



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์เมมเบรนคอมโพสิตของเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ฟิวจาไซต์  
กับโพลีเอไมด์แผ่นบางสำหรับการดูดซับสารไกลโฟเซต

Synthesis of iron loaded zeolite Faujasite – polyamide thin film  
composite membrane for glyphosate adsorption

นางสาวอรุณรุ่งค์ โสภิพันธ์

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้

(เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. ๒๕๖๒

มหาวิทยาลัยบูรพา

รหัสโครงการ ๕๗๘๓๓

สัญญาเลขที่ ๔.๓/๒๕๖๒



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การสังเคราะห์เมมเบรนคอมโพสิตของเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ฟุจาไซต์  
กับโพลีเอไมด์แผ่นบางสำหรับการดูดซับสารไกลโฟเซต

Synthesis of iron loaded zeolite Faujasite – polyamide thin film  
composite membrane for glyphosate adsorption

นางสาวอรุณรุ่งค์ โสภิพันธ์

คณะเทคโนโลยีการเกษตร

มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตสระแก้ว

ได้รับงบประมาณเดือนตุลาคม พ.ศ. ๒๕๖๑ – กันยายน พ.ศ. ๒๕๖๒

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 4.3/2562

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของวัสดุเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ฟูจาไซต์ต่อประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซต โดยซีโอไลต์ฟูจาไซต์ 2 ชนิด ได้แก่ ซีโอไลต์โซเดียมเอกซ์ (NaX) และซีโอไลต์โซเดียมวาย (NaY) ซึ่งทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลโดยใช้ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเป็นสารตั้งต้น จากนั้นทำการเติมเหล็ก (Fe) ลงบนซีโอไลต์ทั้งสองชนิดปริมาณ 1 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยมวลด้วยวิธีการเอ็บซุ่ม เกล็ดลักษณะโครงสร้างและธาตุองค์ประกอบของวัสดุดูดซับที่เตรียมได้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์ พื้นที่ผิวของวัสดุดูดซับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดไอโซเทอร์มการดูดซับไนโตรเจน โครงสร้างออสซิลานของวัสดุดูดซับตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน และค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิววัสดุดูดซับเป็นศูนย์วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method โดยวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์โซเดียมเอกซ์ (xFe/NaX) และวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์โซเดียมวาย (xFe/NaY) ใช้เป็นวัสดุดูดซับสารละลายไกลโฟ โดยทำการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีและวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี จากการทดลองพบว่า ซีโอไลต์ NaX มีประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตสูงกว่าซีโอไลต์ NaY เนื่องจากประจุบวกบนพื้นผิวหน้า NaX ที่สามารถดึงดูดกับประจุลบของโมเลกุลไกลโฟเซต เมื่อทำการเติมเหล็กลงบนซีโอไลต์ทั้งสองชนิดพบว่าพื้นที่ผิวหน้า ปริมาตรรูพรุน และค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิววัสดุดูดซับเป็นศูนย์มีค่าลดลง โดย xFe/NaX มีประสิทธิภาพในการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตไม่แตกต่างกันเมื่อปริมาณโลหะเหล็กเพิ่มขึ้น ในทางตรงกันข้ามกันสำหรับ xFe/NaY ประสิทธิภาพในการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเมื่อปริมาณโลหะเหล็กเพิ่มขึ้น จากการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับของเหล็กบนซีโอไลต์ทั้งสองพบว่า เป็นแบบฟรอยลิช โดย 5Fe/NaY มีประสิทธิภาพที่ดีที่สุด มีค่าขีดความสามารถในการดูดซับไกลโฟเซต ( $K_F =$ ) สูงที่สุด เกิดการดูดซับเป็นแบบหลายชั้น

## Abstract

This research studied the influence of Fe loaded zeolite faujasite on glyphosate adsorption efficiency. Zeolite Faujasite including zeolite NaX and zeolite NaY were synthesized through a hydrothermal method using silica from bagasse ash as substance. Then Fe was loaded onto the zeolites with 1, 3 and 5 %w/w by incipient wetness impregnation. The structural identification and chemical compositions of adsorbents were analyzed by X-ray diffraction techniques and X-ray fluorescence techniques. The surface area of adsorbents was analyzed by N<sub>2</sub> adsorption-desorption isotherm. The morphology of adsorbents was measured by field emission scanning electron microscope.  $pH_{pzc}$  of adsorbents was analyzed by pH Drift method. The xFe/NaX and xFe/NaY were used as glyphosate adsorbents. The glyphosate analysis was performed by colorimetric method and detected by UV-Visible spectroscopy. From the results, NaX had higher adsorption efficiency than NaY. It was probably due to a higher positive charge of NaX which could interact with glyphosate anion. Addition of Fe onto both zeolites could decrease surface area, pore volume and  $pH_{pzc}$ . For xFe/NaX series, the glyphosate adsorption efficiency was not significantly different with increasing Fe loading. In contrast with xFe/NaY series, the glyphosate adsorption efficiency was increased with increasing Fe loading. From the adsorption isotherm study, the adsorption process was followed Freundlich isotherm for all adsorbents. 5Fe/NaY had highest adsorption capacity (KF). The multilayer adsorption was found.

## สารบัญ

	หน้า
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 ทบทวนวรรณกรรม และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 ไกลโฟเซต	3
2.2 เถ้าชานอ้อย	3
2.3 ซิลิกาจากชีวมวล	4
2.4 ซีโอไลต์	5
2.5 ซีโอไลต์ NaX และซีโอไลต์ Na	5
2.6 ไอโซเทอร์มการดูดซับ (Adsorption isotherm)	5
2.7 หลักการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตริก	7
2.8 หลักการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรี	8
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	9
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	11
3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	11
3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	11
3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	11
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	12
3.3 เตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน	12
3.4 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaX ซีโอไลต์ NaY และเหล็กบนซีโอไลต์	13
3.5 วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของตัวรองรับซีโอไลต์และเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ NaX และ NaY	16
3.6 ศึกษาการดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีและตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์	16
3.7 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต	16
3.7.1 การสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซต	16
3.7.2 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่าง	17
บทที่ 4 ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	18
4.1 ผลการวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย	18

## สารบัญ

	หน้า
4.2 ผลการวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของซีโอไลต์ฟูจาไซด์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซด์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)	18
4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของซีโอไลต์ฟูจาไซด์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซด์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคไอโซเทอร์มการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (N <sub>2</sub> adsorption desorption isotherm)	20
4.4 ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของซีโอไลต์ฟูจาไซด์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซด์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคเอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence)	21
4.5 ผลการวิเคราะห์ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์ (pH <sub>pzc</sub> ) ของซีโอไลต์ฟูจาไซด์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซด์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย	22
4.6 โครงสร้างอณูฐานของซีโอไลต์ฟูจาไซด์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซด์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย	24
4.7 ผลการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตต่อระยะเวลาการดูดซับ	26
4.8 ผลการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับสารละลายไกลโฟเซต	28
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	30
ผลผลิต (Output)	32
รายงานการเงิน	33
เอกสารอ้างอิง	34
ภาคผนวก ก การเตรียมสารละลายต่างๆ	38
ภาคผนวก ข กราฟเส้นตรงระหว่าง log q <sub>e</sub> กับ log X <sub>e</sub> ของวัสดุดูดซับ	42
ประวัติคณะผู้วิจัย	44

## สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	โมเลกุลไกลโฟเซต	3
2.2	กระบวนการผลิตน้ำตาลในโรงงาน	4
2.3	โครงสร้างซีโอไลต์	5
2.4	โครงสร้างและรูพรุนของซีโอไลต์ NaX และ NaY ที่มีโครงข่ายประเภท Faujasite	6
2.5	การเกิดอันตรกิริยาของสสารกับแสง	8
2.6	กลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน	8
3.1	แผนผังการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน	13
3.2	แผนภาพการสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaX	14
3.3	แผนภาพการสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaY	15
4.1	XRD pattern ของซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย	18
4.2	XRD pattern ของซีโอไลต์ NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX และ 5Fe/NaX	19
4.3	XRD pattern ของซีโอไลต์ NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY	20
4.4	N <sub>2</sub> adsorption desorption isotherm ของ NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX 5Fe/NaX NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY	21
4.5	ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ของตัวดูดซับซีโอไลต์ NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX และ 5Fe/NaX วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method	23
4.6	ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ของตัวดูดซับซีโอไลต์ NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method	24
4.7	Fe-SEM images 1) NaX และ 2) NaY (กำลังขยาย 5k)	25
4.8	Fe-SEM images 1) NaX 2) 1Fe/NaX 3) 3Fe/NaX และ 4) 5Fe/NaX (กำลังขยาย 30k)	25
4.9	Fe-SEM images 1) NaY 2) 1Fe/NaY 3) 3Fe/NaY และ 4) 5Fe/NaY (กำลังขยาย 30k)	26
4.10	ประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆของ AC NaX และ NaY	27
4.10	ประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆของ xFe/NaX และ xFe/NaY	27
4.11	แสดงประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นของสารละลายไกลโฟเซตต่างๆที่สภาวะสมดุล	28



## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	เครื่องมือต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	11
3.2	อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	11
3.3	สารเคมีต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	12
4.1	ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคไอโซเทอร์มการดูดซับแก๊สไนโตรเจน	21
4.2	องค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าขานอ้อย	22
4.3	ตัวแปรต่างๆของแบบจำลองการดูดซับของฟรุกริช	29

## บทที่ 1

### บทนำ

#### ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ไกลโฟเซตรู้จักกันอย่างแพร่หลายในชื่อของผลิตภัณฑ์ปราบวัชพืช “ROUNDUP” มีประสิทธิภาพในการกำจัดวัชพืชอย่างสิ้นเชิง โดยไกลโฟเซตจะรบกวนการสร้างกรดอะมิโนแบบวงของวัชพืชและทำให้วัชพืชนั้นตายในที่สุด [1] ในปี 2557 ประเทศไทยมีการนำเข้ายาปราบวัชพืชชนิดไกลโฟเซตเป็นอันดับหนึ่ง [2] และเป็นที่น่ากังวลเนื่องจากไกลโฟเซตมีอัตราการสลายตัวช้าเสถียรต่อความร้อนจากแสงแดดและสามารถละลายได้ดีในน้ำจึงสามารถตกค้างในห่วงโซ่อาหารและมาสู่มนุษย์ได้ อีกทั้งไกลโฟเซตจัดเป็นสารก่อมะเร็งและสารก่อการกลายพันธุ์ จากเงินทุนสนับสนุนการวิจัยแห่งชาติ ปีงบประมาณ 2561 คณะผู้วิจัยได้ทำการศึกษาผลของวิธีการเติมโลหะหนักบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเพื่อดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต โดยทำการเติมเหล็กบนซิลิกาด้วย 3 วิธี ดังนี้ 1) วิธีการทำให้เอิบชุ่ม (incipient wetness impregnation) 2) วิธีการรีฟลักซ์ (Reflux) และ 3) วิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) เบื้องต้นพบว่าวัสดุดูดซับที่เตรียมได้จากทั้ง 3 วิธี ให้ค่าการดูดซับไกลโฟเซตที่แตกต่างกัน โดยวัสดุดูดซับที่ทำการเติมเหล็กด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มสามารถดูดซับไกลโฟเซตได้ดีที่สุด เมื่อเปรียบเทียบกับตัวดูดซับที่เตรียมได้จากวิธีอื่นๆ และถ่านกัมมันต์ คิดเป็น 35 เปอร์เซ็นต์ของการดูดซับ ที่ระดับความเข้มข้นตั้งต้นของสารละลายไกลโฟเซต 50 ppm ใช้เวลา 5 นาที จากนั้นทำการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่า กระบวนการดูดซับไกลโฟเซตด้วยโลหะหนักบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเป็นแบบฟลูยดริช (Freundlich) โดยไกลโฟเซตสามารถดูดซับบนผิวหน้าของวัสดุดูดซับที่เตรียมขึ้นซึ่งมีความหลากหลายของหมู่ฟังก์ชัน (heterogeneous) การดูดซับเป็นแบบหลายชั้น (multilayer) เมื่อพิจารณาความชันของกราฟระหว่าง  $\log C_e$  กับ  $\log q_e$  พบว่าพื้นผิวที่ใช้ในการดูดซับไกลโฟเซตของวัสดุดูดซับมีปริมาณจำกัด เมื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิวของวัสดุหนักบนซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีเอิบชุ่ม พบว่ามีพื้นที่ผิวเพียง  $135 \text{ m}^2/\text{g}$  ถือเป็นขีดจำกัดในการดูดซับไกลโฟเซต ในการพัฒนาประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตนั้นขึ้นอยู่กับจำนวนพื้นที่ผิวและหมู่ฟังก์ชันบนผิวหน้าของวัสดุดูดซับเป็นสิ่งสำคัญ [3,4] เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวของตัวดูดซับที่มีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย และประยุกต์ใช้เป็นแผ่นกรองในเครื่องกรองน้ำครัวเรือน โครงการวิจัยครั้งนี้สนใจเตรียมวัสดุที่มีรูพรุนและพื้นที่ผิวสูงซีโอไลต์ NaX และซีโอไลต์ NaY จากเถ้าชานอ้อย จากนั้นทำการเติมโลหะหนักบนซีโอไลต์ทั้งสองด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่ม โดยศึกษาอัตราส่วนระหว่างซิลิกอนและอะลูมิเนียมของซีโอไลต์ทั้งสองชนิดที่แตกต่างกัน ซึ่งมีผลต่อปริมาณประจุบวก ( $\text{Na}^+$ ) บนผิวหน้าของวัสดุในการดูดซับโมเลกุลไกลโฟเซตซึ่งมีประจุลบ จากนั้นทำการศึกษาจลนพลศาสตร์และไอโซเทอร์มการดูดซับไกลโฟเซตของวัสดุดูดซับ

โครงการวิจัยนี้ถือเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับเถ้าชานอ้อยซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากโรงงานน้ำตาล โรงงานไฟฟ้าชีวมวลต่างๆ และยังช่วยลดมลพิษทางอากาศที่เกิดจากการฟุ้งกระจายของเถ้าชานอ้อยในสิ่งแวดล้อม ก่อให้เกิดปัญหาแก่คนในชุมชนใกล้เคียง การนำเถ้าชานอ้อยมาเป็นสารตั้งต้นผลิตซิลิกาและซี

โอโลต์ซึ่งมีมูลค่าสูง ความรู้ที่ได้จากงานวิจัยนี้สามารถต่อยอดเพื่อผลิตแผ่นกรองน้ำใช้สำหรับครัวเรือนต่อไป

### วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อเพิ่มมูลค่าให้วัสดุเหลือทิ้งเถ้าชานอ้อยจากโรงงานน้ำตาล โดยใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซีโอโลต์ฟูจาไซต์ NaX และ NaY ซึ่งเป็นวัสดุรองรับโลหะหนัก
2. เพื่อศึกษาชนิดของวัสดุดูดซับ Fe/NaX และ Fe/NaY และปริมาณโลหะหนักที่มีผลต่อการดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต
3. เพื่อให้ได้ความรู้สำหรับต่อยอดการผลิตแผ่นกรองสารปราบวัชพืชด้วยวัสดุที่มีซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเป็นองค์ประกอบ ใช้สำหรับเครื่องกรองน้ำในครัวเรือน หรือชุดตรวจไกลโฟเซต
4. เพื่อลดมลพิษทางอากาศที่เกิดจากเถ้าลอยชานอ้อยในชุมชนที่ตั้งอยู่บริเวณใกล้เคียงโรงงานผลิต

### ขอบเขตของโครงการวิจัย

เถ้าชานอ้อยที่ใช้ในโครงการนี้ได้รับมาจากโรงงานผลิตน้ำตาลตะวันออก จ. สระแก้ว โดยได้ผ่านการเผาเพื่อผลิตกระแสไฟฟ้าใช้ภายในโรงงาน เถ้าชานอ้อยจะนำมาเตรียมเป็นซิลิกาโดยวิธีการละลายและตกตะกอน ซิลิกาที่เตรียมได้ใช้สังเคราะห์ซีโอโลต์ NaX และซีโอโลต์ NaY จากนั้นทำการเติมโลหะหนักด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มได้วัสดุดูดซับ Fe/NaX และ Fe/NaY ทำการศึกษาจลนพลศาสตร์และไอโซเทอร์มการดูดซับไกลโฟเซตของวัสดุทั้งสองชนิด

### ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการวิจัย

1. ได้องค์ความรู้สำหรับต่อยอดงานวิจัยการเตรียมเมมเบรนคอมโพสิต Fe/NaX-polyamide และ Fe/NaY-polyamide สำหรับเป็นต้นแบบเครื่องกรองน้ำในครัวเรือน
2. ได้แนวทางในการลดมลพิษทางอากาศที่เกิดจากเถ้าลอยชานอ้อยในชุมชนที่ตั้งอยู่บริเวณใกล้เคียงโรงงานผลิตน้ำตาลโดยเปลี่ยนให้เป็นวัสดุที่มีมูลค่าสูงขึ้นคือซีโอโลต์

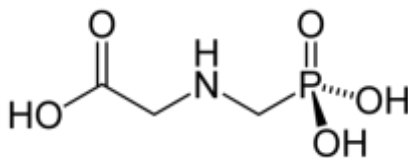
## บทที่ 2

### ทบทวนวรรณกรรม และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 ไกลโฟเซต (glyphosate)

ไกลโฟเซตผลิตครั้งแรกโดยบริษัทมอนซานโตในปี 1970 และใช้อย่างแพร่หลายเพื่อปราบวัชพืชปัจจุบันมีผลิตภัณฑ์ของไกลโฟเซตหลากหลายยี่ห้อวางจำหน่ายในท้องตลาดไกลโฟเซตตกค้างในดินสูง (soil adsorption coefficient =  $61\text{g/cm}^3$ ) [4] และมีความสามารถละลายในน้ำได้สูงเช่นกัน (11.6

g/L ที่ 25°C) ไม่สลายตัวเนื่องจากแสงแดดและมีช่วงค่าครึ่งชีวิตในดินเท่ากับ 44-60 วัน [5] ซึ่งการสลายตัวของไกลโฟเซตเป็นไปได้เพียงวิธีเดียวโดยการย่อยสลายด้วยจุลชีพในบริเวณนั้น ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และอะมิโนเมธิลฟอสฟอนิกแอซิด (aminomethylphosphonic acid) ซึ่งยังคงถูกดูดซับได้ดีในดินและมีอัตราการสลายตัวช้า (2 mg/kg soil) ภายใน 42 วัน [6] ไกลโฟเซตละลายได้ดีในน้ำ ด้วยเหตุผลข้างต้นนี้ไกลโฟเซตจึงตกค้างในห่วงโซ่อาหารและระบบนิเวศสามารถแพร่กระจายสู่มนุษย์ โดยการบริโภคสัตว์น้ำ-พืชน้ำพืชผักต่างๆรวมกระทั่งน้ำดื่มองค์การอนามัยโลก (WHO, 2015) ได้เปิดเผยว่าการสะสมของสารไกลโฟเซตในร่างกายมนุษย์เหนียวน้ำให้เกิดเป็นโรคมะเร็ง และหากได้รับในปริมาณที่สูงจะก่อให้เกิดความเป็นพิษอย่างเฉียบพลันและถึงแก่ชีวิตได้ ที่ pH 2-8 ไกลโฟเซตเกิดเป็นโมเลกุลที่มีประจุต่างๆได้ ดังนี้ +/-, -1 และ -2 การกำจัดสารไกลโฟเซตอาศัยกลไกการดูดซับระหว่างประจุลบของไกลโฟเซตกับตัวดูดซับที่มีประจุบวก ได้แก่ สารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่อะมิโน และโลหะต่างๆ [7]

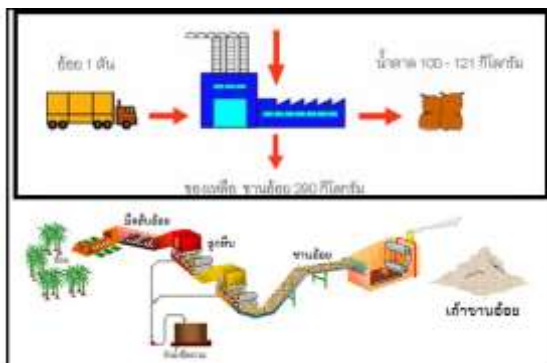


รูปภาพที่ 2.1 แสดงโมเลกุลไกลโฟเซต

## 2. เถ้าชานอ้อย (sugarcane bagasse)

ในประเทศไทย อ้อยจัดเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญและมีการปลูกอย่างแพร่หลายในภูมิภาคต่างๆ ยกเว้นภาคใต้ซึ่งมีฝนตกชุกไม่เหมาะแก่การปลูกอ้อย จากรายงานของสำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลปีการผลิต 2558/59 พบว่าร้อยละ 75 ของอ้อยที่ปลูกจะส่งโรงงานเพื่อหีบและผลิตเป็นน้ำตาล [8] เหลือชานอ้อยเป็นวัสดุเหลือทิ้งร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ชานอ้อยนั้นมีองค์ประกอบหลักเป็นเซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส [9] ซึ่งเป็นเชื้อเพลิงชีวมวลชั้นดีในการผลิตกระแสไฟฟ้า ชานอ้อยจึงถูกนำเอามาเผาเพื่อไปเผาที่อุณหภูมิสูง ความร้อนที่เกิดขึ้นจะทำให้หม้อต้มน้ำเดือดเกิดแรงดันไอน้ำเพื่อใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า ในขั้นตอนสุดท้ายจะเหลือเพียงเถ้าชานอ้อยร้อยละ 10-12 โดยน้ำหนักขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่เผาเป็นวัสดุเหลือทิ้ง [10] เถ้าชานอ้อยที่ได้มีลักษณะเป็นผงสีดำมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 61.90  $\mu\text{m}$  ขนาดรูพรุนประมาณ 9.74  $\mu\text{m}$  และมีองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญคือซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) ร้อยละ 56-75 โดยน้ำหนักปริมาณซิลิกาในเถ้าชานอ้อยจะขึ้นอยู่กับแหล่งเพาะปลูกอ้อยและอุณหภูมิที่เผา [11,12] การนำเถ้าชานอ้อยไปใช้ประโยชน์นั้น โดยทั่วไปใช้ผสมเพื่อเป็นวัสดุเพาะปลูกพืชต่างๆ เป็นวัสดุพอสโซลานในงานคอนกรีตต่างๆ อย่างไรก็ตามปริมาณเถ้าชานอ้อยในแต่ละปียังคงมีแนวโน้มที่สูงขึ้นและถูกทิ้งทับถมกลางแจ้งเกิดมลพิษ

ทางอากาศก่อให้เกิดฝุ่นละอองซึ่งกระทบต่อสมดุลของระบบนิเวศ ในโครงการวิจัยนี้ได้สังเกตเห็นปัญหาที่เกิดขึ้นและหาแนวทางแก้ไขโดยสนใจสกัดซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเหลือทิ้งเพื่อใช้เตรียมวัสดุรองรับซีโอไลต์ NaX และ NaY และประยุกต์เป็นวัสดุดูดซับสารปรอทพิษพีซีไกลโฟเซต



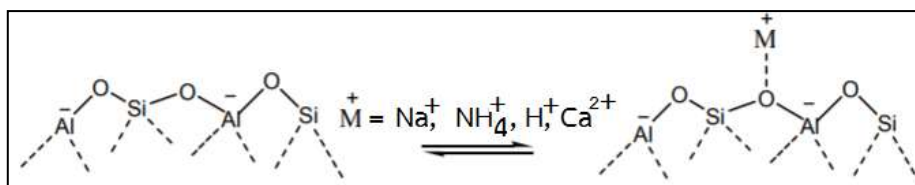
รูปภาพที่ 2.2 กระบวนการผลิตน้ำตาลในโรงงาน [8]

### 3. ซิลิกาจากชีวมวล

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ ( $\text{SiO}_2$ ) เป็นธาตุที่มีอยู่มากมายบนพื้นโลก มีจุดหลอมเหลวสูงไม่ละลายในน้ำหรือกรด (ยกเว้นกรดไฮโดรเจนฟลูออไรด์, HF) แต่สามารถละลายได้ในเบสแก่มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าและความร้อน ทนการกัดกร่อนจากสารเคมี โครงสร้างส่วนใหญ่ของซิลิกาเป็นการจัดเรียงตัวแบบTetrahedral ที่เป็นโครงร่างตาข่ายแบบไม่รู้จักจบ โดยมีซิลิกอนเป็นอะตอมกลางและออกซิเจน 4 อะตอมล้อมรอบ ผลของโครงสร้างและพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกาที่แตกต่างกันทำให้ความหนาแน่นความแข็งแรงและความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยาเคมีของซิลิกาแตกต่างกันออกไป สามารถจำแนกซิลิกาที่พบในธรรมชาติออกเป็น 2 ประเภทดังนี้ ซิลิกาผลึก และซิลิกาอสัณฐาน [13] โดยที่ซิลิกาอสัณฐานเป็นของแข็งที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบพบในโครงสร้างของพืช เช่น แกลบข้าว หนุ่ย ช้างข้าวโพด และชานอ้อย เป็นต้น ซิลิกาเข้าสู่ลำต้นของพืชทางรากในรูปของสารละลาย อาจอยู่ในรูปของสารประกอบซิลิเกตหรือกรดโมโนซิลิซิก จากงานวิจัยพบว่าในเถ้าชานอ้อยมีปริมาณซิลิกาอยู่สูงถึงร้อยละ 56-75 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังประกอบไปด้วยแร่ธาตุอื่นๆ ซิลิกาในเถ้าชานอ้อยนั้นอยู่ในรูปของแข็งและมีขนาดเล็กจึงทำให้ซิลิกานั้นมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับ [12] นอกจากนี้ซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์สูงสามารถนำมาเตรียมซิลิกอนบริสุทธิ์ใช้ในเซลล์แสงอาทิตย์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไนไตรด์ ใช้ในอุตสาหกรรมแก้วและเซรามิกส์ สารตัวเติมในอุตสาหกรรมยาง และผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้น เป็นต้น

#### 2.4 ซีโอไลต์ [14]

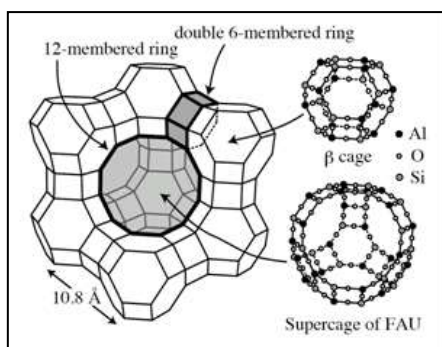
ซีโอไลต์เป็นสารประกอบอะลูมิโนซิลิเกต สามารถเกิดขึ้นเองได้ในธรรมชาติและสามารถสังเคราะห์ได้เช่นกัน ซีโอไลต์ทุกชนิดมีโครงสร้างปฐมภูมิเป็น  $(\text{SiO}_4)^{4-}$  และ  $(\text{AlO}_4)^{5-}$  ลักษณะเป็นรูปทรงสี่หน้าและมีการเชื่อมกันเป็นโครงร่าง 3 มิติผ่านอะตอมออกซิเจน ก่อให้เกิดรูพรุนและโพรงที่มีขนาดใหญ่ในโครงสร้างของซีโอไลต์ มีการกระจายตัวของรูพรุนทั่ววัสดุอย่างสม่ำเสมอ ซีโอไลต์จัดเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวสูง การแทนที่อะตอมซิลิกอนบนโครงร่างซีโอไลต์ด้วยอะตอมอะลูมิเนียมทำให้เกิดประจุลบที่ผิวหน้าวัสดุ สามารถดูลประจุลบที่เกิดขึ้นได้ด้วยไอออนบวกต่างๆจากสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น  $\text{Na}^+$   $\text{K}^+$   $\text{Ca}^{2+}$  เป็นต้น ไอออนเหล่านี้สามารถแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกชนิดอื่นได้ เช่น  $\text{NH}_4^+$   $\text{H}^+$  และ  $\text{M}^+$  (M คือ โลหะต่างๆ) เป็นต้น ดังนั้นการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่าง Si/Al มีผลต่อประจุบนโครงร่างของซีโอไลต์ ในงานวิจัยนี้สนใจสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaX และซีโอไลต์ NaY ซึ่งมีปริมาณ Al สูง ส่งผลให้มีไอออนบวกบนผิวหน้าของซีโอไลต์สูงเพื่อดึงดูดกับโมเลกุลไกลโฟเซตที่มีประจุลบ



รูปภาพที่ 2.3 โครงสร้างซีโอไลต์

## 2.5 ซีโอไลต์ NaX และซีโอไลต์ NaY [14, 15]

ซีโอไลต์ NaX และซีโอไลต์ NaY มีโครงข่ายประเภท Faujasite ดังแสดงในรูปภาพที่ 2.4 ซึ่งจะประกอบไปด้วย sodalite cage เชื่อมต่อกันด้วยปริซึมรูปหกเหลี่ยม รูพรุนมีขนาดค่อนข้างใหญ่ชนิด 12-membered ring มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 0.74 nm ซึ่งรูพรุนนี้ได้เชื่อมต่อกับโพรงขนาดใหญ่ (Supercage) ภายในโครงร่างซีโอไลต์ซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 1.3 nm หน่วยเซลล์ของซีโอไลต์ทั้งสองเป็นรูปสี่เหลี่ยมจตุรัส อัตราส่วนระหว่าง Si/Al ของซีโอไลต์ NaX มีค่าเท่ากับ 0.7-1.1 ขณะที่ของซีโอไลต์ NaY มีค่าเท่ากับ 1.5-3.0 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ทั้งสองนั้น จะใช้สารละลายโซเดียมซิลิเกตเป็นแหล่งซิลิกา และใช้สารละลายโซเดียมอะลูมิเนตเป็นแหล่งอะลูมิเนียม ส่วนผสมทั้งสองจะละลายในสารละลายเบสด้วยอัตราส่วนของ Si/Al ที่แตกต่างกันไป จากนั้นทำการตกผลึกซีโอไลต์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 70-150 °C ภายใต้ความดันบรรยากาศที่เกิดขึ้นภายใต้ภาวะที่สังเคราะห์ (autoclave) ได้ผลิตภัณฑ์เป็นซีโอไลต์ที่มีไอออนดูลประจุเป็นโซเดียม ไอออนโซเดียมนี้สามารถแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกตัวอื่นได้ ซีโอไลต์ทั้งสองทนการใช้งานที่อุณหภูมิสูง และจัดเป็นซีโอไลต์ที่มีประจุ สามารถใช้เป็นวัสดุดูดซับไอออนที่มีประจุลบได้



รูปภาพที่ 2.4 โครงสร้างและรูพรุนของซีโอไลต์ NaX และ NaY ที่มีโครงข่ายประเภท Faujasite [14]

## 2.6 ไอโซเทอร์มการดูดซับ (Adsorption isotherm) [20]

ไอโซเทอร์มการดูดซับคือความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารที่ถูกดูดซับ (adsorbate) บนพื้นผิวของตัวดูดซับ (adsorbent) ที่ความดันและอุณหภูมิคงที่โดยไอโซเทอร์มการดูดซับมีหลายแบบ ได้แก่

### 2.6.1 ฟรอยลิชไอโซเทอร์ม (Freundlich isotherm)

เป็นแบบจำลองการดูดซับที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับ ( $X_m$ ) ต่อหน่วยน้ำหนักของสารดูดซับ ( $m$ ) กับความดันเหนือพื้นผิวของสารดูดซับหรือความเข้มข้นที่สมดุลของตัวถูกละลายในสารละลายที่อุณหภูมิเดียวกัน ( $C_e$ ) ฟรอยลิชไอโซเทอร์มนี้ใช้อธิบายทั้งการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมีโดยมีข้อแม้ว่าการดูดซับจะต้องเข้าสู่สมดุลและกระบวนการดูดซับนั้นจะต้องสามารถผันกลับได้

$$\log(X_m/m) = \log K_F + 1/n \log C_e \dots \dots \text{สมการที่ (1)}$$

โดยที่  $X_m$  คือ จำนวนโมลของตัวถูกละลายที่ดูดซับบน  $m$  กรัมของตัวดูดซับ

$m$  คือ ปริมาณของตัวดูดซับที่ 1 กรัม

$C_e$  คือ ความเข้มข้นที่สมดุลของตัวถูกละลายในสารละลายที่อุณหภูมิเดียวกัน

$K_F$  คือ ความจุในการดูดซับของฟรอยริช

$1/n$  คือ ความแข็งแรงของพันธะในการดูดซับ

จากสมการความสัมพันธ์ที่(1) การสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง  $\log(X_m/m)$  กับ  $\log C_e$  จะได้กราฟเส้นตรงที่มีความชันเท่ากับ  $1/n$  และจุดตัดแกน  $y$  เท่ากับ  $\log K_F$  จากสมการจะเห็นได้ว่าเมื่อ  $C_e$  เพิ่มขึ้น  $X/m$  เพิ่มขึ้นไปได้เรื่อยๆ อย่างไม่มีการจำกัดในความเป็นจริงนั้นตัวดูดซับจะมีความสามารถในการดูดซับสารอื่นได้เพียงแค่ว่าระดับหนึ่งเท่านั้น (ดูดซับจนอิ่มตัว) การเพิ่มความดันหรือความเข้มข้นของสารดูดซับให้สูงขึ้นไปอีกจะไม่ทำให้ปริมาณสารที่ถูกดูดซับเอาไว้บนพื้นผิวเพิ่มขึ้นอย่างไม่มีขีดจำกัด ดังนั้นแบบจำลองของ Freundlich จึงมีปัญหาเมื่อพื้นผิวได้ทำการดูดซับสารเอาไว้จนใกล้จุดอิ่มตัว

### 2.6.2 แลงเมียร์ไอโซเทอร์ม (Langmuir isotherm)

แลงเมียร์ได้ปรับปรุงทฤษฎีความสัมพันธ์ของฟรอยลิชและสามารถอธิบายได้ดีกว่าทฤษฎีฟรอยลิชโดยมีหลักเกณฑ์ในการพิจารณาว่าในสภาวะความดันและอุณหภูมิคงที่อนุภาคหรือโมเลกุลของสารมีความสามารถที่จะดูดซับบนพื้นผิวของแข็งที่วางอยู่โดยไม่ขึ้นกับพื้นที่ผิวที่ได้ดูดซับไปแล้วการดูดซับจะมีค่าสูงสุดที่ความเข้มข้นค่าหนึ่งเท่านั้นและจะมีค่าคงที่ไม่ว่าความเข้มข้นของสารจะเพิ่มขึ้นหรือไม่

ให้  $\theta$  คือ ส่วนของตัวดูดซับที่ถูกปกคลุมด้วยตัวถูกดูดซับเขียนความสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$\theta = N/N_m$$

เมื่อ  $N$  คือ จำนวนโมลของตัวถูกดูดซับต่อ 1 กรัมของตัวดูดซับที่ความเข้มข้น  $\theta$  สมดุล

$N_m$  คือ จำนวนโมลของตัวถูกดูดซับต่อ 1 กรัมของตัวดูดซับ

$$\theta = K_L C_e / (1 + K_L N_m) \quad \dots\dots \text{สมการที่ (2)}$$

$$(C_e / N) = (C_e / N) + (1 / K_L N_m) \quad \dots\dots \text{สมการที่ (3)}$$

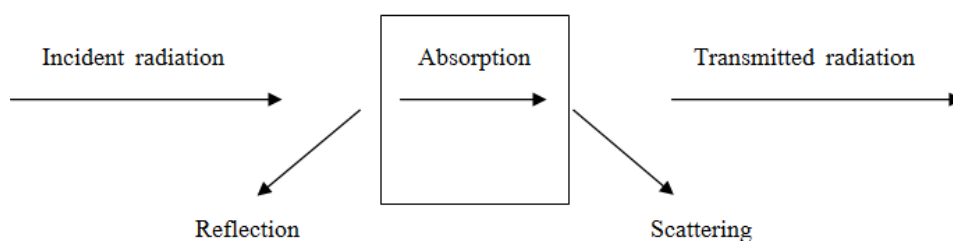
$$(C_e / X/m) = (C_e / N_m) + (1 / K_L N_m) \quad \dots\dots \text{สมการที่ (4)}$$

เมื่อ  $K_L$  คือ ความจุในการดูดซับของแลงเมียร์

จากสมการแสดงความสัมพันธ์ที่ 4 เมื่อสร้างกราฟระหว่าง  $(C_e / X/m)$  กับ  $C_e$  จะได้เส้นตรงที่มีความชันเท่ากับ  $(1 / N_m)$  และจุดตัดแกน  $y$  เท่ากับ  $(1 / K_L N_m)$

## 2.7 หลักการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตริก [21]

รังสีอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลมีความยาวคลื่นช่วง 190 -800 นาโนเมตรสารประกอบเคมีสามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นนี้ได้ส่วนใหญ่เป็นสารประกอบอินทรีย์และสารประกอบเชิงซ้อนทั้งที่มีสีและไม่มีสีแต่ในกรณีที่สารดังกล่าวเป็นสารประกอบที่มีสีจะเรียกเทคนิคนี้ว่าคัลเลอร์ิเมตริกจากคุณสมบัติของแสงที่เป็นทั้งคลื่นและอนุภาคเมื่อแสงคลื่นที่อย่างต่อเนื่องเข้าชนกับสารจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างแสงกับสารหลายแบบดังแสดงในรูปภาพที่ 2.5



รูปภาพที่ 2.5 การเกิดอันตรกิริยาของสสารกับแสง

ถ้าให้แสงที่ส่องผ่านเข้าเครื่องกระจายแสงจะเห็นสเปกตรัมส่วนหนึ่งหายไปซึ่งจะเรียกส่วนที่หายไปว่า Absorption spectra พลังงานที่ถูกดูดกลืนไปนั้นทำให้โมเลกุลเปลี่ยนระดับพลังงานจากสถานะพื้นไปยังสถานะเร้าและในการวัดปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนนั้นสามารถทำได้โดยให้ลำแสงผ่านสารแล้ววัดปริมาณของแสงที่ส่องผ่านออกมาโดยเทียบกับแสงที่ส่องผ่านโดยไม่มีสารตัวอย่างและจาก Beer's law ที่



กล่าวว่าปริมาณแสงที่ดูดกลืนไว้จะแปรผันตรงกับปริมาณความเข้มข้นของสารเมื่อเซลล์บรรจุสารคงที่โดยค่าการดูดกลืนแสงของสารนั้นสามารถแสดงความสัมพันธ์ได้ดังสมการต่อไปนี้

$$A = abc$$

A = ค่าการดูดกลืนแสงของสาร (Absorbance)

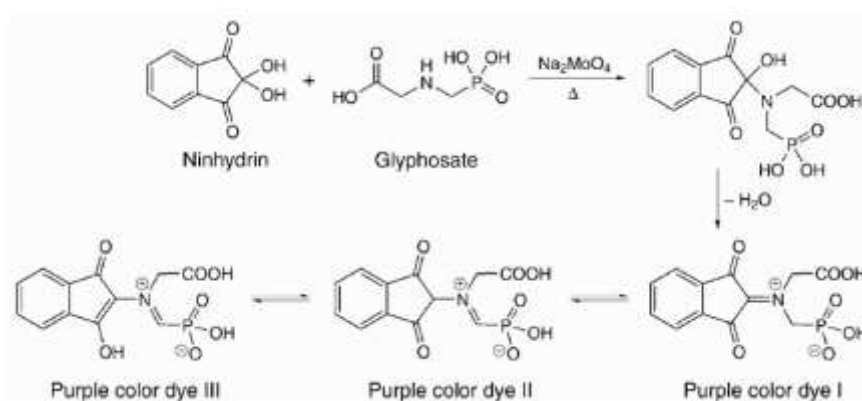
a = ความสามารถในการดูดกลืนแสง (Absorptivity)

b = ความยาวของเซลล์ (Cell path length) หน่วย เซนติเมตร

c = ความเข้มข้นของสารที่ดูดกลืนรังสี (Concentration) หน่วย ppm

## 2.8 หลักการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอร์เมตรี [22]

การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอร์เมตรี จะอาศัยการปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน (ninhydrin) โดยมีโซเดียมโมลิบเดต และความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะเป็นสารประกอบที่มีสีม่วงสามารถดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตรได้ การหาปริมาณของไกลโฟเซตในสารตัวอย่างจะเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารกับกราฟมาตรฐานที่สร้างขึ้นกลไกการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปภาพที่ 2.6



รูปภาพที่ 2.6 กลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน

## 2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Caetano, M.S. และคณะ (2017) ได้ศึกษาความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไกลโฟเซต ซึ่งเป็นลิแกนด์และโลหะต่างๆ ซึ่งเป็นอะตอมกลาง ด้วยวิธีทางเคมีเชิงคำนวณ พบว่าความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อนเรียงลำดับดังนี้  $\text{Fe} > \text{Cr} > \text{Al} > \text{Ca} > \text{Mg}$  โดยเหล็กเป็นองค์ประกอบที่สามารถดูดซับโมเลกุลไกลโฟเซตได้ดีที่สุด [23]

Sheals, J. และคณะ(2002) ได้ศึกษาการดูดซับของไกลโฟเซตบน goethite ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) พบว่าการดูดซับไกลโฟเซตจะเกิดผ่านพันธะไฮโดรเจนของปลายด้าน phosphonate moieties เท่านั้นส่วนปลายด้าน carboxylate ไม่มีส่วนเกี่ยวข้องกับการดูดซับ นอกจากนี้การดูดซับขึ้นอยู่กับ pH ของสารละลายที่ pH 3-6 หมู่เอมีนของไกลโฟเซตถูกโปรตอนเป็น  $\text{NH}_2^+$  ซึ่งสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับกลุ่ม carboxylate หรือ phosphonate ในโมเลกุลเดียวกันได้ดังนั้นไกลโฟเซตจึงดูดซับบน goethite ผ่าน phosphonate

moieties แบบโมโนเดนเทต ในกรณีที่ pH ของสารละลายเป็นกลางหรือที่ความเข้มข้นของไกลโฟเซตต่างๆ จะเกิดการดูดซับของไกลโฟเซตบน goethite แบบไบเดนเทรต [24]

Gromadskaya, L.I. และคณะ (2013) ได้ศึกษาการดูดซับไอออนฟอสเฟสบนอนุภาคนาโนของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  โดยทำการเติมเหล็กบนซิลิกาด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มพบว่าประสิทธิภาพการดูดซับมีค่าเท่ากับ  $400\text{--}2000 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  ซึ่งประสิทธิภาพดีกว่าการดูดซับบน  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  อย่างเดียวนอกจากนี้ยังพบว่าที่สภาพของสารละลายเป็นกรดและความเข้มข้นต่างๆ ไอออนฟอสเฟสสามารถดูดซับของบน  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  ได้ดีขึ้น [25]

Rivoira, L. และคณะ (2016) ได้เตรียมวัสดุเมโซพอร์ SBA-15 จากซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) ซึ่งเป็นองค์ประกอบเพียงชนิดเดียวและทำการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซตของวัสดุเมโซพอร์ SBA-15 เปรียบเทียบกับวัสดุที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ลงบน SBA-15 โดยความเข้มข้นตั้งต้นของสารละลายไกลโฟเซตเท่ากับ  $2 \text{ mg/L}$  ที่ pH 2.1 พบว่าร้อยละการดูดซับไกลโฟเซตเพิ่มขึ้นจาก 14.8 เป็น 100 [26]

Fiorilli, S. และคณะ (2017) ทำการปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันบนผิวหน้าของวัสดุเมโซพอร์ SBA-15 โดยเติมหมู่อะมิโน ( $\text{NH}_2$ -) และเหล็กออกไซด์ จากนั้นศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต ที่ความเข้มข้นตั้งต้นของสารละลายไกลโฟเซตเท่ากับ  $2 \text{ mg/L}$  pH 2.1 พบว่า หมู่อะมิโนเกิดการโปรตอนเนตเป็น  $\text{NH}_3^+$  ทำให้เกิดแรงดึงดูดที่แข็งแกร่งกับประจุลบของโมเลกุลไกลโฟเซต โดยไม่สามารถตรวจพบปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายหลังจากการดูดซับได้ด้วยเทคนิคไอออนโครมาโตกราฟี (ความเข้มข้นต่ำสุดที่ตรวจพบได้  $100 \mu\text{g/L}$ ) [27]

Rongchapo, W. และคณะ (2013) ได้ศึกษาการดูดซับสารปราบวัชพืชพาราควอตด้วยซีโอไลต์ชนิดต่างๆ ได้แก่ NaY NaBEA MCM-41 และ RHS (ซิลิกาจากแกลบข้าว) จากไอโซเทอร์มการดูดซับพาราควอตที่อุณหภูมิห้อง ระยะเวลา พบว่าประสิทธิภาพในการดูดซับพาราควอตของวัสดุดูดซับเป็นดังนี้  $\text{NaY} > \text{NaBEA} > \text{MCM-41} > \text{RHS}$  ตามลำดับ NaY มีปริมาณพาราควอตสูงสุดที่ดูดซับได้  $185.2 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  ประสิทธิภาพในการดูดซับพาราควอตขึ้นอยู่กับจำนวนอะลูมิเนียมในโครงสร้างของซีโอไลต์ ส่งผลให้ปริมาณไอออนบวกที่ดุลประจุในโครงสร้างของซีโอไลต์แตกต่างกัน [28]

Rongchapo, W. และคณะ (2015) ได้ศึกษาปริมาณ Al ในวัสดุดูดซับที่มีผลต่อการดูดซับสารปราบวัชพืชพาราควอต โดยวัสดุดูดซับ MCM-41 เตรียมขึ้นด้วย Si/Al ที่แตกต่างกัน ดังนี้ 5.29 7.48 8.77 และ 10.92 และซีโอไลต์ NaX (Si/Al=1.24) เมื่อศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับยาปราบศัตรูพืชพาราควอตพบว่า MCM-41 ที่มีปริมาณอะลูมิเนียมเพิ่มขึ้น ค่าการดูดซับพาราควอตเพิ่มขึ้น โดยมีค่าการดูดซับอยู่ในช่วง  $52\text{--}66 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  แต่หากปริมาณอะลูมิเนียมในโครงสร้างมากเกินไปส่งผลให้ค่าการดูดซับน้อยลงเนื่องจาก defect ในโครงสร้าง MCM-41 ที่สังเคราะห์ได้ เมื่อเปรียบเทียบผลการดูดซับพาราควอตกับวัสดุดูดซับ NaX ที่มีปริมาณอะลูมิเนียมในโครงสร้างมากกว่า MCM-41 พบว่า สามารถดูดซับพาราควอตได้สูงสุดที่  $120 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  [29]

Rongchapo, W. และคณะ (2017) ได้ศึกษาการดูดซับสารปราบวัชพืชพาราควอต โดยวัสดุดูดซับ NaX และ NaY ซึ่งมีปริมาณ Si/Al เท่ากับ 1.2 และ 2.2 ตามลำดับ ซึ่ง NaX มีพื้นที่ผิว  $735 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  และ NaY มีพื้นที่ผิว  $870 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  จากการทดลองวิเคราะห์  $^{23}\text{Na}$  MAS NMR และ XPS พบว่า  $\text{Na}^+$  เกิดแรงดึงดูดอย่างแข็งแกร่งในซีโอไลต์ NaX ดังนั้นจึงยากต่อการแลกเปลี่ยนไอออนกับโมเลกุลของพาราควอต

ส่งผลให้ประสิทธิภาพการดูดซับพาราควอตของ NaX ต่ำกว่า NaY ทั้งที่ซีโอไลต์ NaX มีอะลูมิเนียมที่สูงกว่า NaY อย่างไรก็ตามซีโอไลต์ NaY มีพื้นที่ผิวสูงกว่า NaX [30]

จากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง พบว่า ไกลโฟเซตสามารถดูดซับโดยใช้กลุ่ม phosphonate carboxylate หรือ amino group ในโมเลกุลของไกลโฟเซต กระบวนการดูดซับไกลโฟเซตขึ้นอยู่กับสภาพความเป็นกรด-เบสของสารละลาย ซึ่งมีผลต่อประจุของโมเลกุลไกลโฟเซต และประจุบนผิวหน้าของวัสดุดูดซับ ซึ่งประจุบนผิวหน้าวัสดุดูดซับสามารถปรับปรุงได้ด้วยการเติมหมู่ฟังก์ชันที่มีประจุบวก เช่น หมู่อะมิโน หรือโลหะต่างๆ เพื่อเพิ่มแรงดึงดูดกับประจุลบของไกลโฟเซตได้ สำหรับวัสดุดูดซับชนิดซีโอไลต์ ผู้วิจัยสามารถปรับปรุงประจุบนผิวหน้าซีโอไลต์โดยการปรับเปลี่ยนปริมาณ Si/Al ของซีโอไลต์ โดยซีโอไลต์ที่มี Si/Al ต่ำๆ เช่น NaX และ NaY จะมีประจุลบที่โครงสร้างของซีโอไลต์ในปริมาณที่สูง ซึ่งประจุลบที่เกิดขึ้นดุลด้วยประจุบวก หากมีประจุบวกเยอะๆ คาดหวังว่าการดูดซับไกลโฟเซตจะเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ประสิทธิภาพในการดูดซับของวัสดุดูดซับใดๆ ยังขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของวัสดุ รวมทั้งขนาดรูพรุนเช่นกัน

### บทที่ 3

#### วิธีดำเนินการวิจัย

##### 3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

###### 3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือต่างๆที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ที่	เครื่องมือ	รุ่น	ยี่ห้อ
1	UV/VIS Spectrometer	T80+	PG instruments limited
2	hot air oven	D 91107	MEMMERT
3	Muffle furnace	CWF 1100	CARBOLITE
4	digital water bath	JSWB-22T	JS RESEARCH INC.
5	pH meter	-	METTLER TELEDIO
6	เครื่องชั่งไฟฟ้าขนาดทศนิยม 4ตำแหน่ง	BSA2245-CW	SARTORIUS
7	Hot plate-stirrer	-	

8	X-Ray diffractometer	AXS D5005	Bruker
9	X-ray fluorescence	-	Synchrotron Light Research
10	BEL SORP	Bel Master™	BEL JAPAN

### 3.1.2. อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ที่	อุปกรณ์และเครื่องแก้ว	ขนาด
1	Auto pipet	20-200 $\mu$ L, 100-1000 $\mu$ L
2	stop watch	-
3	Syring filter	0.45 $\mu$ m
4	Sampling syringe	2.5 mL
5	volumetric flask	100 mL
6	Volumetric flask	5 mL
7	Graduated pipet	50 mL
8	cylinder	250 mL
ที่	อุปกรณ์และเครื่องแก้ว	ขนาด
9	Beaker	250,500 mL
10	plastic beaker	500 mL
11	Plastic bottle	1000 mL
12	Buret	50 mL
13	test-tube-screw-cap	10 mL
14	crucible	30 mL
15	funnel	
16	โครบดสาร	

### 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีต่างๆที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.3

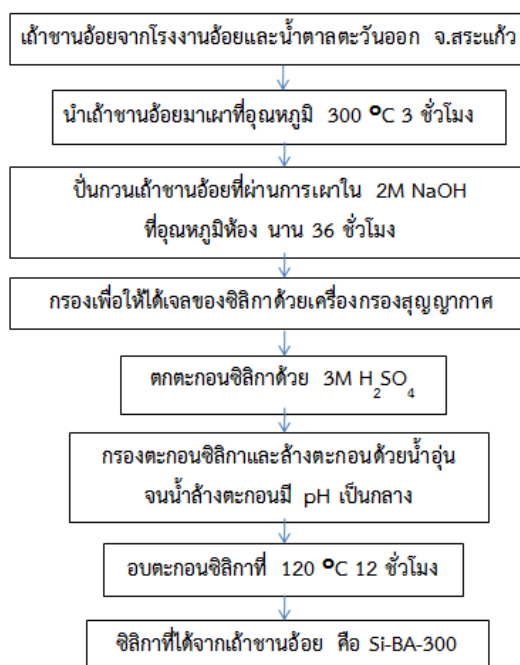
ตารางที่ 3.3 สารเคมีต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ที่	สารเคมี	บริษัท
1	98% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	ANaPURE®

2	37%v/v HCl	QRèC
3	99% w/w NaOH	Merck
4	99.5% glyphosate (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> NO <sub>5</sub> P)	SIGMA-ALDRICH
5	99% ninhydrin (C <sub>9</sub> H <sub>4</sub> O <sub>3</sub> .H <sub>2</sub> O)	Ajax Finechem
6	99.5% sodium molybdate (Na <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O)	Ajax Finechem
7	Charcoal activated powder (AC)	Applichem
8	ดินเหนียว (Clay)	ภายในมหาวิทยาลัยบูรพาวิทยาเขตสระแก้ว
9	Bagasse ash (เถ้าชานอ้อย)	โรงงานน้ำตาลและอ้อยตะวันออก จำกัด จ.สระแก้ว

