

บทที่ 4

ขั้นตอนและการดำเนินงานวิจัย



แผนการวิจัย (แสดงดังภาพที่ 4-1)

- 4.1 การเตรียมตัวกลาง (ทรายเคลือบแมกนีไทต์)
- 4.2 การเตรียมอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย
- 4.3 การเตรียมน้ำตัวอย่าง (น้ำเสียสังเคราะห์โครเมียม)
- 4.4 ดำเนินการทดลอง
- 4.5 การวิเคราะห์

ขั้นตอนการวิจัย (แสดงดังภาพที่ 4-1)

สามารถกระทำได้ 2 ขั้นตอน คือ

ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาหาประสิทธิภาพ และสภาวะที่เหมาะสมในการจัดโครเมียม (ประจุ +6) โดยใช้ตัวกลางทรายเคลือบแมกนีไทต์

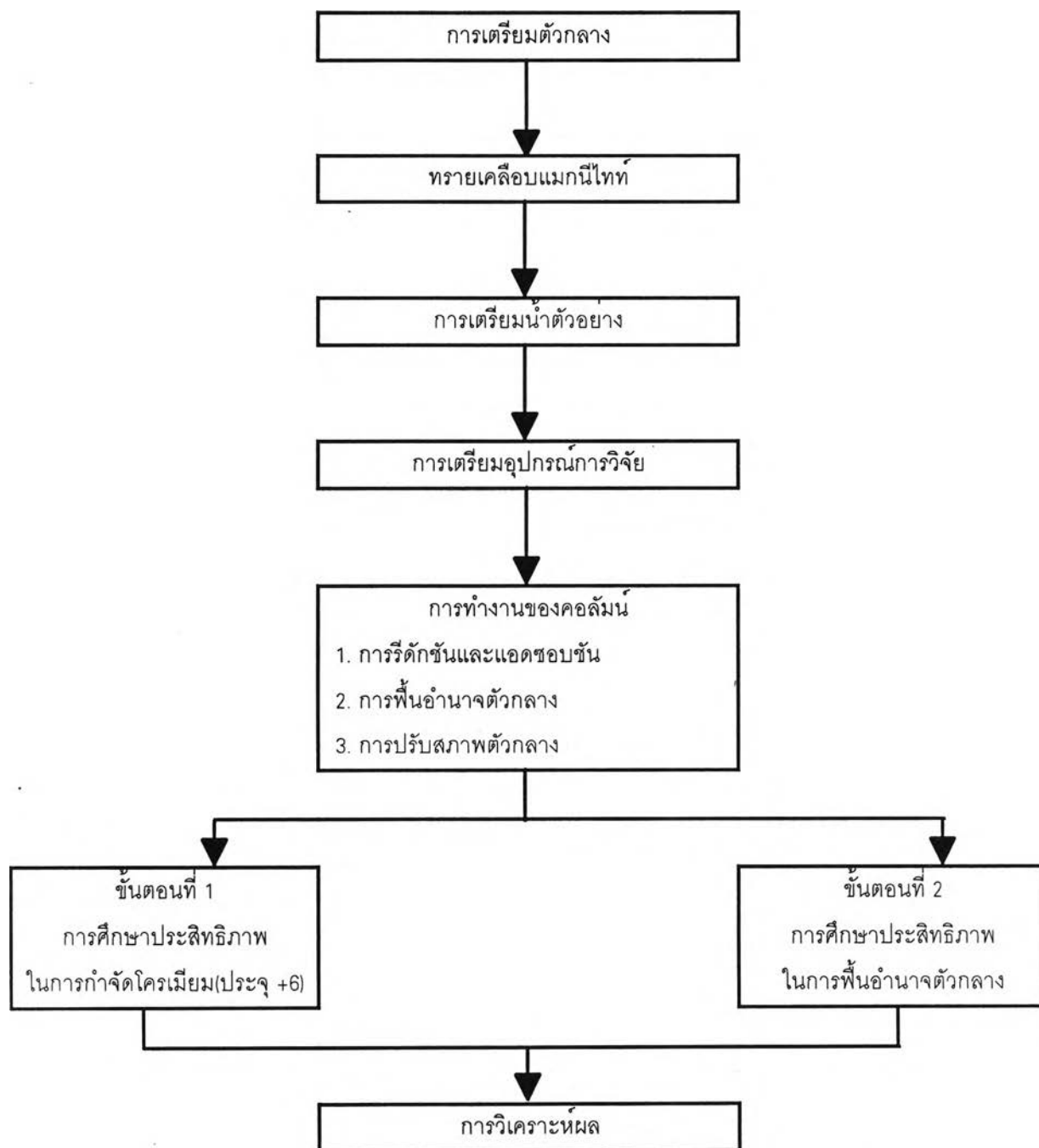
ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาหาประสิทธิภาพในการฟื้นอำนาจตัวกลาง โดยจะใช้สารละลายที่เป็นกรดชนิดเดียวกัน ที่มีพีเอชต่างกัน

4.1 การเตรียมตัวกลาง (ตามวิธีการของ Rangel and Galembeck, 1994)

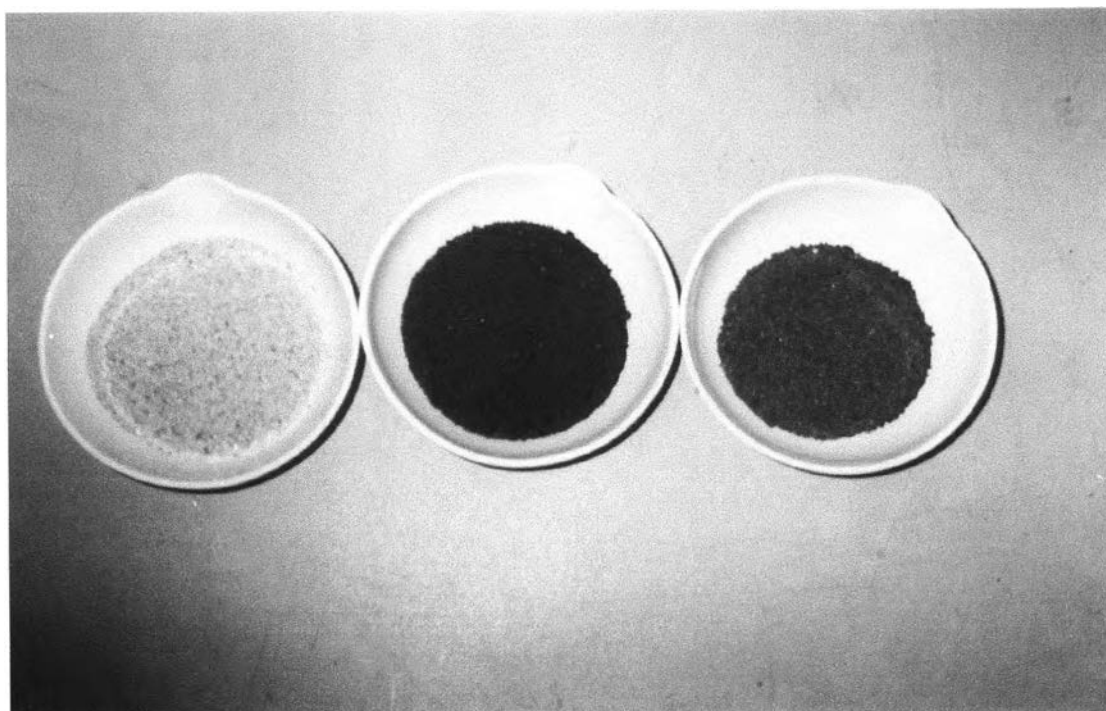
ในการวิจัยนี้ใช้ตัวกลาง คือ ทรายเคลือบแมกนีไทต์ โดยทรายที่ใช้มีขนาดระหว่างตะแกรงเบอร์ 20 และ 30 (0.60-0.84 มม.) การเตรียมทรายเคลือบจะต้องมีการทำความสะอาดทรายก่อน แล้วจึงทำการเคลือบทราย

4.1.1 การทำความสะอาดทรายก่อนจะทำการเคลือบทราย ดังนี้

- 4.1.1.1 แช่เม็ดทรายด้วยกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) (พีเอชประมาณ 1.0) ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



ภาพที่ 4-1 แผนภาพแสดงแผนการวิจัยและขั้นตอนการวิจัย



ทรายก่อนเคลือบ

ทรายหลังเคลือบ

ทรายที่หมดสภาพการใช้งาน

ภาพที่ 4-2 แสดงลักษณะทางกายภาพของทรายก่อนและหลังเคลือบด้วยแมกนีไทด์และทรายหมดสภาพในการใช้งาน

4.1.1.2 ล้างออกด้วยน้ำกลั่น จนน้ำล้างสะอาด

4.1.1.3 นำเม็ดทรายที่ล้างสะอาดแล้วใส่ถาดสเตนเลส นำไปเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที

4.1.1.4 นำเม็ดทรายที่อบแห้งแล้วใส่ในภาชนะที่แห้งและมีฝาปิดเพื่อป้องกันความชื้น ก่อนจะนำไปใช้งานต่อไป

4.1.2 ทรายเคลือบแมกนีไทด์ มีวิธีการดังนี้

4.1.2.1 ชั่งทรายที่สะอาดแล้ว 50 กรัม ใส่ลงในสารละลายเฟอร์ริคไนเตรทที่เตรียมไว้ 125 มิลลิลิตร ซึ่งมีเฟอร์ริคไนเตรทผสมอยู่ 50.5 กรัม จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ลงไป 62.5 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ จากนั้นกวนผสมให้เข้ากันเป็นเวลา 15 นาที

- 4.1.2.2 นำไปเข้าเครื่องเหวี่ยง (centifuge) เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำมาล้างด้วยสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตทเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 600 มิลลิลิตร จำนวน 6 ครั้ง
- 4.1.2.3 นำทรายเคลือบแมกนีไทต์ที่ได้ ไปอบให้แห้งด้วยเตาอบเป็นอุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทำให้ร้อนต่อโดยใช้แก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอีก 2 ชั่วโมง

4.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

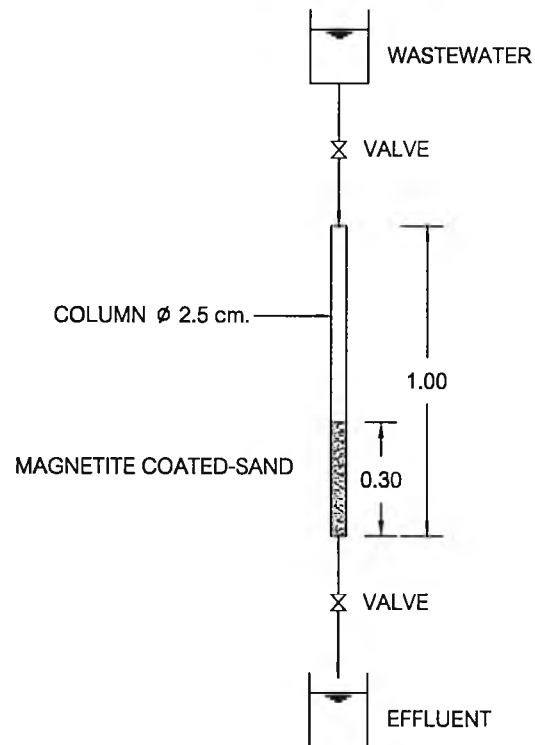
4.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- 4.2.1.1 คอลัมน์ที่เข้าบรรจุตัวกลาง (แสดงดังภาพที่ 4-3 และ ภาพที่ 4-4)
ทำจากอะคริลิค เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.5 ซม. สูง 100 ซม.
- 4.2.1.2 อุปกรณ์สายน้ำกลี้อครบชุด จำนวน 6 ชุด
- 4.2.1.3 ถังเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ขนาด 20 ลิตร จำนวน 3 ใบ
- 4.2.1.4 ถังใส่น้ำเสียสังเคราะห์ขนาด 5 ลิตร จำนวน 6 ใบ
- 4.2.1.5 ถังเตรียมนสารรีเจนเนอแรนต์ ขนาด 20 ลิตร จำนวน 1 ใบ
- 4.2.1.6 ขวดแก้วสำหรับเก็บน้ำออก ขนาด 100 มล. จำนวน 50 ขวด
- 4.2.1.7 กระจกตวงสำหรับเก็บน้ำออก ขนาด 100 มล. จำนวน 3 ใบ
- 4.2.1.8 พีเอชมิเตอร์
- 4.2.1.9 สเปคโตรโฟโตมิเตอร์
- 4.2.1.10 เตาอบแห้ง

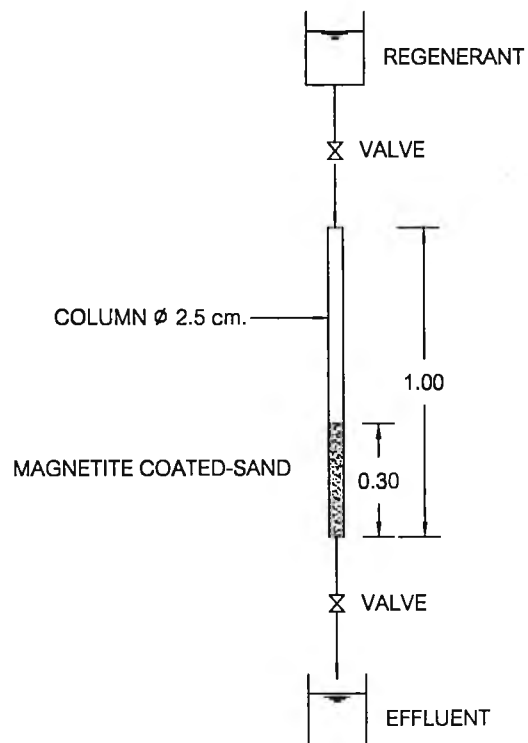
4.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- 4.2.2.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมนตัวกลางทราย
- เฟอร์ริคไนเตรท
 - แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
 - แอมโมเนียมอะซิเตท
 - H_2SO_4
- 4.2.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์
- $K_2Cr_2O_7$

ก. การรีดักชันและแอดซอร์บชัน

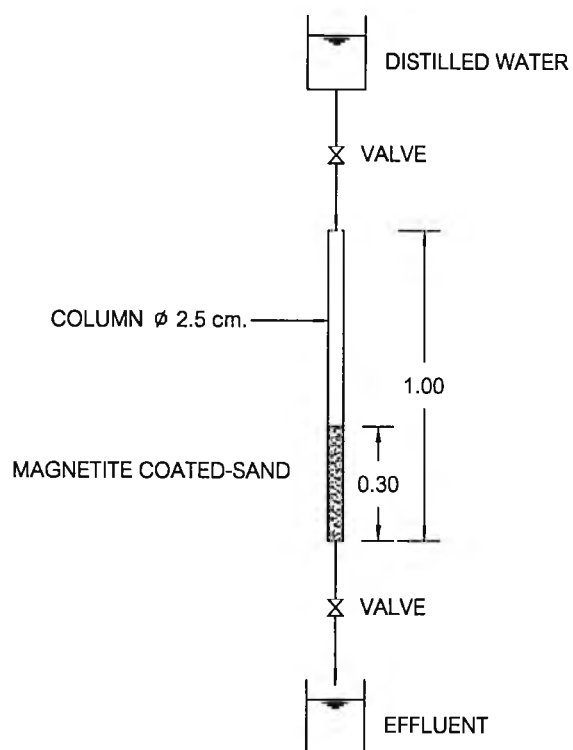


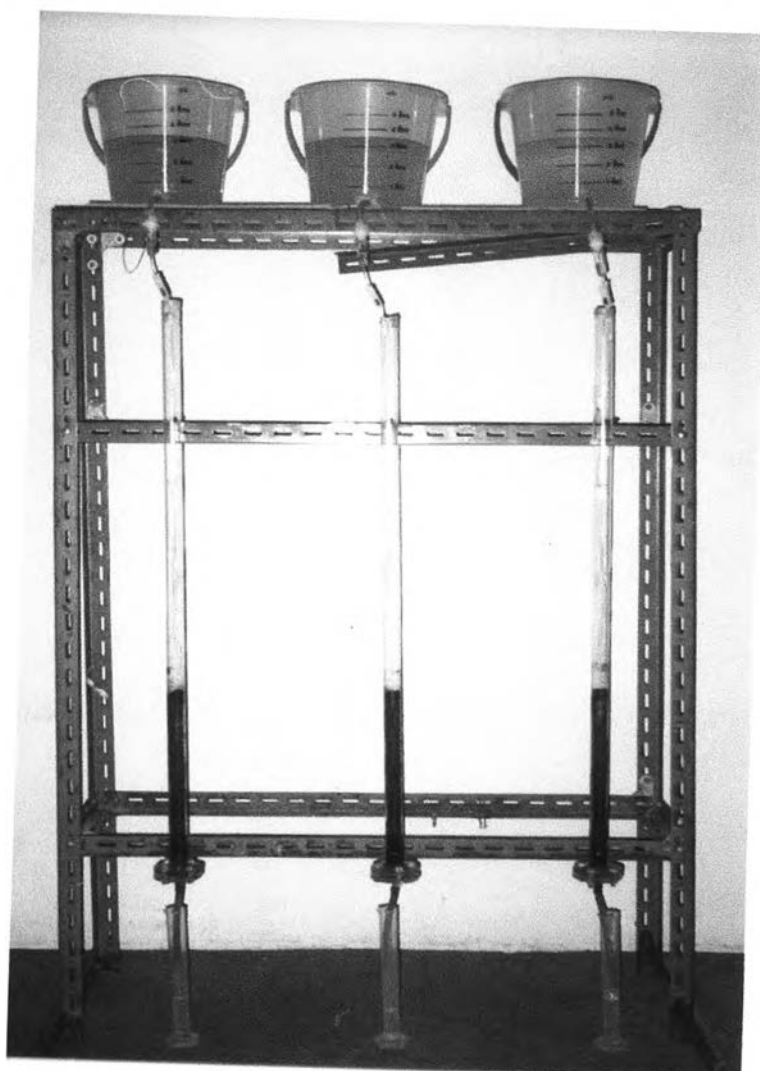
ข. การฟื้นฟูอำนาจตัวกลาง



ภาพที่ 4-3 แบบจำลองคอลัมน์ทดลอง ϕ 2 x 100 ซม.

ค.การปรับสภาพตัวกลาง

ภาพที่ 4-3 (ต่อ) แบบจำลองคอลัมน์ทดลอง ϕ 2 x 100 ซม.



ภาพที่ 4-4 แสดงคอลัมน์และอุปกรณ์ทดลอง

- สารปรับพีเอช (H_2SO_4 และ $NaOH$)

4.2.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการทำรีเจนเนอเรนต์

- H_2SO_4

4.3 น้ำเสียสังเคราะห์โครเมียม

4.3.1 เตรียมจากโปแตสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) โดยโปแตสเซียมไดโครเมต มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 294 กรัม และโครเมียมมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 52 กรัม ในน้ำเสียสังเคราะห์ที่จะใช้ในการวิจัยนี้ จะมีความเข้มข้นเท่ากับ 50, 100 และ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยสามารถเตรียมได้ดังนี้

- น้ำเสียสังเคราะห์โครเมียมมีความเข้มข้น 50 มก./ล. ต้องใช้โปแตสเซียมไดโครเมต 0.2825 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร
- น้ำเสียสังเคราะห์โครเมียมมีความเข้มข้น 100 มก./ล. ต้องใช้โปแตสเซียมไดโครเมต 0.565 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร
- น้ำเสียสังเคราะห์โครเมียมมีความเข้มข้น 200 มก./ล. ต้องใช้โปแตสเซียมไดโครเมต 1.130 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร

4.3.2 หลังจากเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ให้ได้ความเข้มข้นและปริมาตรตามที่ต้องการแล้ว ทำการปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้ได้ 4, 6 และ 8 ด้วยกรดซัลฟิวริกหรือไฮเดียมไฮดรอกไซด์ตามแต่ละความเข้มข้น ก่อนที่จะทำการทดลอง

4.4 การดำเนินการทดลอง

4.4.1 ป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมไว้ ตามความเข้มข้นและพีเอชที่ต้องการ เข้าทางด้านบนของคอลัมน์ (ดูภาพที่ 4-3) ด้วยอัตราไหล 60 มิลลิลิตร/ชั่วโมง ทำการเก็บตัวอย่างน้ำที่ไหลผ่านคอลัมน์แล้วมาทำการวิเคราะห์ทุก ๆ 20 มิลลิลิตร และจะยุติเมื่อพบว่ามีโครเมียม (ประจุ +6) ปนออกมากับน้ำที่ทำการวิเคราะห์ที่มีความเข้มข้นมากกว่า 0.25 มิลลิกรัมต่อลิตร

- 4.4.2 เมื่อพบว่ามีโครเมียม (ประจุ +6) ปนออกมากับน้ำที่ทำการวิเคราะห์ ให้หยุดป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ แล้วทำการฟื้นฟูอำนาจตัวกลางด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกพีเอช 4 ในอัตรา 1 ลิตร/ชั่วโมง และยุติเมื่อไม่พบโครเมียม (ประจุ+3) ปนออกมา
- 4.4.3 ทำการปรับสภาพตัวกลางหลังจากที่ทำการฟื้นฟูอำนาจตัวกลางเสร็จเรียบร้อยแล้ว ด้วยน้ำกลั่น และยุติเมื่อน้ำที่ไหลผ่านคอลัมน์มีพีเอชประมาณ 5 - 7
- 4.4.4 ตัวแปรในการทดลอง (แสดงดังตารางที่ 4-1 และ 4-2)

4.5 การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของน้ำเสีย (ตามวิธีการของ Standard Method , 1995)

ลักษณะสมบัติของน้ำเสียที่จะทำการวิเคราะห์ในงานวิจัยครั้งนี้ มีดังต่อไปนี้คือ

- 4.4.1 ปริมาณโครเมียม ใช้วิธีเทียบสี ในการวัด
- 4.4.2 พีเอช ใช้ พีเอชเมตริก ในการวัด
- 4.4.3 ORP
- 4.4.4 ปริมาณเหล็ก ใช้วิธี พีแนนโทรดิน ในการวัด



ตารางที่ 4-1 ตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

(ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาหาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนัก)

ตัวแปร	พารามิเตอร์
ตัวแปรอิสระ	
1. โครเมียม	Cr^{6+}
2. ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์	1. 50 มก./ล. 2. 100 มก./ล. 3. 200 มก./ล.
3. พีเอช	4, 6 และ 8
ตัวแปรคงที่	
1. ขนาดของคอลัมน์	
ความสูง	100 ซม.
เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน	2.0 ซม.
2. ขนาดของตัวกลาง	0.60 - 0.84 มม.
3. ความสูงของชั้นตัวกลาง	15 ซม.
4. รีเจนเนอแรนต์	สารละลายกรดซัลฟูริก พีเอช 4
5. อัตราการไหลของน้ำเข้า	60 มล./ชม.
6. อัตราไหลในการทำรีเจนเนอเรชัน	100 มล./ชม.
7. จุดยุติ	เมื่อพบ Cr^{6+} ในน้ำออกมากกว่า 0.25 มก./ล.
ตัวแปรตาม	
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่วิเคราะห์	1. ปริมาณโลหะหนักในน้ำออก 2. พีเอช 3. ORP

ตารางที่ 4-2 ตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

(ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาหาประสิทธิภาพในการฟื้นอำนาจตัวกลาง)

ตัวแปร	ทราเยเคลือบแมกนีไทต์
ตัวแปรอิสระ	
1. โครเมียม	Cr^{6+}
2. ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์	1. 50 มก./ล. 2. 100 มก./ล. 3. 200 มก./ล.
3. ความเข้มข้นของสารรีเจนเนอแรนต์	สารละลายกรดซัลฟูริกพีเอช 4
ตัวแปรคงที่	
1. ขนาดของคอลัมน์	
ความสูง	100 ซม.
เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน	2.0 ซม.
2. ขนาดของตัวกลาง	0.60 - 0.84 มม.
3. ความสูงของชั้นตัวกลาง	15 ซม.
4. อัตราไหลในการทำรีเจนเนอเรชัน	100 มล./ชม.
5. จุดยุติ	เมื่อไม่พบ Cr^{3+} และ Cr^{6+} ในน้ำออก
ตัวแปรตาม	
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่วิเคราะห์	1. ปริมาณโลหะหนักในน้ำออก 2. พีเอช