บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. Ion Chromatography (IC) : Dionex ICS-2500 Automated IC system
2. เครื่องจาร์เทสต์ : VELP JLT6
3. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) : Denver Model 215
4. UV Visible Spectrophotometer : Helios OC
5. เครื่องวัดการนำไฟฟ้า (Conductivity meter) : Conductivity/TDS/Salinity Meter Portable Hach sensION5
6. เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) : Thermolyne Cimarec2
7. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง (4-digits Balance) : Satorius BP221S
8. หลอดรังสีอัลตราไวโอเลตชนิด Low-pressure mercury lamp : Philips CLEO 15 W
9. อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. โพลีอลูมิเนียมคลอไรด์ (Polyaluminium Chloride, $Al_{12}(OH)_3Cl_2$)
2. เฟอร์รัสซัลเฟต (Ferrous Sulfate, $FeSO_4$)
3. แคลเซียมคลอไรด์ (Calcium Chloride, $CaCl_2$)
4. กรดไฮโดรคลอริค (Hydrochloric Acid, HCl)
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide, NaOH)
6. โซเดียมซัลเฟต (Sodium Sulfate, Na_2SO_4)
7. โพแทสเซียมไซยาไนด์ (Potassium Cyanide, KCN)
8. โพแทสเซียมไซยาเนต (Potassium Cyanate, KCNO)
9. ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide , TiO_2)

3.2 **การดำเนินการทดลอง** การทดลองจะแบ่งเป็น 4 ส่วนหลัก ดังนี้

3.2.1 **การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์**

การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ จะเตรียมให้มีความเข้มข้นของไซยาไนด์ประมาณ 100 มิลลิกรัมต่อลิตรในรูป CN^- โดยใช้น้ำกลั่นที่ปรับพีเอชเป็น 12.5 แล้ว

3.2.2 **การศึกษาสภาวะเหมาะสมโดยการรวมตะกอนทางเคมี**

การทดลองส่วนนี้เป็นการทดสอบการรวมตะกอนสารแขวนลอยไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยการทำจาร์เทสต์โดยใช้โพลีอลูมิเนียมคลอไรด์ (PACl) แคลเซียมคลอไรด์ ($CaCl_2$) และเฟอร์รัสซัลเฟต($FeSO_4$) เป็นโคแอกกูแลนต์ เพื่อหาปริมาณโคแอกกูแลนต์และพีเอชที่เหมาะสม ซึ่งแผนการทดลองสามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.1 และรูปที่ 3.1 ถึง 3.3 โดยรายละเอียดของการทดลองมีดังนี้

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

การทดลองที่	โคแอกกูแลนต์ที่ใช้	ตัวแปรที่ศึกษา	ค่าที่ใช้
1	PACl	พีเอช	10.0 10.5 11.0 11.5 12.0 12.5
2		ปริมาณโคแอกกูแลนต์	0.25 0.50 0.75 1.00 1.50 2.0 กรัม
1	$FeSO_4$	พีเอช	10.0 10.5 11.0 11.5 12.0 12.5
2		ปริมาณโคแอกกูแลนต์	1.0 1.5 2.0 2.5 3.0 5.0 กรัม
1	$CaCl_2$	พีเอช	10.0 10.5 11.0 11.5 12.0 12.5
2		ปริมาณโคแอกกูแลนต์	0.10 0.25 0.50 0.75 1.00 1.50 กรัม

การทดสอบการรวมตะกอนโดยใช้โพลีอลูมิเนียมคลอไรด์ เฟอร์รัสซัลเฟตและแคลเซียมคลอไรด์เป็นโคแอกกูแลนต์นี้ จะทำการทดลองโดยใช้เครื่องจาร์เทสต์ ตามวิธีการของ ASTM1993 ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

ก) การทดสอบเพื่อหาพีเอชที่เหมาะสม

1. เตรียมสารแขวนลอยไททาเนียมไดออกไซด์ความเข้มข้น 0.1 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 1,000 มล. ลงในบีกเกอร์ทั้ง 6 ใบ ปรับพีเอชในบีกเกอร์ทั้ง 6 ใบให้มีค่า 10.0 10.5 11.0 11.5 12.0 และ12.5 ด้วย NaOH

2. เติมโพลีอลูมิเนียมคลอไรด์ปริมาณพอเหมาะลงในแต่ละบีกเกอร์ ปรับความเร็วรอบไว้ที่ 100 รอบต่อนาที กวนเร็วเป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเปลี่ยนความเร็วรอบไปที่ 20 รอบต่อนาที ใช้เวลาในการกวนช้า 30 นาที

3. หยุดเครื่องกวนและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง

4. นำน้ำส่วนใสไปวิเคราะห์หาปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหลืออยู่และค่าพีเอช

5. หาความสัมพันธ์ระหว่างพีเอชและปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหลืออยู่เพื่อหาค่าพีเอชที่เหมาะสม

ข) การทดสอบหาปริมาณโคแอกกูแลนต์ที่เหมาะสม

1. เตรียมสารแขวนลอยไททาเนียมไดออกไซด์ความเข้มข้น 0.1 กรัมต่อลิตรปริมาตร 1,000 มล. ในบีกเกอร์ทั้ง 6 ใบ ปรับพีเอชเท่ากับค่าที่ได้จากข้อ ก)

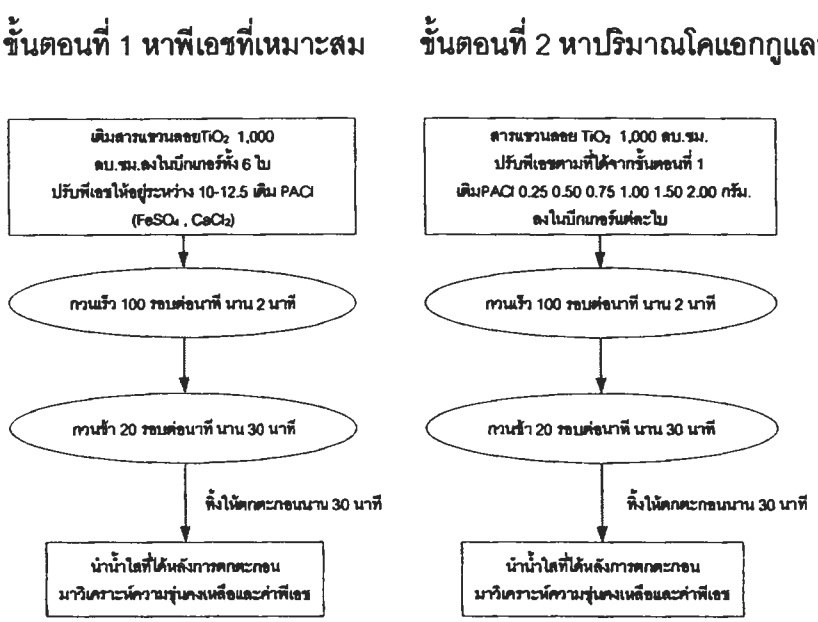
2. ปรับความเร็วรอบไว้ที่ 100 รอบต่อนาที กวนเร็วเป็นเวลา 2 นาที เติมโพลีอลูมิเนียมคลอไรด์ปริมาณ 0.25 0.5 0.75 1.0 1.5 และ 2.0 กรัม ลงในแต่ละบีกเกอร์ จากนั้นเปลี่ยนความเร็วรอบไปที่ 20 รอบต่อนาที ใช้เวลาในการกวนช้า 30 นาที

3. หยุดเครื่องกวนและตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเป็นเวลา 30 นาที นำน้ำส่วนใสไปวิเคราะห์หาปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหลืออยู่

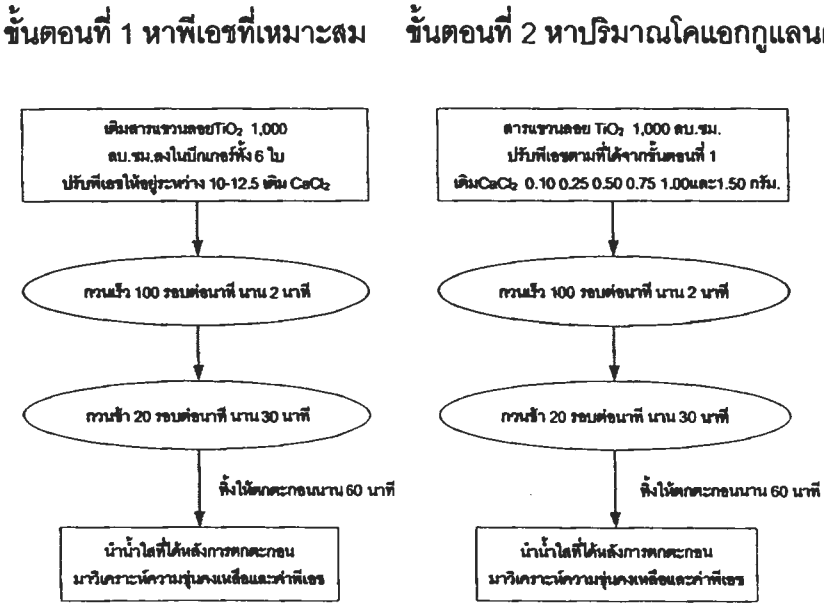
4. หาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหลืออยู่และปริมาณโคแอกกูแลนต์ที่ใช้

ทำการทดลองซ้ำตามข้อ ก) และ ข) โดยเปลี่ยนโคแอกกูแลนต์เป็นเฟอร์รัสซัลเฟตและแคลเซียมคลอไรด์ ใช้พารามิเตอร์ต่างๆตามตารางที่ 3.1 หาความเข้มข้นไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง UV Visible Spectrophotometer โดยใช้ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร

(kagayaและคณะ,1999) จากการทดสอบด้วยวิธีดังกล่าวจะได้สภาวะเหมาะสมและประสิทธิภาพในการใช้โคแอกกูแลนต์แต่ละชนิดตกตะกอนไททาเนียมไดออกไซด์ ทำการทดลอง 3 ซ้ำ

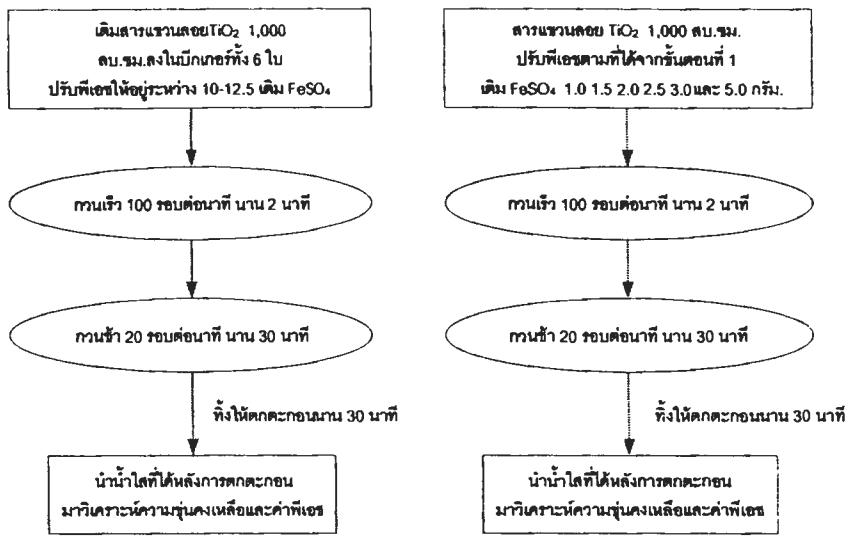


รูปที่ 3.1 การทดลองรวมตะกอนไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้โพลีอลูมิเนียมคลอไรด์



รูปที่ 3.2 การทดลองรวมตะกอนไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้แคลเซียมคลอไรด์

ขั้นตอนที่ 1 หาพีเอชที่เหมาะสม ขั้นตอนที่ 2 หาปริมาณโคแอกกูแลนต์ที่เหมาะสม



รูปที่ 3.3 การทดลองรวมตะกอนไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้เฟอรัสซัลเฟต

3.2.3 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมโดยวิธีรวมตะกอนด้วยไฟฟ้า

จะเป็นการทดลองแบบทีละเท โดยการหาสภาวะที่เหมาะสมในการรวมตะกอนไททาเนียมไดออกไซด์และทำการวิเคราะห์หาประสิทธิภาพในการกำจัดความขุ่น เพื่อให้ได้ค่าพารามิเตอร์ที่เหมาะสมต่างๆ โดยทำการทดลองกับสารแขวนลอยไททาเนียมไดออกไซด์เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมและนำพารามิเตอร์ต่างๆที่ได้มาใช้กับการทดลองในน้ำเสียสังเคราะห์ที่ผ่านการบำบัดโดยกระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเลตต่อไป โดยปรับเปลี่ยนปัจจัยที่มีผลต่อการตกตะกอน คือ

- ชนิดของขั้วไฟฟ้า ใช้ขั้วอลูมิเนียมทั้ง 2 ขั้ว กำหนดระยะระหว่างขั้ว 1 เซนติเมตร โดยนำมาแช่ในกรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 3% นาน 20 นาทีก่อนการทดลองเพื่อล้างคราบไขมันและสิ่งสกปรก

- กระแสไฟฟ้า จะทำการปรับเปลี่ยน 7 ค่า คือ 0.01 0.05 0.10 0.25 0.50 1.00 และ 1.50 แอมแปร์

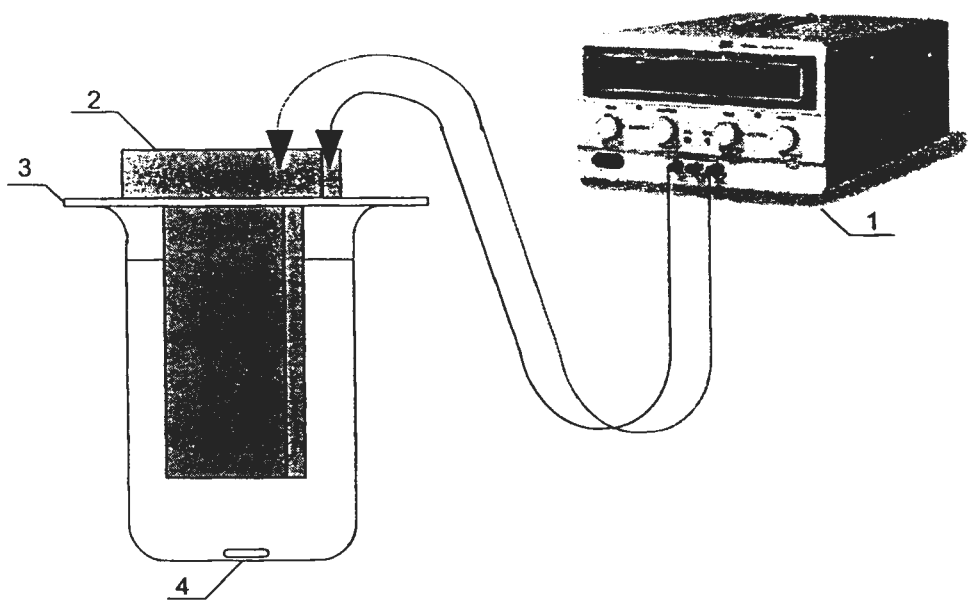
- ระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา ใช้เวลา 0.5 – 2 ชั่วโมง

- ขนาดพื้นที่ผิวหน้าตัด(ส่วนที่ทำปฏิกิริยา) จะปรับเปลี่ยนเป็น 5.0 x 6.5 ซม.^{2} 6.0 x 6.5 ซม.^{2} 8.0 x 6.5 ซม.^{2} และ 10 x 6.5 ซม.^{2}

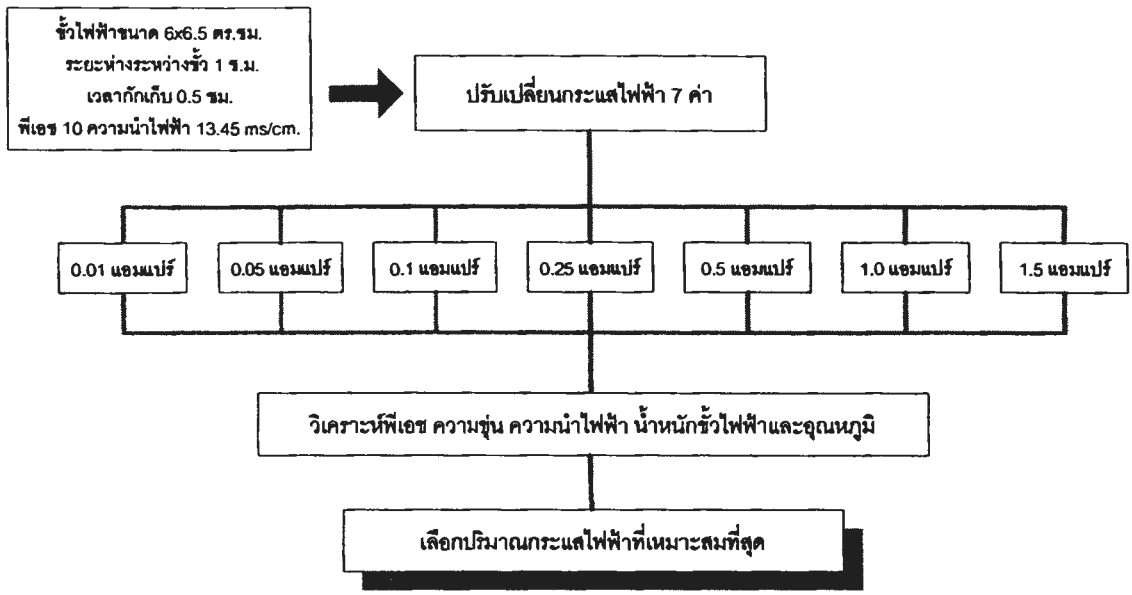
- พีเอช จะปรับเปลี่ยนค่าพีเอชเริ่มต้นของสารแขวนลอยไว้ที่พีเอช 10 11 12 และ 13 ด้วย NaOH

- ค่าความนำไฟฟ้าจะปรับโดยการเติมสารละลาย Na_2SO_4 เพื่อให้มีค่าเท่ากับ 13.54 mS/cm. ซึ่งเท่ากับค่าความนำไฟฟ้าเฉลี่ยจากน้ำเสียจริงของโรงงานชุบโลหะจากบ่อพักน้ำเสียรวมของบริษัทกำจัดกากอุตสาหกรรม (บัณฑิต ชูเชิดวัฒนศักดิ์, 2547) และปรับเปลี่ยนเป็น 0.25 0.50 และ 1. 0 กรัม

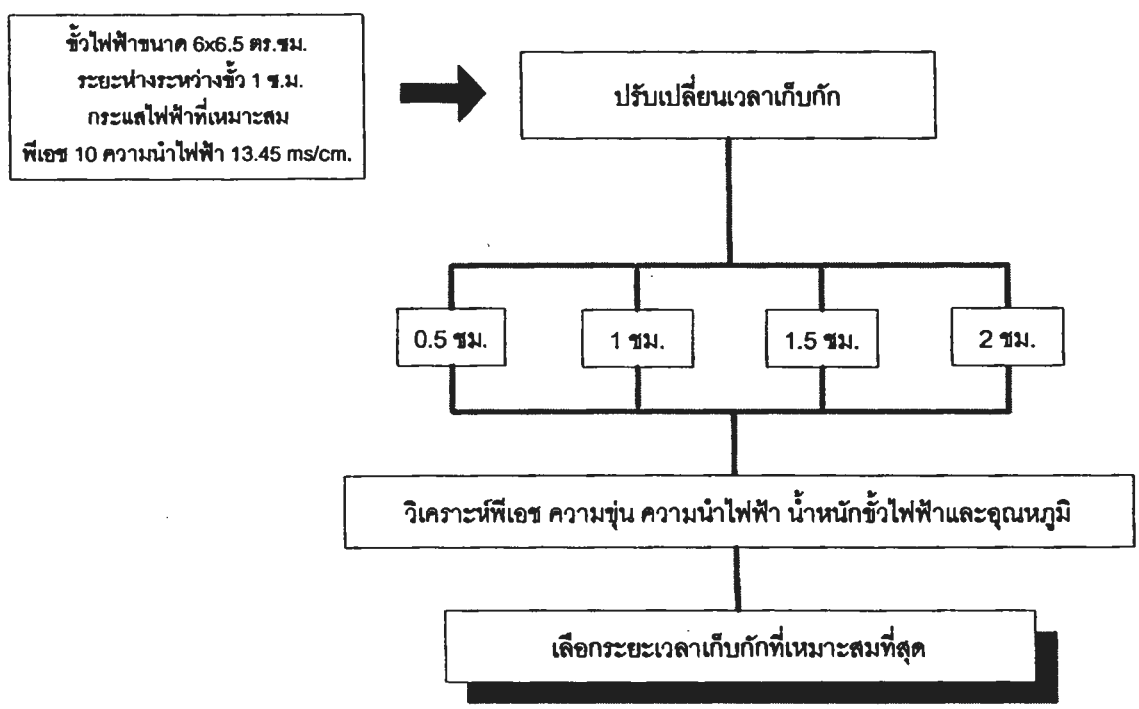
ลักษณะของขั้วไฟฟ้าและการติดตั้งอุปกรณ์ดังแสดงในรูปที่ 3.4 รายละเอียดของการทดลองได้แสดงในรูปที่ 3.5 – 3.9 ทำซ้ำ 3 ครั้งต่อหนึ่งการทดลอง



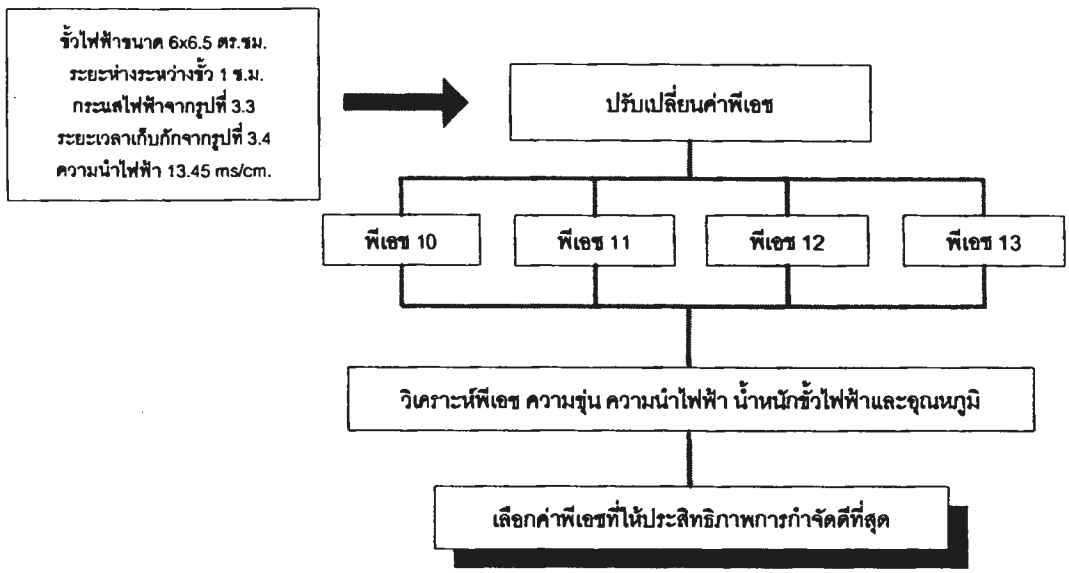
รูปที่ 3.4 รูปแบบการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการรวมตะกอนไฟฟ้า (1. เครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง 2. ขั้วไฟฟ้า 3. แผ่นยึดขั้วไฟฟ้า 4. แท่งกวนแม่เหล็ก)



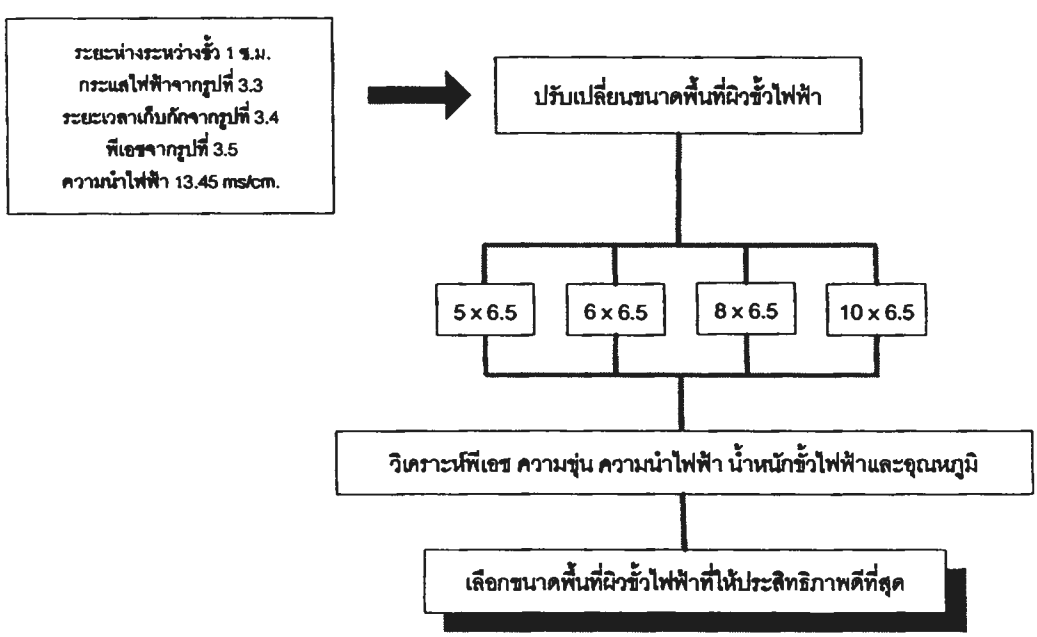
รูปที่ 3.5 แผนผังการศึกษาปริมาณกระแสไฟฟ้าที่เหมาะสม



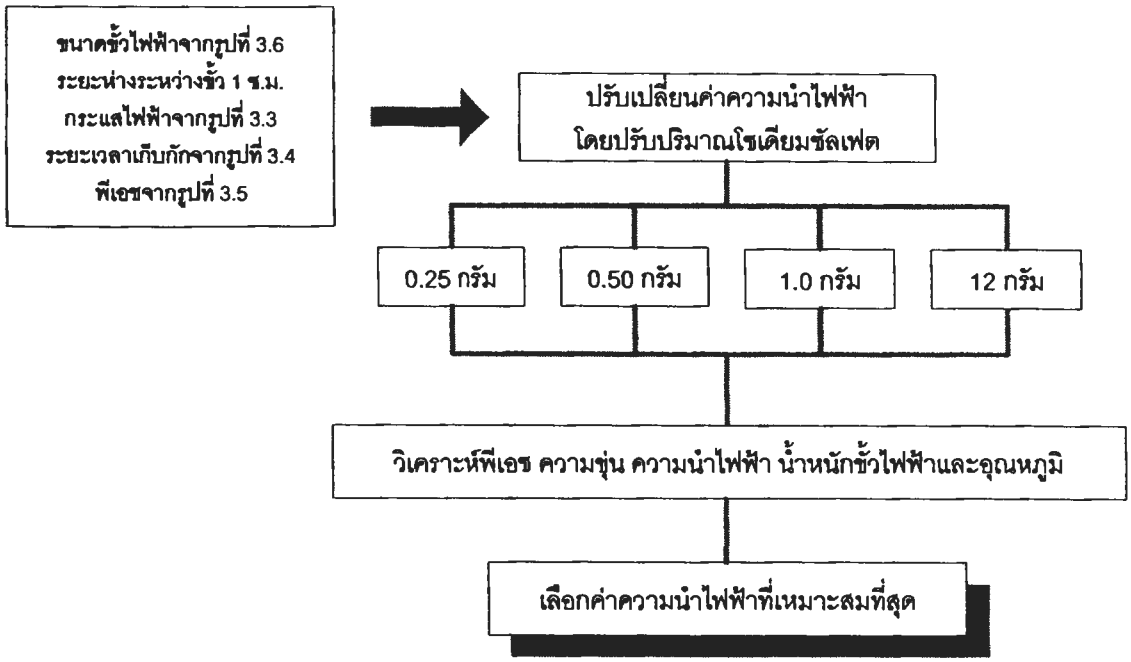
รูปที่ 3.6 แผนผังการศึกษาระยะเวลาเก็บกัก



รูปที่ 3.7 แผนผังการศึกษาค่าพีเอช



รูปที่ 3.8 แผนผังการศึกษาขนาดพื้นที่ผิวขั้วไฟฟ้า



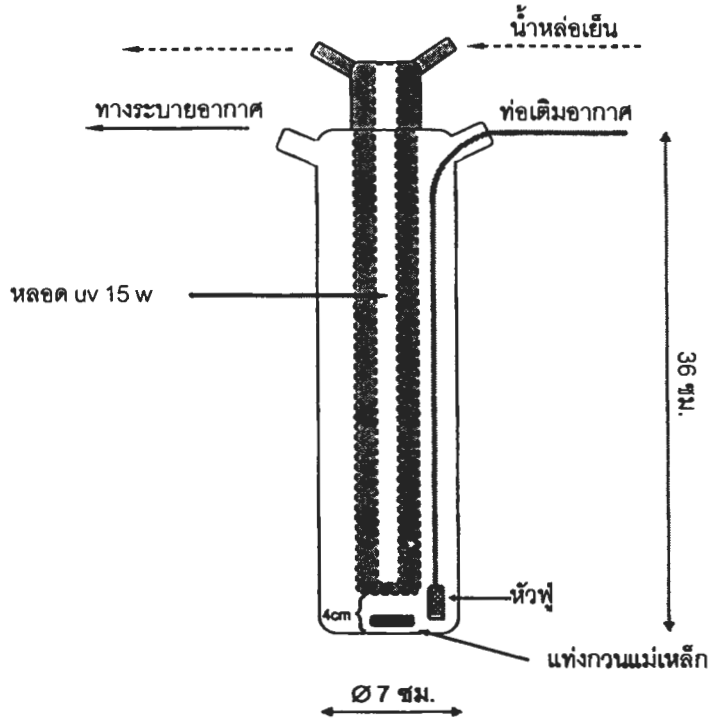
รูปที่ 3.9 แผนผังการศึกษาค่าความนำไฟฟ้าไฟฟ้า

3.2.4 การทดลองบำบัดน้ำเสียโดยกระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเลตโดยใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่รวมตะกอนได้

ทำการทดลองหาประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ที่นำกลับมาใช้ใหม่โดยนำสภาวะที่เหมาะสมคือ ความเข้มข้นของไททาเนียมไดออกไซด์ 0.1 กรัมต่อลิตร และอัตราการเติมอากาศ 1.1 ลิตรต่อนาที (บัณฑิต ชูเชิดวัฒนศักดิ์, 2547) มาใช้ในการทดลองนี้ นำไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการรวมตะกอนทางเคมีและไฟฟ้า และจากการกรองมาบำบัดไซยาไนด์ด้วยกระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเลตในแบบทีละเท โดยใช้ถังปฏิกรณ์ขนาด 700 มิลลิลิตร ซึ่งมีลักษณะดังรูปที่ 3.10

ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการรวมตะกอนทางเคมีและการรวมตะกอนไฟฟ้านำมาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริคเพื่อกำจัดฟล็อกออก จากนั้นนำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงหนีศูนย์กลางดูดน้ำใสส่วนบนทิ้งไป แล้วจึงนำมาล้างด้วยน้ำกลั่น (Kagaya และคณะ, 1999) จนกระทั่งพีเอชเป็นกลาง นำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงหนีศูนย์กลางและดูดน้ำใสส่วนบนทิ้งไปก่อนจะนำไปใช้ในการทดสอบหาประสิทธิภาพในการบำบัดไซยาไนด์ร่วมกับการใช้รังสีอัลตราไวโอเลต สำหรับไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการกรอง เมื่อใช้ในการบำบัดน้ำเสียไซยาไนด์ด้วยรังสีอัลตราไวโอเลตครั้งหนึ่งแล้ว นำมากรองผ่านกระดาษกรอง GF/C ล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วอบให้แห้งก่อนนำมาใช้ซ้ำ

เปรียบเทียบประสิทธิภาพในการกำจัดไซยาไนด์เมื่อใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการรวมตะกอนด้วยวิธีต่างๆ โดยเปรียบเทียบความเข้มข้นของไซยาไนด์ที่เหลืออยู่และเวลาที่ใช้



รูปที่ 3.10 ลักษณะถังปฏิกรณ์

การทดสอบหาประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการรวมตะกอนเมื่อนำมาบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์โดยกระบวนการออกซิเดชันด้วยรังสีอัลตราไวโอเลต มีขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไซยาไนด์ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร พีเอช 12.5
2. เติมไททาเนียมไดออกไซด์ใหม่ลงในน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีความเข้มข้น 0.1 กรัมต่อลิตร
3. ป้อนน้ำเสียเข้าสู่ถังปฏิกรณ์โดยกำหนดอัตราการเติมอากาศเท่ากับ 1.1 ลิตรต่อนาที
4. เปิดสวิทซ์หลอดยูวี
5. เก็บตัวอย่างน้ำเสียทุก 15 นาทีหรือตามระยะเวลาที่เหมาะสม นำไปกรองด้วย hyperclean syringe filter และตรวจวัดหาความเข้มข้นของไซยาไนด์และไซยาเนตที่เวลาต่างๆ
6. นำข้อมูลที่ได้มาหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไซยาไนด์ ไซยาเนต และเวลา

7. นำน้ำเสียที่ผ่านการบำบัดแล้วไปรวมตะกอนโดยใช้สภาวะเหมาะสมที่ได้จากหัวข้อ 3.3.2 และ 3.3.3 เพื่อนำไททาเนียมไดออกไซด์กลับมาใช้ซ้ำ

8. ทำการทดลองในข้อ 1-6 ซ้ำ โดยใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการรวมตะกอนทางเคมีและไฟฟ้า และจากการกรอง ทำการทดลอง 3 ซ้ำ

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

พารามิเตอร์	เครื่องมือวิเคราะห์
ไซยาไนด์	Ion Chromatography
ไซยาเนต	Ion Chromatography
พีเอช	pH meter
ความนำไฟฟ้า	Conductivity meter
ความเข้มข้นไททาเนียมไดออกไซด์	UV Visible Spectrophotometer
อุณหภูมิ	Conductivity meter

การวัดไซยาไนด์ด้วยเครื่อง Ion Chromatography : ตัวอย่างที่นำมาใช้ต้องกรองด้วยกระดาษกรองและปรับพีเอชให้เท่ากับ 12.5 eluentที่ใช้เตรียมจากสารละลายโซเดียมอซิเตทความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์และเอทธิลีนไดอามีน 0.5% ใช้คอลัมน์ AS-7 ร่วมกับการ์ดคอลัมน์ AG-7 ต่อกับElectrochemical Cell

การวัดไซยาเนตด้วยเครื่อง Ion Chromatography : ตัวอย่างที่นำมาใช้ต้องกรองด้วยกระดาษกรอง eluentที่ใช้คือ KOH ที่ได้จากเครื่องRFC ใช้คอลัมน์ AS-16 ร่วมกับการ์ดคอลัมน์ AG-16 ต่อกับSuppresser