



การเตรียมสารประกอบ Ni-based oxides โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี
เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนัก

Preparation of Ni-based oxides compound by using chemical co-precipitation method
for applications as a heavy metal adsorbent

วรรณกัษมา ฮารอน
Wankassama Haron

สาขาเคมี คณะวิทยาศาสตร์เทคโนโลยีและการเกษตร มหาวิทยาลัยราชภัฏยะลา อำเภอเมือง จังหวัดยะลา 95000
Program of Chemistry, Faculty of Science Technology and agriculture, Yala Rajabhat University, Muang, Yala 95000, Thailand

*Corresponding author, e-mail: wankassama@gmail.com

(Received: Jan 20, 2020; Revised: May 8, 2020; Accepted: May 21, 2020)

บทคัดย่อ

การปนเปื้อนโลหะหนักในน้ำยังคงเป็นปัญหาสำคัญของประเทศไทย จึงทำการวิจัยเพื่อศึกษาการเตรียมสารประกอบ Ni-based oxides ของ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนัก ทำการวิเคราะห์สมบัติกายภาพของผลิตภัณฑ์ทั้งหมด ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD), Energy dispersive x-ray spectrometry (EDS), Scanning electron microscopy (SEM), Brunauer–Emmett–Teller (BET) surface area และ Thermogravimetric Analysis (TGA) โดย XRD ยืนยันสารที่เตรียมได้เป็น Ni-based oxides แบบทั่วไป (NiO) เพอรอฟสไกต์ (LaNiO₃) และสปิเนล (NiAl₂O₄) และจาก SEM พบว่า สารประกอบทั้งหมดนี้มีพื้นผิวที่มีรูพรุน และมีขนาดอนุภาค 150-400 นาโนเมตร จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET พบว่า NiO มีพื้นที่ผิวสูงที่สุด (77.7864 ตารางเมตร/กรัม) เมื่อนำ NiO ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีส พบว่ามีร้อยละการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสเท่ากับ 99.55 และ 76.59 ตามลำดับโดยมีรูปแบบของไอโซเทอมของการดูดซับเป็นแบบแลงเมียร์ และน่าจะได้รับความสนใจนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักในการบำบัดน้ำเสียต่อไป

คำสำคัญ : สารประกอบ Ni – based oxide, NiO, LaNiO₃, NiAl₂O₄, การดูดซับโลหะหนัก

Abstract

Heavy metal contamination in water still was the important problem of thailand. Therefore, this research was to prepare Ni-based oxides compound of NiO, LaNiO₃ and NiAl₂O₄ by using chemical co-precipitation method for applications as heavy metal adsorbent. The characterization of all products were made use of techniques of X-ray diffraction (XRD), Energy dispersive x-ray spectrometry (EDS), Scanning electron microscopy (SEM), Brunauer–Emmett–Teller (BET) surface area and Thermogravimetric Analysis (TGA). The results of XRD confirmed that the products were Ni-based oxides of general oxide (NiO), perovskite (LaNiO₃) and spinel (NiAl₂O₄) types. SEM indicated that all of samples were porous morphology with nanosized particles. BET showed that NiO had the highest surface area (77.7864 m²/g) and its application as a heavy metal ion adsorbent was found to be positive with lead (99.55%) and manganese (76.59%) ions with the adsorption behavior of heavy metal ions was Langmuir isotherms. Therefore, NIO should be of interest in further especially in wastewater treatment.

Keywords: Ni – based oxide compound, NiO, LaNiO₃, NiAl₂O₄, heavy metal adsorption

บทนำ

ปัญหาน้ำปนเปื้อนโลหะหนักยังคงเป็นปัญหาสำคัญของประเทศไทย กรมควบคุมมลพิษ กระทรวงทรัพยากรธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม ได้รายงานสถานการณ์น้ำปนเปื้อนโลหะหนักรายภาค ประจำปี พ.ศ. 2559–2560 ว่าเกือบทุกภาคของประเทศไทย มีปริมาณโลหะหนักเจือปนในแม่น้ำเกินมาตรฐาน เช่น สารหนู ตะกั่ว แมงกานีส แคดเมียม และปรอท เป็นต้น (Pollution control department, 2017, pp. 39-41)

ในเขตพื้นที่ 3 จังหวัดชายแดนภาคใต้ตอนล่าง จังหวัดปัตตานี-ยะลา-นราธิวาส พบมีการขยายตัวของโรงงานอุตสาหกรรมเพิ่มขึ้น ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2558 เป็นต้นมา โดยมีนักธุรกิจจากตะวันออกกลาง เข้าร่วมทุนกับบริษัทแห่งหนึ่งเพื่อก่อสร้างนิคมอุตสาหกรรมฮาลาลขึ้น ทำให้โรงงานอุตสาหกรรมเพิ่มจำนวนขึ้น การเพิ่มจำนวนของโรงงานอุตสาหกรรมนี้เอง อาจส่งผลทำให้แหล่งน้ำในชุมชนมีการปนเปื้อนโลหะหนัก ดังนั้นเพื่อสนับสนุนการพัฒนาที่ยั่งยืนของเศรษฐกิจและสิ่งแวดล้อม จึงควรมีการป้องกันปัญหาน้ำ โดยการศึกษาวิธีการบำบัดน้ำเสียและปนเปื้อนโลหะหนักอย่างถูกวิธี (Thansettakij, 2016, p. 1) รองรับการพัฒนาด้านอุตสาหกรรมร่วมด้วย

วิธีการดูดซับ เป็นวิธีหนึ่งที่สามารถนำมาใช้บำบัดน้ำเสียที่มีการเจือปนของโลหะหนักได้ อีกทั้งเป็นวิธีที่สามารถทำได้ง่ายและมีต้นทุนในการดำเนินการน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีอื่นๆ (Phaphromphuek, 2016, p. 321; Dana., 2017, p. 146; Lin *et al.*, 2017, p. 676; Rath *et al.*, 2017, pp. 28-29; Peng *et al.*, 2016, pp. 496-497; Franco *et al.*, 2016, p. 321) เช่น วิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี (Abdel-Shafy, 2015, pp. 1-3) วิธีการแลกเปลี่ยนไอออน (Esmaili *et al.*, 2015, pp. 621-623) วิธีรีเวอร์สออสโมซิส (Bakalar *et al.*, 2009, pp. 250-251) และ วิธีการทางไฟฟ้าเคมี (Peng *et al.*, 2010, pp. 388-389) เป็นต้น

ในงานวิจัยนี้ จึงทำการสังเคราะห์สารประกอบนาโนออกไซด์ของไนโตรเจน (Ni-based oxides) 3 ชนิด คือ นิกเกิลออกไซด์ NiO-ออกไซด์ทั่วไป, แลนทานัมนิกเกิลเลต LaNiO_3 -เพอโรฟสไกต์ และ นิกเกิลอะลูมิเนียม NiAl_2O_4 -สปีเนล เพื่อวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนักตะกั่ว และ แมงกานีส ทั้งนี้เนื่องจากสารประกอบออกไซด์ของไนโตรเจนทั้ง 3 กลุ่มนี้มีพื้นผิวเป็นรูพรุน จึงความเป็นไปได้สูงในการนำไปใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักในน้ำ อีกทั้งพบว่ายังไม่มีนักวิจัยกลุ่มใดศึกษาการนำสารประกอบทั้ง 3 ชนิด มาใช้ประโยชน์เพื่อกำจัดโลหะหนักตะกั่ว และ แมงกานีส ที่ปนเปื้อนในน้ำอีกด้วย งานวิจัยนี้จึงมีความน่าสนใจและไม่ซ้ำซ้อนกับงานวิจัยอื่น ๆ โดยคาดหวังเป็นอย่างยิ่งว่าสารประกอบทั้งหมดที่สังเคราะห์และศึกษาในครั้งนี้ จะสามารถนำไปใช้กำจัดโลหะหนักได้จริง และสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักในน้ำได้

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมสารประกอบ Ni-based oxides ของ NiO, LaNiO_3 และ NiAl_2O_4 โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี
2. เพื่อวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารประกอบที่เตรียมได้ โดยใช้เครื่องมือขั้นสูง
3. เพื่อนำสารประกอบทั้งหมดที่เตรียมได้ไปทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนักตะกั่ว และ แมงกานีส ในน้ำเสียสังเคราะห์

วิธีดำเนินการวิจัย

1. การเตรียมสารประกอบ Ni-based oxides ของ NiO, LaNiO_3 และ NiAl_2O_4 และการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ

การเตรียมสารประกอบ Ni – based oxide ของ NiO, LaNiO_3 และ NiAl_2O_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี เริ่มต้นจากการเตรียมพรีเคอร์เซอร์โดยใช้สารตั้งต้น $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ KEMAUS, AR Grade, $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ HIMEDIA, AR Grade, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ UNILAB, Reagent Grade และ $\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ DAEJUNG, Extra Pure Grade ในอัตราส่วนความเข้มข้นหน่วยโมลาร์ 1:0:0:1 สำหรับ NiO, 1:1:0:3 สำหรับ LaNiO_3 และ 1:0:2:4 สำหรับ NiAl_2O_4

การเตรียมพรีเคอร์เซอร์ NiO ทำได้โดยเตรียม 1 M $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ จากนั้นเทตัวตกตะกอน 3 M $\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ ลงไปพร้อมกับคนอย่างต่อเนื่อง จนได้ตะกอนของพรีเคอร์เซอร์ NiO การเตรียมพรีเคอร์เซอร์ของ LaNiO_3 และ NiAl_2O_4 สามารถเตรียมได้ในแบบเดียวกัน เมื่อได้ตะกอนพรีเคอร์เซอร์แล้ว ให้นำไปล้างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและทำการอบแห้งที่

อุณหภูมิ 60 – 100 °C เป็นเวลา 5 – 7 วัน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) แล้วนำปริศร์เซอร์ทั้งหมดไปแคลไซน์ เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสและการเกิดเป็นโลหะออกไซด์ เพอรอฟสไกต์ และสปีเนล

การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารประกอบที่เตรียมได้ทั้งหมด จะใช้เทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) Perkin – Elmer, U.S.A. เพื่อศึกษาอุณหภูมิการสลายตัวเพื่อเกิดเฟสออกไซด์ เทคนิค Scanning electron microscopy (SEM) JEOL JSM -5800 LV, Japan ศึกษาลักษณะพื้นผิวตัวอย่าง เทคนิค Energy dispersive X-ray spectrometry (EDX) ISIS 300, Oxford, England ทำการตรวจหาธาตุองค์ประกอบของตัวอย่าง และเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller Analysis (BET) Micromeritics, U.S.A. ตรวจวัดพื้นที่ผิวของสารประกอบ

2. การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนักในน้ำ

2.1 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์และการศึกษาผลของเวลาเขย่าต่อประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนัก

น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่ว และแมงกานีส ความเข้มข้น 10 – 50 มก./ลิตร สามารถเตรียมได้ในห้องปฏิบัติการ โดยการเจือจางสารละลายเข้มข้น (Stock Solution) 1 มิลลิโมลาร์ต่อลิตร ด้วยน้ำกลั่น (1 mM Pb(NO₃)₂ มี Pb²⁺ 207.2 มก./ลิตร และ 1 mM Mn(NO₃)₂·4H₂O มี Mn²⁺ 55.00 มก./ลิตร)

การศึกษามผลของเวลาเขย่าต่อประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนัก ให้เตรียมขวดรูปชมพู่ 4 ใบ แต่ละใบเติมน้ำสังเคราะห์ตะกั่ว ความเข้มข้น 20, 30, 40 และ 50 มก/ลิตร ลงไปปริมาตร 200 มิลลิลิตร ใส่ NiO น้ำหนัก 0.2 กรัม ลงไปในแต่ละขวด และนำไปคนอย่างต่อเนื่องด้วยความเร็ว 350 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5, 30, 60, 120, 180 นาที หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปใส่ในหลอดทดลองและทำการหมุนเหวี่ยงจนเกิดการแยกชั้นของสารละลายใสและผงตัวอย่าง เลือกเฉพาะส่วนสารละลายใสไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำโดยใช้เครื่อง ICP-OES

ทำการทดลองซ้ำ โดยในการทดลองแต่ละครั้งให้เปลี่ยนผงตัวอย่างเป็น LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ ตามลำดับ

2.2 การศึกษามผลของความเข้มข้นโลหะหนักต่อประสิทธิภาพการดูดซับ

เตรียมขวดรูปชมพู่ 24 ใบ ใบที่ 1- 4 เติม 100 มิลลิลิตร น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว ความเข้มข้น 20, 30, 40 และ 50 มก./ลิตร ตามลำดับ และ ใบที่ 5 – 8 เติมน้ำเสียสังเคราะห์แมงกานีส ความเข้มข้น 20, 30, 40 และ 50 มก/ลิตร ลงไปปริมาตร 100 มิลลิลิตรตามลำดับ จากนั้นชั่งผงตัวอย่าง NiO น้ำหนัก 0.1 กรัม ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ทั้ง 4 ใบ นำไปคนอย่างต่อเนื่องด้วยแท่งแม่เหล็กกวนสารด้วยความเร็ว 350 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที สำหรับน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วและแมงกานีส (เวลา ณ C_e) หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปใส่ในหลอดทดลองและทำการหมุนเหวี่ยงจนเกิดการแยกชั้นของสารละลายใสและผงตัวอย่าง เลือกเฉพาะส่วนสารละลายใสไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำโดยใช้เครื่อง ICP-OES

ทำการทดลองซ้ำ โดยในการทดลองแต่ละครั้งให้เปลี่ยนผงตัวอย่างเป็น LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ ตามลำดับ

2.3 การศึกษามผลของพีเอชต่อประสิทธิภาพการดูดซับ

นำน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วความเข้มข้น 100 มก/ลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ 4 ใบ ใบละ 100 มิลลิลิตร ทำการปรับ pH ด้วย 1M HCl และ 1M NaOH ให้มีค่า pH 1, 4, 7 และ 10 ตามลำดับ นำเฉพาะสารละลายโลหะ ณ pH ที่ไม่เกิดการตกตะกอนของโลหะไฮดรอกไซด์ไปทำการทดลองต่อ โดยชั่งตัวอย่าง NiO น้ำหนัก 0.1 กรัมใส่ไปในขวดรูปชมพู่ทั้ง 4 ใบ นำไปคนอย่างต่อเนื่องด้วยแท่งแม่เหล็กกวนสารด้วยความเร็ว 350 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นนำตัวอย่างไปใส่ในหลอดทดลองและทำการหมุนเหวี่ยงจนเกิดการแยกชั้นของสารละลายใสและผงตัวอย่าง เลือกเฉพาะส่วนสารละลายใสไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำโดยใช้เครื่อง ICP-OES

สำหรับน้ำเสียสังเคราะห์แมงกานีส และตัวอย่างผงดูดซับอีก 2 ชนิดให้ทำในลักษณะเดียวกันนี้ โดยใช้เวลาคนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา ณ ความเข้มข้นที่สมดุล C_e (C_e คือ ความเข้มข้นของโลหะหนักเริ่มต้นและที่สมดุล หน่วย มก./ลิตร)

