บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (Anatytikjena, Spekol 1500, Germany)
2. เครื่องชั่งแบบละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Mettler AE200, Mettler Toledo AG)
3. เทอร์โมมิเตอร์ ความละเอียด 0.1 ^{o}C
4. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (Thermostatted bath, Heto Lab Equipment, Heto DT Hetotherm
5. เครื่องเขย่า
6. ปิเปตเชิงปริมาตรขนาด 1, 5, 10, 25 และ 50 มิลลิลิตร
7. บีกเกอร์ขนาด 50, 100, 250 และ 500 มิลลิลิตร
8. บิวเรตขนาด 50 มิลลิลิตร
9. ขวดปรับปริมาตรขนาด 25, 50, 100, 250 และ 500 มิลลิลิตร
10. ขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร
11. กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 1

3.1.2 สารเคมี

1. ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น (Multi-walled carbon nanotubes, AR grade, Aldrich, Germany)
2. สีย้อมเมทิลไวโอเลต (Methyl violet 2B, $C_{23}H_{26}N_3Cl$, MW. 393.9, AR grade, Hopkin & Williams Ltd., England)

   สีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue, $C_{16}H_{18}N_3SCl.2H_2O$, MW. 373.9, AR grade, BDH Chemicals Ltd., England)

   สีย้อมเมทิลออเรนจ์ (Methyl Orange, $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$, MW. 327.34, AR grade, Fluka, Switzerland)
3. น้ำกลั่น (Distilled water)
4. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

3.2 แผนการดำเนินการวิจัย

1. การศึกษาจลนศาสตร์ของการดูดซับสีย้อมเมทิลไวโอเลต เมททิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์บนท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น

2. การศึกษาสมดุลของการดูดซับสีย้อมเมทิลไวโอเลต เมททิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์บนท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น

3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การสร้างกราฟมาตรฐานของสีย้อม

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานของเมทิลไวโอเลต เมททิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ที่มีความเข้มข้นระหว่าง 1-10 มิลลิกรัมต่อลิตร

2. นำสารละลายไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 400-600 นาโนเมตร เพื่อหาความยาวคลื่นที่ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด (λmax)

3. นำสารละลายที่เตรียมในข้อ 1 แต่ละความเข้มข้นไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ณ ค่าความยาวคลื่นที่ให้การดูดกลืนแสงสูงสุดที่ได้จากข้อ 2

4. สร้างกราฟมาตรฐานของสีย้อมแต่ละชนิดจากค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานของสีย้อม

3.3.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสีย้อมต่อจลนศาสตร์การดูดซับสีย้อมบนท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น

การทดลองนี้ได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของสีย้อม และระยะเวลาในการสัมผัสต่อจลนพลศาสตร์การดูดซับสีย้อมบนท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นที่ความเข้มข้น 150, 200, 250 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับเมทิลไวโอเลตและเมททิลีนบลูและความเข้มข้น 20, 30 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับเมทิลออเรนจ์ เพื่อหาอันดับของจลนศาสตร์ กลไกการดูดซับและค่าคงที่อัตราการดูดซับ โดยแบ่งออกเป็นชุด ในแต่ละชุดประกอบด้วยของผสมระหว่างท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นและสารละลายสีย้อมซึ่งเรียกว่าแบทช์ (Batch experiment) โดยควบคุมอุณหภูมิขณะดูดซับให้เท่ากันแต่แปรผันระยะเวลาของการดูดซับของแต่ละแบทช์ให้ต่างกันในช่วงเวลา 10 - 300 นาทีสำหรับเมทิลไวโอเลตและเมททิลีนบลูและ 5-180 นาทีสำหรับเมทิลออเรนจ์ โดยทำการทดลองแต่ละขั้นดังนี้

1. เตรียม Stock solution ของสีย้อมเมทิลไวโอเลตเข้มข้น 150, 200, 250 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 500 มิลลิลิตรต่อการทดลอง 1 ชุดโดยชั่งสีย้อมเมทิลไวโอเลต หนัก 0.075, 0.100 0.1250 กรัม ตามลำดับ ละลายสีย้อมในน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรสารละลายในขวดวัดปริมาตร 500 มิลลิลิตร

2. เตรียม Stock solution ของสีย้อมเมททิลีนบลูเข้มข้น 150, 200, 250 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 500 มิลลิลิตรต่อการทดลอง 1 ชุด โดยชั่งสีย้อมเมททิลีนบลู หนัก 0.0751, 0.1001, 0.1250 กรัม ตามลำดับ ละลายสีย้อมในน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรสารละลายในขวดวัดปริมาตร 500 มิลลิลิตร

3. เตรียม Stock solution ของสีย้อมเมทิลออเรนจ์เข้มข้น 20, 30, 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 250 มิลลิลิตรต่อการทดลอง 1 ชุด โดยชั่งสีย้อมเมทิลออเรนจ์ หนัก 0.0052, 0.0078, 0.0125 กรัม ตามลำดับ ละลายสีย้อมในน้ำปราศจากไอออน ปรับปริมาตรสารละลายในขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร

4. เตรียมแบทช์ของของผสมระหว่างท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นกับสารละลายสีย้อมโดยปิเปตสีย้อมเมทิลไวโอเลต 150 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตรลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตรที่มีท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นหนัก 0.03 กรัม บรรจุอยู่ภายใน เริ่มจับเวลาทันทีที่ปล่อยสารละลายลงไปสัมผัสกับท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น ปิดปากขวด แล้วนำแบทช์ของผสมไปแกว่งเป็นระยะเวลาต่าง ๆ ตั้งแต่ 10-300 นาที ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 30 องศาเซลเซียส

5. เมื่อครบระยะเวลาของการดูดซับที่ต้องการให้ยกแบทช์ ออกจากอ่างควบคุมอุณหภูมิ และนำสารละลายไปกรอง

6. นำสารละลายที่กรองได้ ไปวิเคราะห์หาปริมาณสีย้อมที่เหลือ วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ แล้วนำค่าการดูดกลืนแสงไปคำนวณหาความเข้มข้นที่เหลือของสารละลายสีย้อมในสารละลายตัวอย่าง โดยอาศัยสมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

7. นำความเข้มข้นที่เหลือของสีย้อมในสารละลายตัวอย่างที่คำนวณได้ หาปริมาณสีย้อมที่ถูกดูดซับต่อกรัมของท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นที่ใช้ ด้วยสมการ 3-1

$$q_t = \frac{(C_o - C_t)V}{W} \qquad (3\text{-}1)$$

โดย q_t คือค่าการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม)

C_0 คือความเข้มข้นเริ่มต้นของสีย้อม (มิลลิกรัมต่อลิตร)

C_t คือความเข้มข้นที่เหลือของสีย้อม (มิลลิกรัมต่อลิตร)

V คือปริมาตรของสารละลายสีย้อม (ลิตร)

W คือน้ำหนักเป็นกรัมของท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น (กรัม)

เนื่องจากแต่ละแบทช์ในหนึ่งชุดการทดลองจะเหมือนกันทุกประการต่างกันเฉพาะระยะเวลาของการดูดซับ (t) จึงกล่าวได้ว่าปริมาณของสีย้อมที่ถูกดูดซับต่อกรัมของท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นหรือ (q_t) เป็นฟังก์ชันของระยะเวลาของการดูดซับ (t)

8. ทำการทดลองซ้ำให้ครบทั้งชุด จากนั้นทำการทดลองใหม่แต่เปลี่ยนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสีย้อมเมทิลไวโอเลตเป็น 200 และ 250 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

9. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1- 8 แต่เปลี่ยนชนิดของสีย้อมเป็นเมททิลีนบลู ภายใต้สภาวะควบคุมเดียวกัน

10. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 – 8 แต่เปลี่ยนชนิดของสีย้อมเป็นเมทิลออเรนจ์และเปลี่ยนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสีย้อมเมทิลออเรนจ์เป็น 20、30 และ50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ระยะเวลาต่าง ๆ ตั้งแต่ 5-180 นาที ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 30 องศาเซลเซียส

3.3.3 การศึกษาสมดุลของการดูดซับด้วยไอโซเทอร์มของการดูดซับและเทอร์โมไดนามิกส์ของการดูดซับ

การทดลองนี้ได้ศึกษาสมดุลระหว่างปริมาณสีย้อมเมทิลไวโอเลต เมททิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ที่ถูกดูดซับกับปริมาณของสีย้อมที่เหลืออยู่ในสารละลาย โดยควบคุมอุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยเปลี่ยนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายสีย้อมในแต่ละแบทช์ให้ต่างกันอยู่ในช่วงระหว่าง 150-370 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับเมทิลไวโอเลตและเมททิลีนบลู ส่วนเมทิลออเรนจ์ ความเข้มข้นเริ่มต้นอยู่ระหว่าง 40-80 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยทำการทดลองแต่ละขั้นดังนี้

1. ปิเปตสารละลายสีย้อมเมทิลไวโอเลตแต่ละความเข้มข้นมา 25 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นบรรจุอยู่ 0.03 กรัม ปิดปากขวด แล้วนำแบทช์ของผสมไปไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ปรับอุณหภูมิไว้ที่ 20 องศาเซลเซียส แช่ไว้ในอ่างต่อไปอีกจนกระทั่งเข้าสู่สมดุล

2. กรองและนำสารละลายที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณสีย้อมที่เหลือ

3. ทำการทดลองใหม่โดยเปลี่ยนอุณหภูมิขณะดูดซับเป็น 30 และ 40 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

4. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-3 แต่เปลี่ยนชนิดสีย้อมเป็นเมททิลีนบลู ภายใต้สภาวะควบคุมเดียวกัน

5. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-3 แต่เปลี่ยนชนิดสีย้อมเป็นเมทิลออเรนจ์โดยใช้อุณหภูมิขณะการดูดซับเป็น 30 และ 40 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

มหาวิทยาลัยบูรพา
Burapha University