

การกำจัดตะกั่ว (II) โดยใช้ซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบและซิลิกาที่ดัดแปรทางเคมีด้วย 3-[2-(2-อะมิโนเอทิลอะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซี ไฮเลน
Removal of Lead (II) by Using Silica Produced from Rice Husk Ash and Chemically Modified Silica with 3-[2-(2-aminoethylamino)-ethylamino]-propyl trimethoxy silane

ประวิทย์ เนื่องมัจฉา¹
 Prawit Nuengmatcha¹

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบได้แก่ ความเข้มข้นของกรด อุณหภูมิและเวลาที่ใช้เผา พบว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร สกัดซิลิกาออกจากเถ้าแกลบซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส นาน 4.0 ชั่วโมง สามารถสกัดซิลิกาได้ 98.34 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ และเครื่องวิเคราะห์ CHNS/O) และเมื่อนำซิลิกาที่ได้มาดัดแปรทางเคมีด้วย 3-[2-(2-อะมิโนเอทิลอะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซีไฮเลน โดยศึกษาลักษณะเฉพาะของซิลิกาด้วย FT-IR สเปกตรัม พบพีคที่ 3372 cm⁻¹ ซึ่งตรงกับหมู่ NH₂ เมื่อนำไปศึกษาการกำจัดตะกั่ว (II) ในน้ำเสียด้วยวิธีแบบถังแช่และแบบคอลัมน์ โดยใช้เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรเมตรีในการตรวจวัด พบว่าช่วง pH ที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว (II) และเวลาที่การดูดซับเข้าสู่สมดุลคือ 4.0-6.0 และ 30 นาที ตามลำดับ เมื่อหาค่าความจุสูงสุดของการกำจัดตะกั่ว (II) ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยใช้สมการไอโซเทอร์มของฟรุนดลิช พบว่าซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีนั้น สามารถกำจัดตะกั่ว (II) ได้สูงสุดด้วยวิธีแบบถังแช่และแบบคอลัมน์เท่ากับ 86.84 และ 88.23 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ และเมื่อนำซิลิกาที่ดัดแปรทางเคมีมาประยุกต์ใช้กำจัดตะกั่ว (II) จากน้ำทิ้งในเขตเทศบาลที่มีการทำเครื่องถลุงและน้ำทิ้งจากศูนย์วิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช พบว่าสามารถกำจัดตะกั่ว (II) ได้ 99.42 และ 90.99 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ

คำสำคัญ: 3-[2-(2-อะมิโนเอทิลอะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซีไฮเลน, ซิลิกา, ตะกั่ว (II), เถ้าแกลบไฮโซเทอร์ม การดูดซับ, อะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรเมตรี

ว วิทย เทคโนโลยี มมส 2551;27(2):131-142

Abstract

In this research, a study on the optimum conditions of silica extraction from rice husk ash was investigated. The effects of acid concentration, temperature and combustion time were studied. It was found that the optimum conditions included 2.0 mol. L⁻¹ hydrochloric acid concentration at 600 °C with 4.0 hrs combustion time. The

¹ อาจารย์, ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช, อำเภอเมือง จังหวัดนครศรีธรรมราช 80280
¹ Lecturer, Department of Science, Faculty of Science and Technology, Rajabhat Nakhon Si Thammarat University, Mueang District, Nakhon Si Thammarat 80280, Thailand.

* Corresponding author, Prawit Nuengmaleha, Department of Science, Faculty of Science and Technology, Rajabhat Nakhon Si Thammarat University, Mueang District, Nakhon Si Thammarat 80280, Thailand. E-mail: Pnuengmatcha@gmail.com,
 Received: 24 August 2007; Accepted: 14 December 2008.

content of silica was found to be 98.34 % w/w detected by X-ray fluorescence spectrometer and CHNS/O analyzer. The obtained silica was chemically modified with 3-[2-(2-aminoethylamino)-ethylamino]-propyl-trimethoxy silane (AEAEPTMS) and then characterized by FT-IR spectrum which showed the additional peak at 3372 cm^{-1} corresponding to NH_2 (stretching). The removal of lead (II) from wastewater sample by batch and column methods and by using atomic absorption spectrometry was carried out. The results showed that the optimum pH ranges for quantitative removal of lead (II) and the time required for adsorption equilibrium were 4.0–6.0 and 30 minutes, respectively. After being applied the optimum condition founded from the research to obtain the maximum adsorptive capacity of lead (II) from batch and column methods by using Freundlich adsorption isotherm, It was found that silica produced from rice husk and chemically modified with AEAEPTMS had maximum adsorption of lead (II) at 86.84 and 88.23 mg.g^{-1} by batch and column methods, respectively. This chemically modified silica to was applied remove lead (II) from wastewater of nielloware factory in municipal area Nakhon Si Thammarat province and science center Nakhon Si Thammarat Rajabhat University. It was found that the efficiency of lead removal from wastewater was 99.42% and 90.99 %, respectively.

Keywords: 3-[2-(2-aminoethylamino)-ethylamino]-propyl-trimethoxy silane, silica, lead (II), rice husk ash adsorption isotherm, atomic absorption spectrometry

J Sci Technol MSU 2008;27(2):131–142

บทนำ

ปัจจุบันประเทศไทย มีการขยายตัวของภาค อุตสาหกรรม ไปยังภูมิภาคต่าง ๆ ของประเทศอย่างกว้างขวาง ทำให้ปริมาณการใช้โลหะหนักสูงขึ้น จนก่อให้เกิดปัญหาการแพร่กระจายโลหะหนักออกสู่ แม่น้ำ ลำคลอง และแหล่งทำการเกษตรต่าง ๆ ทำให้โอกาสที่โลหะหนักเหล่านี้จะกระจายเข้าสู่ห่วงโซ่อาหารมีสูงขึ้น จนส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพของมนุษย์ ซึ่งโลหะหนักที่ถูกปล่อยออกมาส่วนใหญ่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรมที่ขาดระบบการกำจัดโลหะหนักหรือประสิทธิภาพของระบบบำบัดที่ไม่ดีพอ

ตะกั่วเป็นโลหะหนักชนิดหนึ่งที่ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรมต่าง ๆ เนื่องจากเป็นโลหะอ่อน มีจุดหลอมเหลวต่ำ แต่ขณะเดียวกันตะกั่วก็สามารถปนเปื้อนได้ง่ายทั้งในดิน น้ำ และอากาศ มีโรงงานอุตสาหกรรมหลายประเภทที่มีโลหะตะกั่วเจือปนในปริมาณที่สูง เช่น โรงงานทำเครื่องถม โรงงานแบตเตอรี่ โรงงานชุบโลหะเป็นต้น ถ้าโรงงานเหล่านี้ปล่อยน้ำเสียออกสู่แหล่งน้ำ โดยไม่ผ่านกระบวนการบำบัด ตะกั่วก็จะมีโอกาสเข้าสู่สิ่งแวดล้อมและร่างกายของมนุษย์ได้ ซึ่งโดยปกติตะกั่วสามารถเข้าสู่ร่างกายมนุษย์ได้ทั้งทางผิวหนัง การหายใจและการกิน

อาหารที่มีการปนเปื้อนของตะกั่ว เมื่อเข้าสู่ร่างกายแล้ว ตะกั่วบางส่วนจะถูกสะสมในอวัยวะต่าง ๆ เช่น เลือด ตับ และไต และอาจส่งผลให้เกิดอาการผิดปกติขึ้น เช่น ความผิดปกติของระบบประสาท ทำให้ความจำและการเรียนรู้ลดลง ระบบการสร้างเม็ดเลือดผิดปกติหรือกล้ามเนื้ออ่อนแรง¹ ดังนั้นเพื่อเป็นการควบคุมการปนเปื้อนของตะกั่วไม่ให้อยู่ในระดับที่เป็นอันตรายกระทรวงอุตสาหกรรมจึงได้กำหนดมาตรฐานน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมฉบับที่ 12 (2525) ให้นำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมต่าง ๆ มีปริมาณตะกั่วไม่เกิน 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร และมาตรฐานน้ำประปานครหลวงสามารถให้มีตะกั่วได้ไม่เกิน 0.05 มิลลิกรัมต่อลิตร

ผลจากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่า การกำจัดตะกั่วออกจากน้ำเสีย สามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่ การแลกเปลี่ยนไอออน² การทำให้ตกตะกอนในรูปของไฮดรอกไซด์และออกไซด์ การแยกโดยใช้ไฟฟ้าการออสโมซิสผันกลับ³ การดูดซับด้วยวัสดุธรรมชาติ เช่น ไยไหม⁴ ไยไม้ไผ่ ไยมะพร้าว ถั่วแกลบ⁵ เปลือกไข่และเกล็ดปลา⁶ ถั่วแกลบดำ⁷ ดินเหนียว ชี้เลื่อย⁸ กากสาเก⁹ สาหร่ายสีเขียว¹⁰ เปลือกหอย^{11,12} และถ่านกัมมันต์¹³ เป็นต้น นอกจากนี้ยังพบว่า มีอีกหนึ่งวิธีที่นิยมนำมาใช้ในการกำจัดโลหะหนักซึ่งรวมถึงตะกั่วด้วย ได้แก่ การกำจัดโลหะหนักโดยใช้ ซิลิกาที่ตัดแปรทางเคมีด้วยลิแกนด์ต่าง ๆ

เช่น การแยกไอออนของ Hg^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Ag^+ , Ni^{2+} และ Pb^{2+} ด้วยซิลิกาเจลที่ดัดแปรด้วยลิแกนด์เอทิลีนไดเอมีน (ethylenediamine) และลิแกนด์ไดไธโอคาร์บาเมท¹⁴ (dithiocarbamate) กำจัด As ด้วยซิลิกาที่ดัดแปรทางเคมีด้วย 3-(เมอร์แคปโตโพรพิล) ไตรเมทอกซิลไฮดรอกซิล 15 (3-(mercaptopropyl) trimethoxyl silane) กำจัด Co^{2+} , Ni^{2+} และ Cu^{2+} ด้วยซิลิกาเจลที่ดัดแปรด้วย 3-เมทิล-1-ฟีนิล-4-สเตียร์โรล-5-ไพราโซลोन¹⁶ (3-methyl-1-phenyl-4-stearol-5-pyrazolone) กำจัด Cu^{2+} ด้วยโพลีสไตรีนซิลิกา (polystyrene silica) ที่ดัดแปรทางเคมีด้วย 1,4,8,11-เตตราอะไซโคลเตตราเดคาเคน (ไซคลาม) (1,4,8,11-tetraacyclo tetradecane, cyclam) และ N-(3-ไตรเมทอกซิลโพรพิล) ไดเอทิลีนไดเอมีน¹⁷ (N-(3-trimethoxy propyl) diethylene triamine (DETA) กำจัด Hg^{2+} ด้วยซิลิกาที่ดัดแปรด้วยหมู่อะมิโน-ไทออล¹⁸ (amino-thiol group) กำจัด Zn^{2+} ด้วยซิลิกาที่ดัดแปรทางเคมีด้วยหมู่อะมิโน-ไทออล¹⁹ การกำจัด Pb^{2+} ด้วยวัสดุซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทิลีนอิมีน²⁰ (polyethylene imine) การวิเคราะห์รูปแบบและเพิ่มความเข้มข้นของ Cr^{3+} และ Cr^{6+} ด้วยซิลิกาเจลที่ดัดแปรด้วยเอมิโดกซิม (amidoxime) และเบนโซไทโอซอลิล²¹ (benzothiozoly) เป็นต้น จากผลการวิจัยที่ผ่านมาจะเห็นว่าซิลิกาจัดเป็นวัสดุที่มีศักยภาพสูงในการที่จะพัฒนาปรับปรุงเพื่อใช้ในการกำจัดโลหะหนักที่ปนเปื้อนในน้ำเสียได้

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ เป็นสารประกอบของซิลิกอนและออกซิเจน มีสูตรอย่างง่ายคือ SiO_2 มีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ ซิลิกาถูกนำมาใช้ในภาคอุตสาหกรรมและการศึกษาวิจัยอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นตัวดูดความชื้น เพื่อช่วยยืดอายุการถนอมอาหาร ใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงตึงผิวในอุตสาหกรรมยา และในด้านสิ่งแวดล้อม ใช้ในการดูดซับสารอันตราย สารพิษ กระจกอากาศ และฝุ่นละออง แหล่งวัตถุดิบที่สำคัญสำหรับการผลิตซิลิกาได้แก่ ทราย ซึ่งนับวันจะมีปริมาณลดน้อยลง นอกจากทรายแล้วยังพบว่าเปลือกข้าวหรือแกลบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบถึงร้อยละ 20 และเมื่อนำมาผ่านกระบวนการทางเคมีหรือเผา จะได้ซีเถ้าแกลบที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบร้อยละ 88.28 และมีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 99.91²² ดังนั้นจึงมีการศึกษาวิจัยถึงวิธีการที่ใช้ในการสกัดซิลิกาจากแกลบอย่างกว้างขวาง²³⁻²⁷ แต่วิธีสกัดซิลิกาที่ผ่านมาต้องใช้เครื่องมือขั้นสูง ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัด

ซิลิกาจากแกลบ โดยใช้เตาเผาอย่างง่ายที่มีในห้องปฏิบัติการ และนำซิลิกาที่ได้มาดัดแปรทางเคมีด้วย 3-[2-(2-อะมิโนเอทิล อะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซิลไฮดรอกซิล และประยุกต์ใช้ในงานด้านสิ่งแวดล้อม โดยศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่วในน้ำเสีย ด้วยวิธีแบบถังแช่และแบบคอลัมน์

วัสดุอุปกรณ์และวิธีการศึกษา

เครื่องมือและสารเคมี

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาได้แก่ เครื่องฟูริเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, Perkin Elmer 683) เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer Perkin Elmer 3110) เครื่องวิเคราะห์ CHNS/O (CHNS/O Analyzer, Perkin Elmer PE2400 SeriesII) เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (X-ray fluorescence spectrometer, Oxford Model ED2000) เตาเผา (Furnace, Carbolite CWF 1300) และสารเคมี ที่ใช้ในการวิจัยเป็นเกรดงานวิเคราะห์ได้แก่ เมทานอล 3-[2-(2-อะมิโนเอทิลอะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซิลไฮดรอกซิล ไฮโดรคลอริก โทลูอีน และเลดไนเตรท ของบริษัท MERCK

การเตรียมวัสดุตัวอย่าง

วัสดุตัวอย่างที่ใช้เป็นวัสดุธรรมชาติและเป็นวัสดุเหลือใช้จากโรงสีข้าวได้แก่ เปลือกข้าว (แกลบ) โดยนำแกลบมาล้างน้ำให้สะอาด และนำไปต้มด้วยกรด ไฮโดรคลอริก 1 โมลต่อลิตร นาน 3 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) จนพีเอชเป็นกลางทิ้งไว้เกือบแห้ง นำไปอบที่ 120 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง และเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อใช้ในการศึกษาต่อไป

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกาจาก แกลบ

ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกาจากแกลบได้แก่ ความเข้มข้นของกรด อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา โดยชั่งตัวอย่างแกลบ 0.2 กิโลกรัม ทั้งหมด 5 ชุด ๆ ละ 3 กรัม นำมากำจัดสารอินทรีย์โดยการต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1.0, 2.0 4.0, 6.0, และ 8.0 โมลต่อลิตร เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นล้างแกลบด้วยน้ำกลั่น

จน pH เป็นกลาง นำไปอบที่ 120 องศาเซลเซียส เวลา 24 ชั่วโมง นำตัวอย่างแกลบไปเผาที่อุณหภูมิ 200, 400, 600, 800, และ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 และ 10.0 ชั่วโมง นำเข้าแกลบที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณซิลิกาด้วย เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์ และเครื่องวิเคราะห์ CHNS/O และศึกษาโครงสร้างทางเคมีของซิลิกาที่สกัดได้จาก แกลบ โดยนำตัวอย่างมาอัดเม็ดผสมกับ KBr แล้วจึงวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

การเตรียมซิลิกาโดยวิธีการตัดแปรทางเคมีด้วย 3-[2-(2-อะมิโนเอทิลอะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซีไซเลน

ในการศึกษาครั้งนี้ ได้ปรับปรุงคุณภาพซิลิกาโดยตัดแปรทางเคมีด้วย 3-[2-(2-อะมิโนเอทิลอะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซีไซเลน ซึ่งประยุกต์ใช้วิธีของ Puranik DB และคณะ¹⁷ โดยซังซิลิกาที่สกัดจากแกลบและซิลิกาเชิงการค้า (ใช้สำหรับเป็นวัสดุเปรียบเทียบ) อย่างละ 1.0 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร และเติมลิแกนด์ 10 มิลลิลิตร นำไปรีฟลักซ์ (reflux) โดยใช้โหล้อ้นเป็นตัวทำลาย เป็นเวลา 72 ชั่วโมง จากนั้นกรองและล้างด้วยเมทานอล และอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง นำไปศึกษาลักษณะโครงสร้างทางเคมี โดยนำซิลิกาที่ตัดแปรทางเคมีแล้วมาตรวจวัดด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

การหาสภาวะที่เหมาะสมและความสามารถในการกำจัดตะกั่วด้วยเทคนิคคอลลัมน์

โลหะที่ใช้ศึกษาครั้งนี้คือ ตะกั่ว (II) ที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยหาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว ได้แก่ เวลาที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว pH ของสารละลาย และความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วเพื่อหาค่าความจุในการกำจัด โดยซังวัสดุทั้งสี่ชนิด (ซิลิกาจากแกลบ ซิลิกาจากแกลบที่ตัดแปรทางเคมี ซิลิกาเชิงการค้า และซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี) หนัก 0.05 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ เติมสารละลายตะกั่วที่ปรับ pH เป็น 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, และ 6.0 ปริมาตร 50 มิลลิลิตร นำไปเขย่าที่ 120 รอบต่อนาที ที่เวลาแตกต่างกัน ได้แก่ 10, 20, 30, 60, 120, 180, 240, 300, และ 360 นาที ตามลำดับ

นำสารละลายส่วนใสไปวิเคราะห์หาตะกั่ว ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และหาความเข้มข้นของสารละลายตะกั่ว เพื่อใช้หาค่าความจุในการกำจัดตะกั่ว โดยซังวัสดุ 0.05 กรัม แซ่ในสารละลายตะกั่วที่มีความเข้มข้นต่างกันระหว่าง 10 ถึง 200 มิลลิกรัมต่อลิตร เขย่าด้วยเวลาที่เหมาะสม นำสารละลายส่วนใสไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ นำข้อมูล ที่ได้ไปหาความจุของการดูดซับโดยอาศัยสมการไอโซเทอร์มของฟรุนดลิช

การหาความสามารถในการกำจัดตะกั่วด้วยเทคนิคคอลลัมน์

ทำการบรรจุวัสดุดูดซับทั้งสี่ชนิดลงในคอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8.0 มิลลิเมตร (Figure 1) โดยให้แต่ละคอลัมน์บรรจุวัสดุสูง 5 เซนติเมตร พร้อมทั้งซังน้ำหนัสดูดด้วยเครื่องชั่งละเอียด ผ่านสารละลายตะกั่วความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยอัตราการไหล (flow rate) 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที ทำการเก็บสารละลายตะกั่วที่ผ่านคอลัมน์ครั้งละ 25 มิลลิลิตร จนครบ 1.0 ลิตร จึงนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และคำนวณค่าความสามารถในการกำจัดตะกั่ว โดยการเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C_A/C_{AO} กับปริมาตรของสารละลายตะกั่ว (มิลลิลิตร)

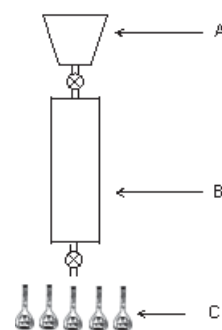


Figure 1 Schematic of designed experiment

A = Storage wastewater tank

B = Column

C = Effluent collection

การหาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วจากตัวอย่างน้ำทิ้งด้วยวัสดุซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ตัดแปรทางเคมี

ในการทดลองนี้จะเลือกศึกษาเฉพาะวัสดุซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ตัดแปรทางเคมีเท่านั้น โดยบรรจุลงในคอลัมน์เช่นเดียวกับการหาความสามารถในการกำจัดตะกั่วแบบคอลัมน์ และผ่านสารละลายตัวอย่างน้ำทิ้งจากเขตเทศบาลที่มีการทำเครื่องถม อำเภอเมือง จังหวัดนครศรีธรรมราช และน้ำทิ้งจากศูนย์วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช ปริมาตร 1.0 ลิตร ด้วยอัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที ทำการเก็บสารละลายตัวอย่างที่ผ่านคอลัมน์ไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และคำนวณหาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่ว

ผลการศึกษา

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบจากการนำเถ้าแกลบมาศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกาได้แก่ ความเข้มข้นของกรด อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา ได้ผลการทดลองดังนี้

ผลของความเข้มข้นกรด จากผลการทดลองพบว่า แกลบที่ต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2.0, 4.0, 6.0, และ 8.0 โมลต่อลิตร ได้ปริมาณซิลิกาไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) กับแกลบที่ต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร โดยปริมาณซิลิกาเฉลี่ย เป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเท่ากับ 84.65±1.39 96.57±1.57 96.77±1.47 96.93±1.02 และ 97.23±1.16 ตามลำดับ (Table 1)

ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา จากการทดลองพบว่า แกลบที่เผาที่ 600, 800, และ 1,000 องศาเซลเซียส ได้ปริมาณซิลิกาไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) เมื่อเผาที่ 200 และ 400 องศาเซลเซียส โดยปริมาณของซิลิกาเฉลี่ยเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักมีค่าเท่ากับ 60.10±2.15 83.74±3.05 97.80±1.35 97.22±2.26 และ 97.65±1.55 ตามลำดับ (Table 1)

ผลของเวลาที่ใช้ในการเผา จากการทดลองพบว่า แกลบที่ใช้เวลาในการเผา 4.0, 6.0, 8.0, และ 10.0 ชั่วโมง ได้ปริมาณซิลิกาไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) เมื่อใช้เวลาเผา 2.0 ชั่วโมง ปริมาณซิลิกาเฉลี่ยเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักมีค่าเท่ากับ 71.9±1.80 98.34±1.04 97.96±1.70 98.19±1.54 และ 98.38±1.05 ตามลำดับ (Table 1)

การตัดแปรซิลิกาโดยใช้ 3-[2-(2-อะมิโนเอทิล อะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซี ซิเลน

เมื่อทำการปรับปรุงคุณภาพซิลิกาจากเถ้าแกลบด้วย ลิแกนด์ 3-[2-(2-อะมิโนเอทิล อะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซีซิเลน และนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มมอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญดังแสดงใน Figure 2 ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาของ Ibrahim DM และคณะ²⁶

Table 1 Percentage of extractive silica from rice husk ash with different conditions

Concentration of HCl (mol/L) (burned temp 600°C and burned time 4 hr)		% SiO ₂ (by weight)		Burned time 4 (hr) (concentration of HCl 2.0 mol/L and burned temp 600°C)	
		Burned temp (°C) (concentration of HCl 2.0 mol/L and burned time 4 hr)			
1.0	84.65 ^a ±1.39	200	60.10 ^a ±2.15	2.0	71.97 ^a ±1.80
2.0	96.57 ^b ±1.57	400	83.74 ^b ±3.05	4.0	98.34 ^b ±1.04
4.0	96.77 ^b ±1.47	600	97.80 ^c ±1.35	6.0	97.96 ^b ±1.70
6.0	96.93 ^b ±1.02	800	97.22 ^c ±2.26	8.0	98.19 ^b ±1.54
8.0	97.23 ^b ±1.16	1000	97.65 ^c ±1.55	10.0	98.38 ^b ±1.05

Mean ± S.D. with different subscripts in the same column are significantly different ($p<0.05$)

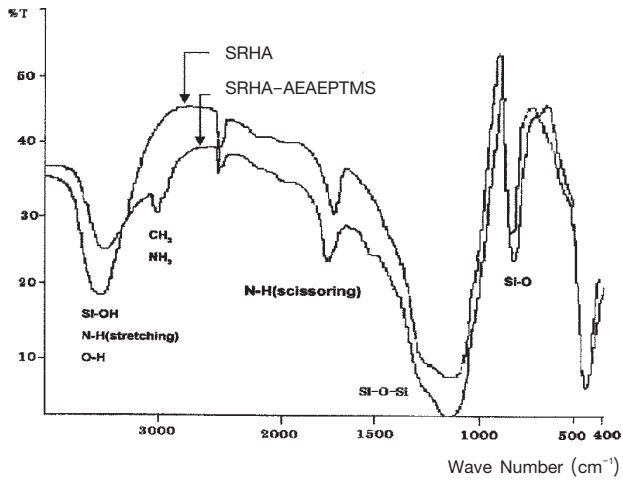


Figure 2 FTIR spectra of silica produced from rice husk ash (SRHA) and silica produced from rice husk ash and modified with AEAAPTMS (SRHA-AEAAPTMS)

การหาสภาวะที่เหมาะสมและความสามารถในการกำจัดตะกั่วด้วยเทคนิคถังแช่

1. เวลาที่เหมาะสมต่อการกำจัดตะกั่ว

จากการศึกษาพบว่าซิลิกาจากเถ้าแกลบและซิลิกาเชิงการค้าให้ผลสอดคล้องกันคือ เมื่อเขย่าสารละลายในช่วงเวลา 60-360 นาที สามารถกำจัดตะกั่วได้โดยไม่มี ความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่เมื่อใช้เวลาเขย่า 10, 20, และ 30 นาที จะสามารถกำจัดตะกั่วได้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) ปริมาณ ตะกั่วที่ถูกกำจัดโดยซิลิกาจาก เถ้าแกลบและซิลิกาเชิงการค้าเฉลี่ยเท่ากับ $1.54^a \pm 0.12$ $2.85^b \pm 0.13$ $3.88^c \pm 0.23$ $7.40^d \pm 0.10$ $7.36^d \pm 0.01$ $7.47^d \pm 0.19$ $7.34^d \pm 0.36$ $7.43^d \pm 0.36$ $7.47^d \pm 0.15$ มิลลิกรัมต่อกรัม และเท่ากับ $3.57^a \pm 0.32$ $5.43^b \pm 0.20$ $0.42^c \pm 0.34$ $19.79^d \pm 0.12$ $19.68^d \pm 0.26$ $19.72^d \pm 0.15$ $19.68^d \pm 0.43$ $19.57^d \pm 0.68$ $19.79^d \pm 0.30$ มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ ส่วนในซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมีพบว่าให้ผลสอดคล้องกันคือ เมื่อเขย่าในช่วงเวลา 30-360 นาที สามารถกำจัดตะกั่วได้โดยไม่มี ความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) เมื่อใช้เวลาเขย่า 10 และ 20 นาที ปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดโดยซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมีมีค่าเท่ากับ $77.41^a \pm 2.18$ $77.98^a \pm 1.33$

$80.14^b \pm 1.11$ $80.82^b \pm 1.72$ $81.37^b \pm 0.74$ $81.03^b \pm 2.71$ $81.40^b \pm 0.49$ $81.89^b \pm 2.01$ $81.69^b \pm 2.65$ มิลลิกรัมต่อกรัม และเท่ากับ $85.07^a \pm 2.73$ $87.04^a \pm 0.97$ $90.93^b \pm 1.76$ $91.15^b \pm 0.38$ $91.30^b \pm 2.22$ $91.33^b \pm 1.14$ $91.36^b \pm 1.29$ $91.72^b \pm 1.15$ $91.92^b \pm 2.83$ มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ (Figure 3)

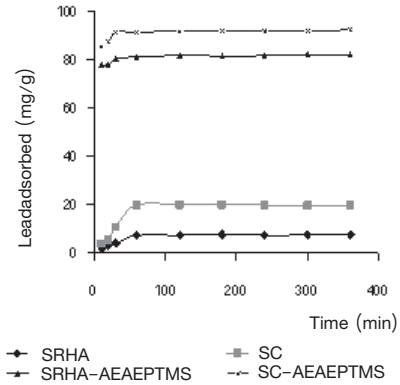


Figure 3 Effect of contact time on adsorption of lead

2. pH ที่เหมาะสมต่อการกำจัดตะกั่ว

จากการศึกษาพบว่า ซิลิกาจากเถ้าแกลบและซิลิกาเชิงการค้า ให้ผลการทดลองสอดคล้องกันคือ เมื่อปรับ สารละลายตะกั่วให้มี pH เท่ากับ 3.0, 4.0, 5.0, และ 6.0 สามารถกำจัดตะกั่วได้โดยไม่มี ความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) กับสารละลายตะกั่วที่มี pH เท่ากับ 1.0 และ 2.0 ปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดโดยใช้ซิลิกาจากเถ้าแกลบและซิลิกาเชิงการค้า เฉลี่ยเป็นมิลลิกรัมต่อกรัมมีค่าเท่ากับ $6.30^a \pm 0.14$ $7.47^b \pm 0.12$ $8.30^c \pm 0.36$ $8.33^c \pm 0.56$ $8.42^c \pm 0.40$ $8.45^c \pm 0.76$ มิลลิกรัมต่อกรัม และ $14.73^a \pm 1.38$ $18.99^b \pm 0.33$ $21.56^c \pm 0.40$ $21.60^c \pm 1.08$ $21.55^c \pm 0.44$ $21.54^c \pm 0.21$ มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ ส่วนซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมีให้ผลการทดลอง สอดคล้องกับซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมีคือ เมื่อปรับ สารละลายตะกั่วให้มี pH เท่ากับ 4.0, 5.0, และ 6.0 สามารถกำจัดตะกั่วได้โดยไม่มี ความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p>0.05$) แต่มีค่าแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p<0.05$) กับสารละลายตะกั่วที่มี pH เท่ากับ 1.0 2.0 และ 3.0 โดยที่ปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดโดยใช้ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมีเท่ากับ $74.45^a \pm 1.29$ $77.63^b \pm 0.78$ $79.37^{bc} \pm 1.11$ $81.17^c \pm 1.04$ $81.44^c \pm 0.60$ $81.69^c \pm 1.50$

มิลลิกรัมต่อกรัม และเท่ากับ $86.67^{a} \pm 1.52$ $88.50^{ab} \pm 0.45$ $89.67^{b} \pm 0.56$ $92.23^{c} \pm 0.40$ $92.46^{c} \pm 1.79$ $92.14^{c} \pm 1.03$ มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ (Figure 4)

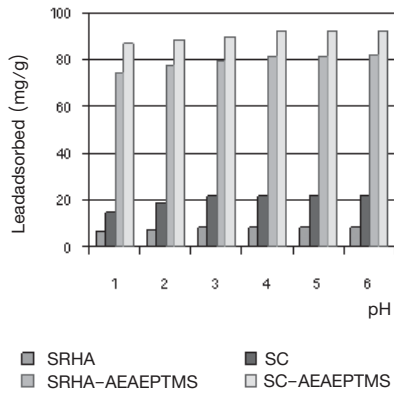


Figure 4 Effect of pH variation on lead adsorption

3. การหาค่าความจุในการกำจัดตะกั่ว

จากการศึกษาข้อมูลเพื่อหาความจุของการดูดซับตะกั่ว โดยอาศัยสมการไอโซเทอร์มของฟรุนดลิชในรูปลอการิทึม สมการคือ $\log X/m = \log K + 1/n \log C$ เมื่อ X/m คือปริมาณโลหะที่ถูกดูดซับบนวัสดุ (มิลลิกรัมต่อกรัม) C คือความเข้มข้นของโลหะในสารละลายเมื่อการดูดซับเข้าสู่สมดุล (มิลลิกรัมต่อลิตร) K และ $1/n$ คือค่าคงที่ จากค่า $\log K$ สามารถหาค่าความจุได้ พบว่าซิลิกาจากเถ้าแกลบ ซิลิกาเชิง การค้า ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมีสามารถกำจัดตะกั่วได้สูงสุด 8.68 ($R^2=0.9784$) 22.27 ($R^2=0.9177$) 86.84 ($R^2=0.9023$) และ 94.23 ($R^2=0.9674$) มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ (Table 2)

ความสามารถในการกำจัดตะกั่วด้วยเทคนิคคอลัมน์

จากการหาความสามารถสูงสุดในการกำจัดตะกั่วของวัสดุซิลิกาจากเถ้าแกลบ ซิลิกาเชิงการค้า ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมี ด้วย

เทคนิคแบบคอลัมน์ โดยใช้ (break through capacity) จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง C_A/C_{AO} และปริมาตรของสารละลายตะกั่ว (มิลลิลิตร) (Figure 5) เมื่อ C_A คือ ความเข้มข้นของตะกั่วในสารละลายหลังผ่านคอลัมน์ และ C_{AO} คือความเข้มข้นของตะกั่วในสารละลายก่อนผ่านคอลัมน์ ความสามารถสูงสุดในการกำจัดตะกั่วของวัสดุต่าง ๆ หาได้จากปริมาตรของสารละลายที่ทำให้ค่า C_A/C_{AO} เท่ากับ 0.5 พบว่า ปริมาตรของสารละลายตะกั่วที่ทำให้ค่า C_A/C_{AO} เท่ากับ 0.5 ของซิลิกาจากเถ้าแกลบ ซิลิกาเชิงการค้า ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปรทางเคมี คือ 110, 260, 870, และ 940 มิลลิลิตร ตามลำดับ เมื่อคำนวณหาความสามารถสูงสุดในการกำจัดตะกั่ว พบว่า มีค่าเท่ากับ 9.78, 23.22, 88.23, และ 95.56 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ

การหาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วจากตัวอย่างน้ำทิ้งด้วยวัสดุซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี

จากการหาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วของวัสดุซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี โดยใช้ตัวอย่างน้ำทิ้งจากเขตเทศบาลที่มีการทำเครื่องถมอำเภอมือง จังหวัดนครศรีธรรมราช และตัวอย่างน้ำทิ้งจากศูนย์วิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช ได้ผลดังแสดงใน Table 3

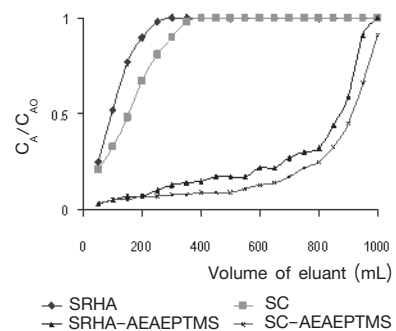


Figure 5 Break-through curve of lead

Table 2 Lead adsorption capacity by batch method

Adsorbents	Linear equation	R^2	Adsorption capacity; K (mg/g)
SRHA	$Y = 0.0549 + 0.9387$	0.9784	8.68
SC	$Y = 0.0078 + 1.3477$	0.9177	22.27
SRHA-AEAAPTMS	$Y = 0.0251 + 1.9238$	0.9023	86.84
SC-AEAAPTMS	$Y = 0.0723 + 1.9742$	0.9674	94.23

Table 3 Percentage of lead removal from wastewater by using SRHA-AEAEPTMS as adsorbent

Wastewater sample	Concentration of lead (mg/L)		Removal (%)
	Before flow through column	After flow through column	
Wastewater sample 1*	36.52±0.75	3.29±0.46	90.99±0.51
Wastewater sample 2**	8.63±0.96	0.05±0.01	99.42±0.37

* Wastewater from heavy metal analysis laboratory of science center Nakhon Si Thammarat Rajabhat University

** Wastewater of nielloware factory in municipal area Nakhon Si Thammarat province

วิจารณ์และสรุปผล

สภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิงค์จากถ้ำกลบ

1. ผลของความเข้มข้นกรด

จาก Table 1 พบว่าปริมาณซิงค์ที่ได้จะแปรผันตรงกับความเข้มข้นของกรดที่ใช้กำจัดสารอินทรีย์ ทั้งนี้เนื่องจากกรดที่มีความเข้มข้นสูงจะมีความสามารถในการกำจัดสารอินทรีย์ได้ดี จากการศึกษาครั้งนี้เลือกใช้กรดไฮโดรคลอริกที่เข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร ซึ่งเป็นความเข้มข้นกรดที่น้อยที่สุด ที่สามารถสกัดซิงค์ได้สูงถึง 96.57±1.57 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังพบว่าวิธีนี้ สามารถสกัดซิงค์ได้สูงกว่าวิธีของ Patel M และคณะ²⁷ ซึ่งได้ทดลองปรับสภาพถ้ำกลบ โดยแช่ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (ความเข้มข้น 2-12 โมลต่อลิตร) ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส นาน 5 ชั่วโมง ได้ปริมาณซิงค์ 31 ถึง 34 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักและมีปริมาณซิงค์ใกล้เคียงกับวิธีของกนกอร หัสโรจน์²³ ซึ่งได้ศึกษาปัจจัยของกรดต่อกระบวนการผลิตซิงค์จากถ้ำกลบ โดยผ่านกระบวนการทางเคมีความเข้มข้นของกรด 1 ถึง 5 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ภายในเวลา 0.5 ถึง 2 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายกรดไฮโดรโบรมิก ไฮโดรคลอริกและไนตริก พบว่าได้ปริมาณซิงค์สูงสุด 98.35 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2. ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา

จาก Table 1 พบว่า ปริมาณซิงค์จะแปรผันตรงกับอุณหภูมิที่ใช้เผา ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงจะมีความสามารถในการเผาไหม้สารอินทรีย์ได้ดี จากการศึกษาครั้งนี้เลือกใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 600 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่น้อยที่สุดที่สามารถให้ปริมาณซิงค์ได้สูง 97.80±1.35 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และยังพบว่าวิธีนี้

สามารถให้ปริมาณซิงค์สูงกว่าวิธีของ Adam F และคณะ²⁵ ซึ่งได้ศึกษาคุณสมบัติของซีเมนต์ถ้ำกลบเพื่อผลิตซิงค์บริสุทธิ์โดยเผาในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 450 ถึง 540 องศาเซลเซียส นาน 5 ชั่วโมง ได้ซิงค์บริสุทธิ์สูงสุด 94 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีปริมาณซิงค์ใกล้เคียงวิธีของนริศรา อัจฉริยาเพ็ชร และคณะ²⁴ ซึ่งได้ศึกษาวิธีการผลิตซิงค์คุณภาพสูงจากถ้ำกลบในเตาเผาแบบฟลูอิดเซชัน พบว่าสภาวะที่มีปริมาณถ้ำกลบ 100 ถึง 150 กรัม อัตราการป้อนอากาศ 0.15-0.27 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที อุณหภูมิของเตา 700 องศาเซลเซียส และใช้เวลาเผา 3 ชั่วโมง ได้ซิงค์บริสุทธิ์ถึง 99.6±0.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

3. ผลของเวลาที่ใช้ในการเผา

จาก Table 1 พบว่า เวลาที่ใช้เผาจาก 4.0 ถึง 10.0 ชั่วโมง ได้ปริมาณซิงค์ที่ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ และจากผลการทดลองครั้งนี้เลือกใช้เวลาเผาที่ 4.0 ชั่วโมง ซึ่งเป็นช่วงเวลาที่สั้นที่สุด ที่ให้ซิงค์ได้สูง 98.34±1.04 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังพบว่า เวลาที่ใช้เผาถ้ำกลบครั้งนี้ สามารถผลิต ซิงค์ได้สูงกว่าวิธีของ Adam F และคณะ²⁵ ซึ่งให้ความบริสุทธิ์ 94 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และมีปริมาณซิงค์ใกล้เคียงวิธีของนริศรา อัจฉริยาเพ็ชร และคณะ²⁴ ซึ่งได้ซิงค์ 99.6±0.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

สภาวะที่เหมาะสมและความสามารถในการกำจัดตะกั่วด้วยเทคนิคถังแช่

1. เวลาที่เหมาะสมต่อการกำจัดตะกั่ว

จาก Figure 1 พบว่าซิงค์จากถ้ำกลบและซิงค์เชิงการค้า ใช้เวลาเขย่าสารละลาย แล้วทำให้การดูดซับตะกั่วเข้าสู่สมดุลที่ 60 นาที ปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดอยู่

ระหว่าง 1.54 ± 0.12 ถึง 7.47 ± 0.15 และ 3.57 ± 0.32 ถึง 19.79 ± 0.30 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ ส่วนในซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี พบว่าใช้เวลาเขย่าสารละลายแล้วทำให้การดูดซับตะกั่วเข้าสู่สมดุลเพียง 30 นาที เท่านั้น ปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดมีค่าอยู่ระหว่าง 77.41 ± 2.18 ถึง 81.89 ± 2.01 และ 85.07 ± 2.73 ถึง 91.92 ± 2.83 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ เมื่อพิจารณาจาก Figure 3 จะเห็นว่าในช่วงเวลา 30 นาที แรกวัสดุจะสามารถกำจัดตะกั่วได้อย่างรวดเร็ว ทั้งนี้เนื่องจากพื้นผิวของวัสดุยังว่างอยู่ จากนั้นปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดจะคงที่ นั่นคือการดูดซับเข้าสู่สมดุล แสดงว่าพื้นผิวของวัสดุถูกปกคลุมด้วยไอออนของตะกั่วและยังคงมีการแลกเปลี่ยนไอออนของตะกั่วระหว่างไอออน บนผิว ของวัสดุกับไอออนในสารละลายตลอดเวลา จากการศึกษาครั้งนี้จึงเลือกใช้ เวลาเขย่าสารละลายเพื่อให้การดูดซับเข้าสู่สมดุลที่ 60, 60, 30 และ 30 นาที สำหรับซิลิกาจากถั่วแกลบ ซิลิกาเชิงการค้า ซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่า เวลาที่ใช้ในการเขย่าสารละลาย เพื่อให้การดูดซับตะกั่วเข้าสู่สมดุลของ ซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี มีค่าน้อยกว่าซิลิกาจากถั่วแกลบ และซิลิกาเชิงการค้า ทั้งนี้เนื่องจากซิลิกาที่ตัดแปรทางเคมีจะมีพฤติกรรมในการดูดซับตะกั่วทั้งแบบกายภาพและแบบเคมีควบคู่กัน เมื่อเปรียบเทียบเวลาที่ใช้เขย่าสารละลายเพื่อให้การดูดซับตะกั่วของวัสดุทั้งสองชนิดเข้าสู่สมดุลพบว่า มีค่าน้อยกว่าการใช้เปลือกไข่⁶ เป็นวัสดุดูดซับ ซึ่งใช้เวลาจนถึง 80 นาที

2. ผลของ pH ที่เหมาะสมต่อการกำจัดตะกั่ว

ในการทดลองนี้จะเลือกศึกษาที่ช่วง pH ระหว่าง 1.0 ถึง 6.0 เท่านั้น ทั้งนี้เนื่องจากที่ pH สูงกว่า 6.0 ตะกั่วจะตกตะกอนในรูปไฮดรอกไซด์หรือออกไซด์^{1,10} จาก Figure 4 พบว่า ซิลิกาจากถั่วแกลบ และซิลิกาเชิงการค้า สามารถกำจัดตะกั่วได้ในปริมาณสูงสุด เมื่อสารละลายมี pH ระหว่าง 3.0 ถึง 6.0 ปริมาณตะกั่วที่กำจัดได้มีค่าระหว่าง 8.30 ± 0.36 ถึง 8.45 ± 0.76 และ 21.56 ± 0.40 ถึง 21.55 ± 0.44 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ ส่วนซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี สามารถกำจัดตะกั่วได้สูงสุด เมื่อสารละลายมี pH ระหว่าง 4.0 ถึง 6.0 ปริมาณตะกั่วที่กำจัดได้มีค่า 81.17 ± 1.04 ถึง 81.69 ± 1.50 และ

92.14 ± 1.03 ถึง 92.23 ± 0.40 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ จากการศึกษาพบว่าปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดจะแปรผันตรงกับ pH ของสารละลาย ทั้งนี้เนื่องจากสารละลายที่มี pH ต่ำจะมีไฮโดรเจนไอออนจำนวนมาก จึงอาจทำให้ H^+ เกิดการแข่งขันกับ Pb^{2+} ในการเข้าจับกับวัสดุ ปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัดจึงลดลง ดังนั้นในที่นี้จึงเลือกปรับสารละลายตะกั่วให้มี pH อยู่ระหว่าง 3.0 ถึง 6.0 สำหรับซิลิกาจากถั่วแกลบ ซิลิกาเชิงการค้า และ 4.0 ถึง 6.0 สำหรับซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี ตามลำดับ จะเห็นว่าช่วง pH ที่เหมาะสมของสารละลายต่อการกำจัดตะกั่วด้วยวัสดุทั้งสองชนิดให้ผลสอดคล้องกับการใช้ถั่วแกลบดำ¹ และเปลือกไข่⁶ เป็นวัสดุ ซึ่งปรับ pH ของสารละลายในช่วง 3.0 และ 4.5 ตามลำดับ

3. ความเข้มข้นที่เหมาะสมกับค่าความจุในการกำจัดตะกั่วของวัสดุ

โดยทั่วไปการบ่งชี้ลักษณะหรือพฤติกรรมในการดูดซับของตัวดูดซับบนวัสดุดูดซับนั้น นิยมใช้ไอโซเทอร์มการดูดซับเป็นหลักการอ้างอิงเช่น ไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์ (Langmuir adsorption isotherm) ไอโซเทอร์มการดูดซับของบีอีที (Brunauer Emmett Teller adsorption isotherm; BET) หรือไอโซเทอร์มการดูดซับของฟรุนดลิช (Freundlich adsorption isotherm) ซึ่งการที่จะนำไอโซเทอร์มชนิดใดมาอธิบายพฤติกรรมการดูดซับบนวัสดุดูดซับใด ๆ นั้นขึ้นอยู่กับผลการทดลองที่ได้ว่าสอดคล้องกับไอโซเทอร์มการดูดซับแบบใด และในการวิจัยนี้พบว่าผลที่ได้จากการทดลองสอดคล้องกับ ไอโซเทอร์มของฟรุนดลิช ดังนั้นจึงหาค่าความจุการดูดซับโดยอาศัยสมการไอโซเทอร์มของฟรุนดลิช ซึ่งพบว่า ซิลิกาจากถั่วแกลบ ซิลิกาเชิงการค้า ซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี สามารถกำจัดตะกั่วได้สูงสุด 8.68 ($R^2=0.9784$) 22.27 ($R^2=0.9177$) 86.84 ($R^2=0.9023$) และ 94.23 ($R^2=0.9674$) มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ ซึ่งมีค่ามากกว่าการใช้ถั่วแกลบดำเป็นวัสดุดูดซับ (7.87 มิลลิกรัมต่อกรัม⁵)

ความสามารถในการกำจัดตะกั่วด้วยเทคนิคคอลัมน์

จาก Figure 5 พบว่าปริมาตรของสารละลายตะกั่วที่ทำให้ค่า C_A/C_{AO} เท่ากับ 0.5 ของซิลิกาจากถั่วแกลบ ซิลิกาเชิงการค้า ซิลิกาจากถั่วแกลบที่ตัดแปรทางเคมีและซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมีคือ 110 260 870 และ 940 มิลลิลิตร

ตามลำดับ เมื่อคำนวณหาความสามารถสูงสุดในการกำจัด ตะกั่วมีค่าเท่ากับ 9.78, 23.22, 88.23, และ 95.56 มิลลิกรัม ต่อกรัม ตามลำดับ และยังพบว่า การกำจัดตะกั่วด้วยวิธี คอลัมน์จะให้ค่าความสามารถในการกำจัดสูงกว่าแบบถังแช่ ทั้งนี้เนื่องจากการกำจัดแบบคอลัมน์ให้ออกของตะกั่วมี โอกาสสัมผัสพื้นผิวของวัสดุตลอดเวลา ซึ่งให้ผลสอดคล้อง กับการกำจัดปรอทโดยใช้เปลือกของฮาร์วิกิยาไบนาค้า² (*Harwickia binata*) ซึ่งพบว่า การกำจัดแบบถังแช่และแบบ ต่อเนื่อง (คอลัมน์) มีค่า 1.05 และ 21.00 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ

ประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วจากตัวอย่างน้ำทิ้งด้วย ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี

จาก Table 3 พบว่า ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี มีประสิทธิภาพสูงในการกำจัดตะกั่ว โดยสามารถกำจัด ตะกั่วในตัวอย่างน้ำทิ้งจากเขตเทศบาลที่มีการทำเครื่องถม อ้าเภอเมือง จังหวัดนครศรีธรรมราชและตัวอย่างน้ำทิ้งจาก ศูนย์วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราชได้ถึง 90.99 และ 99.42 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจากวัสดุที่ผ่านการ ดัดแปรทางเคมีนั้นสามารถเกิดการดูดซับได้ทั้งการดูดซับ ทางกายภาพ (physisorption) และทางเคมี (chemisorption)

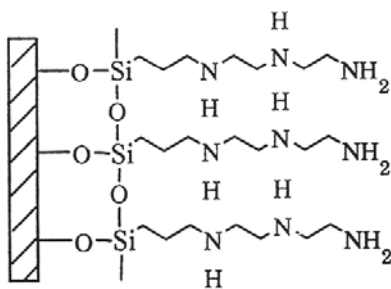


Figure 6 The structure of silica produced from rice husk ash and modified with 3-[2-(2-aminoethyl amino)-ethylamino]-propyl-trimethoxy silane (SRHA-AEAAPTMS)

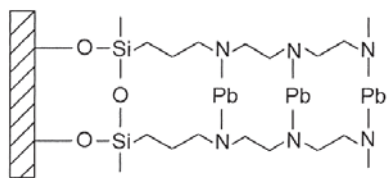


Figure 7 Characteristic of chemisorption between lead and SRHA-AEAAPTMS

ควบคู่กัน ซึ่งอาจมีการยึดจับระหว่างซิลิกากับลิแกนด์ 3-[2-(2-อะมิโนเอทิล อะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล- ไตรเมทอกซีไซเลนดังแสดงใน Figure 6 และลักษณะของ การดูดซับทางเคมีระหว่างตะกั่วกับซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ ดัดแปรทางเคมีดังแสดงใน Figure 7

จาก Figure 7 พบว่าลักษณะของการยึดจับจะเกิดขึ้น ในส่วนของไนโตรเจนซึ่งเป็นอะตอมผู้ให้ (donor atom) มีรูปร่างเป็นเส้นตรงและพบว่าลิแกนด์ 3-[2-(2-อะมิโนเอทิล อะมิโน)-เอทิลอะมิโน]-โพรพิล-ไตรเมทอกซี ไซเลนหนึ่ง โมเลกุลจะมีไนโตรเจนถึง 3 อะตอม อย่างไรก็ตาม ลักษณะ การยึดจับที่แสดงดัง Figure 7 เป็นเพียงการคาดคะเนการ ยึดจับที่เป็นไปได้เท่านั้น ยังไม่มีหลักฐานอ้างอิงเพิ่มเติมถึง ลักษณะการยึดจับที่แน่นอน

ในการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วใน ตัวอย่างน้ำทิ้งนั้น นอกจากจะสามารถเกิดการดูดซับได้ทั้ง ทางกายภาพและทางเคมีแล้ว ยังต้องคำนึงถึงอีกหลาย ปัจจัยที่เกี่ยวข้อง เช่น ผลของแอนไอออนและแคทไอออน ผลของสารอินทรีย์ที่อาจปนเปื้อนในน้ำ เป็นต้น

สรุปผล

จากการศึกษาข้างต้นนี้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกา จากเถ้าแกลบได้แก่ ความเข้มข้นของกรด ไฮโดรคลอริก 2.0 โมลต่อลิตร อุณหภูมิในการเผา 600 องศาเซลเซียส และ เวลาที่ใช้เผา 4.0 ชั่วโมง ซึ่งเป็นสภาวะที่สามารถสกัด ซิลิกาได้สูงสุด 98.34 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อนำซิลิกาที่ สกัดจากเถ้าแกลบไปปรับปรุงคุณภาพโดยการดัดแปรทาง เคมีด้วย 3-[2-(2-อะมิโน เอทิลอะมิโน)-เอทิล อะมิโน]- โพรพิล-ไตรเมทอกซี ไซเลน พบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญคือ Si-OH Si-O-Si Si-O N-H (wagging) N-H (scissoring) -NH₂ (salt primary amine) C-H (stretching aliphatic) N-H (stretching asymmetry) N-H (stretching and symmetry) และเมื่อประยุกต์ใช้กำจัดตะกั่วด้วยวิธีถังแช่พบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่วคือ ช่วงพีเอชของ สารละลาย 4.0-6.0 และเวลาที่ใช้แช่ 30 นาที ซิลิกาจาก เถ้าแกลบที่ดัดแปรทางเคมี สามารถกำจัดตะกั่วได้มากกว่า ซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ไม่ได้ดัดแปรทางเคมีถึงสิบเท่าคือ 8.68 และ 86.84 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ และยังพบว่า ความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ ดัดแปรทางเคมี มีค่าใกล้เคียงกับซิลิกาเชิงการค้าที่ดัดแปร

ทางเคมีซึ่งสามารถกำจัดตะกั่วได้สูงถึง 94.23 มิลลิกรัมต่อกรัม นอกจากนี้ในการกำจัดตะกั่วด้วยวิธีคอลัมน์พบว่า สามารถกำจัดตะกั่วได้มากกว่าถังแซ่ (88.23 และ 95.56 มิลลิกรัมต่อกรัม สำหรับซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ตัดแปรทางเคมี และซิลิกาเชิงการค้าที่ตัดแปรทางเคมี ตามลำดับ) เมื่อนำซิลิกาจากเถ้าแกลบที่ตัดแปรทางเคมีมาประยุกต์ใช้ในการกำจัดตะกั่วจากตัวอย่างน้ำทิ้งก็สามารถกำจัดตะกั่วได้มากกว่า 90.99 เปอร์เซ็นต์

อย่างไรก็ตามสภาวะต่าง ๆ ที่ศึกษาในครั้งนี้ เป็นสภาวะที่ได้จากการทดลองในห้องปฏิบัติการ ดังนั้นจึงควรศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการขยายขนาดหรือขยายสเกลให้ใหญ่ขึ้น เพื่อสามารถประยุกต์ใช้ในพื้นที่จริงได้ต่อไป

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏ นครศรีธรรมราช ที่สนับสนุนเงินทุนวิจัยครั้งนี้ และขอขอบคุณศูนย์วิทยาศาสตร์และคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ งานวิจัยนี้สำเร็จด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

1. อัจฉรา ดวงเดือน. การกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย โดยใช้เปลือกไข่และเถ้าแกลบดำ. LAB TODAY 2545; 2(1):62-5.
2. Deshkar AM, Bokade SS, Dara SS. Modified *Hardwickia binata* bark for adsorption of mercury(II) from water. Water Resource 1990;24(8):1011-16.
3. Saha UK, Taniguchi S and Sukuraj K. Simultaneous Adsorption of Cadmium, Zinc and Lead on Hydroxyaluminum and Hydroxyaluminosilicate-Montmorillonite Complexes. Soil Sci Soc of America J. 2002; 66: 117-28.
4. Kaewsarn P. Lead removal by adsorption onto silk cotton hull. RSUJET 2004;8(3):34-8.
5. รัตนา มหาชัย. ศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะหนักบางชนิดด้วยเถ้าแกลบ. รายงานการวิจัย. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย ขอนแก่น; 2542.
6. ประสิทธิ์ แผ้วบาง, อรทัย สุขเจริญ. การเปรียบเทียบการดูดซับตะกั่ว (+2) โดยใช้เปลือกไข่และเกล็ดปลา. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (ภาษาไทย) 2542; 7(2): 51-7.
7. อัจฉรา ดวงเดือน. การกำจัดตะกั่วโดยใช้เถ้าแกลบดำ. วิศวกรรมสาร มก 2546;16(48):10-7.
8. ฐเรศ ศรีสถิต, กิตตินันท์ คงสืบชาติ. ดินเผาดูดซับจากดินเหนียวและขี้เลื่อยเพื่อการดูดซับแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์. วารสารวิจัยสภาวะแวดล้อม 2547;26(2): 1-12.
9. ประวิทย์ เนืองมัจฉา, ปิยวรรณ เนืองมัจฉา. การดูดซับตะกั่วและแคดเมียมจากน้ำเสียโดยใช้กากสาเกเป็นวัสดุดูดซับ. วารสารวิจัยสภาวะแวดล้อม 2548;27(2):11-20.
10. สุนิรัตน์ เรื่องสมบุรณ์. การดูดซับตะกั่วและแคดเมียมจากน้ำเสียโดยใช้ *Scenedesmus dimorphus* เป็นตัวดูดซับ. วารสารพระจอมเกล้าลาดกระบัง 2547;12(1): 42-7.
11. Yuenyongchaiwat J, Khanthong U, Junsuk S, Pipatmanomai S, Imyim A. Lead removal in wastewater by heat treated cockle shell and mussel shell. In: Proceeding of the 30th Congress on Science and Technology of Thailand; 2004 Oct, 19-21; Impact Exhibition and Convention Center, Mueang Thong Thani, Thailand; 2004. p 216.
12. Temrirath K, Siripinyanond A, Ungkanont S. Removal of lead (Pb²⁺) by using golden apple snail shell. In: Proceeding of the 31th Congress on Science and Technology of Thailand; 2005 Oct, 18-20; Suranaree University of Technology, Thailand; 2005.
13. Rukkid K, Pongstabodee S, Vititsan T. Removal of heavy metals from wastewater by adsorption on activated carbon. In: Proceeding of the 30th Congress on Science and Technology of Thailand; 2004 Oct 19-21; Impact Exhibition and Convention Center, Mueang Thong Thani: Thailand; 2004.

- p 209.
14. Luttell H, Leyden E. Preconcentration of trace metals using chelating group immobilized silylation. *Analytical Chemistry* 1975;47:1612–17.
 15. Volkan M, Ataman D, Howard AG. Selective preconcentration of arsenite on modified silica gel. *Analyst* 1987;112:159–62.
 16. Tony A, Akama Y. Preconcentration of copper cobalt and nickle with 3-methyl-1-phenyl-4-stearol-5-pyrazolone on silica gel. *Analyst* 1990;195: 947–50.
 17. Puranik DK, David VA, Moris RE, Chang EL. Removal of copper from hydrocarbon fuels using novel azamacrocyclic polymer. *Energy Fuels* 1997; 11(6):1311–12.
 18. Buking S, Mahachai R, Kukhusamhud C. Removal of mercury (II) from aqueous solution using extracted silica gel from rice husk and silica gel modified with amino-thiol groups. In: *Proceeding of the 31th Congress on Science and Technology of Thailand*; 2005 Oct 18–20; Suranaree University of Technology:Thailand; 2005. p 298.
 19. Mahachai R, Kongmanklang C, Chanthai S, Kukhusamhud C. Removal of zinc (II) by silica gel produced from rice husk and Modified with Amino-Thiol Groups. In: *Proceeding of the 30th Congress on Science and Technology of Thailand*; 2004 Oct 19–21; Mueang Thong Thani: Thailand; 2004. p 219.
 20. จุรีรัตน์ ทองทวย, เขมรัฐ โอสถาพันธ์, สุชา ขาวเขียว. การกำจัดตะกั่วจากน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมีน. *วารสารวิจัยสภาวะแวดล้อม* 2549;28(2):21–35.
 21. Rekmangkhn W, Ngeontae W, Aeungmaitrepirom W. Speciation analysis and preconcentration of chromium using chemically modified. In: *Proceeding of the 32rd Congress on Science and Technology of Thailand*; 2006 Oct 10–12; Queen Sirikit National Convention Center: Thailand; 2006. p 149.
 22. โสภณ เรืองสำราญ, สุพิน ต่างวิวัฒน์, ศรีใจล ชุนทพ. การผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้นจากขี้เถ้าแกลบ. รายงานการวิจัย. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2540.
 23. กนกอร หัสโรค์. ศึกษาปัจจัยของกรด อุณหภูมิ และ เวลาต่อกระบวนการผลิตซิลิกาขาวจากแกลบ. *วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยขอนแก่น*; 2543.
 24. นริศรา อัจฉริยาเพชร, สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ, ปรีชา พิมพ์ขาวขำ, ไรรินฮาร์ด คอนราค์ช. การเพิ่มปริมาณการผลิตซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ สำนักวิทยาศาสตร์ ราชบัณฑิตยสถาน; 2538.
 25. Adam F, Farook A, Muhammad IS, Ismail AR. Production and characterization of rice husk ash as a source of pure silica. *Ceramic* 1990;261–73.
 26. Ibrahim DM, El-Hemaly SA, Abdel-Kerim FM. Study of rice husk silica by infrared spectroscopy. *Thermochemica Acta*. 1980;37:307–14.
 27. Patel M, Karera A, Prasana P. Effect of thermal and chemical treatment on carbon and silica content in rice husk ash. *Material Science* 1987;22: 2457–64.