หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

แผนการวิจัยและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 แผนการวิจัย

การวิจัยนี้จะแยกวิจัยเป็น 3 ส่วนเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับส่วนประกอบหลักของรีดอกซ์เซล 3 ส่วน คือ เมมเบรน สารละลายสำหรับสะสมพลังงาน ($CrCl_2$, $FeCl_3$) และอิเล็กโทรด โดยแต่ละส่วนจะทดลองดังต่อไปนี้ คือ

3.1.1 เมมเบรน

ทดลองสร้างเมมเบรนโดยใช้ anion exchange resin และ แผ่น cellophane

ทดลองสร้างเมมเบรนโดยการทำ amination แผ่น PVC ด้วยสารผสมของ hexamethylene diamine กับ chlorobenzene โดยใช้ความร้อนช่วย แล้วล้างด้วย CH_3OH และทำปฏิกริยากับ HCl 1 N และ 0.001 N ตามลำดับ

สำหรับหัวข้อหลังนี้ได้ทำการวิจัย โดยการเปลี่ยนสภาวะและองค์ประกอบต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

- เมื่อใช้ความหนาของ PVC ต่าง ๆ กัน ได้แก่ 1.5 ม.ม., 1.0 ม.ม. และ 0.5 ม.ม. (ซึ่งสามารถหาได้ในท้องตลาด)
- เมื่อใช้ระยะเวลาในการให้ความร้อน ต่าง ๆ กัน (เวลาในการทำ amination แผ่น PVC ด้วยสารผสม) โดยทดลองใช้เวลา 1 ช.ม., 2 ช.ม., 3 ช.ม., 4 ช.ม., 5 ช.ม., 6 ช.ม., 7 ช.ม.
- เมื่อใช้อุณหภูมิในการ amination PVC ต่าง ๆ กัน เช่น 60 °C-70 °C, 70 °C-80 °C, 80 °C-90 °C

- เปรียบเทียบการล้างเมมเบรนที่ได้โดยใช้ CH_3OH กับการล้างโดยใช้น้ำกลั่น

3.1.2 สารละลายสำหรับสะสมพลังงาน ($CrCl_2$, $FeCl_3$) โดยพิจารณาในแง่ต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

สำหรับสารละลาย $CrCl_2$

- เตรียมโดยใช้ผง Cr + HCl (dil) ในภาชนะปิด

- เตรียมโดยใช้ $CrCl_2 . 6H_2O$ ละลายน้ำจนได้ความเข้มข้นที่ต้องการ

สำหรับสารละลาย $FeCl_3$

เนื่องจากสารละลาย $FeCl_3$ มีความเสถียรพอสมควร และ $FeCl_3$ สามารถจัดหาได้จากท้องตลาด จึงไม่มีปัญหาด้วนการเตรียม

ในแง่ความเข้มข้นที่เหมาะสม

ทั้ง $CrCl_2$ และ $FeCl_3$ ได้ทดลองโดยเปลี่ยนใช้ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ตั้งแต่มีความเข้มข้นชนิดละ 0.5 M, 1 M, 4 M, 6 M และ 8 M

3.1.3 อิเล็กโทรด

ในการวิจัยนี้ เลือกใช้กราไฟต์เป็นอิเล็กโทรด เพราะจะทนทานต่อการผุกร่อนเนื่องจากสารละลาย $FeCl_3$ และยังมีราคาถูกด้วย

สำหรับการวิจัย ได้ทดลองเปลี่ยนรูปร่าง และขนาดของอิเล็กโทรด เช่น รูปทรงกระบอก รูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดต่าง ๆ กัน และทดลองหาความบริสุทธิ์ของอิเล็กโทรด โดยใช้ x-ray fluorescence technique

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

แบ่งเป็น 2 ส่วน คือ

3.2.1 อุปกรณ์และเคมีภัณฑ์ที่ใช้

3.2.1.1 สำหรับเมมเบรน

ก. เครื่องมือ

- เครื่องชั่ง (Balance)
- กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 100 ลูกบาศก์เซ็นติเมตร
- ขวดบรรจุน้ำกลั่น
- เตาร้อน (Hot - plate)
- เทอร์โมมิเตอร์
- ตู้ควัน (Fume hood)
- บีคเกอร์ (Beaker)
- เตาอบ (Oven)
- นาฬิกาจับเวลา (Stop watch)

ข. สารเคมี

- แผ่น พีวีซี (Polyvinyl chloride) หนา 1.5 ม.ม., 1.0 ม.ม. และ 0.5 ม.ม.
- Hexamethylene diamine
- Chlorobenzene
- น้ำกลั่น
- Hydrochloric acid (HCl) 1 N และ 0.001 N
- Methanol (CH_3OH)
- Amberite resin IRA - 400 (Cl^-)
- Cellophane (กระดาษแก้ว)

3.2.1.2 สำหรับสารละลายที่ใช้สะสมพลังงาน ($CrCl_2$, $FeCl_3$)

ก. เครื่องมือสำหรับเตรียมสารละลาย

- เครื่องชั่ง (Balance)
- บีคเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ขวดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข. สารเคมี

- ผงโครเมียม (Chromium powder)
- $CrCl_2 \cdot 6\ H_2O$
- Hydrochloric acid (dil)
- $FeCl_3 \cdot 6\ H_2O$
- น้ำกลั่น

3.2.1.3 เซลล์

- ใช้กล่องพลาสติกรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาดกว้าง 9 ซ.ม. ยาว 10.5 ซ.ม. และสูง 5.5 ซ.ม. จำนวน 38 ใบ
- อิเล็กโทรดเป็นกราไฟต์รูปทรงกระบอกขนาดรัศมี 2 ซ.ม. สูง 4 ซ.ม. จำนวน 70 แท่ง
- แผ่นกราไฟต์ รูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง 4 ซ.ม. ยาว 6.5 ซ.ม. และหนา 1 ซ.ม. จำนวน 2 แผ่น
- แผ่นกราไฟต์ รูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง 4 ซ.ม. ยาว 5.0 ซ.ม. และหนา 1 ซ.ม. จำนวน 2 แผ่น

- แผ่นกราไฟต์ รูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง 4 ซ.ม. ยาว 3.5 ซ.ม. และหนา 1 ซ.ม. จำนวน 2 แผ่น

3.2.1.4 อุปกรณ์อื่น ๆ

- เครื่องวัดศักดาไฟฟ้าและกระแสไฟฟ้า (Multimeter)
- แหล่งกำเนิดศักดาไฟฟ้าตรง 5-10 V

3.2.2 วิธีการทดลอง

3.2.2.1 สำหรับเมมเบรน

ก. ทดลองสร้างเมมเบรนโดยใช้ anion exchange resin และแผ่นกระดาษแก้ว (cellophane)

1. เตรียมเรซิน

- ใช้ anion exchange resin (Amberite resin IRA - 400 (Cl^-))

- นำ anion resin นี้ แช่ใน NaCl หรือ HCl (dil) เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 1 ซ.ม. (เพื่อเป็นการ regenerate resin ให้อยู่ในรูป chloride form อย่างสมบูรณ์)

- นำเรซินที่แช่สารละลายดังกล่าวครบตามเวลา แล้วไปวางบนกระดาษกรอง เพื่อไม่ให้ resin เปียกเกินไป (เมื่อเรซินมีความชื้น จะมีลักษณะเป็น gel คือ เม็ดของเรซินจะเกาะกลุ่มกัน)

2. เตรียมไดอะแฟรมหรือแผ่นกั้นเรซิน

- ตัดแผ่นอะครีลิก 2 แผ่นเท่ากันแต่ละแผ่นให้มีขนาดพอที่จะใส่ลงในกล่องพลาสติก เพื่อจะกั้นกล่องพลาสติกให้เป็นเซลล์ 2 เซลล์เท่ากัน

- เจาะรูแผ่นอะครีลิกด้วยเครื่องเจาะรูโดยให้มีจำนวนรูมากที่สุดเท่าที่จะมากได้

- ใช้น้ำยาติดแผ่นอะครีลิก 2 แผ่น ตรงกลางกล่องพลาสติก โดยให้แน่นและแนบสนิทกับกล่อง (ต้องระวังในการเชื่อมติดต้องให้แน่นและแนบสนิทจริง ๆ เพื่อป้องกันการไหลซึมของสารละลาย) และแต่ละแผ่นให้ห่างกันประมาณ 0.3 ซ.ม.

- ทิ้งไว้ให้แห้งจริง ๆ

- ตัดแผ่นกระดาษแก้ว 2 แผ่น ให้ขนาดเท่าแผ่นอะครีลิก แล้วติดกับแผ่นอะครีลิกทั้ง 2 แผ่น (หรือจะติดกับแผ่นอะครีลิกก่อน แล้วจึงนำแผ่นอะครีลิกติดกับกล่องก็ได้)

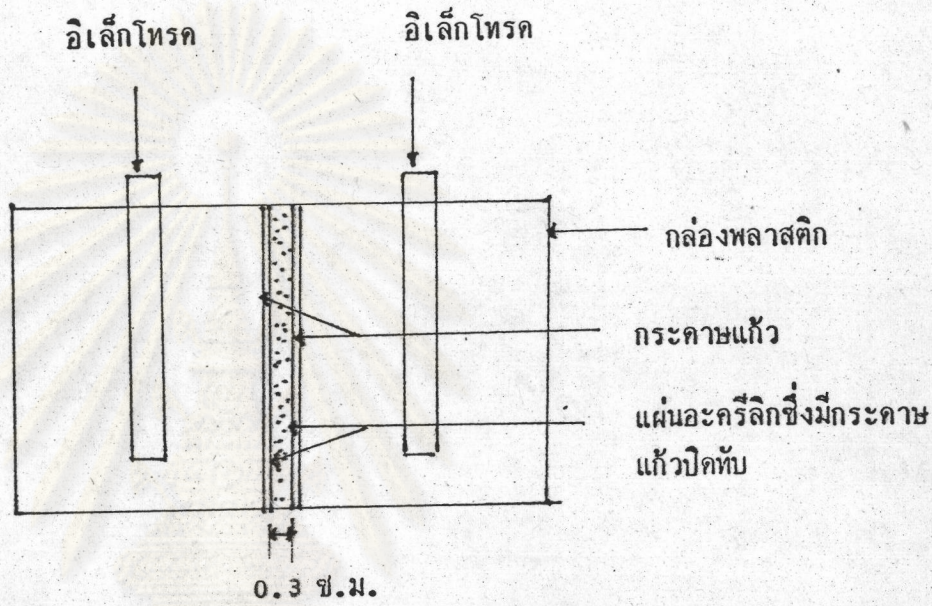
- ทิ้งไว้ให้แห้งสนิท

- ทดลองว่ามีการรั่วซึมหรือไม่ โดยเทน้ำกลั่นลงในเซลล์ข้างใดข้างหนึ่ง ถ้าไม่มีการรั่วซึมจึงทำการทดลองขั้นต่อไป

- นำเรซินที่เตรียมไว้แล้ว ค่อย ๆ บรรจุใส่ระหว่างแผ่นอะครีลิก 2 แผ่น โดยใช้ช้อนตัก และแท่งแก้วขนาดเล็กช่วยบรรจุ พยายามบรรจุให้แน่นสม่ำเสมอกัน

จะได้ anion permselective membrane ที่ทำขึ้นจาก anion resin ดังรูป 3.1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูป 3.1 รีดอกซ์เซลล์ที่มีเมมเบรนทำขึ้นโดยใช้ anion exchange resin และ cellophane

3. นำเมมเบรนที่ได้ไปใช้ในรีดอกซ์เซลล์

โดยใช้สารละลาย $CrCl_2$ และ $FeCl_3$ เข้มข้นอย่างละ 1 M ใส่ไว้คนละข้างของเซลล์ ซึ่งแต่ละข้างมีอิเล็กโทรดทำด้วยกราไฟต์รูปทรงกระบอกขนาดรัศมี 2 ซ.ม. สูง 4 ซ.ม. (ทำหน้าที่เป็น anode และ cathode) ปิดเซลล์ (ฝากล่อง) ให้สนิท

- สังเกตุผลการทดลอง เช่น อายุการใช้งาน กระแสและความต่างศักย์ที่เกิดขึ้น

ข. ทดลองสร้างเมมเบรนโดยการทำ amination แผ่น PVC ด้วยสารผสมของ hexamethylene diamine กับ chlorobenzene โดยทำตามลำดับดังนี้

- ตัดแผ่น PVC ให้มีน้ำหนัก 8.5 กรัม (ใช้ความหนาต่าง ๆ กัน 3 ขนาด คือ 1.5 ม.ม., 1.0 ม.ม. และ 0.5 ม.ม.)

- เตรียม 81.5 % โดยน้ำหนักของ hexamethylene diamine โดยนำ hexamethylene diamine หนัก 81.5 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 18.5 กรัม (เนื่องจาก hexamethylene diamine เป็นผลึกแข็งติดขวด เวลาจะใช้จึงต้องนำไปอบในตู้อบ เพื่อให้อยู่ในสภาพของเหลวก่อน) ตวงสารละลายที่ได้มา 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำมาผสมกับ chlorobenzene 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร (chlorobenzene จะทำให้ PVC ขยายตัวพองขึ้น)

- นำแผ่น PVC ที่เตรียมไว้ แช่ในสารละลายที่ได้ แล้วนำไปตั้งบนเตาร้อน (hot plate) ที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ และเป็นเวลานานเท่าที่กำหนด

- หลังจากให้ความร้อนครบตามเวลาแล้ว ล้างด้วย methanol (เพื่อขจัดพวกสารน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ๆ และ amine ที่มากเกินพอ)

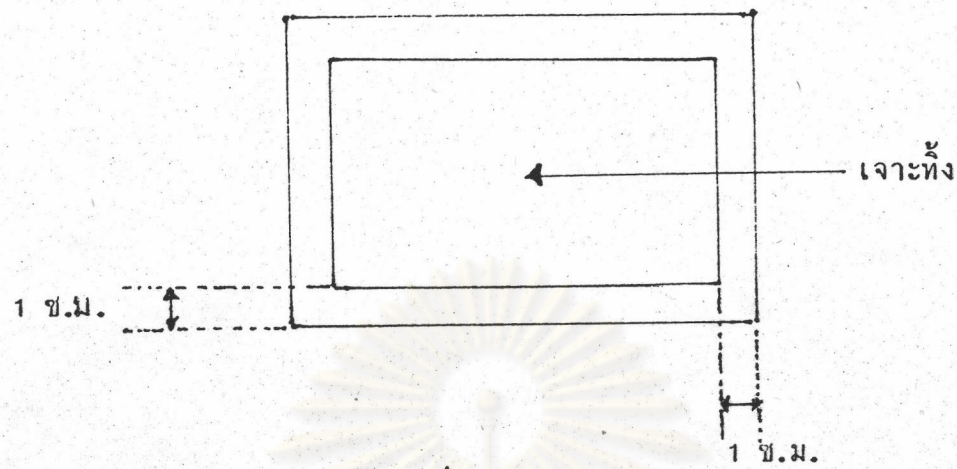
- แล้วนำแผ่น PVC นี้ มาล้างด้วย 1 N HCl เพื่อทำให้เกิด Cl^- ที่ตำแหน่งที่มีการแลกเปลี่ยนประจุ

- ล้างด้วย 0.001 N aqueous HCl

- ทิ้งให้แห้งในอุณหภูมิห้อง

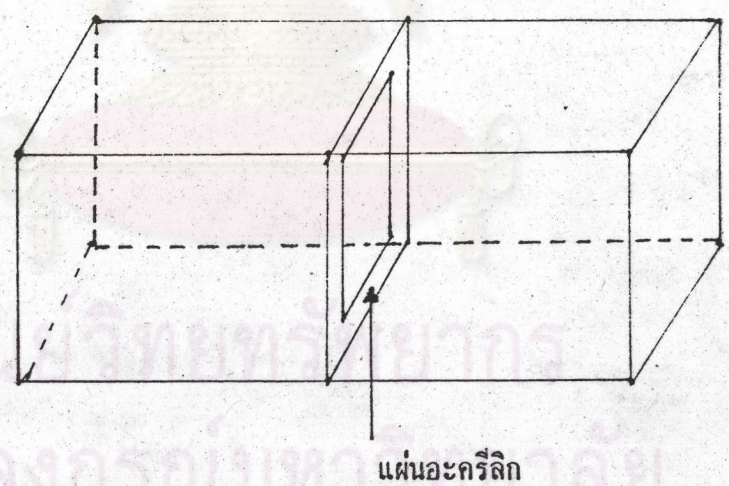
สำหรับภาชนะที่ใช้บรรจุสารละลาย ตั้งแต่หัวข้อ ข เป็นต้นไป จะเตรียมโดย

- ใช้กล่องพลาสติกรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า แล้วตัดแผ่นอะครีลิก 1 แผ่น สำหรับกั้นตรงกลางกล่องพลาสติก เจาะตรงกลางของแผ่นอะครีลิกเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนานกับรูปสี่เหลี่ยมเดิมดังรูป 3.2โดยให้เหลือขอบกว้างประมาณ 1 ซ.ม.



รูป 3.2 แผ่นอะครีลิกที่เจาะตรงกลาง

- นำแผ่นอะครีลิกที่ได้ไปติดคั่นตรงกลางกล่องพลาสติก ดังรูป 3.3



รูป 3.3 เซลล์ที่มีแผ่นอะครีลิกประกอบเข้าตรงกลางเซลล์

- นำเมมเบรนที่เตรียมไว้ ติดบนแผ่นอะครีลิก โดยต้องระวังให้แน่นและแนบสนิทจริง ๆ เพื่อป้องกันการรั่วเข้าผสมกันโดยตรงของสารละลาย 2 ชนิด

- หลังจากการติดเมมเบรนทุกครั้ง ต้องทดลองว่ามีการรั่วซึมหรือไม่ โดยใส่น้ำกลั่นลงในเซลล์ข้างใดข้างหนึ่ง แล้วจึงทำการทดลองต่อไป

สำหรับหัวข้อ ข ซึ่งเป็นการสร้างเมมเบรนโดยการทำ amination แผ่น PVC นี้ ได้ทำการวิจัยโดยการเปลี่ยนสภาวะและองค์ประกอบต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

1. ทดลองใช้แผ่น PVC ที่มีความหนาต่าง ๆ กัน 3 ขนาด คือ 1.5 ม.ม., 1 ม.ม. และ 0.5 ม.ม.

- ตัดแผ่น PVC แต่ละขนาดให้มีน้ำหนัก 8.5 กรัม แล้วทำการเตรียมเมมเบรนตามวิธีดังกล่าว โดยให้อุณหภูมิที่ใช้และเวลาในการทำ amination แผ่น PVC ทั้ง 3 แผ่นเท่ากัน (เพื่อจะได้มีตัวแปรเพียงตัวเดียว คือ ความหนาของเมมเบรน) ดังนั้นจะได้เมมเบรน 3 ชิ้น ที่เกิดจากความหนาต่าง ๆ กัน 3 ขนาด

- นำเมมเบรนแต่ละชิ้น ไปติดบนแผ่นอะครีลิกที่เตรียมไว้

- ใช้สารละลาย $CrCl_2$ และ $FeCl_3$ เข้มข้นอย่างละเท่า ๆ กัน ใส่ไว้คนละข้างของเซลล์ ซึ่งแต่ละข้างมีอิเล็กโทรดทำด้วยกราไฟต์รูปทรงกระบอก ขนาดเท่ากันหมด (รัศมี 2 ซ.ม. สูง 4 ซ.ม.) ปิดเซลล์ให้สนิท

- สังเกตุผลการทดลอง เช่น อายุการใช้งาน กระแสและความต่างศักย์ และจากการทดลองหัวข้อนี้ จะได้ความหนาที่เหมาะสม

2. ทดลองเปลี่ยนระยะเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อน (เวลาที่ใช้ในการทำ amination แผ่น PVC) โดยทดลองใช้เวลา 1 ซ.ม., 2 ซ.ม. 3 ซ.ม. 4 ซ.ม. 5 ซ.ม. 6 ซ.ม. และ 7 ซ.ม.

3. ทดลองเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้ในการทำ amination PVC โดยใช้อุณหภูมิ 60 °C-70 °C, 70 °C-80 °C และ 80 °C-90 °C

ในการทดลองข้อ 2 และ 3 จะทำการทดลองพร้อม ๆ กันไปเลย โดย

ก) ใช้อุณหภูมิ 60 °C-70 °C และใช้แผ่น PVC ที่ชั่งน้ำหนักแล้ว 7 แผ่น

แผ่นที่ 1 ทำ amination ที่ 60 °C-70 ° C เป็นเวลา 1 ช.ม.
แผ่นที่ 2 " " " 2 ช.ม.
แผ่นที่ 3 " " " 3 ช.ม.
แผ่นที่ 4 " " " 4 ช.ม.
แผ่นที่ 5 " " " 5 ช.ม.
แผ่นที่ 6 " " " 6 ช.ม.
แผ่นที่ 7 " " " 7 ช.ม.

เมื่อครบตามเวลาแล้วนำแต่ละแผ่นมาล้างด้วย CH_3OH แล้วแช่ใน HCl 1 N และ 0.001 N aq HCl ตามลำดับ แล้วจึงนำไปประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ ตามวิธีที่กล่าวไว้แล้ว

ข) ใช้อุณหภูมิ 70 °C-80 °C และใช้แผ่น PVC ที่ชั่งน้ำหนักแล้ว 7 แผ่น

แผ่นที่ 1 ทำ amination ที่ 70 °C-80 ° C เป็นเวลา 1 ช.ม.
แผ่นที่ 2 " " " 2 ช.ม.
แผ่นที่ 3 " " " 3 ช.ม.
แผ่นที่ 4 " " " 4 ช.ม.
แผ่นที่ 5 " " " 5 ช.ม.
แผ่นที่ 6 " " " 6 ช.ม.
แผ่นที่ 7 " " " 7 ช.ม.

เมื่อครบตามเวลาแล้ว นำแต่ละแผ่นมาล้างด้วย CH_3OH แล้วแช่ใน HCl 1 N และ 0.001 N aq HCl ตามลำดับ แล้วจึงนำไปประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ตามวิธีที่กล่าวไว้แล้ว

ค) ใช้อุณหภูมิ 80 °C-90 °C และใช้แผ่น PVC ที่ชั่งน้ำหนักแล้ว 7 แผ่น

แผ่นที่ 1 ทำ amination ที่ 80 °C-90 °C เป็นเวลา 1 ช.ม.
แผ่นที่ 2 " " " 2 ช.ม.
แผ่นที่ 3 " " " 3 ช.ม.
แผ่นที่ 4 " " " 4 ช.ม.
แผ่นที่ 5 " " " 5 ช.ม.
แผ่นที่ 6 " " " 6 ช.ม.
แผ่นที่ 7 " " " 7 ช.ม.

เมื่อครบตามเวลาแล้ว นำแต่ละแผ่นมาล้างด้วย CH_3OH แล้วแช่ใน HCl 1 N และ 0.001 N aq HCl ตามลำดับ แล้วจึงนำไปประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ตามวิธีที่กล่าวไว้แล้ว

ในการทดลองทั้ง ข้อ ก, ข, ค ใช้สารละลาย $CrCl_2$ และ $FeCl_3$ เข้มข้นอย่างละเท่า ๆ กัน ใส่ไว้ในคนละข้างของเซลล์ ซึ่งแต่ละข้างมีอิเล็คโทรดทำด้วยกราไฟต์ ขนาดเท่ากัน (รัศมี 2 ซ.ม. สูง 4 ซ.ม.) ดังนั้นจะได้รีดอกซ์เซลล์จำนวน 21 เซลล์

สังเกตุดูอายุการใช้งาน กระแสและความต่างศักย์

จากการทดลอง จะได้ อุณหภูมิและระยะเวลาในการทำ amination ที่เหมาะสม (optimum temperature and optimum period) สำหรับ PVC หนา 1 ม.ม. ซึ่งในการทดลองลำดับต่อ ๆ ไปนับจากหัวข้อนี้จะใช้เมมเบรนที่เตรียมโดยใช้ความหนา อุณหภูมิและเวลาในการทำ amination ที่เหมาะสมนี้

4. เปรียบเทียบการล้างเมมเบรนโดยใช้ CH_3OH กับการล้างโดยใช้น้ำกลั่น

3.2.2.2 สารละลายสำหรับสะสมพลังงาน ($CrCl_2$, $FeCl_3$) โดยพิจารณาในแง่ต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

ก. ในแง่การเตรียม

สำหรับสารละลาย $CrCl_2$

1. เตรียมโดยใช้ผง Cr + HCl dil ในภาชนะปิดโดย

- ชั่งผงโครเมียมประมาณ 6.49 กรัม ใส่ในขวดปริมาตร ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติม HCl (dil) ลงไปจนผงโครเมียมละลายหมด ในระหว่างปฏิกริยาเติมน้ำกลั่นบ้างเล็กน้อย เพื่อลดความรุนแรง และพยายามปิดฝาขวดปริมาตรโดยตลอด (นาน ๆ จึงเปิดครั้ง) เติมน้ำกลั่นจนครบ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- จะได้สารละลาย $CrCl_2$ 0.5 M ซึ่งเตรียมในภาชนะปิด

2. เตรียมโดยใช้ $CrCl_2 . 6 H_2O$

- ชั่ง $CrCl_2 . 6 H_2O$ ประมาณ 115.45 กรัม แล้วนำมาละลายในน้ำกลั่น เติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 ลิตร

- จะได้สารละลาย $CrCl_2$ เข้มข้น 0.5 M ซึ่งเตรียมจากผลึก $CrCl_2 . 6 H_2O$

สำหรับสารละลาย $FeCl_3$

- ชั่ง $FeCl_3 . 6 H_2O$ ประมาณ 135.103 กรัม แล้วนำมาละลายในน้ำกลั่น เติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 ลิตร

- จะได้สารละลาย $FeCl_3$ เข้มข้น 0.5 M

- นำกล่องพลาสติกที่มีเมมเบรนติดอยู่ตรงกลางกล่อง และมีอิเล็กโทรดอยู่ข้างละเซลล์เรียบร้อยแล้วมา 2 ใบ แล้วนำสารละลาย $CrCl_2$ 0.5 M ที่เตรียมได้ในภาชนะปิด เทลงในกล่องใบที่ 1 ข้างซ้าย

- นำสารละลาย $CrCl_2$ 0.5 M ที่เตรียมจาก $CrCl_2 . 6 H_2O$ เทลงในกล่องใบที่ 2 ข้างซ้าย

- เทสารละลาย $FeCl_3$ 0.5 M ที่เตรียมไว้ลงในกล่องพลาสติกข้างขวาทั้ง 2 ใบ

ปิดเซลล์ให้สนิท

จะได้รีดอกซ์เซลล์ 2 เซลล์ ซึ่งมีวิธีการเตรียมสารละลายแตกต่างกัน

สังเกตุดูการทำงานของรีดอกซ์เซลล์ บันทึกผลที่ได้

ผลจากการทดลองในหัวข้อ ก. (ในแง่การเตรียม) จะทำให้ได้วิธีการเตรียมที่เหมาะสม

ข. ทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายที่เหมาะสม

เราจะนำผลที่ได้จากการทดลองในหัวข้อต่าง ๆ มาใช้เป็นค่าคงที่ 3 ค่า คือ ในการเตรียมเมมเบรน จะใช้แผ่น PVC ที่มีความหนาเหมาะสม (1 ม.ม.) ใช้ความร้อน 60 °C-70 °C (optimum temperature) แล้วใช้เวลาในการทำ amination เป็นเวลา 7 ช.ม. (optimum period) ส่วนตัวแปรจะเป็นค่าความเข้มข้น โดยทดลองใช้ความเข้มข้นของสารละลายต่าง ๆ กัน เช่น 0.5 M, 1 M, 4 M, 6 M, 8 M วิธีการเตรียมมีดังต่อไปนี้

- เตรียม 0.5 M $CrCl_2$ โดยชั่ง $CrCl_2 . 6 H_2O$ = 28.86 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่น จนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 0.5 M $FeCl_3$ โดยชั่ง $FeCl_3 . 6 H_2O$ = 33.77 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 1 M $CrCl_2$ โดยชั่ง $CrCl_2 . 6 H_2O$ = 57.7 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 1 M $FeCl_3$ โดยชั่ง $FeCl_3 . 6 H_2O$ = 67.56 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 1 M $CrCl_2$ โดยชั่ง $CrCl_2 . 6 H_2O$ = 230.9 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 1 M $FeCl_3$ โดยชั่ง $FeCl_3 . 6 H_2O$ = 270.206 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 6 M $CrCl_2$ โดยชั่ง $CrCl_2 . 6 H_2O$ = 346.35 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 6 M $FeCl_3$ โดยชั่ง $FeCl_3 . 6 H_2O$ = 405.308 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 8 M $CrCl_2$ โดยชั่ง $CrCl_2 . 6 H_2O$ = 461.8 กรัม แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- เตรียม 8 M $FeCl_3$ โดยชั่ง $FeCl_3 . 6 H_2O$ = 540.412 กรัม แล้วเติมน้ำจนได้สารละลาย 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

นำกล่องพลาสติกที่มีเมมเบรนติดอยู่ตรงกลางกล่องและมีอิเล็กโทรดอยู่ข้างละเซลล์ เรียบร้อยแล้วมา 5 กล่อง แต่ละกล่องเทสารละลาย $CrCl_2$ แต่ละความเข้มข้นลงในเซลล์ข้างซ้าย และเทสารละลาย $FeCl_3$ แต่ละเข้มข้นลงในเซลล์ในข้างขวา โดยในกล่องใบเดียวกัน สารละลายที่ใช้ทั้ง 2 ชนิด ต้องมีความเข้มข้นเท่ากัน คล่าวคือ $CrCl_2$ 0.5 M / $FeCl_3$ 0.5 M, $CrCl_2$ 1 M / $FeCl_3$ 1 M, $CrCl_2$ 4 M / $FeCl_3$ 4 M, $CrCl_2$ 6 M / $FeCl_3$ 6 M, $CrCl_2$ 8 M / $FeCl_3$ 8 M สังเกตุดูการทำงานของรีดอกซ์เซลล์ บันทึกผลที่ได้

3.2.2.3 อิเล็กโทรด

ก. การเตรียมอิเล็กโทรด

- ตัดกราไฟต์เป็นท่อน ๆ ขนาดพอประมาณ โดยใช้เครื่องตัด

- แล้วใช้เครื่องกลึง กลึงกราไฟต์จนได้รูปทรงกระบอก ขนาดรัศมี 2 ซ.ม. สูง 4 ซ.ม. จำนวน 70 แท่ง

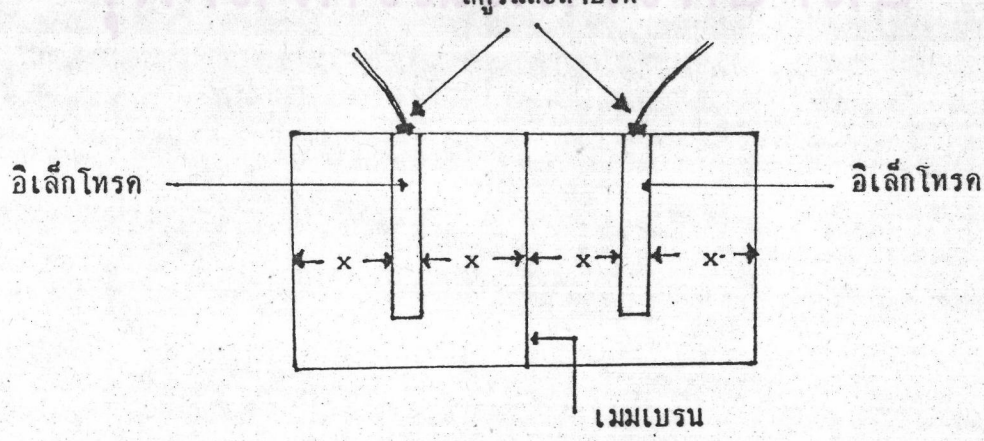
- ตกแต่งผิวให้เรียบโดยใช้กระดาษทราย

- ตัดกราไฟต์เป็นแผ่นสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง × ยาว × สูง = 6.5 × 4 × 1 ซ.ม.^{3} จำนวน 2 แผ่น, ขนาด 5 × 4 × 1 ซ.ม.^{3} จำนวน 2 แผ่น และขนาด 3.5 × 4 × 1 ซ.ม.^{3} จำนวน 2 แผ่น โดยใช้เครื่องตัดและตกแต่งผิวโดยใช้กระดาษทราย

- เจาะรูที่แท่งกราไฟต์แต่ละแท่ง และฝากล่องพลาสติกแต่ละฝา โดยแบ่งฝากล่องเป็น 2 ส่วนเท่า ๆ กัน แล้วเจาะรูส่วนละ 1 รู ให้แต่ละรูอยู่ตรงกลางของแต่ละส่วน และขนาดของรูที่เจาะให้พอเหมาะสำหรับสกูรเสียบติดอยู่ได้

- ประกอบแท่งกราไฟต์เข้ากับฝากล่อง (2 แท่งต่อ 1 ฝา) โดยติดสกูรและสายไฟที่แท่งกราไฟต์ทุกแท่ง

ดังนั้น แท่งกราไฟต์จะอยู่กึ่งกลางระหว่างเมมเบรนกับขอบข้างของกล่องเท่า ๆ กันทุกเซลล์ ดังรูป 3.4



รูป 3.4 แผนภาพส่วนประกอบของรีดอกซ์เซลล์

ทดลองใช้อิเล็กโทรดรูปร่างและขนาดแตกต่างกัน โดย

- ใช้อิเล็กโทรดรูปทรงกระบอก ขนาดรัศมี = 2 ซ.ม. และสูง 4 ซ.ม. จำนวน 2 แท่ง ประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ 1 เซลล์

- ใช้อิเล็กโทรดรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง × ยาว × สูง = 6.5 × 4 × 1 ซ.ม.^{3} จำนวน 2 แผ่น ประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ 1 เซลล์

- ใช้อิเล็กโทรดรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง × ยาว × สูง = 5 × 4 × 1 ซ.ม.^{3} จำนวน 2 แผ่น ประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ 1 เซลล์

- ใช้อิเล็กโทรดรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดกว้าง × ยาว × สูง = 3.5 × 4 × 1 ซ.ม.^{3} จำนวน 2 แผ่น ประกอบเข้าเป็นรีดอกซ์เซลล์ 1 เซลล์

โดยทั้งหมดนี้ภายใต้สภาวะเดียวกันดังต่อไปนี้คือ

- ใช้ความเข้มข้นของสารละลาย = 0.5 M (โดยเตรียมจากผงโครเมียม

- ใช้ PVC หนา 1 ม.ม.

- ใช้อุณหภูมิในการทำ amination = 60 °C-70 °C

- ใช้เวลาในการทำ amination = 7 ซ.ม.

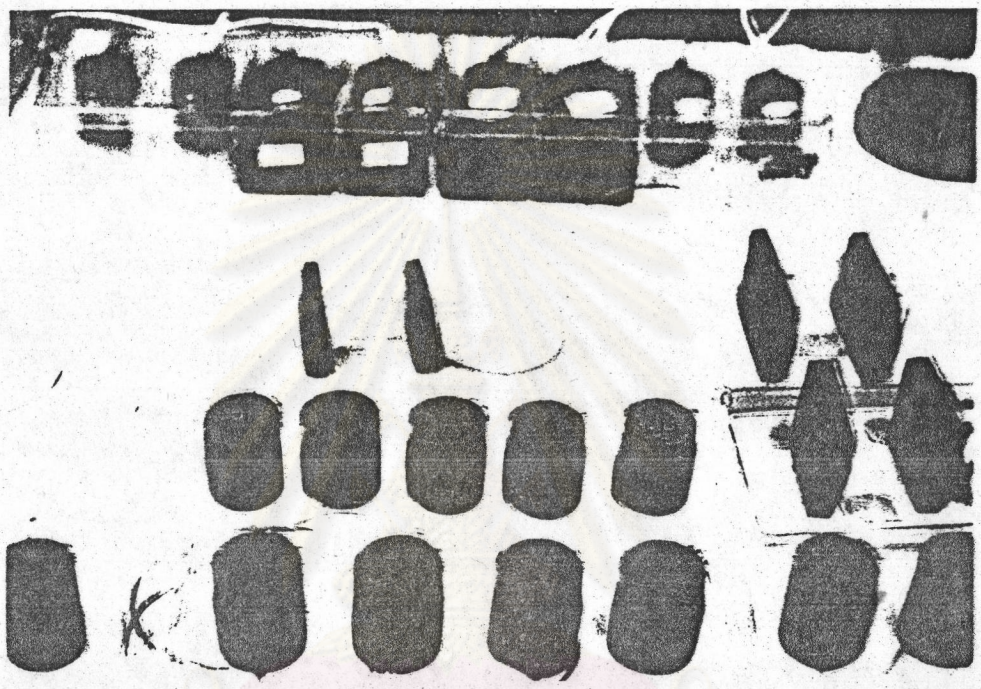
- ล้างเมมเบรนโดยใช้ CH_3OH และแช่ใน HCl 1 N และ 0.001 N ตามลำดับ

- สังเกตุผลการทดลอง วัดค่า I, V จนได้ค่าสูงสุดและจนค่าเริ่มลด บันทึกเวลาที่ค่าเปลี่ยนแปลงด้วย

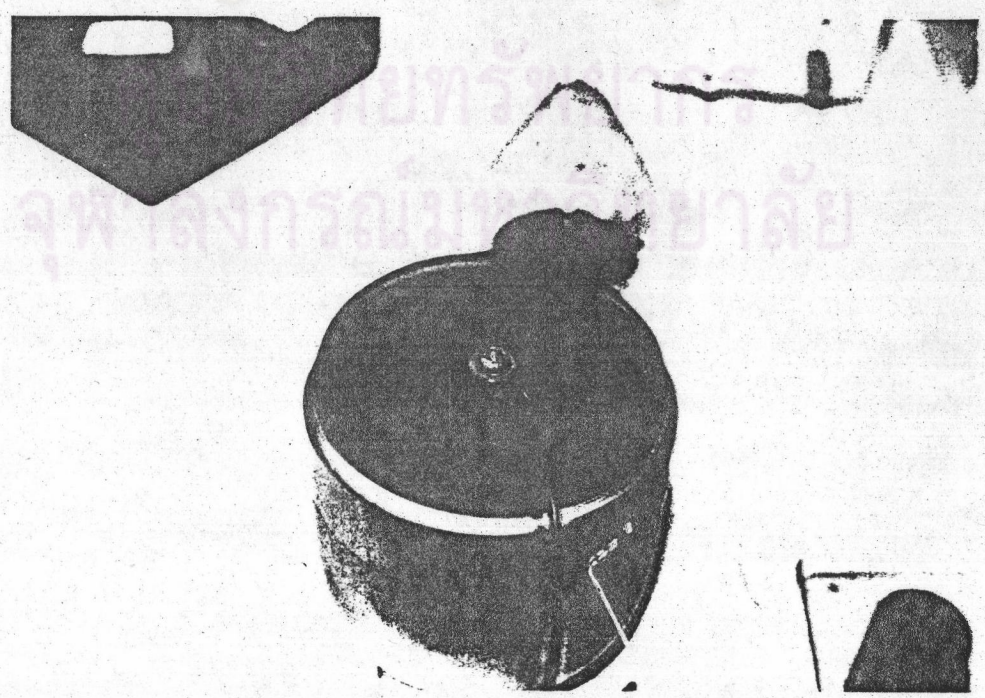
ข. ทดลองหาความบริสุทธิ์ของกราไฟต์อิเล็กโทรด โดยใช้วิธีเรืองรังสีเอ็กซ์ (x-ray fluorescence technique)

- ใช้กราไฟต์อิเล็กโทรดเป็นตัวอย่างในการวิเคราะห์

- สำหรับเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ ใช้ทั้งแบบ Dispersion และแบบ Non-dispersion โดย แบบ Dispersion ใช้ Wavelength dispersive x-ray fluorescence spectrometer. Model JOEL JSX 60 PA และแบบ Non-dispersion ใช้ Energy dispersive x-ray fluorescence spectrometer. Model EDXRF XR-200 LINK SYSTEM ซึ่งทั้ง 2 แบบ ใช้ Rh (Rhodiam) เป็น Target



รูป 3.5 อิเล็กโทรดรูปทรงกระบอก , รูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า และรีดอกซ์เซลล์ที่สร้างขึ้น



รูป 3.6 รีดอกซ์เซลล์อีกแบบหนึ่ง

3.2.2.4 การอัดประจุไฟฟ้าเข้าในรีดอกซ์เซลล์ (ทำโดยใช้ anion resin กับแผ่น cellophane)

ก. เมื่อสารละลายถูกอัดประจุไฟฟ้าเป็นเวลานาน 5 นาที ด้วย power supply ขนาด 5 โวลต์ เมื่อครบแล้ววัดกระแสเทียบเท่ากับเวลา

ข. เมื่อสารละลายถูกอัดประจุไฟฟ้าเป็นเวลานาน 10 นาที ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ ก.

ค. เมื่อสารละลายถูกอัดประจุไฟฟ้าเป็นเวลานาน 30 นาที ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ ข.

หมายเหตุ รีดอกซ์เซลล์ที่ใช้มีขนาดใหญ่กว่ารีดอกซ์เซลล์ที่ทำโดยการ amination PVC ประมาณ 2 เท่า ($9 \times 10.5 \times 10$ ซ.ม.^{3})

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย