บทที่ 3

แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยนี้กระทำที่ห้องปฏิบัติการวิจัยของสหสาขาวิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม บัณฑิตวิทยาลัย ห้องปฏิบัติการทดสอบเชื้อเพลิงภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ และ ห้องปฏิบัติการของเสียอันตราย ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1 แผนการทดลอง

การวิจัยนี้เป็นการศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้สารดูดซับที่ผลิตขึ้นเองจากเปลือกมันสำปะหลังมากำจัดสีย้อมรีแอกทีฟด้วยกระบวนการดูดติดผิว โดยศึกษาถึงความสามารถในการดูดติดผิว และประสิทธิภาพในการลดสีออกจากน้ำเสีย โดยสารดูดซับที่ผลิตขึ้นผ่านขั้นตอนการเพิ่มพื้นที่ผิวด้วยวิธีการทางเคมี คือ การเกิดปฏิกริยาเคมีกับสารละลายชนิดกรด ในที่นี้ใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก และน้ำเสียที่ใช้เป็นน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมจากสีย้อม C.I. Reactive 180 โทนสีแดง ซึ่งมีความเข้มข้นคงที่ตลอดการทดลองคือ 100 มิลลิกรัม/ลิตร แผนการทดลองสำหรับงานวิจัย แบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน

3.1.1 การเตรียมสารดูดซับจากเปลือกมันสำปะหลัง

ในการศึกษานี้ได้ใช้เปลือกมันสำปะหลังเป็นวัตถุดิบในการผลิตสารดูดซับ เพราะเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากโรงงานผลิตแป้งมันสำปะหลัง โดยสารเคมีที่ใช้ในการกระตุ้นเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวและรูพรุนได้เลือกใช้สารละลายกรดฟอสฟอริก เนื่องจากสามารถให้พื้นที่ผิวของวัตถุดิบสูงและใช้อุณหภูมิในการเผาต่ำ

3.1.1.1 การเตรียมสารดูดซับที่ผลิตจากเปลือกมันสำปะหลัง เปลือกมันสำปะหลังจากโรงงานผลิตแป้งมันสำปะหลังจะนำมาตากแดดให้แห้งก่อน จากนั้นเตรียมสารดูดซับที่มีวิธีการต่างกัน 3 แบบ คือ

1. สารดูดซับแบบที่ 1 นำเปลือกมันสำปะหลังจากกระบวนการผลิตแป้งมันสำปะหลังมาตากแดดให้แห้ง จากนั้นทำการเผาเปลือกมันสำปะหลังที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิกเคเตอร์แล้วนำไปชั่งน้ำหนักเพื่อหาร้อยละของตัวดูดซับที่เตรียมได้ จากนั้นนำสารดูดซับที่ได้มาบด และร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 325 เก็บสารดูดซับจากเปลือกมันสำปะหลังที่ได้ในเดซิกเคเตอร์

2. สารดูดซับแบบที่ 2 นำเปลือกมันสำปะหลังจากกระบวนการผลิตแป้งมันสำปะหลังที่ตากแห้งแล้วมาแช่ในสารละลายกรดฟอสฟอริกในอัตราส่วน 1: 2 โดยน้ำหนัก นำไปเผาที่อุณหภูมิ 350°C นาน 3 ชั่วโมง จากนั้นนำมาแช่ในสารละลายโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตในอัตราส่วน 1: 1 เป็นเวลา 12 ชั่วโมง กรองเปลือกมันสำปะหลังที่ได้อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110°C นาน 3 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิกเคเตอร์แล้วนำไปชั่งน้ำหนักเพื่อหาร้อยละของตัวดูดซับที่เตรียมได้

3. สารดูดซับแบบที่ 3 นำเปลือกมันสำปะหลังจากกระบวนการผลิตแป้งมันสำปะหลังมาเตรียมสารดูดซับโดยใช้วิธีเช่นเดียวกับสารดูดซับแบบที่ 2 แต่เปลี่ยนจากการใช้สารละลายโซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนตเป็นการล้างด้วยน้ำร้อนจนน้ำที่ล้างไม่มีความเป็นกรดเหลืออยู่ โดยทดสอบจากการเปลี่ยนสีของกระดาษลิตมัส

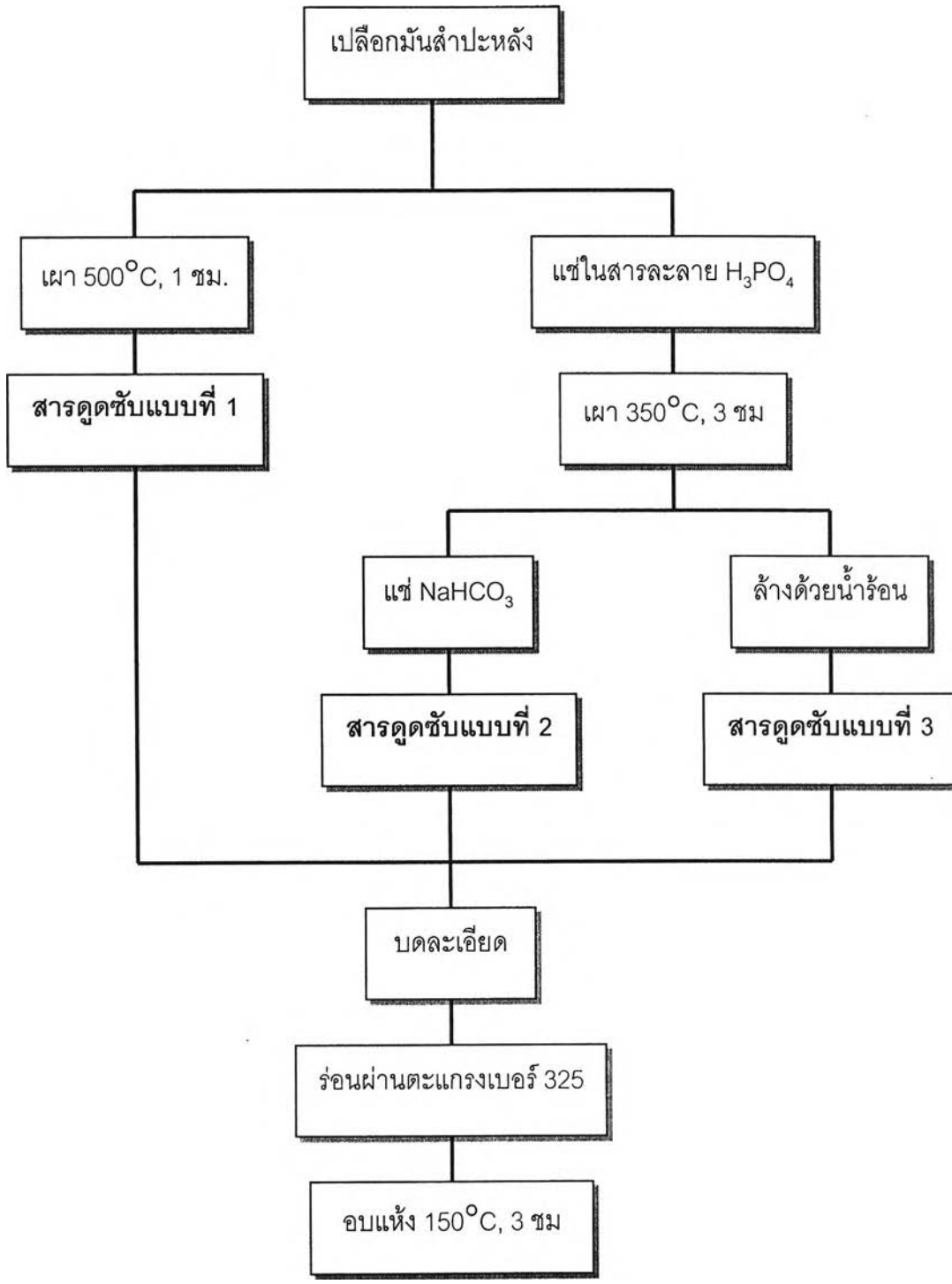
เปลือกมันสำปะหลังที่ใช้เตรียมสารดูดซับ และสารดูดซับที่เตรียมได้ แสดงดังรูปที่ 3.1

รูปที่ 3.1 เปลือกมันสำปะหลังแห้งก่อนนำมาเตรียมสารดูดซับ

ตารางที่ 3.1 วิธีการเตรียมสารดูดซับ 3 แบบ

สารดูดซับ	วิธีการเตรียม
สารดูดซับแบบที่ 1	เผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
สารดูดซับแบบที่ 2	แช่ในสารละลายกรดฟอสฟอริก เผาที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แช่ในสารละลาย $NaHCO_3$
สารดูดซับแบบที่ 3	แช่ในสารละลายกรดฟอสฟอริก เผาที่อุณหภูมิ 350°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำร้อน

สารดูดซับที่เตรียมได้ทั้ง 3 แบบ นำมาบดละเอียด ร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 325 และอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในโถป้องกันความชื้น (Desicator) เพื่อวิเคราะห์หาค่าการดูดซับไอโอดีนของสารดูดซับ ขั้นตอนการเตรียมสารดูดซับทั้ง 3 แบบแสดงเป็นแผนผังได้ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสารดูดซับ 3 แบบ

3.1.1.2 ศึกษาลักษณะพื้นผิวภายนอกของสารดูดซับ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอน (Scanning Electron Microscope)

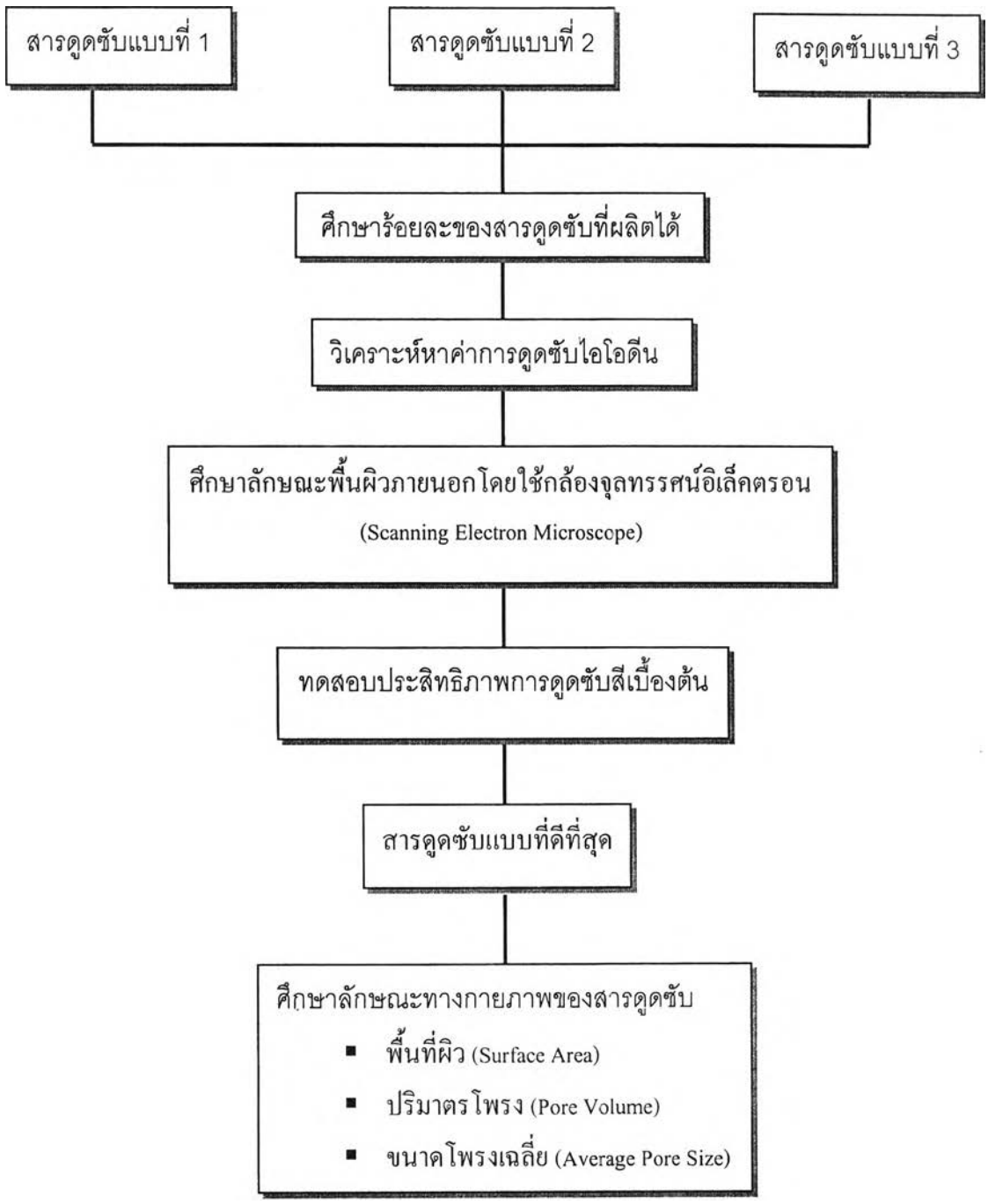
3.1.1.3 ศึกษาลักษณะทางกายภาพที่สำคัญของสารดูดซับ โดยนำสารดูดซับที่มีค่าการดูดซับไอโอดีนสูงที่สุด และมีประสิทธิภาพในการกำจัดสีย้อมจากน้ำเสียที่ได้มาวิเคราะห์หา

- พื้นที่ผิว (Surface Area)
- ปริมาตรโพรง (Pore Volume)

วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Specific Surface Area Analyzer ด้วยวิธี BET (Brunauer-Emmett-Teller) คือการวัดปริมาณก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดเก็บไว้โดยสารดูดซับ

3.1.1.4 ศึกษาร้อยละของสารดูดซับที่ผลิตได้เปรียบเทียบกับน้ำหนักของเปลือกมันสำปะหลังเริ่มต้น

ขั้นตอนที่ 3.1.1 แสดงเป็นแผนผังดังรูปที่ 3.3



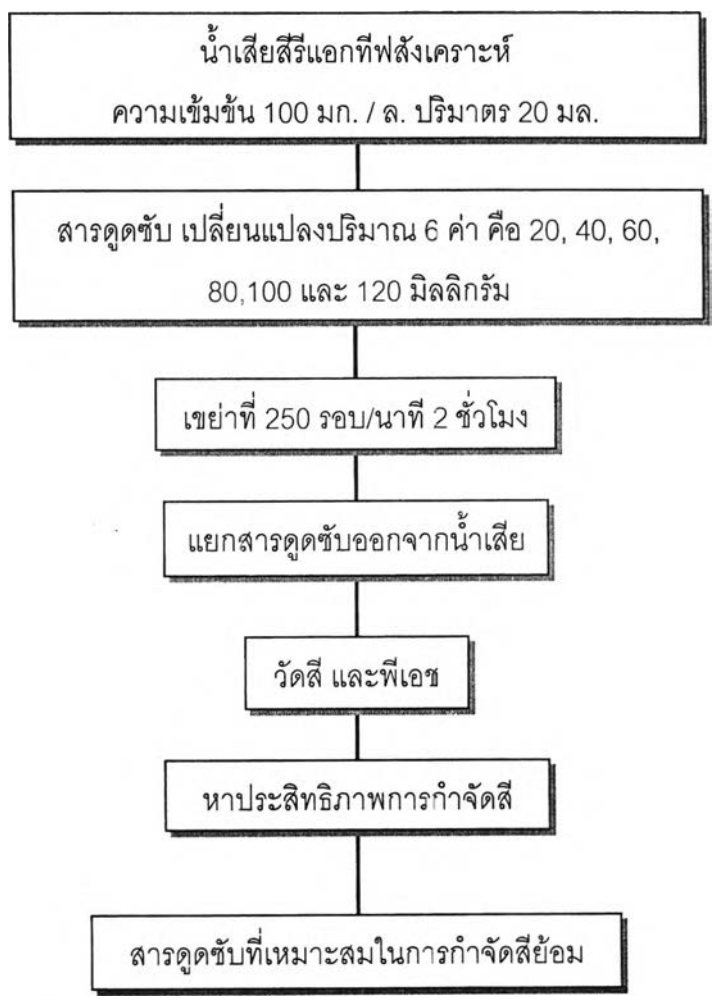
รูปที่ 3.3 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของสารดูดซับที่เตรียมสำหรับงานวิจัย

3.1.2 ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้สารดูดซับที่ผลิตจากเปลือกมันสำปะหลัง ในการกำจัดสีย้อม

ทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับสีเบื้องต้นของสารดูดซับทั้ง 3 แบบโดยเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีสีย้อมรีแอกทีฟ โทนสีแดง C.I. Reactive 180 ที่ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร โดยในการทดสอบตัวแปรดังนี้

1. ชนิดของสารดูดซับเปลี่ยนแปลง 3 แบบ คือสารดูดซับแบบที่ 1, 2 และ 3

2. ปริมาณสารดูดซับเปลี่ยนแปลง 6 ค่า คือ 20, 40, 60, 80, 100 และ 120 มิลลิกรัม ต่อปริมาตรน้ำเสีย 20 มิลลิลิตร นำภาชนะที่มีฝาปิดทั้งหมดไปใส่เครื่องเขย่า (shaker) ด้วยอัตราเร็ว 250 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำน้ำเสียไปวิเคราะห์เพื่อหาชนิดของสารดูดซับจากเปลือกมันสำปะหลังที่มีประสิทธิภาพการดูดซับสีดีที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนผังการทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับสีเบื้องต้นของสารดูดซับ

3.1.3 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดสีย้อมของสารดูดซับที่เหมาะสม

ทำการทดลองแบบแบชท์ (Batch) โดยใส่น้ำเสีย 20 มิลลิลิตร ลงในภาชนะที่มีฝาปิด แล้วจึงใส่สารดูดซับซนิดที่ดีที่สุดจากการทดลองหัวข้อ 3.1.2 โดยเปลี่ยนแปลงปริมาณ 6 ค่า ปิดฝาและนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Shaker) ด้วยอัตราเร็ว 250 รอบต่อนาที เปลี่ยนแปลงเวลา 23 ค่า เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมของการดูดซับ ทิ้งให้สารดูดซับจมตัวจากนั้นนำไปกรองด้วยกระดาษกรอง GF/C แล้วนำไปเหวี่ยงด้วยเครื่อง Centrifugal ที่ความเร็ว 1000 รอบ/นาที เป็นเวลา 30 นาที เพื่อนำน้ำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสี และหาไอโซเทอมการดูดซับสีของสารดูดซับ ตัวแปรต่างๆ ในการทดลองนี้ คือ

1. ใช้สารดูดซับที่มีประสิทธิภาพกำจัดสูงสุดในข้อ 3.1.1 มาใช้ในการทดลองนี้โดย บดและร่อนผ่านตะแกรงมาตรฐานเบอร์ 325 และอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในโถป้องกันความชื้น (Desicator)

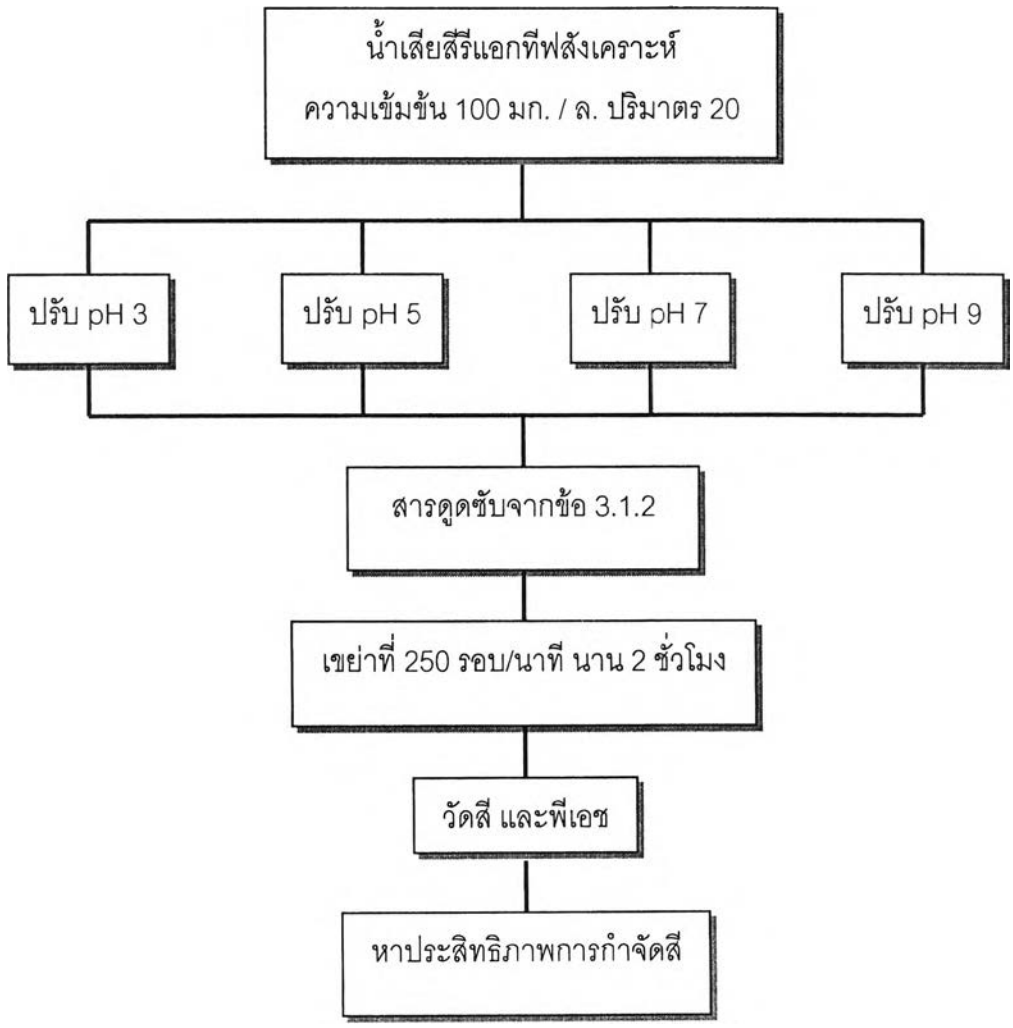
2. ปริมาณสารดูดติดผิวเปลี่ยนแปลง 6 ค่า คือ 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 มิลลิกรัม

3. เวลาที่ใช้ในการดูดซับโดยเก็บตัวอย่างทุกช่วงเวลาเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

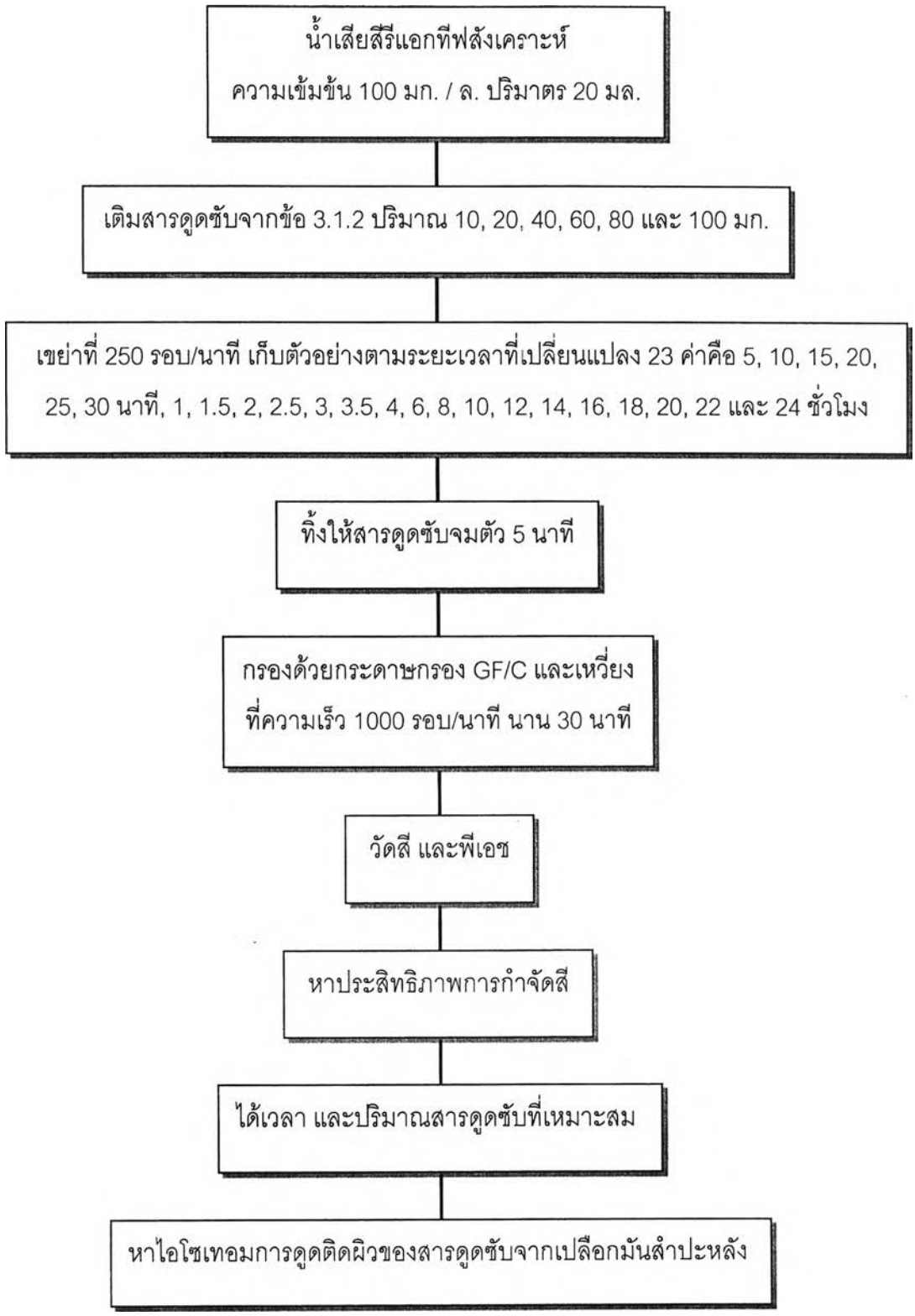
4. พีเอช โดยทำการปรับพีเอชเริ่มต้นของน้ำเสีย 4 ค่า คือ พีเอช 3, 5, 7 และ 9 โดยใช้ H_2SO_4 และ NaOH

5. การทดลองได้ทำที่อุณหภูมิห้อง

แผนผังแสดงการทดลองการหาพีเอชที่เหมาะสม ปริมาณสารดูดซับและเวลาอิ่มตัวที่เหมาะสม แสดงในรูปที่ 3.5 และ3.6 ตามลำดับ



รูปที่ 3.5 แผนภาพการหาพีเอชที่เหมาะสม



รูปที่ 3.6 แผนภาพการทดสอบแบบแบตช์ เพื่อหาปริมาณสารดูดซับ และเวลาอิ่มตัวที่เหมาะสม

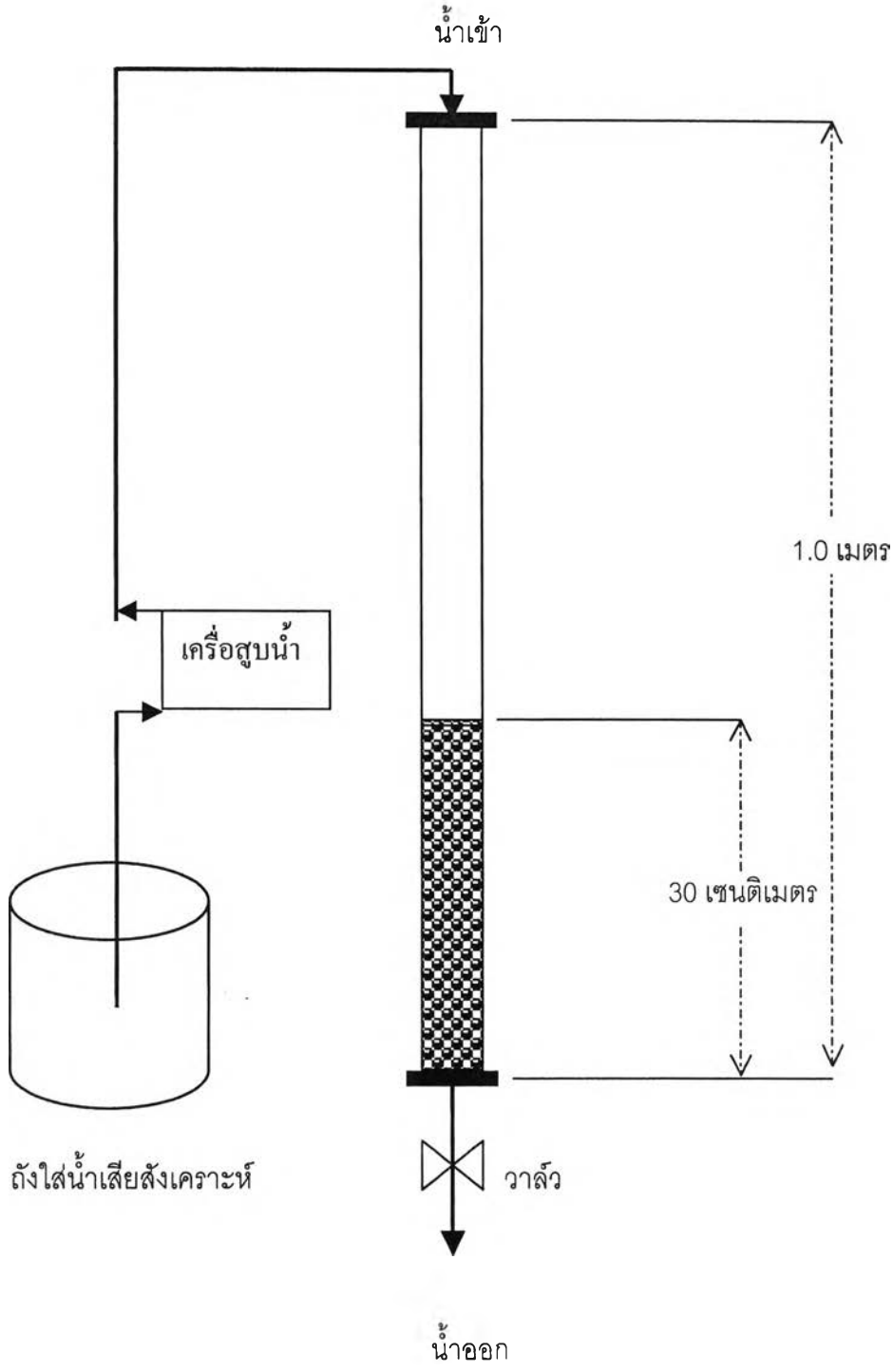
3.1.4 **การทดสอบการดูดติดผิวแบบต่อเนื่องโดยใช้ถังดูดติดผิวแบบคอลัมน์** (Adsorption Column)

ทำการทดลองโดยใช้ถังดูดติดผิวแบบคอลัมน์ ป้อนน้ำเสียเข้าสู่ถังแบบไหลลง (Downflow) อย่างต่อเนื่อง ถังดูดติดผิวที่ใช้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.54 เซนติเมตร สูง 1 เมตร โดยมีตัวแปรดังนี้

1. ใช้สารดูดซับที่ประสิทธิภาพกำจัดสูงสุดในข้อ 3.1.1 มาใช้ในการทดลองโดย บดและร่อนผ่านตะแกรงมาตรฐานเบอร์ 20 และค้างที่ตะแกรงเบอร์ 100 เพื่อคัดขนาดให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของสารดูดซับ 0.150-0.850 มิลลิเมตร และใส่สารดูดซับในถังดูดติดผิวให้มีความสูง 30 เซนติเมตร ป้อนน้ำเสียเข้าสู่ถังแบบไหลลง (Downflow) อย่างต่อเนื่อง

2. ควบคุมอัตราการไหล ให้ระบบมีเวลากักน้ำ 10, 20 และ 30 นาที

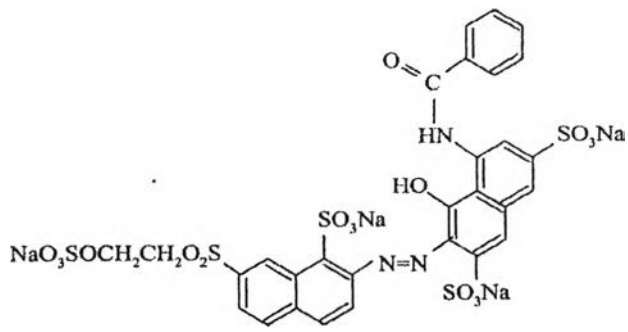
3. เก็บตัวอย่างน้ำที่ผ่านกระบวนการดูดติดผิวมาวิเคราะห์วันแรก ทุก 6 ชั่วโมง หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างทุก 24 ชั่วโมง จนกระทั่งถึงจุดยุติ แผนภาพถังดูดติดผิวที่ใช้ในการทดสอบแบบต่อเนื่องแสดงในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 ถังดูดติดผิวที่ใช้ในการทดสอบแบบต่อเนื่อง

3.2 น้ำเสียที่ใช้ในการทดลอง

น้ำเสียที่ใช้ในการทดลองเป็นน้ำเสียสังเคราะห์ โดยการเติมสีย้อมรีแอกทีฟโทนสีแดง (C.I. Reactive 180) ที่มีโครงสร้างเป็นโมโนอะโซ โดยใช้ความเข้มข้นของสีที่ 100 มิลลิกรัม /ลิตร ตลอดการทดลอง



รูปที่ 3.8 โครงสร้างของสีย้อมรีแอกทีฟโทนสีแดง (C.I. Reactive 180)

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องแก้ว
2. เตาเผาอุณหภูมิสูง (Muffle Furnace)
3. กระดาษกรอง GF/C
4. เครื่องบดละเอียด
5. เครื่องเขย่าตะแกรง (Sieve Shaker)
6. ตะแกรงแยกขนาด (Sieve) เบอร์ 12, เบอร์ 40 และเบอร์ 325
7. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
8. ตู้อบ (Oven)
9. โถป้องกันความชื้น (Desicator)
10. เครื่องเขย่า (Shaker)
11. ขวดพลาสติกที่มีฝาปิดสนิท
12. เครื่องเหวี่ยง (Centrifugal)
13. ถังดูดติดผิวแบบคอลัมน์ (Adsorption Column) ใช้ท่อพีวีซีใส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.54 เซนติเมตร สูง 1 เมตร

14. เครื่องสูบน้ำ

15. ถังเก็บน้ำเสียขนาด 200 ลิตร

3.4 การวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ

3.4.1 การวัดสี

หาค่าความยาวคลื่นที่น้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้ในการทดลองสามารถดูดกลืนแสงได้ดีที่สุดโดยใช้เครื่อง UV-Spectrophotometer วัดค่าการดูดกลืนแสงของน้ำเสียในช่วงความยาวคลื่น 400 - 700 นาโนเมตร พบว่าความยาวคลื่นที่น้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้ในการทดลองสามารถดูดกลืนแสงได้ดีที่สุดคือ 540 นาโนเมตร จากนั้นเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0-100 มิลลิกรัมต่อลิตร วัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร และคำนวณเป็นค่าความเข้มข้นของสีแสดงเป็นกราฟมาตรฐาน

น้ำตัวอย่างที่จะนำมาวัดสีจะกรองด้วยกระดาษกรอง GF/C ก่อน แล้วนำไปเข้าเครื่องเหวี่ยง (Centrifugal) ที่ความเร็ว 1000 รอบ/นาที เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ความยาวคลื่น 540 นาโนเมตร ด้วยเครื่อง UV-Spectrophotometer

3.4.2 วัดพีเอช

วัดพีเอชน้ำตัวอย่างที่ผ่านการกำจัดสีแล้วด้วยเครื่อง pH Meter