บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

1. อุปกรณ์เครื่องแก้วพื้นฐาน ได้แก่ บีกเกอร์ ขวดวัดปริมาตร ขวดรูปชมพู่ ปิเปต บิวเรต หลอดทดลอง กระบอกตวง แท่งแก้วคน กระจกนาฬิกา
2. Nylon 47 mm Filter membrane, 0.45 μm : Alltech
3. เครื่องเขย่า : KS125 Basic, KIKA LABORTECHNIK
4. โถแก้วดูดความชื้น (Dessicator)
5. เครื่องปั่นกวนความเร็วสูง (Magnetic stirrer) : Janke & Kunkel Gambh
6. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง : Explorer, OHAUS
7. เตาอบ : DIN 40050 – IP20, Schutzart
8. pH meter : Toledo, MP 220, Mettler
9. Conductometer : MultiLine P3, WTW
10. Superspeed Centrifuge : Allegra 64R, Beckman
11. UV-Visible spectrophotometer : Libra S11, Biochrom
12. Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) : Magna IR 560, Nicolet
13. Scanning Electron Microscope (SEM) : JSM 6400 Scanning Microscope, JEOL

3.1.2 สารเคมี

1. Bentonite ($Si_8Al_4O_{20}(OH)_4$) : ฝ่ายวิจัยพัฒนาและถ่ายทอดเทคโนโลยีด้านเซรามิกซ์ กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
2. Black MLD, บริษัทลีมิ่ง เอ็นเตอร์ไพรส์ จำกัด จังหวัดเพชรบุรี
3. Congo Red : Analytical reagent grade, Fluka Chemika, USA
4. Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB): Analytical reagent grade, Fluka Chemika, USA
5. Octadecylamine ($C_{18}H_{39}N$) : Analytical reagent grade, Fluka Chemika, USA
6. Lead standard solution 1000 ppm : Spectro grade, BDH, England
7. Zinc standard solution 1000 ppm : Spectro grade, BDH, England
8. NaOH : Analytical reagent grade, Ajax Finechem, New Zealand
9. HCl : Analytical reagent grade, J.T. Baker, USA

Prince of Songkla University Pattani Campus

10. HNO_3 : Analytical reagent grade, J.T. Baker, USA
11. $AgNO_3$: Analytical reagent grade, BDH, England
12. NaCl : Analytical reagent grade, BDH, England
13. H_2SO_4 : Analytical reagent grade, J.T. Baker, Thailand
14. $BaCl_2.2H_2O$: Analytical reagent grade, Ajax Finechem, New Zealand
15. $MgSO_4.7H_2O$: Analytical reagent grade, Ajax Finechem, New Zealand

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 การเตรียมเบนทอไนท์ธรรมชาติและเบนทอไนท์ดัดแปร

3.2.1.1 การเตรียมเบนทอไนท์ธรรมชาติ (N-bentonite)

นำเบนทอไนท์มาบดให้ละเอียด หลังจากนั้นนำไปร่อนด้วยตะแกรงร่อนขนาด 150 ไมครอน แล้วนำผงเบนทอไนท์ที่ได้มาอบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.2.1.2 การเตรียมเบนทอไนท์ดัดแปร (Na-bentonite, ODA-bentonite และ CTA-bentonite)

เตรียม Na-bentonite โดยเติม 1 M NaCl ในเบนทอไนท์ที่ได้จากข้อ 3.2.1.1 คนด้วยเครื่องปั่นกวนความเร็ว 600 rpm ที่อุณหภูมิห้อง (29.0±1.0°C) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้งจนกระทั่งไม่มี Cl^- เหลืออยู่ ซึ่งทดสอบโดยใช้ 0.1 M $AgNO_3$ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

เตรียม ODA-bentonite โดยการนำ N-bentonite ที่เตรียมได้ 25 g เติมสารละลายดัดแปรซึ่งประกอบด้วย Octadecylamine (ODA) 5 g ใน 2M HCl 250 mL คนด้วยเครื่องปั่นกวนความเร็ว 600 rpm ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 คืน แล้วเทน้ำด้านบนทิ้ง ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง จนกระทั่งไม่มีกรดเหลืออยู่ นำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

เตรียม CTA-bentonite โดยนำ N-bentonite ที่เตรียมได้ 25 g เติมน้ำกลั่น 250 mL และ Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) 5 g คนด้วยเครื่องปั่นกวนความเร็ว 600 rpm ที่อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นตั้งทิ้งไว้ 1 คืน แล้วเทน้ำด้านบนทิ้ง ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง จนไม่มีเกลือและ Br^- เหลืออยู่ ซึ่งทดสอบโดยใช้ 0.1 M $AgNO_3$ นำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

เก็บตัวอย่างที่เตรียมได้ในขวดแก้ว ซึ่งวางในโถแก้วดูดความชื้น สำหรับการศึกษาต่อไป

3.2.2 การศึกษาสมบัติของเบนทอไนท์ธรรมชาติและเบนทอไนท์ดัดแปร

3.2.2.1 ศึกษาสัณฐานวิทยาบนพื้นผิว โดย Scanning Electron Microscope (SEM)

นำตัวอย่างเบนทอไนท์ก่อนและหลังดัดแปรโครงสร้างไปวางบนที่วางตัวอย่าง เคลือบผิวของตัวอย่างให้เรียบ นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ภายใต้สภาวะสุญญากาศ

Prince of Songkla University Pattani Campus

3.2.2.2 ศึกษาหมู่ฟังก์ชัน โดย Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)

ใช้เทคนิค KBr-pellet โดยนำเบนทอไนท์ก่อนและหลังดัดแปร โครงสร้างประมาณ 1.0 mg ผสมกับ KBr 10 mg บดให้ละเอียดจนเป็นเนื้อเดียวกัน นำไปอัดเป็นแผ่นใส ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วย FTIR

3.3.2.3 ศึกษาการแลกเปลี่ยนไอออนบวก (Cation Exchange Capacity, CEC)

ศึกษาสมบัติการแลกเปลี่ยนไอออนบวกของตัวอย่างเบนทอไนท์ที่เตรียมได้โดยใช้วิธี $BaCl_2$ exchange method (Gillman and Sumpter, 1986) ดังต่อไปนี้

1. ชั่งดินปริมาณ 2.00 g ใส่ไปในกรวยกรองที่บรรจุกระดาษกรองอยู่

2. กรองดินด้วย 0.1 M $BaCl_2.2H_2O$ ปริมาตร 20 mL

3. กรองดินด้วย 2 mM $BaCl_2.2H_2O$ 60 mL แบ่งล้าง 6 ครั้ง ครั้งละ 10 mL เก็บ 10 mL สุดท้ายของส่วนที่กรองได้มาวัด pH ด้วย pH meter

4. หลังจากกรองให้ย้ายกระดาษกรองกับดินไปยังขวดรูปชมพู่ 125 mL และเติม 5 mM $MgSO_4$ 10 mL ตั้งไว้ 1 ชั่วโมง แกว่งเป็นครั้งคราว

5. คำนวณค่าการนำไฟฟ้าของ 1.5 mM $MgSO_4$ (ควรจะได้ประมาณ 300 S หรือ mhos) ถ้าค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายตัวอย่างไม่ถึง 1.5 เท่าของค่านี้ ให้เติม 0.1 M $MgSO_4$

6. วัดค่า pH ของสารละลาย ถ้าไม่อยู่ในช่วง 0.1 หน่วยของค่าที่วัดอันก่อน ให้เติม 0.05 M H_2SO_4 จนค่า pH อยู่ในช่วงที่ต้องการ

7. ชั่งน้ำหนักสารละลายข้อ 6 นำไปคำนวณค่า CEC (ดูรายละเอียดในภาคผนวก ก)

3.2.3 การศึกษาความสามารถการดูดซับโลหะและสีย้อมแอซิดของตัวอย่างเบนทอไนท์ที่เตรียมได้

3.2.3.1 การดูดซับโลหะตะกั่วและสังกะสี

1. การเตรียมสารละลายโลหะมาตรฐาน

เตรียมสารละลายตะกั่วและสังกะสีมาตรฐานจากสารละลายโลหะมาตรฐานความเข้มข้นตั้งต้น 1000 mg/L ให้มีความเข้มข้น 2.5, 5, 10, 15, 20 และ 25 mg/L โดยใช้น้ำกลั่นชนิด deionized ปรับปริมาตร นำไปวิเคราะห์ปริมาณโดยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) เพื่อเขียนกราฟมาตรฐานของโลหะ

หมายเหตุ เครื่องแก้วทุกชนิดต้องผ่านการแช่ใน 10% HNO_3 อย่างน้อย 12 ชั่วโมงก่อนการล้างกรดออกหลาย ๆ ครั้งด้วย deionized water และอบให้แห้งในตู้อบก่อนการใช้งาน

2. ศึกษาผลของระยะเวลาสัมผัสต่อความสามารถในการดูดซับโลหะ

เติมตัวอย่างเบนทอไนท์ (2 g/L) ลงในสารละลายโลหะแต่ละชนิดคือ สารละลายตะกั่วความเข้มข้น 20 mg/L และ สารละลายสังกะสีความเข้มข้น 10 mg/L ปรับค่า pH ให้เป็น 5.0 นำไปเขย่าที่ความเร็ว 250 rpm ที่ระยะเวลาต่างกัน คือ 5, 10, 15, 30, 60, 120, 180 นาที, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง จากนั้น

Prince of Songkla University Pattani Campus

กรองสารละลาย นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณโลหะที่เหลือโดยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS)

3. ศึกษาผลของ pH ของสารละลายต่อความสามารถในการดูดซับโลหะ

เติมตัวอย่างเบนทอไนท์ปริมาณ 2 g/L ในสารละลายโลหะแต่ละชนิดคือ สารละลายตะกั่วความเข้มข้น 20 mg/L และสารละลายสังกะสีความเข้มข้น 10 mg/L ปรับค่า pH ของสารละลายเป็น 2.0, 3.0, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5 และ 6.0 นำไปเขย่าที่ความเร็ว 250 rpm โดยใช้เวลาสมดุลที่ได้ จากนั้นกรองสารละลาย นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณโลหะที่เหลือโดย FAAS

4. ศึกษาผลของปริมาณเบนทอไนท์ต่อความสามารถในการดูดซับโลหะ

นำสารละลายตะกั่วความเข้มข้น 20 mg/L และสารละลายสังกะสีความเข้มข้น 10 mg/L pH 5.0 มาเติมตัวอย่างเบนทอไนท์ในปริมาณต่าง ๆ กัน คือ 1, 2, 3, 4, 5, 6 และ 7 g/L นำไปเขย่าที่ความเร็ว 250 rpm โดยใช้เวลาสมดุลที่ได้ จากนั้นกรองสารละลาย นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณโลหะที่เหลือโดย FAAS

5. ศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายโลหะ

เติมตัวอย่างเบนทอไนท์แต่ละชนิด ปริมาณที่เหมาะสมจากข้อ 4 ลงในสารละลายโลหะแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้นต่างๆ กัน คือ 10, 15, 20, 25, 30 และ 40 mg/L pH 5.0 นำไปเขย่าที่ความเร็ว 250 rpm โดยใช้เวลาสมดุลที่ได้ จากนั้นกรองสารละลาย นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่เหลือโดย FAAS

6. ศึกษาไอโซเทอร์มของการดูดซับโลหะแต่ละชนิดโดยตัวอย่างเบนทอไนท์

นำข้อมูลการดูดซับโลหะแต่ละชนิดในสารละลายที่ได้จากการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายโลหะมาศึกษาลักษณะการดูดซับตามกลไกของแลงค์เมียร์และฟรุนดิช โดยคำนวณหาค่าความสามารถดูดซับสูงสุด (q_m) ค่าคงที่ของแลงเมียร์ (b) ค่าคงที่ของฟรุนดิช (K) และค่าสัมประสิทธิ์จากการทดลอง (n)

3.2.3.2 การดูดซับสีย้อมแอซิดแต่ละชนิดโดยตัวอย่างเบนทอไนท์

1. การเตรียมสารละลายสีย้อมแอซิด

เตรียมสารละลายสี BLACK MLD ความเข้มข้นต่าง ๆ กันคือ 20, 30, 40, 50, 60 และ 70 mg/L ส่วนสารละลายสี Congo Red เตรียมให้มีความเข้มข้น 30, 50, 70, 90 และ 120 mg/L

หมายเหตุ นำสารละลายสีย้อมแอซิดมาตรฐานแต่ละชนิดโดยมาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ ด้วย UV-visible spectrophotometer เพื่อค่าการดูดกลืนแสงที่มากที่สุดของสีแต่ละชนิด

2. ศึกษาผลของเวลาสัมผัสต่อการดูดซับสีย้อม

เติมตัวอย่างเบนทอไนท์ ปริมาณ 2 g/L ลงในสารละลายสีแอซิดแต่ละชนิดคือ Black MLD (ความเข้มข้น 20, 30 และ 60 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ CTA-bentonite

Prince of Songkla University Pattani Campus

ตามลำดับ) ปรับค่า pH ให้เป็น 4.0 และ Congo Red (ความเข้มข้น 50, 100 และ 100 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ CTA-bentonite ตามลำดับ) ปรับค่า pH เป็น 7.0 นำไปเขย่าที่ 250 rpm และเก็บสารละลายที่ระยะเวลาต่าง ๆ คือ 5, 10, 20, 30, 60, 120, 180 นาที, 6, 12 และ 24 ชั่วโมง จากนั้นกรองสารละลายสีด้วยกระดาษกรอง แล้วนำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณสีที่เหลือด้วย UV-visible spectrophotometer โดยวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 560 nm สำหรับ Black MLD และที่ 500 nm สำหรับ Congo Red

การคำนวณปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของตัวอย่างเบนทอไนท์แต่ละชนิดที่เวลาต่างๆ ดังสมการ (Zohra *et al.*, 2008)

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{W} V \qquad (3\text{-}1)$$

เมื่อ q_e = จำนวนของสีที่ถูกดูดซับในน้ำหนักแห้งของเบนทอไนท์ (mg/g)

C_0 = ความเข้มข้นของสีในสารละลายเริ่มต้น (mg/L)

C_e = ความเข้มข้นของสีในสารละลายหลังจากบำบัดที่เวลาหนึ่ง (mg/L)

V = ปริมาตรของสารละลาย (L)

W = น้ำหนักของเบนทอไนท์แห้ง (g)

เขียนกราฟระหว่างปริมาณสีที่ถูกดูดซับต่อหน่วยน้ำหนักของเบนทอไนท์ (q_e) กับเวลาต่าง ๆ

3. ศึกษาผลของ pH ต่อการดูดซับสีย้อม

เติมตัวอย่างเบนทอไนท์แต่ละชนิด (2 g/L) ลงในสารละลายสีคือ Black MLD (ความเข้มข้น 20, 30 และ 60 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ CTA-bentonite ตามลำดับ) ปรับค่า pH เป็นค่าต่าง ๆ (2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 และ 8.0) และสารละลาย Congo Red (ความเข้มข้น 50, 100 และ 100 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ CTA-bentonite ตามลำดับ) ปรับค่า pH เป็นค่าต่าง ๆ (3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0 และ 9.0) นำไปเขย่าที่ 250 rpm โดยใช้เวลาสมดุลที่ได้ กรองสารละลายสี นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณสีที่เหลือด้วย UV-visible spectrophotometer

4. ศึกษาผลของปริมาณเบนทอไนท์ต่อการดูดซับสีย้อม

เติมเบนทอไนท์ที่เตรียมได้ในปริมาณต่างๆ คือ 1, 2, 3, 4, 5, 6, และ 7 g/L ลงในสารละลายสีย้อมแต่ละชนิดคือ Black MLD (ความเข้มข้น 20, 30 และ 60 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ CTA-bentonite ตามลำดับ) และCongo Red (ความเข้มข้น 50, 100 และ 100 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ CTA-bentonite ตามลำดับ) ปรับค่า pH ที่เหมาะสมจากข้อ 3 นำไปเขย่าที่ 250 rpm โดยใช้เวลาสมดุลที่ได้ จากนั้นกรองสารละลายสี นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณสีที่เหลือด้วย UV-visible spectrophotometer

Prince of Songkla University Pattani Campus

5. ศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสีย้อมต่อการดูดซับ

นำสารละลายสีแต่ละชนิดคือ Black MLD ความเข้มข้นเริ่มต้นต่างๆ กัน คือ 20-70 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ 50-100 mg/L สำหรับ CTA-bentonite ส่วน Congo Red ความเข้มข้น 30-120 mg/L สำหรับ N-bentonite, Na-bentonite และ 300-500 mg/L สำหรับ CTA-bentonite ปรับค่า pH ของสารละลายตามข้อ 3 เติมตัวอย่างเบนทอไนท์แต่ละชนิดในปริมาณที่เหมาะสมจากข้อ 4 นำไปเขย่าที่ความเร็ว 250 rpm โดยใช้เวลาสมดุลที่ได้ จากนั้นกรองสารละลายสี นำสารละลายที่กรองได้มาวิเคราะห์ปริมาณสีที่เหลือด้วย UV-visible spectrophotometer

6. ศึกษาไอโซเทอร์มของการดูดซับ

นำข้อมูลการดูดซับสีแต่ละชนิดโดยตัวอย่างเบนทอไนท์ที่ได้จากการศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสี มาศึกษาลักษณะการดูดซับตามกลไกของ แลงค์เมียร์ และ ฟรุนดิช โดยคำนวณหาค่าความสามารถในการดูดซับสูงสุด (q_m) ค่า Langmuir constant (b) ค่าสัมประสิทธิ์ดูดซับของ Freundlich (K_f) และค่าสัมประสิทธิ์จากการทดลอง (n)

Prince of Songkla University Pattani Campus