

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ 2 ชนิด คือ ถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลามะพร้าว (PHO C) และถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลาปาล์ม (PHO P) เพื่อเปรียบเทียบความสามารถในการลดค่าซีไอดีของน้ำเสีย และหาประสิทธิภาพในการทำงานของถ่านกัมมันต์ด้วยระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงแบ่งวิธีการดำเนินงานวิจัยออกเป็น 2 ส่วน คือ ส่วนแรกเป็นการหาความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ด้วยเครื่องจาร์เทสต์ และส่วนที่สองเป็นการหาประสิทธิภาพการทำงานของถ่านกัมมันต์ด้วยระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง

3.1 การหาความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ด้วยเครื่องจาร์เทสต์

การหาความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ด้วยเครื่องจาร์เทสต์ ขั้นตอนการทดลองเริ่มจากหาเวลาในการเข้าสู่สมดุลของการดูดติดผิว (Adsorption Equilibrium Time) ของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลามะพร้าว (PHO C) และถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลาปาล์ม (PHO P) เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมของถ่านกัมมันต์แต่ละชนิดในการเข้าสู่สมดุล จากนั้นนำข้อมูลที่เวลาสมดุลของถ่านกัมมันต์ทั้งสองชนิดมาวิเคราะห์ว่าการดูดติดผิวเป็นแบบไอโซเทอมแบบแลงเมียร์ หรือ ไอโซเทอมแบบฟรุนดลิช เพื่อหาค่าคงที่จากสมการและนำมาเปรียบเทียบความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ระหว่างถ่านกัมมันต์ทั้งสองชนิด โดยมีสภาวะในการทดลองดังนี้

1. อุณหภูมิ อุณหภูมิในการทดลองอยู่ในช่วง 28 ± 3 องศาเซลเซียส
2. น้ำเสีย น้ำเสียที่ใช้ในการทดลองคือน้ำเสียจากกระบวนการพิมพ์ อาคาร ก. หลังผ่านการบำบัดขั้นปฐมภูมิ โดยทำการเก็บน้ำเสียปริมาตร 25 ลิตร ใส่ในถังพลาสติกมีฝาปิดขนาด 25 ลิตร จำนวน 1 ถัง
3. เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่ เครื่องจาร์เทสต์ (Jar Test) รุ่น Flocculator SW1 กำหนดความเร็วรอบที่ 100 รอบ/นาที ชุดปั๊มสุญญากาศพร้อมกระดาศกรงใยแก้ว (GF/C) ขนาด 0.45 ไมโครเมตร อุปกรณ์ในการทดสอบค่าซีไอดี ได้แก่ สารเคมีเกรดวิเคราะห์ (Analytical Grade) ตู้อบ หลอดแก้วทดลอง บีกเกอร์ เป็นต้น
4. ตัวแปรในการทดลอง ได้แก่
 - 4.1 ถ่านกัมมันต์ ใช้ถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลามะพร้าว (PHO C) และถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลาปาล์ม (PHO P) ขนาด 8x30
 - 4.2 น้ำหนักถ่านกัมมันต์ 0.25 ถึง 50 กรัม
5. การทดลอง
 - 5.1 ชั่งน้ำหนักถ่านกัมมันต์โดยใช้น้ำหนักที่เหมาะสม ใส่ในบีกเกอร์ทรงสูงขนาด 1000 มิลลิลิตร 5 ใบ ตามลำดับ
 - 5.2 นำบีกเกอร์ทั้งหมดรวมทั้งบีกเกอร์เปล่า 1 ใบไปวางบนเครื่องจาร์เทสต์
 - 5.3 เทน้ำเสีย 500 มิลลิลิตรใส่ในบีกเกอร์ทั้ง 6 ใบ
 - 5.4 ปรับความเร็วรอบของเครื่องจาร์เทสต์ที่ความเร็วรอบ 100 รอบ/นาที และเริ่มจับเวลา

5.5 เก็บตัวอย่างน้ำเสียที่เวลาที่ต่าง ๆ ในแต่ละบีกเกอร์ ตัวอย่างละ 10 มิลลิลิตร นำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศโดยใช้กระดาษกรองใยแก้ว

5.6 นำน้ำตัวอย่างหลังกรองไปวิเคราะห์หาค่าซีไอดี

3.2 การหาประสิทธิภาพการทำงานของถ่านกัมมันต์ด้วยระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง

การทดลองหาประสิทธิภาพการทำงานของถ่านกัมมันต์ด้วยระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง โดยการทดลองจะเป็นการเก็บข้อมูลเพื่อให้ได้กราฟเบรคทวร์จ ของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลาปาล์ม (PHO C) และถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลาปาล์ม (PHO P) ด้วยระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง ที่อัตราบำบัดต่าง ๆ ของน้ำเสีย ต่อจากนั้นสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ตั้งแต่เริ่มต้นจนถึงจุดเบรคทวร์จกับความลึกของถ่านกัมมันต์ ใช้เพื่อหาค่าคงที่ N_0 และ K ในสมการ Bohart-Adams ในช่วงอัตราการบำบัดที่ทำการทดลอง เพื่อนำไปทำนายเวลาเบรคทวร์จสำหรับระบบดูดติดผิวจริง และประเมินประสิทธิภาพการทำงานของถ่านกัมมันต์ในการลดค่าซีไอดี โดยมีสถานะในการทดลองดังนี้

1. อุณหภูมิ อุณหภูมิในการทดลองไม่สามารถควบคุมได้ขึ้นกับอุณหภูมิสิ่งแวดล้อมในขณะที่ทำการทดลอง ทำให้อุณหภูมิในการทดลองอยู่ในช่วง 35 ± 5 องศาเซลเซียส

2. น้ำเสีย น้ำเสียที่ใช้ในการทดลองคือน้ำเสียจากกระบวนการพิมพ์ อาคาร ก. หลังผ่านการบำบัดขั้นปฐมภูมิ ค่าซีไอดี 1900 ± 100 มิลลิกรัม/ลิตร โดยทำการเก็บน้ำเสียปริมาตร 500 ลิตร ใส่ในถังพลาสติกมีฝาปิดขนาด 250 ลิตร จำนวน 2 ถัง

3. ระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง ประกอบด้วยท่อพลาสติกอะคริลิกใส เบอร์ 603 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว สูง 1 เมตร เรียงต่อกันแบบอนุกรมจำนวน 4 คอลัมน์ และมีจุดเปิดปิดสำหรับเก็บตัวอย่างน้ำไปทดสอบที่ปลายคอลัมน์ของแต่ละคอลัมน์ ใช้ไดอะแฟรมบีบสำหรับปรับอัตราการไหลของน้ำเสีย

4. ตัวแปรในการทดลอง ได้แก่

4.1 ถ่านกัมมันต์ ใช้ถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลามะพร้าว (PHO C) และถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากกะลาปาล์ม (PHO P) ขนาด 8X30

4.2 อัตราการบำบัดน้ำเสีย เปลี่ยนแปลง 3 ค่า คือ 0.68; 1.36 และ $2.72 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{hr}$

5. การทดลอง

5.1 เตรียมระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง โดยล้างทำความสะอาดคอลัมน์ทั้ง 4 โดยน้ำประปาใส่เม็ดแก้ว (Glass Bead) ปริมาณ 100 กรัม ลงในแต่ละคอลัมน์ เพื่อเป็นชั้นกรองในส่วนปลายของแต่ละคอลัมน์ แล้วเติมน้ำประปาให้เต็มคอลัมน์

5.2 เตรียมถ่านกัมมันต์ที่ใช้ในการทดลอง โดยชั่งน้ำหนักถ่านกัมมันต์ 500 กรัมใส่ในภาชนะทำทั้งหมด 4 ใบ สำหรับใส่ในคอลัมน์ 4 คอลัมน์ของระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง ใส่น้ำประปาลงในภาชนะดังกล่าวทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วล้างสิ่งสกปรกที่ปะปนมาในถ่านกัมมันต์ออกไป

5.3 นำถ่านกัมมันต์ที่เตรียมไว้ไปใส่ในแต่ละคอลัมน์

5.4 บ่อน้ำเสียเข้าระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลองตามอัตราการบำบัดที่กำหนดไว้

