บทที่ 3

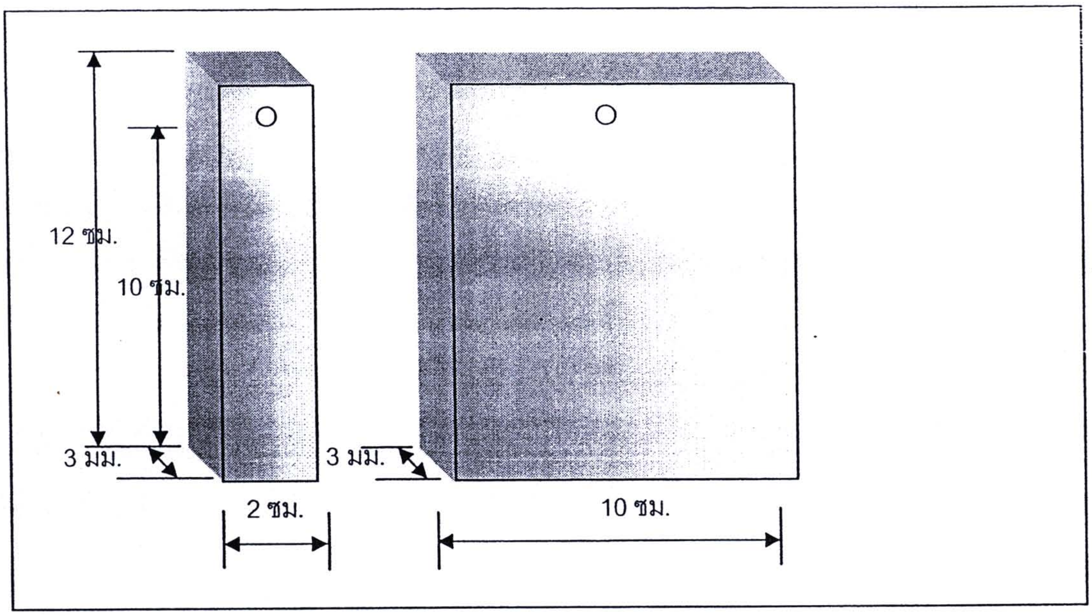
วิธีการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้เป็นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ ทำการทดลองที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง (4 Digital balance) : Mettler-Toledo, Dragon 204
2. เครื่องวัดค่าพีเอชและค่าการนำไฟฟ้า (pH/Conductor meter) : Mettler Toledo, model Seven Multi pH/Conductivity
3. เครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS) : GBC, Avanza
4. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer) : VELP, ARED
5. เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power supply) : GW, INSTEK
6. กระดาษกรอง (Filter paper) : Whatman No.41
7. กระดาษทรายเบอร์ 0 (Sandpaper) : T.O.A. No. 0
8. ถังปฏิกิริยาทำจากอะครีลิคขนาด (กว้าง x ยาว x สูง) 7 x 14 x 13 ลูกบาศก์เซนติเมตร ความจุ 1,274 มิลลิลิตร และมีพื้นที่หน้าตัดต่อปริมาตรสารละลาย (Area/Cell Volume Ratio; A/V) ฝั่งขั้วแคโทดเท่ากับ 42 ตารางเมตรต่อลูกบาศก์เมตร
9. อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป
10. ขั้วไฟฟ้า มีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าทำด้วยขั้วเหล็ก อะลูมิเนียม แกรไฟต์ และเหล็กกล้าไร้สนิมขนาด 2 x 10 ตารางเซนติเมตร และขั้วแกรไฟต์ขนาด 10 x 10 ตารางเซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลอง (ซ้าย) ขั้วแคโทด (ขวา) ขั้วแอโนด

3.1.2 สารเคมี

1. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Acid, HCl) : Carlo ERBA
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide, NaOH) : Carlo ERBA
3. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium Chloride, NaCl) : QP Panreac
4. สังกะสีคลอไรด์ (Zinc Chloride, $ZnCl_2$) : Ajax

3.1.3 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์และน้ำเสียจริง

<u>น้ำเสียสังเคราะห์</u>

เตรียม Zn ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 155 มิลลิกรัมต่อลิตร (2.4 มิลลิโมลต่อลิตร) โดยตักสาร $ZnCl_2$ ในปริมาณ 21.2 กรัม ละลายลงในน้ำกลั่น 950 มิลลิลิตร จากนั้นปรับพีเอชให้มีค่าเป็น 1.6 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และทำการปรับความนำไฟฟ้า ให้มีค่า 33.2 มิลลิซีเมนต่อเซนติเมตร ด้วยโซเดียมคลอไรด์ เพื่อให้ได้ค่าความนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับน้ำเสียจริง สุดท้ายปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1,000 มิลลิลิตร

น้ำเสียจริง

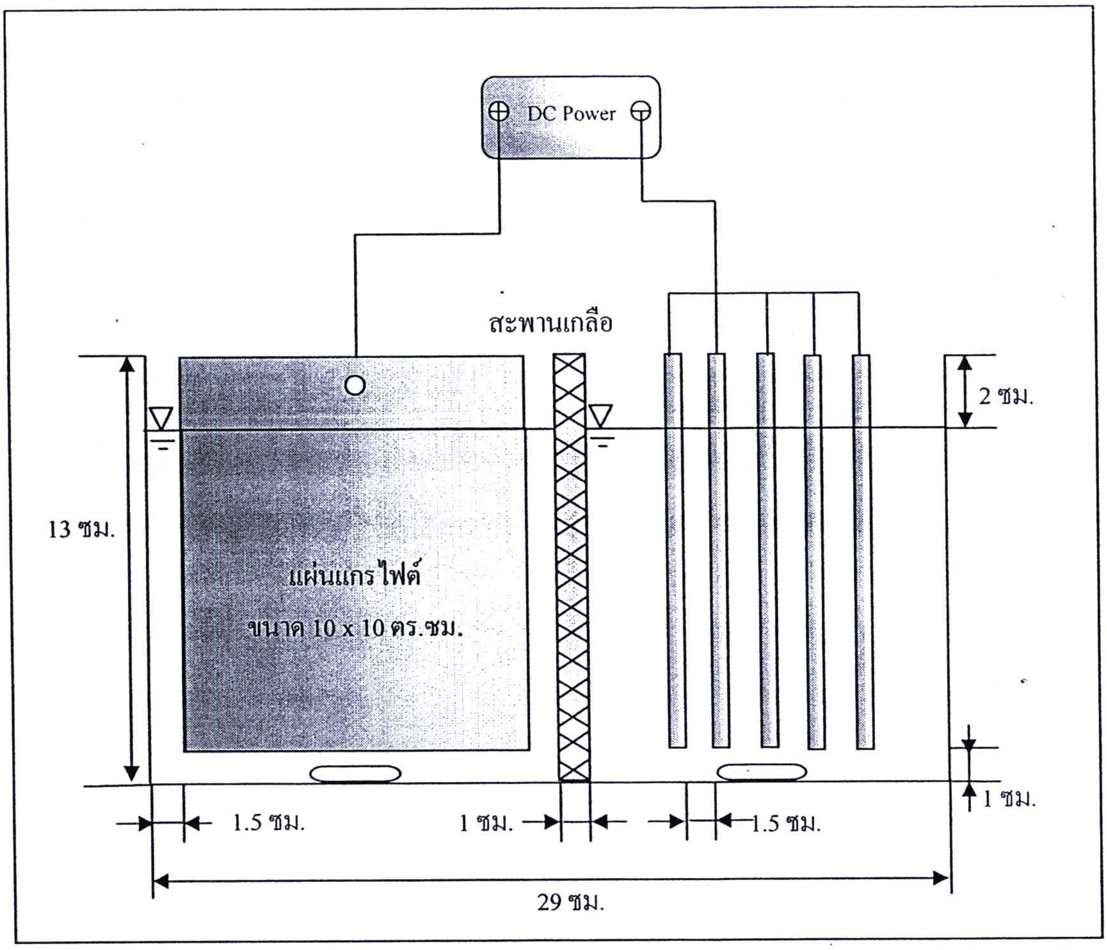
น้ำเสียจริงเป็นน้ำที่เก็บจากส่วนปล่อยทิ้งจากกระบวนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรมผลิตเส้นใย มีปริมาณสังกะสีเฉลี่ย 155 มิลลิกรัมต่อลิตร จากการเก็บตัวอย่างน้ำ 5 ครั้ง ในปี พ.ศ.2551-2553

3.1.4 การจัดอุปกรณ์การทดลองโดยวิธีทางไฟฟ้าเคมี

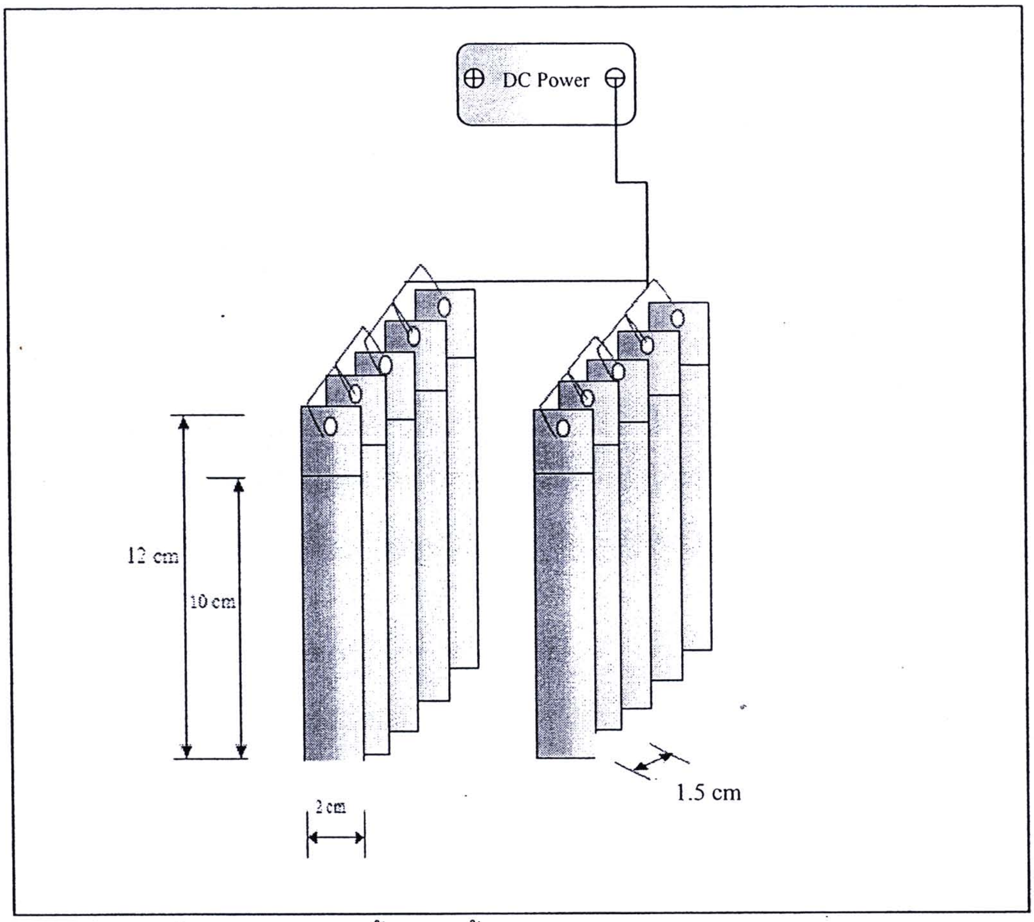
<u>การจัดวางขั้วไฟฟ้าแบบหลายเซลล์ต่อขนาน</u>

1. ฝั่งแอโนดเตรียมสารละลาย NaCl เข้มข้น 2 โมลต่อลิตร ปริมาตร 950 มิลลิลิตร บรรจุลงในถังปฏิกิริยาขนาด 1,274 มิลลิลิตร และฝั่งแคโทดบบรจุน้ำเสียสังเคราะห์ลงในถังปฏิกิริยาขนาด 1,274 มิลลิลิตร ปริมาตร 950 มิลลิลิตร ที่เชื่อมกลางด้วยแผ่นแก้วพรุน

2. ต่อแผ่นแกรไฟต์ ที่มีขนาด 10 x 10 ตร.ซม. จำนวน 2 แผ่น เข้าที่ขั้วบวก (แอโนด) และเข้าที่ขั้วลบ (แคโทด) ดังแสดงในรูปที่ 3.2 และ 3.3 ต่อแผ่นเหล็ก (แล้วปรับเปลี่ยนเป็นอะลูมิเนียม แกรไฟต์ และ เหล็กกล้าไร้สนิม) ขนาด 2 x 10 ตร.ซม. จำนวน 10 แผ่น (จำนวน 2 แถว แถวละ 5 แผ่น)



รูปที่ 3.2 การจัดอุปกรณ์การทดลองโดยวิธีทางไฟฟ้าเคมี โดยการจัดเรียงขั้วไฟฟ้าขั้วลบแบบต่อขนานจำนวน 5 แผ่นซ้อนกัน (รวมเป็น 10 แผ่น) และขั้วบวกจำนวน 2 แผ่นซ้อนกัน ลักษณะขั้วไฟฟ้าแบบแผ่นทึบ



รูปที่ 3.3 การจัดเรียงขั้วไฟฟ้าขั้วลบแบบต่อขนานจำนวน 10 แผ่น

3.2 วิธีดำเนินการวิจัย

3.2.1 การออกแบบและเลือกรูปแบบถังปฏิกิริยา

ถังปฏิกิริยาแบบไม่มีรอยต่อของสารละลาย และแบบมีรอยต่อของสารละลายด้วยกระดาษเซลล์โลเฟน แผ่นแก้วพรุนเบอร์ 4 (sintered glass) ขนาดรูพรุน 10 ไมโครเมตร และวุ้นอิ่มตัวด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์นำมาใช้ทดสอบและเปรียบเทียบผล บรรจุขั้วไฟฟ้าแคโทด (ขั้วลบ) ที่ทำจากแผ่นทองแดงขนาด 2 x 4 ตารางเซนติเมตร ลงในสารละลาย $KMnO_4$ ความเข้มข้น 5 มิลลิโมลต่อลิตร ปริมาตร 30 มิลลิลิตร และบรรจุขั้วไฟฟ้าแอโนด (ขั้วบวก) ที่ทำจากแผ่นทองแดงขนาดเดียวกัน ลงในสารละลาย NaCl เข้มข้น 3 โมลาร์ ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ทำการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่แก่ระบบที่ 10 โวลต์ เป็นเวลา 20 นาที กรองสารละลายด้วยกระดาษ

กรองเบอร์ 41 จากนั้นทำการตรวจวัดค่าความเข้มข้น $KMnO_4$ ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-Vis spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 700 นาโนเมตร

3.2.2 ตัวแปรที่มีผลต่ออัตราเร็วและประสิทธิภาพในการกำจัดสังกะสีจากน้ำเสีย

น้ำเสียสังเคราะห์ของโรงงานผลิตเส้นใยเรยอน ปริมาตร 950 มิลลิลิตร ที่มีสังกะสี 155 มิลลิกรัมต่อลิตร (2.4 มิลลิโมลต่อลิตร) ค่าความนำไฟฟ้า 33.2 มิลลิซีเมนต์ต่อเซนติเมตร ค่าพีเอช 1.7 ลงในถังปฏิกิริยาฝั่งแคโทดที่มีขั้วไฟฟ้าขนาด 2 x 10 ตารางเซนติเมตร จำนวน 10 แผ่นบรรจุอยู่ และบรรจุสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 2 โมลต่อลิตร (117,000 มิลลิกรัมต่อลิตร) ปริมาตร 950 มิลลิลิตร ลงในถังปฏิกิริยาฝั่งแอโนดที่มีขั้วไฟฟ้าแกรไฟต์ขนาด 10 x 10 ตารางเซนติเมตร จำนวน 2 แผ่น การทดลองกำจัดสังกะสีออกจากน้ำเสียสังเคราะห์นี้ ด้วยกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีแบ่งออกได้เป็นส่วนหลักๆ ดังนี้

3.2.2.1 ศึกษาหาชนิดของขั้วแคโทดที่ให้ผลการกำจัดสังกะสีที่ดีที่สุด โดยทำการควบคุมกระแสคงที่ที่ 1,500 มิลลิแอมแปร์ด้วยเครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (PC Power GW, INSTEK) และปรับเปลี่ยนขั้วแคโทดเป็นชนิดเหล็ก อะลูมิเนียม แกรไฟต์ และเหล็กกล้าไร้สนิม (Stainless steel) ทำการตรวจวัดค่าพีเอชด้วยเครื่องวัดค่าพีเอช (pH meter Denver Instrument, model 215) และวัดค่าความเข้มข้นของสังกะสีด้วยเครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก (Atomic Absorption Spectrophotometer, GBC Avanza) ดังแสดงในตารางที่ 3.1 และรูปที่ 3.4

3.2.2.2 ศึกษาค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า นำขั้วไฟฟ้าที่เลือกได้ในหัวข้อ 3.2.2.1 มาศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างกระแส เวลา ในการกำจัดสังกะสีออกจากน้ำเสียสังเคราะห์ โดยควบคุมค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 17-125 แอมแปร์ต่อตารางเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.5 ทำการตรวจวัดค่าต่างๆตามการทดลองหัวข้อ 3.2.2.1

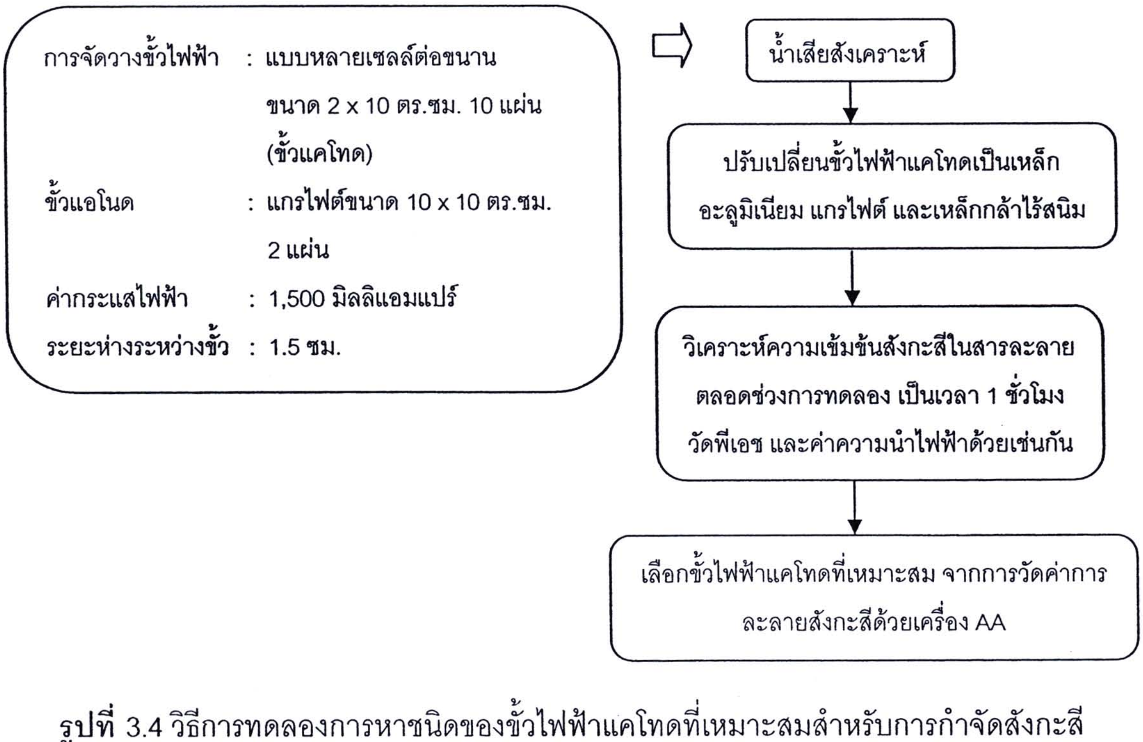
3.2.2.3 ประสิทธิภาพเชิงกระแส: ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแส เวลา และประสิทธิภาพในการกำจัดสังกะสีออกจากน้ำเสียสังเคราะห์

3.2.2.4 นำ model ที่ได้ไปใช้กับน้ำเสียจริง ดังแสดงในรูปที่ 3.6

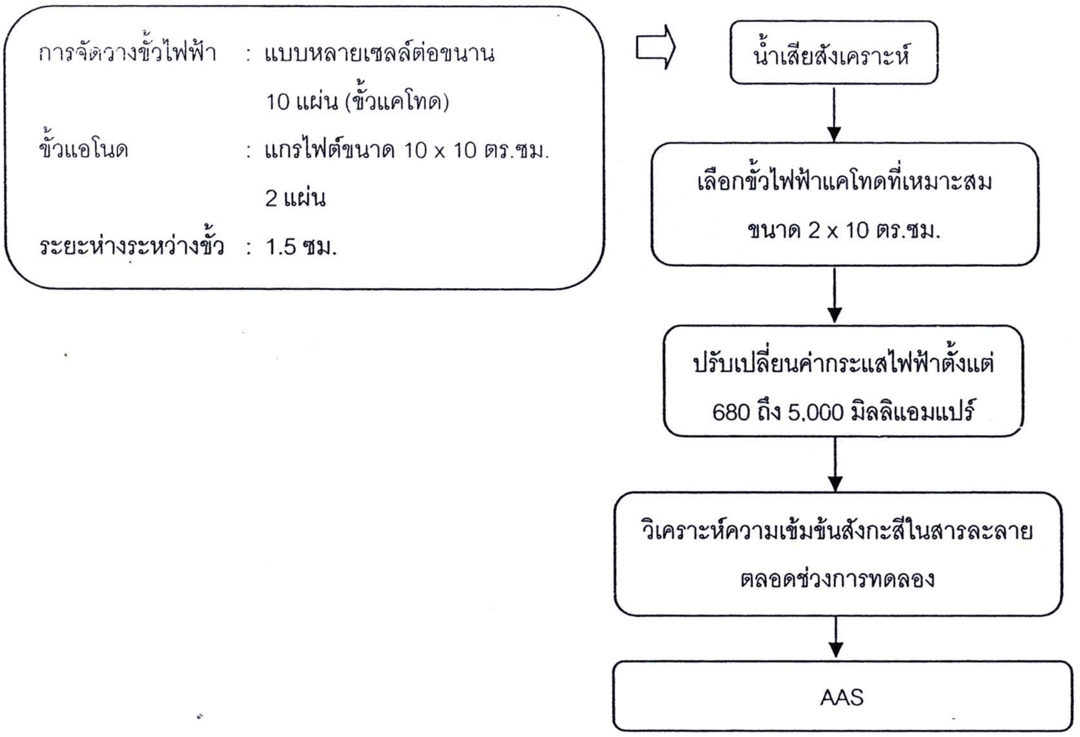
3.2.2.5 วิเคราะห์ค่าใช้จ่ายในการบำบัด

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาผลของกระแสไฟฟ้า ที่มีต่อการกำจัดสังกะสีในน้ำเสียสังเคราะห์เมื่อใช้การจัดเรียงขั้วไฟฟ้าขั้วลบแบบเซลล์ขนาน 10 แผ่น และขั้วบวก 2 แผ่น

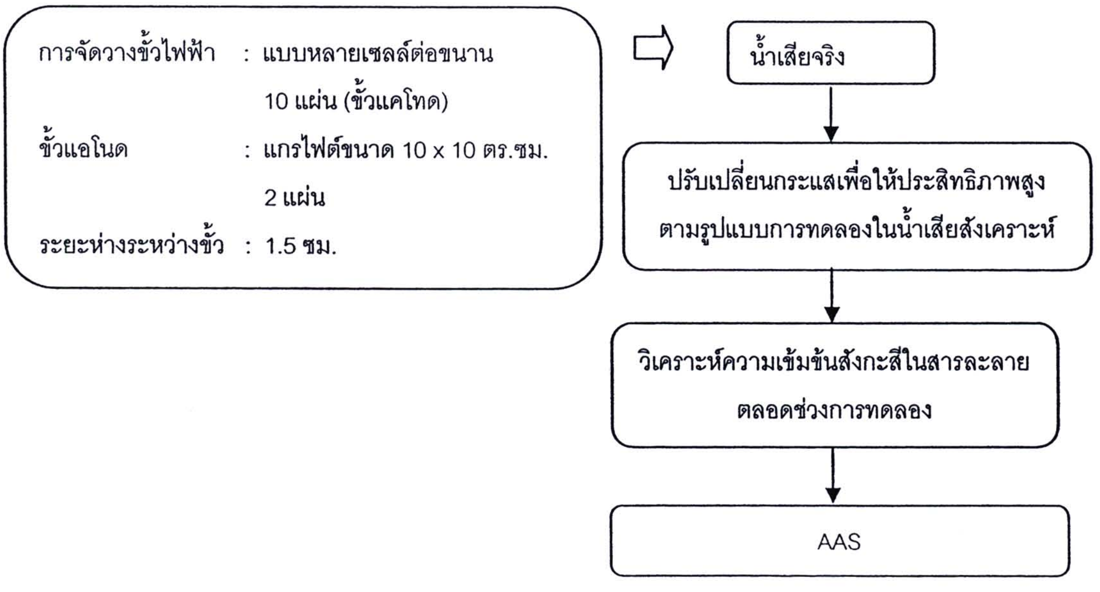
ตัวแปรคงที่	**ช่วงที่ทำการควบคุม**
1. ชนิดและขนาดพื้นที่ของขั้วแอโนด	1. แกรไฟต์ 10 x 10 ตร.ซม.
2. ชนิดและขนาดพื้นที่ของขั้วแคโทด	2.1 แกรไฟต์ 2.2 อะลูมิเนียม 2.3 เหล็ก 2.4 เหล็กกล้าไร้สนิม } 2 x 10 ตร.ซม.
3. ระยะห่างระหว่างขั้วไฟฟ้าขั้วลบ	3. 1.5 เซนติเมตร
4. เวลาเก็บกัก	4. 1 ชั่วโมง
5. พีเอชตั้งต้น	5. 1.6
ตัวแปรอิสระ	**ช่วงที่ทำการควบคุม**
1. กระแสไฟฟ้า	1. 1,500 มิลลิแอมแปร์
ตัวแปรตาม	**ค่าที่ทำการวัด**
1. ประสิทธิภาพในการกำจัด	1. ค่าความเข้มข้นของสังกะสีในสารละลาย
ตัวแปรที่ไม่ได้ควบคุม	1. อุณหภูมิ 2. พีเอช 3. ความนำไฟฟ้า



รูปที่ 3.4 วิธีการทดลองการหาชนิดของขั้วไฟฟ้าแคโทดที่เหมาะสมสำหรับการกำจัดสังกะสี



รูปที่ 3.5 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างกระแส เวลา และประสิทธิภาพในการกำจัดสังกะสีออกจากน้ำเสียสังเคราะห์



รูปที่ 3.6 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างกระแส เวลา และประสิทธิภาพในการกำจัดสังกะสีออกจากน้ำเสียจริง