

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือ-อุปกรณ์

3.1.1 เครื่องแก้ว ปิเปต ขวดวัดปริมาตร บีกเกอร์ กระบอกตวง แท่งแก้ว คน หลอดหยด ขวดรูปชมพู่ ขวดเก็บสารตัวอย่าง บิวเรตต์

3.1.2 เครื่องมือ-อุปกรณ์

1. เครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ ลิกวิด โครมาโทกราฟี (High Performance Liquid Chromatography, HPLC) ของบริษัท PERKIN ELMER ประกอบด้วย vacuum degasser Series200, IC pump Series200, Interface Series 900, LINK Series 600)

คอลัมน์ : Anion/R 10um, 150x4.6 mm

เฟสเคลื่อนที่ : 5mM p-Hydroxybenzoic acid, ปรับ pH 8.5 โดยใช้สารละลายต่าง KOH

เครื่องตรวจวัด : Alltech 350 Conductivity Detector

อัตราการไหล : 1.5 mL/min

เวลาที่ใช้ในการหน่วงเหนี่ยว : 4.8 นาที (สำหรับ NO_3^-)
: 7.5 นาที (สำหรับ SO_4^{2-})

ปริมาณการฉีดตัวอย่าง : 60 ไมโครลิตร

2. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS) ของบริษัท Varian รุ่น 300 โดยกระบวนการทำให้สารแตกตัวเป็นอะตอมด้วยเปลวไฟ (Flame Atomization Technique) ที่เกิดจากอากาศและอะเซทิลีน (Air- C_2H_2) ที่ใช้แหล่งกำเนิดแสง (Light Source) แบบ Hollow Cathode Lamps (HCLs)

วิเคราะห์ทองแดง ใช้ความยาวคลื่น 324.8 นาโนเมตร ความกว้างของSlit 0.5 นาโนเมตร

วิเคราะห์เหล็ก ใช้ความยาวคลื่น 248.3 นาโนเมตร ความกว้างของSlit 0.2 นาโนเมตร

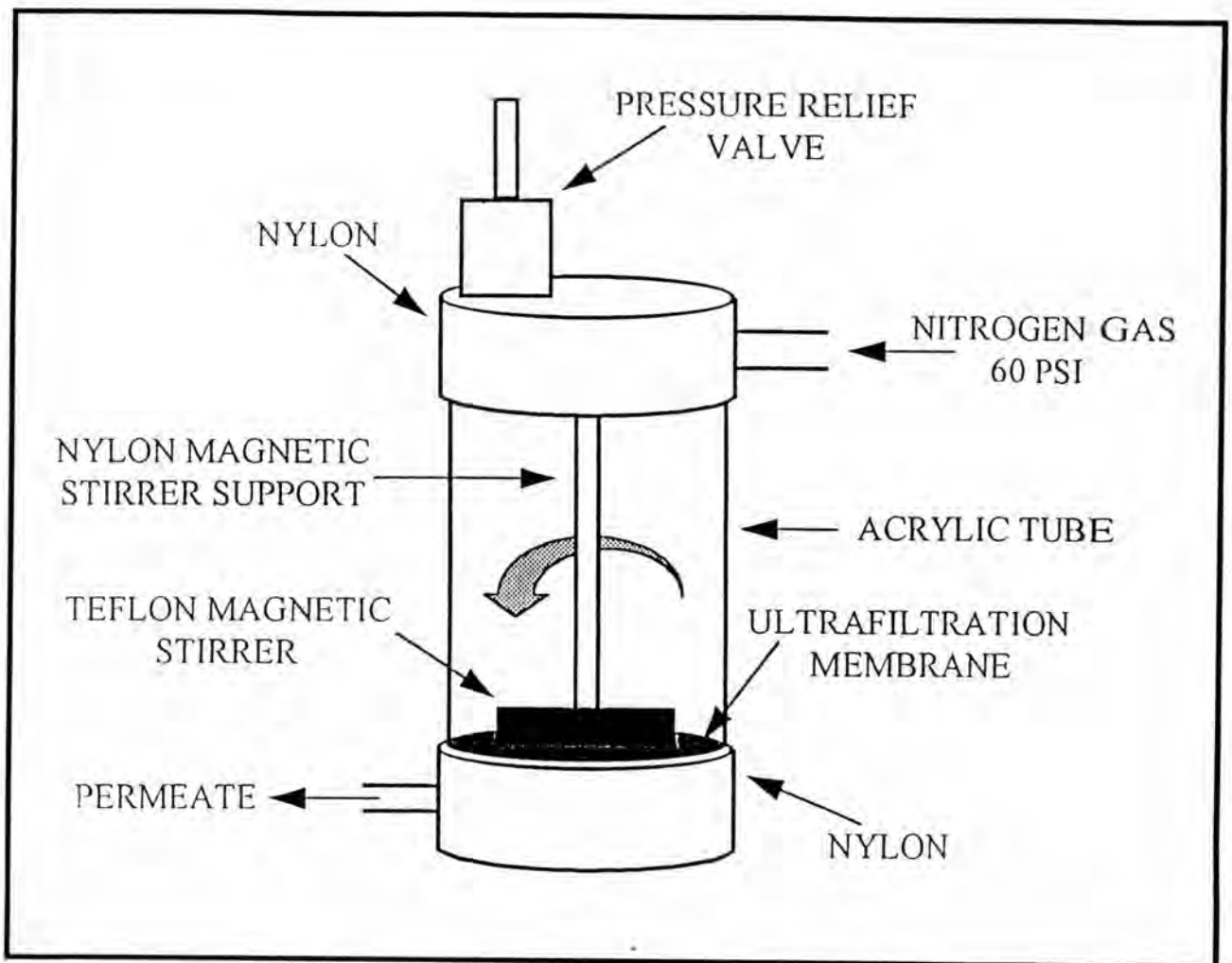
วิเคราะห์ตะกั่ว ใช้ความยาวคลื่น 217.0 นาโนเมตร ความกว้างของSlit 1.0 นาโนเมตร
 วิเคราะห์นิกเกิล ใช้ความยาวคลื่น 232.0 นาโนเมตร ความกว้างของSlit 0.2 นาโนเมตร
 วิเคราะห์สังกะสี ใช้ความยาวคลื่น 213.9 นาโนเมตร ความกว้างของSlit 1.0 นาโนเมตร
 การเตรียมตัวอย่างและการปรับเครื่องมือให้เหมาะสมต่อการวัดแต่ละธาตุปฏิบัติ
 ตามวิธีที่แนะนำในคู่มือการวิเคราะห์ของ Varian

3. เครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Ultraviolet and Visible Spectrophotometer) ของบริษัท PERKIN ELMER รุ่น Lambda16
 วิเคราะห์โครเมต ใช้ความยาวคลื่น 542.0 นาโนเมตร
4. เครื่องไอออน-ซีเล็กทีฟอิเล็กโทรด (Ions-Selective Electrode) ของบริษัท ORION รุ่น 920A
5. บั้มดูดอากาศ (Vacuum Pump) ของบริษัท ANLEITUNG LESEN
6. เครื่องชั่งชนิดละเอียด ของ OHAUS รุ่น Analytical Plus
7. สเตอริเซลล์ (stire cell) (รูปที่ 3.1)
8. เมมเบรนกรองแบบอัลตราฟิลเทรชันที่มีการตัดขนาดน้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight cut-off, MWCO) เฉลี่ยเท่ากับ 10,000 ดาลตัน เส้นผ่านศูนย์กลาง 76 mm (ของ SPECTRUM)
9. เมมเบรนกรอง Supor (polyethersulfone) ขนาด 0.45 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 47 มิลลิเมตร และขนาด 0.2 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร (ของ Gelman Science)
10. ชุดกรองเฟสเคลื่อนที่ (ของ WHEATON)
11. เครื่องไล่อากาศโดยใช้คลื่นอัลตราโซนิก (ของ BRANSON รุ่น 2200)

3.2 สารเคมี ได้แก่

1. พอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolyte)

พอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้คือ Poly(diallyl dimethyl ammonium chloride)-PDADMAC, QUAT หรือ MERQUAT 100 ความเข้มข้น 40% (โดยน้ำหนัก) ในสารละลายน้ำที่มีน้ำหนักโมเลกุลโดยเฉลี่ย 240,000 ดาลตัน(daltons) ของบริษัท Calgon Corporation การเตรียมพอลิอิเล็กโทรไลต์ทำโดยแยกพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่มีขนาดเล็กๆออก (QUAT Purification)



รูปที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบของสเตรอร์เซลล์ (Tabatabai และคณะ, 1995)

จะทำในคอลัมน์ชนิดสไปรอล วูลด์ อัลตราฟิลเทรชัน (Spiral wound Ultrafiltration column) ให้ความดัน 25 psi อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที โดยเตรียมความเข้มข้นเริ่มต้นเป็น 0.0742 โมลาร์ เมื่อทำการแยกแล้วจะมีเพอเมต(permeat) และ รีเทนเทต(retentate) แยกออกมาบริเวณด้านบนของคอลัมน์ ซึ่งมีทางออกแยกเป็นท่อระหว่างเพอเมต และ รีเทนเทต พอลิอิเล็กโทรไลต์ที่นำมาใช้ในการทดลองคือส่วนรีเทนเทต ดังนั้นส่วนของเพอเมตที่มีขนาดโมเลกุลของพอลิอิเล็กโทรไลต์ขนาดเล็กจะทิ้งไป นำส่วนของรีเทนเทตไปผ่านคอลัมน์ สไปรอล วูลด์ อัลตราฟิลเทรชัน (spiral wound UF column) ซ้ำอีกจนครบ 6 ครั้ง ได้พอลิอิเล็กโทรไลต์ขนาดที่ต้องการจะนำไปทำการศึกษาได้ โดยมีความเข้มข้นประมาณ 0.4 - 0.5 โมลาร์ (รูปที่ 3.2)

2. โซเดียมไดโครเมต ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) Analytical Grade ความบริสุทธิ์ 99% ของบริษัท Riedel-deHaen

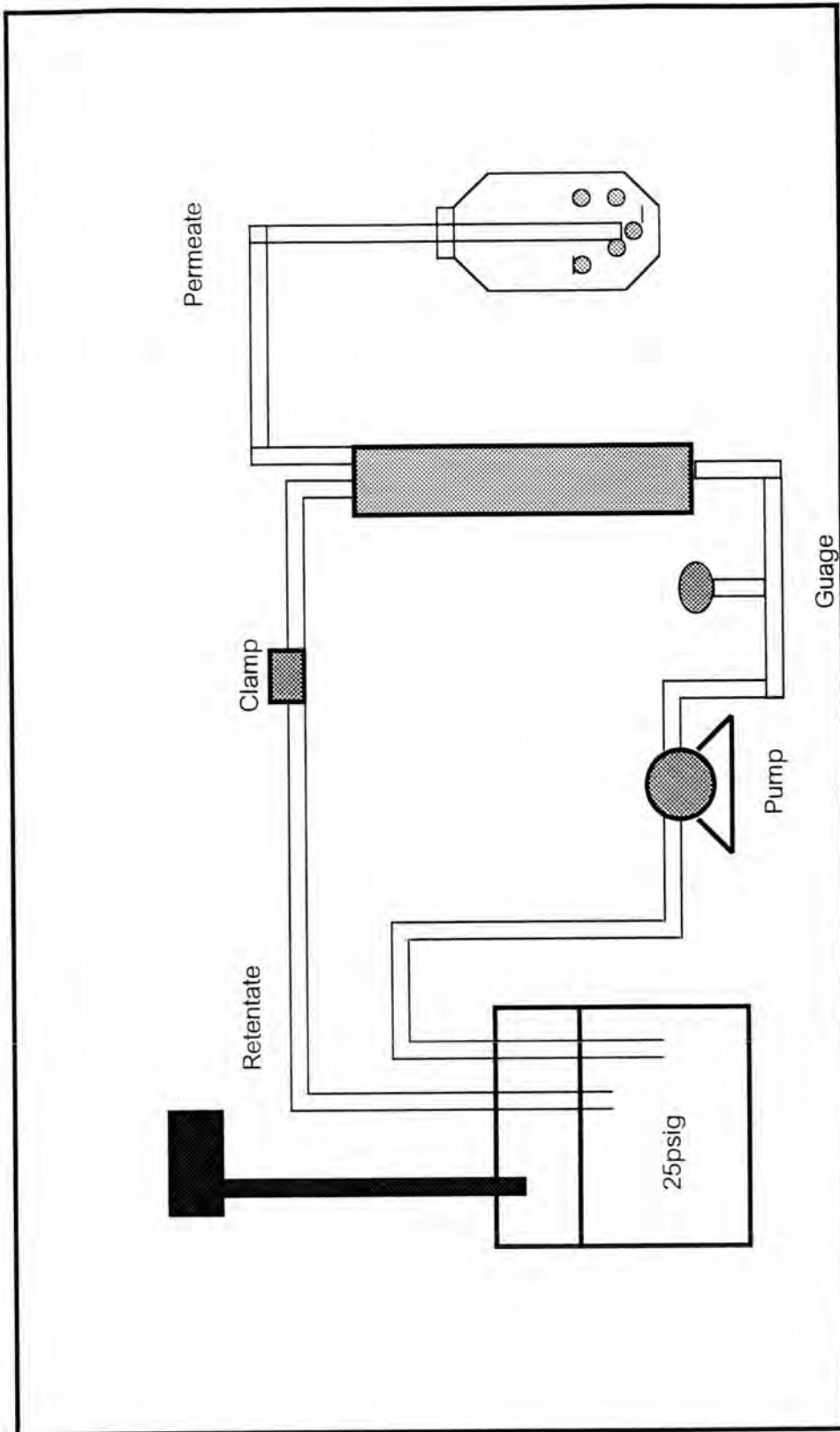
การเตรียมสารละลายโดยชั่งโซเดียมไดโครเมต ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 1.3966 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อใช้เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ และใช้ทำกราฟมาตรฐาน (Calibration Curve) ดังนี้

2.1 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ สำหรับศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมต

การทดลองที่ใช้ น้ำเสียสังเคราะห์จะใช้โครเมตมีค่าความเข้มข้นคงที่ 350 มก.ต่อลิตร ตลอดการทดลอง เนื่องจากสารละลายทั้งหมดที่เติมลงในสเตอริเซลล์มีปริมาตรรวมเป็น 300 มิลลิลิตร ต้องตวงสารละลายโครเมต 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร จำนวน 105 มิลลิลิตร เติมพอลิอิเล็กโทรไลต์ให้ได้ความเข้มข้นในปริมาตร 300 มิลลิลิตรเป็น 5 10 20 และ 30 เท่าของความเข้มข้นของโครเมต แล้วใช้น้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วปรับปริมาตรให้ได้ตามต้องการ

2.2 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ สำหรับศึกษาผลกระทบของไอออนต่างๆ

การทดลองที่ใช้น้ำเสียสังเคราะห์จะใช้โครเมตมีค่าความเข้มข้นคงที่ 350 มก.ต่อลิตร ตลอดการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 2.1 เนื่องจากสารละลายทั้งหมดที่เติมลงในสเตอริเซลล์มีปริมาตรรวมเป็น 300 มิลลิลิตร ต้องตวงสารละลายโครเมต 1000 มก.ต่อลิตร



รูปที่ 3.2 แสดงภาพการทำ Purified พอลิเอทิลีนไทรไดเตดโดยสไปรอลลูลด

จำนวน 105 มิลลิลิตร เติมนพอลิเอทิลีนโกลด์ให้ได้ความเข้มข้นในปริมาตร 300 มิลลิลิตรเป็น 20 เท่าของความเข้มข้นของโครเมต แล้วเติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันจะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 100 มก.ต่อลิตร ดูดสารละลายโครเมตนี้ 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 10 มก.ต่อลิตร ดูดสารละลายนี้ 0 0.5 1.0 2.0 4.0 6.0 8.0 และ 10.0 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 0 0.05 0.10 0.20 0.40 0.60 0.80 และ 1.00 มก.ต่อลิตร นำสารละลายดังกล่าวมาทำเป็นกราฟมาตรฐานที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) กับความเข้มข้นของสารละลายโครเมต (มก.ต่อลิตร)

2.3 การเตรียมสารละลายโครเมต สำหรับทำกราฟมาตรฐานที่วัดด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

เตรียมความเข้มข้นของสารละลายโครเมต 100 มก.ต่อลิตร โดยดูดสารละลายโครเมต 1000 มก.ต่อลิตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันจะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 100 มก.ต่อลิตร ดูดสารละลายโครเมตนี้ 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 10 มก.ต่อลิตร ดูดสารละลายนี้ 0 0.5 1.0 2.0 4.0 6.0 8.0 และ 10.0 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายโครเมตที่มีความเข้มข้น 0 0.05 0.10 0.20 0.40 0.60 0.80 และ 1.00 มก.ต่อลิตร นำสารละลายดังกล่าวมาทำเป็นกราฟมาตรฐานที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) กับความเข้มข้นของสารละลายโครเมต (มก.ต่อลิตร)

