บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

การศึกษาวิจัยนี้แบ่งการดำเนินงานออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ 1 นำตะกอนจากโรงงานผลิตน้ำประปาบางเขนที่ไม่ผ่านการเผาและผ่านการเผา ที่อุณหภูมิ 700° C เป็นเวลา 3 h มาทำการเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพ แล้วนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบพื้นฐานทางเคมีด้วยเทคนิค XRF และศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD จากนั้นนำตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผาและผ่านการเผามาใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ โดยซีโอไลต์ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น ถูกนำมาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและชนิดของซีโอไลต์ด้วยเทคนิค XRD และศึกษาลักษณะพื้นผิวของซีโอไลต์สังเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และนำตะกอนประปาที่เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นและซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ทุกระยะเวลาการทำปฏิกิริยาจากตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผาและผ่านการเผามาทำการวิเคราะห์ค่า CEC และในส่วนที่ 2 นำซีโอไลต์สังเคราะห์จากส่วนที่ 1 มาทำการดูดซับปุ๋ยยูเรียและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต โดยทำการศึกษาหาระยะเวลาเข้าสู่สมดุลการดูดซับ จากนั้นนำค่าที่ได้มาทำการศึกษาเปรียบเทียบไอโซเทอมการดูดซับจากสมการ Langmuir และสมการ Freundlich และในขั้นตอนสุดท้ายนำซีโอไลต์ที่ผ่านการดูดซับปุ๋ยยูเรียและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตมาทำการศึกษาการปลดปล่อย ซึ่งมีรายละเอียดของการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. ตะกอน (Sediment) จากโรงงานผลิตน้ำประปาบางเขน
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide, NaOH), Analytical Reagent Grade, QRëC™
3. *p*-Dimethylaminobenzaldehyde (DMAB), Analytical Reagent Grade, UNIVAR
4. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Acid, HCl), Analytical Reagent Grade 37%, Merck
5. เอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH), Analytical Reagent Grade 99.8%, Merck
6. กรดซัลฟูริก (Sulfuric Acid, H_2SO_4), Analytical Reagent Grade 98%, Merck
7. ยูเรีย (UREA, $CO(NH_2)_2$), Analytical Reagent Grade, UNIVAR
8. แอมโมเนียมซัลเฟต (Ammonium Sulfate, $(NH_4)_2SO_4$), Analytical Reagent Grade, Merck

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

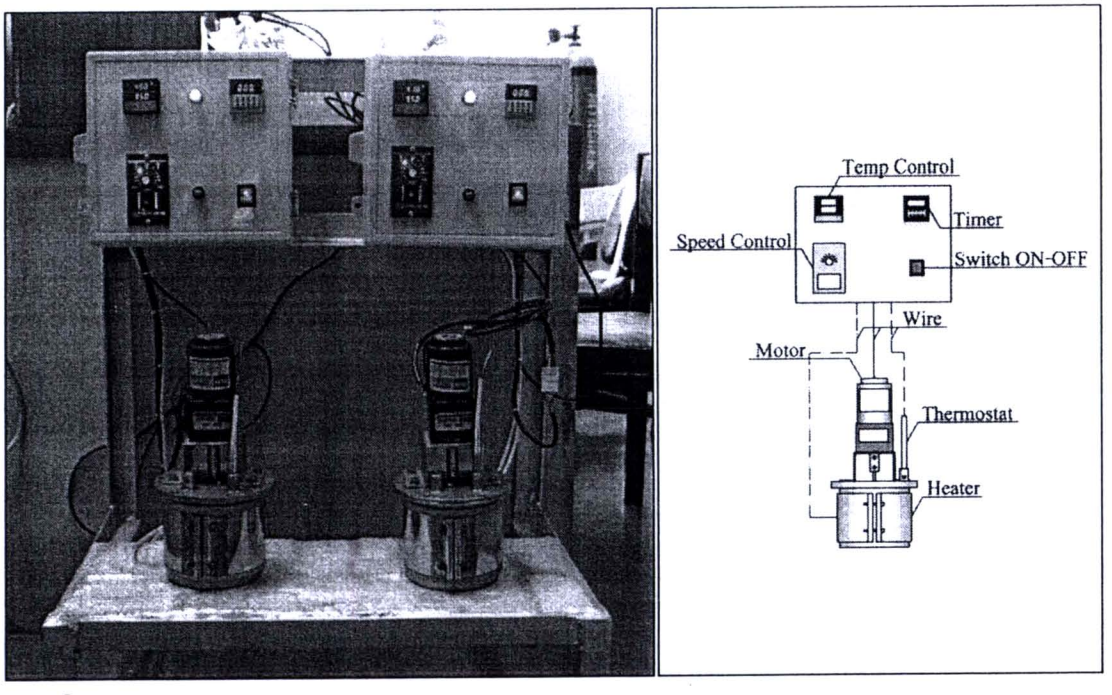
1. เตาเผา (Muffle Furnace)
2. ตู้อบแห้ง (Oven) รุ่น TERMAKS
3. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง (Balance)
4. โถดูดความชื้น (Desiccators)

5. ครูซิเบิลพอร์ตแลนด์ (Crucible Portland)
6. ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum Pump) พร้อมชุดกรอง
7. กระดาษกรอง (Filters) Whatman เบอร์42 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 90 cm
8. เครื่องกวนสารละลาย (Magnetic Stirrer)
9. ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 325 Mesh
10. ชุดเครื่องแก้ว และอุปกรณ์พื้นฐานที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ
11. เครื่องบดแบบขัดสี (Los Angeles Abrasion Machine)

ใช้สำหรับบดตะกอนประปาด้วยการขัดสี ทำการบดตะกอนประปา 5 kg/ครั้ง พร้อมลูกเหล็กกลม ขนาดจำนวน 22 ลูก น้ำหนักลูกเหล็กรวม 4,500±10 g ความเร็วรอบ 30-33 rpm ระยะเวลา 20 h

12. ชุดถังปฏิกรณ์ (Reactor)

ประกอบด้วยถังทรงกระบอกมีความจุ เท่ากับ 1.2 L ปริมาตรที่ใช้จริง เท่ากับ 0.8 L ทำจากสแตนเลสทนต่อการกัดกร่อนสูง ตามมาตรฐาน AISI 304 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 125 mm สูง 124.5 mm หนา 4.5 mm จำนวน 2 ชุด พร้อม ชุดควบคุมอุณหภูมิ และอุปกรณ์สำหรับกวนผสม แสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ชุดถังปฏิกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

3.3.1 เครื่อง X-rays Fluorescence Spectroscopy (XRF)

ใช้สำหรับวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของตะกอนประปาที่ใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยเครื่อง XRF รุ่น JEOL PW 2404 ของบริษัท PHILLIPS (Japan) โดยใช้หลักการวัดปริมาณรังสีเอ็กซ์เรย์ฟูออเรสเซนต์ (X-ray Fluorescence) ที่ปลดปล่อยออกมาจากธาตุองค์ประกอบแต่ละชนิดในวัตถุดิบเริ่มต้น

3.3.2 เครื่อง X-rays Diffraction Spectroscopy (XRD)

ใช้สำหรับวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของตะกอนประปาที่ใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ และศึกษาชนิดของซีโอไลต์สังเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD รุ่น Model D8 Discover ของบริษัท Bruker AXS โดยมี CuKα เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ใช้กระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 40 mA และ 40 kV ตามลำดับ ทำการวิเคราะห์ที่มุมตกกระทบ 2-Theta เท่ากับ 10-80°

3.3.3 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

ใช้สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวของตะกอนประปา และลักษณะรูปร่างผลึกของซีโอไลต์สังเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM รุ่น JSM-6480 LV ของบริษัท JEOL

3.3.4 เครื่อง Brunauer Emmett Teller (BET)

ผงตัวอย่างประมาณ 0.1 g ที่ผ่านการกำจัดความชื้นและสิ่งปนเปื้อนออกไปโดยการผ่านก๊าซไนโตรเจนที่ 150° C เป็นเวลา 3 h จากนั้นผ่านก๊าซไนโตรเจนอีกครั้งให้กับตัวอย่างในอัตราที่คงที่ โดยตัวอย่างถูกควบคุมให้มีอุณหภูมิคงที่ที่ 77 K เพื่อวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว (Surface Area) ปริมาตรรูพรุนรวม (Total Pore Volume) และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยรูพรุน (Mean Pore Diameter) ด้วยเครื่อง Surface Analyzer (Autosorb-1 Chrantachrome, BET Model)

3.3.5 เครื่องเขย่าพร้อมระบบควบคุมอุณหภูมิ (Shaker Incubator)

ใช้สำหรับเขย่าซีโอไลต์สังเคราะห์ในสารละลายปุ๋ยยูเรีย และสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตให้เข้ากัน ด้วยความเร็วรอบ 100 rpm อุณหภูมิ 30$\pm$2° C ด้วยเครื่องเขย่า รุ่น C25KC Incubator ของบริษัท New Brunswick Scientific Edison

3.3.6 เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer

ใช้สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของสารละลายปุ๋ยยูเรีย และปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตก่อนทำการดูดซับ และสารละลายที่ผ่านการดูดซับด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer รุ่น Genesys 10-S ของบริษัท Thermo Electron Corporation โดยใช้หลักการที่ว่าสารแต่ละชนิดจะสามารถดูดกลืนรังสีได้ในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกัน และปริมาณการดูดกลืนรังสีขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารละลายนั้นๆ

3.3.7 เครื่องวัด pH (pH Meter)

ใช้สำหรับวัดค่าความเป็นกรดและความเป็นด่างในสารละลายสารละลายปุ๋ยยูเรีย และปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยเครื่องวัด pH รุ่น WTW Wissenschaftlich (2V00-001V)

3.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

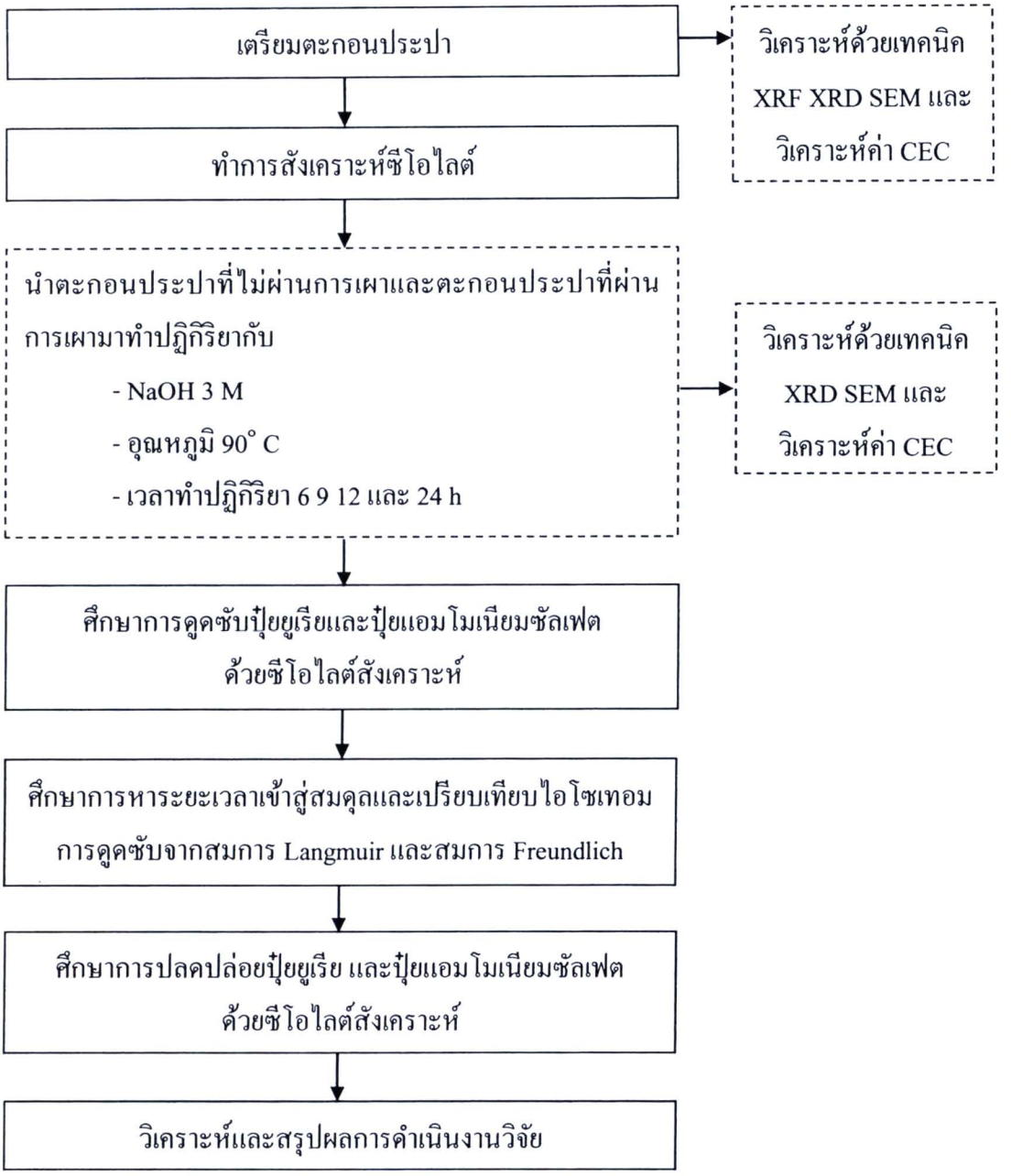
การศึกษาวิจัยนี้ แบ่งการดำเนินงานวิจัยออกเป็น 4 ขั้นตอนหลักๆ โดยมีแผนผังการดำเนินงานวิจัยแสดงดังรูปที่ 3.2 และมีรายละเอียดของการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้

3.4.1 การเตรียมตะกอนประปา

3.4.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

3.4.3 การศึกษาการดูดซับปุ๋ยยูเรียและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

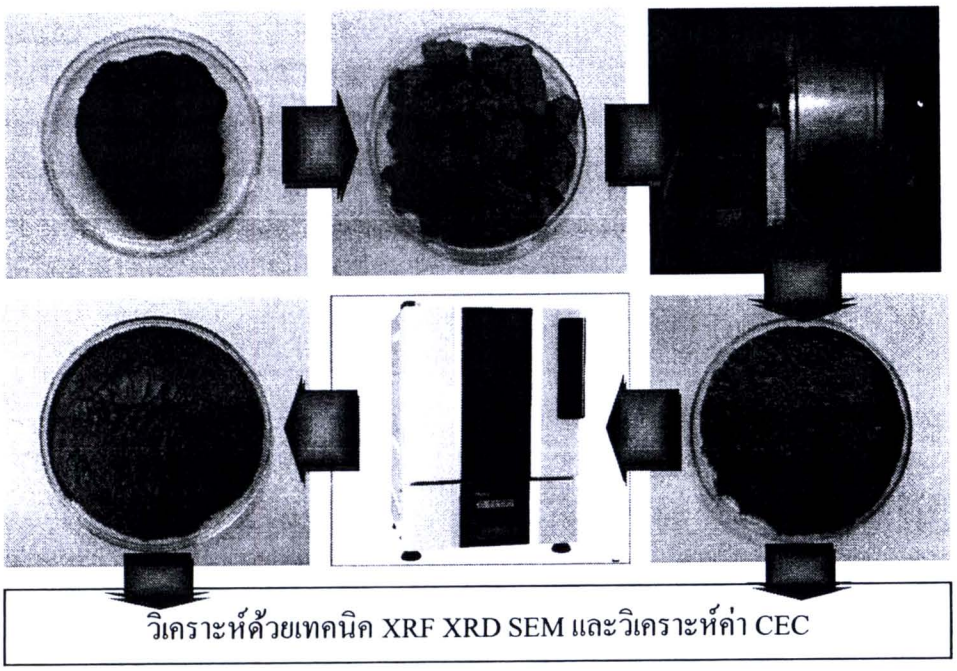
3.4.4 การศึกษาการปลดปล่อยปุ๋ยยูเรียและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์



รูปที่ 3.2 แผนผังการดำเนินงานวิจัย

3.4.1 คารเตรียมตะกอนประปา

ตะกอนประปาที่ใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ ได้รับความอนุเคราะห์จากโรงงานผลิตน้ำประปาบางเขน ซึ่งมีขั้นตอนการเตรียมตะกอนประปา แสดงดังรูปที่ 3.3 และมีรายละเอียดของการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมตะกอนประปาเพื่อใช้เป็นวัตถุดิบเริ่มต้นในการสังเคราะห์ซีโอไลต์

3.4.1.1 นำตะกอนประปามาทำการผึ่งลมให้แห้งและนำมาบดละเอียดด้วยเครื่องบดแบบขัดสี

3.4.1.2 นำตะกอนประปาที่ผ่านการบดละเอียดแล้วมาร่อนแบบเปียกผ่านตะแกรงร่อนขนาด 325 Mesh เพื่อเป็นตัวแทนของตะกอนประปาทั้งหมด โดยมวลรวมของตะกอนประปาจะต้องมีส่วนที่ค้างบนตะแกรงไม่เกิน 30%

