

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.1.1 เครื่อง pH meter รุ่น 340, Mettler
- 3.1.2 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM/EDX)
- 3.1.3 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)
- 3.1.4 เตาเผาไฟฟ้า (muffle furnace) บ.ดีทแฮล์ม
- 3.1.5 เตา COD (COD reactor) รุ่น hanna 09800
- 3.1.6 เครื่อง Spectrophotometer รุ่น hatch 7500
- 3.1.7 เครื่องเขย่าตะแกรงร่อนแยกขนาด (Sieve), Retsch AS 200
- 3.1.8 เครื่องเขย่าสาร รุ่น Gallenkamp
- 3.1.9 เครื่องบด (Blender)
- 3.1.10 เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น AB 20 YS, Mettler
- 3.1.11 เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง รุ่น BB2400
- 3.1.12 ตู้อบ (Oven) รุ่น DIN 12880-KI, Memmert
- 3.1.13 เครื่องปั่นแยกสาร (Centrifuge) รุ่น Labofuge 200, Kendo Laboratory product
- 3.1.14 เครื่องกวนแม่เหล็กหมุน (Magnetic stirrer) รุ่น HTR 8068, Hytrel
- 3.1.15 ปีกเกอร์ (Beaker)
- 3.1.16 หลอดทดสอบ (Test tube)
- 3.1.17 ชุดกรองสุญญากาศ (Suction flask และ Buchner funnels)
- 3.1.18 ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)
- 3.1.19 ขวดทดลอง ขนาด 12 มิลลิลิตร
- 3.1.20 กระบอกตวง (Cylinder)
- 3.1.21 ไมโครปิเปต ขนาด 0.5-10 มิลลิลิตร
- 3.1.22 โถดูดความชื้น (Desiccator)
- 3.1.23 ขวดปริมาตร (Volumetric flask)
- 3.1.24 แท่งแก้วคน (Stirring rod)
- 3.1.25 หลอดหยด (Dropper)
- 3.1.26 ช้อนตักสาร (Spatula)
- 3.1.27 ขวดน้ำกลั่น (Wash Bottle)

3.2 วัสดุและสารเคมี

- 3.2.1 เถ้าขี้เถ้า
- 3.2.2 ถ่านกัมมันต์ทางการค้า
- 3.2.3 สารละลายกรดซัลฟูริก
- 3.2.4 สารประกอบโปแตสเซียมไดโครเมต (KBr), FTIR grade
- 3.2.5 กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid), Analytical reagent grade
- 3.2.6 แคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Calcium Hydroxide), Analytical reagent grade
- 3.2.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide), Analytical reagent grade
- 3.2.8 กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid), Analytical reagent grade
- 3.2.9 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide), Analytical reagent grade
- 3.2.10 ซิงค์คลอไรด์ (Zinc chloride), Analytical reagent grade
- 3.2.11 กระดาษกรองเบอร์ 1 (Whatman)
- 3.2.12 กระดาษกรองเบอร์ 2 (Whatman)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมตัวดูดซับ

3.3.1.1 ถ่านซังข้าวโพด

นำซังข้าวโพดไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำซังข้าวโพดไปเผาอบอากาศให้เป็นถ่านที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ภายใต้อัตราการไหลของไนโตรเจน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมงนับตั้งแต่อุณหภูมิถึง 500 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็นในเตาจากนั้นเก็บไว้ในโถสุญญากาศเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.3.1.2 เถ้าขี้เถ้า

นำไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ในโถสุญญากาศเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.3.1.3 เถ้าขี้เถ้า

นำไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเก็บไว้ในโถสุญญากาศเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.3.1.4 เถ้าขี้เถ้าล้างด้วยน้ำ

ชั่งเถ้าขี้เถ้าปริมาณ 100 กรัม มาแช่ในน้ำกลั่นพร้อมทั้งกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำมาล้างด้วยน้ำหลายๆ ครั้งจนมีค่าความเป็นกรด-ด่างคงที่ประมาณ 9.03 จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส จากนั้นเก็บไว้ในโถสุญญากาศเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.3.1.5 เถ้าขี้เถ้าที่ผ่านการกระตุ้นด้วยซิงค์คลอไรด์ ($ZnCl_2$)

ซังเถ้าขี้เถ้าล้างน้ำผสมกับซิงค์คลอไรด์ ด้วยอัตราส่วน 1:1 นำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ภายใต้อัตราการไหลของไนโตรเจน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นับตั้งแต่อุณหภูมิถึง 500 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็น จากนั้นนำเถ้าขี้เถ้าที่ผ่านการกระตุ้นมาล้างด้วย 0.5 N กรดไฮโดรคลอริก และน้ำกลั่นร้อนจนกระทั่งค่าพีเอชคงที่ และล้างครั้งสุดท้ายด้วยน้ำกลั่น นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส

3.3.1.6 เถ้าขี้เถ้าที่ผ่านการกระตุ้นด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)

ซังเถ้าลอยขี้เถ้าล้างน้ำผสมกับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ด้วยอัตราส่วน 1:1 และ 1:2 นำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 และ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้อัตราการไหลของไนโตรเจน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นับตั้งแต่อุณหภูมิถึง 500 และ 800 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เย็น จากนั้นนำเถ้าลอยขี้เถ้าที่ผ่านการกระตุ้นมาล้างด้วย 0.5 N กรดไฮโดรคลอริก และน้ำกลั่นร้อนจนกระทั่งค่าพีเอชคงที่ และล้างครั้งสุดท้ายด้วยน้ำกลั่น นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส

3.3.1.7 ถ่านกัมมันต์ทางการค้า

ล้างน้ำจนพีเอชคงที่แล้วนำไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเก็บเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

3.3.2 การวัดค่าซีโอดี (COD) ด้วยวิธีรีฟลักซ์ปิดแบบเทียบสี [39]

หลักการ

ภายใต้สภาวะรีฟลักซ์ในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นที่อุณหภูมิสูงสารอินทรีย์ในน้ำจะถูกออกซิไดซ์โดยสารละลายโพแตสเซียมไดโครเมตที่ทราบความเข้มข้นและมีปริมาณเกินพอที่ทราบจำนวน หลังรีฟลักซ์แล้ววัดปริมาณโพแตสเซียมไดโครเมตที่เหลือ

วิธีวิเคราะห์

1. ตี้อ่างหลอดแก้วและฝาปิดด้วยสารละลายกรดกำมะถัน 20% เสมอทุกครั้งก่อนใช้งาน
2. ปิเปิดน้ำตัวอย่าง 2.5 มิลลิลิตร ลงในหลอดย่อย เติมสารละลายโพแตสเซียมไดโครเมต ปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร ตามด้วยกรดกำมะถันอย่างช้าๆ ปริมาตร 3.5 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น และเขย่าผสมกันให้ดี สำหรับเบลงค์ให้ใช้น้ำกลั่นแล้วทำเหมือนตัวอย่าง
3. วางหลอดย่อยในเตาซีโอดี ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เสร็จแล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
4. ทำการวัดสีของตัวอย่างด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร นำค่า absorbance ที่ได้ไปอ่านค่าซีโอดี(มิลลิกรัมต่อลิตร) จากกราฟมาตรฐาน

การเตรียมกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานซีไอดี ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ที่มีความเข้มข้น 50, 100, 300, 500 และ 900 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้สารละลายมาตรฐาน Potassium hydrogen phthalate (KHP) ที่มีซีไอดีเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร ย่อยตัวอย่างและวัดสีตามข้อ 1-4 แล้วเขียนกราฟ Absorbance กับความเข้มข้นของ KHP จะได้กราฟเส้นตรง

3.3.3 การศึกษาลักษณะและคุณสมบัติของถ้ำลอยซีลี้อย

นำถ้ำลอยซีลี้อย ไปวัดด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) และเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ในการส่องเพื่อดูพื้นที่ผิว จะนำถ้ำซีลี้อยที่ผ่านการอบแห้งแล้วไปทำการเคลือบตัวอย่างด้วยทองแล้วจึงนำไปส่องดูที่กำลังขยายต่างๆ ส่วนการวิเคราะห์องค์ประกอบต่างๆของถ้ำซีลี้อย จะนำถ้ำซีลี้อยที่ผ่านการอบแห้งแล้วไปทำการเคลือบตัวอย่างด้วยคาร์บอนแล้วจึงนำไปวิเคราะห์

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) จะนำถ้ำซีลี้อยก่อนและหลังการดูดซับที่ผ่านการอบแห้งแล้วไปทำการบดผสมกับ KBr ในอัตราส่วนถ้ำซีลี้อยต่อ KBr (1:100) ผสมให้เข้ากันแล้วนำไปบรรจุในที่ใส่ตัวอย่างแล้วจึงนำไปวิเคราะห์

3.3.4 การศึกษาการบำบัดซีไอดีที่เวลาต่างๆ

นำตัวดูดซับปริมาณ 0.5 กรัม นำมาทดสอบกับน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซตปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดทดลอง นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่างๆ คือ 10, 20, 30, 60, 120, 180, 240, 300 และ 360 นาที เพื่อหาเวลาเข้าสู่สมดุล (Equilibrium time) (ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง) จากนั้นนำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่างด้วยเครื่อง pH meter จากนั้นนำไปเหวี่ยงให้ตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแยกขนาด (Centrifuge) ที่ความเร็วรอบ 4,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าซีไอดี

3.3.5 การศึกษาผลของการเพิ่มปริมาณตัวดูดซับในการบำบัดซีไอดีน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต

ตัวดูดซับปริมาณต่างๆ คือ 0.1, 0.5, 1.0 และ 2.0 กรัม นำมาทดสอบกับน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดทดลอง นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลาเข้าสู่สมดุลจากข้อ 3.3.4 (ทำการทดลอง 3 ซ้ำ) จากนั้นนำไปเหวี่ยงให้ตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแยกขนาด ที่ความเร็วรอบ 4,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที และนำส่วนที่เป็นสารละลายไปวัดค่าซีไอดี

3.3.6 การศึกษาผลของค่าความเป็นกรด - ด่างเริ่มต้นต่อการบำบัดชีโอดีน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต

นำตัวดูดซับปริมาณ 0.5 กรัม มาทดสอบกับน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่มีค่าความเป็นกรด - ด่างเท่ากับ 3, 5, 7, 9 และ 11 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดทดลอง นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลาเข้าสู่สมดุลจากข้อ 3.3.4 (ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง) จากนั้นนำไปเหวี่ยงให้ตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแยกขนาด ที่ความเร็วรอบ 4,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที และนำส่วนที่เป็นสารละลายไปวัดค่าชีโอดี

3.3.7 การศึกษาประสิทธิภาพการบำบัดชีโอดีของน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต

นำตัวดูดซับปริมาณ 0.5 กรัม มาทดสอบกับน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดทดลอง นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลาเข้าสู่สมดุลจากข้อ 3.3.4 (ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง) จากนั้นนำไปเหวี่ยงให้ตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแยกขนาด ที่ความเร็วรอบ 4,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที และนำส่วนที่เป็นสารละลายไปวัดค่าชีโอดี

3.3.8 การศึกษาไอโซเทอมของการดูดซับชีโอดีจากน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต

นำตัวดูดซับ 0.5 กรัม มาทดสอบกับน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้นของน้ำเสียเจือจางในสัดส่วนของน้ำเสียจริง (100%) ต่อน้ำกลั่นเท่ากับ 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 80% และ 100% (v/v) ใส่ในขวดทดลอง นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลาเข้าสู่สมดุลจากข้อ 3.3.4 จากนั้นนำไปวัดค่าความเป็นกรด - ด่าง และนำไปเหวี่ยงให้ตกตะกอนด้วยเครื่องปั่นแยกขนาด ที่ความเร็วรอบ 4,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำส่วนสารละลายไปวัดค่าชีโอดี

3.3.9 การศึกษาการแยกชะ

นำตัวดูดซับที่ถูกดูดซับด้วยน้ำเสียโรงพิมพ์ออฟเซต 0.5 กรัม มาทดสอบกับสารแยกชะ ที่ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น, น้ำกลั่น 100 องศาเซลเซียส, โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.1 และ 0.5 M ตามลำดับ ที่ความเร็วรอบ 4,500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำส่วนสารละลายไปวัดค่าชีโอดีที่ถูกชะออกมา