

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยเรื่อง การแทรกสอด 8-ไฮดรอกซีควิโนลีนในช่องว่างระหว่างชั้นของแคลเซียมซาโพไนต์โดยปฏิกิริยาของแข็ง มีวิธีการวิจัยตามขั้นตอน ดังนี้

1. ศึกษาเอกสารที่เกี่ยวข้อง
2. ตั้งเคราะห์สารอินทรีย์คาร์เลชัน
3. พิสูจน์เอกลักษณ์สารที่สังเคราะห์
4. รายงานผลการวิจัย

1. เครื่องมือและอุปกรณ์

1.1 เครื่องมือ

- 1) Powder X-ray diffractometer
- 2) Thermogravimetric and differential thermal analyzer
- 3) UV-VIS spectrophotometer
- 4) Inductively coupled plasma emission spectroscopy
- 5) Fluorescence spectrophotometer
- 6) FT-IR spectrometer
- 7) Oven
- 8) Magnetic stirrer
- 9) Centrifuge
- 10) pH meter
- 11) Photoluminescence spectroscopy

1.2 อุปกรณ์

- 1) บิวเรต
- 2) บีกเกอร์ขนาด 600, 100, 50 มิลลิลิตร
- 3) แห้งแก้วคนสาร
- 4) กระบอกตวง
- 5) ปิเปต

- 6) ขวดปรับปริมาตร
- 7) ขวดรูปชมพู่ ขนาด 125 มล.
- 8) กรวยกรอง

1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 1) Gallium chloride, Aldrich (analytical grade)
- 2) Silver nitrate, AgNO₃, Merk(analytical grade)
- 3) 8-Hydroxyquinoline, Junsei Chemical (analytical grade)
- 4) Conc. H₂SO₄
- 5) Conc. HF
- 6) Conc. HNO₃
- 7) Saponite

2. สังเคราะห์สารอินเตอร์คาร์เลชัน

การสังเคราะห์สารแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ ปฏิริยาการแลกเปลี่ยนไอออน และ ปฏิริยาอินเตอร์คาร์เลชันในสถานะของแข็ง

2.2 ปฏิริยาการแลกเปลี่ยนไอออน ทำโดย

- 1) ผสม Na-saponite ในสารละลาย GaCl₃
- 2) คนสารผสมด้วยเครื่อง 1 วัน และเซนติฟิวด์เพื่อแยกตะกอน
- 3) ล้างตะกอนด้วยน้ำ DI โดยคนสารกับน้ำ DI 3 ชั่วโมงและเซนติฟิวด์เพื่อแยกตะกอน
- 4) ตรวจสอบน้ำล้างตะกอนด้วย AgNO₃ ถ้าเกิดตะกอนสีขาวขุ่น ทำการล้างซ้ำ
- 5) นำตะกอนที่ล้างตะกอนไม่เกิดตะกอนสีขาว กับ AgNO₃ ไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 3 วัน
- 6) นำตะกอนมาบดให้เป็นผงจะได้ ผลิตภัณฑ์เป็น Ga(III)-saponite

2.3 ปฏิริยาอินเตอร์คาร์เลชันในสถานะของแข็ง ทำโดย

- 1) บดสาร Ga(III)-saponite กับ 8-hydroxyquinolinte อัตราส่วนโมล ของ Ga(III) ต่อ 8-hydroxyquinolinte เป็น 1:3 เป็นเวลา 15 นาที
- 2) เก็บสารที่ได้ในเคสิคเคเตอร์เพื่อรอการพิสูจน์เอกลักษณ์

3. พิสูจน์เอกลักษณ์สารที่สังเคราะห์

3.1 ศึกษาปริมาณการแลกเปลี่ยนไอออนของ Ga(III) ด้วย ICP ดังนี้

- 1) ชั่ง Ga(III)-saponite 0.0487 กรัม เติมกรด HF เข้มข้น และกรด H_2SO_4 5 และ 2 มิลลิลิตร ตามลำดับ
- 2) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง
- 3) เติมกรดไนตริก 65% 1.54 มิลลิลิตร แล้วให้ความร้อนต่อ 1 ชั่วโมง
- 4) ถ่ายสารละลายตัวอย่างใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปวิเคราะห์ด้วย ICP เทียบกับสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 2, 5, 10, 20 ppm

3.2 ศึกษาการเกิดสารประกอบอินเทอร์คัลเลชัน ด้วยเทคนิคต่างๆดังนี้

- 1) การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (Powder X-ray diffractometer),
- 2) เทคนิค การวิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermogravimetric and differential thermal analyzer)
- 3) เทคนิคการดูดกลืนแสงในช่วง IR (FT-IR spectrometer)

3.3 ศึกษาสมบัติเชิงแสงของสารที่สังเคราะห์ ด้วยเทคนิคต่างๆดังนี้

- 1) UV-Vis spectrophotometer
- 2) Fluorescence spectrophotometer

4. ตรวจสอบความเสถียรของสารที่สังเคราะห์

4.1 ความเสถียรต่อระยะเวลา

ทำการศึกษาความเสถียรต่อระยะเวลาการเก็บรักษาของสารประกอบอินเทอร์คัลเลชันที่เตรียมได้โดยเก็บในเดสิคเคเตอร์และนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD UV-Vis และ PL ซ้ำทุกสัปดาห์เป็นเวลา 4 สัปดาห์

4.2 ความเสถียรเชิงความร้อน

ทำการศึกษาความเสถียรเชิงความร้อนของสารประกอบอินเทอร์คัลเลชันที่เตรียมได้โดยเผาที่อุณหภูมิ 200 400 600 และ 800°C เก็บในเดสิคเคเตอร์จนอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องแล้วนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD UV-Vis และ PL

4.3 ความเสถียรต่อตัวทำละลาย

ทำการศึกษาความเสถียรต่อตัวทำละลายของสารประกอบอินเทอร์คัลเลชันที่เตรียมได้โดยนำไปละลายในเอทานอล/น้ำ อัตราส่วน 1/10 เป็นเวลา 3 ชั่วโมงแล้วนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD และ PL



มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY