

## บทที่ 3

### การดำเนินการวิจัย

#### 3.1 ลำดับขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินการแบ่งเป็น 7 ส่วน ดังนี้

1. การศึกษาลักษณะทางกายภาพของกากตะกอนและองค์ประกอบของกากตะกอน
2. การศึกษาผลกระทบของเวลาสัมผัส ต่อการดูดซับ Pb(II) และ Se(IV)
3. การศึกษาผลกระทบของพีเอช ต่อการดูดซับ Pb(II) และ Se(IV)
4. การศึกษาผลของปริมาณกากตะกอน ต่อการดูดซับ Pb(II) และ Se(IV)
5. การศึกษาผลของความเข้มข้นเริ่มต้น ต่อการดูดซับ Pb(II) และ Se(IV)
6. การศึกษาผลของความแรงประจุ ต่อการดูดซับ Pb(II) และ Se(IV) ในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่ว หรือซีเลเนียมเพียงอย่างเดียว
7. การศึกษาผลของการดูดซับ Pb(II) ต่อ Se(IV) และ Se(IV) ต่อ Pb(II) บนตัวดูดซับกากตะกอนในน้ำเสียสังเคราะห์

#### 3.2 การดำเนินการวิจัย

การทดลองที่ 1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของกากตะกอนและองค์ประกอบของกากตะกอน

- การศึกษาองค์ประกอบของกากตะกอน โดยเครื่อง Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer Philips Model PW 2400.
- การศึกษาเพื่อหาพื้นที่ผิวของกากตะกอน โดยเครื่อง BET Surface Area Analysis : Micromeritics ASAP 2000, Edwards High Vacuum Inc., England.
- การศึกษาลักษณะของกากตะกอน โดยเครื่อง X-ray Diffractometer : XRD : JDX-8030., JEOL.
- การศึกษาลักษณะรูปร่าง โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscopy: SEM : JSM 5410 LV, JEOL. เพื่อดูโครงสร้างผิว ทั้งก่อนและหลังการดูดซับ

การทดลองที่ 2 การศึกษาถึงผลกระทบของเวลาสัมผัส ต่อการดูดซับตะกั่วและซีเลเนียมสำหรับการดูดซับบนกากตะกอน

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 ลบ.ซม. ที่มีความเข้มข้นตะกั่วและซีเลเนียม เริ่มต้น 5 mg/L ใส่ลงในขวดเขย่าขนาด 50 ลบ.ซม. 6 ใบ
2. นำขวดแต่ละใบไปปรับพีเอชด้วย HNO<sub>3</sub> และ NaOH

3. เติมกากตะกอน 5% น้ำหนักต่อปริมาตร (2.5 กรัม)
4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5, 10, 15, 30 นาที, 1, 3, 5, 8 ชั่วโมง
5. เก็บตัวอย่างน้ำแล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน (0.45 ไมครอน)
6. ทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีลีเนียมโดยเครื่อง AAS

**การทดลองที่ 3 การศึกษาถึงผลกระทบของพีเอช ต่อการดูดซับตะกั่วและซีลีเนียม สำหรับการดูดซับบนกากตะกอน**

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 ลบ.ซม. ที่มีความเข้มข้นตะกั่วและซีลีเนียม เริ่มต้น 5 mg/L ใส่ลงในขวดเขย่าขนาด 50 ลบ.ซม. 6 ใบ
2. นำขวดแต่ละใบไปปรับพีเอชด้วย  $\text{HNO}_3$  และ  $\text{NaOH}$  ที่พีเอช 3, 4, 5, 6, 7, 8
3. เติมกากตะกอน 5% น้ำหนักต่อปริมาตร (2.5 กรัม)
4. นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลาตามผลจากการทดลองที่ 2
5. แยกกากตะกอนออกจากน้ำเสียนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน (0.45 ไมครอน)
6. ทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีลีเนียมที่เหลือ โดยเครื่อง AAS

**การทดลองที่ 4 การศึกษาผลของปริมาณกากตะกอน ต่อการดูดซับตะกั่วและซีลีเนียม สำหรับการดูดซับบนกากตะกอน**

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 ลบ.ซม. ที่มีความเข้มข้นตะกั่วและซีลีเนียม 5 mg/L ใส่ลงในขวดเขย่าขนาด 50 ลบ.ซม. 5 ใบ
2. นำขวดแต่ละใบไปปรับพีเอชด้วย  $\text{HNO}_3$  และ  $\text{NaOH}$  ที่พีเอชตามผลการทดลองที่ 2
3. เติมกากตะกอน 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 กรัม
4. เขย่าด้วยเครื่องเขย่า 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง ตามเวลาสัมผัสที่เหมาะสมจากการศึกษาที่ 2
5. แยกกากตะกอนออกจากน้ำเสียนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน (0.45 ไมครอน)
6. ทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีลีเนียมที่เหลือ โดยเครื่อง AAS

**การทดลองที่ 5 การศึกษาผลของความเข้มข้นของตะกั่วและซีลีเนียมเริ่มต้น สำหรับการดูดซับบนกากตะกอน**

1. นำน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 ลบ.ซม. ที่มีความเข้มข้นตะกั่วและซีลีเนียม เริ่มต้น 1, 2, 5, 7, 10 mg/L ใส่ลงในขวดเขย่าขนาด 50 ลบ.ซม. 4 ใบ

- นำขวดแต่ละใบไปปรับพีเอชด้วย  $\text{HNO}_3$  และ  $\text{NaOH}$  ที่พีเอชตามผลการทดลองที่ 2
- เติมกากตะกอน 5% น้ำหนักต่อปริมาตร (2.5 กรัม)
- นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง ตามเวลาสัมผัสที่เหมาะสมจากการศึกษาที่ 2
- เก็บตัวอย่างน้ำแล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน (0.45 ไมครอน)
- ทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีลีเนียมโดยเครื่อง AAS

การทดลองที่ 6 การศึกษาผลของความแรงไอออน ต่อการดูดซับตะกั่วและซีลีเนียม สำหรับการดูดซับบนกากตะกอน ในน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีตะกั่วหรือซีลีเนียมเพียงอย่างเดียว

- นำน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 ลบ.ซม. ที่มีความเข้มข้นตะกั่วและซีลีเนียม เริ่มต้น 5 mg/L ใส่ลงในขวดเขย่าขนาด 50 ลบ.ซม.
- ปรับนำขวดแต่ละใบไปปรับพีเอชด้วย  $\text{HNO}_3$  และ  $\text{NaOH}$  ที่พีเอช 3, 4, 5, 6, 7, 8
- เติมสารละลายโซเดียมอะซิเตท ความเข้มข้น ดังนี้ 0.01, 0.02, 0.05 mM  $\text{CH}_3\text{COONa}$
- เติมกากตะกอน 2.5 กรัมลงในขวดทุกใบ
- นำไปเขย่าโดยเครื่องเขย่า 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง ตามเวลาสัมผัสที่เหมาะสมจากการศึกษาที่ 2
- เก็บตัวอย่างน้ำแล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน (0.45 ไมครอน)
- ทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีลีเนียมโดยเครื่อง AAS

การทดลองที่ 7 การศึกษาผลของการดูดซับตะกั่วต่อซีลีเนียมและซีลีเนียมต่อตะกั่ว สำหรับการดูดซับบนกากตะกอน ในน้ำเสียสังเคราะห์

- นำน้ำเสียสังเคราะห์ปริมาตร 50 ลบ.ซม. ที่มีความเข้มข้นตะกั่วและซีลีเนียม ในสัดส่วน 1:1, 1:2 และ 2:1 ใส่ลงในขวดเขย่าขนาด 50 ลบ.ซม.
- ปรับนำขวดแต่ละใบไปปรับพีเอชด้วย  $\text{HNO}_3$  และ  $\text{NaOH}$  ที่พีเอช 3, 4, 5, 6, 7, 8
- เติมกากตะกอน 2.5 กรัม
- นำไปเขย่าโดยเครื่องเขย่า 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง ตามเวลาสัมผัสที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 2
- เก็บตัวอย่างน้ำแล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรน (0.45 ไมครอน)
- ทำการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วและซีลีเนียมโดยเครื่อง AAS

### 3.3 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง

#### 1. ตัวแปรคงที่

ได้แก่ ปริมาณน้ำเสียเท่ากับ 50 ลบ.ชม.

