บทที่ 3
ขั้นตอนและวิธีดำเนินการทดลอง

3.1 ขั้นตอนการทดลอง

1. ศึกษาลักษณะและคุณสมบัติของซิลิกาเจลที่ใช้แล้วนำมาเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ โดยวิธีการเคลือบแบบ Modified Precipitation Method (เบญจวรรณ, 2547)
2. ศึกษาภาวะที่เหมาะสมของการกำจัดโลหะแคดเมียมและนิกเกิลจากตัวดูดซับที่เตรียมได้ในข้อ 1 โดยทำการทดลอง การดูดซับแบบ batch
3. ศึกษาพฤติกรรมการกำจัดโลหะหนักจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะหนักแคดเมียม นิกเกิล ตะกั่ว ทองแดง ผสมกันอยู่ โดยซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์
4. ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดโลหะของตัวดูดซับที่เตรียมได้ เมื่อนำซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์กลับมาใช้ซ้ำ
5. ศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption Isotherm) ในการกำจัดโลหะแคดเมียมและนิกเกิล
6. ศึกษาการนำตัวดูดซับที่เตรียมได้มาใช้กำจัดโลหะหนักในน้ำเสียจริง
7. ศึกษาผลของ pH ต่อการชะออกของโลหะหนักจากตัวดูดซับที่เตรียมได้เมื่อจับโลหะหนักแล้ว

3.2 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

	ยี่ห้อ : รุ่น
1. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง	Mettler : AT200
2. เครื่องเขย่า (Shaker)	Kika-Werk : HS500
3. เครื่องวัดพีเอช (pH Meter)	Hanna : pH 211
4. เครื่องคนแม่เหล็ก	Gem : MS 101
5. เครื่อง Transferpette (Micropipet)	Brand : 100 – 1000 µL
6. เครื่อง Transferpette (Micropipet)	Brand : 10 – 100 µL
7. เครื่อง X – Ray Fluorescence Spectrometer (XRF)	Philips : PW 2400
8. เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)	Jeol : JSM 6400

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

	ยี่ห้อ : รุ่น
9. เครื่อง Surface Area Analyzer (SAA)	Thermo Finnigan : Sorptomatic 199(
10. เครื่อง Flame Atommic Absorption Spectrometer (FAAS)	Perkin Elmer : AAnalyst 100
11. เครื่อง Orbital Mixer Incubator	Ratek
12. ตู้อบ	Memmert
13. เตาเผา	Carbolite
14. แท่งคนแม่เหล็ก	
15. ขวดพลาสติก	
16. เครื่องแก้ว	
17. กระดาษกรอง	

3.2.2. สารเคมี

	คุณสมบัติ
1. Nitric Acid 65% (Merck)	Analytical Reagent Grade
2. Hydrochloric acid 37% (Merck)	Analytical Reagent Grade
3. Hydrofluoric acid 48% (Merck)	Analytical Reagent Grade
4. Sodium hydroxide (Merck)	Analytical Reagent Grade
5. Ferric nitrate nonahydrate (Carlo ERBA)	Analytical Reagent Grade
6. Nickel nitrate 1000 mg/L (Fisher)	Standard Solution
7. Cadmium nitrate 1000 mg/L (Fisher)	Standard Solution
8. Iron nitrate1001$\pm$ 2 mg/L (Merck)	Standard Solution
9. Lead nitrate 1000 mg/L (BDH)	Standard Solution
10. Copper nitrate 1000 mg/L (BDH)	Standard Solution
11. Nickel (II) nitrate hexahydrate (Merck)	Analytical Reagent Grade
12. Copper (II) nitrate trihydrate (Merck)	Analytical Reagent Grade
13. Cadmium nitrate (Carlo ERBA)	Analytical Reagent Grade
14. Lead nitrate (M&B)	Analytical Reagent Grade
15. Silica gel 60 (SiO_2) ขนาด 0.063-0.2 mm (Merck)	Analytical Reagent Grade

3.2 วิธีดำเนินการทดลอง

3.3.1 ศึกษาการเตรียมซิลิกาเจลที่ใช้แล้วนำมาเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์

โดยวิธีการเคลือบแบบ Modified Precipitation Method (เบญจวรรณ, 2547)

เตรียมซิลิกาเจลที่ใช้แล้วจากห้องปฏิบัติการเคมีมาเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส,เวลา 3 ชั่วโมง

↓

ชั่งซิลิกาเจลที่ใช้แล้ว 5 g ใส่สารละลายที่เตรียมจาก 0.5 g $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ปริมาตร 25 ml
แล้วปรับ pH = 7 0±0.5 ด้วยสารละลาย NaOH เข้มข้น 0.1 และ 1 M

↓ กวน 1 ชั่วโมง

กรองแยกของแข็งออก
แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนส่วนสารละลายใสไม่มีสี

↓

นำของแข็งไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส 10 ชั่วโมง

↓

นำไปเข้าเตาเผาที่ 550 องศาเซลเซียส 6 ชั่วโมง

รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์

3.3.2 ศึกษาลักษณะและคุณสมบัติของซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์

นำซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.1 มาศึกษาลักษณะของพื้นผิว พื้นที่ผิวสัมผัส ขนาดรูพรุน ปริมาตรรูพรุน โดยใช้เครื่องมือและเทคนิค ดังแสดงในตารางที่ 3.1 และหาปริมาณเหล็กโดยทำการย่อยตัวดูดซับที่เตรียมได้ด้วยกรด HF เพื่อหาเปอร์เซ็นต์เหล็กที่เคลือบติดบนซิลิกาเจลเมื่อเทียบกับปริมาณเหล็กที่ใช้เคลือบขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 การวิเคราะห์ลักษณะและคุณสมบัติของซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์

ลักษณะคุณสมบัติ	เครื่องมือ / เทคนิคที่ใช้
ลักษณะพื้นผิว พื้นที่ผิวสัมผัส ขนาดรูพรุน และปริมาตรรูพรุน ปริมาณเหล็ก	Scanning Electron Microscope (SEM) Surface Area Analyzer (SAA) Flame Atomic Absorption Spectrometer (FAAS)

นำซิลิกาเจลชั่งมา 0.04 g ใส่บีกเกอร์เทฟลอนขนาด 100 ml
แช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาตร 10 ml

↓

ตามด้วยกรดฟลูออริก 48% ปริมาตร 10 ml เพื่อละลายซิลิกาออก
จากนั้นให้ความร้อนจนแห้ง
(เติมกรดฟลูออริกซ้ำอีก 3 ครั้งเพื่อให้แน่ใจว่าละลายซิลิกาเจลหมด)

↓

แล้วเติม10 ml ของสารผสมระหว่าง 6 M HCl 1 ส่วน: 6 M HNO_3 3 ส่วน
ให้ความร้อนจนแห้ง

↓

จากนั้นเติม 6 M HCl ปริมาตร 5 ml แล้วอุ่นต่ออีก 5 นาที
(จนของแข็งละลายหมด)

↓

ทำการปรับปริมาตรเป็น 50 ml ด้วย D.I. water
แล้วนำไปตรวจวัดปริมาณเหล็กด้วยเทคนิค FAAS
(เพื่อหาปริมาณเหล็กที่เคลือบติดบนซิลิกาเจล)

รูปที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนการย่อยซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ด้วยกรด HF เพื่อหาปริมาณเหล็ก

3.3.3 ศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนักด้วยซิลิกาเจลที่ใช้แล้วจากต่างห้องปฏิบัติการเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์

เปรียบเทียบหาประสิทธิภาพการดูดจับโลหะแคดเมียมและนิกเกิลจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมจาก $CdSO_4 \cdot 5H_2O$ และ $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ โดยนำซิลิกาเจลที่ใช้แล้วจากต่างห้องปฏิบัติการเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์และซิลิกาเจลที่ไม่ได้เคลือบเหล็กออกไซด์ชั่งมาชนิดละ 0.5 g เติมสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีนิกเกิลเข้มข้น 40 mg/L ปริมาตร 50 ml นำไปเขย่า 30 นาที ทำการทดลองแบบ batch วัด pH เริ่มต้น, pH สุดท้ายของสารละลาย นำไปตรวจวัดปริมาณโลหะเริ่มต้นและที่เหลือหลังการดูดซับด้วยเทคนิค FAAS เพื่อหาประสิทธิภาพในการดูดซับ และทำการทดลองเช่นเดียวกันสำหรับการดูดซับแคดเมียม

3.3.4 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะหนักด้วยซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์

การศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสียด้วยซิลิกาเจลเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ ได้แบ่งการศึกษาออกเป็น 4 ขั้นตอนคือ 1. ระยะเวลาในการสัมผัส 2. pH ของสารละลายโลหะและผลของ pH ต่อการชะละลายของเหล็กขณะใช้กำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย 3. ผลของอุณหภูมิของสารน้ำเสีย และ 4. ผลของแคทไอออนและแอนไอออนร่วมในน้ำเสีย โดยผลการทดลองที่ได้จะนำไปคำนวณเพื่อหาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนัก ซึ่งมีหน่วยเป็นมิลลิกรัมของโลหะหนักที่ถูกดูดจับต่อกรัมของตัวดูดซับ และเปอร์เซ็นต์ในการกำจัดต่อไป

3.3.4.1 ระยะเวลาในการสัมผัส

การทดลองหาเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการกำจัดแคดเมียมโดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.25 กรัม เติมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 45 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร จากนั้นทำการเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา15 นาที, 30 นาที, 1 ชั่วโมง, 2 ชั่วโมง, 3 ชั่วโมง และ 4 ชั่วโมง กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS ทำเช่นเดียวกันนี้โดยเปลี่ยนสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์เริ่มต้นเป็นนิกเกิลความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตรแทน

3.3.4.2 pH เริ่มต้นของสารละลายโลหะ และผลของ pH ต่อการชะละลายของเหล็กที่หลุดออกมาจากซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ขณะใช้ในการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย

การทดลองหา pH ที่เหมาะสมที่ใช้ในการกำจัดแคดเมียมโดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.25 g นำมาทดสอบการกำจัดแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 45 mg/L ปริมาตร 25 ml ปรับ pH เริ่มต้นของสารละลายให้ได้ประมาณ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ด้วยการเติม 1M NaOH และ 1M HNO_3 จากนั้นทำการเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS ทำเช่นเดียวกันนี้โดยเปลี่ยนสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์เริ่มต้นเป็นนิกเกิลความเข้มข้น 50 mg/L แทน จากนั้นนำสารละลายแคดเมียมและนิกเกิลที่ pH ประมาณ 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ที่ผ่านการทดลองการดูดซับแคดเมียมและนิกเกิลด้วยซิลิกาเจลแล้ว จากการทดลองข้างต้นไปวัดหาปริมาณเหล็กที่ถูกชะหลุดออกมาด้วย FAAS

3.3.4.3 ผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสารละลายต่อการดูดซับแคดเมียมและ นิกเกิลโดยซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์

การทดลองผลของอุณหภูมิที่มีต่อการกำจัดแคดเมียมและนิกเกิลทำโดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.25 g นำมาทดสอบการกำจัดแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 45 mg/L ปริมาตร 25 ml จากนั้นทำการเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที โดยเครื่องมือ mixture incubator ที่ปรับอุณหภูมิ ควบคุมอุณหภูมิสารละลายให้คงที่ที่ 30 , 40 , 50 และ 60 องศาเซลเซียส กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS ทำเช่นเดียวกันนี้โดยเปลี่ยนสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์เริ่มต้นเป็นสารละลายนิกเกิลความเข้มข้น 50 mg/L แทน

3.3.4.4 ผลของแคทไอออนและแอนไอออนร่วม ในสารละลายเริ่มต้นต่อประสิทธิภาพการกำจัดโลหะหนักของซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์

เตรียมสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียม ความเข้มข้น 50 mg/L ที่มีเกลือ NaCl ละลายอยู่ 0.01, 0.05, 0.1 M ตามลำดับ ซึ่งเตรียมโดยการเจือจางจากสารละลายโลหะความเข้มข้น 1000 mg/L รวมกับสารละลาย NaCl ความเข้มข้น 1 M แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 ml จากนั้นปิเปต

สารละลายแคดเมียมและนิกเกิลออกมาอย่างละ 25 ml ใส่ในซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่ชั่งเตรียมไว้ 0.10 g แล้วนำไปเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจลและนำสารละลายที่ได้ไปวัดความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS ทำซ้ำโดยเปลี่ยนชนิดเกลือเป็น $NaNO_3$ และ KNO_3 และเปลี่ยนสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์เป็นสารละลายนิกเกิลความเข้มข้น 50 mg/L แทน

3.3.5 ผลการศึกษาพฤติกรรมการกำจัดโลหะหนัก โดยซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์จากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะหนักหลายชนิด

เตรียมสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะผสมได้แก่ แคดเมียม ตะกั่ว ทองแดง และนิกเกิลเข้มข้นอย่างละ 50 mg/L ซึ่งเตรียมโดยการเจือจางจาก สารละลายโลหะความเข้มข้น 1000 mg/L ปรับปริมาตรเป็น 200 ml จากนั้นนำซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ชั่งมา 0.50 g เติมสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะผสม ปริมาตร 50 ml นำไปเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS

3.3.6 ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดโลหะของตัวดูดซับที่เตรียมได้ เมื่อนำซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์กลับมาใช้อีกในรอบที่ 2, 3

ใช้ภาวะการทดลองที่ดีที่สุดที่ได้จากการศึกษาในข้อ 3.3.4 และเลือก pH ที่จะชะโลหะหนักออกโดยไม่ทำให้เกิดการชะหลุดของเหล็กออกจากซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ มาทำการทดลองโดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.50 g นำมาทดสอบการกำจัดแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 50 mg/L ปริมาตร 50 ml นำไปเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS จากนั้นนำซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่จับแคดเมียมครั้งที่ 1 ล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml 3 ครั้ง แล้วนำมาทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จึงนำมาทำการชะแคดเมียมออกด้วย 0.001 M HNO_3 (pH 3.0) ปริมาตร 150 ml กรองสารละลายที่ได้มาทำการวัดหาปริมาณแคดเมียมและเหล็กที่หลุดออกมาด้วย FAAS จากนั้นนำซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่ได้จากการชะแคดเมียมครั้งที่ 1 ล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml 3 ครั้ง แล้วนำมาทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อนำไปทำการดูดซับโลหะแคดเมียมในรอบที่ 2 โดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.25 g นำมาทดสอบการกำจัดแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 50 mg/L

ปริมาตร 25 ml นำไปเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS จากนั้นนำซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่จับแคดเมียมครั้งที่ 2 ล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml 3 ครั้ง แล้วนำมาทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง จึงนำมาทำการชะแคดเมียมออกด้วย 0.001 M HNO_3 (pH 3.0) ปริมาตร 75 ml กรองสารละลายที่ได้มาทำการวัดหาปริมาณเหล็กที่หลุดออกมาด้วย FAAS จากนั้นนำซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่ได้จากการชะแคดเมียมครั้งที่ 2 ล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml 3 ครั้ง แล้วนำมาทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง เพื่อนำมาทำการดูดซับโลหะแคดเมียมในรอบที่ 3 โดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.15 g นำมาทดสอบการกำจัดแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 50 mg/L ปริมาตร 25 ml นำไปเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS ทำเช่นเดียวกันนี้โดยเปลี่ยนสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์เริ่มต้นเป็นสารละลายนิกเกิลความเข้มข้น 50 mg/L แทน

3.3.7 ศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับโลหะ

การศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับแคดเมียมและนิกเกิลด้วยซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ โดยใช้ซิลิกาเจลที่ใช้แล้วเคลือบเหล็กออกไซด์ชุดเดียวกันกับที่นำมาใช้ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะหนัก โดยชั่งซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ 0.10 g นำมาทดสอบการกำจัดแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีแคดเมียมความเข้มข้นเริ่มต้น 25, 30, 35, 45, 55, 65 และ 70 มิลลิกรัมต่อลิตรปริมาตร 25 ml โดยมีค่า pH ในช่วง 6.0 $\pm$ 0.5 จากนั้นทำการเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส แล้วกรองแยกซิลิกาเจลและนำสารละลายที่ได้ไปวัดความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS ทำเช่นเดียวกันนี้โดยเปลี่ยนสารละลายน้ำเสียสังเคราะห์เริ่มต้นเป็นสารละลายนิกเกิลความเข้มข้น 20, 30, 40, 50, 60, 70 และ 80 mg/L แทน

3.3.8 ทดสอบกับน้ำเสียจริง

โดยศึกษาลักษณะภายนอกของน้ำเสียก่อน ได้แก่ กลิ่น สี และความขุ่น จากนั้นนำไปวัดความเป็นกรดเป็นด่าง แล้วจึงเติม NaOH 1 M ลงไปเพื่อปรับ pH ของน้ำเสียให้มีพีเอชประมาณ 7.0 (pH ช่วงที่ทำการกำจัดโลหะได้เหมาะสม) ก่อนนำไปวัดหาปริมาณโลหะหนักเริ่มต้นที่มีด้วยเครื่อง FAAS จากนั้นปิเปตน้ำเสียมา 25 ml ใส่ในซิลิกาเจลเคลือบเหล็กออกไซด์ที่ชั่งเตรียมไว้ 0.25 g (อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวเดียวกับการศึกษาภาวะของสารละลายโลหะที่เหมาะสม) กรองแยกซิ

ลิกาเจลและนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่เหลือด้วย FAAS จากนั้นคำนวณประสิทธิภาพและความสามารถในการกำจัดโลหะหนักที่ได้ เปรียบเทียบกับความสามารถในการกำจัดโลหะหนักจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่ได้ทำการทดลองจากข้างต้น

3.3.9 ศึกษาผลของ pH ต่อการชะออกของโลหะหนักจากตัวดูดซับที่เตรียมได้เมื่อจับโลหะหนักแล้ว

นำซิลิกาเจลเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์มาทำการดูดซับแคดเมียมและนิกเกิล จากนั้นนำซิลิกาเจลที่ดูดซับแคดเมียมและนิกเกิลไว้มาล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml 3 ครั้ง แล้วนำไปอบแห้ง นำตัวดูดซับที่เตรียมได้ที่ดูดซับแคดเมียมและนิกเกิลแล้วมาชั่ง 0.15 g จากนั้นใส่น้ำกลั่นที่ทำการปรับ pH ให้เท่ากับ 3, 4, 5, 6 ปริมาตร 15 ml นำไปเขย่าที่ความเร็วประมาณ 160 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที กรองแยกซิลิกาเจล และนำสารละลายที่ได้ไปวัดหาความเข้มข้นของโลหะที่หลุดออกมาด้วย FAAS

การคำนวณเพื่อหาประสิทธิภาพของการกำจัดโลหะหนัก

พิจารณาจากเปอร์เซ็นต์ในการกำจัดโลหะหนัก (% Removal, R) ดังสมการที่ (1) และความสามารถของตัวดูดซับในการจับกับโลหะ (adsorption capacity, Q) ดังสมการที่ (2)

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

$$Q = \frac{(C_0 - C_e) \times v}{m} \quad \text{.....(2)}$$

R = เปอร์เซ็นต์การกำจัดโลหะหนัก

Q = ความสามารถในการจับโลหะ (mg/g)

C_0 = ความเข้มข้นของสารละลายเริ่มต้น (mg/L)

C_e = ความเข้มข้นของสารละลายที่เหลืออยู่ (mg/L)

v = ปริมาตรของสารละลาย (L)

m = น้ำหนักของตัวดูดซับ (g)