

บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

3.1.1 เตรียมดินลูกรังให้พร้อมใช้งาน โดยให้เม็ดดินมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5-2 มิลลิเมตร และวิเคราะห์หาลักษณะสมบัติของดินลูกรัง

3.1.2 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะหนัก ได้แก่ ตะกั่ว ทองแดง และสังกะสี ในน้ำเสียสังเคราะห์

3.1.3 เปรียบเทียบประสิทธิภาพของดินลูกรังในการกำจัดโลหะหนักแต่ละชนิด

3.2 วัสดุดิบและสารเคมี

3.2.1 ดินลูกรัง

ดินลูกรังที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้ นำมาจากเหมืองดินลูกรังแห่งหนึ่งในอำเภอฟุแค จังหวัดสระบุรี เป็นดินส่วนที่ได้จากการขุดตั้งแต่หน้าดินจนถึงระดับที่ลึกลงไปจากหน้าดินประมาณ 60-80 เซนติเมตร แล้วแยกเอาส่วนหน้าดินออกไป ดินส่วนที่เหลือจะนำไปผสมรวมกันเป็นกองภายในลานตากดินแบบมีหลังคาคล้ายโรงเก็บแบบเปิดหลังจากการขุด ซึ่งเป็นการตากดินให้แห้งและรอกการขนย้ายดินออกไป ดังแสดงในภาคผนวก ก ภาพที่ ก-1

3.2.2 สารเคมี

สารเคมี	คุณสมบัติ	บริษัท
1. Copper (II) nitrate ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$)	Standard Solution Analytical Reagent Grade	BDH
2. Lead (II) nitrate ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$)	Standard Solution Analytical Reagent Grade	BDH
3. Zinc nitrate ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$)	Standard Solution Analytical Reagent Grade	BDH

สารเคมี	คุณสมบัติ	บริษัท
4. Nitric acid 65% (HNO ₃)	Analytical Reagent Grade	Merck
5. Sodium hydroxide (NaOH)	Analytical Reagent Grade	Merck
6. Sodium nitrate (NaNO ₃)	Analytical Reagent Grade	CARLO ERBA

3.3 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือในการวิจัย	ยี่ห้อ : รุ่น
1. เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียด 2 ตำแหน่ง	Mettler : PJ 3600 DeltaRange
2. เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง	Oertling
3. เครื่องเขย่า (Shaker)	Yamato : SA-31
4. เครื่องวัดความเป็นกรดเป็นด่าง (pH meter)	ORION : 710A/digital IONALYZER
5. อะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer : AAS)	Varian : Spectr AA- 10 Plus
6. เอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (X-Ray Fluorescence Spectrometer)	Philips : PW 2400
7. เครื่องวัดพื้นที่ผิวสัมผัส (BET)	Micromeritics : SAP 2000
8. อิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope : SEM)	JEOL : JSM-5800LV
9. ตะแกรงร่อนขนาด 0.5 และ 2 มิลลิเมตร	ENDECOTTS
10. กระดาษกรองเบอร์ 1	Whatman
11. อุปกรณ์อื่น ๆ เช่น ขวดพลาสติกมีฝาปิด, เครื่องแก้ว และลูกยาง เป็นต้น	

3.4 การดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การวางแผนการทดลอง

การวิจัยครั้งนี้ได้เลือกตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.1 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว ทองแดง และสังกะสีในน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยดินลูกรัง

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ตัวแปร	ช่วงที่ทำการศึกษา
1. เวลาสัมผัส	2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง
2. ปริมาณดินลูกรัง	0.25, 0.50, 1.00, 2.00 และ 3.00 กรัม
3. ความเป็นกรดเป็นด่าง (พีเอช)	3-9
4. ความเข้มข้นของสารละลายโลหะหนัก	5, 10, 25, 50 และ 100 พีพีเอ็ม (ส่วนในล้านส่วน)

