

Widner และคณะ [23] ใช้ขั้ว RVC (Reticulated Vitreous Carbon) ที่มีความพรุน 80 ppi เป็นขั้วแคโทดสำหรับกำจัดโลหะหนัก พบว่า ในการกำจัดตะกั่วออกจากน้ำเสียโดยกำหนดค่าศักย์รีดักชันของตะกั่วที่ได้จากวิธี Hydrodynamic Voltammetry ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของบอเรตและไนเตรท พบว่า สามารถลดปริมาณตะกั่วจาก 500 มิลลิกรัมต่อลิตร เหลือเพียง 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร ในระยะเวลา 20 นาที ที่อัตราการไหลเวียนของสารละลาย 240 ลิตรต่อชั่วโมง และอัตราส่วนของปริมาตรสารละลายแคโทดไลต์ต่อปริมาตรแคโทด เท่ากับ 0.027

Bertazzoli และ Lanza [24] ได้ทำการทดลองแยกสังกะสีออกจากอิเล็กโทรไลต์ที่มีคลอไรด์ไฮดรอกไซด์ โดยใช้ Recticulated Vitreous Carbon (RVC) เป็นขั้วแคโทดโดยวิเคราะห์หาภาวะที่เหมาะสมในการทดลองเช่น ค่า pH ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์, ความพรุนของขั้วแคโทด และอัตราการไหลของสารละลายซึ่งพบว่าเมื่อใช้สารละลายสังเคราะห์ (Synthetic Solution) ความเข้มข้นของสังกะสีลดลงจาก 50 มิลลิกรัมต่อลิตร เหลือ 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร และเมื่อใช้น้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม ความเข้มข้นของสังกะสีลดลงจาก 152 มิลลิกรัมต่อลิตร เหลือ 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร และพบว่าค่าความหนาแน่นกระแสจะลดลงจากผิวนอกสู่กึ่งกลางของ RVC electrode

ประสิทธิภาพการแยกตะกั่วด้วยกระบวนการอิเล็กโตรไลซิสเป็นฟังก์ชันกับสารประกอบของอิเล็กโตรไลต์ โดยอิเล็กโตรไลต์ที่มีคลอไรด์จะให้ประสิทธิภาพสูงสุดในการแยกตะกั่ว ในขณะที่การแยกตะกั่วในอิเล็กโตรไลต์ที่มีซัลเฟตจะทำได้ยากและต้องใช้พลังงานมาก [5]

บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

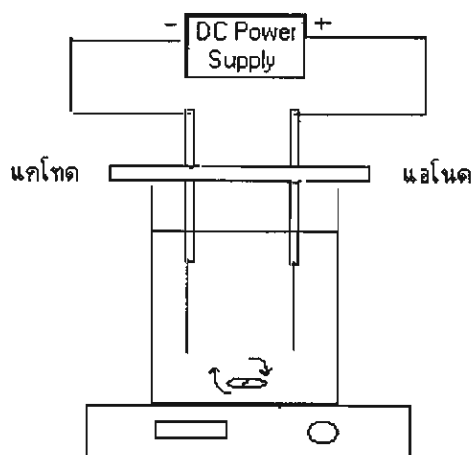
ในงานวิจัยนี้แบ่งขั้นตอนการทดลองเป็น 2 ขั้นตอน คือ การละลายตะกอนด้วยกรดและการแยกตะกอนด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า โดยมีรายละเอียดของแต่ละขั้นตอนดังนี้

3.1 การละลายตะกอนพรีตกผลด้วยตัวทำละลาย

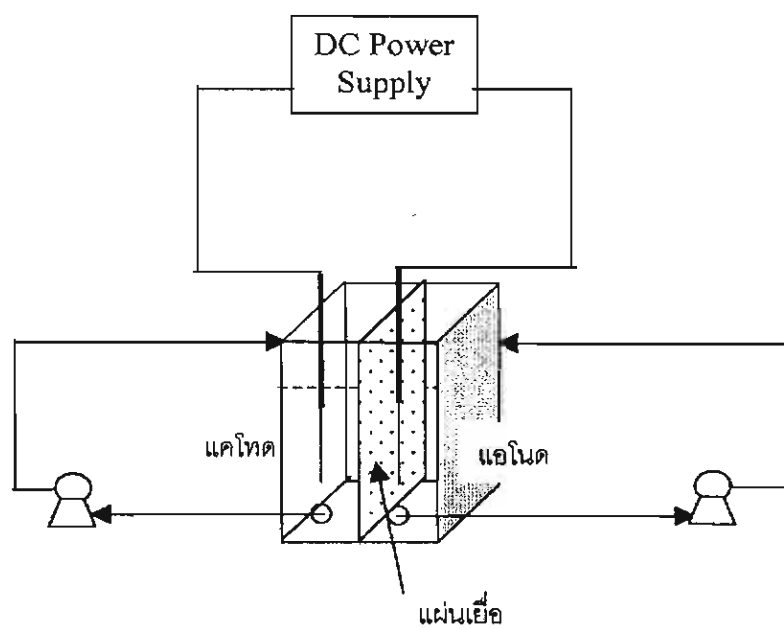
การทดลองทำการละลายตะกอนด้วยสารละลายปริมาตร 1 ลิตร ในบีกเกอร์ โดยทำการกวนสารละลายตลอดเวลาด้วยความเร็วรอบประมาณ 1100 รอบต่อนาทีด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า เป็นเวลา 3 ชั่วโมง กรองสารละลายออกจากตะกอนด้วยกระดาษกรอง จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายประมาณ 5 - 10 มิลลิลิตร เพื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วที่ละลายในสารละลายด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer ในส่วนนี้ตัวแปรที่ศึกษาคือ ชนิดและความเข้มข้นของตัวทำละลาย (กรดไนตริก กรดอะซิติก กรดไฮโดรคลอริกและกรดซัลฟูริก ในช่วงความเข้มข้น 0.05 – 3 โมลต่อลิตร) ปริมาณตะกอนแห้ง (0.5 – 5 %) เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการละลายตะกอน ปริมาณตะกั่วในตะกอนพรีตกผลวิเคราะห์โดยการย่อยตะกอนด้วยวิธีมาตรฐาน ASTM No D5198-92 และวิธีการย่อยด้วยเครื่อง microwave ก่อนวิเคราะห์ความเข้มข้นของตะกั่วด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer รุ่น AA Analyst 300

3.2 การแยกตะกั่วจากสารละลายด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า

การทดลองในส่วนนี้จะใช้เครื่องปฏิกรณ์ 2 ชนิด คือ เครื่องปฏิกรณ์ที่ไม่มีเยื่อแผ่นกั้นบรรจุสารละลายปริมาตร 950 มิลลิลิตร กวนสารละลายด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า และเครื่องปฏิกรณ์ที่มีเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนประจุกัน โดยมีปริมาตรในส่วนแคโทดและแอโนด 850 มิลลิลิตร สารละลายในเครื่องปฏิกรณ์นี้จะไหลวนโดยใช้ปั๊มที่อัตราการไหล 5 ลิตรต่อนาที ขั้วแคโทดที่ใช้ทำจากตะกั่ว มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 40 ตารางเซนติเมตร และขั้วแอโนดทำจากไททาเนียมเคลือบรูทีเนียมออกไซด์ พื้นที่ผิว 60 ตารางเซนติเมตร การจัดตั้งอุปกรณ์การทดลองแสดงดังรูปที่ 1 และ 2 การทดลองจะควบคุมให้กระแสมีค่าคงที่ตลอดด้วยเครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง (D.C. Power Supply) และเก็บตัวอย่างสารละลายตามระยะเวลาเป็นช่วง ๆ ประมาณ 30 หรือ 60 นาที เพื่อหาค่าการเปลี่ยนแปลงของปริมาณตะกั่วในสารละลาย ปริมาณตะกั่วในสารละลายตัวอย่างวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer ตัวแปรที่ศึกษาในขั้นตอนการแยกตะกั่วคือ ค่ากระแสไฟฟ้าในช่วง 80 – 1500 มิลลิแอมแปร์ ชนิดและความเข้มข้นของอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ได้จากผลการทดลองจากข้อ 3.1 โดยภาวะที่เหมาะสมจะพิจารณาจากค่าประสิทธิภาพการกำจัดและปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ในสารละลาย



รูปที่ 3.1 การจัดตั้งอุปกรณ์ของเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีแผ่นเยื่อกั้น



รูปที่ 3.2 การจัดตั้งอุปกรณ์ของเครื่องปฏิกรณ์แบบมีแผ่นเยื่อกั้น

บทที่ 4

ผลและวิเคราะห์ผลการทดลอง

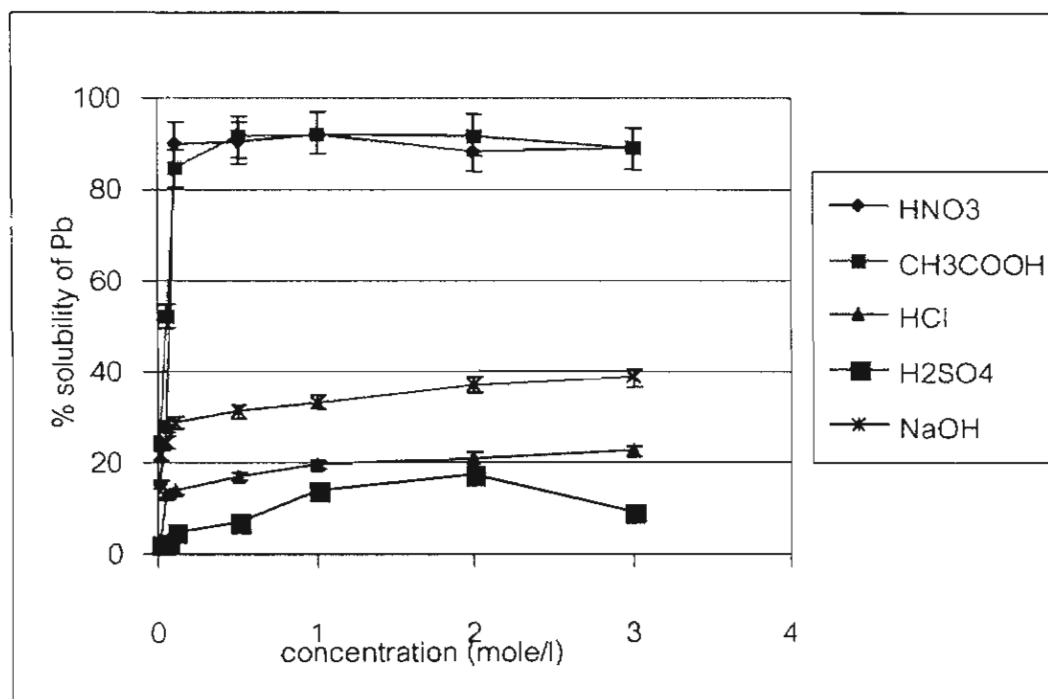
การแยกตะกั่วออกจากตะกอนฟritดกลาสมีขั้นตอนสองขั้นตอนหลัก คือ ขั้นตอนการละลายตะกั่วจากตะกอนและขั้นตอนการแยกตะกั่วออกจากสารละลาย ดังนั้นผลการทดลองจึงจะนำเสนอเป็น 2 ส่วนตามขั้นตอนที่ใช้

4.1 การละลายตะกอนฟritดกลาสด้วยตัวทำละลาย

ตะกอนฟritดกลาสที่ใช้ในการทดลองมีสีเทา ขณะเปียกมีกลิ่นของบิวทิลอะซิเตท เมื่อปล่อยให้แห้งจะระเหยได้อย่างรวดเร็ว เมื่อแห้งจะมีลักษณะเป็นผง ปริมาณของตะกั่วในตะกอนวิเคราะห์ด้วยวิธี ASTM No D5198-92 และวิธีการย่อยโดยใช้เครื่องมือโครเมฟ พบว่า ปริมาณตะกั่วจะอยู่ในช่วง $70 \pm 10\%$ และเมื่อวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วในตะกอนด้วยวิธี X-Ray Fluorescence Analysis พบว่ามีปริมาณตะกั่วในตะกอนเท่ากับ 67.78 % ในการทดลองจะทำการกวนตะกอนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เนื่องจากพบว่าการละลายตะกอนจะเข้าสู่สมดุลที่เวลาดังแต่ 2 ชั่วโมง

จากการทดลองศึกษาการละลายตะกอนฟritดกลาสด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ ที่ความเข้มข้น 1 % โดยน้ำหนักของตะกอน พบว่า การละลายของตะกอนจะขึ้นอยู่กับชนิดและความเข้มข้นของตัวทำละลาย โดยที่ความเข้มข้นและชนิดของกรดที่เหมาะสมในการละลาย คือ 0.5 หรือ 1 โมลต่อลิตรของกรดอะซิติก (pH ประมาณ 2.4 และ 2.18 ตามลำดับ) และ 0.1 หรือ 0.5 โมลต่อลิตรของกรดไนตริก (pH ประมาณ 1.13 และ 0.56 ตามลำดับ) ดังแสดงในรูปที่ 4.1 ผลการทดลองสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาว่า การละลายของโลหะจากตะกอนจะเกิดได้ดีที่ค่าความเป็นกรด-เบสน้อยกว่า 2.5 [6, 8, 19] สำหรับตัวทำละลายที่ดี เช่น กรดไนตริกและกรดอะซิติก ตะกอนจะสามารถละลายได้เกือบทั้งหมดยกเว้นที่ค่าของความเข้มข้นต่ำ ๆ โดยจะเหลือเศษตะกอนจากการละลายเป็นตะกอนสีดำเหมือนผงคาร์บอน ซึ่งเป็นองค์ประกอบหนึ่งที่ใช้ในกระบวนการผลิตและมีโอกาสปนเปื้อนมากับตะกอนได้ ชนิดของตัวทำละลายที่ละลายตะกอนได้ดีที่สุด คือ กรดอะซิติก (CH_3COOH) และกรดไนตริก (HNO_3) ที่มีความสามารถในการละลายใกล้เคียงกันประมาณ 90 % รองลงมาคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) (40 %) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) (20%) และกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) (18%) ตามลำดับ ค่าการละลายจะเพิ่มมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นของกรดเพิ่มขึ้นจนถึงค่าประมาณ 0.5 โมลต่อลิตร จากนั้นความสามารถในการละลายจะคงที่ในสารละลายกรดไนตริกและกรดอะซิติก ส่วนตัวทำละลายตัวอื่นๆ ยังมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ผลการทดลองสอดคล้องกับข้อมูลการละลายของตะกั่วออกไซด์ คือ ตะกั่วออกไซด์จะละลายได้ดีในสารละลายกรด โดยเฉพาะกรดไนตริก [9] ส่วนกรดอะซิติกเป็นสารละลายประเภทเดียวกับตัวทำละลายของฟritดกลาส (บิวทิลอะซิเตท (butyl acetate)) จึงมีสมบัติที่จะละลายตะกอนได้ดีเช่นกัน

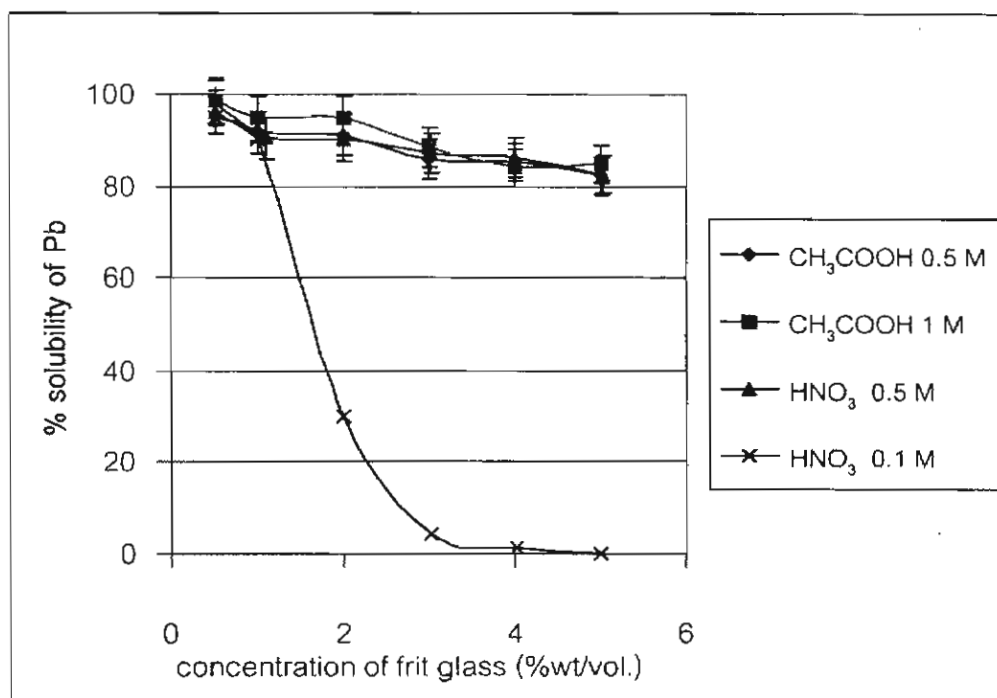
ผลการทดลองในส่วนนี้สามารถสรุปได้ว่า ตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับตะกอนฟริดกลาส คือ กรดไนตริก และ กรดอะซิติก ดังนั้นจึงใช้กรดทั้งสองชนิดนี้ในการศึกษาผลของปริมาณตะกอนต่อประสิทธิภาพการละลายต่อไป



รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการละลายตะกั่วกับความเข้มข้นของตัวทำละลายชนิดต่างๆ ที่ความเข้มข้นของตะกอน 1%

ในการทดลองศึกษาผลของปริมาณตะกอนต่อการละลายของตะกอนโดยใช้กรดไนตริกและกรดอะซิติกที่มีความเข้มข้นที่เหมาะสม คือ มากกว่า 0.5 โมลต่อลิตรของกรดอะซิติกและมากกว่า 0.1 โมลต่อลิตรของกรดไนตริก ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่า ตะกั่วทั้งหมดในตะกอนจะละลายได้เมื่อปริมาณตะกอนต่อตัวทำละลายเท่ากับ 0.5 % โดยน้ำหนักต่อปริมาตร จากนั้นความสามารถในการละลายจะลดลงเมื่ออัตราส่วนของปริมาณตะกอนเพิ่มขึ้นโดยเฉพาะกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ทั้งนี้เนื่องมาจากปริมาณของกรดมีไม่เพียงพอที่จะไปทำปฏิกิริยากับตะกั่วที่อยู่ตะกอน ผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับผลการทดลองของ Wozniak และ Huang [8] ที่พบว่า ความสามารถในการละลายจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าความเป็นกรด - เบสและปริมาณตะกอนลดลง โดยภาวะการละลายตะกอนโลหะด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสม คือ ค่าความเป็นกรด - เบสน้อยกว่า 3 และปริมาณของตะกอนเท่ากับ 1% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร นอกจากนี้รูปที่ 4.2 ยังแสดงว่ากรดอะซิติกและกรดไนตริกมีความสามารถในการละลายใกล้เคียงกัน ดังนั้นจึงเลือกภาวะการละลายตะกอนที่ปริมาณตะกอนต่อตัวทำละลายเท่ากับ 0.5%

โดยน้ำหนัก และตัวทำละลายเป็นกรดอะซิติกและกรดไนตริก เพื่อนำสารละลายที่ได้ไปศึกษาในขั้นตอนการแยกตะกั่วด้วยวิธีเคมีไฟฟ้าต่อไป



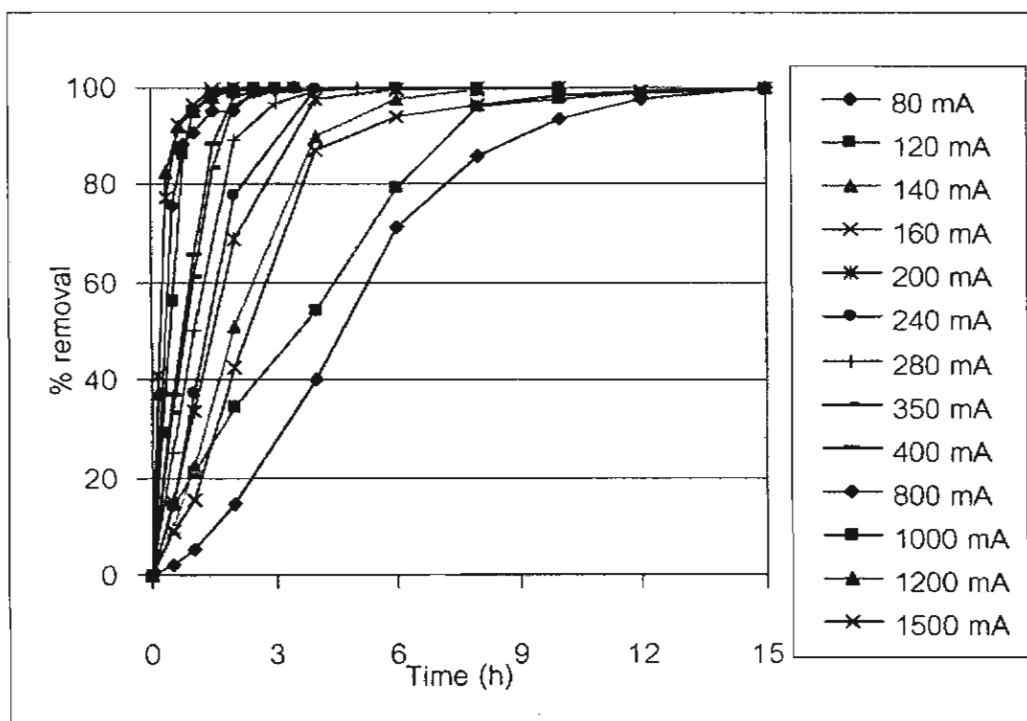
รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการละลายตะกั่วกับปริมาณตะกอนสำหรับกรดชนิดต่างๆ

4.2 การแยกตะกั่วจากสารละลายด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า

จากผลการทดลองตอนที่ 1 พบว่ากรดอะซิติกและกรดไนตริกที่มีความเข้มข้น 0.5 และ 1 โมลต่อลิตรสามารถละลายตะกั่วออกจากตะกอนที่มีความเข้มข้นตะกอนเท่ากับ 0.5 % ได้พอๆ กัน ดังนั้นในขั้นตอนการแยกตะกั่วออกจากสารละลายจึงจะใช้สารละลายตะกั่วจากกรดอะซิติกและกรดไนตริก เพื่อศึกษาผลของการแยกด้วยวิธีอิเล็กโทรไลต์โพสิชันต่อไป

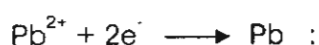
การทดลองเริ่มต้นจะศึกษาการแยกตะกั่วด้วยวิธีเคมีไฟฟ้าไปขณะเดียวกับการละลายพบว่า ไม่ให้ผลเป็นที่น่าพอใจ เนื่องจากตะกั่วที่แยกได้ไม่บริสุทธิ์โดยมีการปนเปื้อนของสารที่ปนเปื้อนอยู่ในตะกอนหรือผงคาร์บอน ทำให้ตะกั่วที่แยกได้มีสีเทาปนดำ อีกทั้งยังพบความยุ่งยากในการเก็บข้อมูลระหว่างการทดลองเพื่อดูภาวะการลดลงของตะกั่วทั้งในส่วนของตะกอนและสารละลาย ซึ่งไม่อาจหาแนวโน้มของการลดลงได้อย่างชัดเจน อีกทั้งอาจจะเกิดความผิดพลาดมากในส่วน of ข้อมูลความเข้มข้นที่เปลี่ยนแปลงไปกับเวลา ดังนั้นจึงจำเป็นต้องทำการละลายตะกอนและกรองแยกสิ่งปนเปื้อนออกก่อนที่จะนำมาแยกด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า โดยในการศึกษาจะใช้เครื่องปฏิกรณ์ 2 แบบ คือ แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้นและแบบที่มีเยื่อแผ่นกั้น โดยตอนแรกจะทดลองกับเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้นก่อน

ผลของการแยกตะกั่วจากสารละลายที่ใช้กรดอะซิติกด้วยวิธีอิเล็กโทรไลต์โพสิชันในเครื่องปฏิกรณ์ที่ไม่มีเยื่อแผ่นกั้น โดยศึกษาค่ากระแสในช่วง 80 – 1500 mA พบว่า เกือบทั้งหมดของตะกั่วในสารละลายสามารถแยกออกมาได้ (มากกว่า 99 %) ที่ทุกค่ากระแสที่ทำการศึกษา โดยค่าการแยกจะเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาและกระแสไฟฟ้าที่ใช้เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.3



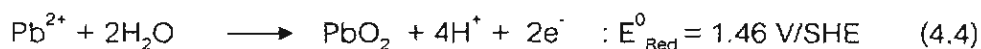
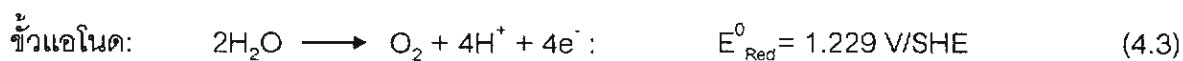
รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการแยกตะกั่วกับเวลาที่ค่ากระแสไฟฟ้าต่างๆ สำหรับสารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตรและปริมาณตะกั่ว 0.5 % ในเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้น

ในการทดลองแยกตะกั่วแต่ละค่ากระแสพบว่า ที่ขั้วแคโทดตะกั่วจะถูกแยกในลักษณะผลึกเรียงต่อกัน (dendritic form) เมื่อค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะเกิดตะกอนสีน้ำตาลแดงในปริมาณต่างๆ ตามค่ากระแสไฟฟ้า และสารละลายจะใสหลังจากแยกตะกั่วออกหมด โดยพบว่ามี การพอกพูนของสารสีน้ำตาลแดงที่ขั้วแอโนด ซึ่งคาดว่าน่าจะเป็นปฏิกิริยาออกซิเดชันของไฮดรอกไซด์ของตะกั่วเป็นตะกั่วไดออกไซด์พร้อมกับการเกิดปฏิกิริยารีดักชันเป็นโลหะตะกั่วที่แคโทด ดังจะแสดงปฏิกิริยาที่ขั้วต่างๆ ได้ดังนี้

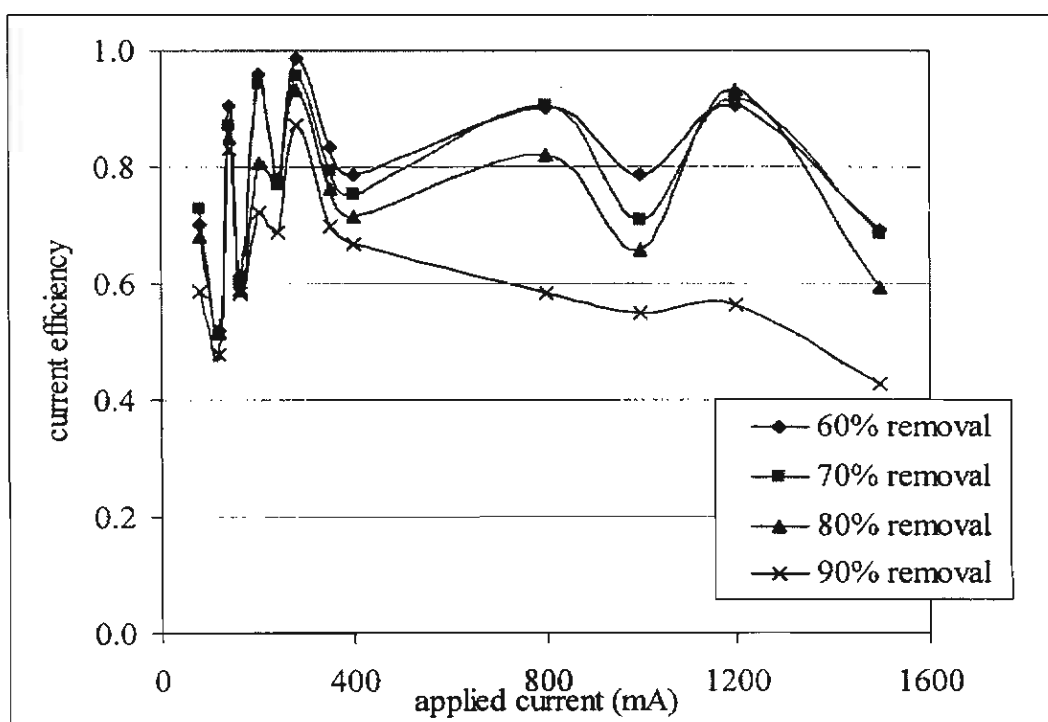


ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ (สว.)
 ชั้น 4 อาคาร เอสเอ็ม ที อาคาร
 เลขที่ 979/17-21 ถนนพหลโยธิน แขวงสามเสนใน
 เขตพญาไท กรุงเทพฯ 10400
 โทร. 298-0455 โทรสาร 298-0476
 Home page : <http://www.trf.or.th>
 E-mail : trf-info@trf.or.th





ปรากฏการณ์นี้จะทำให้ปริมาณตะกั่วในสารละลายลดลงอย่างรวดเร็ว (รูปที่ 4.3) สมมุติฐานนี้ยืนยันได้จากค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสตามกฎของฟาราเดย์สำหรับปฏิกิริยารีดักชันที่ขั้วแคโทดพบว่าให้ค่ามากกว่า 100 % เกือบ 2 เท่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีการเกิดปฏิกิริยาของไฮดรอกไซด์ทั้งขั้วแอโนดและขั้วแคโทด ตามสมการปฏิกิริยาที่แสดงใน 4.1 – 4.4 เนื่องจากตะกั่วสามารถแยกได้ด้วยปฏิกิริยาที่ทั้งสองขั้วไฟฟ้า การคำนวณค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสควรคำนวณในรูปของประสิทธิภาพรวมของการแยกตะกั่วทั้งที่ขั้วแคโทดและแอโนด ผลการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 4.4 พบว่า ค่าประสิทธิภาพรวมจะเปลี่ยนแปลงแบบไม่มีนัยสำคัญตามค่ากระแสไฟฟ้า ทั้งนี้เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของตะกั่วออกไซด์ในสารละลายที่พบเห็นสารละลายเปลี่ยนสีเป็นตะกอนสีน้ำตาลแดงขณะทำการทดลอง โดยปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้นจะมากขึ้นเมื่อค่ากระแสเพิ่มขึ้น ตะกอนเหล่านี้จะไปรบกวนความสามารถในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของตะกั่วไฮดรอกไซด์ การแยกในลักษณะนี้จะได้ตะกั่วบริสุทธิ์ทั้งหมดแต่จะสามารถกำจัดตะกั่วออกจากสารละลายได้เกือบทั้งหมด (มากกว่า 99 %)



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ของค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสรวมกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการแยกตะกั่วจากสารละลายกรดอะซิติก 1 โมลต่อลิตรที่ 0.5 % ของตะกอนในเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้น

อย่างไรก็ตามถ้าไม่คำนึงถึงว่ารูปของตะกั่วที่แยกได้จะต้องอยู่ในรูปของตะกั่วบริสุทธิ์ ในการแยกตะกั่วในเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้นอาจพิจารณาภาวะที่เหมาะสมจากปริมาณตะกั่วที่ลดลงในสารละลายและระยะเวลาที่แยกได้เร็วที่สุด ซึ่งคือภาวะที่ให้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสรวมสูงสุด โดยในที่นี้คือ ที่ค่ากระแสเท่ากับ 280 mA (หรือ 7 mA/cm^2) จะให้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสรวมสูงสุดและใช้เวลาประมาณ 3 ชั่วโมงในการแยกตะกั่วให้ได้มากกว่า 95 %

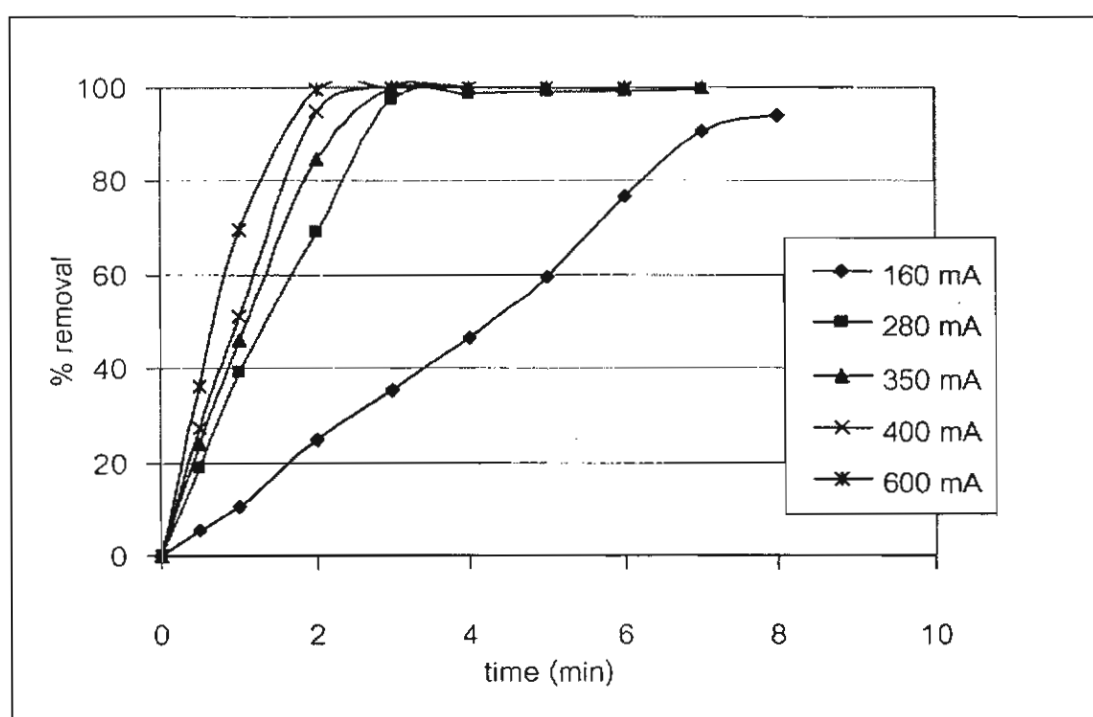
ผลการทดลองในกรณีของสารละลายกรดไนตริกจะให้ผลเช่นเดียวกันแต่จะพบว่า ปริมาณตะกอนที่เกิดขึ้นน้อยกว่า ทั้งนี้เนื่องจากค่าความเป็นกรด-เบส (pH) ของสารละลายกรดไนตริกมีค่าน้อยกว่าโอกาสที่จะเกิดออกไซด์ของตะกั่วจึงน้อยกว่าด้วย ดังนั้นถ้าต้องการแยกตะกั่วให้ได้ในรูปของตะกั่วบริสุทธิ์ควรจะทำการแยกในเครื่องปฏิกรณ์ที่มีเยื่อแผ่นแอนไอออนกั้นระหว่างขั้วทั้งสอง เพื่อป้องกันไม่ให้ไอออนตะกั่วเคลื่อนไปยังขั้วแอโนด หรือทำการทดลองแยกตะกั่วที่ค่ากระแสไฟฟ้าต่ำๆ เพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไอออนตะกั่วที่ขั้วแอโนด แต่ที่กระแสไฟฟ้าต่ำๆ จะใช้เวลาในการแยกนานกว่าที่กระแสไฟฟ้าสูงๆ มาก ดังนั้นในส่วนต่อไปของงานวิจัยนี้จึงศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการแยกตะกั่วจากสารละลายด้วยเครื่องปฏิกรณ์ที่มีเยื่อแผ่นแอนไอออนกั้น

ในการทดลองจะเติมสารละลายตะกั่วทางด้านของแคโทดและสารละลายชนิดเดียวกับที่ใช้เป็นตัวทำละลายตะกอนเติมทางด้านแอโนด สารละลายจะไหลวนในเครื่องปฏิกรณ์ด้วยการปั๊มวน ผลการทดลองของสารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร พบว่า ปริมาณตะกอนจะแยกได้มากขึ้นเมื่อค่ากระแสไฟฟ้าและเวลาเพิ่มขึ้นสอดคล้องกับผลการทดลองในเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้น ดังแสดงในรูปที่ 4.5

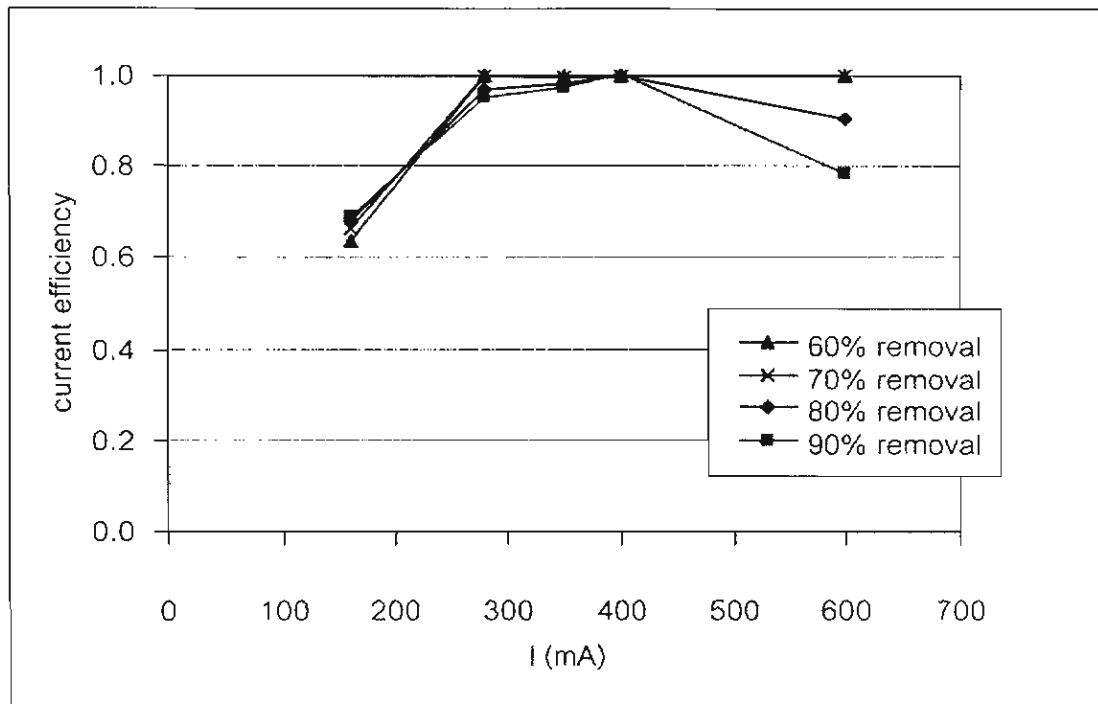
เมื่อพิจารณาค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสพบว่า ที่ค่าร้อยละการแยกตะกั่วค่าต่างๆ จะมีค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสสูงสุดที่ค่ากระแสในช่วง 280 - 400 mA โดยให้ค่าประสิทธิภาพการแยกเกือบ 100 % ที่ร้อยละ 90 ของการแยกตะกั่ว (รูปที่ 4.6)

เมื่อใช้ความเข้มข้นของกรดอะซิติก 0.5 โมลต่อลิตร พบว่า แนวโน้มของการแยกตะกั่วเป็นเช่นเดียวกับที่ความเข้มข้นของกรดอะซิติก 1 โมลต่อลิตร ค่ากระแสที่ให้ประสิทธิภาพสูงที่สุดอยู่ในช่วง 350 ถึง 400 mA (รูปที่ 4.7) ผลการทดลองนี้สามารถอธิบายได้จากปรากฏการณ์ทางจลนพลศาสตร์ของเซลล์เคมีไฟฟ้า คือ ที่กระแสต่ำกว่าค่ากระแสที่เหมาะสม (กระแสที่ให้ค่าประสิทธิภาพสูงสุด) ปริมาณอิเล็กตรอนที่ให้แก่ระบบจะมีค่าน้อยกว่าอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของตะกั่วไอออน ดังนั้นเมื่อเพิ่มค่ากระแสจึงเป็นการเพิ่มปริมาณอิเล็กตรอนให้แก่ระบบ ปฏิกิริยาจึงเกิดได้มากขึ้น ระบบนี้จะอยู่ในช่วงของการควบคุมแบบการถ่ายเทประจุ (Charge transfer control) นอกจากนี้กระแสส่วนหนึ่งยังสูญเสียไปกับการเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง เช่น การรีดักชันของไฮโดรเจนไอออนเป็นแก๊สไฮโดรเจน ซึ่งปฏิกิริยานี้เกิดขึ้นได้ดีกว่าปฏิกิริยาการรีดักชันของตะกั่วไอออน (สมการที่ 4.1 และ 4.2) และเมื่อค่ากระแสที่ให้กับระบบมีค่ามากกว่าค่ากระแสที่เหมาะสม ปริมาณอิเล็กตรอนที่ให้แก่ระบบมีค่ามากกว่าปริมาณไอออน

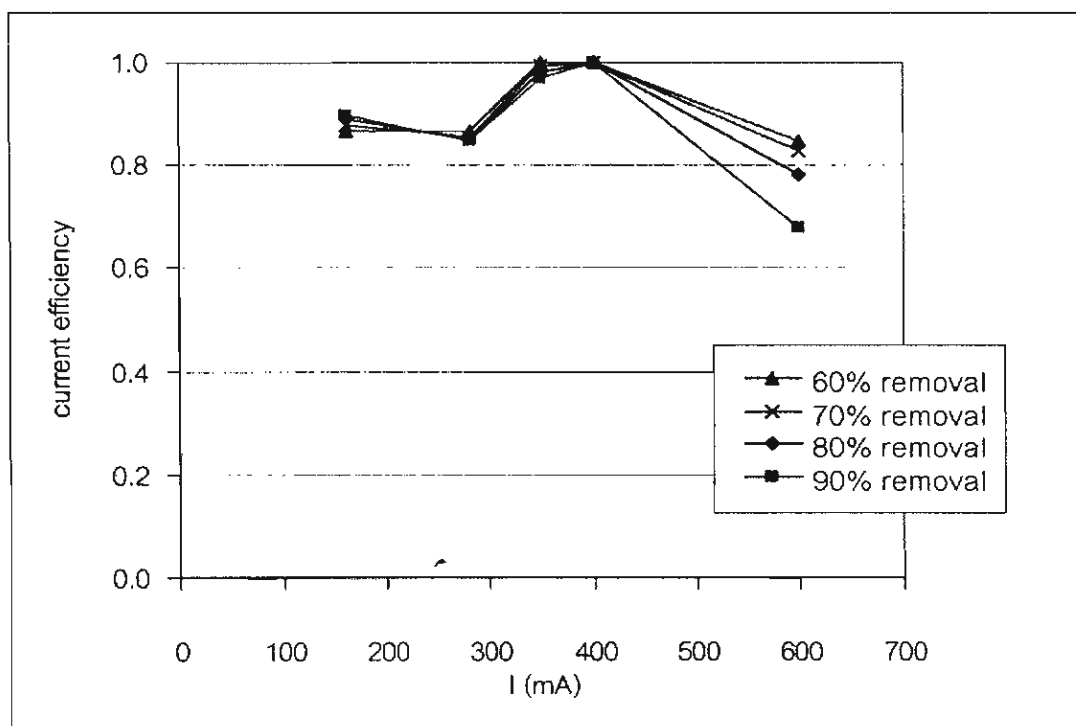
ของตะกั่ว ทำให้ที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้ามีความเข้มข้นของตะกั่วไอออนน้อยมากหรือไม่มีเลย โดยที่ตะกั่วไอออนในสารละลายแพร่เข้าไปไม่เพียงพอต่อการเกิดปฏิกิริยาทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยามีค่าน้อยเมื่อเทียบกับค่ากระแสที่ใช้ จึงทำให้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสลดลง ในช่วงนี้ระบบจะถูกควบคุมด้วยการถ่ายเทมวล (Mass transfer control) [11, 12] ซึ่งจะทำให้เกิดเป็นค่ากระแสจำกัด (limiting current) โดยเป็นค่ากระแสที่สามารถใช้ในการเกิดปฏิกิริยาได้มากที่สุดเท่านั้น ส่วนกระแสที่เกินไปจะทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงมากขึ้น ดังนั้นค่ากระแสที่เหมาะสมจะเปลี่ยนแปลงไปตามสมบัติของอิเล็กโทรไลต์ เช่น ความเข้มข้นของไอออน ค่าความเป็นกรด – เบส ค่าการนำไฟฟ้าและชนิดของโลหะ เป็นต้น ซึ่งถ้าสารละลายอิเล็กโทรไลต์มีสมบัติต่างจากในงานวิจัยนี้มากอาจจะต้องหาค่ากระแสที่เหมาะสมใหม่



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการแยกตะกั่วกับเวลาที่ค่ากระแสไฟฟ้าต่างๆ สำหรับสารละลายกรดอะซิติก 1 โมลต่อลิตรและปริมาณตะกั่ว 0.5 % ในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกัน

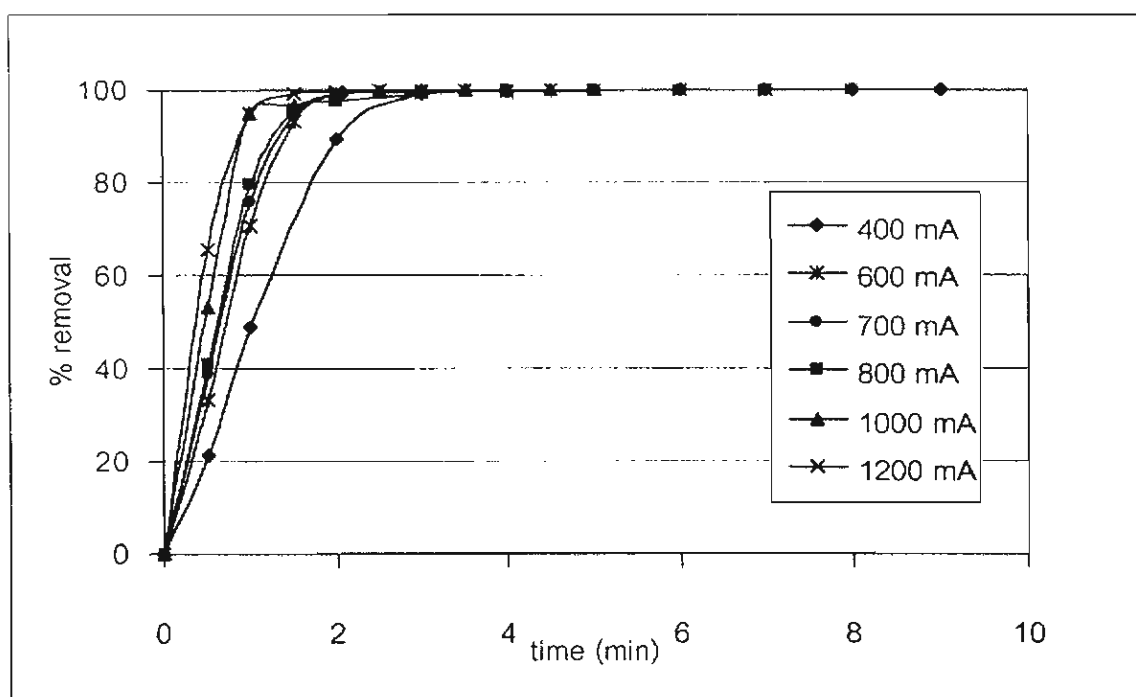


รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ของค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการแยกตะกั่วจากสารละลายกรดอะซิติก 1 โมลต่อลิตรที่ 0.5 %ความเข้มข้นของตะกอนในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกัน

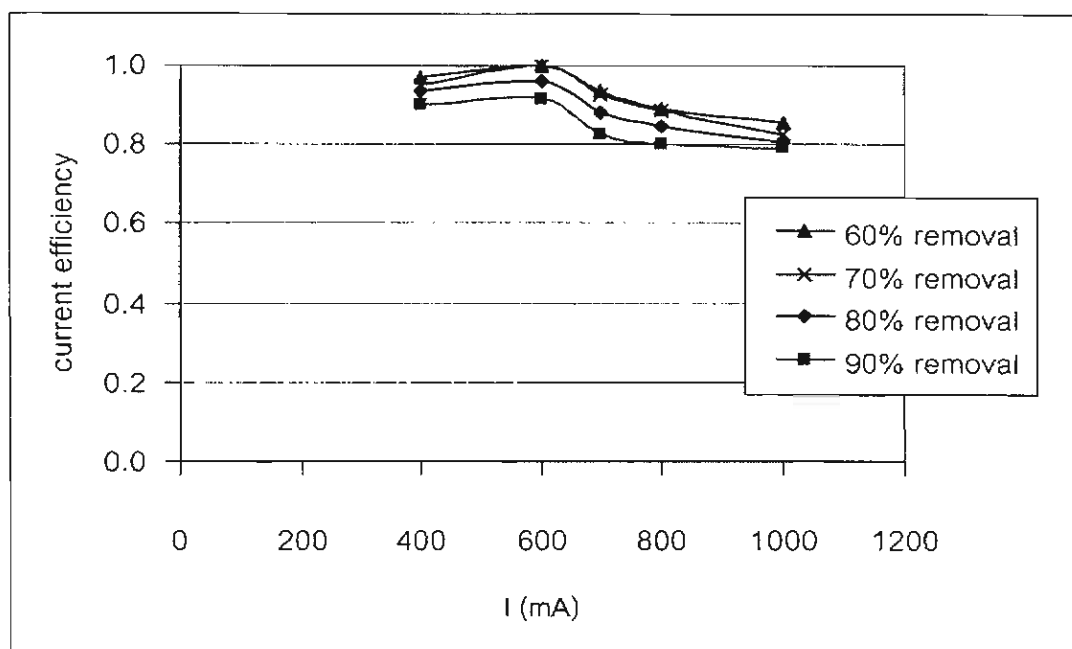


รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ของค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการแยกตะกั่วจากสารละลายกรดอะซิติก 0.5 โมลต่อลิตรที่ 0.5 %ความเข้มข้นของตะกอนในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกัน

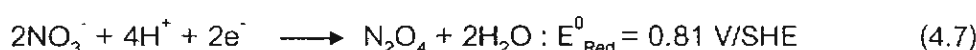
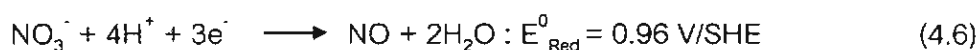
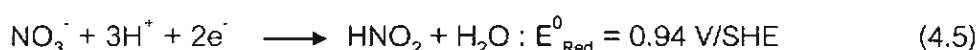
ในการทดลองเปรียบเทียบกรณีที่ใช้กรดไนตริกเป็นตัวทำละลายตะกอน ที่ความเข้มข้นของตะกอนเท่ากับ 0.5 % เมื่อใช้สารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร พบว่า สารละลายที่ได้มีความเข้มข้นของตะกั่วประมาณ 3.6 ± 0.4 กรัมต่อลิตร ซึ่งใกล้เคียงกับเมื่อใช้กรดไนตริกความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร เมื่อนำสารละลายที่ได้มาแยกในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกั้น พบว่า การแยกตะกั่วจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่ากระแสและเวลาเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับในกรณีของสารละลายกรดอะซิติก (รูปที่ 4.8) แต่ค่ากระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมโดยให้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสสูงสุด คือ ที่ 600 mA (หรือ 15 mA/cm^2) ดังแสดงในรูปที่ 4.9 สามารถอธิบายผลได้ว่า สารละลายอิเล็กโทรไลต์กรดไนตริกมีค่า pH ประมาณ 1.31 ต่ำกว่าของกรดอะซิติก ($\text{pH} > 2.18$) ทำให้การเกิดรีดักชันของไฮโดรเจนไอออน มีโอกาสเกิดได้ง่ายกว่า (จากแผนภูมิ Pourbaix รูปที่ 2.2) และอีกสาเหตุหนึ่งคือ ไนเตรตไอออนสามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันดังสมการที่ 4.5 – 4.7 ได้ดีกว่าตะกั่วไอออน เนื่องจากค่าศักย์ไฟฟ้ารีดักชันมีค่าสูงกว่ามาก ดังนั้นกระแสบางส่วนที่ให้ระบบจึงถูกใช้ไปในการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าว ทำให้ต้องใช้กระแสมากขึ้นในการแยกตะกั่วเมื่อเทียบกับสารละลายกรดอะซิติก



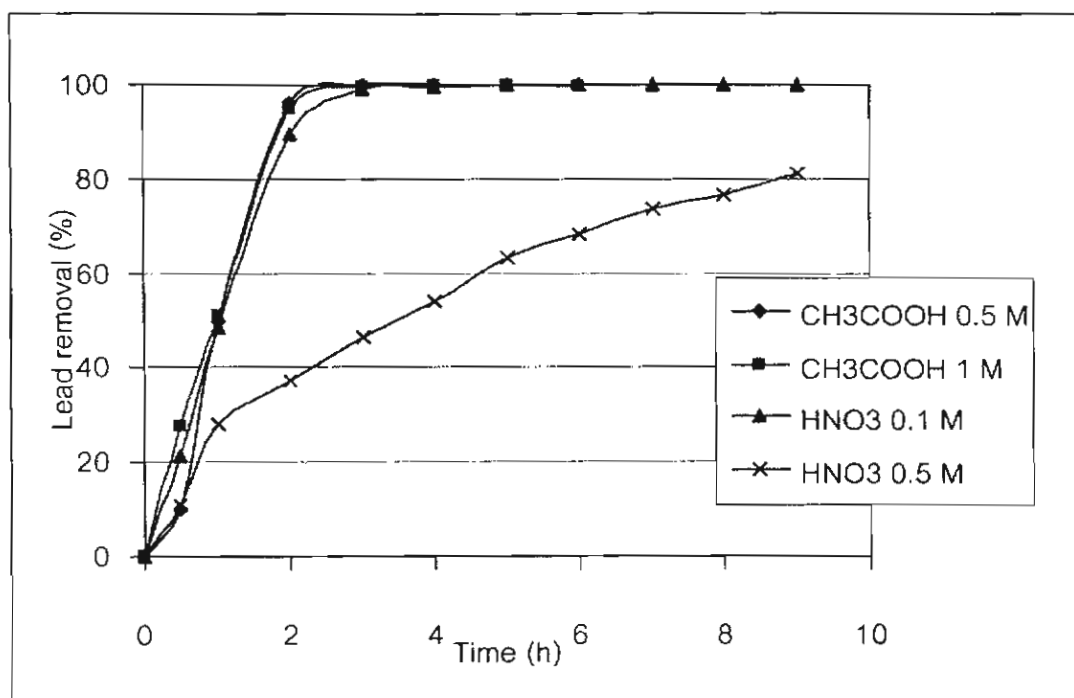
รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการแยกตะกั่วกับเวลาที่ค่ากระแสไฟฟ้าต่างๆ สำหรับสารละลายกรดไนตริก 0.1 โมลต่อลิตรที่ 0.5 %ความเข้มข้นของตะกอนในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกั้น



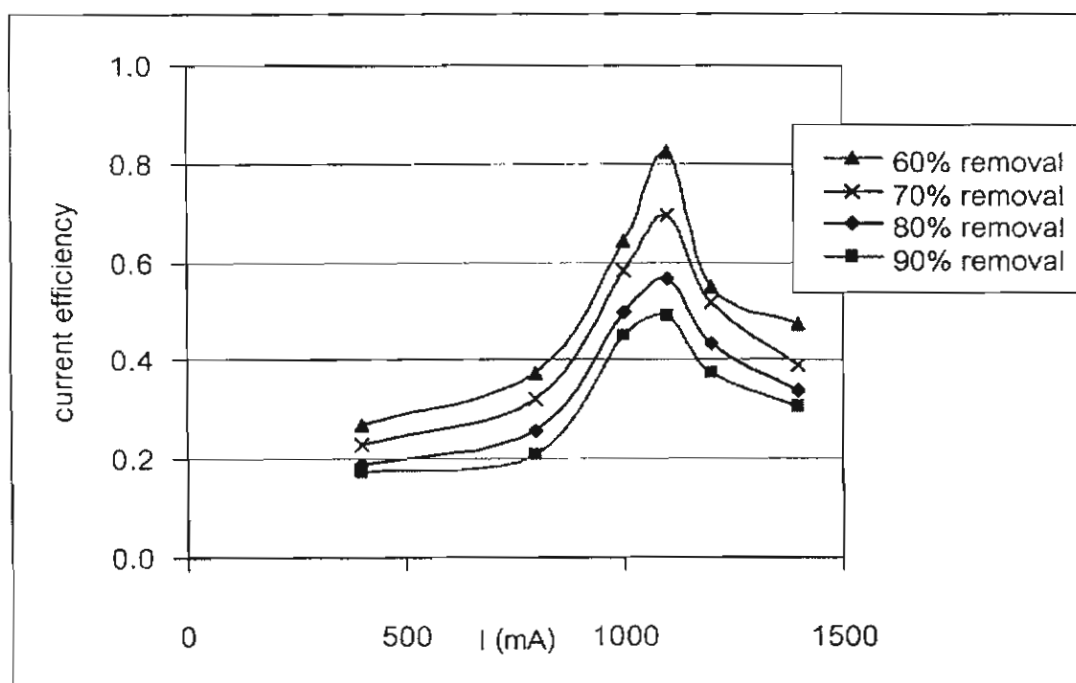
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ของค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการแยกตะกั่วจากสารละลายกรดไนตริก 0.1 โมลต่อลิตรที่ 0.5 % ความเข้มข้นของตะกั่วในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกัน



เหตุผลนี้สามารถยืนยันได้ด้วยผลการทดลองที่สารละลายกรดไนตริกเข้มข้นมากขึ้น คือ ที่ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ค่าความเป็นกรด - เบส (pH) ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ประมาณ 0.56 พบว่าการแยกตะกั่วที่ค่ากระแสเดียวกันที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไนตริก 0.5 โมลต่อลิตร จะแยกได้น้อยที่สุด ดังรูปที่ 4.10 แสดงผลของค่าการแยกตะกั่วที่ค่ากระแสเท่ากับ 10 mA/cm^2 ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่างๆ โดยจะแยกตะกั่วได้เกือบทั้งหมดในเวลาไม่เกิน 3 ชั่วโมง ยกเว้นกรดไนตริกความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตรสามารถแยกตะกั่วได้น้อยกว่า 50 % ทั้งนี้เพราะความเข้มข้นของกรดไนตริกที่เพิ่มขึ้นเป็นการเพิ่มปริมาณไนเตรตไอออนจึงเป็นการไปดึงกระแสมาใช้ในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของไนเตรตไอออนมากขึ้นอีก อีกทั้งการรีดักชันเป็นแก๊สไฮโดรเจนเกิดได้ง่ายกว่าด้วย จากผลนี้ทำให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้ค่าประสิทธิภาพการแยกสูงสุดอยู่ที่ค่า 27.5 mA/cm^2 (1100 mA) แต่มีค่าต่ำกว่าหนึ่งอย่างเห็นได้ชัด ดังแสดงในรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละการแยกตะกั่วกับเวลาในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกั้นที่ค่ากระแสไฟฟ้าเท่ากับ 10 mA/cm^2 ปริมาณตะกอน 0.5 % สำหรับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่างๆ



รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์ของค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสกับกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการแยกตะกั่วจากสารละลายกรดไนตริก 0.5 โมลต่อลิตรที่ 0.5 % ความเข้มข้นของตะกอนในเครื่องปฏิกรณ์แบบมีเยื่อแผ่นกั้น

จากผลการทดลองทั้ง 2 ส่วนสามารถสรุปได้ว่า สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม คือ กรดอะซิติก เนื่องจากใช้พลังงานในการแยกตะกั่วออกจากสารละลายน้อยกว่าแต่ให้ประสิทธิภาพในการแยกใกล้เคียงกัน

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

การแยกตะกั่วจากตะกอนฟритกลาสของโรงงานอิเล็กทรอนิกส์สามารถทำได้โดยใช้กระบวนการทางเคมีไฟฟ้า กระบวนการแยกแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนการละลายตะกอน และ ขั้นตอนการแยกตะกั่วออกจากสารละลาย โดยมีรายละเอียดของแต่ละขั้นตอนดังนี้

- ขั้นตอนการละลายตะกอน ตะกั่วจะถูกละลายออกจากตะกอนด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ แต่ความสามารถในการละลายจะไม่เท่ากัน พบว่า กรดไนตริกและกรดอะซิติกสามารถละลายตะกอนได้ดีกว่ากรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟูริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ภาวะการละลายที่เหมาะสม คือ ความเข้มข้นของกรดมากกว่า 0.5 โมลต่อลิตร สำหรับกรดอะซิติก และ มากกว่า 0.1 โมลต่อลิตรของกรดไนตริก ที่ความเข้มข้นของตะกอนประมาณ 0.5 % โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และใช้เวลาในการละลายประมาณ 2 - 3 ชั่วโมง สารละลายที่ได้จากภาวะการละลายนี้จะมีค่าความเข้มข้นของตะกั่วประมาณ 3.5 ± 0.5 กรัมต่อลิตร
- ขั้นตอนการแยกตะกั่วด้วยวิธีเคมีไฟฟ้า สารละลายที่ได้จากการละลายตะกอนด้วยกรดไนตริกและกรดอะซิติกจะนำมาแยกตะกั่วด้วยวิธีอิเล็กโทรลิซิส พบว่า ในเครื่องปฏิกรณ์แบบไม่มีเยื่อแผ่นกั้นสามารถแยกตะกั่วได้มากกว่า 99 % ในเวลาประมาณ 3 ชั่วโมงที่ค่ากระแสไฟฟ้ามากกว่า 250 mA แต่ไม่ได้ปริมาณตะกั่วที่บริสุทธิ์ทั้งหมดจะมีบางส่วนอยู่ในรูปของตะกั่วไดออกไซด์ (PbO_2) ถ้าต้องการแยกตะกั่วให้อยู่ในรูปของตะกั่วบริสุทธิ์จำเป็นต้องใช้เครื่องปฏิกรณ์ที่มีเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนแอนไอออนกั้น ซึ่งการทดลองพบว่า การแยกตะกั่วจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของกรดอะซิติกทั้งที่ความเข้มข้น 0.5 และ 1 โมลต่อลิตร จะได้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสสูงสุด (เกือบ 100 % ที่ 90 % การแยก) ที่ค่ากระแสไฟฟ้าในช่วง 280 – 400 mA ($7 - 10 \text{ mA/cm}^2$) โดยใช้เวลาในการแยกประมาณ 2 – 3 ชั่วโมง ส่วนการแยกตะกั่วจากสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตรจะให้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสสูงสุด (90 % ที่ 90 % การแยก) ที่ค่ากระแสไฟฟ้าประมาณ 600 mA (15 mA/cm^2) โดยใช้เวลาในการแยกประมาณ 2 ชั่วโมง ส่วนสารละลายอิเล็กโทรไลต์ของกรดไนตริกความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตรจะให้ค่าประสิทธิภาพเชิงกระแสสูงสุด (50 % ที่ 90 % การแยก) ที่ค่ากระแสไฟฟ้าประมาณ 1100 mA (27.5 mA/cm^2) โดยใช้เวลาในการแยกประมาณ 2 ชั่วโมง เช่นเดียวกัน

จากผลการทดลองทั้งหมดสามารถสรุปภาวะที่เหมาะสมในการแยกตะกั่วจากตะกอนฟритกลาสได้ คือ ใช้กรดอะซิติกความเข้มข้นประมาณ 0.5 โมลต่อลิตรเป็นตัวทำละลายในขั้นตอนการละลายที่

ความเข้มข้นของตะกอน 0.5 % โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และขั้นตอนการแยกตะกั่วจะใช้เครื่องปฏิกรณ์ที่มีเยื่อแผ่นแลกเปลี่ยนไอออนกันระหว่างขั้วแคโทดและแอโนด โดยใช้ค่ากระแสไฟฟ้าในช่วง 350 – 400 mA/cm²

สารละลายอิเล็กโทรไลต์กรดไนตริกไม่เหมาะสำหรับการแยกโดยวิธีอิเล็กโทรดิโพสิชัน เนื่องจากปฏิกิริยารีดักชันของไนเตรตไอออนจะลดประสิทธิภาพเชิงกระแสของการแยกตะกั่วไอออน

เอกสารอ้างอิง

1. Rajeshwar K. et al., 1994, "Electrochemistry and the environment" Journal of Applied Electrochemistry, 24, 1077-1091
2. Pruksathorn K. et al., 1999, "Removal of metals in sludge of wastewater treatment" Proceeding of the 4th Italian Conference on Chemical and Process Engineering (ICheap-4), Florence, Italy, May 2-5, volume II, 635-638.
3. Legiec I.A., Hayes C.A. and Kosson D.S., 1989, "Continuous recovery of heavy metals from MSW incinerator ashes" Environmental Progress, 8, 3, 212-216.
4. Sreekrishnan T.R. and Tyagi R.D., 1994, "Heavy Metal Leaching from Sewage Sludges: A Techno-Economic Evaluation of The Process Options " *Environmental Technology*, 15, 531-543
5. Tyagi R.D., Couillard D. and Tran F., 1988, "Heavy metals Removal from anaerobically digested sludge by chemical and microbiological methods" Environmental Pollution, 50, 295-316.
6. Ried M., 1988, "Heavy metal removal from sewage sludge: practical experiences with acid treatment" Pretreatment in Chemical Water and Wastewater Treatment, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 327-334.
7. Allen P. D. and Bhaumik V.H., 1998, "Washing of various lead compounds from a contaminated soil column" Journal of Environmental Engineering, November, 1066-1075.
8. Wozniak, D.J. and Huang, J.Y.C., 1982, "Variables affecting metal removal from sludge", *Jour. Water Poll. Control Fed*, 54, 12, 1574 – 1580
9. Weast R.C., 1969, "Handbook of Chemistry and Physics" Ohio, USA, 5th edition, The Chemical Rubber Co., Cleveland.
10. Musson S.E. et al., 2000, "Characterization of lead leachability from cathode ray tube using the toxicity characteristic leaching procedure" Environmental Science and Technology, 34 (20), 4376 – 4381
11. Prentice G., 1991, "Electrochemical Engineering Principles" Prentice-Hall international, Inc., Singapore.

12. Bard A. J. and Faulker L. R., 1980, "Electrochemical Methods Fundamentals and Applications" John Wiley & Sons Inc.
13. Carreno, G. et al., 1999, "Anion influence in lead removal from aqueous solution by deposition onto a vitreous carbon electrode," *Electrochimica Acta*, 44, 15, 2633 – 2643.
14. Rastogi R. P. et al., 1993, " Oscillations and pattern formation during electrodeposition of lead metal in batch and flow" *Journal of Physical Chemistry*, 97, 4871-4876.
15. AGARWAL I.C. et al., 1984, "Electrodeposition of six heavy metals on reticulated vitreous carbon electrode" *Water Res.*, 18, 2, 227-232.
16. Pourbaix M. et al., .1963, "Atlas d'équilibres électrochimiques à 25 °C" Paris, Ed. Gauthier-Villars, 1963 485-492.
17. Legiec I.A. et al., 1989, "Continuous Recovery of Heavy Metals from MSW Incinerator Ashes". *Environmental Progress*. 8, 212 - 216.
18. Neale C.N. et al., 1997, "Evaluating acids and chelating agents for removing heavy metals from contaminated soils" *Environmental Progress*, 16, 4, 274-280.
19. Dyer J.A. et al., 1998, "A Practical Guide for Determining The Solubility of Metal Hydroxides and Oxides in Water" *Environment Progress*, 17, 1-8.
20. Carreno G. et al., 1999, "Anion influence in lead from aqueous solution by deposition onto a vitreous carbon electrode", *Electrochimica Acta*, Vol. 44, NO.15, 2633-2643.
21. Yang G.C.C. and Lin S.L., 1998, "Removal of lead from a site loam soil by electrokinetic remediation", *Journal of Hazardous Materials*, 58, 1, 285-299.
22. Chung H.I. and Kang B.H., 1999, "Lead removal from contaminated marine clay by electrokinetic soil decontamination", *Engineering Geology*, 53, 2, 139-150.
23. Widner, R.C., Sousa M.F.B., and Bertazzoli, R., 1998, "Electrolytic removal of lead using a flow-through cell with a reticulated vitreous carbon cathode," *Journal of Applied Electrochemistry*, 28, 2, 201 – 207.
24. Bertazzoli, R., and Lanza, M.R.V., 1999, "Removal of Zn (II) from chloride medium using a porous electrode: current penetration within the cathode," *Journal of Applied Electrochemistry*, 30, 1, 61 – 70.
25. ASTM D5198-92 "Standard Practice for Nitric Acid Digestion of Solid Waste" *Annual Book of ASTM Standards*, vol. 11.04, 1996, 133-135.

ภาคผนวก

บทความกำลังอยู่ระหว่างการตรวจแก้ไขจากนักวิจัยที่ปรึกษา เพื่อพิจารณาแนวทางการเผยแพร่ต่อไป

บทความกำลังอยู่ระหว่างการตรวจแก้ไขจากนักวิจัยที่ปรึกษา เพื่อพิจารณาแนวทางการเผยแพร่

ต่อไป