บทที่ 3

แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการวิจัยเชิงการทดลอง (Experimental research) ทำการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ (Laboratory scale) ที่ห้องปฏิบัติการมูลฝอย (Solid waste laboratory) ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีแผนการดำเนินงานดังต่อไปนี้

3.1 แผนการทดลอง

ทำการศึกษาความสามารถในการดูดติดผิวและประสิทธิภาพในการลดปริมาณโลหะหนัก ได้แก่ ตะกั่วและปรอท (Pb, Hg) ออกจากน้ำเสียสังเคราะห์ ด้วยกระบวนการดูดติดผิว โดยใช้สารดูดติดผิว 2 ชนิด ได้แก่ ถ่านกัมมันต์ที่มีขายตามท้องตลาดทั่วไป ในที่นี้เลือกใช้ถ่าน Calgon Filtrasorb 300 และถ่านที่เตรียมจากกากขี้แป้งของโรงงานน้ำยางข้น ซึ่งในการทดลองจะแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

3.1.1 การเตรียมถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้ง

3.1.2 การศึกษาความสามารถในการดูดติดผิวของถ่านกัมมันต์ทั้ง 2 ชนิด โดยการทดสอบไอโซเทอมการดูดติดผิวแบบฟรุนดลิช (Frundlich isotherm)

3.1.3 การศึกษาประสิทธิภาพการใช้งานของถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้งโดยการทดลองแบบต่อเนื่องในคอลัมน์ (Column test)

3.2 วิธีการดำเนินการวิจัย

3.2.1 การเตรียมถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้ง

การเตรียมถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้งเพื่อนำไปใช้ในการทดลองต่อไป ซึ่งมีขั้นตอนดังต่อไปนี้ (รูปที่ 3.1)

1) นำวัตถุดิบ คือ กากขี้แป้งมาอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
2) นำกากขี้แป้งมาตัดให้มีขนาดเล็กประมาณ 0.5 – 1 เซนติเมตร

3) นำกากขี้แป้งมาคาร์บอไนซ์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

4) นำถ่านที่เตรียมได้ในข้อ 3) มาล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่น

5) นำถ่านที่ได้มาแช่ในสารละลายอิ่มตัวของเกลือแกง (NaCl) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

6) กรองถ่านที่ได้จากข้อ 5) และนำไปผึ่งลมให้แห้ง

7) นำถ่านที่ได้จากข้อ 6) เข้าสู่กระบวนการกระตุ้นโดยการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และทำการผสมเกลือแกงที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักของวัตถุดิบต่อเกลือแกงเท่ากับ 1:0, 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4 การเผาจะทำการเผาในหม้อดินเผาที่ปิดฝาเพื่อให้อยู่ในสภาวะที่ไม่มีก๊าซออกซิเจน

8) หลังจากการเผา นำถ่านกัมมันต์ที่ได้มาแช่น้ำค้างคืนไว้ 1 คืน แล้วนำมาล้างด้วยน้ำเดือดหลายๆ ครั้ง เพื่อล้างเกลือแกงที่เหลือจากการเผาและติดค้างอยู่บนวัตถุดิบจนหมด

9) นำถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้มาบดให้ละเอียดจนสามารถร่อนผ่านตะแกรงเบอร์ 325 เมช

10) นำถ่านกัมมันต์ที่บดละเอียดไปอบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำไปเก็บไว้ในโถป้องกันความชื้น (Desiccator)

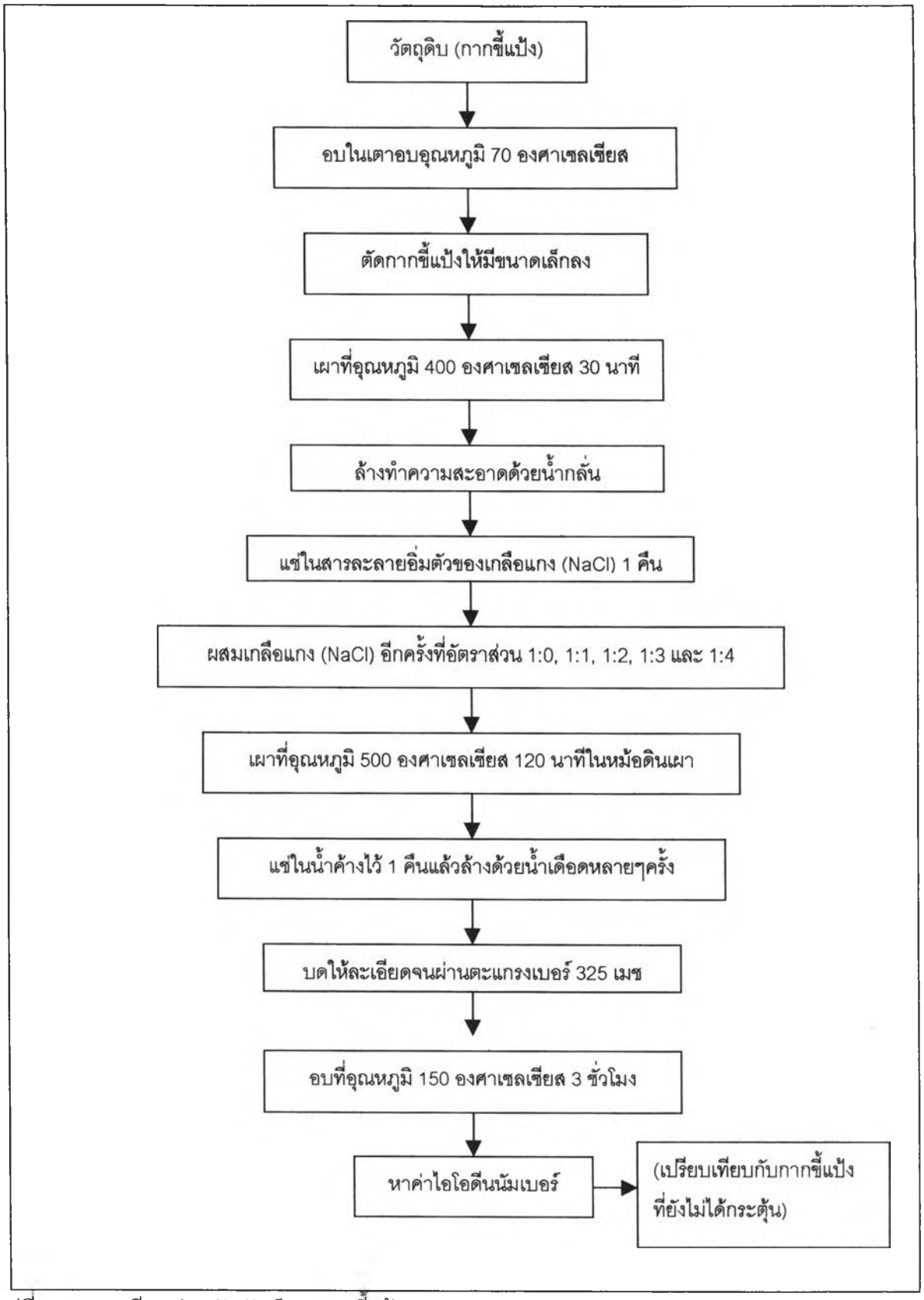
11) นำถ่านที่อบแห้งแล้วไปวิเคราะห์หาค่าไอโอดีน (ASTM, 1996) เพื่อหาอัตราส่วนของวัตถุดิบต่อเกลือแกงที่เหมาะสมต่อไป นอกจากนี้จะทำการหาค่าไอโอดีนของกากขี้แป้งที่ยังไม่ได้ทำการกระตุ้นด้วย

12) หาร้อยละของผลิตภัณฑ์ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้ (รูปที่ 3.2)

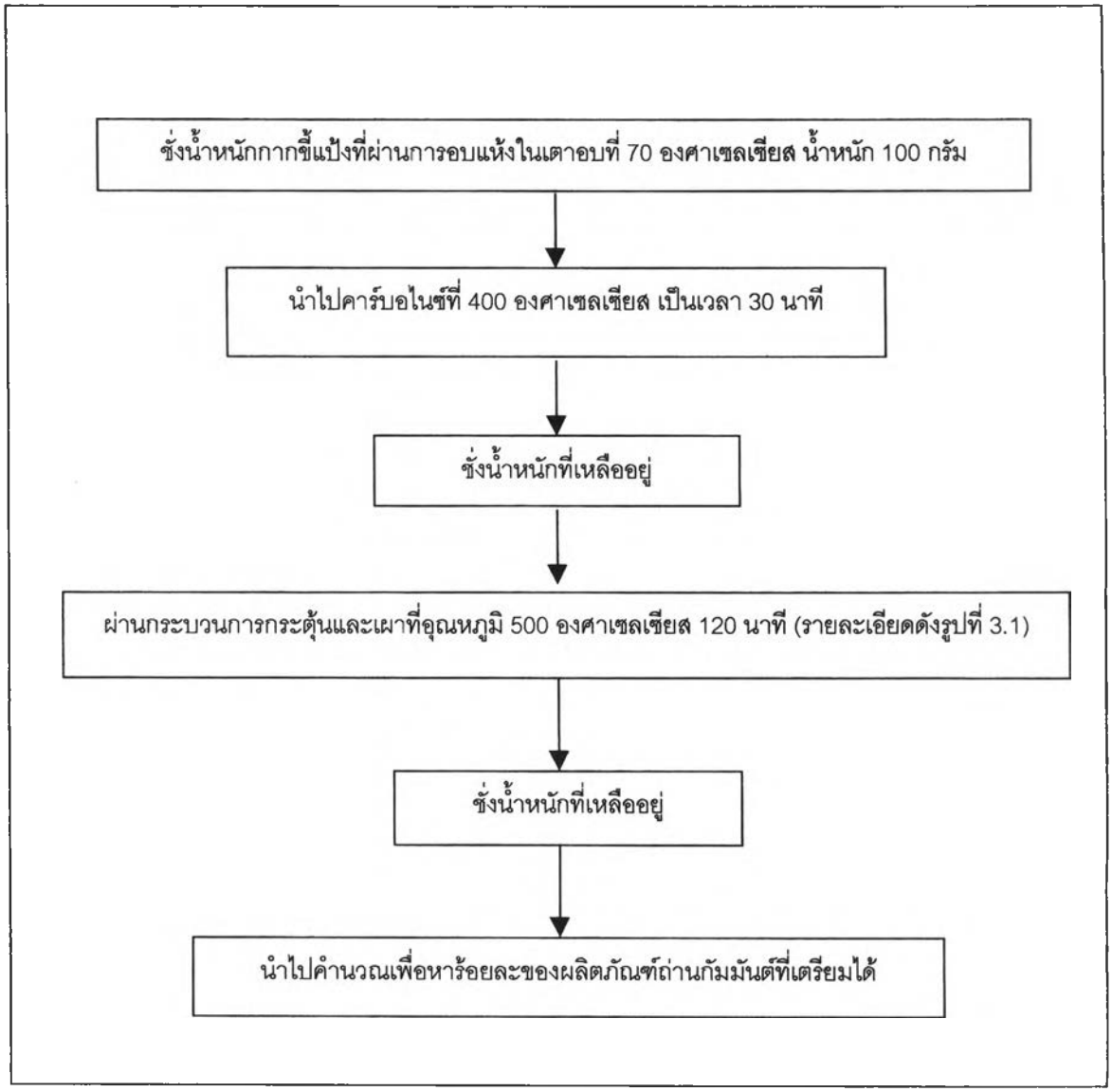
13) ศึกษาลักษณะทางกายภาพของถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้ดังต่อไปนี้

- พื้นที่ผิว (Surface area)
- ปริมาตรโพรง (Pore volume)
- ขนาดโพรงเฉลี่ย (Average pore size)

วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Specific Surface Area Analyzer ด้วยวิธี BET (Brunauer – Emmett - Teller) โดยการวัดปริมาณก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดเก็บไว้โดยถ่านกัมมันต์



รูปที่ 3.1 การเตรียมถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้ง



รูปที่ 3.2 การหาร้อยละของผลิตภัณฑ์ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้

3.2.2 การศึกษาความสามารถในการดูดติดผิวโดยการทดสอบไอโซเทอมการดูดติดผิวแบบฟรุนดลิช (Frundlich isotherm)

ศึกษาความสามารถในการดูดติดผิวตะกั่วและปรอทในน้ำเสียสังเคราะห์ของถ่านกัมมันต์ Calgon Filtrasorb 300 และถ่านขี้แป้ง โดยใช้การทดลองแบบไม่ต่อเนื่อง (Batch test) และศึกษา

ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดติดผิว ดังนี้ พีเอช ความเข้มข้นของโลหะหนัก และปริมาณถ่านกัมมันต์แล้วนำผลที่ได้มาเขียนไอโซเทอมการดูดติดผิวแบบฟรุนดลิช (Frundlich isotherm)

1) ผลของพีเอชต่อการดูดติดผิว

- นำน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ปรับพีเอชให้ เท่ากับ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 และ 9 ปริมาตร 100 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดชมพู่ ขนาด 250 ลบ.ซม. เติมผงถ่าน Calgon Filtrasorb 300 ปริมาณ 0.2 กรัม
- นำขวดไปเขย่าบนเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 200 รอบ / นาที เป็นเวลา 120 นาที
- แยกผงถ่านกัมมันต์ออกโดยการนำไปผ่านกระดาษกรอง แล้วนำน้ำเสียไปวัดปริมาณโลหะหนักที่เหลืออยู่ ทำการทดลองซ้ำ 3 ซ้ำ
- เปลี่ยนชนิดของน้ำเสียเป็นปรอทความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และตะกั่วความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร - ปรอทความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร แล้วทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น
- เปลี่ยนชนิดถ่านเป็นถ่านขี้แป้งแล้วทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น

2) ผลของความเข้มข้นของโลหะหนัก

- นำน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วที่ความเข้มข้นดังนี้ 10,15 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ปรับพีเอชให้เท่ากับค่าพีเอชที่เหมาะสมที่ได้จากขั้นตอนแรก ปริมาตร 100 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดชมพู่ ขนาด 250 ลบ.ซม. เติมผงถ่าน Calgon Filtrasorb 300 ปริมาณ 0.2 กรัม
- นำขวดไปเขย่าบนเครื่องเขย่าที่ความเร็ว 200 รอบ / นาที เป็นเวลา 120 นาที
- แยกผงถ่านกัมมันต์ออกโดยการนำไปผ่านกระดาษกรอง แล้วนำน้ำเสียไปวัดปริมาณโลหะหนักที่เหลืออยู่ ทำการทดลองซ้ำ 3 ซ้ำ
- เปลี่ยนชนิดของน้ำเสียเป็นปรอทความเข้มข้น 10, 15 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ แล้วทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น
- เปลี่ยนชนิดถ่านเป็นถ่านขี้แป้งแล้วทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น

3) ผลของปริมาณถ่านกัมมันต์

-นำน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วความเข้มข้นเท่ากับความเข้มข้นที่เหมาะสมที่ได้จากขั้นตอนข้างต้น ปรับพีเอชให้เท่ากับค่าพีเอชที่เหมาะสมที่ได้จากขั้นตอนแรก ปริมาตร 100 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดชมพู่ ขนาด 250 ลบ.ซม.

- เติมผงถ่านกัมมันต์ปริมาณ 0, 0.01, 0.02, 0.04, 0.10, 0.20 และ 0.40 กรัม
- นำขวดไปเขย่าบนเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 200 รอบ/นาที เป็นเวลา 120 นาที
- แยกผงถ่านกัมมันต์ออกโดยการนำไปผ่านกระดาษกรอง แล้วนำน้ำเสียไปวัดปริมาณโลหะหนักที่เหลืออยู่ ทำการทดลองซ้ำ 3 ซ้ำ
- เปลี่ยนชนิดของน้ำเสียเป็นปรอท แล้วทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น
- เปลี่ยนชนิดถ่านเป็นถ่านขี้แป้งแล้วทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น
- นำผลการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักที่เหลือมาเขียนสมการไอโซเทอมการดูดติดผิวแบบฟรุนดลิช (Frundlich isotherm)

3.2.3 **การศึกษาประสิทธิภาพการใช้งานของถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้งโดยการทดลองแบบต่อเนื่องในคอลัมน์** (Column test)