รอบการเขย่าเท่ากับ 125 รอบต่อนาที

อุณหภูมิห้อง  $31 \pm 2$  องศาเซลเซียส

ปริมาณกากตะกอน 5% น้ำหนักต่อปริมาตร (2.5 กรัม) ยกเว้นการทดลองที่ 4

#### 2. ตัวแปรอิสระ

ได้แก่ ลักษณะของกากตะกอน

ขนาดของกากตะกอน

#### 3. ตัวแปรตาม

การทดลองที่ 2 ได้แก่ เวลาสัมผัส

การทดลองที่ 3 ได้แก่ พีเอช

การทดลองที่ 4 ได้แก่ ปริมาณกากตะกอน

การทดลองที่ 5 ได้แก่ ความเข้มข้นของตะกั่วและซีลีเนียม

การทดลองที่ 6 ได้แก่ ความแรงไอออน

การทดลองที่ 7 ได้แก่ สัดส่วนความเข้มข้นของตะกั่วและซีลีเนียม

ตัวแปรต่างๆที่ใช้ในการทดลองจะแสดงรายละเอียดในตารางที่ 4.1

ตาราง 3.1 ตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	พารามิเตอร์
- ตัวแปรคงที่ ปริมาณน้ำเสีย รอบการเขย่า อุณหภูมิห้อง ปริมาณกากตะกอน	- 50 ลบ.ชม. - 125 รอบต่อนาที - $31 \pm 2^{\circ}$ องศาเซลเซียส - 5% น้ำหนักต่อปริมาตร (2.5 กรัม) ยกเว้น การทดลองที่ 4 และ 7
- ตัวแปรอิสระ ลักษณะของกากตะกอน ขนาดของกากตะกอน	- จากการทดลองที่ 1 ศึกษาองค์ประกอบของกากตะกอนซึ่งประกอบด้วยโลหะออกไซด์ต่างๆ - Mesh 70 – 150

- ตัวแปรตาม	
การทดลองที่ 2	
- เวลาสัมผัสน้ำ	- 5 นาที
	- 10 นาที
	- 15 นาที
	- 30 นาที
	- 1 ชม.
	- 3 ชม.
	- 5 ชม.
	- 8 ชม.
การทดลองที่ 3	
- พีเอช	- 3, 4, 5, 6, 7, 8
การทดลองที่ 4	
- ปริมาณกากตะกอน	- 0.5 กรัม
	- 1.0 กรัม
	- 1.5 กรัม
	- 2.0 กรัม
	- 2.5 กรัม
การทดลองที่ 5	
- ความเข้มข้นของตะกั่วและซีลีเนียม	- 1 มิลลิกรัม / ลิตร
	- 2 มิลลิกรัม / ลิตร
	- 5 มิลลิกรัม / ลิตร
	- 7 มิลลิกรัม / ลิตร
	- 10 มิลลิกรัม / ลิตร
การทดลองที่ 6	
- พีเอช	- 3, 4, 5, 6, 7, 8
- ความแรงไอออน	- 0 M NaNO <sub>3</sub>
	- 0.01 M NaNO <sub>3</sub>
	- 0.02 M NaNO <sub>3</sub>
	- 0.05 M NaNO <sub>3</sub>

การทดลองที่ 7	
- พีเอช	- 3, 4, 5, 6, 7, 8
- ปริมาณ	- 2.5 กรัม
- ความเข้มข้นของตะกั่วและซีลีเนียม	(สกัดส่วนโดยมิลลิลิตรต่อลิตร)
	- 1 : 1
	- 1 : 2
	- 2 : 1

