บทที่ 3

การดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ก. อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. บีกเกอร์สำหรับทำปฏิกิริยา ความจุ 1 ลิตร พร้อมฝาปิดซึ่งมี 5 คอ (รูปที่ 3.1) สำหรับหย่อนพีเอชอิเลกโทรด, โออาร์พีอิเลกโทรด, ท่อนำแก๊สไนโตรเจน/อากาศ 2 ท่อ มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร, และเทอร์โมมิเตอร์

2. เทอร์โมมิเตอร์ ขนาด -10 ถึง 110°C สำหรับวัดอุณหภูมิภายในบีกเกอร์

3. อ่างควบคุมอุณหภูมิ ยี่ห้อ JULABO รุ่น D-7633 Seelbach (รูปที่ 3.2) เพื่อปรับและรักษาอุณหภูมิให้ได้ตามต้องการ

4. เครื่องวัดพีเอช/โออาร์พี ยี่ห้อ HANNA และยี่ห้อ CORNING พร้อมด้วยพีเอชอิเล็กโทรด HANNA 1131B และโออาร์พีอิเล็กโทรด HANNA 3131B

5. เครื่องบันทึกโออาร์พียี่ห้อ CORNING สำหรับบันทึกค่าโออาร์พีขณะทดลองกระบวนการเฟอร์ไรต์

6. ปั๊มอากาศ ยี่ห้อ NATIONAL รุ่น SA D40EX เพื่อให้อากาศขณะทดลองกระบวนการเฟอร์ไรต์

7. เครื่องวัดอัตราการไหลอากาศ ขนาด 10 ลิตรต่อนาที ยี่ห้อ DWYER

8. เครื่องวัดอัตราการไหลไนโตรเจน ขนาด 15 ลิตรต่อนาที ยี่ห้อ CIGWELD

9. เครื่องชั่งสาร ยี่ห้อ SARTORIUS รุ่น 210S

10. นาฬิกาจับเวลา โดยเริ่มจับเวลาตั้งแต่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน

11. อุปกรณ์การกรองด้วยสูญญากาศ ประกอบด้วย กรวยบุชเนอร์, ขวดซักชัน, กระดาษกรอง WHATMAN GF/C ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 7.0 เซนติเมตร และปั๊มอากาศ

12. ขวดพลาสติกโพลีเอทีลีน สำหรับเก็บตัวอย่างน้ำ ขนาดความจุ 120 มิลลิตร ล้างด้วย (1+1)กรดไนตริก 1ครั้ง และตามด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง

13. เครื่องเขย่า ยี่ห้อ IKA รุ่น HS501D

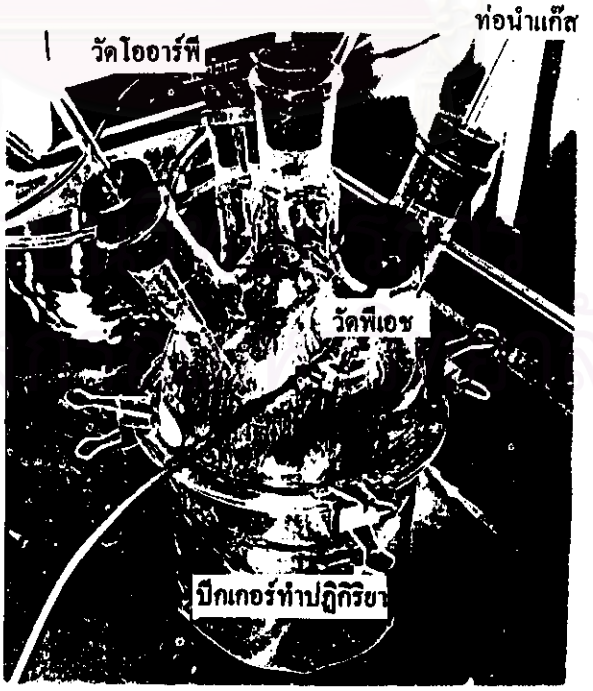
14. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (AAS) ยี่ห้อ Varian รุ่น SpectraAA 300/400 สำหรับวิเคราะห์ปริมาณปรอท, โครเมียม, เงิน และเหล็ก

15. เครื่องอิเลกตรอนสปินเรโซแนนท์สเปกโทรมิเตอร์ (ESR) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JES-RE2X สำหรับวิเคราะห์จำนวนอิเล็กตรอนไร้คู่ เพื่อเปรียบเทียบสมบัติความเป็นสารแม่เหล็ก

