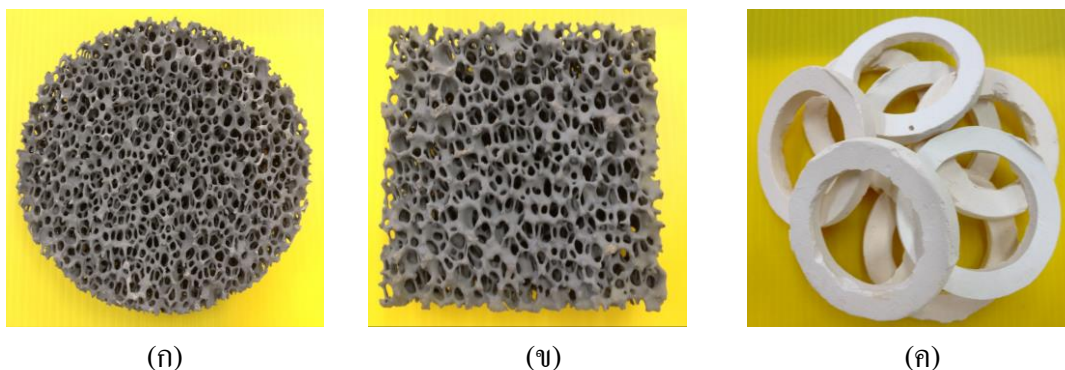


บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

3.1 วัสดุ

วัสดุตัวกลางที่ใช้เคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดหลักสำหรับนำไปใช้ในการทดลองกำจัดสีข้อมในน้ำทิ้งจากโรงงานฟอกข้อมมี 3 ชนิด คือ เซรามิกโฟมวงกลม เซรามิกโฟมสี่เหลี่ยมและเซรามิกวงแหวน ดังแสดงในรูปที่ 3-1



รูปที่ 3-1 แสดงวัสดุตัวกลางชนิดเซรามิกโฟมวงกลม (ก) เซรามิกโฟมสี่เหลี่ยม (ข) และเซรามิกวงแหวน (ค) ที่ใช้ในการเคลือบผิวด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอรอน

3.2 สารเคมี

3.2.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายสำหรับการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา ประกอบด้วย

- เฟอริกคลอไรด์ (FeCl_3)
- แมกนีเซียมไนเตรท เฮกซะไฮเดรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99.5%) จากบริษัท QREC
- ออกซาลิก เอซิด ($(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 99.5%)
- เอทานอล 99.9% จากบริษัท AJAX

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณเหล็ก (Fe)

- กรดไฮโดรคลอริก (HCl)
- กรดไนตริก (HNO_3)
- สารละลายไฮดรอกซีลามีเนอ ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)
- สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตทบัฟเฟอร์ ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$)
- สารละลายฟีนานโทรีน ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- สารละลายสต็อกเหล็ก $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- 0.1 นอร์มอล โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4)
- น้ำกลั่น (Distillation water)

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำสีสังเคราะห์

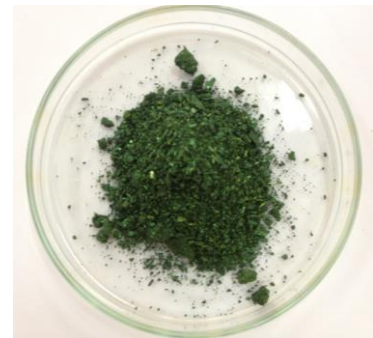
- สีย้อม Reactive red เป็นผงละเอียด สีแดง แสดงดังรูปที่ 3-2 (ก)
- สีย้อม Reactive blue เป็นผงละเอียด สีน้ำเงิน แสดงดังรูปที่ 3-2 (ข)
- สีย้อม Malachite green เป็นผงเกล็ด สีเขียว แสดงดังรูปที่ 3-2 (ค)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) สำหรับปรับ pH
- ไฮโดรคลอริก (HCl) สำหรับปรับ pH
- น้ำกลั่น



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 3-2 แสดงสีย้อมที่ใช้ในการทดลอง Reactive red (ก) Reactive blue (ข) และ Malachite green (ค)

3.3 อุปกรณ์

3.3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

- บีกเกอร์
- กระจกตวง
- ถาด
- คีม
- พาราฟิน

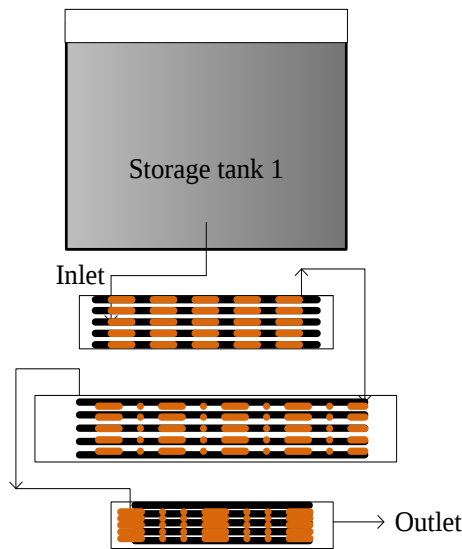
3.3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองในการกำจัดสีย้อม

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองในการกำจัดสีย้อมเป็นอุปกรณ์สำหรับการเกิดปฏิกิริยาการทำลายโครงสร้างสีย้อมในน้ำเสียที่ประกอบด้วย 3 ระบบ

- 1) ปฏิกรณ์แบบแบทช์ (Batch reactor) สำหรับศึกษาการกำจัดสีย้อมประกอบด้วย บีกเกอร์ขนาด 2 ลิตร ตัวเร่งปฏิกิริยา น้ำสีสังเคราะห์ เครื่องกวน (Stirrer) พร้อมแท่งแม่เหล็กกวน (Magnetic bar)

2) ชุดคอลัมน์บรรจุ (Packed column) ประกอบด้วย คอลัมน์ ตัวเร่งปฏิกิริยา ถังเก็บน้ำ ปั๊มและโรตารีมิเตอร์โดยคอลัมน์ทำจากท่ออะคริลิกใสเส้นผ่านศูนย์กลาง 11 เซนติเมตร สูง 85 เซนติเมตร เจาะรูสำหรับเก็บตัวอย่างที่ความสูง 30, 42, 60, 74 และ 90 เซนติเมตรภายในคอลัมน์บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบบนเซรามิกชั้นวงกลมและสลับเหลื่อมวางสลับกัน

3) ชุดคอลัมน์บรรจุ ขนาดชุมชน ประกอบด้วย ถังพักน้ำขนาด 200 ลิตร คอลัมน์ (ทำจากท่ออะคริลิก 2 คอลัมน์และท่อพีวีซี 1 คอลัมน์) วางต่างระดับกันและมีถังพักน้ำสำหรับใส่น้ำหลังการบำบัด แสดงดังรูปที่ 3-3



(ก)



(ข)

รูปที่ 3-3 แสดงไดอะแกรมชุดคอลัมน์บรรจุขนาดชุมชน (ก) ชุดคอลัมน์บรรจุขนาดชุมชน (ข)
สำหรับศึกษาการกำจัดสีย้อม

3.3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเก็บตัวอย่าง

- ขวดเก็บตัวอย่างขนาด 30 ซีซี
- นาฬิกาจับเวลา (Stop watch)
- เครื่องวัดพีเอช (pH meter)
- ปั๊มดูดจ่ายสาร (Peristaltic pump)

3.3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

- เตาเผาอุณหภูมิสูง Muffle Furnaces Model ยี่ห้อ CARBOLITE ชนิด ELF 11/14B
- ตู้อบความร้อน (Natural oven) ผลิตโดย EYELA รุ่น NDO-600N
- เครื่องชั่ง (Weighing machine)
- เครื่องกวน (Stirrer) พร้อมแท่งแม่เหล็กกวน (Magnetic bar)

3.3.5 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นของเหล็ก

- เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer (รุ่น Hewlett Packard 8453) ดังแสดงในรูปที่ 3-4
- เครื่อง Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) ดังแสดงในรูปที่ 3-5



รูปที่ 3-4 แสดงเครื่อง UV-vis Spectrophotometer รุ่น (HEWLETT PACKARD 8453) สำหรับใช้วิเคราะห์หาเหล็กเฟอรัส Fe^{2+} และความเข้มข้นสีในน้ำเสีย

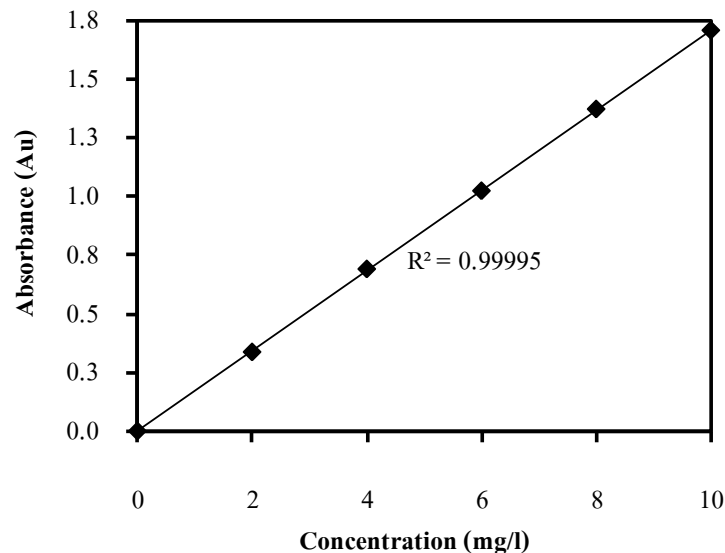


รูปที่ 3-5 แสดงเครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) รุ่น (Perkin Elmer model AA Analyst) สำหรับใช้วิเคราะห์ปริมาณเหล็กรวม

3.3.6 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นสีของน้ำเสีย

- วิเคราะห์ความเข้มข้นสีของน้ำด้วยเครื่อง UV-vis Spectrophotometer ดังแสดงในรูปที่ 3-5 โดยการเทียบความเข้มข้นของสีที่อยู่ในน้ำกับค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ตาม Calibration curve ของสีนั้นๆ ตัวอย่าง Calibration curve ของสี Malachite green ดังแสดงในรูปที่ 3-6

- เครื่องวิเคราะห์ HPLC MS ดังแสดงในรูปที่ 3-7



รูปที่ 3-6 Calibration curve ของสี Malachite green



รูปที่ 3-7 แสดงเครื่องวิเคราะห์ HPLC MS

3.4 การสร้างกราฟมาตรฐานของของสีย้อม

3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของสารละลายสีย้อม Reactive red

1. เตรียมน้ำสี Reactive red ความเข้มข้น 0, 10, 20, 40, 80, 100, 150 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. นำไปหาค่าการดูดกลืนแสงด้วย UV-Visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 513 นาโนเมตร (โดยการสแกนหาความยาวคลื่นสูงสุด)

3.4.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของสารละลายสีย้อม reactive blue

1. เตรียมน้ำสี Reactive red ความเข้มข้น 0, 10, 20, 40, 80 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. นำไปหาค่าการดูดกลืนแสงด้วย UV-Visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร (โดยการสแกนหาความยาวคลื่นสูงสุด)

3.4.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของสารละลายสีย้อม Malachite green

1. เตรียมน้ำสี Malachite green ความเข้มข้น 0, 10, 20, 40, 80 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. นำไปหาค่าการดูดกลืนแสงด้วย UV-Visible spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 617 นาโนเมตร (โดยการสแกนหาความยาวคลื่นสูงสุด)

3.4.4 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของน้ำเสียจากชุมชนโทนสีเขียว

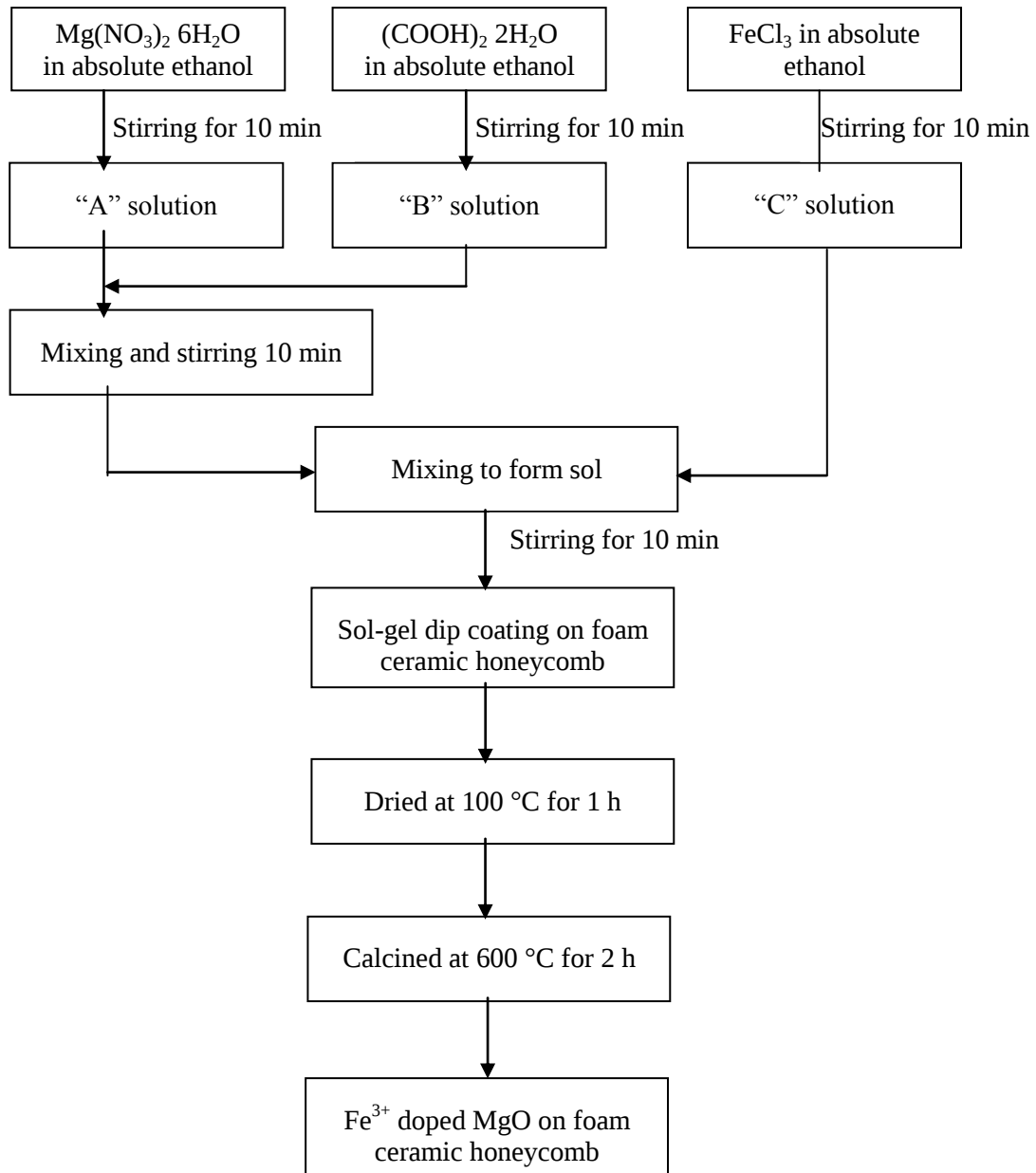
1. นำน้ำสีเริ่มต้นโทนสีเขียวจากชุมชนก่อนการบำบัดมาเจือจางด้วยน้ำกลั่น 0, 5, 10, 20, 50 และ 100 เท่า
2. นำไปหาค่าการดูดกลืนแสงด้วย UV-Vis spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 670 นาโนเมตร (โดยการสแกนหาความยาวคลื่นสูงสุด)

3.4.5 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของน้ำเสียจากชุมชนโทนสีม่วง

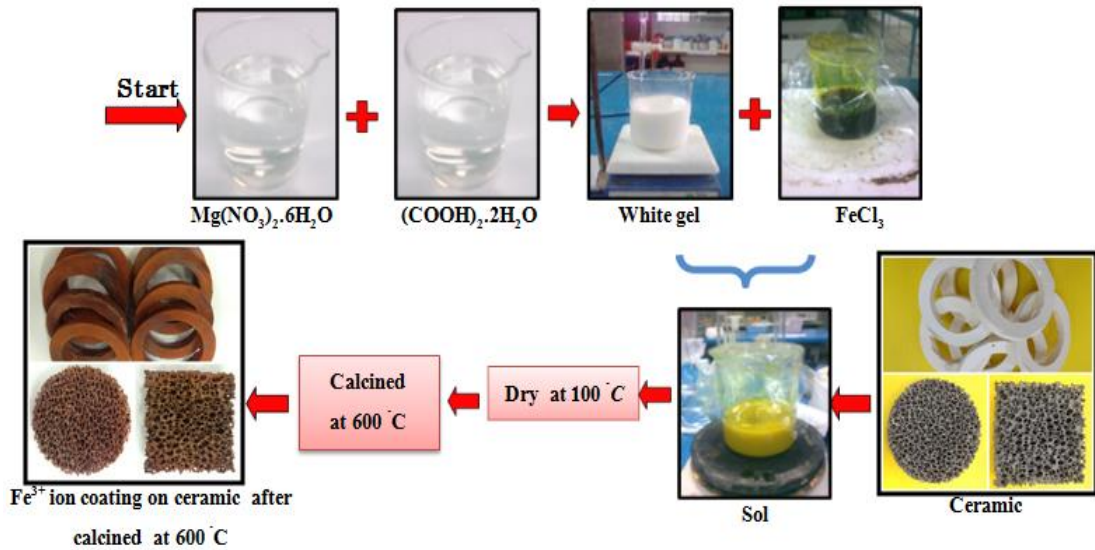
1. นำน้ำสีเริ่มต้นโทนสีม่วงจากชุมชนก่อนการบำบัดมาเจือจางด้วยน้ำกลั่น 0, 5, 10, 20, 50 และ 100 เท่า
2. นำไปหาค่าการดูดกลืนแสงด้วย UV-Vis spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 557 นาโนเมตร (โดยการสแกนหาความยาวคลื่นสูงสุด)

3.5 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอรอนด้วยเทคนิคโซล-เจล สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการกำจัดสีย้อมจากน้ำทิ้งโรงงานฟอกย้อมและทำการเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวกลางเซรามิกชนิด คือ เซรามิกโพนี้นวงกลม เซรามิกโพนี้นสี่เหลี่ยมและเซรามิกชี้นวงแหวน สำหรับงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาตามวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในงานวิจัยของ Rakmak *et al.*, 2010 มีการศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของสารตั้งต้นในตัวทำละลายเอทานอลสำหรับการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอรอน คือ อัตราส่วนของสารละลายแมกนีเซียมไนเตรท สารละลายกรดออกซาลิก และสารละลายเฟอริกคลอไรด์ (โมลต่อโมล) ขั้นตอนในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในงานวิจัยนี้แสดงในรูปที่ 3-8 และ 3-9



รูปที่ 3-8 แผนภาพวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออน ด้วยวิธีโซล-เจล
สำหรับใช้ในกำจัดสีข้อมในน้ำเสีย



รูปที่ 3-9 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอรอนด้วยวิธีโซล-เจล

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาไอรอนด้วยวิธีโซล-เจล ทำได้โดยเตรียมสารละลายของตัวเร่งปฏิกิริยาจากการผสมของสารละลายแมกนีเซียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) สารละลายกรดออกซาลิก ($(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ (FeCl_3) ในตัวทำละลายเอทานอลที่อุณหภูมิห้องด้วยสัดส่วนโมลาร์ตามที่กำหนด ซึ่งมีรายละเอียดของขั้นตอนการเตรียมดังนี้

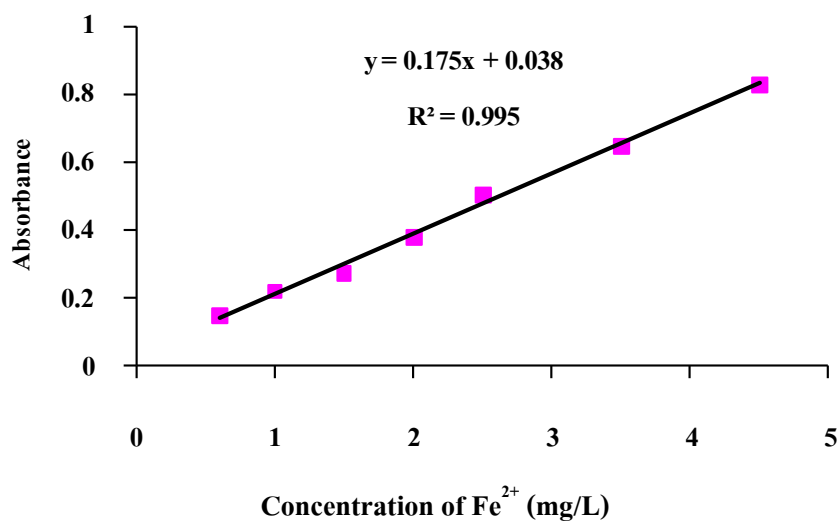
1. ค่อยๆ เติมสารละลายกรดออกซาลิกลงในสารละลายแมกนีเซียมไนเตรตและกวนผสมสารละลายด้วย Sterrer ต่อเนื่องเป็นเวลา 10 นาที ได้เป็นสารละลายที่เรียกว่าโซล (Sol)
2. เติมสารละลาย FeCl_3 ลงในสารผสมแล้วกวนผสมสารละลายด้วย Sterrer ต่อเนื่องเป็นเวลา 10 นาที
3. ทำการเคลือบโซลลงบนตัวกลางเซรามิกด้วยวิธีการจุ่ม (Dip coating) เป็นเวลา 1 นาที แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงในตู้อบ (Oven) เพื่อให้ตัวทำละลายระเหยออกจากฟิล์มที่เคลือบบนเซรามิก ทำซ้ำกัน 5 ครั้ง
4. นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เพื่อให้สารเคมีชนิดอื่นสลายตัวหมดคงเหลือเพียง Fe^{3+} เคลือบติดแน่นบนผิวเซรามิกที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง ทำให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาเกาะติดที่พื้นที่ผิวปริมาณมาก

3.5.1 การวิเคราะห์หาความเข้มข้นของ Fe^{3+} ที่เคลือบที่ผิวเซรามิก (อิสรินทร์ มะหมัด, 2555)

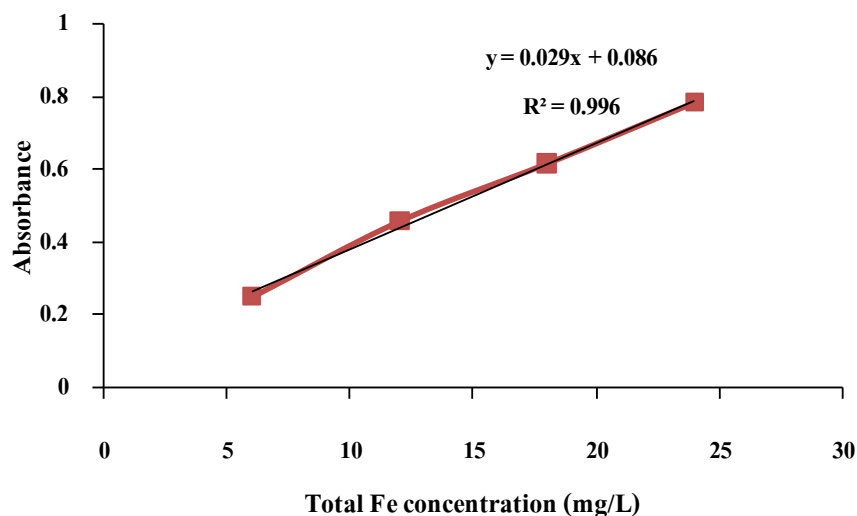
วิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายไอรอนที่เคลือบอยู่บนเซรามิกโดยดึงตัวอย่างของสารละลายที่ได้จากการชะ (Leaching) เหล็กที่เคลือบผิวเซรามิกด้วยกรดเข้มข้น ดึงออกมาปริมาตร 100 ไมโครลิตร โดยใช้ไมโครปิเปต บรรจุตัวอย่างลงขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ซึ่งบรรจุด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตตบัฟเฟอร์ 10 มิลลิลิตร และสารละลายฟิแนนโทรีน (Phenanthroline) 20 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตรเท่ากับ 50 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเขย่าแล้ววางทิ้งไว้ 5 นาทีจนเกิดสีส้ม จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร (nm) ด้วย UV-vis

spectrophotometer โดยวิธีการของฟีแนนโทรลีน (APHA, 1985) เพื่อหาความเข้มข้นของสารละลายไอออน (Fe^{2+}) จากกราฟมาตรฐานแสดงดังรูปที่ 3-10 และทำการเก็บตัวอย่างของสารดูดซึม 50 μL เพื่อหาความเข้มข้นของเหล็กรวม (Total Fe) โดยทำการเติม 2% กรดไนตริก และปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น (DI) จากนั้นนำไปวัดค่าเหล็กรวม (Total Fe) โดยใช้ AAS และกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เหล็กรวม (Total Fe) ดังรูปที่ 3-11 จากนั้นจึงคำนวณความเข้มข้นของ Fe^{3+} ที่เวลาต่างๆ จากความเข้มข้นของเหล็กรวมและความเข้มข้นของ Fe^{2+} ดังแสดงในสมการที่ 3-1

$$\text{Fe}^{3+} = \text{Total Fe} - \text{Fe}^{2+} \quad (3-1)$$



รูปที่ 3-10 กราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เหล็ก Fe^{2+} โดยใช้อุปกรณ์ UV-vis spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร



รูปที่ 3-11 แสดงกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เหล็กรวม (Total Fe) โดยใช้อุปกรณ์ AAS

3.6 วิธีการทดลอง

การศึกษาการกำจัดสีย้อมจากน้ำทิ้งโรงงานฟอกย้อมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออน แบ่งขั้นตอนในการศึกษาออกเป็น 5 ขั้นตอน คือ การศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออนจากเหล็กชนิดเฟอร์ริกคลอไรด์โดยเทคนิคโซล-เจล เคลือบบนวัสดุตัวกลาง การทดลองการกำจัดสีในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยชุดการทดลองแบบแบทช์ การสร้างชุดทดลองแบบคอลัมน์บรรจุและทดสอบการกำจัดสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ การทดสอบระบบกับการกำจัดสีจากน้ำทิ้งจริงของกลุ่มผลิตผ้าบาติก การวิเคราะห์น้ำเสียด้วยเทคนิค Liquid Chromatography-Mass Spectrometer (LC-MS) และการประเมินผลทางเศรษฐศาสตร์ ซึ่งรายละเอียดในแต่ละตอนมีดังนี้

3.6.1 การศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออนด้วยเทคนิคโซล-เจล สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการกำจัดสีย้อมจากน้ำทิ้งโรงงานฟอกย้อมและทำการเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวกลางเซรามิกใช้อัตราส่วนของสารละลายแมกนีเซียมไนเตรท สารละลายกรดออกซาลิกและสารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์ แสดงดังตารางที่ 3-1 หลังจากสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาก็นำตัวอย่างตัวเร่งปฏิกิริยาไปทำการวิเคราะห์ตรวจสอบหาโครงสร้างของผลึกที่เคลือบบนผิวเซรามิกโดยใช้เครื่อง X-Ray Diffraction (XRD) ทำการวิเคราะห์ลักษณะของพื้นผิวหลังเคลือบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) วิเคราะห์โครงสร้างของผลึกด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray spectrometer (EDX) และการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของ Fe^{3+} ที่เคลือบที่ผิวเซรามิกด้วยวิธีของฟิเนนโทรีน (APHA, 1985)

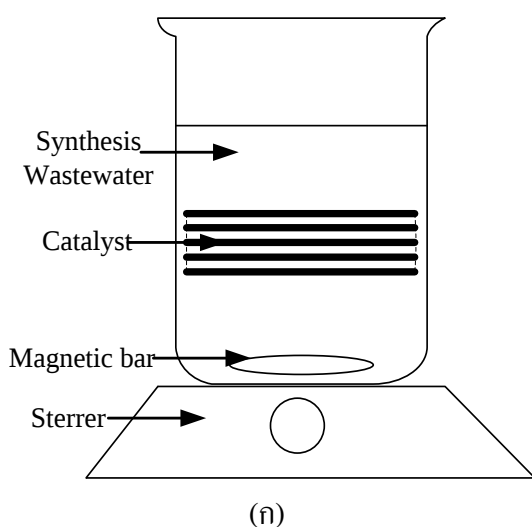
ตารางที่ 3-1 สภาวะการทดลองศึกษาอัตราส่วนของสารละลายตั้งต้นในตัวทำละลายเอทานอลต่อการเคลือบติดบนวัสดุตัวกลางเซรามิก

การทดลองที่	$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (mol/L)	$(COOH)_2 \cdot 2H_2O$ (mol/L)	$FeCl_3$ (mol/L)
1	0.1	0.1	0.1
2	1	1	1
3	1	1	1.25
4	1.25	1.25	3.75

3.6.2 การทดลองกำจัดสีในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยชุดการทดลองแบบเบทช์

1. การทดสอบประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออน

ทำการทดสอบโดยการกำจัดสีย้อมในน้ำสังเคราะห์ที่เตรียมขึ้นจากการนำสีย้อมฟ้ามาละลายในน้ำตามความเข้มข้นตามที่ต้องการปรับ pH ให้มีสภาพเป็นกรดด้วย HCl ให้มีสภาพเป็นด่างด้วย NaOH จากนั้นทดลองในชุดทดลองแบบเบทช์ (ใช้ปิกเกอร์ขนาด 2 ลิตร) ดังแสดงในรูปที่ 3-12 โดยใส่ชั้นเซรามิกที่เคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออนจำนวน 2 ชั้น (ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 81 มิลลิกรัม) ลงไปในชุดทดลองแบบ Batch และกวนโดยใช้ Magnetic stirrer เพื่อให้สีสังเคราะห์ไหลสัมผัสกับ Fe^{3+} ที่พื้นที่ผิวของเซรามิก เก็บตัวอย่างน้ำเสียก่อนและหลังการบำบัดที่เวลา 1, 5, 10, 20, 40, 80 และ 120 นาที โดยดึงปริมาณน้ำตัวอย่างในชุดการทดลองมาครั้งละ 15 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ความเข้มข้นสีด้วยเครื่อง UV-vis spectrophotometer



รูปที่ 3-12 ชุดการทดลองการกำจัดสีย้อมจากน้ำสีสังเคราะห์แบบเบทช์ในปิกเกอร์

2. การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการกำจัดสีย้อมในน้ำทิ้งสังเคราะห์

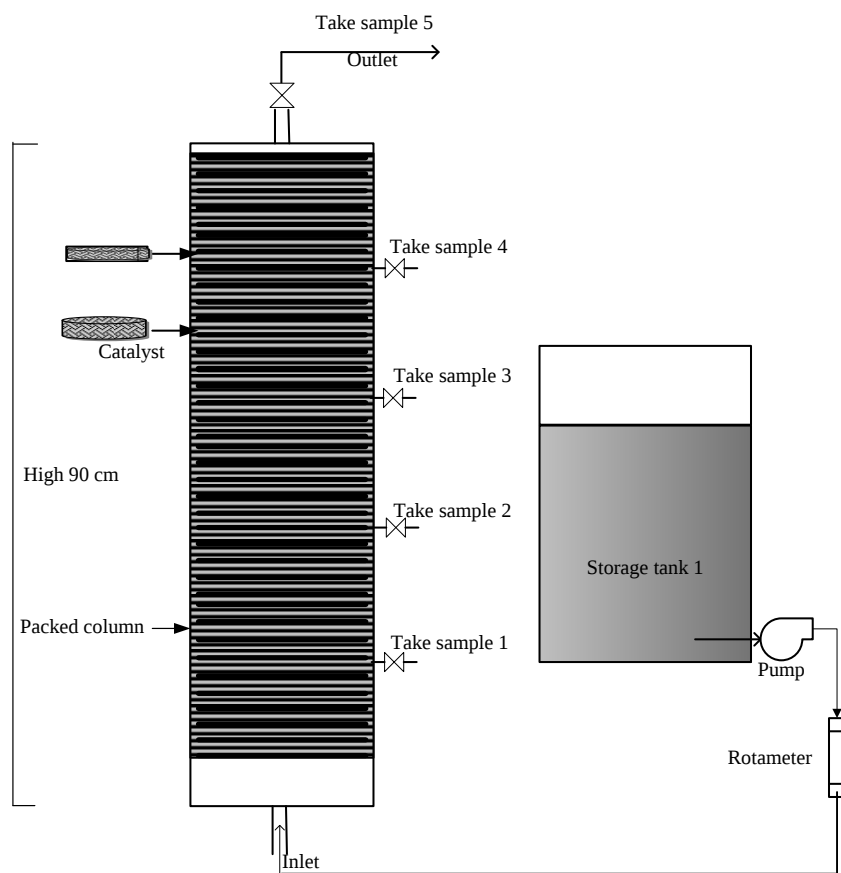
ตัวแปรที่ศึกษา คือ pH ของน้ำสีสังเคราะห์อยู่ในช่วง 5-8 ความเข้มข้นสีในน้ำ 0.01-0.2 กรัมต่อลิตร ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปริมาณน้ำเสีย 40.5-162 มิลลิกรัมต่อลิตร ศึกษาการฟื้นฟูสภาพด้วยการเติมออกซิเจน และการศึกษาการใช้ซ้ำของ ตัวเร่งปฏิกิริยา โดยการนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการใช้บำบัดสีแล้วมาใช้ในการกำจัดสีซ้ำ และนำตัวอย่างน้ำสีสังเคราะห์ที่ผ่านการกำจัดสีด้วยชุดการทดลองแบบเบทช์ที่เวลา 0, 5, 10, 20, 40 และ 80 นาทีไปวัดความเข้มข้นของสีในน้ำด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer เทียบความเข้มสีที่ได้กับ Calibration curve และคำนวณหาประสิทธิภาพ (%Efficiency) ของระบบโดยใช้สมการที่ (3-2)

$$\% \text{ Efficiency} = \frac{C_1 - C_2}{C_1} \times 100 \quad (3-2)$$

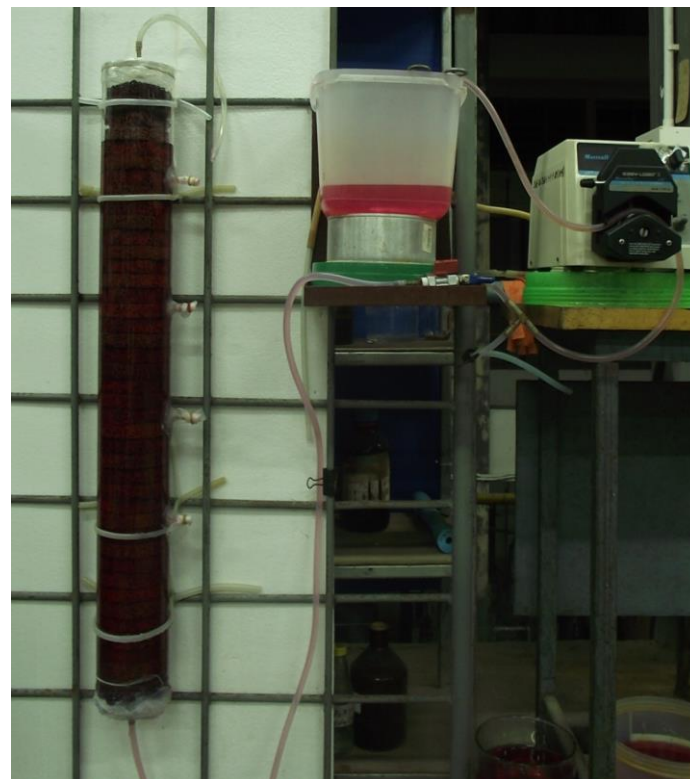
เมื่อ %Efficiency คือ ร้อยละของประสิทธิภาพการกำจัดสีในน้ำสีของระบบ กำหนดให้ C_1 คือ ความเข้มข้นของสี (มิลลิกรัมต่อลิตร) ที่อยู่ในน้ำสีสังเคราะห์ที่สภาวะเริ่มต้น และ C_2 คือ ความเข้มข้นของสี (มิลลิกรัมต่อลิตร) ที่อยู่ในน้ำสีสังเคราะห์หลังผ่านการบำบัดที่เวลาใดๆ

3.6.3 การออกแบบและสร้างชุดทดลองแบบคอลัมน์บรรจุ

งานวิจัยนี้ได้มีการออกแบบและสร้างคอลัมน์บรรจุสำหรับใช้ในการกำจัดสีในน้ำเสีย โดยคอลัมน์สร้างขึ้นจากท่ออะคริลิกทรงกระบอกใสขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 11 เซนติเมตร หนา 2 มิลลิเมตร สูง 90 เซนติเมตร เจาะรูด้านข้างของคอลัมน์ที่ความสูง 30, 42, 60, 74 และ 90 เซนติเมตร ใช้สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำสีที่จุดต่างๆ ด้านในคอลัมน์บรรจุตัวกลางเซรามิกที่เคลือบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาไอออนชนิดเซรามิกโฟมรูปวงกลมและสีเหลื่อมวางสลับกัน และใช้ปั๊มดูดของเหลวสำหรับป้อนน้ำสีจากถังเก็บ 1 (Storage tank 1) เข้าสู่ระบบทางด้านล่างของคอลัมน์บรรจุ ค่อยๆ ไหลแบบบังคับผ่านสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาสวนทางจากด้านล่างขึ้นสู่ด้านบนและไหลออกบริเวณท่อเก็บตัวอย่าง ไดอะแกรมชุดคอลัมน์บรรจุขนาดต้นแบบและคอลัมน์บรรจุแบบไหลต่อเนื่องสำหรับศึกษาการกำจัดสีย้อมดังแสดงในรูปที่ 3-13 การทดลองกำจัดสีย้อมจากน้ำสีสังเคราะห์มีตัวแปรที่ต้องการศึกษา คือ ชนิดของสี ได้แก่ Reactive red, Reactive blue และ Malachite green ที่พีเอช 5-8 ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 432.5-1,730 มิลลิกรัม ความเข้มข้นของน้ำสีอยู่ในช่วง 0.01-0.10 กรัมต่อลิตร และอัตราการไหลของน้ำสี 0.01-0.1 ลิตรต่อนาที การดำเนินการทดลองประกอบด้วยขั้นตอนหลัก 3 ขั้นตอน ดังนี้



(ก)



(ข)

รูปที่ 3-13 แสดงไดอะแกรมชุดคอลัมน์บรรจุขนาดต้นแบบ (ก) คอลัมน์บรรจุแบบไหลต่อเนื่อง (ข) สำหรับศึกษาการกำจัดสีข้อม

การดำเนินการทดลองประกอบด้วยขั้นตอนหลัก 3 ขั้นตอน ดังนี้

1. การเตรียมน้ำสีสังเคราะห์

การเตรียมน้ำสีสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้เลือกใช้สี Reactive red ที่ความเข้มข้น 20, 32, 50, 67 และ 80 มิลลิกรัมต่อลิตร สี Malachite green ที่ความเข้มข้น 4, 7, 12, 16 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร และ สี Reactive Blue ที่ความเข้มข้น 4, 7, 12, 16 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย

2. ทดสอบประสิทธิภาพของระบบ Packed column ในการกำจัดสีย้อม

ทำการป้อนน้ำเสียสังเคราะห์เข้าสู่ Packed column จากด้านล่างคอลัมน์ไหลขึ้นสู่ด้านบนบนสัฟต์ ตัวเร่งปฏิกิริยาที่บรรจุอยู่ในคอลัมน์ เก็บตัวอย่างน้ำเสียที่ผ่านการบำบัดที่เวลาต่างๆ ณ จุดเก็บตัวอย่างดังแสดงในรูปที่ 3-13 โดยใช้ขวดเก็บตัวอย่างขนาด 20 มิลลิลิตรรับน้ำเสียที่ผ่านการบำบัดตรงจุดเก็บตัวอย่าง เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นของสีในน้ำเสียหลังการบำบัดเทียบกับ Calibration curve จากเครื่อง UV-vis spectrophotometer คำนวณหาประสิทธิภาพ (%Efficiency) จากสมการที่ (3-2) และเวลาที่ใช้ในการบำบัดน้ำเสีย (Retention time)

$$\% \text{ Efficiency} = \frac{C_i - C_o}{C_i} \times 100 \quad (3-2)$$

เมื่อ %Efficiency คือ ร้อยละของประสิทธิภาพการกำจัดสีในน้ำสีของระบบแบบต่อเนื่อง กำหนดให้ C_i คือ ความเข้มข้นของสี (มิลลิกรัมต่อลิตร) ในน้ำสีสังเคราะห์ที่ท่อทางเข้าของระบบ และ C_o คือ ความเข้มข้นของสีในน้ำสีที่ท่อทางออกของระบบ

3. การออกแบบการทดลองโดยใช้เทคนิคพื้นผิวผลตอบสนอง

การออกแบบการทดลองในการกำจัดสีในน้ำทิ้งจากโรงงานฟอกย้อมด้วยระบบ Packed column ดำเนินการโดยใช้เทคนิคพื้นผิวผลตอบสนอง (Response Surface Methodology, RSM) ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้หลักการทางสถิติในการออกแบบการทดลองหาแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ และหาภาวะที่เหมาะสมเพื่อหาความสัมพันธ์ของตัวแปรทั้งหมดด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of variance, ANOVA) ซึ่งทำให้สามารถศึกษาผลของหลายๆ ปัจจัยพร้อมกันในเวลาเดียวกันด้วยวิธีใช้จำนวนการทดลองน้อยกว่าการศึกษาทีละปัจจัย การออกแบบการทดลองจึงเป็นวิธีการเก็บข้อมูลที่มีประสิทธิภาพโดยการเปลี่ยนแปลงหรือปรับค่าของ Input (factors) อย่างมีจุดมุ่งหมายที่จะสังเกตการเปลี่ยนแปลงของ Output (Response) ที่เกิดขึ้นด้วยโปรแกรม Design Expert software

ตัวแปรที่ทำการศึกษาในการกำจัดสีในน้ำเสียด้วยระบบ Packed column แสดงดังต่อไปนี้

1) กำหนดตัวแปรและช่วงของการดำเนินการที่ศึกษา ประกอบด้วย

1.1) ตัวแปรอิสระ (Independent variable) ประกอบด้วย 3 ตัวแปร คือ ความเข้มข้นของน้ำสีสังเคราะห์ 10-100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 432.5-1,730 มิลลิกรัม และอัตราการไหลของน้ำสี

สังเคราะห์ 0.01-0.1 ลิตรต่อนาที กำหนดให้ x แทนตัวแปรอิสระ ระดับขอบเขตและสัญลักษณ์แทนการออกแบบการทดลองแสดงไว้ดังตารางที่ 3-2

1.2) ตัวแปรตอบสนอง (Response) มี 1 ตัวแปร คือ ประสิทธิภาพในการกำจัดสีในแต่ละการทดลอง กำหนดให้ y เป็นตัวแปรตาม

ตารางที่ 3-2 แสดงช่วงของตัวแปรดำเนินการและสัญลักษณ์ของการออกแบบการทดลอง

ตัวแปรอิสระ	ระดับต่ำสุด (lower limit)	ระดับสูงสุด (upper limit)	สัญลักษณ์
ความเข้มข้นของน้ำสีสังเคราะห์ (mg/L)			
Reactive red	10	80	x_1
Malachite green	4	20	
ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (mg)	432.5	1,730	x_2
อัตราการไหลของน้ำสีสังเคราะห์ (L/min)	0.01	0.1	x_3

2) กำหนดรหัส (Code) ของช่วงดำเนินการออกแบบการทดลองของตัวแปรอิสระที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการออกแบบภาวะที่ใช้ในการทดลองด้วยเทคนิคของ Central Composite Design (CCD) และทำการแปลงค่ารหัสตัวแปรอิสระ (Coded variables) ผลการออกแบบการทดลองแสดงไว้ดังตารางที่ 3-3

3) แปลงรหัส (Decode) จากการออกแบบการทดลองด้วยเทคนิคของ Central Composite Design (CCD) ในตารางที่ 3-3 ทำการแปลงค่าตัวแปรให้เป็นค่าดำเนินการของตัวแปรอิสระและตัวแปรตามในแต่ละตัวในการดำเนินการทดลอง เพื่อหาค่าตัวแปรตอบสนองของกระบวนการ โดยการแปลงค่าตัวแปรแสดงดังตารางที่ 3-3 ทำการทดลองซ้ำค่ากลาง (ความเข้มข้นของน้ำสีสังเคราะห์ 10-100 และ 4-20 มิลลิกรัมต่อลิตร อัตราการไหลของน้ำสีสังเคราะห์ 0.01-0.1 ลิตรต่อนาทีและปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 432.5-1,730 มิลลิกรัม ของแต่ละตัวแปรที่เกิดจากการออกแบบเป็น 3 ซ้ำ เพื่อทดสอบเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา ทำการออกแบบการทดลองเพิ่มเติมในการทดลองที่ 18-20 เพื่อศึกษาแนวโน้มของตัวแปรอิสระเนื่องจากการออกแบบด้วยเทคนิค RSM จะให้ผลการเปลี่ยนแปลงค่าของตัวแปรอิสระแต่ละ 3 ค่า ซึ่งข้อมูลยังไม่เพียงพอในการแสดงค่ากราฟ 2 มิติ จึงมีการออกแบบการทดลองเพิ่มเติมให้ได้ผลของค่าตัวแปรอิสระ ตัวแปรละ 4 ค่า เพื่อได้แนวโน้มของตัวแปรนั้นสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ตารางที่ 3-3 ผลการแสดงผลค่าตัวแปรที่ทำการศึกษด้วยเทคนิค RSM ประกอบด้วยตัวแปรอิสระ 3 ตัวแปร และตัวแปรตาม 1 ตัวแปร

Run no.	x_1	x_2	x_3	Response
1	1	-1	-1	y = %Color Removal Efficiency
2	$-\alpha$	0	0	
3	α	0	0	
4	0	0	α	
5	1	1	-1	
6	0	α	0	
7	0	0	0	
8	0	0	0	
9	0	$-\alpha$	0	
10	-1	1	1	
11	0	0	0	
12	1	1	1	
13	1	-1	1	
14	0	0	$-\alpha$	
15	-1	1	-1	
16	-1	-1	-1	
17	-1	-1	1	
18	-1	0	0	
19	0	0	1	
20	0	-1	0	

ตารางที่ 3-4 ผลการแปลงรหัสตัวแปรสำหรับศึกษาการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนสีย้อม Reactive red

Run no.	Concentration (mg/L)	Amount of Catalyst (mg)	Flow rate of Wastewater (ml/min)	Response
1	68	692	56	%Color Removal Efficiency
2	20	1,084	110	
3	80	1,084	110	
4	50	1,084	200	
5	68	1,470.5	56	
6	50	1,730	110	
7	50	1,084	110	
8	50	1,084	110	
9	50	432.5	110	
10	32	1,470.5	164	
11	50	1,084	110	
12	67	1,470.5	164	
13	67	692	164	
14	50	1,084	20	
15	32	1,470.5	56	
16	32	692	56	
17	32	692	164	
18	32	1,084	110	
19	50	1,084	164	
20	50	692	110	

ตารางที่ 3-5 ผลการแปลงรหัสตัวแปรสำหรับการศึกษาการบำบัดน้ำเสียที่ปนเปื้อนสีข้อม Malachite green

Run no.	concentration (mg/l)	Amount of catalyst (g)	Flow rate of Wastewater (ml/min)	Response
1	68	692	56	%Color Removal Efficiency
2	20	1,084	110	
3	80	1,084	110	
4	50	1,084	200	
5	68	1,470.5	56	
6	50	1,730	110	
7	50	1,084	110	
8	50	1,084	110	
9	50	692	110	
10	32	1,470.5	164	
11	50	1,084	110	
12	68	1,470.5	164	
13	68	692	164	
14	50	1,385	20	
15	32	1,470.5	56	
16	32	692	56	
17	32	692	164	
18	32	1,084	110	
19	50	1,084	164	
20	50	692	110	

4. การหาแบบจำลองทางคณิตศาสตร์และหาภาวะที่เหมาะสม

การหาแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ดำเนินการโดย Regression analysis ใช้โปรแกรม Design Expert โดยมีรายละเอียดในการดำเนินการดังนี้

1) ดำเนินการหาความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรอิสระทั้ง 3 ตัวแปร โดยนำข้อมูลที่ได้จากการทดลองไปวิเคราะห์ด้วย ANOVA แบบจำลองที่ได้อยู่ในรูปแบบสมการเส้นโค้ง (Quadratic equation) ดังสมการที่ (3-4)

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \left(\sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j \right)_{i < j} \quad (3-3)$$

เมื่อ $\beta_0, \beta_i, \beta_{ii}$ และ β_{ij} คือสัมประสิทธิ์ถดถอยทั้งแบบเชิงเส้น แบบกำลังสอง และสัมประสิทธิ์เชิงซ้อนตามลำดับ

2) การวิเคราะห์เชิงสถิติด้วย ANOVA (Analysis of variance) เป็นวิธีการทดสอบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยของกลุ่มตัวอย่าง ตั้งแต่ 3 กลุ่มขึ้นไป ซึ่งจะเป็นการวิเคราะห์อัตราส่วนระหว่างความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม (Between-group variance) และความแปรปรวนภายในกลุ่ม (Within-group variance) ความแปรปรวนระหว่างกลุ่ม เป็นค่าที่เกิดจากความแตกต่างของค่าเฉลี่ยระหว่างกลุ่มต่างๆ ถ้าค่าเฉลี่ยระหว่างกลุ่มต่างๆ แตกต่างกันมาก ค่าความแปรปรวนระหว่างกลุ่มก็จะมากตามไปด้วย สำหรับความแปรปรวนภายในกลุ่มเป็นค่าที่แสดงให้เห็นว่า คะแนนแต่ละตัวที่รวบรวมมานั้นภายในแต่ละกลุ่มมีการกระจายมากหรือน้อย ค่าที่คำนวณได้เรียกว่าความคลาดเคลื่อน

3) หากกราฟพื้นผิว (Surface plot) ของการทดลองเพื่อแสดงผลของตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพการกำจัดสีย้อม กราฟพื้นผิวได้จากการสมการแบบจำลองทางคณิตศาสตร์ที่ได้จากการทดลอง โดยการเอาผลความสัมพันธ์ของผลตอบสนองกับตัวแปรที่ทำการศึกษานำมาพล็อตเป็นกราฟพื้นผิวเพื่อนำไปหาค่าภาวะที่เหมาะสมของแบบจำลองทางคณิตศาสตร์

4) หาภาวะที่เหมาะสมในการดำเนินการ ด้วยโปรแกรม Design Expert software

3.6.4 การทดสอบกำจัดสีจากน้ำทิ้งของกลุ่มผลิตผ้าบาติก

การกำจัดสีจากน้ำทิ้งที่ปนเปื้อนสีย้อมของชุมชนผลิตผ้าบาติก ซึ่งใช้สีย้อมที่มีจำหน่ายในท้องตลาดในการย้อมผ้า โทนสีม่วง สีเขียว และสีฟ้า ทดสอบสอยกำจัดสีด้วยชุดคอลัมน์บรรจุขนาดชุมชน ติดตั้งที่ชุมชน กลุ่มทักซิณเมืองทองบาติก อ.หาดใหญ่ จ.สงขลา ซึ่งเป็นกลุ่มผลิตผ้าบาติกในอำเภอหาดใหญ่ ซึ่งมีการใช้สีย้อมในการย้อมผ้าบาติก มีการปล่อยน้ำเสียที่ปนเปื้อนสีย้อมปริมาณสูง มีการเจือจางน้ำทิ้งด้วยน้ำก่อนปล่อยน้ำทิ้งลงสู่แหล่งน้ำ โดยทำการเก็บตัวอย่างน้ำเสียที่ทางเข้าและทางออกของ Packed column เพื่อทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสีในน้ำเสียโดยใช้เครื่อง UV-vis spectrophotometer เทียบกับ Calibration

curve และคำนวณหาประสิทธิภาพ (%Efficiency) ของสีในน้ำเสียจากการผลิตผ้าบาติกที่หายไปจากสมการที่ (3-3)

3.6.5 การวิเคราะห์น้ำเสียด้วยเทคนิค Liquid Chromatography-Mass Spectrometry (LC-MS)

LC-MS เป็นเทคนิคขั้นสูงสำหรับการวิเคราะห์สารที่มีความซับซ้อน 1 ตัวอย่างจะถูกแยกให้บริสุทธิ์ด้วยคอลัมน์ (Column) โดยเทคนิคที่เรียกว่าโครมาโทกราฟีชนิดของเหลว (Liquid Chromatography, LC) จากนั้นสารบริสุทธิ์จะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องมือแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Mass spectrometer) การแยกสารด้วย LC เป็นการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างที่เป็นของเหลว ซึ่งจะถูกปั๊มเข้าสู่คอลัมน์ที่อยู่ในบรรจุด้วยอนุภาคของแข็งขนาดเล็ก ทำหน้าที่เป็นวัฏภาคคงที่ (Stationary phase) การแยกเกิดขึ้นในคอลัมน์ได้เนื่องจากสารแต่ละชนิดเคลื่อนที่ผ่านวัฏภาคคงที่ด้วยความเร็วที่แตกต่างกัน แมสสเปกโตรเมตรี (Mass Spectrometry, MS) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์สารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ โดยตัวอย่างจะถูกทำให้แตกตัวเป็นไอออนด้วยวิธีต่างๆ เช่น Electro Spray ionization, (ESI) ที่สามารถทำให้เกิดไอออนได้โดยสารไม่สลายตัว จึงเหมาะสำหรับการวิเคราะห์สารที่มีขนาดโมเลกุลใหญ่และระเหยได้ยาก LC-MS มีข้อดีเหนือกว่าเทคนิคอื่น โดยเฉพาะความไวและความจำเพาะเจาะจงในการตรวจวิเคราะห์สาร โดยเป็นการศึกษาในเชิงคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ นอกจากนี้ยังสามารถวิเคราะห์สารที่มีขี้และน้ำหนักโมเลกุลสูงได้เป็นอย่างดี

3.6.6 ประเมินผลทางเศรษฐศาสตร์

ประเมินผลทางเศรษฐศาสตร์เปรียบเทียบการกำจัดสีย้อมในน้ำเสียด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดไอออนกับการกำจัดสีย้อมในน้ำเสียด้วยการรวมตะกอนด้วยไฟฟ้า การใช้โพไลอะลูมิเนียมคลอไรด์ และปฏิกิริยาเฟนตัน คิดการกำจัดสีในน้ำเสียด้วยวิธีการต่างๆ เป็นระยะเวลา 1 ปี คิดค่าใช้จ่ายตั้งต้น (Initial cost) ซึ่งเป็นค่าใช้จ่ายที่เกิดจากสารเคมี ค่าวัสดุตัวกลางและค่าใช้จ่ายจากไฟฟ้าในการสังเคราะห์ปฏิกิริยา โดยไม่รวมหน่วยของอุปกรณ์ต่างๆ ที่ใช้และค่าใช้จ่ายจากการดำเนินการ (Operating cost)