หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3
การวางแผนและวิธีการทดลอง

จากแนวทางการกำจัดสารหนูด้วยวิธีการต่างๆ ดังที่กล่าวมา วิธีการที่น่าจะปฏิบัติได้ คือ การตกตะกอนกับโลหะหนักที่มีหลายวาเลนซี เนื่องจากเป็นกระบวนการหนึ่งของระบบปรับปรุงคุณภาพน้ำในระบบประปาอยู่แล้ว และการลงทุนไม่สูงมากนัก และการกำจัดสารหนูในน้ำ จำเป็นต้องมีเจ้าหน้าที่ซึ่งมีความรู้ ความชำนาญในการควบคุมระบบของกระบวนการปรับปรุงคุณภาพน้ำ ให้ได้ตามมาตรฐานคุณภาพน้ำดื่ม เพื่อมิให้ประชาชนต้องเสี่ยงต่อการเกิดโรคเนื่องจากน้ำดื่มอีกต่อไป

การศึกษาครั้งนี้ กระทำเพื่อศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู โดยการตกตะกอนด้วยโคแอกกูแลนต์ชนิดต่างๆ รวมทั้งเพิ่มการออกซิไดส์ด้วยคลอรีนร่วมกันการตกตะกอน โดยมีสมมุติฐานการวิจัยดังนี้

1. พีเอชของสารละลาย และความเข้มข้นของโคแอกกูแลนต์ มีผลต่อประสิทธิภาพกำจัดสารหนู

2. รูปของสารหนู (อาร์เซไนต์ และอาร์เซเนต) และความเข้มข้นของสารหนูในน้ำ มีผลต่อประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู

3. การออกซิเดชั่นด้วยคลอรีนก่อน แล้วจึงตกตะกอนด้วยโคแอกกูแลนต์จะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู

3.1 รูปแบบการวิจัย

เป็นการวิจัยเชิงทดลอง (Experimental Research) กระทำภายใต้สภาวการณ์ที่กำหนดขึ้นภายในห้องปฏิบัติการ

3.2 สถานที่ทำการวิจัย

การศึกษาครั้งนี้ กระทำขึ้นที่ห้องปฏิบัติการกองอนามัยสิ่งแวดล้อม กรมอนามัย

3.3 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีในการทดลองกำจัดสารหนู

1. เครื่องกลั่นน้ำ ELGASTAT UHQ
2. เครื่องกวนตะกอน (Jar Tester) โดยเครื่อง ISUZU Model WT-6
3. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) โดยเครื่อง HORIBA Model M-8
4. บีกเกอร์ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
5. กระบอกตวง และ Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร
6. บิเปตสำหรับเติมสารละลาย
7. สารประกอบโซเดียมอาร์เซไนต์ (Sodium Arsenite, $NaAsO_2$) สารประกอบโซเดียมอาร์เซเนต (Sodium Arsenate, $NaHAsO_4 \cdot 7H_2O$) สารประกอบอาร์เซนิคไตรออกไซด์ (Arsenic trioxide, As_2O_3)
8. สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Sodium Carbonate, Na_2CO_3)
9. สารละลายสารส้ม (Alum)
10. สารละลายเฟอร์ริคคลอไรด์ (Ferric Chloride, $FeCl_3$)
11. สารละลายเฟอร์ริคซัลเฟต (Ferric Sulfate, $Fe_2(SO_4)_3$)

3.4 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีในการตรวจวิเคราะห์สารหนู

1. บิเปต ขนาดต่างๆ สำหรับดูดตัวอย่างน้ำและสารละลาย
2. Arsine generator และ Absorption tube
3. เครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (Shimadzu Model UV-120-01)
4. Hydrochloric acid (conc.)
5. Potassium Iodide (KI)
6. Stannous Chloride ($SnCl_2$)
7. Lead Acetate Solution (Pb Ac)
8. Zinc powder
9. Silver Diethyldithiocarbamate (SDDC)
10. สำลี

3.5 การดำเนินการทดลอง

3.5.1 สิ่งทดลองและเหตุผลที่ศึกษา

ก. ชนิดของโคแอกกูแลนต์ : Alum, Ferric Chloride, Ferric Sulphate

เหตุผล จากการทบทวนเอกสารพบว่า เฟอร์ริคคลอไรด์และเฟอร์ริคซัลเฟต เป็นโคแอกกูแลนต์ที่มีความสามารถในการกำจัดสารหนูออกจากน้ำได้ ส่วนสารส้มเป็นสารโคแอกกูแลนต์ที่มีใช้อยู่ในระบบประปาทั่วไปอยู่แล้ว และมีราคาถูก จึงต้องการศึกษาว่าสารส้มจะมีประสิทธิภาพในการกำจัดสารหนูมากน้อยเพียงใด

ข. ปริมาณโคแอกกูแลนต์ : 20, 30, 40 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

เหตุผล ต้องการศึกษาโคแอกกูแลนต์ปริมาณต่ำ เพื่อมิให้รบกวน ความสามารถในการปรับพีเอชของน้ำมากนัก และปริมาณที่ใช้ควรมีปริมาณต่ำ แต่ยังสามารถกำจัดสารหนูได้ เพื่อลดค่าใช้จ่ายในการปรับคุณภาพน้ำ

ค. พีเอชของสารละลาย : 6.5, 7.0, 7.5, 8.0, 8.5

เหตุผล เพื่อให้มีพีเอชใกล้เคียงกับน้ำธรรมชาติ จึงไม่ต้องเสียค่าใช้จ่ายหรือใช้กระบวนการต่างๆ เพื่อปรับคุณภาพน้ำให้มีพีเอชเป็นกลางมากนัก และสามารถนำไปประยุกต์กับระบบปรับคุณภาพขนาดเล็กได้

ง. รูปของสารหนู : As (III), As (V)

เหตุผล ในน้ำธรรมชาติจะพบสารหนูอนินทรีย์มาก และส่วนใหญ่จะพบทั้งในรูปอาร์เซไนต์ (As(III)) และอาร์เซเนต (As(V)) ในสัดส่วนที่ต่างกัน รวมทั้งอัตราการเปลี่ยนแปลงระหว่างสารหนูทั้งสองรูปนี้เป็นไปได้ช้า ในสภาวะพีเอชเป็นกลาง ยกเว้นในสภาพที่เป็นกรด หรือด่างอย่างแรง จึงจะเปลี่ยนวาเลนซีได้ และมีความยากง่ายในการกำจัดสารหนูออกจากน้ำต่างกัน

จ. ความเข้มข้นของสารหนู : 0.01-0.10, 0.10-1.00, 1.00-5.00 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

<u>เหตุผล</u> ศึกษาเฉพาะปริมาณสารหนูที่พบในน้ำธรรมชาติของประเทศไทยเท่านั้น เพื่อนำไปประยุกต์กับการผลิตน้ำประปา จากแหล่งน้ำดิบที่มีสารหนูปนเปื้อนตามธรรมชาติ

ฉ. ชนิดของออกซิแดนต์ : ไม่ใช้คลอรีน หรือใช้คลอรีน

<u>เหตุผล</u> จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่า การเติมคลอรีนก่อนตกตะกอน จะมีผลต่อประสิทธิภาพการกำจัดสารหนูได้

3.5.2 ขั้นตอนการทดลอง

กระบวนการทดลองแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ

1. การทดลองกำจัดสารหนูในน้ำด้วยกระบวนการตกตะกอน
2. การตรวจวัดปริมาณสารหนูในน้ำเริ่มต้นและคงเหลือในน้ำ

3.6 <u>วิธีการทดลองการกำจัดสารหนู</u>

3.6.1 เตรียมตัวอย่างน้ำสังเคราะห์ที่มีสารหนูเป็นองค์ประกอบ โดยใช้น้ำกลั่นผสมกับสารประกอบโซเดียมอาร์เซไนต์ (As(III)) หรือโซเดียมอาร์เซเนต (As(V)) ให้มีความเข้มข้นเท่าที่กำหนดไว้ในแผนการทดลอง และน้ำมีค่าความเป็นด่าง (alkalinity) 200 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

ในกรณีที่ทดสอบการเพิ่มประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู โดยการออกซิเดชั่นด้วยคลอรีนนั้น เตรียมตัวอย่างน้ำให้มีคลอรีนเข้มข้นประมาณ 15 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

3.6.2 เก็บตัวอย่างน้ำเพื่อตรวจวัดปริมาณสารหนูเริ่มต้น

3.6.3 ตวงตัวอย่างน้ำใส่บีกเกอร์ จำนวน 6 บีกเกอร์ ให้มีปริมาตรสุดท้าย ภายหลังเติมโคแอกกูแลนต์เท่ากับ 500 มิลลิลิตร

3.6.4 เปิดเครื่องกวนตะกอน ให้ใบพัดหมุนด้วยความเร็ว 100 รอบ/นาที นาน 1 นาที พร้อมกับเติมสารโคแอกกูแลนต์ ให้มีปริมาณตามที่กำหนดไว้ในแผนการทดลอง

ม.ล.จ.ฬ. 2535 ก.178

3.6.5 ลดความเร็วของใบพัด ให้มีความเร็ว 30 รอบ/นาที นาน 15 นาที

3.6.6 ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนนาน 30 นาที

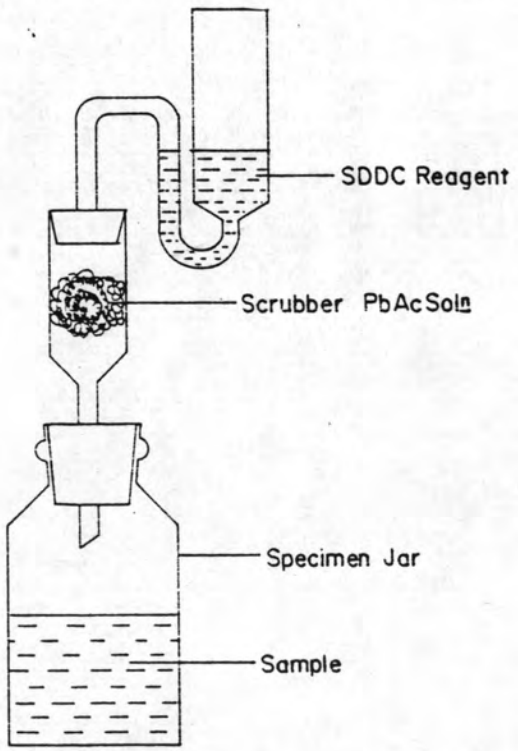
3.6.7 เก็บตัวอย่างน้ำวิเคราะห์พีเอช และปริมาณสารหนูคงเหลือ

3.7 <u>การตรวจวัดปริมาณสารหนูในน้ำ</u>

ตรวจวัดด้วยวิธี Silver Diethyldithiocarbamate ซึ่งกำหนดไว้ใน Standard Method Examination of Water and Wastewater (APHA, AWWA and WPCF, 1984) ประกอบด้วยเครื่องมือ 2 ชนิด ได้แก่

3.7.1 การทำให้เกิดสารประกอบ Arsenic Diethyldithiocarbamate ประกอบด้วย Arsine generator และ Absorption tube ดังรูป 3.1

3.7.2 การตรวจวัดปริมาณ Arsenic Diethyldithiocarbamate ด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ Shimadzu Model UV - 120 - 01



รูป 3.1 Arsine Generator และ Absorption Tube

3.8 วิธีการตรวจวัด

3.8.1 ใช้บิเปตดูดตัวอย่างเฉพาะส่วนน้ำใส 35 มิลลิลิตร ใส่ใน Specimen Jar

3.8.2 เติม HCl conc. 5 มิลลิลิตร, KI 2 มิลลิลิตร และ $SnCl_2$ 0.40 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงใน Specimen Jar พร้อมเขย่าให้สารละลายเข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 15 นาที

3.8.3 เตรียม Scrubber tube โดยฉีด Lead Acetate Solution ลงที่สำลี และบรรจุลงใน Scrubber Tube

3.8.4 เตรียม Absorption Tube โดยใช้บิเปตดูดสารละลาย Silver Diethyldithiocarbamate 4 มิลลิลิตร ลงใน Absorption tube

3.8.5 เติม Zinc powder 3 กรัมลงใน specimen jar ปิดด้วย Scrubber tube และ Absorption tube ทันที ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที

3.8.6 นำสารละลายจาก Absorption tube ไปวัด Absorbance ด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ ความยาวคลื่น 535 นาโนเมตร

3.9 ขั้นตอนในการดำเนินการวิจัย

การศึกษาวิจัยในครั้งนี้ได้วางรูปแบบการวิจัยเป็น 6 การทดลอง โดยที่การทดลองที่ 1 - 5 เป็นการทดลองเพื่อกำจัดสารหนูในน้ำสังเคราะห์ ซึ่งเตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ ส่วนการทดลองที่ 6 เป็นการนำผลของการศึกษาจากการทดลองที่ 1 - 5 มาทดลองกำจัดสารหนูในน้ำธรรมชาติ ดังนี้

3.9.1 การทดลองที่ 1 หาปริมาณสารโคแอกกูแลนต์ และพีเอชที่เหมาะสมในการกำจัดสารหนูในน้ำโดยการตกตะกอนด้วยโคแอกกูแลนต์ 3 ชนิด

หลักการวางแผนการทดลอง 3 x 5 Factorial Design, 2 replicate, n = 30, 3 treatment

การวิเคราะห์ข้อมูล : วิเคราะห์ความแปรปรวน แบบ 2 ทาง (Analysis of Variance, ANOVA)

: เรียงลำดับความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูลโดยใช้ Multiple Comparison Test

แบ่งการทดลองเป็น 3 การทดลอง คือ

<u>การทดลองที่ 1.1</u> การกำจัดสารหนูในน้ำโดยการตกตะกอนด้วย<u>สารส้ม</u> ที่ความเข้มข้นสารส้ม 20, 30 และ 40 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร พีเอช 6.5, 7.0, 7.5, 8.0 และ8.5 (ความเข้มข้นสารหนูเริ่มต้น 0.10 - 1.00 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร)

<u>การทดลองที่ 1.2</u> การกำจัดสารหนูในน้ำโดยการตกตะกอนด้วย <u>เฟอร์ริคคลอไรด์</u> ที่ความเข้มข้นและพีเอชเช่นเดียวกับ 1.1

<u>การทดลองที่ 1.3</u> การกำจัดสารหนูในน้ำ โดยการตกตะกอนด้วย <u>เฟอร์ริคซัลเฟต</u>ที่ความเข้มข้นและพีเอชเช่นเดียวกับ 1.1

3.9.2 การทดลองที่ 2 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารหนูในน้ำโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมี 3 ชนิด

หลักการวางแผนการทดลอง One - Way ANOVA, 5 replicate, n= 15 โดยเลือก combination ที่กำจัดสารหนูเฉลี่ยได้ดีที่สุดของแต่ละการทดลอง (จาก 1.1, 1.2, 1.3) มาเป็น Treatment ในการทดลองนี้

หลักการวิเคราะห์ข้อมูล วิเคราะห์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูลโดยใช้ T-Test

3.9.3 การทดลองที่ 3 ศึกษาการกำจัดสารหนูในน้ำในรูป As(III), As(V) 3 ความเข้มข้นโดยการตกตะกอนด้วยสารโคแอกกูแลนต์ 3 ชนิด

หลักการวางแผนการทดลอง นำมาวางแผนแบบ 2 x 3 Fáctorial Design, 3 replicate, n = 18, 3 treatment โดยกำหนดสภาวะการทดลองที่พีเอช 7.5 และความเข้มข้นของโคแอกกูแลนต์ 30 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

การวิเคราะห์ข้อมูล : วิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA)

: เรียงลำดับความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูลโดยใช้ Multiple Comparison Test.

แบ่งการทดลองเป็น 3 การทดลองคือ

การทดลองที่ 3.1 การกำจัดสารหนูในน้ำในรูป As (III), As (V) ความเข้มข้น 0.01 - 0.10, 0.10 - 1.00 และ 1.00 - 5.00 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร โดยการตกตะกอนด้วยสารส้ม

การทดลองที่ 3.2 การกำจัดสารหนูในน้ำในรูป As (III) , As (V), 3 ความเข้มข้น โดยการตกตะกอนด้วยเฟอร์ริคคลอไรด์

การทดลองที่ 3.3 การกำจัดสารหนูในน้ำในรูป As (III) , As (V), 3 ความเข้มข้น โดยการตกตะกอนด้วยเฟอร์ริคซัลเฟต

3.9.4 การทดลองที่ 4 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารหนูในน้ำในรูป As (III) ความเข้มข้น 0.10 - 1.00 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร โดยการตกตะกอนด้วยสารเคมี 3 ชนิด และการออกซิเดชั่นร่วมกับการตกตะกอน

หลักการวางแผนการทดลอง วางแผนโดยใช้ One - Way ANOVA, 30 replicate, n = 60, 3 treatment กำหนดสภาวะการทดลองที่พีเอช 7.0 และความเข้มข้นของโคแอกกูแลนต์ 30 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร

หลักการวิเคราะห์ข้อมูล วิเคราะห์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูลโดยใช้ T - Test

3.9.5 การทดลองที่ 5 ศึกษาการกำจัดสารหนู ในรูป As (III), As (V) (เข้มข้น 0.10 - 1.00 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร) โดยการตกตะกอนด้วยสารเคมี หรือการออกซิเดชั่น (เติมคลอรีน 15 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร) แล้วตามด้วยการตกตะกอนด้วยสารเคมี 3 ชนิด

หลักการวางแผนการทดลอง 2 x 2 Factorial design, r= 3, n = 12, 3 treatment

หลักการวิเคราะห์ข้อมูล : วิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA)
: เรียงลำดับความแตกต่างของข้อมูลโดยใช้ Multiple Comparison Test

แบ่งการทดลองเป็น 3 การทดลอง คือ

<u>การทดลองที่ 5.1</u> การกำจัดสารหนูในรูป As (III), As (V) โดยการเติมหรือไม่เติมคลอรีน แล้วตามด้วยการตกตะกอนด้วยสารส้ม

<u>การทดลองที่ 5.2</u> เช่นเดียวกับ 5.1 แต่ตกตะกอนด้วยเฟอร์ริคคลอไรด์

<u>การทดลองที่ 5.3</u> เช่นเดียวกับ 5.1 แต่ตกตะกอนด้วยเฟอร์ริคซัลเฟต

3.9.6 การทดลองที่ 6 ศึกษาประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู<u>ในน้ำธรรมชาติ</u>จากแหล่งต่างๆ โดยการตกตะกอนด้วยสารส้ม เฟอร์ริคคลอไรด์ และเฟอร์ริคซัลเฟตหรือการออกซิเดชั่นด้วยคลอรีนร่วมกับการตกตะกอนด้วยสารเคมี

3.10 สถิติที่ใช้ในการวิเคราะห์ข้อมูล

3.10.1 สถิติพรรณา ได้แก่ ค่าเฉลี่ย (Mean) นำมาเขียนกราฟ เพื่อทำนายรูปแบบของผลการศึกษา เช่น ประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู โดยการตกตะกอนด้วยโคแอกกูแลนต์ชนิดต่างๆ เมื่อสารละลายมีพีเอชต่างกัน หรือ ประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู เมื่อมีการออกซิเดชั่นด้วยคลอรีนแล้วตกตะกอนด้วยโคแอกกูแลนต์และการตกตะกอนเพียงอย่างเดียว

3.10.2 สถิติวิเคราะห์ เลือกวิธีการวิเคราะห์ข้อมูลหลายวิธี แล้วแต่ชนิดของข้อมูลที่ต้องการประมวล โดยการใช้ไมโครคอมพิวเตอร์ โปรแกรมสำเร็จรูป SPSS/PC^{+} และการคำนวณดังนี้

3.10.2.1 วิเคราะห์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูล โดยใช้ T-Test เช่น การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู โดยการออกซิเดชั่นก่อนแล้วจึงตกตะกอน และการตกตะกอนเพียงอย่างเดียว (การทดลองที่ 4) นำเสนอข้อมูลในรูปตาราง

3.10.2.2 วิเคราะห์ความแปรปรวนแบบจำแนกทางเดียว (One-way Analysis of Variance, ANOVA) เช่น การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารหนู โดยการตกตะกอนด้วยโคแอกกูแลนต์ชนิดต่างๆ ว่าชนิดใด จะกำจัดสารหนูได้แตกต่างกันหรือไม่ เมื่อทดลองภายใต้สภาวะที่เหมาะสม (ด้านพีเอชและความเข้มข้นของโคแอกกูแลนต์) ของโคแอกกูแลนต์แต่ละชนิด (การทดลองที่ 2)

3.10.2.3 วิเคราะห์ความแปรปรวนแบบจำแนกสองทาง (Two-way Analysis of Variance) เช่น การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารหนูในรูปอาร์เซไนต์และอาร์เซเนต ว่ามีความแตกต่างกันหรือไม่ (การทดลองที่ 1,3,5)

3.10.2.4 การเปรียบเทียบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูลโดยการจัดเรียงลำดับ (Multiple Comparison Test) เป็นข้อมูลที่

วิเคราะห์ต่อจากการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบจำแนกทางเดียว เมื่อพบว่าข้อมูลชุดใดมีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ จึงนำมาทดสอบต่อโดยการเรียงลำดับความแตกต่างนั้น เพื่อหาว่าข้อมูลกลุ่มใดแตกต่างกับกลุ่มใด ด้วยวิธี Least Significant Difference (LSD) ที่ $\alpha = 0.05$

3.10.2.5 การเปรียบเทียบความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของข้อมูลโดยการจัดเรียงลำดับ (Multiple Comparison Test) เป็นการทดสอบข้อมูลต่อจากการวิเคราะห์ ความแปรปรวนแบบจำแนกสองทาง เมื่อพบว่าข้อมูลที่นำมาเปรียบเทียบอย่างน้อยหนึ่งคู่ มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ จึงนำข้อมูลมาจัดเรียงลำดับ และคำนวณว่าคู่ใดมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ด้วยวิธีของ Scheffe (Scheffe Method) ที่ $\alpha = 0.05$