บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

1. เครื่องมือ

1.1 เครื่อง Fouriers Transform Infrared Spectrophotometer ของ Perkin model IR spectrum

1.2 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer ของ Perkin model

1.3 เตาเผาไฟฟ้า (Furnance) รุ่น Carbolite CWF 130

1.4 เครื่อง Fraction collertor

1.5 เครื่องให้ความร้อน (Hot plate)

1.6 เครื่องเขย่า (Shaker)

1.7 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น Sartorius

1.8 เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง รุ่น Sartorius

1.9 เครื่องพีเอช (pH meter)

1.10 เครื่องเซนติฟิวต์

1.11 ตู้อบความร้อน (Hot air oven) ของ memmert

1.12 แมกเนติกสเตอเรอร์ (Manetic sterer)

2. อุปกรณ์

2.1 กระดาษกรองเบอร์ 42 และ 93

2.2 ขวดน้ำกลั่น (Washing bottle)

2.3 ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 25 50 100 250 และ 500 ml

2.4 ครูซิเบิล (Crucible)

2.5 ตะแกรงร่อน ขนาด 32 เมช (mesh)

2.6 โถดูดความชื้น (Desiccator)

2.7 บิกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50 100 250 400 และ 600 ml

2.8 ปิเปต (Pipet) ขนาด 1 2 3 5 10 20 และ 25 ml

2.9 ไมโครปิเปต (Micro pipet)

2.10 อะลูมิเนียมฟลอยด์ (Aluminum foil)

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

3. สารเคมี

3.1 เปลือกข้าวหรือแกลบ (Rice husk)

3.2 สารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} 1000 ppm

3.3 สารละลายมาตรฐาน Pb^{2+} 1000 ppm

3.4 สารละลายมาตรฐาน Cd^{2+} 1000 ppm

3.5 กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3)

3.6 กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl)

3.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)

3.8 โปรแตสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide, KBr)

3.9 เมทานอล (Methanol, CH_3OH)

3.10 โทลูอีน (Toluene)

3.11 ซิลิกา (Silica, SiO_2)

3.12 3-[2-(2-Aminoethylamino)ethylamino]propyl-trimethoxy silane (DETA - silane)

วิธีดำเนินการวิจัย

1. ขั้นตอนการเตรียมวัสดุดูดซับ

1.1 การเตรียมเถ้าแกลบขาว

1.1.1 นำแกลบมาล้างด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด และนำไปต้มด้วยกรดไนตริก 6 โมลาร์จนครบ 3 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง จนพีเอชเป็นกลาง ทิ้งไว้เกือบแห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

1.1.2 นำแกลบที่แห้งมาชั่งน้ำหนัก ใส่ในครูซิเบิลและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยเผาในเตาเผาไฟฟ้า (furnance) ไม่ต้องปิดฝาครูซิเบิล เพื่อให้มีปริมาณออกซิเจนมากเกินพอ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้เถ้าแกลบที่มีลักษณะเป็นสีขาว บดและร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 32 เมช แล้วนำมาเก็บในโถดูดความชื้น

1.2 การเตรียมเถ้าแกลบขาวที่ถูกปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันด้วย 3-[2-(2-Aminoethylamino)ethylamino]propyl-trimethoxy silane

ชั่งน้ำหนักเถ้าแกลบขาว 20.00 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมและเติม DETA-silane ปริมาตร 20 มิลลิลิตร นำไปรีฟลั๊กเป็นเวลา 48 ชั่วโมง โดยใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลาย

กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 93 ล้างด้วยเมทานอล นำไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วเก็บในโถดูดความชื้น

2. การศึกษาหมู่ฟังก์ชั่นของวัสดุดูดซับ

2.1 นำซิลิกามาตรฐาน 20 มิลลิกรัม ผสมกับ KBr ประมาณ 100 – 200 มิลลิกรัม ในโกร่งอะเกต (agate motar) บดให้ละเอียดจนเป็นเนื้อเดียวกัน เมื่อบดดีแล้วนำไปใส่ในเครื่องอัด ซึ่งเรียกว่า die หลังจากนั้นเปิดปั๊มดูดอากาศออกประมาณ 1 นาที จึงอัดด้วยเครื่องอัด อัดตัวอย่างประมาณ 3- 4 นาที จากนั้นลดความดันและปลดเครื่องดันอากาศออกจาก die นำตัวอย่างที่เป็นแผ่นบางใสออกอย่างระมัดระวัง แล้วใส่ใน disc holder แล้วนำมาเข้าเครื่อง FT – IR วัดที่เลขคลื่น (wave number) 4,000 – 400 cm^{-1}

2.2 เปลี่ยนจากซิลิกามาตรฐานเป็นเถ้าแกลบขาว และเถ้าแกลบขาวปรับปรุงตามลำดับ

3. การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะหนักแบบถังแช่ (Batch method)

3.1 การศึกษาน้ำหนักของวัสดุดูดซับที่เหมาะสมของวัสดุดูดซับ

3.1.1 ชั่งน้ำหนักเถ้าแกลบขาว 0.1 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ ปิเปตสารละลาย Cu^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ลงไป 20 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้แล้วเทสารละลายส่วนที่ใสออกมา นำไปเซนติฟิวส์จนได้สารละลายที่ใสและปิเปตมา 10 มิลลิลิตร นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 แล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร นำไปวัดความเข้มข้นของ Cu^{2+} ที่เหลือด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

3.1.2 ทำเช่นเดียวกัน โดยเปลี่ยนน้ำหนักของเถ้าแกลบขาวจาก 0.1 กรัม เป็น0.2 0.3 0.4 และ 0.5 กรัม ตามลำดับ

3.1.3 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากเถ้าแกลบขาวเป็นเถ้าแกลบขาวปรับปรุง

3.1.4 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากสารละลาย Cu^{2+} เป็น Cd^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm และ Pb^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ตามลำดับ

3.2 การศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการดูดโลหะหนัก

3.2.1 ชั่งน้ำหนักเถ้าแกลบขาว 0.4 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ ปิเปตสารละลาย Cu^{2+}ความเข้มข้น 50 ppm ลงไป 20 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 30 นาที ตั้งทิ้งไว้แล้วเทสารละลายส่วนที่ใสออกมา นำไปเซนติฟิวส์จนได้สารละลายที่ใสแล้วปิเปตมา 10 มิลลิลิตร นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 แล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร นำไปวัดความเข้มข้นของ Cu^{2+} ที่เหลือด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

วิทยาลัยราชภัฏ งานวิจัย

3.2.2 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการแช่สารละลายจาก 30 นาที เป็น 60 90 120 และ 150 นาที ตามลำดับ

3.2.3 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากเถ้าแกลบขาวน้ำหนัก 0.4 กรัม เป็นเถ้าแกลบขาวปรับปรุงน้ำหนัก 0.3 กรัม

3.2.4 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากสารละลาย Cu^{2+} เป็น Cd^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm และ Pb^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ตามลำดับ

3.3 การศึกษา pH ที่เหมาะสมในการดูดโลหะหนัก

3.3.1 ชั่งน้ำหนักเถ้าแกลบขาว 0.4 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ ปิเปตสารละลาย Cu^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ที่มี pH เท่ากับ 2.0 ลงไป 20 มิลลิลิตร เขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 120 นาที เทส่วนที่ใสออกมาแล้วนำไปเซนติฟิวส์ จนได้สารละลายที่ใสแล้วปิเปตมา 10 มิลลิลิตร นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 แล้วปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร นำไปวัดความเข้มข้นของ Cu^{2+} ที่เหลือด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

3.3.2 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยน pH ของสารละลาย Cu^{2+} จาก 2.0 เป็น 3.0 4.0 5.0 และ 6.0 ตามลำดับ

3.3.3 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากเถ้าแกลบขาวน้ำหนัก 0.4 กรัม เป็นเถ้าแกลบขาวปรับปรุงน้ำหนัก 0.3 กรัม

3.3.4 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากสารละลาย Cu^{2+} เป็น Cd^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm และ Pb^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ตามลำดับ

3.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลาย Cu^{2+} Cd^{2+} และ Pb^{2+} เพื่อนำไปหาไอโซเทอร์มและความจุการดูดซับ

3.4.1 ชั่งน้ำหนักเถ้าแกลบขาว 0.4 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ ปิเปตสารละลาย Cu^{2+} ความเข้มข้น 20 ppm และมี pH เท่ากับ 5.0 ลงไป 20 มิลลิลิตร และเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 120 นาที แล้วนำไปเซนติฟิวส์จะได้สารละลายที่ใส ปิเปตมา 10 มิลลิลิตร นำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ปรับปริมาตรเป็น 25 มิลลิลิตร และนำไปวัดความเข้มข้นของ Cu^{2+} ที่เหลือด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY

3.4.2 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลาย Cu^{2+} จาก 20 ppm เป็น 25 50 100 150 200 250 400 และ 500 ppm ตามลำดับ

3.4.3 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากเถ้าแกลบขาวน้ำหนัก 0.4 กรัม เป็นเถ้าแกลบขาวปรับปรุงน้ำหนัก 0.3 กรัม

3.4.4 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากสารละลาย Cu^{2+} เป็น Cd^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm และ Pb^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ตามลำดับ ทำการทดลองอีก 2 ซ้ำ

4. การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับโลหะหนักแบบคอลัมน์ (Column method)

4.1 บรรจุเถ้าแกลบขาว ลงไปในคอลัมน์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตรให้มีความสูง 5 เซนติเมตร และชั่งน้ำหนักของเถ้าแกลบขาวที่บรรจุในคอลัมน์ นำสารละลาย Cu^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ผ่านลงไปในคอลัมน์ ควบคุมอัตราการไหลของสารสารละลาย Cu^{2+} เท่ากับ 0.2 มิลลิเมตรต่อนาที เก็บสารละลายส่วนที่ผ่านออกมาครั้งละ 10 มิลลิลิตร กรองและปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร นำไปวัดความเข้มข้นของ Cu^{2+} ที่เหลือด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เก็บสารสารละลาย Cu^{2+} หลังผ่านคอลัมน์จนกระทั่งมีความเข้มข้นเท่ากับความเข้มข้นก่อนผ่านคอลัมน์

4.2 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากเถ้าแกลบขาวเป็นเถ้าแกลบขาวปรับปรุง

4.3 ทำเช่นเดียวกัน เปลี่ยนจากสารละลาย Cu^{2+} เป็น Cd^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm และ Pb^{2+} ความเข้มข้น 50 ppm ตามลำดับ

มหาวิทยาลัยราชภัฏมหาสารคาม
RAJABHAT MAHASARAKHAM UNIVERSITY