

บทที่ 4

ผลการทดลองและสรุปผลการทดลอง

4.1 เอกลักษณะทางกายภาพของอิฐมวลเบา

4.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF

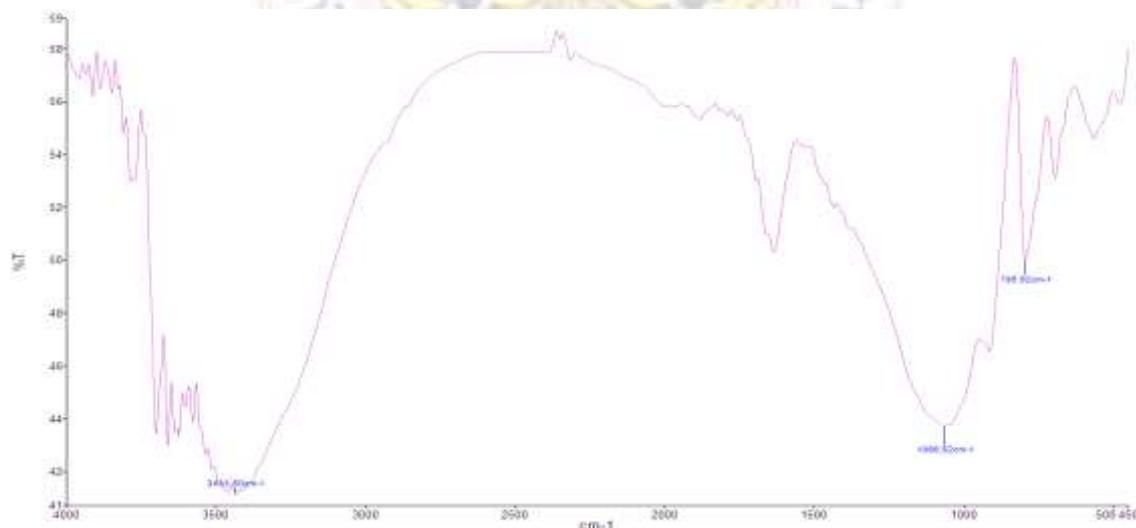
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในอิฐมวลเบาด้วยเทคนิค X-ray fluorescence แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในอิฐมวลเบาด้วยเทคนิค XRF

ธาตุองค์ประกอบ	%
Si	54.58%
Ca	38.08%
K	1.64% %
Mn	0.03%
S	2.98%
Fe	2.0%
Al	2.0%

4.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR ดังรูปที่ 4.1 พบว่าสัญญาณที่บริเวณ 3433 cm^{-1} มีลักษณะแถบกว้าง (broad band) เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซี (OH) ของหมู่ซิลินอล (Si-OH)



รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

4.1.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

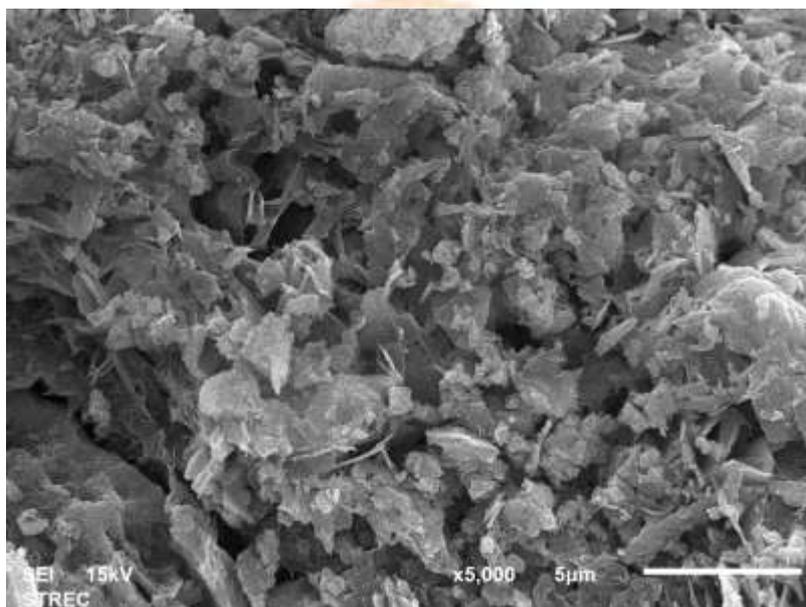
การวิเคราะห์พื้นที่ผิว (surface area) ปริมาตรรูพรุน (pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (average pore size) ด้วยเทคนิค BET ของอิฐมวลเบา แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

พื้นที่ผิว (surface area)	14.17 m ² /g
ปริมาตรรูพรุน (pore volume)	0.016 cm ³ /g
ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (average pore size)	4.55 nm

4.1.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของอิฐมวลเบาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) แสดงดังรูปที่ 4.2



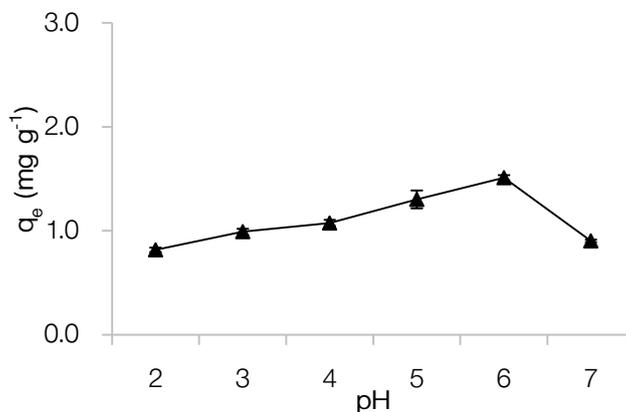
รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับโลหะตะกั่ว

1) ผลของ pH ของสารละลาย

การศึกษาอิทธิพลของ pH ต่อการดูดซับโลหะตะกั่วโดยใช้อิฐมวลเบาในช่วง pH 2-7 พบว่า ความจุการดูดซับ (adsorption capacity) เพิ่มขึ้นสูงสุดที่ pH เท่ากับ 6 โดยมีประสิทธิภาพการกำจัด (removal efficiency) ประมาณร้อยละ 85 ดังแสดงในรูปที่ 4.3 ผลการทดลองสอดคล้องกับรายงานวิจัยที่ระบุว่าความจุการดูดซับของตัวดูดซับจะต่ำในสภาวะที่สารละลายเป็นกรดเนื่องจากบริเวณพื้นผิวของตัวดูดซับจะถูก protonate ส่งผลให้เกิดการแข่งขันระหว่างโปรตอนและไอออนโลหะ

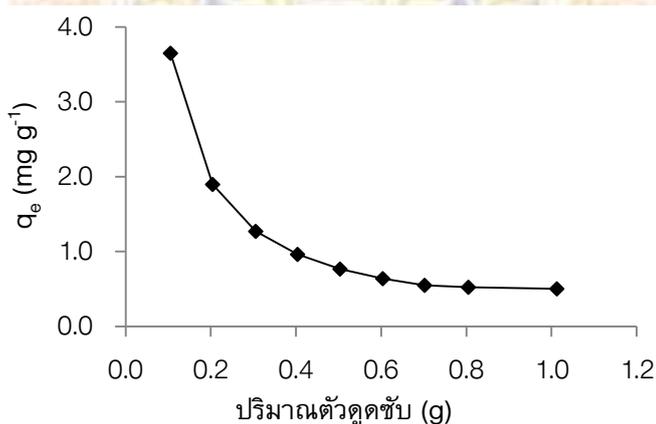
ในขณะที่ pH มากกว่า 6 ความจุการดูดซับของตัวดูดซับจะลดลงเนื่องจากตะกั่วอยู่ในรูป $Pb(OH)_2$ ซึ่งมีค่าการละลายต่ำจึงเกิดเป็นตะกอน



