รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผลของวิธีการเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย เพื่อดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต

Influence of iron loading onto silica from bagasse ash for glyphosate adsorption

นางสาวอรสุรางค์ โสภิพันธ์

โครงการวิจัยประเภทงบประมาณเงินรายได้
(เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. ๒๕๖๑
มหาวิทยาลัยบูรพา

รหัสโครงการ ๖๖๗๔๒๗

สัญญาเลขที่ ๒๒๕/๒๕๖๑

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผลของวิธีการเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย เพื่อดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต

Influence of iron loading onto silica from bagasse ash for glyphosate adsorption

นางสาวอรสุรางค์ โสภิพันธ์

คณะเทคโนโลยีการเกษตร

มหาวิทยาลัยบูรพา วิทยาเขตสระแก้ว

ได้รับงบประมาณเดือนตุลาคม พ.ศ. ๒๕๖๐ – กันยายน พ.ศ. ๒๕๖๑

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 มหาวิทยาลัยบูรพา ผ่านสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ เลขที่สัญญา 229/2561

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของวิธีการเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเพื่อดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต โดยนำเถ้าชานอ้อยเหลือทิ้งจากโรงงานน้ำตาลมาบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนหรือวิธีทางเคมี จากนั้นใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกา ได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์ (78-89 ร้อยละโดยน้ำหนักของซิลิกา) เมื่อทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซต พบว่า ซิลิกาที่ได้จากเถ้าชานอ้อยผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่ 300 °C (Si-BA-300) เป็นตัวดูดซับที่มีประสิทธิภาพเหมาะสมที่สุด จากนั้นทำการเติมโลหะเหล็กลงบน Si-BA-300 ด้วยวิธีที่แตกต่างกัน ได้แก่ 1) วิธีทำให้เอิบชุ่ม (incipient wetness impregnation; IWI) 2) วิธีการรีฟลักซ์ (reflux; RF) 3) วิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction; SSR) เอกลักษณ์ทางโครงสร้างและธาตุองค์ประกอบของตัวดูดซับที่เตรียมได้วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และเทคนิคฟลูออเรสเซนต์ พื้นที่ผิวของตัวดูดซับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดไอโซเทอร์มการดูดซับไนโตรเจน สภาวะออกซิเดชันของโลหะเหล็กวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ และค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวตัวดูดซับเป็นศูนย์วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method โดยตัวดูดซับโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่เตรียมด้วยวิธีต่างๆ ดังนี้ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-RF และ Fe/Si-BA-300-SSR ใช้ทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซต การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตอาศัยวิธีคัลเลอรีเมตรีและวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี จากผลการทดลองพบว่าประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตเรียงลำดับจากมากไปหาน้อยได้ดังนี้ Fe/Si-BA-300-IWI > Fe/Si-BA-300-SSR ≈ Fe/Si-BA-300-RF > Si-BA-300 โดย Fe/Si-BA-300-IWI มีประสิทธิภาพในการดูดซับไกลโฟเซตสูงสุดคิดเป็น 32% การเติมโลหะเหล็กลงบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีที่แตกต่างกันมีผลต่อปริมาณประจุบวกบนผิวหน้าของตัวดูดซับในสารละลายไกลโฟเซต จากการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับพบว่าเป็นแบบฟรอยลิช โดยประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตจะลดลงเมื่อสภาพพีเอชของสารละลายเพิ่มขึ้น

Abstract

This research studied the influence of iron loading onto silica from bagasse ash for glyphosate adsorption. Baggasse ash from sugar factories was treated by thermal or chemical methods. Then, it was used to prepared silica with high purity (78-89%w/w). As glyphosate adsorption experiment, Si-BA-300 from the thermal treatment at 300 °C was the best adsorbent. Thus, iron was loaded onto Si-BA-300 by different methods followed as 1) incipient wetness impregnation (IWI) 2) reflux (RF) and 3) solid state reaction (SSR). 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 determined by N_2 adsorption-desorption isotherm. Oxidation state of iron was analyzed by X-ray absorption techniques. pH_{pzc} of adsorbents was determined by pH Drift method. The glyphosate adsorbents were Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-RF and Fe/Si-BA-300-SSR. Glyphosate quantitative analysis was performed by colorimetric method and detected by UV-Visible spectroscopy. From the results, the glyphosate adsorption capacity was following of Fe/Si-BA-300-IWI > Fe/Si-BA-300-SSR ≈ Fe/Si-BA-300-RF > Si-BA-300. Fe/Si-BA-300-IWI was the best adsorbent with 32% glyphosate adsorption. Addition of iron onto bagasse ash silica by different methods affected the cation density on adsorbent surface in glyphosate solution. From the study, the adsorption process was followed Freundlich isotherm. The glyphosate adsorption capacity was disproportional with solution pH.

สารบัญ

		หน้า
บทที่ 1	บทนำ	1
บทที่ 2	ทบทวนวรรณกรรม และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
	2.1 อ้อยและกระบวนการผลิตน้ำตาล	3
	2.2 เถ้าชานอ้อย (sugarcane bagasse)	3
	2.3 ซิลิกาจากชีวมวล	4
	2.4 ไกลโฟเซต (Glyphosate)	4
	2.5 ไอโซเทอร์มการดูดซับ (Adsorption isotherm)	5
	2.6 หลักการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตริก	6
	2.7 หลักการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรี	7
	2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	7
บทที่ 3	วิธีดำเนินการวิจัย	9
	3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	9
	3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	9
	3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	9
	3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	10
	3.3 การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีต่างๆ	10
	3.3.1 การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางความร้อน	11
	3.3.2 การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางเคมี	11
	3.4 เตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน	12
	3.5 เตรียมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	13
	3.6 วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาและเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	14
	3.7 ศึกษาการดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีและตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโตโฟโตมิเตอร์	14
	3.8 ศึกษาผลของpH ของสารละลายไกลโฟเซตที่มีต่อประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซต	14
	3.9 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต	15
	3.9.1 การสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซต	15
	3.9.2 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่าง	15

สารบัญ

		หน้า
บทที่ 4	ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	16
4.1	ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	16
4.1.1	ลักษณะทางกายภาพของเถ้าชานอ้อย เถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ และซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย	16
4.1.2	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectrometry; XRD)	17
4.1.3	องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคเอกเรซ์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescence; XRF)	18
4.1.4	ผลการวิเคราะห์ฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเปกตราของตัวดูดซับไกลโฟเซต	19
4.2	ผลการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ	20
4.2.1	ผลการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีโดยเทคนิคการวัดค่าการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิล	20
4.2.2	กราฟมาตรฐานวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต	21
4.2.3	ผลการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ	22
4.3	ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	24
4.3.1	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectrometry; XRD)	24
4.3.2	องค์ประกอบทางเคมีของเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาด้วยเทคนิคเอกเรซ์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescence; XRF)	24
4.3.3	ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและการกระจายตัวของรูพรุนของเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคไอโซเทอร์มการดูดซับแก๊สไนโตรเจน	25
4.3.4	ผลการวิเคราะห์สภาวะออกซิเดชันของเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption techniques)	26
4.3.5	ผลการวิเคราะห์ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์ (pH pzc) ของตัวดูดซับ	28
4.4	ผลการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	29

สารบัญ

		หน้า
	4.5 ผลการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	30
	4.6 ผลการศึกษาสภาพค่าพีเอชต่อกระบวนการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	32
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	33
ผลผลิต (Output)		34
รายงานการเงิน		35
เอกสารอ้างอิง		36
ภาคผนวก		39
ประวัติคณะผู้วิจัย		43

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	กระบวนการผลิตน้ำตาลในโรงงาน	3
2.2	โมเลกุลไกลโฟเซต	5
2.3	การเกิดอันตรกิริยาของสสารกับแสง	6
2.4	กลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน	7
3.1	แผนผังการบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมี	11
3.2	แผนผังการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน	13
4.1	ลักษณะทางกายภาพของวัสดุต่างๆ ได้แก่ BA BA-300 BA-500 BA-700 ABA Si-BA Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700 และ Si-ABA	17
4.2	XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง ก) BA BA-300 BA-500 BA-700 ABA ข) Si-BA Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700 Si-ABA	18
4.3	ฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเปกตราของตัวดูดซับไกลโฟเซต	20
4.4	การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรี	21
4.5	ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงในการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเซต ข) กราฟมาตรฐานไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นต่างๆ	22
4.6	แสดงการดูดซับไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆ ของตัวดูดซับ Si-BA Si-ABA Si-BA-300 Si-BA-500 และ Si-BA-700	23
4.7	XRD แพทเทิร์นของวัสดุดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300^{o}c	24
4.8	สเปกตราการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของสารมาตรฐานเหล็กต่างๆ ได้แก่ Fe (Fe^{0}) FeO (Fe^{+2}) Fe_2O_3 (Fe^{+3}) Fe_3O_4 ($Fe^{+2/+3}$) และ $FeSO_4$ (Fe^{+})	26
4.9	สเปกตราการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ตัวอย่างตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF เปรียบเทียบกับสเปกตราที่เกิดจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี linear combination fitting	27
4.10	ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ของตัวดูดซับ Si-BA-300 AC Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method	28
4.11	กราฟแสดงความสัมพันธ์ของร้อยละการดูดซับไกลโฟเซตกับระยะเวลาการดูดซับของตัวดูดซับ Si-BA-300, AC, Fe/Si-BA-300-IWI, Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF	30

สารบัญภาพ

ภาพที่ **หน้า**

4.12 ไอโซเทอร์มการดูดซับแบบฟรุยดิชของตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF 31

4.13 ปริมาณไกลโฟเซตที่เหลือจากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF ที่สภาพพีเอชของสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้นที่แตกต่างกัน 32

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าชานอ้อย	4
3.1	เครื่องมือต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	9
3.2	อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	9
3.3	สารเคมีต่างๆที่ใช้ในการทดลอง	10
4.1	ร้อยละของผลิตภัณฑ์ซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ	17
4.2	องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยและร้อยละของซิลิกาที่เตรียมได้	19
4.3	รายละเอียดพีค FTIR สำหรับสารไกลโฟเซต	20
4.4	ผลการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับชนิดต่างๆ Si-BA, Si-ABA Si-BA-300 Si-BA-500 และ Si-BA-700	23
4.5	องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย	25
4.6	แสดงร้อยละของโลหะเหล็ก พื้นที่ผิวหน้า และปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกา	26
4.7	แสดงผลการวิเคราะห์ออกซิชันของเหล็กบนตัวอย่างตัวดูดซับที่เตรียมได้ด้วยวิธี Linear combination fitting ด้วยโปรแกรม atena	37
4.8	ผลการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับชนิดต่างๆ Si-BA, Fe/Si-BA-300-IWI, Fe/Si-BA-300-RF, Fe/Si-BA-300-SSR และ AC	29
4.9	แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรง (R^2) ค่าคงที่ 1/n และ K_F ของตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF	31

บทที่ 1
บทนำ

ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

อ้อยมีการเพาะปลูกอย่างแพร่หลายในภูมิภาคต่างๆของประเทศไทย และใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมการผลิตน้ำตาลและเอธานอลโดยมีชานอ้อยเป็นวัสดุเหลือทิ้ง ชานอ้อยนิยมนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิงชีวมวลในการผลิตไฟฟ้า ในขั้นตอนสุดท้ายนั้นจะเหลือเถ้าชานอ้อยเป็นวัสดุเหลือทิ้งจำนวนมหาศาลในแต่ละปีซึ่งก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศและทำให้ระบบนิเวศในบริเวณนั้นเสียสมดุล [1] เถ้าชานอ้อยมีองค์ประกอบหลักทางเคมีที่น่าสนใจ คือ ซิลิกา (SiO_2) อยู่ถึงร้อยละ 56-75 โดยน้ำหนัก [2] การนำซิลิกาไปใช้ประโยชน์ในลักษณะต่างๆ จะพิจารณาความบริสุทธิ์และลักษณะทางกายภาพของซิลิกาเป็นหลัก จากรายงานการศึกษาพบว่าสามารถเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยได้หลากหลายวิธี 1) การเผาโดยตรงที่อุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศของออกซิเจน 2) การทำปฏิกิริยาระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์และเถ้าชานอ้อยที่อุณหภูมิสูง 3) การเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตของเถ้าชานอ้อยและทำการตกตะกอนซิลิกาด้วยกรดที่ pH ต่างๆ [2-4] ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ได้จะมีองค์ประกอบทางเคมีและคุณสมบัติทางกายภาพที่แตกต่างๆกันขึ้นกับวิธีเตรียม จากคุณสมบัติของซิลิกาที่มีความพรุนและพื้นที่ผิวสูง มีกลุ่ม silanolหนาแน่นที่บริเวณผิวหน้าซึ่งสามารถดึงดูดกับโมเลกุลของสารที่มีขั้วได้ ในเชิงของการประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับ ซิลิกาได้รับความนิยมอย่างมากทั้งในอุตสาหกรรมยา เครื่องสำอางและอุตสาหกรรมสี [5] นอกจากนี้ยังสามารถปรับปรุงคุณสมบัติของซิลิกาได้โดยการเติมโลหะ หรือ โมเลกุลสารประกอบอินทรีย์ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับสารเป้าหมายได้

ไกลโฟเซต รู้จักกันอย่างแพร่หลายในชื่อของผลิตภัณฑ์ปราบวัชพืช “ROUNDUP” จำหน่ายครั้งแรกในปี ค.ศ. 1970 และนิยมใช้จนถึงปัจจุบันเนื่องจากประสิทธิภาพในการกำจัดวัชพืชอย่างสิ้นเชิง โดยไกลโฟเซตจะรบกวนการสร้างกรดอะมิโนแบบวงของวัชพืชและทำให้วัชพืชนั้นตายในที่สุด [6] ในปี 2557ประเทศไทยมีการนำเข้ายาปราบวัชพืชชนิดไกลโฟเซตเป็นอันดับหนึ่ง [7] และเป็นที่น่ากังวลเนื่องจากไกลโฟเซตมีอัตราการสลายตัวช้า เสถียรต่อความร้อนจากแสงแดด และสามารถละลายได้ดีในน้ำ จึงสามารถตกค้างในห่วงโซ่อาหารและมาสู่มนุษย์ได้ อีกทั้งไกลโฟเซตจัดเป็นสารก่อมะเร็งและสารก่อการกลายพันธุ์ ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จะทำการเตรียมซิลิกาความบริสุทธิ์สูงจากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมี จากนั้นทำการเติมเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วย 3 วิธี ดังต่อไปนี้ 1) วิธีทำให้เอิบชุ่ม 2) วิธีการรีฟลักซ์ และ 3) วิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยจะใช้เป็นตัวดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต ความรู้ที่ได้นี้จักเป็นประโยชน์เพื่อต่อยอดการผลิตแผ่นกรองเพื่อใช้ในเครื่องกรองน้ำในครัวเรือนต่อไป

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อเพิ่มมูลค่าให้วัสดุเหลือทิ้งเถ้าชานอ้อยโดยใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกาความบริสุทธิ์สูง
2. เพื่อศึกษาผลของวิธีเติมโลหะเหล็กลงบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่มีต่อประสิทธิภาพการดูดซับยาปราบวัชพืชไกลโฟเซต

3. เพื่อศึกษาตัวแปรที่เหมาะสมในกระบวนการดูดซับและไอโซเทอร์มการดูดซับสารไกลโฟเซตของตัวดูดซับโลหะเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย
4. เพื่อให้ได้ความรู้พื้นฐานสำหรับต่อยอดการผลิตแผ่นกรองสารไกลโฟเซตด้วยซิลิกาสำหรับเครื่องกรองน้ำในครัวเรือนต่อไป

ขอบเขตของโครงการวิจัย

เถ้าชานอ้อยที่ใช้ในโครงการนี้ได้รับมาจากโรงงานผลิตน้ำตาลตะวันออก จ. สระแก้ว และได้ผ่านการเผาเพื่อผลิตกระแสไฟฟ้าใช้ภายในโรงงาน เถ้าชานอ้อยจะทำการบำบัดต่อด้วย 2 วิธีดังนี้ 1) วิธีทางความร้อน โดยเผาที่อุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศของออกซิเจน 2) วิธีทางเคมี โดยทำการรีฟลักซ์เถ้าชานอ้อยในสารละลายกรด เถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดจะใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกา โดยเตรียมเป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกตและตกตะกอนซิลิกาด้วยสารละลายกรดในลำดับสุดท้าย ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยจะใช้เป็นตัวรองรับโลหะเหล็กเพื่อใช้เป็นตัวดูดซับสารไกลโฟเซต โดยทำการเติมเหล็กด้วย 3 วิธีดังนี้ 1) วิธีทำให้เอิบชุ่ม 2) วิธีการรีฟลักซ์ และ 3) วิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง ทั้งซิลิกาและตัวดูดซับเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยจะทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีและลักษณะทางกายภาพต่างๆ จากนั้นทำการศึกษาการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตและตัวแปรที่เหมาะสมในกระบวนการดูดซับ เช่น สภาพความเป็นกรด-เบสของสารละลายไกลโฟเซต ชนิดของตัวดูดซับ รวมทั้งไอโซเทอร์มการดูดซับสารไกลโฟเซต

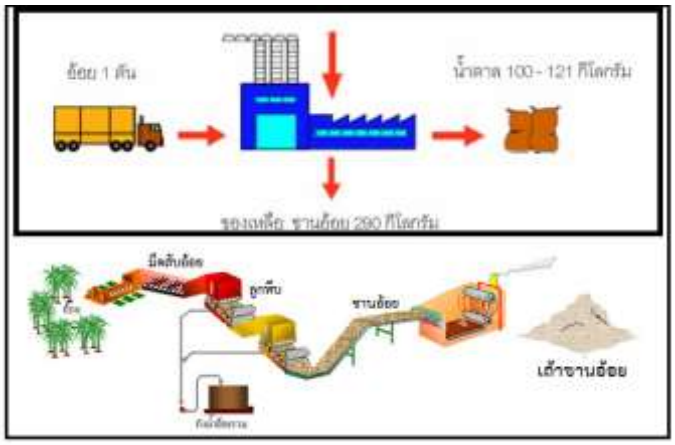
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากโครงการวิจัย

1. ได้ความรู้รวบยอดในการเตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงจากเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยวิธีต่างๆและผลของวิธีการเติมเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยต่อประสิทธิภาพการดูดซับสารไกลโฟเซต
2. เกิดองค์ความรู้เพื่อต่อยอดงานวิจัยเกี่ยวกับการประยุกต์ใช้ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย ได้แก่ การประดิษฐ์แผ่นกรองน้ำดื่มที่ทำมาจากซิลิกาเพื่อกำจัดสารปราบวัชพืชไกลโฟเซตซึ่งก่อให้เกิดอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม
3. สามารถเผยแพร่ในวารสาร หรือต่อยอดเป็นสิ่งประดิษฐ์ได้

บทที่ 2
ทบทวนวรรณกรรม และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 อ้อยและกระบวนการผลิตน้ำตาล

อ้อย (Sugarcane) มีชื่อวิทยาศาสตร์ว่า *Saccharumofficinarum L.* จัดเป็นพืชล้มลุก ขยายพันธุ์โดยการแตกกอ การเจริญเติบโตแบ่งเป็น 4 ระยะใช้เวลารวมทั้งสิ้นประมาณ 1 ปีจึงตัดอ้อยได้นิยมปลูกเป็นจำนวนมากในประเทศเขตร้อน สำหรับประเทศไทยนั้นอ้อยจัดเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญมีการปลูกอย่างแพร่หลายในภูมิภาคต่างๆ ยกเว้นภาคใต้ซึ่งมีฝนตกชุกไม่เหมาะแก่การปลูกอ้อย จากรายงานของสำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาล ปีการผลิต 2558/59 พบว่าร้อยละ 75 ของอ้อยที่ปลูกจะส่งโรงงานเพื่อหีบและผลิตเป็นน้ำตาล [1] จากกระบวนการผลิตน้ำตาลแสดงในรูปที่ 1 อ้อยเข้าสู่กระบวนการแปรรูปต่างๆเพื่อให้ได้น้ำตาล เหลือเพียงชานอ้อยเป็นวัสดุเหลือทิ้งร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก กากหรือชานอ้อย (sugarcane bagasse) มีองค์ประกอบหลักเป็นสารประกอบอินทรีย์จำพวกเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส [9] โดยองค์ประกอบเหล่านี้เป็นเชื้อเพลิง ชีวมวลชั้นดีในการผลิตกระแสไฟฟ้าใช้ในโรงงานน้ำตาลต่อไป ชานอ้อยจึงถูกลำเลียงต่อไปเพื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ความร้อนที่เกิดขึ้นจะทำให้หม้อต้มน้ำเดือดเกิดแรงดันไอน้ำเพื่อใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า ในขั้นตอนสุดท้ายจะเหลือเพียงเถ้าชานอ้อยจำนวนมหาศาลในแต่ละปี [10]



ภาพที่ 2.1 กระบวนการผลิตน้ำตาลในโรงงาน [8]

2.2 เถ้าชานอ้อย (sugarcane bagasse)

ในกระบวนการผลิตกระแสไฟฟ้าจากชีวมวลชานอ้อยนั้น จะเหลือเถ้าชานอ้อยเป็นวัสดุเหลือทิ้งปริมาณร้อยละ 10-12 โดยน้ำหนักขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่เผา [10] เถ้าชานอ้อยที่ได้มีลักษณะเป็นผงสีดำ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 61.90 μm ขนาดรูพรุนประมาณ 9.74 μm และมีองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญคือ ซิลิกา (SiO_2)ร้อยละ 56-75 โดยน้ำหนัก ปริมาณซิลิกาในเถ้าชานอ้อยจะขึ้นอยู่กับแหล่งเพาะปลูกอ้อย และอุณหภูมิที่เผา [2, 11]การนำเถ้าชานอ้อยไปใช้ประโยชน์นั้นโดยทั่วไปใช้ผสมเพื่อเป็นวัสดุเพาะปลูกพืชต่างๆ เป็นวัสดุปอซโซลานในงานคอนกรีต ฯลฯ อย่างไรก็ตามปริมาณเถ้าชานอ้อยในแต่ละปียังคงมีแนวโน้มที่สูงขึ้น และถูกทิ้งทับถมกลางแจ้งเกิดมลพิษทางอากาศ ก่อให้เกิดฝุ่นละอองซึ่งกระทบต่อสมดุลของระบบนิเวศ ใน

โครงการวิจัยนี้ได้เล็งเห็นปัญหาที่เกิดขึ้นและหาแนวทางแก้ไข โดยสนใจสกัดซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเหลือทิ้งและประยุกต์เป็นตัวดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าชานอ้อย [12]

องค์ประกอบทางเคมี (ร้อยละ)	เถ้าชานอ้อยบดละเอียด
Silicon Dioxide (SiO_2)	55.0
Aluminium Oxide (Al_2O_3)	5.1
Ferric Oxide (Fe_2O_3)	4.1
Calcium Oxide (CaO)	11.0
Magnesium Oxide (MgO)	0.9
Sodium Oxide (Na_2O)	0.2
Potassium Oxide (K_2O)	1.2
Sulfur Trioxide (SO_3)	2.2
Loss On Ignition (LOI)	19.6

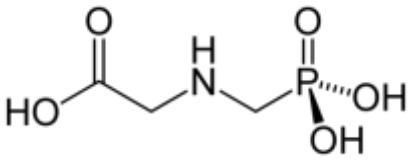
2.3 ซิลิกาจากชีวมวล

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ เป็นธาตุที่มีอยู่มากมายบนพื้นโลก จึงพบมากในธรรมชาติ มีจุดหลอมเหลวสูง ไม่ละลายในน้ำหรือกรด (ยกเว้นกรดไฮโดรเจนฟลูออไรด์, HF) แต่สามารถละลายได้ในเบสแก่ มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าและความร้อน ทนการกัดกร่อนจากสารเคมี โครงสร้างส่วนใหญ่ของซิลิกาเป็นการจัดเรียงตัวแบบ Tetrahedral ที่เป็นโครงร่างตาข่ายแบบไม่รู้จบ โดยมีซิลิกอนเป็นอะตอมกลางและออกซิเจน 4 อะตอมล้อมรอบ ผลของโครงสร้างและพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกาที่แตกต่างกันทำให้ความหนาแน่น ความแข็งและความว่องไวของการเกิดปฏิกิริยาเคมีของซิลิกาแตกต่างกันออกไป จึงสามารถจำแนกซิลิกาที่พบในธรรมชาติออกเป็น 2 ประเภทดังนี้ ซิลิกาผลึก และซิลิกาอสัณฐาน [13] โดยที่ซิลิกาอสัณฐานเป็นของแข็งที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบพบในโครงสร้างของพืช เช่น แกลบข้าว หญ้า ซังข้าวโพด และชานอ้อย เป็นต้น ซิลิกาเข้าสู่ลำต้นของพืชทางรากในรูปของสารละลาย อาจอยู่ในรูปของสารประกอบซิลิเกตหรือกรดโมโนซิลิซิค จากงานวิจัยพบว่าในเถ้าชานอ้อยมีปริมาณซิลิกาอยู่สูงถึงร้อยละ 56-75 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังประกอบไปด้วยแร่ธาตุอื่นๆ ซิลิกาในเถ้าชานอ้อยนั้นอยู่ในรูปของแข็งและมีขนาดเล็กจึงทำให้ซิลิกานั้นมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง สามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับ [2] นอกจากนี้ซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์สูง สามารถนำมาเตรียมซิลิกอนบริสุทธิ์ใช้ในเซลล์แสงอาทิตย์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไนไตรด์ ใช้ในอุตสาหกรรมแก้วและเซรามิกส์ สารตัวเติมในอุตสาหกรรมยาง และผลิตซิลิกาเจลดูดความชื้น เป็นต้น ในโครงการวิจัยนี้สนใจเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์สูงจากเถ้าชานอ้อยเพื่อประยุกต์เป็นตัวดูดซับยาปราบวัชพืชไกลโฟเซต

2.4 ไกลโฟเสต (glyphosate)

ไกลโฟเซตผลิตครั้งแรกโดยบริษัทมอนซานโต้ในปี 1970 และใช้อย่างแพร่หลายเพื่อปราบวัชพืชปัจจุบันมีผลิตภัณฑ์ของไกลโฟเซตหลากหลายยี่ห้อวางจำหน่ายในท้องตลาด ไกลโฟเซตตกค้างในดินสูง (soil adsorption coefficient = 61g/cm^3) [14] และมีความสามารถละลายในน้ำได้สูงเช่นกัน (11.6 g/L ที่ 25^{o}C) ไม่สลายตัวเนื่องจากแสงแดด และมีช่วงค่าครึ่งชีวิตในดินเท่ากับ 44-60 วัน [15] ซึ่งการสลายตัวของ

ไกลโฟเซตเป็นไปได้เพียงวิธีเดียวโดยการย่อยสลายด้วยจุลชีพในบริเวณนั้น ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และอะมิโนเมธิลฟอสฟอนิกแอซิด (aminomethylphosphonic acid) ซึ่งยังคงถูกดูดซับได้ดีในดิน และมีอัตราการสลายตัวช้า (2 mg/kg soil) ภายใน 42 วัน [16] ด้วยเหตุผลข้างต้นนี้ไกลโฟเซตจึงตกค้างในห่วงโซ่อาหารและระบบนิเวศ สามารถแพร่กระจายสู่มนุษย์โดยการบริโภคสัตว์น้ำ-พืชน้ำ พืชผักต่างๆ รวมกระทั่งน้ำดื่ม องค์การอนามัยโลก (WHO, 2015) ได้เปิดเผยว่าการสะสมของสารไกลโฟเซตในร่างกายมนุษย์เหนี่ยวนำให้เกิดเป็นโรคมะเร็ง และหากได้รับในปริมาณที่สูงจะก่อให้เกิดความเป็นพิษอย่างเฉียบพลันและถึงแก่ชีวิตได้ สารไกลโฟเซตละลายได้ดีในน้ำแล้วเกิดเป็นโมเลกุลที่มีประจุ การกำจัดสารไกลโฟเซตจะอาศัยกลไกการดูดซับระหว่างสารกับตัวดูดซับที่มีลักษณะความเป็นขั้วใกล้เคียงกัน [17]



ภาพที่ 2.2 แสดงโมเลกุลไกลโฟเซต

2.5 ไอโซเทอร์มการดูดซับ (Adsorption isotherm)[18, 19]

ไอโซเทอร์มการดูดซับ คือความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารที่ถูกดูดซับ (adsorbate) บนพื้นผิวของตัวดูดซับ (adsorbent) ที่ความดันและอุณหภูมิคงที่โดยไอโซเทอร์มการดูดซับมีหลายแบบ ได้แก่

2.5.1 ฟรอยลิชไอโซเทอร์ม (Freundlich isotherm)

เป็นแบบจำลองการดูดซับที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ถูกดูดซับ (X_m) ต่อหน่วยน้ำหนักของสารดูดซับ (m) กับความดันเหนือพื้นผิวของสารดูดซับ หรือ ความเข้มข้นที่สมดุลของตัวถูกละลายในสารละลายที่อุณหภูมิเดียวกัน (C_e) ฟรอยลิชไอโซเทอร์มนี้ใช้อธิบายทั้งการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมีโดยมีข้อแม้ว่าการดูดซับจะต้องเข้าสู่สมดุลและกระบวนการดูดซับนั้นจะต้องสามารถผันกลับได้

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

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) กับlog C_e จะได้กราฟเส้นตรงที่มีความชันเท่ากับ 1/n และจุดตัดแกน y เท่ากับ $\log K_F$ จากสมการจะเห็นได้ว่า เมื่อ C_eเพิ่มขึ้น

x/m เพิ่มขึ้นไปได้เรื่อย ๆ อย่างไม่มีขีดจำกัด ในความเป็นจริงนั้นตัวดูดซับจะมีความสามารถในการดูดซับสารอื่นได้เพียงแค่ระดับหนึ่งเท่านั้น (ดูดซับจนอิ่มตัว) การเพิ่มความดันหรือความเข้มข้นของสารดูดซับให้สูงขึ้นไปอีกจะไม่ทำให้ปริมาณสารที่ถูกดูดซับเอาไว้บนพื้นผิวเพิ่มขึ้นอย่างไม่มีขีดจำกัด ดังนั้นแบบจำลองของ Freundlich จึงมีปัญหาเมื่อพื้นผิวได้ทำการดูดซับสารเอาไว้จนใกล้จุดอิ่มตัว

2.5.2 แลงเมียร์ไอโซเทอร์ม (Langmuir isotherm)

แลงเมียร์ได้ปรับปรุงทฤษฎีความสัมพันธ์ของฟรอยลิชและสามารถอธิบายได้ดีกว่าทฤษฎีฟรอยลิช โดยมีหลักเกณฑ์ในการพิจารณาว่าในสภาวะความดันและอุณหภูมิคงที่ อนุภาคหรือโมเลกุลของสารมีความสามารถที่จะดูดซับบนพื้นผิวของแข็งที่ว่างอยู่โดยไม่ขึ้นกับพื้นที่ผิวที่ได้ดูดซับไปแล้วการดูดซับจะมีค่าสูงสุดที่ความเข้มข้นค่าหนึ่งเท่านั้นและจะมีค่าคงที่ไม่ว่าความเข้มข้นของสารจะเพิ่มขึ้นหรือไม่

ให้ Ø คือ ส่วนของตัวดูดซับที่ถูกปกคลุมด้วยตัวถูกดูดซับ เขียนความสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$Ø = N/N_m$$

เมื่อ N คือ จำนวนโมลของตัวถูกดูดซับต่อ 1 กรัมของตัวดูดซับที่ความเข้มข้น ณ สมดุล

N_m คือ จำนวนโมลของตัวถูกดูดซับต่อ 1 กรัมของตัวดูดซับ

$$Ø = K_L C_e/ (1/ K_L N_m) \quad \text{.....สมการที่ (2)}$$

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

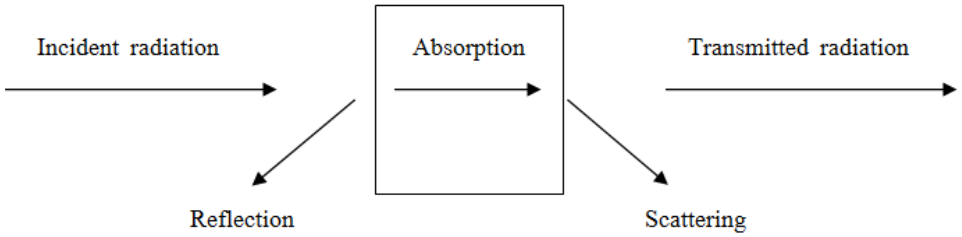
$$(C_e/ X/m) = (C_e/N_m) + (1/ K_L N_m) \quad \text{.....สมการที่ (4)}$$

เมื่อ K_L คือ ความจุในการดูดซับของแลงเมียร์

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

2.6 หลักการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารด้วยเทคนิคทางสเปกโตรโฟโตเมตริก [20]

รังสีอัลตร้าไวโอเลตและวิสิเบิลมีความยาวคลื่นช่วง 190 -800 นาโนเมตร สารประกอบเคมีสามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นนี้ได้ส่วนใหญ่เป็นสารประกอบอินทรีย์ และสารประกอบเชิงซ้อนทั้งที่มีสีและไม่มีสีแต่ในกรณีที่สารดังกล่าวเป็นสารประกอบที่มีสีจะเรียกเทคนิคนี้ว่าคัลเลอริเมตรี จากคุณสมบัติของแสงที่เป็นทั้งคลื่นและอนุภาคเมื่อแสงคลื่นที่อย่างต่อเนื่องเข้าชนกับสสารจะเกิดอันตรกิริยาระหว่างแสงกับสารหลายแบบ ดังแสดงในรูปภาพที่ 3



ภาพที่ 2.3 การเกิดอันตรกิริยาของสสารกับแสง

ถ้าให้แสงที่ส่องผ่านเข้าเครื่องกระจายแสงจะเห็นสเปกตรัมส่วนหนึ่งหายไป ซึ่งจะเรียกส่วนที่หายไปว่า Absorption spectra พลังงานที่ถูกดูดกลืนไปนั้นทำให้โมเลกุลเปลี่ยนระดับพลังงานจากสภาวะพื้นไปยังสภาวะเร้าและในการวัดปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนนั้น สามารถทำได้โดยให้ลำแสงผ่านสารแล้ววัดปริมาณของแสงที่ส่องผ่านออกมา โดยเทียบกับแสงที่ส่องผ่านโดยไม่มีสารตัวอย่าง และจาก Beer's law ที่กล่าวว่าปริมาณแสงที่ดูดกลืนไว้จะแปรผันตรงกับปริมาณความเข้มข้นของสารเมื่อเซลล์บรรจุสารคงที่ โดยค่าการดูดกลืนแสงของสารนั้นสามารถแสดงความสัมพันธ์ได้ดังสมการต่อไปนี้

$$A = abc$$

A= ค่าการดูดกลืนแสงของสาร (Absorbance)

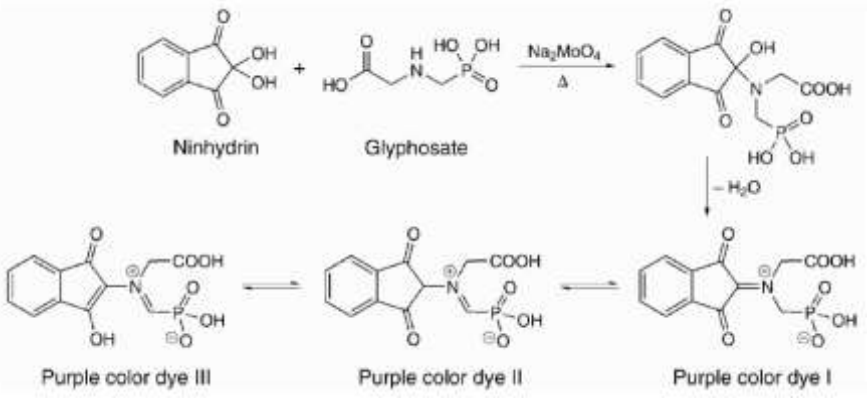
a = ความสามารถในการดูดกลืนแสง (Absorptivity)

b = ความยาวของเซล (Cell path length)หน่วยเซนติเมตร

c = ความเข้มข้นของสารที่ดูดกลืนรังสี (Concentration)หน่วย ppm

2.7 หลักการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรี [21]

การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรี จะอาศัยการปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน (ninhydrin) โดยมีโซเดียมโมลิบเดตและความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจะเป็นสารประกอบที่มีสีม่วงสามารถดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตรได้ การหาปริมาณของไกลโฟเซตในสารตัวอย่าง จะเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารกับกราฟมาตรฐานที่สร้างขึ้น กลไกการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปภาพที่ 3



ภาพที่ 2.4 กลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Mayakaduwa, S.S.และคณะ (2016) ได้ศึกษาการดูดซับไกลโฟเซตด้วยถ่านชีวภาพ (biochar) จากโรงงานผลิตพลังงานชีวภาพ ผลการทดลองพบว่าการดูดซับสารไกลโฟเซตจะมีค่าสูงสุดที่ pH5-6 โดยจะเกิดการโปรโตเนตที่กลุ่มอะมิโนของโมเลกุลไกลโฟเซตเกิดเป็น ($-NH_2^+$) ที่สามารถจับกับ **ΠΠ**-electron บนผิวของถ่านชีวภาพได้ดี โดยประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตเท่ากับ 44 $mg.g^{-1}$[22]

Sheals, J. และคณะ (2002) ได้ศึกษาการดูดซับของไกลโฟเซตบน goethite (α-FeOOH) พบว่าการดูดซับไกลโฟเซตจะเกิดผ่านพันธะไฮโดรเจนของปลายด้าน phosphonate moieties เท่านั้น ส่วนปลายด้าน carboxylate ไม่มีส่วนเกี่ยวข้องกับการดูดซับ นอกจากนี้การดูดซับขึ้นอยู่ pH ของสารละลาย ที่ pH 3-6 หมู่เอมีนของไกลโฟเซตถูกโปรโตเนตเป็น NH_2^+ ซึ่งสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับกลุ่ม carboxylate หรือ phosphonateในโมเลกุลเดียวกันได้ ดังนั้นไกลโฟเซตจึงดูดซับบน goethite ผ่าน phosphonate moieties แบบโมโนเดนเทต ในกรณีที่ pH ของสารละลายเป็นกลางหรือที่ความเข้มข้นของไกลโฟเซตต่ำๆ จะเกิดการดูดซับของไกลโฟเซตบน goethite แบบไบเดนเทรต [23]

Yamaguchi, N.U. และคณะ (2016) ได้ทำการสังเคราะห์สารคอมโพสิท $MnFe_2O_4$-graphene โดยวิธี one-pot solvothermal route จากนั้นใช้ทดสอบการดูดซับสารไกลโฟเซตที่ 25^{o}C พบว่ากระบวนการดูดซับเข้าสู่สมดุลใช้เวลา 8 ชั่วโมง โดยประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตเท่ากับ 39 $mg.g^{-1}$จากไอโซเทอร์มการดูดซับแบบฟรอยดิชพบว่าการดูดซับสารไกลโฟเซตกระบวนการดูดซับสามารถเกิดขึ้นได้เอง มีการคลายความร้อน และเกิดได้ง่ายที่อุณหภูมิ 5-45^{o}C [24]

Carneiro, T.A.R. และคณะ (2015) ได้ทำการสังเคราะห์ biopolymeric membrane ที่เตรียมจากไคโตซาน (CS) และ alginate (AG) และใช้ในการดูดซับสารไกลโฟเซตพบว่าการดูดซับเข้าสู่สมดุลที่เวลา 4 ชั่วโมง โดยที่ CS มีประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตอยู่ที่ 10.88 $mg.g^{-1}$ ซึ่งมีประสิทธิภาพดีกว่า composite membrane ของ CS/AG ที่มีประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตอยู่ที่ 8.70$mg.g^{-1}$ [25]

Gromadskaya, L.I. และคณะ (2013) ได้ศึกษาการดูดซับไอออนฟอสเฟสบนอนุภาคนาโนของ Fe_2O_3/SiO_2โดยทำการเติมเหล็กบนซิลิกาด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มพบว่า ประสิทธิภาพการดูดซับมีค่าเท่ากับ 400-2000 $mg.g^{-1}$ซึ่งประสิทธิภาพดีกว่าการดูดซับบนFe_2O_3อย่างเดียว นอกจากนี้ยังพบว่าที่สภาพของสารละลายเป็นกรดและความเข้มข้นต่ำๆ ไอออนฟอสเฟสสามารถดูดซับของบน Fe_2O_3/SiO_2ได้ดีขึ้น [26]

Sophiphun, O. และคณะ (2015) ได้เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนตัวรองรับซีโอไลต์ โดยทำการเติมเหล็กด้วยวิธีการทำให้เอิ่มชุ่ม การแลกเปลี่ยนไอออนในสภาวะสารละลาย และการแลกเปลี่ยนไอออนในสภาวะของแข็ง พบว่าเหล็กที่เติมลงไปด้วยวิธีที่แตกต่างกันมีสภาวะออกซิเดชั่น และขนาดที่ไม่เหมือนกัน และเมื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเติมหมู่ไฮดรอกซิลบนฟีนอล พบว่าการเติมเหล็กลงบนตัวรองรับด้วยวิธีที่แตกต่างกันมีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา และความจำเพาะต่อผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้แตกต่างกัน [27]

จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าไกลโฟเซตสามารถดูดซับโดยใช้กลุ่ม phosphonate หรือ กลุ่มอะมิโนในโมเลกุลของไกลโฟเซตในการดูดซับขึ้นอยู่กับชนิดของตัวดูดซับ นอกจากนี้กระบวนการดูดซับไกลโฟเซตจะขึ้นอยู่กับสภาพความเป็นกรด-เบสของสารละลายและความเข้มข้นของไกลโฟเซต จากการทบทวนวรรณกรรมพบว่าการดูดซับไกลโฟเซตด้วยเหล็กที่รองรับบนซิลิกามีประสิทธิภาพการดูดซับดีกว่าตัวรองรับชนิดอื่น จึงเป็นที่น่าสนใจยิ่งในการศึกษาผลของวิธีการเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาในโครงการครั้งนี้

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 TELEDO
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 µL, 100-1000µL
2	stop watch	-
3	Syring filter	0.45µm
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	โคร่งบดสาร	

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

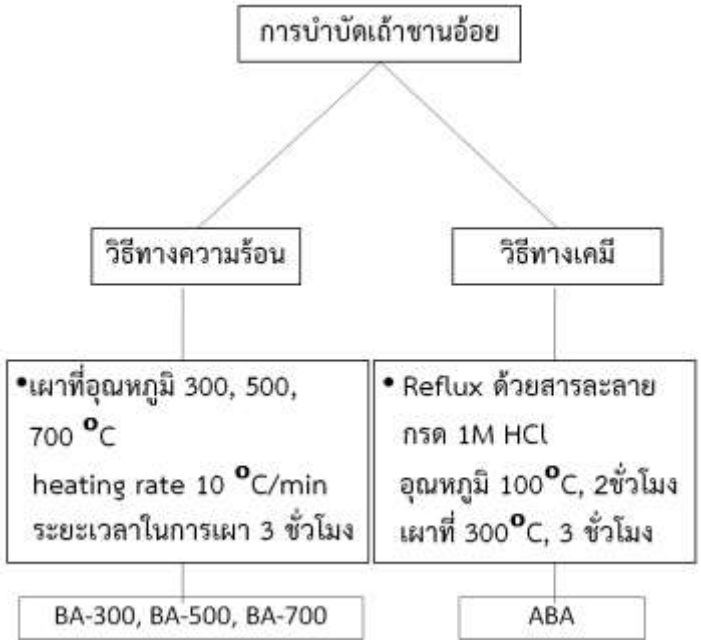
สารเคมีต่างๆที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่3.3

ตารางที่ 3.3 สารเคมีต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ที่	สารเคมี	บริษัท
1	98% H_2SO_4	ANaPURE®
2	37%v/v HCl	QRëC
3	99% w/w NaOH	Merck
4	99.5% glyphosate ($C_3H_8NO_5P$)	SIGMA-ALDRICH
5	99% ninhydrin ($C_9H_4O_3.H_2O$)	Ajax Finechem
6	99.5% sodium molybdate ($Na_2MoO_4.2H_2O$)	Ajax Finechem
7	Charcoal activated powder (AC)	Applichem
8	ดินเหนียว (Clay)	ภายในมหาวิทยาลัยบูรพาวิทยาเขตสระแก้ว
9	Bagasse ash (เถ้าชานอ้อย)	โรงงานน้ำตาลและอ้อยตะวันออก จำกัด จ.สระแก้ว

3.3 การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีต่างๆ

เถ้าชานอ้อยรับมาจากโรงงานน้ำตาลและอ้อยตะวันออก จำกัด จ. สระแก้วมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีดำ ลำดับแรกทำการอบเถ้าชานอ้อยเพื่อไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำมาบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมี สรุปได้ดังแผนภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 แสดงแผนผังการบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมี

3.3.1 การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางความร้อน

ก) ชั่งเถ้าชานอ้อยหนัก 25.00 g ลงในถ้วย crucible3 ใบ บันทึกน้ำหนักเถ้าชานอ้อยก่อนทำการเผา

ข) นำเถ้าชานอ้อยในถ้วย crucible ไปเผาที่อุณหภูมิ 300°C โดยมีอัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ 10°C/min

ค) เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการ ทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นรอให้อุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง

ง) ทำการชั่งและบันทึกน้ำหนักเถ้าชานอ้อยหลังเผาด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง

จ) ข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์เถ้าที่เหลือ

ฉ) การทดลองนี้จะทำการเผาเถ้าชานอ้อยที่อุณหภูมิ 500 และ 700 °C ด้วยวิธีเดียวกันเพื่อเปรียบเทียบต่อไปเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนได้แก่ BA-300 BA-500 และ BA-700

3.3.2 การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางเคมี

การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางเคมีได้อ้างอิงจากงานของ Affandi และคณะ (2009) สรุปขั้นตอนการทดลอง ได้ดังนี้ [28]

ก) ชั่งเถ้าชานอ้อย 100 g ด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นเทลงในขวดก้นกลมขนาด 1000 mL

ข) ทำการรีฟลักซ์เถ้าชานอ้อยด้วยสารละลาย 1M HCl ปริมาตร 1000 mL ที่อุณหภูมิ 80 °C นาน 3 ชั่วโมง

ค) ปล่อยให้สารผสมเย็นตัวลง แล้วจึงกรองเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ จากนั้นทำการล้างผ่านเถ้าชานอ้อยด้วยน้ำ DI จนเถ้าชานอ้อยที่ได้มี pH เท่ากับ 7

ง) ทำการอบเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดที่อุณหภูมิ 120 °C นาน 12 ชั่วโมง

จ) ทำการเผาเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดต่อที่อุณหภูมิ 300°C นาน 3 ชั่วโมง จะได้เถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางเคมี ABA

3.4 เตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน

เถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัด จะใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกาด้วยวิธีการละลายและตกตะกอนตามวิธีที่ดัดแปลงจากงานของ Rakmae and Wittayakun (2015) สรุปขั้นตอนได้ดังนี้ [29]

ก) ทำการชั่งเถ้าชานอ้อยหรือเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ ปริมาณ 72 g ลงในขวดพลาสติกขนาด 1000 mL

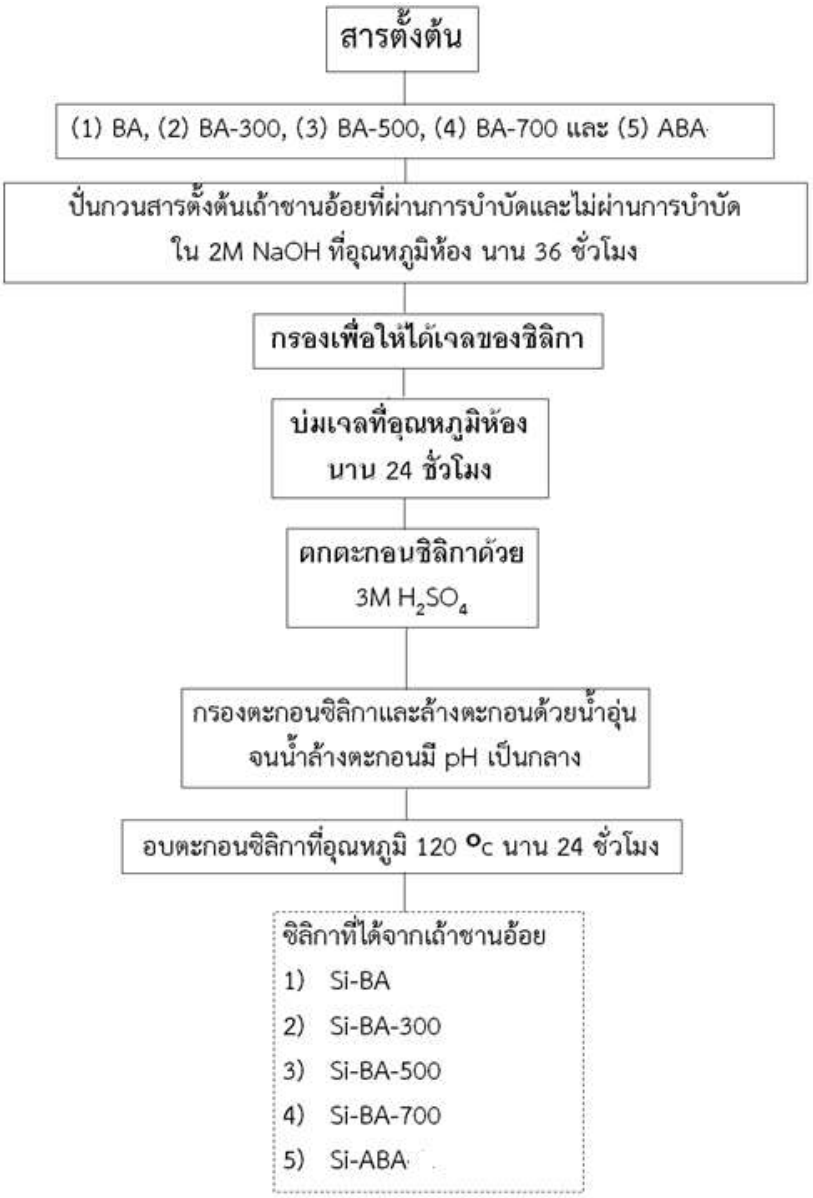
ข) ทำการเติมสารละลาย 2 M NaOH ปริมาตร 600 mL ลงในขวดพลาสติกข้อ ก)

ค) ทำการปั่นกวนของผสมด้วย hot plate stirrer อัตราการปั่นกวนเท่ากับ 300 rpm นาน 36 ชั่วโมง

ง) ทำการกรองแยกตะกอนของแข็งออกด้วยกรวยกรองสารจากนั้นนำสารละลายที่กรองได้มาปรับ pH ให้เป็น 11 ด้วยสารละลาย 3M H_2SO_4 ทำการตรวจวัดค่า pH โดยใช้แถบวัดค่า pH จากนั้นทิ้งสารละลายไว้ที่อุณหภูมิห้อง 12 ชั่วโมงสุดท้ายจะได้ซิลิกาเจล

จ) ทำการต้มซิลิกาเจลที่อุณหภูมิ 80 –90 °C แล้วปรับ pH อีกครั้งด้วยสารละลาย 3M H_2SO_4 ให้เป็น 10.5 ทิ้งไว้ที่ 30 นาทีซิลิกาเจลจะตกตะกอนเป็นซิลิกาอย่างสมบูรณ์

ฉ) ทำการปรับ pH ของสารละลายที่ได้ในข้อ จ) ให้เป็น 7 ด้วยสารละลาย 3M H_2SO_4นำสารละลายที่ได้ไปเซนทริฟิวส์ (Centrifuges) แยกตะกอนของซิลิกาออกมา จากนั้นนำตะกอนของซิลิกาไปอบที่อุณหภูมิ 150 °C นานข้ามคืน



ภาพที่ 3.2 แสดงแผนผังการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน

3.5 เตรียมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

การเติมโลหะเหล็กลงบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยนั้น ใช้ $FeSO_4.7H_2O$ เป็นสารตั้งต้นและซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเป็นตัวรองรับโดยโลหะเหล็กจะเติมลงบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วย 3 ดังนี้

1) วิธีการทำให้เอิบชุ่ม (incipient wetness impregnation method)ทำการเติมโลหะเหล็กด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่ม (Incipient wetness impregnation) หยดสารละลาย $FeSO_4$ ที่มีปริมาณของเหล็กตามที่ต้องการลงบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่เตรียมได้ จากนั้นอบสารตัวอย่างให้แห้ง และเผาที่อุณหภูมิ 450 ^oC นาน 3 ชั่วโมง $FeSO_4$ จะถูกเปลี่ยนเป็น Fe oxide ตัวดูดซับที่เตรียมได้คือ Fe/Si-BA-300-IWI

2) วิธีการรีฟลักซ์ (reflux method) ทำการรีฟลักซ์ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยในสารละลาย $FeSO_4$ ที่อุณหภูมิ 80 ^oC จากนั้นทำการกรองตะกอนและล้างตะกอนของแข็งด้วยน้ำอุ่น อบที่ 120 ^oC นาน 12 ชั่วโมง $FeSO_4$ จะถูกเติมลงบนซิลิกาในรูปของโลหะเหล็ก ตัวดูดซับที่เตรียมได้คือ Fe/Si-BA-300-RF

3) วิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction)ทำการบด $FeSO_4$ กับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยนาน 20 นาที จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิสูง 450^{o}C นาน 6 ชั่วโมง $FeSO_4$ จะถูกเปลี่ยนเป็น Fe oxide ตัวดูดซับที่เตรียมได้คือ Fe/Si-BA-300-SSR

3.6 วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาและเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

1) วิเคราะห์โครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectrometry; XRD)
2) วัดพื้นที่ผิวและความพรุนของตัวอย่างด้วยวิธีการวัดไอโซเทอร์มการดูดซับไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption)
3) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างด้วยเทคนิคเอ็กเรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescence; XRF)
4) วิเคราะห์สภาวะออกซิเดชันของเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption; XANES)
5) วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชั่นของตัวอย่างสารปราบวัชพืชไกลโฟเซตด้วยเทคนิคอินฟาเรดสเปกโตสโคปี (FTIR)
6) วิเคราะห์ร้อยละโดยน้ำหนักซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆโดยการชั่งน้ำหนัก

3.7 ศึกษาการดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีและตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโตโฟโตมิเตอร์

ในการศึกษาการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตครั้งนี้ ตัวดูดซับที่สนใจศึกษามีดังต่อไปนี้ ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย (Si-BA) ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน (Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700) ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยกรด (Si-ABA) เหล็กบนตัวรองรับซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีการทำให้เอิบชุ่ม (Fe/Si-BA-300-IWI) เหล็กบนตัวรองรับซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีการรีฟลักซ์ (Fe/Si-BA-300-RF) และเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Fe/Si-BA-300-SSR) โดยสภาวะที่ทำการทดลองดูดซับ มีดังนี้ ปริมาณตัวดูดซับ 0.50 g สารละลายไกลโฟเซตเข้มข้น 65 ppm ปริมาตร 50 ml อัตราการเขย่า 300 รอบ/นาที อุณหภูมิที่ทำการทดลองเท่ากับอุณหภูมิห้อง ทำการเก็บตัวอย่าง ปริมาตร 1.5ml โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่างและกรองเอาตัวดูดซับออกโดยใช้หัวกรองไนลอน 0.45 ไมครอน จากนั้นปิเปตสารละลายตัวอย่างปริมาตร 1.5 ml ลงในหลอดทดลองเพื่อวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตต่อไป การเก็บตัวอย่างจะเก็บในระยะเวลาการดูดซับที่ 0.5 1 2 3 4 และ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ

3.8 ศึกษาผลของpH ของสารละลายไกลโฟเซตที่มีต่อประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซต

ศึกษาผลของ pH ของสารละลายไกลโฟเซตที่มีต่อประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย (Si-BA) ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อน (Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700) ซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยกรด (Si-ABA) จะทำการปรับ pH ของสารละลายไกลโฟเซตเป็น 4.11 7.10 และ 10.12 ตามลำดับด้วย 1 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ 1M ไฮโดรคลอริก และทำการทดลองการดูดซับที่สภาวะเดียวกับการศึกษาการดูดซับสารไกลโฟเซตของตัวดูดซับข้างต้น ที่เวลาการดูดซับ 1 ชั่วโมงเท่านั้น การ

ทดลองทุกครั้งจะมีสารละลายไกลโฟเซตที่ปราศจากการเติมตัวดูดซับใดๆ เพื่อใช้เป็นสารอ้างอิงในการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเซตที่ถูกดูดซับในช่วงเวลาต่างๆ

3.9 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต

3.9.1 การสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซต

กราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต เตรียมจากสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซต 500 ppm โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตปริมาตร 40 80 120 160 200 และ 240 ไมโครลิตรลงในหลอดทดลองขนาด 25 มิลลิลิตร จากนั้นเติม 5% w/v สารละลายนินไฮดริน และ 5% w/v สารละลายโซเดียมโมลิบเดต อย่างละ 1.0 มิลลิลิตรลงในหลอดทดลอง ปิดฝาหลอดทดลองให้สนิทแล้วนำไปอุ่นในอ่างน้ำร้อนอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสนาน 12 นาที สารละลายจะเปลี่ยนจากใสไม่มีสีเป็นสีม่วงของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไกลโฟเซตและนินไฮดริน ทิ้งให้สารละลายตัวอย่างเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารที่ความยาวคลื่น 570 nm โดยใช้สารละลายนินไฮดรินผสมกับสารละลายโซเดียมโมลิบเดตเป็น reagent blank สร้างกราฟมาตรฐานโดยพล๊อตความเข้มข้นของสารละลายกับค่าการดูดกลืนแสง

3.9.2 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่าง

สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่าง จะทำการเก็บตัวอย่าง ปริมาตร 1.5ml โดยใช้เข็มเก็บตัวอย่างและกรองเอาตัวดูดซับออกโดยใช้หัวกรองไนลอน 0.45 ไมครอน จากนั้นปิเปตสารละลายตัวอย่างปริมาตร 1.5 ml การเก็บตัวอย่างจะเก็บในระยะเวลาการดูดซับที่ 1 2 3 4 และ6 ชั่วโมง ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายตัวอย่างมาทำปฏิกิริยากับสารนินไฮดรินตามขั้นตอนเดียวกันกับการสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซตหัวข้อ 3.8.1 สารละลายสีม่วงของตัวอย่างที่ได้จากการทำปฏิกิริยาจะนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างนำมาเทียบกับกราฟมาตรฐานเพื่อคำนวณปริมาณไกลโฟเซต [21]

บทที่ 4
ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

4.1 ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

4.1.1 ลักษณะทางกายภาพของเถ้าชานอ้อย เถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ และซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย

ลักษณะทางกายภาพของเถ้าชานอ้อย (BA) แสดงดังภาพ 4.1 มีสีดำลักษณะเป็นผงหยาบ มีเศษชานอ้อยที่เผาไหม้ไม่สมบูรณ์ปนมาด้วย เมื่อนำไปบำบัดโดยการเผาที่อุณหภูมิ 300, 500 และ 700°C พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีสีจางลงตามลำดับ ระดับของความเข้มของสีบ่งบอกถึงปริมาณสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบในเถ้าชานอ้อย การเผาเถ้าชานอ้อยภายใต้บรรยากาศออกซิเจนจะปลดปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เถ้าที่เหลือจะมีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกาและแร่ธาตุเจือปนต่างๆ สำหรับเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยกรด พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ ABA มีลักษณะเป็นผงละเอียดกว่า BA และยังคงมีสีดำ เมื่อนำเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทั้งสองมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกา พบว่าได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงละเอียด สีขาว แสดงดังรูปที่ 1 โดยร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้แสดงดังตารางที่ 1 จะเห็นได้ว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัดพบว่าร้อยละผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 8.39+0.24 โดยน้ำหนัก เมื่อทำการบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 300-500^{o}C จากนั้นนำมาเตรียมเป็นซิลิกาพบว่า ร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 7.46+1.35 -8.58+0.91 โดยน้ำหนัก กล่าวได้ว่าการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยความร้อนให้ผลไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัด เมื่อพิจารณาซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางเคมี พบว่าร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้เพิ่มขึ้นเป็น 15.01+1.64 โดยน้ำหนัก พจนพร และคณะ (2557) ได้ศึกษาลักษณะทางกายภาพของเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่แช่กรดด้วยเทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอน พบว่าเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการแช่กรดจะมีลักษณะรูปร่างที่ไม่แน่นอน พื้นผิวขรุขระ มีรูพรุนกระจายอยู่โดยทั่ว [30] เมื่อนำไปเตรียมซิลิกาพบว่าองค์ประกอบที่เป็นแร่ธาตุต่างๆ เช่น Al, Fe, K, Ca, Ti, Mg, P และ Na เป็นต้น ถูกชะล้างออกไปทำให้ร้อยละผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้เพิ่มขึ้น โดยผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในวัสดุต่างๆ แสดงในหัวข้อถัดไป

ภาพที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของวัสดุต่างๆ ได้แก่ BA BA-300 BA-500 BA-700 ABA Si-BA Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700 และ Si-ABA

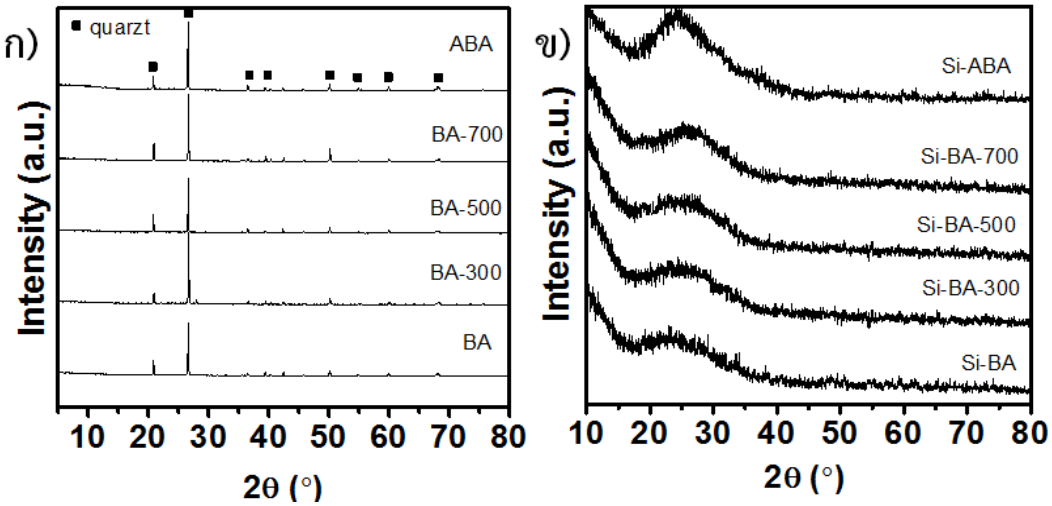
ตารางที่ 4.1 ร้อยละของผลิตภัณฑ์ซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ

Sample / %w/w	Si-BA	Si-BA-300	Si-BA-500	Si-BA-700	Si-ABA
% Yield of SiO_2	8.39+0.24	7.46+1.35	8.58+0.91	7.82+0.78	15.01+1.64

4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของตัวอย่างด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectrometry; XRD)

เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของเถ้าชานอ้อย ได้แก่ BA BA-300 BA-500 BA-700 ABA และซิลิกาที่ได้จากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมี ได้แก่ Si-BA Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700 Si-ABA นำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) โดย XRD แพทเทิร์นดังแสดงในภาพที่ 4.3 ก) ของตัวอย่าง BA BA-300 BA-500 BA-700 และ ABA โดยทุกตัวอย่างพบพีคสำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 20.91° 26.60° 36.59° 39.48° 40.35° 42.49° 45.88° 50.26° 54.90° และ 60.05° ซึ่งเป็นเอกลักษณ์ทางโครงสร้างของซิลิกาในรูปควอทซ์ [31] เมื่อบำบัด BA ด้วยความร้อนที่สูงขึ้น ความเข้มของพีคควอทซ์ก็ชัดเจนยิ่งขึ้น เนื่องจากสารไฮโดรคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบของ BA ถูกกำจัดออก ทำให้ตัวอย่างมีเปอร์เซ็นต์ของควอทซ์เพิ่มสูงขึ้น สำหรับตัวอย่าง ABA ซึ่งผ่านการบำบัดด้วยสารละลายกรด จากนั้นทำการเผาต่อที่อุณหภูมิ 300 ^{o}C นาน 3 ชั่วโมง เมื่อเปรียบเทียบความชัดของพีค XRD พบว่าตัวอย่าง ABA มีความชัดเจนมากกว่าตัวอย่าง BA-300 ในทุกตำแหน่ง ดังนั้นการบำบัดเถ้าชานอ้อยโดยวิธีทางเคมีร่วมกับความร้อนนั้น สามารถกำจัดสารไฮโดรคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบใน BA ได้ดีกว่าการบำบัดด้วยความร้อนเพียงวิธีเดียว เมื่อนำเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทั้ง 2 มาเตรียมซิลิกาด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน ได้ XRD แพทเทิร์นดังแสดงในภาพที่ 4.3 ข) โดยทุกตัวอย่างพบพีคฐานกว้างที่ตำแหน่ง

2θ ระหว่าง 20-30° ยืนยันเอกลักษณ์ของซิลิกาอสัณฐานที่มีอยู่ในโครงสร้างของตัวอย่างที่เตรียมได้ [32] สำหรับตัวอย่าง Si-ABA พบพีคของซิลิกาอสัณฐานที่ชัดเจนเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างอื่นๆ



ภาพที่ 4.2 XRD แพทเทิร์นของตัวอย่าง ก) BA BA-300 BA-500 BA-700 ABA ข) Si-BA Si-BA-300 Si-BA-500 Si-BA-700 Si-ABA

4.1.3 องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคเอ็กเรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescence; XRF)

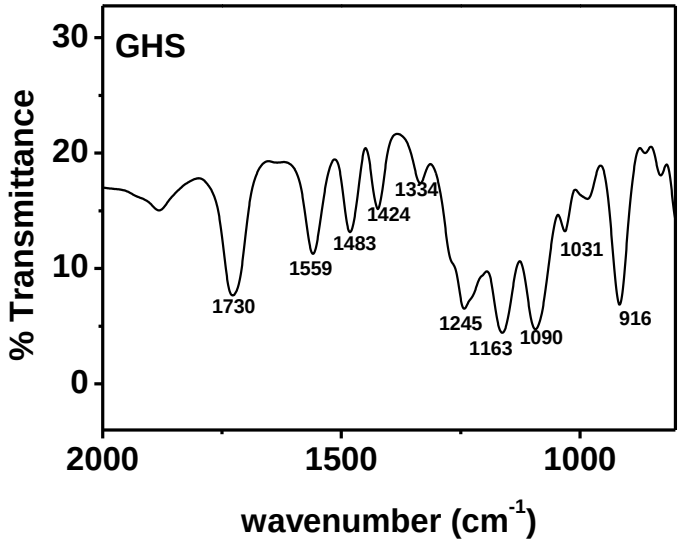
เถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมีนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกาด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อย แสดงดังตารางที่ 4.1 โดยซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัดและจากเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยความร้อนพบว่า มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบร้อยละ 79.85-80.21 โดยน้ำหนัก กล่าวได้ว่าการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่บำบัดด้วยความร้อนให้ผลไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญกับการเตรียมซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ไม่ผ่านการบำบัด เมื่อพิจารณาซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าชานอ้อยผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางเคมี พบว่าความบริสุทธิ์ของซิลิกาเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 88.96 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้แล้วยังพบว่าซิลิกาที่เตรียมได้ยังมีธาตุอื่นเจือปนดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 องค์ประกอบทางเคมีของซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยและร้อยละของซิลิกาที่เตรียมได้

Sample / %w/w	Si-BA	Si-BA-300	Si-BA-500	Si-BA-700	Si-ABA	SiO_2
SiO_2	78.17	79.85	82.97	80.21	88.96	99.09
Al_2O_3	12.74	12.07	10.62	13.09	5.70	0.11
Na_2O	8.07	6.55	5.45	6.01	4.53	0.30
MgO	0.030	0.195	-	-	0.106	0.044
K_2O	0.475	0.450	0.433	0.433	0.177	-
CaO	0.050	0.417	0.105	0.048	0.243	0.163
P_2O_5	0.016	0.007	0.020	0.015	0.005	-
FeS	0.170	0.138	0.093	0.080	0.050	0.217
Fe_2O_3	0.105	0.0137	0.099	0.019	0.157	0.00
MnO_2	0.011	0.013	-	-	-	-
NiO	-	0.009	0.006	0.005	0.006	-
ZnO	0.017	0.039	0.033	0.012	0.013	0.003
PbO	0.020	0.036	0.108	0.015	0.012	0.009
Rb_2O	0.007	-	0.007	0.004	-	-
Cl	0.057	0.056	0.053	0.035	0.058	0.041

4.1.4 ผลการวิเคราะห์ฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเปกตราของตัวดูดซับไกลโฟเซต

เอกลักษณ์ทางโครงสร้างของสารไกลโฟเซตซึ่งจะทดสอบการดูดซับในงานวิจัยนี้ สามารถยืนยันได้ด้วยเทคนิคฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเปกโตรสโคปี ได้สเปกตราดังภาพที่ 5 รายละเอียดการสั่นของพันธะในสารไกลโฟเซตแสดงดังตารางที่ 3 ผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Habekost (2015) [33]



ภาพที่ 4.3 ฟูเรียทรานฟอร์มอินฟาเรดสเปกตราของตัวดูดซับไกลโฟเซต

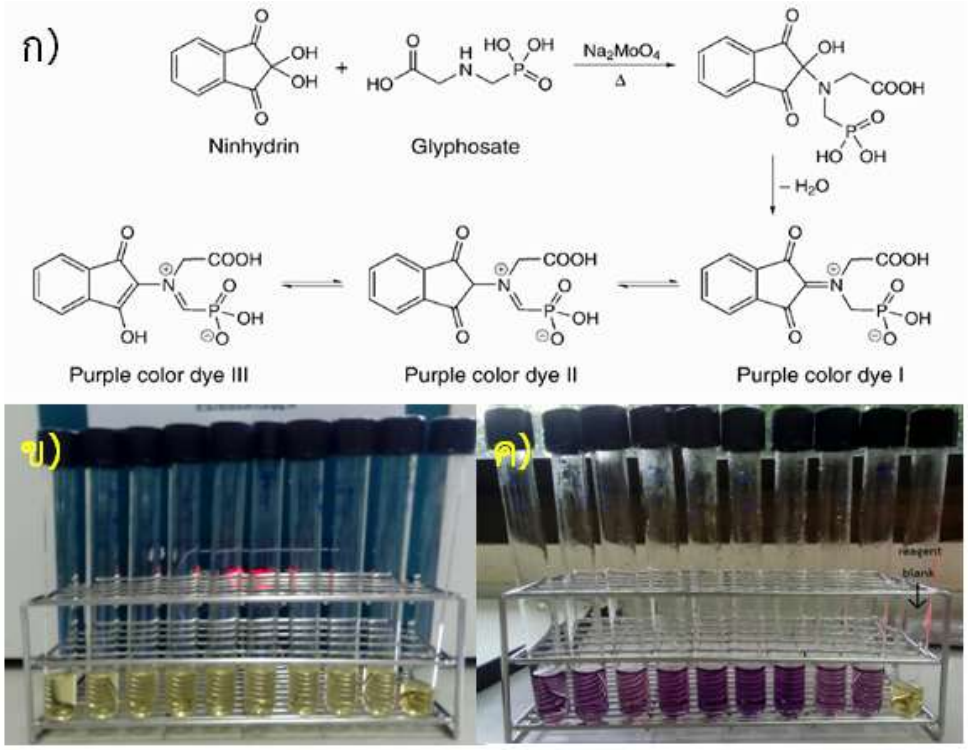
ตารางที่ 4.3 รายละเอียดพีค FTIR สำหรับสารไกลโฟเซต

ชนิดพันธะ	ตำแหน่งการสั่นของพันธะ (cm^{-1})	ชนิดพันธะ	ตำแหน่งการสั่นของพันธะ (cm^{-1})
CCNC	916	CH_2-deformations	1334
CCNC skeleton vibration	1031	CO and OH of H-bonded COOH	1424
$P\text{-}O^-$	1090	NH_2 deformations	1483
P-OH	1163	NH_2 deformations	1559
CH_2-group	1245	C=O of free COOH	1730

4.2 ผลการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีโดยเทคนิคการวัดค่าการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิล

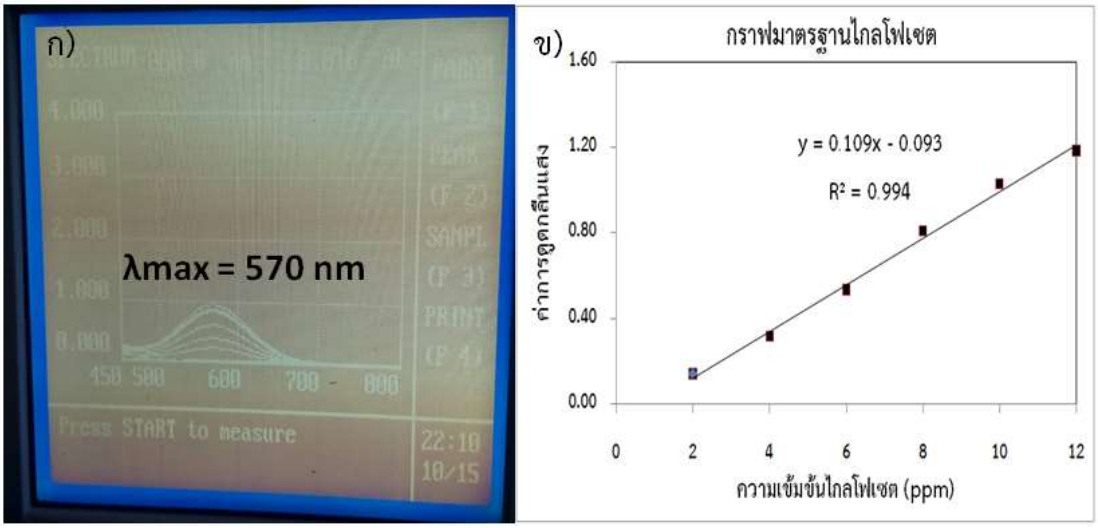
การศึกษาครั้งนี้ทำการวิเคราะห์ไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอริเมตรี ขั้นตอนการวิเคราะห์อ้างอิงตามงานของ Tzaskos และคณะ (2012) [21] ดังแสดงในรูปภาพที่ 6 ก) โดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตกับสารละลายนินไฮดริน ซึ่งมีโซเดียมโมลิบเดตและความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ก่อนให้ความร้อนกับสารละลายผสม สารละลายผสมจะมีสีเหลืองดังแสดงในรูปภาพที่ 6 ข) หลังทำการให้ความร้อนเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นสารประกอบสีม่วงดังแสดงในภาพที่ 6 ค) ทำการวัดปริมาณการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิลด้วยเครื่อง T80+ UV-Visible spectroscopy (PG Instrument Ltd.) สามารถดูดกลืนแสงได้สูงสุดที่ความยาวคลื่น 570 nm



ภาพที่ 4.4 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรี ก) ภาพแสดงปฏิกิริยาระหว่างไกลโฟเซตกับสารละลายนินไฮดรินอ้างอิงจาก Tzaskos *et al.,* (2012) ข) สารละลายผสมระหว่างตัวอย่าง+สารละลายนินไฮดริน+สารละลายโซเดียมโมลิบเดตก่อนการต้ม ค) สารละลายผสมระหว่างตัวอย่าง+สารละลายนินไฮดริน+สารละลายโซเดียมโมลิบเดตหลังการต้มที่ 80-90 ^{o}C นาน 12 นาที

4.2.2 กราฟมาตรฐานวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซต

การสร้างกราฟมาตรฐานไกลโฟเซตจะอาศัยวิธี External calibration curve โดยนำสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตเข้มข้น 500 ppm มาเจือจางที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีอ้างอิงตามงานของ Tzaskos และคณะ (2012) [21] นำสารละลายสีม่วงที่ได้มาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ได้สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ แสดงดังรูปที่ 7 ก) จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตแต่ละความเข้มข้นที่ความยาวคลื่น 570 nm มาพล็อตกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่เตรียมได้ ได้กราฟมาตรฐานไกลโฟเซตดังแสดงในรูป 7 ข) กราฟมาตรฐานที่ได้มีสมการเส้นตรงแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไกลโฟเซต (x) กับค่าการดูดกลืนแสงของสารที่ความเข้มข้นต่างๆ (y) สมการเส้นตรงมีค่าเท่ากับ y = 0.109x - 0.093 การวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายตัวอย่างนั้น จะนำค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่าง (y) มาเทียบและคำนวณจากสมการเส้นตรงที่ได้จากกราฟมาตรฐานเพื่อหาความเข้มข้นของไกลโฟเซตในสารตัวอย่าง (x)



ภาพที่ 4.5 ก) สเปกตรัมการดูดกลืนแสงในการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเซต ข) กราฟมาตรฐานไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นต่างๆ

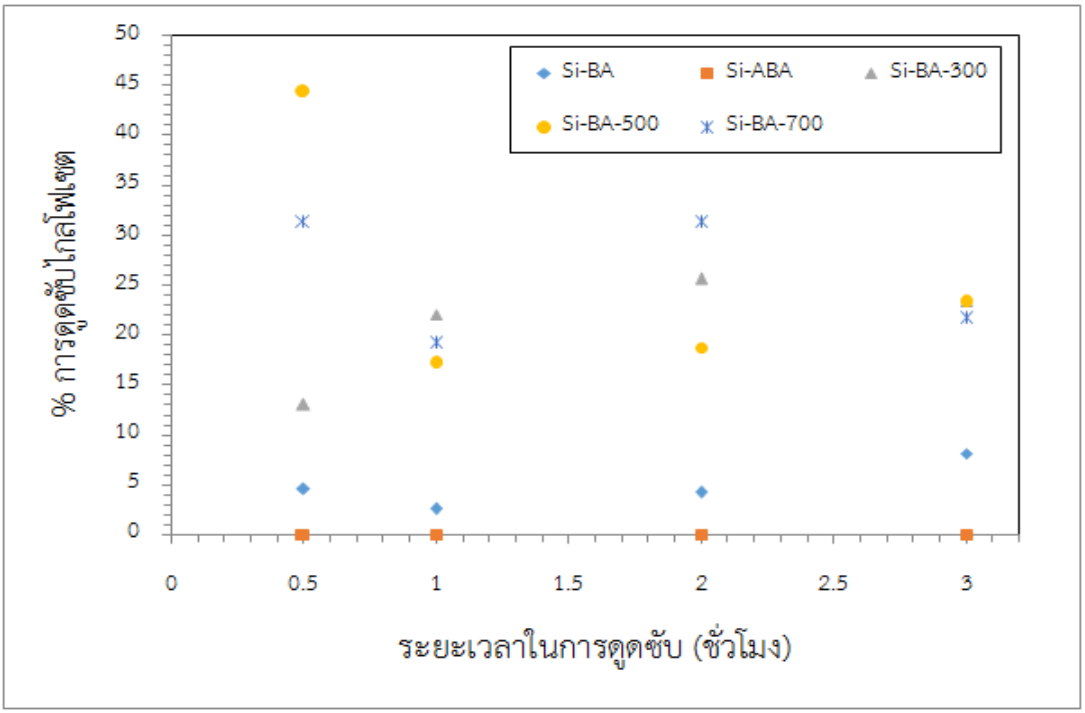
4.2.3 ผลการศึกษาการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ

จากการศึกษาการดูดซับไกลโฟเซตด้วยซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยและเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีต่างๆ ที่ระยะเวลา 0.5-3 ชั่วโมง ได้ผลแสดงดังตารางที่ 4 และภาพที่ 8 จากการทดลอง พบว่ากระบวนการดูดซับเข้าสู่สภาวะสมดุลที่ 2 ชั่วโมง โดยซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย Si-BA สามารถดูดซับไกลโฟเซตได้สูงสุดร้อยละ 4.28±0.14 เมื่อบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีทางเคมีและเตรียมเป็น Si-ABA พบว่าประสิทธิภาพในการดูดซับไกลโฟเซตหายไป สำหรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยความร้อนที่ 300 500 และ 700°c พบว่าประสิทธิภาพในการดูดซับไกลโฟเซตสูงสุดร้อยละ 25.62±0.00% 18.76±0.00% และ 31.29±0.00 ตามลำดับ จะเห็นว่าประสิทธิภาพการดูดซับไม่ต่างกันอย่างชัดเจน แต่อย่างไรก็ตามการบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยความร้อนสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตได้ ในขณะที่การบำบัดเถ้าชานอ้อยด้วยสารละลายกรดไม่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตได้ดังที่กล่าวแล้วข้างต้น เมื่อพิจารณาองค์ประกอบทางเคมีพบว่า การรีฟลักซ์เถ้าชานอ้อยด้วยสารละลายกรดเป็นการชะล้างโลหะที่เจือปนในเถ้าชานอ้อยออกไป จากการศึกษาของ Morillo และคณะ (1997) [34] พบว่าการดูดซับไกลโฟเซตบนวัสดุดูดซับที่มีโลหะเจือปนจะเกิดแรงดึงดูดที่แข็งแรงระหว่างโลหะเจือปนไกลโฟเซตแอนไอออน อย่างไรก็ตามการดูดซับยังขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของวัสดุดูดซับเช่นกัน

จากการทดลองพบว่า Si-BA-300 เป็นวัสดุดูดซับที่เหมาะสมที่สุด เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการดูดซับไม่แตกต่างอย่างชัดเจนกับ Si-BA-500 และ Si-BA-700 ทั้งนี้ขั้นตอนการเตรียม Si-BA-300 มีการใช้พลังงานที่น้อย ในงานวิจัยนี้จึงสนใจ Si-BA-300 เป็นวัสดุรองรับโลหะเหล็กเพื่อทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตในขั้นตอนถัดไป

ตารางที่ 4.4 ผลการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับชนิดต่างๆ Si-BA, Si-ABA Si-BA-300 Si-BA-500 และ Si-BA-700

เวลาในการดูดซับ (ชั่วโมง)	% การดูดซับไกลโฟเซต				
	Si-BA	Si-ABA	Si-BA-300	Si-BA-500	Si-BA-700
0.5	4.56±0.12	0	13.05±0.11	44.34±0.05	31.26±0.05
1	2.60±0.14	0	22.05±0.09	17.20±0.09	19.18±0.05
2	4.28±0.14	0	25.62±0.00	18.76±0.00	31.29±0.00
3	8.16±0.12	0	23.39±0.05	23.33±0.00	21.68±0.00

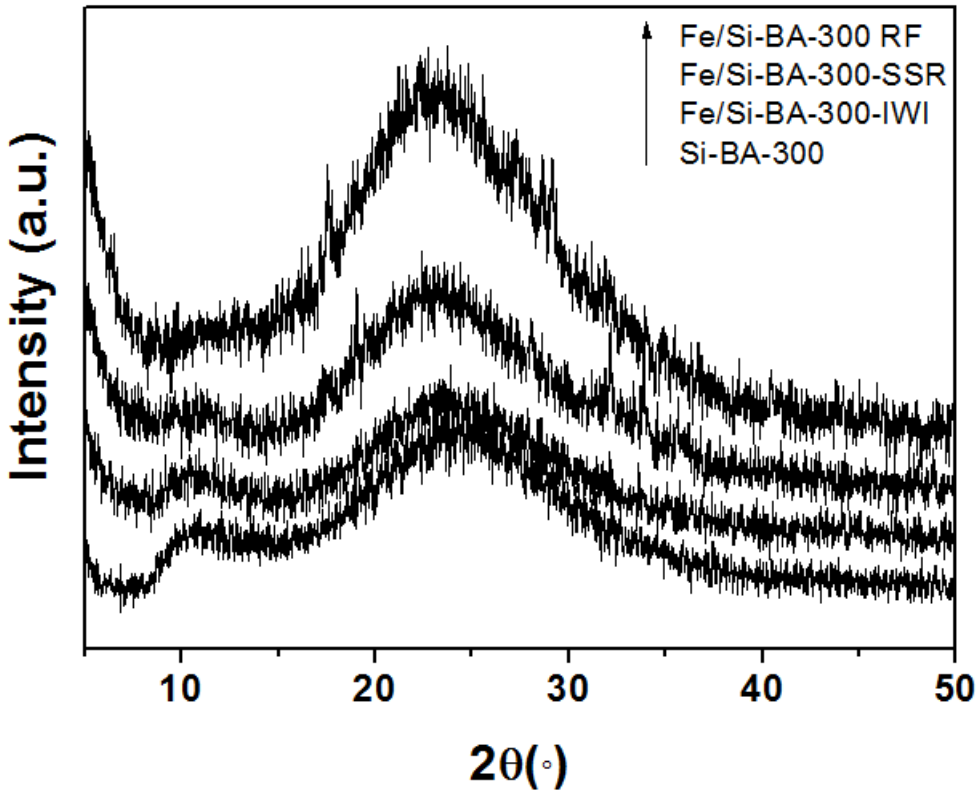


ภาพที่ 4.6 แสดงการดูดซับไกลโฟเซตที่ระยะเวลาต่างๆ ของตัวดูดซับ Si-BA Si-ABA Si-BA-300 Si-BA-500 และ Si-BA-700 (สภาวะการทดลอง; สารละลายไกลโฟเซต 50 ppm ปริมาตร 20 mL วัสดุดูดซับ 0.05 g อัตราการเขย่า 250 rpm)

4.3 ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

4.3.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction spectrometry; XRD)

Si-BA-300 นำมาใช้เป็นวัสดุรองรับโลหะเหล็ก โดยทำการเติมเหล็กด้วยวิธีที่แตกต่างกัน ดังนี้ 1) Incipient wetness impregnation (IWI) 2) Reflux (RF) และ 3) Solid state reaction (SSR) จากการวิเคราะห์เอกลักษณะทางโครงสร้างของตัวอย่างที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการหักเหของรังสีเอ็กซ์ แสดงดังภาพที่ 9 ทุกตัวอย่างพบพีคฐานกว้างที่ตำแหน่ง 2θ ระหว่าง 20-30° ยืนยันเอกลักษณ์ของซิลิกาอสัณฐานที่มีอยู่ในโครงสร้างของตัวอย่างที่เตรียมได้ [32] และโครงสร้างของซิลิกาไม่มีการเปลี่ยนแปลงหลังจากการเติมโลหะเหล็กด้วยวิธีต่างๆ



ภาพที่ 4.7 XRD แพทเทิร์นของวัสดุดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300°C

4.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคเอ็กเรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray fluorescence; XRF)

ตัวอย่างเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย โดยเติม $FeSO_4.7H_2O$ ลงบน Si-BA-300 ที่เตรียมได้ด้วยวิธีต่างๆ เมื่อนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีได้ผลแสดงดังตารางที่ 5 การเติมเหล็กด้วยวิธี IWI และ SSR พบเหล็กในรูปของ FeS เป็นหลัก ต่อเมื่อเติมเหล็กด้วยวิธี RF พบว่าเหล็กอยู่ในรูปของ Fe_2O_3 เป็นหลัก เมื่อ

พิจารณาร้อยละโดยน้ำหนักของเหล็กที่เติมลงบนซิลิกาด้วยวิธี IWI SSR และ RF มีค่าเท่ากับ 2.48 2.36 และ 2.55 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าปริมาณเหล็กบนตัวดูดซับมีค่าใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4.5 องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

Sample / %w/w	Si-BA-300	Fe/Si-BA-300-IWI	Fe/Si-BA-300-SSR	Fe/Si-BA-300-RF
SiO_2	79.85	75.28	77.02	79.54
Al_2O_3	12.07	12.58	11.65	11.56
Na_2O	6.55	7.43	6.85	4.33
MgO	0.195	0.026	0.027	-
K_2O	0.450	0.490	0.484	0.464
CaO	0.417	0.047	0.026	0.039
P_2O_5	0.007	0.015	0.010	0.010
Fe_2O_3	0.0137	0.288	0.288	3.42
MnO_2	0.013	0.013	0.015	0.014
NiO	0.009	-	0.005	-
ZnO	0.039	0.017	0.012	0.015
PbO	0.036	-	-	0.004
Rb2O	-	0.004	0.006	0.005
Cl	0.056	0.034	0.036	0.026
%w/w Fe	0.18	2.48	2.36	2.55

4.3.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและการกระจายตัวของรูพรุนของเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคการไอโซเทอร์มการดูดซับแก๊สไนโตรเจน

ในกระบวนการดูดซับนั้นพื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนเป็นปัจจัยที่สำคัญต่อประสิทธิภาพการดูดซับ งานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของตัวดูดซับด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน แสดงผลดังตารางที่ 6 จะเห็นได้ว่าตัวรองรับ Si-BA-300 มีพื้นที่ผิวสูงถึง 135.92 $m^2.g^{-1}$ เมื่อทำการเติมเหล็กลงบนซิลิกาที่ได้ด้วยวิธีทั้งสามที่แตกต่างกัน พบว่าพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของตัวดูดซับมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับ Si-BA-300 แต่อย่างไรก็ตามพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนของตัวดูดซับทั้งสามมีค่าไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน เมื่อพิจารณาปริมาณเหล็กที่เติมลงไปซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน กล่าวได้ว่าการเติมเหล็กด้วยวิธีทั้งสาม ทำให้เหล็กกระจายตัวดีบนตัวรองรับ Si-BA-300

ตารางที่ 4.6 แสดงร้อยละของโลหะเหล็ก พื้นที่ผิวหน้า และปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกา

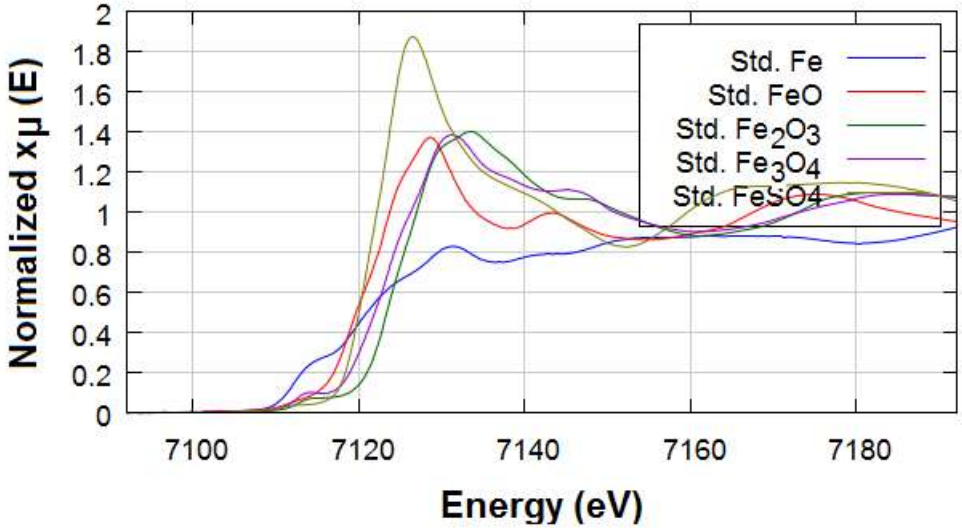
Properties	%Fe [a]	Surface area [b] ($m^2 .g^{-1}$)	Pore volume ($cm^3 .g^{-1}$)
Si-BA-300	0.18	135.92	0.7250
Fe/Si-BA-300-IWI	2.48	132.47	0.7168
Fe/Si-BA-300-SSR	2.36	130.63	0.7468
Fe/Si-BA-300-RF	2.55	133.86	0.8077

[a] analysis by x-ray fluorescence techniques

[b] analysis by N_2 adsorption-desorption isotherm

4.3.4 ผลการวิเคราะห์สภาวะออกซิเดชันของเหล็กบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (x-ray absorption techniques)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเติมเหล็กลงบนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยด้วยวิธีที่แตกต่างกัน โดยใช้ $FeSO_4.7H_2O$ เป็นสารตั้งต้น สภาวะออกซิเดชั่นของเหล็กบนตัวรองรับทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ โดยผู้วิจัยทำการวิเคราะห์สเปกตราการดูดกลืนรังสีของสารมาตรฐานผลแสดงดังรูปที่ 10 จะเห็นได้ว่าสารมาตรฐานเหล็กแต่ละชนิดมีรูปแบบสเปกตรัมที่แตกต่างกัน และมีค่าพลังงานไอออไนเซชันลำดับที่ 1ที่ K-edge ที่แตกต่างกัน



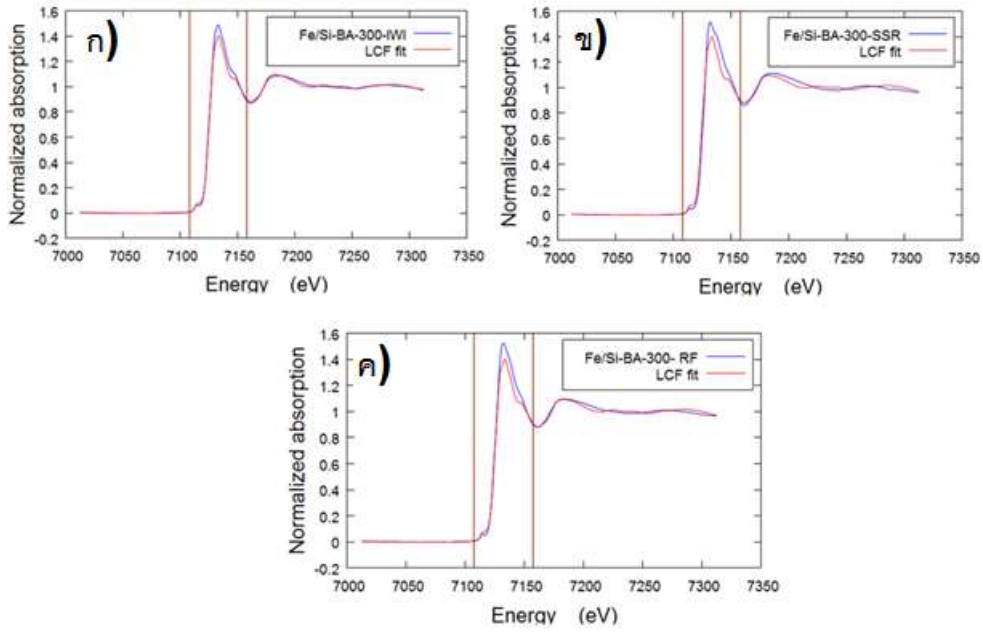
ภาพที่ 4.8 สเปกตราการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของสารมาตรฐานเหล็กต่างๆ ได้แก่ Fe (Fe^0) FeO (Fe^{+2}) Fe_2O_3 (Fe^{+3}) Fe_3O_4 ($Fe^{+2/+3}$) และ $FeSO_4$ (Fe^{+})

จากนั้นผู้วิจัยทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF ทำการเทียบสเปกตราตัวอย่างที่วิเคราะห์ได้กับสารมาตรฐานด้วยวิธี linear combination fitting ด้วยโปรแกรม Atena ได้ผลดังภาพที่ 11 ผลการเทียบพบว่ามีความน่าเชื่อถูกสูงค่า R-factor และ Chi-square บ่งบอกถึงความน่าเชื่อถือของข้อมูลที่วิเคราะห์ได้มีค่าต่ำ สรุปผลการวิเคราะห์ได้ดังตารางที่ 7 พบว่าเหล็กบนตัวดูดซับทั้งสามที่เตรียมได้จากวิธีการที่แตกต่างกันมีสภาวะออกซิเดชันเดียวกัน คือ +3

ตารางที่ 4.7 แสดงผลการวิเคราะห์ออกซิชันของเหล็กบนตัวอย่างตัวดูดซับที่เตรียมได้ด้วยวิธี Linear combination fitting ด้วยโปรแกรม atena

Properties	Fe^{3+} ,a	R-factor	Chi-square
Fe/Si-BA-300-IWI	100%	0.0079	0.5429
Fe/Si-BA-300-SSR	100%	0.0220	1.6459
Fe/Si-BA-300-RF	100%	0.0165	1.2452

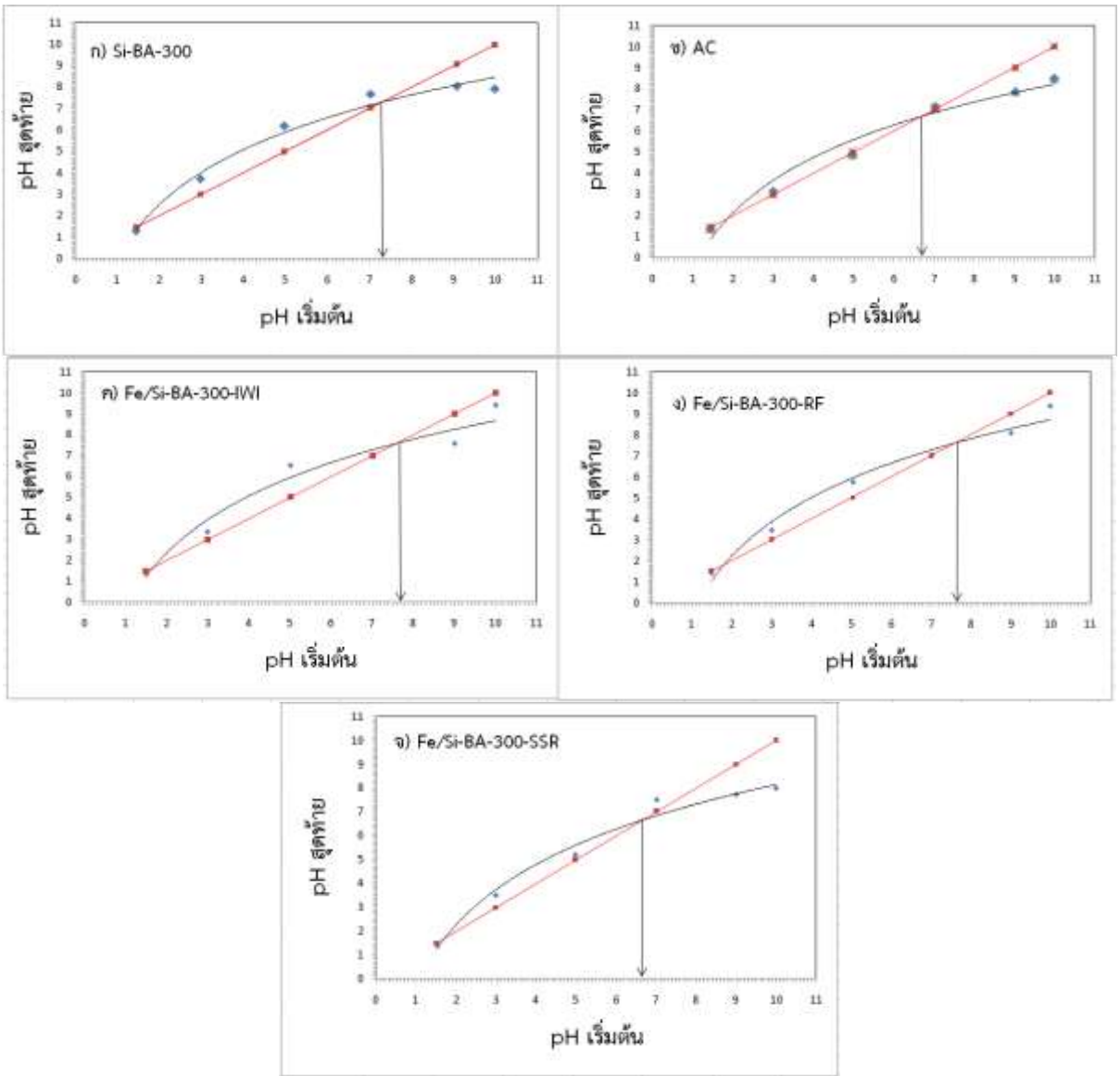
[a] Analysis by linear combination fitting using Athena programmed



ภาพที่ 4.9 สเปกตราการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ตัวอย่างตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF เปรียบเทียบกับสเปกตราที่เกิดจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี linear combination fitting

4.3.5 ผลการวิเคราะห์ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์ (pH_{PZC}) ของตัวดูดซับ

ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ทำการวิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method โดยกราฟแสดงค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์แสดงดังรูปภาพที่ 4.12 เส้นสีดำแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าพีเอชเริ่มต้นของสารละลายและพีเอชสุดท้ายของสารละลายหลังการกรองตัวดูดซับออก เส้นสีแดงแสดงถึงค่าพีเอชเริ่มต้นมีค่าเท่ากับพีเอชสุดท้าย โดยจุดตัดระหว่างเส้นสีดำและสีแดงคือค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ (pH_{PZC}) จากผลการทดลองพบว่าค่า pH_{PZC} ของ Si-BA-300 AC Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-RF และFe/Si-BA-300-SSR มีค่าเท่ากับ 7.3, 6.7, 7.7, 7.6, 6.6 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าเมื่อเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับ Si-BA-300 ด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่ม (IWI) และการรีฟลักซ์ (RF) ส่งผลให้ประจุบนพื้นผิวของวัสดุมีประจุบวกเพิ่มขึ้น โดยที่หากค่าพีเอชของสารละลายสูงกว่าค่า pH_{PZC} ของตัวดูดซับมีผลทำให้ผิวหน้าของตัวดูดซับนั้นมีประจุลบ ในทางกลับกันหากค่าพีเอชของสารละลายต่ำกว่า ค่า pH_{PZC} ของตัวดูดซับมีผลทำให้ผิวหน้าของตัวดูดซับนั้นมีประจุบวก โดยประจุบนผิวหน้าของตัวดูดซับมีผลต่อการดูดซับโมเลกุลหรือไอออนของไกลโฟเซตนั่นเอง



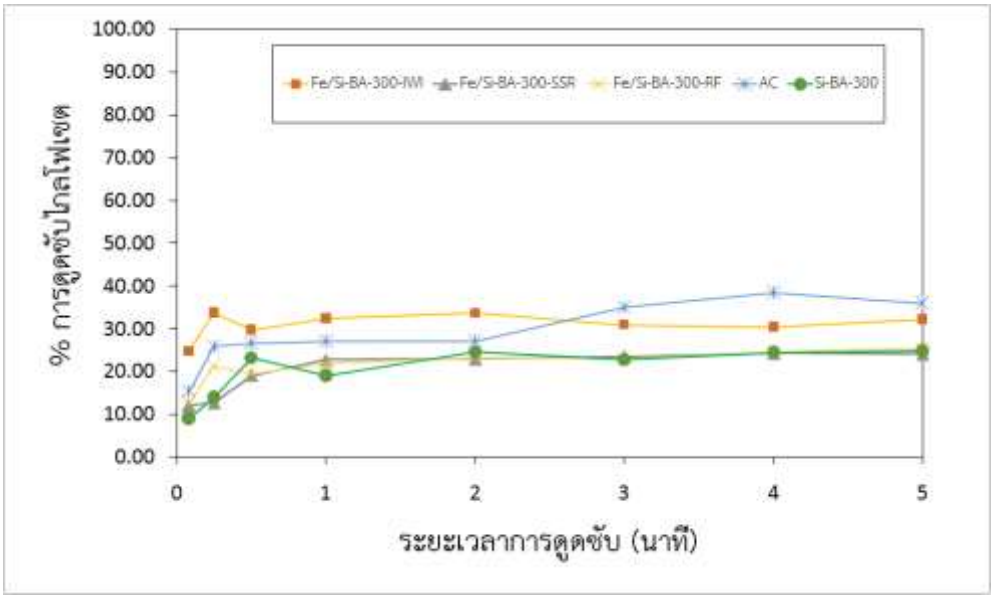
ภาพที่ 4.10 ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ของตัวดูดซับ Si-BA-300 AC Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF วิเคราะห์ด้วยวิธี pH Drift method

4.4 ผลการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.2.3 พบว่า Si-BA-300 เป็นตัวดูดซับไกลโฟเซตที่เหมาะสมที่สุด เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตผู้วิจัยทำการเติมโลหะเหล็กลงบน Si-BA-300 ด้วยวิธีที่แตกต่างกันดังนี้ 1) การทำให้เอิบชุ่ม 2) การรีฟลักซ์ 3) การเกิดปฏิกิริยาในสภาวะของแข็ง และศึกษาจลนพลศาสตร์การดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับที่เตรียมได้เปรียบเทียบกับ Si-BA-300 และ AC สภาวะการทดลองดูดซับเป็นดังนี้ ปริมาณตัวดูดซับ 0.05 g สารละลายไกลโฟเซตเข้มข้น 65 ppm ปริมาตร 20 ml อัตราการเขย่า 250 รอบ/นาที อุณหภูมิที่ทำการทดลองเท่ากับอุณหภูมิห้อง ผลการทดลองสรุปดังตารางที่ 4.8 จะเห็นได้ว่ากระบวนการดูดซับเริ่มต้นจะมีอัตราการดูดซับสูง จากนั้นอัตราการดูดซับจะคงที่ ณ เวลา 1 ชั่วโมง โดยเมื่อเติมเหล็กลงบนตัวรองรับ Si-BA-300 ประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI มีปริมาณการดูดซับสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุอื่นๆ เมื่อพิจารณาค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวของตัวดูดซับเป็นศูนย์ (pH_{PZC}) โดย Fe/Si-BA-300-IWI มี pH_{PZC} เท่ากับ 7.7 มากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวดูดซับชนิดต่างๆ เปรียบเทียบกับสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้นที่พีเอช 3.8 ดังนั้นประจุพื้นผิวของตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI จะมีค่าเป็นบวกมากที่สุดเมื่อแขวนลอยอยู่ในสารละลายไกลโฟเซต ในขณะเดียวกันกับที่โมเลกุลไกลโฟเซตจะมีประจุเป็นเป็นลบจากกลุ่มฟอสเฟต และคาร์บอนิล [17] จึงเกิดแรงดึงดูดอย่างรุนแรงกับประจุบวกของ Fe/Si-BA-300-IWI

ตารางที่ 4.8 ผลการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับชนิดต่างๆ Si-BA, Fe/Si-BA-300-IWI, Fe/Si-BA-300-RF, Fe/Si-BA-300-SSR และ AC

เวลาในการดูดซับ (ชั่วโมง)	**% การดูดซับไกลโฟเซต**				
	Si-BA-300	**Fe/Si-BA-300-IWI**	**Fe/Si-BA-300-RF**	**Fe/Si-BA-300-SSR**	**AC**
0.08	9.00±0.11	24.70±0.00	12.55±0.67	12.04±0.84	15.27±0.84
0.25	13.86±0.09	33.69±0.05	21.26±1.03	12.68±0.25	25.82±0.56
0.5	23.21±0.00	29.69±0.12	19.53±0.89	19.06±0.75	26.56±1.02
1	19.04±1.05	32.40±0.28	21.88±1.42	22.76±1.41	27.06±0.91
2	24.53±0.94	33.64±0.94	23.28±0.64	22.93±0.95	27.06±0.73
3	22.67±0.05	30.86±1.01	22.91±0.78	23.54±0.64	34.91±0.56
4	24.43±0.00	30.35±0.68	24.60±0.99	24.28±0.75	38.39±1.24
5	24.81±0.05	32.17±0.54	25.43±1.58	24.08±0.01	35.98±0.65



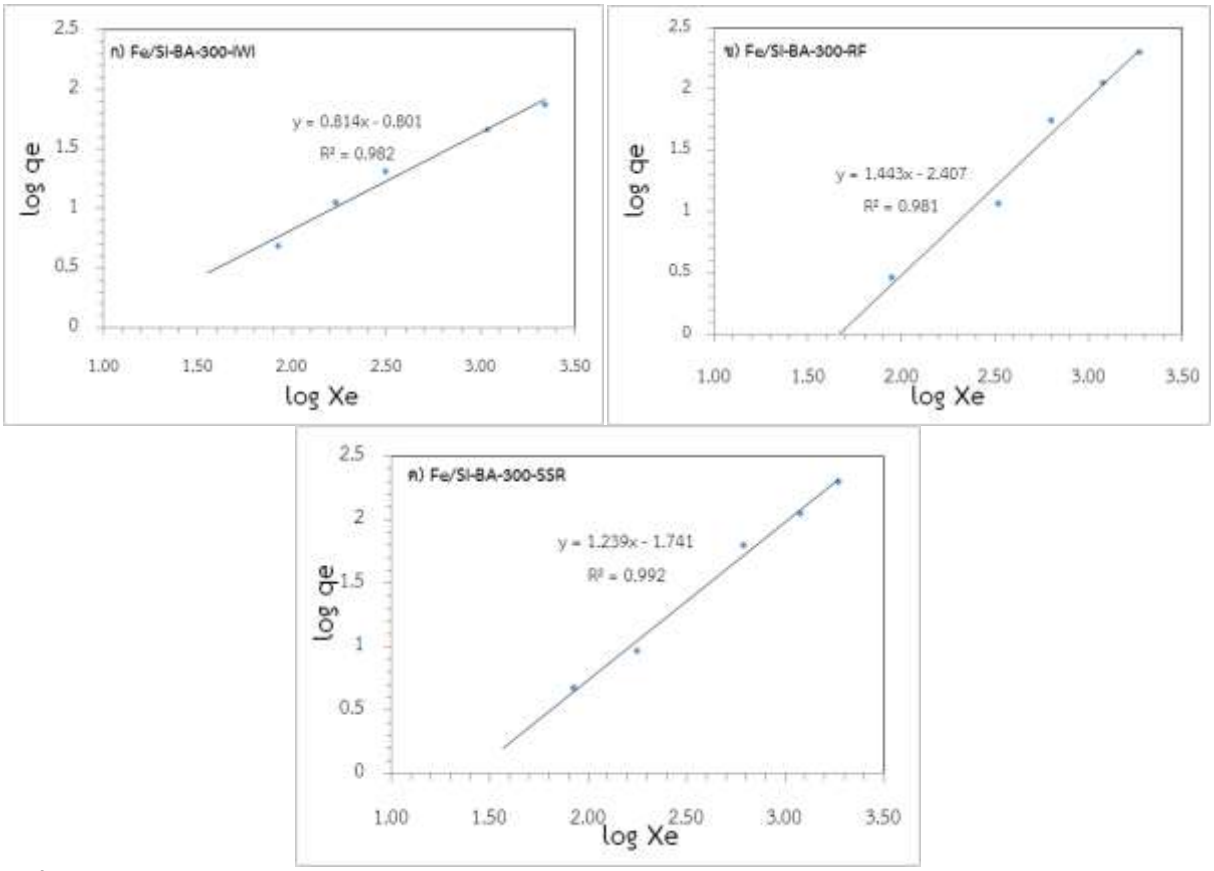
ภาพที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของร้อยละการดูดซับไกลโฟเซตกับระยะเวลาการดูดซับของตัวดูดซับ Si-BA-300, AC, Fe/Si-BA-300-IWI, Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF

4.5 ผลการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

ในงานวิจัยครั้งนี้จะศึกษาปริมาณสารไกลโฟเซตที่ถูกดูดซับ ณ สภาวะสมดุลที่อุณหภูมิคงที่ เรียกว่าไอโซเทอร์มการดูดซับ โดยผู้วิจัยทำการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่ระดับความเข้มข้น 50-2000 ppm ข้อมูลที่ได้นำมาพล็อตข้อมูลความสัมพันธ์ระหว่าง log qe และ log Xe กำหนด qe คือปริมาณไกลโฟเซตที่ถูกดูดซับต่อปริมาณตัวดูดซับ (mg/g) และ Xe คือปริมาณไกลโฟเซตที่เหลืออยู่ในสารละลายที่สภาวะสมดุล (mg/L) ดังภาพที่ 4.13 พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรง (R^2) มีค่ามากกว่า 0.98 ดังนั้น การดูดซับสารละลายไกลโฟเซตด้วยตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเป็นไปตามแบบจำลองของฟรอยลิช ค่าคงที่ K_F และ 1/n ได้มาจาก จุดตัดกราฟและความชันของกราฟที่ได้จากการกราฟ สรุปค่าคงที่ดังตารางที่ 4.7 โดยค่าคงที่ 1/n มีค่าระหว่าง 0-1 บ่งบอกถึงกระบวนการดูดซับทางเคมี ถ้าค่าคงที่ 1/n มีค่ามากกว่า 1 บ่งบอกถึงกระบวนการดูดซับผสมระหว่างการดูดซับทางเคมีและทางกายภาพ สำหรับค่าคงที่ K_F บ่งบอกถึงประสิทธิภาพการดูดซับ (Absorption capacity) [35]

จากภาพที่ 4.13 จะเห็นได้ว่าสารละลายไกลโฟเซตดูดซับบนตัวดูดซับตามแบบจำลองของฟรอยลิช โดยการดูดซับเกิดขึ้นบนผิวหน้าที่มีความแตกต่างกัน (heterogeneous surface) (Negm et.al., 2018) สำหรับตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI ที่สามารถดูดซับไกลโฟเซตได้ดีที่สุด มีค่าคงที่ $1/n < 1$ และค่าคงที่ K_F มีค่าสูงกว่าตัวดูดซับอื่นๆ สรุปได้ว่ากระบวนการดูดซับที่เกิดขึ้นระหว่างไกลโฟเซตและตัวดูดซับเป็นกระบวนการดูดซับทางเคมีซึ่งมีประสิทธิภาพการดูดซับที่สูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวดูดซับชนิดอื่นๆการเติมโลหะด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มนั้นมีข้อดีหลายประการ เช่น สามารถควบคุมปริมาณโลหะที่เติมลงบนตัวรองรับได้ดีเมื่อ

เปรียบเทียบกับวิธีรีฟลักซ์ นอกจากนี้ยังจัดเป็นวิธีที่มีขั้นตอนที่ไม่ซับซ้อน รวดเร็ว แต่อย่างไรก็ตามหากต้องการเติมโลหะในปริมาณที่สูงจะส่งผลต่อการกระจายตัวของโลหะบนตัวรองรับ และส่งผลต่อประสิทธิภาพของตัวดูดซับได้



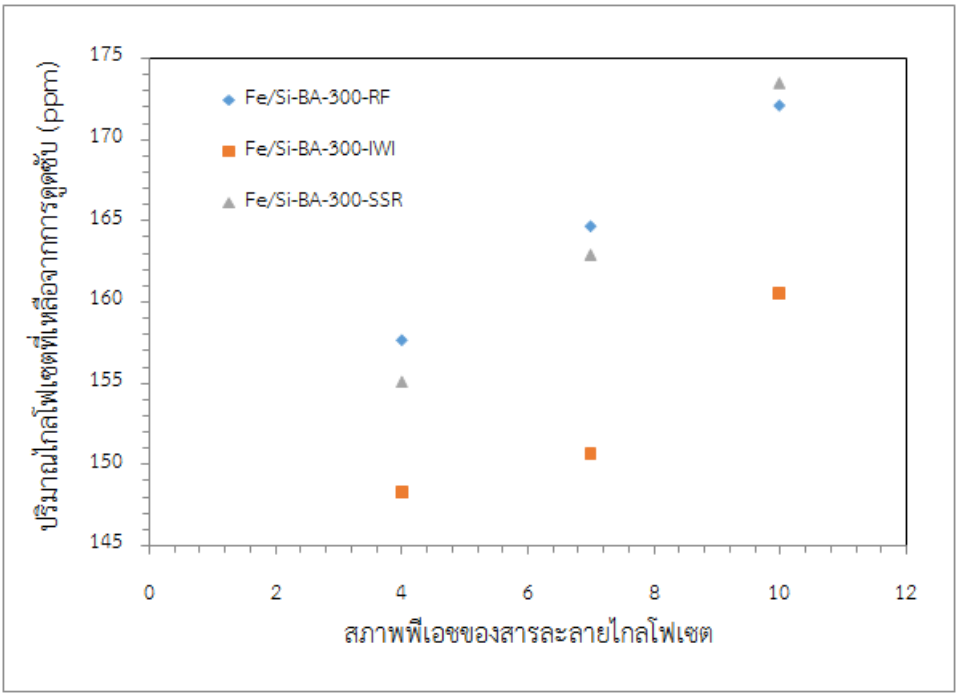
ภาพที่ 4.12 ไอโซเทอร์มการดูดซับแบบฟรุยดิชของตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF

ตารางที่ 4.9 แสดงค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรง (R^2) ค่าคงที่ 1/n และ K_F ของตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF

properties	R^2	1/n	K_F
Fe/Si-BA-300-IWI	0.982	0.814	0.1574
Fe/Si-BA-300-RF	0.981	1.443	0.0039
Fe/Si-BA-300-SSR	0.999	1.239	0.0182

4.6 ผลการศึกษาสภาพค่าพีเอชต่อกระบวนการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย

สภาพพีเอชของสารละลายไกลโฟเซตมีผลต่อประจุของโมเลกุลไกลโฟเซตและประจุบนผิวหน้าของตัวดูดซับ ทั้งนี้ผู้วิจัยได้ทดสอบการดูดซับไกลโฟเซตที่สภาวะพีเอชของสารละลายเริ่มต้นที่ 4-10 ผลการทดลองดังรูปภาพ 4.14 จะเห็นว่าหลังการดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI เป็นตัวดูดซับที่มีประสิทธิภาพดีที่สุดทุกสภาพพีเอชของสารละลาย เนื่องจากเหลือปริมาณไกลโฟเซตในสารละลายน้อยที่สุด ทั้งนี้ประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตสูงสุดเมื่อสภาพพีเอชของสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้นมีค่าต่ำ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Herath และคณะ (2016) ที่ศึกษาการดูดซับไกลโฟเซตด้วย biochar จากแกลบข้าว โดยพบว่าไกลโฟเซตดูดซับได้ดีที่สุดที่สภาพพีเอชของสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้นเท่ากับ 4 [17] ที่สภาพพีเอชต่ำๆ มีผลทำให้ประจุบนผิวหน้าของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยเป็นบวกเกิดแรงดึงดูดกับประจุลบของโมเลกุลไกลโฟเซต เมื่อเพิ่มพีเอชของสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้น พบว่าปริมาณไกลโฟเซตที่เหลือจากการดูดซับเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากเกิดแรงผลักกันระหว่างประจุลบบนผิวหน้าของตัวดูดซับกับประจุลบของโมเลกุลไกลโฟเซตนั่นเอง



ภาพที่ 4.13 ปริมาณไกลโฟเซตที่เหลือจากการดูดซับด้วยตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI Fe/Si-BA-300-SSR และ Fe/Si-BA-300-RF ที่สภาพพีเอชของสารละลายไกลโฟเซตตั้งต้นที่แตกต่างกัน

บทที่ 5
สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

เถ้าชานอ้อยเหลือทิ้งจากโรงงานอ้อยและน้ำตาลตะวันออกมีโครงสร้างเป็นควอทซ์ พบการเจือปนของโลหะต่างๆ เมื่อนำมาบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนและวิธีทางเคมีไม่ทำลายโครงสร้างของควอทซ์ในตัวอย่าง จากนั้นนำตัวอย่างที่ผ่านการบำบัดมาเตรียมเป็นซิลิกาด้วยวิธีการละลายและตกตะกอน พบว่าซิลิกาที่ได้จากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางเคมีมีเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้สูงสุดเท่ากับ 15.01±1.64% อีกทั้งยังมีการปนเปื้อนของโลหะน้อยที่สุด สำหรับซิลิกาที่ได้จากเถ้าชานอ้อยที่ผ่านการบำบัดด้วยวิธีทางความร้อนมีเปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้อยู่ในช่วง 7.46±1.35- 8.58±0.91% พบการปนเปื้อนของโลหะ จากนั้นทำการศึกษาจลนพลศาสตร์ในการดูดซับสารละลายไกลโฟเซต 50 ppm ที่อุณหภูมิห้อง ของตัวดูดซับดังนี้ Si-BA Si-ABA Si-BA-300 Si-BA-500 และ Si-BA-700 พบว่า การดูดซับเข้าสู่สมดุลที่เวลา 2 ชั่วโมง โดยประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเรียงลำดับจากมากไปหาน้อยได้ดังนี้ Si-BA-300 ≈ Si-BA-500 ≈ Si-BA-700> Si-BA >> Si-ABA โดย Si-BA-300 เป็นตัวดูดซับที่เหมาะสมที่สุด

จากนั้นทำการเติมโลหะเหล็กลงบนตัวรองรับ Si-BA-300 ด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 3 วิธีได้แก่ 1) วิธีทำให้เอิบชุ่ม (incipient wetness impregnation) 2) วิธีการรีฟลักซ์ (reflux) 3) วิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ปริมาณเหล็กที่เติมลงไปคิดเป็น 2.48, 2.55 และ 2.36 % โดยน้ำหนัก การเติมเหล็กด้วยวิธีทั้งสามไม่ทำลายโครงสร้างและความพรุนของตัวรองรับซิลิกา ซึ่งเหล็กมีสภาวะออกซิเดชันเท่ากับ +3 เมื่อทำการวิเคราะห์ค่าพีเอชที่ประจุพื้นผิวเป็นศูนย์ (pH_{pzc}) ของตัวดูดซับพบว่าการเติมโลหะเหล็กมีผลทำให้ค่า pH_{pzc} ของตัวดูดซับมีค่าเพิ่มขึ้น ยกเว้นตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-SSR เมื่อทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซต 50 ppm ที่อุณหภูมิห้องที่ระยะเวลาต่างๆ พบว่าการดูดซับเข้าสู่สมดุลที่เวลา 1 ชั่วโมง โดยประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับเรียงลำดับจากมากไปหาน้อยได้ดังนี้ Fe/Si-BA-300-IWI > Fe/Si-BA-300-SSR ≈ Fe/Si-BA-300-RF > Si-BA-300 โดย Fe/Si-BA-300-IWI มีประสิทธิภาพในการดูดซับไกลโฟเซตสูงสุดคิดเป็น 32% การดูดซับซึ่งมีค่ามากกว่า Si-BA-300 1.7 เท่า การเติมเหล็กลงบนตัวรองรับด้วยวิธีการทำให้เอิบชุ่มนั้นส่งผลให้ค่า pH_{pzc} ของวัสดุมีค่าเท่ากับ 7.7 สูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับการเติมเหล็กด้วยวิธีอื่นๆ เมื่อทำการดูดซับสารละลายไกลโฟเซตที่พีเอช 3.8 ส่งผลให้ประจุบนผิวหน้าของตัวดูดซับ Fe/Si-BA-300-IWI มีแนวโน้มเป็นบวกสูงเกิดแรงดึงดูดกับประจุลบของไกลโฟเซตได้อย่างดี สอดคล้องกับผลการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับโดย Fe/Si-BA-300-IWI เกิดผ่านกระบวนการดูดซับทางเคมี ทั้งนี้ประสิทธิภาพการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับเหล็กบนตัวรองรับซิลิกาจะสูงเมื่อสภาพพีเอชของสารละลายเป็นกรด

ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับการวิจัยในขั้นตอนต่อไป

นำซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยไปเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุที่มีพื้นที่ผิวและความพรุนสูงเพื่อรองรับโลหะเหล็กสำหรับพัฒนาเป็นแผ่นกรองสารละลายไกลโฟเซตต่อไป

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 229/2561 **โครงการวิจัย**ประเภท งบประมาณเงินรายได้จากเงินอุดหนุนรัฐบาล (งบประมาณแผ่นดิน) **ประจำปีงบประมาณ** พ.ศ. 2561 มหาวิทยาลัยบูรพา

ชื่อโครงการ ผลของวิธีการเติมโลหะเหล็กบนตัวรองรับซิลกาจากเถ้าชานอ้อยเพื่อดูดซับสารปราบวัชพืชไกลโฟเซต

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน ดร.อรสุรางค์ โสภิพันธ์

รายงานในช่วงตั้งแต่วันที่ 1 ต.ค. 2560 **ถึงวันที่** 30 กันยายน 2561

ระยะเวลาดำเนินการ 1 ต.ค. 2560 **ถึงวันที่** 30 กันยายน 2561

รายรับ

จำนวนเงินที่ได้รับ

งวดที่ 1 (50%) 121,500.00 บาท เมื่อวันที่ 1 ตุลาคม 2560

งวดที่ 2 (40%) 97,200.00 บาท เมื่อวันที่ 17 เมษายน 2560

งวดที่ 3 (10%) 27,000.00 บาท ยังไม่ได้รับ

รวม 245,700 บาท

รายจ่าย รายการ	งบประมาณที่ตั้งไว้ (บาท)	งบประมาณที่ใช้จริง (บาท)	จำนวนเงินคงเหลือ (บาท)
1. ค่าตอบแทน	27,000	27,000	-
2. ค่าจ้าง	-	-	-
3. ค่าวัสดุ	69,100	69,100	-
4. ค่าใช้สอย	146,400	146,400	-
5. ค่าครุภัณฑ์	-	-	-
6. ค่าใช้จ่ายอื่นๆ - ค่าธรรมเนียมอุดหนุนสถาบัน (10%) -ค่าสาธารณูปโภค	27,000 500	27,000 500	- -
รวม	270,000	270,000	-

(นางสาวอรสุรางค์ โสภิพันธ์)

ลงนามหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน

เอกสารอ้างอิง

[1] รายงานพื้นที่ปลูกอ้อยปีการผลิต 2558/59 โดยสำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาล

[2] 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

[3] Moises, M.P, Pereira da Silva, C.T, Meneguin, J.G., Girotto, E.M. and Radovanovic, E, Synthesis of zeolite NaA from sugarcane bagasse ash, Materials Letters (2013) 108: 243-246

[4] Hariharan, V. and Sivakumar, G, Studies on synthesized nanosilica obtained from bagasse ash, International Journal of Chem Tech Research CODEN(USA) (2013) 5: 1263-1266

[5] Slowing, I.I, Vivero-Escoto, J.L., Wu, C-W., Lin and V. S-Y, Mesoporous silica nanoparticles as controlled release drug delivery and gene transfection catrriers, Advanced Drug Delivery Reviews, 60; 1278-1288

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

[7] บทความเรื่อง “ยาฆ่าหญ้า ปีศาจเงียบทำร้ายผู้บริโภคและสิ่งแวดล้อม” เขียนโดยสุปางค์ ชาตุจินดา ลง วันที่ 9 มิถุนายน พ.ศ. 2558 สืบค้นจาก www.greenpeace.org วันที่สืบค้น 20 กันยายน พ.ศ. 2559

[8] บทความเรื่อง “โรงงานน้ำตาล” สืบค้นจาก www.vcharkarn.com วันที่สืบค้น 15 กันยายน พ.ศ. 2559

[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] 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 49thKasetsart University Annual Conference: Architecture and Engineering (2012) pp.89-95

[12] รัฐพล สมนา และ ชัย จาตุรพิทักษ์กุล. 2554. การใช้เถ้าชานอ้อยบดละเอียดเพื่อปรับปรุงกำลังอัดการซึมผ่านน้ำ และความต้านทานคลอไรด์ของคอนกรีตที่ใช้มวลรวมหยาบจากการย่อยเศษคอนกรีตเก่า. วารสารวิจัยและพัฒนา มจธ. 34(4):369-381.

[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] 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)
[15] Kollman, W. and R. Segawa, Interim report of the pesticide chemistry database. Environmental hazards Assessment Program (1995)
[16] 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 cittus orchard soils in china, Molecules (2015), 20; 1161-1175
[17] Herath, L., Mayakaduwa, S.S. and Vithanage, M., Potential of different biochars for glyphosate removal in water implications for water safety, 6th international conference on structure engineering and construction management 2015, pp. 163-168
[18] Bond, G.C., "Heterogeneous Catalysis: Principles and Applications" 2nd edition, Oxford University Press (1987) pp. 12-22
[19] Satterfield, C.N., "Heterogeneous Catalysis in Industrial Practice" 2nd edition, McGraw Hill, (1991) pp. 46
[20] รศ.ดร. แม้น อมรสิทธิ์และคณะ, “Principles and Techniques of Instrumental Analysis Spectroscopy” 1st edition, (2009) pp. 59-123
[21] 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
[22] Mayakaduwa, S.S., Kumarathilaka, P., Herath, I., Ahmad, M., Al-Wabel, M., Ok, Y.S., Usman, A., Abduljabbar, A. and Vithanage, M. Equilibrium and kinetic mechanisms of woody biochar on aqueous glyphosate removal, Chemosphere (2016), 144; 2516-2521
[23] Sheals, J., Sjoberg, S. and Persson, P., Adsorption of glyphosate on goethite: molecular characterization of surface complexes, ENVIRONMENTAL SCIENCE & TECHNOLOGY (2002) 36;3090-3095
[24] Yamaguchi, N.U., Bergamasco, R., Hamoudi, S. Magnetic MnFe2O4-graphene hybrid composite for efficient removal of glyphosate from water
[25] Carneiro, T.A.R., Taketa, T.B., Neto, R.J.G., Oliveira, j., Campos, E.V.R., Moraes, M.A.D., Silva, C.M.G.D., Beppu, M.M. and Fraceto, L.F., Removal of glyphosate herbicide from water using biopolymer membranes, Journal of Environmental Management (2015), 15; 353-360

[26] Gromadskaya, L.I., Romanova, I.V., Vyshnevskyi, O.A. and Kirillov, S.A., Near-stoichiometric adsorption of phosphate by silica gel supported nanosized hematite, Inorganic Chemistry (2013) 2013; 1-10

[27] Sophiphun, O., Föttinger, K., Loiha, S., Neramittagapong, A., Prayoonpokarach, S., Rupprechter, G. and Wittayakun, J., Properties and Catalytic Performance in Phenol Hydroxylation of Iron on Zeolite Beta Prepared by Different Methods, Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis (2015) 115; 549-561

[28] Affandi, S., H. Setyawan, S. Winardi, A. Purwanto and R. Balgis. 2009. A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash, Advanced Powder Technology. 20: 468-472.

[29] Rakmae, S., J. WIttayakun. 2015.The effect of gel volume in autoclave on the synthesis of mordenite from rice husk silica by hydrothermal method,Suranaree Journal of Science and Technology. 22: 83-91.

[30] พจนพร ฮวบเจริญเอกชัย วิมลมาลา และณรงศ์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ.2557.การบ่มสุกและสมบัติเชิงกลของวัสดุเชิงประกอบยางธรรมชาติที่มีซิลิกาจากเถ้าชานอ้อย ประชุมวิชาการระดับชาติ “วิทยาศาสตร์วิจัย” ครั้งที่ 6วันที่ 20-21 มีนาคม 2557.มหาวิทยาลัยบูรพา หน้า 64-70.

[31] Teixeira, S-R, Romero, M. and Rincón, J-M. (2010). Crystallization of SiO2-CaO-Na2O glass using sugarcane bagasse ash (SCBA) as ilica source, Journal of the American Ceramic Society. 93:450–455.

[32] Musić, S., Filipović-Vinceković, N. and Sekovanić, L. (2011). Precipitation of amorphous silica particles and their properties. Brazilian Journal of Chemical Engineering 28: 89 – 94.

[33] Habekost, A. (2015). Spectroscopic and Electrochemical Investigations of N-(Phosphonomethyl) glycine (glyphosate) and (Aminomethyl)phosphonic Acid (AMPA). World Journal of Chemical Education. 3;134-140.

[34] Morillo, E., T. Undabeytia and C. Maqueda. (1997). Adsorption of glyphosate on the clay mineral montmorillonite: Effect of Cu(II) in solution and adsorbed on the mineral, Environment Science Technology. 31: 3588-3592.

[35] Boparai, K.H., Jopseph, M. and O’ Carroll, D-M. (2011). Kinetics and thermodynamics of cadmium ion removal by adsorption onto nanozerovalent iron particles, Journal of Hazardous Materials. 186: 458-465.

ภาคผนวก

การเตรียมสารละลายต่างๆ

1. เตรียมสารละลาย 1M HCl

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

37% v/v HCl คิดเป็นความเข้มข้นกี่โมลาร์ (M)

จากสูตร $\mathrm{M} = \frac{10\%\mathrm{D}}{\mathrm{MW}}$

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

$$= 11.97\ \mathrm{M}$$

ทำการเจือจางสารละลาย 11.97M HCl ให้มีความเข้มข้น 1M HCl ปริมาตร 1000 mL

จากสูตร $C_1V_1 = C_2V_2$

กำหนด C1 คือ ความเข้มข้นสารละลายก่อนเจือจาง (M)

C2 คือ ความเข้มข้นสารละลายหลังเจือจาง (M)

V1 คือ ปริมาตรสารละลายก่อนเจือจาง (mL)

V2 คือ ปริมาตรสารละลายหลังเจือจาง (mL)

จากสูตรจะได้ $\mathrm{V_1} = \frac{\mathrm{C_2V_2}}{\mathrm{C_1}}$

$$= \frac{1\mathrm{M} \times 1000\ \mathrm{mL}}{11.97\ \mathrm{M}}$$

$$= 83.54\ \mathrm{mL}$$

ดังนั้นตวงสารละลาย 37% v/v HCl มา 83.54 mL แล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรให้เป็น 1000 mLโดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย

2. เตรียมสารละลาย 2 M NaOH

สารละลาย 2M NaOH ใช้ในการเตรียมซิลิกาด้วยวิธีการละลายและตกตะกอนดังแสดงในหัวข้อ 3.4 โดยเตรียมสารละลายจาก 99% NaOH วิธีการคำนวณแสดงดังต่อไปนี้

จากสูตร $\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{MW}} = \frac{\mathrm{C.V}}{1000}$

จะได้ $\mathrm{g} = \frac{\mathrm{C.V.MW}}{1000} = \frac{2\mathrm{M} \times 1000\mathrm{mL} \times 40\ \mathrm{g.mol^{-1}}}{1000} = 80\ \mathrm{g}$

ดังนั้นชั่ง 99% NaOH มา 80 g จากนั้นละลายตัวน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 mL

3.เตรียมสารละลาย 3M H_2SO_4

สารละลาย 3M H_2SO_4 ใช้ในการปรับสภาพความเป็นกรด-เบสของสารละลายโซเดียมซิลิเกตในขั้นตอนการเตรียมซิลิกาตามหัวข้อ 3.4 เพื่อตกตะกอนซิลิกาจากเถ้าชานอ้อยตั้งต้น โดยการเตรียมสารละลาย 3M H_2SO_4เตรียมจากสารละลายเข้มข้น 96% v/v 3M H_2SO_4 วิธีการคำนวณเพื่อเตรียมสารละลาย มีดังนี้

98% v/v H_2SO_4 คิดเป็นความเข้มข้นกี่โมลาร์ (M)

จากสูตร $\mathrm{M} = \frac{10\%\mathrm{D}}{\mathrm{MW}}$

$$= \frac{10 \times 98 \times 1.84\ \mathrm{g.ml^{-1}}}{98.08\ \mathrm{g.mol^{-1}}}$$

$$= 18.38\ \mathrm{M}$$

ทำการเจือจางสารละลาย 18.38 MH_2SO_4 ให้มีความเข้มข้น 3MH_2SO_4 ปริมาตร 250 mL

จากสูตร $\mathbf{C_1V_1 = C_2V_2}$

กำหนด C1 คือ ความเข้มข้นสารละลายก่อนเจือจาง (M)

C2 คือ ความเข้มข้นสารละลายหลังเจือจาง (M)

V1 คือ ปริมาตรสารละลายก่อนเจือจาง (mL)

V2 คือ ปริมาตรสารละลายหลังเจือจาง (mL)

จากสูตรจะได้ $V_1 = \frac{\mathrm{C_2V_2}}{C_1}$

$$= \frac{3\mathrm{M} \times 250\ \mathrm{mL}}{18.38\ \mathrm{M}}$$

$$= 40.80\ \mathrm{mL}$$

ดังนั้นตวงสารละลาย 96% v/v 3M H_2SO_4 มา 40.80 mLแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรให้เป็น 250 mLโดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย

4. เตรียมสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซต เข้มข้น 500 ppm

ในการวิเคราะห์ปริมาณไกลโฟเซตในสารตัวอย่างดังหัวข้อ 3.8.1 ต้องทำการเตรียมกราฟมาตรฐานไกลโฟเซตที่ความเข้มข้นต่างๆ จากสารละลายมาตรฐานไกลโฟเซตเข้มข้น 500 ppm ปริมาตร 25 mLหรือเรียกว่า stock solution มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

จากสารละลายไกลโฟเซต 500 ppm หมายความว่า

สารละลายไกลโฟเซตปริมาตร 1000 mL มีไกลโฟเซตหนัก 500 mg

ถ้าต้องการเตรียมสารละลายไกลโฟเซตปริมาตร 25 mL จะต้องชั่งไกลโฟเซตเท่ากับ

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

$$= 12.5\ \mathrm{mg}$$

ดังนั้นชั่งไกลโฟเซตมา 12.5 mg จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 25 mL

5.เตรียมสารละลายไกลโฟเซต เข้มข้น 50 ppm

ในการศึกษาการดูดซับไกลโฟเซตของตัวดูดซับชนิดต่างๆ ดังหัวข้อ 3.6 สารตั้งต้นไกลโฟเซตที่ใช้ในการศึกษา คือสารละลายไกลโฟเซตเข้มข้น 50 ppm ปริมาตร 1000 mLมีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

สารละลายไกลโฟเซต 50 ppm หมายความว่าสารละลาย 1000 mLมีไกลโฟเซต50 mg

ดังนั้นชั่งไกลโฟเซตมา 50 mg จากนั้นละลายตัวน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 mL

6. เตรียมสารละลายนินไฮดรินเข้มข้น 5% w/v

5% w/v สารละลายนินไฮดรินใช้ในการทำปฏิกิริยากับไกลโฟเซตในขั้นตอนการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีดังหัวข้อ 3.8.1มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

เตรียมสารละลาย 5% w/vสารละลายนินไฮดริน ปริมาตร 250 mL

สารละลายนินไฮดริน ปริมาตร 100 mL มีนินไฮดรินหนัก 5 g

ถ้าต้องการเตรียมสารละลายนินไฮดริน250 mL ต้องละลายนินไฮดรินหนัก

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

$$= 12.5\ \text{g}$$

ดังนั้นชั่งนินไฮดรินมา 12.5 g จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 250mL

7. เตรียมสารละลายโซเดียมโมลิบเดตเข้มข้น 5% w/v

5% w/vสารละลายโซเดียมโมลิบเดต ใช้ในการทำปฏิกิริยากับไกลโฟเซตในขั้นตอนการวิเคราะห์หาปริมาณไกลโฟเซตด้วยวิธีคัลเลอรีเมตรีดังหัวข้อ 3.8.1มีวิธีการเตรียมดังต่อไปนี้

เตรียมสารละลาย 5% w/vสารละลายโซเดียมโมลิบเดต ปริมาตร 250 mL

สารละลายโซเดียมโมลิบเดต ปริมาตร 100 mL มีโซเดียมโมลิบเดต หนัก 5 g

ถ้าต้องการเตรียมสารละลายโซเดียมโมลิบเดต250 mL ต้องละลายโซเดียมโมลิบเดต หนัก

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

ดังนั้นชั่งโซเดียมโมลิบเดต มา 12.5 g จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด250mL

8. ในการทดลองดูดซับสารละลายไกลโฟเซตของตัวดูดซับที่ pH ต่างๆ

ดังหัวข้อที่ 3.7 โดยทำการปรับ pH ด้วยสารละลายกรด 1M HCl และสารละลายเบส1 M NaOH มีวิธีการเตรียมดังนี้

8.1 เตรียมสารละลาย 1M HCl แสดงดังหัวข้อภาคผนวก ก1)

8.2. เตรียมสารละลาย1 M NaOH

สารละลาย1 M NaOH ใช้ในปรับ pH สารละลายไกลโฟเซตตามขั้นตอนในการทดลองที่3.7 โดย 1M NaOH โดยเตรียมสารละลายจาก 99% NaOH วิธีการคำนวณแสดงดังต่อไปนี้
วิธีการคำนวณแสดงดังต่อไปนี้

จากสูตร $\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{MW}} = \frac{\mathrm{C.V}}{1000}$

จะได้ $\mathrm{g} = \frac{\mathrm{C.V.MW}}{1000}$

$$= \frac{1\mathrm{M} \times 1000\mathrm{mL} \times 40\ \mathrm{g.mol^{-1}}}{1000} = 40\ \mathrm{g}$$

ดังนั้นชั่ง 99% NaOH มา 40 g จากนั้นละลายตัวน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรด้วยขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 mL