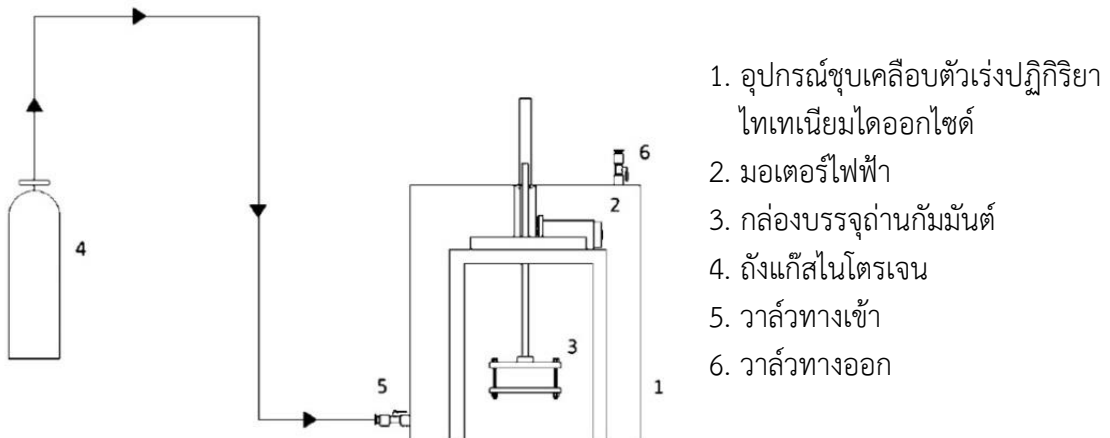


บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์

1. อุปกรณ์ Dip Coating

อุปกรณ์ฯ ดังกล่าวถูกออกแบบให้มีลักษณะการเป็นอุปกรณ์สำหรับชุบเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาผิวตัวกลางหรือวัสดุ โดยเป็นอุปกรณ์ที่เป็นลักษณะตู้ปิดสามารถปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่อุปกรณ์ฯ เพื่อไล่แก๊สออกซิเจนขณะใช้ อุปกรณ์ฯ ดังกล่าวมีมอเตอร์ที่สามารถปรับความเร็วในการชุบเคลือบตัวกลาง สำหรับการวิจัยศึกษานี้ใช้ความเร็วในการชุบเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวของถ่านกัมมันต์ที่ความเร็ว 9 mm/min สำหรับรายละเอียดของอุปกรณ์ Dip Coating แสดงดังภาพที่ 3.1

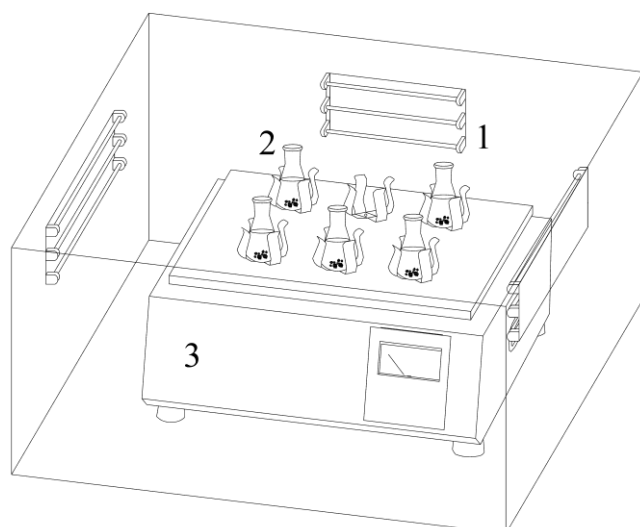


ภาพที่ 3.1 อุปกรณ์ชุบเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์

ที่มา : Rojviroon *et al.* (2012)

2. ชุดทดลองสำหรับกระบวนการโฟโตคะตะไลติก

ชุดทดลองที่ใช้ในการศึกษานี้เป็นชุดทดลองที่ใช้ติดตามผลการปฏิกิริยาโฟโตคะตะไลติก ซึ่งประกอบไปด้วย ขวดรูปخمพู่ เครื่องเขย่า และอุปกรณ์ให้แสงจากหลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ตติดตั้งในกล่องปิดที่มีความเข้มแสงรวมเท่ากับ $35 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ แสดงดังภาพที่ 3.2



1. หลอดรังสีอัลตราไวโอเล็ต
2. ขวดรูปชมพู่
3. เครื่องเขย่า

ภาพที่ 3.2 ชุดทดลองสำหรับกระบวนการโฟโตคะตะไลติก

3. อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1 ขวดวัดปริมาตร ขนาด 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL และ 1000 mL
- 3.2 ปีกเกอร์ขนาด 25 mL, 50 mL, 125 mL, 600 mL และ 1000 mL
- 3.3 ปิเปตต์ขนาด 1.0 mL, 2.0 mL, 5.0 mL, 10.0 mL, 25.0 mL และ 50.0 mL
- 3.4 เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (magnetic stirrer)
- 3.5 เครื่องชั่งน้ำหนัก ทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 3.6 ตู้เผาไฟฟ้า
- 3.7 แท่งกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (magnetic bar)
- 3.8 หลอดหยด
- 3.9 ขวดยา PE ขนาด 60 mL
- 3.10 กระดาษพีเอช (pH paper)
- 3.11 นาฬิกาจับเวลา
- 3.12 X-ray diffraction (XRD) ยี่ห้อ SIEMENS รุ่น D5000 X-ray Diffractometer (ติดตั้งอยู่ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
- 3.13 Scanning Electron Microscopy ยี่ห้อ Hitachi รุ่น S3400N SEM (ติดตั้งอยู่ที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
- 3.14 BET Surface Analyzer (ติดตั้งอยู่ที่ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง)

4. สารเคมี

- 4.1 กรดไฮโดรคลอริก (HCl, 37%, Merck) AR grade
- 4.2 กรดไนตริก (HNO₃, 65%, Merck) AR grade
- 4.3 แก๊สไนโตรเจน (N₂, 99.95%)
- 4.4 ไทเทเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ (Ti[OCH(CH₃)₂]₄, TTIP, > 99.999%, Sigma-Aldrich) AR grade
- 4.5 ไอโซโพรพานอล (C₂H₇O, > 99.5%, Sigma-Aldrich) AR grade

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมถ่านกัมมันต์

ถ่านกัมมันต์ที่ใช้ในการศึกษานี้เป็นถ่านกัมมันต์จากกะลามะพร้าวเชิงพาณิชย์ มีลักษณะเป็นเกล็ดถูกนำมา ร้อนด้วยตะแกรงขนาด 10 เมช (2.00 มิลลิเมตร) ล้างถ่านกัมมันต์ที่ได้ด้วยน้ำกลั่น เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกออก จากนั้นนำมาอบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ซ้ำมคืนเพื่อไล่ความชื้นและเก็บในภาชนะที่ปิดสนิท

2. การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา AC /TiO₂

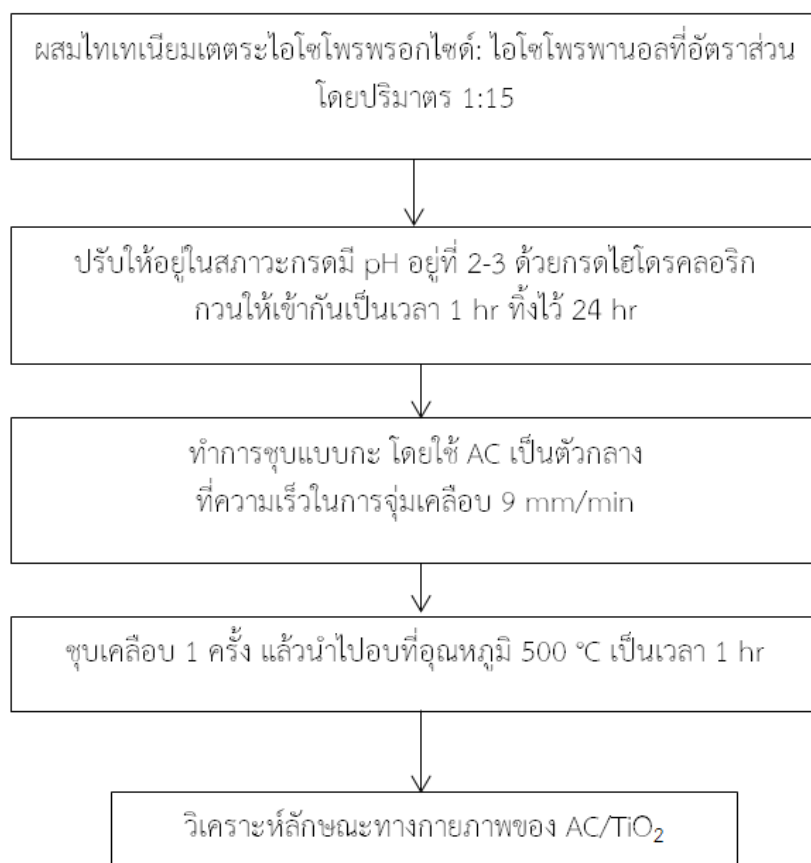
การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ใช้เทคนิคโซล-เจล เคลือบสารตั้งต้น คือ ไทเทเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

- 2.1 ผสมสารตั้งต้นไทเทเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์กับตัวทำละลายไอโซโพรพานอล ในอัตราส่วน 1:15 โดยปริมาตร แล้วกวนผสมที่อุณหภูมิห้อง
- 2.2 ปรับ pH สารละลายเป็น 2-3 ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น กวนผสมต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงก่อนนำไปเคลือบ
- 2.3 นำถ่านกัมมันต์ที่จะใช้มาเคลือบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมไว้ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบแบบกะ ในขณะที่ทำการจุ่มเคลือบต้องทำการเป่าไล่อากาศด้วยแก๊สไนโตรเจนตลอดเวลา
- 2.4 นำถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการจุ่มเคลือบแบบกะ แล้วไปอบที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา AC /TiO₂

ทำได้โดยวิเคราะห์โครงสร้าง ลักษณะทางกายภาพ ค่า Iodine Number และวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวเฉพาะ ปริมาตร ขนาดรูพรุน ของตัวเร่งปฏิกิริยา AC/TiO₂ โดยวิธี Branuer-Emmett-Teller Method (BET Surface Area) ซึ่งจะวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดของอนุภาครูพรุนของถ่านกัมมันต์ชุบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อบที่อุณหภูมิ 500 °C โดยใช้อุปกรณ์ Surface Area Analyzer ในหน่วยพื้นที่ต่อน้ำหนัก (m²/g)

สำหรับในขั้นตอนที่ 2 และ 3 แสดงแผนการเตรียม AC/TiO₂ ดังภาพที่ 3.3 นอกจากนี้ในส่วนของการวิเคราะห์ที่ทำการวิเคราะห์ รวมทั้งวิธีการวิเคราะห์ในการศึกษานี้แสดงดังตารางที่ 3.1



ภาพที่ 3.3 การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา AC/TiO₂

4. ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดพาราควอตโดยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก

เพื่อหาประสิทธิภาพการกำจัดพาราควอตโดยกระบวนการโฟโตคะตะไลติก ซึ่งทำการทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา AC/TiO₂ ที่เตรียมได้ในข้อที่ 2 ร่วมกับการให้แสงอัลตราไวโอเล็ต และทำการทดลองซ้ำในชุดควบคุมซึ่งใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา AC/TiO₂ ในที่มืดซึ่งไม่มีการให้แสงอัลตราไวโอเล็ต

- 4.1 ชั่งถ่านกัมมันต์ปริมาณ 2 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่แต่ละขวด เติมน้ำเสียสังเคราะห์ เข้มข้นทำทั้งหมด 4 ความเข้มข้นคือ 10, 50, 100, 150 มิลลิกรัม/ลิตร เป็นเวลา 0, 0.5, 1, 1.5, 24 และ 48 ชั่วโมง ตามลำดับ
- 4.2 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที จากนั้นกรองด้วย syringe filter เพื่อแยกถ่านกัมมันต์ออกจากน้ำตัวอย่าง

- 4.3 แบลงค์ได้จากการเติมน้ำเสียสังเคราะห์ปนเปื้อนพาราควอทลงในขวดรูปชมพู่โดยไม่ต้องใส่ถ่านกัมมันต์ ความเข้มข้นละ 1 ขวด ทำทั้งหมด 4 ความเข้มข้น จากนั้นฉายแสงอัลตราไวโอเล็ต ตัวอย่างทั้งหมดจะถูกนำมาวิเคราะห์หาความเข้มข้นของพาราควอทที่เหลืออยู่
- 4.4 ทำการวิเคราะห์ปริมาณพาราควอทที่เปลี่ยนแปลงหลังจากเกิดปฏิกิริยาโดยกระบวนการโฟโตคะตะไลติกที่เวลา 0, 0.5, 1, 1.5, 24 และ 48 ชั่วโมง
- 4.5 นำข้อมูลที่ได้จากข้อ 5.4 มาประมวลผลเพื่อหาประสิทธิภาพและจลนพลศาสตร์ของกระบวนการโฟโตคะตะไลติกที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา AC/TiO₂ ในการกำจัดพาราควอท

5. ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดพาราควอทโดยกระบวนการโฟโตคะตะไลติกในถังปฏิกรณ์แบบไหลต่อเนื่อง

การศึกษาในขั้นตอนนี้เป็นการทดลองการดูดซับแบบต่อเนื่องโดยใช้หลอดดูดซับทดลอง เพื่อหาประสิทธิภาพในการบำบัด, เวลาการใช้งานของหลอดดูดซับ และค่าสัมประสิทธิ์ทางจลนพลศาสตร์ (kinetic coefficients) ที่ใช้ในสมการการดูดซับแบบต่อเนื่องของ Bohart-Adams โดยใช้หลอดดูดซับทดลองที่ทำจากแก้ว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร สูง 60 เซนติเมตร บรรจุถ่านกัมมันต์ (250 กรัม) ลงในหลอดดูดซับทั้ง 3 แบบ คือ

5.1 ภายในหลอดดูดซับบรรจุด้วยถ่านกัมมันต์เพียงอย่างเดียว

5.2 ภายในหลอดดูดซับบรรจุด้วยถ่านกัมมันต์ที่เคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์เพียงอย่างเดียว

5.3 ภายในหลอดดูดซับบรรจุด้วยถ่านกัมมันต์ที่เคลือบและไม่เคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ โดยให้ถ่านกัมมันต์ที่ไม่ได้เคลือบบรรจุอยู่ตรงแกนกลางของหลอดดูดซับและให้ถ่านกัมมันต์

ที่เคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ล้อมอยู่ด้านนอก สาเหตุที่ทำเช่นนี้เนื่องจากต้องการให้ถ่านกัมมันต์ที่เคลือบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ทำปฏิกิริยากับแสงยูวีได้อย่างทั่วถึง

แล้วทำการป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัม/ลิตร แบบไหลลงอย่างต่อเนื่องที่อัตราการไหลทางชลศาสตร์ 0.0169, 0.0175 และ 0.0165 m³/m².h หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างน้ำเสียที่ผ่านการบำบัดที่เวลา 8, 16, 24, 32, 40 และ 64 ชั่วโมง ตามลำดับ ทำการทดลองทั้งหมด 2 ชั่วโมง นำตัวอย่างน้ำเสียที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของพาราควอทที่เหลืออยู่แล้วนำมาประมวลผลเพื่อหาประสิทธิภาพในการบำบัด, เวลาการใช้งานของหลอดดูดซับ และค่าสัมประสิทธิ์ทางจลนพลศาสตร์ที่ใช้ในการดูดซับแบบต่อเนื่องของ Bohart-Adams ต่อไป

ตารางที่ 3.1 วิธีการตรวจวิเคราะห์พารามิเตอร์

การทดลอง	พารามิเตอร์	วิธีการวิเคราะห์
การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา AC/TiO ₂	โครงสร้าง	X-ray Diffraction (XRD)
	ลักษณะทางกายภาพ	Scanning Electron Microscopy (SEM)
	การดูดซับไอโอดีน	Iodine Number
	พื้นที่ผิวเฉพาะ, ปริมาตร และ ขนาดรูพรุน	Branuer-Emmett-Teller Method (BET Surface Area)