บทที่ 3

แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ทำการทดลองทั้งหมดที่ห้องปฏิบัติการสหสาขาวิชาวิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม ชั้น17 อาคารมหามกุฎ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะเพื่อใช้ในการบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์ และศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการบำบัด

3.1 แผนการทดลอง

แบ่งเป็น 2ขั้นตอน

งานวิจัยนี้เป็นการทดลองเพื่อกำจัดสีย้อมแอซิดด้วยการใช้วิธีเคมีไฟฟ้า น้ำเสียที่ใช้เป็นน้ำเสียสังเคราะห์ จากสียูนิเซท เรดสองบี (UNISET RED 2B) เป็นการทดลองแบบกะ เพื่อศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดสีย้อมแอซิดของน้ำเสียสังเคราะห์ และทำการวิเคราะห์หาประสิทธิภาพในการกำจัดสี และการลดค่าซีโอดี

3.1.1 การออกแบบการทดลอง 2^3 factorial experimental design รวมกับการออกแบบรูปผสมจุดศูนย์กลาง โดยทำการศึกษากับขั้วอะลูมิเนียม และขั้วเหล็ก จำนวนอย่างละ 1 คู่

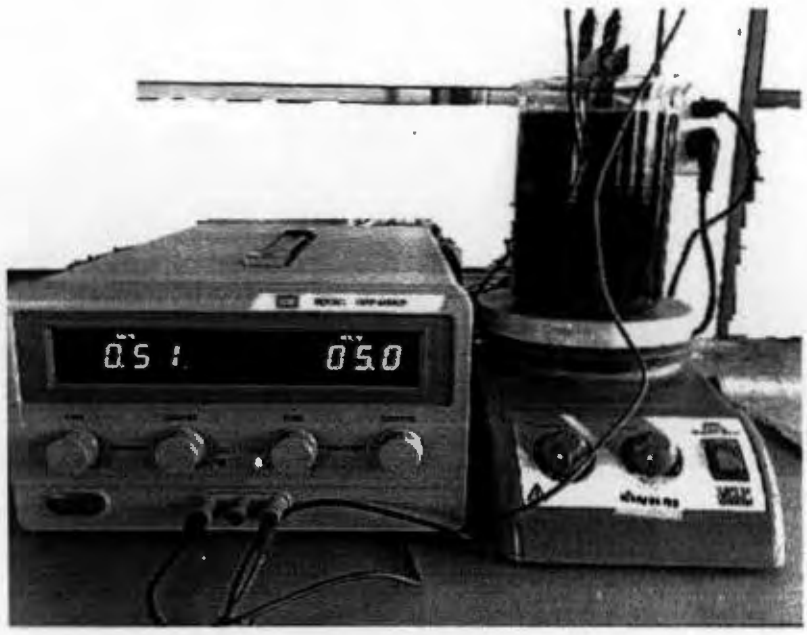
3.1.2 ทำการศึกษาหาสมการความสัมพันธ์ของการกำจัดสี และการลดค่าซีโอดีกับตัวแปรต้นต่างๆ และหาภาวะที่เหมาะสมในการบำบัดน้ำเสียสังเคราะห์

3.2 อุปกรณ์และสารเคมีสำหรับการทดลอง

อุปกรณ์

- ใช้เครื่องปฏิกรณ์แบบกะ ประกอบด้วยเครื่องกำเนิดไฟฟ้า (DC power supply) ยี่ห้อ ESHWM-CU-FS 6110011002FX001345 รุ่น GTR-6060D

- ขั้วอิเล็กโทรด อย่างละ 1คู่ มีขนาดที่ใช้ทำปฏิกิริยากว้าง 5 เซนติเมตร ยาว 5 เซนติเมตร เนื่องจากเกิดการผุกร่อนทั้ง 2 ด้านของขั้วอิเล็กโทรด ดังนั้น จะได้พื้นที่ผิวทั้งหมด 50 ตารางเซนติเมตร ใช้บีกเกอร์ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร สำหรับใส่น้ำเสียสังเคราะห์ การติดตั้งดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การติดตั้งการทำงานของเครื่องปฏิกรณ์แบบกะ

- UV Spectrophotometer ยี่ห้อ OPTIMA Spectrophotometer รุ่น ST-300
- เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) ยี่ห้อ SIGMA Laboratory รุ่น SIGMA 4-15
- เครื่องกวน รุ่น ME-20
- หลอดซีโอดี
- เครื่อง COD ยี่ห้อ HACH รุ่น DRB 200
- เครื่องวัดความเป็นกรด-เบส ยี่ห้อ EDT Instrument รุ่น BA 350

สารเคมี

- สีย้อมชนิด UNISET RED 2B จากบริษัท Phisit Intergroup ความบริสุทธิ์ 99%
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ยี่ห้อ Merck ความบริสุทธิ์ 99%
- โซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) ยี่ห้อ Merck ความบริสุทธิ์ 99%
- กรดอะซิติก (CH_3COOH) ยี่ห้อ Merck ความบริสุทธิ์ 95-97%
- โพแตสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) ยี่ห้อ Ajax Finechem ความบริสุทธิ์ 99.8%
- กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ยี่ห้อ Merck ความบริสุทธิ์ 95-97%
- ซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) ยี่ห้อ Merck
- เฟอโรอิน อินดิเคเตอร์ (Ferroin Indicator) ยี่ห้อ POCh S.A.
- เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต [$Fe(NH_4)_2S_2O_8$] ยี่ห้อ Ajax Finechem ความบริสุทธิ์ 99%
- เมอร์คิวริกซัลเฟต ($HgSO_4$) ยี่ห้อ Ajax Finechem ความบริสุทธิ์ 99%

3.3 ปัจจัยที่ทำการศึกษา

หลังจากที่ได้ทำการประมวลข้อมูลที่ได้จากการค้นคว้า ได้ทำการเลือกปัจจัยต้นที่น่าจะมีผลต่อประสิทธิภาพการบำบัดโดยวิธีไฟฟ้าเคมี ดังนี้

- ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density, mA/cm^2)
- เวลาในการเกิดปฏิกิริยา (Time, min)
- ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ (Concentration of dye, mg/L)

และกำหนดปัจจัยที่ควบคุม คือ ชนิดอิเล็กโทรดแบ่งเป็น การทดลองของอะลูมิเนียม กับเหล็ก ชนิดและความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ คือ โซเดียมซัลเฟตความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ค่าความเป็นกรด-เบส ที่ 7 อัตราการกวนสารละลายที่ 50 รอบต่อนาที

3.3.1 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า

กฎของฟาราเดย์ได้อธิบายความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ากับจำนวนสารที่เกิดขึ้นที่แอโนด และแคโทดในสารละลาย โดยคาดว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ผลการกำจัดสี และการลดค่าซีโอดีมีประสิทธิภาพในการบำบัดดีขึ้น โดยแบ่งระดับของปัจจัยได้ดังนี้ (Daneshvar et al., 2004)

ระดับ -1.414 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 0.86 mA/cm^2

ระดับ -1 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 5 mA/cm^2

ระดับ 0 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 10 mA/cm^2

ระดับ +1 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 15 mA/cm^2

ระดับ +1.414 ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 29.14 mA/cm^2

3.3.2 เวลาในการเกิดปฏิกิริยา

เมื่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น จะมีโอกาสในการผลิตไอออนจากขั้วอิเล็กโทรดได้มาก ซึ่งนำไปสู่การสร้างเมทัลไฮดรอกไซด์เพื่อใช้ในการตกตะกอนโมเลกุลสีย้อม หากเวลานั้นเป็นเวลาที่เกิดอย่างเหมาะสม จะทำให้ได้ประสิทธิภาพในการบำบัดที่ดี โดยแบ่งระดับปัจจัยดังนี้ (Kim et al., 2002)

ระดับ -1.414 เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 3.33 นาที

ระดับ -1 เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 5 นาที

ระดับ 0 เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 10 นาที

ระดับ +1 เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 15 นาที

ระดับ +1.414 เวลาในการเกิดปฏิกิริยา 17.07 นาที

3.3.3 ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์

ความเข้มข้นของสีย้อมที่ระดับหนึ่งๆ จะมีผลต่อประสิทธิภาพในการบำบัด เนื่องจากตัวตกตะกอนที่ถูกสร้างขึ้นมาจะมีความเหมาะสมต่อค่าความเข้มข้นที่ระดับหนึ่งๆ เท่านั้น โดยทำการศึกษาที่ระดับต่างๆ ดังนี้ (วรรษวรรณ, 2546)

ระดับ -1.414 ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ 18.95 มิลลิกรัมต่อลิตร

ระดับ -1 ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร

ระดับ 0 ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ 125 มิลลิกรัมต่อลิตร

ระดับ +1 ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ 200 มิลลิกรัมต่อลิตร

ระดับ +1.414 ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ 231.05 มิลลิกรัมต่อลิตร

โดยช่วงที่เลือกาในการทดลองนี้ พบว่า สีแอซิดที่เป็นสีย้อมสังเคราะห์มักจะใช้ช่วงการทดลอง อยู่ในช่วงตั้งแต่ 50 – 200 มิลลิกรัมต่อลิตร (วรรษวรรณ, 2546)

ในขั้นตอนนี้สามารถสรุปปัจจัย และระดับของปัจจัยต่างๆ ได้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การกำหนดปัจจัย และค่าจริงทำการแปลงรหัสที่ระดับต่างๆ

ปัจจัย	ค่าจริงที่ทำการแปลงรหัสที่ระดับต่างๆ				
	-1.414	-1	0	+1	+1.414
1. ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า, mA/cm^2 (X_A)	0.86	5	10	15	29.14
2. เวลา, นาที (X_B)	3.33	5	10	15	17.07
3.ความเข้มข้นสีย้อม, มิลลิกรัมต่อลิตร (X_C)	18.95	50	125	200	231.05

3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์

สีย้อมที่ใช้เป็นสีชนิดแอซิด (Acid dye) ชื่อทางการค้า UNISET RED 2B (CI Number Acid red 781)

1. นำผงสีมาละลายน้ำตามความเข้มข้นที่ทำการทดลอง แล้วเติมแอมโมเนียมซัลเฟต 5 กรัมต่อลิตร

2. ปรับค่าความเป็นกรด-เบส ด้วยกรดอะซิติก ให้อยู่ในช่วงค่าความเป็นกรด-เบสที่ 5 จากนั้นนำมาให้ความร้อนที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 40 นาที

3. ตั้งทิ้งให้เย็น ปรับค่าความเป็นกรด-เบส ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้อยู่ในช่วงความเป็นกรด-เบสที่ 7 แล้วเก็บน้ำเสียสังเคราะห์ไว้ทำการทดลองขั้นต่อไป

3.4.2 ศึกษาประสิทธิภาพการบำบัด และภาวะที่เหมาะสมโดยใช้ขั้วอะลูมิเนียม

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์มาเติมโซเดียมซัลเฟตความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์ความเข้มสีด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 456 นาโนเมตร และค่าซีโอดีดังตารางที่ 3.1

2. ทำการติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์โดยใช้ขั้วอะลูมิเนียมเป็นขั้วอิเล็กโทรด และใช้น้ำปริมาตร 1 ลิตร สำหรับทุกการทดลอง

3. ทำการทดลองตามภาวะที่กำหนดดังตารางที่ 3.2

4. นำน้ำที่ผ่านการบำบัดมาวิเคราะห์ความเข้มสี และค่าซีโอดี ซึ่งจะได้ประสิทธิภาพของค่าตัวแปรตอบสนอง

5. วิเคราะห์ผลกระทบหลัก และผลกระทบร่วมที่มีผลต่อประสิทธิภาพการกำจัดสี และการลดค่าซีโอดี จากนั้นทำการหาสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรตามกับตัวแปรอิสระทั้ง 3ปัจจัย และหาภาวะที่เหมาะสม

3.4.3 ศึกษาประสิทธิภาพการบำบัดและสภาวะที่เหมาะสมโดยใช้ขั้วเหล็ก

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์มาเติมโซเดียมซัลเฟตความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์ความเข้มสีด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 456 นาโนเมตร และค่าซีโอดีดังตารางที่ 3.1

2. ทำการติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์โดยใช้ขั้วเหล็กเป็นขั้วอิเล็กโทรด และใช้น้ำปริมาตร 1 ลิตร ทุกการทดลอง

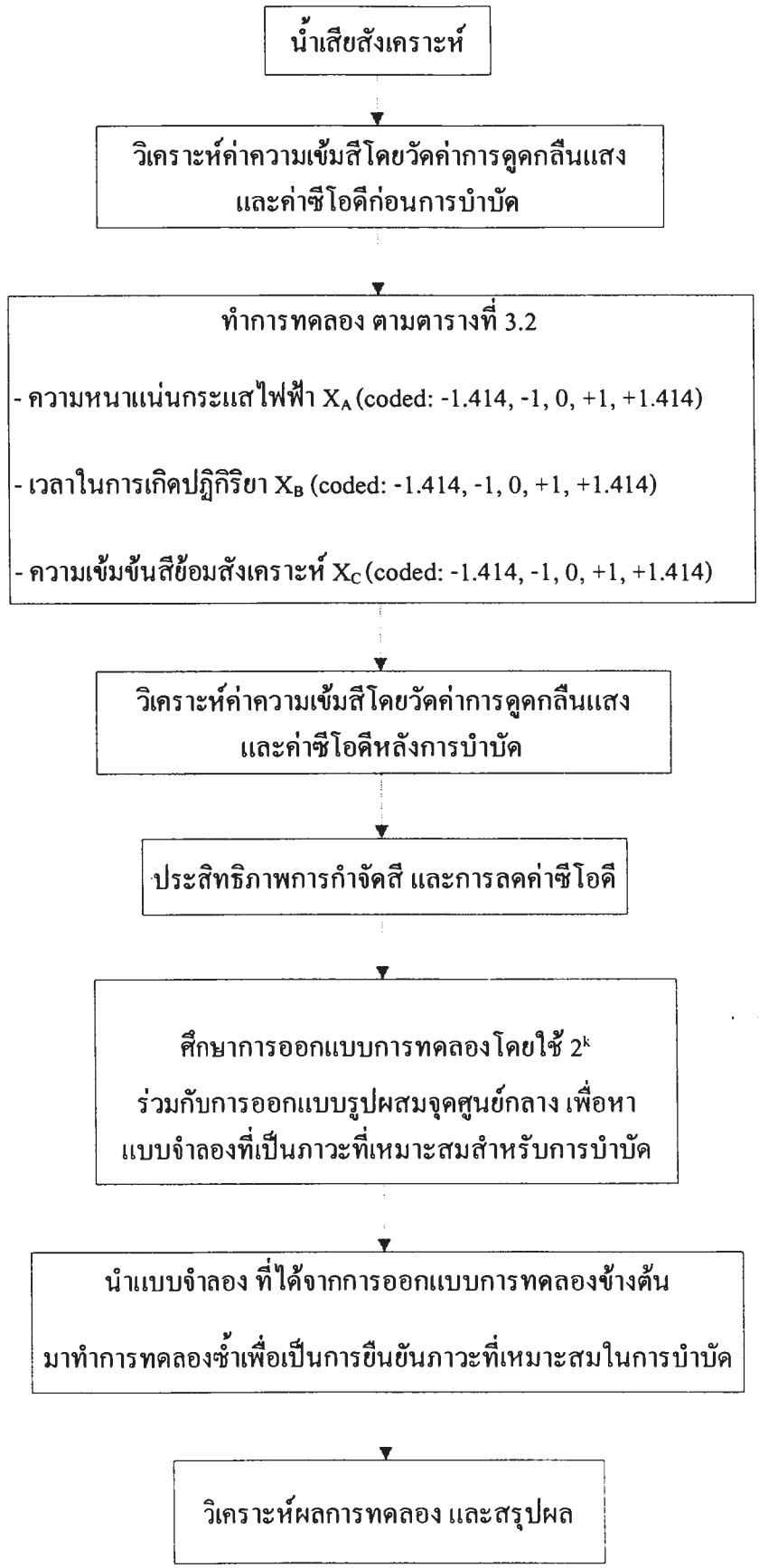
3. ทำการทดลองตามภาวะที่กำหนดดังตารางที่ 3.2 เช่นกัน

4. นำน้ำที่ผ่านการบำบัดมาวิเคราะห์ความเข้มสี และค่าซีโอดี ซึ่งจะได้ประสิทธิภาพของค่าตัวแปรตอบสนอง

5. วิเคราะห์ผลกระทบหลัก และผลกระทบร่วมที่มีผลต่อประสิทธิภาพการกำจัดสี และการลดค่าซีโอดี จากนั้นทำการหาสมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรตามกับตัวแปรอิสระทั้ง 3ปัจจัย และหาภาวะที่เหมาะสม

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงภาวะของตัวแปรอิสระที่ทำการทดลอง

ชุดการทดลอง	ค่าตัวแปรที่เข้ารหัส (Coded values of the variables)			จำนวนทดลองซ้ำ
	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (X_A)	เวลาในการเกิดปฏิริยา (X_B)	ความเข้มข้นสีย้อมสังเคราะห์ (X_C)	
1	-	-	-	2
a	+	-	-	2
b	-	+	-	2
ab	+	+	-	2
c	-	-	+	2
ac	+	-	+	2
bc	-	+	+	2
abc	+	+	+	2
Axial	-1.414	0	0	2
Axial	+1.414	0	0	2
Axial	0	-1.414	0	2
Axial	0	+1.414	0	2
Axial	0	0	-1.414	2
Axial	0	0	+1.414	2
center	0	0	0	1
center	0	0	0	1
center	0	0	0	1
center	0	0	0	1
center	0	0	0	1
			รวม	33



รูปที่ 3.2 แผนผังสำหรับงานวิจัย

3.5 วิธีการวิเคราะห์การทดลอง

3.5.1 พารามิเตอร์ที่ทำการวิเคราะห์ตัวแปรตอบสนอง

การวิเคราะห์พารามิเตอร์ตัวแปรตอบสนอง ตามตารางที่ 3.3 โดยทำตามวิธีมาตรฐาน (APHA, 1998) โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยวิธี Pt-Co Unit หลังทำการเซนตริฟิวส์ 5,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที

ตารางที่ 3.3 ตารางแสดงวิธีการวิเคราะห์ตัวแปรตอบสนอง

ตัวแปรตอบสนอง	วิธีวิเคราะห์	อ้างอิง
ซีโอดี	Closed reflux, tritimetric color	APHA(1998)
การวัดสี	Pt-Co Unit	APHA(1998)

3.5.2 การวิเคราะห์ทางสถิติ

สำหรับการออกแบบการทดลอง 2^3 factorial experimental design ใช้โปรแกรม Design – Expert 6.0.10 วิเคราะห์หาความสัมพันธ์โดยวิเคราะห์จากสมการถดถอย และหาภาวะที่เหมาะสม ร่วมกับการใช้ตาราง ANOVA เพื่อเปรียบเทียบระดับความเชื่อมั่นของการกำจัดสี และการลดค่าซีโอดี ที่ปัจจัยที่ทำการศึกษา นั่นคือ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (A) เวลาในการเกิดปฏิกิริยา (B) และความเข้มข้นของสีย้อมสังเคราะห์ (C) และอันตรกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างปัจจัย เพื่อหาความสัมพันธ์โดยวิเคราะห์จากสมการถดถอยศึกษาที่ระดับนัยสำคัญที่ 0.05