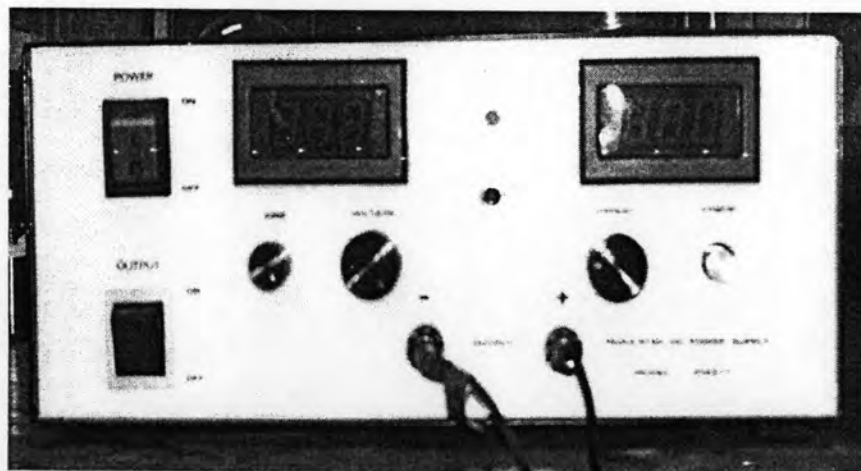


บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

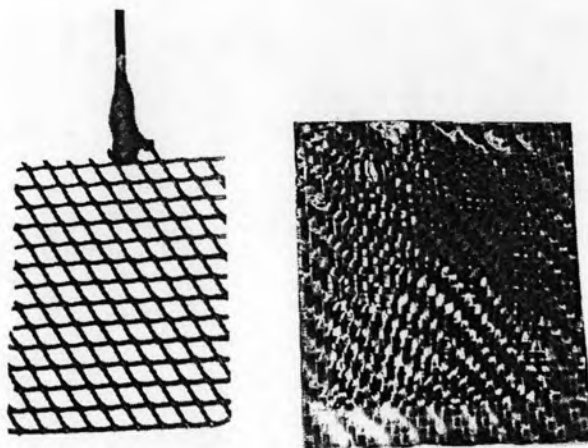
1. สารนิกเกิลซัลเฟตเฮกซะไฮเดรต ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ของบริษัท Fluka มีสถานะเป็นของแข็ง มีมวลโมเลกุล 262.86 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99 และ สารซิงค์ซัลเฟต ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) ของบริษัท APS AJAX FINECHEM มีสถานะเป็นของแข็ง มีมวลโมเลกุล 287.54 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99
2. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (H_2SO_4) ของบริษัท BDH มีสถานะเป็นของเหลว ความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก
3. สารละลายมาตรฐานของนิกเกิลความเข้มข้น 1 กรัมต่อลิตร และสารละลายมาตรฐานของสังกะสี ความเข้มข้น 0.5 กรัมต่อลิตร
4. กรดไนตริกเข้มข้นขององค์การค้าคุรุสภา มีสถานะเป็นของเหลว
5. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic Stirrer)
6. เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสไฟฟ้าตรง ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสไฟฟ้าตรง

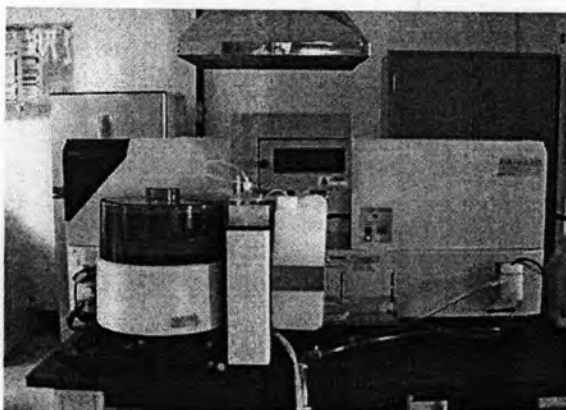
7. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส (pH Meter) รุ่น ORIO Model 420 A บริษัท Science Tech Co.Ltd.
8. ขั้วไฟฟ้า (รูป 3.2)

- 8.1 ขั้วแอโนด ทำจากโลหะไทเทเนียมเคลือบรูทีเนียมออกไซด์ พื้นที่ 66 ตร.ซม.
- 8.2 ขั้วแคโทด ทำจากผ้าคาร์บอน (Carbon Cloth) และทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม มีพื้นที่เท่ากับ 66 ตร.ซม. หรือ 29.4 ตารางเมตรต่อกรัม



รูปที่ 3.2 ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในงานวิจัย

9. สายไฟต่อเชื่อม ตัวต่อเชื่อมตัวผู้-ตัวเมีย และแผงต่อเชื่อม
10. บีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร
11. เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer รุ่น AA-6800 บริษัท shimadzu แสดงดังรูป 3.3



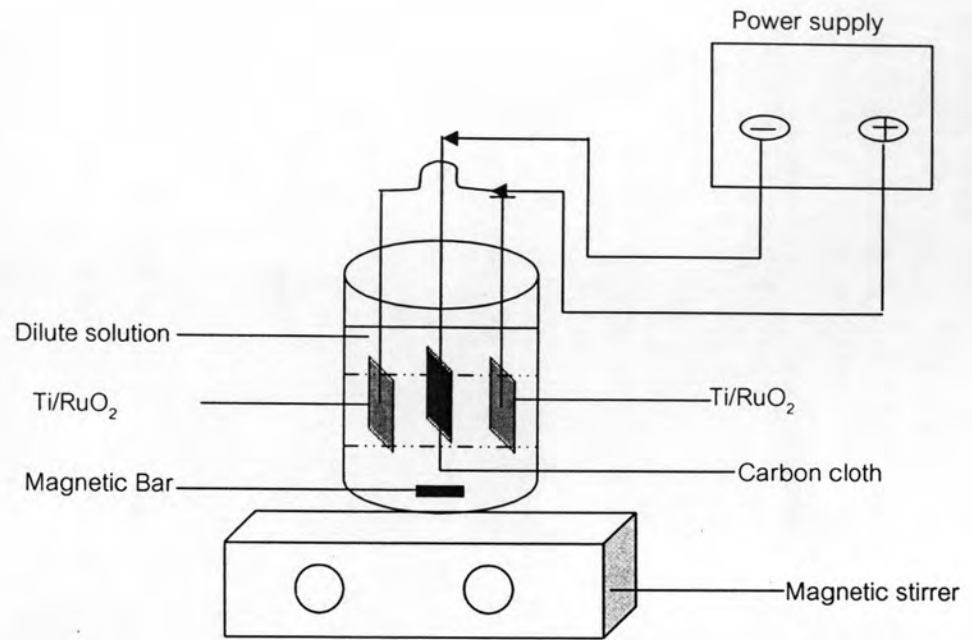
รูปที่ 3.3 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

3.2 การเตรียมสารละลายเจือจาง

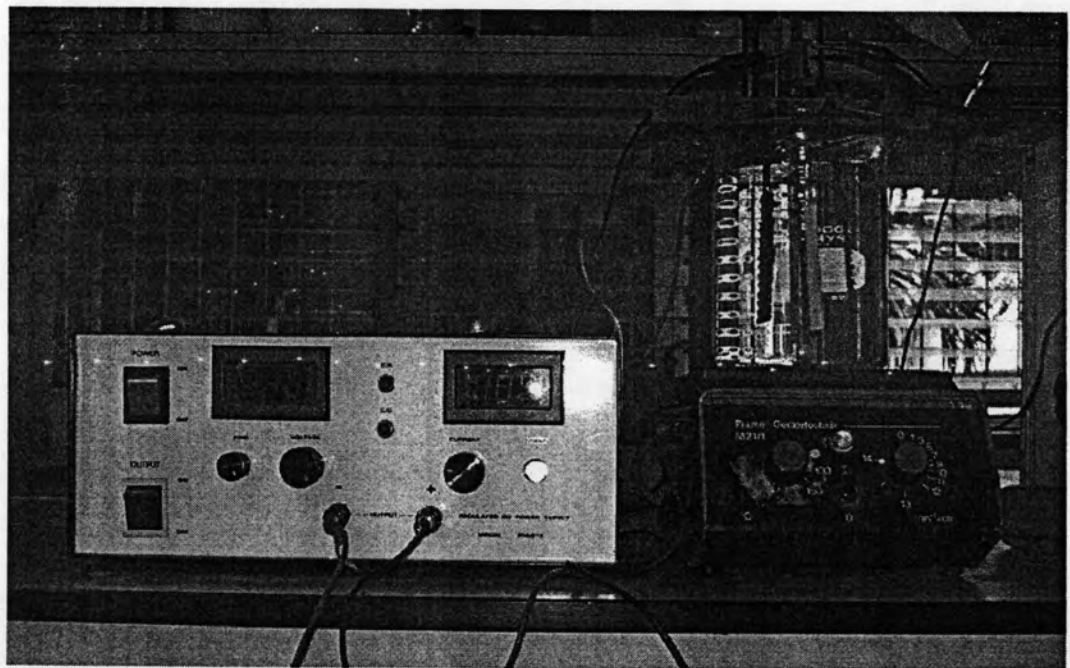
1. เตรียมสารละลายนิกเกิลเจือจางจาก $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยปรับค่าความเป็นกรดด้วยกรดซัลฟูริกและปรับค่าความเป็นเบสด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตัวแปรที่ศึกษาคือค่าความเป็นกรด-เบสในช่วงระหว่าง 3-7 และความเข้มข้นของสารละลาย 10-50 มิลลิกรัมต่อลิตร ใส่สารละลายปริมาตร 1 ลิตร ในบีกเกอร์
2. เตรียมสารละลายสังกะสีเจือจางจาก $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ โดยปรับค่าความเป็นกรดด้วยกรดซัลฟูริก ตัวแปรที่ศึกษาคือ ค่าความเป็นกรด-เบสในช่วงระหว่าง 3-6 และความเข้มข้นของสารละลาย 20-100 มิลลิกรัมต่อลิตร ใส่สารละลายปริมาตร 1 ลิตรในบีกเกอร์
3. เตรียมสารละลายเจือจางผสมของนิกเกิลและสังกะสีที่มีความเข้มข้นของนิกเกิลและสังกะสี โดยเตรียมจาก $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ละลายด้วยน้ำกลั่น สารละลายมีปริมาตร 1 ลิตร มีความเข้มข้นของนิกเกิลและสังกะสีประมาณ 22 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการปรับค่าความเป็นกรด-เบสด้วยกรดซัลฟูริกให้มีค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายผสมเจือจางเท่ากับ 4

3.3 วิธีการทดลอง

1. จัดตั้งอุปกรณ์ต่างๆ ดังรูปที่ 3.4 โดยใส่สารละลายนิกเกิลความเข้มข้น 22 มิลลิกรัมต่อลิตร และค่าความเป็นกรด-เบสของสารละลายเริ่มต้นที่ 4 ปริมาตร 1 ลิตร ในบีกเกอร์
2. เก็บสารละลายตัวอย่างก่อนให้กระแสไฟฟ้าแล้วปรับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 7.6 แอมแปร์ต่อตารางเมตร หรือ ค่ากระแสไฟฟ้า 0.05 แอมแปร์ โดยที่สารละลายมีการกวนอยู่ตลอดเวลา
3. เก็บตัวอย่างสารละลายในบีกเกอร์ 20 มิลลิลิตร ทุกชั่วโมง จนกระทั่งครบ 6 ชั่วโมง
4. นำตัวอย่างสารละลายที่เก็บได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
5. นำผลการวิเคราะห์มาหาค่าร้อยละการขจัดนิกเกิล และค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสไฟฟ้า
6. ทำซ้ำในข้อ 1-4 แต่เปลี่ยนค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง 15-38 แอมแปร์ต่อตารางเมตร หรือ 0.10 - 0.25 แอมแปร์ แล้วเปรียบเทียบผล



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.4 (ก) และ (ข) การติดตั้งเครื่องมือและอุปกรณ์ในการทดลอง

7. เมื่อได้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เหมาะสม ทำการหาภาวะที่เหมาะสมของค่าความเป็นกรด-เบส โดยใช้สารละลายนิกเกิลความเข้มข้น 22 มิลลิกรัมต่อลิตร และปรับค่าความเป็นกรด-เบสเริ่มต้นที่ 3

8. เก็บสารละลายตัวอย่างก่อนให้กระแสไฟฟ้าแล้วปรับค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าตามค่าที่ได้จากข้อ 1-6 โดยที่สารละลายมีการกวนอยู่ตลอดเวลา แล้วทำซ้ำในข้อ 3-5

9. ทำซ้ำในข้อ 7-8 แต่เปลี่ยนค่าความเป็นกรด-เบสในช่วง 5-7 แล้วเปรียบเทียบผล

10. ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายเจือจางที่มีต่อการขจัดนิกเกิล โดยใช้สารละลายนิกเกิลความเข้มข้นในช่วง 10-50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1 ลิตร ปรับค่าความเป็นกรด-เบสตามที่ได้จากข้อ 7-9 แล้วทำการทดลองตามในข้อ 3-5 แล้วเปรียบเทียบผล

11. การศึกษาการขจัดสังกะสี ทำเหมือนกับการขจัดนิกเกิล แต่เปลี่ยนค่าของตัวแปรต่างๆ ดังนี้

- ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง 15 - 60 แอมแปร์ต่อตารางเมตร หรือ 0.10 - 0.40 แอมแปร์
- ค่าความเป็นกรด-เบส ในช่วง 2-5
- สารละลายสังกะสีในช่วงความเข้มข้น 20-100 มิลลิกรัมต่อลิตร

12. การศึกษาในสารละลายผสม ใช้สารละลายนิกเกิลและสังกะสีความเข้มข้น 22 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ปรับค่าความเป็นกรด-เบสสารละลายผสมเริ่มต้นที่ 4

13. ทำการทดลองตามข้อ 3-5 โดยใช้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ในช่วง 50 - 150 แอมแปร์ต่อตารางเมตร หรือค่ากระแสไฟฟ้า 0.33 - 0.99 แอมแปร์ แล้วเปรียบเทียบผล

14. ทำการออกแบบการทดลอง (Experimental Design) โดยเลือกตัวแปรที่ทำการออกแบบการทดลอง 4 ตัวแปรด้วยกัน คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ค่าความเป็นกรด-เบส ความเข้มข้นของสารละลายเจือจาง และเวลา โดยทำการออกแบบการทดลองเป็นแบบ 2^k แฟกทอเรียล (2^k Factorial Design) เพื่อหาความสัมพันธ์ของตัวแปรแต่ละตัวที่มีผลต่อการขจัดนิกเกิลและสังกะสีออกจากสารละลาย โดยการออกแบบการทดลองจะเป็น แบบ 2^4 และ 2^3 (โดยรวมตัวแปรกระแสไฟฟ้ากับเวลาเป็นตัวแปรประจุไฟฟ้า) แฟกทอเรียล ซึ่งกำหนดให้

A คือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าต่ำสุด 50 แอมแปร์ต่อตารางเมตร (-) และสูงสุด 150 แอมแปร์ต่อตารางเมตร (+)

B คือ ความเข้มข้นต่ำสุด 20 มิลลิกรัมต่อลิตร (-) และสูงสุด 150 มิลลิกรัมต่อลิตร (+)

C คือ ความเป็นกรด-เบสต่ำสุด 3 (-) และสูงสุด 6 (+)

D คือ เวลาต่ำสุด 3 (-) และสูงสุด 6 (+) ชั่วโมง

จากการออกแบบการทดลองจะทำการทดลองทั้งหมด 16 และ 8 การทดลอง โดยทำการทดลองละ 2 ครั้ง แล้วนำผลการทดลองที่ได้ไปศึกษาความสัมพันธ์ของตัวแปรแต่ละตัวที่มีผลต่อการขจัดนิเกิลและสังกะสีออกจากสารละลายเจือจางผสม

3.4 การเตรียมสารละลายตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของนิเกิลและสังกะสีในสารละลาย ณ เวลาใดๆ ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

ในงานวิจัย การวิเคราะห์หาความเข้มข้นของนิเกิลและสังกะสีในสารละลาย ณ เวลาใดๆ นั้น กระทำโดยการใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) เป็นเครื่องตรวจสอบ โดยเครื่อง AAS นี้ เป็นเครื่องรุ่น AA-6800 ซึ่งผู้วิจัยได้เลือกช่วงของการทำงานของเครื่องในการตรวจสอบความเข้มข้นของนิเกิลและสังกะสี ที่ 0.5-2.0 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 0.1-0.4 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ ดังนั้นก่อนการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS จึงต้องนำสารละลายตัวอย่างที่เก็บได้ในช่วงเวลาต่างๆมาเจือจาง เพื่อให้มีความเข้มข้นอยู่ภายใต้ช่วงการทำงานของเครื่อง โดยทำการละลายด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วนสารละลายตัวอย่าง : น้ำกลั่น สำหรับนิเกิล และสังกะสี เป็น 1 : 50 และเมื่อได้ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง AAS แล้วจึงมาคำนวณปริมาณสารสัมพันธ์ เพื่อให้ได้ค่าความเข้มข้นที่แท้จริงออกมา¹

3.5 การวิเคราะห์ผล

1. ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS ทำให้ทราบถึงความสัมพันธ์ของปริมาณนิเกิลและสังกะสีที่เหลืออยู่ในสารละลายเจือจาง ณ เวลาใดๆ ทำให้สามารถนำมาคำนวณหาค่าร้อยละการขจัดนิเกิล และสังกะสี ได้จาก

$$\text{ร้อยละการขจัด (\%Removal)} = \frac{(\text{ปริมาณเริ่มต้นของสาร} - \text{ปริมาณของสารที่เหลืออยู่})}{\text{ปริมาณเริ่มต้นของสาร}} \times 100$$

¹ ในการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักไม่ควรเจือจางสารตัวอย่างให้เกินช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการวิเคราะห์ เพราะจะทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนสูง และในขั้นตอนการปรับค่าความเข้มข้นของสารละลาย ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer เป็นขั้นตอนที่ต้องระมัดระวังอย่างมาก เพราะการผิดพลาดเพียงเล็กน้อยจะทำให้ผลการทดลองมีความคลาดเคลื่อนเป็นอย่างมาก

2. นำผลที่ได้มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการขจัด กับ เวลา และจากกราฟที่ได้นำมาคำนวณหามวลสารที่ได้ตามทฤษฎี โดยคำนวณจากสูตรตามกฎฟาราเดย์
3. คำนวณหาค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสไฟฟ้า
4. วิเคราะห์ผลการทดลองจากการออกแบบการทดลองเพื่อหาความสัมพันธ์ของตัวแปรแต่ละตัวที่มีผลต่อการขจัดนิกเกิลและสังกะสีออกจากสารละลายเจือจางผสม