

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นศึกษาการกำจัดสี้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยถ่านกัมมันต์ที่เตรียมจากเมล็ดสละพันธุ์สุมาตราที่เหลือทิ้งจากการแปรรูป โดยการกระตุ้นด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ โดยมีวิธีการดำเนินงานวิจัยดังต่อไปนี้

สารเคมีที่ใช้

1. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium Hydroxide, KOH), Analytical Reagent Grade, Chemikit Limited Parnership
2. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Acid, HCl), Commercial Grade, Chemikit Limited Parnership
3. ซิลเวอร์ไนเตรท (Silver Nitrate, AgNO₃), Laboratory Grade, Ajax Finechem
4. ไอโอดีน (Iodine, I₂), Analytical Reagent Grade, Ajax Finechem
5. โซเดียมไธโอซัลเฟต (Sodium Thiosulfate, Na₂S₂O₃), Analytical Reagent Grade, Ajax Finechem
6. แป้งมัน (Starch)
7. เมทิลีนบลู (Methylene Blue, C₁₆H₁₈ClN₃S), Laboratory Grade, Ajax Finechem
8. สี้อมผ้า ประเภทสี้อมแดนท์ (Mordant Dye)
9. โพแทสเซียมไอโอไดด์ (Potassium Iodide, KI), Analytical Reagent Grade, Ajax Finechem
10. โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate, Na₂CO₃), Analytical Reagent Grade, Riedel-de Haën
11. โพแทสเซียมไอโอเดต (Potassium Iodate, KIO₃), Analytical Reagent Grade, Ajax Finechem
12. โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Potassium Dihydrogen Phosphate, KH₂PO₄), Analytical Reagent Grade, Ajax Finechem
13. ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Disodium Hydrogen Phosphate, Na₂HPO₄), Analytical Reagent Grade, Ajax Finechem

เครื่องมือ และอุปกรณ์

1. เตาเผาอุณหภูมิสูง (Furnace) ยี่ห้อ Carbolite Gero รุ่น CWF1300, Germany
2. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance) ยี่ห้อ Sartorius รุ่น CPA3245, Germany
3. ตู้อบลมร้อน (Hot Air Oven) ยี่ห้อ Memmert รุ่น D 06061, Germany

4. เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible Spectrophotometer) ยี่ห้อ Thermo Scientific รุ่น Genesys 10S UV-Vis, USA
5. เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-เบส (pH Meter) ยี่ห้อ Ohaus รุ่น Starter3100, USA
6. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) ยี่ห้อ Bruker รุ่น Alpha, Germany
7. เตาให้ความร้อน (Hot Plate) ยี่ห้อ Jenway รุ่น 1203, UK
8. ตะแกรงร่อน (Sieve) ขนาด 180 ไมโครเมตร ยี่ห้อ Retsch รุ่น ASTM E11, Germany
9. โกร่งบดสาร (Mortar)
10. โถดูดความชื้น (Desiccator)
11. กระดาษกรอง เบอร์ 1 (Filter Paper No.1) ยี่ห้อ Whatman No.1, UK
12. ถ้วยกระเบื้อง (Crucible)
13. ชามระเหย (Evaporating Dish)
14. เครื่องแก้วอื่นๆ (Glassware)

วิธีการดำเนินงานวิจัย

การเตรียมตัวอย่าง

1. เก็บตัวอย่างเมล็ดสละพันธุ์สุมาลีจากผู้ผลิตสละลอยแก้ว ในจังหวัดจันทบุรี
2. ทำความสะอาดเมล็ดสละด้วยน้ำสะอาด ให้น้ำมีขนาดเท่ากัน ผึ่งลมให้แห้ง
3. ชั่งน้ำหนักเมล็ดสละ อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง หรือจนกว่าน้ำหนักจะคงที่
4. ชั่งน้ำหนักเมล็ดสละที่อบแห้ง วิเคราะห์ปริมาณความชื้น จากนั้นเก็บเมล็ดสละที่เหลือใส่ในภาชนะสุญญากาศไว้ที่อุณหภูมิห้อง

การเตรียมถ่านโดยการคาร์บอนเซชัน

1. ชั่งน้ำหนักเมล็ดสละ 100 กรัม ใส่ชามระเหย 1 ใบ และนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 2 ชั่วโมง (ชฎาพร ศรีวิทย์ และมณฑิรา สันตะพันธ์, 2559)
2. ทิ้งไว้ให้เย็น ชั่งน้ำหนัก วิเคราะห์ร้อยละผลผลิตที่ได้ เก็บไว้ในโถดูดความชื้น

การเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยการกระตุ้นทางเคมี

นำเมล็ดสละที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนแล้ว มาทำปฏิกิริยากับสารกระตุ้นซึ่งมีวิธีการดังนี้

1. ชั่งน้ำหนักเมล็ดสละที่ผ่านการคาร์บอนเซชันทั้งหมดก่อนหน้านี้นำใส่ชามระเหย เคลือบด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 36 มิลลิโมลต่อกรัม (Laksaci, H. et al., 2017 : pp. 254-262) อัตราส่วนระหว่างสารกระตุ้นต่อถ่าน 20:32 มิลลิกรัมต่อกรัม
2. เผากระตุ้นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (Laksaci, H. et al., 2017 : pp. 254-262)

3. กำจัดส่วนเกินของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และเกลือด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.1 นอร์มอล
4. ล้างถ่านกัมมันต์ที่ได้ด้วยน้ำสะอาด ทดสอบด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรทอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Laksaci, H. et al., 2017 : pp. 254-262) ทิ้งไว้ให้เย็น
5. ชั่งน้ำหนัก วิเคราะห์ร้อยละผลผลิตที่ได้
6. นำมาบด และคัดขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อน ขนาด 180 ไมครอน เก็บไว้ในโถดูดความชื้น

การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้

1. การวิเคราะห์หาปริมาณความชื้น ตามมาตรฐาน ASTM-D2867-95
 - 1.1 อุ่นเตาเผาให้ร้อนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส
 - 1.2 ปล่อยให้วุ้นพร้อมฝาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น
 - 1.3 ชั่งน้ำหนักถ่าน 1.000X กรัม ใส่ในถ้วยกระเบื้อง นำไปอบสารจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ คำนวณปริมาณความชื้นในถ่านตัวอย่าง
 - 1.4 ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง
2. การวิเคราะห์ค่าการดูดซับของไอโอดีน ตามมาตรฐาน ASTM-D4607-94
 - 2.1 อบถ่านที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น
 - 2.2 ชั่งน้ำหนักถ่านกัมมันต์ 0.500 ± 0.050 กรัมใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
 - 2.3 เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก 10 มิลลิลิตร แกว่งขวดเบา ๆ เพื่อให้ผงถ่านชุ่มด้วยสารละลายจากนั้นต้มให้เดือด 30 วินาที เพื่อกำจัดเถ้าและกำมะถัน
 - 2.4 เติมสารละลายไอโอดีน ความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปิดฝาและเขย่าแรง ๆ 30 วินาที
 - 2.5 กรองแยกถ่านกัมมันต์จากสารละลายด้วยกระดาษกรอง โดยทิ้งสารละลายในช่วงแรก จนกระทั่งกระดาษกรองอิ่มตัวด้วยสารละลาย จึงรองรับสิ่งกรองด้วยขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร
 - 2.6 บีบเปิดสารละลาย 50 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
 - 2.7 ไทเทรตด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล จนกระทั่งได้สารละลายสีเหลือง
 - 2.8 เติมน้ำแบ่ง 2-3 หยด จนได้สารละลายสีน้ำเงิน

2.9 ไทเทรตต่อจนได้สารละลายใสไม่มีสี บันทึกปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้

2.10 นำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าปริมาณการดูดซับไอโอดีน

2.11 ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง

3. การวิเคราะห์ค่าการดูดซับของเมทิลีนบลู ตามมาตรฐาน JIS K 1474-1991

3.1 สร้างกราฟมาตรฐานสารละลายเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 0.01, 0.05, 1, 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้สารละลายบัฟเฟอร์เป็นตัวทำละลาย และนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 667 นาโนเมตร

3.2 ชั่งถ่านกัมมันต์น้ำหนักตั้งแต่ 0.500X กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ที่บรรจุสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 120 นาที (อรดี ฤทธิชัย และศศิธร มั่นเจริญ, 2557 : หน้า 131-140)

3.3 กรองถ่านกัมมันต์ออก จากนั้นไปหาความเข้มข้นที่เหลือจากการดูดซับ โดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 667 นาโนเมตร (อรดี ฤทธิชัย และศศิธร มั่นเจริญ, 2557 : หน้า 131-140)

3.4 นำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าปริมาณการดูดซับสีเมทิลีนบลู

3.5 ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง

4. วิเคราะห์พื้นที่ผิว (BET Surface Area) ปริมาตรรูพรุนรวม (Total Pore Volume) ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (Average Pore Diameters) ของถ่านกัมมันต์ ด้วยวิธี Brunauer-Emmett-Teller (BET)

การดูดซับสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์

นำถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้จากเมล็ดสะปะพันธุ์สุมาลี มากำจัดสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. สร้างกราฟมาตรฐานสารละลายสีย้อมผ้าที่ความเข้มข้น 2 - 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร

2. การดูดซับสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ โดยชั่งถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้ ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่บรรจุสีย้อมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับดังนี้

2.1 ความเข้มข้นเริ่มต้นของสีย้อมในน้ำเสีย 50, 100 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร

2.2 อัตราส่วนของถ่านกัมมันต์ต่อน้ำเสีย 1:500, 2:500, 3:500 และ 4:500 กรัมต่อมิลลิลิตร

2.3 เวลาที่ใช้ในการดูดซับสีย้อมในน้ำเสีย 2, 4, 6, 8, 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180, 210, 240, 270, 300, 330 และ 360 นาที

3. หลังจากศึกษาการดูดซับสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ที่สภาวะต่าง ๆ แล้ว กรองถ่านกัมมันต์ออกจากสีย้อม จากนั้นนำไปหาความเข้มข้นที่เหลืออยู่โดยใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร และนำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าปริมาณการดูดซับสีย้อม

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของถ่านกัมมันต์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)

1. ถ่านกัมมันต์ผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ บดให้ละเอียด
2. ใส่ลงในแม่พิมพ์ นำไปอัดด้วยแท่นอัดไฮดรอลิก (Hydraulic)
3. นำแผ่นถ่านกัมมันต์ที่อัด ไปวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของถ่านกัมมันต์

ศึกษาจลนพลศาสตร์ของการดูดซับสีย้อมด้วยถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้

นำข้อมูลที่ได้จากการดูดซับสีย้อมที่ความเข้มข้นเริ่มต้น และเวลาที่ใช้ในการดูดซับสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ต่าง ๆ มาคำนวณตามสมการปฏิกิริยาอันดับหนึ่งเทียมและอันดับสองเทียม จากนั้นนำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟเพื่อศึกษากลไกในการดูดซับสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้

เปรียบเทียบผลการกำจัดสีย้อมในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยถ่านกัมมันต์จากเมล็ดสละพันธุ์สุมาลีที่กระตุ้นด้วยสารละลายกรดฟอสฟอริก และสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี