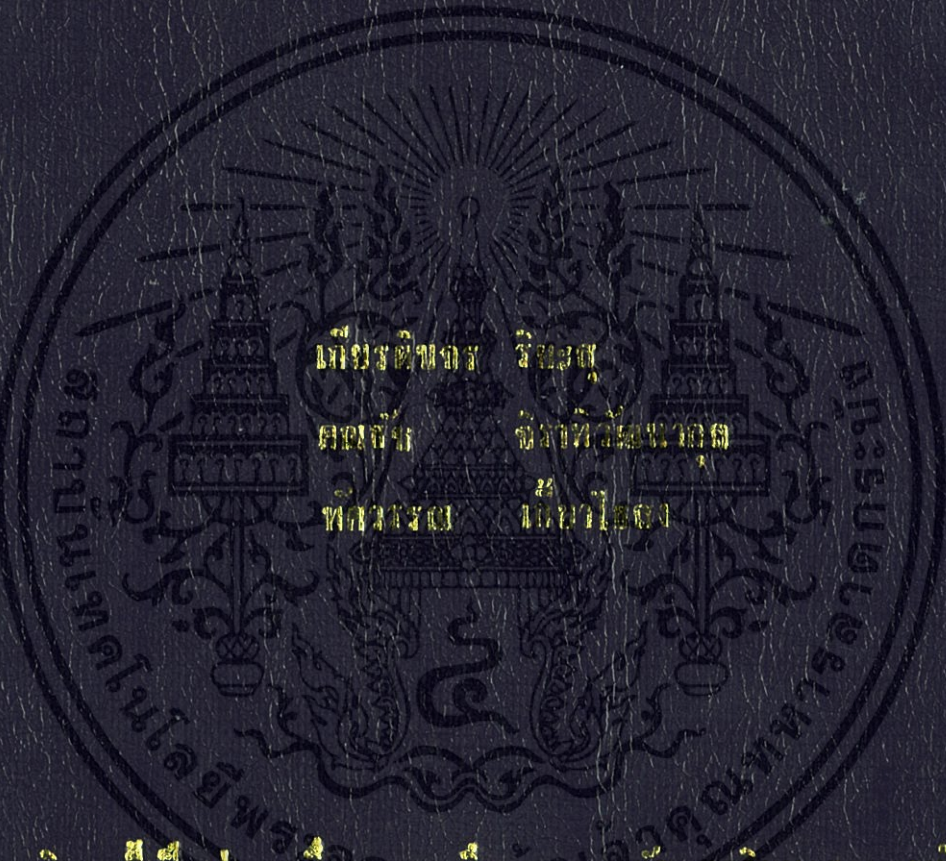


การดูดซับเมทิลีนบลูด้วยน้ำเงินโคบอลต์ไฮดรอกไซด์เฟส
ADSORPTION OF METHYLENE BLUE ON
NICKEL CYCLOTETRAPHOSPHATE



โครงการพิเศษสนับสนุนงานของกรมการศึกษานานาชาติ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

การดูดซับเมทิลีนบลูด้วยนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต

ADSORPTION OF METHYLENE BLUE ON

NICKEL CYCLOTETRAPHOSPHATE



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

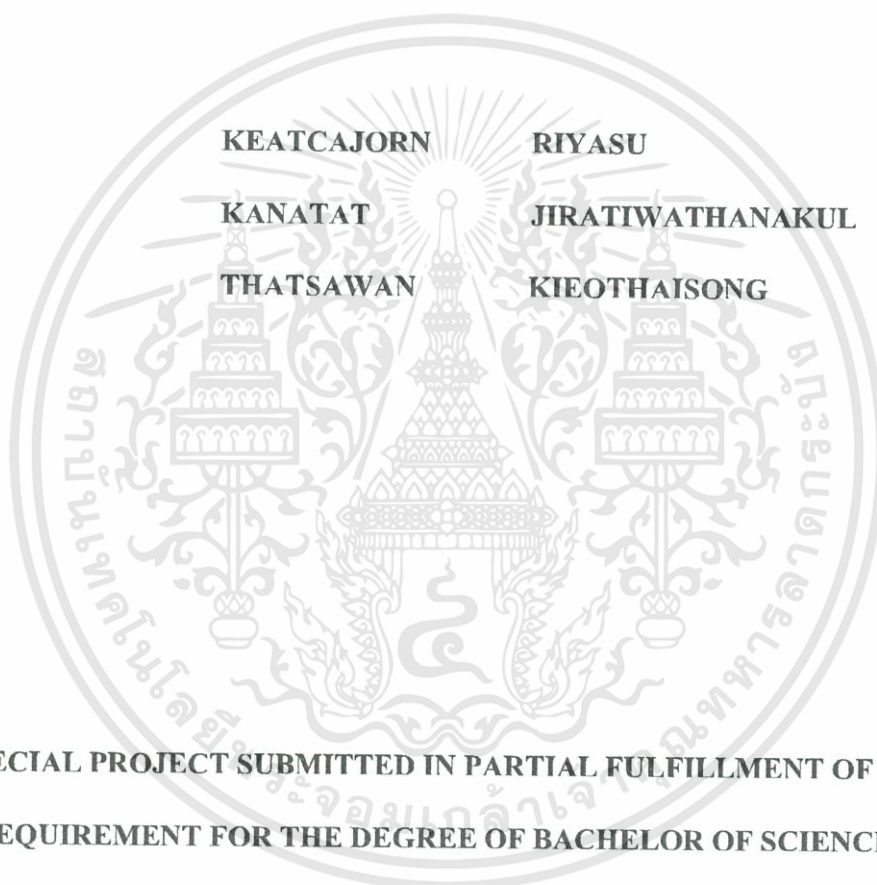
คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2556

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**ADSORPTION OF METHYLENE BLUE ON
NICKEL CYCLOTETRAPHOSPHATE**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE
REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY**

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2013

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การดูดซับเมทิลีนบลูด้วยนิเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต

Adsorption of methylene blue on nickel cyclotetraphosphate

ชื่อนักศึกษา

นายเกียรติขจร รัชเสศ รหัสนักศึกษา 53050175

นายคนธัช จิราทีวัฒนากุล รหัสนักศึกษา 53050179

นางสาวทศวรรณ เกี้ยวโรสง รหัสนักศึกษา 53050235

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต




สาขาวิชา

เคมีอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2556

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
รศ.ดร. สัมศักดิ์ วรมงคลชัย	
ผศ.ดร. ภิญญา รุ่งโรจน์ชัยพร	
ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การดูดซับโลหะหนักด้วยนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต

ชื่อนักศึกษา

นายเกียรติขจร

ริยะสุ

รหัสนักศึกษา 53050175

นายคณรัช

จิราทิวัฒนากุล

รหัสนักศึกษา 53050179

นางสาวทศวรรษ

เกี้ยวไธสง

รหัสนักศึกษา 53050235

ปริญญา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต

สาขาวิชา

เคมีอุตสาหกรรม

ปีการศึกษา

2556

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้ศึกษากระบวนการดูดซับเมทัลลินบดด้วยนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ซึ่งเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ด้วยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion) โดยใช้นิกเกิลคาร์บอเนต ($\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2$) เป็นสารตั้งต้นและแอมโมเนียมไฮโดรเจนโพสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) เป็นแหล่งฟอสเฟส จากนั้นนำสารทั้งสองผสมกันและนำไปวิเคราะห์หาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับแคลไซน์ ผลที่ได้จาก TGA พบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการแคลไซน์คือช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 550 องศาเซลเซียสขึ้นไป ผลที่ได้จาก FT-IR, XRD, SEM ถูกนำมาใช้ในการตรวจสอบเอกลักษณ์ของผลิตภัณฑ์ที่ถูกนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน ผลจาก FT-IR พบว่าประกอบด้วยแถบการสั่น 2 แบบคือ $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ แอนไอออนและโมเลกุลน้ำ (H_2O) ผลที่ได้จาก SEM แสดงให้เห็นลักษณะสัณฐานที่มีขนาดแตกต่างกันจับตัวกันอยู่ และนอกจากนี้ผลที่ได้จาก XRD พิกที่ปรากฏมีตำแหน่งของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ซึ่งตรงกับมาตรฐาน และวิธีการตกตะกอน (Precipitation method) โดยใช้นิกเกิลคลอไรด์ ($\text{Ni(II)Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น และกรดฟอสฟอริก (85 % w/w, H_3PO_4) เป็นแหล่งฟอสเฟต ผลจากการวิเคราะห์ทั้งหมดแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าวิธีการนี้ไม่สามารถเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ได้

คำสำคัญ : เมทัลลินบด, นิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต, การตกตะกอน, การเผาของแข็ง

Title	Adsorption of methylene blue on nickel cyclotetraphosphate	
Students	Mr.Keatcajorn Riyasu	Student ID. 53050175
	Mr.Kanatat Jiratiwathanakul	Student ID. 53050179
	MissThatsawan Kieothaisong	Student ID. 53050235
Degree	Bachelor of Science	
Major Program	Industrial Chemistry	
Academic Year	2013	
Advisor	Asst.Prof.Dr.Montree Thongkam	

Abstract

This special project is the study of the adsorption of heavy metal of Nickel cyclotetraphosphate by precipitation technique and solid combustion. Nickel chloride ($\text{Ni(II)Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and Phosphoric acid (85 % w/w, H_3PO_4) was prepared for the precipitation technique, and Nickel carbonate ($\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2$) and Ammonium hydrogen phosphate ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) for the solid combustion technique. The study goes on to examine the behavior of heat by using the Thermo Gravimetric Analysis (TGA). The purposes of this study include determining the fundamental oscillation of the catalysis, the morphology of the catalysis, and the crystalline and amorphous by using the Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Scanning Electron Microscopy (SEM), and X-Ray Diffraction, respectively. The TGA revealed that the temperature of calcine for suitable for the synthesis of Nickel cyclotetraphosphate ranges from 550°C (combustion) to 700°C (solid combustion). The FTIR showed 2 vibration bases, which are HPO_4^{3-} and H_2O . The XRD peaked at the position of $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$, which is the standard. Lastly, the SEM result showed that the crystal has two different structure, sphere and platelet.

Keywords : Methylene blue, Nickel cyclotetraphosphate, precipitation technique, solid combustion techniqu

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี เนื่องจากผู้จัดทำได้รับความช่วยเหลือจากบุคคลผู้มีพระคุณหลายท่าน ดังนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.มนตรี ทองคำ อาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษที่ได้ให้คำแนะนำให้คำปรึกษาอย่างใกล้ชิดและเสนอแนะแนวทางแก้ปัญหา รวมทั้งตรวจแก้โครงการพิเศษฉบับนี้ให้มีความสมบูรณ์เพิ่มขึ้น

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร. สมศักดิ์ วรมงคลชัย และ ดร. ภิญญ์ รุ่งโรจน์ชัยพร อาจารย์ประจำภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความช่วยเหลือคำแนะนำ และช่วยตรวจสอบเพิ่มความสมบูรณ์ให้กับโครงการพิเศษฉบับนี้

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่อำนวยความสะดวกด้านอุปกรณ์และสารเคมี

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ เจ้าหน้าที่ห้องธุรการ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความร่วมมืออำนวยความสะดวกในการทำโครงการพิเศษให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในการวิเคราะห์สาร

สุดท้ายนี้ผู้จัดทำขอขอบพระคุณบิดา มารดาและบุคคลในครอบครัว รวมทั้งเพื่อนๆ ที่ให้ความช่วยเหลือและกำลังใจตลอดในการทำโครงการพิเศษ

เกียรติขจร ริยะสุ

กณรัช จิราทีวัฒนากุล

ทัสวรรณ เกี้ยวไธสง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VIII
สารบัญรูป	IX
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 กระบวนการแยกทางเคมี	4
2.1.1 การแยก โดยการตกตะกอน (Separation by Precipitation)	6
2.1.2 การแยก โดยการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Separation by Solvent Extraction)	6
2.1.3 การแยก โดยวิธี โครมาโตกราฟี (Separation by Chromatography)	7
2.2 โลหะหนัก	8

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.2.1 สารปรอท (Mercury: Hg)	9
2.2.2 ตะกั่ว (Lead : Pb)	10
2.2.3 แคดเมียม (Cadmium: Cd)	11
2.3 การดูดซับ	12
2.3.1 ประเภทของการดูดซับ	12
2.3.2 การดูดซับ โลหะหนักด้วยวิธีทางชีวภาพ	13
2.4 โลหะฟอสเฟต	15
2.5 เทคนิคการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ	16
2.5.1 Thermo gravimetric Analysis (TGA)	16
2.5.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)	18
2.5.3 X-ray Diffraction (XRD)	22
2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)	25
2.5.5 UV-VIS Spectrophotometer (UV-VIS)	28
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	29
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	30
3.1 สารเคมี	30
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	30
3.3 การเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ฟอสเฟต	31
3.3.1 การเตรียมตัวดูดซับด้วยวิธีการตกตะกอน(Precipitation method)	31

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
3.3.2 การเตรียมตัวดูดซับด้วยวิธีการเผาของแข็ง(Solid combustion)	32
3.3.3 การทดสอบการดูดซับด้วยสารละลายเมทิลีนบลู	32
3.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์(Characterization)	33
3.4.1 Thermo Gravimetric Analysis (TGA)	33
3.4.2 Fourier Transform InfraRed Spectrometer (FT-IR)	33
3.4.3 X-Ray Diffraction (XRD)	34
3.4.4 Scanning Electron Microscope (SEM)	34
3.5 วิเคราะห์พฤติกรรมดูดซับ	34
3.5.1 วิเคราะห์การดูดกลืนแสง	34
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	36
4.1 ผลการเตรียม (Synthesis results)	36
4.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)	38
4.2.1 การศึกษาการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA	38
4.2.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการตั้งต้นของสาร	40
4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐานด้วยเทคนิค การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	43
4.2.4 การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของสารในระดับจุลภาค	45
4.2.5 การวิเคราะห์พฤติกรรมดูดซับ	48

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ	53
5.1 สรุปผลการเตรียม (Synthesis results)	53
5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ	53
5.2.1 ผลการตรวจพฤติกรรมทางความร้อน	53
5.2.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร	54
5.2.3 ผลการวิเคราะห์หัตถ์ลักษณะทางผลึกและอสัณฐาน	55
5.2.4 ผลการวิเคราะห์หัตถ์ลักษณะสัณฐานของสารในระดับจุลภาค	55
5.2.5 ผลการดูดซับเมทิลีนบลู	55
5.3 ข้อเสนอแนะ	56
เอกสารอ้างอิง	57
ภาคผนวก ก	58
ภาคผนวก ข	61

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 การแบ่งเทคนิคและวิธีการแยกตามชนิดของเฟส	5
4.1 ตารางแสดงสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ไตรไฮเดรต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$)	37
4.2 ตารางแสดงปริมาณและร้อยละผลผลิต(%yield) ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ไตรไฮเดรตที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion) และการตกตะกอน (Precipitation)	37
4.3 ผลการคำนวณค่าแสดงพิษพารามิเตอร์ของสารที่สังเคราะห์ได้หลังการเผา	45
4.4 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่างๆของเมทิลีนบลู	48
4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายเมทิลีนบลู	50
4.6 ข้อมูลจากการคำนวณไอโซเทอร์มของการดูดซับเมทิลีนบลูบน $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$	50

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 เซลล์สำหรับใส่ของเหลว	22
2.2 ระยะห่าง d	23
2.3 หลักการทำงานของเครื่อง SEM	26
4.1 กราฟแสดงการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง	39
4.2 กราฟแสดงการสลายตัวทางความร้อนของสารที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน	40
4.3 สเปกตรัม FTIR ของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ซึ่งเตรียมโดยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion)	41
4.4 สเปกตรัม FTIR ของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ซึ่งเตรียมโดยวิธีการตกตะกอน (Precipitation)	42
4.5 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสติฐานด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง	43
4.6 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสติฐานด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน	44
4.7 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสติฐานด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เปรียบเทียบระหว่าง (a) วิธีการเผาของแข็ง และ (b) วิธีการตกตะกอน	44
4.8 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (a) กำลังขยาย 1000 เท่า (b) กำลังขยาย 5000 เท่า (c) กำลังขยาย 5000 เท่า (d) กำลังขยาย 10000 เท่า	46
4.9 ภาพถ่าย SEM ของสารที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน (a) กำลังขยาย 500 เท่า (b) กำลังขยาย 5000 เท่า (c) กำลังขยาย 10000 เท่า	47
4.10 กราฟมาตรฐานของสารละลายเมทิลลิ้นบลู	49
4.11 ไอโซเทอมการดูดซับของสารละลายเมทิลลิ้นบลูแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง q กับ Ce	51
4.12 ไอโซเทอมการดูดซับของสารละลายเมทิลลิ้นบลูแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง 1/q กับ 1/Ce ของสารที่เตรียมจากวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion)	52

บทที่ 1

บทนำ

1.1ความเป็นมาและความสำคัญ

ปัจจุบันโลหะหนักเป็นหนึ่งในสารพิษที่เป็นปัญหาต่อแหล่งน้ำและสิ่งแวดล้อมอย่างรุนแรง อีกทั้งยังส่งผลถึงสุขภาพของประชาชน โดยบ่อยครั้งโรงงานอุตสาหกรรมปล่อยสารพิษที่มีไอออนของโลหะหนักลงสู่แหล่งน้ำ จึงมีการประยุกต์ใช้การดูดซับในการรักษาสังแวดล้อมเหล่านี้ ไอออนของโลหะหนักมีการรายงานว่าเป็นสารพิษที่มีอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและมนุษย์อยู่เสมอ เมื่อไอออนของโลหะไปปนเปื้อนกับสิ่งแวดล้อมไอออนของโลหะจะถูกกำจัดออกยากซึ่งจะส่งผลถึงสัตว์น้ำ และแหล่งน้ำต่างๆอีกทั้งยังส่งผลถึงสุขภาพของมนุษย์

การปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมทางดินทางน้ำและทางอากาศก่อให้เกิดความเสียหายและเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตและเป็นปัญหาสำคัญของโลกในปัจจุบันโลหะหนักเข้าสู่สิ่งแวดล้อมได้หลายทางแหล่งที่มาหลักๆของโลหะหนักได้แก่ โรงงานอุตสาหกรรมการใช้สารกำจัดศัตรูพืชการทำเหมืองแร่สารเคมีจากอุตสาหกรรมเกษตรน้ำทิ้งจากแหล่งชุมชนและวัสดุเหลือทิ้งต่างๆ เช่นวัสดุเหลือทิ้งจากโรงงานกระดาษและโรงงานผลิตอาหารสำเร็จรูป โดยในปัจจุบันปริมาณของเสียจากบ้านเรือนและอุตสาหกรรมมีเพิ่มมากขึ้น จึงมีวิธีการบำบัดของเสียจำพวกโลหะเหล่านี้ อาทิเช่น การใช้สารเคมีบางตัวในการดูดซับสารจำพวกโลหะหนัก(Absorption) ,การแยกกรองด้วยไฟฟ้า(Electro dialysis) ,การแลกเปลี่ยนประจุ(Ion-exchange) และอื่นๆ

การกำจัดโลหะหนักออกจากสารละลายโดยใช้หลักการตกตะกอน และมีวิธีการกำจัดอีกมากมายที่มีอยู่เพื่อกำจัดไอออนโลหะที่เป็นอันตรายออกจากสารละลาย ถ่านกัมมันต์ได้ถูกนำมาใช้เป็นตัวดูดซับมากที่สุด แต่มีราคาค่อนข้างแพง นักวิจัยจึงพยายามหาตัวอื่นมาทดแทน เพื่อจะกำจัดสารจำพวกสังกะสี(zinc; Zn) ทองแดง(copper; Cu) โครเมียม(chromium; Cr) แมงกานีส(manganese; Mn) และเหล็ก(iron; Fe) และโลหะอื่นๆที่มีผลต่อสิ่งแวดล้อมและมนุษย์ สำหรับน้ำเสียในโรงงานอุตสาหกรรม วิธีการส่วนใหญ่ที่พบจะใช้การบำบัดด้วยวิธี Neutralization, การตกตะกอน (precipitation), การแลกเปลี่ยนไอออน(ion exchange) และการดูดซับ(adsorption) การดูดซับ(Absorption) เป็นอีกกระบวนการหนึ่งที่นิยมใช้ในการกำจัดโลหะหนัก โดยการดูดซับ

คือ การที่โมเลกุลของสารถูกดึงเข้ามาติดผิวของสารดูดซับหรือการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารที่พื้นผิวของสารดูดซับ(Adsorbate) ที่สัมผัสโดยตรงกับสารดูดซับ(Adsorbent) โดยสารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวต่ำจะถูกดูดซับได้แต่สารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวสูงจะไม่ถูกดูดซับพลังงานอิสระที่ผิวของสารดูดซับจะมีความสัมพันธ์กับแรงดึงดูดและพื้นที่ผิว [1]

ในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเตรียมตัวดูดซับ โลหะหนักจากพวกโลหะฟอสเฟตคือนิกเกิลไฮดรอกไซด์ ทรูฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ซึ่งมีความสามารถในการปลดปล่อยแร่ธาตุอาหารอย่างช้าๆจึงนับได้ว่าเป็นตัวดูดซับที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้จากธรรมชาติโดยวิธีการตกตะกอน (Precipitation) และวิธีการเผาของแข็ง(Solid combustion)จะได้กลุ่มแร่ฟอสเฟตในรูปแบบที่ไม่ละลายน้ำมีโครงสร้างเป็นผลึกหรือสัณฐานนอกจากนั้นยังสามารถสังเคราะห์ได้จากห้องปฏิบัติการและศึกษาความเป็นไปได้ของการดูดซับโลหะหนักโดยนำนิเกิลไฮดรอกไซด์ทรูฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ไปทดสอบการดูดซับกับสารละลายเมทิลีนบลู [2]

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ทรูฟอสเฟตด้วยเทคนิคการเตรียมแบบตกตะกอน
2. เพื่อศึกษาการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ทรูฟอสเฟตด้วยเทคนิคการเผา
3. เพื่อศึกษาการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูด้วยนิเกิลไฮดรอกไซด์ทรูฟอสเฟต

