวคิดของไอโซเทอร์มการดูดซับอย่างง่ายโดยมีสมมติฐานคือ

- โมเลกุลที่ถูกดูดซับมีจำนวนที่แน่นอนและมีตำแหน่งของการดูดซับที่แน่นอน
- การดูดซับเกิดขึ้นแบบชั้นเดียว (monolayer adsorption)
- ในแต่ละหมู่ว่าง (active site) บนพื้นผิวของตัวดูดซับจะดูดซับสารได้เพียงหนึ่งโมเลกุลเท่านั้น ในแต่ละตำแหน่งของหมู่ว่าง ค่าความร้อนของการดูดซับเท่ากันและคงที่ พลังงานของการดูดซับจะอยู่ในระดับใกล้เคียงกันทุกๆ พื้นผิวของตัวดูดซับ

โมเลกุลของสารที่จะถูกดูดซับไม่สามารถย้ายข้ามผิวหรือเกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลข้างเคียงได้

แบบจำลองสมดุลการดูดซับของแลงเมียร์ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (q_e หน่วยเป็น mg/g) และความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (C_e หน่วยเป็น mg/L) ดังรูปที่ 1.13



รูปที่ 1.13 ไอโซเทอร์มการดูดซับแบบแลงเมียร์

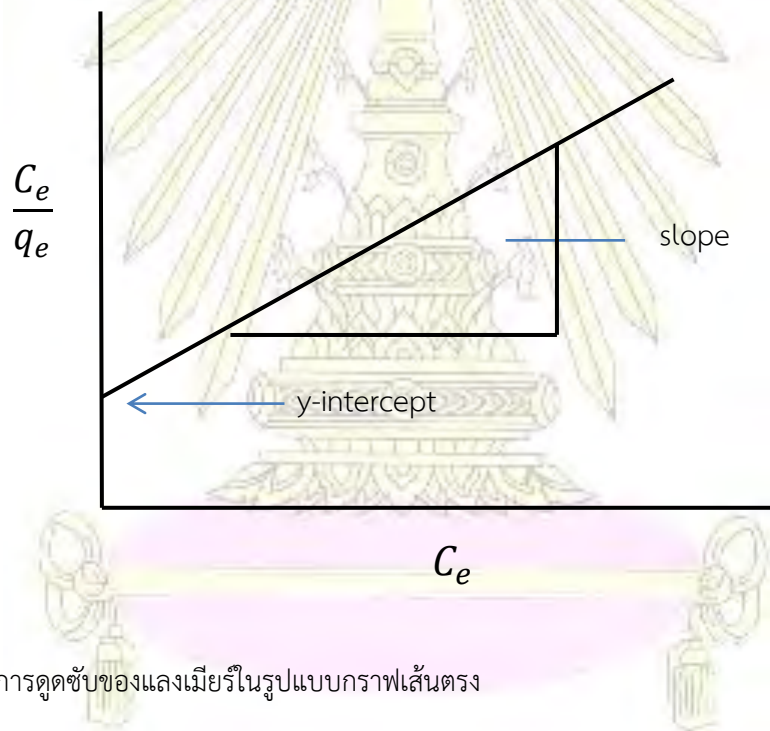
และสมการเชิงเส้นของแลงเมียร์ แสดงดังสมการที่ (1.19)

$$q_e = \frac{q_m b C_e}{1 + b C_e} \quad (1.18)$$

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m} (C_e) + \frac{1}{b \cdot q_m} \quad (1.19)$$

- q_e คือ ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (mg/g)
 C_e คือ ความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (mg/L)
 b คือ ค่าคงที่สมดุลการดูดซับของแลงเมียร์ (L/mg)
 q_m คือ ปริมาณสารสูงสุดที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ หรือความจุสูงสุดของตัวดูดซับในการดูดซับสารนั้นๆ (mg/g)

จากสมการที่ 1.19 นำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่าง C_e และ $\frac{C_e}{q_e}$ จะสามารถหา b และ q_m ได้จากความชันและจุดตัดแกน ดังแสดงในรูปที่ 1.14



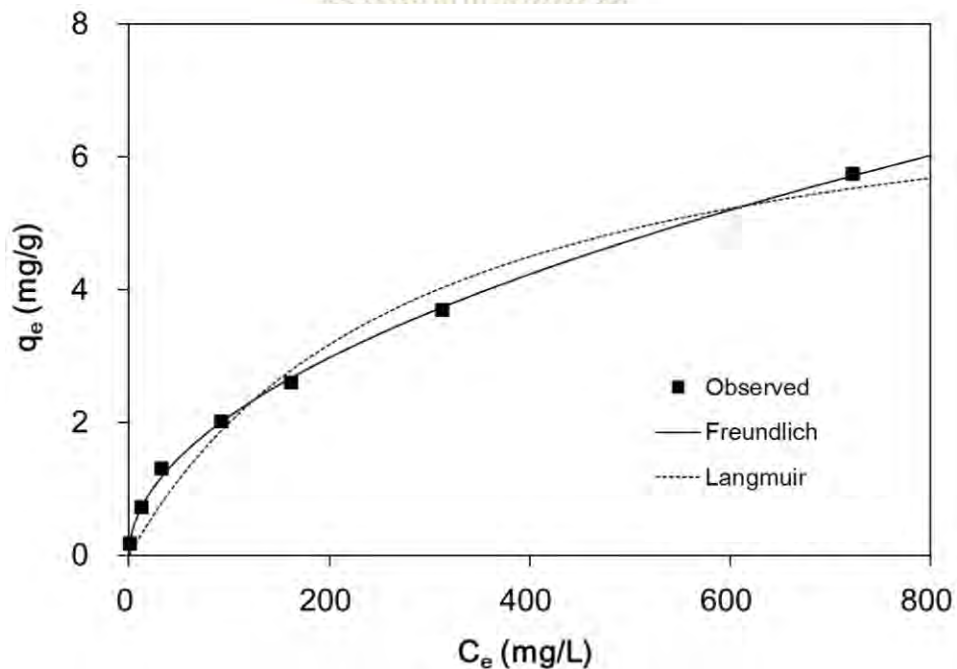
รูปที่ 1.14 แบบจำลองการดูดซับของแลงเมียร์ในรูปแบบกราฟเส้นตรง

$$q_m = \frac{1}{\text{slope}} \quad (1.20)$$

$$b = \frac{1}{q_m \cdot \text{y-intercept}} \quad (1.21)$$

2. แบบจำลองของฟรอนด์ลิช (Freundlich isotherm)

แบบจำลองสมดุลการดูดซับของฟรอนด์ลิช เป็นไอโซเทอร์มที่พัฒนาจากแลงเมียร์ ใช้อธิบายสมดุลการดูดซับที่หลากหลาย โดยเฉพาะของตัวดูดซับที่มีหมู่ฟังก์ชันต่างชนิดกัน หรือมีหมู่ฟังก์ชันที่ดูดซับสารด้วยแรงกระทำที่ต่างกัน (heterogenous surface) นอกจากนี้ การดูดซับของสารอาจเกิดขึ้นแบบหลายชั้น (multilayer adsorption) หรือแบบชั้นเดียวก็ได้ มีสมมติฐานว่า ปริมาณสารถูกดูดซับบนตัวดูดซับจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เมื่อมีการเพิ่มความเข้มข้นของสารในของเหลว โดยความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (q_e หน่วยเป็น mg/g) และความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (C_e) เป็นความสัมพันธ์แบบเอกซ์โพเนนเชียล (exponential relationship) ดังสมการ 1.22 โดยลักษณะของกราฟ non-linear regression ของแบบจำลองฟรอนด์ลิช แสดงดังรูปที่ 1.15



รูปที่ 1.15 การวิเคราะห์ไอโซเทอร์มการดูดซับของฟลูออไรต์บน quintinite โดยการทำให้ non-linear regression ของผลการทดลองโดยใช้แบบจำลองแลงเมียร์และฟรอนด์ลิช (Jea, 2014)

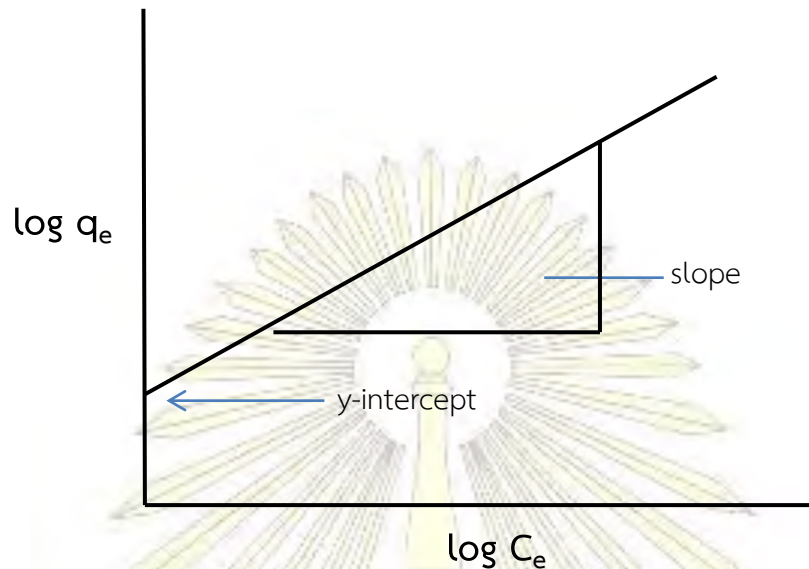
สมการที่ได้จากการสังเกตและทดลองการดูดซับโดยอาศัยสมมติฐานของแบบจำลองฟรอนด์ลิช

$$q_e = K_F C_e^{1/n} \quad (1.22)$$

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \quad (1.23)$$

- q_e คือ ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (mg/g) หรือเรียกว่า ความจุของการดูดซับ (adsorption capacity)
- C_e คือ ความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (mg/L)
- K_F คือ ค่าคงที่ฟรอนด์ลิชที่เกี่ยวข้องกับความจุการดูดซับของตัวดูดซับ (mg/g)
- n คือ adsorption intensity

