บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 สารเคมี

1. คอปเปอร์ซัลเฟต เพนตระไฮเดรต (Coppersulfate pentrahydrate, $CuSO_4.5\ H_2O$) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย

2. เฟอร์รัสซัลเฟต (Ferrous sulfate) $FeSO_4.H_2O$ เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย

3. กรดซัลฟูริกเข้มข้น (Sulfuric acid, H_2SO_4) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย

4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Chemical ประเทศออสเตรเลีย

5. สารละลายมาตรฐานทองแดง 1,000 ppm เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Merck ประเทศเยอรมนี

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-เบสยี่ห้อ Metrohm รุ่น 827 บริษัท Metrohm ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

2. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectro-photometer) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น SpectrAA-200 บริษัท Compaq Hewlett Packard ประเทศสหรัฐอเมริกา

3. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น AUX 220 บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น

4. เครื่องแก้วต่าง ๆ

3.2 การเตรียมน้ำเสียและออกแบบแผนทดลองแบบเซ็นทรัลคอมโพสิต

3.2.1 การเตรียมน้ำเสียเชิงซ้อนคอปเปอร์-แอมมีนสังเคราะห์

1. เตรียมน้ำเสียเชิงซ้อนคอปเปอร์-แอมมีนสังเคราะห์ ซึ่งมีความเข้มข้นของคอปเปอร์ไอออน 2,000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีความเข้มข้นของไอออนทองแดงใกล้เคียงกับน้ำเสียที่เกิดจากการทดลอง เรื่อง สารประกอบเชิงซ้อนโคออร์ดิเนชัน วิชาปฏิบัติการเคมีทั่วไป จากห้องปฏิบัติการเคมี อาคารศูนย์เรียนรวมสมเด็จพระเทพรัตนราชสุดา สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง โดยอบไล่น้ำ $CuSO_4.5H_2O$ ที่อุณหภูมิ 105° C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ แล้วชั่ง $CuSO_4.5H_2O$ จำนวน 7.8576 กรัม นำมาเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ในอัตราส่วนโมลของไอออนทองแดง : แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เท่ากับ 1 : 4 ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 1 ลิตร

2. วิเคราะห์ความเข้มข้นไอออนของโลหะทองแดง โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ พารามิเตอร์ในการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์สำหรับวิเคราะห์เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

พารามิเตอร์	Wavelength (nm)	Flame type	Background correction	Linear to (mg/L)	Sensitivity Check (mg/L)
ทองแดง	324.8	Air-acetylene	on	1.6	1.3

3.2.2 ออกแบบแผนทดลองแบบเซ็นทรัลคอมโพสิต (Central Composite Design: CCD

1. กำหนดค่าของ Coded Value ของแต่ละปัจจัย ซึ่งแต่ละปัจจัยถูกแบ่งออกเป็น 5 ระดับ เพื่อใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมตามวิธีการของ RSM เพื่อให้สามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์ทางสถิติ ปัจจัยที่ทำการศึกษา คือ พีเอช (X_1) อุณหภูมิ (X_2) และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (X_3) ซึ่งแต่ละปัจจัยประกอบไปด้วย 5 ระดับ คือ $-\alpha$, -1, 0, +1 และ $+\alpha$ ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงค่าของตัวแปรและค่า Coded Value

ปัจจัย	ตัวแปร	Coded Value				
		$-\alpha$	-1	0	1	α
พีเอช	X_1	8	9	10	11	12
อุณหภูมิ (องศาเซนเซียส)	X_2	43	50	60	70	77
เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (นาที)	X_3	40	60	90	120	140

2. ออกแบบแผนทดลองแบบเซ็นทรัลคอมโพสิต (Central Composite Design: CCD) โดยใช้โปรแกรม Minitab จะได้แผนการทดลอง จำนวน 20 สภาวะการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงแผนการทดลอง CCD ชนิด 3 ปัจจัย จำนวน 20 การทดลอง

Std.	**No.**	**พีเอช**	**อุณหภูมิ (C)**	**เวลาเกิดปฏิกิริยา (นาที)**
19	1	10	60	90
10	2	12	60	90
3	3	9	70	60
5	4	9	50	120
9	5	8	60	90
4	6	11	70	60
14	7	10	60	140
12	8	10	77	90

Std.	No.	พีเอช	อุณหภูมิ (C)	เวลาเกิดปฏิกิริยา (นาที)
20	9	10	60	90
2	10	11	50	60
17	11	10	60	90
15	12	10	60	90
16	13	10	60	90
18	14	10	60	90
6	15	11	50	120
1	16	9	50	60
8	17	11	70	120
11	18	10	43	90
7	19	9	70	120
13	20	10	60	40

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ศึกษาการกำจัดทองแดงโดยการเปลี่ยนเป็นคิวปรัสเฟอร์ไรท์ ($CuFe_2O_4$) ตามแผนการทดลองแบบเซ็นทรัลคอมโพสิต มีวิธีทดลองดังต่อไปนี้

1. ใส่น้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมจาก 3.2.1 ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ลงในรีแอคเตอร์ ซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิปรับอุณหภูมิ และ ตรวจสอบอุณหภูมิภายในรีแอคเตอร์ด้วยเทอร์โมมิเตอร์

2. แปรค่าพีเอช ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ หรือ กรดซัลฟูริก ให้ได้ค่าพีเอช ตามแผนการทดลอง โดยปิเปตสารละลายดังกล่าว 1 มิลลิลิตร ไปวิเคราะห์หาความเข้มข้นเริ่มต้นของทองแดง โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3. เติมเฟอร์รัสซัลเฟต ด้วยอัตราส่วนโดยโมลของทองแดง : เหล็ก เท่ากับ 1:2 ลงในรีแอคเตอร์ซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ

4. ทำการเติมอากาศ ทำให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา (นาที) ตามแผนการทดลอง จดบันทึกสีของตะกอนที่ได้

5. กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ แล้วนำสารละลายส่วนใสมาวัดปริมาณของทองแดงที่เหลือโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

6. นำตะกอนล้างด้วยน้ำกลั่นทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ตรวจสอบความเป็นเป็นสารแม่เหล็กอย่างคร่าวๆโดยทดสอบกับแท่งแม่เหล็ก

7. ทำการทดลองเช่นเดียวกับ ข้อ 1- 6 อีก 2 ซ้ำ

8. ทำแบลงค์เช่นเดียวกับ ข้อ 1- 7 โดยใช้น้ำปราศจากไอออนแทนน้ำเสียสังเคราะห์

3.3.2 ศึกษาการสร้างสมการทำนายความเข้มข้นทองแดงที่เหลืออยู่ในสารละลายเชิงซ้อนของทองแดง หลังกำจัดทองแดงโดยการเปลี่ยนเป็นคิวปรัสเฟอร์ไรท์ ($CuFe_2O_4$) ตามแผนการทดลอง Central Composite Design (CCD) ได้ 4 แบบ คือ Linear model, Linear + interaction model, Linear +square model และFull quadratic model โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. เลือกแบบจำลองสมการ Quadratic Model จากตรวจสอบความเหมาะสมของแบบจำลอง โดยพิจารณาจากค่าStandard Deviation (Std. Dev.), R-Squared (R^2), Adjusted R-Squared (Adj-R^2) และ Predicted R-Squared (Pred-R^2)

2. ตรวจสอบความเหมาะสมของแบบจำลองสมการ Quadratic Model ที่เลือกว่าตัวแปรอิสระแต่ละตัวที่นำมาใช้ในแบบจำลองสามารถนำมาใช้พยากรณ์ตัวแปรตามได้หรือไม่ โดยการทดสอบค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย ($\beta\varepsilon$) โดยมีการทดสอบของตัวแปรอิสระทุกตัวพร้อมกันและทดสอบค่าสัมประสิทธิ์การถดถอย ($\beta\varepsilon$) ของตัวแปรอิสระแต่ละตัว

3. ตรวจสอบความถูกต้องของรูปแบบการทดลอง (Model Adequacy Checking) โดยใช้แผนภูมิควบคุมคุณภาพ จากสมมติฐานว่ารูปแบบของค่าส่วนตกค้างของข้อมูลมีการกระจายตัวแบบปกติ เป็นอิสระต่อกัน และ มีความแปรปรวนเท่ากัน

4. เปรียบเทียบความเข้มข้นทองแดงที่เหลืออยู่ในสารละลายเชิงซ้อนของทองแดงจากการทดลองตามแผนการทดลอง Central Composite Design (CCD) และ ค่าที่ทำนายได้จากแบบจำลองที่เลือก

5. คำนวณร้อยละความคลาดเคลื่อนของความเข้มข้นทองแดงที่เหลืออยู่ในสารละลายเชิงซ้อนของทองแดงจากการทดลองกับค่าที่ทำนายได้จากแบบจำลองที่เลือก

3.3.3 วิเคราะห์หาระดับที่เหมาะสมของปัจจัยคือ อุณหภูมิ เวลา และค่าความเป็นกรด-เบส เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพในการกำจัดทองแดงสูงสุด โดยการสร้างพื้นผิวตอบสนอง (Respons Surface Methodology : RSM) มีขั้นตอนดังนี้

1. ทำการประมวลหาระดับของแต่ละปัจจัยที่เหมาะสมของแต่ละปัจจัย ในการกำจัดทองแดงออกจากสารละลายเชิงซ้อนทองแดงโดยกระบวนการเปลี่ยนเป็นคิวปรัสเฟอร์ไรท์ ($CuFe_2O_4$) โดยการสร้างพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology : RSM)

2. ทำการประมวลผลค่าแสดงความสัมพันธ์ของค่าปัจจัยและผลตอบที่มีค่าความพึงพอใจโดยรวม (Composite Desirability) จากค่าที่เหมาะสมที่สุดของปัจจัยโดยใช้ Response Optimizer

3.3.4 ทำการทดลองเปรียบเทียบความเข้มข้นของทองแดงที่เหลืออยู่ในสารละลายจากค่าระดับปัจจัยที่เหมาะสมจากการสร้างพื้นผิวตอบสนองและจากสมการทำนายของแบบจำลอง โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ที่เตรียมจากข้อ 3.2.1 ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ลงในรีแอคเตอร์ ซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ

2. ปรับอุณหภูมิ และ ตรวจสอบอุณหภูมิภายในรีแอคเตอร์ด้วยเทอร์โมมิเตอร์ โดยใช้อุณหภูมิเหมาะสมจากการวิเคราะห์ด้วยพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology : RSM)

3. แปรค่าพีเอชโดยใช้ค่าพีเอชเหมาะสมจากการวิเคราะห์ด้วยพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology : RSM) โดยการปรับค่าพีเอชด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ หรือกรด ซัลฟูริกให้ได้ค่าพีเอชที่เหมาะสมโดยปิเปตสารละลายดังกล่าว 1 มิลลิลิตร ไปวิเคราะห์ความเข้มข้นเริ่มต้นของทองแดงโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

4. เติมเฟอร์รัสซัลเฟตด้วยอัตราส่วนโดยโมลของทองแดง : เหล็ก เท่ากับ 2:1 ลงในรีแอคเตอร์ซึ่งจุ่มอยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ

5. ทำการเติมอากาศ ทำให้เกิดปฏิกิริยาเป็นเวลา (นาที) โดยใช้เวลาเหมาะสมจากการวิเคราะห์ด้วยพื้นผิวตอบสนอง (Response Surface Methodology : RSM) จดบันทึกสีของตะกอนที่ได้

6. กรองตะกอนด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ แล้วนำสารละลายส่วนใสมาวิเคราะห์ปริมาณทองแดง ที่เหลือโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

7. นำตะกอนล้างด้วยน้ำกลั่น ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้องตรวจสอบความเป็นเป็นสารแม่เหล็กอย่างคร่าวๆโดยทดสอบกับแท่งแม่เหล็ก

8. ทำการทดลองเช่นเดียวกับ ข้อ 1 - 7 อีก 9 ซ้ำ

9. ทำแบลงค์เช่นเดียวกับ ข้อ 1 - 8 โดยใช้น้ำปราศจากไอออนแทนน้ำเสียสังเคราะห์

10. ประมวลผลค่าเฉลี่ยเลขคณิตและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานจากการทดลองดังกล่าว

11. วิเคราะห์หาความเข้มข้นของทองแดงที่เหลืออยู่ในสารละลายจากการกำจัดทองแดงในสารละลายเชิงซ้อนทองแดงโดยกระบวนการเปลี่ยนเป็นคิวปรัสเฟอร์ไรท์ ($CuFe_2O_4$) โดยใช้สมการการทำนายของแบบจำลองที่เหมาะสม โดยเปรียบเทียบและคำนวณร้อยละของความคลาดเคลื่อนจากการทดลองและการใช้สมการทำนาย

สถานที่ทำการทดลอง

- ห้องปฏิบัติการเคมี อาคารศูนย์เรียนรวมสมเด็จพระเทพฯ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- ห้องปฏิบัติการเคมี อาคารคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง