บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการดำเนินงานวิจัย

สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาวิจัย

- โครเมี่ยมไตรออกไซด์ (CrO_3), BDH General purpose grade
- โซเดี่ยมไฮดรอกไซด์ (NaOH), Eka Analytical grade
- กรดซัลฟูริก (H_2SO_4), E.Merck GR grade
- ท่อแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 นิ้ว (2.54 ซม.) ยาว 50 ซม.
- เม็ดแก้วขนาด 3 มิลลิเมตร
- ท่อพลาสติกใส (Acrylic) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 ซม.
- วาล์วพลาสติก พีวีซี ขนาด1/2 นิ้ว

เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

- เครื่องอะตอมมิก แอบซอบชั่น สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ของ Shimadzu รุ่น AA-670
- เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ของ Bausch & Lomb แบบ Spectronic 21
- เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ของ Metrohm แบบ 704
- เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้าของ Kyoto Electronics ร่น CM-115
- เครื่องปั๊มสารเคมี ของ SENSO แบบ PMD-0311
- เครื่องปั๊มสารละลายแบบเพอริสเตลติก (Peristaltic pump) ของ ISMATEC รุ่น JPN 8
- อุปกรณ์วัดอัตราการไหลของน้ำ (Flow meter) ของ FLOWTECH แบบ 511
- วาล์วเข็ม (Needle valve) ของ FLOWTECH รุ่น 922

เรซิ่นที่ใช้ศึกษาวิจัย

เรซิ่นที่ใช้ในการทดลองมี 2 ชนิด คือ ชนิด SAC สำหรับแลกเปลี่ยนไอออนประจุบวก และชนิด SBA สำหรับแลกเปลี่ยนไอออนประจุลบ ทำการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพเรซิ่นระหว่าง ชนิด SAC ของ QUARON JU-707 กับ DOWEX MSC-1 และเรซิ่นชนิด SBA ของ

I16301708

QUARON AU-808 กับ DOWEX MSA-1 เพื่อเลือกเรซิ่นที่เหมาะสมสำหรับระบบบำบัดน้ำทิ้งจากโรงงานชุบโครเมียม คุณสมบัติของเรซิ่นตามข้อกำหนดของผู้ผลิตแต่ละชนิดแสดงดังตารางที่ 3.1, 3.2 และ 3.3

ตารางที่ 3.1 แสดงคุณสมบัติของเรซิ่น QUARON JU-707 Strong acid cation exchanger และ AU-808 Strong basic anion exchanger

Physical Property	AU-808	JU-707
Appearance	Moisture yellow clear spherical beads	
Polymer structure	Polystyrene crosslink with DVB	
Functional group	$R\text{-}[SO_3]^- + M^+$	
Total weight capacity	4.5 meq/gm(min) by volumn	
Total volume capacity	1.9 meq/gm(min) by weight	
Ionic form	Cl^-	Na^+
pH range	0 - 14	
Partical size	16 - 50 mesh	
Swelling percentage	$Na^+ \rightarrow H^+$ 8%	
Moisture content	45 - 48%	
Solubility	Insoluble in acid base and any organic solvent	
Water retention	45 - 48%	
Temperature	140°C (180°F)	
Bulk density	0.78 - 0.84 gm/ml (wet)	
Specific gravity	1.25 - 1.28 (at 20°C)	
Approximate shipping weight	835 gm/L (52 lb/cu.ft)	

ตารางที่ 3.2 แสดงคุณสมบัติของเรซิ่น DOWEX MSC-1 Strong acid cation exchanger

DOWEX MSC-1_Strong acid cation exchanger		
Type	Strong acid cation exchanger	
Matrix	Polystyrene - DVB, macroporous	
General properties		
Functional group	Sulfonate	
Ionic form as delivered	Na^+	H^+
Water content	45 - 50%	50 - 56%
Partical size	0.4 - 1.2 mm	
Swelling Total	Na^+ to H^+ +4%	
Operation	Na^+ to H^+ +2%	
Shipping weight, approx.	42 lb/cu.ft. (Cl form)	
Recommened operating conditions		
Operating temperature		
pH range	0 - 14	
Bed depth, min	800 mm	
Flow rate Service	5 - 80 m/h	
Backwash	12 - 15 m/h	
Regeneration	5 -10 m/h	
Rinse	5-20 m/h	
Regenerant Type	NaCl, HCl or H_2SO_4	
Concentration	8 - 12 %NaCl	
	4 - 10% HCl	
	2 - 8% H_2SO_4	
Rinse	3 - 6 BV	

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.3 แสดงคุณสมบัติของเรซิ่น DOWEX MSA-1_Strong basic anion exchanger

DOWEX MSA-1_Strong basic anion exchanger	
Type	Strong basic anion exchanger resin, Type I
Matrix	Polystyrene - DVB, macroporous
General properties	
Functional group	Amine
Water retention capacity	56 - 64%
Partical size	0.4 - 1.2 mm
Swelling	Cl^- to OH^- +20%
Physical form	Hard, apaque spheros
Minimum total capacity	Cl^-
Meq/g dry resin	4.0
Kgr/cu.ft. $CaCO_3$	21.8
Total wet volume capacity	1.0 meq/ml
Shipping weight, approx.	42 lb/cu.ft.
Recommened operating conditions	
Operating temperature	150 °C
pH range	0 - 14
Bed depth, min	30 inch
Flow rate Service	2 - 4 gpm/cu.ft.
Regeneration	0.25 - 1.0 gpm/cu.ft.
Regenerant Concentration	4%NaOH
Rinse water requrement	Approx. 50 gals./cu.ft.
Displacement rinse rate	Equivalent to regeneration rate
Final rinse rate	Approx. 1 gpm/cu.ft.

วิธีการศึกษาวิจัย

ในการศึกษาวิจัยนี้ แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วน คือ

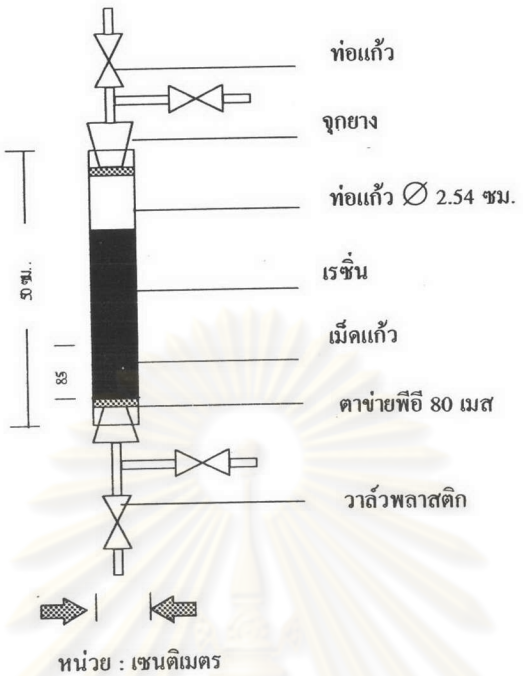
1. การศึกษาในห้องปฏิบัติการเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม
2. การศึกษาโดยใช้เครื่องต้นแบบ

1. <u>การศึกษาในระดับห้องปฏิบัติการเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม</u>

ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมจากการละลายโครเมียม ไตรออกไซด์ (CrO_3) ในน้ำที่ความเข้มข้นต่างๆ สารละลายที่ได้จะเป็นสารละลายของกรดโครมิก (Chromic acid) ที่ประกอบด้วย โมโนโครเมต ($HCrO_4^-$) และไดโครเมต ($Cr_2O_7^{2-}$) ศึกษาหาความเข้มข้นโครเมียมที่เหมาะสมในน้ำเสียเริ่มต้น อัตราการไหลของน้ำเสีย ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่ใช้รีเจนเนอเรต และอัตราการไหลของรีเจนเนอเร้นท์ คำนึงถึงประสิทธิภาพการแยกโครเมียมได้สูงสุด

1.1 <u>การเตรียมคอลัมน์</u>

ใช้ท่อแก้วขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2.54 ซม.(1 นิ้ว) ยาว 50 เซนติเมตร ปิดด้านบนและด้านล่างด้วยจุกยาง ที่ต่อกับท่อแก้ว 3 ทาง ดังแสดงในภาพที่ 3.1 รองด้านล่างของคอลัมน์ด้วยตาข่ายทำจากโพลีเอทธิลีน ขนาด 80 เมส (Mesh) บรรจุเม็ดแก้วขนาด 3 มิลลิเมตร สูงประมาณ 5-8 เซนติเมตร (2-3 นิ้ว) และบรรจุ แอนไอออนเรซิ่น หนัก 60 กรัม เหลือที่ว่างด้านบนของเรซิ่นไว้ประมาณ ร้อยละ 50 เพื่อให้เรซิ่นขยายตัวขณะทำการรีเจนเนอเรต ท่อสำหรับใส่น้ำเสียสังเคราะห์และสารรีเจนเนอเร้นท์ใช้สายยางลาเท็กซ์ ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายด้วยวาล์วพลาสติกขนาดเล็ก ภาชนะสำหรับใส่น้ำเสียสังเคราะห์ สารรีเจนเนอเร้นท์ และน้ำปราศจากไอออนใช้ขวดน้ำพลาสติก อุปกรณ์ทั้งหมดยึดอยู่บนโครงเหล็ก คำนวณหาปริมาตรของเรซิ่น (Bed volumn) จากเส้นผ่าศูนย์กลางของท่อ และความสูงของเรซิ่น และคำนวณหาจำนวนมิลลิกรัมสมมูลย์ทั้งหมดที่เรซิ่นสามารถแลกเปลี่ยนได้



ภาพที่ 3.1 แสดงรายละเอียดของคอลัมน์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

1.2 วิธีการทดลอง

การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์

เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์จากโครเมียม ไตรออกไซด์ (CrO_3) ที่ความเข้มข้นของโครเมียมตั้งแต่ 200, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1400, 1600, 1800 และ 2000 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อให้ครอบคลุมระดับความเข้มข้นของโครเมียมในน้ำเสียที่พบได้จากโรงงานชุบโลหะทั่วไป

ความเข้มข้นของน้ำเสียเริ่มต้น

หาความเข้มข้นของโครเมียมในน้ำเสียที่สามารถแยกได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงสุด โดยใช้น้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมขึ้นที่ความเข้มข้นต่างๆ ผ่านเข้าคอลัมน์ที่บรรจุแอนไอออนเรซิ่น (DOWEX MSA-1) ที่อัตราการไหลคงที่ที่ 16 BV/hr ทุกความเข้มข้น นำน้ำที่ผ่านออกมาไปทำการวิเคราะห์ปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} และวัดพีเอช ทุกๆ 30 นาที ตามวิธีวิเคราะห์มาตรฐาน (APHA, 1985) จนกระทั่งถึงจุดที่ความเข้มข้นของ Cr^{6+} สูงกว่า 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร (Breakthrough point) บันทึกกราฟระหว่าง ความเข้มข้นของ Cr^{6+} กับปริมาตรของน้ำเสียที่ผ่านเรซิ่น

อัตราการไหลของน้ำเสีย

หาอัตราการไหลของน้ำเสียที่เหมาะสม โดยนำน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นของโครเมียมที่สามารถแยกได้ประสิทธิภาพสูงสุด ผ่านคอลัมน์ ที่อัตราการไหลตั้งแต่ 10, 20, 30, 40

และ 50 BV/hr โดยแรงโน้มถ่วงของโลก (Gravity flow) นำน้ำที่ผ่านออกมาไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} และวัดพีเอช ทุกๆ 30 นาที บันทึกกราฟระหว่างปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} กับเวลา ที่อัตราการไหลต่างๆ

ความเข้มข้นของรีเจนเนอเร้นท์

หาความเข้มข้นของโซเดี่ยม ไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่ใช้เป็นรีเจนเนอเร้นท์ เพื่อสกัดโครเมียมออกจากแอนไอออนเรซิ่น ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ โดยใช้คอลัมน์ที่ผ่านน้ำเสียสังเคราะห์ที่ความเข้มข้นและอัตราการไหลของโครเมียมมีประสิทธิภาพสูงสุด ทำการรีเจนเนอเรตด้วยโซเดี่ยม ไฮดรอกไซด์เข้มข้น ร้อยละ 1, 3, 5, 7, 9 และ 10 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 1 ลิตร ผ่านเข้าคอลัมน์แบบย้อนทางกับน้ำเสีย (Countercurrent flow) ที่อัตราการไหลคงที่ที่ 4 BV/hr นำสารละลายที่ได้ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} และวัดพีเอช ทุกๆ 30 นาที บันทึกกราฟระหว่าง ปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} กับปริมาตรของโซเดี่ยม ไฮดรอกไซด์ใช้

อัตราการไหลของรีเจนเนอเร้นท์

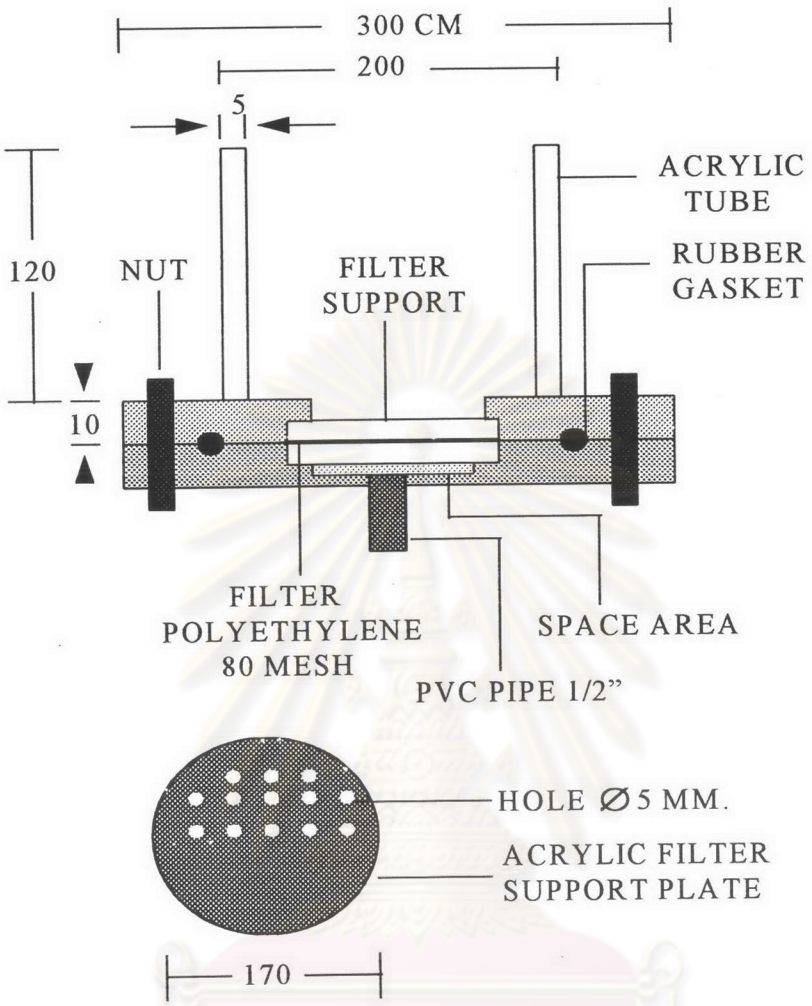
หาอัตราการไหลที่เหมาะสมของโซเดี่ยม ไฮดรอกไซด์ ที่ใช้เป็นรีเจนเนอเร้นท์ โดยใช้คอลัมน์ที่ผ่านน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยเงื่อนไขที่ได้ข้างต้น ควบคุมอัตราการไหลของรีเจนเนอเร้นท์ด้วยอัตราการไหลตั้งแต่ 1, 2, 3 และ 5 BV/hr นำสารละลายที่ได้ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} และวัดพีเอช ทุกๆ 30 นาที บันทึกกราฟระหว่างปริมาณความเข้มข้นของ Cr^{6+} กับเวลา ที่อัตราการไหลต่างๆ

2. <u>การศึกษาโดยใช้เครื่องต้นแบบ</u>

ทำการสกัดโครเมียมออกจากน้ำทิ้งของโรงงานชุบโลหะขนาดเล็ก ด้วยเครื่องต้นแบบที่สร้างขึ้น โดยใช้เงื่อนไขที่ได้จากการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ

2.1 <u>เครื่องต้นแบบ</u>

เครื่องต้นแบบแสดงในภาพที่ 3.2 ใช้คอลัมน์ทำด้วยท่อพลาสติกใส (Acrylic) หนา 5 มิลลิเมตร ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 เซนติเมตร สูง 12 เซนติเมตร ฝาปิดด้านบนและล่างทำด้วยแผ่นพลาสติกใสหนาแผ่นละ 10 มิลลิเมตร 2 แผ่น มีแผ่นปะเก็นทำด้วยยางกันรั่วอยู่ระหว่างฝาที่ยึดด้วยน็อตขนาด 5 มิลลิเมตร กั้นเรซิ่นด้วยตาข่ายโพลีเอทธิลีนขนาด 80 เมส วางอยู่ระหว่างแผ่นรองตาข่ายที่ทำด้วยพลาสติกใสหนา 3 มิลลิเมตร 2 แผ่น ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง17 เซนติเมตร เจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร แต่ละรูห่างกัน 5 มิลลิเมตร คอลัมน์ต่อกับท่อพีวีซีขนาด 1/2 นิ้ว



Unit : Millimeter

ภาพที่ 3.2 ผังแสดงคอลัมน์เครื่องต้นแบบ

ภาพที่ 3.3 แสดงรายละเอียดของเครื่องต้นแบบ ประกอบด้วยคอลัมน์ 3 คอลัมน์ โดยท่อที่ 1 และ 3 บรรจุด้วยเรซิ่น DOWEX MSC-1 ส่วนท่อที่ 2 บรรจุด้วยเรซิ่น MSA-1 ประมาณร้อยละ 70 ของปริมาตรคอลัมน์ อุปกรณ์ทั้งหมดต่อด้วยท่อพีวีซี ขนาด 1/2 นิ้วใช้วาล์วสำหรับเปิด-ปิดทำด้วยพีวีซี จำนวน 14 ชุด อุปกรณ์ทั้งหมดยึดอยู่บนโครงเหล็กฉาก ด้านบนวางถังใส่น้ำเสีย ถังใส่โซเดียม ไฮดรอกไซด์ ถังใส่กรดซัลฟูริก และถังใส่น้ำปราศจากไอออน วางอยู่ด้านบนของคอลัมน์ ปั๊มสารละลายด้วยปั๊มชนิดทนกรด-ด่าง ควบคุมอัตราการไหลด้วย มิเตอร์วัดอัตราการไหล (Flowmeter) และวาล์วเข็ม (Needle valve)

2.2 <u>ขั้นตอนการทดลอง</u>

ทำการทดลองสกัดและแยกโครเมียมจากน้ำทิ้งโรงงานชุบโลหะขนาดเล็ก โดยใช้สภาวะที่ได้จากการทดลองในห้องปฏิบัติการ

ภาพที่ 3.3 แสดงเครื่องต้นแบบที่ใช้ศึกษาวิจัย

การทดลองประกอบด้วยขั้นตอนดังต่อไปนี้

Service ผ่านน้ำเสียจากโรงงานชุบโลหะเข้าท่อที่ 1 ซึ่งบรรจุเรซิ่น SAC (DOWEX MSC-1) แล้วจึงผ่านเข้าท่อที่ 2 ซึ่งบรรจุเรซิ่น SBA (DOWEX MSA-1) ผ่านน้ำเสียจนกระทั่งเรซิ่น MSA-1 แลกเปลี่ยนประจุกับ โครเมียมในน้ำเสียได้ร้อยละ 60 ของปริมาณที่สามารถแลกเปลี่ยนได้ (Capacity) น้ำที่ผ่านการแยกโครเมียมออกแล้วเก็บไว้ในถังพลาสติก เพื่อนำกลับไปเป็นน้ำล้างระบบ

Backwash ผ่านน้ำ ปราศจากไอออน (Deionized water) เข้าท่อบรรจุเรซิ่น MSA-1 ในทิศทางตรงข้ามกับน้ำเสีย ที่อัตราการไหลให้สัมพันธ์กับขนาดของคอลัมน์ ที่อัตราการไหล 3 gpm/cu.ft.ของปริมาตรเรซิ่น

Regeneration รีเจนเนอเรตเรซิ่น SBA (MSA-1) ด้วยสารละลายโซเดี่ยม ไฮดรอกไซด์ (NaOH) ตามความเข้มข้นและอัตราการไหลที่ได้จากการทดลองในห้องปฏิบัติการ โดยใช้ปั๊มส่ง NaOH แบบ Countercurrent ผ่านน้ำเสียเข้าที่ด้านล่างของท่อที่ 2 สารละลายโซเดี่ยมไดโครเมต ($Na_2Cr_2O_7$) ที่ออกมานำไปผ่านเข้าท่อที่ 3 ที่บรรจุเรซิ่น SAC (MSC-1) เพื่อเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของกรดโครมิก ($H_2Cr_2O_7$) เก็บกรดที่ได้ไว้ในถังพลาสติก (Recovery tank) รีเจนเนอเรต

เรซิ่น SAC ด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้นร้อยละ 8 โดยน้ำหนัก ด้วยอัตราการไหลเช่นเดียวกับกับการรีเจนเนอเรตเรซิ่น SBA เก็บสารละลายที่ออกมาไว้ใน ถังเก็บของเสีย (Waste tank)

Rinse ล้างคอลัมน์ด้วยน้ำปราศจากไอออน ที่อัตราการไหลเท่ากับอัตราการไหลของการรีเจนเนอเรต (Displacement rinse) ด้วยปริมาตรน้ำ 50 แกลลอนต่อ 1 ลูกบาศก์ฟุตของปริมาตรเรซิ่น แล้วล้างตามด้วยอัตราการไหล 1 gpm/cu.ft. (Final rinse) นานประมาณ 5-10 นาที เก็บน้ำล้างเรซิ่นรวมกับน้ำทิ้งจากโรงงานชุบโลหะเพื่อนำมาบำบัดในขั้นตอนต่อไป

การเก็บตัวอย่างวิเคราะห์

วิเคราะห์น้ำเสียที่ได้จากโรงงานก่อนผ่านเข้าเรซิ่น โดยวิเคราะห์หา pH, Cr^{6+}, Total chromium, Ni, Cu และ Dissolved solid

Service: เก็บตัวอย่างน้ำไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณ Cr^{6+}, Ni, Cu และ pH ทุกๆ 30 นาที

Regeneration: วิเคราะห์หาปริมาณ Cr^{6+}, Total chromium และ pH ทุกๆ 30 นาที

Rinse: วิเคราะห์หาปริมาณ Cr^{6+} และ pH

การเปิด-ปิด วาล์วของแต่ละขั้นตอนแสดงดังตารางที่ 3.4

ขั้นตอนการทำงานของเครื่องต้นแบบแสดงดังภาพที่ 3.4, 3.5, 3.6, 3.7, 3.8, 3.9 และ 3.10

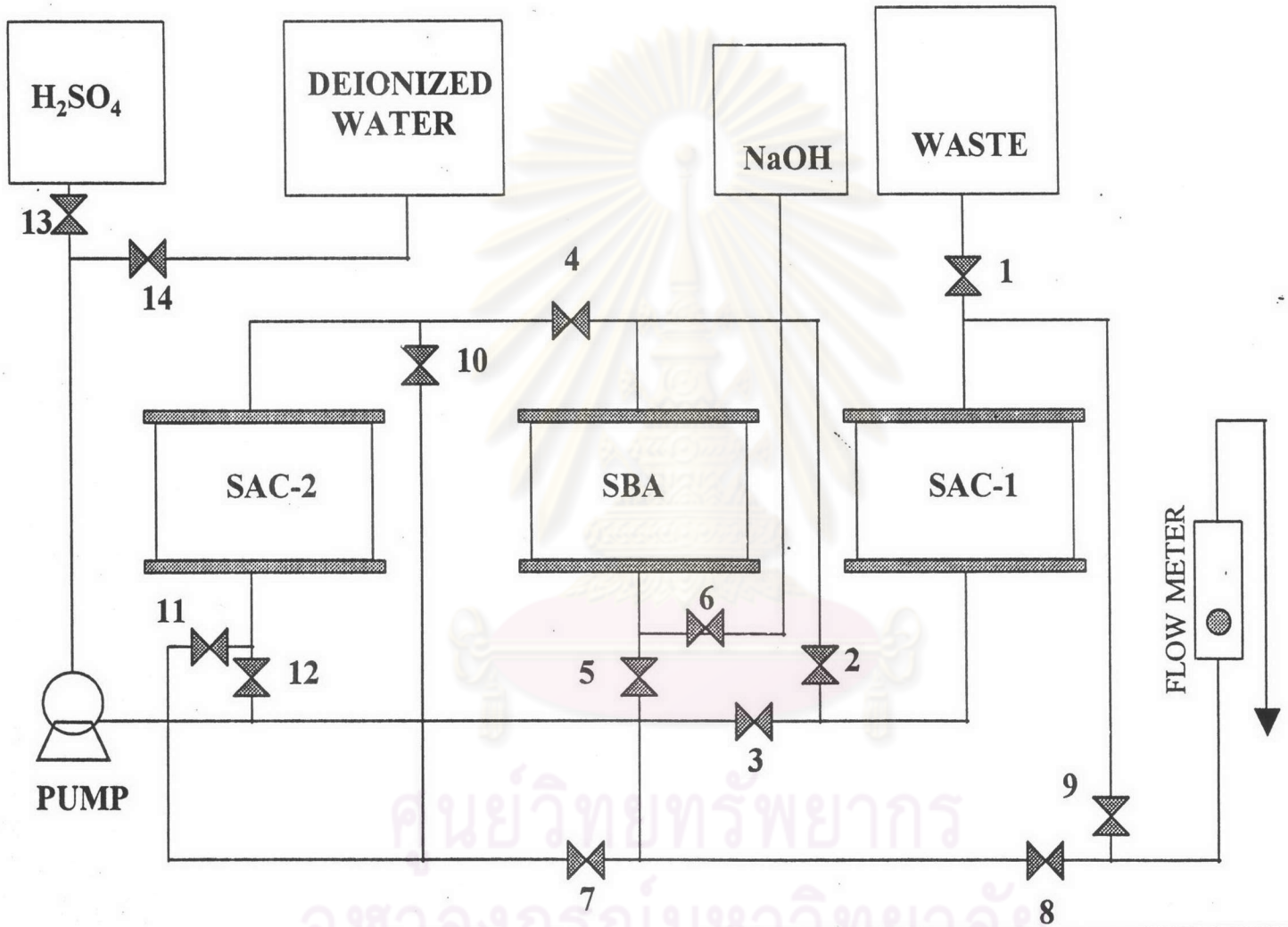
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Process	Valve No.													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Service	x	x			x			x						
Recovery				x		x	x	x			x			
Rinse SBA + SAC-2				x	x			x				x		x
Regeneration SAC-1			x						x				x	
Rinse SAC-1			x						x					x
Regeneration SAC-2							x	x		x		x	x	