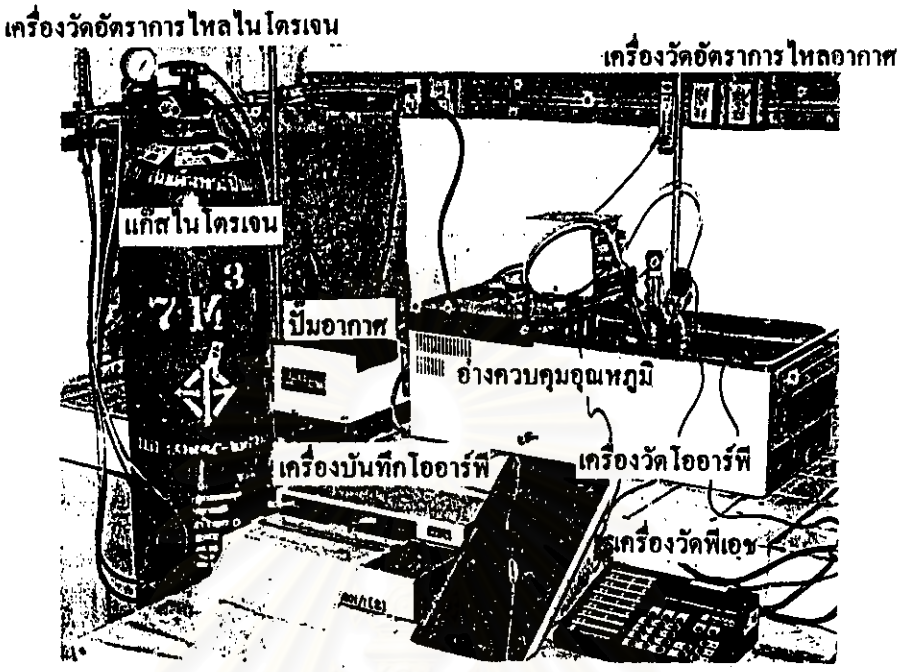
16. เครื่องรังสีเอกซ์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (XRD) ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW 3710 Expert สำหรับวิเคราะห์ลวดลายการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตะกอนที่ได้ เพื่อยืนยันความเป็นสารแม่เหล็ก

ข. สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. โซเดียมคลอไรด์ ระดับการค้า (Commercial Grade)
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ ระดับการค้า (Commercial Grade)
3. เฟอรัสซัลเฟต ระดับการค้า (Commercial Grade)
4. แก๊สไนโตรเจน ระดับอุตสาหกรรม (Industrail Grade)
5. กรดไฮโดรคลอริคเข้มข้น ระดับวิเคราะห์ (Analytical Grade หรือ A.R.)
6. กรดไนตริกเข้มข้น ระดับวิเคราะห์ (Analytical Grade หรือ A.R.)
7. สารละลายมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์โลหะหนัก(ปรอท โครเมียม เงิน และเหล็ก)
8. น้ำกลั่น 2 ครั้ง



รูปที่ 3.1 อุปกรณ์สำหรับทำปฏิกิริยาในการทดลองกระบวนการเฟอร์ไรต์



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองกระบวนการเฟอร์ไรต์

วิธีดำเนินการ

ก. การเตรียมตัวอย่างน้ำเสียก่อนการกำจัดโลหะหนักด้วยกระบวนการเฟอร์ไรท์

1. เก็บตัวอย่างน้ำเสีย เก็บรวบรวมน้ำจากการวิเคราะห์หาค่าซีโอดีโดยวิธีรีฟลักซ์แบบเปิด จากห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพน้ำ ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และนำตัวอย่างไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของปรอท, โครเมียม, เงิน และเหล็ก โดยใช้เครื่องอะตอมมิก แอบซอร์บชัน สเปกโทรโฟโตมิเตอร์

2. แยกเงินออกจากน้ำเสียซีโอดี ก่อนการทดลองกำจัดปรอท, โครเมียม และเหล็กในน้ำเสียซีโอดีด้วยกระบวนการเฟอร์ไรต์ เงินจะถูกแยกออกจากน้ำเสีย โดยเติมปริมาณโซเดียมคลอไรด์ 4 เท่าของค่าสตอยชิโอเมตริก กวนเร็ว 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 นาที และกวนช้า 40 รอบต่อนาที เป็นเวลา 40 นาที (พวงรัตน์ แก้วล้อม, 2537) แยกตะกอนออก เก็บน้ำทิ้งไว้เพื่อนำไปใช้ต่อไป

น้ำส่วนบนที่ได้จากข้อ 2 นำไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นของปรอท, โครเมียม, เงิน และเหล็ก ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ จากนั้นทำน้ำให้มีความเข้มข้นโลหะรวมประมาณ 150 มิลลิกรัมต่อลิตร แล้วจึงนำไปใช้ทดลองกำจัดโลหะหนักด้วยกระบวนการเฟอร์ไรต์

ข. การกำจัดโลหะหนักด้วยกระบวนการเฟอร์ไรต์

1. วิธีทดลองด้วยกระบวนการเฟอร์ไรต์

1) ใส่น้ำเสีย 500 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ 5 คอ ที่มีฝาปิดซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ

2) ปรับอุณหภูมิให้ได้ตามที่จะทำการทดสอบ และตรวจสอบอุณหภูมิภายในบีกเกอร์ด้วยเทอร์โมมิเตอร์

3) ต่อท่อนำแก๊สโดยผ่านจุกยางลงในบีกเกอร์ พ่นแก๊สไนโตรเจน 3 ลิตรต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที

4) จุ่มพีเอชอิเลกโทรด และโออาร์พีอิเลกโทรด เพื่อวัดค่าพีเอชและค่าศักดิ์ออกซิเดชันรีดักชัน หรือโออาร์พี (Oxidation Reduction Potential, ORP) ของน้ำเสีย

5) เติมเฟอรัสซัลเฟต ตามปริมาณที่จะทดสอบ

6) ปรับพีเอช (pH) ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50% ตามที่จะทำการทดสอบ และต้องปรับค่าพีเอชให้คงที่ตลอดเวลาการทดลอง

7) ทิ้งไว้ 10 นาที จึงหยุดพ่นแก๊สไนโตรเจน แล้วทำการเติมอากาศต่อในอัตรา 10 ลิตรต่อนาที

8) วัดค่า ORP, pH และเวลา จนถึงจุดที่ค่า ORP เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วและคงที่จึงหยุดการทดลอง

9) สังเกตุสีของตะกอนที่ได้, กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองแล้วนำน้ำใสส่วนบนมาวัดความเข้มข้นปรอท, โครเมียม และเหล็ก ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

10) นำตะกอนล้างด้วยน้ำกลั่นทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำไปทดสอบเปรียบเทียบความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่องอิเลกตรอนสปินเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ ทดสอบยืนยันความเป็นสารแม่เหล็กด้วยเครื่องรังสีเอกซ์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ และทดสอบการชะละลาย

2. การทดลองหาพีเอชและอุณหภูมิที่เหมาะสม

1) นำน้ำเสียซีโอดี 500 มิลลิลิตร มาทำการทดลองและบันทึกผลการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 1 โดยใช้ปริมาณเฟอรัสซัลเฟต 0.025 โมล

2) ทดลองปรับอุณหภูมิเป็น 55 องศาเซลเซียส พีเอช 9 แล้วทดลองซ้ำแต่เปลี่ยนพีเอชเป็น 10,11,12 ตามลำดับ

3) ทดลองปรับอุณหภูมิเป็น 60 องศาเซลเซียส พีเอช 9 แล้วทดลองซ้ำแต่เปลี่ยนพีเอชเป็น 10,11,12 ตามลำดับ

4) ทดลองปรับอุณหภูมิเป็น 65 องศาเซลเซียส พีเอช 9 แล้วทดลองซ้ำแต่เปลี่ยนพีเอชเป็น 10,11,12 ตามลำดับ

5) ทดลองปรับอุณหภูมิเป็น 70 องศาเซลเซียส พีเอช 9 แล้วทดลองซ้ำแต่เปลี่ยนพีเอชเป็น 10,11,12 ตามลำดับ

3. การทดลองหาอัตราส่วนโมลที่เหมาะสม ใช้พีเอชและอุณหภูมิที่เหมาะสมจากการสรุปผลการทดลองข้อ 2 ทำการทดลองและบันทึกผลเช่นเดียวกับข้อ 1 โดยใช้ปริมาณเฟอรัสซัลเฟต 0.0125 โมล แล้วทดลองซ้ำแต่เปลี่ยนปริมาณเฟอรัสซัลเฟตเป็น 0.025,0.05,0.1 โมล ตามลำดับ

ค. วิธีทดสอบการชะละลายโลหะหนัก

1. บดตัวอย่างให้เป็นผง นำมา 5 กรัม ใส่ในตัวทำละลายซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมกรดไฮโดรคลอริกจนมีค่าพีเอชเป็น 5.8 ในปริมาตร 50 มิลลิลิตร

2. เขย่าตัวอย่างบนเครื่องเขย่า เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยใช้เครื่องเขย่าชนิด 200 รอบ/นาที

3. กรองสารละลาย โดยใช้กระดาษกรองใยแก้ว ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรู 1 ไมครอน

4. นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณ ปรอทและโครเมียม

5. วิเคราะห์เปรียบเทียบกับเกณฑ์มาตรฐานสารมีพิษของกระทรวงอุตสาหกรรม (2531) ซึ่งกำหนดให้มีปรอทมากกว่า 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร และโครเมียมมากกว่า 5 มิลลิกรัมต่อลิตร

ง. การวิเคราะห์

1. อะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตเมตรี เทคนิคนี้นำมาใช้หาความเข้มข้นของปรอท, โครเมียม เงิน และเหล็กในน้ำ วิธี Flame Aspiration ใช้ในการหาความเข้มข้นของโลหะดังกล่าวที่มีความเข้มข้นสูง ในกรณีของปรอทที่มีความเข้มข้นต่ำมากจะทำการวัดโดยวิธี Cold Vapor Atomic Absorption ส่วนโครเมียม, เงิน และเหล็ก ที่มีความเข้มข้นต่ำมากจะทำการวัดโดยวิธี Graphite Furnace Atomizer ในการวัดความเข้มข้น ปรอท, โครเมียม, เงิน และเหล็ก ได้ %RSD อยู่ในช่วงตั้งแต่ 0 ถึง 10 % แต่ค่าที่วัดได้ส่วนใหญ่มี %RSD น้อยกว่า 2%

2. การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เพาเดอร์ เทคนิคนี้ใช้วิเคราะห์หาโครงสร้างของสารตัวอย่าง สำหรับงานวิจัยนี้นำมาใช้ยืนยันความเป็นสารแม่เหล็กของตะกอนที่ได้ โดยเปรียบเทียบลวดลายการ

เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตะกอนที่ได้กับลวดลายการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารมาตรฐานแมกนีไทต์ โดยใช้ตะกอนที่บดเป็นผงขนาด 200-300 เมช 1 กรัม ใช้ Cu เป็น source และมุม 2θ ตั้งแต่ 5-80°

3. อิเลกตรอนสปินเรโซแนนซ์สเปกโทรเมตรี เทคนิคนี้สำหรับวัด ESR(Electron spin resonance) และทำให้ได้ข้อมูลของจำนวนอิเลกตรอนไร้คู่ของวัสดุ ซึ่งสำหรับงานวิจัยนี้นำมาเปรียบเทียบสมบัติความเป็นlkiแม่เหล็กระหว่างตะกอนที่ได้ โดยใช้ตะกอนที่บดเป็นผงละเอียด 0.200 กรัม และป้อนสนามแม่เหล็กระหว่าง 0.02-0.82 Tesla

4. สถิติวิเคราะห์ ในงานวิจัยนี้วิธีวิเคราะห์ข้อมูลที่ใช้ในการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยระหว่างกลุ่ม 2 กลุ่มจะวิเคราะห์โดยใช้การทดสอบค่าที (t-test) สำหรับการเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยระหว่างกลุ่มตั้งแต่ 3 กลุ่มขึ้นไปจะวิเคราะห์ข้อมูลโดยใช้การวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบมี 1 ตัวประกอบ (Single-Factor Analysis of Variance หรือ ONE-WAY ANOVA) และการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบมี 2 ตัวประกอบ (Two-Factor ANOVA) ส่วนการเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยใช้วิธี Fisher's Least Significant Difference (LSD) ทุกค่าสถิติมีระดับนัยสำคัญ (α) = .05 หรือ มีความเชื่อมั่น 95 %

จ. วิเคราะห์ค่าใช้จ่ายการกำจัดโลหะหนักด้วยกระบวนการเฟอร์ไรต์

การวิเคราะห์ค่าใช้จ่ายสำหรับกำจัดโลหะหนักจากน้ำเสียซีโอดีด้วยกระบวนการเฟอร์ไรต์ จะพิจารณาจากค่าสารเคมี จากนั้นนำผลที่ได้เปรียบเทียบกับค่าใช้จ่ายในการกำจัดโลหะหนักจากน้ำเสียซีโอดีด้วยกระบวนการตกตะกอนผลึกและการทำตะกอนโลหะหนักให้เป็นก้อนด้วยปูนซีเมนต์