

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย



การดำเนินการวิจัยนี้ ทำการทดลองที่ห้องปฏิบัติการของศูนย์วิจัยแห่งชาติด้านการจัดการสิ่งแวดล้อมและของเสียอันตราย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1 แผนการวิจัย

1. การเตรียมเครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย
2. การเตรียมน้ำเสียจริง น้ำเสียสังเคราะห์ และสารละลายต่างๆที่ใช้ในการทดลอง
3. การดำเนินการวิจัย และการวิเคราะห์

3.2 เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Ion Chromatography (IC) : Dionex ICS-2500 Automated IC system
2. High Performance Liquid Chromatography (HPLC) : Shimadzu LC-10 ADvp (ELSD& UV-spectrophotometry detector)
3. Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) : VARIAN Vista-MPX
4. Total Organic Carbon Analyzer : O.I.Analytical 1010
5. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) : Hach sensION3
6. เครื่องวัดการนำไฟฟ้า (Conductivity meter) : Hach sensION5
7. ตู้อบความร้อน (Oven) : Binder FD115 (E2)
8. เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) : Thermolyne Cimarec2
9. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง (4-digits Balance) : Sartorius BP221S
10. แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power Supply) : GW Instek GRP-606OD
11. หลอดรังสีอัลตราไวโอเลตชนิด Low-pressure mercury lamp : Philips CLEO 15W
12. อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. โปตัสเซียมไซยาไนด์ (Potassium cyanide, KCN) : Ajax, AR
2. โปตัสเซียมไซยาเนต (Potassium cyanate, KCNO) : Fluka, purum
3. เอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิติกแอซิด (Ethylenediamine tetra-acetic acid, EDTA) : Fluka, purum
4. ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, TiO_2) : Degussa P-25
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) : Lab-Scan, AR
6. โซเดียมฟอร์มเมต (Sodium formate, HCOONa) : Acros Organics 99%
7. กรดฟอร์มิก (Formic acid, HCOOH) : Carlo Erba, AR
8. โซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรต (Sodium acetate tri-hydrate, $CH_3COONa \cdot 3H_2O$) : Ridel-de Haën, extra pure
9. เฟอริกไนเตรต (Ferric nitrate, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) : Ajax, AR
10. เตตระบิวทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Tetrabutylammonium bromide, $C_{16}H_{36}NBr$ หรือ TBA-Br) : Acros Organics 99+%
11. อะซิโตรไนตราย หรือเมทิลไซยาไนด์ (Acetonitrile, CH_3CN) : Marlinicrodt, ChromAR® HPLC
12. เอทิลีนไดเอมีน (Ethylenediamine, $C_2H_8N_2$) : Carlo Erba, AR

3.3 น้ำเสียสังเคราะห์

น้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้ในการทดลองนี้จะแบ่งออกเป็น 3 ชนิดด้วยกัน ได้แก่ น้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ น้ำเสียสังเคราะห์อีดีทีเอ และน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีทั้งไซยาไนด์ และอีดีทีเอ โดยขั้นตอนการเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์มีดังนี้

1. ทำการปรับพีเอชของน้ำ Milli-Q ให้มีพีเอชประมาณ 12.5 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์
2. ชั่งสารเคมีตามลักษณะของน้ำเสียสังเคราะห์ที่ต้องการโดย โดยไซยาไนด์จะเติมในรูปของโปตัสเซียมไซยาไนด์ (KCN) ส่วนอีดีทีเอจะเติมในรูปของไดโซเดียมอีดีทีเอ (Na_2EDTA)
3. ทำการปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้ใกล้เคียง 12.5 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์อีกครั้ง เนื่องจากการเติมสารเคมีจะทำให้ น้ำเสียสังเคราะห์มีพีเอชเปลี่ยนแปลงไป

3.4 การดำเนินการทดลอง การทดลองจะแบ่งเป็น 3 ส่วนดังนี้

3.4.1 การวิเคราะห์ส่วนประกอบของน้ำเสียโรงงานชุบโลหะ

วิเคราะห์หาส่วนประกอบของน้ำเสียโรงงานชุบโลหะจากบริษัทรับกำจัดกากอุตสาหกรรม ซึ่งพารามิเตอร์หลักที่ทำการวิเคราะห์ ได้แก่ ความเข้มข้นของไซยาไนด์อิสระ อีดีทีเอ พีเอช ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด ทีไอซี และปริมาณโลหะหนัก ในตัวอย่างน้ำเสีย โดยทำการเก็บตัวอย่างน้ำเสียเป็นจำนวนทั้งหมด 4 ครั้ง นำมาวิเคราะห์และหาค่าเฉลี่ย

3.4.2 การทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์

การทดลองส่วนนี้เป็นการทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์โดยใช้กระบวนการออกซิเดชันด้วยไฟฟ้า และกระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งแผนการทดลองสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.1 โดยรายละเอียดของการทดลองต่างๆมีดังนี้

3.4.2.1 กระบวนการออกซิเดชันด้วยไฟฟ้า (Electrochemical process)

การทดลองบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยกระบวนการออกซิเดชันด้วยไฟฟ้านี้ จะทำการทดลองโดยผ่านกระแสไฟฟ้าลงไปยังน้ำเสียสังเคราะห์ โดยอุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง และลักษณะการติดตั้งอุปกรณ์ได้แสดงไว้ในรูปที่ 3-1 และรายละเอียดของอุปกรณ์ต่างๆได้แสดงไว้ในตารางที่ 3-2 ซึ่งขั้นตอนการทดลองมีดังนี้



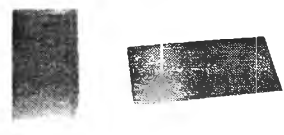
ศึกษามลของกระแสไฟฟ้าที่มีการกำจัดไซยาไนด์

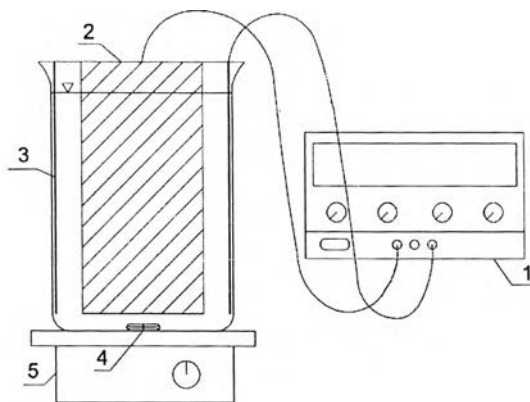
1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ให้มีความเข้มข้นของไซยาไนด์ประมาณ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรในรูป CN⁻
2. ทำการศึกษามลของกระแสไฟฟ้าโดยเปลี่ยนแปลงค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้ โดยช่วงของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองมีค่าเท่ากับ 0.5 1.0 2.5 และ 5.0 แอมแปร์
3. เก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นไซยาไนด์ และไซยาเนต
4. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไซยาไนด์ และไซยาเนต เทียบกับเวลา ที่กระแสไฟฟ้าต่างๆ

ตารางที่ 3-1 ขั้นตอนการวิจัย

การทดลองที่	กระบวนการที่ใช้	ชนิดของน้ำเสียสังเคราะห์	ตัวแปรที่ศึกษา	ค่าที่ใช้
1	ไฟฟ้า	โซยาไนต์	กระแสไฟฟ้า (I)	0.5 1.0 2.5 5.0 แอมแปร์
2		อีดีทีเอ	กระแสไฟฟ้า (I)	0.5 1.0 5.0 แอมแปร์
3		โซยาไนต์ + อีดีทีเอ	อัตราส่วนโมลอีดีทีเอต่อโซยาไนต์	2.62 5.24 10.48 15.72
4	รังสีอัลตราไวโอเล็ต	โซยาไนต์	ความเข้มข้นของ TiO_2	0 0.1 0.5 1.0 5.0 กรัม/ลิตร
5		โซยาไนต์	อัตราการเติมอากาศ	0.20 0.55 1.1 2.2 ลิตร/นาที
6		โซยาไนต์ + อีดีทีเอ	อัตราส่วนโมลอีดีทีเอต่อโซยาไนต์	0.1048 1.048 5.24 10.48

ตารางที่ 3-2 รายละเอียดของอุปกรณ์ต่างๆในกระบวนการออกซิเดชันด้วยไฟฟ้า

แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power Supply)	ยี่ห้อ : GW Instek รุ่น : GPR-606OD ความต่างศักย์ที่ปรับได้ : 0 – 60 โวลต์ กระแสที่ปรับได้ : 0 – 6 แอมแปร์	
แคโทด (Cathode)	วัสดุ : ทองแดง ลักษณะ : ทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง : 12.5 ซม. สูง : 17 ซม.	
แอโนด (Anode)	วัสดุ : สแตนเลส (Stainless Steel) ลักษณะ : สี่เหลี่ยมผืนผ้า กว้าง : 8 ซม. สูง : 17 ซม.	



รูปที่ 3-1 รูปแบบการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับกระบวนการออกซิเดชันด้วยไฟฟ้า (1. แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ; 2. แอโนด ; 3. แคโทด ; 4. แท่งแม่เหล็กกวนสาร ; 5. เครื่องกวนสาร)

ศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าที่มีต่อการกำจัดอิตีทีเอ

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์อิตีทีเอให้มีความเข้มข้นของอิตีทีเอประมาณ 15 กรัมต่อลิตรในรูป Na_2EDTA
2. ทำการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้าโดยเปลี่ยนแปลงค่ากระแสไฟฟ้าที่ใช้ โดยช่วงของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองมีค่าเท่ากับ 0.5 1.0 และ 5.0 แอมแปร์
3. เก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นอิตีทีเอ
4. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของอิตีทีเอเทียบกับเวลา ที่กระแสไฟฟ้าต่างๆ

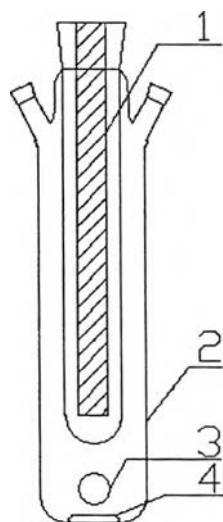
ศึกษาผลของอิตีทีเอที่มีต่อการกำจัดไซยาไนด์

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ และอิตีทีเอ ให้มีความเข้มข้นของไซยาไนด์ประมาณ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรในรูป CN^- คงที่ทุกการทดลอง
2. ศึกษาผลของอิตีทีเอ โดยอิตีทีเอที่เติมลงไปเท่ากับ 3.75 7.5 15 และ 22.5 กรัมต่อลิตร ซึ่งคิดเป็น 0.25 0.5 1.0 และ 1.5 เท่าของน้ำเสียจริง
3. จ่ายกระแสไฟฟ้าจากแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงลงไปยังน้ำเสียสังเคราะห์ โดยใช้กระแสไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 2.5 แอมแปร์ ในทุกอัตราส่วนไซยาไนด์ต่ออิตีทีเอที่ทดลอง

4. เก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของไซยาไนด์
5. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไซยาไนด์ และเวลา ที่อัตราส่วนอิตีที่เอต่อไซยาไนด์ต่างๆ

3.4.2.2 กระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์ (Photocatalytic process)

ทำการทดลองเพื่อหาผลของความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ อัตราการเติมอากาศ ที่มีต่อการกำจัดไซยาไนด์ รวมไปถึงผลของอิตีที่เอในน้ำเสียที่มีทั้งไซยาไนด์ และอิตีที่เอ โดยอุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง และลักษณะการติดตั้งอุปกรณ์ได้แสดงไว้ใน รูปที่ 3-2 ซึ่งขั้นตอนการทดลองมีดังนี้



- รูปที่ 3-2 ลักษณะการติดตั้งอุปกรณ์ทดลองสำหรับกระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์ (1. หลอดยูวี : 2. ถังปฏิกรณ์ : 3. หัวทรายเติมอากาศ : 4. แท่งแม่เหล็กกวนสาร)

ศึกษาผลของความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีต่อการกำจัดไซยาไนด์

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ให้มีความเข้มข้นของไซยาไนด์ประมาณ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรในรูป CN⁻

2. เติมไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีความเข้มข้นในสารละลายเท่ากับ 0.0 0.1 0.5 1.0 และ 5.0 กรัมต่อลิตร
3. ทำการเติมอากาศเพื่อให้สารละลายอิมิตัวด้วยออกซิเจน โดยเติมด้วยอัตราเท่ากับ 1.1 ลิตรต่อนาที
4. ทำการเก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปกรอง และวิเคราะห์หาความเข้มข้นไซยาไนด์ และไซยาเนต
5. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไซยาไนด์ และไซยาเนต เทียบกับเวลา ที่ความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ต่างๆ

ศึกษาผลของอัตราการเติมอากาศที่มีต่อการกำจัดไซยาไนด์

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ให้มีความเข้มข้นของไซยาไนด์ประมาณ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรในรูป CN⁻
2. เติมไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีความเข้มข้นในสารละลายเท่ากับ 0.1 กรัมต่อลิตรทุกการทดลอง
3. ทำการเติมอากาศเพื่อดูผลของอัตราการเติมอากาศที่มีต่อการกำจัดไซยาไนด์ โดยเติมด้วยอัตราเท่ากับ 0.2 0.55 1.1 และ 2.2 ลิตรต่อนาที หรือคิดเป็น 0.27 0.73 1.47 และ 2.93 ลิตร/นาที-ลิตร
4. ทำการเก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปกรอง และวิเคราะห์หาความเข้มข้นไซยาไนด์ และไซยาเนต
5. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไซยาไนด์ และไซยาเนต เทียบกับเวลา ที่อัตราการเติมอากาศต่างๆ

ศึกษาการกำจัดอดีทีเอโดยใช้รังสีอัลตราไวโอเล็ตร่วมกับไททาเนียมไดออกไซด์

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์อดีทีเอ โดยให้มีความเข้มข้นของอดีทีเอเท่ากับ 15 กรัมต่อลิตร ในรูป Na₂EDTA
2. เลือกใช้ไททาเนียมความเข้มข้น 0.1 กรัมต่อลิตร และอัตราการเติมอากาศเท่ากับ 1.1 ลิตรต่อนาที
3. ทำการเก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปกรอง และวิเคราะห์หาความเข้มข้นอดีทีเอ
4. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของอดีทีเอ เทียบกับเวลา

ศึกษามลของอิตีทีเอที่มีต่อการกำจัดไซยาไนด์

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ และอิตีทีเอที่มีความเข้มข้นของไซยาไนด์ประมาณ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรในรูป CN⁻ (มีค่าคงที่ในทุกๆการทดลอง)
2. เติมอิตีทีเอลงไปในอัตราส่วนระหว่างอิตีทีเอต่อไซยาไนด์เท่ากับ 0.01 0.1 0.5 และ 1.0 เท่าของค่าที่ได้จากน้ำเสียจริง หรือเท่ากับ 0.15 1.5 7.5 และ 15 กรัมต่อลิตร
3. เติมไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีความเข้มข้น 0.1 กรัมต่อลิตร และใช้อัตราการเติมอากาศเท่ากับ 1.1 ลิตรต่อนาที่ในทุกการทดลอง
4. เก็บตัวอย่างทุก 30 นาที หรือช่วงที่เหมาะสม นำไปกรอง และวิเคราะห์ความเข้มข้นอิตีทีเอ
5. นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไซยาไนด์ และเวลา ที่อัตราส่วนไซยาไนด์ ต่ออิตีทีเอต่างๆ

การทดลองเพื่อทำ Blank Dark O₂ oxidation เพื่อตรวจสอบว่าออกซิเจนเพียงอย่างเดียวจะสามารถออกซิไดซ์ไซยาไนด์ได้หรือไม่ โดยจะทำการทดลองโดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ และเติมอากาศด้วยอัตรา 1.1 ลิตรต่อนาที่ ไม่มีการเติมไททาเนียมไดออกไซด์ และรังสีอัลตราไวโอเล็ต

3.5 วิธีการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	วิธีที่ใช้วิเคราะห์
ไซยาไนด์	Ion Chromatography
ไซยาเนต	Ion Chromatography
อิตีทีเอ	High Performance Liquid Chromatography ตามวิธีของ Novack et al. (1996)
พีเอช	pH meter
การนำไฟฟ้า	Conductivity meter
ของแข็งละลายน้ำทั้งหมด	Standard method – 2540C