เนื่องจากถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นผงละเอียด และเพื่อการนำไปใช้งานในการทดสอบแบบต่อเนื่อง จึงได้เพิ่มขั้นตอนในการเพิ่มวัสดุเชื่อมประสาน (Binder) ในที่นี้เลือกใช้ดินเหนียว โดยมีขั้นตอนในการเตรียมเพิ่มเติมจากการเตรียมถ่านกัมมันต์จากกากขี้แป้งในขั้นตอน 3.2.1 ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น จะแบ่งการเตรียมเป็น 2 ส่วน คือ การเตรียมถ่านขี้แป้ง ซึ่งมีขั้นตอนเช่นเดียวกับ 3.2.1 ดังข้อที่ 1) – 7) และการเตรียมดินเหนียว ดังนี้ (รูปที่ 3.3)

การเตรียมถ่านขี้แป้ง

1) นำวัตถุดิบ คือ กากขี้แป้งมาอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
2) นำกากขี้แป้งมาตัดให้มีขนาดเล็กประมาณ 0.5 – 1 เซนติเมตร
3) นำกากขี้แป้งมาคาร์บอไนซ์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
4) นำถ่านที่เตรียมได้ในข้อ 3) มาล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่น
5) นำถ่านที่ได้มาแช่ในสารละลายอิ่มตัวของเกลือแกง (NaCl) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

6) กรองถ่านที่ได้จากข้อ 5) และนำไปผึ่งลมให้แห้ง

7) นำถ่านที่ได้จากข้อ 6) ไปคัดขนาดให้มีขนาด 270 เมช

การเตรียมดินเหนียว

1) นำดินเหนียวไปตากแดดให้แห้ง

2) นำไปบดให้มีขนาดเล็กแล้วนำไปคัดขนาดให้มีขนาด 100 เมช

การเตรียมถ่านกัมมันต์แบบเม็ด (Granul Activated carbon)

1) นำถ่านและดินที่เตรียมได้มาผสมกันที่อัตราส่วนโดยน้ำหนัก ดังนี้ คือ น้ำหนักถ่าน : น้ำหนักดิน เป็น 70 : 30, 60 : 40, 50 : 50 และ 40 : 60

2) นำไปอัดเม็ดโดยใช้เครื่องอัดเม็ด

3) นำถ่านที่ได้จากข้อ 6) เข้าสู่กระบวนการกระตุ้นโดยการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การเผาจะทำการเผาในหม้อดินเผาที่ปิดฝาเพื่อให้อยู่ในสภาวะที่ไม่มีก๊าซออกซิเจน

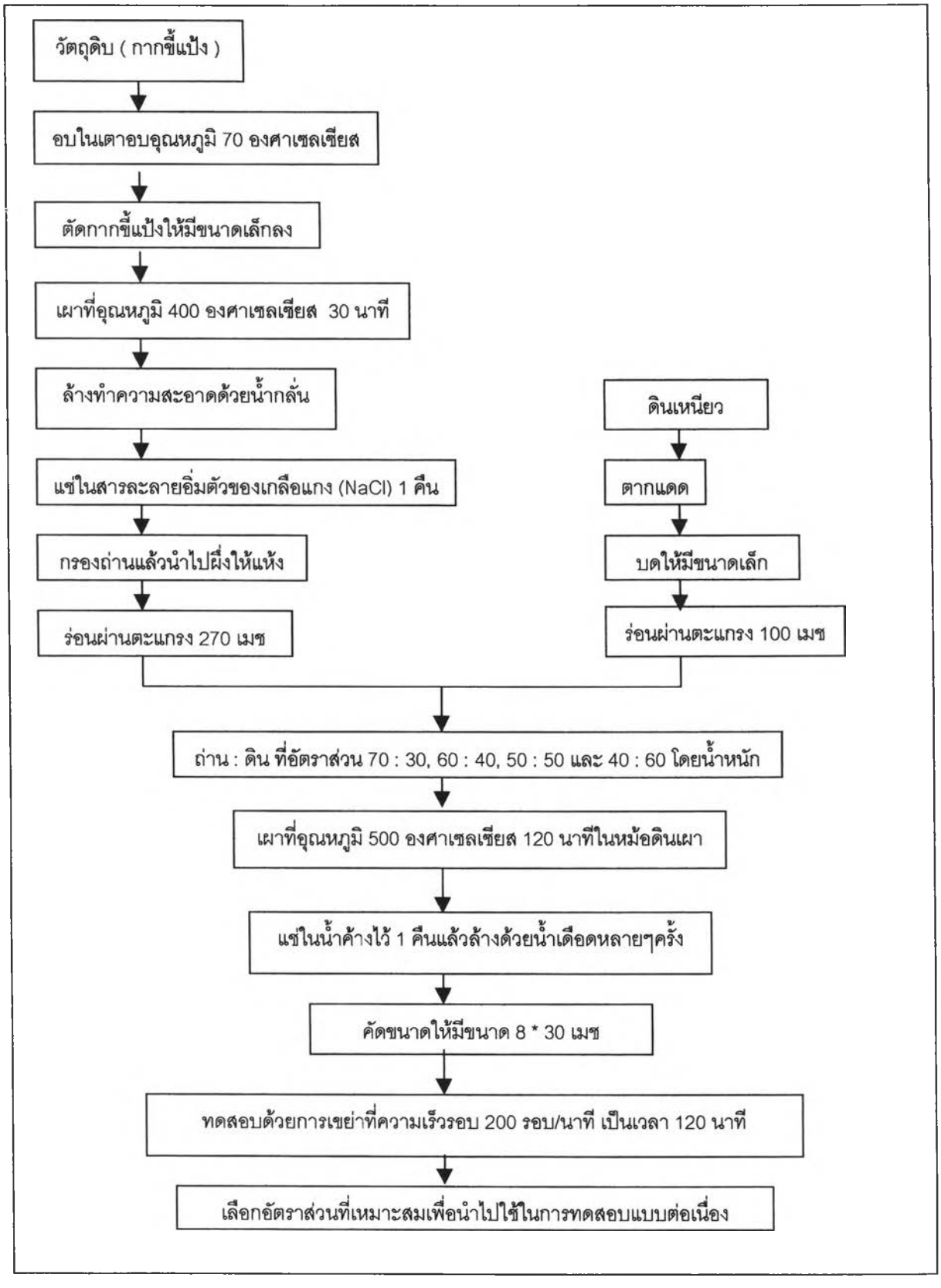
4) หลังจากการเผา นำถ่านกัมมันต์ที่ได้มาแช่น้ำค้างคืนไว้ 1 คืน แล้วนำมาล้างด้วยน้ำเดือดหลายๆครั้ง เพื่อล้างเกลือแกงที่เหลือจากการเผาและติดค้างอยู่บนวัตถุดิบจนหมด

5) นำถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้มาคัดขนาดให้มีขนาดระหว่าง 8 * 30 เมช

6) แล้วนำไปทดสอบด้วยการเขย่าบนเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 200 รอบ/นาที เป็นเวลา 120 นาที

7) เลือกอัตราส่วนที่เหมาะสมของน้ำหนักถ่าน : น้ำหนักดิน ในการอัดเม็ดโดยดูจากการละลายของถ่านแบบเม็ด

8) นำถ่านที่เตรียมได้ไปใช้ในการทดสอบแบบต่อเนื่อง



รูปที่ 3.3 การเตรียมถ่านกัมมันต์แบบเม็ด

การทดสอบประสิทธิภาพการดูดติดผิวตะกั่วและปรอทในน้ำเสียสังเคราะห์โดยทำการทดลองแบบต่อเนื่องในคอลัมน์มีขั้นตอน ดังนี้

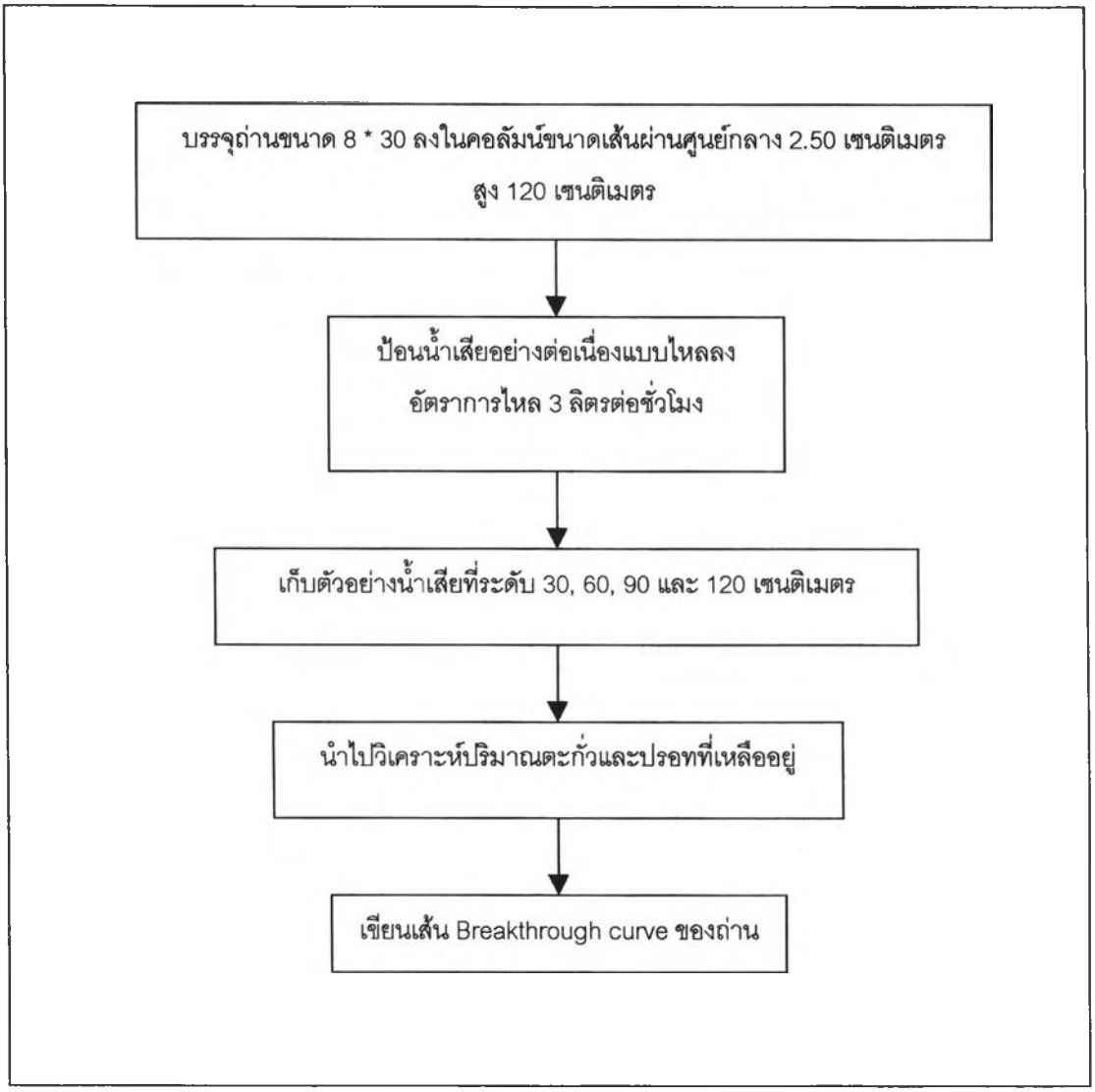
1) นำถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้มาคัดขนาดให้อยู่ในช่วง 8*30 เมช คือ สามารถร่อนผ่านตะแกรงมาตรฐานขนาด 8 เมช และค้างอยู่บนตะแกรงมาตรฐานขนาด 30 เมช

2) บรรจุถ่านลงในคอลัมน์ที่เป็นท่ออะไคริกแบบใส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.50 เซนติเมตร สูง 120 เซนติเมตร และมีการเจาะรูเพื่อเก็บตัวอย่างน้ำเสียระดับความลึกของชั้นถ่านที่ 30, 60, 90 และ 120 เซนติเมตร

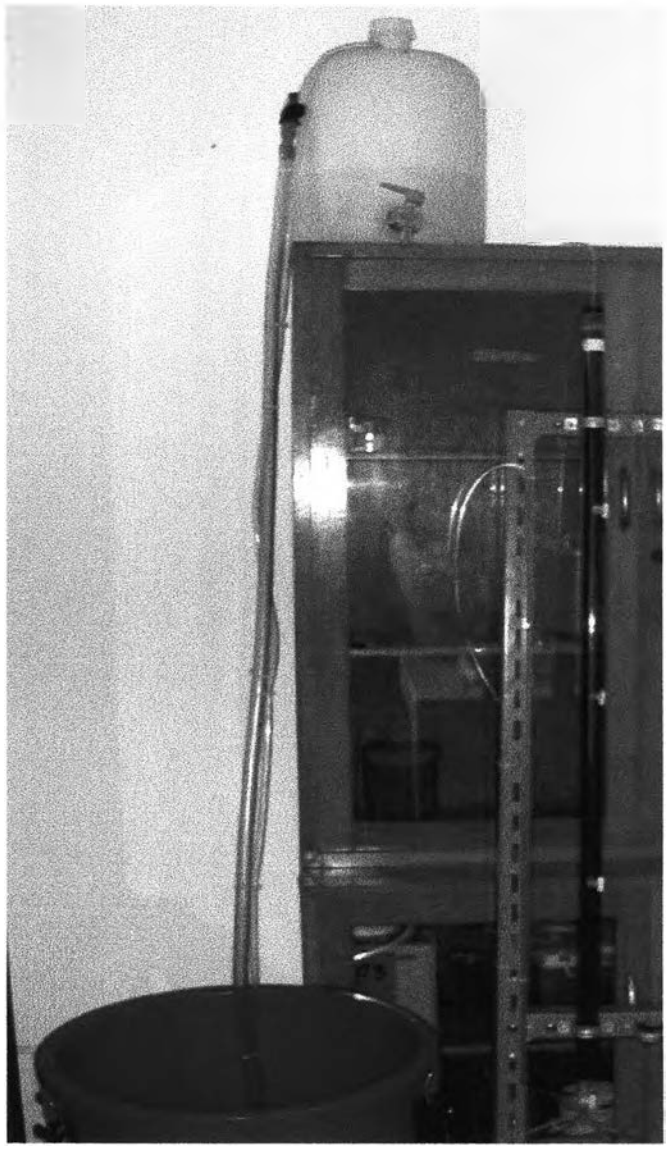
3) ทำการป้อนน้ำเสียที่มีตะกั่วและปรอทความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เข้าสู่คอลัมน์อย่างต่อเนื่องแบบไหลลง (Down flow) โดยควบคุมอัตราการไหลที่ 3 ลิตรต่อชั่วโมง

4) เก็บตัวอย่างน้ำเสียที่ระดับความลึกของถ่าน 30, 60, 90 และ120 เซนติเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วและปรอทที่เหลือ

5) นำค่าวิเคราะห์ความเข้มข้นของตะกั่วและปรอทที่เหลืออยู่มาสร้าง Breakthrough curve ตามขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ขั้นตอนการทดลองการทดสอบประสิทธิภาพถ่านโดยใช้การทดลองแบบต่อเนื่อง



รูปที่ 3.5 คอลัมน์สำหรับการทดลองแบบต่อเนื่อง

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.3.1 อุปกรณ์สำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์

1) ตู้อบความร้อน : WTB Binder. Germany
2) เตาเผา : Valcan box furnace รุ่น 3-1750. USA
3) ภาชนะดินเผาพร้อมฝาปิด

4) ชุดกรองสุญญากาศ

5) โถป้องกันความชื้น (Desiccator)

6) ตะแกรงมาตรฐาน เบอร์ 8, 30, และ 325

3.3.2 อุปกรณ์สำหรับทดลองในห้องปฏิบัติการ

1) เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง : AND HM-300 Japan

2) เครื่องเขย่า (Shaker) ยี่ห้อ K รุ่น VRN-360

3) เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง : Desktop pH meter PHL-20, DKK Corporation. Japan

4) กระดาษกรอง Whatman No. 42

5) ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการอื่นๆ

3.3.3 อุปกรณ์วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของถ่านกัมมันต์

1) กล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอน : Scanning Electron Microscope (SEM) JEOL, 5800LV Scanning Microscope. Japan]

2) เครื่องวัดพื้นที่ผิว : Specific Surface Area Analyzer, ASAP 2000. Germany

3.3.4 อุปกรณ์ในการวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนัก

1) เครื่อง Atomic Adsorption Spectophotometer (AAS) : Perkin Elmer Instrument, Analyst 300 Atomic Adsorption Spectophotometer. USA

3.3.5 อุปกรณ์ในการทดลองแบบต่อเนื่อง (Column test)

1) ท่ออะไครีกใส เส้นผ่านศูนย์กลาง 2.50 เซนติเมตร สูง 120 เซนติเมตร

2) สายยาง

3) ถังเก็บน้ำ

4) ปั๊มน้ำ