บทที่ 4

การดำเนินการวิจัย

4.1 แผนการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้ ทำการทดลองในห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย แผนการวิจัยได้กำหนดให้สอดคล้องกับวัตถุประสงค์และการวิจัย ดังนี้

4.1.1 ตัวแปรในการทดลอง

การวิจัยครั้งนี้ เป็นการศึกษาถึงความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนโดยใช้เรซินที่ทำจากชานอ้อยและผักตบชวา ซึ่งมีตัวแปรต่าง ๆ ดังต่อไปนี้ (ค่าตัวแปรต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 4.1)

- **ตัวแปรอิสระ ได้แก่**

1. ชนิดของวัสดุที่ใช้ทำเรซิน ได้แก่ ผักตบชวา และชานอ้อย
2. การปรับสภาพวัสดุ โดยใช้กระบวนการทางเคมี ได้แก่ untreated cellulose และ carboxymethyl cellulose
3. ชนิดของโลหะหนัก ได้แก่ ทองแดง สังกะสี และนิคเกล
4. ปริมาณโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ ได้แก่ 5, 10, 2 และ 50 มก/ล.

ตารางที่ 4.1 ค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ชนิดของวัสดุ / ตัวแปร	ผักตบชวา	ชานอ้อย
ตัวแปรอิสระ		
1. การปรับสภาพวัสดุโดยกระบวนการทางเคมี	1. untreated Cellulose 2. Carboxymethyl Cellulose	1. untreated Cellulose 2. Carboxymethyl Cellulose
2. ชนิดของโลหะหนัก	1. Cu^{2+} 2. Ni^{2+} 3. Zn^{2+}	1. Cu^{2+} 2. Ni^{2+} 3. Zn^{2+}
3. ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์	1. 5 mg/l 2. 10 mg/l 3. 20 mg/l 4. 50 mg/l	1. 5 mg/l 2. 10 mg/l 3. 20 mg/l 4. 50 mg/l

ตารางที่ 4.1(ต่อ) ค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ชนิดของวัสดุ / ตัวแปร	ผักตบชวา	ชานอ้อย
ตัวแปรคงที่		
1. ความสูงของชั้นเรซิน	0.20 ม.	0.20 ม.
2. รีเจนเนอแรนต์	HCl 0.5 N	HCl 0.5 N
3. Effective Size ของเรซิน	0.18-0.20 มม.	0.18-0.20 มม.
4. อัตราการไหลในการแลกเปลี่ยนไอออน	3 ปริมาณเรซิน/ชม. (3 ml/นาที)	3 ปริมาณเรซิน/ชม. (3 ml/นาที)
5. อัตราการไหลในการรีเจนเนอเรชั่น	10 ปริมาตรเรซิน/ชม. (10 ml/นาที)	10 ปริมาตรเรซิน/ชม. (10 ml/นาที)
6. จุดยุติ	ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียเข้าเท่ากับน้ำออก	ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียเข้าเท่ากับน้ำออก
ตัวแปรตาม		
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่วิเคราะห์	- ปริมาณโลหะหนัก - pH	-ปริมาณโลหะหนัก - pH

- ตัวแปรตาม ได้แก่

1. ปริมาณน้ำที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออน จนถึงจุดยุติ
2. ลักษณะสมบัติของน้ำที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออน ได้แก่ ปริมาณโลหะหนัก และ พีเอช
3. ขีดความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน
4. ประสิทธิภาพในการทำรีเจนเนอเรชัน

- ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่ ได้แก่

1. ความสูงของชั้นเรซิน
2. ชนิดของสารรีเจนเนอแรนต์
3. ความเข้มข้นของสารรีเจนเนอแรนต์
4. ขนาดของเรซิน
5. อัตราการไหลในการแลกเปลี่ยนไอออน
6. อัตราการไหลในการรีเจนเนอเรชัน

4.1.2 <u>ลำดับการทดลอง</u>

การทดลองแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่ การเตรียมการทดลอง การหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน และศึกษาคุณสมบัติต่าง ๆ ของเรซิน และ การเปรียบเทียบผลของการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซินแต่ละชนิด โดยแปรเปลี่ยนค่าตัวแปรตามที่กำหนด

รูปแบบและลักษณะการทดลอง เป็นดังนี้

1. การเตรียมการทดลอง ประกอบด้วย

- การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์จาก $CuSO_4$, $NiSO_4$ และ $ZnSO_4$ ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ
- การเตรียมสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนจากผักตบชวาและชานอ้อย แบ่งได้เป็น 2 ชนิดคือ untreated cellulose, carboxymethyl cellulose

2. การหาขีดความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของสารเซลลูโลส แต่ละชนิด

โดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์ เข้มข้น 0.5 N จำนวน 500 ml ไหลผ่านคอลัมน์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.1 เซนติเมตร ภายในบรรจุเรซินที่ทราบปริมาณแน่นอน หลังจากนั้นทำการล้างด้วยน้ำ แล้วรีเจนเนอเรชั่นโดยใช้ HCI เข้มข้น 1 N จำนวน 100 ml นำน้ำที่ผ่านเรซินไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก โดยวิธี Atomic Absorption Spectrophotometer เพื่อนำไปคำนวณหาขีดความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน

3. การเปรียบเทียบผลของการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซินแต่ละชนิด โดยการแปรเปลี่ยนค่าตัวแปร ได้แก่ ชนิดของโลหะหนัก ปริมาณโลหะหนักในน้ำเสียการทำรีเจนเนอเรชั่นโดยใช้ HCl เข้มข้น 0.5 N เพื่อหาประสิทธิภาพในการทำรีเจนเนอเรชั่นการหาลักษณะสมบัติของน้ำที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออน

4.2 วัสดุและอุปกรณ์ในการวิจัย

4.2.1 คอลัมน์บรรจุสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน

คอลัมน์ทำจากแก้ว เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 2 ซม. สูง 50 ซม. รูปที่ 4.1 แสดงการติดตั้งเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออน

4.2.2 ขวดน้ำเกลือขนาด 1 ลิตร พร้อมสายยางปรับอัตราการไหล

4.2.3 เครื่องวัดพีเอช

การวัดพีเอชของน้ำตัวอย่าง ใช้เครื่องวัดพีเอชยี่ห้อ HORIBA รุ่น F-13

4.2.4 เครื่องชั่งสารเคมี

การชั่งสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย ใช้เครื่องชั่งยี่ห้อ Sartorius รุ่น AC 210 P

4.2.5 เครื่องบดวัสดุ

การทำให้วัสดุที่นำมาใช้ในการวิจัยมีขนาดเล็กลงทำโดยใช้เครื่องปั่น

4.2.6 เครื่องคัดแยกขนาด

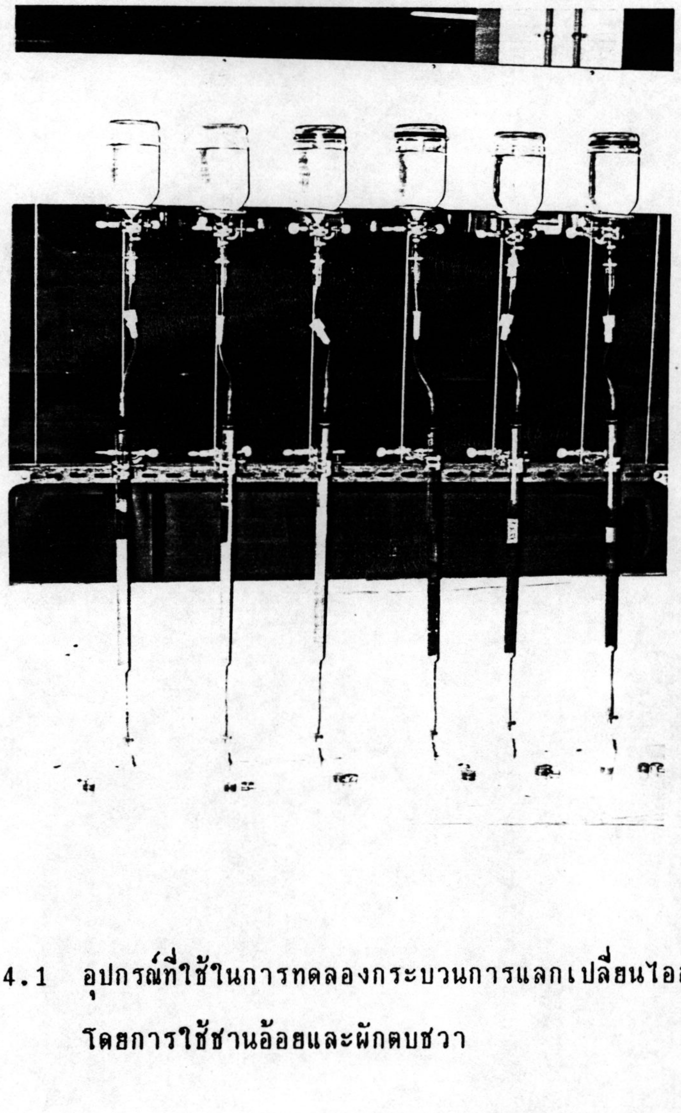
การคัดแยกขนาดของผักตบชวาและชานอ้อย ใช้ตะแกรงแยกขนาดของบริษัท Endecotts เบอร์ 70และ80 และเครื่องเขย่าของบริษัท Endecotts รุ่น Octagon 200

4.2.7 เครื่อง Atomic Absorbption Spectrophotomeler การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำเสีย ใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

4.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

4.3.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ (Analytical Reagent Grade)

- $CuSo_4$
- $NiSo_4$
- $ZnSo_4$



รูปที่ 4.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองกระบวนการแลกเปลี่ยนไอออน
โดยการใช้ชานอ้อยและผักตบชวา

4.3.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียม CM-Cellulose (Analytical Reagent Grade)

- โซเดียมไฮดรอกไซด์
- Chloroacetic acid
- acetic acid
- Ethanol
- กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 N

4.3.3 รีเจนเนอแรนต์ (Analytical Reagent Grade)

- กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.5 N และ 1 N

4.4 การเตรียมสารเคมี

4.4.1 สารละลายโลหะหนักเข้มข้น

1. สารละลายทองแดงเข้มข้น 10 g/l

ละลาย $CuSO_4 . 5H_2O$ ปริมาณ 39.3 กรัมในน้ำกลั่นปริมาตร 600 มล. จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1,000 มล. จะได้สารละลายทองแดงเข้มข้น 10 g/l

2. สารละลายนิคเกลเข้มข้น 10 g/l

ละลาย $NiSO_4 . 6H_2O$ ปริมาณ 45 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 500 มล. จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1000 มล. จะได้สารละลายนิคเกลเข้มข้น 10 g/l

3. สารละลายสังกะสีเข้มข้น 10 g/l

ละลาย $ZnSO_4 . 7H_2O$ ปริมาณ 45 กรัม ในน้ำกลั่นปริมาตร 500 มล. จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1000 มล. จะได้สารละลายสังกะสีเข้มข้น 10 g/l

4.4.2 สารละลายกรดไฮโดรคลอริค 1 N

ทำการเจือจางกรดไฮโดรคลอริค ปริมาตร 83 มล. ที่มีความเข้มข้นประมาณ 36.5 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ลงในน้ำกลั่นปริมารตร 500 มล. จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1,000 มล. จะได้ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น 1 N

4.4.3 สารละลายกรดไฮโดรคลอริค 0.5 N

ทำการเจือจางกรดไฮโดรคลอริค ปริมาตร 41.5 มล. ที่มีความเข้มข้นประมาณ 36.5 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก ลงในน้ำกลั่นปริมาตร 500 มล. จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1,000 มล. จะได้ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.5 N

4.4.4 สารละลายโลหะหนัก (Cu, Ni, Zn) เข้มข้น 1,000 mg/l

ดูดสารละลายโลหะหนักเข้มข้น 50 มล. ใส่ขวดวัดปริมาตร จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 500 มล. จะได้สารละลายที่มีปริมาณโลหะหนัก 1,000 มก./ล

4.5 <u>การดำเนินการวิจัย</u>

ในการวิจัยครั้งนี้ได้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ได้ดังนี้

4.5.1 การเตรียมสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน และน้ำเสียสังเคราะห์

1. การเตรียมวัสดุที่จะใช้ในการทดลอง

นำผักตบชวา และชานอ้อย มาล้างด้วยน้ำประปาหลาย ๆ ครั้งจนสะอาด นำมาตากให้แห้งกลางแดด 1 วัน อบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน

24 ชั่วโมง ทำให้ละเอียดด้วยเครื่องปั่นและร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 70 และ 80 จะได้ผักตบชวาและชานอ้อยที่มีขนาด Effective Size 0.18-0.20 mm.

2. การเตรียม Untreated Cellulose (Maranon and Sastre, 1991) ใส่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 N กวนนาน 30 นาที นำไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่น จน pH ของน้ำทิ้งประมาณ 7 แล้วจึงนำไปทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

3. การเตรียม Carboxymethyl Cellulose (Peska และคณะ,1976)

3.1 ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 90 กรัม ในน้ำกลั่น 200 มล. เติมผักตบชวาหรือชานอ้อย 60 กรัม ผสมให้เข้ากัน กวนนาน 30 นาที ในอ่างน้ำแข็ง

3.2 ละลาย chloroacetic acid 30 กรัม ในน้ำกลั่น 40 มล. เติมลงในของผสม นำไปกวนที่บนอ่างน้ำร้อนควบคุมอุณหภูมิ 70 องศา นาน 20 นาที แล้วทำให้เย็นในอ่างน้ำแข็ง

3.3 ปรับ pH ของผสมให้เป็นกลางโดยใช้ acetic acid

3.4 นำของผสมที่ได้ไปกรอง ล้างด้วยน้ำกลั่น และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 N จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำกลั่นจนพีเอชของน้ำสุดท้ายเท่ากับ 7 แล้วจึงล้างด้วย athanol ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

4. การเตรียมน้ำเสียที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

4.1 น้ำเสียที่มีปริมาณโลหะหนัก (Cu, Ni, Zn) 5 mg/l

ดูดสารละลายโลหะหนักเข้มข้น 1000 มก./ล. จำนวน 5 มล. ใส่ในขวดวัดปริมาตรจากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1000 มล. จะได้สารละลายที่มีปริมาณโลหะหนัก 5 mg/l ปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์เท่ากับ 5

4.2 น้ำเสียที่มีปริมาณโลหะหนัก (Cu, Ni, Zn) 10 mg/l

ดูดสารละลายโลหะหนักเข้มข้น 1000 มก./ล. จำนวน 20 มล. ใส่ในขวดวัดปริมาตรจากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1000 มล. จะได้สารละลายที่มีปริมาณโลหะหนัก 20 ml/l ปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์เท่ากับ 5

4.3 น้ำเสียที่มีปริมาณโลหะหนัก (Cu, Ni Zn) 50 mg/l

ดูดสารละลายโลหะหนักเข้มข้น 1000 มก./ล ใส่ในขวดวัดปริมาตร จากนั้นทำการเจือจางให้มีปริมาตรสุดท้าย 1000 มล. จะได้สารละลายที่มีปริมาณโลหะหนัก 50 mg/l ปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์เท่ากับ 5

4.4 การเตรียมน้ำเสียที่มีดลหะหนักเข้มข้น 0.5 N

1. สารละลายทองแดงเข้มข้น 0.5 N

ละลาย $CuSO_4 . 5H_2O$ ปริมาณ 31.211 กรัม ในน้ำกลั่น ปริมาตร 500 ml.

2. สารละลายนิคเกลเข้มข้น 0.5 N

ละลาย $NiSO_4 . 6H_2O$ ปริมาณ 32.858 กรัม ในน้ำกลั่น ปริมาตร 500 ml.

3. สารละลายสังกะสีเข้มข้น 0.5 N

ละลาย $ZnSO_4 . 7H_2O$ ปริมาณ 35.942 กรัม ในน้ำกลั่น ปริมาตร 500 ml.

4.5.2 การหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของสารเซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออน

1. บรรจุเรซินที่ทราบน้ำหนักแน่นอนลงในคอลัมน์ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.1 ซม. ชั้นเรซินสูง 16 ซม.

2. ป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้น 0.5 N จำนวน 500 มล. ด้วยอัตราการไหล 3 ml/นาที

3. ชะล้างอย่างช้าด้วยน้ำกลั่น 1 ปริมาตรเรซิน ใช้อัตราการไหลเดียวกับการป้อนน้ำดิบ

4. ทำการรีเจนเนอเรชั่นด้วยกรดไฮโดรคลอริค เข้มข้น 1 N จำนวน 100 ml โดยใช้อัตราการไหล 3 ml/นาที

5. นำน้ำที่ได้จากการรีเจนเนอเรชั่นไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำเสียเพื่อนำไปคำนวณหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซินแต่ละชนิด หน่วยจะอยู่ในรูป meq/g dry. wt.

4.5.3 การเปรียบเทียบผลของการแลกเปลี่ยนไอออน ของเรซินแต่ละชนิดโดยการแปรเปลี่ยนค่าตัวแปร

1. บรรจุเรซินที่ใช้ทดลองลงในคอลัมน์ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.0 ซม. ให้ชั้นเรซินสูงประมาณ 20 ซม

2. ป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ เข้าคอลัมน์ โดยมีการเปลี่ยนค่าตัวแปรตามตารางที่ 4.1 ด้วยอัตราการไหล 3 ปริมาตรเรซิน/ชม. (3 มล./นาที)

3. เก็บตัวอย่างน้ำที่ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนทุก 30 มล. เพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก ทดลองจนความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนหมด

4. ชะล้างอย่างช้าด้วยน้ำกลั่น 1 ปริมาตรเรซิน ใช้อัตราการไหลเดียวกับการป้อนน้ำดิบ

5. ทำการรีเจนเนอเรชั่นด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.5 N โดยใช้อัตราการไหล 10 ปริมาตรเรซิน/ชม. (10 มล./นาที) เก็บตัวอย่างทุก 30 มล. เพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก