

## บทที่ 2

### วิธีการวิจัย

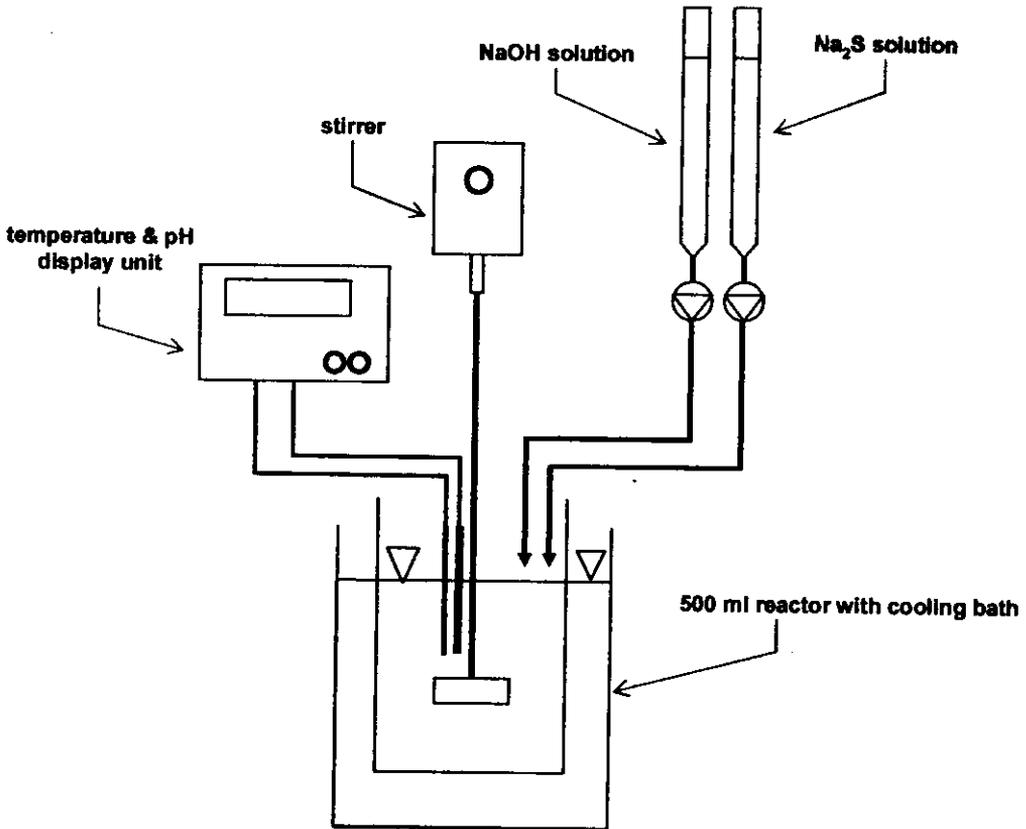
#### วัตถุประสงค์

1. ของเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีโอดี
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ระดับคุณภาพวิเคราะห์และประเภทอุตสาหกรรมระดับคุณภาพ 1
3. โซเดียมซัลไฟด์ระดับคุณภาพวิเคราะห์
4. เพอร์ริลซัลเฟตประเภทอุตสาหกรรม
5. เพอร์ริลซัลเฟตระดับคุณภาพวิเคราะห์
6. กรดซัลฟิวริกระดับคุณภาพวิเคราะห์
7. สารละลายมาตรฐานโครเมียมความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร
8. สารละลายมาตรฐานปรอทความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร
9. สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ความเข้มข้นปรอท (ภาคผนวก ข)

#### อุปกรณ์

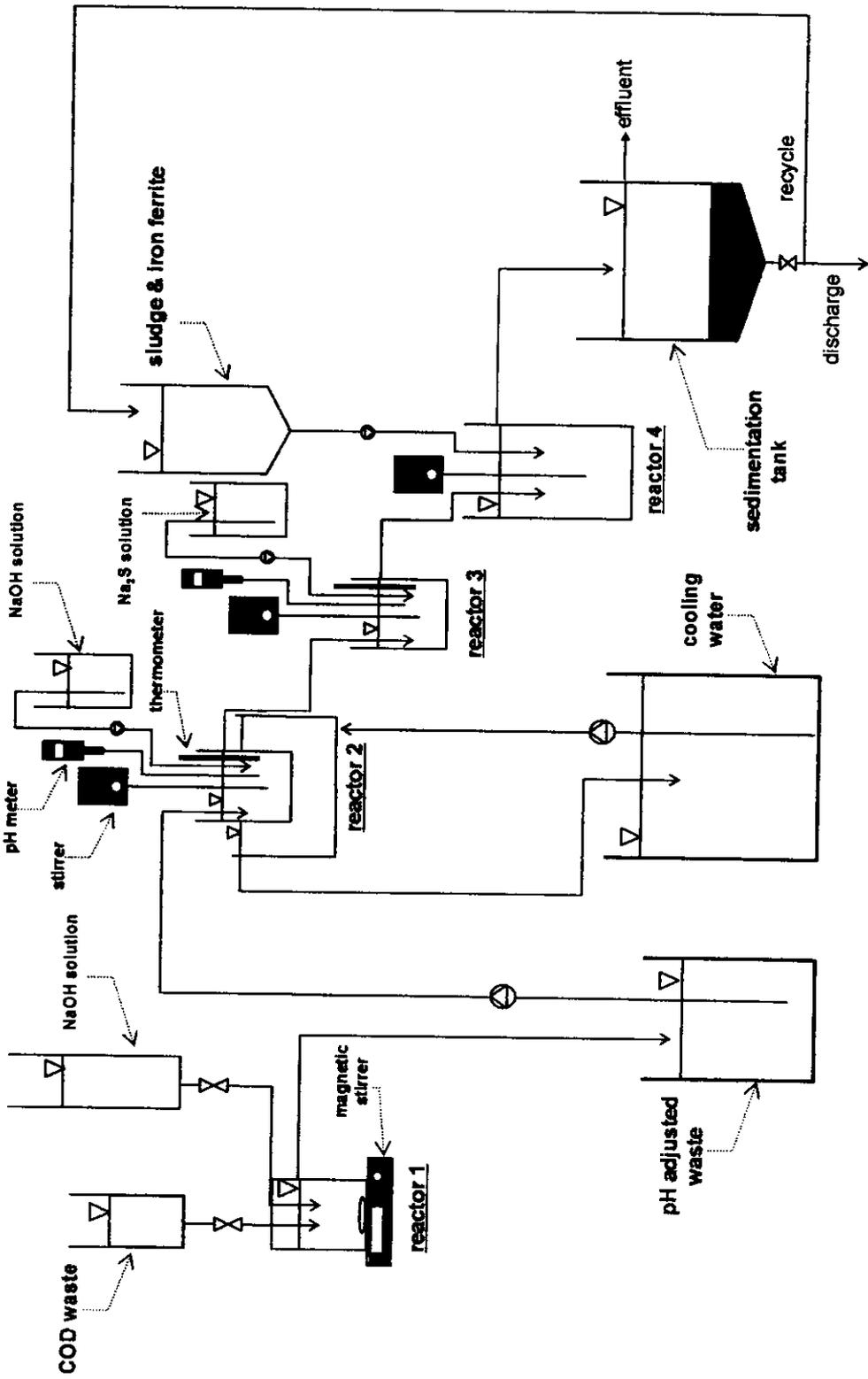
1. อุปกรณ์วิเคราะห์สมบัติของของเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีโอดี
  - 1.1 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (atomic absorption spectrophotometer) รุ่น AA 2000 พร้อมหลอดซอลโลแคธอด (hollow cathode lamp) ของโครเมียม บริษัท Varian
  - 1.2 เครื่องออปติคอลลีมิสชันสเปกโตรมิเตอร์ (optical emission spectrometer) บริษัท Perkin Elmer Instrument รุ่น Optima 4300 DV
  - 1.3 เครื่องโคลด์เวเพอร์อะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (cold vapor atomic absorption spectrophotometer) รุ่น 50D บริษัท Bacharach
  - 1.4 เครื่องวัดความเป็นกรด เป็นด่าง (pH meter) บริษัท WTW
2. เครื่องแก้วที่จำเป็น

3. ชุดอุปกรณ์ทดลองระดับห้องปฏิบัติการ (ภาพประกอบ 3)



ภาพประกอบ 3 แบบจำลองชุดอุปกรณ์ทดลองระดับห้องปฏิบัติการ

4. ชุดอุปกรณ์ทดลองระดับนำร่อง (ภาพประกอบ 4)



ภาพประกอบ 4 แบบจำลองชุดอุปกรณ์ทดลองระดับน้ำร่อง

## วิธีดำเนินการ

1. การทดลองในระดับห้องปฏิบัติการเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมและมีประสิทธิภาพในการตกตะกอนโลหะหนักในของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี

1.1 ศึกษาอิทธิพลของชนิดสารตกตะกอนและอุณหภูมิที่มีผลต่อการตกตะกอนโลหะหนัก

1.1.1 การใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตกตะกอน และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิขณะตกตะกอน

1) ตวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 200 มิลลิลิตร ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 5 มิลลิลิตร/นาที ควบคุมอุณหภูมิขณะตกตะกอน  $20 \pm 1$  องศาเซลเซียส จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 10.5

2) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตรด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมในส่วนใสที่กรองแล้ว

3) ดำเนินการเช่นเดียวกับข้อ 1) และ ข้อ 2) โดยปรับอุณหภูมิขณะตกตะกอนเป็น  $40 \pm 1$  องศาเซลเซียส และ  $60 \pm 1$  องศาเซลเซียส

1.1.2 การใช้โซเดียมซัลไฟด์เป็นสารตกตะกอน และการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิขณะตกตะกอน

1) ตวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 200 มิลลิลิตร ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 5 มิลลิลิตร/นาที จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 6-7 จากนั้นจึงเติมสารละลาย 50 % โซเดียมซัลไฟด์ ด้วยอัตรา 5 มิลลิลิตร/นาที จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 9.5-9.6 ทั้งนี้ควบคุมอุณหภูมิภายในปฏิกรณ์ให้อยู่ในช่วง  $20 \pm 1$  องศาเซลเซียส

2) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตร ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมในส่วนใสที่กรองแล้ว

3) ดำเนินการเช่นเดียวกับข้อ 1) และ ข้อ 2) โดยปรับอุณหภูมิขณะตกตะกอนเป็น  $40 \pm 1$  องศาเซลเซียส และ  $60 \pm 1$  องศาเซลเซียส

1.2 ศึกษาแนวทางการเพิ่มประสิทธิภาพการตกตะกอนโดยใช้โซเดียมซัลไฟด์เป็นสารตกตะกอน

1.2.1 การปรับเปลี่ยนพีเอชในการตกตะกอนและการปรับเปลี่ยนแปลงเวลาการกวนช้า

1) ดวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 200 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร จนของเสียมีพีเอชประมาณ 1.4-1.5 จากนั้นจึงตั้งทิ้งให้เย็นจนของเสียมีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิน้ำ

2) ถ่ายของเสียที่ปรับลดความเป็นกรดแล้วจากข้อ (1) ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 6-7 จากนั้นจึงเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 9.5-9.6

3) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส แยกตะกอนที่เกิดขึ้นออกจากส่วนใสเพื่อใช้ในการทดลองข้อ 1.2.2 กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตรด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมในส่วนใสที่กรองแล้ว

4) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 3) ทั้งนี้เพิ่มขึ้นตอนการกวนช้าใช้ความเร็วปลายใบกวนประมาณ 20 เซนติเมตร/วินาที ภายหลังจากดำเนินการตามข้อ 2) โดยใช้เวลากวนช้า 30 นาที 60 นาที และ 120 นาที

5) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 4) แต่ในการดำเนินการข้อ 2) เติมโซเดียมซัลไฟด์จนส่วนผสมมีพีเอช 9.9-10.0

1.2.2 การนำตะกอนที่เกิดขึ้นมาป้อนกลับในขั้นตอนการกวนช้า 1 ครั้ง และการปรับเปลี่ยนแปลงเวลาการกวนช้า

1) ดวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 200 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร จนของเสียมีพีเอชประมาณ 1.4-1.5 จากนั้นจึงตั้งทิ้งให้เย็นจนของเสียมีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิน้ำ

2) ถ่ายของเสียที่ปรับลดความเป็นกรดแล้วจากข้อ 1) ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 6-7 จากนั้นจึงเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 9.5-9.6

3) ผสมตะกอนที่ได้จากการทดลองข้อ 1.2.1

4) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกลงขนาด 500 มิลลิลิตร ทั้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตร ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมในส่วนใสที่กรองแล้ว

5) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 4) ทั้งนี้เพิ่มขึ้นตอนการกวนซ้ำใช้ความเร็วปลายใบกวนประมาณ 20 เซนติเมตร/วินาที ภายหลังจากดำเนินการตามข้อ 3) โดยใช้เวลากวนซ้ำ 30 นาที 60 นาที และ 120 นาที

### 1.2.3 การใช้เหล็กเฟอร์ไรท์เป็นสารช่วยตกตะกอนและการปรับเปลี่ยนระยะเวลาการกวนซ้ำ

1) ตวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 200 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร จนของเสียมีพีเอชประมาณ 1.4-1.5 จากนั้นจึงตั้งทิ้งให้เย็นจนของเสียมีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิน้ำ

2) ถ่ายของเสียที่ปรับลดความเป็นกรดแล้วจากข้อ 1) ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที จนกระทั่งใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 6-7 จากนั้นจึงเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 9.5-9.6

3) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกลงขนาด 500 มิลลิลิตร ทั้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส แยกตะกอนที่เกิดขึ้นออกจากส่วนใสเพื่อใช้ในการทดลองข้อ 1.2.4 กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตรด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมในส่วนใสที่กรองแล้ว

4) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 3) ทั้งนี้เติมเหล็กเฟอร์ไรท์เมื่อของผสมมีพีเอช 2.5 โดยให้มีจำนวนโมลเหล็กเฟอร์ไรท์ 0.1 และ 0.25 เท่าของจำนวนโมลรวมของโลหะหนักในของเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี

5) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 4) โดยเพิ่มขึ้นตอนการกวนซ้ำใช้ความเร็วปลายใบกวนประมาณ 20 เซนติเมตร/วินาที ภายหลังจากดำเนินการตามข้อ 1) โดยใช้เวลากวนซ้ำ 30 นาที 60 นาที และ 120 นาที

1.2.4 การใช้เหล็กเฟอร์ไรท์เป็นสารช่วยตกตะกอน การนำตะกอนที่เกิดขึ้นมาป้อนกลับในขั้นตอนการกวนซ้ำ 1 ครั้ง และการปรับเปลี่ยนระยะเวลาการกวนซ้ำ

1) ตวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 200 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร จนของเสียมีพีเอชประมาณ 1.4-1.5 จากนั้นจึงตั้งทิ้งให้เย็นจนของเสียมีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิ น้ำ

2) ถ่ายของเสียที่ปรับลดความเป็นกรดแล้วจากข้อ (1) ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 2.5 เติมเหล็กเฟอร์ไรท์โดยให้มีจำนวนโมลเหล็กเฟอร์ไรท์ 0.25 เท่าของจำนวนโมลรวมของโลหะหนักในของเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี โซเดียมไฮดรอกไซด์ ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 6-7 จากนั้นจึงเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 9.5-9.6

3) ผสมตะกอนที่ได้จากการทดลองข้อ 1.2.3 กวนช้าโดยใช้ความเร็วปลายใบกวนประมาณ 20 เซนติเมตร/วินาที เป็นเวลา 120 นาที ทั้งนี้ตะกอนที่นำมาผสมจะต้องมีจำนวนโมลเหล็กเฟอร์ไรท์ และระยะเวลาการกวนช้าเท่ากัน

4) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตร ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมใน ส่วนใสที่กรองแล้ว

5) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 3) โดยใช้เวลากวนช้า 180 นาที และ 240 นาที

6) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 4) โดยเติมเหล็กเฟอร์ไรท์เมื่อของผสมในให้มีจำนวนโมล 0.5 และ 1 เท่าของจำนวนโมลรวมของโลหะหนักในของเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี

1.2.5 การใช้เหล็กเฟอร์ไรท์เป็นสารช่วยตกตะกอน และการนำตะกอนที่เกิดขึ้นมาป้อนกลับ ในขั้นตอนการกวนช้ามากกว่า 1 ครั้ง

1) ตวงของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดี 100 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนของเสียมีพีเอชประมาณ 1.4-1.5 จากนั้นจึงตั้งทิ้งให้เย็นจนของเสียมีอุณหภูมิใกล้เคียงอุณหภูมิ น้ำ

2) ถ่ายของเสียที่ปรับลดความเป็นกรดแล้วจากข้อ (1) ใส่ปฏิกรณ์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก/ปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/

นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอชประมาณ 6-7 จากนั้นจึงเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์เข้มข้นร้อยละ 50 โดยน้ำหนักปริมาตร ด้วยอัตรา 1.5 มิลลิลิตร/นาที่ จนกระทั่งส่วนผสมมีพีเอช 9.5-9.6

3) กวนซ้ำโดยใช้ความเร็วปลายใบกวนประมาณ 20 เซนติเมตร/วินาที เป็นเวลา 120 นาที

4) ถ่ายส่วนผสมใส่กระบอกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร ทิ้งให้เกิดการตกจมของตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง บันทึกปริมาตรตะกอน วัดค่าพีเอชของส่วนใส แยกตะกอนที่เกิดขึ้นออกจากส่วนใส กรองส่วนใสประมาณ 100 มิลลิลิตรด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมในส่วนใสที่กรองแล้ว

5) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 3) โดยเติมเหล็กเฟอร์ไรท์เมื่อของผสมมีพีเอชประมาณ 2.5 โดยให้มีจำนวนโมลเหล็กเฟอร์ไรท์ 0.1, 0.25, 0.5 และ 1 เท่าของจำนวนโมลรวมของโลหะหนักในของเสียจากการวิเคราะห์ค่า ซีไอดี

6) ดำเนินการตามข้อ 1) - ข้อ 4) ซ้ำ 4 ครั้งโดยผสมตะกอนที่ได้จากข้อ 3) ในขั้นตอนการกวนซ้ำ ทั้งนี้ตะกอนที่นำมาผสมจะต้องมีจำนวนโมลเหล็กเฟอร์ไรท์เท่ากัน

2. ประมวลผลข้อมูลที่ได้เพื่อกำหนดสภาวะที่เหมาะสม ซึ่งทำให้ประสิทธิภาพการลดความเข้มข้นของปรอทและโครเมียมมีค่าสูงสุด

3. ออกแบบระบบบำบัดแบบต่อเนื่องเพื่อตกตะกอนโลหะหนักในของเสียที่เกิดจากการวิเคราะห์ค่า ซีไอดีโดยอาศัยข้อมูลที่ได้จากการทดลองระดับห้องปฏิบัติการ เพื่อให้ระบบสามารถดำเนินการภายใต้สภาวะที่เหมาะสม

4. สร้างระบบบำบัดระดับนำร่อง

5. ทดลองบำบัดของเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีไอดีโดยใช้ระบบบำบัดที่สร้างขึ้น และประเมินประสิทธิภาพการบำบัด โดยพิจารณาจากความเข้มข้นของปรอท และโครเมียมในส่วนใส