

_{โครงการ} การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การดัดแปรผิวนาโนซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและ ทองแดงสำหรับการดูดซับอาร์ซีเนต Modification of silica nanoparticles from rice husk with iron-copper oxides for arsenate adsorption

ชื่อนิสิต นางสาวชิดชนก โพธิ์ศรี ภาควิชา เคมี ปีการศึกษา 2559

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การดัดแปรผิวนาโนซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วย ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงสำหรับการดูดซับอาร์ซีเนต

Modification of silica nanoparticles from rice husk with iron-copper oxides for arsenate adsorption

โดย

นางสาวชิดชนก โพธิ์ศรี

รายงานนี้เป็นสวนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2559

โครงการ การดัดแปรผิวนาโนซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงสำหรับ การดูดซับอาร์ซีเนต

โดย นางสาวชิดชนก โพธิ์ศรี

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

(ศาสตราจารย์ ดร.วิทยา เรื่องพรวิสุทธิ์)

ประกฎ____ อาจารยที่ปรึกษา

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิชาติ อิ่มยิ้ม)

aino Ozlart กรรมการ

(อาจารย์ ดร.วิภาค อนุตรศักดา)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

วันที่ เดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2560

คุณภาพของการเขียนรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ 🗹 ดีมาก 🗌 ดี 🗌 พอใช้

ชื่อโครงการ	การดัดแปรผิวนาโนซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง			
	สำหรับการดูดซับอาร์ซีเนต			
ชื่อนิสิตในโครงการ	นางสาวชิดชนก โพธิ์ศรี	เลขประจำตัว 5633064623		
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิชาติ อิ่มยิ้	l		
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2559				

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ทำการเตรียมซิลิกาจากเถ้าแกลบ จากนั้นดัดแปรซิลิกาที่ได้ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับอาร์ซีเนตในน้ำเสีย พิสูจน์เอกลักษณ์ชิลิกาจากเถ้าแกลบด้วยเทคนิค FTIR, SEM, TEM, XRD, XRF, PSD และ N2 adsorption ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบเป็นซิลิกาอสัณฐานมีความบริสุทธิ์สูงถึง 97% ขนาดอนุภาคของซิลิกามีค่าประมาณ 52 ไมโครเมตร ปริมาตรของโพรงเท่ากับ 0.323 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม พื้นที่ผิวทั้งหมดคิดเป็น 671 ตารางเมตรต่อกรัม และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของโพรง 1.93 นาโนเมตร ซึ่งการ ดัดแปรซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบทำได้โดยนำซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มาตกตะกอนร่วมกับออกไซด์ของเหล็กและ ทองแดง และพิสูจน์เอกลักษณ์วัสดุที่ได้ด้วยเทคนิค SEM, EDS และ XRD สำหรับประสิทธิภาพในการกำจัดอาร์ซี เนตของตัวดูดซับที่สังเคราะห์ขึ้น พบว่าปริมาณอาร์ซีเนตสูงสุดที่ถูกดูดซับบนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ ของเหล็กและทองแดงมีค่าเท่ากับ 9.3 มิลลิกรัมต่อกรัม โดยกระบวนการดูดซับเกิดได้ดีภายใต้สภาวะพีเอซเท่ากับ 3 และใช้เวลาในการเข้าสู่สมดุลการดูดซับประมาณ 24 ชั่วโมง การเข้าสู่สมดุลเป็นไปตามจลนพลศาสตร์การดูดซับ แบบอันดับสองเทียม และไอโซเทิร์มการดูดซับเป็นไปตามสมดุลการดูดซับของแบบจำลองฟรุนดลิช และสามารถ ใช้ซิลิกาที่ดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงในการกำจัดอาร์ซีเนตในน้ำเสียตัวอย่างจริง



คำสำคัญ: การดูดซับ, อาร์ซีเนต, ออกไซด์ของเหล็กและทองแดง, ซิลิกา, เถ้าแกลบ

Project Title	Modification of silica nanoparticles from rice husk with iron-copper oxide			
	for arsenate adsorption			
Student Name	Miss Chidchanok Phosri	Student ID 5633064623		
Advisor Name	Assistant Professor Apichat	myim, Ph.D.		
Department of Che	emistry. Faculty of Science. Ch	nulalongkorn University, Academic Year 2016		

Abstract

In the research, silica particles were prepared from rice husk ash and then they were modified with iron-copper oxides for arsenate adsorption in wastewater. The prepared silica was characterized by FTIR, SEM, TEM, XRD, XRF, PSD and N₂ adsorption. The results exhibited that silica was amorphous and showed approximately 97% purity. Particles size of silica was about 52 µm. The surface area, pore volume, and pore diameters of silica are 671 m²/g, 0.323 cm³/g, and 1.93 nm, respectively. The modification of silica with iron-copper oxides was prepared by co-precipitation technique between silica and iron-copper oxides. The modified silica was characterized by SEM, EDS and XRD. For removal efficiency of arsenate by the modified adsorbent. The results exhibited that the maximum arsenate adsorption capacity is 9.3 mg/g at pH 3. The adsorption isotherm data gave better fit to the Freundlich model. Adsorption equilibrium time was 24 hours and kinetic data was fitted with pseudo-second-order kinetic model. Finally, the modified adsorbent was applied to remove arsenate from real wastewater samples with satisfactory results.



Keywords: adsorption, arsenate, iron-copper oxides, silica, rice husk ash

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ไม่สามารถประสบผลสำเร็จ หากไม่ได้รับความกรุณาอย่างสูงจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อภิชาติ อิ่มยิ้ม อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ซึ่งได้ให้ความรู้ คำแนะนำ และคำปรึกษาต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาในการ วิจัย ตลอดจนให้ความช่วยเหลือด้านอุปกรณ์และสารเคมีที่จำเป็นต้องใช้ในการทำวิจัย ผู้วิจัยจึงขอขอบพระคุณ เป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.วิทยา เรื่องพรวิสุทธิ์ และ อาจารย์ ดร.วิภาค อนุตรศักดา ที่กรุณา เสียสละเวลาอันมีค่าในการตรวจทานแก้ไขและเป็นกรรมการในการสอบครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ พี่ ๆ นิสิตปริญญาโทและปริญญาเอกในหน่วยวิจัยการวิเคราะห์เชิงสภาวะแวดล้อม (EARU) โดยเฉพาะพี่วริญธร ผาสุพันธ์ ที่ให้คำแนะนำในหลาย ๆ เรื่อง ช่วยเหลือในด้านอุปกรณ์และสารเคมีที่ เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนสนับสนุนโครงการการเรียน การสอนเพื่อเสริมประสบการณ์ ประจำปีการศึกษา 2559 และขอขอบพระคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การสนับสนุนงานวิจัยนี้ ให้ความอนุเคราะห์เรื่องสถานที่ เครื่องมือและอุปกรณ์ต่าง ๆ อำนวยความสะดวกตลอดการทำวิจัย



สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทยค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษง
กิตติกรรมประกาศจ
สารบัญฉ
สารบัญรูปซ
สารบัญตารางญ
บทที่ 1 บทนำ1
1.1 ความเป็นมาแล <mark>ะมูลเหตุจูงใจในการเสน</mark> อโครงการ1
1.2 แนวเหตุผลแล <mark>ะงานวิจัยที่เกี่</mark> ยวข้อง
1.3 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย
1.5 ประโยชน์ที่ได้จ <mark>า</mark> กการวิจัย
1.6 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง
บทที่ 2 การทดลอง
2.1 เครื่องมือที่ใช้ในก <mark>ารทด_{ิลอ}ง15</mark>
2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทด <mark>สอ</mark> ง16
2.3 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง
2.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง
2.5 การเตรียมรีเอเจนต์
2 .6 วิธีการ <mark>ทดลอง</mark> 17
บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง22
3.1 การสังเครา <mark>ะห์ซิ</mark> ลิกาจากเถ้าแกลบ22
3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ
3.3 การดัดแปรซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง
3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง
3.5 การศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับอาร์ซีเนตในสารละลายโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร
ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง

3.6 ศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออก	ไซด์ของเหล็กและทองแดงใน
น้ำตัวอย่างจริง	
บทที่ 4 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	40
4.1 สรุปผลการทดลอง	40
	41
เอกสารอ้างอิง	
ประวัติผ้วิจัย	46



สารบัญรูป

รูปที่ 1.1	กรดซิลิสิก (silicic acid)	5
รูปที่ 1.2	โครงสร้างของซิลิกา	6
รูปที่ 1.3	สปีชีส์ของอาร์ซีเนตที่พีเอชต่าง ๆ ของสารละลาย	7
รูปที่ 1.4	Type I Adsorption Isotherm	.12
รูปที่ 1.5	Type II Adsorption Isotherm	.12
รูปที่ 1.6	Type III Adsorption Isotherm	.13
รูปที่ 1.7	Type IV Adsorption Isotherm	.13
รูปที่ 1.8	Type V Adsorption Isotherm	.14
รูปที่ 3.1	้เถ้าแกลบ (a) สาร <mark>ละลายโซเดียมซิลิเกตก่อน</mark> (b) และหลังการสะเทินกับกรดไฮโดรคลอริก (C) ซิลิ	กา
	ที่เตรียมจากเถ้าแก <mark>ลบก่อนบด (d) และหลังบ</mark> ด (e)	22
รูปที่ 3.2	IR Spectrum ของเถ้าแกลบ (a) และซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ (b)	23
ู้ รูปที่ 3.3	ภาพถ่ายจากกล้อง <mark>จุล</mark> ทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบที่กำลังขยาย	(a)
-	80,000 เท่า และ (b) <mark>100,000 เท่า</mark>	24
รูปที่ 3.4	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทร <mark>รศน์แบบส่องผ่าน (TEM)</mark> ของซิ <mark>ลิกาที่เตรียม</mark> จากเถ้าแกลบ	.24
รูปที่ 3.5	XRD patterns ของเถ้าแกล <mark>บ (a)</mark> แล <mark>ะ ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ</mark> (b)	25
รูปที่ 3.6	Particle size distribution ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	.26
รูปที่ 3.7	Nitrogen adsorption desorption isotherm ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	27
รูปที่ 3.8	BJH pore size distribution ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	28
รูปที่ 3.9	ชิลิกาที่ผ่าน <mark>การดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงก่อนบด (a) และ</mark> หลังบด (b)	29
รูปที่ 3.10	ภาพถ่ายจา <mark>กกล้</mark> องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบผ่านการดัดแง	ไร
	้ด้วยออกไซด์ขอ <mark>งเห</mark> ล็กและทองแดงที่กำลังขยาย (a) 80,000 เท่า และ (b) 100,000 เท่า	29
รูปที่ 3.11	้ภาพถ่าย EDS elemental mapping ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบผ่านการดัดแปรด้วยออกไซ	ับด์
	ของเหล็กและทองแดง	30
รูปที่ 3.12	XRD patterns (a) ของออกไซด์ของเหล็กและทองแดง และ (b) ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วย	
	ออกไซด์ของเหล็กและทองแดง	31
รูปที่ 3.13	ความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH และ ประสิทธิภาพการดูดซับ (%adsorption) ของอาร์ซีเนต	32
รูปที่ 3.14	ความสัมพันธ์ระหว่างเวลา (ชั่วโมง) และประสิทธิภาพการดูดซับ (% adsorption) ของอาร์ซีเนต	.33

ൃ

รูปที่ 3.15	จลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-first-order แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าเวลา (ชั่วโม	গ)
	และค่า log(q _e -q _t) ของอาร์ซีเนต	34
รูปที่ 3.16	จลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-second-order แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าเวลา (จ้	ู่ไมง)
	และ ค่า t/q_t (นาที-กรัมต่อมิลลิกรัม) ของอาร์ซีเนต	34
รูปที่ 3.17	ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของอาร์ซีเนตที่ถูกดูดซับที่สมดุล (มิลลิกรัมต่อลิตร)	
	และ ค่าปริมาณการดูดซับของอาร์ซีเนต (มิลลิกรัมต่อกรัม)	35
รูปที่ 3.18	ไอโซเทิร์มการดูดซับอาร์ซีเนตบนซิล <mark>ิกาที่ผ่านการดัด</mark> แปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง ส	ร้าง
	ตามความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงข <mark>องแบบจำลองแลงเมียร์</mark>	36
รูปที่ 3.19	ไอโซเทิร์มการดูดซับอาร์ <mark>ซีเนตบนซิลิกาที</mark> ่ผ่านการดั <mark>ดแปรด้วย</mark> ออกไซด์ของเหล็กและทองแดง ส	สร้าง
-	ตามความสัมพันธ์เชิงเ <mark>ส้นตรงของแบบ</mark> จำล <mark>อง</mark> ฟรุนดลิช	37
รูปที่ 3.20	น้ำเสียตัวอย่างจาก <mark>แหล่งที่ 1(a), 2(b)</mark> แล <mark>ะ 3</mark> (c)	38



สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง1	5
ตารางที่ 2.2	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง1	6
ตารางที่ 3.1	ชนิดและปริมาณของธาตุในเถ้าแกลบและซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	26
ตารางที่ 3.2	พื้นที่ผิว ปริมาตรของโพรงและขนา <mark>ดโพรงของซิลิกาที่เตร</mark> ียมจากเถ้าแกลบ	28
ตารางที่ 3.3	ตัวแปรของจลนพลศาสตร์ก <mark>ารดูดซับแบบ Pseudo-first-order</mark> และ Pseudo-second-order3	35
ตารางที่ 3.4	ตัวแปรของไอโซเทิร์มการดูดซับของแบบจำลองแลงเม <mark>ียร์และแบ</mark> บจำลองฟรุนดลิซ	37
ตารางที่ 3.5	แสดงปริมาณความเข้มข้นของอาร์ซีเนตทั้งก่ <mark>อน</mark> และหลังผ่านการดูดซับด้วยซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วย	
	้ออกไซด์ของเหล็กแ <mark>ละทองแดงและ</mark> ประสิทธ <mark>ิภา</mark> พการดูดซับ (%adsorption) ในน้ำตัวอย่างจริง3	38



บทที่ **1**

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจ

ในปัจจุบันพบปัญหาการปนเปื้อนของสารหนูหรืออาร์เซนิกในแหล่งน้ำจำนวนมาก โดยสาเหตุการ ปนเปื้อนของสารหนูมาจากอุตสาหกรรมการทำเหมืองแร่ ปุ๋ย ยาฆ่าแมลง กระจกและการผลิตเซรามิก [1] ที่ปล่อย น้ำเสียลงสู่แหล่งน้ำและพื้นดิน สารหนูที่ปนเปื้อนอยู่ในน้ำที่เสถียรมี 2 รูปแบบ คือ อาร์เซไนต์ (As(III)) และอาร์ซี เนต (As(V)) หากร่างกายได้รับสารหนูในปริมาณมากหรือมีการสะสมในร่างกาย จะส่งผลเสียต่อสุขภาพโดยจะทำ ให้เกิดโรคมะเร็งของปอด ผิวหนัง ไต ดับ และทำลายการทำงานของระบบหัวใจ หลอดเลือดและประสาท [2] ซึ่ง องค์การอนามัยโลกกำหนดระดับการปนเปื้อนสูงสุดของสารหนูในน้ำดื่มเท่ากับ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร [3] การ กำจัดสารหนูออกจากแหล่งน้ำจึงเป็นเรื่องสำคัญ ในปัจจุบันมีกำจัดสารหนูหลากหลายวิธี ตัวอย่างเช่น การ แลกเปลี่ยนไอออน [4] กระบวนการนาโนฟิลเทรชัน [5] การออสโมซิสผันกลับ [6] การตกตะกอนโดยใช้สารเคมี [7] และการดูดซับ ซึ่งการดูดซับเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลายมากที่สุดเนื่องจากมีประสิทธิภาพในการกำจัดสูง มี ต้นทุนต่ำและเป็นวิธีที่ง่ายสามารถใช้ได้ในบ้านเรือนตลอดจนอุตสาหกรรมขนาดใหญ่

ในการดูดซับอาร์ซีเนต มีการใช้ตัวดูดซับหลากหลาย เช่น เหล็ก แอกติเวเตดอะลูมินา โพลิเมอร์ไฮบริด ออกไซด์ของแมงกานีส ไฮดรอกไซด์ของอะลูมิเนียมและเหล็ก [8] เป็นต้น แต่ตัวดูดซับที่กล่าวมาข้างต้นนี้มักมีราคา สูง สังเคราะห์ได้ยาก บางชนิดไม่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้หรือใช้แล้วเป็นการเพิ่มของเสีย ไม่เป็นมิตรต่อ สิ่งแวดล้อม ดังนั้นตัวดูดซับที่มีราคาถูก เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีประสิทธิภาพสูงจึงเป็นที่ต้องการในปัจจุบัน ตัวดูดซับที่ได้จากวัสดุทางธรรมชาติอย่างเถ้าแกลบจึงเป็นหนึ่งในตัวเลือกที่น่าสนใจ [9]

แกลบข้าวหรือแกลบถูกมองว่าเป็นของเหลือใช้ทางการเกษตร ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการสีข้าว ในปีหนึ่ง ๆ มีปริมาณแกลบสูงถึงประมาณ 2.9 × 10⁷ ตันทั่วโลก [10] การใช้ประโยชน์จากแกลบวิธีหนึ่งคือการใช้เป็น เชื้อเพลิง ซึ่งแกลบจะให้ปริมาณขี้เถ้าหรือเถ้าแกลบสูงกว่าปกติถึง 20% เมื่อเทียบกับเชื้อเพลิงชีวมวลอื่น ๆ โดยใน เถ้าแกลบจะมีซิลิกามากถึง 92-95% ในปัจจุบันนิยมนำซิลิกามาปรับปรุงให้อยู่ในระดับนาโนเมตรเพื่อเพิ่ม ประสิทธิภาพในการทำงาน เนื่องจากนาโนซิลิกาเป็นอนุภาคที่มีรูพรุนและพื้นที่ผิวสูงเป็นผลให้นาโนซิลิกามี ประสิทธิภาพในการดูดซับมาก [11] แต่เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับอาร์ซีเนต มากยิ่งขึ้นกระบวนการดัด แปรผิวของนาโนซิลิกาจึงถูกนำมาใช้ โดยนิยมดัดแปรผิวของนาโนซิลิกาด้วยออกไซด์ของโลหะต่าง ๆ เช่น เหล็ก ไททาเนียม แมกนีเซียม เซอร์โคเนียม และทองแดง เป็นต้น จากโลหะที่กล่าวมาข้างต้นมีการศึกษาออกไซด์ของ เหล็กมากที่สุดเนื่องจากมีประสิทธิภาพในการดูดซับอาร์ซีเนต มีต้นทุนต่ำ และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โลหะอีก ชนิดที่น่าสนใจคือทองแดงเนื่องจากมีประสิทธิภาพในการดูดซับอาร์ซีเนตสูงในช่วงความเป็นกรดเบสที่แตกต่างจาก เหล็ก [12] จึงเป็นเหตุจูงใจให้ผู้วิจัยสนใจการดัดแปรผิวนาโนซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็ก และทองแดงเพื่อการดูดซับอาร์ซีเนตในแหล่งน้ำต่าง ๆ

1.2 แนวเหตุผลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ชิลิกาถูกใช้เป็นสารตั้งต้นในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เช่น เซรามิก ยาง ตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวดูดซับ แต่เนื่องจากซิ ลิกาที่สังเคราะห์ได้จากสารเคมี มีราคาค่อนข้างสูง ขั้นตอนการสังเคราะห์ทำได้ยากและไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นซิลิกาที่ได้จากวัสดุทางธรรมชาติอย่างเถ้าแกลบ จึงเป็นหนึ่งในตัวเลือกที่น่าสนใจ เนื่องจากเป็นวัสดุเหลือใช้ ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีประสิทธิภาพในการดูดซับที่ดี นอกจากนี้ยังมีการรายงานเกี่ยวกับการแยกซิลิกาใน เถ้าแกลบมาใช้งานด้วยวิธีที่หลากหลาย

Jing และคณะ [13] ทำการศึกษาการสกัดซิลิกาจากแกลบข้าวด้วยระบบฟลูอิไดซ์เบด (fluidized bed) ผ่านการเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิ 700-800 องศาเซลเซียส โดยเถ้าแกลบและแกลบข้าวที่ผ่านกระบวนการเผาไหม้ ถูกพาเข้าสู่ส่วนที่สอง ในส่วนที่สองนี้จะเป็นการนำแกลบข้าวที่ยังผ่านการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์กลับมาเผาอีกครั้ง เพื่อให้ได้เถ้าแกลบที่ผ่านกระบวนการเผาไหม้จนสมบูรณ์ในปริมาณที่มากขึ้น จากนั้นนำเถ้าแกลบที่ได้เข้าสู่ กระบวนการกำจัดสารปนเปื้อนชนิดอื่นออกโดยการล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกและกำจัดกากคาร์บอนด้วยการคั่ว (roasting) จะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์มากถึง 98% และมีพื้นที่ผิวเท่ากับ 110 ตารางเมตรต่อกรัม

Liou [14] ศึกษาการสกัดซิลิกาจากแกลบด้วยวิธีการสลายตัวด้วยความร้อนแบบนอนไอโซเทอร์มอล (nonisothermal decomposition) ในบรรยากาศที่มีออกซิเจน พบว่าแกลบที่ถูกกำจัดสารปนเปื้อนชนิดอื่นโดย การล้างด้วยกรดก่อนนำไปเผา ให้ประสิทธิภาพในการกำจัดสารปนเปื้อนที่ดีกว่าน้ำ ปริมาตรรูพรุนจะเพิ่มขึ้นเมื่อ ลดอัตราการให้ความร้อนในการเผาไหม้ โดยซิลิกาที่ได้จะมีพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาคเท่ากับ 235 ตารางเมตรต่อ กรัม 60 นาโนเมตร ตามลำดับ และมีเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเท่ากับ 5.4 นาโนเมตร

Yalcin และ Sevinc [15] ศึกษาการใช้กรดและด่างในกระบวนการปรับสภาพแกลบก่อนและหลังการเผา ที่อุณหภูมิสูงด้วยสารเคมี (chemical treatment) โดยทำการรีฟลักซ์เปรียบเทียบชนิดของกรดและเบสก่อนนำไป เผา ได้แก่ กรดไฮโดรคลอริก 3% กรดซัลฟิวริก 10% และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 3% หลังจากการเผา ไหม้ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทำการเปรียบเทียบซิลิกาที่ผ่านการล้างและไม่ผ่านการล้างด้วยกรดไฮโดรคลอ ริก พบว่าซิลิกาที่ให้พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงที่สุดคือซิลิกาที่ได้จากการล้างแกลบด้วยกรดไฮโดรคลอริก 3% โดยซิลิกาที่ได้มีความบริสุทธิ์มากถึง 99.66% มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 321 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.030 ถึง 100 ไมโครเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเท่ากับ 4.5 ไมโครเมตร นอกจากนี้ปริมาตรรูพรุน ของซิลิกาจะมีค่าเท่ากับ 4.7297 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม

Jaroenworaluck และคณะ [16] ศึกษาการสังเคราะห์นาโนซิลิกาจากเถ้าแกลบผ่านกระบวนการโซลเจล พบว่าปัจจัยที่ส่งผลต่อพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดอนุภาค โดยการรีฟลักซ์เถ้าแกลบด้วยสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 9 ชั่วโมง และเจือจางด้วยน้ำ จากนั้นนำไปสะเทินด้วยกรดซัลฟิวริกจะได้ซิลิกา และล้างซิลิกา ด้วยน้ำเพื่อกำจัดเกลือโซเดียมซัลเฟตออก พบว่าซิลิกาที่ได้มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 273.4 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรู พรุนและขนาดอนุภาคเท่ากับ 10.57 นาโนเมตรและ 19.8 นาโนเมตร ตามลำดับ

Liou และ Yang [9] ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์นาโนซิลิกาที่สกัดจากเถ้าแกลบด้วย สารละลายเบส โดยเปรียบเทียบความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากการละลายซิลิกาในเถ้าแกลบ ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ 0.15 โมลต่อลิตร จากนั้นทำการ เปรียบเทียบชนิดของกรดที่ใช้ในการสะเทินสารละลายโซเดียมซิลิเกตคือ กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริก กรดซิ ตริก และกรดออกซาลิค พบว่ากรดไฮโดรคลอริกให้ซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมากกว่ากรดชนิดอื่น พีเอช ที่เหมาะสมในการเกิดนาโนซิลิกาเท่ากับ 3 อุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 50 °C เวลาที่เหมาะสมคือ 12 ชั่วโมง นาโนซิลิ กาที่ได้มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนเท่ากับ 634 ตารางเมตรต่อกรัม และ 0.811 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ตามลำดับ

การกำจัดอาร์ซีเนตในน้ำเสียโดยวิธีการดูดซับเป็นวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลายมากที่สุดเนื่องจากมี ประสิทธิภาพในการกำจัดสูง มีต้นทุนต่ำและเป็นวิธีที่ง่าย โดยมีงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการดูดซับอาร์ซีเนตด้วยตัว ดูดซับที่หลากหลาย เช่น

Loeppert และคณะ [17] ศึกษาการดูดซับอาร์เซไนต์และอาร์ซีเนต บนตัวดูดซับออกไซด์ของเหล็ก พบว่า ออกไซด์ของเหล็กที่สังเคราะห์ได้มีสูตรโครงสร้างคือ Fe₂O₃.nH₂O (Ferrihydrite) พีเอชที่เหมาะสมในการดูดซับ เท่ากับ 4.6 ซึ่งในช่วงพีเอชนี้อาร์ซีเนตจะอยู่ในรูปของ H₂AsO₄- การดูดซับเกิดผ่านการยึดเหนี่ยวกันด้วยไฟฟ้าสถิต นอกจากนี้จลนพลศาสตร์การดูดซับของอาร์ซีเนตเป็นแบบ parabolic diffusion และไอโซเทิร์มการดูดซับเป็นไป ตามแบบจำลองแลงเมียร์

Reddy และ Martinson [18] ทำการศึกษาการดูดซับอาร์เซไนต์และอาร์ซีเนตด้วยอนุภาคขนาดนาโน ของออกไซด์ของทองแดง พบว่าออกไซด์ของทองแดงที่สังเคราะห์ได้มีสูตรโครงสร้างคือ Cu₂Cl(OH)₃ (paratacamite) มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 85 ตารางเมตรต่อกรัม และอนุภาคขนาดนาโนของออกไซด์ของทองแดงมีขนาด เท่ากับ 12 ถึง 18 นาโนเมตร พีเอชที่เหมาะสมในการดูดซับอาร์ซีเนตเป็นช่วงกว้างตั้งแต่พีเอช 6 ถึง 10 และการ ดูดซับอาร์ซีเนตจะเข้าสู่สมดุลเมื่อเวลาผ่านไป 30 นาที ส่วนไอโซเทิร์มการดูดซับเป็นไปตามแบบจำลองแลงเมียร์ และปริมาณการดูดซับของอาร์ซีเนตด้วยอนุภาคขนาดนาโนของออกไซด์ของทองแดงเท่ากับ 22.6 มิลลิกรัมต่อกรัม

Zhang และคณะ [19] ศึกษาการดูดซับฟอสเฟตในสารละลายด้วยอนุภาคขนาดนาโนของออกไซด์ของ เหล็กและทองแดง พบว่าอัตราส่วนระหว่างเหล็กต่อทองแดงที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ออกไซด์ของเหล็กและ ทองแดงเพื่อการดูดซับฟอสเฟตคือ 2 ต่อ 1 และพีเอชที่เหมาะสมในการดูดซับเท่ากับ 5 ซึ่งในช่วงพีเอชนี้ฟอสเฟต จะอยู่ในรูปของ H₂PO₄- การดูดซับเกิดผ่านกลไกการแลกเปลี่ยนลิแกนด์และการยึดเหนี่ยวกันด้วยไฟฟ้าสถิต จลนพลศาสตร์การดูดซับเป็นแบบอันดับสองเทียม (Pseudo-second-order) และไอโซเทิร์มการดูดซับเป็นไปตาม แบบจำลองแลงเมียร์ ปริมาณการดูดซับของฟอสเฟตในสารละลายด้วยอนุภาคขนาดนาโนของออกไซด์ของเหล็ก และทองแดงเท่ากับ 39.8 มิลลิกรัมต่อกรัม ซึ่งฟอสเฟตที่ช่วงการแตกตัวในพีเอชต่าง ๆ ใกล้เคียงกับอาร์ซีเนต

จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังกล่าว จึงเป็นเหตุผลให้ทางคณะผู้วิจัยมีความสนใจที่จะนำเถ้าแกลบเหลือทิ้งมา ใช้ให้เกิดประโยชน์ในการใช้เป็นตัวดูดซับที่ได้จากวัสดุทางธรรมชาติเพื่อกำจัดอาร์ซีเนตออกจากน้ำเสีย โดยการนำ เถ้าแกลบมาสังเคราะห์เป็นนาโนซิลิกาแล้วดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการ กำจัดอาร์ซีเนตออกจากน้ำเสีย นอกจากนี้เป็นการลดปัญหามลภาวะทางสิ่งแวดล้อมที่เกิดจากการใช้ตัวดูดซับที่ ย่อยสลายได้ยากในปัจจุบันด้วย

1.3 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ
- 2. ดัดแปรซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง
- สึกษาการดูดซับอาร์ซีเนตในน้ำเสียโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง

1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ จากนั้นนำมาผ่านกระบวนการดัดแปรผิวด้วยออกไซด์ ของเหล็กและทองแดงเพื่อนำไปใช้เป็นตัวดูดซับอาร์ซีเนตในน้ำเสีย ศึกษาปัจจัยและสภาวะที่เหมาะสมที่ส่งผลต่อ ประสิทธิภาพในการดูดซับอาร์ซีเนตของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรผิวด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงในระบบ แบทซ์ และศึกษาการใช้ประโยชน์จริงในการใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงดูดซับ อาร์ซีเนตในน้ำเสียตัวอย่างจริง

1.5 ประโยชน์ที่ได้จากการวิจัย

ได้ซิลิกาที่ดัดแปรผิวด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงที่มีความสามารถในการดูดซับอาร์ซีเนต

1.6 ทฤษฏีที่เกี่ยวข้อง

1.6.1 แกลบและเถ้าแกลบ [20]

แกลบหรือเปลือกข้าวเป็นส่วนนอกสุดของเมล็ดข้าวทำหน้าที่ป้องกันและครอบคลุมด้านนอก ทั้งหมด แกลบเป็นวัสดุเหลือทิ้งที่ได้จากกระบวนการสีข้าวโดยเมื่อสีเอาชั้นแกลบออกจะได้ข้าวกล้อง แกลบจะมีน้ำหนักประมาณ 28% ของข้าวเปลือก องค์ประกอบทางเคมีของแกลบจะแตกต่างกันไปใน สภาพภูมิศาสตร์และภูมิอากาศ โดยส่วนใหญ่จะประกอบด้วยคาร์บอนและซิลิกา ซึ่งซิลิกาในแกลบได้มา จากการดูดซึมกรดซิลิสิก (silicic acid) จากดินผ่านทางรากของข้าวและนำสะสมในชั้นผนังเซลล์เพื่อเพิ่ม ความแข็งแรง

HO OH รูปที่ 1.1 กรดซิลิสิก (silicic acid)

ส่วนใหญ่แกลบจะถูกนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงเนื่องจากสามารถให้พลังงานจากการเผาไหม้ได้ใกล้เคียงกับไม้ จึงสามารถนำมาทดแทนเชื้อเพลิงจากไม้ได้เป็นอย่างดี หลังจากการใช้แกลบเป็นเชื้อเพลิงแล้วจะได้เถ้า แกลบออกมาซึ่งมีปริมาณสูงมากเมื่อเทียบกับปริมาณเถ้าของเชื้อเพลิงชีวมวลชนิดอื่น ๆ โดยแกลบจะให้ ปริมาณเถ้าออกมาประมาณ 20% ของแกลบ องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบมีปริมาณซิลิกามากถึง 92-95% เถ้าแกลบมีสมบัติเป็นฉนานกันความร้อนที่ดี มีจุดหลอมเหลวสูง มีความพรุน มีน้ำหนักเบาและ มีพื้นที่ผิวภายนอกสูงมาก เนื่องจากเถ้าแกลบมีราคาถูกและหาง่าย หลายอุตสาหกรรมจึงนำเถ้าแกลบไป ใช้ประโยชน์ ตัวอย่างเช่น อุตสาหกรรมโลหะ อุตสาหกรรมซีเมนต์และคอนกรีต อุตสาหกรรมการผลิตอิฐ ทนไฟ สารปรับปรุงดิน และบางอุตสาหกรรมนำไปใช้เป็นตัวดูดซับในกระบวนการบำบัดน้ำเสีย

1.6.2 ซิลิกา [21]

ซิลิกาเป็นโครงสร้างร่างแหของกรดซิลิสิก (silicic acid) มีสูตรทางเคมีเป็น SiO₂.nH₂O โดยจะมี การจัดเรียงตัวของซิลิคอนและออกซิเจนเป็นแบบทรงเหลี่ยมสี่หน้า (tetrahedral) ผิวของซิลิกาจะ ประกอบไปด้วยหมู่ silanol (Si-OH) หรือหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวซิลิกาและพันธะ siloxane (Si-O-Si) ซึ่งมี ขั้วมาก ทำให้ซิลิกามีคุณสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) ซิลิกามีรูพรุนจำนวนมากและมีพื้นที่ผิวสูง มีความ คงตัวทางเคมีและมีความเสถียร ไม่ทำปฏิกิริยากับสารอื่น ซิลิกาจึงถูกนิยมนำไปใช้เป็นวัสดุในการดูดซับ หรือเป็นตัวรองรับสารชนิดอื่นเพื่อใช้ในการดูดซับหรือเร่งปฏิกิริยา โดยทั่วไปการดูดซับบนซิลิกาจะเป็น การดูดซับทางกายภาพเกิดผ่านแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der waals) หรือพันธะไฮโดรเจน (H-bond)



รูปที่ 1.2 โครงสร้างของซิลิกา [22]

ซิลิกาแบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ ซิลิกาผลึก (crystalline silica) เป็นซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครง สร้างอย่างเป็นระเบียบ มีการจัดเรียงรูพรุนอย่างมีระเบียบ และซิลิกาอสัญฐาน (amorphous silica) เป็น ซิลิกาที่มีการจัดเรียงกันแบบไม่เป็นโครงร่างผลึก มีขนาดรูพรุนกระจายในช่วงกว้าง

1.6.3 ออกไซด์ของเหล็กและทองแดง (iron-copper oxides) [23]

ออกไซด์ของเหล็กและออกไซด์ของทองแดงเป็นสารประกอบที่มีหมู่ฟังก์ชันหลายชนิด เช่น ไฮดรอกไซด์ (-OH) ออกซีไฮดรอกไซด์ (-OOH) และออกไซด์ ทำให้มีประจุบนพื้นผิวจำนวนมาก จึง สามารถนำไปใช้ในการดูดซับสารที่มีประจุได้ โดยออกไซด์ของเหล็กและออกไซด์ของทองแดงจะมี โครงสร้างแตกต่างกันไปตามการบรรจุออกซิเจนและไฮดรอกไซด์ในช่องเตตระฮีดรัลและช่องออกตะฮีดรัล เช่น ferrihydrite (Fe₂O₃.H₂O) hematite (α -Fe₂O₃) paratacamite [Cu₂(OH)₃CI] malachite [Cu₃(CO₃)₂(OH)₂] และ cuprite (Cu₂O)

1.6.4 อาร์ซีเนต [24,25]

อาร์เซนิกหรือสารหนูที่ปนเปื้อนอยู่ในแหล่งน้ำที่เสถียรมี 2 รูปแบบ คือ อาร์เซไนต์ (As(III)) และ อาร์ซีเนต (As(V)) โดยส่วนใหญ่จะพบอาร์เซนิกในแหล่งน้ำอยู่ในรูปของอาร์ซีเนตมากที่สุด ซึ่งมีอยู่ใน หลายสปีชีส์ขึ้นอยู่กับค่าพีเอชของสารละลายดังรูปที่ 1.3



้ร**ูปที่ 1.3** สปีชีส์ของอาร์ซี<mark>เนต</mark>ที่พีเอชต่าง ๆ ของสารละลาย [26]

$H_3AsO_4 \rightarrow$	$H^+ + H_2AsO_4^-$	pK _{a1} = 2.2	(1.1)
$H_2AsO_4 \rightarrow$	H ⁺ + HAsO4 ²⁻	$pK_{a2} = 6.97$	(1.2)
$HAsO_4^2 \rightarrow$	H^+ + AsO ₄ ³⁻	рК _{а3} = 11.53	(1.3)

สมการที่ 1.1, 1.2 และ 1.3 <mark>แสดงการแตกตัวของกรดอาร์เซนิก 3</mark> ขั้นตอน ในธรรมชาติจึงพบอาร์ซีเนตอยู่ 4 สปีชีส์ (species) คือ H₃AsO₄, H₂AsO₄⁻, HAsO₄²⁻ และ AsO₄³⁻

การสัมผัสกับสารหนูหรือได้รับสารหนูเข้าร่างกายอาจทำให้เกิดผลกระทบต่อสุขภาพที่ได้ หลากหลาย เช่น ทำให้เกิดโรคมะเร็งของปอด ผิวหนัง ไต ตับ และทำลายการทำงานของระบบหัวใจ หลอดเลือดและประสาท ซึ่งองค์การอนามัยโลกกำหนดระดับการปนเปื้อนของสารหนูในน้ำดื่มไม่เกิน 10 ไมโครกรัมต่อลิตร

1.6.5 การดูดซับ

1.6.5.1 การดูดซับทางกายภาพ

การดูดซับทางกายภาพ (physisorption) [27] คือการดูดซับที่เกิดขึ้นผ่านแรงที่เกี่ยวข้องคือแรง ระหว่างโมเลกุล หรือ แรงแวนเดอร์วาลส์ (van der waals) ซึ่งเกิดจากการรวมแรง 2 ชนิด คือ แรง กระจาย (London dispersion force) และแรงไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) คุณลักษณะของการ ดูดซับทางกายภาพ ได้แก่

- เป็นปรากฏการณ์ที่เป็นลักษณะทั่วไปและเกิดขึ้นในระบบของแข็งกับแก๊สหรือของเหลวใด ๆ แม้ว่าจะมีแรงกระทำระหว่างโมเลกุลมาเกิดขึ้นร่วมด้วย ซึ่งเกิดขึ้นจากสมบัติเฉพาะของตัวดูด ซับและตัวถูกดูดซับ
- การรบกวนของการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานภายในหรือ electronic state ของตัวดูดซับ และตัวถูกดูดซับเกิดขึ้นได้น้อย
- คุณสมบัติของสารถูกดูดซับยังคงเหมือนเดิมเมื่อถูกดูดซับบนผิวตัวดูดซับแล้วและจะไม่ถูก
 เปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีเมื่อเกิดการหลุดออกจากตัวดูดซับ (desorption)
- การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานการคายความร้อนค่อนข้างน้อย เนื่องจากความร้อนของการดูด
 ซับจะแปรผันตรงกับความแรงของอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นในการดูดซับ การดูดซับประเภทนี้จะเกิด
 ได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ
- การดูดซับเกิดขึ้นที่ผิวของตัวดูดซับได้โดยตรงและสามารถเกิดการดูดซับได้หลายชั้น (multilayer adsorption)

1.6.5.2 การดูดซับทางเคมี

การดูดซับทางเคมี (Chemisorption) [27] เกิดขึ้นเมื่อตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับทำปฏิกิริยาเคมี กัน ซึ่งส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของตัวถูกดูดซับเดิม คือมีการทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่าง อะตอมเดิมแล้วมีการจัดเรียงอะตอมไปเป็นสารประกอบใหม่ขึ้น โดยมีพันธะเคมีซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรง คุณลักษณะของการดูดซับทางเคมี ได้แก่

- เป็นปรากฏการณ์ที่มีความจำเพาะเจาะจงทางเคมี
- คุณสมบัติทางเคมีของตัวถูกดูดซับอาจเปลี่ยนแปลงได้ เนื่องจากเกิดการแตกตัวเมื่ออยู่บนผิว ของตัวดูดซับหรือการเกิดปฏิกิริยาบนผิวตัวดูดซับ จะมีการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีเมื่อ เกิดการหลุดออกจากตัวดูดซับ การดูดซึมทางเคมีนี้เป็นกระบวนการที่ไม่สามารถผันกลับได้
- การดูดซับประเภทนี้ต้องการพลังงานกระตุ้น ทำให้ความร้อนของการดูดซับมีค่าสูง
- การดูดซับประเภทนี้เป็นได้ทั้งกระบวนการคายความร้อนหรือดูดความร้อน ขึ้นอยู่กับชนิดของ
 ตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ

การดูดซับประเภทนี้จะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) เนื่องจากเกิดการดูดซับผ่าน
 พันธะเคมีบริเวณหมู่ฟังก์ชันของตัวดูดซับเท่านั้น

1.6.5.3 ขั้นตอนการดูดซับ

กลไกการดูดซับเกี่ยวข้องกับการถ่ายโอนมวลหรือการแพร่ของสารละลายไปสู่ตัวดูดซับซึ่ง สามารถแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ [21]

- 1. Film diffusion หรือ external diffusion คือการที่โมเลกุลของสารถูกดูดซับเคลื่อนที่ไปยัง ผิวหน้าของตัวดูดซับ และผ่านชั้นฟิล์มของเหลวบนตัวดูดซับเข้าสู่พื้นผิวของตัวดูดซับ
- 2. Internal diffusion หรือ intraparticle diffusion คือเป็นการแพร่ของโมเลกุลสารถูกดูดซับ เข้าไปในโพรงหรือช่องว่างภายในของตัวดูดซับ
- 3. Mass action คือการเกิดการดูดซับของสารหรือการหลุดออกของสารจากหมู่แอคทีฟบนผิว ของตัวดูดซับ

1.6.5.4 จลนพลศา<mark>สตร์การดูดซับ</mark>

การศึกษาจลนพลศาสตร์การดูดซับ (adsorption kinetics) [28] เป็นการศึกษาเพื่อให้ทราบว่า อัตราการดูดซับเกิดขึ้นเร็วหรือช้าและทำให้ทราบว่าขั้นตอนไหนเป็นขั้นกำหนดอัตราการดูดซับ (rate determining step) แบบจำลองจลนพลศาสตร์ที่ใช้อธิบายการดูดซับที่ผิวของสารดูดซับมีดังนี้

1.6.5.4.1 แบบจ<mark>ำลองจ</mark>ลนพ<mark>ลศาสตร์อันดับ</mark>หนึ่ง

สมมติฐานจลนพลศาสตร์การดูดซับเป็นแบบอันดับหนึ่งเทียม (Pseudo-first-order) คืออัตรา การดูดซับที่เกิดขึ้นเป็นสัดส่วนกับจำนวนพื้นผิวที่ว่างของตัวดูดซับ ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสมการ อัตราเร็วอันดับหนึ่งเป็นดังนี้

$$\log(\mathbf{q}_{e} - \mathbf{q}_{t}) = \log \mathbf{q}_{e} - \frac{\mathbf{k}_{1}}{2.303} \mathbf{t}$$

(1.4)

เมื่อ

 $\mathbf{q}_{t} = \mathbf{U}$ ริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (mg/g) ณ เวลา t (min)

 \mathbf{q}_{e} = ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (**mg/g)** ณ สมคุล

 k_1 = Pseudo-first-order rate constant (min⁻¹)

เมื่อพลอตกราฟระหว่าง log (q_e-q_t) กับ t จะได้กราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงจลนพลศาสตร์การดูดซับ แบบ Pseudo-first-order มีจุดตัดแกน log (q_e-q_t) เป็น log q_e และความชันนำมาหาค่า k₁ ได้

1.6.5.4.2 แบบจำลองจลนพลศาสตร์อันดับสอง

สมมติฐานจลนพลศาสตร์การดูดซับเป็นแบบอันดับสองเทียม (**Pseudo-second-order)** คือ ขั้นตอนควบคุมอัตราการดูดซับอาจเป็นขั้นตอนที่มีการดูดซับทางเคมีที่เกิดผ่านการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน ระหว่างสารที่ถูกดูดซับและตัวดูดซับ ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของสมการอัตราเร็วอันดับสองเป็นดังนี้

$$\frac{\mathbf{t}}{\mathbf{q}_{\mathbf{t}}} = \frac{1}{\mathbf{k}_2 \mathbf{q}_{\mathbf{e}}^2} + \frac{\mathbf{t}}{\mathbf{q}_{\mathbf{e}}}$$
(1.5)

เมื่อ

qt = ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (mg/g) ณ เวลา t (min)

qe = ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบ<mark>น</mark>ตัวดูดซับ (mg/g) ณ สมดุล

k₂ = Pseudo-second-order rate constant (g/mg.min)

เมื่อพลอตกราฟระหว่าง **t/q_t กับ t** จะได้กราฟ<mark>ควา</mark>มสัมพันธ์เชิงเส้นตรงจลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-second-order มีจุดตัดแกน t/q_t เป็น 1/k₂q_e² และค่าความชันนำมาหาค่า q_e ได้

1.6.5.5 ไอโซเทิร์มข<mark>องการดูดซับ</mark>

ไอโซเทิร์มของการดูดซับ (adsorption isotherm) [29] เป็นการพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่าง ของปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (q_e) กับความเข้มข้นของสารละลายในภาวะสมดุล (C_e) ที่ อุณหภูมิคงที่ ไอโซเทิร์มการดูดซับแบ่งออกได้ ดังนี้

1.6.5.5.1 ไอโซเทิร์มแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm)

สมมติฐานของแบบจำลองไอโซเทิร์มแบบแลงเมียร์ คือ การดูดซับเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer adsorption) โมเลกุลของสารถูกดูดซับมีจำนวนและตำแหน่งของการดูดซับที่แน่นอน และ เมื่อพื้นที่ผิวตัวดูดซับอิ่มตัวไปด้วยสาร ทำให้สามารถหาปริมาณสารสูงสุดที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับได้ (Qm) พลังงานการดูดซับจะมีค่าเท่ากันและคงที่ในทุกบริเวณที่มีการดูดซับ การดูดซับเกิดขึ้นบนผิวตัวดูดซับที่มี หมู่ฟังก์ชันที่ดูดซับสารด้วยแรงกระทำที่ใกล้เคียงกัน (homogeneous suface) และไม่มีแรงกระทำ ระหว่างโมเลกุลในตำแหน่งใกล้กัน จากการศึกษาไอโซเทิร์มของแลงเมียร์ที่สภาวะสมดุลพบว่า สามารถ แสดงสมการความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบจำลองแลงเมียร์ได้ดังสมการที่ 1.6

$$\frac{C_{e}}{q_{e}} = \frac{1}{q_{m}K_{L}} + \frac{C_{e}}{q_{m}}$$
(1.6)

เมื่อ Ce = ความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับที่สมดุล (mg/L)

 q_e = ปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (mg/g)

q_m= ปริมาณสารสูงสุดที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (mg/g)

K_L = ค่าคงที่สมดุลการดูดซับของแลงเมียร์ (L/mg)

เมื่อพลอตกราฟระหว่าง C_e/q_e กับ C_e จะได้กราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบจำลองแลงเมียร์มี จุดตัดแกน C_e/q_e เป็น 1/q_mK_L และมีความชัน เท่ากับ 1/q_m

1.6.5.5.2 ไอโซเทิร์<mark>มแบบฟรุนดลิช (Freundlich isoth</mark>erm)

สมมติฐานของแบบจำลองไอโซเทอร์มแบบฟรุนดลิช คือ การดูดซับเป็นการดูดซับแบบหลายชั้น (multilayer adsorption) การดูดซับเกิดขึ้นบนผิวตัวดูดซับที่มีหมู่ฟังก์ชันที่ดูดซับสารด้วยแรงกระทำที่มี ความแรงแตกต่างกัน (heterogeneous surface) โดยความสัมพันธ์ระหว่างของปริมาณสารที่ถูกดูดซับ บนตัวดูดซับ (q_e) กับความเข้มข้นของสารละลายในภาวะสมดุล (C_e) เป็นความสัมพันธ์แบบเอกซ์โพเนน เชียล (exponential relationship) จากการศึกษาไอโซเทิร์มของฟรุนดลิชที่สภาวะสมดุลพบว่า สามารถ แสดงสมการความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบจำลองฟรุนดลิชดังสมการที่ 1.7

$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e$$
(1.7)

เมื่อ C_e = ความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับ<mark>ที่ส</mark>มดุล (mg/L)

qe = ปริมาณ<mark>สารที่ถูกดูดซับบน</mark>ตัวดูดซับ (**mg/g)**

qm= ปริมาณสารสูงสุดที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (**mg/g)**

K_F และ **n** = ค่าคงที่สมดุลการดูดซับของฟลุนดิช

เมื่อพลอตกราฟคว<mark>ามสั</mark>มพันธ์ระหว่าง log q_e กับ log C_e จะได้กรา<mark>ฟค</mark>วามสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของ แบบจำลองฟรุนดลิช โดยมีจุดตัดแกน log q_e เป็น log K_F สามารถนำมาหาค่า K_F ได้ และความชันของ กราฟเท่ากับ 1/n

1.6.5.6 BET adsorption lsotherm [30,31]

ไอโซเทิร์มการดูดซับของ Brunauer-Emmett-Teller เป็นความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ ถูกดูดซับที่อุณหภูมิคงที่กับความดันสัมพัทธ์ (P/P₀) โดยความดันสัมพัทธ์สามารถเป็นได้ตั้งแต่ 0 ถึง 1 ไอโซเทิร์มการดูดซับของ Brunauer-Emmett-Teller สามารถแบ่งออกได้ดังนี้

(1) <u>Type I Adsorption Isotherm</u>

ไอโซเทิร์มของการดูดซับรูปแบบที่ 1 แสดงถึงการเกิดการดูดซับของสารดูดซับคุณสมบัติของโพรง แบบไมโครพอรัส (ขนาดเล็กกว่า 2 นาโนเมตร) เป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) และสามารถ อธิบายได้โดยใช้ Langmuir adsorption isotherm ดังแสดงในรูปที่ 1.4



(2) <u>Type II Adsorption Isotherm</u>

ไอโซเทิร์มของการดูด<mark>ซับ</mark>รูปแบบที่ 2 แสดงถึงการเกิดการดูดซับของสารดูดซับที่มีคุณสมบัติของ โพรงไม่มีรูพรุน (nonporous) หรือมีโพรงขนาดใหญ่ (macroporous) โดยการดูดซับจะเกิดขึ้นแบบชั้น เดียว (monolayer) อย่างสมบูรณ์ก่อนจึงเกิดการดูดซับแบบหลายชั้น (multilayer) ดังแสดงในรูปที่ 1.5



รูปที่ **1.5** Type II Adsorption Isotherm

(3) <u>Type III Adsorption Isotherm</u>

ไอโซเทิร์มของการดูดซับรูปแบบที่ 3 แสดงถึงการเกิดการดูดซับของสารดูดซับที่มีคุณสมบัติของ โพรงไม่มีรูพรุน (nonporous) โดยการดูดซับที่เกิดขึ้นเป็นการดูดซับแบบหลายชั้น (multilayer) เส้นกราฟจะโค้งออก (convex) จากแกน P/P₀ แสดงให้เห็นว่าจำนวนสารที่ถูกดูดซับเพิ่มขึ้นได้อย่างไม่ จำกัด ดังแสดงในรูป 1.6



(4) Type IV Adsorption Isotherm

ไอโซเทิร์มของการดูดซับรูปแบบที่ 4 แสดงถึงการเกิดการดูดซับของสารดูดซับที่มีคุณสมบัติของ โพรงแบบมีโซพอรัส (ขนาด 2-50 นาโนเมตร) เป็นไอโซเทิร์มที่มีความคล้ายกับรูปแบบที่ 2 คือเกิดการดูด ซับแบบชั้นเดียว (monolayer) อย่างสมบูรณ์ก่อนจึงเกิดการดูดซับแบบหลายชั้น (multilayer) ดังแสดง ในรูปที่ 1.7



รูปที่ **1.7** Type IV Adsorption Isotherm

(5) <u>Type V Adsorption Isotherm</u>

ไอโซเทิร์มของการดูดซับรูปแบบที่ 5 แสดงถึงการเกิดการดูดซับของสารดูดซับที่มีคุณสมบัติของ โพรงแบบมีโซพอรัส (ขนาด 2-50 นาโนเมตร) เป็นไอโซเทิร์มรูปแบบพิเศษ เกิดขึ้นเมื่อแรงดึงดูดระหว่าง โมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับมีค่าน้อย การคำนวณหาพื้นที่ผิวทำได้ยากเนื่องจากชั้นการดูดซับ ชั้นที่ 2 จะถูกสร้างขึ้นก่อนที่ชั้นแรกจะดูดซับเสร็จสมบูรณ์ ดังแสดงในรูปที่ 1.7



บทที่ **2**

การทดลอง

วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินการเพื่อการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับของอาร์ซีเนตในสารละลายและ ในน้ำเสียตัวอย่าง โดยใช้ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบซึ่งดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงมีดังนี้

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ตารางที่ 2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง เครื่องมือ รุ่น iCAP 6500 DUO, Thermo Scientific Inductively coupled plasma optical emission spectrometer Fourier transformed infrared spectrometer NICOLET 6700, Thermo Scientific JSM-6610LV and X-MaxN 50 Scanning electron microscope and energy dispersive X-ray spectrometer Transmission electron microscope JEM-2100 X-ray fluorescence spectrometer S8 Tiger X-ray diffraction spectrometer Dmax-2200 Ultima+, Rigaku Laser particle size distribution analyzer MALVERN, Mastersizer 3000 Hot plate stirrer Kika – Werke Micropipette Brand TC-254, Denver Instrument Company เครื่องชั่ง ต้อบ Memmert Overhead mixer ROTAX 6.8 pH meter UltraBASIC-10, Denver

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	ผู้ผลิต	
Sodium Hydroxide	MERCK	
Hydrochloric acid 37% w/v	MERCK	
Ferric chloride	Sigma-Aldrich	
Copper(II) sulfate pentahydrate	Sigma-Aldrich	
Arsenic standard solution	MERCK	

2.3 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

แกลบข้าวเก็บจากโรงสีข้าว อำเภอวิเศษชัยชาญ จังหวัดอ่างทอง เถ้าแกลบเตรียมได้จากการเผาแกลบข้าวในบรร<mark>ยา</mark>กาศ (free burning)

2.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1.	บีกเกอร์	9. หลอดหยด
2.	ขวดกำหนดปริมาตร 🥢 🖊	10. กระดาษกรอง
3.	กระจกนาฬิกา	11. กร <mark>ะดาษกร</mark> องเมมเบรนเนื้อไนลอน
4.	ครกบด	12. Magnetic bar
5.	ช้อนตักสาร	13. Spatula
6.	เดซิเคเตอร์	14. Syringe
7.	ตะแกรงวางหลอดทดลอง	15. Nylon Syringe Filter
8.	หลอดพลาสติกพ <mark>ร้อ</mark> มฝาปิด	Non A
	99	04

2.5 การเตรียมรีเอเจนต์

- สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) ความเข้มข้น 1.5 โมลต่อลิตร ชั่ง sodium hydroxide 6.00 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ต้มแล้ว ทำให้เย็นที่ อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เก็บในขวดพลาสติก
- 2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) ความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร

ชั่ง Sodium hydroxide 12.00 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ต้มแล้ว ทำให้เย็นที่ อุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เก็บในขวดพลาสติก 3. กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid) ความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร

เติม hydrochloric acid 37% w/v ปริมาตร 9.85 มิลลิลิตร ลงในน้ำปราศจากไอออน ปรับ ปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร เก็บในขวดพลาสติก

2.6 วิธีการทดลอง

2.6.1 การสังเคราะห์ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

- 1. บดเถ้าแกลบด้วยการบดจนละเอียดระดับไมโครเมตร
- ชั่งเถ้าแกลบที่ได้ 1 กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความ เข้มข้น 1.5 โมลต่อลิตร ปริมาตร 14.43 มิลลิลิตรลงในบีกเกอร์
- 3. นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยกวนสารละลายด้วยความเร็วคงที่
- 4. ทิ้งสารละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกรองสารละลายด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 โดยใช้เครื่องปั๊ม สูญญากาศ กรองซ้ำจนได้สารละลายใส
- 5. นำสารละลายส่วนที่กร<mark>องได้มากรองซ้ำด้วยเยื่อก</mark>รองเนื้อไนลอน โดยใช้เครื่องปั้มสุญญากาศ
- 6. เจือจางสารละลาย<mark>ส่วนที่กรองได้จนมีความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซ</mark>ด์เป็น 0.15 โมลต่อลิตร
- 7. ปรับค่าพีเอชของสาร<mark>ละลายให้เท่ากับ</mark> 3 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก สารละลายจะเปลี่ยนเป็นอะควาเจล
- 8. นำอะควาเจลที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง
- 9. นำเจลที่ได้มาทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน เพื่อกำจัดเกลือออก
- 10. กรองของผสมด้วยกระด<mark>าษกรองเ</mark>บอร์ 1 โดยใช้เครื่องปั้มสุญญากาศ
- ี่ 11. นำของแข็งที่ได้บนกระดาษ<mark>กรอ</mark>ง ไป<mark>อบที่อุณหภูมิ 80°C</mark> เป็น<mark>เว</mark>ลา 48 ชั่วโมง
- 12. นำของแข็ง (ซิลิกา) มาบดให้เป็น<mark>ผงด้วยครกบด เก็บไว้ในเด</mark>ซิกเคเตอร์

2.6.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของชิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

พิสูจน์หาเอกลักษณ์ของซิลิกาด้วยเทคนิคต่อไปนี้

- 1. กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)
- 2. กล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM)
- 3. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform Infrared spectrophotometer, FTIR)
- 4. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffractometer, XRD)
- 5. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-ray fluorescence ,XRF)

- 6. เทคนิคการวัดขนาดอนุภาคด้วยหลักการเลี้ยวเบนของคลื่นแสง (Laser particle size distribution analyzer)
- 7. เทคนิคการดูดซับของไนโตรเจน (N₂ adsorption)

2.6.3 การดัดแปรของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง

- อบเฟอร์ริกคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 100 ℃ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
- น้ำเฟอร์ริกคลอไรด์มาทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องในเดซิกเคเตอร์ จากนั้นชั่งเฟอร์ริกคลอไรด์ 0.1000 กรัม ลงในบีกเกอร์
- 3. ชั่งซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกล<mark>บ 1 กรัม</mark> ลงในบีกเกอร์
- น้ำเฟอร์ริกคลอไรด์และซิลิกามาผสมรวมกันในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 3 มิลลิลิตร โดยกวนของ ผสมให้เข้ากันด้วยความเร็วคงที่
- เติมคอปเปอร์ซัลเฟตปริมาณ 0.084 กรัม ลงในของผสมในข้อ 4 กวนของผสมให้เข้ากันด้วยความเร็ว คงที่
- 6. ปรับค่าพีเอซของของผสมให้เท่ากับ 7.5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร
- กวนของผสมให้เข้ากันด้วยความเร็วคงที่เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและตั้งของผสมทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา
 4 ชั่วโมง
- กรองของผสมด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 โดยใช้เครื่องปั้มสุญญากาศ และล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจาก ไอออน
- 9. นำสารที่ได้บนกระดาษกรอง (ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง) ไปอบให้แห้ง ที่อุณหภูมิ 55 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 10. นำมาบดให้เป็นผงด้วยครกบด เก็บไว้ในเดชิกเคเตอร์

2.6.4 การพิสูจน์เ<mark>อกลักษณ์ของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กแ</mark>ละทองแดง

พิสูจน์หาเอกลักษณ์ของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยเทคนิคต่อไปนี้

- 1. กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)
- 2. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffractometer, XRD)

2.6.5 การศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับอาร์ซีเนตในสารละลายโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง

2.6.5.1 การศึกษาผลของพีเอชของสารละลายต่อประสิทธิภาพการดูดซับอาร์ซีเนต

- ชั่งซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง 0.01 กรัม ใส่ในหลอดทดลอง พลาสติก
- ปรับพีเอชสารละลายอาร์ซีเนตความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ให้มีค่า 1, 2, 3, 4,
 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 และ 12 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริก
- ปีเปตสารละลายอาร์ซีเนตความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ppm) ที่พีเอชต่าง ๆ ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลองพลาสติกทีบรรจุซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของ เหล็กและทองแดง
- 4. นำไปเขย่าด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง
- 5. กรองสารล<mark>ะลายด้วยเยื่อ</mark>กรองเนื้อไน<mark>ลอ</mark>น ทำการทดลองซ้ำสามครั้ง
- 6. นำสารละลายส่วนที่กรองได้ไปวิเคร<mark>าะห์</mark>หาความเข้มข้นของอาร์ซีเนตที่เหลืออยู่ ด้วยเครื่อง ICP-OES
- นำผลการทดลองไปคำนวณหาความสามารถในการดูดซับอาร์ซีเนตได้ดังสมการที่ 2.1

$$Q_e = (C_0 - C_e) \times \frac{V}{W}$$
 (2.1)

เมื่อ

Qe คือ ความสามารถในการดูดซับอาร์ซีเนตของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ด้วย ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงที่สภาวะสมดุล (มิลลิกรัมต่อกรัม)

- Co คือ คว<mark>ามเข้มข้นเริ่มต้นของอาร์ซ</mark>ีเนต (มิลลิกรัมต่อลิตร)
- Ce คือ ความเข้มข้นที่สมดุลของอาร์ซีเนต (มิลลิกรัมต่อลิตร)
- V คือ ปริมาตรของสารละลายอาร์ซีเนต (ลิตร)
- W คือ น้ำหนักของของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ด้วยออกไซด์ของเหล็ก และ ทองแดง (กรัม)

8. นำผลการทดลองไปคำนวณหาประสิทธิภาพการดูดซับ (% adsorption) ได้ดังสมการที่ 2.2

% adsorption =
$$\left(\frac{(C_i - C_f)}{C_i}\right) \times 100$$
 (2.2)

เมื่อ C_i คือ ความเข้มข้นของอาร์ซีเนตในสารละลายเริ่มต้นก่อนการสกัด C_f คือ ความเข้มข้นของอาร์ซีเนตในสารละลายหลังการสกัดที่เวลาตรวจวัด

2.6.5.2 การศึกษาผลของเวลาต่อประสิทธิภาพการดูดซับอาร์ซีเนต

- ชั่งซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง 0.01 กรัม ใส่ในหลอดทดลอง พลาสติก
- ปรับพีเอชสารละลายอาร์ซีเนตความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ให้มีค่าเท่ากับ 3 ด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริก
- ปีเปตสารละลายอาร์ซีเนตความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร ลงใน หลอดทดลองพลาสติกที่บรรจุซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงอยู่
- นำไปเขย่าด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 15, 30, ,45, 60, 90, 120, 180, 240, 360, 480, 720, 960, 1200, 1440 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
- 5. เก็บสารละลายภายในหลอดทดลอง<mark>พล</mark>าสติกมากรองด้วยเยื่อกรองเนื้อไนลอน ทำการทดลอง ซ้ำสามครั้ง
- 6. นำสารละลายส่วนที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของอาร์ซีเนตที่เหลืออยู่ ด้วยเครื่อง ICP-OES
- 7. นำผลการทดลองไปคำนวณหาประสิทธิภาพการดูดซับ (% adsorption) และสร้างกราฟเพื่อ หาความสัมพันธ์ของอันดับปฏิกิริยา

2.6.5.3 การศึกษาผลของ<mark>ความเข้มข้นเ</mark>ริ่มต้นของสารละลายต่อประสิทธิภาพการดูดซับอาร์ซีเนต

- ชั่งซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง 0.01 กรัม ใส่ในหลอดทดลอง พลาสติก
- นำสารละลายอาร์ซีเนตความเข้มข้น 0.3, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 5.0, 10, 15, 20, 25, 30 มิลลิกรัมต่อลิตร มาปรับพีเอชให้มีค่าเท่ากับ 3 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และ กรดไฮโดรคลอริก
- **3.** ปิเป<mark>ตสารละลายอาร์ซีเนตความเข้มข้นต่าง ๆ ปริมาตร 10.00 มิล</mark>ลิลิตร ลงในหลอดทดลอง พลาสติกที่บรรจุซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงอยู่
- 4. นำไปเขย<mark>่าด้</mark>วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 24 ชั่วโมง <mark>ที่อุ</mark>ณหภูมิห้อง
- 5. กรองสารละลายด้วยเยื่อกรองเนื้อในลอน ทำการทดลองซ้ำสามครั้ง
- นำสารละลายส่วนที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของอาร์ซีเนตที่เหลืออยู่ ด้วยเครื่อง ICP-OES
- 7. นำผลการทดลองที่ได้ไปสร้างกราฟเพื่อหารูปแบบของไอโซเทิร์มของการดูดซับอาร์ซีเนต

2.6.6 ศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงใน น้ำตัวอย่างจริง

- 1. ชั่งซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง 0.01 กรัม ใส่ในหลอดทดลองพลาสติก
- 2. ปรับพีเอชน้ำตัวอย่างให้มีค่าเท่ากับ 3 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริก
- ปีเปตน้ำตัวอย่างปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลองพลาสติกที่บรรจุซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงอยู่
- 4. นำไปเขย่าด้วยความเร็วรอบ 300 rpm เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง
- 5. กรองสารละลายด้วยเยื่อกรองเนื้อในลอน ทำการทดลองซ้ำสามครั้ง
- 6. นำสารละลายส่วนที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของอาร์ซีเนตที่เหลืออยู่ ด้วยเครื่อง ICP-OES
- 7. นำผลการทดลองไปคำนวณหาประสิทธิภาพการดูดซับ (% adsorption)





3.1 การสังเคราะห์ซิลิกาจากเถ้าแกลบ



รูปที่ 3.1 เถ้าแกลบ (a) สารละลายโซเดียมซิลิเกตก่อน (b) และหลังการสะเทินกับกรดไฮโดรคลอริก (c) ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบก่อนบด (d) และหลังบด (e)

การสังเคราะห์ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบทำได้โดยการละลายซิลิกาออกมาจากเถ้าแกลบและนำไป สังเคราะห์เป็นซิลิกา ขั้นตอนของการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบเริ่มด้วยการนำแกลบข้าวที่ผ่านการเผาแล้วมาบด ได้ ดังรูปที่ 3.1(a) จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อละลายซิลิกาออกมาจากเถ้าแกลบ จะได้ซิลิกาอยู่ในรูปของโซเดียมซิลิเกตและสารละลายที่ได้เป็น ของเหลวขุ่น สีดำ จากนั้นนำไปกรองเพื่อกำจัดคาร์บอนและสารอื่น ๆ ที่อาจมีในเถ้าแกลบ ได้สารละลายใส สี น้ำตาลเข้ม ดังรูปที่ 3.1(b) ขั้นตอนต่อมาคือสังเคราะห์เป็นซิลิกา โดยนำสารละลายโซเดียมซิลิเกตมาสะเทินกับ กรดไฮโดรคลอริกได้เป็นซิลิกาดังสมการ 3.1

$$Na_2SiO_{3 (aq)} + 2HCI_{(aq)} \longrightarrow 2NaCI_{(aq)} + SiO_{2 (s)} + H_2O_{(l)}$$
(3.1)

สารละลายเปลี่ยนเป็นอะควาเจลใส มีสีน้ำตาลอ่อน ดังรูปที่ **3.1(c)** นำไปอบระเหยน้ำออกจะได้เป็นซิลิกาเจล จากนั้นล้างซิลิกาเจลที่ได้ด้วยน้ำเพื่อกำจัดเกลือโซเดียมคลอไรด์ออก นำไปอบให้แห้งจะได้แผ่นซิลิกาบาง ๆ สี น้ำตาลอ่อน ดังรูปที่ **3.1(d)** และเมื่อนำมาบดจะได้ซิลิกามีลักษณะเป็นผงสีขาว ละเอียดคล้ายแป้งดังรูปที่ **3.1(e)**

3.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

3.2.1 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรเมตรี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)

จากการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิค FTIR เมื่อพิจารณา IR spectrum ของเถ้าแกลบและซิลิกาที่เตรียมจาก เถ้าแกลบ ดังรูปที่ 3.2 พบว่ามีลักษณะคล้ายคลึงกัน โดยจะพบแถบการดูดกลืนแสงที่ประมาณ 475 cm⁻¹ ที่เกิด จากพันธะ siloxane (Si-O-Si stretching), แถบการดูดกลืนแสงที่ประมาณ 800 cm⁻¹ ที่เกิดจากพันธะ silanol (Si-OH stretching), แถบการดูดกลืนแสงที่ประมาณ 1100 cm⁻¹ ที่เกิดจากพันธะ Si-O และแถบการ ดูดกลืนแสงช่วง 3200-3700 cm⁻¹ ที่เกิดจาก O-H silanol stretching แสดงว่าสามารถสกัดซิลิกาที่มีในเถ้า แกลบออกมาได้



รูปที่ 3.2 IR Spectrum ของเถ้าแกลบ (a) และซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ (b)

3.2.2 ศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

เมื่อนำซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบมาศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดที่กำลังขยาย 80,000 เท่า และ 100,000 เท่า ได้ภาพดังรูปที่ 3.3 พบว่าลักษณะของซิลิกาที่ได้จะมีรูปร่างไม่แน่นอนและมีขนาดที่ แตกต่างกัน พื้นผิวมีความขรุขระมากและมีรูโพรงจำนวนมาก



ร**รูปที่ 3.3** ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบที่กำลังขยาย (a) 80,000 เท่า แ<mark>ละ (b)</mark> 100,000 เท่า

32.3 ศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสองผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) เมื่อนำซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบมาศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่านจะได้ภาพดังรูป ที่ 3.4 พบว่าซิลิกาที่ได้มีโพรงจำนวนมากอยู่รวมกันอย่างหนาแน่นและขนาดของโพรงอยู่ในระดับที่เล็กกว่า 10 นา





รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

3.2.4 ศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเถ้าแกลบและซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟ แฟรกชันพบว่า XRD patterns ของเถ้าแกลบดังรูปที่ 3.5(a) จะปรากฏแถบที่มีความกว้างมาก (broad peak) ในช่วง 2⊖ เท่ากับ 16° ถึง 32° แสดงถึงความเป็นอสัณฐานของซิลิกา (Amorphous silica) ที่มีในเถ้าแกลบ [9] นอกจากนี้ยังพบพีคที่มีลักษณะแหลม (Sharp) เกิดขึ้นที่ประมาณ 2⊖ เท่ากับ 21.5°, 26.6° และ 29.3° แสดงถึง ซิลิกาในรูปของผลึก (Crystalline Silica) [32] ซึ่งเกิดจากการเผาแกลบที่อุณหภูมิสูงแล้วปล่อยให้เย็นตัวลง และ เมื่อพิจารณา XRD patterns ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบดังรูปที่ 3.5(b) พบแถบที่มีความกว้างมาก (broad peak) ในช่วง 2⊖ เท่ากับ 16° ถึง 32° แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง และซิลิกาที่ได้เป็นซิลิกาอสัณฐานเพียงอย่างเดียว (amorphous silica)



รูปที่ 3.5 XRD patterns ของเถ้าแกลบ (a) และ ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ (b)

3.2.5 ศึกษาองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-ray fluorescence, XRF)

จากการศึกษาองค์ประกอบธาตุของเถ้าแกลบและซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออ เรสเซนส์ ได้ผลดังตารางที่ 3.1 พบว่าในเถ้าแกลบมีปริมาณซิลิกาเป็นองค์ประกอบมากถึง 92% และมีสารประกอบ ออกไซด์ของโลหะปริมาณเล็กน้อยอีกหลายชนิด เมื่อพิจารณาซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบพบว่าสามารถสกัดซิลิกา ออกมาได้ปริมาณสูงถึง 97% นอกจากนี้ยังสามารถกำจัดโลหะบางชนิดออกไปได้ด้วย

			องค์	<mark>ประกอบธ</mark> า	າຫຸ (%)	7			
	SiO ₂	CaO	K ₂ O	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	MgO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Na ₂ O
เถ้าแกลบ	92.0	2.64	1.95	0. <mark>93</mark> 1	0.889	0.588	0.378	0.231	0.116
ซิลิกาที่เตรียมได้	97.7		0.459	0.3 <mark>96</mark>	0.352		-	-	0.136

ตารางที่ 3.1 ชนิดและปริมาณของธาตุในเถ้าแกลบและซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

3.2.6 ศึกษาขนาดอนุภาคด้วยหลักการเลี้ยวเบนของคลื่นแสง (Laser particle size distribution analyzer)



ร**ูปที่ 3.6** Particle size distribution ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

จากการศึกษาขนาดอนุภาคของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยหลักการเลี้ยวเบนของคลื่นแสง พบว่าขนาด ของอนุภาคมีการกระจายตัวในช่วงกว้าง ตั้งแต่ 0.7 ถึง 516 ไมโครเมตร แต่โดยส่วนใหญ่จะมีขนาดประมาณ 52 ไมโครเมตร

3.2.7 ศึกษาพื้นที่ผิว ขนาดโพรงและการกระจายของโพรงด้วยเทคนิคการดูดซับของไนโตรเจน (N₂ adsorption)

เทคนิคการวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิว ขนาดโพรงและการกระจายของโพรงของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดย อาศัยเทคนิคการแทนที่พื้นที่ผิวหรือโพรงด้วยแก๊สไนโตรเจน สำหรับการหาพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ตามทฤษฎีของ BET (The Brunauer-Emmett-Teller) พิจารณาจาก Nitrogen adsorption desorption isotherm ดังรูปที่ 3.7 พบว่าซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบมีไอโซเทิร์มเป็น type I แสดงถึงการดูดซับชั้นเดียว (monolayer) และขนาดของโพรงมีคุณสมบัติเป็นแบบไมโครพอรัส



ร**ูปที่ 3.7 Nitrogen adsorption desorption isotherm** ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

สำหรับขนาดโพรงและการกระจายขนาดโพรงของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบสามารถหาได้ตามทฤษฎี ของ BJH (Barrett-Joyner-Halenda) พิจารณาจาก pore size distribution ดังรูปที่ 3.8 พบว่าการกระจาย ขนาดโพรงของของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบมีการกระจายอยู่ในช่วงแคบ (narrow pore size distribution) โดยอนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดโ<mark>พรง</mark>ประมาณ 2 นาโนเมตร



รูปที่ 3.8 BJH pore size distribution ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

ตารางที่ 3.2 พื้นที่ผิว ปริมาตรข<mark>องโพรงและขนาด</mark>โพรงของซิลิกา<mark>ที่เตรียมจากเถ้าแก</mark>ลบ

Surface area	Adsorption pore volume	Adsorption pore diameter		
671 m²/g	0.3234 cm³/g	1.928 nm		

จากผลการวิเคราะห์ทั้งหมดแสดงดังตารางที่ 3.2 พบว่าซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ มีพื้นที่ผิวจำเพาะ ประมาณ 671 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรของโพรงการดูดซับประมาณ 0.3234 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมและ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของโพรงการดูดซับเป็น 1.928 นาโนเมตร จึงสามารถสรุปได้ว่าซิลิกาที่เตรียมได้มี คุณสมบัติโพรงเป็นแบบไมโครพอรัส



3.3 การดัดแปรซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง

a) รูปที่ 3.9 ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงก่อนบด (a) และหลังบด (b)

การดัดแปรของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงทำได้โดยนำซิลิกาที่ สังเคราะห์ได้มาตกตะกอนร่วมกับออกไซด์ของเหล็กและทองแดง นำไปอบให้แห้งจะได้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วย ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงมีลักษณะเป็นแผ่นสีน้ำตาลแดงดังรูปที่ **3.9(a)** จากนั้นนำมาบดจะได้เป็นผงละเอียด คล้ายแป้ง สีน้ำตาลแดงอ่อน ดังรูปที่ **3.9(b)**

3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง 3.4.1 ศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)



ร**ูปที่ 3.10** ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบผ่านการดัดแปร ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงที่กำลังขยาย (a) 80,000 เท่า และ (b) 100,000 เท่า

เมื่อนำซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงมาศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้อง จุลทรรศน์แบบส่องกราดที่กำลังขยาย 80,000 เท่า และ 100,000 เท่า ได้ดังรูปที่ 3.10 พบว่าอนุภาคออกไซด์ของ เหล็กและทองแดงเกาะอยู่บนผิวของซิลิกามีรูปร่างไม่แน่นอนและมีขนาดที่แตกต่างกัน โดยบางขนาดสามารถเข้า ไปอยู่ในโพรงของซิลิกาได้



ร**ูปที่ 3.11** ภาพถ่าย EDS elemental mapping ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ ของเหล็กและทองแดง

จากการตรวจสอ<mark>บธาตุที่มีด้วยเทคนิค EDS (Energy dispersive X-ray spectrometry)</mark> พบสัญญาณ ของธาตุ Fe, Cu, Si, O แสดงให้เห็นว่าผิวของซิลิกาถูกเคลือบด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจริง และจากการ ทำ elemental mapping ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง พบว่ามีเหล็กและทองแดงกระจายตัวอยู่บนผิวของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบโดยทั่วดังรูปที่ 3.11 (b) และ (d)

3.4.2 ศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของออกไซด์ของเหล็กและทองแดง และซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วย ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกซัน พบว่า XRD patterns ของออกไซด์ของเหล็กและ ทองแดงได้ ดังรูปที่ 3.12(a) ปรากฏแถบที่มีความกว้าง (broad peak) 2 แถบ ที่ประมาณ 20 เท่ากับ 33.2° และ 62.4° ตามลำดับ แสดงถึงความเป็นผลึกของ ferrihydrite (5Fe₂O₃.9H₂O) [33] และปรากฏพีคที่ประมาณ 20 เท่ากับ 16.3°, 32.3° และ 39.8° ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกของ Paratacamite (Cu₂(OH)₃Cl) [19] และเมื่อ พิจารณา XRD patterns ของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง ดังรูปที่ 3.12(b) จะปรากฏแถบที่มีความกว้างมาก (broad peak) ในช่วง 20 เท่ากับ 16° ถึง 32° แสดงถึงความเป็นอสัณฐานของ ซิลิกา (Amorphous silica) และไม่ปรากฏพีคที่แสดงถึงออกไซด์ของเหล็กและทองแดงเนื่องจากอนุภาคของ ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงมีขนาดเล็กมาก



ร**ูปที่ 3.12 XRD patterns (a)** ของออกไซด์ของเหล็กและทองแดง และ (b) ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ ของเหล็กและทองแดง

3.5 การศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับอาร์ซีเนตในสารละลายโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ ของเหล็กและทองแดง

3.5.1 การศึกษาผลของพีเอชของสารละลายต่อประสิทธิภาพการดูดซับอาร์ซีเนต

จากการทดลองเปรียบเทียบพีเอซของสารละลายตั้งแต่พีเอซ 1 ถึง 12 เพื่อศึกษาพีเอซที่เหมาะสมในการดูด ซับอาร์ซีเนต โดยเติมตัวดูดซับคือซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจำนวน 10 มิลลิกรัม นำไปปั่นเหวี่ยงเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ผลการทดลองเป็นดังรูปที่ 3.13 พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับ (%adsorption) ของอาร์ซีเนตสูงที่สุดเมื่อสารละลายมีพีเอซเท่ากับ 3 และค่อย ๆ ลดลงเมื่อพีเอซเพิ่มขึ้น ในช่วงพีเอซเท่ากับ 3 อาร์ซี เนตส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปประจุลบของ H₂AsO₄ ซึ่งการดูดซับอาร์ซีเนตในสารละลายโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจะเกิดผ่านกลไก 2 กลไก คือเกิดการแลกเปลี่ยนลิแกนด์ (ligand exchange) และเกิดการยึดเหนี่ยวกันด้วยไฟฟ้าสถิตย์ (electrostatic force) [12]

โดยการแลกเปลี่ยนลิแกนด์ (ligand exchange) จะเกิดขึ้นได้โดยที่ pH ต่ำ ๆ เมื่อ –OH ที่ผิวของซิลิกาและที่ผิว ของออกไซด์ของเหล็กและทองแดงหลุดออก ทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนลิแกนด์กับ H₂AsO₄- เกิดเป็น Si-As complex และ Fe/Cu-As complex ดังสมการที่ 3.2 และ 3.3 ตามลำดับ [34] ทำให้เกิดการดูดซับอาร์ซีเนตบนตัวดูดซับได้

 $Si-OH + H_2ASO_4^- \longrightarrow SiAsO_4^{2-} + H_2O + H^+$ (3.2)

$$Fe/Cu-OH + H_2AsO_4^- \rightarrow Fe/CuAsO_4^- + 2H_2O$$
(3.3)

ในส่วนของการยึดเหนี่ยวกันด้วยไฟฟ้าสถิตย์ (electrostatic force) เกิดที่ pH ต่ำ ๆ เช่นกัน โดยผิวของ ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจะรับโปรตอนทำให้เกิดประจุบวกที่ผิว จึงเกิดแรงดึงดูดกับระหว่างอาร์ซีเนตที่อยู่ใน รูปประจุลบกับผิวของออกไซด์ของเหล็กและทองแดงที่อยู่ในรูปประจุบวก แต่ที่ pH ต่ำกว่า 3 ประสิทธิภาพการดูด ซับจะต่ำลงเนื่องจากอาร์ซีเนตส่วนใหญ่ไม่ได้อยู่ในรูปประจุอบแต่จะอยู่ในรูปของ H₃AsO₄จึงไม่สามารถดึงดูดกันได้ ระหว่างอาร์ซีเนตและตัวดูดซับ



รูปที่ 3.13 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า pH และ ประสิทธิภาพการดูดซับ (%adsorption) ของอาร์ซีเนต

3.5.2 การศึกษาผลของเวลาต่อประสิทธิภาพการดูดซับอาร์ซีเนต

จากการทดลองเปรียบเทียบเวลาที่ใช้ในการดูดซับอาร์ซีเนต ตั้งแต่ 0 ถึง 24 ชั่วโมง เพื่อศึกษาเวลาที่ เหมาะสมในการดูดซับอาร์ซีเนต โดยปรับพีเอชของสารละลายอาร์ซีเนตให้เท่ากับ 3 และเติมตัวดูดซับคือซิลิกาที่ ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจำนวน 10 มิลลิกรัม นำไปปั่นเหวี่ยงตามเวลาที่กำหนด ผลการ ทดลองเป็นดังรูปที่ 3.14 พบว่าอัตราเร็วของการดูดซับจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วงเวลาเริ่มต้น และค่อย ๆ ลดลง จนกระทั่งคงที่ โดยเวลาที่เข้าสู่สมดุลของการดูดซับอาร์ซีเนตคือ 24 ชั่วโมง





เมื่อนำผลการทดลองที่ได้มาหาร<mark>ูปแบบจลนพลศาสตร์การดู</mark>ดซับ<mark>โดยเปรียบเทียบ 2</mark> รูปแบบคือ จลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-first-order และจลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-second-order ซึ่งใช้สมการเชิงเส้นตรงในการคำนวณดังนี้

Pseudo-first-order equation:
$$\log(q_e - q_t) = \log q_e - \frac{k_1}{2.303} t$$
 (3.4)
Pseudo-second-order equation: $\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}$ (3.5)
เมื่อ $q_t = \sqrt{3}$ มาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (mg/g) ณ เวลา t (min)
 $q_e = \sqrt{3}$ มาณสารที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ (mg/g) ณ สมดุล
 $k_1 = P$ seudo-first-order rate constant (min⁻¹)
 $k_2 = P$ seudo-second-order rate constant (g/mg.min)

จลนพลศาสตร์การดูดซับอาร์ซีเนตบนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงสร้าง ตามความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบ Pseudo-first-order และแบบ Pseudo-second-order แสดงใน รูปที่ 3.15 และ รูปที่ 3.16



ร**ูปที่ 3.16** จลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-second-order แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าเวลา (ชั่วโมง) และ ค่า t/q_t (นาที-กรัมต่อมิลลิกรัม) ของอาร์ซีเนต

Pseudo-first-order constants			Pseudo-second-order constants				
R ²	k_1 (min ⁻¹)	q _e (exp)	q _e (cal)	R ²	k ₂	q _e (exp)	q _e (cal)
		(mg/g)	(mg/g)		(g/mg.min)	(mg/g)	(mg/g)
0.9870	0.1343	10.734	4.3381	0.9977	0.09373	10.734	13.9082

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรของจลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-first-order และ Pseudo-second-order

จากตารางที่ 3.3 พบว่าผลการทดลองที่ได้เป็นไปตามจลนพลศาสตร์การดูดซับแบบ Pseudo-secondorder เนื่องจากมีค่า R² ที่สูงกว่า และค่า q_e(exp) ยังมีค่าใกล้เคียงกับค่า q_e(cal) มากกว่าจลนพลศาสตร์การดูด ซับแบบ Pseudo-first-order

3.5.3 การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ<mark>สา</mark>รละลายต่อประสิทธิภาพการดูดซับอาร์ซีเนต

จาการทดลองเปรียบเทียบความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายในช่วง **0.3** ถึง 30 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อศึกษา รูปแบบไอโซเทอร์มของการดูดซับ โดยปรับพีเอชของสารละลายอาร์ซีเนตให้เท่ากับ 3 และเติมตัวดูดซับคือซิลิกาที่ ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ข<mark>องเหล็กและทองแดงจำนวน</mark> 10 มิ<mark>ลลิกรัม นำไปปั่นเหว</mark>ี่ยงเป็นเวลา 24 ชั่วโมง





เมื่อนำผลการทดลองที่ได้มาศึกษาสมดุลของการดูดซับตามแบบจำลองไอโซเทิร์ม 2 รูปแบบ คือ แบบจำลองแลงเมียร์และแบบจำลองฟรุนดลิช ซึ่งใช้สมการเชิงเส้นตรงในการคำนวณดังนี้ Langmuir equation:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m K_l} + \frac{C_e}{q_m}$$
(3.6)

Freundlich equation:

$$\log \mathbf{q}_{e} = \log \mathbf{K}_{F} + \frac{1}{n} \log \mathbf{C}_{e}$$
(3.7)
$$\mathbf{K}_{F} = \frac{\mathbf{q}_{m}}{\mathbf{C}_{0}^{1/n}}$$
(3.8)

เมื่อ

C₀ = ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารที่ถูกดูดซับ (mg/L)

- C_e = ความเข้มข้นของ<mark>สารที่ถูกดู</mark>ดซับที่สมดุล (mg/L)
- **q**e = ปริมาณ<mark>สารที่ถูกดูดซับบน</mark>ตัวดูดซับ (**mg/g)**
- q_m= ปริมา<mark>ณสารสูงสุดที่ถูกดูดซับ</mark>บนตัวดูดซับ (**mg/g)**
- K_L = ค่า<mark>คงที่สมดุลการดูดซับของ</mark>แลงเมียร์ **(L/mg)**

K_F และ **n** = ค่าคงที่สมดุลการ<mark>ดูด</mark>ซับของฟรุนดิช

ไอโซเทิร์มการดูดซับอาร์ซีเนตบนซิลิกาที่ผ่านการ<mark>ดัดแ</mark>ปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงสร้างตาม ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบจ<mark>ำลองแลงเมียร์และฟรุนด</mark>ลิช แสดงดังรูปที่ 3.18 และรูปที่ 3.19 ตามลำดับ



ร**ูปที่ 3.18** ไอโซเทิร์มการดูดซับอาร์ซีเนตบนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง สร้างตาม ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบจำลองแลงเมียร์



ร**ูปที่ 3.19** ไอโซเทิร์มการดูดซับอาร์ซีเนตบนซิลิกา<mark>ที่</mark>ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง สร้างตามความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของแบบจำลองฟรุนดลิช

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรของไอโซเทิร์มการดูดซับของแบบจำลองแลงเมียร์และแบบจำลองฟรุนดลิช

Lai	ngmuir consta	Freundlich constants				
K _L (L/mg)	R ²	q _m (mg/g)	Kr	1/n	R ²	q _m (mg/g)
0.4942	0.9763	<mark>9.328</mark>	4.522	0.2122	0.9785	9.306

จากตารางที่ 3.4 แสดงตัวแปรของไอโซเทิร์มการดูดซับของแบบจำลองแลงเมียร์และแบบจำลองฟรุนดลิช พบว่าผลการทดลองที่ได้เป็นไปตามสมดุลการดูดซับของแบบจำลองฟรุนดลิช เนื่องจากพิจารณาค่า \mathbb{R}^2 ที่มีค่า มากกว่า และรูปที่ 3.17 แสดงรูปแบบการดูดซับแบบหลายชั้น โดยที่ความเข้มข้นสูง (มากกว่า 25 มิลลิกรัมต่อ ลิตร) ปริมาณการดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ดังนั้นจึงสามารถใช้อธิบายได้ว่าการดูดซับเกิดขึ้นบนผิวตัวดูดซับที่มี หมู่ฟังก์ชันที่ดูดซับสารด้วยแรงกระทำที่มีความแรงแตกต่างกัน (heterogeneous surface) และการดูดซับของ สารบนตัวดูดซับอาจเกิดขึ้นแบบหลายชั้น (multilayer adsorption) ปริมาณอาร์ซีเนตสูงสุด (\mathbb{q}_m) ที่ถูกดูดซับบน ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.8 [29] มีค่าเท่ากับ 9.3 มิลลิกรัมต่อกรัม แต่เนื่องจากปริมาณการดูดซับมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นได้เรื่อย ๆ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเริ่มต้น ของสารละลายอาร์ซีเนต (C_0) ทำให้ปริมาณอาร์ซีเนตสูงสุด (\mathbb{q}_m) ที่ถูกดูดซับบนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วย ออกไซด์ของเหล็กและทองแดงสามารถเพิ่มขึ้นได้มากกว่า 9.3 มิลลิกรัมต่อกรัม

3.6 ศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงในน้ำ ตัวอย่างจริง

เมื่อนำน้ำเสียตัวอย่างจากแหล่งที่ 1 และแหล่งที่ 2 ดังรูปที่ 3.20 (a) และ (b) มาทดสอบการดูดซับ อาร์ซีเนตโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง ปรับพีเอชของน้ำเสียให้เท่ากับ 3 เติม ตัวดูดซับคือซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจำนวน 10 มิลลิกรัม นำไปปั่นเหวี่ยงเป็น เวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ **3.20** น้ำเสียตัวอย่างจากแหล่งที่ 1(a), 2(b) และ 3(c)

ตารางที่ 3.5 แสดงปริมาณความเข้มข้นของอาร์ซีเนตทั้งก่อนและหลังผ่านการดูดซับด้วยซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงและประสิทธิภาพการดูดซับ (%adsorption) ในน้ำตัวอย่างจริง

น้ำเสีย ตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ อาร์ซีเนตในน้ำเสีย (mg/L)	ความเข้มข้นของอาร์ซีเนต ในน้ำเสียหลังดูดซับ (mg/L)	ปริมาณการดูดซับของ อาร์ซีเนต (mg/g)	% adsorption
1	35.9	26.2	9.22	26.9
2	62.9	49.5	12.9	21.3
3*	8.5	2.9	5.48	66.3

* หมายถึง การทดลองโดยเติมอาร์ซีเนตซึ่งทราบปริมาณลงในตัวอย่าง (spiked sample)

พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับของอาร์ซีเนตในน้ำเสียตัวอย่างจากแหล่งที่ 1 และแหล่งที่ 2 เท่ากับร้อยละ 26.9 และ 21.3 ตามลำดับ และปริมาณการดูดซับของอาร์ซีเนตเท่ากับ 9.22 และ 12.9 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ อาจเกิดจากผลของตัวรบกวนและความเข้มข้นของอาร์ซีเนตในน้ำเสีย 2 แหล่งนี้มีปริมาณสูงทำให้ประสิทธิภาพ การดูดซับของอาร์ซีเนตในน้ำเสียตัวอย่างต่ำ จากปริมาณการดูดซับของอาร์ซีเนตในน้ำเสียจากแหล่งที่ 2 พบว่ามี ค่ามากกว่าปริมาณอาร์ซีเนตสูงสุด (q_m) ที่ได้จากการทดลองการดูดซับในสารละลายอาร์ซีเนต เนื่องจากความ เข้มข้นของอาร์ซีเนตในน้ำเสียมีปริมาณสูงกว่าความเข้มข้นที่ทำการทดลองในสารละลายอาร์ซีเนตและการดูดซับ ของอาร์ซีเนตบนตัวดูดซับเกิดขึ้นแบบหลายชั้น ทำให้ความสามารถในการดูดซับเพิ่มขึ้นและมากกว่าปริมาณ อาร์ซีเนตสูงสุด (**q**_m)

สำหรับน้ำเสียตัวอย่างจากแหล่งที่ 3 ดังรูปที่ 3.20 (C) เป็นน้ำเสียที่ไม่มีอาร์ซีเนต แต่ทำการทดลองโดย เติมอาร์ซีเนตซึ่งทราบปริมาณลงในน้ำเสียตัวอย่าง (spiked sample) จากนั้นนำมาปรับพีเอซของน้ำเสียให้เท่ากับ 3 เติมตัวดูดซับคือซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงจำนวน 10 มิลลิกรัม นำไปปั่นเหวี่ยง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับของอาร์ซีเนตในน้ำเสียตัวอย่างจากแหล่งที่ 3 เท่ากับร้อยละ 66.3 ปริมาณการดูดซับของอาร์ซีเนตเท่ากับ 5.48 มิลลิกรัมต่อกรัม ซึ่งประสิทธิภาพการดูดซับของอาร์ซีเนตในน้ำ เสียตัวอย่างจะต่ำกว่าในสารละลายอาร์ซีเนตเนื่องจากผลของตัวรบกวนที่มีอยู่ในน้ำเสีย



บทที่ **4**

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผลการทดลอง

้งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบโดยผ่านกระบวนการสกัดซิลิกาจากเถ้า แกลบด้วยสารละลายเบส (alkaline extraction) ซิลิกาที่ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดคล้ายแป้ง สีขาว พิสูจน์เอกลักษณ์ของซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบได้โดยเทคนิค FTIR, SEM, TEM, XRD, XRF, PSD และ N₂ adsorption พบว่าซิลิกาจาก<mark>เถ้าแกลบที่</mark>สังเคราะห์ได้เป็นซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) มีความ ้บริสุทธิ์สูงถึง **97%** มีลักษณ<mark>ะพื้นผิวขรุขระ</mark> มีรูป<mark>ร่า</mark>งและขนาดไม่แน่นอน โดยส่วนใหญ่จะมีขนาดอนุภาค ้ประมาณ 52 ไมโครเมตร มีพื้นที่ผิวทั้งหมดประม<mark>าณ</mark> 671 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาตรของโพรงการดูดซับ 0.323 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมและขนาดเส้<mark>นผ่</mark>านศูนย์กลางของโพรงการดูดซับเท่ากับ **2** นาโนเมตร หลังจากนั้นทำการดัดแ<mark>ปรของซิลิกาที่เตรียม</mark>จา<mark>กเถ้าแกลบด้วยออกไซด์ขอ</mark>งเหล็กและทองแดง เพื่อนำไป ศึกษาประสิทธิภาพการดูด<mark>ซับของอาร์ซีเนต</mark>ใน<mark>สารละลายและในน้ำเสียตัวอ</mark>ย่าง การดัดแปรทำได้โดยนำซิลิ กาที่สังเคราะห์ได้มาตกตะกอนร่วมกับออกไซด์ของเหล็กและทองแดง จะได้ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วย ้ออกไซด์ของเหล็กและทอ<mark>งแดงมีลักษณะเป็นผงละเอีย</mark>ดคล้<mark>ายแป้ง</mark> สี<mark>น้ำ</mark>ตาลแดงอ่อน ซึ่งสามารถพิสูจน์ ้เอกลักษณ์ได้โดยเทคนิค SEM, EDS และ XRD พบว่าออกไซด์ของเหล็กและทองแดงกระจายตัวอยู่ทั่วบน ้ผิวของซิลิกา โดยรูปร่างและขนา<mark>ดข</mark>องอ<mark>อกไซด์ของเหล็กและ</mark>ทอ<mark>งแด</mark>งไม่แน่นอน เมื่อนำซิลิกาที่ผ่านการดัด แปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงมาทดสอบการดูดซับอาร์ซีเนตพบว่าพีเอชที่เหมาะสมในการดูดซับ ้ คือพีเอซ 3 และมีเวลาที่เข้าสู่สมดุลข<mark>องการดูดซับที่ 24 ชั่วโมง</mark> การเข้าสู่สมดุลเป็นไปตามจลนพลศาสตร์ การดูดซับแบบ Pseudo-second-order และไอโซเทิร์มการดูดซับผลการทดลองที่ได้เป็นไปตามสมดุลการ ดูดซับของแบบจ<mark>ำลองฟ</mark>รุนดลิชมากกว่าแบบจำลองแลงเมียร์ จึงสามารถอ_{ธิ}บายได้ว่าการดูดซับของอาร์ซี เนตที่เกิดขึ้นบนผิวตัวด<mark>ูดซ</mark>ับซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็ก<mark>แล</mark>ะทองแดงเป็นการดูดซับแบบ หลายชั้น (multilayer adsorption) ถูกดูดซับด้วยแรงกระทำที่มีความแรงแตกต่างกัน (heterogeneous surface) ปริมาณอาร์ซีเนตสูงสุด (qm) ที่ถูกดูดซับบนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและ ทองแดงมีค่าเท่ากับ 9.3 มิลลิกรัมต่อกรัม และเมื่อทดสอบการดูดซับของอาร์ซีเนตกับน้ำเสียตัวอย่าง พบว่า ประสิทธิภาพการดูดซับของอาร์ซีเนตในน้ำเสียตัวอย่างจะต่ำกว่าในสารละลายอาร์ซีเนตเนื่องจากผลของตัว รบกวนที่มีอยู่ในน้ำเสีย

4.2 ข้อเสนอแนะในการทำวิจัยต่อ

- บดให้ละเอียดขึ้นเพื่อให้ได้นาโนซิลิกาและคัดแยกขนาดอนุภาคของนาโนซิลิกาก่อนทำการดัดแปรด้วย ออกไซด์ของเหล็กและทองแดง เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับอาร์ซีเนต
- ศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับของสารละลายอาร์ซีเนตที่ความเข้มข้นสูงขึ้น เพื่อหาปริมาณอาร์ซีเนต สูงสุด (Q_m) ที่ถูกดูดซับบนตัวดูดซับ
- 3. พิสูจน์เอกลักษณ์ของนาโนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยออกไซด์ของเหล็กและทองแดง เพื่อหาโครงสร้าง ที่แน่นอนของออกไซด์ของเหล็กและทองแดง
- ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของออกไซด์ของเหล็กและทองแดงในการดัดแปรนาโนซิลิกา เพื่อ ประสิทธิภาพสูงสุดในการดูดซับอาร์ซีเนต
- 5. ศึกษาผลของตัวรบกว<mark>นการดูด</mark>ซับอาร์ซีเนตที่<mark>มีอ</mark>ยู่ในน้ำเสียตัวอย่าง
- 6. ศึกษาการบรรจุนาโนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร<mark>ด้ว</mark>ยออกไซด์ของเหล็กและทองแดงลงในระบบคอลัมน์เพื่อ นำไปใช้กับสารตัวอย่างจริงได้ง่ายและมีประสิทธิภาพสูงสุด



เอกสารอ้างอิง

- 1. Kundu, S.; Gupta, A. K., Adsorptive removal of As(III) from aqueous solution using iron oxide coated cement (IOCC): evaluation of kinetic, equilibrium and thermodynamic models. *Separation and Purification Technology*. **2006**, *51*, 165–172.
- 2. Meng, X.; Bang, S.; Korfiatis. G. P., Effects of silicate, sulfate, and carbonate on arsenic removal by ferric chloride. *Water Research.* **2000**, *34*, 1255–1261.
- 3. Gerente, C.; Andres, Y.; Mckay, G.; Cloirec, P. L., Removal of arsenic(V) onto chitosan: from sorption mechanism explanation to dynamic water treatment process. *Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal.* **2010**, *158*, 593–598.
- Mafalda, P. L.; João, G. C.; Svetlozar V., Arsenate removal from sulphate-containing water streams by an ion-exchange membrane process. *Separation and Purification Technology*. 2016, 166, 125–134.
- 5. Figoli, A.; Cassano, A.; Criscuoli, A.; Mozumder, M. S. I.; Uddin, M. T.; Islam, M. A.; Drioli, E., Influence of operating parameters on the arsenic removal by nanofiltration. *Water Research.* **2010**, *44*, 97–104.
- Akin, I.; Arslan, G.; Tor, A.; Cengeloglu, Y.; Ersoz, M., Removal of arsenate [As(V)] and arsenite [As(III)] from water by SWHR and BW-30 reverse osmosis. *Desalination*. 2011, 281, 88–92.
- 7. Hering, G. J.; Chen, P.; Wilkie, J. A.; Elimelech, M., Arsenic removal from drinking water during coagulation. *Journal of Environmental Engineering*. **1997**, *123*, 800–807.
- 8. Chen, R.; Lei, Z.; Yang, S.; Zhang, Z.; Yang, Y.; Sugiura, N., Characterization and modification of porous ceramic sorbent for arsenate removal. *Colloids and Surfaces A.* **2012**, *414*, 393-399.
- 9. Liou, T. H.; Yang, C. C., Synthesis and surface characteristics of silica produced from alkaliextracted rice husk ash. *Materials Science and Engineering: B.* **2011**, *176*, 521-529.
- 10. Hou, J.; Cao, C.; Ma, X.; Idrees, F.; Xu, B.; Hao, X.; Lin, W., From rice bran to high energy density supercapacitors: a new route to control porous structure of 3D carbon, *Scientific Reports.* **2014**, *4*, 7260–7265.

- Zhang, S.; Gao, H.; Li, J.; Huang, Y.; Alsaedi, A.; Hayat, T.; Xu, X.; Wang, X., Rice husks as a sustainable silica source for hierarchical flower-like metal silicate architectures assembled into ultrathin nanosheets for adsorption and catalysis. *Journal of Hazardous materials.* 2017, *321*, 92-102.
- Zhang, G.; Ren, Z.; Zhang, X.; Chen, J., Nanostructured iron(III)-copper(II) binary oxide: A novel adsorbent for enhanced arsenic removal from aqueous solutions. *Water Research.* 2013, 47, 4022-4031.
- 13 Huang, S.; Wang, J.; Jing, S.; Jin, Y., Silica white obtained from rice husk in a fluidized bed. *Powder Technology.* **2001**, *117*, 232-238.
- 14 Liou, T. H., Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk. *Materials Science and Engineering A.* **2004**, *364*, 313-323.
- 15 Yalcin, N.; Sevinc, V., Studies on silica obtained from rice husk. *Ceramics International.* **2001**, *27*, 219-224.
- 16 Pijarn, N.; Jaroenworaluck, A.; Sunsaneeyametha, W.; Stevens, R., Synthesis and characterization of nanosized-silica gels formed under controlled conditions. *Powder Technology* **2010**, *203*, 462-468.
- Raven, K. P.; Jain, A.; Loeppert, R. H., Arsenite and arsenate adsorption on ferrihydrite: kinetics, equilibrium, and adsorption envelopes. *Environmental Science & Technology*. 1998, *32* 344-349.
- 18 Martinson, C. A.; Reddy, K. J., Adsorption of arsenic(III) and arsenic(V) by cupric oxide nano particles. *Journal of Colloid and Interface Science*. **2009**, *336*, 406-411.
- Li, G.; Gao, S.; Zhang, G.; Zhang, X., Enhanced adsorption of phosphate from aqueous solution by nanostructured iron(III)–copper(II) binary oxides. *Chemical Engineering Journal*. 2014, *235*, 124-131.
- 20 Rice husk (retrieved from http://rkb.irri.org/step-by-step-production/postharvest/rice-byproducts/rice-husk, accessed Mar 22, 2017)

- 21 เพื่องฟ้า อุ่นอบ. วัสดุและกระบวนการดูดซับสำหรับการบำบัดน้ำ, พิมพ์ครั้งที่2, โรงพิมพ์ I Deol, กรุงเทพมหานคร, 2559, 21-23, 84.
- Is glass a polymer (retrieved from http://www.pslc.ws/macrog/glass.htm, accessed Mar 22, 2017)
- 23 Bernal, J. D.; Dasgupta, D. R.; Mackay, A. L., The Oxides and Hydroxides of Iron and Their Structural Inter-Relationships. *The Mineralogical Society*. **1958**, *4*, 15-30.
- Mandal, B. K.; Suzuki, K. T., Arsenic round the world: a review. *Talanta*. 2002, *58*, 201–235.
- ²⁵ Hung, D.Q.; Nekrassova, O.; Compton, R. G., Analytical methods for inorganic arsenic in water: a review. *Talanta*. **2004**, *64*, 269-77.
- 26 Aqueous Inorganic Arsenic (retrieved from http://arsenic.tamu.edu/about/course/ mod2/notes/pg3.htm, accessed Mar 29, 2017)
- 27 Chemisorption and physisorption (retrieved from http://old.iupac.org/reports/2001/colloid_2001/manual_of_s_and_t/node16.html, accessed Apr 3, 2017)
- 28 Ghasemi, N.; Mirali, S.; Ghasemi, M.; Mashhadi, S., adsorption isotherms and kinetics studies for the removal of Pb(II) from aqueous solutions using low-cost adsorbent. *International Proceedings of Chemical, Biological and Environmental Engineering.* **2012**, *32*, 79-83.
- 29 Hamdaoui, O.; Naffrechoux, E., Modeling of adsorption isotherms of phenol and chlorophenols onto granular activated carbon Part I. Two-parameter models and equations allowing determination of thermodynamic parameters. *Journal of Hazardous Materials.* 2007, 147, 381-394.
- 30 characterization of powders and porous materials (retrieved from https://www.slideshare.net/sgarrab/mate-280-characterization-of-powders-and-porousmaterials, accessed Mar 25, 2017)

- 31 Adsorption Isotherm (retrieved from http://www.microtrac-bel.com/en/tech/bel/ seminar02.html, accessed Mar 25, 2017)
- ³² Jan, J.; Saceda, F.; Leon, R. L., Properties of silica from rice husk and rice husk ash and their utilization for zeolite y synthesis. *Quimica Nova*. **2011**, *34(8)*, 1394-1397.
- ³³ Li, Z.; Zhang, T.; Li, K., One-step synthesis of mesoporous two-line ferrihydrite for effective elimination of arsenic contaminants from natural water. *Dalton Transactions.* **2011**, *40*, 2062.
- ³⁴ Meng, X.; Bang, S.; Korfiatis, G. P., Effects of silicate, sulfate, and carbonate on arsenic removal by ferric chloride. *Water Research.* **2000**, *34(4)*, 1255-1261.



ประวัติผู้วิจัย

นางสาวชิดชนก โพธิ์ศรี เกิดวันที่ 28 กันยายน พ.ศ. 2537 สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจาก โรงเรียนนวมินทราชินูทิศ สตรีวิทยา พุทธมณฑล กรุงเทพมหานคร เมื่อปีการศึกษา 2555 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2556 ที่อยู่ปัจจุบัน 72/411 หมู่บ้านพระปิ่น 2 ซอยศาลาธรรมสพน์ 15 ถนนศาลาธรรมสพน์ แขวงศาลาธรรมสพน์ เขต ทวีวัฒนา กรุงเทพมหานคร 10170 อีเมล chidchanok.91@gmail.com

