บทที่ 3

การทดลองและผลการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวเฉพาะวิธีการทดลองและผลการทดลองเบื้องต้นที่ได้ทำการศึกษามีหัวข้อดังนี้

3.1. เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1. เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงเครื่องมือและอุปกรณ์

ลำดับที่	ชื่อเครื่องมือ	ยี่ห้อ	รุ่น
1	อุลตราไวโอเลต – วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์	Hitachi	330
2	อะตอมมิกแอพซอร์พชันและอิมิชชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์	Perkin Elmer	2380
3	ฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์	Bio-Rad USA.	FTS – 7/PC
4	อุลตราไวโอเลต – วิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์	Philips PW	3710
5	เครื่องชั่ง	Sartorious	1602MP6
6	เครื่องเขย่า	Gesellschattur	D3006
7	เครื่องปั่นเหวี่ยง	Hettich	D - 700
8	ตะแกรงร่อน	Endecotts	667924
9	เตาเผา	Carbolite	ESF 1.2/5
10	ตู้อบ	Memmert	600
11	พีเอชมิเตอร์	Suntex	SP - 701

3.1.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ได้แบ่งออกเป็น 3 กลุ่ม ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงสารเคมี

ชื่อ	สูตร	เกรด	บริษัท	หมายเหตุ
ก. วัสดุดูดซับ				
ถ่านกัมมันต์	-	AR.	Fluka	เป็นอะมอฟัช
ดินขาว	$Al_2O_3 2SiO_2 . 2H_2O$	-	เมธากรุ๊ปเทรดดิ้ง	-
ถ่านแกลบ	-	-	-	เป็นตัวดูดซับที่ได้จากธรรมชาติ
ถ่านแกลบเผา	-	-	-	เป็นตัวดูดซับที่ได้จากการเผาถ่านแกลบที่ 1000 $^{\circ}$ C
ข. ตัวถูกดูดซับ				
เมทธิลีนบลู	$C_{16} H_{18} N_3 SCl. 3H_2 O$	AR.	Merck	-
โครเมียมคลอไรด์	$CrCl_3 . 6H_2 O$	AR.	BDH Laboratory	-
เลดไนเตรท	$Pb (NO_3)_2$	AR.	Carlo Erba	-
ซิลเวอร์ไนเตรท	$AgNO_3$	AR.	Carlo Erba	-
ค. สารเคมีอื่น ๆ				
เอธานอล	CH_3CH_2OH	Lab	-	-
กรดไนตริกเข้มข้น	HNO_3 . conc.	AR.	BDH Laboratory	-
กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น	HCl . conc.	AR.	Ruedel-de Haen	-
โซเดียมไฮดรอกไซด์	NaOH	AR.	Merck	
บัฟเฟอร์พี-เอช 4.00	-	AR.	Carlo Erba	
บัฟเฟอร์พี-เอช 7.00	-	AR.	Carlo Erba	
บัฟเฟอร์พี - เอช 10.00	-	AR.	Carlo Erba	
แก๊สอะซิติลีน	Air - C_2H_2	-	ห้างหุ้นส่วนจำกัด ขอนแก่นออกซิเจน	ใช้กับเครื่องอะตอมมิกแอพซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

หมายเหตุ น้ำกลั่นที่ใช้เป็นน้ำกลั่น 2 ครั้ง (Double Distilled Water)

3.2. การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของวัสดุดูดซับ

3.2.1. ชนิดของวัสดุดูดซับ

วัสดุดูดซับที่ใช้ส่วนมากใช้วัสดุธรรมชาติที่มีอยู่เป็นส่วนใหญ่ วัสดุดูดซับที่ใช้ได้แก่ ถ่านกัมมันต์ ดินขาว ถ่านแกลบ และถ่านแกลบเผา เป็นต้น

3.2.2. การเตรียมวัสดุดูดซับ

(ก) การเตรียมถ่านแกลบ

นำถ่านแกลบมาบดแล้วร่อนด้วยตะแกรงขนาด 20 เมช จากนั้นนำมาทำความสะอาดโดยนำถ่านแกลบมาล้างด้วยน้ำกลั่นคนด้วยความเร็วสม่ำเสมอทิ้งไว้ 1 คืน จึงเทน้ำทิ้งแล้วเติมน้ำกลั่นลงไปอีกทำเหมือนกับวันแรก จนครบ 3 วัน นำถ่านแกลบที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C และเก็บไว้ในโถดูดความชื้น

(ข) การเตรียมถ่านแกลบเผา

นำถ่านแกลบที่เตรียมได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำมาเก็บไว้ในโถดูดความชื้น

สำหรับวัสดุดูดซับประเภทถ่านกัมมันต์และดินขาวนำมาใช้ได้เลย ซึ่งถ่านกัมมันต์ที่นำมาศึกษามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 40 ไมโครเมตรและมีเหล็กเป็นส่วนประกอบน้อยกว่า 0.3 %

3.3 การศึกษาสมบัติเบื้องต้นของตัวถูกดูดซับ

3.3.1. ชนิดของตัวถูกดูดซับ

ตัวถูกดูดซับแบ่งเป็น 2 กลุ่ม ได้แก่

(ก) เมทธิลีนบลู (สี) ซึ่งใช้เป็นสารละลายมาตรฐาน เพื่อหาพื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุดูดซับแต่ละชนิด

(ข) โลหะหนักบางชนิด ได้แก่ โครเมียม (Cr^{3+}) ตะกั่ว (Pb^{2+}) และเงิน (Ag^{+}) เพื่อศึกษาพฤติกรรมการดูดซับของโลหะไอออนที่มีประจุ 3+ 2+ และ 1+ เปรียบเทียบกัน

3.3.2 การเตรียมสารละลายตัวถูกดูดซับ

(ก) การเตรียมสารละลายสต็อกเมทธิลีนบลู 1000 ppm ปริมาตร 500 cm^3

ชั่งเมทธิลีนบลูด้วยเครื่องชั่งละเอียดหนัก 0.0500 กรัม แล้วละลายด้วยน้ำกลั่นจนละลายหมดเทใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 cm^3 ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรถึงขีดปริมาตรและเก็บสารละลายในขวดสีชา

(ข) การเตรียมสารละลายสต็อกโลหะหนัก 1000 ppm ปริมาตร 500 cm^3 (สำหรับ$AgNO_3$ เตรียม 500 ppm ปริมาตร 1000 cm^3)

ชั่งสารประกอบของโลหะหนักแต่ละชนิดด้วยเครื่องชั่งละเอียดตามตารางที่ 3.3 แล้วละลายในกรดไนตริกเข้มข้นจนละลายหมด เทใส่ในขวดวัดปริมาตรด้วยน้ำกลั่น จนได้ปริมาตรถึงขีดปริมาตร เก็บในขวดพลาสติกและปิดด้วยพาราฟิลม์

ตารางที่ 3.3 แสดงน้ำหนักสารประกอบที่ใช้ในการเตรียมสารละลายสต็อกโลหะหนัก

โลหะ	สารประกอบที่ใช้เตรียม	มวลโมเลกุล ($g \cdot mol^{-1}$)	มวลอะตอมของโลหะ ($g.mol^{-1}$)	น้ำหนักที่ควรใช้ (g)
โครเมียม (Cr)	$CrCl_3 \cdot 6H_2O$	266.45	52.01	2.5616
ตะกั่ว (Pb)	$Pb(NO_3)_2$	331.20	207.20	0.7992
เงิน (Ag)	$AgNO_3$	169.87	107.88	0.7870

นำสารละลายของตัวถูกดูดซับแต่ละชนิดไปวัดค่าพีเอชของสารละลายเบื้องต้นก่อนด้วยพีเอชมิเตอร์ ผลดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงค่าพีเอช ของสารละลายตัวถูกดูดซับ

ชื่อตัวถูกดูดซับ	สีของสารละลาย	ค่าพีเอช
เมทธิลีนบลู	น้ำเงิน	6.44
โครเมียม	เขียว	3.40
ตะกั่ว	ไม่มีสี	3.29
เงิน	ไม่มีสี	4.02

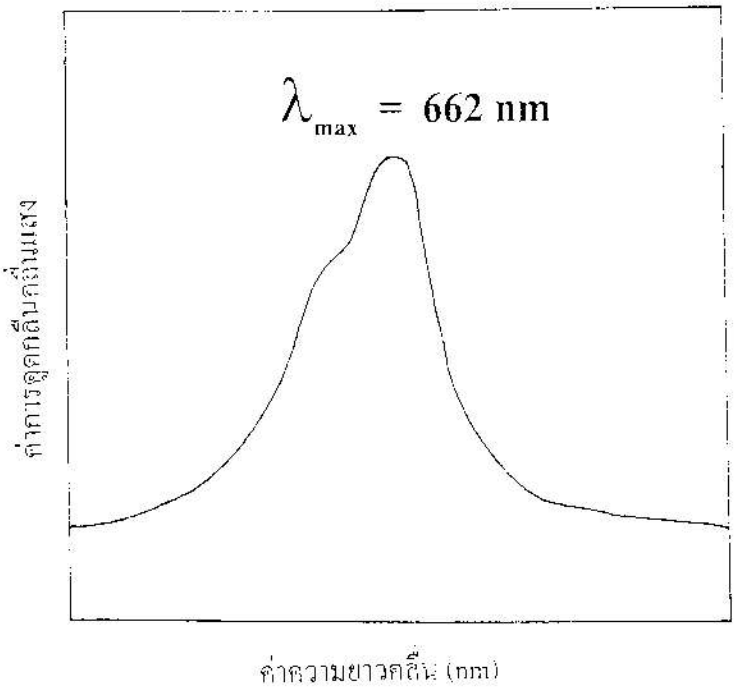
หมายเหตุ การเตรียมสารละลายตัวถูกดูดซับที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ เตรียมโดยปิเปตสารละลายสต็อกที่เตรียมไว้แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรถึงขีดปริมาตร

3.3.3. การหาความยาวคลื่นสูงสุดและกราฟมาตรฐานของเมทธิลีนบลู

วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายเมทธิลีนบลูเข้มข้น 0.2 ppm แล้วนำไปบันทึกวิสิเบิลสเปกตรัมตั้งแต่ความยาวคลื่น 600 ถึง 700 nm ผลดังรูปที่ 3.1 พบว่าความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนที่ 662 nm

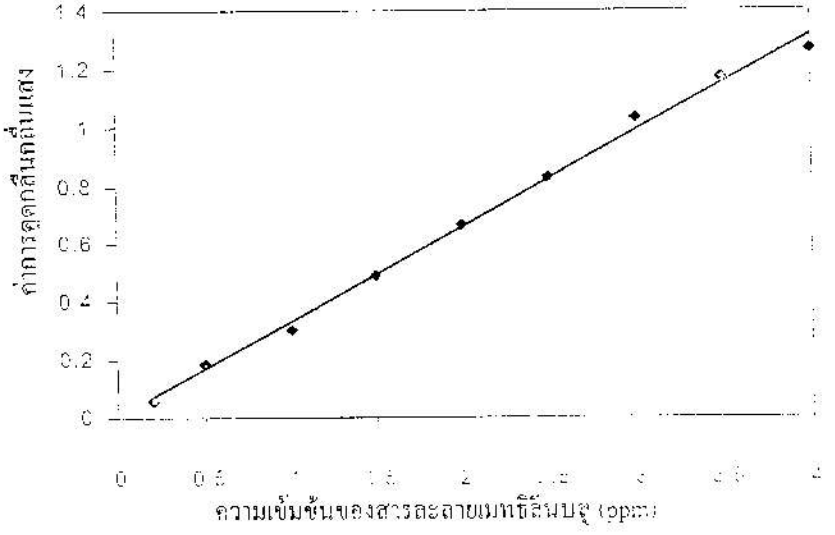
ภาวะการทดลอง
Scan Speed 80 nm/min
Chart Format 20 nm/cm
Slit 1.0
Scale 0.0-1.0



รูปที่ 3.1 แสดงสเปกตรัมของสารละลายเมทธิลีนบลู

ตารางที่ 3.5 แสดงความเข้มข้นของเมทธิลีนบลู (c)
กับค่าการดูดกลืนคลื่นแสง (A)

c (ppm)	A
0.2	0.058
0.5	0.183
1.0	0.302
1.5	0.489
2.0	0.670
2.5	0.826
3.0	1.030
3.5	1.169
4.0	1.262



รูปที่ 3.2 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายเมทธิลีนบลู

จากรูปที่ 3.1 จะได้ว่าสารละลายเมทธิลีนบลูมีความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสงเท่ากับ 662 nm และคำนวณค่าโมลาร์แอพซอพติวิตี้เท่ากับ 0.1222 ลิตรต่อโมล - เซนติเมตร

3.3.4. สมบัติทางเคมีของตัวถูกดูดซับในวัสดุดูดซับต่าง ๆ

(ก) เมทธิลีนบลู

เนื่องจากเมื่อทำการแช่เมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ พีเอชของสารละลายอาจมีการเปลี่ยนแปลง ดังนั้นจึงได้ทำการวัดพีเอชของเมทธิลีนบลูในตัวทำละลายน้ำมีค่า 6.44 และศึกษาการเปลี่ยนแปลงพีเอชของสารละลายต่อค่าความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสง ทำโดยการปรับพีเอช สารละลายด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ต่าง ๆ คือ 4.00 7.00 และ 10.00 แล้วนำไปบันทึกสเปกตรัมด้วยเครื่องยูวี - วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แล้ววัดค่าความยาวคลื่นสูงสุดจากสเปกตรัมที่ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 แสดงค่าความยาวคลื่นสูงสุด (λ_{max}) ของสารละลายเมทธิลีนบลูในสารละลายบัฟเฟอร์ที่พีเอชต่าง ๆ

พีเอช	λ_{max} (nm)
4.00	662
6.64	662
7.00	662
10.00	662

ผลการทดลองเมื่อสารละลายเมทธิลีนบลูมีพีเอชเปลี่ยนไปพบว่าค่าความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสงไม่เปลี่ยนแปลง

เมื่อนำเมทธิลีนบลูไปแช่วัสดุดูดซับต่าง ๆ แล้ววัดค่าพีเอช และตรวจสอบความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสง ได้ผลดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 แสดงความยาวคลื่นสูงสุดเมื่อแช่วัสดุดูดซับชนิดต่างๆ ด้วยสารละลายเมทธิลีนบลู

วัสดุดูดซับ	พีเอชหลังแช่	λ_{max} (nm)
ถ่านกัมมันต์	7.15	662
ดินขาว	6.88	662
ถ่านแกลบ	7.09	662
ถ่านแกลบเผา	7.11	662

จะได้ว่าการเปลี่ยนแปลงพีเอชของสารละลายเมื่อเมทธิลีนบลูแช่ในวัสดุดูดซับชนิดต่าง ๆ ไม่ได้มีผลทำให้ความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสงสารละลายเมทธิลีนบลูเปลี่ยนแปลง

