บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

3.1.1 เตรียมดินเบาให้อยู่ในสภาพที่เหมาะสม และทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพ

3.1.2 ศึกษาภาวะและกลไกที่เหมาะสมในการใช้ดินเบาดูดซับไซยาไนด์ไอออน (CN^-)

3.1.3 เปรียบเทียบประสิทธิภาพของดินเบาและถ่านกัมมันต์ในการดูดซับไซยาไนด์ไอออน

3.1.4 ศึกษาการดูดซับไซยาไนด์ไอออน จากน้ำเสียของโรงงานผลิตซิป วาย เค เค (ประเทศไทย) จำกัด ด้วยดินเบาและถ่านกัมมันต์

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

3.2.1 ดินเบา บริเวณ อ. แม่ทะ จ. ลำปาง

ดินเบา	คุณสมบัติ
Appearance	สีเหลืองอ่อน ถึง ขาวนวล
Moisture content	น้อยกว่า 10%
Particle size	100 mesh

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.2 สารเคมี

ลำดับ	สารเคมี	คุณสมบัติ
1	Nitric acid 65% (HNO_3)	Analytical Reagent Grade
2	Hydrochloric acid 37% (HCl)	Analytical Reagent Grade
3	Sodium cyanide (NaCN)	Analytical Reagent Grade
4	Sodium hydroxide (NaOH)	Analytical Reagent Grade
5	Sulfuric acid 95-97% (H_2SO_4)	Analytical Reagent Grade

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย	ยี่ห้อ : รุ่น
1	เครื่องชั่งไฟฟ้า	Mettler : Pj 3600
2	เครื่องเขย่า (shaker)	JANKE& KUNKEL : HS-500
3	pH meter	ORION : 920A
4	Electrode CN^-	ORION : 94-06BN
5	ตะแกรงร่อน (sieve)	ENDECOTTS : S/STEEL

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย	ยี่ห้อ : รุ่น
6	เครื่อง Scanning Electron Microscope	JEOL : JSM-5410 LV
7	เครื่อง BET surface area and pore-size distribution	ASAP 2000
8	กระดาษกรองเบอร์ 42	Whatman
9	อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป	

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยนี้ได้เลือกค่าพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.1 เพื่อเป็นแนวทางในการนำไปประยุกต์ใช้ในการกำจัดไซยาไนด์ไอออนที่มีปริมาณน้อยในแหล่งน้ำ

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	พารามิเตอร์ต่างๆ	ช่วงที่ทำการศึกษา
1	ความเข้มข้นของสารละลายไซยาไนด์	0.1, 0.5 , 1.0, 5.0 , 10.0, 20.0 และ 30.0 mg/L
2	ปริมาณดินเบา	0.1 , 0.3 , 0.5 , 1.0 และ 1.5 กรัม
3	พีเอช (pH)	7 - 12
4	เวลาสัมผัส	3, 6, 9, 12, 24 และ 36 ชั่วโมง
5	เปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับ	1, 3, 5, 7, 9 และ 12 ชั่วโมง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4.1 การเตรียมการทดลอง

3.4.1.1 เตรียมดินเบา

โดยการนำดินเบาที่เก็บมาจากแหล่ง มาทำให้เป็นผง และทำให้แห้ง โดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศา เวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำดินเบามาทดสอบสมบัติทางกายภาพ โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) หาพื้นที่ผิวและเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนโดยเครื่อง BET surface area and pore-size distribution และนำมาศึกษาสมบัติทางเคมีด้วย x-ray fluorescence

3.4.1.2 เตรียมสารละลายไซยาไนด์ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0 และ 30.0 มิลลิกรัมต่อลิตร (mg/L)