จากสมการ 1.23 นำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่าง $\log q_e$ และ $\log C_e$ สามารถหา K_F และ n ได้จากความชัน และจุดตัดแกน ดังแสดงในรูปที่ 1.16 โดยทั่วไป หากการดูดซับเกิดขึ้นได้ดี ค่า n จะมีค่าอยู่ระหว่าง 1-10 ยิ่ง n มีค่ามาก แสดงว่าเกิดอันตรกิริยาที่แข็งแรงระหว่างตัวดูดซับกับสารที่ถูกดูดซับ และเมื่อ $n=1$ จะเป็นไอโซเทอร์มการดูดซับแบบเส้นตรง แสดงว่าการดูดซับเกิดขึ้นด้วยพลังงานที่เท่ากันทุกหมู่ของไวบนตัวดูดซับ



รูปที่ 1.16 แบบจำลองการดูดซับของฟรอนด์ลิชในรูปแบบกราฟเส้นตรง

$$n = \frac{1}{\text{slope}} \quad (1.24)$$

$$K_F = 10^{\text{y-intercept}} \quad (1.25)$$

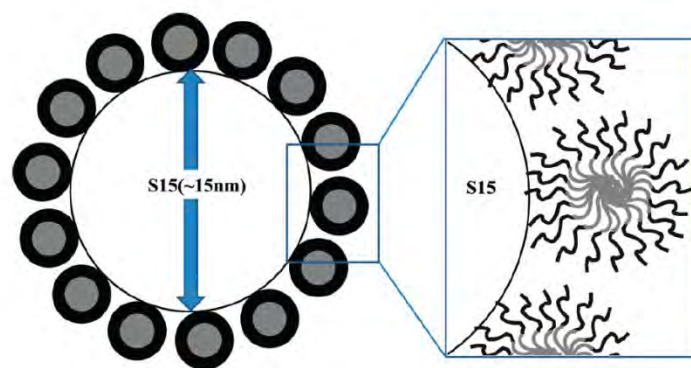
q_e	คือ ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (mg/g) หรือเรียกว่า ความจุของการดูดซับ (adsorption capacity)
C_e	คือ ความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (mg/L)
K_F	คือ ค่าคงที่ฟรอนด์ลิชที่เกี่ยวข้องกับความจุการดูดซับของตัวดูดซับ (mg/g)
n	คือ adsorption intensity

1.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การเตรียมเมโซพอร์ซิลิกาที่ใช้ในการศึกษาในงานวิจัยนี้ ใช้วิธีการสังเคราะห์ตามวิธีของ Boos และคณะ [5] ทำการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้สารตั้งต้นเป็น TEOS และสารลดแรงตึงผิวชนิดแคตไอออน ได้แก่ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) เป็นสารต้นแบบ โดยที่อัตราส่วนโดยโมลในการสังเคราะห์เป็น TEOS : CTAB : H₂O : MeOH เท่ากับ 1 : 0.18 : 140 : 13 โดยใช้ NaOH 0.1 M เป็นตัวปรับ pH พบว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้เป็นเมโซพอร์ซิลิกาที่มีลักษณะของโครงสร้างเป็นชั้นแผ่นบางซ้อนกัน (lamellar) โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน ประมาณ 39 Å และพื้นที่ผิวจำเพาะ 960 m²/g

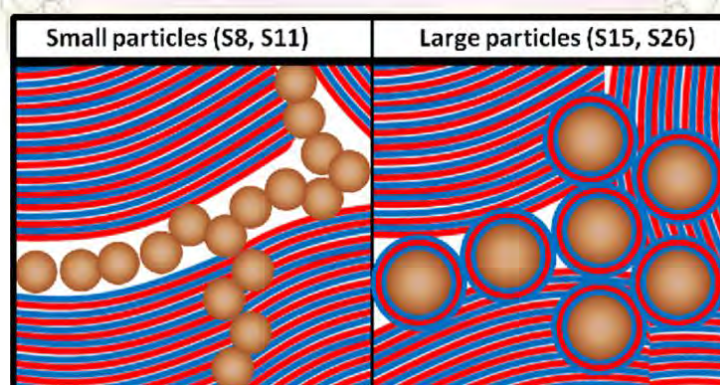
สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ มีดังนี้

ในปี 2010 Sharma และคณะ [23] ได้ทำการดูดซับสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ($C_{12}E_9$) บนอนุภาคนาโนซิลิกา เพื่อศึกษาโครงสร้างและอันตรกิริยาของอนุภาคซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิว โดยผู้วิจัยใช้เทคนิค small-angle X-ray scattering (SAXS) ร่วมกับ contrast matching small-angle neutron scattering (SANS) สำหรับตรวจสอบโครงสร้างขนาดเล็กและอันตรกิริยาระหว่างอนุภาคในการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ผลการทดลองพบว่าการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีอัตราส่วน $C_{12}E_9$: น้ำ เป็น 1:1 เกิดผ่านอันตรกิริยาแบบคูลอมบ์ และที่น่าสนใจ คือลักษณะของสารลดแรงตึงผิวรอบอนุภาคนั้นมีลักษณะคล้ายทรงกลม (hard-sphere) เมื่อจำลองออกมาเป็นโครงสร้าง ได้เป็นโมเดลของสารลดแรงตึงผิว จำนวน 14 โมเดลที่ถูกดูดซับอยู่บนแต่ละอนุภาคซิลิกา ดังแสดงในรูปที่ 1.17 และผู้วิจัยได้นำอนุภาคซิลิกาที่เคลือบด้วย polyethyleneimine (PEI) ไปทำการดูดซับสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ($C_{12}E_9$) ปรากฏว่า อนุภาคซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วย PEI ไม่ดูดซับสารลดแรงตึงผิวชนิดดังกล่าว



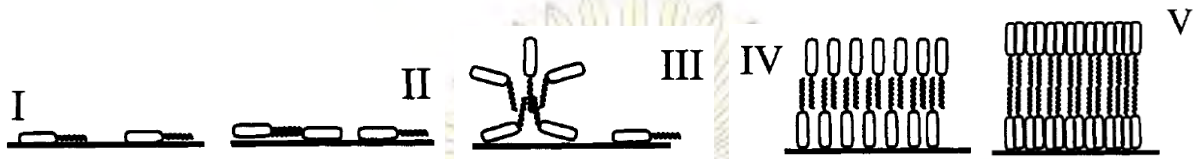
รูปที่ 1.17 ลักษณะของสารลดแรงตึงผิวเป็นโมเดลที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของอนุภาคซิลิกา โดยส่วนเอทิลีนออกไซด์แสดงด้วยเส้นสีดำ และส่วนที่ไม่ชอบน้ำแสดงด้วยเส้นสีเทา

ในปี 2013 Venugopal และคณะ [24] ได้ศึกษาผลของขนาดอนุภาคซิลิกาต่อลักษณะการรวมตัวของอนุภาคซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ($C_{12}E_4$) โดยมีอัตราส่วน $C_{12}E_4$: น้ำ เท่ากับ 3:1 ซึ่งเป็นเฟสของเหลวที่มีลักษณะเป็นแผ่นบางซ้อนกัน พบว่า สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุจะถูกดูดซับบนอนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่า 15 nm ซึ่งสารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของอนุภาคนั้นมีลักษณะเป็น bilayer ดังแสดงในรูปที่ 1.18 แต่จะไม่เกิดการดูดซับบนอนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่า 11 nm



รูปที่ 1.18 ลักษณะความแตกต่างของพฤติกรรมการดูดซับสารลดแรงตึงผิวบนอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 nm (S11) และ 15 nm (S15)

ในปี 1993 Rutland และคณะ [25] ได้ทำการดูดซับสารลดแรงตึงผิวพอลิโออกซีเอทิลีน ($C_{12}E_5$) ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุบนซิลิกา จากนั้นจึงศึกษาแรงระหว่างอนุภาคทรงกลมของซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวด้วยเทคนิค atomic force microscope (AFM) ผลการศึกษาพบว่าระหว่างพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาในน้ำที่ปราศจากสารลดแรงตึงผิวจะมีแรงผลักดันของแรงทางไฟฟ้าและแรงไฮโดรเจน ในขณะที่อนุภาคซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นประมาณ $1/3$ ของค่า CMC ของ $C_{12}E_5$ นั้นมีสารลดแรงตึงผิวถูกดูดซับบนพื้นผิวของซิลิกาในลักษณะเป็นชั้นบางๆ ของส่วนที่ไม่ชอบน้ำ และอนุภาคซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ค่า CMC ขึ้นไป ลักษณะการดูดซับของสารลดแรงตึงผิวบนพื้นผิวของซิลิกามีลักษณะเป็นแบบ bilayer ที่หันส่วนที่ชอบน้ำออกด้านนอก ดังแสดงในรูปที่ 1.19



รูปที่ 1.19 ลักษณะของสารลดแรงตึงผิวถูกดูดซับบนพื้นผิวของซิลิกาในสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นค่าต่างๆ (I) ณ ความเข้มข้นต่ำมากๆ แรงดูดซับเกิดจากพันธะไฮโดรเจน (II) ณ ความเข้มข้น $1/3$ ของ CMC (III) ณ ความเข้มข้นประมาณ CMC (IV) ณ ความเข้มข้นมากกว่า CMC (V) ณ ความเข้มข้นหลังจากเข้าสู่สมดุล สารลดแรงตึงผิวมีลักษณะเป็น bilayer

ในปี 2016 Sameer และคณะ [26] ได้ทำการเปรียบเทียบสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ nonylphenoethoxylates (NPE) ในน้ำ ของเมโซพอร์ซิลิกาที่เตรียมจากสารต้นแบบต่างชนิดกัน คือ cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) และ cocamidopropyl betaine (CAPB) ผลการทดลองใช้ซิลิกา 0.2 g ใน 50 mL ของสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นเริ่มต้น 40 mg/L เป็นเวลา 90 นาที พบว่าซิลิกาที่เตรียมจาก CTAB สามารถดูดซับสารลดแรงตึงผิวได้มากที่สุด โดยมีร้อยละของการดูดซับเท่ากับ 72.25% ทั้งนี้เป็นผลมาจากการใช้ซิลิกาที่มี CTAB เป็นสารต้นแบบมีพื้นที่ผิวสูงกว่า (i.e. $54.04 \text{ m}^2/\text{g}$) และไอโซเทอร์มการดูดซับเป็นไปตามแบบจำลองของฟรอนด์ลิช

ในปี 1997 Desbene และคณะ [27] ได้ทำการดูดซับสารละลายของสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ($C_{12}E_n$ โดย n มีค่าตั้งแต่ 2 ถึง 9) บนซิลิกาชนิด Aerosil 200 ซึ่งเป็นซิลิกาที่ไม่มีรูพรุน มีพื้นที่ผิวประมาณ $200 \text{ m}^2/\text{g}$ โดยทำการดูดซับสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นเริ่มต้น 100 ppm ด้วยปริมาณซิลิกา 40 g/L เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และใช้ HPLC เป็นเทคนิคในการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิว ผลการทดลองพบว่า เมื่อสารลดแรงตึงผิวมีจำนวนหมู่ไฮดรอกซิลเพิ่มขึ้น ค่าการดูดซับก็จะเพิ่มมากขึ้นด้วยที่ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสารลดแรงตึงผิวต่ำกว่าค่า CMC ของสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิด และให้ผลในทางตรงกันข้าม เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสารลดแรงตึงผิวสูงกว่าค่า CMC

สำหรับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการกำจัดสารลดแรงตึงผิวในน้ำนั้น ในปี 2013 Kabasli และคณะ [1] ได้ทำการศึกษาการกำจัดสารละลาย alcohol ethoxylates ในน้ำด้วยกระบวนการโฟโตแคตาไลติกที่ใช้รังสียูวีเอและสารไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยผู้วิจัยได้ทดลองหาประสิทธิภาพในการกำจัดสารละลาย Brij30 ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุที่มีความเข้มข้นเริ่มต้น 20 mg/L ด้วยกระบวนการโฟโตแคตาไลติกที่ใช้ปริมาณสารไทเทเนียมไดออกไซด์ 1.0 g/L เป็นเวลา 10 นาที พบว่า กระบวนการดังกล่าวมีประสิทธิภาพในการกำจัดสารละลาย Brij30 อยู่ที่ 83%

ในปี 1990 Adachi และคณะ [28] ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออน (sodium n-dodecylbenzenesulfonate) และสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ (heptaoxyethylene dodecyl ether) จากน้ำเสียของโรงงานเคมีบำบัดโดยใช้กระบวนการดูดซับคาร์บอนกัมมันต์และกระบวนการตกตะกอน ผลการทดลองพบว่า วิธีดังกล่าวสามารถกำจัดสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออน และชนิดไม่มีประจุออกจากน้ำเสียได้ โดยมีประสิทธิภาพในการกำจัดเท่ากับ 67.4% และ 31.7% ตามลำดับ นอกจากนี้ เวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการดูดซับสารลดแรงตึงผิวทั้งสองชนิดของคาร์บอนกัมมันต์ คืออย่างน้อย 15 นาที จึงจะสามารถกำจัดสารลดแรงตึงผิวได้ทั้งสองชนิด และกระบวนการตกตะกอนมีประสิทธิภาพในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวชนิดแอนไอออนได้ดี แต่ไม่มีประสิทธิภาพในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ

ส่วนงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ในปี 1972 Baleux [9] ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุกลุ่ม ethoxylate จากการใช้สารละลายไอโอดีน-ไอโอดด์ ซึ่งทำโดยการเติม 0.25 mL ของสารละลายรีเอเจนต์ KI_3 (โพแทสเซียมไอโอดด์ 2% และไอโอดีน 1%) ลงใน 10 mL ของสารละลายสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นในช่วง 1-20 mg/L ตั้งทิ้งไว้ 5 นาทีที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ความยาวคลื่น 500 nm ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer) โดยใช้สารละลายรีเอเจนต์ KI_3 เป็นแบลนด์ (blank) และพบว่าค่าการดูดกลืนแสงเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว

ในปี 2002 Jurado และคณะ [29] ได้ทดลองหาความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ โดยเปรียบเทียบระหว่างวิธีไอโอดีน-ไอโอดด์ (Iodine-iodide colorimetric method) และวิธีของ Wickbold หรือเรียกว่า BiAS (Bismuth-Active Substances) พบว่า การวิเคราะห์ปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุด้วยวิธีไอโอดีน-ไอโอดด์นั้นให้ผลดีกว่าวิธีของ Wickbold สำหรับสารลดแรงตึงผิวที่ประกอบด้วยหมู่เอทิลีนออกไซด์ (ethylene oxide) ตั้งแต่ 5 โมเลกุลขึ้นไป ซึ่งวิธีนี้มีข้อดี คือใช้สารตัวอย่างน้อย ประหยัดเวลา ราคาไม่แพง และไม่จำเป็นต้องสกัดแยกสารลดแรงตึงผิวออกมาก่อน ในขณะที่วิธีของ Wickbold จำเป็นต้องแยกสารลดแรงตึงผิวออกมาก่อนนำไปวิเคราะห์

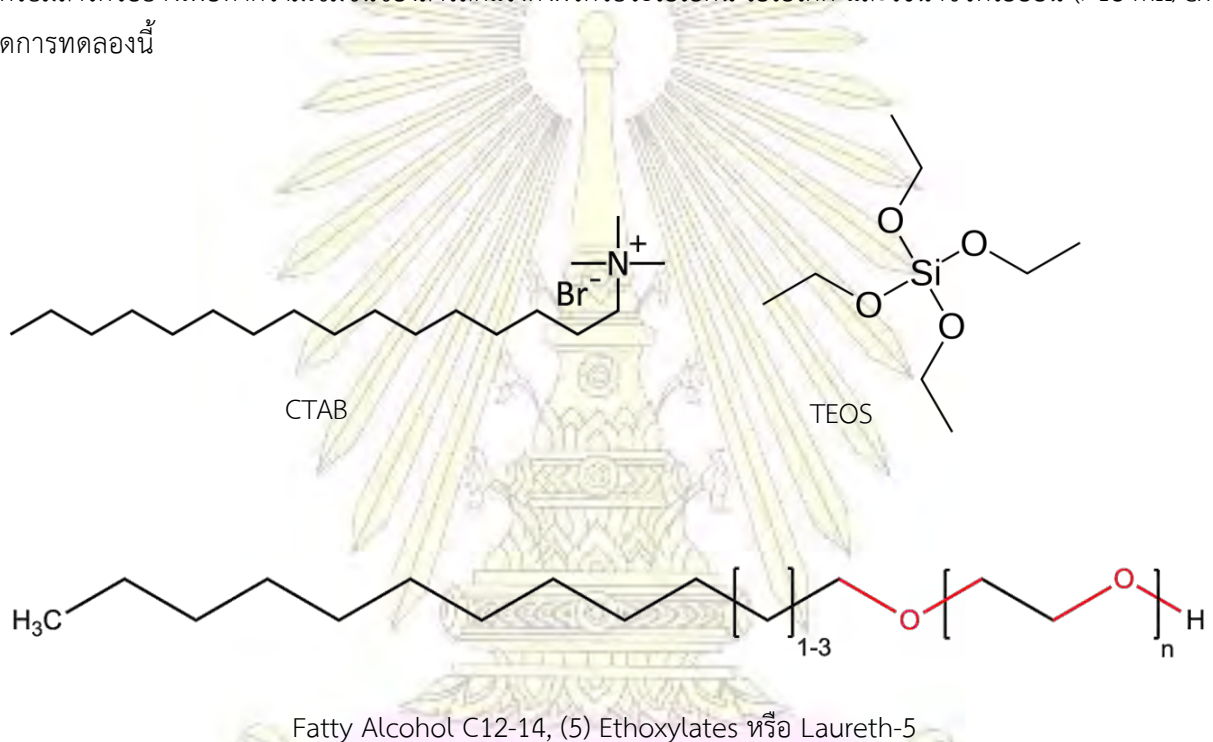
บทที่ 2

การทดลอง

2.1 สารเคมีและอุปกรณ์

2.1.1 สารเคมี

สารตั้งต้นในการสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกา ได้แก่ เฮกซะเดซิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB, Fluka), เททระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS, 98% Aldrich), โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH, CARLO ERBA) และเอทิลแอลกอฮอล์ (EtOH, AR grade, Merck) สารลดแรงตึงผิวที่นำมาทดสอบการดูดซับ ได้แก่ ดีไฮดอล แอลเอช-5 (DEHYDOL LS 5 TH, บริษัทไทยอีทอกซีเลท จำกัด), สารละลายของไอโอดีน (I₂, CARLO ERBA), โพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI, CARLO ERBA) ใช้เป็นรีเอเจนต์ในการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อหาความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวด้วยวิธีไอโอดีน-ไอโอไดด์ และใช้น้ำขจัดไอออน (>18 MΩ/cm³) ตลอดการทดลองนี้



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวและรีเอเจนต์หลักที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา

2.1.2 อุปกรณ์

เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Agilent 8453 UV-Visible spectrophotometer) ในการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (NICOLET 6700 FT-IR) ในการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในซิลิกา เครื่องไนโตรเจนแอดซอร์ปโทมิเตอร์ (Nitrogen adsorption, Belsorp mini II) ในการหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายขนาดของรูพรุนของซิลิกา เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (Rigaku) ในการตรวจสอบการจัดเรียงโครงสร้างของซิลิกา ตู้อบ (Mettler) ในการทำให้เกิดเป็นเจล (gelation) และการอบแห้ง เตาเผา (CARBOLITE RHF 1600) ในการกำจัดสารต้นแบบออกจากซิลิกา เครื่องเขย่าแบบหมุนวน (orbital shaker, GFL 3005) ในการศึกษาการดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยซิลิกาในรูปแบบแบทช์ เครื่องทำน้ำขจัดไอออน (Milli Q, Progard TS2)

2.2 ขั้นตอนการทดลอง

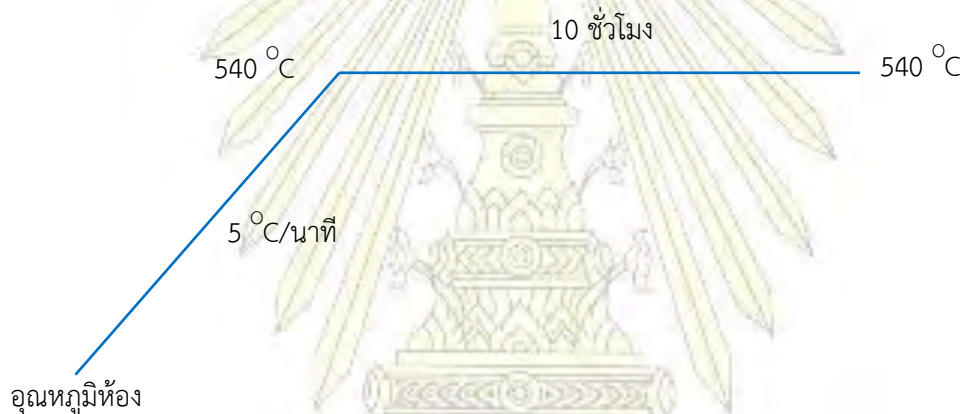
2.2.1. การเตรียมเมโซพอร์ซซิลิกาที่ใช้ในการดูดซับสารลดแรงตึงผิว

2.2.1.1 การสังเคราะห์เมโซพอร์ซซิลิกา

การสังเคราะห์เมโซพอร์ซซิลิกาในงานวิจัยนี้ ทำตามวิธีการสังเคราะห์ของ Boos และคณะ [5] มีสัดส่วนโดยโมลขององค์ประกอบของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ 1 TEOS : 0.18 CTAB : 140 H₂O : 13 EtOH ซึ่งวิธีการสังเคราะห์เริ่มจากละลาย CTAB ใน 0.1 M NaOH ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วเติม EtOH และ TEOS ตามลำดับ คนต่ออีก 4 ชั่วโมง ปล่อยให้อุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นคนต่ออีก 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์ ทำการกรองซิลิกาที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 5 และล้างด้วยน้ำขจัดไอออนจนกระทั่ง pH เป็นกลาง แล้วนำไปอบที่ 110 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะเรียกซิลิกาในขั้นตอนนี้ว่า MS

2.2.1.2 การกำจัดสารต้นแบบออกจากซิลิกาด้วยวิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcination)

ซังซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ 0.3-0.4 กรัม ใส่ลงในถ้วยชามเคลือบสำหรับเผาที่ทราบน้ำหนักแน่นอน ทำการเผาตามรูปแบบการเพิ่มอุณหภูมิดังรูปที่ 2.2 เมื่อเผาเสร็จแล้ว บันทึกน้ำหนักของสารที่เหลือ แล้วเปรียบเทียบกับค่าเริ่มต้น เพื่อนำไปคำนวณหาปริมาณสารอินทรีย์ที่มีในซิลิกาต่อไป จะเรียกซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงนี้ว่า CS



รูปที่ 2.2 รูปแบบการเพิ่มอุณหภูมิของการเผาซิลิกาในเตาเผา

2.2.1.3 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของซิลิกา

1. การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในซิลิกา

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในซิลิกา ทำโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (IR spectroscopy) โดยนำซิลิกามาบดรวมกับ KBr แล้ววัดค่าการส่องผ่านในช่วง 400-4000 cm⁻¹ ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR spectrometer)

2. การศึกษาลักษณะความเป็นผลึกของซิลิกา

การศึกษาลักษณะความเป็นผลึกของซิลิกาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray powder diffractometry, XRD) ได้รับความเอื้อเฟื้อในการวิเคราะห์จากภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีวิธีการดังนี้

นำซิลิกาตัวอย่างอัดใส่แผ่นกระจกแล้วนำไปสแกนค่าการเลี้ยวเบนตั้งแต่ 1.5° – 10° และความเร็วรอบในการสแกน 1°/นาที

3. การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และการกระจายรูพรุนของซิลิกา

การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายรูพรุนของซิลิกาโดยใช้เทคนิคการดูดซับไนโตรเจน (N_2 sorption analysis) ได้รับความเชื่อถือเพื่อการวิเคราะห์จากภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีวิธีการดังนี้

ชั่งสารตัวอย่าง 0.0040 กรัม มาศึกษาการดูดซับไนโตรเจนที่ความดันสัมพัทธ์ P/P_0 ตั้งแต่ 0 ถึง 1 kPa แล้วนำผลที่ได้ไปคำนวณหาพื้นที่ผิวของซิลิกา จากสมการ Brunauer-Emmett-Teller (BET) และหาขนาดของรูพรุนของซิลิกาจากสมการ Barret-Joyner-Hakenda (BJH)

2.2.2 การศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์ซิลิกา

การศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์ซิลิกา ปัจจัยที่ทำการศึกษา ได้แก่ ระยะเวลาที่ใช้ในการดูดซับ ปริมาณซิลิกาที่ใช้ในการดูดซับ และความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย DEHYDOL LS5 เพื่อหาความจุในการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของซิลิกา โดยมีวิธีการทดลองดังนี้

ชั่งซิลิกา 0.2000 กรัม ใส่ลงในขวดสกัดขนาด 25 mL ปิเปต 20 mL ของสารละลายของสารลดแรงตึงผิว ใส่ลงในขวดสกัดข้างต้น แล้วนำสารผสมที่ได้ไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าแบบหมุนวน (Orbital Shaker) ที่ความเร็ว 250 rpm เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แยกสารละลายออกจากซิลิกาด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) แล้วนำสารละลายที่ได้หลังการสกัดนี้ไปหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เหลืออยู่ด้วยวิธีไอโอดีน-ไอโอไดด์ (Iodine-Iodide method) เปรียบเทียบปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เหลืออยู่ในสารละลายหลังการดูดซับกับปริมาณเริ่มต้น เพื่อหาปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับในซิลิกาต่อไป



บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผล

3.1 การสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกา

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดกลางหรือเมโซพอร์ซิลิกา (mesoporous silica) โดยใช้เฮกซะเดซิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) เป็นสารต้นแบบ ได้ซิลิกาที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว และเมื่อนำซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิสูง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ทั้งหมดที่มีอยู่ในซิลิกาออก ผลการทดลองพบว่า วิธีการเผาที่อุณหภูมิสูงนี้สามารถกำจัดสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในซิลิกาออกได้หมด ดังจะเห็นได้จากผลการทดลองที่แสดงในตารางที่ 3.1 ซึ่งแสดงถึงร้อยละของสารอินทรีย์ที่หายไปจากการเผา โดยค่าดังกล่าวนี้มากกว่าปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ซึ่งได้จากการคำนวณทางทฤษฎี (46.06%, ดูวิธีการคำนวณในภาคผนวก) ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากสมบัติการดูดความชื้นที่ดีของซิลิกา

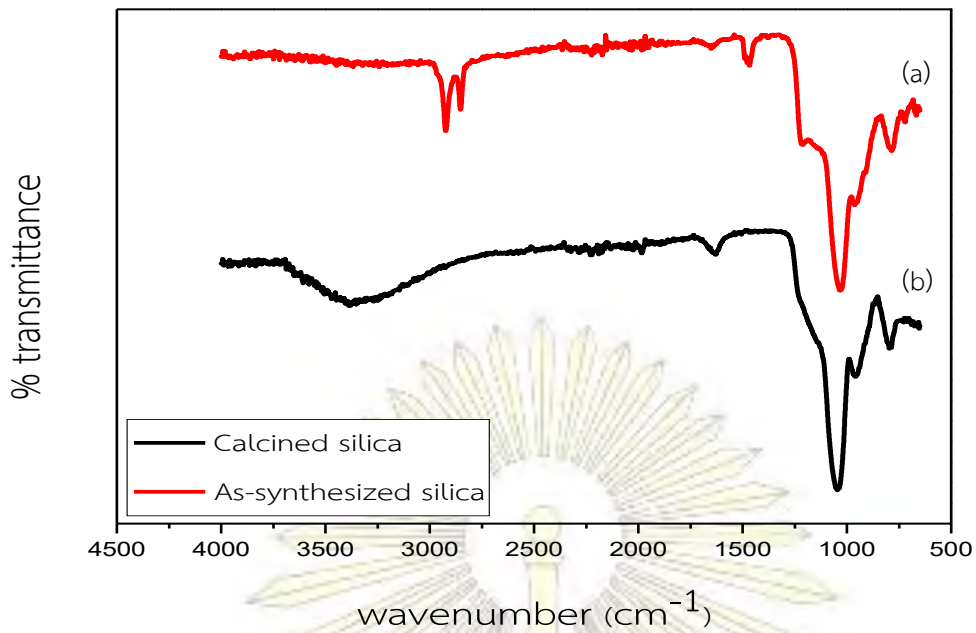
ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารอินทรีย์ที่ในซิลิกาที่หายไปจากการเผาที่อุณหภูมิสูง

รหัส	น้ำหนักซิลิกา (g)		ปริมาณสารอินทรีย์ที่ในซิลิกาที่หายไป	
	ก่อนเผา	หลังเผา	g	%
	(SiO ₂ +สารอินทรีย์)	SiO ₂		
CS1	2.7060	1.2520	1.4540	53.73
CS2	2.7086	1.3501	1.3585	50.16
CS3	2.6157	1.2766	1.3391	51.19
CS4	2.6164	1.3032	1.3132	50.19

3.1.2 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันในเมโซพอร์ซิลิกา

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของเมโซพอร์ซิลิกาด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (IR spectroscopy) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 3.1 ซึ่งจะเห็นได้ว่า IR สเปกตรัมของซิลิกาก่อนและหลังจากการเผาที่อุณหภูมิสูง ปรากฏพีกที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกา ได้แก่ พีกที่ความยาวคลื่นประมาณ 3,400 cm⁻¹ แสดงการสั่นของ O-H stretching ของหมู่ซิลานอล (R-OH) พีกที่ความยาวคลื่นประมาณ 1,050 cm⁻¹ และ 800 cm⁻¹ แสดงการสั่นของ Si-O-Si bending และ asymmetric Si-O-Si stretching ของหมู่ไซลอกเซน ตามลำดับ

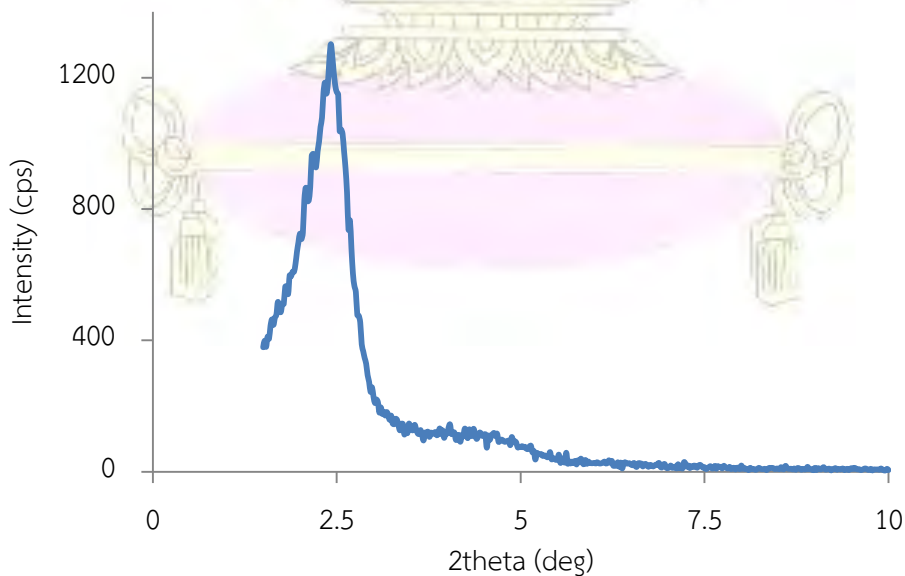
ส่วนพีกที่ความยาวคลื่นประมาณ 2,900 cm⁻¹ ในเมโซพอร์ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ (a) แสดงการสั่นของ C-H stretching ของสารต้นแบบที่ใช้ในการสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกา ซึ่งสารต้นแบบดังกล่าวจะถูกกำจัดออกไปโดยวิธีการเผาที่อุณหภูมิสูง จึงไม่พบพีกนี้ใน IR สเปกตรัมของเมโซพอร์ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงแล้ว (รูปที่ 3.1 b)



รูปที่ 3.1 IR สเปกตรัมของ (a) เมโซพอร์ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ (As-synthesized silica) และ (b) เมโซพอร์ซิลิกาผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง (Calcined silica)

3.1.3 การศึกษาลักษณะความเป็นผลึกของเมโซพอร์ซิลิกา

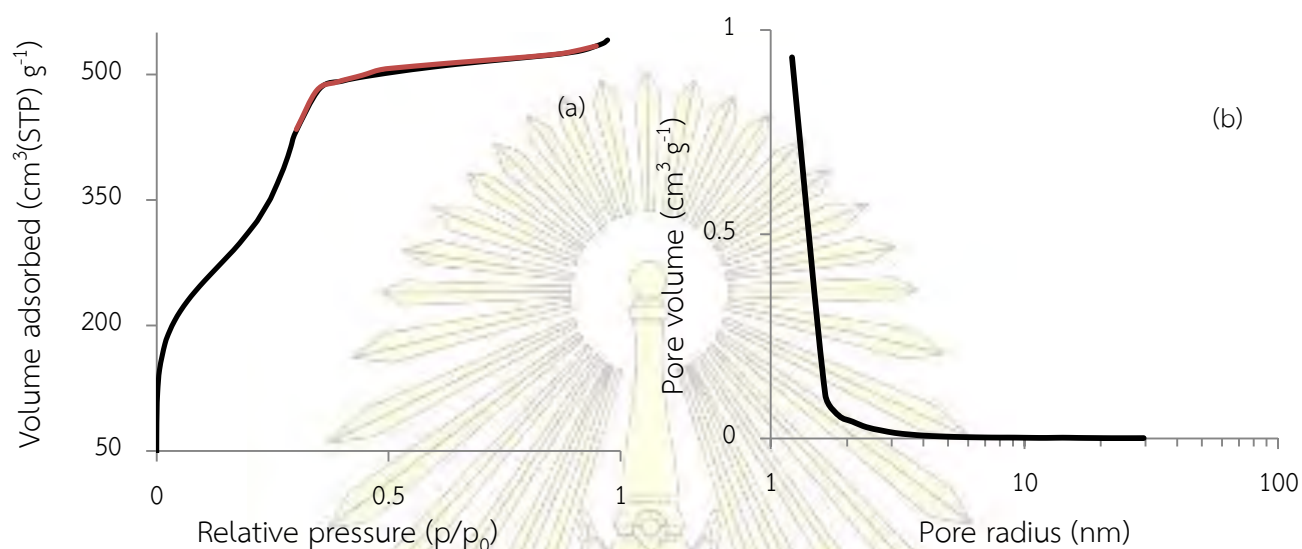
การศึกษาลักษณะความเป็นผลึกของซิลิกาที่ผ่านการเผาอุณหภูมิสูง (calcined silica) โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction patterns) แสดงดังรูปที่ 3.2 ซึ่งปรากฏพีกที่ 2θ เท่ากับ 2.42 แสดงถึงระนาบ d_{100} และมีระยะระหว่างระนาบ (d) เท่ากับ 36.47 Å แสดงให้เห็นว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ



รูปที่ 3.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่ผ่านการเผาอุณหภูมิสูง

3.1.4 การหาพื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนและการกระจายรูพรุนของเมโซพอร์สซิลิกา

ลักษณะความเป็นรูพรุนของซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงสามารถพิจารณาได้จาก Nitrogen adsorption-desorption isotherm ดังแสดงในรูปที่ 3.3 (a) พบว่า ซิลิกามีไอโซเทอร์มของการดูดซับเป็นแบบที่ 4 แสดงถึงการดูดซับที่เป็น multilayer และมี hysteresis loop เป็นแบบ H4 ตามระบบ IUPAC [19] ซึ่งแสดงถึงรูพรุนที่เกิดจากการรวมตัวของอนุภาคในลักษณะที่ทำให้เกิดรูพรุนแบบแผ่นและรูปร่างเดียวกันหมด



รูปที่ 3.3 (a) Nitrogen adsorption-desorption isotherm และ (b) BJH pore size distribution ของซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง

สำหรับขนาดของรูพรุนและการกระจายขนาดรูพรุนของซิลิกา สามารถหาได้จากวิธีของ Barret-Joyner-Halenda (BJH) ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.3 (b) จะเห็นได้ว่าการกระจายขนาดรูพรุนของเมโซพอร์สซิลิกา มีการกระจายอยู่ในช่วงแคบ (narrow pore size distribution) โดยอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดรัศมีของรูพรุน เท่ากับ 1.21 nm ซึ่งแสดงถึงความเป็นเมโซพอร์สซิลิกา และสามารถนำมาคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรของรูพรุน ขนาดของรูพรุน ระยะระหว่างระนาบ และความหนาของผนังของซิลิกาได้ดังนี้

ตารางที่ 3.2 สมบัติทางกายภาพของเมโซพอร์สซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง

Surface area (m^2/g)	1091.5
Pore volume (cm^3/g)	0.84
Pore size (nm)	3.07
d (nm)	3.65
a_0	12.63
Wall thickness (nm)	9.57

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

3.2 การดูดซับสารลดแรงตึงผิวด้วยเมโซพอร์ซิลิกา

3.2.1 การศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์ซิลิกา

การศึกษาสมบัติการดูดซับสารลดแรงตึงผิว DEHYDOL LS5 TH (ซึ่งต่อไปนี้จะเรียกว่า LS5) ของเมโซพอร์ซิลิกา ในงานวิจัยนี้ ใช้การศึกษาในรูปแบบแบทช์ และมีปัจจัยที่ทำการศึกษ ได้แก่ ระยะเวลาที่ใช้ในการดูดซับ ปริมาณซิลิกาที่ใช้ในการดูดซับ และความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสารลดแรงตึงผิว

3.2.1.1 ผลของเวลาต่อปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ของเมโซพอร์ซิลิกา

การหาระยะเวลาที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ของซิลิกา ใช้ปริมาณซิลิกา 0.1 กรัม กับ 20 mL ของสารละลาย LS5 ที่มีค่าความเข้มข้น 1,728 ppm ทำการดูดซับเป็นเวลา 15 นาที, 30 นาที, 45 นาที หรือ 60 นาที และทำการทดลอง 3 ครั้งต่อปัจจัยที่ทำการศึกษา ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.3 ปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับ เมื่อใช้เวลาในการดูดซับต่างกัน

เวลา (นาที)	ปริมาณของ LS5 ที่ถูกดูดซับ							
	ครั้งที่ 1		ครั้งที่ 2		ครั้งที่ 3		เฉลี่ย	
	mg/g	%	mg/g	%	mg/g	%	mg/g	%
15	337.29	98.97	339.64	98.48	309.20*	89.74*	338.46 ± 1.7	98.73 ± 0.3
30	291.48*	84.26*	339.75	99.40	340.66	99.37	340.20 ± 1.6	99.38 ± 0.0
45	341.05	99.48	342.49	99.61	342.59	99.53	342.04 ± 0.9	99.54 ± 0.1
60	343.36	99.46	338.75	99.40	343.78	99.48	341.96 ± 2.8	99.45 ± 0.0

*ข้อมูลที่ตัดทิ้งได้เนื่องจากไม่ผ่านการทำ Q-test ที่ความเชื่อมั่น 90%

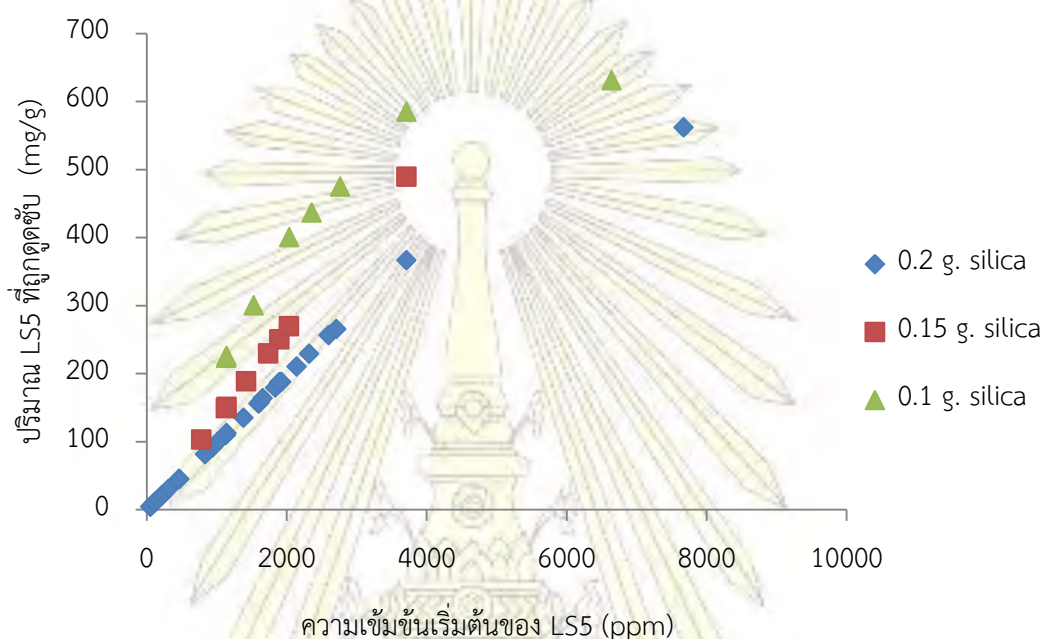
จากตารางที่ 3.4 จะเห็นได้ว่า เมโซพอร์ซิลิกาสามารถดูดซับ LS5 เข้มข้น 1,787 ppm ปริมาณ 20 mL ได้หมดภายในระยะเวลา 15 นาที ทั้งนี้ น่าจะเนื่องมาจากการที่เมโซพอร์ซิลิกาชนิดนี้ มีพื้นที่ผิวในการดูดซับสูง อีกทั้งยังมีโครงสร้างที่จัดเรียงอย่างเป็นระเบียบ และมีรูพรุนที่มีรูปร่างและขนาดสม่ำเสมอ ทำให้ทุกตำแหน่งบนพื้นผิวของซิลิกาว่างไวต่อการดูดซับ อย่างไรก็ตาม เพื่อให้มั่นใจว่าการดูดซับเข้าสู่สมดุลอย่างสมบูรณ์ ดังนั้น ในการทดลองชุดต่อไปจะใช้เวลา 60 นาทีในการศึกษาเรื่องการดูดซับ

3.2.1.2 การศึกษาผลของปริมาณซิลิกาต่อปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5

การศึกษาผลของปริมาณซิลิกาต่อปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ทำโดยใช้ปริมาณซิลิกา 0.05 g, 0.10 g, 0.15 g และ 0.20 g ในการดูดซับสารละลาย LS5 ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ และใช้เวลาในการดูดซับ 60 นาที ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 3.4 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เมื่อใช้ปริมาณซิลิกาเพิ่มมากขึ้น ปริมาณสารลดแรงตึงผิวก็ถูกดูดซับมากขึ้น อย่างไรก็ตาม จากรูปที่ 3.4 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับ ในหน่วย mg/g กับความเข้มข้นเริ่มต้นของ LS5 ที่ใช้ในการศึกษา พบว่า เมื่อใช้ซิลิกาเพิ่มมากขึ้น ปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับต่อมวลของสารดูดซับมีค่าลดลง ดังนั้น ในหัวข้อถัดไป จึงได้ทำการทดลองเพื่อหาความสามารถสูงสุดในการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของซิลิกา

ตารางที่ 3.4 ร้อยละของปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับโดยซิลิกา เมื่อใช้สารละลาย LS5 ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ

ปริมาณซิลิกา (g)	ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย LS5 (ppm)					
	1,108.8	1,478.4	1,848	2,217.6	2,587.2	3,696
0.05	99.19 ± 0.38	99.27 ± 0.12	90.48 ± 0.64	80.66 ± 2.26	71.37 ± 2.67	31.59 ± 2.56
0.10	99.59 ± 0.03	99.50 ± 0.27	99.11 ± 0.89	93.46 ± 0.30	86.01 ± 1.76	79.88 ± 18.33
0.15	99.27 ± 0.17	99.40 ± 0.19	99.76 ± 0.02	99.72 ± 0.15	99.71 ± 0.02	99.68 ± 0.07
0.20	99.45 ± 0.03	99.64 ± 0.08	99.74 ± 0.02	99.72 ± 0.06	99.77 ± 0.00	99.59 ± 0.01

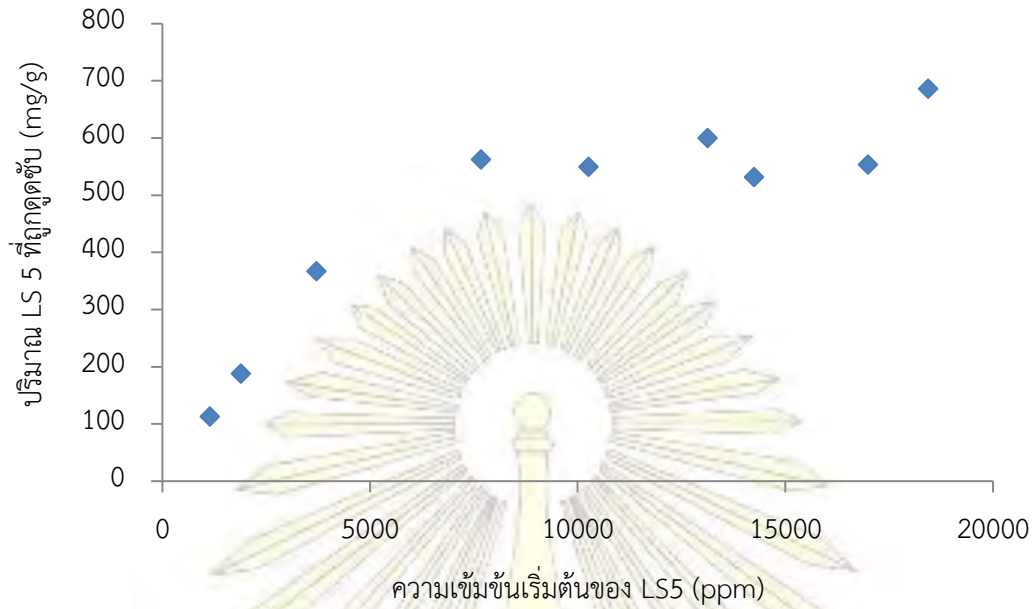


รูปที่ 3.4 ปริมาณ LS5 ที่ถูกดูดซับที่ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ เมื่อใช้ปริมาณซิลิกาต่างกัน

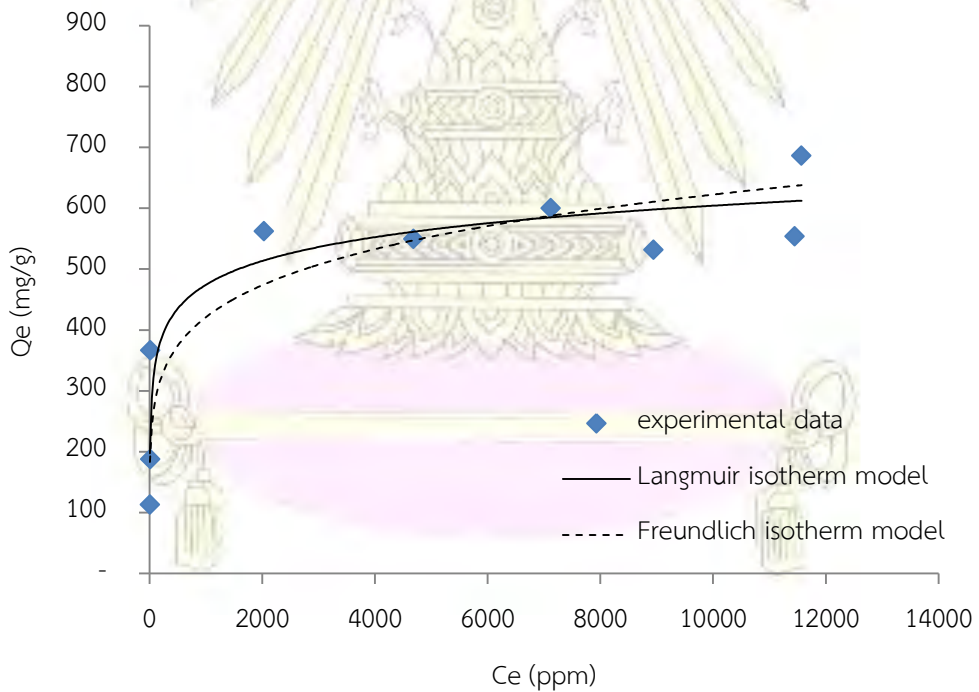
3.2.1.3 ความสามารถสูงสุดในการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ของเมโซพอร์ซิลิกา

การศึกษาความสามารถสูงสุดในการดูดซับ LS5 ของเมโซพอร์ซิลิกา ทำโดยใช้ซิลิกา 0.20 กรัม ในการดูดซับ 20 mL ของสารละลาย LS5 ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ เป็นเวลา 60 นาที ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.5 ซึ่งจะเห็นได้ว่า เมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลาย LS5 เพิ่มขึ้น ค่าการดูดซับ LS5 ของซิลิกาก็เพิ่มมากขึ้นด้วย และเมื่อนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองไปเขียนกราฟระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ (q_e) กับความเข้มข้นของสารในของเหลว ณ ภาวะสมดุลการดูดซับ (C_e) ดังรูปที่ 3.6 ซึ่งจะเห็นได้ว่า สมดุลการดูดซับที่ได้จากการทดลองอาจเป็นไปได้ทั้งสองแบบจำลอง ดังนั้นจึงได้ทำการสร้างกราฟหาความสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (linear least-square method) ของแบบจำลองทั้งสอง ดังรูปที่ 3.7 ซึ่งได้ค่า coefficient of determination (R^2) เท่ากับ 0.9774 และ 0.7893 สำหรับแบบจำลองของแลงเมียร์ และแบบจำลองของฟรอนด์ลิช ตามลำดับ ซึ่งแสดงว่า สมดุลการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 บนเมโซพอร์ซิลิกาในงานวิจัยนี้เป็นไปตามแบบจำลองแลงเมียร์ กล่าวคือ การดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 นี้เกิดขึ้นในลักษณะ monolayer บนพื้นผิวของเมโซพอร์ซิลิกา และเมื่อนำค่าความเข้มข้น และจุดตัดแกน ไปคำนวณหาปริมาณสูงสุดของสารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูด

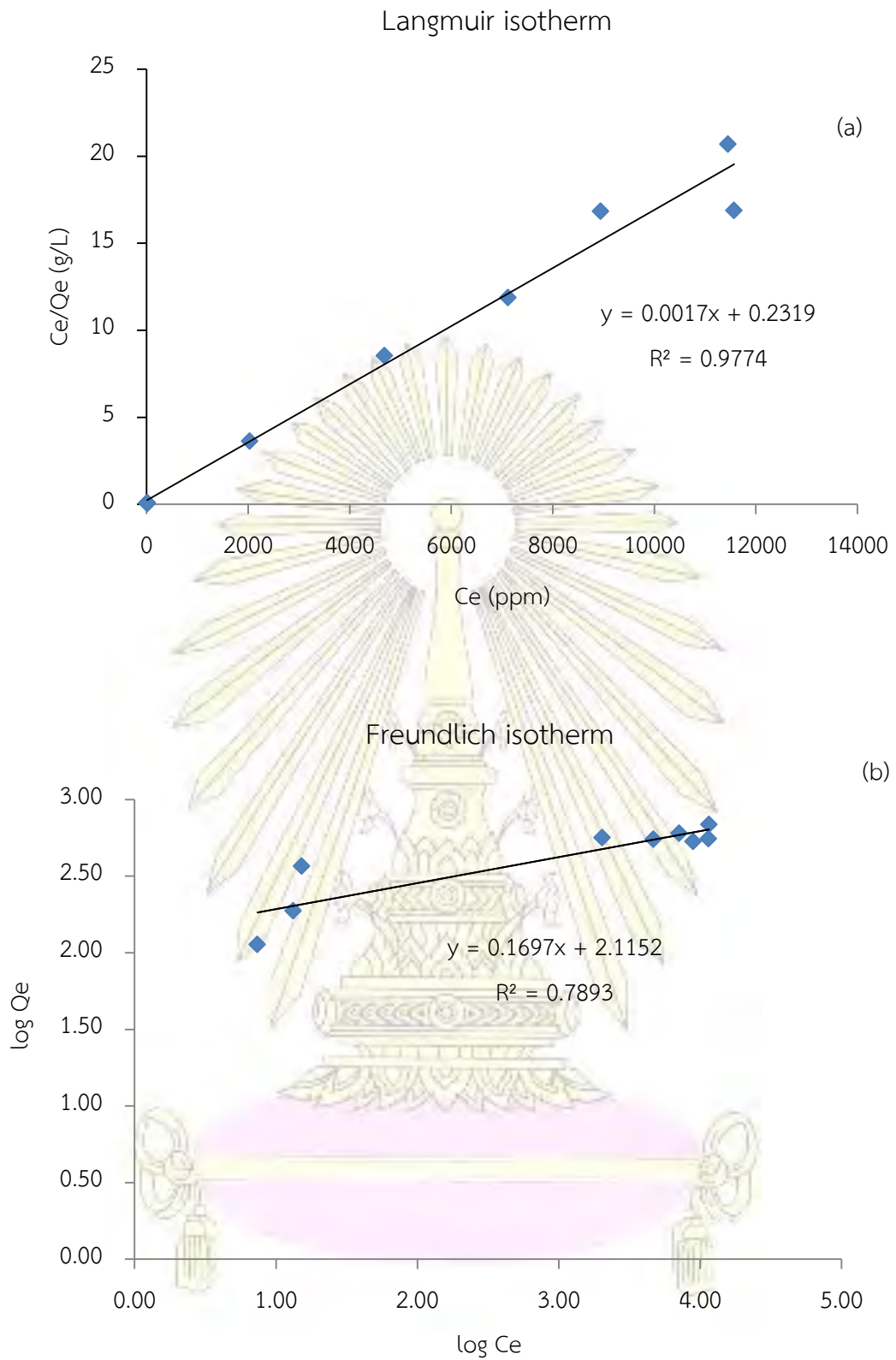
ชั้นบนเมโซพอร์สซิลิกา (q_m) และค่าคงที่สมดุลการดูดซับของแลงเมียร์ พบว่ามีค่าเท่ากับ 588.24 mg/g และ 7.33×10^{-2} L/mg ตามลำดับ



รูปที่ 3.5 ปริมาณการดูดซับสารลดแรงตึงผิวของเมโซพอร์สซิลิกา เมื่อใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นค่าต่างๆ



รูปที่ 3.6 ไอโซเทอร์มการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 บนเมโซพอร์สซิลิกา และการทำ non-linear regression ของผลการทดลองโดยแบบจำลองของแลงเมียร์และฟรอนด์ลิช



รูปที่ 3.7 ไอโซเทอร์มการดูดซับสารลดแรงตึงผิว DEHYDOL LS5 บนเมโซพอร์สซิลิกา ตามความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของ (a) แบบจำลองของแลงเมียร์ และ (b) แบบจำลองฟรอนด์ลิช

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์เมโซพอร์ซิลิกาโดยมีเทระเอทอกซีไซเลน (TEOS) เป็นสารตั้งต้น เอทานอลเป็นตัวทำละลาย NaOH เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเฮกซะเดซิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) เป็นสารต้นแบบ จากนั้นทำการกำจัดสารอินทรีย์ที่อยู่ในซิลิกาออก โดยการนำซิลิกาที่เตรียมได้ข้างต้นไปเผาที่อุณหภูมิสูง แล้วนำซิลิกาที่ได้มาศึกษาสมบัติทางกายภาพ โดยการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน ลักษณะความเป็นผลึก พื้นที่ผิว ขนาดของรูพรุน และการกระจายขนาดรูพรุน พบว่า ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นเมโซพอร์ซิลิกาจริง และมีลักษณะการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ มีรูพรุนเป็นแบบแผ่นและมีรูปร่างแบบเดียวกันหมด มีขนาดของรูพรุน 3.07 nm และมีพื้นที่ผิว 1,091.5 m²/g การศึกษาสมบัติด้านการดูดซับสารลดแรงตึงผิว LS5 ของเมโซพอร์ซิลิกาพบว่า ลักษณะการดูดซับ LS5 ของซิลิกาชนิดนี้เป็นแบบ monolayer โดยมีความสามารถในการดูดซับ LS5 ได้สูงสุดเท่ากับ 588.24 mg/g และมีค่าคงที่สมดุลการดูดซับคือ 7.33×10^{-2} L/mg



เอกสารอ้างอิง

1. Kabdasli, I.; Ecer, C.; Olmez-Hanci, T.; Tunay, O. Treatment of Aqueous Alcohol Ethoxylates Solution by $\text{TiO}_2/\text{UV-A}$ Photocatalytic Oxidation. Proceeding of the 13th International Conference on Environmental Science and Technology, Athens, Greece, September 5-7, **2013**, 264-271.
2. Olmez-Hanci, T.; Arslan-Alaton, I.; Genc, B. Degradation of The Nonionic Surfactant Triton™ X-45 with $\text{HO}\cdot$ and $\text{SO}_4^{\cdot-}$ – Based Advanced Oxidation Processes. *Chem. Eng. J.* **2014**, *239*, 332–340.
3. Jurado, E.; Fernández-Serrano, M.; Núñez-Olea, J.; Lechuga, M. Primary Biodegradation of Commercial Fatty-Alcohol Ethoxylate Surfactants: Characteristic Parameters. *J. Surfact. Deterg.* **2007**, *10*, 145-153.
4. Prats, D.; LópezDiana, C.; Vallejo, D.; Varó, P.; León, V. M. Effect of temperature on the biodegradation of linear alkylbenzene sulfonate and alcohol ethoxylate. *J. Surfact. Deterg.* **2006**, *9*, 69-75.
5. Boos, A.; Intasiri, A.; Brunette, J. P.; Leroy, M. J. F. Surfactant-Templated Silica Doped with 1-Phenyl-3-Methyl-4-Stearoylpyrazol-5-One (HPMSP) as a New Sorbent. *J. Mater. Chem.* **2002**, *12*, 886-889.
6. Toshiyuki, Y.; Hideaki, Y.; Takashi, T. Synthesis of Anionic-Surfactant-Templated Mesoporus Silica Using Organoalkoxysilane-Containing Amino Groups. *Chem. Mater.* **2003**, *15*, 4536-4538.
7. Myera, D. Surfactant Science and Technology 2nd ed. New York: VCH Publishers, Inc. **1992**, p 11-13.
8. Thai Ethoxylate Co.,Ltd. (TEX). Product: specification. <http://www.tex.co.th/product.asp?smenuid=13> (accessed April 16, 2017)
9. Baleux, B. Colorimetric Determination of Ethoxylate Nonionic Surfactant Using Iodine-Iodide Solution. *Compt. Rend. Acad. Sci.* **1972**, *274C*, 1617-1624.
10. Nowaczyk, F. J.; Schnaare R. L.; Wigent R. J.; Ofner C. M. Charge-transfer Complexes of Iodine and Nonionic Surfactants: Interpretation and use in the Winkler method. *J. Pharm. Biomed. Anal.* **1993**, *11(9)*, 835-842.
11. Thurman, E. M.; Mills, M. S. Solid Phase Extraction Principles and Practice. New York: John Wiley and Sons, Inc. **1998**, p 9-17, 29, 38-43.
12. Napierska, D.; Thomassen, L. C.; Lison, D.; Martens, J. A.; Hoet, P. H. The Nanosilica Hazard: another variable entity. *Part. Fibre. Toxicol.* **2010**, *7*, 39-47.
13. Berthod, A. Silica: Backbone Material of Liquid Chromatographic Column Packings. *J. Chromotogr.* **1991**, *549*, 1-28.

14. Iler, R. K.; *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties, and Biochemistry*. New York: John Wiley and Sons, Inc. **1979**, p 174, 511-514.
15. Brinker, C. J.; Scherer, G. W.; *Sol-Gel Science*. London: Academic press, Inc. **1990**, p 103-104, 108.
16. Buckley, A.M., Greenblatt, M. The Sol-Gel Preparation of silica gels. *J. Chem. Ed.* **1994**, *71(7)*, 599-608.
17. Beck, J. S.; Vartuli, J. C.; Roth, W. J.; Leonowicz, M. E.; Kresge, C. T.; Schmitt, K. D.; Chu, C. T. W.; Olson, D. H.; Sheppard, E. W.; Mccullen, S. B.; Higgins, J. B.; Schlenker, J. L. A New Family of mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates. *J. Am. Chem. Soc.* **1992**, *114*, 10834-10843.
18. Bock, J.; Su, G. J. Interpretation of the Infrared Spectra of Fused Silica. *J. Amer. Ceram. Soc.* **1970**, *53*, 69-78.
19. Skoog, D. A.; Leary, J. J. *Principle of Instrumental Analysis* 4th ed. New York: Saunders College. **1992**, p 128, 363-364, 394-399.
20. Leofani, G.; Padovan, M. T.; Venturelli, B. Surface Area and Pore Texture of Catalysts. *Catal. Today.* **1998**, *41*, 207-219.
21. Febriantoa, J.; Kosasiha, A. N.; Sunarsob, J.; Jua, Y.; Indraswatib, N.; Ismadjia, S. Equilibrium and Kinetic Studies in Adsorption of Heavy Metals Using Biosorbent: A summary of recent studies. *J. Hazard. Mater.* **2009**, *162*, 616-645.
22. XAmplified. Chemistry: Adsorption isotherm. <http://www.chemistrylearning.com/adsorption-isotherm/>. (accessed April 16, 2017)
23. Sharma, K. P.; Aswal, V. K.; Kumaraswamy, G. Adsorption of Nonionic Surfactant on Silica Nanoparticles: Structure and Resultant Interparticle Interactions. *J. Phys. Chem.* **2010**, *114*, 10986-10994.
24. Venugopal, E.; Aswal, V. K.; Kumaraswamy, G. Nanoparticle Size Controls Aggregation in Lamellar Nonionic Surfactant Mesophase. *Langmuir.* **2013**, *29*, 9643-9650.
25. Rutland, M. W.; Senden, T. J. Adsorption of the Poly(oxyethylene) Nonionic Surfactant C₁₂E₅ to Silica: A Study Using Atomic Force Microscopy. *Langmuir.* **1993**, *9*, 412-418.
26. Sameer H. K.; Qutban I. Preparation and Adsorption Properties of Mesoporous Silica for Removal of Nonylphenolethoxylates Surfactant from Aqueous Solution. *International Journal of Science and Research (IJSR)* [Online] **2016**, *5*, 2319-7064 <https://www.ijsr.net/archive/v5i1/NOV152489.pdf> (accessed April 20, 2016)

27. Desbene, P. L.; Portet, F.; Treiner, C. Adsorption of Pure Nonionic Alkylethoxylated Surfactants down to Low Concentrations at a Silica /Water Interface as Determined Using a HPLC Technique *J. Colloid. Interf. Sci.* **1997**, *190*, 350–356.
28. Adachi, A.; Kamide, M.; Kawafune, R.; Miki, N.; Kobayashi, T. Removal Efficiency of Anionic and Nonionic Surfactants from Chemical Wastewater by a Treatment Plant Using Activated Carbon Adsorption and Coagulation Precipitation Processes. *Environ. Technol.* **1990**, *11*, 133-140.
29. Encarnación, J.; Fernández-Serrano, M.; Núñez Olea, J.; Lechuga, M. Comparison and Use of Methods for the Determination of Non-Ionic Surfactants in Biodegradation Processes. *Tenside. Surfact. Det.* **2002**, *39(5)*, 154-159.



ภาคผนวก

ก. การคำนวณหาปริมาณสารอินทรีย์ที่มีในโครงสร้างซิลิกา

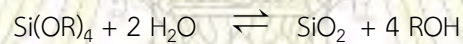
การหาปริมาณสารอินทรีย์ที่มีในโครงสร้างซิลิกาตามทฤษฎี สามารถคำนวณได้จากองค์ประกอบโดยโมลของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ ดังนี้

ตารางที่ ก.1 องค์ประกอบโดยโมลของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกาและปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกาทางทฤษฎี

รหัส	TEOS		CTAB		SiO ₂ (g)	CTA ⁺ (g)	การคำนวณทางทฤษฎี	
	wt (g)	mol	wt (g)	mol			น้ำหนักรวมของซิลิกา (g)	ปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกาทางทฤษฎี (%)
MS13	5.411	0.02598	1.7065	0.004682	1.5607	1.3323	2.8930	46.05
MS14	5.411	0.02598	1.7070	0.004684	1.5607	1.3327	2.8934	46.06
MS15	5.411	0.02598	1.7072	0.004684	1.5607	1.3329	2.8936	46.06
MS16	5.411	0.02598	1.7070	0.004684	1.5607	1.3327	2.8934	46.06
							เฉลี่ย	46.06

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในซิลิกา (แสดงเฉพาะ MS13)

จากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ต่อไปนี้



จากปริมาณ TEOS 0.02598 โมล จะได้ SiO₂ 0.02598 โมล

คิดเป็น SiO₂ = 0.02598 × 60.0843 = 1.5607 g

ปริมาณ CTAB 0.004682 โมล จะได้ CTA⁺ = 0.004682 × 284.546 = 1.3323 g

น้ำหนักรวมของซิลิกา คือ = 1.5607 + 1.3323 = 2.8930 g

ดังนั้น ปริมาณสารอินทรีย์ในซิลิกา = (1.3323/2.8930) × 100 = 46.05 %

ประวัติผู้วิจัย

นางสาวธนากร มีทรัพย์ เกิดเมื่อวันที่ 18 ธันวาคม พ.ศ.2537 ที่จังหวัดลพบุรี สำเร็จการศึกษาระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนพิบูลวิทยาลัย จังหวัดลพบุรี เมื่อปีการศึกษา 2556 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2556 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 304/34 ตำบลกกโก อำเภอเมืองลพบุรี จังหวัดลพบุรี รหัสไปรษณีย์ 15000 อีเมล bowy1412@gmail.com

