



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การดูดซับสารตะกั่ว และแคดเมียมจากน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอลูมิเนียมฟอสเฟต
Adsorption of Lead and Cadmium from synthetic waste water by
Aluminium phosphate

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนตรี ทองคำ

ได้รับการสนับสนุนเงินวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2560

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การดูดซับสารตะกั่ว และแคดเมียมจากน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอลูมิเนียมฟอสเฟต
Adsorption of Lead and Cadmium from synthetic waste water by
Aluminium phosphate

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.มนตรี ทองคำ

ได้รับการสนับสนุนเงินวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2560

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ชื่อโครงการ... การดูดซับสารตะกั่ว และแคดเมียมจากน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอลูมิเนียมฟอสเฟต
แหล่งเงิน..... ทุนเงินงบประมาณเงินรายได้

ประจำปีงบประมาณ..... 2560..... จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน... 50,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย... 1 ปี... ตั้งแต่... 1 ตุลาคม 2559... ถึงวันที่... 30 กันยายน 2560

หัวหน้าโครงการ นายมนตรี ทองคำ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สจล.

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$), ไอโซเทอมการดูดซับและประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์และน้ำเสียผสมด้วย $AlPO_4$ เมื่อกำหนดให้ปัจจัยที่ส่งผลต่อการดูดซับแตกต่างกัน โดยโครงการพิเศษนี้ทำการสังเคราะห์ $AlPO_4$ ด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่าย จากนั้นตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FT-IR, XRD, SEM, TGA และ BET พบว่า $AlPO_4$ สังเคราะห์ได้ มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบผลึก มีการสลายตัวทางความร้อนและเสถียรที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิวและรูพรุนแบบเมโซพอร์ (Mesopore) และจากการศึกษาความสามารถในการดูดซับด้วยเทคนิค AAS พบว่าความเร็วรอบในการดูดซับ 180 รอบต่อนาที, เวลาในการเขย่า 45 นาที, ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ 0.1%wt/v มีประสิทธิภาพการดูดซับเหมาะสมที่สุด ส่วนการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมในน้ำเสียผสมพบว่าการดูดซับตะกั่วเข้าสู่สมดุลเร็วกว่าแคดเมียม โดยสมดุลการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมมีประสิทธิภาพการดูดซับใกล้เคียงกันและเป็นไปตามสมการไอโซเทอมของแลงเมียร์

คำสำคัญ : การดูดซับ ตะกั่ว แคดเมียม อลูมิเนียมฟอสเฟต

Research Title Adsorption of Lead and Cadmium from synthetic waste water by
Aluminium phosphate

Researcher: Mr. Montree Thongkam

Faculty: Science Department: Chemistry

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

ABSTRACT

This research was studied on the synthesis and characterization of Aluminium Phosphate isotherm adsorption and adsorption performance of Lead and Cadmium from synthetic waste water and mix waste water by Aluminium Phosphate. Determine the factors affecting adsorption. This special project synthesized Aluminium Phosphate by simple precipitation method. It was confirmed by characterization techniques such as FT-IR, XRD, SEM, TGA and BET. The synthesized $AlPO_4$ has crystal structures, high thermal stability at $650^\circ C$, surface area and mesopore volume. Adsorption ability of $AlPO_4$ was investigated by AAS. The optimum condition of results showed that shaking speed of 180 rpm for 45 min, the 10 ppm concentration of heavy metal in waste water and the amount adsorbent of 0.1 %wt/v. Moreover, the adsorption of Lead and Cadmium in mix waste water. It was showed the equilibrium adsorption of Lead and Cadmium similar performance. Adsorption isotherm revealed that the $AlPO_4$ followed the Langmuir adsorption isotherm.

Keywords : Adsorption, Lead, Cadmium, Aluminium Phosphate

กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยเงินงบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ประเภททุนส่งเสริมนักวิจัย ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2560

ขอขอบคุณอาจารย์ ภาควิชาเคมี และเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่ให้ความรู้และคำแนะนำต่างๆที่ทำให้งานวิจัยสำเร็จ ลุล่วงด้วยดี

ขอบคุณบุคคลที่ไม่อาจกล่าวชื่อได้สำหรับความปรารถนาดีที่มีให้มาตลอด ขอบคุณที่คอยให้ที่พักในยามเหนื่อยล้า เป็นแรงใจที่ดี คอยกระตุ้นให้ทำงานและคำแนะนำที่ช่วยให้ผ่านพ้นเรื่องราวต่างๆ มาได้ คอยกดดันให้มีความรับผิดชอบ ความอดทนอดกลั้น และความกล้า เป็นตัวเร่งให้ทุกอย่างผ่านไป และบุคคลที่คอยโทรมาให้กำลังใจอยู่บ่อยครั้ง ที่เป็นแรงผลักดันให้งานวิจัยนี้สำเร็จ ลุล่วงได้ด้วยดี

การวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุนอุดหนุนการวิจัย ประเภท ทุนพัฒนางานวิจัยประยุกต์ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2560 ปีงบประมาณที่ได้รับการจัดสรรทุนอุดหนุนการวิจัยโครงการวิจัยนี้สำเร็จตามจุดประสงค์ที่ตั้งไว้

นายมนตรี ทองคำ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญภาพ.....	IX
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	XII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
1.5 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 โลหะฟอสเฟต.....	4
2.2 โลหะหนัก.....	5
2.21 การเข้าสู่ร่างกายของโลหะหนัก.....	5
2.3 ตะกั่ว.....	7
2.3.1 คุณสมบัติของสารตะกั่ว.....	8
2.3.2 ความเป็นพิษของสารตะกั่ว.....	8
2.3.3 การป้องกันสารตะกั่ว.....	8
2.4 แคดเมียม.....	9
2.4.1 สมบัติของแคดเมียมและการนำไปใช้ในอุตสาหกรรม.....	9
2.4.2 ความเป็นพิษของแคดเมียม.....	9
2.5 วิธีการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย.....	10
2.5.1 การตกตะกอนทางเคมี.....	10
2.5.2 การแลกเปลี่ยนไอออน.....	10
2.5.3 การออสโมซิสย้อนกลับ.....	10
2.5.4 การระเหย.....	11

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.5.5 อิเล็กโตรโดอะไลซิส.....	11
2.5.6 การสกัดกลับคืนด้วยไฟฟ้า.....	11
2.5.7 การดูดซับ.....	11
2.6 กระบวนการในการดูดซับ.....	11
2.6.1 นิยามของการดูดซับ.....	11
2.6.2 กลไกการดูดซับ.....	12
2.6.3 ลักษณะการดูดซับ.....	13
2.6.4 แรงที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับ.....	14
2.6.5 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ.....	15
2.6.6 ไอโซเทอมของการดูดซับ.....	17
2.7 เทคนิคที่ใช้สังเคราะห์โลหะฟอสเฟต.....	18
2.7.1 การเตรียมแบบตกตะกอน.....	18
2.7.2 วิธีการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล.....	19
2.7.3 วิธีการเตรียมแบบโซล - เจล.....	19
2.7.4 วิธีการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง.....	20
2.7.5 วิธีการเตรียมแบบการตกตะกอนรวม.....	20
2.7.6 วิธีการเตรียมโดยใช้โซโวเทอร์มัล.....	20
2.7.7 วิธีการเตรียมโดยไมโครเวฟ.....	20
2.8 การตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ออลูมิเนียมฟอสเฟต.....	20
2.8.1 เครื่องวิเคราะห์ความเป็นผลึกของตัวดูดซับ โดยใช้เทคนิค การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	20
2.8.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	23
2.8.3 การวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุนโดยวิธีบีอีที.....	25
2.8.4 ตรวจสอบหาปริมาณธาตุองค์ประกอบของตัวดูดซับโดยอาศัย การวัดปริมาณรังสีเอ็กซ์ที่ปลดปล่อย.....	26
2.8.5 เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด.....	32
2.9 การตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้ทดสอบการดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต....	35
2.9.1 เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี AAS.....	35
2.9.2 การทำคุณภาพวิเคราะห์ด้วย AAS.....	39
2.9.3 การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS.....	41
2.9.4 ผลกระทบของสิ่งรบกวนต่อการวิเคราะห์.....	40

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.10 ค่า Effective nuclear charge.....	43
2.11 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	42
บทที่ 3 วิธีการทดลอง.....	46
3.1 บทนำ.....	46
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	46
3.3 สารเคมี.....	47
3.4 การสังเคราะห์ $AlPO_4 \cdot xH_2O$ ด้วยสารตั้งต้น $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ กับ $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$...	47
3.5 วิธีการดูดซับบนอะลูมิเนียม.....	48
3.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐานด้วยสารละลายเลด(II)ไนเตรท.....	48
3.5.2 การสร้างกราฟมาตรฐานด้วยสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรท.....	48
3.5.3 การดูดซับของตะกั่วบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเร็วรอบในการเขย่าต่างกัน.....	48
3.5.4 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเร็วรอบในการเขย่าต่างกัน.....	49
3.5.5 การดูดซับของตะกั่วบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อเวลาในการเขย่าต่างกัน.....	49
3.5.6 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อเวลาในการเขย่าต่างกัน.....	50
3.5.7 การดูดซับของตะกั่วบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ต่างกัน.....	50
3.5.8 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ต่างกัน.....	50
3.5.9 การดูดซับของตะกั่วบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับต่างกัน.....	51
3.5.10 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับต่างกัน.....	51
3.5.11 การดูดซับโลหะหนักแบบผสมบนตัวรองรับอะลูมิเนียมฟอสเฟต.....	52
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....	53
4.1 ผลการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต.....	53
4.2 การวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอะลูมิเนียมฟอสเฟต.....	54

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยการวิเคราะห์ FT-IR	54
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ด้วยเทคนิค XRD.....	56
4.2.3 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ด้วยเทคนิค SEM.....	57
4.2.4 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA.....	57
4.2.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุน ด้วยเทคนิค BET.....	58
4.3 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ.....	59
4.3.1 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียม ด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต.....	59
4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมแบบน้ำเสียผสม.....	72
4.3.3 การวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับโดยใช้สมการของ Langmuir และ Frendlich.....	73
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	77
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	77
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	78
เอกสารอ้างอิง.....	79
ภาคผนวก.....	83
ภาคผนวก ก.....	84
ภาคผนวก ข.....	87
ภาคผนวก ค.....	90
ภาคผนวก ง.....	91
ข้อมูลประวัติคณะผู้วิจัย.....	96

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ชนิดของโลหะหนัก แหล่งที่พบ และผลกระทบของโลหะหนักต่อสุขภาพมนุษย์.....	6
2.2 การเปรียบเทียบสมบัติการดูดซับทางกายภาพและทางเคมี.....	13
2.3 ต้นกำเนิดรังสีเอ็กซ์แบบไอโซโทปรังสี.....	30
4.1 ร้อยละผลิตภัณฑ์ของ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน อย่างง่ายโดยมี $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ และ $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$ เป็นสารตั้งต้น.....	54
4.2 ร้อยละผลิตภัณฑ์ของ $AlPO_4$ หลังจากนำ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	54
4.3 แลบบการสั่นและรูปแบบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา($AlPO_4 \cdot 3H_2O$) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายโดยมี $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ และ $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$ เป็นสารตั้งต้น.....	55
4.4 แลบบการสั่นและรูปแบบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟตหลังเผา($AlPO_4$) ที่ได้จาก นำ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	56
4.5 พื้นที่ผิว, ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต($AlPO_4$).....	59
4.6 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบใน การเขย่าขณะดูดซับตะกั่ว.....	60
4.7 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบใน การเขย่าขณะดูดซับแคดเมียม.....	60
4.8 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยเวลาของการเขย่า ในขณะดูดซับตะกั่ว.....	60
4.9 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยเวลาของการเขย่า ในขณะดูดซับแคดเมียม.....	61
4.10 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของ ตะกั่ว.....	61
4.11 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของ แคดเมียม.....	61
4.12 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยปริมาณ อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว.....	62
4.13 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยปริมาณ อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียม.....	62
4.14 ข้อมูลไอโซเทอมการดูดซับจากการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับ โลหะหนักผสมของตะกั่วและแคดเมียม.....	72
4.15 ค่าตัวแปรที่ได้จากการคำนวณสมการของ Langmuir และ Freundlich.....	76
4.16 สมการการของ Langmuir และ Freundlich.....	76
ก1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่างๆของสารละลายเลด (II) ในเตรท.....	84

สารบัญตาราง(ต่อ)

ตารางที่		หน้า
ก2	แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่างๆของสารละลายแคดเมียม (II) ไนเตรท.....	85
ค	ค่าการกระจายของขนาดรูพรุนของตัวดูดซับ $AlPO_4 - Na_2HPO_4$	90

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1 ขั้นตอนการเคลื่อนที่ของโมเลกุลสารในกระบวนการดูดซับ.....	12
2.2 ไอโซเทอมของการดูดซับแบบต่างๆของ Brunauer-Emmett-Teller ในระบบก๊าซ.....	17
2.3 แบบจำลองการดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟแล้วเกิดเป็นความร้อนของวัสดุ.....	20
2.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี.....	21
2.5 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง XRD (X-ray diffractometer).....	23
2.6 กราฟการวัดพื้นที่ผิวโดยวิธีการดูดซับของแก๊สด้วยปซีที.....	26
2.7 อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอมแบ่งเป็นชั้น.....	26
2.8 (a) รังสีเอ็กซ์พลังงานสูงทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไปจากวงโคจร (b) อิเล็กตรอนในชั้นที่ M ที่มีพลังงานสูงกว่าลงมาแทนที่โดยคายรังสีเอ็กซ์ ที่มีพลังงานจำเพาะออกมา.....	27
2.9 สัญลักษณ์ของรังสีเอ็กซ์จำเพาะจากการเปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอน.....	28
2.10 สัญลักษณ์ของรังสีเอ็กซ์จำเพาะจากการเปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอน.....	28
2.11 (a) แอ็บซอร์บชันเอดจ์ของอิเล็กตรอนในชั้น K, L, M และ (b) แอ็บซอร์บชันเอดจ์ของคาร์บอน ไนโตรเจนและออกซิเจน.....	29
2.12 ส่วนประกอบของหลอดรังสีเอ็กซ์.....	30
2.13 ต้นกำเนิดรังสีเอ็กซ์แบบไอโซโทปรังสี.....	30
2.14 การจัดต่อประกอบอุปกรณ์การวิเคราะห์โดยเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์.....	31
2.15 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จำเพาะของธาตุในตัวอย่างกระดาษ.....	32
2.16 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จำเพาะของธาตุในโลหะผสมอลูมิเนียม.....	32
2.17 แสดงแผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง Atomic absorption spectrophotometer.....	37
2.18 แสดง Flame Atomization process.....	38
2.19 แผนผังโครงสร้างของของโครงสร้างชั้นบนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มีการปรับปรุงด้วย DP.....	45
4.1 สเปกตรัม FT-IR ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (a) ก่อนเผา($AlPO_4 \cdot 3H_2O$) (b) หลังเผา($AlPO_4$).....	55
4.2 รูปแบบ XRD ของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้($AlPO_4$) เทียบกับ ค่ามาตรฐาน ใน ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 72-1161.....	56
4.3 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอะลูมิเนียมฟอสเฟต($AlPO_4$) จากกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) กำลังขยาย 30000 เท่า.....	57
4.4 เทอร์โมแกรม TGA ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต($AlPO_4 \cdot 3H_2O$).....	58
4.5 กระจายตัวของรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต($AlPO_4$).....	59
4.6 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ.....	63
4.7 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ.....	63
4.8 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ.....	64

สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.9 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ.....	64
4.10 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ.....	65
4.11 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ.....	65
4.12 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ.....	66
4.13 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ.....	66
4.14 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์.....	67
4.15 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์.....	68
4.16 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์.....	68
4.17 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์....	69
4.18 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ.....	70
4.19 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ.....	70
4.20 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ.....	71
4.21 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ.....	71
4.22 ร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมแบบผสม.....	73
4.23 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับตะกั่วด้วยสมการ Langmuir.....	74
4.24 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับตะกั่วด้วยสมการ Freundlich.....	74
4.25 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับแคดเมียมด้วยสมการ Langmuir.....	75
4.26 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับแคดเมียมด้วยสมการ Freundlich.....	75
ก1 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายเลด (II) ในเตรท.....	85
ก2 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายแคดเมียม (II) ในเตรท.....	86

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ[1]

การเจริญเติบโตทางเศรษฐกิจ การพัฒนาเทคโนโลยี และการขยายตัวของภาคอุตสาหกรรม ทำให้มีการปล่อยของเสียออกสู่สิ่งแวดล้อมเกินขีดจำกัด ส่งผลให้เกิดปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมที่มีความรุนแรงและยากต่อการแก้ไข หนึ่งในผลกระทบนั้นคือการรั่วไหลปนเปื้อนของโลหะหนักในแหล่งน้ำน้ำทิ้งจากกระบวนการผลิตเหล่านี้จึงเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดความเสื่อมโทรมของแหล่งน้ำซึ่งเป็นสิ่งสำคัญต่อสิ่งมีชีวิตในการดำรงชีวิตในชีวิตประจำวัน คนเรามีความเสี่ยงต่อการนำโลหะหนักเข้าสู่ร่างกายผ่านการบริโภคอาหาร หรือดื่มน้ำที่มีสารปนเปื้อนเหล่านี้ โดยเฉพาะชุมชนที่อาศัยอยู่ในบริเวณโรงงานที่ขาดจิตสำนึก ซึ่งมักจะลักลอบเทของเสียลงดินหรือลงแม่น้ำ โลหะหนักเป็นสารที่คงตัว ไม่สามารถสลายตัวได้ในกระบวนการธรรมชาติ โลหะหนักถูกนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในหลายภาคส่วน เช่น ในด้านอุตสาหกรรม เราใช้โลหะหนักในการผลิตพลาสติก พีวีซี สี ถ่านไฟฉาย สำหรับทางการแพทย์ โลหะหนักเป็นส่วนผสมของยาฆ่าแมลงและปุ๋ย ขณะเดียวกันทางการแพทย์ใช้โลหะหนักเป็นส่วนผสมของยา อุปกรณ์ทางการแพทย์และเครื่องสำอาง โลหะหนักบางชนิดสามารถให้ทั้งคุณและโทษต่อสิ่งมีชีวิต ขึ้นกับชนิดของสิ่งมีชีวิตและปริมาณที่ได้รับเข้าไป ตัวอย่างเช่น แบคทีเรียต้องการ โคบอลต์ (Cobalt-Co) ทองแดง (Copper-Cu) แมงกานีส (Manganese-Mn) โมลิบดีนัม (Molybdenum-Mo) แวนาเดียม (Vanadium-V) และสังกะสี (Zinc-Zn) ในปริมาณที่พอเหมาะต่อการเจริญเติบโต

สำหรับโลหะหนักบางชนิด เช่น ปรอท (Mercury-Hg) และแคดเมียม (Cadmium-Cd) จัดเป็นสารพิษต่อร่างกาย และถูกจัดให้ขึ้นบัญชีดำ (black list) เนื่องจากมีพิษร้ายแรงมากต่อมนุษย์ ซึ่งวิธีกำจัดโลหะหนักมี 3 วิธี ได้แก่ วิธีทางกายภาพ วิธีทางเคมี และวิธีทางชีวภาพ กระบวนการกำจัดโลหะหนักขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง เช่น เทคโนโลยีของการบำบัดน้ำเสีย ความเข้มข้น และสถานการณ์ออกซิเดชัน (Oxidation) ของโลหะ ความเป็นกรด เบสของน้ำ และกลไกการกำจัดโลหะ เทคนิคที่นิยมใช้ในปัจจุบัน คือ วิธีการทางกายภาพและวิธีทางเคมีซึ่งมีหลายกระบวนการได้แก่ กระบวนการแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange) กระบวนการกรองแบบอัลตราฟิลเตรชัน (Ultrafiltration) กระบวนการแยกด้วยไฟฟ้าผ่านเครื่องกรอง (Electrodialysis) กระบวนการออสโมซิสผันกลับ (Reverse osmosis) กระบวนการตกตะกอนด้วยเคมี (Precipitation and coagulation) และกระบวนการดูดซับ เป็นต้น

โครงการวิจัยนี้ศึกษาการดูดซับโลหะหนักโดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) เป็นตัวดูดซับ ซึ่งเป็นซีโอไลต์ชนิดหนึ่ง และนิยมนำไปใช้เป็นตัวดูดซับ เนื่องจากมีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างของรูพรุน ซึ่งเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล โดยสามารถเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุลได้ เพราะอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) สามารถเตรียมได้ง่าย และมีราคาถูก

โดยได้ทำการศึกษาถึงความสามารถในการดูดซับน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะหนักตะกั่วจากสมการไอโซเทอมของแลงเมียร์และฟรุนดลิช

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1) เพื่อสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) โดยใช้ $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ และ $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$
- 2) ตรวจสอบเอกลักษณ์อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ด้วย FT-IR, XRD, TGA, SEM และ BET
- 3) ศึกษาการดูดซับของโลหะหนักและไอโซเทอมจากน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$)

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

- 1) สังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) โดยใช้เทคนิคตกตะกอนอย่างง่าย สภาวะที่ในการทดลองมีดังนี้ สารตั้งต้นคือ อะลูมิเนียมไนเตรทโนนไฮเดรต ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) ทำปฏิกิริยากับสารประกอบฟอสเฟต คือ โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Na_2HPO_4)
 - 2) ศึกษาสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้เทคนิคต่างๆ
 - 2.1 ตรวจสอบการสั่นของโมเลกุลและไอออนของสารที่เตรียมได้ทั้งหมด รวมทั้งอนุพันธ์ทางความร้อนของสารด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)
 - 2.2 ตรวจสอบความเป็นผลึกของตัวดูดซับโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD)
 - 2.3 ตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของสารที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนอลิซิส (Thermal Gravimetric Analysis, TGA)
 - 2.4 ตรวจสอบสัญญาณวิทยาของสารที่ได้ทั้งหมดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
 - 2.5 ตรวจสอบหาค่าพื้นที่ผิว (surface area) ของสารที่ต้องการวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคการแทนที่พื้นที่ผิว หรือรูพรุนด้วยแก๊สไนโตรเจน (Brunauer-Emmett-Teller, BET)
 - 3) ศึกษาการดูดซับเลด (Pb) ไนเตรท ($Pb(NO_3)_2$) และแคดเมียม (Cd) ไนเตรท ($Cd(NO_3)_2$) โดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) วัดค่าการดูดซับด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (Atomic Absorption Spectroscopy, AAS) ปัจจัยที่กำหนดคือ ความเร็วในการเขย่า เวลาในการเขย่า ความเข้มข้นของโลหะหนัก ปริมาณของอะลูมิเนียมฟอสเฟต
 - 4) ศึกษาไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ของตัวดูดซับ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) สามารถเตรียมอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่าย
- 2) สามารถดูดซับตะกั่วและแคดเมียมจากแหล่งน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟตเป็นตัวดูดซับ
- 3) มีความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับทฤษฎีการดูดซับและกระบวนการดูดซับบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต
- 4) สามารถใช้ไอโซเทอมในการอธิบายรูปแบบกระบวนการดูดซับด้วยตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต

1.5 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน	เดือน								
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.
1.ศึกษาข้อมูลทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง									
2.ออกแบบวิธีการทดลอง									
3.ทำวิจัยที่ 1, 2 และ 3									
4.ทดลองสังเคราะห์สาร									
5.ตรวจสอบลักษณะทางเคมี และทางกายภาพของสาร									
6.วิเคราะห์ผลการทดลอง									
7.สรุปและรายงานผล									

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะฟอสเฟต[2-3]

สารประกอบฟอสเฟตเป็นสารที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมอาหารหลายๆชนิดเช่น อุตสาหกรรมเนื้อสัตว์ อุตสาหกรรมการผลิตนม ผลิตภัณฑ์อาหารแช่แข็ง และผลิตภัณฑ์เบเกอรี่ โดยการผลิตสารประกอบฟอสเฟตนั้นสามารถผลิตได้จากกระดูกสัตว์ หินฟอสเฟต หรือปฏิกิริยาระหว่างไอออนของโลหะกับกรดฟอสฟอริก ซึ่งสารประกอบฟอสเฟตนั้นได้รับการรับรองในเป็นส่วนประกอบของอาหารที่ปลอดภัย (GRAS; Generally Recognized as Safe) จากประเทศสหรัฐอเมริกา สารประกอบฟอสเฟตยังเป็นสารที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากมีธาตุฟอสฟอรัส (P) ซึ่งเป็นธาตุที่มีความสำคัญต่อการเจริญเติบโตของพืช ประโยชน์ของแร่ฟอสเฟต ส่วนใหญ่จะใช้ในอุตสาหกรรมปุ๋ย นอกจากนั้นใช้ในอุตสาหกรรมอาหารสัตว์ ผงซักฟอก ยาสีฟัน ยาฆ่าแมลง วัสดุไฟฟ้า อุปกรณ์ขัดถู วัตถุระเบิด ดอกไม้ไฟ ไม้ขีดไฟ ยารักษาโรค การกลั่นน้ำมัน และในอุตสาหกรรมเหล็กกล้า ปุ๋ยฟอสเฟต เป็นปุ๋ยเคมีที่ให้ธาตุฟอสฟอรัสในรูปสารประกอบฟอสเฟต pH ของดินมีผลต่ออนุมูลของฟอสเฟต พบว่า

- 1) pH ของดินในช่วง 5-8 ฟอสเฟตจะอยู่ในรูป $\text{H}_2(\text{PO}_4)^-$ (dihydrogen phosphate ion และ $\text{H}(\text{PO}_4)^{2-}$ (hydrogen phosphate ion)
- 2) pH ของดินต่ำกว่า 5 ฟอสเฟตจะอยู่ในรูป H_3PO_4 (กรดฟอสฟอริก)
- 3) pH ของดินมากกว่า 8 ขึ้นไป ฟอสเฟตจะอยู่ในรูป $(\text{PO}_4)^{3-}$ (ฟอสเฟตไอออน)

ในสภาวะดินในช่วง pH 5-8 ปุ๋ยฟอสเฟตในการช่วยเสริมการเจริญเติบโต และความแข็งแรงของพืชทั้งส่วนราก ลำต้น และใบ ตลอดจนการออกดอกออกผล

โลหะฟอสเฟตเป็นแร่ชนิดหนึ่งที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ ซึ่งจะผ่านกลไกที่เรียกว่า กระบวนการเฟอร์โรไลซิส (Ferrolysis process) รูปของฟอสเฟตปัจจุบันยังไม่ทราบแน่ชัดว่าพืชดูดฟอสฟอรัสในรูปใด โดยทั่วไปเข้าใจว่าพืชดูดกินฟอสฟอรัสในรูปของไอออนฟอสเฟต ซึ่งส่วนใหญ่ควรจะเป็น monobasic orthophosphate (H_2PO_4^-) และ dibasic orthophosphate ($(\text{PO}_4)^{3-}$) พืชอาจดูดกินได้แต่ไม่มีโอกาส เพราะมักมีปริมาณน้อยในสารละลาย ซึ่งรูปของฟอสเฟตไอออนจะเปลี่ยนรูปตามสภาพของค่า pH

จากการที่ฟอสเฟตถูกเปลี่ยนรูปให้อยู่ในรูปที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้น้อยมาก ทำให้เกิดประโยชน์ต่อพืชได้เล็กน้อยเท่านั้น แต่ประโยชน์ของโลหะฟอสเฟตขึ้นอยู่กับสภาวะความเป็นกรด - เบสของดินด้วย เช่น อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4)

โลหะฟอสเฟตนั้นยังสามารถสังเคราะห์ขึ้นได้ ซึ่งในการสังเคราะห์สามารถทำได้หลากหลายวิธีคือ

1. วิธีการตกตะกอน (Precipitation)
2. วิธีการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)
3. วิธีการเตรียมแบบโซล-เจล (sol-gel)
4. วิธีการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง (Media synthetic method)
5. วิธีการเตรียมจากการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method)

6. วิธีการเตรียมโดยใช้โซลโวเทอร์มัล (solvothermal method)
7. วิธีการเตรียมโดยไมโครเวฟ (Microwave method)

2.2 โลหะหนัก[4-5]

โลหะหนัก (Heavy Metal) หมายถึง ธาตุที่มีน้ำหนักมากกว่าน้ำ 5 เท่า หรือมีความถ่วงจำเพาะตั้งแต่ 5 ขึ้นไป ซึ่งมีเลขอะตอมตั้งแต่ 23-92 จำนวนทั้งหมด 72 ธาตุ ในคาบที่ 4-7 อาทิ แคดเมียม โครเมียม พรอท ตะกั่ว เป็นต้น ซึ่งธาตุโลหะหนักเหล่านี้ บางชนิดมีประโยชน์ในทางอุตสาหกรรม บางชนิดมีประโยชน์ต่อร่างกาย แต่บางชนิดก็เป็นพิษต่อร่างกาย โลหะหนักสามารถละลายน้ำได้ สามารถเปลี่ยนเป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้ สามารถตกตะกอนหรือเป็นอนุภาคคอลลอยด์ในน้ำ

อุตสาหกรรมการผลิตต่างๆที่มีการใช้วัตถุดิบหรือสารเคมีที่มีโลหะหนักปนเปื้อน อาทิ อุตสาหกรรมถลุงแร่ อุตสาหกรรมฟอกหนัง อุตสาหกรรมย้อมสี และอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เป็นต้น ซึ่งอุตสาหกรรมเหมืองแร่ต่างๆมักจะขุดเปิดหน้าดินและขุดตักดินลงลึก ทำให้ช่วงฤดูฝนเกิดการชะหน้าดิน ทำให้โลหะหนักมีโอกาสไหลลงสู่แม่น้ำสาธารณะได้ง่าย นอกจากนี้อุตสาหกรรมเหล่านี้อาจปล่อยมลพิษ และของเสียจากกระบวนการผลิตออกสู่สิ่งแวดล้อมได้ ทั้งทางอากาศเสีย น้ำเสีย และกากของเสีย แหล่งกำจัดขยะ และสิ่งปฏิกูล ซึ่งมักจะเป็นแหล่งรวบรวม และกำจัดขยะในปริมาณมาก โดยเฉพาะพื้นที่กำจัดขยะขององค์การปกครองส่วนท้องถิ่นต่างๆ โดยกองขยะที่รวบรวมไว้มักจะมีขยะหลายชนิดที่มีโลหะหนักปนเปื้อน อาทิ แบตเตอรี่ ถ่านไฟฉาย สีฟัน เป็นต้น ทั้งนี้ หากมีการรวบรวม และกำจัดไม่ถูกสุขลักษณะย่อมเสี่ยงต่อการปนเปื้อนสู่สิ่งแวดล้อมได้ง่าย โดยเฉพาะการชะล้างของฝน และการซึมลงสู่ชั้นน้ำใต้ดิน

2.2.1 การเข้าสู่ร่างกายของโลหะหนัก

2.2.1.1 การกินเป็นช่องทางหนึ่งที่โลหะหนักสามารถเข้าสู่ร่างกายของมนุษย์ได้มากที่สุด ซึ่งมักเกิดจากการรับประทานอาหารหรือดื่มน้ำที่มีการปนเปื้อนของโลหะหนักเข้าไป

2.2.1.2 การดื่มน้ำอันเกิดจากปัจจัยต่างๆ ได้แก่ การปนเปื้อนของภาชนะในกระบวนการผลิตน้ำดื่มและแหล่งน้ำดิบหรือน้ำดื่มมีการปนเปื้อนของโลหะหนัก เช่น แหล่งน้ำดื่มใกล้เหมืองแร่หรือแหล่งน้ำดื่มที่มีแร่โลหะหนักเจือปนตามธรรมชาติ เป็นต้น

2.2.1.3 การสูดดมเข้าสู่ระบบทางเดินหายใจ ถือเป็นช่องทางหนึ่งที่มีโอกาสเกิดขึ้นได้มากเช่นกันโดยผู้ที่มีโอกาสเสี่ยง ได้แก่ ผู้ที่ทำงานในเหมืองแร่ ผู้ที่ทำงานในโรงงานหลอมแร่หรือโลหะ ผู้ที่ทำงานในโรงงานเชื่อมหรือบัดกรีและอื่นๆ

2.2.1.4 การซึมเข้าสู่ผิวหนัง และเนื้อเยื่อมักเกิดขึ้นไม่บ่อยนัก และมีโอกาสเกิดขึ้นน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับช่องทาง 3 อย่าง ข้างต้น แต่ก็พบมีโอกาสเกิดขึ้นได้ ได้แก่ การสัมผัสกับไอโลหะหนักในโรงงานอุตสาหกรรมหรือโรงถลุงแร่และการแช่น้ำ

โลหะหนักปริมาณน้อยๆที่ปนเปื้อนในน้ำจะไม่สามารถตรวจวัดได้ โลหะหนักเหล่านี้ได้แก่ตะกั่ว สารหนู แคดเมียม แมงกานีส พรอท และสังกะสี ซึ่งมีความคงทนและไม่สลายตัวเมื่ออยู่ในน้ำจึงทำให้โลหะหนักเข้าไปสู่ห่วงโซ่อาหาร และเป็นอันตรายต่อมนุษย์ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ชนิดของโลหะหนัก แหล่งที่มา และผลกระทบของโลหะหนักต่อสุขภาพมนุษย์

โลหะหนัก	แหล่งที่มา	ผลต่อสุขภาพ	ระดับที่อนุญาตให้ใช้ได้ (ppm)
สารหนู (As)	<ul style="list-style-type: none"> - สารกำจัดศัตรูพืช - สารกำจัดเชื้อรา - การถลุงโลหะ 	<p>หลอดเลือดอักเสบ</p> <p>ผิวหนังอักเสบ</p>	0.02
แคดเมียม (Cd)	<ul style="list-style-type: none"> - การเชื่อมโลหะ - การชุบโลหะ - สารกำจัดศัตรูพืช - ปุ๋ยแบตเตอรี่ - โรงปฏิกรณ์ปรมาณู 	<p>ทำลายตับ</p> <p>หลอดเลือดอักเสบ</p> <p>ระบบทางเดินอาหาร</p> <p>ไขกระดูก</p> <p>มะเร็ง</p>	0.06
ตะกั่ว (Pb)	<ul style="list-style-type: none"> - โรงงานทำสี - สารกำจัดศัตรูพืช - คิว้นท่อไอเสียรถยนต์ - การทำเหมือง - การเผาถ่าน 	<p>ทำลายตับ, ไต</p> <p>ระบบทางเดินอาหาร</p> <p>ในเด็กทำให้ปัญญาอ่อน</p>	0.1

โลหะหนัก	แหล่งที่มา	ผลต่อสุขภาพ	ระดับที่อนุญาตให้ใช้ได้ (ppm)
แมงกานีส (Mn)	- การเชื่อมโลหะ - สารเติมในน้ำมัน - เชื้อเพลิงการผลิตโลหะผสมเหล็กและแมงกานีส	สูดดมหรือสัมผัสจะทำลายระบบประสาทส่วนกลาง	0.26
ปรอท (Hg)	-สารกำจัดศัตรูพืช - แบตเตอรี่ -อุตสาหกรรมกระดาษ	ทำลายระบบประสาท	0.01
สังกะสี (Zn)	- โรงกลั่น - การผลิตทองเหลือง - การชุบโลหะ - ท่อประปา	ไอของสังกะสีกัดกร่อนผิวหนัง, ทำลายเยื่อประสาท	15

2.3 ตะกั่ว (Pb)[6-7]

สารตะกั่วถูกนำมาใช้ประโยชน์ทางอุตสาหกรรมเป็นส่วนใหญ่ประมาณปีละ 3-4 ล้านตันการผลิตโลหะตะกั่ว ได้มาจากการถลุงสินแร่ตะกั่ว (Lead Ores) ในเหมืองตะกั่ว ได้แก่ galena (PbS), cerrusite (PbCO₃) และ Anglesite (PbSO₄) เป็นต้น และได้มาจากการผลิตตะกั่วที่ใช้แล้ว โดยนำตะกั่วมาถลุงใหม่ (refining) เช่น การถลุงแผ่นตะกั่วในหม้อแบตเตอรี่เก่า เป็นต้น

ในธรรมชาติพบสารตะกั่ว 2 ประเภท คือ

1) สารตะกั่วอนินทรีย์ (Inorganic lead) ได้แก่ lead dioxide (PbO₂) , lead suboxide (Pb₂O) , lead sulfate (PbSO₄) เป็นต้น

2) สารตะกั่วอินทรีย์หรือตะกั่วที่มีคาร์บอน (Organic lead) ได้แก่ tetraethyl lead (TEL) หรือ tetra methyl lead (TML) , lead stearate และ lead acetate เป็นต้น นอกจากนี้ยังมีการใช้ในสภาพเป็นโลหะตะกั่วหรือโลหะผสมของตะกั่ว (alloys) ที่สำคัญ ดังนี้

ซึ่งอุตสาหกรรมที่ต้องใช้ตะกั่วเป็นวัตถุดิบมีจำนวนมาก อุตสาหกรรมที่ใช้ตะกั่วมากที่สุดคือ อุตสาหกรรมแบตเตอรี่ อุตสาหกรรมที่ใช้ตะกั่วรองลงมาคือ อุตสาหกรรมปิโตรเลียมที่ใช้ตะกั่วเป็น สารเติมแต่งในการผลิตแก๊สโซลีน นอกจากนี้ยังมีการใช้ตะกั่วในอุตสาหกรรมชุบเคลือบโลหะด้วยไฟฟ้า อุตสาหกรรม การผลิตหลอดภาพโทรทัศน์ และอุตสาหกรรมการผลิตตรงควัดถุ เป็นต้น

2.3.1 คุณสมบัติของสารตะกั่ว

สัญลักษณ์เคมีของตะกั่วคือ Pb มาจากคำว่า Plumbum ในภาษาละติน แปลว่า ตะกั่ว ตะกั่วเป็น โลหะหนักมี Atomic number 82 และ Atomicweight 207.21 จุดหลอมเหลว 327°C จุดเดือด 1737°C ความหนาแน่น 11.34 g/cm³ ที่ 20 °C

2.3.2 ความเป็นพิษของสารตะกั่ว

สารตะกั่วในสิ่งแวดล้อมที่พบคือจากสีโดยเฉพาะอาคารที่ทาสีที่มีสารตะกั่วผสมอยู่ เนื่องจาก อาคารเก่าจะมีสะเก็ดสีหลุดออกมาเด็กเอามือหรือเอาของที่ปนสีเข้าปาก นอกจากนั้นการลอกสีที่ไม่ถูก วิธีก็ทำให้มีสารตะกั่วในสิ่งแวดล้อมเพิ่ม เช่นการพ่นทราย การแคะสี การใช้ความร้อนลอกซึ่งทำให้ตะกั่ว กลายเป็นฝุ่นลอยไปในอากาศ เป็นต้น สารตะกั่วเป็นพิษจะพบได้บ่อยที่สุดในบรรดาโรคที่เกิดจาก สิ่งแวดล้อมมักจะเกิดในเด็กอายุตั้งแต่ 6 เดือน - 6 ปีโดยมากมักเกิดในเด็กที่พ่อแม่มีฐานะไม่ดีโดยได้สารนี้ จากเศษสีที่หล่น หรือจากอากาศ น้ำ หรืออาหาร อาการเป็นพิษจะเกิดเมื่อมีการสะสมของตะกั่วในร่างกาย สูงพอ ซึ่งจะมีผลเสียต่อร่างกายดังต่อไปนี้

2.3.2.1 สารตะกั่วจะมีผลเสียต่อสมองและการติดต่อของเซลล์ประสาท โดยสารตะกั่วจะ ไปจับกับเซลล์แทนที่แคลเซียม พบว่าหากมีสารตะกั่วในเลือดเพิ่มขึ้นทุก 10 mcg/dL จะทำให้ IQ ลดลง 1-3 จุด

2.3.2.2 ผลต่อเม็ดเลือดแดงจะทำให้เม็ดเลือดแดงแตกง่ายเป็นโรคโลหิตจางและมีผลต่อ การทำงานของไต

2.3.2.3 ผลต่อการตั้งครรภ์และทารก สารตะกั่วสามารถก่อปัญหาให้แก่ทารกในครรภ์หาก มีสารตะกั่วเป็นปริมาณมากอาจจะทำให้เกิดแท้ง คลอดก่อนกำหนด เด็กที่เกิดมาจะมีน้ำหนักตัว น้อยกว่าปกติ การทำงานของสมองจะพัฒนาช้า ปัญญาอ่อน ชัก หากตรวจเลือกคุณแม่พบว่าหาก มากกว่า 20 mcg/dL จะเกิดความเสียหายต่อทารก ขนาดที่เป็นพิษ 20-25 mcg/mL

นอกจากนี้ตะกั่วยังมีผลต่อการทำงานของตับ หัวใจ และเส้นเลือด และยังเป็นสารก่อมะเร็งอีกด้วย

2.3.3 การป้องกันสารตะกั่ว

2.3.3.1 ทำความสะอาดบ้าน ฝุ่นในบ้านอาจจะมีสารตะกั่วผสมอยู่ เด็กอาจจะกลืนโดยการดูดนิ้ว เลียของเล่นหรือรับประทานอาหารโดยที่ไม่ล้างมือ หรือสูดเอาสารตะกั่วเข้าไป

2.3.3.2 หลีกเลี่ยงสารตะกั่ว บ้านสมัยเก่าที่ทาสีมีสารตะกั่วผสม เมื่อเก่าจะทำให้เกิด สะเก็ดสีตาม ฝาผนัง ขอบหน้าต่าง และจะพบมากบริเวณที่มีการเสียดสี เช่นหน้าต่างซึ่งจะทำให้ เกิดสะเก็ดสี หากเด็กรับประทานเข้าไปจะเกิดอันตรายต่อเด็กได้

2.3.3.3 อย่านำสารตะกั่วเข้าบ้าน สำหรับท่านที่ทำงานก่อสร้าง การรื้อทำลาย ทาสี แบตเตอรี่ ร้านซ่อมเครื่องยนต์ ท่านอาจจะนำฝุ่นตะกั่วเข้าบ้านและอยู่ในสิ่งแวดล้อมอีกนาน

2.3.3.4 ทำน้ำดื่มให้ปราศจากสารตะกั่ว น้ำประปาทั่วไปจะไม่มีสารตะกั่ว แต่สารตะกั่วที่มีในน้ำประปามาจากอุปกรณ์เครื่องใช้ภายในบ้าน การต้มน้ำไม่ทำให้สารตะกั่วลดลง หากท่านสงสัยว่าจะมีสารตะกั่วในน้ำ ท่านอาจจะนำน้ำไปตรวจวิเคราะห์เพื่อหาสารตะกั่ว ระดับตะกั่วในน้ำจะสูงถ้าน้ำนั้นอยู่ในท่อนาน น้ำนั้นร้อน หรือมีความเป็นกรดสูง

2.3.3.5 ป้องกันสารตะกั่วจากการกิน อย่าเก็บอาหารไว้ในถ้วยที่มีสารตะกั่ว หากใช้ถ้วยที่มีสีก็ให้สีอยู่นอกถ้วย

2.3.3.6 เลือกใช้ถ้วยชามเซรามิก ถ้วยชามเซรามิกจะเป็นแหล่งของสารตะกั่ว ท่านสามารถป้องกันได้

2.4 แคดเมียม (Cd)[8-9]

แคดเมียม เป็นโลหะหนัก ชนิดหนึ่ง ซึ่งสามารถปนเปื้อนกับสิ่งแวดล้อมและตกค้างในอาหาร เป็นอันตรายในอาหาร ประเภทอันตรายทางเคมี

2.4.1 สมบัติของแคดเมียมและการนำไปใช้ในอุตสาหกรรม

โลหะแคดเมียมมีสีเทาเงินจัดเป็นโลหะอ่อนง่ายต่อการตัดมีสมบัติคล้ายสังกะสี แคดเมียมเป็นสารพิษไม่ควรได้รับฝุ่นแคดเมียมเกิน 0.01 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร นานเป็นเวลา 40 ชั่วโมงต่อสัปดาห์ เพราะจะทำให้เป็นอันตรายได้ สามารถทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนและทำปฏิกิริยากับกรดแต่ไม่ทำปฏิกิริยากับเบสใช้เคลือบโลหะที่เกิดการผุกร่อนเหมือนสังกะสีใช้ทำขั้วไฟฟ้าในเซลล์นิกเกิล-แคดเมียม โลหะแคดเมียมดูดซับนิวตรอนได้ดีจึงใช้เป็นแท่งควบคุมการเกิดปฏิกิริยาฟิชชันในเตาปฏิกรณ์โลหะผสมของแคดเมียมจะมีจุดหลอมเหลวต่ำ ตัวอย่างเช่น

2.4.1.1 โลหะแคดเมียมผสมเงินใช้ทำสารบัดกรี เพื่อเชื่อมวงจรไฟฟ้าในแผงไฟ (การใช้ต้องระวังเนื่องจากเป็นสารพิษ)

2.4.1.2 โลหะแคดเมียมผสมกับเหล็กและเหล็กกล้า ทำให้เหล็กและเหล็กกล้าไม่เป็นสนิม

2.4.1.3 โลหะแคดเมียมเคลือบทองแดง และโลหะอื่นๆ เพื่อป้องกันการผุกร่อน (โลหะแคดเมียมผสมทองแดงใช้เป็นลวดสำหรับรถไฟราง)

2.4.1.4 สารประกอบของแคดเมียมใช้เป็นสารเรืองแสงในหลอดทีวีขาวดำ และเรืองแสงสีน้ำเงินและสีเขียวในหลอดทีวีสี

2.4.2 ความเป็นพิษของแคดเมียม

พิษจากแคดเมียมไม่ใช่เรื่องไกลตัวเราอีกต่อไป เพราะแคดเมียมถือเป็นโลหะหนักชนิดหนึ่งที่เป็นพิษต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อม โดยสามารถเข้าสู่ร่างกายได้ 2 ทางคือ การหายใจเอาไอของสารแคดเมียมที่ปนเปื้อนมากับฝุ่นละอองหรือแม้แต่การสูบบุหรี่ หากคนที่สูบบุหรี่สังเกตข้อความที่เขียนบนซองบุหรี่จะพบว่าบุหรี่ 1 มวนมีปริมาณสารแคดเมียม 1-2 ไมโครกรัม โดย 10% ของปริมาณแคดเมียมจะเข้าสู่ร่างกายได้เวลาสูบ และอีกทางหนึ่งที่แคดเมียมเข้าสู่ร่างกายคือทางอาหารที่เรากินเข้าไป อาหารที่มักมีการ

ปนเปื้อนสารแคดเมียมได้แก่ ข้าว ผัก ผลไม้ อาหารทะเลต่างๆ ซึ่งระดับความเข้มข้นของสารแคดเมียมที่เข้าสู่ร่างกายขึ้นอยู่กับระดับปริมาณสารแคดเมียมที่สะสมในอากาศแหล่งน้ำและแหล่งดินที่ปลูกพืชผลทางเกษตร

เมื่อแคดเมียมเข้าสู่ร่างกายจะถูกดูดซึมในระบบทางเดินอาหารแล้วลำเลียงไปตาม กระแสเลือดพร้อมกับเม็ดเลือดแดงและจะจับกับโปรตีนที่ชื่อว่า Metallothionein สร้างเป็นสารประกอบเชิงซ้อนส่งไปที่ไต ทำให้เกิดโรคพิษเรื้อรังที่ไต ซึ่งแคดเมียมมีค่าครึ่งชีวิต 10-30 ปี แสดงว่าต้องใช้เวลายาวนานถึง 10-30 ปี ถึงจะขับสารแคดเมียมครึ่งหนึ่งที่ได้รับออกจากร่างกายได้ จากข้อมูลในส่วนนี้ถือว่าเป็นตัวเลขที่น่าตกใจมาก หากเราได้รับสารแคดเมียมเข้าสู่ร่างกายเพราะนั่นหมายถึงว่าสารแคดเมียมจะอยู่กับคุณไปอีกไม่ต่ำกว่า 30 ปีแน่นอน

ดังนั้นคนที่ทำงานเกี่ยวข้องกับอุตสาหกรรมข้างต้นควรมีอุปกรณ์ป้องกันที่ดีและอยู่ในที่อากาศถ่ายเทหากต้องทำงานร่วมกับสารแคดเมียม โดยเฉพาะคนที่ทำงานในอุตสาหกรรมโลหะ ผลิตแบตเตอรี่ อิเล็กทรอนิกส์และคนที่สูบบุหรี่หรือบุหรื

2.5 วิธีการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย[10]

กระบวนการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย มีหลายวิธี การพิจารณาจะเลือกใช้วิธีใดขึ้นอยู่กับความเหมาะสมในแง่ต่างๆ ได้แก่ คุณสมบัติ น้ำเสียก่อนบำบัด คุณภาพน้ำที่ต้องการหลังจากการบำบัด ค่าใช้จ่ายในการบำบัดน้ำเสีย ซึ่งสามารถสรุปวิธีการบำบัดได้ดังนี้

2.5.1 การตกตะกอนทางเคมี (Chemical precipitation)

เป็นวิธีที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบันกระบวนการนี้จะทำหน้าที่เปลี่ยนสภาพของสารต่างๆ ที่ละลายอยู่ในรูปสารละลายให้เป็นสารที่อยู่ในรูปไม่ละลาย โดยวิธีการเติมสารเคมีผสมกับน้ำเสียให้ทั่วถึง ซึ่งการตกตะกอนด้วยสารเคมีมีหลายวิธีด้วยกัน แต่ที่นิยมใช้ในการตกตะกอนโลหะหนัก มีอยู่ด้วยกัน 2 วิธี คือ การตกตะกอนไฮดรอกไซด์ และการตกตะกอนซัลไฟด์

2.5.2 การแลกเปลี่ยนไอออน (Ion exchange)

กระบวนการนี้อาศัยหลักการที่ไอออนแต่ละชนิดจะมีความชอบหรือถูกดูดซับโดยเรซินไม่เท่ากัน ในการแยกโลหะหนักออกจากสารละลาย โดยสารที่ใช้แลกเปลี่ยนไอออนซึ่งมาจากทั้งธรรมชาติและสังเคราะห์ขึ้น จะมีหมู่ฟังก์ชันของไอออนติดอยู่ และถูกทำให้สมดุลด้วยไอออนที่มีประจุตรงข้ามขึ้นอยู่กับสารละลาย เหมาะสำหรับกำจัดโลหะหนักที่มีปริมาณน้อยและประสิทธิภาพสูง

2.5.3 การออสโมซิสย้อนกลับ (Reverse osmosis)

เป็นการแยกโลหะหนักออกจากน้ำเสียโดยใช้หลักการความแตกต่างของแรงดันระหว่างแผ่นเมมเบรนซึ่งจะให้เฉพาะตัวทำละลายผ่าน เพื่อแยกสารที่ต้องการออกและทำให้เข้มข้นขึ้น จะต้องใช้ความดันสูงโดยอาจสูงกว่า 100 บรรยากาศ

2.5.4 การระเหย (Evaporation)

เป็นวิธีการง่ายๆ ทำโดยระเหยน้ำออกทำให้มีความเข้มข้นสูงขึ้น มีทั้งการระเหยที่ความดันบรรยากาศ และการระเหยภายใต้สุญญากาศ ได้ผลดีกับน้ำเสียที่มีปริมาณโลหะหนักสูงๆ เท่านั้น เป็นวิธีการที่ต้องใช้ต้นทุนในการดำเนินการสูง

2.5.5 อิเล็กโทรไดอะไลซิส (Electrodialysis)

วิธีการนี้เป็นการแยกไอออนออกจากสารละลายด้วยกระแสไฟฟ้าตรง ร่วมกับการใช้เมมเบรนที่เลือกเฉพาะสำหรับไอออนแต่ละชนิด (Ion select membrane) กลไกของวิธีนี้เป็นการแลกเปลี่ยนไอออน ร่วมกับการสกัดด้วยตัวทำละลายและน้ำเสียจะต้องผ่านการกรองก่อนเพื่อป้องกันการอุดตันของแผ่นเมมเบรน ความบริสุทธิ์ของไอออนขึ้นอยู่กับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ไหลผ่านเมมเบรน วิธีนี้มีต้นทุนค่าการก่อสร้างและการดำเนินงานสูง แต่มีข้อดีคือ สามารถกำหนดชนิดของไอออนที่ต้องการได้

2.5.6 การสกัดกลับคืนด้วยไฟฟ้า (Electrolytic recovery)

วิธีการนี้จะเป็นกระบวนการทางเคมีไฟฟ้า ซึ่งจะลดปริมาณไอออนของโลหะที่อยู่ในสารละลายให้อยู่ในรูปของธาตุที่ขั้วแคโทด และเกิดแก๊สออกซิเจนที่ขั้วแอโนดตลอดเวลา วิธีนี้เหมาะสำหรับสารละลายที่มีความเข้มข้นโลหะสูง แต่ไม่นิยมเนื่องจากสิ้นเปลืองพลังงานไฟฟ้าสูงมาก

2.5.7 การดูดซับ (Adsorption)

วิธีการนี้เป็นกระบวนการในการกำจัดสารที่มีขนาดเล็กจนถึงระดับโมเลกุล โดยสารที่ใช้ในการดูดซับจะเลือกใช้ซีโอไลต์ เนื่องจากมีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างของรูพรุน ซึ่งเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล (Molecular sieves) โดยสามารถเลือกได้มีการเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุลได้

2.6 กระบวนการในการดูดซับ (Adsorption)[11]

2.6.1 นิยามของการดูดซับ (Adsorption)

การดูดซับเป็นการสะสมสารหรือวัสดุที่พื้นผิวซึ่งเกิดขึ้นที่สภาวะ 2 สภาวะใดๆ เช่น ผิวระหว่างของเหลวกับของเหลว ก๊าซกับของเหลว ก๊าซกับของแข็ง หรือของเหลวกับของแข็ง แต่ไม่รวมถึงกระบวนการตกตะกอนที่พื้นผิว (Surface Precipitation Process) หรือกระบวนการโพลิเมอร์ไรซ์เซชัน (Polymerization Process) ซึ่งหากไม่ระบุได้ชัดเจนว่ากลไกที่นำมาให้ความเข้มข้นของสารหรือวัสดุในสารละลาย ตัวทำละลาย หรือพื้นที่ผิวของของแข็งลดลงไปนั้น เกิดจากการดูดซับหรือการตกตะกอนที่พื้นผิวหรือกระบวนการโพลิเมอร์ไรซ์เซชัน หรือกระบวนการอื่นๆที่เกิดขึ้นที่ผิวแล้ว โดยทั่วไปจะใช้คำว่า Sorption[12]

การดูดซับเป็นกระบวนการถ่ายเทมวลของตัวดูดซับ (Adsorbate) จากสถานะที่เป็นของแข็งคือตัวดูดซับ (Adsorbent) ทำให้เกิดการสะสมของตัวถูกดูดซับบนผิวของตัวดูดซับ การดูดซับเป็นกระบวนการที่

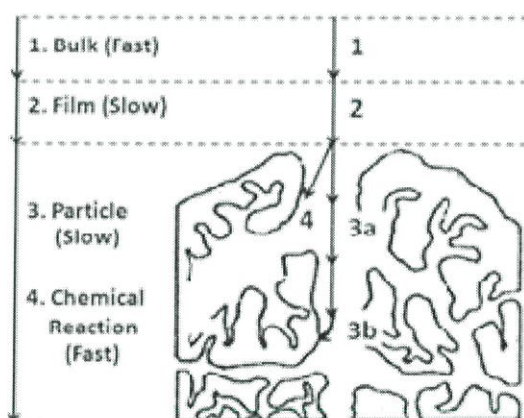
เกิดขึ้นเนื่องจากแรงผลักดัน (Driving Force) หลัก 2 ชนิด คือ ความสามารถในการละลายของตัวถูกละลาย และความชอบหรือความดึงดูด (Affinity) ของตัวถูกละลายที่มีต่อตัวดูดซับ [13]

การดูดซับเป็นวิธีการหนึ่งที่ใช้แยกองค์ประกอบที่ต้องการออกจากสารละลายของเหลว หรือ ก๊าซ โดยใช้สารละลายหรือก๊าซดังกล่าวสัมผัสกับตัวดูดซับ ซึ่งอาจเป็นของเหลวหรือของแข็ง ตัวดูดซับชนิดหนึ่งๆ มีความสามารถดูดซับองค์ประกอบต่างๆในสารละลายได้แตกต่างกัน จึงสามารถแยกองค์ประกอบต่างๆ ออกจากกันได้ จากการแยกองค์ประกอบได้ออกจากสารละลายและสถานะของตัวดูดซับที่สัมผัสกันแล้ว สามารถจำแนกการดูดซับได้เป็น การดูดซับของเหลวโดยของเหลว (Liquid-Liquid Adsorption) การดูดซับแก๊สโดยของเหลว (Gas-Liquid Adsorption) การดูดซับของเหลวโดยของแข็ง (Liquid-Solid Adsorption)[14]

อาจกล่าวสรุปว่า การดูดซับเป็นการแบ่งแยกแก๊สของแข็งหรือของเหลว (Adsorbate) ออกจากของเหลวหรือแก๊ส โดยการใช้ของเหลวหรือของแข็งเป็นตัวดูดซับ (Adsorbent)[15]

2.6.2 กลไกการดูดซับ

สำหรับกลไกการดูดซับหรือการเคลื่อนที่ของตัวดูดซับ (Adsorbate) ไปยังตัวดูดซับ (Adsorbent) นั้น สามารถแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน แสดงดังภาพที่ 2.1[12]



ภาพที่ 2.1 ขั้นตอนการเคลื่อนที่ของโมเลกุลสารในกระบวนการดูดซับ[12]

1) Bulk Transport เป็นขั้นแรกที่โมเลกุลของตัวดูดซับ (Adsorbate) จะเคลื่อนที่ไป Bulk Solution ไปยังผิวหน้าของฟิล์มน้ำที่ล้อมรอบตัวดูดซับ

2) External Diffusion or Film Diffusion การที่โมเลกุลของตัวถูกละลายเคลื่อนที่ข้ามผ่านฟิล์มน้ำไปยังผิวหน้าของตัวดูดซับนั้น

3) Intraparticle Diffusion or Pore Diffusion การที่โมเลกุลของตัวถูกละลายแพร่ผ่านเข้าไปภายในรูพรุนของตัวดูดซับ

4) Adsorption เป็นขั้นตอนสุดท้ายที่โมเลกุลของสารจะถูกดูดซับบนตัวดูดซับนั้น

2.6.3 ลักษณะการดูดซับ

ลักษณะการดูดซับที่เกิดขึ้นระหว่างตัวดูดซับ สามารถจำแนกเป็น 4 ชนิด คือ การดูดซับทางกายภาพ การดูดซับทางเคมี การดูดซับแบบแลกเปลี่ยน และการดูดซับแบบเจาะจง[15]

1) การดูดซับทางกายภาพ (Physical Adsorption)

การดูดซับทางกายภาพเกิดจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของตัวดูดซับกับองค์ประกอบที่ถูกดูดซับ ซึ่งมีค่ามากกว่าแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลขององค์ประกอบในสารละลาย ดังนั้นองค์ประกอบจะยึดติดแน่นบนผิวของตัวดูดซับ ถ้าตัวดูดซับมีความพรุนสูง ของเหลวหรือก๊าซที่ควบแน่นจะซึมผ่านเข้าสู่ช่องว่างภายในของตัวดูดซับได้ ถึงแม้ว่าความดันของระบบจะต่ำกว่าความดันไอของระบบนั้นก็ตาม ปรากฏการณ์นี้เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิปกติ จะให้ความร้อนออกมาเล็กน้อยแต่มากกว่าความร้อนของการควบแน่น เมื่อลดความดันของระบบหรือลดอุณหภูมิ จะทำให้ความสามารถในการดูดซับลดลงด้วย ทำให้ตัวถูกดูดซับเคลื่อนที่ออกจากตัวดูดซับ ปรากฏการณ์ช่วงนี้เรียกว่า Desorption ซึ่งเป็นวิธีการนำตัวดูดซับกลับมาใช้ใหม่อีกครั้ง การดูดซับนี้สารถูกดูดซับไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางเคมี การดูดซับทางกายภาพบางครั้งเรียกว่า Van Der Waals Adsorption

2) การดูดซับทางเคมี (Chemical Adsorption or Chemisorptions)

การดูดซับทางเคมีเกิดขึ้นได้ดีที่อุณหภูมิสูงโดยเกิดจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างตัวดูดซับกับองค์ประกอบที่ต้องการดูดซับ โดยจะมีการใช้อิเล็กตรอนร่วมกัน ทำให้เกิดเป็นพันธะเคมีขึ้น เรียกว่า พันธะไอออนิก และไม่สามารถผันกลับได้ทำให้ความแข็งแรงและเสถียรมากกว่าแรงทางฟิสิกส์

3) การดูดซับแบบแลกเปลี่ยน (Exchange Adsorption)

การดูดซับแบบแลกเปลี่ยนเกิดขึ้นเมื่อตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับมีประจุ และเกิดแรงดึงดูดระหว่างตัวดูดซับเป็นไอออนที่มีประจุกับตัวดูดซับที่มีประจุตรงข้าม หรือเกิดเนื่องจากการแทนที่ประจุอยู่บนผิวของตัวดูดซับด้วยไอออนของตัวถูกดูดซับ

4) การดูดซับแบบเจาะจง (Specific Adsorption)

การดูดซับแบบเจาะจงเกิดขึ้นเนื่องจากมีแรงยึดเหนี่ยวของโมเลกุลตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับที่มีหมู่ฟังก์ชันอยู่บนผิว แต่ไม่ได้มีผลทำให้ตัวถูกดูดซับเปลี่ยนโครงสร้างไป พฤติกรรมของการดูดซับชนิดนี้จะมีพลังงานในการยึดเหนี่ยวอยู่ระหว่างพลังงานของการดูดซับทางกายภาพ และการดูดซับทางเคมี

ในการดูดซับที่เกิดขึ้นจะเป็นแบบการดูดซับทางกายภาพ การดูดซับทางเคมี การดูดซับแบบแลกเปลี่ยน หรือการดูดซับแบบเจาะจงขึ้นอยู่กับชนิดของตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับนั้น

ตารางที่ 2.2 การเปรียบเทียบสมบัติการดูดซับทางกายภาพและทางเคมี[11]

ตัวแปร	ตัวดูดซับทางกายภาพ	การดูดซับทางเคมี
ความร้อนของการดูดซับ	ไม่เกิน 40 KJ mol^{-1}	มากกว่า 80 KJ mol^{-1}
โครงสร้างที่ผิวของตัวดูดซับ	ไม่ทำให้โครงสร้างที่ผิวของตัวดูดซับเปลี่ยนแปลง	โครงสร้างที่ผิวของตัวดูดซับเปลี่ยนแปลง
สถานะอุณหภูมิ	เกิดขึ้นได้ในสถานะอุณหภูมิต่ำกว่าจุดเดือดของตัวถูกดูดซับ	เกิดขึ้นได้ทั้งในสถานะอุณหภูมิต่ำกว่าและสูงกว่าจุดเดือดของตัวถูกดูดซับ

พลังงานในการเข้าสู่สมดุล	จะเกิดอย่างรวดเร็วและไม่ต้องการพลังงานใดๆมาช่วย ยกเว้นการดูดซับภายในรูเล็กๆ	พลังงานอาจมีส่วนการช่วยปฏิกิริยา
ปริมาณการถูกดูดซับ	ขึ้นอยู่กับสมบัติของตัวถูกดูดซับมากกว่าตัวดูดซับ	ขึ้นอยู่กับสมบัติของผิวของตัวดูดซับเป็นหลัก
ความดันต่ออัตราการดูดซับ	อัตราการดูดซับจะเพิ่มขึ้นเมื่อความดันเพิ่มขึ้น	อัตราการดูดซับจะลดลงในขณะที่ความดันเพิ่ม
การผันกลับได้ของปฏิกิริยา	ผันกลับได้อย่างสมบูรณ์	ไม่สามารถผันกลับได้
ตำแหน่งที่เกิดการดูดซับ	ไม่จำเป็นเฉพาะตำแหน่งใดตำแหน่งหนึ่ง แต่คลุมไปบนผิวของตัวดูดซับทั้งหมด	จำกัดเฉพาะตำแหน่งใดตำแหน่งหนึ่งบนผิวของตัวดูดซับ

2.6.4 แรงที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับ (Adsorption Force)

กระบวนการดูดซับแยกออกเป็น 2 ประเภท คือ ลักษณะซึ่งโมเลกุลของก๊าซจับกับของแข็งดูดซับ ในกระบวนการดูดซับทางกายภาพ โมเลกุลของก๊าซจะจับกับผิวของของแข็งด้วยแรงยึดเกาะระหว่างโมเลกุล (Intermolecular Cohesion Force) ธรรมชาติทางเคมีของก๊าซที่ดูดซับไว้ยังคงไม่เปลี่ยนแปลง ฉะนั้นกระบวนการดูดซับทางเคมีมีการจับเกาะกันระหว่างโมเลกุลของก๊าซกับของแข็ง ดูดซับด้วยแรงที่แรงกว่าอย่างมาก มีการแลกเปลี่ยนหรือรวมให้อิเล็กตรอนเช่นเดียวกับที่เกิดขึ้นในพันธะทางเคมี ฉะนั้นกระบวนการดูดซับทางเคมีจึงเป็นกระบวนการแบบไม่อาจย้อนกลับได้ง่ายโยการดูดซับตัวถูกละลายจากสารละลายจะเกิดการดูดซับด้วยแรงทางกายภาพ (Physical Force) และแรงทางเคมี (Chemical Force) แรงทางกายภาพ ได้แก่ แรงวานเดอร์วาลส์ (Van Der Waals Force) รวมทั้งแรงไฟฟ้าสถิต (Electrostatic Force) บริเวณผิวรอบนอกของสารประกอบ เช่น การแลกเปลี่ยนประจุ ส่วนแรงทางเคมีจะเป็นผลเนื่องมาจากการเกิดปฏิสัมพันธ์ (Interaction) ในช่วงสั้นๆ รวมถึงการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน บริเวณผิวด้านใน ซึ่งเกิดกลไกแลกเปลี่ยนลิแกนด์ (Ligand Exchange) พันธะโควาเลนต์ (Covalent Bonding) และพันธะไฮโดรเจน (Hydrogen Bonding) [16]

1) แรงวานเดอร์วาลส์ (Van Der Waals Force) อะตอมที่อยู่อย่างอิสระหรือโมเลกุลที่ไม่มีสภาพขั้ว สามารถเกิดแรงดึงดูดอ่อนๆได้ เนื่องจากการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนอย่างไม่เป็นระเบียบในอะตอมหรือโมเลกุลนั้น ทำให้มีความหนาแน่นของกลุ่มหมอกอิเล็กตรอนในแต่ละบริเวณภายใน อะตอมหรือโมเลกุลไม่เท่ากัน มีผลให้เกิดสภาพขั้วและสามารถถูกดูดซับด้วยตัวดูดซับได้ การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานในการดูดซับต่ำ จึงเป็นการเกาะจับกันด้วยแรงอ่อนๆ ดังนั้นการคายการดูดซับ (Desorption) จะกระทำได้ง่ายซึ่งเป็นข้อดี เพราะสามารถฟื้นฟูสภาพของตัวดูดซับได้ง่าย

2) แรงทางไฟฟ้าสถิต (Electrostatic Force) เป็นแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้วเข้าด้วยกัน หรือระหว่างสารที่ไม่มีขั้วกับสารที่มีขั้ว ซึ่งการเกาะจับของโมเลกุลชนิดต่างๆเหล่านี้เกิดขึ้นจากผล 3 อย่าง

ก. แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้ว เกิดจากการจัดเรียงโมเลกุล (Orientation Effect) ทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีประจุตรงข้ามกัน

ข. แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว เกิดจากการกระจาย (Dispersion Effect) ซึ่งเป็นผลจากการที่โมเลกุลที่ไม่มีขั้วสามารถเปลี่ยนเป็นไดโพลโมเลกุลได้ เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่ไปอยู่ด้านใด ด้านหนึ่งมาก และเมื่อมีโมเลกุลที่ไม่มีขั้วที่มีลักษณะเช่นเดียวกันเข้ามา ก็จะมีแรงดึงดูดซึ่งกันและกัน และมักเป็นแรงที่อ่อน เช่น อินทรีย์สารและถ่านกัมมันต์ ทั้งนี้เนื่องจากอินทรีย์สารส่วนใหญ่จะเป็นโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว

ค. แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้วกับโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว เป็นผลเนื่องมาจากการเหนี่ยวนำ (Induction Effect) โดยโมเลกุลที่มีขั้วเข้ามาใกล้โมเลกุลที่ไม่มีขั้ว แล้วเหนี่ยวนำให้เกิดประจุที่ตรงข้ามกัน ซึ่งจะทำให้เกิดแรงดึงดูดซึ่งกันและกัน

3) แรงทางเคมี (Chemical Force) เป็นแรงยึดเหนี่ยวระหว่างไอออนกับตัวดูดซับ อาจเกิดเนื่องจากปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน การที่โลหะหนักสามารถถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตัวดูดซับต่างๆ เช่น คอลลอยด์ดินเหนียวมาจากโลหะหนักเป็นธาตุทรานซิชันที่สามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับหมู่ฟังก์ชัน (Function Group) ที่ผิวของตัวดูดซับได้ แรงทางเคมีมีลักษณะ ดังนี้

ก. เป็นพันธะที่เกิดจากการใช้อิเล็กตรอนร่วมกัน หรือใช้อิเล็กตรอน หรือเกิดจากการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน มีผลทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวกันแรงกว่าแรงทางฟิสิกส์

ข. ไม่สามารถเปลี่ยนกลับไปกลับมาได้ (Irreversible) เพราะยึดเหนี่ยวด้วยแรงที่มาก และมีการจับกันเป็นสารประกอบเคมี[16]

2.6.5 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ

อัตราเร็วและความสามารถในการดูดซับของตัวดูดซับขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆดังต่อไปนี้[17]

1) ความปั่นกววน (Turbulence)

อัตราเร็วในการดูดซับอาจขึ้นอยู่กับ การแพร่ผ่านชั้นฟิล์ม (Film Diffusion) หรือการแพร่ผ่านรูพรุน (Pore Diffusion) ซึ่งแล้วแต่ความปั่นกววนของระบบ ถ้าน้ำมีความปั่นกววนต่ำ ฟิล์มน้ำซึ่งล้อมรอบตัวดูดซับจะมีความหนามาก (เพราะไม่ถูกรบกวน) และเป็นอุปสรรคต่อการเคลื่อนที่ของโมเลกุลเข้าไปหาตัวดูดซับทำให้การแพร่ผ่านฟิล์มน้ำเป็นตัวกำหนดอัตราเร็วของการดูดซับในทางตรงข้าม ถ้าน้ำมีความปั่นกววนสูงทำให้น้ำไม่อาจสะสมตัวจนเป็นฟิล์มหนาเป็นผลทำให้โมเลกุลเคลื่อนที่ผ่านฟิล์มน้ำเข้าไปหาตัวดูดซับได้เร็วกว่าการเคลื่อนที่เข้าไปในโพรง กรณีนี้การแพร่ผ่านรูพรุนจะเป็นตัวกำหนดอัตราเร็วของการดูดซับ

2) ขนาดและพื้นที่ผิวของตัวดูดซับ

สมบัติทางกายภาพที่สำคัญของตัวดูดซับ คือ ขนาดและพื้นที่ผิว ขนาดและตัวดูดซับมีอิทธิพลต่ออัตราเร็วของการดูดซับในทางลบ กล่าวคืออัตราเร็วการดูดซับเป็นอัตราส่วนที่ผกผันกับขนาดของตัวดูดซับ ดังนั้นตัวดูดซับที่มีขนาดเล็กจึงมีอัตราเร็วในการดูดซับสูงกว่าขนาดใหญ่ ส่วนพื้นที่ผิวของตัวดูดซับนั้นมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความสามารถในการดูดซับ (Adsorption Capacity) นั่นคือ ตัวดูดซับที่มีพื้นที่ผิวมากย่อมดูดโมเลกุลตัวถูกดูดซับได้มากกว่าตัวดูดซับที่มีพื้นที่ผิวน้อย

3) ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH)

ค่าความเป็นกรด-ด่าง มีความสัมพันธ์โดยตรงต่อปริมาณไฮโดรเนียมไอออน (H_3O^+) เนื่องจากที่ค่าความเป็นกรด-ด่างต่ำมีปริมาณไฮโดรเนียม ไอออนมากกว่าที่ค่าความเป็นกรด-ด่างสูงซึ่งจะมีผลต่อค่าการดูดซับหรือไม่นั้น ก็ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับ กล่าวคือในกรณีที่ตัวถูกดูดซับมีประจุเป็น

บวกตัวดูดซับมีตำแหน่งดูดซับที่มีประจุเป็นลบ ถ้าสารละลายมีความเป็นกรด-ด่างต่ำจะทำให้ความสามารถในการดูดซับมีแนวโน้มลดลง เนื่องมาจากการแย่งกันที่จะถูกดูดซับของตัวถูกดูดซับ เมื่อการดูดซับอยู่ในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างสูง เนื่องจากไฮโดรเนียมไอออนมีปริมาณน้อยลง และปริมาณไฮดรอกไซด์ไอออน (OH^-) เพิ่มขึ้น จึงลดผลในการเข้าแย่งจับหรือดูดซับกับตัวถูกดูดซับ และในกรณีที่ตัวถูกดูดซับมีประจุลบก็จะให้ผลตรงข้ามในทำนองเดียวกัน

4) อุณหภูมิ

ผลของอุณหภูมิต่อการดูดซับขึ้นอยู่กับว่าการดูดซับในระบบเป็นประเภทใด ถ้าเป็นการดูดซับทางกายภาพ อุณหภูมิจะทำให้ความสามารถในการดูดซับเปลี่ยนแปลงไปในทางน้อยลงหรือคงที่ ถ้าเป็นการดูดซับทางเคมี อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ความสามารถในการดูดซับเพิ่มขึ้นไปด้วย เนื่องจากอิทธิพลของความร้อนจะช่วยเร่งการสร้างสัมพันธ์เคมีให้เร็วขึ้น และเพิ่มโอกาสที่ตัวถูกดูดซับจะเคลื่อนที่เข้าสัมผัสกับตำแหน่งดูดซับของตัวดูดซับได้มากขึ้น

5) ความสามารถในการละลายน้ำของสารที่ถูกดูดซับต่อการดูดซับ

เมื่อมีการดูดซับเกิดขึ้น โมเลกุลตัวดูดซับจะถูกดึงดูดออกจากน้ำก่อน แล้วจึงไปเกาะติดบนผิวของแข็ง สารที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ดี ย่อมมีแรงยึดเหนี่ยวกับน้ำอย่างเหนียวแน่นมากกว่าสารที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้น้อยกว่า อย่างไรก็ตามเกณฑ์ข้างบนไม่ได้เป็นจริงเสมอไป ทั้งนี้เพราะมีสารที่ละลายน้ำ ได้น้อยหลายชนิดเกาะติดผิวของตัวดูดซับได้ยากด้วยเหตุผลนี้ไม่อาจกล่าวได้อย่างเต็มที่ว่าความสามารถในการดูดซับ และความสามารถในการละลายน้ำมีความสัมพันธ์กันอย่างแน่นอนในเชิงปริมาณ

6) ขนาดของสารที่ถูกดูดซับบนผิวของตัวดูดซับ

ขนาดของสารหรือโมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะมีผลต่อการเพิ่มความสามารถในการดูดซับ เมื่อน้ำหนักโมเลกุลและขนาดของโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับเพิ่มขึ้น เช่น การดูดซับกรดอินทรีย์โดย ถ่านกัมมันต์ จะพบว่า ถ่านกัมมันต์ดูดซับกรดฟอร์มิก กรดอะซิติก กรดโพธิออนิก และ กรดบิวเทอริกได้มากขึ้นตามลำดับของขนาดโมเลกุลที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ขนาดโมเลกุลที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลต่อการละลายด้วย โดยสารอินทรีย์มีโครงสร้างที่ยาว มักจะมีความสามารถในการละลายน้ำได้ลดลง จึงส่งผลทำให้เกิดการดูดซับโดยตัวดูดซับมากขึ้นตามขนาดที่เพิ่มขึ้น แต่ในกรณีที่ตัวดูดซับมี รูพรุนมาก สารที่มีโมเลกุลเล็กกว่ารูพรุนมักจะถูกดูดซับได้ดีมากกว่าสารที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่ เนื่องจากสารโมเลกุลขนาดใหญ่ไม่สามารถเข้ารูพรุนได้ และพื้นที่ผิวภายนอกที่จะดูดซับมีอยู่น้อย เนื่องจาก พื้นที่ผิวภายนอกเป็นรูพรุน

2.6.5 ไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption Isotherm)[11]

ไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption isotherm) เป็นความสัมพันธ์ของปริมาณสารที่ถูกดูดซับที่พื้นผิวกับความดันของก๊าซหรือความเข้มข้นของสารละลายที่อุณหภูมิคงที่ สำหรับการดูดซับดังถูกละลายบนผิวของแข็งจะเป็นความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดซับกับความเข้มข้นของสารละลายที่สภาวะสมดุลที่อุณหภูมิใดๆ ไอโซเทอมการดูดซับ แบ่งออกได้เป็น ดังนี้

1. ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) ในปีค.ศ.1916 เออร์วิง แลงเมียร์ (Irvin langmuir) ได้นำเสนอไอโซเทอมแบบง่ายที่สุด โดยมีสมมติฐาน คือ

ก.ใช้สำหรับการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer adsorption)

ข.โมเลกุลที่ถูกดูดซับมีจำนวนที่แน่นอนและมีตำแหน่งของการดูดซับที่แน่นอน

ค.ในแต่ละโมเลกุลของการดูดซับจะถูกดูดซับโมเลกุลของการดูดซับได้เพียงหนึ่งโมเลกุลเท่านั้นและในแต่ละตำแหน่งค่าความร้อนของการดูดซับจะเท่ากันและคงที่ไม่มีแรงกระทำระหว่างโมเลกุลที่อยู่ใน

ตำแหน่งใกล้เคียงกัน จากการศึกษาไอโซเทอมของแลงเมียร์ที่สภาวะสมดุล ซึ่งสามารถแสดงความสัมพันธ์ของการดูดซับสารละลายได้ดังสมการที่ 2.1

$$q = \frac{q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad \text{สมการที่ 2.1}$$

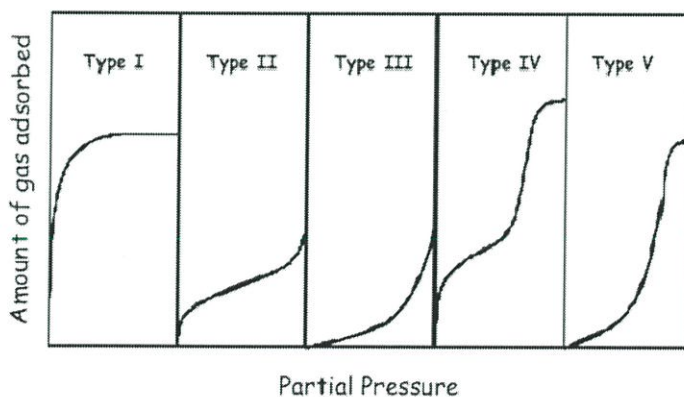
- เมื่อ
- q = ความสามารถในการดูดซับ ซึ่งคำนวณได้จากปริมาณของสารถูกดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของตัวดูดซับ มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อกรัม
 - q_m = ปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของตัวดูดซับ เมื่อเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียวอย่างสมบูรณ์
 - C_e = ความเข้มข้นตัวถูกดูดซับในสารละลายที่จุดสมดุล หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร
 - K_L = ค่าคงที่ของพลังงานในการดูดซับ

จากสมการจัดให้อยู่ในรูปสมการเชิงเส้น ได้

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{K_L q_m + C_e q_m} \quad \text{สมการที่ 2.2}$$

หรือ

$$\frac{1}{q} = \left(\frac{1}{K_L q_m} \right) \cdot \frac{1}{C_e} + \frac{1}{q_m} \quad \text{สมการที่ 2.3}$$



ภาพที่ 2.2 ไอโซเทอมของการดูดซับแบบต่างๆของ Brunauer-Emmett-Teller ในระบบก๊าซ[11]

2.7 เทคนิคที่ใช้สังเคราะห์โลหะฟอสเฟต

เทคนิคการเตรียมสารโลหะฟอสเฟตมีหลายวิธี ตัวอย่างเช่น หลักการเตรียมแบบตกตะกอน (Precipitation method) วิธีการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method) วิธีการเตรียมแบบโซล - เจล (Sol-gel method) วิธีการเตรียมด้วยตัวกลาง (Media method) วิธีการเตรียมแบบตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method) วิธีการเตรียมโซลโวเทอร์มัล (Solvothermal method) และวิธีเตรียมไมโครเวฟ (Microwave) เป็นต้น จากหลักการเตรียมที่แตกต่างกัน จะก่อให้เกิดสมบัติทาง

กายภาพและทางเคมีของสารที่ต้องการตัวหนึ่งๆ มีความแตกต่างกันและยังพบอีกว่าสถานะตัวแปรการเตรียม เช่น อุณหภูมิ เวลา ความเป็นกรด - เบส และสารตั้งต้นจะแตกต่างกันขึ้นกับวิธีการเตรียมโดยเทคนิคที่ใช้สังเคราะห์โลหะฟอสเฟตแต่ละวิธีมีดังต่อไปนี้

2.7.1 การเตรียมแบบตกตะกอน (Precipitation)[18]

การตกตะกอน (Precipitation) เป็นการแยกตะกอนแขวนลอยออกจากของเหลวเพื่อให้ได้ส่วนของชั้นใส (Clear fluid) และชั้นของ slurry ที่มีความเข้มข้นของตะกอนสูง การเตรียมแบบตกตะกอนถือเป็นกระบวนการเตรียมที่ง่าย สะดวกรวดเร็วคือทำการเตรียมสารตั้งต้นให้เป็นสารละลายความเข้มข้นตามที่ต้องการ จากนั้นเตรียมสารที่สามารถทำให้เกิดการตกตะกอน ซึ่งตัวทำให้เกิดตะกอนส่วนมากจะเป็นสารที่เป็นกรดแก่หรือเบสแก่ โดยส่วนใหญ่สารโลหะฟอสเฟตจะตกตะกอนในสภาวะความเป็นกรดหรือเบสที่แตกต่างกัน เช่นการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา Amorphous $AlPO_4$ ในอัตราส่วนโดยโมล $AL/P = 1$ จากระบบสารตั้งต้น $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ผสมกับ H_3PO_4 ทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ $0^\circ C$ แล้วปรับค่าความเป็นกรดต่างด้วยสารละลายแอมโมเนียให้มีค่าความเป็นกรดต่างเท่ากับ 7 จากนั้นทำการกรอง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน ทำตะกอนให้แห้งที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลาหนึ่งคืน และทำการเผาที่อุณหภูมิ $650^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

2.7.2 วิธีการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal method)[19]

หลักการ คือ การผสมสารตั้งต้นที่ประกอบด้วยโลหะซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารโลหะออกไซด์ (Metal oxide) สารแหล่งของฟอสฟอรัส ได้แก่ Na_2HPO_4 , H_3PO_4 , KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , $(NH_4)_2HPO_4$ และสารสุดท้ายคือน้ำ โดยผสมตามสัดส่วนโมลของสารขึ้นอยู่กับสารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ จากนั้นบรรจุในอุปกรณ์ที่ปิดสนิท และนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิที่เหมาะสมพร้อมกำหนดระยะเวลา เช่น การสังเคราะห์ $AlPO_4$ ที่มาจาก อะลูมิเนียมซยะ

2.7.3 วิธีการเตรียมแบบโซล-เจล (Sol-gel)[20]

กระบวนการเตรียมแบบโซล - เจล เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่ได้รับคามนิยมสูงเนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพสูงและนอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลง ประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตสารเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) ตัวดูดซับ (Adsorbent) แผ่นฟิล์มบาง (Thin film) การฉาบผิววัสดุ (Coating) เชื้อเพลิงนิวเคลียร์ (Nuclear fuel) แผ่นกรองและเส้นใยเซรามิกแก้วชนิดพิเศษ ผงขัดและวัสดุชีวภาพ (Biomaterial) ต่างๆ คำว่า “โซล - เจล” คือ เป็นเทอมที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆ มากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล โดยทั่วไปกระบวนการ “โซล - เจล” คือกระบวนการเปลี่ยนแปลงสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของอนุภาคคอลลอยด์ที่แขวนลอยอย่างคงตัวในของเหลว โดยที่โซลจะมีความหนาแน่นของของแข็งมากกว่าของของเหลวที่อยู่บริเวณรอบๆ อนุภาคของแข็งที่อยู่ในของเหลวที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอนไปเป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นก้อนมีความหนืดสูง เป็นอนุภาคของแข็งที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนเชื่อมต่อกันสามมิติ ซึ่งเรียกว่า “เจล” ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล - เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis, Water Condensation และ Alcohol condensation มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ ความเป็นกรดต่าง ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำกับโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัย

เหล่านี้ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติโครงสร้างต่างกัน ข้อดีของเทคนิค โซล - เจล คือ มีการรวมตัวกันของทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกัน สารประกอบที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง อนุภาคขนาดเล็กละเอียดมากอยู่ในช่วง 20 ถึง 50 นาโนเมตรส่งผลให้มีพื้นที่ผิวมาก การเผาผลึกเพื่อให้เกิดการจับตัวแน่นทำที่อุณหภูมิสูง

2.7.4 วิธีการเตรียมแบบใช้สภาวะตัวกลาง (Media synthetic method)

การเตรียมแบบนี้ส่วนใหญ่จะใช้สารตั้งต้นผสมกันในตัวกลางที่ไม่ใช่น้ำแต่อาจจะเป็นสารประเภท แอลกอฮอล์ สารพอลิเมอร์หรือสารโปรตีน เป็นต้น เมื่อผสมแล้วทำให้เกิดตะกอนโดยใช้สภาวะอุณหภูมิหรือสภาวะความเป็นกรดหรือเบส ก็จะได้สารโลหะฟอสเฟตที่ต้องการ

2.7.5 วิธีการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วม (Co-precipitation method)[21]

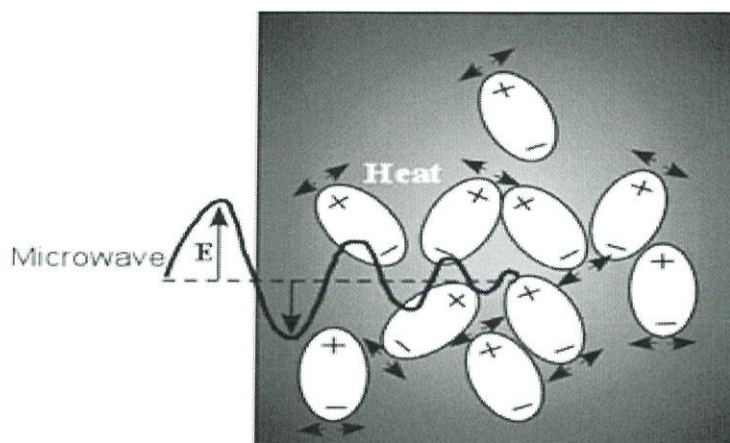
เทคนิคการเตรียมแบบการตกตะกอนร่วมคือกระบวนการที่จะนำสารโลหะมากกว่าสองชนิดเข้าไปอยู่ในตำแหน่งแลตทิซภายในโครงสร้างโลหะฟอสเฟตทำให้เกิดสารประกอบตัวใหม่ ที่เรียกว่าทวิโลหะฟอสเฟต (Binary metal phosphates) ซึ่งหลักการจะคล้ายกับวิธีการตกตะกอนแบบธรรมดา คือ เตรียมสารละลายโลหะสองชนิดแล้วนำไปผสมกับแหล่งของฟอสฟอรัส พร้อมกับปรับความเป็นกรดหรือเบสให้เหมาะสม เพื่อทำให้เกิดตะกอน เช่น การเตรียมตัวเร่ง $Ni/AlPO_4$ โดยทำให้ $AlPO_4$ gel ชุ่มด้วย นิกเกิลไฮดรอกไซด์ แล้วทำการเผา (Calcined) ที่อุณหภูมิ และเวลาที่เหมาะสม

2.7.6 วิธีการเตรียมโดยใช้โซลโวเทอร์มัล (Solvothermal method)

วิธีโซลโวเทอร์มัล คือการเตรียมสารโลหะฟอสเฟตโดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาในผลึกของสารอินทรีย์ และใช้ตัวทำละลายที่เป็นสารอินทรีย์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้สภาวะอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำ ใช้ความดันในการสังเคราะห์สูง ซึ่งปฏิกิริยานี้สามารถเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในภาคอุตสาหกรรม เนื่องจากการใช้ความดันสูงในการทดลองจึงจำเป็นต้องทำการสังเคราะห์ในหม้อความดันนิ่ง (Autoclave) ทำด้วยเหล็กกล้าที่มีความแข็งแรง ทนทานและสามารถทนอุณหภูมิได้สูงโดยปกติแล้วจะมีการบุผนังภายในของหม้อด้วยเทฟลอน (Teflon) อีกทีเพื่อลดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนของผนังหม้อความดันจากสารละลาย ซึ่งผลที่ได้มีความเป็นผลึกสูง มีรูปร่างเหมือนกันและมีการกระจายตัวใกล้เคียงกัน

2.7.7 วิธีการเตรียมโดยไมโครเวฟ (Microwave method)[22]

กระบวนการเตรียมโดยไมโครเวฟ เป็นกระบวนการที่จะทำให้ชิ้นงานนั้นร้อนขึ้นโดยใช้คลื่นไมโครเวฟที่มีความถี่สูง สอดคล้องกับภาพที่ 3.3 ซึ่งแสดงแบบจำลองการดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟแล้วเกิดเป็นความร้อนของวัสดุ ไดอิเล็กตริกโดยโมเลกุลไดโพลจะถูกบังคับให้หมุนภายใต้สนามไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาของคลื่นไมโครเวฟ การชนกันระหว่างโมเลกุลขณะหมุนทำให้เกิดแรงเสียดทานและเกิดเป็นความร้อนขึ้น เพื่อทำให้โมเลกุลของน้ำภายในชิ้นงานเกิดการสั่นสะเทือนและชนโมเลกุลอื่นต่อ จนเกิดเป็นพลังงานจลน์ ซึ่งพลังงานจลน์นี้จะกลายสภาพเป็นพลังงานความร้อน ทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว



ภาพที่ 2.3 แบบจำลองการดูดกลืนคลื่นไมโครเวฟแล้วเกิดเป็นความร้อนของวัสดุ[22]

คลื่นไมโครเวฟมีลักษณะเด่น 3 ประการคือ

1) การสะท้อนกลับ (Reflection) เมื่อคลื่นไมโครเวฟไปกระทบกับวัตถุที่เป็นโลหะ หรือมีส่วนผสมของโลหะคลื่นไม่สามารถทะลุผ่านวัตถุดังกล่าวได้ และจะเกิดการสะท้อนกลับหมดทำให้ไม่สามารถให้ความร้อนแก่วัตถุได้

2) การส่งผ่าน (Transmission) คลื่นไมโครเวฟสามารถทะลุผ่านภาชนะที่ทำด้วยแก้ว กระจก ไม้ เซรามิก และพลาสติกได้ เพราะวัตถุดังกล่าวไม่มีส่วนผสมของโลหะ จึงเหมาะสำหรับการใช้งานไมโครเวฟ

3) การดูดซึม (Absorption) ส่วนใหญ่วัตถุที่ต้องการให้ความร้อนจะประกอบด้วยโมเลกุลของน้ำ เมื่อโมเลกุลของน้ำดูดซึมคลื่นไมโครเวฟแล้วจะสลายตัวทันทีและไม่สะสมภายในของวัตถุ

2.8 การตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต

2.8.1 เครื่องวิเคราะห์ความเป็นผลึกของตัวดูดซับ โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)[23]

เป็นวิธีการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (nondestructive analysis) โดยจะให้ผลการวิเคราะห์เกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ และองค์ประกอบทางแร่ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) ซึ่งอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์และความรู้เกี่ยวกับระบบโครงสร้างผลึก (crystallography)

รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีค่าความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตรเมื่อรังสีเอ็กซ์เกิดอันตรกิริยากับสารจะทำให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การเปล่งแสง การดูดกลืนการกระเจิงแสงหรือการเลี้ยวเบน ซึ่งปรากฏการณ์เหล่านี้มีลักษณะเฉพาะที่ขึ้นอยู่กับสารตัวอย่างแต่ละชนิดเนื่องจากของแข็งที่ผลึกจะมีการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบในสามมิติและมีหลายชุดระนาบเมื่อรังสีเอ็กซ์มาตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่างๆ ด้วยมุมที่เหมาะสมจะทำให้พฤติกรรมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นกับ

ความเข้ม(Intensity, I) ของรังสีเอ็กซ์ขึ้นกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ (Current, i) ความต่างศักย์ (Voltage, V) และเลขอะตอมของธาตุที่เป็นเป้า (Z) ตัวแปรทั้งหมดมีความสัมพันธ์ตามสมการที่ 2.4

$$I = kiZV^2 \quad \text{สมการที่ 2.4}$$

ส่วนความถี่ของรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะจะเป็นฟังก์ชันกับเลขอะตอมตามกฎของมอสลีย์ (Moseley's Law)

$$U = k(z-1) \quad \text{สมการที่ 2.5}$$

เมื่อ k เป็นค่าคงที่

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แบ่งออกเป็นสองชนิดคือสำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (Powder X-ray Diffraction) และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single-Crystal X-ray Diffraction)

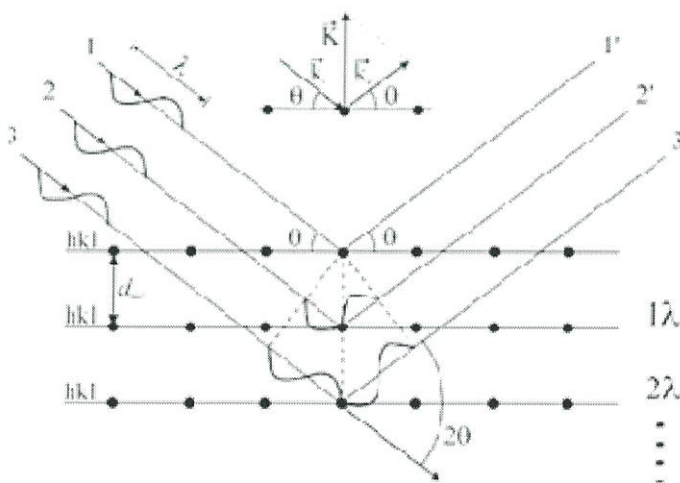
1) Powder X-ray Diffraction

ซึ่งสามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้ เนื่องจากการเกิดรังสีเอ็กซ์ Diffraction จะให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุสามารถบอกวิฤภาคเชิงผลึกของวัสดุได้ว่าเป็นผลึก หรืออสัณฐาน เทคนิคนี้มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์ เพราะสามารถบอกชนิดของสารที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยา รวมทั้งวิฤภาคของวัสดุได้

2) Single-Crystal X-ray Diffraction หรือ X-ray Crystallography

สามารถหาโครงสร้างของโมเลกุลได้ คือ สามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอม ความยาวพันธะมุม ระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้ เนื่องจากวัสดุตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้ต้องเป็นผลึกเดี่ยว ดังนั้น ขั้นตอนการตกผลึกจึงมีความสำคัญมากในการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์นั้นขนาดความยาว

คลื่นของรังสีเอ็กซ์อยู่ในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกของของแข็ง ซึ่งทำให้รังสีเอ็กซ์สามารถเกิดการเลี้ยวเบนได้ดังแสดงในภาพ 2.4



ภาพที่ 2.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี[23]

หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบบนผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอ็กซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของรังสีเอ็กซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของ อะตอม ซึ่งบางส่วนก็เกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือก็ผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม ดังแสดง ในรูปที่ 2.5 ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอม เท่าๆ กัน ลำรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน การเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน (reflection grating) ในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

- 1) รังสีที่ตกกระทบบ รังสีที่เลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
- 2) ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอม ควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ความสัมพันธ์

ระหว่างค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์กับระยะห่างระหว่างระนาบ ผลึกและมุมตกกระทบบ สามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's law) ดังสมการที่ 2.6

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad \text{สมการที่ 2.6}$$

โดย n คือ อันดับของการสะท้อน

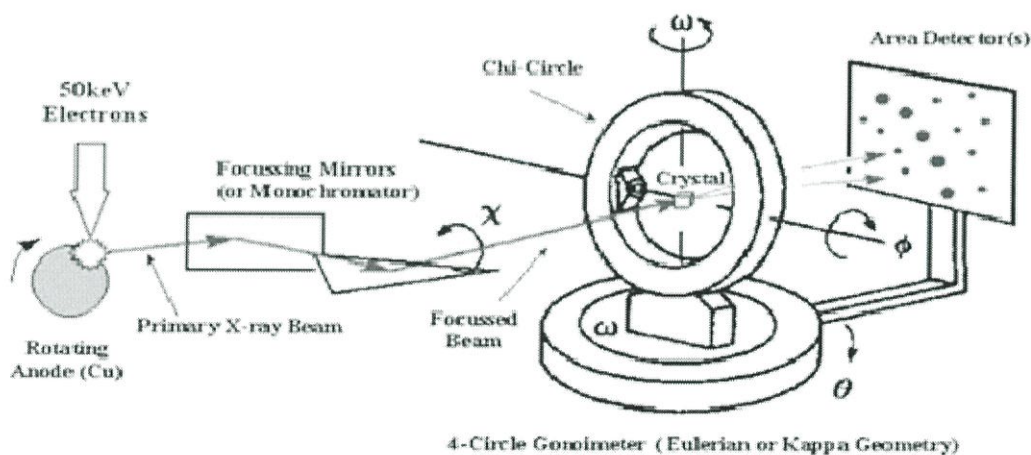
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

θ คือ มุมระหว่างรังสีตกกระทบบกับระนาบผลึก

โดยทั่วไปผลึกของวัสดุในธรรมชาติมีโครงสร้างที่แน่นอน ถ้ามองลึกเข้าไปถึงระดับอะตอมผลึกประกอบด้วยอะตอมและกลุ่มอะตอมที่จัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบมีมุมและระยะห่างระหว่างอะตอมที่แน่นอนและซ้ำกันในทุกทิศทางในการศึกษาโครงสร้างผลึกจะศึกษารูปแบบของโครงตาข่าย (lattice) ที่มีรูปทรงทางเรขาคณิตที่แน่นอน ซึ่งต้องอาศัยหลักความสมมาตรกัน ในการศึกษาผลึกแบรกก์อธิบายว่า ผลึกประกอบด้วยโครงตาข่ายที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมในลักษณะที่เป็นกลุ่ม ของระนาบที่ขนานกัน เมื่อรังสีของคลื่นตกกระทบบผลึกที่กลุ่มของระนาบที่ขนานกันภายในผลึก แต่ละระนาบสะท้อนรังสีตกกระทบบางส่วนออกมาในลักษณะคล้ายกับกระจกเงาแนวรังสีสะท้อน จะพบได้เมื่อรังสีสะท้อนจากกลุ่มระนาบที่ขนานกันแทรกสอดกันแบบเสริม ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น พลังงานรังสีเอ็กซ์ที่สะท้อนออกมามีค่าเท่ากับพลังงานรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบ เครื่องมือที่วัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ คือ เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) มีหลักการทำงานคือ เมื่อปล่อยกระแสเข้าไปยัง ขั้วแคโทด ซึ่งเป็นเส้นลวดให้ความร้อน เพื่อให้ไส้หลอดร้อนขึ้นหรือมีพลังงานสูงพอ ทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมาจากขั้วแคโทดและพุ่งเข้าชนแอนโนด ซึ่งเป็น โลหะที่นำความร้อนได้ดี (โลหะที่นิยมใช้เป็นขั้วแอนโนด คือ ทองแดง

และโมลิบดีนัม โดยหลอดที่ใช้ทองแดงจะเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่เหมาะสมกับผลึกขนาดเล็กหรือมีขนาดหน่วยเซลล์ใหญ่ ส่วนโมลิบดีนัมเหมาะ สำหรับผลึกขนาดใหญ่ หรือผลึกที่มีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ได้ดี) จึงทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออกมาเมื่ออิเล็กตรอนชั้นอื่น เข้าไปแทนที่ออร์บิทัลที่ว่าง แอโนดจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์ และความร้อน จะต้องมีน้ำหล่อเย็น โดยทั่วไปรังสีเอ็กซ์จะเกิดขึ้นโดยปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ของพลังงานที่คายออกมาทั้งหมด รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมามีทั้งรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะตัว (characteristic) ที่เป็น $K\alpha$ และ $K\beta$ จากนั้นจึงใช้แผ่นกรองแสงซึ่งเป็นตัวดูดกลืนความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการกำจัดเอาพีคของ $K\beta$ ออกไป เพื่อให้เหลือรังสีเอ็กซ์ที่มีการเลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดโดยดีเทคเตอร์ (detector) ซึ่งสามารถวัดรังสีกระเจิงได้ ณ มุมต่างๆ ทำให้หาค่า 2θ ได้ ข้อมูลที่บันทึกผลออกมา แสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความเข้ม (intensity) และค่า มุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันไป โดยสามารถทำการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้ โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูล มาตรฐานที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)



ภาพที่ 2.5 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง XRD (X-ray diffractometer)[23]

2.8.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)[24]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนหรือที่เรียกกันย่อๆว่า SEM ซึ่งจะใช้แหล่งภาพจากอิเล็กตรอนซึ่งจะแตกต่างจากกล้องไมโครสโคปแบบแสง (Light microscopes, LM) อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกผลิตมาจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) ในกล้องอิเล็กตรอนแบบสแกน ซึ่งตัวสารจะถูกสแกนในลักษณะสัญญาณด้วยลำแสงอิเล็กตรอนมีประโยชน์ในการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) หรือโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) กล้องอิเล็กตรอนแบบสแกนจะใช้ดูรายละเอียดของพื้นผิวหรือชิ้นส่วนที่เล็กมากๆบนผิวของวัตถุ หรือวัตถุโดยรวมทั้งหมดโดยทางชีววิทยาเคมีและทาง

ฟิสิกส์จะใช้เทคนิคนี้ในการตรวจสอบดู โครงสร้างที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตรได้ ซึ่งใช้ในการศึกษา ส่วนต่างของเซลล์ศึกษาศาสตร์ พันธุกรรมและการสังเคราะห์พอลิเมอร์ ซึ่งการเคลือบบนไมโครชิพของสารตัวอย่างซึ่งมีกำลังขยายมากกว่า 3,000 เท่า จนถึงมากกว่า 100,000 เท่าโดยการแจกแจงรายละเอียดของภาพมีความเป็นไปได้ถึงประมาณ 2 นาโนเมตร นอกจากนี้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดนี้ ประกอบไปด้วย ชุดอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่สามารถดัดแปลงต่อเติมอุปกรณ์เสริมชนิดอื่นๆ เช่น ระบบคอมพิวเตอร์หรือชุดหัวโพรบรังสีเอกซ์เป็นต้น เพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพของการแสดงผล ในรูปแบบต่างๆซึ่งสัญญาณที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบสแกนจะเกิดจากการใช้ตัวตรวจจับ พวกอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron detector) คอยตรวจจับสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดขึ้นจากผิวของสาร ตัวอย่างมีอันตรกิริยากับลำอิเล็กตรอนที่ยิงเข้าไป

1) ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มีดังนี้

- ก. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron gun)
- ข. เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอน (electron magnetic lens) และขดลวดควบคุมการเคลื่อนของลำแสงอิเล็กตรอน (scan coil)
- ค. ช่องตัวอย่าง (specimen chamber)
- ง. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (collector and scintillator)
- จ. อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (imaging photographic devices)

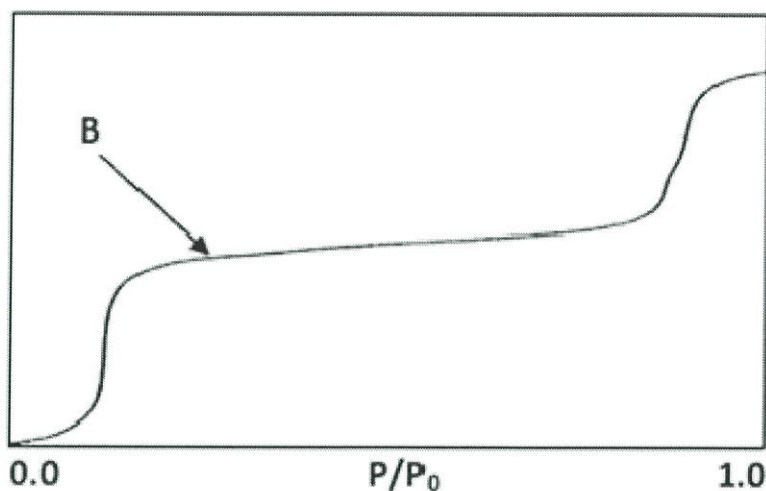
2) หลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน การกำเนิดของภาพโดย SEM นี้ กลุ่มอิเล็กตรอน (Primary electron) ปฐมภูมิ (Electron gun) ที่เกิดจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนถูกรวบรวมโดยระบบเลนส์สนามแม่เหล็กไฟฟ้าให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ เป็นรูปทรงกระบอกมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 5–50 nm ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron beam หรือ electron probe) นี้ จะถูกกำหนดให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง พร้อมกับถูกผลักให้เคลื่อนไปบนผิวของ ตัวอย่างโดยขดลวดควบคุมการเคลื่อนของลำแสงอิเล็กตรอน ขณะที่ลำแสงอิเล็กตรอนกระทบผิวของตัวอย่างก็จะเกิดสัญญาณออกมาหลายรูปแบบ และสัญญาณเหล่านั้นสามารถจับไว้หรือรวมไว้แล้ว เปลี่ยนแปลงให้เป็นภาพซึ่งถ่ายไว้ได้ เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบตัวอย่างเกิดปฏิกิริยา ระหว่างอิเล็กตรอนกับผิวตัวอย่างทำให้มีอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ซึ่งมีพลังงานต่ำหนีออกมาจากชั้นบางของพื้นผิว (ไม่เกิน 5 nm) อิเล็กตรอนประเภทนี้บางประจําอาจหนีออกมาไม่ได้เพราะถูกดูดกลับเข้าชั้นในตัวอย่าง (ส่วนที่ลึกเกิน 5 nm) ก็สูญหายไปเป็นที่สุด ประจําอิเล็กตรอนบริเวณชั้นบนของผิวตัวอย่างที่หลุดออกมาจะถูกจับและรวมเป็นสัญญาณ โดยอุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ ซึ่งสัญญาณนี้จะเปลี่ยนไปเป็นโปรตอนไปเป็นอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนชุดหลังจะถูกขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้า โดยตัวขยายสัญญาณ (amplifier) ให้มีจำนวนเพิ่มขึ้น

อย่างมากมาย ในที่สุดสัญญาณไฟฟ้าเหล่านั้นจะถูกแปรไปเป็นภาพขาวดำที่ปรากฏบนจอโทรทัศน์ หรือ จอภาพหลอดรังสี

แคโทด (cathode ray tube, CRT) พร้อมทั้งจะบันทึกภาพ ซึ่งเกิดจากความแตกต่างระหว่างความสว่าง (ขาว) กับความมืด (ดำ) บนจอภาพ ด้วยกล้องถ่ายภาพ ภาพที่ปรากฏบนจอภาพ CRT เป็นภาพขยายของ บริเวณ สีเหลืองจตุรัสของพื้นผิวที่ลำแสงอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ด้านในช่วงเวลานั้น การที่จะเพิ่ม หรือลด กำลังขยายของภาพจำต้องควบคุมเนื้อที่ที่ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิส่องกราดไป บริเวณจตุรัสขนาดเล็ก ภาพที่ปรากฏจะเป็นภาพขยายขนาดใหญ่หรือในทางกลับกัน หากกำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ใน บริเวณที่กว้างใหญ่ภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็เป็นภาพที่มีกำลังขยายต่ำกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องกราดไปบนผิวของวัตถุตัวอย่าง แล้วจะปรากฏเป็นภาพขยายมองเห็น ได้ด้วยตาเปล่า หรืออาจบันทึกภาพด้วยแผ่นฟิล์ม ลักษณะพิเศษของ SEM ให้คุณสมบัติกำลังขยายและ รายละเอียดสูง ให้ภาพที่มีความลึกหรือมองเห็นเป็นภาพ 3 มิติกล้องชนิดนี้ส่วนใหญ่ประกอบด้วยอุปกรณ์ อิเล็กทรอนิกส์ (electronics) ซึ่งเปิดโอกาสให้ผู้ใช้ได้มีโอกาส ดัดแปลงโดยต่อเติมอุปกรณ์อื่นๆ เพื่อให้มีการ แสดงผลในรูปแบบต่างๆ เช่น วิเคราะห์ธาตุ (element analysis) การคำนวณหามวลและปริมาตร เป็นต้น ส่วนการเคลือบ หรือฉาบผิวตัวอย่างนิยมใช้สารตัวนำไฟฟ้า จำพวกโลหะหนักที่มีโมเลกุลขนาดเล็ก เช่น คาร์บอน ทอง และโลหะผสมทองพัลลาเดียม เป็นต้น โดยจุดประสงค์เพื่อเพิ่มสมบัติในการนำไฟฟ้าให้กับสารตัวอย่าง ทั้งนี้มีหลักการเบื้องต้นของการฉาบผิว คือ ต้องกระทำภายใต้ภาวะสุญญากาศ และให้ กระแสไฟฟ้าที่เหมาะสม เพื่อให้โลหะหนักเปลี่ยนสภาพ จากแท่งโลหะมาเป็นโมเลกุล และตกลงบนผิว ตัวอย่างในอัตราส่วนเดียวกัน ทำให้โลหะฉาบผิวตัวอย่างได้เป็นเนื้อเดียวกัน

2.8.3 การวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุนโดยวิธีบีอีที (BET)[25]

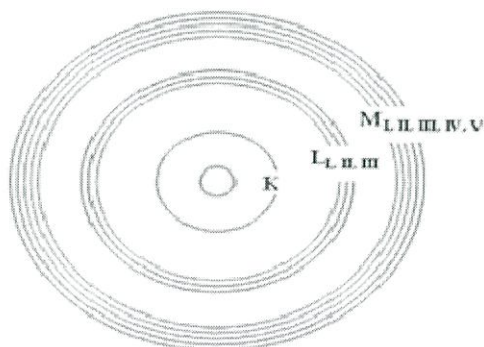
พื้นที่ผิว (Surface Area) ของสารเป็นสมบัติทางกายภาพที่มีความสำคัญต่อการนำไปใช้ ประกอบการพิจารณา เพื่อนำสารนั้นไปพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆที่มีคุณภาพตามที่ต้องการ หรือตาม ที่มาตรฐานกำหนด การวัดพื้นที่ผิวภายในวัสดุที่มีความพรุนทำได้โดย การศึกษาการดูดซับของ แก๊สไนโตรเจนหรือแก๊สอื่นที่มีขนาดเล็ก เช่น อาร์กอน โดยใช้ ประโยชน์จากไอโซเทอม ของการดูดซับทางกายภาพ หรือวิธีบีอีที (BET ย่อมาจากBrunauer-Emmett-Teller Method) ที่อุณหภูมิของแก๊สเหลว (ในที่นี้เป็ นอุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวหรืออาร์กอนเหลว) ซึ่งขึ้นอยู่กับ การดูดซับ โดยจะหาจำนวนโมเลกุลที่ใช้เพื่อ เกิดการดูดซับแบบชั้นเดียว ซึ่งจะทำให้สามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวภายในได้ การดูดซับของ N_2 ดังภาพ จะ เกิดได้เร็วในช่วงแรกโดยจะเพิ่มตามความดัน จนกระทั่งถึงจุดเปลี่ยนแปลง (ตำแหน่ง B) ซึ่งเส้นกราฟจะราบ แสดงถึงปรากฏการณ์ที่ การดูดซับบนพื้นผิวแบบชั้นเดียว จะเกิดการควบแน่นของไนโตรเจนในรูพรุน ทำให้ปริมาตรของ การดูดซับเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว



ภาพที่ 2.6 กราฟการวัดพื้นที่ผิวโดยวิธีการดูดซับของแก๊สด้วยป้อนที่[25]

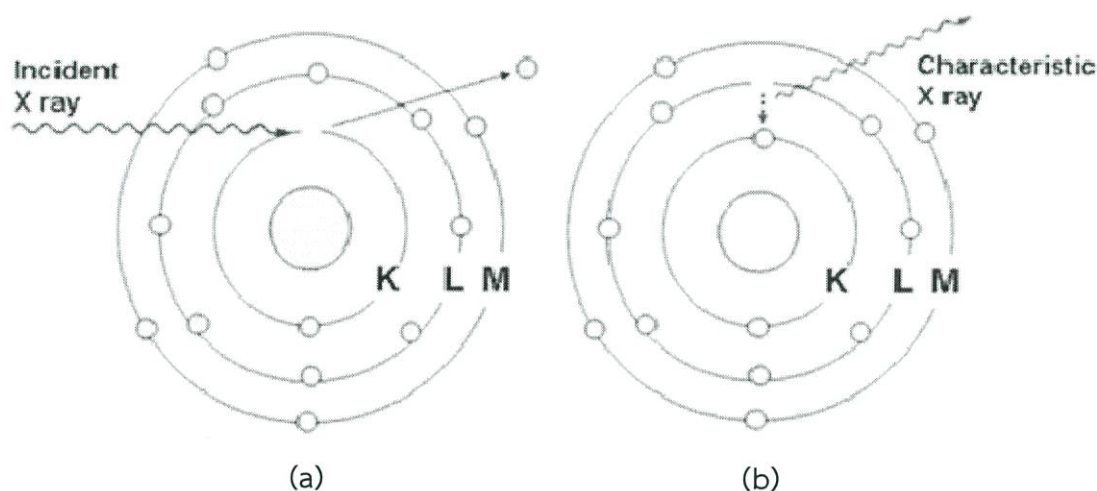
2.8.4 ตรวจสอบหาปริมาณธาตุองค์ประกอบของตัวดูดซับโดยอาศัยการวัดปริมาณรังสีเอ็กซ์ที่ปลดปล่อย (XRF)[26]

เอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ชนิดของธาตุและปริมาณธาตุในสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการที่อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอม เปลี่ยนระดับชั้นที่มีพลังงานสูง ไปยังชั้นที่มีพลังงานต่ำกว่า และคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานจำเพาะ (characteristic X-ray) ของแต่ละธาตุอิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอม แบ่งเป็นชั้น (shells) โดยชั้นในสุด ได้แก่ ชั้น K มีระดับพลังงาน (energy level) ต่ำสุด ถัดออกมา ได้แก่ ชั้น L, M, N, ... ซึ่งจะมีระดับพลังงานสูงขึ้นตามลำดับ นอกจากอิเล็กตรอนในชั้น K ที่มีระดับพลังงานเดียวแล้ว อิเล็กตรอนในชั้นอื่นยัง แบ่งเป็นชั้นย่อย ได้แก่ LI, LII, LIII และ MI, MII, MIII, MIV, MV ซึ่งอะตอมของธาตุแต่ละชนิด จะมีความแตกต่างของพลังงานของอิเล็กตรอนในแต่ละชั้นไม่เท่ากัน



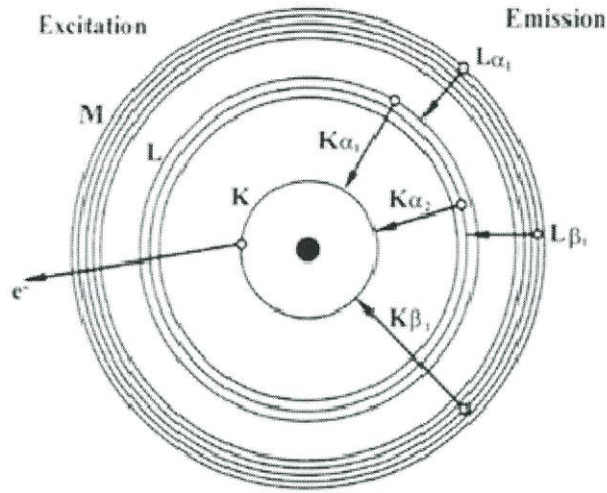
ภาพที่ 2.7 อิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอมแบ่งเป็นชั้น[26]

อิเล็กตรอนในแต่ละชั้นของวงโคจร มีพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ที่ได้รับจาก นิวเคลียสแตกต่างกัน อิเล็กตรอนวงในที่อยู่ใกล้นิวเคลียส จะได้รับพลังงานยึดเหนี่ยวมากกว่า อิเล็กตรอนวงนอก และธาตุที่มีเลขอะตอม (Z) สูงขึ้นจะมีพลังงานยึดเหนี่ยวต่ออิเล็กตรอนมากขึ้น เมื่อยิงรังสีเอ็กซ์ รังสีแกมมา อิเล็กตรอน หรือโปรตอนไปยังอะตอมของธาตุจะชนกับอิเล็กตรอนในวงโคจร และทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกไปจากอะตอม ทำให้ตำแหน่งนั้นว่าง อิเล็กตรอนในชั้นที่มีพลังงานสูงกว่าจะเข้ามาแทนที่ เช่น จากชั้น L ไปชั้น K จากชั้น M ไปชั้น K หรือจากชั้น M ไปชั้น L โดยคายพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานจำเพาะ (characteristic X-ray) ของแต่ละธาตุ



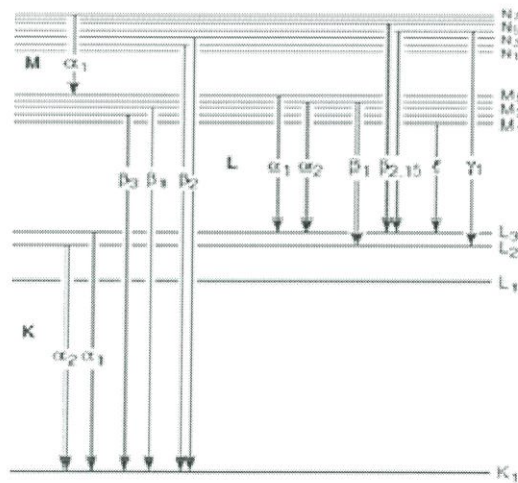
ภาพที่ 2.8 (a) รังสีเอ็กซ์พลังงานสูงทำให้อิเล็กตรอนในชั้น K หลุดออกไปจากวงโคจร (b) อิเล็กตรอนในชั้นที่ M ที่มีพลังงานสูงกว่าลงมาแทนที่โดยคายรังสีเอ็กซ์ที่มีพลังงานจำเพาะออกมา[26]

รังสีเอ็กซ์จำเพาะ (characteristic X-ray) ที่เกิดจากอิเล็กตรอนในชั้นที่สูงกว่าลงไป แทนที่ว่างในชั้น K เรียกว่า K radiation หรือ K X-ray และเรียกว่า L radiation หรือ L X-ray ถ้าเป็นรังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากอิเล็กตรอน ลงไปแทนที่ว่างในชั้น L โดยส่วนใหญ่อิเล็กตรอนที่หลุดออกไปจากวงโคจรจะเป็นอิเล็กตรอนในชั้น K ทำให้รังสีเอ็กซ์จำเพาะที่คายออกมามีความเข้มของ K X-ray มากกว่า L X-ray รังสีเอ็กซ์จำเพาะจากอิเล็กตรอนในชั้นที่สูงกว่าหนึ่งระดับจะกำกับด้วยเครื่องหมาย α เช่น อิเล็กตรอนจากชั้น L ไป K = $K\alpha$ หรือ อิเล็กตรอนจากชั้น M ไป L = $L\alpha$



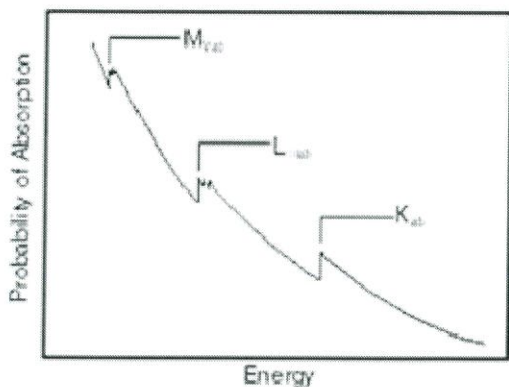
ภาพที่ 2.9 สัญลักษณ์ของรังสีเอ็กซ์จำเพาะจากการเปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอน[26]

รังสีเอ็กซ์จำเพาะจากอิเล็กตรอนในชั้นย่อยของแต่ละระดับที่ลงไปแทนที่ว่างจะกำกับเพิ่มเติมด้วยหมายเลข เช่น อิเล็กตรอนจากชั้นย่อยของ LIII ไป K = $K\alpha_1$ และ LII ไป K = $K\alpha_2$ หรือ MV ไป LIII = $L\alpha_1$ และ MIV ไป LIII = $K\alpha_2$ นอกจากนั้น รังสีเอ็กซ์จากอิเล็กตรอนจาก ชั้นอื่นที่ลงมาแทนที่ จะมีเครื่องหมายและหมายเลขกำกับแตกต่างกัน เช่น $K\beta_1$, $K\beta_2$, $L\beta_1$, $L\beta_2$, $L\gamma_1$, $L\gamma_2$ ดังภาพที่ 2.10

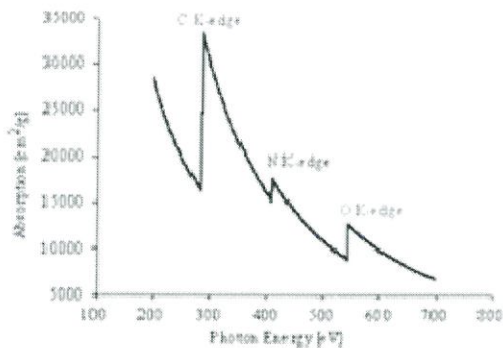


ภาพที่ 2.10 สัญลักษณ์ของรังสีเอ็กซ์จำเพาะจากการเปลี่ยนชั้นของอิเล็กตรอน[26]

รังสีที่ทำให้อิเล็กตรอนหลุดจากอะตอม จะต้องมีความสูงกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของ อิเล็กตรอน หรือ แอ็บซอร์บชันเอ็ดจ์ (absorption edge) โดยจะมีสัมประสิทธิ์ในการ เกิดปฏิกิริยาสูงสุดเมื่อมีพลังงาน ใกล้กับ absorption edge และจะมีค่าลดลงเมื่อรังสีที่เข้าทำ ปฏิกิริยามีพลังงานสูงขึ้น โดยมีค่าแตกต่างกัน สำหรับอิเล็กตรอนแต่ละชั้นและแตกต่างกันใน แต่ละธาตุ ดังภาพที่ 2.11



(a)



(b)

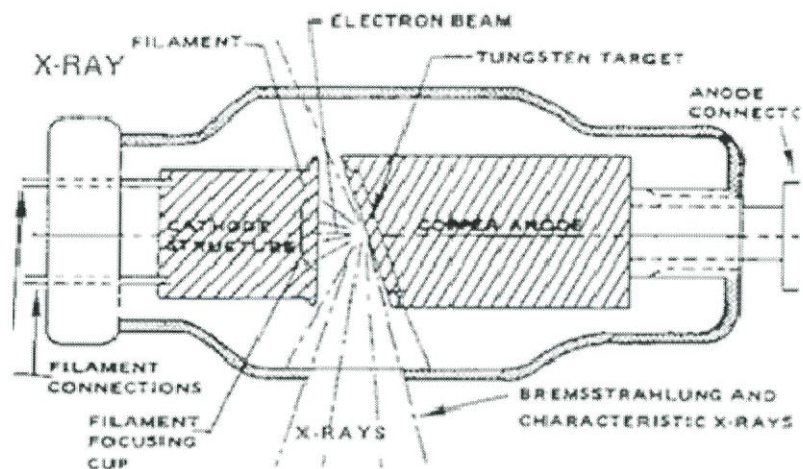
ภาพที่ 2.11 (a) แอ็บซอร์บชันเอ็ดจ์ของอิเล็กตรอนในชั้น K, L, M และ (b) แอ็บซอร์บชันเอ็ดจ์ของคาร์บอน ไนโตรเจนและออกซิเจน[26]

การหาชนิดของธาตุ สามารถทำได้โดยการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์จำเพาะ ขณะที่การหาปริมาณธาตุ สามารถทำได้โดยการวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่คายออกมา การวิเคราะห์โดยวิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์โดยทั่วไป จะทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากอะตอม โดยใช้รังสีเอกซ์พลังงานสูงจากหลอดรังสีเอกซ์ (X-ray tube) หรือไอโซโทปรังสี (radioisotope) ที่ให้รังสีเอกซ์ หลอดรังสีเอกซ์ประกอบด้วยไส้หลอด (filament) ที่เป็นแคโทด (cathode) หรือขั้วลบ และแอโนด (anode) หรือขั้วบวกที่มีความต่างศักย์สูง (high voltage) ทำด้วยโลหะที่มีเลขอะตอมสูงและทนความร้อนได้ดี เช่น W, Mo หรือ Rh เมื่อป้อนไฟฟ้าเข้าไป จะทำให้เกิดความร้อนที่แคโทดและมีอิเล็กตรอนหลุดออกมา ความต่างศักย์จะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้าชนแอโนดที่เป็นเป้า (target) และปล่อยรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องหรือเบรมสตราห์ลุง (Bremsstrahlung) ออกมาโดยมีความเข้ม (I) แปรผันตามกระแสไฟฟ้า (i) ศักย์ไฟฟ้า (V) และ เลขอะตอม (Z) ของธาตุที่ใช้ทำแอโนด ตามสมการที่ 2.7

$$I = kiZV^2$$

สมการที่ 2.7

โดย k เป็นค่าคงที่



ภาพที่ 2.12 ส่วนประกอบของหลอดรังสีเอ็กซ์[26]

ไอโซโทปรังสีที่ใช้ในงานเอ็กซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์เป็นไอโซโทปที่ให้รังสีเอ็กซ์ ได้แก่ Fe- 55, Cd- 109, Am-241 และ Pu-238 ซึ่งมีลักษณะเป็นวงแหวนหรือบรรจุอยู่ในตลับที่มีช่องเปิด ดังภาพที่ 2.12 โดยมีคุณสมบัติ ดังตารางที่ 2.3

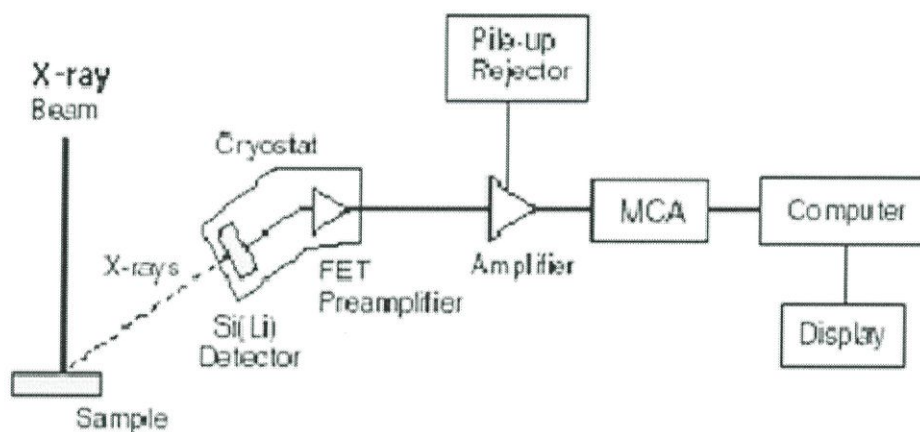
ตารางที่ 2.3 ตั๊กกำเนิดรังสีเอ็กซ์แบบไอโซโทปรังสี[26]

Isotope	T1/2	Decay mode	x-ray emission
Fe-55	2.7 year	Electron capture	5.9 keV
Cd-109	453 day	Electron capture	22.1, 887 keV
Am-241	458 year	Alpha emission	59.57, 26.4 keV
Pu-238	86.4 year	Alpha emission	12-17 keV



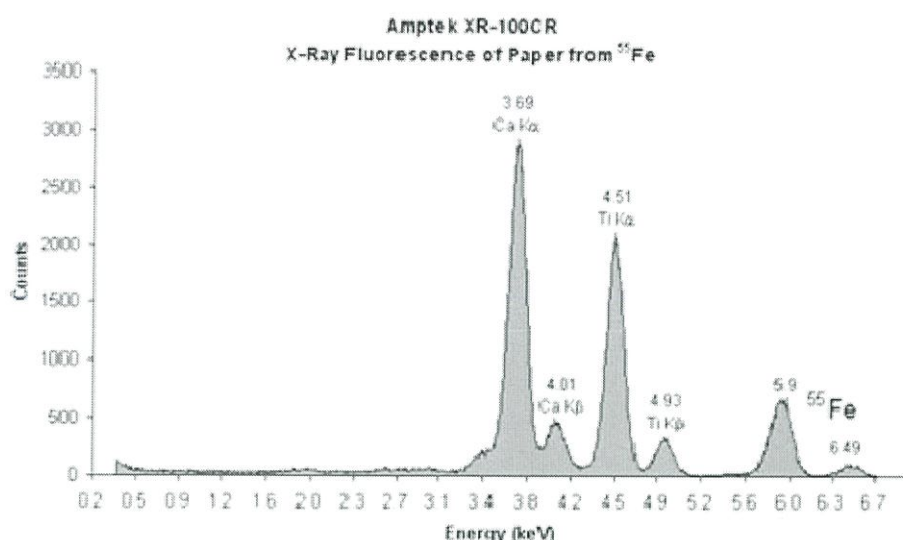
ภาพที่ 2.13 ตั๊กกำเนิดรังสีเอ็กซ์แบบไอโซโทปรังสี[26]

รังสีเอ็กซ์ที่ให้ออกมาจากแต่ละธาตุในตัวอย่าง สามารถวิเคราะห์พลังงานของรังสีเพื่อหาชนิดของธาตุ และวิเคราะห์ความเข้มของรังสีเพื่อหาปริมาณธาตุได้โดยใช้หัววัดรังสีเอ็กซ์แบบก๊าซ (gas ionization chamber) ชนิด proportional counter หัววัดรังสีแบบเปล่งแสง (scintillation counter) หรือหัววัดรังสีแบบสารกึ่งตัวนำ ซึ่งโดยทั่วไปจะใช้หัววัดชนิดซิลิกอน (ลิเทียม): Si(Li) หรือเจอร์มาเนียมบริสุทธิ์สูง : HPGe อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดรังสีเอ็กซ์ โดยทั่วไป ประกอบด้วยหัววัดรังสี (detector) ส่วนสร้างสัญญาณ (preamplifier) ส่วนขยาย สัญญาณ (amplifier) ส่วนวิเคราะห์สัญญาณ (multichannel analyzer) หรือ MCA ประกอบ กับคอมพิวเตอร์ที่มีโปรแกรมประมวลผลและแสดงผลการวิเคราะห์ ดังภาพที่ 2.14

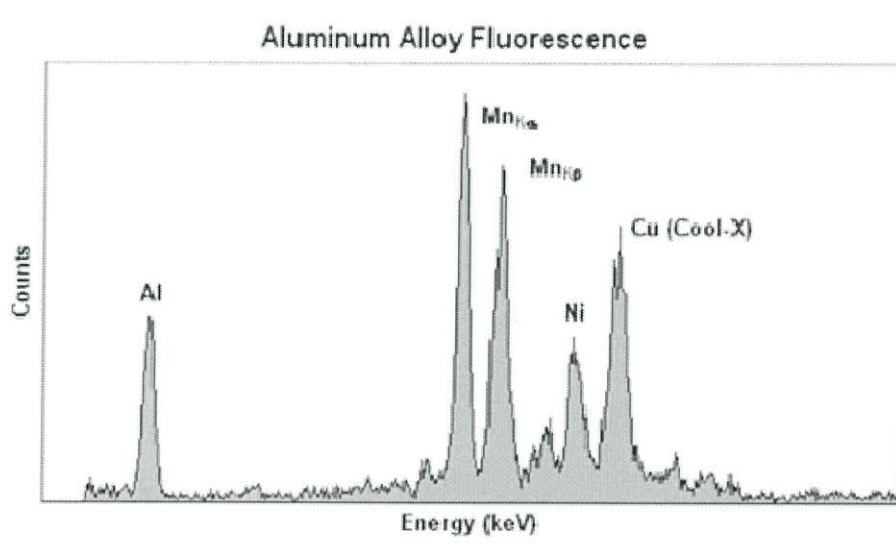


ภาพที่ 2.14 การจัดต่อประกอบอุปกรณ์การวิเคราะห์โดยเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์[26]

รังสีเอ็กซ์พลังงานสูงจากต้นกำเนิดรังสีเอ็กซ์แบบไอโซโทปหรือหลอดรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบตัวอย่าง จะทำให้ธาตุที่อยู่ภายในตัวอย่างปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์จำเพาะของแต่ละธาตุออกมา ซึ่งแสดงผลการวัดเป็นแถบพลังงานหรือสเปกตรัมของรังสีเอ็กซ์ ดังภาพที่ 2.15 และภาพที่ 2.16 ตำแหน่งที่แสดงผลการวัดรังสีเอ็กซ์ของแต่ละธาตุ เรียกว่า โฟโตพีค (photopeak) ซึ่งมีพื้นที่ของพีค (peak area) เป็นค่านับวัด (count) ของรังสีเอ็กซ์ ที่มีค่าแปรผันตามปริมาณธาตุในตัวอย่าง



ภาพที่ 2.15 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จำเพาะของธาตุในตัวอย่างกระดาษ[26]



ภาพที่ 2.16 สเปกตรัมรังสีเอ็กซ์จำเพาะของธาตุในโลหะผสมอลูมิเนียม[26]

2.8.5 เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared, FT-IR)[27]

เครื่องตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด เป็นหนึ่งในเทคนิคทางด้าน Infrared Spectroscopic ที่มีประสิทธิภาพในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์สารอนินทรีย์และพันธะเคมีในโมเลกุลรวมถึงสามารถบอกปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารผสมตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิดซึ่งเทคนิค FT-IR นี้มีความไวสูงใช้ระยะเวลาในการตรวจสอบน้อยกว่าเทคนิคอื่นๆโดยการวัดการดูดกลืนรังสีที่อยู่ในช่วงอินฟราเรดที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น (Wave number) ประมาณ $12800-10\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้ง ของแข็ง ของเหลว และก๊าซ รังสีอินฟราเรด (Infrared radiation) เป็นรังสีคลื่นแม่

เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้รังสีอินฟราเรดอยู่ระหว่างช่วง Visible radiation กับ Microwave radiation โดย ช่วงของรังสีอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่

1) อินฟราเรดย่านใกล้(Near Infrared) มีเลขคลื่นอยู่ในช่วง $12800-4000\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งใน แถบการดูดกลืนแสงของโมเลกุลในย่านนี้ส่วนใหญ่เกิดจากโอเวอร์โทน (Overtone)

ข้อดีในการวิเคราะห์สเปกตรัมของพอลิเมอร์ในช่วง Near IR คือ

ก.การหาปริมาณหมู่ฟังก์ชัน บางชนิดในโมเลกุลสารอินทรีย์ เช่น หมู่เมธิลีนที่อยู่ปลาย (Terminal methylene) หมู่มีธไรน์ (Methyne) หมู่เอมีน (NH) และหมู่ไฮดรอกซิล (OH)

ข.การวิเคราะห์พันธะไฮโดรเจน

ค.การศึกษาแรงกระทำระหว่างตัวทำละลายกับตัวถูกละลาย

2) อินฟราเรดย่านกลาง (Middle infrared) มีเลขคลื่นอยู่ในช่วง $4000-200\text{ cm}^{-1}$ ใช้ศึกษาคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ในช่วงนี้จะแบ่งเป็นช่วงกลุ่มความถี่ที่ให้ข้อมูล เกี่ยวกับ โครงสร้างของโมเลกุล

3) อินฟราเรดย่านไกล (Far infrared) มีเลขคลื่นอยู่ในช่วง $200-10\text{ cm}^{-1}$ จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับการหมุนของโมเลกุลเนื่องจากพลังงานที่เกี่ยวข้องกับการทรานสิชันที่มีระดับพลังงานค่อนข้างต่ำ เมื่อพิจารณาโมเลกุลของสารโดยทั่วไปจะประกอบด้วยอะตอมที่ยึดเกาะกันด้วยพันธะ เคมีเมื่อโมเลกุลได้รับรังสีอินฟราเรดที่มีความถี่ตรงกับการสั่นของโมเลกุลแล้วจะทำให้เกิดการ เปลี่ยนแปลง ไดโพลโมเมนต์ทำให้โมเลกุลนั้นสามารถดูดกลืนรังสีอินฟราเรดได้โดยการสั่นของ โมเลกุล แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ การยืดหด (Stretching) การโค้งงอ (Bending หรือ Deformation)

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อบันทึก IR spectrum

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อบันทึก IR spectrum มีหลายวิธี ขึ้นอยู่กับสถานะของ สารอินทรีย์และความเหมาะสม

1) สารตัวอย่างที่เป็นแก๊ส

แก๊สจะถูกบรรจุลงในแก๊สเซลล์ โดยก่อนบรรจุจะต้องดูดอากาศออกจากแก๊สเซลล์ก่อน แล้วจึงปล่อยให้แก๊สที่ต้องการบันทึกเข้าไปในเซลล์หน้าต่างของแก๊สเซลล์ทำด้วยผลึกที่ให้รังสี อินฟราเรดผ่านได้ ซึ่งอาจทำได้ด้วย Sodium chloride, Potassium bromide, Cesium iodide, Fused silica, Calcium fluoride หรือ Thallium bromide- iodide ความหนาของแก๊สเซลล์ แบบมาตรฐานทั่วไปคือ 10 เซนติเมตร

2) สารตัวอย่างที่เป็นของเหลว

ใส่ตัวอย่างในเซลล์ที่มีความหนาของเซลล์ตามต้องการหากต้องใช้ตัวทำละลายต้องเลือกให้เหมาะสม เพื่อป้องกันการละลายของเซลล์โดยทั่วไปมักใช้ตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว

3) สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง

ก.เทคนิคมัลล์ (Mull Technique) ใช้สำหรับตัวอย่างของแข็งโดยทำให้เป็น Suspension ในน้ำมันที่เรียกว่า Nujol

ข.วิธีการอัดเม็ด (Pellet Method) อัดของแข็งตัวอย่างในเกลือบางชนิดเช่น KBr ด้วยความดันสูง

ค.เทคนิคฟิล์ม (Film techniques) ละลายตัวอย่างของแข็งในตัวทำละลายที่เหมาะสมและทำให้เป็นแผ่นบาง

ง.วิธีละลายตัวอย่างของแข็ง (Solution Methods) ละลายตัวอย่างของแข็งในตัวทำละลายที่เหมาะสม

เครื่องมืออินฟราเรด (IR instrument)

องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องมืออินฟราเรดสเปกโตรสโคปีในแบบดิสเพอร์ซีฟ (Dispersive infrared spectroscopy) ซึ่งเป็นแบบดั้งเดิม จะประกอบไปด้วยส่วนต่างๆที่สำคัญดังนี้

- 1) แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
- 2) เซลล์บรรจุสาร (Sample cell)
- 3) โมโนโครมาเตอร์ (Monochromator)
- 4) อุปกรณ์วัดสัญญาณ (Detector)
- 5) ตัวขยายสัญญาณ (Amplifier)
- 6) เครื่องบันทึกข้อมูล (Recorder)

เครื่องอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์แบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ

- 1) เครื่องอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้ระบบกระจายแสง (Dispersive infrared spectrophotometer) ซึ่งมีแบบลำแสงเดี่ยว และลำแสงคู่
- 2) เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer) เป็นเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีที่ใช้อินเตอร์เฟอโรมิเตอร์ (Michelson Interferometer) ในการทำหน้าที่แยกแสงที่ผ่านออกจากเซลล์บรรจุสารตัวอย่างออกเป็นความยาวคลื่นต่างๆ (แทนที่การใช้วิธีธรรมดาในกรณีของเครื่องมืออินฟราเรดแบบดิสเพอร์ซีฟหรือ แบบลำแสงคู่)

ข้อดี-ข้อจำกัด

FT-IR ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและมีความไวสูง (โดยส่วนใหญ่จะใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 1-5 นาที) โดยมีอัตราส่วนของสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (Signal-to-noise; S/N) ต่ำ

อัตรา S/N จะแปรผันกับรากที่สองของปริมาณสัญญาณที่ตรวจวัดได้ทั้งหมด ความไวของเครื่องตรวจวัดสามารถเพิ่มขึ้นได้ด้วยการเพิ่ม S/N ร่วมกับการเพิ่มจำนวนรอบของสแกน มีการใช้ Circular optical aperture แทนที่ Entrance slit ทำให้ลำรังสีมีขนาดมากกว่าแบบ Dispersive ถึง 75-100 เท่ามีกำลังแสงสูงขึ้น เหมาะสำหรับตัวอย่างหรือเทคนิคบางเทคนิคที่มี ข้อจำกัดของกำลังแสง นอกจากนี้ FT-IR ยังให้ประสิทธิภาพในการแยกสสารรวมทั้งมีความถูกต้อง ไม่ต่ำกว่า 0.01 cm^{-1} มี กลไกการทำงานที่ง่ายแต่ FT-IR มีข้อจำกัดในการเตรียมตัวอย่างบาง เทคนิคที่ต้องใช้สารละลายที่ยินยอมให้รังสีทะลุผ่านและตัวอย่างจะต้อง Active ในช่วง อินฟราเรด นอกจากนี้เครื่องมือที่ใช้มีราคาค่อนข้างสูงและมีค่าใช้จ่ายในการบำรุงรักษาสูง

2.9 การตรวจสอบเอกลักษณ์และเครื่องมือที่ใช้ทดสอบการดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต (Aluminium Phosphate)[28-30]

2.9.1 เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยวิธี Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

AAS เป็นเทคนิคที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในการวิเคราะห์ เพราะเป็นวิธีที่สะดวกและรวดเร็วกว่าวิธีอื่น โดยให้ความถูกต้อง ความแม่นยำ มีความไวสูง และมีความจำเพาะเจาะจงต่อการวิเคราะห์ธาตุนั้นๆ ใช้ได้ทั้งการวิเคราะห์เชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ

1) เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์มีหลายวิธีคือ

- ก. ใช้ Flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สาร ตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (flame) ที่เหมาะสม
- ข. ใช้ Flameless Technique หรือ Non-flame Atomization Technique เทคนิคนี้ใช้กระบวนการทำให้สารตัวอย่างสลายตัวเป็นอะตอมได้ด้วยความร้อนจาก กระแสไฟฟ้า (electrothermal atomizer หรือ graphite furnace) โดยสามารถตั้ง โปรแกรมให้อุณหภูมิของการเผามีค่าต่างๆ กัน และใช้เวลาต่างๆ กันได้

ค. ใช้ Hydride Generation Technique เนื่องจากมีธาตุบางชนิดจะเปลี่ยน ให้เป็นอะตอมโดยตรงด้วยเทคนิค 1 และ 2 ไม่ได้จำเป็นต้องใช้วิธีทำให้แตกตัวใน บรรยากาศที่ปราศจากออกซิเจนเพื่อป้องกันการรวมตัวกับออกซิเจนของธาตุเหล่านี้ ดังนั้น จึงต้องใช้วิธีทำให้ธาตุเหล่านี้กลายเป็นไอได้ง่ายๆ ที่อุณหภูมิห้องด้วยการรีดิวซ์ให้ เป็นไฮไดรด์แล้วให้ไฮไดรด์นั้นผ่านเข้าไปในเปลวไฟไฮโดรเจน ความร้อนจากเปลวไฟ ไฮโดรเจนทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรีได้เทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ As, Se, Te, Ge, Bi, Sb

ง. ใช้ Cold Vapor Generation Technique สำหรับเทคนิคนี้เหมาะที่จะใช้ เป็นวิธีวิเคราะห์ธาตุบางชนิดที่สามารถเปลี่ยนให้เป็นไอได้ง่ายๆ ซึ่งได้แก่การวิเคราะห์ปรอทที่มีปริมาณน้อยโดยเฉพาะเพื่อ

ความเข้าใจถึงขั้นตอนของเทคนิคการวิเคราะห์ทาง AAS ตลอดทั้งหน้าที่ของส่วนต่างๆของเครื่อง AAS โดยจะอธิบายพอสังเขป ดังต่อไปนี้

2) องค์ประกอบที่สำคัญต่างๆของเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทร โฟโตมิเตอร์ประกอบด้วยส่วนต่างๆ 5 ส่วน คือ 48

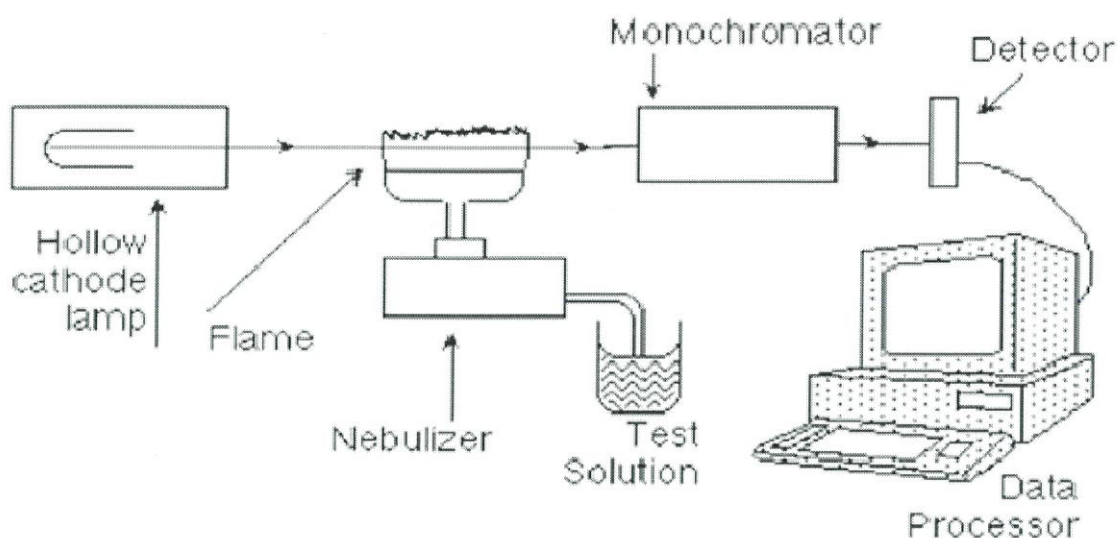
ก. แหล่งกำเนิดแสง (light source) ใช้เป็น hollow cathode lamps (HCLs) และ electrodeless discharge lamps (EDLs) ซึ่งมีใช้เฉพาะบางธาตุเท่านั้น

ข. ส่วนที่ทำให้ธาตुकลายเป็นอะตอมอิสระ (atomizer) มีองค์ประกอบ 2 ส่วน คือ เนบิวไลเซอร์ (nebulizer) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่ทำให้สารละลายเปลี่ยนสภาพเป็นละอองเล็กๆ พวกที่มีขนาดเล็กพอที่จะผสมกับตัวเชื้อเพลิงและตัวออกซิไดซ์เคลื่อนที่เข้าสู่ ส่วนที่ 2 เรียกว่า หัวเตาซึ่งจะเกิดการเผาไหม้ทำให้เกิดอะตอมขึ้นในเปลวไฟ ระบบเชื้อ-เพลิงและตัวออกซิไดซ์ที่นิยมใช้กันในงานอะตอมมิกแอบซอร์พชันแบบเปลวไฟมี 3 วิธี คืออากาศ/อะเซทิลีน (air/acetylene) จะให้อุณหภูมิประมาณ 2,300°C เหมาะสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะ เช่น Cu, Mg, Fe อากาศ/โพรเพน (air/C₃H₆) ให้ อุณหภูมิประมาณ 1,900 °C เหมาะสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของอัลคาไลน์ ไนโตรเจนออกไซด์/อะเซทิลีน (N₂O/acetylene) ให้อุณหภูมิประมาณ 2,955 °C เหมาะสำหรับการ วิเคราะห์หาปริมาณโลหะที่อาจเกิดสารประกอบที่สลายตัวด้วยความร้อนต่ำ ได้ยาก เช่น Al, Si และ Ca

ค. โมโนโครมาเตอร์ (monochromator) ประกอบด้วย 2 ส่วน คือ เครื่องตัดลำแสง (chopper) มีลักษณะคล้ายใบพัดหมุน ซึ่งจะทำให้ลำแสงที่ส่องผ่านเดินทางเป็นช่วงๆ ซิงโครไนเซอร์ (synchronizer) คือตัวที่ทำให้เครื่องขยายสัญญาณปรับตัวให้ พอเหมาะกับอัตราการหมุนของเครื่องตัดลำแสง เพื่อทำการขยายสัญญาณเป็นช่วงๆนั้น

ง. เครื่องตรวจวัด (detector) เป็นเครื่องวัดความเข้มของแสง โดยทำหน้าที่วัด ผลที่ได้ที่นิยมใช้ได้แก่ photomultiplier tube

5. เครื่องอ่านสัญญาณ (read out) เป็นเครื่องอ่านค่าการดูดกลืนแสงโดยตรง ประกอบด้วยเครื่องขยายสัญญาณและเครื่องบันทึกสัญญาณหรืออาจจะเป็นระบบอ่านสัญญาณอื่นๆ เช่น คอมพิวเตอร์



ภาพที่ 2.17 แสดงแผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง AAS (Atomic absorption spectrophotometer)[28]

3) ส่วนที่ทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมเสรี (The Atomization Process หรือ Atomizer) การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS นั้น จะประสบความสำเร็จมากน้อยเพียงใดขึ้นอยู่กับปริมาณของอะตอมเสรีของธาตุที่ทำให้เกิดขึ้น เพราะอะตอมเสรีเป็นตัวดูดกลืนแสงที่จะทำการวัดโดยเลือกใช้ความยาวคลื่นของแสงที่เหมาะสมผ่านเข้าไป ดังนั้นความสำคัญจึงอยู่ที่การทำให้ธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอมเสรีที่สถานะพื้นได้มากที่สุด วิธีที่นิยมใช้กันคือกระบวนการทำให้แตกตัวเป็นอะตอมเสรีด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization) ในกระบวนการทำให้ธาตุแตกตัวเป็น อะตอมอิสระในเปลวไฟ สารตัวอย่างที่ใช้ในกระบวนการนี้ จะต้องเป็นสารเนื้อเดียว ไม่มีสารแขวนลอยอยู่ส่วนตัวทำละลายจะเป็นน้ำหรือสารอินทรีย์ก็ได้

กระบวนการนี้แบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอน คือ

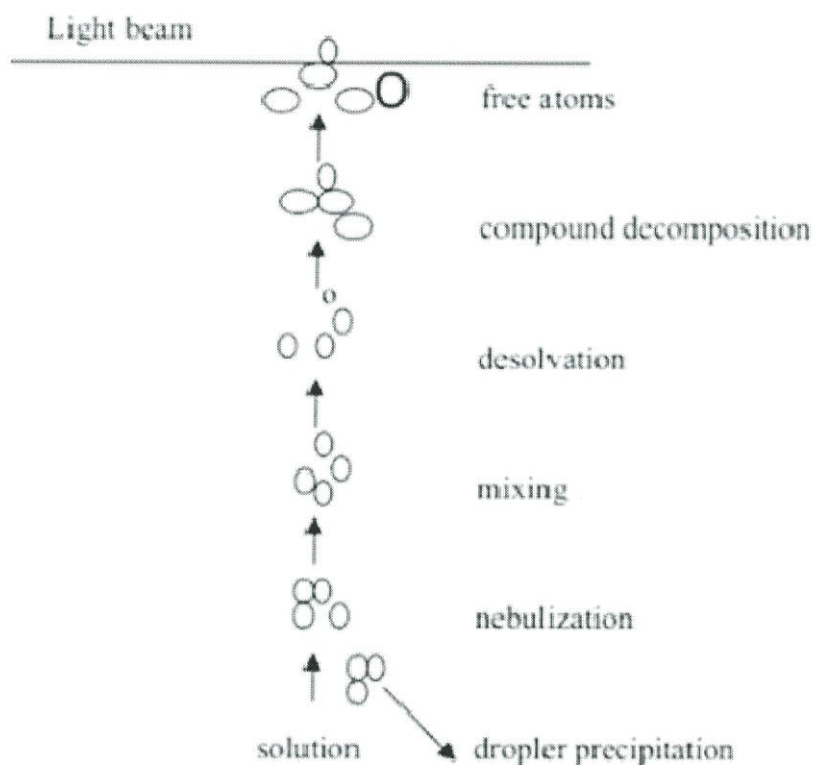
ก. nebulization เป็นกระบวนการที่ทำให้สารแตกตัวเป็นละอองเล็กๆ ด้วยอุปกรณ์ที่เรียกว่า nebulizer

ข. droplet precipitation เป็นกระบวนการที่ละอองของสารละลายรวมกันเป็นหยดสารละลายขนาดใหญ่ที่ไม่สามารถแขวนลอยอยู่ในอากาศได้จึงตกลงมาแล้วออกไปทางท่อน้ำทิ้ง

ค. mixing เป็นกระบวนการที่ละอองเล็กของสารละลายผสมกับเชื้อเพลิงและออกซิแดนซ์ในสเปรย์แชมเบอร์(chamber) ของ nebulizer

ง. desolvation เป็นกระบวนการที่ตัวทำละลายที่อยู่ในละอองเล็กๆถูกกำจัดออกไปทำให้เกิดเป็นอนุภาคเล็กๆของสารประกอบกระบวนการนี้เกิดขึ้นที่ตอนล่างของเปลวไฟ

จ. compound decomposition เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นที่เปลวไฟ โดยที่พลังงานความร้อนจากเปลวไฟจะทำให้สารประกอบกลายเป็นออกไซด์ซึ่งเป็นโมเลกุล และเป็นอะตอมอิสระ บางครั้งอาจเกิดการกระตุ้นหรืออาจเกิดออกซิเดชันต่อไปได้



ภาพที่ 2.18 แสดง Flame Atomization process[28]

4) ขั้นตอนของการทำวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่จะใช้เทคนิค AAS มีขั้นตอนในการเตรียมความพร้อม ดังนี้

- ก. เตรียมสารตัวอย่างให้อยู่ในรูปสารละลายที่เหมาะสมและพร้อมที่จะใช้กับเครื่อง AAS
- ข. พิจารณาว่าจะทำการวิเคราะห์เพื่อหาอะไร และเลือกวิธีการที่เหมาะสมทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์
- ค. จัดเครื่องมือให้พร้อมที่จะทำงานได้เช่น คอมพิวเตอร์ไมโครโพรเซสเซอร์ควบคุม มี software ที่เก็บข้อมูลของธาตุแต่ละชนิดไว้แล้วเป็นเสมือน cook book ให้ผู้วิเคราะห์สามารถเลือกให้ได้ซึ่งมี

- เลือก HCL ของธาตุที่จะทำการวิเคราะห์ใส่เข้าไปในเครื่องและเลือก กระแสไฟฟ้าที่ต้องใช้

- จัดเครื่องให้มีสภาพที่เหมาะสมกับเทคนิคที่ใช้เช่น ใช้ Flame หรือ flameless atomization การปรับอัตราการไหลของออกซิเจนที่อากาศและเชื้อเพลิงเป็นต้น

- จัดความกว้างของช่องแสงเขาออกจากโมนโครเมเตอร์ (slit-width) ให้เหมาะสม

ง. เลือกโปรแกรมการวัดผล การคำนวณ ตลอดจนการรายงานผลวิเคราะห์

2.9.2 การทำคุณภาพวิเคราะห์ด้วย AAS (Qualitative Analysis)

โดยทั่วไปแล้วเทคนิค AAS นั้นไม่เหมาะสมที่จะใช้สำหรับทำคุณภาพวิเคราะห์ เพราะ เสียเวลาไม่สะดวก เนื่องจากต้องเปลี่ยน HCL และต้อง scan ความยาวคลื่น ประกอบกับค่าใช้จ่ายสูงจึงไม่นิยมใช้สำหรับตรวจหา อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้ก็สามารถใช้ได้เช่น ต้องการตรวจสอบว่าสารละลายตัวอย่างมี Pb เป็นองค์ประกอบหรือไม่เราก็ใช้ HCL เป็น Pb และใช้ Flame (air/C₂ H₂) เป็น atomizer ใช้ความยาวคลื่นของธาตุ Pb คือ 217 nm สำหรับตรวจวัด หลังจากนำสารละลายตัวอย่างพ่นเข้าไปในเปลวไฟแล้วดูว่าที่ความยาวคลื่น 217 nm มีการดูดกลืนแสงหรือไม่ถ้ามีแสดงว่าสารตัวอย่างมีธาตุ Pb แต่ถ้าไม่มีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นนี้แสดงว่าสารตัวอย่างไม่มี Pb ดังนั้น ถ้าต้องการตรวจหาธาตุใดก็สามารถทำได้ในทำนองเดียวกัน

2.9.3 การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS (Quantitative Analysis) สามารถทำได้หลายวิธีดังนี้[29]

1) Calibration Method ใช้ในกรณีที่สารตัวอย่างไม่ค่อยมีสิ่งรบกวนและสารตัวอย่างเจือจางทำการวิเคราะห์ได้โดยเทียบกับสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้ว เป็นวิธีที่นิยมใช้กันทั่วไปโดยปรับสัญญาณที่ได้จาก blank ให้เป็นศูนย์แล้วจึงวัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างๆ กัน (4-5 ความเข้มข้น) เมื่อใช้ flameless atomization technique อาจใช้วัด peak area หรือความสูงของพีค (peak height) แล้วนำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลายจะได้ calibration curve ซึ่งอาจเป็นเส้นตรงหรือ เส้นโค้งก็ได้การเขียนกราฟอาจใช้เครื่องคอมพิวเตอร์ หรือเครื่องคำนวณทำงานให้ถ้าเป็นเส้นตรง least squares fit แต่ถ้าเป็นเส้นโค้ง อาจให้เครื่องลากเส้นโค้งให้ได้ calibration curve ใช้ได้เฉพาะการวิเคราะห์แต่ละครั้งเท่านั้น เพราะ parameter ต่างๆ ที่ใช้อาจเปลี่ยนแปลงได้

2) ใช้ Factor Method วิธีนี้ใช้ได้เมื่อ calibration curve เป็นเส้นตรง โดยนำสารละลายมา 2 ส่วนเท่าๆกัน (X และ Y) และมีปริมาตร Vz นำส่วน X มาเติมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นเป็น Cs ลงไปปริมาตร Vs สำหรับส่วน Y นำมาเติมสารละลาย (อาจเป็นน้ำหรือกรด) ลงไปในปริมาตร Vs แล้วนำสารละลายทั้ง 2 ส่วนไปวัดค่าแอมพลิจูดได้เป็น Ax และ Ay ตามลำดับ ถ้าให้ความเข้มข้นสารละลายเป็น Cu จะคำนวณหาความเข้มข้น ได้จากสมการที่ 2.8

$$Cu = \frac{AyVsCs}{(Ax - Ay)Vz} \quad \text{สมการที่ 2.8}$$

วิธีนี้ต้องควบคุมสภาวะต่างๆ ดังนี้

- ก. Calibration curve จะต้องเป็นเส้นตรง
- ข. ค่าแอบซอร์พแบนซ์ที่วัดได้คือ ควรจะต้องเป็นประมาณ 2 เท่าของ A
- ค. Vs ควรน้อยกว่า Vz มากๆ เพื่อไม่ให้เกิดการเจือจางของสารละลายตัวอย่าง มากเกินไปเนื่องจากการเติมสารมาตรฐาน
- ง. ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน Cs ควรมากกว่าความเข้มข้นของสารตัวอย่าง Cu มากๆ

3) ใช้ Standard Addition Method เป็นวิธีที่ใช้ในการแก้ปัญหาเกี่ยวกับ matrix effects และ interferences เพราะว่า calibration curve ในการวิเคราะห์สารนั้น สัญญาณที่วัดได้ไม่ใช่ เป็นแต่เพียงสารที่ทำการวิเคราะห์เท่านั้น แต่มันรวมถึงสัญญาณต่างๆ จากสารอื่นที่มีอยู่ในตัวอย่าง ด้วย ทำได้โดยแบ่งสารละลายตัวอย่างออกเป็น 4-5 ส่วน นำแต่ละส่วนมาเติมสารมาตรฐานที่มีความเข้มข้นเท่ากัน แล้วนำไปวัดค่าแอบซอร์พแบนซ์แล้วนำมาเขียนกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เติมลงไปด้วย least-squarefit ความเข้มข้นของสารตัวอย่างหาได้จากการ extrapolating ไปตัดแกนความเข้มข้น

4) ใช้วิธีทำให้เจือจาง Dilution Method วิธีนี้ใช้กับสารตัวอย่างที่มี interferences โดยเฉพาะกรณีที่เกิด enhancement คือค่าแอบซอร์พแบนซ์จะวัดได้มากกว่า ปกติเนื่องจากเกิดไอออไนเซชัน ทำได้โดยการเติมสารละลายที่ประกอบด้วยธาตุที่ไอออไนส์ง่าย ๆ ลงไปในสารละลาย ตัวอย่างและสารละลายมาตรฐาน

5) ใช้วิธี Internal Standard Method วิธีนี้อาศัยหลักการเติมสารมาตรฐาน (reference element) ซึ่งเป็นคนละธาตุกับสารที่จะวิเคราะห์ลงไปในตัวอย่าง และ blank หลังจากวัดค่าแอบซอร์พแบนซ์แล้วหาอัตราส่วนของแอบซอร์พแบนซ์ระหว่างสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน

จากนั้นเขียนกราฟกับความเข้มข้นของธาตุที่จะทำการวิเคราะห์ได้ calibration curve เพื่อหาความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างสำหรับวิธีนี้จะใช้ได้ก็ต่อเมื่อ

- ก. สารตัวอย่างต้องไม่มีธาตุที่ใช้เป็นมาตรฐาน (reference element)
- ข. ทั้งสารตัวอย่างและสารมาตรฐานจะต้องมีลักษณะและคุณสมบัติทางเคมีเหมือนกัน

2.9.4 ผลกระทบของสิ่งรบกวนต่อการวิเคราะห์ (Interference Effects)[30]

ถึงแม้ว่าเป็นเทคนิคที่ค่อนข้างเฉพาะมาก ทั้งแหล่งกำเนิดและการดูดกลืนแสง แต่ก็มีโอกาสที่สเปกตรัมของธาตุอื่นที่ปนอยู่มารบกวนได้ทำให้ค่า absorbance วัดได้มากหรือน้อยกว่าปกติสิ่ง เหล่านี้

ล้วนเป็นสาเหตุที่ทำให้ผลวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นผู้วิเคราะห์ควรศึกษาก่อนว่า สารตัวอย่างเป็นอะไร จะละลายด้วยอะไร มีองค์ประกอบอะไรบ้าง และจะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะไร สิ่งเหล่านี้จะช่วยทำให้ผลการวิเคราะห์ผิดพลาดน้อยที่สุด สิ่งรบกวนสามารถจำแนกได้ดังนี้

1) Physical effects เป็นผลเนื่องจากคุณสมบัติทางกายภาพของสารละลายที่จะวิเคราะห์ซึ่งไปเกี่ยวข้องกับอัตราการไหลของสารละลายเข้าไปใน nebulizer ขนาดของหยดสารละลาย (drop size) ได้แก่ volatility ของตัวสารละลาย surface tension, viscosity ซึ่ง สามารถแก้ไขได้คือทำให้สารละลายเจือจางลง หรือเติม organic solvents หรือเตรียม สารละลายให้มี matrix อย่างเดียวกับสารตัวอย่าง

2) Chemical effects ได้แก่ แอนไอออน เช่น ฟอสเฟต ซัลเฟต อะลูมิเนียม ซิลิเกต หรือ แอนไอออนที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบางตัวทำให้ผลการหาปริมาณของพวก alkaline earth metals ได้น้อยกว่าปกติเมื่อใช้ air-CH flame หรือ flame temperature ต่ำ เพราะมีการเกิดสารประกอบที่อยู่ตัวบางชนิดเรียกว่า refractory compound จึงทำให้การแตกตัวเป็นอะตอมของธาตุที่จะวิเคราะห์นั้นน้อยกว่าที่ควรจะเป็น

2.10 ค่า Effective nuclear charge[31]

จากการจัดเรียงอิเล็กตรอนภายในอะตอมมีกอร์บิทัลพบว่า เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่รอบนิวเคลียสอิเล็กตรอนแต่ละตัวจะได้รับอิทธิพลของแรงดึงดูดจากนิวเคลียสที่ต่างกักันขึ้นอยู่กับว่า อิเล็กตรอนตัวที่พิจารณาอยู่ในออร์บิทัลใดดังนั้นแรงดึงดูดที่อิเล็กตรอนกับนิวเคลียสจึงแตกต่างกัน เรียกแรงที่เกิดจากนิวเคลียสกระทำกับอิเล็กตรอนแต่ละตัวว่า effective nuclear charge, Z_{eff}

ซึ่งสามารถคำนวณแรงที่เกิดขึ้นโดยประมาณใช้กฎของ Slater(Slater's rule ซึ่งหาได้จากความสัมพันธ์

$$Z^* = Z - S \quad \text{สมการที่ 2.9}$$

เมื่อ Z^* คือ Effective nuclear charge

Z คือเลขอะตอมของอะตอมที่พิจารณา

S (screening หรือ shielding constant) คือค่าการบดบังของแต่ละออร์บิทัล ซึ่งการบดบังสามารถหาได้โดยประมาณดังนี้

1. ให้จัดเรียงอิเล็กตรอนและจัดกลุ่มของการบดบังดังนี้: (1s), (2s, 2p), (3s, 3p), (3d), (4s, 4p), (4d), (4f), (5s, 5p) etc.

2. อิเล็กตรอนที่อยู่กลุ่มที่สูงกว่าจะไม่บดบังอิเล็กตรอนที่พิจารณา

3. กรณีของ ns หรือ np ของออร์บิทัลสามารถคำนวณได้ดังนี้

1) อิเล็กตรอนแต่ละตัวในกลุ่ม (ns, np) จะบดบัง $S = 0.35$

2) อิเล็กตรอนในชั้น (n-1) จะบดบัง $S = 0.85$

- 3) อิเล็กตรอนในชั้น (n-2) และต่ำกว่าจะบดบัง $S = 1.00$
4. อิเล็กตรอนในออร์บิทัล nd หรือ nf สามารถพิจารณาได้ดังนี้
 - 1) อิเล็กตรอนแต่ละตัวในกลุ่ม nd หรือ nf จะบดบัง $S = 0.35$
 - 2) อิเล็กตรอนที่อยู่ในกลุ่มที่ต่ำกว่าจะบดบัง $S = 1.00$

2.11 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

กนกกร พงษ์ภมร และคณะ(2013)[32] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบเอกลักษณ์ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับสารละลายสีย้อมชนิดเมธิลีนบลูบน $AlPO_4$ โดยมีการใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกันคือ $AlCl_3$ และ $Al(NO_3)_3$ สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายและรวดเร็วที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิค TGA, FT-IR, XRD และ SEM ผลจากการตรวจสอบพบว่าอุณหภูมิในการสลายตัวของ $AlPO_4 \cdot xH_2O$ ไปเป็น $AlPO_4$ คือที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส การตรวจสอบแถบการสั่นของ PO_3 ที่ความยาวคลื่น 1120 cm^{-1} และ $AlPO_4$ ที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นแบบออสตรอนโดยที่พื้นผิวของ $AlPO_4$ มาทดสอบการดูดซับเมธิลีนบลูที่สภาวะอุณหภูมิห้องและใช้ระยะเวลาในการดูดซับ 45 นาที ทำการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับพบว่าเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว และ $AlPO_4$ มีประสิทธิภาพในการดูดซับเมธิลีนบลูได้สูงถึง 83%

A.Naeem และคณะ(2002) [33] ได้ทำการศึกษาการดูดซับไอออนโลหะไดวาเลนต์ Cu^{2+} , Pb^{2+} , Ni^{2+} และ Cd^{2+} บนอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) พบว่าการดูดซับไอออนโลหะจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่ม pH อุณหภูมิ และความเข้มข้นของไอออนโลหะ ส่วนความชอบหรือความดึงดูด (Affinity) ของตัวถูกดูดซับที่มีต่อตัวดูดซับพบว่า $Cu^{2+} > Pb^{2+} > Ni^{2+} > Cd^{2+}$ ซึ่งอธิบายได้ด้วยค่า pKa จากนั้นไปมากดังนี้ $Pb^{2+} < Cu^{2+} < Ni^{2+} < Cd^{2+} < K^+$ จะเห็นว่าการแตกตัวที่ดีที่สุดของการแลกเปลี่ยนโปรตอนคือ Pb^{2+} อย่างไรก็ตาม pKa จะมีค่าลดลงเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิทั้งในไอออนโลหะแอลคาไลน์และไดวาเลนต์ซึ่งแสดงถึงแนวโน้มการแตกตัวของโปรตอนในโครงสร้าง $AlPO_4$ ที่เพิ่มมากขึ้น ดังนั้นสามารถเลือกใช้ $AlPO_4$ ที่เพิ่มมากขึ้น ดังนั้นสามารถเลือกใช้ $AlPO_4$ เป็นตัวแลกเปลี่ยนได้ดีโดยเฉพาะกับ Pb^{2+} ซึ่งเป็นสารปนเปื้อนที่พบมากในสิ่งแวดล้อม

Ling-Chu Lin และคณะ(2010)[34] ได้ศึกษาการเตรียมวัสดุในการดูดซับที่มีการจัดเรียงตัวของรูพรุนสม่ำเสมอ (Mesoporous materials, MCM-41) โดยใช้เทคนิคไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal Method) อย่างง่าย ซึ่งจะใช้ซีทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Cetyltrimethyl ammoniumbromide, CTAB) เป็นสารกำหนดโครงสร้าง โดยจะถูกกำจัดออกในกระบวนการเผา (Calcination) และยืนยันโครงสร้างผ่านการตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier transform

Infrared, FT-IR) ผลของวิธีการเตรียมจะแสดงภายใต้สภาวะการทดลองต่างๆ จากการทดลองพบว่า อุณหภูมิ ระยะเวลา สภาวะในการเผา และ pH มีผลต่อขนาดของรูพรุนและพื้นที่ผิวของวัสดุดูดซับ แต่ที่ สภาวะ pH สูงเกินไปจะไม่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์และยังพบว่าวัสดุที่มีรูพรุนสม่ำเสมอสามารถ สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ pH 10 สารดูดซับจะมีประสิทธิภาพ สูง และเป็นสภาวะในการเตรียมที่เหมาะสมที่สุด โดยพบว่าที่พื้นที่ผิวสูงถึง 1,568.72 ตารางเมตรต่อกรัม และมีรูพรุนขนาด 3.07 นาโนเมตร จากการศึกษากฎการดูดซับของแลงก์เมียร์ของไอออนโลหะหนัก 3 ชนิด คือ Pb^{2+} , Cu^{2+} และ Ni^{2+} แสดงให้เห็นถึงปรากฏการณ์ทางกายภาพกับค่าการดูดซับสูงสุดสำหรับ ตัวอย่างที่เตรียมภายใต้สภาวะการทดลองที่เหมาะสม พบว่าวัสดุที่เตรียมได้มีประสิทธิภาพต่อการดูดซับ ไอออน Pb^{2+} ดีที่สุดเมื่อเทียบกับไอออน Cu^{2+} และ Ni^{2+} เนื่องจาก Pb^{2+} มีช่วงรัศมีไอออนและค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี (Electronegativity) ที่สูงกว่า ดังนั้นวัสดุที่มีรูพรุนสม่ำเสมอจึงมีประสิทธิภาพดีสำหรับการกำจัดไอออนของโลหะหนักจากสารละลายเมื่อเปรียบเทียบกับผงถ่านกัมมันต์ (Powdered activated carbon, PAC) ซึ่งเป็นวัสดุดูดซับที่ใช้เชิงการค้า

V.Siva Kumar และคณะ(2006)[35] ได้ทำการศึกษาวิธีการเตรียม $AlPO_4$ ที่แตกต่างกันเพื่อนำไปเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์ ซึ่งเตรียมทั้งหมด 4 วิธี โดยวิธีแรกนั้นได้ทำการผสมอะลูมิเนียมไนเตรทกับกรดฟอสฟอริกที่อุณหภูมิห้องจากนั้นปรับ pH โดยการหยดสารละลายแอมโมเนีย 5 เปอร์เซ็นต์ลงไปเพื่อให้ได้ pH เท่ากับ 9 ต่อมาวิธีที่ 2 ใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ที่เผาแล้วมาเคลือบด้วยกรดฟอสฟอริก ในวิธีที่ 3 ผสมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรทกับสารละลายแอมโมเนีย และไฮโดรเจนฟอสเฟต ซึ่งทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องจากนั้นปรับ pH โดยหยดสารละลายแอมโมเนีย 5 เปอร์เซ็นต์ให้ได้ pH เท่ากับ 9 และในวิธีที่ 4 ใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ที่เผาแล้วมาเคลือบด้วยสารละลายแอมโมเนีย และไฮโดรเจนฟอสเฟต ซึ่งจากวิธีการทดลองทั้งหมดพบว่าแอมโมเนียจะถูกทำให้มีความเป็นกรดเพื่อที่ในขั้นตอน dehydration ของเมทานอลจะเปลี่ยนไปเป็นไดเมทิลอีเทอร์ได้ 100 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อนำ $AlPO_4$ มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์โครงสร้างผลึกแบบอสัณฐานและเมื่อตรวจวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (FT-IR) พบพิกที่บ่งบอก ถึงการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน OH ซึ่งมีช่วงความถี่ที่ $3700-2900\text{ cm}^{-1}$ พิกต่อมาบ่งบอกถึงการสั่นของ P-O ที่มีช่วงความถี่ $1400-900\text{ cm}^{-1}$ การสั่นของ O-P-O ที่มีช่วงความถี่ 480 cm^{-1} และการสั่นของ Al-O-P มีช่วงความถี่ $800-400\text{ cm}^{-1}$

Kun Jia และคณะ(2008)[36] ได้ทำการศึกษาการดูดซับโลหะหนักจำพวก Pb^{2+} , Zn^{2+} และ Cd^{2+} ที่มีอยู่ในน้ำโดยใช้ตัวรองรับเป็นไทเทเนียมฟอสเฟต (titanium phosphate, TiP) ที่มีผลึกแบบอสัณฐาน (amorphous) โดยการเตรียม TiP จะเริ่มจากใช้ไทเทเนียมคลอไรด์ (titanium chloride) 40 ml ละลายกับกรดไฮโดรคลอริก 60 ml เข้มข้น 4 โมลาร์ จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาผสมกับไฮโดรเจนฟอสเฟตที่อุณหภูมิห้อง ทำการเข้าที่ความเร็ว 120 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นนำมากรองตะกอน

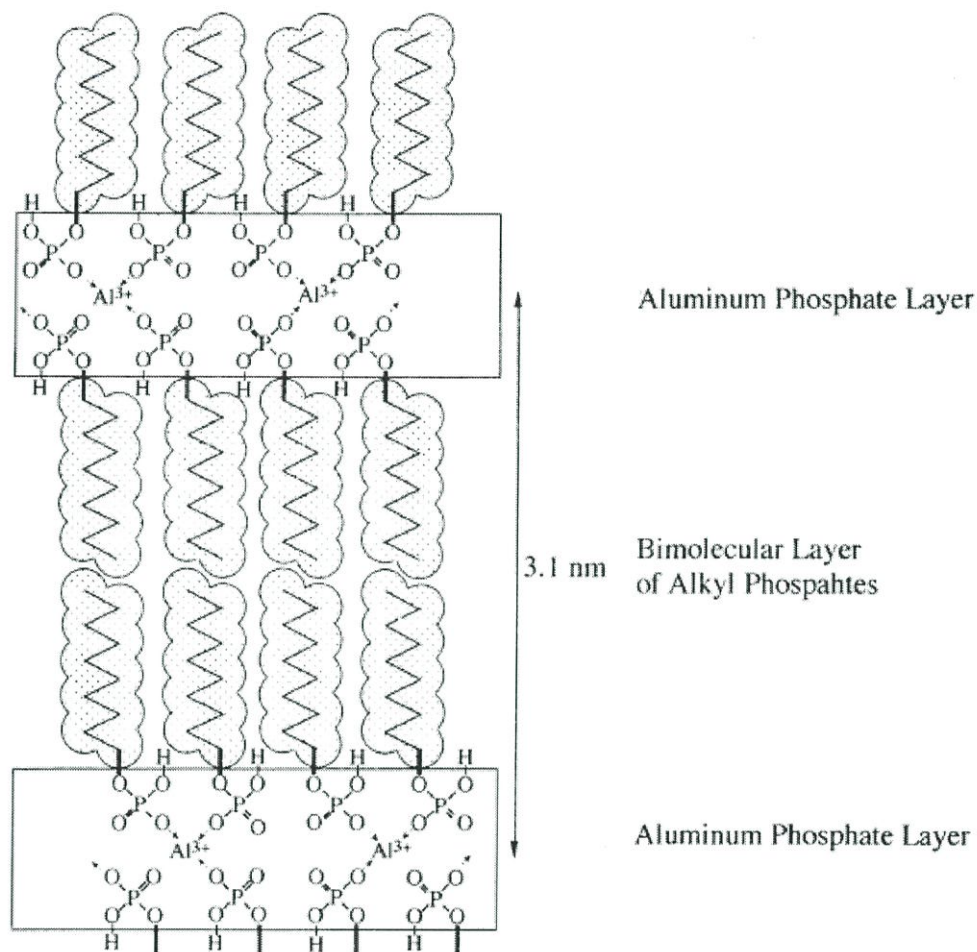
และล้างตะกอนด้วยน้ำ DI ทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าไทเทเนียมฟอสเฟตมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออสทราตัน หลังจากนั้นทำการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับโลหะหนักบน TiP พบว่า TiP นั้นสามารถดูดซับ Pb^{2+} ได้ดีที่สุด การดูดซับโลหะหนักทั้งสามชนิดจะขึ้นอยู่กับค่าความเป็นกรด - ต่าง โดยค่าความเป็นกรด - ต่างที่เหมาะสมต่อการดูดซับ Pb^{2+} , Zn^{2+} และ Cd^{2+} ประมาณ 3, 4.5 และ 5 ตามลำดับ

Chellapandian Kanna และคณะ(2012)[37] ได้ทำการศึกษาการนำสีย้อมที่เป็นอันตรายออกจากสารละลายผ่าน $AlPO_4$ ด้วยโครงสร้างพื้นฐานที่มีลักษณะเป็นรูพรุน โดยการดูดซับซึ่งทำการตรวจสอบโมเลกุลของ $AlPO_4$ ที่สังเคราะห์ขึ้นมาและนำเอาสีย้อม Malachite green (MG) และ Methylene blue (MB) ที่เป็นอันตรายออกในการสังเคราะห์โมเลกุลที่เป็นตะแกรงของ $AlPO_4$ นั้น จะใช้สารเป็น Aluminium hydroxide (98%) ผสมกับ Phosphoric acid (88%) และ long-chain alkylbenzene (SDBS, 25% in water) ซึ่งใช้เป็นตัวแม่แบบในการกำหนดโครงสร้างของ $AlPO_4$ การสังเคราะห์ $AlPO_4$ จะใช้ Tetra-methyl ammonium hydroxide (TMAOH) ซึ่งจำเป็นในการปรับค่า pH ในระหว่างการสังเคราะห์ $AlPO_4$ สามารถทนความร้อนได้อุณหภูมิที่สูงกว่า 1173K และมีลักษณะรูพรุนขนาด 40 nm เมื่อทำการสังเคราะห์เสร็จแล้วก็นำไปดูดซับ MG และ MB ผลจากการทดลองนั้นเห็นได้ว่า $AlPO_4$ ใช้เวลาในการดูดซับเร็วเพียงแค่ 20 นาทีเพราะเนื่องมาจาก $AlPO_4$ นั้นมีการดูดซับแบบชั้นเดียวมากที่สุด 24.51 mg/g สำหรับ MG และ 35.20 mg/g สำหรับ MB การนำกลับมาใช้ใหม่ของ $AlPO_4$ นั้น จะใช้เอทานอลในการทำการคายซับสีย้อมและตามด้วยการนำเอาไปเผาเพื่อนำ $AlPO_4$ กลับมาใช้งานอีกครั้ง

Fei Ji และคณะ(2012)[38] ได้ทำการศึกษาการเตรียมการของเซลล์ลูโลสอะซิเตท/เส้นใย ชนิดซีโอไลต์และพฤติกรรมการดูดซับของไอออนโลหะหนักจำพวก คอปเปอร์ และนิกเกิล ในสารละลาย เมื่อได้ทำการศึกษาวิเคราะห์เซลล์ลูโลสอะซิเตท/เส้นใย ชนิดซีโอไลต์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า CA/Z มีโครงสร้างที่มีรูพรุนสูงและมีลักษณะที่คล้ายฟองน้ำส่วนในการศึกษาความสามารถในการดูดซับนั้นจะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ซึ่งอุณหภูมิที่เหมาะสมในการดูดซับ เท่ากับ 25 องศาเซลเซียส จากผลการทดลองพบว่าความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก ค่า pH นั้นมีผลต่อการดูดซับซึ่งจะเห็นได้จาก CA/Z จะดูดซับโลหะหนักดีกว่า pure CA จะเห็นว่าความสามารถในการดูดซับของ CA/Z ซึ่งเป็นสารละลายที่เป็นกรดอ่อนหรือเป็นกลางจะเกิดขึ้นได้ง่ายกว่าสารละลายที่เป็นกรดแก่ เนื่องมาจากผลของซีโอไลต์ เพราะ ซีโอไลต์นั้นมี H^+ ion สูง เมื่อความเข้มข้นของ H^+ ion สูงจะทำให้ค่า pH นั้นต่ำลงซึ่งแสดงว่าถ้าค่า pH ต่ำ จะมีความสามารถในการดูดซับโลหะหนักได้ดีกว่า pH สูง

Hidekazu Tanaka และคณะ(1999)[39] ได้ทำการปรับปรุงอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยโมโนเฮกซิล โมโนออกทิล และโมโนเดซิล ในอะซิโตน จากนั้นวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติโดยใช้เทคนิค XRD, TEM, FTIR, TG/DTA และ การดูดซับก๊าซไนโตรเจน งานวิจัยนี้เผยว่าชั้นการผลัดเปลี่ยนของอัลคิล

ฟอสเฟตและอะลูมิเนียมฟอสเฟตถูกสร้างขึ้นบนผิวของอนุภาคอะลูมิเนียมฟอสเฟตดังภาพที่ 2.19 โดยโครงสร้างชั้นจะหายไปเมื่อทำการไล่แก๊สที่อุณหภูมิมากกว่า 300 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังเป็นการกำจัดหมู่อัลคิล สร้างรูพรุนแบบเมโซพอร์และเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพื้นผิวอีกด้วย



ภาพที่ 2.19 แผนผังโครงสร้างของโครงสร้างชั้นบนอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มีการปรับปรุงด้วย DP

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 บทนำ

โครงการวิจัยนี้สนใจศึกษาเกี่ยวกับการการดูดซับโลหะหนักจากน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) โดยอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้สังเคราะห์ด้วยเทคนิคที่ง่าย สะดวก รวดเร็ว และไม่ก่อให้เกิดอันตรายในขณะเตรียมสาร อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้พบว่าสามารถสลายตัวไปเป็นกลุ่มไพโรฟอสเฟตได้

เมื่อสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟตได้จะถูกนำไปวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติทางด้านเคมีและกายภาพด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR), การวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD), การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA) และการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (BET)

หลังจากวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอะลูมิเนียมฟอสเฟตแล้ว นำอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้มาทดสอบการดูดซับ (Adsorption) โลหะหนักจากน้ำเสียสังเคราะห์ และทำการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักที่ถูกดูดซับด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟตโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

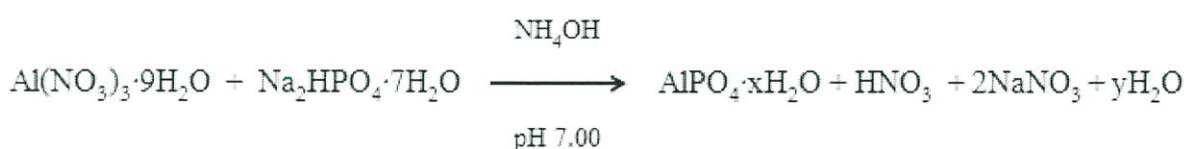
- 3.2.1 ชุดเครื่องแก้ว บริษัท DURAN Group GmbH
- 3.2.2 เตาเผา (Furnance) Controller B 170 บริษัท Naber Therm
- 3.2.3 เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง GR-200 บริษัท A&D company
- 3.2.4 pH meter Mettler Toledo FiveEasy™ FE20 บริษัท Sigma-Aldrich
- 3.2.5 โถดูดความชื้น (desiccator) บริษัท DURAN Group GmbH
- 3.2.6 เครื่องกรองแบบลดความดัน (Ultrafiltration) Model WJ-20 Serial no.1 YS94S บริษัท SIBATA
- 3.2.7 ตู้อบ (Oven) Serial no.8 502.0552 บริษัท MEMMERT
- 3.2.8 เครื่องกวนสาร EUROSTAR digital บริษัท IKA-Works
- 3.2.9 เครื่องเขย่าแบบตั้งโต๊ะ Gallenkamp Orbital Shaker บริษัท Gemini BV
- 3.2.10 กระดาษกรอง (Filter papers) Whatman 42 บริษัท Whatman International Ltd
- 3.2.11 ครุชีเบิล (Crucible) HCT
- 3.2.12 เครื่องวัดสเปกโทรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) รุ่น FT-IR Spectrum GX บริษัท PerkinElmer
- 3.2.13 เครื่องวิเคราะห์ความเป็นผลึกของตัวดูดซับโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker AXS

- 3.2.14 เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analyzer, TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท PerkinElmer
- 3.2.15 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรของรูพรุนของตัวดูดซับโดยใช้วิธีบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller Method, BET)
- 3.2.16 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron Microscopy, SEM) รุ่น 1455VP บริษัท LEO
- 3.2.17 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS) รุ่น AAS-200 บริษัท PerkinElmer

3.3 สารเคมี

- 3.3.1 อะลูมิเนียมไนเตรทโนนไฮเดรต (Aluminium nitrate nonahydrate, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ ความบริสุทธิ์ 99.0 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Loba Chemie Pvt,Ltd.
- 3.3.2 ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปตะไฮเดรต (di-Sodium hydrogen phosphate heptahydrate, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck
- 3.3.3 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide, NH_4OH) เกรดวิเคราะห์ ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร บริษัท Carlo Erba Reagents
- 3.3.4 ไอโซโพรพานอล (Isopropanol) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fisher Scientific UK
- 3.3.6 สารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรท (Lead(II) nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) เข้มข้น 1000 ppm เกรดวิเคราะห์ บริษัท VWR International Ltd
- 3.3.7 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรท (Cadmium(II) nitrate, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) เข้มข้น 1000 ppm เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck

3.4 การสังเคราะห์ $\text{AlPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ด้วยสารตั้งต้น $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$



1) ชั่ง $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 37.5130 กรัม มาละลายด้วยน้ำ DI (Deionized water) โดยปรับปริมาตร 100 ml ให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 1 M

2) ชั่ง $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 26.803 กรัม มาละลายด้วยน้ำ DI (Deionized water) โดยปรับปริมาตร 100 ml ให้ได้สารละลายที่มีความเข้มข้น 1 M

3) ผสมสารละลาย $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ และสารละลาย $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมได้อย่างละ 100 ml ลงในปิกเกอร์ขนาด 600 ml พร้อมปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนเป็นเวลา 5 นาทีโดยจะทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส

4) ปรับค่า pH ด้วยเครื่อง pH meter ให้ได้ pH 7.0 โดยใช้ 30% NH_4OH จะได้ตะกอนสีขาว ทำการปั่นกวนต่ออีก 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ 1 คืน

5) นำตะกอนที่ได้มาล้างด้วยน้ำ DI (Deionized water) และทำการกรองตะกอนด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันซึ่งในการล้างครั้งสุดท้ายจะล้างตะกอนด้วยไอโซโพรพานอล

6) อบตะกอนที่ได้ให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

7) นำตะกอนที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วย XRD, FT-IR, SEM, BET โดยจะแบ่งตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงโดยอัตราการให้ความร้อนคือ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.5 วิธีการดูดซับบนอะลูมิเนียม (AlPO₄)

3.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐานด้วยสารละลายเลด(II)ไนเตรท

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้นเท่ากับ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ppm ปริมาตร 10 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 10 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2) วัดค่าการดูดกลืนโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร

3.5.2 การสร้างกราฟมาตรฐานด้วยสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรท

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้นเท่ากับ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8 และ 2 ppm ปริมาตร 10 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 10 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2) วัดค่าการดูดกลืนโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดแคดเมียมที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

3.5.3 การดูดซับของตะกั่วบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเร็วรอบในการเขย่าต่างกัน

1) เตรียมสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจากนั้นปิเปตสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายเลด(II)ไนเตรทไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 45 นาทีด้วยความเร็วรอบ 120, 140, 160, 180 และ 200 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วที่เหลือด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร

3.5.4 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเร็วรอบในการเขย่าต่างกัน

1) เตรียมสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจากนั้นปิเปตสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 45 นาทีด้วยความเร็วรอบ 120, 140, 160, 180 และ 200 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมที่เหลือด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

3.5.5 การดูดซับของตะกั่วบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อเวลาในการเขย่าต่างกัน

1) เตรียมสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายเลด(II)ไนเตรทไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 15 30 45 60 และ 75 นาที ด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วที่หลุดด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร

3.5.6 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อเวลาในการเขย่าต่างกัน

1) เตรียมสารละลายแคดเมียม(II)ในเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายแคดเมียม(II)ในเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลายแคดเมียม(II)ในเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายแคดเมียม(II)ในเตรทไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็น 15 30 45 60 และ 75 นาที ด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมที่หลุดด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

3.5.7 การดูดซับของตะกั่วบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ต่างกัน

1) เตรียมสารละลายเลด(II)ในเตรทที่ความเข้มข้น 10, 20, 30, 40 และ 50 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ในเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 10, 20, 30, 40, และ 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายเลด(II)ในเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลายเลด(II)ในเตรทที่ความเข้มข้นต่างๆทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายเลด(II)ในเตรทไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 45 นาทีด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วที่หลุดด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร

3.5.8 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ต่างกัน

1) เตรียมสารละลายแคดเมียม(II)ในเตรทที่ความเข้มข้น 10, 20, 30, 40 และ 50 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร

10, 20, 30, 40, และ 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลาย แคดเมียม(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้นต่างๆทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรท ไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 45 นาทีด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยก อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมที่เหลือนด้วย เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดแคดเมียมที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

3.5.9 การดูดซับของตะกั่วบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับต่างกัน

1) เตรียมสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 50 ml โดยปิเปต สารละลายมาตรฐานเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 500 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.02, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 %wt/v ใส่ลงในขวด รูปชมพู่ที่มีสารละลายเลด(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายเลด(II)ไนเตรทไปเขย่า บนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 45 นาทีด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยก อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วที่เหลือนด้วยเครื่อง อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นา โนเมตร

3.5.10 การดูดซับของแคดเมียมบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต เมื่อปริมาณอะลูมิเนียม ฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับต่างกัน

1) เตรียมสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 50 ml โดย ปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 50 ml ลงในขวดวัด ปริมาตรขนาด 500 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายแคดเมียม(II) ไนเตรทที่ปรับความเข้มข้นเรียบร้อยแล้วลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 50 ml

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.02, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 %wt/v ใส่ลงในขวด รูปชมพู่ที่มีสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทที่ความเข้มข้น 10 ppm ทั้ง 5 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรท ไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 45 นาทีด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่มากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมที่เหลือด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดแคดเมียมที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

3.5.11 การดูดซับโลหะหนักแบบผสมบนตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟต

1) เตรียมสารละลายโลหะหนักผสมของเลด(II)ไนเตรทและแคดเมียม(II)ไนเตรทในอัตราส่วนความเข้มข้น 1 : 1 โดยน้ำหนักในสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์ โดยปิเปตสารละลายเลด(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรทเข้มข้น 100 ppm อย่างละ 50 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นปิเปตสารละลายโลหะหนักผสมที่เตรียมได้ลงในขวดลงในขวดรูปชมพู่ปริมาตร 250 ml ขวดละ 50 ml ทั้งหมด 10 ขวด

2) ชั่งอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) 0.1 %wt/v ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีสารละลายโลหะหนักผสมทั้ง 10 ขวด

3) นำขวดรูปชมพู่ที่มีอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) และสารละลายโลหะหนักผสมไปเขย่าบนเครื่องเขย่าเป็นเวลา 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 150 และ 180 นาทีด้วยความเร็วรอบ 180 rpm

4) นำสารละลายในขวดรูปชมพู่ที่เขย่าเป็นเวลาต่างๆมากรองด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันเพื่อแยกอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ออก

5) นำสารละลายที่กรองได้จากแต่ละขวดไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและแคดเมียมที่เหลือด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร และวัดแคดเมียมที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

งานวิจัยนี้ศึกษาการดูดซับโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ที่ได้จากเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่าย (precipitation) โดยทำการศึกษาปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อการดูดซับโลหะหนักเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการดูดซับ ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลแบ่งออกเป็น 3 ส่วน โดยในส่วนแรกคือผลการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต ส่วนที่สองคือการวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอะลูมิเนียมฟอสเฟตด้วยเทคนิคต่างๆได้แก่ การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR), การวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD), การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA) และการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (BET) และส่วนที่สามคือการศึกษาผลของปัจจัยต่างๆต่อประสิทธิภาพการดูดซับได้แก่ ความเร็วรอบในการเขย่า เวลาในการเขย่า ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ และปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ รวมถึงการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับและการวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับโดยใช้สมการไอโซเทอมของ Langmuir และ Freunlich

4.1 ผลการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่าย (precipitation) โดยใช้อะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้นในการตกตะกอนร่วมกับ 1 โมลของแหล่งฟอสเฟตคือ ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) และใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เป็นตัวปรับ pH ให้มีค่าเท่ากับ 7 ในสภาวะที่มีการควบคุมอุณหภูมิที่ 0 องศาเซลเซียส ตะกอนที่ได้ถูกนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยอัตราการให้ความร้อนคือ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที สำหรับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



ในการสังเคราะห์อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) สามารถสรุบน้ำหนักของสารที่ได้จากทางทฤษฎี น้ำหนักของสารที่ได้จากการทดลอง และร้อยละผลิตภัณฑ์ของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่อยู่ในรูปผลึกน้ำ ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) และอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ได้ดังตารางที่ 4.1 และตารางที่ 4.2 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.1 ร้อยละผลิตภัณฑ์ของ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายโดยมี $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ และ $Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$ เป็นสารตั้งต้น

ครั้งที่	สารตั้งต้น $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ (g)	น้ำหนักของ สารที่ได้จาก ทางทฤษฎี (g)	น้ำหนักของ สารที่ได้จาก การทดลอง (g)	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์ของ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์ เฉลี่ย
1	37.50	17.60	13.45	76.45	78.04
2	37.50	17.60	13.19	74.97	
3	37.50	17.60	14.55	82.69	

จากตารางที่ 4.1 ร้อยละผลิตภัณฑ์เฉลี่ยของ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายมีค่าเท่ากับ 78.04 และน้ำหนักของ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ที่ได้จากการทดลองมีค่าน้อยกว่าน้ำหนักที่ได้จากทางทฤษฎี ทั้งนี้อาจเกิดจากขั้นตอนในการทดลองและขั้นตอนการล้างตะกอนที่ส่งผลให้เกิดการสูญเสียผลิตภัณฑ์ รวมถึงการควบคุมอุณหภูมิและความเป็นกรด ต่างก็ส่งผลต่อร้อยละผลิตภัณฑ์เช่นกัน

ตารางที่ 4.2 ร้อยละผลิตภัณฑ์ของ $AlPO_4$ หลังจากนำ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

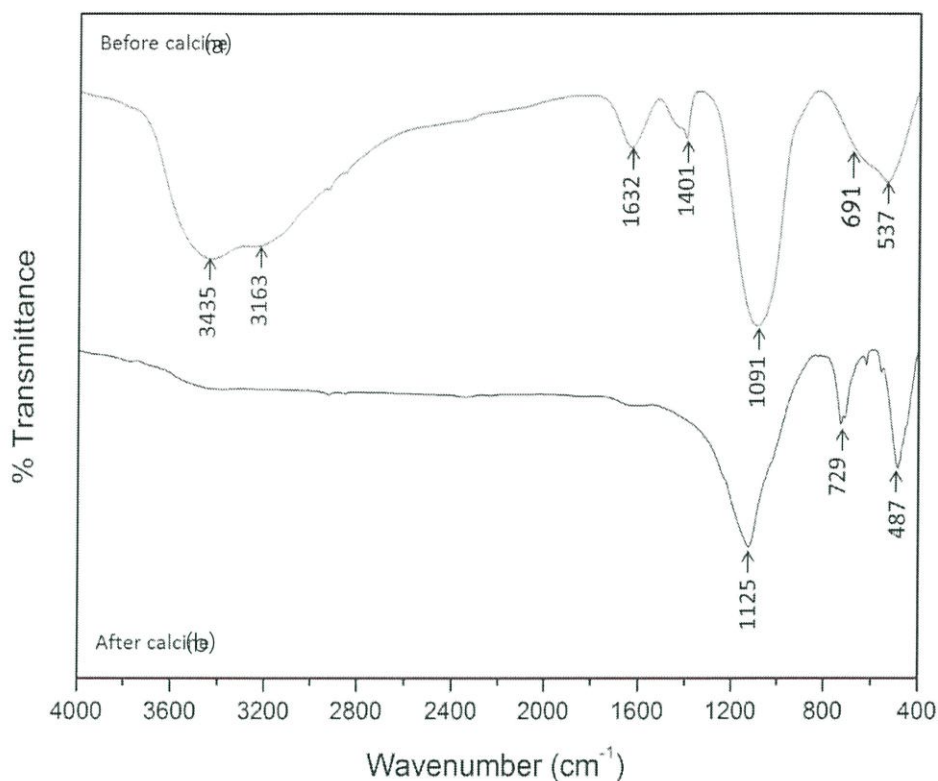
ครั้งที่	สารตั้งต้น $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ (g)	น้ำหนักของ สารที่ได้จาก ทางทฤษฎี (g)	น้ำหนักของ สารที่ได้จาก การทดลอง (g)	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์ของ $AlPO_4$	ร้อยละ ผลิตภัณฑ์ เฉลี่ย
1	13.01	9.02	8.09	89.66	90.75
2	13.02	9.02	8.34	92.42	
3	13.02	9.02	8.13	90.16	

จากตารางที่ 4.2 ร้อยละผลิตภัณฑ์เฉลี่ยของ $AlPO_4$ ที่ได้หลังจากนำ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีค่าเท่ากับ 90.75 ทั้งนี้ผลิตภัณฑ์บางส่วนอาจสูญเสียไประหว่างการเปลี่ยนภาชนะบรรจุ

4.2 การวิเคราะห์คุณลักษณะและคุณสมบัติของอะลูมิเนียมฟอสเฟต

4.2.1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) โดยการวิเคราะห์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ โดยการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น (Wave number) 4000 ถึง 400 cm^{-1} แสดงในภาพที่ 4.1



ภาพที่ 4.1 สเปกตรัม FT-IR ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (a) ก่อนเผา ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) (b) หลังเผา (AlPO_4)

จากภาพที่ 4.1 เป็นการเปรียบเทียบแถบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ก่อนเผาและหลังเผา พบว่าอะลูมิเนียมฟอสเฟตทั้งก่อนเผาและหลังเผามีแถบการสั่นของ PO_2 , AlO และ AlOP ปรากฏขึ้นโดยมีเลขคลื่นประมาณ $1090 - 1130 \text{ cm}^{-1}$, 691 cm^{-1} และ $800 - 400 \text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ ซึ่งแถบการสั่นเหล่านี้เป็นแถบการสั่นสำคัญที่ยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นอะลูมิเนียมฟอสเฟต ในส่วนของอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา พบว่ามีแถบการสั่นของ POH ปรากฏขึ้นที่เลขคลื่นประมาณ 3400 cm^{-1} แถบการสั่นของน้ำปรากฏขึ้นที่เลขคลื่นประมาณ 3150 cm^{-1} และ 1650 cm^{-1} และแถบการสั่นของ NH_2 ซึ่งเกิดจากสารแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการปรับ pH ขณะทำการสังเคราะห์สารปรากฏขึ้นที่เลขคลื่นประมาณ 1400 cm^{-1}

จากภาพที่ 4.1 สามารถอธิบายแถบการสั่นและรูปแบบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ก่อนเผาและหลังเผาได้ดังตารางที่ 4.3 และ 4.4 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 แถบการสั่นและรูปแบบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟตก่อนเผา ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่ายโดยมี $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

แถบการสั่น (cm^{-1})	รูปแบบการสั่น
3435	การสั่นแบบยืดหดของ POH
3163	การสั่นแบบยืดหดของโมเลกุลน้ำ
1633	การสั่นแบบโค้งงอของโมเลกุลน้ำ
1401	การสั่นแบบโค้งงอของ NH_2
1091	การสั่นแบบยืดหดของ PO_2

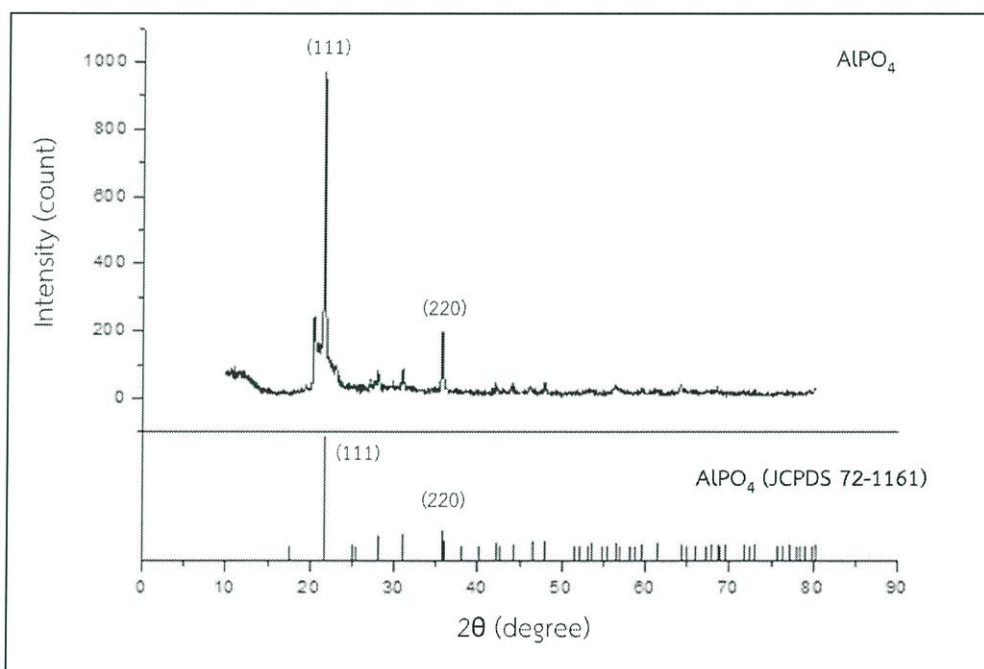
691	การสั่นแบบยืดหดของ AlO
537	การสั่นแบบยืดหดของ ALOP

ตารางที่ 4.4 แถบการสั่นและรูปแบบการสั่นของอะลูมิเนียมฟอสเฟตหลังเผา ($AlPO_4$) ที่ได้จากนำ $AlPO_4 \cdot 3H_2O$ ไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

แถบการสั่น (cm^{-1})	รูปแบบการสั่น
1125	การสั่นแบบยืดหดของ PO_2
729	การสั่นแบบยืดหดของ AlO
487	การสั่นแบบยืดหดของ ALOP

4.2.2 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD) โดยทำการแสกนที่มุม 2θ ในช่วงตำแหน่งมุมระหว่าง 10 – 80 องศา รูปแบบ XRD ของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูปที่ 4.2



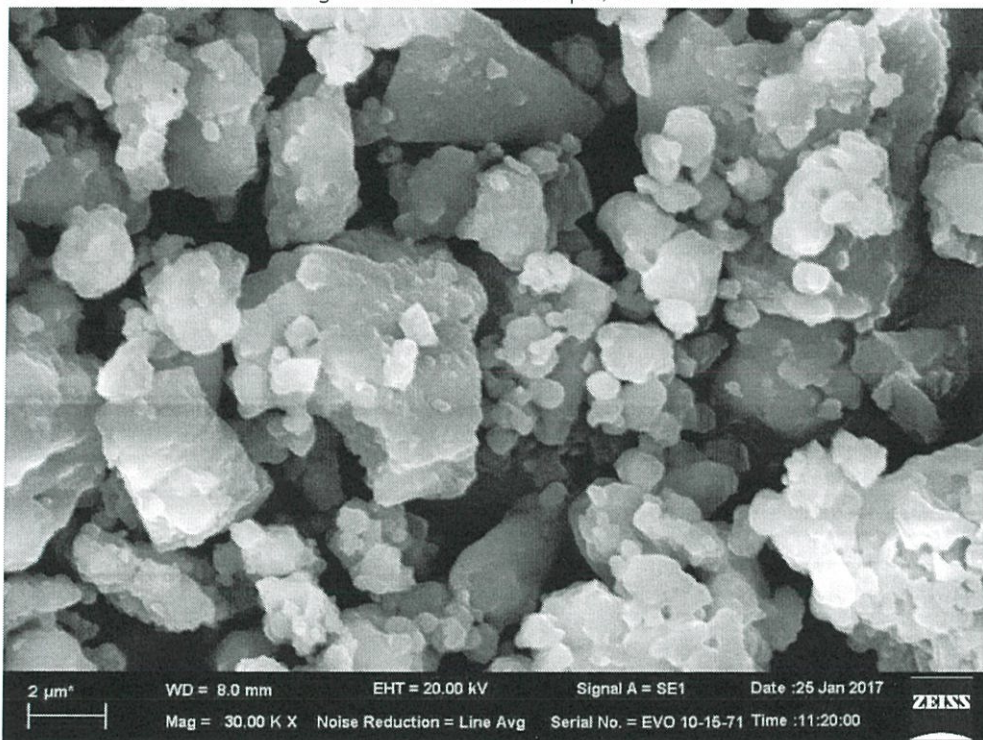
ภาพที่ 4.2 รูปแบบ XRD ของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ ($AlPO_4$) เทียบกับค่ามาตรฐาน ในฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 72-1161

จากภาพที่ 4.2 รูปแบบ XRD ของอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ มีพีคปรากฏขึ้นชัดเจนที่ตำแหน่งมุม 2θ เท่ากับ 21.6 และ 35.7 องศา โดยพีคที่ปรากฏมีลักษณะแหลม มีความเข้มสูง และมีการจัดเรียงตัวของอะตอมในระนาบ d_{111} และ d_{220} ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นผลึกและมีการจัดเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบในระนาบดังกล่าว นอกจากนี้พีคของ

อะลูมิเนียมฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ยังมีตำแหน่งใกล้เคียงกับค่ามาตรฐานของอะลูมิเนียมฟอสเฟตในฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 72-1161 เป็นการยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นอะลูมิเนียมฟอสเฟตและมีระบบผลึกแบบ Orthorhombic ซึ่งผลที่ได้นี้ยังสอดคล้องกับงานวิจัยของ Mooney, 1956[40] ด้วย

4.2.3 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) แสดงดังภาพที่ 4.3

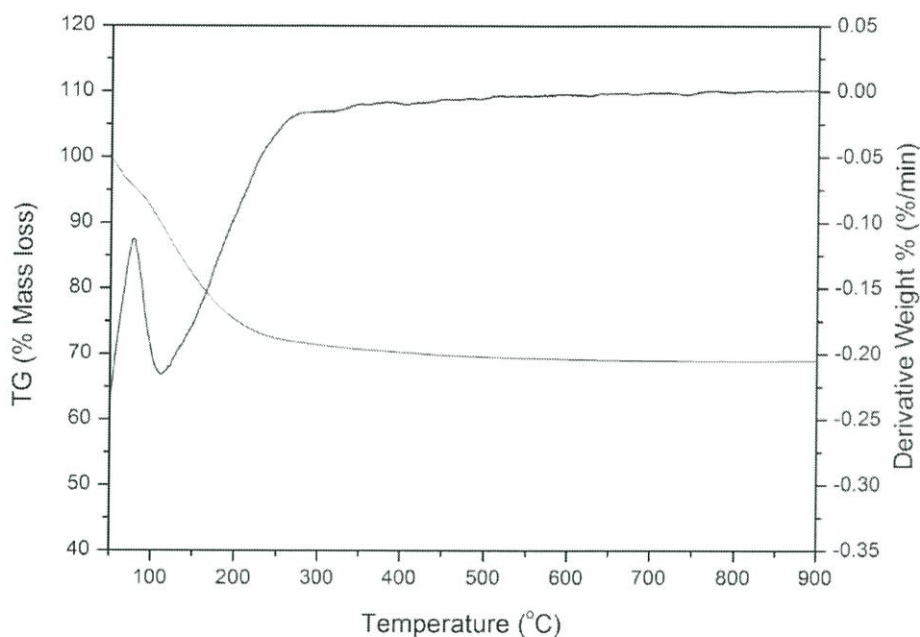


ภาพที่ 4.3 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 30000 เท่า

จากภาพที่ 4.3 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 30000 เท่า พบว่าอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่าย (precipitation) โดยใช้อะลูมิเนียมไนเตรดโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น มีรูปร่างและขนาดของอนุภาคที่แตกต่างกันและมีลักษณะโครงสร้างแบบผลึก

4.2.4 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA (Thermal Gravimetric Analysis, TGA)

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ที่สังเคราะห์ได้ โดยอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แสดงข้อมูลดังภาพที่ 4.4



ภาพที่ 4.4 เทอร์โมแกรม TGA ของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

จากภาพที่ 4.4 แสดงการสลายตัวทางความร้อนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิ พบว่าอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ที่สังเคราะห์ได้มีการสลายตัวทางความร้อน 2 ช่วง โดยช่วงแรกมีการสลายตัวที่อุณหภูมิ 50 – 100 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักประมาณร้อยละ 4 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของน้ำจากความชื้นบนพื้นผิว และช่วงที่สองมีการสลายตัวที่อุณหภูมิ 100 – 300 องศาเซลเซียส มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักประมาณร้อยละ 30 เมื่อคำนวณจากน้ำหนักที่เปลี่ยนไปพบว่าการเกิดจากการสลายตัวของน้ำที่อยู่ในอนุภาคของอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) นอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิตั้งแต่ประมาณ 650 องศาเซลเซียส น้ำหนักของสารไม่มีการเปลี่ยนแปลง แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมินี้เป็นอุณหภูมิที่เสถียร และไม่ทำให้โครงสร้างของสารมีการสลายตัวมากเกินไป ดังนั้นในการทดลองจึงใช้อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ในการกำจัดโมเลกุลของน้ำออกจากโครงสร้าง $\text{AlPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ได้เป็น AlPO_4 สำหรับสมการการสลายตัวที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



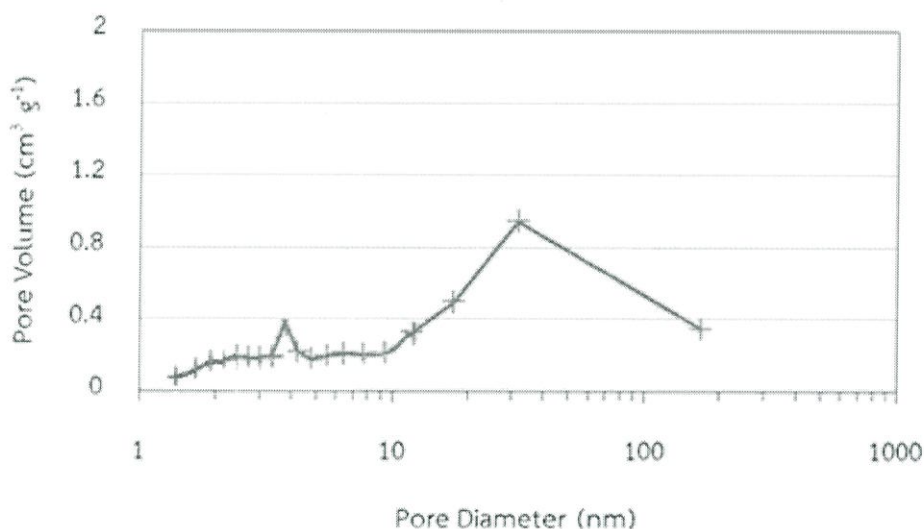
4.2.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (Brunauer–Emmett–Teller, BET)

จากการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้เทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N_2) ทั้งทางกายภาพและทางเคมี ร่วมกับสมการของ Brunauer–Emmett–Teller หรือ BET ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4)

ตัวดูดซับ	พื้นที่ผิว (m^2/g)	ขนาดรูพรุน (nm)	ปริมาตรรูพรุน (cm^3/g)
AlPO_4	166.40	20.64	0.77

จากตารางที่ 4.5 อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนอย่างง่าย (precipitation) โดยใช้อะลูมิเนียมไนเตรตโนนไฮเดรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต เฮปตะไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 166.40 ตารางเมตรต่อกรัม ขนาดรูพรุน 20.64 นาโนเมตร และปริมาตรรูพรุน 0.77 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม ซึ่งการที่สารมีพื้นที่ผิวมากจะส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับดีขึ้นด้วย นอกจากนี้การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังภาพที่ 4.5



ภาพที่ 4.5 กระจายตัวของรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4)

จากรูปที่ 4.5 อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) ที่สังเคราะห์ได้ มีการกระจายตัวของขนาดรูพรุน 2 ขนาด คือ 3.75 นาโนเมตร และ 31.51 นาโนเมตร ซึ่งเป็นรูพรุนแบบเมโซพอร์ (Mesopore) และการกระจายตัวของขนาดรูพรุนทั้งแคบและกว้างนี้ยังส่งผลให้อะลูมิเนียมฟอสเฟต (AlPO_4) มีความสามารถในการดูดซับดีขึ้นอีกด้วย

4.3 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

4.3.1 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต

จากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมโดยอะลูมิเนียมฟอสเฟตเป็นตัวดูดซับ ปัจจัยดังกล่าว ได้แก่ ความเร็วรอบและเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ และปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ เมื่อนำข้อมูลที่ได้จากการดูดซับ

ทำการศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับ โดยสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดซับ (q_e) กับความเข้มข้นหลังการดูดซับ (C_e) และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการดูดซับกับปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับจากการศึกษานี้ แสดงดังตาราง 4.6, 4.7, 4.8, 4.9, 4.10, 4.11, 4.12 และ 4.13

ตารางที่ 4.6 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับตะกั่ว

ความเร็วรอบในการเขย่า (RPM)	ความเข้มข้นก่อนดูดซับ C_o (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพการดูดซับ (%)
120	10	2.93	7.07	70.73
140	10	2.55	7.45	74.50
160	10	1.77	8.24	82.35
180	10	0.99	9.02	90.20
200	10	0.97	9.03	90.32

ตารางที่ 4.7 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับแคดเมียม

ความเร็วรอบในการเขย่า (RPM)	ความเข้มข้นก่อนดูดซับ C_o (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพการดูดซับ (%)
120	10	3.56	6.45	64.45
140	10	3.37	6.63	66.30
160	10	2.99	7.01	70.10
180	10	2.01	7.99	79.95
200	10	1.93	8.07	80.68

ตารางที่ 4.8 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยเวลาของการเขย่าในขณะดูดซับตะกั่ว

เวลาการเขย่า (min)	ความเข้มข้นก่อนดูดซับ C_o (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพการดูดซับ (%)
15	10	3.54	6.46	64.57
30	10	2.89	7.11	71.10
45	10	1.01	8.99	89.95
60	10	0.99	9.01	90.13
75	10	0.90	9.10	90.97

ตารางที่ 4.9 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยเวลาของการเขย่าในขณะดูดซับแคดเมียม

เวลาการเขย่า (min)	ความเข้มข้นก่อนดูดซับ C_o (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพการดูดซับ (%)
15	10	3.19	6.81	70.70
30	10	2.71	7.29	73.10
45	10	2.00	8.00	75.50
60	10	1.99	8.01	78.30
75	10	1.88	8.12	78.70

ตารางที่ 4.10 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของตะกั่ว

ความเข้มข้นก่อนดูดซับ C_o (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพการดูดซับ %	$1/C_e$	$1/q_e$	$\text{Log } C_e$	$\text{Log } q_e$
10	1.03	8.97	89.70	0.9701	0.1114	0.0128	0.9528
20	2.96	17.04	85.20	0.3378	0.0587	0.4713	1.2315
30	11.24	18.76	62.53	0.0889	0.0533	1.0508	1.2732
40	17.97	22.03	55.08	0.0556	0.0454	1.2545	1.3430
50	23.93	26.07	52.14	0.0418	0.0384	1.3789	1.4161

ตารางที่ 4.11 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของแคดเมียม

ความเข้มข้นก่อนดูดซับ C_o (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพการดูดซับ %	$1/C_e$	$1/q_e$	$\text{Log } C_e$	$\text{Log } q_e$
10	2.17	7.83	78.30	0.4608	0.2177	0.3365	0.8938
20	5.41	14.59	72.95	0.1848	0.0685	0.7332	1.1641
30	12.83	17.17	57.23	0.0779	0.0582	1.1082	1.2348
40	18.08	21.92	54.80	0.0553	0.0456	1.2572	1.3408
50	24.76	25.24	50.48	0.0404	0.0396	1.3938	1.4021

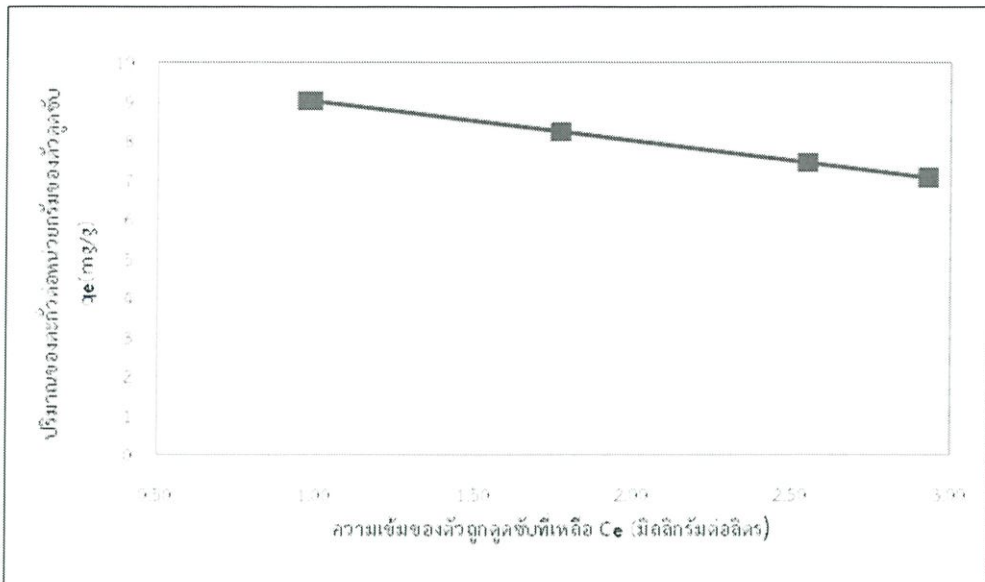
ตารางที่ 4.12 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในน้ำเสียสังเคราะห์แก้ว

ร้อยละโดยมวลต่อ ปริมาตรของตัวดูดซับ ในน้ำเสียสังเคราะห์ (%wt/v)	ความเข้มข้น ก่อนดูดซับ C_0 (ppm)	ความเข้มข้น หลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถ ในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพ การดูดซับ (%)
0.02	10	2.38	7.63	76.25
0.05	10	1.99	8.01	80.12
0.1	10	1.13	8.88	88.75
0.15	10	1.03	8.97	89.7
0.2	10	1.00	9.00	89.98

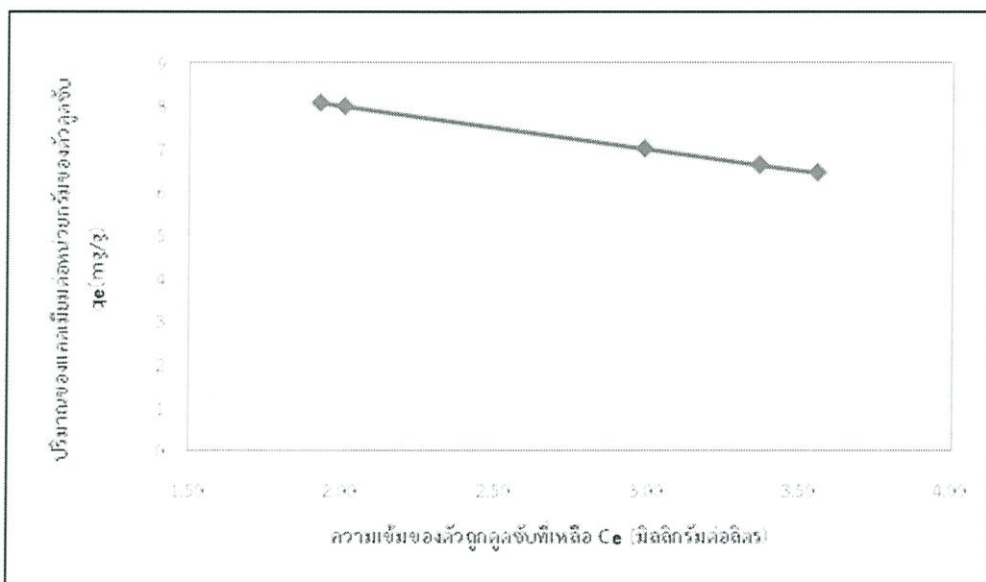
ตารางที่ 4.13 ข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียม

ร้อยละโดยมวลต่อ ปริมาตรของตัวดูดซับ ในน้ำเสียสังเคราะห์ (%wt/v)	ความเข้มข้น ก่อนดูดซับ C_0 (ppm)	ความเข้มข้น หลังดูดซับ C_e (ppm)	ความสามารถ ในการดูดซับ q_e (mg/g)	ประสิทธิภาพ การดูดซับ (%)
0.02	10	3.08	6.92	69.21
0.05	10	2.78	7.22	72.17
0.1	10	2.04	7.96	79.57
0.15	10	1.99	8.01	80.10
0.2	10	1.77	8.23	82.29

4.3.1.1 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับจากปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้ตัวดูดซับ 0.05 กรัม สารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เขย่าที่ความเร็วรอบ 120, 140, 160, 180 และ 200 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 45 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพ 4.6 และ 4.7 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวถูกดูดซับต่อหน่วยกรัมของตัวดูดซับที่สภาวะสมดุล q_e (มิลลิกรัมต่อกรัมตัวดูดซับ) และความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลือที่สภาวะสมดุล C_e (มิลลิกรัมต่อลิตร)

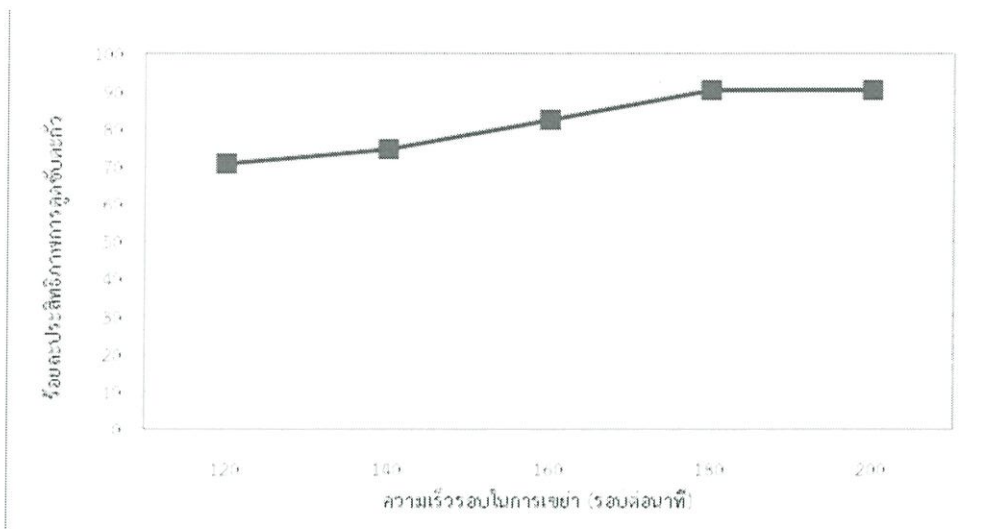


ภาพที่ 4.6 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ

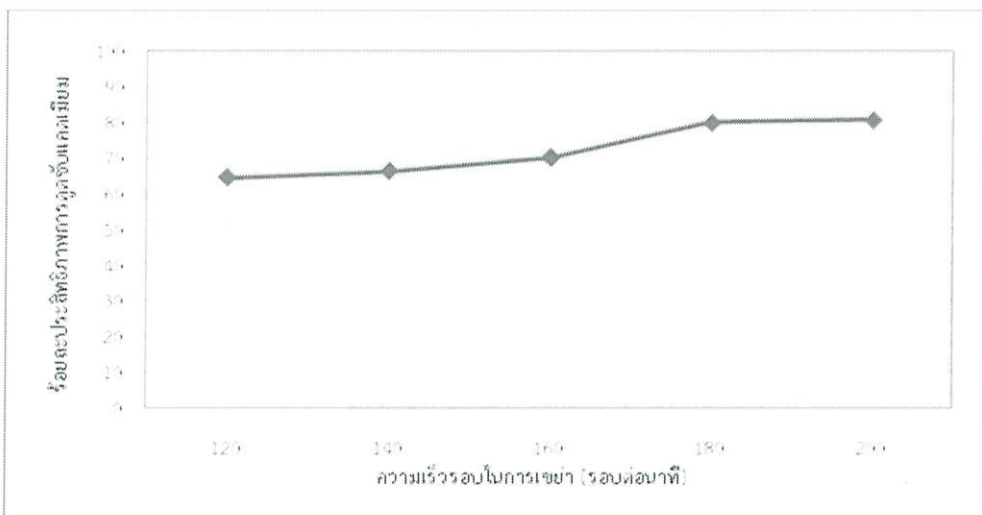


ภาพที่ 4.7 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ

จากข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับโลหะหนัก (ตารางที่ 4.6 และ 4.7) ได้คำนวณร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต จากความเข้มข้นที่เหลือของโลหะหนักต่อความเข้มข้นเริ่มต้นของโลหะหนัก สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการดูดซับกับความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ ซึ่งประสิทธิภาพการดูดซับแสดงดังภาพที่ 4.8 และ 4.9



ภาพที่ 4.8 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ

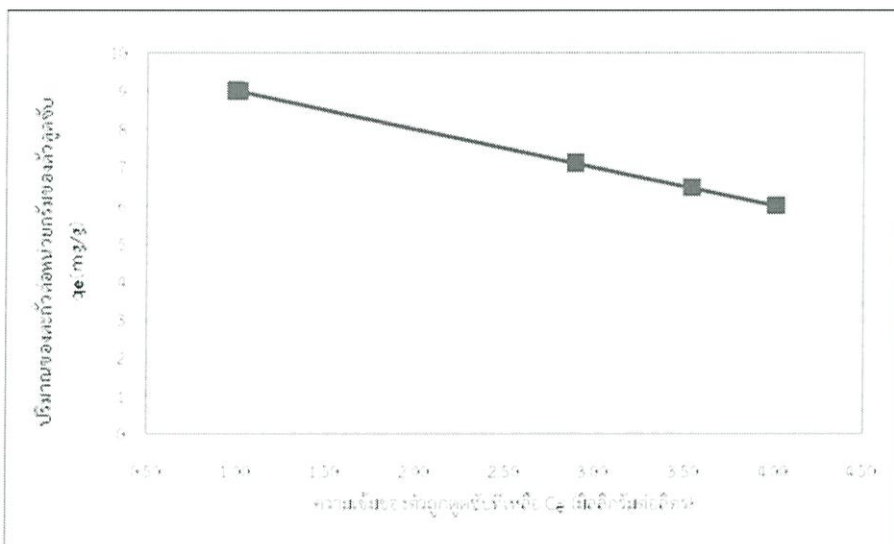


ภาพที่ 4.9 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ

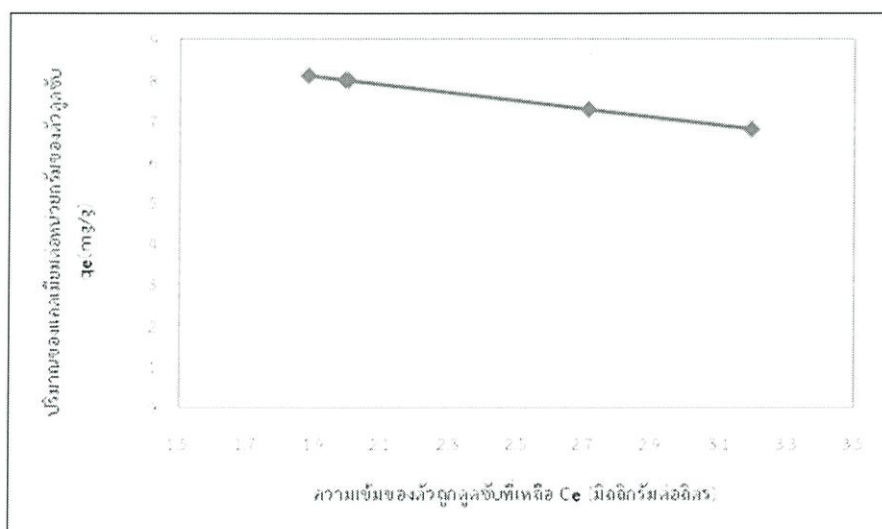
พบว่าเมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการเขย่ามากยิ่งขึ้น ปริมาณการดูดซับโลหะหนักต่อกรัมตัวดูดซับจะเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากการเขย่าจะขึ้นอยู่กับกระบวนการแพร่ผ่านชั้นฟิล์ม (Film Diffusion) หรือการแพร่ผ่านรูพรุน (Pore Diffusion) หากมีความปั่นกววนต่ำ ฟิล์มน้ำซึ่งล้อมรอบตัวดูดซับจะมีความหนามากและเป็นอุปสรรคต่อการเคลื่อนที่ของโมเลกุลเข้าไปหาตัวดูดซับ ทำให้การแพร่ผ่านชั้นฟิล์มนั้นส่งผลให้ตัวดูดซับสามารถดูดซับโลหะหนักได้น้อย จึงทำให้ความสามารถในการดูดซับนั้นลดลงด้วย จากภาพ 4.6 และ 4.7 พบว่าตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟตสามารถดูดซับตะกั่วในสารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และดูดซับแคดเมียมในสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้นเดียวกัน แต่ความเร็วรอบต่างกันที่ 120, 140, 160, 180 และ 200 รอบต่อนาที ในขณะที่ใช้ความเร็วรอบในการเขย่าที่ 200 รอบต่อนาที พบว่ามีปริมาณการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มากที่สุด แต่จะเริ่มคงที่และเข้าสู่สมดุลการดูดซับที่ความเร็วรอบ 180 รอบต่อนาที ซึ่งความเร็วรอบที่ 200 รอบต่อนาทีนั้นมีความสามารถ

ในการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมที่ 9.03 และ 8.07 มิลลิกรัมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟต ตามลำดับ และความเร็วรอบในการเขย่าส่งผลให้มีประสิทธิภาพการดูดซับ ดังภาพที่ 4.8 และ 4.9 พบว่าที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีที่มีประสิทธิภาพการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมดีที่สุด ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพการดูดซับที่ 90.32 และ 80.68 ตามลำดับ จากการทดลองนี้จึงนำความเร็วรอบที่ 180 รอบต่อนาทีไปใช้ในการทดลองศึกษาปัจจัยอื่นๆต่อไป

4.3.1.2 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับจากปัจจัยเวลาของการเขย่าขณะดูดซับน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้ตัวดูดซับ 0.05 กรัม สารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เขย่าที่ความเร็วรอบ 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15, 30, 45, 60 และ 75 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพ 4.10 และ 4.11 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวถูกดูดซับต่อหน่วยกรัมของตัวดูดซับที่สภาวะสมดุล q_e (มิลลิกรัมต่อกรัมตัวดูดซับ) และความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลือที่สภาวะสมดุล C_e (มิลลิกรัมต่อลิตร)

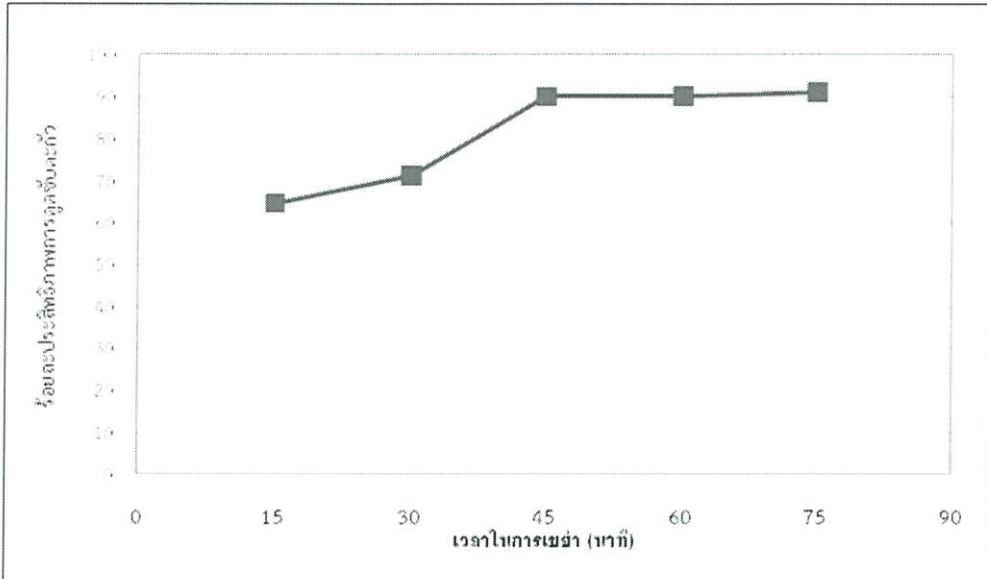


ภาพที่ 4.10 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ

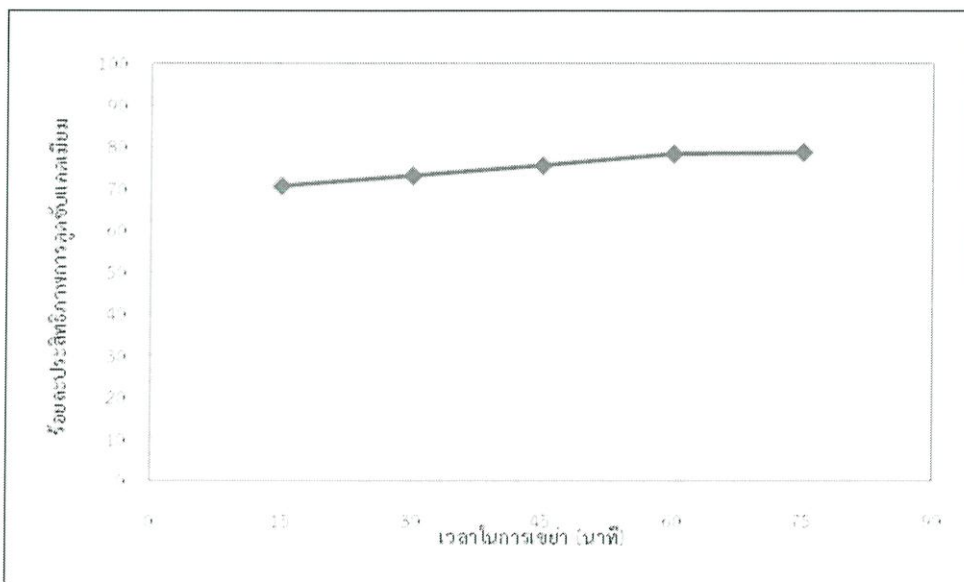


ภาพที่ 4.11 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ

จากข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับโลหะหนัก (ตารางที่ 4.8 และ 4.9) ได้คำนวณร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต จากความเข้มข้นที่เหลือของโลหะหนักต่อความเข้มข้นเริ่มต้นของโลหะหนัก สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการดูดซับกับความเร็วยรอบในการเขย่าขณะดูดซับ ซึ่งประสิทธิภาพการดูดซับแสดงดังภาพที่ 4.12 และ 4.13



ภาพที่ 4.12 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ

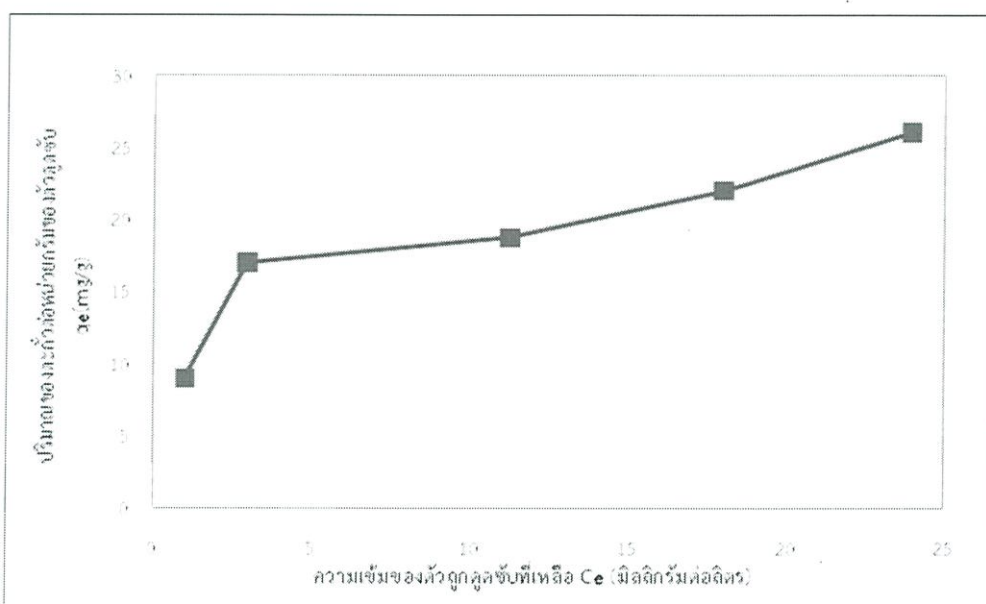


ภาพที่ 4.13 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยเวลาในการเขย่าขณะดูดซับ

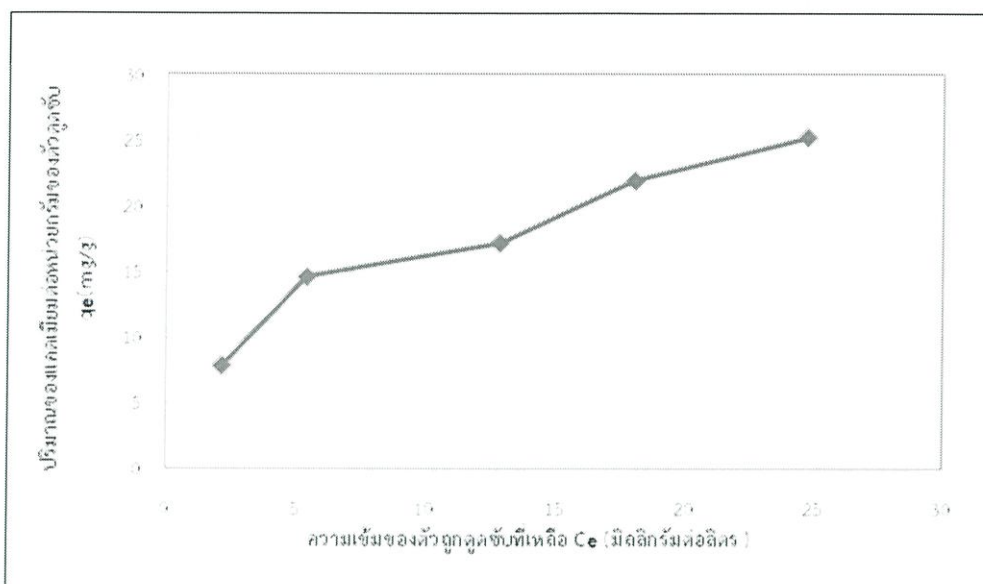
พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการเขย่ามากขึ้น ปริมาณการดูดซับโลหะหนักต่อกรัมตัวดูดซับจะเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากเวลาในการเขย่าจะแสดงถึงการเข้าสู่สมดุลของการดูดซับจึงเพื่อทำให้เกิดการดูดซับที่

สมบูรณ์ จากภาพที่ 4.10 และ 4.11 พบว่าตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟตสามารถดูดซับตะกั่วในสารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และดูดซับแคดเมียมในสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้นเดียวกัน แต่เวลาต่างกันที่ 15, 30, 45, 60 และ 75 นาที ในขณะที่ใช้เวลาในการเขย่าที่ 75 นาทีพบว่ามีปริมาณการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มากที่สุด แต่จะเริ่มคงที่และเข้าสู่สมดุลการดูดซับที่เวลา 45 นาทีและ 60 นาที ตามลำดับ ซึ่งเวลาในการเขย่า 75 นาทีนั้นมีความสามารถในการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมที่ 9.10 และ 8.12 มิลลิกรัมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟตตามลำดับ แล้วเวลาในการเขย่ายังส่งผลให้มีประสิทธิภาพการดูดซับ ดังภาพที่ 4.12 และ 4.13 พบว่าที่เวลา 75 นาทีที่มีประสิทธิภาพการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมดีที่สุด ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพการดูดซับที่ 90.97 และ 78.70 ตามลำดับ จากการทดลองนี้จึงนำเวลาในการเขย่าที่ 45 นาทีไปใช้ในการทดลองศึกษาปัจจัยอื่นๆต่อไป

4.3.1.3 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับจากปัจจัยความเข้มข้นของน้ำสังเคราะห์ด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต โดยใช้ตัวดูดซับ 0.05 กรัม สารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้น 10, 20, 30, 40 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร เขย่าที่ความเร็วรอบ 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 45 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.14 และ 4.15 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวถูกดูดซับต่อหน่วยกรัมของตัวดูดซับที่สภาวะสมดุล q_e (มิลลิกรัมต่อกรัมตัวดูดซับ) และความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลือที่สภาวะสมดุล C_e (มิลลิกรัมต่อลิตร)



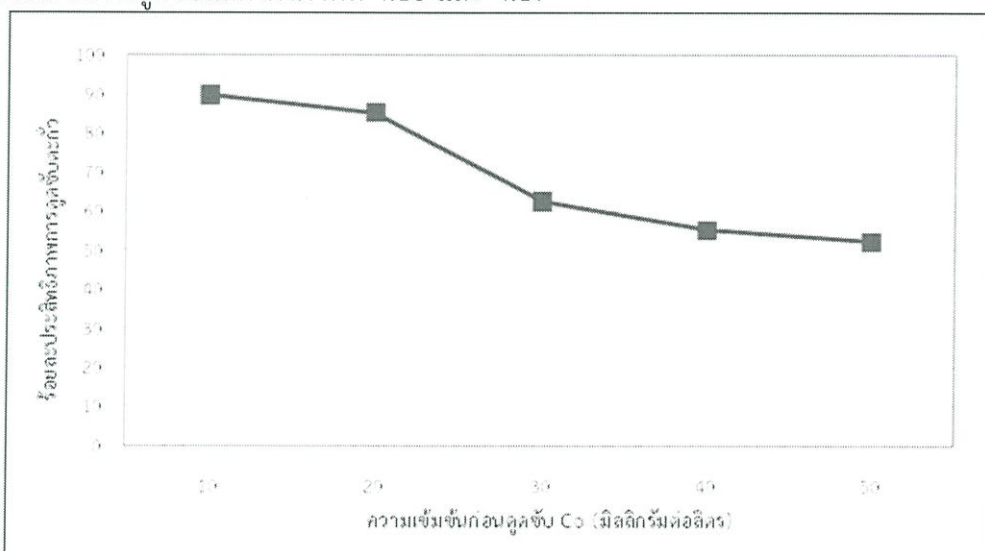
ภาพที่ 4.14 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์



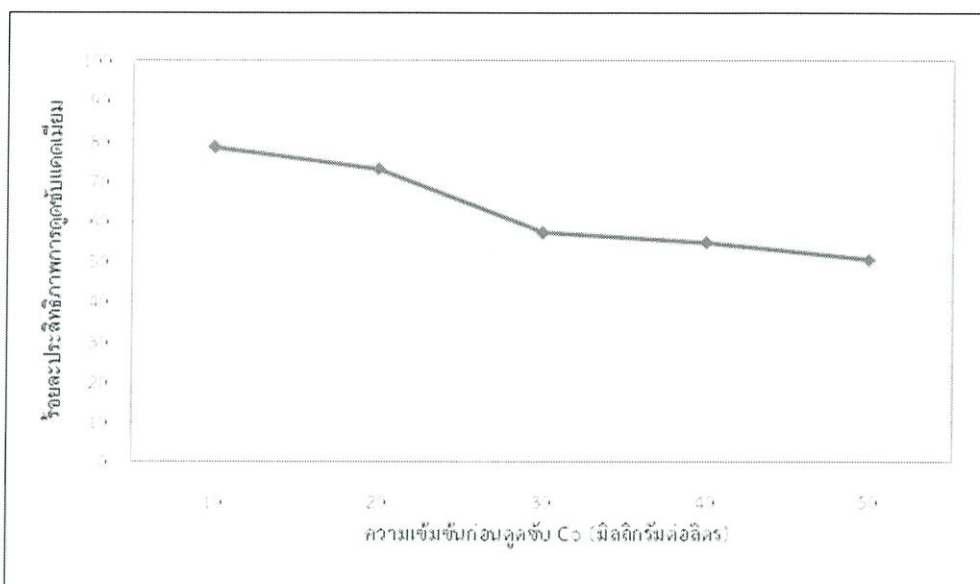
ภาพที่ 4.15 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์

จากข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ (ตารางที่ 4.10 และ 4.11) ได้คำนวณร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต จากความเข้มข้นที่เหลือของโลหะหนักต่อความเข้มข้นเริ่มต้นของโลหะหนัก

สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการดูดซับกับความเร็รอบในการเขย่าขณะดูดซับ ซึ่งประสิทธิภาพการดูดซับแสดงดังภาพที่ 4.16 และ 4.17



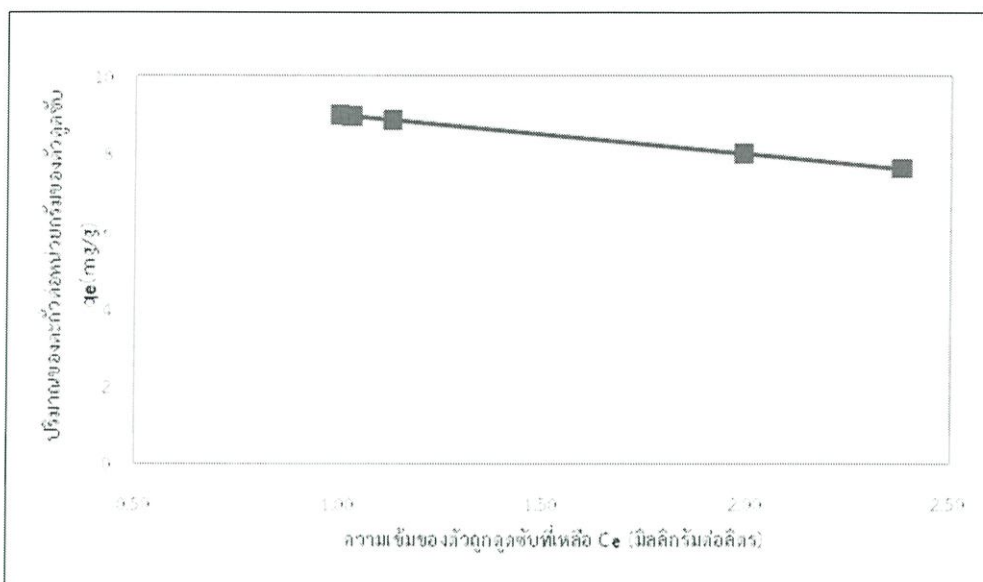
ภาพที่ 4.16 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์



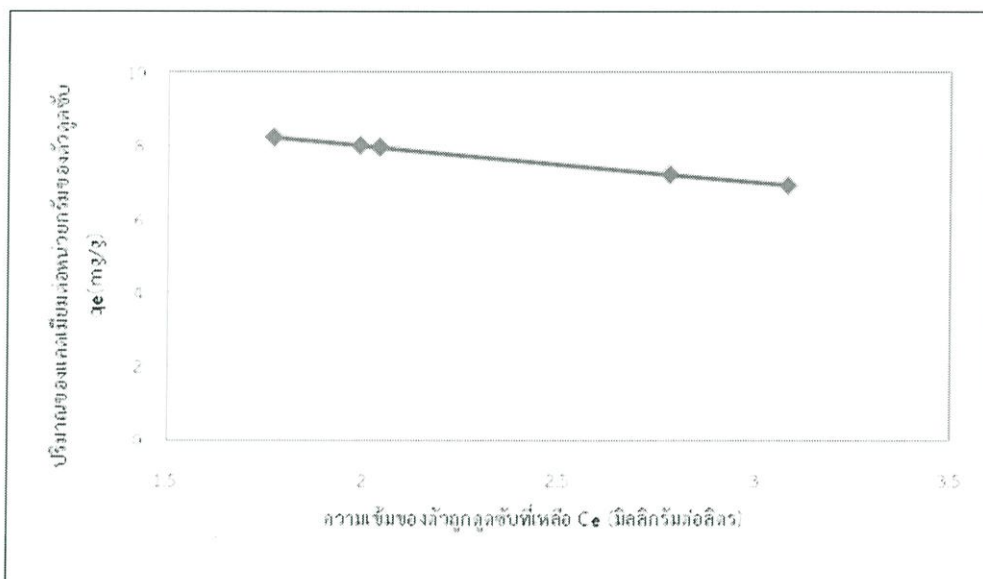
ภาพที่ 4.17 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์

พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์มากยิ่งขึ้น ปริมาณการดูดซับโลหะหนักต่อกรัมตัวดูดซับจะเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากความเข้มข้นของโลหะหนักในสารละลายเพิ่มขึ้นจะทำให้ความสามารถในการดูดซับเพิ่มขึ้นด้วย จากภาพที่ 4.14 และ 4.15 พบว่าตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟตสามารถดูดซับตะกั่วในสารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และดูดซับแคดเมียมในสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) สูงสุดที่ 26.07 และ 25.24 มิลลิกรัมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟต ตามลำดับ แล้วความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ยังส่งผลให้มีประสิทธิภาพการดูดซับมากที่สุดในค่าความเข้มข้นที่น้อยและค่อยๆ ลดลงเมื่อความเข้มข้นมาก ดังภาพที่ 4.16 และ 4.17 ซึ่งที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรมีประสิทธิภาพการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมดีที่สุด ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพการดูดซับที่ 89.70 และ 78.30 ตามลำดับ จากการทดลองนี้จึงนำความเข้มข้นของโลหะหนักที่ 10 มิลลิกรัมต่อลิตรไปใช้ในการทดลองศึกษาปัจจัยอื่นๆต่อไป

4.3.1.4 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับจากปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ โดยใช้ร้อยละโดยมวลต่อปริมาตรของตัวดูดซับในน้ำเสียสังเคราะห์ที่ 0.02, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 (% wt/v) สารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เขย่าที่ความเร็วรอบ 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 45 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.18 และ 4.19 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณตัวถูกดูดซับต่อหน่วยกรัมของตัวดูดซับที่สภาวะสมดุล q_e (มิลลิกรัมต่อกรัมตัวดูดซับ) และความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลือที่สภาวะสมดุล C_e (มิลลิกรัมต่อลิตร)

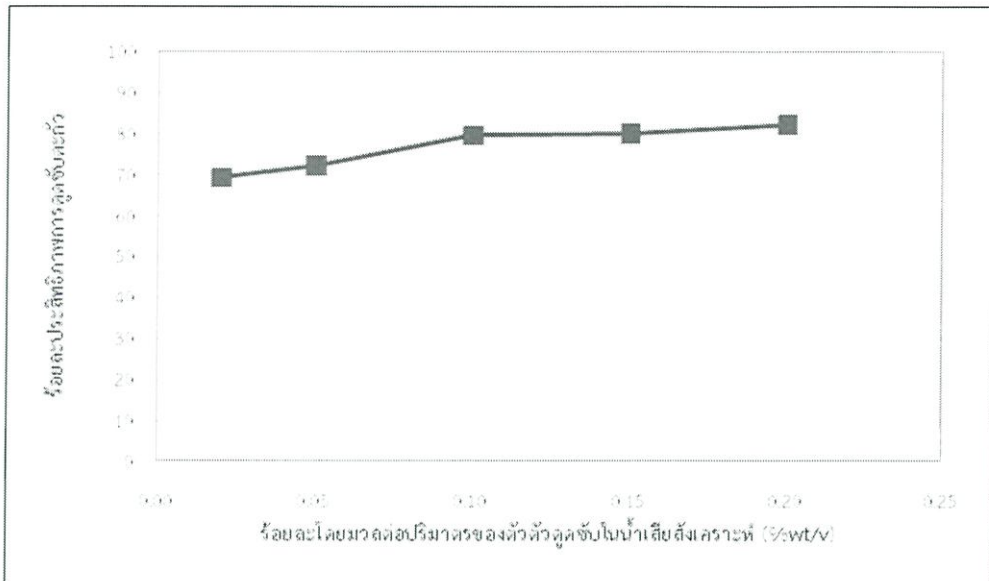


ภาพที่ 4.18 ไอโซเทอมการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ

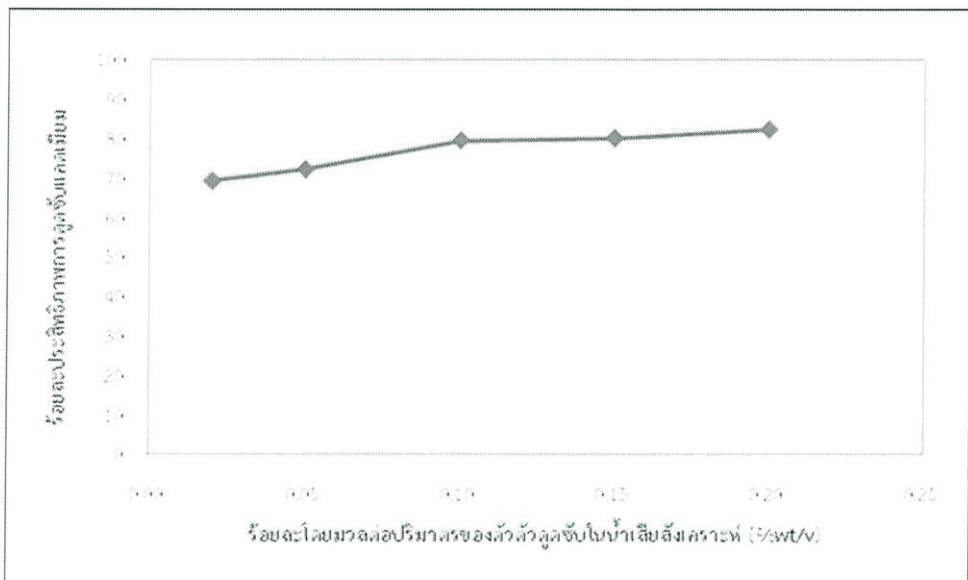


ภาพที่ 4.19 ไอโซเทอมการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ

จากข้อมูลการคำนวณไอโซเทอมของการดูดซับจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ (ตารางที่ 4.12 และ 4.13) ได้คำนวณร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต จากความเข้มข้นที่เหลือของโลหะหนักต่อความเข้มข้นเริ่มต้นของโลหะหนัก สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการดูดซับกับความเร็วรอบในการเขย่าขณะดูดซับ ซึ่งประสิทธิภาพการดูดซับแสดงดังภาพที่ 4.20 และ 4.21



ภาพที่ 4.20 ประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ



ภาพที่ 4.21 ประสิทธิภาพการดูดซับแคดเมียมจากการศึกษาปัจจัยปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับ

พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับมากยิ่งขึ้น ปริมาณการดูดซับโลหะหนักต่อกรัมตัวดูดซับจะเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากเมื่อปริมาณที่เพิ่มขึ้นจะทำให้มีพื้นผิวและรูพรุนในการดูดซับโลหะหนักมากขึ้น จากรูป 4.18 และ 4.19 พบว่าตัวดูดซับอะลูมิเนียมฟอสเฟตสามารถดูดซับตะกั่วในสารละลายเลด(II)ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) และดูดซับแคดเมียมในสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรต ($Cd(NO_3)_2$) ที่ความเข้มข้นเดียวกัน แต่ปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับต่างกันที่ 0.02, 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.2 %wt/v พบว่ามีปริมาณการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่มากที่สุด แต่จะเริ่มคงที่และเข้าสู่สมดุลการดูดซับที่ 0.1%wt/v แต่เมื่อได้เพิ่มปริมาณตัวดูดซับมากยิ่งขึ้นทำให้มีความสามารถในการดูดซับมากจนพอดีกับปริมาณตัวดูดซับที่เติมลงไป ซึ่งปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับที่ 0.2%wt/v นั้นมีความสามารถในการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมดีที่สุดที่ 9.00 และ 8.23

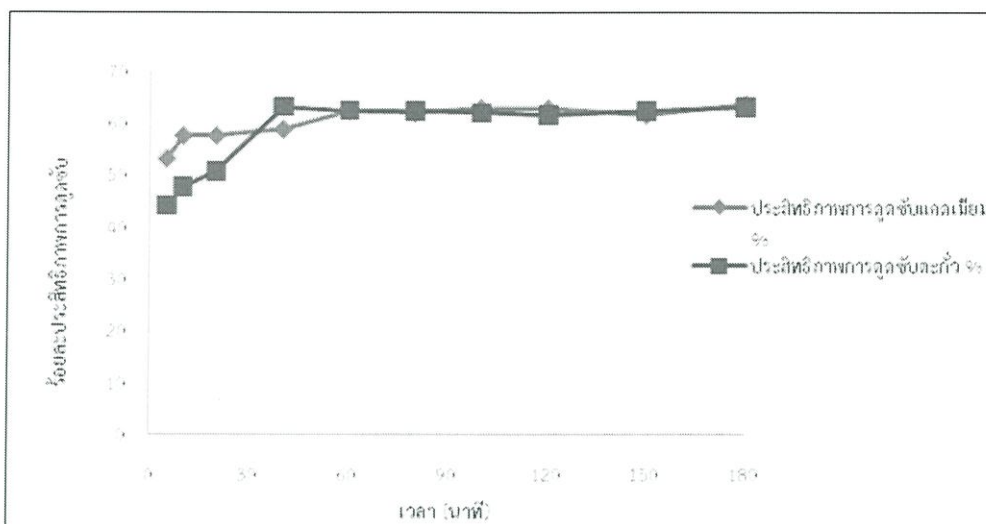
มิลลิกรัมต่อกรัมอะลูมิเนียมฟอสเฟต ตามลำดับ แล้วปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟตที่ใช้ในการดูดซับยังส่งผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับ ดังรูปที่ 4.20 และ 4.21 พบว่าที่ 0.2%wt/v มีประสิทธิภาพการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมดีที่สุด ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ประสิทธิภาพการดูดซับที่ 89.98 และ 82.29 ตามลำดับ

4.3.2 การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมแบบน้ำเสียผสม

จากการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักผสมของตะกั่วและแคดเมียม โดยผสมในอัตราส่วนความเข้มข้น 1:1 ความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนโลหะหนักแต่ละชนิดเท่ากับ 25 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรสารละลาย 50 มิลลิลิตร โดยใช้ตัวอะลูมิเนียมฟอสเฟต 0.05 กรัม เขย่าที่ความเร็วรอบ 180 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 45 นาที ผลการทดลองแสดงดังภาพ 4.22 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมแบบผสมกับเวลาตามข้อมูลดังตาราง 4.14

ตารางที่ 4.14 ข้อมูลไอโซเทอมการดูดซับจากการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักผสมของตะกั่วและแคดเมียม

Time (min)	Ce of Cd(II) (ppm)	qe of Cd(II) (mg/g)	Adsorption Performance of Cd (II) (percent)	Ce of Pb(II) (ppm)	qe of Pb(II) (mg/g)	Adsorption Performance of Pb (II) (percent)
5	2.34	2.66	53.20	2.79	2.21	44.14
10	2.12	2.88	57.60	2.53	2.45	47.76
20	2.12	2.88	57.60	2.47	2.53	50.66
40	2.06	2.94	58.80	1.84	3.16	63.16
60	1.88	3.12	62.40	1.88	3.12	62.44
80	1.90	3.10	62.00	1.88	3.12	62.40
100	1.86	3.14	62.80	1.90	3.10	62.00
120	1.86	3.14	62.80	1.92	3.08	61.60
150	1.92	3.08	61.60	1.88	3.12	62.36
180	1.82	3.18	63.60	1.85	3.16	63.10



ภาพที่ 4.22 ร้อยละประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแกลบเปียกแบบผสม

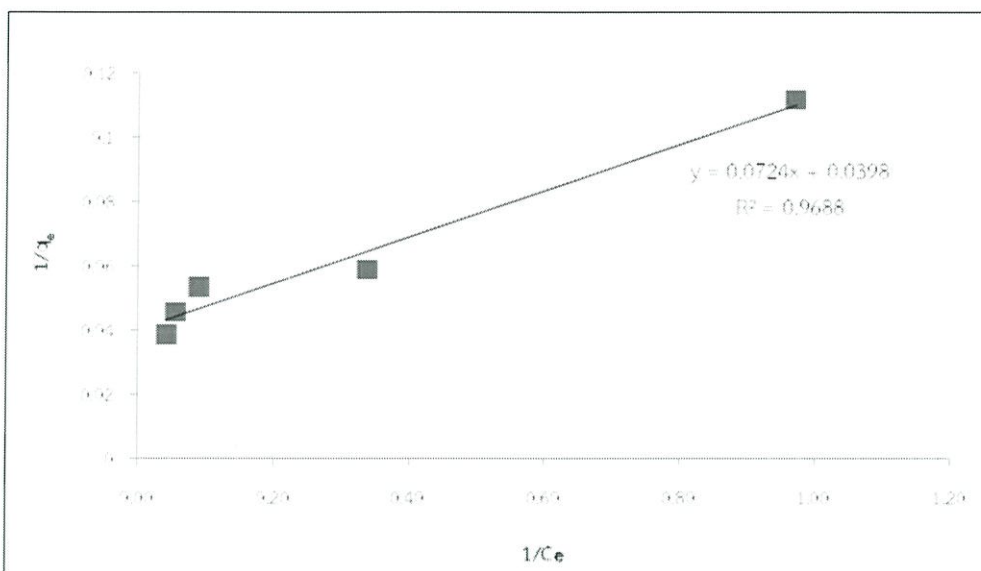
พบว่าโลหะหนักตะกั่วเข้าสู่สมดุลที่ 40 นาทีและแกลบเปียกเข้าสู่สมดุลที่ 60 นาที โดยที่สภาวะสมดุลมีร้อยละการดูดซับของโลหะหนักตะกั่วและแกลบเปียกที่ 63.16 และ 62.4 ตามลำดับ ซึ่งในช่วงเวลาแรกแกลบเปียกมีประสิทธิภาพการดูดซับได้ดีกว่าของตะกั่ว เนื่องจากการแข่งขันแย่งเข้าดูดซับติดผิวของตัวดูดซับ สามารถอธิบายได้ด้วยค่า effective nuclear charges ของไอออนโลหะแต่ละชนิด โดยตะกั่วและแกลบเปียกมีค่าเป็น 4.40 และ 6.85 ดังนั้นไอออนที่มีค่า effective nuclear charges สูงจะมีแรงดึงดูดกับผิวลบบของตัวดูดซับได้ดี

4.3.3 การวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับโดยใช้สมการของ Langmuir และ Freundlich

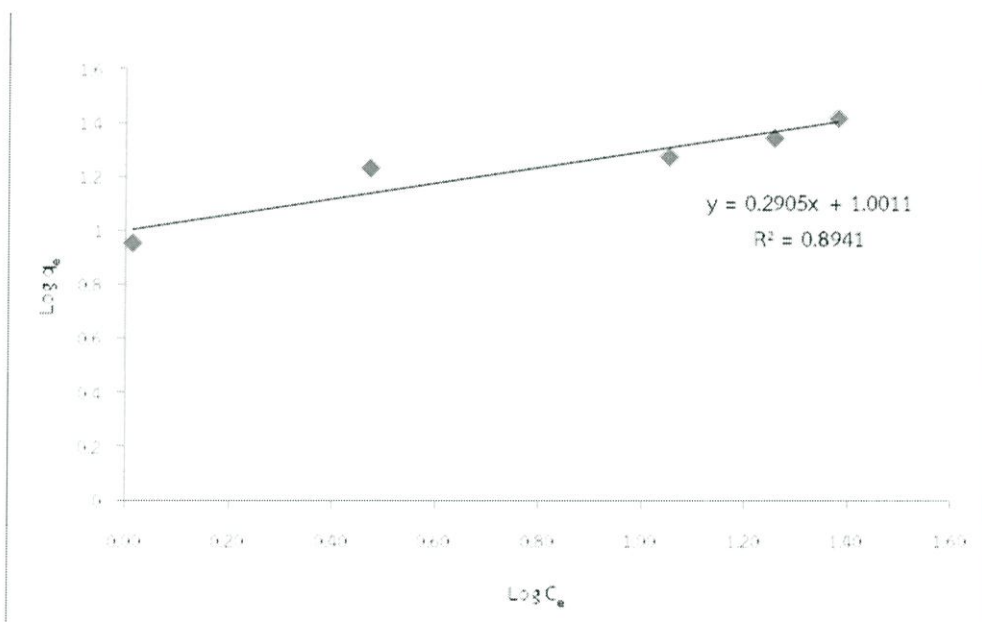
การวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับโลหะหนักที่ความเข้มข้นต่างๆด้วยสมการของ Langmuir และ Freundlich โดยใช้อะลูมิเนียมฟอสเฟตเป็นตัวดูดซับ แสดงดังรูปที่ 4.23 และ 4.24 ตามลำดับ จากกราฟหาค่าความชันและจุดตัดแกน เพื่อใช้ในการคำนวณน้ำหนักของตัวถูกดูดซับต่อน้ำหนักตัวดูดซับ เมื่อเกิดการดูดซับบนพื้นผิวเก็บสมบูรณ์ (q_m) และค่าคงที่ (K_L) ของสมการ Langmuir รวมถึงค่าคงที่การดูดซับ (K_f) และค่าคงที่ (n_f) ของสมการ Freundlich แสดงดังตารางที่ 4.15

จากตารางที่ 4.15 พบว่า ตะกั่วถูกดูดซับด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีสัมประสิทธิ์ตัวกำหนด (R^2) จากสมการ Langmuir เท่ากับ 0.9688 และสมการ Freundlich เท่ากับ 0.8941 และแกลบเปียกถูกดูดซับด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีสัมประสิทธิ์ตัวกำหนด (R^2) จากสมการ Langmuir เท่ากับ 0.9834 และสมการ Freundlich เท่ากับ 0.9614 ซึ่งกล่าวได้ว่าสมการของ Langmuir เหมาะสมที่จะใช้อธิบายสมดุลการดูดซับตะกั่วและแกลบเปียกมากกว่าสมการของ Freundlich เพราะมีค่าสัมประสิทธิ์ตัวกำหนด (R^2) เข้าใกล้ 1 มากกว่าสมการ Langmuir ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ B.S.Ch และคณะ [41] และสามารถสรุปสมการของ Freundlich และ Langmuir ได้ดังตารางที่ 4.16

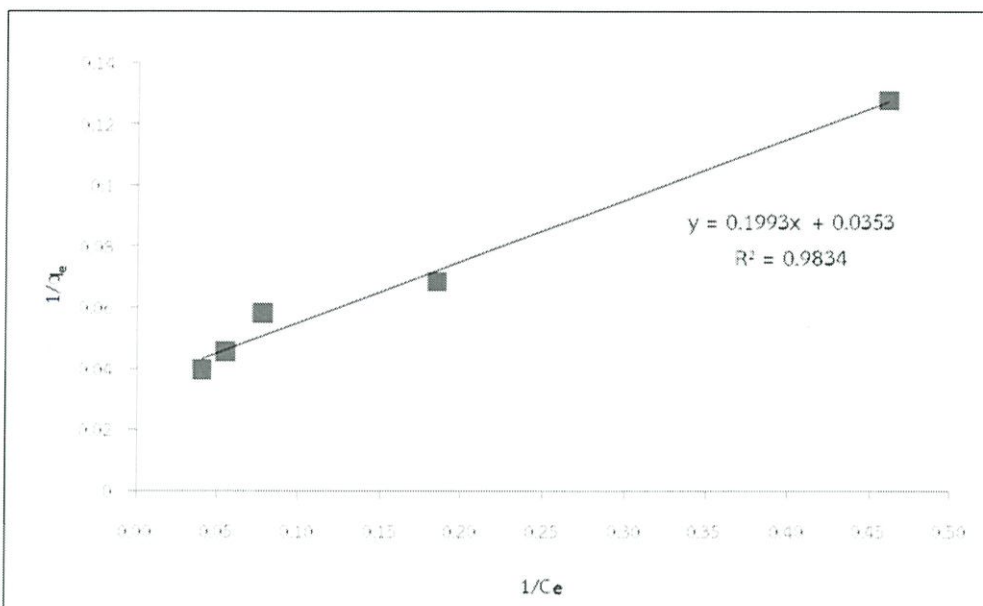
จากข้อมูลข้างต้นสามารถกล่าวได้ว่า ตะกั่วที่ถูกดูดซับด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟตอาจเป็นตัวดูดซับแบบหลายชั้น สำหรับค่า q_m มีค่าเท่ากับ 25.1256 มิลลิกรัมต่อลิตร ค่าคงที่ K_L มีค่าเท่ากับ 0.5497 ค่าคงที่ K_f มีค่าเท่ากับ 10.0254 และค่าคงที่ n_f มีค่าเท่ากับ 3.4423 และแกลบเปียกถูกดูดซับด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟตอาจเป็นตัวดูดซับแบบหลายชั้น สำหรับค่า q_m มีค่าเท่ากับ 28.3286 มิลลิกรัมต่อลิตร ค่าคงที่ K_L มีค่าเท่ากับ 0.1771 ค่าคงที่ K_f มีค่าเท่ากับ 5.9007 และค่าคงที่ n_f มีค่าเท่ากับ 2.2143



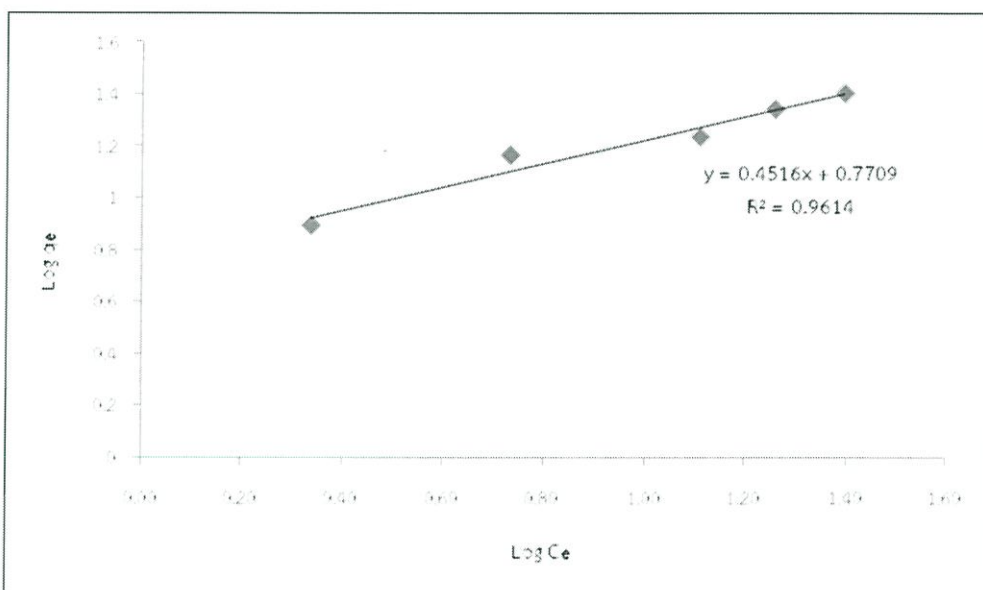
ภาพที่ 4.23 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับตะกั่วด้วยสมการ Langmuir



ภาพที่ 4.24 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับตะกั่วด้วยสมการ Freundlich



ภาพที่ 4.25 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับแคดเมียมด้วยสมการ Langmuir



ภาพที่ 4.26 กราฟวิเคราะห์ข้อมูลการดูดซับแคดเมียมด้วยสมการ Freundlich

ตารางที่ 4.15 ค่าตัวแปรที่ได้จากการคำนวณสมการของ Langmuir และ Freundlich

Adsorbent	Adsorbete	Langmuir			Freundlich		
		q_m	K_L	R^2	K_f	N_f	R^2
AlPO ₄ -Na ₂ HPO ₄	Pb	25.1256	0.5497	0.9688	10.0254	3.4423	0.8941
	Cd	28.3286	0.1771	0.9834	5.9007	2.2143	0.9614

ตารางที่ 4.16 สมการการของ Langmuir และ Freundlich

Adsorbent	Adsorbete	Freundlich Equation	Langmuir Equation
AlPO ₄ -Na ₂ HPO ₄	Pb	$q_e = 10.0254C_e^{0.2684}$	$q_e = 13.8115C_e / (1 + 0.5497C_e)$
	Cd	$q_e = 5.9007C_e^{0.4516}$	$q_e = 5.0170C_e / (1 + 0.1771C_e)$

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาดูดซับตะกั่วในสารละลายเลด(II)ไนเตรทและการดูดซับแคดเมียมในสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรท โดยใช้ตัวดูดซับคืออะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) ที่สังเคราะห์จาก $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ เป็นสารตั้งต้นและ Na_2HPO_4 เป็นแหล่งฟอสเฟต จากการทดลองพบว่า $AlPO_4$ สามารถดูดซับตะกั่วและแคดเมียมได้ดีที่สุดที่ความเร็วในการเขย่า 180 RPM เวลาในการดูดซับ 45 นาที ความเข้มข้น 10 ppm และปริมาณของตัวดูดซับคือ 0.10 กรัมต่อปริมาตรและ ในน้ำเสียผสมตะกั่วสามารถเข้าสู่สมดุลการดูดซับได้เร็วกว่าแคดเมียมแต่เมื่อเวลาผ่านไปการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมจะใกล้เคียงกัน จากการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของตัวดูดซับด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction หรือ XRD) พบว่า $AlPO_4$ มีโครงสร้างเป็นแบบผลึก และจากการวิเคราะห์ขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวดูดซับด้วยวิธี BET พบว่า $AlPO_4$ มีขนาดรูพรุน 20.64 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิว 166.40 ตารางเมตรต่อกรัม จะเห็นว่า $AlPO_4$ มีขนาดรูพรุนและพื้นที่ผิวมาก ทำให้ความสามารถในการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมมาก เนื่องจากอนุภาคของตะกั่วและแคดเมียมเข้าไปยึดเกาะในรูพรุนและบนพื้นที่ผิวของตัวดูดซับได้ง่าย นอกจากนี้ยังมีอีกหนึ่งปัจจัยที่ทำให้ $AlPO_4$ เป็นตัวดูดซับที่ดีคือโครงสร้างที่เป็นผลึก ดังนั้นจะเห็นว่าขนาดรูพรุน พื้นที่ผิว การกระจายตัวของขนาดรูพรุน พื้นที่ผิวและความเป็นผลึกของตัวดูดซับ เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมบนอะลูมิเนียมฟอสเฟต

จากการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ โดยใช้สมการของ Langmuir และ Freundlich ได้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของตัวถูกดูดซับต่อหน่วยกรัมของตัวดูดซับที่สภาวะสมดุล (q_e) และความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลือที่สภาวะสมดุล (C_e) ของตัวดูดซับ $AlPO_4$ ในสารละลายตะกั่วคือ

$$q_e = \frac{13.8115C_e}{1+0.5497C_e} \quad \text{และ} \quad q_e = 14.5138C_e^{0.2905} \quad \text{ตามลำดับ และสารละลายแคดเมียมคือ}$$

$$q_e = \frac{5.0170C_e}{1+0.1771C_e} \quad \text{และ} \quad q_e = 5.9007C_e^{0.4516} \quad \text{ตามลำดับ โดยค่าสัมประสิทธิ์ตัวกำหนด (R^2) จากสมการ}$$

ของ Langmuir และ Freundlich ของตัวดูดซับ $AlPO_4$ คือ 0.9234 และ 0.8199 ตามลำดับ เมื่อดูจากค่า R^2 จะเห็นว่าค่า R^2 ของ Langmuir มีค่าเข้าใกล้ 1 มากกว่าของ Freundlich จึงสรุปได้ว่าสมการของ Langmuir เหมาะสมที่จะใช้อธิบายสมดุลการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมมากกว่าสมการของ Freundlich ดังนั้นการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมบนตัวดูดซับจึงเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว อธิบายได้ว่าการดูดซับเกิดขึ้นจากแรงดึงดูดเป็นแรงทางเคมีที่ไม่สามารถผันกลับได้ การดูดซับตะกั่วด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟตสามารถอธิบายขั้นตอนการดูดซับที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องเป็นลำดับดังนี้[42]

ก) การเคลื่อนที่ของตะกั่วและแคดเมียมจากสารละลายผ่านชั้นของของเหลวไปสู่ผิวภายนอกของ $AlPO_4$

ข) ตะกั่วและแคดเมียมแพร่เข้าไปภายในรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต

ค) เกิดการดูดซับของตะกั่วและแคดเมียมภายในรูพรุนของอะลูมิเนียมฟอสเฟต

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 นำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมนั้นไม่ได้มีแค่การปนเปื้อนของตะกั่วและแคดเมียมเพียงสองชนิดแต่ยังมีการปนเปื้อนโลหะหนักอื่นๆ อีกด้วย ดังนั้นจึงควรทดสอบตัวดูดซับ $AlPO_4$ ให้ดูดซับโลหะหนักตัวอื่นๆด้วย

5.2.2 นอกจากความเข้มข้น เวลา ความเร็วในการเขย่าและปริมาณของตัวดูดซับที่เป็นปัจจัยต่อการดูดซับแล้ว อาจยังมีปัจจัยอื่นๆ ที่มีผลต่อการดูดซับ เช่น pH อุณหภูมิ เป็นต้น ดังนั้นจึงควรศึกษาปัจจัยอื่นๆเพิ่มเติม เพื่อประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักที่ดีที่สุด

5.2.3 การอบตัวดูดซับเพื่อไล่ความชื้นที่อยู่ในรูพรุนออกนั้นจะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพตัวดูดซับให้สามารถดูดซับโลหะหนักได้ดีมากยิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] พรพรรณ พนาปุฒิกุล. 2549. โลหะหนักตัวการปัญหาสิ่งแวดล้อม. กรุงเทพฯ : สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย.
- [2] ชาริณี โทหนอง และสุนิสา ทรัพย์ธีระโชติ. 2557. “การดูดซับโลหะหนักด้วยอะลูมิเนียมฟอสเฟต.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [3] **ปุ๋ยฟอสเฟต.** [online]. Available : <http://www.scimath.org/socialnetwork/groups/viewbulletin/1198->
- [4] วรชาติ วิศวกรรม. 2555. “เทคโนโลยีการบำบัดดินปนเปื้อนโลหะหนักด้วยวัสดุฟอสเฟต.” แก่นเกษตร. 40 : 337-378.
- [5] วิทยา มะเสนา. 2531. “การใช้หินฟอสเฟตแทนปุ๋ยเคมีฟอสฟอรัส.” เคหการเกษตร. 12 : 88-92.
- [6] **การดูดซึมสารตะกั่ว.** [online]. Available : http://siamhealth.net/public_html/environment/lead.htm#.WJlytDuLTIV
- [7] ชัยวัฒน์ เจนวานิชย์. 2543. **การค้นพบตะกั่ว.** กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
- [8] C.D. Klaassen, J. Liu, S. Choudhuri. 1999. “Metallothionein: an intracellular protein to protect against cadmium toxicity.” Pharmacol. Toxicol. 39 : 267–294
- [9] **คลังความรู้ Scimath**สังกะสีและแคดเมียม. [Online]. Available : <http://www.scimath.org/socialnetwork/groups/viewbulletin/1897-?groupid=295>
- [10] เกรียงศักดิ์ อุดมศิลป์โรจน์. 2539. **การบำบัดน้ำเสีย.** กรุงเทพฯ : มิตรนราการพิมพ์
- [11] เดชา ฉัตรศิริเวช. 2552. **กระบวนการดูดซับ.** กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [12] Danald, L. 1995. “Environmental Soil Chemistry.” USA Academic Press. 99-139.
- [13] Eckenfelder, W.W. 1996. “Industrial Water Pollution Control.” Confederation of British Industry Publishing. New York. 263-291.
- [14] บุญชัย โชติวิริยานิชย์. 2533. “การปรับปรุงสมการความสัมพันธ์ของการดูดซับก๊าซผสมโดยวิธีทางเทอร์โมไดนามิกส์.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [15] ศิริรัตน์ ศรีเกษพีชร์. 2543. “การดูดซับสารละลายโลหะหนักด้วยดินเหนียวและดินเหนียวปรับปรุง.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- [16] ภัทรพรรณ รักษาวิณ. 2550. “การบำบัดแอมโมเนียมอออนด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์จากเถ้า

แกสและตะกอนอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.

- [17] อุไรพร ปุณณนิธิ. 2545. “การพัฒนาตัวดูดซับชีวภาพ โดยการตรึงชีวมวลสาหร่ายทะเลสีน้ำตาลด้วยโคโตแซนเพื่อการกำจัดแคดเมียม.” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.
- [18] Lertijamrant, K. Praserthdam, P. Arai, M. and Panpranot, J. 2010. “Modification of Acid Properties and Catalytic Properties of $AlPO_4$ by Hydrothermal Pretreatment for Methanol Dehydration to Dimethyl ether.” *Applied Catalysis*. 379 : 119-123.
- [19] Murayama, E. Arimura, K. Okajima, K. and Shibata, J. 2009. “Effect of Structure Directing Agent on $AlPO_4$ -n Synthesis from Aluminium Doss.” *Int.J. Miner. Process*. 93 : 110-114.
- [20] Brinker, C.J. and Schrer, G.W. 1990. “Sol-Gel : The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing.” California : Academic Press.
- [21] El-Hakam, S.A. El-Khouly, A.A. and Khder, A.S. 1999. “Effect of Thermal Treatment on Various Characteristics of Nickel/aluminium phosphate Catalysts.” *Applied Catalysis A : General*. 185 : 247-257.
- [22] ผดุงศักดิ์ รัตนเดโช. 2551. **พื้นฐานการทำความร้อนด้วยไมโครเวฟ. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.**
- [23] เครื่องมือวิเคราะห์ความเป็นผลึกโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์. [Online]. Available : <http://www.sec.psu.ac.th/home/ebook/sec-magazine-2557-04-ftir/sec-magazine-2557-04-ftir.pdf>
- [24] กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด(Scanning Electron Microscopy,SEM). [Online]. Available : <http://www.rmutphysics.com/charud/oldnews/SEM.pdf>
- [25] เครื่องวัดพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุนโดยวิธีบีอีที(BET). [Online]. Available : http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2550/ichem0850nt_ch2.pdf
- [26] สมาคมนิวเคลียร์แห่งประเทศไทย. “การวิเคราะห์โดยวิธีเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์.” [Online]. Available : <http://www.nst.or.th/article/article494/article49418.htm>
- [27] เครื่องตรวจวัดสเปกโตรสโกปีการสั่นแบบอินฟราเรด. [Online]. Available : <http://www.sec.psu.ac.th/home/ebook/sec-magazine-2557-04-ftir/sec-magazine-2557-04-ftir.pdf>
- [28] เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี [AAS]. [Online]. Available : http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2551/chem0451sk_ch1.pdf
- [29] เทคนิคการตรวจสอบเอกลักษณ์อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี [AAS].

- [Online]. Available:
[http://eresearch.library.ssru.ac.th/bitstream/123456789/329/10/ird_286_562\(9\).pdf](http://eresearch.library.ssru.ac.th/bitstream/123456789/329/10/ird_286_562(9).pdf)
- [30] การวิเคราะห์โลหะหนักในน้ำเสียการใช้เครื่อง AAS. [Online]. Available :
<http://www2.diw.go.th/Research/เอกสารเผยแพร่/เครื่อง/AAS.pdf>
- [31] สาโรจน์ บุญเสียง. 2554. เอกสารประกอบการเรียนเคมีอนินทรีย์ [Online]. Available :
<http://www.mwit.ac.th/t2040113/InorganicChemistry.pdf>
- [32] กนกกร พงษ์ภมร, นวรัตน์ พุฒสกุล และ วรลักษณ์ เทียนกระจำง. 2556. “วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [33] Naeem, A. Mustafa, S. Rehana, N. Dilara, B. and Murtaza, S.2002. “The Sorption of Divalent Metal Ions on $AlPO_4$.” *Journal of Colloid and Interface Science*. 252 : 6-14.
- [34] Lin, L.C. Thirumavalavan, M. Wang, Y.T. and Lee, J.F. 2010. “Effect of preparation Conditions on the Adsorption of Heavy Metal Ions from Aqueous Solution by Mesoporous Silica Material Prepared Using Organic Template(CTAB).” *Journal of Chemical&Engineering Data*. 55 : 3667-3673
- [35] Kumar, V.S. Padmasri, A.H. Satyanarayana, C.V.V. Reddy, I.A.K. Raju, B.D. and Rama Rao, K.S. 2006. “Nature and mode of addition of phosphate precursor in the synthesis of Aluminum Phosphate and its influence on methanol dehydration to dimethyl ether.” *Catalysis Communications*. 7 : 745-751.
- [36] Jia, K. Pan, B. Zhang, Q. Zhang, W. Jiang, P. Hong, C. Pan, B. and Zhang, Q. 2008. “Adsorption of Pb^{2+} , Zn^{2+} , and Cd^{2+} from waters by amorphous titanium phosphate.” *Colloid and Interface Science*. 318 : 160-166.
- [37] Kanan, C. Muthuraja, K. and Devi, M.R. 2013. “hazardous dye removal from aqueous solution over mesoporousalumiophosphate with textural porosity by adsorption.” *Hazardous Material*. 244-245.
- [38] ชไมพร คัมภีร์ชยา, ภัทรพร สุขสมกิจ และ สุธิษา หมุนมิตร. 2553. “การสังเคราะห์และการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารทวิโลหะแมกนีเซียม(II)โคบอลต์(II)ไฮโดรเจนฟอสเฟตไฮเดรต.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [39] Hidekazu Tanaka, Masatoshi Chikazawa 1999. “Modification of amorphous aluminum phosphate with alkyl phosphates.” *Materials Research Bulletin*. 35 : 75-84.
- [40] R. C. L. Mooney. 1956. “The crystal structure of aluminum phosphate and gallium Phosphate, low cristobalite type,” *Acta Crystallogr*. 728-734.
- [41] B.S. Chu, S.Y. Quek, B.S. Baharn,. Optimisation of enzymatic for concentration

of vitamin E in palm fatty acid distillate. *Journal of Food Chemistry* 2002, Vol. 80 : 295 – 302

- [42] Wan Ngah, W.S. Kamari, A. and Koay, Y.J. 2004. “Equilibrium and kinetics studies of adsorption of copper (II) on chitosan and chitosan/PVA beads.” *International Journal of Biological Macromolecules*. 43 : 155-161

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การสร้างกราฟมาตรฐาน (Standard Calibration Curve)

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานเลด(II)ในเตรทที่ความเข้มข้นเท่ากับ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ppm ปริมาตร 10 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ในเตรทเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐาน เลด (II) ในเตรทเข้มข้น 100 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)

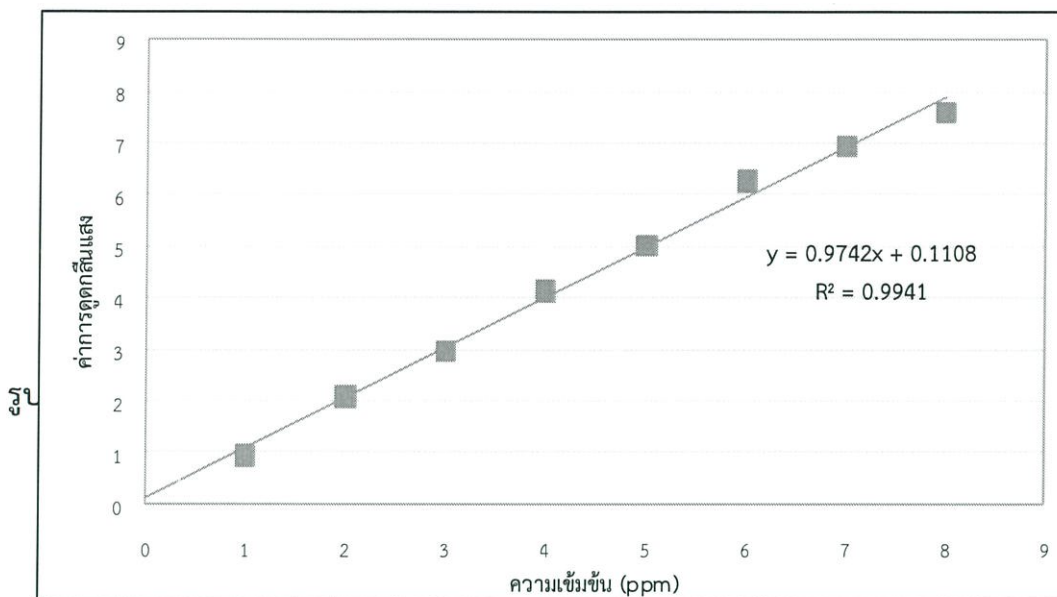
ในเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานเลด(II)ในเตรทเข้มข้น 10 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานเลด(II)ในเตรทเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2) เตรียมสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทที่ความเข้มข้นเท่ากับ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8 และ 2 ppm ปริมาตร 10 ml โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II) ในเตรทเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทเข้มข้น 100 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 10 ml ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจะได้สารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทเข้มข้น 10 ppm จากนั้นนำมาเจือจางอีกครั้งโดยปิเปตสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)ในเตรทเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

3. นำสารละลายที่เตรียมได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) ซึ่งทำการวัดตะกั่วที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร และวัดแคดเมียมที่ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร

ตารางที่ ก1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่างๆของสารละลายเลด(II)ในเตรท

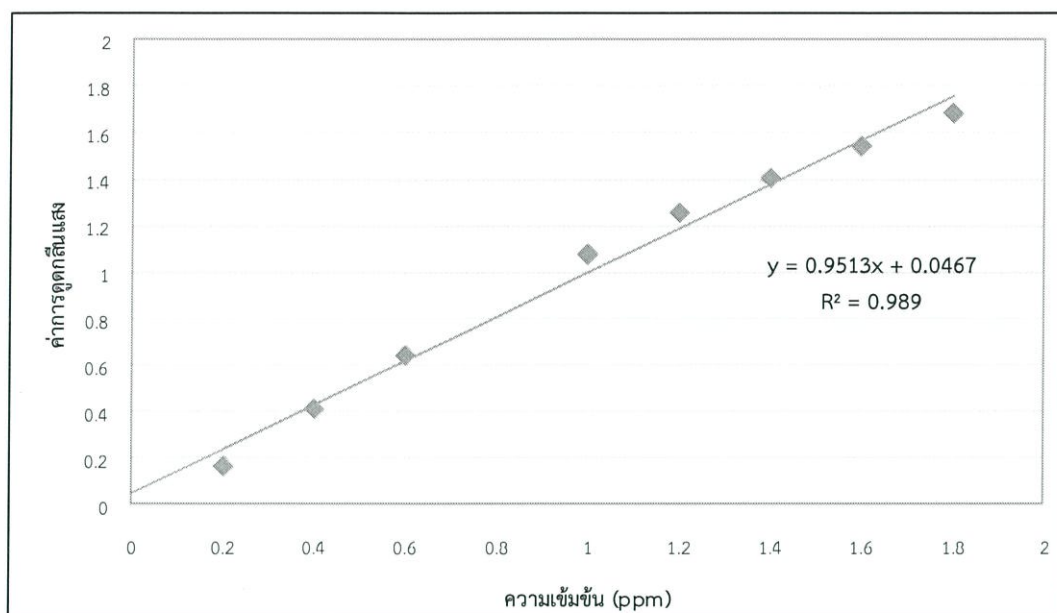
ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง (Abs)
1	0.934
2	2.084
3	2.957
4	4.138
5	5.022
6	6.267
7	6.955
8	7.600



รูปที่ ก1 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายเลด (II)ไนเตรท

ตารางที่ ก2 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่างๆของสารละลายแคดเมียม(II)ไนเตรท

ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง (Abs)
0.2	0.166
0.4	0.412
0.6	0.642
1.0	1.076
1.2	1.254
1.4	1.403
1.6	1.540
1.8	1.682



รูปที่ ก2 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลาย แคดเมียม(II)ไนเตรท

ภาคผนวก ข

การคำนวณ

1. การคำนวณหาน้ำหนักสารของ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
 น้ำหนักสาร $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

$$\frac{g}{MW} = \frac{CV}{1000}$$

เมื่อ g = จำนวนกรัมของสาร (g)
 C = ความเข้มข้นของสาร (M)
 V = ปริมาตรของสาร (ml)
 MW = น้ำหนักของสาร (g/mol)

2. การคำนวณหาร้อยละผลผลิตของสาร AlPO_4

$$\text{ร้อยละผลผลิตของสาร} = \frac{\text{ผลผลิตจริง}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี}} \times 100$$

3. การคำนวณหาจำนวนโมลของน้ำด้วยเทคนิค TGA

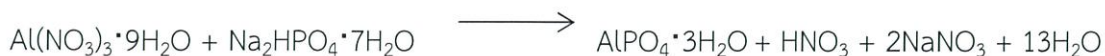
การคำนวณ AlPO_4 ที่ได้จากแหล่งฟอสเฟต Na_2HPO_4



%Mass loss	100	70	30
M.W.	$121.98 + 18x$	121.98	$18x$
หา x โดย	$\frac{100}{121.98 + 18x}$	=	$\frac{70}{121.98}$

$$\text{จะได้ } X = 2.90$$

ดังนั้นจะได้จำนวนโมลของน้ำ เท่ากับ 3 โมล



4. การคำนวณหาความสามารถในการดูดซับ

$$\text{ความสามารถในการดูดซับ (mg/g)} = \frac{(C_e - C_0)}{M} \times V$$

เมื่อ C_0 = ความเข้มข้นของสารละลายเลด (II) ไนเตรทก่อนการดูดซับ (mg/l)

C_e = ความเข้มข้นของสารละลายเลด (II) ไนเตรทหลังการดูดซับ (mg/l)

V = ปริมาตรของสารละลาย (l)

M = น้ำหนักของสาร (g)

5. การคำนวณค่าประสิทธิภาพการดูดซับ

$$\text{ประสิทธิภาพการดูดซับ (\%)} = \frac{(C_e - C_0)}{M} \times 100$$

เมื่อ C_0 = ความเข้มข้นของสารละลายเลด (II) ไนเตรทก่อนการดูดซับ (mg/l)

C_e = ความเข้มข้นของสารละลายเลด (II) ไนเตรทหลังการดูดซับ (mg/l)

6. การคำนวณค่า Effective nuclear charge

$$Z^* = Z - S$$

เมื่อ Z^* คือ Effective nuclear charge

Z คือ เลขอะตอมของอะตอม

S (screening หรือ shielding constant) คือ ค่าการบดบังของแต่ละออร์บิทัล

6.1 เมื่อวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ถูกบดบังอยู่ใน s-orbital หรือ p-orbital สามารถคำนวณได้ดังนี้

6.1.1 ถ้าอิเล็กตรอนที่บังและวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ถูกบังอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานเดียวกัน (ค่า n เท่ากัน) ค่า $s=0.35$ (นอกจากอยู่ใน 1s ด้วยกัน $s=0.30$)

6.1.2 ถ้าอิเล็กตรอนที่บังและวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ถูกบดบังอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานต่างกัน

ก. ถ้าต่างกันหนึ่งระดับพลังงาน ($n_2 - n_1 = 1$) ค่า $s=0.85$

ข. ถ้าต่างกันมากกว่าหนึ่งระดับพลังงาน ($n_2 - n_1 > 1$) ค่า $s=1.00$

6.2 เมื่อวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ถูกบดบังอยู่ใน d-orbital หรือ f-orbital สามารถคำนวณได้ดังนี้

ก. ถ้าอิเล็กตรอนที่บังและวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ถูกบังอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานและออร์บิทัลเดียวกัน (ค่า n และ l) ค่า $s = 0.35$

ข. ถ้าอิเล็กตรอนที่บังและวาเลนซ์อิเล็กตรอนที่ถูกบังอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานหรือออร์บิทัลต่างกันไม่ว่าจะเท่าใดก็ตามค่า $s=1$ (เนื่องจากอิเล็กตรอนในชั้น 3d และ 3f จะถูกบังโดยอิเล็กตรอนในชั้น 3s และ 3p 100%)

การคำนวณค่า Effective nuclear charge ของ Pb^{2+}

Pb^{2+} มี $Z=80$

การจัดเรียงอิเล็กตรอน $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^{10} 4p^6 5s^2 4d^{10} 5p^6 6s^2 5d^{10} 4f^{14}$

$$Z_{\text{eff}} = 80 - [(0.3 \times 1) + (0.85 \times 18) + (1 \times 26) + (1 \times 34)]$$

$$= 4.40$$

Cd^{2+} มี $Z=46$

การจัดเรียงอิเล็กตรอน $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^{10} 4p^6 4d^{10}$

$$Z_{\text{eff}} = 46 - [(0.35 \times 9) + (1 \times 36)]$$

$$= 6.85$$

ภาคผนวก ค

ข้อมูลผลการทดลอง

BJH DESORPTION PORE SIZE DISTRIBUTION

ตารางที่ ค ค่าการกระจายของขนาดรูพรุนของตัวดูดซับ $AlPO_4$

ขนาดรูพรุน (nm)	ปริมาตรรูพรุน (cm^3/g)
1.389	0.082
1.673	0.122
1.915	0.161
2.145	0.164
2.429	0.192
2.705	0.186
2.99	0.182
3.347	0.195
3.751	0.392
4.235	0.220
4.823	0.180
5.551	0.195
6.478	0.212
7.717	0.202
9.323	0.215
12.053	0.330
17.505	0.498
31.577	0.946
167.223	0.348

ภาคผนวก ง

ค่ามาตรฐาน อะลูมิเนียมฟอสเฟต ในฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 72-1161

Name and formula

Reference code: 72-1161
 ICSD name: Aluminum Phosphate
 Empirical formula: AlO_4P
 Chemical formula: AlPO_4

Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic
 Space group: C2221
 Space group number: 20
 a (Å): 7.0990
 b (Å): 7.0990
 c (Å): 7.0060
 Z: 4.00

Status, subfiles and quality

Status: Diffraction data collected at non ambient -
 temperature
 Subfiles: Inorganic
 Modelled additional pattern
 Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 016651

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)*
 Structure: Mooney, R.C.L., Acta Crystallogr., 9, 728 (1956)

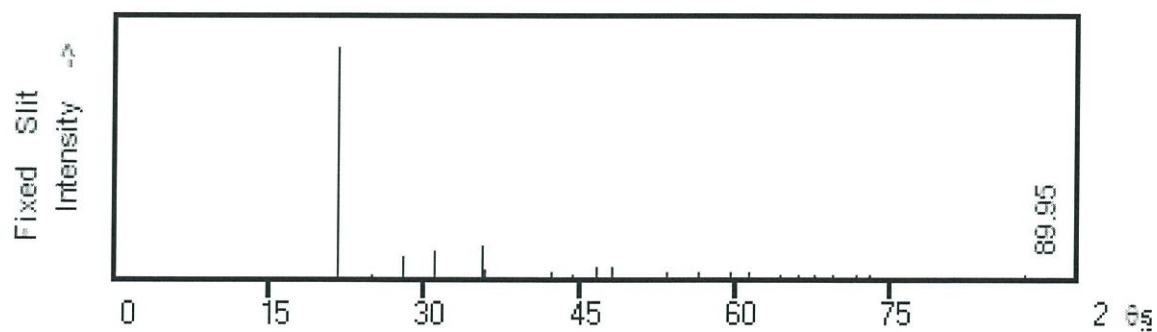
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	5.0197	17.654	0.3

2	1	1	1	4.0804	21.763	100
3	0	2	0	3.5495	25.068	1.3
4	0	0	2	3.5030	25.406	0.5
5	2	0	1	3.1663	28.160	9.3
6	1	1	2	2.8726	31.108	11.8
7	2	2	0	2.5098	35.746	13.8
8	0	2	2	2.4932	35.992	3.6
9	2	2	1	2.3628	38.053	0.1
10	1	3	0	2.2449	40.136	0.1
11	1	3	1	2.1378	42.240	2.9
12	1	1	3	2.1174	42.667	0.2
13	2	2	2	2.0402	44.364	1.8
14	2	0	3	1.9509	46.511	4.9
15	1	3	2	1.8900	48.102	4.8
16	0	4	0	1.7747	51.448	0.5
17	0	0	4	1.7515	52.182	0.9
18	4	0	1	1.7204	53.198	0.1
19	2	2	3	1.7097	53.557	2.4
20	3	3	0	1.6732	54.821	0.1
21	1	1	4	1.6537	55.524	0.4
22	3	3	1	1.6274	56.499	3.2
23	3	1	3	1.6184	56.844	0.8
24	2	4	0	1.5873	58.060	0.5
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
25	4	0	2	1.5831	58.229	0.6
26	2	0	4	1.5706	58.737	0.1
27	2	4	1	1.5481	59.678	2.4
28	3	3	2	1.5098	61.352	3.0
29	2	4	2	1.4458	64.385	1.4
30	2	2	4	1.4363	64.863	1.1
31	0	4	3	1.4130	66.069	1.2
32	5	1	0	1.3922	67.185	0.1
33	3	1	4	1.3809	67.810	2.0
34	1	5	1	1.3655	68.680	0.9
35	3	3	3	1.3601	68.989	0.5
36	1	1	5	1.3496	69.606	1.7
37	4	2	3	1.3128	71.854	2.2
38	0	2	5	1.3033	72.460	0.1

39	1	5	2	1.2937	73.080	2.0
40	4	4	0	1.2549	75.732	0.1
41	0	4	4	1.2466	76.326	0.4
42	4	4	1	1.2352	77.157	0.8
43	2	2	5	1.2234	78.043	0.1
44	5	3	0	1.2174	78.500	1.0
45	3	3	4	1.2098	79.089	0.1
46	5	3	1	1.1994	79.911	0.4
47	1	5	3	1.1958	80.203	1.0
48	1	3	5	1.1886	80.788	1.1
49	0	6	0	1.1831	81.241	0.4
50	4	4	2	1.1814	81.388	0.4
51	4	2	4	1.1762	81.825	0.7
52	0	6	1	1.1666	82.640	0.4
53	5	3	2	1.1499	84.108	0.2
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
54	1	1	6	1.1373	85.267	0.1
55	0	6	2	1.1209	86.815	0.4
56	0	2	6	1.1091	87.970	1.3
57	4	4	3	1.1054	88.346	0.9
58	0	4	5	1.0997	88.923	0.1
59	5	1	4	1.0898	89.947	0.2

Stick Pattern



ภาคผนวก จ



แบบรายงานการใช้จ่ายเงินโครงการวิจัย

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

รายงานความก้าวหน้า ครั้งที่ 2 รอบ 12 เดือน ประจำปีงบประมาณ 2560

 แหล่งงบประมาณแผ่นดิน (แบบปกติ) แหล่งเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์

๑ ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การดูดซับสารตะกั่ว และแคดเมียมจากน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยอลูมิเนียมฟอสเฟต

(ภาษาอังกฤษ) Adsorption of Lead and Cadmium from synthetic waste water by Aluminium phosphate

ชื่อ-สกุลหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน/ผู้วิจัย ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ

รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2559 ถึงวันที่ 30 กันยายน 2560

ระยะเวลาดำเนินการ 1 ปี เดือน ตั้งแต่วันที่ 1 ตุลาคม 2559 ถึงวันที่ 30 กันยายน 2560

ข้อมูลการรายงานค่าใช้จ่ายงบประมาณโครงการวิจัย

1. การเบิกจ่ายงบประมาณ (กรณีการจ่ายเงินถ้าจ่ายงวดเดียวให้ลบข้อที่ไม่เกี่ยวข้องออก)

งวดที่ 1 42,500 บาท 85 % วันที่ได้รับอนุมัติให้เบิกจ่ายเงิน (ป/ด/ว) 1 ต.ค. 59

งวดที่ 2 7,500 บาท 15 % วันที่ได้รับอนุมัติให้เบิกจ่ายเงิน (ป/ด/ว) 1 ก.ค. 60

2. สรุปงบประมาณค่าใช้จ่ายที่ใช้นับตั้งแต่เริ่มทำการวิจัยถึงปัจจุบัน

สรุปงบประมาณค่าใช้จ่ายที่ใช้นับตั้งแต่เริ่มทำการวิจัยถึงปัจจุบัน

หมวดค่าใช้จ่าย	งบประมาณรวมทั้งโครงการ	ค่าใช้จ่ายจากรายงานครั้งก่อน	ค่าใช้จ่ายงวดปัจจุบัน	รวมค่าใช้จ่ายสะสมถึงปัจจุบัน	คงเหลือ (หรือเกิน)
บุคลากร : ค่าจ้างชั่วคราว	-	-	-	-	-
งบดำเนินงาน					
ค่าตอบแทน	-	-	-	-	-
ค่าใช้สอย	26,000.00	-	-	26,000.00	-
ค่าวัสดุและสารเคมี	24,000.00	-	-	24,000.00	-
ค่าสาธารณูปโภค	-	-	-	-	-
งบลงทุน: ค่าครุภัณฑ์	-	-	-	-	-
รวม	50,000	-	-	50,000.00	0

จำนวนเงินที่ได้รับและจำนวนเงินที่ใช้จ่าย

งวดเงินที่ได้รับ	จำนวนเงินที่ได้รับ(บาท)	เมื่อ (ระบุวัน เดือน ปี)
งวดที่ 1	42,500.00	1 ต.ค. 59

งวดที่ 2	7,500.00	1 ก.ค. 60
ดอกเบี้ย ครั้งที่ 1	-	-
ฯลฯ		
รวม	50,000.00	①

งวดที่	จำนวนเงินที่ใช้จ่าย (บาท)	
งวดที่ 1	42,500.00	1 ต.ค. 59
งวดที่ 2	7,500.00	1 ก.ค. 60
ค่าจ้างผู้ช่วยวิจัย	-	-
รวม	50,000.00	②

จำนวนเงินคงเหลือ ① - ② 0 บาท

.....
 ลงนามหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน

.....
 ลงนามเจ้าหน้าที่การเงินโครงการ

ข้อมูลประวัติคณะผู้วิจัย

1.1 ประวัติหัวหน้าโครงการวิจัย

ชื่อ-สกุล นาย มন্ত্রী ทองคำ
ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
วทด.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	2009
วทม.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	1999
วทบ.	เคมีอุตสาหกรรม	มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล กรุงเทพ	1997

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ(แตกต่างจากวุฒิการศึกษา)

Methanol synthesis, Dimethyl Ether synthesis, Reaction and catalytic engineering

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์ที่ตีพิมพ์เผยแพร่ (ระดับชาติและนานาชาติ)

ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

1. Reviewer (2011), "การผลิตไบโอดีเซลจากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาผสมโพแทสเซียม ซิงค์ บนตัวรองรับเมโซพอร์สซิลิกา", วารสารวิจัยพลังงาน, ปีที่ 9 เล่มที่ 2(2555), สถาบันวิจัยพลังงาน, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
2. Reviewer (2009), "การออกแบบโครงสร้างการควบคุมแบบแพลนท์ไวด์สำหรับกระบวนการอัลคิลเลชัน", โครงการบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร.
3. Reviewer (2009), "การออกแบบโครงสร้างการควบคุมสำหรับกระบวนการฟินอลไฮโดรจีเนชันเป็นไซโคลเฮกซาโนน", โครงการบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร.
4. Researcher (2007-2008) Department of Applied Chemistry, *University of Toyama* Toyama, Japan
5. Teaching Assistance (2006-2007) Chulalongkorn University
6. Assistant Researcher (1999-2001) Chulalongkorn University

ผลงานวิจัย/งานสร้างสรรค์

งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว

การสังเคราะห์พลังงานเชื้อเพลิงทางเลือกโดยตรงจากแก๊สสังเคราะห์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโครเมียม(II) ซิงค์(II) ไพโรฟอสเฟต (ทุนวิจัยเงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์ ปีงบประมาณ 2556 : หัวหน้าโครงการวิจัย)

การสังเคราะห์พลังงานเชื้อเพลิงทางเลือกบนตัวเร่งปฏิกิริยาโคบอลต์(II) Ni(II)

ไพโรฟอสเฟต ($\text{Cu(II)Ni(II)P}_2\text{O}_7$) (ทุนวิจัยเงินรายได้คณะวิทยาศาสตร์ ปีงบประมาณ 2556 : หัวหน้าโครงการวิจัย)

งานวิจัยที่กำลังดำเนินการ

เครื่องปฏิกรณ์สำหรับการสังเคราะห์ไดเมทิลอีเทอร์ (ทุนพัฒนางานวิจัยประยุกต์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ปีงบประมาณ 2556 : หัวหน้าโครงการวิจัย)

ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

- 1 M. Thongkam, G. Yang, T. Vitidsant and N. Tsubaki. "Novel three-component zeolite capsule catalyst for direct synthesis of isoparaffin", *Journal of the Japan Petroleum Institute* **52(4)**: 216-219 (2009).
- 2 B. Boonchom, M. Thongkam, S. Kongtaweelert, N. Vittayakorn. "A simple route to synthesize new binary cobalt iron cyclotetraphosphate $\text{CoFeP}_4\text{O}_{12}$ using aqueous and acetone media", *Journal of Alloys and Compound*, **486**:689-692(2009).
- 3 B. Boonchom, M. Thongkam, S. Kongtaweelert, N. Vittayakorn. "Flower-like microparticles and novel superparamagnetic properties of new binary $\text{Co}_{1/2}\text{Fe}_{1/2}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obtained by a rapid solid state route at ambient temperature", *Materials Research Bulletin*, **44**:2206-2210(2009).
- 4 Banjong Boonchom, Chanaiporn Danvirutai and Montree Thongkam. "Non-isothermal decomposition kinetics of synthetic serrabrancaite ($\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) precursor in N_2 atmosphere", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **99**:357-362(2010).
- 5 Banjong Boonchom and Montree Thongkam. "Kinetics and thermodynamics of the formation of $\text{MnFeP}_4\text{O}_{12}$ ", *Journal of Chemical & Engineering Data.*, **55**: 211-216(2010).
- 6 Chesta Ruttanapun, Banjong Boonchom, Montree Thongkam, Samart Kongtaweelert, Chanchana Thanachayanont and Aree Wichainchai, "Electrical and optical properties of p-type $\text{CuFe}_{1-x}\text{Sn}_x\text{O}_2$ ($x = 0.03, 0.05$) delafossite-oxide", *Journal of Applied Physics*, **113(2)**:2013.
- 7 Guohui Yang, Montree Thongkam, Tharapong Vitidsant, Yoshiharu Yoneyama, Yisheng Tan, Noritatsu Tsubaki. "A double-shell capsule catalysts with core-shell-like structure for one-step exactly controlled synthesis of dimethyl ether from CO_2 containing syngas", *Catalysis Today*, **171**: 229-235 (2011).

บทความทางวิชาการ

1. บทความเรื่อง "พลังงานทางเลือกแห่งอนาคต : ไดเมทิลอีเทอร์ (ดีเอ็มอี)" วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง ปีที่ 18 ฉบับที่ 38 กรกฎาคม-ธันวาคม 2552 หน้า 64-70.

ผลงานที่นำเสนอในการประชุมนานาชาติ

1. M. Thongkam, B. Boonchom, T. Vitidsant, N. Tsubaki. "Catalytic Dehydration of Methanol to Dimethyl Ether from Synthesis Gas overCr/ZnO Capsules Catalysts" The 2nd Asian Conference on Innovative Energy & Environmental Chemical Engineering, Phuket, Thailand (2010).
2. M. Thongkam, B. Boonchom, T. Vitidsant. "Synthesis and characterization of binary copper (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate" The 24th International Symposium on Chemical Engineering December 2-4, 2011, Hyundai Hotel, Gyeong-ju, Korea.
3. M.Thongkam, P. Suksomkit, S. Thongkam, B. Boonchom. "Synthesis and characterization of magnesium (II) cobalt(II) hydrogen phosphate" The 25th International Symposium on Chemical Engineering December 14-15, 2012, Okinawa Convention Hall, Okinawa, Japan.
4. S.Thongkam, P. Suksomkit, M. Thongkam, B. Boonchom. "Preparation and characterization of copper (II) cobalt(II) hydrogen phosphate hydrate" The 25th International Symposium on Chemical Engineering December 14-15, 2012, Okinawa Convention Hall, Okinawa, Japan.
5. S. Thongkam, Y. Yoneyama, N. Tsubaki, M. Thongkam. "Low-temperature Fischer-Tropsch synthesis in slurry-phase reactors on the catalytic performance of Ru-Co/SiO₂ catalysts" The 4th Asian Conference on Innovative Energy & Environmental Chemical Engineering(ASCON-IEEChE) , November 9-12, 2014, The Ocean Resort, Yeosu, Korea(Rep.)
6. A. Konjareon, S. Thongkam, B. Boonchom, M. Thongkam." Low-temperature synthesis of DME as a clean fuel over CuZnO/AlPO₄ nanocatalysts" The 4th Asian Conference on Innovative Energy & Environmental Chemical Engineering(ASCON-IEEChE) , November 9-12, 2014, The Ocean Resort, Yeosu, Korea(Rep.)