โดยนำ โซเดียมไซยาไนด์ (NaCN) ชนิด Analytical Reagent Grade มาเตรียมให้มีความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร คำนวณตามมาตรฐานการหาไซยาไนด์ในน้ำ Standard Test Methods for Cyanides in Water ; ASTM : D2036-98 (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ก) หลังจากนั้น จึงนำสารละลายไซยาไนด์ 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร มาเตรียมสารละลายไซยาไนด์ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0 และ 30.0 มิลลิกรัมต่อลิตร และนำมาปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

3.4.2 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการใช้ดินเบาดูดซับไซยาไนด์ไอออน (CN^-)

3.4.2.1 ศึกษาปริมาณดินเบาที่เหมาะสมต่อการดูดซับ

เตรียมสารละลายไซยาไนด์ที่ความเข้มข้น 1 , 2 , 5 และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปรับให้มีพีเอช 8.5 - 9 (ใช้ 1N H_2SO_4 และ 1N NaOH) เติมดินเบา 0.1, 0.3, 0.5, 1.0 และ 1.5 กรัม ตามลำดับ และนำสารแขวนลอย ทั้งหมดมาเขย่าบนเครื่องเขย่า 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 120 นาที ที่อุณหภูมิห้อง กรองดินเบาด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายใสที่ได้มาวัดหาปริมาณไซยาไนด์ไอออนที่เหลือด้วยวิธี Selective ion electrode (ตามวิธีของ ASTM : D2036-98) ชุดเครื่องมือการวัดไซยาไนด์ไอออน ดังรูปที่ 3.1 และรูปที่ 3.2 แสดงการแยกสารละลายใสออกจากตัวดูดซับ จากนั้นนำมาคำนวณหาค่าความสามารถในการดูดซับของดินเบา (Adsorption capacity of diatomite : q) ดังสมการที่ 3.1 (Bassi et al., 2000) และคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับไซยาไนด์ (Cyanide adsorption , %) ดังสมการที่ 3.2 เปรียบเทียบผลการทดลอง และเลือกความเข้มข้นที่เหมาะสม ขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.3

$$q = (Co - Ce)\, V / m \qquad (3.1)$$

$$\%\ \text{Cyanide adsorption} = (Co - Ce) \times 100 / Co \qquad (3.2)$$

โดยที่ q = ความสามารถในการดูดซับของดินเบา (mg/g)

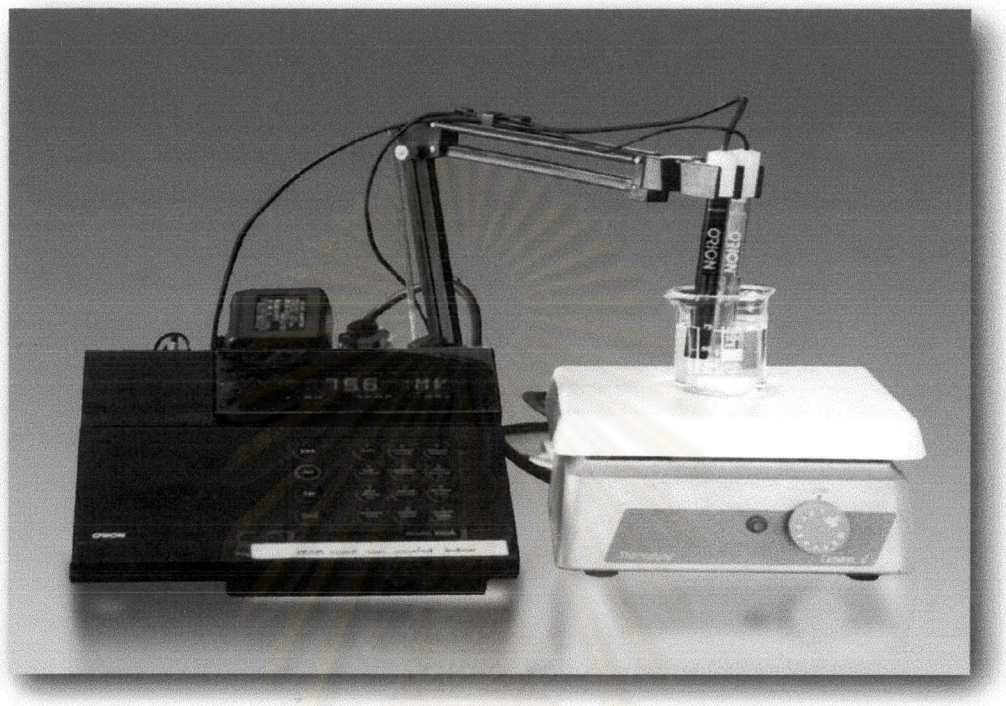
Co = ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายไซยาไนด์ (mg/L)

Ce = ความเข้มข้นที่สมดุลของสารละลายไซยาไนด์ (mg/L)
หรือ ความเข้มข้นสุดท้ายของสารละลายไซยาไนด์ที่นำไปวัดด้วย Selective ion electrode CN^-

V = ปริมาตรของสารละลาย (L)

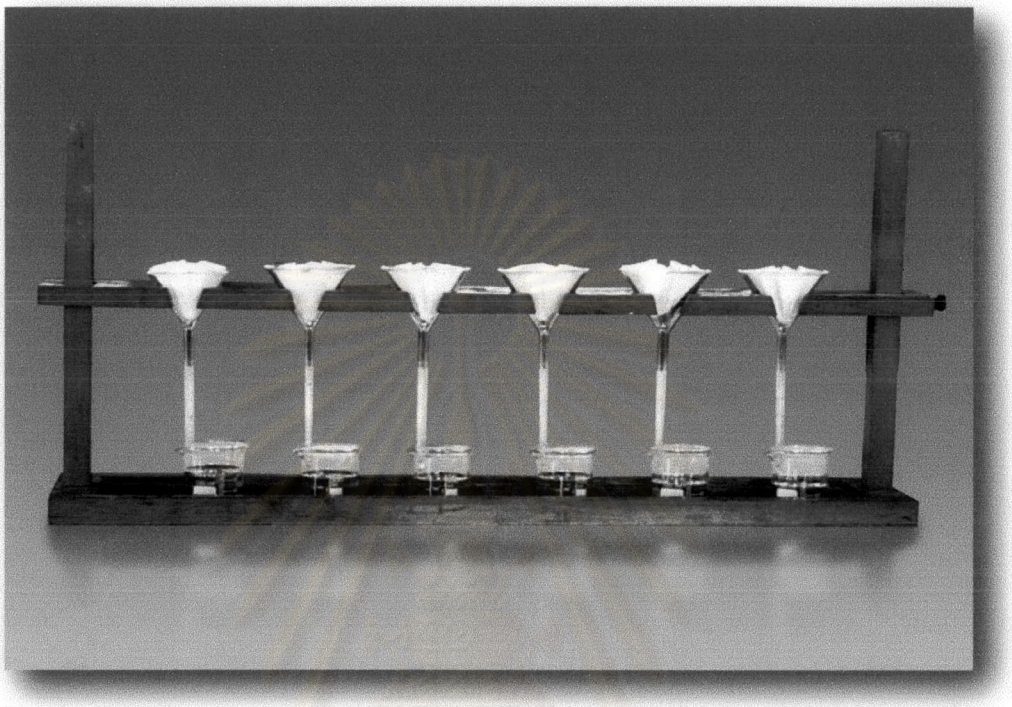
m = น้ำหนักของดินเบา (g)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมือการหาไซยาไนด์ไอออน
ด้วยวิธี Selective Ion Electrode

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2 การแยกสารละลายใส ออกจากตัวดูดซับ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4.2.2 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายไซยาไนด์ไอออนที่เหมาะสมในการดูดซับ

เตรียมสารละลายไซยาไนด์ไอออนที่ความเข้มข้น 0.1 , 0.5 , 1.0 , 5.0 , 10.0 , 20.0 และ 30.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตรอย่างละ 100 มิลลิลิตร ปรับให้มีพีเอช 8.5 - 9 (ใช้ 1N H_2SO_4 และ 1N NaOH) เติมดินเบาปริมาณที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 และนำสารแขวนลอย ทั้งหมดมาเขย่าบนเครื่องเขย่า 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 120 นาที ที่อุณหภูมิห้อง กรองดินเบาด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.1 เปรียบเทียบผลการทดลองและเลือกความเข้มข้นของไซยาไนด์ไอออนที่เหมาะสม ต่อการดูดซับด้วยดินเบา ขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.4

3.4.2.3 ศึกษาผลของพีเอชของสารละลายไซยาไนด์ที่เหมาะสมในการดูดซับ

เตรียมสารละลายไซยาไนด์ที่ความเข้มข้นตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.2 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำไปปรับให้มีพีเอช 7 , 8 , 9 , 10 , 11 และ 12 (ใช้ 1N H_2SO_4 และ 1N NaOH) เติมดินเบาตามที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 และนำสารแขวนลอยทั้งหมดมาเขย่าบนเครื่องเขย่า 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 120 นาที ที่อุณหภูมิห้อง ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.1 เปรียบเทียบผลการทดลองและเลือกค่าพีเอชที่เหมาะสม ขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.5

3.4.2.4 ศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่เหมาะสมในการดูดซับ

เตรียมสารละลายไซยาไนด์ที่ความเข้มข้นตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.2 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำไปปรับให้มีพีเอชตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.3 เติมดินเบาตามที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 และนำขวดทั้งหมดมาเขย่าบนเครื่องเขย่า 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 , 6 , 9 , 12 24 และ 36 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 3.4.2.1 เปรียบเทียบผลการทดลองและเลือกค่าเวลาสัมผัสที่เหมาะสม ขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.6

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

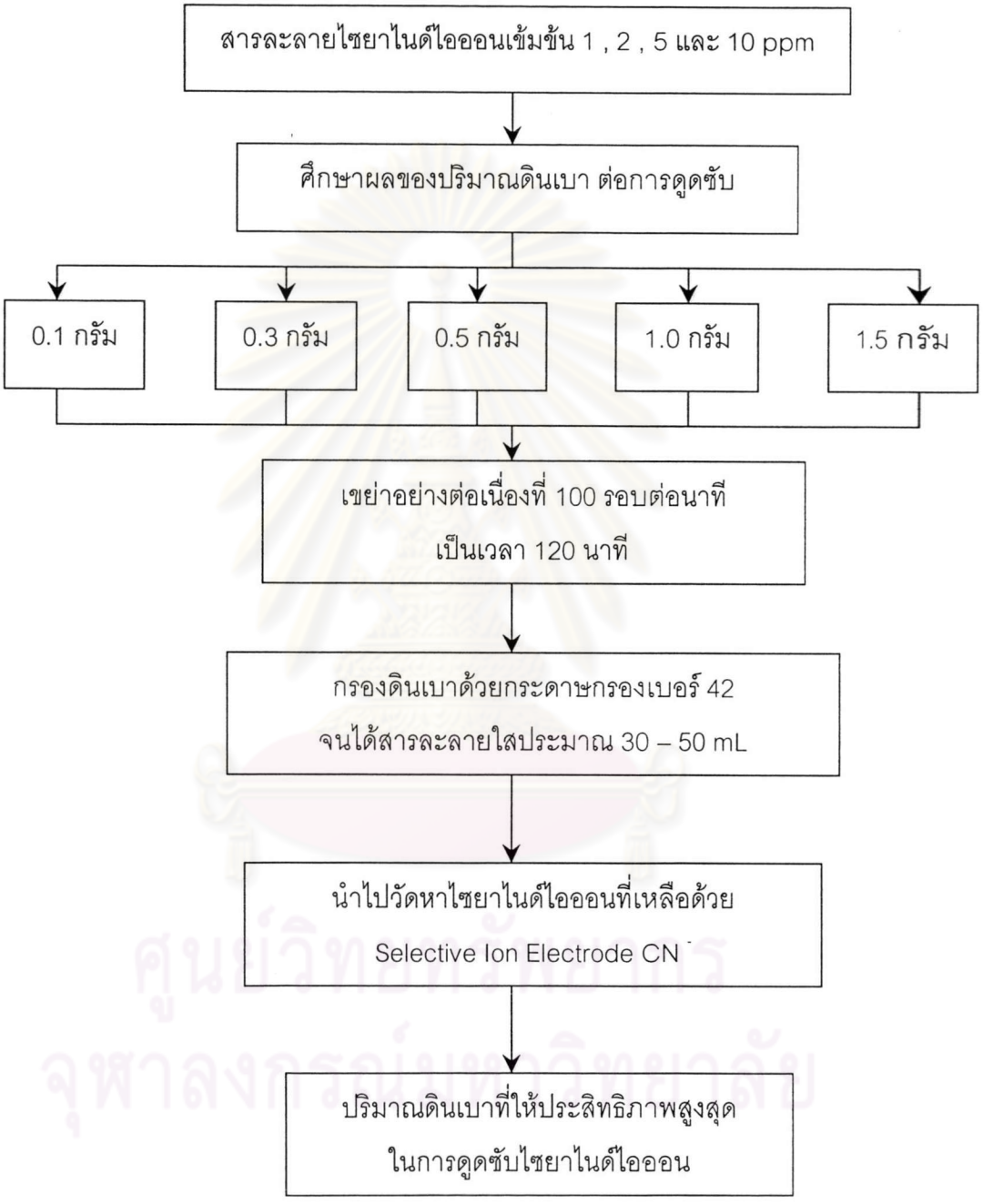
3.4.3 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับของไซยาไนด์ไอออนระหว่างดินเบา และถ่านกัมมันต์

3.4.3.1 เตรียมถ่านกัมมันต์

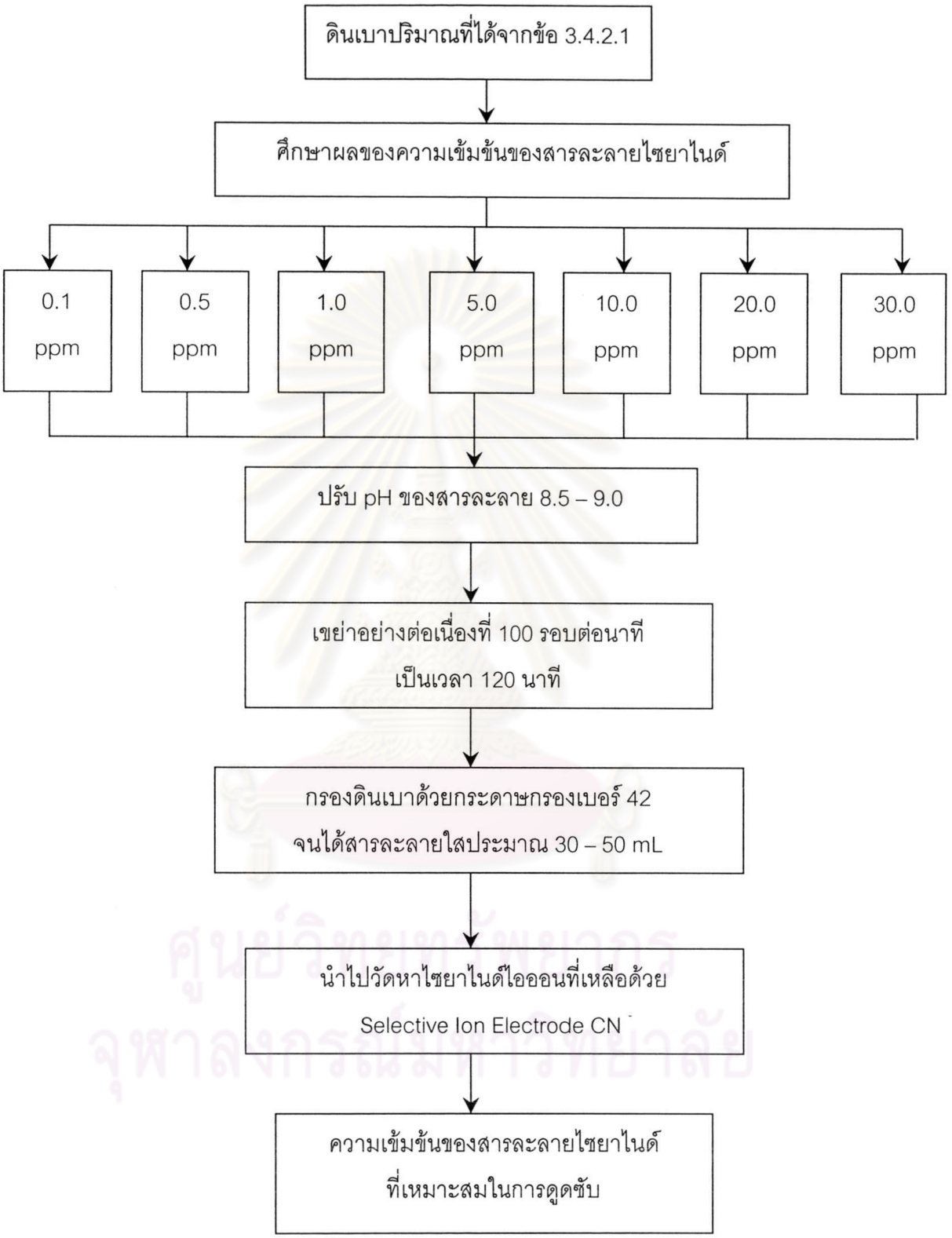
โดยการนำถ่านกัมมันต์ ที่ได้มาทำการคัดขนาดให้มีขนาดเท่ากับดินเบาที่ใช้ในการวิเคราะห์ โดยใช้ตะแกรงร่อนขนาด 50 , 100 และ 325 mesh โดยคัดเฉพาะขนาดที่ 100 mesh มาศึกษาเท่านั้น และนำ activated carbon ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำถ่านกัมมันต์ มาทดสอบสมบัติทางกายภาพ โดยหาพื้นที่ผิวและเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนโดยเครื่อง BET surface area and pore-size distribution

3.4.3.2 เปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับ

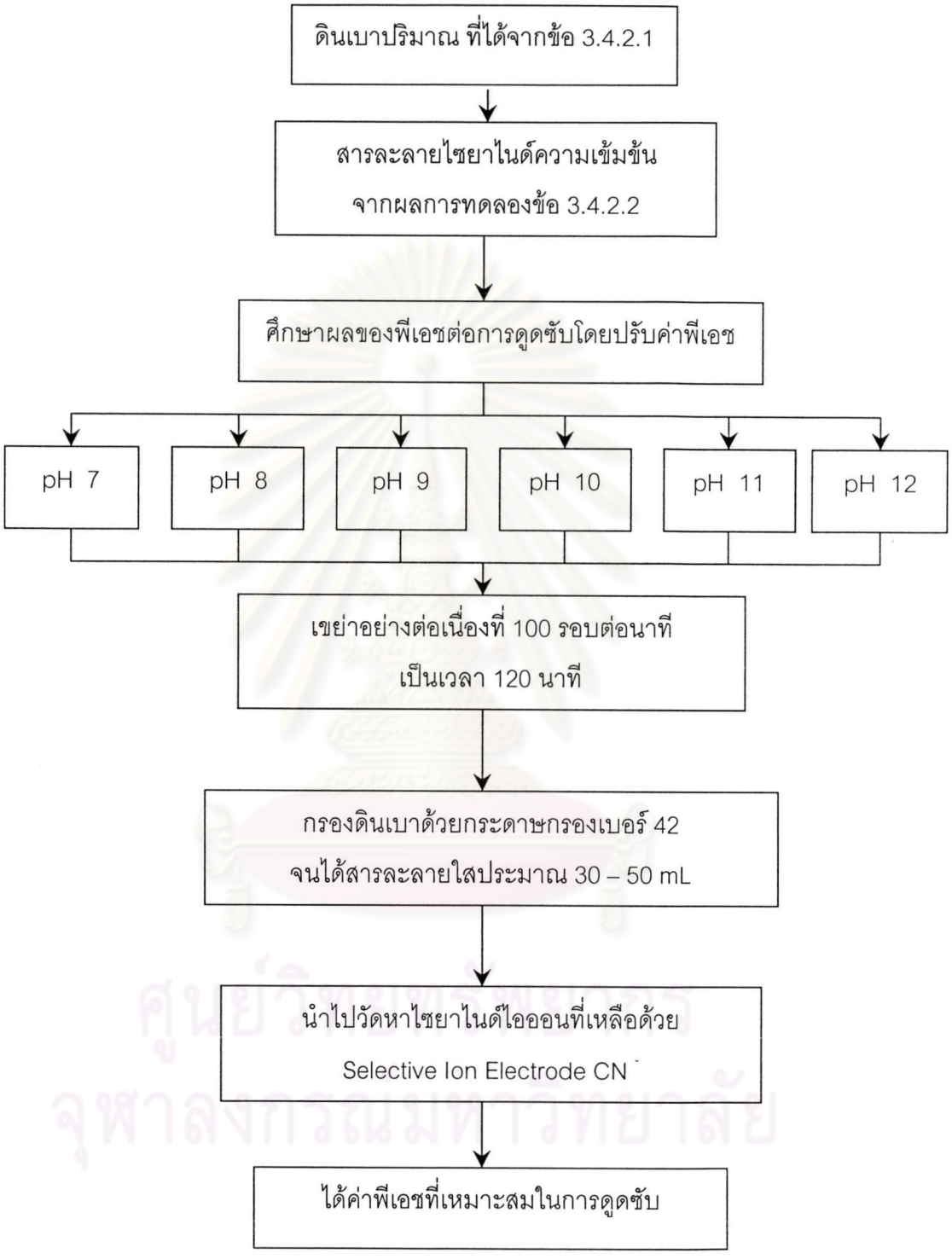
เตรียมสารละลายไซยาไนด์ที่ความเข้มข้นตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นำไปปรับให้มีพีเอชตามผลที่ได้จากข้อ 3.4.2.2 ชั่งดินเบาและถ่านกัมมันต์มาอย่างละ 1 กรัม และนำขวดทั้งหมดมาเขย่าบนเครื่องเขย่า 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 , 3 , 5, 7 , 9 และ 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง กรองดินเบาด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายใสที่ได้มาวัดหาปริมาณไซยาไนด์ไอออนที่เหลือด้วยวิธี Selective ion electrode (ตามวิธีของ ASTM : D2036-98) จากนั้นนำมาคำนวณหาค่าความสามารถในการดูดซับของดินเบา (Adsorption capacity of diatomite : q) ดังสมการที่ 3.1 (Bassi et al., 2000) และคำนวณประสิทธิภาพการดูดซับไซยาไนด์ (Cyanide adsorption , %) ดังสมการที่ 3.2 เปรียบเทียบผลการทดลอง และเลือกความเข้มข้นที่เหมาะสม



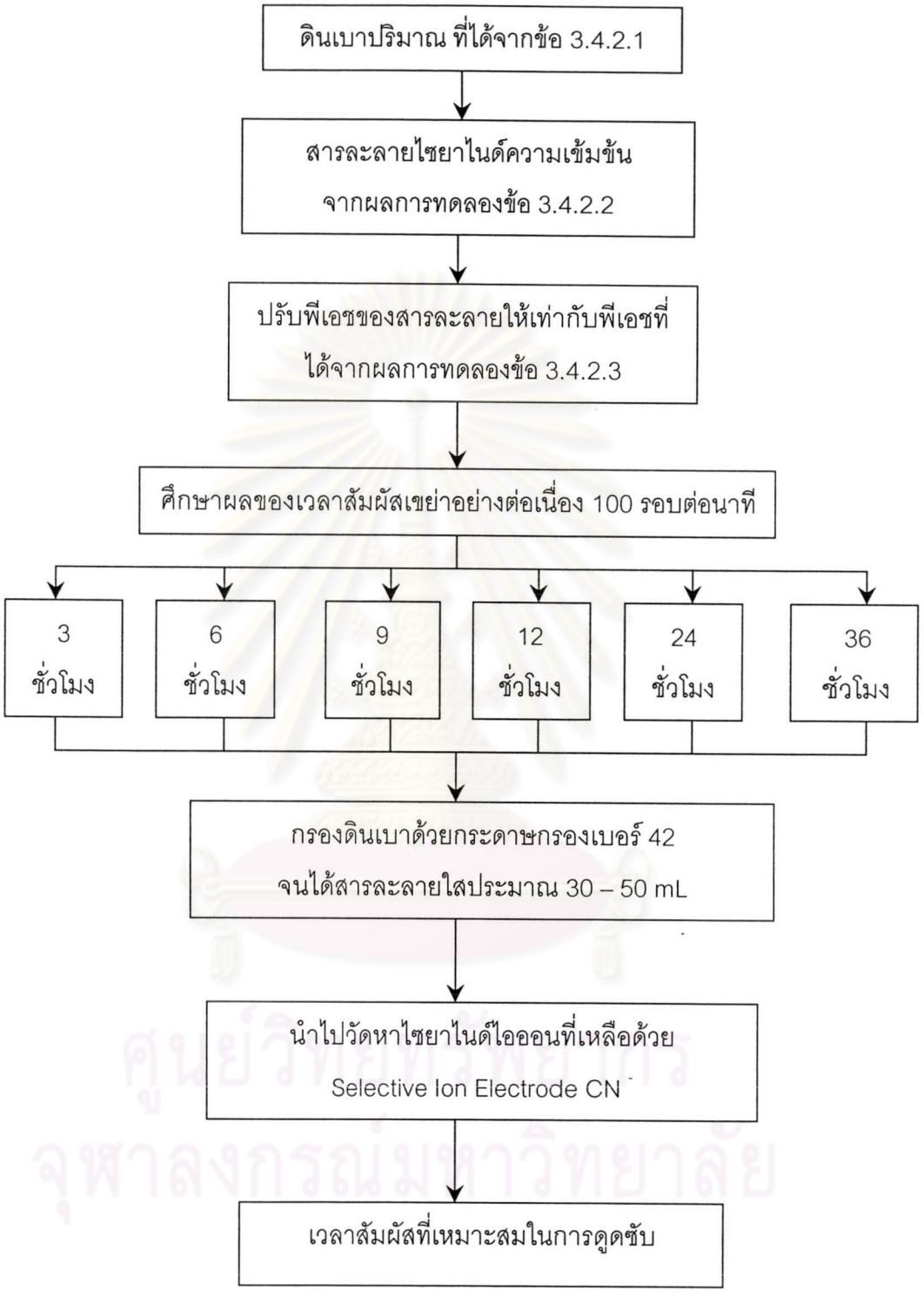
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการศึกษาผลของปริมาณดินเบา ต่อการดูดซับไซยาไนด์ไอออน



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการศึกษาผลของสารละลายไซยาไนด์ไอออนต่อการดูดซับด้วยดินเบา



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการศึกษาผลของพีเอชต่อการดูดซับด้วยดินเบา



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการศึกษาผลของเวลาสัมผัสต่อการดูดซับด้วยดินเบา