3. สารละลายมาตรฐานทองแดง (Standard Copper Solution) Analytical Grade ของบริษัท Spectrosol สำหรับการวัดด้วยเครื่อง AAS

การเตรียมความเข้มข้นทองแดง 2-5 มก.ต่อลิตร โดยดูดสารละลายปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานทองแดงความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายทองแดงที่มีความเข้มข้น 100 มก.ต่อลิตร นำสารละลายนี้มาเตรียมสารละลายทองแดงที่ใช้ทำกราฟมาตรฐานต่อไป โดยการปิเปตสารละลายนี้ 2.0 3.0 4.0 และ 5.0 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายทองแดงที่มีความเข้มข้น 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มก.ต่อลิตร นำสารละลายดัง

กล่าวมาทำเป็นกราฟมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง(Absorbance) กับความเข้มข้นของสารละลายทองแดง (มิลลิกรัมต่อลิตร)

4. สารละลายมาตรฐานเหล็ก (Standard Iron Solution) ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับการวัดด้วยเครื่องAAS ชนิด Analytical Grade ของบริษัท Spectrosol การเตรียมความเข้มข้นของเหล็กในช่วง 1-5 มก.ต่อลิตร เช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงในข้อ 3

5. สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (Standard Lead Solution) ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับการวัดด้วยเครื่องAAS ชนิด Analytical Grade ของบริษัท Spectrosol

การเตรียมความเข้มข้นของตะกั่ว 2.0 3.0 5.0 8.0 และ 10.0 มก.ต่อลิตร เช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงในข้อ 3

6. สารละลายมาตรฐานนิกเกิล (Standard Nickel Solution) ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับการวัดด้วยเครื่องAAS ชนิด Analytical Grade ของบริษัท Spectrosol

การเตรียมความเข้มข้นของนิกเกิล 1.0 2.0 5.0 และ 10.0 มก.ต่อลิตร เช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายมาตรฐานทองแดงในข้อ 3

7. สารละลายมาตรฐานสังกะสี (Standard Zinc Solution) ความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร สำหรับการวัดด้วยเครื่องAAS ชนิด Analytical Grade ของบริษัท Spectrosol

การเตรียมความเข้มข้นของสังกะสี 0.1 0.2 0.5 0.8 และ 1.0 มก.ต่อลิตร โดยดูดสารละลายปริมาตร 10.0 มิลลิลิตร จากสารละลายมาตรฐานสังกะสีความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายสังกะสีที่มีความเข้มข้น 100.0 มก.ต่อลิตร ดูดสารละลายนี้ปริมาตร 10.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายสังกะสีที่มีความเข้มข้น 10.0 มก.ต่อลิตร

นำสารละลายนี้มาเตรียมสารละลายสังกะสีที่ใช้ทำกราฟมาตรฐานต่อไป โดยการเปิดสารละลายสังกะสีเข้มข้น 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตรนี้ 1.0 2.0 5.0 8.0 และ 10.0 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิตร เติมน้ำกลั่นในปริมาตร 3 มิลลิตร และเติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายสังกะสีที่มีความเข้มข้น 0.1 0.2 0.5 0.8 และ 1.0 มก.ต่อลิตร นำสารละลายดังกล่าวมาทำเป็นสารละลายมาตรฐาน ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง(Absorbance) กับความเข้มข้นของสารละลายสังกะสี(มก.ต่อลิตร)

8. สารละลายมาตรฐานไนเตรต (Standard Nitrate Solution) สำหรับการวัดด้วยเครื่อง HPLC ชนิด Analytical Grade 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA

การเตรียมสารละลายโดยชั่งโซเดียมไนเตรต 1.3711 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายไนเตรตที่มีความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร

เตรียมความเข้มข้นของไนเตรต 10.0 20.0 50.0 80.0 และ 100.0 มก.ต่อลิตร โดยดูดสารละลายมาตรฐานไนเตรตเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร 1.0 2.0 5.0 8.0 และ 10.0 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิตร เติมน้ำกลั่นที่จนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันจะได้สารละลายไนเตรตที่มีความเข้มข้น 10.0 20.0 50.0 80.0 และ 100.0 มก.ต่อลิตร กรองผ่านเมมเบรนกรองขนาด 0.2 ไมโครเมตร แล้วนำมาทำเป็นกราฟมาตรฐานที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของพีค(Peak Area) กับความเข้มข้นของสารละลายไนเตรต (มก.ต่อลิตร)

9. สารละลายมาตรฐานซัลเฟต (Standard Sulfate Solution) สำหรับการวัดด้วยเครื่อง HPLC ชนิด Analytical Grade 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA

การเตรียมสารละลายโดยชั่งโซเดียมซัลเฟต 1.4786 กรัม ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มิลลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร

การเตรียมความเข้มข้นของซัลเฟต 10.0 20.0 50.0 80.0 และ 100.0 มก.ต่อลิตร เช่นเดียวกับการเตรียมสารละลายมาตรฐานไนเตรตในข้อ 8

10. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium Chloride , NaCl) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของคลอไรด์ ชนิด Analytical Grade 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA

11. โซเดียมไนเตรต (Sodium Nitrate , NaNO₃) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของไนเตรต ชนิด Analytical Grade 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA

12. โซเดียมซัลเฟต (Sodium Sulfate , NaSO₄) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของซัลเฟต ชนิด Analytical Grade 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA

13. คอปเปอร์(ทู)คลอไรด์ (Copper (II) Chloride , dihydrate , CuCl₂ · 2H₂O) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของทองแดง ชนิด Analytical Grade 99.4% ของบริษัท J.T. Baker

14. ไอรอน(ทรี)คลอไรด์ (Iron (III) Chloride , hexahydrate , FeCl₃ · 6H₂O) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของเหล็ก ชนิด Analytical Grade 99.6% ของบริษัท CARLO ERBA

15. นิกเกิล(ทู)คลอไรด์ (Nikel (II) Chloride, hexahydrate , NiCl₂ · 6H₂O) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของนิกเกิล ชนิด Analytical Grade 99% ของบริษัท CARLO ERBA

16. ซิงค์คลอไรด์ (Zinc Chloride , ZnCl₂) สำหรับศึกษาผลกระทบบของไอออนของสังกะสี ชนิด Analytical Grade 98% ของบริษัท CARLO ERBA

17. โซเดียมไซยาไนด์ (Sodium Cyanide) สำหรับหาปริมาณไซยาไนด์ในน้ำเสีย ชนิด Analytical Grade 97% ของบริษัท MERCK

18. สารละลายโพแทสเซียม โครเมต อินดิเคเตอร์ (Potassium Chromate Indicator Solution) สำหรับการไตเตรตหาปริมาณคลอไรด์

การเตรียมสารละลายโดยชั่งโพแทสเซียมไดโครเมต (K₂CrO₄) 50 กรัม ในน้ำ 100 มิลลิลิตร เติมซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO₃) ความเข้มข้น 0.025 นอร์มอล จนกระทั่งเริ่มมีการตกตะกอนสีแดงเล็กน้อย ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 24 ชั่วโมง (ห้ามถูกแสง) แล้วจึงนำไปกรองเอาตะกอนออก ปรับปริมาตรของสารละลายทั้งหมดเป็น 1000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้ว

19. สารละลายฟีนอล์ฟธาเลอินอินดิเคเตอร์ ความเข้มข้น 10 กรัมต่อลิตร Phenolphthalein Indicator Solution) สำหรับการไตเตรตหาปริมาณคลอไรด์

20. สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรตความเข้มข้น 0.025 นอร์มอล (Silver Nitrate Solution) สำหรับการไตเตรตหาปริมาณคลอไรด์

การเตรียมสารละลายโดยชั่งซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) 4.2473 กรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากันจะได้ซิลเวอร์ไนเตรตความเข้มข้น 0.025 นอร์มอล

21. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 กรัมต่อลิตร (NaOH) สำหรับการไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์ ชนิด Analytical Grade 98% ของบริษัท BAKER ANALYZED

22. พารา-ไฮดรอกซีเบนโซอิกแอซิดเข้มข้น 5 มิลลิโมลาร์ (p-Hydroxybenzoic Acid, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$) สำหรับเป็นเฟสเคลื่อนที่ ชนิด Analytical Grade 99% ของบริษัท Fluka

เตรียมโดยละลายพารา-ไฮดรอกซีเบนโซอิกแอซิด 0.6906 กรัม ในขวดวัดปริมาตรขนาด 1 ลิตร ปรับ pH ด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เป็น 8.5 เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน นำไปกรองผ่านเมมเบรนกรองขนาด 0.45 ไมครเมตร แล้วจึงนำไปใส่อากาศออกโดยเครื่องไล่อากาศโดยใช้คลื่นอัลตราโซนิค (Degasser)

23. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) สำหรับใช้ปรับ pH ของเฟสเคลื่อนที่ ชนิด Commercial Grade 85% ของบริษัท MERCK

24. รีเอเจนต์ซิม-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ (Sym-diphenylcarbazine, $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$) ชนิด Analytical Grade 97% ของบริษัท Fluka

การเตรียมสารละลายโดยชั่งซิม-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ (Sym-diphenylcarbazine) 100 มิลลิกรัม ละลายใน 50 มิลลิลิตรของ 95% เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) นำสารละลายที่ได้ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำ 10% ของกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) จนถึงขีดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

25. สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10% (10% Sulfuric Acid) สำหรับเตรียมรีเอเจนต์ซิม-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์

26. กรดไนตริก (Nitric Acid) ชนิด Analytical Grade 95.7% ของบริษัท BAKER ANALYZED

27. เมธานอล (Methyl Alcohol) ชนิด HPLC Grade 100% ของบริษัท BAKER ANALYZED

3.3 วิธีการทดลอง

รูปแบบและขั้นตอนการศึกษา

การศึกษาแบ่งเป็น 5 ขั้นตอนดังนี้

ขั้นที่หนึ่ง การวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของไอออนที่มีอยู่ในน้ำทิ้ง จากโรงงานชุบเคลือบโลหะโดยใช้ AAS HPLC เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ISE(Ions Selective Electrode) และการไตเตรต

ขั้นที่สอง การศึกษาหาอัตราส่วนที่เหมาะสม ระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมต เพื่อใช้ในการศึกษาถึงผลกระทบของไอออน ที่มีต่อประสิทธิภาพการกำจัดโครเมต โดยพอลิอิเล็กโทรไลต์ โดยศึกษาอัตราส่วน 5:1 10:1 20:1 และ30:1 และวิเคราะห์หาปริมาณโครเมตโดยใช้เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ขั้นที่สาม การศึกษาผลกระทบของไอออนบวก ที่มีต่อประสิทธิภาพการกำจัดโครเมตโดยพอลิอิเล็กโทรไลต์ โดยใช้อัตราส่วนของพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตเป็น 20:1 และไอออนบวกที่ใช้ในการศึกษาคือ ไอออนทองแดง ไอออนเหล็ก ไอออนนิกเกิล และไอออนสังกะสี วิเคราะห์หาปริมาณโครเมตโดยใช้ เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และวิเคราะห์หาปริมาณไอออนบวกโดยใช้ AAS

ขั้นที่สี่ การศึกษาผลกระทบของไอออนลบที่มีต่อประสิทธิภาพการกำจัดโครเมต โดยพอลิอิเล็กโทรไลต์ โดยใช้อัตราส่วนของพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตเป็น 20:1 และไอออนลบที่ใช้ในการศึกษาคือ คลอไรด์ไอออน ไนเตรตไอออน และซัลเฟตไอออน วิเคราะห์หาปริมาณโครเมตโดยใช้ เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ วิเคราะห์หาปริมาณไอออนของคลอไรด์โดยใช้การไตเตรตกับซิลเวอร์ไนเตรต และวิเคราะห์หาปริมาณไอออนไนเตรตและไอออนซัลเฟตโดยใช้ HPLC

ชั้นที่ห้า การศึกษาผลกระทบของน้ำเสียจากโรงงานที่มีการชุบโครเมียม ต่อ ประสิทธิภาพการกำจัดโครเมตโดยพอลิอิเล็กโทรไลต์ โดยใช้อัตราส่วนของพอลิอิเล็กโทรไลต์ และโครเมตเป็น 20:1 ของโครเมตที่มีอยู่ในน้ำเสียจริง และทำการเพิ่มปริมาณน้ำเสียเข้าไปในระบบเพื่อศึกษาถึงประสิทธิภาพของพอลิอิเล็กโทรไลต์ วิเคราะห์หาปริมาณโครเมตโดยใช้เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ วิเคราะห์หาปริมาณไอออนบวกโดยใช้ AAS วิเคราะห์หาปริมาณไอออนของคลอไรด์โดยการไตเตรตกับซิลเวอร์ไนเตรต และวิเคราะห์หาปริมาณไอออนของไนเตรต และไอออนของซัลเฟตโดยใช้ HPLC

3.3.1 วิธีการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของไอออนที่มีอยู่ในน้ำทิ้งจากโรงงานชุบเคลือบโลหะ

นำน้ำตัวอย่างมากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ก่อนการทดลองต่อไป

3.3.1.1 การวิเคราะห์หาปริมาณไอออนทองแดง เหล็ก นิเกิล ตะกั่ว และสังกะสี โดยใช้ AAS ทำการวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์แต่ละธาตุ และวัดหาปริมาณเทียบกับกราฟมาตรฐานของธาตุนั้นๆ ถ้าความเข้มข้นของธาตุสูงเกินช่วงกราฟมาตรฐาน นำน้ำตัวอย่างมาเจือจางให้อยู่ในช่วงของกราฟมาตรฐาน แล้วจึงนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง คำนวณกลับเป็นค่าความเข้มข้นของธาตุในตัวอย่างเริ่มต้น โดยคิดแฟกเตอร์การทำเจือจางด้วย

3.3.1.2 การวิเคราะห์โซดาไนต์ ทำการวิเคราะห์โดยใช้ไอออนซีเลคทีฟอิเล็กโทรดของโซดาไนต์ (Ions Selective Electrode) ในการวัดจะทำกราฟมาตรฐานแบบ Calibration Curve ขึ้นมา แล้วนำน้ำตัวอย่างมาเจือจางให้อยู่ ในช่วงของกราฟมาตรฐาน นำไปวัดค่าการแลกเปลี่ยนประจุ แล้วคำนวณกลับเป็นค่าความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐาน

3.3.1.3 การวิเคราะห์โครเมต ทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งจะใช้วิธีการทำกราฟมาตรฐาน โดยการเติมรีเอเจนต์ซิม-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ เพื่อเกิดเป็นสารคอมเพล็กซ์กับโครเมตที่ให้สี แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ความยาวคลื่น 542 นาโนเมตร ถ้าความเข้มข้นของโครเมตในสารละลายตัวอย่างสูงเกินกราฟมาตรฐานให้นำน้ำตัวอย่างมาเจือจางให้อยู่ในช่วงของกราฟมาตรฐานก่อนการเติมรีเอเจนต์ซิม-ไดฟีนิลคาร์บา

ไซต์เพื่อปรับสีเช่นเดียวกับสารมาตรฐาน แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงของน้ำตัวอย่างที่ ความยาวคลื่น 542.0 นาโนเมตรเช่นกัน คำนวณกลับเป็นค่าความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐาน

3.3.1.4 การวิเคราะห์ไนเตรต และ ซัลเฟต ทำการวิเคราะห์โดยใช้ HPLC ซึ่งจะใช้วิธีการทำกราฟมาตรฐาน นำน้ำตัวอย่างมาเจือจางให้อยู่ในช่วงของกราฟมาตรฐาน ซึ่งในการทำการเจือจางจะใช้ เฟลเคลื่อนที่ในการปรับปริมาตรจากนั้นนำน้ำตัวอย่างมากรอง ผ่านเมมเบรนกรองขนาด 0.2 ไมโครเมตร ซีดสารละลายตัวอย่างปริมาตร 60 ไมโครเมตร แล้ววัดค่าเป็นพื้นที่ของพีค คำนวณกลับเป็นค่าความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐาน

3.3.1.5 การวิเคราะห์คลอไรด์ ทำการวิเคราะห์โดยการไตเตรตกับซิลเวอร์ ไนเตรต

โดยดูดสารละลายตัวอย่าง 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ เติมน้ำที่ผ่านการ กำจัดไอออนแล้ว 10 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน เติมนิฮอฟธาซิน 2-3 หยด เติมนิโคเตียม ไฮดรอกไซด์จนน้ำตัวอย่างเป็นสีชมพู เติมนิโคเมตลงไป 2-3 หยด นำไปไตเตรตกับซิลเวอร์ ไนเตรตความเข้มข้น 0.025 นอร์มอล จนเริ่มตกตะกอนเป็นซิลเวอร์โคโรเมตที่มีสีแดงอิฐ คำนวณหาค่าความเข้มข้นของคลอไรด์จากความเข้มข้นและปริมาตรของซิลเวอร์ไนเตรต

3.3.2 วิธีการศึกษาหาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่าง พอลิอิเล็กโทรไลต์ และโคโรเมต

การศึกษาในส่วนนี้จะใช้ความเข้มข้นของโคโรเมตเป็น 350 มก.ต่อลิตร ตลอดจนการทดลองซึ่งเป็นค่าเฉลี่ยของโคโรเมตที่พบในน้ำทิ้งจากการชุบโคโรเมียม ที่ได้จากการ ทดลองในข้อ 3.3.1

3.3.2.1 การศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโคโรเมตที่ 5:1

นำพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ทำให้บริสุทธิ์แล้ว (purified) ความเข้มข้น 0.5288 โมลาร์ จำนวน 8.6 มิลลิลิตร ผสมกับสารละลายโคโรเมตความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร ปริมาตร 105 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนได้ปริมาตรรวมทั้งหมดเป็น 300 มิลลิลิตร นำไปกวนทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายทั้งหมดผสมเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำสารละลายนี้ไปใส่ในสเตอร์เซลล์ที่มีเมมเบรนกรองขนาด 10 K แล้วนำสเตอร์เซลล์ ไปแช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath) ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ผ่านก๊าซไนโตรเจน

ที่ 60 psi เก็บสารละลายส่วนเพอมีเอทครั้งละ 25 มิลลิลิตร ใส่ flask จนครบ 8 flask จึงหยดผ่านก๊าซไนโตรเจน จะเหลือรีเทนเทต ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำ เพอมีเอท และ รีเทนเทต ที่ได้ทั้งหมดไปหาความเข้มข้นของโครเมตโดยใช้เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ตามวิธีในข้อ 3.3.1.3 ความเข้มข้นของโครเมตที่ได้จะนำมาคำนวณหาค่าประสิทธิภาพการกำจัดโครเมตโดยพอลิอิเล็กโทรไลต์

การคำนวณใช้วิธีการตามสมการดังนี้

$$\% \text{Rejection (R)} = (1 - A/B) \times 100$$

เมื่อ

%Rejection = ค่าความสามารถของเมมเบรนที่เก็บสารละลายไม่ให้ผ่านออกไปได้

A = ความเข้มข้นของโครเมตในเพอมีเอทมีหน่วยเป็นมก.ต่อลิตร

B = ความเข้มข้นของโครเมตในรีเทนเทตมีหน่วยเป็นมก.ต่อลิตร

3.3.2.2 การศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตที่ 10:1

ทำเช่นเดียวกับการศึกษาในอัตราส่วน 5:1 แต่ใช้ปริมาตรของพอลิอิเล็ก

โทรไลต์เป็น 17.1 มิลลิลิตร

3.3.2.3 การศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตที่ 20:1

ทำเช่นเดียวกับการศึกษาในอัตราส่วน 5:1 แต่ใช้ปริมาตรของพอลิอิเล็กโทร

ไลต์เป็น 35.0 มิลลิลิตร

3.3.2.4 การศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตที่ 30:1

ทำเช่นเดียวกับการศึกษาในอัตราส่วน 5:1 แต่ใช้ปริมาตรของพอลิอิเล็กโทร

ไลต์เป็น 51.0 มิลลิลิตร

3.3.3 การศึกษาผลกระทบของไอออนบวก ที่มีต่อประสิทธิภาพ การกำจัดโครเมตของพอลิอิเล็กโทรไลต์

การศึกษาในส่วนนี้จะใช้ความเข้มข้นของโครเมตเป็น 350 มก.ต่อลิตร และใช้อัตราส่วนระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตที่ 20:1 ตลอดการทดลอง

3.3.3.1 การศึกษาผลกระทบของไอออนทองแดง

ทำการศึกษผลกระทบโดยใช้ 3 ความเข้มข้น คือ 20 40 และ 100 มก.ต่อ ลิตร โดยการนำสารละลายทองแดงความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร ปริมาตร 6.0 12.0 และ 30.0 มิลลิลิตร ตามลำดับ ในแต่ละระดับความเข้มข้นที่จะศึกษา มาผสมกับพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว (คำนวณตามความเข้มข้นของพอลิอิเล็กโทรไลต์ขณะที่ทำการทดลองให้มีอัตราส่วนของพอลิอิเล็กโทรไลต์กับโครเมตเป็น 20:1) และสารละลายโครเมต ความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร ปริมาตร 105 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออน แล้วจนได้ปริมาตรรวมทั้งหมดเป็น 300 มิลลิลิตร จากนั้นศึกษาประสิทธิภาพการกำจัด โครเมตโดยพอลิอิเล็กโทรไลต์ เช่นเดียวกับวิธีการในข้อ 3.3.2.1 ทุกขั้นตอน การหา ปริมาณทองแดงในเฟอมีเอท และรีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณทองแดงในข้อ 3.3.1.1

3.3.3.2 การศึกษาผลกระทบของเหล็ก

ทำเช่นเดียวกับการศึกษาถึงผลกระทบของทองแดง ส่วนการหาปริมาณเหล็ก ในเฟอมีเอท และ รีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณเหล็กในข้อ 3.3.1.1

3.3.3.3 การศึกษาผลกระทบของนิเกิล

ทำเช่นเดียวกับการศึกษาถึงผลกระทบของทองแดง ส่วนการหาปริมาณนิเกิล ในเฟอมีเอท และรีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณนิเกิลในข้อ 3.3.1.1

3.3.3.4 การศึกษาผลกระทบของสังกะสี

ทำเช่นเดียวกับการศึกษาถึงผลกระทบของทองแดง ส่วนการหาปริมาณสังกะสี ในเฟอมีเอท และรีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณสังกะสีในข้อ 3.3.1.1

3.3.4 การศึกษาผลกระทบของไอออนลบ ที่มีต่อประสิทธิภาพ

การกำจัดโครเมตของพอลิอิเล็กโทรไลต์

การศึกษาในส่วนนี้จะใช้ความเข้มข้นของโครเมตเป็น 350 มก.ต่อลิตร และใช้อัตราส่วนระหว่างพอลิอิเล็กโทรไลต์และโครเมตที่ 20:1 ตลอดการทดลอง

3.3.4.1 การศึกษาผลกระทบของคลอไรด์

ทำการศึกษามลกระทบโดยใช้ 3 ความเข้มข้น คือ 1000 3000 และ 6000 มก.ต่อลิตร โดยละลายโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) หนัก 0.4946 กรัม 1.4836 กรัม และ 2.9672 กรัม ตามลำดับ ในน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วเพื่อใช้ปรับปริมาตร นำมาผสมกับพอลิอิเล็กโทรไลต์ที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว(คำนวณตามความเข้มข้นของพอลิอิเล็กโทรไลต์ขณะที่ทำการทดลองให้อัตราส่วนของพอลิอิเล็กโทรไลต์กับโครเมตเป็น 20:1) และสารละลายโครเมตเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร ปริมาตร 105 มิลลิลิตร เติมน้ำที่ผ่านการกำจัดไอออนแล้วจนได้ปริมาตรรวมทั้งหมดเป็น 300 มิลลิลิตร จากนั้นก็ศึกษาถึงประสิทธิภาพการกำจัดโครเมตโดยพอลิอิเล็กโทรไลต์ เช่นเดียวกับวิธีในข้อ 3.3.2.1 ทุกขั้นตอน การหาปริมาณคลอไรด์ในเพอมีเอท และ รีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณคลอไรด์ในข้อ 3.3.1.5

3.3.4.2 การศึกษาผลกระทบของไนเตรต

ทำเช่นเดียวกับการศึกษามลกระทบของคลอไรด์ไอออน ในระดับความเข้มข้น 1000 3000 และ 6000 มก.ต่อลิตร ทำโดยละลายโซเดียมไนเตรต(NaNO_3) 0.4113 กรัม 1.2340 กรัม และ 2.4680 กรัม ตามลำดับ การหาปริมาณไนเตรตในเพอมีเอท และ รีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณไนเตรตในข้อ 3.3.1.4

3.3.4.3 การศึกษาผลกระทบของซัลเฟต

ทำเช่นเดียวกับการศึกษามลกระทบของคลอไรด์ไอออน ในระดับความเข้มข้น 1000 3000 และ 6000 มก.ต่อลิตร ทำโดยละลายโซเดียมซัลเฟต(Na_2SO_4) 0.4436 กรัม 1.3308 กรัม และ 2.6615 กรัม ตามลำดับ การหาปริมาณซัลเฟตในเพอมีเอทและรีเทนเทต ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณซัลเฟตในข้อ 3.3.1.4

3.3.5 การศึกษาผลกระทบของน้ำเสียจากโรงงานที่มีการชุบโครเมียมต่อประสิทธิภาพการกำจัดโครเมตโดยพอลิอิเล็กโทรไลต์

โดยนำน้ำทิ้งจากโรงงานชุบโครเมียมมาหาส่วนประกอบของไอออนต่างๆ คือ โครเมต ทองแดง เหล็ก นิเกิล สังกะสี คลอไรด์ ไนเตรต และซัลเฟต ตามวิธีในข้อ 3.3.1 จากนั้นนำค่าความเข้มข้นของโครเมตที่หาได้ในน้ำทิ้งมาผสมรวมกับพอลิอิเล็กโทรไลต์ต่อโครเมตในน้ำทิ้ง ในอัตราส่วน 20:1 (โดยโมล) นำไปกวนให้เข้ากันประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วนำมาใส่ในสเตอร์เซลล์ที่มีเมมเบรนกรองขนาด 10 K 300 มิลลิลิตร นำสเตอร์เซลล์ไปแช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath) ที่ 30 องศาเซลเซียส ผ่านก๊าซไนโตรเจนที่ 60 psi เก็บเพอมีเอท ที่ละ 100 มิลลิลิตรต่อเนื่องกันจนครบ 2 ขวด จึงหยุดผ่านก๊าซไนโตรเจน จะมีรีเทนเทตในสเตอร์เซลล์ 100 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำทิ้งจากโรงงานชุบโครเมียมเข้าไปในสเตอร์เซลล์อีก 200 มิลลิลิตร แล้วผ่านก๊าซไนโตรเจนที่ 60 psi เก็บเพอมีเอทที่ละ 100 มิลลิลิตร ต่อเนื่องกันจนครบ 2 ขวด เช่นเดียวกับการทำในครั้งแรก ทำเช่นนี้จนครบ 4 ครั้ง นำเพอมีเอทและ รีเทนเทต ทั้งหมดไปหาค่าประสิทธิภาพการกำจัดโครเมตของพอลิอิเล็กโทรไลต์ ตามวิธีในข้อ 3.3.2.1 ส่วนปริมาณของ ทองแดงไอออน เหล็กไอออน นิเกิลไอออน สังกะสีไอออน คลอไรด์ไอออน ไนเตรตไอออน และซัลเฟตไอออน ใช้วิธีการตามข้อ 3.3.1