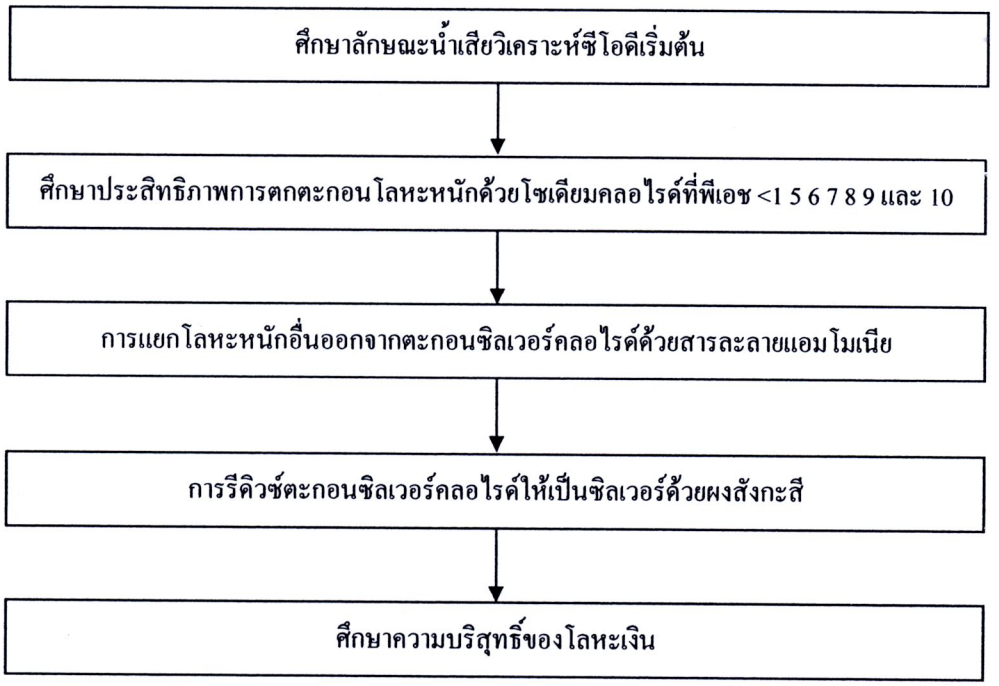
บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้เป็นแบบทดลอง (Experimental Research) โดยทำการศึกษาในการนำกลับของโลหะเงินในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี โดยใช้โซเดียมคลอไรด์ในการตกตะกอนของโลหะเงินให้อยู่ในรูปของซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) โดยศึกษาการตกตะกอนที่โซเดียมคลอไรด์ที่ปริมาณ 10 20 30 40 50 และ60 กรัม และที่พีเอชต่าง ๆ ได้แก่ <1 5 6 7 8 9 และ 10 นำตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนมาแยกโลหะอื่น ๆ ออกจากตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ โดยใช้สารละลายแอมโมเนีย ทำการแยกสารละลายกับตะกอนของจากกัน นำสารละลายที่ผ่านการกรองปรับสภาพด้วยกรดไนตริก จะได้ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) กลับคืนอีกครั้ง จากนั้นนำตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) มารีดิวซ์ให้อยู่ในรูปโลหะเงิน ขั้นตอนดำเนินการวิจัยดังภาพที่ 3.1



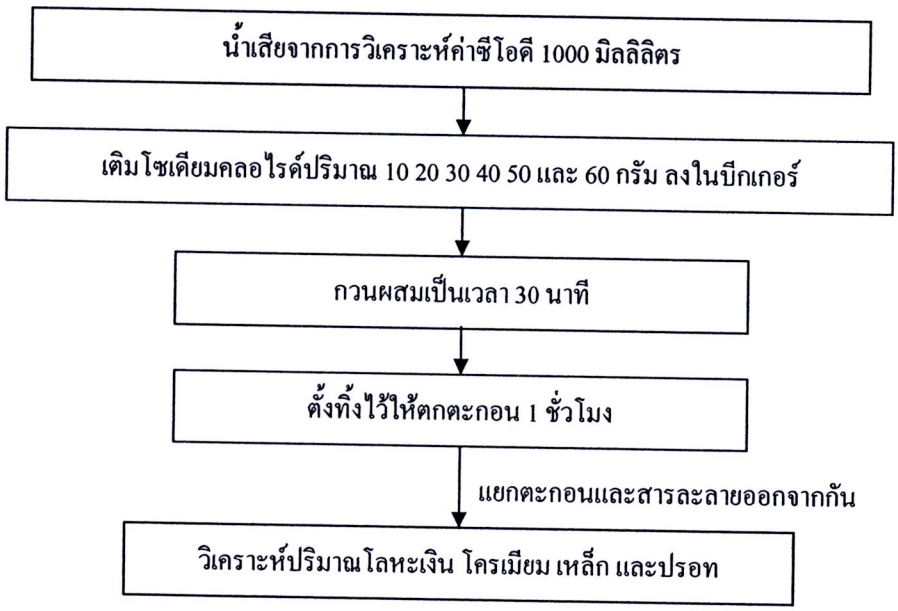
ภาพที่ 3.1 ขั้นตอนวิธีดำเนินการวิจัย

1. น้ำเสียตัวอย่างที่ใช้ในการวิจัย

การศึกษาครั้งนี้ คือน้ำเสียที่ได้จากกระบวนการวิเคราะห์ค่าซีโอดีที่รวบรวมได้จากห้องปฏิบัติการวิศวกรรมสิ่งแวดล้อมโดยเก็บในถังเก็บตัวอย่างพลาสติกขนาด 120 ลิตรที่อุณหภูมิห้อง การเก็บตัวอย่างน้ำเสียวิเคราะห์แต่ละครั้ง ทำการกวนผสมน้ำเสียทุกครั้ง เพื่อให้น้ำเสียเป็นเนื้อเดียวกัน และแบ่งน้ำเสียใส่ขวดเก็บสารเคมีพลาสติก ขนาด 2.5 ลิตรเพื่อใช้ในการวิจัยแต่ละครั้ง วิเคราะห์ลักษะน้ำเสียตัวอย่าง คือ พีเอช และปริมาณโลหะหนักเริ่มต้น คือ ปรอท โครเมียม เงิน และเหล็ก พารามิเตอร์ละ 3 ครั้ง

2. ศึกษาหาปริมาณโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมในการตกตะกอนโลหะเงิน

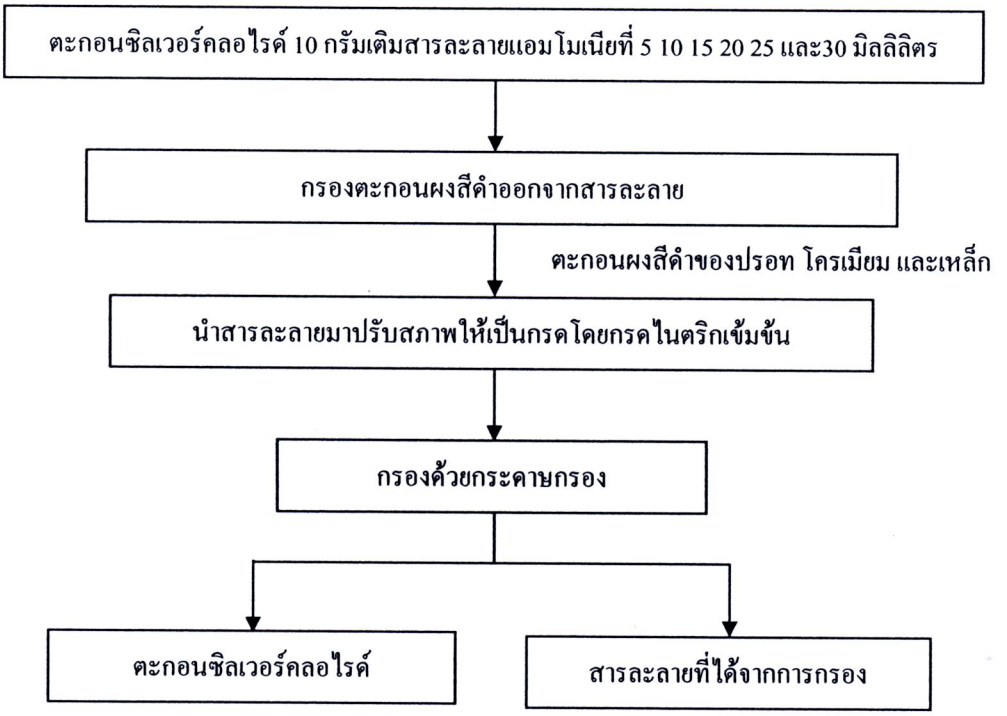
น้ำเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีโอดี 1000 มิลลิลิตร เติมโซเดียมคลอไรด์ (AR Grade) ปริมาณ 10 20 30 40 50 และ60 กรัม ที่พีเอช <1 กวนผสมให้โซเดียมคลอไรด์กับน้ำเสียผสมเข้ากันกวนเร็ว 1 นาที ที่ความเร็ว 100 รอบต่อวินาที และกวนช้า 30 นาที ที่ความเร็ว 10 รอบต่อวินาที จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนเวลา 1 ชั่วโมง แยกตะกอนกับสารละลายออกจากกัน นำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักและทำการศึกษาในระดับพีเอชที่ 5 6 7 8 9 และ 10 นำตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนด้วยโซเดียมคลอไรด์ ไปใช้ในการทดลองขั้นตอนต่อไป ดังภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 ขั้นตอนการหาปริมาณโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมในการตกตะกอนโลหะเงิน

3. การหาปริมาณสารละลายแอมโมเนียในการแยกโลหะหนักอื่น ๆ ออกจากตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์

นำตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ได้จากการศึกษาในขั้นตอนแรกปริมาณ 10 กรัม ละลายตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ออกจากตะกอนคลอไรด์ของโลหะอื่นด้วยสารลายแอมโมเนีย ตะกอนดังกล่าวอาจมีการปนเปื้อนของปรอท โครเมียม และเหล็กอยู่ด้วย นำมาเติมสารละลายแอมโมเนียมาตรฐานร้อยละ 25 (AR Grade) 5 10 15 20 25 และ 30 มิลลิลิตร กรองสารละลายด้วยกระดาษกรองวอทแมน เบอร์ 42 ผงสีดำของปรอท โครเมียม และ เหล็กติดอยู่บนกระดาษกรอง นำกระดาษกรองที่มีปรอท โครเมียม และเหล็ก เก็บไว้ในขวดพลาสติกปิดฝาให้มิดชิด จากนั้นนำสารละลายที่ได้นำไปปรับสภาพให้เป็นกรด (ทดสอบโดยใช้กระดาษลิตมัส) ด้วยกรดไนตริกเข้มข้นทีละหยด จะได้ตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์กลับคืน กรองด้วยกระดาษกรอง วอทแมน เบอร์ 42 ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่ผ่านปฏิกิริยาในขั้นตอนนี้แล้วจะไม่มีตะกอนคลอไรด์ของโลหะอื่นเจือปน ดังภาพที่ 3.3

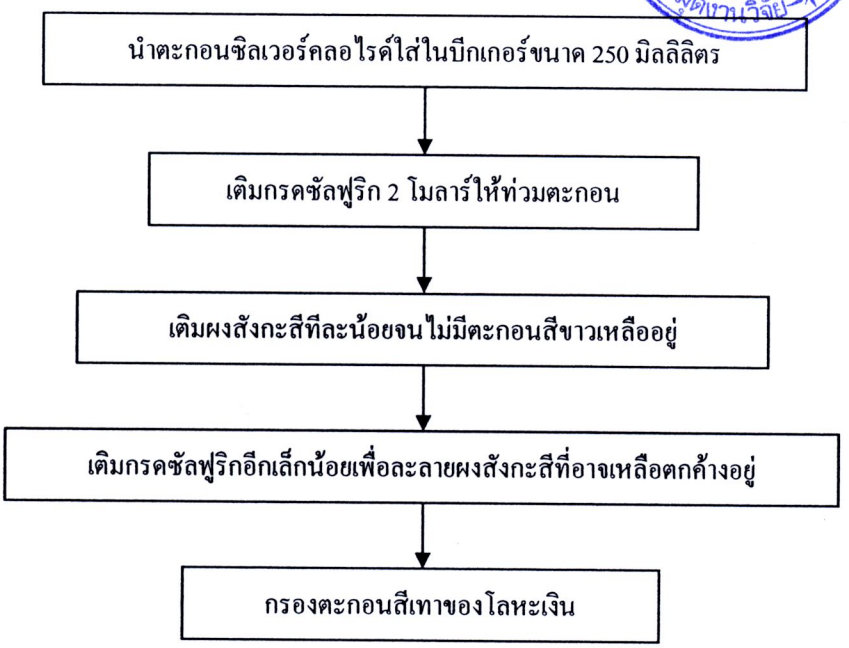


ภาพที่ 3.3 การหาปริมาณสารละลายแอมโมเนียในการแยกโลหะหนักอื่น ๆ ออกจากตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์

4. การหาปริมาณสังกะสีในการรีดิวซ์ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์

นำตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟูริก 2 โมลาร์ (วิลาวรรณ์ จันทรประทิน, 2542) ให้ท่วมตะกอน จากนั้นโรยผงสังกะสีให้ทั่ว ใช้ช้อนพลาสติกหรือแท่งแก้วคนให้เข้ากัน สังเกตฟองก๊าซที่เกิดขึ้น ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์จะเปลี่ยนเป็นสีเทา เติมผงสังกะสีต่อไปอีกทีละน้อยจนไม่มีตะกอน สีขาวเหลืออยู่ จากนั้นเติมกรดซัลฟูริกอีกเล็กน้อยเพื่อละลายผงสังกะสีที่อาจเหลือตกค้างอยู่ จนไม่เห็นฟองก๊าซซึ่งเกิดจากการละลายของผงสังกะสีในกรดซัลฟูริกเกิดขึ้นอีก กรองตะกอนสีเทาของโลหะเงิน (cement silver) ด้วยกระดาษกรองวอทแมน เบอร์ 42 ตะกอนที่ได้เป็นตะกอนของโลหะเงินบริสุทธิ์ ดังภาพที่ 3.4

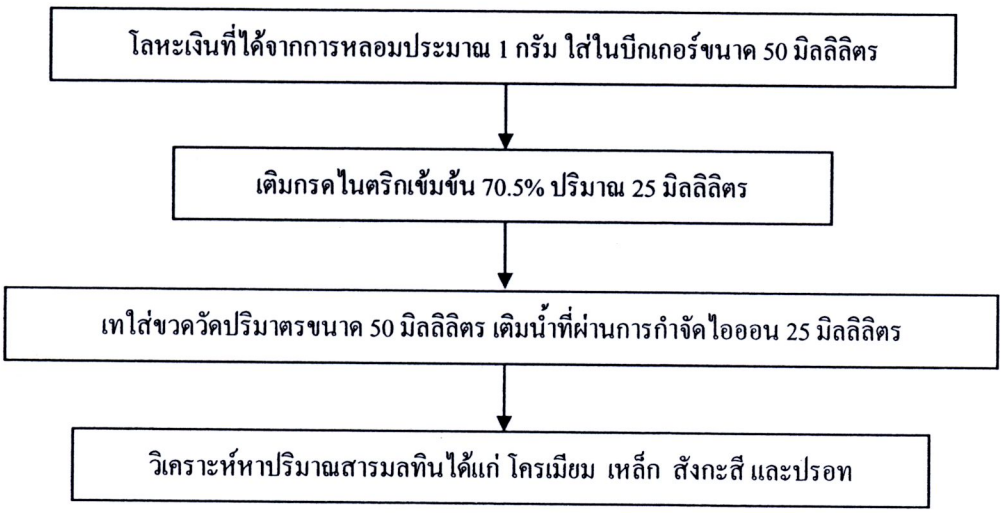
สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย



ภาพที่ 3.4 การหาปริมาณสังกะสีในการรีดิวซ์ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์

5. ศึกษาความบริสุทธิ์ของโลหะเงิน

นำโลหะเงิน 1 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกเข้มข้นร้อยละ 70.5 (วิลาวรรณ์ จันทรประทิน, 2542) โดยน้ำหนักต่อปริมาณ 25 มิลลิลิตร วางบนเตาให้ความร้อนจนโลหะเงินละลายหมดเทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออน 25 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาปริมาณสารมลทินได้แก่ โครเมียม เหล็ก สังกะสี และปรอท ดังภาพที่ 3.5



ภาพที่ 3.5 ศึกษาความบริสุทธิ์ของโลหะเงิน

6. วิธีวิเคราะห์ทางเคมี

มาตรฐานการวิเคราะห์น้ำและน้ำเสียพารามิเตอร์ต่างๆ ทางเคมี ซึ่งได้แก่ตัวอย่างน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดี สารลายที่ผ่านการตกตะกอนและบำบัดแล้ว ตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ และโลหะเงิน มีการวิเคราะห์ค่าต่าง ๆ ตามวิธี Standard Method for the Examination of Water and Wastewater (APHA. AWWA, and WPCF, 1998)

6.1 ค่าพีเอช วิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดพีเอช (pH Meter)

6.2 การวิเคราะห์โลหะหนัก ได้แก่ เงิน โครเมียม เหล็ก และสังกะสี ตรวจวัดวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิค แอบซอฟชัน สเปกโตรเมตริก (Atomic Absorption Spectrometric) มีการเติมสารละลายมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์ดังนี้

6.2.1 สารละลายมาตรฐาน การตรวจวิเคราะห์โลหะหนักด้วยเครื่อง อะตอมมิค แอบซอฟชัน สเปกโตรเมตริก (Atomic Absorption Spectrometric) ต้องเตรียมสารละลายมาตรฐานทุกครั้ง เพื่อให้การตรวจวิเคราะห์โลหะหนักมีความถูกต้องและแม่นยำมากที่สุด การเตรียมสารละลายโลหะต่าง ๆ มีการเตรียมสารละลายมาตรฐานดังนี้

การเตรียมสารละลายเงินมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายเงินในช่วง 0.2 0.5 1 2 และ3 มิลลิกรัมต่อลิตร จากสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยการเติมสารละลายมาตรฐานปริมาณ 0.01 0.025 0.05 0.1 และ 0.15 มิลลิลิตร ตามลำดับ ในขวดปรับปริมาตร 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากอิออนจนถึงขีดวัดปริมาตรเขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายเงินที่มี 0.2 0.5 1 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร นำสารละลายดังกล่าวทำเป็นกราฟมาตรฐานที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายเงิน (มิลลิกรัมต่อลิตร)

การเตรียมสารละลายโครเมียมมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายโครเมียมในช่วง 0.2 0.5 1 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมสารละลายเช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายเงินมาตรฐานจะได้สารละลายเงินที่มีความเข้มข้น 0.2 0.5 1 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร

การเตรียมสารละลายเหล็กมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายเหล็กในช่วง 0.2 0.5 1 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมสาร ละลายเช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายเงินมาตรฐานจะได้สารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.2 0.5 1 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร

การเตรียมสารละลายสังกะสีมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายสังกะสีในช่วง 0.2 0.5 1 2 และ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมสารละลายเช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายเงินมาตรฐานจะได้สารละลายสังกะสีที่มีความเข้มข้น 0.2 0.5 1 2 และ3 มิลลิกรัมต่อลิตร

