

บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย

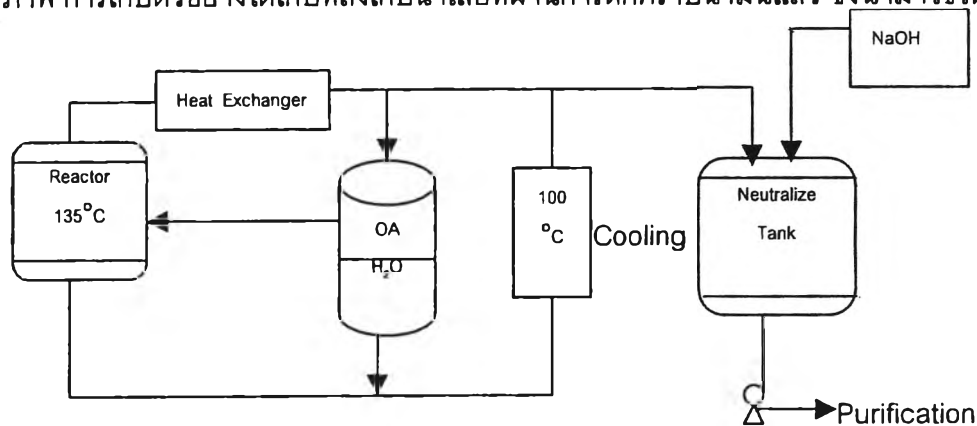
3.1 น้ำเสียที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 น้ำเสียสังเคราะห์

น้ำเสียสังเคราะห์ถูกเตรียมที่ความเข้มข้นสารไดสองเอทิลเฮกซิล พทาเลต [Di- (2-ethylhexyl) phthalate –DEHP, DOP] เท่ากับ 500 มก/ล โดยนำไปปั่นด้วยเครื่องปั่นนาน 5 นาที จะได้เป็นสารละลายอิมัลชันสีขาวคล้ายน้ำนม เตรียมไว้ครั้งละประมาณ 90 ล

3.1.2 น้ำเสียจริง

น้ำเสียจริงที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นน้ำเสียจากกระบวนการผลิตสารพลาสติกไซเซอร ดีไอพี ของบริษัททีโอเอ พลาสติกไซเซอร อินดัสตรีส์ จำกัด กระบวนการผลิตดีไอพีแสดงไว้ในรูปที่ 3.1 ในการผลิตนี้ใช้สารตั้งต้นคือ พทาเลต แอนไฮไดรย (Phthalic anhydride-PA) ทำปฏิกิริยากับสองเอทิลเฮกซิล แอลกอฮอล์ (2-ethylhexyl alcohol –OA) โดยใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 135 °ซ จากนั้นทำการลดอุณหภูมิ ทำให้เป็นกลางด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ และทำให้บริสุทธิ์ น้ำเสียที่ได้จากกระบวนการผลิต จะรวมทั้งน้ำล้างระบบด้วย น้ำเสียจะถูกนำไปผ่านตะแกรงดักน้ำมันก่อนนำมาเก็บไว้ในถังเก็บ เพื่อเตรียมสูบเข้าระบบบำบัดทางชีวภาพ การเก็บตัวอย่างได้เก็บที่ถังเก็บน้ำเสียที่ผ่านการดักคราบน้ำมันแล้ว ซึ่งนำมาใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขบวนการผลิตสารดีไอพี



3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 สารลดแรงตึงผิว

สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการศึกษานี้ ได้แก่ โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต (SDS), เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบไมด์ (CTAB) และ โนนิลฟีนอลเอทอกซีเลท (NP (EO)₁₀)

โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate - SDS) ของบริษัทเฮนเกิล (Henkel company) มีความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่า 90 % เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออนิก โดยส่วนหัวมีประจุลบของกลุ่มซัลเฟต และส่วนหางมีคาร์บอน 12 ตัว

เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบไมด์ (Cetyltrimethyl ammonium bromide - CTAB) ของบริษัทโรปูแลงค์ (Rhône Poulenc) สารลดแรงตึงผิวประเภทแคทไอออนิก มีส่วนหัวเป็นประจุบวก เป็นสารประกอบประเภทควอเตอร์แอมโมเนียม

โนนิลฟีนอลเอทอกซีเลท (Nonylphenol ethoxylate – NP (EO)₁₀) ของบริษัท ไอ ซี ไอ ประเทศออสเตรเลีย มีชื่อทางการค้าคือ TERIC N10 เป็นสารลดแรงตึงผิว ประเภทนอนไอออนิก ที่ 1 โมล ของโนนิลฟีนอลมี เอทิลีนออกไซด์ 10 โมล คุณสมบัติทางเคมีของสารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิด แสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงคุณสมบัติทางเคมีของสารลดแรงตึงผิว

สารลดแรงตึงผิว	มวลโมเลกุล	สูตรโครงสร้างทางเคมี
SDS	288.3	$C_{12}H_{25}SO_4Na$
CTAB	364.5	$C H_3 (CH_2)_{15}N (CH_3)_3Br$
TERIC N10	660	$(C_2H_4O)_{10}C_{15}H_{24}O$

3.2.2 น้ำมัน

ไดสองเอทิลเฮกซิล พทาเลต (Di- (2-ethylhexyl) phthalate –DEHP, DOP) ของบริษัท ทีโอเอ พลาสติไซเซอร์ อินดัสตรีส์ จำกัด ความบริสุทธิ์ไม่ต่ำกว่า 99.9 % ถูกใช้ในการศึกษาครั้งนี้ โดยคุณสมบัติโดยทั่วไปของสารดีโอพีได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงคุณสมบัติของสารดีไอพี

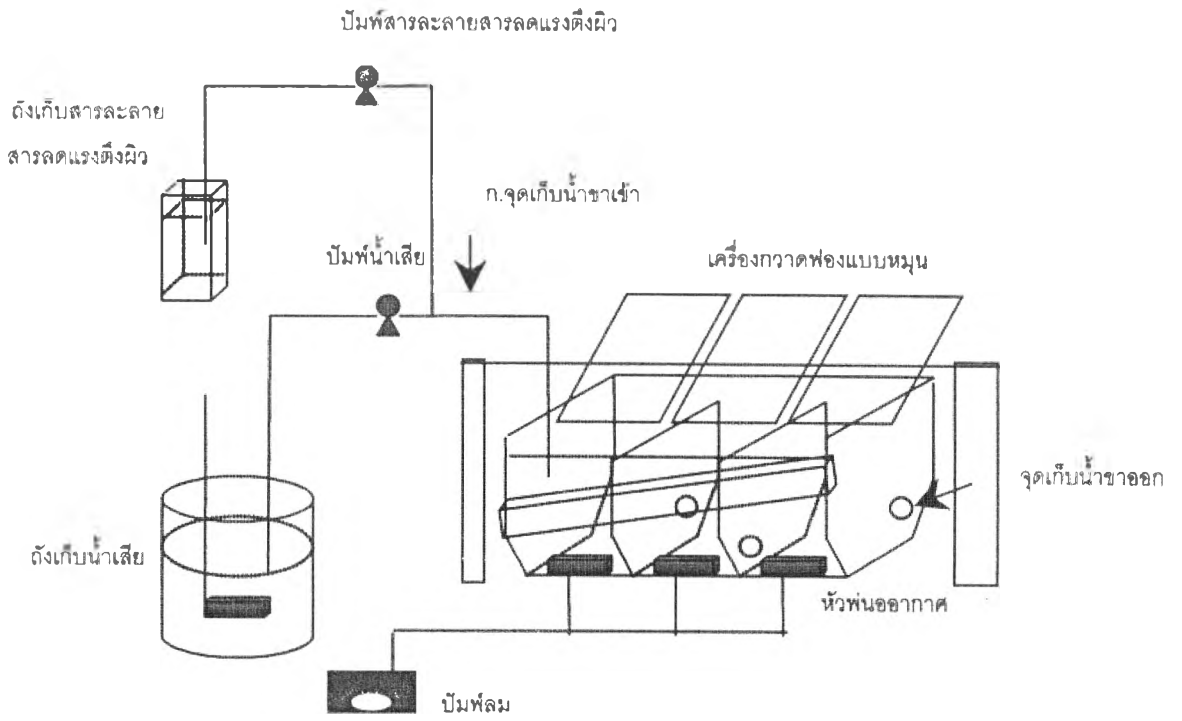
คุณสมบัติ	Di-(2-ethylhexyl) phthalate-DEHP,DOP
- สูตรโมเลกุล	$C_{24}H_{38}O_4$
- มวลโมเลกุล	390.57
- จุดเดือด °ซ	231.00
- ความหนาแน่น (ก/มล)	0.9861
- ค่าการละลายที่ 20 °ซ	0.01 ก/100 ก ของน้ำ

3.2.3 น้ำกลั่น

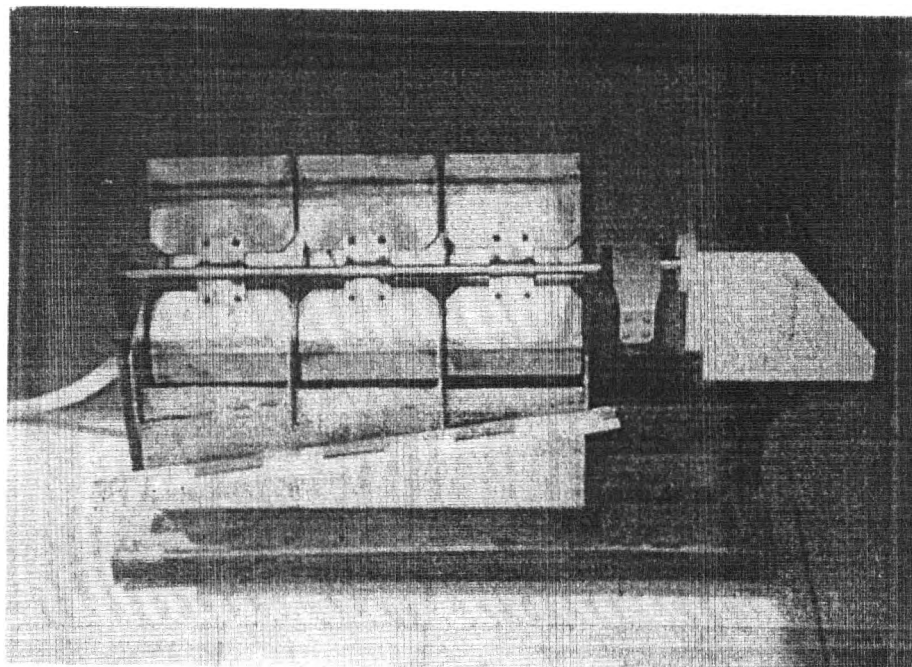
น้ำที่ใช้ตลอดการทดลองนี้ นำมาจากการกลั่น 3 ครั้ง และ ลดแร่ธาตุ (Triple distilled and deionized water) จากฝ่ายเคมีและวิเคราะห์ การไฟฟ้าฝ่ายผลิตแห่งประเทศไทย

3.3 อุปกรณ์เครื่องต้นแบบของระบบบำบัดแบบทำให้เป็นฟองลอย

แผนภาพของกระบวนการทำให้เป็นฟองลอยที่ใช้ในการศึกษา ได้แสดงไว้ดังรูปที่ 3.2 โดยระบบบำบัดแบบทำให้เป็นฟองลอยประกอบด้วยถังสแตนเลส ขนาดยาว 45 ซม กว้าง 10 ซม ความสูง 20 ซม โดยด้านในแบ่งออกเป็น 3 ช่องเท่า ๆ กัน ดังรูปที่ 3.3 แสดงภาพถ่ายเครื่องมือการทดลองนี้ โดยในแต่ละการทดลองจะนำน้ำเสียประมาณ 90 ล เทลงในถังเก็บน้ำเสียที่ถูกควบคุมตลอดเวลา เพื่อป้องกันการแยกน้ำและน้ำมัน น้ำเสียจะถูกสูบเข้าถึงการทำให้เป็นฟองลอยโดยปั๊มพีชนิดรีด (Peristaltic Pump) ยี่ห้อ Masterflex รุ่น 7518-62 สารละลายสารลดแรงตึงผิวที่เตรียมไว้จะถูกผสมเข้าถังของกระบวนการทำให้เป็นฟองลอยโดยปั๊มพีชนิดรีดยี่ห้อ Eyla รุ่น MP-3 ถึงการทำให้เป็นฟองลอยจะถูกเติมอากาศตลอดเวลาด้วยปั๊มฟลัมยี่ห้อ HAILIPAI รุ่น ACO-9510 ผ่านหัวฟันทอง โดยอัตราการเป่าอากาศควบคุมคงที่ประมาณ 400 ล /ชม ตลอดการทดลอง ทำการปรับระดับน้ำในถังโดยการปรับระดับท่อ 3 ทาง เพื่อให้ได้ระดับความสูงของน้ำเท่ากับ 19 ซม ซึ่งจะทำให้ปริมาตรของถังเท่ากับ 16 ล ฟองที่จับกับน้ำมันแล้วนั้นจะถูกกวาดออกด้านบนด้วยเครื่องกวาดฟองแบบหมุนซึ่งควบคุมความเร็วรอบประมาณ 2.4 รอบต่อนาที ส่วนน้ำเสียที่ได้รับการบำบัดแล้วจะไหลออกทางช่องที่ 3 ของถังที่ระดับใต้ฟอง ทำการเก็บน้ำครั้งละ 25 มล จุดเก็บตัวอย่างมี 2 จุด คือ ก่อนเข้าระบบที่จุด ก และออกจากระบบที่จุด ข (ดูรูปที่ 3.3) ช่วงเวลาเก็บตัวอย่างขึ้นกับเวลาเก็บกักที่ทำการทดลอง



รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงระบบการทำให้เป็นฟองลอย



รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายระบบการทำให้เป็นฟองลอยที่ใช้ในการทดลองนี้

ทำการปรับอัตราการไหลของน้ำเสียที่ต้องการ และอัตราการไหลของสารละลายของสารลดแรงตึงผิวโดยใช้ค่าที่คำนวณได้จากการสมมูลมวลสาร ป้อนน้ำเสียและสารละลายสารลดแรงตึงผิวผ่านระบบบำบัด ปรับระดับความสูงของน้ำไว้ที่ 19 ซม เริ่มจับเวลาตั้งแต่น้ำเต็มถึงเมื่อน้ำเริ่มล้นออกจากถัง ให้ผ่านอากาศเข้าด้านใต้ของถัง และควบคุมอัตราการไหลของอากาศให้คงที่ เก็บตัวอย่างน้ำครั้งละ 25 มล นำตัวอย่างน้ำไปวิเคราะห์หาปริมาณน้ำมัน เพื่อนำมาคำนวณหาประสิทธิภาพของการแยกน้ำมัน

$$\% \text{ประสิทธิภาพของการบำบัด} = \frac{(C_{in} - C_{out})}{C_{in}} \cdot 100$$

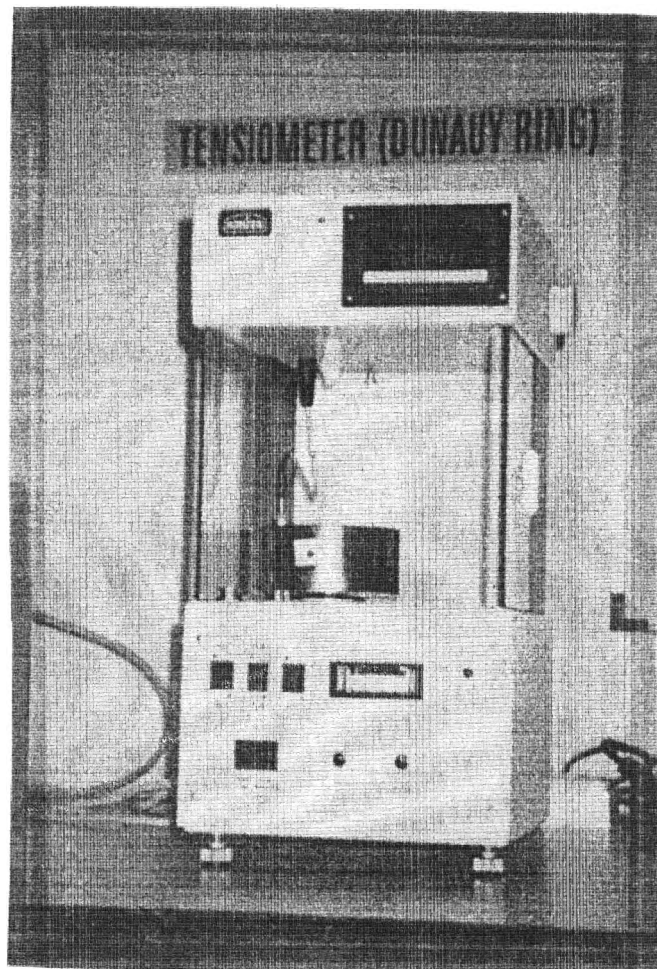
เมื่อ C_{in} ความเข้มข้นของสารดีไอพีของน้ำเสียขาเข้า
 C_{out} ความเข้มข้นของสารดีไอพีของน้ำเสียขาออก

3.4 แผนการทดลอง

การทดลองได้แบ่งออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ การศึกษาเกี่ยวกับคุณสมบัติของสารลดแรงตึงผิวในการเกิดไมเซลล์ และการหาสภาวะที่เหมาะสมในการบำบัดน้ำเสียที่มีสารน้ำมัน โดยระบบการทำให้เป็นฟองลอย

3.4.1 การหาค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ของสารลดแรงตึงผิว

การหาค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ของสารลดแรงตึงผิว (Critical micelle concentration -CMC) ทำโดยเตรียมสารละลายสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิดที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กันประมาณ 10 ค่า โดยการนำสารลดแรงตึงผิวไปละลายในน้ำกลั่น นำสารละลายที่เตรียมไว้ไปวัดค่าแรงตึงผิว (Surface Tension) โดยใช้เครื่องวัดค่าแรงตึงผิว (Tensiometer) โดยวิธี De-Nöuy method เครื่องมือที่ใช้ เป็น Digital Tensiometer รุ่น K10 ST ของบริษัท Kröss ดังแสดงภาพถ่ายเครื่องมือในรูปที่ 3.4 โดยค่าที่วัดได้ต้องนำมาแก้ไขด้วยค่าการตรวจแก้ (Correction Factor) ของเครื่องมือ นำข้อมูลที่ได้ทั้งหมดไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแรงตึงผิวที่ตรวจแก้แล้วกับค่า Log ของความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว ลากเส้นสัมผัสกราฟ เพื่อหาค่าซีเอ็มซี ซึ่งก็คือจุดตัดของเส้นสัมผัสทั้งสอง ภาคผนวก ก แสดงหลักการวัดค่าแรงตึงผิว ข้อมูลการทดลองเพื่อหาค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ ได้แสดงไว้ในภาคผนวก ก



รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายเครื่องวัดค่าแรงตึงผิว

3.4.2 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการบำบัดน้ำเสียด้วยกระบวนการ ทำให้เป็นฟองลอย

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ประสิทธิภาพการกำจัดสูงสุดนั้น มี 2 การทดลองย่อย คือ ให้น้ำเสียสังเคราะห์ และ น้ำเสียจริง โดยในการทดลองนี้จะมีการแปรค่าปัจจัย (Variable parameters) ดังนี้

- เวลาเก็บกัก (Hydraulic retention time - HRT) ที่ 0.5, 1.0 และ 2.0 ชม

โดยปรับอัตราการไหลน้ำเสียต่าง ๆ

- ชนิดและความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว 3 ชนิด ได้แก่ CTAB, SDS และ TERIC N10 ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 เท่าของค่าซีเอ็มซีของแต่ละสารลดแรงตึงผิว

ในการทดลองนี้มีการควบคุมปัจจัยให้คงที่ (Fixed parameters) ดังนี้

- อัตราเป่าอากาศปรับให้คงที่ที่ 400 ลิ/นาที
- อุณหภูมิในระบบคงที่ที่อุณหภูมิห้อง

3.4.2.1 การทดลองน้ำเสียสังเคราะห์

ก. การหาเวลาเก็บกักของน้ำเสีย

การหาเวลาเก็บกักหรืออัตราการไหลของน้ำเสียที่เหมาะสม โดยการปรับอัตราการไหลของน้ำเสียที่เวลาเก็บกักเท่ากับ 0.5 ,1.0 และ 1.5 ชม ทำการทดลองกับน้ำเสียสังเคราะห์ เก็บตัวอย่างน้ำที่เวลาเก็บกักที่ใช้ นำตัวอย่างน้ำไปวิเคราะห์หาปริมาณสารดีไอพี ด้วยเครื่อง HPLC นำข้อมูลที่ได้ไปหาประสิทธิภาพของการบำบัด

ข. การหาชนิดและความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว

การหาชนิดและความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสม โดยการปรับอัตราการไหลของน้ำเสียคงที่ที่ 40 ล/ชม ซึ่งเท่ากับค่าเวลาเก็บกักที่ 0.5 ชม ทำการทดลองที่แต่ละสารละลาย SDS, CTAB และ TERIC N10 ที่ความเข้มข้น 0.5, 1.0 และ 1.5 เท่าของค่าซีเอ็มซีของสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิด เก็บตัวอย่างน้ำทุกๆ 0.5 ชม นำตัวอย่างน้ำไปวิเคราะห์หาปริมาณสารดีไอพี นำข้อมูลประสิทธิภาพการกำจัดสารน้ำมันที่ใช้สารลดแรงตึงผิวต่างๆ มาเปรียบเทียบเพื่อคัดเลือกชนิด และความเข้มข้นที่เหมาะสม

3.4.2.2 การทดลองน้ำเสียจริง

วิธีการทดลองน้ำเสียจริงจะเหมือนวิธีการทดลองที่ใช้น้ำเสียสังเคราะห์ และทำการวิเคราะห์เพื่อหาค่าซีไอพีด้วย

3.5 การวิเคราะห์

3.5.1 การหาปริมาณสารดีไอพี

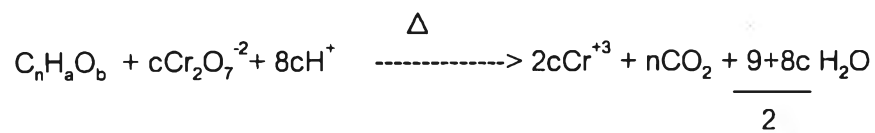
ในการวิเคราะห์ปริมาณสารดีไอพีใช้เครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น LDC-4100 โดยใช้ยูวี (Ultraviolet Visible Detector) รุ่น 4100 เป็นดีเทคเตอร์ ปัมพ์ รุ่น LC-3A โดยสภาวะในการตรวจสอบสารมีดังนี้

Column	: C-8
Mobile phase	: Acetonitrile: H ₂ O = 70:30
Flowrate	: 1.0 มล/นาที
Detector	: UV detector at λ 254 นาโนเมตร
Sensitivity	: 0.05 AUFS (Absorption unit full scale)
Injection	: 50 ไมโครลิตร

3.5.2 หาปริมาณซีไอดี (COD)

วิธีการหาปริมาณซีไอดีที่ใช้ คือ การรีฟลักซ์ แบบเปิด (Open reflux) ใช้ในการหาปริมาณสารอินทรีย์ในตัวอย่างน้ำเสียจริง วิธีการทดลองโดยละเอียดได้แสดงไว้ในภาคผนวก ค โดยวิธีวิเคราะห์ซีไอดีมีหลักการดังนี้

การวิเคราะห์ค่าซีไอดี เป็นการวัดค่าความสกปรกของน้ำทิ้ง โดยเปรียบเทียบในรูปของปริมาณออกซิเจนที่ต้องการใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ทั้งหมด ทั้งที่จุลินทรีย์ย่อยสลายได้ และย่อยสลายไม่ได้ โดยการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ในน้ำตัวอย่างด้วยสารโปตัสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate - $K_2Cr_2O_7$) ในสารละลายที่เป็นกรด โดยปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังสมการ



การออกซิไดซ์นี้ทำการต้มให้เดือด ส่วนบนมีคอนเดนเซอร์ (Condenser) เพื่อกลั่นไอน้ำต่าง ๆ ให้เป็นของเหลวไหลกลับมาที่ขวดต้ม ซึ่งเรียกวิธีการนี้ว่ารีฟลักซ์ โดยทำการต้มประมาณ 2 ชม จากนั้นทำการวิเคราะห์ปริมาณ $K_2Cr_2O_7$ ที่เหลืออยู่ด้วยการไตเตรตกับสารละลาย ferrous ammonium sulfate โดยใช้ ferroin เป็นตัวอินดิเคเตอร์ ปฏิกิริยาที่เกิดดังสมการ

