

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องกวนสาร Magnetic Stirrer
2. เตาอบ
3. เตาเผา
4. ตู้ทำการทดลองที่มีหลอดฟลูออเรสเซนต์ ขนาด 10 วัตต์ จำนวน 2 หลอด
5. เครื่อง UV-Visible Spectrometer
6. เครื่อง UV-DR (UV-Diffuse reflectance)
7. เครื่อง XRD (X-ray Diffraction Spectroscopy)
8. เครื่อง BET (Brunauer-Emmett-Teller Method)
9. เครื่อง TGA (Thermal gravimetric analysis)

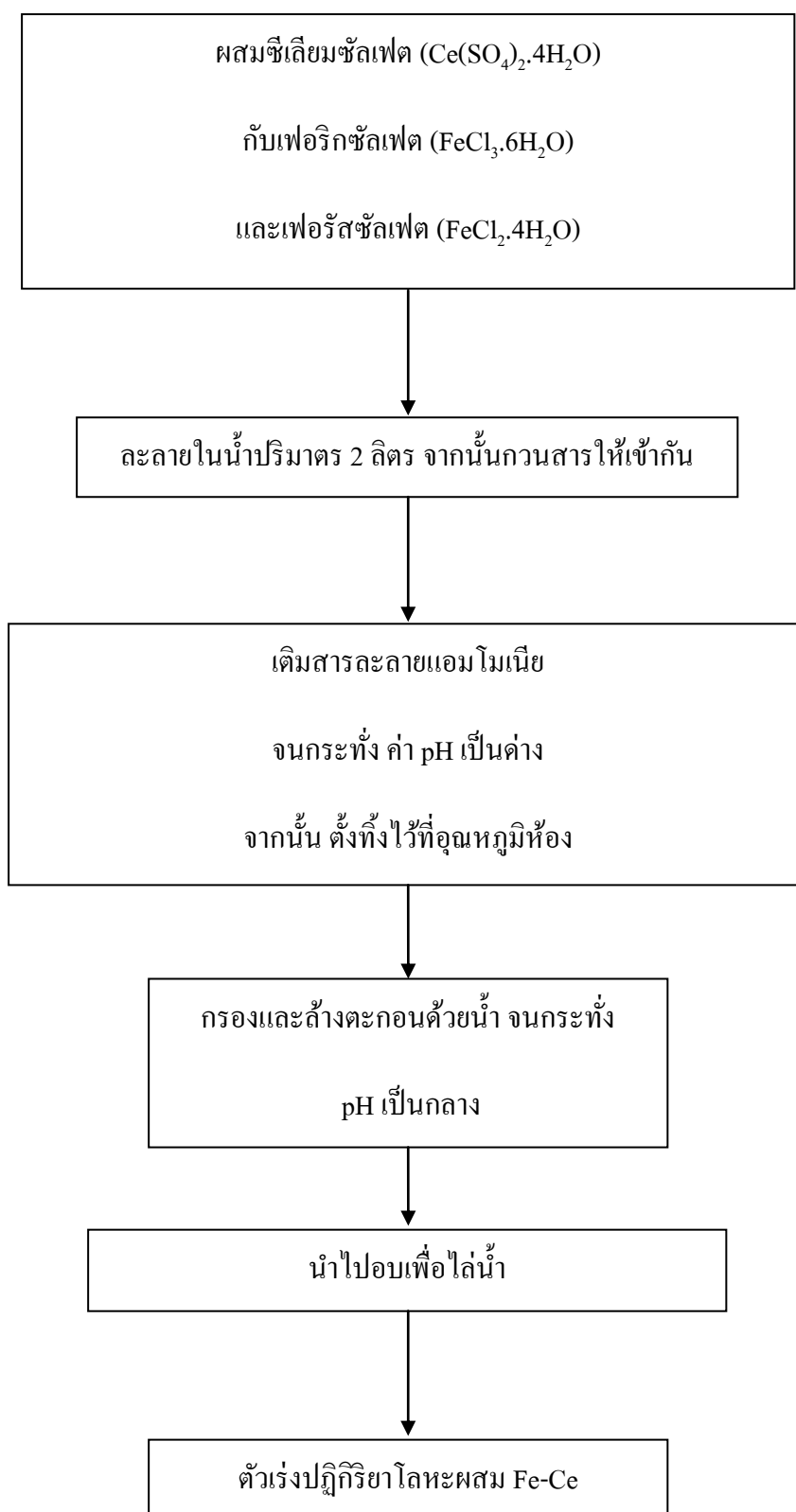
3.1.2 สารเคมี

1. โพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) จากบริษัท Ajax Finechem
2. ซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) จากบริษัท POCh S.A.
3. ซีเลียมซัลเฟต ($Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$) จากบริษัท Ajax Finechem
4. กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4 , conc.) 98% จากบริษัท RCI LABSCAN
5. เฟอริกซัลเฟต ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) จากบริษัท Panreac
6. เฟอรัสซัลเฟต ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$) จากบริษัท QreC
7. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากบริษัท Ajax Finechem
8. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) 30% จากบริษัท Ajax Finechem
9. ลิกนิน (Lignin) จากบริษัท Aldrich
10. กรดไฮโดรคลอริก (HCl, conc.) จากบริษัท RCI LABSCAN
11. ซิงค์ไนเตรต ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) จากบริษัท Ajax Finechem
12. แอมโมเนีย จากบริษัท BDH Laboratory
13. เอทานอล จากบริษัท PROLAB
14. เมอร์คิวรีซัลเฟต ($HgSO_4$) จากบริษัท QReC

3.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา

3.2.1 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม Fe-Ce

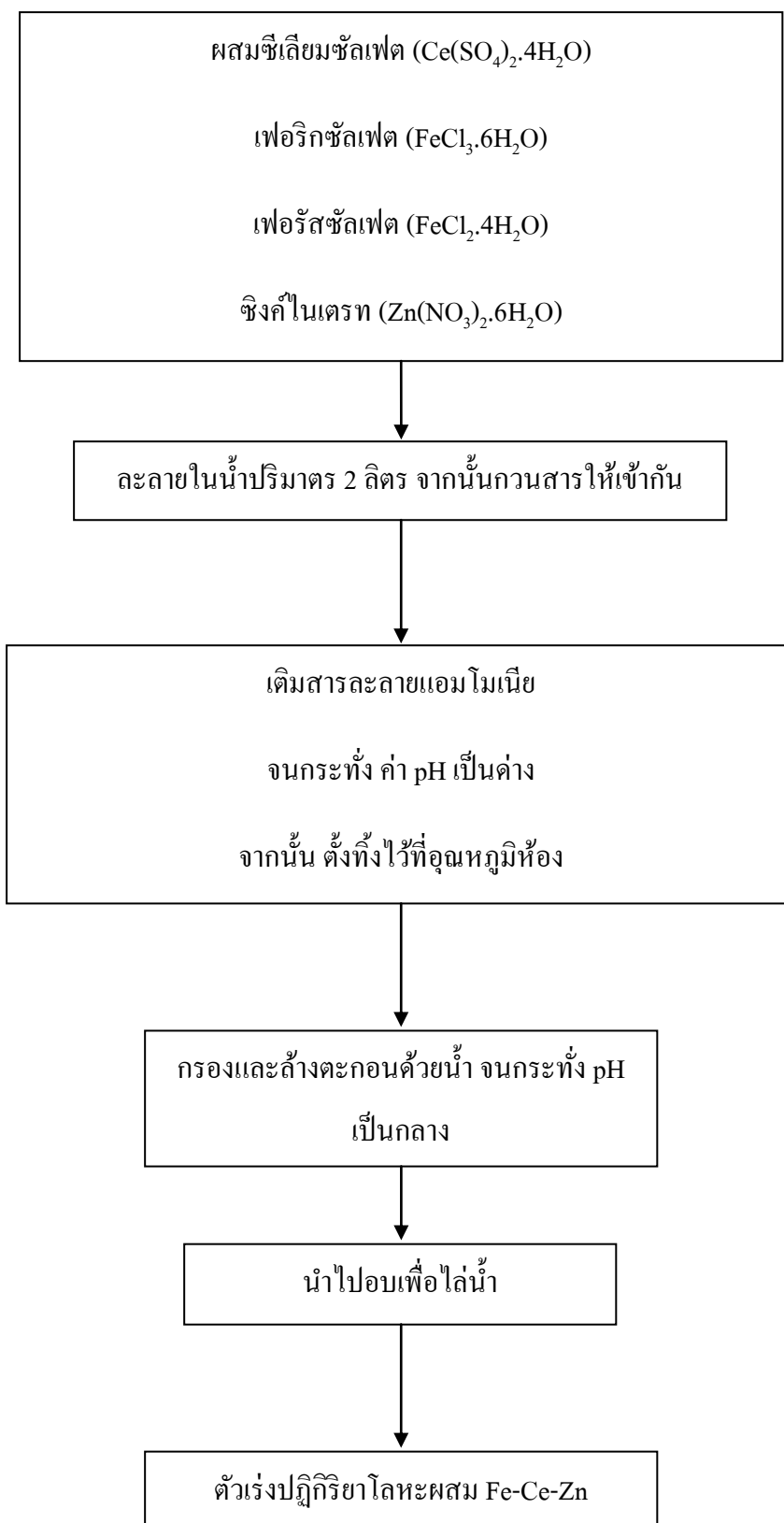
เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (coprecipitation) โดยการนำซีเลียมซัลเฟต ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง กับเฟอริกซัลเฟต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง และเฟอรัสซัลเฟต ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง ละลายรวมกันในน้ำปริมาตร 2 ลิตร จากนั้นทำการกวนสารให้เข้ากัน แล้วค่อยๆ หยดแอมโมเนีย จำนวน 6 โมลาร์ เพื่อปรับค่า pH ให้ได้ค่า pH เป็นค่าที่ตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นทำการกรองและใช้น้ำล้าง จนกระทั่งค่า pH เป็นกลาง แล้วนำไปอบเพื่อไล่น้ำ จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม Fe-Ce ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธุ์สำหรับการทดลอง โดยแสดงขั้นตอนการเตรียมดังภาพที่ 3



ภาพที่ 3 แผนภาพแสดงวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม Fe-Ce

3.2.2 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม Fe-Ce-Zn

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (coprecipitation) โดยการนำซีเลียมซัลเฟต ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง เฟอริกซัลเฟต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง เฟอรัสซัลเฟต ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง และซิงค์ไนเตรท ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จำนวนหนึ่ง ละลายรวมกันในน้ำปริมาตร 2 ลิตร จากนั้นทำการกวนสารให้เข้ากัน แล้วค่อยๆหยดแอมโมเนีย จำนวน 6 โมลาร์ เพื่อปรับค่า pH ให้ได้ค่า pH เป็นค่าที่ตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นทำการกรองและใช้น้ำล้าง จนกระทั่งค่า pH เป็นกลาง แล้วนำไปอบเพื่อไล่น้ำ จะได้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม Fe-Ce-Zn ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบวิวิธพันธ์สำหรับการทดลอง โดยแสดงขั้นตอนการเตรียมดังภาพที่ 4



ภาพที่ 4 แผนภาพแสดงวิธีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะผสม Fe-Ce-Zn

3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยา

1. วิเคราะห์โครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา

วิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Diffraction Spectroscopy (XRD) ในช่วงการสแกน $20-80^{\circ}$ เพื่อศึกษา ลักษณะของโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างของผลึกของแข็งจากลักษณะของอะตอม โดยจะให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละสารประกอบและสามารถบอกวิฤภาคเชิงผลึกของวัสดุได้ว่ามีความเป็นผลึกหรือมีความเป็นอสัณฐาน

2. วิเคราะห์พื้นที่ผิวและรูพรุนของตัวเร่งปฏิกิริยา

วิเคราะห์ด้วยวิธีบีอีที (BET, Brunauer-Emmett-Teller Method) โดยการศึกษาการดูดซับของแก๊ส ไนโตรเจนและใช้ประโยชน์จากไอโซเทิร์มของการดูดซับทางกายภาพที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว (-196 องศาเซลเซียส) โดยจะหาจำนวน โมเลกุลที่ใช้เพื่อเกิดการดูดซับแบบชั้นเดียวซึ่งจะทำให้สามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวได้

3. วิเคราะห์เชิงความร้อน (Thermal analysis TGA method)

วิธีการนี้สามารถหาปริมาณน้ำในผลึกและปริมาณการดูดซับที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเครื่องมือ Thermo gravimetric เป็นเทคนิคซึ่งอาศัยการเปลี่ยนแปลงอย่างต่อเนื่องของน้ำหนักของสารที่หายไป เมื่อได้รับความร้อนหรือเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นด้วยอัตราคงที่ค่าหนึ่ง อุณหภูมิที่ใช้จะเริ่มตั้งแต่อุณหภูมิห้อง จนถึง 700 องศาเซลเซียส โดยมีอากาศป้อนเข้าไปในระบบเท่ากับ 20 มิลลิลิตรต่อนาที และอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.2 สมบัติของน้ำเสีย

จากการส่งตรวจไปยังภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมขอนแก่นแล้ว ผลของน้ำเสียที่ได้ ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3 คุณลักษณะของน้ำเสียจริงจากโรงงานผลิตเยื่อกระดาษ

คุณลักษณะ	ผลที่ได้
COD (mg/l)	1,539
BOD (mg/l)	300
TSS (mg/l)	130
TDS (mg/l)	4,928
Color	3,000

เนื่องจากน้ำเสียจริงจากโรงงานเยื่อและกระดาษนั้น มีสารอินทรีย์หลายชนิดปนเปื้อน จึงยากต่อการควบคุม ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์น้ำเสียขึ้น เพื่อใช้ทดลองในห้องปฏิบัติการแลป

3.3.3 น้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้ในการทดลอง

1. นาลิกนิน (Lignin) จากบริษัท Aldrich จำนวน 3.5 กรัม มาทำการละลายในน้ำกลั่นซึ่งมีค่า pH เท่ากับ 11 ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร จะให้ความเข้มข้นของน้ำเสียเริ่มต้น 3500 มิลลิกรัมต่อลิตร
2. นำน้ำเสียสังเคราะห์ลิกนินซึ่งได้จากข้อ 1 มาทำการเจือจาง 10 เท่า ให้ได้ค่าความเข้มข้นของน้ำเสียเริ่มต้นที่ใช้ในการทดลอง 350 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งมีค่า COD อยู่ที่ประมาณ 1,760 มิลลิกรัมต่อลิตร พร้อมทำการทดลองในขั้นตอนต่อไป

3.3.4 การวิเคราะห์ซีโอดีโดยวิธีรีฟลักซ์แบบปิด/เปรียบเทียบสี (Closed-Reflux, Colorimetric Method) หลักการทั่วไป [29]

หลักการการวิเคราะห์ค่าซีโอดีโดยวิธีการรีฟลักซ์แบบปิดจะเหมือนกับวิธีการรีฟลักซ์แบบเปิด แต่มี ข้อดีคือสารอินทรีย์ที่ระเหยได้ง่ายจะสามารถถูกออกซิไดส์ได้มากกว่าในระบบปิดเมื่อเทียบกับการรีฟลักซ์ใน ระบบเปิดเพราะมีเวลาสัมผัสกับสารออกซิไดส์ได้นานกว่า ก่อนทำการทดลองควรตรวจสอบว่าปิดหลอดแก้วว่า มีรอยแตกตรงรอยต่อของ TFE liner หรือไม่ การเลือกขนาดของหลอดที่ใช้ขึ้นอยู่กับความไว (sensitivity) ที่ ต้องการ สำหรับตัวอย่างน้ำที่มีค่าซีโอดีต่ำควรใช้หลอดแก้วขนาด 25 x 150 มิลลิเมตร เพราะจะต้องใช้ ปริมาตรตัวอย่างน้ำที่มาก

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ภาชนะที่ใช้ในการย่อยสลาย (digest vessel)
2. ฮีตติงบล็อก (heating block)

3. เครื่องให้ความร้อนหรือเตาอบ (block heater or oven)
4. เครื่องเชื่อมแอมพูล (ampule sealer)
5. Spectrophotometer ที่สามารถวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 600 นาโนเมตรได้

รีเอเจนต์

1. น้ำยาล้างสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ความเข้มข้น 0.0167 โมลาร์ วิธีการเตรียม ซึ่งสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ (primary standard) โพแทสเซียมไดโครเมต 4.913 กรัม ซึ่งถูกทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 103 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง (Desiccator) ใส่งไปในน้ำกลั่นประมาณ 500 มิลลิลิตร ค่อยๆเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 167 มิลลิลิตร เติมนอร์คิวริกซัลเฟต 33.3 กรัม คนให้ละลาย ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วเจือจางให้มี ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น
2. กรดซัลฟิวริกรีเอเจนต์ ละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Silver Sulfate; Ag_2SO_4) จำนวน 5.5 กรัมต่อกรดซัลฟิวริก (Sulfuric Acid) จำนวน 1 กิโลกรัม หรือ ละลายซิลเวอร์ซัลเฟต จำนวน 22 กรัมในกรดซัลฟิวริก 4.0 กิโลกรัม โดยต้องใช้เวลาในการละลายนาน 1 - 2 วัน แต่ถ้าต้องการละลายให้เร็วขึ้นก็อาจจะใช้ วิธีการกวนอย่างต่อเนื่องซึ่งวิธีนี้จะสามารถละลายซิลเวอร์ซัลเฟตได้ภายในเวลา 30 นาที
3. กรดซัลฟิวริก เพื่อแก้สารแทรกสอดเนื่องจากไนไตรต์ในตัวอย่างน้ำ โดยใส่กรดซัลฟิวริก 10 มิลลิลิตร เพื่อกำจัดไนไตรต์ทุกๆ 1 มิลลิลิตร โดยใส่ภาชนะย่อยสลายก่อนที่จะนำไปรีฟลักซ์

วิธีวิเคราะห์

1. ล้างหลอดย่อยสลาย (Digestion Tubes) และฝาจุกด้วยกรดซัลฟิวริก ร้อยละ 20 ก่อนนำไปใช้ เพื่อป้องกัน การปนเปื้อนด้วยสารอินทรีย์
2. เลือกใช้ปริมาตรของตัวอย่างน้ำและสารเคมีที่เหมาะสม หมายเหตุ ในกรณีที่ใช้น้ำยาล้างสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (Potassium Dichromate Digestion Solution) ความเข้มข้น 0.0167 โมลาร์ ค่าซีไอของตัวอย่างน้ำ ควรอยู่ระหว่าง 50 - 400 มิลลิกรัมออกซิเจนต่อลิตร ถ้าตัวอย่างน้ำมีค่าซีไอคิมนกว่านี้จะต้องทำการเจือจางตัวอย่างน้ำนั้นก่อน เพื่อให้ตัวอย่างน้ำที่เจือจางแล้วมีซีไออยู่ในช่วงของการวิเคราะห์ การปิเปิดตัวอย่างน้ำในปริมาณน้อยๆควรใช้ความระมัดระวังอย่างมากเนื่องจากอาจจะเกิดความผิดพลาดได้ง่าย วิธีที่อาจจะนำมาใช้เพื่อแก้ปัญหานี้คือการชั่งรีเอเจนต์และตัวอย่างรวมทั้งสารละลาย อื่นๆที่ใช้แทนการปิเปิดโดยต้องคำนวณหาความหนาแน่นของสารละลายหรือรีเอเจนต์ที่ใช้ หรืออาจจะใช้ไมโครปิเปิดแทนก็ได้

3. นำตัวอย่างน้ำมาใส่หลอดย่อยสลายหรือแอมพูลที่เตรียมไว้ เติมสารละลายที่ใช้ในการย่อยสลาย ซึ่งได้แก่ สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต
4. ค่อยๆ เทกรดซัลฟิวริกเอเจนต์ลงไปในหลอดโดยให้กรดซัลฟิวริกเอเจนต์ไหลลงก้นหลอดแก้ว เพื่อให้ ชั้นของกรดอยู่ได้ชั้นตัวอย่างน้ำและน้ำย่อยสลาย
5. ปิดจุกหลอดแก้วให้แน่นหรือถ้าใช้แอมพูลก็ให้เชื่อมต่อให้สนิท แล้วคว่ำหลอดแก้วไปมาหลายๆ ครั้งเพื่อ ผสมให้เข้ากันอย่างทั่วถึง ข้อควรระวัง ในขณะที่ผสมในภาชนะให้ใส่หน้ากากป้องกัน (face shield) และให้ใส่ถุงมือเพื่อป้องกันความร้อนด้วย ต้องผสมของผสมให้เข้ากันให้ดีก่อนนำไปทำการรีฟลักซ์ เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดความร้อนสะสมอยู่เฉพาะที่ก้นหลอด เพราะอาจทำให้ระเบิดได้
6. นำหลอดทดลองเหล่านี้ไปใส่ในเครื่องย่อยสลาย (block digestion) หรือเตาอบ (Hot Air Oven) ซึ่งได้ทำให้ร้อนถึงอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสก่อน ใช้เวลารีฟลักซ์นาน 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง โดยนำหลอดทดลองมาวางไว้ใน test tube rack (ที่วางหลอดทดลอง) หมายเหตุ ฝาจุกของหลอดทดลองที่อาจเกิดการชำรุดในขณะที่ทำการย่อยสลายในเตาอบ จะทำให้เกิดการ ปนเปื้อน และทำให้มีการสูญหายของสารอินทรีย์ได้ ดังนั้นจึงควรที่จะต้องระมัดระวังสำหรับการย่อยสลายในเตาอบจะใช้อุณหภูมิที่ 150 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. หลังจากการย่อยสลายแล้วให้นำหลอดย่อยสลายออกจากเตาอบและทิ้งให้เย็น
8. ด้วยวิธีทำเช่นเดียวกันในข้อ 1 ถึง ข้อ 6 แต่ให้ใช้สารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 20 ถึง 900 ไมโครกรัมต่อลิตร อย่างน้อย 5 ความเข้มข้น โดยใช้ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานเท่ากับตัวอย่างที่ใช้
9. ด้วยวิธีทำเช่นเดียวกัน ให้รีฟลักซ์น้ำกลั่น (blank) ซึ่งจะมีรีเอเจนต์ต่างๆ และปริมาตรน้ำกลั่น เท่ากับปริมาตรของตัวอย่างน้ำที่ใช้
10. ผสมสารละลายในหลอดย่อยสลายให้เข้ากันอย่างดีทั้งตัวอย่าง แบลงค์และสารละลายมาตรฐาน ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้นให้ตั้งสารละลายทิ้งไว้จนตะกอนนอนก้นแล้วนำสารละลายที่ใสไม่มีตะกอนมาวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร
11. ทำกราฟมาตรฐาน (Standard or Calibration Curve) และหาค่าซีไอดีของตัวอย่างจากกราฟมาตรฐาน

การคำนวณ

$$\text{COD} = 1000 \text{ A/B}$$

เมื่อ COD = ค่าซีไอดีหน่วยเป็นมิลลิกรัมออกซิเจนต่อลิตร

A = ปริมาณออกซิเจนของตัวอย่างที่อ่านได้จากกราฟมาตรฐาน หน่วยเป็นมิลลิกรัม

B = ปริมาตรตัวอย่างที่ใช้ หน่วยเป็นมิลลิลิตร

3.3.5 วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้สามารถแบ่งเป็น 3 กระบวนการดังต่อไปนี้ คือ การเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-Ce และ Fe-Ce-Zn การเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) และค่า pH โดยทำการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบกะดังภาพที่ 5



ภาพที่ 5 ไดอะแกรมของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะที่ใช้ในการทดลอง

3.3.5.1 การเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-Ce และ Fe-Ce-Zn ที่มีต่อประสิทธิภาพร้อยละการลดลงของค่า COD

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร รวมทั้งใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปบีกเกอร์ จากนั้นนำมาวางไว้ในตู้ทำการทดลอง

2. กำหนดให้ปริมาณความเข้มข้นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) คงที่ที่จำนวนหนึ่ง และทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-Ce และ Fe-Ce-Zn ปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง จากนั้นเปิดเครื่อง magnetic stirrer

3. ทำการเก็บตัวอย่างที่เวลา 5 10 20 30 60 และ 120 นาที ปริมาตรครั้งละ 5 มิลลิลิตร

4. นำตัวอย่างที่เก็บจากขั้นตอนที่แล้วมาทำการเจือจางให้ได้ความเข้มข้นที่เหมาะสมต่อการรีฟลักซ์

5. นำสารละลายตัวอย่างที่ได้จากการเจือจางปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร โดยนำตัวอย่างมาใส่ในหลอดทดลอง

6. เติมสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดซัลฟิวริกเจือเจียนต์ ปริมาตร 3.5 มิลลิลิตร

7. เมื่อสารละลายผสมเข้ากันดีแล้ว นำไปใส่เครื่องย่อยสลายสารอินทรีย์ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง

8. ทำการวิเคราะห์หาค่า COD โดยนำหลอดทดลองไปใส่ในเครื่อง UV-Visible Spectrometer

3.3.5.2 การเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่มีต่อประสิทธิภาพหรือผลการลดลงของค่า COD

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ ปริมาตร 300 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร รวมทั้งใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปในบีกเกอร์ จากนั้นนำมาวางไว้ในตู้ทำการทดลอง

2. กำหนดให้ปริมาณความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-Ce และ Fe-Ce-Zn คงที่ที่จำนวนหนึ่ง หลังจากนั้น ทำการปรับปริมาณความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง จากนั้นเปิดเครื่อง magnetic stirrer

3. ทำการเก็บตัวอย่างที่เวลา 5 10 20 30 60 และ 120 นาที ปริมาตรครั้งละ 5 มิลลิลิตร

4. นำตัวอย่างที่เก็บจากขั้นตอนที่แล้วมาทำการเจือจางให้ได้ความเข้มข้นที่เหมาะสมต่อการรีฟลักซ์

5. นำสารละลายตัวอย่างที่ได้จากการเจือจางปริมาตร 2.5 มิลลิลิตร โดยนำตัวอย่างมาใส่ในหลอดทดลอง

6. เติมสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดซัลฟิวริกเจือเจียนต์ ปริมาตร 3.5 มิลลิลิตร

7. เมื่อสารละลายผสมเข้ากันดีแล้ว นำไปใส่เครื่องย่อยสลายสารอินทรีย์ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง

8. ทำการวิเคราะห์หาค่า COD โดยนำหลอดทดลองไปใส่ในเครื่อง UV-Visible Spectrometer

3.3.5.3. การหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการออกแบบการทดลองแบบ Box-Behnken design เพื่อหาการย่อยสลายลิกนินในน้ำเสียจากโรงงานเยื่อและกระดาษโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา Fe-Ce-Zn

1. ออกแบบปัจจัยการทดลองแบบ Box-Behnken design ที่มี 3 ปัจจัย 3 ระดับ ดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ปัจจัยและระดับของปัจจัยของการออกแบบการทดลอง

ปัจจัย	ระดับของปัจจัย		
	-1	0	1
X_1 : pH	3	7	11
X_2 : ปริมาณความเข้มข้นของ H_2O_2 (มิลลิกรัมต่อลิตร)	0	412	824
X_3 : ปริมาณความเข้มข้นของ Fe-Ce-Zn (กรัมต่อลิตร)	1	3.5	6

2. ออกแบบการทดลองแบบ Box-Behnken design ที่มีปัจจัย 3 ปัจจัย 3 ระดับ ภาวะที่ได้จากการออกแบบการทดลอง ดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ผลการออกแบบการทดลองโดยใช้ Box-Behnken design

Run	pH	H_2O_2 concentration (mg/l)	Catalyst loading (g/l)
1	7	0	6.0
2	7	412	3.5
3	3	412	6.0
4	11	0	3.5
5	7	412	3.5
6	11	412	6.0
7	7	824	6.0
8	3	412	1.0
9	11	824	3.5
10	7	0	1.0
11	3	0	3.5
12	3	824	3.5
13	7	824	1.0
14	7	412	3.5
15	11	412	1.0

และทำการตรวจสอบโดยใช้ Least square of error ในการคำนวณ เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์ของสมการ quadratic ดังสมการที่ 3.1

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 \quad (3.1)$$

โดยที่ Y คือ ตัวแปรตอบสนอง (ร้อยละการลดลงของค่า COD)

β คือ สัมประสิทธิ์ของสมการการถดถอย

X คือ ตัวแปรอิสระ