

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย มีดังนี้

- เครื่อง Inductive Couple Plasma Spectroscopy (ICP) (Jobin Yvon model JY 124)
- เครื่อง Surface area analyzer : Quantachrome Autosorb-1
- X-ray fluorescence spectrometry : Philips model PW2400
- เครื่อง Scanning Electron Microscope รุ่น JEOL, JSM-5800, Japan
- เครื่อง pH meter : Delta 340, METTLER TOLEDO
- เครื่องเขย่า (Vortex) : Genie-2, USA
- เครื่อง Hot plate stirrer : IKA , Model C-MAG HS7
- ตู้อบ (Hot air oven): DIN 12880-KI, METTLER, Germany
- เครื่องปั่นแยก (Centrifuge) : Labofuge 200, Heraeus, SEPATECH, Germany
- ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 75 ไมโครเมตร
- เตาอบ (Oven) รุ่น DIN 1288-KI
- กระดาษกรอง: Whatman No.2 และ No.5
- เครื่องชั่งละเอียด 2 , 4 ตำแหน่ง
- หลอดทดลอง (Tube)
- หลอดหยด
- ปิเปต (Pipette)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 100, 250 และ 500 มิลลิลิตร
- โหลแก้ว
- ขวดใส่ตัวอย่าง ขนาด 20 มิลลิลิตร
- กรวยกรอง(Filter funnel)
- ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer funnel)
- ไมโครปิเปต (Micro pipette) ขนาด 1000, 5000 ไมโครลิตร
- ขามกระเบื้อง

2. สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการวิจัย

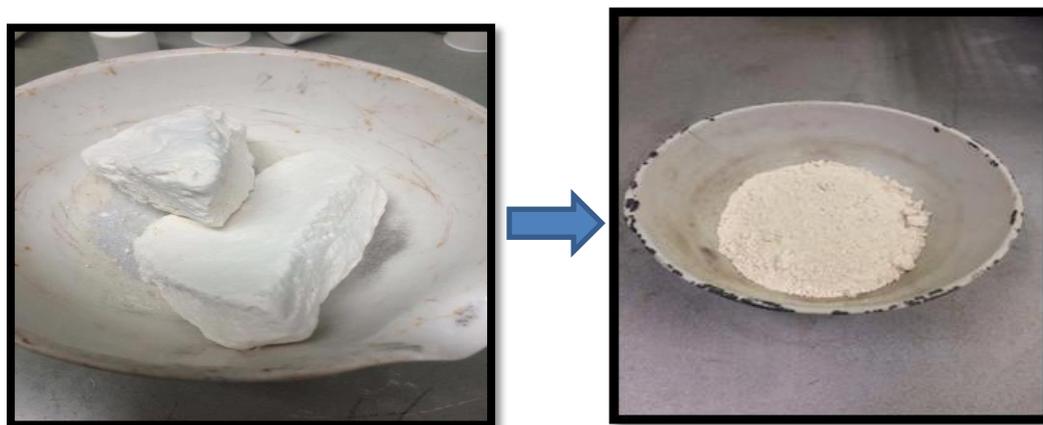
- กรดซัลฟูริก (H₂SO₄) : Merck, Germany
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl) : Merck, Germany
- แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl₂) : Merck, Germany
- โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) : Merck, Germany

การเตรียมสารหนูที่ปนเปื้อนในน้ำ

น้ำที่ปนเปื้อนสารหนูที่ใช้ในการทดลองเป็นการเตรียมสารละลาย As (V) ที่มีความเข้มข้นเท่ากับ 2 มิลลิกรัม/ลิตร

วิธีการเตรียมดินขาว (Kaolin) และแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ (Montmorillonite)

นำดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ ที่เป็นก้อนมาบดให้ละเอียด จากนั้นนำไปบดละเอียด แล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรง (Sieve) โดยใช้ตะแกรงขนาด 200 เมช หลังจากทีผ่านตะแกรงเรียบร้อยแล้วให้นำดินไปเข้าเตาอบ (Oven) เพื่อที่จะไล่ความชื้น อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน หลังจากนั้นเก็บดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ เก็บในโถไล่ความชื้น (Desiccator)



ภาพที่ 3.1 การเตรียมดินขาว (Kaolin)



ภาพที่ 3.2 การเตรียมดินมอนต์มอริลโลไนต์ (Montmorillonite)

การปรับสภาพดินขาว (Modified kaolin) และปรับสภาพแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ (Modified montmorillonite) ด้วยวิธีทางกายภาพร่วมกับเคมี

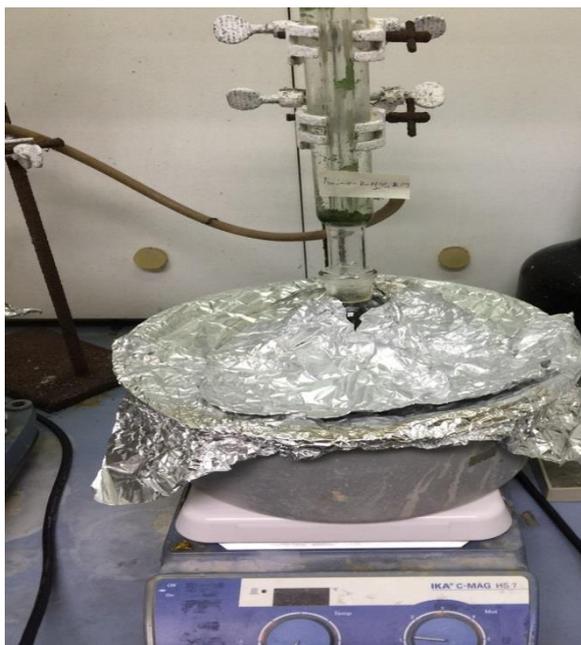
การปรับสภาพทางกายภาพด้วยการบด-เผาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสและปรับสภาพทางเคมีด้วยสารเคมีได้แก่ กรดซัลฟูริก, กรดไฮโดรคลอริก แคลเซียมคลอไรด์และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน โดยนำดินตัวอย่างจากขั้นตอนการเตรียมดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ จากนั้นนำมาบดด้วยเครื่องบด (Planetary ball mill) ด้วยความเร็ว 300 รอบต่อนาที และนำมาผ่านตะแกรงขนาด 400 เมช และนำเผาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสจากนั้นนำมาจากนั้นนำมารีฟลักซ์ด้วยกรดซัลฟูริก กรดไฮโดรคลอริก แคลเซียมคลอไรด์และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.2, 1 และ 2.0 โมลาร์ อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ในอัตราส่วนดิน(g) : สารละลาย (ml) = 1 : 50 จากนั้นนำดินที่ได้มาล้างด้วยน้ำกลั่น จนกระทั่งพีเอชคงที่ แล้วนำไปอบที่ 60 °C เพื่อนำมาใช้งานในการดูดซับสารหนูต่อไป



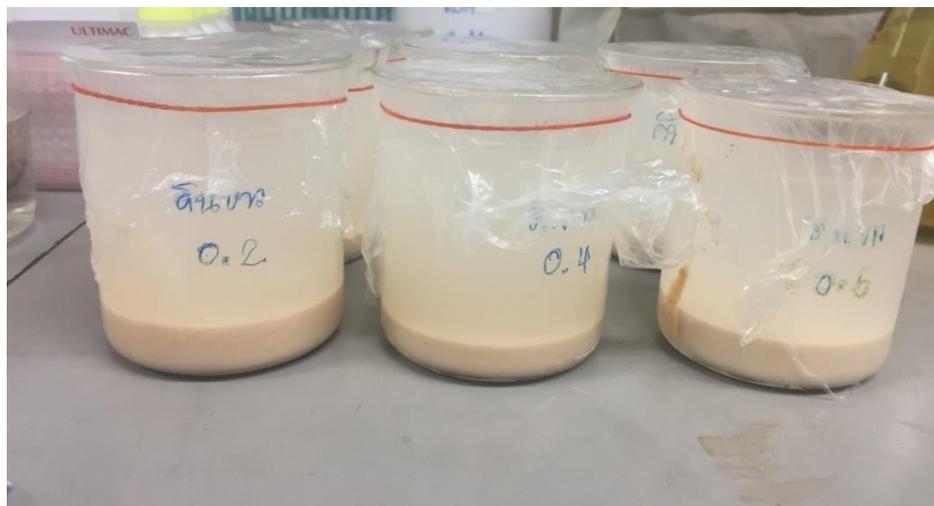
ภาพที่ 3.3 การบดด้วยเครื่องบด (Planetary ball mill)



ภาพที่ 3.4 การร่อนตัวอย่างผ่านตะแกรงร่อน



ภาพที่ 3.5 การรีฟลักซ์ (Reflux) สารเคมีบนตัวดูดซับ



ภาพที่ 3.6 การปรับสภาพทางเคมีด้วยโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ของดินขาว



ภาพที่ 3.7 การปรับสภาพทางเคมีด้วยโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ของแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์

การศึกษาคุณลักษณะของดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ปรับสภาพทางกายภาพร่วมกับเคมี

1.Scanning Electron Micrope with Electron Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM/EDS)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM/EDS เป็นการส่องเพื่อดูพื้นที่ผิวของตัวดูดซับชนิดต่าง ๆ ที่ผ่านการอบแห้งแล้วทำการเคลือบตัวอย่างด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูที่กำลังขยายต่าง ๆ เพื่อดูลักษณะพื้นที่ผิวของตัวดูดซับโดยเครื่อง SEM จะต่อเข้ากับ EDS เพื่อที่จะทำให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ของตัวดูดซับได้

2. ศึกษาวิเคราะห์พื้นที่จำเพาะ (BET surface area) ของตัวดูดซับชนิดต่าง ๆ

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (BET surface area) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน (Pore size diameter) และปริมาตรรูพรุนทั้งหมด (Total pore volume) ของตัวดูดซับชนิด ต่างๆ จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Surface area analyzer (Quantachrome, Autosorb-1) โดยนำตัวดูดซับที่ผ่านการอบแห้งแล้วบรรจุที่ใส่ตัวอย่างแล้วจึงนำไปวิเคราะห์จะใช้ก๊าซไนโตรเจนเป็นสารในการดูดซับ (Adsorption) และการคาย (Desorption) ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ภายใต้การปล่อยก๊าซไนโตรเจน จำนำไปคำนวณโดยใช้สมการ Brunauer-Emmet-Teller (BET) นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้จาก T-plot method สามารถคำนวณค่าปริมาตรของรูพรุนขนาดเล็ก (Micropore volume) และ ปริมาตรของรูพรุนขนาดกลาง (Mesopore volume) ด้วย

ศึกษาผลของความเข้มข้นและชนิดของสารเคมีที่ใช้ในการปรับสภาพดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ในการดูดซับสารหนู (V) ในน้ำ

นำดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการปรับสภาพด้วยกรดซัลฟูริก กรดไฮโดรคลอริก แคลเซียมคลอไรด์ และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ความเข้มข้นต่างๆ 0.2, 1 และ 2 M ที่ได้เตรียมไว้แล้วมาดูดซับน้ำที่ปนเปื้อนสารหนู (V) ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 2 มิลลิกรัม/ลิตร โดยนำตัวอย่างปริมาณ 0.2 กรัม มาใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีปริมาตรของน้ำที่ปนเปื้อนสารหนู 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปเขย่าที่เครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที, อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 24 ชั่วโมง (ทำการทดลอง 3 ซ้ำ) และต่อมานำสารละลายมากรองด้วยกระดาษกรอง เบอร์ 4 (Whatman. No.4) แล้วนำส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณสารหนูที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง ICP (Inductive Coupled plasma, รุ่น JY2000)

การศึกษาปริมาณที่เหมาะสมของการดูดซับสารหนูในน้ำด้วยตัวดูดซับต่าง ๆ

นำดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการปรับสภาพทางกายภาพและเคมีแล้ว ปริมาณ 0.04, 0.06, 0.08, 0.12, 0.14, 0.18, 0.2, 0.4 และ 0.6 กรัม มาใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีปริมาตรของน้ำที่ปนเปื้อนสารหนู 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปเขย่าที่เครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 24 ชั่วโมง (ทำการทดลอง 3 ซ้ำ) และต่อมานำสารละลายมากรองด้วยกระดาษกรอง เบอร์ 4 (Whatman. No.4) แล้วนำส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณสารหนูที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง ICP (Inductive Coupled plasma, รุ่น JY2000)

การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับสารหนูในน้ำด้วยตัวดูดซับต่าง ๆ

นำดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการปรับสภาพทางกายภาพและเคมีแล้ว ที่มีปริมาณตัวดูดซับที่เหมาะสม ใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีน้ำที่ปนเปื้อนสารหนู ปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปเขย่าที่ (Shaker) ที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลาต่าง ๆ ตั้งแต่ 2, 4, 6, 12, 24 และ 48 ชั่วโมง (ทำการทดลอง 3 ซ้ำ) และต่อมานำสารละลายมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 (Whatman. No.4) แล้วนำส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณสารหนูที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง ICP (Inductive Coupled plasma, รุ่น JY2000)

การศึกษาพีเอชที่เหมาะสมในการการดูดซับสารหนูในน้ำด้วยตัวดูดซับต่าง ๆ

นำดินขาวดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการปรับสภาพทางกายภาพและสารเคมีแล้ว ปริมาณ 0.2 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีปริมาตรของน้ำที่ปนเปื้อนสารหนูปริมาตร 10 มิลลิลิตร โดยปรับพีเอชของระบบตั้งแต่ 2, 4, 5,6 และ จากนั้นนำไปเขย่าที่เครื่องเขย่า (Shaker) ที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ที่เวลา 24 ชั่วโมง (ทำการทดลอง 3 ซ้ำ) และต่อมานำสารละลายมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 (Whatman. No.4) แล้วนำส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณสารหนูที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง ICP (Inductive Coupled plasma, รุ่น JY2000)

การศึกษาไอโซเทอม (Adsorption isotherm) การดูดซับสารหนูด้วยตัวดูดซับต่าง ๆ

นำดินขาวบด ดินมอนต์มอริลโลไนต์บด ดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการปรับสภาพทางกายภาพและเคมีแล้ว ปริมาณต่าง ๆ 0.04, 0.06, 0.08, 0.12, 0.14, 0.18 กรัม มาใส่ขวด

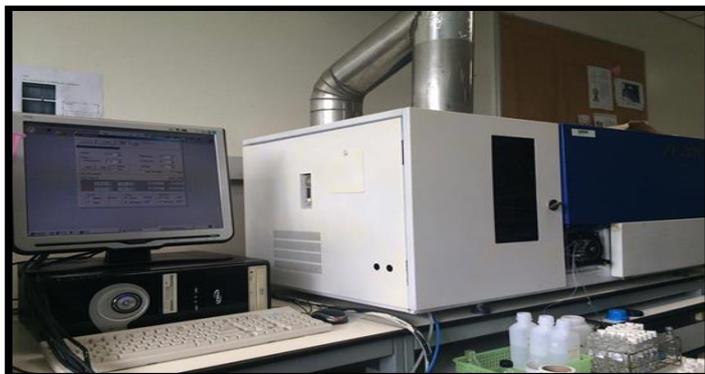
ชมพูที่มีปริมาตรของน้ำที่ปนเปื้อนสารหนู 10 มิลลิลิตร นำไปเขย่าที่เครื่องเขย่า ที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาที่เหมาะสมและปรับพีเอชให้เหมาะสม จากนั้นนำสารละลายมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 (Whatman. No.4)) แล้วนำส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณสารหนูที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง ICP (Inductive Coupled plasma, รุ่น JY2000) และคำนวณหาความจุของการดูดซับตามสมการไอโซเทอมของแลงเมออร์



ภาพที่ 3.8 การนำตัวอย่างเข้าเครื่องเขย่า (Shaker)



ภาพที่ 3.9 การกรองสารละลายสารหนูจากตัวดูดซับด้วยกระดาษกรอง



ภาพที่ 3.10 เครื่อง Inductive Coupled plasma (ICP)

การศึกษาผลของสัดส่วนอลูมิเนียมในองค์ประกอบของตัวดูดซับต่อประสิทธิภาพการดูดซับสารหนูที่ปนเปื้อนในน้ำจากตัวดูดซับต่าง ๆ

นำดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ปรับสภาพทางกายภาพร่วมกับเคมีแล้วมาวิเคราะห์หาปริมาณ Al_2O_3 ตลอดจนองค์ประกอบของธาตุอื่น ๆ เช่น SiO_2 Fe_2O_3 CaO โดยเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์คือ X-ray fluorescence spectrometry (Bruker, model S4) โดยนำ 1 กรัมของตัวอย่างมาผสมกับ Cassava powder จากนั้นนำไปอัดในดิสก์ จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectrometry

การศึกษาการแยกชะ (Desorption) สารหนูในน้ำออกจากตัวดูดซับต่าง ๆ

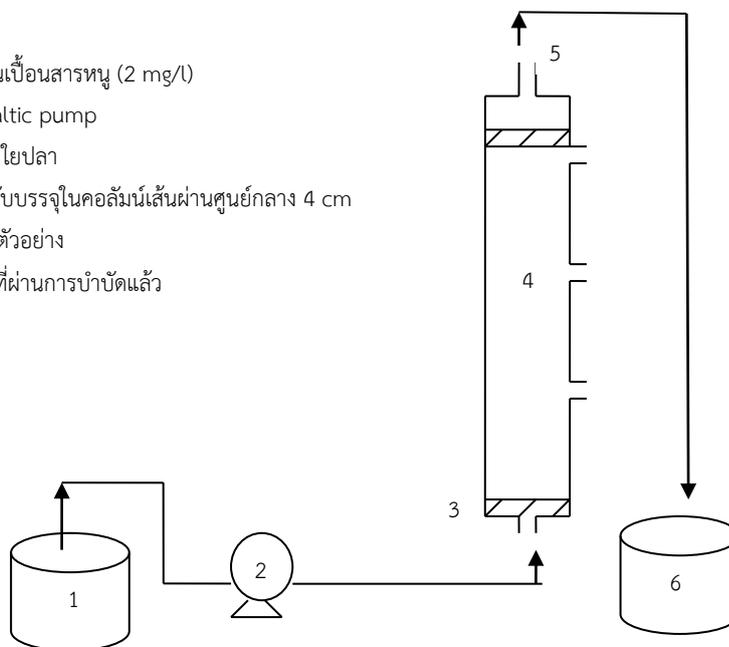
นำดินและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ปรับสภาพทางกายภาพร่วมกับเคมีและ ผ่านการดูดซับด้วยสารหนูมาแล้ว มาผึ่งให้แห้ง จากนั้นนำตัวดูดซับ ปริมาณ 0.2 กรัม นำมาใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีสารแยกชะ (Eluent) อยู่จำนวน 10 มิลลิลิตร โดยสารชะที่ใช้ในการทดลองได้แก่ น้ำปราศจากอิออน (deionized water) กรดซัลฟูริก 0.5 โมลาร์ (M) และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 โมลาร์ (M) จากนั้นนำขวดทดลองไปเขย่าที่เครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ต่อมานำสารละลายมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 (Whatman. No.4) แล้วนำส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณสารหนูที่ถูกแยกชะ (Elution) ด้วยเครื่อง ICP (Inductive Coupled plasma, รุ่น JY2000)

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของตัวดูดซับด้วย FTIR

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) จะเป็นการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (Functional group) ของดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ปรับสภาพทางกายภาพและเคมี โดยการวิเคราะห์จะนำตัวดูดซับที่ผ่านการอบแห้งแล้วไปทำการบดผสมกับโพรแตสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วนตัวดูดซับ : โพรแตสเซียมโบรไมด์ = 1:600 ผสมให้เข้ากันแล้วนำไปบรรจุในทึ่ใส่ตัวอย่างแล้วนำไปวิเคราะห์ การทดลองเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันที่เปลี่ยนไปก่อนและหลังดูดซับด้วยสารหนู

การประยุกต์ใช้คอลัมน์ในการบำบัดสารหนูที่ปนเปื้อนในน้ำ

1. น้ำที่ปนเปื้อนสารหนู (2 mg/l)
2. Peristaltic pump
3. โยแก้ว โยปลา
4. ตัวดูดซับบรรจุในคอลัมน์เส้นผ่านศูนย์กลาง 4 cm
5. จุดเก็บตัวอย่าง
6. น้ำเสียที่ผ่านการบำบัดแล้ว



ภาพที่ 3.11 ชุดทดลองการบำบัดสารหนูในคอลัมน์โดยทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ

การทดลองได้มีการพัฒนาตัวดูดซับให้เป็นเม็ดก้อนกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร เพื่อสะดวกในการใช้งาน โดยนำดินขาวและแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการปรับสภาพทางกายภาพและเคมีแล้วมาผสมกับน้ำและดินเหนียว ด้วยอัตราส่วน 80: 15:5 จากนั้นปั้นเป็นก้อนกลมแล้วนำไปเผาที่เตาเผาอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อนำไปทำการดูดซับสารหนูแสดงดังภาพที่ 3.11 และ 3.12

การทดลองจะทำการป้อนน้ำที่ปนเปื้อนสารหนูปริมาณ 1 ลิตรที่ไหลแบบไหลย้อนขึ้น (Upflow) ด้วย Peristaltic pump ด้วยอัตราไหล 20 มิลลิลิตร/นาที และกำหนดตัวดูดซับบรรจุในคอลัมน์เท่ากับ 20 เซนติเมตร จากนั้นทำการเก็บตัวอย่างที่จุดเก็บตัวอย่าง



ภาพที่ที่ 3.12 ดินขาวปั่นเป็นเม็ดกลมที่ผ่านการเผา 100 องศาเซลเซียส



ภาพที่ที่ 3.13 ดินมอนต์มอริลโลไนต์ปั่นเป็นเม็ดกลมที่ผ่านการเผา 100 องศาเซลเซียส

การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ

ทำการรายงานค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานโดยโปรแกรม SPSS เวอร์ชัน 15 โดย Descriptive statistical analysis และเปรียบเทียบความแปรปรวนของกลุ่มตัวอย่าง โดย ONE WAY ANOVA ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% จำแนกกลุ่มโดย Duncan multiple range test