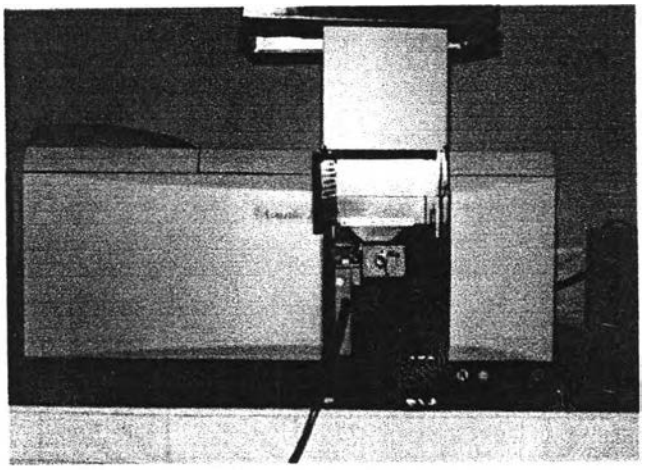
บทที่ 3
วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 รูปแบบการศึกษา

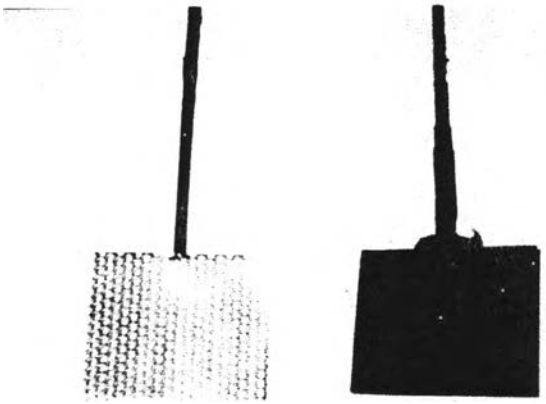
งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยเชิงทดลองในห้องปฏิบัติการ เพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการละลายโลหะหนักออกจากตะกอนและการนำกลับคืนโลหะจากสารละลายโดยวิธีไฟฟ้าเคมี โดยอาจนำมาเป็นข้อมูลในระดับขยายสเกลหรือใช้ประโยชน์ในการศึกษาต่อไป

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง (Power Supply)
2. เครื่อง Atomic Absorption Spectophotrometer รุ่น GBC Avanta Σ รูปที่ 3.1
3. ปิเปตแบบปรับปริมาตรได้ขนาด 1000 ไมโครลิตรและขนาด 5 มิลลิลิตร ยี่ห้อ Genex Beta
4. นาฬิกาจับเวลา
5. เครื่องชั่งละเอียด
6. กระดาษกรอง
7. ตู้อบ (Oven)
8. เครื่องวัดความเป็นกรด - เบสยี่ห้อ Horiba รุ่น F - 22
9. เครื่องกวนแม่เหล็ก
10. แท่งกวนแม่เหล็ก
11. ขั้วไฟฟ้าแอโนด ทำจากไททาเนียมเคลือบรูทิเนียมออกไซด์ รูปที่ 3.2(a)
12. ขั้วไฟฟ้าแคโทด ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม รูปที่ 3.2(b)
13. ขั้วไฟฟ้าสำหรับกระบวนการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า แสดงในรูปที่ 3.3
14. เครื่องปฏิกรณ์สำหรับกระบวนการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า รูปที่ 3.4

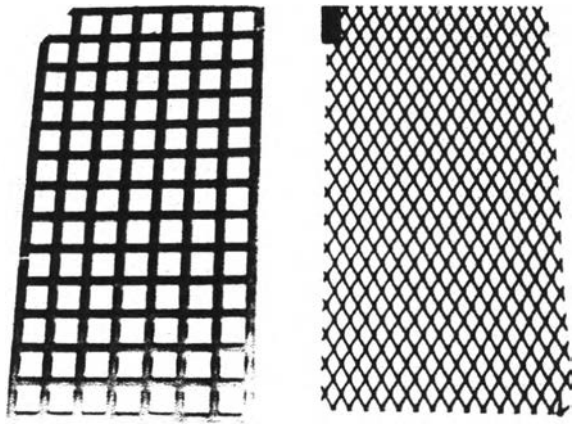


รูปที่ 3.1 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

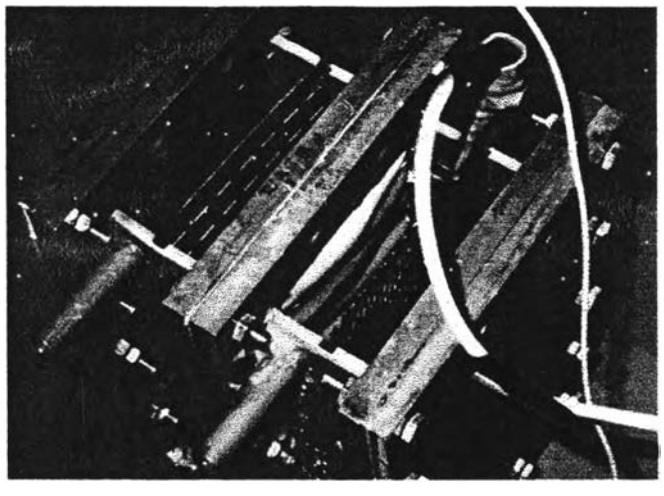


(a) (b)

รูปที่ 3.2 ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการอิเล็กโทรดีโพซิชัน



รูปที่ 3.3 ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า



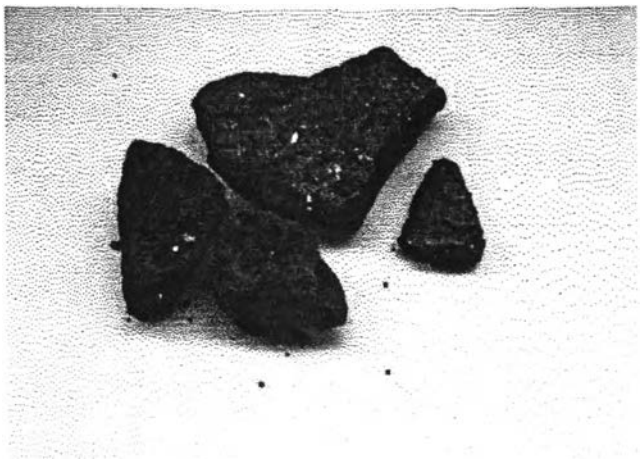
รูปที่ 3.4 เครื่องปฏิกรณ์ที่ใช้ในการทดลองการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า
ประกอบด้วยเยื่อเลือกผ่านไอออนลบ

3.3 สารเคมี

1. $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (ความบริสุทธิ์ 99.5%)
2. $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ (ความบริสุทธิ์ 96%)
3. $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ (ความบริสุทธิ์ 99%)
4. $CrKS_2O_8 \cdot 12H_2O$ (ความบริสุทธิ์ 98.5%)
5. H_2SO_4 (ความบริสุทธิ์ 98%)
6. Na_2SO_4 (ความบริสุทธิ์ 69.5%)
7. NaOH (ความบริสุทธิ์ 99%)
8. KCN (ความบริสุทธิ์ 96%)
9. HCl (ความบริสุทธิ์ 98%)
10. $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (ความบริสุทธิ์ 99%)
11. $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (ความบริสุทธิ์ 99.5%)

3.4 วัตถุดิบ

วัตถุดิบที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ ได้รับความอนุเคราะห์จากโรงบำบัดน้ำเสียแสมดำ (Genco) โดยเป็นตะกอนที่ได้จากระบบการบำบัดแบบตกตะกอนโดยใช้สารเคมีมีลักษณะดังรูปที่ 3.5 มีสีน้ำตาลเข้มไม่มีกลิ่นเหม็น, มีความเป็นกรด – เบสประมาณ 9 และมีความชื้นประมาณ 60%โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.5 ลักษณะของตะกอนที่ใช้ในงานวิจัย

3.5 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

1. วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของตะกอน คือ ความชื้นและค่าความเป็นกรด - เบส
2. วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักทั้งหมดที่มีในตะกอน ทำได้โดยการละลายตะกอนตามวิธีมาตรฐาน ASTM D5198-92 มีขั้นตอนดังนี้
    - นำกรดไนตริกเข้มข้น 25 มิลลิลิตร มาเตรียมสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1:1 ให้มีปริมาตร 50 มิลลิลิตร
    - ชั่งตะกอนที่ผ่านการอบแห้งแล้วประมาณ 5 กรัมใส่สารละลาย
    - เพิ่มอุณหภูมิสารละลายและกำหนดให้คงที่ที่ 90 –98 องศาเซลเซียส ตลอดเวลาควรกวนสารละลายด้วยเครื่องปั่นแม่เหล็กไฟฟ้า และปิดบีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา
    - เมื่อครบ 2 ชั่วโมง ปล่อยให้สารละลายเย็นลงที่อุณหภูมิห้อง
    - เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ขณะเติมควรล้างบีกเกอร์ด้านในไปด้วยเพื่อให้สารละลายไม่ติดที่ขอบ แล้วนำสารละลายไปกรอง
    - ปรับปริมาตรสารละลายที่กรองได้ ให้มีปริมาตรเป็น 200 มิลลิลิตร
    - นำสารละลายที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะที่มีในสารละลายด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
3. ศึกษาผลของความชื้นในตะกอนที่มีต่อการละลาย โดยชั่งตะกอนที่ไม่ผ่านการอบแห้งทำการทดลองตามขั้นตอนในข้อ 2. แต่ชั่งน้ำหนักตะกอนประมาณ 13 กรัม
4. ศึกษาผลของค่าความเป็นกรดเป็นด่างของสารละลาย โดยทำการละลายตะกอนโดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริกซึ่งกำหนดให้มีค่าความเป็นกรดเป็นด่างคงที่ที่ 1.0, 1.5, และ 2.0 และแบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนคือใช้ตะกอนที่ผ่านการอบแห้งและไม่ผ่านการอบแห้งมาทำการทดลอง ขั้นตอนมีดังนี้
    4.1 เตรียมสารละลายกรดซัลฟูริก 1000 มิลลิลิตร โดยกำหนดให้มีค่าความเป็นกรดเป็นด่างคงที่ที่ 1.0, 1.5, และ 2.0 ตามลำดับ
    4.2 ในกรณีที่ใช้ตะกอนอบแห้งชั่งตะกอนหนักประมาณ 7 กรัม ส่วนในกรณีที่ใช้ตะกอนที่ไม่ผ่านการอบแห้งชั่งตะกอนประมาณ 19 กรัม ใส่ลงในสารละลายในขั้นตอนที่ 4.1
    4.3 ทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง และกวนสารละลายตลอด 2 ชั่วโมง
    4.4 กรองสารละลาย จากนั้นนำสารละลายที่กรองได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะที่มีในสารละลายด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

5. ศึกษาการนำโลหะหนักออกจากสารละลายโดยวิธีไฟฟ้าเคมี ดังที่ได้กล่าวแล้วว่า ทองแดงสามารถนำกลับได้ก่อนโดยวิธีอิเล็กโทรดีโพซิชัน ส่วนโลหะชนิดอื่นสามารถนำกลับได้โดยวิธีการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า ดังนั้นการนำโลหะหนักออกจากสารละลาย จึงแบ่งออกเป็น 2 กระบวนการดังนี้

5.1 วิธีอิเล็กโทรดีโพซิชัน

ในเบื้องต้น เตรียมสารละลายสังเคราะห์ (Synthetic solution) ที่มีค่าความเข้มข้นเท่ากับค่าที่ได้จากการละลายตะกอน สารละลายที่เตรียมได้นำมาผ่านกระบวนการอิเล็กโทรดีโพซิชัน โดยมีตัวแปรที่ศึกษาคือกระแสไฟฟ้า ขั้นตอนการทดลองดังนี้

- นำสารละลายสังเคราะห์ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร
- ผ่านกระแสไฟฟ้า 15, 20, 25, และ 30 มิลลิแอมแปร์คงที่ ผ่านขั้วแคโทดและขั้วแอโนด เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง และควรมีการกวนสารละลายตลอดระยะเวลาการทดลอง
- เก็บตัวอย่างปริมาตร 10 มิลลิลิตร ทุก ๆ 30 นาที
- นำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องAtomic Absorption Spectrophotometer

5.2 วิธีการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า

ไอออนของโลหะที่เหลืออยู่ในสารละลายจะถูกกำจัดโดยวิธีตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี อุปกรณ์ปริมาตร 1,400 มิลลิลิตรถูกแบ่งออกเป็น 2 ด้านด้วยเยื่อแลกเปลี่ยนไอออนลบคือ ด้านแคโทดและด้านแอโนด มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

- นำสารละลายสังเคราะห์ที่ผ่านการทดลองจากขั้นตอนที่ 5.1 1000 มิลลิลิตร ต่อเครื่องมือดังรูป
- ผ่านกระแสไฟฟ้า 1.1, 1.3, 1.5, และ 1.7 แอมแปร์คงที่ ผ่านขั้วแคโทดและขั้วแอโนด เป็นระยะเวลา 7 ชั่วโมง
- เก็บตัวอย่างปริมาตร 10 มิลลิลิตร ทั้งด้านแคโทดและด้านแอโนด ทุก ๆ 30 นาที
- นำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

6. ตรวจสอบไซยาไนด์ไอออนในสารละลายที่ได้จากการละลายตะกอนด้วยวิธีพรัชเชียนบลู [28] วิธีการทดลองดูในภาคผนวก ก.
7. ทำการทดลองซ้ำในข้อ 5. โดยใช้สารละลายจริงที่ได้จากการละลายตะกอน โดยทำการแยกทองแดงโดยวิธีอิเล็กโทรดีโพซิชันดำเนินการทดลองตามข้อ 5.1 และแยกโลหะที่เหลือโดยวิธีการตกตะกอนด้วยไฟฟ้า ดำเนินการทดลองตามข้อ 5.2 โดยทั้ง 2 ขั้นตอน ทำการทดลองตามภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองโดยใช้สารละลายสังเคราะห์ ดังแสดงในผลการทดลอง