บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สถานที่ทำวิจัย

การทดลองในงานวิจัยครั้งนี้ กระทำที่ห้องปฏิบัติการวิจัย ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และห้องปฏิบัติการ ฝ่ายควบคุมคุณภาพ บริษัทกระจกไทยอาซาฮีจำกัด (มหาชน) โรงงานสมุทรปราการ และ ห้องปฏิบัติการแผนกปฏิบัติการ บริษัทกระจกไทยอาซาฮีจำกัด (มหาชน) โรงงานชลบุรี

3.2 แผนการทดลอง

การวิจัยนี้เป็นการทดลองเบื้องต้น เพื่อศึกษาถึงความสามารถในการดูดติดผิวโลหะหนักด้วยกากตะกรันจากการหลอมเหล็ก โดยโลหะหนักที่ศึกษาคือ ตะกั่วและซีเลเนียม ซึ่งการวิจัยแบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วนด้วยกันคือ

ส่วนที่ 1 ศึกษาตัวกากตะกรัน โดยศึกษาลักษณะทางกายภาพ และองค์ประกอบทางเคมีของกากตะกรันจากการหลอมเหล็ก

ส่วนที่ 2 เป็นการศึกษาถึงความสามารถในการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมของกากตะกรัน โดยทำการทดลองแบบแบตช์ (Batch System) เพื่อศึกษาถึงปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการดูดติดผิวและหาปัจจัยที่เหมาะสมต่อการดูดติดผิว พร้อมทั้งหาไอโซเทอม (Adsorption Isotherm) ของการดูดติดผิว โดยการทดลองกับน้ำเสียสังเคราะห์

ส่วนที่3 เป็นการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในคอลัมน์การดูดติดผิว (Adsorptive Column) ซึ่งมีการป้อนน้ำเสียเข้าอย่างต่อเนื่อง

3.3 การเตรียมการทดลอง

3.3.1 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์

น้ำเสียสังเคราะห์สำหรับตะกั่ว เตรียมได้จาก นำตะกั่วไนเตรท ($Pb(NO_3)_2$) ผสมกับน้ำที่ผ่านกระบวนการออสโมซีสแบบย้อนกลับ(RO) โดยขั้นแรกเตรียมสารละลายมาตรฐานตะกั่ว 1000 PPM (1 ml = 1 mg Lead) โดยละลายนำ ตะกั่วไนเตรท($Pb(NO_3)_2$) 1.5999 กรัม ในกรดไนตริก (HNO_3,Sp.Gr. 1.42) 10 ml เติมน้ำให้ได้ 1 ลิตร ได้สารจากนั้น ค่อยนำสารละลายมาตรฐานมาเจือจางให้ได้ความเข้มข้นตามต้องการ

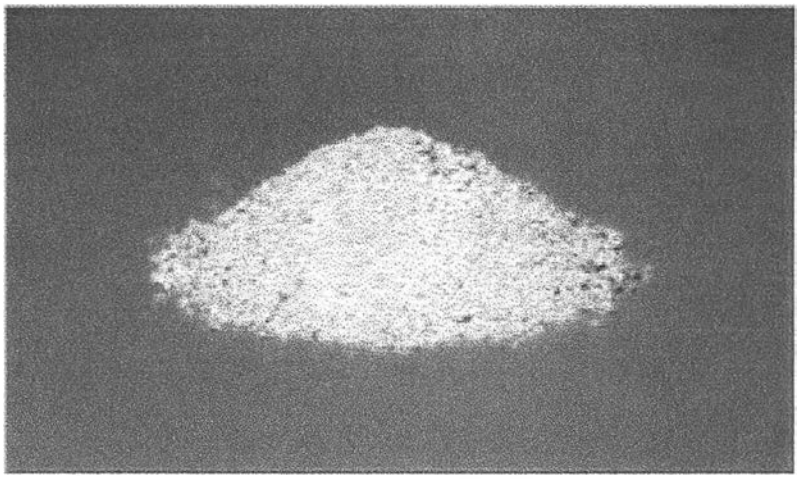
น้ำเสียสังเคราะห์สำหรับซีเลเนียม เตรียมได้จาก นำโซเดียมซีเลไนท์เพนตะไฮเดรท ($Na_2SeO_3.5H_2O$) ผสมกันน้ำที่ผ่านกระบวนการออสโมซีสแบบย้อนกลับ(RO) โดยขั้นแรกเตรียมสารละลายมาตราฐานซีเลเนียม 1000 PPM (1 ml = 1 mg Se) โดยละลาย โซเดียมซีเลไนท์เพนตะไฮเดรท($Na_2SeO_3.5H_2O$) 3.3291 กรัม ในกรดไฮโดรคลอริก (HCl ,Sp.Gr. 1.19) 10 ml เติมน้ำให้ได้ 1 ลิตร จากนั้น ค่อยนำสารละลายมาตรฐานมาเจือจางให้ได้ความเข้มข้นตามต้องการ

3.3.2 การเตรียมตัวกลาง

ในการทดลองนี้ ใช้ตัวกลางเป็นกากตะกรันจากการหลอมเหล็ก (Blast Furnace Slag) โดยเลือกใช้ตัวกลางขนาดระหว่าง Mesh 50 ถึง Mesh 70 (ขนาด 212-300 ไมครอน) เนื่องจากขนาดดังกล่าว เป็นขนาดส่วนใหญ่ของกากตะกรัน Dimitrova(1998) กล่าวว่าผลของขนาดอนุภาคเล็กจะมีประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วดีกว่าขนาดอนุภาคใหญ่ ดังนั้นจึงเลือกขนาดดังกล่าวและเพื่อจำกัดผลของขนาดอนุภาคต่อประสิทธิภาพการกำจัดโลหะหนัก ตัวอย่างกากตะกรันแสดงดังรูป 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงการกระจายตัวขนาดอนุภาคของกากตะกรันจากการหลอมเหล็กจากเครื่อง

Mesh	Diameter(Micron)	Weight Percent
35	500	15
50	300	18
70	212	21
80	180	6
100	150	6
140	106	12
Over 140	<106	22



รูปที่ 3.1 แสดงกากตะกรันจากการหลอมเหล็กที่ใช้ในการทดลอง

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

ส่วนที่ 1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพ (Physical Properties) และองค์ประกอบทางเคมี (Chemical Properties) ของกากตะกรันจากการหลอมเหล็ก

ก. การศึกษารูปร่างและลักษณะของกากตะกรัน

1. ศึกษาพื้นที่ผิวของการตะกรัน โดยใช้เครื่อง ASAP200 ที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2. ศึกษารูปร่างของลักษณะของกากตะกรัน โดยใช้เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กโตรไมโครสโคบ (Scaning Electron Microscope,(SEM)) ที่ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ข. การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของกากตะกรัน โดยใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer ห้องปฏิบัติการ แผนกปฏิบัติ บริษัทกระจกไทยอาซาฮี จำกัด,(มหาชน) โรงงานชลบุรี

ส่วนที่ 2 การศึกษาความสามารถในการดูดติดผิวของกากตะกรันต่อตะกั่วและซีเลเนียม โดยการทดลองแบบแบตช์ (Batch System)

ก. การหาเวลาที่เหมาะสมต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียม การหาเวลาที่ใช้ในการทดลอง(Equilibrium Time) ในการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมมีขั้นตอนการทดลองดังต่อไปนี้

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีความเข้มข้นของตะกั่วและซีเลเนียม 10 มก./ล จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วและซีเลเนียม
2. ปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาณ 50 มล. เติมกากตะกรันปริมาณ 3 % น้ำหนักต่อปริมาตร
3. นำไปเขย่าด้วย เครื่องเขย่า (Shaker) ที่ 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง
4. เก็บตัวอย่างน้ำทุก ๆ 1 ชั่วโมง ในช่วง 6 ชั่วโมงแรก หลังจากนั้น เก็บตัวอย่างทุก 6 ชั่วโมง จนครบ 48 ชั่วโมง
5. แยกกากตะกรันออก โดยกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน 0.45 ไมครอน เอาเฉพาะน้ำใส
6. นำน้ำใสไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีเลเนียม โดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตโฟโตมิเตอร์ (Atomics Adsorption Spectrophotometer)

ข. การศึกษาผลกระทบของพีเอช (pH) ต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมของกากตะกรัน มีขั้นตอนในการทำงานดังต่อไปนี้

1.เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีความเข้มข้นของตะกั่วและซีเลเนียม 10 มก./ล จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วและซีเลเนียม
2. ปรับพีเอชตั้งแต่ 3-8 สำหรับตะกั่ว และ 3-9 สำหรับซีเลเนียม ด้วยกรดไนตริก หรือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

3. ปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 มล. เติมกากตะกรัน 3% น้ำหนักต่อปริมาตร

4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ 125 รอบต่อนาที อุณหภูมิห้อง ระยะเวลาในการเขย่าจะได้จากการทดลอง ก. (Equilibrium Time)

5. แยกกากตะกรันออก โดยกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน 0.45 ไมครอน เอาเฉพาะน้ำใส

6. นำน้ำใสไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีเลเนียม โดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่น สเปกโตโฟโตมิเตอร์

ค.การศึกษาผลของปริมาณเริ่มต้นของกากตะกรันต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในน้ำเสียสังเคราะห์และศึกษาไอโซเทอมของการดูดติดผิวของกากตะกรันต่อตะกั่วและซีเลเนียม

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีความเข้มข้นของตะกั่วและซีเลเนียม 10 มก./ล จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วและซีเลเนียม

2. ปรับพีเอชตั้งแต่ 5-8 สำหรับตะกั่ว(นำผลจากการทดลอง ข.มาหาช่วงพีเอชที่เหมาะสมในการกำหนดช่วงพีเอชในการทดลอง ค.) และ 3-8 สำหรับซีเลเนียม ด้วยกรดไนตริก หรือ โซเดียมไฮดรอกไซด์

3 . ปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 มล. เติมกากตะกรัน 1%,2%,3% และ 4% น้ำหนักต่อปริมาตร

4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ 125 รอบต่อนาที อุณหภูมิห้อง ระยะเวลาในการเขย่าจะได้จากการทดลอง ก. (Equilibrium Time)

5. แยกกากตะกรันออก โดยกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน 0.45 ไมครอน เอาเฉพาะน้ำใส

6. นำน้ำใสไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีเลเนียมโดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตโฟโตมิเตอร์

ง. การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้นของตะกั่วและซีเลเนียมต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในน้ำเสียสังเคราะห์และศึกษาไอโซเทอมของการดูดติดผิวของกากตะกรันต่อตะกั่วและซีเลเนียม

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ที่มีความเข้มข้นของตะกั่วและซีเลเนียม 2,5,7,10 ,มก./ล จากสารละลายมาตรฐานตะกั่วและซีเลเนียม
2. ปรับพีเอชตั้งแต่ 5-8 สำหรับตะกั่ว(นำผลจากการทดลอง ข.มาหาช่วงพีเอชที่เหมาะสมในการกำหนดช่วงพีเอชในการทดลอง ค.) และ 3-9 สำหรับซีเลเนียม ด้วยกรดไนตริก หรือ โซเดียมไฮดรอกไซด์
3. ปิเปตน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 มล. เติมกากตะกรัน,3% น้ำหนักต่อปริมาตร
4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ 125 รอบต่อนาที อุณหภูมิห้อง ระยะเวลาในการเขย่าจะได้จากการทดลอง ก. (Equilibrium Time)
5. แยกกากตะกรันออก โดยกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน 0.45 ไมครอน เอาเฉพาะน้ำใส
6. นำน้ำใสไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีเลเนียม โดยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่น สเปกโตโฟโตมิเตอร์

ส่วนที่ 3 การศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในคอลัมน์การดูดติดผิว (Adsorptive Column) ซึ่งมีการป้อนน้ำเสียเข้าอย่างต่อเนื่อง

ในการศึกษาใช้คอลัมน์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 18 มิลลิเมตร ภายในบรรจุกากตะกรันจากการหลอมเหล็กสูง 5 เท่าของเส้นผ่าศูนย์กลาง (90 มม.) กำหนดอัตราไหลเท่ากับ 20 เท่าของปริมาตรกากตะกรัน ต่อชม. (20 BV/Hr) โดยกำหนดความเข้มข้นเริ่มต้น ของตะกั่วและซีเลเนียมที่ 10 มก./ล. โดยจะทดลองปรับเปลี่ยนค่าพีเอช 2 ค่า คือ พีเอช 5 และ พีเอช 7 เพื่อหาความสามารถในการกำจัด (Adsorption Capacity) สำหรับการบำบัดแบบคอลัมน์

3.5 ตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

การหาเวลาที่เหมาะสมต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียม การหาเวลาที่ใช้ในการทดลอง (Equilibrium Time) ในการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียม

ตัวแปรอิสระ	ตัวแปรคงที่	ตัวแปรตาม
เวลาสัมผัส (Equilibrium time)	ปริมาณกากตะกรัน ความเข้มข้นเริ่มต้น รอบการเขย่า อุณหภูมิ ขนาดของกากตะกรัน พีเอช	ปริมาณตะกั่วและซีเลเนียมที่เหลืออยู่

การศึกษาผลกระทบของพีเอช (pH) ต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมของกากตะกรัน

ตัวแปรอิสระ	ตัวแปรคงที่	ตัวแปรตาม
พีเอช	ปริมาณกากตะกรัน ความเข้มข้นเริ่มต้น รอบการเขย่า อุณหภูมิ ขนาดของกากตะกรัน เวลาสัมผัส	ปริมาณตะกั่วและซีเลเนียมที่เหลืออยู่

การศึกษาผลของปริมาณเริ่มต้นของกากตะกรันต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในน้ำเสียสังเคราะห์และศึกษาไอโซเทอมของการดูดติดผิวของกากตะกรันต่อตะกั่วและซีเลเนียม

ตัวแปรอิสระ	ตัวแปรคงที่	ตัวแปรตาม
ปริมาณกากตะกรัน	พีเอช ความเข้มข้นเริ่มต้น รอบการเขย่า อุณหภูมิ ขนาดของกากตะกรัน เวลาสัมผัส	ปริมาณตะกั่วและซีเลเนียมที่เหลืออยู่

การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้น ของตะกั่วและซีเลเนียม ต่อการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในน้ำเสียสังเคราะห์ และศึกษาไอโซเทอมของการดูดติดผิว ของกากตะกรันต่อตะกั่วและซีเลเนียม

ตัวแปรอิสระ	ตัวแปรคงที่	ตัวแปรตาม
ความเข้มข้นเริ่มต้น	พีเอช ปริมาณกากตะกรัน รอบการเขย่า อุณหภูมิ ขนาดของกากตะกรัน เวลาสัมผัส	ปริมาณตะกั่วและซีเลเนียมที่เหลืออยู่

การศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดตะกั่วและซีเลเนียมในคอลัมน์การดูดติดผิว (Adsorptive Column) ซึ่งมีการป้อนน้ำเสียเข้าอย่างต่อเนื่อง

ตัวแปรอิสระ	ตัวแปรคงที่	ตัวแปรตาม
พีเอช	ความเข้มข้นเริ่มต้นของตะกั่วและซีเลเนียม อุณหภูมิ ขนาดของกากตะกรัน อัตราการไหล ขนาดคอลัมน์ ความสูงเบด(กากตะกรัน)	ปริมาณตะกั่วและซีเลเนียมที่เหลืออยู่

3.6 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ในการทดลอง

1.เครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตโฟโตมิเตอร์ (Atomic Adsorption Spectrophotometer, AAS) รุ่น spectra Aa.10 plus.ของ Varian

2. เครื่องสแกนนิ่ง อิเล็กตรอน ไมโครสโคป (Scanning Electron Microscopes,SEM) รุ่น JSM-35 CF ของ JEOL

3. เครื่อง X-Ray Diffraction Spectrophotometer.รุ่น JDX 8030 ของ JEOL

4. เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Accelerated Surface Area and Porosimetry System) รุ่น ASAP-2000 ของ ASAP

5. เครื่องเขย่า (Shaker Machine) รุ่น HS501 digital ของ IKA Labortechnik

6. คอลัมน์แก้ว ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 18 มม. สูง 500 มม.

7. เครื่องวัดพีเอช รุ่น pH level1 Ser-Nr 00290004 ของ Inolab

8. เครื่องชั่งสารน้ำหนักแบบละเอียด

9. กรวยบุกเนอร์

10 อุปกรณ์กรองสุญญากาศ

11.แผ่นกระดาษกรองวอทแมนเบอร์ 40

12.เครื่องแก้วสำหรับห้องปฏิบัติการ

3.7 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้เป็นสารเคมีรีเอเจนต์เกรด โดยมีสารเคมีที่ใช้ดังนี้

1. กากตะกรันจากการหลอมเหล็ก
2. ตะกั่วไนเตรท ($Pb(NO_3)_2$)
3. โซเดียมซีเลไนท์ (Na_2SeO_3)
4. โซเดียมโบโรไฮไดร์ ($NaBH_4$)
5. โซเดียมอะซิเตท (CH_3COONa)
6. กรดไนตริก (HNO_3)
7. กรดไฮโดรคลอริก(HCl)
8. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
9. สารละลายตะกั่วมาตรฐาน
10. สารละลายซีเลเนียมมาตรฐาน