(ข) โลหะหนัก

ได้ทำการวัดพีเอชของสารละลายโลหะโครเมียม ตะกั่ว และเงิน ผลดังตารางที่ 3.4 จากข้อมูลพบว่าสารละลายทุกตัวเป็นกรดอยู่ในช่วงพีเอช 3 - 4 โครเมียมจะอยู่ในรูป Cr^{3+} มีสีเขียว ตะกั่วอยู่ในรูป Pb^{2+} ไม่มีสี ส่วนเงินอยู่ในรูป Ag^{+} ไม่มีสี

ศึกษาผลของพีเอช ต่อการตกตะกอนของโลหะไอออน ทำโดยนำสารละลายโลหะโครเมียมและตะกั่วแต่ละตัว จากเดิมสารละลายเป็นกรดปรับเป็นเบสด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์วัดพีเอชสารละลายโครเมียม ตะกั่ว พร้อมสังเกตสารละลายที่ได้และนำไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง แล้วนำไปวัดเพื่อหาปริมาณโลหะที่เหลือด้วยเครื่องมืออะตอมมิกแอพซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ พบว่าปริมาณโลหะโครเมียมและตะกั่วลดลง อาจเนื่องมาจากโลหะไอออนเหล่านั้นเกิดการตกตะกอนในสารละลายเบสช่วง pH 6-10 ส่วนโลหะเงินไม่ได้ทำการทดลองเรื่องผลของพีเอชต่อการตกตะกอนเพราะโลหะไอออนจะไม่ตกตะกอนในสารละลายทั้งกรดและเบส [16]

ดังนั้นเมื่อแช่ตัวถูกดูดซับโลหะต่าง ๆ ในวัสดุดูดซับ จะต้องควบคุมสารละลายเป็นกรดเสมอ ผลการวัดพีเอชของสารละลายโลหะไอออนทั้งสาม เมื่อแช่ในวัสดุดูดซับต่าง ๆ ผลดังแสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 แสดงค่าพีเอชของสารละลายโครเมียม ตะกั่ว และเงิน หลังจากใช้แช่วัสดุดูดซับ

โลหะ	ค่าพีเอชหลังแช่ในวัสดุ			
	ถ่านกัมมันต์	ดินขาว	ถ่านแกลบ	ถ่านแกลบเผา
โครเมียม	5.90	4.20	4.46	5.30
ตะกั่ว	5.20	4.24	4.96	5.02
เงิน	5.24	4.90	4.15	4.54

3.4. การศึกษาภาวะการดูดซับที่เหมาะสมของเมทธิลีนบลู

ได้ทำการศึกษาภาวะการดูดซับที่เหมาะสมระหว่างเมทธิลีนบลูกับวัสดุดูดซับต่าง ๆ ได้แก่

1) ความเข้มข้นของเมทธิลีนบลูที่เหมาะสมกับน้ำหนักของวัสดุดูดซับแต่ละชนิด

2) เวลาของการดูดซับที่ถึงสมดุล

3) อุณหภูมิที่มีผลต่อการดูดซับ

4) ชนิดของตัวทำละลาย

3.4.1. การศึกษาความเข้มข้นของเมทธิลีนบลูที่เหมาะสมกับน้ำหนักของวัสดุดูดซับแต่ละชนิด

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักวัสดุดูดซับด้วยเครื่องชั่งละเอียดหนัก 0.0500 กรัมใส่ลงในขวดรูปชมพู่
2. ปิเปตสารละลายเมทธิลีนบลูเข้มข้นต่างๆดังตารางที่ 3.9 ปริมาตร 20cm^3ลงในวัสดุดูดซับ
3. นำสารละลายที่ได้ไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าปรับอัตราการเขย่า 25 และตั้งอุณหภูมิที่30° C
4. สังเกตสีของเมทธิลีนบลูว่าจางหายไปหรือไม่

วัสดุดูดซับแต่ละชนิดทำเหมือนกันแต่ความเข้มข้นของเมทธิลีนบลูที่ใช้ ดังตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 แสดงข้อมูลประกอบการศึกษาความเข้มข้นของเมทธิลีนบลูที่เหมาะสมกับน้ำหนักวัสดุดูดซับ

วัสดุดูดซับ	น้ำหนัก (g)	ความเข้มข้นของเมทธิลีนบลู (ppm)
ถ่านกัมมันต์	0.0500	500 700 1000 2000
ดินขาว	0.0500	50 60 70 80 90 100 150 200 250 300 400 500 700
ถ่านแกลบ	0.0500	100 500 700 1000 2000
ถ่านแกลบเผา	0.0500	300 500 700

ผลจากการศึกษาน้ำหนักวัสดุดูดซับกับความเข้มข้น พบว่าเมื่อใช้น้ำหนักวัสดุดูดซับทุกชนิดหนัก 0.0500 กรัม ต้องใช้เมทธิลีนบลูเข้มข้นแตกต่างกันผลดังตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 แสดงความเข้มข้นของเมทธิลีนบลู (ppm) ที่เหมาะสมกับน้ำหนักวัสดุดูดซับ

วัสดุดูดซับ	น้ำหนัก (g)	c (ppm)
ถ่านกัมมันต์	0.0500	700
ดินขาว	0.0500	50
ถ่านแกลบ	0.0500	100
ถ่านแกลบเผา	0.0500	500

3.4.2. การศึกษาผลของเวลา

การศึกษาผลของเวลาต่อการดูดซับเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ เพื่อหาเวลาการดูดซับที่มีการดูดซับแล้วถึงสมดุลทำได้ดังนี้

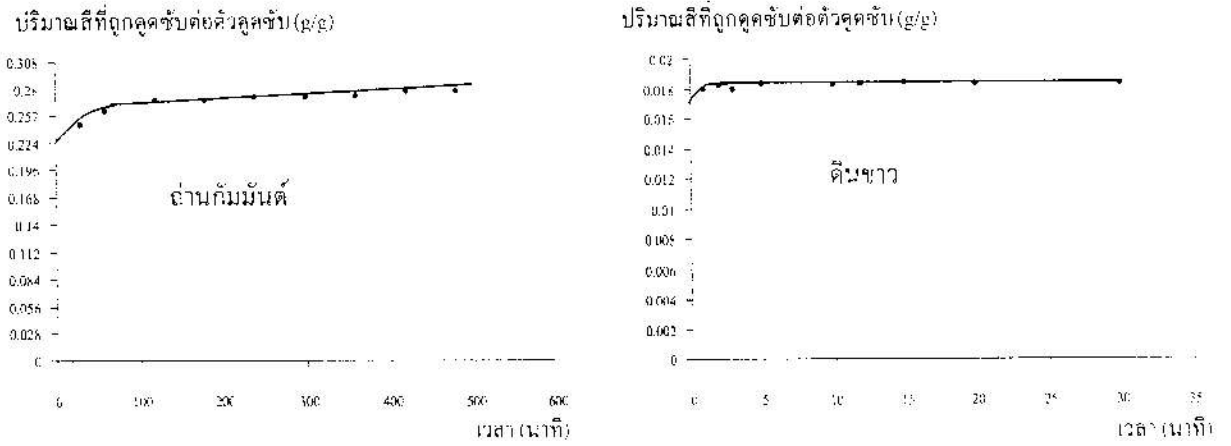
วิธีการทดลอง

ทำการทดลองคล้ายข้อ 3.4.1. แต่เปลี่ยนแปลงเวลาในการเขย่า แล้วนำสารละลายไปปั่นเหวี่ยงและตั้งทิ้งไว้นำส่วนที่ใสไปวัดด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ผลที่ได้ดังตารางที่

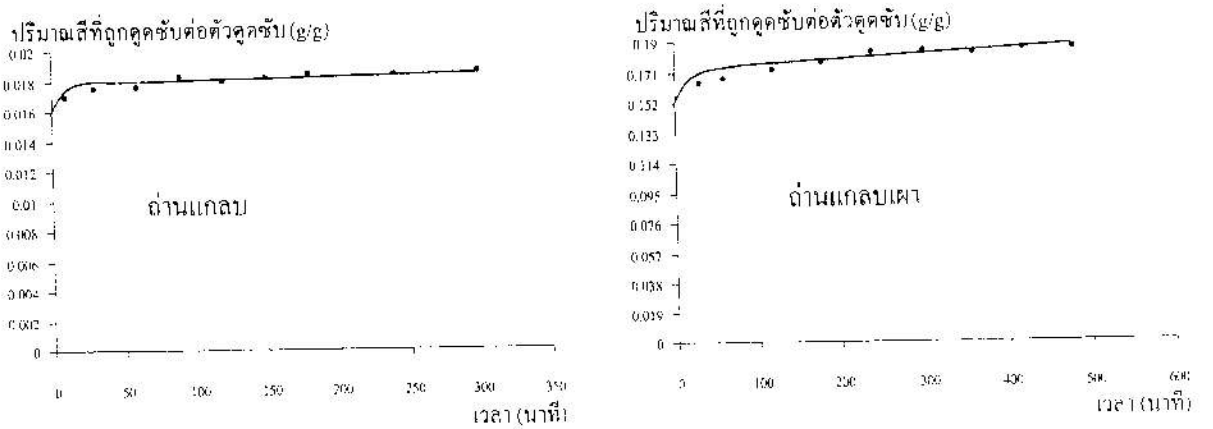
3.11 เมื่อนำข้อมูลจากตารางมาพลอตกราฟระหว่างปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อตัวดูดซับ (g/g) กับเวลา (นาที) ของวัสดุดูดซับชนิดต่าง ๆ ผลดังแสดงในรูปที่ 3.3

ตารางที่ 3.11 แสดงผลของเวลา (t) ที่มีต่อปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อตัวดูดซับชนิดต่าง ๆ (g/g)

ถ่านกัมมันต์		ดินขาว		ถ่านแกลบ		ถ่านแกลบเผา	
t (นาที)	ปริมาณสี (g/g)	t (นาที)	ปริมาณสี (g/g)	t (นาที)	ปริมาณสี (g/g)	t (นาที)	ปริมาณสี (g/g)
30	0.2426	1	0.0180	10	0.0169	30	0.1642
60	0.2564	2	0.0182	30	0.0175	60	0.1674
120	0.2673	3	0.0180	60	0.0176	120	0.1726
180	0.2675	5	0.0183	90	0.0182	180	0.1765
240	0.2702	10	0.0182	120	0.0180	240	0.1832
300	0.2708	12	0.0183	150	0.0181	300	0.1834
360	0.2720	15	0.0184	180	0.0184	360	0.1817
420	0.2759	20	0.0183	240	0.0183	420	0.1849
480	0.2761	30	0.0183	300	0.0185	480	0.1849



รูปที่ 3.3 แสดงผลของเวลาที่มีต่อการดูดซับสีของวัสดุดูดซับชนิดต่าง ๆ



รูปที่ 3.3 แสดงผลของเวลาที่มีต่อการดูดซับสีของวัสดุดูดซับชนิดต่าง ๆ (ต่อ)

จากรูปที่ 3.3 จะได้ว่าเวลาที่ถึงสมดุลของวัสดุแต่ละชนิดที่เลือกใช้จะไม่เท่ากัน ผลสรุปดังตารางที่ 3.12

ตารางที่ 3.12 แสดงเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับของวัสดุดูดซับต่าง ๆ

วัสดุดูดซับ	t (นาที)
ถ่านกัมมันต์	240
ดินขาว	5
ถ่านแกลบ	120
ถ่านแกลบเผา	240

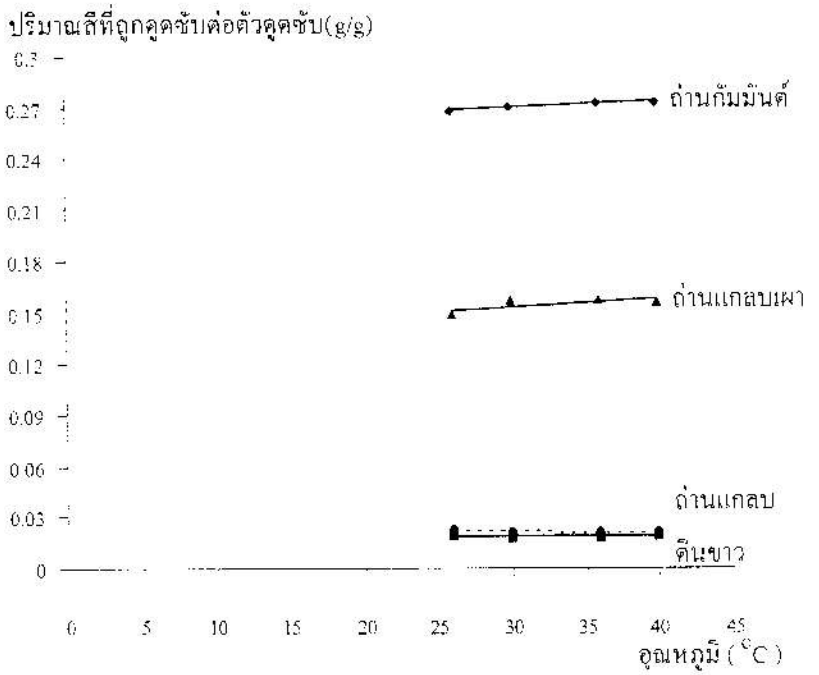
3.4.3. การศึกษาผลของอุณหภูมิ

เนื่องจากอุณหภูมิมีผลต่อการดูดซับ ดังนั้นจึงทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิ โดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและทำการทดลองเหมือนข้อ 3.4.2. ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเป็นอุณหภูมิ 26 30 36 และ 40 ^{o}C ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.13 จากนั้นพลอตกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อตัวดูดซับ (g/g) กับอุณหภูมิ (^{o}C) ดังรูปที่ 3.4

ตารางที่ 3.13 แสดงผลของอุณหภูมิ (T) ที่มีต่อปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อตัวดูดซับแต่ละชนิด

(g/g)

ถ่านกัมมันต์			ดินขาว			เถ้าแกลบ			เถ้าแกลบเผา		
T (°C)	ปริมาณสี (g/g)	% การดูดซับ	T (°C)	ปริมาณสี (g/g)	% การดูดซับ	T (°C)	ปริมาณสี (g/g)	% การดูดซับ	T (°C)	ปริมาณสี (g/g)	% การดูดซับ
26	0.2678	26.78	26	0.0182	1.82	26	0.0219	2.19	26	0.1478	14.78
30	0.2698	26.98	30	0.0180	1.80	30	0.0212	2.12	30	0.1562	15.62
36	0.2720	27.20	36	0.0180	1.80	36	0.0214	2.14	36	0.1561	15.61
40	0.2721	27.21	40	0.0182	1.82	40	0.0214	2.14	40	0.1556	15.60



รูปที่ 3.4 แสดงผลของอุณหภูมิที่มีต่อการดูดซับสีของวัสดุดูดซับชนิดต่าง ๆ

จากรูปที่ 3.4 จะได้ว่าอุณหภูมิในช่วงอุณหภูมิ 26 – 40 °C ไม่มีผลต่อการดูดซับเมทธิลีนบลู ด้วยวัสดุดูดซับแต่ละชนิด อุณหภูมิที่ทำให้การดูดซับถึงสมดุลคืออุณหภูมิ 30 °C ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิ 30 °C เพื่อทดลองต่อไป

3.4.4. การศึกษาผลของตัวทำละลาย

จากสมบัติทางเคมีเรื่องการละลายของเมทธิลีนบลู พบว่าเมทธิลีนบลูเป็นสารที่มีขั้วจะละลายในตัวทำละลายมีขั้ว จึงได้ทำการศึกษาการละลายในตัวทำละลาย 2 ชนิด ได้แก่น้ำและเอธานอล ดังนี้

วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายเมทธิลีนบลูในน้ำและในเอธานอลที่มีความเข้มข้น 700 50 100 และ 500 ppm
2. จากข้อ 1 นำไปวัดค่าพีเอชด้วยเครื่องพีเอชมิเตอร์และนำไปหาความยาวคลื่นสูงสุดโดยใช้เครื่องยูวี - วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
3. ทำการแช่วัสดุดูดซับแต่ละชนิดด้วยเมทธิลีนบลูในน้ำและในเอธานอล โดยทำตามขั้นตอนต่อไปนี้
   3.1. ชั่งน้ำหนักวัสดุดูดซับหนัก 0.0500 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดใส่ลงในขวดรูปชมพู่
   3.2. ปิเปตสารละลายเมทธิลีนบลูเข้มข้นต่าง ๆ ได้แก่ 700 50 300 และ 500 ppm ปริมาตร 20 cm^3 ลงในวัสดุดูดซับถ่านกัมมันต์ ดินขาว ถ่านแกลบ และถ่านแกลบเผาตามลำดับ
   3.3. นำสารละลายที่ได้ไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า ปรับอัตราการเขย่า 25 ตั้งอุณหภูมิที่ 30°C เป็นเวลาต่าง ๆ คือ 240 5 120 และ 240 นาที ตามลำดับโดยเรียงตามวัสดุดูดซับ
   3.4. นำสารละลายจากข้อ 3 มาปั่นเหวี่ยงและตั้งทิ้งไว้ ปิเปตสารละลายส่วนใสไปวัดค่าพีเอช ศึกษาความยาวคลื่นสูงสุดของเมทธิลีนบลูในน้ำและในเอธานอลหลังแช่วัสดุดูดซับแต่ละชนิดด้วยเครื่องยูวี - วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และคำนวณหาปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อตัวดูดซับ(g/g) แสดงผลที่ได้ดังตารางที่ 3.14

ตารางที่ 3.14 แสดงข้อมูลต่าง ๆ ประกอบการศึกษาตัวทำละลายที่ใช้ในการดูดซับ

ตัวแปร	วัสดุดูดซับ							
	ถ่านกัมมันต์		ดินขาว		ถ่านแกลบ		ถ่านแกลบเผา	
เมทธิลีนบลู(ppm)	700		50		100		500	
	H	C	H	C	H	C	H	C
พีเอชก่อนแช่	6.55	6.37	6.44	6.44	6.42	6.40	6.65	6.39
พีเอชหลังแช่	7.15	6.40	6.88	6.40	7.09	6.39	7.11	6.40
λ_{max}ก่อนแช่	662	654	662	654	662	654	662	654
λ_{max}หลังแช่	662	654	662	654	662	654	662	654
ปริมาณสี(g/g)	0.2697	0.1606	0.0196	0.0091	0.0222	0.0159	0.1551	0.1120
%การดูดซับ	26.97	16.06	1.96	0.91	2.22	1.59	15.51	11.20

หมายเหตุ สัญลักษณ์ H แทน เมทธิลีนบลูในน้ำ

C แทน เมทธิลีนบลูในเอธานอล

จากผลการทดลองพบว่าค่าพีเอชของสารละลายเมทธิลีนบลูในน้ำและในเอธานอลมีค่าต่างกันเล็กน้อยทั้งก่อนแช่วัสดุและหลังแช่ แต่ความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนในน้ำที่ 662 nm และในเอธานอลที่ 654 nm โดยจะเลื่อนไปที่ความยาวคลื่นลดลง และพบว่าปริมาณการดูดซับเมทธิลีนบลูในน้ำมากกว่าในเอธานอลทุกวัสดุดูดซับ

จากการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการดูดซับทั้งหมด จะได้ว่าภาวะการทดลองที่เหมาะสมได้ข้อสรุปดังแสดงในตารางที่ 3.15 เพื่อนำไปประกอบการทดลองสำหรับการสร้างไอโซเทอร์ม

ตารางที่ 3.15 แสดงภาวะการทดลองที่เหมาะสมของเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ

วัสดุดูดซับ	น้ำหนัก (g)	t (นาที)	T (°C)	ตัวทำละลาย	λ_{max} (nm)
ถ่านกัมมันต์	0.0500	240	30	น้ำ	662
ดินขาว	0.0500	5	30	น้ำ	662
ถ่านแกลบ	0.0500	120	30	น้ำ	662
ถ่านแกลบเผา	0.0500	240	30	น้ำ	662

3.5. การศึกษาการสร้างไอโซเทอร์มของเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ

จากผลการทดลองภาวะการทดลองที่เหมาะสมของเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ ตามข้อมูลดังตารางที่ 3.15 นำใช้ประกอบการศึกษาไอโซเทอร์มมีวิธีการทดลองดังนี้

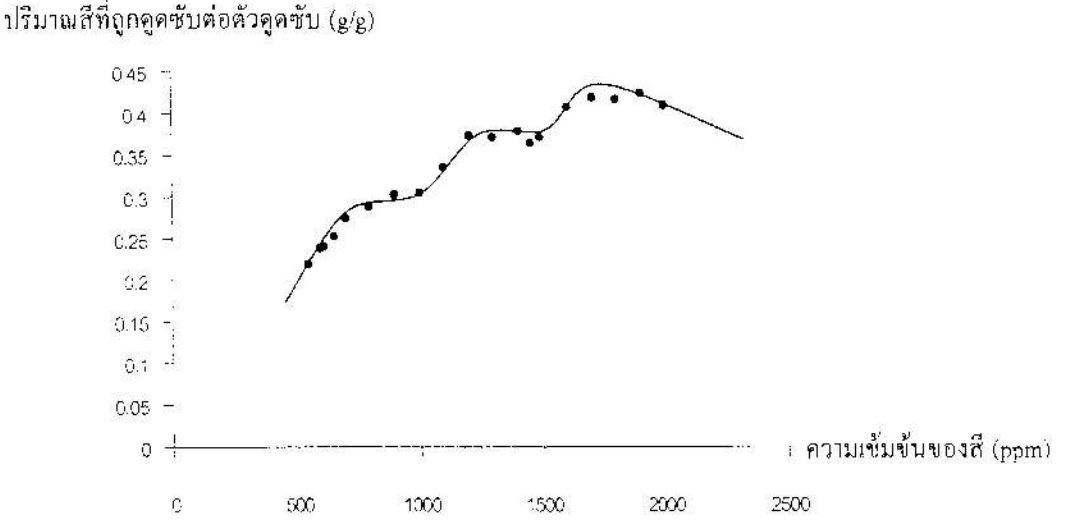
วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักวัสดุดูดซับ 0.0500 กรัมด้วยเครื่องชั่งละเอียดใส่ลงในขวดรูปชมพู่
2. ปิเปตสารละลายเมทธิลีนบลูที่มีช่วงความเข้มข้นต่าง ๆ คือ 500 – 2000 40- 400 20 - 400 และ 310 - 2000 ppm ปริมาตร 20 cm^3 ลงในวัสดุดูดซับถ่านกัมมันต์ ดินขาว ถ่านแกลบ และถ่านแกลบเผา ตามลำดับ
3. นำสารละลายที่ได้ไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าปรับอัตราการเขย่า 25 ตั้งอุณหภูมิ 30 $^{\circ}C$ เป็นเวลาต่าง ๆ ดังนี้ 240 5 120 และ 240 นาที ตามลำดับ
4. นำสารละลายจากข้อ 3 มาปั่นเหวี่ยงและตั้งทิ้งไว้ จากนั้นปิเปตสารละลายไปวัดด้วยเครื่องยูวี - วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 662 nm ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.16 และพลอตกราฟระหว่างปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อตัวดูดซับ (g/g) กับความเข้มข้นของเมทธิลีนบลู (ppm) ที่จุดสมดุล ดังรูปที่ 3.5 3.6 3.7 และ 3.8

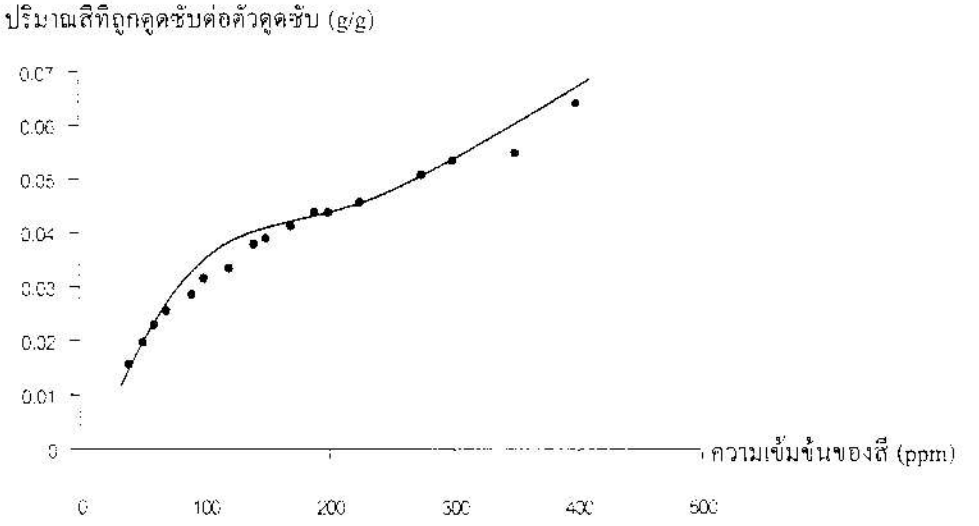
ตารางที่ 3.16 แสดงข้อมูลประกอบการสร้างไอโซเทอร์มของเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับแต่ละชนิด

ถ่านกัมมันต์		ดินขาว		ถ่านแกลบ		ถ่านแกลบเผา	
c(ppm)	ปริมาณสี (g/g)	c(ppm)	ปริมาณสี (g/g)	c (ppm)	ปริมาณสี (g/g)	c (ppm)	ปริมาณสี (g/g)
5.00	0.2180(21.80)	0.75	0.0197(1.97)	1.50	0.0074(0.74)	118.00	0.0768(7.68)
6.00	0.2376(23.76)	2.75	0.0229(2.29)	6.75	0.0093(0.93)	193.75	0.0825(8.25)
8.50	0.2406(24.06)	6.50	0.0254(2.54)	12.00	0.0112(1.12)	238.50	0.1046(10.46)
17.75	0.2529(25.29)	19.00	0.0284(2.84)	21.00	0.0116(1.16)	301.75	0.1193(11.93)
82.25	0.2871(28.71)	21.75	0.0313(3.13)	28.25	0.0127(1.27)	341.50	0.1434(14.34)
146.50	0.3014(30.14)	37.00	0.0332(3.32)	35.75	0.0137(1.37)	418.00	0.1528(15.28)
235.50	0.3058(30.58)	45.25	0.0379(3.79)	44.00	0.0144(1.44)	542.75	0.1429(14.29)
258.50	0.3366(33.66)	53.00	0.0388(3.88)	49.00	0.0164(1.64)	619.00	0.1524(15.24)
265.50	0.3738(37.38)	67.50	0.0410(4.10)	57.75	0.0169(1.69)	691.50	0.1634(16.34)
374.25	0.3703(37.03)	80.75	0.0437(4.37)	69.00	0.0204(2.04)	749.75	0.1801(18.01)
455.75	0.3777(37.77)	90.75	0.0437(4.37)	80.25	0.0279(2.79)	812.00	0.1952(19.52)
537.25	0.3651(36.51)	111.25	0.0455(4.55)	99.75	0.0321(3.21)	893.00	0.2028(20.28)
559.25	0.3723(37.23)	148.50	0.0506(5.06	109.25	0.0363(3.63)	996.50	0.2814(28.14)
585.00	0.4060(40.60)	166.50	0.0534(5.34)	129.25	0.0363(3.63)	1145.25	0.2619(26.19)
653.75	0.4185(41.85)	212.50	0.0550(5.50)	158.00	0.0368(3.68)	1234.50	0.3062(30.62)

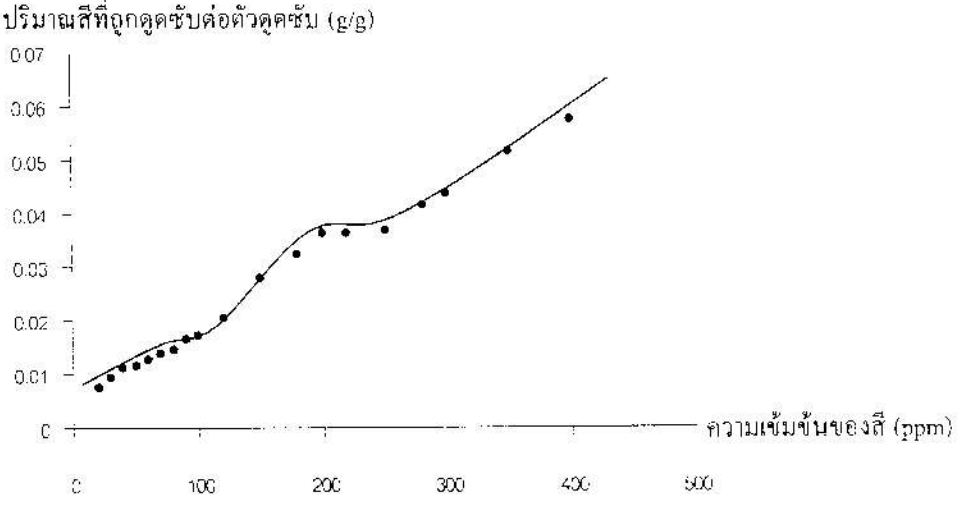
หมายเหตุ ตัวเลขที่อยู่ในวงเล็บแสดงถึงค่าของเปอร์เซนต์การดูดซับ



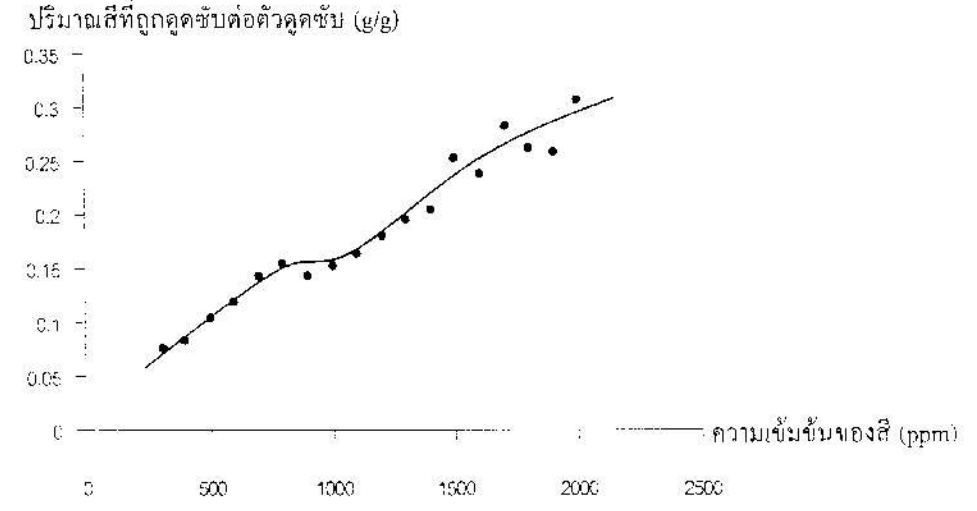
รูปที่ 3.5 แสดงไอโซเทอร์มของเมทธิลีนบลูบนถ่านกัมมันต์



รูปที่ 3.6 แสดงไอโซเทอร์มของเมทธิลีนบลูบนดินขาว



รูปที่ 3.7 แสดงไอโซเทอร์มของเมทธิลีนบลูบนถ่านแกลบ



รูปที่ 3.8 แสดงไอโซเทอร์มของเมทธิลีนบลูบนถ่านแกลบแผ่า

จากรูปที่ 3.5 3.6 3.7 และ 3.8 เมื่อพิจารณาชนิดของไอโซเทอร์มตามแบบของไกลส์และคณะ พบว่าได้ไอโซเทอร์มชนิดแอล (L - Type)

3.6. การศึกษาสมบัติของเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ

เพื่อศึกษาพฤติกรรมการดูดซับของเมทธิลีนบลู ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาโครงสร้างของวัสดุดูดซับทุกชนิด ตัวถูกดูดซับเมทธิลีนบลู และเมทธิลีนบลูที่ถูกดูดซับในวัสดุดูดซับต่าง ๆ เปรียบเทียบกันโดยใช้เทคนิครีเฟลคโตรสโคปี ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี และอิเล็กตรอน ไมโครสโคปี

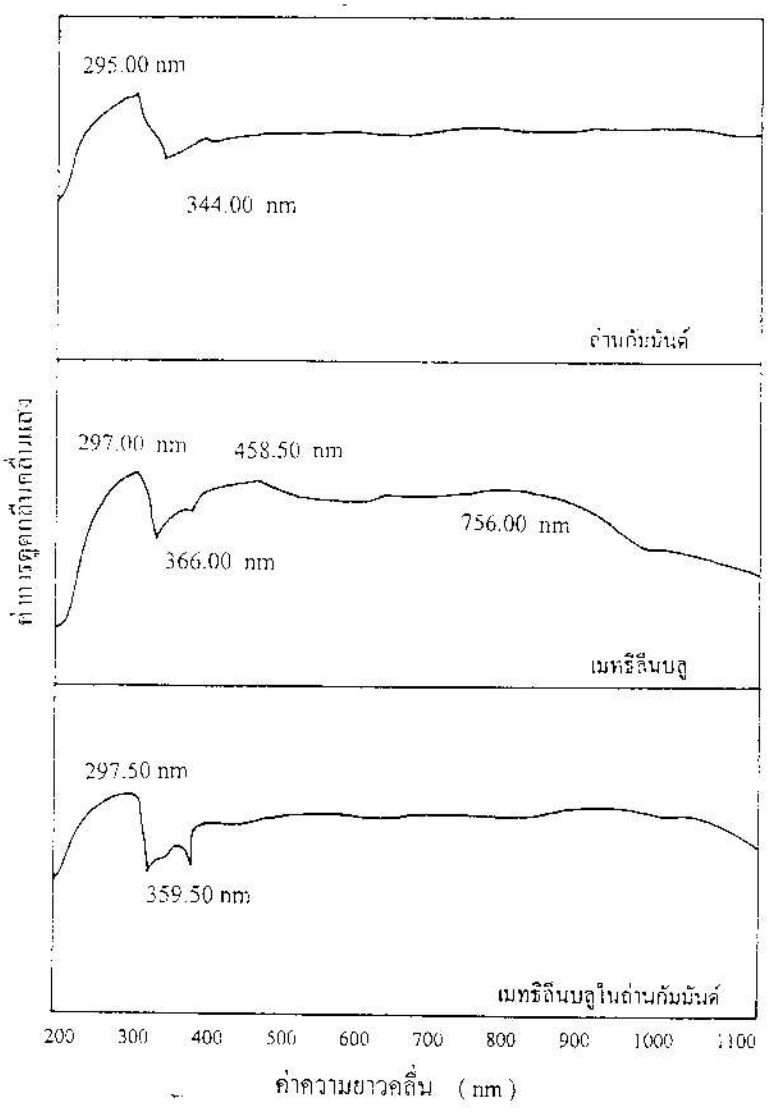
วิธีการเตรียมเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ เป็นของแข็งมีวิธีการทดลองดังนี้

วิธีการทดลอง

1. ชั่งน้ำหนักวัสดุดูดซับหนัก 0.0500 กรัมด้วยเครื่องชั่งละเอียดใส่ลงในขวดรูปชมพู่
2. ปิเปตสารละลายเมทธิลีนบลูเข้มข้นต่าง ๆ คือ 700 50 100 และ 500 ppm ปริมาตร 20 cm^3 ลงในวัสดุดูดซับถ่านกัมมันต์ ดินขาว ถ่านแกลบ และถ่านแกลบเผา
3. นำสารละลายที่ได้ไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า ปรับอัตราการเขย่า 25 และตั้งอุณหภูมิที่ 30°C เป็นเวลาต่าง ๆ คือ 240 5 120 และ 240 นาที ตามลำดับ
4. นำสารละลายจากข้อ 3 มาปั่นเหวี่ยง และตั้งทิ้งไว้สักครู่ เทส่วนใสสารละลายออก แล้วนำเมทธิลีนบลูในวัสดุดูดซับต่าง ๆ ที่ได้ไปผึ่งแดดให้แห้ง เก็บในโถดูดความชื้น เพื่อนำไปศึกษาด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

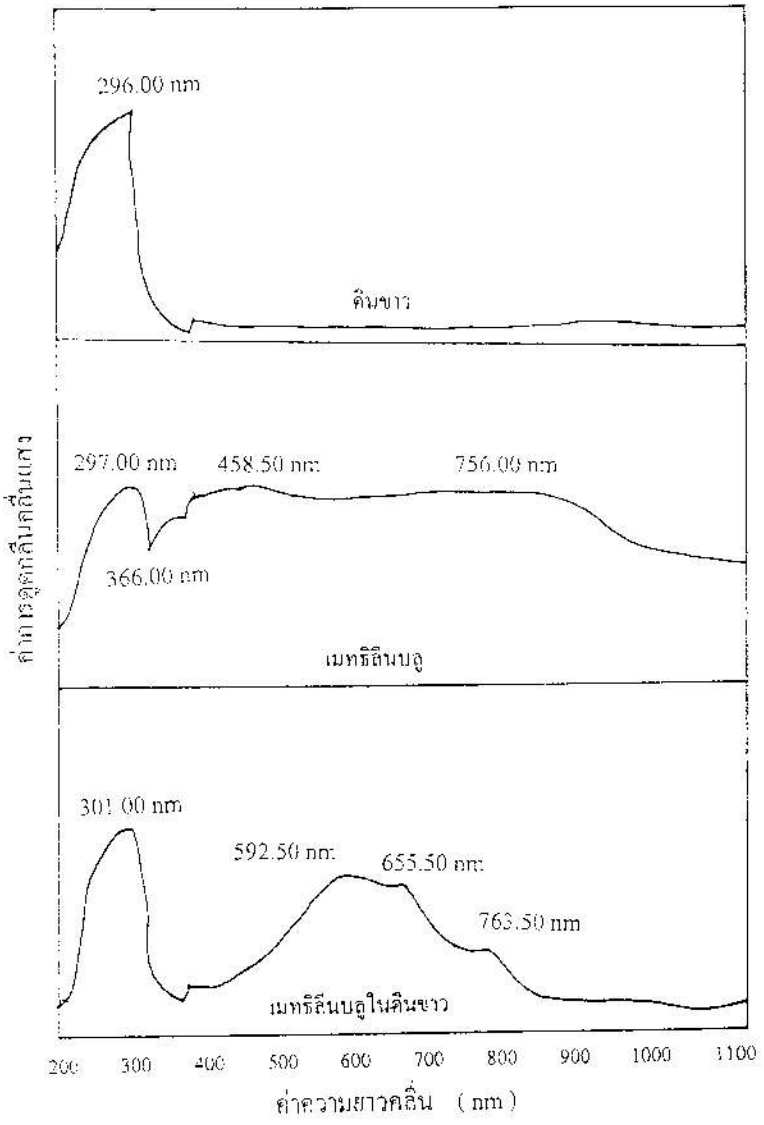
3.6.1. เทคนิครีเฟลคโตสโคปี

ทำโดยนำสารไปบันทึกสเปคตรัมด้วยเครื่องรีเฟลคโตรมิเตอร์ ผลดังรูปที่ 3.9 3.10 3.11 และ 3.12



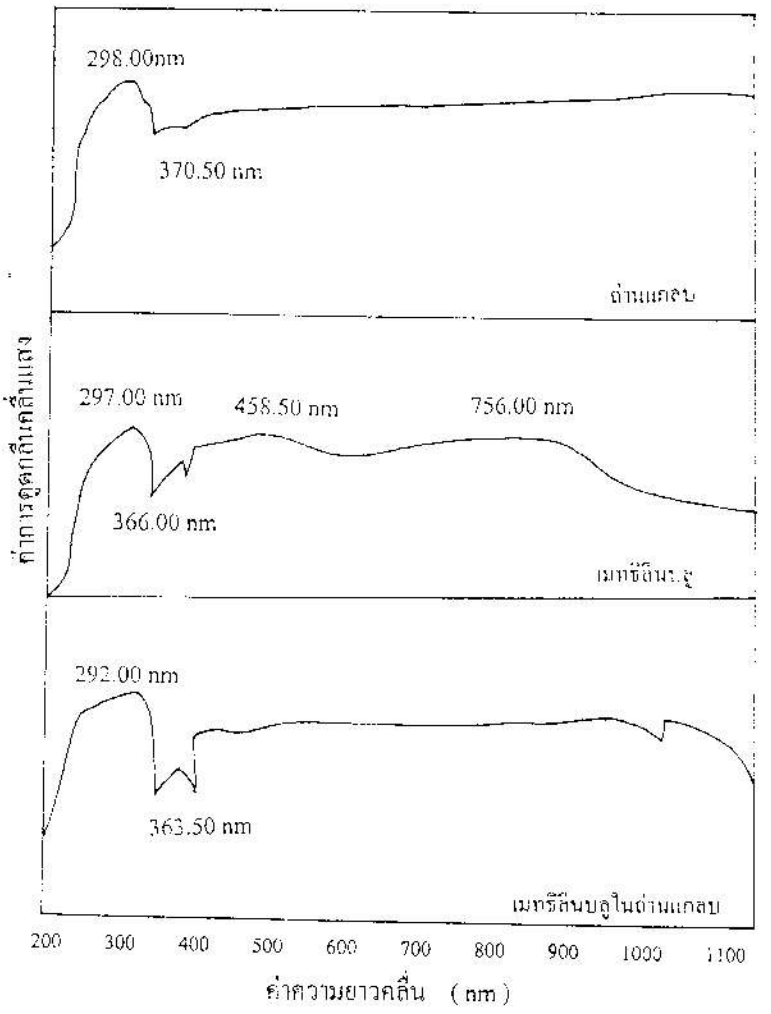
รูปที่ 3.9 แสดงรีเฟลคแตนต์สเปคตราของถ่านกัมมันต์ เมทธิลีนบลู และเมทธิลีนบลูในถ่านกัมมันต์

จากรูปที่ 3.9 เมื่อนำรีเฟลคแตนต์สเปคตราของถ่านกัมมันต์ เมทธิลีนบลู และเมทธิลีนบลูในถ่านกัมมันต์เปรียบเทียบกันสรุปได้ดังนี้ ในถ่านกัมมันต์พบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 295.00 344.00 นาโนเมตร และในช่วงวิสิเบิลเห็นพีคไม่ชัดเจน เนื่องจากพีคที่ได้กว้างมาก ส่วนรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมของเมทธิลีนบลูพบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 290.00 366.00 นาโนเมตร และในช่วงวิสิเบิลพบพีคในช่วง 458.50 และ 756.00 นาโนเมตร เมื่อนำเมทธิลีนบลูแช่ในถ่านกัมมันต์ จากรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมที่ได้พบว่าเหมือนรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมของถ่านกัมมันต์



รูปที่ 3.10 แสดงรีเฟลคแตนต์สเปคตราของดินขาว เมทธิลีนบลู และเมทธิลีนบลูในดินขาว

จากรูปที่ 3.10 เมื่อนำรีเฟลคแตนต์สเปคตราของดินขาว เมทธิลีนบลู และเมทธิลีนบลูในดินขาวเปรียบเทียบกันสรุปได้ดังนี้ ในดินขาวพบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 296.00 นาโนเมตร และในช่วงวิสิเบิลไม่ดูดกลืนแสง เนื่องจากว่าวัสดุดูดซับชนิดนี้มีสีขาว ส่วนรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมของเมทธิลีนบลูพบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 297.00 366.00 นาโนเมตร และในช่วงวิสิเบิลพบพีคในช่วง 458.50 และ 756.00 นาโนเมตร เมื่อนำเมทธิลีนบลูแช่ในดินขาว จากรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมที่ได้พบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 301.00 นาโนเมตร และพีคในช่วงวิสิเบิลที่ 592.50 655.50 นาโนเมตร เป็นพีคที่เกิดขึ้นซึ่งแตกต่างจากเมทธิลีนบลู และ 763.50 นาโนเมตร ซึ่งเทียบกับพีค 756.00 นาโนเมตรของเมทธิลีนบลูนั่นเอง แต่มีการเลื่อนไปทางด้านความยาวคลื่นที่มากขึ้น จะเห็นได้ว่าในช่วงวิสิเบิลมีการดูดกลืนแสงเกิดขึ้น เมื่อเทียบกับรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมของดินขาว



รูปที่ 3.11 แสดงรีเฟลคแตนต์สเปคตราของถ่านแกลบ เมทธิลีนบลู และเมทธิลีนบลูในถ่านแกลบ

จากรูปที่ 3.11 เมื่อนำรีเฟลคแตนต์สเปคตราของถ่านแกลบ เมทธิลีนบลู และเมทธิลีน บลูในถ่านแกลบเปรียบเทียบกันสรุปได้ดังนี้ ในถ่านแกลบพบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 298.00 และ 370.50 นาโนเมตร ในช่วงวิสิเบิลเห็นพีคไม่ชัดเจนเนื่องจากว่าพีคที่ได้กว้างมาก ส่วนรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมของเมทธิลีนบลู พบพีคในช่วงอุลตราไวโอเลตที่ 290.00 366.00 นาโนเมตร และในช่วงวิสิเบิลพบพีคในช่วง 458.50 และ 756.00 นาโนเมตร เมื่อนำเมทธิลีนบลูแช่ในถ่านแกลบ จากรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมที่ได้ พบว่าเหมือนรีเฟลคแตนต์สเปคตรัมของถ่านแกลบ และพบว่าพีคของเมทธิลีนบลูที่ 756.00 นาโนเมตร พีคกว้างมากขึ้น จึงทำให้เห็นไม่ชัดเจน