บทที่ 3
การดำเนินการวิจัย

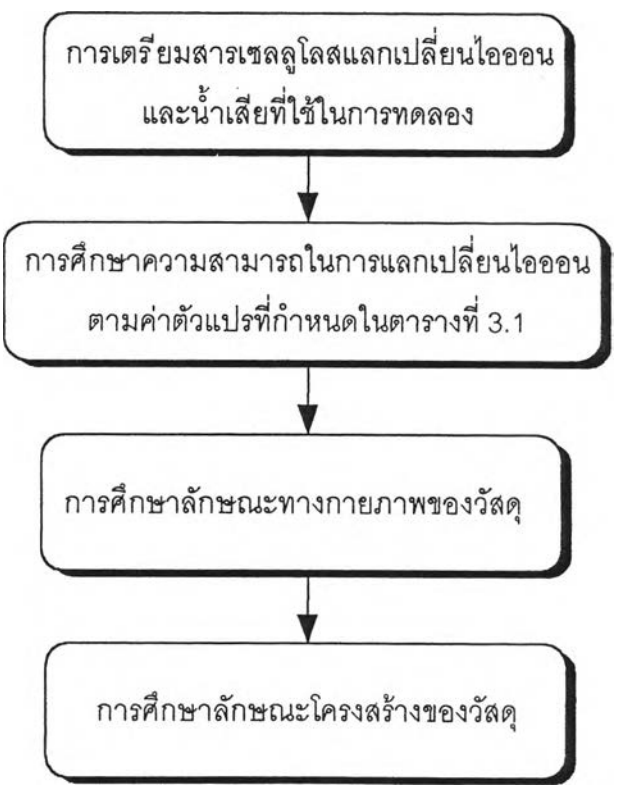
3.1 แผนการวิจัย

3.1.1 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง

การวิจัยนี้แบ่งเป็น 2 ส่วน คือ การศึกษาความสามารถในการกำจัดสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ และการศึกษาความสามารถในการกำจัดสีน้ำกากส่าจากโรงงานสุรา ซึ่งตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง แสดงได้ดังตารางที่ 3.1

3.1.2 ลำดับขั้นการทดลอง

การทดลองแต่ละส่วน จะแบ่งเป็น 4 ขั้นตอน ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทดลอง

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1. ชนิดของวัสดุที่ใช้ทำเรซิน	-ซานอ้อย / ผักตบชวา / เส้นใยลูกปาล์ม
2. การปรับสภาพของวัสดุที่ใช้ทำเรซิน ด้วยวิธีทางเคมี	-ไม่ได้ปรับสภาพ -ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์
3. ชนิดของสี	
3.1 สีย้อม	- สีไดเรกท์ : Best Direct Black B : Sirius Blue KCFN : Sirius Rubine KZBL - สีรีแอคทีฟ : Remazol Black B* : Remazol Brilliant Blue R* : Remazol Brilliant Red 3BS
3.2 สีน้ำกากส่า	- น้ำเสียจริง
4. ความเข้มสี	(สำหรับการทดลองแบบแบตช์)
4.1 สีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์	- 50 , 100 , 150 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร
4.2 สีน้ำกากส่า	- เจือจาง 1:1 1:10 1:20 1:40 1:60 1:80 และ 1:100
- ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่ในการทดลอง	**พารามิเตอร์**
• **สำหรับการทดลองแบบแบตช์**	
1. ขนาดของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	- ขนาด <0.177 มิลลิเมตร (80 mesh.)
2. ปริมาณของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	- 1 กรัม
3. ปริมาณน้ำเสียที่ใช้ในการทดลอง	- 0.5 ลิตร
4. เวลาที่ใช้ในการทดลอง	- 90 นาที (จิรภรณ์, 2542)
5. ความเร็วรอบในการกวน	- 120 รอบต่อนาที (จิรภรณ์, 2542)
• **สำหรับการทดลองแบบคอลัมน์**	
1. ขนาดของวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	- ขนาด 0.42-0.84 มิลลิเมตร (20-40 mesh.)
2. ความสูงของที่ใช้ในการทดลอง	- 18 เซนติเมตร (เกศสุชา, 2537)
3. ความเข้มข้นของสารละลายสีย้อม ในน้ำเสียสังเคราะห์	- (เลือกใช้ค่าความเข้มข้นที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองแบบแบตช์)
4. อัตราการไหลของสารละลายสี	- 20 มิลลิลิตรต่อนาที (Lee, 1989)
5. จุดยุติ	- ความเข้มสีในน้ำเข้าเท่ากับน้ำออก

