

## บทที่ 3

### วัสดุและวิธีการ

#### 3.1 วัสดุ

ทะเลาะปาล์มเปล่าได้รับความอนุเคราะห์จากโรงงานสกัดน้ำมันปาล์ม บมจ.ยูนิวา-  
นิชย์น้ำมันปาล์ม ตำบลปลายพระยา จังหวัดกระบี่ ก่อนทำการทดลอง เส้นใยจะถูกล้างด้วยน้ำ  
สะอาด แล้วอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น (Desiccator)

วัสดุดูดซับน้ำมันสังเคราะห์ โพลีโพรพิลีน โมเดล SEL-200 ผลิตโดยบริษัท แซฟ  
ฟรอล จำกัด ประเทศไทย ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ปตท. จำกัด (มหาชน) ตำบลหัวเขาแดง  
อำเภอสิงหนคร จังหวัดสงขลา

#### 3.2 สารเคมี

1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
2. โทลูอิน ( $C_7H_8$ )
3. ไตรเมทิลคลอโรไซเลน (TMCS) ( $C_3H_9ClSi$ )
4. ไดเอทิลไดคลอโรไซเลน (DEDCS) ( $C_4H_{10}Cl_2Si$ )
5. 1-เฮกเซน ( $C_6H_{14}$ )
6. อะซีโตน ( $C_3H_6O$ )
7. กรดเกลือเข้มข้น (conc. HCl)
8. น้ำมันดีเซลที่จำหน่ายตามท้องตลาด
9. น้ำกลั่น

#### 3.3 อุปกรณ์

1. ตู้อบ (Hot air oven)
2. โถดูดความชื้น (Desiccator)
3. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
4. เครื่องเขย่า
5. ชุดสกัดซอกซ์เลต (Soxhlet apparatus)

6. เครื่องดูดสุญญากาศ (Vacuum pump)
7. กรวยบุคเนออร์ (Buchner funnel) เส้นผ่านศูนย์กลาง 7 เซนติเมตร
8. ขวดสกัด (Extraction flask) 250 มิลลิลิตร
9. เครื่องให้ความร้อน (Heater)
10. ควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)
11. กระจาดกรองโบโรซิลิเกตไมโครไฟเบอร์ (Borosilicate microfiber filter)  
GC50 ขนาด 7 เซนติเมตร
12. ชุดเครื่องมือทดลองการดูดซับน้ำมันแบบต่อเนื่อง (รูปที่ 3.2)

### 3.4 การปรับสภาพเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่า

1. นำเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่ามาตัดให้เป็นท่อนสั้นๆ ประมาณ 2-3 เซนติเมตร
2. แช่เส้นใยลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (ขั้นตอนนี้เป็นการปรับสภาพขั้นต้น เรียกวิธีนี้ว่า เมอร์เซอร์ไรเซชัน)
3. ล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่น แล้วอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น
4. นำเส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพขั้นต้นแล้ว (ในข้อ 3) แช่ลงในสารละลายไตรเมทิลคลอไรด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก โดยใช้โทลูอีนเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง (ขั้นตอนนี้เรียกว่าซิลิเลชัน)
5. ล้างเส้นใยด้วยโทลูอีน แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น
6. ทำการทดลองข้อ 4-5 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายจากร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เป็น 3 5 และ 9 ร้อยละ โดยน้ำหนัก ตามลำดับ
7. ทำการทดลองข้อ 4-6 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการแช่เส้นใยจาก 3 ชั่วโมง เป็น 5 และ 9 ชั่วโมง ตามลำดับ
8. ทำการทดลองข้อ 4-7 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนชนิดของโซลเวนต์จากไตรเมทิลคลอไรด์เป็นไดเอทิลคลอไรด์

ปัจจัยศึกษาการปรับสภาพเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าด้วยวิธีซิลิเลชัน แสดงดังตาราง  
ที่ 3.1 วิธีการปรับสภาพเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าโดยสังเขปสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและสภาวะที่ศึกษา

ตัวแปร	
ชนิดไซเลน	TMCS, DEDCS
ความเข้มข้น (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	1, 3, 5, 9
เวลาในการแช่เส้นใย (ชั่วโมง)	3, 5, 9
อุณหภูมิ (°C)	27-35

### 3.5 การวิเคราะห์คุณสมบัติของเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่า

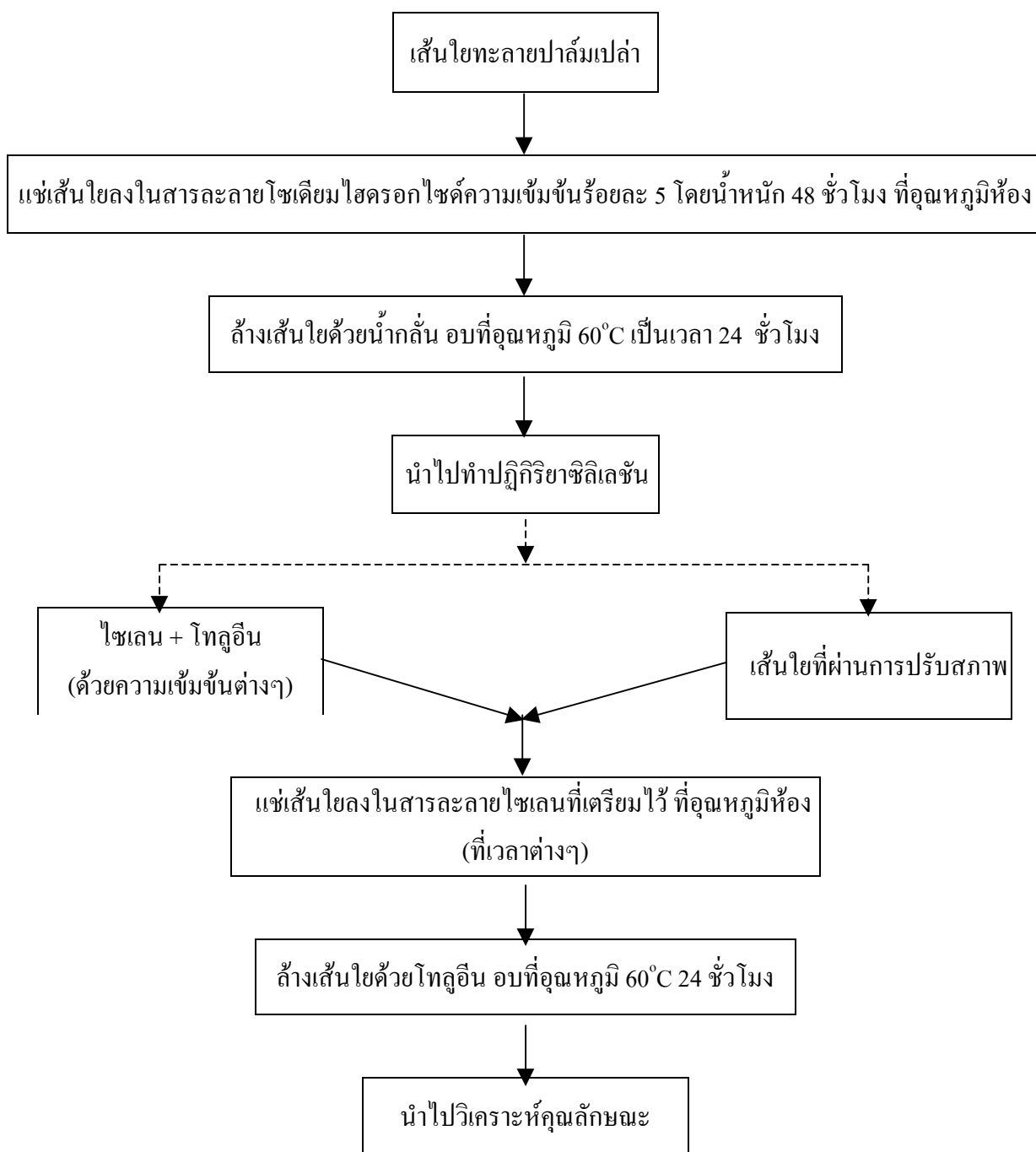
#### 3.5.1 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

นำเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดและที่ปรับสภาพ ไปส่องดูสภาพพื้นผิวของเส้นใย ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM รุ่น JEOL JSM-6400) โดยนำตัวอย่างตัดเป็นท่อนสั้นๆ ยึดติดกับแท่งอะลูมิเนียม (Aluminium stub) เคลือบด้วยโลหะผสมระหว่างทองกับพาราเดียม ตัวอย่างจะถูกวัดที่ก่าลังขยายต่างๆ กัน เพื่อให้เห็นลักษณะพื้นผิวได้ชัดเจน

#### 3.5.2 ฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy:

FTIR)

ตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างในเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดและที่ปรับสภาพด้วยฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR รุ่น Perkin Elmer FTIR-2000) โดยนำตัวอย่างผสมกับ KBr ในสัดส่วนคงที่ บดตัวอย่างให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยครกบดสาร นำตัวอย่างที่เป็นเนื้อเดียวกันแล้วไปขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ด้วยแรง 13 ตัน เป็นเวลา 1 นาที จะได้เป็นแผ่นกลม จากนั้นนำไปวางบนตัวยึดเพื่อทำการวิเคราะห์ สเปกตรัมที่ใช้อยู่ในช่วงเลขคลื่น (Wavenumber) 400 ถึง 4000  $\text{cm}^{-1}$



รูปที่ 3.1 แผนผังวิธีการปรับสภาพเส้นใยทะเลลายพาล์มเปล่า

### 3.6. การศึกษาความสามารถในการดูดซับน้ำ

1. ตัดเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดให้เป็นท่อนสั้นๆ ประมาณ 2-3 เซนติเมตร
2. แช่เส้นใยลงในภาชนะแก้วที่มีฝาปิด ที่มีน้ำอยู่ปริมาณ 50 มิลลิลิตร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้ได้สภาพอิ่มตัวด้วยน้ำ
3. ใช้คีมคีบเส้นใยออก แล้วนำมาผึ่งบนผ้าที่ซับน้ำได้ประมาณ 5 นาที ปริมาณน้ำส่วนเกินจะถูกดูดซับออกเพื่อให้ได้สภาพอิ่มตัวผิวแห้ง
4. นำไปวิเคราะห์ด้วยความร้อน (Thermal analysis) เพื่อหาปริมาณการดูดซับน้ำ โดยเครื่องมือเทอร์โมกราวิเมตริกซ์ (Thermogravimetric analysis : TGA)
5. ทำการทดลองข้อ 1-4 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดเป็นเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าที่ปรับสภาพแล้ว

### 3.7 การศึกษาความสามารถในการดูดซับอิมัลชันน้ำมันในน้ำ

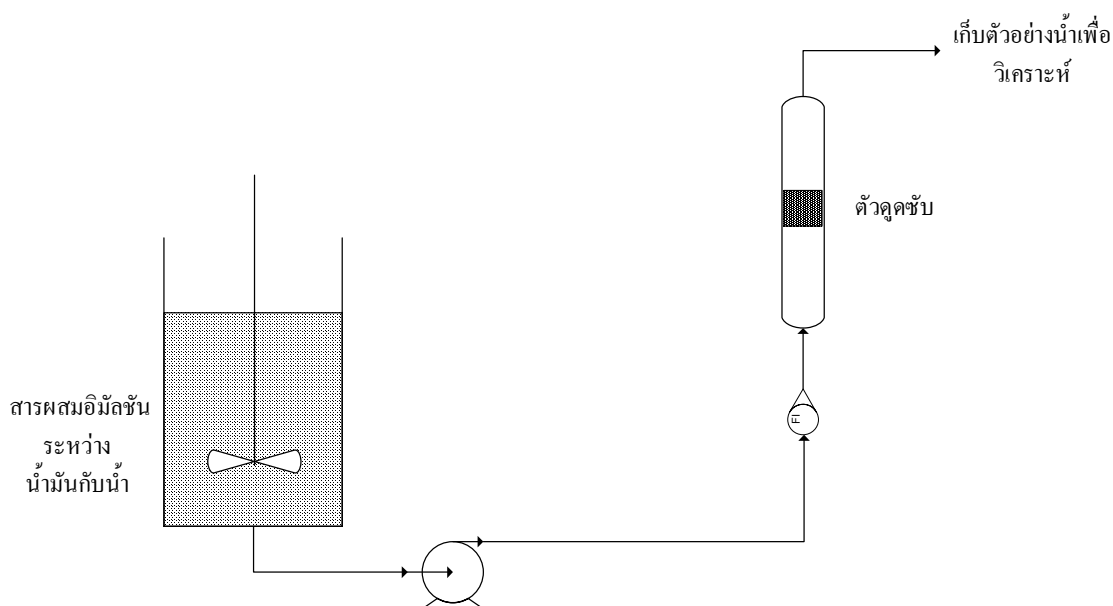
#### 3.7.1 การทดลองแบบแบทช์ (Batch adsorption)

1. เตรียมอิมัลชันระหว่างน้ำมันกับน้ำ ที่ความเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตร จำนวน 50 มิลลิลิตร ลงในภาชนะแก้วที่มีฝาปิด
2. นำเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสด ตัดให้เป็นท่อนสั้นประมาณ 2-3 เซนติเมตร ชั่งน้ำหนักประมาณ 1 กรัม ใส่ลงในอิมัลชันที่เตรียมไว้ แช่เส้นใยพร้อมเขย่า เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. ใช้คีมคีบเส้นใย แล้วนำอิมัลชันมาวิเคราะห์หาปริมาณน้ำมันโดยวิธีสกัดด้วยซอกซ์เลต (แสดงผังรูปที่ 3.3)
4. ทำการทดลองข้อ 1-3 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของอิมัลชัน จาก 1 กรัมต่อลิตร เป็น 2 3 4 5 6 8 และ 10 กรัมต่อลิตร ตามลำดับ
5. ทำการทดลองข้อ 1-4 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดเป็นเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าที่ปรับสภาพแล้ว

#### 3.7.2 การทดลองแบบต่อเนื่อง (Continuous adsorption)

1. เตรียมอิมัลชันระหว่างน้ำมันกับน้ำ ที่ความเข้มข้น 5 กรัมต่อลิตร ในถังบรรจุ 10 ลิตร กวนทิ้งไว้ให้เข้ากันเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ชุดเครื่องมือทดลองแสดงผังรูปที่ 3.2)

2. นำเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสด ตัดให้เป็นท่อนสั้นประมาณ 2-3 เซนติเมตร ชั่งน้ำหนักประมาณ 3 กรัม
3. บรรจุเส้นใยที่เตรียมไว้ใส่ลงในคอลัมน์อะคริลิก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 4 เซนติเมตร หนา 3 เซนติเมตร ความยาว 40 เซนติเมตร (เส้นใย 3 กรัม สูง 6 เซนติเมตร)
4. ป้อนอิมัลชันระหว่างน้ำมันกับน้ำด้วยอัตราการไหล 35 มิลลิลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง
5. เก็บตัวอย่างน้ำประมาณ 250 มิลลิลิตร ทุก 30 นาที จนถึง 4 ชั่วโมง เพื่อตรวจวัดปริมาณน้ำมันในน้ำที่ไหลออกจากคอลัมน์
6. ทำการทดลองข้อ 1-4 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนอัตราการไหลจาก 35 มิลลิลิตรต่อนาที เป็น 70 มิลลิลิตรต่อนาที (เก็บตัวอย่างน้ำทุก 30 นาที จนถึง 2 ชั่วโมง)
7. ทำการทดลองข้อ 1-6 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดเป็นเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าที่ปรับสภาพแล้ว



รูปที่ 3.2 ชุดเครื่องมือการทดลองการดูดซับอิมัลชันน้ำมันในน้ำแบบต่อเนื่อง

### 3.8 การศึกษาการขึ้นรูปเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าเพื่อใช้ในการดูดซับอิมัลชันน้ำมันในน้ำ

#### 3.8.1 การขึ้นรูปเส้นใย

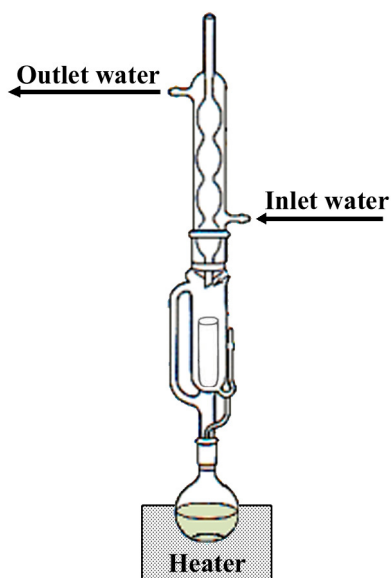
1. ปิเปตอะซีโตนประมาณ 2 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. นำโพลิสไตรีนปริมาณ 1 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ โพลิสไตรีนจะละลายและหาคั่วลง
3. ปิเปตทูลอีนประมาณ 0.3 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ดังกล่าว เพื่อให้มีลักษณะที่เหนียวคล้ายกาว
4. นำเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสด ตัดให้เป็นท่อนสั้นประมาณ 3 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักประมาณ 1 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ จากนั้นใช้แท่งแก้วกวนเส้นใยและสารละลายให้เข้ากัน
5. เทเส้นใยลงบนแม่พิมพ์ กลิ้งให้เท่า ๆ กัน ปล่อยให้แห้ง
6. นำเส้นใยที่ขึ้นรูปเรียบร้อยแล้ว แช่น้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปล่อยให้แห้งแล้วเก็บไว้ในโถดูดความชื้น เพื่อนำไปทดสอบการดูดซับอิมัลชันน้ำมันแบบแบทช์
7. ทำการทดลองข้อ 1-6 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดเป็นเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าที่ปรับสภาพแล้ว

#### 3.8.2 การทดลองการดูดซับอิมัลชันน้ำมันในน้ำแบบแบทช์

1. เตรียมอิมัลชันระหว่างน้ำมันกับน้ำ ที่ความเข้มข้น 5 กรัมต่อลิตร ประมาณ 50 มิลลิลิตร ในภาชนะแก้วที่มีฝาปิด
2. นำเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดที่ขึ้นรูปเรียบร้อยแล้ว แช่อิมัลชันที่เตรียมไว้พร้อมเขย่าเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. ใช้คีมคีบเส้นใย แล้วนำอิมัลชันมาวิเคราะห์หาปริมาณน้ำมันโดยวิธีสกัดด้วยซอกซ์เลต
4. ทำการทดลองข้อ 1-3 โดยทำการทดลองเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าสดเป็นเส้นใยทะเลลายปาล์มเปล่าปรับสภาพขึ้นรูป โพลิสไตรีน และโพลีโพรพิลีน ตามลำดับ

### 3.9 วิธีวิเคราะห์ปริมาณน้ำมัน (มันดิน ตัณหุเลขศร 2543)

1. นำตัวอย่างน้ำที่เก็บไว้ 50 มิลลิลิตรสำหรับการทดลองแบบเบทซ์ และ 250 มิลลิลิตรสำหรับการทดลองแบบต่อเนื่อง ปรับพีเอชให้น้อยกว่า 2 ด้วยกรด-เกลือเข้มข้น ในอัตราประมาณ 5 มิลลิลิตร ต่อตัวอย่างน้ำ 1 ลิตร
2. กรองตัวอย่างน้ำจากข้อ 1 ผ่านบนกระดาษกรองดูดซับน้ำมัน คูดน้ำออกจนแห้ง
3. ใช้คีมคีบกระดาษกรองนำไปใส่ในทิมเบล ใช้สำลีสบเสกเซนเซ็ดไขมันที่ติดถ้วยบुकเนอร์ให้หมด แล้วนำสำลีสบในทิมเบลด้วย
4. นำทิมเบลไปอบแห้งที่อุณหภูมิ  $103^{\circ}\text{C}$  เวลา 30 นาที
5. ชั่งน้ำหนักขวดที่ใช้สกัด ทำให้แห้งและมีน้ำหนักคงที่ (อบแห้งที่อุณหภูมิ  $103^{\circ}\text{C}$ ) ใส่เฮกเซนลงในขวดสกัด 250 มิลลิลิตร
6. นำทิมเบลใส่ในชุดซอกซ์เลต (รูปที่ 3.3) ทำการสกัดโดยใช้สารละลายด้วยอัตรา 20 รอบต่อชั่วโมง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
7. กลั่นเฮกเซนจากขวดสกัดในเครื่องอ้งน้ำที่อุณหภูมิ  $80^{\circ}\text{C}$  ออกจนแห้ง
8. ปล่อยให้ขวดสกัดให้เย็นในโลทำแห้ง 30 นาที แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก (วิธีการคำนวณหาปริมาณน้ำมันแสดงในภาคผนวก ค)



รูปที่ 3.3 ชุดสกัดซอกซ์เลต (Soxhlet apparatus)