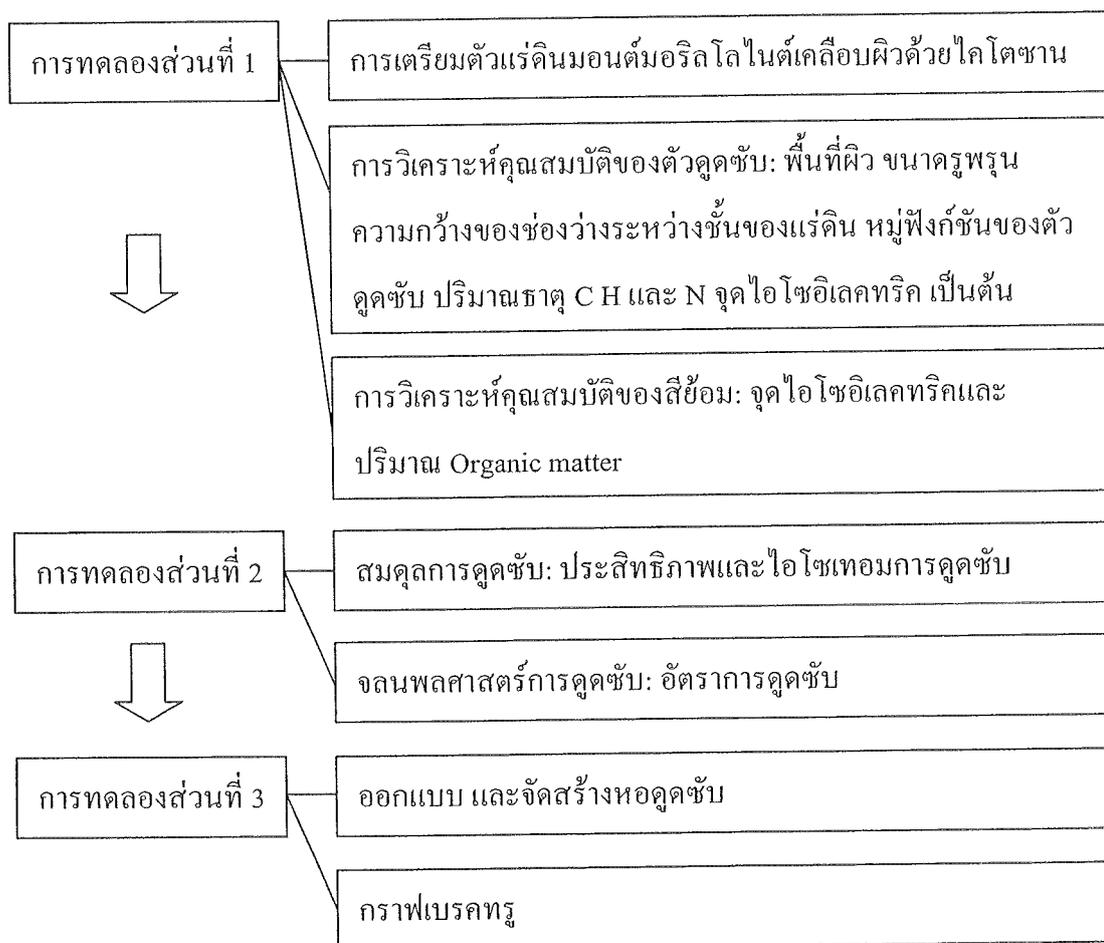


บทที่ 3

ระเบียบวิธีการวิจัย

3.1 กรอบการวิจัย

กรอบแนวคิดของงานวิจัยนี้สามารถแสดงไว้ในแผนภาพที่แสดงไว้ในรูปที่ 3-1 งานวิจัยนี้สามารถแบ่งได้เป็น 3 ส่วน ได้แก่ ส่วนที่ 1 การเตรียมและวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของตัวดูดซับและสีย้อม เป็นการศึกษาการเคลือบผิวแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยสารโคโตซาน และทำการวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของตัวดูดซับที่เตรียมขึ้น เช่น ความกว้างของช่องว่างระหว่างชั้นของแร่ดิน หมู่ฟังก์ชันของตัวดูดซับ พื้นที่ผิวสัมผัส ขนาดรูพรุน และปริมาณธาตุ C และ N ที่เปลี่ยนแปลงไป เป็นต้น ส่วนที่ 2 การทดลองแบบกะในระดับห้องปฏิบัติการ ซึ่งจะศึกษาสมดุลการดูดซับและจลนพลศาสตร์การดูดซับ ส่วนที่ 3 การทดลองในหน่วยปฏิบัติการหอดูดซับ ส่วนนี้จะศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับของสีย้อมผ่านคอลัมน์ที่บรรจุตัวดูดซับแบบเบดนิ่ง



รูปที่ 3-1 แผนภาพกรอบแนวคิดงานวิจัย

3.2 วัสดุและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

แร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่ใช้ในการทดลอง (ได้รับการสนับสนุนมาจากบริษัทไทยนิปปอนด์เคมีภัณฑ์อุตสาหกรรม จำกัด ประเทศไทย) มีองค์ประกอบทางเคมีดังแสดงไว้ในตารางที่ 3-1 แร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ธรรมชาติมีค่า CEC (Cation Exchange Capacity) เท่ากับ 0.8 meq./g ซึ่งเป็นข้อมูลที่บริษัทตระนุไว้ ชนิดสีย้อมเคมีสังเคราะห์ที่ใช้ได้แก่สีย้อมผ้าตราสิงโตตีกลอง ของบริษัท พิวเคียมสีน จำกัด ซึ่งเป็นสีย้อมที่ชาวบ้านนิยมใช้ (ข้อมูลได้จากการสำรวจข้อมูลภาคสนามในชุมชนท้องถิ่นใกล้ ๆ กับมหาวิทยาลัยอุบลราชธานี) สารเคมีที่ใช้ปรับปรุงคุณสมบัติพื้นผิวของแร่ดินตัวดูดซับ ได้แก่ สารไคโตซาน จากบริษัท Aldrich Chemistry

ตารางที่ 3-1 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีโดยน้ำหนัก (%wt) ของแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์

องค์ประกอบทางเคมี	%wt	องค์ประกอบทางเคมี	%wt
SiO ₂	56-60	MgO	1.5-2.0
Al ₂ O ₃	16-18	CaO	1.9-2.1
Fe ₂ O ₃	5-7	K ₂ O ₃	0.3-0.5
Na ₂ O	2.4-3	TiO ₂	1.2-1.5

3.3 การเตรียมและวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของตัวดูดซับ

3.3.1 การเตรียมแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์เคลือบผิวด้วยไคโตซาน

นำแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ (MMT) 1 g ละลายในน้ำดีไอ 100 mL และเติมสารละลายไคโตซานเข้มข้น 2 g.L⁻¹ ปริมาตร 100 mL และทำการกวนด้วยอัตราการกวนคงที่เป็นเวลา 1 hr ที่ 25°C ค่า pH จะถูกปรับด้วยสารละลาย HCl ให้อยู่ในช่วง 7.0 - 7.5 ทั้งสารละลายให้อยู่ในรูปของเจลเป็นเวลา 30 นาที ที่ 25°C หลังจากนั้นนำมากรองและล้างด้วยน้ำดีไอและทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 hr นำแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่เคลือบผิวด้วยไคโตซาน (CTS-MMT) มาบดด้วยครกวิทยาศาสตร์ให้ละเอียด แล้วไปร่อนผ่านตะแกรงขนาด 200 mesh ก็จะได้ขนาดอนุภาคของแร่ดินน้อยกว่า 75 µm (Futalan *et al.*, 2010)

3.3.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของตัวดูดซับ

ก. การวิเคราะห์หาคความกว้างของช่องว่างระหว่างชั้นดิน (ค่า d_{001}) ของแร่ดิน MMT และแร่ดิน CTS-MMT โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's law) เพื่อเปลี่ยนค่า 2θ ไปเป็นค่า d_{001} ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction

ข. การวิเคราะห์หาการแทนที่ของหมู่ฟังก์ชัน ได้แก่ (-NH₂) และหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ของสารไคโตซาน กับหมู่ของน้ำในแร่ดิน MMT เมื่อทำการปรับปรุงพื้นผิวของแร่ดิน MMT ด้วยสารไคโตซาน วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR (Fourier transform infrared spectrophotometer)

ค. การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของแร่ดิน MMT และแร่ดิน CTS-MMT โดยใช้วิธี BET วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Automatic Surface Analyzer

ง. วิเคราะห์หาปริมาณธาตุคาร์บอน ธาตุไฮโดรเจน และธาตุไนโตรเจน ด้วยเครื่อง CHNS analyzer

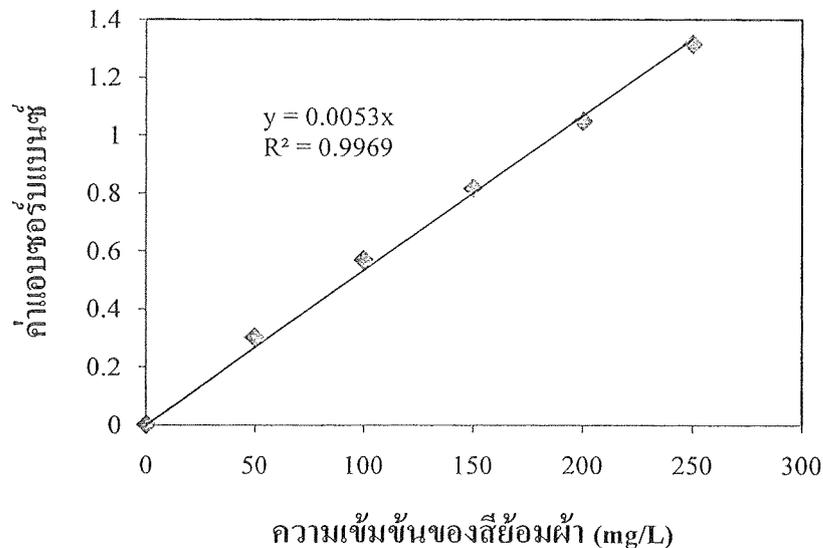
จ. วิเคราะห์หาปริมาณสารอินทรีย์ในตัวดูดซับทั้งสองชนิด เพื่อใช้ยืนยันว่าสีย้อมถูกตรึงไว้ที่ผิวของตัวดูดซับ โดยใช้วิธี Organic matter determination อ้างอิงจาก ASTM D 2974 – Standard Test Methods for Moisture, Ash, and Organic Matter of Peat and Organic Soils เนื่องจากสีย้อมผ้าเคมีสังเคราะห์ส่วนใหญ่มีองค์ประกอบหลักเป็นสารอินทรีย์ เพราะมีธาตุคาร์บอนเป็นส่วนประกอบหลัก ดังนั้น จึงได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารอินทรีย์ในสีย้อมผ้า โดยใช้วิธี Organic matter determination เช่นเดียวกับการวิธีที่ใช้วิเคราะห์ตัวดูดซับ

ฉ. วิเคราะห์หา Point of zero charge ของตัวดูดซับและสีย้อม

การทำ Point of zero charge (จุดที่มีประจุสุทธิเป็นศูนย์) จะใช้วิธี Solid addition method (Li Wang *et al.*, 2008) นำตัวดูดซับหรือผงสีย้อมผ้าจำนวน 0.1 g ละลายในสารละลาย KNO₃ ที่ความเข้มข้น 0.1 M จำนวน 45 มิลลิลิตร ทำการปรับค่า pH₀ (พีเอชเริ่มต้น) ต่าง ๆ กัน ได้แก่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 โดยการปรับค่า pH ด้วยสารละลาย 0.1 M NaOH หรือ 0.1 M HNO₃ นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าแนวราบที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 48 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปวัดค่า pH_f (พีเอชสุดท้าย) เพื่อนำไปวิเคราะห์หาจุดที่มีประจุสุทธิเป็นศูนย์ (pH_{pzc}) โดยการนำค่า pH₀ กับ pH₀ - pH_f (ของแต่ละ pH ต่าง ๆ) ไปพล็อตกราฟ ทำการทดลองซ้ำอีกครั้ง แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลาย KNO₃ ไปเป็น 0.01 M

3.3.3 วิธีการวัดปริมาณสีของน้ำในของเหลว

การวัดความเข้มข้นของสีของน้ำในสารละลายทำได้โดยการวัดความเข้มของแสงส่องผ่านในรูปแบบของค่าความสามารถในการดูดกลืนแสง (Absorbance, Abs) โดยใช้เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer โดยอาศัยกฎของเบียร์ (Beer's Law) ที่กล่าวว่า “เมื่อแสงส่องผ่านสารละลายตัวกลาง ค่าความเข้มแสงจะลดลงเป็นปฏิกิริยาแบบชี้กำลัง (Exponential) กับการเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นของสารละลาย” ค่าแอมซอร์บแนนซ์จะถูกเปลี่ยนไปเป็นความเข้มข้นโดยใช้กราฟมาตรฐาน (Standard curve) โดยมีวิธีการทำดังนี้ เตรียมสารละลายสีของน้ำที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (50, 100, 150, 200 และ 250 mg/L) ต่อมาทำการสแกนหาค่าความยาวคลื่นสูงสุด (λ_{\max}) ของสีของน้ำแต่ละสี จากนั้นสร้างกราฟมาตรฐาน ของสีของน้ำ โดยการนำสารละลายสีของน้ำที่ทราบความเข้มข้นแล้ว มาวัดค่าความสามารถในการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่สามารถดูดกลืนแสงได้มากที่สุด (λ_{\max}) แล้วสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอมซอร์บแนนซ์กับความเข้มข้นของสีของน้ำในช่วงความเข้มข้น 0 – 250 mg/L ตัวอย่างกราฟมาตรฐานของสีของน้ำ (สีคราม) จะถูกแสดงไว้ในรูปที่ 3-2 และสมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอมซอร์บแนนซ์กับความเข้มข้นของสีของน้ำในกราฟมาตรฐานของสีของน้ำแต่ละสีจะถูกแสดงไว้ในตารางที่ 3-2



รูปที่ 3-2 กราฟมาตรฐานของสีคราม ด้วยใช้ความยาวคลื่นสูงสุด เท่ากับ 567 nm

ตารางที่ 3-2 สมการความสัมพันธ์ระหว่างค่าแอมซอร์บแนนซ์กับความเข้มข้นของสีย้อมในกราฟมาตรฐาน

ลำดับ	ชนิดสีย้อม	ความยาวคลื่น ที่ค่าแอม ซอร์บแนนซ์ สูงสุด (nm)	สมการความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าแอมซอร์บแนนซ์กับความ เข้มข้น	R ²
1	สีน้ำเงิน	536	$y = 0.0023x$	0.9991
2	สีเหลืองแก่	429	$y = 0.0065x$	0.9908
3	สีเขียวหัวเปิด	596	$y = 0.0024x$	0.9961
4	สีแดงครึ่ง	525	$y = 0.0082x$	0.9913
5	สีเขียวกลาง	634	$y = 0.0055x$	0.9916
6	สีชมพู	536	$y = 0.0064x$	0.9927
7	สีระกำทอง	476	$y = 0.0035x$	0.9977
8	สีคราม	567	$y = 0.0053x$	0.9942
9	สีเลือดหมู	520	$y = 0.0095x$	0.9943
10	สีฟ้า	585	$y = 0.0049x$	0.9925
11	สีเขียวขี้ม้าสด	520	$y = 0.0014x$	0.9974
12	สีน้ำตาลทอง	520	$y = 0.0013x$	0.9995
13	สีน้ำตาลแก่	525	$y = 0.0035x$	0.9988
14	สีแก่นขนุน	618	$y = 0.0022x$	0.9923

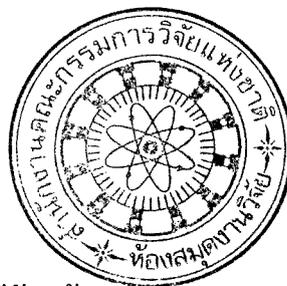
หมายเหตุ y คือ ค่าแอมซอร์บแนนซ์ และ x คือ ความเข้มข้นของสีย้อม(mg/L)

3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การทดลองแบบกะชนิดขั้นตอนเดียว

ก. การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อมผ้า

การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสีย้อมผ้า มีวิธีการดังนี้ เตรียมสารละลายสีย้อมผ้าที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 200 mg/L ปริมาตร 200 mL เพื่อใช้เป็นน้ำเสียสังเคราะห์ จากนั้นนำไปวัดค่าความสามารถในการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer เพื่อให้ทราบค่าแอมซอร์บแนนซ์ที่ความเข้มข้นเริ่มต้น เสร็จแล้วเทใส่ในขวดรูปชมพู่แล้วเติมตัวดูดซับ (แร่ดินมอนต์มอริลโล



สํานักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่.....1.6.พ.ย. 2555.....
เลขทะเบียน.....243972.....
เลขเรียกหนังสือ.....

ไนโตรซามีน หรือแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์เคลือบผิวด้วยไคโตซาน) ลงไป 0.5 g ปิดปากขวดรูปชมพู่ด้วยกระดาษฟอยล์ นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าแนวราบที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งเป็นช่วงเวลาที่เพียงพอที่จะก่อให้เกิดสมมูลการดูดซับสีของเหล่านี้ (จักรกฤษณ์ อัมพุก และรัตนวรรณ เกียรติโกมล, 2549) จากนั้นนำสารละลายที่ได้ปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่อง Centrifuge ที่ความเร็วรอบ 6,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที เพื่อแยกเอาตัวดูดซับออก นำสารละลายส่วนที่ใสไปวัดค่าแอมบอร์บแบนซ์ด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณการดูดซับสีของผ้า

ข. การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

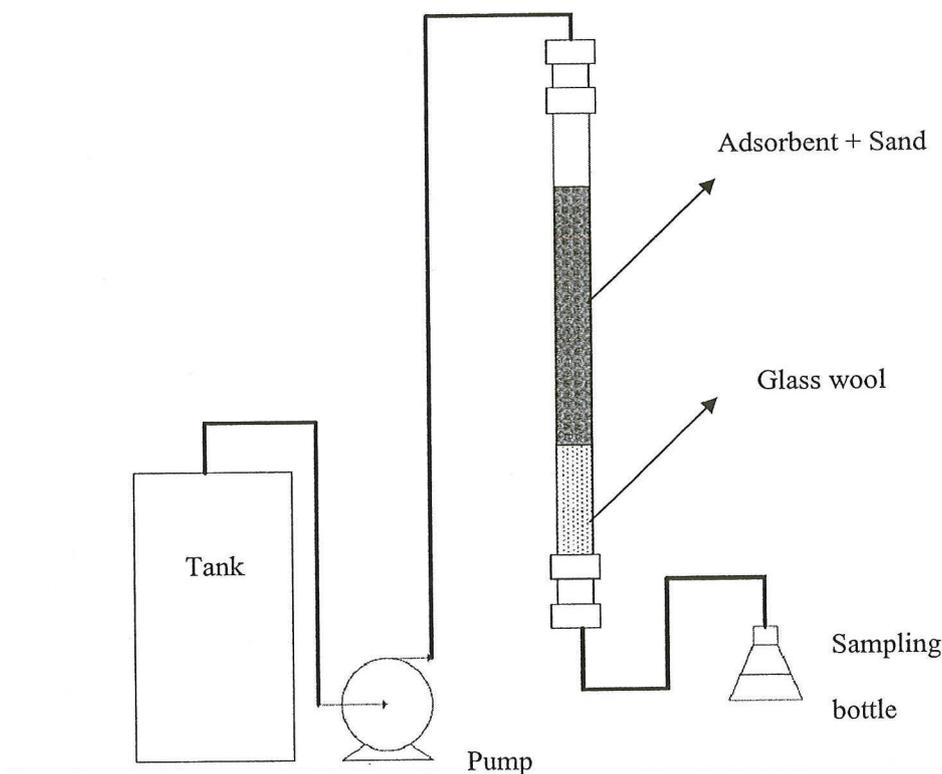
การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับสีของผ้า มีวิธีการเช่นเดียวกันกับการหาประสิทธิภาพการดูดซับสีของผ้า โดยเตรียมสารละลายที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นแตกต่างกัน นั่นคือ ในช่วง 0 - 250 mg/L (50, 100, 150, 200 และ 250 mg/L) ปริมาตร 200 mL และผสมกับตัวดูดซับ (แร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์เคลือบผิวด้วยไคโตซาน) จำนวน 0.1 g แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการหาประสิทธิภาพการดูดซับสีของผ้า

ค. การศึกษาจลนพลศาสตร์ของการดูดซับ

การศึกษาจลนพลศาสตร์ของการดูดซับสีของผ้า มีวิธีการทดลองดังนี้ เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์จากสีของผ้าที่มีความเข้มข้น 200 mg/L จำนวน 800 mL ในบีกเกอร์ขนาด 1,000 mL ทำการเก็บตัวอย่างเพื่อหาความเข้มข้นเริ่มต้นที่แท้จริง โดยวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer นำแร่ดินมอนต์มอริลโลไนต์เคลือบผิวด้วยไคโตซาน 0.4 g ผสมกับสารละลายสีของผ้าในบีกเกอร์แล้วกวนสารแขวนลอยด้วยเครื่อง Jar-test ที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที ทำการเก็บตัวอย่างทุก ๆ 5 นาทีในครึ่งชั่วโมงแรก ต่อมาทำการเก็บตัวอย่างทุก ๆ 30 นาที จนถึงชั่วโมงที่ 3 หลังจากนั้นทำการเก็บตัวอย่างทุก ๆ 60 นาที นำตัวอย่างที่เก็บได้ไปทำการแยกตัวดูดซับออกโดยใช้เครื่อง Centrifuge ด้วยความเร็วรอบ 6,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 30 นาทีทันที เสร็จแล้วนำสารละลายส่วนที่ใสไปวัดค่าแอมบอร์บแบนซ์และเปลี่ยนเป็นความเข้มข้นโดยใช้กราฟมาตรฐาน

3.4.2 การทดลองในหน่วยปฏิบัติการหอดูดซับ

ก. ออกแบบและจัดสร้างหน่วยปฏิบัติการหอดูดซับแบบเบดนิ่ง



รูปที่ 3-3 แผนภาพของหน่วยปฏิบัติการหอดูดซับแบบเบดนิ่ง

หน่วยปฏิบัติการหอดูดซับแบบเบดนิ่ง ประกอบด้วย คอลัมน์แก้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm สูง 40 cm ปีมชนิดโซลินอยด์ ปลายด้านหนึ่งของคอลัมน์จะบรรจุใยแก้ว (Glass wool) สูง 10 cm และปลายอีกหนึ่งจะเททรายละเอียดผสมตัวดูดซับลงไป หลังจากนั้นปลายทั้งสองข้างจะถูกเชื่อมต่อกับท่อสายยางพลาสติก เพื่อป้องกันน้ำเสียสังเคราะห์ที่บริเวณปลายด้านบน และเก็บตัวอย่างน้ำเสียสังเคราะห์ที่ผ่านคอลัมน์จากท่อที่ปลายด้านล่าง ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3-3

ข. การดูดซับสีย้อมผ้าในหอดูดซับแบบเบดนิ่ง

นำแร่ดินที่ใช้เป็นตัวดูดซับผสมทรายควอซเซ่าให้เข้ากันในอัตราส่วน ตัวดูดซับ 2 % โดยใช้ใยแก้วรองรับตัวดูดซับผสมทรายเพื่อป้องกันการอุดตัน จากนั้นปล่อยให้สารละลายสีย้อมเคมีที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นแตกต่างกัน 3 ค่า ไหลผ่านคอลัมน์ที่ความเร็วเริ่มต้นแตกต่างกัน 3 ค่า และความสูงของ

เบดในคอลัมน์แตกต่างกัน 3 ค่า ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3-3 เก็บตัวอย่างสารละลายที่ออกจากคอลัมน์ที่ระยะเวลาต่าง ๆ กัน แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณสีข้อมเคมีที่เหลือในสารละลาย

ตารางที่ 3-3 ชุดการทดลองการดูดซับในหน่วยปฏิบัติการหอดูดซับแบบเบดนิ่ง

Inlet concentration (mg/L)	Mixed sand-clay bed height (cm)	Initial flow rate (mL/min)
50	10	5
100	10	5
200	10	5
100	15	5
100	20	5
100	10	10
100	10	15