บทที่ 4

ขั้นตอนและการดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยกระทำที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

<u>แผนการวิจัย</u> (แสดงดังรูปที่ 4.1)

4.1 การเตรียมตัวกลาง(กรณีนี้คือทรายเคลือบเหล็กออกไซด์และทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์)

4.2 การเตรียมอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

4.3 การเตรียมน้ำตัวอย่าง (น้ำเสียสังเคราะห์สังกะสีและน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิล)

4.4 การดำเนินการทดลอง

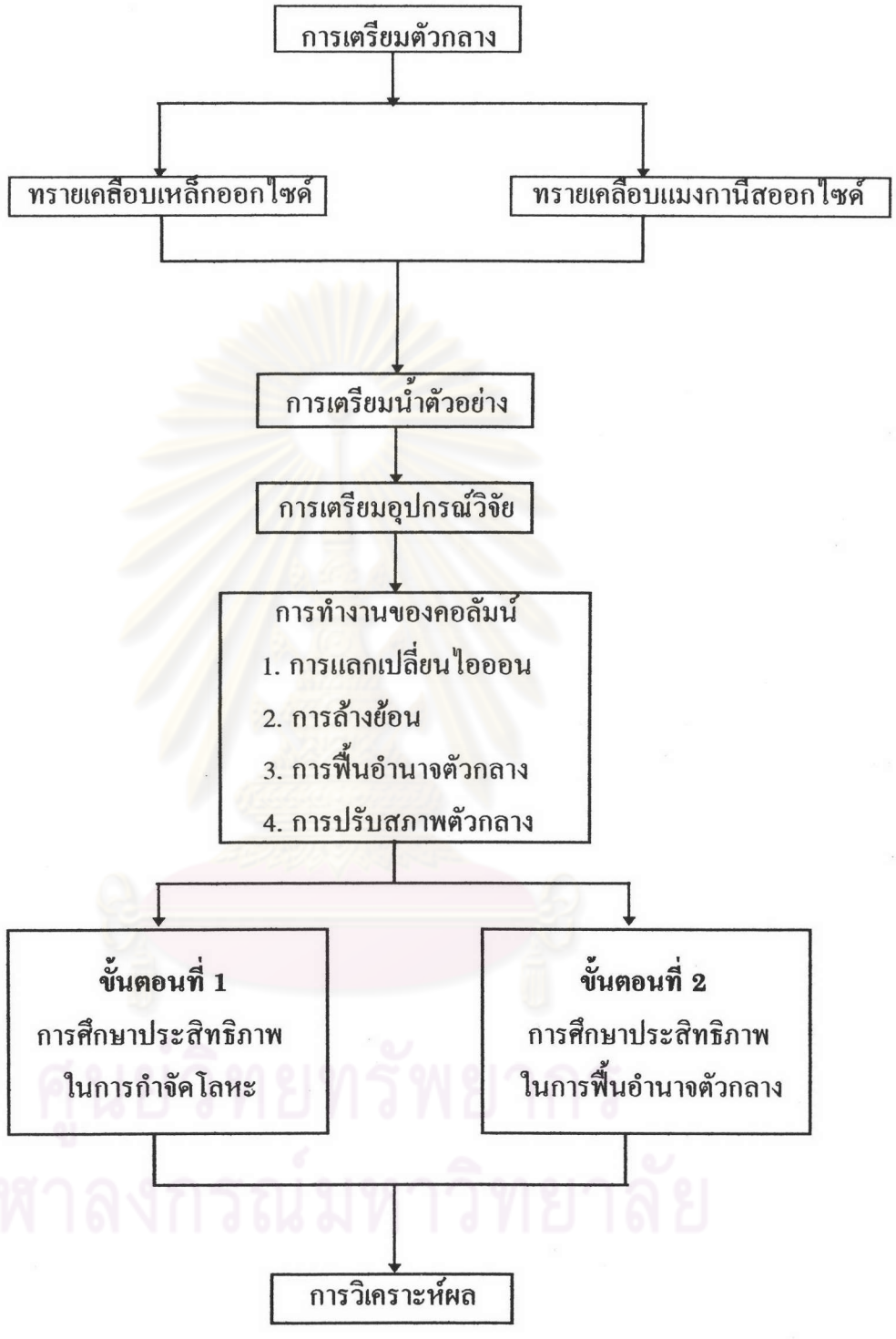
4.5 การวิเคราะห์ผล

<u>ขั้นตอนการวิจัย</u> (แสดงดังรูปที่ 4.1)

สามารถกระทำได้ 2 ขั้นตอน คือ

ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาหาประสิทธิภาพที่ดีที่สุดและสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดสังกะสีและนิกเกิล (หรือความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน) โดยใช้ตัวกลางทรายเคลือบเหล็กออกไซด์และทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์

ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาหาประสิทธิภาพที่ดีที่สุดในการฟื้นอำนาจตัวกลางทั้ง 2 ชนิด โดยเปรียบเทียบระหว่างสารรีเจนเนอแรนต์ชนิดเดียวกันที่ความเข้มข้นต่างกัน



รูปที่ 4.1 แผนภาพแสดงแผนการวิจัยและขั้นตอนการวิจัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1 การเตรียมตัวกลาง (ตามวิธีการของ Edward และBenjamin, 1989)

ในการวิจัยนี้ใช้ตัวกลาง 2 ชนิดคือ ทรายเคลือบเหล็กออกไซด์และทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์ โดยทรายที่ใช้ควรมีขนาดระหว่างตะแกรงเบอร์ 20 และ 30 (0.60-0.84 มม.) การเตรียมทรายเคลือบทั้งสองชนิดนี้จะต้องมีการทำความสะอาดทรายก่อนแล้วจึงทำการเคลือบทราย (แสดงดังรูปที่ 4.2)

4.1.1 การทำความสะอาดทรายก่อนจะทำการเคลือบทราย ดังนี้

4.1.1.1 แช่เม็ดทรายด้วยกรดซัลฟูริก (พีเอชประมาณ1.0) ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.1.1.2 ล้างออกด้วยน้ำกลั่น จนน้ำล้างสะอาด

4.1.1.3 นำเม็ดทรายที่ล้างสะอาดแล้วใส่ถาดแสตนเลสเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส

4.1.1.4 เก็บเม็ดทรายที่อบแห้งแล้วใส่ในภาชนะที่แห้งและปิดมิดชิด ก่อนจะนำไปใช้งานต่อไป

4.1.2 ทรายเคลือบเหล็กออกไซด์ ตามวิธีการดังนี้ (แสดงดังรูปที่ 4.3)

4.1.2.1 ชั่งทรายที่สะอาดแล้วมา 200 ก. เฟอริคไนเตรท 20 ก. และน้ำกลั่น 50 มล. ใส่ลงในขวดรูปชมพู่

4.1.2.2 เขย่าช้าๆ จนกระทั่งเฟอริคไนเตรทละลายปนอยู่กับทราย จากนั้นเทส่วนผสมทั้งหมดลงในถาดแสตนเลส

4.1.2.3 นำถาดเข้าเตาอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จะได้ทรายเคลือบเหล็กออกไซด์

4.1.2.4 ล้างทรายเคลือบเหล็กออกไซด์ด้วยน้ำกลั่น จนกระทั่งน้ำล้างสะอาด

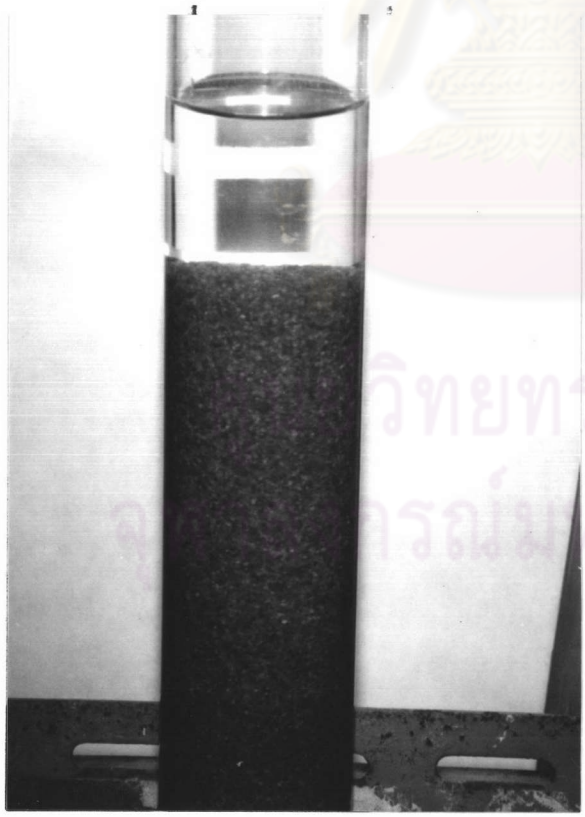
4.1.2.5 นำทรายเคลือบเหล็กออกไซด์ที่ล้างสะอาดแล้วเข้าเตาอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.1.3 ทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์ ตามวิธีการดังนี้ (แสดงดังรูปที่ 4.4)

4.1.3.1 ชั่งทรายที่อบแห้งแล้วมา 200 ก. แมงกานีสซัลเฟต 20 ก. น้ำกลั่นประมาณ 50 มล. และตัวออกซิแดนท์คือ โปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนตประมาณ 1 ก. ใส่ลงในขวดรูปชมพู่

4.1.3.2 ทำตามวิธีการเคลือบทรายด้วยเหล็กออกไซด์ ในข้อ 4.1.2.2 ถึงข้อ 4.1.2.5 ทุกประการ

รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะทางกายภาพของทราย ทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์ และทรายเคลือบเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.3 แสดงรูปขยายของทรายเคลือบเหล็กออกไซด์ในคอลัมน์

รูปที่ 4.4 แสดงรูปขยายของทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์ในคอลัมน์

T 172311 03

4.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

4.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

4.2.1.1 คอลัมน์ที่ใช้บรรจุตัวกลาง (แสดงดังรูปที่ 4.5, 4.6 และ4.7) ทำจากอะครีลิค เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 ซม. สูง 100 ซม.

4.2.1.2 ปั๊มไดอะแฟรม 4 ตัว

- ของ Prominent 2 ตัว
- ของ LMI Milton Roy 2 ตัว

4.2.1.3 ถังเตรียมน้ำสังเคราะห์ขนาด 50 ลิตร จำนวน 2 ใบ

4.2.1.4 ถังน้ำออกขนาด 30 ลิตร จำนวน 2 ใบ

4.2.1.5 ถังเตรียมสารรีเจนเนอแรนต์ขนาด 15 ลิตร จำนวน 2 ใบ

4.2.1.6 ขวดพลาสติกสำหรับเก็บน้ำออกขนาด 120 มล. จำนวน 500 ใบ

4.2.1.7 เครื่องวัดพีเอช ของ Horiba

4.2.1.8 เครื่องชั่งสารเคมี ของ Satorius

4.2.1.9 เครื่องชั่งแบบสมดุล ของ Fishery Scientific

4.2.1.10 เครื่องอะตอมมิกแอบซอพชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ Varian รุ่น spectra AA. 10 plus

4.2.1.11 เตาอบแห้ง ของ WTC Binder

4.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

4.2.2.1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมตัวกลางทราย

- $Fe(NO_3)_3.9H_2O$
- $MnSO_4$
- $KMnO_4$
- H_2SO_4

4.2.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์

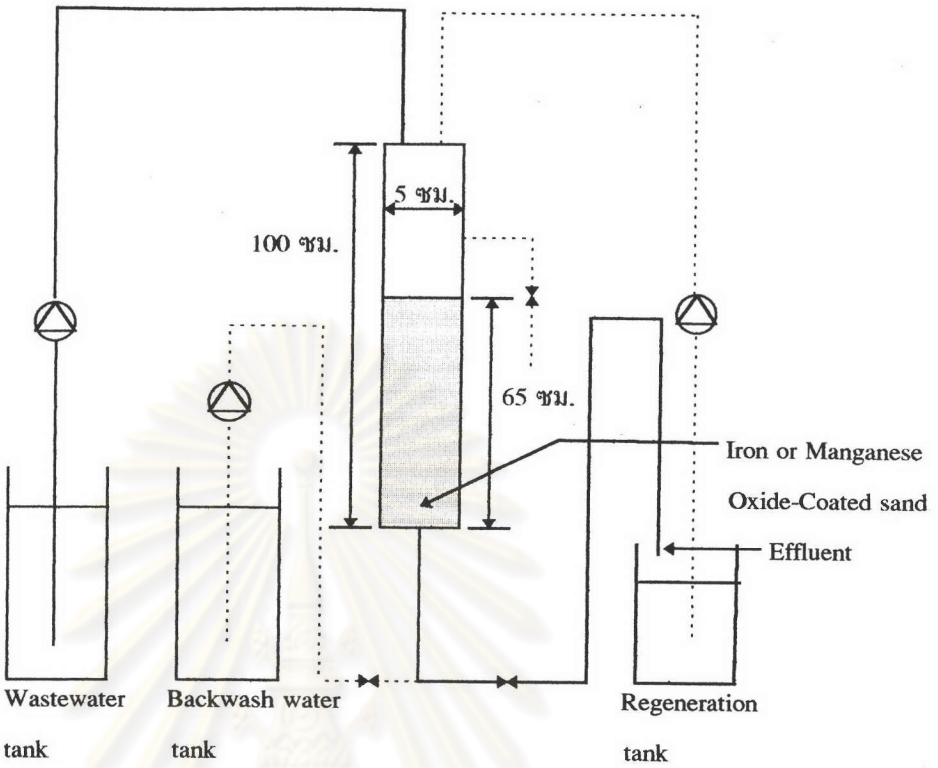
- $N_2O_6Zn.6H_2O$
- $N_2O_6Ni.6H_2O$
- สารปรับพีเอช (NaOH และHNO_3)

4.2.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการล้างย้อนและการทำรีเจนเนอเรชัน

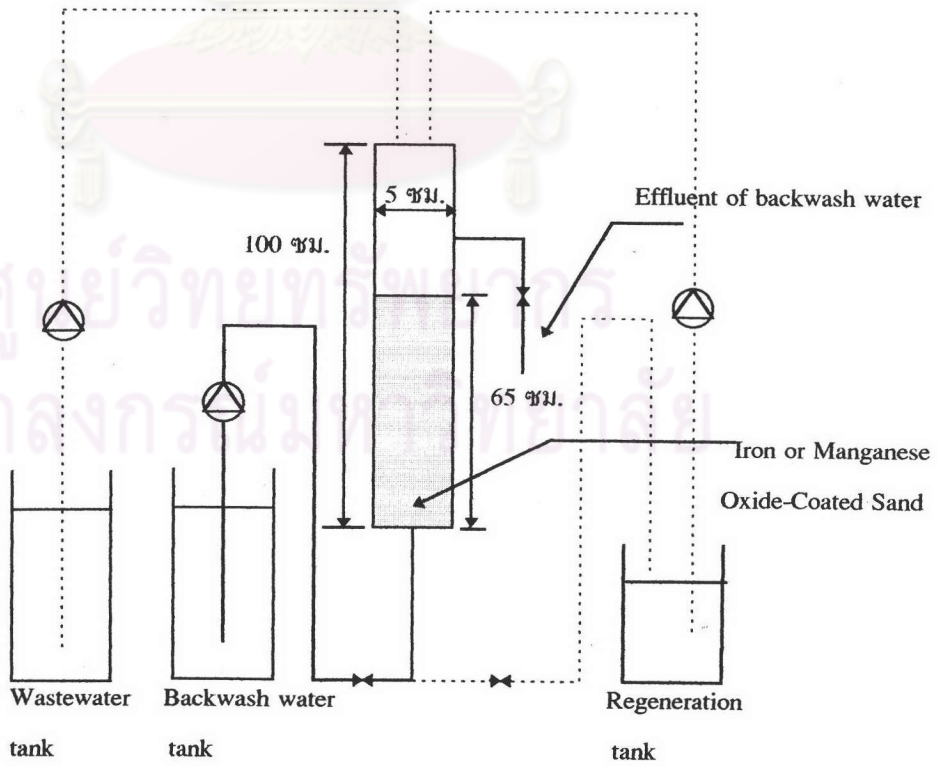
- $NaNO_3$ เข้มข้น 0.01 นอร์มัล เท่ากับ 0.85 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร
- $NaNO_3$ เข้มข้น 0.1 นอร์มัล เท่ากับ 8.5 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ก. การแลกเปลี่ยนไอออน

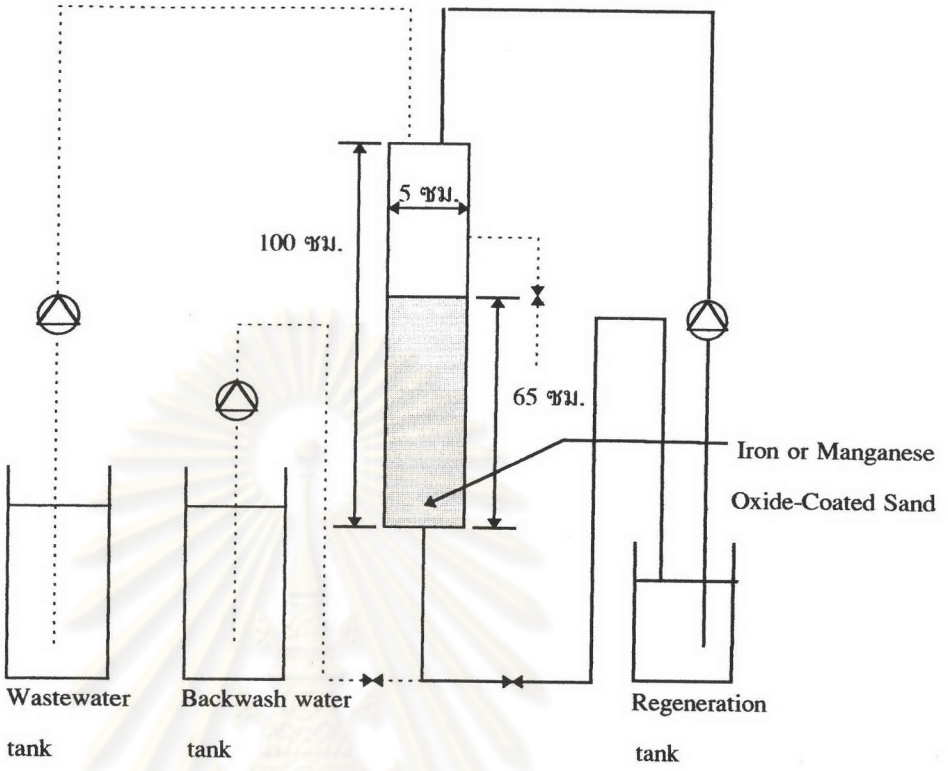


ข. การล้างย้อน

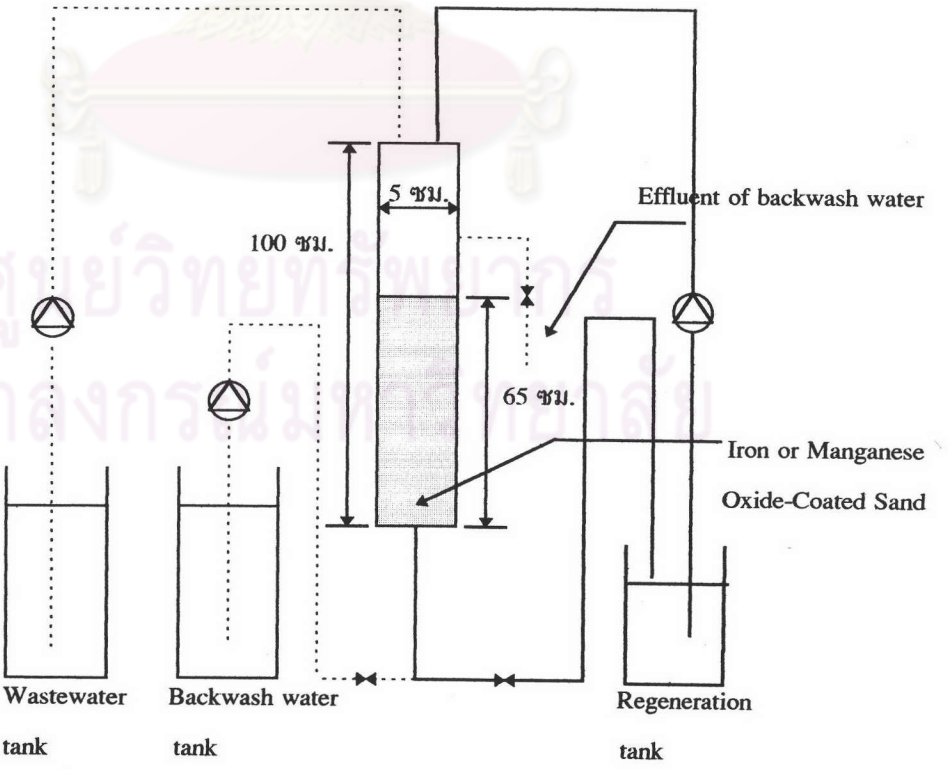


รูปที่ 4.5 แบบจำลองคอลัมน์ทดลอง ∅ 5 x 100 ซม.

ค. การฟื้นอำนาจตัวกลาง

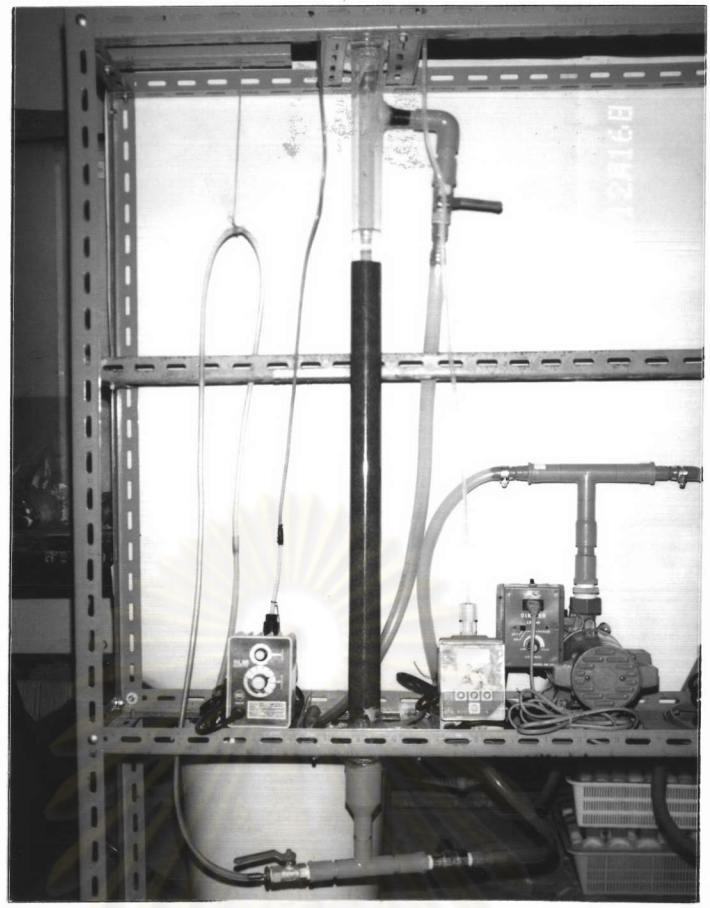


ง. การปรับสภาพตัวกลาง

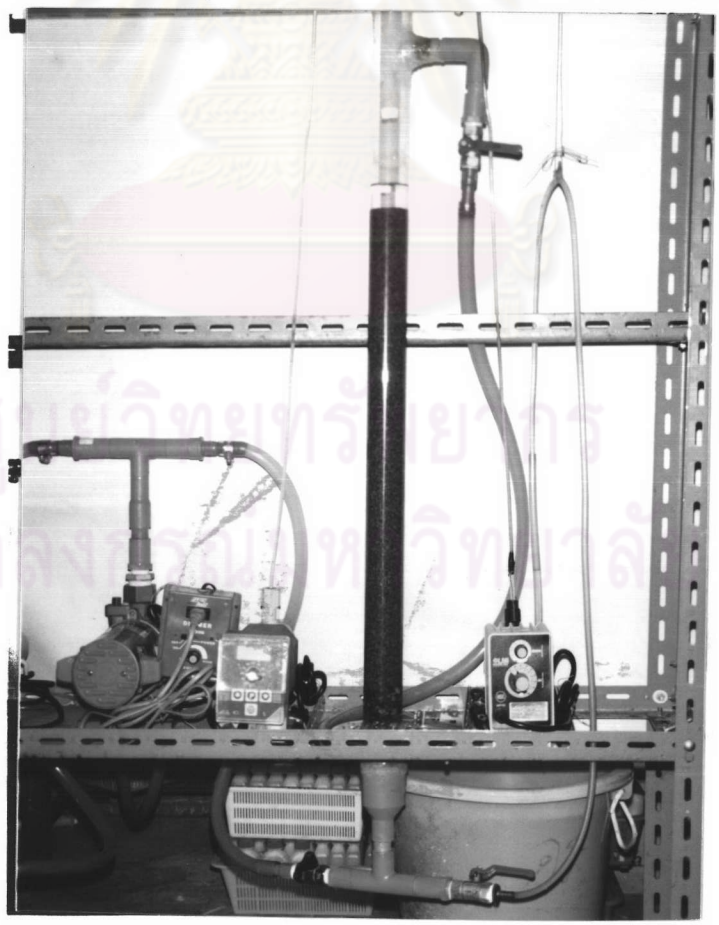


รูปที่ 4.5 (ต่อ) แบบจำลองคอลัมน์ทดลอง ∅ 5 x 100 ซม.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.6 แสดงคอลัมน์และอุปกรณ์ทดลองในกรณีของทรายเคลือบเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.7 แสดงคอลัมน์และอุปกรณ์ทดลองในกรณีของทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3 น้ำเสียสังเคราะห์สังกะสีและน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิล

4.3.1 เตรียมจากเกลือไนเตรทของสังกะสีและนิกเกิล ให้น้ำเสียสังเคราะห์สังกะสีมีความเข้มข้นเท่ากับ 10 มก./ล 20 มก./ล และ 50 มก./ล และน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิลมีความเข้มข้นเท่ากันทั้งสามความเข้มข้นคือ 10 มก./ล 20 มก./ล และ 50 มก./ล

ในกรณีของน้ำเสียสังเคราะห์สังกะสี (เกลือไนเตรทมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 297.38 กรัม สังกะสีมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 65.38 กรัม)

- ถ้าต้องการน้ำเสียสังเคราะห์สังกะสีมีความเข้มข้น 10 มก./ล ต้องใช้เกลือไนเตรท 0.0455 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร
- ถ้าต้องการน้ำเสียสังเคราะห์สังกะสีมีความเข้มข้น 20 มก./ล ต้องใช้เกลือไนเตรท 0.090 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร
- ถ้าต้องการน้ำเสียสังเคราะห์สังกะสีมีความเข้มข้น 50 มก./ล ต้องใช้เกลือไนเตรท 0.2275 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร

ในกรณีของน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิล (เกลือไนเตรทมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 290.69 กรัม นิกเกิลมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 58.69 กรัม)

- ถ้าต้องการน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิลมีความเข้มข้น 10 มก./ล ต้องใช้เกลือไนเตรท 0.0495 กรัมต่อน้ำ 1 ลิ่ตร
- ถ้าต้องการน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิลมีความเข้มข้น 20 มก./ล ต้องใช้เกลือไนเตรท 0.099 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร
- ถ้าต้องการน้ำเสียสังเคราะห์นิกเกิลมีความเข้มข้น 50 มก./ล ต้องใช้เกลือไนเตรท 0.2475 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร

4.3.2 หลังจากเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ให้ได้ความเข้มข้นและปริมาตรที่ต้องการแล้ว ทำการปรับพีเอชของน้ำสังเคราะห์ให้ได้ตามที่กำหนดไว้ตั้งแต่ 5 , 6 , 7 และ 8 ด้วยกรดไนตริกหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามแต่ละความเข้มข้น ก่อนจะทำการทดลอง

4.4 การดำเนินการทดลอง

4.4.1 ในกรณีนี้หมายถึงการทำงานของคอลัมน์ซึ่งแบ่งออกเป็น 4 เฟส จะเหมือนกันทั้งสองขั้นตอนคือขั้นตอนที่ 1 ศึกษาหาประสิทธิภาพในการกำจัดที่ดีที่สุด และขั้นตอนที่ 2 ศึกษาหาประสิทธิภาพในการฟื้นอำนาจตัวกลางทั้งสองชนิด ดังนี้

4.4.1.1 การแลกเปลี่ยนไอออน (metal treatment)

ป้อนน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมไว้ ตามความเข้มข้น และพีเอชที่ต้องการเข้าสู่คอลัมน์ทางด้านบน (down flow) ในอัตราไหล 3 ปริมาตรชั้นเรซินต่อชั่วโมง วัดเฮดที่สูญเสียไปต่อเวลาและเก็บน้ำออกจากคอลัมน์ทุกๆ 5 ปริมาตรชั้นเรซินเพื่อวิเคราะห์ปริมาณสังกะสีและนิกเกิล พร้อมทั้งวัดพีเอชของน้ำออกที่เก็บทุกครั้ง การแลกเปลี่ยนไอออนจะยุติเมื่อปริมาณของโลหะหนักในน้ำออกประมาณ 80 เปอร์เซนต์ของปริมาณโลหะหนักในน้ำเข้า จึงจะทำการล้างคอลัมน์

4.4.1.2 การล้างย้อนคอลัมน์ (backwash)

ล้างย้อนด้วยสารละลายโซเดียมไนเตรท 0.01 นอร์มัล ปริมาตร 20 ลิตร เข้าทางด้านล่างคอลัมน์ในอัตราที่ทำให้ชั้นตัวกลางขยายตัวประมาณ 25 เปอร์เซนต์ เก็บน้ำออกทุกๆ 5 ลิตร เพื่อวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักที่ติดค้างอยู่ในตัวกลาง

4.4.1.3 การฟื้นอำนาจตัวกลาง (regeneration)

สำหรับขั้นตอนที่ 1 ฟื้นอำนาจตัวกลางด้วยการหมุนเวียนสารละลายโซเดียมไนเตรท 0.01 นอร์มัล ปริมาตร 10 ลิตร ซึ่งปรับพีเอชให้เท่ากับ 3 ด้วยกรดไนตริก ในอัตราไหล 9 ปริมาตรชั้นเรซินต่อชั่วโมง จนกระทั่งสารละลายโซเดียมไนเตรทมีพีเอชคงที่เท่ากับ 3 เป็นเวลา 5 นาทีโดยที่ไม่มีการเติมตัวปรับพีเอชใดๆ เก็บน้ำที่ได้จากการรีเจนเนอเรชันเพื่อวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักที่ติดค้างอยู่ในตัวกลาง

ในกรณีของขั้นตอนที่ 2 ทำการเปรียบเทียบระหว่างรีเจนเนอร์แรนต์ชนิดเดียวกันความเข้มข้นต่างกันคือสารละลายโซเดียมไนเตรท 0.01 นอร์มัลและ 0.1 นอร์มัล

4.4.1.4 การปรับสภาพตัวกลาง (reequilibriate)

โดยการหมุนเวียนสารละลายโซเดียมไนเตรท 0.01 นอร์มัล ปริมาตร 10 ลิตร ซึ่งปรับพีเอชให้เท่ากับพีเอชของน้ำที่จะทำการบำบัดในการทดลองต่อไป จนกระทั่งสารละลายโซเดียมไนเตรทมีพีเอชคงที่เป็นเวลา 5 นาที โดยไม่มีการเติมตัวปรับพีเอชใดๆ

4.4.2 ตัวแปรในการทดลอง (แสดงดังตารางที่ 4.1 และ 4.2)

ตารางที่ 4.1 ตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

(ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาหาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนัก)

ชนิดของตัวกลาง ตัวแปร	ทรายเคลือบเหล็กออกไซด์	ทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์
ตัวแปรอิสระ		
1. ชนิดของโลหะหนัก	1. Zn^{+2} 2. Ni^{+2}	1. Zn^{+2} 2. Ni^{+2}
2. ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์	1. 10 mg/l 2. 20 mg/l 3. 50 mg/l	1. 10 mg/l 2. 20 mg/l 3. 50 mg/l
3. พีเอช	5 - 8	5 - 8
ตัวแปรคงที่		
1. ขนาดของคอลัมน์ ความสูง เส้นผ่านศูนย์กลาง	 100 ซม. 5 ซม.	 100 ซม. 5 ซม.
2. ขนาดของตัวกลาง	0.60-0.84 มม.	0.60-0.84 มม.
3. ความสูงของชั้นตัวกลาง	65 ซม.	65 ซม.
4. รีเจนเนอแรนต์	$NaNO_3$ 0.01 นอร์มัล	$NaNO_3$ 0.01 นอร์มัล
5. อัตราไหลของน้ำเข้า	3 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (50 มล./นาที)	3 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (50 มล./นาที)
6. อัตราไหลในการทำ-รีเจนเนอเรชัน	9 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (150 มล./นาที)	9 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (150 มล./นาที)
7. จุดยุติ	ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำออกประมาณ 80 % ของน้ำเข้า	ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำออกประมาณ 80 % ของน้ำเข้า
ตัวแปรตาม		
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่วิเคราะห์	1.ปริมาณโลหะหนักในน้ำออก 2. พีเอช	1.ปริมาณโลหะหนักในน้ำออก 2. พีเอช

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.2 ตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง

(ขั้นตอนที่ 2 ศึกษาหาประสิทธิภาพที่ดีที่สุดในการฟื้นอำนาจตัวกลาง)

ชนิดของตัวกลาง ตัวแปร	ทรายเคลือบเหล็กออกไซด์	ทรายเคลือบแมงกานีสออกไซด์
ตัวแปรอิสระ		
1. ชนิดของโลหะหนัก	1. Zn^{+2} 2. Ni^{+2}	1. Zn^{+2} 2. Ni^{+2}
2. ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์	1. 10 mg/l 2. 20 mg/l 3. 50 mg/l	1. 10 mg/l 2. 20 mg/l 3. 50 mg/l
3. ความเข้มข้นของสารรีเจนเนอแรนต์	1. $NaNO_3$ 0.01 นอร์มัล 2. $NaNO_3$ 0.1 นอร์มัล	1. $NaNO_3$ 0.01 นอร์มัล 2. $NaNO_3$ 0.1 นอร์มัล
4. พีเอชที่เหมาะสม	ได้จากขั้นตอนที่ 1	ได้จากขั้นตอนที่ 1
ตัวแปรคงที่		
1. ขนาดของคอลัมน์		
ความสูง	100 ซม.	100 ซม.
เส้นผ่านศูนย์กลาง	5 ซม.	5 ซม.
2. ขนาดของตัวกลาง	0.60-0.84 มม.	0.60-0.84 มม.
3. ความสูงของตัวกลาง	65 ซม.	65 ซม.
4. อัตราไหลของน้ำเข้า	3 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (50 มล./นาที)	3 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (50 มล./นาที)
5. อัตราไหลในการทำ-รีเจนเนอเรชัน	9 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (150 มล./นาที)	9 ปริมาตรชั้นเรซิน/ชั่วโมง (150 มล./นาที)
6. จุดยุติ	ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำออกประมาณ 80% ของน้ำเข้า	ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำออกประมาณ 80% ของน้ำเข้า
ตัวแปรตาม		
1. ลักษณะสมบัติของน้ำที่วิเคราะห์	1.ปริมาณของโลหะในน้ำออก 2. พีเอช	1.ปริมาณของโลหะในน้ำออก 2. พีเอช

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5 การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของน้ำเสีย (ตามวิธีการของ Standard methord, 1989)

เนื่องจากในการวิจัยนี้ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดโลหะหนักสองชนิดคือสังกะสีและนิกเกิล ดังนั้นค่าพารามิเตอร์ที่จะวิเคราะห์จึงเน้นอยู่ที่การวัดปริมาณโลหะหนักในน้ำออก ดังนี้

4.5.1 ปริมาณสังกะสี วิธีที่ใช้คือ อะตอมมิกแอบซอพชันสเปคโตรเมตรี

4.5.2 ปริมาณนิกเกิล วิธีที่ใช้คือ อะตอมมิกแอบซอพชันสเปคโตรเมตรี

4.5.3 พีเอช วิธีที่ใช้คือ พีเอชเมตริก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย