บทที่ 4

แผนการดำเนินการวิจัย

การเตรียมการทดลอง

ในการเตรียมการทดลองนี้ แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

1. การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์

น้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้อยู่ในรูป MSO_4 (M: Cu, Zn,Ni) โดยเตรียมให้มีระดับความเข้มข้นต่างๆ คือ 5, 10, 20 และ 50 มก./ล.as M^{2+} และทำการปรับพีเอชของสารละลายให้มีค่าเท่ากับ 5

2. การเตรียมสารแลกเปลี่ยนไอออน

วัตถุดิบที่ใช้ในการเตรียมสารแลกเปลี่ยนไอออนในงานวิจัยนี้ คือ ผักตบชวา โดยแบ่งสารแลกเปลี่ยนไอออนออกเป็น 2 ชนิด คือ

1. Sulphoethyl-Cellulose (SE) โดยนำผักตบชวามาปรับสภาพด้วย Sodium 2- Chloroethane Sulphonate ซึ่งจะมี Ion Exchange Group คือ $-OC_2H_4SO_3H$ มีสมบัติเป็น Strong Acid Cation Exchanger

2. Crosslink-Xanthate-Cellulose (CLX) โดยนำผักตบชวามาปรับปรุงสภาพด้วย Epichlorohydrin และ Carbondisulfide ซึ่งจะมี Ion Exchange Group คือ $-OCS_2Na$ มีสมบัติเป็น Weak Acid Cation Exchanger

การเตรียมวัสดุที่จะนำมาเตรียมสารแลกเปลี่ยนไอออน มีขั้นตอนดังนี้

1. นำผักตบชวา มาล้างด้วยน้ำประปาหลายๆ ครั้งจนสะอาด
2. นำไปตากแดดจนแห้ง

3. นำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4. นำไปบด

5. นำไปร่อนเพื่อคัดแยกขนาด (Effective Size = 0.18-0.212 มม. โดยใช้ ASTM Sieve No. 70 และ 80) จะได้เซลลูโลสดังแสดงในรูปที่ 4.1

6. นำส่วนที่คัดแยกขนาดแล้วไปปรับสภาพด้วยกระบวนการทางเคมี

การเตรียม Sulphoethyl Cellulose (SE)

1. นำ NaOH 104 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 184 มล. จากนั้นเติมผักตบชวาที่เตรียมไว้ 100 กรัม กวนผสมให้เข้ากันในบีกเกอร์ที่แช่ในอ่างน้ำแข็งเป็นเวลา 20 นาที แล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

2. เติมสารละลายเข้มข้น Sodium 2-Chloroethane Sulphonate 61.4 กรัม ลงในบีกเกอร์

3. นำบีกเกอร์ในข้อ 2 วางบนอ่างน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส กวนนาน 20 นาที แล้วทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4. นำของผสมที่ได้ล้างด้วยน้ำกลั่น และ Ethanol ตามลำดับ จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จะได้สารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน ดังแสดงในรูปที่ 4.2

การเตรียม Crosslink-Xanthate Cellulose (CLX)

1. นำ Sodium Chloride 1.5 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 150 มล ในบีกเกอร์เติม Epichlorohydrin 5.5 มล. แล้วคนให้เข้ากัน

2. เติมผักตบชวาที่เตรียมไว้ 100 กรัม ลงในบีกเกอร์และกวนเป็นเวลา 10 นาที

3. นำ Potassium hydroxide 6 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 40 มล. ค่อยๆ รินสารละลายลงในบีกเกอร์ แล้วทำการกวนช้าๆ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

4. นำ Epichlorohydrin 2 มล. ละลายในน้ำกลั่น 50 มล.เทลงในบีกเกอร์ แล้วกวนเป็นเวลา 16 ชั่วโมง

5. นำ Sodium hydroxide 48 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 250 มล. ค่อยๆ รินสารละลายลงในบีกเกอร์

6. เติม Carbondisulfide 15 มล. ลงในบีกเกอร์และทำการกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

รูปที่ 4.1 ผักตบชวาที่มี Effective size 0.18-0.212 มม.

รูปที่ 4.2 สารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนชนิดซัลโฟเอทิลที่มี Effective size 0.18-0.212 ,มม.

รูปที่ 4.3 สารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนชนิดครอสลิ้ง-แซนเทตที่มี Effective size 0.18-0.212 มม.

7. นำของผสมไปล้างด้วยน้ำกลั่น Acetone 1500 มล.และ Ether 150 มล. แล้วทำให้แห้งใน dissicator เป็นเวลา 72 ชั่วโมง จะได้สารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน ดังแสดงในรูปที่ 4.3

<u>การหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน</u>

ในขั้นตอนนี้ เป็นการนำเอาสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนที่ทำจากผักตบชวามาทดสอบหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน ดังนี้

1. <u>ความสามารถทั้งหมด</u> (Total Capacity) มีขั้นตอนดังนี้

1.1 บรรจุสารแลกเปลี่ยนไอออนที่ทราบปริมาณลงใน Column ซึ่งมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.1 ซม.

1.2 ใช้น้ำเสียสังเคราะห์ MSO_4 (M:Cu, Zn, Ni) ที่มีความเข้มข้น0.5 N จำนวน 500 มล ผ่าน Column ด้วยอัตราการไหล 3 มล./นาที

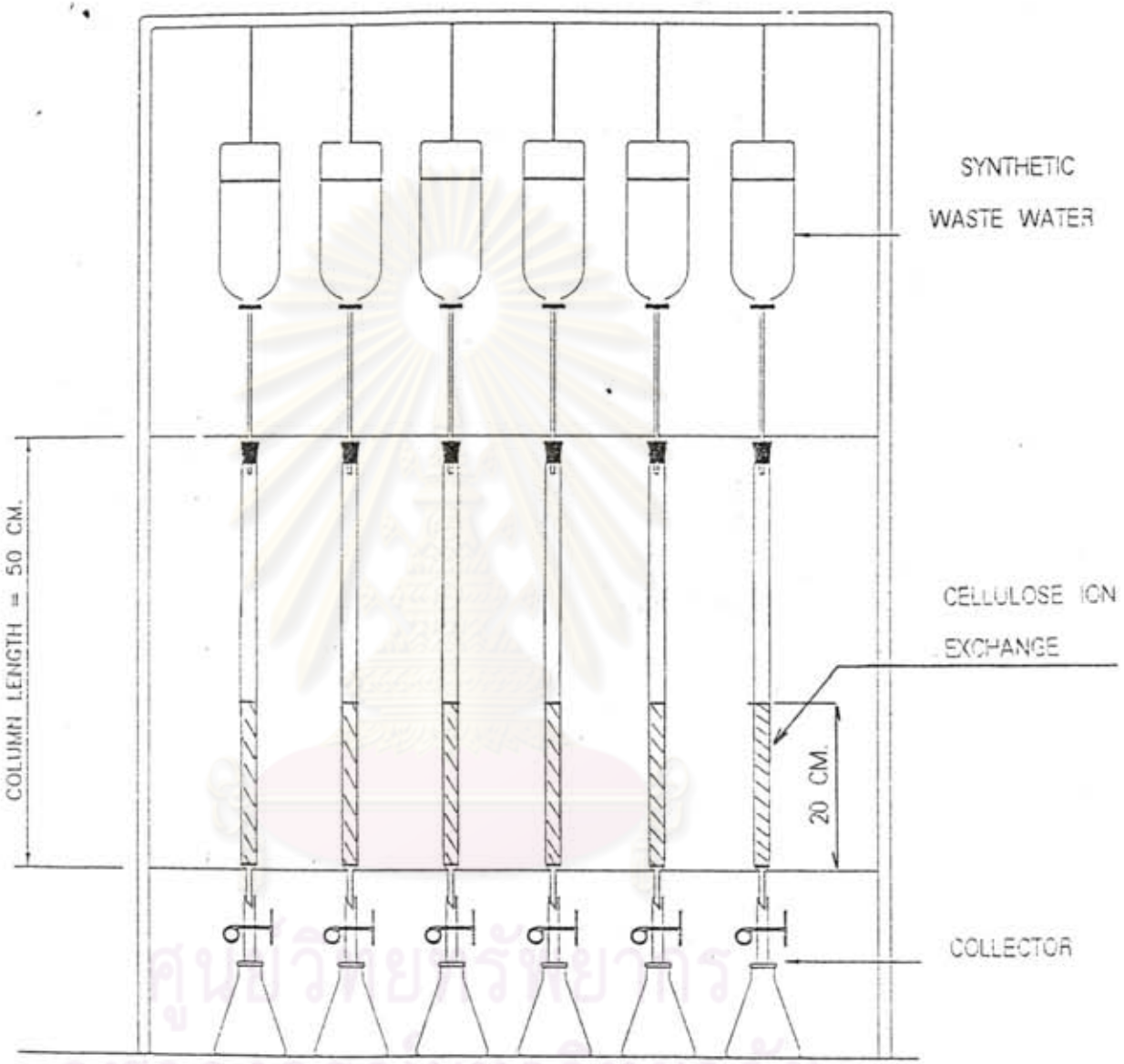
1.3 ล้างสารแลกเปลี่ยนไอออนด้วยน้ำกลั่น

1.4 ใช้สารรีเจนเนอแรนต์เข้มข้น 1 N จำนวน 100 มล.ไหลผ่าน Column

1.5 นำน้ำที่ได้จากข้อ 1.4 ไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดยใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซิน

2. <u>ความสามารถใช้งาน</u> (Operating Capacity)

ในขั้นตอนนี้ทำการทดลองโดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์ที่ทราบความเข้มข้น ไหลผ่านชั้นเรซินซึ่งบรรจุอยู่ใน Column ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2 ซม. ยาว 50 ซม. โดยชั้นเรซินสูง 20 ซม. ด้วยอัตราไหล 3 ปริมาตรเรซิน/ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.4 จากนั้นทำการเก็บน้ำตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก การเก็บตัวอย่างน้ำจะทำการเก็บ 30 มล. ทุกๆ 2 Bedvolume เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้สารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนในการกำจัดโลหะหนักโดยมีตัวแปรที่ทำการศึกษาในการวิจัยนี้ ดังนี้



รูปที่ 4.4 แบบจำลองของ Ion Exchange Column ที่ใช้ในการวิจัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตัวแปรอิสระ (แสดงในตารางที่ 4.1)

1. ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ ; 5, 10, 20 และ 50 มก./ล.
2. ชนิดของสารแลกเปลี่ยนไอออน ; CLX-R และ SE-R
3. ชนิดของโลหะหนัก ; Cu, Ni และ Zn

ตารางที่ 4.1 ตัวแปรอิสระที่ใช้ในการวิจัย

ชนิดของเรซิน	ความเข้มข้นของน้ำเสีย (mg/l)	ชนิดของโลหะหนัก		
		Cu^{2+}	Ni^{2+}	Zn^{2+}
CLX	5			
	10			
	20			
	50			
SE	5			
	10			
	20			
	50			

ตัวแปรตาม

1. ปริมาณน้ำเสียที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออนจนถึงจุดยุติ
2. ปริมาณโลหะหนักในน้ำที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนแล้ว
3. พีเอชของน้ำที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนแล้ว
4. ประสิทธิภาพในทำรีเจนเนอเรชั่น

ตัวแปรคงที่

1. ความสูงของชั้นเรซิน
2. ชนิดและความเข้มข้นของสารรีเจนเนอแรนต์
3. ขนาดของเรซิน
4. อัตราการไหลในการแลกเปลี่ยนไอออน
5. อัตราการไหลในการฟื้นอำนาจให้กับเรซิน
6. ชนิดของวัตถุดิบที่ใช้ทำเรซิน

3. การฟื้นอำนาจของสารแลกเปลี่ยนไอออน (Regeneration)

ในขั้นนี้จะทำการรีเจนเนอเรชั่นด้วย HCl หรือ NaCl ที่มีความเข้มข้น 0.5 N และควบคุมให้มีอัตราการไหล 10 ปริมาตรเรซิน/ชั่วโมง เพื่อขับไล่ไอออนในเรซินที่แลกมาจากน้ำเสีย และเติมไอออนอิสระให้กับเรซิน ทำให้เรซินกลับคืนสู่สภาพเดิมและมีอำนาจในการแลกเปลี่ยนไอออนอีกครั้งหนึ่ง จากนั้นนำน้ำที่ผ่านการรีเจนเนอเรชั่น ไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักและประสิทธิภาพในการทำรีเจนเนอเรชั่น

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้

ในการวิจัยนี้จะใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ ดังต่อไปนี้

1. เครื่องชั่งสารเคมี ยี่ห้อ Sartorius รุ่นAC 210 P
2. เครื่องวัดพีเอช ยี่ห้อ HORIBA รุ่น F-13
3. Atomic Absorption Spectrophotometer ยี่ห้อ Varian รุ่น Spectr-10 plus
4. ขวดน้ำเกลือขนาด 0.5 และ 1 ลิตร พร้อมสายยางปรับอัตราการไหล
5. Column ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.1 ซม. ยาว 25 ซม.
6. Column ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.0 ซม. ยาว 50 ซม.
7. Volumetric Flask
8. เครื่องกวน ยี่ห้อ Framo รุ่น LR20
9. เครื่องปั่น ยี่ห้อ MOULINEX
10. เครื่องคัดแยกขนาด

    เครื่องเขย่าของบริษัท Endecotts รุ่น Octagon 200

    ตะแกรงแยกขนาดของบริษัท Endecotts เบอร์ 70 และ 80
11. บีกเกอร์