### 3.3 เตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน

เถ้าชานอ้อยจากโรงงานน้ำตาลและอ้อยตะวันออกใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกา โดยจะทำการบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C 3 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำเถ้าชานอ้อยมาละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้สารละลายโซเดียมซิลิเกต ทำการกรองตะกอนของแข็งทิ้ง เก็บสารละลายโซเดียมซิลิเกตไว้เพื่อตกตะกอนซิลิกาด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกต่อไป สรุปได้ดังรูปภาพที่ 3.1 ดังนี้

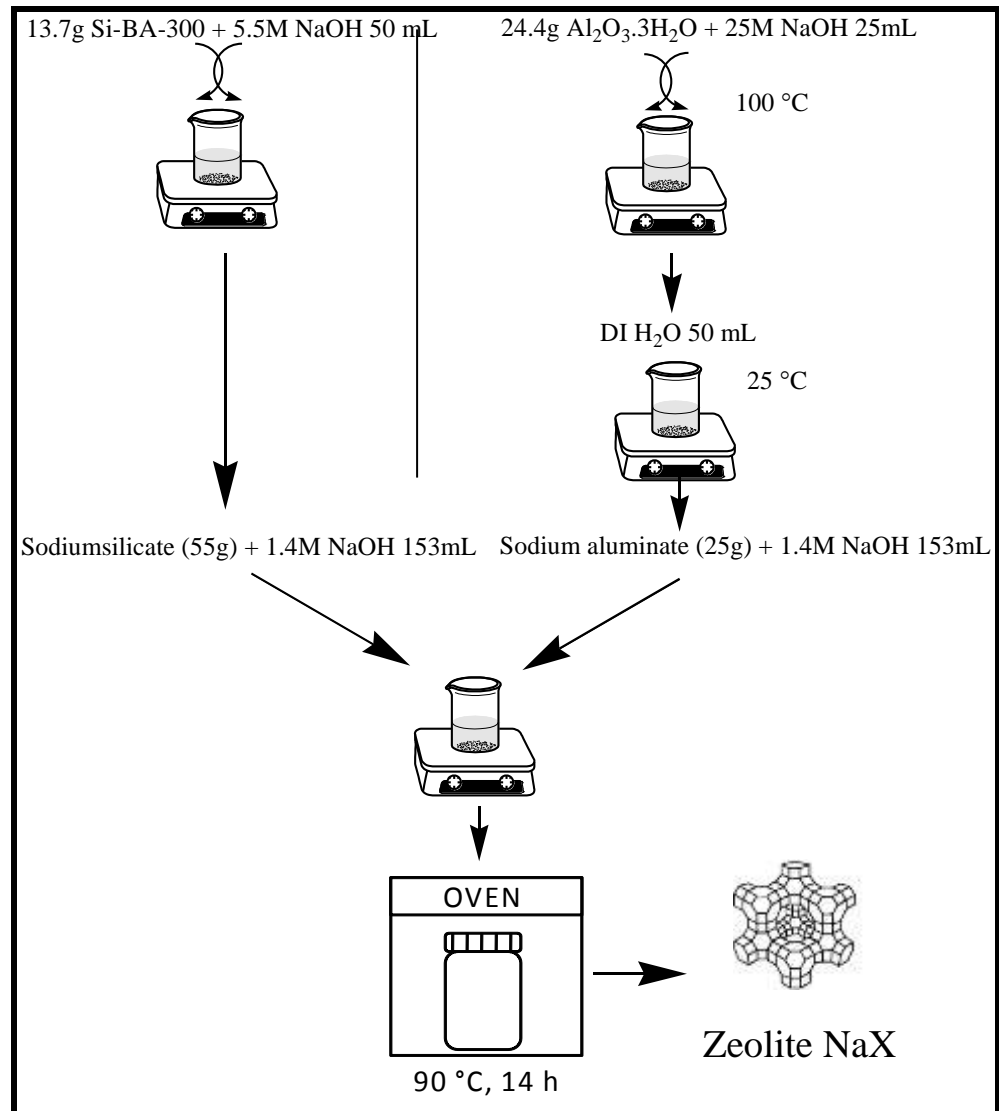


รูปภาพที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน

### 3.4 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaX ซีโอไลต์ NaY และเหล็กบนซีโอไลต์

### 3.4.1 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaX [30]

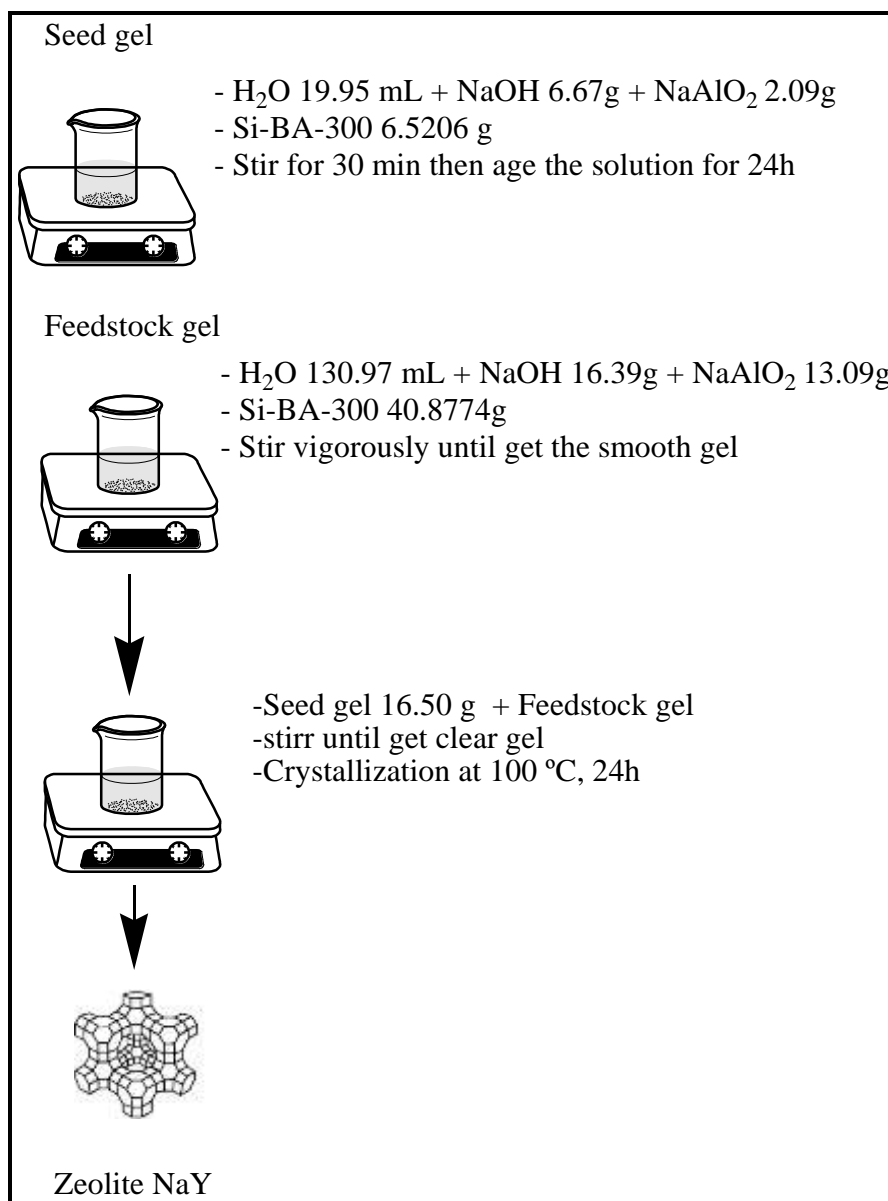
ทำการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตโดยใช้ซิลิกาจากเถ้าขานอ้อย ผสมกับสารละลายโซเดียมอะลูมิเนตโดยใช้อะลูมินาไตรไฮดรตเป็นสารตั้งต้น สารละลายผสมที่ได้นำไปตกตะกอนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเกิดเป็นซีโอไลต์ NaX สามารถสรุปขั้นตอนพอสังเขปได้ดังรูปภาพที่ 3.2 ดังนี้



รูปภาพที่ 3.2 แผนภาพการสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaX [30]

### 3.4.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaY [31]

ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaY ต้องเตรียม seed gel และ feedstock gel ของสารละลายผสมระหว่างโซเดียมซิลิเกตและโซเดียมอะลูมิเนต จากนั้นนำเจลทั้งสองชนิดมาผสมกัน สารละลายผสมที่ได้นำไปตกตะกอนโดยผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 100 °C 24 ชั่วโมง สามารถสรุปขั้นตอนพอสังเขปได้ดังรูปภาพที่ 3.3 ดังนี้



รูปภาพที่ 3.3 แผนภาพการสังเคราะห์ซีโอไลต์ NaY [31]

### 3.4.3 การเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ NaX และ NaY

ซีโอไลต์ NaX และ NaY ที่สังเคราะห์ได้จะใช้เป็นตัวรองรับโลหะเหล็ก โดยจะทำการเติมเหล็กด้วยวิธีการทำให้เปียกชุ่ม (incipient wetness impregnation) ใช้ Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O เป็นสารตั้งต้น โดยทำการหยดสารละลาย Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O ที่มีปริมาณของเหล็กตามที่ต้องการลงบนตัวรองรับที่เตรียมไว้ ได้แก่ 1%wt/wt Fe, 3%wt/wt Fe และ 5%wt/wt Fe เป็นต้น จากนั้นอบสารตัวอย่างให้แห้งและทำการเผาที่อุณหภูมิ 450 °C นาน 3 ชั่วโมง โดย Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> จะถูกเปลี่ยนให้เป็น Fe oxide

### 3.5 วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของตัวรองรับซีโอไลต์และเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ NaX และ NaY

- 1) วิเคราะห์โครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectrometry; XRD)
- 2) วัดพื้นที่ผิวและความพรุนของตัวอย่างด้วยวิธีการวัดไอโซเทอร์มการดูดซับไนโตรเจน ( $N_2$  adsorption-desorption)
- 3) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence; XRF)
- 4) วิเคราะห์สัณฐานของตัวอย่างด้วยเทคนิค Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)
- 5) วิเคราะห์ประจุบนผิวหน้าของวัสดุด้วยวิธี pH drift method

### 3.6 ศึกษาการดูดซับสารปรอทด้วยวิธีแคลอริเมตรีและตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ในการศึกษาการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตครั้งนี้ ตัวดูดซับที่สนใจศึกษามีดังต่อไปนี้ ซีโอไลต์ NaX ซีโอไลต์ NaY เหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ที่เตรียมได้จากวิธีการทำให้เอ็บบุ่ม ( $x\%Fe/NaX$  และ  $x\%Fe/NaY$ ) โดยสถานะที่ทำการทดลองดูดซับ มีดังนี้ ปริมาณตัวดูดซับ 0.50 g สารละลายไกลโฟเซต เข้มข้น 65 ppm ปริมาตร 50 ml อัตราการเขย่า 300 รอบ/นาที อุณหภูมิที่ทำการทดลองเท่ากับ อุณหภูมิห้อง ทำการเก็บตัวอย่าง ปริมาตร 1.5ml โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่างและกรองเอาตัวดูดซับออกโดยใช้หัวกรองไนลอน 0.45 ไมครอน จากนั้นปิเปตสารละลายตัวอย่างปริมาตร 1.5 ml ลงในหลอดทดลองเพื่อวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตต่อไป การเก็บตัวอย่างจะเก็บในระยะเวลาการดูดซับที่ 0.5 1 2 3 4 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ

### 3.7 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต

#### 3.7.1 การสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซต

กราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต เตรียมจากสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซต 500 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตปริมาตร 40 80 120 160 200 และ 240 ไมโครลิตรลงในหลอดทดลองขนาด 25 มิลลิตร จากนั้นเติม 5% w/v สารละลายนินไฮดริน และ 5% w/v สารละลายไซเตียมโมลิบเดต อย่างละ 0.5 มิลลิตรลงในหลอดทดลอง ปิดฝาหลอดทดลองให้สนิท แล้วนำไปอุ่นในอ่างน้ำร้อนอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสนาน 12 นาที สารละลายจะเปลี่ยนจากใสไม่มีสี



เป็นสีม่วงของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน ทำให้สารละลายตัวอย่างเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารที่มีความยาวคลื่น 570 nm โดยใช้สารละลายนินไฮดรินผสมกับสารละลายโซเดียมโมลิบเดตเป็น reagent blank สร้างกราฟมาตรฐานโดยพล็อตความเข้มข้นของสารละลายกับค่าการดูดกลืนแสง

### 3.7.2 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่าง

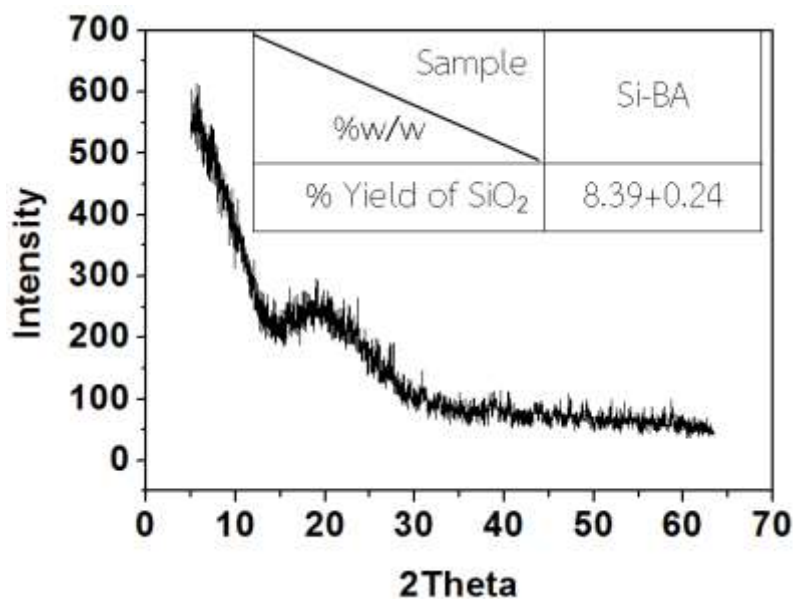
สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่าง จะทำการเก็บตัวอย่าง ปริมาตร 1.5ml โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่างและกรองเอาตัวดูดซับออกโดยใช้หัวกรองไนลอน 0.45 ไมครอน จากนั้นเปิดสารละลายตัวอย่างปริมาตร 1.5 ml การเก็บตัวอย่างจะเก็บในระยะเวลาการดูดซับที่ 0.25 0.50 1 1.30 2 และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายตัวอย่างมาทำปฏิกิริยากับสารนินไฮดรินตามขั้นตอนเดียวกันกับการสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซตหัวข้อ 3.8.1 สารละลายสีม่วงของตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาจะนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างนำมาเทียบกับกราฟมาตรฐานเพื่อคำนวณปริมาณไกลโฟเซต

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

#### 4.1 ผลการวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย

เถ้าชานอ้อย (BA) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกาด้วยวิธีการละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และตกตะกอนด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริก จากการทดลองพบว่าร้อยละของซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยมีค่าเท่ากับ  $8.39 \pm 0.24$  %w/w มีลักษณะเป็นผงสีขาว เมื่อวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometry) พบพีคฐานกว้างที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ระหว่าง  $20$ - $30^\circ$  ซิลิกาที่เตรียมได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน [32]

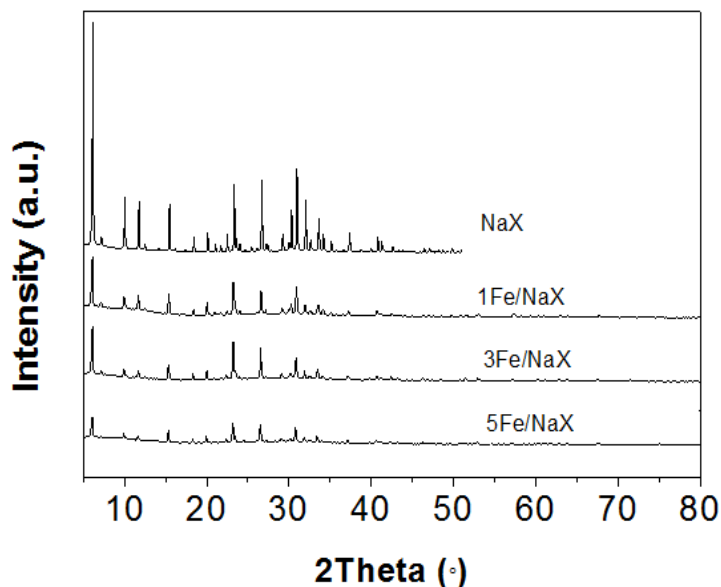


รูปภาพที่ 4.1 XRD pattern ของซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย

#### 4.2 ผลการวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction)

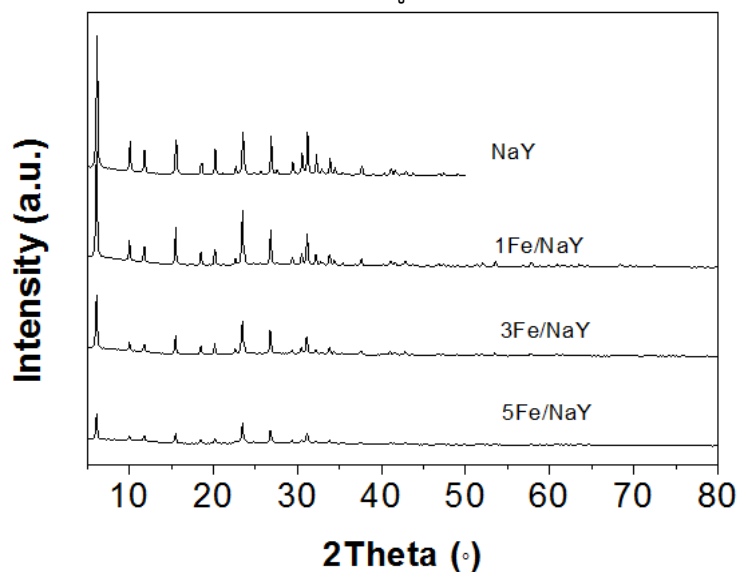
Si-BA ที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยนำมาสังเคราะห์ซีโอไลต์ฟูจาไซต์ 2 ชนิด ได้แก่ ซีโอไลต์ NaX และซีโอไลต์ NaY ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มัลตามขั้นตอนอ้างอิงในงานวิจัยของ Rongchapo and coworker (2013) [29] และ Wittayakun and co-worker (2008) [31] ตามลำดับ ซีโอไลต์ทั้งสองชนิดนำมาใช้เป็นวัสดุรองรับโลหะเหล็กเพื่อเป็นวัสดุดูดซับสารปรอทพิษไซโคลโฟเซต โดยใช้  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  เป็นสารตั้งต้น เติมลงบนซีโอไลต์ทั้งสองด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่ม (incipient wetness impregnation) ทำการเติมเหล็กด้วยปริมาณที่กำหนด 1%w/w 3%w/w และ 5%w/w สำหรับกรณีซีโอไลต์ NaX และ Fe/NaX เมื่อทำการวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray diffraction ดังรูปภาพที่ 4.2 โดยพบว่า ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มี XRD pattern สอดคล้องกับโครงสร้างของ NaX (JCPDS 38-0237) โดยพบพีคที่ตำแหน่ง  $6.15^\circ$   $10.15^\circ$   $11.80^\circ$   $15.39^\circ$   $18.37^\circ$   $20.11^\circ$   $22.52^\circ$   $23.29^\circ$   $29.18^\circ$   $30.43^\circ$   $31.01^\circ$   $31.98^\circ$   $33.61^\circ$   $34.20^\circ$   $35.16^\circ$   $37.38^\circ$  และ  $40.84^\circ$  และเมื่อทำการ

เติมโลหะเหล็กที่ปริมาณต่างๆ พบว่าสัญญาณของพีคลดลงตามปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากเหล็กที่เติมลงไปปกคลุมพื้นผิวของ ซีโอไลต์ NaX อย่างไรก็ตามโครงสร้างของซีโอไลต์ NaX ยังคงอยู่หลังการเติมเหล็ก



รูปภาพที่ 4.2 XRD pattern ของซีโอไลต์ NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX และ 5Fe/NaX

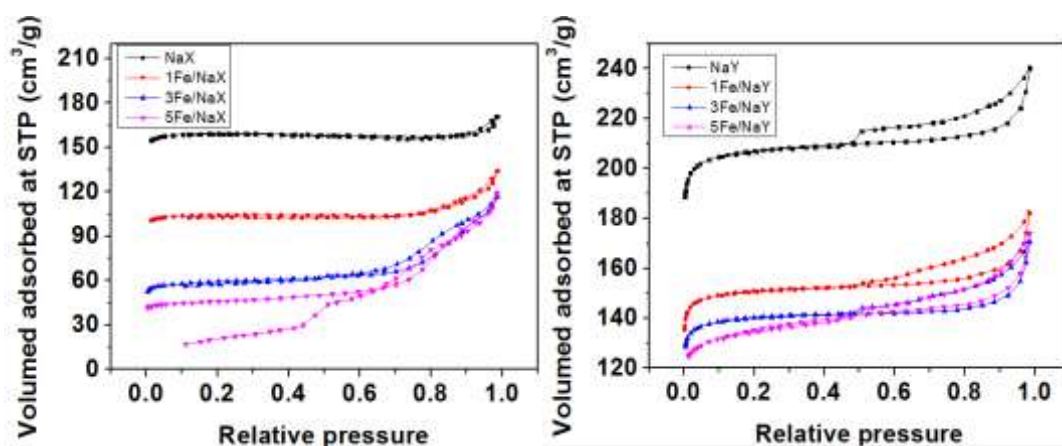
สำหรับซีโอไลต์ NaY และ Fe/NaY เมื่อทำการวิเคราะห์เอกลักษณ์ทางโครงสร้างด้วยเทคนิค X-ray diffraction ดังแสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้มี XRD pattern สอดคล้องกับโครงสร้างของ NaY (JCPDS 38-0240) โดยพบพีคที่ตำแหน่ง  $6.19^\circ$   $10.17^\circ$   $12.00^\circ$   $15.67^\circ$   $19.96^\circ$   $23.53^\circ$   $26.90^\circ$  และ  $31.17^\circ$  จะเห็นได้ว่าสัญญาณของพีคลดลงตามปริมาณเหล็กที่เพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับ NaX อย่างไรก็ตามโครงสร้างของซีโอไลต์ NaY ยังคงอยู่หลังการเติมเหล็ก



รูปภาพที่ 4.3 XRD pattern ของซีโอไลต์ NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY

#### 4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าขานอ้อยด้วยเทคนิคไอโซเทอร์มการดูดซับแก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ adsorption desorption isotherm)

ซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ทั้งสองชนิดจะนำไปดูดซับสารละลายไกลโฟเซตในห้องปฏิบัติการ คุณสมบัติของวัสดุดูดซับที่ดีต้องมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูง ซึ่งจะส่งผลให้ประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตสูงนั่นเอง จากรูปภาพที่ 4.4 แสดงไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับแก๊สไนโตรเจนของวัสดุดูดซับที่เตรียมได้ จะเห็นว่าซีโอไลต์ทั้ง 2 ชนิดมีลักษณะการดูดซับเป็นไปตามไอโซเทอร์มชนิดที่ I กล่าวคือ เป็นวัสดุดูดซับชนิดไมโครพอร์ส ปริมาณการดูดซับไนโตรเจนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วจากนั้นคงที่และเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) บนพื้นผิววัสดุ พื้นที่ผิวของวัสดุทำการคำนวณโดยใช้ทฤษฎี Brunauer-Emmett-Teller (BET) เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนคำนวณโดยใช้ทฤษฎี ของ Barrett, Joyner, and Halenda (BJH) และปริมาตรรูพรุนคำนวณโดยใช้วิธี t-plot ผลแสดงดังตารางที่ 1 จะเห็นได้ว่าเมื่อเติมโลหะเหล็กบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับลดลงตามลำดับ อาจกล่าวได้ว่าเหล็กจะกระจายตัวในรูพรุนและพื้นที่ผิวของซีโอไลต์ฟูจาไซต์ โดยการลดลงของพื้นที่ผิวในวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์ NaX มีการลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์ NaY



รูปภาพที่ 4.4  $N_2$  adsorption desorption isotherm ของ 1) NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX และ 5Fe/NaX และ 2) NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY

ตารางที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคไอโซเทอร์มการดูดซับแก๊สไนโตรเจน

Adsorbent	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Pore diameter (nm)	Micropore volume ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )
NaX	473	4.00	0.241
1Fe/NaX	311	3.87	0.144
3Fe/NaX	180	3.97	0.057
5Fe/NaX	140	3.67	0.010
NaY	627	3.98	0.306
1Fe/NaY	456	3.96	0.219
3Fe/NaY	423	3.97	0.203
5Fe/NaY	415	3.97	0.193

#### 4.4 ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าขานอ้อยด้วยเทคนิคเอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence)

ปริมาณธาตุองค์ประกอบในตัวอย่างซีโอไลต์ฟูจาไซต์และวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ จากการวิเคราะห์พบว่าปริมาณ Si/Al ของซีโอไลต์ NaX และ NaY มีค่าเท่ากับ 1.54 และ 2.29 ตามลำดับ โดยปริมาณ Al มีผลต่อจำนวนแคตไอออนที่แลกเปลี่ยนประจุบนผิวหน้าของวัสดุ ( $\text{Na}^+$ ) ซึ่งอาจสามารถช่วยในการดูดซับโมเลกุลไกลโฟเซตได้ จากนั้นผู้วิจัยทำการเติมโลหะเหล็กบนซีโอไลต์ทั้ง 2 ชนิดด้วยปริมาณที่แตกต่างกัน พบว่าปริมาณเหล็กที่เติมลงไปแสดงดังตารางที่ 4.2 มีการเพิ่มขึ้นตามลำดับ โดยเหล็กกระจายทั่วบนซีโอไลต์ทั้งผิวหน้าและภายในรูพรุน

**ตารางที่ 4.2** องค์ประกอบทางเคมีของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าขานอ้อย

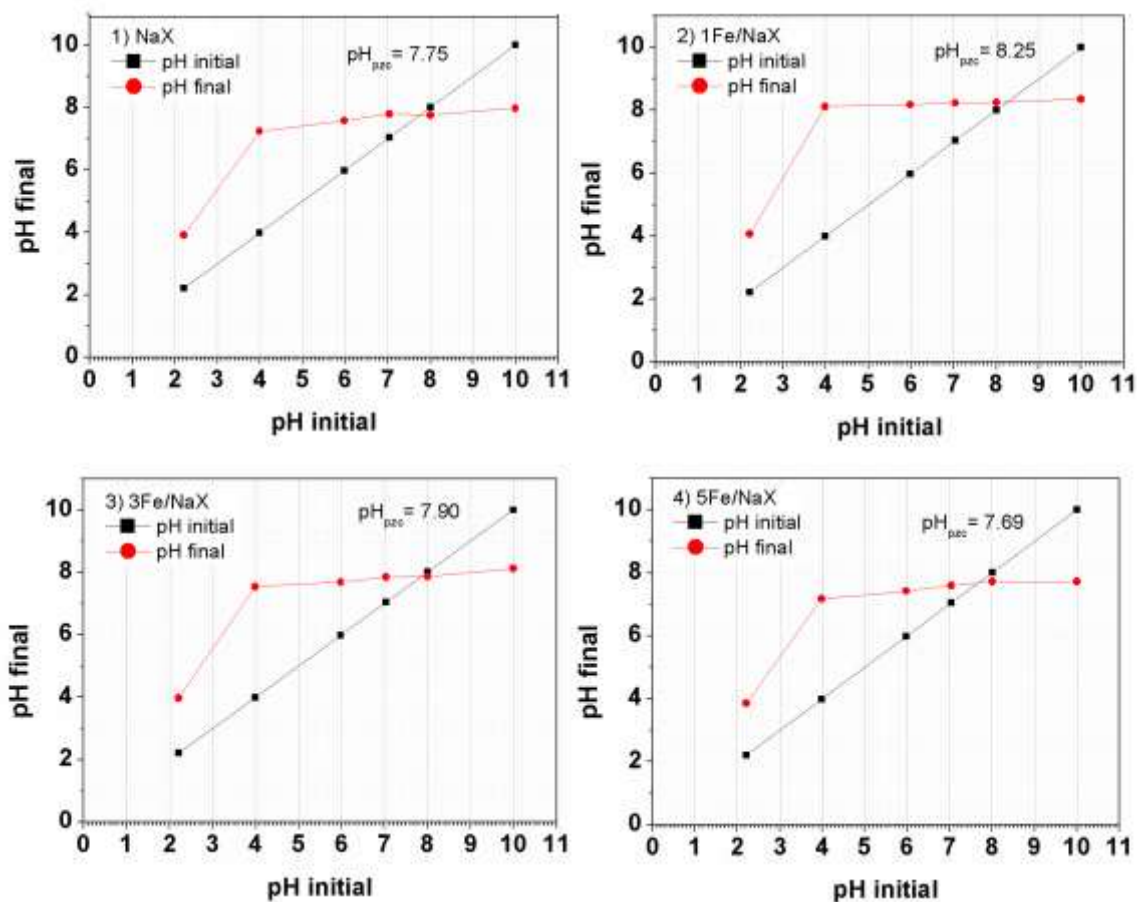
% w/w	NaX	1Fe/NaX	3Fe/NaX	5Fe/NaX	NaY	1Fe/NaY	3Fe/NaY	5Fe/NaY
Fe	578*	1.563	5.590	9.119	657.1*	1.746	5.107	7.663
Na	4.929	4.839	6.036	5.195	3.856	5.572	5.074	4.924
Al	10.324	10.912	13.515	13.330	7.373	10.007	9.751	9.670
Si	15.897	14.888	17.632	16.913	16.896	21.659	20.210	19.219
P	0.164	0.124	0.156	0.152	0.212	0.181	0.184	0.177
S	35.2*	0.696	1.849	2.300	149.3*	0.617	1.526	1.789
Cl	307.1*	107.2*	85.5*	84.0*	490.8*	340.0*	271.5*	278.9*
K	7.385	6.147	6.854	5.921	0.197	0.196	0.181	0.159
Ca	0.213	0.194	0.256	0.214	0.188	0.155	0.162	0.155
Ti	-	-	-	-	17.5*	-	-	-
Mn	6.4*	14.6*	42.1*	71.1*	12.1*	22.8*	48.2	70.1*
Ni	7.7	6.4*	-	-	5.9*	-	12.6*	-

Zn	19.7*	27.6*	36.8*	21.3*	57.4*	57.8*	65.1*	71.2*
----	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

\* ความเข้มข้นในหน่วย ppm

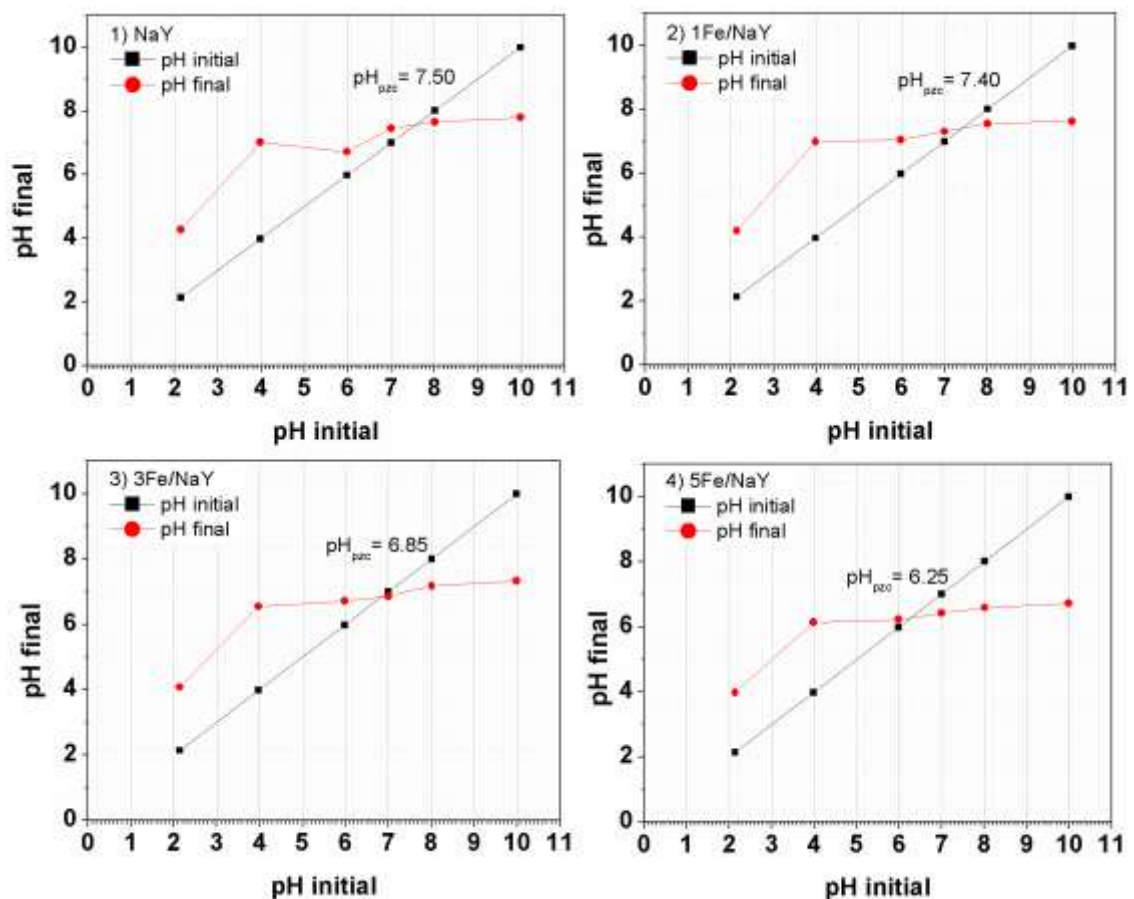
#### 4.5 ผลการวิเคราะห์ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์ ( $pH_{PZC}$ ) ของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย

ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ทำการวิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method โดยกราฟแสดงค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์ของตัวดูดซับแสดงดังรูปภาพที่ 4.5 และ 4.6 เส้นสีแดงแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าพีเอชเริ่มต้นของสารละลายและพีเอชสุดท้ายของสารละลายหลังการกรองตัวดูดซับออก เส้นสีดำแสดงถึงค่าพีเอชเริ่มต้นมีค่าเท่ากับพีเอชสุดท้าย โดยจุดตัดระหว่างเส้นสีดำและสีแดงคือค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ ( $pH_{PZC}$ ) จากรูปภาพที่ 4.5 แสดงค่า  $pH_{PZC}$  สำหรับตัวดูดซับซีโอไลต์ NaX และเหล็กบนซีโอไลต์ NaX ( $x\%Fe/NaX$ ) จากผลการทดลองพบว่าค่า  $pH_{PZC}$  ของ NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX และ 5Fe/NaX มีค่าเท่ากับ 7.75 8.25 7.90 และ 7.69 ตามลำดับ เมื่อเติมเหล็กบนซีโอไลต์ NaX พบว่าพื้นผิววัสดุมีค่าประจุบวกเพิ่มขึ้น และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กกลับพบว่าวัสดุมีค่า  $pH_{PZC}$  ลดลง อาจกล่าวได้ว่าการเติมเหล็กในปริมาณเล็กน้อยช่วยเพิ่มประจุบวกบนผิวหน้าของวัสดุ แต่เมื่อเติมในปริมาณมากเหล็กจะปกคลุมพื้นที่ผิวหน้าและอุดตันภายในรูพรุนของซีโอไลต์ จากงานวิจัยของ Btatkeu และคณะ (2015) ได้รายงานค่า  $pH_{PZC}$  ของ  $\alpha-Fe_2O_3$  มีค่าเท่ากับ 6.10 [33] โดยการเติมเหล็กด้วยวิธีการทำให้เอบขุมนั้นเหล็กจะอยู่ในเฟส  $\alpha-Fe_2O_3$  เป็นหลัก ดังนั้นการเติมเหล็กลงบนตัวรองรับซีโอไลต์ NaX ส่งผลให้ประจุบวกบนผิวหน้าวัสดุลดลงนั่นเอง



รูปภาพที่ 4.5 ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ของตัวดูดซับซีโอไลต์ NaX 1Fe/NaX 3Fe/NaX และ 5Fe/NaX วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method

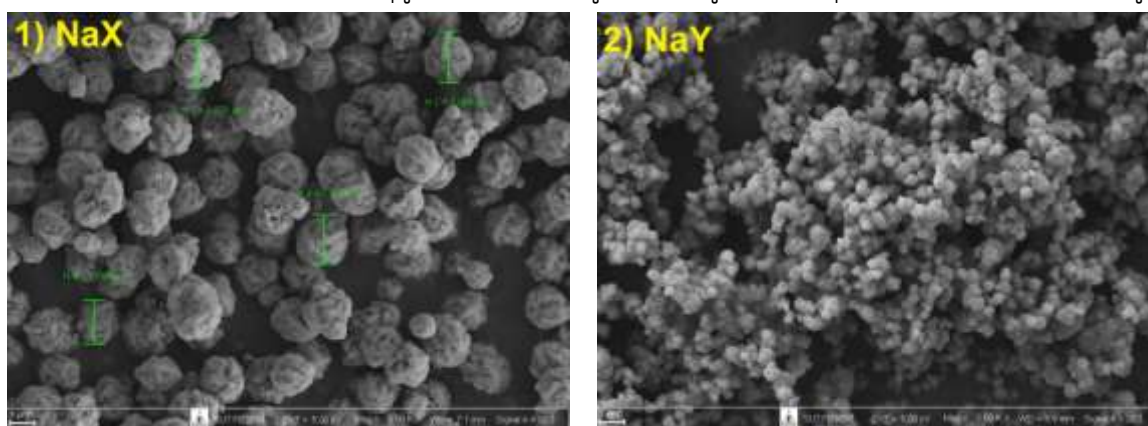
จากรูปภาพที่ 4.6 แสดงค่า  $pH_{PZC}$  สำหรับตัวดูดซับซีโอไลต์ NaY และเหล็กบนซีโอไลต์ NaY ( $x\%Fe/NaY$ ) จากผลการทดลองพบว่าค่า  $pH_{PZC}$  ของ NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY มีค่าเท่ากับ 7.50 7.40 6.85 และ 6.25 ตามลำดับ โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบระหว่างซีโอไลต์ NaX และ NaY พบว่า ค่า  $pH_{PZC}$  ของ NaX มีค่ามากกว่า NaY กล่าวคือ NaX มีประจุบนผิวหน้าที่เป็นบวกมากกว่า NaY มีแนวโน้มในการดูดซับโมเลกุลไกลโคไซด์ที่ดี และเมื่อเติมเหล็กบนซีโอไลต์ NaY ด้วยปริมาณต่างๆ พบว่าค่า  $pH_{PZC}$  มีค่าแปรผกผันกับปริมาณเหล็ก กล่าวคือวัสดุมีประจุบนผิวหน้าของวัสดุลดลงเนื่องจาก  $\alpha-Fe_2O_3$  มีค่า  $pH_{PZC}$  น้อยกว่าวัสดุรองรับซีโอไลต์ NaY



รูปภาพที่ 4.6 ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ของตัวดูดซับซีโอไลต์ NaY 1Fe/NaY 3Fe/NaY และ 5Fe/NaY วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method

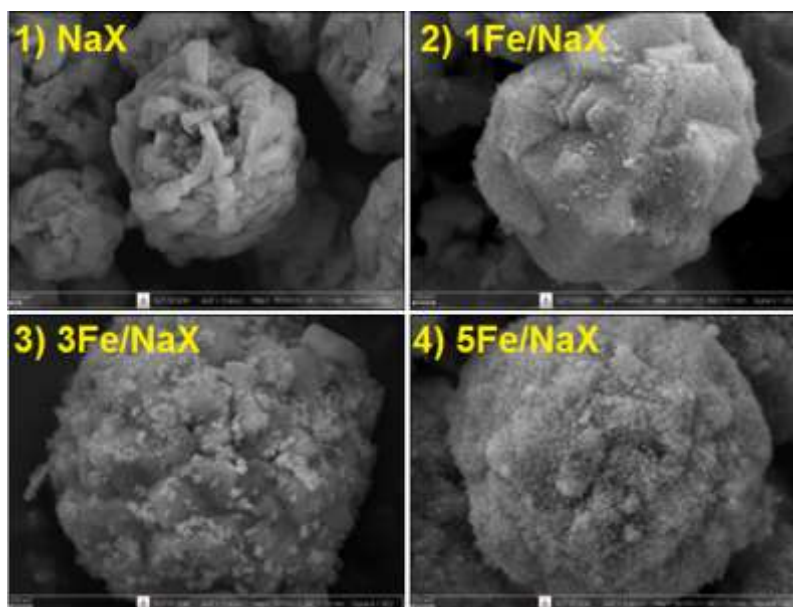
4.6 โครงสร้างอณูฐานของซีโอไลต์ฟูจาไซต์และเหล็กบนตัวรองรับฟูจาไซต์จากซิลิกาที่เตรียมได้จากถ้ำซานอ้อย

จากรูปภาพที่ 4.7 แสดงภาพ Fe-SEM ของซีโอไลต์ NaX และ NaY จะเห็นได้ว่าที่กำลังขยายเดียวกัน 5000 เท่า ซีโอไลต์ NaX มีขนาดใหญ่มากกว่า NaY โดยซีโอไลต์ NaX จะมีลักษณะผลึกเป็นแท่งยาวและจับกันเป็นอนุภาคทรงกลมมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ  $2\ \mu\text{m}$  ในขณะที่ซีโอไลต์ NaY มีลักษณะผลึกทรงลูกบาศก์เกาะกลุ่มเป็นอนุภาคกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันดังรูปภาพที่ 4.7 (2) การที่ซีโอไลต์ NaY มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าซีโอไลต์ NaX ส่งผลให้ NaY มีพื้นที่ผิวมากสอดคล้องกับผล BET surface area โดยวัสดุดูดซับที่มีพื้นที่ผิวสูงมีโอกาสดูดซับโมเลกุลไกลโคโพลีเซตได้ในปริมาณที่สูง



รูปภาพที่ 4.7 Fe-SEM images 1) NaX และ 2) NaY (กำลังขยาย 5k)

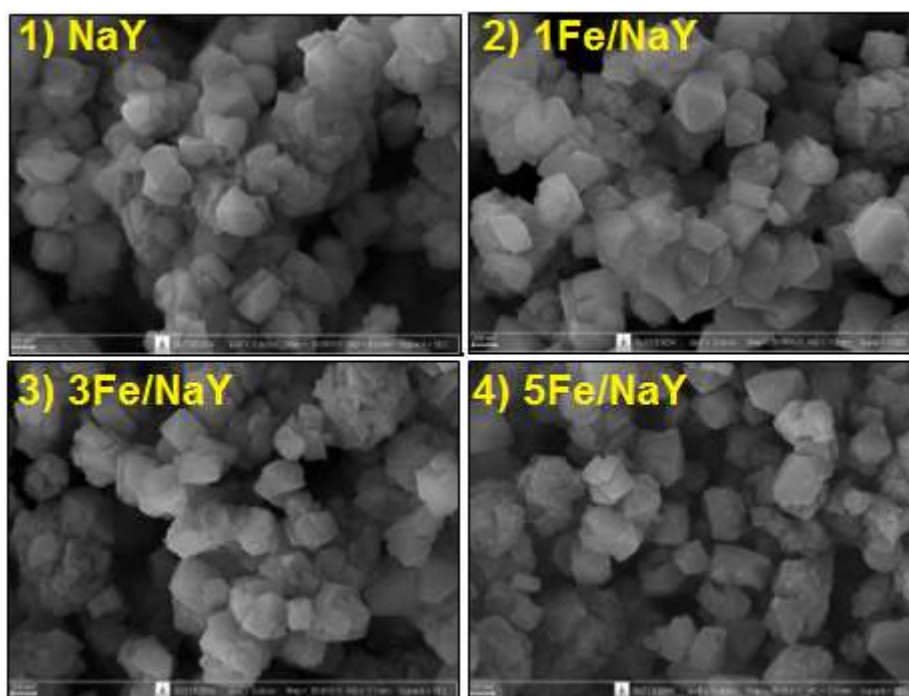
จากนั้นเมื่อทำการเติมโลหะเหล็กลงบนซีโอไลต์ NaX ด้วยปริมาณที่แตกต่างกันดังรูปภาพที่ 4.8 พบการกระจายตัวของเหล็กบนผิวหน้าของซีโอไลต์ NaX อย่างเห็นได้ชัด โดยแปรผันตรงกับปริมาณโลหะเหล็กที่เติมลงไป สำหรับตัวอย่าง 5Fe/NaX พบว่าเหล็กปกคลุมพื้นที่ผิวหน้าของวัสดุรองรับซึ่งส่งผลต่อการลดลงของพื้นที่ผิวหน้าของ NaX สอดคล้องกับผล BET surface area



รูปภาพที่ 4.8 Fe-SEM images 1) NaX 2) 1Fe/NaX 3) 3Fe/NaX และ 4) 5Fe/NaX (กำลังขยาย 30k)



สำหรับการเติมเหล็กด้วยปริมาณที่แตกต่างกันลงบนตัวรองรับซีโอไลต์ NaY ดังรูปภาพที่ 4.9 จะเห็นได้ว่าเหล็กมีการกระจายตัวที่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีซีโอไลต์ NaX โดยไม่พบการเกาะกลุ่มเป็นอนุภาคของเหล็กบนผิวหน้าของวัสดุ เมื่อทำการเติมเหล็กด้วยปริมาณสูงสุด 5Fe/NaY พบว่ามีกลุ่มของอนุภาคเหล็กเพียงเล็กน้อยบนผิวหน้าของวัสดุ จากงานวิจัยของ Rintramee และคณะ (2019) ได้ทำการเติมเหล็กลงบน NaY พบว่าเหล็กสามารถเข้าไปอยู่ใน supercage หรืออาจเกิดการอุดตันใน micropore ได้ [34] จากเทคนิคนี้อาจกล่าวได้ว่าการเติมเหล็กลงบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ไม่ได้ทำลายโครงสร้างอสังฐานของวัสดุรองรับ เมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กพบการเกาะกลุ่มของเหล็กกลายเป็นอนุภาคที่ผิวหน้าของวัสดุ โดยเหล็กกระจายตัวได้ดีบนซีโอไลต์ NaY เมื่อเปรียบเทียบกับซีโอไลต์ NaX ซึ่งมีการพอกพูนของเหล็กที่ผิวหน้าของวัสดุ

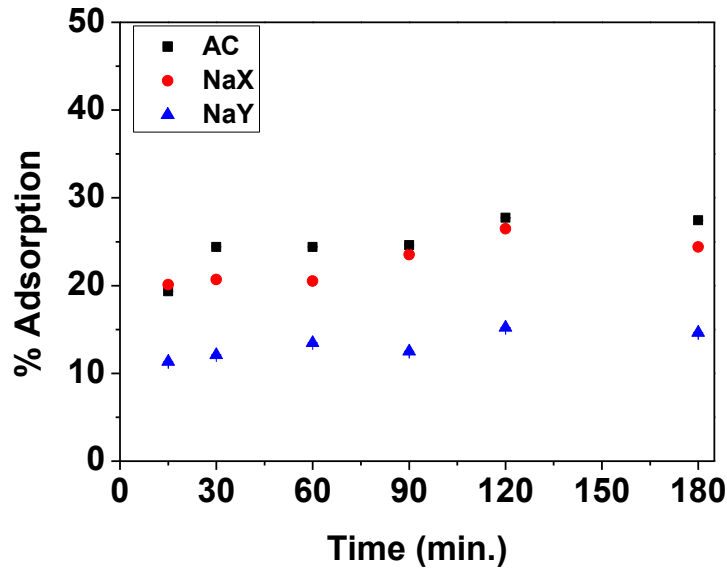


รูปภาพที่ 4.9 Fe-SEM images 1) NaY 2) 1Fe/NaY 3) 3Fe/NaY และ 4) 5Fe/NaY

(กำลังขยาย 30k)

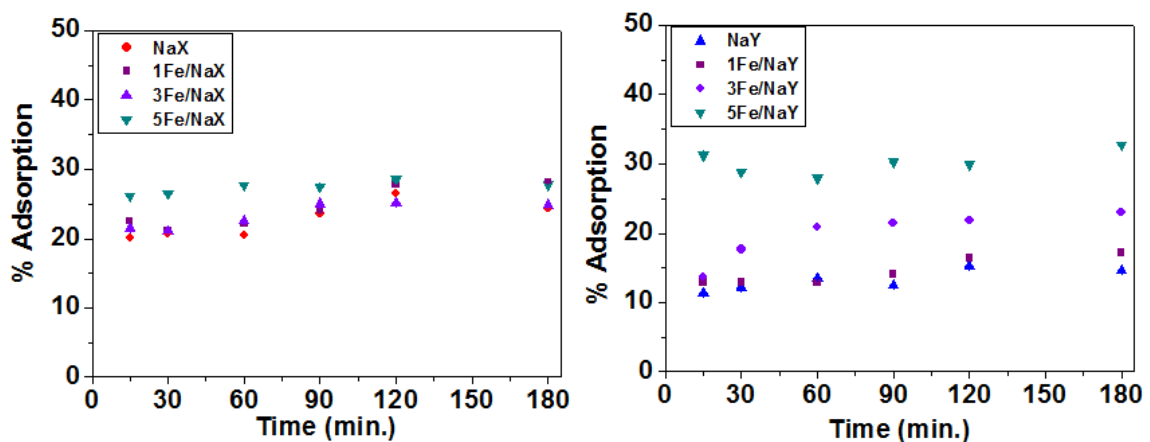
#### 4.7 ผลการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตต่อระยะเวลาการดูดซับ

รูปภาพที่ 4.10 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตของวัสดุดูดซับ NaY NaX และ AC (ถ่านกัมมันต์) ที่ระยะเวลาต่างๆ จากผลการทดลองพบว่าประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตเรียงจากน้อยไปมากได้ดังนี้  $AC \sim NaX > NaY$  ตามลำดับ โดยกระบวนการดูดซับของวัสดุดูดซับทุกชนิดเข้าสู่สมดุลที่ 120 นาที เมื่อพิจารณาค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ ( $pH_{PZC}$ ) พบว่า  $pH_{PZC}$  ของ NaX มีค่าเท่ากับ 7.75 ขณะเดียวกันที่ค่า  $pH_{PZC}$  ของ NaY มีค่าเท่ากับ 7.5 ดังนั้นเมื่อทดสอบการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ pH เท่ากับ 3.8 พบว่าซีโอไลต์ NaX มีประจุบวกบนผิวหน้ามากกว่า NaY และโมเลกุลไกลโฟเซตจะถูกโปรโตเนตที่อะตอมไนโตรเจน ( $-NH^+_2$ ) ซึ่งสามารถดูดซับบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ด้วยกลไกการแลกเปลี่ยนประจุบวก (cation exchanger) กับแคตไอออนแคดไอออน ( $Na^+$ ) บนโครงสร้างของซีโอไลต์ [35]



รูปภาพที่ 4.10 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆของ AC NaX และ NaY (สภาวะการดูดซับ; สารละลายไกลโฟเซตเข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 20 mL อัตราส่วนน้ำหนักรวสดูดซับ/ปริมาตรสารละลาย เท่ากับ 2.5g/L อัตราการเขย่า 250 rpm)

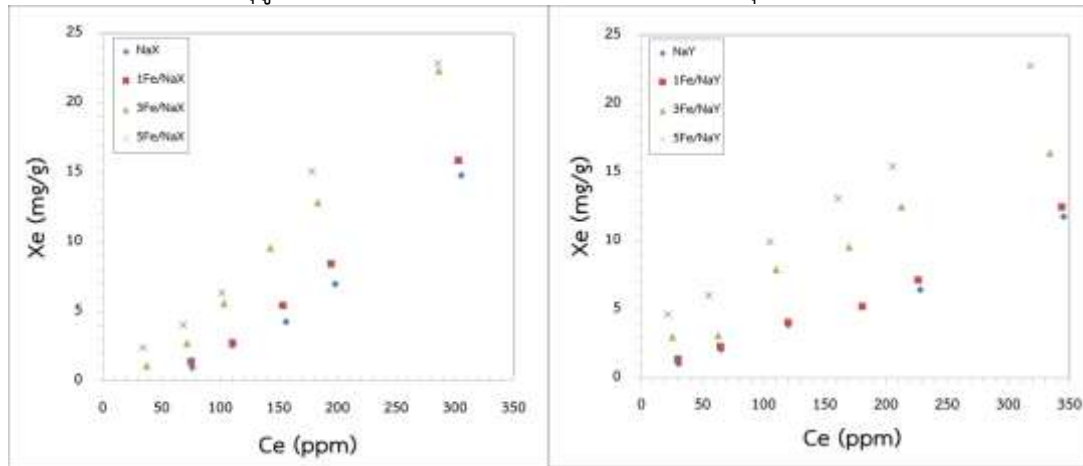
จากนั้นทำการเติมเหล็กลงบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ทั้ง 2 ชนิด โดยศึกษาปริมาณเหล็กที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆ ดังแสดงในรูปภาพที่ 4.11 โดยดูดซับสารละลายไกลโฟเซตความเข้มข้น 50 ppm สำหรับซีโอไลต์ NaX เมื่อปริมาณเหล็กเพิ่มมากขึ้นประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตไม่แตกต่างกัน ดังที่กล่าวข้างต้นซีโอไลต์ NaX มีประจุบวกบนผิวหน้ามากกว่า NaY สามารถดูดซับบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ด้วยกลไกการแลกเปลี่ยนประจุบวก (cation exchanger) ตรงข้ามกับกรณีซีโอไลต์ NaY กล่าวคือเมื่อปริมาณเหล็กเพิ่มขึ้นประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตเพิ่มมากขึ้น โดยเหล็กที่เติมลงบนซีโอไลต์ NaY สามารถเกิดอันตรกิริยากับโมเลกุลไกลโฟเซตได้ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับให้ดีขึ้น



รูปภาพที่ 4.11 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆ ของ xFe/NaX และ xFe/NaY (สภาวะการดูดซับ; สารละลายไกลโฟเซตเข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 20 mL อัตราส่วนน้ำหนักรวสดูดซับ/ปริมาตรสารละลาย เท่ากับ 2.5g/L อัตราการเขย่า 250 rpm)

#### 4.8. ผลการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับสารละลายไกลโฟเซต

การศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 30-400 ppm ผลแสดงดังรูปภาพที่ 4.12 จะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้นเพิ่มมากขึ้น ประสิทธิภาพการดูดซับของวัสดุดูดซับแต่ละชนิดเพิ่มขึ้น เป็นไปตามแบบจำลองของฟรึนริช (Freundlich isotherm) ซึ่งเกิดบนวัสดุดูดซับที่มีความหลากหลายบนผิวหน้าของวัสดุ



รูปภาพที่ 4.12 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นของสารละลายไกลโฟเซตต่างๆที่สภาวะสมดุล (สภาวะการดูดซับ; สารละลายไกลโฟเซตปริมาตร 20 mL อัตราส่วนน้ำหนักรว้ดูดซับ/ปริมาตรสารละลาย เท่ากับ 2.5g/L อัตราการเขย่า 250 rpm และระยะเวลาการดูดซับ 2 ชั่วโมง)

เมื่อนำข้อมูลที่ได้ออกมาพล็อตเป็นกราฟเส้นตรงระหว่าง  $\log q_e$  กับ  $\log X_e$  พบว่าสอดคล้องกับแบบจำลองของฟรึนริช ความถูกต้องของแบบจำลองพิจารณาจากสัมประสิทธิ์สหพันธ์ ( $R^2$ ) ที่ต้องมีค่าเข้าใกล้ 1 สรุปตัวแปรที่สำคัญได้ดังตารางที่ 4.3 ทั้งนี้ประสิทธิภาพการดูดซับได้ทำการเปรียบเทียบกับถ่านก่อกัมมันต์ (Activated charcoal) ซึ่งเป็นวัสดุดูดซับพื้นฐานที่ใช้ในเครื่องกรองน้ำครัวเรือน ความชันของกราฟเส้นตรงมีค่าเท่ากับ  $1/n$  (sorption intensity) บ่งบอกความสามารถในการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับ โดย  $1/n$  มีค่าเท่ากับ 1 ปริมาณการดูดซับขึ้นกับความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น ถ้า  $1/n$  มีค่ามากกว่า 1 บ่งบอกว่าวัสดุดูดซับมีพื้นที่ผิวมากสำหรับกระบวนการดูดซับ และถ้าหาก  $1/n$  มีค่าน้อยกว่า 1 บ่งบอกว่าวัสดุดูดซับมีพื้นที่ผิวจำกัดนั่นเอง นอกจากนี้แล้ว ถ้า  $1/n$  มีค่า 0-1 แสดงว่ากระบวนการดูดซับที่เกิดขึ้นเป็นแบบเคมี และหาก  $1/n$  มีค่ามากกว่า 1 แสดงว่ากระบวนการดูดซับทั้งแบบเคมี (chemisorption) และกายภาพ (physisorption) ส่วนค่า  $K_f$  (Sorption capacity) บ่งบอกถึงความสามารถในการดูดซับได้หลายชั้น กรณีเหล็กบนซีโอไลต์ NaX เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับของ NaX xFe/NaX และ AC พบว่า AC เกิดกระบวนการดูดซับไกลโฟเซตแบบเคมี ( $1/n < 1$ ) และสามารถเกิดการดูดซับได้หลายชั้น ( $K_f$  มีค่าสูง) ส่วนซีโอไลต์ NaX เกิดกระบวนการดูดซับแบบ cooperative adsorption หลังจากเติมเหล็กพบว่าค่า  $1/n$  มีค่าลดลง บ่งบอกว่าปริมาณพื้นผิวของตัวดูดซับลดลง เมื่อพิจารณาค่า  $K_f$  พบว่าแปรผันตรงกับปริมาณเหล็กที่เติมลงไป

ตารางที่ 4.3 แสดงตัวแปรต่างๆของแบบจำลองการดูดซับของฟรึนริช

sample	1/n	n	Kf	R <sup>2</sup>
AC	0.7875	1.2698	0.2666	0.9942
NaX	1.9317	0.5177	0.0002	0.9903

1X	1.7790	0.5621	0.0007	0.9950
3X	1.5234	0.6564	0.0044	0.9936
5X	1.1194	0.8933	0.0404	0.9831
NaY	0.9871	1.0131	0.0336	0.9946
1Y	0.8992	1.1121	0.0582	0.9877
3Y	0.6632	1.5078	0.3424	0.9951
5Y	0.5728	1.7458	0.7494	0.9810

สำหรับกรณีของซีโอไลต์ NaY และเหล็กบนซีโอไลต์ NaY พบว่า NaY เกิดกระบวนการดูดซับ โกลโฟเซตแบบเส้นตรง ( $n=1$ ) เมื่อทำการเติมเหล็กบนซีโอไลต์ NaY พบว่า ค่า  $1/n$  ลดลงตามการเพิ่มขึ้นของปริมาณเหล็กในวัสดุดูดซับ บ่งบอกว่าวัสดุดูดซับมีพื้นที่ผิวจำกัดนั่นเอง โดยกระบวนการดูดซับเป็นแบบกายภาพ ( $n>1$ ) เมื่อพิจารณาค่า  $K_F$  พบว่ามีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็กที่เติมลงบนซีโอไลต์ NaY บ่งบอกว่า โกลโฟเซตชอบดูดซับบน Fe/NaY โดยการดูดซับจะเป็นแบบหลายชั้น เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับ โกลโฟเซตของวัสดุดูดซับ  $x\text{Fe}/\text{NaX}$  กับ  $x\text{Fe}/\text{NaY}$  พบว่า  $x\text{Fe}/\text{NaY}$  มีประสิทธิภาพที่ดีกว่าพิจารณาค่า  $K_F$  ที่สูงกว่า โกลโฟเซตสามารถดูดซับแบบหลายชั้นบนวัสดุได้ จึงมีความมากกว่า  $x\text{Fe}/\text{NaX}$  เมื่อพิจารณาค่าพีเอชของสารละลายขณะทดลองมีค่าเท่ากับ 3.8 โกลโฟเซตจะถูกดีโปรโตเนตเกิดเป็นไอออนที่มีประจุ  $-2$  [36] ขณะที่ค่าประจุบนพื้นผิวของวัสดุดูดซับ  $x\text{Fe}/\text{NaX}$  มีความเป็นบวกมากกว่าวัสดุดูดซับ  $x\text{Fe}/\text{NaY}$  ซึ่งตามทฤษฎี  $x\text{Fe}/\text{NaX}$  จะสามารถเกิดการดึงดูดระหว่างไอออนได้ดี ( $1/n>1$ ) แต่อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพในการดูดซับ โกลโฟเซตของวัสดุยังขึ้นอยู่กับขนาดของพื้นที่ผิวหน้า และขนาดรูพรุนของวัสดุโดย  $x\text{Fe}/\text{NaY}$  มีพื้นที่ผิวหน้า และขนาดรูพรุนสูงกว่า  $x\text{Fe}/\text{NaX}$  ด้วยเหตุนี้อาจกล่าวได้ว่า นอกจากประจุบนพื้นผิวของวัสดุดูดซับแล้ว ปริมาณเหล็ก ปริมาณพื้นที่ผิวหน้า และปริมาตรรูพรุนของวัสดุมีผลต่อการดูดซับของ โกลโฟเซต

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้เตรียมซิลิกาออสฐานจากเถ้าขาน้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน โดยซิลิกาที่เตรียมได้ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซีโอไลต์ NaX และ NaY ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล พบว่าประสบความสำเร็จในการเตรียมซีโอไลต์ทั้ง 2 ชนิด จากผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุองค์ประกอบของซีโอไลต์พบว่า ซีโอไลต์ NaX มีปริมาณ Si/Al น้อยกว่าซีโอไลต์ NaY ตามทฤษฎี กล่าวได้ว่า ซีโอไลต์ NaX มีประจุที่

โครงสร้างเป็นลบบซึ่งจะดูดด้วยอะตอมของโซเดียมได้มากกว่าซีโอไลต์ NaY ส่งผลให้ที่พื้นผิวมีความหนาแน่นของประจุบวกสูง ( $\text{Na}^+$ ) สอดคล้องกับผล pHpzc และสามารถเกิดอันตรกิริยากับโมเลกุลไกลโฟเซตได้ดี จากการทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ความเข้มข้น 50 ppm ของซีโอไลต์ทั้ง 2 ชนิดเปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์ (AC) ซึ่งใช้เป็นไส้กรองในขั้นตอนหนึ่งของเครื่องกรองน้ำครัวเรือน พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับเรียงลำดับจากมากไปน้อยได้ ดังนี้  $\text{AC} \sim \text{NaX} > \text{NaY}$  และกระบวนการดูดซับเข้าสู่สมดุลที่เวลา 120 นาที เมื่อศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับพบว่า ซีโอไลต์ทั้งสองเป็นไปตามกระบวนการดูดซับของฟรุนดลิช โดย NaX ดูดซับไกลโฟเซตด้วยกระบวนการเคมี ( $n < 1$ ) ซึ่งอาจเกิดจากอันตรกิริยาระหว่าง  $\text{Na}^+$  ของซีโอไลต์กับ  $\text{O}^-$  ของปลายด้านคาร์บอกซิลิกและฟอสเฟสของไกลโฟเซตได้ สำหรับซีโอไลต์ NaY ที่มีประจุบวกบนผิวนำน้อยกว่า พบการดูดซับไกลโฟเซตด้วยกระบวนการทางกายภาพ ( $n > 1$ ) ซึ่งอาจเกิดจากแรงดึงดูดระหว่างไฮดรอกซิลบนซีโอไลต์กับประจุลบของไกลโฟเซต เมื่อพิจารณาค่า absorption capacity ( $K_F$ ) พบว่า NaY มีความจุในการดูดซับไกลโฟเซตที่สูงกว่า NaX โดยสามารถเกิดการดูดซับแบบหลายชั้นได้ (multilayer adsorption)

เมื่อทำการเติมเหล็กลงบนซีโอไลต์ทั้งสองชนิดด้วยปริมาณต่างๆ ดังนี้ 1-5 เปอร์เซ็นต์โดยมวล โดยวิธีทำให้เอิบขุ่ม โครงสร้างของซีโอไลต์ฟูจาไซต์ยังคงอยู่ โดยปริมาณเหล็กที่เติมลงไปทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF ทั้งนี้ค่า pH pzc ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค pH drift method พบว่าเมื่อทำการเติมเหล็กลงบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ พบการลดลงของค่า pH pzc ซึ่งมีขนาดผกผันกับปริมาณเหล็กที่เติมลงไป นอกจากนี้พื้นที่ผิวหน้าและขนาดรูพรุนทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดซับและคายซับของแก๊สไนโตรเจน พบว่าเมื่อทำการเติมเหล็กลงบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ทั้งสองชนิด พบการลดลงของผิวหน้าและปริมาตรรูพรุนของวัสดุ กล่าวได้ว่าเหล็กกระจายตัวบนผิวหน้าและในรูพรุนของซีโอไลต์ โดยกรณีซีโอไลต์ NaX พบการลดลงในปริมาณที่มากกว่ากรณีซีโอไลต์ NaY จากนั้นศึกษาจลนศาสตร์การดูดซับไกลโฟเซตที่ความเข้มข้น 50 ppm ในระยะเวลาต่างๆ  $\text{xFe/NaX}$  มีประสิทธิภาพการดูดซับที่ใกล้เคียงกัน (20-28 %) ตรงกันข้ามกับ  $\text{xFe/NaY}$  พบว่าประสิทธิภาพการดูดซับเพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็ก โดยเรียงลำดับวัสดุดูดซับที่มีประสิทธิภาพสูงสุด ดังนี้  $5\text{Fe/NaY}(30\%) > 35\text{Fe/NaY}(20\%) > 1\text{Fe/NaY}(15\%) > \text{NaY}(15\%)$  ตามลำดับ จากนั้นทำการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับ พบว่าวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์เป็นไปตามกระบวนการดูดซับของฟรุนดลิช โดยเมื่อปริมาณเหล็กเพิ่มมากขึ้นค่า  $1/n$  จะน้อยลงแสดงว่าพื้นที่ผิวหน้าสำหรับการดูดซับลดลง เนื่องจากการกระจายของเหล็กบนผิวน้ำวัสดุ อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาค่า  $K_F$  พบว่า  $\text{Fe/NaY}$  มีความจุในการดูดซับไกลโฟเซตสูงกว่า AC และ  $\text{Fe/NaX}$  ตามลำดับ โดยกระบวนการดูดซับเป็นแบบกายภาพ ( $n > 1$ ) สุดท้ายนี้สามารถสรุปได้ว่าการเติมเหล็กลงบนวัสดุรองรับซีโอไลต์ฟูจาไซต์ที่มี

ผิวหน้าและรูพรุนสูงจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับไกลโคเซตได้ โดยที่ประจุบวกที่ผิวหน้าของวัสดุ มีผลอย่างมากต่อการดูดซับในกรณีที่ไม่ได้เติมโลหะเหล็ก เมื่อทำการเติมโลหะเหล็กลงบนซีโอไลต์ทั้งสอง ชนิดพบว่า เหล็กกระจายตัวได้ดีบนซีโอไลต์ NaY ซึ่งมีผิวหน้าและปริมาตรรูพรุนที่สูงกว่า NaX ดังนั้นพื้นที่ผิวหน้าและขนาดรูพรุนมีผลต่อการดูดซับไกลโคเซตบนวัสดุเหล็กบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์

### ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับการวิจัยในขั้นต่อไป

- ศึกษาเพิ่มเติมเสถียรภาพของวัสดุดูดซับ ได้แก่ การหลุดของเหล็กจากวัสดุดูดซับขณะทำการทดลอง
- ยืนยันกลไกในการดูดซับไกลโคเซตบนซีโอไลต์ฟูจาไซต์ทั้งสองชนิดด้วยเทคนิค ATR-FTIR

### ผลผลิต (Output)

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการทั้งในระดับชาติ และนานาชาติ  
อยู่ระหว่างการเตรียมบทความเพื่อตีพิมพ์ในวารสาร
2. การจดสิทธิบัตร –

3. ผลงานเชิงพาณิชย์ (มีการนำเสนอไปผลิต/ขาย/ก่อให้เกิดรายได้ หรือมีการนำไปประยุกต์ใช้โดยภาคธุรกิจ หรือบุคคลทั่วไป) –
4. ผลงานเชิงสาธารณะ (เน้นประโยชน์ต่อสังคม ชุมชน ท้องถิ่น)
  - บูรณาการโครงการวิจัยกับโครงการบริการวิชาการของคณะเทคโนโลยีการเกษตร โดยถ่ายทอดข้อควรระวังในการใช้ไกลโฟเซต และขั้นตอนการวิเคราะห์ไกลโฟเซตแก่เยาวชนในสถานศึกษา

#### รายงานการเงิน

โครงการ สัญญาเลขที่ 4.3/2562 โครงการวิจัยประเภท งบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2562 มหาวิทยาลัยบูรพา

**ชื่อโครงการ** การสังเคราะห์เมมเบรนคอมโพสิตของเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ฟูจาไซต์กับโพลีเอไมด์แผ่นบางสำหรับการดูดซับไกลโฟเซต

**ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน** ดร.อรุณรุ่งรงค์ โสภิพันธ์

**รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่ 1 ต.ค. 2561 ถึงวันที่ 30 กันยายน 2562**

**ระยะเวลาดำเนินการวันที่ 1 ต.ค. 2561 ถึงวันที่ 30 กันยายน 2562**

รายรับ

จำนวนเงินที่ได้รับ

งวดที่ 1 (50%) 143,850.00 บาท เมื่อ ตุลาคม 2561

งวดที่ 2 (40%) 115,080.00 บาท เมื่อ เมษายน 2562

งวดที่ 3 (10%) 28,770.00 บาท ยังไม่ได้รับ

รวม 287,700.00 บาท

รายจ่าย รายการ	งบประมาณที่ตั้งไว้ (บาท)	งบประมาณที่ใช้จริง (บาท)	จำนวนเงินคงเหลือ (บาท)
1. ค่าตอบแทน	28,770	28,770	-
2. ค่าจ้าง			-
3. ค่าวัสดุ	113,160	113,160	-
4. ค่าใช้สอย	117,000	117,000	-
5. ค่าครุภัณฑ์	-	-	-
6. ค่าใช้จ่ายอื่นๆ	28,770	28,770	-
- ค่าธรรมเนียมอุดหนุน สถาบัน (10%)			-
- ค่าสาธารณูปโภค			-
รวม	287,700	287,700	-

(นางสาวอรุณรุ่งรงค์ โสภิพันธ์)

ลงนามหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน

#### เอกสารอ้างอิง

[1] Bolognesi, C., Bonatti, S., Degan, P., Gallerani, E., Peluso, M., Rabboni, R., Roggeri, P. and Abbondandolo, A., Genotoxic Activity of Glyphosate and Its Technical Formulation Roundup, Agricultural and Food Chemistry (1997), 45:1957–1962.



- [2] บทความเรื่อง “ยาฆ่าหญ้า ปศุจเวียบทำร้ายผู้บริโภคและสิ่งแวดล้อม” เขียนโดยสุปางค์ ชาตุจินดา ลงวันที่ 9 มิถุนายน พ.ศ. 2558 สืบค้นจาก [www.greenpeace.org](http://www.greenpeace.org) วันที่สืบค้น 20 กันยายน พ.ศ. 2559
- [3] Khoury, G. A. Gehris, T.C., Tribe, L., Sánchez, R.M.T., Afonso, M.S., Glyphosate adsorption on montmorillonite: An experimental and theoretical study of surface complexes, *Applied Clay Science* (2010) 50; 167-175.
- [4] Linders, J.B.H.J., Jansma, J.W., Mensink, B.J.W.G. and Otermann, K, Pesticides: Benefaction or Pandora's Box? A synopsis of the environmental aspects of 243 pesticides, *Research for Man and Environment* (1994).
- [5] Kollman, W. and R. Segawa, Interim report of the pesticide chemistry database. Environmental hazards Assessment Program (1995).
- [6] Zhang, C., Hu, X., Luo, J., Wu, Z., Wang, L., Li, B., Wang, Y. and Syn, G., Degradation dynamics of glyphosate in different types of citrus orchard soils in china, *Molecules* (2015), 20; 1161-1175.
- [7] Herath, L., Mayakaduwa, S.S. and Vithanage, M., Potential of different biochars for glyphosate removal in water implications for water safety, 6<sup>th</sup> international conference on structure engineering and construction management 2015, pp. 163-168.
- [8] รายงานพื้นที่ปลูกอ้อยปีการผลิต 2558/59 โดยสำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาล
- [9] Guilherme, A.A., Dantas, P.V.F., Santos, E.S., Fernandes, F.A.N. and Macedo, G.R., Evaluation of composition, characterization and enzymatic hydrolysis of pretreated sugarcane bagasse, *Brazilian Journal of Chemical Engineering* (2015) 32; 23-33.
- [10] Usman, A.M., Raji, A., Waziri, N.H. and Hassan, A., A study on silica and alumina potential of the Savannah bagasse ash, *Journal of Mechanical and Civil Engineering* (2014), 11; 48-52.
- [11] Fredericci, C., Ett, G., Lenz e Silva, G., FB., FerreireNeto, J.B., Landgraf, F., JG., Indelicato, R.L. and Ribeiro, T.R., An analysis of Brazilian sugarcane bagasse ash behavior under thermal gasification, *Chemical and Biological Technologies in Agriculture* (2014) 1: 15.
- [12] Kanking, S., Thongsang, S., Sombatsompop, N., Sirisinha, C. and Wimolmala, E., Influence of bagasse ash source and silica content in bagasse ash on cure and mechanical properties of natural rubber composite, *Proceedings of 49<sup>th</sup> Kasetsart University Annual Conference: Architecture and Engineering* (2012) pp.89-95.
- [13] Ralph K. Iler, “The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry of Silica” John Wiley & Sons (1979) pp.15-29.

- [14] Guido Busca, Acidity and basicity of zeolites: A fundamental approach, *Microporous and Mesoporous Materials* (2017) 254; 3-6.
- [15] Baker, R., "Membrane technology and applications" 3<sup>rd</sup> edition, John Wiley and Sons (2012) pp. 234.
- [16] Strathmann, H., Giorno, L., and Drioli, E., "Introduction to membrane science and technology" Wiley-VCH Verlag and Company (2011) pp.178.
- [17] Pabby, A.K., Rizvi, S.S.H. and Sastre, A.M., "Hand book of membrane separation chemical, phamarceutical, food and biotechnological application " 2<sup>nd</sup> edition, CRC press (2015) pp. 248-256.
- [18] Lau, W.J., Ismail, A.F., Misdan, N. and Kassim, M.A., A recent progress in thin film composite membrane: A review (2012) 287; 190-199.
- [19] Bond, G.C., "Heterogeneous Catalysis: Principles and Applications" 2<sup>nd</sup> edition, Oxford University Press (1987) pp. 12-22 [21] Bond, G.C., "Heterogeneous Catalysis: Principles and Applications" 2nd edition, Oxford University Press (1987) pp. 12-22.
- [20] Satterfield, C.N., "Heterogeneous Catalysis in Industrial Practice" 2nd edition, McGraw Hill, (1991) pp. 46.
- [21] รศ.ดร. แม้น อมรสิทธิ์และคณะ, "Principles and Techniques of Instrumental Analysis Spectroscopy" 1<sup>st</sup> edition, (2009) pp. 59-123.
- [22] Tzaskos, D.F., Marcovicz, C., Dias, N.M.P. and Rosso, N.D., Development of sampling for quantification of glyphosate in natural waters, *Cienc. Agritec* (2012) 36; 399-405.
- [23] Caetano, M.S., Ramalho, T.C., Botrel, D.F., da Cunha, E.F.F., Carvalho de Mello, W., Understanding the inactivation process of organophosphorus herbicides: A DFT study of glyphosate metallic complexes with  $Zn^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Co^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$ , and  $Al^{3+}$ , *Int. J. Quantum Chem.* (2012) 112; 2752-2762.
- [24] Sheals, J., Sjoberg, S. and Persson, P., Adsorption of glyphosate on goethite: molecular characterization of surface complexes, *ENVIRONMENTAL SCIENCE & TECHNOLOGY* (2002) 36; 3090-3095.
- [25] Gromadskaya, L.I., Romanova, I.V., Vyshnevskiy, O.A. and Kirillov, S.A., Near-stoichiometric adsorption of phosphate by silica gel supported nanosized hematite, *Inorganic Chemistry* (2013) 2013; 1-10.
- [26] Rivoira, L., Appendini, M., Fiorilli, S., Onida, B., Del Bubba, M. and Bruzzoniti, M.C., Functionalized iron oxide/SBA-15 sorbent: investigation of adsorption performance towards glyphosate herbicide, *Environ Sci Pollut Res Int.* (2016) 23; 21682-21691.

- [27] Fiorilli, S., Rivoira, L., Calì, G., Appendini, M., Bruzzoniti, M.C., Coisson, M., Onida, B., Iron oxide inside SBA-15 modified with amino groups as reusable adsorbent for highly efficient removal of glyphosate from water, *Appl. Surf. Sci.* (2017) 411; 457-465.
- [28] Rongchapo, W., Sophiphun, O., Rintramee, K., Prayoonpokarach, S. and Wittayakun, J., Paraquat adsorption on porous materials synthesized from rice husk silica, *Water Sci. Technol.*, (2013) 68; 863-869.
- [29] Rongchapo, W., Deekamwong, D., Loiha, S., Prayoonpokarach, S. and Wittayakun, J., Paraquat adsorption on NaX and Al-MCM-41, *Water Sci. Technol.*, (2013) 68; 1347-1353.
- [30] Rongchapo, W., Keawkumay, C., Osakoo, N., Deekamwong, K., Chanlek, N., Prayoonpokarach, S. and Wittayakun, J. Comprehension of paraquat adsorption on faujasite zeolite X and Y in sodium form, *ADSORPT SCI TECHNOL*, 2017, <https://doi.org/10.1177/0263617417715394>.
- [31] Wittayakun, J., Khemthong, P. and Prayoonpokarach, S., Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica, *KOREAN J CHEM ENG.* (2008) 25; 861-864.
- [32] Musić, S., Filipović-Vinceković, N. and Sekovanić, L. Precipitation of amorphous silica particles and their properties. *Brazilian Journal of Chemical Engineering.* (2011) 28; 89 – 94.
- [33] Btatkeu-K, B.D., Tchatchueng, J.B., Caré S, C.N. Designing metallic iron based water filters: Light from methylene blue discoloration, *Journal of Environmental Management.* (2015) 166; 567-573.
- [34] Rintramee, K., Sujarit, L. and Kornsanthia, S. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on zeolite NaY synthesized from rice husk as catalysts for oxidation of styrene, *RMUTP Research Journal* (2019) 13; 1-11.
- [35] Kumar, V., Singh, S., Singh, R., Upadhyay, N., Singh, J., Pant, P., Singh, R. and Srivastava, B., Spectral, structural and energetic study of acephate, glyphosate, monocrotophos and phorate: an experimental and computational approach, *Journal of Taibah University for Science* (2018) 12; 69-78.
- [36] Herath, I., Kumarathilaka, P., Al-Wabel, M. I., Abduljabbar, A., Ahmad, M., Usman, A.R.A. and Vithanage, M., Mechanistic modeling of glyphosate interaction with rice husk derived engineered biochar, *Microporous and Mesoporous Materials* (2016) 225; 280-288.

### ภาคผนวก ก การเตรียมสารละลายต่างๆ

#### 1. เตรียมสารละลาย 1M HCl

สารละลาย 1M HCl ใช้ในการบำบัดเก้าขานอ้อยตามขั้นตอนในการทดลองที่ 3.3.2 โดย 1M HCl เตรียมจากสารละลายเข้มข้น 37% v/v HCl วิธีการคำนวณเพื่อเตรียมสารละลาย มีดังนี้

37% v/v HCl คิดเป็นความเข้มข้นกิโลโมลาร์ (M)

จากสูตร 
$$M = \frac{10\%D}{MW}$$

$$= \frac{10 \times 37 \times 1.18 \text{ g. ml}^{-1}}{36.46 \text{ g. mol}^{-1}}$$

$$= 11.97 \text{ M}$$

ทำการเจือจางสารละลาย 11.97M HCl ให้มีความเข้มข้น 1M HCl ปริมาตร 1000 mL

จากสูตร 
$$C_1V_1 = C_2V_2$$

กำหนด C1 คือ ความเข้มข้นสารละลายก่อนเจือจาง (M)

$C_2$  คือ ความเข้มข้นสารละลายหลังเจือจาง (M)

$V_1$  คือ ปริมาตรสารละลายก่อนเจือจาง (mL)

$V_2$  คือ ปริมาตรสารละลายหลังเจือจาง (mL)

$$\begin{aligned} \text{จากสูตรจะได้} \quad V_1 &= \frac{C_2 V_2}{C_1} \\ &= \frac{1\text{M} \times 1000\text{ mL}}{11.97\text{ M}} \\ &= 83.54\text{ mL} \end{aligned}$$

ดังนั้นตวงสารละลาย 37% v/v HCl มา 83.54 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรให้เป็น 1000 mL โดยใช้ น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย

## 2. เตรียมสารละลาย 2 M NaOH

สารละลาย 2M NaOH ใช้ในการเตรียมซิลิกาด้วยวิธีการละลายและตกตะกอนดังแสดงในหัวข้อ

3.4 โดยเตรียมสารละลายจาก 99% NaOH วิธีการคำนวณแสดงดังต่อไปนี้

$$\begin{aligned} \text{จากสูตร} \quad \frac{g}{MW} &= \frac{C.V}{1000} \\ \text{จะได้} \quad g &= \frac{C.V.MW}{1000} = \frac{2\text{M} \times 1000\text{mL} \times 40\text{ g.mol}^{-1}}{1000} = 80\text{ g} \end{aligned}$$

ดังนั้นชั่ง 99% NaOH มา 80 g จากนั้นละลายตัวน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 mL

## 3.เตรียมสารละลาย 3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

สารละลาย 3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ใช้ในการปรับสภาพความเป็นกรด-เบสของสารละลายโซเดียมซิลิเกตในขั้นตอนการเตรียมซิลิกาตามหัวข้อ 3.4 เพื่อตกตะกอนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยตั้งต้น โดยการเตรียมสารละลาย 3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>เตรียมจากสารละลายเข้มข้น 96% v/v 3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> วิธีการคำนวณเพื่อเตรียมสารละลาย มีดังนี้

98% v/v H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> คิดเป็นความเข้มข้นกิโลมอลาร์ (M)

$$\begin{aligned} \text{จากสูตร} \quad M &= \frac{10\%D}{MW} \\ &= \frac{10 \times 98 \times 1.84 \text{ g. ml}^{-1}}{98.08 \text{ g. mol}^{-1}} \\ &= 18.38 \text{ M} \end{aligned}$$

ทำการเจือจางสารละลาย 18.38 MH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ให้มีความเข้มข้น 3MH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ปริมาตร 250 mL

$$\text{จากสูตร} \quad C_1V_1 = C_2V_2$$

กำหนด C1 คือ ความเข้มข้นสารละลายก่อนเจือจาง (M)

C2 คือ ความเข้มข้นสารละลายหลังเจือจาง (M)

V1 คือ ปริมาตรสารละลายก่อนเจือจาง (mL)

V2 คือ ปริมาตรสารละลายหลังเจือจาง (mL)

$$\begin{aligned} \text{จากสูตรจะได้} \quad V_1 &= \frac{C_2V_2}{C_1} \\ &= \frac{3\text{M} \times 250 \text{ mL}}{18.38 \text{ M}} \\ &= 40.80 \text{ mL} \end{aligned}$$

ดังนั้นตวงสารละลาย 96% v/v 3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> มา 40.80 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรให้เป็น 250 mL โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย

#### 4. เตรียมสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซต เข้มข้น 500 ppm

ในการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารตัวอย่างดังหัวข้อ 3.8.1 ต้องทำการเตรียมกราฟมาตรฐานไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นต่างๆ จากสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตเข้มข้น 500 ppm ปริมาตร 25 mL หรือเรียกว่า stock solution มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

จากสารละลายไกลโฟเซต 500 ppm หมายความว่า

สารละลายไกลโฟเซตปริมาตร 1000 mL มีไกลโฟเซตหนัก 500 mg

ถ้าต้องการเตรียมสารละลายไกลโฟเฟตปริมาตร 25 mL จะต้องชั่งไกลโฟเฟตเท่ากับ

$$= \frac{25 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times 500 \text{ mg}$$

$$= 12.5 \text{ mg}$$

ดังนั้นชั่งไกลโฟเฟตมา 12.5 mg จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับ

ปริมาตรขนาด 25 mL

### 5.เตรียมสารละลายไกลโฟเฟต เข้มข้น 50 ppm

ในการศึกษาการดูดซับไกลโฟเฟตของตัวดูดซับชนิดต่างๆ ดังหัวข้อ 3.6 สารตั้งต้นไกลโฟเฟตที่ใช้ในการศึกษา คือสารละลายไกลโฟเฟตเข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 1000 mL มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

สารละลายไกลโฟเฟต 50 ppm หมายความว่าสารละลาย 1000 mL มีไกลโฟเฟต 50 mg

ดังนั้นชั่งไกลโฟเฟตมา 50 mg จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 mL

### 6. เตรียมสารละลายนินไฮดรินเข้มข้น 5% w/v

5% w/v สารละลายนินไฮดรินใช้ในการทำปฏิกิริยากับไกลโฟเฟตในขั้นตอนการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเฟตด้วยวิธีคลอริเมตริดังหัวข้อ 3.8.1 มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

เตรียมสารละลาย 5% w/v สารละลายนินไฮดริน ปริมาตร 250 mL

สารละลายนินไฮดริน ปริมาตร 100 mL มีนินไฮดรินหนัก 5 g

ถ้าต้องการเตรียมสารละลายนินไฮดริน 250 mL ต้องละลายนินไฮดรินหนัก

$$= \frac{250 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times 5 \text{ g}$$

$$= 12.5 \text{ g}$$

ดังนั้นชั่งนินไฮดรินมา 12.5 g จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 250 mL

### 7. เตรียมสารละลายโซเดียมโมลิบเดตเข้มข้น 5% w/v

5% w/v สารละลายโซเดียมโมลิบเดต ใช้ในการทำปฏิกิริยากับไกลโฟเซตในขั้นตอนการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอริเมตรีดังหัวข้อ 3.8.1 มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

เตรียมสารละลาย 5% w/v สารละลายโซเดียมโมลิบเดต ปริมาตร 250 mL

สารละลายโซเดียมโมลิบเดต ปริมาตร 100 mL มีโซเดียมโมลิบเดต หนัก 5 g

ถ้าต้องการเตรียมสารละลายโซเดียมโมลิบเดต 250 mL ต้องละลายโซเดียมโมลิบเดต หนัก

$$= \frac{250 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \times 5 \text{ g} = 12.5 \text{ g}$$

ดังนั้นชั่งโซเดียมโมลิบเดต มา 12.5 g จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 250 mL

ภาคผนวก ข กราฟเส้นตรงระหว่าง  $\log q_e$  กับ  $\log X_e$  ของวัสดุดูดซับ

