

บทที่ 2

การทดลองและผลการทดลอง

2.1 สารตัวอย่าง (Sample)

ในการวิจัยครั้งนี้ได้ใช้ตัวอย่างไดอะทอมไมต์ (diatomite) จากแหล่งน้ำใช้ อ.แม่ทะ จ.ลำปาง และ diatomite, filter agent, Celite 521 โดย Aldrich Chemical Company, Inc. USA.

ในงานวิจัยนี้การทดลองแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน คือ

1. การปรับปรุงคุณภาพ ไดอะทอมไมต์ โดยใช้ชนิดกรด (acids - treatment) ที่มีความเข้มข้นและเวลาที่ใช้ต่างกัน
2. การทดสอบสมบัติของไดอะทอมไมต์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้วโดยศึกษาการดูดซับ (adsorption) ของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต โดยใช้ UV - visible spectrophotometer เพื่อหาชนิดของกรด และ condition ที่เหมาะสม โดยใช้ diatomite, Celite 521 เป็นตัวอ้างอิง
3. นำไดอะทอมไมต์ที่ได้มาศึกษาการดูดซับ (adsorption) โลหะหนักบางชนิด โดยใช้ atomic absorption spectrophotometer เพื่อความรู้ที่ได้ไปประยุกต์กับการกำจัดโลหะหนักที่ได้จากน้ำทิ้งห้องปฏิบัติการในโอกาสต่อไป

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. UV- Visible spectrophotometer, UV 160 A, Shimadzu, Japan.
2. Atomic Absorption Spectrophotometer, AA - 680, Shimadzu, Japan.
3. pH - meter, Corning 350, Corning Incorporated, U.S.A.
4. ตะแกรงร่อน ขนาด 50 mesh , Newark, New Jersey, U.S.A.

2.3 สารเคมี

สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Pool, England.

1. Copper(II)nitrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, 1,000 mg/l for AAS.
2. Lead(II)nitrate, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 1,000 mg/l for AAS.
3. Chromium(III)chloride, CrCl_3 , 1,000 mg/l for AAS.
4. Nitric acid conc., (HNO_3) 70% w/v, AR. grade.
5. Hydrochloric acid (HCl) 37% w/v, AR. grade.

สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt, Germany.

1. Sodium hydroxide, NaOH 98%, MW. 40.00, AR. grade.
2. Ammonium solution 25 % (NH₄OH), AR. grade.
3. Copper sulphate (CuSO₄ .5H₂O), AR. grade.
4. Sulfuric acid (H₂SO₄) 98% , AR. grade.

สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company, Inc. USA.

1. Filter agent, Celite 521, A.R. grade.

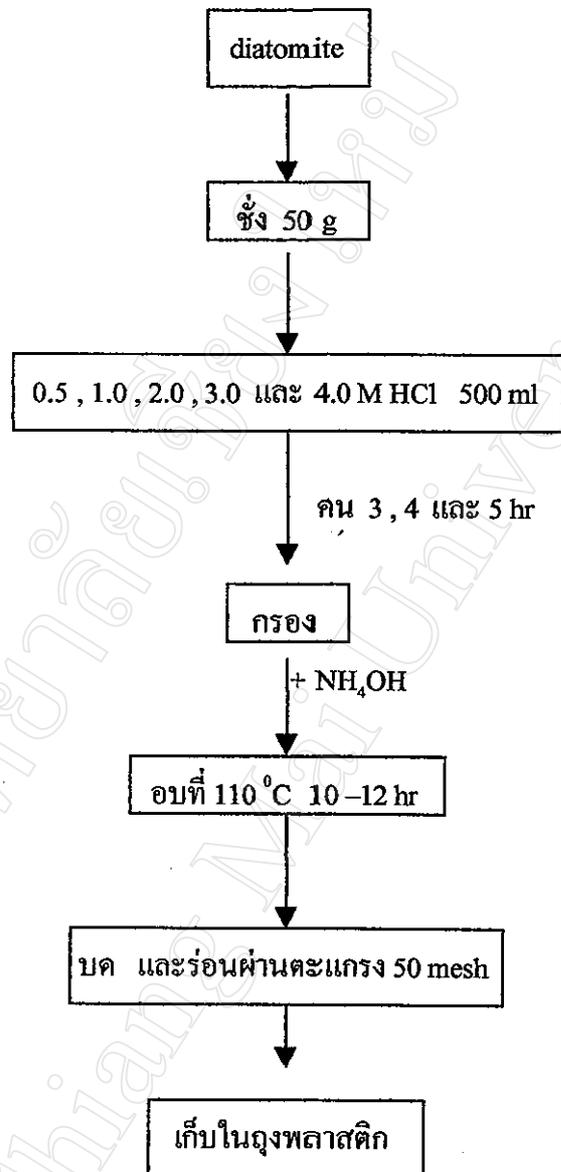
สารเคมีที่ผลิตโดยบริษัท May & Baker, Dagenham, England.

1. Phosphoric acid(H₃PO₄), A.R. grade.

2.4 การปรับปรุงคุณภาพ ไคอะทอไมต์ โดยใช้กรด (Acid treatment)^{2,3,6}

2.4.1 วิธีการทดลอง

เตรียมสารละลายกรด HCl H₂SO₄ และ H₃PO₄ ให้มีความเข้มข้น 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 M ซึ่งตัวอย่าง ไคอะทอไมต์ มา 50 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 500 ml จำนวน 5 ใบ ดวงสารละลายกรดไฮโดรคลอริก(HCl) เข้มข้น 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 และ 4.0 M 500 ml ลงใน บีกเกอร์ตามลำดับ นำไปอุ่นที่ 60 – 70 °C พร้อมทั้งคนตลอดระยะเวลาใช้เวลา 3, 4 และ 5 ชั่วโมง จากนั้นนำมากรองแบบ suction ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน และสารละลาย 10 % v/v NH₄OH เพื่อลดความเป็นกรดลงให้มากที่สุด นำตะกอนที่ได้ไปอบที่ 110 °C นาน 10 - 12 ชั่วโมง นำมาชั่งแล้วบด และร่อนผ่านตะแกรงขนาด 50 mesh เก็บไว้ในถุงปิดผนึกเพื่อทำการทดลองต่อไป ทำการทดลองซ้ำ 2 ครั้ง แล้วเปลี่ยนชนิดของสารละลายกรดเป็นกรดซัลฟูริก (H₂SO₄)และกรดฟอสฟอริก(H₃PO₄)ตามลำดับ ขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูป 2.1 ขั้นตอนการปรับปรุงคุณภาพไคอะทอไมต์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก

2.4.2 ผลการทดลอง

จากการนำไคอะทอไมต์มาทำการปรับปรุงคุณภาพโดยใช้กรด HCl ซึ่งมีความเข้มข้น 0.5 1.0 2.0 3.0 และ 4.0 M ตามลำดับ เมื่อใช้เวลา 3 ชั่วโมง พบว่าที่ความเข้มข้น 0.5 - 2.0 M จะทำให้สีของไคอะทอไมต์ใกล้เคียงกับที่ยังไม่ได้ผ่านกรดคือมีสีน้ำตาล เมื่อใช้ความเข้มข้นเพิ่มเป็น 3.0 M และ 4.0 M สีของไคอะทอไมต์ที่ได้มีสีขาว - เทาจะมีสีน้ำตาลอ่อนปนอยู่เล็กน้อย และเมื่อใช้เวลาเพิ่มขึ้นเป็น 4 ชั่วโมงพบว่าที่ความเข้มข้น 0.5 - 2.0 M จะให้สีของไคอะทอไมต์เป็นสีน้ำตาล และ

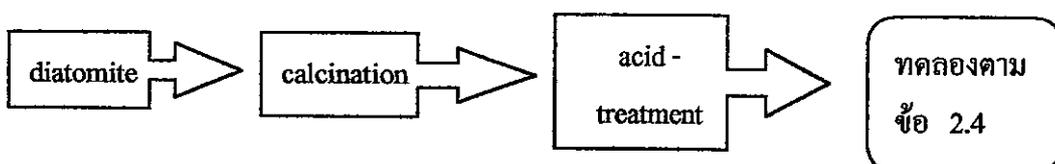
เมื่อใช้ ความเข้มข้น 3.0 และ 4.0 M สีของไดอะทอมไมต์จะจางลงตามลำดับ และที่ใช้เวลา 5 ชั่วโมงพบว่าที่ความเข้มข้น 0.5 M - 1.0 M จะให้สีของไดอะทอมไมต์เป็นสีน้ำตาล และที่ความเข้มข้น 2.0 และ 4.0 M สีของไดอะทอมไมต์จะค่อยๆ จางลงตามลำดับ จนได้สีออกขาว - เทา ที่ความเข้มข้น 4.0 M การกรองใช้เวลาน้อย ส่วนที่ความเข้มข้น 0.5 M กรองใช้เวลานาน ลักษณะตะกอนที่ได้จากการใช้กรด HCl นี้ตะกอนจะเกาะกันเป็นชั้นๆ ไม่ติดกับกระดาษกรอง และเนื้อตะกอนมีลักษณะละเอียดเนียนเรียบมีความ โปร่งพร่าและยุ่ย บดได้ง่าย สารละลายที่ได้จากการกรองมีสีน้ำตาลแดง - ส้ม

ไดอะทอมไมต์มาทำการปรับปรุงคุณภาพโดยใช้กรด sulfuric acid (H_2SO_4) ซึ่งมีความเข้มข้น 0.5 1.0 2.0 3.0 และ 4.0 M ตามลำดับ โดยใช้เวลา 3 ชั่วโมง พบว่าที่ใช้ความเข้มข้น 0.5 M - 1.0 M ไดอะทอมไมต์จะให้สีน้ำตาล เมื่อใช้ความเข้มข้นเพิ่มเป็น 3.0 M และ 4.0 M สีของไดอะทอมไมต์ ที่ได้มีสีน้ำตาลอ่อนลงตามลำดับ เช่นเดียวกับที่เวลา 4 และ 5 ชั่วโมง ลักษณะตะกอนที่ได้จากการใช้กรด H_2SO_4 นี้ตะกอนจะเกาะกันเป็นแผ่นๆ มีเนื้อละเอียดเรียบ มีโปร่งของตะกอนแต่ไม่เท่ากับตะกอนที่ได้จากการใช้กรด HCl บดได้ง่ายด้วย สารละลายที่ได้จากการกรองมีสีน้ำตาลแดง - ส้ม

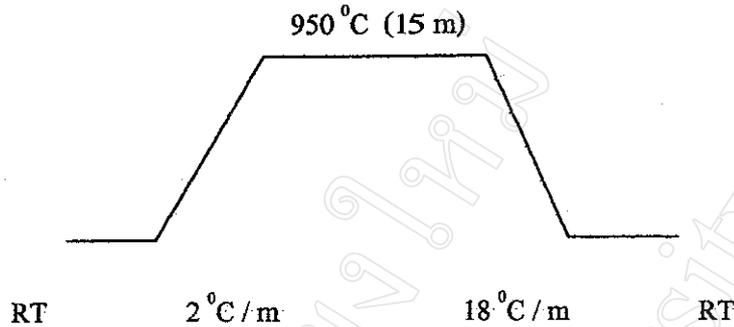
ไดอะทอมไมต์มาทำการปรับปรุงคุณภาพโดยใช้กรด phosphoric acid (H_3PO_4) ซึ่งมีความเข้มข้น 0.5 1.0 2.0 3.0 และ 4.0 M ตามลำดับ ที่เวลา 3 และ 4 ชั่วโมง พบว่าที่ความเข้มข้น 0.5 M - 3.0 M ไดอะทอมไมต์ ที่ได้จะให้สีน้ำตาลใกล้เคียงกัน และสีไม่จางลงมากนัก ต้องใช้ความเข้มข้นถึง 4.0 M จึงจะได้สีน้ำตาลอ่อนออกชมพู และที่ใช้เวลา 5 ชั่วโมงที่ความเข้มข้น 0.5 - 1.0 M สีของไดอะทอมไมต์ ที่ได้ก็ไม่เปลี่ยนแปลงมากนัก ต้องใช้ความเข้มข้น 2.0 M ขึ้นไปสีของ ไดอะทอมไมต์ จึงจะค่อยๆ จางลงตามลำดับ เวลาที่ใช้ในการกรองค่อนข้างช้ากว่ากรดชนิดอื่น ลักษณะตะกอนที่ได้ก็จะเกาะกันแน่นเหนียว ติดกระดาษกรอง เมื่อนำมาบดก็ทำได้ยาก มีความแข็งแรงมาก สารละลายที่ได้จากการกรองมีสีน้ำตาลแดง - ส้ม

2.5 การปรับปรุงคุณภาพของไดอะทอมไมต์โดยวิธี Calcination²⁻³

ซึ่งตัวอย่าง ไดอะทอมไมต์ออกเป็น 5 ชุดๆ ละ 50 กรัม จากนั้นนำตัวอย่าง ไดอะทอมไมต์ไปทำ calcination ที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 9 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำ acid treatment ตามการทดลองตามหัวข้อ 2.4 แสดงขั้นตอนดังรูป 2.2



รูป 2.2 แผนผังการทำการทดลอง



รูป 2.3 ขั้นตอนของอุณหภูมิในการทำ calcination

2.5.1 ผลการทดลอง

จากการนำไคอะทอไมด์มาผ่านกระบวนการ calcination ที่ 950°C ใช้เวลานาน 9 ชั่วโมง 12 นาที ก่อนทำการปรับปรุงคุณภาพด้วยกรด โดยเลือกใช้กรด hydrochloric acid (HCl) ที่มีความเข้มข้น 0.5 1.0 2.0 3.0 และ 4.0 M ตามลำดับ โดยใช้เวลา 3 ชั่วโมง พบว่าไคอะทอไมด์ที่ได้จากการใช้กรดเข้มข้น 0.5 – 2.0 M จะให้สีออกน้ำตาลแดงเข้มกว่าตัวอย่างไคอะทอไมด์ ชนิดอื่น ๆ แต่เมื่อใช้ความเข้มข้นเพิ่มขึ้นเป็น 3.0 M และ 4.0 M สีของไคอะทอไมด์จะมีสีที่จางลง และที่ใช้เวลา 4 ชั่วโมงที่ความเข้มข้นของกรด 0.5 – 2.0 M ได้ไคอะทอไมด์ที่มีสีน้ำตาลแดงอิฐที่มีสีใกล้เคียงกัน แต่มีสีที่จางกว่าที่ใช้เวลา 3 ชั่วโมง และที่ความเข้มข้นของกรด 3.0 M และ 4.0 M สีของไคอะทอไมด์ก็ค่อยๆ จางลงเช่นกัน เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 5 ชั่วโมงที่ความเข้มข้นของกรด 0.5 M สีของไคอะทอไมด์ จะได้สีน้ำตาลเข้มและสีจางลงเมื่อความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้นตามลำดับ เวลาที่ใช้การกรองค่อนข้างเร็ว สารละลายที่ได้จากการกรองมีสีเหลืองใส ลักษณะของเนื้อตะกอนเกาะกันเป็นแผ่นๆ เนื้อละเอียดแน่น เมื่อนำมาอบและบด ทำได้ค่อนข้างยากกว่าไคอะทอไมด์ไม่ได้ผ่าน calcination

2.6 การทดสอบสมบัติไคอะทอไมด์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยกรด (Acid-treatment)¹

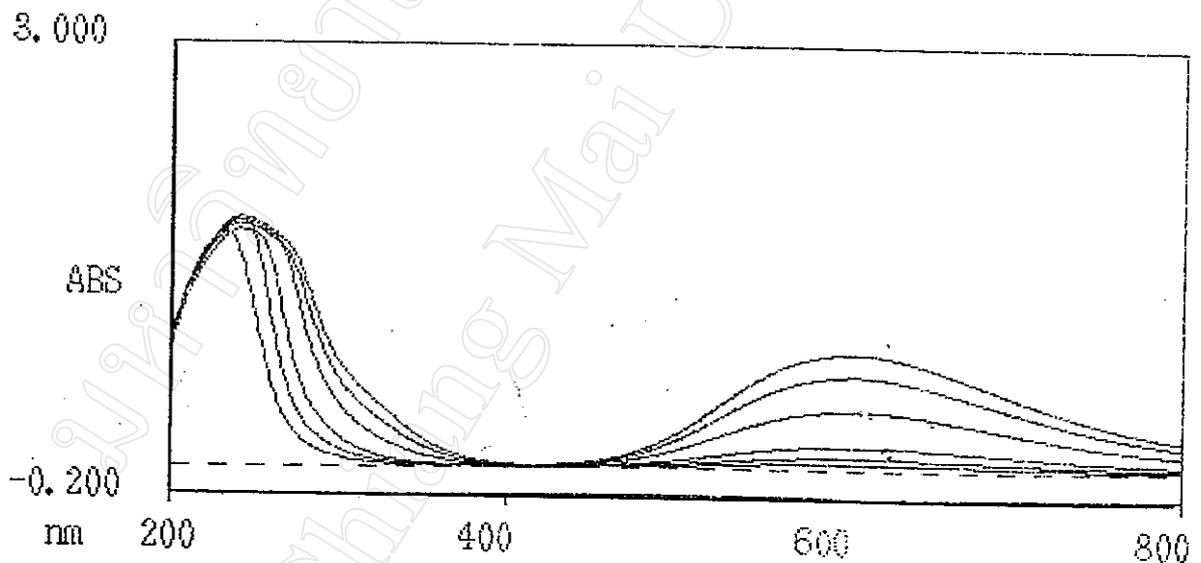
2.6.1 การหาความยาวคลื่นที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{max})

เตรียมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต ความเข้มข้น 50, 100, 200, 500, 800 และ 1000 mg/l ที่มีสารละลาย NH_4OH 5.0 ml จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)

โดยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer เพื่อ scan หาช่วงของความยาวที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด (λ_{\max}) ในช่วง 200 – 800 nm

ผลการทดลอง

จากการนำสารละลายสีน้ำเงินเข้มของ $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตกับแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ที่เกิดขึ้นเมื่อมีสารละลายแอมโมเนียมมากเกินพอ ที่มีความเข้มข้น 50, 100, 200, 500, 800 และ 1000 mg/l มา scan หาค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด λ_{\max} ในช่วง 200 – 800 nm ได้สเปกตรัมดังแสดงในรูป 2.4 โดยเรียงลำดับความเข้มข้นน้อยไปหาความเข้มข้นมาก จากเส้นในออกมาเส้นนอกสุด



รูป 2.4 สเปกตรัมของการดูดกลืนแสงของ $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ในช่วง 200-800 nm

ตาราง 2.1 ค่าการดูดกลืนแสงของ $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ในช่วง 200 – 800 nm

ความเข้มข้น คอปเปอร์ซัลเฟต (mg/l)	Abs.
50	0.040
100	0.082
200	0.163
500	0.416
800	0.658
1000	0.820

2.6.2 การเตรียมกราฟมาตรฐานของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต

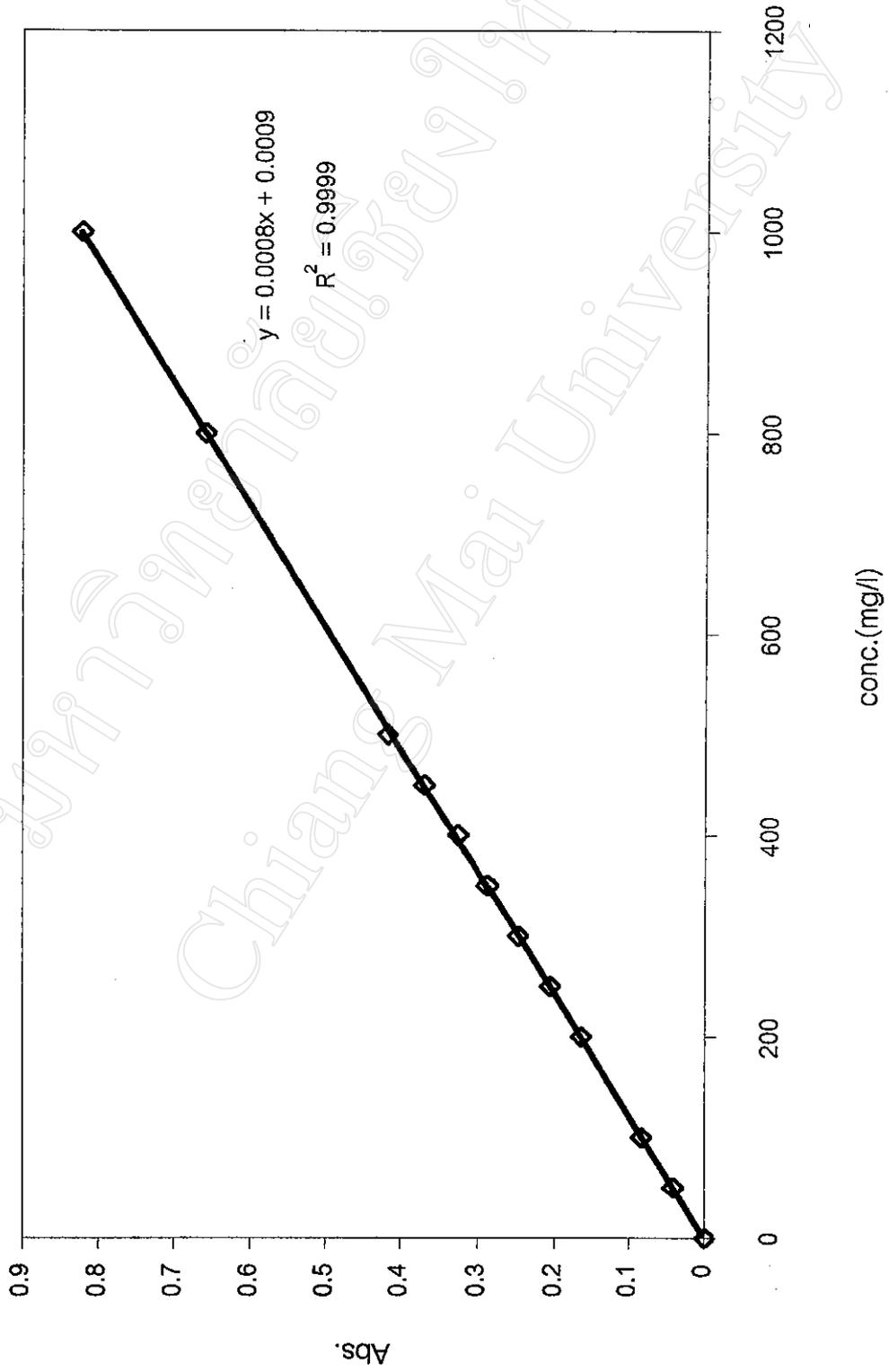
เตรียมสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์ซัลเฟต ความเข้มข้น 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 500, 550, 800 และ 1,000 mg/l ที่เติมสารละลาย NH_4OH 5 ml ก่อนปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร นำมาวัดค่าการดูดกลืนแสง(absorbance) ที่ λ_{max} โดยเครื่อง UV-Visible spectrophotometer ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank แล้วนำค่าการดูดกลืนแสง (Abs.) และความเข้มข้น(conc.) มาเขียนกราฟมาตรฐาน

ผลการทดลอง

จากผลการทดลองตามข้อ 2.6.1 พบว่าสารละลายของ $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ มีค่า λ_{max} ที่ 608 nm ดังนั้นจึงเลือกใช้ความยาวคลื่นนี้ ในการทำกราฟมาตรฐาน ซึ่งจากการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ นี้ ได้ผลการวัดดังแสดงในตารางที่ 2.2 และแสดงกราฟมาตรฐานในรูปที่ 2.5

ตาราง 2.2 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ที่ 608 nm

ตัวอย่างที่	conc. (mg/l)	Abs.
blank	0	0.000
1	50	0.042
2	100	0.084
3	200	0.165
4	250	0.207
5	300	0.249
6	350	0.288
7	400	0.326
8	450	0.369
9	500	0.417
10	800	0.659
11	1000	0.822



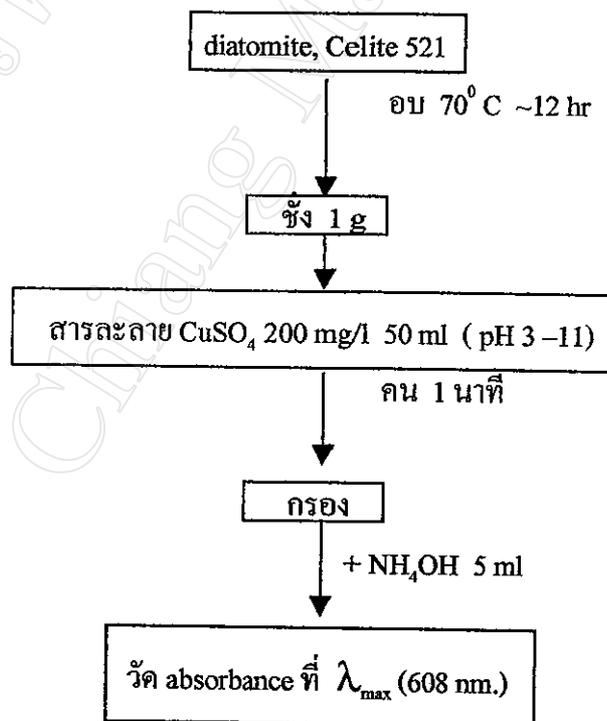
รูป 2.5 Calibration graph ของสารละลาย $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ ที่ความยาวคลื่น 608 nm.

2.6.3 การหาสภาวะการทดลองที่เหมาะสมสำหรับตัวอย่างไดอะทอมไมต์ที่ผ่าน การปรับปรุงคุณภาพด้วยกรดแล้ว (Acid treatment)^{13, 15-16, 18, 20, 22}

นำตัวอย่าง diatomite, Celite 521 นำมาทำการทดสอบเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทดลองกับตัวอย่าง ไดอะทอมไมต์ที่เตรียมขึ้นมา มีขั้นตอนดังนี้

1) การศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงค่า pH ต่อการดูดซับโลหะไอออน Cu^{2+}

อบตัวอย่าง diatomite, Celite 521 ที่ 70°C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัม ลงใน บีกเกอร์ขนาด 100 ml บีบอัดสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้น 200 mg/l มา 50 ml ลงใน บีกเกอร์ 100 ml อีกใบหนึ่ง นำมาปรับ pH 3 – 11 โดยใช้ 0.1 M HNO_3 และ 0.1 M NaOH จากนั้น นำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลานาน 1 นาที นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองเก็บในขวดพลาสติก 50 ml เติมสารละลาย NH_4OH 5 ml นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ที่ λ_{max} ที่หาได้ โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาค่า % binding สรุปขั้นตอนดังรูป 2.6



รูป 2.6 ขั้นตอนการทดลองหาค่า pH ที่เหมาะสม

ผลการทดลอง

ในการปรับ pH โดยใช้สารละลาย 0.1 M NaOH และ 0.1 M HNO₃ เพื่อให้ได้สารละลายที่มี pH ตามต้องการ พบว่าที่ตั้งแต่ pH 6 ขึ้นไปจะเกิดตะกอนวุ้นสีขาวขึ้น ยิ่งที่ pH สูงๆ ก็จะเกิดตะกอนมากขึ้น เมื่อนำมากรองก็จะกรองได้ยากขึ้น ใช้เวลาในการกรองนานขึ้น สารละลายที่ได้จากการกรองมีลักษณะใส เมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ผลตามตารางที่ 2.3

ตาราง 2.3 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ สำหรับ diatomite, Celite 521 ในการศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต

ครั้งที่	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
	ก่อน	หลัง			
1	3.01	3.35	0.121	144.73	28
	4.02	4.42	0.117	140.14	30
	5.06	4.77	0.120	143.15	28
	6.06	5.36	0.037	46.37	77
	6.99	6.64	0.010	14.16	93
	8.03	6.88	0.015	19.89	90
	9.03	7.1	0.010	14.16	93
	10.04	8.53	0.009	13.59	93
	11.02	10.36	0.007	11.58	94
2	3.03	3.45	0.122	143.62	28
	4.01	4.77	0.117	138.05	31
	5.00	4.36	0.117	137.48	31
	6.04	5.64	0.040	47.53	76
	7.00	6.88	0.007	9.40	95
	8.03	6.10	0.013	16.54	92
	9.02	7.53	0.004	5.40	97
	10.04	8.36	0.003	5.12	97
	10.95	10.35	0.006	8.55	96

ตาราง 2.3 (ต่อ)

ครั้งที่	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
	ก่อน	หลัง			
3	3.01	3.35	0.120	145.73	27
	4.02	4.42	0.119	142.14	29
	5.06	4.77	0.121	138.15	31
	6.06	5.36	0.039	45.38	77
	7.01	6.64	0.011	19.16	90
	8.03	6.10	0.013	16.54	92
	9.02	7.53	0.009	11.89	94
	10.04	8.36	0.007	11.57	94
	10.95	10.35	0.006	9.19	95

2) การศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นโลหะไอออน Cu^{2+}

อบตัวอย่าง diatomite, Celite 521 ที่ 70°C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml บีบสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้น 100, 200, 250, 300 และ 400 mg/l มา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml นำมาปรับ pH ที่เหมาะสม โดยใช้ 0.1 M HNO_3 และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลา 1 นาที นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองเก็บไว้ในขวดพลาสติก 50 ml เติมสารละลาย NH_4OH 5 ml นำไปวัด absorbance ที่ λ_{max} ที่หาได้ โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.6

ผลการทดลอง

ในการศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตต่อการดูดซับโลหะไอออน Cu^{2+} ของ diatomite, Celite 521 ปรับค่า pH ที่ 5 ก่อนการทดลองทุกครั้ง เมื่อนำสารละลายที่ได้จากการกรองมาวัดค่าการดูดกลืนแสง ได้ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.4

ตาราง 2.4 ผลค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ สำหรับ diatomite, Celite 521 ในการศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต

ครั้งที่	conc. CuSO_4 (mg/l)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	100	5.07	4.63	0.047	56.31	44
	200	5.02	4.75	0.116	139.72	30
	250	5.07	4.80	0.157	189.77	24
	300	5.11	4.82	0.192	230.96	23
	400	5.10	4.74	0.275	331.79	17
2	100	5.07	5.19	0.045	53.50	46
	200	5.03	4.91	0.110	132.34	34
	250	5.08	4.79	0.153	184.59	26
	300	5.09	4.60	0.187	225.94	25
	400	5.08	4.64	0.267	322.78	19
3	100	5.11	5.19	0.048	56.04	44
	200	5.10	4.91	0.114	132.50	34
	250	5.07	4.82	0.160	187.00	25
	300	5.03	4.74	0.175	228.95	24
	400	5.08	5.19	0.265	322.97	19

3) การศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงของเวลาต่อการดูดซับโลหะไอออน Cu^{2+}

อบตัวอย่าง diatomite, Celite 521 ที่ 70°C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ปิเปตสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้น ที่เหมาะสมมา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml อีกใบหนึ่ง นำมาปรับ pH ที่เหมาะสมโดยใช้ 0.1 M HNO_3 และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลาตาม 1, 3, 5, 7, 10, 15, 30, 45, 60 นาที และ 12 ชั่วโมง นำมากรอง แล้วนำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเก็บไว้ในขวดพลาสติก 50 ml เติมสารละลาย NH_4OH 5 ml นำไปวัด absorbance ที่ λ_{max} ที่หาได้ โดยใช้น้ำ

ปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาค่า % binding โดยมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.6

ผลการทดลอง

จากการทดลองใช้ความเข้มข้นสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต ที่ 200 mg/l และปรับค่า pH ของสารละลายที่ pH 5 ด้วยสารละลาย 0.1 M NaOH ก่อนการทดลองทุกครั้ง นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาวัดค่าการดูดกลืนแสง ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.5

ตาราง 2.5 ผลค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ สำหรับ diatomite, Celite 521 ในการศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงของเวลาที่ใช้ (นาที)

No.	time (min)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	1	5.07	4.59	0.122	139.43	30
	5	5.06	4.61	0.129	149.01	25
	15	5.08	4.99	0.143	168.18	16
	30	5.03	4.95	0.145	170.32	15
	60	5.05	4.31	0.014	148.42	26
2	1	5.09	4.40	0.128	138.45	31
	5	5.04	4.60	0.123	146.84	27
	15	5.09	4.70	0.142	170.05	15
	30	5.03	4.85	0.143	170.16	15
	60	5.05	4.31	0.140	167.35	16
3	1	4.94	4.65	0.116	135.65	32
	5	5.02	4.75	0.135	157.44	21
	15	5.06	4.86	0.142	169.02	15
	30	5.05	4.92	0.151	178.56	11
	60	5.00	5.01	0.136	150.95	25

ตาราง 2.6 ผลค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ สำหรับ diatomite, Celite 521 ในการศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงของเวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)

ครั้งที่	time (hr.)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	1	5.05	3.75	0.135	148.42	26
	3	5.04	4.30	0.136	148.73	26
	6	5.05	4.79	0.133	145.57	27
	12	5.00	4.91	0.130	141.29	29
2	1	5.09	4.22	0.139	152.69	24
	3	5.06	4.19	0.131	142.72	29
	6	5.04	4.14	0.134	146.04	27
	12	5.07	4.96	0.138	151.27	24
3	1	5.05	4.12	0.137	150.79	25
	3	5.08	4.32	0.128	138.45	31
	6	5.07	4.22	0.130	141.46	29
	12	5.08	4.63	0.130	141.75	29

2.6.4 การศึกษาการดูดซับโลหะไอออน Cu^{2+} ของไดอะทอมไมต์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยกรด (Acid treatment) ^{13, 15-16, 18, 20, 22}

นำสถานะการทดลองที่ได้จากข้อ 2.6.3.1-2.6.3.3 นำมาใช้ในการศึกษาไดอะทอมไมต์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพแล้วในข้อ 2.6.4 นี้

อบตัวอย่างไดอะทอมไมต์ที่ 70 °C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 100ml ปิเปตสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้น 200 mg/l มา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml อีกใบหนึ่ง นำมาปรับ pH ที่ 5 จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ที่ 1 พร้อมคน และจับเวลา 1 นาที นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเก็บไว้ในขวดพลาสติก 50 ml เติมสารละลาย NH_4OH 5 ml นำไปวัด absorbance ที่ λ_{max} ที่ 608 nm. โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.6

ผลการทดลอง

จากการนำตัวอย่าง ไดอะทอมไมต์ ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยใช้กรด HCl , H₂SO₄ และ H₃PO₄ นำมาผ่านสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 200 mg/l จำนวน 50 ml ที่มีค่า pH 5 และใช้เวลาในการคนนาน 1 นาที และเมื่อนำสารละลายที่ได้จากการกรองมาวัดค่าการดูดกลืนแสง ได้ผลการทดลองดังแสดงตามตารางที่ 2.7 ตารางที่ 2.8 และตารางที่ 2.9 ตามลำดับ

ตาราง 2.7 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cu²⁺ 200 mg/l ที่ 608 nm สำหรับ diatomite HCl - treatment / 1 g / 1 m / pH 5

time (hr.)	conc.HCl (M)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
3	0.5	5.01	3.68	0.098	102.16	49
	1.0	5.01	3.20	0.100	105.14	47
	2.0	5.04	3.10	0.100	104.51	48
	3.0	5.09	3.26	0.110	117.79	41
	4.0	5.09	3.55	0.126	138.12	31
4	0.5	5.07	3.15	0.117	126.24	37
	1.0	5.08	3.09	0.113	120.77	40
	2.0	5.04	3.08	0.113	121.39	39
	3.0	5.00	3.15	0.111	119.20	40
	4.0	5.03	3.09	0.118	127.18	36
5	0.5	5.01	3.38	0.109	116.08	42
	1.0	5.03	3.57	0.097	100.76	50
	2.0	5.05	3.73	0.090	91.22	54
	3.0	4.99	3.90	0.113	121.39	39
	4.0	5.05	3.01	0.116	125.30	37

สารละลายที่ได้จากการกรองมีลักษณะใส และเวลาที่ใช้ในการกรองใกล้เคียงกับการกรองของ diatomite HCl treatment

ตาราง 2.8 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cu²⁺ 200 mg/l ที่ 608 nm สำหรับ diatomite H₂SO₄ - treatment / 1 g / 1 m / pH 5

time (hr.)	conc. H ₂ SO ₄ (M)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
3	0.5	5.09	2.55	0.137	158.91	21
	1.0	5.03	2.84	0.135	155.74	22
	2.0	5.06	2.46	0.138	159.08	20
	3.0	5.07	1.92	0.142	164.93	18
	4.0	5.05	1.65	0.152	178.47	11
4	0.5	5.06	2.66	0.140	162.59	19
	1.0	5.00	2.54	0.141	163.93	18
	2.0	5.08	2.61	0.143	166.27	17
	3.0	5.06	2.76	0.148	173.29	13
	4.0	5.03	2.86	0.150	175.96	12
5	0.5	5.00	2.75	0.143	166.09	17
	1.0	5.00	3.06	0.138	160.25	20
	2.0	5.02	2.77	0.155	183.31	8
	3.0	5.09	3.58	0.133	152.56	24
	4.0	5.09	2.82	0.150	175.79	12

สารละลายที่ได้จากการกรองมีสีเหลือง - น้ำตาล และเมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียจะเกิดตะกอนวุ้นสีน้ำตาล เวลาที่ใช้ในการกรองช้ากว่าการกรองของ diatomite, Celite และ diatomite HCl treatment

ตาราง 2.9 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cu²⁺ 200 mg/l ที่ 608 nm สำหรับ diatomite H₃PO₄ - treatment / 1 g / 1 m / pH 5

time (hr.)	conc.H ₃ PO ₄ (M)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
3	0.5	5.08	3.58	0.119	139.00	31
	1.0	4.99	2.76	0.127	144.88	28
	2.0	4.99	2.48	0.134	157.04	21
	3.0	5.03	2.51	0.136	155.81	22
	4.0	5.00	2.32	0.133	152.21	24
4	0.5	4.99	3.24	0.125	139.75	30
	1.0	5.03	3.13	0.119	135.61	32
	2.0	5.05	2.54	0.131	149.45	25
	3.0	5.07	2.62	0.131	149.58	25
	4.0	5.00	2.10	0.145	165.77	17
5	0.5	5.01	3.17	0.121	138.24	31
	1.0	5.10	2.79	0.130	148.06	26
	2.0	5.03	2.45	0.135	153.59	23
	3.0	4.99	2.62	0.140	159.27	20
	4.0	4.99	2.19	0.143	163.42	18

สารละลายที่ได้จากการกรองบางครั้งมีสีเขียวอ่อน และเมื่อเติมสารละลายแอมโมเนียเกิดตะกอนวุ้นสีน้ำเงิน - เขียว เวลาที่ใช้ในการกรองช้ากว่าการกรองของ diatomite, Celite และ diatomite HCl treatment

2.6.5 การศึกษาการดูดซับโลหะไอออน Cu^{2+} ของไดอะทอมไมต์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพโดยวิธี Calcination และ Acid treatment ^{13, 15-16, 18, 20, 22}

นำตัวอย่างไดอะทอมไมต์ไปทำ calcination ที่อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลา 9 ชั่วโมง และผ่าน HCl treatment จากข้อ 2.2.6 มาเป็นตัวอย่างที่ใช้ศึกษาอย่าง ตัวอย่าง ไดอะทอมไมต์ ที่ 70°C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นชั่งมา 1 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml บีบอัดสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้น 200 mg/l มา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml อีกใบหนึ่ง นำมาปรับ pH ที่ 5 จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ที่ 1 พร้อมคน และจับเวลา 1 นาที นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเก็บไว้ในขวดพลาสติก 50 ml เติมน้ำละลาย NH_4OH 5 ml นำไปวัด absorbance ที่ λ_{max} ที่ 608 nm. โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.6

ผลการทดลอง

จากการนำตัวอย่าง ไดอะทอมไมต์ ที่ผ่าน calcination และ HCl treatment มาผ่านสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 200 mg/l 50 ml ที่ค่า pH 5 และใช้เวลาในการคนนาน 1 นาที พบว่าสารละลายที่ได้จากการกรองใสไม่มีสี ใช้เวลาในการกรองน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับตัวอย่างไดอะทอมไมต์ชนิดอื่น และเมื่อนำมาวัดค่าการดูดกลืนแสง ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.10

ตาราง 2.10 ค่าการดูดกลืนแสงของของ $\text{Sol.}^{\text{a}} \text{Cu}^{2+}$ 200 mg/l ที่ 608 nm. สำหรับ calcined diatomite HCl - treatment / 1 g / 1 m / pH 5

time (hr.)	conc.HCl (M)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
3	0.5	5.04	4.20	0.122	145.74	27
	1.0	5.00	4.35	0.124	149.21	25
	2.0	5.05	4.40	0.126	150.95	25
	3.0	5.04	4.43	0.123	147.00	27
	4.0	5.05	4.48	0.122	146.37	27

ตาราง 2.10 (ต่อ).

time (hr.)	conc.HCl (M)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
4	0.5	5.02	4.59	0.120	143.38	28
	1.0	5.01	4.56	0.125	149.53	25
	2.0	5.06	4.38	0.105	124.30	38
	3.0	5.09	4.47	0.110	130.77	35
	4.0	5.05	4.56	0.116	138.49	31
5	0.5	5.09	4.51	0.116	138.02	31
	1.0	5.06	4.66	0.112	133.45	33
	2.0	5.08	4.54	0.096	113.27	43
	3.0	5.08	4.52	0.116	138.81	31
	4.0	5.00	4.48	0.112	133.76	33

2.7 การศึกษาการดูดซับโลหะหนักบางตัวของไดอะทอมไมต์⁴

2.7.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานของทองแดง โคโรเมียม และตะกั่ว 100 mg/l โดยการบีบอัด 5 ml ของสารมาตรฐานเข้มข้น 1,000 mg/l ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 ml ปรับปริมาตรด้วย 1% กรดไนตริก เก็บไว้ในขวดพลาสติกเพื่อใช้เป็น stock solution สำหรับการทดลองต่อไป

2.7.2 การเตรียม calibration graph ของ Cu^{2+} , Cr^{3+} , และ Pb^{2+}

เตรียมสารละลายมาตรฐานจาก stock solution มีความเข้มข้น 100 mg/l ให้มีความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานของโลหะ โดยเจือจางด้วย 1% กรดไนตริก

Cu^{2+} = 0.5, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mg/l

Cr^{3+} = 0.5, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mg/l

Pb^{2+} = 0.5, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mg/l

นำสารละลายมาตรฐานของโลหะแต่ละชนิด ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ กันขึ้นอยู่กับชนิดของโลหะ ไอออนแต่ละชนิด โดย Cu^{2+} วัดที่ 324.5 nm., Cr^{3+} วัดที่ 357.9 nm. และ Pb^{2+} วัดที่ 283.3 nm. จากนั้นเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

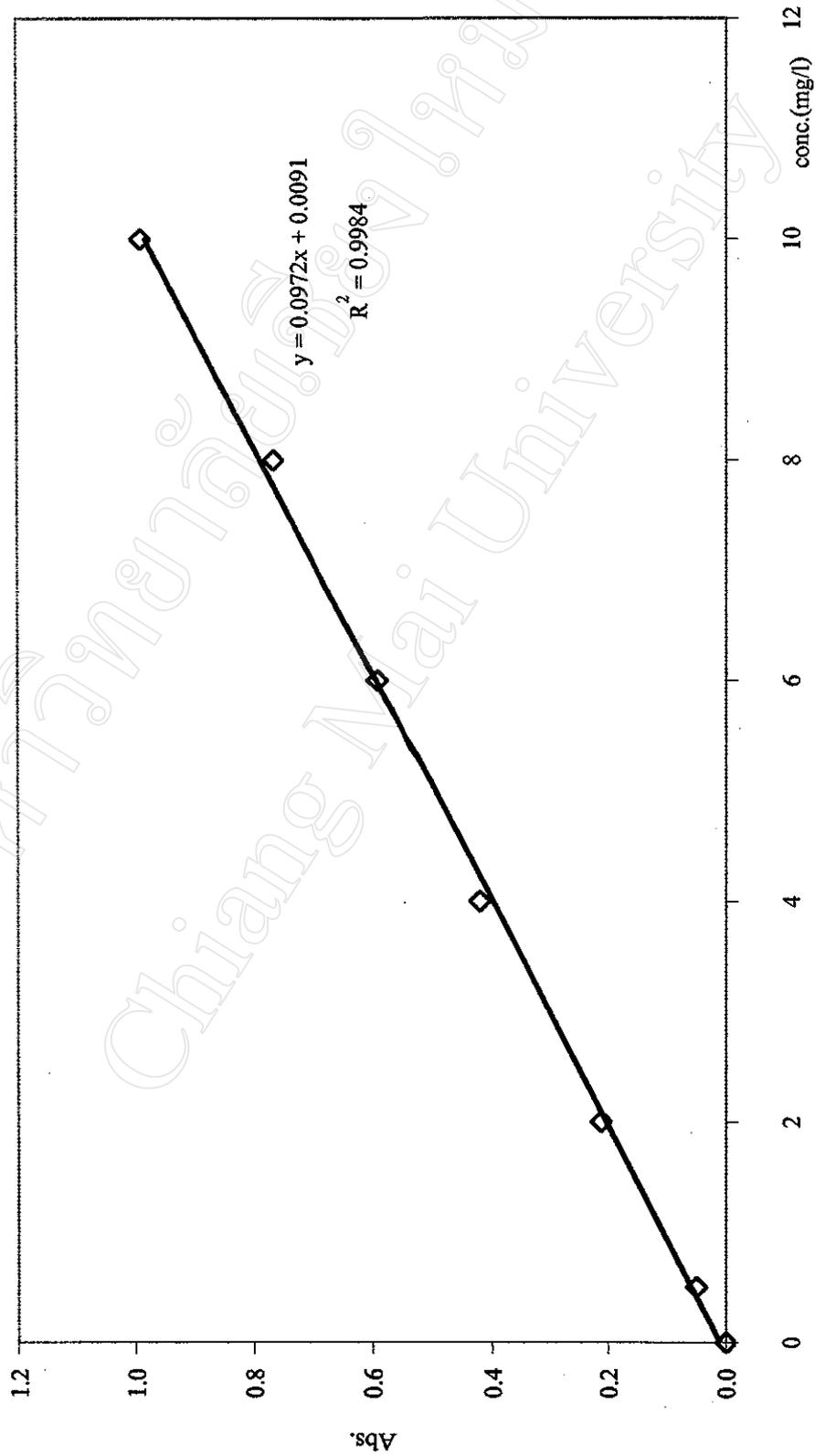
ผลการทดลอง

จากการนำสารละลายมาตรฐานของโลหะไอออน Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 2.11

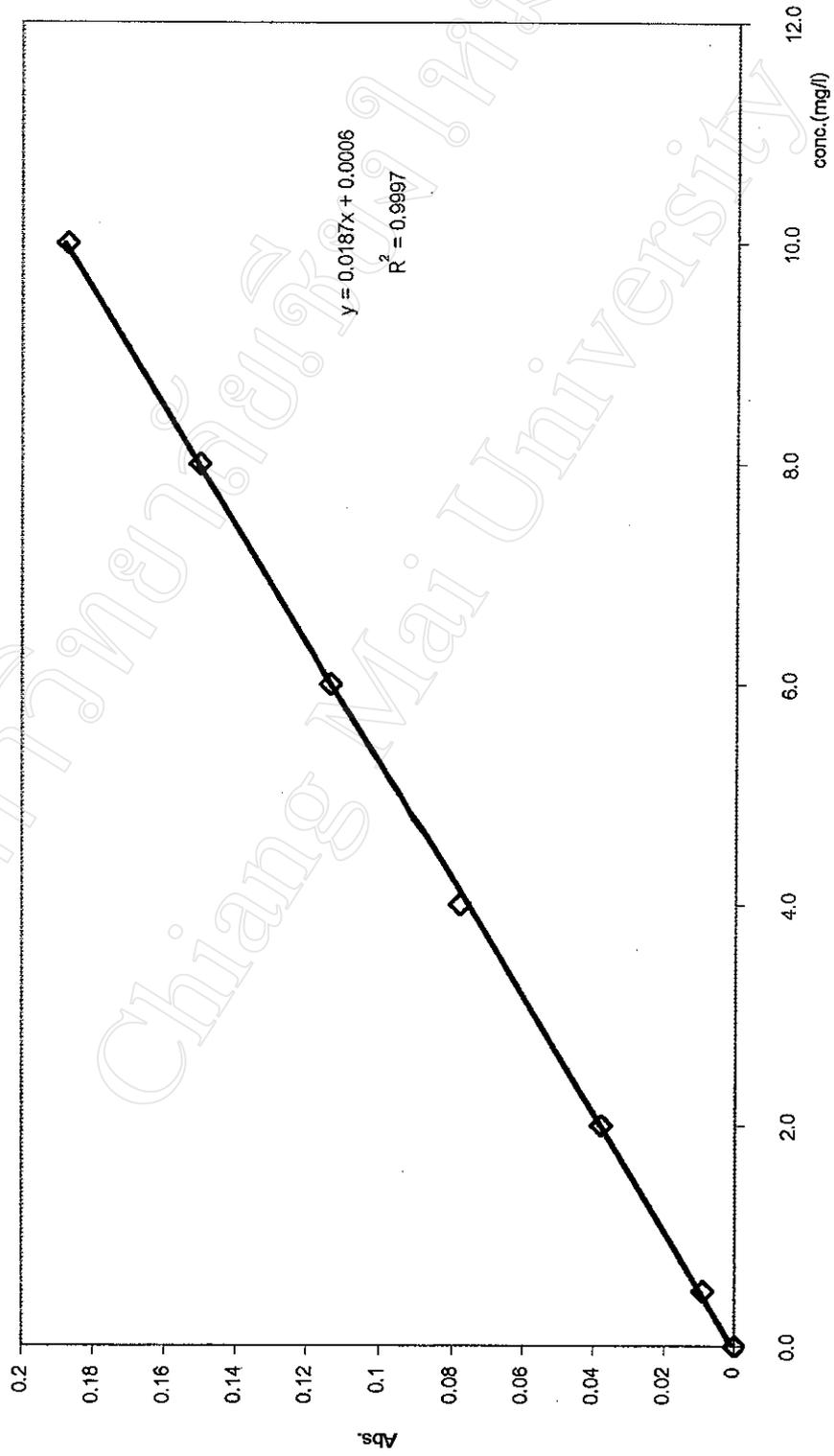
ตาราง 2.11 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} , Cr^{3+} , และ Pb^{2+}

Cu^{2+}		Cr^{3+}		Pb^{2+}	
conc. (mg/l)	Abs.	conc. (mg/l)	Abs.	conc. (mg/l)	Abs.
blank	0.000	blank	0.000	blank	0.000
0.5	0.050	0.5	0.014	0.5	0.017
2.0	0.213	2.0	0.050	2.0	0.048
4.0	0.421	4.0	0.094	4.0	0.079
6.0	0.550	6.0	0.132	6.0	0.108
8.0	0.764	8.0	0.175	8.0	0.144
10.0	0.989	10.0	0.220	10.0	0.171

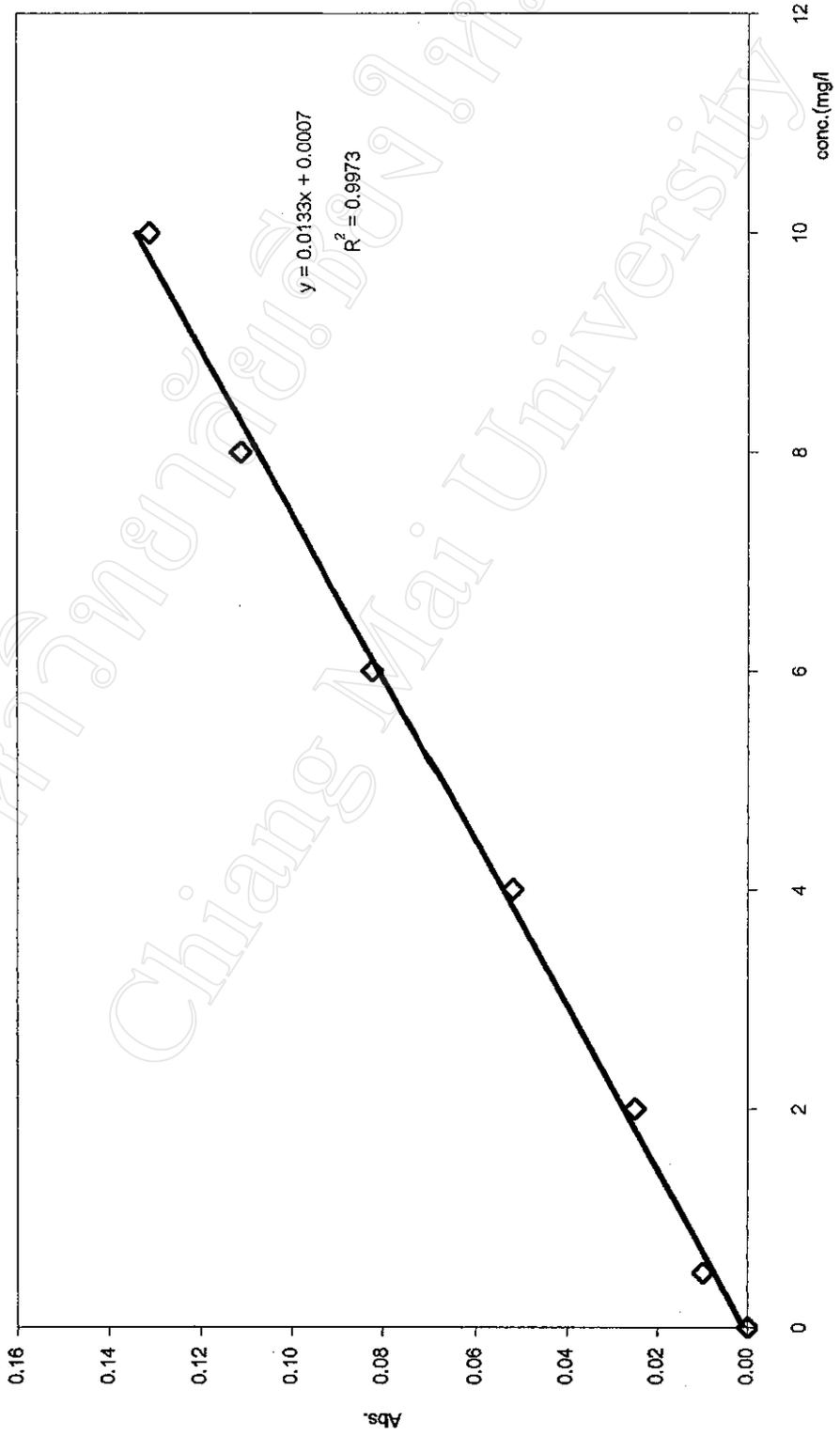
จากตารางที่ 2.11 นำค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} , Cr^{3+} , และ Pb^{2+} ที่ได้มาเขียนกราฟมาตรฐาน (calibration graph) ดังแสดงในรูปที่ 2.7 – 2.9



รูป 2.7 Calibration graph ของสารละลายมาตรฐานคอปเปอร์



รูป 2.8 Calibration graph ของสารละลายมาตรฐานโครเมียม



รูป 2.9 Calibration graph ของสารละลายมาตามตราฐานตะกั่ว

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Chiang Mai University

2.7.3 การเตรียมสารละลาย

เตรียมสารละลายของทองแดง โครเมียม และตะกั่ว 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 mg/l โดยการเปิด 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 ml ของสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 1,000 mg/l ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเก็บไว้ในขวดพลาสติกเพื่อใช้เป็น stock solution สำหรับการทดลองต่อไป

2.7.4 วิธีการทดลอง^{13, 15-17, 19, 22}

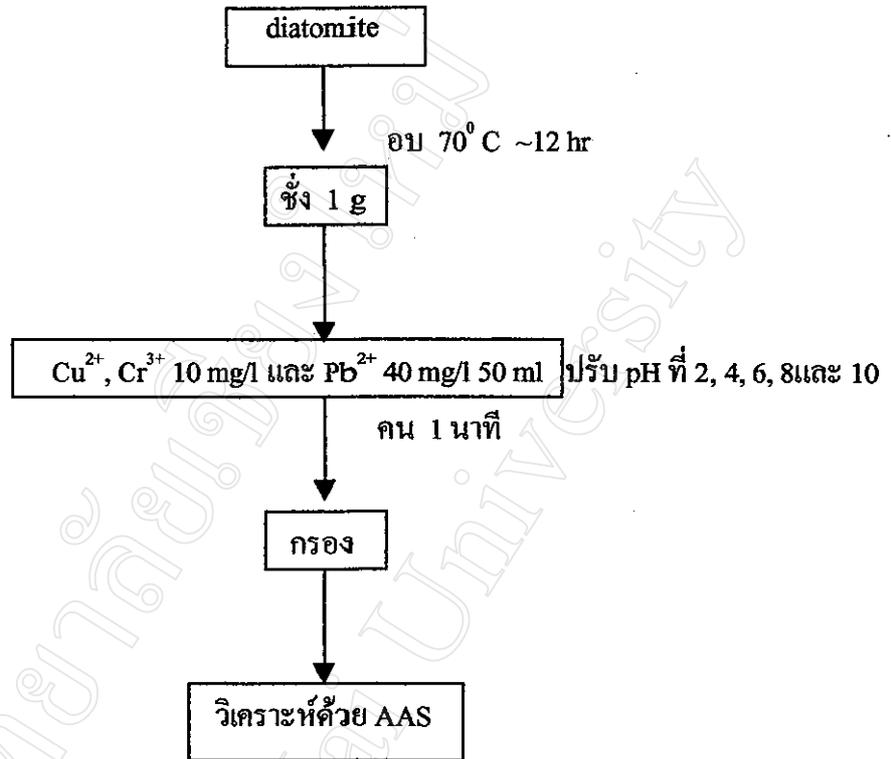
สารตัวอย่างที่ในการศึกษา

1. ตัวอย่างไคอะทอไมต์จากการทดลองในข้อ 2.6.4 ที่ได้ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยกรดชนิดต่างๆ ที่มีความเข้มข้น และเวลาที่ใช้เหมาะสม
2. ตัวอย่างไคอะทอไมต์จากข้อ 2.6.5 ที่ผ่าน calcination และ acid treatment
3. diatomite, Celite 521
4. ไคอะทอไมต์ที่ยังไม่ได้ผ่านการปรับปรุงคุณภาพ โดยมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้

1) การศึกษาผลของ pH ต่อการดูดซับสารละลาย Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ของ

Diatomite acid treatment

อบตัวอย่าง ไคอะทอไมต์ ที่ 70 °C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml เปิดสารละลายโลหะไอออน Cu^{2+} , Cr^{3+} เข้มข้น 10 mg/l และ Pb^{2+} เข้มข้น 40 mg/l มา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml อีกใบหนึ่ง นำมาปรับ pH ที่ 2, 4, 6, 8 และ 10 โดยใช้ 0.1 M HNO_3 และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลานาน 1 นาที นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองเก็บในขวดพลาสติกขนาด 50 ml นำไปวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะไอออน Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ที่เหลือ โดยใช้เครื่อง atomic absorption spectrophotometer ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาคำนวนหาค่า % binding สรุปขั้นตอนดังรูป 2.10



รูป 2.10 ขั้นตอนการศึกษาผลของ pH ต่อการดูดซับสารละลาย Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ของ diatomite acid treatment

ผลการทดลอง

จากการทดลองใช้ไดอะทอมไมต์ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 M และใช้เวลา 5 ชั่วโมง นำมาเป็นสารตัวอย่าง ในการปรับ pH ใช้สารละลาย 0.1 M NaOH และ 0.1 M HNO_3 เพื่อให้ได้สารละลายที่มี pH ตามต้องการ สารละลายที่ได้จากการกรองมีลักษณะใส เมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ผลตามตารางที่ 2.12 ตารางที่ 2.13 และตารางที่ 2.14 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.12 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cu²⁺ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่ pH ต่างๆ

No.	pH (Sol. ⁿ)		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
	ก่อน	หลัง			
1	2.18	2.22	0.366	3.52	65
	4.20	4.89	0.011	0.10	99
	6.24	5.49	0.000	0.05	100
	8.25	6.60	0.002	0.03	100
	10.17	5.95	0.003	0.03	100
2	2.10	2.35	0.458	4.51	55
	4.10	3.58	0.135	1.22	88
	6.12	5.02	0.005	0.05	100
	7.97	5.70	0.021	0.19	98
	10.00	6.41	0.004	0.04	100
3	2.23	2.00	0.441	4.32	57
	4.15	3.20	0.202	1.86	81
	6.01	4.53	0.042	0.37	96
	8.02	5.56	0.003	0.03	100
	10.07	6.45	0.002	0.02	100

ตารางที่ 2.13 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cr³⁺ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่ pH ต่างๆ

No.	pH(Sol. ⁿ)		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
	ก่อน	หลัง			
1	2.05	2.28	0.000	0.17	98
	4.07	4.80	0.000	0.00	100
	6.03	6.35	0.000	0.00	100
	8.05	6.96	0.000	0.00	100
	10.10	7.34	0.000	0.10	99
2	2.05	2.06	0.039	1.60	84
	4.18	3.33	0.010	0.43	96
	6.09	3.92	0.005	0.21	98
	8.15	5.73	0.002	0.08	99
	10.15	5.78	0.002	0.08	99
3	2.03	2.03	0.030	1.37	86
	4.12	2.92	0.020	0.64	94
	6.00	3.92	0.020	0.27	97
	8.14	5.30	0.001	0.10	99
	10.05	5.78	0.000	0.00	100

ตารางที่ 2.14 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.^a Pb²⁺ 40 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่ pH ต่างๆ

No.	pH(Sol. ^a)		Abs.	conc. (mg/l)	%binding
	ก่อน	หลัง			
1	2.10	2.21	0.029	1.31	87
	3.95	3.10	0.009	0.40	96
	6.18	3.65	0.009	0.08	99
	8.30	4.43	0.012	0.05	99
	9.93	4.57	0.014	0.06	99
2	2.05	2.06	0.033	1.28	87
	4.18	3.33	0.026	0.80	92
	6.09	3.92	0.014	0.10	99
	8.15	5.73	0.014	0.09	99
	10.15	5.78	0.014	0.09	99
3	2.03	2.03	0.030	1.06	89
	4.12	2.92	0.023	0.65	94
	6	3.92	0.014	0.06	99
	8.14	5.3	0.014	0.06	99
	10.05	5.78	0.014	0.08	99

2) การศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงของเวลาต่อการดูดซับสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺

อบตัวอย่างโคอะทอไมต์ที่ 70 °C นาน 12 ชั่วโมงจากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ปิ่ปดสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ 10 mg/l และ Pb²⁺ 40 mg/l มา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml อีกใบหนึ่ง นำมาปรับค่า pH ที่เหมาะสม โดยใช้ 0.1 M HNO₃ และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลาดานาน 1, 5, 15, 30, และ 60 นาที นำมากรอง โดยใช้กระดาษกรองแล้วนำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเก็บในขวดพลาสติกขนาด 50 ml นำไปวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะไอออนที่เหลือ โดยใช้เครื่อง atomic absorption

spectrophotometer ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาคำนวนหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.7

ผลการทดลอง

จากการทดลองก่อนทำการทดลองจึงต้องปรับ pH ของสารละลายที่ pH 3 ก่อนทุกครั้ง โดยใช้สารละลาย 0.1 M NaOH และ 0.1 M HNO₃ เพื่อให้ได้สารละลายที่มี pH ตามต้องการ และเมื่อนำสารละลายที่ได้มาผ่าน diatomite HCl treatment ที่เวลาต่างๆ แล้วนำมากรอง สารละลายที่ได้จากการกรองมีลักษณะใส เมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ผลตามตารางที่ 2.15 ตารางที่ 2.16 และ ตารางที่ 2.17 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.15 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.^a Cu²⁺ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่เวลาต่างๆ

No.	time (min)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	1	3.50	2.87	0.580	5.96	40
	5	3.05	2.82	0.644	6.79	32
	15	3.02	2.90	0.654	6.94	31
	30	3.09	2.92	0.657	6.96	30
	60	3.04	2.35	0.672	7.17	28
2	1	3.15	2.75	0.356	3.30	67
	5	3.08	2.60	0.343	3.16	68
	15	3.10	2.65	3.680	3.43	66
	30	3.12	2.82	4.980	4.93	51
	60	2.99	2.90	0.366	3.41	66
3	1	3.04	2.35	0.320	2.91	71
	5	3.10	2.50	0.545	5.51	45
	15	3.14	2.55	0.367	3.42	66
	30	3.15	2.65	0.354	3.28	67
	60	3.09	2.70	0.341	3.14	69

ตารางที่ 2.16 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cr³⁺ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่เวลาต่างๆ

No.	time (min)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	1	3.14	3.43	0.002	0.11	99
	5	3.00	3.26	0.000	0.03	100
	15	2.97	3.23	0.001	0.05	100
	30	3.09	3.27	0.000	0.04	100
	60	3.10	3.07	0.002	0.11	99
2	1	3.11	3.38	0.002	0.10	99
	5	3.01	3.21	0.000	0.05	100
	15	3.00	3.29	0.004	0.20	98
	30	3.11	3.18	0.001	0.09	99
	60	3.10	3.16	0.002	0.15	99
3	1	3.10	3.32	0.002	0.15	99
	5	3.03	3.23	0.001	0.07	99
	15	3.01	3.03	0.003	0.19	98
	30	3.00	3.05	0.002	0.12	99
	60	3.04	3.12	0.002	0.14	99

ตารางที่ 2.17 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Pb²⁺ 40 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่เวลาต่างๆ

No.	time (min)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	1	3.02	3.10	0.024	0.12	100
	5	3.00	2.82	0.020	0.10	100
	15	3.02	3.06	0.015	0.07	100
	30	3.01	3.09	0.013	0.07	100
	60	3.02	3.08	0.019	0.09	100
2	1	3.02	2.94	0.023	0.11	100
	5	2.98	2.96	0.016	0.08	100
	15	2.99	2.93	0.017	0.08	100
	30	3.00	30.40	0.014	0.07	100
	60	2.98	3.09	0.013	0.06	100
3	1	3.02	3.06	0.062	0.19	100
	5	3.00	3.09	0.056	0.14	100
	15	2.98	3.08	0.052	0.10	100
	30	2.99	2.96	0.050	0.08	100
	60	3.00	2.93	0.048	0.06	100

3) การศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺

อบตัวอย่างไดอะทอมไมต์ที่ 70 °C นาน 12 ชั่วโมงจากนั้นนำมาชั่ง 1 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ปิเปตสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺ ความเข้มข้น 20 40 60 80 และ 100 mg/l มา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml นำมาปรับ pH ที่เหมาะสม โดยใช้ 0.1 M HNO₃ และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลานำมากรองโดยใช้กระดาษกรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองเก็บในขวดพลาสติกขนาด 50 ml นำไป

วิเคราะห์หาปริมาณของโลหะไอออนที่เหลือโดยใช้เครื่อง atomic absorption spectrophotometer ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาคำนวนหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.7

ผลการทดลอง

จากการทดลองปรับ pH สารละลายที่ pH 3 ก่อนทุกครั้ง โดยใช้สารละลาย 0.1 M NaOH และ 0.1 M และเมื่อนำสารละลาย Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ที่มีความเข้มข้น 20, 40, 60, 80 และ 100 mg/l มาผ่าน diatomite HCl treatment ใช้เวลาคน 1 นาที แล้วนำมากรองสารละลายที่ได้จากการกรองมีลักษณะใส เมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ผลดังแสดงตามตารางที่ 2.18 2.19 และ 2.20 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.18 ค่าการดูดกลืนแสงของ $\text{Sol.}^{\text{a}} \text{Cu}^{2+}$ 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่ความเข้มข้นต่างๆ

No.	Conc. (mg/l)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	20	3.07	2.88	0.016	0.14	93
	40	3.02	2.78	0.133	1.22	70
	60	3.07	2.73	0.222	2.11	65
	80	3.01	2.74	0.386	3.91	51
	100	3.00	2.75	0.550	5.94	41
2	20	3.00	2.96	0.013	0.12	94
	40	2.98	2.79	0.215	2.03	49
	60	3.07	2.76	0.258	2.48	59
	80	3.01	2.68	0.365	3.67	54
	100	3.04	2.77	0.564	6.12	39
3	20	3.09	2.89	0.020	0.18	91
	40	3.05	2.86	0.132	1.21	70
	60	3.04	2.74	0.264	2.55	58
	80	3.03	2.71	0.433	4.47	44
	100	3.03	2.67	0.552	5.97	40

ตารางที่ 2.19 ค่าการดูดกลืนแสงของ $\text{Sol.}^2 \text{Cr}^{3+}$ 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่ความเข้มข้นต่างๆ

No.	conc. (mg/l)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	20	2.98	2.81	0.004	0.18	91
	40	3.01	2.76	0.032	1.26	68
	60	3.06	2.69	0.061	2.56	57
	80	3.08	2.71	0.097	4.26	47
	100	3.01	2.67	0.128	5.89	41
2	20	3.01	2.82	0.004	0.15	92
	40	3.01	2.70	0.032	1.30	68
	60	3.00	2.67	0.062	2.59	57
	80	3.04	2.66	0.097	4.24	47
	100	3.05	2.65	0.126	5.79	42
3	20	3.07	2.84	0.003	0.13	94
	40	3.05	2.65	0.032	1.29	68
	60	3.08	2.78	0.065	2.70	55
	80	3.04	2.65	0.119	5.40	32
	100	2.98	2.62	0.135	6.28	37

ตารางที่ 2.20 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Pb²⁺ 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment 1 กรัม ที่ความเข้มข้นต่างๆ

No.	conc. (mg/l)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	20	3.03	3.03	0.000	0.00	100
	40	2.98	2.97	0.001	0.08	98
	60	3.02	2.80	0.011	0.87	86
	80	3.06	2.79	0.026	1.98	75
	100	3.00	2.72	0.049	3.66	63
2	20	3.01	3.06	0.000	0.00	100
	40	3.03	3.02	0.001	0.09	98
	60	3.17	2.90	0.010	0.79	87
	80	3.06	2.82	0.023	1.72	79
	100	3.02	2.77	0.047	3.50	65
3	20	2.98	3.03	0.000	0.00	100
	40	3.02	2.99	0.003	0.27	93
	60	3.03	3.07	0.011	0.87	86
	80	3.06	3.06	0.023	1.75	78
	100	3.03	3.00	0.027	2.04	80

4) การศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของ ไดอะทอมไมต์ ต่อการดูดซับสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺

อบตัวอย่างไดอะทอมไมต์ที่ 70 °C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 3.0 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ปิเปตสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺ ความเข้มข้นที่เหมาะสมมา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml นำมาปรับ pH ที่เหมาะสม โดยใช้ 0.1 M HNO₃ และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำ สารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่ 1 พร้อมคน และจับเวลา นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองเก็บในขวดพลาสติกขนาด 50 ml นำไปวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะ

ไอออนที่เหลือโดยใช้เครื่อง atomic absorption spectrophotometer ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาคำนวณหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.7

ผลการทดลอง

จากการทดลองใช้สารละลาย Cu^{2+} และ Cr^{3+} ที่ความเข้มข้น 10 mg/l ส่วนสารละลาย Pb^{2+} ความเข้มข้น 40 mg/l และปรับ pH สารละลายที่ pH 3 ก่อนทุกครั้ง โดยใช้สารละลาย 0.1 M NaOH และ 0.1 M HCl เมื่อนำสารละลาย Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ผ่าน diatomite HCl treatment ที่มีน้ำหนัก 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 3.0 กรัม ใช้เวลาคน 1 นาที แล้วนำมากรองสารละลายที่ได้จากการกรองมีลักษณะใส เมื่อนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงได้ผลดังแสดงตามตารางที่ 2.21 2.22 และ 2.23 ตามลำดับ

ตารางที่ 2.21 ค่าการดูดกลืนแสงของ $\text{Sol.}^{2+}\text{Cu}^{2+}$ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment ที่น้ำหนักต่างๆ

No.	weight (g)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	0.5	3.05	3.79	0.504	3.99	60
	1.0	3.03	3.08	0.455	2.71	73
	1.5	2.91	2.94	0.378	1.83	82
	2.0	2.96	2.97	0.034	0.05	100
	3.0	2.95	2.98	0.032	0.03	100
2	0.5	2.96	3.03	0.604	3.53	65
	1.0	3.03	3.08	0.465	2.52	75
	1.5	2.94	2.96	0.339	1.77	82
	2.0	3.01	2.77	0.130	1.22	88
	3.0	3.02	3.00	0.034	0.05	100
3	0.5	3.00	3.06	0.584	3.32	67
	1.0	3.02	3.03	0.421	2.50	75
	1.5	2.98	3.02	0.321	1.66	83
	2.0	3.02	2.97	0.061	0.37	96
	3.0	3.01	2.96	0.033	0.03	100

ตารางที่ 2.22 ค่าการดูดกลืนแสงของ $\text{Sol.}^{\text{a}}\text{Cr}^{3+}$ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment ที่น้ำหนักต่างๆ

No.	weight (g)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	0.5	3.00	3.30	0.000	0.00	100
	1.0	3.02	3.36	0.000	0.00	100
	1.5	2.98	3.21	0.000	0.00	100
	2.0	2.98	3.29	0.000	0.00	100
	3.0	2.94	3.06	0.000	0.00	100
2	0.5	3.02	3.35	0.001	0.10	99
	1.0	3.00	3.19	0.000	0.00	100
	1.5	2.99	3.22	0.000	0.00	100
	2.0	3.06	3.25	0.000	0.00	100
	3.0	3.00	3.18	0.000	0.00	100
3	0.5	3.01	3.22	0.001	0.04	100
	1.0	2.98	3.17	0.000	0.00	100
	1.5	3.05	3.22	0.000	0.00	100
	2.0	3.00	3.34	0.000	0.00	100
	3.0	3.02	3.11	0.000	0.00	100

ตารางที่ 2.23 ค่าการดูดกลืนแสงของของ Sol.ⁿ Pb²⁺ 40 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite HCl treatment ที่น้ำหนักต่างๆ

No.	weight (g)	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	0.5	3.06	2.98	0.446	1.36	97
	1.0	3.03	2.94	0.431	0.34	99
	1.5	3.00	3.01	0.431	0.34	99
	2.0	3.05	2.93	0.433	0.35	99
	3.0	3.04	2.84	0.419	0.23	99
2	0.5	3.04	3.00	0.451	1.37	97
	1.0	3.00	3.16	0.440	0.35	99
	1.5	3.05	3.02	0.434	0.35	99
	2.0	3.02	2.93	0.424	0.34	99
	3.0	2.97	2.95	0.415	0.33	99
3	0.5	3.04	2.84	0.560	1.46	96
	1.0	3.00	3.00	0.468	0.60	99
	1.5	3.04	2.85	0.452	0.45	99
	2.0	3.04	3.20	0.429	0.23	99
	3.0	3.00	3.05	0.427	0.22	99

5) การเปรียบเทียบตัวอย่างไออะทอไมต์ชนิดต่างๆ ต่อการดูดซับสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺

อบตัวอย่างไออะทอไมต์ทั้งสี่ตัวอย่างคือ 1) ไออะทอไมต์ ที่ไม่ได้ผ่านการปรับปรุงคุณภาพ (D) 2) ไออะทอไมต์ ที่ผ่านการปรับปรุงคุณภาพด้วยกรด (D-HCl) 3) ไออะทอไมต์ ที่ผ่าน calcination และปรับปรุงคุณภาพ (D-cal.) และ 4) diatomite, Celite 521(D-com.) ที่ 70 °C นาน 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่ง 1.0 กรัมลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ตามลำดับ เปิดสารละลาย Cu²⁺, Cr³⁺ และ Pb²⁺ ความเข้มข้นที่เหมาะสมมา 50 ml ลงในบีกเกอร์ 100 ml นำมาปรับ pH ที่เหมาะสม โดยใช้ 0.1 M HNO₃ และ 0.1 M NaOH จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาเทลงในบีกเกอร์ ใบที่มีตัวอย่าง

ไคอะทอไมต์ ชนิดต่างๆ พร้อมคนและจับเวลา นำมากรอง นำสารละลายที่ได้จากการกรองเก็บในขวดพลาสติกขนาด 50 ml นำไปวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะไอออน Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Pb^{2+} ที่เหลือโดยใช้เครื่อง atomic absorption spectrophotometer ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็น blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ไปหาคำนวนหาค่า % binding โดยสรุปมีขั้นตอนคล้ายดังรูป 2.7

ผลการทดลอง

จากการทดลองใช้สารละลาย Cu^{2+} , Cr^{3+} เข้มข้น 10 mg/l และ Pb^{2+} เข้มข้น 40 mg/l และปรับ pH ที่ 3 ใช้เวลาในการคน 1 นาที และใช้ตัวอย่างไคอะทอไมต์หนัก 1 กรัม นำสภาวะการทดลองนี้มาใช้ทดสอบกับตัวอย่างไคอะทอไมต์ทั้งสี่ตัวอย่าง ตามขั้นตอนการทดลอง นำสารละลายที่ได้มาวัดค่าการดูดกลืนแสง เพื่อหา ปริมาณโลหะไอออนที่เหลืออยู่ในรูปของ % binding ดังแสดงในตารางที่ 2.24

ตารางที่ 2.24 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cu^{2+} 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite ชนิด

ต่างๆ

No.	Diatomite	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	D	2.99	3.52	0.087	0.79	92
	D-Cal.	3.06	3.41	0.517	5.61	44
	D-HCl	3.01	3.05	0.081	0.73	93
	D-Com.	3.04	3.21	0.561	6.20	38
2	D	3.09	3.99	0.032	0.29	97
	D-Cal.	3.03	3.42	0.476	5.09	49
	D-HCl	3.06	3.05	0.056	0.51	95
	D-Com.	3.02	3.21	0.606	6.81	32
3	D	3.04	3.94	0.035	0.32	97
	D-Cal.	3.04	3.45	0.453	4.81	52
	D-HCl	3.04	2.95	0.080	0.72	93
	D-Com.	3.07	3.05	0.584	6.51	35

ตารางที่ 2.25 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.ⁿ Cr³⁺ 10 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite ชนิด

ต่างๆ

No.	Diatomite	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	D	3.03	3.39	0.012	0.46	98
	D-Cal.	3.01	3.22	0.041	1.56	22
	D-HCl	3.02	2.79	0.018	0.70	97
	D-Com.	3.04	3.12	0.047	1.84	8
2	D	3.01	3.80	0.008	0.31	98
	D-Cal.	3.02	3.35	0.036	1.38	31
	D-HCl	3.05	2.87	0.013	0.50	98
	D-Com.	3.03	2.97	0.045	1.74	13
3	D	3.05	3.91	0.010	0.35	98
	D-Cal.	3.04	3.24	0.040	1.54	23
	D-HCl	3.01	2.80	0.026	0.98	95
	D-Com.	3.05	2.84	0.047	1.85	8

ตารางที่ 2.26 ค่าการดูดกลืนแสงของ Sol.^a Pb²⁺ 40 mg/l 50 ml สำหรับ diatomite ชนิด

ต่างๆ

No.	Diatomite	pH		Abs.	conc. (mg/l)	% binding
		ก่อน	หลัง			
1	D	2.99	3.49	0.041	0.24	99
	D-Cal.	3.02	3.61	0.142	0.91	98
	D-HCl	2.99	3.00	0.018	0.10	100
	D-Com.	3.01	2.95	0.323	2.39	94
2	D	3.05	3.70	0.019	0.11	100
	D-Cal.	3.02	3.30	0.258	1.81	95
	D-HCl	3.00	2.95	0.056	0.14	100
	D-Com.	3.04	3.08	0.320	2.36	94
3	D	3.02	3.70	0.023	0.13	100
	D-Cal.	3.05	3.45	0.226	1.55	96
	D-HCl	3.06	2.90	0.052	0.11	100
	D-Com.	3.02	3.04	0.309	2.26	94