

บทที่ 2

การทดลอง

2.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

2.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. UV – Visible spectrophotometer model U2000
ผลิตโดยบริษัท Hitachi, Japan
2. Diode array spectrophotometer model 8452 A
ผลิตโดยบริษัท Hewlett Packard, England
3. Atomic Absorption Spectrophotometer model AAS - 680
ผลิตโดยบริษัท Shimadzu Kyoto, Japan
4. Shaker bath
ผลิตโดยบริษัท Eberbach, Germany
5. Copper Hallow Cathode Lamp
ผลิตโดยบริษัท Cathodeon, England
6. Chromium Hallow Cathode Lamp
ผลิตโดยบริษัท Cathodeon, England
7. Silver Hallow Cathode Lamp
ผลิตโดยบริษัท Cathodeon, England
8. Analytical balance BA 210S
ผลิตโดยบริษัท Sartorius, Germany
9. Rotatory evaporator
ผลิตโดยบริษัท Buchi, Switzerland
10. pH – meter model F – 13
ผลิตโดยบริษัท Hóriba, Japan

2.1.2 สารเคมี

1. Triethylenediamine, $C_6H_{12}N_2$, A.R.grade, MW. 112.18
ผลิตโดยบริษัท Fluka, Buchs, Switzerland

2. Silver nitrate, AgNO_3 , A.R. grade, MW.169.87
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical Ltd, Poole, England
3. Copper nitrate trihydrate, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, A.R.grade, MW. 241.60
ผลิตโดยบริษัท Fluka AG, Buchs SG, Switzerland
4. Chromium chloride hexahydrate, $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, A.R.grade, MW. 266.45
ผลิตโดยบริษัท Darmstadt, Germany
5. Cupric nitrate standard solution for AAS.
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical Ltd, Poole, England
6. Chromium nitrate standard solution for AAS.
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical Ltd, Poole, England
7. Silver nitrate standard solution for AAS
ผลิตโดยบริษัท BDH Chemical Ltd, Poole, England
8. Acetic acid, CH_3COOH 90.5%, MW.60.05
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt, Germany
9. Nitric acid, HNO_3 70.0%, MW.63.02
ผลิตโดยบริษัท E.Merck, Darmstadt, Germany
10. Activated Carbon.
ผลิตโดยบริษัท อู๋มพร จำกัด, ประเทศไทย

2.2 การเตรียมสารละลาย

2.2.1 การเตรียมสารละลาย Cu^{2+} เข้มข้น 0.100 M

ชั่งน้ำหนัก $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 6.00 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 250 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.2.2 การเตรียมสารละลาย Cr^{3+} เข้มข้น 0.100 M

ชั่งน้ำหนัก $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 2.70 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 200 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.2.3 การเตรียมสารละลาย Ag^+ เข้มข้น 0.010 M

ชั่งน้ำหนัก AgNO_3 0.35 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 200 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.2.4 การเตรียมสารละลาย TEDA เข้มข้น 0.200 M

ชั่งน้ำหนัก TEDA 4.50 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 200 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.2.5 การเตรียมสารละลายกรดอะซีติก เข้มข้น 0.10 M

ปิเปตกรดอะซีติกเข้มข้นมา 3.0 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 500 ml ที่มีน้ำปราศจากไอออนอยู่ 250 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.2.6 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 4

ชั่งน้ำหนัก CH_3COONa 1.30 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วละลายด้วย 0.100 M Acetic acid ถ้วยขนาดปริมาตรขนาด 500 ml ปรับปริมาตรด้วย 0.100 M Acetic acid จนถึงขีดปริมาตร

2.2.7 การเตรียมสารละลายกรดไนตริก 20%

ปิเปตกรดไนตริกเข้มข้น 70% มา 72 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 250 ml ที่มีน้ำปราศจากไอออนอยู่ 150 ml เขย่าให้ผสมกัน แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

2.3 การเตรียมสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไอออนของโลหะกับ TEDA

2.3.1 การเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA

เติมบัฟเฟอร์ pH 4 ปริมาตร 50 ml สารละลาย Cu^{2+} 0.100 M และ TEDA 0.200 M ปริมาตรต่าง ๆ จากบิวเรตลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ดังตาราง 2.1 โดยให้ Cu^{2+} เป็นสารกำหนดปริมาณและเติม TEDA มากเกินพอ แล้วเติมน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

ตาราง 2.1 การเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA

ความเข้มข้น สารประกอบเชิงซ้อน ($\times 10^{-3}$ M)	จำนวนโมลสาร ประกอบเชิงซ้อน ($\times 10^{-4}$ mol)	ปริมาตรสารละลาย 0.100 M Cu^{2+} ที่ใช้ (ml)	ปริมาตรสารละลาย 0.200 M TEDA ที่ใช้ (ml)
1.00	1.00	1.00	2.00
2.00	2.00	2.00	4.00
3.00	3.00	3.00	6.00
4.00	4.00	4.00	8.00
5.00	5.00	5.00	10.00
6.00	6.00	6.00	12.00
7.00	7.00	7.00	14.00
8.00	8.00	8.00	16.00
9.00	9.00	9.00	18.00
10.00	10.00	10.00	20.00
11.00	11.00	11.00	22.00
12.00	12.00	12.00	24.00

2.3.2 การเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA

เติมบัฟเฟอร์ pH 4 ปริมาตร 50 ml สารละลาย Cr^{3+} 0.100 M และ TEDA 0.200 M ปริมาตรต่าง ๆ จากบิวเรตลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ดังตาราง 2.2 โดยให้ Cr^{3+} เป็นสารกำหนดปริมาณและเติม TEDA มากเกินพอ แล้วเติมน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

ตาราง 2.2 การเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA

ความเข้มข้น สารประกอบเชิงซ้อน ($\times 10^{-3}$ M)	จำนวนโมลสาร ประกอบเชิงซ้อน ($\times 10^{-4}$ mol)	ปริมาตรสารละลาย 0.100 M Cr^{3+} ที่ใช้ (ml)	ปริมาตรสารละลาย 0.200 M TEDA ที่ใช้ (ml)
1.00	1.00	1.00	2.00
2.00	2.00	2.00	4.00
3.00	3.00	3.00	6.00
4.00	4.00	4.00	8.00
5.00	5.00	5.00	10.00
6.00	6.00	6.00	12.00
7.00	7.00	7.00	14.00
8.00	8.00	8.00	16.00
9.00	9.00	9.00	18.00
10.00	10.00	10.00	20.00
11.00	11.00	11.00	22.00
12.00	12.00	12.00	24.00

2.3.3 การเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Ag^+ - TEDA

เติมบัฟเฟอร์ pH 4 ปริมาตร 50 ml สารละลาย Ag^+ 0.001 M และ TEDA 0.002 M ปริมาตรต่าง ๆ จากบิวเรตลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ดังตาราง 2.3 โดยให้ Ag^+ เป็นสารกำหนดปริมาณและเติม TEDA มากเกินพอ แล้วเติมน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

ตาราง 2.3 การเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Ag^+ - TEDA

ความเข้มข้น สารประกอบเชิงซ้อน ($\times 10^{-5} \text{ M}$)	จำนวนโมลสาร ประกอบเชิงซ้อน ($\times 10^{-6} \text{ mol}$)	ปริมาตรสารละลาย 0.001 M Ag^+ ที่ใช้ (ml)	ปริมาตรสารละลาย 0.002 M TEDA ที่ใช้ (ml)
0.50	0.50	0.50	1.00
1.00	1.00	1.00	2.00
1.50	1.50	1.50	3.00
2.00	2.00	2.00	4.00
2.50	2.50	2.50	5.00
3.00	3.00	3.00	6.00
3.50	3.50	3.50	7.00
4.00	4.00	4.00	8.00
4.50	4.50	4.50	9.00
5.00	5.00	5.00	10.00

2.4 การหาความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนสูงสุด (λ_{max}) ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง ไอออนโลหะกับ TEDA

2.4.1 สารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA

นำสารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA ที่ความเข้มข้นที่เตรียมได้จากตาราง 2.1 ทุกความเข้มข้น มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer ในช่วงความยาวคลื่น 200 – 900 nm เพื่อหาความยาวคลื่นที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

2.4.2 สารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA

นำสารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA ที่ความเข้มข้นที่เตรียมได้จากตาราง 2.2 ทุกความเข้มข้น มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer ในช่วงความยาวคลื่น 200 – 900 nm เพื่อหาความยาวคลื่นที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

2.4.3 สารประกอบเชิงซ้อน Ag^+ - TEDA

นำสารประกอบเชิงซ้อน Ag^+ - TEDA ที่ความเข้มข้นที่เตรียมได้จากตาราง 2.3 ทุกความเข้มข้น มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV – VIS spectrophotometer ในช่วงความยาวคลื่น 200 – 300 nm เพื่อหาความยาวคลื่นที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด

2.5 การสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณการดูดซับ

2.5.1 การสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับสารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA

นำสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังตาราง 2.1 ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด หรือความยาวคลื่นที่เหมาะสม โดยใช้เครื่อง UV – VIS spectrophotometer เพื่อนำข้อมูลไปเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับจำนวนโมลของสารประกอบเชิงซ้อน ทั้งนี้เพราะสารละลายมาตรฐานทั้งหมดมีปริมาตรสุดท้ายเท่ากันหมด ดังนั้นจำนวนโมลจึงแปรผันกับความเข้มข้นของสารละลายนั้น ๆ

2.5.2 การสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับสารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA

ทำการทดลองเหมือนข้อ 2.5.1 แต่ใช้สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังตาราง 2.2 โดยใช้ความยาวคลื่นที่เหมาะสมจากข้อ 2.4.2

2.5.3 การสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับสารประกอบเชิงซ้อน Ag^+ - TEDA

ทำการทดลองเหมือนข้อ 2.5.1 แต่ใช้สารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Ag^+ - TEDA ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังตาราง 2.3 โดยใช้ความยาวคลื่นที่เหมาะสมจากข้อ 2.4.3

2.6 การล้างถ่านกัมมันต์

นำถ่านกัมมันต์แช่ในสารละลายของน้ำกลั่นกับกรดไฮโดรคลอริก อัตราส่วน 1:1 คนสารละลายเพื่อล้างสิ่งสกปรกที่ติดอยู่ที่ผิวถ่านและรูพรุนของถ่านออก จากนั้นนำไปคนต่อด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองเอาถ่านออกแล้วล้างถ่านด้วยน้ำปราศจากไอออนซ้ำอีก 3 ครั้งหรือมากกว่า เพื่อล้างกรดที่ติดอยู่ที่ผิวถ่าน ปรับ pH ของน้ำที่ล้างถ่านให้ได้เท่ากับ 7 โดยใช้สารละลาย NH_4OH เจือจาง จากนั้นนำถ่านกัมมันต์ไปอบที่อุณหภูมิ 105 – 110 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงเพื่อไล่น้ำออก เก็บถ่านไว้ในเดซิเคเตอร์

2.7 การหาปริมาณการดูดซับของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไอออนโลหะกับ TEDA

2.7.1 สารประกอบเชิงซ้อน Cu^{2+} - TEDA

นำสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนทุกความเข้มข้นจากหัวข้อ 2.3.1 และตาราง 2.1 ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่เหมาะสมที่หาได้จากข้อ 2.4.1 เป็นค่าการดูดกลืนแสงก่อนดูดซับ จากนั้นเติมถ่านกัมมันต์ 0.1 กรัม ลงในสารประกอบเชิงซ้อนทุกความเข้มข้นปริมาณ 20 ml แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองถ่านกัมมันต์ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน นำสารละลายที่กรองได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงซึ่งจะเป็นค่าการดูดกลืนแสงหลังการดูดซับ โดยแต่ละความเข้มข้นจะทำการทดลอง 3 ครั้ง จากนั้นนำค่าผลต่างการดูดกลืนแสงเฉลี่ยก่อนและหลังการดูดซับ ไปเทียบกับกราฟมาตรฐาน เพื่อหาจำนวนโมลของสารประกอบเชิงซ้อนที่ถูกดูดซับต่อกรัมของถ่านกัมมันต์

2.7.2 สารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA

ทำการทดลองเหมือนข้อ 2.7.1 แต่ใช้สารประกอบเชิงซ้อน Cr^{3+} - TEDA จากตาราง 2.2

2.7.3 สารประกอบเชิงซ้อน Ag^{+} - TEDA

ทำการทดลองเหมือนข้อ 2.7.1 แต่ใช้สารประกอบเชิงซ้อน Ag^{+} - TEDA จากตาราง 2.3

2.8 ผลของอุณหภูมิต่อการดูดซับของสารประกอบเชิงซ้อนบนถ่านกัมมันต์

นำสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของแต่ละไอออนกับ TEDA ที่มีจำนวนโมลการดูดซับต่อกรัมถ่านกัมมันต์สูงสุดมาศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการดูดซับ โดยแบ่งสารละลายที่ความเข้มข้นดังกล่าวเป็น 6 ชุด ชุดละ 20.00 ml เติมถ่านกัมมันต์ลงไปชุดละ 0.1 กรัม ชุดที่ 1 นำไปใส่เครื่องเขย่าที่ปรับอุณหภูมิ 20 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองเอาถ่านกัมมันต์ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่เหมาะสมทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

ส่วนสารละลายชุดที่ 2, 3, 4, 5 และ 6 ให้ปรับอุณหภูมิเครื่องเขย่าเป็น 25, 30, 40, 60 และ 80 °C ตามลำดับ

2.9 การเคลือบผิวถ่านกัมมันต์ด้วยไอออนโลหะผสมของ Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA

2.9.1 การเตรียมสารละลายไอออนโลหะผสมกับ TEDA

จากตาราง 1.2 สามารถคำนวณจำนวนโมลของไอออนโลหะ Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ที่ใช้เคลือบผิวต่อกรัมของถ่านกัมมันต์ตามร้อยละการเคลือบผิวต่ำสุด (%minimum) และสูงสุด (%maximum) ที่มีอยู่ในถ่านกัมมันต์เคลือบผิวในหน้ากากป้องกันแก๊สพิษทางทหารได้ ดังตาราง 2.4

ตาราง 2.4 ร้อยละและจำนวนโมลการเคลือบผิวต่ำสุดและสูงสุดบนถ่านกัมมันต์ในหน้ากากป้องกันแก๊สพิษทางทหาร

	การเคลือบผิวต่ำสุด		การเคลือบผิวสูงสุด	
	%W/W	จำนวน mol/g	%W/W	จำนวน mol/g
Cu^{2+}	6.00	9.44×10^{-4}	9.00	1.42×10^{-3}
Cr^{3+}	1.50	2.89×10^{-4}	3.50	6.73×10^{-4}
Ag^+	0.030	2.78×10^{-6}	-	-
TEDA	1.50	1.34×10^{-4}	2.50	2.23×10^{-4}

ในการทดลองนี้จะเตรียมสารละลายไอออนโลหะผสมกับ TEDA ที่อ้างอิงจากหน้ากากป้องกันแก๊สพิษทางทหารดังตาราง 2.4 โดยเตรียมสารละลายไอออนโลหะผสมกับ TEDA ตามร้อยละการเคลือบผิวต่ำสุดและสูงสุด ดังนี้

2.9.1.1 การเตรียมสารละลายของไอออนโลหะผสมระหว่าง Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ที่มีร้อยละการเคลือบผิวต่ำสุดสำหรับเคลือบผิวถ่านกัมมันต์ 1.00 กรัม และ 10.00 กรัม

ปีเปตสารละลายไอออนผสมระหว่าง Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ดังตาราง 2.5 ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 50.0 ml สำหรับทำการเคลือบถ่านกัมมันต์ 1.00 กรัม และขนาด 200 ml สำหรับเคลือบถ่านกัมมันต์ 10.00 กรัม ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

ตาราง 2.5 การเตรียมสารละลายผสมของ Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ที่มีร้อยละ การเคลือบผิวต่ำสุดเพื่อเคลือบผิวด้านกัมมันต์ 1.00 กรัม และ 10.00 กรัม

สารละลายผสม	เคลือบผิวด้านกัมมันต์ 1.00 กรัม		เคลือบผิวด้านกัมมันต์ 10.00 กรัม	
	ปริมาตร (ml)	จำนวน mol	ปริมาตร (ml)	จำนวน mol
0.50 M Cu^{2+}	2.00	1.00×10^{-3}	20.00	1.00×10^{-2}
0.10 M Cr^{3+}	3.00	3.00×10^{-4}	30.00	3.00×10^{-3}
0.0010 M Ag^+	3.00	3.00×10^{-6}	30.00	3.00×10^{-5}
0.20 M TEDA	0.75	1.50×10^{-4}	7.50	1.50×10^{-3}

2.9.1.2 การเตรียมสารละลายของไอออนโลหะผสมระหว่าง Ag^+ , Cu^{2+} และ Cr^{3+} กับ TEDA ที่มีร้อยละการเคลือบผิวสูงสุดสำหรับเคลือบผิวด้านกัมมันต์ 1.00 กรัม และ 10.00 กรัม

ปิเปตสารละลายไอออนผสมระหว่าง Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ดังตาราง 2.6 ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 50.0 ml สำหรับทำการเคลือบด้านกัมมันต์ 1.00 กรัม และขนาด 200 ml สำหรับเคลือบด้านกัมมันต์ 10.00 กรัม ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร

ตาราง 2.6 การเตรียมสารละลายผสมของ Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ที่มีร้อยละ การเคลือบผิวสูงสุดเพื่อเคลือบผิวด้านกัมมันต์ 1.00 กรัม และ 10.00 กรัม

สารละลายผสม	เคลือบผิวด้านกัมมันต์ 1.00 กรัม		เคลือบผิวด้านกัมมันต์ 10.00 กรัม	
	ปริมาตร (ml)	จำนวนโมล	ปริมาตร (ml)	จำนวนโมล
0.50 M Cu^{2+}	3.00	1.50×10^{-3}	30.00	1.50×10^{-2}
0.10 M Cr^{3+}	7.00	7.00×10^{-4}	70.00	7.00×10^{-3}
0.0010 M Ag^+	3.00	3.00×10^{-6}	30.00	3.00×10^{-5}
0.20 M TEDA	1.25	2.50×10^{-4}	12.50	2.50×10^{-3}

2.9.2 การสร้างกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์ปริมาณโลหะด้วยเทคนิค AAS

2.9.2.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+}

ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร จากนั้นปิเปตสารละลายที่ได้ปริมาตร 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, และ 3.00 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 50 ml เติม 20% HNO_3 3.00 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร จะได้สารละลายมาตรฐาน Cu^{2+} เข้มข้น 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 และ 6.00 ppm ตามลำดับ นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง AAS เพื่อทำกราฟมาตรฐานของ Cu^{2+}

2.9.2.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Cr^{3+}

ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Cr^{3+} 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร จากนั้นปิเปตสารละลายที่เตรียมได้ซึ่งเข้มข้น 100 ppm ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml จำนวน 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 ml จะได้สารละลายมาตรฐาน Cr^{3+} เข้มข้น 2.00, 4.00, 6.00, 8.00 และ 10.00 ppm ตามลำดับ แล้วเติม 20 % HNO_3 3.00 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง AAS เพื่อทำกราฟมาตรฐานของ Cr^{3+}

2.9.2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Ag^+

ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Ag^+ 1000 ppm ปริมาตร 10 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นปิเปตสารละลายที่ได้ซึ่งเข้มข้น 100 ppm ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml โดยปิเปตจำนวน 0.20, 0.40, 0.60, 0.80 และ 1.00 ml เพื่อเตรียมสารละลายมาตรฐาน Ag^+ ให้มีความเข้มข้น 0.20, 0.40, 0.60, 0.80 และ 1.00 ppm ตามลำดับ จากนั้นเติม 20 % HNO_3 3.00 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนให้ถึงขีดปริมาตร นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง AAS เพื่อทำกราฟมาตรฐานของ Ag^+

2.9.3 วิธีการเคลือบผิวถ่านกัมมันต์

2.9.3.1 การเคลือบผิวถ่านกัมมันต์โดยวิธีการดูดซับโดยตรง

นำสารละลายผสมของ Cu^{2+} , Cr^{3+} และ Ag^+ กับ TEDA ที่เตรียมได้ในข้อ 2.9.1 และ 2.9.2 มาเติมถ่านกัมมันต์ลงไป 1.00 กรัม นำเข้าเครื่องเขย่าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองเอาถ่านกัมมันต์ออก ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณไอออนโลหะที่เหลือหลังการดูดซับโดยเทคนิค AAS

การหาปริมาณไอออนโลหะที่เคลือบผิวถ่านกัมมันต์ โดยวิธีดูดซับโดยตรง ทำได้โดยเตรียมสารละลายที่มีจำนวนโมลของไอออนโลหะผสม กับ TEDA เป็น 2 เท่าของจำนวน

ในข้อ 2.9.1 ทั้งร้อยละการเคลือบผิวต่ำสุดและสูงสุด จำนวน 100 ml จากนั้นแบ่งสารละลายออกเป็น 2 ชุด ๆ ละ 50 ml ชุดที่ 1 เติมถ่านกัมมันต์ลงไป 1.00 กรัม นำเข้าเครื่องเขย่า 1 ชั่วโมง กรองเอาสารละลายไว้ นำสารละลายที่เหลือจากการดูดซับในชุดที่ 1 และชุดที่ 2 ที่เป็นสารละลายก่อนการดูดซับมาเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนให้เป็น 500 ml นำไปวิเคราะห์หาปริมาณไอออนโลหะต่าง ๆ ด้วยเครื่อง AAS ดังนี้

Cu^{2+} ปิเปตสารละลายมา 2.00 ml ปรับให้เป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน

Cr^{3+} ปิเปตสารละลายมา 10.00 ml ปรับให้เป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน

Ag^+ นำสารละลายที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์โดยไม่ต้องเจือจาง

2.9.3.2 การเคลือบผิวถ่านกัมมันต์ด้วยวิธีระเหยตัวทำละลาย

ซึ่งถ่านกัมมันต์ที่บริสุทธิ์ ผ่านการล้างอย่างดีแล้ว 10.00 กรัม อย่างละเอียด ใส่ในขวดระเหยขนาด 500 ml แล้วเติมสารละลายผสมที่เตรียมไว้เคลือบผิวถ่านกัมมันต์ 10.00 กรัมในข้อ 2.9.1 เทลงไปในขวดระเหยนั่น จากนั้นนำไประเหยเอาตัวทำละลายคือน้ำปราศจากไอออนออกโดยใช้เครื่อง rotatory evaporator ที่อุณหภูมิประมาณ 60 – 70 °C จนกระทั่งตัวทำละลายระเหยหมดไป เหลือเพียงไอออนโลหะที่เคลือบอยู่ที่ผิวถ่านกัมมันต์ จากนั้นนำถ่านกัมมันต์ไปอบที่อุณหภูมิ 110 °C เพื่อไล่น้ำออก ซึ่งน้ำหนักจนคงที่ เก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ จากนั้นใช้ 20% HNO_3 ล้างส่วนที่ติดค้างในขวดระเหยและเก็บสารละลายไว้หาปริมาณโลหะที่ไม่ถูกเคลือบผิวต่อไป

2.9.3.2.1 การหาปริมาณโลหะที่เคลือบผิวถ่านกัมมันต์โดย

วิธีการระเหยตัวทำละลาย

ซึ่งถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการเคลือบผิวในข้อ 2.9.3 มาแล้ว จำนวน 1.00 กรัม ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 250 ml เติมน้ำปราศจากไอออนลงไป 100 ml เติมกรด 20% HNO_3 ลงไป 65 ml เขย่าให้เข้ากัน ปรับปริมาตรให้ถึงขีดปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน นำไปรีฟลักซ์³⁸ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายด้วย sintered glass filter funnel เบอร์ 4 ล้างถ่านกัมมันต์ด้วย 20% HNO_3 5 ml นำสารละลายที่กรองได้ถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด 500 ml ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะด้วยเทคนิค AAS ดังนี้

Cu^{2+} ปิเปตสารละลายมา 2.00 ml ปรับปริมาตรเป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน

Cr^{3+} ปิเปตสารละลายมา 10.00 ml ปรับปริมาตรเป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน

Ag^+ นำสารละลายที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์โดยไม่ต้องเจือจาง

2.9.3.2.2 การหาปริมาณโลหะที่เหลือจากการเคลือบผิวถ่านกัมมันต์

ในขบวนการแยกตัวทำละลายในกระบวนการ evaporation จะมีปริมาณโลหะเหลือติดอยู่ ใช้ 20% HNO_3 ล้าง 3 ครั้ง เก็บสารละลายในขวดปริมาตรขนาด 500 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนถึงขีดปริมาตร แล้วนำสารละลายที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS ดังนี้

Cu^{2+} ปิเปตสารละลายมา 2.00 ml ปรับปริมาตรเป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน

Cr^{3+} ปิเปตสารละลายมา 2.00 ml ปรับปริมาตรเป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน

Ag^+ ปิเปตสารละลายมา 10.00 ml ปรับปริมาตรเป็น 100 ml ด้วยน้ำปราศจากไอออน