

บทที่ 4

การดำเนินการวิจัย

4.1 แผนการวิจัย

4.1.1 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง

1. ตัวแปรอิสระ

: ชนิดของวัสดุที่ใช้ทำเรซิน

: ชนิดของสีย้อม

: ความเข้มข้นของสารละลายสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์

2. ตัวแปรตาม

: ชีตความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซิน

: ลักษณะสมบัติของน้ำที่ผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออน

3. ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่ในการทดลอง

: ขนาดของวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรที่ใช้ในการทดลอง

: ปริมาณน้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้ในการทดลอง

: เวลาที่ใช้ในการทดลอง

: การปรับสภาพวัสดุด้วยวิธีทางเคมี

: ความเร็วรอบในการกวนที่ใช้ในการทดลอง

ค่าต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตาราง 4.1 ตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	พารามิเตอร์
- ตัวแปรอิสระ	
1. ชนิดของวัสดุที่ใช้ทำเรซิน	- ชั่งข้าวโพด - เปลือกถั่วเหลือง - ก้านดอกทานตะวัน
2. ชนิดของสีย้อม	- สีย้อมไดเรกต์ : Sirius Blue KCFN : Sirius Rubine KZBL : Best Direct Black B - สีย้อมรีแอคทีฟ : Remazol Brilliant Blue R* : Remazol Brilliant Red 3BS : Remazol Black B*
3. ความเข้มข้นของสารละลายสีในน้ำเสียสังเคราะห์	50 70 90 150 และ 200 มิลลิกรัม/ลิตร
- ตัวแปรคงที่	
1. ขนาดของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	เส้นผ่านศูนย์กลาง < 0.177 มิลลิเมตร (80mesh.)
2. ปริมาณของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	0.5 กรัม
3. ปริมาณน้ำเสียที่ใช้ในการทดลอง	0.5 ลิตร
4. เวลาที่ใช้ในการทดลอง	90 นาที (จิรภรณ์, 2542)
5. การปรับสภาพวัสดุด้วยวิธีทางเคมี	การทำควอร์เทอร์ไนซ์และครอสส์ลิงก์
6. ความเร็วรอบที่ใช้ในการกวน	120 รอบ/นาที (จิรภรณ์, 2542)
- ตัวแปรตาม	
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่ผ่านการกำจัด	- ความเข้มข้นของสารละลายสี - พีเอช
2. ความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของวัสดุ	- เปอร์เซ็นต์การกำจัดสี

หมายเหตุ * สูตรโครงสร้างทางเคมี ดังแสดงในภาคผนวก จ.

4.1.2 ลำดับขั้นตอนการทดลอง

การทดลองแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน ได้แก่

1. การเตรียมวัสดุ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย
 - การเตรียมวัสดุที่ใช้ในการทดลอง
 - การเตรียมสารเซลลูโลสจากขังข้าวโพด เปลือกถั่วเหลืองและก้านดอกทานตะวันโดยแบ่งเป็น 2 ชนิดคือชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพและชนิดควอร์เทอร์ไนซ์ครอสลิงก์เซลลูโลส
2. การศึกษาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของวัสดุตามค่าตัวแปรที่กำหนด ตามตารางที่ 4.1
3. การศึกษาลักษณะทางกายภาพของวัสดุ
4. การศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุ

4.1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- บีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร
- เครื่องกวน
- เครื่องวัดพีเอช
- เครื่องบดวัสดุ
- เครื่องคัดแยกขนาด
- เครื่องชั่งสารเคมี
- เครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์
- เตาอบวัสดุ
- ชุดเครื่องกรอง
- กระดาษกรองใยแก้ว

4.1.4 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- สารควอร์เทอร์ไนซ์: นอร์มัล-3-คลอโร-2-ไฮดรอกซีโพรเพนไตรเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (N-(3-Chloro-2-hydroxypropane)Trimethylammonium Chloride; CHMAC)

- สารสร้างพันธะ: อีพิกลอโรไฮดริน (Epichlorohydrin หรือ 1-chloro-2, 3-epoxypropane)
- โซเดียมคลอไรด์
- โซเดียมคาร์บอเนต
- กรดไฮดรอกลอริก
- โซเดียมไฮดรอกไซด์
- สีย้อม
 - : สีไดเรกต์ (Best Direct Black B, Sirius Blue KCFN , Sirius Rubine KZBL)
 - : สีรีแอกทีฟ (Remazol Black B, Remazol Brilliant Blue R, Remazol Brilliant Red 3BS)

4.2 การดำเนินการวิจัย

4.2.1 การเตรียมสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนและน้ำเสียสังเคราะห์

1. เตรียมวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

นำขังข้าวโพด เปลือกถั่วเหลืองและก้านดอกทานตะวัน ล้างด้วยน้ำหลายๆ ครั้ง ตากแดดให้แห้ง แล้วอบที่อุณหภูมิ 80 °ซ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง บดให้ละเอียดและคัดขนาดด้วยตะแกรงเบอร์ 80 (Sieve Opening 0.177 มิลลิเมตร)

2. การเตรียมเซลลูโลสที่ไม่ได้ปรับสภาพ (Laszlo, 1996)

นำวัสดุที่คัดขนาดแล้วมาแช่สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 1% (น้ำหนัก/ปริมาตร) และโซเดียมไบคาร์บอเนต 1% (น้ำหนัก/ปริมาตร) เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง แล้วล้างด้วยน้ำปลอดประจุ หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งด้วยเตาอบ 40°ซ

3. การเตรียมควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์เซลลูโลส (Laszlo, 1996)

3.1 นำวัสดุ 1 กรัมมาปรับสภาพด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 5 N ปริมาตร 1.25 มิลลิลิตร แล้วอัดลงก้นบีกเกอร์เพื่อให้สารละลายผ่านเข้าไปได้ง่ายขึ้น แล้วนำไปบ่มไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

- 3.2 เติม 4.0 มิลลิโมล CHMAC (1.0 มิลลิลิตร) คนให้เข้ากัน แล้วนำส่วนผสมไป อัดลงในบีกเกอร์อีกครั้งหนึ่ง ทิ้งไว้เป็นเวลา 20 นาที
- 3.3 นำไปตั้งไว้ในอ่างน้ำปรับอุณหภูมิเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60°C เป็น เวลา 3 ชั่วโมง
- 3.4 เติม 5 N โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.2 มิลลิลิตร (6 มิลลิโมล/กรัมเรซิน) และ อีพิดลอโรไฮดริน 0.324 มิลลิลิตร (3 มิลลิโมล) เติมนลงในวัสดุ ผสมให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้ 6 ชั่วโมง
- 3.5 นำวัสดุที่ได้มาเติมน้ำ 500* มิลลิลิตร แล้วปรับให้พีเอช 2.0 ด้วยกรด ไฮโดรคลอริกหลังจากนั้น กวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง
- 3.6 กรองวัสดุที่เตรียมได้ออกจากสารละลาย ล้างด้วยน้ำปลอดประจุ แล้วนำไปอบด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 60°C

หมายเหตุ การเตรียมวัสดุที่ใช้ในการทดลองจะเตรียมครั้งเดียวให้พอใช้ตลอดการทดลอง โดยเตรียมวัสดุปริมาณ 100 กรัม เติมสารเคมีปริมาณตามสัดส่วนข้างต้นต่อ วัสดุ 1 กรัม

- * ปริมาณน้ำที่เติมจะเติมจนวัสดุสามารถแขวนลอยกวนได้สะดวกในการปรับพีเอช

4. การเตรียมน้ำเสียที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

นำสีย้อมรีแอคทีฟ และสีย้อมไดเรกท์มาซึ่งน้ำหนักให้ได้ 0.05 0.07 0.09 0.15 และ 0.2 กรัม แล้วนำมาละลายในน้ำ 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีเข้มข้น 50 70 90 150 และ 200 มิลลิกรัม/ลิตร ตามลำดับ

4.2.2 การหาประสิทธิภาพในการกำจัดสี

1. ใส่น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นสี 50 มิลลิกรัม/ลิตร ปริมาณ 0.5 ลิตร ลงใน บีกเกอร์ขนาด 1 ลิตรจำนวน 6 บีกเกอร์
2. วัดสีและพีเอช ของน้ำตัวอย่างก่อนการทดลอง
3. จากนั้นใส่ ชั่งข้าวโพด เปลือกถั่วเหลืองและก้านดอกทานตะวัน ที่ยังไม่ผ่านการ ปรับสภาพ และควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์เซลลูโลสของวัสดุทั้งสามชนิด ปริมาณ 0.5 กรัม ลงในบีกเกอร์ที่ 1-6 ตามลำดับ

4. ทำการกววนบีกเกอร์ทั้ง 6 ด้วยความเร็ว 120 รอบ/นาที เป็นเวลา 90 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
5. กรองวัสดุออก จากนั้นนำสารละลายสีที่เหลือไปวัดค่าสี และพีเอช
6. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-5 โดยแปรค่าความเข้มข้นของสี และชนิดของสี ดังแสดงในรูปที่ 4.1
7. บันทึกผลการทดลอง

4.2.3 การทำไอโซเทอมเพื่อดูความสามารถในการกำจัดสีของแต่ละวัสดุ

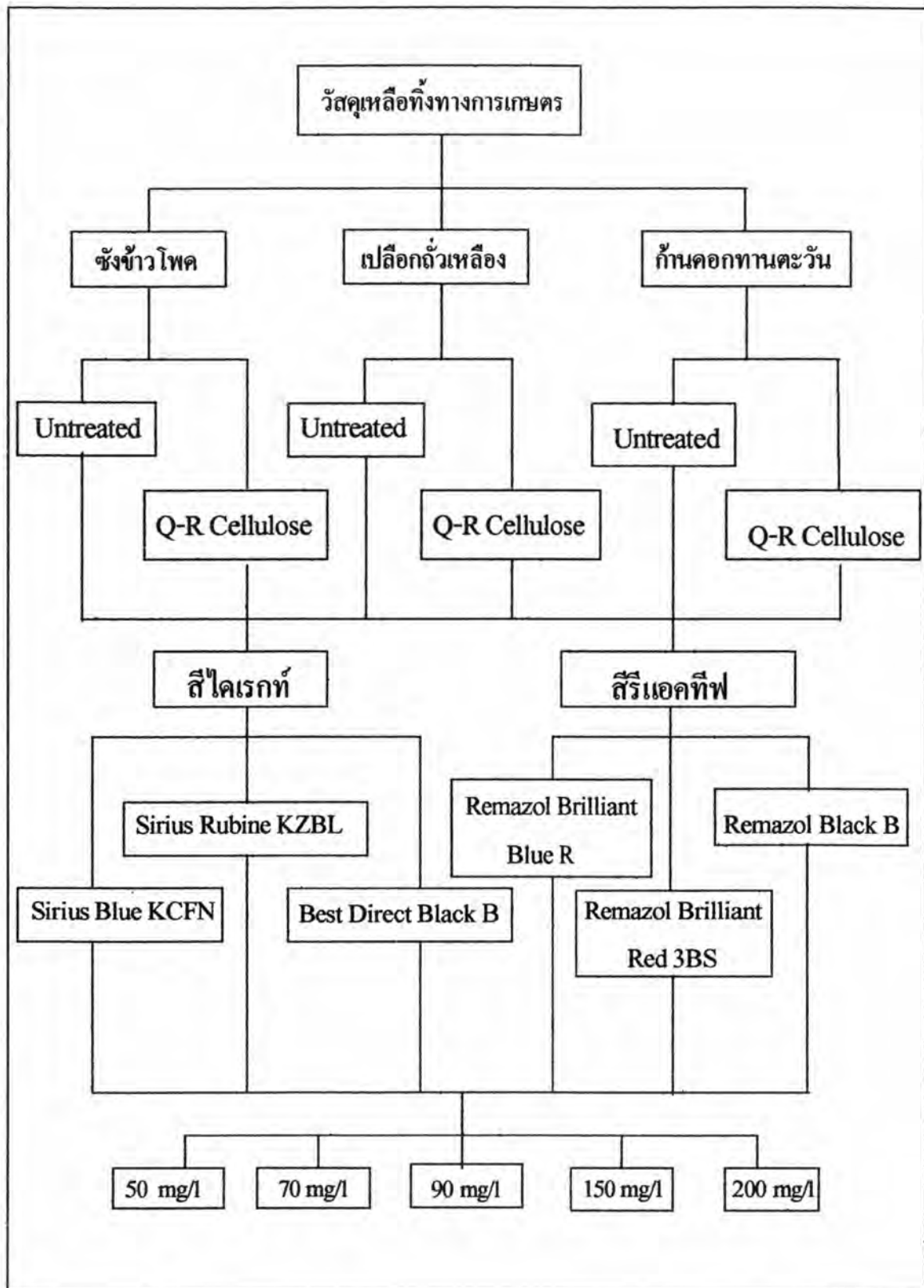
ทำการทดลองตามขั้นตอนในการหาประสิทธิภาพในการกำจัดสีโดยแปรค่าความเข้มข้นสี เพิ่มจนประสิทธิภาพการกำจัดต่ำกว่า 60 % แล้วทำการวัดค่าสีก่อนกำจัดและหลังกำจัดสี

