

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 รูปแบบและขั้นตอนการศึกษา

การศึกษาครั้งนี้แบ่งเป็น 6 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นที่หนึ่ง วิเคราะห์หาปริมาณปรอทในน้ำเสียด้วยวิธีการไตเตรตกับอิดีทีเอ และวิเคราะห์หาปริมาณโลหะต่างๆ ในน้ำเสีย ได้แก่ นิกเกิล ตะกั่ว ทองแดง โคบอลต์ แคดเมียม แมงกานีส และเหล็ก ด้วย AAS

ขั้นที่สอง ศึกษาหาข้อไฟฟ้าที่เหมาะสมเพื่อใช้ในขั้นตอนการแยกสลายด้วยไฟฟ้า

ขั้นที่สาม ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดปรอทออกจากน้ำเสียโดยการแยกสลายด้วยไฟฟ้า สภาวะที่ศึกษา ได้แก่ ความต่างศักย์ โดยแปรเปลี่ยนความต่างศักย์เป็น 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5 และ 4 โวลต์ เวลาในการทดลอง โดยแปรเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการแยกสลายด้วยไฟฟ้าเป็น 1, 2, 3, 4 และ 5 ชั่วโมง และความเข้มข้นของน้ำเสีย โดยเจือจางน้ำเสียด้วยน้ำที่กำจัดอื้อแล้ว ด้วยสัดส่วนของน้ำเสียต่อน้ำที่กำจัดอื้อแล้วเป็น 1:2, 1:4, 1:6, 1:8 และ 1:10

ขั้นที่สี่ วิเคราะห์หาปริมาณปรอทที่ได้จากการแยกสลายด้วยไฟฟ้าโดยการชั่งน้ำหนัก และวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของปรอทที่ได้จากการแยกสลายด้วยไฟฟ้าด้วย AAS

ขั้นที่ห้า ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดปรอทในน้ำเสียโดยการตกตะกอนด้วยโซเดียมซัลไฟด์ สภาวะที่ศึกษา ได้แก่ พีเอช โดยแปรเปลี่ยนพีเอชของน้ำเสีย ตั้งแต่ 5-9 และปริมาณของโซเดียมซัลไฟด์ โดยแปรเปลี่ยนปริมาณของโซเดียมซัลไฟด์เป็น 0.5, 1, 2 และ 3 ของปริมาณที่คำนวณได้ตามทฤษฎี

ขั้นที่หก วิเคราะห์หาปริมาณปรอทในสารละลายภายหลังตกตะกอนด้วยโซเดียมซัลไฟด์ โดยใช้ AAS - Cold Vapor และวิเคราะห์ปริมาณโลหะต่างๆ ในสารละลายด้วย AAS

## 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

### 3.2.1 เครื่องแก้ว ได้แก่

ปิเปต บิวเรต ขวดวัดปริมาตร ขวดรูปกรวย บีกเกอร์ กระจกบดวง แท่งแก้ว หลอดหยด กรวยแก้วกรอง

### 3.2.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์ ได้แก่

1. เครื่องปรับแรงดันไฟฟ้า (Rectifier) รุ่น SC – 25H ผลิตโดย Thai Patana สามารถให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงสุด 15 โวลต์ และกระแสไฟฟ้า 25 แอมแปร์

2. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS ของ Varian รุ่น SpectrAA 200, Australia) โดยกระบวนการทำให้สารแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization Technique) ที่เกิดจากอากาศและอะเซทีลีน (Air - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) ที่ใช้แหล่งกำเนิดแสง (light source) แบบ Hollow Cathode Lamps (HCLs)

วิเคราะห์ปรอท	ใช้ความยาวคลื่น 253.7 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.5 นาโนเมตร
วิเคราะห์นิกเกิล	ใช้ความยาวคลื่น 232.0 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.2 นาโนเมตร
วิเคราะห์ตะกั่ว	ใช้ความยาวคลื่น 217.0 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 1.0 นาโนเมตร
วิเคราะห์ทองแดง	ใช้ความยาวคลื่น 324.8 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.5 นาโนเมตร
วิเคราะห์โคบอลต์	ใช้ความยาวคลื่น 240.7 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.2 นาโนเมตร
วิเคราะห์แคดเมียม	ใช้ความยาวคลื่น 228.8 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.5 นาโนเมตร
วิเคราะห์แมงกานีส	ใช้ความยาวคลื่น 279.5 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.2 นาโนเมตร
วิเคราะห์เหล็ก	ใช้ความยาวคลื่น 248.3 นาโนเมตร ความกว้างของ Slit 0.2 นาโนเมตร

3. เครื่องกำเนิดสารประกอบไฮไดรด์ (Hydride Generator ของ Varian รุ่น VGS 77 Australia)

4. เครื่องชั่งชนิดหยาบ (ของ Mettler รุ่น PB 1502, England)

5. เครื่องชั่งชนิดละเอียด (ของ Mettler รุ่น AB 204, England)

6. เครื่องกำจัดไออปรอท (Scrubber)
7. หน้ากากป้องกันไอปรอท ( ของ AOSafety รุ่น R5651A)
8. เครื่องทำน้ำกำจัดอออน ( ของ Barnstead)
9. เครื่องกวนแม่เหล็ก
10. เครื่องกวนใบพัด
11. พีเอชมิเตอร์
12. กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42
13. แท่งอูมิเนียม สแตนเลสชนิดท่อกลวงและชนิดถ้วย แผ่นทองเหลือง แกรไฟด์ ชนิดแท่งและชนิดแผ่น และไททานเนียมเคลือบแพลทินัมชนิดตะแกรง

### 3.3 สารเคมีและวิธีการเตรียม

#### 3.3.1 การหาปริมาณปรอทด้วยวิธีการไตเตรตกับอีดีทีเอ มีสารเคมีและวิธีการเตรียม ดังนี้

1. สารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.1 โมลาร์  
ละลายอีดีทีเอ (Ethylenediaminetetraacetic acid dihydrate ; EDTA, disodium salt) หนัก 37.2 กรัม ในน้ำที่กำจัดอออนแล้ว 1 ลิตร
2. สารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.01 โมลาร์  
นำสารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.1 โมลาร์ มา 25 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเติมแมกนีเซียมซัลเฟต ( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ) หนัก 0.03 กรัม ลงไป คนสารละลายจนของแข็งละลายหมด เติมน้ำที่กำจัดอออนแล้วลงไปจนสารละลายมีปริมาตร 250 มิลลิลิตร
3. สารละลายบัฟเฟอร์ พีเอช 10  
เตรียมได้โดยผสมแอมโมเนียมคลอไรด์ ( $NH_4Cl$ ) หนัก 6.8 กรัม กับสารละลายน้ำแอมโมเนียที่เข้มข้น ปริมาตร 57 มิลลิลิตร แล้วเจือจางสารละลายที่ได้ด้วยน้ำที่กำจัดอออนแล้วจนมีปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

#### 4. อินดิเคเตอร์เอริโอโครมแบลคที

เตรียมได้โดยละลายเอริโอโครมแบลคทีชนิดรีเอเจนต์เกรดหนัก 0.15 กรัม ใน ไตรเอทานอลามีน (triethanolamine) 15 มิลลิลิตร แล้วเติมเอทานอล 95% ปริมาตร 15 มิลลิลิตร เก็บสารละลายในขวดสีน้ำตาลที่มีจุกอุดกันสารละลายถูกแสงสว่างโดยตรง

#### 5. อินดิเคเตอร์เมทิลเรด 0.1%

ละลายเมทิลเรด 100 มิลลิกรัม ในเอทานอล 100 มิลลิลิตร

#### 6. สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมซัลเฟตเข้มข้น 0.01 โมลาร์

ชั่งแมกนีเซียมซัลเฟต ( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ) ชนิดรีเอเจนต์เกรดหนัก 0.616 กรัม ละลายในขวดวัดปริมาตร 250 มิลลิลิตร ด้วยน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้ว แล้วทำปริมาตรให้เป็น 250 มิลลิลิตร คำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอน

#### 7. สารละลายแมกนีเซียม-อีดีทีเอ (Mg-EDTA)

ละลายอีดีทีเอ หนัก 1.861 กรัม และแมกนีเซียมซัลเฟต หนัก 1.233 กรัม ในน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้ว 30 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร จนของแข็งละลายหมด เติมสารละลายบัฟเฟอร์ พีเอช 10 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร และสารละลายเอริโอโครมแบลคที 2-3 หยด สารละลายที่ได้มีสีม่วงแดง จะต้องปรับสารละลายที่ได้ไปอยู่ที่สถานะต้องการ โดยหยดสารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.01 โมลาร์ และสารละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเข้มข้น 0.01 โมลาร์ สารละลายจะเปลี่ยนจากสีม่วงแดงเป็นน้ำเงินและจากสีน้ำเงินเป็นสีม่วงแดง จากนั้นเติมน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้วจนสารละลายมีปริมาตร 50 มิลลิลิตร จะได้สารละลายแมกนีเซียม-อีดีทีเอ ที่มีความเข้มข้นประมาณ 0.1 โมลาร์

#### 8. สารละลายแมกนีเซียม-อีดีทีเอ เข้มข้น 0.05 โมลาร์

นำสารละลายแมกนีเซียม-อีดีทีเอ เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตรด้วยน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้ว

#### 9. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ หนัก 40 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้วแล้วเขย่าให้ละลาย และปรับปริมาตรด้วยน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้ว

### 3.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ ด้วย AAS มีสารเคมีและวิธีการเตรียม ดังนี้

#### 1. สารละลายนิกเกิลมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของนิกเกิลในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยดูดสารละลาย ปริมาตร 5 มิลลิลิตร จากสารละลายนิกเกิลมาตรฐานความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไนตริก 1% น้ำหนัก/ปริมาตร จนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายนิกเกิลที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร นำสารละลายนี้ มาเตรียมสารละลายนิกเกิลที่มีความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร โดยดูดสารละลาย ปริมาตร 5 มิลลิลิตร จากสารละลายนิกเกิลที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร ใส่ลงในขวดวัด ปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1% น้ำหนัก/ปริมาตร จนถึงขีด วัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายนิกเกิลที่มีความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร นำสาร ละลายนี้มาเตรียมสารละลายนิกเกิลที่ใช้ทำกราฟมาตรฐานต่อไป โดยดูดสารละลายนี้ 2, 4, 6 และ 8 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไนตริกเข้ม ข้น 1% น้ำหนัก/ปริมาตร จนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายนิกเกิลที่มีความ เข้มข้น 0.2, 0.4, 0.6 และ 0.8 มิลลิกรัม/ลิตร นำสารละลายดังกล่าวมาทำเป็นกราฟมาตรฐานที่ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายนิกเกิล (มิลลิกรัม/ลิตร) โดยใช้สารละลายกรดไนตริก 1% น้ำหนัก/ปริมาตร เป็นแบลนด์ (blank)

#### 2. สารละลายตะกั่วมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของตะกั่วในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้หลักเกณฑ์เดียวกับการเตรียมสารละลายนิกเกิลมาตรฐานในข้อ 1

#### 3. สารละลายทองแดงมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของทองแดงในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้หลักเกณฑ์เดียวกับ การเตรียม สารละลายนิกเกิลมาตรฐานในข้อ 1

#### 4. สารละลายโคบอลต์มาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของโคบอลต์ในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้หลักเกณฑ์เดียวกับ การเตรียม สารละลายนิกเกิลมาตรฐานในข้อ 1

#### 5. สารละลายแคดเมียมมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของแคดเมียมในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้หลักเกณฑ์เดียวกับการเตรียม สารละลายนิกเกิลมาตรฐานในข้อ 1

#### 6. สารละลายแมงกานีสมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของแมงกานีสในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้หลักเกณฑ์เดียวกับการเตรียม สารละลายนิกเกิลมาตรฐานในข้อ 1

#### 7. สารละลายเหล็กมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของเหล็กในช่วง 0.2-0.8 มิลลิกรัม/ลิตร โดยใช้หลักเกณฑ์เดียวกับการเตรียมสารละลายนิกเกิลมาตรฐานในข้อ 1

#### 8. สารละลายกรดไนตริกเจือจาง 1% น้ำหนัก/ปริมาตร

เตรียมโดยดูดกรดไนตริกเข้มข้น (70.5% น้ำหนัก/ปริมาตร, AR Grade) 3.55 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร ที่มีน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้วประมาณครึ่งขวด จากนั้นปรับปริมาตรจนถึงขีดวัดปริมาตรด้วยน้ำที่ผ่านการกำจัดอ็อกซิเจนแล้วเขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายกรดไนตริกที่มีความเข้มข้น 1% น้ำหนัก/ปริมาตร

3.3.3 การวิเคราะห์หาปริมาณปรอทด้วย AAS - Cold Vapor มีสารเคมีและวิธีการเตรียม ดังนี้

#### 1. สารละลายปรอทมาตรฐาน

เตรียมความเข้มข้นของปรอทในช่วง 10-40 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยดูดสารละลายปริมาตร 0.1 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานปรอทความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร ใส่สารละลายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไนตริก 1% น้ำหนัก/ปริมาตร จนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายปรอทที่มีความเข้มข้น 10 มิลลิกรัม/ลิตร นำสารละลายนี้มาเตรียมสารละลายปรอทที่ใช้ทำกราฟมาตรฐาน (Calibration Curve) โดยการดูดสารละลายที่ได้ 0.1, 0.2, 0.3 และ 0.4 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไนตริก 1% น้ำหนัก/ปริมาตร จนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันจะได้สารละลายปรอทที่มีความเข้มข้น 10, 20, 30 และ 40 ไมโครกรัมต่อลิตร นำสารละลายดังกล่าวมาทำเป็นกราฟมาตรฐานที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการ

ดูกลิ่นแสงกับความเข้มข้นของปรอท (ไมโครกรัมต่อลิตร) โดยใช้สารละลายกรดไนตริก 1% น้ำหนัก/ปริมาตร เป็นแบลนด์ (blank)

## 2. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 18.5% น้ำหนัก/ปริมาตร

เตรียมโดยดูดกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (37% น้ำหนัก/ปริมาตร, AR Grade) 250 มิลลิลิตร ใสลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ที่มีน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้วอยู่ประมาณครึ่งขวด จากนั้นปรับปริมาตรจนถึงขีดวัดปริมาตรด้วยน้ำที่ผ่านการกำจัดอ็อกซิเจนแล้ว เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 18.5% น้ำหนัก/ปริมาตร

## 3. สารละลายโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 0.3% โดยน้ำหนักและโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5% โดยน้ำหนัก

เตรียมโดยชั่งโซเดียมบอโรไฮไดรด์ 1.5 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 กรัม ใสในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดอ็อกซิเจนแล้วเขย่าให้ละลาย และปรับปริมาตรด้วยน้ำที่ผ่านการกำจัดอ็อกซิเจนแล้ว

### 3.3.4 การตกตะกอนปรอทด้วยโซเดียมซัลไฟด์ มีสารเคมีและวิธีการเตรียม ดังนี้

#### 1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์หนัก 4 กรัม ใสในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร เติมน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้วเขย่าให้เข้ากัน และปรับปริมาตรด้วยน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้ว

#### 2. สารละลายโซเดียมซัลไฟด์

ชั่งโซเดียมซัลไฟด์ 0.1 กรัม ใสในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร เติมน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้วเขย่าให้เข้ากัน และปรับปริมาตรด้วยน้ำที่กำจัดอ็อกซิเจนแล้ว

### 3.4 วิธีการทดลอง

น้ำเสียที่ใช้ในการศึกษาเป็นน้ำเสียจากกระบวนการทำปรอทจากอุตสาหกรรมก๊าซธรรมชาติให้บริสุทธิ์ โดยวิธีการล้างปรอทด้วยกรดไนตริกเจือจางและการกลั่นปรอทในสุญญากาศ ซึ่งเป็นกรรมวิธีของนันทนิตย์ วานิชชีวะ (2540) วิธีนี้ทำให้มีปรอทที่มีความเข้มข้นสูงปนเปื้อนอยู่ในน้ำเสีย

### 3.4.1 การวิเคราะห์หาปริมาณปรอทในน้ำเสียด้วยวิธีการไตเตรตกับอดีทีเอ

#### 1. การหาความเข้มข้นของสารละลายอดีทีเอ 0.01 โมลาร์

ปีเปตสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมซัลเฟต ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปกรวยขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายบัฟเฟอร์ ฟิเอช 10 ปริมาตร 5 มิลลิลิตร และสารละลายเอริโอโครมเบลคที่ 2-3 หยด เขย่าและนำสารละลายที่ได้ไปไตเตรตกับสารละลายอดีทีเอเข้มข้น 0.01 โมลาร์ จากบิวเรต จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากแดงเป็นน้ำเงิน คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานอดีทีเอ ทำการทดลองซ้ำ 2 ครั้ง ผลที่ได้จะต้องไม่แตกต่างกันเกิน 0.1 มิลลิลิตร

วิธีคำนวณความเข้มข้นของอดีทีเอ

$$\text{ความเข้มข้นของอดีทีเอ (โมลาร์)} = \frac{A \times B}{C}$$

เมื่อ

- A = ปริมาตรของแมกนีเซียมซัลเฟต (มิลลิลิตร)  
 B = ปริมาตรของอดีทีเอ (มิลลิลิตร)  
 C = ความเข้มข้นของแมกนีเซียมซัลเฟต (โมลาร์)

#### 2. วิธีการไตเตรต

ปีเปตน้ำเสียที่มีปรอท 20 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปกรวย หยดเมทิลเรด อินดิเคเตอร์ 2 หยด และหยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองใส ถ้ามีตะกอนหรือความขุ่นเกิดขึ้นให้เติมสารละลายบัฟเฟอร์ ฟิเอช 10 จนกระทั่งตะกอนหายไปอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นเติมสารละลายบัฟเฟอร์ ฟิเอช 10 ปริมาตร 3 มิลลิลิตร และเติมสารละลายแมกนีเซียม-อดีทีเอ 5 มิลลิลิตร หลังจากนั้นหยดเอริโอโครมเบลคที่ อินดิเคเตอร์ 2-3 หยด จะได้สารละลายสีแดง แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลายอดีทีเอเข้มข้น 0.01 โมลาร์ สังเกตสีสารละลายที่จุดยุติจะเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงิน

วิธีคำนวณความเข้มข้นของปรอท

$$\text{สารละลายอดีทีเอเข้มข้น 0.0100 โมลาร์ 1 มิลลิลิตร} = 2.0059 \text{ มิลลิกรัมปรอท}$$



### 3.4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะด้วย AAS

นำน้ำเสียมาวิเคราะห์หาปริมาณโลหะนิกเกิล ตะกั่ว ทองแดง โคบอลต์ แคดเมียม แมงกานีส และเหล็ก โดยใช้เครื่อง AAS ซึ่งจะใช้วิธีการทำกราฟมาตรฐานแบบ Calibration Curve

#### 1. การหาปริมาณนิกเกิล

ใช้เครื่อง AAS ดูด (aspiration) สารละลายโดยตรงเข้าเครื่อง ทำกราฟมาตรฐานแบบ Calibration Curve โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างและสารมาตรฐานนิกเกิลที่มีความยาวคลื่น 232.0 นาโนเมตร

วิธีการคำนวณเป็นไปตามสมการดังนี้

$$\text{ปริมาณนิกเกิลที่ละลายในกรดไนตริก} = (A - B)$$

(มิลลิกรัม/ลิตร)

เมื่อ

A = ปริมาณความเข้มข้นของโลหะนิกเกิลที่เครื่อง AAS อ่านได้มีหน่วยเป็น มิลลิกรัม/ลิตร

B = ปริมาณความเข้มข้นของโลหะนิกเกิลในแบบลงค์ที่เครื่อง AAS อ่านได้มีหน่วยเป็น มิลลิกรัม/ลิตร

#### 2. การหาปริมาณตะกั่ว

ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิกเกิล วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 217.0 นาโนเมตร

#### 3. การหาปริมาณทองแดง

ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิกเกิล วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 324.8 นาโนเมตร

## 4. การหาปริมาณโคบอลต์

ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิกเกิล วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 240.7

นาโนเมตร

## 5. การหาปริมาณแคดเมียม

ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิกเกิล วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 228.8

นาโนเมตร

## 6. การหาปริมาณแมงกานีส

ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิกเกิล วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 279.5

นาโนเมตร

## 7. การหาปริมาณเหล็ก

ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิกเกิล วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 248.3

นาโนเมตร

## 3.4.3 การหาปริมาณโลหะปรอท

ทำกราฟมาตรฐานแบบ Calibration Curve โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างและสารละลายปรอทมาตรฐานที่ความยาวคลื่น 253.7 นาโนเมตร ด้วย AAS - Cold Vapor ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 0.1 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่กำจัดออกแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จากนั้นดูดสารละลายนี้มา 1 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติมน้ำที่กำจัดออกแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร แล้วเขย่าให้เข้ากัน นำสารละลายตัวอย่างที่ได้มาหาปริมาณปรอทด้วยเครื่อง AAS - Cold Vapor

วิธีการคำนวณเป็นไปตามสมการ ดังนี้

$$\text{ปริมาณปรอท (ไมโครกรัม/ลิตร)} = \frac{(A - B) \times 50 \text{ (มิลลิลิตร)} \times 100 \text{ (มิลลิลิตร)}}{1 \text{ (มิลลิลิตร)} \times 0.1 \text{ (มิลลิลิตร)}}$$

เมื่อ

A = ปริมาณความเข้มข้นของโลหะปรอทที่เครื่อง AAS อ่านได้มีหน่วยเป็น ไมโครกรัม/ลิตร

B = ปริมาณความเข้มข้นของโลหะปรอทในแบลงค์ที่เครื่อง AAS อ่านได้มีหน่วยเป็น ไมโครกรัม/ลิตร

### 3.4.4 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดปรอทในน้ำเสียโดยการแยกสลายด้วยไฟฟ้า

#### 1. การศึกษาข้อไฟฟ้าที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการแยกสลายด้วยไฟฟ้า

ปีเปตน้ำเสียปริมาตร 125 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จัดขั้วไฟฟ้าทั้งสองใส่ในบีกเกอร์ให้ห่างกัน ต่อเครื่องปรับแรงดันไฟฟ้าเข้ากับขั้วไฟฟ้า ปรับความต่างศักย์ให้มีค่า 1 โวลต์ ในระหว่างการทดลองใช้เครื่องกวนแม่เหล็กในการกวนสารละลาย ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง สังเกตลักษณะของสารละลายและขั้วไฟฟ้า เก็บตัวอย่างน้ำเสียมาทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของปรอทด้วยวิธีการไตเตรตกับอิตีทีเอ

ขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ แท่งอลูมิเนียม สแตนเลสชนิดท่อกลวงและชนิดถ้วย แผ่นทองเหลือง แกรไฟต์ชนิดแท่งและชนิดแผ่น และไททานเนียมเคลือบแพลทินัมชนิดตะแกรง

#### 2. การหาความต่างศักย์ที่เหมาะสม

ปีเปตน้ำเสียปริมาตร 125 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร นำขั้วไฟฟ้าที่ได้จากการศึกษามาใส่ในบีกเกอร์ให้ห่างกัน โดยจัดให้ขั้วไฟฟ้าทั้งสองสัมผัสสารละลายมากที่สุด ต่อเครื่องปรับแรงดันไฟฟ้าเข้ากับขั้วไฟฟ้า ปรับความต่างศักย์เป็น 0.5 โวลต์ ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการแยกสลายด้วยไฟฟ้า โดยในระหว่างการทดลองใช้เครื่องกวนแม่เหล็กในการกวนสารละลาย แยกโลหะปรอทที่เกิดขึ้นออกมาเพื่อนำไปหาปริมาณและวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ เก็บตัวอย่างสารละลายมาทำการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของปรอทด้วยวิธีการไตเตรตกับอิตีทีเอ ทำการทดลองซ้ำ แต่เปลี่ยนความต่างศักย์เป็น 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5 และ 4 โวลต์ ในทุกการทดลองทำซ้ำ 3 ครั้ง

### 3. การหาเวลาในการทดลองที่เหมาะสม

ทำการทดลองในลักษณะเดียวกับการหาความต่างศักย์ โดยกำหนดความต่างศักย์ที่ทำให้ความเข้มข้นของปรอทในสารละลายมีค่าต่ำที่สุด ส่วนเวลาในการทดลองเปลี่ยนเป็น 1, 2, 3, 4 และ 5 ชั่วโมง

### 4. การหาความเข้มข้นของน้ำเสียที่เหมาะสม

ทำการทดลองในลักษณะเดียวกับการหาความต่างศักย์ โดยกำหนดความต่างศักย์ และเวลาในการทดลองที่ทำให้ความเข้มข้นของปรอทในสารละลายมีค่าต่ำที่สุด แต่น้ำเสียเจือจางด้วยน้ำที่กำจัดอื้อแล้ว ด้วยสัดส่วนของน้ำเสียต่อน้ำที่กำจัดอื้อแล้ว เป็น 1:2, 1:4, 1:6, 1:8 และ 1:10 ในการหาความเข้มข้นของปรอทในสารละลาย ใช้ AAS – Cold Vapor

### 3.4.5 การหาความบริสุทธิ์ของปรอท

ชั่งน้ำหนักของปรอทที่ได้จากการแยกสลายด้วยไฟฟ้าประมาณ 1 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น (70.5% น้ำหนัก/ปริมาตร) 6.25 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้จนปรอทละลายหมดและเติมน้ำที่กำจัดอื้อแล้ว 18.75 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันแล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะมลทินด้วย AAS

วิธีการคำนวณเป็นไปตามสมการ ดังนี้

$$\text{ปริมาณโลหะมลทินในปรอท (ร้อยละโดยน้ำหนัก)} = \frac{(A - B) \times 100}{\text{น้ำหนักปรอทที่ชั่ง (กรัม)}}$$

เมื่อ

A = ปริมาณความเข้มข้นของโลหะมลทินที่เครื่อง AAS อ่านได้มีหน่วยเป็น มิลลิกรัม/ลิตร

B = ปริมาณความเข้มข้นของโลหะมลทินในแบลด์ที่เครื่อง AAS อ่านได้มีหน่วยเป็น มิลลิกรัม/ลิตร

จากผลการวิเคราะห์เมื่อนำผลรวมของปริมาณ โลหะมลทินทั้งหมดที่ตรวจพบมาลบจาก 100 จะสามารถคำนวณกลับเป็นร้อยละความบริสุทธิ์ของปรอทได้

### 3.4.6 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการกำจัดปรอทในน้ำเสียโดยการตกตะกอนด้วยโซเดียมซัลไฟด์

#### 1. การหาพีเอชที่เหมาะสม

นำน้ำเสียที่ผ่านการกำจัดปรอทโดยการแยกสลายด้วยไฟฟ้าแล้วมาวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทด้วย AAS-Cold Vapor เมื่อทราบความเข้มข้นที่แน่นอนแล้วเปิดน้ำเสียปริมาตร 100 มิลลิลิตร ใส่ลงในบีกเกอร์ ปรับพีเอชให้ได้ระดับพีเอชเป็น 5 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจางและกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง หลังจากนั้นนำมาเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์ปริมาตร 55 มิลลิลิตร (ดูรายละเอียดวิธีการคำนวณในภาคผนวก ง) แล้วนำไปกวนด้วยเครื่องกวนใบพัดเป็นเวลา 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้ตะกอนจมตัว กรองตะกอนที่เกิดขึ้นด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ซึ่งทราบน้ำหนักแน่นอน แยกสารละลายใสเพื่อนำไปวิเคราะห์ความเข้มข้นของปรอทด้วย AAS - Cold Vapor สำหรับกระดาษกรองนำไปอบให้แห้ง แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก เพื่อหาน้ำหนักของตะกอน ทำการทดลองซ้ำ แต่เปลี่ยนระดับพีเอชเป็น 6, 7, 8 และ 9 ตามลำดับ ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และคำนวณหาประสิทธิภาพในการกำจัดปรอทดังนี้

$$A = \frac{(B - C) \times 100\%}{B}$$

เมื่อ

A	=	ประสิทธิภาพในการกำจัดปรอท
B	=	ปริมาณปรอททั้งหมดก่อนกำจัด
C	=	ปริมาณปรอททั้งหมดหลังกำจัด

#### 2. การหาปริมาณโซเดียมซัลไฟด์ที่เหมาะสม

ทำการทดลองในลักษณะเดียวกับข้อ 1 แต่แปรเปลี่ยนปริมาณโซเดียมซัลไฟด์เป็น 0.5, 1, 2 และ 3 เท่า ของปริมาณโซเดียมซัลไฟด์ที่คำนวณได้ตามทฤษฎี

### 3.5 การวิเคราะห์ผลการวิจัย

นำผลการทดลองที่ได้จากการแยกสลายด้วยไฟฟ้ามาวิเคราะห์ทางสถิติด้วยโปรแกรมสำเร็จรูป SPSS for Window โดยวิธีวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (Analysis of

Variance-One Way Classification) ให้ตัวแปรอิสระ คือ ความต่างศักย์ เวลาในการทดลอง และ ความเข้มข้นของน้ำเกลือ ตัวแปรตาม คือ ความเข้มข้นของปรอทในสารละลายภายหลังการแยกสลายด้วยไฟฟ้า ถ้าพบว่าตัวแปรอิสระอย่างน้อย 1 คู่ มีความแตกต่างกัน (Reject Null Hypothesis) จะทำการทดสอบต่อโดยใช้ Multiple Comparison Test โดยวิธีของ Duncan ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05

จากผลการทดลองปริมาณร้อยละของความบริสุทธิ์ของปรอท นำผลที่ได้มาวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว ให้ตัวแปรอิสระ คือความต่างศักย์ และเวลาในการทดลอง ตัวแปรตาม คือ ความบริสุทธิ์ของปรอท ถ้าพบว่าตัวแปรอิสระอย่างน้อย 1 คู่ มีความแตกต่างกัน จะทำการทดสอบต่อโดยใช้ Multiple Comparison Test โดยวิธีของ Duncan ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 และนำปริมาณร้อยละของความบริสุทธิ์ของปรอทที่ได้จากการแยกสลายด้วยไฟฟ้าที่ความต่างศักย์และเวลาในการทดลองต่างๆ มาเปรียบเทียบกับปรอทมาตรฐานทางทันตกรรม (ปรอทที่นำเข้ามาจากต่างประเทศเพื่อใช้ทางทันตกรรม โดยมีอัตราส่วนผสมของปรอท 99.999% และส่วนผสมอื่นๆ 0.001%) โดยวิธีการวิเคราะห์ทางสถิติแบบ t-Test ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05

สำหรับผลการทดลองการตกตะกอนปรอทด้วยโซเดียมซัลไฟด์ ทำการวิเคราะห์ทางสถิติโดยวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว และแบบ t-Test ในลักษณะเดียวกันกับที่กล่าวมา โดยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว ให้ตัวแปรอิสระคือ ระดับพีเอช และปริมาณโซเดียมซัลไฟด์ ตัวแปรตามคือ ความเข้มข้นของปรอทในสารละลายภายหลังการตกตะกอน

นำความเข้มข้นของปรอทในสารละลายภายหลังการตกตะกอนมาเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานน้ำทิ้งของปรอทจากโรงงานอุตสาหกรรม โดยวิธีการวิเคราะห์ทางสถิติแบบ t-Test ที่ระดับนัยสำคัญ 0.05