

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 วัสดุดิบ

เบนโทไนท์ จากบริษัท เคมีภัณฑ์ คอร์ปอเรชั่น จำกัด

3.1.2 สารเคมี

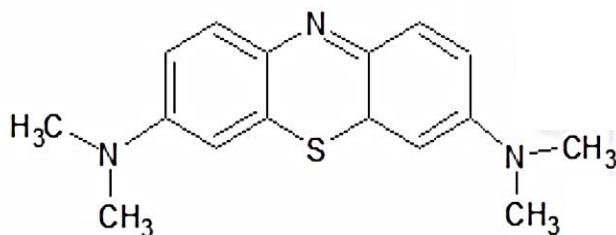
ตารางที่ 3.1

วัสดุและสารเคมี

สารเคมี	เกรดสารเคมี	ผู้ผลิต
กรดไฮโดรคลอริก (HCl)	AR Grade	Carlo Erba
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	AR Grade	Carlo Erba
โซเดียมคาร์บอเนต (Na ₂ CO ₃)	AR Grade	Carlo Erba
เมทิลีนบลู (Methylene blue)	AR Grade	Carlo Erba
เมทิลออเรนจ์ (Methyl Orange)	AR Grade	Carlo Erba

3.1.2.1 การเตรียมสารละลายเมทิลีนบลู (Methylene blue, MB) และเมทิลออเรนจ์ (Methyl Orange)

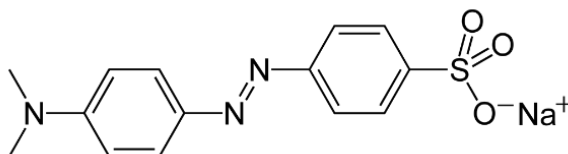
สี้อมที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ สี้อมแคทไอออนเมทิลีนบลู ซึ่งสารละลายสี้อมแคทไอออนเมทิลีนบลู (C₁₆H₁₈N₃SCl.3H₂O) มีค่าความยาวคลื่นที่ใช้การดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) เท่ากับ 664 นาโนเมตร โครงสร้างทางเคมีแสดงในภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 โครงสร้างของเมทิลินบลู. ปรับปรุงจาก Elimination of textile dyes using activated carbons prepared from vegetable residues and their characterization (Peláez-Cid et al., 2016, *Journal of Environmental Management*).

3.1.2.2 การเตรียมสารละลายเมทิลออเรนจ์ (Methyl Orange)

สีย้อมที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ สีย้อมแอนไอออนเมทิลออเรนจ์ ซึ่งสารละลายสีย้อมแอนไอออนเมทิลออเรนจ์ ($C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$) มีค่าความยาวคลื่นที่ใช้การดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max}) เท่ากับ 464 นาโนเมตร โครงสร้างทางเคมีแสดงในภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 โครงสร้างทางเคมีของสีย้อมเมทิลออเรนจ์

3.1.3 เครื่องมือ

ตารางที่ 3.2

เครื่องมือที่ใช้

เครื่องมือ	รุ่น/ยี่ห้อ	หน้าที่
ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	Perkin Elmer/Lambda 12	วัดค่าการดูดกลืนแสง
เตาอบ	Memmert	อบตัวอย่างให้แห้ง
เตาเผาความร้อนสูง	Carbolite CMF 1300	เผาตัวอย่าง
เครื่องชั่งดิจิตอล 2 และ 4 ตำแหน่ง	Sartorius	ชั่งน้ำหนักสาร
เครื่องพีเอชมิเตอร์	Ohaus ST20	วัด/ปรับพีเอชของสารละลาย

(ต่อ)

ตารางที่ 3.2 (ต่อ)

เครื่องมือ	รุ่น/ยี่ห้อ	หน้าที่
เครื่องเขย่า	UMAC UM-S7070	เขย่าตัวอย่างสารละลายสีเขียว
โถดูดความชื้น		ดูดความชื้น
เครื่อง FT-IR	เทอร์โบรุ่น 407	วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน
เครื่อง Brunauer Emmett-Telle (BET);	BEL JAPAN, ING; model Belsorp-mini	วิเคราะห์หาปริมาณรูพรุนพื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน

3.1.4 อุปกรณ์

3.1.4.1 ตะแกรงร่อน ขนาด 80 Mesh

3.1.4.2 แท่งแก้วคนสาร

3.1.4.3 บีกเกอร์

3.1.4.4 ถาดอะลูมิเนียม

3.1.4.5 กระดาษกรองเบอร์ 1

3.1.4.6 กระดาษชั่งสาร

3.1.4.7 ปีเปต

3.1.4.8 กรวยกรอง

3.1.4.9 ขวดปรับปริมาตร

3.1.4.10 กระบอกตวง

3.1.4.11 ขวดโพลีเอทาลีน

3.1.4.12 ขวดรูปชมพู่

3.1.4.13 กระจกนาฬิกา

3.1.4.14 บิวเรต

3.1.4.15 หลอดหยด จุกยาง

3.2 การเตรียมวัสดุดูดซับจากเบนโทไนท์

นำเบนโทไนท์ไปอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำมาร่อนผ่านตะแกรงร่อน ขนาด 80 mesh แล้วเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อการวิเคราะห์ต่อไป

3.2.1 การศึกษาวิธีการกระตุ้นทางกายภาพและทางเคมี

3.2.1.1 ศึกษาการกระตุ้นเบนโทไนท์ด้วยวิธีทางกายภาพ

ศึกษาการกระตุ้นทางกายโดยการนำเบนโทไนท์มาเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ดังนี้ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.2.1.2 ศึกษาการกระตุ้นเบนโทไนท์ด้วยวิธีทางเคมี

1) กระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ทำการกระตุ้นโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.25–5.0 โมลาร์ โดยชั่งเบนโทไนท์ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (B) มา 1.0 กรัม เติลงในบีกเกอร์แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ จากนั้นแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 2 และ 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำมากรอง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนค่าพีเอชเป็นกลางแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นบดและร่อนผ่านตะแกรงร่อน ขนาด 80 mesh แล้วเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อการวิเคราะห์ต่อไป

2) กระตุ้นด้วยสารละลายกรดไฮโดรริก

ทำการกระตุ้นโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรริกที่มีความเข้มข้น 0.25 – 5.0 โมลาร์ โดยชั่งเบนโทไนท์ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (B) มา 1.0 กรัม เติลงในบีกเกอร์แล้วเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ จากนั้นแช่ทิ้งไว้เป็นเวลา 2 และ 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำมากรอง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนค่าพีเอชเป็นกลางก่อนจะนำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปบดและร่อนผ่านตะแกรงร่อน ขนาด 80 mesh แล้วเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อการวิเคราะห์ต่อไป

ตารางที่ 3.3

ศึกษาสภาวะที่ใช้ในการกระตุ้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

วัสดุชุดขับ	สารเคมี	การกระตุ้น	
		ความเข้มข้น (โมลาร์)	ระยะเวลาการแช่ (ชั่วโมง)
B	เบนโทไนท์ที่ 300 °C	0	0
BB1	โซเดียมไฮดรอกไซด์	0.25	2
BB2	โซเดียมไฮดรอกไซด์	0.50	2
BB3	โซเดียมไฮดรอกไซด์	1.00	2
BB4	โซเดียมไฮดรอกไซด์	2.50	2
BB5	โซเดียมไฮดรอกไซด์	5.00	2
BB6	โซเดียมไฮดรอกไซด์	0.25	24
BB7	โซเดียมไฮดรอกไซด์	0.50	24
BB8	โซเดียมไฮดรอกไซด์	1.00	24
BB9	โซเดียมไฮดรอกไซด์	2.50	24
BB10	โซเดียมไฮดรอกไซด์	5.00	24

ตารางที่ 3.4

ศึกษาสภาวะที่ใช้ในการกระตุ้นสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก

วัสดุชุดขับ	สารเคมี	การกระตุ้น	
		ความเข้มข้น (โมลาร์)	ระยะเวลาการแช่ (ชั่วโมง)
B	เบนโทไนท์ที่ 300 °C	0	0
BA1	กรดไฮโดรฟลูออริก	0.25	2
BA2	กรดไฮโดรฟลูออริก	0.50	2
BA3	กรดไฮโดรฟลูออริก	1.00	2
BA4	กรดไฮโดรฟลูออริก	2.50	2
BA5	กรดไฮโดรฟลูออริก	5.00	2
BA6	กรดไฮโดรฟลูออริก	0.25	24
BA7	กรดไฮโดรฟลูออริก	0.50	24

ตารางที่ 3.4 (ต่อ)

วัสดุชุดขับ	สารเคมี	การกระตุ้น	
		ความเข้มข้น (โมลาร์)	ระยะเวลาการแช่ (ชั่วโมง)
BA8	กรดไฮโดรคลอริก	1.00	24
BA9	กรดไฮโดรคลอริก	2.50	24
BA10	กรดไฮโดรคลอริก	5.00	24

3.2.1.3 การกระตุ้นเบนโทไนด์ด้วยวิธีทางกายภาพร่วมกับทางเคมี

ทำการกระตุ้น โดยสารเคมี 2 ชนิด คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 และ 100 องศาเซลเซียส โดยชั่งเบนโทไนด์มา 1 กรัม แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.25 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปให้ความร้อนซึ่งได้ทำการศึกษาที่อุณหภูมิ 50 และ 100 องศาเซลเซียส ภายใต้การปั่นกวน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 แล้วล้างจนเป็นกลางด้วยน้ำกลั่น นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วบดและร่อนผ่านตะแกรงร่อน ขนาด 80 mesh เก็บไว้ในโถดูดความชื้นเพื่อการวิเคราะห์ต่อไป ในส่วนของการกระตุ้นด้วยกรดจะใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และทำการทดลองต่อไป เช่นเดียวกับกรณีที่กระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ดังกล่าวข้างต้น

ตารางที่ 3.5

การกระตุ้น โดยวิธีการให้ความร้อน (Thermal Activation)

วัสดุชุดขับ	การกระตุ้น	ระยะเวลาการปั่นกวน (ชั่วโมง)	อุณหภูมิที่ใช้ในการ กระตุ้น (องศาเซลเซียส)
B	เบนโทไนด์	0	-
BB50	สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	2	50
BB100	สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	2	100
BA50	สารละลายกรดไฮโดรคลอริก	2	50
BA100	สารละลายกรดไฮโดรคลอริก	2	100

3.3 การศึกษาสมบัติและลักษณะทางกายภาพของวัสดุดูดซับ

ศึกษาองค์ประกอบดังนี้ คือ การศึกษาร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ (%Yield) การหาประจุที่ผิวเป็นศูนย์ Point of zero charge (pH_{pzc}) การหาปริมาณรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุนของวัสดุดูดซับที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิค Brunauer Emmett-Telle (BET); BEL JAPAN, ING; model Belsorp-mini และการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของวัสดุดูดซับด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.3.1 การศึกษาร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ (%Yield)

ทำการศึกษาร้อยละของผลิตภัณฑ์ที่ได้ ของวัสดุดูดซับโดยคำนวณได้จากสมการที่ 3.1

$$\text{ผลผลิตร้อยละ} = \frac{\text{ผลผลิตที่ได้จริง} \times 100}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี}} \quad (3.1)$$

3.3.2 การหาประจุที่ผิวเป็นศูนย์ Point of zero charge (pH_{pzc})

ชั่ง BA50 ปริมาณ 0.05 กรัม ใส่ลงในขวดโพลีเอทาลีนขนาด 50 มิลลิลิตรแล้วเติมสารละลาย NaCl 0.01 โมลาร์ ที่ปรับ pH เป็น 2, 4, 6, 8, 10, และ 12 ด้วย 0.1 โมลาร์ NaOH หรือ 0.1 โมลาร์ HCl ขวดละ 50 ml จากนั้นนำไปเขย่าสารที่ได้เป็นเวลา 2 และ 24 ชั่วโมง จากนั้นวัด (pH เริ่มต้นเท่ากับ pH สุดท้าย) และหาจุดตัดกราฟ

3.3.3 การหาปริมาณรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน

นำวัสดุดูดซับชนิด BA50 ไปวิเคราะห์หาปริมาณรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน ด้วยเครื่อง BET Qatarchom Auto Shop One

3.3.4 การหาหมู่ฟังก์ชันโดย FT-IR

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน FT-IR ของวัสดุดูดซับชนิด BA50 ด้วยเครื่อง FT-IR เทอร์โบรุ่น 407

3.4 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมต่อการดูดซับสารละลายสีย้อมเมทิลีนบลู และ เมทิล-ออร์เรนจ์ด้วยวัสดุดูดซับ

ในการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อมด้วยวัสดุดูดซับ ที่เตรียมจากเบนโทไนท์โดยทำการวัดค่าการดูดซับสีย้อมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เพื่อเลือกตัวดูดซับที่ดีที่สุด หลังจากนั้นจึงนำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไปคำนวณหาอัตราการกำจัด (%)

Removal) ก็จะทราบถึงประสิทธิภาพในการดูดซับสารละลายสีข้อมเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ ของตัวอย่างเบนโทไนท์ที่เตรียม เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดของตัวดูดซับที่ดีที่สุด ร้อยละความสามารถในการดูดซับสีข้อมคำนวณได้จากสมการที่ 3.2

$$\% \text{ การกำจัด} = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100 \quad (3.2)$$

เมื่อ	% การกำจัด	หมายถึง	ร้อยละการกำจัด
	C_0	หมายถึง	ความเข้มข้นเริ่มต้นของสีข้อม (มิลลิกรัมต่อลิตร)
	C_e	หมายถึง	ความเข้มข้นของสีข้อม ณ สภาวะสมดุล (มิลลิกรัมต่อลิตร)

หลังจากได้ตัวดูดซับที่ดูดซับสีข้อมเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ ได้ดีที่สุดแล้วจะนำไปหาสภาวะที่เหมาะสมของการดูดซับสีข้อมเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ ด้วยวัสดุดูดซับที่เตรียมจากเบนโทไนท์ โดยการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสีข้อมเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ มีการศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดซับสีข้อม ดังนี้ คือ ระยะเวลาในการดูดซับ พีเอช โดยความสามารถในการดูดซับสีข้อมคำนวณได้จากสมการที่ 3.3

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) V}{m} \quad (3.3)$$

เมื่อ	q_e	หมายถึง	ความสามารถในการดูดซับสีข้อม (มิลลิกรัมต่อกรัม)
	C_0	หมายถึง	ความเข้มข้นเริ่มต้นของสีข้อม (มิลลิกรัมต่อลิตร)
	C_e	หมายถึง	ความเข้มข้นสมดุลของสีข้อม (มิลลิกรัมต่อลิตร)
	V	หมายถึง	ปริมาตรของสีข้อม (ลิตร)
	m	หมายถึง	น้ำหนักของตัวอย่างแห้งของวัสดุดูดซับ (กรัม)

3.4.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับสารละลายสีข้อมเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ด้วยวัสดุดูดซับที่ทำการศึกษา

ในการทดลองนี้ทำการศึกษาแบบกะ (Batch) โดยทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ คือ ระยะเวลาในการดูดซับ พีเอชของสารละลายสีข้อมเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ ไอโซเทอมการดูดซับ

3.4.1.1 ระยะเวลาในการดูดซับ

เตรียมสารละลายสีข้อมเมทิลลินบลูความเข้มข้น 300-900 มิลลิกรัมต่อลิตร และสารละลายเมทิลออเรนจ์ความเข้มข้น 150-700 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งวัสดุดูดซับ 0.05 กรัม ปิเปตสารละลายสีข้อมปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดพลาสติกที่มีวัสดุดูดซับที่ซั่งไว้แล้ว จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Shaker) ที่อัตราเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลาที่ 0 – 180 นาที แล้วนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 นำสารละลายส่วนที่เหลือไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ 664 นาโนเมตร (ทำ 3 ซ้ำ) สำหรับสารละลายสีข้อมเมทิลออเรนจ์ทำการทดลองเช่นเดียวกัน และวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่ 464 นาโนเมตร

3.4.1.2 พิเอชของสารละลายสีข้อมเมทิลลินบลูและเมทิลออเรนจ์

เตรียมสารละลายสีข้อมเมทิลลินบลู ความเข้มข้น 200 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยเปลี่ยนแปลงค่าพีเอช เริ่มต้นของสารละลายเมทิลลินบลู ด้วย 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก หรือ 0.1 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้มีค่าพีเอชเท่ากับ 2.0 – 12.0 ตามลำดับ โดยซั่งวัสดุดูดซับ 0.05 กรัม แล้วปิเปตสารละลายสีข้อมเมทิลลินบลู ที่ค่าพีเอชต่าง ๆ มา 50 มิลลิลิตร ลงในขวดพลาสติกแต่ละขวดที่มีวัสดุดูดซับที่ซั่งไว้แล้ว จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Shaker) ที่อัตราเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 นาที แล้วกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 นำส่วนที่เหลือไปวัดค่าความยาวคลื่นด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร (ทำ 3 ซ้ำ) สำหรับสารละลายสีข้อมเมทิลออเรนจ์ทำการทดลองเช่นเดียวกัน และวัดค่าการดูดกลืนที่ความยาวคลื่น 464 นาโนเมตร เพื่อหาเวลาที่ให้ประสิทธิภาพในการดูดซับสูงสุด

3.4.1.3 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซับสารละลายสีข้อมเมทิลลินบลูและเมทิลออเรนจ์ของ BA50

เตรียมวัสดุดูดซับที่สภาวะการดูดซับ BA50 สารละลายสีข้อมที่ความเข้มข้น 150 - 900 มิลลิกรัมต่อลิตรที่ปรับค่าความเป็นกรด-ด่างที่เวลาที่ให้ประสิทธิภาพในการดูดซับสูงสุด นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Shaker) ที่อัตราเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 180 นาที แล้วกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 นำส่วนที่เหลือไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร (ทำ 3 ซ้ำ) สำหรับสารละลายสีข้อมเมทิลออเรนจ์ทำการทดลองเช่นเดียวกัน และวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 464 นาโนเมตรแล้วนำค่าที่ได้