### 3.4 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer : AAS : Instrumentation Laboratory spectrophotometer 551, Instrumentation Laboratory Inc., USA.
- เครื่อง Scanning Electron Microscope : JSM 5410 LV, JEOL.
- เครื่อง X-ray Diffractometer : JDX-8030., JEOL.
- เครื่อง Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer : Philips Model PW 2400.
- เครื่อง BET Surface Area Analysis : Micromeritics ASAP 2000, Edwards High Vacuum Inc., England.
- เครื่องเขย่า (Shaker) : HS 501 digital, IKA Labortechnik Stavfen, Germany.
- เครื่องวัดพีเอช (pH Meter) : inoLab Level 1, Wissenschaftlich Technische Werkatten., Germany.
- เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้าแบบละเอียด (Analytical Balance) : Sartorius : AG Gottingen, Germany.
- กระดาษกรองเมมเบรน 47 มม. (0.45 ไมครอน) : Micropore.
- กรวยบुकเนอร์
- หลอดซีไอดี สำหรับกรอง
- อุปกรณ์การกรองสุญญากาศ
- ปิเปต ขนาด 1, 5, 10, 50 และ 100 ml
- บีกเกอร์ขนาด 150, 250 และ 1000 ml
- ขวด Volumetric flask ขนาด 50, 100, 200 และ 1000 ml

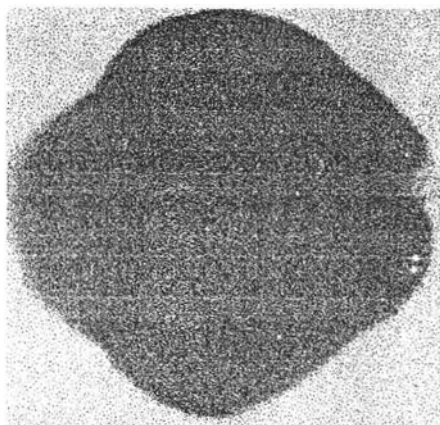
### 3.5 สารเคมี

- กากตะกอนจากการหลอมโลหะ
- สารละลายตะกั่วไนเตรท ( $Pb(NO_3)_2$ ) : รีเอเจนท์เกรด (Reagent Grade)
- สารละลายโซเดียมซีเลไนท์ ( $Na_2SeO_3$ ) : รีเอเจนท์เกรด (Reagent Grade)
- โซเดียมอะซิเตท ( $CH_3COONa$ ) : รีเอเจนท์เกรด (Reagent Grade)
- กรดไนตริก ( $HNO_3$ ) : รีเอเจนท์เกรด (Reagent Grade)
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $NaOH$ ) : รีเอเจนท์เกรด (Reagent Grade)
- สารละลายมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์โลหะหนัก ตะกั่วและซีเลเนียม

### 3.6 วิธีวิเคราะห์พารามิเตอร์ต่างๆ

ตารางที่ 3.2 แสดงพารามิเตอร์และวิธีการวิเคราะห์

พารามิเตอร์	วิธีวิเคราะห์
ปริมาณตะกั่วและซีเลเนียม	เครื่อง อะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer : AAS : Instrumentation Laboratory spectrophotometer 551, Instrumentation Laboratory Inc., USA.)
ลักษณะรูปร่างกากตะกอน	เครื่องสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope : SEM : JSM 5410 LV, JEOL)
องค์ประกอบของกากตะกอน	เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟกทีฟโตมิเตอร์ (Wavelength Dispersive X- ray Fluorescence Spectrometer : Philips Model PW 2400)
พื้นที่ผิว BET	เครื่อง BET Surface Area Analysis : Micromeritics ASAP 2000, Edwards High Vacuum Inc., England.
พีเอช	เครื่องพีเอชมิเตอร์ (pH Meter : inoLab Level 1, Wissenschaftlich Technische Werkstätten., Germany)

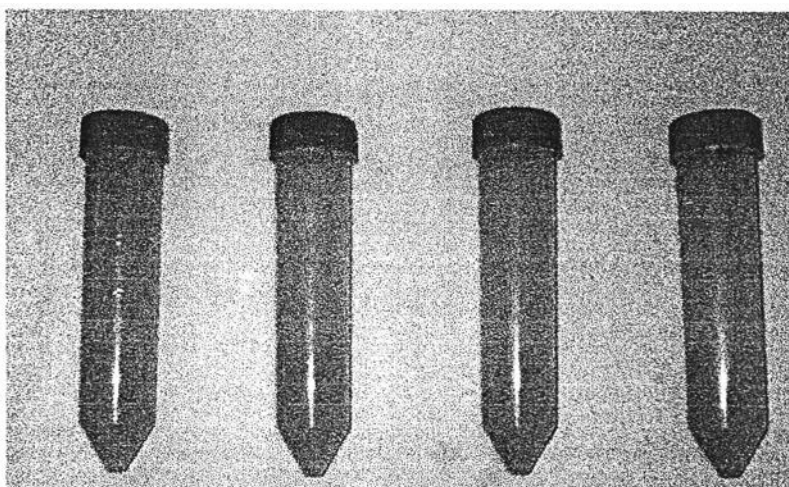


รูปที่ 3.1 กากตะกอนที่ใช้ในการทดลอง

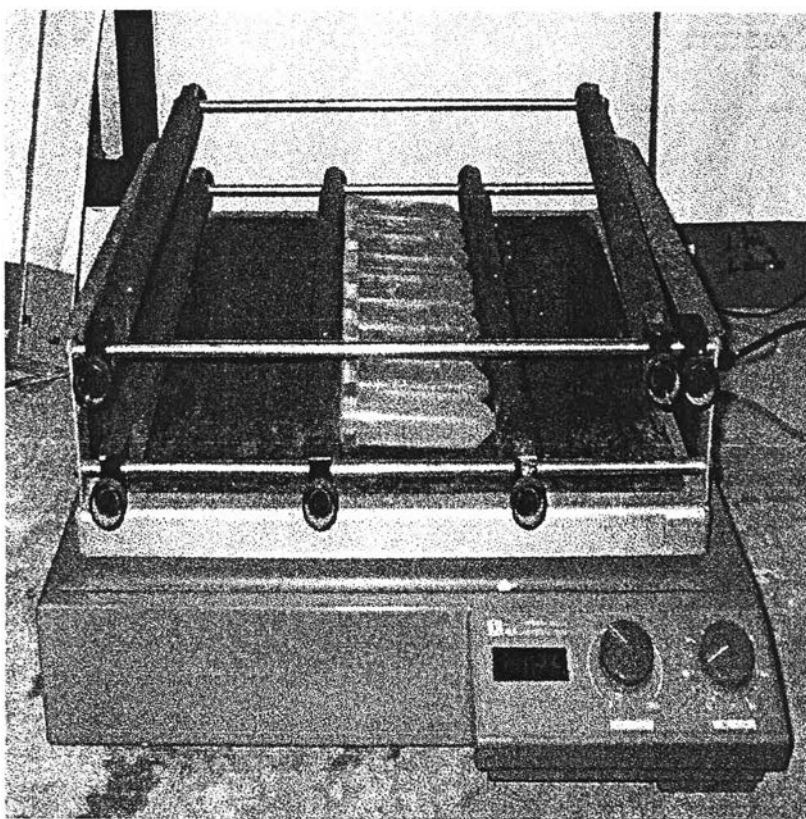


รูปที่ 3.2 กระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอนที่ใช้ในการทดลอง

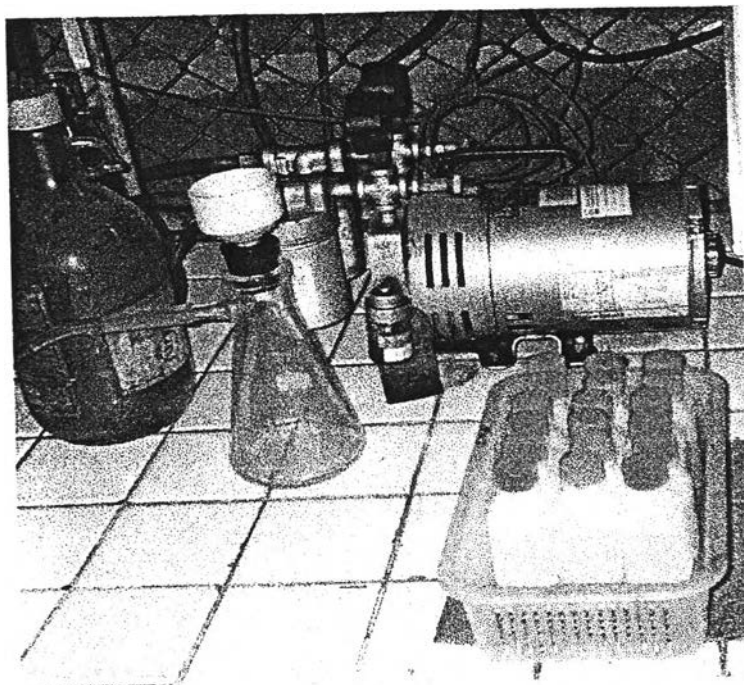




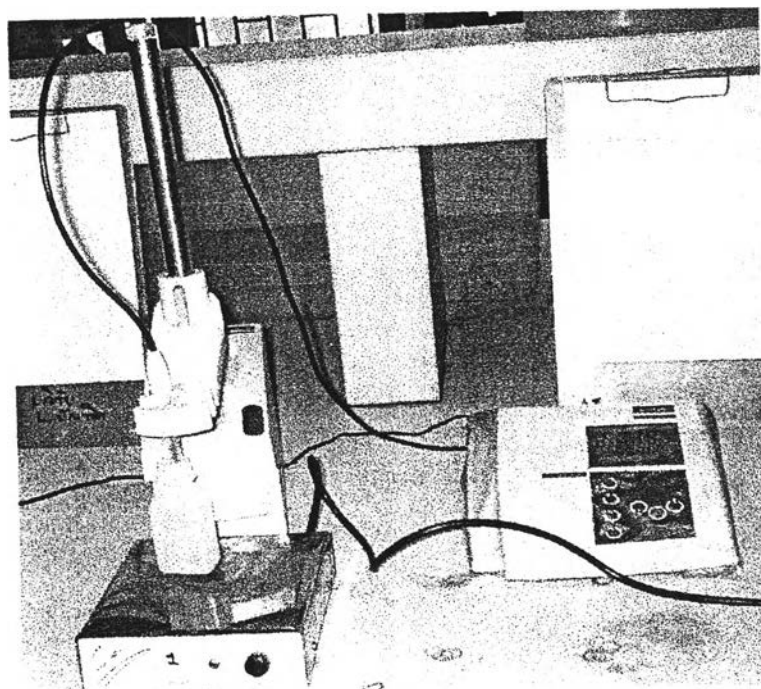
รูปที่ 3.3 ลักษณะหลอดทดลองที่ใช้ในการทดลอง ขนาด 50 มิลลิลิตร.



รูปที่ 3.4 เครื่องเขย่า



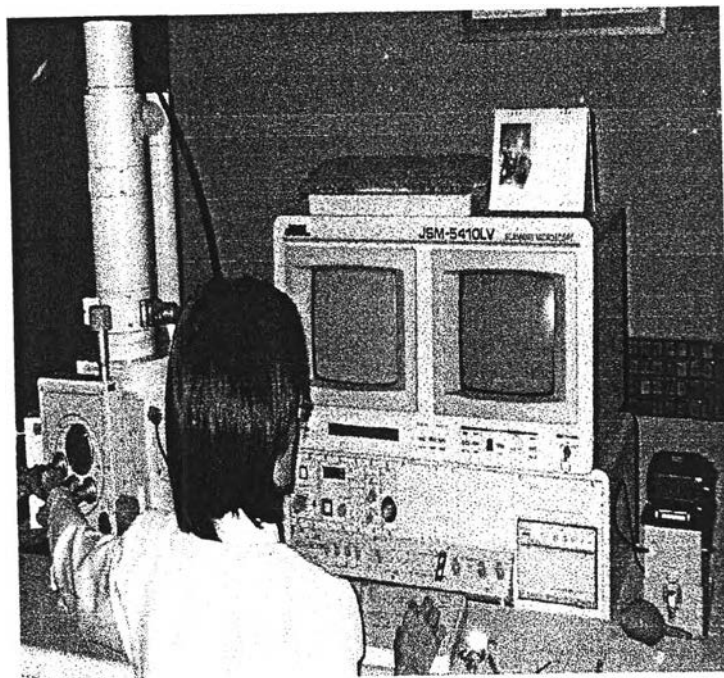
รูปที่ 3.5 เครื่องกรอง



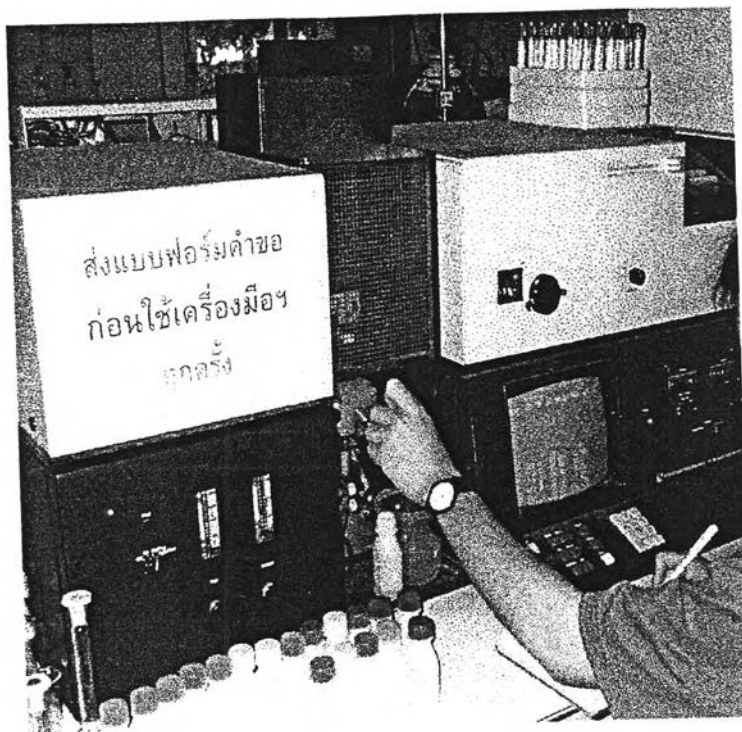
รูปที่ 3.6.พีเอชมิเตอร์.



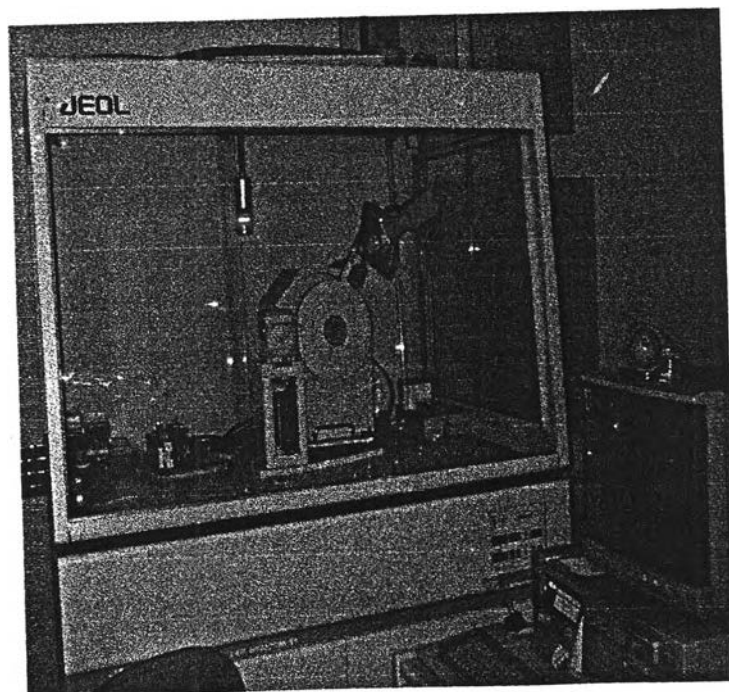
รูปที่ 3.7 เครื่อง BET Surface Area Analysis.



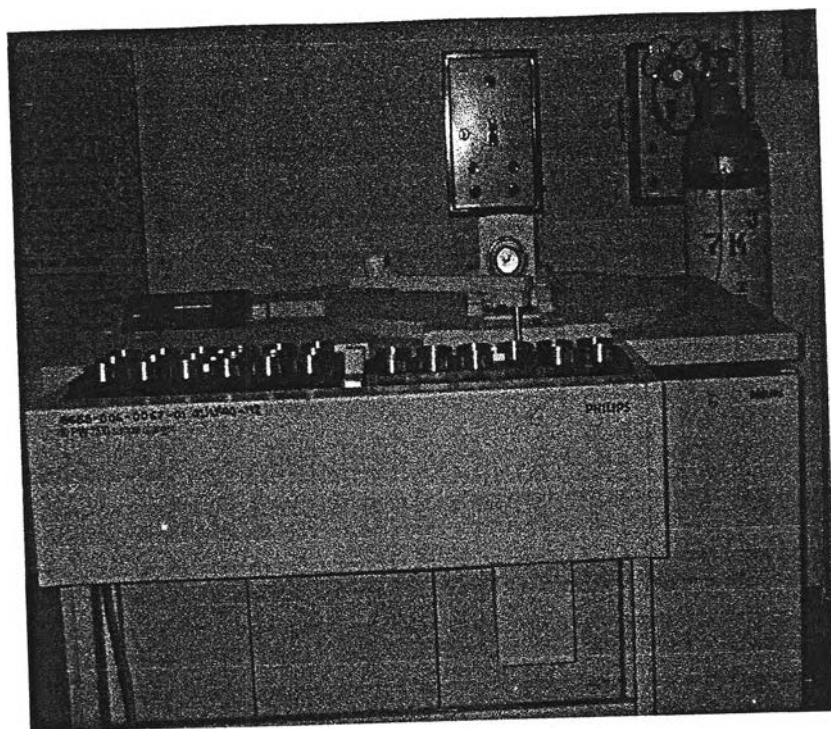
รูปที่ 3.8 เครื่อง Scanning Electron Microscopy : SEM.



รูปที่ 3.9 เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer : AAS.



รูปที่ 3.10 เครื่อง X-ray Diffractometer : XRD.



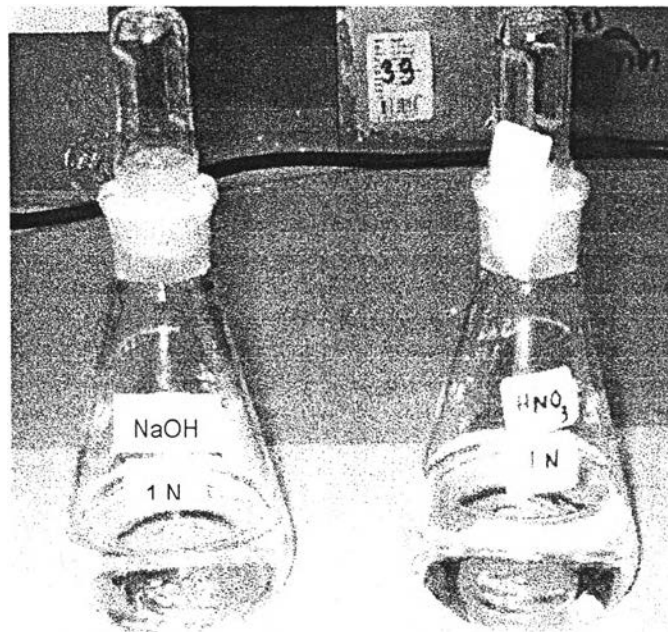
รูปที่ 3.11 เครื่อง Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer : XRF.



รูปที่ 3.12 Sample Changer ของเครื่อง XRF.



รูปที่ 3.13 สารละลายมาตรฐานของตะกั่วและซีลีเนียม.



รูปที่ 3.14 สารเคมีที่ใช้ในการปรับพีเอช ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไนตริก.