

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือ (apparatus)

- 1) อะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (AAS), ICE3000 series, Thermo Scientific, USA
- 2) เตาอบไฟฟ้า, Binder FD115, Germany
- 3) เครื่องชั่งละเอียด, AND HM-200, Japan
- 4) Magnetic stirrer,
- 5) pH meter,
- 6) Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Nicolet 6700, Thermo Scientific, USA
- 7) X-ray fluorescence (XRF)
- 8) Scanning electron microscope (SEM), JEOL, USA
- 9) Centrifuge,
- 10) BET (BELSORP-mini, BEL, Japan)

3.2 สารเคมี (reagents)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองเป็นเกรดวิเคราะห์ (reagent grade)

- 1) Lead(II) nitrate ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)
- 2) Nitric acid (70% HNO_3), BDH, England
- 3) Sulfuric acid (99% H_2SO_4), BDH, England
- 4) Sodium hydroxide (NaOH)

3.3 วิธีการทดลอง (methodology)

3.3.1 การเตรียมอิฐมวลเบา

อิฐมวลเบาซื้อจากร้านวัสดุก่อสร้าง ทบให้เป็นก้อนเล็กๆ ล้างด้วยน้ำเพื่อล้างสิ่งสกปรก อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วอบให้ละเอียด คัดเลือกขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อนขนาดรู 500 ไมโครเมตร แล้วเก็บในเดซิเคเตอร์ (รูปที่ 3.1)



รูปที่ 3.1 อิฐมวลเบา

3.3.2 การทดสอบเอกลักษณ์

อิฐมวลเบาได้ทำการทดสอบเอกลักษณ์โดยการศึกษาหมู่ฟังก์ชันโดยวิธี FTIR และการหาพื้นที่ผิวและรูพรุนโดยวิธี BET และตรวจเอกลักษณ์พื้นผิวด้วยเทคนิค SEM และหาค่าประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRF

3.3.3 การหาประจุที่ผิวเป็นศูนย์ (point of zero charge, pzc)

นำอิฐมวลเบาปริมาณ 0.1 กรัม ใส่ในหลอดเซนต์ปีแยร์ PETE ขนาด 50 mL ปรับ pH ให้อยู่ในช่วง 3.0 ถึง pH 12.0 ด้วยสารละลายกรดไนตริกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ นำไปกวนที่ความเร็วคงที่ 700 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นวัดค่า pH ของสารละลาย เขียนกราฟระหว่างค่า pH เริ่มต้น (initial pH) และสุดท้าย (final pH) ประจุที่ผิวเป็นศูนย์ของตัวดูดซับหาได้จากวิธีการแบบดริฟท์เทส (drift test)

3.3.4 การศึกษาการดูดซับโลหะตะกั่ว

ซึ่งอิฐมวลเบาใส่ในหลอดเซนต์ปีแยร์ PETE ขนาด 50 mL เติมสารละลายโลหะตะกั่วเข้มข้น 20 mg/L ปริมาตร 10 mL กวนโดยใช้เครื่องกวนสารละลายที่ความเร็วรอบคงที่ 700 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นแยกสารละลายโดยการหมุนเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 5000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที แล้วกรองผ่านกระดาษกรอง สารละลายที่ได้นำไปวัดปริมาณโลหะตะกั่วที่เหลือด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ประสิทธิภาพของการดูดซับโลหะหนักของอิฐมวลเบาโดยการเปรียบเทียบปริมาณโลหะ ตะกั่ว ก่อนและหลังการดูดซับด้วยอิฐมวลเบา ประสิทธิภาพของการดูดซับโลหะตะกั่วคำนวณจากสมการ

$$AC = \frac{(C_0 - C_e)}{mass} \times V \quad (1)$$

$$\%RE = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100 \quad (2)$$

- เมื่อ AC คือ ปริมาณของโลหะหนักที่ถูกดูดซับต่อน้ำหนักตัวดูดซับ (adsorption capacity)
 RE คือ ประสิทธิภาพการกำจัด (removal efficiency)
 C_0 คือ ความเข้มข้นโลหะหนัก (mg/L) เริ่มต้น
 C_e คือ ความเข้มข้นโลหะหนัก (mg/L) ที่สมดุล
 V คือ ปริมาตรของสารละลาย (L)
 mass คือ น้ำหนักของตัวดูดซับ (g)

3.3.5 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับโลหะตะกั่วด้วยอิฐมวลเบา

1) ปัจจัย pH

- อิฐมวลเบา 0.10 กรัม ใส่ในหลอด PETE ขนาด 50 mL เต็มสารละลายมาตรฐานโลหะตะกั่วเข้มข้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตรที่ปรับ pH 2, 3, 4, 5, 6 และ 7 ด้วย dil.HNO₃ และ dil.NaOH

- กวนโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กด้วยอัตราเร็วคงที่เป็นเวลา 60 นาที
- กรองสารละลายแล้วนำสารละลายไปวัดปริมาณโลหะตะกั่วด้วยเครื่อง AAS

2) ระยะเวลาการกวน (equilibrium time)

- อิฐมวลเบา 0.10 กรัม ใส่ในหลอด PETE ขนาด 50 mL เต็มสารละลายมาตรฐานโลหะตะกั่วเข้มข้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร

- กวนโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กด้วยอัตราเร็วคงที่เป็นเวลา 5, 10, 15, 30, 60, 90, 120, 150, 180, 210 และ 240 นาที
- กรองสารละลายแล้วนำสารละลายไปวัดปริมาณโลหะตะกั่วด้วยเครื่อง AAS

3) ปริมาณของตัวดูดซับ (adsorbent dosage)

- อิฐมวลเบา น้ำหนักที่แตกต่างกันคือ 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0 กรัม ใส่ในหลอด PETE ขนาด 50 mL เต็มสารละลายมาตรฐานโลหะตะกั่วเข้มข้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร

- กวนโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กด้วยอัตราเร็วคงที่เป็นเวลา 60 นาที
- กรองสารละลายแล้วนำสารละลายไปวัดปริมาณโลหะตะกั่วด้วยเครื่อง AAS

4) ผลความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนตะกั่ว

- อิฐมวลเบา 0.10 กรัม ใส่ในหลอด PETE ขนาด 50 mL เติมน้ำละลายมาตรฐานโลหะตะกั่วเข้มข้นตั้งแต่ 20-200 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- กวนโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กด้วยอัตราเร็วคงที่เป็นเวลา 60 นาที
- กรองสารละลายแล้วนำสารละลายไปวัดปริมาณโลหะตะกั่วด้วยเครื่อง AAS

5) การศึกษาอุณหภูมิ

- อิฐมวลเบา 0.10 กรัม ใส่ในหลอด PETE ขนาด 50 mL เติมน้ำละลายมาตรฐานโลหะตะกั่วเข้มข้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร
- กวนโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กด้วยอัตราเร็วคงที่เป็นเวลา 60 นาที ที่อุณหภูมิ 25, 40 และ 60°C
- กรองสารละลายแล้วนำสารละลายไปวัดปริมาณโลหะตะกั่วด้วยเครื่อง AAS