ตารางที่ 3.1 แสดงตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

ตัวแปรตาม	พารามิเตอร์
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่ผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออน 2. ความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน	- ความเข้มของสารละลายสี - พีเอช - ร้อยละของการกำจัด

หมายเหตุ : * สูตรโครงสร้างทางเคมีของสี แสดงในภาคผนวกที่ จ.

3.1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องวัดพีเอช
- เครื่องบดวัสดุ
- เครื่องคัดแยกขนาด
- เครื่องชั่งสารเคมี
- เครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์
- เครื่องกวน
- บีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร จำนวน 6 ใบ
- ชุดคอลัมน์แก้ว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.8 ซม. สูง 50 ซม.
- เตาอบวัสดุ
- หลอดทดลอง
- ชุดเครื่องกรอง
- กระดาษกรองใยแก้ว
- ขวดพิคโนมิเตอร์
- กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบสแกน , SEM รุ่น JEOL JSM-5410LV
  (ณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
- เครื่องมืออินฟาเรดสเปคโตรมิเตอร์ , FT-IR ยี่ห้อ PERKIN ELMER รุ่น 1760X
  (ณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
- เครื่องBET Surface Area Analyzer Model Micromeritics ASAP 2000
  (ณ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.1.4 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- สาร Quaternized : N-(3-chloro-2-hydroxypropyl) trimethylammonium Chloride [CHMAC]
- สารสร้างพันธะ : Epichlorohydrin (1-chloro-2,3-epoxypropane)
- โซเดียมคลอไรด์
- โซเดียมคาร์บอเนต
- กรดไฮดรอคลอริก
- โซเดียมไฮดรอกไซด์
- กรดฟอสฟอริก
- สีย้อม
  : สีไดเรกท์ (Best Direct Black B, Sirius Blue KCFN, Sirius Rubine KZBL)
  : สีรีแอคทีฟ (Remazol Black B, Remazol Brilliant Blue R, Remazol Brilliant Red 3BS)

3.2 การดำเนินการวิจัย

3.2.1 การเตรียมสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนและน้ำเสียที่ใช้ในการทดลอง

1. การเตรียมวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

นำชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม มาล้างด้วยน้ำหลายๆ ครั้ง จากนั้นตากแดดให้แห้ง แล้วอบที่อุณหภูมิ 80 °ซ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำมาบดให้ละเอียดและคัดขนาดด้วยตะแกรงเบอร์ 80 (< 0.177 มิลลิเมตร) สำหรับการทดลองแบบแบตช์ และตะแกรงเบอร์ 20-40 (0.42-0.84 มิลลิเมตร) สำหรับการทดลองแบบคอลัมน์

2. การเตรียม Untreated Cellulose (Laszlo, 1996)

นำวัสดุที่คัดขนาดแล้วมาแช่สารละลาย NaCl 1% (น้ำหนักต่อปริมาตร) และ Na_2CO_3 1% (น้ำหนักต่อปริมาตร) เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง แล้วล้างออก หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งด้วยเตาอบที่อุณหภูมิ 40°ซ

3. การเตรียม Crosslinked-Quaternized Cellulose (Laszlo, 1996)

3.1 นำวัสดุ (1กรัม) มาปรับสภาพด้วย 5 นอร์มัล ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.25 มิลลิลิตร (6.25 มิลลิโมลของด่างต่อกรัมของเรซิน) แล้วอัดลงก้นบีกเกอร์ เพื่อให้สารละลายผ่านเข้าไปได้ง่ายขึ้น จากนั้นตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที

3.2 เติม 4.0 มิลลิโมล ของ CHMAC 1.0 มิลลิลิตร แล้วคนให้เข้ากัน จากนั้นนำส่วนผสมไปอัดลงก้นบีกเกอร์อีกครั้งหนึ่ง ทิ้งไว้เป็นเวลา 20 นาที

3.3 นำไปตั้งไว้ในอ่างน้ำปรับอุณหภูมิ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60°ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3.4 เติม 5 นอร์มัล ของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.2 มิลลิลิตร (6 มิลลิโมลของด่างต่อกรัมของเรซิน) และ 3 มิลลิโมล ของอีพิคลอโรไฮดริน 0234 มิลลิลิตร ลงในวัสดุ ผสมให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.5 นำวัสดุที่ได้มาเติมน้ำ 500* มิลลิลิตร แล้วปรับให้มีพีเอช 2.0 ด้วย กรดไฮโดรคลอลิก หลังจากนั้น กวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

3.6 กรองวัสดุที่เตรียมได้ออกจากสารละลาย แล้วล้างด้วยน้ำปลอดประจุ จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60°ซ

หมายเหตุ : การเตรียมวัสดุที่ใช้ในการทดลอง จะเตรียมครั้งเดียวในปริมาณที่มากพอสำหรับใช้ตลอดการทดลอง โดยในการทดลองแบบแบตช์ แต่ละวัสดุจะเตรียมประมาณ 100 กรัม และการทดลองแบบคอลัมน์ จะเตรียมแต่ละวัสดุประมาณ 400 กรัม โดยเติมปริมาณสารเคมีตามสัดส่วนดังกล่าวข้างต้น

* ปริมาณน้ำที่เติม จะเติมจนวัสดุสามารถแขวนลอยอยู่ในน้ำในสภาพที่สามารถกวนเพื่อปรับพีเอชได้สะดวก

4. การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ

นำสีย้อมรีแอคทีฟและสีย้อมไดเรกท์ผง มาชั่งน้ำหนักให้ได้ 0.05, 0.10, 0.15 และ 0.2 กรัม ละลายในน้ำ 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายสีเข้มข้น 50 100 150 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

3.2.2 การศึกษาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของวัสดุ

ส่วนที่ 1 การศึกษาความสามารถในการกำจัดสีย้อม

- *การทดลองแบบแบตช์*

1. ใส่น้ำเสียที่มีความเข้มข้นสี 50 มิลลิกรัม/ลิตร ปริมาณ 0.5 ลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร

2. วัดสีและพีเอช ของน้ำตัวอย่างก่อนการทดลอง

3. ใส่ชานอ้อย ผักตบชวาและเส้นใยลูกปาล์ม ที่ยังไม่ผ่านการปรับสภาพและที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสลิงก์ของวัสดุทั้งสามชนิดลงในบีกเกอร์ที่ 1-6 ตามลำดับ

4. กวนบีกเกอร์ทั้ง 6 ด้วยความเร็ว 120 รอบ/นาที เป็นเวลา 90 นาที ที่อุณหภูมิห้อง

5. กรองวัสดุออก จากนั้นนำสารละลายสีที่เหลือไปวัดค่าสีและพีเอช

6. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-5 โดยแปรค่าความเข้มข้นของสี 50 100 150 และ 200 มิลลิกรัม/ลิตร และชนิดของสีไดเรกท์ 3 โทนสี (Best Direct Black B, Sirius Blue KCFN และ Sirius Rubine KZBL) และสีรีแอคทีฟ 3 โทนสี (Remazol Black B, Remazol Brilliant Blue R และ Remazol Brilliant Red 3BS)

7. เลือกความเข้มข้นของน้ำเสีย ที่ให้ประสิทธิภาพในการกำจัดสีได้สูงสุดไปทำการทดลองแบบคอลัมน์ต่อไป

- ***การทดลองแบบคอลัมน์***

1. วัดค่าสีและพีเอชในน้ำตัวอย่างก่อนการทดลอง

2. ใส่วัสดุเรซินลงในคอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.8 เซนติเมตร ให้ได้ชั้นวัสดุสูง 18 เซนติเมตร

3. ทำการทดลองโดยให้น้ำตัวอย่างไหลผ่านด้วยอัตราไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที

4. เก็บตัวอย่างน้ำทุกๆ 3 ชั่วโมง จนสารละลายสีทะลุผ่านได้

5. วัดค่าสีและพีเอชที่ได้หลังการทดลอง

6. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-5 โดยแปรค่าวัสดุเรซิน ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ที่ยังไม่ผ่านการปรับสภาพและที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสลิงก์ และชนิดของสีไดเรกท์ 3 โทนสี (Best Direct Black B, Sirius Blue KCFN และ Sirius Rubine

KZBL) และสีรีแอคทีฟ 3 โทนสี (Remazol Black B, Remazol Brilliant Blue R และ Remazol Brilliant Red 3BS)

ส่วนที่ 2 การศึกษาความสามารถในการกำจัดสีน้ำกากส่า

- *การทดลองแบบแบตช์*

1. วัดสีและพีเอชของน้ำกากส่าที่เจือจางในสัดส่วน 1:1 ก่อนทำการทดลอง

2. ใส่น้ำเสีย 0.5 ลิตรลงในบีกเกอร์ จำนวน 6 บีกเกอร์ ใส่ 1 กรัมของวัสดุเรซิน ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ที่ยังไม่ผ่านการปรับสภาพ และที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ของวัสดุทั้งสามชนิด ลงในบีกเกอร์ที่ 1-6 ตามลำดับ จากนั้นกวนให้เข้ากันด้วยความเร็ว 120 รอบ/นาที เป็นเวลา 90 นาที ที่อุณหภูมิห้อง

3. กรองวัสดุออก จากนั้นนำสารละลายสีที่เหลือไปวัดค่าสีและพีเอชอีกครั้ง

4. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-3 โดยแปรค่าความเข้มสีของน้ำกากส่า เป็นน้ำกากส่าที่เจือจาง 1:10 1:20 1:40 1:60 1:80 และ 1:100 ตามลำดับ

6. เลือกสัดส่วนการเจือจางน้ำกากส่าที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสีสูงสุด ใช้ในการทดลองแบบคอลัมน์ต่อไป

- ***การทดลองแบบคอลัมน์***

1. วัดค่าสีและคอลัมน์ในน้ำตัวอย่างก่อนการทดลอง

2. ใส่วัสดุเรซินลงในคอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.8 เซนติเมตร ให้ได้ชั้นวัสดุสูง 18 เซนติเมตร

3. ทำการทดลองโดยให้น้ำตัวอย่างไหลผ่านด้วยอัตราไหล 20 มิลลิลิตรต่อนาที

4. เก็บตัวอย่างน้ำทุกๆ 3 ชั่วโมง จนสารละลายสีทะลุผ่านได้

5. วัดค่าสีและพีเอชที่ได้หลังการทดลอง

6. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-5 โดยแปรค่าวัสดุเรซิน ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ที่ยังไม่ผ่านการปรับสภาพ และที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์

3.2.3 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของวัสดุ

3.2.3.1 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของวัสดุ

นำวัสดุที่เตรียมไว้ก่อนการทดลอง ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ และชนิดที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ ไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบสแกน ณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นอกจากนี้ ภายหลังจากผ่านการกำจัดสี ได้คัดเลือกชานอ้อย ทั้งชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพและที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ ที่ผ่านการกำจัดสี Remazol Black B มาศึกษาลักษณะพื้นผิวของวัสดุอีกครั้ง เนื่องจากทราบโครงสร้างของสี Remazol Black B และชานอ้อยเป็นวัสดุที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสีได้สูงสุด เพื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวที่เปลี่ยนแปลงของวัสดุก่อนและหลังการทดลอง

3.2.3.2 การศึกษาความหนาแน่นของวัสดุ

นำวัสดุที่เตรียมไว้ก่อนการทดลอง ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ และชนิดที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ มาหาค่าความหนาแน่นโดยใช้ขวดพิคโนมิเตอร์ ดังนี้

1. ชั่งน้ำหนักขวดเปล่าและฝาขวด
2. ใส่วัสดุลงไปในขวด ชั่งน้ำหนักขวด ฝา และวัสดุ
3. ใส่น้ำให้เต็มขวด ปิดฝา แล้วชั่งน้ำหนักรวมอีกครั้ง
4. เทวัสดุทิ้ง และล้างขวดให้สะอาด ใส่น้ำให้เต็มขวด (ไม่มีวัสดุ) แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก
5. คำนวณ ความหนาแน่นของวัสดุ = ((น้ำหนักจากข้อ 2 – น้ำหนักจากข้อ 1) / (น้ำหนักจากข้อ 3 – น้ำหนักจากข้อ 4))

3.2.3.3 การศึกษาการบวมน้ำของวัสดุ

นำวัสดุที่เตรียมไว้ก่อนการทดลอง ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ และชนิดที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ มาหาค่าการบวมน้ำของวัสดุ ดังนี้

1. นำวัสดุมาตวงปริมาตร บันทึกปริมาตรของวัสดุ
2. ใส่น้ำให้ท่วมวัสดุ ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรของวัสดุอีกครั้ง
3. คำนวณ การบวมน้ำของวัสดุ = (ปริมาตรจากข้อ 2 / ปริมาตรจากข้อ 1)

3.2.3.4 การศึกษาพื้นที่ผิวของวัสดุ

นำชานอ้อยชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ และชนิดที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ ก่อนและหลังการกำจัดสี Remazol Black B ไปวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของวัสดุด้วยเครื่องBET SURFACE AREA ANALYZER ณ ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.4 การศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุ

นำวัสดุที่เตรียมไว้ก่อนการทดลอง ได้แก่ ชานอ้อย ผักตบชวา และเส้นใยลูกปาล์ม ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ และชนิดที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ ไปตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟาเรดสเปคโตรมิเตอร์ เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชั่นในโครงสร้าง ณ ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

นอกจากนี้ ภายหลังจากผ่านการกำจัดสี ได้คัดเลือกชานอ้อย ทั้งชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพและที่ปรับสภาพด้วยการทำควอร์เทอร์ไนซ์ครอสส์ลิงก์ ที่ผ่านการกำจัดสี Remazol Black B และสี Remazol Brilliant Blue R มาศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุอีกครั้ง เนื่องจากทราบโครงสร้างของสีทั้ง 2 และชานอ้อยเป็นวัสดุที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสีได้สูงสุด เพื่อเปรียบเทียบลักษณะโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงของวัสดุก่อนและหลังการทดลอง

3.3 วิธีการวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ

การวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ตารางสรุปวิธีการวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ

พารามิเตอร์	วิธีวิเคราะห์
1. ขนาดของวัสดุ	- เครื่องคัดแยกขนาด
2. ความเข้มข้นของสารละลายสี	- เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ SHIMADZU รุ่น UV-1201
3. พีเอช	- เครื่องวัดพีเอช ยี่ห้อ HORIBA รุ่น F-13
4. ลักษณะทางกายภาพของสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน	- กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบสแกน รุ่น JEOL JSM-5410LV - ขวดพิคโนมิเตอร์ - เครื่องBET SURFACE AREA ANALYZER MODEL MICROMERITICS รุ่น ASAP 2000
5. ลักษณะโครงสร้างของสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน	- เครื่องอินฟาเรดสเปคโตมิเตอร์ ยี่ห้อ PERKIN ELMER รุ่น 1760 X