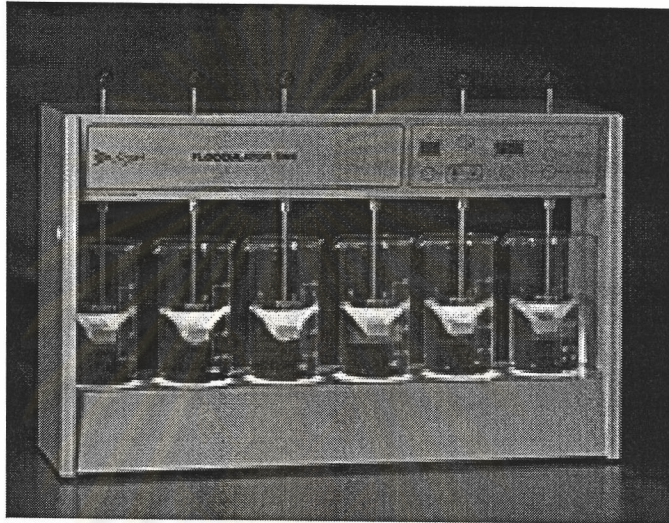
5.5 เก็บตัวอย่างน้ำเสียที่ออกจากแต่ละคอลัมน์ตามระยะเวลาการเก็บตัวอย่าง

5.6 นำตัวอย่างน้ำเสียไปวัดหาค่าซีไอดี

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องจาร์เทสต์

รุ่น Flocculator SW1 ยี่ห้อ Stuart ดังรูปที่ 3.1 เป็นเครื่องมือสำหรับทดสอบหาความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ โดยสามารถทดลองได้ครั้งละ 6 ปีกเกอร์ และปรับความเร็วรอบของใบพัดได้

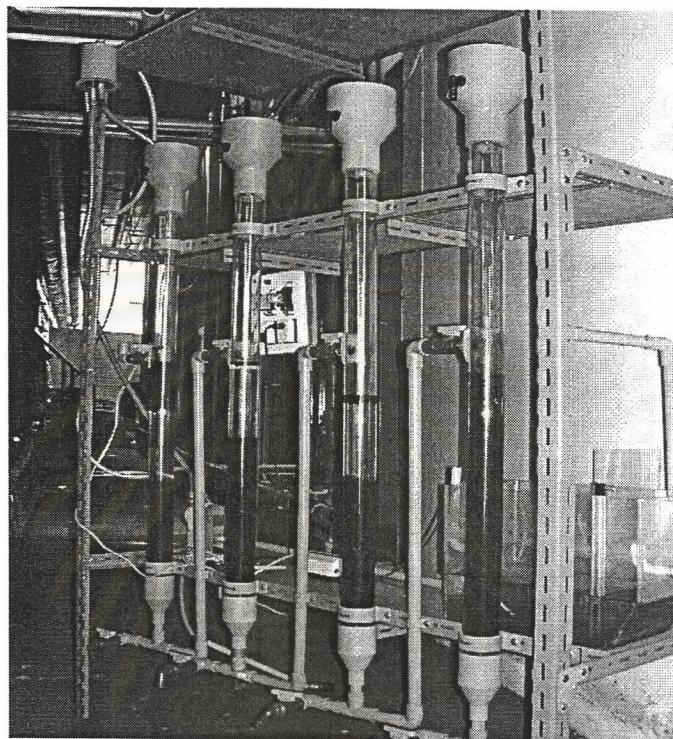


รูปที่ 3.1 เครื่องจาร์เทสต์ รุ่น Flocculator SW 1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2. ชุดอุปกรณ์ระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง

ชุดอุปกรณ์ระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง ดังรูปที่ 3.2 เป็นอุปกรณ์สำหรับใช้ศึกษาหาแนวทางในการออกแบบระบบดูดติดผิว ประกอบด้วยท่อพลาสติกอะคริลิกใส เบอร์ 603 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 นิ้ว สูง 1 เมตร เรียงต่อกันแบบอนุกรมจำนวน 4 คอลัมน์ และมีจุดเปิดปิดสำหรับเก็บตัวอย่างน้ำไปทดสอบที่ปลายคอลัมน์ของแต่ละคอลัมน์ ใช้ไดอะแฟรมปั๊มสำหรับปรับอัตราการบำบัดของน้ำเสีย



รูปที่ 3.2 ชุดอุปกรณ์ระบบดูดติดผิวคอลัมน์จำลอง

3. วิธีวิเคราะห์ค่าซีโอดี

3.1 ซีโอดี (Chemical oxygen demand, COD) คือ ค่าความต้องการออกซิเจนของน้ำทิ้งที่วิเคราะห์ได้โดยวิธีการทางเคมี ดังนั้นค่าซีโอดีจึงแสดงถึงปริมาณสารอินทรีย์ทั้งหมดในน้ำทิ้งที่จุลินทรีย์ย่อยสลายได้และย่อยสลายไม่ได้ โดยปกติค่าซีโอดีสูงกว่าค่าบีโอดีเสมอ (Biochemical Oxygen Demand, BOD) สารอินทรีย์ส่วนใหญ่จะถูกออกซิไดซ์โดยสารละลายผสมของโครมิก (Chromic) และกรดซัลฟูริก (Sulfuric Acid) ที่ต้มเดือด น้ำตัวอย่างจะถูกรีฟลักซ์ (Reflux) ในสารละลายกรดแก่ที่รู้ปริมาณของ Potassium Dichromate ($K_2Cr_2O_7$) หลังจากย่อยสลายสารอินทรีย์แล้ว ทำการรีดิวซ์ $K_2Cr_2O_7$ ที่เหลืออยู่ในน้ำเสียด้วยการไตเตรทกับ Ferrous Ammonium Sulfate (FAS) เพื่อหาปริมาณของ $K_2Cr_2O_7$ ที่ถูกใช้ไป แล้วจึงนำมาคำนวณหาสารอินทรีย์ที่ถูกออกซิไดซ์โดยเปรียบเทียบกับปริมาณออกซิเจน

3.2 อุปกรณ์ อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่าซีไอดี ได้แก่

- 3.2.1 หลอดแก้วทดลองทนไฟที่มีฝาเกลียวปิด ขนาด 25 มิลลิเมตร x 150 มิลลิเมตร
- 3.2.2 ตู้อบที่ให้ความร้อนถึง 150 °C มีความถูกต้อง ± 2 °C
- 3.2.3 ที่วางหลอดทดลอง
- 3.2.4 ขวดรูปชมพู่ขนาด 150 มิลลิเมตร

3.3 สารเคมี สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่าซีไอดี ได้แก่

3.3.1 สารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไดโครเมท (Potassium Dichromate Solution ; $K_2Cr_2O_7$) ความเข้มข้น 0.0167 M เตรียมโดยชั่ง $K_2Cr_2O_7$ ที่ผ่านการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 103-105 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 4.913 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 500 มิลลิตร เติมน้ำ H_2SO_4 เข้มข้น 167 มิลลิตรและ $HgSO_4$ 33.3 กรัม คนให้ละลาย แล้วทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นโดยใช้ขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร

3.3.2 สารละลายกรดซัลฟูริก (Conc. Sulfuric Acid ; H_2SO_4) นำกรดซัลฟูริกเข้มข้นซึ่งปกติบรรจุในขวดขนาด 9 ปอนด์ (2.65 ลิตร) เติมน้ำกลั่นลงไป 22 กรัม ปล่อยให้ละลายจนหมดซึ่งอาจใช้เวลา 1-2 วัน

3.3.3 สารละลายเฟอโรอินอินดิเคเตอร์ (Feroin Indicator) เตรียมโดยละลาย 1, 10 Phenanthroline Monohydrate 1.485 กรัม และ $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 0.695 กรัม ในน้ำกลั่นและเจือจางให้เป็น 100 มิลลิตร

3.3.4 สารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (Ferrous Ammonium Sulfate; FAS) ความเข้มข้นประมาณ 0.10 N ละลาย $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 39.2 กรัม ในน้ำกลั่นเล็กน้อย เติมกรดซัลฟูริก (จากข้อ 3.3.2) 20 มิลลิตร ทำให้เย็น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1 ลิตร สารละลายนี้ต้องนำมาไตเตรท กับ $K_2Cr_2O_7$ Digestion Solution เพื่อหาความเข้มข้นทุกครั้งก่อนใช้ดังนี้

การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต เติมน้ำกลั่น 5 มิลลิตร ลงในหลอดทดลองที่มีฝาเกลียวปิดขนาด 25 มิลลิเมตร x 150 มิลลิเมตร เติมสารละลาย $K_2Cr_2O_7$ Digestion Solution (จากข้อ 3.3.1) 3 มิลลิตร และสารละลายกรดซัลฟูริก (จากข้อ 3.3.2) 7 มิลลิตร ปิดฝาเกลียว แล้วผสมสารละลายดังกล่าวให้เป็นเนื้อเดียวกันและทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง เติมน้ำ Feroin Indicator (จากข้อ 3.3.3) 0.1 มิลลิตร (ประมาณ 1-2 หยด) แล้วไตเตรทกับสารละลาย FAS และคำนวณความเข้มข้นของ FAS จากสูตร

$$FAS (N) = \frac{\text{ปริมาณของ } 0.0167 \text{ M } K_2Cr_2O_7 \text{ ที่ใช้ (มิลลิลิตร)} \times 0.10}{\text{ปริมาณของ FAS ที่ใช้ในการไตเตรท (มิลลิลิตร)}}$$

3.4 วิธีการวิเคราะห์

3.4.1 เตรียมหลอดแก้วทดลองทอนไฟที่มีฝาเกลียวปิด โดยล้างด้วย 20% H_2SO_4 ก่อนเพื่อป้องกันการปนเปื้อนของสารต่าง ๆ

3.4.2 ใส่ตัวอย่างน้ำและสารละลาย $K_2Cr_2O_7$ (จากข้อ 3.3.1) แล้วค่อย ๆ เติมกรดซัลฟูริก (จากข้อ 3.3.2) ลงไปข้าง ๆ หลอด ปิดฝาให้แน่นแล้วผสมให้เข้ากัน (ปริมาตรของตัวอย่างน้ำและสารเคมีต่าง ๆ ที่เติมลงไป ให้ยึดตามตารางที่ 3.1) ทำการทดสอบโดยไม่ใส่สารตัวอย่าง (Blank Test) ควบคู่กันไป โดยใช้ น้ำกลั่นแทนตัวอย่างน้ำและใช้ปริมาณสารต่าง ๆ เท่ากัน

3.4.3 วางหลอดแก้วทดลองทอนไฟที่มีฝาเกลียวปิดลงในที่วางหลอดทดลอง นำไปเข้าตู้อบที่ตั้ง อุณหภูมิที่ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้ววางทิ้งให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง

3.4.4 ถ่ายสารเคมีจากหลอดแก้วทดลองทอนไฟใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 150 มิลลิลิตร แล้วใช้น้ำกลั่นชะสารเคมีจากหลอดแก้วทดลองทอนไฟจนหมด เติม Ferriin Indicator ลงไป 1-2 หยด ผสมให้เข้ากัน ไทเตรทด้วย 0.10 N FAS (จากข้อ 3.3.4) จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากสีเขียวแกมน้ำเงินเป็นสีน้ำตาลแดง

ตารางที่ 3.1 ปริมาณตัวอย่างและสารเคมีที่ใช้สำหรับ Digestion Vessels ขนาดต่าง ๆ

ขนาดหลอดทดลอง	ตัวอย่างน้ำ (มิลลิลิตร)	Digestion Solution (มิลลิลิตร)	H_2SO_4 (มิลลิลิตร)	ปริมาตรทั้งหมด (มิลลิลิตร)
16 มม. x 100 มม.	2.5	1.5	3.5	7.5
20 มม. x 150 มม.	5.0	3.0	7.0	15.0
25 มม. x 150 มม.	10.0	6.0	14.0	30.0

$$3.5 \text{ วิธีการคำนวณ : } \text{COD (มิลลิกรัม/ลิตร)} = \frac{(a-b) \times c \times 8000}{\text{ปริมาตรตัวอย่างน้ำที่ใช้}}$$

โดยที่ COD = Chemical Oxygen Demand

a = ปริมาตรของ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ที่ใช้ไทเตรท (มิลลิลิตร)

b = ปริมาตรของ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ที่ใช้ไทเตรทตัวอย่างน้ำกลั่น (Blank) (มิลลิลิตร)

c = Normality ของ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

3.6 หมายเหตุ ค่าซีไอดีที่รายงานในงานวิจัยนี้ได้จากการทดสอบตัวอย่างน้ำเสียครั้งละ 3 ตัวอย่างเพื่อหาค่าเฉลี่ย โดยในแต่ละชุดการทดลองจะมีการทดสอบความแม่นยำของวิธีการวิเคราะห์ด้วยการวิเคราะห์หาค่าซีไอดีของสารละลายมาตรฐานซีไอดีเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อลิตร