6.2.2 การเตรียมตัวอย่างเพื่อหาปริมาณเงิน โครเมียม เหล็ก และสังกะสี จากตัวอย่างที่ต้องการตรวจวัด ตวงน้ำเสียตัวอย่าง 50 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น ปริมาตร 5 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนจนกระทั่งเหลือของเหลวประมาณ 10-20 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นทำสารละลายที่ได้

ไปกรองด้วยกระดาษกรองวอทแมน เบอร์ 42 นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยใช้ขวดปรับปริมาตร 50 มิลลิลิตร

6.2.3 สภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิค แอบซอฟชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี (Atomic Absorption Spectrophotometry, AAS)

การหาปริมาณโลหะหนักแต่ละชนิดด้วยเครื่องอะตอมมิค แอบซอฟชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี (Atomic Absorption Spectrophotometry, AAS) วิเคราะห์โดยฉีดน้ำตัวอย่างโดยตรงเข้าไปในอะตอมไมเซอร์ ที่ใช้เปลวไฟอะเซทีลีนโดยใช้อากาศในห้องเครื่องอัดอากาศ (Air Compressor) หรือใช้อากาศที่อัดอยู่ในท่อ (Cylinder) อากาศที่ใช้ต้องแห้ง ทำได้โดยผ่านเครื่องกรองที่เหมาะสม เพื่อกำจัดน้ำมัน น้ำ และสารแปลกปลอมอื่นๆ และใช้ก๊าซอะเซทีลีนชนิดมาตรฐานการค้า (Standard commercial grade) เพื่อใช้เป็นก๊าซเชื้อเพลิง และเลือกฮอลโลวคาโทดแลมพ์ของโลหะที่ต้องการวิเคราะห์ ตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 Wave length และ Sensitivity ของการวิเคราะห์หาโลหะหนัก

โลหะ	ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)	Sensitivity for 1% Absorption (มคก/ล.)
เงิน	328.1	60
โครเมียม	357.9	20
เหล็ก	248.3	100
สังกะสี	213.9	15

ที่มา: อะตอมมิค แอบซอฟชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี (2553)

6.3 การวิเคราะห์ปรอท ตรวจวัดวิเคราะห์ด้วยเครื่องเมอร์คิวรีอนาไลเซอร์ (Mercury analyzer) การวิเคราะห์ปรอทด้วยเครื่องเมอร์คิวรีอนาไลเซอร์ (Mercury Analyzer) มีการการเตรียมสารละลายมาตรฐานเพื่อแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายปรอท (ไมโครกรัมต่อลิตร) โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นของสารละลายปรอทในช่วง 10 20 50 และ 100 ไมโครกรัมต่อลิตร จากสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1,000 มก/ล.

7. การวิเคราะห์ข้อมูลพร้อมทั้งคำนวณค่าใช้จ่ายในการนำกลับเงิน

พิจารณาค่าใช้จ่ายในการนำกลับโลหะเงินที่ได้จากน้ำเสียจากการวิเคราะห์ค่าซีโอดี โดยการคำนวณโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมในการตกตะกอนโลหะเงินที่อยู่ในรูปซิลเวอร์คลอไรด์ คำนวณค่าใช้จ่ายปริมาณสารเคมีต่าง ๆ ที่ใช้การทดลอง โลหะเงินที่ได้จากการนำกลับจากน้ำเสียวิเคราะห์ค่าซีโอดีนั้น มีความคุ้มทุนการการนำกลับได้เท่าใด โดยเทียบจากราคาโลหะเงินบริสุทธิ์ คำนวณค่าใช้จ่ายในการวิจัยตามขั้นตอนต่อไปนี้

7.1 การตกตะกอนโลหะหนักในน้ำเสียวิเคราะห์ซีโอดีด้วยโซเดียมคลอไรด์ที่พีเอชต่าง ๆ

7.2 การแยกตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ออกกจากตะกอนโลหะหนักอื่น ๆ

7.3 การทำให้เงินมีความบริสุทธิ์