X : เปิดวาล์ว

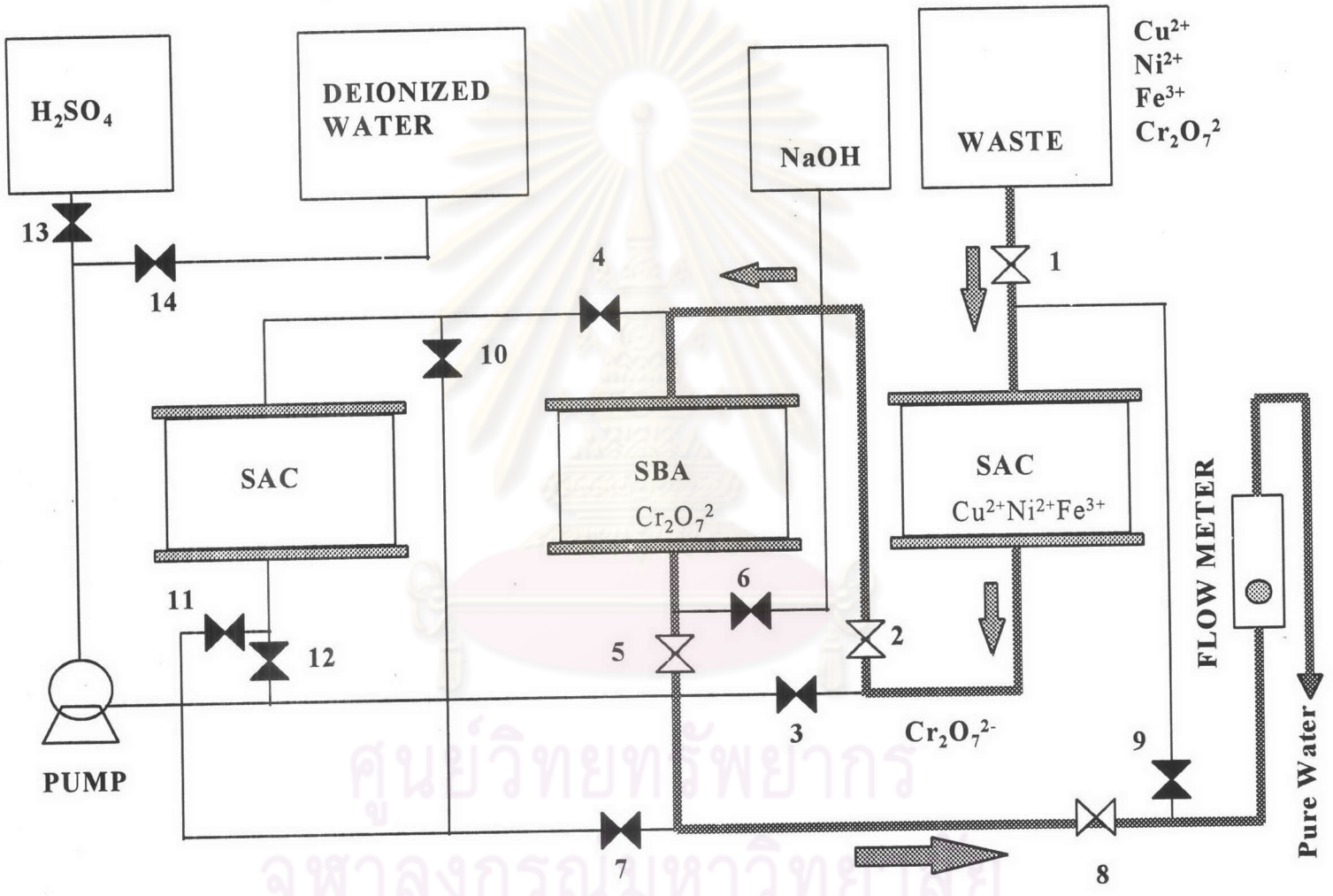
ตารางที่ 3.4 ตารางแสดงตำแหน่งการเปิด-ปิดวาล์ว ของแต่ละขั้นตอน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



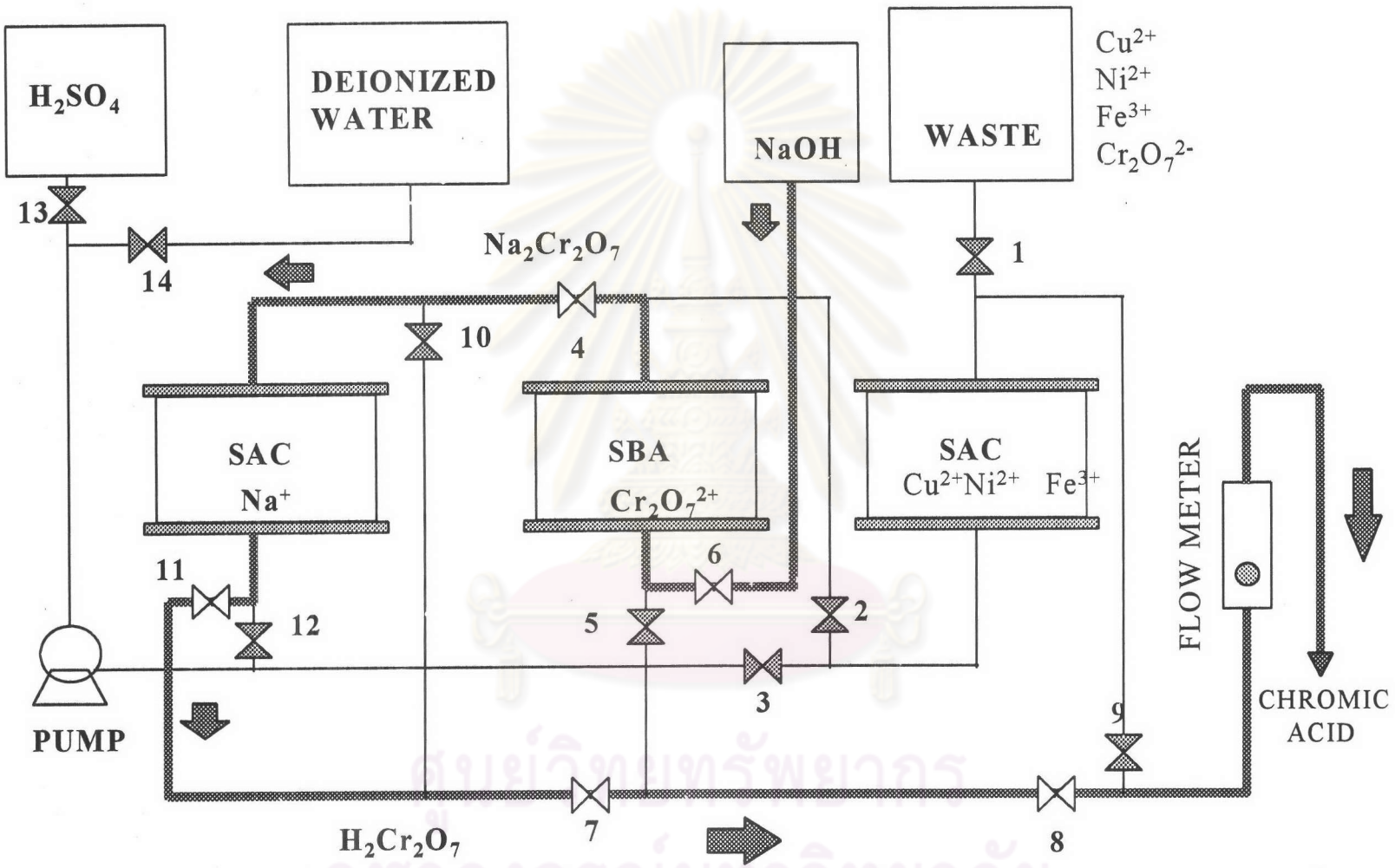
ภาพที่ 3.4 แผนผังแสดงขั้นตอนการทำงานของเครื่องต้นแบบ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



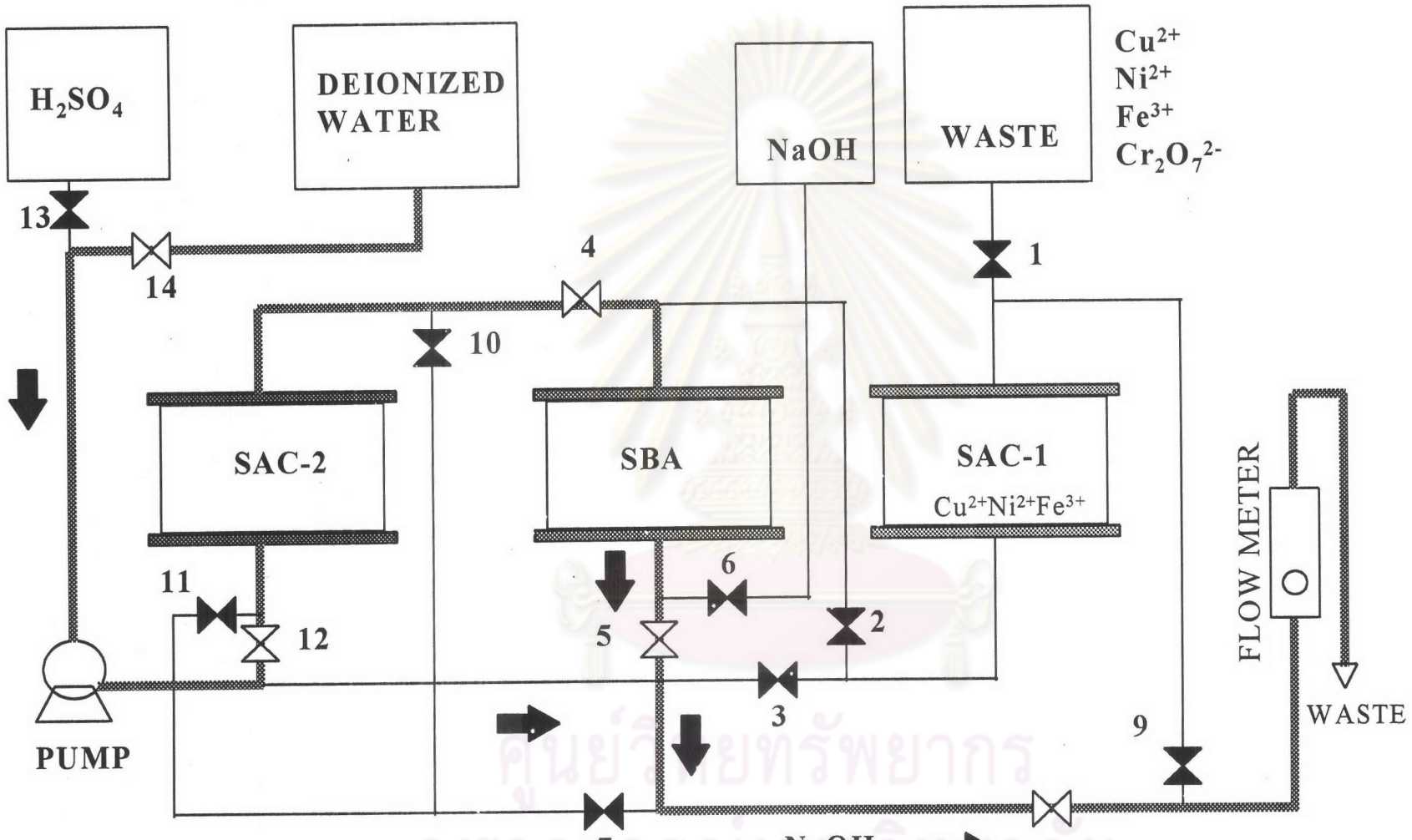
ภาพที่ 3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนการผ่านน้ำเสียเพื่อแยกโครเมียมออกจากน้ำทิ้งโรงงานชุบโลหะ (Service)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



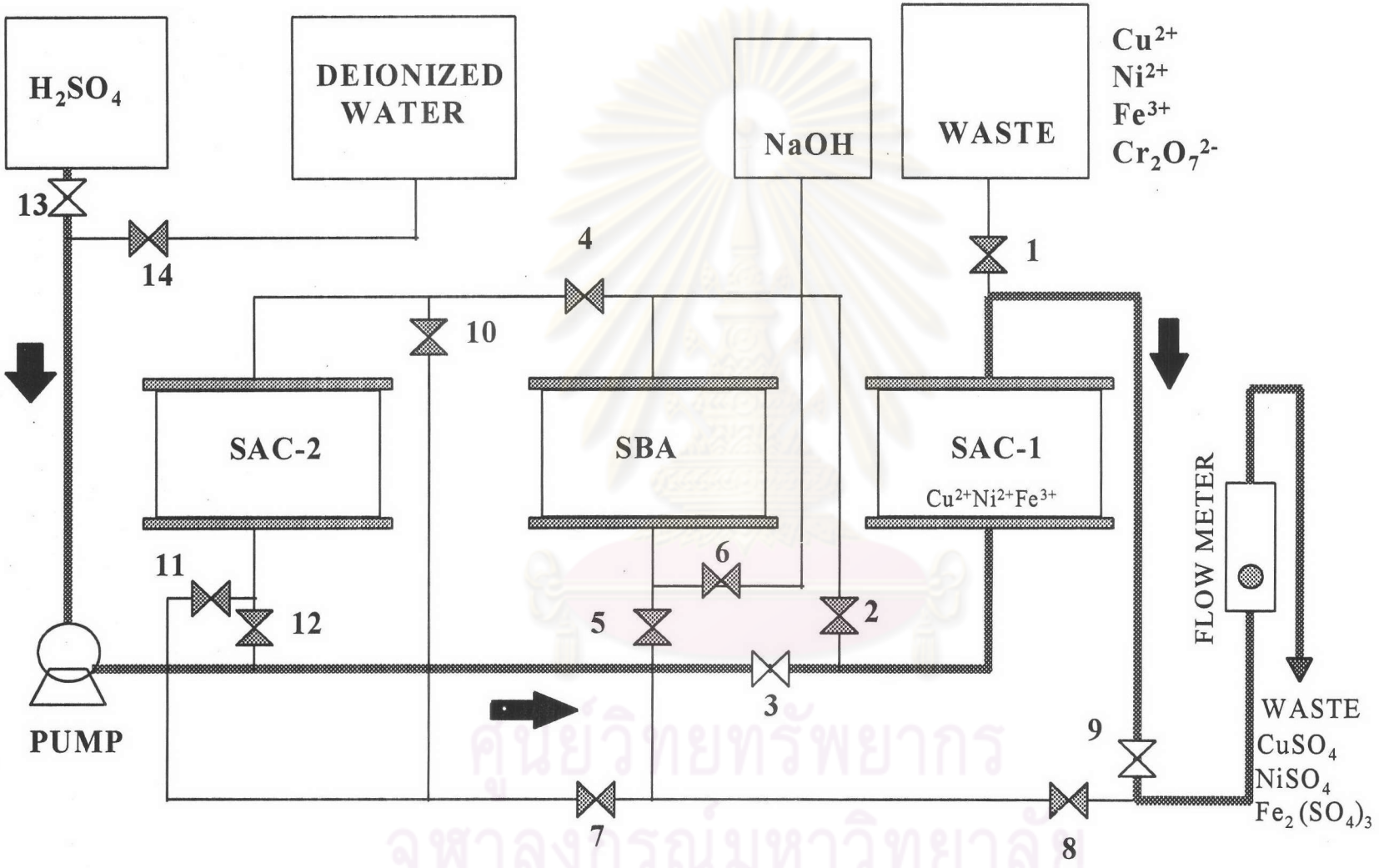
ภาพที่ 3.6 แผนผังแสดงขั้นตอนการรีเจนเนอเรตเรซิ่น SBA (DOWEX MSA-1) เพื่อสกัดโครเมียมออก (Regeneration) และเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของกรดโครมิก (Recovery)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



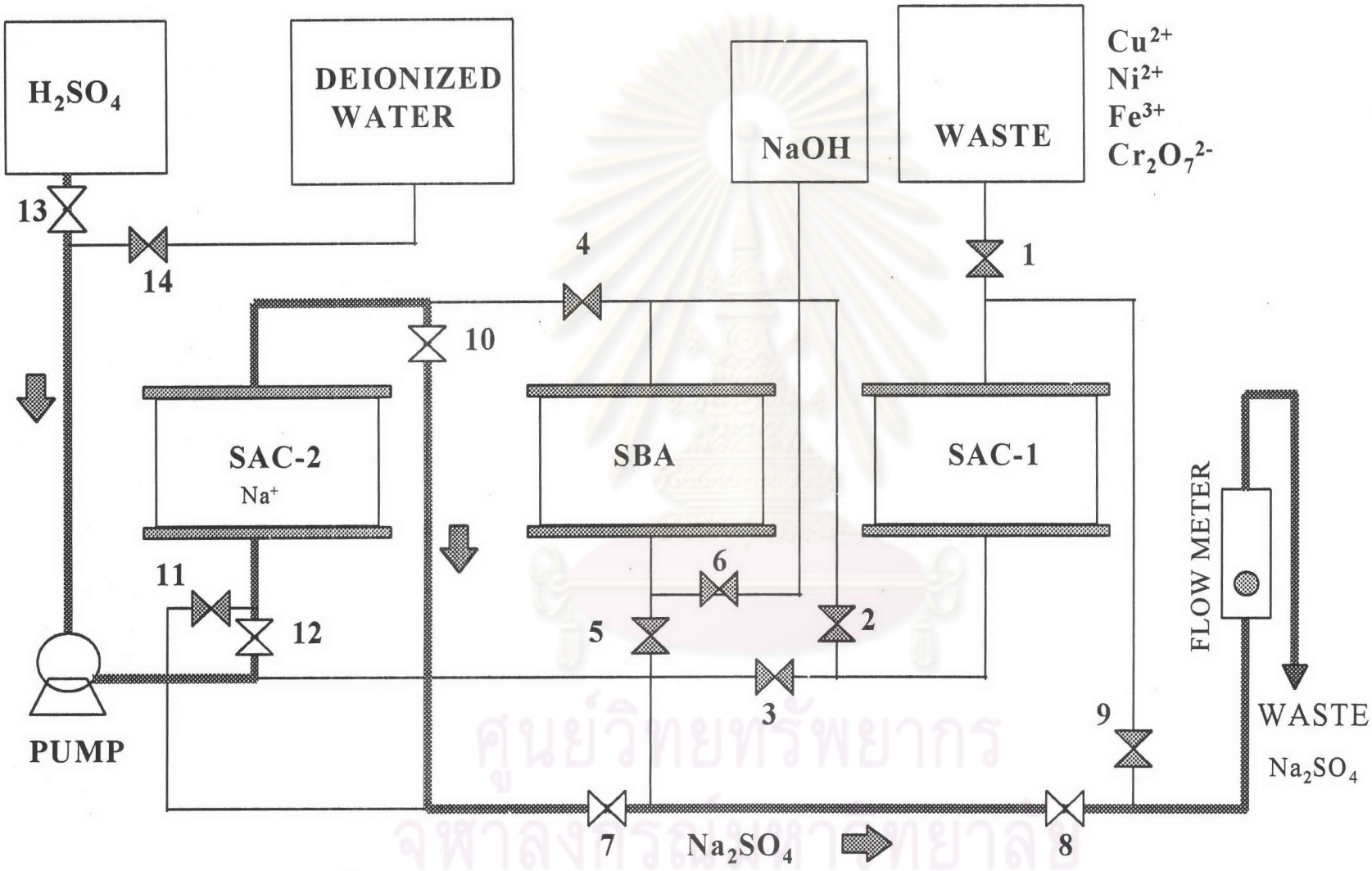
ภาพที่ 3.7 แผนผังแสดงขั้นตอนการล้างเรซิ่น (Rinse) SBA และ SAC-2 ด้วยน้ำ Deionized

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



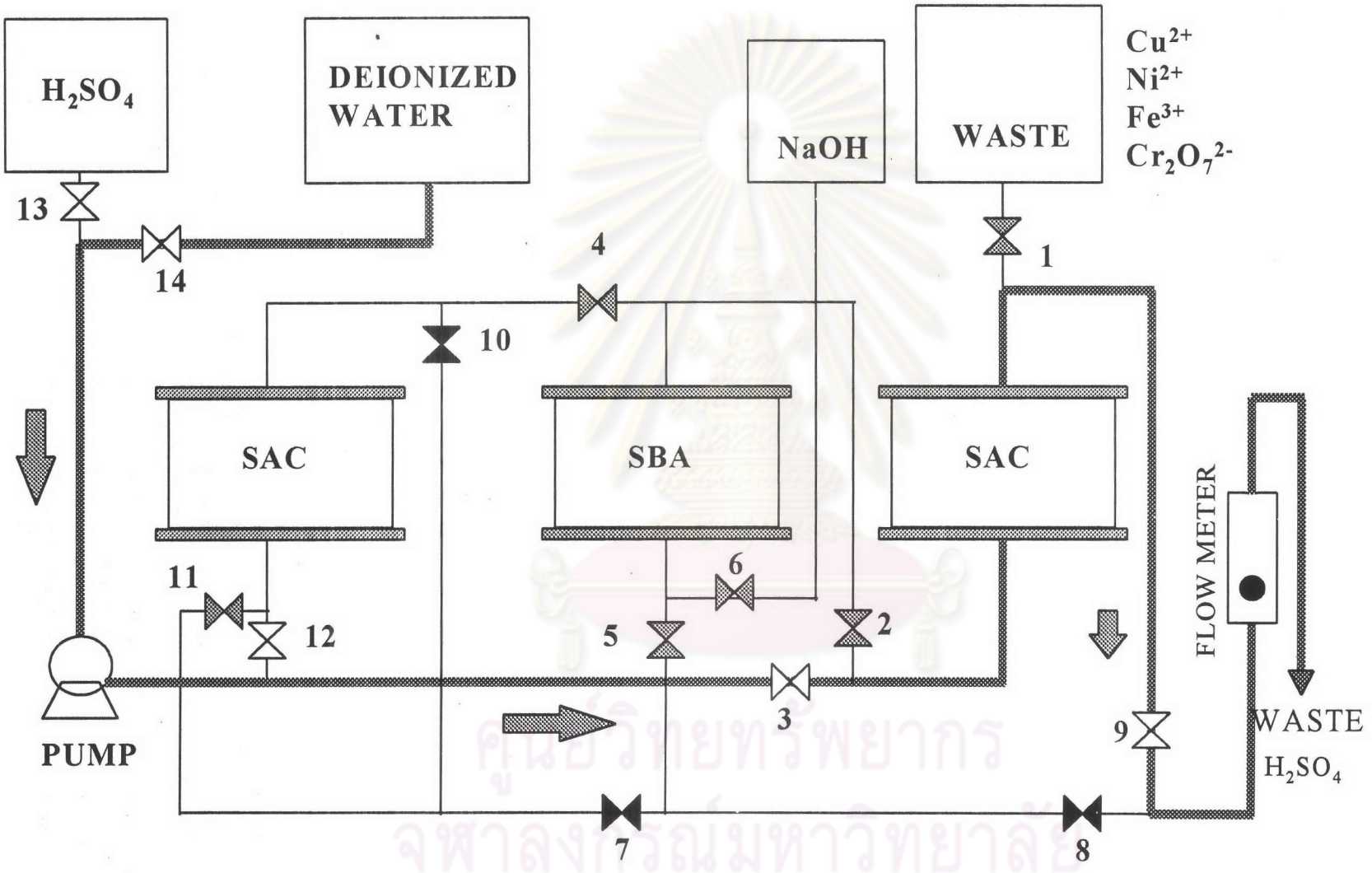
ภาพที่ 3.8 แผนผังแสดงขั้นตอนการรีเจนเนอเรตเรซิ่น SAC-1 (DOWEX MSC-1) ด้วย 8%H_2SO_4

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 3.9 แผนผังแสดงขั้นตอนการรีเจนเนอเรตเรซิ่น SAC-2 ด้วย 8%H_2SO_4

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 3.10 แผนผังแสดงขั้นตอนการล้างเรซิ่น SAC-1 (DOWEX MSC-1) ด้วยน้ำ Deionized

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย