

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

อุปกรณ์

1. เครื่อง GC-MS (Gas Chromatography – Mass Spectrometry) ในการวิเคราะห์ด้านคุณภาพและปริมาณของสารประกอบฟีนอลิก GC : HP รุ่น 5890 HP และ Mass Selective Detector : HP รุ่น 5872A สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของ GC-MS (Gas Chromatography – Mass Spectrometry)

1.1 GC : HP Model 5890 HP

1.2 Mass Selective Detector : HP Model 5872A

1.3 Column : HP5MS Capillary Column (30 m x 0.32 mm internal dia., 0.25 μ m thickness)

1.4 Mobile Phase : Helium Gas

1.5 Flow Rate : 1 ml/min

1.6 Temperature : 80^oC (1 min) ; 80-280^oC (7^oC /min) hold time 5 min

2. เครื่อง Gas Chromatography (GC) ในการวิเคราะห์ด้านคุณภาพและปริมาณของสารประกอบ ฟีนอลิก GC : Agilent Technology รุ่น 6890 GC แสดงดังภาพที่ 19 สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของ GC (Gas Chromatography)

2.1 GC : Agilent Model 6890 GC

2.2 Column : HP-5 J & W Scientific (30 m x 0.32 mm internal dia., 0.25 μ m

thickness)

2.3 Detector : FID

2.4 Mobile Phase : Helium Gas

2.5 Flow Rate : 1.3 ml/min

2.6 Mode Split : Splitless Inlet, Split Ratio 100 : 1, Split Flow : 13 ml / min

2.7 Injector : 1 μ l

2.8 Temperature : 80°C (1min) ; 80-280°C (7 °C /min) hold time 5 min



ภาพที่ 19 เครื่อง Gas Chromatography : Agilent Technology รุ่น 6890 GC

3. ตะแกรงร่อนมาตรฐาน (Sieve) U.S.A. Standard Sieve เบอร์ 40 ขนาด 0.425 mm.

4. เครื่อง Spectrophotometer สำหรับการวิเคราะห์สี บริษัท JASCO รุ่น V – 530 UV / VIS Spectrophotometer
5. ชุดวิเคราะห์ COD แบบ Close Reflux บริษัท HACH Portable Datalogging รุ่น DR 2010
6. ขวด BOD และตู้บ่มเชื้อ (Incubator) สำหรับการวิเคราะห์ค่า BOD
7. เครื่อง Rota – Evaporator สำหรับการระเหยให้แห้ง บริษัท Buchi รุ่น R-114
8. เครื่องวัดความเป็นกรด – ด่าง (pH meter) pH บริษัท Denver Instrument Model 215
9. เครื่องแก้วประจำห้องปฏิบัติการสำหรับใส่และดวงสารเคมี
10. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
11. โถดูดความชื้น (Desiccator) พร้อมสารดูดความชื้น
12. ตู้อบอุณหภูมิ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิ 103 – 105 °C
13. เครื่องเขย่า (Shaker) ใช้สำหรับการทดสอบไอโซเทอม
14. เครื่องเขย่า (Shaker) ของบริษัท Glas - Col ในการสกัดสารประกอบฟีนอลิก
15. เครื่องหมุนเหวี่ยงควบคุมอุณหภูมิต่ำ (Centrifuge) บริษัท TOMY รุ่น GRX – 220 High Speed Refrigerated Centrifuge .

สารเคมี

1. แอ็คติเวตเต็ดคาร์บอนไม่ยางพารา จากบริษัทคาร์โบกาญจน์ จำกัด
2. $K_2Cr_2O_7$ ความบริสุทธิ์ 99% (1 L)
3. H_2SO_4 ความบริสุทธิ์ 99% (1 L)
4. 3-Hydroxy-4-methoxybenzoic acid ความบริสุทธิ์ 99% (25 g)
5. Ethyl Acetate ความบริสุทธิ์ 99% (4 L) จากบริษัท MALINCKRODT
6. Isobutyl Isobutyrate ความบริสุทธิ์ 99% (5 g)
7. TMCS (Trimethylchlorosilane) ความบริสุทธิ์ 99% (25 ml)
8. BSTFA (N, O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide) ความบริสุทธิ์ 99% (5 ml) จากบริษัท FLUKA#15243
9. Butyl Butyrate ความบริสุทธิ์ 99% (250 ml) จากบริษัท FLUKA#19290
10. Dibutyl Phthalate ความบริสุทธิ์ 99% (1 L)
11. Dioctyl Phthalate ความบริสุทธิ์ 99% (1 L)
12. E – Icosane ความบริสุทธิ์ 99% (250 g)
13. Chloroform ความบริสุทธิ์ 99% (1 L)

วิธีการทดลอง

1. วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง

การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของแอ็คติเวตเต็ดคาร์บอนจากไม้ยางพารา คือ พื้นที่ผิวจำเพาะ, ความพรุนและขนาดรูพรุน สามารถวิเคราะห์ได้โดยเครื่อง Specific Surface Area Analyzer ด้วยวิธี BET (Brunauer – Emmett-Teller) ซึ่งเป็นวิธีการวัดปริมาณก๊าซในโตรเจนที่ถูกดูดเก็บไว้ในสารดูดซับ ความหนาแน่นใช้งานสามารถวิเคราะห์ได้โดยวิธีการชั่งน้ำหนักของสารดูดซับที่ทราบปริมาตรแน่นอน ขนาดประสิทธิผลและสัมประสิทธิ์ความสม่ำเสมอสามารถวิเคราะห์ได้โดยวิธีร่อนผ่านชุดตะแกรงมาตรฐาน ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของสารดูดซับที่ใช้ในการวิจัยสามารถแสดงได้ดังตารางที่ 8

ตารางที่ 8 การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของแอ็คติเวตเต็ดคาร์บอนจากไม้ยาง

ลักษณะทางกายภาพ	แอ็คติเวตเต็ดคาร์บอนจากไม้ยาง
1. พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	1.1254×10^3
2. ปริมาตรความพรุน (ml/g)	0.6352
3. ขนาดรูพรุน ($\text{\AA}$)	16.7293
4. ขนาดประสิทธิผล (nm)	0.43
5. สัมประสิทธิ์ความสม่ำเสมอ	1.88
6. ความหนาแน่นใช้งาน (g/ml)	1.04

ที่มา : ต่อพงศ์ (2544)

การเตรียมแอ็คติเวตเต็ดคาร์บอนจากไม้ยางพาราที่ใช้ในการทดลองเมื่อผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐานเบอร์ 40 แล้วนำไปเข้าตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อระเหยความชื้นหลังจากนั้นเก็บไว้ในโถดูดความชื้น (Desiccator) เตรียมไว้เพื่อใช้ในการทดลอง

2. วิธีการทดลอง

2.1 การวิเคราะห์คุณภาพน้ำทิ้ง

น้ำทิ้งที่ใช้ในการศึกษาวิจัยเป็นน้ำเสียจริงจากโรงงานอุตสาหกรรมกระดาษสยาม เซลลูโลส จ. กาญจนบุรี เป็นน้ำทิ้งที่ผ่านกระบวนการบำบัดแบบตะกอนเร่ง (Activated Sludge) แต่ยังไม่เติมสารส้ม (ก่อน Final Sedimentation Tank) แล้วนำมาวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่าง ๆ ในห้องปฏิบัติการดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 พารามิเตอร์และวิธีที่ใช้ในการวิเคราะห์น้ำทิ้ง

พารามิเตอร์	วิธีวิเคราะห์
pH	pH meter
สี	ADMI (American Dye Manufacturing Institute)
COD	Close Reflux
BOD	5-day BOD test
SS	Suspended Solid at 103-105 °C

ที่มา : APHA (1992)

2.2 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดลิชในการลดสี และ COD เพื่อหาจุดสมดุลการดูดซับ

เป็นการศึกษาทดลองหาเวลาในการเข้าสู่จุดสมดุลการดูดซับของปฏิกิริยา (Equilibrium) เพื่อนำไปใช้ในการหาไอโซเทอมในการดูดซับแบบฟรุนดลิชในการลดสีและ COD ซึ่งมีวิธีทดลองดังแผนภาพที่ 20

เนื่องจาก ต่อพงศ์ (2544) ได้ศึกษาการลดสีจากน้ำทิ้งที่บำบัดแล้วของโรงงานเยื่อและกระดาษโดยกระบวนการดูดซับด้วยแอคติเวตเต็ดคาร์บอนพบว่า ระดับความเป็นกรด – ด่าง (pH) ที่เหมาะสมในการดูดซับสีและ COD คือ ระดับความเป็นกรด – ด่าง (pH) เท่ากับ 7 - 8

2.2.1 ปรับระดับความเป็นกรด – ด่าง (pH) ของน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม กระดาษสยามเซลลูโลส จำกัด ที่ผ่านกระบวนการบำบัดแบบตะกอนเร่ง (Activated Sludge) แต่ยังไม่เติมสารส้ม (ก่อน Final Sedimentation Tank) ให้เท่ากับ 7 – 8 แล้วเติมน้ำทิ้งปริมาตร 100 มิลลิลิตร ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร

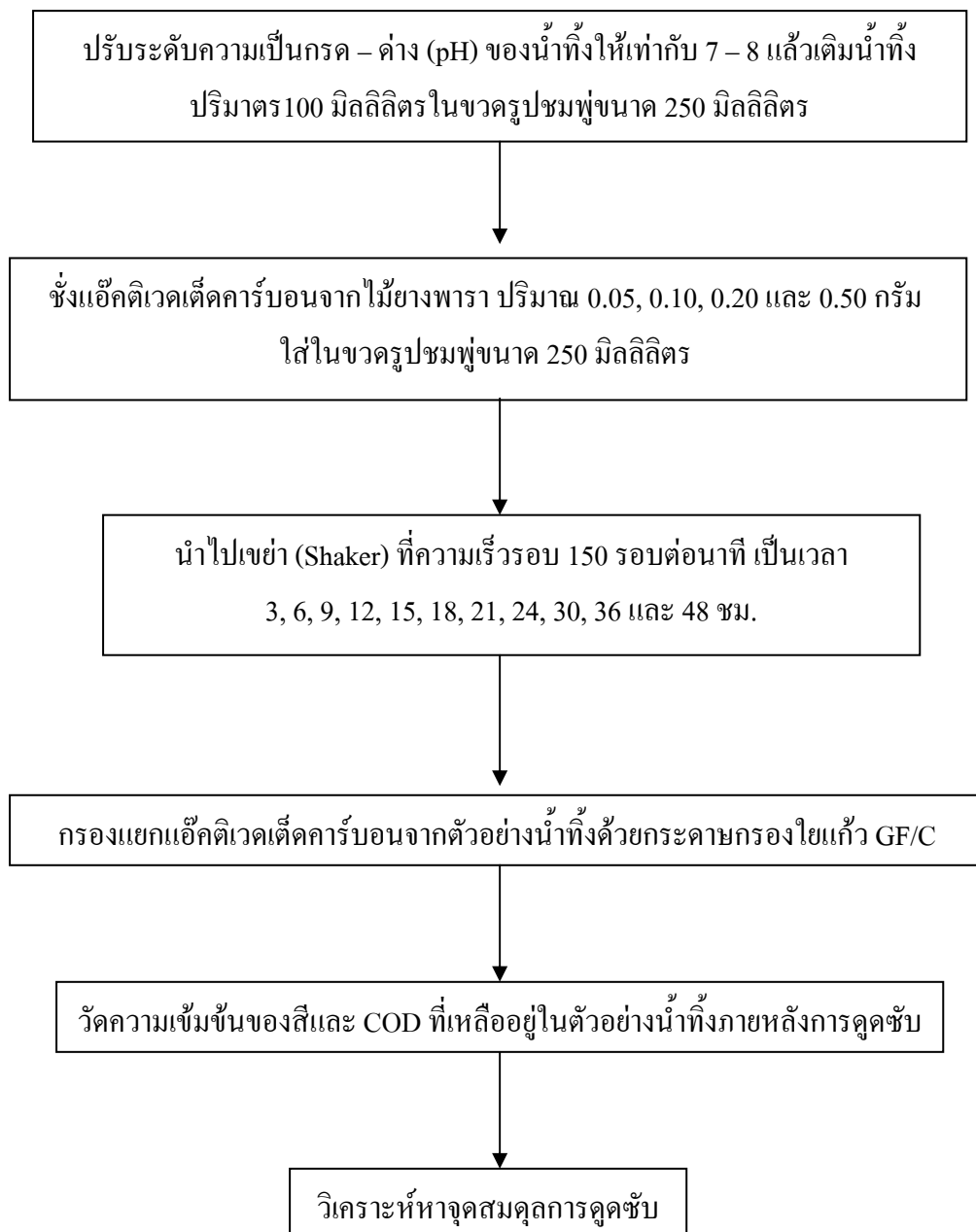
2.2.2 ชั่งแอ็คติเวเต็ดคาร์บอนจากไม้ยางพารา น้ำหนัก 0.05 , 0.010 , 0.20 และ 0.50 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร

2.2.3 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Shaker) ที่อัตราเร็วรอบ 150 รอบต่อนาที โดยมีระยะเวลาสัมผัสดังนี้ 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24 , 30, 36 และ 48 ชั่วโมง ตามลำดับ

2.2.4 กรองแยกแอ็คติเวเต็ดคาร์บอนจากไม้ยางพาราจากตัวอย่างน้ำทิ้งที่ผ่านการดูดซับด้วยกระดาษกรองใยแก้ว GF/C

2.2.5 นำตัวอย่างน้ำทิ้งที่ผ่านการดูดซับมาวิเคราะห์หีสี และ COD เพื่อหาจุดสมดุลการดูดซับ

สรุปแผนการทดลองแสดงดังภาพที่ 20



ภาพที่ 20 ผังการทดลองในการหาจุดสมดุลการดูดซับที่เหมาะสม

3. การวิเคราะห์

3.1 ศึกษาชนิดของสารประกอบฟีนอลิกในน้ำทิ้งโดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี – แมสสเปกโตรเมตรี (Gas Chromatography – Mass Spectrometry)

3.1.1 ก่อนทำการวิเคราะห์ ทำการกรองสิ่งสกปรกออกจากตัวอย่างน้ำทิ้งโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 1

3.1.2 นำตัวอย่างน้ำทิ้งปริมาตร 100 มิลลิลิตร (ml) ใส่ในขวดรูปชมพู่ มาผสมกับตัวทำละลายคือ Ethyl Acetate ปริมาตร 50 มิลลิลิตร (ml) เขย่าโดยใช้เครื่องเขย่า (Shaker) ของบริษัท Glas - Col ในการสกัดสารประกอบฟีนอลิก ความเร็วรอบ 90 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที แล้วทิ้งให้สารละลายแยกชั้น แยกนำส่วนบนของสารละลายออก

3.1.3 ทำการทดลองอีก 2 ซ้ำ โดยใช้สารละลายส่วนบน นำสารละลายส่วนบนมาทำการแยกเอา Ethyl Acetate ที่ปนอยู่ออกจากสารละลาย โดยใช้เครื่อง Rota – Evaporator ควบคุมอุณหภูมิ 40 °C จนเหลือปริมาตรของสารละลาย 1.0 – 2.0 มิลลิลิตร (ml)

3.1.4 นำสารละลายที่เหลือปริมาตร 1.0 – 2.0 มิลลิลิตร (ml) ทำเป็นอนุพันธ์ (Derivatization) โดยการเติม BSTFA (N, O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (μl) และ TMCS (Trimethylchlorosilane) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (μl) ผสมให้เข้ากัน

3.1.5 ทำให้แห้งในตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิที่ 60 °C เวลา 5 ชั่วโมง

3.1.6 ละลายตัวอย่างที่เหลือด้วย Chloroform ปริมาตร 1 มิลลิลิตร (ml) แล้วกรองผ่านกระดาษกรอง 0.45 μm

3.1.7 ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)

สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของ Gas Chromatography – Mass Spectrometry (GC-MS)

- 1) GC : HP Model 5890 HP
- 2) Mass Selective Detector : HP Model 5872A
- 3) Column : HP5MS Capillary Column (30 m. x 0.32 mm. internal dia., 0.5 μ m. thickness)
- 4) Mobile Phase : Helium Gas
- 5) Flow Rate : 1 ml / min
- 6) Temperature : 80 $^{\circ}$ C (1 min) ; 80 - 280 $^{\circ}$ C (7 $^{\circ}$ C / min) hold time 5 min

3.2 การเตรียมกราฟมาตรฐาน (Standard Curve) ของสารประกอบฟีนอลิกที่พบในน้ำทิ้ง โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography) จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารที่ฉีดเข้าสู่คอลัมน์กับพื้นที่ใต้พีค

3.2.1 ทำการเตรียม Stock ของสารละลายที่มีความเข้มข้น 1,000 ppm.

3.2.2 เจือจาง (Dilute) สารละลายจาก Stock Solution ให้เป็นความเข้มข้น 20 , 40, 60, 80, 100 ppm.

3.2.3 ทำเป็นอนุพันธ์ (Derivatization) โดยการนำสารละลายเดิม BSTFA (N, O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (μ l) และ TMCS (Trimethylchlorosilane) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (μ l)

3.2.4 ทำให้แห้งในตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิที่ 60 $^{\circ}$ C เวลา 5 ชั่วโมง

3.2.5 ละลายตัวอย่างที่เหลือด้วย Chloroform ปริมาตร 1 มิลลิลิตร (ml)

3.2.6 ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี Gas Chromatography (GC)

สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของ Gas Chromatography (GC)

- 1) GC : Agilent Model 6890 GC
- 2) Column : HP – 5 J & W Scientific (30 m. x 0.32 mm. internal dia., 0.25 μ m. thickness)
- 3) Detector : FID (Flame Ionization Detector)
- 4) Mobile Phase : Helium Gas
- 5) Flow Rate : 1.3 ml / min
- 6) Mode Split : Splitless Inlet, Split Ratio 100 : 1, Split Flow : 13 ml / min
- 7) Injector : 1 μ l
- 8) Temperature : 80^oC (1 min) ; 80 - 280^oC (7^oC / min) hold time 5 min

3.3 การหาปริมาณสารประกอบฟีนอลิกในน้ำทิ้งก่อนและหลังการดูดซับด้วยแอคติเวตเต็ดคาร์บอน โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี (Gas Chromatography)

3.3.1 ก่อนทำการวิเคราะห์ ทำการกรองสิ่งสกปรกออกจากน้ำทิ้งโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 1

3.3.2 นำตัวอย่างน้ำทิ้งปริมาตร 100 มิลลิลิตร (ml) ใส่ในขวดรูปชมพู่ มาผสมกับตัวทำละลายคือ Ethyl Acetate ปริมาตร 50 มิลลิลิตร (ml) เขย่าโดยใช้เครื่องเขย่า (Shaker) ของบริษัท Glas - Col ในการสกัดสารประกอบฟีนอลิก ความเร็วรอบ 90 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที แล้วทิ้งให้สารละลายแยกชั้น แยกนำส่วนบนของสารละลายออก

3.3.3 ทำการทดลองอีก 2 ครั้ง โดยใช้สารละลายส่วนบน นำสารละลายส่วนบนมาทำการแยกเอา Ethyl Acetate ที่ปนอยู่ออกจากสารละลาย โดยใช้เครื่อง Rota – Evaporator ควบคุมอุณหภูมิ 40 °C จนเหลือปริมาตรของสารละลาย 1.0 – 2.0 มิลลิลิตร (ml)

3.3.4 นำสารละลายที่เหลือปริมาตร 1.0 – 2.0 มิลลิลิตร (ml) ทำเป็นอนุพันธ์ (Derivatization) โดยการเติม BSTFA (N, O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (μl) และ TMCS (Trimethylchlorosilane) ปริมาตร 100 ไมโครลิตร (μl) ผสมให้เข้ากัน

3.3.5 ทำให้แห้งในตู้อบ (Oven) ควบคุมอุณหภูมิที่ 60 °C เวลา 5 ชั่วโมง

3.3.6 ละลายตัวอย่างที่เหลือด้วย Chloroform ปริมาตร 1 มิลลิลิตร (ml) แล้วกรองผ่านกระดาษกรอง 0.45 μm

3.3.7 ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี Gas Chromatography (GC)

สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของ Gas Chromatography (GC)

- 1) GC : Agilent Model 6890 GC
- 2) Column : HP – 5 J & W Scientific (30 m. x 0.32 mm. internal dia., 0.25 μm. thickness)
- 3) Detector : FID (Flame Ionization Detector)
- 4) Mobile Phase : Helium Gas

5) Flow Rate : 1.3 ml / min

6) Mode Split : Splitless Inlet, Split Ratio 100 : 1, Split Flow : 13 ml / min

7) Injector : 1 μ l

8) Temperature : 80 $^{\circ}$ C (1 min) ; 80 - 280 $^{\circ}$ C (7 $^{\circ}$ C / min) hold time 5 min

3.3.8 เปรียบเทียบชนิดของสารประกอบฟีนอลิกทั้งก่อนและหลังการดูดซับ
ด้วยแอคติเวตเต็ดคาร์บอนจากไม้ยางพารา

3.3.9 เปรียบเทียบปริมาณของสารประกอบฟีนอลิกโดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน
(Standard Curve) ของสารประกอบฟีนอลิกที่พบในน้ำทิ้ง

สถานที่ทำการทดลองและระยะเวลาทำวิจัย

1. สถานที่ทำการทดลอง

ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันคั่นคว่ำและพัฒนาผลิตผลทางการเกษตร
และอุตสาหกรรมเกษตร และภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

2. ระยะเวลาในการทดลอง

การทดลองเริ่มตั้งแต่เดือนมิถุนายน พ.ศ. 2548 สิ้นสุด เดือนกรกฎาคม พ.ศ. 2549