

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. เครื่องเขย่าที่ปรับความเร็วรอบได้ (Shaker) ของบริษัท New Brunswick Scientific Edison สำหรับใช้ในการศึกษาจลศาสตร์และทดสอบไอโซเทอร์ม

2. เครื่องเขย่า (Test Sieve Shaker) รุ่น Octagon 200 และตะแกรงร่อนมาตรฐานเบอร์ 20 (800 ไมโครเมตร) และเบอร์ 40 (400 ไมโครเมตร) ของบริษัท Endecotts Ltd. เพื่อใช้ในการคัดแยกขนาดของเหล็กออกไซด์

3. เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS) AAAnalyst 100 ของบริษัท Perkin Elmer เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาค่าความเข้มข้นแคดเมียมไอออน (II) โดยใช้สภาวะการวิเคราะห์ตามคู่มือของเครื่อง ดังนี้

Cadmium lamp current	4	mA
Wavelength	228.8	nm
Slit width	0.7	nm
Flam	Air-Acetylene	

4. เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง Precisa รุ่น 240 A

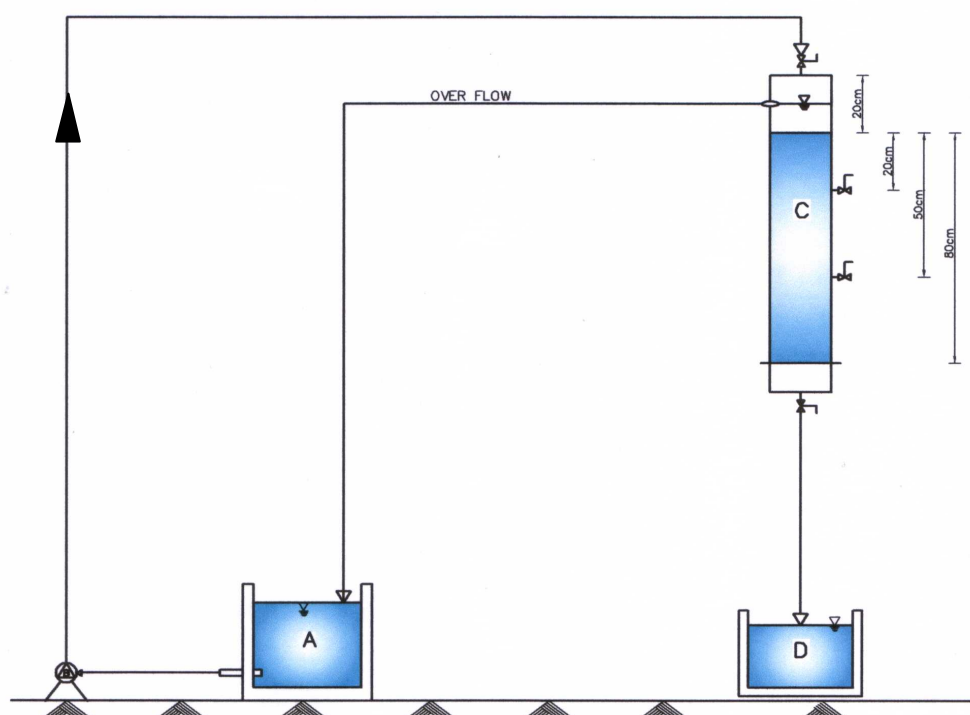
5. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH Meter) ของบริษัท Metrohm รุ่น 827

6. ตู้ดูดความชื้น (Dessicator)

7. ตู้อบ ยี่ห้อ Memmert

8. เครื่องเหวี่ยง

9. ตู้เย็น 4 องศาเซลเซียส สำหรับรักษาน้ำตัวอย่างก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง AAS
10. ขวดพลาสติกทำจากพลาสติกโพลีโพรไพลีน สำหรับใช้เก็บน้ำตัวอย่าง
11. นาฬิกาจับเวลา
12. เครื่องแก้วที่จำเป็น
13. คอลัมน์ดูดซับ (Adsorption Column) ซึ่งทำจากท่ออะครีลิก(Acrylic) เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.8 นิ้ว ความสูง 100 เซนติเมตร มีที่เก็บตัวอย่างน้ำ จำนวน 3 จุด คือ ที่ ระดับความสูง 20, 50 และ 80 เซนติเมตร จากระดับผิวหน้าของตัวดูดซับในคอลัมน์ดูดซับ ดังภาพที่ 18 และภาพที่ 19
14. ถังเก็บน้ำตัวอย่างขนาด 140 ลิตร สำหรับเก็บน้ำตัวอย่างก่อนถูกสูบน้ำส่งไปยังคอลัมน์ดูดซับ
15. เครื่องสูบน้ำชนิด Solnoid-Driven Metering Pump ยี่ห้อTACMINA CORPORATION สำหรับสูบน้ำตัวอย่างเข้าสู่คอลัมน์ดูดซับ โดยทำการปรับอัตราการไหลของน้ำไว้ที่ 1.192 ลิตร/ชม.



