

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการ

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือ

- 1) 500 mL Reaction Kettle (Quickfit, England)
- 2) Electronic balance (BL210s, Sartorius, Germany)
- 3) Furnace (6000, Thermolyne, USA)
- 4) Hg UV lamp (20 W, Philips, Holland)
- 5) High Performance Liquid Chromatography (HP1100, Agilent, USA)
- 6) Hot air oven (UFB500, Memmert, Germany)
- 7) Lux meter (LX-50, Digicon, Taiwan)
- 8) Mechanical stirrer (RW29digital, IKA[®], Germany)
- 9) Membrane filter 0.45 μm (Sartorius, Germany)
- 10) Membrane paper filter No.1 (Whatman, England)
- 11) pH Meter (Inolab, WTW, Germany)
- 12) PinnacleII-C₈ column, 150 x 4.6 mm (Restek, USA)
- 13) Scanning Electron Microscope (JSM6400, JEOL)
- 14) Stainless steel S304 (Thai Prasit Textile, Thailand)
- 15) Ultrasonic bath (950D, Crest, Malaysia)
- 16) UV-Vis Spectrometer (Lambda 650, Perkin Elmer, USA)
- 17) X-ray Diffractometer (D5005, BRUKER)

3.1.2 สารเคมี

- 1) Acetonitrile (HPLC grade, Labscan, Poland)
- 2) Ethanol (AR grade, Labscan, Poland)
- 3) Hydrochloric acid (36.5%, AR grade, J.T.Baker, USA)
- 4) Isopropanol (AR grade, Merck, Germany)
- 5) Methanol (AR grade, Merck, Germany)
- 6) Nickel (II) chloride hexahydrate (Unilab, Australia)

- 7) Potassium chloride (AR grade, Merck, Germany)
- 8) Sodium dodecylsulfate surfactant (AR grade, Riedel-de Haen, USA)
- 9) Sulfuric acid (97%, AR grade, Merck, Germany)
- 10) Titanium dioxide (AR grade, Merck, Germany)
- 11) Toluene (99.99%, AR grade, Fisher Scientific, UK)
- 12) Triton-X 100 (Fluka, Switzerland)
- 13) Zinc (II) chloride hexahydrate (Ajax Finechem, New Zealand)

3.2 วิธีการทดลองและรวบรวมข้อมูล

3.2.1 การเก็บและวิเคราะห์ปริมาณโทลูอินและสารปนเปื้อนอื่นในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการเคมี

3.2.1.1 การเก็บน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

สำรวจข้อมูลการสั่งซื้อโทลูอินของคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีในระยะเวลาตั้งแต่ปี พ.ศ. 2546-2552 เพื่อเป็นข้อมูลเบื้องต้นพิจารณาการใช้โทลูอินและโอกาสที่โทลูอินจะปนเปื้อนในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

เก็บตัวอย่างน้ำทิ้งจากบ่อกักน้ำเสีย อาคารเคมีอุตสาหกรรม แผนกวิชาเคมี ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี ความจุบ่อประมาณ 6 m³ เก็บตัวอย่างน้ำด้วยขวดเก็บตัวอย่างน้ำขนาด 1 dm³ ที่ระดับกึ่งกลางความลึกของน้ำ โดยเก็บตัวอย่างน้ำเสีย 5 ครั้งและผสมกันในขวดสีชาปริมาตร 5 ลิตร ปิดฝาสนิทเก็บไว้ในที่มืดที่อุณหภูมิห้อง (27-28°C) ก่อนนำไปวิเคราะห์ปริมาณโทลูอินต่อไป โดยช่วงเวลาในการดำเนินการเก็บน้ำตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโทลูอินดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ช่วงเวลาการเก็บน้ำเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโทลูอิน

ครั้งที่	วันที่	รายละเอียดกิจกรรม
1	12 พ.ย. 2550	กิจกรรมของห้องปฏิบัติการผ่านไป 1 สัปดาห์
2	5 พ.ย. 2551	กิจกรรมของห้องปฏิบัติการผ่านไป 1 ปี
3	15 พ.ค. 2552	กิจกรรมของห้องปฏิบัติการผ่านไป 4 เดือน
4	21 ธ.ค. 2552	กิจกรรมของห้องปฏิบัติการผ่านไป 2 เดือน

นอกจากการเก็บน้ำเสียจากห้องปฏิบัติการเคมี ผู้วิจัยยังเก็บตัวอย่างของเสียโทลูอินที่ใช้ในการสกัดสารและเหลือหลังปฏิบัติการ ซึ่งของเสียโทลูอินนี้จะมีค่าความเข้มข้นสูงและเก็บไว้ในภาชนะมิดชิดเพื่อนำไปใช้ใหม่ในปฏิบัติการครั้งถัดไป โดยเก็บและวิเคราะห์ปริมาณของเสียโทลูอินเพียง 1 ครั้งในวันที่ 12 พฤศจิกายน 2550 เนื่องจากของเสียโทลูอินเก็บไว้ในภาชนะปิด มีโอกาสที่ความเข้มข้นเปลี่ยนแปลงน้อยมาก

3.2.1.2 การวิเคราะห์ปริมาณโทลูอินในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

กรองตัวอย่างน้ำทิ้งด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และกรองด้วยเยื่อกรองชนิด Syringe membrane filter ขนาดรูพรุน 0.45 μm ส่วนของเสียโทลูอินเจือจาง 100 เท่าด้วย Acetonitrile ก่อนกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 และเยื่อกรองชนิด Syringe membrane filter ขนาดรูพรุน 0.45 μm

เตรียมสารละลายมาตรฐาน โทลูอินเข้มข้นโดยละลายโทลูอินด้วย acetonitrile ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ให้ได้ความเข้มข้น 500 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ จากนั้นเจือจางสารละลายมาตรฐานด้วย acetonitrile ร้อยละ 50 ให้ได้สารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 0, 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ เพื่อใช้ในการสร้างกราฟมาตรฐาน โดยให้เฟสเคลื่อนที่ไหลผ่านคอลัมน์ HPLC ด้วยเฟสเคลื่อนที่ก่อนการวิเคราะห์ 2 ชั่วโมงเพื่อให้คอลัมน์สมดุลและพร้อมวิเคราะห์สารมาตรฐาน โทลูอินและตัวอย่างด้วยเครื่อง HPLC รุ่น HP1100 (Agilent, USA) ที่ประกอบด้วยคอลัมน์ชนิด PinnacleII-C₈ ขนาด 150×4.6 mm (Restek, USA) การ์ดคอลัมน์ชนิด Zorbax SB-C₁₈ ขนาด 12.5×4.6 mm (Agilent, USA) โดยมีสภาวะการวิเคราะห์ ดังนี้ (Xie *et al.*, 2004)

อัตราส่วนเฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase) Acetonitrile:น้ำกลั่นปราศจากไอออน (DI) เท่ากับ 60:40 (กรองเฟสเคลื่อนที่ก่อนใช้งานทุกครั้งด้วยเยื่อกรองรูพรุนขนาด 0.45 μm) มีอัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ (Flow rate) เท่ากับ 1 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ปริมาณสารตัวอย่างที่ฉีด (Injection volume) เท่ากับ 20 μL การตรวจวัดปริมาณ โทลูอินใช้เครื่องตรวจวัดชนิด Diode array Detector ที่ความยาวคลื่น 254 nm และคำนวณปริมาณ โทลูอิน โดยเปรียบเทียบพื้นที่ใต้พีคของตัวอย่าง โทลูอินจำนวน 3 ซ้ำกับกราฟมาตรฐาน โทลูอิน

3.2.1.3 การวิเคราะห์ปริมาณสารเคมีชนิดอื่นในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ

วิเคราะห์หาสารอินทรีย์ชนิดอื่นในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ โดยคาดการณ์จากสารเคมีชนิดต่างๆ ที่ใช้ในกิจกรรมของห้องปฏิบัติการ ซึ่งวิเคราะห์หาสารทั้งหมด 5 ชนิด คือ แอซีโตนเฮกเซน เมทานอล เอทานอล และเอทิลอีเทอร์

เตรียมสารมาตรฐาน แอซีโตน เฮกเซน เมทานอล เอทานอล และเอทิลอีเทอร์ เข้มข้น 0-100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ และวิเคราะห์ด้วยวิธี HPLC โดยวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำทิ้งที่ผ่านการเตรียมสารเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 จำนวน 3 ซ้ำ จากนั้นเปรียบเทียบพื้นที่ใต้พีคของตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน และ

คำนวณปริมาณสารปนเปื้อนที่มีอยู่ในน้ำทิ้งจากห้องปฏิบัติการ โดยสภาวะการวิเคราะห์ด้วยวิธี HPLC โดยใช้สภาวะเดียวกับการวิเคราะห์ปริมาณ โทลูอินในหัวข้อ 3.2.1.2

ตรวจวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของน้ำเสียที่เก็บจากจากบ่อพักน้ำเสียทั้ง 4 ครั้งและน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมขึ้นด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง

3.2.2 การศึกษาสภาวะการเกาะติดของไทเทเนียมบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม

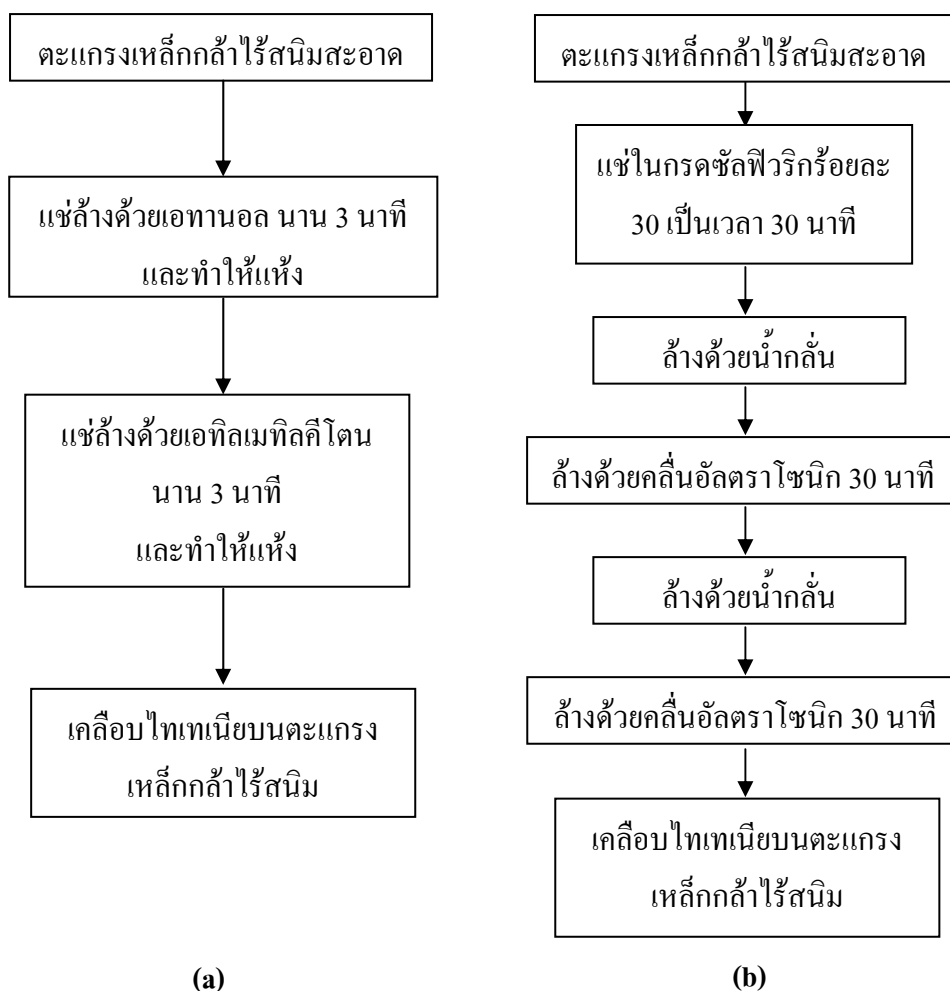
3.2.2.1 การศึกษาผลของตัวกลางที่ใช้ในการกระจายตัวของไทเทเนียมต่อการเกาะติดของไทเทเนียมบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม

ศึกษาการเคลือบไทเทเนียมด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (Dipping coat) บนผิวตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 มีขั้นตอนการทดลอง ดังนี้

ตัดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 ขนาด 2.5×2.5 cm ล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว น้ำประปาและน้ำกลั่นจนสะอาด ผึ่งให้แห้ง เติมไทเทเนียมลงในตัวกลางการกระจายตัว 2 ชุด โดยชุดที่ 1 คือ น้ำ และชุดที่ 2 คือ ไอโซโพรพานอล โดยอัตราส่วนระหว่างไทเทเนียมต่อตัวกลางการกระจายคือ 0.3:10 w/v (Balasubramanian *et al.*, 2004; Chen and Dionysiou, 2006) คนสารละลายให้เข้ากันและทำให้กระจายตัวดีขึ้นด้วยคลื่นอัลตราโซนิกอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที เคลือบตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมด้วยไทเทเนียมและผึ่งให้แห้ง อบตะแกรงที่เคลือบแล้วทั้ง 2 ชุดที่ 200°C เป็นเวลา 2 ชม. ถ่ายรูปตะแกรงด้วยกล้องจุลทรรศน์สเตอริโอกำลังขยาย 4 เท่า เพื่อสังเกตลักษณะพื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมและการเกาะติดของไทเทเนียมบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม

3.2.2.2 การศึกษาวิธีการเตรียมตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมและอุณหภูมิการเผาไทเทเนียมต่อการเกาะติดของไทเทเนียม

จากการการศึกษาผลของชนิดตัวกลางการกระจายที่ใช้ในการกระจายตัวของไทเทเนียมต่อการเกาะติดของไทเทเนียมบนตะแกรง ทำให้ได้ตัวกลางการกระจายที่เหมาะสมคือ ไอโซโพรพานอลในอัตราส่วน 0.3:10 w/v ทั้งนี้ในการเคลือบไทเทเนียมบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม จำเป็นต้องทำให้พื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมเหมาะต่อการยึดเกาะของไทเทเนียม ผู้วิจัยเลือกวิธีในการเตรียมเหล็กกล้าไร้สนิม จากวิธีของ Chen และ Dionysiou (2006) ที่ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ชะล้างคราบไขมันเปรียบเทียบกับวิธีของ Giomelli และคณะ (2006) ซึ่งใช้กรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 30 เพื่อทำให้พื้นผิวของเหล็กกล้าไร้สนิมขรุขระ มีขั้นตอนแสดงในรูปที่ 3.1 (a) และ (b) ตามลำดับ



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมเพื่อเคลือบไทเทเนียบด้วย 2 วิธี (a) การล้างด้วยเอทานอลและเอทิลเมทิลลิตอน (Chen and Dionysiou, 2006) (b) การแช่ในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร (Giornelli *et al.*, 2006)

ตัดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 ขนาด 15×15 cm ล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว น้ำประปาและน้ำกลั่น จนสะอาด ผึ่งตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมให้แห้ง แบ่งตะแกรงเป็น 2 ชุดการทดลอง คือ ชุดที่ 1 ล้างตะแกรงด้วยเอทานอลและเอทิลเมทิลลิตอน (ชุด E600) และชุดที่ 2 แช่ตะแกรงในกรดซัลฟิวริกร้อยละ 30 ล้างด้วยน้ำกลั่น DI และคลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 30 นาที 2 ครั้ง (ชุด S600)

อบตะแกรงที่ 105°C 2 ชม. และเก็บไว้ในโถดูดความชื้น จนน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักตะแกรง และเคลือบไทเทเนียบบนตะแกรงโดยกระจายไทเทเนียบในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 w/v และผึ่งให้แห้ง เผาตะแกรงที่เคลือบแล้วที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่และชั่งน้ำหนักตะแกรง นำตะแกรงที่เคลือบไทเทเนียบและเผาแล้วมาทดสอบการเกาะติด

ไทเทเนีย โดยเขย่าตะแกรงในน้ำกลั่นด้วยเครื่องเขย่าสารแนวนอนด้วยความเร็ว 150 rpm เป็นเวลา 2 ชม. อบตะแกรงที่เขย่าแล้วที่ 105°C เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่และชั่งน้ำหนักตะแกรงเพื่อคำนวณร้อยละการเกาะติดของไทเทเนีย ถ่ายภาพตะแกรงด้วยกล้องจุลทรรศน์สเตอริโอกำลังขยาย 4 เท่า เพื่อสังเกตพื้นผิวและการเกาะติดของไทเทเนียบนตะแกรง

หลังจากนั้นจึงศึกษาอุณหภูมิการเผาไทเทเนียซึ่งเคลือบบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่ 200, 450 และ 600°C รวมทั้งที่ไม่เผา ที่ให้ค่าการเกาะติดของไทเทเนียสูงที่สุด ดังนี้

ตัดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 ขนาด 15×15 cm ล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว น้ำประปาและน้ำกลั่นจนสะอาด แช่ตะแกรงในกรดซัลฟิวริกร้อยละ 30 เป็นเวลา 30 นาทีและล้างตะแกรงด้วยน้ำกลั่น DI และคลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 30 นาที 2 ครั้งเพื่อล้างกรดให้หมด ผึ่งตะแกรงให้แห้งและเคลือบตะแกรงด้วยไทเทเนียที่กระจายตัวในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 (w/v) และผึ่งให้แห้ง แบ่งตะแกรงที่เคลือบแล้วเป็น 4 ชุดเพื่อเผาตะแกรงที่ 200, 400 และ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. และชุดที่ไม่เผา เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่และชั่งน้ำหนักตะแกรง ทดสอบการเกาะติดไทเทเนียโดยเขย่าตะแกรงที่เคลือบไทเทเนียแล้วในน้ำกลั่นด้วยเครื่องเขย่าสารแนวนอนด้วยความเร็ว 150 rpm เป็นเวลา 2 ชม. อบตะแกรงที่เขย่าแล้วที่ 105°C เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่และชั่งน้ำหนักตะแกรงเพื่อคำนวณร้อยละการเกาะติดของไทเทเนีย

3.2.3 การศึกษาสภาวะการสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้ไทเทเนียรูปแบบแขวนลอย

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยไทเทเนียรูปแบบแขวนลอยโดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้น 100 mg.L⁻¹ ซึ่งเตรียมให้มีค่าใกล้เคียงกับปริมาณโพลูอินในน้ำเสียจากห้องปฏิบัติการ ซึ่งวิธีการศึกษาเป็นดังนี้

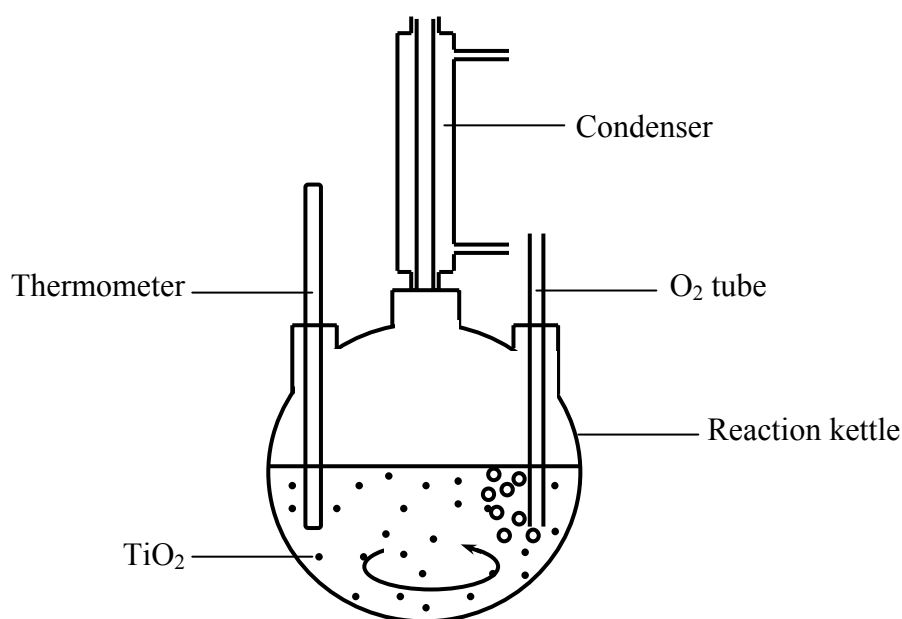
เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์โดยละลายโพลูอินปริมาตร 28.87 µL ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรเป็น 250 mL ได้น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโพลูอินเข้มข้น 100 mg.L⁻¹ จากนั้นเติมผงไทเทเนีย 0.125 g ในสารละลายโพลูอินเพื่อเตรียมไทเทเนียแขวนลอยเข้มข้น 0.5 mg.L⁻¹ (สิริชัยและจรรยาศักดิ์, 2544) บรรจุน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมได้ในหม้อต้มปฏิกิริยา (Reaction kettle) ขนาด 500 mL และเก็บไว้ในที่มืด 30 นาที จากนั้นฉายแสงจากหลอดยูวีชนิดปรอท (ความยาวคลื่นช่วง 290-400 nm) ขนาด 20 W โดยมีระยะห่างจากหลอดยูวีถึงถังปฏิกรณ์ 10 cm ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง (27-28°C) และกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนสารเชิงกล (Mechanical stirrer) ตลอดระยะเวลาการทดลอง (ดังรูปที่ 3.2 และ 3.3) ทั้งนี้ชุดการทดลองจะแบ่งออกเป็น 3 ชุด คือ ชุดไม่เติมออกซิเจน ไม่มีแสงยูวี ไม่มีไทเทเนีย (Darkness, No oxygen) ชุดเติมออกซิเจน ไม่มีแสงยูวี ไม่มีไทเทเนีย (Control) และชุดเติมออกซิเจน มีแสงยูวี มีไทเทเนีย (Photocatalytic)

ชุดการทดลองที่เติมออกซิเจน จะผ่านแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ในอัตรา 30 mL.min⁻¹ ใช้เวลาในการสลายโพลูอินเป็นเวลา 150 นาที มีการเก็บตัวอย่างทุก 15 นาทีเพื่อติดตามการสลายโพลูอิน

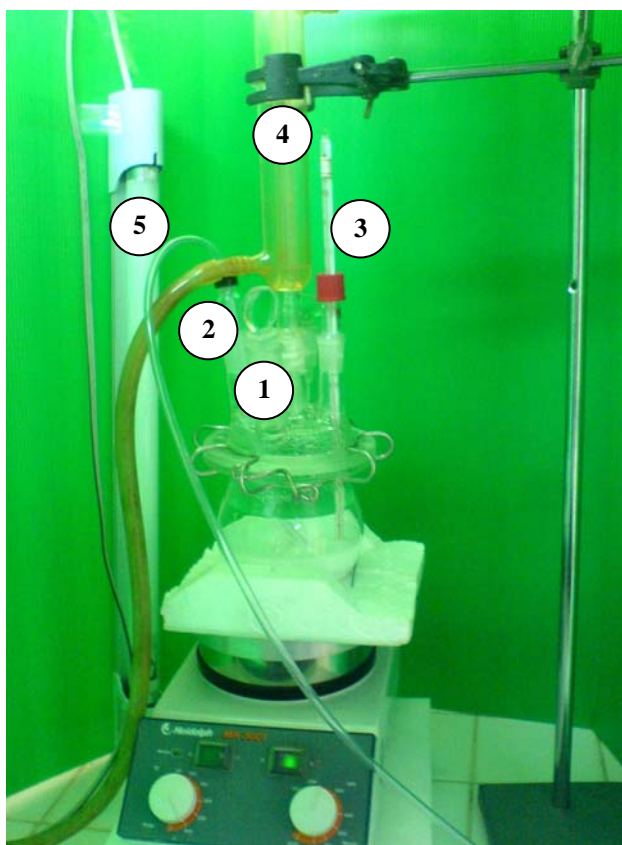
โดยกรองตัวอย่างน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยแผ่นกรองขนาดรูพรุน 0.45 μm และวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง HPLC ใช้สภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004) ซึ่งคำนวณความเข้มข้นของโทลูอินในตัวอย่างโดยเทียบกับสารมาตรฐานโทลูอินในช่วง 0-100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$

ทั้งนี้การติดตามการสลายโทลูอินคำนวณจากประสิทธิภาพการสลาย (C/C_0) ดังนี้

$$C/C_0 = \frac{\text{ความเข้มข้นของโทลูอิน ณ เวลาหนึ่ง}}{\text{ความเข้มข้นของโทลูอินเริ่มต้น}}$$



รูปที่ 3.2 แบบจำลองถึงปฏิกิริยาที่ใช้ในการสลายโทลูอินด้วยกระบวนการโฟโตแคตาไลติกโดยใช้ไทเทเนียมรูปแบบแขวนลอย



รูปที่ 3.3 ชุดตั้งปฏิกิริยาที่ใช้ในการสลายโพลีเอทิลีนด้วยไมโครเวฟในรูปแบบเขวนลอยในกระบวนการโฟโตแคตาไลติก ประกอบด้วย (1) ช่องเก็บตัวอย่าง (2) ช่องเติมอากาศ (3) ช่องวัดอุณหภูมิ (4) Condenser และ (5) หลอดยูวี

3.2.4 การศึกษาสภาวะการสลายโพลีเอทิลีนในน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟแบบจุ่มเคลือบ

การศึกษาการสลายโพลีเอทิลีนด้วยไมโครเวฟแบบจุ่มเคลือบบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม ใช้สภาวะการจุ่มเคลือบที่ให้ค่าการเกาะติดของไมโครเวฟดีที่สุดที่สุดจากการทดลองที่ 3.2.2 โดยระบบการสลายโพลีเอทิลีนยังคงเหมือนกับการศึกษาการสลายโพลีเอทิลีนด้วยไมโครเวฟแบบเขวนลอยในการทดลอง 3.2.3 ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

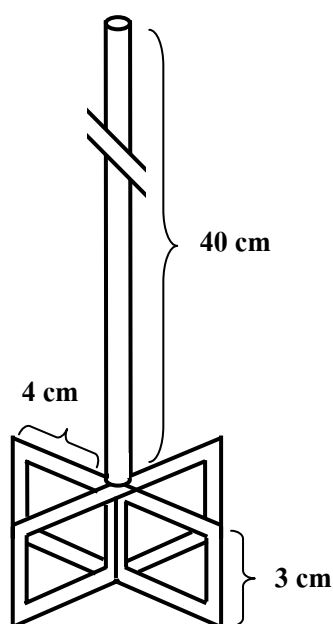
- การเตรียมตะแกรง

ตัดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 ขนาด 4.0×2.8 cm ล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว น้ำประปาและน้ำกลั่นจนสะอาด ผึ่งตะแกรงจนแห้ง แช่ตะแกรงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 30 เป็นเวลา 30 นาที ล้างด้วยน้ำกลั่นและคลีนอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที ซ้ำ 2 ครั้งและผึ่งให้แห้ง เคลือบตะแกรงด้วยไมโครเวฟที่กระจายตัวในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 w/v และอบที่ 80°C จนแห้ง นำตะแกรงที่เคลือบแล้วไปเผาที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้น

- การติดตั้งตะแกรง ไบพัดและถังปฏิกรณ์

ไบพัดและก้านของไบพัดที่ใช้ในถังปฏิกรณ์ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม โดยก้านไบพัดมีรูปร่างทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.8 cm มีความยาว 40 cm ส่วนไบพัดทั้ง 4 ไบพัดหน้า 0.4 cm รูปร่างสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขอบด้านนอกมีความยาว 4.0×3.0 cm ขอบด้านในมีความยาว 3.8×2.8 cm ดังรูปที่ 3.4 การติดตั้งตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมเข้ากับไบพัด ให้ติดตั้งตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมทั้ง 4 ด้านของไบพัดด้วยการงอพับด้วยขอบตะแกรงด้านบน ติดก้านไบพัดเข้ากับเครื่องกวนสารเชิงกล ที่มีความเร็วการหมุนไบกวน 60 rpm โดยวัดระยะให้ตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมอยู่ภายใต้ผิวน้ำทั้งหมดและให้ไบกวนอยู่ในตำแหน่งที่พอดีกับช่องว่างตำแหน่งของเทอร์โมมิเตอร์และปลายหลอดนำแก๊สออกซิเจน

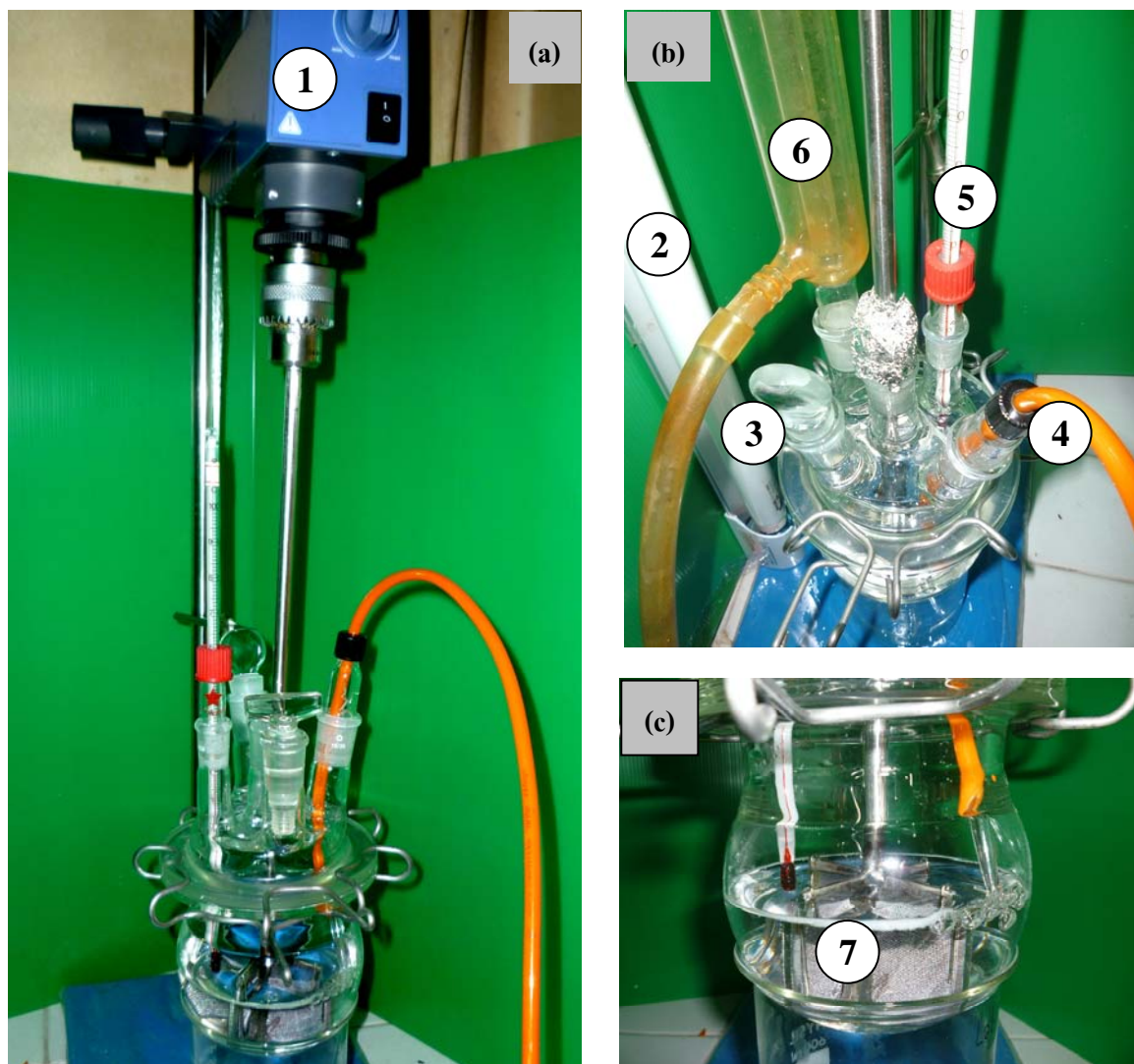
กระบวนการสลายโทลูอินใช้การฉายแสงจากหลอดยูวีชนิดปรอทขนาด 20 W มีระยะห่างจากหลอดยูวีถึงถังปฏิกรณ์ 10 cm ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง (27-28°C) และผ่านแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ในอัตรา 30 mL.min⁻¹ (รูปที่ 3.5)



รูปที่ 3.4 แบบจำลองไบกวนที่ใช้ในปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติก

- การสลายโทลูอิน

เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์โทลูอินเข้มข้น 100 mg.L⁻¹ โดยละลายโทลูอินปริมาตร 28.87 μ L ในน้ำกลั่นและปรับปริมาตรเป็น 250 mL ด้วยน้ำกลั่น บรรจุน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมได้ในหม้อต้มปฏิกิริยา ขนาด 500 mL (รูปที่ 3.5) และเก็บไว้ในที่มืด 30 นาที จากนั้นฉายแสงจากหลอดยูวีชนิดปรอทขนาด 20 W โดยใช้เวลาในการสลาย 150 นาที เก็บตัวอย่างทุก 15 นาทีเพื่อติดตามการสลายโทลูอินด้วยวิธี HPLC โดยมีสภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004)



รูปที่ 3.5 ชุดปฏิกรณ์ที่ใช้ในการสลายโทลูอินด้วยไมโครเวฟแบบจุ่มเคลือบในกระบวนการโฟโตแคตาไลติก ประกอบด้วย (1) เครื่องกวนสารเชิงกลที่ใช้ในการหมุนใบพัดในถังปฏิกรณ์ (2) หลอดยูวี (3) ช่องเก็บตัวอย่าง (4) ช่องเติมแก๊สออกซิเจนอากาศ (5) ช่องวัดอุณหภูมิ (6) Condenser และ (7) ตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมเคลือบไทเทเนียม

นอกจากนี้ผู้วิจัยยังศึกษาเพิ่มเติมเรื่องปริมาณไทเทเนียมที่เคลือบบนแผ่นตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมทั้ง 4 ใบ เพื่อนำไปประกอบการพิจารณาเลือกสภาวะที่เหมาะสมในการสลายโทลูอินดังนี้

อบและชั่งน้ำหนักตะแกรงก่อนการเคลือบไทเทเนียม จากนั้นเคลือบไทเทเนียมโดยกระจายตัวไทเทเนียมในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 w/v และอบตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่

80°C จนแห้ง เผาตะแกรงที่เคลือบแล้วที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. เก็บตะแกรงใส่โถคู่ความชื้นจนน้ำหนักคงที่เพื่อคำนวณน้ำหนักของไทเทเนียมที่เคลือบอยู่บนตะแกรงทั้ง 4 ใบ

3.2.5 การเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมในการสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์

การเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมในการสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์โดยศึกษาการเติมสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด ที่ความเข้มข้นแตกต่างกันร่วมกับไทเทเนียมทั้ง 2 รูปแบบ คือ รูปแบบแขวนลอยและรูปแบบจุ่มเคลือบ เมื่อได้ชนิดและความเข้มข้นที่เหมาะสมในการสลายโพลูอินแล้วจึงศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมด้วยการกระจายตัวไอออนของโลหะสองชนิดคือ สังกะสี (II) ไอออน และนิกเกิล (II) ไอออนบนไทเทเนียม ซึ่งศึกษาเฉพาะกับไทเทเนียมรูปแบบจุ่มเคลือบ รวมถึงศึกษาการนำไทเทเนียมกลับมาใช้ใหม่และการสูญเสียไทเทเนียมในรูปแบบจุ่มเคลือบ

3.2.5.1 การเติมสารลดแรงตึงผิวชนิดโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)

การศึกษาความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว SDS ที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดในการสลายโพลูอินร่วมกับไทเทเนียมทั้ง 2 รูปแบบ คือ รูปแบบแขวนลอยและรูปแบบจุ่มเคลือบ ดังนี้

การศึกษาผลของสารลดแรงตึงผิว SDS ต่อการสลายโพลูอินโดยใช้ไทเทเนียมรูปแบบแขวนลอยมีขั้นตอนดังนี้ ละลาย Sodium dodecylsulfate (SDS) 0.5768 g ในน้ำกลั่น และปรับปริมาตรเป็น 250 mL จะได้สารละลาย SDS เข้มข้น 8 mM (Stock solution) เจือจางสารละลาย SDS 8 mM ด้วยน้ำกลั่นให้ได้สารละลาย SDS เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0 mM ปริมาตร 250 mL (Pernyeszi and Dekany, 2004) จากนั้นเติมโพลูอินปริมาตร 28.87 μL ในสารลดแรงตึงผิวข้างต้นเพื่อให้ได้น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโพลูอินเข้มข้น 100 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ปริมาตร 250 mL เติมผงไทเทเนียม 0.125 g เพื่อให้ได้สารละลายที่มีไทเทเนียมแขวนลอย 0.5 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ เตรียมตัวอย่างชุดควบคุมอีก 1 ชุด ซึ่งไม่เติม SDS ไม่เติมไทเทเนียมและไม่ฉายแสงยูวี

บรรจุน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมได้ในหม้อต้มปฏิกิริยา ขนาด 500 mL และเก็บไว้ในที่มืด 30 นาที จากนั้นฉายแสงจากหลอดยูวีชนิดปรอทขนาด 20 W โดยมีระยะห่างจากหลอดยูวีถึงถึงปฏิกรณ์ 10 cm ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง (27-28°C) และกวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก ตลอดระยะเวลาการทดลอง ผ่านแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ในอัตรา 30 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ ใช้เวลาในการสลายโพลูอินเป็นเวลา 150 นาที เก็บตัวอย่างทุก 15 นาที เพื่อติดตามการสลายโพลูอินโดยกรองด้วยน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยแผ่นกรองขนาดรูพรุน 0.45 μm และวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยวิธี HPLC ใช้สภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004) ติดตามประสิทธิภาพการสลายโพลูอินโดยคำนวณจากสัมประสิทธิ์การสลายโพลูอิน (C/C_0)

สำหรับการศึกษาการสลายโพลูอินในกระบวนการโฟโตแคตาไลติกของไทเทเนียมรูปแบบจุ่มเคลือบที่เติมสารลดแรงตึงผิว SDS มีขั้นตอนการทดลอง ดังนี้

ตัดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 ขนาด 4.0×2.8 cm ล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว น้ำประปาและน้ำกลั่นจนสะอาด ฟุ้งตะแกรงจนแห้ง แช่ตะแกรงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 30 เป็นเวลา 2 ชม. ล้างด้วยน้ำกลั่นและด้วยคลีนอัลตราโซนิคเป็นเวลา 30 นาที ซ้ำ 2 ครั้ง และฟุ้งให้แห้ง เคลือบไทเทเนียมโดยกระจายตัวไทเทเนียมในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 w/v และอบที่ 80°C จนแห้ง นำตะแกรงที่เคลือบแล้วไปเผาที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้น ติดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมทั้ง 4 ด้านของใบพัดและติดใบพัดเข้ากับเครื่องกวนสารเชิงกลที่มีความเร็ว การหมุนใบกวน 60 rpm เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์โทลูอินเข้มข้น 100 mg.L⁻¹ ในสารละลาย SDS โดยละลายโทลูอินปริมาตร 28.87 µL ในสารละลาย SDS เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0 mM ปริมาตร 250 mL

บรรจุน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมได้ในหม้อต้มปฏิกิริยา ขนาด 500 mL และเก็บไว้ในที่มืด 30 นาที จากนั้นฉายแสงจากหลอดยูวีชนิดปรอทขนาด 20 W โดยมีระยะห่างจากหลอดยูวีถึงถังปฏิกิริยา 10 cm ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง (27-28°C) และผ่านแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ในอัตรา 30 mL.min⁻¹ ใช้เวลาในการสลายโทลูอินเป็นเวลา 150 นาที เก็บตัวอย่างทุก 15 นาที เพื่อติดตามการสลายโทลูอิน ด้วยวิธี HPLC สภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004) ติดตามประสิทธิภาพการสลายโทลูอินโดยคำนวณจากประสิทธิภาพการสลาย (C/C₀)

การทดลองการเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียม มีการพิจารณาประสิทธิภาพของไทเทเนียมในการสลายโทลูอินด้วยค่ากัมมันตภาพเฉพาะ (Specific activity) ด้วย ดังนี้

$$\text{Specific activity} = \frac{\text{โทลูอินที่ลดลง (mg)}}{\text{น้ำหนักไทเทเนียม (g)}}$$

ทั้งนี้ การศึกษาค่า Specific activity ของไทเทเนียมรูปแบบแขวนลอยจะใช้ไทเทเนียมที่แขวนลอยอยู่ในสารละลายเท่านั้น โดยไม่รวมกับผงไทเทเนียมที่ตกตะกอนอยู่ที่ก้นของหม้อต้มปฏิกิริยา การหาปริมาณไทเทเนียมที่แขวนลอยที่แท้จริงทำได้โดยคัดตัวอย่างสารละลายที่มีไทเทเนียมแขวนลอยในขณะที่กวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก นำสารละลายไปอบและชั่งน้ำหนัก โดยทำ 3 ซ้ำ และคำนวณเป็นร้อยละของไทเทเนียมแขวนลอยที่แท้จริง เพื่อใช้ในการคำนวณค่า specific activity ต่อไป

3.2.5.2 การเติมสารลดแรงตึงผิวชนิด Triton X-100

การศึกษาความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว Triton X-100 ที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดในการสลายโทลูอินร่วมกับไทเทเนียมทั้ง 2 รูปแบบ คือ รูปแบบแขวนลอยและรูปแบบจุ่มเคลือบมีขั้นตอนเหมือนกับการทดลองที่ 3.2.5.1 แต่ใช้สารละลาย Triton X-100 แทนสารละลาย SDS ที่ความเข้มข้นเดียวกัน

เมื่อได้ผลการสลายโทลูอินด้วยกระบวนการโฟโตแคตาไลติกที่เติม SDS และ Triton X-100 แล้ว นำมาหาความแตกต่างในการสลายโทลูอินด้วยสถิติ One way ANOVA รวมทั้งพิจารณาเลือกรูปแบบของไทเทเนี่ยมที่ให้ประสิทธิภาพสูงในการสลายโทลูอินและมีความเหมาะสมในการใช้งานเพื่อนำไปเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนี่ยมด้วยการกระจายตัวไอออนของโลหะบนไทเทเนี่ยมและการใช้แสงอาทิตย์แทนแสงจากหลอดยูวีในการสลายโทลูอินขนาด 10 L ต่อไป

3.2.5.3 การทำให้ไทเทเนี่ยมคืนสภาพและประสิทธิภาพการสลายโทลูอินครั้งที่ 2

นำตะแกรงเคลือบไทเทเนี่ยมที่ผ่านการสลายโทลูอินจากการศึกษาในข้อ 3.2.5.1 มาศึกษาการคืนสภาพไทเทเนี่ยมที่ผ่านการใช้งานแล้ว และการสลายโทลูอินหลังการคืนสภาพโดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีการเติมสารลดแรงตึงผิว SDS แต่ละความเข้มข้น มีขั้นตอนดังนี้

อบตะแกรงเคลือบไทเทเนี่ยมที่ผ่านการสลายโทลูอินแล้วที่ 105°C จนแห้ง เผาตะแกรงที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. เก็บในโถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่และนำตะแกรงไปทดสอบการสลายโทลูอินอีกครั้งตามหัวข้อ 3.2.5.1 ร่วมกับสารลดแรงตึงผิว SDS ทุกความเข้มข้น

3.2.5.4 การสูญเสียไทเทเนี่ยมที่เคลือบบนตะแกรงในกระบวนการโฟโตแคตาไลติกที่เติม SDS

การศึกษาการสูญเสียไทเทเนี่ยมที่เคลือบบนตะแกรงในระหว่างการสลายโทลูอิน มีขั้นตอน ดังนี้

ตัดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม S304 ขนาด 4.0×2.8 cm ล้างด้วยน้ำยาล้างเครื่องแก้ว น้ำประปาและน้ำกลั่นจนสะอาด ผึ่งตะแกรงจนแห้ง แช่ตะแกรงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 30 เป็นเวลา 2 ชม. ล้างด้วยน้ำกลั่นและด้วยคลีนอัลตราโซนิคเป็นเวลา 30 นาที ซ้ำ 2 ครั้งและผึ่งให้แห้งเคลือบไทเทเนี่ยมโดยกระจายตัวไทเทเนี่ยมในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 (w/v) และอบที่ 80°C จนแห้ง เผาตะแกรงที่เคลือบแล้วที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักของตะแกรงร่วมกับไทเทเนี่ยมและนำตะแกรงไปทดสอบการสลายโทลูอินตามหัวข้อ 3.2.5 ร่วมกับสารลดแรงตึงผิว SDS ทุกความเข้มข้น

หลังจากการสลายโทลูอิน อบตะแกรงที่ 105°C เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักตะแกรงที่มีไทเทเนี่ยมเหลืออยู่ กำหนดหาร้อยละการคงเหลือของไทเทเนี่ยมบนตะแกรงหลังการสลายโทลูอิน จากนั้นเผาตะแกรงเคลือบไทเทเนี่ยมใช้แล้วที่ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. และเก็บไว้ในโถดูดความชื้นจนน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักของตะแกรง จากนั้นนำตะแกรงไปทดสอบการสลายโทลูอินตามหัวข้อ 3.2.5 อีกครั้ง เมื่อเวลาผ่านไป 150 นาที อบตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบไทเทเนี่ยมหลังจากการสลายโทลูอินครั้งที่ 2 ที่ 105°C จนน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีไทเทเนี่ยมเหลืออยู่ กำหนดหาร้อยละการคงเหลือของไทเทเนี่ยมบนตะแกรงที่ผ่านการใช้งาน 1 และ 2 ครั้ง

3.2.5.5 การกระจายตัวของสังกะสี (II) ไอออน และ นิกเกิล (II) ไอออนบนไทเทเนีย

เมื่อเลือกสภาวะในการสลายโทลูอินเข้มข้น 100 mg.L^{-1} ปริมาตร 250 mL ด้วยกระบวนการโฟโตแคตาไลติกทั้งรูปแบบของไทเทเนีย ชนิดและความเข้มข้นของสารลดแรงดึงผิวที่เหมาะสมได้แล้ว จึงศึกษาการปรับปรุงประสิทธิภาพการสลายโทลูอินด้วยการกระจายตัวของไอออนของโลหะที่ความเข้มข้นต่างๆ บนไทเทเนีย ด้วยวิธีการทำให้เปียกชุ่ม มีวิธีการดังนี้

เตรียมตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมตามวิธีที่ 3.2.4.1 และเตรียมไทเทเนียที่มีไอออนของโลหะตามวิธีของ Paola และคณะ (2002) โดยละลาย $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หรือ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในไอโซโพรพานอล 100 mL กระจายตัวด้วยคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที และเติมผงไทเทเนียเพื่อให้ได้ไอออนของสังกะสีและไอออนของนิกเกิลเข้มข้นร้อยละ 0.5, 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยน้ำหนัก ดังตารางผนวก 3 จากนั้นกระจายตัวไอออนของโลหะและไทเทเนียด้วยคลื่นอัลตราโซนิก และกวนไทเทเนียที่มีไอออนของโลหะเป็นเวลา 24 ชม.

เมื่อครบ 24 ชม. ระบายไอโซโพรพานอลที่เหลือ ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 2 ชม. เเผาไทเทเนียที่มีไอออนของโลหะในบีกเกอร์ที่ 400°C เป็นเวลา 1 ชม. บดและกระจายตัวไทเทเนียด้วยไอโซโพรพานอล ปริมาตร 100 mL ในอัตราส่วน 0.3:10 w/v อีกครั้ง จากนั้นเคลือบไทเทเนียบนตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่ผ่านการเตรียมแล้ว อบตะแกรงที่เคลือบไทเทเนียที่ 80°C และเผาที่ 400°C เป็นเวลา 1 ชม. เก็บตะแกรงใส่โถดูดความชื้นจนอุณหภูมิคงที่ ติดตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมทั้ง 4 ด้านของไบพัด ติดก้านไบกวนเข้ากับเครื่องกวนสารเชิงกล

เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์โทลูอินเข้มข้น 100 mg.L^{-1} ในสารละลาย Triton X-100 เข้มข้น 0.6 mM ปริมาตร 250 mL บรรจุน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมได้ในหม้อต้มปฏิกิริยา ขนาด 500 mL และเก็บไว้ในที่มืด 30 นาที จากนั้นฉายแสงจากหลอดยูวีชนิดปรอทขนาด 20 W โดยมีระยะห่างจากหลอดยูวีถึงถังปฏิกรณ์ 10 cm ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง ($27-28^\circ\text{C}$) และผ่านแก๊สออกซิเจนบริสุทธิ์ในอัตรา 30 mL.min^{-1} ใช้เวลาในการสลายโทลูอินเป็นเวลา 150 นาที เก็บตัวอย่างทุก 15 นาที เพื่อติดตามการสลายโทลูอิน ด้วยวิธี HPLC โดยใช้สภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004) ติดตามประสิทธิภาพการสลายโทลูอินโดยคำนวณจากประสิทธิภาพการสลาย (C/C_0) และค่า Specific activity

3.2.5.6 การสลายโทลูอินในน้ำเสียจริงด้วยไทเทเนียและแสงยูวีร่วมกับสภาวะที่เหมาะสมที่สุด

เมื่อได้สภาวะที่ดีที่สุดในการสลายโทลูอินเข้มข้น 100 mg.L^{-1} ปริมาตร 250 mL ด้วยกระบวนการโฟโตแคตาไลติกโดยใช้ไทเทเนียรูปแบบจุ่มเคลือบที่มีไอออนของโลหะร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก ร่วมกับสารลดแรงดึงผิว Triton X-100 เข้มข้น 0.6 mM จึงใช้สภาวะดังกล่าวในการสลายน้ำเสียจริงด้วยแสงยูวี มีวิธีการดังนี้

เตรียมตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิม ถึงปฏิกรณ์ สภาวะการทดลองและไทเทเนียร์แบบจุ่มเคลือบที่มีไอออนของสังกะสีและนิกเกิลร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก ตามการทดลองที่ 3.2.5.5 โดยใช้ น้ำเสียจริงปริมาตร 250 mL แทนน้ำเสียสังเคราะห์ใน โดยทำการทดลอง 5 ชุด คือ ชุดควบคุมที่ไม่มีไทเทเนียร์ ไม่มีแหล่งแสง มีแก๊สออกซิเจน (Control) ชุดการสลายด้วยแสง (Photolysis) ชุดไทเทเนียร์ที่เติม Triton X-100 0.6 mM (Titania/Triton) ชุดไทเทเนียร์ที่มีไอออนของสังกะสีร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก และเติม Triton X-100 0.6 mM (2% Zn/Titania/Triton X) และชุดสุดท้ายคือชุดไทเทเนียร์ที่มีไอออนของนิกเกิลร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก และเติม Triton X-100 0.6 mM (2% Ni/Titania/Triton X)

การสลายโพลูอินในน้ำเสียจริงมีวิธีการเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.5.5 และติดตามการสลายโพลูอินด้วยวิธี HPLC โดยใช้สภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004) ประสิทธิภาพการสลายโพลูอินคำนวณจากประสิทธิภาพการสลาย (C/C_0) และค่า Specific activity

3.2.6 การศึกษาการสลายโพลูอินโดยใช้ไทเทเนียร์แบบจุ่มเคลือบกับสภาวะที่เหมาะสมร่วมกับแสงอาทิตย์

การทดลองสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 250 mL และ 10 L ด้วยแสงอาทิตย์และการสลายโพลูอินในน้ำเสียจริงปริมาตร 250 mL ด้วยแสงอาทิตย์ เพื่อศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการสลายโพลูอินด้วยพลังงานแสงอาทิตย์ทดแทนพลังงานแสงจากหลอดยูวี ทั้งนี้ในการสลายโพลูอินด้วยแสงอาทิตย์มีการวัดความเข้มของแสงอาทิตย์ควบคู่ไปด้วยเพื่อใช้ในการพิจารณาถึงความเข้มแสงที่มีผลต่อการสลายโพลูอิน

3.2.6.1 การเปรียบเทียบความเข้มแสงของหลอดยูวีกับแสงอาทิตย์

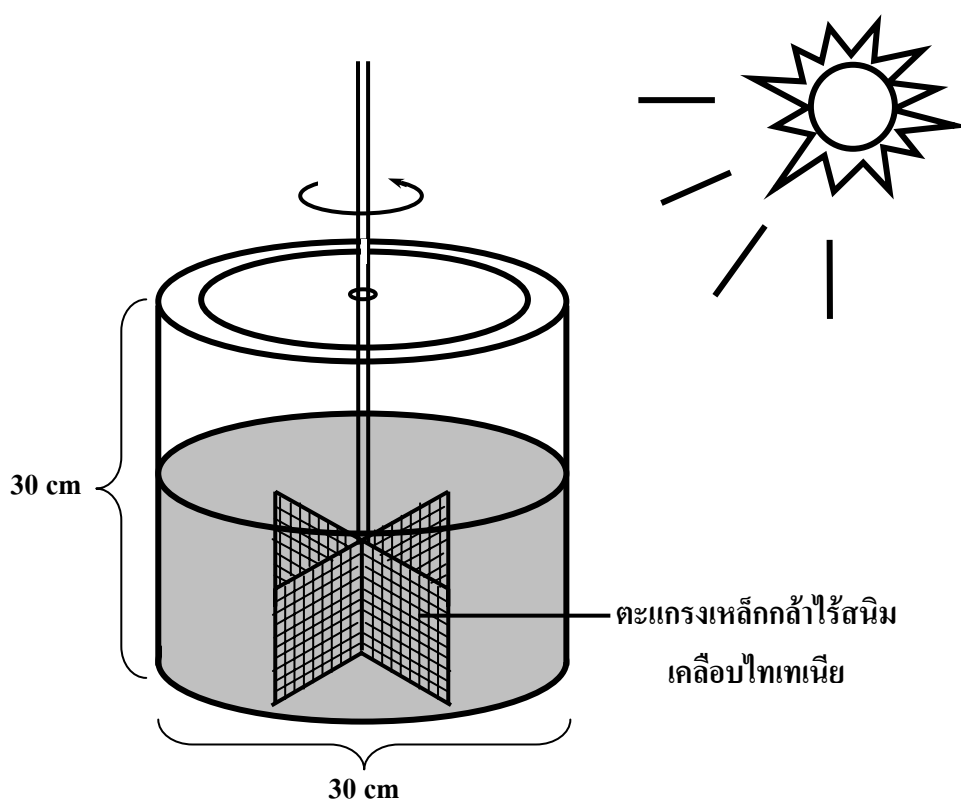
วัดความเข้มแสงรวมของหลอดยูวีชนิดปรอทขนาด 20 W ที่ใช้ในการทดลองที่ระยะห่าง 10 cm วัดความเข้มแสงรวมของแสงอาทิตย์ในวันที่ศึกษาการสลายโพลูอินด้วยกระบวนการโฟโตแคทาไลติกที่ใช้แสงอาทิตย์เป็นแหล่งแสงด้วยเครื่องมือ Lux meter ณ เวลา 9.00, 12.00 และ 15.00 น. รวม 3 เวลา เป็นระยะเวลา 3 วัน และคิดค่าเฉลี่ยความเข้มแสงอาทิตย์

3.2.6.2 การสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้ไทเทเนียร์แบบจุ่มเคลือบในสภาวะที่เหมาะสมร่วมกับแสงอาทิตย์

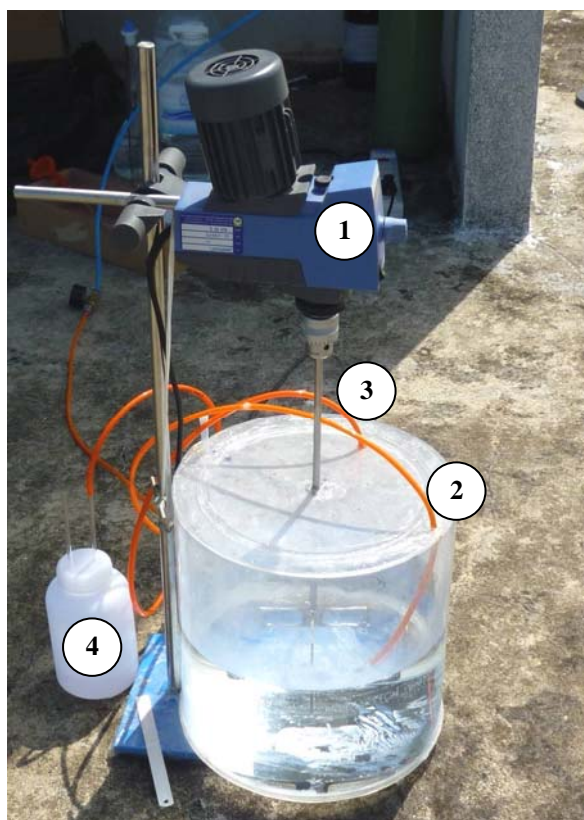
ศึกษาการใช้แสงอาทิตย์ทดแทนแสงจากหลอดยูวีโดยใช้ไทเทเนียร์ที่มีไอออนของสังกะสีและนิกเกิล ดังนี้

เตรียมตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบไทเทเนียร์ตามการทดลองที่ 3.2.5.5 โดยใช้ไทเทเนียร์ที่มีไอออนของสังกะสีและนิกเกิลเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ทั้งนี้การทดลองสลายโพลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยแสงอาทิตย์ทำการทดลอง 2 ขนาดความจุ คือ น้ำเสียปริมาตร 250 mL ซึ่งใช้หม้อต้มปฏิกิริยาทรงกลมทำด้วยแก้ว pyrex ส่วนน้ำเสียปริมาตร 10 L ใช้ถังปฏิกรณ์ชนิดอะคริลิก

ทรงกระบอกขนาด 20 L โดยถังปฏิกรณ์ขนาดเล็กใช้ตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมและใบพัดที่มีขนาดตามการทดลองที่ 3.2.5.5 คือ 4.0×2.8 cm และ 4.0×3.0 cm ตามลำดับ ส่วนถังปฏิกรณ์ขนาด 10 L ใช้ตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมและใบพัดขนาดใหญ่ขึ้นคือ 6.0×6.0 cm และ 7.0×6.0 cm ดังแสดงในรูปที่ 3.6 และ 3.7



รูปที่ 3.6 แบบจำลองถังปฏิกรณ์ขนาด 10 L และใบพัดที่ใช้ในการสลายโทลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยไทเทเนียมร่วมกับแสงอาทิตย์



รูปที่ 3.7 ถังปฏิกรณ์อะคริลิกทรงกระบอกขนาด 10 L ที่ใช้ในการสลายโทลูอินด้วยไทเทเนียมรูปแบบจุ่มเคลือบประกอบด้วย (1) เครื่องกวนสารเชิงกลที่ใช้ในการหมุนใบพัดในถังปฏิกรณ์ (2) ท่อเติมแก๊สออกซิเจน (3) ช่องทางออกของอากาศ และ (4) ขวดเก็บแก๊ส

เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโทลูอินเข้มข้น 100 mg.L^{-1} ในสารละลาย Triton X-100 เข้มข้น 0.6 mM และศึกษาการสลายโทลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์ทั้ง 2 ปริมาตร โดยแต่ละปริมาตรแบ่งเป็น 5 ชุดการทดลอง คือ ชุดควบคุมที่เติมออกซิเจนตลอดการทดลอง (Control all along O_2) ชุดการสลายโทลูอินร่วมกับ Triton X-100 ด้วยแสงอาทิตย์ (Photolysis) ชุดการสลายโทลูอินด้วยไทเทเนียมร่วมกับ Triton X-100 0.6 mM ด้วยแสงอาทิตย์ (TiO_2/TriX) ชุดการสลายโทลูอินด้วยไทเทเนียมที่มีไอออนของสังกะสีร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ร่วมกับ Triton X-100 0.6 mM ด้วยแสงอาทิตย์ ($2\% \text{ ZnTiO}_2/\text{TriX}$) และชุดสุดท้ายคือชุดการสลายโทลูอินด้วยไทเทเนียมที่มีไอออนของนิกเกิลร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ร่วมกับ Triton X-100 0.6 mM ด้วยแสงอาทิตย์ ($2\% \text{ NiTiO}_2/\text{TriX}$)

ใช้แสงอาทิตย์ในช่วงเวลา 9.00–15.00 น. ของเดือนพฤศจิกายน พ.ศ. 2552–มีนาคม พ.ศ. 2553 (จังหวัดปัตตานี ประเทศไทย) เป็นแหล่งแสงของกระบวนการสลายโทลูอิน ใช้เวลาในการสลาย 150 นาที เก็บตัวอย่างทุก 15 นาที เพื่อติดตามการสลายโทลูอินด้วยวิธี HPLC โดยใช้สภาวะการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.2.1.2 (Xie *et al.*, 2004)

ทั้งนี้ การทดลองสลายโทลูอินในน้ำเสียสังเคราะห์ขนาด 10 L เพิ่มการทดลองชุดควบคุมที่เติมออกซิเจนจนอิ่มตัวก่อนการทดลอง (Control excess O₂) เพื่อศึกษาผลของแก๊สออกซิเจนต่อการสูญเสียโทลูอิน

3.2.6.3 การสลายโทลูอินในน้ำเสียจริงโดยใช้ไทเทเนียร์รูปแบบจุ่มเคลือบในสถานะที่เหมาะสมร่วมกับแสงอาทิตย์

เตรียมตะแกรงเหล็กกล้าไร้สนิมที่เคลือบไทเทเนียร์ตามการทดลองที่ 3.2.5.5 โดยใช้ไทเทเนียร์ที่มีไอออนของสังกะสีและนิกเกิลเข้มข้นร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก สลายโทลูอินในน้ำเสียจริงตามการทดลองที่ 3.2.6.2 โดยศึกษาเฉพาะน้ำเสียจริงปริมาตร 250 mL

3.2.7 การศึกษาสมบัติทางเคมีและกายภาพของไทเทเนียร์

สมบัติทางเคมีและกายภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียร์มีความจำเป็นในการศึกษาเพื่อใช้ในการอธิบายถึงความสามารถของไทเทเนียร์ในการสลายโทลูอิน ผลที่เกิดจากการเตรียมไทเทเนียร์ ผลจากการปรับปรุงคุณภาพรวมถึงการอธิบายด้านกลไกการสลายโทลูอินของไทเทเนียร์ ซึ่งการวิเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียร์ในงานวิจัยนี้มี 3 วิธีด้วยกัน คือ X-ray Diffraction (XRD), UV-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS) และ Scanning Electron Microscopy (SEM) รายละเอียดดังนี้

3.2.7.1 การวิเคราะห์วัฏภาคของไทเทเนียร์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

เปรียบเทียบวัฏภาคของไทเทเนียร์เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างๆ โดยกระจายตัวไทเทเนียร์ในไอโซโพรพานอล อัตราส่วน 0.3:10 w/v อบไทเทเนียร์ที่ 80°C จนแห้ง แบ่งไทเทเนียร์เป็น 3 ชุด เพื่อเผาที่ 200, 400 และ 600°C เป็นเวลา 2 ชม. บดไทเทเนียร์และวิเคราะห์วัฏภาคของไทเทเนียร์ด้วยเครื่อง XRD โดยใช้รังสี Cu K_α (ความยาวคลื่น 0.15406 nm)

ศึกษาวัฏภาคของไทเทเนียร์ที่มีไอออนของสังกะสีและนิกเกิลความเข้มข้นต่างๆ โดยเตรียมไทเทเนียร์ที่มีไอออนของโลหะตามวิธีของ Paola และคณะ (2002) ที่ความเข้มข้นสังกะสีและนิกเกิลเข้มข้นร้อยละ 0.5, 0.1, 0.2 และ 0.3 โดยมวล ดังการทดลองที่ 3.2.5.5 บดไทเทเนียร์อัดเป็นแผ่นและวิเคราะห์วัฏภาคของไทเทเนียร์ด้วยเครื่อง XRD

3.2.7.2 การวิเคราะห์ค่า Band gap energy ของไทเทเนียร์ด้วยเทคนิค UV-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy

หาค่า Band gap energy ของไทเทเนียร์ที่ไม่มีไอออนของโลหะและไทเทเนียร์ที่มีไอออนของโลหะและเผาที่ 400°C โดยเตรียมไทเทเนียร์ตามการทดลองที่ 3.2.7.1 จากนั้นผสมตัวอย่างไทเทเนียร์กับ KBr ให้เข้ากันและบดให้ละเอียด อัดผงตัวอย่างไทเทเนียร์ด้วยเครื่องอัดความดันสูงที่ 1200-1500 psi เพื่อให้ได้ชิ้นงานเป็นแผ่นกลมแบนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 cm หนา

ประมาณ 0.2 cm และวัดค่าการสะท้อนแสงยูวี (% Reflectance) ของไทเทเนียมในช่วง 200–600 nm ด้วยเครื่อง UV-Visible Diffuse Reflection Spectrometer

3.2.7.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

เปรียบเทียบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ โดยเตรียมไทเทเนียมและเผาที่ 200, 400 และ 600°C ตามการทดลองที่ 3.2.7.1 จากนั้นบดไทเทเนียมให้ละเอียดเคลือบทองและนำไปวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมภายใต้สุญญากาศด้วยกล้อง Scanning electron microscope