บทที่ 4

แผนการและการดำเนินงานวิจัย

4.1 แผนการวิจัย

การวิจัยทั้งหมดกระทำที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย น้ำเสียที่ใช้ในการวิจัยเป็นน้ำเสียจากขั้นตอนการฟอกโครมในโรงงานฟอกหนังซึ่งมี 2 ประเภท ได้แก่ ประเภทที่ไม่มี และมีสารช่วยตริง (มีชื่อทางการค้าว่า เฟอลิเดิร์ม ซีเอส)

การวิจัยจะใช้น้ำเสียทั้ง 2 ประเภทโดยพิจารณาเลือกโรงงานฟอกหนัง 2 โรง เป็นตัวแทนได้แก่

1) โรงงานไทโรจน์เป็นตัวแทนโรงงานที่มีน้ำเสียจากการฟอกโครมแบบไม่มีสารช่วยตริง

2) โรงงานบุรารักษ์เป็นตัวแทนโรงงานที่มีน้ำเสียจากการฟอกโครมแบบมีสารช่วยตริง

ขั้นตอนการวิจัยการละลายตะกอนผลิกแสดงได้ดังในรูปที่ 4.1 ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

ก) การวิเคราะห์ลักษณะและการเตรียมตัวอย่างน้ำเสีย

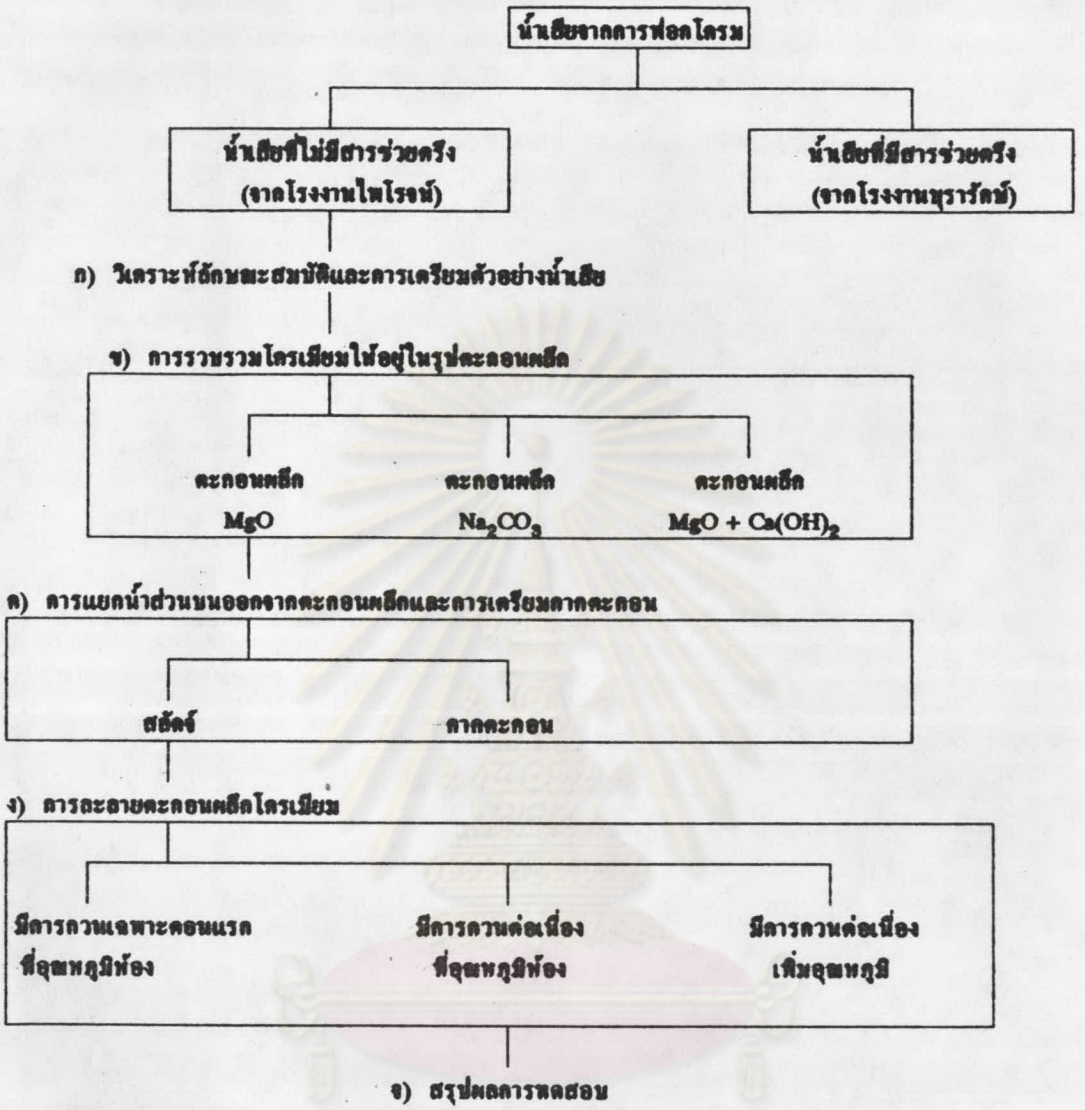
ข) การรวบรวมโครเมียมให้อยู่ในรูปตะกอนผลิก (รูปที่ 4.2 ก.) โดยเติมสารสร้างตะกอนผลิกในปริมาณที่เหมาะสมดังแสดงในตารางที่ 4.1 ซึ่งเป็นผลจากการศึกษา "การตกตะกอนผลิกโครเมียมจากน้ำเสียฟอกหนังโดยการบำบัดด้วยด่าง" (เยาวนุช สุจริตธรรม, 2536) ตะกอนผลิกที่ได้แบ่งออกเป็น 3 ประเภทตามชนิดของสารตกตะกอนผลิกที่ใช้ คือ

1) ตะกอนผลิกจากแมกนีเซียมออกไซด์

2) ตะกอนผลิกจากโซเดียมคาร์บอเนต

3) ตะกอนผลิกจากแมกนีเซียมออกไซด์กับปูนขาว

ค) การแยกตะกอนผลิกออกจากน้ำส่วนบนและการเตรียมกากตะกอน (รูปที่ 4.2 ข.)



รูปที่ 4.1 แผนผังการวิจัย

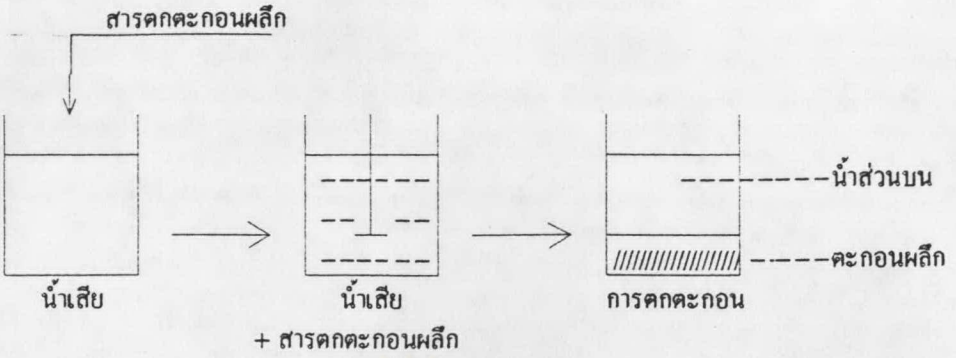
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ง) การละลายตะกอนผลิกโครเมียมด้วยกรดซัลฟุริก (รูปที่ 4.2 ค.) มีรายละเอียด ดังนี้

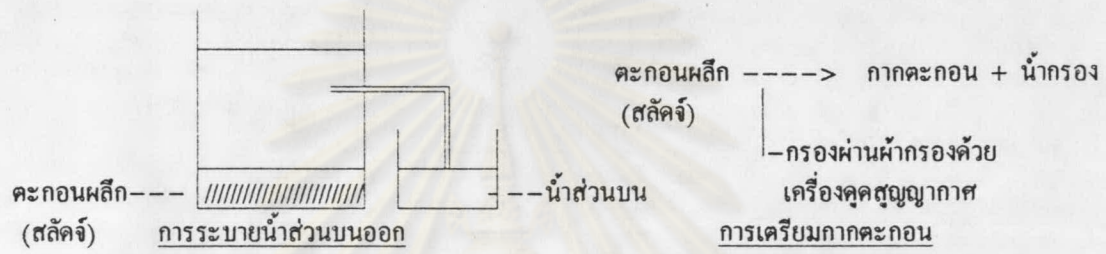
1) ตะกอนผลิกแต่ละประเภทที่นำมาทดสอบแบ่งย่อยออกเป็น 2 ชนิดคือ

- สลัดจ์
- กากตะกอน (cake)

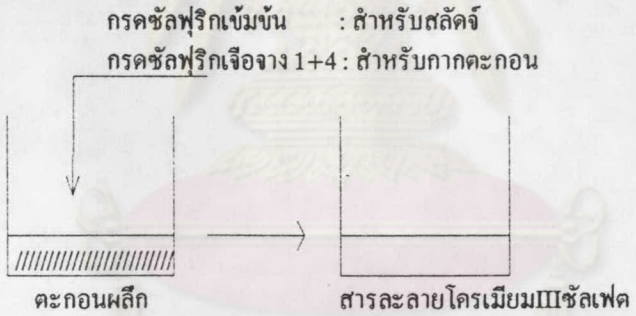
2) ตะกอนผลิกทั้ง 2 ชนิด จะถูกทดสอบการละลายเพื่อให้ได้อัตราการเติม



ก.) การรวบรวมโครเมียมให้อยู่ในรูปตะกอนผลึก



ข.) การแยกตะกอนผลึกออกจากน้ำส่วนบนและการเตรียมกากตะกอน



ค.) การละลายตะกอนผลึกโครเมียม

รูปที่ 4.2 ขั้นตอนการทดลองการนำกลับโครเมียมจากน้ำเสียฟอกหนัง

กรดที่เหมาะสม ในสภาวะที่อุณหภูมิห้อง โดยมีการกวนต่อเนื่องและมีการกวนเฉพาะตอนแรก จากนั้นทำการทดสอบการละลายที่อัตราการเติมกรดที่เหมาะสมนั้น ในสภาวะการละลายแบบเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 80 °C และมีการกวนต่อเนื่อง ซึ่งเป็นการทดสอบเพียงเพื่อหาแนวโน้มในการละลายที่ดีขึ้นเท่านั้น

จ) สรุปผลการทดลอง

เปรียบเทียบผลการทดลองการละลายตะกอนผลึกโครเมียมของตะกอนผลึกประเภทต่าง ๆ และสรุปผลในหัวข้อต่อไปนี้

ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบการตกตะกอนผลึกโครเมียมจากน้ำเสียฟอกหนังด้วยสารเคมีประเภทต่าง ๆ (เยาวนุช สุจริตธรรม, 2536)

หัวข้อ	สารตกตะกอนผลึก		
	MgO	Na_2CO_3	$MgO + Ca(OH)_2$
ค่าความต้องการทางทฤษฎี (X)	1.16	3.06	1.16+2.13
จำนวนเท่าของ X ที่เหมาะสม -น้ำเสียที่ไม่มีสารฯ -น้ำเสียที่มีสารฯ	 2 4	 2 3	 0.5+0.8 1+1
เวลาที่เหมาะสมในการตกตะกอน (ชม.)	1	ข้ามคืน (15–17)	3

หมายเหตุ : ค่าความต้องการทางทฤษฎีในที่นี้หมายถึงปริมาณสารที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากับโครเมียม มีหน่วยเป็น กรัมสาร/กรัมโครเมียม

- สารเคมีที่ควรใช้ในการตกตะกอนผลึก
- ลักษณะของตะกอนผลึกที่ใช้ ได้แก่ สลัดจ์ และกากตะกอน
- สภาพการละลาย ได้แก่ การกวน การเพิ่มอุณหภูมิ
- ปริมาณกรดซัลฟุริก
- เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกริยา
- พีเอชที่เหมาะสมในการละลายตะกอนผลึก

อนึ่งการวิเคราะห์โครเมียมละลายในน้ำเสีย ในส่วนที่มีความเข้มข้นสูง ๆ ได้แก่ สารละลายที่นำกลับได้ และในตะกอนผลึกได้ใช้วิธีวิเคราะห์แบบไทเทรต ส่วนโครเมียมทั้งหมดในน้ำเสีย น้ำส่วนบน และน้ำกรองได้ใช้วิธีวัดสี ความแตกต่างของผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีวิเคราะห์โครเมียมต่างกันที่ใช้ในการวิจัยนี้มีรายละเอียดในภาคผนวก ข

4.2 การดำเนินการวิจัย

4.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะและการเตรียมตัวอย่างน้ำเสียก่อนการทดสอบ

นำน้ำเสียจากขั้นตอนการฟอกโครมมาวิเคราะห์ลักษณะของน้ำเสียทางฟิสิกส์และเคมีทันทีที่ห้องปฏิบัติการ ยกเว้นโครเมียมทั้งหมดต้องนำน้ำเสียมาผ่านการกรองด้วยกระชอนก่อน ลักษณะที่วิเคราะห์มีดังนี้

ลักษณะทางกายภาพ : พีเอช การนำไฟฟ้า ค่าศักย์รีดอกซ์ (redox

potential) ปริมาณของแข็งทั้งหมด ปริมาณของแข็งแขวนลอย ปริมาณของแข็งละลาย ปริมาณของแข็งระเหยง่าย ปริมาณของแข็งที่ตกตะกอนได้

ลักษณะทางเคมี : สภาพเป็นกรด คลอไรด์ แอมโมเนีย แคลเซียม โครเมียมละลาย โครเมียมทั้งหมด

วิธีวิเคราะห์ลักษณะต่าง ๆ ใช้ตามวิธีในหนังสือ "Standard Method for the Examination of Water and Wastewater" (APHA,AWWA and WPCF, 1989) ยกเว้นค่าโครเมียมละลายใช้วิธีไทเทรตซึ่งเป็นเทคนิคจากประเทศเยอรมัน ดังมีรายละเอียดแสดงในภาคผนวก ก

การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนการทดสอบทำได้โดยนำน้ำทิ้งจากการฟอกโครมมากรองผ่านกระชอนเพื่อแยกเศษหนังออกจากตัวอย่างน้ำ แล้วนำน้ำที่ผ่านการกรองมาทดสอบถ้ามีความจำเป็นต้องเก็บน้ำตัวอย่างข้ามวันให้นำตัวอย่างน้ำแช่ไว้ในตู้ 4 °C และเก็บไว้ไม่เกิน 3 วัน เพื่อไม่ให้ลักษณะของตัวอย่างน้ำเปลี่ยนแปลงไปมาก

4.2.2 การรวบรวมโครเมียมให้อยู่ในรูปตะกอนผลึก

<u>เครื่องมือและอุปกรณ์หลักที่ใช้</u>

- เครื่องจาร์เทสต์
- บีกเกอร์
- กระบอกตวง

<u>ขั้นตอนการสร้างตะกอนผลึก</u>

- นำตัวอย่างน้ำที่ผ่านกระชอนแล้วมาตวงใส่บีกเกอร์ปริมาตร 1 ลิตร จำนวน 3-6 บีกเกอร์

- คำนวณปริมาณสารตกตะกอนผลึกที่ต้องการใช้ จากจำนวนเท่าที่เหมาะสมของค่าความต้องการทางทฤษฎีจากโครเมียมในน้ำเสีย (ดูตารางที่ 4.1) เติมสารสร้างตะกอนผลึกลงในบีกเกอร์ทั้งหมด

- ใช้เครื่องจาร์เทสต์ผสมเร็วที่ความเร็วรอบ 100 รอบ/นาที นาน 3 นาที ผสมช้าที่ความเร็วรอบ 40 รอบ/นาที ต่อเป็นเวลา 120 นาที

- รินของเหลวในบีกเกอร์ใส่ลงในกระบอกตวงขนาด 1 ลิตร ตั้งทิ้งไว้ให้จมตัว เวลาที่ใช้ในการจมตัวขึ้นอยู่กับชนิดของสารสร้างตะกอนผลึกดังแสดงในตารางที่ 4.1 บันทึกปริมาตรสลัดจ์

4.2.3 การแยกตะกอนผลึกโครเมียมออกจากน้ำส่วนบนและการเตรียมกากตะกอน

เครื่องมือและอุปกรณ์หลักที่ใช้

- สายยางและลูกยาง
- กรวยบุคเนอร์
- ผ้ากรองขนาด 115 ช่อง/ตร.ซม.
- กระดาษกรองวอทแมน หมายเลข 40

ขั้นตอนการแยกตะกอนผลึกออกจากน้ำส่วนบน

ทำได้โดยใช้สายยางระบายน้ำส่วนบนออกจากกระบอกตวงแบบกาลักน้ำ เก็บตัวอย่างน้ำส่วนบนไว้ ตะกอนผลึกที่ได้แบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ

1) ตะกอนผลึกที่ไม่มีการรีดน้ำเรียกว่า สลัดจ์

2) ตะกอนผลึกที่มีการรีดน้ำเรียกว่ากากตะกอน (cake) ทำได้โดยนำสลัดจ์มากรองผ่านผ้ากรองด้วยแรงดันสูญญากาศโดยอุปกรณ์กรวยบุคเนอร์ ยกเว้นสลัดจ์โซเดียมคาร์บอเนตจะนำของเหลวผสมก่อนการตกตะกอน มากรองผ่านกระดาษกรองวอทแมนด้วยแรงดันสูญญากาศโดยไม่ต้องตั้งทิ้งไว้ให้จมตัว และบันทึกปริมาตรน้ำใสที่กรองได้เทียบกับเวลา เพื่อเป็นข้อมูลแบบแผนการกรองและวิเคราะห์ค่าความต้านทานจำเพาะ (r) เก็บตัวอย่างน้ำกรองไว้

วิเคราะห์ลักษณะต่าง ๆ ของตัวอย่างที่เก็บไว้และตะกอนผลึกทั้ง 2 ชนิดดังนี้

- ปริมาณโครเมียมในน้ำส่วนบนและน้ำกรอง
- เปอร์เซนต์ความชื้นของตะกอนผลึก
- ปริมาณโครเมียมในตะกอนผลึก
- ความหนาแน่นของตะกอนผลึก

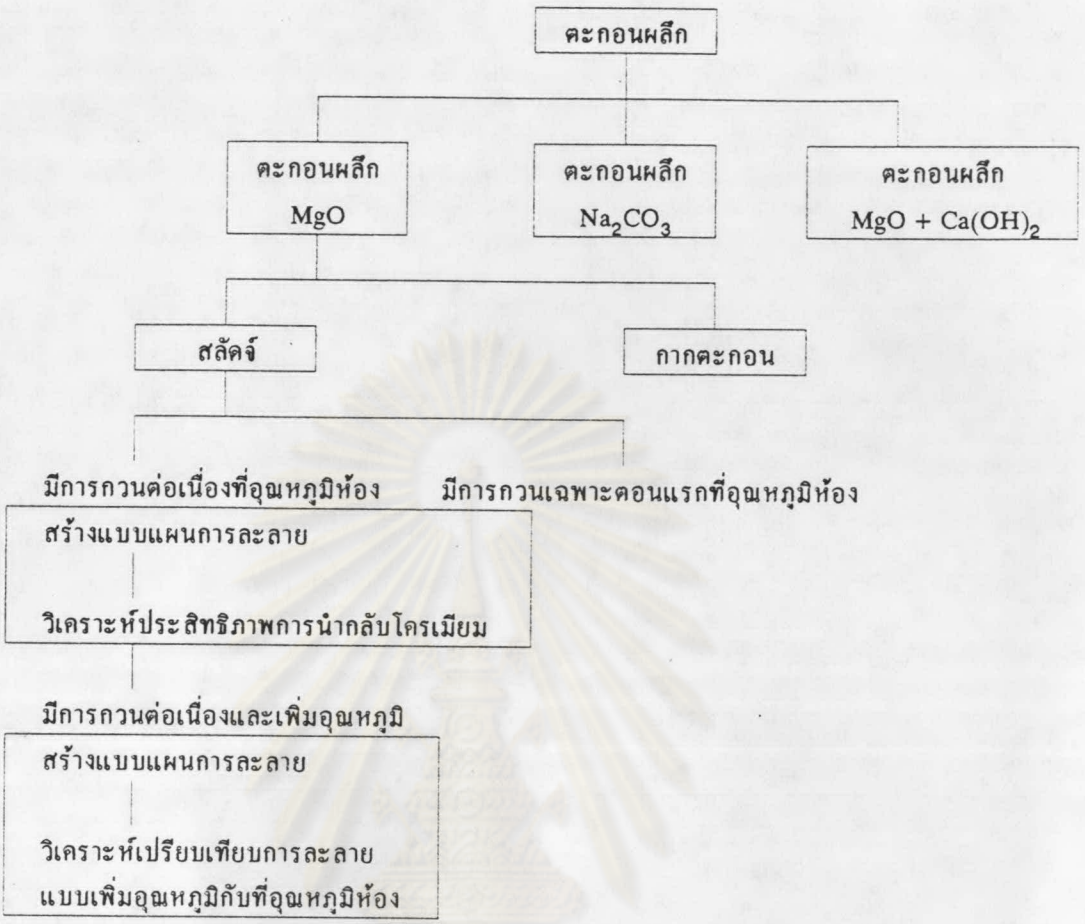
4.2.4 การละลายตะกอนผลึกโครเมียมด้วยกรดซัลฟุริก

นำตะกอนผลึกทั้ง 2 ชนิดในข้อ 4.2.3 ของตะกอนผลึกประเภทต่าง ๆ มาละลายด้วยกรดซัลฟุริกที่สภาวะต่าง ๆ ขั้นตอนการทดลองแสดงในรูปที่ 4.3

4.2.4.1 มีการกวนต่อเนื่องที่อุณหภูมิห้อง

เครื่องมือและอุปกรณ์หลักที่ใช้

- บีกเกอร์



รูปที่ 4.3 ขั้นตอนการละลายตะกอนผลึกแต่ละประเภทที่สภาวะต่าง ๆ

- อุปกรณ์ การกรองด้วยสูญญากาศ
- นาฬิกาจับเวลา
- เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก

1) <u>การทดสอบการละลายสลัดจ์</u>

1.1 ขั้นตอนการสร้างแบบแผนการละลาย

- ตวงสลัดจ์ 50-100 มล. ใส่ลงในบีกเกอร์จำนวน 3 ใบ วัดพีเอชของสลัดจ์

- แปรผันปริมาณกรดซัลฟุริกโดยคิดเป็นจำนวนเท่าของค่าความต้องการทางทฤษฎีจากปริมาณโครเมียมในสลัดจ์(รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ค)ให้อยู่ในช่วง1-3 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของสลัดจ์ คำนวณปริมาณกรดซัลฟุริกที่ต้องใช้แล้วเติมในปริมาณที่ต้องการลงในบีกเกอร์แต่ละใบตามลำดับ แล้ววัดพีเอชหลังเติมกรดเป็นพีเอชเริ่มทำปฏิกิริยา

- ตั้งสารละลายไว้บนเครื่องกวนแบบแม่เหล็ก ทำการกวนตลอดช่วงการทดลอง

- เก็บตัวอย่างสารละลายในแต่ละบีกเกอร์ เพื่อวิเคราะห์ปริมาณโครเมียมละลายที่ช่วงเวลาต่าง ๆ โดยกรองตัวอย่างสารละลายผ่านกระดาษกรองใยแก้วด้วยเครื่องกรองสูญญากาศ นำตัวอย่างสารละลายที่กรองได้ไปวิเคราะห์โครเมียม

- นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างแบบแผนการละลายซึ่งเป็นกราฟระหว่างเวลากับปริมาณโครเมียมที่ละลายได้ ที่ปริมาณกรดต่าง ๆ เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา

1.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการนำกลับโครเมียม

- ตวงสลัดจ์ 50-100 มล.ใส่ลงในบีกเกอร์จำนวน 6 ใบ วัดพีเอชสลัดจ์

- แปรผันปริมาณกรดซัลฟุริก โดยคิดเป็นจำนวนเท่าของค่าความต้องการทางทฤษฎีให้อยู่ในช่วง1-3 เท่า ทั้งหมด 6 ค่า เติมกรดซัลฟุริกตามปริมาณที่คำนวณได้ในบีกเกอร์ที่เตรียมไว้ตามลำดับ วัดค่าพีเอชหลังเติมกรด

- ตั้งสารละลายไว้บนเครื่องกวนแบบแม่เหล็กและกวนตลอดช่วงเวลาที่ได้จากข้อ 1.1 วัดพีเอชสุดท้ายของสารละลาย

- นำสารละลายมากรองด้วยเครื่องกรองสูญญากาศ บันทึกปริมาตรสารละลายที่กรองได้และนำไปวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม เพื่อหาประสิทธิภาพการนำกลับโครเมียม

- นำข้อมูลที่ได้สร้างกราฟระหว่างประสิทธิภาพการนำกลับโครเมียมกับอัตราการเติมกรดซัลฟุริก เพื่อเลือกปริมาณกรดที่เหมาะสม

2) <u>การทดสอบการละลายกากตะกอน</u>

ทำทุกขั้นตอนเหมือนในข้อ 1) แต่ตะกอนผลิกที่นำมาทดสอบเป็นกากตะกอน ใช้บีกเกอร์ละ 20-30 ก. และใช้กรดซัลฟุริกเจือจาง 1+4 ในการละลายกากตะกอน เพราะถ้าใช้กรดซัลฟุริกเข้มข้นกากตะกอนจะละลายได้น้อย

4.2.4.2 <u>มีการกวนเฉพาะตอนแรกที่อุณหภูมิห้อง</u>

<u>เครื่องมือและอุปกรณ์หลักที่ใช้</u>

- บีกเกอร์
- อุปกรณ์การกรองด้วยสูญญากาศ
- นาฬิกาจับเวลา

ขั้นตอนการทดสอบเหมือนข้อ 4.2.4.1 แต่หลังจากเติมกรดซัลฟุริกลงในตะกอนผลิกแล้ว ทำการกวนเฉพาะตอนแรกเพื่อวัดพีเอชเริ่มทำปฏิกิริยาเท่านั้น

4.2.4.3 มีการกวนต่อเนื่องแบบเพิ่มอุณหภูมิ

หลังการทดสอบในหัวข้อ 4.2.4.1 แล้วพิจารณาเลือกจำนวนเท่าที่เหมาะสมของกรดซัลฟุริกในการละลายตะกอนผลิก นำจำนวนเท่าที่ได้เลือกนั้นมาทดสอบการละลายตะกอนผลิกโครเมียมที่อุณหภูมิต่าง ๆ

เครื่องมือและอุปกรณ์หลักที่ใช้

- บีกเกอร์
- อุปกรณ์การกรองด้วยสูญญากาศ
- นาฬิกาจับเวลา
- เครื่องกวนแบบแม่เหล็กพร้อมแท่นร้อน

1) การทดสอบการละลายสลัดจ์

1.1 ขั้นตอนการสร้างแบบแผนการละลาย

- ตวงสลัดจ์ 50-100 มล. ใส่ลงในบีกเกอร์จำนวน 4 ใบ วัดพีเอชของสลัดจ์
- คำนวณปริมาณกรดซัลฟุริกที่ใช้จากจำนวนเท่าที่เหมาะสมของค่าความต้องการทางทฤษฎี นำมาทดสอบการละลายที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันคือ ที่อุณหภูมิห้อง 45° 60° และ 80° C โดยเริ่มจับเวลาเมื่อเติมกรดซัลฟุริกลงในบีกเกอร์ที่วางไว้ในบนเครื่องกวนแม่เหล็กพร้อมแท่นร้อนที่ตั้งอุณหภูมิไว้
- เก็บตัวอย่างสารละลายที่ช่วงเวลาต่าง ๆ เพื่อวิเคราะห์ปริมาณโครเมียม โดยกรองตัวอย่างของสารละลายผ่านกระดาษกรองใยแก้วด้วยเครื่องกรองสูญญากาศ นำตัวอย่างสารละลายที่กรองได้ไปวิเคราะห์โครเมียม ทำซ้ำจนครบทุกอุณหภูมิ
- นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างแบบแผนการละลายซึ่งเป็นกราฟระหว่างเวลากับปริมาณโครเมียมที่ละลายได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา

1.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการนำกลับโครเมียม

- ตวงสลัดจ์ 50-100 มล.ใส่ลงในบีกเกอร์จำนวน 4 ใบ วัดพีเอชสลัดจ์
- คำนวณปริมาณกรดซัลฟุริกที่เหมาะสม แล้วทำการละลายที่

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I17385969

อุณหภูมิห้อง 45° 60° และ 80° C ตามลำดับ โดยนำบีกเกอร์วางไว้บนเครื่องกวนแม่เหล็กพร้อมแท่นร้อนที่ตั้งอุณหภูมิไว้ เติมกรดซัลฟุริก เริ่มจับเวลาพร้อมทั้งวัดพีเอชเริ่มทำปฏิกิริยา ตั้งทิ้งไว้ตามเวลาที่ได้จากข้อ 1.1 วัดพีเอชสุดท้ายของสารละลาย

- นำสารละลายมากรองผ่านกระดาษกรองใยแก้วด้วยเครื่องกรองสูญญากาศ บันทึกปริมาตรสารละลายที่กรองได้ และนำไปวิเคราะห์ปริมาณโครเมียมเพื่อหาประสิทธิภาพการนำกลับโครเมียม

- นำข้อมูลที่ได้สร้างกราฟระหว่างประสิทธิภาพการนำกลับโครเมียมกับอุณหภูมิเพื่อเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสม

2) <u>การทดสอบการละลายกากตะกอน</u>

ทำทุกขั้นตอนเหมือนในข้อ 1) แต่ตะกอนผลิกที่นำมาทดสอบเป็นกากตะกอนใช้บีกเกอร์ละ 20-30 ก. และใช้กรดซัลฟุริกเจือจาง 1+4 ในการละลายกากตะกอน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย