

การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับเหล็กโดยใช้ซิลิกาเจลจากเถ้าแกลบ
Study on iron adsorption behavior using silica gel from rice husk ash

จूरีย์ อนันตการ
JUREE ANANTAGAN
ชลธิชา สังข์แก้ว
CHONTICHA SUNGKAEW

วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี
มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช
Bachelor of Science Project in Chemistry
Nakhon Si Thammarat Rajabhat University

2549

ชื่อโครงการวิจัย การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับเหล็กโดยใช้ซิลิกาเจลจากถั่วแกลบ
ผู้วิจัย นางสาว จุรีย์ อนันท์การ
 นางสาว ชลธิชา สัมภ์แก้ว
สาขาวิชา เคมี

คณะกรรมการที่ปรึกษา
.....(ประธานกรรมการ)
(อาจารย์ ประวิทย์ เนื่องมัจฉา)

คณะกรรมการสอบ
.....(ประธานกรรมการ)
(อาจารย์ ประวิทย์ เนื่องมัจฉา)

.....กรรมการ
(อาจารย์มยุร หล้าสูบ)

.....กรรมการ
(อาจารย์ เน่งน้อย แสงเสน่ห์)

มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช อนุมัติให้นับโครงการวิจัยฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ
การศึกษาลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี

.....
(อาจารย์ นงเยาว์ เทพยา)
ประธานหลักสูตรวิชาเคมี

ชื่อวิจัย การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับเหล็ก โดยใช้ซิลิกาเจลจากเถ้าแกลบ
 ผู้วิจัย นางสาว จุรีย์ อนันนทการ
 นางสาว ชลธิชา สังกัแก้ว
 สาขาวิชา เคมี
 ปีการศึกษา 2549

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับเหล็กโดยใช้ซิลิกาเจลจากเถ้าแกลบ โดยศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจล ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และเวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์ จากนั้นนำซิลิกาเจลที่ได้ไปศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะเหล็กด้วยเทคนิคการดูดซับแบบแบทช์ และแบบคอลัมน์เพื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลเชิงการค้า ผลจากการศึกษาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจลโดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ร้อยละ 10 และใช้เวลาในการรีฟลักซ์ที่ 2 ชั่วโมง จะทำให้ได้ปริมาณซิลิกาเจลสูงสุด และเมื่อนำซิลิกาเจลที่ได้ไปศึกษาการดูดซับสารละลายโลหะเหล็ก พบว่าสามารถดูดซับสารละลายโลหะเหล็กที่พีเอช 1-2 และเวลาเข้าสู่สมดุลที่ 240 นาที และจะได้ค่าความจุในการดูดซับด้วยวิธีแบบแบทช์สูงกว่าการดูดซับแบบคอลัมน์ เท่ากับ 12.779 14.411 1.06 และ 1.74 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ

กิตติกรรมประกาศ

การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับเหล็กโดยใช้ซีลีกาเจลจากถั่วแกลบเป็นตัวดูดซับสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ อาจารย์ ประวิทย์ เนื่องมัจฉา ซึ่งเป็นอาจารย์ควบคุมดูแลการทำวิจัยที่สละเวลาให้คำปรึกษาและคำแนะนำตลอดจนการแก้ไขปัญหาต่างๆ ของการดำเนินวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณอาจารย์โปรแกรมวิชาเคมีทุกท่านที่คอยสนับสนุนในการทำวิจัยขอขอบพระคุณ คุณ ญัฐกาน กิจวิจิตร และเจ้าหน้าที่ศูนย์วิทยาศาสตร์ที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือ อุปกรณ์ในการดำเนินการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณบุพการีซึ่งได้ให้กำเนิดข้าพเจ้าได้ให้การศึกษาที่ดี และเป็นกำลังใจอันสำคัญซึ่งเป็นแรงผลักดันให้การวิจัยในครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งอย่างยิ่งจึงขอขอบคุณไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ผู้จัดทำโดย

จุรีย์ อนันทการ

ชลธิชา สังข์แก้ว

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ก
กิตติกรรมประกาศ	ข
สารบัญ	ค
สารบัญตาราง	จ
สารบัญภาพ	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 การตรวจเอกสาร	3
1.3 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	5
1.3.1 คุณลักษณะ	5
1.3.2 โครงสร้าง	6
1.3.3 รูปแบบของซิลิกา	7
1.3.4 พฤติกรรมการดูดซับ	11
1.3.5 ทฤษฎีการดูดซับ	12
1.4 วัตถุประสงค์การวิจัย	21
1.5 ขอบเขตของการวิจัย	21
บทที่ 2 วิธีการทดลอง	
2.1 เครื่องมืออุปกรณ์ และสารเคมี	22
2.1.1 เครื่องมือ	22
2.1.2 อุปกรณ์	22
2.1.3 สารเคมีและวัสดุดูดซับ	23
2.2 การเตรียมวัสดุดูดซับ	24
2.2.1 วิธีการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ	24
2.2.2 วิธีการเตรียมซิลิกาเจลจากขี้เถ้าแกลบ	24
2.2.3 วิธีการหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจล	25
2.3 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยซิลิกาเจล	25
2.3.1 การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของตัวดูดซับโลหะหนัก	25
2.3.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนัก	25

สารบัญ (ต่อ)

บทที่ 3 ผลการทดลองและวิจารณ์	
3.1 ผลการศึกษาสมบัติเบื้องต้นของซิลิกาเจล	27
3.1.1 ผลการเตรียมซิลิกาเจล	27
3.1.2 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสม	27
3.2 ผลการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยเทคนิคแบบแบทช์	29
3.2.1 ผลการทดลองเวลาที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล	29
3.2.2 ผลการทดลองหาค่าพีเอชที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล	30
3.2.3 ผลการทดลองหาความเข้มข้นของโลหะหนักและหาความจุการดูดซับของซิลิกาเจล	32
3.3 ผลการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยเทคนิคแบบคอลัมน์	34
3.4.1 ผลการหา Breakthrough Capacity	34
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	
4.1 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของซิลิกาเจล	36
4.1.1 ปริมาณที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	36
4.1.2 เวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์	36
4.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยซิลิกาเจล	36
4.2.1 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับแบบแบทช์	36
4.2.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับแบบคอลัมน์	37
บรรณานุกรม	38
ภาคผนวก	
ก. แสดงลักษณะรูปภาพต่างๆ	40
ข. โครงร่างวิจัย	47

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 แสดงสมบัติของ amorphous silica รูปแบบต่าง ๆ	8
2.1 แสดงเครื่องมือ	22
2.2 แสดงสารเคมีและวัสดุดูดซับที่ใช้	23
3.1 แสดงปริมาณซิลิกาเจลที่ได้จากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ ความเข้มข้นแตกต่างกัน	30
3.2 แสดงปริมาณซิลิกาเจลที่ได้เมื่อใช้ระยะเวลาในการรีฟลักซ์แตกต่างกัน	31
3.3 แสดงปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจลที่เวลาแตกต่าง	29
3.4 แสดงปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจลที่ระดับพีเอชของ สารละลายแตกต่างกัน	31
3.5 แสดงค่า $\log X$ (มิลลิกรัมต่อกรัม) และ $\log C_e$ (มิลลิกรัมต่อลิตร) เพื่อหาความจุ การดูดซับของซิลิกาเจล	32
3.6 แสดงค่าความจุของการดูดซับของวัสดุดูดซับตามวิธีการดูดซับแบบเบทช์ที่ ได้จาก การคำนวณ	33
3.7 แสดงข้อมูลจากการทดลองเพื่อหา Breakthrough Capacity ของวัสดุดูดซับ	34
3.8 แสดงค่า Breakthrough Capacity ของวัสดุดูดซับบนซิลิกาเจล	35
4.1 สภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับการศึกษาพฤติกรรมดูดซับแบบเบทช์	37

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
1.1 รูปแบบต่างๆของการเชื่อมต่อของSiO ₄ tetrahedra ในโครงสร้างพื้นฐานของซิลิกา	6
1.2 พฤติกรรมการ polymerization ของซิลิกา	9
1.3 ผลของพีเอชต่อ colloidal silica – water system	10
1.4 ความสัมพันธ์ระหว่าง $M \frac{X}{m}$ และ C	14
1.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\frac{1}{M}$ กับ $\frac{1}{C}$	14
1.6 ความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนโมลของตัวดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักวัสดุดูดซับ (M) กับความเข้มข้นของสารละลายที่จุดสมดุล (C)	16
1.7 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\frac{C}{M(C_s - C)}$ กับ $\frac{C}{C_s}$	16
1.8 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\log \frac{X}{m}$ กับ $\log C_e$	17
1.9 พฤติกรรมการดูดซับแบบคอถัมน์	18
1.10 การหา Breakthrough Capacity	20
3.1 แสดงผลของเวลาต่อปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะเหล็กบนซิลิกาเจล	30
3.2 แสดงผลของพีเอชต่อปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะเหล็กบนซิลิกาเจล	31
3.3 แสดงจุดตัดบนกราฟเพื่อหาความสามารถในการดูดซับของซิลิกาเจล	33
3.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง C_A/C_{A0} กับปริมาตรของสารละลายโลหะเหล็กบนซิลิกา	35
ก.1 เครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	41
ก.2 เตาเผาอุณหภูมิสูง	41
ก.3 เครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง	42
ก.4 แผ่นร้อน และตู้ควัน	42
ก.5 เครื่องรีฟลักซ์	43
ก.6 เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส	43

สารบัญภาพ (ต่อ)

ก.7 โถงความชื้น	44
ก.8 เครื่องเขย่า	44
ก.9 ซิลิกาเจลเชิงการค้า	45
ก.10 ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	45
ก.11 กราฟมาตรฐาน	46

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ประเทศไทยเป็นประเทศผู้ผลิตข้าวเป็นอันดับหนึ่งของโลก ในแต่ละปีจะมีปริมาณข้าวเปลือกที่ได้จากเก็บเกี่ยวประมาณ 5.423 ล้านตัน (กรมวิชาการเกษตรข้อมูล พ.ศ. 2544) เมื่อสีข้าวเปลือกจะได้ผลผลิตสองส่วนคือ ข้าวสารและแกลบ โดยมีปริมาณแกลบคิดเป็นร้อยละ 10 ของปริมาณข้าวเปลือกที่ผลิตได้ นั่นคือ จะมีปริมาณแกลบที่เหลือจากการสีข้าวในแต่ละปีประมาณ 0.5423 ล้านตัน

ในปี ค. ศ. 1938 ได้มีการศึกษาพบว่าในแกลบทั่วไปมีปริมาณซิลิกา (ซิลิกอนไดออกไซด์) ผสมอยู่ร้อยละ 13 – 19 โดยน้ำหนัก (Krishnarao, 2002) ส่วนที่เหลือเป็นสารประกอบออกไซด์และไฮโดรคาร์บอน เมื่อได้รับความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 350-400 องศาเซลเซียส มีการสลายตัวเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ รวมทั้งสารประกอบออกไซด์ที่เจือปนในขี้เถ้าแกลบบางส่วนสามารถสลายตัวเชิงความร้อนได้ ส่งผลให้ความเข้มข้นของซิลิกาในขี้เถ้าแกลบมีปริมาณสูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่า การนำแกลบมาทำปฏิกิริยากับกรดหรือเบสก่อนเผาและในระหว่างการเผา หากมีการไหลผ่านก๊าซจะช่วยให้อุณหภูมิของสารประกอบออกไซด์ลดปริมาณลงอย่างมาก ส่งผลทำให้ปริมาณซิลิกาที่ได้มีปริมาณสูงขึ้น

ซิลิกาเป็นวัสดุที่นิยมนำมาใช้งานในด้านต่าง ๆ อย่างกว้างขวาง ซึ่งจะแตกต่างกันไปตามลักษณะของซิลิกาที่ได้จากกระบวนการผลิตและแหล่งวัตถุดิบ ในแต่ละปีประเทศไทยมีการนำเข้าซิลิกาเป็นปริมาณสูงเพื่อใช้ทั้งในภาคอุตสาหกรรม ได้แก่ อุตสาหกรรมยาใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงดึงผิว ช่วยในการกระจายตัวของยาชนิดที่เป็นของเหลว อุตสาหกรรมน้ำมันและปิโตรเคมีใช้เป็นสารช่วยเร่งให้เกิดปฏิกิริยาหรือใช้เป็นตัวเร่งสารช่วยเร่งปฏิกิริยา ใช้เป็นฉนวนกันความร้อน อุตสาหกรรมอาหาร ใช้เป็นตัวดูดซับความชื้น ช่วยยืดอายุการถนอมอาหาร เป็นต้น ในด้านสิ่งแวดล้อมใช้เป็นตัวดูดซับสารเคมีอันตราย ใช้กรองน้ำดื่ม อากาศที่มีสารพิษหรือฝุ่นละอองขนาดเล็ก และในการศึกษาวิจัยซิลิกาจัดเป็นวัสดุที่มีราคาแพง เนื่องจากต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูงในการผลิตที่วัสดุตั้งต้นคือ ทราย

จากการศึกษาในห้องปฏิบัติการที่ผ่านมาพบว่าในเปลือกข้าวหรือแกลบนั้นมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลักถึงร้อยละ 20 ซึ่งนับว่าเป็นแหล่งวัตถุดิบของซิลิกาที่สำคัญ และมีปริมาณมากอีกแหล่งหนึ่งของประเทศไทยนอกเหนือไปจากทราย จากการสำรวจพื้นที่การเพาะปลูกภายในประเทศโดยกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ในปี พ.ศ. 2540 พบว่าพื้นที่การเกษตรจำนวน

62.4 ล้านไร่ ใช้ในการทำนาปลูกข้าวคิดเป็นร้อยละ 58.23 ของพื้นที่การเกษตรทั้งหมด ผลผลิตที่ได้ใช้บริโภคภายในประเทศคิดเป็นอัตราส่วน 4 : 1 เมื่อเทียบกับปริมาณการส่งออกข้าว และผลิตภัณฑ์จากข้าวโดยเฉลี่ยแต่ละปีประเทศไทยสามารถส่งข้าวออกได้ในปริมาณ 5,855,860 ตัน ซึ่งคิดเป็นมูลค่า 11,418.37 บาท/ตัน (กระทรวงเกษตรและสหกรณ์, 2540) นับว่าข้าวเป็นพืชเศรษฐกิจที่นำเงินตราเข้าสู่ประเทศมหาศาลปีละไม่ต่ำกว่า 50,735 ล้านบาท จะเห็นได้ว่าในปีหนึ่ง ๆ แกลบซึ่งถือเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการสีข้าวเกิดขึ้นปริมาณมากบางส่วนนำไปใช้เป็นวัสดุรองพื้นในเล้าไก่ ใช้ผสมในดินเป็นปุ๋ยช่วยในการเจริญเติบโตของพืชและใช้เป็นเชื้อเพลิงในการผลิตกระแสไฟฟ้า แกลบที่เผาแล้วจะให้จีเถ้าแกลบประมาณร้อยละ 15 ของแกลบโดยน้ำหนักหรือคิดเป็นร้อยละ 4 ของปริมาณข้าวเปลือก จีเถ้าแกลบที่ได้บางส่วนมีการส่งออกในราคากิโลกรัมละ 3 – 4 บาท รวมค่าเรือและการขนส่งแล้ว ประเทศที่รับซื้อจีเถ้าแกลบรายใหญ่คือ ประเทศเยอรมนี รองลงมาคือ เกาหลี ซึ่งหากนำมาผ่านกระบวนการทางเคมีหรือโดยการเผาจะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และมีมูลค่าเพิ่มขึ้นถึง 5 เท่าตัวเป็นอย่างน้อย ในปีพ.ศ. 2540 โครงการผลิตซิลิกาเจลดูความชื้นจากจีเถ้าแกลบได้รายงานผลการวิจัยไว้ว่าจีเถ้าแกลบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่ร้อยละ 88.28 ซึ่งสามารถสกัดในระดับห้องปฏิบัติการได้ถึงร้อยละ 80 มีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 99.91+2 (สรินทร, 2542)

จากผลการทดลองถ้าสามารถผลิตซิลิกาจากจีเถ้าแกลบในระดับอุตสาหกรรมได้ จะช่วยลดปริมาณการนำเข้าซิลิกาบริสุทธิ์จากต่างประเทศ และซิลิกาที่ได้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย ดังนั้นประเทศไทยจึงควรทำการพัฒนาปรับปรุงวิธีการนำวัสดุขี้เถ้ามาใช้ประโยชน์ให้ได้มากที่สุด เพราะการพัฒนาผลิตภัณฑ์ที่ได้จากจีเถ้าแกลบให้มีมูลค่าสูงขึ้นเป็นการเพิ่มมูลค่าสินค้า ซึ่งสามารถช่วยลดดุลการค้าและเพิ่มรายได้ให้กับประเทศ

ในอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำทั่ว ๆ ไปมักจะใช้ซิลิกอนเป็นวัสดุในการผลิต เพราะซิลิกอนเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีราคาถูกที่สุด ง่ายต่อการเตรียมและทราบสมบัติต่าง ๆ ได้เป็นอย่างดี ซึ่งจากการศึกษาในห้องปฏิบัติการในหลายแหล่ง พบว่าซิลิกาที่มีอยู่ในจีเถ้าเป็นวัสดุที่เหมาะสมอย่างยิ่งในการผลิตสารกึ่งตัวนำซิลิกอน เพราะขนาดอนุภาคของซิลิกาอยู่ในช่วง 6 – 10 ไมครอน ทำให้การเตรียมได้ง่ายกว่าการเตรียมจากทรายทั้งยังประหยัดพลังงานในการเตรียมมากกว่าอีกด้วย

นอกจากการเตรียมเป็นสารกึ่งตัวนำแล้ว ซิลิกาที่ได้จากแกลบยังสามารถใช้เป็นสารตั้งต้นการผลิตไฮเลน (SiH_4) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการผลิตซิลิกา ซิลิกอนไนไตรด์ (Si_3N_4) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีแข็งแรงสูงใช้ทำเป็นกังหันเทอร์ไบน์ (turbine rotor) และซีโอไลต์เป็นสารที่ใช้ในการจับตัวโลหะหนักหรือใช้ในการจับไขมัน

1.2 การตรวจเอกสาร

การศึกษาสมบัติทางกายภาพของซิลิกาจากขี้เถ้า มีการศึกษาจากนักวิจัยหลายท่าน แต่ละท่านจะใช้วิธีการในการเตรียมที่แตกต่างกัน สำหรับการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการวิธีการเตรียมและวิธีการวัดค่าคงที่ต่าง ๆ พอสรุปได้พอสังเขปได้ดังนี้

Amick (Amick, 1982) ทำการศึกษาองค์ประกอบตามธรรมชาติของแกลบ ซึ่งประกอบไปด้วยไฮโดรคาร์บอนและซิลิกา นอกจากนี้ยังมีส่วนของสารประกอบออกไซด์เจือปนอยู่ด้วย โดยการศึกษาความสัมพันธ์ของสัดส่วนของคาร์บอนที่เติมลงไปในขี้เถ้าแกลบก่อนเผาที่อุณหภูมิ (ประมาณ 900 องศาเซลเซียส) ในขณะที่เผามีการไหลผ่านก๊าซออกซิเจน ด้วยอัตราการไหล 0.1 ลิตรต่อนาที ปรากฏว่าปริมาณซิลิกอนที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงและสารเจือปนของโลหะออกไซด์มีปริมาณลดลงเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น

Huant และคณะ (Huant et al, 1984) ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณคาร์บอนที่เติมลงไปในขี้เถ้าแกลบ แล้วเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส ผลลัพธ์ที่ได้คือซิลิกาจะทำปฏิกิริยากับคาร์บอนเกิดเป็นซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์สูงร้อยละ 99.98 โดยน้ำหนัก ซึ่งทำให้ซิลิกอนที่เตรียมได้จากแกลบเหมาะสมที่จะเป็นวัตถุดิบในการผลิตเซลล์สุริยะจากซิลิกอน

Kapur (Kapur, 1985) ทำการศึกษาเฟสของซิลิกาที่เตรียมจากแกลบที่ยังไม่ผ่านการล้างด้วยกรดก่อนเผา ปรากฏว่าขี้เถ้าแกลบซึ่งเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 600 องศาเซลเซียส โครงสร้างของซิลิกาที่ได้อยู่ในรูปอสัณฐาน แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียสขึ้นไป จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) เป็นเฟสซิลิกาในรูป cristobalite และมีการเปลี่ยนเฟสเป็น tridymite ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส จากการศึกษาพบว่าซิลิกาสามารถเปลี่ยนเฟสเป็นผลึกอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิสูง 1,200 องศาเซลเซียสขึ้นไป นอกจากนี้ยังพบว่าเฟสของ tridymite มีการเปลี่ยนเฟสไปเป็น coexisted ที่อุณหภูมิ 1,400 องศาเซลเซียสขึ้นไป

Patel และคณะ (Patel et al, 1987) ทำการศึกษานิทธิพลของความร้อนต่ำกว่า 1,000 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของออกซิเจนและอาร์กอน และปฏิกิริยาเคมีก่อนการเผาด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริก กรดไนตริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ ทำการศึกษากการกระจายตัวของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และอัตราส่วนของปริมาณ $C:SiO_2$ เท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก เมื่อเผาขี้เถ้าแกลบกับคาร์บอนด้วยอัตราส่วนดังกล่าวภายใต้อุณหภูมิที่ต่ำกว่า 1,000 องศาเซลเซียส โครงสร้างของซิลิกาที่ได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน และได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก

Concha และคณะ (Concha et, 1996) ทำการศึกษาปฏิกิริยาของกรดไฮโดรคลอริกกับเกลบก่อนที่จะเผาอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ปรากฏว่าได้ปริมาณของซิลิกาถึงร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก และถ่ายภาพโครงสร้างในระดับจุลภาคเพื่อศึกษาการจัดเรียงตัวความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุ และการกระจายตัวของซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM) ผลที่ได้คือ เมื่ออุณหภูมิที่ใช้เผาสูงขึ้นการจัดเรียงตัวของซิลิกาที่อยู่ภายในซีเมนต์เกลบมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากยิ่งขึ้นมีความบริสุทธิ์จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้เผา

Real และคณะ (Real et al, 1996) ทำการศึกษาการล้างซีเมนต์เกลบด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกก่อนการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ซิลิกาที่เตรียมได้มีบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก และมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่ได้มีค่าลดลงเหลือเพียง 1 ตารางเมตรต่อกรัม เงื่อนไขของการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกามีค่าสูงส่งผลให้ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูงเหมาะสมในการเตรียมเป็น active silica ซึ่งใช้เป็นตั้งต้นในการเตรียมผลิตภัณฑ์อื่น ๆ ต่อไป (เช่น Silane Si_3N_4 เป็นต้น)

Chakraverty และคณะ (Chakraverty et al, 1998) ทำการศึกษาเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดที่ทำปฏิกิริยากับซีเมนต์เกลบก่อนเผาและใช้อุณหภูมิหลายค่า ๆ ในการเผาพบว่าซิลิกาที่เตรียมได้อยู่ในรูปอสัณฐานและสีของตัวอย่างที่เตรียมได้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้เผา ซึ่งสีของซีเมนต์เกลบเปลี่ยนจากสีดำเป็นสีขาว ในการทดลองที่ใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงครึ่ง

Kalapathy และ Proctor (kalapathy and Proctor, 2000) ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างพีเอชของกรดและเบสที่เข้าทำปฏิกิริยากับเกลบก่อนเผา โดยใช้ค่าพีเอชในช่วง 3.0 ถึง 7.0 และพีเอชในช่วง 7.0 ถึง 11.8 ตามลำดับศึกษาเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาของกรดและเบสแต่ละชนิดที่พีเอชแตกต่าง ๆ กันปรากฏว่าสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกที่พีเอชเท่ากับ 4 ทำให้เกิดปริมาณซิลิกามากที่สุด

Krishnarao และคณะ (Krishnarao et al, 2001) ทำการศึกษาผลตกค้างของคาร์บอนที่อยู่ในซีเมนต์เกลบ ซึ่งเกลบดิบที่ไม่ผ่านการล้างด้วยกรดก่อนการเผา พบว่าคาร์บอนที่ตกค้างมีปริมาณมากขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้เผา แต่เมื่อนำเกลบดิบมาผ่านกระบวนการล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 นอร์มอล พบว่าไม่มีคาร์บอนเหลืออยู่ในซีเมนต์เกลบเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสขึ้นไป เป็นข้อยืนยันได้ว่าการล้างเกลบดิบด้วยกรดก่อนการเผาทำให้ไม่เหลือคาร์บอนตกค้างในซีเมนต์เกลบ

Proctor (Proctor, 2001) ศึกษาโครงสร้างและองค์ประกอบของแคลบ พบว่าในจีเถ้า แคลบมีปริมาณของซิลิกาสูงร้อยละ 99.5 โดยน้ำหนัก และเมื่อเผาที่อุณหภูมิค่าการจัดเรียงตัวของ ซิลิกาจะอยู่ในรูปอสัณฐาน และเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นความเป็นผลึกและความบริสุทธิ์ของซิลิกา มีค่ามากขึ้นตามอุณหภูมิที่ใช้เผา นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อเผาจีเถ้าแคลบที่อุณหภูมิสูงกว่า 500 องศาเซลเซียส ซิลิกาในจีเถ้าแคลบจะเป็นเฟสของไตรดีไมท์ (tridymite)

Yalcin และ Sevinc (Yalcin and Sevinc, 2001) ทำการศึกษาล้างโลหะออกไซด์ด้วยกรดและ เบส (กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริกและ โซเดียมไฮดรอกไซด์) ทั้งก่อนเผาและหลังเผา แล้วนำ แคลบที่ผ่านการล้างด้วยกรดและเบสในข้างต้นมาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้การ ไหลผ่านของก๊าซอาร์กอน ออกซิเจนและอากาศทั่วไป ๆ และล้างด้วยกรดและเบสซ้ำอีกครั้ง ทำให้ ความบริสุทธิ์ของซิลิกาถึงร้อยละ 99.66 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังทำการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะของ จีเถ้าแคลบพบว่ามีค่าสูงถึง 321 ตารางเมตรต่อกรัมและเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน เท่ากับ 0.0045 ไมครอน

1.3 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

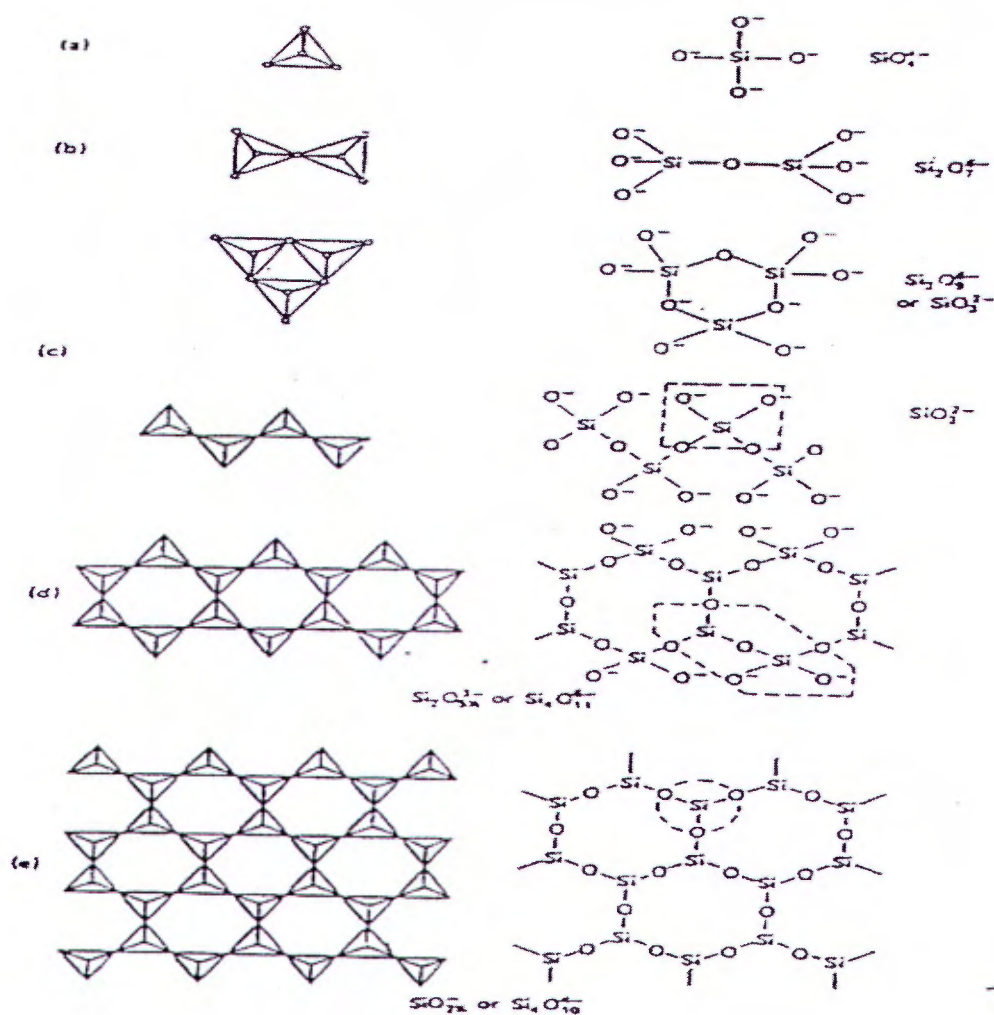
ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวของซิลิกอน และออกซิเจนซึ่งธาตุทั้งสองมีอยู่มากที่สุดในโลก ซิลิกาเป็นองค์ประกอบประมาณร้อยละ 60 ของ เปลือกโลก ในทางการค้าซิลิกาถูกใช้เป็นแหล่งสำหรับการผลิตซิลิกอนและถูกใช้เป็นปริมาณมาก ในฐานะที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุก่อสร้าง ส่วนซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) ถูกใช้เป็นสาร ดูดความชื้น (desiccant) สารดูดซับ (adsorbent) สารเพิ่มความแข็งแรง (catalyst component) ซิลิกา เป็นวัสดุพื้นฐานของอุตสาหกรรมแก้ว เซรามิกส์และอิฐทนไฟ นอกจากนี้ยังเป็นแหล่งวัตถุดิบ สำคัญสำหรับการผลิตซิลิเกต ซิลิกอน คาร์ไบด์ และซิลิโคน

1.3.1 คุณลักษณะ

ที่อุณหภูมิปกติซิลิกาเป็นสารที่ทนต่อสารเคมีหลายชนิด แต่อย่างไรก็ตามซิลิกาเกิด การเปลี่ยนแปลงทางเคมีได้หลายรูปแบบภายใต้สภาวะที่เหมาะสมโดยเฉพาะอย่างยิ่งที่อุณหภูมิ สูงหรือเมื่อปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ผลิตภัณฑ์ที่กลายเป็นไอออกจากปฏิกิริยา ความว่องไวเป็นสิ่งที่ ขึ้นอยู่กับ form pretreatment และ state ของส่วนย่อยของสารตัวอย่างมีหลายสภาวะการณที่ amorphous silica มีความว่องไวกว่า crystalline silica ความว่องไวของพื้นที่ผิวมีมากกว่าของ amorphous silica เนื่องจาก amorphous silica มีพื้นที่ผิวของ hydroxyl (silanol) group ซึ่งครึ่งหนึ่งของ hydroxyl group จะยังคงอยู่แม้จะให้ความร้อนถึง 400 องศาเซลเซียส

1.3.2 โครงสร้าง

หน่วยย่อยพื้นฐานทางโครงสร้างซิลิกาและเกลือซิลิเกต เป็นการจัดเรียงตัวแบบ tetrahedral ของออกซิเจน 4 อะตอม ล้อมรอบซิลิกอนซึ่งเป็นอะตอมกลางโดยทางโครงสร้างตาข่าย 3 มิติไม่รู้จบ (infinite three dimensional network) ที่เกิดจากออกซิเจนในอะตอมทั้งหมด ซึ่งใช้ tetrahedron กับกลุ่มข้างเคียง

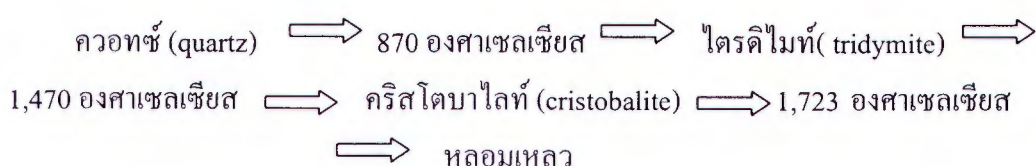


ภาพที่ 1.1 แสดงรูปแบบต่างๆ ของการเชื่อมต่อของ SiO_4 tetrahedra ในโครงสร้างพื้นฐานของซิลิเกต (โสภณ เริงสำราญ, 2540)

หมายเหตุ: จากภาพที่ 1.1 ซิลิกอนในรูป (d) และ (e) นั้น ปรากฏให้เห็นว่าเชื่อมต่อกับออกซิเจนเพียง 3 อะตอมเท่านั้น แต่ความจริงแล้วซิลิกอนเชื่อมต่อกับออกซิเจนอะตอมตำแหน่งที่สี่ด้วย ซึ่งอยู่ในระนาบที่เห็นี้อะนาบของภาพ

1.3.3 รูปแบบของซิลิกา

1.3.3.1 Crystalline silica ที่ความดันบรรยากาศ crystalline silica มี 3 รูปแบบคือ quartz เติบโตที่อุณหภูมิต่ำกว่า 870 องศาเซลเซียส tridymite เติบโตที่อุณหภูมิประมาณ 870-1470 องศาเซลเซียส และ cristobalite เติบโตที่อุณหภูมิ 1,470 องศาเซลเซียส ถึงจุดหลอมเหลวที่ประมาณ 1,723 องศาเซลเซียส ซึ่งรูปแบบทั้งหมดทุกโครงสร้างมีพื้นฐานเป็น SiO_4 tetrahedra ซึ่งเชื่อมอยู่กับออกซิเจนทุกอะตอมโดยเป็นการใช้ออกซิเจนร่วมกันระหว่างซิลิกอน 2 อะตอม แต่อย่างไรก็ตามโครงสร้างเหล่านั้นจะมีความแตกต่างกันในรายละเอียดดังนี้



ทั้ง ควอทซ์ ไตรดิไมท์และคริสโตบาไลต์ เป็นรูปแบบที่เกิดขึ้นในธรรมชาติสำหรับ crystalline silica ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้แก่ keatite coesite, stishovite และ silica W

1.3.3.2 Microcrystalline Silica พบได้ตามแหล่งหินธรรมชาติซึ่งอาจมาจากซิลิกาออสันฐานของสิ่งมีชีวิต ซึ่งต่อมาเกิดการจับตัวกันมากขึ้นจึงเกิดการเปลี่ยนแปลงจากซิลิกาออสันฐานเป็น microcrystalline silica โดยใช้ระยะเวลาในทางธรณี

1.3.3.3 Noncrystalline Silica รูปแบบของ noncrystalline silica จะรวมถึง vitreous silica และ Amorphous silica ชนิดต่าง ๆ ดังนี้

(1) **Vitreous Silica (silica glass)** เตรียมได้โดยการหลอม crystalline quartz หรือ quartz sand ให้เป็น liquid silica จากนั้นจึงทำ supercooling โครงสร้างของ vitreous เป็นโครงตาข่ายอย่างต่อเนื่องแบบสุ่มของ SiO_4 tetrahedra ซึ่งเชื่อมต่อกันเป็นมุม

สมบัติของ vitreous silica คุณภาพสูงคือ high chemical resistant, low coefficient of thermal expansion, high thermal shock resistant, high electrical resistivity และ high optical transmission โดยเฉพาะ ultraviolet

(2) **Amorphous silica** amorphous silica ใช้แทน silica ซึ่งโครงสร้างขาดลักษณะทางผลึกสามารถตรวจสอบได้โดย X-ray diffraction

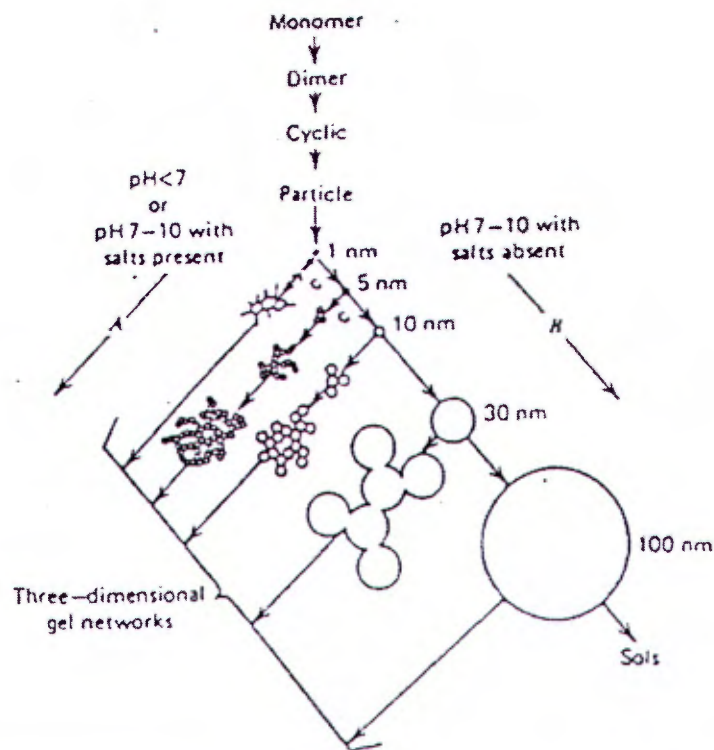
amorphous silica แบ่งได้เป็น 3 พวกใหญ่ ๆ คือ vitreous silica, silica M ซึ่งเกิดจากการ irradiate amorphous silica หรือ crystalline silica ด้วย high speed neutron และพวกสุดท้ายคือ microamorphous silica ซึ่งรวมถึง sols, gels powder และ porous glasses ซึ่งทั้งหมด

ขนาดอนุภาคน้อยกว่า 1 ไมโครเมตร และมีพื้นที่ผิวสูงโดยทั่วไปพื้นที่ผิวจะมากกว่า 3 ตารางเมตรต่อกรัม ดังแสดงไว้ตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 แสดงสมบัติของ amorphous silica รูปแบบต่าง ๆ

Property	Silica sols	Dry silica gels	Silica precipitated from solution	Pyrogenic silica
SiO ₂ , %	10-50	96.5-99.6	80-90	99.7-99.9
CaO , %	na	na	0.1-4	na
Na ₂ O , %	0.1-0.8	0-1	0-1.5	na
Wt loss , %	-	-	-	-
at 105 °C	50-80	na	5-7	0.5-2.5
at 1200 °C	50-90	2-17.5	10-14	0.5-2.5
ultimate paricle- size , nm	5-100	1-100	10-25	1-100
aggregate paricle- size , nm	-	3-25	1-10	2-3
surface area, m ² /g	50-700	200-700	45-100	15-400
PH, aqueous suspension	3-5,8-11	2.3-7.4	4-9	3.5-8
Apparent or bulk	-	-	-	-
density, g/cm ³	1.2-1.4	0.1-0.8	0.03-0.3	0.03-0.12
True density, g/cm ³	2.2-2.3	2.22	2.0-2.1	2.16
Refractive index, n _D	1.35-1.45	1.35-1.45	1.45	1.45
Oil absorption, g/g	-	0.9-3.15	1-3	0.5-2.8

ซิลิกาเป็นสารที่สามารถเกิดการ polymerization ได้โดยการเกาะเกี่ยวของ particle เชื่อมต่อกันจนเป็นโซ่และโครงตาข่าย กระบวนการเกิดปฏิกิริยา 3 ขั้นตอนคือ polymerization of monomers to form particles ขั้นที่สองคือ growth of particles และขั้นสุดท้ายคือ linking particle เพื่อให้เกิดเป็นโซ่และโครงตาข่าย

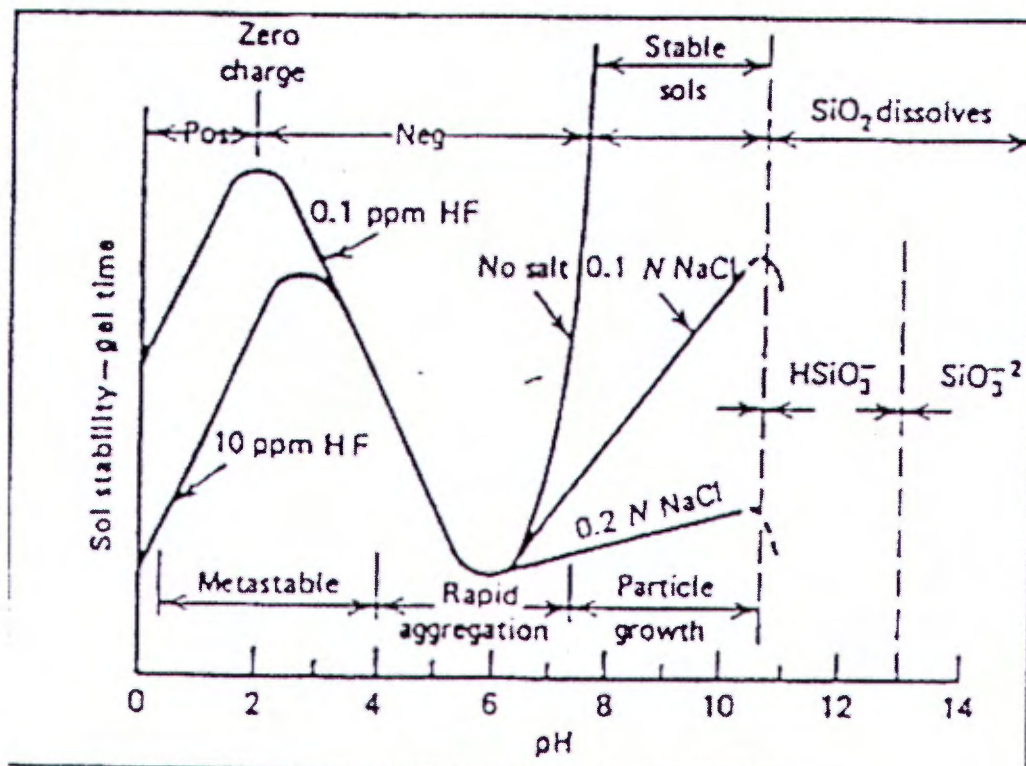


ภาพที่ 1.2 พฤติกรรมการ polymerization ของซิลิกา (โสภณ เรืองสำราญ, 2540)

หมายเหตุ : ในสารละลายต่าง (B) particle ในโซลจะโตขึ้น ดังนั้นจำนวนจึงลดลงในสารละลายกรด หรือใน flocculation salts (A) พบว่า particle จะจับตัวเป็นโครงตาข่ายสามมิติแล้วจึงเกิดเป็นเจล

ซิลิกาโซลและ colloidal silica ซิลิกาโซลขนาด colloid-size particle ของซิลิกาอสังฐาน จะกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในสารละลายซิลิกาโซล จะไปเป็นเจลหรือตกตะกอนแม้ถูกทิ้งไว้เป็นเวลาหลายปี โซลมีซิลิกาอยู่มากกว่าร้อยละ 50 ขึ้นไป และอนุภาคจะมีขนาดถึง 300 นาโนเมตร อย่างไรก็ตามอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า 70 นาโนเมตรจะเกิดการตกตะกอนอย่างช้าๆ สถานภาพของโซลขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย (ภาพที่ 1.2) พีเอชจะต้องมากกว่าจึงจะคงสภาพประจุกับขนาดอนุภาคซิลิกา ซึ่งเป็นการป้องกันการจับตัวประจุที่ผิวจะต้องถูกทำให้เป็นกลาง โดยเกลือที่ละลายซึ่งจะเป็นไอออนและทำให้เกิด double layer รอบผิวของซิลิกาสิ่งนี้ทำให้เกิดการจับ ดังนั้นโซลจะเสถียรที่ความเข้มข้นของเกลือต่ำในบริเวณที่พีเอชต่ำโซลจะอยู่สภาพ metastable การเกิดเจล และการจับตัวจึงถูกเร่งให้เกิดการจับตัวจึงถูกเร่งให้เกิดได้ง่ายแม้มี fluoride ion เพียงเล็กน้อย ในบริเวณที่พีเอชต่ำ ตัวทำลายอินทรีย์ที่รวมกับน้ำได้ เช่น แอลกอฮอล์ จะต้าน

การเกิดเจล อย่างไรก็ตามการเกิดเจลจะเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิสูง ปริมาณซิลิกาในโซลสูง การเกิดเจลยิ่งง่าย ส่วนลักษณะผิวของอนุภาคซิลิกาก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งในการควบคุมเสถียรภาพของโซล



ภาพที่ 1.3 ผลของพีเอชต่อ colloidal silica - water system (โสภณ เริงสำราญ, 2540)

ซิลิกาเจลแบ่งได้เป็น 3 ชนิด คือ Regular - density gel ซึ่งเตรียมได้โดยการทำให้อcid medium จะได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กมากและพื้นที่ผิวสูง (750 - 800 ตารางเมตรต่อกรัม) ค่าเฉลี่ยของ pore diameter เท่านั้น 2.2 - 2.6 นาโนเมตร และ pore volume ประมาณร้อยละ 6 น้ำจะเกาะอยู่ที่ผิวซึ่งมี hydroxyl group อยู่ ดังนั้นจะดูดซับน้ำได้มากชนิดที่สองคือ Intermediate- density silica มีพื้นที่ผิวดำ (300 - 350 ตารางเมตรต่อกรัม) แต่ pore volume (0.9 - 1.1 มิลลิลิตรต่อกรัม) ค่าเฉลี่ยของ pore size ประมาณ 12 - 16 นาโนเมตร ขนาดของอนุภาคใหญ่กว่า regular - density gel ด้วยเหตุผลที่มี pore size ใหญ่ intermediate - density silica gel จึงดูดซับน้ำได้ดีที่ความชื้นสูง ชนิดสุดท้ายคือ Low - density silica gel (เช่น aerogel) มีพื้นที่ผิวดำ (100 - 200 ตารางเมตรต่อกรัม) pore diameter ประมาณ 18 - 22 นาโนเมตร และ pore volume ประมาณ 1.4 - 2.0 มิลลิลิตรต่อกรัม

Precipitated silica เกิดจากการรวมตัวของ ultimate particle ของ colloidal size ซึ่งยังไม่เชื่อมโยงจนเป็นโครงตาข่ายขนาดใหญ่ระหว่างกระบวนการเตรียม precipitated silica เกิดได้ทั้ง vapor phase และโดยการตกตะกอนจากสารละลาย

การนำซิลิกาอสัณฐานไปใช้นั้นขึ้นอยู่กับรูปแบบและความบริสุทธิ์ที่ถูกใช้มากเป็น filler และ reinforcing materials สำหรับยางใช้ปรับปรุง ink retention ของกระดาษใช้เป็น pigment และ filler ใช้สีและ coating ใช้เป็นสารจับตัวดูดซับ และใช้ในงาน สำหรับซิลิกาเจลนั้นส่วนมากจะใช้เป็น desiccant adsorbent และ catalyst base

1.3.4 พฤติกรรมการดูดซับ

การดูดซับ (adsorption) คือ กระบวนการที่เกิดขึ้นระหว่างเฟส 2 เฟส โดยเกิดอันตรกิริยาที่ผิวสัมผัส (interface) ซึ่งเป็นพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างของเหลวและแก๊ส ของแข็งและแก๊ส ของแข็งและของเหลว ของเหลวและของเหลว สารที่ผิวเกิดการดูดซับขึ้นเรียกว่า วัสดุดูดซับ ส่วนสารที่ถูกดูดซับ เรียกว่า ตัวดูดซับ

พฤติกรรมการดูดซับที่เกิดขึ้นระหว่างวัสดุดูดซับกับตัวถูกดูดซับสามารถจำแนกได้ 4 ชนิด คือ

1.3.4.1 การดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption) เกิดจากการดูดซับโดยมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลอย่างอ่อน ๆ เป็นแรงที่ไม่กำหนดทิศทาง เช่น แรงแวนเดอร์วาลส์ หรือพันธะไฮโดรเจนซึ่งมีทิศทาง และพบว่าไม่มีพลังงานกระตุ้นเข้ามาเกี่ยวข้องความร้อนของการดูดซับมีค่าน้อย สามารถกำจัดตัวถูกดูดซับออกจากผิวของวัสดุดูดซับได้ง่าย และอาจเกิดการดูดซับแบบเชิงซ้อนได้หลายชั้น

1.3.4.2 การดูดซับทางเคมี (chemical adsorption) เกิดขึ้นเมื่อตัวดูดซับทำปฏิกิริยาต่อกันส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมี จากตัวดับถูกดูดซับเดิม คือมีการทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมหรือกลุ่มอะตอมเดิม แล้วมีการจัดเรียงอะตอมใหม่เป็นสารประกอบใหม่ขึ้น โดยมีพันธะเคมี ซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรงมีพลังงานกระตุ้นเข้ามาเกี่ยวข้อง ความร้อนของการดูดซับสูงการกำจัดตัวถูกดูดซับออกจากผิววัสดุดูดซับจะทำได้ยาก และการดูดซับจะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer)

1.3.4.3 การดูดซับแบบแลกเปลี่ยน (exchange adsorption) เกิดเมื่อตัวถูกดูดซับและวัสดุดูดซับมีประจุ และเกิดแรงดึงดูดระหว่างตัวถูกดูดซับที่เป็นไอออนที่มีประจุกับวัสดุดูดซับที่มีประจุตรงข้าม หรือเกิดเนื่องจากการแทนที่ประจุที่อยู่ผิวของวัสดุดูดซับกับไอออนของตัวดูดซับ

1.3.4.4 การดูดซับแบบเจาะจง (specific adsorption) เกิดขึ้นเนื่องจากมีแรงยึดเหนี่ยวของโมเลกุล ตัวถูกดูดซับกับวัสดุดูดซับที่มีหมู่ฟังก์ชันอยู่บนผิว

1.3.5 ทฤษฎีการดูดซับ

ได้มีการศึกษาไอโซเทอร์มในการดูดซับ โดยการสร้างแบบจำลองของการดูดซับในลักษณะต่าง ๆ กันปัจจุบันจึงมีการจำลองหลายรูปแบบ ดังนี้

1.3.5.1 แบบจำลองแลงเมียร์ (Langmuir Model) แบบจำลองแลงเมียร์ได้ถูกพัฒนาขึ้นจากการดูดซับโมเลกุลของแก๊สลงบนวัสดุดูดซับของแข็ง โดยมีสมมติฐานว่าพลังงานของการดูดซับของสารแต่ละโมเลกุลจะมีค่าคงที่ และไม่มีอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลของสารถูกดูดซับ การดูดซับจะเกิดขึ้นที่ตำแหน่งที่แน่นอนของพื้นที่ผิวเรียกว่า ตำแหน่งดูดซับ (adsorption site) ซึ่งเป็นตำแหน่งที่สามารถดูดซับสารได้เพียงหนึ่งโมเลกุลเท่านั้น ดังนั้นเมื่อตำแหน่งดูดซับถูกปกคลุมด้วยตัวดูดซับแล้วจะไม่สามารถดูดซับสารเพิ่มได้อีก เรียกการดูดซับแบบนี้ว่าการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer adsorption) แบบจำลองของแลงเมียร์ได้พัฒนาขึ้นจากการดูดซับและการระเหยโมเลกุลของแก๊สจากผิวหน้าของของแข็ง ถ้ากำหนดให้ θ คือ สัดส่วนของพื้นที่ผิวของที่ถูกปกคลุมด้วยสารถูกดูดซับ

$$\begin{aligned}\text{อัตราเร็วของการคายของแก๊ส} & \propto \theta \\ & = K_d \theta\end{aligned}$$

เมื่อ K_d คือ ค่าคงที่ของการคาย (desorption) โมเลกุลของแก๊สอัตราเร็วของการดูดซับจะแปรตามจำนวนตำแหน่งดูดซับที่ว่างอยู่บนผิวหน้า

$$\begin{aligned}\text{อัตราเร็วของการดูดซับ} & \propto (1-\theta) P \\ & = K_a P(1-\theta)\end{aligned}$$

เมื่อ K_a คือค่าคงที่ของการดูดซับ และ P คือความดันของแก๊สที่จุดสมดุล

อัตราเร็วของการคายของแก๊ส = อัตราเร็วของการดูดซับ

$$K_d \theta = K_a P(1-\theta)$$

$$\theta = \frac{K_a P}{K_d - K_a P} = \frac{BP}{1 + BP}$$

เมื่อ $b = \frac{K_a}{K_b}$ มีชื่อเรียกว่า สัมประสิทธิ์ของการดูดซับ (adsorption coefficient) และมีความสัมพันธ์กับเอนทัลปีของการดูดซับ (ΔH_{ad}) ดังสมการ

$$b = b_0 e^{-\Delta H_{ad} / RT}$$

ในกรณีการดูดซับเป็นการดูดซับของของเหลวลงบนวัสดุของแข็งที่จุดสมดุลสารละลายมีความเข้มข้น C

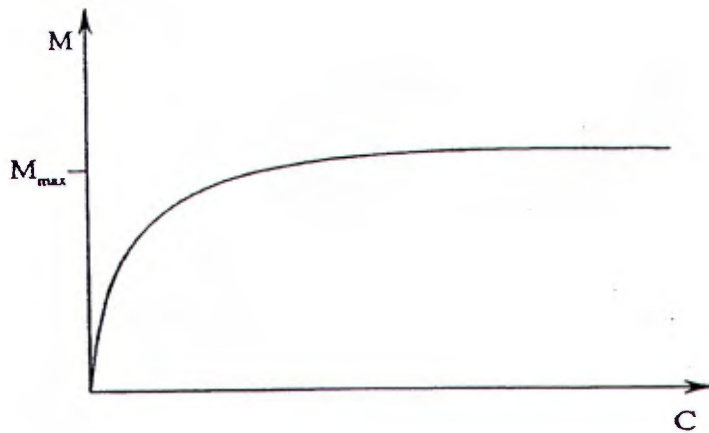
ถ้า M คือ จำนวน โมลของตัวถูกดูดซับต่อหนึ่งหน่วยน้ำหนักของสารดูดซับ $\frac{X}{m}$

M_{max} คือ จำนวน โมลของการดูดซับที่สามารถที่สามารถปกคลุมผิวหน้าทั้งหมดของหนึ่งหน่วยน้ำหนักของสารดูดซับ

$$\theta = \frac{M}{M_{max}}$$

ดังนั้น $M = M_{max} BC$

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $M \frac{X}{m}$ และ C จะมีลักษณะดังภาพที่ 1.4



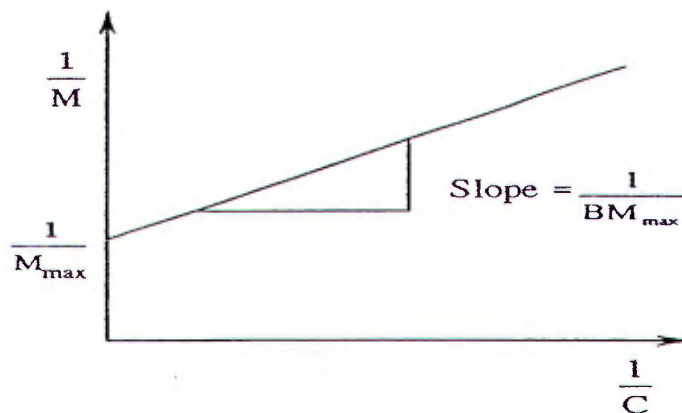
ภาพที่ 1.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง M และ C

สมการ (3) สามารถเขียนได้ในรูปของสมการเส้นตรงคือ

$$\frac{1}{M} = \frac{1}{M_{\max}} + \frac{1}{BM_{\max}C}$$

และกราฟระหว่าง $\frac{1}{M}$ กับ $\frac{1}{C}$ จะเป็นเส้นตรงที่มีความชันเท่ากับ $\frac{1}{BM_{\max}}$ และตัดแกน

ที่ $\frac{1}{M_{\max}}$ ดังภาพที่ 1.5



ภาพที่ 1.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\frac{1}{M}$ กับ $\frac{1}{C}$

จากค่าของ $M_{\max}$ และ b ที่ได้จากราฟสามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของสารดูดซับได้จากสมการ

$$S = M_{\max} \cdot N \cdot s$$

S คือ พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุดูดซับ

N คือ เลขอาโวคาโดมีค่าเท่ากับ 6.02×10^{23} โมเลกุล

s คือ พื้นที่ที่ถูกปกคลุมด้วยสารดูดซับหนึ่งโมเลกุล

1.3.5.2 แบบจำลอง BET บรูเนาว์ เอ็มเมทต์ และเทลเลอร์ ปรับปรุงแบบจำลองแลงเมียร์ ให้ครอบคลุมถึงการดูดซับแบบหลายชั้น (multilayer adsorption) โดยพิจารณาว่าการดูดซับในชั้นที่สองและชั้นอื่น ๆ ที่อยู่ถัดออกมาเกิดจากการกลั่นตัว (condensation) ของสารดูดซับลงบนชั้นแรกของการดูดซับ ดังนั้นพลังงานที่ใช้ในการดูดซับของชั้นที่หนึ่งคือ ความร้อนของการดูดซับ ΔH_{ad} ในขณะที่พลังงานที่ใช้ในการดูดซับของชั้นที่อยู่ถัดออกมาคือความร้อนของการกลั่นตัว ΔH_{cond} สมการ BET สำหรับการดูดซับของของเหลวคือ

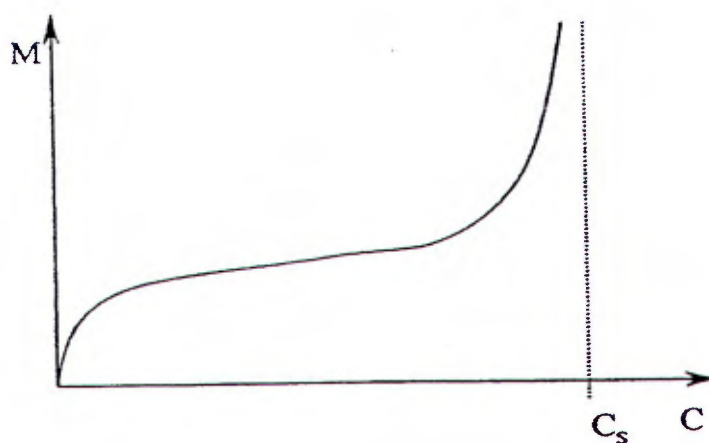
$$M = \frac{BCM_{\max}}{(C-C_s)[1 + (B-1)(C/C_s)]}$$

เมื่อ C_s คือ ความเข้มข้นของสารละลายที่จุดอิ่มตัวของการดูดซับ

B คือ ค่าคงที่ซึ่งมีความสัมพันธ์กับพลังงานของการดูดซับ

$$B = \frac{\exp(\Delta H_{ad} - \Delta H_{cond})}{RT}$$

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง M และ C จะมีลักษณะดังแสดงในภาพที่ 1.6



ภาพที่ 1.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนโมลของตัวดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักตัวดูดซับ

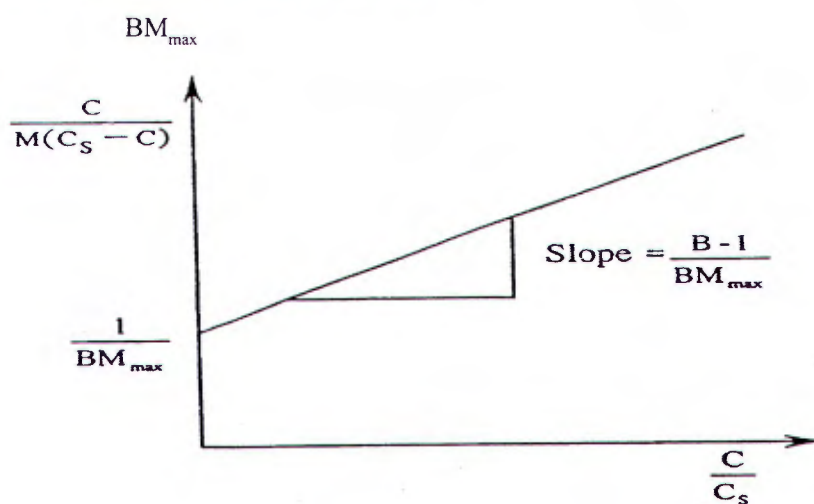
(M) กับความเข้มข้นของสารละลายที่จุดสมดุล (C)

สมการ BET สามารถเขียนได้ในรูปของสมการเส้นตรงดังนี้

$$\frac{C}{M(C_s - C)} = \frac{1}{BM_{\max}} + \frac{(B-1)}{BM_{\max}} \left(\frac{C}{C_s}\right)$$

และกราฟระหว่าง $\frac{C}{M(C_s - C)}$ และ $\frac{C}{C_s}$ จะเป็นเส้นตรงที่มีความชันเท่ากับ $\frac{B-1}{BM_{\max}}$

และตัวแกนที่ $\frac{1}{BM_{\max}}$ ดังแสดงในภาพที่ 1.7



ภาพที่ 1.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\frac{C}{M(C_s - C)}$ กับ $\frac{C}{C_s}$

1.3.5.2 เฟรนดลิชแอดซอร์พชันไอโซเทอร์ม(Freundlich Adsorption Isotherm)

สมการเฟรนดลิชใช้กันอย่างกว้างขวางเพื่ออธิบายการดูดซับในสารละลายที่มีตัวทำละลายเป็นน้ำ
ดังสมการ

$$\frac{X}{m} = K C_e^{1/n}$$

X = จำนวนตัวถูกดูดซับที่ถูกดูดซับ

M = น้ำหนักวัสดุถูกดูดซับ

C_e = ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่สมดุล

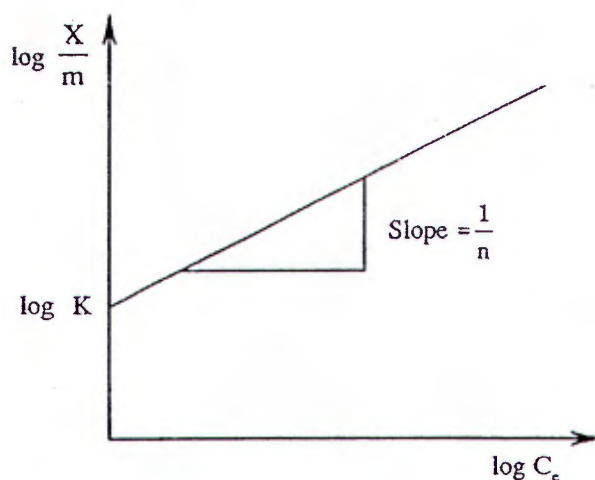
K และ $\frac{1}{n}$ เป็นค่าคงที่ของระบบนั้น ๆ

สมการเฟรนดลิชใช้อธิบายได้ดีสำหรับวัสดุที่มีพื้นที่ผิวแบบวิวิธพันธ์ (heterogeneous)
และอธิบายการกระจายตามรูพรุน เมื่อทำเป็นสมการเส้นตรงจะได้

$$\log \frac{X}{m} = \log K + \frac{1}{n} \log C_e$$

พล็อต $\log \frac{X}{m}$ กับ $\log C_e$ ได้เส้นตรงค่าความชันเท่ากับ $\frac{1}{n}$ และจุดตัดเท่ากับ $\log K$

เมื่อ $\log \frac{X}{m}$ ที่ $C_e = 0$



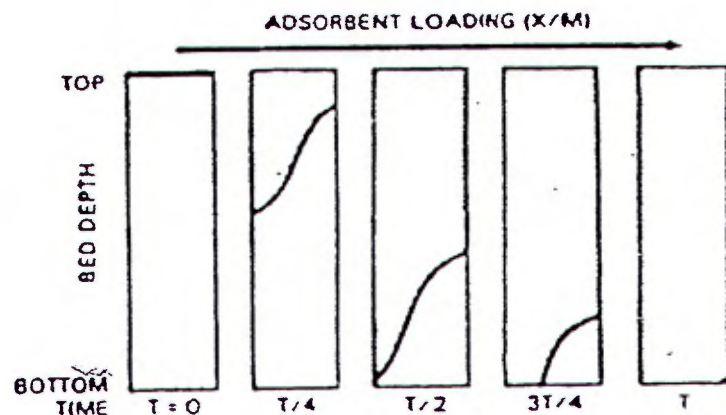
ภาพที่ 1.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\log \frac{X}{m}$ กับ $\log C_e$

โดยทั่วไปค่า $\frac{1}{n}$ ของการดูดซับสารอินทรีย์มีค่าน้อยกว่า 1 แต่ถ้า $\frac{1}{n} \approx 1$ แสดงว่า ความจุของการดูดซับสูง ที่ความเข้มข้นที่สมดุลสูง ๆ นั่นคือการดูดซับเปลี่ยนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วที่ความเข้มข้นที่สมดุลต่ำ ทำให้ไอโซเทอรม์มีค่าความชันมาก ถ้า $\frac{1}{n} \ll 1$ แสดงว่าความจุของการดูดซับค่อย ๆ ลดลงที่ความเข้มข้นที่สมดุล

สมการเฟรอนดลิช สามารถใช้คำนวณปริมาณวัสดุดูดซับที่ต้องการใช้เมื่อลดความเข้มข้นเริ่มต้น และหาความเข้มข้นสุดท้าย โดยแทนค่า C_0 - C_s ลงในสมการ

$$\text{Log } \frac{C_0 - C_s}{m} = \log K + \frac{1}{n} \log C_e$$

ระบบไดนามิก (Dynamic System) ระบบไดนามิกหรือคอลัมน์เป็นขบวนการดูดซับแบบไหลต่อเนื่องผ่านคอลัมน์ที่บรรจุด้วยวัสดุดูดซับ ซึ่งจะเกิดไดนามิกแอดซอร์พชัน (dynamic adsorption) ของตัวถูกละลายหรือตัวถูกดูดซับ วิธีการทำแบบคอลัมน์จะต้องมีการศึกษาความจุของการดูดซับ (adsorption capacity) และพบว่ามีค่าสูงกว่าการดูดซับ แบบไม่ต่อเนื่อง เนื่องจากสารละลายของตัวถูกละลายได้สัมผัสกับวัสดุอย่างต่อเนื่อง โดยมีความเข้มข้นของสารละลายเท่าเดิม หรืออาจเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยวัสดุดูดซับในคอลัมน์จะมีลักษณะ เป็นชั้นแต่ละชั้นจะได้รับสารละลายที่มีความเข้มข้นคงที่ ดังภาพที่ 1.9



ภาพที่ 1.9 แสดงพฤติกรรมของการดูดซับแบบคอลัมน์

แอดซอร์พชัน ไอโซเทอรัม การดูดซับของตัวถูกละลายจากตัวทำละลายไปยังผิวของวัสดุ มีการกระจายของตัวถูกละลายจากวัฏภาคของเหลวไปยังของแข็งอัตราการกระจายเป็นขบวนการดูดซับที่สมดุลโดยอธิบายในเทอรัมของ (จำนวนของตัวถูกละลายที่ถูกดูดซับต่อกรัมวัสดุดูดซับ (Q) เป็นฟังก์ชันกับความเข้มข้นของตัวถูกละลายในสารละลายที่สมดุล (C) เมื่อ Q และ C มีความสัมพันธ์กันตามสมการของแลงเมียร์ซึ่งอาศัยสมมุติฐานว่าการดูดซับเป็นแบบชั้นเดียว พลังงานระหว่างตัวถูกละลายกับวัสดุดูดซับ ดังสมการ

$$Q = Q_m bC / (1 + bC)$$

เขียนสมการของแลงเมียร์เป็นสมการเส้นตรงได้ดังนี้

$$1/Q = 1/Q_m + (1/bQ_m)(1/C)$$

และเฟรอนดลิชได้ปรับปรุงสมการแลงเมียร์เพื่อใช้กับผิวของวัสดุที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันและพลังงานมีการเปลี่ยนแปลง ดังสมการ

$$Q = KC^{1/n}$$

เมื่อ K = ค่าคงที่เรียกว่า ความจุของการดูดซับ

1/n = ค่าคงที่แสดง ความเข้มข้นของการดูดซับ โดยพบว่าถ้าค่า 1/n มีค่าลดลง แสดงว่า ความเข้มข้นของการดูดซับเพิ่มขึ้น ทำเป็นสมการเส้นตรง

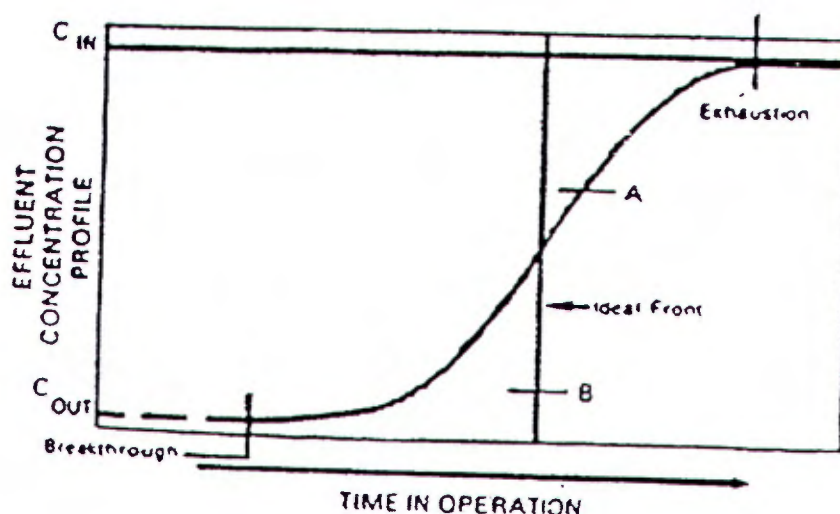
$$\log Q = \log K + 1/n \log C$$

พล็อต log Q กับ log C ได้เส้นตรงความชัน 1/n และจุดตัดคือ K

1.3.5.3 Breakthrough Curve และ Mass Transfer Zone Breakthrough Curve

และ Mass Transfer Zone เมื่อผ่านสารละลาย (ตัวถูกละลาย) ลงไปในคอลัมน์และพิจารณา wave front ของวัสดุดูดซับเมื่อสัมผัสกับตัวดูดซับ การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของตัวถูกละลายบนผิววัสดุดูดซับแปรตามความลึกของฐาน (bed depth) ของชั้นแรกวัสดุดูดซับจะถูกดูดซับอย่างรวดเร็วจนถึงสมดุลส่วนที่สองเป็นการดูดซับแบบไคเนติกเรียกว่าช่วงการถ่ายมวล (mass transfer zone) หลังจากส่วนนี้ตัวถูกละลายมาถึงส่วนล่างสุดความเข้มข้นส่วนนี้เรียกว่าความเข้มข้นที่ breakthrough ซึ่งสามารถสร้าง breakthrough Curve ได้โดยพล็อตกราฟระหว่างความ

เข้มข้นที่ผ่านออกมา (effluent concentration) กับเวลาดังภาพที่ 1.10 มีวิธีการทดลองโดยให้ตัวถูกดูดซับก่อนผ่านคอลัมน์ และออกจากคอลัมน์มีความเข้มข้นเท่ากัน ($C_{in}-C_{out}$) ตามปกติ Breakthrough Curve จะได้รูปร่างตัวเอสที่เรียบ (smooth S-shape) เมื่อทำการทดลองกับวัสดุดูดซับชนิดเดียว แต่ถ้าตัวดูดซับหลาย ๆ ชนิดผสมกันการดูดซับจะเกิดการแข่งขันทำให้รูปร่างของ Breakthrough Curve เปลี่ยนไปหรืออาจบิดเบี้ยว



ภาพที่ 1.10 แสดงการหา Breakthrough Capacity (โสภณ เรืองสำราญ, 2540)

1.3.5.6 วิธีการดูดซับ

(1) วิธีการดูดซับแบบเบตช์ (batch) วิธีการศึกษาการดูดซับแบบเบตช์ หรือแบบแช่สามารถทำให้วัสดุดูดซับกับตัวถูกดูดซับถึงจุดสมดุลได้โดยแบบแช่ตั้งทิ้งไว้ซึ่งต้องใช้เวลานาน แต่ถ้าทำการเขย่าจะให้การละลายถึงสมดุลเร็วขึ้นอุณหภูมิจะมีผลต่อการดูดซับแบบนี้

(2) วิธีการดูดซับแบบคอลัมน์ (column) การดูดซับแบบคอลัมน์โดยนำวัสดุดูดซับมาบรรจุในคอลัมน์แล้วผ่านสารละลายของตัวถูกดูดซับลงไป ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ ได้แก่ อัตราการไหล ขนาดของคอลัมน์ ความสูงของวัสดุที่บรรจุ พบว่าการดูดซับในช่วงแรกของคอลัมน์จะมีปริมาณมากกว่าในช่วงท้าย ในการศึกษาการดูดซับแบบต่อเนื่องจะมีประสิทธิภาพของการดูดซับดีกว่าแบบเบตช์ เนื่องจากสารละลายของตัวถูกดูดซับจะสัมผัสกับวัสดุได้นานกว่า

1.4 วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจล
2. เพื่อศึกษาความสามารถในการกำจัดโลหะหนัก โดยเปรียบเทียบระหว่างซิลิกาเจลเชิงการค้ากับซิลิกาเจลที่เตรียมจากแกลบ ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี
3. เพื่อศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะหนัก โดยเปรียบเทียบระหว่างซิลิกาเจลที่เตรียมจากแกลบกับซิลิกาเจลเชิงการค้า โดยเทคนิคการดูดซับแบบแบทช์

1.5 ขอบเขตของการวิจัย

เตรียมซิลิกาเจลจากเปลือกข้าวพันธุ์เล็บนกพัทลุง โดยศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตซิลิกาเจลให้ได้ปริมาณสูงสุดและนำซิลิกาเจลที่ได้ไปใช้ในการกำจัดโลหะหนัก ด้วยวิธีแบบคอลัมน์และแบบแบทช์โดยการศึกษาเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลเชิงการค้า

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 เครื่องมืออุปกรณ์ และสารเคมี

2.1.1 เครื่องมือ

เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัยแสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงเครื่องมือ

ลำดับที่	ชื่อเครื่องมือ	ยี่ห้อ	รุ่น
1.	เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส	Oriomn	1260
2.	เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	Perkin Elmer	3110
3.	แผ่นร้อน	-	-
4.	ตะแกรง ขนาด 80 เมช	-	-
5.	เครื่องกรอง	-	-
6.	ตู้ควบคุมอุณหภูมิ	Hotpack	352602
7.	ตู้ควัน	Major	-
8.	เครื่องสกัด	Gerhardt	EV 16
9.	เครื่องเขย่า	Gerhardt	-
10.	เตาเผาอุณหภูมิสูง	Thermolyme	1400 Furnce
11.	เครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง	Metler Toledo	BP 1520

2.1.2 อุปกรณ์

1. บีกเกอร์
2. กระบอกตวง
3. ปิเปตต์
4. ขวดปริมาตร
5. กรวยกรอง
6. หลอดหยด

7. ขวดรูปชมพู่
8. บิวเรตต์
9. กระดาษกรอง
10. กระดาษลิทมัส
11. สแตน
12. กระดาษอะลูมิเนียมฟรอยด์
13. แท่งแก้ว
14. ช้อนตักสาร
15. ขวดพลาสติกใส่สารตัวอย่าง
16. ลูกยาง
17. ครกบด
18. โถดูดความชื้น
19. กระดาษชั่งสาร

2.1.3 สารเคมีและวัสดุชุดขับ

สารเคมีและวัสดุชุดขับที่ใช้ในการวิจัยแสดงดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 แสดงสารเคมีและวัสดุชุดขับที่ใช้

ลำดับที่	เกรด	บริษัท
1. โซเดียมไฮดรอกไซด์	Analytical grade	MERCK
2. กรดซัลฟิวริก	Analytical grade	MERCK
3. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์	Analytical grade	MERCK
4. กรดไฮโดรคลอริก	Analytical grade	MERCK
5. โลหะเหล็ก	Analytical grade	APS FINECHEM
6. ซิลิกาเจลเชิงการค้า	Analytical grade	MERCK
7. ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	-	-

2.2 การเตรียมวัสดุชุดขับ

2.2.1 วิธีการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ

วิธีการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบได้ประยุกต์ตามวิธีของ ประวิทย์ เนื่องมัจฉา, 2544 มีขั้นตอนดังนี้

1. นำเปลือกข้าว (แกลบ) มาล้างด้วยน้ำให้สะอาดและนำไปต้มด้วย 1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก จนครบ 3 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) จนพีเอช เป็นกลางทิ้งไว้เกือบแห้ง
2. นำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำเปลือกข้าวที่แห้งมาชั่งน้ำหนัก 15 กรัม และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
3. นำเถ้าแกลบที่ได้จากการเผาไปบดและร่อนด้วยตะแกรงขนาด 80 เมช และเก็บไว้ในโถสุญญากาศ

2.2.2 วิธีการเตรียมซิลิกาเจลจากขี้เถ้าแกลบ

วิธีการเตรียมซิลิกาเจลจากขี้เถ้าแกลบได้ประยุกต์ตามวิธีของ โสภณ เรืองสำราญ, 2540 มีขั้นตอนดังนี้

1. ชั่งขี้เถ้าแกลบ 25 กรัม เติมน้ำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 20 ปริมาตร 200 มิลลิลิตร นำไปรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองเพื่อแยกสารละลายโซเดียมซิลิเกต และตะกอนออกจากกัน
2. ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน 50 มิลลิลิตร กรองเพื่อแยกตะกอนและน้ำล้างตะกอน นำน้ำล้างตะกอนไปรวมกับสารละลายโซเดียมซิลิเกต
3. เติมกรดซัลฟิวริก 5 นอร์มอล ลงในสารละลายผสมในพีเอชเท่ากับ 10 ตั้งทิ้งไว้ จนเกิดเจล เติมกรดซัลฟิวริก 5 นอร์มอล ลงในเจลพีเอชเท่ากับ 2 จะได้เป็นของเหลวหนืด เติมน้ำโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงในของเหลวหนืด พีเอชเท่ากับ 8.5 ตั้งทิ้งไว้ 3 ชั่วโมงครึ่งแล้วกรอง
4. นำซิลิกาเจลไปอบข้ามคืนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส บดซิลิกาเจลที่แห้ง แล้วล้างซิลิกาเจลด้วยน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร นำซิลิกาเจลไปอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

2.2.3 วิธีการหาสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจล

1. ทดลองเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 2 3 4 และ 10 ตามลำดับ เปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้ เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกัน
2. ทดลองเปลี่ยนเวลาในการรีฟลักซ์ 2 4 6 และ 8 ชั่วโมงตามลำดับ เปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้ เมื่อใช้เวลาในการรีฟลักซ์แตกต่างกัน

2.3 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยซิลิกาเจล

2.3.1 การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของตัวดูดซับโลหะหนัก

2.3.1.1 การเตรียมสารละลายของโลหะหนัก 1000 ppm

วิธีการ ชั่งเหล็กหนัก 1.44 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่ง ละลายด้วยน้ำกลั่น และปรับปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร ในขวดปรับปริมาตร

2.3.1.2 กราฟมาตรฐานของสารละลายโลหะหนัก

วิธีการ เตรียมสารละลายโลหะหนักความเข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปิเปตมา 5 ความเข้มข้น คือ 1 2 3 4 และ 5 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ 100 มิลลิลิตร นำไปวัดด้วยเครื่อง AAS

2.3.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนัก

ในการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักทำได้ 2 แบบ คือ แบบแบทช์ และแบบคอลัมน์

2.3.2.1 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยเทคนิคแบบแบทช์

(1) วิธีการทดลองหาเวลาที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล

ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจล 0.25 กรัม ปิเปตสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ พร้อมเขย่าเป็นเวลา 30 60 120 180 240 และ 300 นาที

(2) วิธีการทดลองหาค่าพีเอชที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลาย โลหะเหล็กบนซิลิกาเจล

ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจล 0.25 กรัม ปิเปตสารละลายโลหะเหล็กที่มีความเข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ และปรับพีเอชของสารละลายมีค่าต่างๆ ดังนี้ 1 2 3 4 และ 5 แช่พร้อมเขย่าใช้เวลา 30 นาที นำสารละลายส่วนใส่ไปวัดค่าด้วยเครื่อง AAS

(3) วิธีการทดลองหาความจุการดูดซับโลหะเหล็กบนซิลิกาเจล

ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจล 0.25 กรัม เตรียมสารละลายโลหะเหล็กที่มีความเข้มข้นต่างๆ กัน 20 40 80 120 160 200 และ 250 ppm เขย่าใช้เวลา 240 นาที โดยศึกษาที่อุณหภูมิห้อง และนำสารละลายส่วนใส่ไปวัดค่าด้วยเครื่อง AAS

2.3.2.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะเหล็กด้วยเทคนิคแบบคอลัมน์

ในการศึกษาแบบคอลัมน์ได้ทำการบรรจุวัสดุดูดซับแต่ละชนิดลงในคอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร โดยแต่ละคอลัมน์บรรจุวัสดุดูดซับสูง 3 เซนติเมตร พร้อมทั้งชั่งน้ำหนักวัสดุด้วยเครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง และใช้อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที

(1) วิธีการทดลองหาความจุการดูดซับด้วยวิธีแบบคอลัมน์

เตรียมสารละลายโลหะเหล็กที่มีความเข้มข้น 20 ppm ผ่านลงในคอลัมน์ที่บรรจุด้วยตัวดูดซับซิลิกาเจลโดยควบคุมอัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที และเก็บสารละลายส่วนที่ผ่านออกมาครั้งละ 25 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะเหล็กด้วยเทคนิค AAS เก็บสารละลายที่ผ่านออกมาจนกระทั่งมีความเข้มข้นเท่ากับความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น จึงนำข้อมูลที่ได้ไปพล็อตกราฟระหว่าง C_A/C_{A0} กับปริมาตรของสารละลายที่ผ่านออกมาหรือเวลา

บทที่ 3

ผลการทดลอง

3.1 ผลการศึกษาสมบัติเบื้องต้นของชิลิกาเจล

3.1.1 ผลการเตรียมชิลิกาเจล

จากการนำเปลือกข้าวมาทำความสะอาดโดยการต้มด้วยกรด ซึ่งเป็นการทำลายหรือกำจัดสิ่งเจือปนทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ จากนั้นเผาเปลือกข้าวให้ได้ปริมาณวัสดุแห้งกลับสูงทำโดยเผาเปลือกข้าวในภาวะที่มีออกซิเจนมากเกินไป เพื่อให้คาร์บอนในเปลือกข้าวเปลี่ยนเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และจะได้ชิลิกาออกมา จากนั้นนำชิลิกาไปเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะได้เป็นชิลิกาเจล และนำไปศึกษาหาเวลาและสภาวะที่เหมาะสมในการทดลอง

3.1.2 ผลการหาสภาวะที่เหมาะสม

3.1.2.1 ปริมาณที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการเตรียมชิลิกาเจล

ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณชิลิกาเจลที่ได้จากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน

ครั้งที่	น้ำหนัก ขี้เถ้ากลับ (กรัม)	ความเข้มข้น โซเดียม ไฮดรอกไซด์ (ร้อยละ)	เวลาในการ รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนัก ตะกอน (กรัม)	น้ำหนัก ชิลิกาเจล (กรัม)
1	25	1	2	-	-
2	25	2	2	17.25	7.19
3	25	3	2	8.83	18.34
4	25	4	2	1.46	29.00
5	25	10	2	1.03	34.50

จากตารางที่ 3.1 จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 จะไม่เกิดตะกอน เพราะเมื่อนำไปรีฟลักซ์ที่เวลา 2 ชั่วโมง และตั้งทิ้งไว้จนเกิดเป็นเจลนั้นปรากฏว่าต้องใช้เวลาในการเกิดเป็นเจล และพบว่าเมื่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 จะได้น้ำหนักของซิลิกาเจลมากที่สุด เท่ากับ 34.50 กรัม ดังนั้นการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้เลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 10

3.1.2.2 เวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณซิลิกาเจลที่ได้เมื่อใช้ระยะเวลาในการรีฟลักซ์แตกต่างกัน

ครั้งที่	น้ำหนัก ซีเถ้าเคลบ (กรัม)	ความเข้มข้น โซเดียม ไฮดรอกไซด์ (ร้อยละ)	เวลาในการ รีฟลักซ์ (ชั่วโมง)	น้ำหนัก ตะกอน (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา เจล (กรัม)
1	25	10	2	1.03	34.50
2	25	10	4	0.07	28.05
3	25	10	6	0.26	30.11
4	25	10	8	0.25	31.87

จากผลการทดลอง พบว่าเมื่อใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 และใช้เวลาในการรีฟลักซ์ 2 ชั่วโมง จะได้ปริมาณซิลิกาเจลสูงสุด และมีน้ำหนักของซิลิกาเจลเท่ากับ 34.50 กรัม ดังนั้นจึงเลือกใช้ซิลิกาเจลที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 ที่ใช้ในเวลารีฟลักซ์ 2 ชั่วโมง มาศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนัก ซึ่งสามารถกระทำได้ 2 แบบ คือแบบแบทช์และแบบคอลัมน์ โดยเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลเชิงการค้า

3.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยวิธีแบบแบทช์ ได้ศึกษาสถานะการทดลองต่าง ๆ ดังนี้

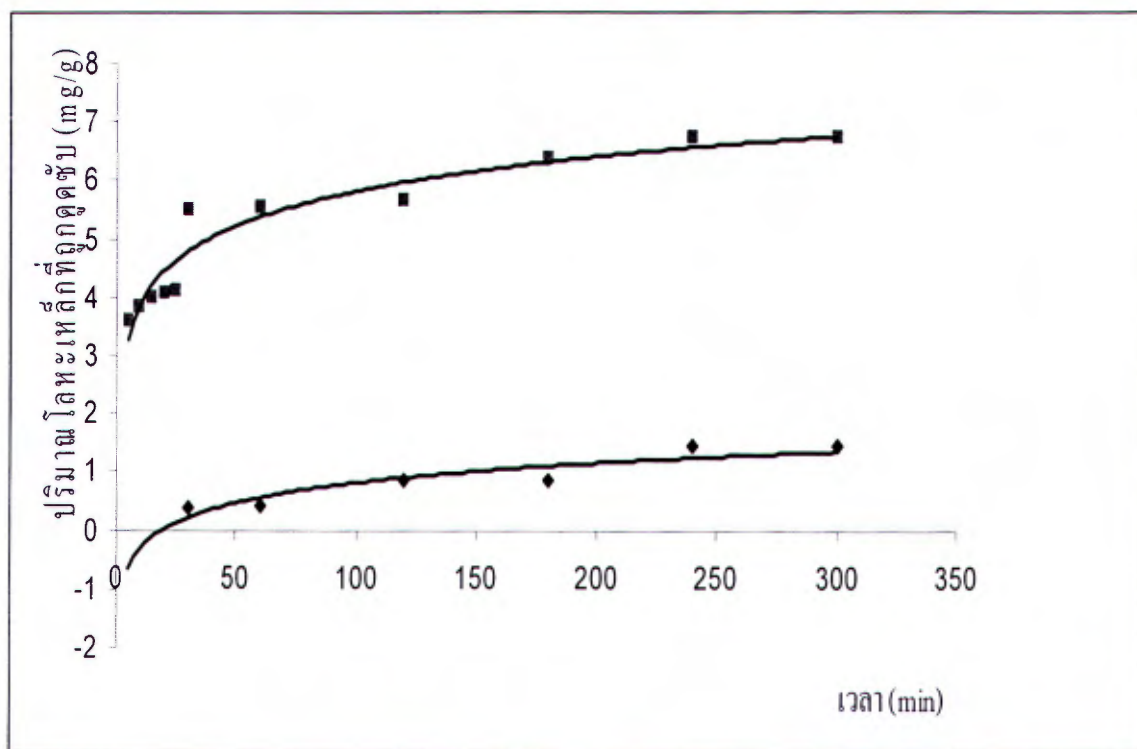
3.2.1 ผลการทดลองเวลาที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซลิกาเจล

จากการเปลี่ยนแปลงเวลาในการศึกษาการดูดซับ เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมหรือเวลา que การดูดซับเข้าสู่สมดุล โดยปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักจะคงที่หรืออิ่มตัวได้ผลแสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซลิกาเจลที่เวลาแตกต่างกัน

ซลิกาเจลเชิงการค้า		ซลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	
เวลา (นาที่)	โลหะหนักที่ถูกดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)	เวลา (นาที่)	โลหะหนักที่ถูกดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)
5	ND	5	3.601
10	ND	10	3.824
15	ND	15	4.000
20	ND	20	4.082
25	ND	25	4.127
30	0.381	30	5.518
60	0.423	60	5.525
120	0.841	120	5.653
180	0.863	180	6.378
240	1.441	240	6.743
300	1.446	300	6.743

หมายเหตุ ND (Non-detector) หมายถึง เครื่องมือไม่สามารถตรวจวัดได้



ภาพที่ 3.1 แสดงผลของเวลาต่อปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล

◆ ซิลิกาเจลเชิงการค้า ■ ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

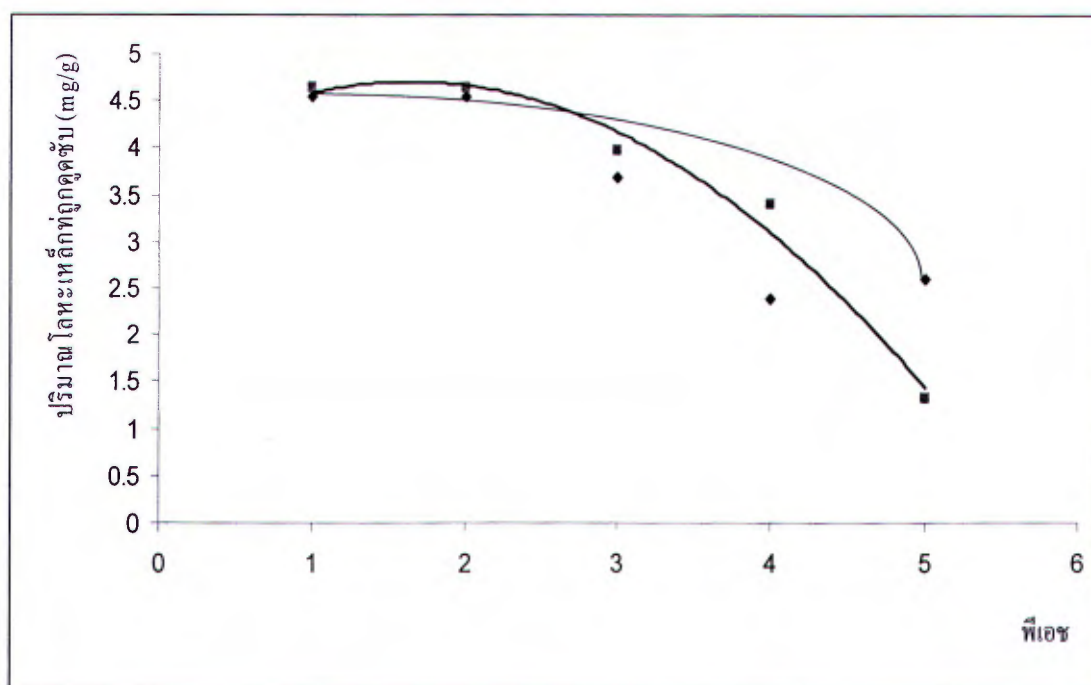
จากผลการทดลอง พบว่าปริมาณการดูดซับโลหะหนักในวัสดุดูดซับซิลิกาเจลเชิงการค้า จะมีการดูดซับน้อยกว่าซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ และเมื่อเพิ่มเวลามากขึ้นซิลิกาเจลเชิงการค้า และซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบจะมีปริมาณการดูดซับมากขึ้นจนคงที่หรือเข้าสู่สมดุลที่เวลา 240 นาที ดังนั้นการศึกษานี้จึงเลือกเวลาในการดูดซับของซิลิกาเจลทั้ง 2 ชนิด ที่เวลา 240 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสม

3.2.2 ผลการทดลองหาค่าพีเอชที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล

จากการศึกษาผลของพีเอชโดยทำการเปลี่ยนแปลงพีเอชของสารละลายโลหะหนัก ตั้งแต่ 1.0 2.0 3.0 4.0 และ 5.0 ว่ามีผลต่อปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล ได้ผลแสดงดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจลที่ระดับพีเอชของสารละลายแตกต่างกัน

พีเอช	ปริมาณสารละลายโลหะหนักที่ถูกดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)	
	ซิลิกาเจลเชิงการค้า	ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ
1.0	4.541	4.632
2.0	4.545	4.632
3.0	3.685	3.963
4.0	2.392	3.394
5.0	2.593	1.315



ภาพที่ 3.2 แสดงผลของพีเอชต่อปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล

◆ ซิลิกาเจลเชิงการค้า ■ ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

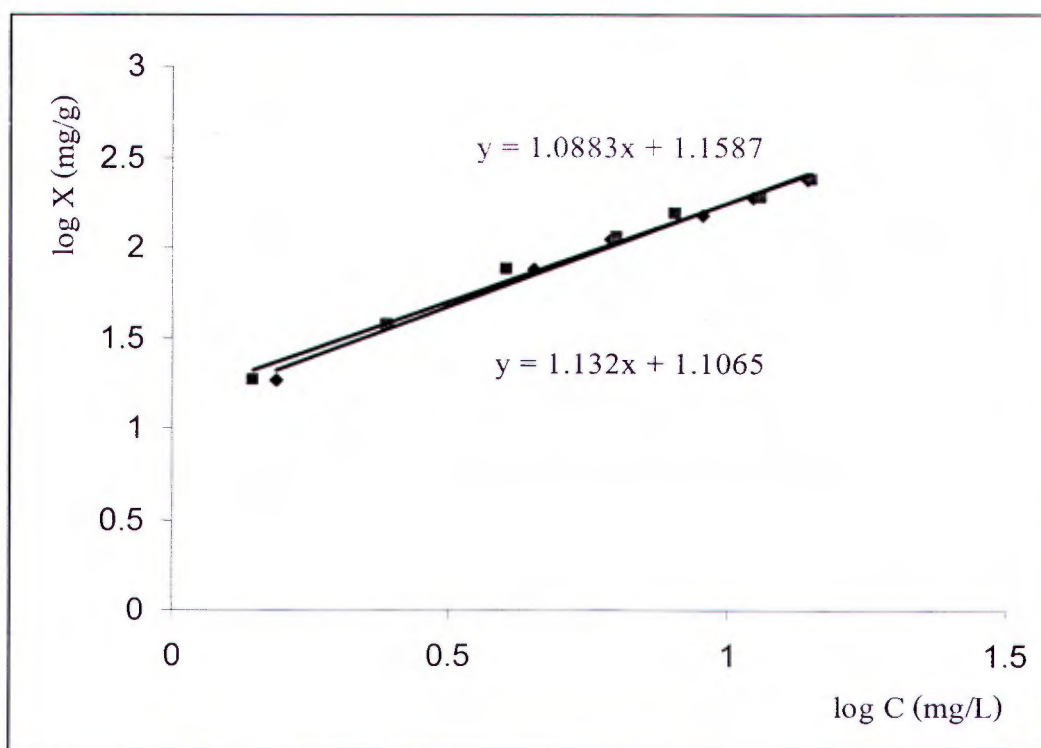
จากผลการศึกษาพบว่า ซิลิกาเจลเชิงการค้าและซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบจะมีการดูดซับสารละลายโลหะหนักได้สูงสุดที่ระดับพีเอชของสารละลายเท่ากับ 1.0 และ 2.0 ตามลำดับ และพบว่าปริมาณการดูดซับสารละลายโลหะหนักจะมีค่าลดลงเมื่อระดับพีเอชของสารละลายเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากสารละลายที่มีพีเอชสูงจะมีจำนวนไฮดรอกซิลมาก และอาจจะเป็นไปได้ว่าไฮดรอกซิลจะพบในซิลิกาเจลทั้ง 2 ชนิด จึงทำให้การเข้าจับซิลิกาเจลเชิงการค้าและซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบมีปริมาณที่ถูกดูดซับลดลง ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้จึงเลือกที่ระดับพีเอชของสารละลายเท่ากับ 1.0 และ 2.0 เป็นระดับพีเอชที่เหมาะสม

3.2.3 ผลการทดลองหาความเข้มข้นของโลหะหนักและหาความจุการดูดซับของซิลิกาเจล

ข้อมูลที่ได้มาหาความจุของการดูดซับของซิลิกาเจลได้โดยพล็อตกราฟระหว่าง $\log X$ (มิลลิกรัมต่อกรัม) และ $\log C_e$ (มิลลิกรัมต่อลิตร) ผลดังแสดงตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 แสดงค่า $\log X$ (มิลลิกรัมต่อกรัม) และ $\log C_e$ (มิลลิกรัมต่อลิตร) เพื่อหาความจุการดูดซับของซิลิกาเจล

ซิลิกาเจลเชิงการค้า		ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	
$\log C_e$ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	$\log X$ (มิลลิกรัมต่อกรัม)	$\log C_e$ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	$\log X$ (มิลลิกรัมต่อกรัม)
0.188	1.266	0.145	1.269
0.387	1.575	0.385	1.575
0.652	1.878	0.603	1.881
0.793	2.045	0.802	2.056
0.955	2.179	0.908	2.182
1.045	2.276	1.061	2.275
1.145	2.373	1.150	2.373



ภาพที่ 3.3 แสดงจุดตัดบนกราฟเพื่อหาความจุการดูดซับของชิติกาเจล

◆ ชิติกาเจลเชิงการค้า ■ ชิติกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

จากภาพที่ 3.3 เป็นการพล็อตข้อมูลตามสมการของเฟรนดลิช ซึ่งจุดตัดแกนที่ได้ก็คือค่า K ตามสมการของเฟรนดลิช ซึ่งสามารถบอกถึงค่าความจุของการดูดซับของชิติกาเจลเชิงการค้าและชิติกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ ผลจากการคำนวณหาความจุของการดูดซับของชิติกาเจลเชิงการค้าและชิติกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ แสดงดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 แสดงค่าความจุของการดูดซับของวัสดุดูดซับตามวิธีการดูดซับแบบเบตซ์ที่ได้จากการคำนวณ

วัสดุดูดซับ	ความจุการดูดซับ (K) (มิลลิกรัมต่อกรัม)
ชิติกาเจลเชิงการค้า	12.779
ชิติกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	14.411

3.3 ผลการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะเหล็กด้วยเทคนิคแบบคอลัมน์

การศึกษาแบบคอลัมน์ได้ทำการบรรจุวัสดุดูดซับแต่ละชนิดลงในคอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8.0 มิลลิเมตร โดยแต่ละคอลัมน์บรรจุซิลิกาเจลสูง 3.0 เซนติเมตร ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายโลหะเหล็ก 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที พร้อมทั้งชั่งน้ำหนักวัสดุด้วยเครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง ได้ผลการศึกษา มีดังนี้

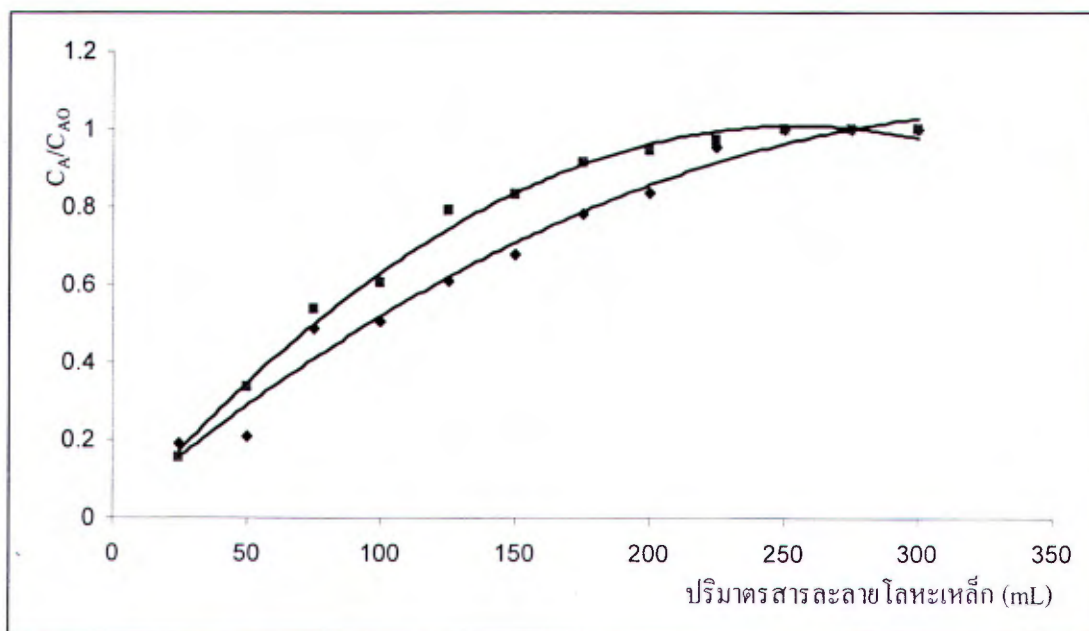
3.4.1 ผลการหา Breakthrough Capacity

ผลจากการทดลองหา Breakthrough Capacity ทำโดยผ่านสารละลายของโลหะเหล็กลงในคอลัมน์ เก็บสารละลายที่ผ่านออกมาไปหาปริมาณของโลหะเหล็กจนสารละลายที่ออกจากคอลัมน์มีปริมาณโลหะเหล็กเท่ากับปริมาณของโลหะเหล็กก่อนผ่านคอลัมน์ หลังจากนั้นจึงหาความสัมพันธ์ของปริมาณของโลหะเหล็กดังกล่าวได้ผลแสดงดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 แสดงข้อมูลจากการทดลองเพื่อหา Breakthrough Capacity ของวัสดุดูดซับ

ซิลิกาเจลเชิงการค้า		ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	
ปริมาณโลหะเหล็ก (มิลลิลิตร)	ค่า C_A/C_{A0}	ปริมาณโลหะเหล็ก (มิลลิลิตร)	ค่า C_A/C_{A0}
25	0.191	25	0.154
50	0.208	50	0.338
75	0.486	75	0.535
100	0.504	100	0.605
125	0.608	125	0.788
150	0.678	150	0.830
175	0.782	175	0.916
200	0.834	200	0.943
225	0.956	225	0.971
250	1	250	1
275	1	275	1
300	1	300	1

จากตารางที่ 3.7 นำข้อมูลไปพล็อตกราฟระหว่าง C_A/C_{A0} กับปริมาตรสารละลายโลหะหนักได้ผลดังภาพที่ 3.4 และหาจุดตัดจากกราฟเพื่อหาปริมาตรของสารละลายโลหะหนักที่ทำให้ค่า C_A/C_{A0} เท่ากับ 0.5 เพื่อนำค่าปริมาตรที่ได้ไปคำนวณหาค่า Breakthrough Capacity ของวัสดุดูดซับได้ผลแสดงดังตาราง



ภาพที่ 3.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง C_A/C_{A0} กับปริมาตรของสารละลายโลหะหนักบนซีลิกา

◆ ซีลิกาเจลเชิงการค้า ■ ซีลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

ตารางที่ 3.8 แสดงค่า Breakthrough Capacity ของวัสดุดูดซับบนซีลิกาเจล

วัสดุดูดซับ	ซีลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	ซีลิกาเจลเชิงการค้า
น้ำหนัก (กรัม)	1.42	1.15
ปริมาตรสารละลายโลหะหนัก (มิลลิลิตร)	75.00	100.00
ความจุของวัสดุดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)	1.06	1.74

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาเกี่ยวกับพฤติกรรมการดูดซับโลหะหนักโดยใช้ชิลิกาเจล ในการศึกษาสรุปได้เป็น 2 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมชิลิกาเจล ส่วนที่สองเป็นการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยชิลิกาเจล ด้วยเทคนิคการดูดซับ 2 แบบ คือ แบบแบทช์ และแบบคอลัมน์

4.1 การศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของชิลิกาเจล

4.1.1 ปริมาณที่ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ในการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์พบว่าที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 จะมีน้ำหนักของชิลิกาเจลมากที่สุด คือเท่ากับ 34.50 กรัม ดังนั้นการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้เลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 10

4.1.2 เวลาที่ใช้ในการรีฟลักซ์

ในการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 10 พบว่าที่ใช้เวลาในการรีฟลักซ์ที่เหมาะสมเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำให้ได้น้ำหนักของชิลิกาเจลมากที่สุด คือเท่ากับ 34.50 กรัม ดังนั้นจึงเลือกใช้เวลาในการรีฟลักซ์ที่ 2 ชั่วโมง มาศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนัก สามารถกระทำได้ 2 แบบ คือ แบบแบทช์และแบบคอลัมน์โดยเปรียบเทียบกับชิลิกาเจลเชิงการค้า

4.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยชิลิกาเจล

การศึกษากิจกรรมการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยชิลิกาเจลด้วยเทคนิคการดูดซับ 2 แบบ คือ

4.2.1 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับแบบแบทช์

เนื่องจากการดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยชิลิกาเจลซึ่งเป็นของแข็งนั้นจึงมีปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับหลายอย่าง จึงต้องหาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมดังนี้

4.2.1.1 สภาวะการทดลองที่เหมาะสมในการดูดซับแบบแบทช์

การศึกษากิจกรรมการดูดซับแบบสารละลายโลหะหนักด้วยวิธีแบบแบทช์ ทำได้โดยนำสารละลายโลหะหนักแช่ในชิลิกาเจลที่เตรียมจากถ้ำเกลบและเปรียบเทียบกับชิลิกาเจลเชิงการค้าในการศึกษาการดูดซับแบบนี้ได้สภาวะการทดลองที่เหมาะสมดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 สภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับแบบแบทช์

ตัวแปรที่ศึกษา	วัสดุดูดซับ	
	ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ	ซิลิกาเจลเชิงการค้า
น้ำหนักวัสดุ (กรัม)	2.00	2.00
เวลาที่ถึงสมดุล (นาที)	240	240
พีเอชสารละลาย (พีเอช)	1.0-2.0	1.0-2.0
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อุณหภูมิห้อง	อุณหภูมิห้อง
ความจุการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)	14.411	12.779

จากผลการศึกษาพบว่า การดูดซับสารละลายโลหะเหล็กด้วยซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลเชิงการค้าจะมีค่าใกล้เคียงกัน คือ เท่ากับ 14.411 12.779 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ

4.2.2 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับแบบคอลัมน์

4.2.2.1 การหา Breakthrough Capacity

ในการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับแบบคอลัมน์เลือกใช้คอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8.0 มิลลิเมตร บรรจวัสดุสูง 3.0 เซนติเมตร อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที ใช้สารละลายโลหะเหล็กความเข้มข้น 20 ppm

จากผลการหา Breakthrough Capacity (ตารางที่ 3.7 และ ภาพที่ 3.4) โดยหาปริมาตรสารละลายโลหะเหล็กที่ใช้เมื่อ C_A/C_{A0} เท่ากับ 0.5 หรือที่ร้อยละ 50 ของการดูดซับ พบว่าซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบใช้ปริมาตรสารละลายโลหะเหล็กมีค่าใกล้เคียงกับซิลิกาเจลเชิงการค้า คือ เท่ากับ 75 และ 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ และค่าความจุที่ได้ คือ เท่ากับ 1.06 และ 1.74 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ

บรรณานุกรม

- เกศรา นุตาลัย. การผลิตสารประกอบซิลิกาที่บ. วารสารการวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีปีที่ 5 (3) เดือนกันยายน – ธันวาคม 2533.
- นงลักษณ์ ปานเกิดดี. การพัฒนาขีดความสามารถทางด้าน **Engineerring Ceramies** (การผลิต **Siliconcarbide**). ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย; 2542.
- นุชนา ตั้งบริบูรณ์. การผลิตแก้วซิลิกาความบริสุทธิ์สูงโดยเทคนิคไฮโดรเจน. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2533.
- ประภาศรี พันธุจริยา. การผลิตแผ่นกรองซิลิกาจากแกลบ. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2537.
- ประวิทย์ เนืองมัจฉา. การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะปรอท (II) โดยใช้เถ้าแกลบและเถ้าแกลบที่ปรับปรุงด้วยหมู่อะมิโน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยขอนแก่น; 2544.
- แม่น อมรสิทธิ์และอมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพฯ: พิมพ์; 2539.
- รัตนา มหาชัย. ศึกษาการดูดซับโลหะหนักโดยใช้วัสดุดูดซับบางชนิด(รายงานการวิจัย). ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น. 2538.
- สมศักดิ์ ดำรงเลิศ, RENIHARD CONRADT , ปรีดา พิมพ์ขาวจำ. การผลิตสารดีฟีนซิลิกาจากแกลบในขนาดขยายส่วน. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2540.
- สรินทร์ ลิมปนาท, กฤษณา ศิริเลิศนุกูล, นายศรีไศล ขุนทน. การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากเถ้าแกลบสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2542.
- โสภณ เรืองสำราญ. การผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้นจากเถ้าแกลบ. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2540.

ภาคผนวก

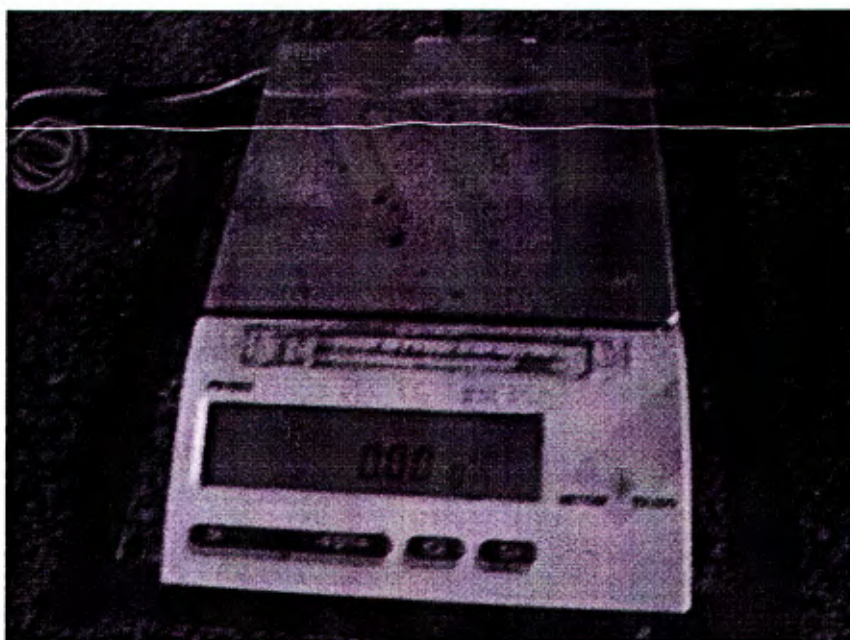
ภาคผนวก ก.
แสดงลักษณะรูปภาพต่างๆ



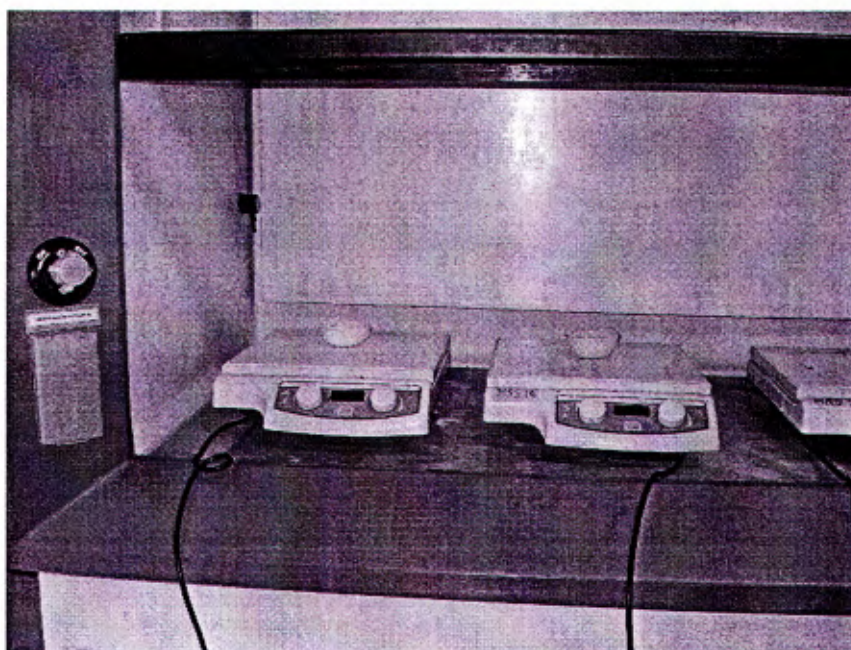
ภาพที่ ก.1 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์



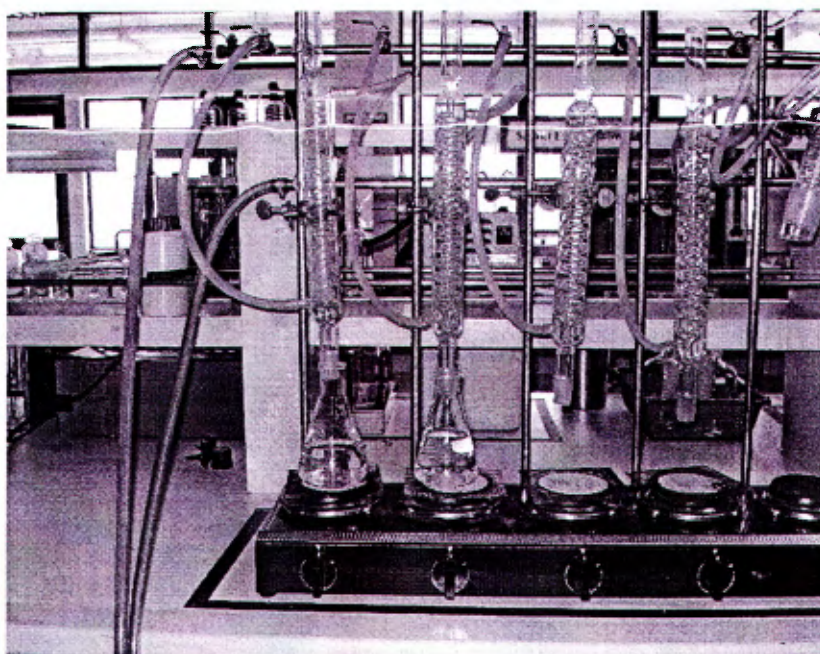
ภาพที่ ก.2 เตาเผาอุณหภูมิสูง



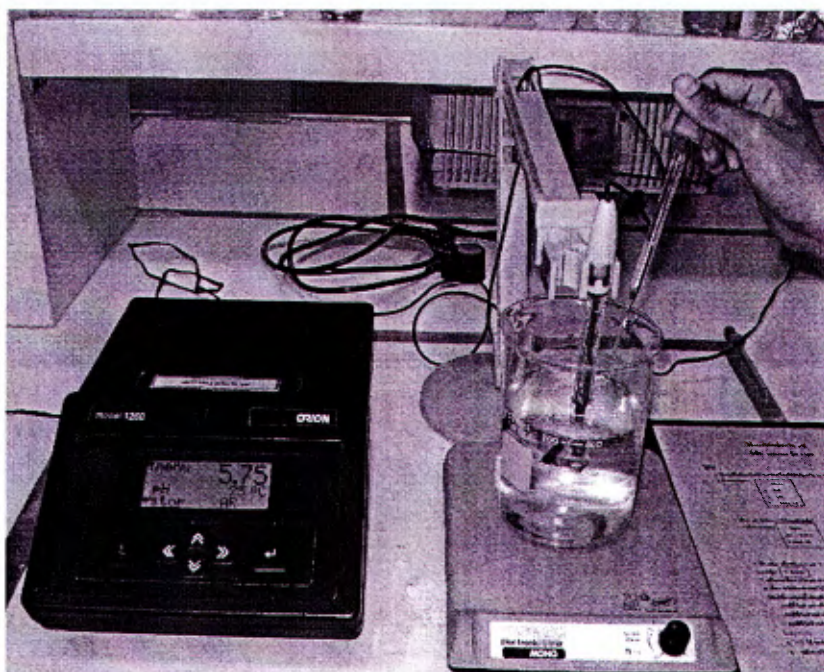
ภาพที่ ก.3 เครื่องชั่ง 3 ตำแหน่ง



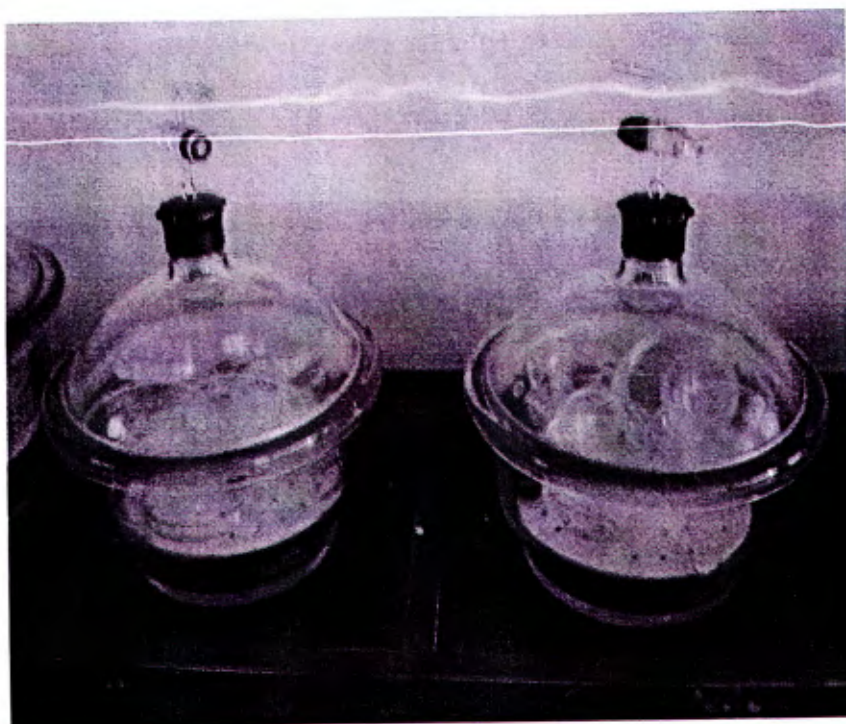
ภาพที่ ก.4 แผ่นร้อน และ ตู้ควัน



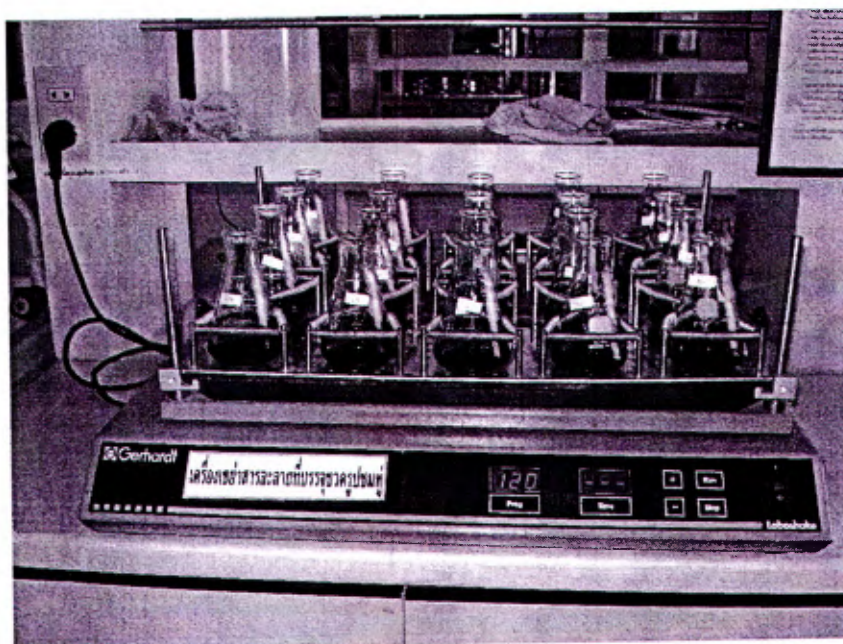
ภาพที่ ก.5 เครื่องรีฟลักซ์



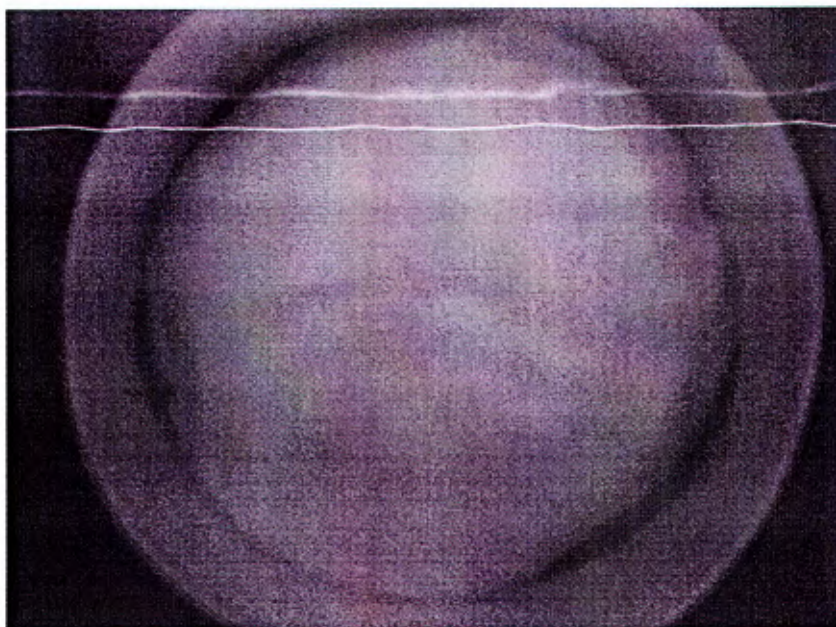
ภาพที่ ก.6 เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส



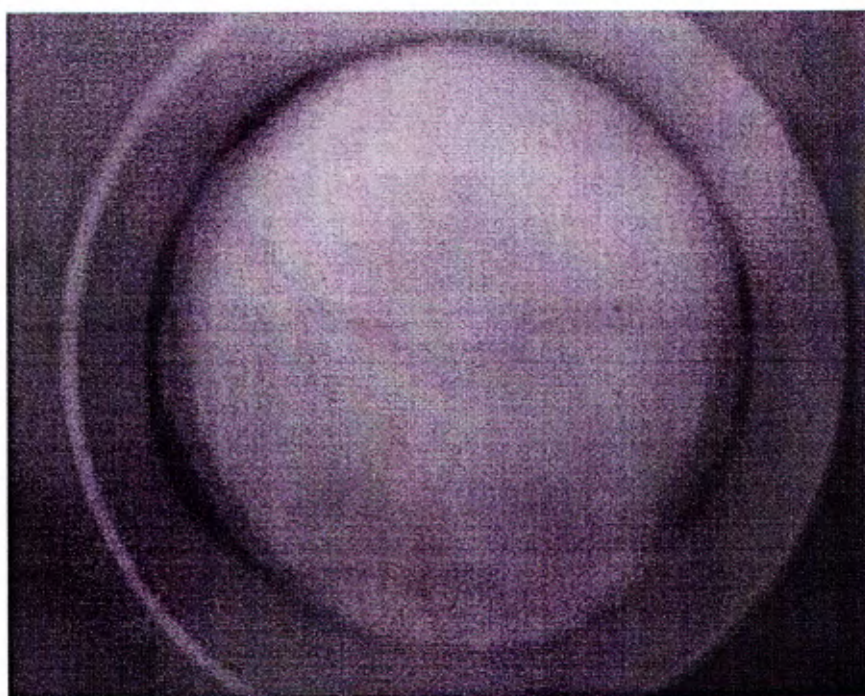
ภาพที่ ก.7 โอดูดความชื้น



ภาพที่ ก.8 เครื่องเขย่า



ภาพที่ ก.9 ซิลิกาเจลเชิงการค้า



ภาพที่ ก.10 ซิลิกาเจลที่เตรียมจากเถ้าแกลบ



ภาพที่ ก.11 กราฟมาตรฐานของสารละลายโลหะเหล็ก

ภาคผนวก ข.
โครงร่างวิจัย

ชื่อโครงการ	การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับเหล็กโดยใช้ซิลิกาเจลจากเถ้าแกลบ (Study on iron adsorption behavior using silica gel from rice husk ash)
ประเภทของงานวิจัย	วิจัยเพื่อพัฒนา
สาขาที่ทำงานวิจัย	เคมี
ผู้ดำเนินการวิจัย	นางสาว จุรีย์ อนันตการ MISS JUREE ANANTAGAN นางสาว ชลธิชา สังข์แก้ว MISS CHONTICHA SANGKAEW โปรแกรมวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ประวิทย์ เนื่องมัจฉา
สถานที่ทำการทดลอง	โปรแกรมวิชาเคมี และศูนย์วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏ นครศรีธรรมราช

ความสำคัญและความเป็นมาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ซิลิกาเป็นวัสดุที่นิยมนำมาใช้งานในด้านต่าง ๆ อย่างกว้างขวาง ซึ่งคุณภาพของซิลิกาขึ้นอยู่กับกระบวนการผลิตและวัตถุดิบ สำหรับประเทศไทยต้องสั่งซื้อสารซิลิกาจากต่างประเทศในปริมาณมากในแต่ละปี เพื่อใช้ในภาคอุตสาหกรรมและการศึกษาวิจัย ซึ่งวัสดุดังกล่าวมีราคาแพง เนื่องจากต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูงในการผลิต ในปัจจุบันสารดังกล่าวได้ถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมหลายแขนง ได้แก่ อุตสาหกรรมยา ใช้เป็นสารช่วยแรงดึงผิว ช่วยในการกระจายตัวของยาชนิดที่เป็นของเหลวอุตสาหกรรมน้ำมันและปิโตรเคมี ใช้เป็นสารช่วยเร่งให้เกิดปฏิกิริยาหรือใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้เป็นฉนวนนำความร้อน อุตสาหกรรมอาหารใช้เป็นตัวดูดซับความชื้น ช่วยยืดอายุการถนอมอาหาร เป็นต้น และในด้านสิ่งแวดล้อมใช้เป็นตัวดูดซับสารเคมีอันตราย ใช้กรองน้ำดื่ม แหล่งวัตถุดิบสำหรับการผลิตซิลิกาส่วนใหญ่ได้จากทราย (สริทร ลิมปนาท, 2542)

จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าในเปลือกข้าวหรือที่เรียกกันทั่วๆ ไปว่า แกลบเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการสีข้าวที่แยกเปลือกข้าวออกจากเมล็ดข้าวและมีปริมาณซิลิกาถึงร้อยละ 25 ซึ่งนับว่าเป็นแหล่งวัตถุดิบที่สำคัญและมีปริมาณมากอีกแหล่งหนึ่งของประเทศไทย นอกเหนือไปจากทรายที่นับวันจะหมดไป จากการสำรวจพื้นที่การเพาะปลูกภายในประเทศโดยกระทรวงเกษตรและสหกรณ์ในปี 2540 พบว่ามีพื้นที่การเกษตรจำนวน 62.4 ล้านไร่ ใช้ในการทำนาปลูกข้าวคิดเป็นร้อยละ 58.23 ของพื้นที่การเกษตรทั้งหมด ผลผลิตที่ได้ใช้บริโภคภายในประเทศคิดเป็นอัตราส่วน 4:1 เมื่อเทียบกับปริมาณการส่งออกและผลิตก้นจากข้าว

โดยเฉลี่ยแต่ละปีประเทศไทยสามารถส่งข้าวออกได้ในปริมาณ 5,855,860 ตัน ซึ่งคิดเป็นมูลค่า 11,418.27 บาท/ตัน นับว่าข้าวเป็นพืชเศรษฐกิจที่นำเงินตราเข้าสู่ประเทศมหาศาลปีละไม่ต่ำกว่า 50,735 ล้านบาท (กรมศุลกากร, 2540)

จะเห็นได้ว่ามีเกลบที่ได้จากการสีข้าวในปริมาณมาก เกลบที่เผาแล้วจะให้ข้าวเปลือก ร้อยละ 15 ของน้ำหนักเกลบหรือคิดเป็นร้อยละ 4 ของปริมาณข้าวเปลือก ซึ่งหากนำมาผ่านกระบวนการทางเคมีหรือโดยการเผาจะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง ในปี 2540 โครงการผลิตซิลิกาเจลดูความชื้นจากข้าวเปลือกได้รายงานผลการวิจัยไว้ว่าข้าวเปลือกซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่ร้อยละ 88.28 ซึ่งสามารถสกัดในระดับห้องปฏิบัติการได้ร้อยละ 80 มีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 99.91 + 2 (โสภณ เริงสำราญ, 2540)

จากผลการทดลองถ้าสามารถทำการผลิตซิลิกาจากข้าวเปลือกในระดับอุตสาหกรรมได้จะช่วยลดปริมาณการนำเข้าซิลิกาเจลบริสุทธิ์จากต่างประเทศและซิลิกาเจลที่ได้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย ดังนั้นประเทศไทยจึงควรทำการพัฒนาปรับปรุงวิธีการนำวัตถุดิบนี้มาใช้ประโยชน์ให้ได้มากที่สุด ซึ่งจะสามารถช่วยลดดุลการค้าและเพิ่มรายได้ให้กับประเทศชาติได้อีกทางหนึ่ง ในภาวะที่เศรษฐกิจทรุดตัวการแยกสารผสมโดยใช้ซิลิกาเจลด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟีนับว่าเป็นเทคนิคที่ง่ายและใช้กันอย่างแพร่หลายทั้งในห้องปฏิบัติการทั่วไปปัจจุบันซึ่งได้รับความนิยมมากขึ้น เนื่องจากซิลิกาเจลมีสมบัติมากมายซึ่งขึ้นอยู่กับนำไปใช้งาน

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจลจากข้าวเปลือกซึ่งได้คัดเลือกพันธุ์ข้าวเล็บนกพัทลุงและได้ศึกษาถึงระดับความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซิลิเกตความสามารถในการกำจัดโลหะหนักของซิลิกาเจลที่เตรียมจากข้าวเปลือกด้วยวิธีแบบแบทช์และวิธีแบบคอลัมน์โครมาโทกราฟีแล้วนำไปเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลเชิงการค้า

วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเจล
2. เพื่อศึกษาความสามารถในการกำจัดโลหะหนักระหว่างซิลิกาเจลเชิงการค้ากับซิลิกาเจลที่เตรียมจากเกลบ ด้วยวิธีคอลัมน์โครมาโทกราฟี
3. เพื่อศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะหนักเป็นการเปรียบเทียบระหว่างซิลิกาเจลที่เตรียมจากเกลบกับซิลิกาเจลเชิงการค้า โดยเทคนิคการดูดซับแบบแบทช์ (batch)

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ช่วยลดการนำเข้าของซิลิกาเจลจากต่างประเทศ
2. เป็นการเพิ่มมูลค่าจากเกลบที่เหลือจากโรงสีข้าวเพื่อผลิตซิลิกาเจล
3. ก่อให้เกิดอุตสาหกรรมการผลิตสารประกอบซิลิกาเจล ซึ่งมีคุณสมบัติได้มาตรฐานสามารถนำไปใช้งานได้ตรงจุดประสงค์
4. ฝึกอบรมและพัฒนานักวิจัยให้มีประสบการณ์ ในด้านอุตสาหกรรมเคมีเพิ่มขึ้น
5. เพิ่มมูลค่าเกลบซึ่งเป็นวัสดุที่เหลือใช้จากภาคการเกษตร

ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Kalapathy และ Proctor (Kalapathy and Proctor, 2000) ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างพีเอชของกรดและเบสที่เข้าทำปฏิกิริยากับเกลบก่อนเผาโดยใช้ค่าพีเอชในช่วง 3.0 – 7.0 และพีเอชในช่วง 7.0 – 8.0 ตามลำดับศึกษาเปรียบเทียบการทำปฏิกิริยาของกรดและเบสแต่ละชนิดที่พีเอชแตกต่างกัน ปรากฏว่าสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกที่พีเอชเท่ากับ 4 ทำให้เกิดปริมาณซิลิกามากที่สุด

Chakraverty และคณะ (Chakraverty et.al., 1988) ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดที่ทำปฏิกิริยากับขี้เถ้าเกลบก่อนเผาและใช้อุณหภูมิหลายค่า ๆ ในการเผาพบว่าซิลิกาที่เตรียมได้อยู่ในรูปอสัณฐานและสีของตัวอย่างที่เตรียมได้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้เผา ซึ่งสีของขี้เถ้าเกลบเปลี่ยนจากสีดำเป็นสีขาว ในการทดลองนี้ใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง

Yalcin และ Sevinc (Yalcin and Sevinc, 2001) ทำการศึกษาล้างโลหะออกไซด์ด้วยกรดและเบส (กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์) ทั้งก่อนเผาและหลังเผาและนำเกลบที่ผ่านการล้างด้วยกรดและเบสในข้างต้นที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้การไหลผ่านของก๊าซอาร์กอน ออกซิเจน และอากาศทั่ว ๆ ไปแล้วล้างออกด้วยกรดและเบสซ้ำอีกครั้งทำให้ได้ความบริสุทธิ์ของซิลิกาถึงร้อยละ 99.66 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังทำการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะของขี้เถ้าเกลบพบว่ามีความสูงถึง 321 ตารางเมตรต่อกรัม และเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนเท่ากับ 0.0045 ไมครอน

สมศักดิ์ โพธิ์ถวิลเกียรติและคณะ (2542) อิทธิพลขนาดของเกลบต่อคุณลักษณะพฤติกรรมของการเผาไหม้ของขนาดเชื้อเพลิงเกลบในเตาเผาแบบบอร์เทค ขนาดเชื้อเพลิงที่ใช้ในการทดลองมี 2 ขนาดอยู่ในช่วง 0.84 – 1.00 และ 1.19 – 1.41 มิลลิเมตร การทดลองปรับค่าอัตราไหลของเชื้อเพลิงเท่ากับ 0.3 กิโลกรัมต่อนาที ขึ้นอยู่กับขนาดของเชื้อเพลิงเกลบ

ส่วนค่า Equivalence ratio, ϕ เท่ากับ 0.8, 1.0 และ 1.2 อัตราส่วนของอัตราไหลอากาศตุนิยมต่ออากาศทั้งหมดเท่ากับ 0.2, 0.3 และ 0.4 จากการศึกษพบว่าอุณหภูมิภายในเตาเผาเคลือบวอร์เทกมีค่าสูงสุดประมาณ 1000 องศาเซลเซียส ที่บริเวณกึ่งกลางเตาผลของอากาศมีเชื้อเพลิงเคลือบขนาด 0.84 – 1.0 มิลลิเมตร ให้ประสิทธิภาพการเผาไหม้สูงซึ่งยังพบว่าการเผาไหม้ในเตาเผาที่มีความเสถียรสูงต่อการควบคุม

นงลักษณ์ ปานเกิดดี (2542) การพัฒนาขีดความสามารถทางด้าน Engineering Ceramics (การผลิต Silicon Carbide) ซึ่งได้ศึกษาการการพัฒนาขีดความสามารถทางด้าน Engineering Ceramics ประกอบด้วยการวิจัยและการพัฒนา 2 เรื่อง คือ การทดลองผลิตสารซิลิกอนคาร์ไบด์จากเคลือบใน 3 จังหวัดในประเทศไทย โดยวิธี Hot pressing, Hot Isostatic Pressureless sintering และ Pressureless Sintering ซึ่งสารซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้ตัวเติมคือสารโบรอนผสมคาร์บอนและสารอะลูมินา การทดลองผลิตสารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผลิตได้เป็นสารแบบวิสเกอร์และ Crystalline Particle

รัตนมาหาชัย ได้ศึกษาการดูดซับโลหะได้แก่ แคดเมียม โครเมียม คอปเปอร์ ตะกั่ว แมงกานีส นิกเกิล และสังกะสี โดยใช้วัสดุดูดซับจากธรรมชาติ ได้แก่ จีเถ้าเคลือบ ถ่านกัมมันต์ ไยมะพร้าว ไยไหม ไยไม้ไผ่ ซึ่งจากการศึกษาพบว่าจีเถ้าเคลือบสามารถดูดซับโลหะได้ดีที่สุด นอกจากนี้พบว่าการดูดซับแบบคอลัมน์มีประสิทธิภาพดีกว่าการดูดซับแบบเบตซ์

เอกสารอ้างอิง

- เกศรา นุตาลัย. การผลิตสารประกอบซิลิกาหีบ. วารสารการวิจัยและพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 5 (3) เดือนกันยายน – ธันวาคม 2533.
- นุชนภา ตั้งบริบูรณ์. การผลิตแก้วซิลิกาความบริสุทธิ์สูง โย เทคนิคไฮโดรเจน. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะ และวัสดุแห่งชาติ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2533.
- ประกาศรี พันธุจริยา. การผลิตแผ่นกรองซิลิกาจากเคลือบ. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทฉบับที่ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2537.
- สรินทร ลิ้มปนาท, กฤษณา ศิริเลิศนุกูล, นายศรีไศล ขุนทน. การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากจีเถ้าเคลือบ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2542.
- สมศักดิ์ ดำรงเลิศ, RENIHARD CONRADT , ปรีดา พิมพ์ขาวจำ. การผลิตสารดีไฟน์ซิลิกาจากเคลือบในขนาดขยายส่วน. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2540.
- โสภณ เรืองสำราญ. การผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้นจากจีเถ้าเคลือบ. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2540.

นางลักษณ์ ปานเกิดดี. การพัฒนาขีดความสามารถทางด้าน Engineerring Ceramies

(การผลิต Siliconcarbide). ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. สถาบันวิจัย

วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย; 2542.

ประวิทย์ เนื่องมัจฉา. การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะปรอท (II) โดยใช้ถ่านแกลบและ

ถ่านแกลบที่ปรับปรุงด้วยหมู่อะมิโน. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

มหาวิทยาลัยขอนแก่น; 2544.

วิธีการทดลองการเตรียมซิลิกาจากขี้ถ่านแกลบได้อย่างอิงมาโดยมีขั้นตอนดังนี้

1. นำเปลือกข้าว (แกลบ) มาล้างด้วยน้ำให้สะอาดและนำไปต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ จนครบ 3 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionzed water) จนพีเอชเป็นกลางทิ้งไว้เกือบแห้ง
2. นำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง นำเปลือกข้าวที่แห้งมาชั่งน้ำหนัก 15 กรัม และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
3. นำถ่านแกลบที่ได้จากการเผาไปบดและร่อนด้วยตะแกรงขนาด 20 เมช และเก็บไว้ในโถสุญญากาศ

วิธีการทดลองการเตรียมซิลิกาเจล

1. ชั่งขี้ถ่านแกลบ 25 กรัม เติมน้ำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ร้อยละ 10 ปริมาตร 20 มิลลิลิตร นำไปรีฟลักซ์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองเพื่อแยกสารละลายโซเดียมซิลิเกตและตะกอนออกจากกัน
2. ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน 50 มิลลิลิตร กรองเพื่อแยกตะกอนและน้ำล้างตะกอน นำน้ำล้างตะกอนไปรวมกับสารละลายโซเดียมซิลิเกต
3. เติมกรดซัลฟิวริก 5 นอร์มอล ลงในสารละลายผสมในพีเอชเท่ากับ 10 ตั้งทิ้งไว้จนเกิดเจล เติมกรดซัลฟิวริก 5 นอร์มอล ลงในเจลพีเอชเป็น 2 จะได้เป็น slurry เติมน้ำแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ลงใน slurry ใน เอชเป็น 8.5 ตั้งทิ้งไว้ 3 ชั่วโมงครึ่ง แล้วกรอง
4. นำซิลิกาเจลไปอบข้ามคืนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส บดซิลิกาเจลที่แห้ง แล้วล้างซิลิกาเจลด้วยน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร นำซิลิกาเจลไปอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

ทดลองหาสภาวะในการเตรียมซิลิกาเจล

1. ทดลองเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 2 3 4 และ 10 ตามลำดับ เปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกัน
2. ทดลองเปลี่ยนเวลาในการรีฟลักซ์ 2 4 6 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ เปรียบเทียบร้อยละของซิลิกาเจลที่ได้เมื่อเวลาที่ใช้เวลาในการรีฟลักซ์แตกต่างกัน

วิธีการทดลองเวลาที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล

ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจล 0.25 กรัม ปิเปตสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่พร้อมเขย่าเป็นเวลา 30 60 120 180 240 และ 300 นาที

วิธีการทดลองหาค่าพีเอชที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายโลหะหนักบนซิลิกาเจล

ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจล 0.25 กรัม ปิเปตสารละลายโลหะหนักที่มีความเข้มข้น 20 ppm ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ และปรับพีเอชของสารละลายมีค่าต่างๆ ดังนี้ 1 2 3 4 และ 5 แช่วพร้อมเขย่าใช้เวลา 30 นาที นำสารละลายส่วนใส่ไปวัดค่าด้วยเครื่อง AAS ด้วยวิธีแบบแบทช์

วิธีการทดลองหาความเข้มข้นของโลหะหนักและหาความจุการดูดซับของซิลิกาเจล

ชั่งน้ำหนักซิลิกาเจล 0.25 กรัม เตรียมสารละลายโลหะหนักให้มีความเข้มข้นต่างๆ กัน 20 40 80 120 160 200 และ 250 ppm เขย่าใช้เวลา 4 ชั่วโมง โดยศึกษาที่อุณหภูมิห้องและนำสารละลายส่วนใส่ไปวัดค่าด้วยเครื่อง AAS

วิธีการทดลองหาความจุการดูดซับด้วยวิธีแบบคอลัมน์

เตรียมสารละลายโลหะหนักให้มีความเข้มข้น 20 ppm ผ่านลงในคอลัมน์ที่บรรจุด้วยตัวดูดซับซิลิกาเจลโดยควบคุมอัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที และเก็บสารละลายส่วนที่ผ่านออกมาครั้งละ 100 มิลลิลิตรนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเทคนิค AAS เก็บสารละลาย ที่ผ่านออกมาจนกระทั่งมีความเข้มข้นเท่ากับ ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น จึงนำข้อมูลที่ได้ไปพล็อตกราฟระหว่าง C_A/C_{A0} กับ ปริมาตรของสารละลายที่ผ่านออกมาหรือเวลา

ขอบเขตของการวิจัย

ผลิตชิลิกาเจลจากเปลือกข้าวพันธุ์เล็บนกพัทลุงโดยศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตชิลิกาเจลให้ได้ปริมาณสูงสุดและนำชิลิกาเจลที่ได้ไปใช้ในการกำจัดโลหะหนักด้วยวิธีแบบคอลัมน์และแบบเบตซ์โดยการศึกษาเปรียบเทียบกับชิลิกาเจลเชิงการค้า

ระยะเวลาดำเนินการ

มีนาคม พ.ศ 2549 - พฤศจิกายน พ.ศ 2549

แผนการดำเนินงานตลอดโครงการ

กิจกรรมการวิจัย	2549							2550	
	มี.ค	เม.ย	พ.ค	มิ.ย	ก.ค	ส.ค	ก.ย	ต.ค	พ.ย
1. ศึกษาเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องและเขียนเค้าโครงการวิจัย	↔								
2. ทำการทดลอง		↔							
3. รวบรวมข้อมูล				↔					
4. วิเคราะห์ข้อมูลแปลผลและสรุปผลการวิจัย					↔				
5. จัดทำเอกสารรายงานผลการวิจัยและเผยแพร่							↔		

ความเห็นของอาจารย์ที่ปรึกษา

.....

.....

.....

.....

ลงชื่อ.....ที่ปรึกษาวิจัย
(อาจารย์ประวิทย์ เนื่องมัจฉา)

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นางสาว จุรีย์ อนันท์ถการ
วัน เดือน ปีเกิด 18 กันยายน 2527
ที่อยู่ 263 ม.8 ต. ขุนทะเล อ. ลานสกา จ. นครศรีธรรมราช
ประวัติการศึกษาการศึกษา

ระดับ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
ระดับประถมศึกษา	โรงเรียนบ้านสำนักใหม่	2538
ระดับมัธยมศึกษา	โรงเรียนลานสกาประชาสรรค์	2546
ระดับอุดมศึกษา	มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช	2549

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นางสาว ชลธิชา สังข์แก้ว
วัน เดือน ปีเกิด	18 มิถุนายน 2527
ที่อยู่	39 ม.7 ต. เขาพระทอง อ. ชะอวด จ. นครศรีธรรมราช
ประวัติการศึกษา	

ระดับ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
ระดับประถมศึกษา	โรงเรียนตำรวจตระเวนชายแดนบ้านท่าข้าม	2538
ระดับมัธยมศึกษา	โรงเรียนชะอวด	2546
ระดับอุดมศึกษา	มหาวิทยาลัยราชภัฏนครศรีธรรมราช	2549