3.4.2 การเตรียมดินลูกรัง

เก็บตัวอย่างดินโดยสุ่มตัวอย่างจากหลาย ๆ จุด นำมาผึ่งลมให้แห้ง (Air dry) ต่ำ แล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาด 2 มิลลิเมตร และ 0.5 มิลลิเมตรตามลำดับ ดินลูกรังขนาดที่นำมาใช้ในงานวิจัยเป็นส่วนที่ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 2 มิลลิเมตร แต่ติดค้างอยู่บนตะแกรงขนาด 0.5 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของดินลูกรังตามพารามิเตอร์ที่กำหนด ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 การวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของดินลูกรังที่ใช้ในการทดลอง

ลักษณะสมบัติ	วิธีวิเคราะห์
1. องค์ประกอบของดิน	X-Ray Fluorescence Spectrometry
2. ความเป็นกรดเป็นด่าง (pH)	pH meter (ดิน:น้ำ = 1:1)
3. ความจุแลกเปลี่ยนแคตไอออน (Cation Exchange Capacity , CEC)	Ammonium saturation method
4. พื้นที่ผิวสัมผัส (Surface area)	BET (Brunauer, Emmett, and Teller)
5. ขนาดโพรง (Pore size)	BET (Brunauer, Emmett, and Teller)
6. ลักษณะของผิวสัมผัสและรูพรุน	Scanning Electron Microscope

3.4.3 การเตรียมการทดลอง

1. สารละลายตะกั่วที่ความเข้มข้น 5, 10, 25, 50 และ 100 พีพีเอ็ม (ส่วนในล้านส่วน) เตรียมขึ้นโดยนำสารละลายมาตรฐานของตะกั่วความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร มาเตรียมให้ได้สารละลายตะกั่วความเข้มข้นที่ต้องการโดยการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโซเดียมไนเตรทความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร

2. สารละลายทองแดงที่ความเข้มข้น 5, 10, 25, 50 และ 100 พีพีเอ็ม (ส่วนในล้านส่วน) เตรียมขึ้นโดยนำสารละลายมาตรฐานของทองแดงความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร มาเตรียมให้ได้สารละลายทองแดงความเข้มข้นที่ต้องการโดยการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโซเดียมไนเตรทความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร

3. สารละลายสังกะสีที่ความเข้มข้น 5, 10, 25, 50 และ 100 พีพีเอ็ม (ส่วนในล้านส่วน) เตรียมขึ้นโดยนำสารละลายมาตรฐานของสังกะสีความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร มาเตรียมให้ได้สารละลายสังกะสีความเข้มข้นที่ต้องการโดยการปรับปริมาตรด้วยสารละลายโซเดียมไนเตรทความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร

4. สารละลายโซเดียมไนเตรท 0.05 โมลต่อลิตร : ชั่งโซเดียมไนเตรทหนัก 4.2494 กรัม นำไปละลายและปรับปริมาตรให้ได้ 1,000 มิลลิตรด้วยน้ำกลั่น

5. กรดไนตริกความเข้มข้น 0.01, 0.1, 0.5 และ 1 นอร์มัล : เตรียมกรดไนตริก 1 นอร์มัล โดยตวงกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 14 มิลลิตร ปรับปริมาตรเป็น 200 มิลลิตรด้วยน้ำกลั่น จากนั้นจึงเตรียมกรดไนตริก 0.01, 0.1 และ 0.5 นอร์มัล โดยใช้กรดไนตริก 1 นอร์มัล เป็นสารตั้งต้น นำไปเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้นที่ต้องการ

6. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.01, 0.1, 0.5 และ 1 นอร์มัล : เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัล โดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4 กรัม ผสมน้ำกลั่น ปริมาตร 100 มิลลิตร จากนั้นจึงเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.01, 0.1 และ 0.5 นอร์มัล โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 นอร์มัลเป็นสารตั้งต้น นำไปเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้นที่ต้องการ

3.4.4 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้ดินลูกรังกำจัดโลหะหนัก

งานวิจัยนี้มีการออกแบบการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดูดซับตะกั่ว ทองแดง และสังกะสี ในสารละลายซึ่งใช้เป็นน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยดินลูกรัง สารละลายโลหะหนักที่ใช้จะมีโลหะหนักเพียงชนิดเดียวประกอบอยู่ ซึ่งไม่ใช้น้ำเสียที่มีไอออนของโลหะหนักตั้งแต่สองชนิดขึ้นไป โดยตลอดการทดลองจะทำการปรับค่าไอออนิกสเตรงธ์ (Ionic strength) ของ

สารละลายโลหะหนักที่ใช้เป็นน้ำเสียสังเคราะห์ด้วยสารละลายโซเดียมไนเตรทความเข้มข้น 0.05 โมล (0.05 M NaNO₃) การทดลองมีขั้นตอนต่าง ๆ ดังนี้

1. การศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่เหมาะสมต่อการกำจัดโลหะหนักด้วยดินลูกรัง

การทดลองในขั้นนี้มีการเลือกเวลาสัมผัสที่ใช้ศึกษาคือ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง และมีตัวแปรอื่น ๆ ที่ควบคุมให้คงที่คือ

- ดินลูกรังหนัก 1 กรัม
- น้ำเสียสังเคราะห์มีโลหะหนักความเข้มข้น 50 พีพีเอ็ม
- น้ำเสียสังเคราะห์มีค่าพีเอช 6

ดำเนินการทดลองโดย เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะหนักความเข้มข้น 50 พีพีเอ็ม ค่าพีเอช 6 และไอออนิกสเตรนจ์ 0.05 โมล ซึ่งดินลูกรังหนัก 1.00 กรัมใส่ในขวดทดลอง จากนั้นเติมน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 25 มิลลิลิตรลงในขวดทดลองที่ซึ่งดินลูกรังไว้แล้ว ปิดฝาขวด แล้วนำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าโดยใช้เวลาสัมผัส 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง แล้วจึงกรองเพื่อแยกดินลูกรังออกด้วยกระดาษกรอง จากนั้นนำสารละลายส่วนใสที่ได้ไปวัดปริมาณโลหะหนักที่เหลืออยู่ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อนำไปคำนวณค่าความสามารถในการดูดซับของดินลูกรัง และคำนวณเปอร์เซ็นต์การกำจัดโลหะหนัก (% removal) หรือประสิทธิภาพการกำจัดโลหะหนัก ดังนี้

$$\% \text{ removal} = \frac{(\text{Initial concentration} - \text{Final concentration}) \times 100}{\text{Initial concentration}}$$

% removal = ประสิทธิภาพการกำจัดโลหะหนัก (เปอร์เซ็นต์)

Initial concentration = ความเข้มข้นเริ่มต้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์ก่อนการดูดซับด้วยดินลูกรัง (พีพีเอ็ม)

Final concentration = ความเข้มข้นของโลหะหนักที่เหลืออยู่ในน้ำเสียสังเคราะห์หลังการดูดซับด้วยดินลูกรัง (พีพีเอ็ม)

2. การศึกษาปริมาณดินลูกรังที่เหมาะสมต่อการกำจัดโลหะหนักด้วยดินลูกรัง

การทดลองในขั้นนี้มีการเลือกปริมาณดินที่ใช้ศึกษาคือ 0.25, 0.50, 1.00, 2.00 และ 3.00 กรัม และมีตัวแปรอื่น ๆ ที่ควบคุมให้คงที่คือ

- เวลาสัมผัสตามผลที่ได้จากข้อ 1
- น้ำเสียสังเคราะห์ที่มีไอออนของโลหะหนักความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม
- น้ำเสียสังเคราะห์มีค่าพีเอช 6

ดำเนินการทดลองโดยเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะหนักความเข้มข้น 100 พีพีเอ็ม ค่าพีเอช 6 และ ค่าไอออนิกสเตรนธ์ 0.05 โมล ซึ่งดินลูกรังหนัก 0.25, 0.50, 1.00, 2.00 และ 3.00 กรัม ใส่ในขวดทดลอง จากนั้นเติมน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดทดลองที่ซึ่งดินลูกรังไว้แล้ว ปิดฝาขวดแล้วนำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าโดยใช้เวลาสัมผัสตามผลที่ได้จากข้อ 1 ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนในข้อ 1 แล้วเปรียบเทียบผลการทดลองและเลือกปริมาณดินลูกรังที่เหมาะสม

3. การศึกษาค่าความเข้มข้นและพีเอชที่เหมาะสมของน้ำเสียสังเคราะห์ต่อการกำจัดโลหะหนักด้วยดินลูกรัง

การทดลองในขั้นนี้มีการเลือกค่าความเข้มข้นของสารละลายโลหะหนัก ประกอบด้วยความเข้มข้น 5, 10, 25, 50 และ 100 พีพีเอ็ม และค่าพีเอชในช่วง 3-9 โดยมีตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่คือ

- เวลาสัมผัสตามผลที่ได้จากข้อ 1
- ปริมาณดินลูกรังที่ใช้ตามผลที่ได้จากข้อ 2

ดำเนินการทดลองโดยเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีโลหะหนักความเข้มข้น 5, 10, 25, 50 และ 100 พีพีเอ็ม โดยแต่ละความเข้มข้นจะทำการปรับค่าพีเอชตั้งแต่ 3 ถึง 9 และมีค่าไอออนิกสเตรนธ์ 0.05 โมล ซึ่งดินลูกรังน้ำหนักตามผลที่ได้จากข้อ 2 ใส่ในขวดทดลอง จากนั้นจึงเติมน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปิดฝาขวดแล้วนำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าโดยใช้ระยะเวลาสัมผัสตามผลที่ได้จากข้อ 1 ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนข้อ 1 แล้วเปรียบเทียบผลการทดลองเลือกค่าความเข้มข้นและพีเอชที่เหมาะสมของน้ำเสียสังเคราะห์ต่อการดูดซับโลหะหนักด้วยดินลูกรัง

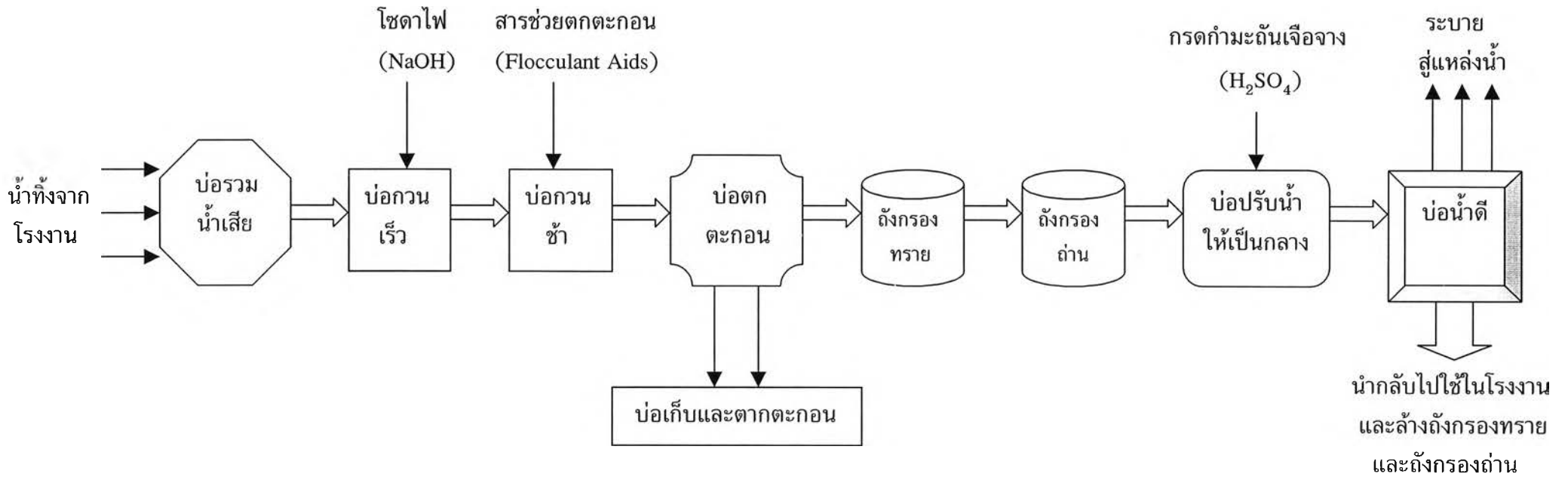
4. การศึกษาความสามารถของดินลูกรังในการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสียจากโรงงานผลิตแบตเตอรี่

น้ำเสียที่นำมาใช้ในการทดลองครั้งนี้ นำมาจากกระบวนการผลิตแบตเตอรี่ของโรงงานผลิตแบตเตอรี่แห่งหนึ่ง ตามแผนผังแสดงกระบวนการบำบัดน้ำเสียที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 3.1 พบว่ามีอยู่ 2 ตำแหน่งที่มีการปล่อยน้ำเสียออกมาเพื่อรอการบำบัดได้แก่

1. ตำแหน่งที่เรียกว่าละเลง เป็นตำแหน่งที่มีการละเลงสารเคมีและส่วนผสมต่าง ๆ ที่ผสมจนเข้ากันแล้วให้เป็นแผ่นก่อนนำไปประกอบเป็นแบตเตอรี่
2. ตำแหน่งบ่อรวมน้ำเสีย เป็นตำแหน่งที่รวมน้ำทิ้งที่มาจากตำแหน่งละเลงและน้ำทิ้งที่มาจากกิจกรรมอื่น ๆ ภายในโรงงาน

พบว่าตำแหน่งที่น้ำเสียมีการปนเปื้อนของตะกั่ว ได้แก่ ตำแหน่งละเลง ซึ่งมีความเข้มข้นของตะกั่ว 0.08 พีพีเอ็ม และตำแหน่งบ่อรวมน้ำเสีย ซึ่งมีความเข้มข้นของตะกั่ว 5.44 พีพีเอ็ม จึงเลือกน้ำเสียจากตำแหน่งบ่อรวมน้ำเสียมาใช้ในการศึกษาความสามารถของดินลูกรังในการกำจัดโลหะหนักออกจากน้ำเสีย เนื่องจากเป็นตำแหน่งที่มีปริมาณตะกั่วสูงกว่าตำแหน่งอื่น ๆ รวมทั้งยังเป็นตำแหน่งรวมของน้ำเสียก่อนการบำบัด

การทดลองในขั้นนี้จะทำการตรวจวัดค่าพีเอชและปริมาณโลหะหนักที่ปนเปื้อนอยู่ในน้ำเสีย จากนั้นทำการทดลองการดูดซับโลหะหนักด้วยดินลูกรังโดยแปรผันเวลาสัมผัสเป็น 2, 4, 8 และ 12 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณดินลูกรังตามผลการศึกษาปริมาณดินที่เหมาะสมในข้อ 2 ดำเนินการทดลองโดยชั่งดินลูกรังใส่ในขวดทดลอง จากนั้นจึงเติมน้ำเสียปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปิดฝาขวดแล้วนำไปเขย่าบนเครื่องเขย่าโดยใช้ระยะเวลาสัมผัสต่างๆ ขั้นตอนที่เหลือทำเหมือนข้อ 1 แล้วจึงเปรียบเทียบผลการทดลอง



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงกระบวนการบำบัดน้ำเสียในโรงงานผลิตแบตเตอรี่