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1.3.1 ศึกษาการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูและการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ทรูฟอสเฟตโดยมีการปรับเปลี่ยนตัวแปรดังต่อไปนี้

- สารตั้งต้น ได้แก่ นิกเกิลคลอไรด์ และ นิกเกิลคาร์บอเนต
- แหล่งที่มาของฟอสเฟต ได้แก่ กรดฟอสฟอริก และ แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต
- ตัวปรับความเป็นกรด-ด่าง ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์

1.3.2 ภาวะที่ใช้ในการทดลองได้แก่ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 8, ความเร็วรอบการปั่นกวน 500 รอบต่อนาที, อุณหภูมิห้อง

1.3.3 ตรวจสอบเอกลักษณ์ของนิเกิลไฮดรอกไซด์ทรูฟอสเฟตด้วยวิธีการดังต่อไปนี้

- การวิเคราะห์การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน (TGA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- การวิเคราะห์การตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร (FT-IR)
- การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐาน (XRD)
- การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของสารในระดับจุลภาค (SEM)
- การวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-VIS)

1.3.4 ศึกษาการดูดซับเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 1.0 2.0 3.0 4.0 และ

5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัย

1. ได้รับข้อมูลเบื้องต้นในการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์อะโรสเฟส ด้วยวิธีการตกตะกอน (Precipitation) และวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion)
2. ได้รับข้อมูลเบื้องต้นในการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูด้วยนิกเกิลไฮดรอกไซด์อะโรสเฟส



บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการแยกทางเคมี [3]

กระบวนการแยกเกิดขึ้นได้เมื่อมีการแพร่กระจายของสารที่สนใจระหว่างเฟสสองเฟส (Phase) ถ้ามีสาร 2 ชนิดที่มีอัตราส่วนการแพร่กระจายระหว่างเฟสสองเฟสต่างกันจะทำให้สามารถแยกสารทั้งสองชนิดออกจากกันโดยง่ายโดยเฉพาะถ้าอัตราส่วนของการแพร่กระจายของสารทั้งสองต่างกันมากกว่า 10^3 เท่าจะสามารถแยกสารทั้งสองออกจากกันได้โดยทำการแยกเพียงครั้งเดียวเช่นการตกตะกอนคลอไรด์ด้วยเงินไอออนสามารถแยกคลอไรด์ไอออน (Cl^-) ออกจากสารละลายที่มีไอออนอื่นๆปนอยู่เช่นไนเตรตไอออน (NO_3^-) เปอร์คลอเรตไอออน (ClO_4^-) ทั้งนี้เพราะว่าอัตราส่วนที่เกิดจากการแพร่กระจายของคลอไรด์ในเฟสที่เป็นของแข็ง (AgCl) ต่อเฟสที่เป็นของเหลว (Cl^-) มีค่ามากในขณะที่ไอออนอื่นมีค่าน้อยมากเข้าใกล้ศูนย์การแยกที่ทำได้อย่างสมบูรณ์โดยใช้การแยกเพียงครั้งเดียวเรียกว่า “Single-stage process” ถ้าสารละลายแต่ละตัวมีค่าอัตราส่วนของการแพร่กระจายแตกต่างกันไม่มากการแยกให้สมบูรณ์สามารถทำได้โดยใช้กระบวนการแยกหลายๆครั้งเรียกว่า “Multi-stage process” กลไกที่เกิดขึ้นในกระบวนการแยกคือเกิดการแบ่งส่วนของสารที่สนใจระหว่างเฟสสองเฟสดังนั้นเทคนิคการแยกนี้จึงมีชื่อเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า “Fractionation technique” ซึ่งสามารถแบ่งได้อีกหลายแบบแล้วแต่ชนิดของเฟสว่าเป็นของแข็งของเหลวหรือก๊าซดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 การแบ่งเทคนิคและวิธีการแยกตามชนิดของเฟส

ชนิดของเฟส	ชื่อของกระบวนการวิเคราะห์	เฟสสารตัวอย่าง	เฟสอีกเฟสหนึ่ง
Solid-Liquid	1. Precipitation	สารละลาย	ของแข็งคือตะกอนที่เกิดขึ้น
	2. Electrode position	สารละลาย	ของแข็งคือ โลหะที่เกาะที่ขั้ว
	3. Adsorption-Chromatography	สารละลาย	ตัวดูดซับที่เป็นของแข็ง
	4. Thin-layer Chromatography	สารละลาย	ตัวดูดซับที่เป็นผงของแข็งยึดอยู่บนแผ่นกระดาษ
	5. Ion-exchange Chromatography	สารละลาย	ของแข็งคือเรซินสำหรับแลกเปลี่ยน ไอออนที่มีประจุ
	1. Extraction	สารละลาย	ของเหลวที่ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกับสารละลายตัวอย่าง
	2. Paper Chromatography	สารละลาย	ตัวทำละลายที่อยู่ในกระดาษ
	3. Thin Layer Chromatography	สารละลาย	ตัวทำละลายที่อยู่ในของแข็งที่เป็นผงยึดอยู่บนแผ่นกระดาษ
Liquid-Gas	1. Distillation	ก๊าซ	ของเหลวที่เกิดจากการควบแน่น
	2. Gas-Liquid Chromatography	ก๊าซ	ตัวทำละลายที่ยึดอยู่กับของแข็งช่วย
Gas-Solid	1. Gas-Solid Chromatography	ก๊าซ	ตัวดูดซับที่เป็นของแข็ง

เทคนิคการแยกตามที่แสดงในตารางที่ 2.1 เกี่ยวข้องกับเฟส 2 เฟสที่มีเฟสหนึ่งเป็นเฟสอยู่กับที่ (Stationary phase) ส่วนอีกเฟสหนึ่งเป็นเฟสเคลื่อนที่ได้ (Mobile-phase) เฟสอยู่กับที่ต้องเป็นของแข็งหรือของเหลวส่วนเฟสเคลื่อนได้อาจเป็นของเหลวหรือก๊าซอัตราส่วนของการแพร่กระจายของตัวถูกละลายระหว่างเฟสทั้งสองเรียกว่า “สัมประสิทธิ์ของการกระจาย” ดังสมการที่ 2.1

$$K_d = C_s / C_m \quad (2.1)$$

เมื่อ C_s และ C_m คือความเข้มข้นของตัวถูกละลายในเฟสอยู่กับที่และเฟสเคลื่อนที่ได้ตามลำดับ

2.1.1 การแยกโดยการตกตะกอน (Separation by Precipitation)

การแยกโดยวิธีตกตะกอนต้องอาศัยหลักของความแตกต่างกันระหว่างค่าผลคูณของการละลายของตะกอนที่ต้องการแยกออกจากกันตะกอนที่มีค่าผลคูณของการละลายต่ำสามารถตกตะกอนแยกออกมาได้ก่อนตะกอนที่มีค่าผลคูณของการละลายสูงสามารถพิจารณาได้ว่าการตกตะกอนคือเทคนิคของการแยกเพราะไอออนที่สนใจซึ่งอยู่ในเฟสของเหลวจะถูกทำให้กระจายมาอยู่ในเฟสของแข็งหรือตะกอนได้โดยเพิ่มสารที่มีคุณสมบัติเหมาะสมสำหรับเป็นตัวตกตะกอน การแยกสามารถกระทำได้ดีบริสุทธิ์มากขึ้นเรื่อยๆ ไหนั้นขึ้นอยู่กับความแตกต่างระหว่างผลคูณของการละลายของตะกอนแต่ละชนิดที่จะเกิดขึ้นและความเข้มข้นของไอออนที่ตกตะกอนวิธีการแยกโดยการตกตะกอนเป็นวิธีที่ง่ายสะดวกและนิยมใช้กันอย่างกว้างขวางสำหรับการแยกที่มีปริมาณมากๆแต่มีข้อเสียคือมักเกิดปรากฏการณ์การปนเปื้อน (Contamination) ของตะกอนแบบตกตะกอนร่วม (Co-precipitation) ถึงแม้ว่าไอออนที่รบกวน (Interference ion) จะมีปริมาณน้อยๆก็ตามทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์

การตกตะกอนเพื่อแยกสารโดยตรงอาจทำให้ได้ตะกอนที่ไม่บริสุทธิ์จำเป็นต้องมีวิธีการช่วยทำให้ตะกอนที่ได้บริสุทธิ์ซึ่งสามารถทำได้โดยควบคุม pH ของสารละลายและเลือกตัวตกตะกอนที่เหมาะสม

2.1.2 การแยกโดยการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Separation by Solvent Extraction)

การสกัดด้วยตัวทำละลายเป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการแยกสารประกอบที่สนใจออกจากสารผสมโดยอาศัยหลักการกระจายของตัวถูกละลาย (Solute) หรือสารที่สนใจระหว่างตัวทำละลาย 2 ชนิดที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันปริมาณของตัวถูกละลายที่ละลายอยู่ในตัวทำละลายแต่ละชนิดจะมีค่าเท่ากับเท่าไรนั้นขึ้นอยู่กับชนิดของตัวถูกละลายและตัวทำละลายอัตราส่วนความเข้มข้นของตัวถูกละลายในตัวทำละลายที่ 1 ต่อความเข้มข้นของตัวถูกละลายในตัวทำละลายที่ 2 ที่สมดุลคือค่าคงที่ของสมดุลที่เรียกว่า “สัมประสิทธิ์ของการกระจาย” (Distribution coefficient, K_d) หรือ “สัมประสิทธิ์ของการแบ่งส่วน” (Partition coefficient, P) ซึ่งเป็นค่าคงที่เฉพาะตัวถูกละลายชนิดหนึ่งสำหรับตัวทำละลายคู่หนึ่งที่อุณหภูมิหนึ่งเท่านั้นวิธีการสกัดโดยใช้ตัวทำละลายที่เป็นของเหลว 2 ชนิดมีชื่อเรียกว่า “Liquid-Liquid extraction” โดยปกติของเหลวชนิดหนึ่งคือน้ำส่วนหนึ่งของเหลวอีกชนิดหนึ่งคือตัวทำละลายอินทรีย์ซึ่งตัวทำละลายทั้งสองจะไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันน้ำเป็นตัวทำละลายที่สามารถละลายไอออนต่างๆ

หรือสารประกอบอินทรีย์ที่โพลาร์ตัวทำละลายอินทรีย์สามารถละลายสารประกอบที่เป็นกลางหรือ สารประกอบอินทรีย์ชนิดนอน-โพลาร์ดังที่กล่าวไว้ว่า “like dissolves like”

ในกรณีที่ใช้ตัวทำละลายที่เป็นของเหลวชนิดเดียวสกัดสารที่สนใจออกจาก สารตัวอย่างของแข็งจะเรียกวิธีการสกัดนี้ว่า“Solid-liquid extraction”ตัวทำละลายของเหลวที่ใช้ในการ สกัดจะเป็นตัวทำละลายอินทรีย์หรือน้ำขึ้นอยู่กับชนิดของสารตัวอย่างที่ต้องสกัดเครื่องมือที่ใช้ในการ สกัดแบบนี้ถูกดัดแปลงมาจนกระทั่งเหมาะสมกับการใช้งานและมีชื่อเรียกเฉพาะว่า “เครื่องสกัดซอก เลต” (Soxhlet extractor)

การสกัดเพื่อแยกสารที่สนใจออกจากสารอื่นๆจะใช้วิธีการสกัดเพียงครั้งเดียวหรือ สกัดหลายๆครั้งนั้นขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพของการสกัดและความแตกต่างระหว่างค่าสัมประสิทธิ์ของ การกระจายของสารที่ทำการแยกออกจากกันนั้นหรือประสิทธิภาพในการแยกนอกจากนี้การแยกอาจทำ ได้ดีขึ้นถ้าใช้เทคนิคในการเติมสารที่ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับสารที่ต้องการแยกวิธีการสกัดมี ประโยชน์มากในการแยกไอออนของโลหะออกจากสารละลายของน้ำและเป็นวิธีที่สามารถทำให้ความ เข้มข้นของ ไอออนของ โลหะสูงขึ้นด้วย

2.1.3 การแยกโดยวิธีโครมาโตกราฟี (Separation by Chromatography)

โครมาโตกราฟีเป็นเทคนิคและวิธีการแยกอีกแบบหนึ่งที่นิยมใช้กันกว้างขวางมาก ที่สุดนอกจากนี้ยังสามารถใช้เป็นเทคนิคในการทำให้สารละลายเข้มข้นขึ้นสามารถประยุกต์ใช้ในการ วิเคราะห์หาปริมาณและในการแสดงเอกลักษณ์ (Identification) หรือวิเคราะห์ทางคุณภาพได้ด้วย กรรมวิธีในการทำโครมาโตกราฟีคือการทำให้ส่วนผสมของสารตัวอย่างแยกตัวออกจากกันเป็น โชน หรือแบ่งเป็นตอนๆซึ่งเกิดขึ้นได้จากการกระจายของสารตัวอย่างระหว่างเฟสสองเฟสซึ่งเฟสหนึ่งคือ เฟสที่เคลื่อนที่ได้ (Mobile phase) อีกเฟสหนึ่งคือเฟสที่อยู่กับที่ (Stationary phase) การเคลื่อนที่ของเฟส ที่เคลื่อนที่ได้จะทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของสารผสมแต่ละชนิดในสารละลายตัวอย่างแตกต่างกันจึงทำ ให้สารผสมแยกออกจากกันเป็นตอนๆหรือเป็นโชนได้กระบวนการที่ตัวถูกละลายเคลื่อนที่แยกออก จากกันได้โดยมีตัวทำละลายที่เคลื่อนที่ได้เป็นตัวพาเรียกว่า“อีลูชัน” (Elution) หรือ “การอีลูท”ซึ่งตัวทำ ละลายที่ใช้เป็นตัวพาตัวถูกละลายนั้นจะถูกเรียกว่า “ตัวอีลูท” (Eluent) และตัวถูกละลายซึ่งถูกอีลูทจะ เรียกว่า“อีลูเอท” (Eluate) เหตุที่เรียกการวิเคราะห์นี้ว่าโครมาโตกราฟีเพราะผู้ค้นพบกรรมวิธี การวิเคราะห์แบบนี้เป็นคนแรกได้พบว่าการแยกที่ทำให้เกิดเป็นโชนหรือเป็นตอนๆนั้นให้ โชนที่มีสีจึงตั้ง ชื่อวิธีการวิเคราะห์ว่า“โครมาโตกราฟี (Chromatography)”ซึ่งมาจากภาษากรีกที่แปลว่า “สีและการ

เขียน” (color and to write) คำว่าโครมาโตกราฟีจึงถูกใช้มาโดยตลอดสำหรับการวิเคราะห์ที่มีกรรมวิธีดังกล่าวถึงแม้ว่าจะได้มีการพัฒนาเทคนิคและวิธีการใหม่ๆขึ้นมาโดยที่วิธีวิเคราะห์นั้น ไม่ได้ให้โซนที่มีสีก็ตาม

วิธีโครมากราฟีถูกค้นพบครั้งแรกโดยนักชีววิทยาชาวรัสเซียชื่อ Michael Tswett ในปี ค.ศ.1906 เขาได้ค้นพบวิธีการแยกกลอโรฟิลล์ออกจากสารมีสีต่างๆในพืชโดยใช้แคลเซียมคาร์บอเนตบรรจุในคอลัมน์จากนั้นใช้ปิโตรเลียมอีเทอร์ละลายสารตัวอย่างใส่ลงบนส่วนบนของคอลัมน์แล้วผ่านปิโตรเลียมอีเทอร์ลงในคอลัมน์ตลอดเวลาด้วยอัตราเร็วที่เหมาะสมพบว่าสารที่มีสีของพืชจะถูกแบ่งออกมาเป็นตอนๆหลังจากพยายามทำให้แต่ละส่วนของสารมีสีแยกออกจากกันได้สมบูรณ์จะได้สารมีสีแต่ละส่วนที่สามารถแยกนำมาวิเคราะห์ได้ซึ่งในครั้งแรกที่ค้นพบวิธีการนี้ได้ให้ชื่อว่า“โครมาโตกราฟี” ดังนั้นคำว่าโครมาโตกราฟีจึงได้ถูกใช้มาจนถึงปัจจุบันต่อมาได้มีการพัฒนาเทคนิคและวิธีการของโครมาโตกราฟีเพื่อให้การวิเคราะห์ทำได้ดีขึ้นจนกระทั่งได้เทคนิคและวิธีการวิเคราะห์หลายวิธีทำให้เกิดการจัดแบ่งชนิดและวิธีการของโครมาโตกราฟีขึ้นการแบ่งชนิดของโครมาโตกราฟีสามารถแบ่งตามชนิดของเฟสเคลื่อนที่จากนั้นสามารถแบ่งย่อยๆได้อีกตามลักษณะของวิธีการทำโครมาโตกราฟีคือ แบ่งเป็นคอลัมน์โครมาโตกราฟี (Column Chromatography) เฟลนโครมาโตกราฟี (Plan Chromatography) และสามารถแบ่งต่อไปได้อีกตามชนิดของเฟสอยู่กับที่

2.2 โลหะหนัก [4]

โลหะหนัก หมายถึง โลหะหนักที่มีความหนาแน่นเกินกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร ตัวอย่างเช่น ปรอท ตะกั่ว สารหนู แคดเมียม โคบอลต์ เป็นต้น ความเป็นพิษของโลหะหนัก เกิดจากร่างกายได้รับสารโลหะหนัก ซึ่งสารโลหะหนักนั้นจะไปรบกวนการทำงานของเอ็นไซม์ของเซลล์และยึดกับเยื่อหุ้มเซลล์ทำให้การควบคุมการลำเลียงของสารต่างๆของเยื่อหุ้มเซลล์ผิดปกติไป ความเป็นพิษของโลหะหนักขึ้นอยู่กับรูปแบบทางเคมีของสารประกอบของโลหะหนักแต่ละชนิดและเส้นทางที่ร่างกายได้รับเข้าไป เช่น ทางระบบหายใจ ระบบทางเดินอาหาร ผิวหนัง เป็นต้น ซึ่งสารพิษเหล่านี้เมื่อสะสมอยู่ในร่างกายจนถึงระดับหนึ่งก็จะแสดงอาการออกมาให้เห็น ซึ่งผลของความเป็นพิษของโลหะหนักต่อกลไกระดับเซลล์มี 5 แบบคือ

1. ทำให้เซลล์ตาย
- 2.เปลี่ยนแปลงโครงสร้างและการทำงานของเซลล์
- 3.เป็นตัวการทำให้เกิดมะเร็ง

- 4.เป็นตัวการทำให้เกิดความผิดปกติทางพันธุกรรม
- 5.ทำความเสียหายต่อโครโมโซม ซึ่งเป็นปัจจัยทางพันธุกรรม

โลหะหนักมีหลายชนิดแต่ชนิดที่ถูกกำหนดไว้ในมาตรฐานอาหารส่วนใหญ่จะมี 3 ชนิด ได้แก่ ปรอท ตะกั่ว และแคดเมียม

2.2.1 สารปรอท (Mercury; Hg)

สารปรอทมักพบปนเปื้อนอยู่ในอากาศ น้ำ และดินเป็นส่วนใหญ่ สาเหตุมาจากการเผาไหม้เชื้อเพลิง โรงงานอุตสาหกรรมที่ใช้สารปรอทเป็นวัตถุดิบ นอกจากนี้ยังพบสารปรอทได้ในเครื่องสำอางและอาหาร โดยเฉพาะอาหารทะเลพบมากในสัตว์ทะเลตัวใหญ่ เช่น ฉลาม ทูน่า โลมาวาฬ เนื่องจากมีช่วงชีวิตที่ยืนยาวและกินปลาเล็กเป็นอาหารจึงมีโอกาสที่สารปรอทสะสมอยู่ในตัวค่อนข้างมากเรียกกระบวนการนี้ว่า “Biomagnifications” ความเชื่อที่ว่าหุฉลามเป็นอาหารมีคุณค่าก็ไม่ได้หมายความว่าจะเป็นเช่นนั้นเสมอไป ซึ่งการปนเปื้อนของสารปรอทจากแหล่งน้ำธรรมชาติมีสาเหตุมาจากโรงงานอุตสาหกรรมมักปล่อยสารปรอทออกมากับน้ำทิ้งของโรงงานนั่นเองสารปรอทเข้าสู่ร่างกายได้โดยตรงจากการหายใจ การสัมผัสทางผิวหนัง การกินอาหารและน้ำที่ปนเปื้อนสารปรอท สารปรอทที่อยู่ในรูปของเหลวสามารถระเหยเป็นไอได้ในภาวะปกติ ส่วนใหญ่พบอยู่ในเทอร์โมมิเตอร์ ถ้าเทอร์โมมิเตอร์แตกสารปรอทจะกลายเป็นไอทำให้เกิดอันตรายกับระบบทางเดินหายใจ

ข้อควรปฏิบัติเมื่อเทอร์โมมิเตอร์แตกมีดังนี้

- 1.ออกจากบริเวณที่เกิดเหตุให้เร็วที่สุด
- 2.ห้ามใช้ไม้กวาดกวาดสารปรอทที่ไหลออกมาเพราะจะทำให้ปรอทแตกออกเป็นเม็ดเล็กกระจายไปทั่วบริเวณ
- 3.ห้ามใช้เครื่องดูดฝุ่นดูดสารปรอท เพราะทำให้สารปรอทตกค้างในเครื่องดูดฝุ่นและความร้อนจากเครื่องดูดฝุ่นทำให้สารปรอทระเหยเข้าสู่ระบบทางเดินหายใจ
- 4.ควรสวมเครื่องป้องกัน เช่น ผ้าปิดปากปิดจมูกเป็นต้น แล้วใช้กระดาษแข็งกวาดสารปรอทมารวมกัน หรือใช้ผงกำมะถันโรยทับสารปรอทและตักใส่ภาชนะที่มีฝาปิดมิดชิด แล้วนำไปทิ้งในถังขยะ
- 5.หากเทอร์โมมิเตอร์แตกขณะวัดไข้ในปากให้รีบบ้วนออก แล้วไปพบแพทย์ทันทีไอปรอทเป็นพิษต่อร่างกายมาก ถ้าหายใจเข้าไปจะดูดซึมเข้าสู่ระบบไหลเวียนเลือดทันที กระจายไปยังสมองและส่วนอื่นของร่างกายได้รวดเร็วมาก แต่ขับออกมาในรูปของเสียได้น้อยมาก ปรอทจะจับยึดกับเม็ดเลือดแดงและกระจายไปทั่วทุกส่วนของร่างกาย แล้วสามารถทำลายเนื้อเยื่อสมองส่วนที่ควบคุมการมองเห็นและความรู้สึกนึกคิด เหตุการณ์ที่เกี่ยวข้องกับสารปรอทครั้งรุนแรงมากที่สุดคือ ที่เมืองมินามาตะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประเทศญี่ปุ่น เมื่อปี พ.ศ.2496 ทำให้เกิด “โรคมินามาตะ” สาเหตุมาจากการกินปลาที่จับมาจากอ่าวมินามาตะซึ่งปนเปื้อนสารปรอททำให้ผู้ป่วยจำนวนมากมีอาการทางระบบประสาทส่วนกลาง และเด็กๆมีอาการทางสมอง อาการพิษจากสารปรอทมี 2 ลักษณะคือ

1. พิษเฉียบพลัน เกิดจากการได้รับสารปรอทคราวเดียวปริมาณมาก ทำให้มีอาการไข้ หายใจลำบาก ปอดอักเสบ คลื่นไส้ อาเจียน ท้องเสีย มีภาวะไตวาย ถ่ายเป็นเลือด ชัก กระจกตา เค้นเซ การเคลื่อนไหวกล้ามเนื้อผิดปกติ

2. พิษเรื้อรัง เกิดจากการได้รับสารปรอทสะสมทีละน้อยเป็นระยะเวลานาน จนเกิดพิษทางสมอง ไตตับ ผิวหนัง ทำให้มีอาการสั่น ชัก ปวดปลายมือปลายเท้า ปวดศีรษะ หงุดหงิด ขี้ลืม เหงือกบวมมีเส้นที่บสีน้ำเงินเลือดออกง่าย

2.2.2 ตะกั่ว (Lead; Pb)

แต่ละวันคนเรามีโอกาสได้รับสารตะกั่ว โดยตรงจากการกินอาหาร น้ำดื่ม หรือหายใจเอาสารตะกั่วเจือปนเข้าไปกลุ่มผู้เสี่ยงต่อการเกิดโรคพิษตะกั่วได้แก่คนงานที่ทำเหมืองตะกั่ว โรงงานผลิตแบตเตอรี่ โรงงานผลิตชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์ และคนที่อาศัยอยู่ใกล้บริเวณโรงงานหลอมตะกั่วหรือใกล้โรงงานที่มีการใช้สารตะกั่วเป็นวัตถุดิบทำให้มีผลต่อระบบทางเดินอาหาร และระบบประสาท สำหรับอันตรายโดยทั่วไปนั้นทำให้เม็ดเลือดแดงอายุสั้นลง ทำให้เป็นโรคเลือดจาง และเป็นอันตรายต่อระบบประสาท ไต ทางเดินอาหาร ตับ และหัวใจ อาการโรคพิษตะกั่วเกิดได้กับหลายระบบของร่างกาย คือ

1. ระบบประสาทส่วนกลางและสมอง อาการสำคัญที่พบ คือ สมองเสื่อมจากพิษตะกั่ว พบในเด็กมากกว่าผู้ใหญ่มีอาการหงุดหงิดง่าย กระวนกระวาย ซึม เวียนศีรษะ รายที่เป็นรุนแรงอาจมีอาการสั่นเวลาเคลื่อนไหวชักหมดสติและเสียชีวิตได้

2. ระบบประสาทส่วนปลายและกล้ามเนื้อ พบมีอาการปวดตามกล้ามเนื้อและข้อต่างๆ กล้ามเนื้อที่ใช้บ่อยมีอาการอ่อนแรงหรืออัมพาต

3. ระบบทางเดินอาหาร เป็นอาการที่พบได้บ่อยที่สุด ผู้ป่วยมีอาการเบื่ออาหาร คลื่นไส้ อาเจียน โดยเริ่มแรกมักมีอาการท้องผูก แต่บางรายอาจมีอาการท้องเดิน น้ำหนักลด กล้ามเนื้อหน้าท้องบีบเกร็งและกดเจ็บ ทำให้มีอาการปวดท้องมาก

2.2.3 แคดเมียม (Cadmium; Cd)

เป็นโลหะมีสีเงิน มีอยู่น้อยตามธรรมชาติ โดยทั่วไปแคดเมียมที่ปนเปื้อนอยู่ในสิ่งแวดล้อมจะพบในแหล่งทำเหมืองสังกะสีและตะกั่วในอุตสาหกรรมยาสูบและบุหรี่ พลาสติกและยาง นอกจากนี้ยังนิยมใช้เป็นวัตถุพิษในอุตสาหกรรมผลิตแบตเตอรี่ อุปกรณ์ไฟฟ้า อะไหล่รถยนต์ แคดเมียมที่ปนเปื้อนในน้ำ อาหาร และในยาสูบ เมื่อเข้าสู่ร่างกายจะถูกดูดซึมในกระเพาะอาหารแล้วแพร่กระจายไปที่ตับ ม้ามและไตสะสมเพิ่มขึ้นในปริมาณสูงจะทำให้เกิดมะเร็ง ไตทำงานผิดปกติ เมื่อได้รับจากการสูดดมหรือการหายใจเอาควันที่มีแคดเมียมปนเปื้อนเข้าไปเล็กน้อยจะมีอาการอ่อนเพลีย คอแห้ง ระบายคอ แน่นหน้าอกปวดศีรษะ เมื่อได้รับมากขึ้นจะมีอาการหายใจไม่ออก ไอไม่หยุดถ้ายังสูดเข้าไปอีกอาจถึงตายได้ นอกจากนี้ยังทำให้เกิดโรคความดันโลหิตสูง ปวดกระดูกสันหลัง แขนขา ซึ่งจะทำให้ไตพิการได้ โรคที่เกิดจากพิษของแคดเมียมเรียกว่า “โรคอิตะ-อิตะ” (Itai Itai disease) การได้รับแคดเมียมจำนวนมากอาจทำให้เกิดพิษเฉียบพลันได้ แต่ส่วนใหญ่โรคที่เกิดจากแคดเมียมมักเป็นชนิดเรื้อรัง

โดยการได้รับแคดเมียมติดต่อกันเป็นเวลานาน โรคที่เกิดอาจแบ่งเป็นกลุ่มได้ดังนี้

1. โรคปอดเรื้อรัง การได้รับแคดเมียมนานๆ และในปริมาณมากโดยเฉพาะจากการหายใจจะทำให้เกิดการอุดตันภายในปอด ซึ่งเป็นเพราะมีการอักเสบของหลอดเลือด มีพังผืดจับในทางเดินหายใจส่วนล่าง และมีการทำลายของถุงลมซึ่งจะกลายเป็นโรคถุงลมโป่งพองในที่สุด ผู้ที่มีความเสี่ยงมากคือคนทำงานกับผงแคดเมียมโดยตรง เช่น โรงงานแบตเตอรี่ขนาดเล็ก

2. โรคไตอักเสบ จะแสดงออกโดยมีการอักเสบของไตโดยเฉพาะอย่างยิ่งที่ท่อในไตซึ่งจะพบแคดเมียมในปัสสาวะสูง มีโปรตีน กลูโคสสูงในปัสสาวะ อาจเป็นไตวายได้ในที่สุดการดูแลสุขภาพร่างกายในเชิงป้องกัน ไร่ดีกว่าแก้หากปล่อยเจ็บป่วยก่อนค่อยมารักษาแพทย์ทางเลือที่ดีกว่าช้าเกินไป เพราะกว่าที่ร่างกายจะเจ็บป่วยจนแสดงผลปรากฏชัดนั้นต้องสะสมความเจ็บไข้ไว้เป็นแรมปี ดังนั้นหากเราสามารถป้องกันด้วยการดูแลสุขภาพดี ทั้งอาหาร อากาศ อารมณ์ ออกกำลังกาย จะเป็นเรื่องที่ดีในระยะยาว และไม่ต้องเสียงบประมาณในการรักษาที่แพงๆ อีกด้วยเพราะการที่จะอยู่อย่างไรให้ชีวิตยืนยาวและแข็งแรงนั้น หากเราดูแลดีให้เวลาดี ใช้เวลาบ่มเพาะร่างกายเป็นอย่างดี ก็สามารถมีสุขภาพที่ดีได้ไม่ยากเกินไป

2.3 การดูดซับ [5]

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสะสมตัวของสาร หรือความเข้มข้นของสารที่บริเวณพื้นผิวหรือระหว่างผิวหน้า(Interface) กระบวนการนี้สามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สภาวะใดๆ เช่น ของเหลวกับของเหลว ก๊าซกับของเหลว ก๊าซกับของแข็ง หรือของเหลวกับของแข็ง โดยโมเลกุลหรือคอลลอยด์ที่ถูกดูดซับเรียกว่า “สารถูกดูดซับ” (Adsorbate) ส่วนสารที่ทำหน้าที่ดูดซับ เรียกว่า “สารดูดซับ” (Adsorbent)

2.3.1 ประเภทของการดูดซับ

ปัจจัยสำคัญในการบอกชนิดของกระบวนการดูดซับจะพิจารณาจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับถ้าแรงยึดเหนี่ยวเป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals Forces) จะเป็นการดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption) แต่ถ้าแรงยึดเหนี่ยวทำให้เกิดพันธะเคมีระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับจะเรียกว่า “การดูดซับทางเคมี” (Chemical adsorption)

1. การดูดซับทางกายภาพ [6]

เป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลอย่างอ่อน คือ แรงแวนเดอร์วาลส์ (Vander Waals Forces) ซึ่งเกิดจากการรวมแรง 2 ชนิด คือ แรงกระจาย (London dispersion force) และแรงไฟฟ้าสถิตย์(electrostatic force) การดึงดูดด้วยแรงที่อ่อนทำให้การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานการคายความร้อนค่อนข้างน้อย คือ ต่ำกว่า 20 กิโลจูลต่อโมลและสามารถเกิดการผันกลับของกระบวนการได้ง่าย ซึ่งเป็นข้อดี เพราะสามารถฟื้นฟูสภาพของตัวดูดซับได้ง่ายด้วย สารที่ถูกดูดซับสามารถเกาะอยู่รอบๆ ผิวของสารดูดซับได้หลายชั้น(Multilayer) หรือในแต่ละชั้นของโมเลกุลสารถูกดูดซับจะติดอยู่กับชั้นของ โมเลกุลของสารถูกดูดซับในชั้นก่อนหน้านั้น โดยจำนวนชั้นจะเป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารถูกดูดซับ และจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นที่สูงขึ้นของตัวถูกละลายในสารละลาย

2. การดูดซับทางเคมี [6]

การดูดซับประเภทนี้เกิดขึ้นเมื่อตัวถูกดูดซับกับตัวดูดซับทำปฏิกิริยาเคมีกัน ซึ่งส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของตัวถูกดูดซับเดิม คือมีการทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมหรือกลุ่มอะตอมเดิมแล้วมีการจัดเรียงอะตอมไปเป็นสารประกอบใหม่ขึ้น โดยมีพันธะเคมีซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรงมีพลังงานกระตุ้นเข้ามาเกี่ยวข้องทำให้ความร้อนของการดูดซับมีค่าสูงประมาณ 50-400 กิโลจูลต่อโมล หมายความว่า การกำจัดตัวถูกดูดซับออกจากผิวตัวดูดซับจะทำได้ยาก คือไม่

สามารถเกิดปฏิกิริยาผันกลับได้ (Irreversible) และการดูดซับประเภทนี้จะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer) เท่านั้น ซึ่งการดูดซับทางกายภาพและทางเคมีมีข้อแตกต่างกันหลายอย่าง

2.3.2 การดูดซับโลหะหนักโดยวิธีทางชีวภาพ

โลหะหนักในสิ่งแวดล้อมตามธรรมชาติจะอยู่ในรูปของตะกอนที่ไม่เคลื่อนที่และในสินแร่ นอกจากนี้ ยังมีโลหะหนักที่เกิดจากการกระทำของมนุษย์ เช่น การทำเหมืองแร่ กระบวนการอุตสาหกรรมทำให้เกิดการสะสมของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมบนพื้นโลกและในน้ำ โลหะหนักเหล่านี้ไม่สามารถย่อยสลายทางชีวภาพมลพิษที่เกิดจากการปลดปล่อยของโลหะหนักหากไม่ได้รับการบำบัดที่เหมาะสมแล้ว จะมีผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพอย่างมีนัยสำคัญจากการสะสมในห่วงโซ่อาหาร ดังนั้นจึงต้องมีการกำจัดโลหะหนักออกจากน้ำที่ปนเปื้อน การกำจัดโลหะหนักในน้ำเสียทำได้โดยวิธีทางกายภาพ เคมี และชีวภาพ การใช้สารดูดซับทางชีวภาพเป็นทางเลือกหนึ่งที่มีการนำมาใช้ เทคโนโลยีนี้ประกอบด้วยมวลชีวภาพหลายชนิดที่ใช้เป็นตัวจับโลหะหนักที่ปนเปื้อนในน้ำเสีย สารดูดซับชีวภาพเตรียมจากการนำมวลชีวภาพมาผ่านกระบวนการเพื่อให้มีโครงสร้างคล้ายเม็ดลูกปัดและมีตำแหน่งสำหรับจับโลหะซึ่งโลหะที่ถูกจับไว้สามารถปลดปล่อยออกมาได้โดยใช้สารชะและสารดูดซับชีวภาพ โดยสามารถนำกลับไปใช้ในกระบวนการได้อีก เทคโนโลยีนี้ไม่เพียงแต่มีประสิทธิภาพและมีค่าใช้จ่ายน้อยเท่านั้นแต่ยังเป็นกระบวนการที่เป็นมิตรต่อระบบนิเวศในขณะที่กระบวนการอื่นไม่ประสบผลสำเร็จ

2.3.2.1 หลักการของการดูดซับโลหะหนักโดยวิธีทางกายภาพ

การดูดซับทางชีวภาพ (Biosorption) หมายถึง การดูดซับโลหะหนักด้วยมวลชีวภาพ ซึ่งเป็นการกระทำทางเคมี ฟิสิกส์ ที่เกิดขึ้นระหว่างโลหะหนัก/กลุ่มโลหะหนักที่มีประจุกับเซลล์จุลินทรีย์ เป็นวิธีทางชีวภาพในการควบคุมสิ่งแวดล้อม สามารถนำไปใช้เป็นทางเลือกในการบำบัดน้ำเสียปนเปื้อน มีข้อดีกว่าวิธีดั้งเดิมในด้านค่าใช้จ่าย ประสิทธิภาพ กากตะกอนที่เกิดจากวิธีทางเคมีชีวภาพ การเพิ่มสารอาหาร และสารดูดซับชีวภาพ (Biosorbent) สามารถนำไปผ่านกระบวนการแล้วนำกลับมาใช้ใหม่ได้ และโลหะยังสามารถเอาออกมาจากสารดูดซับนั้นได้

กระบวนการดูดซับทางชีวภาพเกี่ยวข้องกับวัฏภาคของของแข็ง คือ สารดูดซับที่เป็นวัสดุชีวภาพและวัฏภาคของของเหลว (ตัวทำละลายที่ใช้โดยทั่วไปคือ น้ำ) ที่มีกลุ่มของตัวที่จะถูกดูดซับอยู่ สารซอร์เบต (Sorbate) โลหะที่มีประจุ เป็นแรงดูดซับระหว่างสารดูดซับกับกลุ่มของตัวถูกดูดซับที่กระทำต่อกันและยึดติดด้วยกลไกที่แตกต่างกัน กระบวนการดูดซับจะดำเนินต่อเนื่องจนถึงจุดสมดุลระหว่างปริมาณกลุ่มโลหะที่ยึดติดกับสารดูดซับกับส่วนที่เหลืออยู่ในสารละลาย การที่มีโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับในสารละลายมาก แต่ไม่มีตำแหน่งหรือจุดที่จะจับกับอนุภาคของสารดูดซับเป็นการเกิดความไม่สมดุลระหว่างกระบวนการที่สร้างแรงผลักดันสำหรับกลุ่มตัวละลาย (โลหะ) โลหะหนักจะถูกดูดซับอยู่ที่ผิวของมวลชีวภาพ (Biomass) ซึ่งเป็นสารดูดซับชีวภาพซึ่งมีประจุของโลหะอยู่ในสารละลาย (Sorbate) จำนวนมาก การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างสารดูดซับชีวภาพและโลหะหนักที่อยู่ในสารละลายนั้นศึกษาได้จากความจุของสารดูดซับชีวภาพ ซึ่งสามารถอธิบายด้วย Adsorption isotherm ซึ่งเป็นอัตราส่วนระหว่างปริมาณที่ถูกดูดซับกับปริมาณที่เหลืออยู่ในสารละลายนั้นศึกษาได้จากความจุของสารดูดซับชีวภาพ ซึ่งสามารถอธิบายด้วย Adsorption isotherm ซึ่งเป็นอัตราส่วนระหว่างปริมาณที่ถูกดูดซับกับปริมาณที่เหลืออยู่ในสารละลายที่อุณหภูมิคงที่ ณ จุดสมดุลโดยประสิทธิภาพของการดูดซับสามารถอธิบายโดยใช้แบบจำลองของ Freundlich and Langmuir isotherm (Hussein, H. et al., 2004)

2.3.2.2 กลไกที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับโลหะหนักโดยวิธีทางชีวภาพ

โลหะหนักสามารถจับกับจุลินทรีย์หรือจุลินทรีย์ที่มีชีวิตด้วยกลไกต่างๆ กลไกที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับชีวภาพนี้มีการจำแนกโดยใช้เกณฑ์เช่น กลไกที่จัดอยู่บนพื้นฐานเมแทบอลิซึมของเซลล์ จำแนกได้เป็นกลไกที่ขึ้นและไม่ขึ้นกับกระบวนการสร้างและสลาย (Metabolism) หรือกลไกที่อยู่บนพื้นฐานของกลุ่มที่ถูกดูดซับ ซึ่งจัดว่าเป็นการสะสมในเซลล์/การตกตะกอนนอกเซลล์ (intracellular accumulation/extracellular precipitation) การสะสม/การตกตะกอนบนผิวหน้าเซลล์ (cell surface sorption/precipitation) การสะสมภายในเซลล์ (intra cellular accumulation) ไอออนที่ถูกดูดซับจะถูกส่งผ่านเยื่อ (Membrane) เช่นเดียวกับกลไกการรับ-ส่งไอออนของโพแทสเซียม แมกนีเซียมและโซเดียมผ่านเยื่อ (Membrane) การเปลี่ยนแปลงทางเคมีเกิดขึ้นโดยการเร่งปฏิกิริยาด้วยจุลินทรีย์ เช่น การเกิดออกซิไดซ์ การรีดิวซ์การเติม หรือเอาออกของหมู่เมทิล โดยโลหะหนักจะยึดจับกับจุลินทรีย์ด้วยสารเชิงซ้อนนอกเซลล์ (extracellular complexation) ซึ่งกลไกที่เกี่ยวข้องของการดูดซับโลหะหนักโดยวิธีทางชีวภาพ (Alluri, HK., et al., 200) ประกอบด้วย

1. การดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption) เป็นการกระทำทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic interaction) เช่น การดูดซับทางชีวภาพของทองแดงโดยแบคทีเรีย *Zooglyph ramigera* และสาหร่าย *Chorella vulgaris*
2. การแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange) ได้แก่ การดูดซับทางชีวภาพของทองแดงโดยรา *Ganoderma lucidium* และ *Asperigillus niger*
3. การเกิดสารประกอบเชิงซ้อน (Complexation) ได้แก่ การดูดซับทางชีวภาพของทองแดงโดย *Zooglyph ramigera* และ *Chorella vulgaris* ที่เกิดขึ้นโดยการผ่านการดูดซับและการเกิดพันธะโคออร์ดิเนต ระหว่างโลหะกับหมู่อะมิโน (amino) หรือหมู่คาร์บอกซิล (carboxyl) ของผนังเซลล์กลไกที่กล่าวมาแล้วนี้อาจเกิดขึ้นพร้อมๆกันได้

2.4 โลหะฟอสเฟต[2]

โลหะฟอสเฟต เป็นสารที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างหลากหลาย เช่น เป็นสีเคลือบเซรามิกส์ ตัวเร่งปฏิกิริยา สารเคลือบผิวโลหะกันการกัดกร่อน และเป็นปุ๋ยที่มีความสามารถในการปลดปล่อยธาตุอาหารอย่างช้าๆ จึงนับได้ว่าเป็นสารที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

สารโลหะฟอสเฟตมีแหล่งที่มา 2 แหล่ง คือ เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและเกิดขึ้นจากฝีมือมนุษย์ด้วยการสังเคราะห์ขึ้น หน่วยย่อยของฟอสเฟตที่มักพบคือ ออโรฟอสเฟต (PO_4^{3-}) ไฮโดรเจนฟอสเฟต (HPO_4^{2-}) ไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (H_2PO_4^-) ไพโรฟอสเฟต ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$) และไซโคลเตตระฟอสเฟต ($\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$) สำหรับโลหะฟอสเฟตที่เกิดจากการสังเคราะห์ขึ้นจากฝีมือมนุษย์ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นในห้องปฏิบัติการ ซึ่งเป็นที่นิยมมากในปัจจุบัน เพราะสามารถกำหนดให้เกิดโลหะฟอสเฟตในรูปแบบที่ต้องการได้ ซึ่งมีผู้สนใจสังเคราะห์สารในกลุ่มฟอสเฟตในรูปแบบต่างๆมากมาย เช่น ในปีคริสต์ศักราช 2011 มานิต ควงเพ็ญมาตร และคณะได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต (อะลูมิเนียมฟอสเฟต โคบอลต์ฟอสเฟต โครเมียมฟอสเฟต เฟอร์รัส(III)ฟอสเฟต ซิงค์ฟอสเฟต และซิลิกาอะลูมิเนียมฟอสเฟต) ที่ถูกเตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเร่งปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอล เพื่อให้ได้ไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต ตัวเร่งปฏิกิริยาจะถูกวิเคราะห์ด้วย XRD และ Titration ion exchange โดยศึกษาผลอุณหภูมิในการเร่งปฏิกิริยาและชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาต่อค่าร้อยละการแปลงผันเมทานอล และค่าร้อยละการเลือกเกิดของไดเมทิลอีเทอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์เบดนิ่ง ภายใต้ภาวะบรรยากาศ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาจาก 200 ถึง 350 องศาเซลเซียส การเติมซิลิกาลงในตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตทำให้ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยา

เพิ่มขึ้นซึ่งพบว่าชนิดของโลหะของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตมีผลต่อค่าร้อยละการแปลงผันของเมทานอลและความเสถียรของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาอะลูมิเนียมฟอสเฟตมีความเหมาะสมสำหรับปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลที่ทำให้ค่าร้อยละการแปลงผันของเมทานอลสูงที่สุดอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสและมีความเสถียรสูงในกระแสของเมทานอล

เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมโดยกวนสารละลายโลหะไนเตรดกับสารละลายกรดฟอสฟอรัสที่อุณหภูมิ 300 °C และปรับค่า pH ด้วยสารละลายแอมโมเนียได้สารที่เป็นเจลจากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำกลั่นกรองเอาตะกอนไปอบอุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมงแล้วเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะได้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟตแล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) และวิเคราะห์ความเป็นกรดของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการ Titration ion exchange

ปฏิกิริยาการขจัดน้ำของเมทานอลถูกทดสอบในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่งที่มีการไหลของเมทานอลต่อเนื่องโดยเมทานอลที่มีสถานะเป็นของเหลวจะถูกป้อนด้วยปั๊มไซริงค์เข้าไปรวมกับแก๊สไนโตรเจนซึ่งเป็นแก๊สพาและเปลี่ยนสถานะของเมทานอลจากของเหลวให้กลายเป็นไอดีด้วยชุดอุปกรณ์ Vaporizer แก๊สผสมถูกปรับให้มีอัตราส่วนโดยโมลของเมทานอลต่อไนโตรเจนคงที่ที่ 1 ต่อ 4 และมีอัตราการไหลรวมเท่ากับ 60 มิลลิลิตรต่อนาทีโดยมี Weight Hourly Space Velocity, WHSV ของเมทานอลเท่ากับ 2.05 h⁻¹ ความเข้มข้นของเมทานอลและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์แก๊สโครมาโตกราฟี

2.5 เทคนิคการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ

โครงการวิจัยนี้ได้มีการศึกษาลักษณะเฉพาะของนิกเกิลไฟโรฟอสเฟต(Ni₂P₂O₇) ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เทคนิคต่างๆดังต่อไปนี้

2.5.1 Thermogravimetric Analysis (TGA) [7]

TGA เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อนโดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วย เครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือ

ระเหยของน้ำ การตกผลึก (Crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกตัวของวัสดุ (Decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน หรือปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry)

-หลักการและวิธีการวิเคราะห์

ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

-ข้อมูลจำเพาะ (Specifications)

- ช่วงอุณหภูมิ อุณหภูมิห้อง – 1,600°C
- อัตราการให้ความร้อนตั้งแต่ อุณหภูมิห้อง – 1,100°C 10 นาที
- อัตราการทำความเย็น ตั้งแต่ 1,000 – 100°C 25 นาที
- ความถูกต้องของอุณหภูมิ +0.5°C
- ความแม่นยำของอุณหภูมิ +0.3°C

-ความสามารถในการให้บริการวิเคราะห์ทดสอบ

- องค์ประกอบของสาร (Composition)
- เสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability/decomposition)
- ปริมาณสารสัมพันธ์ที่เกิดปฏิกิริยา (Stoichiometry of reaction)
- จลพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา (Kinetics of reactions)
- กระบวนการดูด/คายพลังงาน (Desorption/adsorption processes)
- การระเหย (Evaporation)

-สิ่งที่เครื่องสามารถวิเคราะห์ออกมาได้

- วิเคราะห์ปริมาณสารเติมแต่งในพลาสติกหรือผลิตภัณฑ์พลาสติกสาร Chitosan
- วิเคราะห์ปริมาณน้ำหรือปริมาณตัวทำละลายในสีกาวเป็นต้น

- วิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบต่าง ๆ ของผลิตภัณฑ์ยาง เช่น ปริมาณยาง สารเติมแต่ง เป็นต้น
- ใช้ประยุกต์ในการวิเคราะห์หา Moisture, inorganic residue ในผลิตภัณฑ์ประเภทถ่านหิน

-ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ พลาสติกหรือผลิตภัณฑ์พลาสติก, Chitosan, ยาง, สารอินทรีย์

2.5.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) [8]

Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy มีประโยชน์มากสำหรับการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ ทั้งที่เป็นของแข็ง ของเหลว และแก๊ส FT-IR ได้เข้ามาแทนที่ Dispersive Infrared Spectrometer เมื่อไม่นานมานี้ เพื่อใช้ในงานที่ต้องการความรวดเร็วและความไวสูง นอกจากนี้ยังช่วยให้สามารถวิเคราะห์สารในช่วงที่ Dispersive วิเคราะห์ได้ยากหรือเกือบจะเป็นไปไม่ได้ส่วนประกอบในระบบ FTIR มีส่วนประกอบหลักด้วยกัน 3 ส่วน คือ แหล่งกำเนิดรังสี Interferometer และเครื่องตรวจวัด

FT-IR จะใช้แหล่งกำเนิดรังสีชนิดเดียวกับแบบ Dispersive ใดๆก็ดี แหล่งกำเนิดรังสีที่มีระบบระบายความร้อนด้วยน้ำจะให้กำลังและความเสถียรมากกว่าแหล่งกำเนิดทั่วไป

แต่สำหรับตัวแยกรังสีของ FT-IR จะเป็น Interferometer แทนที่โมโนโครเมเตอร์ใน Dispersive โดย Interferometer จะแยกลำรังสีออก ทำให้เกิด Path difference ระหว่างลำแสง แล้วทำการรวมสัญญาณการแทรกสอดซึ่งเป็นฟังก์ชันกับ Path difference โดยเครื่องตรวจวัด

เครื่องตรวจวัดที่นิยมใช้มากที่สุดสำหรับ FT-IR คือ Deuterated Triglycine Sulfate (DTGS) และ Mercury Cadmium Telluride (MCT) เวลาในการตอบสนองของเครื่องตรวจวัดโดยส่วนใหญ่ที่ใช้ใน Dispersive Infrared Spectrometer เช่น Thermocouple หรือ Thermistor จะช้ากว่าเวลาที่ Interferometer ทำการแสกนมาก DTGS เป็นเครื่องตรวจวัดประเภท Pyroelectric ที่สามารถส่งสัญญาณการตอบสนองได้อย่างรวดเร็ว เพราะอุปกรณ์ตัวนี้ทำการตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ สำหรับ MCT เป็นเครื่องตรวจวัดโพตอนซึ่งขึ้นกับ quantum nature ของรังสี และให้ผลการตอบสนองที่รวดเร็วมก ขณะที่ DTGS ทำงานที่อุณหภูมิห้อง แต่ที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว (77 เคลวิน) MCT จะทำงานได้ดี โดยทั่วไป MCT จะเร็วกว่าและมีความไวมากกว่า DTGS

-หลักการทํางาน

เครื่องมือหลักๆ จะถูกออกแบบมาอย่างง่ายๆ รังสีอินฟราเรดจากแหล่งกำเนิด จะถูกฉายไปยัง Interferometer ซึ่งตัวที่นิยมใช้ คือ Michelson Interferometer ซึ่งประกอบด้วยกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ กระจกที่ตรึงอยู่กับที่ โดยทั้งสองตั้งฉากซึ่งกันและกัน และตัวแยกแสงซึ่งเป็นอุปกรณ์กึ่งสะท้อนแสง โดยส่วนใหญ่ทำมาจากการนำฟิล์มบางของเจอร์มานีเยมวางลงบน KBr ที่ตัวแยกแสง ลำรังสีครึ่งหนึ่งจะทะลุผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่ และอีกครึ่งหนึ่งจะสะท้อนไปยังกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ หลังจากนั้นลำรังสีก็จะสะท้อนจากกระจกกลับมารวมกันที่ตัวแยกแสง เกิดการแทรกสอดขึ้น หลังจากนั้นลำรังสีก็จะผ่านไปยังตัวอย่างและในที่สุดก็จะตกลงบนเครื่องตรวจวัด

Path difference ระหว่างลำรังสีที่ถูกแยกออกเกิดขึ้นจากระยะทางสัมพัทธ์ ระหว่างกระจกทั้งสอง ถ้าแขนยึดกระจกทั้งสองข้างของ Interferometer ยาวเท่ากัน ลำรังสีทั้งสองก็จะเดินทางด้วยระยะทางที่เท่ากัน มีเฟสตรงกัน ทำให้สัญญาณที่ไปถึงเครื่องตรวจวัดมีค่ามากที่สุด เมื่อกระจกเคลื่อนที่เป็นระยะทาง $\lambda / 4$ ระยะทางเดินของรังสีจะเปลี่ยนเป็น $\lambda / 2$ รังสีทั้งสองมีเฟสต่างกัน 180 องศา การแทรกสอดจะอยู่ในตำแหน่งหักล้าง เมื่อเคลื่อนกระจกเป็นระยะทางอีก $\lambda / 4$ ระยะทางเดินของรังสีจะเปลี่ยนเป็น λ รังสีทั้งสองลำจะกลับมามีเฟสตรงกัน

เมื่อกระจกเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่ ความเข้มของสัญญาณที่เครื่องตรวจวัดได้จะมีลักษณะของ Interferogram เป็นรูปคลื่น sine โดยกราฟจะพล็อตระหว่างการตอบสนองที่เครื่องตรวจวัดบันทึกได้และเวลาที่กระจกมีการเคลื่อนที่ ถ้าตัวอย่างเกิดการดูดกลืนรังสีที่ค่าความถี่นี้ ขนาดของแอมพลิจูด จะลดลงโดยสัมพันธ์กับปริมาณของตัวอย่าง หลังจากนั้นใช้ Fourier Transform ซึ่งเป็นฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ในการแปลงผลที่ได้ (ขึ้นกับเวลา) ให้กลายเป็นค่าความเข้มกับความถี่

-การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างหลายๆ ชนิดสามารถให้สเปกตรัมในช่วงอินฟราเรด ไม่ว่าจะเป็นของแข็ง ของเหลว หรือแก๊ส แต่อย่างไรก็ดีมีวัสดุอีกหลายชนิดที่ไม่ยินยอมให้รังสีอินฟราเรดทะลุผ่าน จึงต้องทำการละลายในสารที่ยินยอมให้รังสีทะลุผ่าน นอกจากนี้อาจใช้วิธีการตรวจวัดการสะท้อนหรือการแผ่ของสเปกตรัมจากตัวอย่างเหล่านี้ได้โดยตรง

เซลล์สำหรับใส่ของเหลวได้ถูกนำมาใส่สารละลายตัวอย่างที่เป็นของแข็งซึ่งถูกละลายด้วยตัวทำละลายที่ยินยอมให้รังสีอินฟราเรดทะลุผ่าน โดยตัวทำละลายที่นิยมใช้ ได้แก่

คาร์บอนเตตระคลอไรด์ซึ่งอยู่ในช่วงระหว่าง $4000-1330\text{ cm}^{-1}$ และคาร์บอนไดซัลไฟด์ซึ่งอยู่ในช่วง $1330-625\text{ cm}^{-1}$ สารทั้งสองนี้มีความเป็นพิษสูง ดังนั้นจึงต้องใช้อย่างระมัดระวัง หรืออาจใช้เตตระคลอโรเอทิลีน หรือเมทิลีนคลอไรด์ ซึ่งมีความเป็นพิษน้อยกว่ามาแทนที่คาร์บอนเตตระคลอไรด์ และแทนที่คาร์บอนไดซัลไฟด์ด้วย n-hexane หรือ n-heptane ส่วนสารที่มีขี้ เช่น น้ำ หรือแอลกอฮอล์ จะไม่นิยมนำมาใช้เป็นตัวทำละลายเพราะจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงความยาวคลื่นกลางอย่างรุนแรงและมีปฏิกิริยากับ alkali-metal halides เช่น โซเดียมคลอไรด์ ซึ่งมักจะใช้ทำเซลล์และ window ดังนั้น ตัวอย่างที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายจึงต้องใช้เซลล์ชนิดพิเศษ เช่น BaF_2 , AgCl หรือ KRS-5 (สารผสมระหว่าง แคลเซียมโบรไมด์และแคลเซียมไอโอไดด์) และตรวจวัดด้วย attenuated total reflectance (ATR) accessories

โดยทั่วไปการวิเคราะห์สารละลายที่มีความเข้มข้นประมาณ 0.05-10 เปอร์เซ็นต์ จะใช้เซลล์ที่มีความหนา 0.1-1 มิลลิเมตร ถ้าเป็นสารบริสุทธิ์มักจะใช้เซลล์ที่มีความหนา 0.01-0.025 มิลลิเมตร

แผ่นเกลือที่อยู่บนวัสดุที่ยินยอมให้อินฟราเรดทะลุผ่านถูกนำมาใช้กับตัวอย่างที่เป็นของเหลวที่ระเหยหรือไม่ระเหย โดยแผ่นของโซเดียมคลอไรด์ จะเป็นตัวที่นิยมใช้มากที่สุด โดยเฉพาะสำหรับของเหลวที่ไม่ละลายน้ำ ในขณะที่แผ่นซิลเวอร์คลอไรด์ หรือแบเรียมฟลูออไรด์จะนิยมใช้สำหรับสารละลายหรือตัวอย่างที่มีปฏิกิริยากับ โซเดียมคลอไรด์ ตัวอย่างจะถูกหยดลงระหว่างแผ่นเกลือสองแผ่นจนเกิดเป็นฟิล์มที่มีความหนาประมาณ 0.01 มิลลิเมตร แผ่นเกลือทั้งสองจะติดกันด้วยแรงแคปิลลารีหรือถูกหนีบไว้ด้วย screw-tightened holder หรือยึดไว้ด้วย o-ring supported holder หรืออาจจะใช้วิธีหลอมด้วยอุณหภูมิที่เป็นจุดหลอมเหลวของของแข็งที่มีจุดหลอมเหลวต่ำแล้วหยดลงบนแผ่นเกลือ

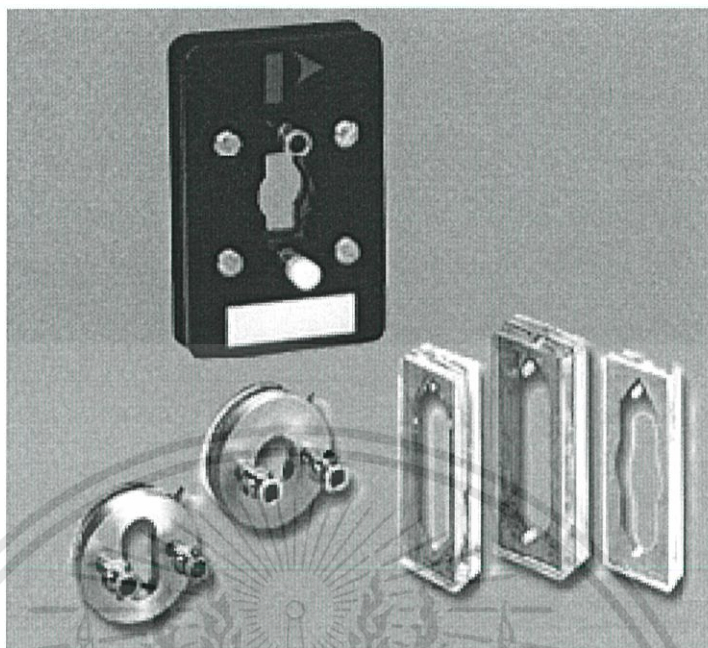
การอัดตัวอย่างเหมาะสมสำหรับตัวอย่างของแข็งที่หลอมเหลวหรือละลายได้ยาก ตัวอย่างปริมาณเล็กน้อย (0.5-1.0 มิลลิกรัม) ผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์แห้ง หรือ alkali halide ชนิดอื่นๆ ประมาณ 100 มิลลิกรัม สารผสมจะถูกอัดลงบนแผ่น transparent disk ที่ความดันสูง เพื่อไม่ให้เกิดผลจากการกระเจิงรังสีตัวอย่างจะต้องมีขนาดไม่เกิน 2 ไมครอน สเปกตรัมที่ได้จากเทคนิคนี้จะอยู่ในช่วงระหว่าง $3450-1640\text{cm}^{-1}$

การบดเป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับตัวอย่างที่เป็นของแข็ง ตัวอย่างประมาณ 1-5 มิลลิกรัมจะถูกบดแล้วทำการหยด mineral oil หรือที่เรียก Nujol หรือสารอื่นๆ เช่น Fluorolube , hexachlorobutadiene ลงไป 1-2 หยด แล้วทำการบดต่อจนเป็นเนื้อเดียวกัน เพื่อที่จะให้ได้แถบสเปกตรัมทั้งหมดจึงต้องใช้สารต่างๆ เหล่านี้หลายชนิดเพราะสารแต่ละตัวจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่มีความยาวคลื่นต่างๆกัน

เซลล์สำหรับใส่แก๊สจะใช้กับตัวอย่างที่เป็นแก๊สหรือของเหลวที่มีจุดเดือดต่ำ เซลล์ประเภทนี้สามารถเพิ่มระยะทางเดินของรังสีจากเพียงไม่กี่เซนติเมตรไปจนถึง 120 เมตร ได้โดยการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยกระจกที่ติดอยู่ตรงปลายของเซลล์เข้าไปซ้ำมา เพื่อให้ได้สเปกตรัมที่เหมาะสมความดันของแก๊สจะขึ้นกับการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างและระยะทางเดินของรังสี โดยทั่วไปค่าความดันจะอยู่ที่ 50ทอร์ ที่ระยะทาง 10เซนติเมตร

-ข้อดีและข้อจำกัด

FTIR ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและมีความไวสูง (โดยส่วนใหญ่จะใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 1-5 นาที) โดยมีอัตราส่วนของสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (signal-to-noise; S/N) ต่ำ อัตรา S/N จะแปรผกผันกับรากที่สองของปริมาณสัญญาณที่ตรวจวัดได้ทั้งหมด ความไวของเครื่องตรวจวัดสามารถเพิ่มขึ้นได้ด้วยการเพิ่ม S/N ร่วมกับการเพิ่มจำนวนรอบของสแกน มีการใช้ circular optical aperture แทนที่ entrance slit ทำให้ลำรังสีมีขนาดมากกว่าแบบ Dispersive ถึง 75-100 เท่า มีกำลังแสงสูงขึ้น เหมาะสำหรับตัวอย่างหรือเทคนิคบางเทคนิคที่มีข้อจำกัดของกำลังแสง นอกจากนี้ FTIR ยังให้ประสิทธิภาพในการแยกสูงรวมทั้งมีความถูกต้องไม่ต่ำกว่า 0.01 cm^{-1} มีกลไกการทำงานที่ง่าย แต่ FTIR มีข้อจำกัดในการเตรียมตัวอย่างบางเทคนิคที่ต้องใช้สารละลายที่อินทรีย์ที่ระเหยง่ายและตัวอย่างจะต้อง active ในช่วงอินฟราเรด นอกจากนี้ เครื่องมือที่ใช้มีราคาค่อนข้างสูงและมีค่าใช้จ่ายในการบำรุงรักษาสูง



รูปที่ 2.1 เซลล์สำหรับใส่ของเหลว [8]

-การประยุกต์ใช้งาน

โดยทั่วไป IR/FTIR นั้นจะใช้ในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ทุกประเภทและสารประกอบอนินทรีย์ บางประเภท รวมถึงหมู่ฟังก์ชันในสารตัวอย่าง เช่น อินทรีย์วัตถุ โลหะ โพลีเมอร์ พลาสติกเรซิน สารเคลือบยา ยาฆ่าแมลง หรือสารปนเปื้อน เป็นต้น โดยทำการจับคู่สเปกตรัมของสารประกอบที่ต้องการเข้ากับสเปกตรัมอ้างอิง IR/FTIR ยังใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างและสัณฐานของไอโซเมอร์ ใช้ในการบ่งบอกองค์ประกอบของสารที่เป็นตัวเกิดปฏิกิริยาหรือใช้ในการศึกษาการเคลื่อนไหวของปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังใช้ในการตรวจสอบปริมาณของสารผสม สารที่ไม่บริสุทธิ์หรือสารที่เติมเข้าไปประมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ และในบางกรณีนั้นสามารถตรวจสอบได้ต่ำถึง 0.01 เปอร์เซ็นต์

2.5.3 X-ray Diffractometer (XRD) [9]

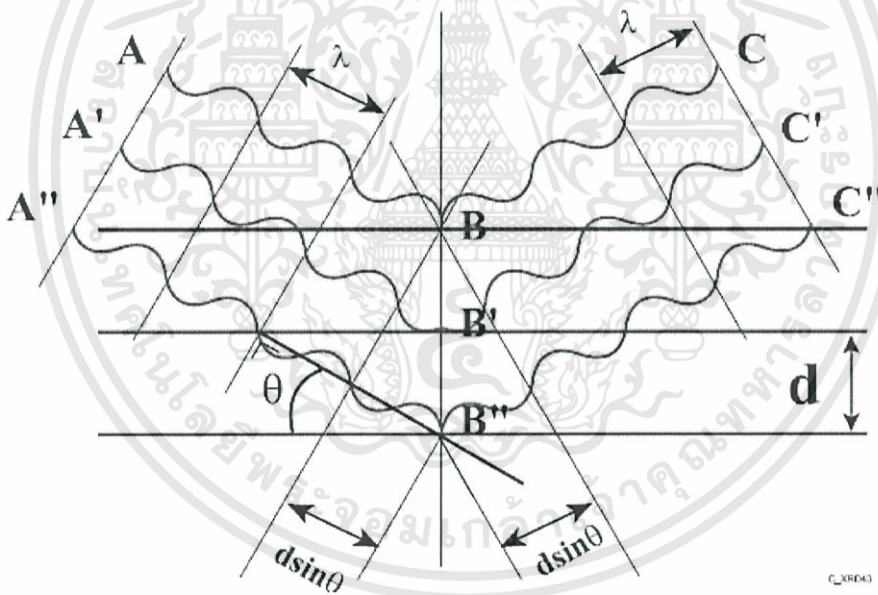
เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง โดย XRD สามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pattern ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับ Pattern การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(X)ได้ ซึ่งจะทำให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆมีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง

-หลักการของการยิงรังสีเอกซ์(X)

ที่ทราบความยาวคลื่น(λ)ไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีหัววัดเป็นตัวรับข้อมูล เนื่ององศาในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(X) จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับ โครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้น ของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย



รูปที่ 2.2 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึก [9]

วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายใน โครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d

ในปี ค.ศ.1912 W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดที่ว่าเมื่อรังสีเอ็กซ์(X)ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ θ รังสีเอ็กซ์(X)บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ(เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน θ เท่ากับมุมตกกระทบ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่างๆถูกเสนอในรูปสมการ Bragg's law ดังสมการที่ 2.2

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.2)$$

สมการที่ 2.2 ใช้ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ยิงผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยจะใช้ Detector รับความเข้มของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆของการทดสอบ

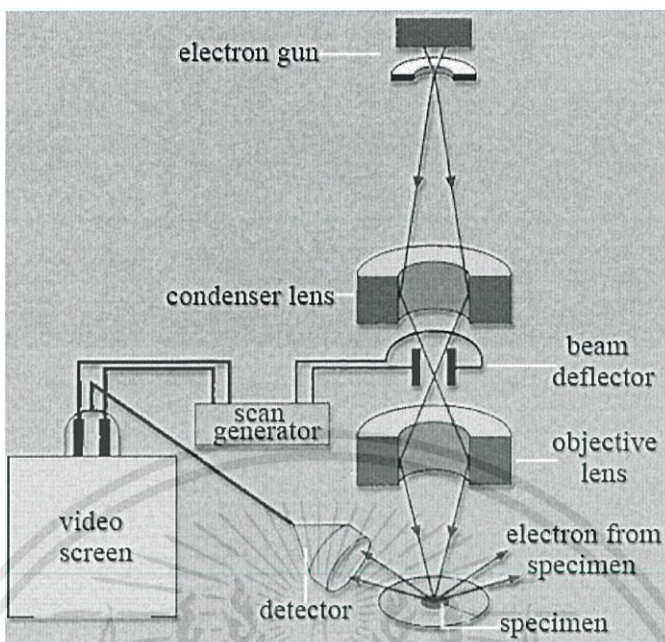
เครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็น powder ได้

- ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็ง ด้านที่ต้องการทดสอบผิวจะต้องเรียบ
- ในกรณีตัวอย่างที่เป็นผง จะต้องมีความละเอียดน้อยกว่า 325 mesh หรือประมาณ 40 micron (ผงละเอียดคล้ายแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี
- ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีความกว้างยาวไม่เกิน 10cm ทั้งนี้พื้นที่ที่จะทำการทดสอบ จะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆประมาณ 10mm เท่านั้น กรณีที่ตัวอย่างมีปริมาณน้อยมากๆ ก็อาจทำการทดสอบได้ โดยทางห้องปฏิบัติการจะใช้แผ่น Zero Background ในการวางตัวอย่างเพื่อทำการทดสอบ
- ในกรณีที่ต้องการทดสอบ Thin Film เพื่อหาความหนาของชั้นฟิล์ม ความหนาของฟิล์มที่เตรียมต้องอยู่ระหว่าง 10nm - 100nm ต่ำกว่า 10nm ผลการทดสอบจะ Error มาก และหากหนาเกิน 100nm จะไม่สามารถคำนวณความหนาได้

ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ก็คือ ไม่สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง เพื่อหาปริมาณ หรือ หางค์ประกอบตัวอย่างที่เป็น Amorphous ได้ เนื่องจากตัวอย่างกลุ่มนี้จะไม่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ แต่เราอาจสามารถให้ XRD คำนวณหาปริมาณของส่วนที่เป็น Amorphous ในตัวอย่าง ว่ามีสัดส่วนกี่ % ได้ โดยใช้การเปรียบเทียบกับปริมาณของสารมาตรฐานที่ทราบค่าแน่นอน

2.5.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)[10]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ electron เป็นแหล่งกำเนิดแสง เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาลักษณะพื้นฐานของวัสดุในระดับจุลภาค ซึ่งเป็นรายละเอียดที่เล็กมาก และเนื่องจากข้อจำกัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงที่มีความยาวคลื่นแสงขนาดใหญ่กว่าลักษณะพื้นฐานบางชนิดที่ต้องการศึกษา และกำลังความสามารถในการแยกชัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงธรรมดามีค่าต่ำ ใช้วัตถุเล็กสุดประมาณ 0.2 ไมโครเมตร และให้กำลังขยายสูงสุดไม่เกิน 3000 เท่า ซึ่งไม่สามารถตรวจสอบรายละเอียดของวัตถุที่มีขนาดเล็กมากๆ ได้ จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูง มีความสามารถในการแยกชัดดี เนื่องจากมีความยาวคลื่นสั้น เพื่อช่วยในการวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานของวัสดุ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีกำลังขยายมากกว่า 3000 เท่า จนถึงระดับมากกว่า 100000 เท่า และสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 100 นาโนเมตร อีกทั้งยังสามารถใช้งานร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์อื่น เช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) และ Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS) ที่เป็นข้อมูลทางเคมี จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน แต่ SEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับเครื่อง TEM (เครื่อง SEM มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร) การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM นี้ตัวอย่างไม่จำเป็นต้องมีขนาดบางเท่ากับเมื่อดูด้วยเครื่อง TEM ก็ได้ (เพราะไม่ได้ตรวจวัดจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง) การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของ ตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาพื้นฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น



รูปที่ 2.3 หลักการทำงานของเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) [10]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีต้นกำเนิดเป็นอิเล็กตรอนแทนแสง โดยต้นกำเนิดอิเล็กตรอนถูกสร้างจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าสูงแก่ขดลวดทั้งสแตนด์ ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากขดลวด จากนั้นอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจะถูกควบคุมทิศทางภายใต้สนามแม่เหล็ก ซึ่งอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็กหรือที่เรียกว่าเลนส์แม่เหล็กทำให้ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้ามากกระทบกับชิ้นงาน เกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนต่อชิ้นงานหลายแบบ เนื่องจากลำอิเล็กตรอนที่วิ่งมากกระทบชิ้นงานมีพลังงานสูง ทำให้อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชิ้นงานมีหลายระดับพลังงาน แบ่งได้เป็น

1. อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชั้นแถบการนำ(Conduction band) หรือแถบพลังงานเวเลนซ์ (Valance band) ซึ่งไม่ต้องใช้พลังงานสูงสามารถหลุดออกจากผิวชิ้นงานได้ง่าย บางครั้งเรียกว่าอิเล็กตรอนอิสระ ซึ่งจะมีช่วงพลังงาน 10 ถึง 50 อิเล็กตรอนโวลต์ อิเล็กตรอนชนิดนี้จะใช้ในการสร้างภาพที่บริเวณพื้นผิวของชิ้นงานสำหรับ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM)

2. อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (Back scattered electron) เป็นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้าชนกับชิ้นงาน โดยสูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วน แล้วเกิดการกระเจิงกลับออกมาจากชิ้นงาน ซึ่งพลังงานของอิเล็กตรอนชนิดนี้จะมีค่า

ตั้งแต่พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิไปจนถึงพลังงานอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ค่าพลังงานต่างๆที่กระเจิงกลับมานั้นจะขึ้นกับเลขมวลอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน ดังนั้นอิเล็กตรอนชนิดนี้จึงสามารถใช้สร้างภาพที่แสดงความแตกต่างของธาตุได้ โดยแสดงในรูปแบบของความเข้ม และความสว่างของภาพที่เกิดขึ้นในแต่ละบริเวณ ใช้ในการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน

3. รังสีเอกซ์(X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นสั้น มีความถี่สูง เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงวิ่งเข้าชนชิ้นงาน ทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่างๆ (K, L, M, ...) ได้รับความพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจร แล้วอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ ทำให้มีการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา ซึ่งสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่ปล่อยออกมานี้สามารถนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยค่าพลังงานนี้จะขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุ ซึ่งจะใช้ห้วงรังสีเอกซ์ (EDS) ในการวิเคราะห์ข้อมูลประกอบกับ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM)

หลักการการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี(condenser lens)เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ(objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ(secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอตระทัศน์ได้เลย

ข้อดีของเครื่อง SEM เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง TEM คือ ภาพโครงสร้างที่เห็นจากเครื่อง SEM จะเป็นภาพลักษณะ 3 มิติ ในขณะที่ภาพจากเครื่อง TEM จะให้ภาพลักษณะ 2 มิติ อีกทั้งวิธีการใช้งานเครื่อง SEM จะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่าเครื่อง TEM มาก

2.5.5 UV-VIS Spectrophotometer (UV-VIS) [11]

UV-VIS Spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่า intensity ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืน โดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้

คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่าเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

ส่วนประกอบของเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

1. แหล่งกำเนิดแสงแหล่งกำเนิดแสงในเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์จะต้องให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่องและคงที่ตลอดเวลา รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอด้วย หลอดกำเนิดแสง มีหลายชนิดตามความยาวคลื่นแสงที่เปล่งออกมา ซึ่งต้องเลือกใช้ให้ถูกต้องเหมาะสมกับของเหลวที่นำมาวัดค่าดูดกลืนแสง ตัวอย่างแหล่งกำเนิดแสง ช่วง UV ใช้หลอด H_2 and D_2 lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ในย่าน 160-380 nm ชนิดของสเปกโตรสโกปี UV molecular absorption และช่วง visible ใช้หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240-2,500 nm ชนิดของสเปกโตรสโกปีเป็นแบบ UV/visible/near-IR molecular absorption

2. Monochromator ส่วนประกอบนี้เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติก ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียว ใช้ฟิลเตอร์(กระจกสี) ปริซึม (prism) หรือ เกรตติง (grating)

3. เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่างเซลล์ที่ใส่สารตัวอย่าง (cell sample) บางครั้งอาจเรียกว่า คิวเวทท์ (cuvettes) รูปแบบที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วธรรมดา จะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะเนื้อแก้วธรรมดาถูกดูดกลืนแสงในช่วงยูวีได้ เซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา และควอร์ตซ์ (quartz) ใช้ได้ทั้งช่วงยูวีและวิสิเบิล

4. Detectorทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้าเครื่องตรวจจับสัญญาณที่ดีต้องมีสภาพไวสูง คือแม้ปริมาณแสงจะเปลี่ยนไปเล็กน้อย ก็สามารถตรวจจับสัญญาณความแตกต่างได้ เครื่องวัดแสงที่ยังนิยมกันอยู่ในปัจจุบันคือ หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube, PMT) และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด (silicon diode detector)

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เมทิลีนบลู หรือ สีย้อม [12] สามารถใช้ได้หลายอย่าง อาทิเช่น สีในกระดาษ การย้อมสีผ้าฝ้าย หรือขนสัตว์ หรือแม้กระทั่งการเคลือบกระดาษ แม้ว่าเมทิลีนบลูจะไม่ได้รับการยอมรับสักเท่าไรเพราะเนื่องจากมีความเป็นพิษมากซึ่งทำให้ส่งผลอันตรายต่อสิ่งมีชีวิต เมื่อมีการสูดดมก็จะทำให้เกิดอาการต่างๆ เช่น อัตรการเต้นของหัวใจผิดปกติ เกิดอาการคลื่นไส้ อาเจียน แต่ถ้ารับในปริมาณที่มากเกินไปก็อาจส่งผลถึงชีวิตได้ โดยการดูดซับถูกเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่น่ามาใช้ในการกำจัดเมทิลีนบลู เพราะใช้ต้นทุนต่ำ สะดวกในการดำเนินการและเหมาะสมกับเมทิลีนบลู แต่ก็ยังพบปัญหาเรื่องค่าใช้จ่ายเกี่ยวกับตัวดูดซับว่ายังมีราคาสูงเกินไป จึงมีการเปลี่ยนตัวดูดซับมาเป็นการดูดซับแบบชีวมวล เช่น การใช้แบคทีเรีย เชื้อรา สาหร่าย และของเสียทางการเกษตร

รวินทร์ สุทธะนนท์ และคณะ (2005) [13] ได้ทำการศึกษาการใช้เกล็ดคัดแปรทำปฏิกิริยากับกรดไนตริก นำมาใช้ไปตัวดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลู ผลการทดลองพบว่า การเพิ่มความเข้มข้นเริ่มต้นและอุณหภูมิสีย้อมเมทิลีนบลูมีผลทำให้ความสามารถในการดูดซับเพิ่มขึ้น ไอโซเทอมของการดูดซับศึกษาจากแบบจำลองแลงเมียร์และฟรุนดลิช พบว่าสอดคล้องกับแบบสมการฟรุนดลิชมากกว่าแลงเมียร์ ในปัจจุบันสิ่งแวดล้อมจากอุตสาหกรรมฟอกย้อม โดยส่วนใหญ่จะเป็นปัญหาในเรื่องน้ำเสีย อากาศเสีย หรือกากของเสียอุตสาหกรรม ปัญหาน้ำเสียเป็นเรื่องที่มีความสำคัญเป็นอย่างมากสำหรับอุตสาหกรรมฟอกย้อมเนื่องจากมีผลกระทบเป็นวงกว้างโดยเฉพาะชุมชนที่อยู่รอบๆ โรงงาน การปล่อยน้ำเสียจากอุตสาหกรรมฟอกย้อมลงสู่แหล่งน้ำสาธารณะโดยไม่มีการบำบัดก่อนทิ้ง จะก่อให้เกิดสีที่น่ารังเกียจของน้ำเสีย นอกจากนั้นสารเคมีที่มีอยู่ในน้ำเสียอาจทำอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตที่อาศัยอยู่ในแหล่งน้ำ โดยการลดความเป็นพิษของน้ำเสียก่อนปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม จึงเป็นแนวทางหนึ่งที่จะลดความขัดแย้งระหว่างโรงงานกับชุมชน โดยรอบ

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. นิกเกิลคาร์บอเนต ($\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2$) Lobachemie (AR)
2. แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) Merck kгаа (ACS)
3. นิกเกิลคลอไรด์ ($\text{Ni(II)Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) Lobachemie (AR)
4. กรดฟอสฟอริก (85 % w/w, H_3PO_4) Mallinckrodt baker (ACS)
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (5.0 M NaOH) Carlo erba reagent (ACS)
6. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
7. สารละลายเมทิลีนบลู (Methylene blue) Fluka analytical

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ชุดเครื่องแก้ว
2. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง (AND) GR-200 บริษัท A&D company ประเทศญี่ปุ่น
3. เครื่องปั่นกวน (Stirrer)
4. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)
5. เครื่องกรองแบบลดความดัน (Ultrafiltration) Model WJ-20 Serial no. 1YS94S บริษัท

SIBATA ประเทศญี่ปุ่น

6. กระดาษกรอง (Filter paper) Whatman No.42 บริษัท Advance Toyo Kaisha, Ltd. ประเทศ

ญี่ปุ่น

7. เตาอบ (Oven) Serial no.8 502.0552 บริษัท MEMMERT ประเทศญี่ปุ่น
8. เตาเผา (Furnance) Controller B 170 บริษัท Nabertherm ประเทศเยอรมัน
9. โถดูดความชื้น (Desiccator)
10. เครื่องอัดเม็ด
11. เครื่องเขย่า
12. เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermo gravimetric Analysis, TGA) บริษัท Perkin Elmer instruments รุ่น Pyris 1
13. เครื่องตรวจวัดสารโดยระบบอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) บริษัท Perkin Elmer model Spectrum GX
14. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD) บริษัท BRUCKER AG รุ่น D8 ADVANCE
15. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) บริษัท LEO รุ่น LEO 1455VP
16. เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-VIS Spectrophotometer) Thermo scientific genesis 10s uv-vis spectrophotometer

3.3 การเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์

3.3.1 การเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน (Precipitation)

มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ชั่งสารตั้งต้นนิกเกิลคลอไรด์ 10.214 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร
2. ใช้แหล่งของฟอสเฟตคือกรดฟอสฟอริกความบริสุทธิ์ 85.0 เปอร์เซ็นต์ปริมาตร 4.210 มิลลิลิตรใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
3. เทสารละลายกรดฟอสฟอริกลงในบีกเกอร์ที่ใส่นิกเกิลคลอไรด์จากนั้นเทน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 250 มิลลิลิตรลงในบีกเกอร์
4. บั่นกวนผสมสารตั้งต้นกับแหล่งของฟอสเฟตในน้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิห้อง
5. ค่อยๆปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ให้เท่ากับ 8 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นทำการบั่นกวนต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
6. ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

7. กรองแยกตะกอนด้วยเครื่องกรองแบบลดความดันและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยวัดค่าการนำไฟฟ้าจากน้ำที่ถูกล้างตะกอนจนมีค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออน

8. อบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

9. เผาของแข็งที่ได้ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำไปบดให้ละเอียดเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.3.2 การเตรียมด้วยวิธีการเผา (Solid combustion)

มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ชั่งสารตั้งต้นนิกเกิลคาร์บอเนต 2.8925 กรัม
2. ใส่วัสดุของฟอสเฟตคือแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 6.0943 กรัม
3. ผสมสารตั้งต้นกับแหล่งของฟอสเฟตให้เป็นเนื้อเดียวกัน
4. นำสารผสมที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำไปบดให้ละเอียดเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.3.3 การทดสอบการดูดซับด้วยสารละลายเมทิลีนบลู

ตอนที่ 1 การสร้างกราฟมาตรฐานสารละลายเมทิลีนบลู

1. เตรียมสารละลายมาตรฐาน (Blank) และสารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้นต่างๆคือ 1 2 3 4 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรปริมาตร 50 มิลลิลิตร
2. ล้างเซลล์ใส่สารตัวอย่างสำหรับเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ด้วยน้ำกลั่น แล้วตามด้วยสารละลายที่ต้องการวัดทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานทั้ง 5 ความเข้มข้น โดยวัดที่ความยาวคลื่น 660 นาโนเมตร
3. บันทึกค่าที่ได้และสร้างกราฟมาตรฐาน โดยแกน y เป็นค่าการดูดกลืนแสง และแกน x เป็นค่าความเข้มข้น

ตอนที่ 2 การดูดซับของสารละลายเมทิลีนบลูบนพื้นผิวนิกเกิลเตตระฟอสเฟต

1. เตรียมสารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้นต่างๆคือ 1 2 3 4 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
2. ชั่งนิกเกิลไฮดรอกไซด์เตตระฟอสเฟตประมาณ 0.1 กรัมใส่ในขวดรูปชมพู่ที่บรรจุสารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้นต่างๆขวดละ 1 ตัวอย่าง
3. ปิดจุกและนำไปเขย่า 45 นาที เพื่อให้เข้าสู่ภาวะสมดุล
4. นำสารละลายในขวดรูปชมพู่ไปกรองแบบลดความดันเพื่อแยกนิกเกิลไฮดรอกไซด์เตตระฟอสเฟตออก
5. นำสารละลายแต่ละขวดไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 660 นาโนเมตรเพื่อหาความเข้มข้นและปริมาณของเมทิลีนบลูที่เหลือในสารละลายภายหลังการดูดซับ

3.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ (Characterization)

3.4.1 วิเคราะห์การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA อาศัยสมบัติเชิงความร้อนของวัสดุต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ โดยใช้การวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งที่มีความไว และละเอียดสูงในสภาวะแวดล้อมที่กำหนดสามารถวิเคราะห์หาจุดหลอมเหลวการสูญเสียน้ำหนักหาสารเจือปนในตัวอย่าง รวมไปถึงการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของตัวอย่าง เมื่อได้รับความร้อนได้อีกด้วย ซึ่งแสดงผลเป็นกราฟการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่ออุณหภูมิ

3.4.2 วิเคราะห์การตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสังเคราะห์

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นสารอินทรีย์และอนินทรีย์ เทคนิคนี้เป็นวิธีการทาง Spectroscopy ชนิดหนึ่งที่ใช้ศึกษาการดูดกลืนแสงของสารย่าน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความถี่ของแสงซึ่งโดยการวิเคราะห์โครงสร้างสารจะอาศัย การดูดกลืนที่แตกต่างกันของแต่ละโมเลกุล ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดที่แตกต่างกันโดยช่วง wavenumber 4000-1500 จะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล นอกจากนี้ยังเป็นช่วง the fingerprint region ซึ่งจะมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงของสารแต่ละตัว

3.4.3 วิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสัณฐาน

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ซึ่งเป็นการตรวจสอบพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง(Non-destructive)

3.4.4 วิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานของสารในระดับจุลภาค

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM อาศัยลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดจากการให้ความร้อนที่ขั้วแคโทด ไปถึงไปยังพื้นที่ผิววัตถุ เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนไปกระตุ้นให้วัตถุเกิดพลังงานมากขึ้น วัตถุจะคายพลังงานออกมาในลักษณะลำแสงอิเล็กตรอน Back Scatter Electron

3.5 วิเคราะห์พฤติกรรมการดูดซับ

3.5.1 วิเคราะห์การดูดกลืนแสง

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-VIS เป็นเครื่องมือที่วัดค่าการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต และวิสิเบิล ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190 – 800 นาโนเมตร ส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน หรือสารอนินทรีย์ ทั้งที่มีสี และไม่มีสี การดูดกลืนแสงของสารต่างๆ เป็นสัดส่วน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยตรง กับความเข้มข้นของสาร จึงสามารถวิเคราะห์ได้ในเชิงคุณภาพ และปริมาณ เป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวที่ดี และใช้กันอย่างแพร่หลาย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในการเตรียมนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต (Nickel Cyclotetraphosphate, $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) โดยวิธีการตกตะกอน(Precipitation) และวิธีการเผาของแข็ง(Solid combustion) ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายและรวดเร็ว ในบทนี้ได้นำเสนอผลการทดลองที่ได้จากการเตรียมนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต (Nickel Cyclotetraphosphate, $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) รวมถึงผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ ได้แก่ สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักโดยอาศัยสมบัติสารทางความร้อน(Thermogravimetric Analysis, TGA) โครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุลด้วยเครื่องตรวจวัดสสารระเหยอินทรีย์และอนินทรีย์ในบรรยากาศด้วยระบบอินฟราเรด(Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์(X-ray Diffract meter, XRD) และการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscopy, SEM) โดยมีรายละเอียดตามลำดับดังต่อไปนี้

4.1 ผลการเตรียม (Synthesis results)

การเตรียมสารสำหรับโครงการวิจัยนี้ เพื่อใช้ในการเตรียมนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต (Nickel Cyclotetraphosphate, $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) โดยใช้วิธีเตรียม 2 วิธี คือ วิธีการเผาของแข็ง(Solid combustion) และวิธีการตกตะกอน(Precipitation) ซึ่งใช้สารเคมีดังตารางที่ 4.1 เมื่อเตรียมแล้วนำมาผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 550 และ 700 องศาเซลเซียสตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้นิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต (Nickel Cyclotetraphosphate, $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$)

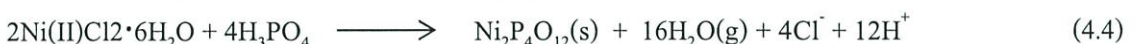
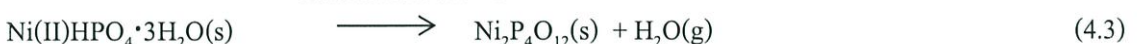
วิธีการเผาของแข็ง(Solid Combustion)



วิธีการตกตะกอน(Precipitation)



Calcination 700°C



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$)

วิธีการสังเคราะห์	สารตั้งต้น	แหล่งฟอสเฟต
Solid combustion	$\text{NiCO}_3 \cdot \text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
Precipitation	$\text{Ni}(\text{II})\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	H_3PO_4

จากการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) สรุปผลที่ได้ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงปริมาณและร้อยละผลผลิต (%yield) ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ฟอสเฟตที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion) และการตกตะกอน (Precipitation)

วิธีการ	ผลิตภัณฑ์	น้ำหนักตาม ทฤษฎี (กรัม)	น้ำหนักที่ได้จริง (กรัม)	% yield
Solid combustion	$\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$	4.9406	4.4380	89.8272
Precipitation	ไม่ได้สารตามที่ต้องการ			

จากตารางที่ 4.2 พบว่าร้อยละผลผลิตของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ฟอสเฟตที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion) มีร้อยละผลผลิตประมาณ 89.8272 ซึ่งอาจเกิดจากขั้นตอนในการทดลองที่ส่งผลให้ร้อยละผลผลิตได้น้อยกว่าในทางทฤษฎีซึ่งในขั้นตอนของการเผาสารนี้จะทำให้เกิดการสูญเสียสารผลิตภัณฑ์ไปมากและนอกจากนี้การควบคุมอุณหภูมิก็มีผลต่อร้อยละของผลผลิตด้วย ส่วนการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน (Precipitation) ในขั้นตอนของการกรองล้างตะกอนนั้นจะต้องล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนโดยวัดค่าการนำไฟฟ้าจากน้ำที่ถูกล้างตะกอนจนมีค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับค่าการนำไฟฟ้าของน้ำปราศจากไอออนซึ่งในขั้นตอนนี้จะทำให้ไม่ได้สารที่ต้องการและนอกจากนี้การควบคุมอุณหภูมิและค่าความเป็นกรด-ด่างก็มีผลต่อด้วย

สำหรับงานวิจัยนี้ทำการเตรียมด้วยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion) เมื่อผสมสารตั้งต้นและแหล่งฟอสเฟตจนเข้ากันแล้วนำมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550°C กลายเป็นสารกลุ่มที่เรียกว่า โลหะไฮดรอกไซด์ฟอสเฟต

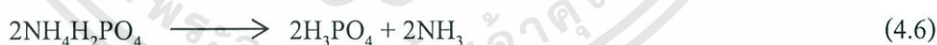
4.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

โดยทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermo gravimetric Analysis(TGA) ตรวจสอบรูปแบบการสั่นของโมเลกุลหรือไอออนที่เป็นองค์ประกอบภายในโครงสร้างด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectrometer(FT-IR) ตรวจสอบและวิเคราะห์โครงสร้างของสารโดยใช้เทคนิค X-ray Diffraction(XRD) และตรวจสอบสัณฐานวิทยาเพื่อดูขนาดอนุภาคเป็นเทคนิคสุดท้ายโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด Scanning Electron Microscope(SEM)

4.2.1 การศึกษาการสลายตัวทางความร้อนโดยเทคนิค Thermo gravimetric Analysis (TGA)

การศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส Thermogravimetric Analysis (TGA) จะทำให้ทราบค่าความเสถียรภาพทางความร้อน และการเปลี่ยนแปลง โครงสร้าง โดยข้อมูลการศึกษาดังกล่าวจะนำมาใช้ในการกำหนดช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์ของ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

ซึ่งมีการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 4 ช่วงคือช่วงที่ 1 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง $50 - 95^\circ\text{C}$ มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.033 ซึ่งน่าจะเกิดจากการสลายตัวของไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตดังสมการ (4.5) และ (4.6)



ช่วงที่ 2 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง $95 - 155^\circ\text{C}$ มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1078 ซึ่งน่าจะมีผลมาจากการสลายตัวของนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ ดังสมการ (4.7)



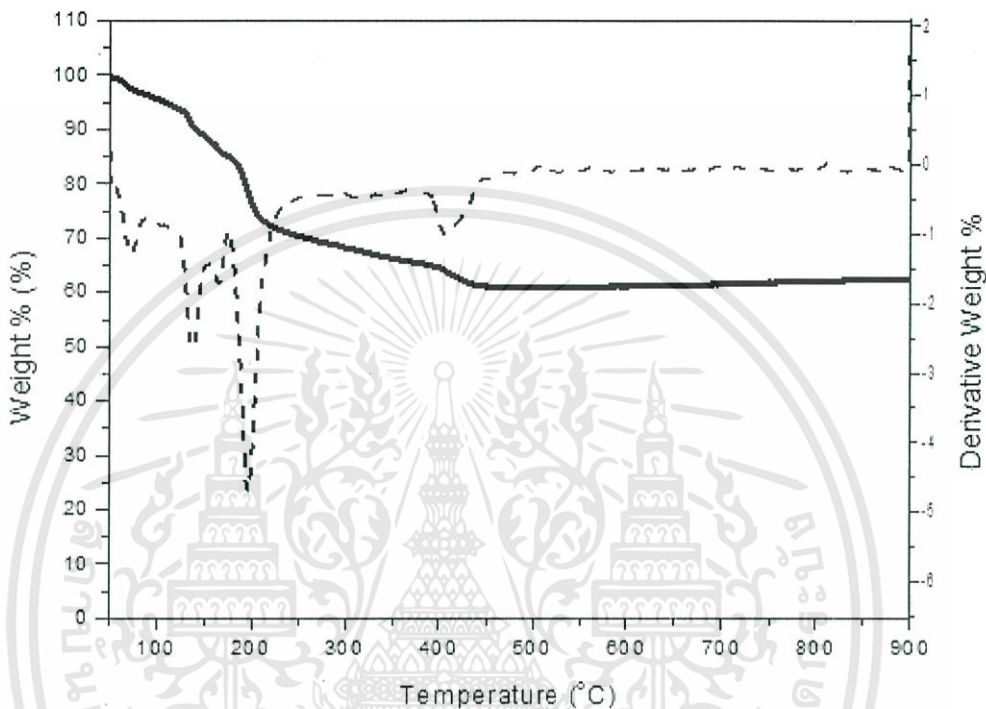
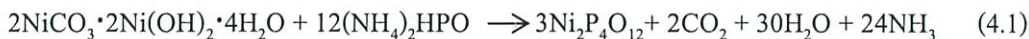
ช่วงที่ 3 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง $155 - 245^\circ\text{C}$ มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1810 ซึ่งน่าจะมีผลมาจากการเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดฟอสฟอริกกับคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้มาจากสมการที่ (4.8)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ช่วงที่ 4 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 245–455°C ซึ่งน่าจะเป็นการเกิด $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ดังสมการ

(4.1)



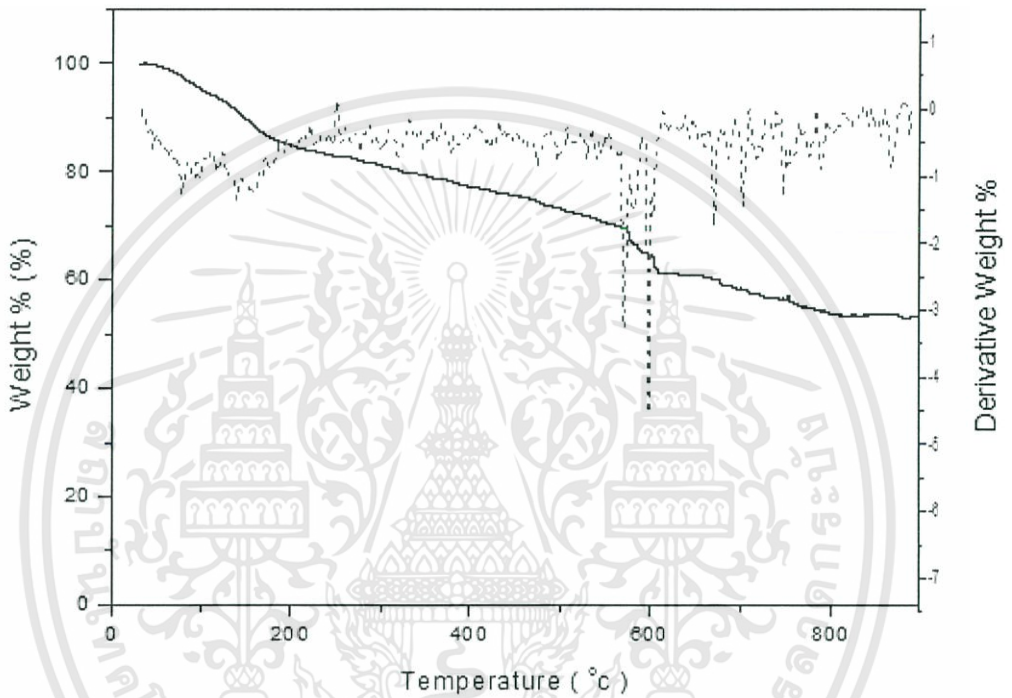
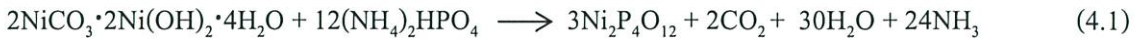
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงการสลายตัวทางความร้อนของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion)

จากรูปที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าช่วงอุณหภูมิ 390–450 °C น่าจะเป็นการเกิด $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ดังนั้นสรุปได้ว่าต้องเผาที่อุณหภูมิ 390-450°C ขึ้นไป จึงจะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$

การศึกษากINETIKทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส

Thermogravimetric Analysis (TGA) จะทำให้ทราบค่าความเสถียรภาพทางความร้อนและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างโดยข้อมูลการศึกษาดังกล่าวจะนำมาใช้ในการกำหนดช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์ของ $\text{Ni(II)Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งมีการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 3 ช่วงคือช่วงที่ 1 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง

10–400 °C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.2312 ซึ่งน่าจะเกิดการ desorption น้ำของผลึก ช่วงที่ 2 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 400–600°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1147 ซึ่งน่าจะเกิดจากการ dehydration ของ $\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ช่วงที่ 3 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 600–900°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1177 ซึ่งน่าจะเป็นการเกิด $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ดังสมการ (4.1)



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงการสลายตัวทางความร้อนของสาร
ที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน (Precipitation)

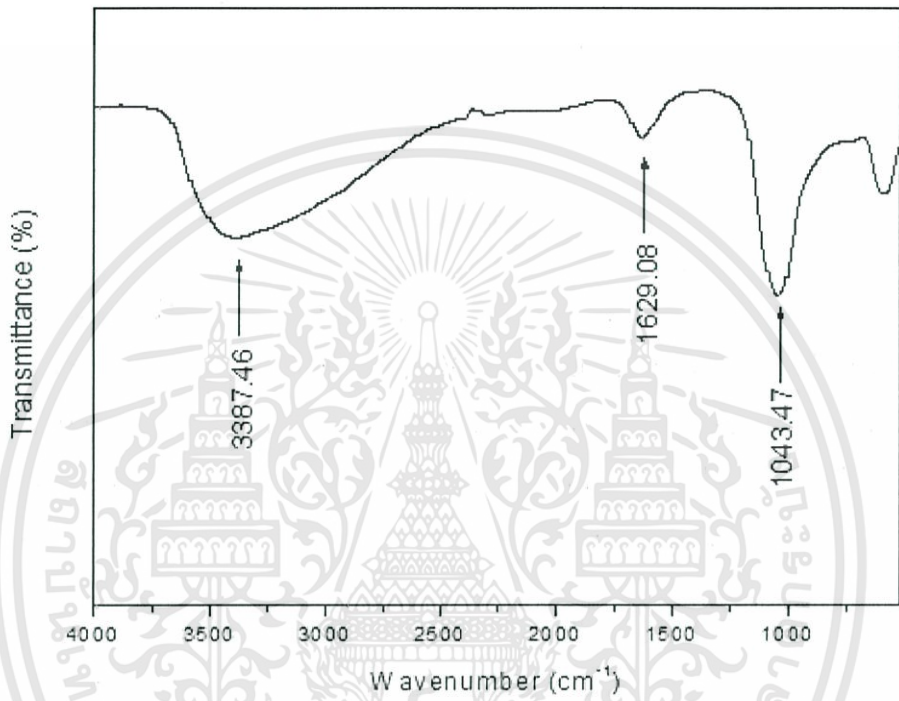
จากรูปที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าช่วงอุณหภูมิ 600–900°C น่าจะเป็นการเกิด $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ดังนั้นสรุปได้ว่าต้องเผาที่อุณหภูมิ 600–900°C ขึ้นไป จึงจะได้ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$

4.2.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสันของสารโดยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)

สเปกตรัม FTIR ของนิกเกิลไซโครเตตระฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่แสดงดังรูปที่ 4.3 แบ่งการจำแนกรูปแบบการสันออกเป็น 2 พื้นฐานการสัน คือ รูปแบบการสัน พื้นฐานของโมเลกุลน้ำ ในโครงผลึก (H_2O) และรูปแบบการสันพื้นฐานของอโทฟอสเฟตแอนไอออน (PO_4^{3-}) ซึ่งจะพบการยึดหด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Stretching) ของโมเลกุลน้ำที่ 3319.35 cm^{-1} แถบคลื่นที่ปรากฏที่เลขคลื่น 1629.08 และ 3387.46 cm^{-1} คือ การยืดหด(Stretching) ของหมู่ไฮดรอกซิล และ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ที่แถบเลขคลื่น 1043.37 เป็นการโค้งงอแบบไม่สมมาตร(asymmetric bending)ของ PO_4^{3-} จากรูปแบบการสั่น ที่แสดงจะพบว่ามียังมีเพียงรูปแบบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในโครงผลึก (H_2O) และรูปแบบการสั่นของอโทฟอสเฟตแอนไอออน (PO_4^{3-}) ซึ่งเป็นรูปแบบการสั่นพื้นฐานของนิกเกิลไฮโดรเจนฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)



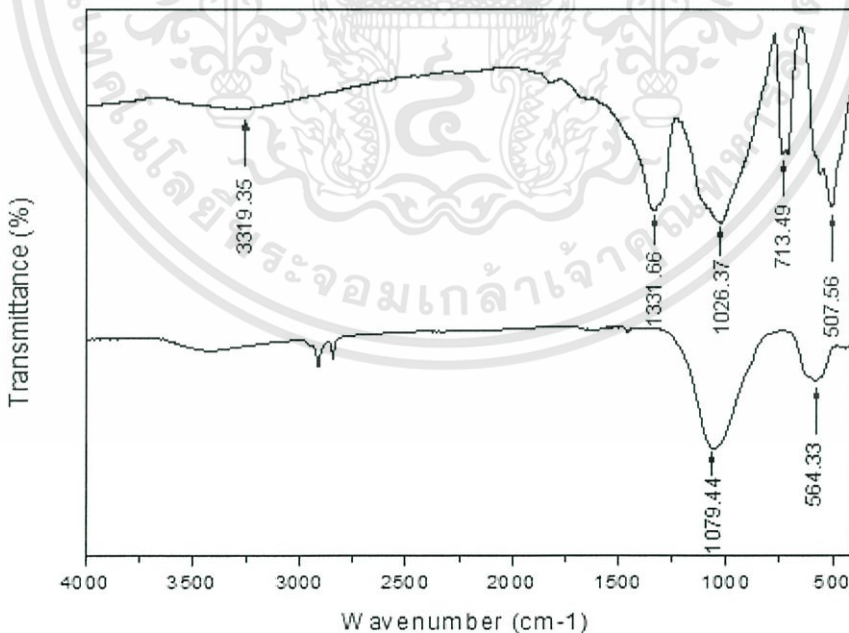
รูปที่ 4.3 สเปกตรา FTIR ของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ซึ่งเตรียมโดยวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion)

ผลการบันทึกสเปกตราของ $\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และนิกเกิลไฮโดรเจนฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) แสดงดังรูปที่ 4.4 นิกเกิลไฮโดรเจนฟอสเฟต($\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) แบ่งรูปแบบการสั่นออกเป็น 2 รูปแบบคือ รูปแบบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำ ในโครงผลึก(H_2O) และรูปแบบการสั่นพื้นฐานของอโทฟอสเฟตแอนไอออน(PO_4^{3-}) ซึ่งแถบการสั่นของโมเลกุลของน้ำ(H_2O) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่น 3 รูปแบบคือ การสั่นแบบยืดหดแบบสมมาตร(symmetric stretching) การสั่นแบบยืดหดแบบไม่สมมาตร(asymmetric stretching) และการสั่นแบบโค้งงอ (Bending) ส่วนรูปแบบการสั่นพื้นฐานของอโทฟอสเฟตแอนไอออน (PO_4^{3-}) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่นคือการยืดหด(Stretching) การยืดหดแบบไม่สมมาตร(asymmetric stretching)ของ PO_4^{3-} การยืดหด(Stretching)ของพันธะ P-OH การโค้งงอแบบไม่สมมาตร(asymmetric bending)ของ PO_4^{3-}

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับรูปแบบการสั่นของนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่มีหน่วยย่อยของโครงสร้างเป็นไฮดรอกไซด์โพสเฟตแอนไอออน ($\text{P}_4\text{O}_{12}^{4-}$) จะแสดงเอกลักษณ์การสั่นคือ การยืดหดแบบไม่สมมาตร (asymmetric stretching) ของ PO_3 และ POP การยืดหดแบบสมมาตร(asymmetric stretching)ของ POP การสั่นแบบโค้งงอ(Bending) ของ PO_3 และการสั่น แบบส่าย(wagging)ของ PO_3

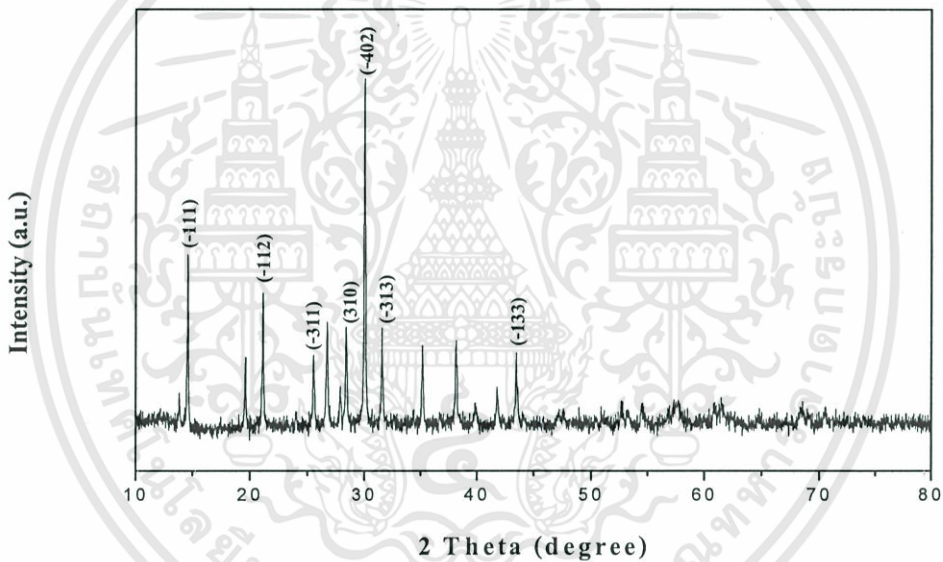
สเปกตรัม FTIR ของนิกเกิลไฮดรเจนโพสเฟต ($\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน ที่แสดงดังรูปที่ 4.4 แบ่งการจำแนกรูปแบบการสั่นออกเป็น 2 พื้นฐานการสั่น คือ รูปแบบการสั่น พื้นฐานของโมเลกุลน้ำ ในโครงผลึก(H_2O) และรูปแบบการสั่นพื้นฐานของอโทโพสเฟตแอนไอออน (PO_4^{3-}) ซึ่งจะพบการยืดหด(Stretching) ของโมเลกุลน้ำที่ 3319.35 cm^{-1} แถบคลื่นที่ปรากฏที่เลขคลื่น 3319.35 cm^{-1} คือการยืดหด(Stretching) ของหมู่ไฮดรอกซิล แถบการดูดกลืนที่เกี่ยวข้องกับการยืดหดแบบไม่สมมาตร(asymmetric stretching) ของ PO_4^{3-} จะแยกออกเป็นสองแถบคือ แถบที่เลขคลื่น 1331.66 cm^{-1} และแถบที่เลขคลื่น 713.49 cm^{-1} แถบเลขคลื่น 507.56 เป็นการยืดหด (Stretching) ของพันธะ P-OH ซึ่งแถบนี้จะหายไปเมื่อเกิดการสลายตัวทางความร้อนไปเป็นนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่แถบเลขคลื่น 1026.37 เป็นการโค้งงอแบบไม่สมมาตร(asymmetric bending)ของ PO_4^{3-} จากรูปแบบการสั่น ที่แสดงจะพบว่าไม่มีเพียงรูปแบบการสั่นพื้นฐานของโมเลกุลน้ำในโครงผลึก (H_2O) และรูปแบบการสั่น ของอโทโพสเฟตแอนไอออน (PO_4^{3-}) ซึ่งเป็นรูปแบบการสั่น พื้นฐานของนิกเกิลไฮดรเจนโพสเฟต ($\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)



รูปที่ 4.4 สเปกตรัม FTIR ของสารซึ่งเตรียมโดยวิธีการวิธีตกตะกอน (Precipitation)

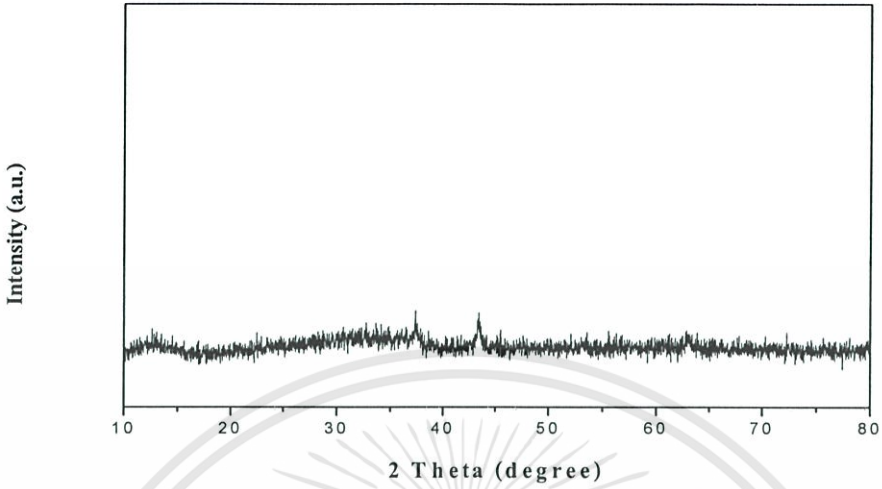
4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสัณฐานด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction technique) เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์ภายในเนื้อวัสดุ เครื่องมือที่ใช้คือเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer) เมื่อนำสารที่เตรียมได้มาวิเคราะห์โครงสร้างเปรียบเทียบกับ XRD Pattern มาตรฐาน พบว่านิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟตที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) มีพีคปรากฏที่ตำแหน่งใกล้เคียงกับตำแหน่งของกราฟมาตรฐาน นิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต (Nickel Cyclotetraphosphate, $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) และสารที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน (Precipitation) พีคที่ปรากฏมีความเข้มต่ำ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกเป็นแบบออสัณฐาน



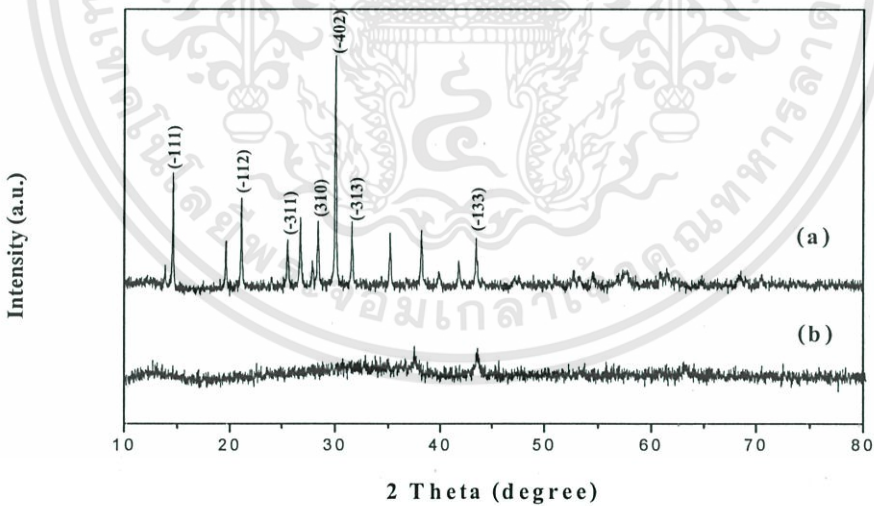
รูปที่ 4.5 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสัณฐานด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) ของนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion)

จากรูปที่ 4.5 โดยจะพบพีคหลัก 2Theta คือ 14.597(-111), 21.108(-112), 25.508(-311), 28.41(310), 30.026(-402), 31.527(-313) และ 43.473(-133) ซึ่งใกล้เคียงกับข้อมูลมาตรฐาน PDF# 862160



รูปที่ 4.6 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐานด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน(Precipitation)

จากรูปที่ 4.6 พิกที่ปรากฏมีค่าความเข้มต่ำ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างผลึกเป็นแบบอสัณฐาน



รูปที่ 4.7 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและอสัณฐานด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD) เปรียบเทียบระหว่าง (a) วิธีการเผาของแข็ง และ (b) วิธีการตกตะกอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.7 แสดงการเปรียบเทียบพีคระหว่างนิกเกิลไฮดรอกไซด์และโคบอลต์ไฮดรอกไซด์จากวิธีการเผา (a) และสารที่ได้จากวิธีการตกตะกอน(b) ซึ่งไม่เหมือนกันเพราะว่ารูป (b) เป็นออสซิลเลชัน

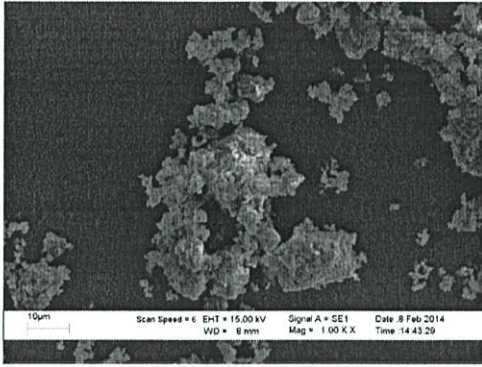
เมื่อนำผลที่ได้มาคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์และคำนวณหาค่า Crystallite size นิกเกิลไฮดรอกไซด์และโคบอลต์ไฮดรอกไซด์($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการเผาของแข็งขนาดของผลึกจะมีค่าเท่ากับ 82.7375 ± 15.6839 นาโนเมตร

ตารางที่ 4.3 ผลการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของสารที่เตรียมได้หลังการเผา

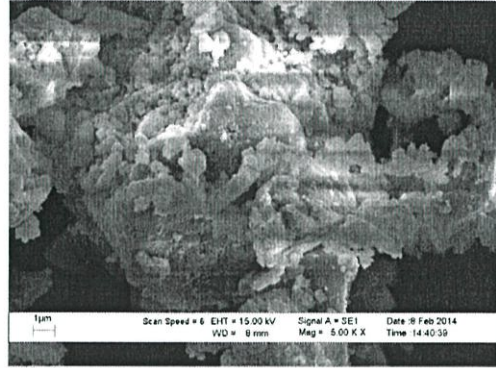
Methods	Systems	a (nm)	b (nm)	c (nm)	β (deg.)	Average crystallite size \pm S.D. (nm)
Combustion	PDF#86-2160	11.61	8.218	9.826	118.46	
	This work	11.62	8.229	9.829	118.47	82.7375 ± 15.6839
	DIF This work-PDF	0.01	0.009	0.003	0.01	

4.2.4 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานของสารในระดับจุลภาค (SEM)

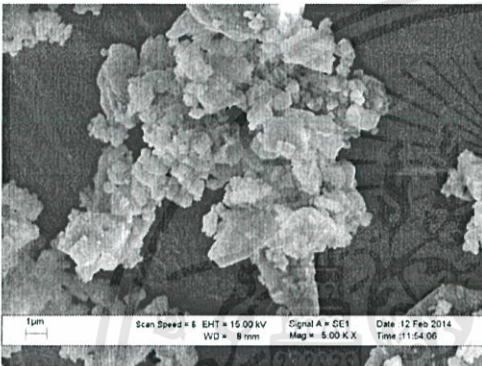
นำสารที่เตรียมได้มาทำการตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยทำการตรวจสอบลักษณะพบว่าได้ผลดังรูป



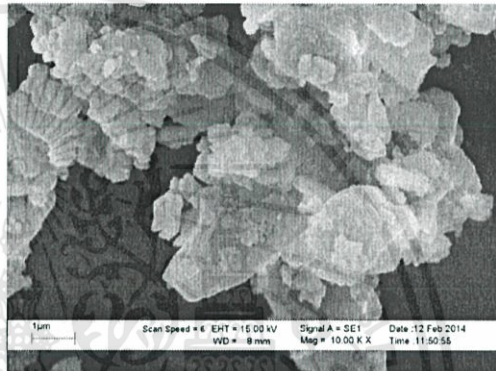
(a)



(b)



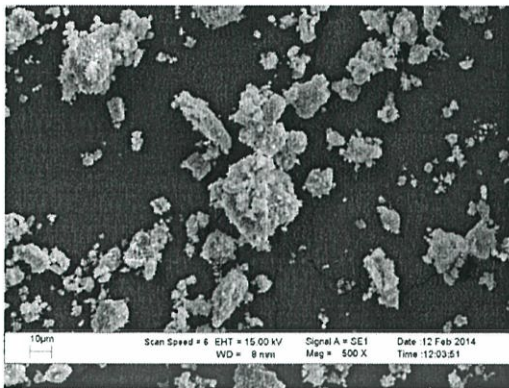
(c)



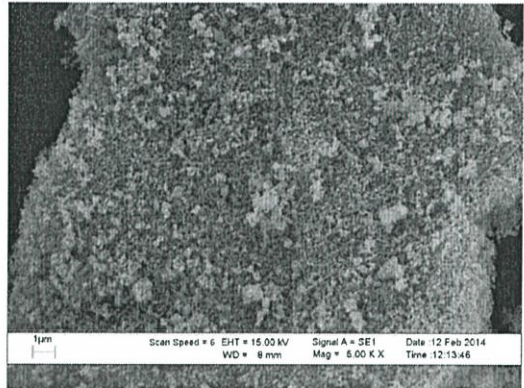
(d)

รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) (a) กำลังขยาย 1000 เท่า (b) กำลังขยาย 5000 เท่า (c) กำลังขยาย 5000 เท่า (d) กำลังขยาย 10000 เท่า

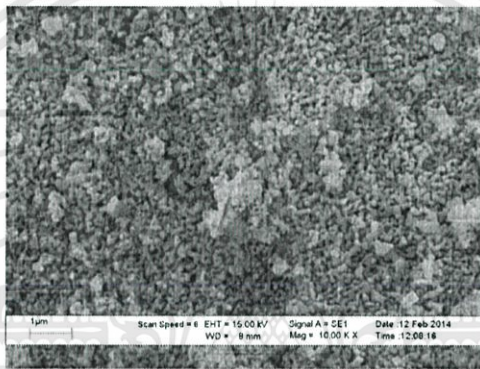
จากรูปที่ 4.8 พบว่ารูปร่างสัณฐานวิทยาของนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) มีลักษณะเป็นผลึกกระจายอยู่อย่างไม่เป็นระเบียบและมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน



(a)



(b)



(c)

รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของสารที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน (Precipitation)

(a) กำลังขยาย 500 เท่า (b) กำลังขยาย 5000 เท่า (c) กำลังขยาย 10000 เท่า

จากรูปที่ 4.9 พบว่ารูปร่างสัณฐานวิทยาของสารที่เตรียมจากวิธีการตกตะกอน (Precipitation) มีลักษณะเป็นอนุภาคขนาดเล็กจับตัวกันและไม่เป็นผลึก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.5 ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการดูดซับ (Analysis of adsorption behavior)

4.2.5.1 การวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-VIS)

การศึกษาการดูดกลืนแสงของสารละลายเมทิลีนบลูด้วยนิกเกิลไซโคลเตตระฟอสเฟต ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer โดยมีน้ำกลั่นเป็นตัวเปรียบเทียบ (Blank) ใช้ค่าความยาวคลื่นเท่ากับ 660 นาโนเมตร

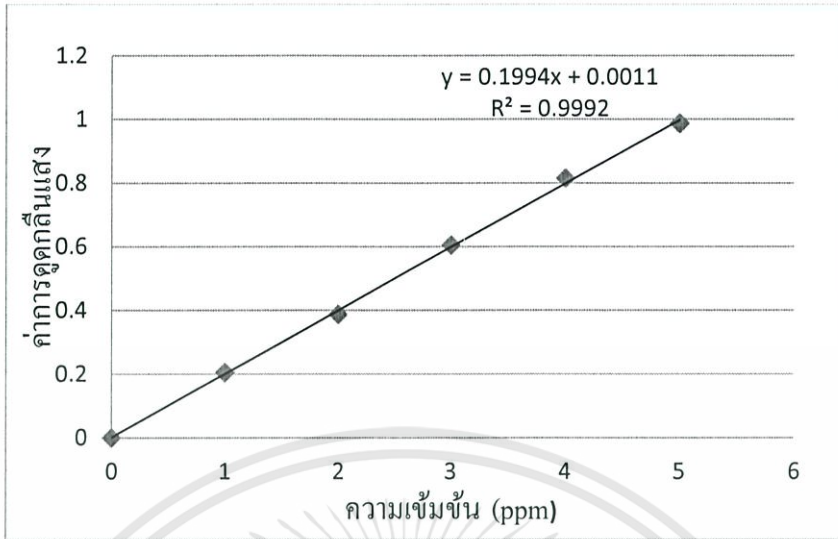
4.2.5.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน (Standard Calibration Curve)

กราฟมาตรฐานเป็นการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายเมทิลีนบลูความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงจะมีลักษณะเป็นเส้นตรงการเตรียมกราฟมาตรฐานมีขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมสารละลายเมทิลีนบลู เข้มข้น 100 ppm ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดวัดปริมาตร 100 ml
2. นำสารละลายเมทิลีนบลูที่เตรียมได้ไปเปิดตามความเข้มข้นดังต่อไปนี้ 0.5 , 1 , 1.5 , 2 , 2.5 ml และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น
3. นำสารละลายที่เตรียมได้ไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer โดยใช้ความยาวคลื่น 660 nm

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่ความเข้มข้นต่างๆของเมทิลีนบลู

ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง (Abs)
0	0.000
1	0.205
2	0.378
3	0.605
4	0.814
5	0.987



รูปที่ 4.10 กราฟมาตรฐานของสารละลายเมทิลีนบลู

4.2.5.3 ผลการศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับเมทิลีนบลู

การศึกษาการดูดซับของสารละลายเมทิลีนบลูบนพื้นผิวนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส มีขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมสารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้นต่างๆคือ 1, 2, 3, 4 และ 5 ppm ปริมาตร 100 มิลลิลิตร
2. ชั่งนิกเกิลไฮดรอกไซด์ประมาณ 0.1 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ที่บรรจุสารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้นต่างๆขวดละ 1 ตัวอย่าง
3. ปิดจุกและนำไปเขย่า 1 ชั่วโมงเพื่อให้เข้าสู่ภาวะสมดุล
4. สารละลายในขวดรูปชมพู่ไปกรองแบบลดความดันเพื่อแยกนิกเกิลไฮดรอกไซด์ออก
5. นำสารละลายแต่ละขวดไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 660 นาโนเมตร เพื่อหาความเข้มข้นและปริมาณของเมทิลีนบลูที่เหลือในสารละลายภายหลังการดูดซับ

ตารางที่ 4.5 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายเมธิลินบลู

ขวดที่	ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง (Abs)
1	1	0.408
2	2	0.8204
3	3	1.2535
4	4	1.795
5	5	2.741

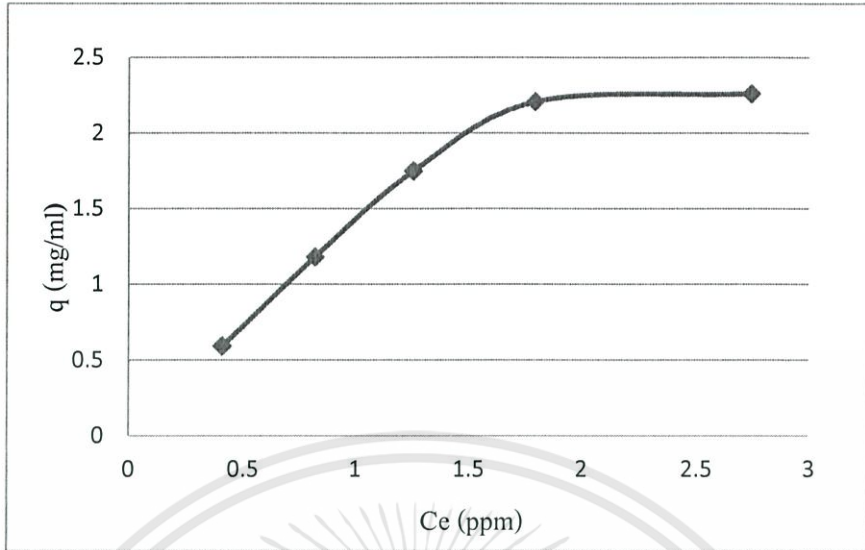
4.2.5.4 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

จากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับของเมธิลินบลู โดยใช้ $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ เป็นตัวดูดซับ เมื่อนำข้อมูลที่ได้จากการดูดซับทำการศึกษาไอโซเทอรัมของการดูดซับ โดยสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง q_e กับ C_e และสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\log q_e$ กับ $\log C_e$ สำหรับไอโซเทอรัมการดูดซับแบบแลงเมียร์ ค่าตัวแปรต่างๆที่นำมาใช้ แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ข้อมูลจากการคำนวณไอโซเทอรัมของการดูดซับเมธิลินบลูบน $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$

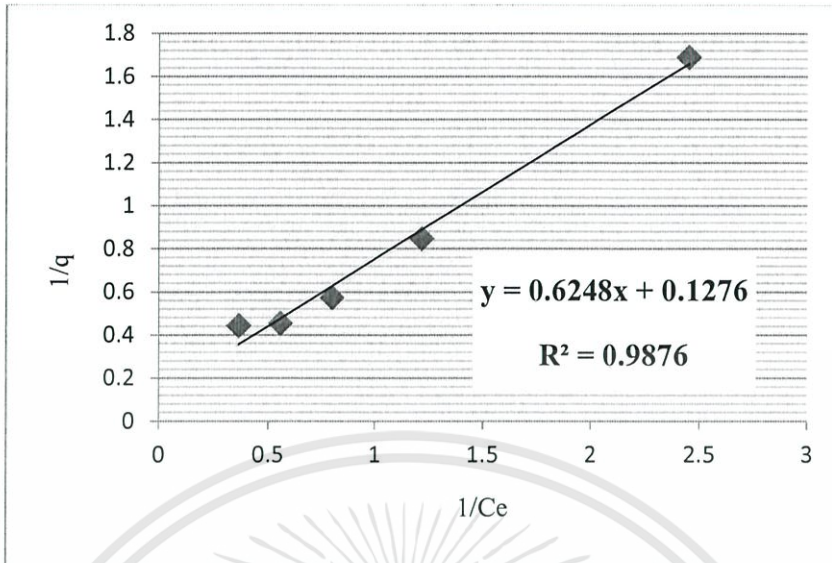
ความเข้มข้นก่อนดูดซับ ; C_0 (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ ; C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ ; q (mg/g)	$\log C_e$	$\log q_e$
1	0.408	0.592	-0.38934	-0.2276783
2	0.8204	1.1796	-0.08597	0.07173476
3	1.2535	1.7465	0.098124	0.24216859
4	1.795	2.205	0.254064	0.34340859
5	2.741	2.259	0.437909	0.35391623

ซึ่งจากข้อมูลดังตารางที่ 4.6 สามารถนำมาสร้างกราฟไอโซเทอมได้ดังนี้



รูปที่ 4.11 ไอโซเทอมการดูดซับของสารละลายเมทิลีนบลูแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง q กับ Ce

จากรูปที่ 4.11 พบว่าการดูดซับเมทิลีนบลูของ $Ni_2P_4O_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) เริ่มแรกจะมีค่าการดูดซับมากขึ้นเรื่อยๆ จนเมื่อพื้นที่ผิวของ $Ni_2P_4O_{12}$ เต็มไปด้วยเมทิลีนบลูแล้วก็จะไม่สามารถดูดซับได้อีก ทำให้ช่วงท้ายของกราฟการดูดซับมีลักษณะคงที่ จากแนวโน้มการดูดซับที่ปรากฏนี้ทำให้ทราบได้ว่า $Ni_2P_4O_{12}$ ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) มีการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer) ซึ่งมี %Adsorption เท่ากับ 55.34%



รูปที่ 4.12 ไอโซเทอมการดูดซับของสารละลายเมทิลีนบลูแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $1/q$ กับ $1/C_e$ ของสารที่เตรียมจากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion)

จากรูปที่ 4.12 จะเห็นว่าแนวโน้มไอโซเทอมการดูดซับที่ได้สอดคล้องกับไอโซเทอมของแลงเมียร์และพบว่าจะมีค่าความถดถอย (R^2) เท่ากับ 0.9876 ค่าพารามิเตอร์ของไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ซึ่งได้แก่ ค่า k_L และ q_m จะมีค่าเท่ากับ 0.2037 มิลลิกรัมต่อลิตรและ 7.8369 มิลลิกรัมของตัวถูกดูดซับต่อกรัมของตัวดูดซับ ตามลำดับ

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากการทดลองในการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟตโดยใช้เทคนิคการเผาของแข็ง (Solid combustion) และการตกตะกอน (Precipitation) ได้ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนจากนั้นนำมาตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารที่เตรียมได้ด้วยการตรวจสอบโหมมการสันของโมเลกุลหรือไอออนด้วยเทคนิคฟูเรียทรานสฟอร์มเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และวิเคราะห์ทางด้านสัณฐานวิทยา รวมทั้งศึกษาการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูสามารถสรุปผลการทดลองโดยมีรายละเอียดตามลำดับต่อไปนี้

5.1 สรุปผลการเตรียม (Synthesis results)

จากการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์โพสเฟต($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid combustion) โดยใช้แหล่งสารตั้งต้นจาก $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ และใช้แหล่งฟอสเฟตจาก $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ เตรียมที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ได้ %yield = 89.8272 และจากวิธีการตกตะกอน (Precipitation) ไม่ได้สารที่ต้องการ

5.2 สรุปผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคต่างๆ (Characteristic materials and Identification method)

5.2.1 ผลการตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อน(TGA)

การศึกษาดูพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส Thermogravimetric Analysis (TGA) จะทำให้ทราบค่าความเสถียรภาพทางความร้อนและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างโดยข้อมูลการศึกษาดังกล่าวจะนำมาใช้ในการกำหนดช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์ของ $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งมีการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 4 ช่วงคือช่วงที่ 1 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 50–95°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.0330 ซึ่งน่าจะเกิดจากการสลายตัวของได

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟตช่วงที่ 2 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 125–150°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1078 ซึ่งน่าจะมีผลมาจากการ สลายตัวของนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์ช่วงที่ 3 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 185–240 °C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1810 ซึ่งน่าจะมีผลมาจากการเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรดฟอสฟอริกกับคอปเปอร์ออกไซด์ ช่วงที่ 4 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 390 – 450 °Cซึ่งน่าจะเป็นการเกิด $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$

ช่วงอุณหภูมิในการแคลไซน์ของ $\text{Ni(II)Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ซึ่งมีการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 3 ช่วงคือช่วงที่ 1 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 10–400°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.2312 ซึ่งน่าจะเกิดการ desorption น้ำของผลึก ช่วงที่ 2 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 400–600°C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1147 ซึ่งน่าจะเกิดจากการ dehydration ของ $\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ช่วงที่ 3 เกิดที่อุณหภูมิระหว่าง 600–900 °C มีการสูญเสียน้ำหนักประมาณร้อยละ 0.1177 ซึ่งน่าจะเป็นการเกิด $\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$

5.2.2 ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์พื้นฐานของการสั่นของสาร (FT-IR)

ผลการบันทึกสเปกตรัมของ $\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ และนิกเกิลไฮดรอเทรฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) พบว่าสเปกตรัม FTIR ของนิกเกิลไฮดรอเทรฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน มีการยืดหด (Stretching) ของโมเลกุลน้ำที่ 3319.35 cm^{-1} โดยแถบคลื่นที่ปรากฏที่เลขคลื่น 3319.35 cm^{-1} คือการยืดหด (Stretching) ของหมู่ไฮดรอกซิล ส่วนแถบการคูดคลื่นที่เกี่ยวข้องกับการยืดหดแบบไม่สมมาตร (asymmetric stretching) ของ PO_4^{3-} จะแยกออกเป็นสองแถบคือ แถบที่เลขคลื่น 1331.66 cm^{-1} แถบที่เลขคลื่น 713.49 cm^{-1} และแถบเลขคลื่น 507.56 เป็นการยืดหด (Stretching) ของพันธะ P-OH ซึ่ง แถบบนจะหายไปเมื่อเกิดการสลายตัวทางความร้อนไปเป็นนิกเกิลไฮดรอเทรฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่แถบเลขคลื่น 1026.37 เป็นการโค้งงอแบบไม่สมมาตร (asymmetric bending) ของ PO_4^{3-}

ส่วนของนิกเกิลไฮดรอเทรฟอสเฟต ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีเผา พบการยืดหด (Stretching) ของโมเลกุลน้ำที่ 3319.35 cm^{-1} แถบคลื่นที่ปรากฏที่เลขคลื่น 1629.08 และ 3387.46 cm^{-1} คือการยืดหด (Stretching) ของหมู่ไฮดรอกซิล และ ($\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$) ที่แถบเลขคลื่น 1043.37 เป็นการโค้งงอแบบไม่สมมาตร (asymmetric bending) ของ PO_4^{3-}

5.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสันฐาน (XRD)

การวิเคราะห์ลักษณะผลึกและออสันฐาน เป็นเทคนิคที่อาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์ภายในเนื้อวัสดุ เมื่อนำสารที่เตรียมได้มาวิเคราะห์โครงสร้างเปรียบเทียบกับ XRD Pattern มาตรฐาน พบว่า นิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) มีพีคปรากฏที่ตำแหน่งใกล้เคียงกับตำแหน่งของกราฟมาตรฐาน นิกเกิลไฮดรอกไซด์ (Ni₂P₄O₁₂) ทำให้ยืนยันได้ว่าสามารถเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์ (Ni₂P₄O₁₂) ได้ โดยมีค่า Crystallite size เท่ากับ 82.7375 ± 15.6839 นาโนเมตร และสารที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน พีคที่ปรากฏมีค่าความเข้มต่ำ บ่งบอกถึงความเป็นออสันฐานสูง จึงไม่สามารถคำนวณค่า Crystallite size ได้

5.2.4 ผลการวิเคราะห์ลักษณะออสันฐานของสารในระดับจุลภาค (SEM)

จากการวิเคราะห์ทางด้านออสันฐานของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ (Ni₂P₄O₁₂) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด อนุภาคของนิกเกิลไฮดรอกไซด์ (Ni₂P₄O₁₂) มีเกรนลักษณะเป็นผลึกกระจายอยู่อย่างไม่เป็นระเบียบและมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน

5.2.5 ผลการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลู

จากการทดลองการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูด้วยนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion) มีการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer) ซึ่งมี %Adsorption เท่ากับ 55.34 ซึ่งจากกราฟที่อธิบายถึงสมการไอโซเทอมของการดูดซับของแลงเมียร์ซึ่งใช้สำหรับอธิบายการดูดซับแบบชั้นเดียว ค่าพารามิเตอร์ของไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ซึ่งได้แก่ ค่า k_L และ q_m จะมีค่าเท่ากับ 0.2037 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 7.8369 มิลลิกรัมของตัวถูกดูดซับต่อกรัมของตัวดูดซับ ตามลำดับดังนั้นจะได้แบบจำลองสมการของไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ ดังนี้ดังสมการที่ 5.1

$$q = \frac{1.5964Ce}{1+0.2037Ce} \quad (5.1)$$

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. การเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์โคเลตตระฟอสเฟต ด้วยวิธีการตกตะกอน หากเพิ่มอุณหภูมิการเผาให้สูงขึ้นอาจจะได้นิกเกิลไฮดรอกไซด์โคเลตตระฟอสเฟตที่ต้องการ
2. ศึกษาการเตรียมนิกเกิลไฮดรอกไซด์โคเลตตระฟอสเฟต ด้วยวิธีการอื่นเพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้กับงานวิจัยนี้
3. ศึกษาเพิ่มเติมเพื่อหาอัตราส่วนโดยโมลระหว่างสารตั้งต้นและแหล่งฟอสเฟตที่เหมาะสมเพื่อให้ได้เปอร์เซ็นต์ผลผลิตสูงสุด
4. ทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์นิกเกิลไฮดรอกไซด์โคเลตตระฟอสเฟตที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) เพื่อที่จะได้ทราบถึงขนาดและรูปร่างอนุภาคได้อย่างชัดเจน

เอกสารอ้างอิง

- [1] อัญชุตี เลิศสงคราม. กรกฎาคม - กันยายน 2554. “การดูดซับโลหะหนักโดยวิธีทางชีวภาพ1”. วารสารเพื่อการวิจัยและพัฒนาองค์การเภสัชกรรม,18(3) : 17-22.
- [2] มานิตย์ดวงเพ็ญมาต, สุรธานีเนรมิตตคพงศ์และอาทิตย์เนรมิตตคพงศ์. 10-11 พฤศจิกายน 2554.“การเปลี่ยนเมทานอลเป็นไดเมทิลอีเทอร์บนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะฟอสเฟต”. การประชุมวิชาการนานาชาติวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย, ครั้งที่ 21 : Cr003-5
- [3] [online].Available; e-book.ram.edu/e-book/c/CM334/CM334-1.pdf
- [4] [online].Available; <http://www.doctor.or.th/node/4102>
- [5] [online].Available; <http://pradthana.wordpress.com>
- [6] [online].Available; <http://siweb.dss.go.th/spack/fulltext/IR2.pdf>
- [7] [online].Available; http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=569
- [8] [online].Available; <http://cste.sut.ac.th/articles/?p=294>
- [9] [online].Available; <http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/x-ray-analysis-instrument-menu/item/87C-xrd.html>
- [10] [online].Available; <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/218-scanning-eletron-microscopysem-.html>
- [11] [online].Available; <http://glasswarechemical.com/scientific-instrument/%E0%B8%AB%E0%B8%A5%E0%B8%B1%E0%B8%81%E0%B8%81%E0%B8%B2%E0%B8%A3-uv-vis-spectrophotometer/>
- [12] Feifei Liu, ShaoxiangTeng, Ruihong Song andShuguang Wang. “Adsorption of methylene blue on anaerobic granular sludge: Effec of functional groups”. Journal homepage: www.elsevier.com/locate/desalDesalination 263 (2010) 11–17.
- [13] RawinSuttanan and KowitPiyamongkala.“Kinetic and Thermodynamic Adsorption of Methylene Blueby Modified Rice Husk”.The Journal of KMUTNB :21 (2011) 337-348



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

วิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion)

1.1. คำนวณมวลโมเลกุลของสาร

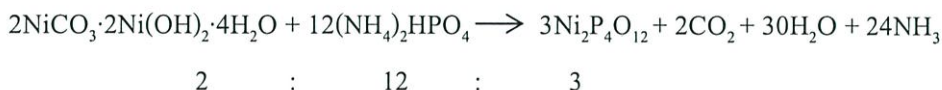
$\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	376.0700	กรัม/โมล
$(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{HPO}_4$	132.0600	กรัม/โมล
$\text{Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$	433.3868	กรัม/โมล

1.2. คำนวณหาตัวกำหนดปริมาณ

- $\text{NiCO}_3 \cdot 2\text{Ni(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 2 โมล			
จาก	n	=	$\frac{\text{g}}{Mw}$
	n	=	$\frac{2.8925}{376.0700 \times 2}$
	n	=	0.0038 โมล
∴ โมลของนิกเกิลคาร์บอเนตไฮดรอกไซด์	=		0.0038 โมล
- $(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{HPO}_4$ 12 โมล			
จาก	n	=	$\frac{\text{g}}{Mw}$
	n	=	$\frac{6.0943}{132.0600 \times 12}$
	n	=	0.0038 โมล
∴ โมลของไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนออร์โทฟอสเฟต	=		0.0038 โมล

1.3. คำนวณร้อยละผลผลิตผลผลิตของนิกเกิลไฮดรอกไซด์อะซิเตตอะซิเตต

- คำนวณหา theoretical yield



$$\begin{aligned} \text{จะเกิด Ni}_2\text{P}_4\text{O}_{12} &= 0.0038 \text{ โมล} \times (433.3868 \text{ กรัม/โมล} \times 3) \\ &= 4.9406 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

∴ theoretical yield เท่ากับ 4.9406 กรัม

- คำนวณหา actual yield

ตารางที่ 1 ตารางแสดงปริมาณและร้อยละผลผลิต (%yield) ของนิกเกิลไฮดรอกไซด์อะซิเตตอะซิเตตที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion)

ผลิตภัณฑ์	น้ำหนักกระจกนาฬิกา (กรัม)	น้ำหนักกระจกนาฬิกา + สาร (กรัม)	น้ำหนักสาร (กรัม)
Ni ₂ P ₄ O ₁₂	50.6820	55.1200	4.4380

∴ actual yield เท่ากับ 4.438 กรัม

- คำนวณหา Percent yield

$$\text{จาก Percent yield} = \frac{\text{actual yield}}{\text{theoretical yield}} \times 100$$

$$\text{Percent yield} = \frac{4.4380}{4.9406} \times 100$$

$$\text{Percent yield} = 89.8272 \%$$

∴ Percent yield เท่ากับ 89.8272 %

1.4. คำนำผลการเตรียมสารละลายเมทิลีนบลู

1.4.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm, mg/l

สารละลาย 1000 ml มีเมทิลีนบลู 0.1 g

สารละลาย 500 ml มีเมทิลีนบลู 0.05 g

∴ ชั่งเมทิลีนบลู 0.05 กรัมละลายในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ml. และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน

1.4.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูเข้มข้น 1 2 3 4 และ 5 ppm, mg/l

ตัวอย่างการคำนวณสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูเข้มข้น 1 ppm

จากความสัมพันธ์

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

จะได้

$$1 \times 50 = 100 \times V_2$$

$$V_2 = 0.5 \text{ ml}$$

∴ เปิดสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm ปริมาตร 0.5 ml ใสลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ml และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนและสำหรับสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นต่างๆคำนวณเช่นเดียวกับข้างต้น ได้ผลดังตารางที่ ก.2

ตารางที่ ก.2 ปริมาตรสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm และน้ำกลั่นปราศจากไอออนที่ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลู

ขวดที่	ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลู (ppm, mg/l)	ปริมาตรสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm (ml.)	ปริมาตรน้ำกลั่นปราศจากไอออน (ml.)
1	1.0	0.5	49.5
2	2.0	1.0	49.0
3	3.0	1.5	48.5
4	4.0	2.0	48.0
5	5.0	2.5	47.5

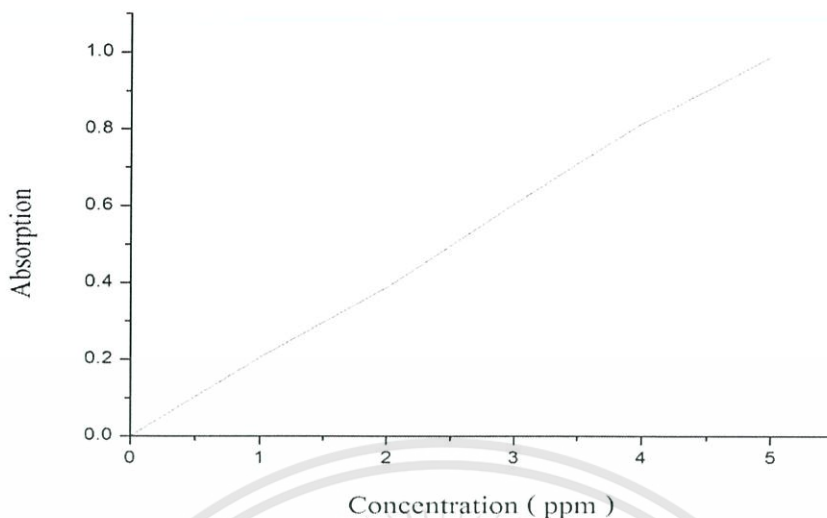
ภาคผนวก ข

การทดลองที่ 1 การศึกษากราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ของสารละลายเมทิลีนบลู

ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 660 นาโนเมตรของสารละลายไร้สารตัวอย่าง (Blank) คือน้ำกลั่นและสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้นต่างๆ

ตารางที่ ข.1 ผลการทดลองค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเมทิลีนบลู

ขวดที่	ความเข้มข้น (mg/l)	ค่าการดูดกลืนแสง
1	0	0.000
2	1	0.205
3	2	0.387
4	3	0.605
5	4	0.814
6	5	0.987



รูปที่ ข.1 กราฟมาตรฐานสารละลายเมทิลีนบลู มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์
(R^2) เท่ากับ 0.99986

การทดลองที่ 2 การศึกษาการดูดซับของสารละลายเมทิลีนบลูบนพื้นผิว निकิลไฮดรอกไซด์ ฟอสเฟต

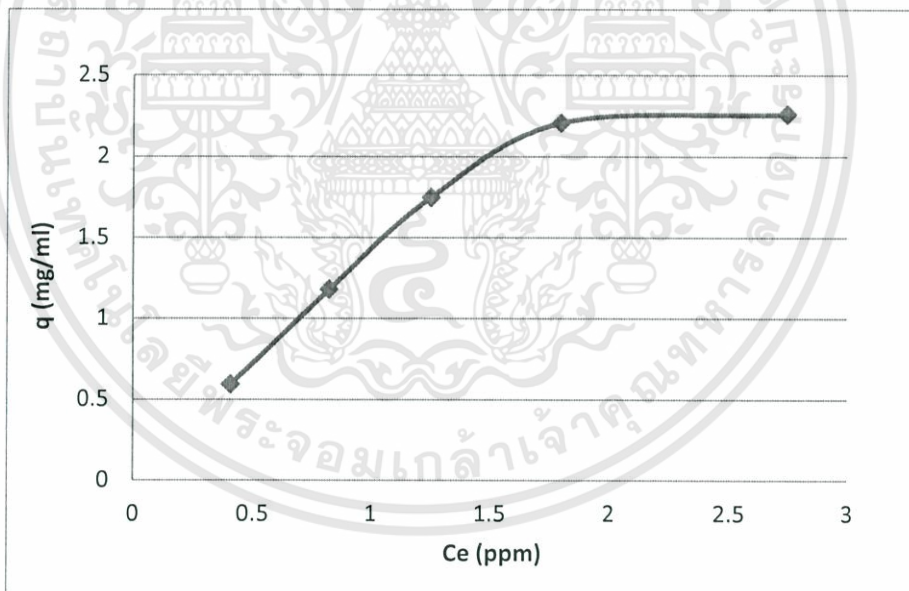
ตารางที่ ข.2 ผลการทดลองค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายเมทิลีนบลู

ขวดที่	ความเข้มข้น (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง (Abs)
1	1	0.408
2	2	0.8204
3	3	1.2535
4	4	1.795
5	5	2.741

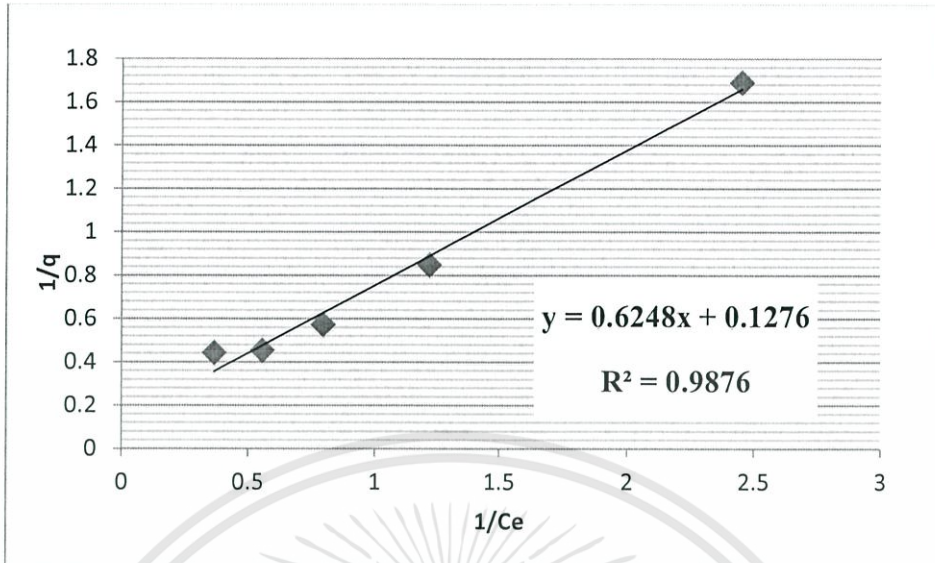
การทดลองที่ 3 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์

ตารางที่ ข.3 ข้อมูลจากการคำนวณไอโซเทอรัมของการดูดซับเมธิลีนบลูบนนิกเกิลไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

ความเข้มข้นก่อนดูดซับ ; C_0 (ppm)	ความเข้มข้นหลังดูดซับ ; C_e (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ ; q (mg/g)	$\log C_e$	$\log q_e$
1	0.408	0.592	-0.38934	-0.2276783
2	0.8204	1.1796	-0.08597	0.07173476
3	1.2535	1.7465	0.098124	0.24216859
4	1.795	2.205	0.254064	0.34340859
5	2.741	2.259	0.437909	0.35391623



รูปที่ ข.2 ไอโซเทอมการดูดซับของสารละลายเมธิลีนบลูแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง q กับ C_e



รูปที่ ข.4 ไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ของสารละลายเมทิลีนบลูของสารละลายเมทิลีนบลูแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $1/q$ กับ $1/C_e$ ของสารที่เตรียมจากวิธีการเผาของแข็ง (Solid Combustion)

จากสมการ

$$q = \frac{q_m k_L C}{1 + k_L C}$$

จะได้

$$\frac{1}{q} = \frac{1}{q_m k_L} + \frac{1}{C q_m}$$

ซึ่งเมื่อนำค่า $1/q$ และ $1/C$ มาพล็อตกราฟจะได้กราฟข้างต้น และได้สมการเส้นตรงดังนี้

$$y = 0.6248x + 0.1276$$

เมื่อนำมาพิจารณาสมการ

$$q = \frac{q_m k_L C}{1 + k_L C}$$

จะได้

$$\frac{1}{q_m k_L} = 0.6248$$

และ

$$\frac{1}{q_m} = 0.1276$$

$$q_m = \frac{1}{0.1276}$$

$$K_L = \frac{1}{(7.8596)(0.6248)}$$

$$= 0.2037$$

ดังนั้นจะได้แบบจำลองสมการของไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ ดังนี้

$$q = \frac{1.5964C_e}{1 + 0.2037C_e}$$

