

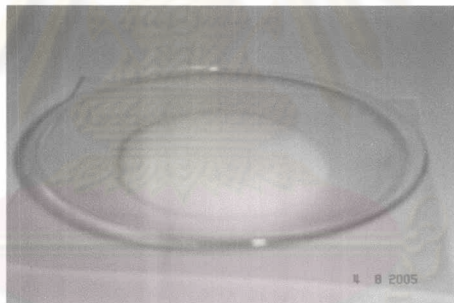
บทที่ 4

ผลการวิจัย

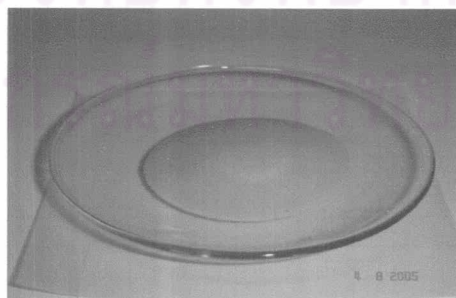
4.1 ผลการทดลองจากขั้นตอนการเตรียมตัวกลาง

4.1.1 ผลการทดลองเตรียมตัวกลางโดยใช้ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน

การเตรียมตัวกลางโดยเคลือบซิลิกาเจลด้วยสารละลายโพลีเอทิลีนไอมิน ซึ่งเป็นสารที่มีความสามารถในการยึดจับกับโลหะได้ดี เป็นการเพิ่มความสามารถในการดูดซับของตัวกลาง โดยจะมีวิธีการเตรียมหลายแบบ ซึ่งได้ทดลองนำมาประยุกต์ใช้เปรียบเทียบกันตามที่ได้กล่าวไว้ในขั้นตอนการทดลอง และจากการนำซิลิกาเจลมาทดลองเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยวิธีต่างๆ แล้ว พบว่าซิลิกาเจลจากเดิมที่มีสีขาวตามรูปที่ 4.1 เมื่อทำการเคลือบแล้วตัวกลางที่ได้จะมีลักษณะเปลี่ยนไปเหมือนกัน คือเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลืองอ่อน โดยมีรูปร่างลักษณะดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.1: ซิลิกาเจล



รูปที่ 4.2 : ซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน

4.1.2 ผลการทดลองกำจัดตะกั่วของตัวกลางที่เตรียมจากแต่ละวิธี

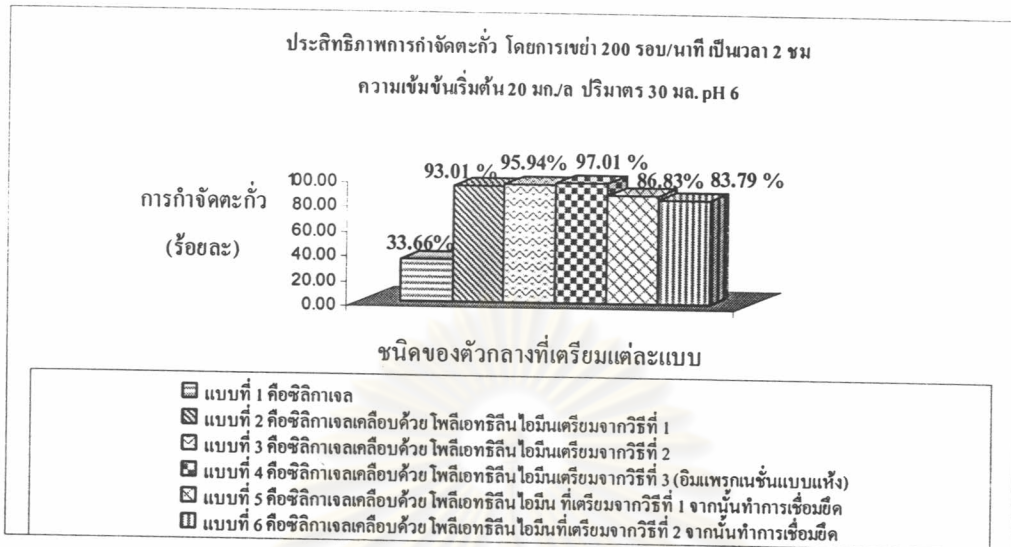
ตัวกลางที่เตรียมได้จากแต่ละวิธีจะมีคุณสมบัติหรือความสามารถในการกำจัดตะกั่วได้แตกต่างกัน ดังนั้นจึงนำซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอลอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่ได้มาจากการเตรียมตัวกลางแต่ละวิธีมาทดลองทำการกำจัดตะกั่วเบื้องต้นที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเขย่า 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 ชม. ใช้ตัวกลาง 0.05 กรัม ต่อปริมาตรน้ำตัวอย่าง 30 มิลลิลิตร ที่พีเอชเท่ากับ 6

จากการทดลองพบว่าตัวกลางที่เตรียมได้มีประสิทธิภาพการกำจัดตะกั่วมากกว่าซิลิกาเจล และเมื่อเปรียบเทียบกับผลแล้วตัวกลางที่เตรียมได้จากวิธีที่ 2 และวิธีที่ 3 มีประสิทธิภาพการกำจัดสูงกว่าตัวกลางที่เตรียมได้จากวิธีอื่นๆ และพบว่าตัวกลางที่มีการเชื่อมยึดจะมีประสิทธิภาพต่ำกว่าตัวกลางที่ไม่ได้ทำการเชื่อมยึด ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) ที่ปรับปรุงซิลิกาเจลขนาดรูพรุน 150 °A และพบว่าซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินที่มีการเชื่อมยึดด้วยกลูตารัลดีไฮด์ (Si/PEI/GA0.5) จะกำจัดตะกั่วได้น้อยลงจากซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน(Si/PEI) ประมาณร้อยละ 20-40 ซึ่งจากการทดลองครั้งนี้ พบว่าการเตรียมตัวกลางแบบวิธีที่ 3 หรือการอิมแพกนชันแบบแห้ง (Dry Impregnation) เป็นวิธีที่เตรียมง่ายกว่าเมื่อเทียบกับวิธีอื่น ในขณะที่มีประสิทธิภาพสูง

ตารางที่ 4.1 ผลการทดลองกำจัดตะกั่วโดยใช้ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินจากการเตรียมด้วยวิธีต่างๆ

| ตัวอย่าง | ความเข้มข้น (มก./ล) | ประสิทธิภาพในการกำจัด | | |
|-----------------------------|------------------------|-----------------------|---------|--------|
| | | (มก./ล) | (มก./ก) | ร้อยละ |
| ความเข้มข้นเริ่มต้น | 19.525 | - | - | - |
| ซิลิกาเจล | 13.017 | 6.508 | 3.89 | 33.33 |
| ตัวกลาง Si/PEI จากวิธีที่ 1 | 1.364 | 18.161 | 10.87 | 93.01 |
| ตัวกลาง Si/PEI จากวิธีที่ 2 | 0.793 | 18.732 | 11.20 | 95.94 |
| ตัวกลาง Si/PEI จากวิธีที่ 3 | 0.585 | 18.940 | 11.30 | 97.01 |
| ตัวกลาง Si/PEI จากวิธีที่ 4 | 2.572 | 16.953 | 10.14 | 86.83 |
| ตัวกลาง Si/PEI จากวิธีที่ 5 | 3.165 | 16.360 | 9.76 | 83.79 |

และสามารถแสดงความสัมพันธ์เป็นกราฟแท่งได้ดังนี้



รูปที่ 4.3 ประสิทธิภาพของการกำจัดตะกั่วของชลิคาเจลที่เตรียมได้จากแต่ละวิธี

เนื่องจาก การที่ได้ทดลองเตรียมตัวกลางในแต่ละวิธีนั้น พบว่าการเตรียมตัวกลางที่มีขั้นตอนการกวนผสมตัวกลางกับสารละลายด้วยเครื่องกวน(Stirrer) และกรองตัวกลางออกจากสารละลายที่ใช้เคลือบ เกิดปัญหาอย่างมากในการควบคุมปริมาณตัวกลางที่กรองออกในแต่ละครั้ง และการควบคุมอัตราส่วนตัวกลางต่อน้ำและอะซิโตนที่ใช้ล้างให้คงที่ เนื่องจากในขั้นตอนการเตรียมมีการสูญเสียตัวกลางไปกับขั้นตอนการกรองและล้างตัวกลางปริมาณหนึ่ง ทั้งนี้เพราะตัวกลางมีขนาดเล็กและเมื่อเปียกน้ำจะมีลักษณะเป็นเจลติดอยู่กับภาชนะต่างๆที่ใช้เตรียม ซึ่งยากต่อการควบคุม ดังนั้นการศึกษาในครั้งนี้จึงเลือกที่จะเคลือบโพลีเอทรีนไอมินลงบนชลิคาเจลด้วยกระบวนการอิมแพกเนชันแบบแห้ง ซึ่งมีข้อดีเพิ่มขึ้นมาอีกคือเป็นวิธีที่ใช้ปริมาณสารที่เคลือบน้อยกว่าวิธีอื่น คือใช้เพียงเท่ากับปริมาตรรูพรุนของตัวกลางเท่านั้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1.3 ผลการทดลองกำจัดตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบโพลีเอทิลีนในอัตราส่วนแตกต่างกัน

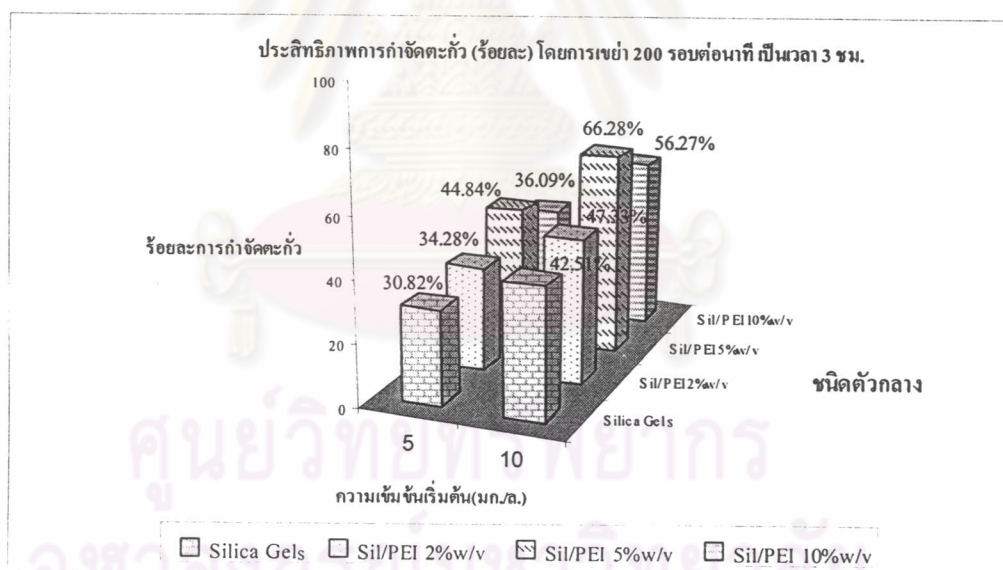
จากการทดลองนำซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยสารละลายโพลีเอทิลีนในเมทานอล ด้วยวิธีการเตรียมตัวกลางแบบอิมแพกเนชันแบบแห้ง ในอัตราส่วนร้อยละ 2 5 และ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมีนในเมทานอล มาทำการกำจัดตะกั่วเบื้องต้นที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการเขย่า 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 ชม. ปริมาณตัวกลาง 0.05 กรัม ต่อปริมาณน้ำตัวอย่าง 30 มิลลิลิตร ที่พีเอชเท่ากับ 6 พบว่าตัวกลางที่เตรียมในอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมีนในเมทานอล (5%w/v) มีประสิทธิภาพการกำจัดที่ดีที่สุด และตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมีนในเมทานอล (2%w/v) มีประสิทธิภาพไม่แตกต่างจากซิลิกาเจลมากนัก ส่วนตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมีนในเมทานอล (10%w/v) มีประสิทธิภาพน้อยกว่าตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมีนในเมทานอล ดังแสดงผลการทดลองในตารางที่ 4.2 และตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.2 ผลการทดลองกำจัดตะกั่วโดยใช้ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมีนที่เคลือบด้วยอัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอช 6

| ตัวอย่าง | ความเข้มข้น (มก./ล.) | ประสิทธิภาพในการกำจัด | | |
|-------------------------|-------------------------|-----------------------|----------|----------|
| | | (มก./ล.) | (มก./ก.) | (ร้อยละ) |
| ความเข้มข้นเริ่มต้น | 5.315 | - | - | - |
| ซิลิกาเจล | 3.677 | 1.638 | 0.98 | 30.82 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 2% w/v | 3.493 | 1.822 | 1.09 | 34.28 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 5% w/v | 2.932 | 2.383 | 1.42 | 44.84 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 10% w/v | 3.397 | 1.918 | 1.14 | 36.09 |

ตารางที่ 4.3 ผลการทดลองกำจัดตะกั่วโดยใช้ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินที่เคลือบด้วยอัตราส่วนแตกต่างกัน ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอช 6

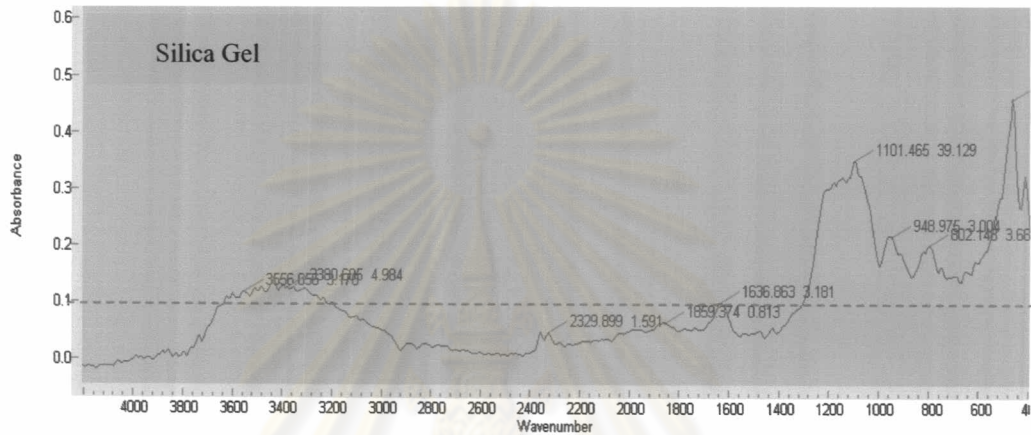
| ตัวอย่าง | ความเข้มข้น (มก./ล.) | ประสิทธิภาพการกำจัด | | |
|-------------------------|-------------------------|---------------------|----------|----------|
| | | (มก./ล.) | (มก./ก.) | (ร้อยละ) |
| ความเข้มข้นเริ่มต้น | 10.141 | - | - | - |
| ซิลิกาเจล | 5.830 | 4.312 | 2.57 | 42.51 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 2% w/v | 5.341 | 4.801 | 2.87 | 47.33 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 5% w/v | 3.419 | 6.722 | 4.02 | 66.28 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 10% w/v | 4.435 | 5.706 | 3.40 | 56.27 |



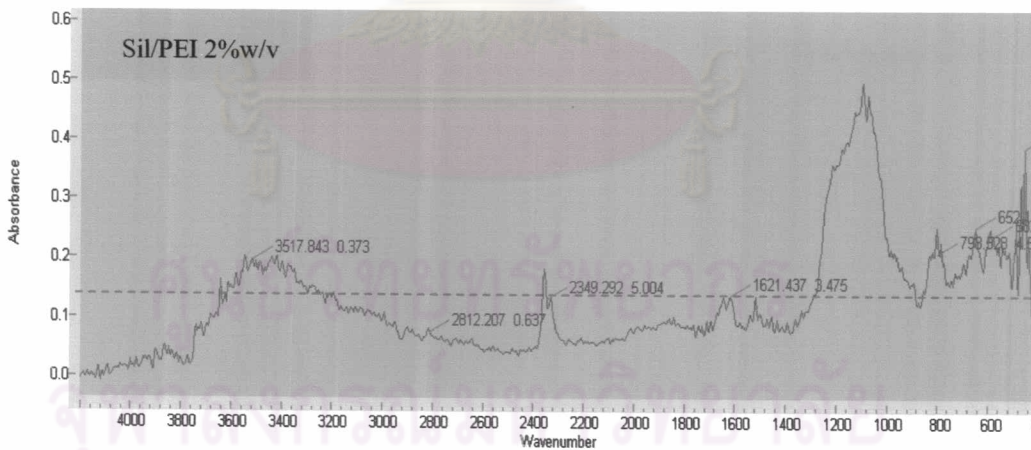
รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพของการกำจัดตะกั่ว ของซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทรีนในอัตราส่วนต่างๆ

4.1.4 ผลการวิเคราะห์ซิลิกาเจลที่เคลือบโพลีเอทิลีนไอมินด้วย FTIR

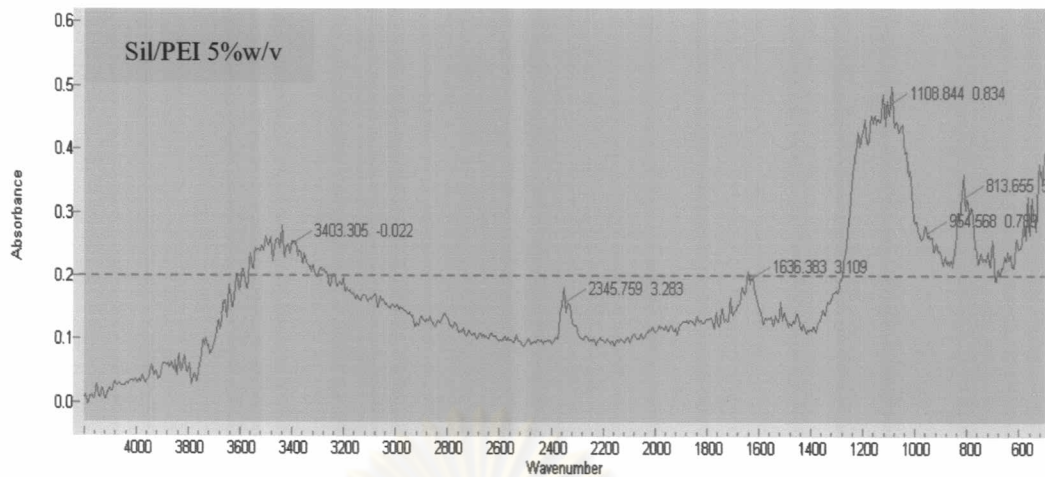
การนำซิลิกาเจลและซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินในอัตราส่วนร้อยละ 2 และ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR ซึ่งเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โดยบดตัวอย่างผสมกับ KBr ในอัตราส่วน 1: 50 และมีผลการทดลองดังต่อไปนี้



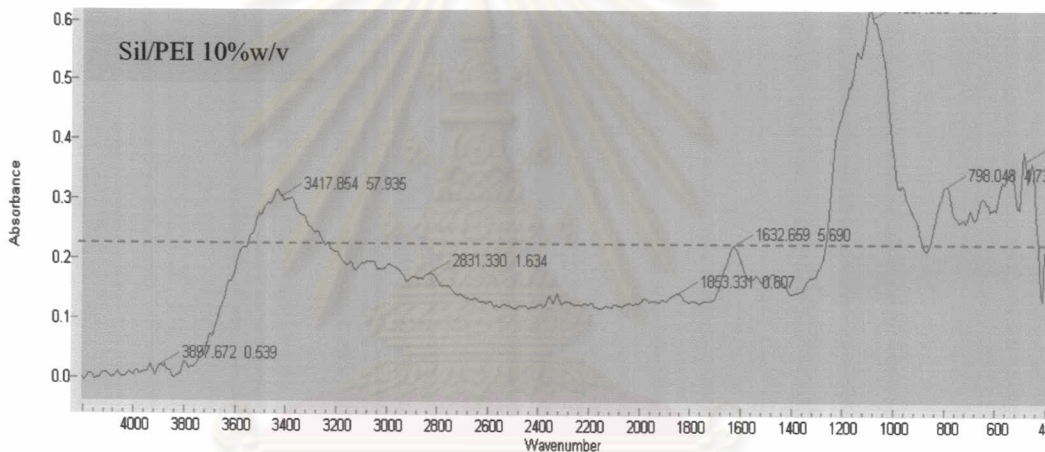
รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ซิลิกาเจลด้วยเครื่อง FTIR



รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์ซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินในอัตราส่วนร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอลด้วยเครื่อง FTIR



รูป 4.7 ผลการวิเคราะห์ซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมีนในอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทรีนไอมีนในเมทานอลด้วยเครื่อง FTIR



รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมีนในอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทรีนไอมีนในเมทานอลด้วยเครื่อง FTIR

การทดลองในขั้นตอนนี้ จะพิจารณาคุณลักษณะพีคในช่วงความยาวคลื่นที่เป็นสารกลุ่มเอมีนเปรียบเทียบกับกัน โดยใช้ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) เป็นตัวเทียบแทนค่าความเข้มข้น แต่การวิเคราะห์นี้เป็นเพียงการศึกษาลักษณะของพีค ยังไม่สามารถบอกเป็นปริมาณความเข้มข้นได้ว่ามากน้อยกว่ากันเท่าใด และจากผลการวิเคราะห์ที่ได้จะสังเกตเห็นได้ว่าช่วงความยาวคลื่นประมาณ 1650-1580 cm เป็นสารกลุ่มพวก Primary amines (George Socrated, 2001) ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่มีลักษณะกราฟและช่วงความยาวคลื่นสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) โดยจากผลการทดลองพบว่าค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารกลุ่มพวก NH_2 บนผิวตัวกลางเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนของสารละลายโพลีเอทรีนไอมีนในเมทานอลที่เคลือบลงไป

ซึ่งจากการเปรียบเทียบเบื้องต้นแสดงว่าปริมาณสารกลุ่ม NH_2 บนตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วน ร้อยละ 10 มากกว่าร้อยละ 5 มากกว่าร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทิลีน ไอมินในเมทานอล และมากกว่าซิลิกาเจล ตามลำดับ

4.1.5 ผลการวิเคราะห์ซิลิกาเจลที่เคลือบโพลีเอทิลีนด้วยเครื่อง Surface Area Analyzer

จากการนำซิลิกาเจล มาวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุน พบว่าซิลิกาเจลมีพื้นที่ผิว 347.64 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุน 0.95 ลูกบาศก์เซ็นติเมตรต่อกรัม และจากผลการทดลองที่ผ่านมา ที่ได้นำตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วนต่างๆมากำจัดตะกั่วเบื้องต้นได้พบว่าตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทิลีน ไอมินในเมทานอล มีประสิทธิภาพน้อยกว่าตัวกลางที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทิลีน ไอมินในเมทานอล ทั้งที่มีปริมาณสารกลุ่ม NH_2 มากกว่า เมื่อผลการวิเคราะห์จากเครื่อง FTIR นั้น จึงได้นำตัวกลางมาวิเคราะห์ต่อด้วยเครื่อง Surface Area Analyzer ซึ่งจากผลการวิเคราะห์พบว่าเมื่อทำการเคลือบตัวกลางด้วยโพลีเอทิลีน ไอมินพบว่าตัวกลางมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนลดลง แสดงว่าสารที่เคลือบสามารถเข้าไปภายในรูพรุนของตัวกลางได้ ดังแสดงผลในตารางที่ 4.4 ซึ่งจะสังเกตได้ว่า การเคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ตัวกลางจะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนน้อยกว่าการเคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ทั้งนี้พื้นที่ผิวตัวกลางก็เป็นส่วนสำคัญต่อประสิทธิภาพการกำจัด ดังนั้นการเคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร อาจทำให้พื้นที่ผิวและรูพรุนของตัวกลางลดลงมากเกินไป ทั้งนี้อาจเป็นสาเหตุมาจากการเคลือบด้วยความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ทำให้สารละลายมีความเหนียวมากเกินไปซึ่งเป็นอุปสรรคต่อกระบวนการเตรียมตัวกลางจึงมีผลต่อลักษณะภายในรูพรุนที่ไม่เหมาะสม ดังนั้นประสิทธิภาพการกำจัดจึงต่ำกว่าการเคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ตัวกลางด้วยเครื่อง Surface Area Analyzer

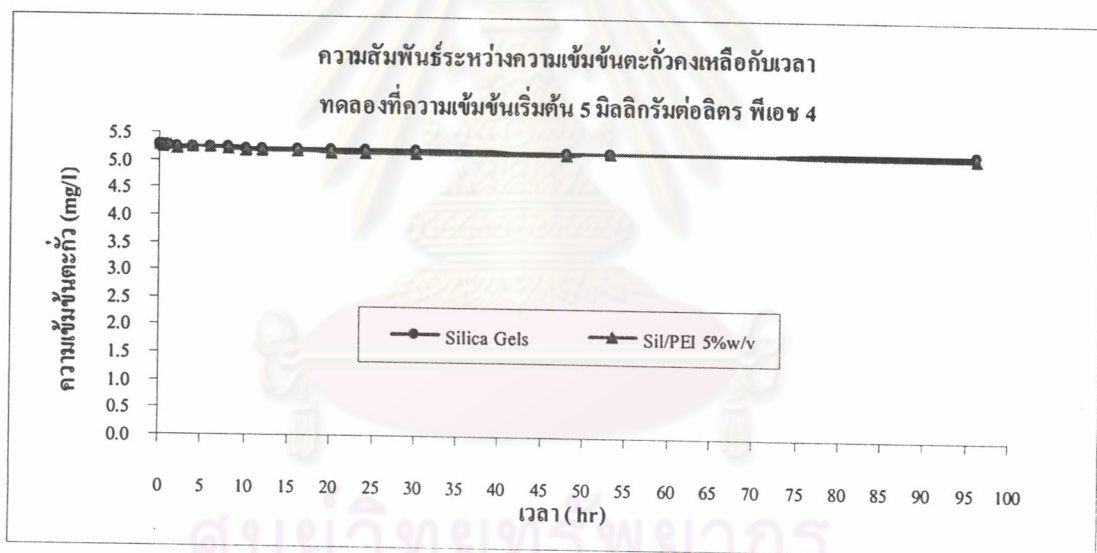
| ชนิดตัวกลาง | พื้นที่ผิวตัวกลาง (Specific surface area) (ตร.ม / ก.) | ปริมาตรรูพรุน (Pore specific volume) (ลบ.ซม./ ก.) |
|--|---|---|
| 1.ซิลิกาเจล | 347.64 | 0.95 |
| 2.ตัวกลาง SiI/PEI 5%w/v (เตรียมแบบวิธีที่ 3) | 301.43 | 0.86 |
| 3.ตัวกลาง SiI/PEI 10%w/v(เตรียมแบบวิธีที่ 3) | 269.88 | 0.79 |

4.2 ผลการทดลองแบบแบตช์ (Batch)

4.2.1 การหาระยะเวลาที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการทดลองศึกษาความสามารถดูดซับตะกั่วของ ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน

การทดลองกำจัดตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน เพื่อหาเวลาที่ การดูดซับของตัวกลางเข้าสู่สภาวะสมดุล ทำการทดลองที่ความเข้มข้นตะกั่วเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อ ลิตร เนื่องจากเป็นความเข้มข้นต่ำสุดของการทดลอง ซึ่งเวลาที่ได้จะเป็นเวลาเข้าสู่สมดุลที่นานที่สุด จึงครอบคลุมกับการทดลองที่ความเข้มข้นอื่นๆ โดยทำการทดลองที่พีเอช 4-7 ซึ่งได้ผลการทดลอง ในภาคผนวก ข ซึ่งแสดงผลได้ดังนี้

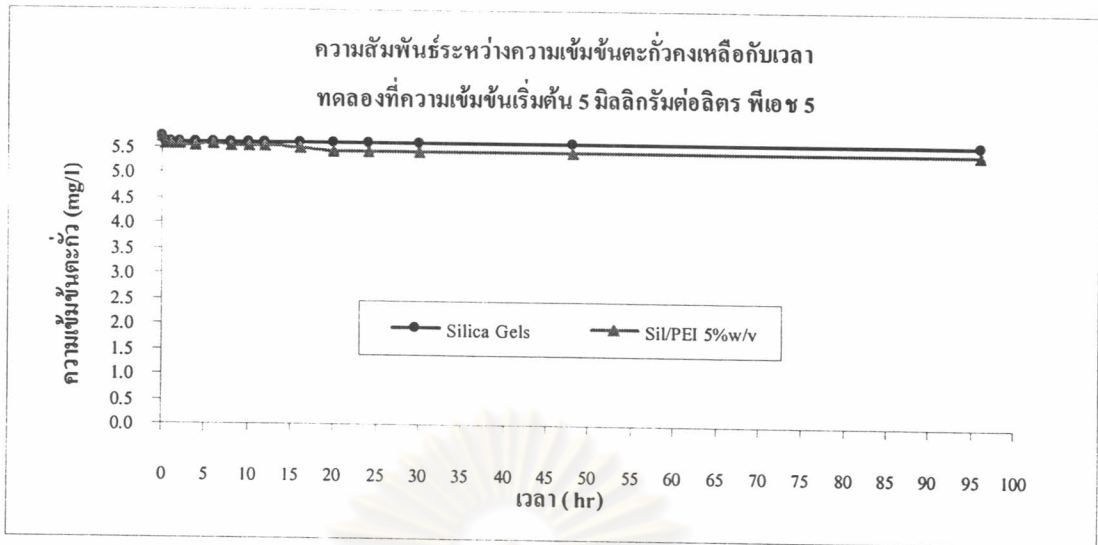
การทดลองที่ พีเอช 4 สามารถนำผลการทดลองมาหาความสัมพันธ์ระหว่างความ เข้มข้นของตะกั่วที่เหลือกับเวลา ดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับระยะเวลา โดยมี ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอชเท่ากับ 4

จากรูปที่ 4.9 พบว่าทั้งซิลิกาเจลและซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน ไม่สามารถกำจัดตะกั่วได้ เนื่องจากไม่ว่าจะใช้เวลานานเพียงใดความเข้มข้นตะกั่วคงเหลือก็ไม่ลดลง จากค่าความเข้มข้นเริ่มต้นอย่างชัดเจน

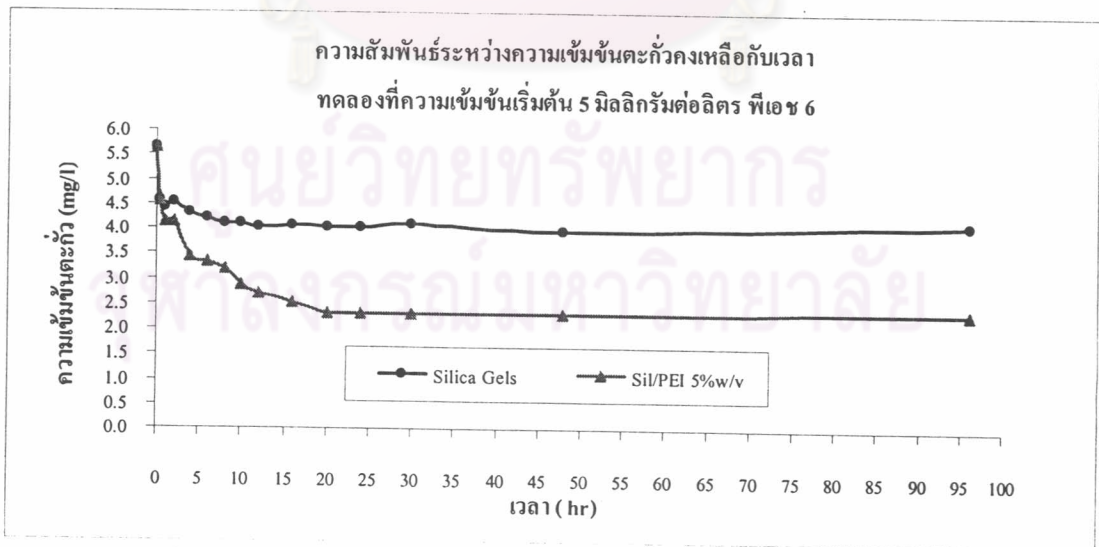
จากการทดลองที่พีเอช 5 สามารถนำผลการทดลองมาหาความสัมพันธ์ระหว่างความ เข้มข้นของตะกั่วที่เหลือกับเวลา ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างความชื้นของตะกั่วกับระยะเวลา โดยมีความชื้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอชเท่ากับ 5

จากรูปที่ 4.10 พบว่าไม่ว่าจะใช้เวลานานเท่าใด ซิลิกาเจลไม่สามารถกำจัดตะกั่วได้ เพราะค่าความชื้นตะกั่วคงเหลือไม่แตกต่างจากค่าความชื้นเริ่มต้น ส่วนซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีนไอมินพบว่าความชื้นตะกั่วคงเหลือลดลงจากความชื้นเริ่มต้นน้อยมาก และเมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพกับซิลิกาเจลแล้วก็ไม่แตกต่างกัน

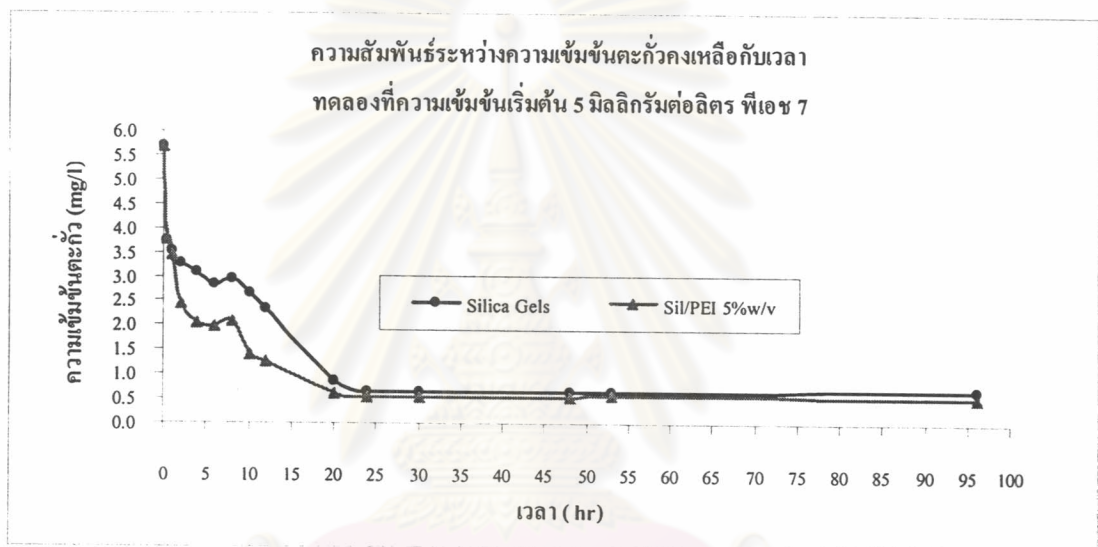
การทดลองที่ พีเอช 6 สามารถนำผลการทดลองมาหาความสัมพันธ์ระหว่างความชื้นของตะกั่วที่เหลือกับเวลา ดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์ระหว่างความชื้นของตะกั่วกับระยะเวลา โดยมีความชื้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอชเท่ากับ 6

จากผลการทดลองรูปที่ 4.11 พบว่าการทดลองใช้ซิลิกาเจลและซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีนไอมินในการกำจัดตะกั่วทำให้ความเข้มข้นตะกั่วลดลงเรื่อยๆ เมื่อเวลามากขึ้น โดยมียัตราการลดลงสูงในช่วงเวลาแรกๆและค่อยช้าลง โดยซิลิกาเจลมีประสิทธิภาพการกำจัดเริ่มคงที่ตั้งแต่เวลา 12 ชม. ส่วนซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินประสิทธิภาพการกำจัดจะเริ่มคงที่ตั้งแต่เวลาประมาณ 20 ชม.

และการทดลองที่ พีเอช 7 สามารถนำผลการทดลองมาหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วที่เหลือนับกับเวลา ดังรูปที่ 4.12



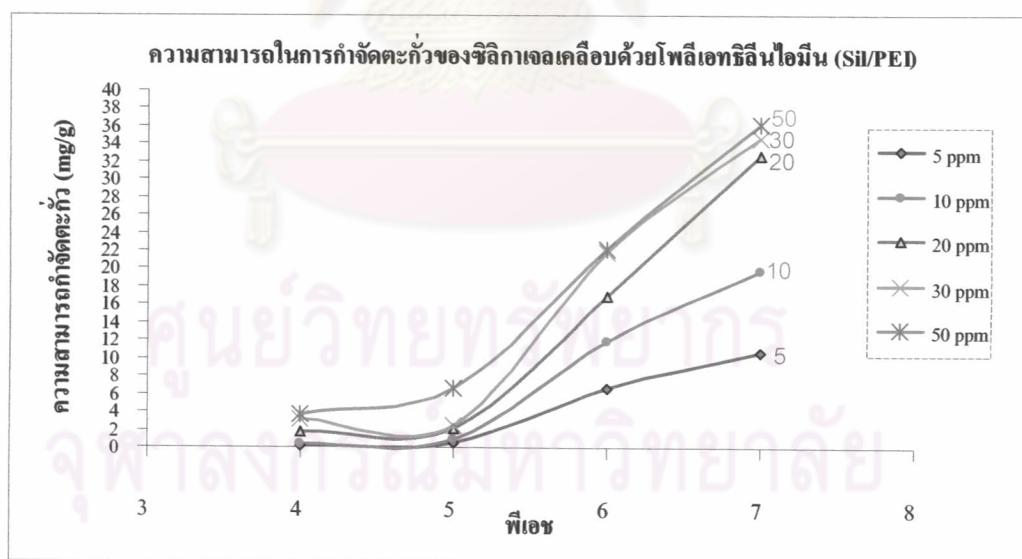
รูปที่ 4.12 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของตะกั่วกับระยะเวลา โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอชเท่ากับ 7

จากผลการทดลองรูปที่ 4.12 พบว่าประสิทธิภาพความเข้มข้นตะกั่วลดลงเรื่อยๆเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น และประสิทธิภาพจะเริ่มคงที่ตั้งแต่เวลาประมาณ 20 ชม. เช่นกัน

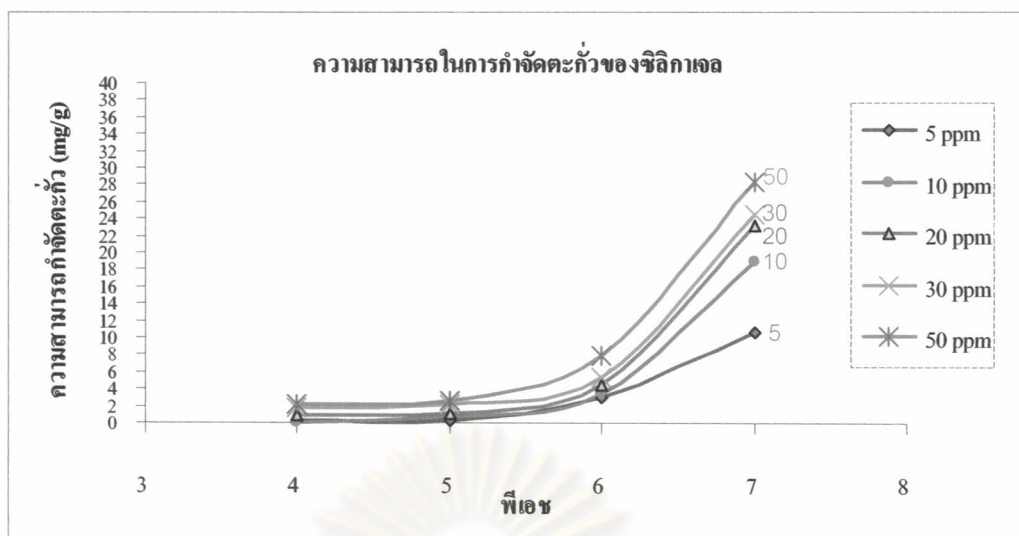
ดังนั้น เพื่อความสะดวกในขั้นตอนการทดลอง จึงเลือกใช้เวลาที่เหมาะสมสำหรับการทดลองหาความสามารถในการกำจัดตะกั่วที่สถานะสมดุล ที่เวลาเท่ากันทั้งหมดคือ 24 ชม.

4.2.2 การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่ว ของซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน โดยการทดลองแบบแบตช์

การทดลองหาความสามารถในการกำจัดตะกั่ว ทำการทดลองที่พีเอชช่วง 4-7 โดยเริ่มทำการทดลองที่ความเข้มข้นเริ่มต้นน้อยที่สุดที่จะสามารถตรวจวัดความเข้มข้นที่เหลืออยู่ได้ คือ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งการทดลองที่พีเอช 4-6 จะใช้ปริมาตรน้ำตัวอย่าง 100 มิลลิลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม เพื่อหาความสามารถในการดูดซับตัวกลาง ส่วนที่พีเอช 7 การใช้ปริมาตรน้ำตัวอย่าง 100 มิลลิลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม ทำให้ตัวกลางดูดซับตะกั่วในน้ำหมดจนไม่สามารถวิเคราะห์ความเข้มข้นที่คงเหลือได้ จึงไม่สามารถหาความสามารถในการดูดซับได้จึงต้องเพิ่มปริมาตรน้ำตัวอย่างเป็น 200 มิลลิลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม ซึ่งหมายถึงในน้ำตัวอย่างต้องมีปริมาณตะกั่วอยู่อย่างน้อย 1 มิลลิกรัมต่อลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม ทั้งนี้การทดลองที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรที่ใช้น้ำตัวอย่าง 100 มิลลิลิตรก็มีตะกั่วในน้ำ 1 มิลลิกรัมต่อลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม เช่นเดียวกัน นั้นหมายความว่าผลการทดลองที่พีเอช 7 จะสามารถเปรียบเทียบกับพีเอชอื่นได้เฉพาะที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เป็นต้นไป และในการทดลองจะปรับเปลี่ยนความเข้มข้นเพิ่มขึ้นจาก 5 มิลลิกรัมต่อลิตร เป็น 10, 20, 30 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ โดยผลการทดลองทั้งหมดแสดงไว้ในภาคผนวก ค ซึ่งนำผลการทดลองของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน (SiI/PEI) มาแสดงได้ในรูปที่ 4.13 และผลการทดลองของซิลิกาเจลแสดงได้ดังรูปที่ 4.14



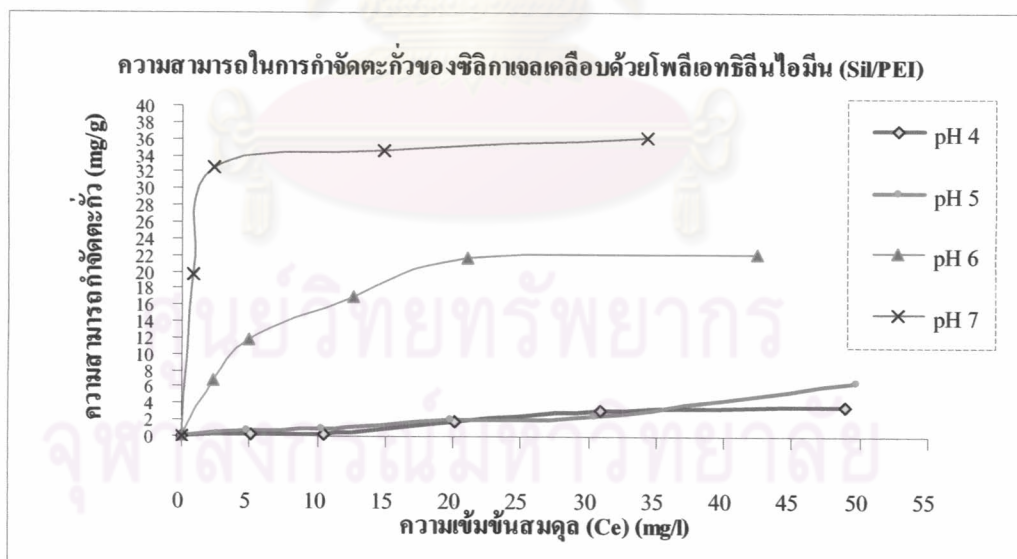
รูปที่ 4.13 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินกับพีเอช



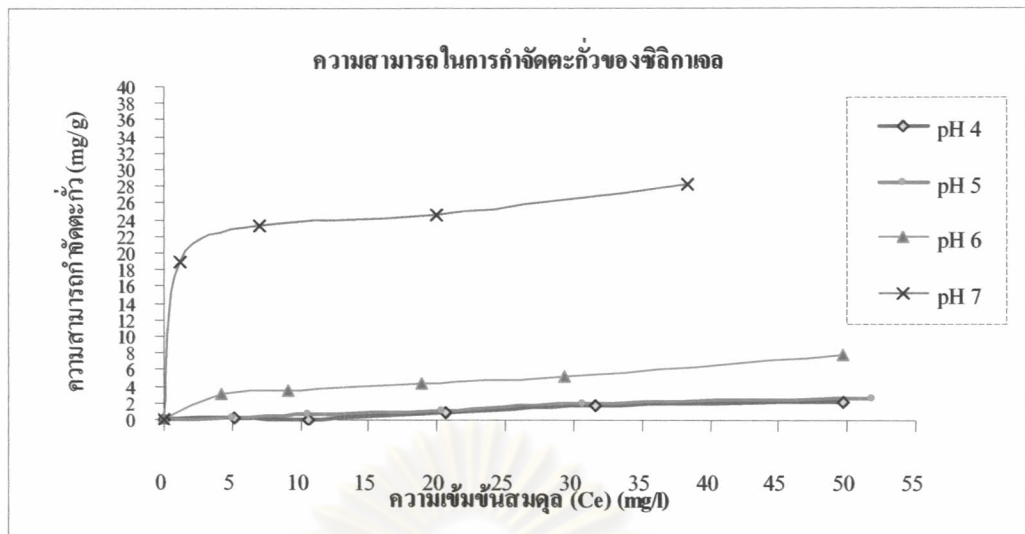
รูปที่ 4.14 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซลิคาเจล กับพีเอช

จากผลการทดลองในรูปที่ 4.13 และ 4.14 พบว่าพีเอชและความเข้มข้นเริ่มต้นมีผลต่อความสามารถในการกำจัด โดยความสามารถในการกำจัดจะแปรผันตามความเข้มข้นเริ่มต้น

และจากผลการทดลองเมื่อนำมาหาความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วกับความเข้มข้นสมดุลจะแสดงผลได้ดังรูปที่ 4.15 และรูปที่ 4.16

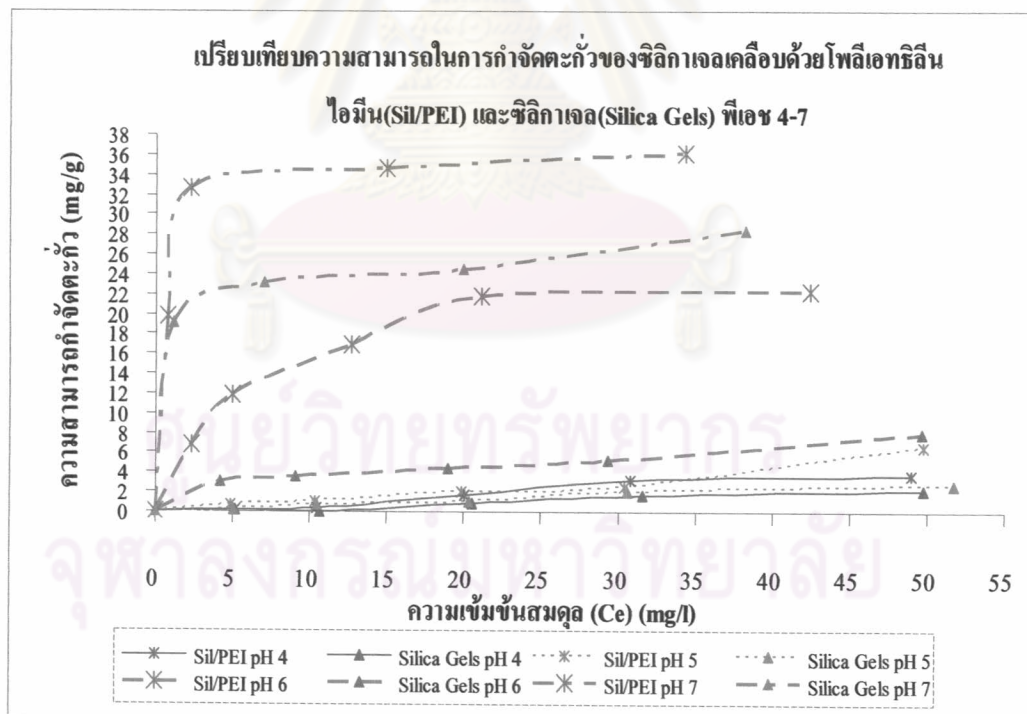


รูปที่ 4.15 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วซลิคาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินกับความเข้มข้นสมดุล



รูปที่ 4.16 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิลิกาเจลกับความเข้มข้นสมมูล

และเมื่อนำผลการทดลองมานำเสนอในเชิงเปรียบเทียบความสามารถในการกำจัดของซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินกับซิลิกาเจลที่พีเอช 4-7 จะได้ความสัมพันธ์ดังรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินและซิลิกาเจลกับความเข้มข้นสมมูล ที่พีเอช 4-7

จากผลการทดลองพบว่าที่พีเอช 4 ความสามารถในการกำจัดของซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีลีนไอมินจะมากกว่าซิลิกาเจลเพียงเล็กน้อยซึ่งไม่เด่นชัดมาก โดยจะมีประสิทธิภาพมากกว่าที่ความเข้มข้นเริ่มต้นมากกว่า 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ส่วนที่ความเข้มข้นน้อยกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตรประสิทธิภาพไม่แตกต่างกับซิลิกาเจล

จากผลการทดลองพบว่าที่พีเอช 5 ความสามารถในการกำจัดของซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีลีนไอมินจะมากกว่าซิลิกาเจลเพียงเล็กน้อยซึ่งไม่เด่นชัดมาก โดยจะมีประสิทธิภาพมากกว่าที่ความเข้มข้นเริ่มต้นมากกว่า 20 มิลลิกรัมต่อลิตร และที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ประสิทธิภาพการกำจัดจะมีแนวโน้มดีกว่าผลการทดลองที่พีเอช 4 อย่างชัดเจนขึ้น ส่วนที่ความเข้มข้นน้อยกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตรประสิทธิภาพไม่แตกต่างกับซิลิกาเจลเช่นเดียวกัน

จากผลการทดลองพบว่าที่พีเอช 6 ความสามารถในการกำจัดของซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีลีนไอมิน สามารถกำจัดได้มากกว่าซิลิกาเจลอย่างชัดเจนตั้งแต่ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรขึ้นไป และเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นเริ่มต้น

จากผลการทดลองพบว่าที่พีเอช 7 ความสามารถในการกำจัดของซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีลีนไอมินและซิลิกาเจลมีค่าเพิ่มขึ้นจากพีเอช 6 แต่ความสามารถของซิลิกาเจลเคลือบด้วย โพลีเอทรีลีนไอมิน ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นต่ำกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าใกล้เคียงกับซิลิกาเจล

เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลองทุกพีเอชแล้วพบว่า การทดลองกับความเข้มข้นเริ่มต้นน้อยๆ (น้อยกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตร) ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วได้มากกว่าซิลิกาเจลได้ดีที่สุด ที่พีเอช 6 โดยที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมิน (SiI/PEI) มีประสิทธิภาพการกำจัดร้อยละ 59.18 ในขณะที่ซิลิกาเจลมีประสิทธิภาพการกำจัดร้อยละ 26.71 ซึ่งจะเห็นได้ว่าตัวกลางที่เตรียมได้สามารถเพิ่มประสิทธิภาพให้กับซิลิกาเจลในการดูดซับตะกั่วมากขึ้น คิดเป็นร้อยละ 32.47 และเมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นสูงขึ้นค่าความสามารถในการกำจัดเป็นมิลลิกรัมต่อกรัมตัวกลาง จะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นจนถึงช่วงความเข้มข้นหนึ่งจะเริ่มคงที่ ส่วนประสิทธิภาพการกำจัดเมื่อคิดเทียบประสิทธิภาพเป็นร้อยละของความเข้มข้นเริ่มต้น จะมีค่าลดลง เนื่องจากปริมาณตัวกลางที่ใช้ยังคงเท่าเดิมจึงมีขีดจำกัดในการดูดซับตะกั่วที่มีอยู่ในน้ำ

ซึ่งสามารถสรุปประสิทธิภาพของการกำจัดของแต่ละความเข้มข้นเริ่มต้น ที่ปริมาตรน้ำทดลอง 100 มิลลิลิตร ตัวกลาง 0.05 กรัม ไว้ในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 สรุปผลการกำจัดตะกั่วของซัลฟาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน และ ซัลฟาเจล ที่พีเอช 4-7

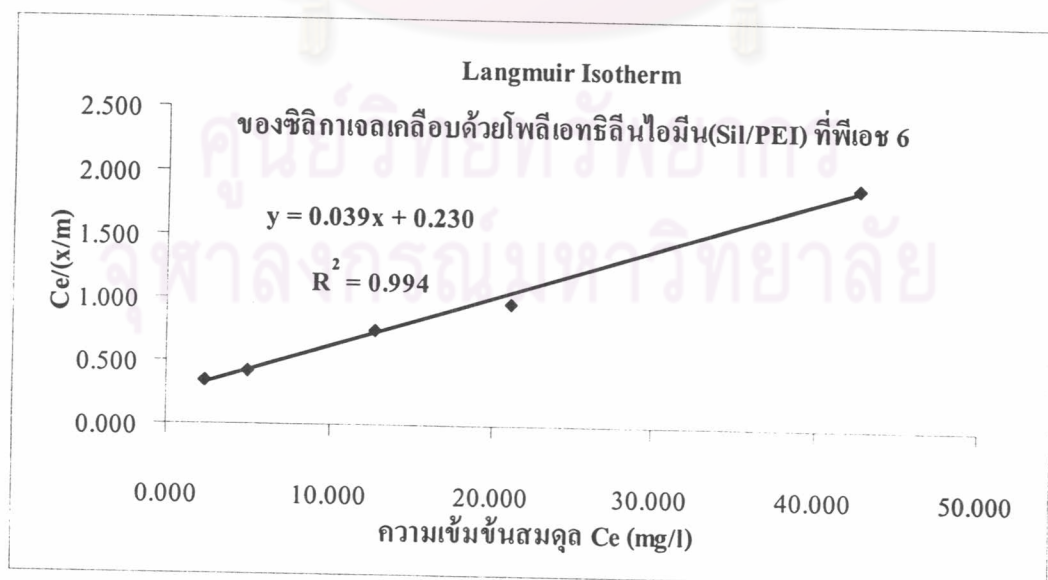
| พีเอช | ซัลฟาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน | | | | ซัลฟาเจล | | | |
|-------|------------------------------------|---------|----------|--------------|---------------------|---------|----------|--------------|
| | ความเข้มข้น (มก./ล) | | การกำจัด | | ความเข้มข้น (มก./ล) | | การกำจัด | |
| | เริ่มต้น | คงเหลือ | มก./ก | ร้อยละ | เริ่มต้น | คงเหลือ | มก./ก | ร้อยละ |
| 4 | 5.263 | 5.155 | 0.21 | 2.05 | 5.263 | 5.188 | 0.15 | 1.43 |
| | 10.699 | 10.503 | 0.33 | 1.56 | 10.699 | 10.634 | 0.07 | 0.33 |
| | 20.960 | 20.102 | 1.71 | 4.09 | 20.960 | 20.563 | 0.79 | 1.90 |
| | 32.438 | 30.858 | 3.14 | 4.87 | 32.438 | 31.566 | 1.73 | 2.69 |
| | 50.838 | 48.992 | 3.67 | 3.63 | 50.838 | 49.773 | 2.12 | 2.10 |
| 5 | 5.168 | 4.869 | 0.60 | 5.79 | 5.168 | 5.046 | 0.24 | 2.37 |
| | 10.870 | 10.400 | 0.94 | 4.32 | 10.870 | 10.515 | 0.71 | 3.26 |
| | 20.910 | 19.865 | 2.09 | 5.00 | 20.910 | 20.393 | 1.03 | 2.47 |
| | 31.709 | 30.440 | 2.53 | 4.00 | 31.709 | 30.677 | 2.06 | 3.25 |
| | 53.095 | 49.808 | 6.56 | 6.19 | 53.095 | 51.780 | 2.62 | 2.48 |
| 6 | 5.691 | 2.323 | 6.72 | 59.18 | 5.691 | 4.171 | 3.02 | 26.71 |
| | 10.846 | 4.943 | 11.81 | 54.43 | 10.846 | 9.092 | 3.49 | 16.18 |
| | 21.160 | 12.697 | 16.86 | 39.99 | 21.160 | 18.958 | 4.38 | 10.41 |
| | 32.026 | 21.103 | 21.76 | 34.11 | 32.026 | 29.370 | 5.28 | 8.29 |
| | 53.671 | 42.518 | 22.22 | 20.78 | 53.671 | 49.685 | 7.93 | 7.43 |
| 7 | 5.321 | ND | 10.59 | 100 | 5.321 | ND | 10.59 | 100 |
| | 10.697 | 0.802 | 19.71 | 92.51 | 10.697 | 1.147 | 19.01 | 89.27 |
| | 18.678 | 2.287 | 32.65 | 87.76 | 18.678 | 7.028 | 23.19 | 62.38 |
| | 32.292 | 14.928 | 34.59 | 53.77 | 32.292 | 19.979 | 24.51 | 38.13 |
| | 52.479 | 34.344 | 36.15 | 34.56 | 52.479 | 38.290 | 28.30 | 27.04 |

ND ; ความเข้มข้นน้อยกว่า 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร ไม่สามารถวิเคราะห์ผลได้

การนำข้อมูลทั้งหมดจากตารางที่ 4.5 ไปวิเคราะห์หาความสัมพันธ์เป็นไอโซเทอมทั้งแบบ แลงมัวร์ และแบบฟรอนดลิช แสดงได้ดังในภาคผนวก ง ซึ่ง สรุปได้ว่า

พีเอช 4 และ 5 จากที่ซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินมีผลการดูดซับใกล้เคียงกับ ซิติกาเจลนั้น พบว่าตัวกลางทั้ง 2 แบบมีค่า R^2 ของไอโซเทอมแบบฟรอนดลิชสูงกว่าแบบแลงมัวร์ ซึ่งสรุปได้ว่าซิติกาเจลเป็นการดูดซับแบบกายภาพ ส่วนซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินที่ไม่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดให้มากกว่าซิติกาเจลได้เป็นเพราะที่พีเอชช่วงนี้ หมู่เอมีนมีความเป็นประจุบวกสูง (protonated) จึงไม่สามารถเกิดกระบวนการคีเลชันกับตะกั่วซึ่งมีประจุบวกได้ (Ghoul, Bacquet และ Morcellet, 2003) สำหรับที่พีเอช 6 ซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินมีค่า R^2 ของไอโซเทอมแบบแลงมัวร์สูงกว่าแบบฟรอนดลิช น่าจะเป็นการดูดซับทางเคมี ซึ่ง Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) อธิบายว่าที่พีเอชสูงกว่า 5 หมู่เอมีนจะอยู่ในรูป Tertiary และ Secondary amines จึงสามารถเกิดปฏิกิริยากับโลหะได้ ส่วนซิติกาเจลมีค่า R^2 ของไอโซเทอมแบบฟรอนดลิชสูงกว่าแบบแลงมัวร์ น่าจะเป็นการดูดซับแบบกายภาพ สำหรับที่พีเอช 7 ซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินมีค่า R^2 ของไอโซเทอมแบบแลงมัวร์สูงกว่าแบบฟรอนดลิช น่าจะเป็นการดูดซับทางเคมี ส่วนซิติกาเจลมีค่า R^2 ของไอโซเทอมแบบฟรอนดลิชใกล้เคียงกับแบบแลงมัวร์ อย่างไรก็ตามคาดว่าเป็นการดูดซับแบบกายภาพมากกว่า ซึ่งค่าคงที่ของไอโซเทอมแต่ละแบบสรุปไว้ในภาคผนวก ง

จากที่ซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดได้มากกว่า ซิติกาเจลที่ความเข้มข้นเริ่มต้นต่ำ (น้อยกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตร) ได้ดีที่สุดที่พีเอช 6 สามารถสรุปความสัมพันธ์เป็น ไอโซเทอมได้ดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 แลงมัวร์ไอโซเทอมของซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินที่พีเอช 6

โดยมีสมการไอโซเทอมดังนี้คือ $Ce/(x/m) = (1/Q_m \cdot b) + (Ce/Q_m)$ ซึ่งเมื่อนำความสัมพันธ์มาหาค่า Q_m จะได้ $Q_m = 25.64$ มิลลิกรัมต่อกรัม และ $b = 0.169$ มิลลิกรัมต่อไมโครกรัม โดยจะได้ค่าคงที่สมดุล ($K = Q_m \cdot b$) เท่ากับ 4.33 มิลลิกรัมต่อมิลลิกรัม

- เมื่อ: Q_m คือ ปริมาณสารถูกดูดซับต่อปริมาณตัวดูดซับ ณ สภาวะสมดุล
 b คือ ค่าคงที่ของการดูดซับ ในหน่วย ลิตรของตัวดูดซับต่อมิลลิกรัมของสารถูกดูดซับ
 K คือ ค่าคงที่ของการดูดซับ ในหน่วย มิลลิตรของตัวดูดซับต่อมิลลิกรัมของสารถูกดูดซับ

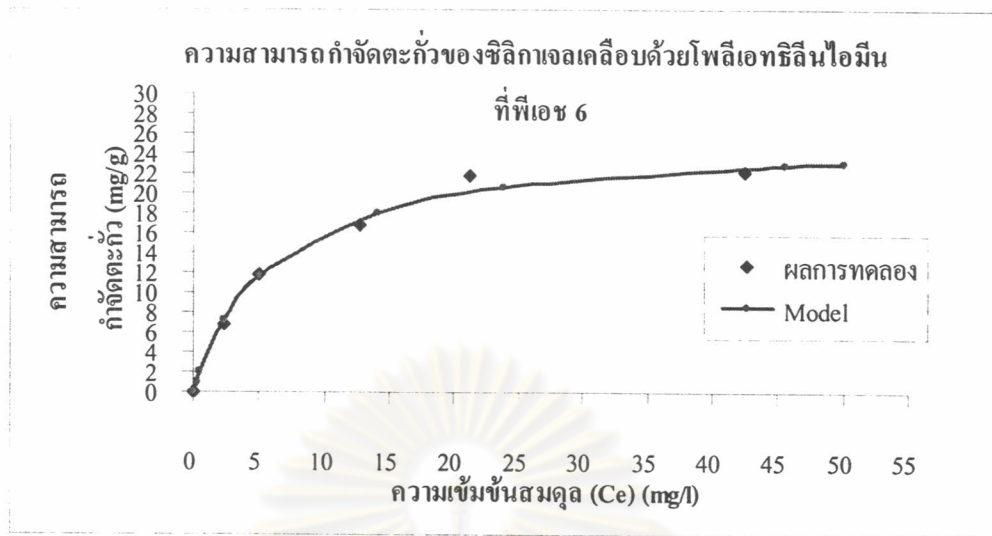
และผลการทดลองกับงานวิจัยอื่นสามารถสรุปได้ดังตารางดังนี้

ตารางที่ 4.6 รวบรวมข้อมูลค่าคงที่จากไอโซเทอมของงานวิจัยอื่น

| งานวิจัย | ขนาดรูพรุนของซีลิกาที่ใช้เตรียม | พีเอช | ชนิดโลหะ | R^2 | Q_m (มก./ก) | b (มล./ไมโครกรัม) | K (มล./มก.) |
|-------------------------------------|---------------------------------|-------|------------------|-------|------------------|------------------------|------------------|
| ผลการทดลอง | 100 °A | 6 | Pb ²⁺ | 0.994 | 25.64 | 0.169 | 4.33 |
| Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) | 150 °A | 5-6 | Pb ²⁺ | 0.975 | 82.64 | 0.034 | 2.80 |
| | 150 °A | 5-6 | Zn ²⁺ | 0.996 | 52.08 | 0.042 | 2.19 |
| | 150 °A | 5-6 | Ni ²⁺ | 0.996 | 28.25 | 0.015 | 0.43 |
| | 150 °A | 5-6 | Cd ²⁺ | 0.990 | 38.46 | 0.026 | 1.00 |

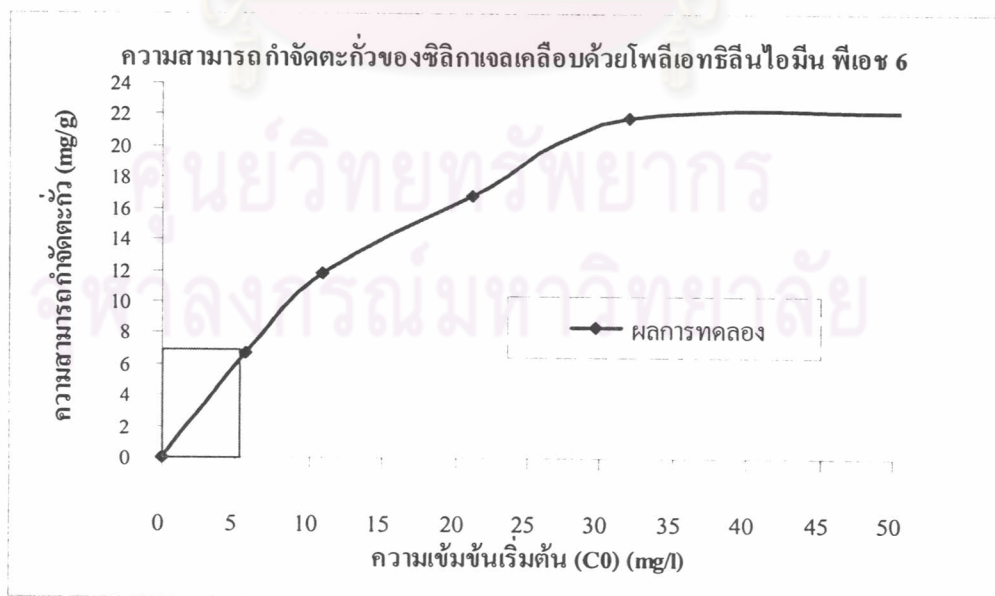
ซึ่งจากตาราง 4.6 เป็นเพียงการนำเสนอข้อมูลแต่ไม่สามารถเปรียบเทียบผลการทดลองได้ เนื่องจากวิธีการเตรียมตัวกลางและคุณสมบัติเฉพาะของซีลิกาเจลที่นำมาปรับปรุงต่างกัน

และเมื่อนำแบบจำลอง (Model) จากไอโซเทอมมาเทียบกับผลการทดลองจะได้ดังรูปที่ 4.19



รูปที่ 4.19 เปรียบเทียบผลการทดลองจริงกับแบบจำลองจากไอโซเทอม ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมิน กับความเข้มข้นสมดุล ที่พีเอช 6

จากรูปที่ 4.19 จะเห็นได้ว่าทั้งผลการทดลองจริงและจากแบบจำลอง กราฟช่วงแรกจะมีแนวโน้มใกล้เคียงกันมากและเป็นเส้นตรง นั่นคือความสัมพันธ์ที่ความเข้มข้นต่ำกว่าจุดแรกหรือความเข้มข้นเริ่มต้นต่ำกว่า 5 มิลลิกรัมต่อลิตร จะไปในทิศทางเดียวกับแบบจำลองและมีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง ซึ่งเมื่อนำผลการทดลองมาแสดงเป็นความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นเริ่มต้นกับความสามารถในการกำจัดจะได้ดังรูปที่ 4.20



รูปที่ 4.20 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมิน กับความเข้มข้นเริ่มต้น ที่พีเอช 6

จากรูปที่ 4.20 ก็จะเห็นได้ชัดว่าที่ความเข้มข้นต่ำกว่า 5 มิลลิกรัมต่อลิตร มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรง ซึ่งจากข้อมูลที่มีอยู่นี้ จะสามารถคาดการณ์ความสามารถในการกำจัดตะกั่วที่ความเข้มข้นเริ่มต้นน้อยกว่า 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้

4.2.3 การศึกษาผลของความแรงไอออนในน้ำ (Ionic strength) ที่มีต่อความสามารถในการดูดซับของซิติกาเจลเคลือบผิวด้วยโพลีเอทรีนไอมิน

จากการทดลองหาผลของปริมาณความแรงไอออนในน้ำ (Ionic strength) ต่อความสามารถในการดูดซับของซิติกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทรีนไอมิน ได้ทำการทดลองที่ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่พีเอช 4-6 โดยใช้ปริมาตรน้ำตัวอย่าง 100 มิลลิลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม ส่วนที่พีเอช 7 จะใช้ปริมาตรน้ำ 200 มิลลิลิตรต่อตัวกลาง 0.05 กรัม โดยปรับเปลี่ยนค่าปริมาณไอออนในน้ำเป็น 0.005, 0.010, 0.050 และ 0.100 โมลต่อลิตร ตามลำดับ เมื่อนำมาเขียนเป็นความสัมพันธ์จะได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.21 ซึ่งผลการทดลองแสดงไว้ในภาคผนวก จ



รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วของซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน กับพีเอชที่ปริมาณไอออนในน้ำต่างๆ

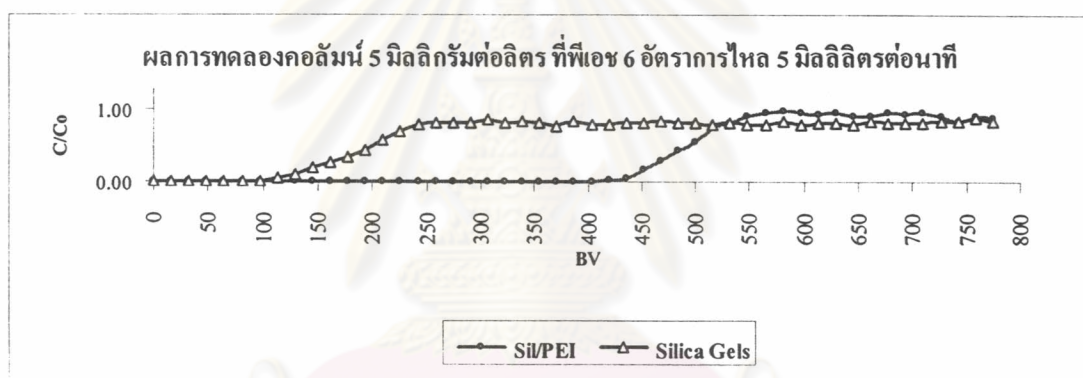
จากผลการทดลองในรูปที่ 4.21 พบว่าในช่วงความเข้มข้นเริ่มต้นต่ำที่สุดในการทดลอง (5 มิลลิกรัมต่อลิตร) ปริมาณไอออนไม่มีผลต่อความสามารถในการกำจัดตะกั่ว

4.3 ผลการทดลองแบบคอลัมน์ (Column)

4.3.1 การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทรีนไอมิน โดยการทดลองแบบคอลัมน์ (Column)

การทดลองในส่วนนี้ใช้คอลัมน์พลาสติก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 6 มิลลิเมตร ความยาว 11 เซนติเมตร ปริมาณตัวกลาง 1.5 กรัม ปริมาตรคอลัมน์ 3.1 มิลลิลิตร ทำการทดลองที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอช 6 โดยทดลองที่อัตราการไหล 5 มิลลิลิตรต่อนาที และ 10 มิลลิลิตรต่อนาที ซึ่งผลการทดลองแสดงไว้ในภาคผนวก ฉ

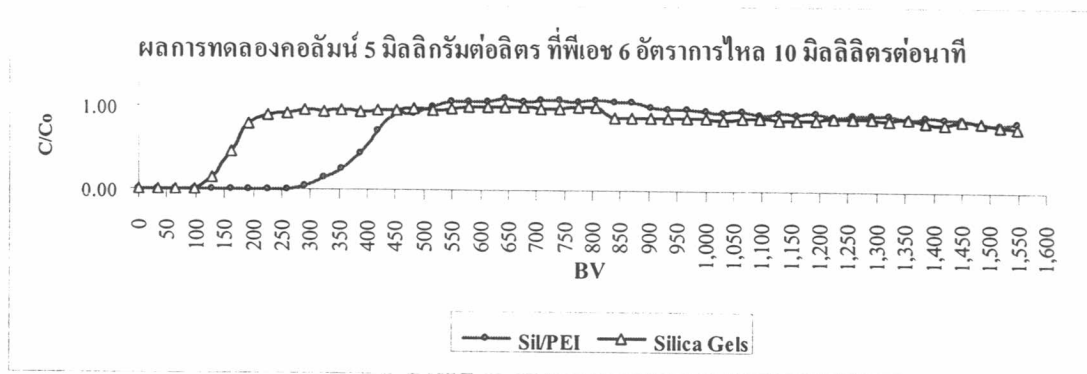
การทดลองที่อัตราการไหล 5 มิลลิลิตรต่อนาที จะสามารถนำผลการทดลองที่ได้มาหาความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของตะกั่วที่ออกจากคอลัมน์ต่อความเข้มข้นตะกั่วที่เข้าคอลัมน์ (C/C_0) กับปริมาณน้ำเสียที่ไหลผ่านคอลัมน์ (Bed Volume) ซึ่งได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.22



รูปที่ 4.22 ผลการทดลองแบบคอลัมน์ ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอช 6 อัตราการไหล 5 มิลลิลิตรต่อนาที

จากรูปที่ 4.22 ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน (Si/PEI) จะถึงจุดที่ตัวกลางหมดอำนาจในการดูดซับ ที่ปริมาณน้ำไหลผ่าน (Bed Volume) เท่ากับ 548.4 ส่วนซิลิกาเจล (Silica Gels) จะถึงจุดที่ตัวกลางหมดอำนาจในการดูดซับที่ปริมาณน้ำไหลผ่าน (Bed Volume) เท่ากับ 258.1

การทดลองที่อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที จะสามารถนำผลการทดลองที่ได้มาหาความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของตะกั่วที่ออกจากคอลัมน์ต่อความเข้มข้นตะกั่วที่เข้าคอลัมน์ (C/C_0) กับปริมาณน้ำเสียที่ไหลผ่านคอลัมน์ (Bed Volume) ซึ่งได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.23



รูปที่ 4.23 ผลการทดลองแบบคอลัมน์ ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอช 6 อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที

จากรูปที่ 4.23 ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมิน จะถึงจุดที่ตัวกลางหมดอำนาจในการดูดซับที่ปริมาตรน้ำไหลผ่าน (Bed Volume) เท่ากับ 516.1 ส่วนซิลิกาเจลจะถึงจุดที่ตัวกลางหมดอำนาจในการดูดซับที่ปริมาตรน้ำไหลผ่าน (Bed Volume) เท่ากับ 225.8

เมื่อนำผลการทดลองจากคอลัมน์มาคำนวณพื้นที่เหนือกราฟเพื่อหาความสามารถในการกำจัดตะกั่วจะสามารถแสดงค่าดังตาราง 4.7

ตารางที่ 4.7 ความสามารถในการกำจัดตะกั่วของคอลัมน์

| ตัวกลาง | อัตราการไหล | ปริมาตรน้ำเสีย | ความสามารถดูดซับตะกั่วของตัวกลางทั้งหมดในคอลัมน์ (คำนวณจากพื้นที่เหนือกราฟ) | ความสามารถดูดซับตะกั่วของตัวกลาง |
|-----------------|--------------|----------------|---|----------------------------------|
| | (มล. / นาที) | (BV) | (มก./ 1.5 ก) | (มก./ ก) |
| ตัวกลาง Sil/PEI | 5 | 548.4 | 8.46 | 5.64 |
| | 10 | 516.1 | 8.11 | 5.41 |
| ซิลิกาเจล | 5 | 258.1 | 2.87 | 1.91 |
| | 10 | 225.8 | 2.91 | 1.94 |

เมื่อทำการเปรียบเทียบผลจากการทดลองแบบคอลัมน์ พบว่าซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินมีความสามารถในการกำจัดมากกว่าซิลิกาเจลอย่างชัดเจน โดยเมื่อเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลต่อความสามารถดูดซับของตัวกลาง ที่อัตราการไหล 5 มิลลิลิตรต่อนาที และอัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที ซึ่งคำนวณหาความสามารถในการดูดซับไว้ในตารางที่ 4.7 พบว่าความสามารถในการดูดซับของตัวกลางแต่ละชนิด ยังคงใกล้เคียงค่าเดิมเมื่อปรับเปลี่ยนอัตราการไหลไปจากเดิม นั่นคืออัตราการไหลที่ใช้ในการทดลอง 2 ค่านี้ไม่มีผลต่อประสิทธิภาพการกำจัดตะกั่ว

เมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการกำจัดที่คำนวณได้จากคอลัมน์เปรียบเทียบกับ การทดลองแบบเบตซ์จะสามารถสรุปได้ดังตารางดังนี้

ตารางที่ 4.8 เปรียบเทียบความสามารถในการกำจัดตะกั่วของการทดลองแบบคอลัมน์กับการทดลองแบบเบตซ์

| ตัวกลาง | คอลัมน์ มีความสามารถ กำจัดตะกั่ว (มก./ ก) | | เบตซ์ มีความสามารถ กำจัดตะกั่ว (ข้อมูลจากความสามารถ แบบเบตซ์ 5 มก/ล ทีเอช 6) (มก./ ก) | ความแตกต่าง ประสิทธิภาพการกำจัดของคอลัมน์ เมื่อเทียบกับเบตซ์ (ร้อยละ) | |
|-------------------|--|-------------------|--|--|-------------------|
| | 5 (มล./นาที่) | 10 (มล./นาที่) | | 5 (มล./นาที่) | 10 (มล./นาที่) |
| ตัวกลาง Si/PEI | 5.64 | 5.41 | 6.72 | < 16.07% | < 19.49% |
| ซิลิกาเจล | 1.91 | 1.94 | 3.02 | < 36.75% | < 35.76% |

จากผลการคำนวณในตารางที่ 4.8 จะพบว่าเมื่อเปรียบเทียบความสามารถในการกำจัดตะกั่วของการทดลองแบบเบตซ์และแบบคอลัมน์ พบว่าความสามารถในการกำจัดของคอลัมน์จะน้อยกว่าแบบเบตซ์ โดยซิลิกาเจลจะมีความสามารถในการกำจัดลดลงจากแบบเบตซ์มากกว่าซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในสภาวะการทดลองภายใต้ขีดจำกัดเดียวกันซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมิน มีความสามารถในการดูดซับได้ดีกว่าซิลิกาเจลอย่างชัดเจน

4.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวกลาง

4.4.1 การหาปริมาณไนโตรเจนบนตัวกลาง (Punyapalakul Patiparn, 2004)

จากที่งานวิจัยครั้งนี้ เป็นการทดลองเคลือบสารโพลีเอทิลีนไอมินลงไปบนตัวกลาง ซึ่งสารนี้เป็นสารอินทรีย์โพลีเมอร์ ซึ่งมีหมู่เอมีนเป็นองค์ประกอบสำคัญที่มีบทบาทในการยึดจับกับโลหะ ดังนั้นการหาปริมาณไนโตรเจนบนตัวกลางจึงเป็นอีกวิธีหนึ่งที่จะสามารถนำมาใช้วิเคราะห์เพื่อเป็นตัวแทนในการศึกษาผลการทดลองเคลือบสารโพลีเอทิลีนไอมินได้

การทดลองหาปริมาณไนโตรเจนในตัวกลาง จะใช้หลักการย่อยตัวกลางในสถานะเบส เพื่อให้ไนโตรเจนที่ออกมาอยู่ในรูปที่ไม่ระเหยไปกับอากาศ โดยจะใช้ $K_2S_2O_8$ ช่วยในการย่อยและใช้ NaOH เป็นสารละลายเบสเพื่อจับไนโตรเจนไว้ในสารละลาย และทำการวัดปริมาณไนโตรเจนโดยใช้เครื่อง UV โดยมีขั้นตอนการทำการทดลองและผลการตรวจวัดแสดงไว้ในภาคผนวก ข

การนำตัวกลางแต่ละแบบมาหาปริมาณไนโตรเจนจะใช้ตัวกลางละ 50 มิลลิกรัม ซึ่งตัวกลางที่นำมาวิเคราะห์มี 2 ประเภทคือ

1. ตัวกลางที่ยังไม่ได้ใช้กำจัด ได้แก่

- ซิลิกาเจล (Silica Gels)
- ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยอัตราส่วนร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล (Si/PEI 2%w/v)
- ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล (Si/PEI 5%w/v)
- ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล (Si/PEI 10%w/v)

2. ตัวกลางที่ใช้กำจัดแล้ว ได้แก่

- ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล (Si/PEI 5%w/v) จากการทดลองแบบคอลัมน์อัตราการไหล 5 มิลลิลิตรต่อนาที
- ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล (Si/PEI 5%w/v) จากการทดลองแบบคอลัมน์อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที
- ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาณของสารละลายโพลีเอทิลีนไอมินในเมทานอล (Si/PEI 5%w/v) จากการทดลองแบบซีพีเอส 6

ซึ่งจากการย่อยตัวกลางและนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV จะมีผลการทดลองดังแสดงในภาคผนวก ข และเมื่อนำมาวิเคราะห์ผลสามารถสรุปได้ดังนี้

ตารางที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์ปริมาณไนโตรเจนจากการย่อยตัวกลางด้วยเครื่อง UV

| ตัวอย่างที่ยังไม่ใช้กำจัด | ความเข้มข้น N ที่ได้จากเครื่อง UV (มิลลิกรัมต่อลิตร) | ความเข้มข้น N (มิลลิกรัม) |
|--|--|---------------------------|
| ซิติกาเจล | 0.479 | 0.02 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 2%w/v | 3.173 | 0.16 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 5%w/v | 11.265 | 0.56 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 10%w/v | 15.191 | 0.76 |
| ตัวอย่างที่ใช้กำจัดแล้ว | ความเข้มข้น N ที่ได้จากเครื่อง UV (มิลลิกรัมต่อลิตร) | ความเข้มข้น N (มิลลิกรัม) |
| ตัวกลาง SiI/PEI 5%w/v จากคอลัมน์ 5 มิลลิลิตรต่อนาที | 11.853 | 0.59 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 5%w/v จากคอลัมน์ 10 มิลลิลิตรต่อนาที | 11.407 | 0.57 |
| ตัวกลาง SiI/PEI 5%w/v จากเบตซ์ | 10.356 | 0.52 |

จากผลการทดลองที่ได้ในตารางที่ 4.9 ในช่องคอลัมน์ที่สอง เป็นค่าที่วัดได้หลังจากย่อยตัวกลางแล้วนำตัวอย่างมาทำการปรับเปลี่ยนพีเอช และทำการเจือจางจนสามารถนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV ได้ ซึ่งหลังจากคำนวณกลับมาในรูปของมิลลิกรัมของไนโตรเจนที่มีอยู่ในตัวอย่างที่ทำการวัดจะแสดงได้ดังช่องสาม ซึ่งค่าที่วิเคราะห์ออกมาได้นี้จะต้องนำมาคำนวณอีกเพื่อหาค่าปริมาณไนโตรเจนที่มีอยู่จริงในตัวกลางทั้งหมดที่ถูกย่อย ซึ่งก่อนที่จะปรับพีเอชและเจือจางได้นำตัวอย่างมาปริมาณ 25 มิลลิลิตร จากทั้งหมด 60 มิลลิลิตร ดังนั้นจึงต้องแปลงค่ากลับโดยสามารถคำนวณได้ดังนี้

$$TN \text{ (mg/g)} = (a \times (60/25)) / b$$

เมื่อ : a = ค่าที่อ่านได้จากเครื่อง UV (มิลลิกรัม)

b = ปริมาณตัวกลาง (กรัม)

และจากข้อมูลที่ได้ในตารางที่ 4.9 สามารถนำมาสรุปเป็นค่าปริมาณไนโตรเจนที่มีใน
ตัวกลางเป็นมิลลิกรัมต่อตัวกลาง 1 กรัม ดังแสดงในตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ปริมาณไนโตรเจนที่มีในตัวกลางแต่ละชนิด

| ตัวอย่างที่ยังไม่ใช้กำจัด | ปริมาณไนโตรเจนต่อตัวกลาง (มก./ก) |
|--|-------------------------------------|
| ซิติกาเจล | 1.15 |
| ตัวกลาง Si/PEI2%w/v | 7.63 |
| ตัวกลาง Si/PEI5%w/v | 27.02 |
| ตัวกลาง Si/PEI10%w/v | 36.48 |
| ตัวอย่างที่ใช้กำจัดแล้ว | ปริมาณไนโตรเจนต่อตัวกลาง (มก./ก) |
| ตัวกลาง Si/PEI 5%w/v จากคอลัมน์ 5 มิลลิลิตรต่อนาที | 28.46 |
| ตัวกลาง Si/PEI 5%w/v จากคอลัมน์ 10 มิลลิลิตรต่อนาที | 27.36 |
| ตัวกลาง Si/PEI 5%w/v จากเบตซ์ | 24.86 |

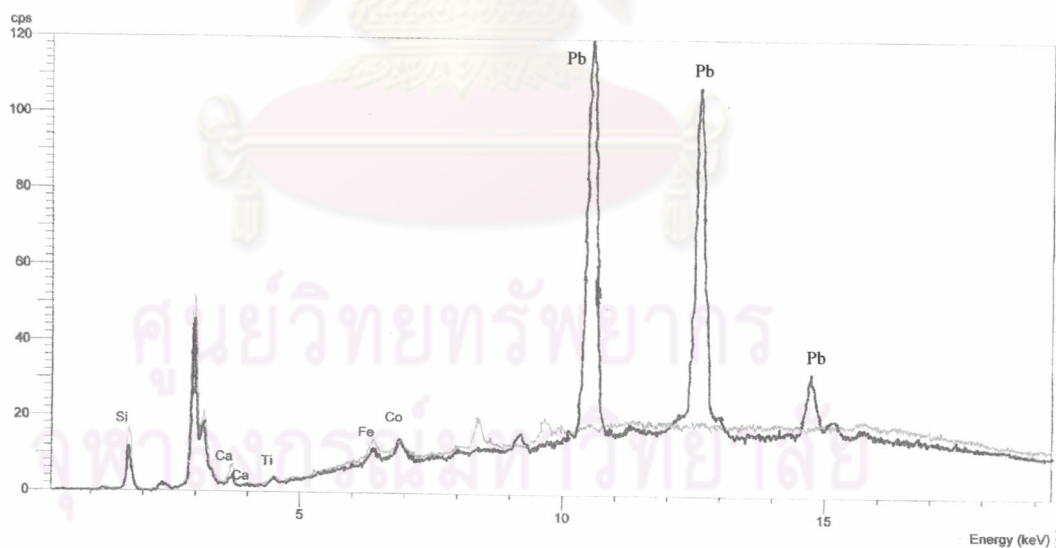
จากตารางที่ 4.10 พบว่าปริมาณไนโตรเจนในตัวกลางจะเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราส่วนการเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนเพิ่มขึ้น และเมื่อนำซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินที่นำไปใช้ในการทดลองแล้วมาวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนซ้ำอีกพบว่า การนำไปใช้ทดลองกับคอลัมน์ด้วยอัตราการไหล 5 มิลลิลิตรต่อนาที และ 10 มิลลิลิตรต่อนาที มีค่าใกล้เคียงกันกับตัวกลางที่ยังไม่ได้ใช้ทดลองแสดงว่าไม่มีการละลายของไนโตรเจนออกมา ส่วนที่มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย (ประมาณร้อยละ 1.24 - 5.32) อาจเป็นเพราะความคลาดเคลื่อนจากการทดลอง หรืออาจเป็นเพราะเมื่อตัวกลางอยู่ในคอลัมน์น้ำเสียสังเคราะห์ที่ไหลผ่านมีอาจมีปริมาณไนโตรเจนอยู่ด้วยส่วนหนึ่ง หรืออาจมาจากการเติมกรดไนตริกช่วยปรับพีเอช ซึ่งสามารถสะสมหรือดูดซับไว้กับตัวกลางได้จึงทำให้ปริมาณไนโตรเจนเพิ่มขึ้น

ส่วนซิติกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินที่นำไปใช้กับการทดลองแบบเบตซ์แล้วนำมาวิเคราะห์หาปริมาณไนโตรเจนปรากฏว่ามีค่าปริมาณไนโตรเจนลดลงเล็กน้อย ซึ่งเมื่อเทียบกับตัวกลางที่ยังไม่ได้นำมาใช้ทดลองพบว่าปริมาณไนโตรเจนลดลงร้อยละ 7.99

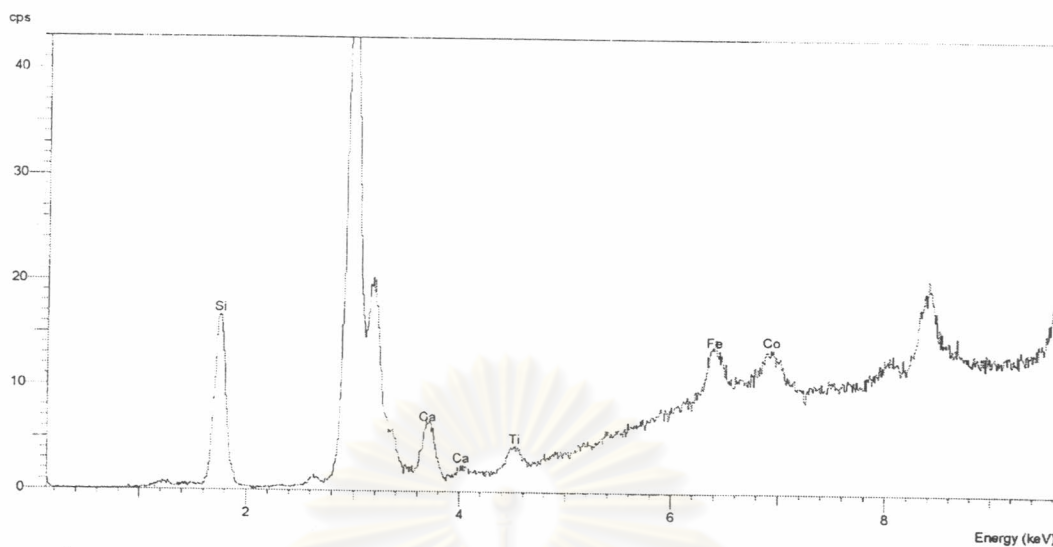
4.4.2 การวิเคราะห์หาตะกั่วบนซิลิกาเจลที่เคลือบโพลีเอทรีลีนไอมินที่ผ่านการดูดซับตะกั่วมาแล้ว

จากที่ผลการทดลองดูดซับตะกั่วโดยใช้ซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมิน พบว่าสามารถกำจัดปริมาณตะกั่วออกจากน้ำเสียสังเคราะห์ได้ ดังนั้นจึงได้นำซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินก่อนทำการทดลอง และซิลิกาเจลที่เคลือบโพลีเอทรีลีนไอมินหลังทำการทดลองดูดซับตะกั่วมาวิเคราะห์หาตะกั่ว โดยการวิเคราะห์จะใช้เครื่อง XRF ซึ่งเป็นเครื่องมือที่วิเคราะห์ลักษณะของตัวกลางแสดงผลออกมาเป็นพีคของโลหะแต่ละชนิดที่ตรวจพบในตัวกลาง โดยอาศัยหลักการประเมินผลจากระดับพลังงานของอะตอมโลหะแต่ละชนิดที่มีอยู่ในตัวกลาง ซึ่งจะมีพลังงานเฉพาะของแต่ละตัว จากนั้นประเมินผลออกมาเป็นลักษณะพีคของโลหะ

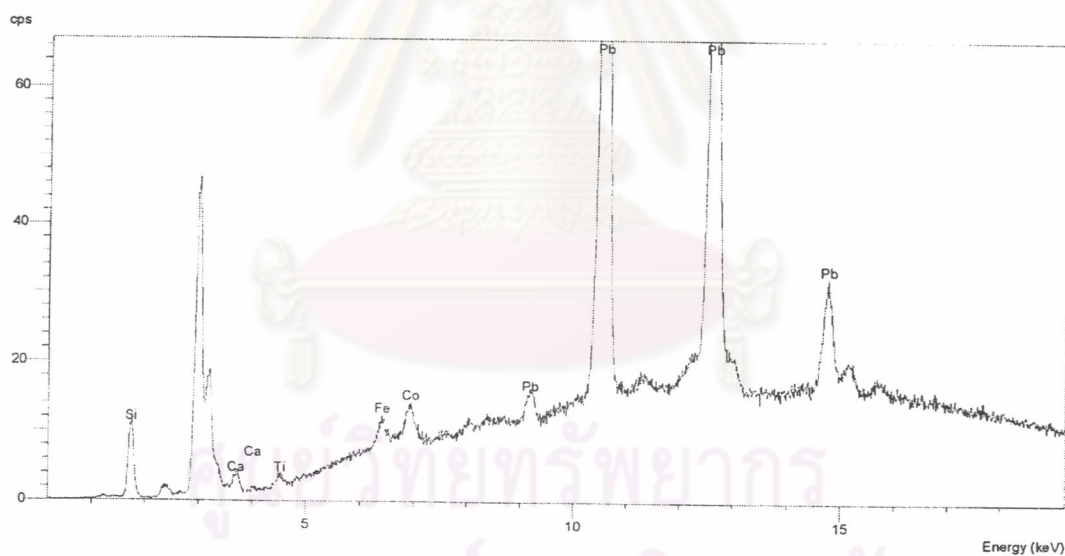
และจากผลการวิเคราะห์จะมีลักษณะรูปกราฟแสดงในภาคผนวก ญ โดยผลการวิเคราะห์ของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินที่ยังไม่นำไปดูดซับตะกั่ว กับซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินหลังดูดซับตะกั่วแล้ว เปรียบเทียบกันดังแสดงได้ในรูปที่ 4.24 ซึ่งจะเห็นว่าซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินที่ยังไม่นำไปดูดซับตะกั่ว (เส้นกราฟสีแดง) จะไม่มีพีคของตะกั่ว ส่วนซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินหลังดูดซับตะกั่วแล้ว (เส้นกราฟสีน้ำเงิน) จะแสดงพีคของตะกั่วอย่างชัดเจน



รูปที่ 4.24 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินที่ยังไม่ใช้ทดลองกับซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีลีนไอมินที่ทดลองดูดซับตะกั่วแล้ว



รูปที่ 4.25 ผลการวิเคราะห์ของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีน ไอมีนที่ยังไม่ใช้คูชับตะกั่ว



รูปที่ 4.26 ผลการวิเคราะห์ของซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีน ไอมีน ใช้คูชับตะกั่วแล้ว

4.4.3 การวิเคราะห์หาลักษณะประจุบนพื้นผิวของตัวกลาง (Surface charge density)

(Punyapalakul Patiparn, 2004)

เป็นการนำตัวกลางมาศึกษาลักษณะของค่าประจุบนตัวกลางในช่วงพีเอชต่างๆ โดยมีขั้นตอนการวิเคราะห์ดังแสดงรายละเอียดในภาคผนวก ฉ และสามารถคำนวณค่าประจุได้จากสมการดังนี้

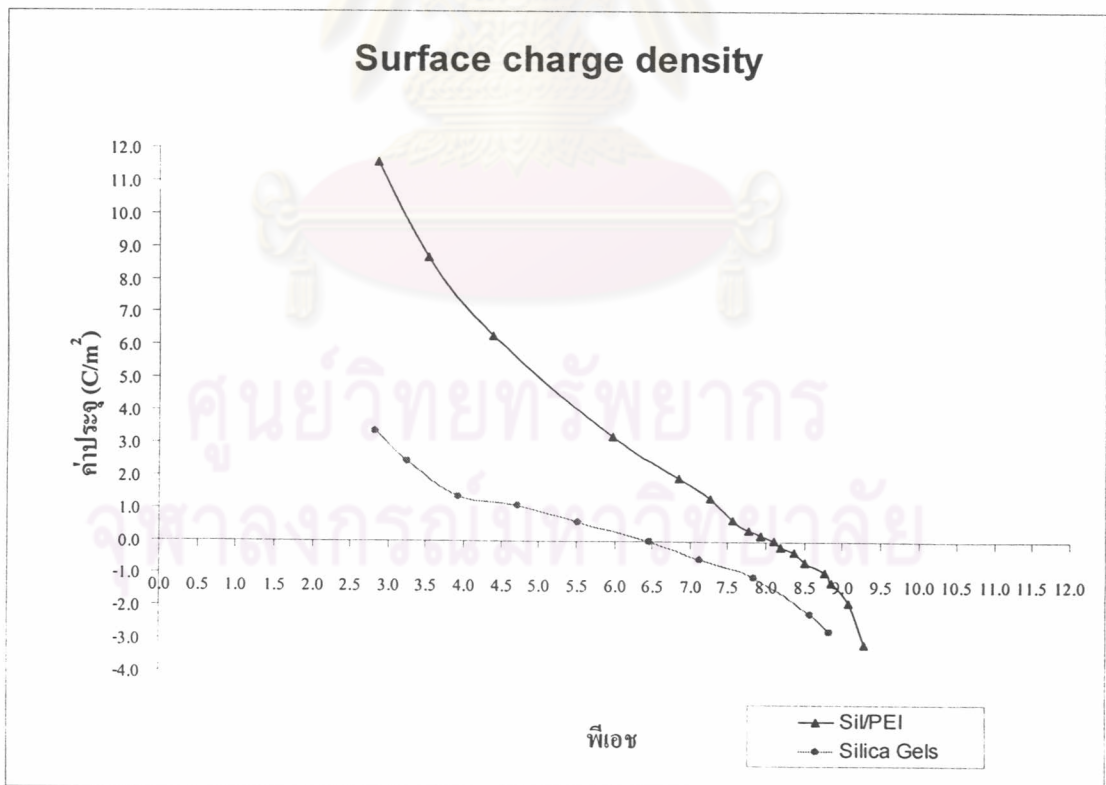
$$\text{ความหนาแน่นประจุ}(C/m^2) = \{ [HCl] - [NaOH] - [H^+] + [OH^-] \} \times (96500 / (w \times A))$$

เมื่อ C/m^2 = หน่วยของความหนาแน่นประจุเป็น คูลอมต่อตารางเมตร

w = น้ำหนักตัวกลาง(กรัม)

A = พื้นที่ผิวของตัวกลาง(ตารางเมตร/กรัม)

จากการนำซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทรีนไอมินและซิลิกาเจลก่อนเคลือบมาทำการทดลองหาค่าประจุเปรียบเทียบกัน โดยใช้ความแรงไอออน $I = 0.002$ โมลต่อลิตร ซึ่งแสดงผลได้ดังรูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 ลักษณะประจุบนพื้นผิวตัวกลาง

จากผลการทดลองในรูปที่ 4.27 พบว่าซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทิลีนไอมินมีค่า pH_{pzc} ประมาณ 8.1 ซึ่งพบว่าเมื่อเคลือบตัวกลางด้วยโพลีเอทิลีนไอมินแล้วจะทำให้ค่า pH_{pzc} มีค่าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ พบว่าข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับการรวมตัวของคอลลอยด์ของ SiO₂ กับสารโพลีเอทิลีนไอมิน (PEI-SiO₂) มีค่า pH_{pzc} = 9.75 ซึ่งเป็นพีเอชที่สามารถรวมกลุ่มของ SiO₂ ได้ดีที่สุด (Smay และคณะ, 2002)

ซิลิกาเจลก่อนเคลือบมีค่า pH_{pzc} ประมาณ 6.4 โดยซิลิกาเจลที่ใช้เป็น : Silica gels 100A°(0.063-0.020 mm) for column chromatography บริษัท MERCK ผลของค่า pH_{pzc} ของซิลิกาเจลที่ใช้ในการทดลองนี้ อาจแตกต่างจากข้อมูลของซิลิกา (SiO₂) ที่เคยเห็น (pH_{pzc} ประมาณ 2) แต่นั่นเป็นเพียงข้อมูลของ amorphous silica ซึ่งส่วนใหญ่เป็นคอลลอยด์ในน้ำหรือองค์ประกอบในดิน เป็นซิลิกาที่สามารถละลายน้ำได้ นอกจากนี้ซิลิกาที่เกิดในธรรมชาติมีหลายรูป โดยแต่ละรูปแบบจะมีลักษณะโครงสร้างการจับตัวซิลิกอนกับออกซิเจน ภายในผลึกที่แตกต่างกัน เช่น Quartz Chalcedony และ Tridymite เป็นต้น โดย Quartz มี pH_{pzc} ประมาณ 3 ซึ่งค่า pH_{pzc} แตกต่างกันจะขึ้นกับแหล่งที่มาและสารตั้งต้น

ซิลิกาเจลจะแตกต่างจากซิลิกา คือเป็นชื่อที่ใช้เรียกของแข็งที่เตรียมมาจาก silicic acid ซึ่งเป็นองค์ประกอบโดยเฉลี่ย (average composition) ของ H₂SiO₃ (เมื่อ silicic acid อยู่ในรูปของ Hydrus forms และ Quartz อยู่ในรูปของ dehydrated forms) ซึ่งการเตรียมซิลิกาเจลมีหลายรูปแบบ แต่ละแบบมีลักษณะเฉพาะจากขั้นตอนการผลิต มีคุณสมบัติทางกายภาพที่แตกต่างกัน (Iler, 1979) อาจมีการปรับปรุงคุณสมบัติโดยเฉพาะขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ที่นำไปใช้งาน ซึ่งคาดว่าเป็นสาเหตุทำให้ค่า pH_{pzc} มีค่าหลากหลาย