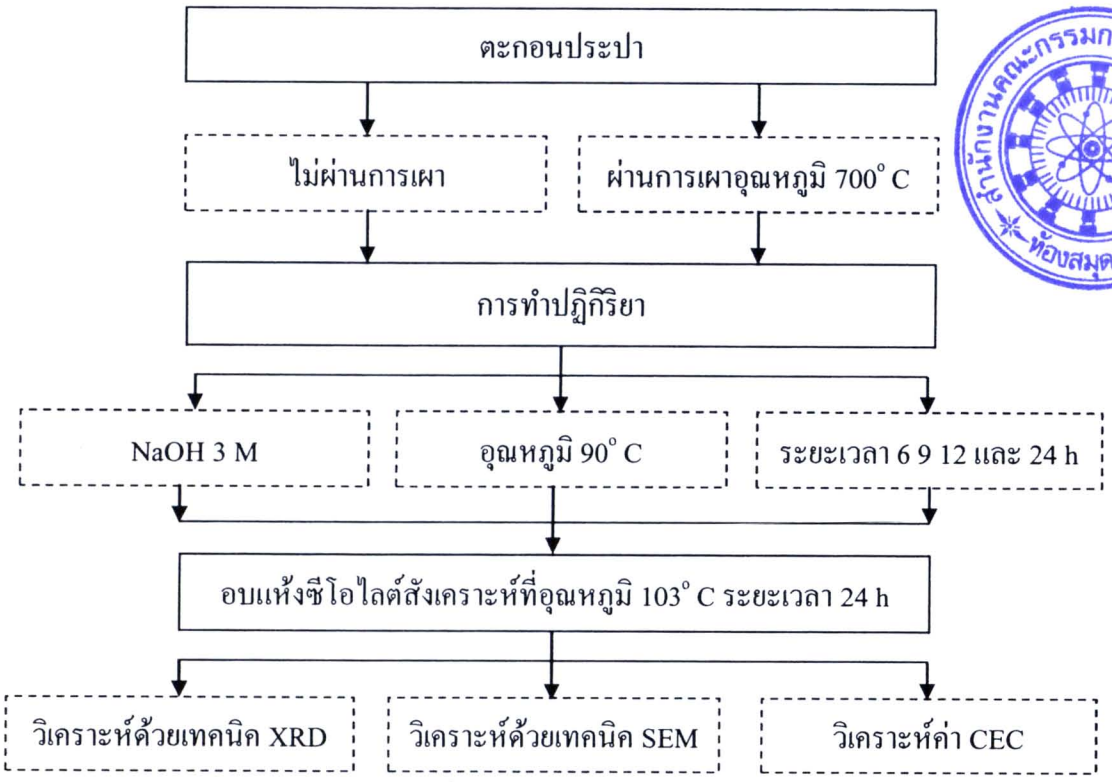
3.4.1.3 นำตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผา (จากข้อ 3.4.1.2) ไปเผาที่อุณหภูมิ 700° C เป็นเวลา 3 h จากนั้นปล่อยทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้นที่อุณหภูมิห้อง

3.4.1.4 นำตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผา (จากข้อ 3.4.1.2) และตะกอนประปาที่ผ่านการเผา (จากข้อ 3.4.1.3) มาทำการเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพ และทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบพื้นฐานทางเคมี เพื่อให้ทราบปริมาณของซิลิกาและอะลูมินาด้วยเทคนิค XRF ศึกษาโครงสร้างผลึกของตะกอนประปาด้วยเทคนิค XRD ศึกษาลักษณะพื้นผิวตะกอนประปาด้วยเทคนิค SEM และทำการวิเคราะห์ค่า CEC เพื่อให้ทราบค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคตไอออน

3.4.2 การสังเคราะห์ซีโอไลต์

ตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผา (จากข้อ 3.4.1.2) และตะกอนประปาที่ผ่านการเผา (จากข้อ 3.4.1.3) ถูกนำมาสังเคราะห์ซีโอไลต์ด้วยการทำปฏิกิริยากับสารละลาย NaOH ความเข้มข้นเท่ากับ 3 M ในอัตราส่วนของตะกอนประปาต่อปริมาณสารละลาย NaOH เท่ากับ 1:5 ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่

เหมาะสมในการเกิดซีโอไลต์สังเคราะห์ชนิด Na-A ตามการวิจัยของขวัญศิริ ไชยลาภ [5] แสดงดังรูปที่ 3.4 และมีรายละเอียดของขั้นตอนการสังเคราะห์ ดังต่อไปนี้



สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ซีโอไลต์จากตะกอนของโรงงานผลิตน้ำประปาบางเขน

3.4.2.1 นำตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผา มาทำปฏิกิริยากับสารละลาย NaOH 3 M โดยใช้อัตราส่วนของตะกอนประปาเท่ากับ 160 g ต่อปริมาณสารละลาย NaOH เท่ากับ 800 mL อุณหภูมิ 90° C โดยใช้ความเร็วรอบสำหรับการกวนสารละลายในถังปฏิกรณ์เท่ากับ 500 rpm ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 6 9 12 และ 24 h

3.4.2.2 นำซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลาต่างๆ มาทำการล้างด้วยน้ำประปาจนกระทั่งน้ำที่ใช้ในการล้างซีโอไลต์สังเคราะห์มีค่า pH เป็นกลาง โดยทำการทดสอบน้ำที่ล้างด้วยเครื่องวัด pH

3.4.2.3 นำซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 103° C ระยะเวลา 24 h

3.4.2.4 นำซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ได้ (จากข้อ 3.4.2.3) มาทำการศึกษาโครงสร้างผลึก และชนิดของซีโอไลต์สังเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ศึกษาลักษณะพื้นผิวของซีโอไลต์สังเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และศึกษาความสามารถในการแลกเปลี่ยนแคตไอออนด้วยการวิเคราะห์ค่า CEC

3.4.2.5 ทำการทดลองซ้ำในข้อ 1 ถึง 5 โดยเปลี่ยนวัตถุดิบเริ่มต้นจากตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผา มาเป็นตะกอนประปาที่ผ่านการเผาแล้วทำการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ซีโอไลต์สังเคราะห์จากตะกอนประปาที่ไม่ผ่านการเผาและผ่านการเผาด้วยเทคนิคต่างๆ

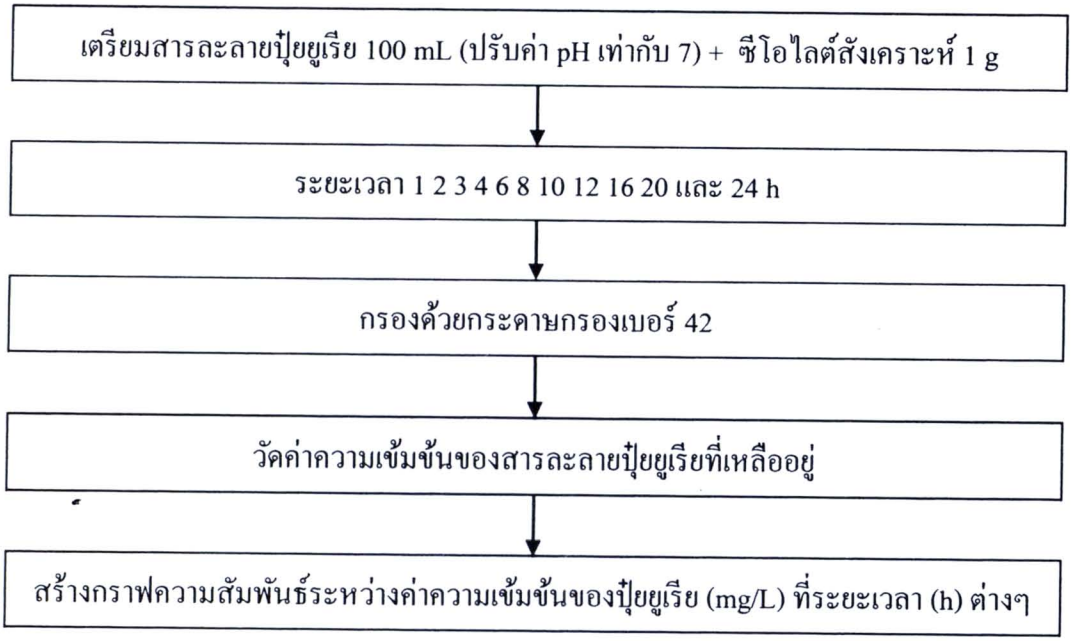
3.4.3 การดูดซับปุ๋ยยูเรียและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

เลือกซีโอไลต์สังเคราะห์ (จากข้อ 3.4.2) ที่มีระยะเวลาในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุด นำมาทำการศึกษาการดูดซับปุ๋ยยูเรียและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต โดยทำการศึกษาหาระยะเวลาเข้าสู่สมดุล และทำการเปรียบเทียบไอโซเทอมการดูดซับจากสมการ Langmuir และสมการ Freundlich โดยมีรายละเอียดของกระบวนการดูดซับสามารถอธิบายได้ ดังต่อไปนี้

3.4.3.1 ศึกษาการดูดซับปุ๋ยยูเรียด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

1. การศึกษาการดูดซับปุ๋ยยูเรียด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธี DMAB

การศึกษาการดูดซับปุ๋ยยูเรียด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ เพื่อหาปริมาณความเข้มข้นของปุ๋ยยูเรียเริ่มต้นและปุ๋ยยูเรียที่เหลืออยู่หลังจากผ่านการดูดซับด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธี *p*-Dimethylaminobenzaldehyde (DMAB) (ภาคผนวก ก.) แสดงดังรูปที่ 3.5 และมีรายละเอียดของขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้



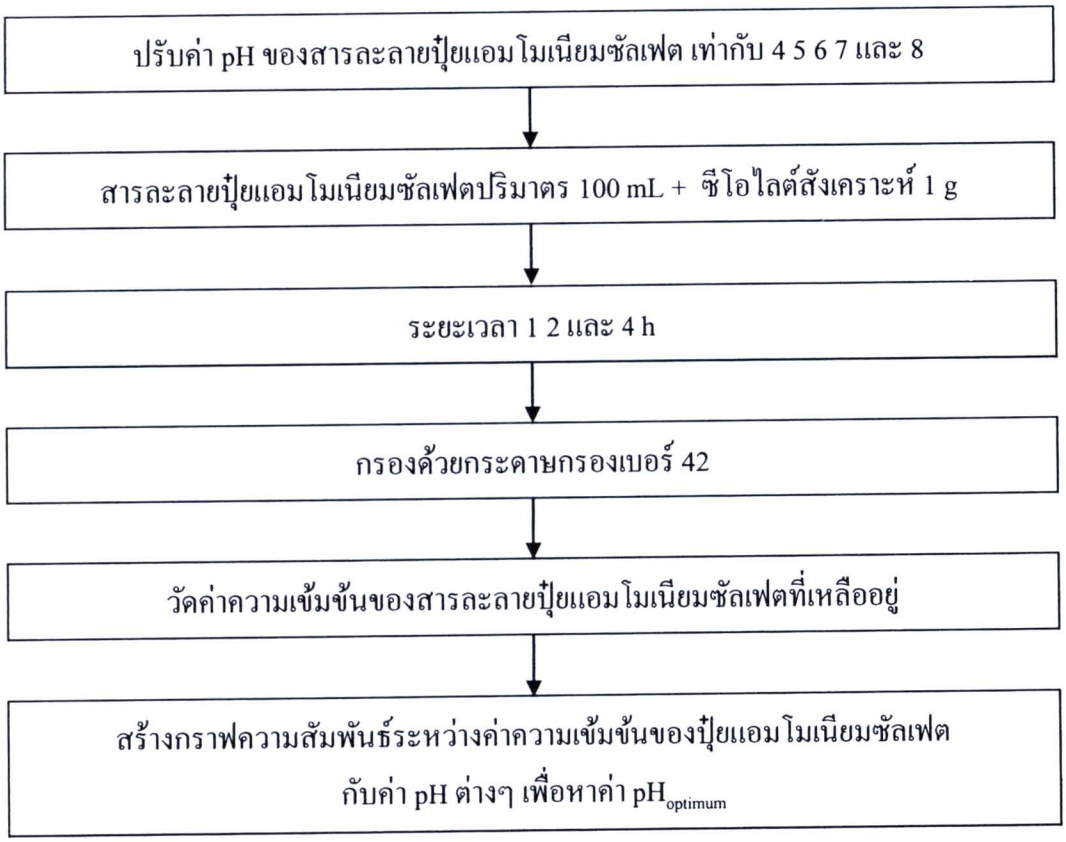
รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการดูดซับปุ๋ยยูเรียด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธี DMAB

1. เตรียมสารละลายปุ๋ยยูเรียที่ความเข้มข้น 50 mgN/L โดยมีค่า pH เริ่มต้นเท่ากับ 5.5 แล้วทำการปรับค่า pH โดยการเติมสารละลาย NaOH 0.1 N ให้มีค่า pH เท่ากับ 7
2. นำสารละลายปุ๋ยยูเรียที่ทำการปรับด้วย NaOH แล้ว ปริมาตร 100 mL และซีโอไลต์สังเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุด (จากหัวข้อ 3.4.2) จำนวน 1 g ใส่รวมกันในขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer Flask) ขนาด 250 mL และนำไปเข้าเครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 100 rpm อุณหภูมิ 30±2° C ที่ระยะเวลา 1 2 3 4 6 8 10 12 16 20 และ 24 h จากนั้นนำไปกรองแยกสารละลายออกจากของแข็งด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42
3. นำสารละลายปุ๋ยยูเรียเริ่มต้นและสารละลายปุ๋ยยูเรียที่ผ่านการดูดซับด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ระยะเวลาต่างๆ ซึ่งได้จากการกรองไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายปุ๋ยยูเรียที่เหลืออยู่ โดยการทำให้เกิดสีด้วยวิธี DMAB
4. วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 440 nm
5. นำข้อมูลการดูดกลืนแสงที่ได้มาเทียบกับกราฟมาตรฐาน (Standard Curve) ของสารละลายปุ๋ยยูเรีย (ก.1) เพื่อหาค่าความเข้มข้นของปุ๋ยยูเรียที่เหลืออยู่ที่ระยะเวลาต่างๆ
6. นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของสารละลายปุ๋ยยูเรียเริ่มต้นและสารละลายปุ๋ยยูเรียที่เหลืออยู่หลังจากผ่านการดูดซับด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ระยะเวลาต่างๆ แล้วนำมาวิเคราะห์หาความสามารถในการดูดซับปุ๋ยยูเรียจากความสัมพันธ์ของกราฟ
7. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-6 โดยใช้สารละลายปุ๋ยยูเรียที่ความเข้มข้น 500 mgN/L

3.4.3.2 การดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

1. การศึกษาการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

การศึกษาการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ เพื่อหาปริมาณความเข้มข้นของแอมโมเนียมซัลเฟตเริ่มต้นและปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่เหลืออยู่หลังจากผ่านการดูดซับด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธี Nesslerization แสดงดังรูปที่ 3.6 และมีรายละเอียดของขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้

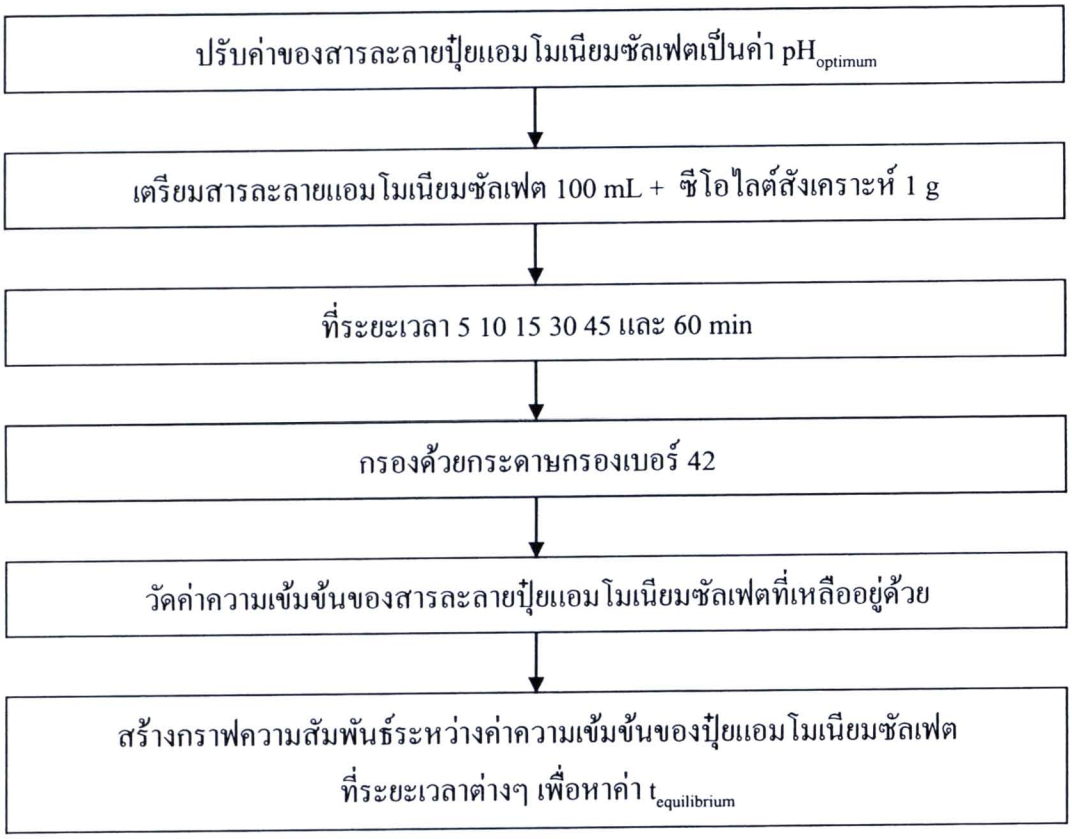


รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการศึกษาการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

1. เตรียมสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่ความเข้มข้น 50 mgN/L โดยมีค่า pH เริ่มต้นเท่ากับ 5.56 ทำการปรับค่า pH ให้มีค่า pH เท่ากับ 4 5 6 7 และ 8 ด้วยสารละลายกรด H_2SO_4 1 M และสารละลาย NaOH 3 M
2. นำสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่ปรับค่า pH เท่ากับ 4 แล้ว ปริมาตร 100 mL และซีโอไลต์สังเคราะห์ จำนวน 1 g ใส่รวมกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL และนำไปเข้าเครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 100 rpm อุณหภูมิ 30±2° C ที่ระยะเวลา 1 2 และ 4 h จากนั้นนำไปกรองแยกสารละลายออกจากของแข็งด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42
3. วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 410 nm
4. นำข้อมูลการดูดกลืนแสงที่ได้มาเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต (ค.2) เพื่อหาค่าความเข้มข้นของสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตเริ่มต้นและสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่ผ่านการดูดซับด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ระยะเวลาต่างๆ
5. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1-6 โดยทำการปรับค่า pH ของสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตให้มีค่า pH เท่ากับ 5 6 7 และ 8 ตามลำดับ
6. นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต (mg/L) กับค่า pH ต่างๆ เพื่อหาค่า pH ที่เหมาะสมที่สุด ($pH_{optimum}$)

2. การศึกษาระยะเวลาเข้าสู่สมดุลการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

การศึกษาระยะเวลาเข้าสู่สมดุลการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ เพื่อหาระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการดูดซับ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.7 และมีรายละเอียดของขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้



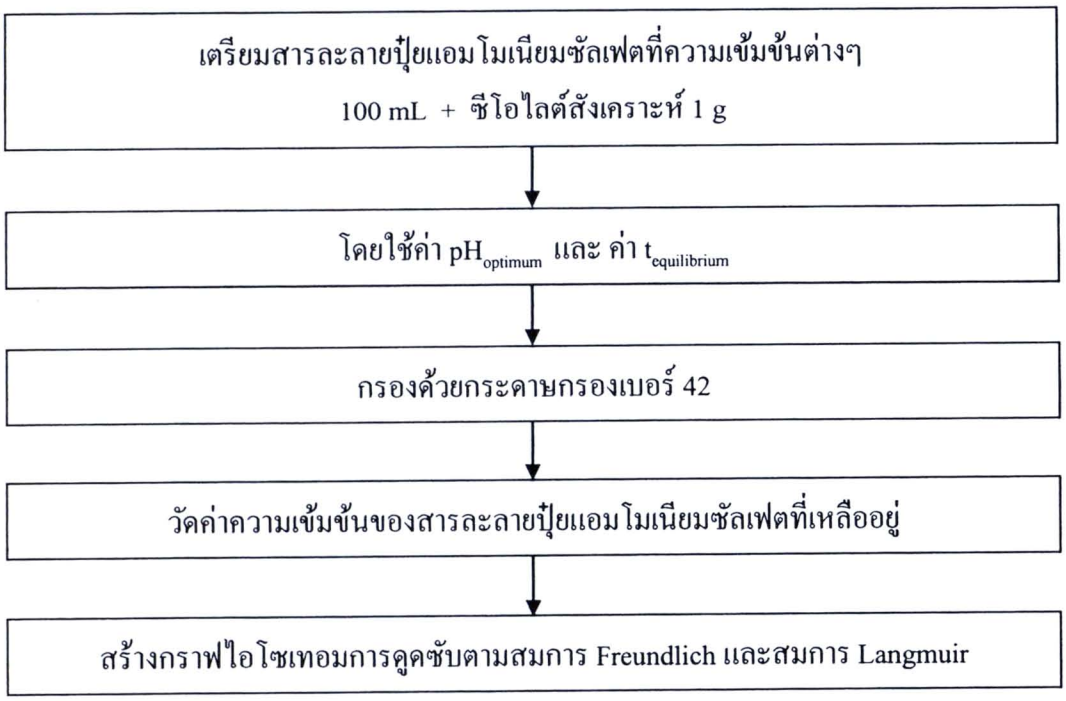
รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการศึกษาระยะเวลาเข้าสู่สมดุลการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

1. ใช้ค่า $pH_{optimum}$ ซึ่งได้จากการศึกษาการดูดซับแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์
2. เตรียมสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตความเข้มข้นเท่ากับ 60 80 100 120 และ140 mg/L ที่ทำการปรับค่า pH ให้เป็นค่า $pH_{optimum}$ แล้ว
3. ปริมาตร 100 mL เติมซีโอไลต์สังเคราะห์ จำนวน 1 g ใส่รวมกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL และนำไปเข้าเครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 100 rpm อุณหภูมิ $30\pm2^{\circ}$ C ระยะเวลา 5 10 15 30 45 และ 60 min จากนั้นนำไปกรองแยกสารละลายออกจากของแข็งด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42
4. วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 410 nm

5. นำข้อมูลการดูดกลืนแสงที่ได้มาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ระยะเวลาต่างๆ แล้วนำมาวิเคราะห์เพื่อหาระยะเวลาเข้าสู่สมดุลการดูดซับ ($t_{equilibrium}$) จากความสัมพันธ์ของกราฟ

3. การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ เพื่ออธิบายถึงความสามารถหรือพฤติกรรมการดูดซับที่เกิดขึ้นของวัสดุดูดซับในการดูดซับสารละลาย ทำการทดลองโดยใช้ค่า $pH_{optimum}$ และ ค่า $t_{equilibrium}$ ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.8 และมีรายละเอียดของขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้



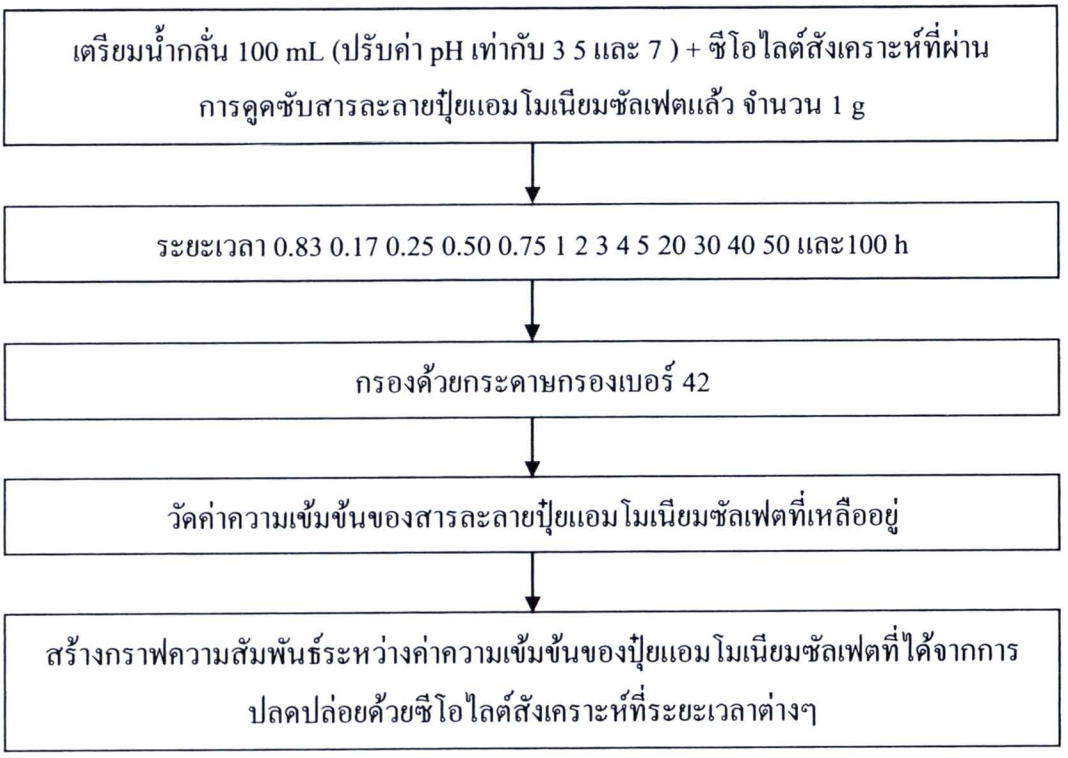
รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

1. ใช้ค่า $pH_{optimum}$ และค่า $t_{equilibrium}$
2. เตรียมสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่ความเข้มข้นเท่ากับ 60 80 100 120 และ140 mg/L ที่ทำการปรับค่า pH ให้เป็นค่า $pH_{optimum}$ แล้ว
3. ปริมาตร 100 mL เติมซีโอไลต์สังเคราะห์ จำนวน 1 g ใส่รวมกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL และนำไปเข้าเครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 100 rpm อุณหภูมิ $30\pm2^{\circ}$ C ที่ค่า $t_{equilibrium}$ จากนั้นนำไปกรองแยกสารละลายออกจากของแข็งด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42
4. วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 410 nm

5. ทำการเปรียบเทียบไอโซเทอมการดูดซับจากสมการ Langmuir และสมการ Freundlich โดยนำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟไอโซเทอมการดูดซับสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต ซึ่งเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $1/q_e$ กับ $1/C_e$ และ Log q_e กับ Log C_e ตามลำดับ

3.4.4 การปลดปล่อยปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

การศึกษาการปลดปล่อยปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์ เพื่อหาปริมาณการปลดปล่อยของสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟต ซึ่งแสดงดังรูปที่ 3.9 และมีรายละเอียดของขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ดังต่อไปนี้



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการศึกษาการปลดปล่อยปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่ด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์

1. นำซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ผ่านการดูดซับด้วยสารละลายปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตที่ความเข้มข้น 50 mgN/L ที่มีค่า $pH_{optimum}$ และค่า $t_{equilibrium}$ แล้ว
2. เตรียมน้ำกลั่นปริมาตร 100 mL และซีโอไลต์สังเคราะห์ จำนวน 1 g ใส่รวมกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL และนำไปเข้าเครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 100 rpm อุณหภูมิ 30 ± 2^{o} C ที่ระยะเวลา 0.83 0.17 0.25 0.50 0.75 1 2 3 4 5 20 30 40 50 และ100 h จากนั้นนำไปกรองแยกสารละลายออกจากของแข็งด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42

4. วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 410 nm
5. นำข้อมูลค่าการดูดกลืนแสงที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างประสิทธิภาพการปลดปล่อยปุ๋ยแอมโมเนียมซัลเฟตจากซีโอไลต์สังเคราะห์ที่ระยะเวลาต่างๆ จากความสัมพันธ์ของกราฟ