สัญลักษณ์

- A ถังใส่สารละลายแคดเมียม
- B บั๊มน้ำ
- C เหล็กออกไซด์
- D ถังรับน้ำจากคอลัมน์
- ทิศทางการไหลของน้ำ
- X— วาล์วควบคุมการไหลของน้ำ

ภาพที่ 18 แผนภาพการทำงานของคอลัมน์ดูดซับ



ภาพที่ 19 คอลัมน์ดูดซับที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีและตัวอย่างที่ใช้ในการทำวิจัย

1. สารละลายมาตรฐานแคดเมียมไนเตรท $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ ความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม/ลิตรของ APS Ajax Finechem ของประเทศออสเตรเลียใช้สำหรับเตรียมสารละลายแคดเมียมไอออน(II)
2. สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น (69.6% Conc. HNO_3) ชนิด AR Grade ของ Mallinckrodt
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ชนิด AR Grade ของ Merck
4. น้ำกลั่น ใช้สำหรับเตรียมสารละลายแคดเมียมไอออน
5. สารละลายแคดเมียมไอออน(II) ในน้ำเสียสังเคราะห์ คือ สารละลายที่เตรียมจากการเจือจางสารละลายมาตรฐานแคดเมียมไนเตรท ให้มีความเข้มข้นประมาณ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร
6. เหล็กออกไซด์ที่ใช้ในการวิจัยนำมาจากโรงงานผลิตเหล็กรีดร้อน และทำการคัดเลือกขนาดของเหล็กออกไซด์ โดยนำมาร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 20 และเบอร์ 40 ซึ่งจะได้ขนาดอนุภาคเหล็กออกไซด์ 0.4-0.8 มิลลิเมตร โดยก่อนการดูดซับมีของเหล็กออกไซด์เป็นสีแดง (ฮีมาไทต์) และสีดำ (แมกนีไทต์) ภายหลังการดูดซับเหล็กออกไซด์จะมีสีแดงลดลง (ฮีมาไทต์) แสดงในภาพที่ 20



(ก) ก่อนดูดซับ



(ข) หลังดูดซับ

ภาพที่ 20 ลักษณะทางกายภาพของเหล็กออกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง ขนาด 0.4-0.8 มม.

ในสภาพก่อนดูดซับ (ก) และหลังดูดซับ (ข)

วิธีการ

1. การวางแผนการทดลอง

ในการวิจัยนี้แบ่งการทดลองออกเป็น 5 ขั้นตอน

1.1 การเตรียมตัวดูดซับที่ใช้ในการทดลอง

ตัวดูดซับที่ใช้ในการทดลอง คือ เหล็กออกไซด์ นำมาจากโรงงานผลิตเหล็กรีดร้อน โดยทำการคัดเลือกขนาดของเหล็กออกไซด์ โดยนำมาร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 20 และเบอร์ 40 ซึ่งได้ขนาดอนุภาคเหล็กออกไซด์ 0.4-0.8 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปต้มในน้ำเดือดที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นซ้ำ 3 ครั้ง เพื่อกำจัดเศษผงและสิ่งปนเปื้อนต่างๆ ออก แล้วนำเหล็กออกไซด์ที่ได้ไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้น (Dessicator) เพื่อนำไปแบ่งใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

1.2 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของเหล็กออกไซด์

1.2.1 คุณสมบัติทางกายภาพ

- 1) วิเคราะห์ความหนาแน่น ด้วยเครื่อง Ultrapycnometer (Quantachrome)
- 2) ถ่ายภาพขยาย 4,500 เท่า ของพื้นที่ผิวเหล็กออกไซด์ก่อนและหลังทำปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

1.2.2 องค์ประกอบทางเคมี

- 1) วิเคราะห์ ปริมาณของออกไซด์ ด้วยเครื่อง X- ray fluorescence Spectrometer (XRF)

2) วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของเหล็กออกไซด์ก่อนและหลังทำปฏิกิริยา ด้วยเครื่อง SEM-EDS

การตรวจสอบลักษณะของเหล็กออกไซด์ก่อนและหลังปฏิกิริยากับแคดเมียม ด้วยเครื่อง SEM-EDS เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของเหล็กออกไซด์โดยเฉพาะพื้นที่ผิวภายหลังจากการทำปฏิกิริยากับแคดเมียม เพื่อตรวจสอบว่าเกิดการดูดซับของแคดเมียมกับเหล็กออกไซด์จริงหรือไม่

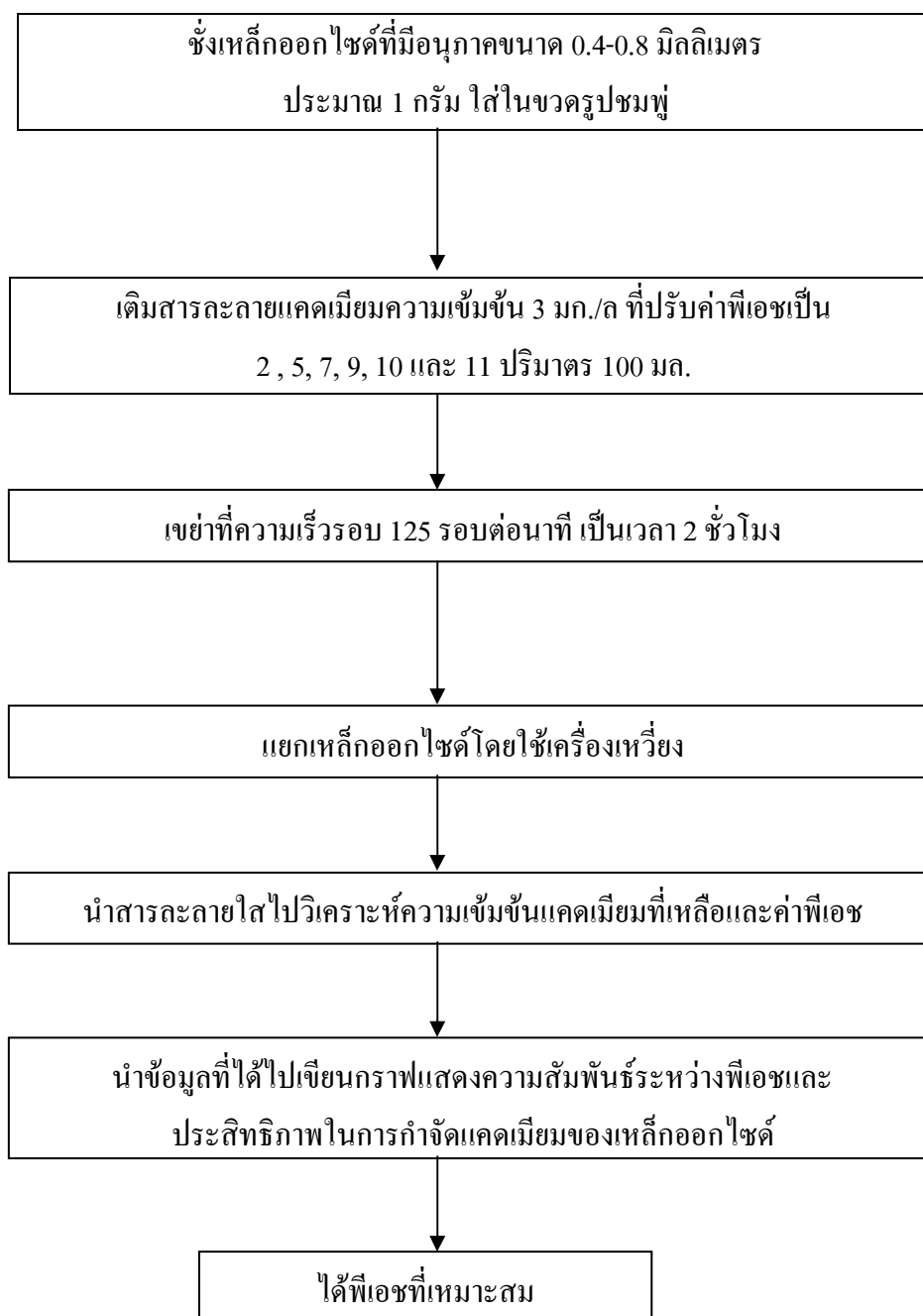
1.3 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ

1.3.1 การศึกษาระดับพีเอชที่เหมาะสม

การศึกษาระดับพีเอชที่เหมาะสม โดยชั่งเหล็กออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาค 0.4 – 0.8 มิลลิเมตร ประมาณ 1 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิตร จำนวน 6 ใบ จากนั้นเติมสารละลายแคดเมียมความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตรที่ปรับพีเอชให้มีค่า 2, 5, 7, 9, 10 และ 11 ขวดละ 100 มิลลิตร ปิดปากขวดและนำเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง แยกเหล็กออกไซด์โดยใช้เครื่องเหวี่ยง แล้วเก็บสารละลายใสที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าพีเอช ดังแสดงไว้ในภาพที่ 21 และปริมาณแคดเมียมที่เหลือด้วยเครื่อง AAS นำผลที่ได้มาวิเคราะห์เพื่อเลือกค่าพีเอชที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป สำหรับแผนผังการทดลองศึกษาระดับพีเอชที่เหมาะสม แสดงไว้ในภาพที่ 22



ภาพที่ 21 การศึกษาทดลองแบบไม่ต่อเนื่องในการหาระยะเวลาการดูดซับที่เข้าสู่สมดุลด้วยเครื่องเขย่าและการวัดค่าพีเอช สารละลายตัวอย่างใสโดยเครื่องวัดพีเอชมิเตอร์



