บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและวัสดุอุปกรณ์

1. เครื่อง AAS (Atomic Adsorption Spectrophotometer) : GBC, Avanta
2. เครื่อง FTIR Spectroscopy (Fourier Transform Infrared) : Bio Rad
3. เครื่องวิเคราะห์ปริมาณพื้นที่ผิว Surface Area Analyzer :ASAP2000 Micromeritics
4. เครื่อง XRF (X-Ray Fluorescence Spectroscopy) : OXXFORD ED2000
5. เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปคโตรโฟโตมิเตอร์(UV) : Helios α
6. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) : Denver Instrument, 215
7. เครื่องเขย่า (Shaker Machine) : PNP, Green SSeriker 2
8. เครื่องชั่งน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง (4-digit Balance) : Mettler-Toledo, Dragon 204
9. เครื่องกรองสุญญากาศ (Vacuum Filter)
10. เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer) : VELP, ARED
11. ชุดอุปกรณ์หยดสารละลายลงบนตัวกลางและอบตัวกลาง ในสภาวะสุญญากาศ
12. คอลัมน์ขนาดปิเปต (Transfer pipet) 5 มิลลิลิตร
13. เครื่องดูดจ่ายสารเคมีอัตราดูดต่ำ (Piston Pump) : Fluid Metering, QG20-2
14. กระดาษกรองใยแก้ว (GF/C) และกระดาษกรอง (Whatman) เบอร์ 4
15. อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป

3.1.2 วัตถุดิบและสารเคมี

1. ซิลิกาเจล 100 (0.063 – 0.200 mm) สำหรับ Column Chromatography : Merck
2. โพลีเอทธิลีนไอมีน (Polyethyleneimine) : Aldrich
3. กลูตารัลดีไฮด์ (Glutaraldehyde) : Fluka
4. เมทานอล (Methanol) : Merck
5. อะซิโตน (Acetone) : Merck
6. PIPE sodium salt ($C_8H_{17}N_2NaO_6S_2$) : Sigma
7. ตะกั่วไนเตรท (Lead(II)Nitrate, $Pb(NO_3)_2$) : Ajax, AR
8. โซเดียมไนเตรท(Sodium Nitrate, $Na(NO_3)$: Ajax, AR
9. โซเดียมอะซิเตท(Sodium acetate trihydrate, $CH_3COONa.3H_2O$) : Ajax, AR

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

10. กรดไนตริก (Nitric Acid 65%, HNO_3) : Carlo Ebra, AR

11. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) : Carlo Ebra, AR

12. โพแทสเซียมไนเตรท (Potassium Nitrate, KNO_3) : Ajax, AR

13. โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium Persulfate, $K_2S_2O_8$): Ajax , AR

14. กรดไฮโดรคลอริก(Hydrochloric Acid 37%,HCl) : Carlo Ebra, AR

3.2 น้ำเสียที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 น้ำเสียสังเคราะห์

น้ำเสียสังเคราะห์ เตรียมจากสารละลายตะกั่วไนเตรท ผสมลงในน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water) เพื่อให้ได้น้ำตัวอย่างตามความเข้มข้นที่ต้องการศึกษา โดยปรับเปลี่ยนค่าปริมาณความแรงไอออนในน้ำ (Ionic strength) ด้วยการเติมโซเดียมไนเตรท ($NaNO_3$) และปรับเปลี่ยนพีเอชด้วยกรดไนตริก (HNO_3) และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยใช้บัฟเฟอร์ควบคุมพีเอชให้อยู่ในค่าพีเอชที่ต้องการศึกษา

3.3 การดำเนินการทดลอง

ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้ แบ่งการทดลองออกเป็น 4 ส่วน คือ

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมตัวกลาง

3.3.1-1 การเตรียมตัวกลางดูดซับ โดยเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ซึ่งประยุกต์วิธีเตรียมมาจากขั้นตอนของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) และขั้นตอนการเคลือบตัวกลางด้วยวิธีอิมเพรกเนชั่นแบบแห้ง (Dry Impregnation) ของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์ (2541) โดยทดลองเตรียมทั้งหมด 5 วิธี ทำการเคลือบซิลิกาเจลด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนในตัวทำละลายเมทานอล

3.3.1-2 นำตัวกลางที่เตรียมจากแต่ละวิธีมาทดสอบประสิทธิภาพการกำจัดตะกั่ว และทำการเลือกวิธีการเตรียมที่เหมาะสมที่สุด

3.3.1-3 ทดลองปรับเปลี่ยนอัตราส่วนการเคลือบโพลีเอทธิลีนไอมีนเป็นร้อยละ 2 และ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนในตัวทำละลายเมทานอล แล้วนำมาทดสอบประสิทธิภาพการกำจัด โดยทดลองใช้ตัวกลางที่เคลือบได้จากแต่ละอัตราส่วนมากำจัดตะกั่วในน้ำเสียสังเคราะห์ พร้อมกับวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชั่นไอมีนบนพื้นผิวตัวกลางที่เตรียมได้ และศึกษาลักษณะทางกายภาพ เช่น พื้นที่ผิวและรูพรุน เพื่อเลือกตัวกลางดูดซับที่ดีที่สุดมาทำการทดลองในขั้นต่อไป

3.3.2 ขั้นตอนการทดลองแบบแบตช์ (Batch)

3.3.2-1 การหาระยะเวลาที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการทดลองศึกษาความสามารถดูดซับตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

3.3.2-2 การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่ว ของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนในช่วงความเข้มข้นต่างๆ ในสภาวะที่มีค่าพีเอชแตกต่างกัน

3.3.2-3 การศึกษาผลของความแรงไอออนในน้ำ (Ionic strength) ที่มีต่อความสามารถในการดูดซับของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

3.3.3 การทดลองแบบคอลัมน์ (Column)

การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วด้วยซิลิกาเจลเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน โดยการทดลองแบบคอลัมน์

3.3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวกลาง

3.3.4-1 การหาปริมาณไนโตรเจนบนตัวกลาง

3.3.4-2 การวิเคราะห์หาตะกั่วบนตัวกลางที่ดูดซับแล้ว

3.3.4-3 การวิเคราะห์หาลักษณะประจุบนพื้นผิวของตัวกลาง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.1-3.7 แสดงตัวแปรคงที่ (Fixed Variables) ตัวแปรอิสระ (Independent Variables) และตัวแปรตาม (Dependent Variables) ในการทดลองแต่ละขั้นตอน

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการเคลือบตัวกลางในแต่ละวิธี

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
วิธีการเคลือบตัวดูดซับ	
<u>วิธีที่1</u> ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003)	- ซิลิกาเจล 25 กรัม แช่ลงในสารละลายโพลีเอทธีลีนไอมีน กวนด้วยเครื่องกวน (Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออกล้างด้วยน้ำและอะซิโตน อบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °ซ เป็นเวลา 24 ชม.
<u>วิธีที่2</u> ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และMorcellet(2003) ร่วมกับการประยุกต์มาจากขั้นตอนการไล่ความชื้นออกจากตัวกลางของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์ (2541)	- ซิลิกาเจล 25 กรัม ใส่ลงในขวดรูปก้นกลมที่ต่ออยู่ในชุดอุปกรณ์ที่มีปั๊มสุญญากาศ ให้ความร้อนประมาณ 110 °ซ ในสภาวะสุญญากาศเพื่อไล่อากาศและความชื้น 4 ชม. หยดสารละลายโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอล ลงในขวดก้นกลมที่มีซิลิกาเจลอยู่ในสภาวะสุญญากาศ เทใส่บีกเกอร์และนำมากวนด้วยเครื่องกวน(Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออกแล้วล้างด้วยน้ำและอะซิโตนตามลำดับ จากนั้นนำไปอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °ซ เป็นเวลา 24 ชม.
<u>วิธีที่ 3</u> ประยุกต์จากขั้นตอนการเคลือบด้วยวิธีอิมแพรกเนชั่นแบบแห้ง(Dry Impregnation) ของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์(2541) ร่วมกับประยุกต์ใช้ระยะเวลาการสัมผัสระหว่างซิลิกาเจลกับสารละลายจาก Ghoul, Bacquet และ Morcellet(2003)	- ซิลิกาเจล 20 กรัม ใส่ลงในขวดรูปก้นกลมต่ออยู่ในชุดอุปกรณ์ที่มีปั๊มสุญญากาศ ให้ความร้อนประมาณ 110 °ซ ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อไล่อากาศและความชื้น 4 ชม. หยดสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนลงในขวดก้นกลม ในสภาวะสุญญากาศด้วยปริมาตรเท่ากับปริมาตรรูพรุน พร้อมเขย่าขวดก้นกลมไปด้วยตลอดระยะเวลาการหยด ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชม. จากนั้นทำการอบแห้ง ภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °ซ เป็นเวลา 24 ชม.

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการเคลือบตัวกลางในแต่ละวิธี (ต่อ)

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
วิธีการเคลือบตัวดูดซับ (ต่อ)	
<u>วิธีที่ 4</u> การเคลือบแบบวิธีที่ 1 แต่เพิ่มกระบวนการเชื่อมยึด(Crosslink) ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003)	- ซิลิกาเจล 25 กรัม แช่ลงในสารละลายโพลีเอทธีลีนไอมีน กวนด้วยเครื่องกวน (Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออก แล้วนำไปแช่ในสารละลายกลูตารัลดีไฮด์ปริมาตร 250 มิลลิลิตร กวนเป็นเวลา 20 นาที ล้างด้วยน้ำและอะซิโตน อบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °ซ เป็นเวลา 24 ชม.
<u>วิธีที่ 5</u> การเคลือบแบบวิธีที่ 2 แต่เพิ่มกระบวนการเชื่อมยึด(Crosslink) ซึ่งประยุกต์จากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet(2003) ร่วมกับการประยุกต์มาจากขั้นตอนการไล่ความชื้นออกจากตัวกลางของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์ (2541)	- ซิลิกาเจล 25 กรัม ใส่ลงในขวดรูปก้นกลมที่ต่ออยู่ในชุดอุปกรณ์ที่มีปั๊มสุญญากาศ ให้ความร้อนประมาณ 110 °ซ ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อไล่อากาศและความชื้น 4 ชม. หยดสารละลายโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอล ลงในขวดก้นกลมที่มีซิลิกาเจลอยู่ในสภาวะสุญญากาศ เทใส่บีกเกอร์และนำมากวนด้วยเครื่องกวน(Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออก นำไปแช่ในสารละลายกลูตารัลดีไฮด์ปริมาตร 250 มิลลิลิตร กวนเป็นเวลา 20 นาที แล้วล้างด้วยน้ำและอะซิโตนตามลำดับ นำไปอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 °ซ เป็นเวลา 24 ชม.
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
1.สัดส่วนของสารที่ใช้เคลือบระหว่างสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนต่อปริมาตรเมทานอลเป็นร้อยละโดยน้ำหนักต่อปริมาตร	5 ก./100 มล.
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
1. ตัวดูดซับที่เคลือบได้	1. ตัวดูดซับแต่ละแบบ

ตารางที่ 3.2 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดสอบความสามารถในการดูดซับของตัวกลางที่เตรียมได้จากวิธีการเคลือบต่างๆ

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1. ตัวอย่างตัวดูดซับที่เตรียมได้	1.1 ซิลิกาเจล 1.2 ตัวดูดซับที่เตรียมจากการเคลือบโพลีเอทธิลีนตามวิธีที่ 1 1.3 ตัวดูดซับที่เตรียมจากการเคลือบโพลีเอทธิลีนตามวิธีที่ 2 1.4 ตัวดูดซับที่เตรียมจากการเคลือบโพลีเอทธิลีนตามวิธีที่ 3 1.5 ตัวดูดซับที่เตรียมจากการเคลือบโพลีเอทธิลีนตามวิธีที่ 4 1.6 ตัวดูดซับที่เตรียมจากการเคลือบโพลีเอทธิลีนตามวิธีที่ 5
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
1.น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วความเข้มข้นตะกั่วเริ่มต้น 2. พีเอช 3. ปริมาณตัวดูดซับในการดูดซับ 4. ปริมาตรน้ำเสีย 5. อุณหภูมิการทดลอง 6. ความเร็วในการเขย่า 7. เวลาที่ใช้ในการทดลองเขย่า	20 มิลลิกรัมต่อลิตร 6 0.05 กรัม 30 มิลลิลิตร อุณหภูมิห้อง 200 รอบต่อนาที 2 ชั่วโมง
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
1. ลักษณะน้ำตัวอย่างหลังการทดลอง 2. เปรียบเทียบคุณสมบัติตัวดูดซับ 3. วิธีการเตรียมตัวดูดซับที่เหมาะสม	1. ความเข้มข้นตะกั่วที่เหลือ 2. ความสามารถดูดซับของตัวดูดซับแต่แบบ 3. ขั้นตอนการเตรียมตัวดูดซับ

ตารางที่ 3.3 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดสอบคุณภาพซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1. ตัวอย่างตัวดูดซับที่เตรียมจากวิธีที่เลือกได้จากการทดลองในตารางที่ 3.2	1.1 ตัวดูดซับที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 2 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนในเมทานอล 1.2 ตัวดูดซับที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนในเมทานอล 1.3 ตัวดูดซับที่เคลือบด้วยอัตราส่วนร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนในเมทานอล
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
การทดสอบคุณภาพตัวดูดซับ	
1.น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วความเข้มข้น	5 และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. พีเอช	6
3. ปริมาณตัวดูดซับ	0.05 กรัม
4. ปริมาตรน้ำเสีย	30 มิลลิลิตร
5. อุณหภูมิการทดลอง	อุณหภูมิห้อง
6. ความเร็วในการเขย่า	200 รอบต่อนาที
7. เวลาที่ใช้ในการทดลองเขย่า	3 ชั่วโมง
การวิเคราะห์ลักษณะตัวดูดซับ	
1. วิเคราะห์ด้วย FTIR	ตัวดูดซับที่ได้จากการเคลือบในอัตราส่วนต่างๆ
2. วิเคราะห์ด้วย Surface Area Analyzer	ตัวดูดซับที่ได้จากการเคลือบในอัตราส่วนต่างๆ
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
การทดสอบคุณภาพตัวดูดซับ	
1. ลักษณะน้ำตัวอย่างหลังการทดลอง	1. ความเข้มข้นตะกั่วที่เหลือ
2. คุณสมบัติตัวกลาง	2. ตัวกลางที่มีคุณภาพดีที่สุด
การวิเคราะห์ลักษณะตัวดูดซับ	
1. ลักษณะของตัวดูดซับ	1. หมู่ฟังก์ชัน เช่น หมู่ไอมีนบนผิวตัวกลาง 2. พื้นที่ผิว และรูพรุน

ตารางที่ 3.4 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองหาระยะเวลาที่เหมาะสม ในการดูดซับจนถึงจุดสมดุลของการทดลองแบบแบตช์

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1. ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง	เก็บตัวอย่างตามเวลาต่างๆจนถึงจุดสมดุล 0.5 ,1, 2, 4, 6, 8, 24, 30, 48, 54, 96 ชม.
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
1.น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วความเข้มข้นตะกั่วเริ่มต้น 2. พีเอช 3. ปริมาณตัวดูดซับ 4. ปริมาตรน้ำเสีย 5. อุณหภูมิการทดลอง 6. ความเร็วในการเขย่า	5 มิลลิกรัมต่อลิตร 4,5 ,6 และ 7 0.05 กรัม 100 มล.(200 มล.สำหรับพีเอช 7) อุณหภูมิห้อง 200 รอบต่อนาที
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
1. ลักษณะน้ำตัวอย่างหลังการทดลอง 2. เวลาที่เหมาะสมของการดูดซับ	1. ความเข้มข้นตะกั่วที่เหลือ 2. เวลาที่จะใช้ในการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.5 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองหาความสามารถในการดูดซับของการทดลองแบบแบตช์

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1.น้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นตะกั่วเริ่มต้น	0, 5, 10, 20, 30 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. ชนิดตัวดูดซับ	2.1 ซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน 2.2 ซิลิกาเจลที่ไม่เคลือบผิว
3. พีเอช	4,5,6 และ 7
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
1. ปริมาณตัวดูดซับ	0.05 กรัม
2. ปริมาตรน้ำเสีย	100 มล.(200 มล. สำหรับ 5 มก./ลิตร ที่พีเอช 7)
3. อุณหภูมิการทดลอง	อุณหภูมิห้อง
4. ความเร็วในการเขย่า	200 รอบต่อนาที
5. ระยะเวลาในการเก็บตัวอย่าง	24 ชม.
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
1. ลักษณะน้ำตัวอย่างหลังการทดลอง	1. ความเข้มข้นตะกั่วที่เหลือ
2. ความสามารถในการดูดซับตะกั่วของตัวดูดซับ	2.มวลตะกั่วที่ถูกดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.6 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษาผลของความแรงไอออนในน้ำที่มีต่อการดูดซับของการทดลองแบบแบตช์

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1.น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความแรงไอออนในน้ำ (Ionic strength)	น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่เติมโซเดียมไนเตรทในปริมาณดังนี้ 0.005 0.010 0.050 และ 0.100 โมลต่อลิตร
2. พีเอช	4, 5 6 และ 7
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
1. ความเข้มข้นตะกั่วในน้ำเสียสังเคราะห์	5 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. ปริมาณซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน (PEI)	0.05 กรัม
3. ปริมาตรน้ำเสีย	100 มล. (200 มล. สำหรับ พีเอช 7)
4. อุณหภูมิการทดลอง	อุณหภูมิห้อง
5. ความเร็วในการเขย่า	200 รอบต่อนาที
6. ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง	24 ชม.
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
1. ลักษณะน้ำตัวอย่างหลังการทดลอง	1. ความเข้มข้นโลหะตะกั่วที่เหลือ
2. ความสามารถในการดูดซับตะกั่วของตัวดูดซับ	2. มวลตะกั่วที่ถูกดูดซับต่อมวลของตัวดูดซับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.7 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองแบบคอลัมน์ (Column)

ตัวแปรอิสระ	**พารามิเตอร์**
1. อัตราการไหลของน้ำผ่านตัวดูดซับ	10 มิลลิลิตรต่อนาที, 5 มิลลิลิตรต่อนาที
2. ระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง	เก็บตัวอย่างจนถึงจุดเบรคทรูจ์
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	**พารามิเตอร์**
1. น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว ความเข้มข้นตะกั่วเริ่มต้น	5 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. พีเอช	6
3. ซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน	1.5 กรัม
4.อุณหภูมิการทดลอง	อุณหภูมิห้อง
ตัวแปรตาม	**พารามิเตอร์**
1. ลักษณะน้ำตัวอย่างหลังการทดลอง	1. ความเข้มข้นตะกั่วที่เหลือ
2. ความสามารถในการดูดซับตะกั่วของตัวกลาง	2.มวลตะกั่วที่ถูกดูดซับต่อมวลของตัวกลาง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขั้นตอนการทดลองแสดงรายละเอียดดังนี้

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมตัวกลาง

3.3.1-1 การเตรียมตัวดูดซับโดยเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

การทดลองเตรียมตัวดูดซับโดยใช้ซิลิกาเจลมาทำการเคลือบด้วยโพลีเอทธีลีนไอมีนซึ่งได้ทดลองทำการเคลือบด้วยกันหลายวิธีดังนี้

วิธีที่ 1 การเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธีลีนไอมีนโดยการนำซิลิกาเจล 25 กรัม มาแช่ลงในบีกเกอร์ที่เตรียมสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร กวนผสมซิลิกาเจลกับสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลด้วยเครื่องกวน (Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออกแล้วล้างด้วยน้ำและอะซิโตนตามลำดับ จากนั้นนำไปอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชม. ซึ่งวิธีนี้เป็นวิธีที่ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003)

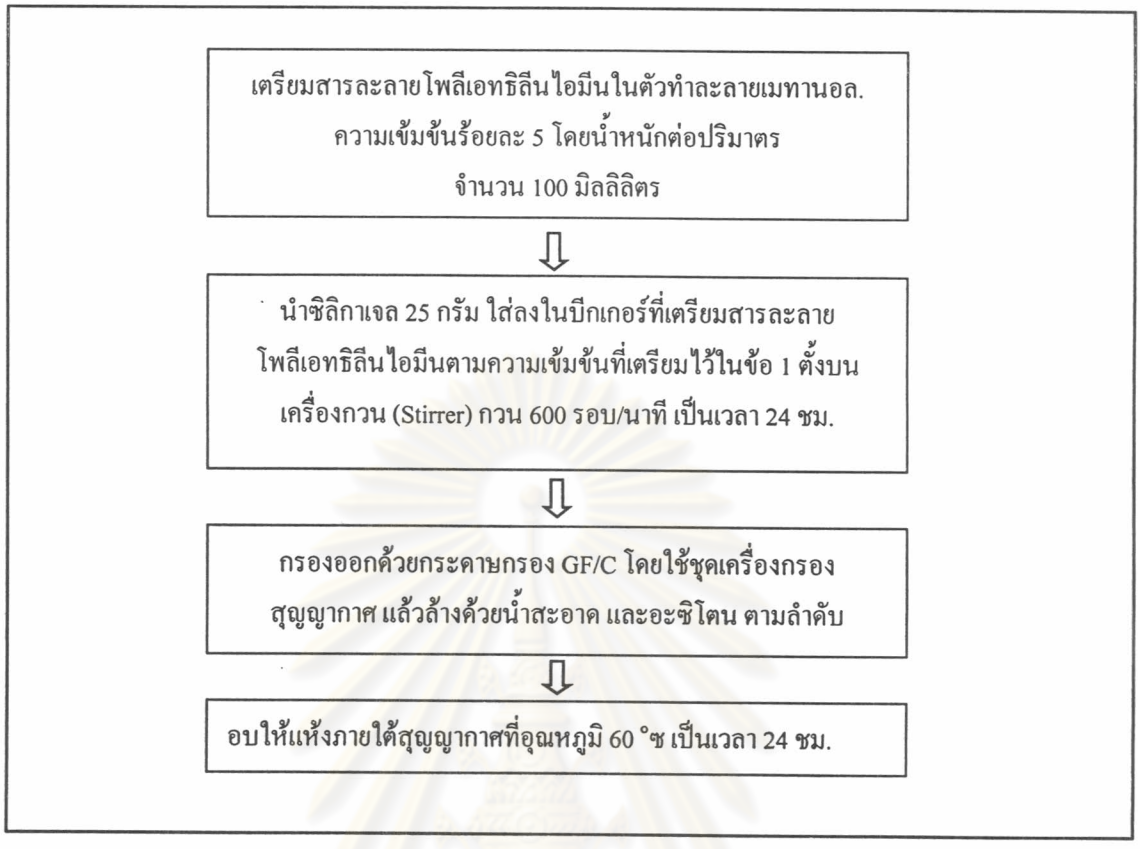
วิธีที่ 2 การเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธีลีนไอมีน ซึ่งจะทำการแช่ซิลิกาเจลในสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลในสภาวะสุญญากาศโดยการนำซิลิกาเจลมา 25 กรัมใส่ลงในขวดรูปก้นกลมที่ต่ออยู่ในชุดอุปกรณ์ที่มีปั๊มสุญญากาศ จากนั้นให้ความร้อนประมาณ 110 องศาเซลเซียส ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อไล่อากาศและความชื้นที่อยู่ในตัวกลางออกเป็นเวลา 4 ชม. จากนั้นหยดสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่เตรียมไว้ลงในขวดก้นกลมที่มีซิลิกาเจลอยู่ในสภาวะสุญญากาศจนหมด เทใส่บีกเกอร์และนำมากวนผสมซิลิกาเจลกับสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอล ด้วยเครื่องกวน (Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออกแล้วล้างด้วยน้ำและอะซิโตนตามลำดับ จากนั้นนำไปอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชม. ซึ่งวิธีนี้เป็นวิธีที่ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) ผสมผสานกับกระบวนการไล่อากาศและความชื้นในตัวกลางออก และหยดสารละลายในสภาวะสุญญากาศเพื่อให้สารละลายที่จะใช้เคลือบแทรกเข้าไปในรูพรุนของตัวกลางได้ดี ซึ่งประยุกต์มาจากส่วนหนึ่งในขั้นตอนการเตรียมตัวกลางของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์ (2541)

วิธีที่ 3 การเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธีลีนไอมีนแบบอิมแพรกเนชั่นแบบแห้ง (Dry Impregnation) เป็นการหยดสารละลายโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลในสภาวะสุญญากาศ ลงบนซิลิกาเจลด้วยปริมาตรสารละลายเท่ากับปริมาตรรูพรุนของตัวกลางพอดี โดยจะนำซิลิกาเจลมา 20 กรัมใส่ลงในขวดรูปก้นกลมที่ต่ออยู่ในชุดอุปกรณ์ที่มีปั๊มสุญญากาศ จากนั้นให้ความร้อนประมาณ 110 องศาเซลเซียส ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อไล่อากาศและความชื้นที่อยู่ในตัวกลางออกเป็นเวลา 4 ชม. ทิ้งให้เย็น จากนั้นค่อยๆหยดสารละลายของโพลีเอทธิลีนไอมีนในเมทานอลอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่ต้องการจะเคลือบลงในขวดก้นกลมที่มี

ซิลิกาเจลอยู่ในสภาวะสุญญากาศ ปริมาณสารที่หยดจะเท่ากับปริมาตรรูพรุนของซิลิกาเจลจำนวน 20 กรัม เท่านั้น (ปริมาตรรูพรุน 19 มิลลิลิตรต่อตัวกลาง 20 กรัม) พร้อมทั้งทำการเขย่าขวดก้นกลมไปด้วยตลอดระยะเวลาการหยด เพื่อให้สารที่ต้องการเคลือบเข้าไปภายในรูพรุนของตัวกลางได้ดียิ่งขึ้น เมื่อหยดสารละลายที่ต้องการเคลือบลงบนตัวกลางจนหมดแล้วก็ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชม. จากนั้นทำการอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชม. ซึ่งวิธีนี้เป็นวิธีที่ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์ (2541) ผสมผสานกับการนำเอาระยะเวลาการสัมผัสระหว่างซิลิกาเจลกับสารละลายโพลีเอทธิลีนในเมทานอลมาใช้ ตามวิธีของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003)

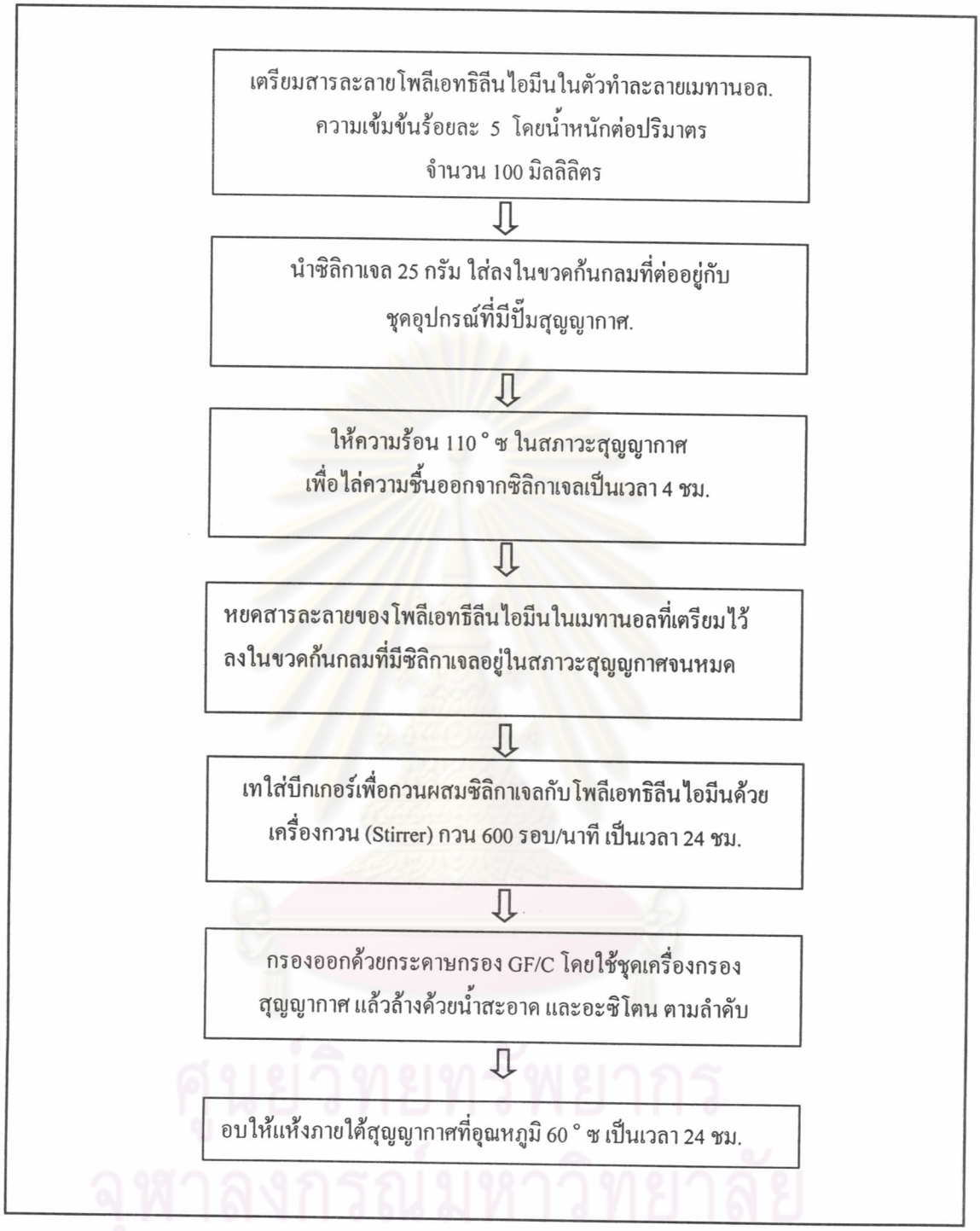
วิธีที่ 4 การเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ซึ่งคล้ายกับวิธีที่ 1 แต่มีการเพิ่มขั้นตอนการเชื่อมยึด (Crosslink) เข้าไปโดยการนำซิลิกาเจล 25 กรัมมาแช่ลงในบีกเกอร์ที่เตรียมสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลด้วยอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร กวนผสมซิลิกาเจลกับสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลด้วยเครื่องกวน (Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออกและนำไปแช่ในสารละลายกลูตารัลดีไฮด์ปริมาตร 250 มิลลิลิตรและกวนเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นกรองออกแล้วล้างด้วยน้ำและอะซิโตนตามลำดับ นำไปอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชม. ซึ่งวิธีนี้เป็นวิธีที่ประยุกต์ตามขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003)

วิธีที่ 5 การเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธีลีนไอมีน ซึ่งคล้ายกับวิธีที่ 2 แต่มีการเพิ่มขั้นตอนการเชื่อมยึด (Crosslink) เข้าไปจะทำการแช่ซิลิกาเจลในสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลในสภาวะสุญญากาศ โดยการนำซิลิกาเจลมา 25 กรัม ใส่ลงในขวดรูปก้นกลมที่ต่ออยู่ในชุดอุปกรณ์ที่มีปั๊มสุญญากาศ จากนั้นให้ความร้อนประมาณ 110 องศาเซลเซียส ในสภาวะสุญญากาศ เพื่อไล่อากาศและความชื้นที่อยู่ในตัวกลางออกเป็นเวลา 4 ชม. จากนั้นหยดสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลอัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ลงในขวดก้นกลมที่มีซิลิกาเจลอยู่ในสภาวะสุญญากาศจนหมดเทใส่บีกเกอร์และนำมากวนผสมซิลิกาเจลกับสารละลายของโพลีเอทธีลีนไอมีนในเมทานอลด้วยเครื่องกวน(Stirrer) เป็นเวลา 24 ชม. กรองออกและนำไปแช่ในสารละลายกลูตารัลดีไฮด์ปริมาตร 250 มิลลิลิตรและกวนเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นกรองออกแล้วล้างด้วยน้ำและอะซิโตนตามลำดับ นำไปอบแห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชม. ซึ่งวิธีนี้ก็เป็นวิธีที่ประยุกต์มาจากขั้นตอนการเตรียมของ Ghoul, Bacquet และ Morcellet (2003) ผสมผสานกับกระบวนการไล่อากาศและความชื้นในตัวกลางออก และหยดสารละลายในสภาวะสุญญากาศ เพื่อให้สารละลายที่จะใช้เคลือบแทรกเข้าไปในรูพรุนของตัวกลางได้ดี ซึ่งประยุกต์มาจากส่วนหนึ่งในขั้นตอนการเตรียมตัวกลางของ พิชาญ ตันติชัยปกรณ์ (2541)



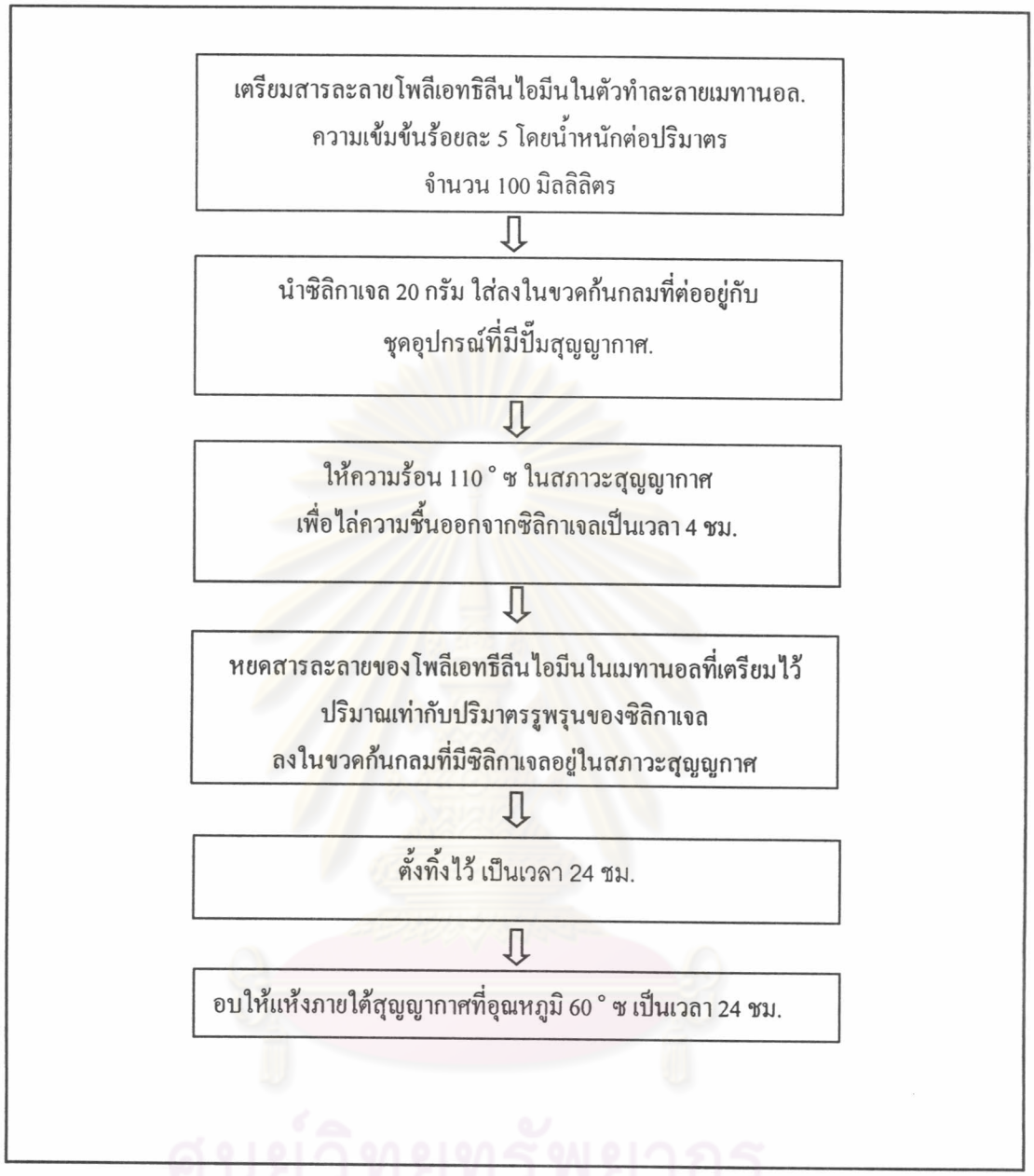
รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ตามวิธีที่ 1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



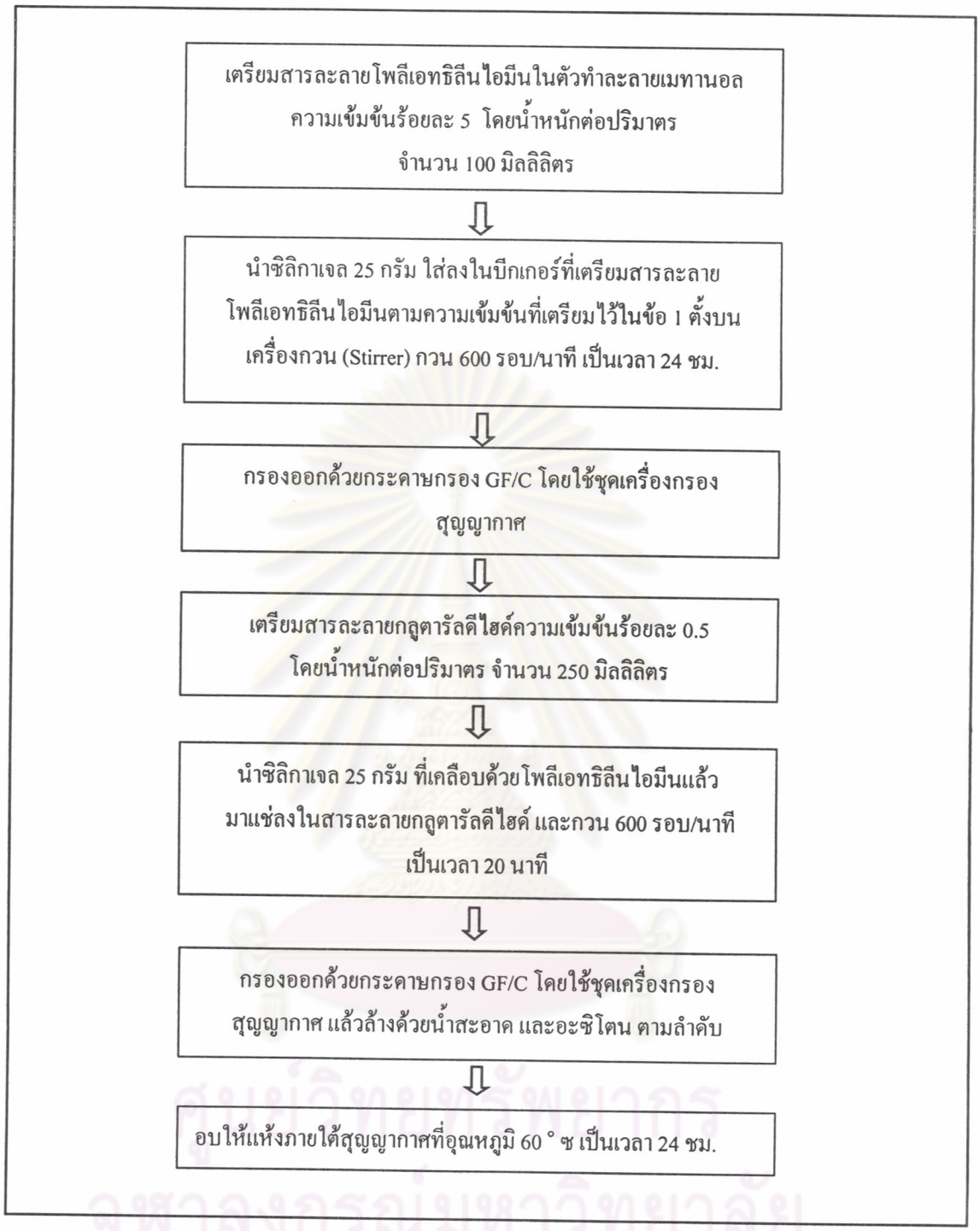
รูปที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ตามวิธีที่ 2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

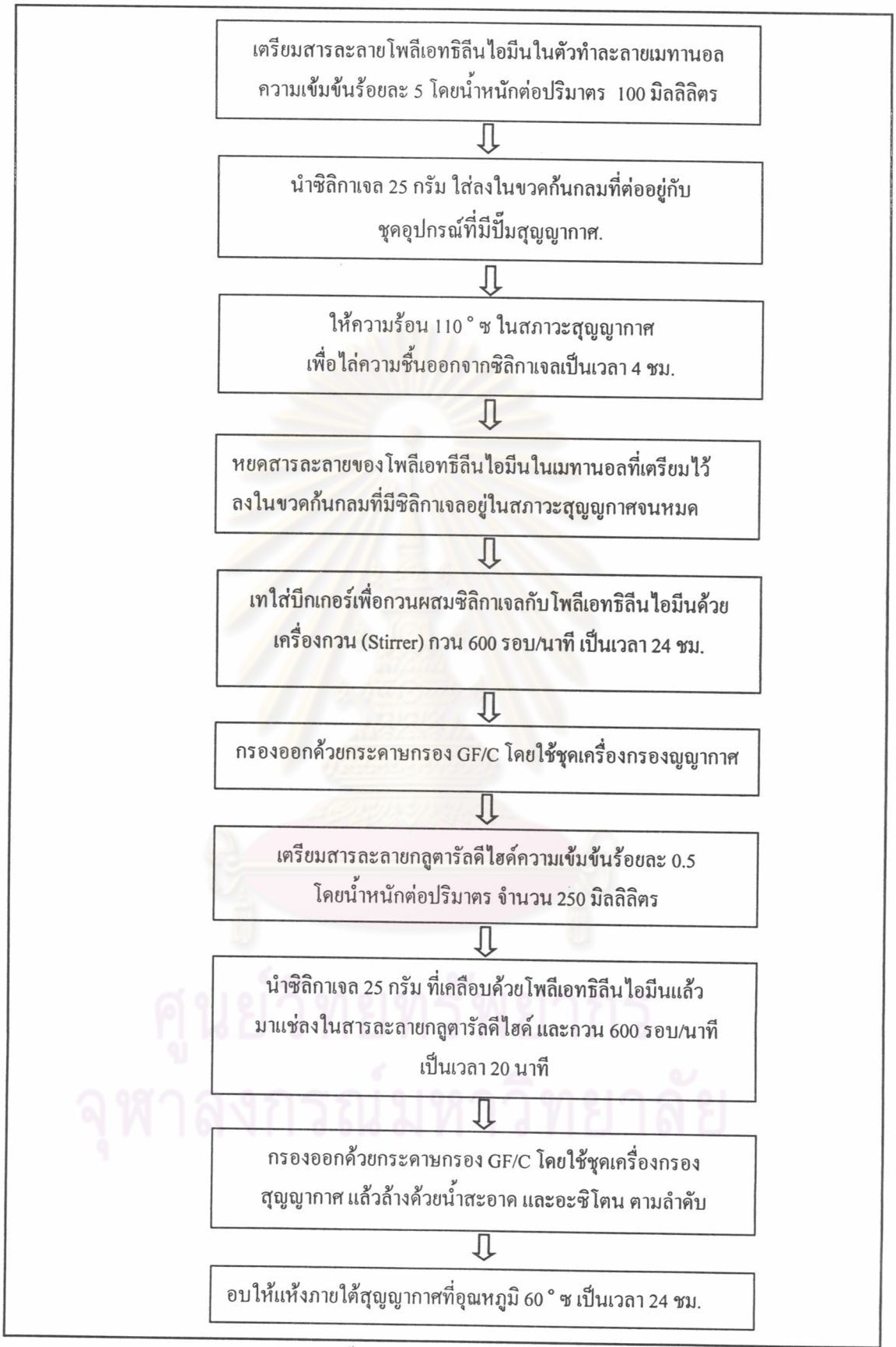


รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงขั้นตอนการเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ตามวิธีที่ 3

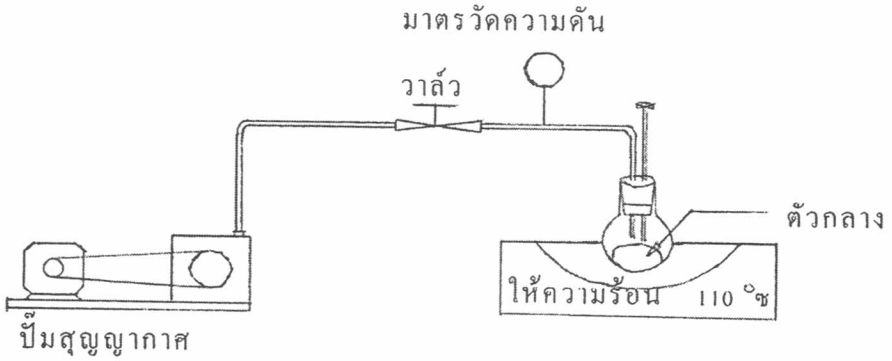
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอนการเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ตามวิธีที่ 4

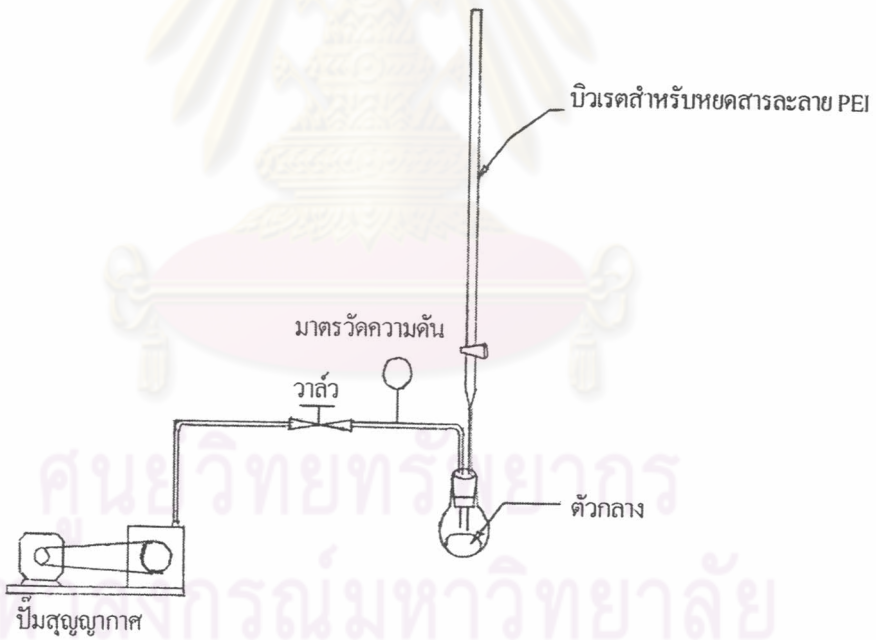


รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนการเคลือบผิวซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ตามวิธีที่ 5



การให้ความร้อนเพื่อไล่ความชื้น 110 °ซ

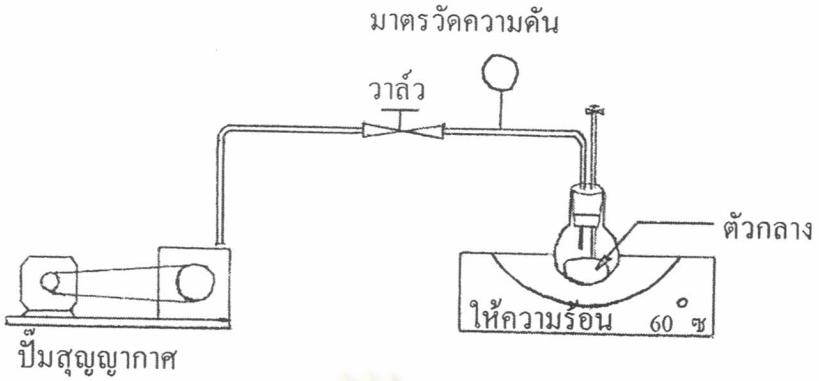
รูปที่ 3.6 ชุดเครื่องมือการไล่ความชื้นออกจากตัวกลาง



การหยดสารละลาย PEI ลงบนตัวกลางในสภาวะสุญญากาศ

รูปที่ 3.7 ชุดเครื่องมือการหยดสารละลาย โพลีเอทธิลีนไอมีน ในสภาวะสุญญากาศ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



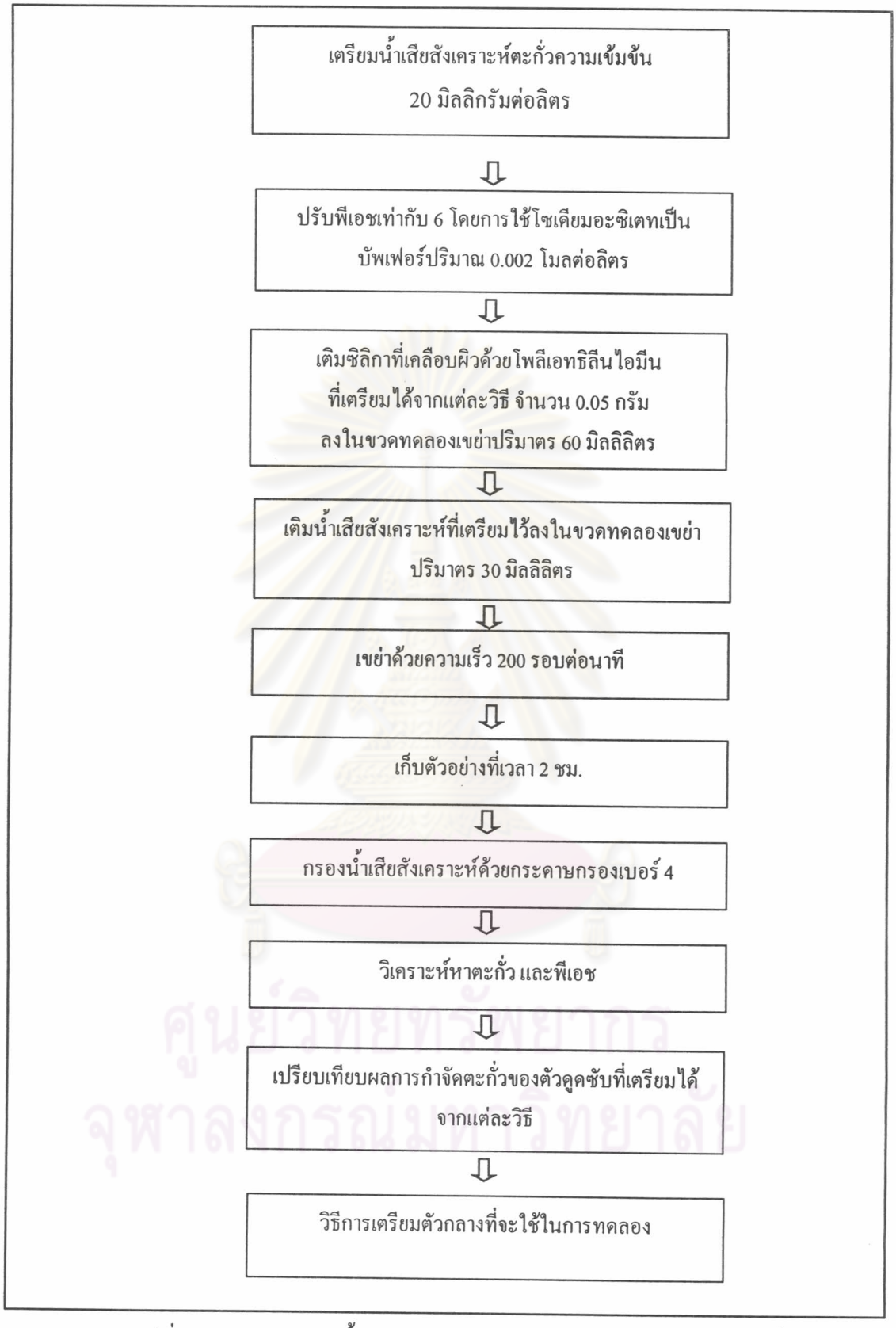
การอบตัวกลางให้แห้งในสภาวะสุญญากาศ

รูปที่ 3.8 ชุดเครื่องมือการทำให้แห้งในสภาวะสุญญากาศ

3.3.1-2 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนที่เตรียมได้จากแต่ละวิธี

การทดลองส่วนนี้ เป็นการหาประสิทธิภาพในการบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนที่เตรียมจากวิธีต่างๆซึ่งมีขั้นตอนและวิธีการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.9 มีรายละเอียดวิธีการทดลองดังนี้

1. ชั่งซิลิกาเจลและซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนแต่ละแบบปริมาณ 0.05 กรัมลงในขวดทดลองเขย่าขนาด 60 มิลลิลิตร
2. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วให้มีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 20 มิลลิกรัมต่อลิตรและปรับพีเอชให้มีค่าเท่ากับ 6 โดยใช้โซเดียมอะซิเตทเป็นบัพเฟอร์ 0.002 โมลต่อลิตร
3. ใส่น้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมไว้ลงในขวดทดลองเขย่าแต่ละขวดปริมาตรเท่ากับ 30 มิลลิลิตร
4. นำขวดทดลองเขย่าทั้งหมดไปเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 ชม.แล้วเก็บตัวอย่าง โดยกรองแยกน้ำใสกับตัวดูดซับออกจากกัน เพื่อที่จะนำน้ำส่วนที่ใสไปวัดค่าตะกั่วที่เหลืออยู่
5. เปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวดูดซับแต่ละแบบ เพื่อเลือกวิธีในการเคลือบโพลีเอทธิลีนไอมีนลงบนซิลิกาเจลที่เหมาะสม



รูปที่ 3.9 แผนผังแสดงขั้นตอนการทดลองหาประสิทธิภาพการกำจัดตะกั่ว
ด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน
ที่เตรียมได้จากแต่ละวิธี

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.1-3 การหาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

การทดลองส่วนนี้ เป็นการหาอัตราส่วนในการเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนที่เหมาะสม ซึ่งมีขั้นตอนและวิธีการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.10 ซึ่งมีรายละเอียดวิธีการทดลองดังนี้

3.3.1-3.1 การเตรียมตัวดูดซับโดยเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนในอัตราส่วนแตกต่างกัน และศึกษาคุณภาพของตัวดูดซับที่เตรียมได้

1. เตรียมตัวดูดซับซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ตามวิธีที่เลือกได้จากการตารางที่ 3.2 โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายโพลีเอทธิลีนไอมีนเป็นกรัมต่อปริมาตรเมทานอลเท่ากับ 2 กรัม/100มิลลิลิตร(2%w/v) 5 กรัม/100มิลลิลิตร(5%w/v) และ 10 กรัม/100 มิลลิลิตร(10%w/v) ตามลำดับ

2. ชั่งซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนที่เตรียมได้ทั้ง 3 อัตราส่วน ในปริมาณ 0.05 กรัมลงในขวดทดลองเขย่าขนาด 60 มิลลิลิตร

3. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วให้มีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 5 และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และปรับพีเอชให้มีค่าเท่ากับ 6 โดยใช้โซเดียมอะซิเตทเป็นบัฟเฟอร์ 0.002 โมลต่อลิตร

4. ใส่น้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมไว้ลงในขวดทดลองเขย่า แต่ละขวดปริมาตรเท่ากับ 30 มิลลิลิตร

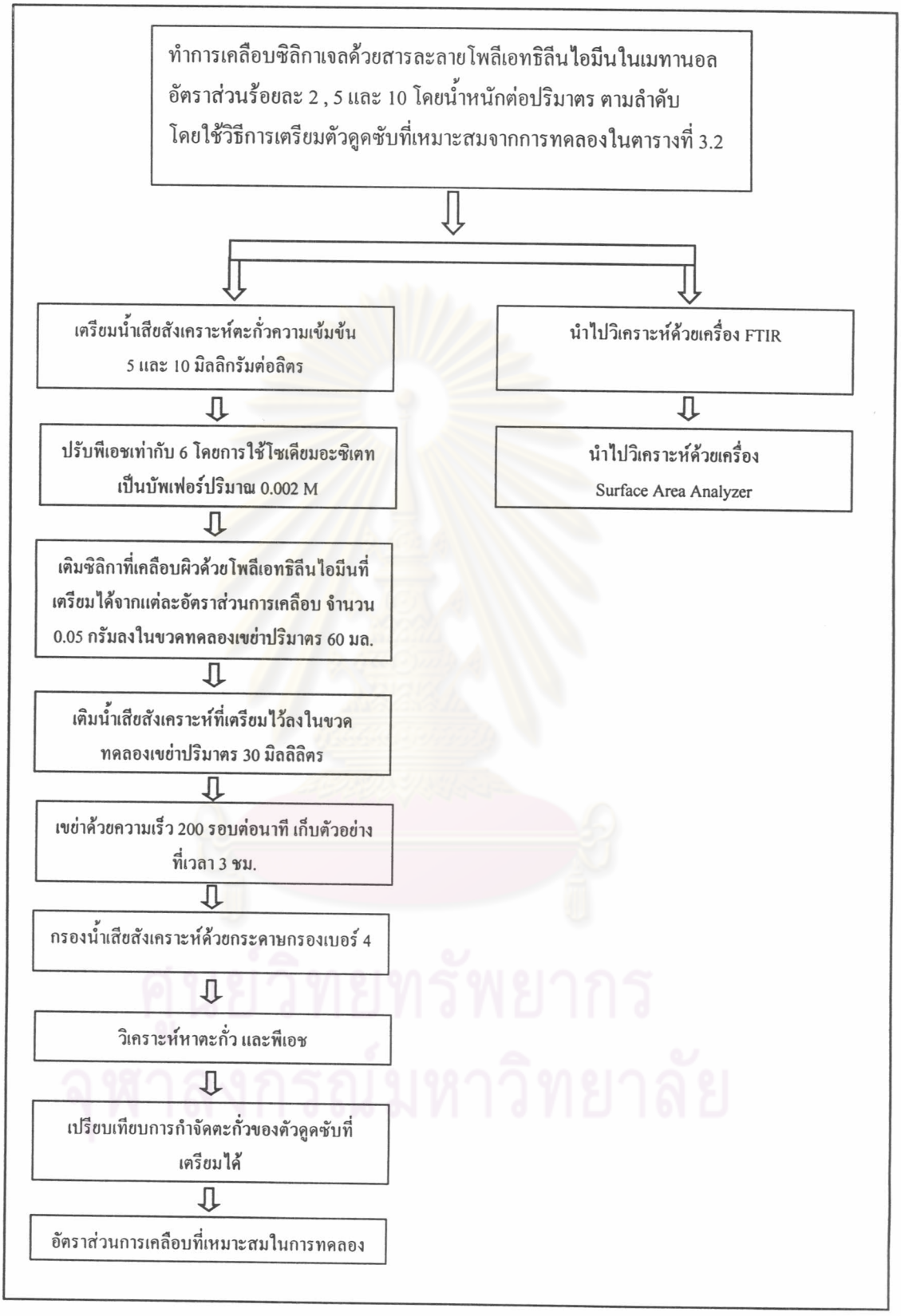
5. นำขวดทดลองเขย่าทั้งหมดไปเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 3 ชม.แล้วเก็บตัวอย่าง โดยกรองแยกน้ำใสกับตัวดูดซับออกจากกัน เพื่อที่จะนำน้ำส่วนที่ใสไปวัดค่าตะกั่วเหลืออยู่

6. เปรียบเทียบประสิทธิภาพของตัวดูดซับ ที่เตรียมได้จากแต่ละอัตราส่วนเพื่อเลือกอัตราส่วนที่เหมะสมที่จะใช้ในการเคลือบโพลีเอทธิลีนลงบนซิลิกาเจล

3.3.1-3.2 การศึกษาลักษณะของตัวดูดซับที่เตรียมได้

1. นำซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนที่เคลือบได้ทั้ง 3 อัตราส่วนไปทดลองด้วยเครื่อง FTIR เพื่อวิเคราะห์หาหมู่เอมีนบนตัวดูดซับ

2. นำซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Surface Area analyzer เพื่อวิเคราะห์พื้นที่ผิว



รูปที่ 3.10 แผนผังแสดงขั้นตอนการทดลองหาอัตราส่วนที่เหมาะสม
ในการเคลือบซิลิกาเจลด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

3.3.2 การทดลองแบบแบตซ์ (Batch)

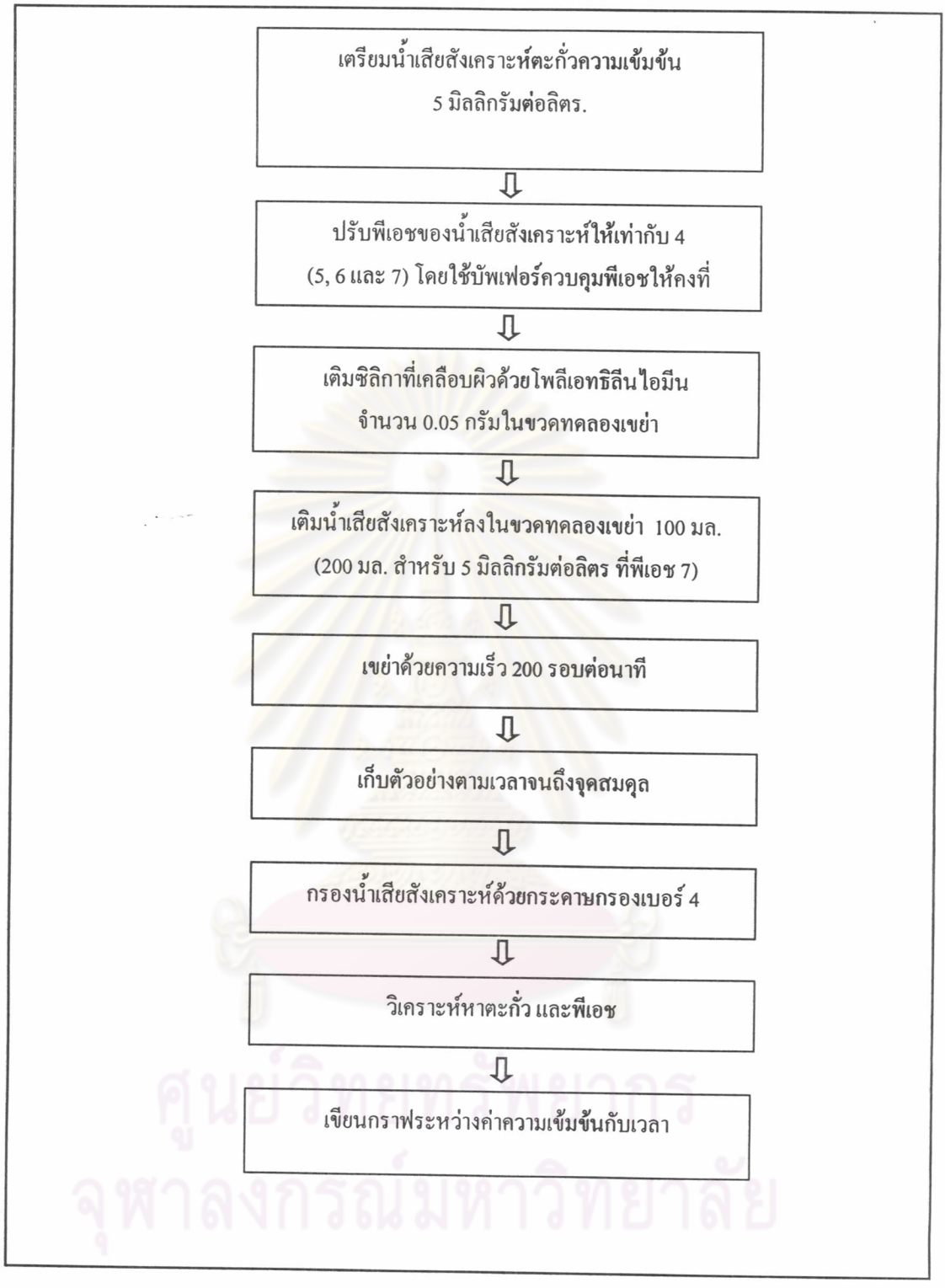
3.3.2-1 การทดลองหาเวลาที่เหมาะสมเพื่อใช้ทดลองหาความสามารถในการดูดซับของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

การทดลองส่วนนี้ เป็นการหาเวลาที่เหมาะสมในการทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ซึ่งมีขั้นตอนและวิธีการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.11 มีรายละเอียดวิธีการทดลองดังนี้

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วให้มีค่าความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. ปรับค่าพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีค่าเท่ากับ 4, 5, 6 และ 7 โดยใช้บัพเฟอร์เพื่อควบคุมพีเอชให้คงที่ความเข้มข้น 0.002โมลต่อลิตร (ใช้โซเดียมอะซิเตทสำหรับพีเอช 4-6 และ ใช้ PIPE sodium salt สำหรับพีเอช 7)
3. เติมซิลิกาเจลและซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ปริมาณ 0.05 กรัม ลงในขวดทดลองเขย่าตามจำนวนระยะเวลาที่จะเก็บซึ่งแต่ละเวลาจะทดลองตัวอย่างละ 2 ซ้ำ
4. เติมน้ำเสียสังเคราะห์ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรที่ทำการควบคุมพีเอชไว้ ลงในขวดทดลองเขย่าปริมาตร 100 มิลลิลิตร(ใช้น้ำ 200 มิลลิลิตร สำหรับพีเอช 7)
5. นำหลอดเขย่าทั้งหมดไปเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที ทดลองเก็บตัวอย่างตามเวลาต่างๆที่กำหนดไว้ เช่น 0.5 ,1, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 24, 30, 48, 54, 96 นาที เป็นต้น กรองแยกน้ำใสด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 เพื่อที่จะนำไปวัดค่าตะกั่วที่เหลืออยู่ จนกระทั่งถึงเวลาที่ค่าความเข้มข้นตะกั่วมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก
6. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของตะกั่วกับเวลา

(หมายเหตุ : ทุกการทดลองจะทำชุดควบคุมไว้เพื่อเป็นข้อมูลเปรียบเทียบผล)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.11 แผนผังแสดงขั้นตอนการทดลองหาเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว
ด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนแบบแบตช์ (Batch)

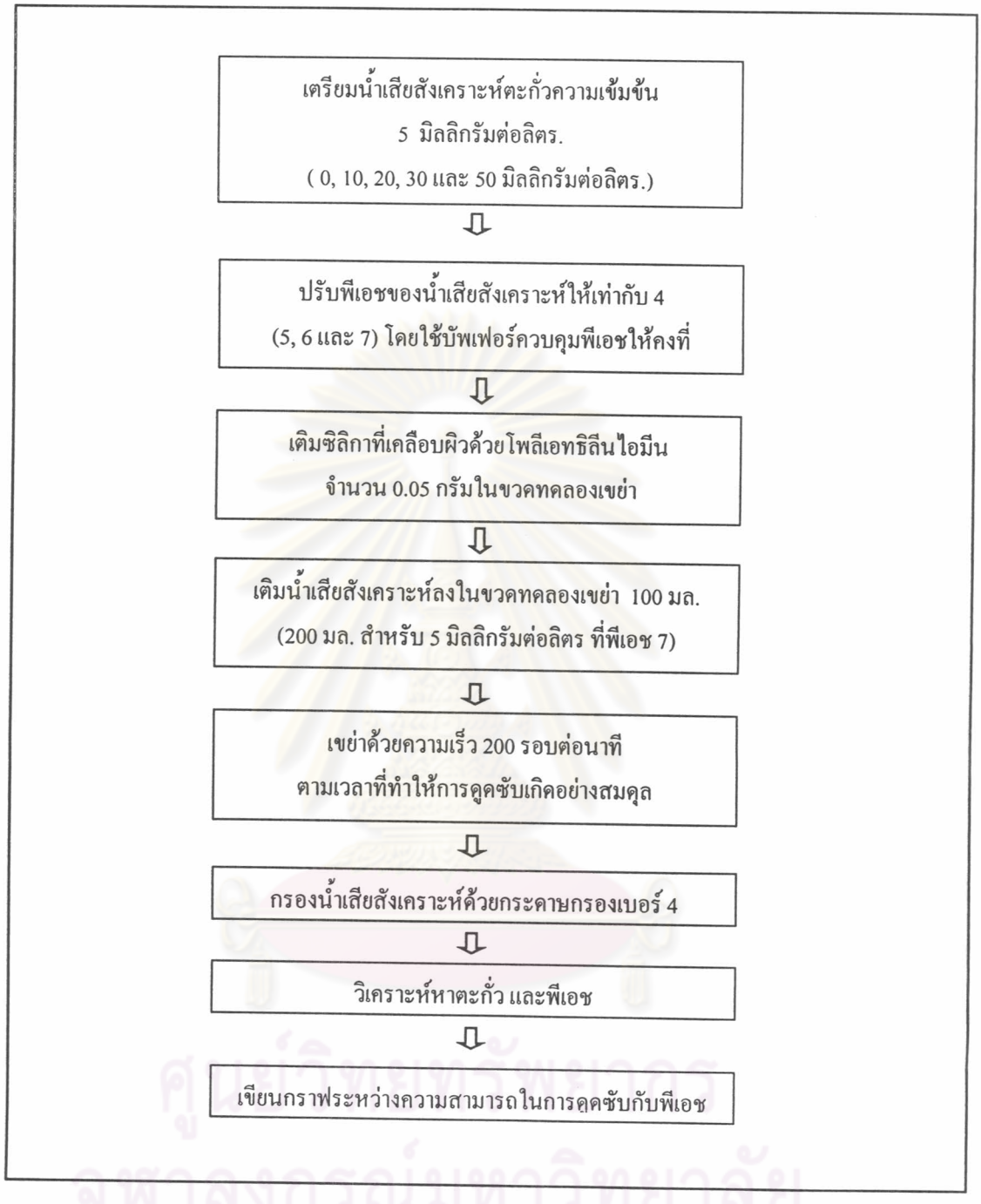
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.2-2 การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

การทดลองส่วนนี้เป็นการทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว ด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ซึ่งมีขั้นตอนและวิธีการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.12 และมีรายละเอียดวิธีการทดลองดังนี้

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วให้มีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 5 (10, 20, 30 และ 50) มิลลิกรัมต่อลิตร
2. ปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีค่าเท่ากับ 4 (5, 6 และ 7) โดยใช้บัฟเฟอร์ควบคุมพีเอชให้คงที่(ใช้โซเดียมอะซิเตทสำหรับพีเอช 4-6 และ ใช้ PIPE sodium salt สำหรับพีเอช 7)
3. เติมซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ปริมาณ 0.05 กรัม ลงในขวดทดลองเขย่าที่เตรียมไว้ซึ่งใช้ตัวอย่างละ 3 ขวดการทดลอง(เพื่อทดลองซ้ำ)
4. เติมน้ำเสียสังเคราะห์ที่ควบคุมพีเอชคงที่แล้ว ลงในขวดทดลองเขย่าปริมาตร 100 มิลลิลิตร (200 มิลลิลิตร สำหรับความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตรที่พีเอช 7)
5. นำหลอดเขย่าทั้งหมดไปเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที ใช้เวลาเขย่าตามเวลาที่การดูดซับเข้าภาวะสู่สมดุล
6. กรองแยกน้ำใสด้วยเครื่องกรองสุญญากาศด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4
7. วิเคราะห์หาค่าความเข้มข้นของตะกั่ว และค่าพีเอช
8. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าปริมาณตะกั่วที่ถูกกำจัด ต่อกรัมของตัวกลางกับพีเอช
9. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 – 7 ซ้ำ โดยเปลี่ยนค่าพีเอชเท่ากับ 5, 6 และ 7
10. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 – 8 ซ้ำ โดยเปลี่ยนค่าความเข้มข้นตะกั่วในน้ำเสียสังเคราะห์เป็น 0, 10, 20, 30 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ
11. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 – 10 ซ้ำ โดยเปลี่ยนตัวดูดซับเป็นซิลิกาเจลที่ไม่เคลือบผิว เพื่อนำผลไปเปรียบเทียบกับซิลิกาเจลที่เคลือบผิว

(หมายเหตุ: ทุกการทดลองจะทำชุดควบคุมไว้เพื่อเป็นข้อมูลเปรียบเทียบผล)



รูปที่ 3.12 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน โดยการทดลองแบบแบตช์ (Batch)

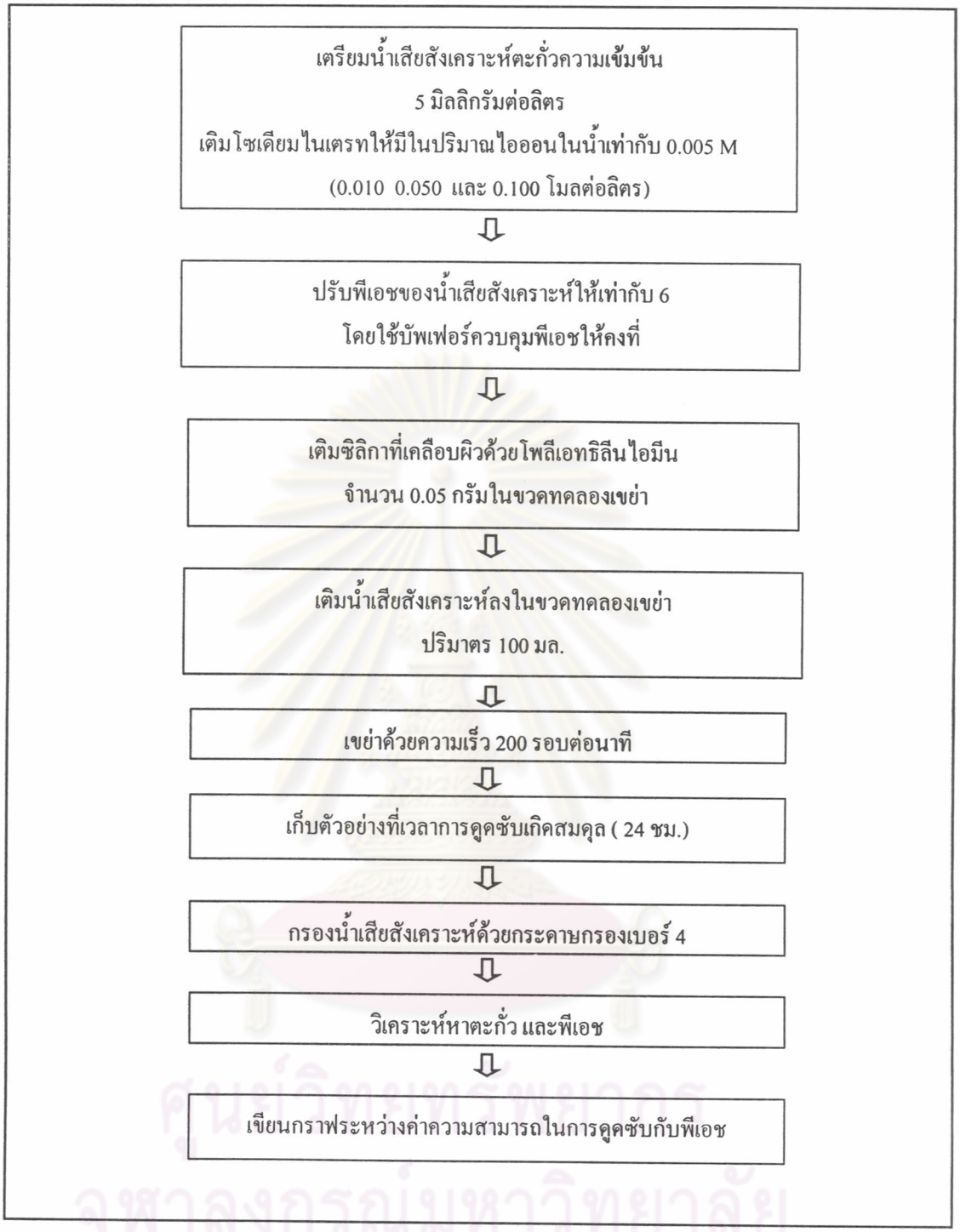
3.3.2-3 การศึกษาผลของความแรงไอออนในน้ำที่มีต่อความสามารถในการดูดซับตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

การทดลองส่วนนี้ เป็นการทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่มีความแรงไอออนในน้ำ (Ionic strength) ด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ซึ่งมีขั้นตอนและวิธีการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.13 และมีรายละเอียดวิธีการทดลองดังนี้

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีค่าความเข้มข้นตะกั่วเท่ากับ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรและเติมโซเดียมไนเตรทให้มีค่าปริมาณไอออนในน้ำเท่ากับ 0.005 โมลต่อลิตร (0.010 , 0.050 และ 0.100 โมลต่อลิตร)
2. ปรับค่าพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีค่าเท่ากับ 6 โดยใช้บัฟเฟอร์ควบคุมพีเอชให้คงที่(ใช้โซเดียมอะซิเตท 0.002โมลต่อลิตร)
3. เติมซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน ปริมาณ 0.05 กรัม ลงในขวดทดลองเขย่าที่เตรียมไว้ซึ่งใช้ตัวอย่างละ 3 ขวดการทดลอง (เพื่อทดลองซ้ำ)
4. เติมน้ำเสียสังเคราะห์ที่ควบคุมพีเอชให้คงที่แล้วลงในขวดทดลองเขย่าปริมาตร 100 มิลลิลิตร
5. นำหลอดเขย่าทั้งหมดไปเขย่าด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที ตามเวลาที่การดูดซับเข้าสู่ภาวะสมดุล
6. กรองแยกน้ำใสด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4
7. วิเคราะห์หาค่าความเข้มข้นของตะกั่ว และค่าพีเอช
8. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกำจัดตะกั่วที่ได้กับค่าพีเอช
9. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 – 7 ซ้ำ โดยเปลี่ยนค่าพีเอชเท่ากับ 5, 6 และ 7
10. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 – 8 ซ้ำ โดยเปลี่ยนค่าปริมาณไอออนในน้ำเป็น 0.010 0.050 และ 0.100 โมลต่อลิตร ตามลำดับ

(หมายเหตุ : ทุกการทดลองจะทำชุดควบคุมไว้เพื่อเป็นข้อมูลเปรียบเทียบผล)

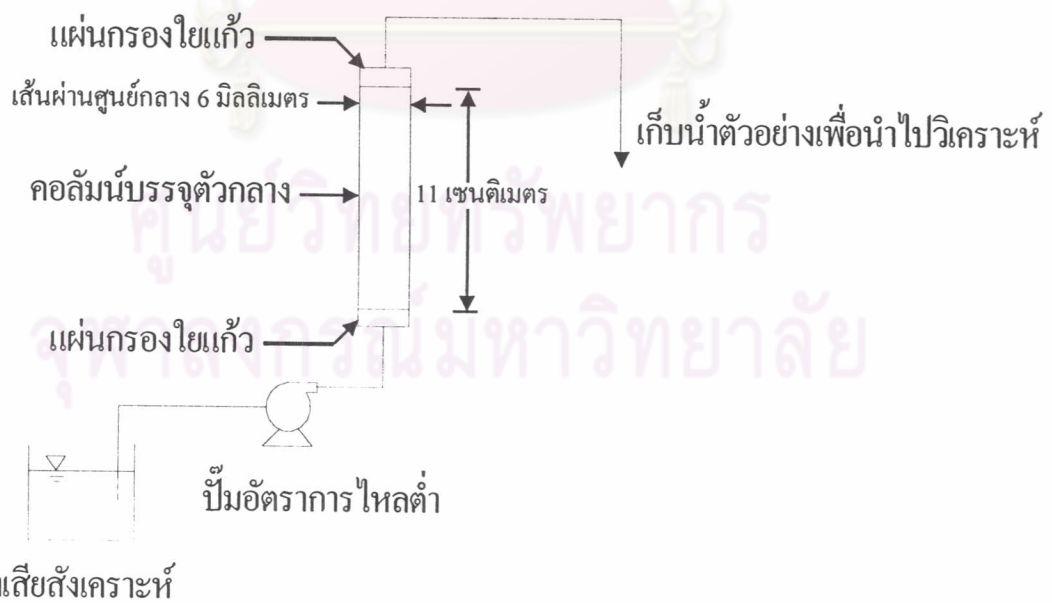
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.13 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาผลของความแรงไอออนต่อความสามารถดูดซับตะกั่ว ด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีน

3.3.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วของซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนโดยการทดลองแบบคอลัมน์ (Column)

การทดลองในส่วนนี้ จะทำการทดลองกับน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว ความเข้มข้นเริ่มต้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ทดลองที่พีเอช 6 ซึ่งจากผลการทดลองที่ผ่านมาพบว่าเป็นพีเอชที่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดได้มากกว่าซิลิกาเจลมากที่สุดที่ความเข้มข้นต่ำๆ (น้อยกว่า 10 มิลลิกรัมต่อลิตร) โดยจะให้น้ำเสียสังเคราะห์ไหลผ่านแบบย้อนกลับ (Up Flow) ด้วยอัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที และปรับเปลี่ยนเป็น 5 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลต่อความสามารถในการดูดซับ คอลัมน์ที่ใช้จะดัดแปลงมาจากปิเปต (Transfer pipet) ขนาด 5 มิลลิลิตร โดยตัดส่วนหัวและปลายของปิเปตออกให้มีลักษณะเหมือนคอลัมน์รูปทรงกระบอก มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในเท่ากับ 6 มิลลิเมตร และมีความยาวของส่วนที่บรรจุตัวกลางเท่ากับ 11 เซนติเมตร ในการทดลองจะบรรจุซิลิกาเจลเคลือบด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนลงในคอลัมน์ ปริมาณ 1.5 กรัม ซึ่งมีปริมาตรตัวกลาง 3.1 มิลลิลิตร และทำการทดลองเปรียบเทียบกับคอลัมน์ที่ใช้ซิลิกาเจลเป็นตัวดูดซับ ซึ่งขั้นตอนการทำงานของคอลัมน์สามารถอธิบายได้ดังรูปที่ 3.14 โดยน้ำเสียสังเคราะห์จะถูกปั๊มส่งผ่านไปในคอลัมน์จากด้านล่างขึ้นไปด้านบนด้วยอัตราการไหลที่กำหนดไว้ และจะทำการเก็บตัวอย่างน้ำเสียที่จุดออกของคอลัมน์ เพื่อนำไปวัดพีเอช วิเคราะห์หาความเข้มข้นของตะกั่วจนพบว่าตัวกลางในคอลัมน์หมดความสามารถในการดูดซับ

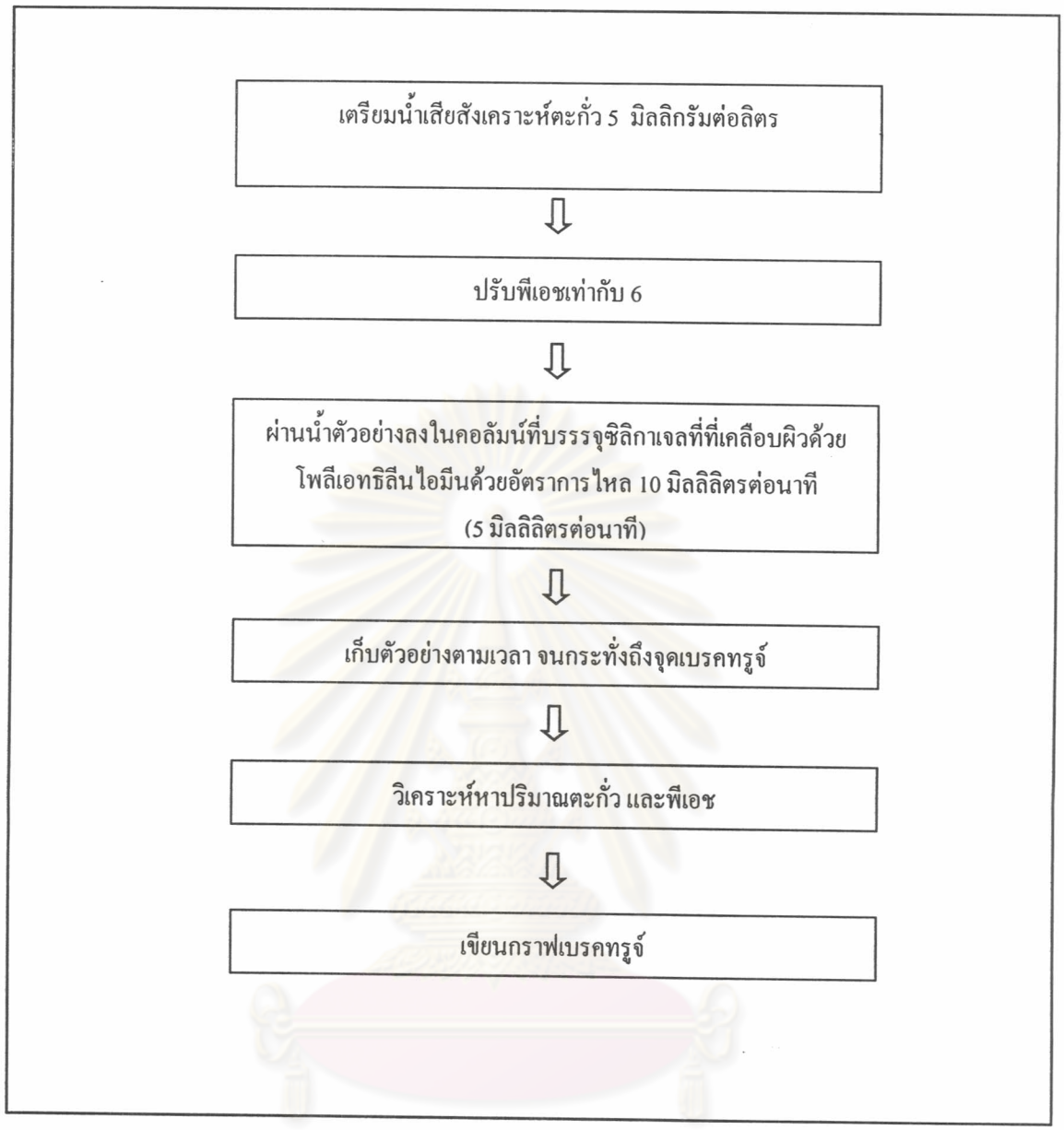


รูปที่ 3.14 อุปกรณ์ในการทดลองแบบคอลัมน์

การทดลองส่วนนี้เป็นการทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วให้ไหลผ่านคอลัมน์ที่บรรจุด้วยซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนเปรียบเทียบกับซิลิกาเจล ซึ่งมีขั้นตอนและวิธีการทดลองสรุปได้ดังรูปที่ 3.15 และมีรายละเอียดวิธีการทดลองดังนี้

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วให้มีค่าความเข้มข้นเท่ากับ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. ปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีค่าเท่ากับพีเอชเท่ากับ 6 ใช้โซเดียมอะซิเตท 0.002 โมลต่อลิตร เป็นบัพเฟอร์ควบคุมพีเอชให้คงที่เท่ากับปริมาณที่ใช้ในการทดลองแบบแบตช์
3. บรรจุซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนและซิลิกาเจลลงในคอลัมน์
4. ปล่อยให้น้ำปราศจากไอออนไหลผ่านคอลัมน์ปริมาตร 30 มิลลิลิตร
5. ใช้ปั๊มส่งน้ำเสียสังเคราะห์ผ่านเข้าคอลัมน์ซิลิกาเจลที่เคลือบผิวด้วยโพลีเอทธิลีนไอมีนและคอลัมน์ซิลิกาเจล จากด้านล้างขึ้นสู่ด้านบนของคอลัมน์พร้อมกันด้วยอัตราไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที
6. เก็บตัวอย่างน้ำเสียทุก 10 นาที เพื่อนำไปวิเคราะห์หาค่าความเข้มข้นของตะกั่วและค่าพีเอช จนกว่าค่าความเข้มข้นของตะกั่วที่บำบัดได้มีค่าความเข้มข้นของตะกั่วใกล้เคียงค่าความเข้มข้นเริ่มต้น หรือถึงจุดเบรคทรูจ์
7. ทำการทดลองขั้นตอนที่ 1 – 7 ซ้ำ อีกครั้ง โดยเปลี่ยนค่าอัตราการไหลของน้ำตัวอย่างเป็น 5 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.15 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่ว
โดยการทดลองแบบคอลัมน์ (Column)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.4 การวิเคราะห์คุณสมบัติตัวกลาง

3.3.4-1 การหาปริมาณไนโตรเจนบนตัวกลาง

การทดลองนี้เป็นการนำตัวกลางมาย่อยสลายด้วยเครื่องให้ความร้อน และทำการวัดปริมาณไนโตรเจน (Total Nitrogen) ด้วยเครื่อง UV ซึ่งประยุกต์ตามวิธีของ Punyapalakul Patipran, 2004 โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารเคมีและรายละเอียดการทดลองดังแสดงในภาคผนวก ช

3.3.4-2 การวิเคราะห์หาตะกั่วบนตัวกลางที่ดูดซับแล้ว

เป็นการวิเคราะห์หาพีคของตะกั่วบนตัวกลางที่ดูดซับแล้ว โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF ซึ่งส่งวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือและวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.4-3 การวิเคราะห์หาลักษณะประจุบนพื้นผิวของตัวกลาง

เป็นการหาค่าประจุบนตัวกลางที่พีเอชต่างๆ โดยการไตเตรทด้วยกรด-เบส ซึ่งประยุกต์ตามวิธีของ Punyapalakul Patipran, 2004 โดยมีขั้นตอนและรายละเอียดการทดลองดังแสดงในภาคผนวก ฌ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 วิธีการวิเคราะห์หรือตรวจวัดพารามิเตอร์

การวิเคราะห์ทางด้านคุณภาพและปริมาณของพารามิเตอร์ต่างๆ ในการดำเนินงานวิจัยแสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 แสดงรายการเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ค่าพารามิเตอร์ต่างๆ

รายการ	เครื่องมือวิเคราะห์	ยี่ห้อ/รุ่น
พื้นที่ผิว และปริมาตรช่องว่างของตัวกลาง (ส่งวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยและวิเคราะห์วัสดุ วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)	Surface Area Analyzer	ASAP 2000 Micromeritics
หมู่ฟังก์ชันที่เคลือบบนผิวซิลิกาเจล	FTIR	EXCALIBUR SERIES BIO RAD
ปริมาณไนโตรเจน	UV	Helios α
ตะกั่วบนตัวกลางดูดซับ (ส่งวิเคราะห์ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)	XRF	OXXFORD ED2000
ปริมาณตะกั่วในน้ำเสีย	AAS	Avanta Ultra Z GBC

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย