บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 UV / VIS Spectrophotometer, Unicam 8625 ,England

3.1.2 Centrifuge, Hettich EBA 3S, Zentrifugen D-7200 Tuttingen, U.S.A

3.1.3 Shaking water bath, Heto Maxi-Shake, Denmark

3.1.4 Temperature control, JONATHAN, JTM-96, Japan

3.1.5 เครื่องบด, Waring Conner Laborary Blender, U.S.A

3.1.6 เครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง , Mettler Toledo, PB 302, Germany

3.1.7 เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง, Shimaszu ,AW 220, Japan

3.1.8 ตะแกรงร่อน, Retsch, D-42759 Haan, Germany

3.1.9 ตู้อบสาร, Memmert, Germany

3.1.10 เตาเผา, Fisher Scientific, Isotherm Muffle Furnace, Canada

3.1.11 พีเอชมิเตอร์ (pH meter), Hanna, Mauritius

3.2 สารเคมีและวัสดุดูดซับ

3.2.1 สารเคมี

1) สารละลายมาตรฐานสีย้อม

1.1) Rifafix Yellow 3RN (C.I Reactive Yellow 145)

1.2) Rifafix Red 3BN (C.I Reactive Red 195)

1.3) Rifafix Navy Blue BF (C.I Reactive Blue 222)

A.C Burapa co., LTD, Thailand

2) HNO_3, A.R grade, E. Merck, Germany

3) NaOH, A.R grade, E. Merck, Germany

4) KOH, A.R grade, E. Merck, Germany

3.2.2 วัสดุดูดซับ

1) ถ่านกัมมันต์มาตรฐาน, Fluka Chemical, Belgium

2) ถ่าน และถ่านกัมมันต์ที่เตรียมจากไมยราบยักษ์ เปลือกมังคุด และเมล็ดมะขาม

2.1) ไมยราบยักษ์ เลือกตัดต้นที่มีขนาดสูงจากพื้นดินประมาณ 1-2 เมตร โดยตัดบริเวณโคนต้นที่อยู่เหนือพื้นดิน แล้วตัดส่วนที่เป็นกิ่งก้าน และใบทิ้ง นำเฉพาะส่วนของลำต้นมาตัดให้เป็นท่อน ยาวประมาณ 10 เซนติเมตร นำมาล้างด้วยน้ำสะอาด แล้วตากแดดให้แห้งประมาณ 7 วัน

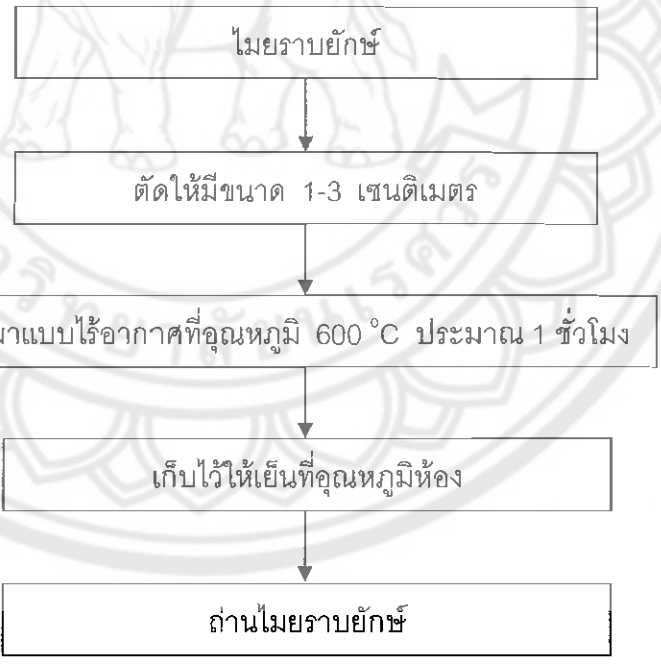
2.2) เปลือกมังคุด นำมาล้างด้วยน้ำสะอาด แล้วตัดให้มีขนาดประมาณ 1-3 เซนติเมตร นำไปตากแดดให้แห้ง ประมาณ 7 วัน

2.3) เมล็ดมะขาม นำมาล้างด้วยน้ำสะอาด แล้วนำไปตากแดดให้แห้ง ประมาณ 7 วัน

3.3 การเตรียมถ่านและถ่านกัมมันต์

3.3.1 ถ่านจากไมยราบยักษ์

เตรียมโดยใช้เทคนิคของ Martínez (Martínez et al., 2006. pp. 23-28) ดังแผนภาพต่อไปนี้

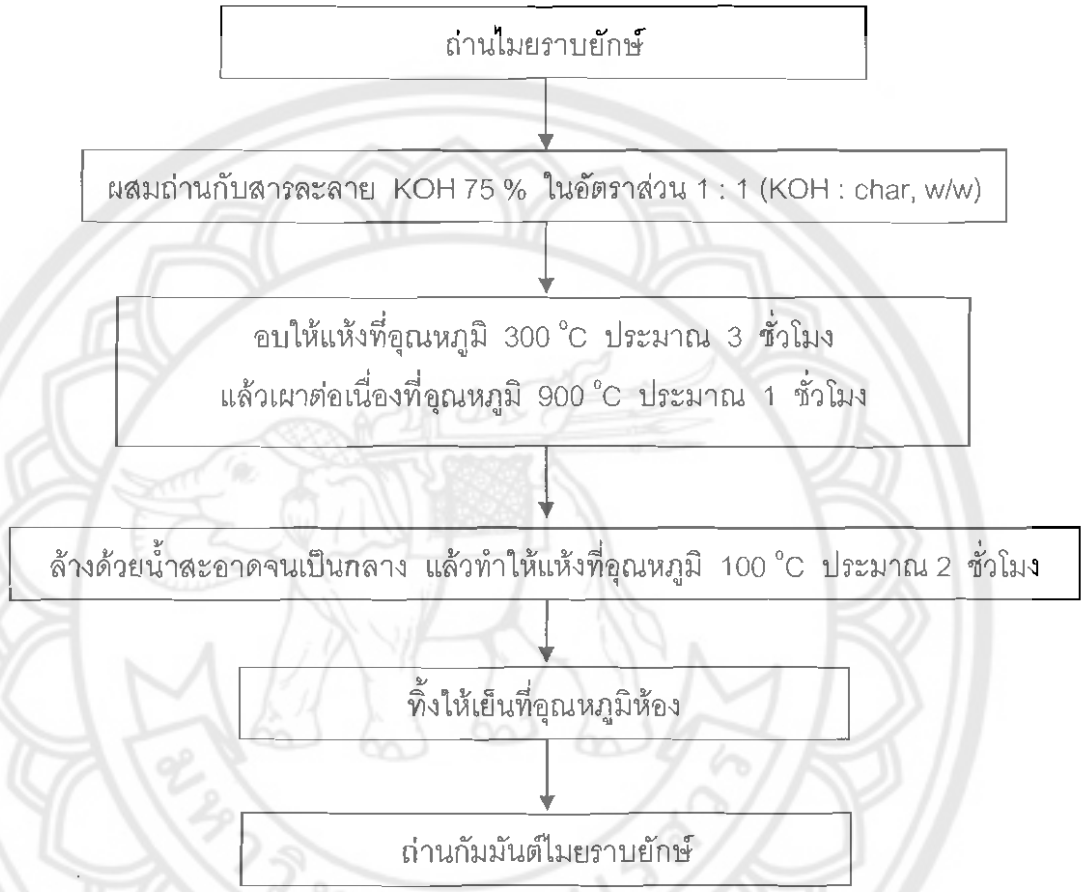


ภาพ 11 ขั้นตอนการเตรียมถ่านจากไมยราบยักษ์

สำหรับการเตรียมถ่านจากเปลือกมังคุด และเมล็ดมะขามนั้น ให้ใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกับไมยราบยักษ์ และไม่ต้องนำวัตถุดิบที่แห้งแล้วมาตัดให้มีขนาดเล็กลงอีก

3.3.2 ถ่านกัมมันต์จากไมยราบยักษ์

เตรียมโดยใช้เทคนิคของ Martínez (Martínez et al., 2006. pp. 23-28) ดังแผนภาพต่อไปนี้



ภาพ 12 ขั้นตอนการเตรียมถ่านกัมมันต์จากไมยราบยักษ์

สำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุด และเมล็ดมะขามนั้น ให้ใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกับไมยราบยักษ์

3.3.3 การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของถ่านและถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้

นำถ่านและถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้มาบด แล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาด 120 mesh (Gong, 2005. pp. 247-250) เพื่อใช้ในการศึกษาการดูดซับ และนำไปทำการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและรูพรุนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) และความสามารถในการดูดซับไอโอดีน (Iodine number) ด้วยวิธีมาตรฐาน ASTM 4607-94 (ASTM, 1999)

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมสารละลาย

1) เตรียม stock solution ของสารละลายมาตรฐานสีย้อม ได้แก่ สีเหลือง สีแดง และสีน้ำเงิน 1000 mg/L ปริมาตร 500 ml (นิศากร แสงนิล, 2541) โดยละลายสีย้อมแต่ละชนิด 0.5 กรัม ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้เป็น 500 ml

2) เตรียมสารละลาย 75 % (w/w) KOH ปริมาตร 500 ml โดยละลาย KOH 441 กรัม ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรให้เป็น 500 ml

3.4.2 วิธีการทดลอง

1) การหาความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนแสง (λ_{max})

เตรียมสารละลายสีย้อม สีเหลือง สีแดง และสีน้ำเงิน เข้มข้น 5 mg/L จากสารละลาย stock solution 1000 mg/L แล้วนำไปบันทึกสเปกตรัมตั้งแต่ความยาวคลื่น 350 ถึง 800 nm

2) การสร้างกราฟมาตรฐาน

2.1) เตรียมสารละลายมาตรฐานสีย้อม สีเหลือง สีแดง และสีน้ำเงิน เข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 mg/L จากสารละลาย stock solution 1000 mg/L

2.2) นำสารละลายมาตรฐานที่เตรียม ไปวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเครื่อง UV/VIS Spectrophotometer โดยใช้ความยาวคลื่นสูงสุดของแต่ละโทนสี

2.3) การหาประสิทธิภาพของวิธีการวัดและเครื่องมือ

ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวัด และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองด้วยการวิเคราะห์หาขีดจำกัดต่ำสุดของวิธีทดสอบ (Detection limit) และการวิเคราะห์ spiked sample หรือการหา % Recovery ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ (American Public Health Association, 1998)

3.4.3 การศึกษาค่า pH และอุณหภูมิ

1) ชั่งถ่านกัมมันต์มาตรฐานปริมาณ 0.1 กรัม ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 ml

2) นำสารละลายสีย้อม สีเหลือง เข้มข้น 100 mg/L มาปรับค่า pH เท่ากับ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 ด้วย 0.1 M HNO_3 และ NaOH (Arami et al., 2005. pp. 317-376) แล้วปิเปตสารปริมาตร 10 ml ใส่ลงในขวดรูปกรวย

3) เขย่าสารละลายที่อุณหภูมิ 20 °C ในเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบ/นาที (Namasivayam & Sangeetha, 2006. pp. 449-452) นาน 30 นาที

4) แยกตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับออกจากกัน โดยใช้เครื่อง centrifuge ที่ความเร็วรอบ 6,000 รอบ/นาที (Rajeshwarisivaraj, 2002. pp. 205-206)

5) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนสารละลายสีย้อมเป็น สีแดง และ สีน้ำเงิน

6) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนตัวดูดซับเป็นถ่าน และถ่านกัมมันต์จากไมยราบยักษ์ เปลือกมังคุด และเมล็ดมะขาม

7) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนอุณหภูมิในการเขย่าเป็น 30 °C และ 40 °C

8) นำสารละลายที่แยกได้วัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเครื่อง UV/VIS Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่นสูงสุด (Arami et al., 2005. pp. 371-376 ; Gong, 2005. pp. 247-250)

9) หาปริมาณการดูดซับของสารละลายสีย้อม

10) การศึกษาทำ 3 ซ้ำ

3.4.4 **การศึกษาเวลา และอุณหภูมิ**

1) ชั่งถ่านกัมมันต์มาตรฐานปริมาณ 0.1 กรัม ลงในขวดรูปกรวยขนาด 125 ml

2) นำสารละลายสีย้อม สีเหลือง เข้มข้น 100 mg/L มาปรับค่า pH ที่ได้จากการทดลองข้างต้น ด้วย 0.1 M HNO_3 และ NaOH แล้วปิเปตสารปริมาตร 10 ml ใส่ลงในขวดรูปกรวย

4) เขย่าสารละลายที่อุณหภูมิ 20 °C ในเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบ/นาที นาน 30 นาที และ 1-12 ชั่วโมง

5) แยกตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับออกจากกัน โดยใช้เครื่อง centrifuge ที่ความเร็วรอบ 6,000 รอบ/นาที

6) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนสารละลายสีย้อมเป็นสีแดง และ สีน้ำเงิน

7) ทดลองเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนตัวดูดซับเป็นถ่าน และถ่านกัมมันต์จากไมยราบยักษ์ เปลือกมังคุด และเมล็ดมะขาม

8) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนอุณหภูมิในการเขย่าเป็น 30 °C และ 40 °C

9) นำสารละลายที่แยกได้วัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเครื่อง UV/VIS Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่นสูงสุด

10) หาปริมาณการดูดซับของสารละลายสีย้อม

11) การศึกษาทำ 3 ซ้ำ

3.4.5 **การสร้าง** Adsorption Isotherm

1) **เตรียมสารละลายมาตรฐานสีย้อมได้แก่ สีเหลือง เข้มข้น** 10, 25, 50, 100, 250, 400, 550, 700 **และ** 850 mg/L

2) **ชั่งถ่านกัมมันต์มาตรฐานปริมาณ** 0.1 **กรัม ลงในขวดรูปกรวยขนาด** 125 ml

3) นำสารละลายสีย้อม สีเหลือง เข้มข้น 10 mg/L มาปรับค่า pH ที่ได้จากการทดลองข้างต้น ด้วย 0.1 M HNO_3 และ NaOH แล้วปิเปตสารปริมาตร 10 ml ใส่ลงในขวดรูปกรวย

4) เขย่าสารละลายที่อุณหภูมิ 20 °C ในเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบ/นาที และใช้เวลาที่เข้าสู่สภาวะสมดุลที่ได้จากการทดลองข้างต้นในการเขย่าสาร

5) แยกตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับออกจากกัน โดยใช้เครื่อง centrifuge ที่ความเร็วรอบ 6,000 รอบ/นาที

6) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายสีย้อมสีเหลืองเป็น 25, 50, 100, 250,400, 550, 700 และ 850 mg/L ตามลำดับ

7) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนสารละลายสีย้อมเป็นสีแดง และ สีน้ำเงิน

8) ทดลองเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนตัวดูดซับเป็นถ่าน และถ่านกัมมันต์จากไมยราบยักษ์ เปลือกมังคุด และเมล็ดมะขาม

9) ทดลองเช่นเดียวกัน แต่เปลี่ยนอุณหภูมิในการเขย่าเป็น 30 °C และ 40 °C

10) นำสารละลายที่แยกได้วัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเครื่อง UV/VIS Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่นสูงสุด

11) หาปริมาณการดูดซับของสารละลายสีย้อม

12) การศึกษาทำ 3 ซ้ำ

3.5 **การวิเคราะห์ข้อมูล**

นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของสารที่ถูกดูดซับกับความเข้มข้นของสาร ณ จุดสมดุลที่อุณหภูมิคงที่อุณหภูมิหนึ่ง เพื่อนำมาศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับ แล้วเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับของถ่านและถ่านกัมมันต์จากไมยราบยักษ์ เปลือกมังคุด และเมล็ดมะขาม จากนั้นทำการศึกษาหาค่าเทอร์โมไดนามิกส์ที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับ ซึ่งได้แก่ การเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานอิสระ (Gibb's free energy ; ΔG°) การเปลี่ยนแปลงเอนทาลปี (enthalpy ; ΔH°) และ การเปลี่ยนแปลงเอนโทรปี (entropy ; ΔS°)

3.5.1 สูตรคำนวณปริมาณที่ถูกดูดซับ และไอโซเทอมของการดูดซับ (Arami et al., 2005. pp. 371-376 ; Bouberka et al., 2005. pp. 117-124)

$$\text{ปริมาณการดูดซับ (mg/g)} = \frac{\text{ความเข้มข้นที่ถูกดูดซับ (mg/L) x ปริมาณของสารละลาย (L)}}{\text{น้ำหนักตัวดูดซับ (g)}}$$

1) สมการแลงเมียร์ (Langmuir Isotherm) (ดังแสดงในสมการ (1) หน้า 25)

$$\frac{Ce}{qe} = \frac{Ce}{X_m} + \frac{1}{KX_m}$$

เมื่อ X_m = ปริมาณของสารที่ถูกดูดซับสูงสุด (mg/g)

qe = ปริมาณของตัวถูกละลายที่ถูกดูดซับต่อน้ำหนักของตัวดูดซับ (mg/g)

Ce = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายที่เหลือหลังการดูดซับ (mg/L)

K = ค่าคงที่สมดุลในการดูดซับ

2) สมการฟรอยด์ลิค (Freundlich Isotherm) (ดังแสดงในสมการ (4) หน้า 26)

$$\log qe = \log K_f + \left(\frac{1}{n}\right) \log Ce$$

เมื่อ Ce = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายที่เหลือหลังการดูดซับ (mg/L)

qe = ปริมาณของตัวถูกละลายที่ถูกดูดซับต่อน้ำหนักของตัวดูดซับ (mg/g)

K_f , n = ค่าคงที่สมดุลในการดูดซับ

3.5.2 สูตรคำนวณการศึกษาค่าเทอร์โมไดนามิกส์ (Myers, A.L., 2004 ; Iqbal & Ashiq, 2006 ; Rattanaphani et al., 2007. pp. 88-96)

1) การคำนวนค่าพลังงานอิสระ (Gibb's free energy) ; ΔG° (ดังแสดงในสมการ (5) หน้า 28)

$$\Delta G^\circ = -RT \ln K$$

2) **การคำนวณค่าการเปลี่ยนแปลง** enthalpy ; ΔH° **และ** entropy ; ΔS° สามารถหาได้จากความชันและจุดตัดแกน y ของกราฟซึ่งพล็อตระหว่าง ln(K) กับ 1/T (ดังแสดงในสมการ (6) หน้า 28)

$$\ln (K) = \frac{\Delta S^{\circ}}{R} - \frac{\Delta H^{\circ}}{RT}$$

เมื่อ K = ค่าคงที่จากสมการของแลงเมียร์ที่อุณหภูมิ 20 °C 30 °C และ 40 °C

T = อุณหภูมิที่ใช้ในการดูดซับมีหน่วยเป็นเคลวิน (K)

และ R = 8.314 J/K mol