2.4 การศึกษารูปแบบไอโซเทอร์มของการดูดซับ

การศึกษาไอโซเทอร์มของการดูดซับโลหะหนักของตัวดูดซับทั้ง 3 ชนิด ศึกษาโดยเปรียบเทียบระหว่างไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์และไอโซเทอร์มแบบฟลูนดลิจ ในสารละลายโลหะหนักความเข้มข้น 10 – 50 มก/ลิตร ซึ่งไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์และฟลูนดลิจจะใช้ในการอธิบายรูปแบบการยึดเกาะระหว่างตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับหลังจากเข้าสู่จุดสมดุลแล้ว โดยไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์จะใช้ยืนยันผลของการเกิดการดูดซับแบบขั้นเดียวโดยมีตำแหน่งยึดเกาะ (Binding site) ระหว่างตัวถูกดูดซับและตัวดูดซับที่แน่นอน ในขณะที่ไอโซเทอร์มแบบฟลูนดลิจจะใช้ยืนยันผลของการเกิดการดูดซับแบบหลายชั้นบนพื้นที่ผิวที่ไม่สม่ำเสมอ

3. การวิเคราะห์ข้อมูล

3.1 การคำนวณความสามารถในการดูดซับ

คำนวณความสามารถในการดูดซับจากร้อยละการดูดซับโลหะหนักโดยใช้สมการที่ 1 และความจุของโลหะหนักบนตัวดูดซับโดยใช้สมการที่ 2 ดังนี้

$$\text{Adsorption (\%)} = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{w} V \quad (2)$$

เมื่อ C_0 และ C_e คือ ความเข้มข้นของโลหะหนักเริ่มต้นและที่สมดุล (มก./ลิตร) q_e คือ ความจุของโลหะหนักบนตัวดูดซับ (มก./กรัม)

V คือ ปริมาตรสารละลายโลหะหนัก (ลิตร) และ w คือ ปริมาณตัวดูดซับ (กรัม)

3.2 การหารูปแบบไอโซเทอร์มของการดูดซับ

รูปแบบการดูดซับของออกไซด์แบบแลงเมียร์และฟรุนดลิชวิเคราะห์โดยใช้สมการที่ 3 และ 4 ตามลำดับ เมื่อไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์ตั้งอยู่บนสมมติฐานที่ว่าโมเลกุลของสารถูกดูดซับจะเกิดการดูดซับบนผิวของวัสดุดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer adsorption) ขณะที่ไอโซเทอร์มแบบฟรุนดลิชมีสมมติฐานของการดูดซับที่ว่าพื้นผิวของวัสดุดูดซับไม่เป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะขรุขระ พลังงานในการสร้างพันธะของแต่ละบริเวณเกิดพันธะของวัสดุดูดซับต่อสารถูกดูดซับเกิดไม่เท่ากัน และเป็นไปอย่างกระจายตัว ทำให้ระดับการดูดซับเป็นไปอย่างไม่จำกัดและการดูดซับเกิดแบบหลายชั้น (multilayer adsorption) (Phalathip, 2016, pp. 18-20)

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{\max} K_L} + \frac{C_e}{q_{\max}} \quad (3)$$

$$\text{Log } q_e = 1/n \log C_e + \log K_F \quad (4)$$

เมื่อ q_{\max} คือ ปริมาณสารที่ถูกดูดซับมากที่สุด (มก./กรัม) เพื่อสร้างแผ่นชั้นเดียว K_L คือ ค่าคงที่ทางพลังงานของการดูดซับหรือค่าคงที่ของแลงเมียร์ (ลิตร/มก.)

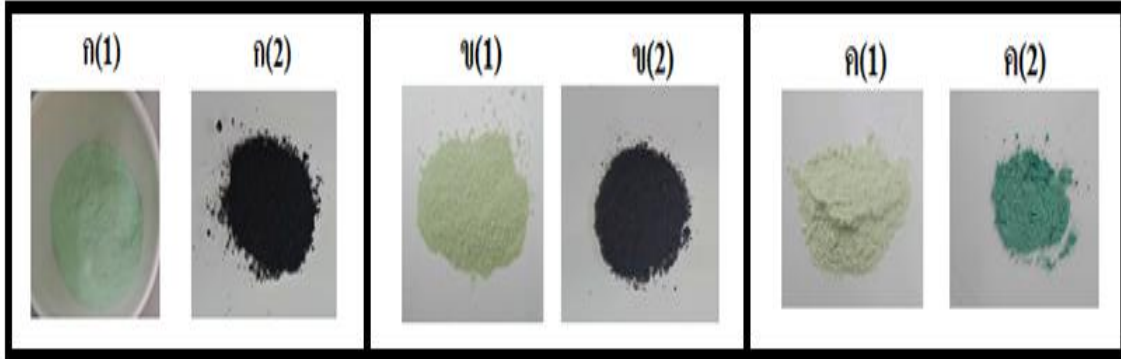
K_F คือ ค่าคงที่ของฟรุนดลิช (มก./กรัม) และ n คือ ค่าคงที่ของฟรุนดลิชที่อธิบายถึงความเข้มข้นของการดูดซับ

ผลและการอภิปรายผลการวิจัย

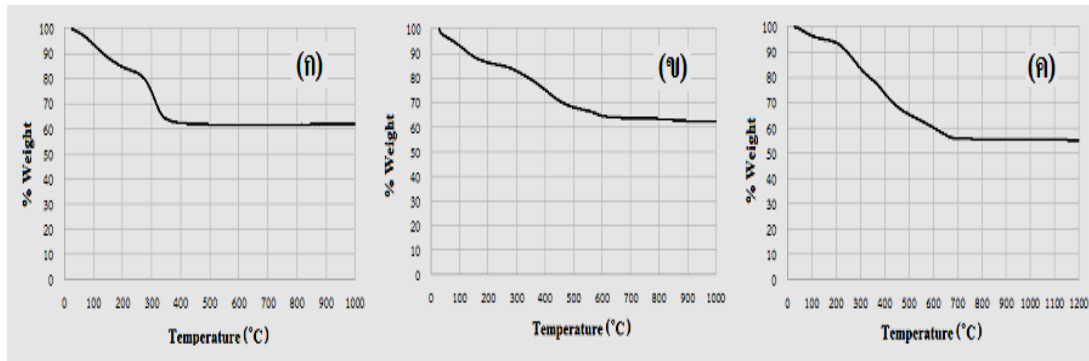
1. การเตรียมสารประกอบ Ni-based oxides ของ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ และการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ

การเตรียม Ni - based oxide ของ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ สามารถเตรียมได้โดยเริ่มต้นจากการเตรียมพรีเคอร์เซอร์ โดยพรีเคอร์เซอร์ของ NiO (ภาพที่ 1(ก1)), LaNiO₃ (ภาพที่ 1(ข1)) และ NiAl₂O₄ (ภาพที่ 1(ค1)) คล้ายคลึงกันคือมีสีเขียว สีเขียวอ่อน และ สีเขียวอ่อน ตามลำดับ เมื่อนำพรีเคอร์เซอร์ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ จนเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ จะเกิดการเปลี่ยนแปลงสีขึ้น โดยสารประกอบ NiO (ภาพที่ 1 (ก2)) และ LaNiO₃ (ภาพที่ 1(ข2)) มีสีดำ ขณะที่ NiAl₂O₄ (ภาพที่ 1(ค2)) มีสีเขียวเข้มขึ้น การใช้เทคนิค TGA ศึกษาการสลายตัวของพรีเคอร์เซอร์ พบว่า พรีเคอร์เซอร์ของ NiO มีน้ำหนักหายไป 2 ช่วง คือ ที่อุณหภูมิ 50 - 100 °C และ ≈200 - 400 °C ซึ่งเป็นผลจากการระเหยของตัวทำละลาย (น้ำ) และเป็นผลจากการสลายตัวของพรีเคอร์เซอร์คือนิกเกิลไนเตรตและโพแทสเซียมคาร์บอเนต (Laobuthee *et al.*, 2007, p. 309) จากนั้นเทอร์โมแกรมจึงคงที่ถึงอุณหภูมิ 1000 °C และมีค่าร้อยละการได้มาของผลิตภัณฑ์ (% yield) เท่ากับ 60 (ภาพที่ 2 (ก)) สำหรับพรีเคอร์เซอร์ของ LaNiO₃ พบว่า TGA เทอร์โมแกรมแสดงการหายไปของน้ำหนักหายไป 2 ช่วง คือ ช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิ 50 - 100 °C เป็นผลจากการระเหยของตัวทำละลาย (น้ำ) และ ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ ≈200 - 650 °C เป็นผลจากการสลายตัวของสารประกอบคาร์บอเนตและการออกซิเดชันของเหล็กที่เกิดขึ้น (Laobuthee *et al.*, 2007, p. 309) จากนั้นเทอร์โมแกรมจึงคงที่ถึงอุณหภูมิ 1000 °C และมีค่าร้อยละการได้มาของผลิตภัณฑ์ (% yield) เท่ากับ 62.00 (ภาพที่ 2(ข)) ลักษณะเช่นนี้ คล้ายคลึงกับลักษณะของ TGA เทอร์โมแกรม NiAl₂O₄ ซึ่งพบว่า พรีเคอร์เซอร์ของ NiAl₂O₄ เป็นของแข็งผสมของ Al₂(CO₃)₃ และ NiCO₃) และมีการเปลี่ยนแปลง 2 ช่วง เช่นกัน คือ ที่อุณหภูมิ 50 - 100 °C และ ≈200 - 700 °C อัน

เป็นผลจากการระเหยของตัวทำละลาย (น้ำ) และผลจากการสลายตัวของสารประกอบคาร์บอเนตและการออกซิเดชันของเหล็กที่เกิดขึ้น (Laobuthee *et al.*, 2007, p. 309) มีร้อยละการได้มาของผลิตภัณฑ์ (% yield) ของ NiAl₂O₄ เท่ากับ 55.00 (ภาพที่ 2(ค)) ทั้งนี้ค่าร้อยละการได้มาของผลิตภัณฑ์สามารถดูได้จากเส้นกราฟใน TGA เทอร์โมแกรม บริเวณที่เส้นกราฟคงที่

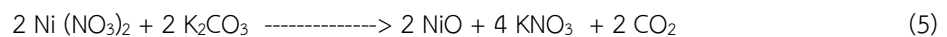


ภาพที่ 1 เฟรีโคอร์เซอร์ ก(1) NiO, ข(1) LaNiO₃ และ ค(1) NiAl₂O₄ และ Ni-based oxides ของ ก(2) NiO, ข(2) LaNiO₃ และ ค(2) NiAl₂O₄ ภายหลังแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400, 800 และ 1,100 °C ตามลำดับ



ภาพที่ 2 TGA เทอร์โมแกรมของเฟรีโคอร์เซอร์ของ (ก) NiO (ข) LaNiO₃ และ (ค) NiAl₂O₄

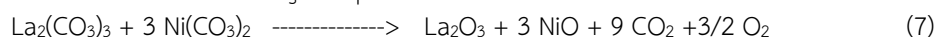
การศึกษาโครงสร้างและเฟสของสารประกอบ Ni-based oxides ด้วยเทคนิค XRD พบว่า NiO สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 400 °C เนื่องจากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 200 °C ของเฟรีโคอร์เซอร์ของ NiO ยังไม่แสดงเฟสออกไซด์ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 400 °C จึงเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ NiO ที่มีเฟสตรงกับไฟล์มาตรฐาน JCPDS, No. 04-0835 และมีโครงสร้างเป็นแบบ Face-centered cubic (FCC) (Amira, *et al.*, 2015, p. 29) การแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น (600 °C) มีผลทำให้ความเข้มข้นของ NiO เพิ่มขึ้น (ภาพที่ 3(ก)) จากข้อมูลที่ได้ เสนอกลไกปฏิกิริยาที่เป็นไปได้ของการเกิด NiO ดังสมการที่ 5 (Haron, *et al.*, 2018, p. 486)

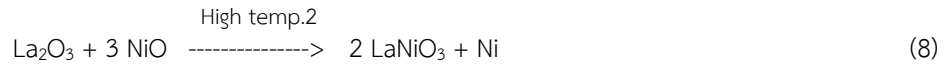


สำหรับการตรวจสอบเฟสและโครงสร้างของ LaNiO₃ (ภาพที่ 3(ข)) พบว่า LaNiO₃ สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิ 800 °C โดยเป็นเฟสเพอโรฟสไกต์บริสุทธิ์ ไม่มีสารเจือปน ที่ตรงกับไฟล์มาตรฐาน JCPDS, No. 01-079-2450 ที่มีโครงสร้างเป็นแบบ รอมโบอีดรอล (Perin *et al.*, 2017, p. 217) ลักษณะที่พบที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำ คือ ที่อุณหภูมิ 400 °C ยังไม่มีปรากฏเฟสออกไซด์เพอโรฟสไกต์ขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 600 °C พบว่าปรากฏเฟสของ LaNiO₃ แต่เป็นเฟสที่ไม่สมบูรณ์และไม่บริสุทธิ์ (มีเฟสของ La₂O₃ และ NiO เจือปน) จากข้อมูลที่ได้ เสนอกลไกปฏิกิริยาที่เป็นไปได้ของการเกิด LaNiO₃ ดังสมการที่ 6 – 8 (Haron, *et al.*; 2018, p. 486)

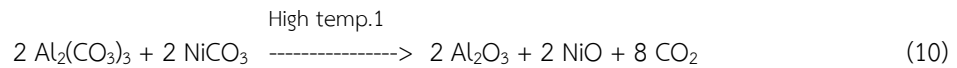
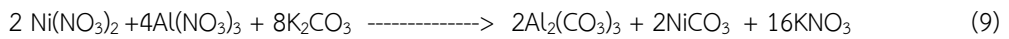


High temp.1

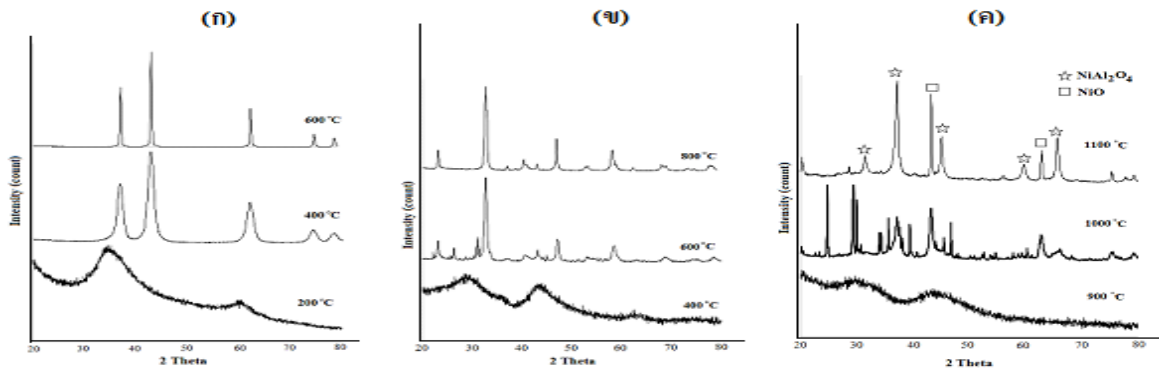




สารประกอบออกไซด์สปีเนลของ NiAl_2O_4 เป็นสารประกอบที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิแคลไซน์สูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับ NiO และ LaNiO_3 สังเกตได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่แสดงไว้ในภาพที่ 3(ค) พบว่า ที่อุณหภูมิ 900 °C ยังไม่แสดงเฟสออกไซด์สปีเนล การเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1000 °C ก็ไม่พบเฟสสปีเนลของ NiAl_2O_4 เช่นกัน เฟสที่พบเป็นเพียงเฟสของออกไซด์ Al_2O_3 และ NiO เท่านั้น ต่อเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์ 1100 °C จึงเกิดเฟสสปีเนลของ NiAl_2O_4 ที่ตรงกับไฟล์มาตรฐาน JCPDS, No. 10 – 0339 ที่มีโครงสร้างเป็นแบบ แบบ Face-centered cubic (FCC) (Anchietta *et al.*, 2015, p. 478) จากข้อมูลที่ได้ เสนอกลไกปฏิกิริยาที่เป็นไปได้ของการเกิด LaNiO_3 ดังสมการที่ 9 – 11 (Haron *et al.*, 2018, p. 486)



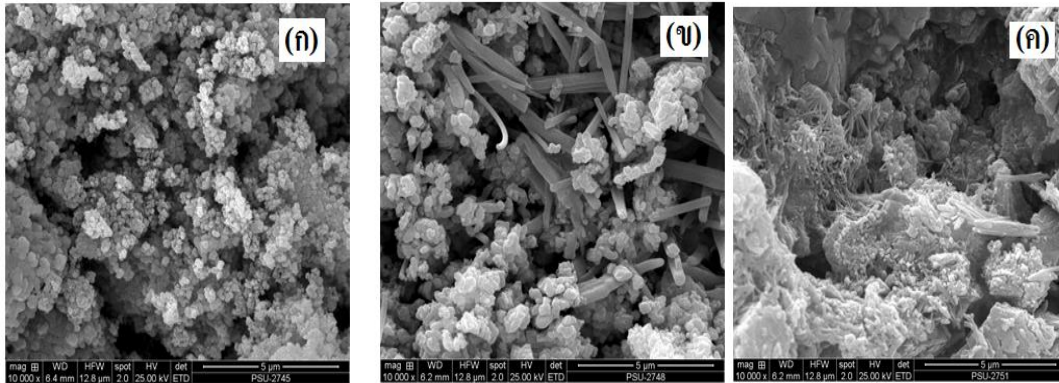
อย่างไรก็ตาม สารประกอบ NiAl_2O_4 ที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้ยังคงพบเฟสของ NiO เจือปนด้วย ลักษณะเช่นนี้ยังพบได้ในงานวิจัยอื่นๆด้วย (Aghayan & Hussainova, 2015, p. 33) การคำนวณขนาดของผลึก NiO , LaNiO_3 และ NiAl_2O_4 ที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยนี้โดยใช้สมการของ เดอร์บายต์และเซอร์เรอร์ (Haron *et al.*, 2018, p. 485) พบว่า มีขนาดผลึก 5.24, 8.16 และ 9.60 นาโนเมตร ตามลำดับ



ภาพที่ 3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) NiO (ข) LaNiO_3 และ (ค) NiAl_2O_4

การวิเคราะห์ทางองค์ประกอบของธาตุใน Ni – based oxide ของ NiO , LaNiO_3 และ NiAl_2O_4 ด้วยเทคนิค EDS พบว่า สเปกตรัมพบเพียงธาตุองค์ประกอบหลักเท่านั้น ไม่พบธาตุอื่นๆ เจือปน โดยพบธาตุองค์ประกอบเพียง 2 ธาตุสำหรับ NiO คือ Ni และ O ขณะที่พบ 3 ธาตุ ใน EDS ของ LaNiO_3 (ธาตุ La, Ni และ O) และ NiAl_2O_4 (ธาตุ Ni, Al และ O) พื้นผิวของสารประกอบออกไซด์ทั้ง 3 ชนิดศึกษาได้โดยใช้เทคนิค SEM และพบว่า พื้นผิวของสารประกอบแต่ละชนิดที่เตรียมได้มีลักษณะแตกต่างกัน โดยพื้นผิวของ NiO จะประกอบด้วยเกรนทรงกลมที่มีขนาดเล็กเชื่อมต่อกันและมีรูพรุน ขนาดของเกรนโดยเฉลี่ยเท่ากับ 150 นาโนเมตร (0.15 μm) ดังแสดงในรูปที่ 4(ก) ขณะที่พื้นผิวของ LaNiO_3 (รูปที่ 4(ข)) ประกอบด้วยเกรน 2 แบบผสมกัน แบบแรกเกรนเป็นทรงกลมขนาดใหญ่กว่าเกรนของ NiO และแบบที่ 2 เกรนมีลักษณะเป็นแท่ง โดยเกรนทรงกลมจะมีจำนวนมากกว่าเกรนแบบแท่ง พร้อมกันนี้ยังมีรูพรุนระหว่างเกรนทั้งสองชนิดด้วย เกรนทรงกลมมีขนาดโดยเฉลี่ยเท่ากับ 400 นาโนเมตร (0.40 μm) ส่วนเกรนแบบแท่งมีความยาวโดยเฉลี่ย 1.23 μm ลักษณะพื้นผิวของ NiAl_2O_4 แตกต่างจากสารประกอบออกไซด์ 2 ชนิดแรกอย่างเห็นได้ชัด โดยพื้นผิวของ NiAl_2O_4 เป็นแผ่นเนื่องจากการหลอมรวมกันของเกรนแบบแท่ง ลักษณะนี้อาจเกิดจากการใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่สูง นอกจากนี้ยังเห็นเกรนลักษณะแท่งปะปนอยู่ด้วยเล็กน้อย (รูปที่ 4(ค)) ลักษณะพื้นผิวเช่นนี้ ส่งผลทำให้พื้นที่ผิวของ NiAl_2O_4 ต่ำ

การศึกษาพื้นที่ผิวและขนาดโดยเฉลี่ยของ Ni-based oxides ด้วยเทคนิค BET พบว่า NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ มีพื้นที่ผิว 77.7864, 14.0067 และ 1.8011 ตารางเมตร/กรัม ตามลำดับ ขณะที่เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน เท่ากับ 124.2133, 183.7324 และ 183.6444 อังสตรอมตามลำดับ ข้อมูลดังกล่าวสอดคล้องกับพื้นที่ผิวที่วัดได้ด้วยเทคนิค SEM แต่อย่างไรก็ตาม ด้วยลักษณะพื้นผิวที่มีรูพรุน แม้ว่า NiAl₂O₄ จะมีพื้นที่ผิวต่ำก็ตาม ทั้งนี้ทำให้คาดการณ์ว่า สารประกอบทั้งหมดจะมีคุณสมบัติเป็นตัวดูดซับโลหะหนักได้

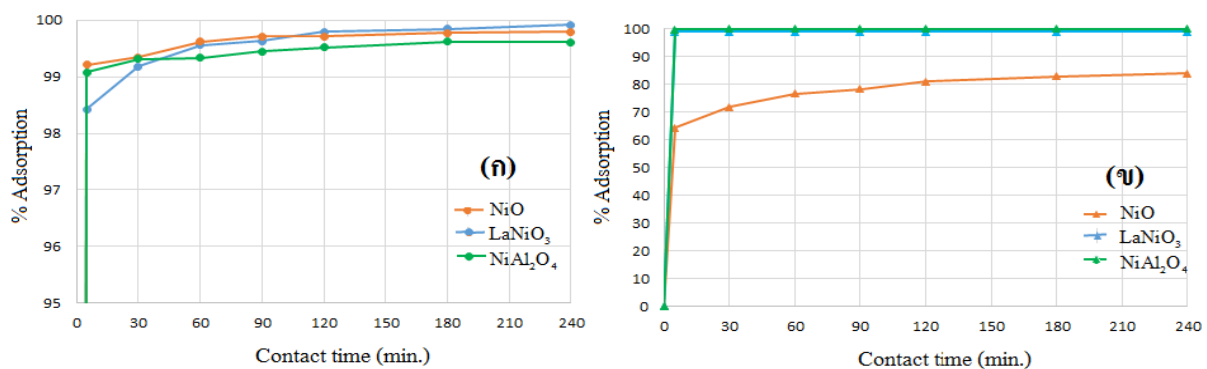


ภาพที่ 4 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง (ก) NiO (ข) LaNiO₃ และ (ค) NiAl₂O₄

2. การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสารละลายโลหะหนักของสารประกอบ Ni-based oxides

2.1 ผลของเวลาที่ใช้ในการดูดซับโลหะหนัก

การดูดซับสารละลายโลหะตะกั่ว และแมงกานีส โดยใช้ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ เป็นตัวดูดซับได้แสดงผลวิจัยในรูปที่ 5 (ก - ข) พบว่า NiO สามารถดูดซับตะกั่วและแมงกานีสได้ในเวลา 60 นาที และมีร้อยละการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสเท่ากับ 99.55 และ 76.59 ตามลำดับ ขณะที่ตัวดูดซับ LaNiO₃ สามารถดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีสได้โดยประสิทธิภาพการดูดซับมีค่าใกล้เคียงกัน โดยมีค่าร้อยละการดูดซับตะกั่วเท่ากับ 99.62 และค่าร้อยละการดูดซับแมงกานีสเท่ากับ 99.34 โดยมีเวลาที่ใช้ในการดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีส เท่ากับ 60 และ 30 นาทีตามลำดับ สำหรับ NiAl₂O₄ พบว่า สามารถนำมาใช้ดูดซับโลหะหนักได้ แม้มีพื้นที่ผิวต่ำก็ตาม ทั้งนี้เนื่องจากมีพื้นผิวที่มีรูพรุน โดยมีความสามารถดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีสได้ดีและใช้เวลาในการดูดซับโลหะหนักทั้งสองชนิด 5 นาที การที่ NiAl₂O₄ ใช้เวลาในการดูดซับน้อยอาจเป็นผลมาจากมีพื้นที่ผิวต่ำมาก สำหรับการหาประสิทธิภาพการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสของ NiAl₂O₄ พบว่ามีค่าร้อยละการดูดซับตะกั่วเท่ากับ 90.08 ขณะที่ค่าร้อยละการดูดซับแมงกานีสเท่ากับ 99.87



ภาพที่ 5 ประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนัก (ก) ตะกั่ว และ (ข) แมงกานีส

ความสามารถในการดูดซับโลหะหนักบนตัวดูดซับ โดยทั่วไปแล้วพิจารณาจากปัจจัยหลัก คือ ลักษณะพื้นผิวของตัวดูดซับ เช่น ตัวดูดซับที่มีพื้นที่ผิวมากและมีรูพรุนจะสนับสนุนให้เกิดการดูดซับโลหะหนักได้ดี (Thabuot, 2010, p. 25; Senkao, 2013, p. 191-192) นอกจากนี้แล้วขนาดของโลหะอาจมีผลต่อความสามารถในการดูดซับด้วย (Senkao, 2013, p. 193-194) จากงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการดูดซับของออกไซด์ 3 ชนิด คือ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ ซึ่งสารประกอบทั้งสาม มีลำดับพื้นที่ผิว BET คือ NiO > LaNiO₃ > NiAl₂O₄ ดังนั้นประสิทธิภาพของการดูดซับจึงน่าจะเป็นในลำดับเดียวกัน แต่จากการ

ทดลองพบว่า แนวโน้มของค่าร้อยละการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสของสารทั้งสามชนิดมีค่าใกล้เคียงกัน (ตารางที่ 1) ทั้งนี้เนื่องจากตัวดูดซับทั้ง 3 ชนิด มีลักษณะพื้นผิวเป็นรูพรุนซึ่งสนับสนุนให้เกิดการดูดซับโลหะได้ นอกจากนี้แล้วความเข้มข้นของโลหะหนักที่ไม่สูงเกินไปก็เป็นเหตุผลหนึ่งที่สนับสนุนให้ประสิทธิภาพการดูดซับของตัวดูดซับทั้ง 3 ชนิดมีค่าใกล้เคียงกัน สำหรับค่าการดูดซับแมงกานีสของ NiO ที่แตกต่างจาก LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ เล็กน้อยในความเข้มข้นต่ำ และพอสมควรในความเข้มข้นสูง อาจเกิดจากขนาดของรูพรุนของ NiO (124.2133 °Å) ที่เล็กกว่าของ LaNiO₃ (183.7324 °Å) และ NiAl₂O₄ (183.6444 °Å) และแม้ค่าร้อยละการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสของตัวดูดซับทั้ง 3 จะมีค่าใกล้เคียงกัน แต่เวลาในการดูดซับจนถึงสมดุลต่างกัน ทั้งนี้อาจเกิดจากลักษณะพื้นผิวตัวดูดซับที่ต่างกัน อีกทั้งใช้ความเร็วในการคอนอย่างต่อเนืองมาก (350 รอบ/นาที) ซึ่งอาจทำให้โลหะที่เกาะบนตัวดูดซับบางส่วนหลุดออกไปได้ จึงทำให้เกิดความคลาดเคลื่อนด้านเวลาที่ใช้ดูดซับ

เมื่อพิจารณาขนาดของโลหะพบว่า ขนาดของตะกั่ว (Pb(II) = 119 pm > แมงกานีส (Mn(II) = 70 pm) ดังนั้นแนวโน้มของค่าร้อยละการดูดซับของตัวดูดซับแต่ละชนิดจึงควรเป็น ตะกั่ว < แมงกานีส แต่จากการทดลองพบว่า การดูดซับแตกต่างกันไปจากแนวโน้มดังกล่าว โดยในตัวดูดซับ NiO มีค่าร้อยละการดูดซับตะกั่วมากกว่าค่าการดูดซับแมงกานีส ทั้งนี้เกิดจากความหนาแน่นของประจุสัมพันธ์กับอัตราส่วนของประจุต่อรัศมี โดยแมงกานีสไอออนซึ่งมีประจุ +2 มีรัศมีไอออนเป็น 70 พิโกเมตร และไอออนตะกั่วซึ่งมีประจุ+2 มีรัศมีไอออนเป็น 119 พิโกเมตร จึงส่งผลให้อันตรกิริยาระหว่างตำแหน่งที่ว่างไวต่อการดูดซับกับไอออนแต่ละชนิดมีค่าไม่เท่ากัน โดยโลหะหนักตะกั่วมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าแมงกานีส (Senkao, 2013, p. 195) แต่สำหรับตัวดูดซับ LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ กลับพบว่ามีค่าร้อยละการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสใกล้เคียงกัน ทั้งนี้เป็นไปได้ว่าเกิดจาก LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ ต่างก็มีพื้นที่ผิวน้อยกว่า NiO และแม้พื้นที่ผิวของ LaNiO₃ ต่างจาก NiAl₂O₄ แต่ก็ไม่มากนัก นอกจากนี้แล้วยังมีขนาดรูพรุนเท่ากันอีกด้วย จึงทำให้มองเห็นความแตกต่างด้านประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักทั้งสองไม่ชัดเจน

2.2 ผลของความเข้มข้นของสารละลายโลหะต่อประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนัก

การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายโลหะหนักทั้ง 2 ชนิด คือ ตะกั่ว และ แมงกานีส ความเข้มข้นในช่วง 10 – 50 มก./ลิตร พบว่า ตัวดูดซับทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ ให้ผลไปในทิศทางเดียวกัน คือ เมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นปริมาณโลหะหนักทั้ง 2 ชนิดบนพื้นผิวตัวดูดซับจะเกิดได้เพิ่มขึ้น ดังผลวิจัยที่แสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายโลหะต่อประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนัก

ความเข้มข้นโลหะหนัก (มก./ลิตร)	q _e Pb ²⁺ (mg/g)			q _e Mn ²⁺ (mg/g)		
	NiO	LaNiO ₃	NiAl ₂ O ₄	NiO	LaNiO ₃	NiAl ₂ O ₄
10	10.4930±0.004	8.0730±0.266	10.5000±0.014	10.4430±0.003	10.5020±0.016	10.5280±0.001
20	19.9985±0.021	19.9430±0.014	19.9170±0.001	19.9660±0.041	10.5300±0.009	16.9700±1.019
30	29.9945±0.045	29.9580±0.003	29.9200±0.002	29.9920±0.488	13.0450±0.012	17.2245±0.495
40	39.9865±0.047	39.9750±0.019	39.8610±0.016	39.9405±0.297	13.3800±0.004	18.4600±0.311
50	49.9970±0.057	49.9770±0.008	49.6570±0.001	49.9460±0.042	14.1100±0.008	21.3100±0.792

2.3 ผลของพีเอชของสารละลายโลหะต่อความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก

การศึกษาผลของ pH ของสารละลายโลหะตะกั่วและแมงกานีส ได้ศึกษาโดยใช้สารละลายโลหะหนัก ที่ความเข้มข้น 50 มก./ลิตร และค่า pH 1 – 13 พบว่า ในน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วสามารถปรับ pH ได้ 2 ค่าเท่านั้น คือ pH 1 และ 4 เนื่องจากสารละลายเกิดการตกตะกอนของเลดไฮดรอกไซด์ที่ pH 7 ขณะที่น้ำเสียสังเคราะห์แมงกานีสสามารถปรับ pH ได้ 3 ค่า คือ pH 1, 4 และ 7 ในน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว พบว่า ตัวดูดซับ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ สามารถดูดซับโลหะตะกั่วได้ดีที่ pH 4 (ตารางที่ 2) ขณะที่การดูดซับแมงกานีสของตัวดูดซับทั้ง 3 ชนิดที่ความเข้มข้น 50 มก./ลิตร พบว่า ที่ pH 4 และ pH 7 ให้ค่าการดูดซับที่ใกล้เคียงกัน (ตารางที่ 3) ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ค่า pH ที่เหมาะสมในการดูดซับตะกั่วและแมงกานีส สำหรับตัวดูดซับออกไซด์ของนิกเกิล 3 ชนิด เท่ากับ 4

จากผลการวิจัย แสดงให้เห็นว่า การดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีสของตัวดูดซับทั้ง 3 ชนิด เกิดได้ดีในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีพีเอชสูง ทั้งนี้เนื่องจากการดูดซับขึ้นกับสภาพความเป็นขั้วของพื้นผิวตัวดูดซับ หากพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ไฮดรอกไซด์ไอออนที่พื้นผิวตัวดูดซับลดลง ทำให้การดูดซับไอออนบวกเกิดได้มากขึ้น

ตารางที่ 2 ปริมาณโลหะตะกั่วบนตัวดูดซับ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄

pH	q _e (mg/g)		
	NiO	LaNiO ₃	NiAl ₂ O ₄
1	17.300	13.620	16.215
4	49.979	44.672	49.972

ตารางที่ 3 ปริมาณโลหะแมงกานีสบนตัวดูดซับ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄

pH	q _e (mg/g)		
	NiO	LaNiO ₃	NiAl ₂ O ₄
1	16.380	11.750	14.855
4	49.9275	19.815	49.9205
7	49.9770	14.110	49.9275

2.4 รูปแบบไอโซเทอร์มของการดูดซับ

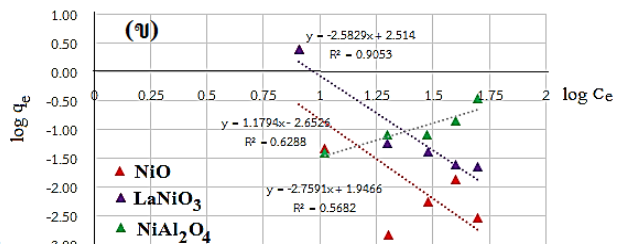
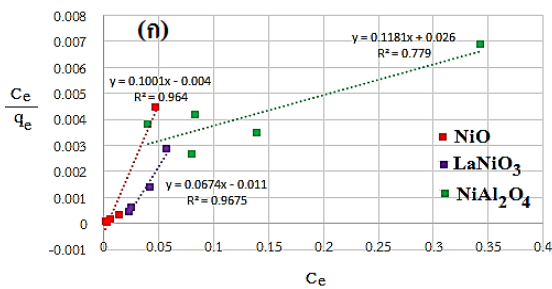
การศึกษาแบบไอโซเทอร์มการดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีสของตัวดูดซับ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ ที่ความเข้มข้นโลหะ 10 – 50 มก./ลิตร โดยคำนวณหา q_m, K_L, n และ K_F จากกราฟในภาพที่ 6 – 7 และแสดงผลในตารางที่ 4 – 5 พบว่า การดูดซับโลหะหนักทั้ง 2 ชนิดของ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ เป็นแบบแลงเมียร์เท่านั้น เมื่อค่า R²_L > R²_F โดยค่าดังกล่าวเข้าใกล้ 1

ตารางที่ 4 การเปรียบเทียบไอโซเทอร์มของการดูดซับตะกั่วของตัวดูดซับ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄

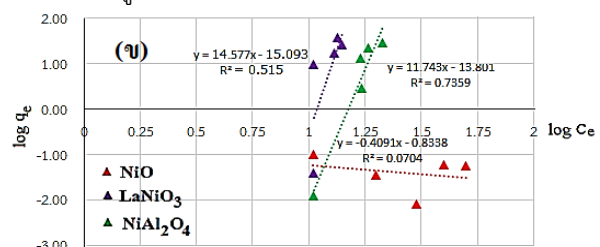
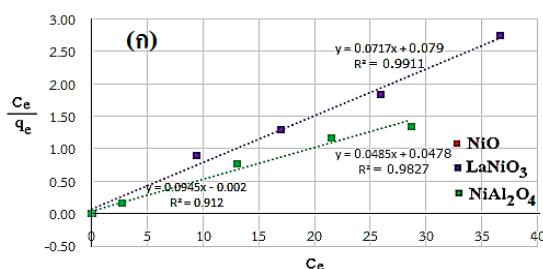
ตัวดูดซับ	ไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์			ไอโซเทอร์มแบบฟรุนดลิช		
	q _m	K _L	R ²	n	K _F	R ²
NiO	250	0.04	0.9640	0.36	15.79	0.5682
LaNiO ₃	90.91	0.16	0.9675	0.39	12.35	0.9053
NiAl ₂ O ₄	38.46	0.22	0.7790	0.85	14.19	0.6288

ตารางที่ 5 การเปรียบเทียบไอโซเทอร์มของการดูดซับแมงกานีสของตัวดูดซับ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄

ตัวดูดซับ	ไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์			ไอโซเทอร์มแบบฟรุนดลิช		
	q _m	K _L	R ²	n	K _F	R ²
NiO	500	0.02	0.9120	20.37	0.43	0.0704
LaNiO ₃	12.66	1.10	0.9911	0.07	2.79×10 ⁻⁷	0.5150
NiAl ₂ O ₄	20.92	0.99	0.9827	0.09	1.01×10 ⁻⁶	0.7359



ภาพที่ 6 ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ของการดูดซับโลหะหนักตะกั่ว



ภาพที่ 7 ไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ของการดูดซับโลหะหนักแมงกานีส

สรุปผลการวิจัย

สารประกอบ Ni-based oxides ของ NiO, LaNiO₃ และ NiAl₂O₄ สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี โดยใช้สารตั้งต้นของโลหะไนเตรตและเกลือคาร์บอเนต จากการศึกษาพบว่าข้อมูลสเปกตรัม XRD ของสารประกอบที่เตรียมได้ พบว่า ได้เป็นออกไซด์ทั่วไป (NiO) เพอรอฟสไกต์ (LaNiO₃) และสปิเนล (NiAl₂O₄) ส่วน SEM แสดงให้เห็นว่าสารประกอบทั้งหมดมีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรและมีพื้นผิวประกอบด้วยรูพรุน ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET พบว่า NiO มีพื้นที่ผิวสูงสุด (77.7864 ตารางเมตร/กรัม) เมื่อนำ NiO ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักตะกั่วและแมงกานีส พบว่ามีร้อยละการดูดซับตะกั่วและแมงกานีสเท่ากับ 99.55 และ 76.59 ตามลำดับ และมีรูปแบบการดูดซับโลหะหนักเป็นแบบไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ ด้วย NiO เป็นตัวดูดซับที่มีพื้นที่ผิวสูงสุด จึงมีความสนใจนำไปประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสีย

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยราชภัฏยะลา ที่ได้มอบทุนวิจัยจากงบประมาณแผ่นดิน ประจำปี พ.ศ. 2562 (เลขที่ทุน ผด. 003 / 2562) เพื่อสนับสนุนการทำวิจัยในครั้งนี้

เอกสารอ้างอิง

- Aghayan, M. & Hussainova, I. (2015). Fabrication of NiO/NiAl₂O₄ Nanofibers by Combustion Method. *Key Engineering Materials*, 674, 31 – 34.
- Anchieta, C.G., Tochetto, L., Madalosso, H.B., Sulkovski, R.D., Serpa, C., Mazutti, M.A., Almeida, A.R.F., Gundel, A. & Foletto, E.L. (2015). Effect of thermal treatment on the synthesis of NiAl₂O₄ spinel oxide using chitosan as precursor. *Ceramica*, 61, 477 – 481.
- Abdel-Shafy, H. I. (2015). Chemical treatment for removal of heavy metals from industrial wastewater. *Egyptian Journal of Chemistry*, 58, 1 – 12.
- Bakalar, T., Bugel, M. & Gajdosova, L. (2009). Heavy metal removal using reverse osmosis. *Acta Montanistica Slovaca*. 14, 250 – 253.
- Dana, E. (2017). Adsorption of heavy metals on functionalized-mesoporous silica: A review. *Microporous and Mesoporous Material*, 247, 145 – 157.
- Esmaeili, H. & Fououtan, R. (2015). Investigation into ion exchange and adsorption methods for removing heavy metals from aqueous solutions. *International Journal of Biology, Pharmacy and Allied Sciences*, 4 (12), 620 – 629.
- Franco, F., Benitez-Guerrero, M., Gonzalez-Trivino, I., Perez-Recuerda, R., Assiego, C., Cifuentes-Melchor, J. et al. (2016). Low-cost aluminum and iron oxides supported on dioctahedral and trioctahedral smectites: A comparative study of the effectiveness on the heavy metal adsorption from water. *Applied Clay Science*, 119, 321 – 332.
- Haron, W., Wisitsoraat, A., Sirimahachai, U. & Wongnawa, S. (2018). A simple synthesis and characterization of LaMO₃ (M=Al, Co, Fe, Gd) perovskites via chemical co-precipitate method. *Songklanakarin Journal of Science and Technology*, 40 (3), 484 – 491.
- Loubuthee, A., Hasin, P. & Koonseang, N. (2007). NiAl₂O₄ spinel prepared from nickel-aluminium complexes by using various nickel(II) salts via one pot process. *Journal of Research in Engineering and Technology*, 4, 303 – 314.
- Lin, S., Lian, C., Xua, M., Zhanga, W., Liua, L. & Lin, K. (2017). Study on competitive adsorption mechanism among oxyacid-type heavy metals in co-existing system: Removal of aqueous As(V), Cr (III) and As (III) using magnetic iron oxide nanoparticles (MIONPs) as adsorbents. *Applied Surface Science*, 422, 675 – 681.
- Mahmoud, AM., Ibrahim, FA., Seham, A., Shaban, SA. & Youssef, NA. (2015). Adsorption of heavy metal ion from aqueous solution by nickel oxide nano catalyst prepared by different methods. *Journal of Petroleum*, 24, 27 – 35.



- Phalathip. P. (2016). The adsorption of heavy metal using modified synthetic fiber. Master's Thesis. Suranaree University of Technology. (in Thai)
- Phaphromphuek, P. (2016). *Adsorption and Waste Water Treatment*. MSU research digest, 3, 51 – 57. (in Thai).
- Peng, G. & Tian, G. (2010). Using electrode electrolytes to enhance electrokinetic removal of heavy metals from electroplating sludge. *Chemical Engineering Journal*, 165, 388 – 394.
- Peng, W., Li, H., Liu, Y. & Song, S. (2016). A review on heavy metal ions adsorption from water by graphene oxide and its composites. *Journal of Molecular Liquids*, 230, 496 – 504.
- Perin, G., Fabro, J., Guiotto, M., Xin, Q., Natilea, M.M., Cool, P., et al. (2017). Cu@LaNiO₃ based nanocomposites in TWC applications. *Applied Catalysis B: Environmental*, 209, 214 – 227.
- Pollution control department. (2017). *Report of Thailand's Pollution Situation in 2017* (1st ed.). Bangkok. Ministry of Natural Resources and Environment. (in Thai).
- Rath, S.S., Singh, S., Rao, D.S., Nayak, B.B. & Mishra, B.K. (2017). Adsorption of heavy metals on a complex Al-Si-O bearing mineral system: Insights from theory and experiments. *Separation and Purification Technology*, 186, 28 – 38.
- Senkao, Y. (2013). Removal of cadmium (II) and lead (II) ions from wastewater by tamarind and pomegranate shell. *Journal of Science and Technology*, 2, 184 – 201. (in Thai).
- Thabuot, M. (2010). Development of heavy metal and dye adsorbents to substitute for the commercial activated carbon. *Naresuan University Journal*, 18(2), 17 – 27. (in Thai).
- Thansettakij. (2016). *The Kingdom of Saudi Arabia's fund for the factory – tourism increasing – positive signal in 3 southern border provinces, Thailand* [Online]. Retrived June 10, 2018, from : <http://www.thansettakij.com/content/28920> (in Thai).