ภาพที่ 22 แผนผังการทดลองเพื่อศึกษาหาระดับพีเอชที่เหมาะสม

1.3.2 เวลาที่เข้าสู่สมดุลการดูดซับ

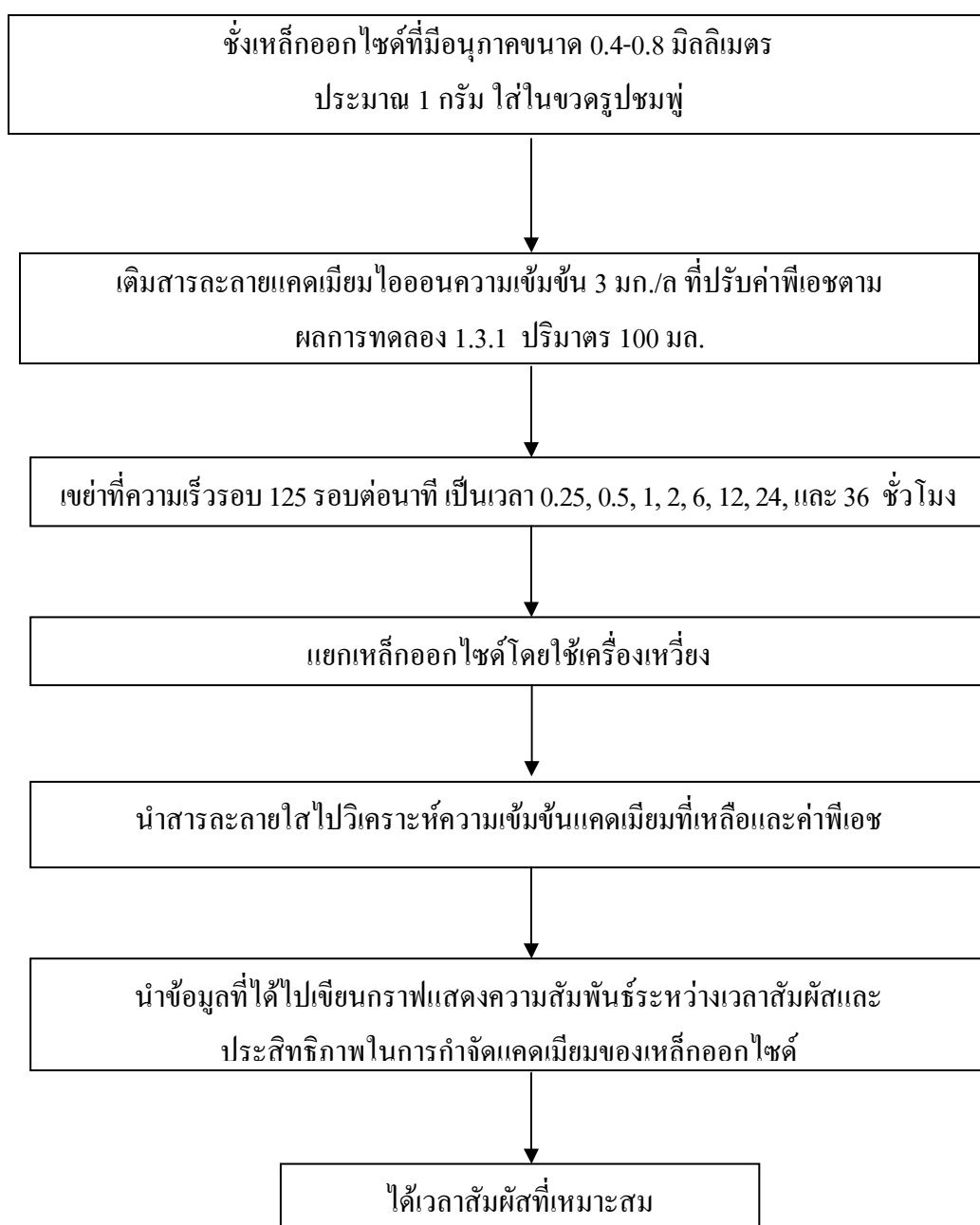
การศึกษาเวลาที่เข้าสู่สมดุลการดูดซับ ทำโดยชั่งเหล็กออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาค 0.4-0.8 มิลลิเมตร ประมาณ 1 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร จำนวน 8 ใบ จากนั้นเติม สารละลายแคดเมียมไอออน(II) ความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ปรับพีเอชตามผลการทดลองข้อ 1.3.1 ขวดละ 100 มิลลิลิตร ปิดปากขวดและนำเข้าเครื่องเขย่า ทำการเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบ ต่อนาที เป็นเวลา 0.25, 0.5, 1, 2, 6, 12, 24 และ 36 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง แยกเหล็กออกไซด์ ออกโดยใช้เครื่องเหวี่ยง เก็บสารละลายใสที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าพีเอชและปริมาณแคดเมียมไอออน (II) ที่เหลือด้วยเครื่อง AAS นำผลที่ได้มาวิเคราะห์เพื่อเลือกเวลาที่ทำให้เกิดการดูดซับแคดเมียม ไอออน(II) สูงที่สุด เพื่อใช้ในการทดลองต่อไป

แผนผังการทดลองการศึกษาเวลาที่เข้าสู่สมดุลการดูดซับ แสดงไว้ในภาพที่ 23

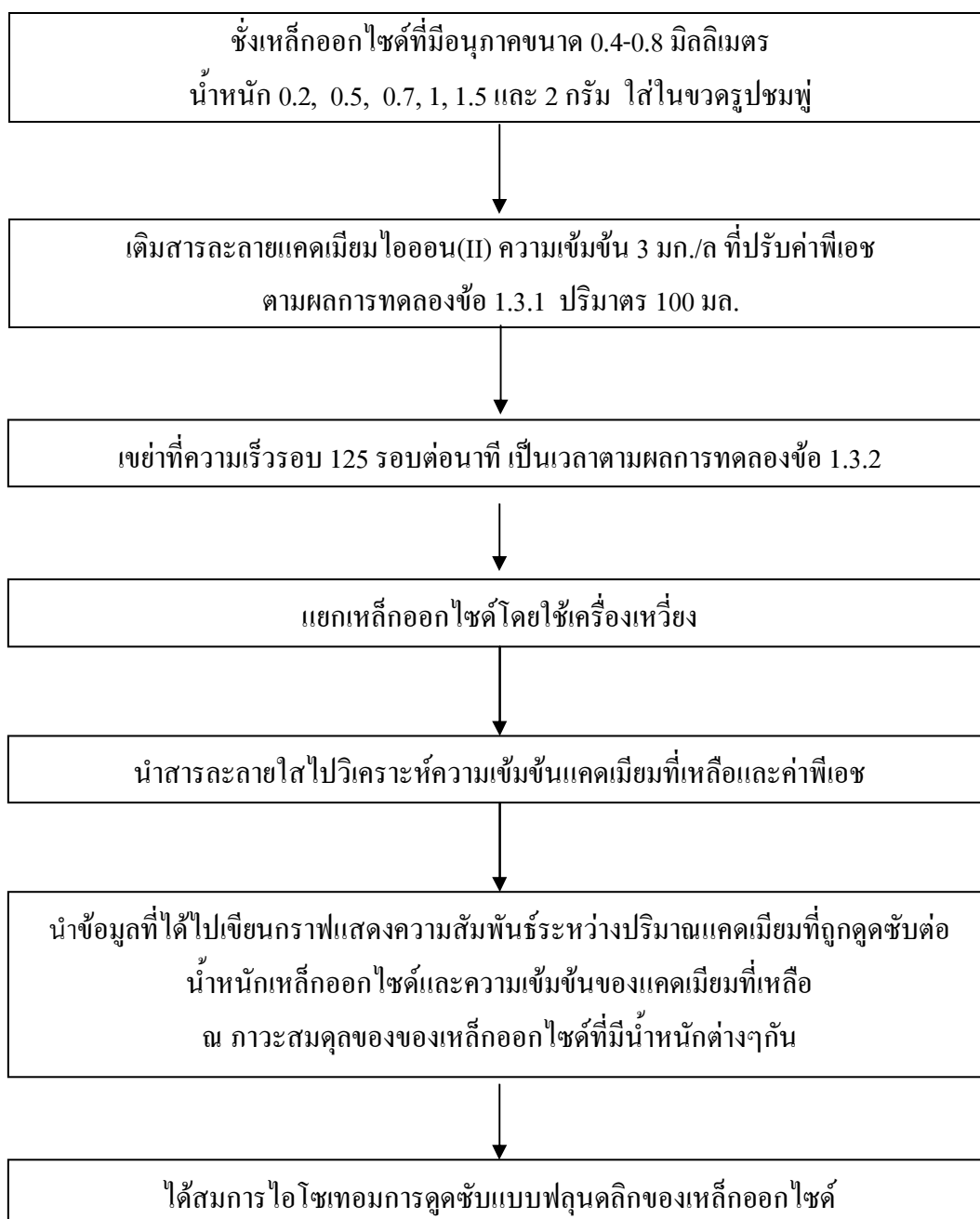
1.3.3 การศึกษาความสามารถในการดูดซับแคดเมียมไอออนของเหล็กออกไซด์ โดย พิจารณาจาก Adsorption Isotherm

การศึกษาทำโดยชั่งเหล็กออกไซด์น้ำหนัก 0.2, 0.5, 0.7, 1, 1.5 และ 2 กรัม จะ ใส่ในขวดชมพู่ เติมสารละลายแคดเมียมไอออน(II) ความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตรที่ปรับค่าพีเอช ตามผลการทดลองข้อ 1.3.1 ขวดละ 100 มิลลิลิตร ปิดปากขวดและนำเข้าเครื่องเขย่า โดยเขย่าที่ ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที เป็นเวลาที่ได้จากการทดลองข้อ 1.3.2 จากนั้นแยกเหล็กออกไซด์ ออกโดยใช้เครื่องเหวี่ยง เก็บสารละลายใสที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าพีเอช และปริมาณแคดเมียม ไอออน (II) ที่เหลือด้วยเครื่อง AAS นำผลที่ได้ไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ แคดเมียมไอออนที่ถูกดูดซับต่อน้ำหนักเหล็กออกไซด์ และปริมาณแคดเมียมไอออน (II) ที่เหลือ ณ สภาวะสมดุล

แผนผังการศึกษา Adsorption Isotherm ของเหล็กออกไซด์ แสดงไว้ในภาพที่ 24



ภาพที่ 23 แผนผังการทดลองเพื่อศึกษาหาเวลาที่เข้าสู่สมดุลดูดซับ



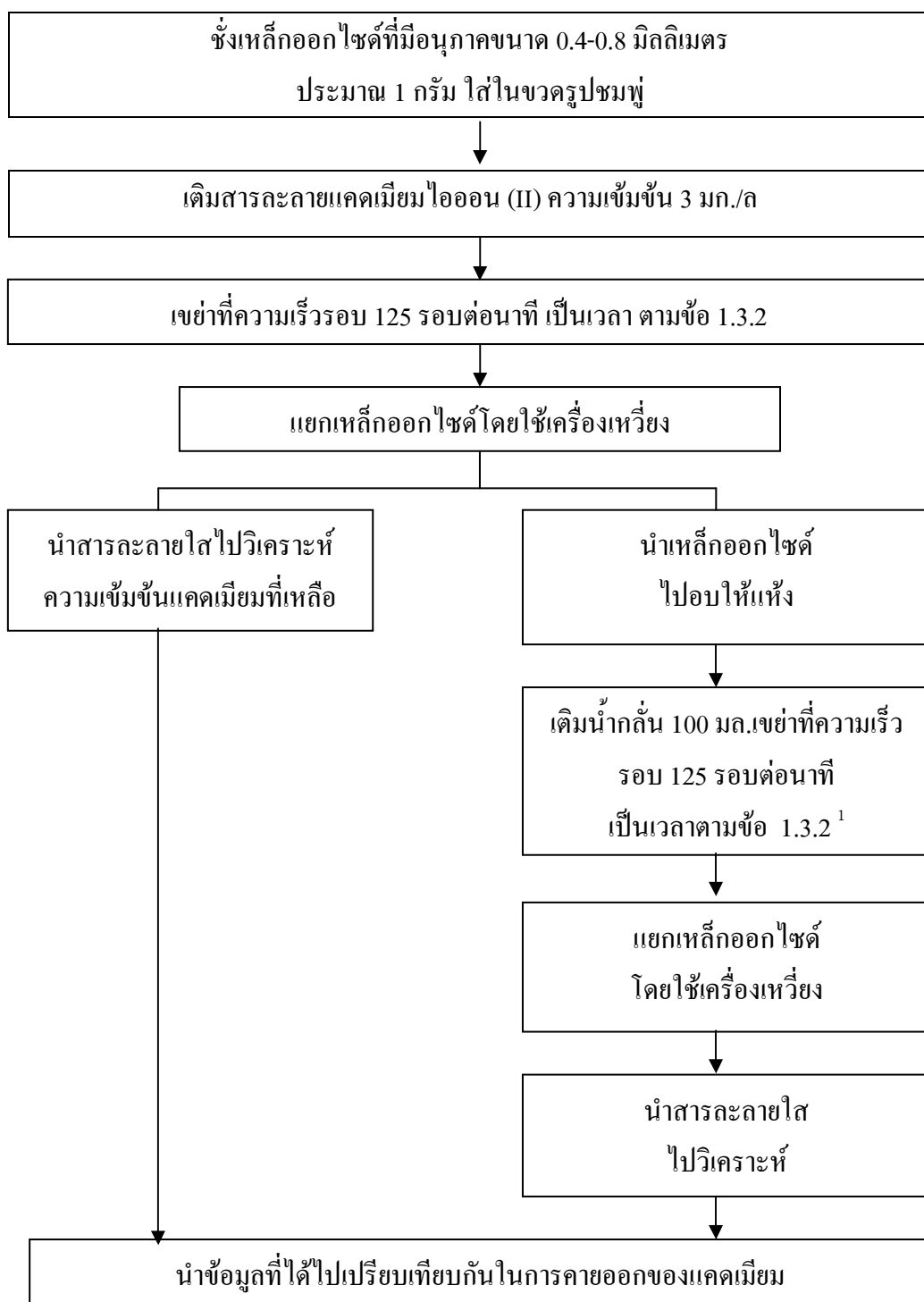
ภาพที่ 24 แผนผังการศึกษา Adsorption Isotherm ของเหล็กลอกไซด์

1.3.4 การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับ โดยทำการทดลองแบบต่อเนื่อง (Continued Test) ในคอลัมน์ดูดซับ(Adsorption Column)

ในการทดลองใช้คอลัมน์ดูดซับ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.8 นิ้ว ความสูง 100 ซม. จำนวน 1 คอลัมน์ โดยในคอลัมน์บรรจุเหล็กออกไซด์สูง 80 ซม. สารละลายแคดเมียมไอออน(II) ที่ใช้ในการทดลอง เตรียมโดยนำสารละลายมาตรฐานแคดเมียมความเข้มข้น 1,000 มก.ต่อล. มาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีความเข้มข้นของสารละลายแคดเมียมไอออน(II) เท่ากับ 3 มก.ต่อล. ทำการปรับค่าพีเอชของสารละลายแคดเมียมไอออน (II) ก่อนเข้าสู่คอลัมน์ดูดซับ ตามผลการทดลองที่ได้จากข้อ 1.3.1 แล้ววัดปริมาณแคดเมียมไอออน (II) เริ่มต้น เมื่อเริ่มต้นทำการทดลองโดยทำการปล่อยสารละลายแคดเมียมไอออน(II) เข้าสู่คอลัมน์ดูดซับอย่างต่อเนื่องแบบไหลลง (Down Flow) ที่อัตราการกรอง 0.3 ลบ.ม/ตร.ม-ชม. จากนั้นจึงเริ่มเก็บตัวอย่างน้ำที่ผ่านการบำบัดทุก 1 ชั่วโมงในแต่ละความสูงของชั้นตัวดูดซับคือ 20 , 50 และ 80 เซนติเมตร จนถึงจุดที่ความเข้มข้นของน้ำตัวอย่างที่ผ่านคอลัมน์ดูดซับมีค่ามากกว่า 0.03 มก.ต่อล.(จุดเบรคทูล์) นำน้ำตัวอย่างที่ได้ไปตรวจวัดปริมาณแคดเมียมไอออน (II) ที่เหลืออยู่ในน้ำตัวอย่างหลังการบำบัด และนำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟความเข้มข้นระหว่างเวลาและประสิทธิภาพการกำจัดแคดเมียมไอออน (II)

1.4 การคายซับ (Desorption)

การศึกษาการคายซับ (Desorption) คือ การไม่ดูดซับ แต่เป็นการหลุดออกของสารปนเปื้อนที่ถูกดูดซับบนผิวของเหล็กออกไซด์ การศึกษาการคายซับทำโดยซึ่งเหล็กออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาค 0.4-0.8 มิลลิเมตร ประมาณ 1 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายแคดเมียมไอออน (II) ความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิดปากขวดและนำเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที เป็นเวลานานเท่ากับเวลาในข้อ 1.3.2 ที่อุณหภูมิห้อง แยกเหล็กออกไซด์โดยใช้เครื่องเหวี่ยง แล้วเก็บสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมไอออน(II) ที่เหลือด้วยเครื่อง AAS แล้วนำเอาเหล็กออกไซด์ไปอบแห้ง แล้วนำไปใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปิดปากขวดและนำเข้าเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที เป็นเวลานานเท่ากับเวลาในข้อ 1.3.2 ที่อุณหภูมิห้องที่แยกเหล็กออกไซด์โดยใช้เครื่องเหวี่ยง แล้วเก็บสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมไอออน(II) ที่เหลือด้วยเครื่อง AAS ทำซ้ำแต่เปลี่ยนจากน้ำกลั่นเป็นสารละลายกรดพีเอช 5 ดังแสดงในภาพที่ 25



หมายเหตุ ¹ ทดลองซ้ำจำนวน 3 ครั้ง และทำการทดลองซ้ำ โดยเปลี่ยนน้ำกลั่นเป็นกรดฟิเชช 5
ภาพที่ 25 แผนผังการทดลองศึกษาการคายออกแคดเมียมไอออน (II) ด้วยน้ำกลั่นและ
สารละลายกรดฟิเชช 5

1.5 การประเมินราคาต้นทุนการใช้เหล็กออกไซด์ในการกำจัดแคดเมียมไอออน (II)

ประเมินราคาต้นทุนค่าใช้จ่ายในการบำบัดแคดเมียมไอออน (II) ในสารละลาย โดยคำนวณเฉพาะต้นทุนจากราคาของตัวดูดซับ สารเคมี และการคัดแยกขนาดเหล็กออกไซด์ที่ใช้ในการทดลองเท่านั้น

2. การวิเคราะห์คุณภาพน้ำ

การวิเคราะห์คุณภาพน้ำจะใช้วิธีวิเคราะห์ตามวิธีของ Standard Methods for Examination of Water and Wastewater ในหัวข้อ 3111 B Direct Air-Acetylene Flame Method (APHA, 1995) ดังแสดงในตารางที่ 12

ตารางที่ 12 วิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำในการทดลอง

พารามิเตอร์	หน่วย	เครื่องมือวิเคราะห์	การเก็บน้ำตัวอย่าง
ค่าความเป็นกรด-ด่าง (ค่าพีเอช)	-	pH Meter	ก่อนและหลังผ่านการดูดซับโดยเหล็กออกไซด์
ค่าความเข้มข้น แคดเมียมไอออน (II)	มก./ลิตร	เครื่อง AAS	ก่อนและหลังผ่านการดูดซับโดยเหล็กออกไซด์