

ساخت سیلیکاژل کروماتوگرافی لایه نازک در مقیاس آزمایشگاهی

ابراهیم بختیاری دوست^{۱*}، احسان اردستانی جوادی^۲، علی اصغر احتشامی^۳، قیس رخشان^۴ و اصغر کرمی^۵

- ۱- کارشناس ارشد شیمی آلی، گروه شیمی، سازمان جهاددانشگاهی صنعتی شریف، تهران، ایران
- ۲- دکترای شیمی آلی، گروه شیمی، سازمان جهاددانشگاهی صنعتی شریف، تهران، ایران
- ۳- کارشناس شیمی کاربردی، گروه شیمی، سازمان جهاددانشگاهی صنعتی شریف، تهران، ایران
- ۴- کارشناس ارشد بهداشت حرفه‌ای، گروه شیمی، سازمان جهاددانشگاهی صنعتی شریف، تهران، ایران
- ۵- کارشناس ارشد شیمی تجزیه، گروه شیمی، سازمان جهاددانشگاهی صنعتی شریف، تهران، ایران

دریافت: تیر ۱۳۹۴، بازنگری: مرداد ۱۳۹۴، پذیرش: شهریور ۱۳۹۴

چکیده: سیلیکاژل مورد استفاده در کروماتوگرافی لایه نازک از ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی ویژه‌ای برخوردار است که از نظر توزیع اندازه ذرات، سطح ویژه، حجم حفره‌ها و قطر حفره‌ها در گستره‌ی مشخصی قرار می‌گیرد. در این پژوهش، برای ساخت این نوع سیلیکاژل پس از جمع‌آوری و بررسی اسناد و مدارک علمی مورد نیاز روش موسوم به روش دوغابی انتخاب شد. در این روش با استفاده از سدیم سیلیکات و سولفوریک اسید و با تکیه بر تجارب و امکانات موجود در گروه پژوهشی شیمی معدنی نمونه آزمایشگاهی مورد تأیید تهیه شد. به منظور دستیابی به ویژگی‌های سیلیکاژل کروماتوگرافی لایه نازک یک نمونه تجاری معتبر با کد St.MN به‌عنوان معیار برای سنجش ویژگی‌های نمونه‌های ساخته شده، مورد استفاده قرار گرفت. در ساخت نمونه‌ها با کنترل زمان واکنش در گستره‌ی ۱۲ تا ۱۵ دقیقه، رشد ذرات سیلیکا در مرحله تهیه هیدروسل محدود شد و با کنترل دما و pH در حمام انعقاد هیدروسل در گستره‌ی ۸۰ تا ۸۵ °C و pH برابر با ۹ هیدروژل تهیه شد. در مرحله پیوندسازی و شست‌وشوی هیدروژل، فراوری هیدروژل به دست آمده صورت پذیرفت. در این مرحله، هم‌زدن هیدروژل پس از ۳۰ دقیقه از زمان انعقاد و نیز شست‌وشو در pH برابر با ۴ تا ۵ در دمای محیط اجرا شد با پخت نهایی هیدروژل‌های به دست آمده فراوره سیلیکاژل تهیه شد. نتیجه‌های آزمایش‌های اولیه نظیر تعیین ظرفیت جذب، دانسیته توده‌ای و pH سوسپانسیون ۱۰٪ در آب و نیز نتیجه‌های به‌دست آمده با روش‌های BET، XRF، و اندازه‌گیری ذرات (PSA) نشان می‌دهند نمونه‌های ساخته شده با کد STC07 و STC08 در مقایسه با نمونه تجاری با کد St.MN از تطبیق قابل قبولی برخوردار است. همچنین صفحات TLC تهیه شده با نمونه‌های ساخته شده در مقایسه با نمونه تجاری مورد آزمایش عملکردی قرار گرفته و عملکرد مشابه از خود نشان دادند.

واژه‌های کلیدی: سیلیکاژل، لایه نازک، کروماتوگرافی، هیدروژل، جاذب

مقدمه

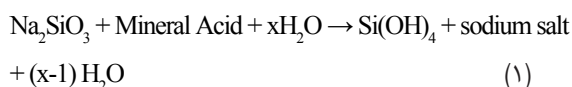
دارد. در این کروماتوگرافی جداسازی براساس تقسیم نمونه بین فاز ساکن جامد و فاز متحرک مایع انجام می‌شود. جسم جاذب جامد (سیلیکاژل، آلومینا و ...) را به صورت یک لایه نازک بر

کروماتوگرافی لایه نازک یکی از روش‌های جداسازی است که برای جداسازی مقدارهای بسیار کم نمونه‌های شیمیایی کاربرد

مقدار سطح ویژه به طور مستقیم به ظرفیت جذب سیلیکاژل در کروماتوگرافی اشاره دارد. سطح ویژه (SBET) سیلیکاژل مورد استفاده در کروماتوگرافی لایه نازک در گستره ۲۰۰ تا ۸۰۰ متر مربع برگرم جاذب متفاوت است.

متوسط قطر حفرات (D) در سیلیکاژل کروماتوگرافی لایه نازک تجاری ۴۰ تا ۱۰۰ آنگستروم است [۴].

به طور کلی در ساخت سیلیکاژل، یک محلول سیلیکاتی با استفاده از یک اسید یا نمک یک اسید، یا گازهایی که در آب تولید اسید می کنند، به هیدروسل تبدیل می شوند (واکنش ۱). هیدروسل پس از گذشت مدت زمانی یا بلافاصله به هیدروژل تغییر حالت می دهد. در اغلب روش ها به منظور حذف الکترولیت یا نمک جانبی تولید شده، هیدروژل را شست و شو می دهند تا عاری از الکترولیت شود.



در نهایت هیدروژل عاری از نمک را خشک می کنند. نحوه و میزان خشک کردن تأثیر زیادی در ویژگی های شیمی فیزیکی سیلیکاژل فرآورده دارد [۵].

در این پژوهش هدف ساخت سیلیکاژل با استفاده از مواد واکنشگرهای سدیم سیلیکات و سولفوریک اسید با تلفیقی از دو روش توده ای و دوغایی به گونه ای که در تهیه هیدروسل و هیدروژل به روش دوغایی عمل می شود و روش خشک کردن به روش توده ای انجام می گیرد. در طی این پژوهش هم چنین تأثیر متغیرهای متفاوت هم چون pH، دما، همزدن و زمان واکنش بر روی ویژگی های شیمی فیزیکی سیلیکاژل بررسی می شود. این روش در مقایسه با روش استفاده از ماده اولیه TEOS بسیار ارزان قیمت تر و دارای فرایندی به مراتب ساده تر است [۷]. از این رو، برای تولید صنعتی روش مناسب تری است.

بخش تجربی

تجهیزات و مواد مورد استفاده

- همزن مکانیکی (الکتریکی) با دور متغیر

روی یک صفحه شیشه ای یا پلاستیکی و... به صورت یکنواخت پخش می کنند. حلال با سازوکار جذب سطحی روی لایه جاذب بالا می رود و اجزای متفاوت نمونه بر حسب نوع و استحکام پیوند جداسازی می شوند [۱].

استفاده از این روش در اواخر دهه ۱۹۵۰ آغاز شد و صفحات مورد استفاده در این روش تحت عنوان TLC در سال ۱۹۶۰ میلادی توسط کارخانجات مرک و دساگا به صورت تجاری به بازار ارایه شد [۲].

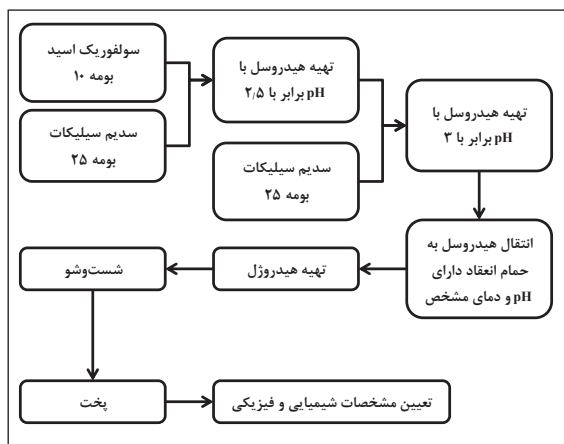
امروزه جاذب هایی که در کروماتوگرافی لایه نازک مورد استفاده قرار می گیرند چندین نوع هستند که عبارتند از سیلیکاژل، آلومینا، خاک دیاتومه، سلولز، پلی آمیدها و سفادکس که متداول ترین آن ها سیلیکاژل است [۳].

از نظر ساختاری در سیلیکاژل ها هر اتم سیلیکون با چهار اتم اکسیژن احاطه شده است و شکل فضایی چهار وجهی را تشکیل می دهند. در سطح سیلیکاژل، ظرفیت های آزاد اکسیژن یا به اتم هیدروژن متصل اند و گروه های سیلانول Si-O-H را تشکیل می دهند و یا به اتم سیلیکون متصل اند و گروه های سیلوکسان Si-O-Si را به وجود آورده اند.

تعداد گروه های سیلانول موجود در سطح سیلیکاژل میزان سطح فعال در دسترس برای فعالیت جذب سطحی را نشان می دهند. این گروه ها قادرند با مولکول های نمونه برهم کنش داشته باشند و به همین دلیل سیلیکاژل به عنوان یک فاز ساکن در کروماتوگرافی کاربرد مناسبی دارد. عامل هایی مانند قطر حفرات، حجم حفرات و سطح ویژه، ویژگی های شیمی فیزیکی سیلیکاژل را تعیین می کنند. حجم حفرات نشان دهنده ظرفیت جذب مایع در سیلیکاژل است قابل ذکر است که پر شدن تمام یا بخشی از حفرات جاذب کروماتوگرافی (فاز ساکن) یکی از شرایط لازم برای انجام عملیات کروماتوگرافی است. این پارامتر (Vp) بر حسب میلی لیتر بر هر گرم جاذب اندازه گیری می شود. حجم حفرات سیلیکاژل مورد استفاده در کروماتوگرافی لایه نازک (TLC) در گستره ۰.۵ تا ۲ ml/g متغیر است.

به دلیل ثابت بودن دانسیته گروه های سیلانول در سیلیکاژل،

به نقطه ۲٫۵ ادامه یافت. هیدروسل اولیه به مدت ۱۵ دقیقه هم زده شد. سپس با سدیم سیلیکات، pH در مدت ۱۰ تا ۱۵ دقیقه به ۳ افزایش یافت. در ادامه برای ساخت نمونه‌های متفاوت به ترتیب زیر عمل شد:



شکل ۱ مراحل سنتز سلیکاژل کروماتوگرافی لایه نازک

نمونه ۱ (STC01)

هیدروسل ثانویه بلافاصله به حمام انعقاد دارای pH برابر با ۴ و دمای °C ۷۰ تا ۷۵ منتقل شد. در این مرحله هیدروسل به هیدروژل تبدیل شد. محتوای حمام انعقاد بدون هم‌زدن به مدت یک ساعت رها شده و سپس هیدروژل تهیه شده، برای نمک زدایی توسط آب-اسید با pH برابر با ۲ و آب مقطر شست‌وشو شد. در مرحله شست‌وشو برای اطمینان از عدم وجود نمک‌های سولفات به محلول پس از شست‌وشو، محلول باریم کلراید ۱۰٪ و همچنین برای اطمینان از عدم وجود نمک‌های کلراید، محلول نقره نترات افزوده شد. عدم تشکیل رسوب نشان دهنده تکمیل مرحله شست‌وشو است.

هیدروژل‌ها پس از آبکشی، به مدت ۲ ساعت در معرض جریان هوا قرار گرفتند. پس از ترک خوردن سطح هیدروژل، مدت ۴ ساعت در دمای °C ۹۵ و مدت ۵ ساعت در دمای °C ۱۴۵ قرار داده شدند. نمونه خشک شده آسیاب و دانه‌بندی شده و آزمایش‌های کنترل کیفیت فراورده روی آن‌ها انجام شد.

- آون الکتریکی

- دستگاه pH متر (Biomedical Engineering CO. Ltd)
- JENCO (Model BLD 8252) با الکتروود ساخت شرکت
- مدل IP-600-10.pH

- بومه سنج

- سولفوریک اسید غلیظ و سدیم سیلیکات ۴۰٪

- دستگاه تعیین مساحت سطح ویژه BET مدل Belsorp mini II
- ساخت شرکت ژاپنی Bel

- دستگاه طیف سنجی فلورسانس پرتو ایکس (XRF) ساخت
- شرکت آکسفورد مدل ED2000

روش‌ها

هدف اصلی در این طرح ساخت سلیکاژل کروماتوگرافی لایه نازک با خصوصیات شیمیایی و فیزیکی مشابه نمونه Kieselgel N با شماره کاتالوگ ۸۱۶۳۴۰ تولیدی شرکت MACHEREY NAGEL کشور آلمان است. نخست ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی نمونه وارداتی تعیین شد. بدین منظور ظرفیت جذب رطوبت نمونه‌ی تجاری با کد St.MN در رطوبت‌های نسبی ۱۰٪ و ۶۰٪ در زمان‌های ۲ و ۲۴ ساعت، دانسیته، pH سوسپانسیون ۱۰٪ آن در آب مقطر تعیین شد. جدول ۱ مشخصات نمونه مورد نظر را نشان می‌دهد.

ویژگی‌های نمونه‌های ساخته شده با ویژگی‌های نمونه مذکور مورد مقایسه قرار گرفته پس از اطمینان از مشابه بودن ویژگی نمونه‌های ساخته شده با نمونه تجاری، آزمایش‌های تکمیلی تعیین سطح ویژه، میانگین قطر حفرات و حجم حفرات، تجزیه شیمیایی و تعیین اندازه ذرات نمونه‌ها انجام شد و مقایسه نهایی صورت گرفت.

به طور کلی تمام نمونه‌ها مطابق شمای نشان داده شده در شکل ۱ سنتز شدند. برای سنتز نمونه‌ها ۱۵۰ میلی لیتر سولفوریک اسید بومه ۱۰ درجه را در یک راکتور استیل یک لیتری ریخته و محلول سدیم سیلیکات با بومه ۲۵ درجه در دمای محیط تحت هم‌زدن به آن افزوده شد. افزودن سدیم سیلیکات تا رسیدن pH

نمونه ۲ (STC02)

۳ دقیقه هم زده شد. دوباره به مدت ۳۰ دقیقه به حال سکون رها و در مرحله شست‌وشو از آب مقطر برای نمک زدایی استفاده شد. بقیه مراحل همانند روش نمونه ۱ انجام گرفت.

هیدروسل بلافاصله به حمام انعقاد با pH برابر با ۴ و دمای ۷۰ تا ۷۵ °C منتقل و پس از ۱۵ دقیقه سکون به مدت ۳ دقیقه هم زده شد. نمونه‌ی به دست آمده دوباره به مدت ۴۰ دقیقه به حال سکون رها شده و سپس بقیه مراحل مطابق روش تهیه نمونه ۱ ادامه یافت.

نمونه ۷ (STC07)

هیدروسل ثانویه به حمام با pH برابر ۹ (با سدیم سیلیکات) و دمای ۸۰ تا ۸۵ °C منتقل شد. بقیه مراحل همانند نمونه ۶ ادامه یافت.

نمونه ۲ (STC03)

هیدروسل بلافاصله به حمام انعقاد با pH برابر با ۵ و دمای ۷۰ تا ۷۵ °C منتقل شده و سپس بقیه مراحل مطابق روش تهیه نمونه ۲ ادامه می‌یابد.

نمونه ۸ (STC08)

هیدروسل ثانویه به حمام با pH برابر ۹ (با سدیم سیلیکات) و دمای ۸۰ تا ۸۵ °C منتقل شد. مرحله هم زدن حمام انعقاد همانند نمونه ۶ انجام گرفت. در مرحله شست‌وشو از آب-اسید با pH برابر ۵ استفاده شد. بقیه مراحل همانند روش نمونه ۱ انجام گرفت.

نمونه ۳-آلکوژل (STC30)

هیدروژل ساخته شده مطابق روش نمونه ۳ با اتانول به آلکوژل تبدیل و مابقی مراحل همانند نمونه ۳ ادامه یافت.

نتیجه‌ها و بحث

با توجه به اینکه سیلیکاژل به عنوان لایه جاذب در صفحات کروماتوگرافی لایه نازک (TLC) از ویژگی‌های شیمیایی و فیزیکی ویژه‌ای برخوردار است، از نمونه تجاری Kieselgel N/UV254 به عنوان نمونه استاندارد استفاده شد و ویژگی‌های نمونه‌های ساخته شده با نمونه مذکور مورد مقایسه قرار گرفت. با انجام آزمایش‌های اولیه مانند تعیین دانسیته، تعیین ظرفیت جذب در رطوبت‌های نسبی متفاوت و تعیین pH سوسپانسیون آن در آب به انجام آزمایشات تکمیلی مانند تعیین سطح‌ویژه، حجم حفرات، قطر حفرات، تجزیه XRF اقدام شد (جدول‌های ۱ و ۲).

نمونه ۵ (STC05)

هیدروسل به حمام با pH برابر با ۶٫۵ و دمای ۷۰ تا ۷۵ °C منتقل شده. روش هم زدن همانند روش ۲ انجام گرفت. هیدروژل‌ها در مرحله شست‌وشو با محلول اسید-آب با pH برابر با ۴ شسته می‌شوند و بقیه مراحل خشک شدن همانند نمونه ۱ انجام شد.

برای ساخت سیلیکاژل با ویژگی‌های مورد نظر به روش استفاده از سدیم سیلیکات و سولفوریک اسید، لازم است عوامل مؤثر بر ویژگی‌های شیمی فیزیکی را کنترل کرد؛ به همین منظور در ابتدا برای تهیه نمونه‌ها از حمام اسیدی و داغ برای انعقاد هیدروسل استفاده شد. از آزمایش‌های کنترل کیفیت نمونه‌های ساخته شده STC01 تا STC05 نتیجه‌های مطلوبی به دست نیامد (جدول ۱).

نمونه ۶ (STC06)

هیدروسل ثانویه به حمام با pH برابر ۹ (با سدیم هیدروکسید) و دمای ۸۰ تا ۸۵ °C منتقل شد. پس از ۳۰ دقیقه سکون به مدت

جدول ۱ مقایسه ویژگی‌های نمونه استاندارد و نمونه‌های بهینه تهیه شده با تأثیر حمام انعقاد و شرایط شست‌وشو در محیط‌های با pH متفاوت

نمونه	سل ثانویه زمان min	حمام انعقاد هیدروسول			محل شست‌وشو	نوع ژل در پخت	دانسیته (g/cm ³)	ظرفیت جذب (R.H.=60%)		ظرفیت جذب (R.H.=10%)		pH سوسپانسیون 10% در آب	ویژگی‌های شیمی فیزیکی		
		pH	شرایط هم زدن	دما °C				۲۴ h.	۲ h.	۲۴ h.	۲ h.		متوسط قطر حفرات (nm)	حجم حفرات (cm ³ /g)	سطح ویژه (m ² /g)
St.MN	-	-	-	-	-	-	۰.۵۲±۰.۰۲	٪۵۵±۰.۱	٪۷۴±۰.۱	٪۲۳±۰.۱	٪۲۳±۰.۱	~۷	۳۱۹	۰.۹	۹.۲۴۱۷
STC01	۱۰-۱۲	۷۰-۷۵	ساکن	۴	۲۵	۲	۰.۶۹±۰.۰۲	٪۷۷±۰.۱	٪۲۶±۰.۱	٪۲۶±۰.۱	٪۲۶±۰.۱	۲.۵-۳	-	-	-
STC02	۱۰-۱۲	۷۰-۷۵	هم زدن	۴	۲۵	۲	۰.۶۷±۰.۰۲	٪۶۵±۰.۱	٪۲۱±۰.۱	٪۲۱±۰.۱	٪۲۱±۰.۱	~۳	-	-	-
STC03	۱۲-۱۴	۷۰-۷۵	هم زدن	۵	۲۵	۲	۰.۶۶±۰.۰۲	٪۶۷±۰.۱	٪۱۶±۰.۱	٪۱۶±۰.۱	٪۱۶±۰.۱	۳.۵-۴	-	-	-
STC30	۱۴-۱۵	۷۰-۷۵	هم زدن	۵	۲۵	۲	۰.۶۰±۰.۰۲	٪۶۷±۰.۱	٪۱۶±۰.۱	٪۱۶±۰.۱	٪۱۶±۰.۱	۳.۵-۴	-	-	-
STC04	۱۴-۱۵	۷۰-۷۵	هم زدن	۶.۵	۲۵	۴	۰.۵۷±۰.۰۲	٪۶۰±۰.۱	٪۱۲±۰.۱	٪۱۲±۰.۱	٪۱۲±۰.۱	~۵	-	-	-
STC05	۱۴-۱۵	۸۰-۸۵	هم زدن	۶.۵	۵۵	۴	۰.۵۵±۰.۰۲	٪۵۹±۰.۱	٪۱۲±۰.۱	٪۱۲±۰.۱	٪۱۲±۰.۱	~۵	-	-	-
STC06	۱۴-۱۵	۸۰-۸۵	هم زدن	۹ (سود)	۲۵	۷	۰.۴۳±۰.۰۲	٪۶۷±۰.۱	٪۷۷±۰.۱	٪۷۷±۰.۱	٪۷۷±۰.۱	~۸.۵	-	-	-
STC07	۱۴-۱۵	۸۰-۸۵	هم زدن	۹ (سدیم سیلیکات)	۲۵	۷	۰.۵۰±۰.۰۲	٪۵۶±۰.۱	٪۷۴±۰.۱	٪۷۴±۰.۱	٪۷۴±۰.۱	۷.۵-۸	۳۴۲	۰.۹۳۰۶	۱۰.۸۸۵
STC08	۱۴-۱۵	۸۰-۸۵	هم زدن	۹ (سدیم سیلیکات)	۲۵	۵	۰.۵۱±۰.۰۲	٪۵۶±۰.۱	٪۷۳±۰.۱	٪۷۳±۰.۱	٪۷۳±۰.۱	~۷	۳۷۶	۰.۹۰۷۳	۹.۶۶۳۲

همان طور که در این جدول مشخص است نمونه‌های تهیه شده از دانسیته و ظرفیت جذب به مراتب بالاتری نسبت به نمونه تجاری برخوردارند در این خصوص از انجام آزمایش‌های کنترلی تکمیلی مانند تعیین سطح ویژه، حجم حفرات، اندازه قطر حفرات و تعیین اندازه ذرات پرهیز و با استناد به تجارب قبلی در کاهش دانسیته و ظرفیت جذب؛ تغییر pH حمام انعقاد و نیز تغییر pH محلول شست‌وشو مد نظر قرار گرفت. با افزایش pH حمام انعقاد و pH محلول شست‌وشو، روند بهبود ویژگی‌های نمونه‌های ساخته شده در مقایسه با ویژگی‌های نمونه تجاری مانند ظرفیت جذب در رطوبت‌های نسبی ۱۰٪ و ۶۰٪ مشاهده شد. با توجه به این که pH سوسپانسیون ۱۰٪ هر یک از نمونه‌های ساخته شده STC06 و STC07 در آب از pH بالاتری نسبت به نمونه تجاری برخوردار بودند لذا کاهش pH محلول شست‌وشو در گستره ۵ در بهبود ویژگی pH سوسپانسیون ۱۰٪ در آب مؤثر شناخته شد، نمونه STC08 به صورت بهینه و با به کارگیری حمام قلیایی و داغ با pH برابر ۹ و محلول شست‌وشو با pH برابر ۵ تهیه شد. در تنظیم pH حمام انعقاد استفاده از باز قوی نظیر سدیم هیدروکسید باعث

کاهش زیاد در دانسیته محصول شد (نمونه STC06) ضمن اینکه افزایش نامطلوبی در pH سوسپانسیون ۱۰٪ محصول در آب به همراه داشت. از این رو، استفاده از سدیم سیلیکات در قلیایی کردن حمام انعقاد با توجه به سختی آن با ماده اولیه مصرفی، نه تنها مضرات به کارگیری سدیم هیدروکسید را به همراه نداشت بلکه در دست یابی به خصوصیات شیمی فیزیکی مطلوب نیز مؤثر واقع شد. با توجه به اینکه خصوصیات فیزیکی و شیمیایی نمونه‌های STC07 و STC08 به نمونه استاندارد نزدیک است تجزیه‌های تکمیلی تعیین مساحت سطح و XRF بر روی این دو نمونه انجام گرفت (شکل ۱ و جدول ۲).

همان گونه که در جدول ۱ مشاهده می‌شود سطح ویژه دو نمونه ساخته شده STC07 و STC08 به ترتیب ۳۴۲ و ۳۷۶ m²/g در مقایسه با ۳۱۹ m²/g برای نمونه تجاری St.MN، در گستره قابل قبول قرار دارند. نتیجه‌های آنالیز فلورسانس پرتو ایکس (XRF) در جدول ۲ ارایه شده‌اند. همان گونه که مشاهده می‌شود نمونه STC07 دارای ۴۵۰ ppm کلر و ۳۰۰ ppm از Fe₂O₃ (معادل ۱۰۵ ppm Fe)

همان طور که در این جدول مشخص است نمونه‌های تهیه شده از دانسیته و ظرفیت جذب به مراتب بالاتری نسبت به نمونه تجاری برخوردارند در این خصوص از انجام آزمایش‌های کنترلی تکمیلی مانند تعیین سطح ویژه، حجم حفرات، اندازه قطر حفرات و تعیین اندازه ذرات پرهیز و با استناد به تجارب قبلی در کاهش دانسیته و ظرفیت جذب؛ تغییر pH حمام انعقاد و نیز تغییر pH محلول شست‌وشو مد نظر قرار گرفت. با افزایش pH حمام انعقاد و pH محلول شست‌وشو، روند بهبود ویژگی‌های نمونه‌های ساخته شده در مقایسه با ویژگی‌های نمونه تجاری مانند ظرفیت جذب در رطوبت‌های نسبی ۱۰٪ و ۶۰٪ مشاهده شد. با توجه به این که pH سوسپانسیون ۱۰٪ هر یک از نمونه‌های ساخته شده STC06 و STC07 در آب از pH بالاتری نسبت به نمونه تجاری برخوردار بودند لذا کاهش pH محلول شست‌وشو در گستره ۵ در بهبود ویژگی pH سوسپانسیون ۱۰٪ در آب مؤثر شناخته شد، نمونه STC08 به صورت بهینه و با به کارگیری حمام قلیایی و داغ با pH برابر ۹ و محلول شست‌وشو با pH برابر ۵ تهیه شد. در تنظیم pH حمام انعقاد استفاده از باز قوی نظیر سدیم هیدروکسید باعث

نتیجه گیری

در این پژوهش سیلیکاتل کروماتوگرافی لایه نازک با مواد اولیه ارزان قیمت سدیم سیلیکات و سولفوریک اسید و طی یک فرایند ساده در فشار محیط و دماهای پایین تهیه شد. کیفیت نمونه ساخته شده در مقایسه با نمونه تجاری مورد استفاده در مراکز آموزشی معتبر کشور قابل رقابت است. نمونه ساخته شده STC08 از نظر آزمون عملکردی توسط دانشکده شیمی دانشگاه صنعتی شریف مورد آزمایش و تأیید قرار گرفته است.

سپاسگزاری

نویسندگان مقاله قدردانی و تشکر خود را از مسئولین دانشکده شیمی دانشگاه صنعتی شریف به ویژه جناب آقای دکتر فیروز مطلوبی مقدم که تست عملکردی را مورد بررسی و تأیید قرار دادند، ابراز می‌دارند.

و نمونه STC08 دارای ۳۵۰ ppm کلر و عاری از آهن در مقایسه با ۴۰۰ ppm کلر و ۳۰۰ ppm Fe در نمونه تجاری St.MN هستند، بنابراین، از نظر ناخالصی آهن هر دو نمونه STC08 و STC07 از خلوص بالایی برخوردار هستند و از نظر ناخالصی کلر نمونه STC08 دارای کلر کمتری نسبت به نمونه St.MN است.

جدول ۲ نتیجه‌های آنالیز XRF و آزمایش تعیین اندازه ذرات

نتیجه‌های آزمایش تعیین اندازه ذرات (μ)	نتیجه‌های آنالیز XRF (ppm)			نمونه
	Fe ₂ O ₃	Fe	Cl	
۲۰,۲۵۰	-	۳۰۰	۴۰۰	St.MN
۲۸,۷۲۹	۳۰۰	-	۴۵۰	STC07
۲۷,۰۷۷	-	-	۳۸۰	STC08

مراجع

- [1] Cazes, Jack, ed. Analytical instrumentation handbook. CRC Press, 2004.
- [2] Sherma, Joseph. Thin Layer Chromatography. John Wiley & Sons, Ltd, 2006.
- [3] Sherma, Joseph, and Bernard Fried, eds. Handbook of thin-layer chromatography. Vol. 89. CRC press, 2003.
- [4] Flörke, O.W.; Graetsch, H.A.; Brunk, F.; Benda, L.; Paschen, S.; Bergna, H.E.; Roberts, W.O.; Welsh, W.A.; Libanati, C.; Ettinger, M.; Kerner, D.; Maier, M.; Meon, W.; Schmoll, R.; Gies, H.; Schiffmann, D.; 2008. Silica. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.
- [5] Iler, Ralph K. "The chemistry of silica." (1979): 83.
- [6] Bernhard, S.A.; The Preparation of Specific Adsorbents, J.A.C.S.; 74, 4946-48, 1952.
- [7] Kajihara, Koichi.; J. Asian Ceramic Societies 1.2, 121-133, 2013.

Construction of thin layer chromatography silica gel in a laboratory scale

E. Bakhtiari-Doust^{1,*}, E. Ardestani-Javadi², A.A. Ehteshami³, Q. Rakhshan⁴ and A. Karami⁵

1. MSc in Organic Chemistry, Department of Chemistry, Industrial Research Organization Sharif, Tehran, Iran
2. PhD in Organic Chemistry, Department of Chemistry, Industrial Research Organization Sharif, Tehran, Iran
3. Expert of Applied Chemistry, Department of Chemistry, Industrial Research Organization Sharif, Tehran, Iran
4. MSc in Occupational Health, Department of Chemistry, Industrial Research Organization Sharif, Tehran, Iran
5. MSc in Analytical Chemistry, Department of Chemistry, Industrial Research Organization Sharif, Tehran, Iran

Received: July 2015, Revised: August 2015, Accepted: September 2015

Abstract: Thin layer chromatography silica gel is used in a special chemical-physical properties. Particle size distribution, specific surface area, pore volume, and pore diameter of this type of silica gel are within the specified range. After reviewing scientific and industrial related literature, documents and sources, finally the so-called slurry method was selected as our route to prepare this kind of silica gel. According to our previous knowledge and experiences in the field of the silica, the silica gel product was prepared in laboratory scale in the Inorganic Chemistry Research Group. In this study initially, a well-known commercial silica gel sample named St.MN was characterized and considered as our evaluation criteria to evaluate our products. Then hydrogels were prepared in pH=9 via controlling temperature and reaction time in the range 80-85°C and 12-15 minutes, respectively. In the next steps, aging and washing, the hydrogel was more processed. At this stage at 30 minutes after coagulation time, the hydrogels stirring and washing at room temperature via pH=4-5; then the resulting hydrogels, curing and silica gel product was prepared. The characterization results such as determination of adsorption capacity, pH of 10% aqueous suspension, bulk density, porosimetry (BET), elemental analysis (XRF), particle size analysis (PSA) show that two of the prepared products, STC07 & STC08 have an acceptable quality in comparison with dose of St.MN compound. The results obtained from qualifying tests for the TLC plates built with STC07 & STC08 samples were similar to dose of obtained for St.MN plate.

Keywords: Silica gel, Thin layer, Chromatography, Hydrogel, Adsorbent