



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ: การกำจัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4) เคลือบด้วยพอลิเมอร์
Removal of toxic metals in laboratory wastewaters using polymer coated magnetic nanoparticles (Fe_3O_4)

ศศิธร มั่นเจริญ
ปิยะพร ณ หนองคาย

หัวหน้าโครงการฯ
ผู้ร่วมวิจัย

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน)
ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559

รหัสโครงการ: 2559A10802057
สัญญาเลขที่: 60/2559

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ: การกำจัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4) เคลือบด้วยพอลิเมอร์
Removal of toxic metals in laboratory wastewaters using polymer coated magnetic nanoparticles (Fe_3O_4)

หัวหน้าโครงการฯ: ดร.ศศิธร มั่นเจริญ
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา
ผู้ร่วมโครงการฯ: ดร.ปิยะพร ณ หนองคาย
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำหรับงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 60/2559

บทคัดย่อ

ในโครงการวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับโลหะโดยการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยพอลิเมอร์ ซึ่งพอลิเมอร์ที่นำมาเคลือบมี 2 ชนิดด้วยกันคือ ไคโตซานสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) และอะกาโรสสำหรับการดูดซับโคบอลต์(II) ขั้นตอนการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์นั้นได้ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน เช่น ปริมาณไคโตซานที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน ปริมาณกลูตารัลดีไฮด์ และเวลาในการเกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของไคโตซาน (สำหรับไคโตซาน) และการปรับเปลี่ยนสภาพผิวอะกาโรสด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้นของอะกาโรส ความเข้มข้นของสารละลาย span 80 ระยะเวลาในการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และระยะเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลาย span 80 (สำหรับอะกาโรส) เป็นต้น จากผลการทดลองพบว่าขนาดอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 8.88 ± 2.30 นาโนเมตร และเมื่อเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์แล้วอนุภาคที่ได้มีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 14.91 ± 3.46 นาโนเมตร และ 18.60 ± 3.50 นาโนเมตร สำหรับอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน และอะกาโรสตามลำดับ นอกจากนี้ยังทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนการดูดซับโลหะ (ผลของพีเอช และผลของเวลาในการดูดซับ) ศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ และศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการชะโลหะจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์ ซึ่งผลการทดลองพบว่าไอโซเทอมของการดูดซับโลหะทั้งสองชนิดเป็นแบบแลงเมียร์ และเมื่อนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดไปทำการดูดซับโครเมียม(VI) และโคบอลต์(II) พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซานสามารถดูดซับโครเมียม(VI) ได้ดีเป็นที่น่าพอใจ ส่วนอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสสามารถดูดซับโคบอลต์(II) ได้ไม่ดีเท่าที่ควร ซึ่งจะมีการปรับปรุงเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพต่อไป

Abstract

In this work, the synthesis of magnetite nanoparticles for metals adsorption has been investigated. Two types of the polymer coated on the magnetite nanoparticles was chitosan for Cr(VI) adsorption and agarose for Co(II) adsorption, respectively. In coating polymer step, the optimal conditions were studied such as for chitosan coating: amount of chitosan and glutaraldehyde including time of cross-linkage and for agarose coating: amount of agarose and concentrations of NaOH and span 80 including times for adding NaOH and span 80 etc. The results showed that diameters of bare particles, chitosan and agarose coated on the particles were 8.88 ± 2.30 , 14.91 ± 3.46 and 18.60 ± 3.50 , respectively. In addition, optimum conditions for adsorption of the metals and adsorption isotherms involving elution were also studied. The results obtained that the polymer coated on the nanoparticles corresponding to Langmuir isotherm. Moreover, the polymer coated particles were applied for adsorption of Cr(VI) and Co(II). It was observed that the chitosan coated nanoparticles can appropriately removal of Cr(VI) while the agarose coated nanoparticles can improperly removal of Co(II).

สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1	
ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย	3
บทที่ 2	
การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์	4
การเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์ต่างๆ	4
ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	5
บทที่ 3	
เครื่องมือ และสารเคมี	12
การเตรียมสารเคมี	14
วิธีดำเนินการทดลอง	16
บทที่ 4	
ผลการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน	29
ผลการเคลือบพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโน	28
ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์	39
ผลการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ	46
การชะ	47
การประยุกต์ใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนเพื่อการดูดซับโลหะในตัวอย่างน้ำทิ้งจาก ห้องปฏิบัติการ	52
บทที่ 5	
สรุปผลการทดลอง	55
บรรณานุกรม	60
ภาคผนวก	66

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	ชื่อ, รุ่น และบริษัทผู้ผลิต ของเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในโครงการวิจัย	12
3.2	ชื่อ, บริษัท และประเทศของสารเคมีที่ใช้ในโครงการวิจัย	13
4.1	ความสัมพันธ์ของน้ำหนักโคโตซานและน้ำหนักอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซาน	31
4.2	ค่าสัมประสิทธิ์สภาพการดูดซับโครเมียม(VI) และพีเอชของสารละลายโครเมียม(VI)	44
4.3	ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (R^2) ของสมการไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ และฟรุนดริช ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน	46
4.4	ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (R^2) ของสมการไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ และฟรุนดริช ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส	47
4.5	ผลการบำบัดโครเมียม(VI) ในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการโดยใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน	53
4.6	ผลการบำบัดโคบอลต์(II) ในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการโดยใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส	53
5.1	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยโคโตซาน และอะกาโรส	55
5.2	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) และโคบอลต์(II) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน และอะกาโรส	56
5.3	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการชะโลหะจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน และอะกาโรส	57

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	แผนผังสรุปขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอน	4
2.2	ภาพถ่ายแสดงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมขึ้นโดยการวางแท่งแม่เหล็กไว้ด้านล่างของภาชนะกระดาษที่บรรจุอนุภาคแม่เหล็กนาโน	5
2.3	ภาพจำลองอุปกรณ์ที่เรียกว่า ‘tumbling ball mill’ ที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนสำหรับงานวิจัยนี้	6
2.4	(ซ้าย) ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ถ่ายจากกล้อง TEM (a), SEM (b) และ HRTEM (c และ d) (ขวา) ความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นที่ไม่มี (a) และมี (b) สนามแม่เหล็ก	7
2.5	(ซ้าย) การวิเคราะห์รูปแบบของอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4 patterns) ด้วย XRD บริเวณท่อลำเลียงน้ำ (a) และผิว (b) ของถ่วงอก และ (ขวา) ภาพถ่ายแสดง (a) ถ่วงอก (b) ถ่วงอก/ Fe^{2+}/Fe^{3+} (c) ถ่วงอก/ Fe_3O_4 และ (d) บางส่วนของ ถ่วงอก/ Fe_3O_4 ภายใต้สนามแม่เหล็ก โดยของเหลวภายในภาชนะบรรจุคือน้ำกลั่น	8
2.6	ขั้นตอนการตรึงเอ็นไซม์ไลเปสบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน	9
2.7	ขั้นตอนการสังเคราะห์และเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยอะกาโรสเพื่อใช้ในการวิเคราะห์พัลลาเดียม	10
2.8	ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย polythiophene	10
3.1	ภาพถ่ายการจัดตั้งอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4)	17
3.2	ภาพจำลองขั้นตอนการเคลือบไคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน	18
3.3	ภาพจำลองขั้นตอนการเคลือบอะกาโรสบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน	19
3.4	ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน	22
3.5	ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโคบอลต์(II) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส	23
3.6	ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ชะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน	25
3.7	ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโคบอลต์(II) ที่ชะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรส	26
4.1	(ก) ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ และ (ข) อนุภาคแม่เหล็กนาโนภายใต้สนามแม่เหล็ก	29

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.2	ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย 175000X	30
4.3	ภาพจำลองการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน	31
4.4	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และน้ำหนักไคโตซาน	31
4.5	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และปริมาตร 25% กลูตารัลดีไฮด์	32
4.6	ปฏิกิริยาการเกิดการเชื่อมขวางในไคโตซานโดยใช้กลูตารัลดีไฮด์	33
4.7	แบบจำลองปฏิกิริยาการดูดซับของโครเมียม(VI) บนไคโตซาน	34
4.8	ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซานที่ไม่เติม 25% กลูตารัลดีไฮด์	34
4.9	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และเวลา	35
4.10	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ	36
4.11	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายอะกาโรส และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ	36
4.12	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย span 80 และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ	37
4.13	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ	38
4.14	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเติมสารละลาย span 80 และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ	38
4.15	FT-IR สเปกตรัมของไคโตซาน (สีเทา), อนุภาคแม่เหล็กนาโน (สีน้ำเงิน), อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน (สีส้ม)	39
4.16	ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 135000x และ (ข) 250000x ตามลำดับ	40
4.17	ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 135000x และ (ข) 250000x ตามลำดับ	40
4.18	FT-IR สเปกตรัมของอะกาโรส (สีน้ำเงิน), อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส (สีเขียว) และอนุภาคแม่เหล็กนาโน (สีแดง)	41
4.19	ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 89000x และ (ข) 175000x ตามลำดับ	42

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.20	ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 89000x และ (ข) 175000x ตามลำดับ	42
4.21	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และเวลาในการดูดซับ	43
4.22	แบบจำลองการดูดซับโครเมียม (VI) ของโคโตซานเรซิน	43
4.23	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ และพีเอชของสารละลายโคบอลต์(II)	45
4.24	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ และเวลาในการดูดซับโคบอลต์(II)	45
4.25	กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบ (ก) แลงเมียร์ และ (ข) ฟรุนดิช	46
4.26	(ก) กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ และ (ข) กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดิช	47
4.27	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการชะและชนิดของตัวชะเข้มข้น 0.1 โมลาร์	48
4.28	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการชะ และโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ	49
4.29	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการชะและเวลาในการชะ	49
4.30	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการดูดซับและการชะกับจำนวนครั้งในการใช้ซ้ำ	50
4.31	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างชนิดสารละลายที่ใช้ในการชะ (0.1 โมลาร์) และร้อยละประสิทธิภาพการชะ	51
4.32	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไนตริกและร้อยละประสิทธิภาพการชะ	52
4.33	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ชะสารละลายโคบอลต์(II)และร้อยละประสิทธิภาพการชะ	52
4.34	ตัวอย่างภาพถ่ายการนำเสนองานวิจัยในงานประชุมวิชาการต่างๆ	54

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ปัจจุบันปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อมจัดเป็นปัญหาที่สำคัญของโลกมนุษย์ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การปนเปื้อนของโลหะอันตราย ซึ่งโลหะอันตรายนี้จะแพร่เข้าสู่สิ่งแวดล้อมได้ทั้งทางอากาศ ดิน และน้ำ ส่วนใหญ่แหล่งต้นกำเนิดในการปลดปล่อยโลหะอันตรายนี้ ได้แก่ โรงงานอุตสาหกรรม แหล่งชุมชนและ บริเวณเขตเกษตรกรรมซึ่งจัดเป็นแหล่งต้นกำเนิดหลักในการปลดปล่อยโลหะอันตรายสู่สิ่งแวดล้อม นอกจากนี้ห้องปฏิบัติการก็จัดเป็นต้นกำเนิดในการปลดปล่อยมลพิษสู่สิ่งแวดล้อมอีกทางหนึ่งด้วย ทั้งนี้ เพราะห้องปฏิบัติการมีการใช้สารเคมีอันตรายที่มีความหลากหลาย และมีความเข้มข้นหรือปริมาณที่สูง ดังนั้นของเสียโดยเฉพาะน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการนี้จึงมีแมทริกซ์ที่แตกต่างกัน ยากต่อการบำบัด ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งหากแต่ละห้องปฏิบัติการ ทั้งห้องปฏิบัติการทั่วไปหรือห้องปฏิบัติการวิจัยจะมีการบำบัดน้ำทิ้งเบื้องต้นก่อนที่จะปล่อยสู่สิ่งแวดล้อมหรือบำบัดในขั้นสูงต่อไป

เทคนิคในการบำบัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งที่นิยมใช้ คือการดูดวิธีออสโมซิสย้อนกลับ (reverse osmosis) [1-4] การแยกกรองด้วยไฟฟ้า (electro-dialysis) [5-6] การแลกเปลี่ยนประจุ (ion-exchange) [7-8] การตกตะกอนด้วยวิธีทางเคมี [9-10] และการดูดซับด้วยตัวดูดซับชนิดต่างๆ [11-20] เป็นต้น จะเห็นได้ว่าวิธีการดูดซับเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมเพราะเป็นวิธีที่ง่ายและสะดวก อีกทั้งยังมี ประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำทิ้งได้ดี และโดยเฉพาะอย่างยิ่งวิธีการดูดซับที่ใช้ตัวดูดซับจากวัสดุธรรมชาติ ซึ่งพบว่านอกจากจะมีประสิทธิภาพในการดูดซับได้ดีแล้ว ยังมีราคาที่ถูกด้วย อย่างไรก็ตามปัญหาที่พบ สำหรับวิธีการบำบัดน้ำทิ้งด้วยวิธีการดูดซับนี้ คือการแยกตัวดูดซับออกจากน้ำทิ้งที่ผ่านการบำบัดแล้วทำได้ยากลำบาก และด้วยเหตุผลนี้จึงทำให้การพัฒนาตัวดูดซับที่สามารถแยกออกจากน้ำทิ้งได้อย่างง่ายและรวดเร็ว ซึ่งอนุภาคแม่เหล็กจัดเป็นทางเลือกที่สำคัญในการแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นนี้ ทั้งนี้เพราะสามารถแยกออกจากน้ำทิ้งภายหลังจากการบำบัดแล้วได้ง่ายภายใต้สนามแม่เหล็ก อีกทั้งยังสามารถสังเคราะห์ให้มีขนาดเล็กเพื่อให้มีพื้นที่ผิวในการดูดซับมาก และยังสามารถปรับเปลี่ยน (modify) คุณลักษณะของอนุภาคแม่เหล็กเหล่านี้ได้ด้วย ทำให้งานวิจัยที่เกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กและการประยุกต์ใช้ด้านต่างๆ ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก [21-39]

ดังนั้นคณะผู้วิจัยมีความสนใจในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กที่มีขนาดเล็ก (ระดับนาโนเมตร) ทั้งนี้เพื่อให้มีพื้นที่ผิวในการดูดซับมาก อีกทั้งยังต้องการปรับเปลี่ยนคุณลักษณะโดยการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยพอลิเมอร์ เพื่อให้มีประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะอันตรายได้เพิ่มมากขึ้น โดยโครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่างๆ ในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน การเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์ และการดูดซับโลหะ รวมทั้งการประยุกต์ใช้สำหรับการกำจัดโลหะในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นการลดมลพิษในน้ำทิ้งก่อนที่จะ

ปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม จัดเป็นการควบคุมมลพิษได้อีกทางหนึ่ง จึงจัดเป็นการอนุรักษ์ธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมเพื่อโลกของเราอีกทางหนึ่งด้วย

1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตการวิจัย

1.2.1 เพื่อสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ต่างๆ ที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะอันตรายได้

1.2.2 เพื่อการประยุกต์ใช้ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่พัฒนาขึ้นสำหรับการกำจัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการได้

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

สำหรับโครงการวิจัยนี้มีขอบเขตในการศึกษาอยู่ 3 ส่วน ได้แก่ ส่วนที่ 1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ (งบประมาณปี 2558) ส่วนที่ 2 การประยุกต์ใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมขึ้นเพื่อดูดซับโลหะอันตราย ซึ่งได้ใช้โครเมียมเป็นต้นแบบในการศึกษา (งบประมาณปี 2558 และ 2559) และส่วนที่ 3 การถ่ายทอดแนววิธีการบำบัดน้ำทิ้งด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นนี้สู่กลุ่มเป้าหมาย (งบประมาณปี 2559)

สำหรับในปีงบประมาณ 2559 ขอบเขตของโครงการวิจัยมีดังนี้ คือ

ส่วนที่ 2: การประยุกต์ใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมขึ้นเพื่อดูดซับโลหะอันตราย ซึ่งได้ใช้โครเมียม และโคบอลต์เป็นต้นแบบในการศึกษา

1.3.1 ศึกษาเบื้องต้นเกี่ยวกับปฏิกิริยาในการตรวจวัดโครเมียม และโคบอลต์ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรโฟโตเมทรี [40-41]

1.3.2 ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการดูดซับโครเมียม และโคบอลต์ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมขึ้น เช่น ระยะเวลาในการดูดซับ อัตราส่วนระหว่างตัวดูดซับและปริมาตรของตัวอย่างความเป็นกรดเบส เป็นต้น

1.3.3 การประยุกต์ใช้ของอนุภาคนาโนที่เตรียมขึ้นสำหรับการดูดซับโครเมียม และโคบอลต์ในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

1.3.4 นำน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการที่ผ่านการบำบัดด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมขึ้น ไปตรวจวิเคราะห์คุณภาพตามมาตรฐานของกระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม [42]

ส่วนที่ 3: การถ่ายทอดแนววิธีการบำบัดน้ำทิ้งด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นนี้สู่กลุ่มเป้าหมาย

เมื่อพัฒนาวิธีการบำบัดโลหะอันตรายในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการสำเร็จแล้วนั้น ต่อมาคือการถ่ายทอดองค์ความรู้สู่กลุ่มเป้าหมาย โดยกลุ่มเป้าหมายแรกสำหรับโครงการวิจัยนี้คือ คณาจารย์เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ (ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา) และนิสิตที่สนใจ

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	ดัชนีชี้วัดความสำเร็จ
<ul style="list-style-type: none"> ● ได้สภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับโครเมียมด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ที่ใช้เป็นวัสดุดูดซับ 	<ul style="list-style-type: none"> ● ผลการศึกษาและรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์
<ul style="list-style-type: none"> ● ได้วิธีกำจัดโครเมียมในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน 	<ul style="list-style-type: none"> ● ผลการศึกษาและรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ ● ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์
<ul style="list-style-type: none"> ● มีผลงานวิจัยตีพิมพ์ 	<ul style="list-style-type: none"> ● บทความวิจัยที่ตีพิมพ์ลงในการประชุมวิชาการนานาชาติ BUU International conference 2016 ● อยู่ในขั้นตอนของการร่างต้นฉบับบทความวิจัยเพื่อตีพิมพ์ลงในวารสารวิชาการ
<ul style="list-style-type: none"> ● การผลิตนินสิต 	<ul style="list-style-type: none"> ● ผลิตนินสิตในระดับปริญญาตรี จำนวน 3 คน คือ <ul style="list-style-type: none"> - นางสาวอุไรรักษ์ ลปไชยสง - นางสาวเพชรลดา สัญชยานุกูล - นางสาวสุดารัตน์ พรเพชรไพบูลย์ ● นิสิตระดับปริญญาโทกำลังศึกษาอยู่ จำนวน 1 คน คือ นางสาวเพชรลดา สัญชยานุกูล
<ul style="list-style-type: none"> ● การนำเสนอผลงานวิจัย 	<ul style="list-style-type: none"> ● นำเสนอผลงานในการประชุมวิชาการนานาชาติ PACCON 2016 ● นำเสนอผลงานในการประชุมวิชาการนานาชาติ BUU International conference 2016 ● อยู่ในขั้นตอนของการพิจารณาเข้าร่วม (submission) ในการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย ครั้งที่ 9”

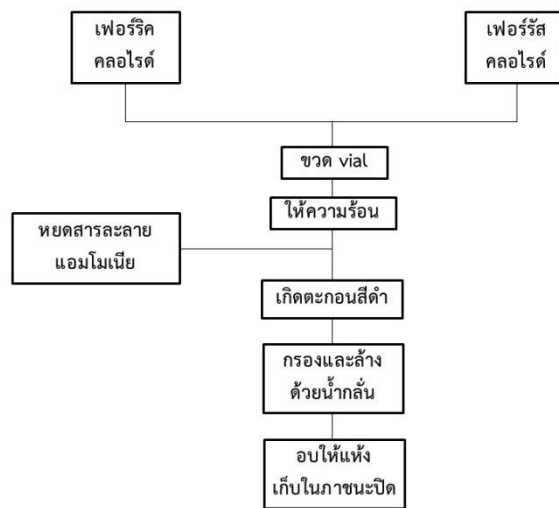
บทที่ 2

ทฤษฎี กรอบแนวความคิด และวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎี และกรอบแนวความคิด

2.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์

วิธีสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็ก (Fe_3O_4) ที่ใช้กันอยู่มีหลายวิธี แต่จากเอกสารรายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้อง [21-24] พบว่าวิธีที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และใช้อุปกรณ์ที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อนสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน ได้แก่ วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) [25-26] และจากรายงานการวิจัยของ Hong และคณะ [25] พบว่าการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยการใช้ NH_3 ในตัวทำละลายน้ำนั้นจะแสดงความเป็นแม่เหล็กที่ดีกว่าการใช้ NH_3 ในตัวทำละลายแอลกอฮอล์ หรือ $NaOH$ ในตัวทำละลายน้ำ ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงต้องการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีนี้ (การตกตะกอนร่วม) โดยอาศัยปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้น ดังสมการเคมี (2.1) [25] และจากรูปที่ 2.1 แสดงขั้นตอนในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนสำหรับโครงการวิจัยนี้



รูปที่ 2.1 แผนผังสรุปขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

2.1.2 การเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์ต่างๆ

สืบเนื่องจากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง พบว่ามีรายงานวิจัยจำนวนมากที่ใช้ไคตินและไคโตซานเป็นเป็นตัวดูดซับโลหะ ทั้งนี้เพราะไคติน และไคโตซานมีประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะได้ดี [14, 18, 27] ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการที่จะกำจัดโลหะในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ และเพื่อให้ประสิทธิภาพของการดูดซับโลหะมีมากขึ้น จึงใช้วิธีการเคลือบอนุภาคแม่เหล็ก

นาโน (Fe_3O_4) ที่เตรียมขึ้นด้วยสารพอลิเมอร์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะมากขึ้น [28-29] นอกจากนี้ยังพบรายงานวิจัยของ Safdarian และคณะ [30] และ Wang และคณะ [31] ที่มีการใช้อะกาโรส (agarose) เคลือบที่ผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเพื่อใช้ในเพิ่มความเข้มข้น (preconcentration) สำหรับการวิเคราะห์พลาสมาเดียม (Pd) และโคบอลต์ (Co) ตามลำดับ

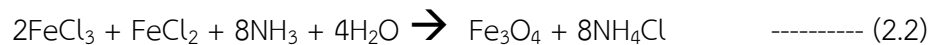
ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ที่จะเพิ่มประสิทธิภาพของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นในการดูดซับโลหะอันตราย โดยการเคลือบด้วยพอลิเมอร์ทั้ง 2 ชนิดนี้ คือ ไคโตซาน และอะกาโรส นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะอันตรายนี้

2.2 ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

จากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องสำหรับโครงการวิจัยนี้ สามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ดังนี้

2.2.1 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน

Berger, P., และคณะ [25] ได้นำเสนอวิธีการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนอย่างง่าย ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมโดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ (2.2)



จากผลการทดลองพบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ได้มีขนาด ~ 100 นาโนเมตร และมีความเป็นแม่เหล็กที่ดี จากรูปที่ 2.2 แสดงอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยนี้

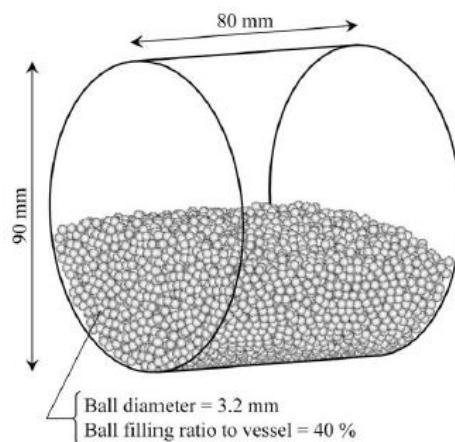


รูปที่ 2.2 ภาพถ่ายแสดงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมขึ้น โดยการวางแท่งแม่เหล็กไว้ด้านล่างของภาชนะกระดาษที่บรรจุอนุภาคแม่เหล็กนาโน [25]

Hong และคณะ [26] ได้ทำการศึกษาเปรียบเทียบวิธีการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยตัวตกตะกอน (precipitant) ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ สารละลายแอมโมเนียในน้ำ ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in water) และแอลกอฮอล์ ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in alcohol) และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ (NaOH in water) ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เตรียมจากสารละลายแอมโมเนียในน้ำนั้นมีความเป็น

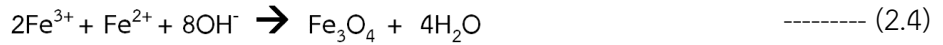
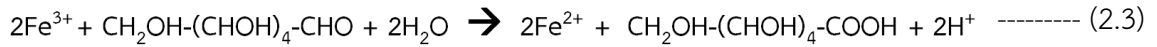
แม่เหล็กสูงที่สุด แม้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาจะนานที่สุดก็ตาม ในขณะที่สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาสั้นที่สุด แต่พบว่าคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กไม่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับตัวทำละลายอื่นอีก 2 ชนิด นอกจากนี้ยังพบว่าขนาดของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายแอมโมเนียในแอลกอฮอล์มีขนาดเล็กที่สุด แต่ปัญหาที่สำคัญคือการรวมตัวของอนุภาคสูงที่สุดด้วย (high aggregation) ในรายงานวิจัยนี้ยังได้ศึกษาผลของการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยโซเดียมโอเลต (sodium oleate) จากการใช้ตัวตกตะกอนที่แตกต่างกัน พบว่าโซเดียมโอเลตสามารถเคลือบอยู่ที่ผิวของอนุภาคนาโนที่เตรียมจากสารละลายแอมโมเนียทั้งในน้ำและแอลกอฮอล์ได้ ในขณะที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่สามารถเคลือบได้

Iwasaki และคณะ [32] ได้นำเสนอวิธีการที่เรียกว่า high mechanical energy field ในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นจะเกิดภายใต้อุปกรณ์ที่เรียกว่า ‘tumbling ball mill’ ซึ่งรายงานการวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนนี้สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิห้อง ไม่จำเป็นต้องเพิ่มอุณหภูมิเหมือนวิธีการสังเคราะห์แบบเดิม เนื่องจากอุปกรณ์ที่พัฒนาขึ้นนี้จะใช้แรงกลในการหมุนหรือโม่ ซึ่งจะทำให้เกิดความร้อนขึ้น และจากรูปที่ 2.3 แสดงภาพจำลองอุปกรณ์ ‘tumbling ball mill’

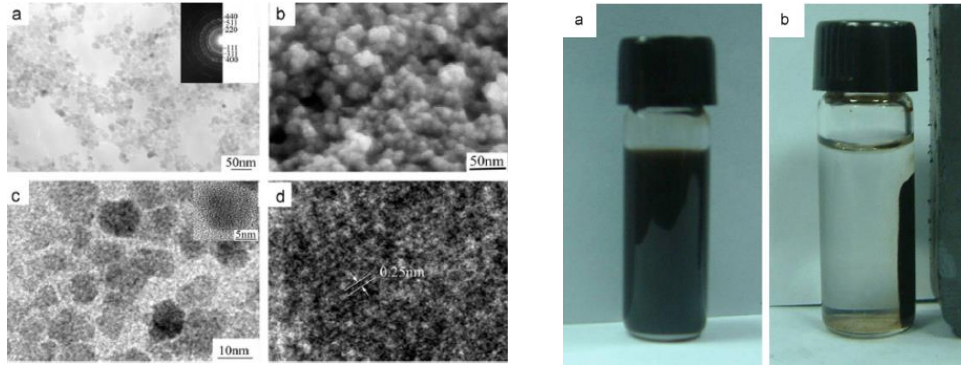


รูปที่ 2.3 ภาพจำลองอุปกรณ์ที่เรียกว่า ‘tumbling ball mill’ ที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนสำหรับงานวิจัยนี้ [32]

Lu และคณะ [33] นำเสนอวิธีการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนแบบสะอาด (green synthesis) โดยการใช้ α -D-glucose เป็นตัวรีดิวซ์ (reducing agent) และใช้กรดกลูโคนิก (gluconic acid) เป็นสเตบิไลเซอร์ โดยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นจะเกิดจากการที่ Fe^{3+} ถูกรีดิวซ์ด้วย α -D-glucose ดังสมการที่ (2.3) จากนั้นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นวิธีการตกตะกอนร่วมด้วยการใช้สารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์เป็นตัวตกตะกอน ดังสมการที่ (2.4)

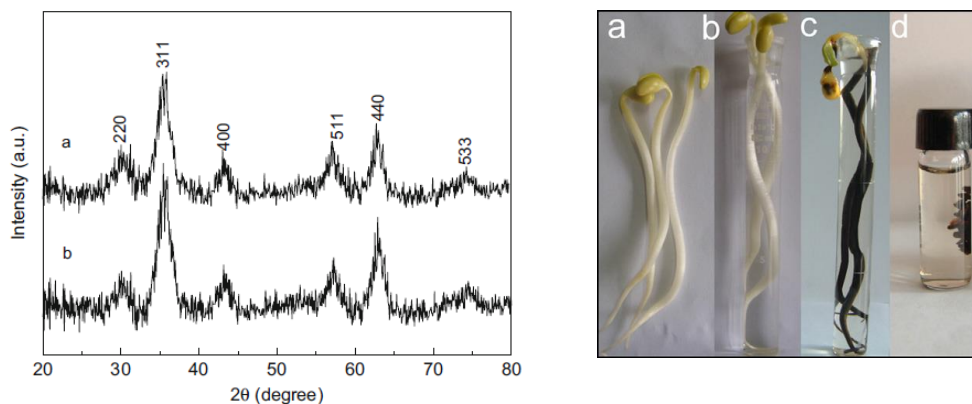


จากการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีที่นำเสนอนี้ [33] พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลม และมีขนาดประมาณ 12.5 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 (ซ้าย) ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ถ่ายจากกล้อง TEM (a), SEM (b) และ HRTEM (c และ d) (ขวา) ความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นที่ไม่มี (a) และมี (b) สนามแม่เหล็ก [33]

Cai และคณะ [21] นำเสนอการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนโดยอาศัยถั่วงอก (soya bean sprouts) เป็นแม่แบบ (template) ภายใต้อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ จัดเป็นวิธีการสังเคราะห์แบบสะอาดอีกวิธีหนึ่ง นอกจากนี้ยังพบว่าวิธีที่นำเสนอนี้เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ง่าย สะดวก ราคาถูก และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และจากผลการทดลองพบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ด้วยวิธีนี้มีขนาดประมาณ 8 นาโนเมตร โดยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้จะเกิดขึ้นบริเวณผิวและท่อลำเลียงน้ำของถั่วงอก ดังนั้นจึงทำให้อนุภาคที่ได้มีขนาดที่สม่ำเสมอ ดังแสดงดังรูปที่ 2.5 (ซ้าย)

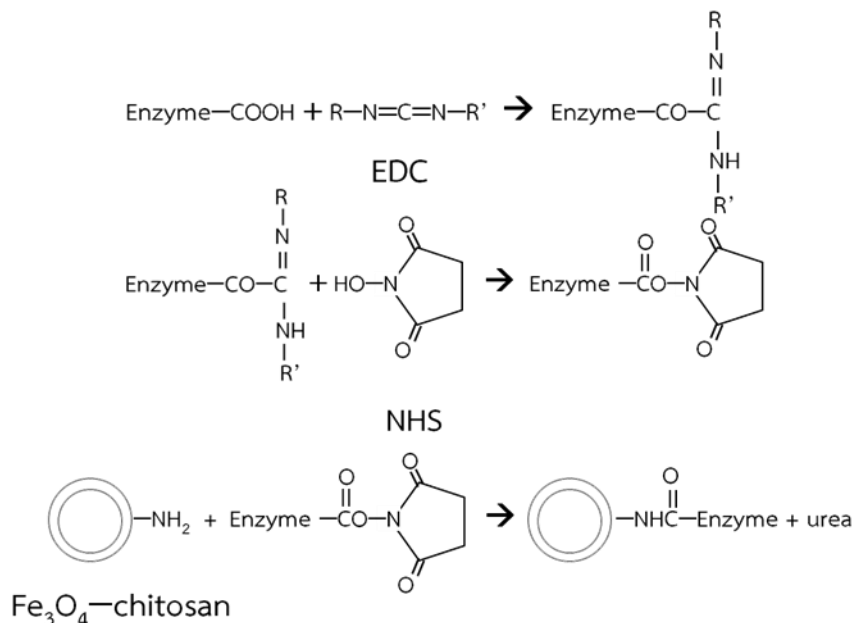


รูปที่ 2.5 (ซ้าย) การวิเคราะห์รูปแบบของอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4 patterns) ด้วย XRD บริเวณทอแลงเง้าน้ำ (a) และผิว (b) ของถั่วอก และ (ขวา) ภาพถ่ายแสดง (a) ถั่วอก (b) ถั่วอก/ $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ (c) ถั่วอก/ Fe_3O_4 และ (d) บางส่วนของ ถั่วอก/ Fe_3O_4 ภายใต้สนามแม่เหล็ก โดยของเหลวในภาชนะบรรจุคือน้ำกลั่น [21]

2.2.2 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์และการประยุกต์ใช้

Mohammadi-Samani และคณะ [34] นำเสนอวิธีการเตรียมและเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยโคโตซานเพื่อใช้ในการขนส่ง (delivery) ตัวยา metrotrexate จากการทดลองพบว่าขนาดของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ ~ 10 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบความเป็นแม่เหล็กระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซานและอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่ได้เคลือบผลการทดลองพบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซานจะแสดงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กลดลง ทั้งนี้เพราะอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซานแล้วจะมีขนาดที่เพิ่มขึ้น และเมื่อโหลด (load) ด้วยตัวยา metrotrexate พบว่าขนาดของอนุภาคมีขนาดที่เพิ่มมากขึ้น (ขนาดเฉลี่ย ~ 152 นาโนเมตร) อย่างไรก็ตามแม่เหล็กที่เพิ่มขึ้นก็เพียงพอต่อการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็ก ดังนั้นอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซานนี้จึงเป็นทางเลือกใหม่ที่ดีสำหรับการขนส่งตัวยา metrotrexate

Kuo, C-H. และคณะ [35] นำเสนอการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซานมาตรึงด้วยเอ็นไซม์ไลเปส (lipase) เพื่อการประยุกต์สำหรับตัวทางชีวภาพ โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วมสำหรับการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโน จากรูปที่ 2.6 แสดงขั้นตอนการตรึงเอ็นไซม์ไลเปสบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซาน โดยการใช้ N-(3-dimethylaminopropyl)-N'-ethylcarbodiimide hydrochloride (EDC) และ N-hydroxysuccinimide (NHS) เป็น coupling reagents ภายใต้ความเป็นกรดเบสที่ 6.37 อัตราส่วนระหว่างเอ็นไซม์/อนุภาคแม่เหล็กนาโนเท่ากับ 0.73 (w/w) และระยะเวลาในการตรึงเท่ากับ 2.14 ชั่วโมง เป็นสภาวะที่เหมาะสม

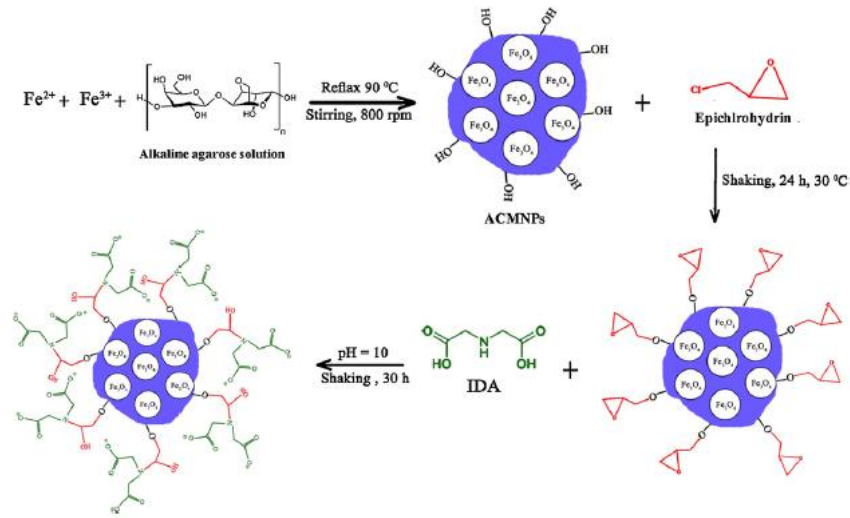


รูปที่ 2.6 ขั้นตอนการตรึงเอ็นไซม์ไลเปสบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโตซาน [35]

Yuwei และคณะ [36] นำเสนอการสังเคราะห์และการวิเคราะห์คุณลักษณะรวมทั้งการประยุกต์ใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนโคโตซาน โดยงานวิจัยนี้ได้ปรับปรุงวิธีการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนโดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วมของ Fe^{2+} และ Fe^{3+} ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีโคโตซานร่วมอยู่ด้วย จากนั้นค่อยๆ เติม 30% โซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อให้เกิดการตกตะกอนภายใต้สภาวะอาร์กอน จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิให้แก่สารแขวนลอยพร้อมทั้งกวนสารตลอดเวลา เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารแขวนลอยมาล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอลหลายครั้ง แยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยการนำไปเซนต์ริฟจ์และเก็บอนุภาคแม่เหล็กนาโนในสภาวะสุญญากาศ และเมื่อนำไปศึกษาขนาดของอนุภาค พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีขนาดอยู่ระหว่าง 8-40 นาโนเมตร และประสิทธิภาพในการดูดซับสำหรับทองแดงมีค่าเท่ากับ 35.5 มิลลิกรัมต่อกรัม นอกจากนี้พบว่าการดูดซับสอดคล้องกับไอโซเทอมของแลงเมียร์ อย่างไรก็ตามพบว่ากลไกการดูดซับของอนุภาคแม่เหล็กนาโนนี้ยังไม่มีข้อสรุปที่แน่นอน

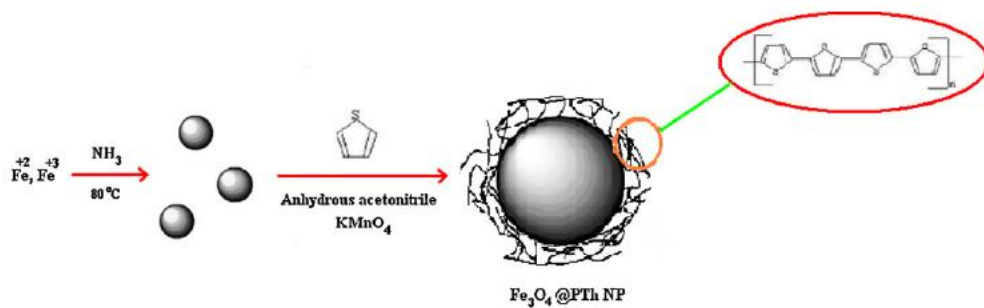
Safdarian และคณะ [30] นำเสนอประยุกต์ใช้ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสเพื่อการวิเคราะห์ฟัลลาเดียม ด้วยเครื่องปั่นกวนภายใต้สนามแม่เหล็ก (magnetic field agitation) โดยงานวิจัยนี้ได้นำเสนอการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยอะกาโรส 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 จะเป็นวิธีการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนขึ้นมาก่อน จากนั้นทำการเคลือบด้วยอะกาโรส และวิธีที่ 2 จะทำการสังเคราะห์และเคลือบพร้อมกัน หรือที่เรียกว่า one-pot process และจากการเตรียมทั้งสองวิธีนั้นอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสจะถูกกระตุ้นด้วย epichlorohydrin จากนั้นจะถูกนำมาปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน (functionalization) ด้วย imminodiacetic acid (IDA) โดยใช้เวลา 24 ชั่วโมง ที่

อุณหภูมิจาก 30 องศาเซลเซียส จากนั้นล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ได้น้ำกั้นหลายๆ ครั้ง แล้วเก็บใน 20% v/v เอทานอล โดยขั้นตอนการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนสำหรับงานวิจัยนี้แสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์และเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยอะกาโรสเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ฟัลลาเดียม [30]

Tahmasebi และคณะ [37] นำเสนอการใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย polythiophene สำหรับการใช้เป็นตัวดูดซับในการสกัดชนิดเฟสของแข็ง (solid-phase extraction) เพื่อการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารเสริมสภาพพลาสติก (plasticizer compounds) เช่น di-n-butyl phthalate (DBP), di-(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP) และ dioctyl adipate (DOA) ในแหล่งน้ำธรรมชาติ โดยตรวจวัดด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออนเซชัน (GC-FID) นอกจากนี้ยังได้ศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการสกัด เช่น ปริมาณของอนุภาคแม่เหล็กนาโน ระยะเวลาในการสกัด ความเข้มข้นของ NaCl และสภาวะสำหรับการชะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโน เป็นต้น และจากรูปที่ 2.8 แสดงขั้นตอนในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย polythiophene



รูปที่ 2.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย polythiophene [37]

Shashwat และคณะ [38] นำเสนอวิธีการใหม่สำหรับการกำจัดทองแดงจากสารละลายเอควีเอส โดยใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย Gum arabic ซึ่งหมู่คาร์บอกซิลิกของ Gum Arabic จะเกิดอันตรกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโน อย่างไรก็ตามพบว่าทั้งอนุภาคแม่เหล็กนาโนและอนุภาคแม่เหล็กนาโนสามารถดูดซับทองแดงได้ โดยผ่านการเกิดสารเชิงซ้อนของหมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนและหมู่เอมีนของ Gum Arabic ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าเวลาเข้าสู่สภาวะสมดุลในการดูดซับเกิดใน 2 นาที ทั้งอนุภาคที่เคลือบและไม่เคลือบด้วย Gum Arabic และพบว่าค่าความเป็นกรดเบสที่เพิ่มขึ้นจะทำให้การดูดซับทองแดงของอนุภาคแม่เหล็กนาโนทั้งสองเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน อย่างไรก็ตามพบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย Gum Arabic สามารถดูดซับได้มากกว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่ได้เคลือบ เมื่อศึกษาการคายการดูดซับ (desorption) พบว่าค่าความเป็นกรดเบสที่ต่ำๆ จะทำให้ประสิทธิภาพในการคายการดูดซับดี ($\text{pH} \leq 2$)

Ge และคณะ [39] นำเสนอการกำจัดโลหะต่างๆ เช่น Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} และ Cu^{2+} ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ 3-aminopropyltriethoxysilane (APS) และโคพอลิเมอร์ของ acrylic acid (AA) และ crotonic acid (CA). จากผลการทดลองพบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีความเป็นแม่เหล็กลดลงเมื่อเคลือบด้วยพอลิเมอร์ หรือโคพอลิเมอร์ (อนุภาคแม่เหล็กนาโน, อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วย APS และ AA + CA: 79, 67 และ 52 emu/g ตามลำดับ) ทั้งนี้เพราะพอลิเมอร์มีเคลือบบนผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนนั้นไม่มีคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็ก ดังนั้นจึงทำให้ความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคลดลง นอกจากนี้ได้ศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเบสที่มีต่อการดูดซับโลหะของอนุภาคแม่เหล็กนาโนนี้ พบว่าค่าความเป็นกรดเบสที่ดีที่สุดคือ 5.5

จากความสำคัญและที่มารวมทั้งการทบทวนวรรณกรรมที่กล่าวมาแล้วนั้น จะเห็นว่าแนวโน้มงานวิจัยเกี่ยวกับการประยุกต์ใช้อนุภาคแม่เหล็กนาโนได้รับความนิยมนำมาใช้อย่างต่อเนื่อง ทำให้คณะผู้วิจัยมีความสนใจที่จะพัฒนาระบบการกำจัดโลหะในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ เช่น โคอโตซาน และอะกาโรส (ซึ่งยังไม่มีรายงานการศึกษานี้ในการประยุกต์ใช้สำหรับกำจัดโลหะในห้องปฏิบัติการ) โดยจะทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์นี้ให้มีขนาดและรูปร่างที่สม่ำเสมอ มีประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะสูง และมีคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กเหมาะสมเพื่อแยกออกจากน้ำทิ้งได้ รวมทั้งสามารถนำอนุภาคแม่เหล็กกลับมาใช้ใหม่ได้ และสาเหตุที่เลือกโลหะโครเมียม และโคบอลต์ที่ใช้เป็นต้นแบบในการศึกษา ทั้งนี้เพราะโลหะทั้งสองนี้มีการใช้สำหรับการเรียนการสอนสำหรับวิชาปฏิบัติการเคมี (ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ ม.บูรพา) และโลหะเหล่านี้เป็นโลหะอันตรายหากมีการปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงต้องการที่จะพัฒนาวิธีการกำจัดโลหะอันตรายนี้จากน้ำทิ้งในห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นก่อนการปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม เพื่อเป็นการควบคุมมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมได้ทางหนึ่งด้วย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการทดลอง

3.1 เครื่องมือ และสารเคมี

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เครื่องมือในขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4) และการศึกษาลักษณะพื้นผิว และรูปร่างของอนุภาคแม่เหล็กนาโนนี้ รวมทั้งขั้นตอนการตรวจวิเคราะห์โครเมียมด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี สำหรับสารเคมีที่ใช้ในโครงการวิจัยนี้เป็นสารเคมีชนิดเกรดวิเคราะห์ (Analytical reagent grade : AR – grade) ทั้งหมดและน้ำกลั่นสำหรับการเตรียมสารละลายต่างๆ เป็นน้ำกลั่นชนิด Deionized distilled water ที่มีค่าความต้านทาน 18.2 เมกะโอห์ม โดยอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และบริษัทผู้ผลิต

เครื่องมือและอุปกรณ์	บริษัท
• เครื่องชั่งละเอียด (4 ตำแหน่ง) Model RC 250 S	Scientific Promotion CO., LTD
• เครื่องกลั่นน้ำบริสุทธิ์ Easy pure LF	Barnstead
• เตาไฟฟ้า (Hot plate) รุ่น M 21/1	FramoGeratetechnik
• ตู้อบความร้อน (Hot Air Oven) รุ่น 1375 FX	Delta laboratory
• Vortex genie Z	Scientific Industries
• Peristaltic Pump drive รุ่น BT 100-2J	Precision pump CO.,LTD
• Ultrasonic cleaner รุ่น VGT-1620QTD	Guangdong GT Ultrasonic Industrial Co., Ltd
• Precision microliter pipette ขนาด 100-5,000 μL	Gilson
• Micro pipettes ขนาด 100-1,000 μL	Lebnet
• UV-Visible Spectroscopy รุ่น specord 210	Analytikjena
• Transmission electron microscopy (TEM)	JEM-2100/JEOL
• Infrared spectroscopy (IR spectroscopy)	Perkin elmer

ตารางที่ 3.2 สารเคมีและบริษัทผู้ผลิต

สารเคมี	บริษัท
• เฟอร์ริกคลอไรด์แอนไฮไดรึส (FeCl_3)	Fluka (chemika), Switzerland
• เฟอร์ริสคลอไรด์เตตระไฮเดรต ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)	PanreacQuimica, Spain
• กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc.HCl)	Lobachemie, India
• สารละลายแอมโมเนีย 25 % (NH_3)	QReC, New Zealand
• กรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc. H_2SO_4)	QReC, New Zealand
• โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	Lobachemie, India
• กรดอะซิติก (CH_3COOH)	QReC, New Zealand
• เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)	ACI Labscan
• โพแทสเซียมไดโครเมต 99.9% ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)	Ajax Finechem, New Zealand
• Agarose	Solarbio, China
• 1,5-diphenylcarbazine ($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$)	Lobachemie, India
• Span 80	Fluka, Switzerland
• Cyclohexane	Merck KGaA, Darmstadt, Germany
• ไคโตซาน ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4$)	Sigma-Aldrich, Iceland
• พาราฟิน (Paraffin)	Fisher Scientific, US
• ไดฟีนิลคาร์บาไรไซด์ ($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$)	Loba Chemie, India
• สเปน-80 ($\text{C}_{24}\text{H}_{44}\text{O}_8$)	Sigma-Aldrich, Germany
• 25% กลูตารัลดีไฮด์ ($\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$)	Loba Chemie, India
• โพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)	Ajax Finechem, New Zealand
• โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	Ajax Finechem, New Zealand
• โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต ($\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$, KHP)	Ajax Finechem, New Zealand

3.2 การเตรียมสารเคมี

สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน [43-44]

3.2.1 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลาร์ ปริมาตร 25.00 มิลลิลิตร

ตวงสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc.HCl) ปริมาตร 4.1x มิลลิลิตร ลงใน ปีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่ 20.9x มิลลิลิตรจากนั้นคนให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.2 สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์เข้มข้น 1.0 โมลาร์ ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร

ชั่งเฟอร์ริกคลอไรด์แอนไฮดรัสหนัก 0.648x กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นปี เปตรกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลาร์ ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในปีกเกอร์ที่บรรจุเฟอร์ริกคลอไรด์ อยู่ แล้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.3 สารละลายเฟอร์รัสคลอไรด์เตตระไฮเดรตเข้มข้น 2.0 โมลาร์ ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร

ชั่งเฟอร์รัสคลอไรด์เตตระไฮเดรต 0.397x กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นปีเปตร กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลาร์ ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในปีกเกอร์ที่บรรจุเฟอร์รัสคลอไรด์เต ตระไฮเดรตอยู่ แล้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.4 สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.7 โมลาร์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ตวงสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น (25% w/w) ปริมาตร 5.3x มิลลิลิตร ลงในปีกเกอร์ที่บรรจุน้ำ กลั่นปริมาตร 94.7x มิลลิลิตร จากนั้นคนจนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน

สำหรับการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน

• โครเมียม(VI) [44-45]

3.2.5 สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ปริมาตร 50.0 มิลลิลิตร

ตวงกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (conc.H₂SO₄) ปริมาตร 1.3x มิลลิลิตร ใส่ลงในปีกเกอร์ ที่มี น้ำกลั่นอยู่ ปริมาตร เท่ากับ 48.7x มิลลิลิตร คนให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.6 สารละลายไดฟิซิลคาร์บาไซด์ (DPC) เข้มข้น 0.7 % w/v

ชั่งไดฟิซิลคาร์บาไซด์หนัก 0.07x กรัม ใส่ในปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ที่บรรจุอะซิโตนปริมาตร ประมาณ 10.0 มิลลิลิตร จากนั้นใช้แท่งแก้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วเทสารละลายดังกล่าว ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยอะซิโตนจนถึงขีดบอกปริมาตร แล้วเขย่าให้ สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.7 สารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 17 ppm

ชั่งโพแทสเซียมไดโครเมต (K₂Cr₂O₇) 0.005x กรัม ใส่ปีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ตวง น้ำกลั่น 50.0 มิลลิลิตร ใส่ปีกเกอร์ที่บรรจุโพแทสเซียมไดโครเมต จากนั้นคนจนสารละลายเป็นเนื้อ

เดียวกัน แล้วถ่ายสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100.00 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วย น้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

3.2.8 สารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 10 ppm

ปิเปตสารละลายโครเมียม (VI) เข้มข้น 1,000 ppm ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัด ปริมาตรขนาด 100.00 มิลลิลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

- โคบอลต์(II) [45-47]

3.2.9 สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 100.00 มิลลิลิตร

ตวงสารละลายแอมโมเนีย (25% w/w) ปริมาตร 1.x มิลลิลิตร ลงในปิกเกอร์บรรจุน้ำกลั่น ปริมาตร 98.x มิลลิลิตร จากนั้นคนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.10 สารละลายไดโรโซน (DTZ) เข้มข้น 4.4 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 50.00 มิลลิลิตร

ชั่งไดโรโซน (DTZ) หนัก 0.056x กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ตวงสารละลาย เตตระไฮโดร ฟูแรน (THF) ปริมาตรประมาณ 20.0 มิลลิลิตร จากนั้นใช้แท่งแก้วคนจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้ว เทสารละลายดังกล่าวใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยเตตระไฮโดรฟูแรนจนถึง ขีดบอกปริมาตร แล้วเขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.11 สารละลายโคบอลต์(II) เข้มข้น 589 ppm ปริมาตร 25.00 มิลลิลิตร

ชั่งโคบอลต์(II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.059x กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ตวงน้ำกลั่น 10.0 มิลลิลิตร ใส่ปิกเกอร์ที่บรรจุด้วยโคบอลต์(II) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต จากนั้น คนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำ กลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

3.2.12 สารละลายโคบอลต์(II) เข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 25.00 มิลลิลิตร

ปิเปตสารละลายโคบอลต์(II) เข้มข้น 589 ppm ปริมาตร 0.42 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 25.00 มิลลิลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร

สำหรับการเคลือบพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

- ไคโตซาน

3.2.13 สารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น 2%v/v ปริมาตร 50.00 มิลลิลิตร

ตวงกรดอะซิติก 18 โมลาร์ ปริมาตร 1.0x มิลลิลิตร ลงในปิกเกอร์บรรจุน้ำกลั่นปริมาตร 49.0x มิลลิลิตร จากนั้นคนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.14 ไคโตซานเข้มข้น 4%w/v

ชั่งไคโตซาน 0.2x กรัม ใส่ปิกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ปิเปตกรดอะซิติกเข้มข้น 2%v/v ปริมาตร 5.0x มิลลิลิตร ใส่ในปิกเกอร์ดังกล่าว จากนั้นคนจนกระทั่งไคโตซานละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

- อะกาโรส

3.2.15 สารละลาย 1.0 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร

ซิงโซเดียมไฮดรอกไซด์หนัก 0.4x กรัม ใส่บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่น ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร แล้วคนให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.16 สารละลาย 4.00% (v/v) span 80 ในไซโคลเฮกเซน ปริมาตร 25.00 มิลลิลิตร

ปิเปต 1.00 มิลลิลิตรของ span 80 ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วย ไซโคลเฮกเซนจนถึงขีดบอกปริมาตร แล้วเขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.2.17 สารละลาย 50% (v/v) เอทานอล ปริมาตร 250.0 มิลลิลิตร

ตวงเอทานอล (99.9%) ปริมาตร 125.x มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร จากนั้นตวงน้ำ กลั่น 124.x มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์เอทานอล แล้วคนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นถ่ายใส่ภาชนะที่ มีฝาปิดมิดชิดเพื่อป้องกันการระเหยของเอทานอล

3.2.18 สารละลาย 20% (v/v) เอทานอล ปริมาตร 100.0 มิลลิลิตร

ตวงเอทานอล (99.9%) ปริมาตร 20.x มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นตวงน้ำ กลั่น 80.x มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์เอทานอล แล้วคนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นถ่ายใส่ภาชนะที่มี ฝาปิดมิดชิดเพื่อป้องกันการระเหยของเอทานอล

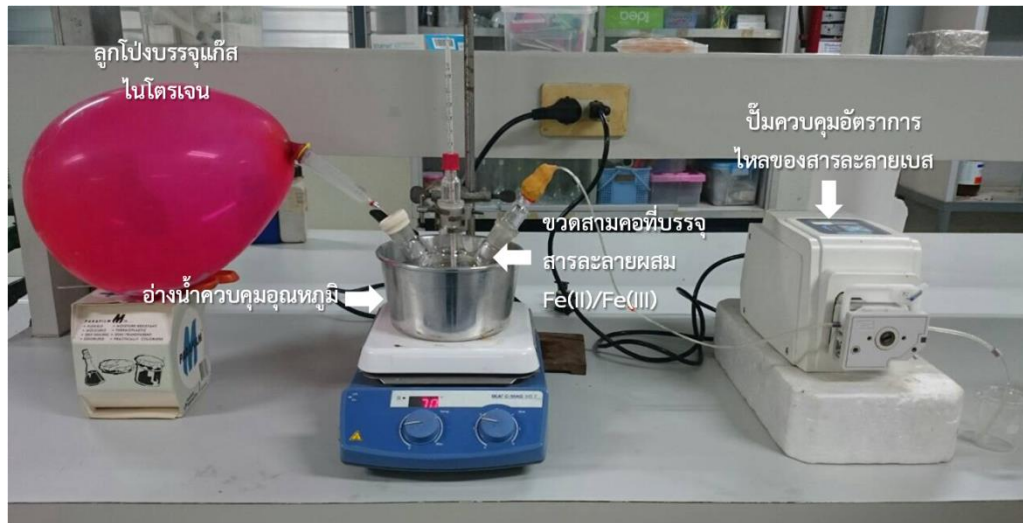
3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม [43]

นำสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์เข้มข้น 2.0 โมลาร์ ปริมาตร 4.00 มิลลิลิตร และสารละลายเฟอร์ รัสคลอไรด์เข้มข้น 1.0 โมลาร์ ปริมาตร 1.00 มิลลิลิตร เทใส่ลงในขวดรูปสามคอขนาด 250 มิลลิลิตร ใส่ แท่งแม่เหล็กกวนลงในขวดดังกล่าว แล้ววางในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิโดยทำการจัดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1 จากนั้นทำการหยดสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 0.7 โมลาร์ ปริมาตร 50.00 มิลลิลิตร ด้วยปั๊มอัตโนมัติ (peristaltic pump) ลงในขวดสามคอที่บรรจุสารผสมระหว่างเฟอร์ริกและเฟอร์รัสคลอไรด์อยู่ ตั้งระบบ ทิ้งไว้ให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปเป็นระยะเวลา 120 นาที ให้ความร้อนที่คงที่อยู่ตลอดเวลา และเมื่อครบ กำหนด 120 นาที นำตะกอนที่ได้มากรอง แล้วล้างน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง ก่อนที่จะนำไปอบให้แห้งที่ อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที แล้วทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในเดซิเคเตอร์ จากนั้นเก็บ ในภาชนะปิด

จากขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนที่กล่าวข้างต้น สามารถเขียนเป็นสมการได้ดัง สมการที่ (3.1) [25]





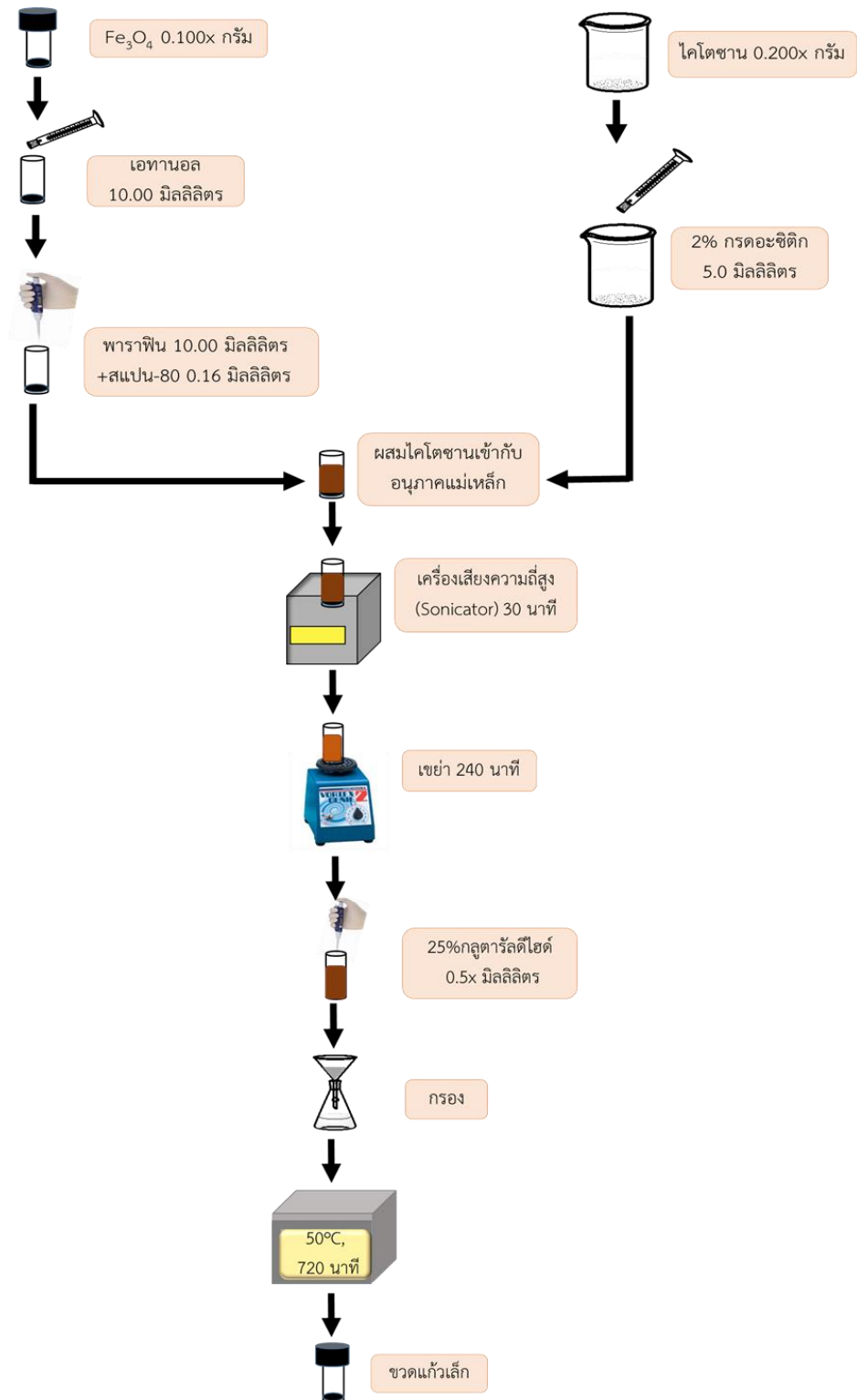
รูปที่ 3.1 ภาพถ่ายการจัดตั้งอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4)

3.3.2 การเคลือบพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

- ไคโตซาน (สำหรับการดูดซับโครเมียม)

การทดลองทั่วไป

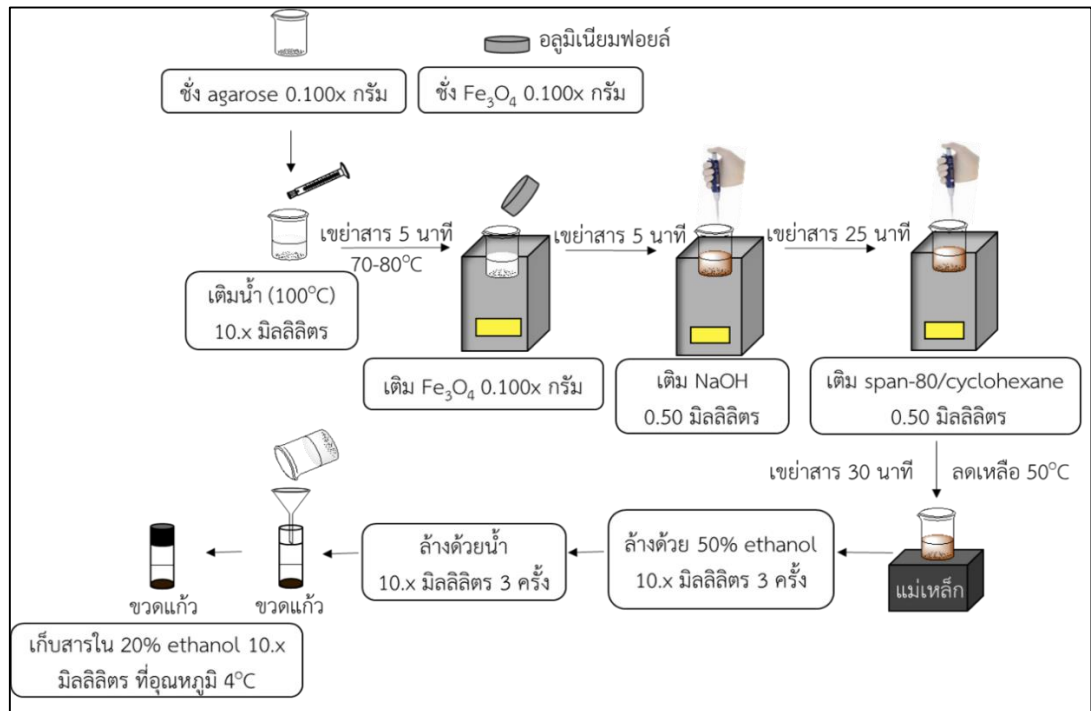
ซังอนุภาคแม่เหล็กนาโน 0.100X กรัม ใส่ในขวดvial ขนาด 10 มิลลิลิตร ล้างด้วยเอทานอล 99.5% v/v ครั้งละ 5.0 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง จากนั้นเติมพาราฟิน ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร span-80 ปริมาตร 0.16 มิลลิลิตร และไคโตซานลงในขวดvialที่บรรจุอนุภาคแม่เหล็กนาโน แล้วนำไปใส่เครื่องเขย่าสารโดยใช้คลื่นความถี่สูง (Ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาที จากนั้น 25% กลูตารัลดีไฮด์ ปริมาตร 0.50 มิลลิลิตร ลงในขวดvialเดิม จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Vortex mixer) ต่อเป็นเวลา 240 นาที เมื่อครบกำหนดเวลาจึงทำการแยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ด้วยแท่งแม่เหล็กความแรงสูง เพื่อกำจัดสารละลายไคโตซานที่เหลือออก ต่อมาทำการล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานด้วยน้ำกลั่นครั้งละ 10.00 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง และเอทานอล 99.9% v/v ครั้งละ 10.00 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง และนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานที่ล้างเรียบร้อยแล้วไปกรองด้วยกระดาษกรองก่อนจะนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลานำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานใส่ขวดvial และเก็บในเดซิเคเตอร์ (การทดลองนี้ ดัดแปลงจาก[48]) จากรูปที่ 3.2 แสดงภาพจำลองขั้นตอนการเคลือบไคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน



รูปที่ 3.2 ภาพจำลองขั้นตอนการเคลือบโคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

- **อะกาโรส (สำหรับการดูดซับโคบอลต์)**

ชั่งอะกาโรสหนัก 0.100x กรัม (1% w/v) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร ตวงน้ำกลั่นร้อน (เดือด) ปริมาตร 10.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ที่บรรจุอะกาโรส นำบีกเกอร์ดังกล่าวใส่ลงในเครื่องเขย่าสารโดยใช้เครื่องเสียงความถี่สูง เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้หนัก 0.100x กรัม ใส่ในบีกเกอร์ที่บรรจุสารละลายอะกาโรสอยู่ เขย่าสารละลายดังกล่าวต่ออีกเป็นเวลา 5 นาที เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 โมลาร์ ปริมาตร 0.50 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์เติม เขย่าสารละลายต่ออีก 25 นาที แล้วเติม 4.00% (v/v) span 80 ในไซโคลเฮกเซน ปริมาตร 0.50 มิลลิลิตร เขย่าสารละลายดังกล่าวต่ออีกเป็นเวลา 30 นาที เมื่อครบกำหนดเวลา แยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสที่ได้ด้วยแท่งแม่เหล็กความแรงสูง เพื่อนำสารละลายอะกาโรสที่เหลือออก จากนั้นล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสด้วยน้ำกลั่น ครั้งละ 10 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง ตามด้วย 50% (v/v) เอทานอล ครั้งละ 10 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง แล้วเก็บอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรสใน 20% (v/v) เอทานอล ปริมาตร 10.0 มิลลิลิตร ใส่ขวดแก้ว (vial) และเก็บอนุภาคดังกล่าวไว้ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 3.3 ภาพจำลองขั้นตอนการทดลองสำหรับการเคลือบอะกาโรสบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน



รูปที่ 3.3 ภาพจำลองขั้นตอนการเคลือบอะกาโรสบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

3.3.3 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

- ไคโตซาน

(ก) ปริมาณไคโตซานที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน

ทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน และเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน โดยทำการศึกษาปริมาณไคโตซานที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีผลต่อการดูดซับโครเมียม(VI) สำหรับอัตราส่วนโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กนาโนต่อไคโตซานที่ศึกษา ได้แก่ 1:0.02, 1:0.05, 1:0.1, 1:0.2 และ 1:0.3 ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละอัตราส่วนไปทำการดูดซับสารละลายโครเมียม(VI) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ (การคำนวณดังภาคผนวก)

(ข) ปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ ที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน

ทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน และเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน การทดลองทั่วไป) โดยทำการศึกษาปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีผลต่อการดูดซับโครเมียม(VI) สำหรับปริมาตรปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ที่ศึกษา ได้แก่ 0.5, 1.0, 2.0 และ 4.0 มิลลิลิตร ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสารละลายโครเมียม(VI) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

(ค) เวลาในการเกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของไคโตซานที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน

ทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน และเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน โดยทำการศึกษาเวลาเขย่าที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีผลต่อการดูดซับโครเมียม(VI) สำหรับเวลาในการเขย่าที่ศึกษาได้แก่ 60, 120, 240, 300 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสารละลายโครเมียม(VI) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

- อะกาโรส

(ก) การปรับเปลี่ยนสภาพผิวอะกาโรสพอลิเมอร์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาความเข้มข้นต่างๆ ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ดังนี้คือ 0, 0.05, 0.50, 1.00, 2.00 และ 3.00 โมลาร์ ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสารละลายโคบอลต์(II) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

(ข) การศึกษาความเข้มข้นของอะกาโรสที่เคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

ทำการศึกษาความเข้มข้นต่างๆ ของอะกาโรส ดังนี้คือ 0.2%, 0.5%, 1.0% และ 2.0% w/v จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสาร ละลายโคบอลต์(II) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วย เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

(ค) การศึกษาความเข้มข้นของสารละลาย span 80 ในไซโคลเฮกเซน

ทำการศึกษาความเข้มข้นต่างๆ ของ span 80 ในไซโคลเฮกเซน ดังนี้คือ 0.00%, 2.00%, 3.00%, 4.00% และ 5.00% v/v ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสารละลายโคบอลต์(II) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

(ง) การศึกษาเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์

ทำการศึกษาเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ ดังนี้คือ 5, 25, 45 และ 90 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสารละลายโคบอลต์(II) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

(จ) การศึกษาเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลาย span 80 ในไซโคลเฮกเซน

ทำการศึกษาเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลาย span 80 ในไซโคลเฮกเซน ดังนี้คือ 15, 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปทำการดูดซับสารละลายโคบอลต์(II) โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

3.3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์

(ก) เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR)

นำผงแห้งของอนุภาคแม่เหล็กนาโน, พอลิเมอร์ และอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์ มา 2 มิลลิกรัมผสมกับโปแตสเซียมโบรไมด์ (KBr) 200 มิลลิกรัม ทำการบดและอัดเป็นแผ่นบาง และนำมาวิเคราะห์ที่เลขคลื่น 400 – 4000 cm^{-1}

(ข) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)

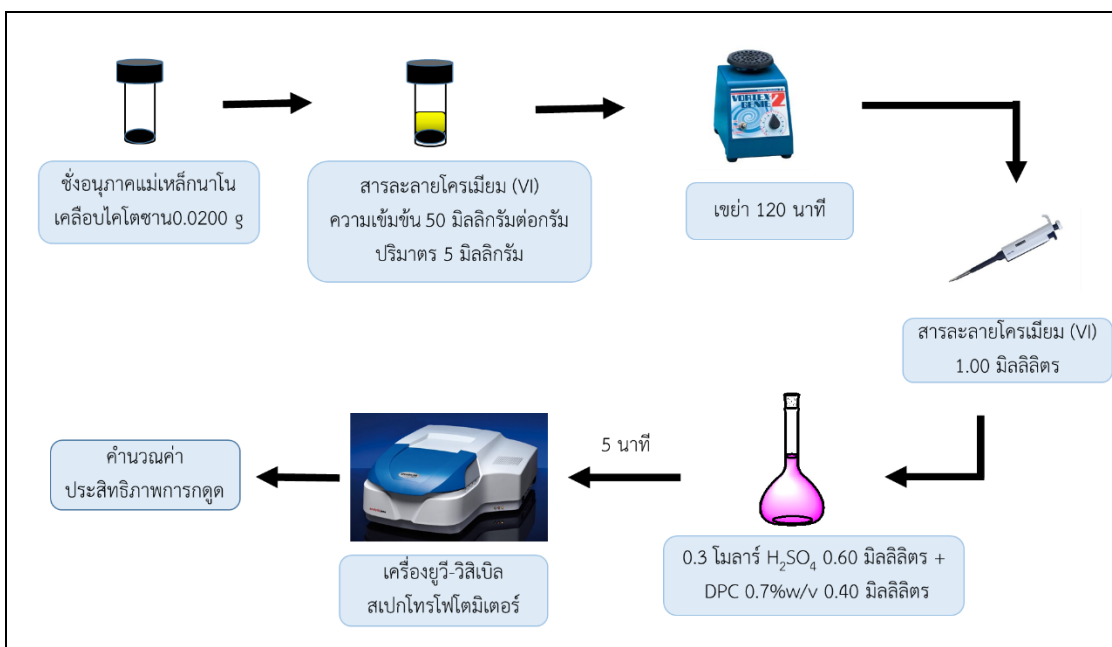
เตรียมตัวอย่างอนุภาคแม่เหล็กนาโน และ อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์ 0.01 กรัม ละลายในเอทานอล 1 มิลลิลิตร นำไป sonicate ประมาณ 10 นาที จากนั้นปิเปตขึ้นมา 0.5 ไมโครลิตร

หยดลงบน Grid (Formvar Film on 400, FF 400-H-CH) วางให้ตั้งไว้ให้แห้งแล้วนำไปส่องด้วยกล้อง TEM

3.3.5 การดูดซับโครเมียม(VI) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

การทดลองทั่วไป

ชั่งอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซานหนัก 0.020x กรัม ใส่ในขวดvial เติมสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (shaker) เป็นระยะเวลา 120 นาที จากนั้นเปิดสารละลายโครเมียม(VI) ดังกล่าวปริมาตรตามความเหมาะสม (ให้อยู่ในช่วงกราฟมาตรฐาน) ใส่ในขวดวัดปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดซัลฟิวริก เข้มข้น 0.5 โมลาร์ ปริมาตร 0.60 มิลลิลิตร และเติม 0.7% 1,5-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ ปริมาตร 0.40 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ถึงขีดวัดปริมาตร จับเวลา 5 นาที นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เพื่อนำไปคำนวณค่าประสิทธิภาพการดูดซับ จากรูปที่ 3.4 แสดงภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ดูดซับบนอนุภาคนาโนแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน



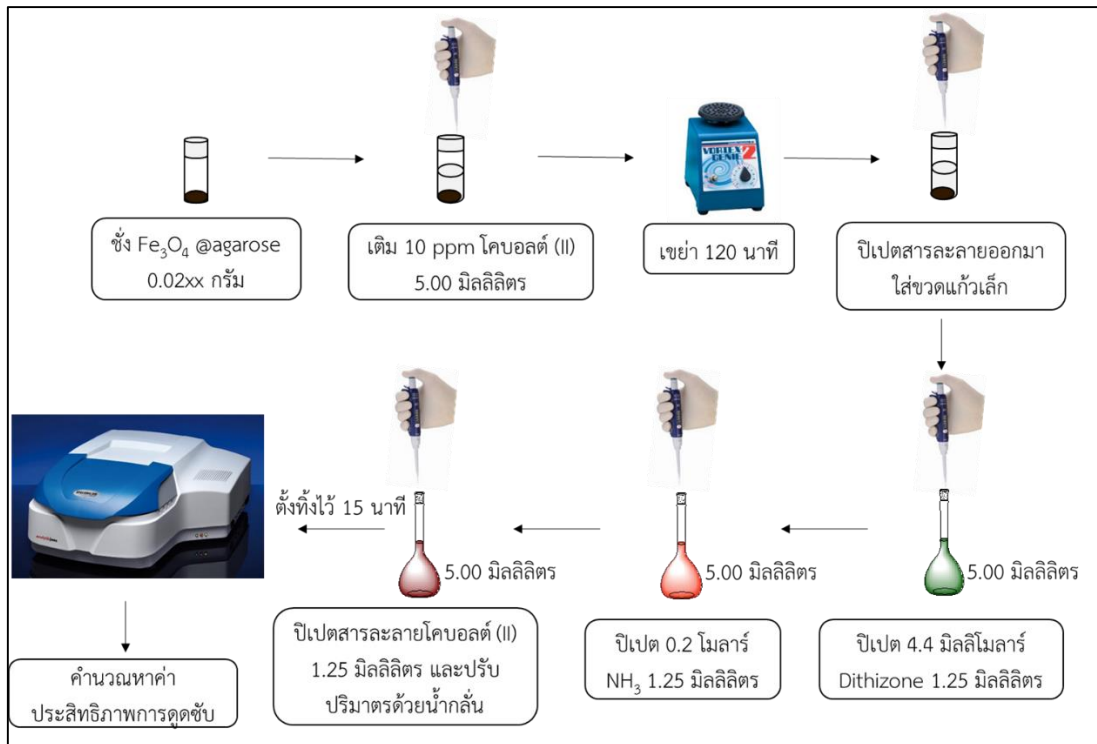
รูปที่ 3.4 ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

3.3.6 การดูดซับโคบอลต์(II) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กเคลือบอะกาโรส

การทดลองทั่วไป

ชั่งอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส 0.020x กรัม ใส่ขวดแก้ว vial เติมสารละลายโคบอลต์ (II) ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ปิดขวดแก้วด้วยพาราฟิล์ม นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (vortex mixer) เป็นระยะเวลา 120 นาที เมื่อครบกำหนดเวลาแยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วย

อะกาโรส โดยใช้แท่งแม่เหล็กความแรงสูง แล้วปิเปตสารละลายโคบอลต์(II) หลังจากดูดซับแล้วใส่ขวดแก้วเล็ก ปิเปตสารละลายไดไฮโซนเข้มข้น 4.4 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 5.00 มิลลิลิตร เติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร จากนั้นปิเปตสารละลายโคบอลต์(II) ที่เหลือจากการดูดซับ ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 15 นาที แล้วนำสารละลายดังกล่าวไปตรวจวัดด้วยเครื่อง ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตร และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ จากรูปที่ 3.5 แสดงภาพจำลองขั้นตอนการทดลองสำหรับการตรวจวัดโคบอลต์(II) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส



รูปที่ 3.5 ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโคบอลต์(II) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

3.3.7 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโลหะ

- สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

(ก) การศึกษาผลของเวลาที่มีผลต่อการดูดซับ

ทำการทดลองโดยใช้สภาวะที่เหมาะสมในการทดลอง หลังจากนั้นทำการทดลองโดยปรับเปลี่ยนเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับเริ่มจาก 10, 15, 25, 40, 60, 90 และ 120 นาที ตามลำดับ

(ข) การศึกษาผลของพีเอชที่มีผลต่อการดูดซับโครเมียม(VI)

ทำการทดลองโดยใช้สภาวะที่เหมาะสมในการทดลอง หลังจากนั้นทำการทดลองโดยปรับเปลี่ยนพีเอชของสารละลาย ดังนี้ 2, 3, 4 และ 5 ตามลำดับ

- สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโคบอลต์(II) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

(ก) การศึกษาผลของพีเอชที่มีต่อการดูดซับโคบอลต์(II)

ทำการทดลองโดยได้มีการปรับเปลี่ยนค่าพีเอชของสารละลายโคบอลต์(II) ให้มีค่าพีเอชเท่ากับ 2, 4, 5 และ 6 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.2 โมลาร์ และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.2 โมลาร์ สำหรับปรับพีเอชของสารละลายในช่วงกรดและเบส ตามลำดับ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

(ข) การศึกษาผลของเวลาที่มีผลต่อการดูดซับโคบอลต์(II)

ทำการทดลองโดยได้มีการปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการดูดซับที่แตกต่างกันดังนี้ คือ 30, 60, 120, 180 และ 240 นาที ตามลำดับ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับ

3.3.8 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

- ศึกษาไอโซเทอมการดูดซับโครเมียม(VI) ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

นำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซานที่สังเคราะห์ขึ้นโดยใช้สภาวะที่เหมาะสม จากนั้นนำมาดูดซับสารละลายโครเมียม(VI) เข้มข้น 25, 50, 100, 150 และ 250 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งใช้สภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับ จากนั้นสารละลายไปหาความเข้มข้นเหลือจากการดูดซับ โดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และนำความเข้มข้นที่วัดได้มาคำนวณหาประสิทธิภาพการดูดซับโครเมียม(VI) ตั้งการคำนวณในภาคผนวก จากนั้นทำการสร้างกราฟความสัมพันธ์ตามทฤษฎีของแลงเมียร์และฟรุนดลิช เพื่อหาไอโซเทอมการดูดซับโครเมียม(VI) ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยโคโตซาน

- การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับโดยใช้สารละลายโคบอลต์(II) ที่ความเข้มข้นต่างๆ

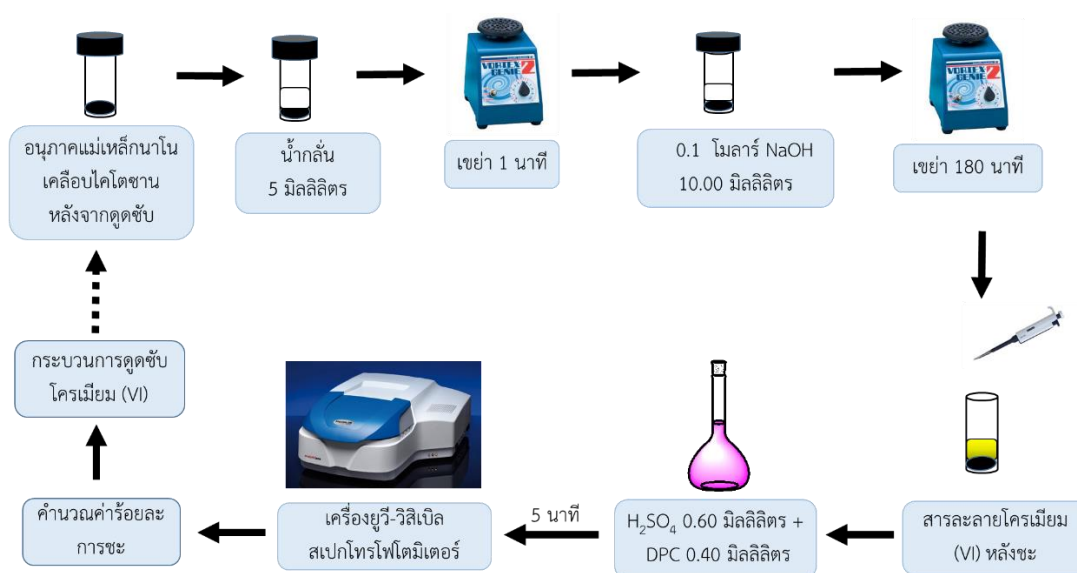
นำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรสที่สังเคราะห์ขึ้นโดยใช้สภาวะที่เหมาะสม จากนั้นนำมาดูดซับสารละลายโคบอลต์(II) เข้มข้น 5, 10, 15, 20 และ 25 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งใช้สภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับ จากนั้นสารละลายไปหาความเข้มข้นเหลือจากการดูดซับ โดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และนำความเข้มข้นที่วัดได้มาคำนวณหาประสิทธิภาพการดูดซับโคบอลต์(II) ตั้งการคำนวณในภาคผนวก จากนั้นทำการสร้างกราฟความสัมพันธ์ตามทฤษฎีของแลงเมียร์และฟรุนดลิช เพื่อหาไอโซเทอมการดูดซับโคบอลต์(II) ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส

3.3.9 การชะโลหะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยพอลิเมอร์

- ชะสารละลายโครเมียม(VI) ออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

การทดลองทั่วไป

ทำการทดลองโดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการทดลอง หลังจากดูดซับแล้ว นำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซานดังกล่าวล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 5.0 มิลลิลิตร และเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (vortex mixer) เป็นเวลา 1 นาที จำนวน 2 ครั้ง จากนั้นใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตรในการชะสารละลายโครเมียม(VI) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กเคลือบด้วยไคโตซานเป็นระยะเวลา 180 นาทีเมื่อครบกำหนดเวลา ทำการปิเปตสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดค่าได้มาคำนวณหาค่าร้อยละการชะ (%Desorption) ดังการคำนวณในภาคผนวก และนำอนุภาคไปทำการดูดซับโครเมียม(VI) วิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดค่าได้มาคำนวณหาค่าร้อยละการดูดซับ (%adsorption) รูปที่ 3.6 แสดงแบบจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ชะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

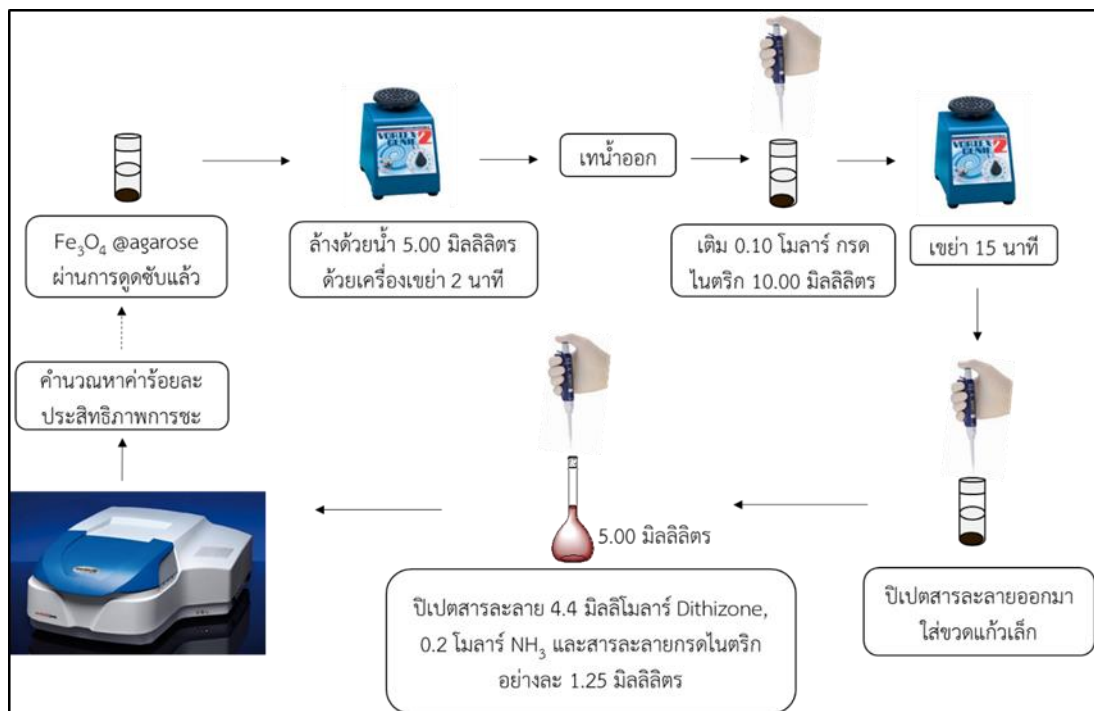


รูปที่ 3.6 ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโครเมียม(VI) ที่ชะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

- ชะสารละลายโคบอลต์(II) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

ทำการทดลองโดยใช้สภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการทดลอง หลังจากทำการดูดซับในครั้งที่ 1 แล้ว ล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสพอลิเมอร์ดังกล่าว ด้วยน้ำกลั่น ปริมาตร 5.00

มิลลิลิตร ล้างโดยการเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารชนิด vortex mixer เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเทน้ำกลั่นล้างอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสพอลิเมอร์ออก โดยใช้แท่งแม่เหล็กความแรงสูง ในการดูดอนุภาคแม่เหล็กนาโนดังกล่าวไว้ หลังจากนั้นชะโคบอลต์(II) ที่ดูดซับบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสพอลิเมอร์ ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 0.10 โมลาร์ ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่อง vortex mixer เป็นเวลา 15 นาที แล้วนำสารละลายกรดไนตริกที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณโคบอลต์(II) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตร จากรูปที่ 3.7 แสดงภาพจำลองขั้นตอนการชะโคบอลต์(II) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบอะกาโรส



รูปที่ 3.7 ภาพจำลองขั้นตอนการตรวจวัดโคบอลต์(II) ที่ชะออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรส

3.3.10 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการชะ

- โครเมียม(VI)

(ก) ชนิดของตัวชะ

ทำการทดลองโดยศึกษาชนิดของสารละลายในการชะสารละลายโครเมียม(VI) ออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ซึ่งเริ่มจากการศึกษาสารละลายที่สามารถนำมาใช้ในการชะสารละลายโครเมียม(VI) ออกจากอนุภาค ได้แก่ กรดไฮโดรคลอริก (HCl), กรดไนตริก (HNO₃), เอธิลีนไดเอมีนเต

ตระอะซีติก (EDTA) และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากนั้นนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(ข) ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ทำการทดลองโดยศึกษาความเข้มข้นต่างๆ ของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีผลต่อการชะโครเมียม(VI) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน โดยความเข้มข้นที่ศึกษา ได้แก่ 0.01, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5 โมลาร์ จากนั้นนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(ค) เวลาที่ใช้ในการชะ

ทำการทดลองโดยศึกษาเวลาที่ใช้ในการชะของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีผลต่อการชะโครเมียม(VI) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน ซึ่งเวลาที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ 30, 60, 120, 180 และ 240 นาที จากนั้นนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

(ง) ประสิทธิภาพการใช้ซ้ำของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน

ทำการทดลองโดยศึกษาประสิทธิภาพในการใช้ซ้ำของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่เป็นสภาวะที่เหมาะสมในชะโครเมียม(VI) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบโคโตซาน ซึ่งจะทำการศึกษาประสิทธิภาพในการใช้ซ้ำ โดยทำการดูดซับสารละลายโครเมียม(VI) และการชะสารละลายโครเมียม(VI) เป็นจำนวน 5 ครั้ง จากนั้นนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม(VI) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

● โคบอลต์(II)

(ก) การศึกษาชนิดของตัวชะ (Eluent) สารละลายโคบอลต์(II)

ทำการทดลองโดยได้มีการศึกษาชนิดของสารละลายในการชะที่แตกต่างกันดังนี้ คือ สารละลายกรดไนตริก กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริก กรดเอทิลีนไดอามีน เตตระอะซีติก และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามลำดับ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณร้อยละประสิทธิภาพการชะ

(ข) การศึกษาความเข้มข้นของสารละลายกรดไนตริกในการชะสารละลายโคบอลต์(II)

ทำการทดลองโดยได้มีการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายกรดไนตริกในการชะที่แตกต่างกันดังนี้ คือ 0.01, 0.05, 0.10, 0.20 และ 0.50 โมลาร์ ตามลำดับ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณร้อยละประสิทธิภาพการชะ

(ค) การศึกษาเวลาที่ใช้ในการชะสารละลายโคบอลต์(II)

ทำการทดลองโดยได้มีการศึกษาเวลาในการชะที่แตกต่างกันดังนี้ คือ 15, 30, 60, 120, 180 และ 240 นาที ตามลำดับ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และนำค่าการดูดกลืนแสงมาคำนวณร้อยละประสิทธิภาพการชะ

3.3.11 การประยุกต์ใช้อ่อนภาคแม่เหล็กนาโนเพื่อใช้ในการดูดซับโลหะในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

การดูดซับโครเมียม(VI) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

ซึ่งอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานหนัก 0.020x กรัม ใส่ในขวดvial เติมน้ำละลายตัวอย่าง ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (shaker) เป็นระยะเวลา 120 นาที จากนั้นเปิดสารละลายโครเมียม(VI) ดังกล่าวปริมาตรตามความเหมาะสม (ให้อยู่ในช่วงกราฟมาตรฐาน) ใส่ในขวดวัดปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ปริมาตร 0.60 มิลลิลิตร และเติม 0.7% 1,5-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ ปริมาตร 0.40 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ถึงขีดวัด ปริมาตร จับเวลา 5 นาที นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เพื่อนำไปคำนวณค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (ดังรูปที่ 3.4)

การดูดซับโคบอลต์(II) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

ซึ่งอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส 0.020x กรัม ใส่ในขวด vial เติมน้ำละลายตัวอย่าง ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ปิดขวดแก้วด้วยพาราฟิล์ม นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Vortex) mixer เป็นระยะเวลา 120 นาที เมื่อครบกำหนดเวลาแยกอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส โดยใช้แท่งแม่เหล็กความแรงสูง แล้วเปิดสารละลายตัวอย่างหลังจากดูดซับแล้วใส่ขวดแก้วเล็ก เปิดสารละลาย ไดไฮโซน (DTZ) เข้มข้น 4.4 มิลลิโมลาร์ ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร ใส่ลงไป ในขวดวัดปริมาตรขนาด 5.00 มิลลิลิตร เติมน้ำละลายแอมโมเนียเข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร จากนั้นเปิดสารละลายตัวอย่าง ที่เหลือจากการดูดซับ ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอก ปริมาตร จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 15 นาที แล้วนำสารละลายดังกล่าวไปตรวจวัดด้วยเครื่อง ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เพื่อนำไปคำนวณค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (ดังรูปที่ 3.5)

3.3.12 การถ่ายทอดวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้สู่กลุ่มเป้าหมาย

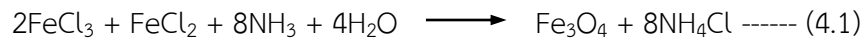
การถ่ายทอดองค์ความรู้สู่กลุ่มเป้าหมาย ได้แก่ คณาจารย์ เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ และนิสิตที่สนใจ

บทที่ 4

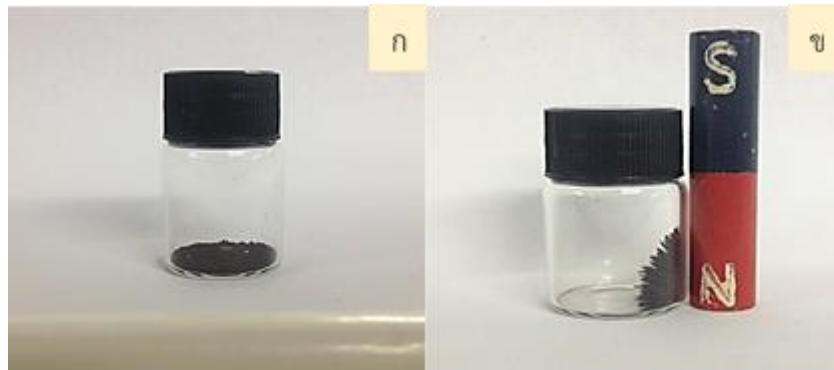
ผลการทดลองและอภิปราย

4.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน (Fe_3O_4)

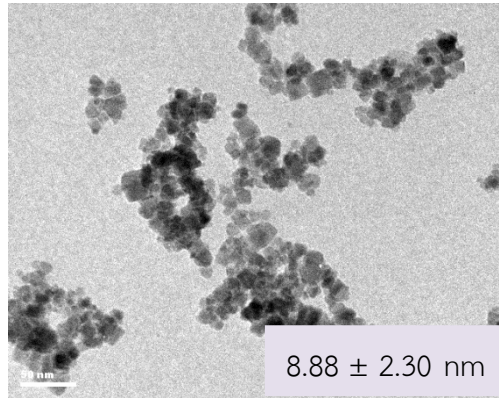
การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนในงานวิจัยนี้ได้อาศัยปฏิกิริยาการตกตะกอนร่วมของ Fe(II)/Fe(III) ตามรายงานวิจัยของ Patricia และคณะ [25] โดยมีสมการในการเกิดปฏิกิริยาดังสมการที่ (4.1)



ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีดำ และมีคุณสมบัติของแม่เหล็ก เมื่ออยู่ภายใต้สนามแม่เหล็ก (ดังรูปที่ 4.1) นอกจากนี้ เมื่อนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) ซึ่งพบว่าขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดระดับนาโนเมตร (น้อยกว่า 10 นาโนเมตร) ดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.1 (ก) ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้ และ (ข) อนุภาคแม่เหล็กนาโนภายใต้สนามแม่เหล็ก



รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย 175000x

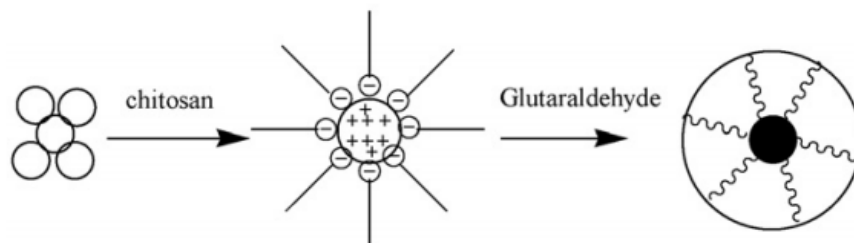
4.2 ผลการเคลือบพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

การเคลือบด้วยไคโตซาน

- สถานะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบไคโตซานบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

4.2.1 ปริมาณไคโตซานที่ใช้ในการเคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

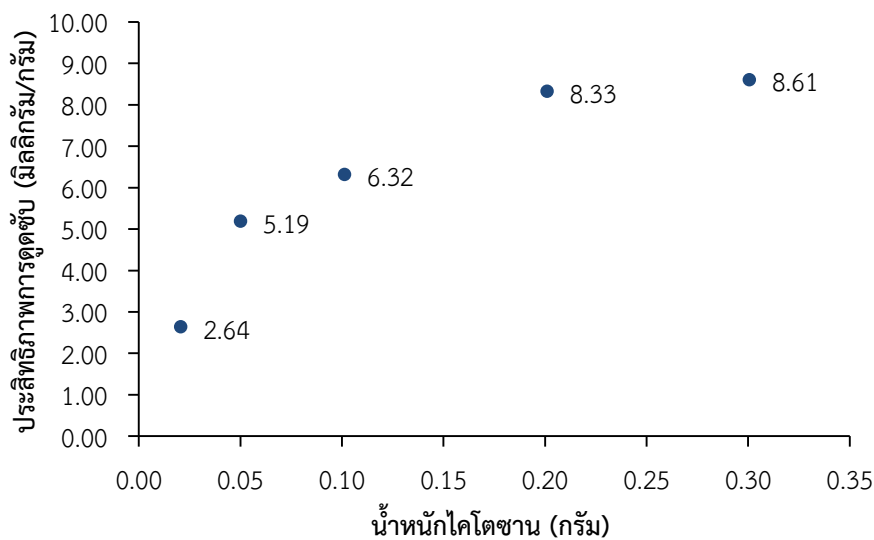
จากวิธีการทดลองในโครงการวิจัยนี้ได้ดัดแปลงวิธีการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน มาจากรายงานการวิจัยของ Li และคณะ [28] โดยอาศัยการเชื่อมขวางโมเลกุล (crosslink) ของไคโตซาน ด้วยกลูตารัลดีไฮด์ (ดังรูป 4.3) และสำหรับผลการศึกษานี้พบว่า เมื่อน้ำหนักของไคโตซานเพิ่มขึ้น น้ำหนักสุทธิของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบไคโตซานก็เพิ่มขึ้นด้วย แสดงให้เห็นว่าไคโตซานที่เพิ่มขึ้นสามารถเคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนได้เพิ่มขึ้น ดังตารางที่ 4.1 และเมื่อพิจารณาผลระหว่างประสิทธิภาพการดูดซับและน้ำหนักไคโตซาน (รูปที่ 4.3) จะเห็นว่าประสิทธิภาพการดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เมื่อเพิ่มน้ำหนักของไคโตซานจาก 0.02 กรัม เป็น 0.20 กรัม และค่าประสิทธิภาพการดูดซับจะเพิ่มเพียงเล็กน้อย เมื่อน้ำหนักไคโตซานจาก 0.20 กรัม เป็น 0.30 กรัม ดังนั้นในการทดลองนี้เลือกใช้น้ำหนักไคโตซานเท่ากับ 0.20 กรัม ในการเคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโน



รูปที่ 4.3 ภาพจำลองการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน [28]

ตารางที่ 4.1 ความสัมพันธ์ของน้ำหนักไคโตซานและน้ำหนักอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน

น้ำหนักอนุภาคแม่เหล็กนาโน (กรัม)	น้ำหนักไคโตซาน (กรัม)	น้ำหนักอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ (กรัม)
0.1012	0.0205	0.0779
0.1007	0.0500	0.1996
0.1011	0.1012	0.2560
0.1007	0.2010	0.3474
0.1010	0.3005	0.4019

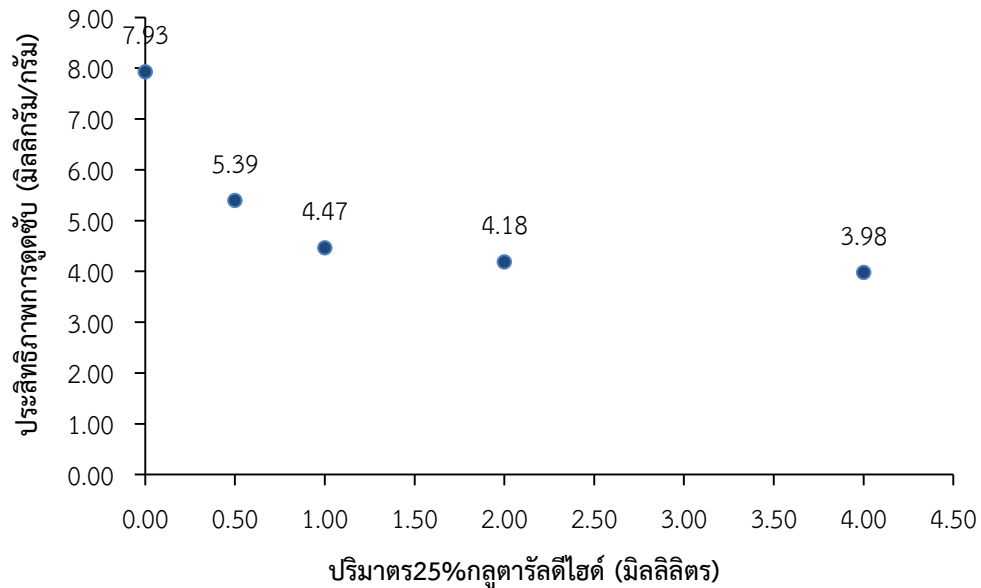


รูปที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และน้ำหนักไคโตซาน

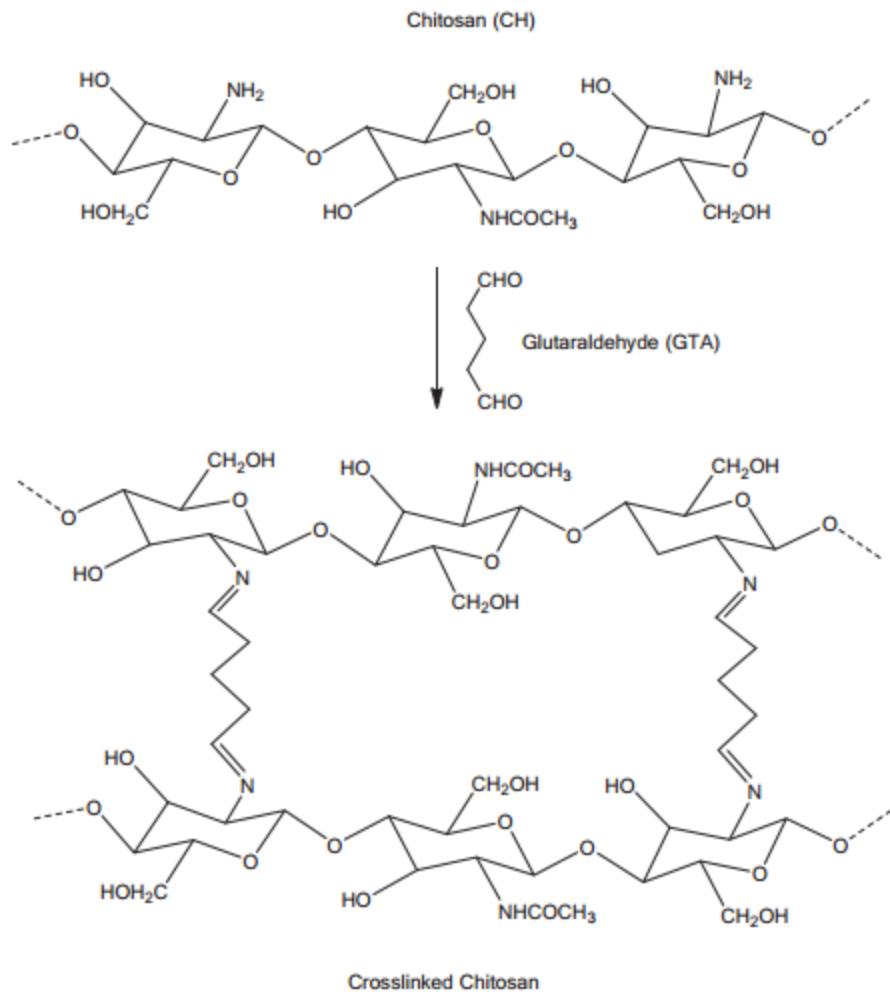
4.2.2 ปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน

25%กลูตารัลดีไฮด์ในการทดลองนี้ จัดเป็นสารเชื่อมขวางในโมเลกุลของไคโตซาน จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาตรของ 25%กลูตารัลดีไฮด์นั้นประสิทธิภาพการดูดซับจะลดลงดังรูปที่ 4.5 ทั้งนี้

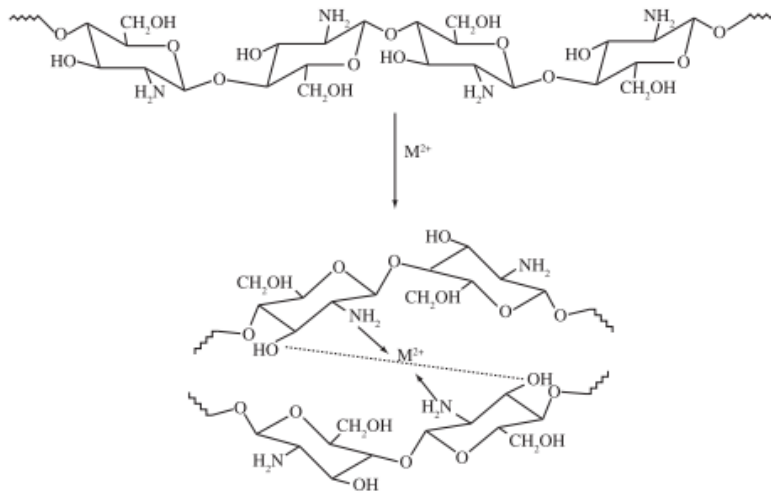
เนื่องจากการเกิดการเชื่อมขวางในไคโตซานมีเพิ่มมากขึ้น ซึ่งการเชื่อมขวางนี้จะเกิดขึ้นที่หมู่เอมีน (-NH₂) ดังรูปที่ 4.6 อาจส่งผลต่อการดูดซับของโลหะ ที่เกิดขึ้นที่หมู่เอมีนเช่นกัน (รูปที่ 4.7) ดังนั้นจึงทำให้ผลของการเพิ่มปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ ทำให้ประสิทธิภาพการดูดซับลดลง แต่อย่างไรก็ตาม แม้ประสิทธิภาพการดูดซับสำหรับไคโตซานที่ไม่มีการเติม 25%กลูตารัลดีไฮด์มีค่าสูงสุด แต่พบว่าลักษณะของอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่นแข็ง ซึ่งไม่ตรงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ (ดังรูป 4.8) ด้วยเหตุนี้การทดลองนี้จึงเลือกใช้ปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ที่ 0.50 มิลลิลิตร ในการทำการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์



รูปที่ 4.6 ปฏิกิริยาการเกิดการเชื่อมขวางในไคโตซานโดยใช้กลูตารัลดีไฮด์ [49]



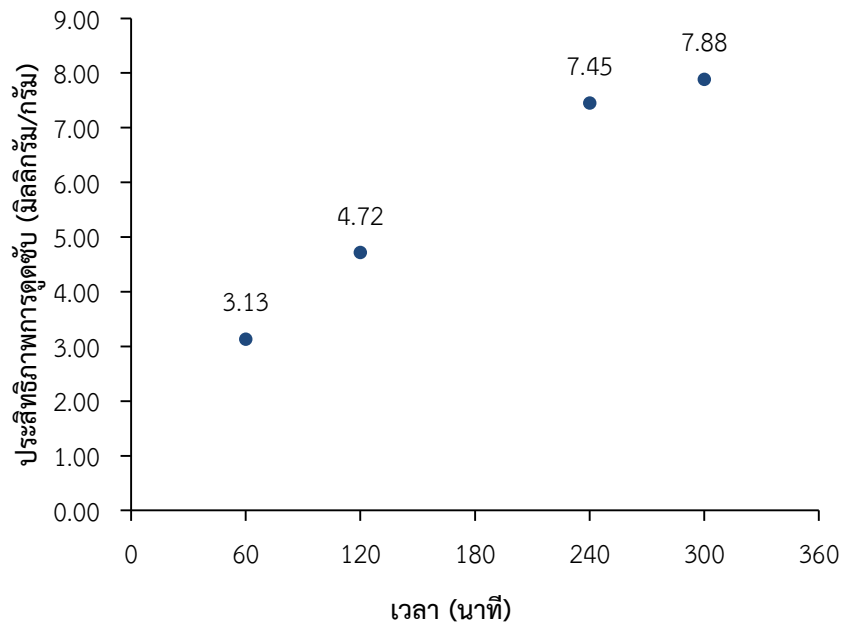
รูปที่ 4.7 แบบจำลองปฏิกิริยาการดูดซับของโครเมียม(VI) บนไคโตซาน [50]



รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซานที่ไม่เติม 25%กลูตาร์ลดีไฮด์

4.2.3 เวลาในการเกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของไคโตซานที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน

จากการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการเคลือบอนุภาค จากผลการทดลองพบว่า เมื่อระยะเวลาในการเขย่าสารเพิ่มมากขึ้น ค่าประสิทธิภาพการดูดซับก็เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับ (ดังรูป 4.9) แต่เมื่อเพิ่มระยะเวลาจาก 240 นาที เป็น 300 นาที พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับเพิ่มเพียงเล็กน้อย (จาก 7.45 เป็น 7.88) ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้ระยะเวลาในการเขย่าสารที่ 240 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการทำการทดลองต่อไป

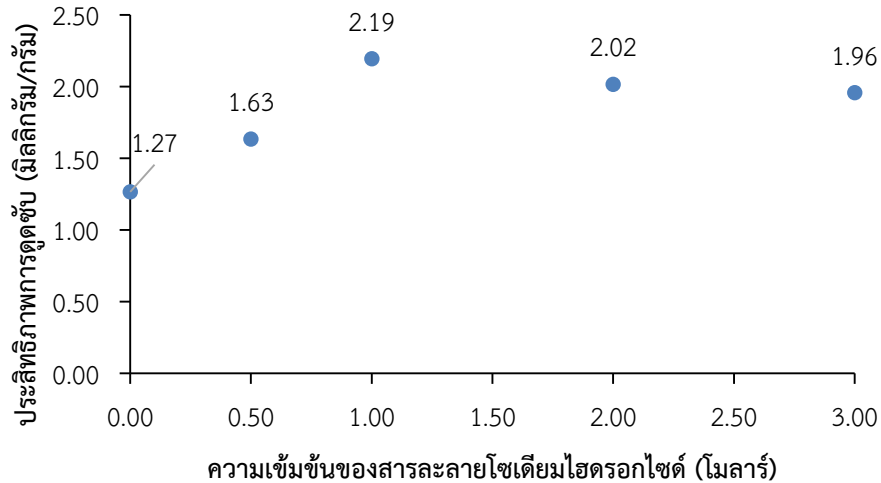


รูปที่ 4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และเวลา

การเคลือบด้วยอะกาโรส

4.2.4 การปรับเปลี่ยนสภาพผิวอะกาโรสพอลิเมอร์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

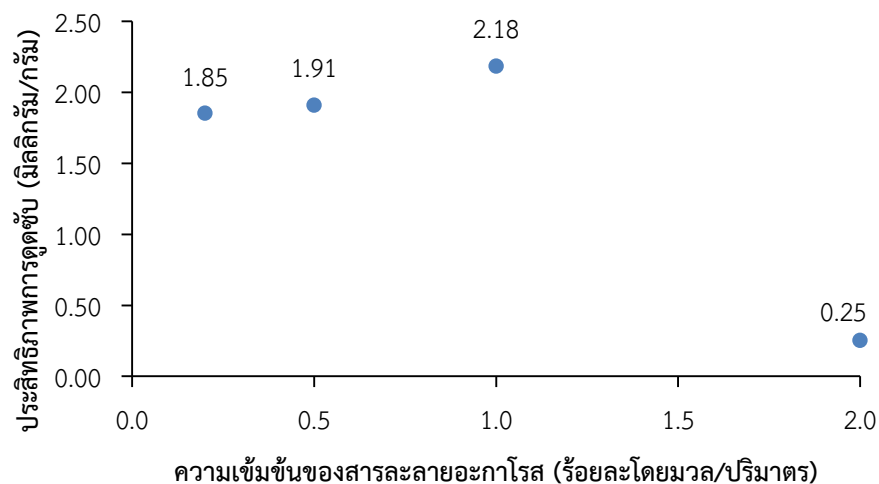
อะกาโรสพอลิเมอร์เป็นสารอินทรีย์ ที่ประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) จำนวนมาก ดังนั้นหากมีการปรับสภาพผิวของอะกาโรสพอลิเมอร์ให้มีประจุลบก่อน ก็สามารถเกิดแรงดึงดูดกับโลหะซึ่งมีประจุบวกได้ดี จากการทดลองได้ทำการศึกษาการปรับสภาพผิวอะกาโรสพอลิเมอร์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นต่างๆ ที่มีผลต่อการดูดซับโคบอลต์(II) โดยการทดลองพบว่า เมื่อไม่มีการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ มีค่าประสิทธิภาพการดูดซับต่ำที่สุด ($q_e = 1.27$ มิลลิกรัม/กรัม) และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จาก 0.50 – 1.00 โมลาร์ พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและเริ่มคงที่ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 1.00 – 3.00 โมลาร์ ดังรูปที่ 4.10 ดังนั้นในการทดลองนี้จึงความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.00 โมลาร์ เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ

4.2.5 การศึกษาความเข้มข้นของอะกาโรส

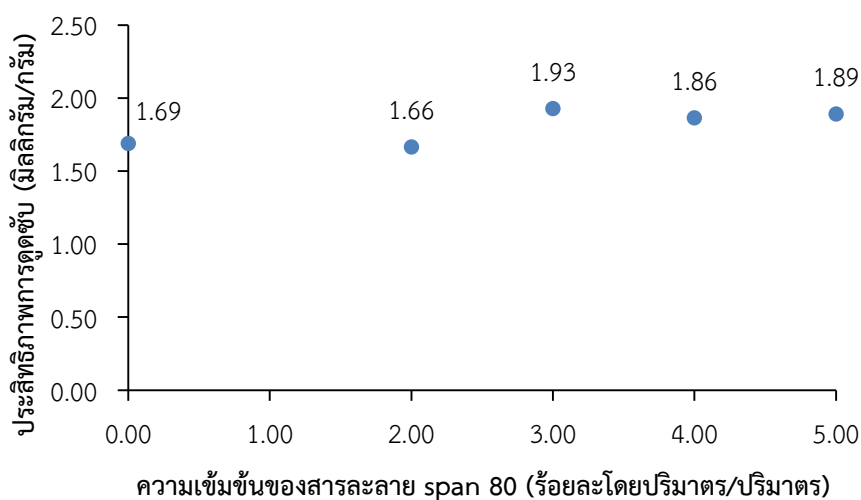
จากวิธีการทดลองการศึกษาความเข้มข้นอะกาโรสที่มีผลต่อการดูดซับโคบอลต์(II) จากผลการทดลองพบว่า ที่ความเข้มข้นอะกาโรส 1.0% w/v มีการดูดซับโลหะโคบอลต์(II) ได้ดีที่สุดในรูปที่ 4.11 ส่วนที่ความเข้มข้นอะกาโรส 2.0% w/v มีการดูดซับโลหะโคบอลต์(II) ได้ไม่ดี อาจเป็นเพราะอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบอะกาโรสที่ได้มีขนาดใหญ่ มีพื้นที่ผิวในการดูดซับน้อยและมีสมบัติความเป็นแม่เหล็กลดลงจากเดิม ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกอะกาโรสที่ความเข้มข้นเท่ากับ 1.0% w/v เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายอะกาโรส และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ

4.2.6 ความเข้มข้นของสารละลาย span 80 ในไซโคลเฮกเซน

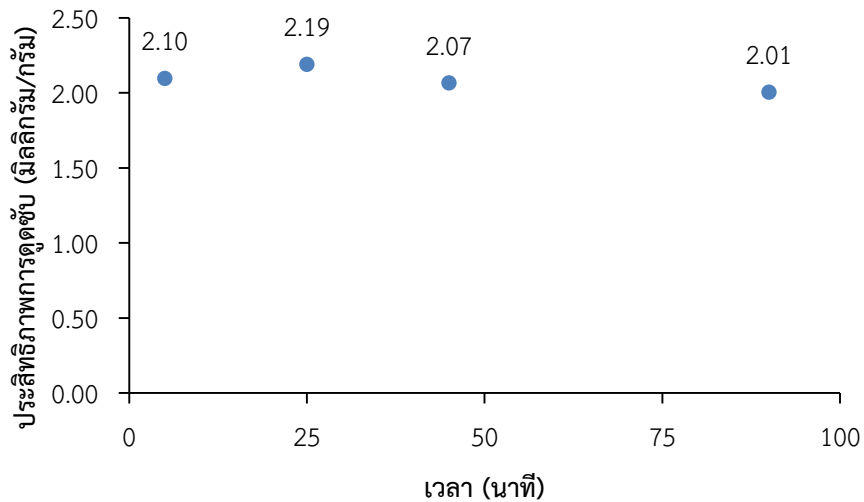
จากวิธีการทดลองการศึกษาความเข้มข้นของสารละลาย span 80 ที่มีผลต่อการดูดซับโคบอลต์ (II) โดยทำการเติม span 80 เพื่อลดแรงตึงผิวระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนาโนกับสารละลายอะกาโรสให้สามารถจับตัวกันดีขึ้น จากผลการทดลองพบว่า ที่ความเข้มข้น 0.00% v/v (ไม่เติม span 80) และ 2.00% v/v มีค่าประสิทธิภาพการดูดซับใกล้เคียงกัน ในขณะที่ความเข้มข้นของ span 80 ที่ 3.00 – 5.00% v/v ให้ค่าประสิทธิภาพการดูดซับคงที่และเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก 0.00 – 2.00% v/v (ดังรูปที่ 4.12) ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้สารละลาย span 80 ที่ความเข้มข้นเท่ากับ 4.00% v/v เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.12 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย span 80 และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ

4.2.7 เวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์

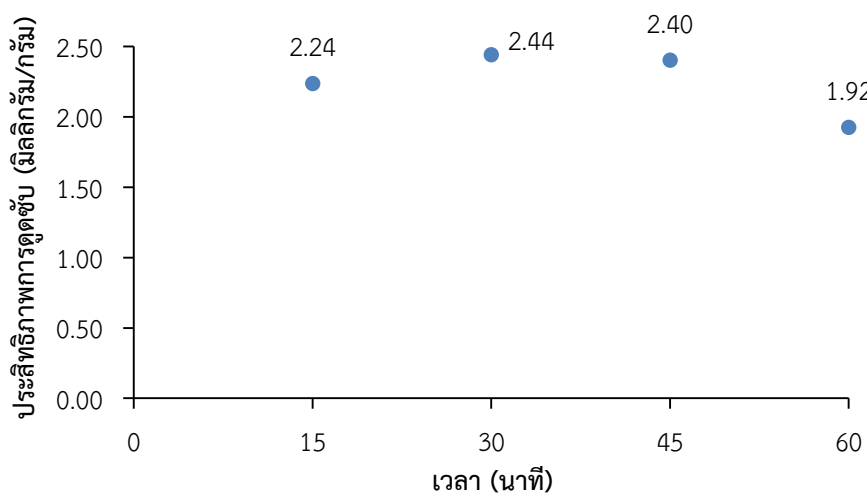
จากวิธีการทดลองช่วงเวลาการปรับสภาพผิวของอะกาโรสพอลิเมอร์ให้มีประจุลบด้วยเบสนี้ อาจมีผลต่อการดูดซับโคบอลต์(II) จากผลการทดลองพบว่า ช่วงเวลาที่ทำการศึกษา มีประสิทธิภาพการดูดซับมีค่าไม่แตกต่างกัน (ดังรูปที่ 4.13) ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่ 25 นาที เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.13 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ

4.2.8 เวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลาย span 80 ในไซโคลเฮกเซน

จากวิธีการทดลองช่วงเวลาที่ลดแรงตึงผิวระหว่างอนุภาคแม่เหล็กนาโนกับสารละลายอะกาโรส ให้สามารถจับตัวกันนี้อาจมีผลต่อการดูดซับโคบอลต์(II) จากผลการทดลองพบว่า ช่วงเวลาที่ทำการศึกษามีประสิทธิภาพการดูดซับเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ดูดซับสูงสุดที่ 30 นาที และหลังจากนั้นมีการดูดซับลดลง (ดังรูปที่ 4.14) อาจเป็นเพราะเมื่อใช้เวลาเขย่าสารนานขึ้น ส่งผลให้สารละลายขณะทำการทดลองระเหยไป จึงทำให้อนุภาคจับตัวเป็นแผ่นและมีขนาดใหญ่ มีสมบัติความเป็นแม่เหล็กลดลงจากเดิม และมีพื้นที่ผิวน้อย ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกเวลาการเขย่าสารในช่วงของการเติมสารละลาย span 80 ที่ 30 นาที เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเติมสารละลาย span80 และค่าประสิทธิภาพการดูดซับ

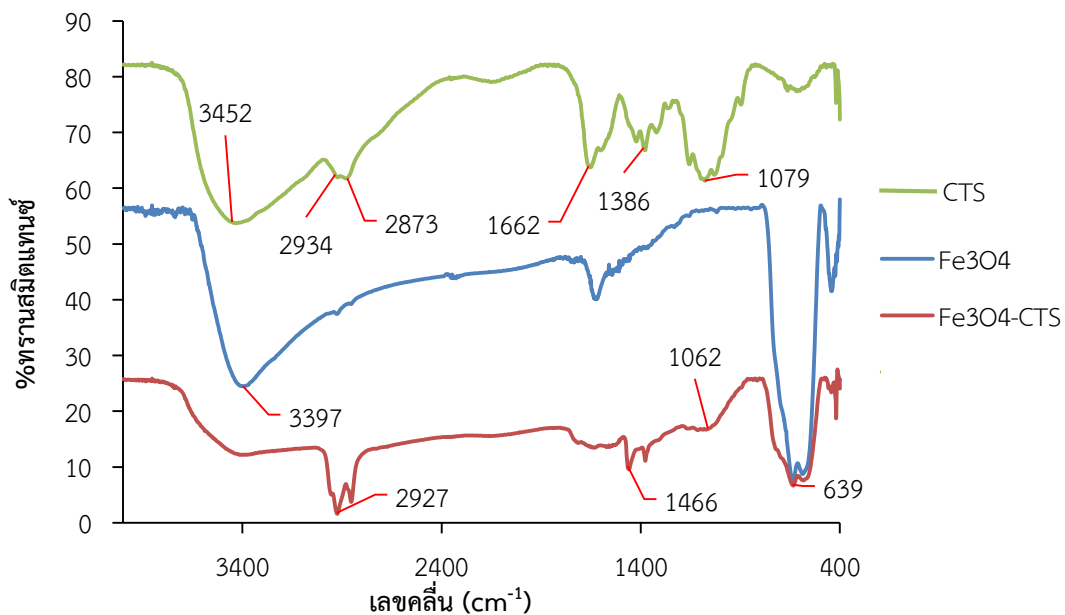
4.3 ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์

อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

4.3.1 เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy : FT-IR)

จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี โดยการวิเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน, ไคโตซาน และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน พบว่าจากรูปที่ 4.15 แสดงสเปกตรัมของอนุภาคแม่เหล็กนาโน (สีน้ำเงิน) จะปรากฏพีคของ O-H stretching ที่ตำแหน่ง 3397 cm^{-1} และพบพีคของ Fe-O ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันสำคัญในโครงสร้างของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ตำแหน่ง 639 และ 561 cm^{-1} ตามลำดับ ส่วนสเปกตรัมของไคโตซาน (สีเทา) จะปรากฏพีคของ N-H bending, O-H stretching, C-H stretching และ C-O stretching ที่ตำแหน่ง 3452 , 2934 - 2873 , 1596 และ 1386 cm^{-1} ตามลำดับ [51]

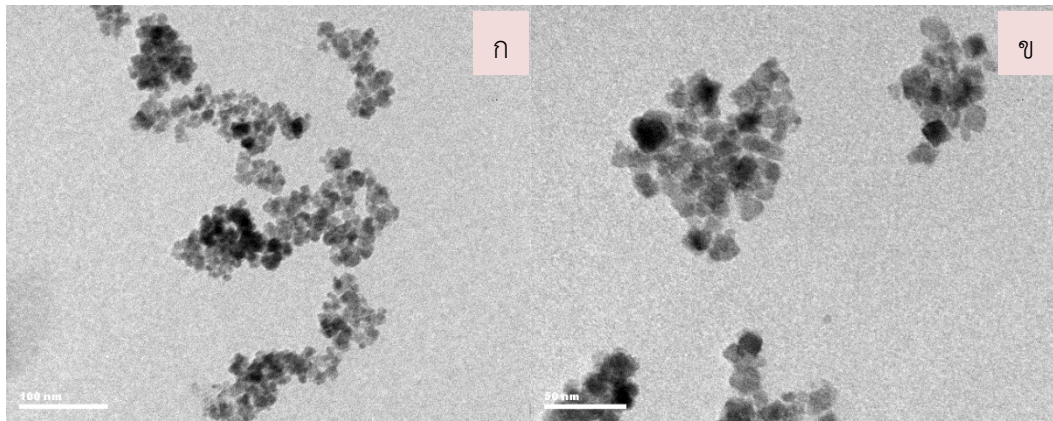
ภายหลังการปรับเปลี่ยนพื้นผิวอนุภาคนาโนแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซานเมื่อทำการตรวจวัด (สีส้ม) พบพีคของ Fe-O และ C-O ที่ตำแหน่ง 561 และ 1062 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบพีคของเอมีนปฐมภูมิ ($-\text{NH}_2$) ของไคโตซานทำพันธะกับกลูตารัลดีไฮด์ที่ตำแหน่ง 2927 และ 1466 cm^{-1} ดังนั้นจากผลสเปกตรัมที่ปรากฏแสดงให้เห็นว่าไคโตซานสามารถถูกเคลือบอยู่บนพื้นผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนได้ [52]



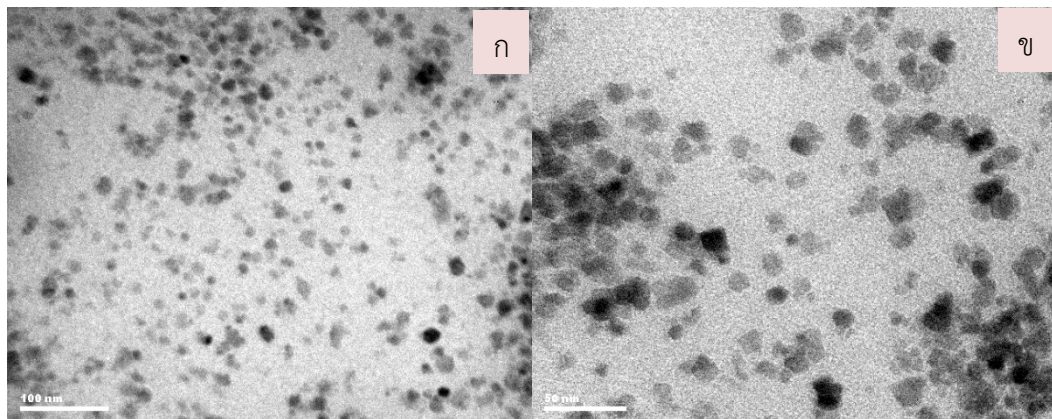
รูปที่ 4.15 FT-IR สเปกตรัมของไคโตซาน (สีเทา), อนุภาคแม่เหล็กนาโน (สีน้ำเงิน), อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน (สีส้ม)

4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM)

จากผลภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคแม่เหล็กนาโน พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 8.88 ± 2.30 นาโนเมตร (ดังรูปที่ 4.16) และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ผ่านการปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วยไคโตซาน พบว่ามีขนาดเฉลี่ย เท่ากับ 14.91 ± 3.46 นาโนเมตร (ดังรูปที่ 4.17) แสดงให้เห็นว่าไคโตซานสามารถเคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนได้เนื่องจากขนาดที่เพิ่มขึ้นของอนุภาค



รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 135000x และ (ข) 250000x ตามลำดับ



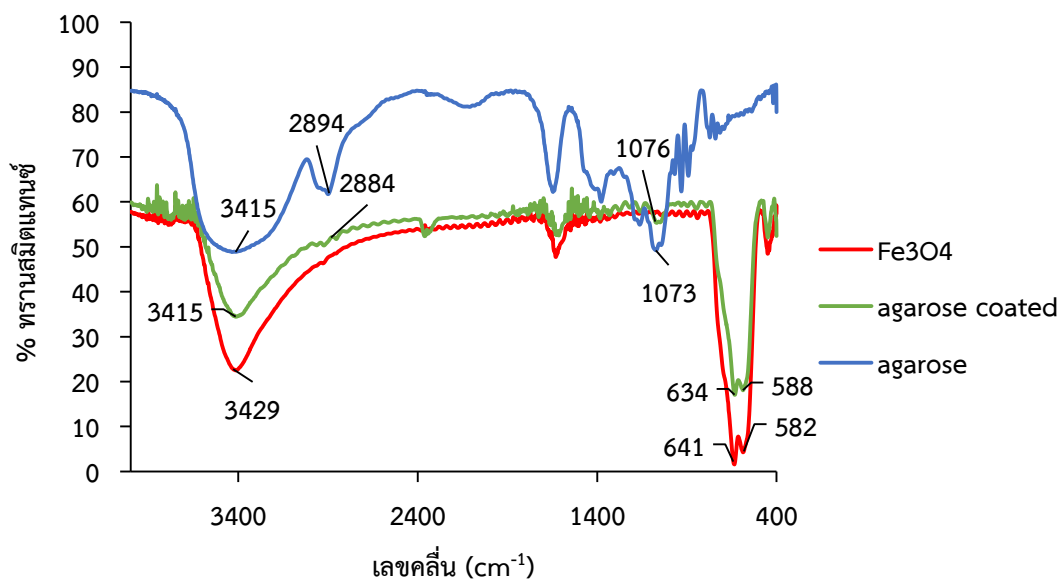
รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 135000x และ (ข) 250000x ตามลำดับ

อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

4.3.3 เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี โดยการวิเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน, อะกาโรส และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรส พบว่าสเปกตรัมของอนุภาคแม่เหล็กนาโน (สีแดง) จะปรากฏพีคของ O-H stretching ที่ตำแหน่ง 3429 cm^{-1} และพบพีคของ Fe-O ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันสำคัญในโครงสร้างของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ตำแหน่ง 641 และ 582 cm^{-1} ตามลำดับ ส่วนสเปกตรัมของอะกาโรส (สีน้ำเงิน) จะปรากฏพีคของ O-H stretching, C-H stretching และ C-O stretching ที่ตำแหน่ง 3415 , 2894 และ 1073 cm^{-1} ตามลำดับ [53]

หลังจากปรับเปลี่ยนสภาพพื้นผิวอนุภาคนาโนแม่เหล็กนาโนด้วยอะกาโรส (สีเขียว) พบพีคของ Fe-O ที่ตำแหน่ง 634 และ 588 cm^{-1} ซึ่งเป็นพีคของอนุภาคแม่เหล็กนาโน และพบพีค O-H stretching, C-H stretching และ C-O stretching ที่ตำแหน่ง 3415 , 2884 และ 1076 cm^{-1} ตามลำดับ ดังนั้นจากผลสเปกตรัมที่ปรากฏแสดงให้เห็นว่าอะกาโรสสามารถถูกเคลือบอยู่บนพื้นผิวของอนุภาคแม่เหล็กนาโนได้ ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.18

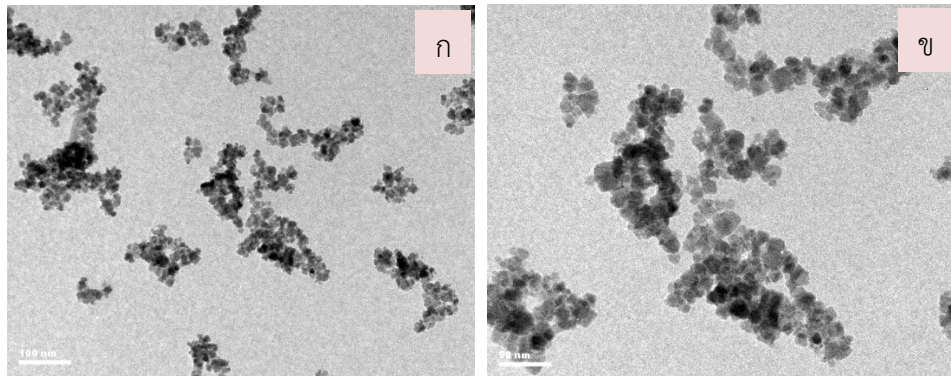


รูปที่ 4.18 FT-IR สเปกตรัมของอะกาโรส (สีน้ำเงิน), อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส (สีเขียว) และอนุภาคแม่เหล็กนาโน (สีแดง)

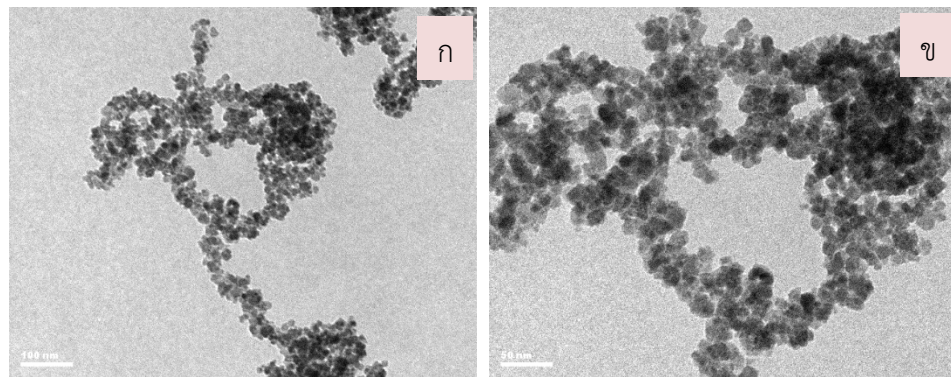
4.3.4 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน

จากผลภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคแม่เหล็กนาโน พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 8.88 ± 2.30 นาโนเมตร (ดังรูปที่ 4.19) และอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ผ่านการปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วยอะกาโรส พบว่ามีขนาดเฉลี่ย เท่ากับ 18.60 ± 3.50 นาโนเมตร (ดังรูป

ที่ 4.20) แสดงให้เห็นว่าอะกาโรสสามารถเคลือบบนอนุภาคแม่เหล็กนาโนทั้งนี้เพราะขนาดที่เพิ่มขึ้นของอนุภาค



รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 89000x และ (ข) 175000x ตามลำดับ



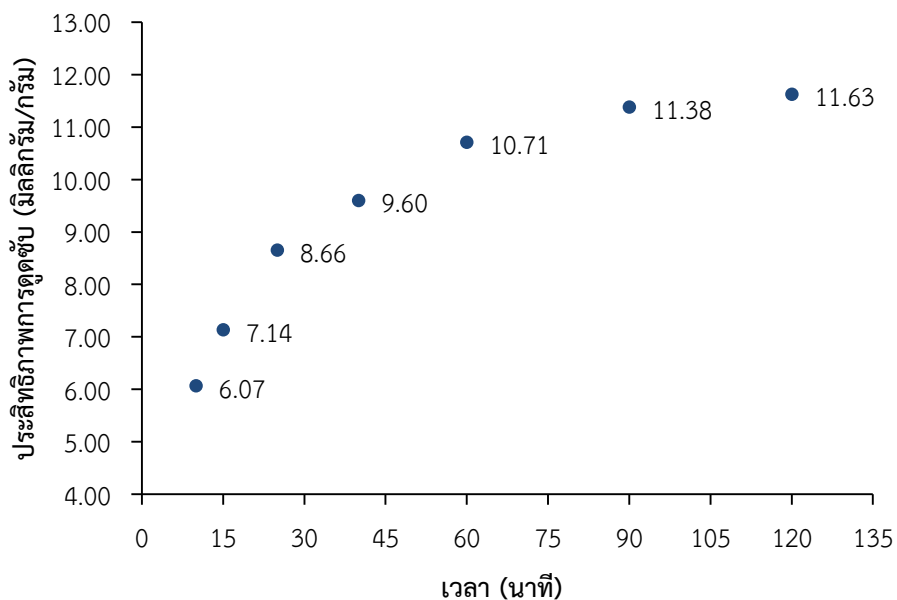
รูปที่ 4.20 ภาพถ่ายของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยาย (ก) 89000x และ (ข) 175000x ตามลำดับ

4.4 ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโลหะ

การดูดซับโครเมียม(VI) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

4.4.1 เวลาในการดูดซับ

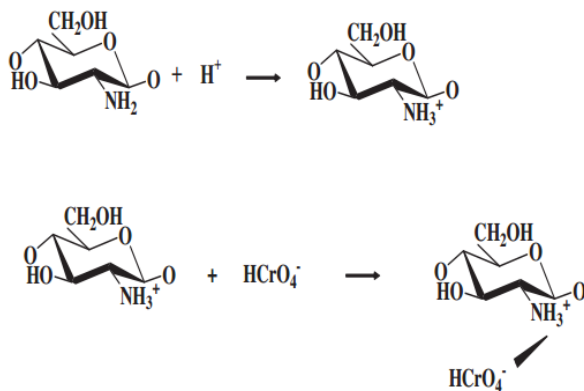
จากการศึกษาระยะเวลาในการดูดซับโครเมียม(VI) ผลการทดลองพบว่า เมื่อระยะเวลาในการดูดซับเพิ่มขึ้น (10 – 60 นาที) ประสิทธิภาพการดูดซับจะเพิ่มขึ้นรวดเร็ว (6.07 – 10.71 มิลลิกรัม/กรัม) แต่เมื่อเพิ่มระยะเวลาจาก 60 นาที เป็น 120 นาที พบว่าประสิทธิภาพในการดูดซับจะเริ่มคงที่ ดังรูป 4.21 ดังนั้นในการทดลองนี้เลือกระยะเวลาเป็นการดูดซับโครเมียม(VI) ที่ 120 นาที ซึ่งเป็นระยะเวลาที่ให้ประสิทธิภาพการดูดซับคงที่ เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.21 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ (q_e) และเวลาในการดูดซับ

4.4.2 พีเอชของสารละลาย

จากการทดลองศึกษาผลกระทบของพีเอชที่มีต่อการดูดซับโครเมียม(VI) โดยทำการศึกษาพีเอชของสารละลายอยู่ระหว่าง 2 – 5 ซึ่งจากการทดลองพบว่า เมื่อสารละลายมีค่าพีเอชเพิ่มขึ้นประสิทธิภาพในการดูดซับมีค่าลดลง ดังตารางที่ 4.2 ทั้งนี้เพราะสารละลายโครเมียม(VI) มีค่าพีเอช 2 – 6 เป็นโครเมียม(VI) จะอยู่ในรูปของ HCrO_4^- และ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ในขณะที่ไคโตซานจะถูกโปรโตเนตให้มีประจุเป็นบวก ($-\text{NH}_3^+$) ส่งผลให้เมื่อค่าพีเอชต่ำๆ ค่าประสิทธิภาพการดูดซับจึงมีค่าสูง ซึ่งสอดคล้องกับรายงานวิจัยของโกวิทช์ ปิยะมั่งคลา และคณะ [54] ดังรูป 4.22



รูปที่ 4.22 แบบจำลองการดูดซับโครเมียม(VI) ของไคโตซานเรซิน [54]

ตารางที่ 4.2 ค่าประสิทธิภาพการดูดซับโครเมียม(VI) และพีเอชของสารละลายโครเมียม(VI)

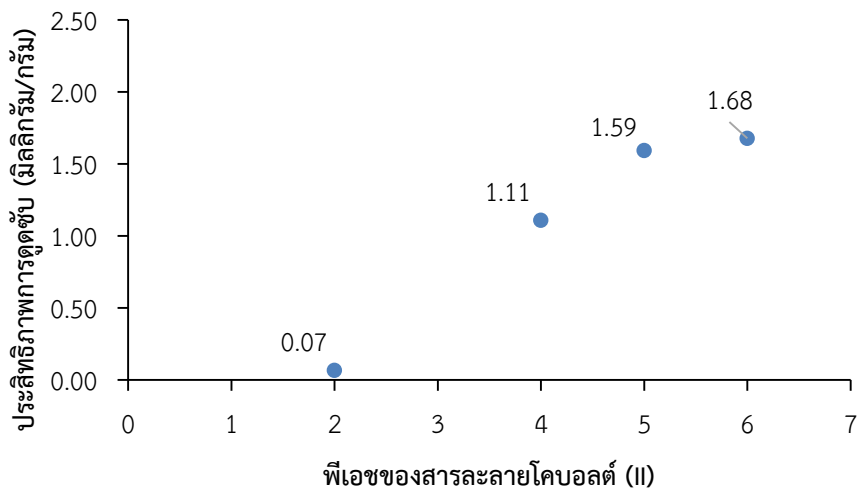
พีเอชของสารละลายโครเมียม (VI)	ประสิทธิภาพการดูดซับ (มิลลิกรัม/กรัม)
2	10.60
3	6.94
4	5.74
5	11.86

แต่อย่างไรก็ตามหากค่าพีเอชต่ำกว่า 2 จะส่งผลต่อความเสถียรของโคโตซานเช่นเดียวกัน [55] นอกจากนี้ยังพบว่าที่พีเอชเท่ากับ 5 ปรากฏว่ามีประสิทธิภาพในการดูดซับสูงขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะปรากฏการณ์ที่เรียกว่า “adsorption – coupled reduction” [56] ซึ่งเป็นการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของโครเมียม(VI) ให้เป็นโครเมียม(III) ด้วยตัวดูดซับทางชีวภาพที่มีหมู่คาร์บอกซิล, เมทอกซิล และคาร์บอนิลที่เป็น electron-donor ในกรณีนี้โคโตซานซึ่งมีหมู่คาร์บอนิลเป็น electron-donor อาจทำให้โครเมียม(VI) ที่ถูกดูดซับบนอนุภาคเปลี่ยนเป็นโครเมียม(III) ซึ่งจะส่งผลต่อการตรวจวัดด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมทรีที่ใช้ในการทดลองนี้ที่ทำการตรวจวัดได้เฉพาะโครเมียม(VI)

การดูดซับโคบอลต์(II) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

4.4.3 ผลของพีเอชที่มีต่อการดูดซับโคบอลต์(II)

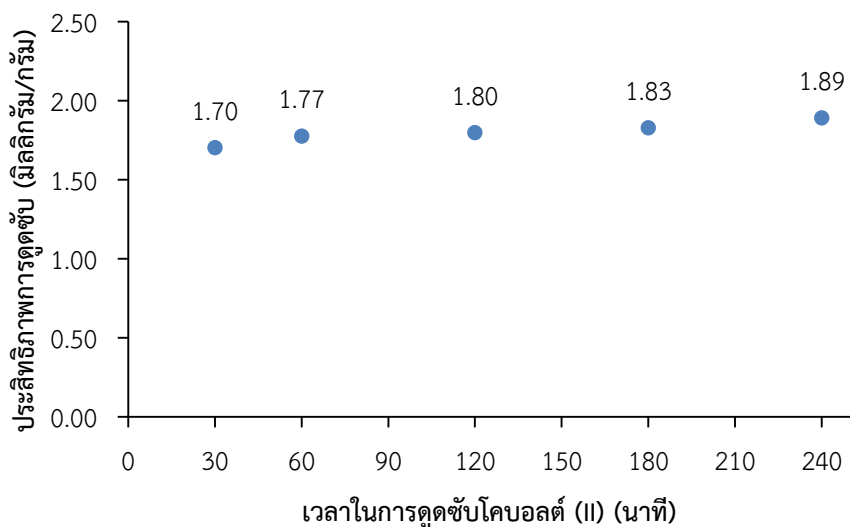
จากการทดลองศึกษาผลกระทบของพีเอชที่มีต่อการดูดซับโคบอลต์(II) โดยทำการศึกษาพีเอชของสารละลายอยู่ระหว่าง 2 – 6 ซึ่งจากการทดลองพบว่า เมื่อสารละลายมีค่าพีเอชเพิ่มขึ้นประสิทธิภาพในการดูดซับมีค่าเพิ่มขึ้น รูปที่ 4.23 ทั้งนี้เพราะสารละลายโคบอลต์(II) มีค่าพีเอชน้อยกว่า 7 จะอยู่ในรูปของโคบอลต์(II) ซึ่งที่พีเอชต่ำๆ อาจเป็นเพราะมีจำนวนของ H^+ มาก จึงเกิดการแข่งขันกับโคบอลต์(II) [57] เพื่อจะเข้าจับกับ O^- ของอะกาโรส จึงทำให้มีประสิทธิภาพการดูดซับน้อย ส่วนที่พีเอชมากกว่า 7 จะทำให้โคบอลต์(II) เกิดการตกตะกอนเป็น $Co(OH)^+$, $Co(OH)_2$ และ $Co(OH)_3^-$ [58] ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองนี้ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกพีเอชที่ใช้ในการดูดซับโคบอลต์(II) ที่ 6 เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ และพีเอชของสารละลายโคบอลต์(II)

4.4.4 เวลาที่ใช้ในการดูดซับโคบอลต์(II)

จากการศึกษาระยะเวลาในการดูดซับโคบอลต์(II) ผลการทดลองพบว่า เมื่อระยะเวลาในการดูดซับเพิ่มขึ้น (30 – 240 นาที) ประสิทธิภาพการดูดซับมีค่าไม่แตกต่างกัน ดังรูป 4.24 ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกเวลาที่ใช้ในการดูดซับโคบอลต์(II) ที่ 120 นาที เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป ทั้งนี้เพราะเป็นระยะเวลาที่เข้าสู่สมดุลแล้ว

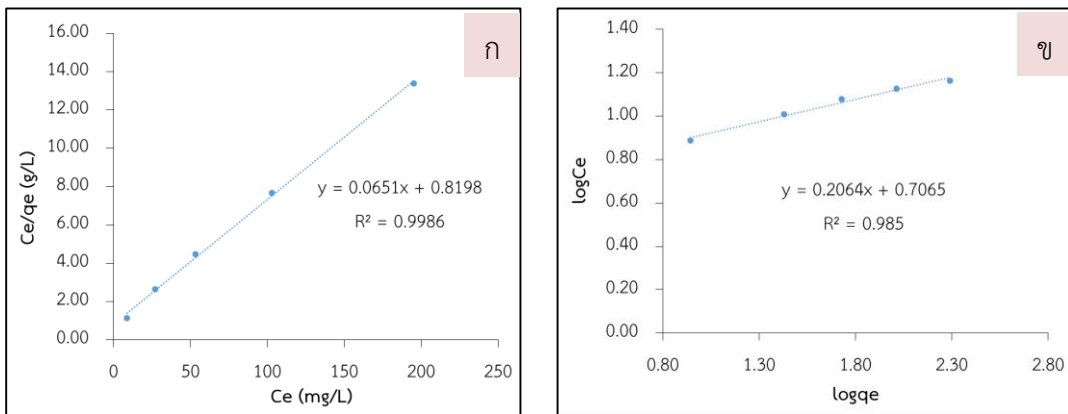


รูปที่ 4.24 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าประสิทธิภาพการดูดซับ และเวลาในการดูดซับโคบอลต์(II)

4.5 ผลการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

4.5.1 การดูดซับโครเมียม(VI) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

จากการทดลองพบว่า ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2) สำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน มีความสอดคล้องกับไอโซเทอมของแลงเมียร์มากกว่าฟรุนดริช (รูปที่ 4.25) แสดงให้เห็นว่าการดูดซับนี้เป็นการดูดซับแบบเคมีและเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว [59] นอกจากนี้ ในตารางที่ 4.3 แสดงค่า q_m ที่บอกถึงพลังงานแรงยึดเหนี่ยวและค่า K_L ที่บอกความแข็งแรงในการดูดซับ



รูปที่ 4.25 กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบ (ก) แลงเมียร์ และ (ข) ฟรุนดริช

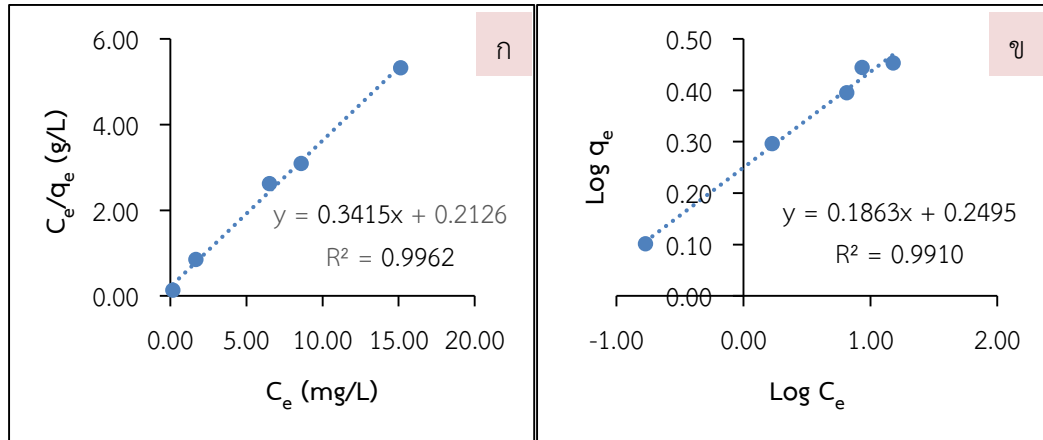
ตารางที่ 4.3 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (R^2) ของสมการไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ และ ฟรุนดริช

ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์			ไอโซเทอมแบบฟรุนดริช		
q_m	K_L	R^2	$1/n$	K_f	R^2
(mg/g)	(L/mg)			(L/mg)	
15.3616	0.0794	0.9986	4.8454	5.0876	0.9850

4.5.2 การดูดซับโคบอลต์(II) บนอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส

สำหรับการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับโคบอลต์(II) ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส จากผลการทดลองพบว่าเมื่อนำค่า C_e/q_e และ C_e มาพลอตกราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ (รูปที่ 4.26 (ก)) ในขณะที่นำค่า $\log q_e$ และ $\log C_e$ มาพลอต กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดริช (รูปที่ 4.26 (ข)) จะเห็นว่าค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ที่ได้จากกราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์และกราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดริช มีค่าเท่ากับ 0.9962 และ 0.9910 ตามลำดับ ดังนั้นการดูดซับ

โคบอลต์(II) ของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสจึงสอดคล้องกับไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ แสดงให้เห็นว่าการดูดซับนี้เป็นการดูดซับแบบเคมีและเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว [59] มีค่าการประสิทธิภาพดูดซับสูงสุด (q_m) และค่าคงที่ในการดูดซับ (K_L) เท่ากับ 2.93 มิลลิกรัมต่อกรัม และ 1.6063 ลิตรต่อมิลลิกรัม ตามลำดับ ดังตารางที่ 4.4



รูปที่ 4.26 (ก) กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ และ (ข) กราฟไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดิช

ตารางที่ 4.4 ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (R^2) ของสมการไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ และ ฟรุนดิช

ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์			ไอโซเทอมแบบฟรุนดิช		
q_m	K_L	R^2	$1/n$	K_f	R^2
(mg/g)	(L/mg)			(mg/g)	
2.93	1.6063	0.9962	0.1863	1.7762	0.9910

4.6 การชะ

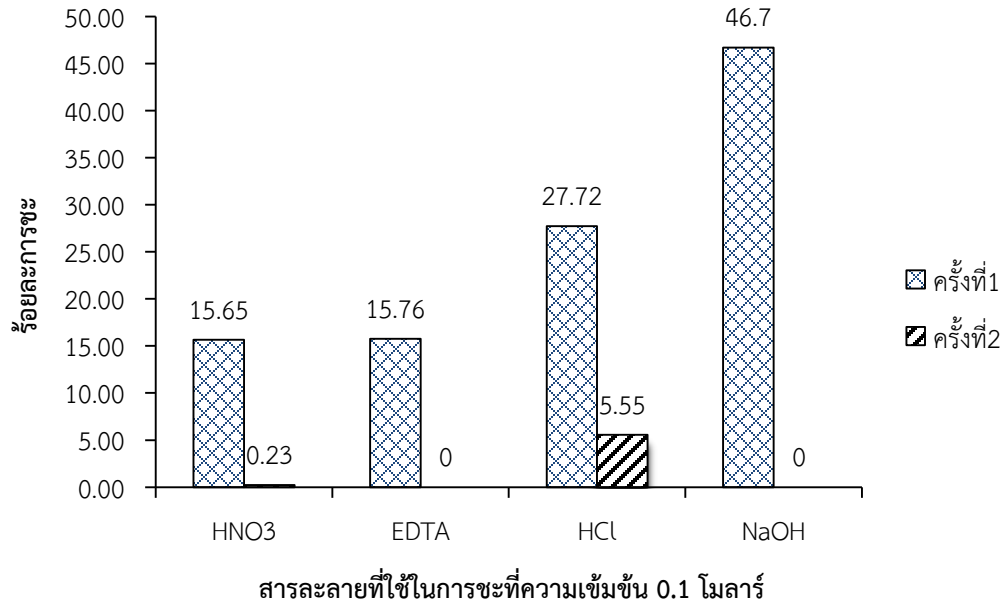
4.6.1 การชะสารละลายโครเมียม(VI) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยไคโตซาน

4.6.1.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการชะ

- ชนิดของตัวชะ (Eluent)

จากการทดลองพบว่าตัวชะทั้ง 4 ชนิดที่นำมาศึกษาได้แก่ กรดไนตริก (HNO_3), เอซิลีนไดเอมีน เตตระอะซิติก (EDTA), กรดไฮโดรคลอริก (HCl) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) สามารถชะโครเมียม (VI) ออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบไคโตซานได้แตกต่างกัน ดังรูป 4.27 และพบว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์มีร้อยละการชะที่สูงที่สุด คือ 46.7 ทั้งนี้อาจเป็นเพราะไฮดรอกไซด์ (OH^-) ซึ่งมีประจุเป็นลบจะ

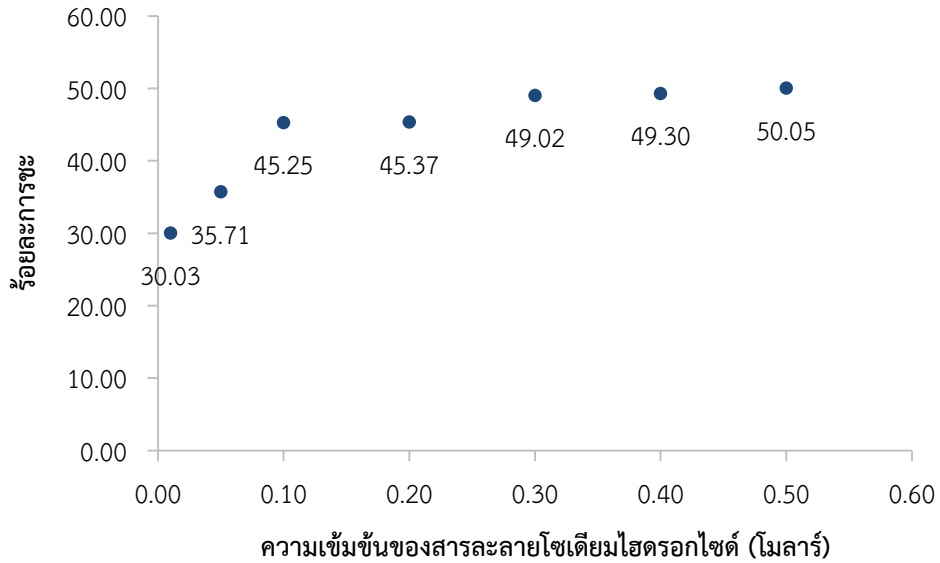
เข้าไปแทนที่สารละลายโครเมียม(VI) ที่อยู่ในรูป H_2CrO_4^- และ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ได้ จึงทำให้มีประสิทธิภาพในการชะสูงที่สุด ดังนั้นในการทดลองนี้ได้เลือก โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวชะสำหรับการศึกษาต่อไป



รูปที่ 4.27 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการชะและชนิดของตัวชะเข้มข้น 0.1 โมลาร์

- ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์

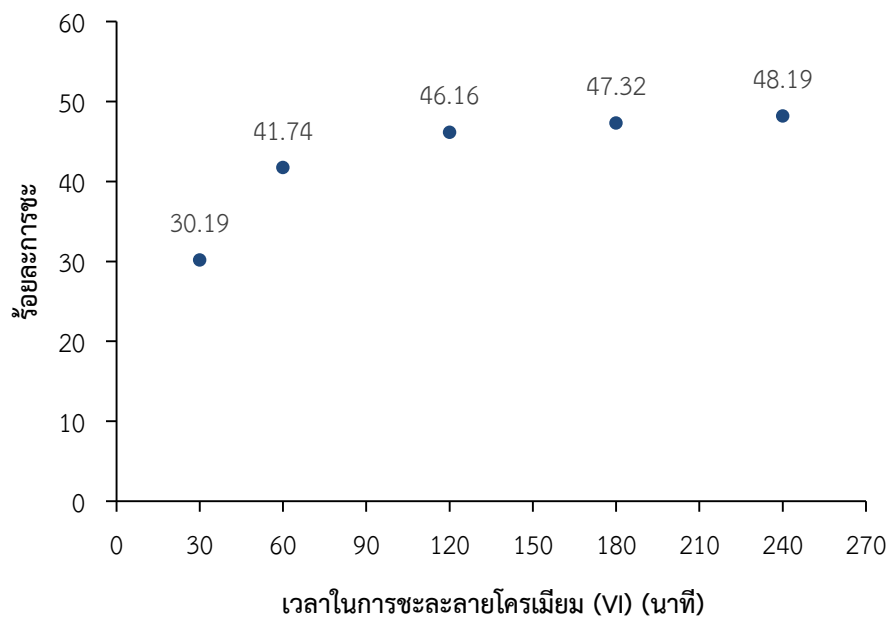
จากผลการทดลองพบว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างกัน มีประสิทธิภาพในการชะโครเมียม(VI) ออกจากอนุภาคได้แตกต่างกัน ดังรูป 4.28 ซึ่งจะเห็นว่าเมื่อความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เพิ่มมากขึ้น ร้อยละการชะก็จะเพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน แต่เมื่อพิจารณาลักษณะทางกายภาพของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซานจะเห็นว่าที่ความเข้มข้นของตัวชะ (โซเดียมไฮดรอกไซด์) สูงๆ จะมีลักษณะที่เปลี่ยนไป และมีคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กที่ลดลงด้วย ซึ่งอาจส่งผลต่อการนำอนุภาคดังกล่าวไปใช้ซ้ำ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 0.10 โมลาร์ สำหรับการศึกษาดังกล่าว



รูปที่ 4.28 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการชะ และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นต่างๆ

- เวลาที่ใช้ในการชะ

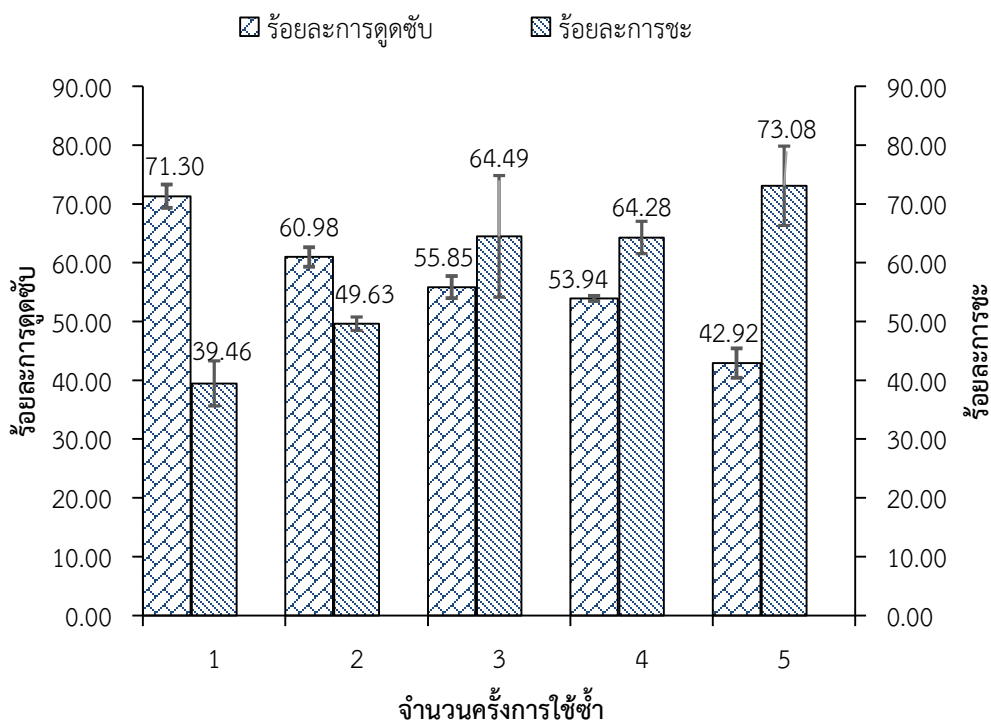
จากผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการชะสารละลายโครเมียม(VI) ออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน พบว่าเมื่อเวลาในการชะเพิ่มขึ้นส่งผลให้ประสิทธิภาพการชะสารละลายโครเมียม(VI) เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ดังรูปที่ 4.29 โดยในการทดลองนี้ได้เลือกใช้เวลาในการชะที่ 180 นาทีเป็นเวลาในการชะที่เหมาะสม เนื่องจากสามารถให้ร้อยละการชะที่สูงพอสมควร เป็นระยะเวลาที่ไม่ยาวนานมากเกินไป



รูปที่ 4.29 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการชะและเวลาในการชะ

4.6.1.2 ประสิทธิภาพการใช้ซ้ำของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน

เมื่อทำการศึกษาประสิทธิภาพการใช้ซ้ำ พบว่าเมื่อนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยไคโตซาน แล้วทำการชะโครเมียม(VI) ออก สามารถนำไปใช้งานซ้ำได้อีก แต่พบว่าประสิทธิภาพในการดูดซับ (ร้อยละการดูดซับ) จะมีค่าลดลงอย่างต่อเนื่อง (ดังรูปที่ 4.30) ทั้งนี้อาจเพราะการเสื่อมสภาพของตัวดูดซับ (อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน) และเมื่อพิจารณาประสิทธิภาพการชะ (ร้อยละการชะ) จะเห็นว่ามีความเพิ่มขึ้นเมื่อมีการใช้ซ้ำเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเกิดจากโครเมียม(VI) เดิมที่ยังคงถูกดูดซับอยู่ในอนุภาคเกิดการหลุดออกมารวมตัวกับการชะครั้งถัดๆมา จึงทำให้ร้อยละในการชะเพิ่มขึ้นเมื่อมีการใช้ซ้ำดังกล่าวซ้ำหลายครั้ง



รูปที่ 4.30 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการดูดซับและการชะกับจำนวนครั้งในการใช้ซ้ำ

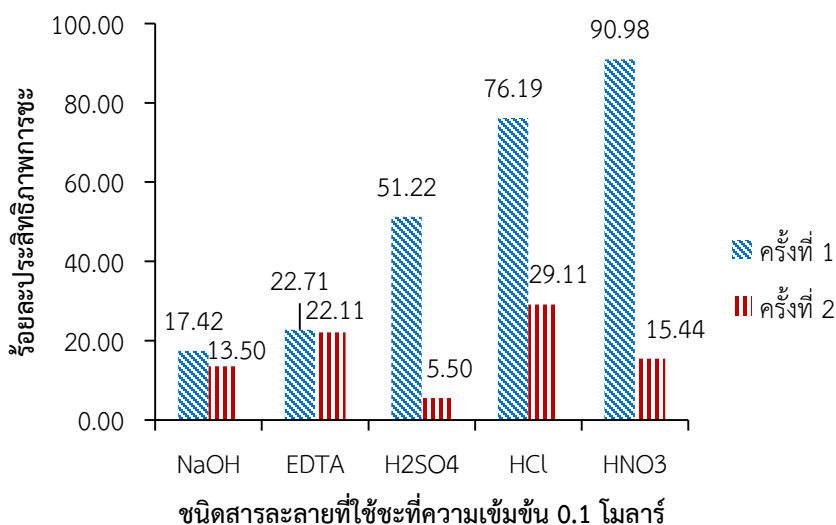
4.6.2 การชะสารละลายโคบอลต์(II) จากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบด้วยอะกาโรส

4.6.2.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการชะ

- ชนิดของตัวชะ (Eluent)

จากการทดลองพบว่าตัวชะทั้ง 5 ชนิดที่นำมาศึกษาได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH), เอซิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติก (EDTA), กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4), กรดไฮโดรคลอริก (HCl) และกรดไนตริก (HNO_3) สามารถชะโคบอลต์(II) ออกจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบอะกาโรสได้แตกต่างกัน ดังรูป 4.31 และพบว่ากรดไนตริกมีร้อยละประสิทธิภาพการชะที่สูงที่สุด คือ 90.98 ทั้งนี้อาจเป็นเพราะไนตริก

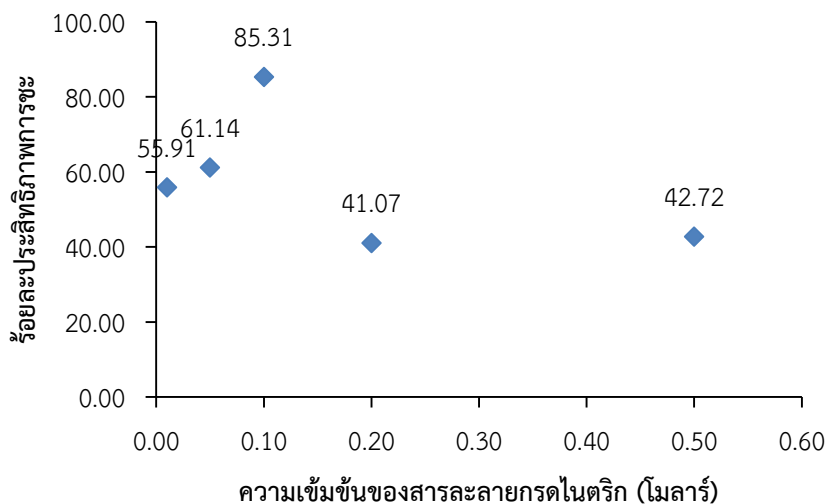
(H⁺) ซึ่งมีประจุเป็นบวกจะเข้าไปแทนที่สารละลายโคบอลต์(II) ที่อยู่ในรูปโคบอลต์(II) ได้ จึงทำให้มีประสิทธิภาพในการชะสูงที่สุด ดังนั้นในการทดลองนี้ได้เลือกกรดไนตริกเป็นตัวชะสำหรับการศึกษาต่อไป



รูปที่ 4.31 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างชนิดสารละลายที่ใช้ในการชะ (0.1 โมลาร์) และร้อยละประสิทธิภาพการชะ

- **ความเข้มข้นของสารละลายกรดไนตริกในการชะสารละลายโคบอลต์(II)**

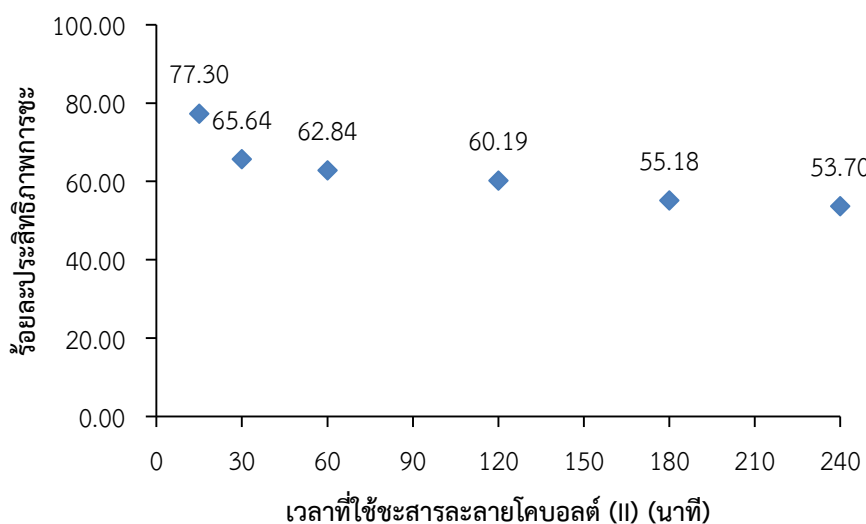
จากผลการทดลองพบว่ากรดไนตริกที่ความเข้มข้นต่างกัน มีประสิทธิภาพในการชะโคบอลต์(II) ออกจากอนุภาคได้แตกต่างกัน ดังรูป 4.32 ซึ่งจะเห็นว่าเมื่อความเข้มข้นของกรดไนตริกเพิ่มมากขึ้น ร้อยละประสิทธิภาพการชะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว (0.01 – 0.10 โมลาร์) แต่หลังจากนั้นร้อยละประสิทธิภาพการชะมีแนวโน้มลดต่ำลง อาจเป็นเพราะ H⁺ ของ HNO₃ มีจำนวนมากจนบดบังกันเอง ทำให้ไม่สามารถเข้าไปจับกับ O⁻ ของอะกาโรสได้ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกความเข้มข้นของกรดไนตริกที่ใช้ในการดูดซับโคบอลต์(II) ที่ 0.10 โมลาร์ เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.32 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไนตริกและร้อยละประสิทธิภาพการชะ

- เวลาที่ใช้ในการชะสารละลายโคบอลต์(II)

จากการศึกษาระยะเวลาในการชะโคบอลต์(II) ผลการทดลองพบว่า เมื่อระยะเวลาในการชะเพิ่มขึ้น (15 – 240 นาที) ประสิทธิภาพการดูดซับจะลดลงเรื่อยๆ ดังรูป 4.33 ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกเวลาที่ใช้ในการชะโคบอลต์(II) ที่ 15 นาที เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.33 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ชะสารละลายโคบอลต์(II)และร้อยละประสิทธิภาพการชะ

4.7 การประยุกต์ใช้อุณหภูมิแม่เหล็กนาโนเพื่อการดูดซับโลหะในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

4.7.1 การดูดซับโครเมียม(VI)

เมื่อนำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริง (น้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ) โดยทำการดูดซับโครเมียม (VI) ซ้ำหลายครั้งเพื่อให้ได้น้ำทิ้งที่มีคุณภาพตามมาตรฐานกำหนดตามมาตรฐานของกรมควบคุมมลพิษ คือโครเมียม(VI) 0.05 มิลลิกรัมต่อลิตร [42] จากผลการทดลองพบว่าในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการทั้ง 3 ตัวอย่าง มีปริมาณของโครเมียม(VI) ที่แตกต่างกัน โดยตัวอย่างน้ำทิ้งที่มีปริมาณโครเมียม(VI) มากจะต้องทำการดูดซับซ้ำหลายครั้งกว่าตัวอย่างน้ำทิ้งที่มีปริมาณโครเมียม(VI) น้อย แต่อย่างไรก็ตามในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการที่มีปริมาณโครเมียม(VI) มากที่สุดคือ 147.51 มิลลิกรัมต่อลิตร ก็ใช้เพียงแค่ 3 ซ้ำเท่านั้นก็ได้น้ำทิ้งที่มีมาตรฐานตามที่กำหนด (ดังตารางที่ 4.5)

ตารางที่ 4.5 ผลการบำบัดโครเมียม(VI) ในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการโดยใช้อุณหภูมิแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยโคโคซาน

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นโครเมียม(VI) (มิลลิกรัมต่อลิตร)				
	เริ่มต้น	หลังการดูดซับด้วยอนุภาคที่พัฒนาขึ้น			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4
S1	147.51	62.8	16.93	1.26	n.d.
S2	4.86	0.54	n.d.	-	-
S3	64.88	14.93	2.59	n.d.	-

หมายเหตุ n.d.: not detected

4.7.2 การดูดซับโคบอลต์(II)

เมื่อนำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริง (น้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ) โดยทำการดูดซับโคบอลต์(II) ซ้ำ จากผลการทดลองเมื่อนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรสไปดูดซับโคบอลต์(II) ในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ พบว่าอนุภาคที่พัฒนาขึ้นไม่สามารถกำจัดโคบอลต์(II) ในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการได้ (ดังตารางที่ 4.6) ทั้งนี้อาจเป็นเพราะโคบอลต์(II) ที่มีอยู่ในน้ำทิ้งนั้นมีปริมาณสูงและอนุภาคที่พัฒนาขึ้นยังมีประสิทธิภาพในการดูดซับโคบอลต์(II) ได้ไม่ดี (ดังผลการศึกษาที่ผ่านมาแล้วก่อนหน้านี้) จึงทำให้ไม่สามารถที่จะกำจัดโคบอลต์(II) ที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

ตารางที่ 4.6 ผลการบำบัดโคบอลต์(II) ในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการโดยใช้อุณหภูมิแม่เหล็กนาโนที่เคลือบด้วยอะกาโรส

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นโครเมียม(VI) (มิลลิกรัมต่อลิตร)				
	เริ่มต้น	หลังการดูดซับด้วยอนุภาคที่พัฒนาขึ้น			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4
S4	413.76	557.46	547.32	918.09	545.47
S5	2096.25	2619.17	2731.20	2449.30	2661.69
S6	269.29	235.58	209.71	190.61	194.16

4.8 การถ่ายทอดวิธีที่พัฒนาขึ้นสู่กลุ่มเป้าหมาย

วิธีที่พัฒนานี้ได้ถูกนำไปถ่ายทอดสู่กลุ่มเป้าหมายโดยการนำเสนอในการประชุมวิชาการต่างๆ อาทิเช่น การประชุมวิชาการนานาชาติ BUU international conference 2016, การประชุมวิชาการนานาชาติ PACCON 2016 และการถ่ายทอดองค์ความรู้ที่ได้นี้แก่ผู้สนใจ แสดงดังรูปที่ 4.34



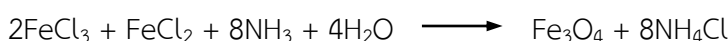
รูปที่ 4.34 ตัวอย่างภาพถ่ายการนำเสนอผลงานวิจัยในงานประชุมวิชาการต่างๆ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโน

การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนในโครงการวิจัยนี้ ได้ใช้ปฏิกิริยาการตกตะกอนร่วมระหว่าง Fe(II)/Fe(III) โดยอาศัยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ดังนี้ [25]



ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมคือ ใช้ NH_4OH เข้มข้น 0.7 โมลาร์ (พีเอช 11) ด้วยอัตราการหยด 15 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการกวนที่ 1,225 rpm พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ที่ 8.88 ± 2.30 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดที่ต้องการ (ระดับนาโนเมตร)

5.2 การเคลือบพอลิเมอร์บนอนุภาคแม่เหล็กนาโน

ตารางที่ 5.1 ผลสรุปสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยพอลิเมอร์ 2 ชนิด คือ ไคโตซาน และอะกาโรส โดยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ใช้สำหรับการศึกษาการดูดซับโครเมียม(VI) ในขณะที่อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส ใช้สำหรับการศึกษาการดูดซับโคบอลต์ (II)

ตารางที่ 5.1 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน และอะกาโรส

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
ไคโตซาน	
● ปริมาณไคโตซาน (กรัม)	0.2
● ปริมาตร 25%กลูตารัลดีไฮด์ (มิลลิลิตร)	0.5
● ระยะเวลาการเกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของไคโตซาน (นาที)	240
อะกาโรส	
● ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)	1.00
● ความเข้มข้นอะกาโรส (%w/v)	1.0
● ความเข้มข้น span 80 (%v/v)	4.00
● ระยะเวลาในการเขย่าสาร (ช่วงที่มีการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์) (นาที)	25
● ระยะเวลาในการเขย่าสาร (ช่วงที่มีการเติม span 80) (นาที)	30

5.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์

จากผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี และการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน แสดงให้เห็นว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนสามารถถูกเคลือบด้วยไคโตซาน และอะกาโรสได้

5.4 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโลหะ

ตารางที่ 5.2 ผลสรุปสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) และโคบอลต์(II) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน และอะกาโรส ตามลำดับ

ตารางที่ 5.2 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) แลโคบอลต์(II) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน และอะกาโรส

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับ	
	โครเมียม(VI)	โคบอลต์(II)
• พีเอชของสารละลาย	2	6
• เวลาในการดูดซับ (นาที)	120	120

5.5 ไอโซเทอมการดูดซับ

จากการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับสำหรับการดูดซับโครเมียม(VI) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน และการดูดซับโคบอลต์(II) ด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส พบว่าไอโซเทอมการดูดซับโลหะทั้งสองชนิดด้วยอนุภาคแม่เหล็กนาโนดังกล่าว พบว่ามีความสอดคล้องกับไอโซเทอมของแลงเมียร์มากกว่าฟรุนดลิช แสดงให้เห็นว่าการดูดซับโลหะทั้งสองเป็นแบบเคมี และเป็นการดูดซับชั้นเดียว

5.6 การชะ

ตารางที่ 5.3 ผลสรุปสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการชะโลหะจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ 2 ชนิด คือ ไคโตซาน และอะกาโรส โดยอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซาน ใช้สำหรับการศึกษาการดูดซับโครเมียม(VI) ในขณะที่อนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรส ใช้สำหรับการศึกษาการดูดซับโคบอลต์(II)

ตารางที่ 5.3 สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการชะโลหะจากอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยไคโตซาน และอะกาโรส

ปัจจัยที่ศึกษา	สภาวะที่เหมาะสม
ไคโตซาน	
● ชนิดของตัวชะ	NaOH
● ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)	0.1
● เวลา (นาที)	240
อะกาโรส	
● ชนิดของตัวชะ	HNO ₃
● ความเข้มข้นของกรดไนตริก (โมลาร์)	0.1
● เวลา (นาที)	15

5.7 การประยุกต์ใช้ออนุภาคแม่เหล็กนาโนเพื่อการดูดซับโลหะในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

สำหรับการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้ในการดูดซับโลหะในตัวอย่างจริง (น้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ) พบว่าอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานมีประสิทธิภาพในการกำจัดโครเมียม(VI) ได้เป็นอย่างดี คือคุณภาพน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการที่ผ่านการบำบัดมีคุณภาพตามมาตรฐานกำหนด แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสมีประสิทธิภาพในการกำจัดโคบอลต์(II) ได้ไม่ดี ทั้งนี้อาจเป็นเพราะอะกาโรสเป็นพอลิเมอร์ที่มีหมู่ -OH เพียงชนิดเดียวในการดูดซับโคบอลต์(II) นอกจากนี้ค่าพีเอชของสารละลายยังมีผลต่อการดูดซับมากอีกด้วย ดังนั้นอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสที่พัฒนาขึ้นนี้ยังมีประสิทธิภาพไม่ดีเพียงพอที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริงได้

5.8 ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับงานวิจัยขั้นต่อไป

จากรายงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กนาโนได้ขนาดตามต้องการ และนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่สังเคราะห์ได้นี้ไปเคลือบไคโตซาน ซึ่งมีประสิทธิภาพในการดูดซับโครเมียม(VI) ได้ดี และสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการได้ แต่สำหรับอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบอะกาโรสยังมียประสิทธิภาพในการกำจัดโคบอลต์(II) ไม่ดี ดังนั้นจึงควรที่จะมีการปรับปรุงหรือพัฒนาต่อไปดังนี้

- ควรมีการปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน หรือการทำอนุพันธ์อื่นๆ ให้กับอะกาโรสเพื่อให้มีความเหมาะสมในการดูดซับโคบอลต์(II) ต่อไป
- ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมของอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานว่าสามารถการดูดซับโลหะชนิดอื่นได้ดีอีกหรือไม่
- ควรมีการต่อยอดงานวิจัยโดยนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบพอลิเมอร์ไปประยุกต์ใช้สำหรับงานวิจัยด้านอื่นต่อไป

5.9 ผลผลิต

สำหรับผลผลิตที่ได้จากโครงการวิจัยนี้ในปีงบประมาณ 2558 มีดังนี้

- การนำเสนอผลงานวิจัย: อยู่ในขั้นตอนส่งบทความเพื่อเสนอเข้าร่วมพิจารณาการประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 9

- มีผลงานวิจัยตีพิมพ์:

(ก) บทความวิจัยที่ตีพิมพ์ลงในการประชุมวิชาการนานาชาติ BUU International conference 2016 [47]

(ข) อยู่ในขั้นตอนของการร่างต้นฉบับบทความวิจัยเพื่อตีพิมพ์ลงในประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 9

(ค) อยู่ในขั้นตอนของการร่างต้นฉบับบทความวิจัยเพื่อตีพิมพ์ลงในวารสาร

- การผลิตนิติต:

สำเร็จการศึกษาแล้ว จำนวน 3 คน (ระดับปริญญาตรี)

- นางสาวอุไรรักษ์ ลบไธสง
- นางสาวเพชรลดา สัญชยานุกูล
- นางสาวสุดารัตน์ พรเพชรไพบุลย์

กำลังศึกษาอยู่ จำนวน 1 คน (ระดับปริญญาโท)

- นางสาวเพชรลดา สัญชยานุกูล

บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

- [1] Qdaisa, H.A. & Moussab, H. (2004). Removal of heavy metals from wastewater by membrane processes: a comparative study. *Desalination*, 164, 105-110.
- [2] Ipek, U. (2005). Removal of Ni(II) and Zn(II) from an aqueous solution by reverse osmosis. *Desalination*, 174, 161-169.
- [3] Mohsen-Niaa, M., Montazerib, P. & Modarressc, H. (2007). Removal of Cu^{2+} and Ni^{2+} from wastewater with a chelating agent and reverse osmosis processes. *Desalination*, 217, 276–281.
- [4] Petersková, M., Valderrama, C., Gibert, O. & Cortina, J.L. (2012). Extraction of valuable metal ions (Cs, Rb, Li, U) from reverse osmosis concentrate using selective sorbents. *Desalination*, 286, 316–323.
- [5] Mohammadia, T., Moheb, A., Sadrzadeh, M. & Razmia, A. (2005). Modeling of metal ion removal from wastewater by electrodialysis. *Separation and Purification Technology*, 41, 73–82.
- [6] Mohammadi, T., Razmi, A. & Sadrzadeh, M. (2004). Effect of operating parameters on Pb^{2+} separation from wastewater using electrodialysis. *Desalination*, 167, 379-385.
- [7] Juang, R-S., Lin, S-H. & Wang, T-Y. (2003). Removal of metal ions from the complexed solutions in fixed bed using a strong-acid ion exchange resin. *Chemosphere*, 53, 1221–1228.
- [8] Dabrowski, A., Hubicki, Z., Podkoscielny, P. & Robens, E. (2004). Selective removal of the heavy metal ions from waters and industrial wastewaters by ion-exchange method. *Chemosphere*, 56, 91–106.
- [9] Oncel, M.S., Muhcu, A., Demirbas, E. & Kobya, M. (inpress). A comparative study of chemical precipitation and electrocoagulation for treatment of coal acid drainage wastewater. *Journal of Environmental Chemical Engineering*.
- [10] Fu, F. & Wang, Q. (2011). Removal of heavy metal ions from wastewaters: A review. *Journal of Environmental Management*, 92, 407-418.
- [11] อัญชูลี เลิศสงคราม. (2554). การดูดซับโลหะหนักโดยวิธีทางชีวภาพ. *วารสารเพื่อการวิจัยและพัฒนา องค์การเภสัชกรรม*, 3, 17-22.
- [12] Vijayaraghavan, K. & Balasubramanian, R. (in press). A comparative evaluation of sorbents for the treat of complex metal-bearing laboratory wastewaters. *Journal of Environmental Chemical Engineering*.

- [13] Cochrane, E.L., Lu, S., Gibb, S.W. & Villaescusa, I. (2006). A comparison of low-cost biosorbents and commercial sorbents for the removal of copper from aqueous media. *Journal of Hazardous Materials B*, 137, 198-206.
- [14] An, H.K., Park, B.Y. & Kim, D.S. (2001). Crab shell for the removal of heavy metals from aqueous solution. *Water Research*, 35, 3551-3556.
- [15] Lo, S-F., Wang, S-Y., Tsai, M-J. & Lin, L-D. (2012). Adsorption capacity and removal efficiency of heavy metal ions by Moso and Ma bamboo activated carbon. *Chemical Engineering Research and Design*, 90, 1397-1406.
- [16] Kadirvelu, K., Kavipriya, M., Karthika, C., Radhika, M., Vennilamani, N. & Pattabhi, S. (2003). Utilization of various agricultural wastes for activated carbon preparation and application for the removal of dyes and metal ions from aqueous solutions. *Bioresource Technology*, 87, 129-132.
- [17] Celis, J., Amadeo, N.E. & Cukierman, A.L. (2009). In situ modification of activated carbons developed from a native invasive wood on removal of trace toxic metals from wastewater. *Journal of Hazardous Materials*, 161, 217-223.
- [18] Lu, S., Gibb, S.W. & Cochrane, E. (2007). Effective removal of zinc ions from aqueous solution using crab carapace biosorbent, *Journal of Hazardous Materials*, 149, 208-217.
- [19] Wang, F.Y., Wang, H. & Ma, J.W. (2010). Adsorption of cadmium (II) ions from aqueous solution by a new low-coat adsorbent-bamboo charcoal. *Journal of Hazardous Materials*, 177, 300-306.
- [20] Iqbal, M. & Ashiq, M.N. (2007). Adsorption of dyes from aqueous solutions on activated charcoal. *Journal of Hazardous Materials B*, 139, 57-66.
- [21] Cai, Y., Shen, Y., Xie, A., Li, S. & Wang, X. (2010). Green synthesis of soya bean sprouts-mediated superparamagnetic Fe₃O₄ nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, 2938-2943.
- [22] Xu, J., Yang, H., Fu, W., Du, K., Sui, Y. & Chen, J. (2007). Preparation and magnetic properties of magnetite nanoparticles by sol-gel method. *Journal of Colloid and Interface Science*. 314, 274-280.
- [23] Vijayakumar, R., Kolytyn, Y., Felner, I. & Gedanken, A. (2000). Sonochemical synthesis and characterization of pure nanometer-sized Fe₃O₄ particles. *Materials Science and Engineering A286*, 101-105.
- [24] Iida, H., Takayanagi, K., Nakanishi, T. & Osaka, T. (2007). Synthesis of Fe₃O₄ nanoparticles with various sizes and magnetic properties by controlled hydrolysis. *Journal of Colloid and Interface Science*, 314, 274-280

- [25] Berger, P., Adelman, N.B., Beckman, K.J., Campbell, D.J., Ellis, A.B. & Lisensky, G.C. (1999). Preparation and properties of an aqueous ferrofluid. *Journal of Chemical Education*, 76, 943-948.
- [26] Hong, R., Li, J., Wang, J. & Li, H. (2007). Comparison of schemes for preparing magnetic Fe₃O₄ nanoparticles. *China Particuology*, 5, 186-191.
- [27] Gupta, V.K. & Suhas. (2009). Application of low-cost adsorbents for dye removal – a review. *Journal of Environmental Management*, 90, 2313–2342.
- [28] Li, G-Y., Jiang, Y-R., Huang, K-L., Ding, P. & Chen, J. (2008). Preparation and properties of magnetic Fe₃O₄-chitosan nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 446, 451-456.
- [29] Peng, Q., Liu, Y., Zeng, G., Xu, W., Yang, C. & Zhang, J. (2010). Biosorption of copper(II) by immobilizing *Saccharomyces cerevisiae* on the surface of chitosan-coated magnetic nanoparticles from aqueous solution. *Journal of Hazardous Materials*, 177, 676-682.
- [30] Safdarian, M., Hashemi, Payman & Adeli, Mohsen. (2013). One-step synthesis of agarose coated magnetic nanoparticles and their application in the solid phase extraction of Pd(II) using a new magnetic field agitation device. *Analytica Chimica Acta*, 274, 44-50.
- [31] Wang, Y., Luo, X., Tang, J., Hu, X., Xu, Q. & Yang, C. (2012). Extraction and preconcentration of trace levels of cobalt using functionalized magnetic nanoparticles in a sequential injection lab-on-valve system with detection by electrothermal atomic absorption spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 713, 92-96.
- [32] Iwasaki, T., Kosaka, K., Yabuuchi, T., Watano, S., Yanagida, T. & Kawai, T. (2009). Novel mechanochemical process for synthesis of magnetite nanoparticles using coprecipitation method. *Advanced Powder Technology*, 20, 521–528
- [33] Lu, W., Shen, Y., Xie, A. & Zhang, W. (2010). Green synthesis and characterization of superparamagnetic Fe₃O₄ nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 22, 1828–1833.
- [34] Mohammadi-Samani, S., Miri, R., Salmanpour, M., Khalighian, N., Sotoudeh, S. & Erfani, N. (2013). Preparation and assessment of chitosan-coated superparamagnetic Fe₃O₄ nanoparticles for controlled delivery of methotrexate. *Research in Pharmaceutical Science*, 8, 25-33.

- [35] Kuo, C-H., Lui, Y-C., Chang, C-M.J., Chen, J-H., Chang, C. & Shieh, C-J. (2012). Optimum conditions for lipase immobilization on chitosan-coated Fe_3O_4 nanoparticles. *Carbohydrate Polymers*, 87, 2538-2545.
- [36] Yuwei, C. & Jianlong, W. (2011). Preparation and characterization of magnetic chitosan nanoparticles and its application for Cu(II) removal. *Chemical Engineering Journal*, 168, 286-292.
- [37] Tahmasebi, E., Yamini, Y., Moradi, M. & Esrafil, A. (2013). Polythiophene-coated Fe_3O_4 superparamagnetic nanocomposite: synthesis and application as a new sorbent for solid-phase extraction. *Analytica Chimica Acta*, 770, 68– 74.
- [38] Shashwat, S., Banerjee & Chen, D-H. (2007). Fast removal of copper ions by gum arabic modified magnetic nano-adsorbent. *Journal of Hazardous Materials* 147, 792–799.
- [39] Ge, F., Li, M-M., Ye, H. & Zhao, B-X. (2012). Effective removal of heavy metal ions Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} from aqueous solution by polymer-modified magnetic nanoparticles. *Journal of Hazardous Materials*, 211– 212, 366– 372.
- [40] Fernández, P.M., Figueroa, L.I.C. & Fariña, J.I. (2010). Critical influence of culture medium and Cr(III) quantification protocols on the interpretation of Cr(VI) bioremediation by environmental fungal isolates. *Water, Air, and Soil Pollution*, 206, 283–293.
- [41] Morris, D.F.C. & Short E.L. (1962). Stability constants of cobalt(II) chloride complexes. *Electrochimica Acta*, 7, 385-391.
- [42] ประกาศกระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม ฉบับที่ 3. (2539). ประกาศในราชกิจจานุเบกษา เล่มที่ 113 ตอนที่ 13 เรื่อง กำหนดมาตรฐานควบคุมการระบายน้ำทิ้งจากแหล่งกำเนิดประเภทโรงงานอุตสาหกรรมและนิคมอุตสาหกรรม, กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม, กรุงเทพฯ.
- [43] ชลธิชา ทองธรรมชาติ. (2556). การกำจัดโครเมียม(VI) ในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยอนุภาคนาโนแม่เหล็กเคลือบด้วยอะกาโรสปอลิเมอร์. ภาคนิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- [44] เพชรลดา สัญชยานุกุล. (2558). การศึกษาสภาวะการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กนาโนเคลือบไคโตซานและการประยุกต์ใช้. ภาคนิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- [45] อุไรรักษ์ ลบไธสง. (2558). การวิเคราะห์ปริมาณทองแดง โครเมียม และโคบอลต์ ในตัวอย่างน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตเมทรี. ภาคนิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต, มหาวิทยาลัยบูรพา.

- [46] สุदारัตน์ พรเพชรไพบูลย์. (2558). อนุภาคแม่เหล็กแมกนีไทต์เคลือบอะกาโรส : สภาวะที่เหมาะสมเพื่อการประยุกต์ใช้สำหรับกำจัดโคบอลต์. ภาคนิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต, มหาวิทยาลัยบูรพา.
- [47] Sudarat Pornpetpaiboon, Aurairuk Lobthaisong and Sasithorn Muncharoen. (2016). Development of cobalt(II) analysis in laboratory wastewaters using UV-Vis spectrophotometry. Proceeding of the 5th Burapha University International Conference; 2016 Jul 28-29; Pattaya, Thailand.
- [48] Li, G. Y., Jiang, Y. R., Huang, K. L., Ding, P. & Chen, J. (2008). Preparation and properties of magnetic Fe₃O₄-chitosan nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 466, 451-456.
- [49] Baldino, L., Concilio, S., Cardea, S., Marco, I. D. & Reverchon, E. (2015). Complete glutaraldehyde elimination during chitosan hydrogel drying by SC-CO₂ processing. *The Journal of Supercritical Fluids*, 103, 70-76.
- [50] Goy, R. C., Britto, D. & Assis O. B. G. (2009). A Review of the Antimicrobial Activity of Chitosan, *Ciência e Tecnologia*, 19, 241-247.
- [51] Rajput, S., Pittman Jr, C. U. & Mohan, D. (2016). Magnetic magnetite (Fe₃O₄) nanoparticle synthesis and applications for lead (Pb²⁺) and chromium (Cr⁶⁺) removal from water. *Journal of Colloid and Interface Science*, 468, 334–346.
- [52] Yuwei, C. & Jianlong, W. (2011). Preparation and characterization of magnetic chitosan nanoparticles and its application for Cu (II) removal. *Chemical Engineering Journal*, 168, 286-292.
- [53] Li, J., Guo, Z., Zhang S., & Wang, X. (2011). Enrich and seal radionuclides in magnetic agarose microspheres. *Chemical Engineering Journal*, 172, 892-897.
- [54] โกวิทช์ ปิยะมิ่งคลา, จารุวรรณ ตาฬวัฒน์, ปิยวัฒน์ โพธิมงคลกุล, และ ฉัฐรส คงสมภักดี. (2551). จลนศาสตร์การดูดซับโครเมียม (VI) จากโรงงานชุบโลหะโดยใช้ไคโตซานเรซิน. *วารสารวิชาการพระจอมเกล้าพระนครเหนือ ปีที่ 18 ฉบับที่ 1 ม.ค. - เม.ษ.*
- [55] Dima, J. B., Sequeiros, C. & Zaritzky, N.E. (2015). Hexavalent chromium removal in contaminated water using reticulated chitosan micro/nanoparticles from seafood processing wastes. *Chemosphere*, 141, 100–111.
- [56] Miretzky, P. & Cirelli, A. F. (2010). Cr (VI) and Cr (III) removal from aqueous solution by raw and modified lignocellulosic materials: A review. *Journal of Hazardous Materials*, 180, 1–19
- [57] Yu, S., Zhai, L., Zhong, S., Qiu, Y., Cheng, L., & Ren, X. (2016). Synthesis and structural characterization of magnetite/sepiolite composite and its sorptive properties for

- Co(II) and Cd(II). *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 59, 221-228.
- [58] Wang, Q., Li, J., Chen, C., Ren, X., Hu, J., & Wang, X. (2011). Removal of cobalt from aqueous solution by magnetic multiwalled carbon nanotube/iron oxide composites. *Chemical Engineering Journal*, 174, 126-133.
- [59] อรดี ฤทธิชัย. (2557). การกำจัดสีย้อมในน้ำทิ้งจากโรงงานย้อมผ้าด้วยถ่านกัมมันต์จากเปลือกปู. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. สาขาวิชาเคมีศึกษา. คณะวิทยาศาสตร์. มหาวิทยาลัยบูรพา.
- [60] Zhang, L., Xia, W., Teng, B., Liu, X. & Zhang, W. (2013). Zirconium cross-linked chitosan composite: Preparation, characterization and application in adsorption of Cr (VI). *Chemical Engineering Journal*, 229, 1-8.
- [61] Igberase, E. & Osifo, P. (2015). Equilibrium, kinetic, thermodynamic and desorption studies of cadmium and lead by polyaniline grafted cross-linked chitosan beads from aqueous solution. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 26, 340-347.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การคำนวณ

ในโครงการวิจัยนี้ได้ใช้ประสิทธิภาพการดูดซับ (Q) เป็นเกณฑ์ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการเตรียมอนุภาคแม่เหล็กเคลือบไคโตซานสำหรับการดูดซับโลหะหนัก นอกจากนี้ได้ทำการศึกษานำมาใช้ซ้ำของอนุภาคแม่เหล็กเคลือบไคโตซานโดยใช้เกณฑ์ร้อยละการชะ ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการดังนี้

(ก) ประสิทธิภาพการดูดซับ [60]

$$q_e = \frac{(C_o - C_e) \times V}{m} \quad \dots\dots\dots (ก1)$$

เมื่อ q_e คือ ประสิทธิภาพของการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)

C_o คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของตัวถูกดูดซับ (มิลลิกรัมต่อลิตร)

C_e คือ ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่สภาวะสมดุล (มิลลิกรัมต่อลิตร)

V คือ ปริมาตรของตัวถูกดูดซับ (ลิตร)

m คือ ปริมาณของตัวดูดซับ (กรัม)

(ข) ร้อยละการดูดซับ

$$\text{ร้อยละการดูดซับ} = \frac{(C_o - C_e)}{C_o} \times 100 \quad \dots\dots\dots (ก2)$$

เมื่อ C_o คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของตัวถูกดูดซับ (มิลลิกรัมต่อลิตร)

C_e คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่สภาวะสมดุล (มิลลิกรัมต่อลิตร)

(ค) ร้อยละการชะ [61]

$$\text{ร้อยละการชะ} = \frac{C_e}{C_o} \times 100 \quad \dots\dots\dots (ก3)$$

เมื่อ C_e คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่ชะออกมา (มิลลิกรัมต่อลิตร)

C_o คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่ดูดซับ (มิลลิกรัมต่อลิตร)

(ง) จากการศึกษาไอโซเทอมของแลงเมียร์ที่สภาวะสมดุล สามารถแสดงสมการความสัมพันธ์ของการดูดซับสารละลายบนผิวของแข็งได้ดังสมการ

$$q_e = \frac{q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad \dots\dots\dots (ก4)$$

หรือ

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m K_L C_e} + \frac{C_e}{q_m} \quad \dots\dots\dots (ก5)$$

เมื่อ q_e คือ ประสิทธิภาพการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)

C_e คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่สภาวะสมดุล (มิลลิกรัมต่อลิตร)

q_m คือ ประสิทธิภาพสูงสุดของการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)

K_L คือ ค่าคงที่ของการดูดซับ (ลิตร/มิลลิกรัม)

(จ) ไอโซเทอมการดูดซับของฟรุนดลิช (Freundlich adsorption isotherm) สามารถอธิบายได้ทั้งการดูดซับทางเคมีและการดูดซับทางกายภาพ โดยการดูดซับบนผิวของตัวถูกดูดซับจะเป็นแบบหลายชั้น และพื้นผิวดูดซับไม่เป็นเนื้อเดียว ซึ่งส่วนมากอธิบายการดูดซับของสารประเภทอินทรีย์และสารประเภทอนินทรีย์บนตัวดูดซับหลายประเภท เช่น ถ่านกัมมันต์ และ เรซินสังเคราะห์

$$q_e = \frac{X}{m} = K_f C_e^{1/n} \quad \text{..... (ก6)}$$

$$\text{Log } q_e = \text{log } \frac{X}{m} = \text{log } K_f + \frac{1}{n} \text{log } C_e \quad \text{..... (ก7)}$$

เมื่อ q_e คือ ประสิทธิภาพการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)

C_e คือ ความเข้มข้นที่สภาวะสมดุลของตัวถูกดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)

K_f คือ ค่าคงที่การดูดซับแบบหลายชั้น (ลิตรต่อมิลลิกรัม)

$1/n$ คือ ค่าคงที่ที่แสดงถึงการขึ้นตรงกับความเข้มข้นของสารละลาย (Concentration

Dependence) [59]

ภาคผนวก ข



13th ASIAN CONFERENCE ON ANALYTICAL SCIENCES

8–11 December 2016

The Empress International Convention Center, Chiang Mai, Thailand

CERTIFICATE OF ATTENDANCE

Presented to

Phetlada Sanchayanukun

Kate Grudpan

**Prof. Kate Grudpan
Chairperson, ASIANALYSIS XIII**



13th ASIAN CONFERENCE ON ANALYTICAL SCIENCES

8–11 December 2016

The Empress International Convention Center, Chiang Mai, Thailand

CERTIFICATE OF ATTENDANCE

Presented to

Juthamas Boontungtang

Kate Grudpan

**Prof. Kate Grudpan
Chairperson, ASIANALYSIS XIII**

CERTIFICATE OF ATTENDANCE

to certify that

Phetlada Sanchayanukun

participated in

PURE AND APPLIED CHEMISTRY INTERNATIONAL CONFERENCE

PACCON 2016

'THAILAND: ONE HUNDRED YEARS OF
ADVANCEMENT IN CHEMISTRY'



Available online at www.buuconference.buu.ac.th

The 5th Burapha University International Conference 2016

"Harmonization of Knowledge towards the Betterment of Society"

STP-081-21



Development of a cobalt (II) analysis method in laboratory wastewaters using UV-Vis spectrophotometry

Sudarat Pornpetpaiboon^a, Aurairuk Lobthaisong^a, Sasithorn Muncharoen^{a*}

^a*Department of Chemistry, Faculty of Science, Burapha University, Bangsaen, Chonburi, 20131 Thailand*

Abstract

Optimized and validated spectrophotometric methods investigated for the determination of cobalt(II) are presented in this work. Dithizone (DTZ), which was used as ligand, reacts with cobalt(II) to form $[\text{Co}(\text{DTZ})_2]^{2+}$ complex. The complex provided λ_{max} at 570 nm and complex formation was complete at pH 9.0 within 15 min. The calibration study showed linearity in the range $0.3\text{--}6\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ with a correlation coefficient value (r^2) of 0.9996. Limit of detection (LOD) and quantity of detection (LOQ) were $1.46\times 10^{-2}\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ and $4.87\times 10^{-2}\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, respectively. In addition, interference study was performed. This method under the optimum conditions was also applied to analyse cobalt(II) in laboratory wastewater which gave satisfactory results.

© 2016 Published by Burapha University.

Keywords: Cobalt(II) ; Dithizone ; UV-Vis spectrophotometry; Laboratory wastewaters

* Corresponding author. Tel.: 038-102-222 ext. 3039 ; fax: 038-393-494.
E-mail address: muncharoen@buu.ac.th and muncharoen@go.buu.ac.th.

1. Introduction

In recent years, water quality issues in contaminated waters, especially metal ions have, lead to adverse effects on both the environment and human health. Metal ions do not undergo biodegradation and many of them are soluble in aqueous solutions, therefore they become more available for living systems and accumulate in the environment (Hegazi, 2013).

Cobalt is one of the metals that can have an effects on living things, although it can be found in natural waters, soils, rocks and air. Cobalt is also an essential micronutrient for humans, animals and plants for a range of metabolic process (Shabani et al., 2003). In the human body cobalt is often found in red blood cells, the liver, kidney and spleen. Cobalt helps transport glucose from the blood into the cells in the body and takes part in the creation of red blood cells. In addition, Cobalt is a component of Vitamin B12 which is important for the human body (Song et al., 2006). If the body lacks Vitamin B12 it may result in severe anemia and can cause disorders of the nervous system (Li et al., 2000; Sato et al., 2004). However if we get too much Vitamin B12 it can cause conditions such as offbeat of lung, dermatitis and abnormal thyroid (Ahmed and Uddin, 2007). Currently, various techniques have been developed in order to determine the content of cobalt for instance spectrofluorometry (Mori et al., 1998), UV-Vis spectrophotometry (Ghasemi and Hashemi, 2011), chemiluminescence (Johnson et al., 2010), atomic absorption spectrometry (Lemos et al., 2010; Ribeiro et al., 2005), high-performance liquid chromatography (Niwa et al., 1997), inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (Khorrani et al., 2006) and voltammetry (Giroussia et al., 1995). Each technique has advantages and disadvantages that make it suitable for certain situations. Although the atom spectrometric techniques (AAS, ICP-OES) provide good sensitivity and excellent selectivity, all of these techniques involve expensive and large equipment. UV-Visible spectrophotometry is a basic technique for analysis available in most modern laboratories. Its advantages include simplicity, flexibility, rapidity, accuracy and low-cost (Xu et al., 2014).

The present investigation aims to study of UV-Vis spectrophotometry for the determination of cobalt(II) content in laboratory wastewater. The analytical performance such as the linear range, correlation coefficient (r^2), limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) were also achieved. In the future, the method will be used to monitor the wastewater treatment plants.

2. Methodology

2.1. Materials and apparatus

All chemicals were of analytical reagent grade and all solutions were prepared with deionized water. $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Ajax Finechem, New Zealand) was used to prepare stock solution. Stock solution of $1000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ was prepared by dissolving $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in de-ionized water and further diluted as required. Dithizone (DTZ) (Lobachemie, India) solution was prepared in Tetrahydrofuran (THF) (Merck KGaA, Germany). A 0.2 M NH_3 (QR&C, New Zealand) solution ($\text{pH} = 11$) was used for pH adjustment.

Spectrophotometer Model specord 210 plus (Analytik Jena Co., Ltd, Germany) with 1 cm quartz cells was used for measuring the absorbance. A Five Easy Plus FEP 20 pH meter (Mettler Toledo, Switzerland) was used for pH measurements.

2.2. Procedure

1.25 mL of $4.4 \times 10^{-3} \text{ M DTZ}$, 1.25 mL of 0.2 M NH_3 , 1.25 mL of stock cobalt(II) solution ($0.3\text{-}6.0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$) were added to 5.00 mL volumetric flask and made up to the mark with de-ionized water. For each measurement,

about 2 mL of the above solution was transferred to a spectrophotometric cell and the spectrum was recorded at 15 min after preparation of a sample solution against of blank sample.

2.3. Sample preparation

Laboratory wastewaters as the samples were collected from general laboratory and instrumental analytical chemistry laboratory courses. All samples were stored in PE bottles and pretreated with nitric acid (HNO₃). The pretreated samples were kept in refrigerator with 4 °C before analysis.

3. Results and discussion

3.1. The absorption spectra of the cobalt(II) DTZ complex

The resultant sample of cobalt was conveyed to the spectrophotometer to measure their absorption curves, according to the experimental procedure described above. The absorption spectrum of the cobalt(II) and DTZ solutions formed complexes when cobalt(II) was added to an excess of DTZ are shown in Fig.1. The inset in Fig.1 shows the absorbance of the Co(II)-DTZ complexes after the absorbance of the DTZ blank has been subtracted. It is evident that the maximum absorption of the complex is at 570 nm as λ_{max}. The chemical reaction between cobalt(II) and DTZ given in equation (1) (Ozturk et al., 2000).

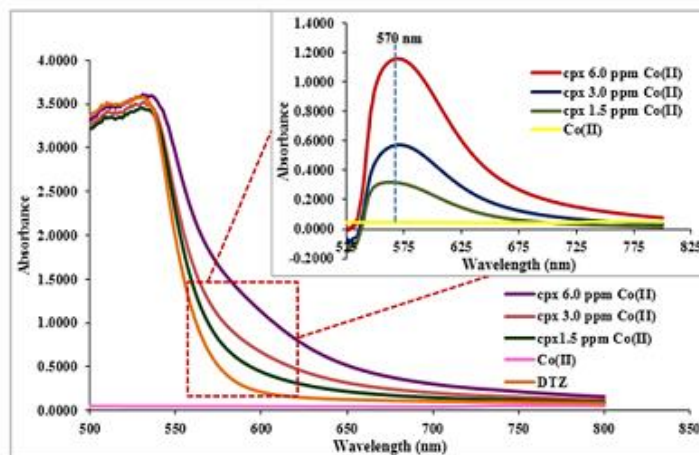
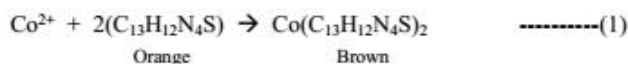


Fig. 1. UV-visible absorption spectrum of Co(II) and Co(II)-DTZ complexes at different concentrations under conditions: 4.4 x 10⁻³ M DTZ, 0.2 M NH₃ with 15 min reaction time, (inset): the absorbance of the Co(II)-DTZ complexes after subtraction with the absorbance of DTZ.

3.2. The study of optimal conditions

3.2.1. Effect of reaction time

The effect of time on the reaction was investigated in the range of 3-60 min with constant experimental conditions. The results showed that the absorbance of these complexes was slightly different (Fig. 2). It means that the reaction between cobalt(II) and DTZ quickly reached equilibrium. Thus the reaction time of 15 min is selected as the optimized operation time for the determination of cobalt(II) in further because of appropriate time to prepare the solutions for doing the experiment.

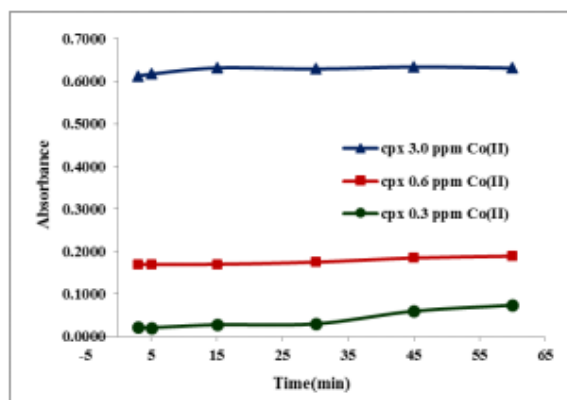


Fig. 2. The effect of reaction time on the absorbance (570 nm) of Co(II)-DTZ the complexes at 3-60 min of 0.2, 2.0 and 6.0 mg·L⁻¹ cobalt(II) under the conditions: 8.0 × 10⁻⁴ M DTZ, conc. NH₃ solution.

3.2.2. Effect of dithizone (DTZ) concentration

The effect of the concentration of DTZ as complexing reagent on the procedure was studied. Its reaction with cobalt revealed that the reaction was dependent on the DTZ concentration. The absorbance of the complex solutions was measured at 570 nm, as shown in Table 1. The results showed that the sensitivities increased with the increasing of chelating reagents concentration in the certain ranges and at higher concentration of DTZ (0.8 × 10⁻³ – 8.0 × 10⁻³ M) the sensitivities kept stable due to excess concentrations of the reagents. Hence 4.4 × 10⁻³ M DTZ were used in subsequent studies.

Table 1. Sensitivities and correlation coefficient (r^2) for study of the effect of dithizone (DTZ) concentrations.

Dithizone (DTZ) (M)	Sensitivities (L·mg ⁻¹)	Correlation coefficient (r^2)
4.4×10^{-5}	0.0034	0.2985
8.0×10^{-5}	0.0063	0.3503
8.0×10^{-4}	0.1301	0.9979
4.4×10^{-3}	0.1336	0.9984
8.0×10^{-3}	0.1225	0.9951

3.2.3. Effect of ammonia concentration

The effect of ammonia concentration (NH₃) was investigated in the range of 0.10 - 14.3 M with constant experimental conditions. It was found that the sensitivities and correlation coefficient (r^2) were almost stable for all concentrations, which were studied in this experiment (Table 2). Additional, it was observed that all solutions of the complex were basic. However, the concentration of ammonia solution at 0.2 M gave highest sensitivities (0.1937 L·mg⁻¹) with 0.9997 correlation coefficient. Thus the ammonia concentration of 0.2 M was selected as the optimized concentration for the determination of cobalt(II) in further experiments.

Table 2. Sensitivities and correlation coefficient (r^2) for study of the effect of ammonia concentration.

Ammonia concentration (M)	Sensitivities (L·mg ⁻¹)	Correlation coefficient (r^2)	pH of complex
0.1	0.1548	1.0000	8.0
0.2	0.1937	0.9997	9.0
1.0	0.1893	0.9992	9.0
2.0	0.1457	0.9998	9.0
6.0	0.1331	0.9997	10.0
14.3	0.1755	1.0000	11.5

3.3. Effect of foreign ions

In order to apply the proposed method for determination of cobalt(II), the effect of 4 foreign ions on the determination of the cobalt(II) were tested. The criterion for interference was an absorbance value varying by more than $\pm 5\%$ from the expected value of cobalt alone (Ahmed, 2007 and Sabzi, 2015). For 4 foreign ions; Zn²⁺, Pb²⁺, Fe³⁺ and Cl⁻, there were selected for interference because they could be found in the laboratory wastewaters samples. The results indicated that most of these ions interfered when present at less than 1-fold excess over the analyte as shown in Table 3. Thus, the study of removal of these foreign ions such as using any masking agents should be investigated.

Table 3. The tolerance limits of foreign ions.

Foreign ion	Tolerance ratio (foreign ion:analyte) ^a	% Relative error
Zn ²⁺	0.25	4.12
Pb ²⁺	0.25	0.46
Fe ³⁺	1.00	3.08
Cl ⁻	0.75	3.38

Note a: At this ration no interfering effect was observed.
Concentration of the analyte was 1.5 mg·L⁻¹

3.4. Analytical figures of merit

Analytical figures of merit for the proposed UV-Vis spectrophotometric method were obtained under optimal conditions and summarized in Table 4. At least 0.9996 of correlation coefficient (r^2) showed good linearity of the calibration curves. Additionally, the limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) were 1.46x10⁻² mg·L and 4.87x10⁻² mg·L⁻¹, respectively.

Study of accuracy, the recovery values of the proposed method calculated for the standard addition were in the range of 97.77 – 118.9 mg·L⁻¹. The results showed in Table 5.

Table 4. Parameters of method validation from the proposed method.

Parameter	Analytical feature
• Linear range (mg/L)	0.3 – 6.0
-Linearity equation	y = 0.1889x – 0.0192
-Correlation coefficient (r^2)	0.9996
• Limit of detection, LOD (mg/L)	1.46x10 ⁻²
• Limit of quantification, LOQ (mg/L)	4.87x10 ⁻²

Table 5. Analytical results for accuracy study of the proposed cobalt(II) analysis.

Real sample	Concentration of cobalt(II) (mg·L ⁻¹)		% Recovery
	Added value	Detected value	
Sample 1	0.00 ^a	0.68 ± 0.01	-
	0.30	0.99 ± 0.01	106.5
	0.60	1.34 ± 0.01	110.7
	1.50	2.40 ± 0.02	115.0
Sample 2	0.00 ^b	1.33 ± 0.00	-
	0.30	1.66 ± 0.00	111.7
	0.60	1.92 ± 0.01	97.77

	1.50	2.92 ± 0.02	105.8
Sample 3	0.00 ^c	0.85 ± 0.01	-
	0.30	1.21 ± 0.01	118.9
	0.60	1.48 ± 0.01	104.9
	1.50	2.40 ± 0.02	103.2
Sample 4	0.00 ^a	0.37 ± 0.00	-
	0.30	0.70 ± 0.00	109.5
	0.60	1.01 ± 0.00	106.8
	1.50	1.91 ± 0.00	102.7

Note a, b and c: samples were diluted 800, 4000 and 40000-fold, respectively.

3.5. Application to real samples

The standard addition method was applied for determination of cobalt(II) in laboratory wastewaters. Owing to the interference effects of Zn^{2+} and Fe^{3+} species in the samples on the analysis, this standard addition method could reduce these matrix interferences. The concentration of cobalt(II) was determined from the intercept of the standard addition plot. Fig. 3 shows an example of a standard addition plot. The cobalt(II) concentration of $540 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ was obtained in sample 1. Results for other samples are shown in Table 6.

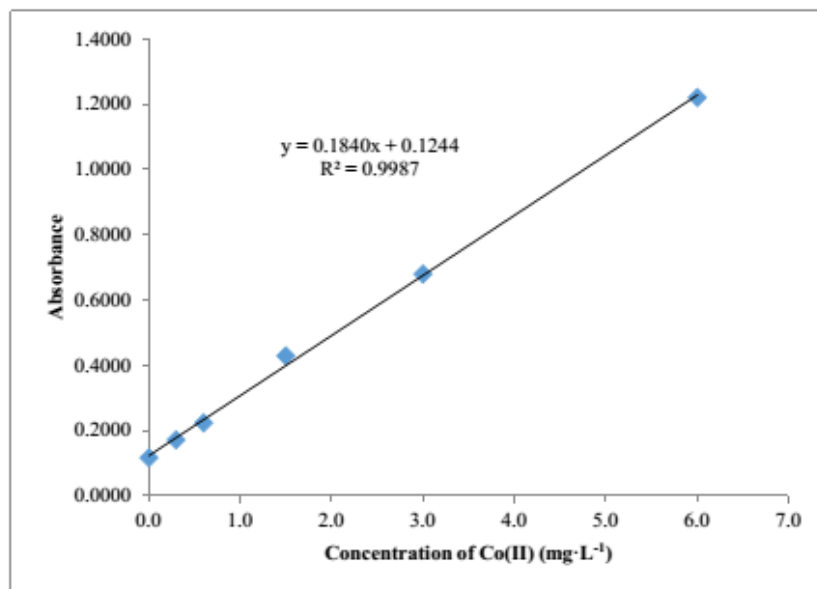


Fig. 3. Standard addition plot of cobalt (II) in laboratory wastewater (sample 1).

Table 6. Analytical results for cobalt(II) in laboratory wastewaters by the proposed method.

Sample	Concentration of cobalt(II) (mg·L ⁻¹)
Sample 1	540 ± 10
Sample 2	5330 ±10
Sample 3	34,000 ±250
Sample 4	297 ±2.2

4. Conclusion

The optimum conditions for the reaction time, concentrations of dithizone (DTZ) and ammonia including interference were studied in this work. In addition, the proposed method was used to determine the cobalt(II) content in laboratory wastewaters using a visible spectrophotometric method based on the complex formation of cobalt(II) with dithizone. This proposed method is simple, efficient and rapid. Then, it should be appropriate for analysis of cobalt(II) in laboratory wastewaters as detection system after treatment in further work.

Acknowledgements

This work was financially supported by the Research Grant of Burapha University through National research Council of Thailand (Grant no.73/2558 and no. 60/2559) and a senior project funding supported from Department of Chemistry, Faculty of Science, Burapha University. The authors would like to thank Prof. Dr. Ronald Beckett for grammar correction.

References

- Ahmed, J. M., Uddin, N. M., 2007. A simple spectrophotometric method for the determination of cobalt in industrial, environmental, biological and soil samples using bis(salicylaldehyde)orthophenylenediamine. *Chemosphere*. 67, 2020-2027.
- Ghasemi, B. J., Hashemi, B., 2011. Surfactant-mediated complex formation for determination of traces amounts of zinc, cadmium, and lead with 4-(2-thiazolylazo) resorcinol and chemometric methods. *Environ Monit Assess*. 183, 57-63.
- Giroussi, S., Vaolgaropoulos, A., Ayiannidis, K. A., Golimowski, J., Janicki, M., 1995. Determination of cobalt in vegetable animal foodstuffs by differential pulse adsorptive voltammetry using α -benzil dioxime. *The Science of the Total Environment*. 176, 135-139.
- Hegazi, A. H., 2013. Removal of heavy metals from wastewater using agricultural and industrial wastes as adsorbents. *HBRC Journal*. 9, 276-282.
- Johnson, H. E., Habsi, A. K., Busaidy, A. R., Khalaf, K. S., 2010. The effect of low levels of dietary cobalt on the chemiluminescence response of polymorphonuclear leukocytes of goats. *Research in Veterinary Science*. 88, 61-63.
- Khorrani, R. A., Hashempur, T., Mahmoudi, A., Karimi, R. A., 2006. Determination of ultra-trace amounts of cobalt and nickel in water samples by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry after preconcentration on modified C18-silica extraction disks. *Microchemical Journal*. 84, 75-79.

- Lemos, A. V., Sanios, N. L., Bezerra, A. M., 2010. Determination of cobalt and manganese in food seasonings by flame atomic absorption spectrometry after preconcentration with 2-hydroxyacetophenone-functionalized polyurethane foam. *Journal of Food Composition and Analysis*. 23, 277-281.
- Li, B. H., Chen, F., Jiang, Y., 2000. Determination of vitamin B₁₂ in multivitamin tablets and fermentation medium by high-performance liquid chromatography with fluorescence detection. *Journal of Chromatography A*. 891, 243-247.
- Mori, I., Takasaki, K., Fujita, Y., Matsuo, T., 1998. Selective and sensitive fluorometric determinations of cobalt(II) and hydrogen peroxide with fluorescein-hydrazide. *Talanta*. 47, 631-637.
- Niwa, H., Yasui, T., Ishizuki, T., Yuchi, A., Yamada, H., Wada, H., 1997. Separation and simultaneous determination of cobalt, nickel and copper with 2-(4-methyl-2-quinolyazo)-5-diethylaminophenol by reversed-phase high-performance liquid chromatography. *Talanta*. 45, 349-355.
- Ozturk, D.B., Filik, H., Tutem, E., Apak, R., 2000. Simultaneous derivative spectrophotometric determination of cobalt(II) and nickel(II) by dithizone without extraction., *Talanta*, 53, 263-269.
- Ribeiro, S. A., Vieira, A. M., Silva, D. F. A., Borges, G. L. D., Welz, B., Heitmann, U., Curtius, J. A., 2005. Determination of cobalt in biological samples by line-source and high-resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry using solid sampling or alkaline treatment. *Spectrochimica Acta Part B*. 60, 693-698.
- Sabzi, R.E., Mohseni, N., Bahram, M., Bari, M.R., 2015. Dispersion liquid-liquid microextracton for preconcentration and spectrophotometric determination of copper(II) in blood serum sample using sodium diethyldithiocarbamate as the complexing agent. *Mediterranean Journal of Chemistry*. 3(6), 1111-1121
- Sato, K., Kudo, Y., Muramatsu, K., 2004. Incorporation of a high level of vitamin B₁₂ into a vegetable, kaiware daikon (Japanese radish sprout), by the absorption from its seeds. *Biochimica et Biophysica Acta*. 1672, 135-137.
- Shabani, H. A. M., Dadfarnia, S., Dehghan, K., 2003. On-line preconcentration and determination of cobalt by chelating microcolumns and flow injection atomic spectrometry. *Talanta*. 59, 719-725.
- Song, Z., Yue, O., Wang, C., 2006. Flow injection chemiluminescence determination of femtogram-level cobalin egg yolk, fish tissue and human serum. *Food Chem*. 94, 457-463.
- Xu, Deng, Fan, W., Lv, H., Liang, Y., Shan, Y., Li, G., Yang, Z., Yu, L., 2014. Simultaneous determination of traces amounts of cadmium, zinc, and cobalt based on UV-Vis spectrometry combined with wavelength selection and partial least squares regression. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 123, 430-435.