รูปที่ 4.3 ผลของ pH ของสารละลายต่อการดูดซับโลหะตะกั่ว (สภาวะการทดลองดังนี้ 20 mg/L Pb, ปริมาณตัวดูดซับ 0.1 g, ระยะเวลาทวน 30 นาที, อุณหภูมิ 25°C และปริมาตรของสารละลาย 10 mL)

2. ผลของปริมาณตัวดูดซับ

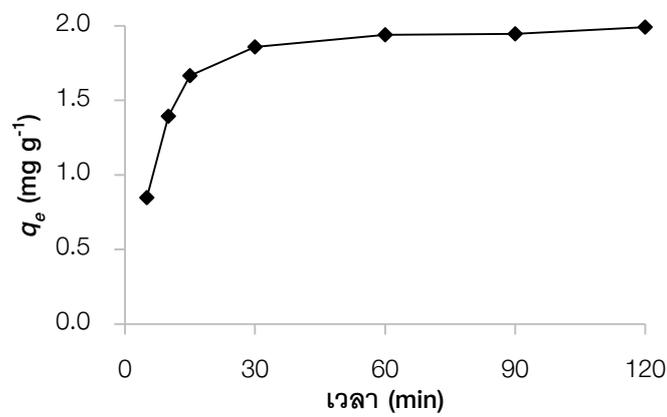
การศึกษาอิทธิพลของปริมาณตัวดูดซับต่อประสิทธิภาพการดูดซับโลหะตะกั่ว แสดงในรูปที่ 4.4 พบว่าความจุการดูดซับลดลงจาก 3.65 mg/g (ประสิทธิภาพการกำจัดร้อยละ 98.6) ถึง 0.50 mg/g (ประสิทธิภาพการกำจัดร้อยละ 99.5) เมื่อปริมาณอิฐมวลเบาเพิ่มขึ้นตั้งแต่ 0.1-1.0 g ผลการศึกษาสรุปได้ว่าปริมาณตัวดูดซับเพิ่มขึ้น พื้นที่ผิวบริเวณดูดซับเพิ่มขึ้นด้วย ในการทดลองนี้เลือกปริมาณอิฐมวลเบาเท่ากับ 0.1 g ในการทดลองต่อไป



รูปที่ 4.4 ผลของปริมาณตัวดูดซับต่อการดูดซับโลหะตะกั่ว (สภาวะการทดลองดังนี้ 20 mg/L Pb, pH 6, ระยะเวลาทวน 30 นาที, อุณหภูมิ 25°C และปริมาตรของสารละลาย 10 mL)

3. ผลของเวลา

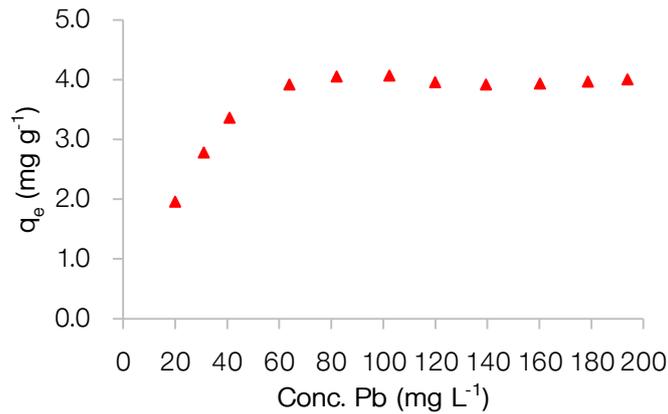
การศึกษาปัจจัยระยะเวลาในการกวนสารละลายโดยใช้อิฐมวลเบา 0.1 กรัม ในสารละลาย ปริมาตร 10 mL ของ 20 mg/L Pb อัตราในการกวนคงที่ ณ อุณหภูมิห้อง โดยระยะเวลาที่ใช้ในการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับคือ 5 ถึง 120 นาที ประสิทธิภาพการดูดซับโลหะตะกั่วแสดงในรูปที่ 4.5 พบว่าประสิทธิภาพการกำจัดโลหะตะกั่วเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วง 30 นาทีแรก และมีประสิทธิภาพการกำจัดสูงถึงร้อยละ 93.6 การดูดซับไอออนตะกั่วได้อย่างรวดเร็วในช่วงแรก เนื่องจากพื้นที่ผิวของตัวดูดซับยังมีปริมาณมาก และเมื่อปริมาณพื้นที่การดูดซับอิ่มตัว ความจุการดูดซับจะเพิ่มขึ้นอย่างช้าและคงที่ ดังนั้นในการทดลองใช้เวลาในการกวนที่ 30 นาที



รูปที่ 4.5 ผลของเวลาต่อการดูดซับโลหะตะกั่ว (สภาวะการทดลองดังนี้ 20 mg/L Pb, pH 6, ปริมาณตัวดูดซับ 0.1 g, อุณหภูมิ 25°C และปริมาตรของสารละลาย 10 mL)

4. ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนตะกั่ว

การศึกษาปัจจัยความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนตะกั่วโดยความเข้มข้นของตะกั่วตั้งแต่ 20-200 mg/L สภาวะการทดลองอื่นคงที่คือปริมาณอิฐมวลเบา 0.1 กรัม อัตราในการกวนคงที่ ณ อุณหภูมิห้อง ระยะเวลา 60 นาที พบว่าความจุการดูดซับเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของตะกั่วเพิ่มขึ้น และจะคงที่ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 80 mg/L ดังแสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนตะกั่วต่อการดูดซับ (สภาวะการทดลองดังนี้ เวลา 60 นาที, pH 6, ปริมาณตัวดูดซับ 0.1 g, อุณหภูมิ 25°C และปริมาตรของสารละลาย 10 mL)

4.3 ไอโซเทอมการดูดซับ

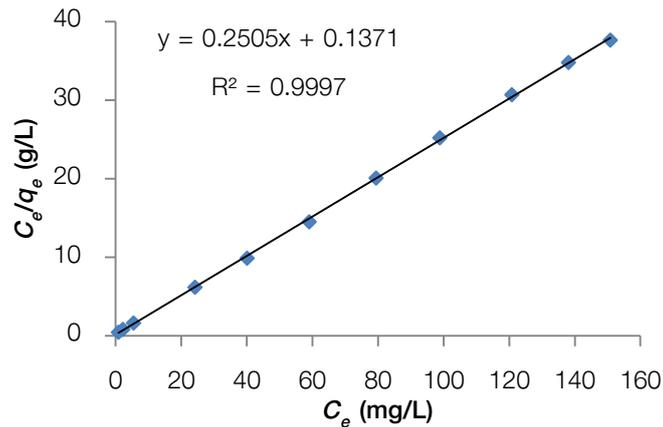
ไอโซเทอมของการดูดซับ อธิบายความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นที่สมดุล กับจำนวนของตัวถูกดูดซับที่มีการดูดซับ ที่อุณหภูมิคงที่ ไอโซเทอมของการดูดซับเป็นสมการที่มีประโยชน์สำหรับวิเคราะห์การดูดซับ

ไอโซเทอมของแลงเมียร์

สมการการดูดซับแบบแลงเมียร์ (Langmuir) มีสมมติฐานที่ว่าโมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะเกิดการดูดซับบนผิวในตำแหน่งที่แน่นอนของตัวดูดซับ แต่ละโมเลกุลของตัวดูดซับเกิดการดูดซับบนผิวแบบชั้นเดียวแต่ละพื้นผิวของตัวดูดซับมีลักษณะแบบเดียวกัน สมการการดูดซับแบบแลงเมียร์เขียนได้ดังสมการ

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{bq_m} + \frac{C_e}{q_m} \quad \dots\dots(4.1)$$

จากสมการไอโซเทอมของแลงเมียร์ เมื่อเขียนกราฟระหว่าง C_e/q_e กับ C_e ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ค่า q_m และ b หาได้จากความชัน (slope) และจุดตัดแกน (intercept) ตามลำดับ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า q_m เท่ากับ 3.99 mg/g และ b เท่ากับ 1.83 L/g โดยมีความเป็นเส้นตรง R_2 เท่ากับ 0.9997



รูปที่ 4.7 กราฟไอโซเทอมของแลงเมียร์

สมการการดูดซับแบบแลงเมียร์ ยังอาจแสดงได้ด้วยปัจจัยของการแยกหรือค่าตัวแปรที่สภาวะสมดุล (equilibrium parameter, R_L) ดังสมการ

$$R_L = \frac{1}{1 + bC_0} \quad \dots(4.2)$$

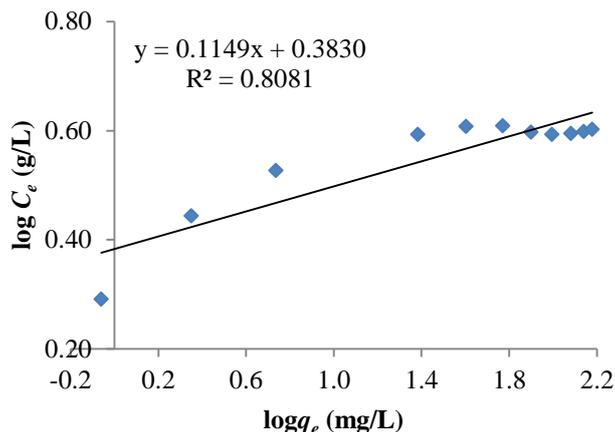
เมื่อ C_0 คือความเข้มข้นเริ่มต้นของตัวถูกดูดซับ (mg/L) จากผลการทดลองพบว่าค่า R_L อยู่ในช่วง 0.003-0.027 เมื่อความเข้มข้นของตะกั่วระหว่าง 20–200 mg/L รูปร่างของไอโซเทอมสอดคล้องกับการดูดซับ เนื่องจาก $0 < R_L < 1$ คือการดูดซับดี

ไอโซเทอมของ Freundlich

สมการของ Freundlich มีสมมติฐานของการดูดซับที่ว่าพื้นผิวของตัวดูดซับไม่เป็นเนื้อเดียวกันตลอด โดยที่การดูดซับบนพื้นผิวของตัวถูกดูดซับจะเป็นแบบหลายชั้น (multilayer) สมการที่ได้จากการสังเกตและทดลองการดูดซับโดยอาศัยสมมติฐานของทฤษฎีนี้ เป็นแนวความคิดของแบบจำลองแบบหลายชั้น

$$\log q_e = \log K_f + \left(\frac{1}{n}\right) \log C_e \quad \dots(4.3)$$

เมื่อ K_f คือค่าคงที่แสดงความสามารถในการดูดซับแบบหลายชั้น (mg/g) และ n คือค่าคงที่แสดงการขึ้นตรงกับความเข้มข้นของสารละลาย เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\log q_e$ กับ $\log C_e$ ดังแสดงในรูปที่ 4.8 จะได้กราฟเส้นตรงที่มีความชันเท่ากับ $1/n$ และมีจุดตัดแกนเท่ากับ $\log K_f$ จากผลพบว่าค่า K_f เท่ากับ 2.42 ดังแสดงในตารางที่ 4.3



รูปที่ 4.8 กราฟไอโซเทอมของ Freundlich

ค่า $1/n$ อธิบายถึงไอโซเทอมของการดูดซับ จากรูปที่ 4.8 พบว่า $1/n$ น้อยกว่า 1 แสดงว่า ปริมาณพื้นผิวบนตัวดูดซับมีปริมาณจำกัดที่จะใช้ในการดูดซับ

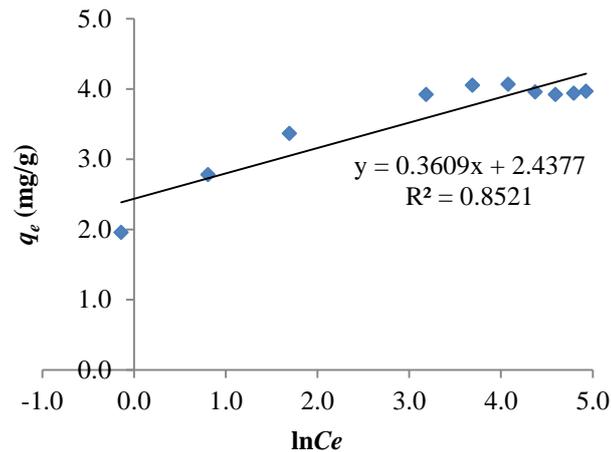
ไอโซเทอมของ Temkin

ไอโซเทอมการดูดซับของ Temkin จะแตกต่างจากของ Langmuir และ Freundlich ซึ่งไอโซเทอมการดูดซับของ Temkin สามารถนำไปใช้ได้กับการดูดซับทางเคมี เนื่องจากในสมการจะพิจารณาถึงพลังงานกระตุ้นของตัวดูดซับ ไอโซเทอมนี้มีสมมติฐานว่าพลังงานการดูดซับจะลดลงเป็นเส้นตรงเมื่อปริมาณผิวหน้าของตัวดูดซับถูกปกคลุมด้วยตัวถูกดูดซับ (adsorbent-adsorbate interactions) สมการของ Temkin เขียนได้เป็น

$$q_e = B \ln A + B \ln C_e \quad \dots(4.4)$$

$$B = \frac{RT}{b} \quad \dots(4.5)$$

เมื่อ B คือค่าคงที่ Temkin ซึ่งสัมพันธ์กับความร้อนของการดูดซับ (J/mol), A คือ ค่าคงที่ สมดุลของการยึดเกาะ (L/g) ซึ่งสอดคล้องกับพลังงานยึดเกาะสูงสุด (maximum binding energy), R คือ ค่าคงที่ของแก๊ส ($8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$) และ T คืออุณหภูมิสัมบูรณ์ (K) จากสมการ (4.4) เมื่อเขียนกราฟระหว่าง q_e กับ $\ln C_e$ ค่าคงที่ A และ B หาได้จากจุดตัดแกนและความชันของเส้นกราฟตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 กราฟไอโซเทอมของ Temkin

ไอโซเทอมของ Dubinin-Radushkevich (D-R isotherm)

Dubinin-Radushkevich ได้เสนอไอโซเทอมการดูดซับเพื่อประเมินกลไกการดูดซับของตัวดูดซับเป็นการดูดซับทางเคมีหรือทางกายภาพ สมการของไอโซเทอมของ Dubinin-Radushkevich เขียนได้เป็น

$$\ln q_e = \ln q_m - \beta \varepsilon^2 \quad \dots(4.6)$$

$$\varepsilon = RT \ln \left(1 + \frac{1}{C_e} \right) \quad \dots(4.7)$$

เมื่อ q_e คือปริมาณการดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของตัวดูดซับ (mg/g)

q_m คือความจุการดูดซับทางทฤษฎี (mol/g)

β คือค่าคงที่การดูดซับของ Dubinin-Radushkevich (mol^2/J^2) ซึ่งสัมพันธ์กับพลังอิสระการดูดซับเฉลี่ยต่อสารที่ถูกดูดซับ 1 โมล

ε คือ Polanyi potential (KJ/mol)

C_e คือความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับในสารละลาย ณ ภาวะสมดุล (mol/L)

R คือค่าคงที่ของแก๊ส (8.314 J/mol K)

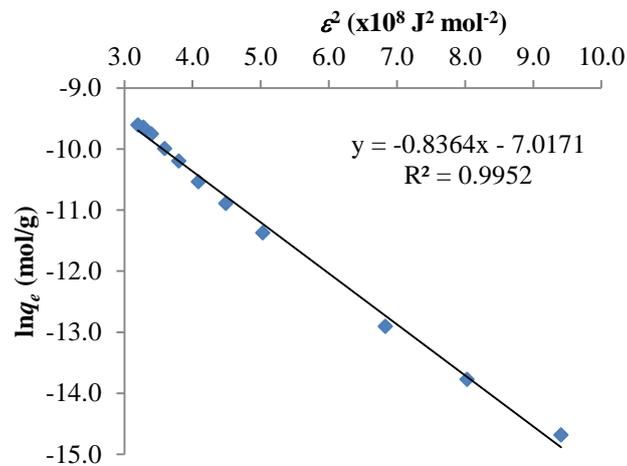
T คืออุณหภูมิสัมบูรณ์ (K)

จากสมการ (4.6) เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\ln q_e$ กับ ε^2 สามารถหาค่า q_m และ β ได้จากจุดตัดแกนและความชัน ตามลำดับ ผลการทดลองพบว่าค่า q_m เท่ากับ 185.5 mg/g และค่า β เท่ากับ $0.836 \text{ mol}^2/\text{J}^2$ ค่า β จากสมการ Dubinin-Radushkevich เกี่ยวข้องกับพลังงานดูดซับอิสระ (E)

ของการดูดซับต่อโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับ เมื่อเกิดการเคลื่อนที่จากสารละลายสู่พื้นผิวของตัวดูดซับ ซึ่งพลังงานดูดซับอิสระ หาได้จากสมการ

$$E = \frac{1}{\sqrt{2\beta}} \quad \dots(4.8)$$

จากผลการทดลองพบว่าพลังงานดูดซับอิสระเท่ากับ 0.77 kJ/mol จากสมมติฐานเกี่ยวกับค่าพลังงานดูดซับอิสระ ถ้าน้อยกว่า 8 kJ/mol กลไกการดูดซับจะเป็นแบบกายภาพ แต่ถ้าอยู่ในช่วง 8 ถึง 16 กลไกการดูดซับจะเป็นแบบเคมี ดังนั้นในการทดลองนี้ การดูดซับไอออนโลหะตะกั่วด้วยอิฐมวลเบาจะมีกลไกการดูดซับแบบกายภาพ



รูปที่ 4.10 กราฟไอโซเทอมของ Dubinin-Radushkevich



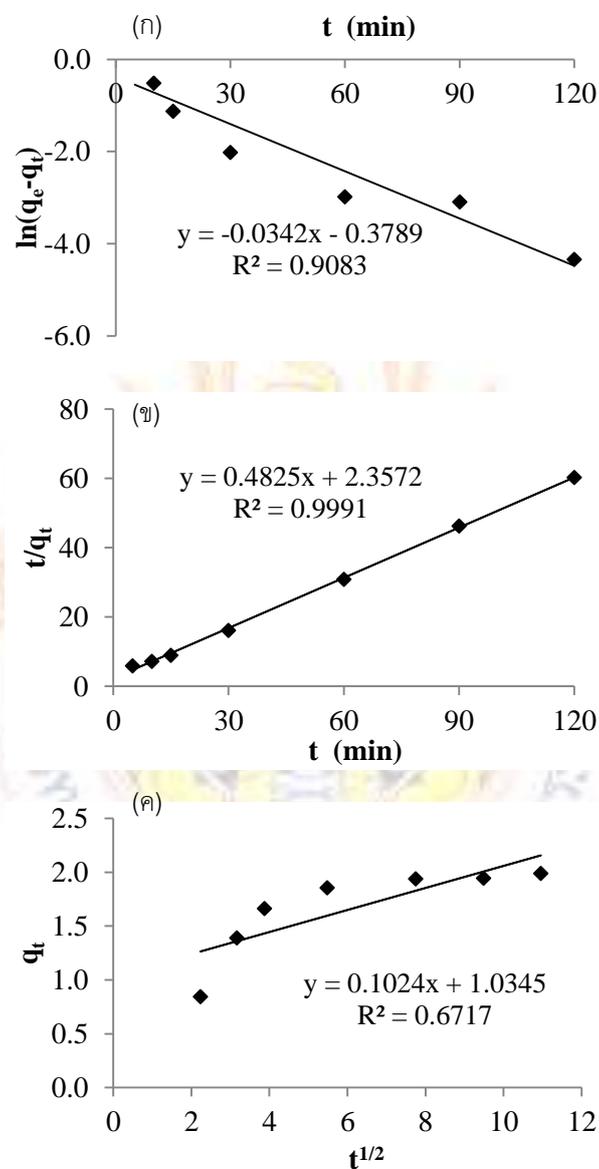
ตารางที่ 4.3 ไอโซเทอมการดูดซับของ Langmuir, Freundlich, Temkin และ D-R สำหรับการดูดซับ ไอออนตะกั่วด้วยอิฐมวลเบา

ไอโซเทอม	
Langmuir	
$q_{m(cal)}$ (mg g ⁻¹)	3.99
$q_{m(exp)}$ (mg g ⁻¹)	4.07
b (L g ⁻¹)	1.83
R_L	0.003-0.027
R^2	0.9997
Freundlich	
K_f (mg g ⁻¹)	2.42
n	8.70
R^2	0.8081
Temkin	
A (L g ⁻¹)	857.9
B	0.3609
b (J mol ⁻¹)	6.716
R^2	0.8521
Dubinin-Radushkevich	
q_m (mg g ⁻¹)	185.56
β (mol ² kJ ⁻²)	0.836
E (kJ mol ⁻¹)	0.77
R^2	0.9952

4.4 ผลการศึกษาจลนพลศาสตร์

เพื่อทราบถึงกลไกการดูดซับซึ่งเป็นการถ่ายโอนมวลสารระหว่างสารถูกดูดซับและวัสดุดูดซับแบบจำลองที่นิยมใช้ในการอธิบายกลไกดูดซับที่เกิดขึ้นมี 2 แบบ คือ pseudo-first order และ pseudo-second order โดยแบบจำลองทั้ง 2 แบบตั้งบนสมมติฐานว่ากระบวนการดูดซับและการคายเป็นปฏิกิริยาเคมีเทียม (pseudo chemical reaction) และอัตราการดูดซับขึ้นกับตำแหน่งในการเกิดปฏิกิริยาของวัสดุดูดซับที่ยังไม่ถูกครอบครอง

เมื่อนำผลการทดลองปัจจัยความเข้มข้นเริ่มต้นของไอออนตะกั่วที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยสมการการดูดซับตามแบบจลนพลศาสตร์อันดับหนึ่งเทียมและอันดับสองเทียม พบว่าผลการทดลองสอดคล้องกับปฏิกิริยาอันดับสองเทียม ดังแสดงรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 กราฟจลนพลศาสตร์การดูดซับไอออนตะกั่วด้วยอิฐมวลเบา (ก) pseudo-first-order, (ข) pseudo-second-order และ (ค) intra-particle diffusion

ตารางที่ 4.4 จนพลศาสตร์การดูดซับไอออนตะกั่วด้วยอิฐมวลเบา

<i>pseudo-first-order</i>	
$q_{e(cal)}, (mg\ g^{-1})$	1.23
$q_{e(exp)}, (mg\ g^{-1})$	1.99
$k_1, (min^{-1})$	0.0589
R^2	0.8577
<i>pseudo-second-order</i>	
$q_{e(cal)}, (mg\ g^{-1})$	2.07
$q_{e(exp)}, (mg\ g^{-1})$	1.99
$k_2, (g\ mg^{-1}\ min^{-1})$	0.0989
R^2	0.9991
<i>intra-particle diffusion</i>	
$k_i, (mg\ g^{-1}\ min^{-1/2})$	0.1024
$C, (mg\ g^{-1})$	1.0347
R^2	0.6713

