

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการทดลองในระดับปฏิบัติการ ซึ่งใช้ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยเป็นสถานที่ศึกษาวิจัย

#### ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

##### 1. วัสดุและอุปกรณ์การวิจัย

- 1.1 ขวดพลาสติกพร้อมฝาขนาด 120 มิลลิลิตร
- 1.2 เครื่องชั่งละเอียด Mettler AT 200
- 1.3 เครื่องบด Moulinex รุ่น 643-763-899
- 1.4 เครื่องบดโดยบริษัท AEG รุ่น AMEB 80 Fx 2
- 1.5 แร่งสำหรับคัดขนาด รุ่น EMK4 บริษัท Josep Deckelmann
- 1.6 เครื่องเขย่า รุ่น HS 500 จากบริษัท Janke and Kunkel
- 1.7 กรวยกรองและใยแก้ว (glass wool)
- 1.8 พีเอชมิเตอร์
- 1.9 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ Varian, spectr AA-300 model
- 1.10 อุปกรณ์สำหรับการไตเตรต

##### 2. สารเคมีสำหรับการวิจัย

- 2.1 เมอร์คิวริกคลอไรด์ ( $\text{HgCl}_2$ ) จาก J.T.Beaker Ltd
- 2.2 เลดอะซิเตด ( $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ) จาก Kock-Light Laboratories Ltd
- 2.3 กรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$  65%) จาก E. Merck Ltd.
- 2.4 อีดีทีเอ ( $\text{EDTA C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) จาก Fluka Ltd
- 2.5 เอริโอโครม-ที (Eriochrom-T) จาก Riedel-de Haen Ltd.
- 2.6 เอทานอลามีน (Ethanalamine) จาก E. Merck Ltd.
- 2.7 แมกนีเซียมซัลเฟต ( $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) จาก E. Merck Ltd.

- 2.8 เอทานอล (Ethanol  $C_2H_5OH$ ) จาก E. Merck Ltd
- 2.9 แอมโมเนียมคลอไรด์ ( $NH_4Cl$ ) จาก Fluka Chemie Ltd.
- 2.10 แอมโมเนีย ( $NH_3$  28 %) จาก Ajax Chemocals Ltd.
- 2.11 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จาก E. Merck Ltd.
- 2.12 ซิงค์ซัลเฟต ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ) จาก Farmitalia Carlo erbra S.P.A. Milano

### 3. การเตรียมรีเอเจนต์

- 3.1 กรดไนตริก 0.5 นอร์มัล จำนวน 2000 มิลลิลิตร : ตวงกรดไนตริกเข้มข้น 70 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 2000 มิลลิลิตร
- 3.2 กรดไนตริก 1 นอร์มัล จำนวน 200 มิลลิลิตร : ตวงกรดไนตริกเข้มข้นจำนวน 14 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 200 มิลลิลิตร
- 3.3 กรดไนตริก 0.01 นอร์มัล จำนวน 1000 มิลลิลิตร : ปิเปตกรดไนตริกเข้มข้น 1 นอร์มัลจำนวน 10 มิลลิลิตร เติมน้ำให้ครบ 1000 มิลลิลิตร
- 3.4 พีเอช บัฟเฟอร์ 10 (pH buffer 10) : ชั่งแอมโมเนียมคลอไรด์ 14 กรัม ลงในสารละลายแอมโมเนีย 114 มิลลิลิตร เติมน้ำให้ครบ 200 มิลลิลิตร
- 3.5 เออร์โอโครม-ที : ชั่งเออร์โอโครม-ที 0.1 กรัม ลงในเอทานอลปริมาณจำนวน 15 มิลลิลิตร และเอทานอล 15 มิลลิลิตร
- 3.6 อีดีทีเอ เข้มข้น 0.01 โมลาร์ จำนวน 100 มิลลิลิตร : ชั่งอีดีทีเอ 0.3772 กรัม เติมน้ำกลั่นให้ครบ 100 มิลลิลิตร
- 3.7 แมกนีเซียม-อีดีทีเอ (Mg-EDTA) เข้มข้น 0.01 โมลาร์ : ชั่งอีดีทีเอ 7.444 กรัม และแมกนีเซียมซัลเฟต 4.932 กรัม เติมน้ำกลั่น 120 มิลลิลิตร พีเอช บัฟเฟอร์ - 10 จำนวน 5 มิลลิลิตร เออร์โอโครม-ที 3หยด ตามลำดับ หยดสารละลายอีดีทีเอที่มีความเข้มข้น 0.01 นอร์มัล จนสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีม่วงแดงเป็นสีน้ำเงิน
- 3.8 ซิงค์ซัลเฟตเข้มข้น 0.005 นอร์มัล จำนวน 1000 มิลลิลิตร : ชั่งซิงค์ซัลเฟตจำนวน 1.4377 กรัม (ชั่งน้ำหนักละเอียด) ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร
- 3.9 อีดีทีเอเข้มข้น 0.005 นอร์มัล จำนวน 2000 มิลลิลิตร : ชั่งอีดีทีเอ จำนวน 3.7224 กรัม เติมน้ำให้ครบ 2000 มิลลิลิตร แล้ววิเคราะห์หาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยการทำไตเตรตแบบย้อนกลับกับ ซิงค์ซัลเฟตเข้มข้น 0.005 นอร์มัล

$$\text{ความเข้มข้นของอีดีทีเอ} = 0.005 \times V / V_1$$

$V$  = ปริมาตรของซิงค์ซัลเฟตเข้มข้น 0.005 นอร์มัล (มิลลิลิตร)

$V_1$  = ปริมาตรของอีดีทีเอเข้มข้น 0.005 นอร์มัล (มิลลิลิตร)

3.10 โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.5 โมลาร์ จำนวน 500 มิลลิลิตร ซึ่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 14.72 กรัม เติมน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร

3.11 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่วเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน : ซึ่งเลดอะซิเตด 1.8307 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.12 ความเข้มข้นของไอออนปรอทเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วนซึ่งเมอร์คิวริก-คลอไรด์ 1.3535 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.13 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่วเข้มข้น 5 ส่วนในล้านส่วน ; ปิเปตน้ำที่เตรียมจากไอออนตะกั่วเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน ด้วย volumetric pipet จำนวน 5 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.14 ความเข้มข้นของไอออนปรอทเข้มข้น 5 ส่วนในล้านส่วน : ปิเปตน้ำที่เตรียมจากไอออนปรอทเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน ด้วย volumetric pipet จำนวน 5 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.15 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่วเข้มข้น 10 ส่วนในล้านส่วน : ปิเปตน้ำที่เตรียมจากไอออนตะกั่วความเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน ด้วย volumetric pipet ขนาด 10 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.16 ความเข้มข้นของไอออนปรอทเข้มข้น 10 ส่วนในล้านส่วน : ปิเปตน้ำที่เตรียมจากไอออนปรอทที่มีความเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน ด้วย volumetric pipet ขนาด 10 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.17 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่วเข้มข้น 25 ส่วนในล้านส่วน : ปิเปตน้ำที่เตรียมจากไอออนตะกั่วที่มีความเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน ด้วย volumetric pipet ขนาด 25 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.18 ความเข้มข้นของไอออนปรอทเข้มข้น 25 ส่วนในล้านส่วน : ปิเปตน้ำที่เตรียมจากไอออนปรอทที่มีความเข้มข้น 1000 ส่วนในล้านส่วน ด้วย volumetric pipet ขนาด 25 มิลลิลิตร ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.19 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่ว 50 ส่วนในล้านส่วน : ชั่งเลดอะซิเตดจำนวน 0.1509 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.20 ความเข้มข้นของไอออนปรอท 50 ส่วนในล้านส่วน : ชั่งเมอร์คิวริกคลอไรด์ จำนวน 0.0677 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.21 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่ว 100 ส่วนในล้านส่วน : ชั่งเลดอะซิเตดจำนวน 0.1831 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.22 ความเข้มข้นของไอออนปรอท 100 ส่วนในล้านส่วน : ชั่งเมอร์คิวริกคลอไรด์ 0.1354 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.23 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่ว 200 ส่วนในล้านส่วน : ชั่งเลดอะซิเตดจำนวน 0.3661 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 ส่วนในล้านส่วน เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.24 ความเข้มข้นของไอออนปรอท 200 ส่วนในล้านส่วน : ชั่งเมอร์คิวริกคลอไรด์ จำนวน 0.2707 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

3.25 ความเข้มข้นของไอออนตะกั่ว 300 ส่วนในล้านส่วน: ชั่งเลดอะซิเตดจำนวน 0.5492 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นให้ครบ 1000 มิลลิลิตร

3.26 ความเข้มข้นของไอออนปรอทเข้มข้น 300 ส่วนในล้านส่วน:ชั่งเมอร์คิวริกคลอไรด์ จำนวน 0.4061 กรัม ลงใน volumetric flask ขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนครบ 1000 มิลลิลิตร

4. การคัดเลือกวัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตรรวมถึงปริมาณที่จะถูกใช้เป็นวัตถุ ดิบในการวิจัย ชนิดของไอออนโลหะหนัก และสภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในการศึกษา

4.1 วัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตรได้แก่ ชี้อ้อย ฟางข้าว และขุยมะพร้าว

4.2 การปรับสภาพวัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตรจะใช้กรดไนตริกเข้มข้น 0.5 นอร์มัล

4.3 ชนิดของไอออนโลหะหนักได้แก่ตะกั่วและปรอท ซึ่งได้จากการเตรียมเลดอะซิเตด lead acetate ( $Pb(CH_3COO)_2$ ) และเมอร์คิวริกคลอไรด์ mercuric chloride( $HgCl_2$ )

4.4 ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ได้แก่ 5, 10, 25, 50, 100, 200 และ 300 มิลลิกรัม/ลิตร

4.5 เวลาที่วัตถุดิบจากของเหลือจากการเกษตรสัมผัสน้ำเสียสังเคราะห์ได้แก่ 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12, 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง

4.6 ปริมาณของวัตถุดิบจากของเหลือจากการเกษตรที่ใช้ในการวิจัยได้แก่ 0.1, 0.4, 0.8, 1.8 และ 2.0 กรัม

4.7 ค่าพีเอชจะศึกษาตั้งแต่ระหว่าง 3 - 7

## 5. แผนและวิธีดำเนินการวิจัย

### 5.1 ชั้นเตรียมการวิจัย

5.1.1 เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยการใช้ เลดอะซิเตด และเมอร์คิวริกคลอไรด์ ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ซึ่งจากการศึกษาจะใช้ความเข้มข้นที่ 5, 10, 25, 50, 100, 200 และ 300 มิลลิกรัม/ลิตร

5.1.2 การเตรียมวัตถุดิบจากของเหลือจากการเกษตรซึ่งได้แก่ ชี้อ้อย ฟางข้าว และ ขุยมะพร้าว

5.1.2.1 ผงชี้อ้อยจะได้รับการใส่ไม้กระดานตามโรงไม้ ซึ่งจะไม่ได้แยกชนิดของไม้ นั้น ๆ นำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

5.1.2.2 ฟางข้าวจะได้จากต้นข้าวที่แห้งโดยที่ถูกลำเมื่อดข้าวออก ถูกลำมาตัดเป็นเส้นให้มีขนาดเล็กลงพอที่จะสามารถบดด้วยเครื่องบดได้แล้วจึงนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

5.1.2.3 ขุยมะพร้าว โดยนำกาบมะพร้าวที่พบทั่วไปตามท้องตลาดมาอีกเพื่อแยกใยมะพร้าวกับขุยมะพร้าวออกจากกัน ใยที่ได้จะไม่ถูกนำมาใช้ในการวิจัย ขุยมะพร้าวนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

5.1.2.4 ทั้งชี้อ้อย ฟางข้าวและขุยมะพร้าวที่ได้จากการเตรียมขั้นต้นดังในข้อ 2.1.2.1-2.1.2.3 จะนำมาบดด้วยเครื่องบดของบริษัท AEG รุ่น AMEB 80 Fx 2 และเครื่องบดMoulinex รุ่น 643-763-899 เพื่อให้มีขนาดเล็กลงจากนั้นจึงทำการคัดขนาดด้วยร่งของบริษัท Josep Deckelmann รุ่น EMK 4 โดยขนาดที่คัดจะมีขนาดระหว่าง 60-80 mesh

5.1.3 ชั้นการปรับสภาพวัตถุดิบที่ได้จากการเตรียมข้างต้นด้วยการใช้กรดไนตริกเข้มข้น 0.5 นอร์มัล เพื่อไล่ประจุอื่น ๆ ที่มีอยู่ในวัตถุดิบจากการเกษตรที่เตรียมขึ้น โดยนำวัสดุที่เหลือจากการเกษตรประมาณ 100 กรัม นำไปกระจายในสารละลายกรดไนตริก 2000 มิลลิลิตร ที่มีความเข้มข้น 0.5 นอร์มัล เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองผ่านผ้าขาวบางแล้วจึงล้างวัตถุดิบที่ถูกปรับสภาพด้วยกรดแล้วด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งน้ำล้างมีพีเอชประมาณ 5.5 (Tan , 1988 และ Macchi

1988) นำวัตถุติดที่ถูกปรับสภาพแล้วอบแห้ง ที่ 105 องศาเซนเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เก็บวัตถุติดที่เตรียมขึ้นดังกล่าวไว้ในเดซิเคเตอร์ ซึ่งพร้อมที่จะนำไปใช้ในงานวิจัยต่อไป

## 5.2. ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

การวิจัยนี้เป็นการออกแบบการวิจัยเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการกำจัดไอออนของตะกั่วและปรอทในน้ำเสียที่สังเคราะห์ขึ้น ซึ่งหมายความถึงน้ำเสียที่สังเคราะห์จะมีองค์ประกอบเดียว ๆ ซึ่งจะไม่ใช่ น้ำเสียที่มีไอออนตั้งแต่สองชนิด

5.2.1 ขั้นการศึกษาเลือกช่วงเวลาที่มีผลต่อการกำจัดไอออนตะกั่ว และปรอท โดยเลือกเวลาที่ใช้ศึกษาคือ 0.5, 2, 3, 4, 12, 24, 48, 72 และ 96 ชั่วโมง และควบคุมตัวแปรดังต่อไปนี้

- ปริมาณของซีลีเนียม ฟางข้าว และขุยมะพร้าว เป็น 0.200 กรัม
- ความเข้มข้นของน้ำตะกั่ว และปรอทสังเคราะห์ 100 ส่วนในล้านส่วน ซึ่งใช้

ปริมาตร 50 มิลลิลิตร

- พีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์เท่ากับ 7

5.2.2 ขั้นการศึกษาปริมาณของวัตถุติดจากการเกษตรที่มีผลต่อการกำจัดไอออนตะกั่ว และปรอท ซึ่งน้ำหนักของวัตถุติดดังกล่าวได้แก่ 0.1, 0.4, 0.8, 1.2, 1.8 และ 2.0 กรัม โดยควบคุมตัวแปรดังต่อไปนี้

- เวลาที่วัตถุติดสัมผัสกับน้ำเสียสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง
- ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีไอออนตะกั่วและปรอทเป็น 100 ส่วน

ในล้านส่วน ซึ่งใช้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร

- พีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์เท่ากับ 7.0

5.2.3 ขั้นการศึกษาพีเอชที่มีผลต่อการกำจัดไอออนของตะกั่วและปรอทในน้ำเสียสังเคราะห์ ซึ่งพีเอชที่ใช้ศึกษาได้แก่ 3, 5, 6, 6.5 และ 7 โดยควบคุมตัวแปรดังต่อไปนี้

- เวลาที่วัตถุติดสัมผัสกับน้ำเสียสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง
- ความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ 100 ส่วนในล้านส่วน โดยใช้ปริมาตร

น้ำเสีย 50 มิลลิลิตร

- ปริมาณของวัตถุติดที่ใช้ศึกษาเท่ากับ 0.200 กรัม

5.2.4 ขั้นการศึกษาความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีผลต่อการกำจัดไอออนของตะกั่วและปรอท โดยเลือกความเข้มข้นของไอออนของตะกั่ว และปรอทที่ 5, 10, 25, 50, 100, 200 และ 300 ส่วนในล้านส่วนโดยใช้ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และควบคุมตัวแปรดังต่อไปนี้

- เวลาที่วัตถุติดสัมผัสกับน้ำเสียสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง
- ปริมาณของวัตถุติดที่ใช้ในการศึกษา 0.200 กรัม

- พิเศษของน้ำเสียสังเคราะห์เป็น 7

5.2.5 หลังจากได้ข้อมูลจาก 2.2.1-2.2.4 แล้วข้อมูลต่าง ๆ จะถูกนำมาออกแบบการทดลอง โดยควบคุมตัวแปรที่ได้จากข้อมูลดังกล่าว ซึ่งได้แก่ปริมาณของวัตถุติด พิเศษของน้ำเสีย และความเข้มข้นของน้ำเสียสังเคราะห์ และตัดช่วงเวลาซึ่งได้จากข้อมูลข้อ 2.2.1 เพื่อศึกษาเวลาที่เหมาะสมต่อการกำจัดไอออนของโลหะหนักทั้งสอง

หมายเหตุ

1. หลังจากกำหนดสภาวะหรือเงื่อนไขที่ศึกษา น้ำเสียสังเคราะห์จะถูกสัมผัสกับวัตถุติด ที่ได้รับการปรับสภาพตามเงื่อนไขที่กำหนดขึ้นด้วยการเขย่าด้วยความเร็วประมาณ 170 รอบต่อนาที กรองของผสมดังกล่าวผ่านใยแก้ว แล้วจึงวิเคราะห์หาปริมาณไอออนที่เหลือหลังจาก ไอออน นั้นถูกจับด้วยวัตถุติดดังกล่าวด้วยวิธีไตเตรตกับอีดีทีเอ

2. การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนของตะกั่ว และปรอทจะใช้วิธีอีดีทีเอ (EDTA method) เป็นส่วนใหญ่ ด้วยการไทเตรตแบบย้อนกลับ (back titration)

3. การคำนวณปริมาณ ไอออนหรือความเข้มข้นดังนี้

$$\text{mg Pb} = [(A \times B) - (C \times D)] 207.2$$

$$\text{mg Hg} = [(A \times B) - (C \times D)] 200.59$$

A = ความเข้มข้นของ EDTA (โมลาร์)

B = ปริมาตรของ EDTA (มิลลิลิตร)

C = ความเข้มข้นของ  $\text{ZnSO}_4$  (โมลาร์)

D = ปริมาตรของตัวไตเตรนต์ คือ  $\text{ZnSO}_4$  (มิลลิลิตร)

4. การวิจัยทั้งหมดจะทำที่อุณหภูมิต่ำ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย