บทที่ 3

การทดลอง

การทดลองจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ การเตรียมตัวดูดซับจากหินพัมมิซโดยการแลกเปลี่ยนไอออนกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต และการวัดสมดุลการดูดซับแก๊สไนโตรเจนและออกซิเจนด้วยตัวดูดซับจากส่วนแรก

3.1 การเตรียมตัวดูดซับ

นำหินพัมมิซนำมาบดและคัดขนาด 60 – 80 เมช แล้วจึงนำไปแลกเปลี่ยนไอออนโลหะโซเดียมด้วยไอออนโลหะเงิน ซึ่งอยู่ในเกลือไนเตรตของโลหะเงิน

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

1. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$)
2. หินพัมมิซ
3. ตู้อบ
4. บิกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
5. ชุดกรองสูญญากาศ
6. กระดาษกรอง เบอร์ 42 (Whatman)
7. อุปกรณ์ให้ความร้อนและกวนผสม
8. น้ำกลั่น

3.1.2 การแลกเปลี่ยนไอออนของหินพัมมิซ

1. อบหินพัมมิซไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. ชั่งหินพัมมิซปริมาณ 35 กรัม กับเกลือไนเตรตของโลหะเงินความเข้มข้น 20 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 70 มิลลิลิตร
3. กวนผสมที่อุณหภูมิคงที่ที่ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. ล้างหินพัมมิซในข้อ 3 ด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งสารละลายมีฤทธิ์เป็นกลาง
5. อบหินพัมมิซในข้อ 5 ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
6. ดำเนินการทดลองข้อ 3 – 5 ใหม่ โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของเกลือไนเตรตของโลหะเงินเป็น 40 , 60 , 80 และ 100 กรัมต่อลิตรตามลำดับ
7. ดำเนินการทดลองข้อ 3-6 ใหม่ โดยควบคุมอุณหภูมิที่ 50 , 70 และ 90 องศาเซลเซียส

3.1.3 วิธีการตรวจสอบลักษณะสมบัติของตัวดูดซับหินพัมมิซ

ในส่วนของการตรวจสอบลักษณะสมบัติของตัวดูดซับหินพัมมิซ แบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ การวิเคราะห์ปริมาณของโลหะเงินที่แลกเปลี่ยนไอออนได้ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่น (Atomic Absorbtion) และการวัดพื้นที่ผิวจำเพาะ

1. การวิเคราะห์ปริมาณของโลหะเงินในตัวดูดซับ

การวิเคราะห์ปริมาณของโลหะเงินในตัวดูดซับ สามารถทำได้ 2 วิธีคือ

1.1 วิเคราะห์ปริมาณโลหะเงินในตัวดูดซับโดยตรง

1.2 วิเคราะห์ปริมาณโลหะเงินในตัวดูดซับโดยอ้อม ด้วยการวัดปริมาณไอออนโลหะเงินที่เหลือในสารละลาย

ทั้งสองวิธีนี้สามารถนำไปวิเคราะห์ปริมาณโลหะเงินในตัวดูดซับได้ โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่น (Atomic Absorbtion , AA) รุ่น aa/ae spectophotometer 551 ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดจากอะตอมเสรีของธาตุดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นอันหนึ่งโดยเฉพาะขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ ธาตุแต่ละชนิดจะมีระดับของพลังงานแตกต่างกันจึงมีการดูดกลืนพลังงานที่แตกต่างกัน เช่น อะตอมของโลหะเงินจะดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 387 nm เพราะแสงที่ความยาวคลื่นนี้เป็นแสงที่มีพลังงานพอดีที่จะทำให้อิเล็กตรอนของโลหะเงินเกิดการเปลี่ยนสถานะจากสถานะพื้นไปสู่สถานะกระตุ้น ซึ่งจะเห็นว่าความยาวคลื่นเหล่านี้จัดเป็น spectroscopic line ของอะตอมมิกสเปกตรัม ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะตัวของธาตุแต่ละชนิด

2. การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะ

การวัดพื้นที่ผิวจะใช้หลักการของการดูดซับแก๊สบนพื้นผิวของตัวดูดซับ ในปัจจุบันนี้พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวดูดซับ คำนวณจากปริมาณการดูดซับแก๊สไนโตรเจน ณ อุณหภูมิของจุดเดือดปกติ (ประมาณ -196 องศาเซลเซียส) เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะสำหรับงานวิจัยนี้ คือ Micromeritic BET รุ่น ASAP 2000 ซึ่งสามารถวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะตามแนวคิดของแลงเมียร์ (Langmuir) และแนวคิดของ Brunauer , Emmett และ Teller (BET)

3.2 การวัดสมดุลการดูดซับ

3.2.1 วัสดุและอุปกรณ์

1. อุปกรณ์วัดสมดุลการดูดซับแก๊ส
2. เครื่องสูบสูญญากาศ
3. กระบอกฉีดแก๊สตัวอย่าง ปริมาตร 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

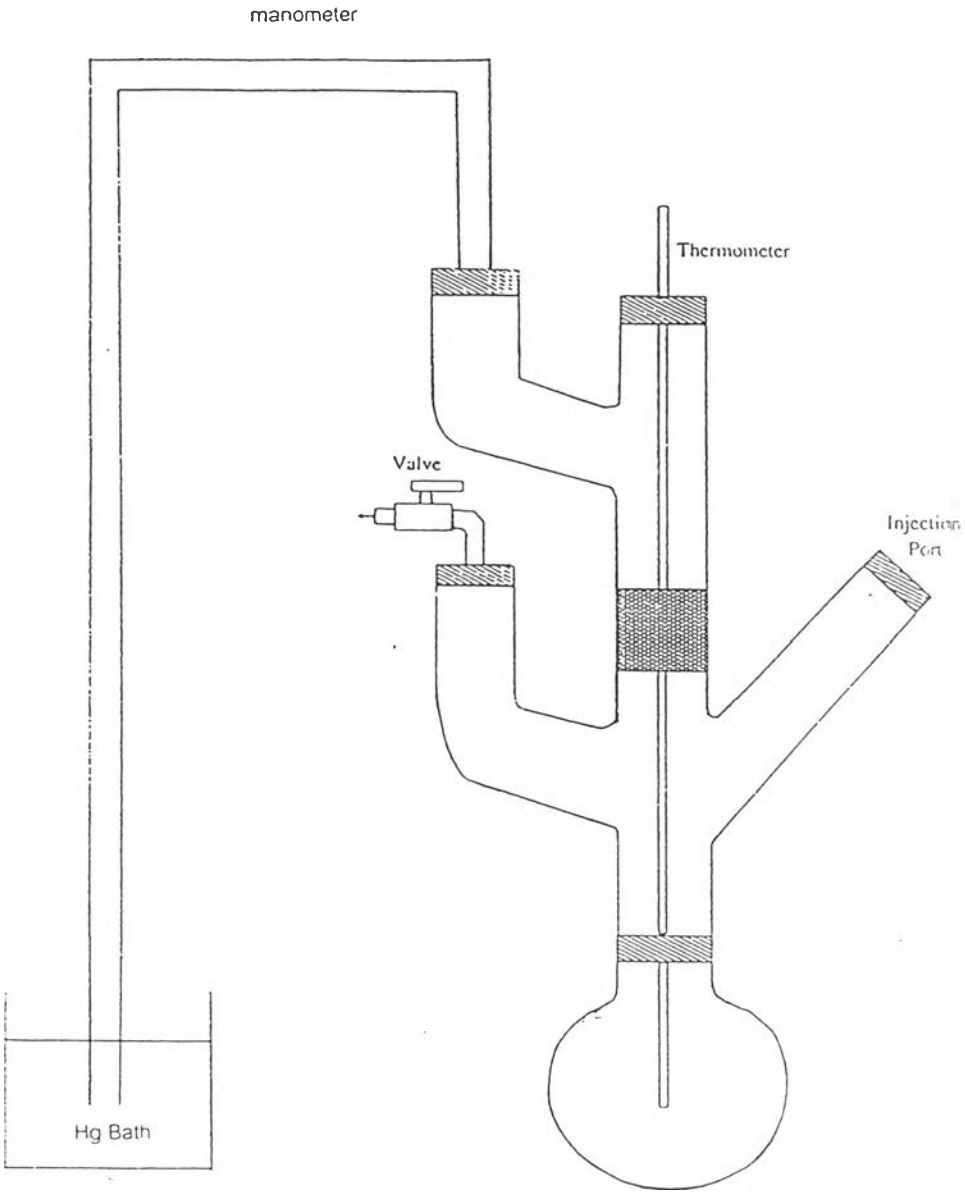
3.2.2 การวัดสมดุลด้วยวิธีวัดปริมาณแก๊สที่เหลือ

1. บรรจุตัวดูดซับที่เตรียมมาได้ไว้ภายในอุปกรณ์สำหรับวัดการดูดซับ ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลมอยู่บริเวณส่วนล่างของอุปกรณ์สำหรับวัดการดูดซับ ซึ่งสามารถวัดอุณหภูมิของตัวดูดซับด้วยเทอร์โมมิเตอร์ และบริเวณด้านบนติดตั้งมาตรวัดความดันแบบมานอมิเตอร์ สำหรับวัดความดันภายในอุปกรณ์วัดสมดุลการดูดซับ และติดตั้งท่อซึ่งต่อกับเครื่องสูญสุญญากาศสำหรับสูบแก๊สภายในออกเพื่อให้สภาวะภายในอุปกรณ์มีความดันลดลงอยู่ในระบบสุญญากาศ ติดตั้งวาล์วเพื่อป้องกันอากาศจากภายนอกไหลเข้าสู่ระบบ พร้อมด้วยติดตั้งช่องสำหรับป้อนแก๊สที่ถูกดูดซับเข้าสู่อุปกรณ์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1

2. การวัดปริมาตรช่องว่างของระบบและการทดลองหาปริมาณการดูดซับ
    1. บรรจุตัวดูดซับปริมาณ 30.0 $\pm$ 0.1 กรัม ในชุดทดลอง
    2. ปรับความดันภายในอุปกรณ์ 2 มิลลิเมตรปรอท
    3. เติมแก๊สฮีเลียมภายในอุปกรณ์ และบันทึกผลการเปลี่ยนแปลงความดันและอุณหภูมิกับปริมาณแก๊สฮีเลียมที่เติม
    4. ดำเนินการซ้ำข้อ 2 และข้อ 3 โดยใช้แก๊สไนโตรเจน

5. ดำเนินการซ้ำข้อ 2 และข้อ 3 โดยใช้แก๊สออกซิเจน
6. ปรับอุณหภูมิเป็น 0 องศาเซลเซียส
7. ดำเนินการทดลองซ้ำข้อ 4 และข้อ 5
8. คำนวณปริมาณการดูดซับ และหาสมการแบบจำลองสมดุลการดูดซับ
9. ดำเนินการซ้ำข้อ 1 ถึงข้อ 8 โดยใช้ตัวดูดซับอื่น ๆ ทั้งหมด จากส่วนแรก

I 2060 2756



รูป 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาการดูดซับ ด้วยวิธีวัดปริมาณแก๊สที่เหลือ