4.2.4 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของวัสดุ

นำวัสดุแต่ละชนิดที่เตรียมไว้สำหรับทำการทดลอง ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ (UNT) และชนิดควอร์เทอร์ไนซ์โครอสลิ่งเซลลูโลส (Q-R cellulose) ไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (SEM) รุ่น JEOL JSM-5410LV ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่กำลังขยาย 200 เท่า และ 1000 เท่า

นำวัสดุแต่ละชนิดก่อนกำจัดสีทั้งชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพและชนิดควอร์เทอร์ไนซ์โครอสลิ่งเซลลูโลสมาทำการหาค่า Specific density, Bulk density และการบวมน้ำของวัสดุ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- การหาค่า specific density โดยใช้ขวดพิกิโนมิเตอร์
 1. นำขวดมาชั่งน้ำหนักขวดเปล่าพร้อมฝาขวด
 2. ใส่วัสดุลงไปในขวดแล้วชั่งน้ำหนักขวดและวัสดุ
 3. ใส่น้ำจนเต็มขวดแล้วปิดฝา น้ำที่เกินจะล้นออกด้านบนของฝาขวด เช็ดขวดให้แห้งแล้วนำไปชั่งน้ำหนัก
 4. ล้างวัสดุออกแล้วใส่น้ำให้เต็มเหมือนข้อ 3 แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก



รูปที่ 4.1 : แผนผังการแปรชนิดของวัสดุ ชนิดสี และ ความเข้มข้นสีที่ใช้ในการทดลอง

5. specific density ของวัสดุจะมีค่าเท่ากับ [(น้ำหนักจากข้อ 2 - ข้อ 1) / (น้ำหนักข้อ 4 - น้ำหนักข้อ 3)] (กรัม/มิลลิลิตร)

- การหาค่า Bulk density
 1. นำวัสดุมาตวงปริมาตร
 2. นำวัสดุที่รู้ปริมาตรไปชั่งน้ำหนัก
 3. Bulk density เท่ากับ ค่าที่ได้จากข้อ 1 หารด้วยข้อ 2 (กรัม/มิลลิลิตร)

- การหาค่าการบวมน้ำ
 1. นำวัสดุมาตวงปริมาตร
 2. ใส่น้ำให้ท่วมวัสดุ ตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง (Laszlo, 1996)
 3. วัดปริมาตรวัสดุหลังจาก 24 ชั่วโมง
 4. การบวมน้ำมีค่าเท่ากับ ค่าที่ได้จากข้อ 3 หารด้วยข้อ 1 (มิลลิลิตร เบี่ยง / มิลลิลิตร แห้ง)

4.2.5 การศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุ

นำวัสดุที่เตรียมไว้ ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ (UNT) ชนิดควอร์เทอร์ไนซ์ครอสสลิงก์เซลลูโลส (Q-R cellulose) ก่อนกำจัดสี และหลังกำจัดสีได้แก่ ควอร์เทอร์ไนซ์ครอสสลิงก์เปลือกถั่วเหลือง (Q-R เปลือกถั่วเหลือง) และควอร์เทอร์ไนซ์ครอสสลิงก์ก้านดอกทานตะวัน (Q-R ก้านดอกทานตะวัน) หลังกำจัดสี Remazol Brilliant Blue R และ Remazol Black B เนื่องจากเป็นสีที่ทราบสูตรโครงสร้าง และควอร์เทอร์ไนซ์ครอสสลิงก์ซังข้าวโพด (Q-R ซังข้าวโพด) หลังกำจัดสีทุกสีเนื่องจากมีความสามารถในการกำจัดสีได้สูงสุด ไปตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) ของ Perkin Elmer รุ่น 1760 X เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้าง ณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3 วิธีการวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ

การวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.2 ตารางสรุปวิธีการวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ

พารามิเตอร์	วิธีวิเคราะห์
1. ขนาดของวัสดุ	- เครื่องคัดแยกขนาด
2. ความเข้มของสารละลายสี	- เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ วัดในหน่วย SU ที่ความยาวคลื่น 400-700 นาโนเมตร
3. พีเอช	- เครื่องวัดพีเอช
4. ลักษณะทางกายภาพของสารเซลล์ูลอส แลกเปลี่ยนไอออน	- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน - Specific density - Bulk density - การบวมน้ำ
5. ลักษณะโครงสร้างของสารเซลล์ูลอส แลกเปลี่ยนไอออน	- เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์