

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer)
2. เครื่องเขย่า (Shaker)
3. เครื่องวัดพีเอช (pH meter)
4. เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้าแบบละเอียด (Analytical Balance)
5. อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป
6. ตะแกรงร่อนคัดขนาดเบอร์ 20 และ 40
7. เครื่องบดวัสดุ
8. ชุดเครื่องกรองสูญญากาศ
9. ชุดคอลัมน์อะคริลิก
10. หลอดผสมสารขนาด 50 มิลลิลิตร
11. เต้าเผา
12. กระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน
13. X-Ray Diffraction Spectrometer (XRD)
14. Specific Surface Area Analyzer
15. FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. ตะกั่วไนเตรท ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
3. กรดไนตริก (HNO_3)
4. โซเดียมอะซิเตด (CH_3COONa)
5. แคดเมียมออกไซด์ (CdO)



รูปที่ 3.1 เครื่องเขย่า(Shaker) ที่ใช้ทำการทดลอง



รูปที่ 3.2 หลอดเขย่าสารขนาด 50 มิลลิลิตร



รูปที่ 3.3 เตาเผาที่ใช้ในการทดลอง

3.2 แผนการทดลอง

3.2.1 ขั้นตอนการทดลอง

การวิจัยครั้งนี้ได้ทำการทดลองศึกษาการดูดซับโลหะหนัก 2 ชนิด ได้แก่ ตะกั่ว และ แคดเมียม โดยทำการทดลองทั้งแบบแบตช์และแบบคอลัมน์ โดยได้แบ่งการทดลองเป็น 5 ขั้นตอน

1. การศึกษาผลของสภาวะในการเตรียมถ่านกระดุกที่มีต่อประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนัก โดยทำการทดลองแบบแบตช์
2. การศึกษาถึงผลของค่าพีเอชที่มีต่อประสิทธิภาพการกำจัดโลหะโดยทำการทดลองแบบแบตช์
3. การศึกษาถึงสมการไอโซเทอมการดูดซับ (Adsorption Isotherm) ของการกำจัดโลหะด้วยถ่านกระดุก โดยการทดลองแบบแบตช์
4. การศึกษาถึงประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะในการทดลองแบบคอลัมน์
5. การศึกษาลักษณะทางกายภาพของถ่านกระดุก

3.2.2 ตัวแปรในการทดลอง

ค่าตัวแปรและพารามิเตอร์ต่าง ๆ ในแต่ละขั้นตอน

ขั้นตอนที่ 1 การศึกษาผลของสภาวะในการเตรียมถ่านกระดูกที่มีต่อประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนัก โดยทำการทดลองแบบแบดซ์

ตัวแปรอิสระ

1. สภาวะการเตรียมถ่านกระดูก
 - อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส เผลาเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
2. ชนิดของโลหะ
 - ตะกั่ว, แคดเมียม

ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่

1. ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น
 - ตะกั่ว : ความเข้มข้นโลหะหนัก 10 และ 50 มก./ล.
 - แคดเมียม : ความเข้มข้นโลหะหนัก 10 มก./ล.
 - พีเอช 5
2. ปริมาณกระดูกที่ใช้
 - ตะกั่ว : 0.2 ก./ล. น้ำเสียที่ใช้
 - แคดเมียม : 1 ก./ล. น้ำเสียที่ใช้
3. ความเร็วในการกวนผสม 125 รอบต่อนาที

ตัวแปรตาม

1. ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง
 - ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ
 - พีเอช

ขั้นตอนที่ 2 การศึกษาถึงผลของค่าพีเอชที่มีต่อประสิทธิภาพการกำจัดโลหะโดย ทำการทดลองแบบแบดซ์

ตัวแปรอิสระ

1. ลักษณะ ของน้ำเสียเริ่มต้น
 - พีเอช
 - ตะกั่ว 4, 5 และ 6
 - แคดเมียม 3, 4, 5, 6, 7, 8
2. ชนิดของโลหะหนัก
 - ตะกั่ว, แคดเมียม

ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่

1. สภาพการเตรียมถ่านกระดุก (เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากขั้นตอนที่ 1)
2. ปริมาณน้ำเสียที่ใช้ 50 มิลลิลิตร
3. ปริมาณถ่านกระดุกที่ใช้
 - ตะกั่ว : 0.2 ก./ล. ของน้ำเสียที่ใช้
 - แคดเมียม : 1 ก./ล. ของน้ำเสียที่ใช้
4. ความเร็วในการกวนผสม 125 รอบต่อนาที
5. ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น ความเข้มข้นโลหะหนัก
 - ตะกั่ว : 10 และ 50 มก./ล.
 - แคดเมียม : 10 และ 40 มก./ล.

ตัวแปรตาม

1. ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง
 - ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ
 - พีเอช

ขั้นตอนที่ 3 การศึกษาถึงสมการไอโซเทอมการดูดซับ (Adsorption Isotherm) ของ การกำจัดโลหะด้วยถ่านกระดุก โดยการทดลองแบบแบดซ์

ตัวแปรอิสระ

1. ชนิดของโลหะ ตะกั่ว, แคดเมียม
2. ปริมาณถ่านกระดุกที่ใช้
ตะกั่ว : 0.04, 0.08, 0.12, 0.16 และ 0.2 ก./ล.
แคดเมียม : 0.1, 0.2, 0.5, 1 และ 1.5 ก./ล.

ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่

1. สภาวะการเตรียมถ่านกระดุก(เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากขั้นตอนที่ 1)
2. ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น 100 ppm สำหรับตะกั่ว และ 40 ppm สำหรับแคดเมียม
3. ความเร็วในการกวนผสม 125 รอบต่อนาที

ตัวแปรตาม

1. ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง
 - ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ
 - พีเอช

ขั้นตอนที่ 4 การศึกษาถึงประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะในน้ำเสียจริงและ สังเคราะห์โดยการทดลองแบบคอลัมน์

ตัวแปรอิสระ

1. น้ำเสียจริงที่มีโลหะตะกั่ว
2. น้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว

ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่

1. เส้นผ่านศูนย์กลางคอลัมน์ 2 เซนติเมตร
2. ความสูงถ่านกระดุก 30 เซนติเมตร
3. อัตราไหลของน้ำเสีย 2800 มล./ชม.
4. พีเอชของน้ำเสียเริ่มต้น (เลือกค่าที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 3)

5. ความเข้มข้นของโลหะหนักเริ่มต้น
ตะกั่ว 1 มก./ล.

ตัวแปรตาม

1. ลักษณะของน้ำเสียที่ผ่านการกรอง
 - ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ
 - ปริมาณน้ำที่กรองได้ตามมาตรฐานน้ำทิ้ง

ขั้นตอนที่ 5 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างวัสดุของถ่านกระดุก

ตัวแปรอิสระ

1. สภาพอะอุนหภูมิในการเตรียมถ่านกระดุก

ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่

1. ปริมาณถ่านกระดุกที่ใช้
 - ตะกั่ว : 0.2 ก./ล.
 - แคดเมียม : 1 ก./ล.
2. ลักษณะน้ำเสีย
 - ตะกั่ว : พีเอชที่เหมาะสมจากการทดลองก่อน ความเข้มข้น 50 มก./ล.
 - แคดเมียม : พีเอชที่เหมาะสมจากการทดลองก่อน ความเข้มข้น 40 มก./ล.
3. ความเร็วในการกวนผสม 125 รอบต่อนาที

ตัวแปรอิสระ

1. ผลการทดลอง BET
2. ผลการทดลอง XRD
3. ผลการทดลอง FTIR

3.3 การเตรียมถ่านกระดุก

ในการทดลองนี้ใช้ตัวดูดซับเป็นถ่านกระดุก เตรียมโดยนำกระดุกป่นมาเผาด้วยเตาเผาที่อุณหภูมิ 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำไปบด

และคัดขนาดให้มีขนาดระหว่างตะแกรงเบอร์ 20 และ 40 (0.42-0.82 มิลลิเมตร) หลังจากนั้นนำไปเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้น จนกระทั่งจะนำมาใช้งาน

3.4 การเตรียมน้ำเสียโลหะหนัก

3.4.1 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว

เริ่มจากการเตรียมสารละลายตะกั่วเข้มข้นซึ่งตะกั่วไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) ปริมาณ 1.5999 กรัม ผสมกรดไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตรและน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร แล้วผสมให้เข้ากัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายตะกั่วเข้มข้นโดยในสารละลายตะกั่ว 1 มิลลิลิตรจะมีตะกั่วเท่ากับ 1 มิลลิกรัม สำหรับเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นตามต้องการต่อไป

3.4.2 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียม

เริ่มจากเตรียมสารละลายเข้มข้นจากการชั่งแคดเมียมออกไซด์ (CdO) ปริมาณ 1.1422 กรัม ผสมกับกรดไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตรและน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร แล้วผสมให้เข้ากัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายแคดเมียมเข้มข้นโดยในสารละลายแคดเมียม 1 มิลลิลิตรจะมีแคดเมียมเท่ากับ 1 มิลลิกรัม สำหรับเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นตามต้องการต่อไป

หลังจากเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์โลหะหนักได้ความเข้มข้นที่ต้องการแล้วทำการเติมโซเดียมอะซิเตทเพื่อใช้เป็นบัฟเฟอร์ปริมาณ 0.01 โมลต่อลิตร จากนั้นจึงทำการปรับค่าพีเอชของน้ำเสียให้ได้ตามต้องการด้วยกรดไนตริกหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ ก่อนที่จะทำการทดลองต่อไป

3.4.3 การเตรียมน้ำเสียจริงตะกั่ว

น้ำเสียเป็นน้ำเสียก่อนการบำบัดจากโรงงานผลิตหลอดภาพ (Cathode Ray Tube) ซึ่งมีตะกั่วละลายปนอยู่ประมาณ 200 ppm จะถูกนำไปเจือจางให้มีความเข้มข้น 1 ppm องค์ประกอบของน้ำเสียนอกจากนี้จากตะกั่วมีสังกะสีละลายเล็กน้อย

3.5 การดำเนินการทดลอง

3.5.1 การหาสภาวะการเตรียมถ่านกระดูกที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะหนัก โดยทำการทดลองแบบแบดซ์

ทำการทดลองโดยเปลี่ยนถ่านกระดูกที่เตรียมที่อุณหภูมิการเผา 400 , 500 และ 600 องศาเซลเซียส

1. การหาสภาวะการเตรียมถ่านกระดูกที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว

ทำการทดลองโดยชั่งถ่านกระดูกที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ อย่างละ 0.2 ก./ล. น้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วความเข้มข้น 10 และ 50 มก./ล. ที่พีเอช 5 ปริมาตร 50 มิลลิลิตรในหลอดพลาสติกสำหรับ นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างโดยชั่วโมงแรกเก็บตัวอย่างทุก ๆ 15 นาที ชั่วโมงต่อไปเก็บทุก ๆ 30 นาทีหลังจากนั้นก็เก็บตัวอย่างที่ 4,6,8,12,24 และ 48 ชั่วโมง แล้วนำน้ำตัวอย่างไปกรองผ่านเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอนและนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

2. การหาสภาวะการเตรียมถ่านกระดูกที่เหมาะสมในการกำจัดแคดเมียม

ทำการทดลองโดยชั่งถ่านกระดูกที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ อย่างละ 1 ก./ล. น้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียมความเข้มข้น 10 มก./ล. ที่พีเอช 5 ปริมาตร 50 มิลลิลิตรในหลอดพลาสติก นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างโดยชั่วโมงแรกเก็บตัวอย่างทุก ๆ 15 นาที ชั่วโมงต่อไปเก็บทุก ๆ 30 นาทีหลังจากนั้นก็เก็บตัวอย่างที่ 4,6,8,12,24 และ 48 ชั่วโมง แล้วนำน้ำตัวอย่างไปกรองผ่านเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอนและนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

3.5.2 การศึกษาผลของพีเอชเริ่มต้นของน้ำเสียที่มีผลต่อการกำจัดโลหะหนัก โดยทำการทดลองแบบแบดซ์

1. การศึกษาผลของพีเอชเริ่มต้นที่มีผลต่อการกำจัดตะกั่ว

ทำการทดลองโดยชั่งถ่านกระดูกที่สภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.1 ปริมาณ 0.2 ก./ล. น้ำตัวอย่างและเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่ความเข้มข้น 10 และ 50 มก./ล. ที่

พีเอช 3,4,5 และ 6 (ทำค่าแบลนด์ทุกพีเอชการทดลองและทำ 3 ซ้ำ) จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาทีตามเวลาที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองที่ 3.5.1 เมื่อครบตามเวลานำไปกรองด้วยกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน วัดค่าพีเอชและนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

2. การศึกษาผลของความเข้มข้นและพีเอชเริ่มต้นที่มีผลต่อการกำจัดแคดเมียม

ทำการทดลองโดยซั่งถ่านกระดูกที่สภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.1 ปริมาณ 1 ก./ล. น้ำตัวอย่างและเติมน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียมที่ความเข้มข้น 10 และ 40 มก./ล. ที่พีเอช 3,4,5,6,7 และ 8 (ทำค่าแบลนด์ทุกพีเอชการทดลองและทำ 3 ซ้ำ) จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาทีตามเวลาที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองที่ 3.5.1 เมื่อครบตามเวลานำไปกรองด้วยกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน วัดค่าพีเอช และนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

3.5.3 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับในการกำจัดโลหะหนักโดยทำการทดลองแบบแบดซ์

1. การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับในการกำจัดตะกั่ว

ทำการทดลองโดยซั่งถ่านกระดูกที่สภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.1 ปริมาณ 0.04, 0.08, 0.12, 0.16 และ 0.2 ก./ล. น้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่พีเอชที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสูงสุดที่ได้จากการทดลอง 4.5.2 จากนั้นนำไปเขย่าที่เครื่องเขย่าด้วยความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที ตามเวลาที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.3 เมื่อครบตามเวลานำไปกรองด้วยกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน และนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

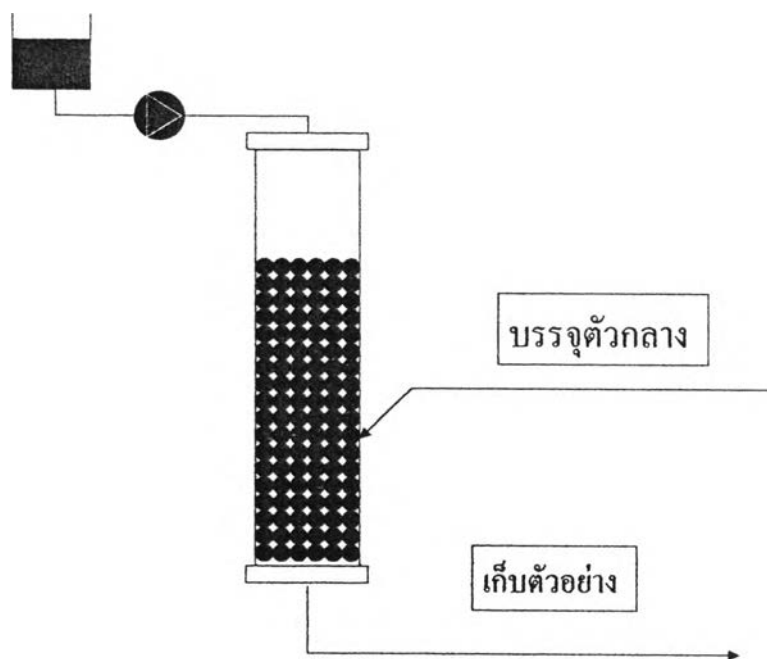
2. การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับในการกำจัดแคดเมียม

ทำการทดลองโดยซั่งถ่านกระดูกที่สภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.1 ปริมาณ 0.1, 0.2, 0.5, 1 และ 1.5 ก./ล. น้ำตัวอย่างและเติมน้ำเสียสังเคราะห์แคดเมียมที่พีเอชที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสูงสุดที่ได้จากการทดลอง 4.5.2 จากนั้นนำไปเขย่าที่เครื่องเขย่าด้วย

ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที ตามเวลาที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.3 เมื่อครบตามเวลานำไปกรองด้วยกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน และนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

3.5.4 การศึกษาถึงประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะในน้ำเสียจริงและสังเคราะห์โดยการทดลองแบบคอลัมน์

ทำการทดลองโดยใช้น้ำเสียจริง ตะกั่วจากโรงงานผลิตหลอดภาพที่ความเข้มข้น 1 มก./ล. และน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่ความเข้มข้น 1 มก./ล. ที่พีเอชที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลอง 4.5.3 ไหลผ่านคอลัมน์อะคริลิกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร ซึ่งบรรจุถ่านกระดูกสูง 30 เซนติเมตรดังแสดงดังรูปที่ 3.4 และทำการทดลองที่อัตราการไหล 2800 มิลลิลิตรต่อชั่วโมงเก็บน้ำเสียที่ผ่านคอลัมน์ทุก 12 ชั่วโมงและนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันเก็บตัวอย่างจนกระทั่งน้ำเสียที่ผ่านคอลัมน์มีปริมาณตะกั่วสูงเท่ากับน้ำเสียเริ่มต้น



รูปที่ 3.4 รูปจำลองการทดลองแบบคอลัมน์

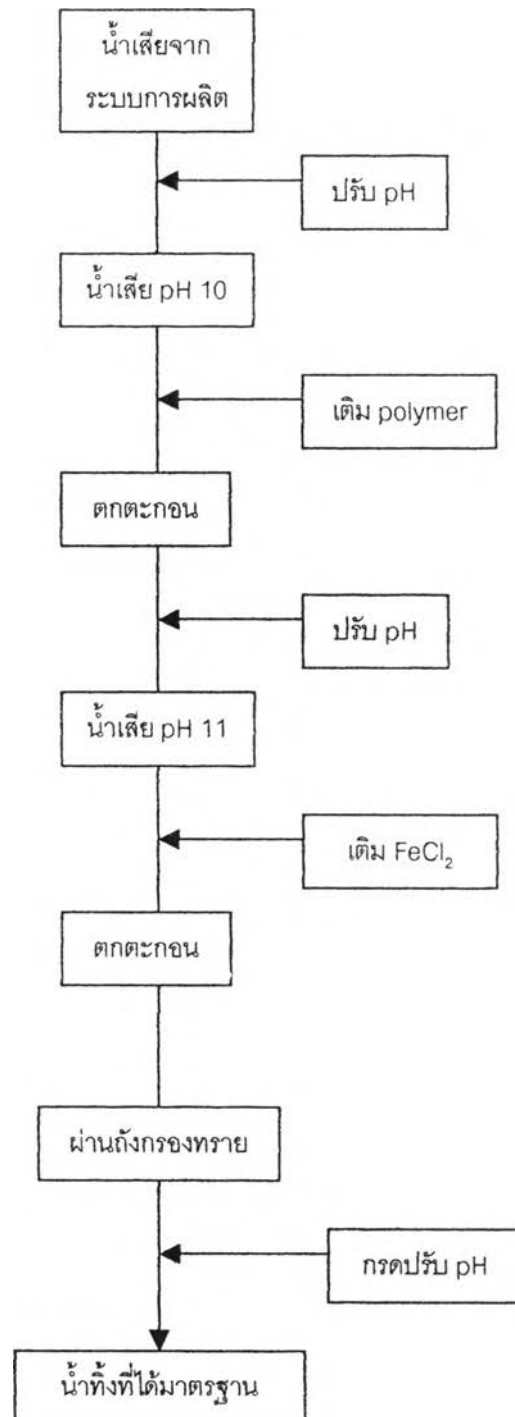
3.5.5 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างวัสดุของถ่านกระดุก

นำถ่านกระดุกก่อนและหลังการทดลองการดูดซับเพื่อศึกษาปฏิกิริยาการกำจัดโลหะหนักด้วยถ่านกระดุกด้วยการการศึกษาลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างวัสดุของถ่านกระดุกโดยใช้เครื่องมือดังนี้

1. เครื่อง BET Surface Area Analyzer เพื่อวัดพื้นที่ผิวของถ่านกระดุกที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 800 และ 1000 องศาเซลเซียส
2. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) เพื่อวัดองค์ประกอบพื้นฐานของถ่านกระดุกที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 800 และ 1000 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังการทดลอง
3. เครื่อง FTIR วัดองค์ประกอบพื้นฐานของถ่านกระดุกที่เตรียมที่อุณหภูมิ 400, 500, 600, 800 และ 1000 องศาเซลเซียส ก่อนและหลังการทดลอง

3.6 การบำบัดน้ำเสียของโรงงานผลิตหลอดภาพ (Cathode Ray Tube)

ระบบบำบัดน้ำเสียของโรงงานแสดงดังรูปที่ 3.5 โดยคุณสมบัติน้ำเสียเริ่มต้นมีตะกั่ว 200 ppm และ Zn 10 ppm โดยประมาณ pH 1.9 ตัวอย่างน้ำเสียที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นน้ำเสียที่มาจากระบบผลิตแล้วนำมาเจือจางให้มีความเข้มข้นที่กำหนด



รูปที่ 3.5 แผนผังระบบบำบัดน้ำเสียของโรงงานผลิตหลอดภาพ