บทที่ 3

แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

การวิจัยในครั้งนี้ทำการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ (Laboratory Scale) ณ ห้องปฏิบัติการมูลฝอย (Solid Waste Laboratory) ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีแผนการดำเนินการดังต่อไปนี้

3.1 แผนการทดลอง

ศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ โดยการใช้ตัวดูดซับที่เตรียมจากดินเหนียวและกากขี้แป้งของโรงงานน้ำยางข้น โดยในการทดลองได้ทำการเปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์ทางการค้า (การทดลองนี้เลือกใช้ถ่าน Calgon Filtrasorb 300) ทั้งนี้สามารถแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ขั้นตอนคือ

3.1.1 การเตรียมตัวดูดซับจากดินเหนียวและกากขี้แป้ง

3.1.2 การศึกษาความสามารถในการดูดซับตะกั่วและแคดเมียมเปรียบเทียบกันระหว่างตัวดูดซับที่เตรียมได้กับถ่านกัมมันต์ Calgon Filtrasorb 300

3.1.3 การศึกษาประสิทธิภาพการใช้งานของตัวดูดซับที่เตรียมได้ โดยการทดลองแบบต่อเนื่องในคอลัมน์

3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ในงานวิจัย

3 .2.1 อุปกรณ์สำหรับเตรียมตัวดูดซับ

3.2.1.1 ตู้อบความร้อน : WTB Binder.Gremany (รูปในภาคผนวก ข.)

3.2.1.2 เตาเผา : Valcan Box Furnace 3-1750.USA (รูปในภาคผนวก ข.)

3.2.1.3 ภาชนะเซรามิกพร้อมฝาปิด (รูปในภาคผนวก ข.)

3.2.1.4 โถป้องกันความชื้น (Desiccator)

3.2.1.5 ตะแกรงมาตรฐานขนาดเบอร์ 8, 10, 30, 100 และ 325

3 .2.2 อุปกรณ์สำหรับทดลองในห้องปฏิบัติการ

3.2.2.1 เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง : AND HM-300 Japan

3.2.2.2 เครื่องเขย่า (Shaker) ยี่ห้อ K รุ่น VRN-360 (รูปในภาคผนวก ข.)

3.2.2.3 เครื่องวัดความเป็นกรดด่าง : Desktop pH meter PHL-20, DKK Corporation, Japan (รูปในภาคผนวก ข.)

3.2.2.4 กระดาษกรอง Whatman No. 5

3.2.2.5 ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.2.2.6 เครื่องกวนสาร (Magnetic Bar)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3 .2.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการอัดเม็ดและวิเคราะห์โลหะหนัก

3.2.3.1 เครื่อง Pellet Mill บริษัท CPM รุ่นNH-396165 (รูปในภาคผนวก ข.) สำหรับขึ้นรูปตัวดูดซับ

3.2.3.2 เครื่อง Atomic Adsorption Spectrophotometer (AAS) : Perkin Elmer Instrument, Analyst 300 Atomic Adsorption Spectrophotometer. USA สำหรับวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและแคดเมียมในสารละลาย

3 .2.4 อุปกรณ์ในการทดลองแบบต่อเนื่อง (Column test)

3.2.4.1 ท่ออะคริลิกใส เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2.4 เซนติเมตรสูง 120 เซนติเมตร

3.2.4.2 สายยางใส วาล์ว และข้อต่อสายยาง

3.2.4.3 ถังเก็บน้ำขนาด 75, 15, 5 ลิตร

3.2.4.4 ปั๊มน้ำชนิด Submersible Pump ของบริษัท JUN HX-4500 ขนาด 70 วัตต์

3.2.4.5 โครงเหล็กยึดแนวท่อ

3.2.4.6 สายน้ำเกลือและอุปกรณ์ควบคุมการไหล

3 .2.5 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.5.1 ดินเหนียว ประมาณ 5 กิโลกรัม

3.2.5.2 กากขี้แป้ง ประมาณ 15 กิโลกรัม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.5.3 น้ำกลั่น

3.2.5.4 ซิงก์คลอไรต์ ($ZnCl_2$) เกรดการวิเคราะห์

3.2.5.5 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.2.5.6 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.2.5.7 สารละลายกรดไนตริก (HNO_3) 5เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

3.2.5.8 สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 5เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

3.2.5.9 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

3.2.5.10 สารละลายน้ำแป้ง

3.2.5.11 สารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) ความเข้มข้น 0.1000 นอร์มัล

3.2.5.12 สารละลายไอโอดีน ความเข้มข้น 0.1000 $\pm$ 0.001 นอร์มัล

3.2.5.13 สารละลายโพแตสเซียมไอโอเดต (KIO_3) ความเข้มข้น 0.1000 นอร์มัล

3.2.5.14 โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความเข้มข้น 0.10 $\pm$ 0.01 นอร์มัล

3.2.5.15 โพแตสเซียมไอโอไดด์ (KI) ความเข้มข้น 0.1000 นอร์มัล

3.3 วิธีการดำเนินการวิจัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.1 ศึกษาองค์ประกอบของดิน

ศึกษาองค์ประกอบดินด้วยเครื่องเอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-Ray Fluorescence)

3.3.2 การผลิตตัวดูดซับ

มีขั้นตอนการดำเนินงานดังต่อไปนี้ สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 3.1

3.3.2.1 นำดินเหนียวมาอบแห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส นาน 1 วัน บดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดจากนั้นนำมาร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช (Mesh)

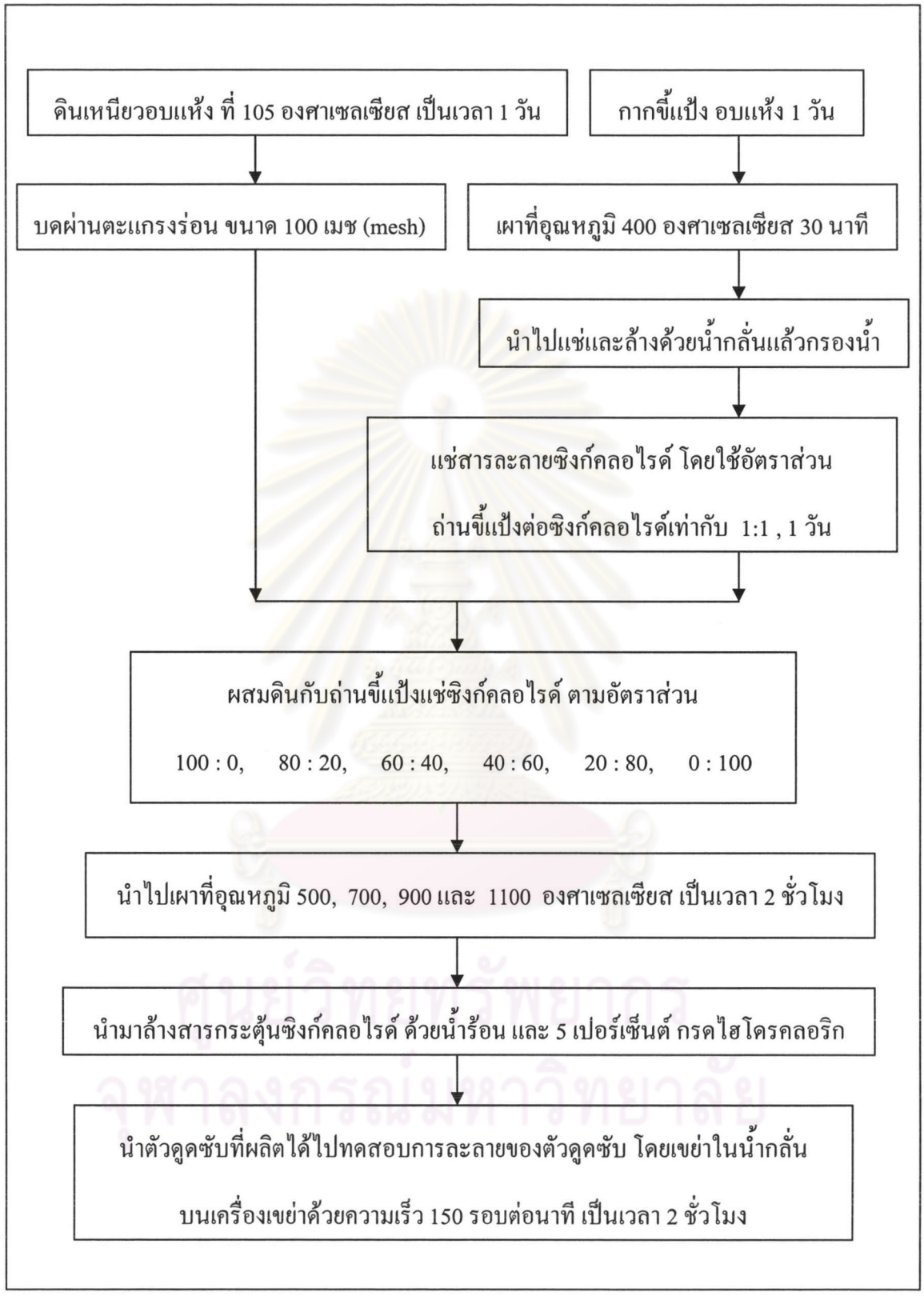
3.3.2.2 นำกากขี้แป้งไปอบให้แห้ง 1 วัน จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 30 นาที แล้วนำไปแช่และล้างน้ำกลั่น กรองเอาน้ำออก นำถ่านที่ได้ไปแช่สารละลายซิงก์คลอไรด์($ZnCl_2$) โดยใช้อัตราส่วนสารละลายซิงก์คลอไรด์ต่อถ่านขี้แป้งเท่ากับ 1:1 โดยแช่ทิ้งไว้ 1 วันจากนั้น กรองและนำไปอบให้แห้งจากนั้นนำมาบดให้ละเอียดแล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช (Mesh)

3.3.2.3 นำดินเหนียวและถ่านขี้แป้งที่ได้จากการเตรียมข้างต้น มาผสมกันที่อัตราส่วน 100:0, 80:20, 60:40, 40:60, 20:80, 0:100 ผสมให้อัตราส่วนดังกล่าวเข้ากันดี เติมน้ำกลั่นเล็กน้อยเพื่อให้อัตราส่วนจับตัวกันเป็นก้อน จากนั้นนำไปอัดเม็ดด้วยเครื่องอัดเม็ดอาหารปลา

3.3.2.4 นำตัวดูดซับที่เตรียมได้มาเผาโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500, 700, 900, 1100 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาล้างสารละลายซิงก์คลอไรด์ออกด้วย น้ำร้อนและ 5 เปอร์เซ็นต์ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก

3.3.2.5 นำตัวดูดซับที่ผลิตได้ไปทดสอบการละลายของตัวดูดซับในน้ำกลั่นโดยการเขย่าบนเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 150 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3.2.6 เลือกอัตราส่วนที่เหมาะสมโดยดูจากการละลายของตัวดูดซับ



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการผลิตตัวดูดซับ

3.3.3 ศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการดูดซับไอออนตะกั่วและไอออนแคดเมียม

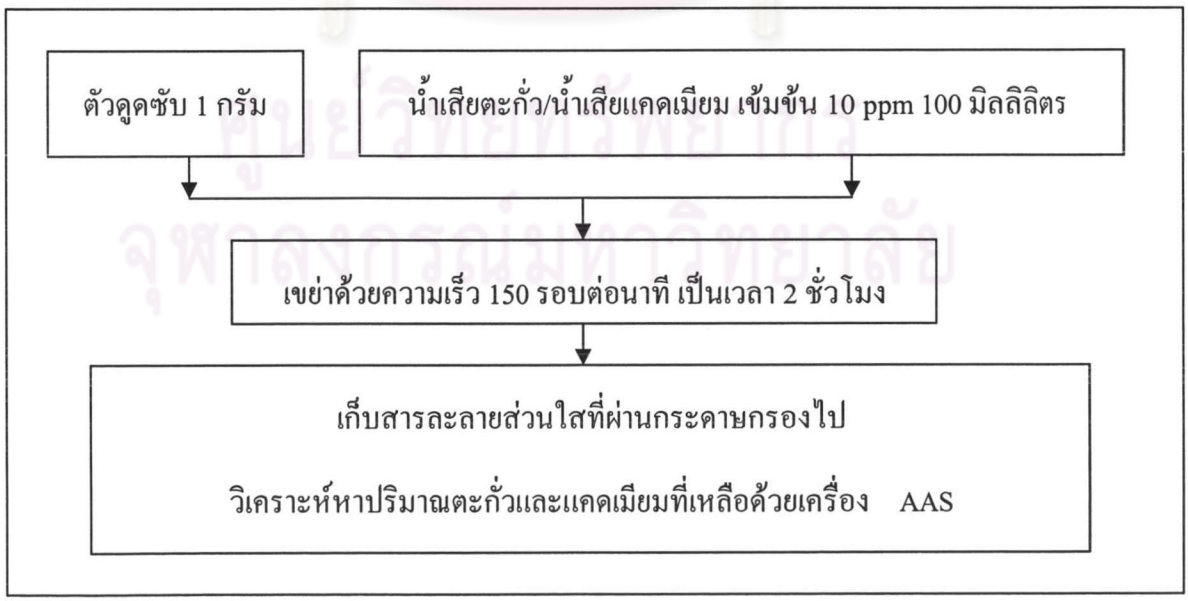
3.3.3.1 เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นของไอออนตะกั่วเท่ากับ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.3.3.2 ชั่งตัวดูดซับที่ได้จากหัวข้อ 3.3.2.6 น้ำหนัก 1 กรัมและปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วจากข้อ 3.3.3.1 100 มิลลิลิตร ใส่ขวดรูปชมพู

3.3.3.3 นำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาที เป็นเวลา 120 นาที กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 เก็บตัวอย่างที่เป็นสารละลายใสเพื่อนำไปวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS

3.3.3.4 ทำซ้ำข้อ 3.3.3.1 – 3.3.3.3 จนครบทุกอัตราส่วนที่ได้จากหัวข้อ 3.3.2.6 แล้วทำการเลือกอัตราส่วนที่มีความสามารถในการดูดซับได้สูงที่สุด

3.3.3.5 ทำซ้ำข้อ 3.3.3.1 – 3.3.3.4 แต่เปลี่ยนจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรเป็นน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (แสดงดังรูปที่ 3.2)



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการหาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการดูดซับ

3.3.4 ศึกษาค่าพีเอชที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่วและแคดเมียม

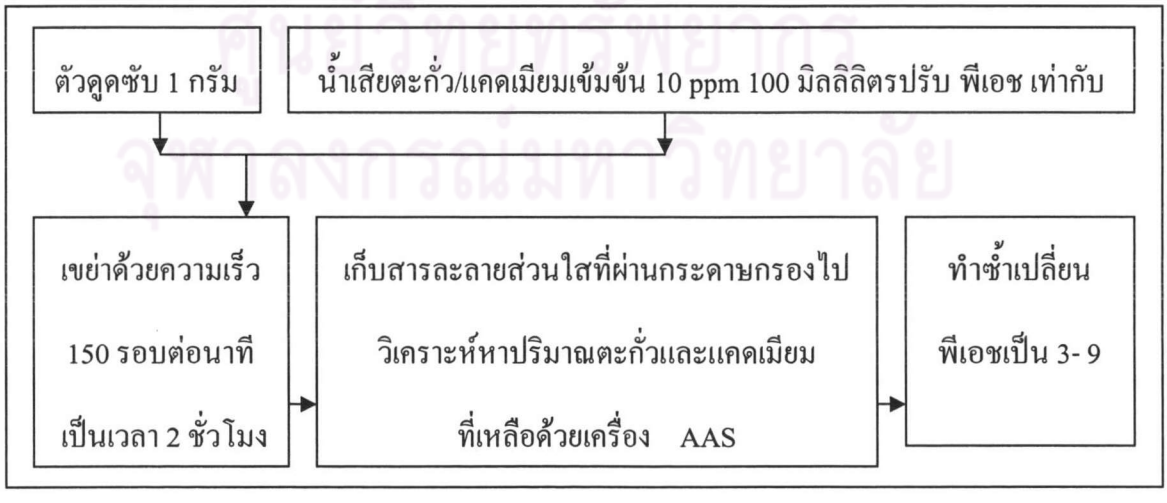
3.3.4.1 เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นปรับค่าพีเอชให้เท่ากับ 2

3.3.4.2 ชั่งตัวดูดซับที่เลือกได้จากหัวข้อ 3.3.3 น้ำหนัก 1 กรัมและปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่พีเอช 2 ปริมาตร 100 มิลลิลิตรใส่ในขวดรูปชมพู

3.3.4.3 นำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 เก็บตัวอย่างที่เป็นสารละลายใสเพื่อนำไปวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS

3.3.4.4 ทำซ้ำข้อ 3.3.4.1 – 3.3.4.3 แต่เปลี่ยนจากน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่พีเอช 2 เป็นน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่พีเอช 3, 4, 5, 6, 7, 8 และ 9 ตามลำดับ เลือกพีเอชที่ทำให้ความสามารถในการดูดซับสูงสุด

3.3.4.5 ทำซ้ำข้อ 3.3.4.1 – 3.3.4.4 แต่เปลี่ยนจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรเป็นน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (แสดงดังรูปที่ 3.3)



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการหาค่าพีเอชที่เหมาะสมในการดูดซับ

3.3.5 ศึกษาหาเวลาสัมผัส

3.3.5.1 เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปรับพีเอชที่เหมาะที่ได้ตามหัวข้อ 3.3.4

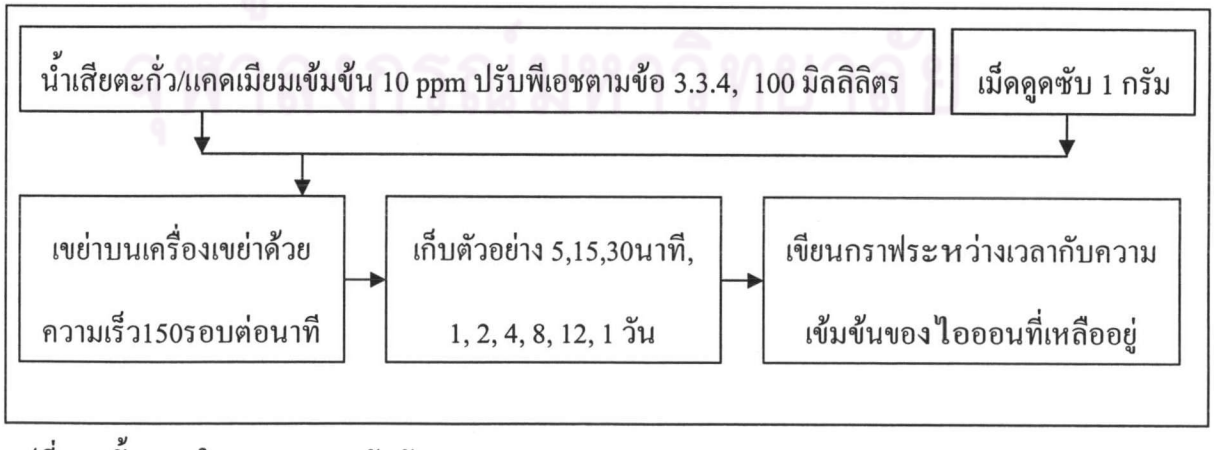
3.3.5.2 ชั่งตัวดูดซับที่เลือกได้จากหัวข้อ 3.3.3 น้ำหนัก 1 กรัมและปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วจากข้อ 3.3.5.1 ใส่ในขวดรูปชมพู่

3.3.5.3 นำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาที เมื่อเวลาผ่านไป 5 นาที เก็บตัวอย่าง กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 นำสารละลายใสเพื่อนำไปวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS

3.3.5.4 ทำซ้ำข้อ 3.3.5.1 – 3.3.5.3 แต่ทำการเก็บตัวอย่างเมื่อเวลาผ่านไป 15, 30 นาที, 1, 2, 4, 8, 12, 1 วัน ตามลำดับ

3.3.5.5 นำค่าที่ได้จากข้อ 3.3.5.4 ไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับความเข้มข้นของไอออนที่เหลืออยู่ เลือกเวลาในการเข้าสู่สมดุลจากกราฟที่เขียนได้

3.3.5.6 ทำซ้ำข้อ 3.3.5.1 – 3.3.5.5 แต่เปลี่ยนจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรเป็นน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรและปรับพีเอชที่ได้ตามหัวข้อ 3.3.4 (แสดงได้ดังรูปที่ 3.4)



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนในการหาเวลาสัมผัส

3.3.6 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

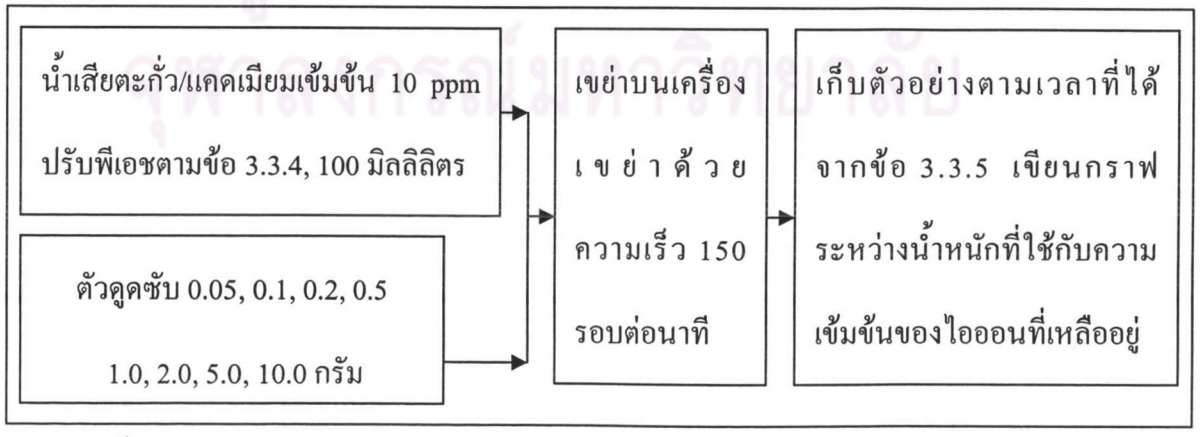
3.3.6.1 เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ปรับพีเอชที่เหมาะสมที่ได้ตามหัวข้อ 3.3.4

3.3.6.2 ชั่งตัวดูดซับที่เลือกได้จากหัวข้อ 3.3.3 น้ำหนัก 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 กรัม)ASTM : D 3860-89a (และปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์จากข้อ 3.3.6.1 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู

3.3.6.3 นำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาทีโดยใช้เวลาตามที่ทดลองได้จากหัวข้อ 3.3.5 เก็บตัวอย่าง กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 นำสารละลายใสเพื่อนำไปวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS

3.3.6.4 นำค่าที่ได้จากข้อ 3.3.6.3 ไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักตัวดูดซับที่ใช้กับความเข้มข้นไอออนที่เหลืออยู่ตามรูปแบบไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดลิชและแลงเมียร์

3.3.6.5 ทำซ้ำข้อ 3.3.6.1 – 3.3.6.4 แต่เปลี่ยนจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรเป็นน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรและปรับพีเอชที่ได้ตามหัวข้อ 3.3.4 (แสดงดังรูปที่ 3.5)



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการศึกษาไอโซเทอมการดูดซับ

3.3.7 ศึกษาความสามารถในการชะละลายตะกั่วและแคดเมียมจากตัวดูดซับด้วยน้ำกลั่น และ 5เปอร์เซ็นต์ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก

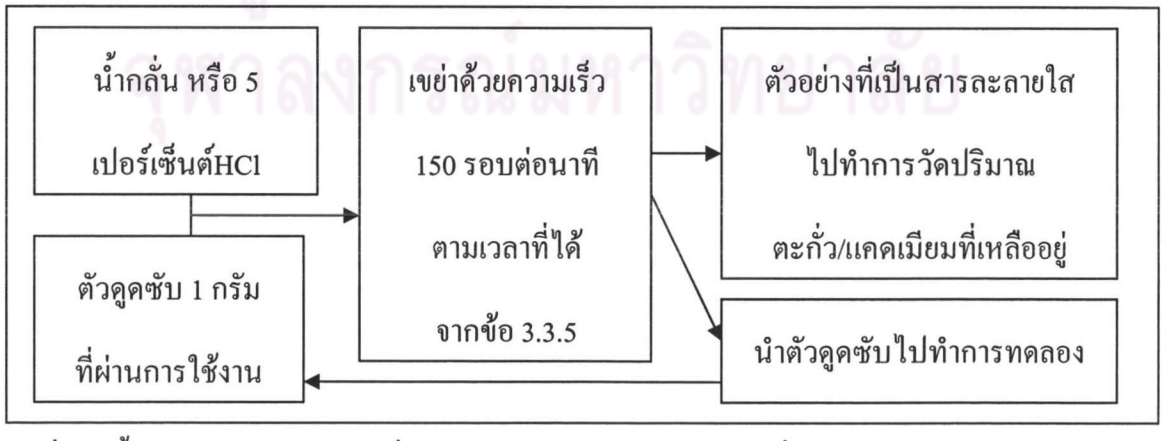
3.3.7.1 ชั่งตัวดูดซับที่ใช้แล้วจากหัวข้อ 3.3.6 น้ำหนัก 1 กรัมและปิเปตน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู

3.3.7.2 นำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาตามที่ทดลองได้จากหัวข้อ 3.3.5เก็บตัวอย่าง กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 นำสารละลายใส ไปทำการวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS ส่วนตัวดูดซับนำไปทำการเขย่าซ้ำด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตรซ้ำอีกครั้ง

3.3.7.3 เก็บตัวอย่าง กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 นำสารละลายใส ไปทำการวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS

3.3.7.4 ทำซ้ำข้อ 3.3.7.1 – 3.3.7.3 แต่เปลี่ยนจากน้ำกลั่นเป็น 5เปอร์เซนต์ของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

3.3.7.5 ทำซ้ำข้อ 3.3.7.1 – 3.3.7.4 แต่เปลี่ยนจากน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรเป็นน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีแคดเมียมเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตรและปรับพีเอชที่ได้ตามหัวข้อ 3.3.4. (แสดงดังรูปที่ 3.6)



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการชะละลายตะกั่วและแคดเมียมออกจากตัวดูดซับที่ผ่านการใช้งาน

3.3.8 ทดสอบแบบต่อเนื่อง (Collumn Test)

โดยใช้คอลัมน์ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 2.50 เซนติเมตร ความยาวเท่ากับ 120 เซนติเมตร ในการทดลองใช้ทิศทางการไหลของน้ำแบบไหลลง (Down Flow) น้ำเสียสังเคราะห์มีความเข้มข้นของตะกั่ว เท่ากับ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร และน้ำเสียสังเคราะห์มีความเข้มข้นของแคดเมียมเท่ากับ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร มีอัตราการไหลของน้ำเข้าสู่คอลัมน์เท่ากับ 3 ลิตรต่อชั่วโมง และทำการเก็บตัวอย่างกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ที่ระดับความสูงของตัวดูดซับในคอลัมน์เท่ากับ 30, 60, 90 เซนติเมตรไปทำการวัดปริมาณตะกั่วที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง AAS จากนั้นนำค่าที่ได้มีเขียนเส้น Breakthrough Curve

3.3.9 ศึกษาสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของตัวดูดซับ

3.3.8.1 Iodine Number ตามวิธี ASTM D4607-86

3.3.8.2 Surface Area และ Pore Diameter โดยเครื่อง BET.Surface Area

3.3.8.3 Functional Group โดยเครื่อง FT- IR

3.3.8.4 Electrical Charge โดยเครื่อง Zeta Potential

3.3.8.5 ภาพขยาย โดยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

3.3.10 การประมาณค่าใช้จ่ายในการผลิตตัวดูดซับ

ประมาณค่าใช้จ่ายในการผลิตตัวดูดซับ 1 กิโลกรัม และต้นทุนในการใช้ตัวดูดซับบำบัดน้ำเสียตะกั่วและแคดเมียมให้ได้ตามมาตรฐาน พิจารณาจาก

1. ค่าวัตถุดิบทางตรง ได้แก่ ดินเหนียว กากขี้แป้ง
2. ค่าวัตถุดิบทางอ้อม ได้แก่ สารเคมีและวัสดุสิ้นเปลืองต่างๆ
3. ค่าดำเนินการผลิต ได้แก่ ค่าไฟฟ้า ค่าแรงงานในการผลิต

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย