เรื่องเต็มการประชุมทางวิชาการ ครั้งที่ ๔๑
มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

The Proceedings of 41st Kasetsart University Annual Conference

สาขาวิทยาศาสตร์ (Subject : Science)

สาขาการจัดการทรัพยากรและสิ่งแวดล้อม

(Subject : Natural Resources and Environmental Economics)

๓-๗ กุมภาพันธ์ ๒๕๔๖

ณ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตบางเขน

"๖๐ ปี วิชาการ
พื้นฐานสังคมไทย"

Adsorption and Desorption of Cobalt(II) by 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol Chelating Resin

การดูดซับและการคายโคบอลต์(II) โดย 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol คีเลตติงเรซิน

อภิสิฏฐ์ ศงสะเสน และ สุมนมาลย์ รุ่งโรจน์วิทยากุล

Apisit Songsasen and Sumonmal Rungrojwittayakul

บทคัดย่อ

2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol (TAC) เป็นสารประกอบประเภท azo dye ซึ่งสามารถเกิดสารเชิงซ้อนกับ Co (II) ได้ในช่วง pH 5-10 และเมื่อนำ 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol คีเลตติงเรซิน (P-TAC) ซึ่งเตรียมโดยการนำ TAC มาติดบน chloromethylated polystyrene-divinylbenzene มาใช้เป็นตัวดูดซับ Co(II) ในสารละลาย พบว่าสภาวะที่ดีที่สุดในการใช้ P-TAC ดูดซับ Co(II) คือ pH ของสารละลาย Co(II) เท่ากับ 7 และเวลาในการเขย่าสารเท่ากับ 3 ชั่วโมง โดย P-TAC จะมีความจุต่อ Co(II) เท่ากับ 0.159 mmol/g สำหรับการคาย Co(II) โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวชะพบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกจะสามารถเกิดการคาย Co(II) ได้มากขึ้น

Abstract

2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol is an azo dye which has ability to form complex with Co(II) in the pH range of 5-10. 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol was immobilized on chloromethylated polystyrene-divinylbenzene to gave a chelating resin (P-TAC) which has ability to adsorb Co(II). The batch method was used to obtain the optimum condition for the sorption of Co(II) by P-TAC. It was found that the optimum pH was 7 and the optimum shaking time was 3 hours, which gave capacity of 0.159 mmol/g. The desorption of Co(II) from P-TAC by various concentration of hydrochloric acid had been investigated. Increasing in concentration of hydrochloric acid caused the increasing in the desorption of Co(II) from P-TAC.

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

Department of Chemistry, Faculty of Science, Kasetsart University.

คำนำ

2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol (TAC) เป็นสารประกอบประเภท azo dye ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาไดอะโซไทเซชัน (diazotisation) และปฏิกิริยาคู่ควบ (coupling) ของ 2-aminothiazole กับ p-cresol (Nobuyoshi,1959)

ได้มีการศึกษาการเกิดสารเชิงซ้อนระหว่าง TAC กับไอออนของโลหะชนิดต่าง ๆ พบว่า TAC สามารถเกิดสารเชิงซ้อนกับไอออนของโลหะได้หลายชนิด เช่น Cd(II), Pb(II) และ Zn(II) เป็นต้น (Gandhi, 1990) ซึ่งในรายงานนี้จะกล่าวถึงการเกิดสารเชิงซ้อนระหว่าง TAC กับ Co(II) ซึ่งจากการศึกษาสภาวะการเกิดสารเชิงซ้อนระหว่าง TAC กับ Co(II) พบว่า TAC สามารถเกิดสารเชิงซ้อนกับ Co(II) ได้ดีในช่วง pH 5-10 (อภิสิฏฐ์, 2545)

นอกจากนั้นยังมีรายงานการวิจัยที่นำ TAC มาติดบนตัวรองรับเพื่อใช้สำหรับแยกโลหะชนิดต่าง ๆ ที่สามารถเกิด สารเชิงซ้อนกับ TAC ออกจากสารละลายได้ (Ciba, 1973 และ Ferreira, 1999) ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมคีเลตติงเรซิน (P-TAC) ซึ่งเกิดจากการดูดซับของ 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol บน chloromethylated polystyrene-divinylbenzene เพื่อใช้แยก Co(II) ออกจากสารละลายโดยการดูดซับบน P-TAC ที่เตรียมได้ และศึกษาถึงความสามารถในการคาย (desorption) Co(II) ออกจาก P-TAC โดยกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

อุปกรณ์และวิธีการ

เครื่องมือ

1. pH meter : Inolab
2. Atomic Absorption Spectrophotometer : Perkin-Elmer 1100
3. เครื่องเขย่าสาร (Shaking bath) : Clifton
4. เครื่องสกัดสาร (Soxhlet extractor)

สารเคมี

1. 2-aminothiazole (Fluka)
2. p-cresol (M&B)
3. sodium nitrite (Merck)
4. cobalt standard solution (Carlo Erba)
5. dimethylformamide (Lab-Scan)
6. triethylamine (Fluka)
7. hydrochloric acid (Merck)
8. nitric acid (Lab-Scan)
9. sodium hydroxide (Carlo Erba)
10. ethanol (commercial grade)
11. chloromethylated polystyrene-divinylbenzene 200-400 mesh (Fluka)

วิธีการทดลอง

การเตรียม 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol คีเลตติงเรซิน (P-TAC)

1. เตรียม 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol (Nobuyoshi,1959)

2. ชั่ง chloromethylated polystyrene-divinylbenzene 0.5 กรัม ใส่ในตัวทำละลายผสมระหว่าง dimethylformamide กับtriethylamine (1:1) 5 ml นำไปเขย่าที่อุณหภูมิ 50 ^{0}C 1 ชั่วโมง
3. ละลาย TAC 0.1 กรัมในตัวทำละลายผสมแล้วเทลงในสารในข้อ 2. นำไปเขย่าที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 72 ชั่วโมง
4. กรองตะกอนแล้วล้างด้วย 0.5M HCl, 0.5M NaOH, 0.5M HCl และน้ำกลั่นตามลำดับ
5. นำตะกอนที่ล้างแล้วมาสกัด TAC ที่ไม่ได้ติดอยู่บน resin ออกด้วยเอทานอลโดยใช้เครื่องสกัดสาร
6. อบ 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol คีเลตติงเรซิน (P-TAC) ให้แห้งโดยใช้ตู้อบสูญญากาศ

การศึกษาการนำ P-TAC ไปใช้แยก Co(II) ออกจากสารละลาย

1. การศึกษาผลของ pH
   1.1 เตรียมสารละลาย $Co(NO_3)_2$ เข้มข้น 125 ppm ให้มี pH 3-7 โดยปรับ pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริก
   1.2 ปิเปตสารละลายแต่ละขวดจากข้อ 1.1 ปริมาตร 10.00 ml ใส่ขวดที่มี P-TAC 50.0 mg แล้วนำไปเขย่าที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง
   1.3 กรอง P-TAC ออกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
   1.4 นำสารละลายที่ได้ไปวัดปริมาณ Co(II) ที่เหลือด้วย Atomic Absorption Spectrophotometer
2. การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการเกิดสารเชิงซ้อน
   2.1 เตรียมสารละลาย $Co(NO_3)_2$ เข้มข้น 125 ppm ที่ pH 7
   2.2 ปิเปตสารละลายจากข้อ 2.1 ปริมาตร 10.00 ml ใส่ขวดที่มี P-TAC 50.0 mg ทั้งหมด 8 ขวดแล้วนำไปเขย่าที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15, 30, 60, 90, 120, 180, 240 และ 270 นาทีตามลำดับ
   2.3 กรอง P-TAC ออกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
   2.4 นำสารละลายที่ได้ไปวัดปริมาณ Co(II) ที่เหลือด้วย Atomic Absorption Spectrophotometer
3. การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ Co(II)
   3.1 เตรียมสารละลาย $Co(NO_3)_2$ pH 7 โดยให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้คือ 10, 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 ppm
   3.2 ปิเปตสารละลายแต่ละขวดจากข้อ 3.1 ปริมาตร 10.00 ml ใส่ขวดที่มี P-TAC 50.0 mg แล้วนำไปเขย่าที่อุณหภูมิห้อง 3 ชั่วโมง
   3.3 กรอง P-TAC ออกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
   3.4 นำสารละลายที่ได้ไปวัดปริมาณ Co(II) ที่เหลือด้วย Atomic Absorption Spectrophotometer

การคาย (desorption) ของ Co(II) ที่ถูกดูดซับโดย P-TAC

1. เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.25, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00 โมลาร์

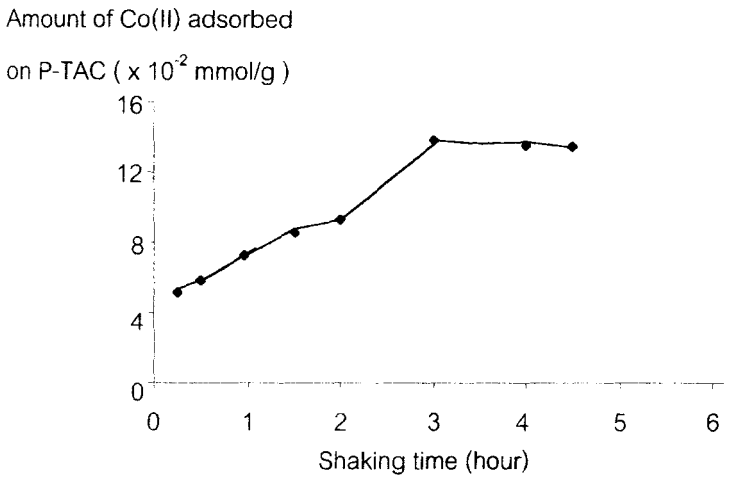

Figure 2 Adsorption of Co(II) by P-TAC at various shaking time

3. การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของ Co(II)

เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นเริ่มต้นของ Co(II) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเริ่มต้นของ Co(II) P-TAC จะสามารถดูดซับ Co(II) ได้มากขึ้นและจะเริ่มคงที่เมื่อถึงความเข้มข้นค่าหนึ่ง ซึ่งจาก Figure 3 จะเห็นว่า ความเข้มข้นที่เหมาะสมที่สุดที่จะใช้ P-TAC ปริมาณ 50.0 mg ดูดซับ Co(II) คือ 125 ppm

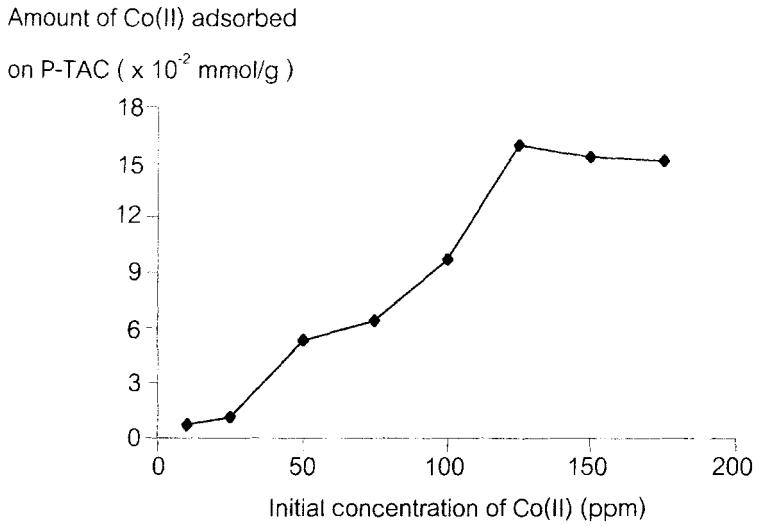

Figure 3 Adsorption of Co(II) by P-TAC at various initial concentration of Co(II)

จากผลการทดลองทั้งหมดจะสามารถสรุปสภาวะที่ดีที่สุดที่จะใช้ P-TAC เป็นตัวดูดซับเพื่อ Co(II) ออกจากสารละลายคือ ความเข้มข้นเริ่มต้นของ Co(II) เท่ากับ 125 ppm, pH ของสารละลาย Co(II) เท่ากับ 7 และเวลาในการเขย่าสารคือ 3 ชั่วโมง

ซึ่งจากผลการทดลองเมื่อใช้ P-TAC ดูดซับ Co(II) ที่สภาวะที่เหมาะสมที่สุดที่หาได้จากการทดลองจะพบว่าค่าความจุ (capacity) Co(II) ของ P-TAC มีค่าเท่ากับ 0.159 mmol/g

การคาย (desorption) ของ Co(II) ที่ถูกดูดซับโดย P-TAC

จาก Table 1 จะเห็นว่าสารละลายกรดไฮโดรคลอริกสามารถที่จะใช้เป็นตัวชะ (eluent) Co(II) ออกจาก P-TAC ได้โดยเมื่อความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเพิ่มขึ้นจะสามารถคาย Co(II) ได้มากขึ้น ซึ่งในการทดลองนี้ไม่ได้เพิ่มความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกให้มากขึ้นกว่านี้เนื่องจากความเสถียรของ P-TAC จะลดลงเมื่อความเข้มข้นของกรดมากกว่า 3 โมลาร์ สำหรับชนิดของตัวชะที่เหมาะสมซึ่งจะทำให้ร้อยละของการคาย Co(II) สูงขึ้นกำลังอยู่ในระหว่างการศึกษาต่อไป

Table 1 The effect of concentration of hydrochloric acid on the desorption of Co(II) from P-TAC

Experiment	Concentration of HCl (M)	% desorption of Co(II) by P-TAC
1	0.25	8.59
2	0.50	9.40
3	1.00	11.52
4	2.00	18.70
5	3.00	25.53

สรุปผลการทดลอง

2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol คีเลตติงเรซินที่เตรียมได้สามารถใช้แยก Co(II) ออกจากสารละลายได้โดยสภาวะที่ดีที่สุดคือความเข้มข้นเริ่มต้นของ Co(II) เท่ากับ 125 ppm, pH ของสารละลาย Co(II) เท่ากับ 7 และเวลาในการเขย่าสารคือ 3 ชั่วโมง ซึ่งความจุต่อ Co(II) ของ P-TAC เท่ากับ 0.159 mmol/g

ในการคาย Co(II) โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวชะพบว่าความสามารถในการคาย Co(II) จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก แต่ยังต้องมีการศึกษาต่อไปเพื่อหาตัวชะที่ดีที่สุดที่จะทำให้เกิดการคาย Co(II) ได้ทั้งหมด เพื่อจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ประโยชน์ในการเพิ่มความเข้มข้น (preconcentration) ของสารละลายโคบอลต์สำหรับนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ

เอกสารอ้างอิง

อภิสิฏฐ์ ศงสะเสน และ สุมนมาลย์ รุ่งโรจน์วิทยากุล, " การศึกษาผลของพีเอชและชนิดของบัฟเฟอร์ต่อการเกิดสารเชิงซ้อนระหว่างโคบอลต์(II) และ 2-(2′-thiazolylazo)-p-cresol โดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมทรี " , การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ครั้งที่ 40 สาขาวิทยาศาสตร์, 2545, หน้า 147-153.

Ciba, J. ; Langova, M. and Kubichora, L., *Chem. Commun.*, 1973, *38(11)*, 3405-3417.

Ferreira, S.L.C. and De Brito, C.F., *Anal. Sci.*, 1999, *15(2)*, 189-191.

Gandhi, M.H. ; Pathak, K.C. and Parikh, D.J., *Acta. Cienc. Indica.*, 1990, *16C*, 371-378.

Nobuyoshi, K., *Kanasawa Daigakubu Kenkyu Nempo*,1959, *9*, 27-34.