บทที่ 3

การดำเนินการวิจัย

3.1 แผนการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้ เป็นการดำเนินการวิจัยในห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และแผนการวิจัยได้กำหนดให้สอดคล้องกับวัตถุประสงค์ และขอบเขตการวิจัย ดังนี้

3.1.1 ตัวแปรที่ใช้ในการวิจัย

ค่าตัวแปรต่างๆที่ใช้ในการวิจัย แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ค่าตัวแปรต่างๆที่ใช้ในการวิจัย

	พารามิเตอร์
- ตัวแปรอิสระ	
1. ชนิดวัสดุที่ใช้ในการทดลอง	- ซังข้าวโพด - เปลือกถั่วเหลือง - ก้านดอกทานตะวัน
2. การปรับสภาพวัสดุโดยกระบวนการทางเคมี	- ไม่ได้ปรับสภาพ - ปรับสภาพด้วยกรดไฮโดรคลอริก - ปรับสภาพด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ 5% - ปรับสภาพด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ 37%
3. ชนิดของโลหะหนัก	- นิกเกิล - ทองแดง - สังกะสี
4. ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห	- 5 มิลลิกรัม/ลิตร - 10 มิลลิกรัม/ลิตร - 20 มิลลิกรัม/ลิตร - 50 มิลลิกรัม/ลิตร

ตารางที่ 3.1 (ต่อ) ค่าตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในการวิจัย

	พารามิเตอร์
- ตัวแปรคงที่	
1. ขนาดของวัสดุที่ใช้	< 0.177 มิลลิเมตร (80 mesh.)
2. ค่าพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์	5
3. ปริมาณวัสดุที่ใช้	2.0 กรัม
4. ปริมาณน้ำเสีย	400 มิลลิลิตร
5. ความเร็วรอบในการกวน	120 รอบ/นาที
6. ระยะเวลาในการกวน	120 นาที
- ตัวแปรตาม	
1. ลักษณะน้ำเสียที่ผ่านการบำบัด	- ปริมาณโลหะหนัก - พีเอช
2. ความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน	ประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนัก(%)

3.1.2 ลำดับขั้นการวิจัย

การวิจัยแบ่งออกได้เป็น 7 ขั้นตอน ได้แก่

1) การเตรียมวัสดุ และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย ประกอบด้วย

- การเตรียมวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- การเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออนจากซังข้าวโพด เปลือกถั่วเหลือง และก้านดอกทานตะวัน โดยการปรับสภาพ 4 ชนิด คือ ชนิดที่ไม่ได้ปรับสภาพ ปรับสภาพด้วยกรดไฮโดรคลอริก ปรับสภาพด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ 5% และ ปรับสภาพด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ 37%

2) การศึกษาหาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซินแลกเปลี่ยนไอออนตามค่าตัวแปรที่กำหนด ตามตารางที่ 3.1

3) การศึกษาหาความสามารถทั้งหมดในการแลกเปลี่ยนไอออนของเรซินแลกเปลี่ยนไอออนที่ดีที่สุดของแต่ละชนิดที่ได้จากการศึกษาตามข้อที่ 2)

4) การศึกษาหาความสามารถในการบำบัดน้ำเสียจริง จากโรงงานอุตสาหกรรม

5) การศึกษาลักษณะทางกายภาพของเรซินแลกเปลี่ยนไอออน

6) การศึกษาลักษณะโครงสร้างของเรซินแลกเปลี่ยนไอออน

7) การศึกษาองค์ประกอบของซังข้าวโพด เปลือกถั่วเหลือง และก้านดอกทานตะวัน

8) ประมาณการค่าใช้จ่ายเบื้องต้นในการบำบัดน้ำเสีย

3.1.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

- บีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร
- ขวดรูปชมพู่
- ขวดเก็บตัวอย่าง
- เครื่องบดวัสดุ
- ตะแกรงคัดขนาด (Sieve) เบอร์ 80 และ เครื่องเขย่าคัดขนาด (Sieve Shaker)
- เครื่องชั่งวัสดุ
- Hot Plate Stirrer
- เครื่องกวน (Jar test)
- เครื่องวัดพีเอช
- เตาอบวัสดุ
- ชุดเครื่องกรอง
- กระดาษกรองใยแก้ว
- เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer
- กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบสแกน, SEM
  (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
- เครื่องมืออินฟาเรดสเปคโตรมิเตอร์, FT-IR
  (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
- เครื่องวัดพื้นที่ผิว, BET Surface Area Analyzer Model Micromeritics ASAP 2000 (ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.1.4 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1) สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ (Analytical Reagent Grade)

- นิกเกิล (II) ซัลเฟต (Nickel (II) sulphate : $NiSO_4.6H_2O$)
- คอปเปอร์ (II) ซัลเฟต (Copper (II) sulphate : $CuSO_4.5H_2O$)
- ซิงค์ (II) ซัลเฟต (Zinc (II) sulphate : $ZnSO_4.7H_2O$)

2) สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารเซลลูโลส (Analytical Reagent Grade)

- กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid : HCl) 37%
- กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid : H_2SO_4) 95 – 97 %
- ฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde : CH_2O) 37 % V/V

3) สารเคมีอื่นๆ ที่ใช้ในการทำวิจัย

- กรดไนตริก (Nitric acid : HNO_3) 69 – 71 %
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide : NaOH)
- โซเดียมคลอไรด์ (Sodium Chloride : NaCl)
- ฟีนอฟธารีนอินดิเคเตอร์

3.2 การดำเนินการวิจัย

3.2.1 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์

น้ำเสียสังเคราะห์ สามารถเตรียมได้จาก $NiSO_4.6H_2O$ $CuSO_4.5H_2O$ และ $ZnSO_4.7H_2O$ โดยเตรียมให้มีระดับความเข้มข้นต่างๆ คือ 5 10 20 และ 50 มิลลิกรัม/ลิตร และทำการปรับพีเอชของน้ำเสียสังเคราะห์ให้มีค่าเท่ากับ 5

3.2.2 การเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน

1) การเตรียมวัสดุที่จะนำมาเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน

- นำวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร (ซังข้าวโพด เปลือกถั่วเหลือง และก้านดอกทานตะวัน) ล้างด้วยน้ำหลายๆ ครั้ง จนสะอาด
- ทำให้แห้งโดยอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง
- นำวัสดุที่อบแห้งแล้วมาบดให้ละเอียดด้วยเครื่องปั่น
- คัดขนาดของวัสดุด้วยตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 80

I20468908

2) การเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ชนิดไม่ได้ปรับสภาพ (พิธี กระสินธุ์ศรี, 2539)

- นำวัสดุที่เตรียมไว้ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนพีเอชน้ำทิ้งประมาณ 6-7
- นำไปอบในเตาอบให้แห้ง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

3) การเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ชนิดปรับสภาพด้วยกรดไฮโดรคลอริก (Maranon และ Sastre ,1991)

- นำวัสดุที่เตรียมไว้ใส่ในสารละลายกรดไฮดรอริกเข้มข้น 1 N
- ทำการกวนนาน 30 นาที
- เมื่อครบ 30 นาที นำไปกรอง
- ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนพีเอชของน้ำทิ้งประมาณ 4 – 5
- นำไปอบให้แห้งในเตาอบที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

4) การเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ชนิดปรับสภาพด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ 5% (พิธี กระสินธุ์ศรี, 2539)

- นำวัสดุที่เตรียมไว้มาใส่ในฟอร์มัลดีไฮด์ (CH_2O) 5% (V/V) และสารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) 0.4 N ในอัตราส่วน วัสดุ : CH_2O : H_2SO_4 เท่ากับ 1 :12 : 40
- ทำการกวนนาน 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
- นำมากรอง เพื่อให้เหลือเฉพาะส่วนของวัสดุที่ต้องการ
- นำวัสดุที่เตรียมได้มาล้างด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน จนมีพีเอชประมาณ 4 - 5
- นำไปอบให้แห้งในเตาอบที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

5) การเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ชนิดปรับสภาพด้วยฟอร์มัลดีไฮด์ 37% (พิธี กระสินธุ์ศรี, 2539)

- นำวัสดุที่เตรียมไว้มาใส่ในฟอร์มัลดีไฮด์ (CH_2O) 37% (V/V) และสารละลายกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) 0.4 N ในอัตราส่วน วัสดุ : CH_2O : H_2SO_4 เท่ากับ 1 :12 : 40
- ทำการกวนนาน 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
- นำมากรอง เพื่อให้เหลือเฉพาะส่วนของวัสดุที่ต้องการ
- นำวัสดุที่เตรียมได้มาล้างด้วยน้ำที่ปราศจากไอออน จนมีพีเอชประมาณ 4 - 5
- นำไปอบให้แห้งในเตาอบที่ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

3.2.3 การหาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสียสังเคราะห์

1) ใส่เรซินแลกเปลี่ยนไอออน ปริมาณ 2.0 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร

2) ใส่น้ำเสียสังเคราะห์ปริมาณ 0.4 ลิตร ลงในบีกเกอร์

3) ทำการกวนด้วยความเร็ว 120 รอบ/นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

4) เมื่อครบ 2 ชั่วโมง นำมากรองแยกเรซินแลกเปลี่ยนไอออนออกจากน้ำเสีย

5) นำน้ำเสียที่เหลือไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอบชันสเปรคโตรโฟโตมิเตอร์ และบันทึกผลการวิจัย

6) ทำการวิจัยซ้ำ โดยเปลี่ยนค่าตัวแปรต่างๆ ตามที่แสดงในรูปที่ 4.1

3.2.4 การหาความสามารถทั้งหมดในการแลกเปลี่ยนไอออน

1) นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ปริมาณ 1 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่

2) เติมสารละลายกรดไนตริก เข้มข้น 1 N ปริมาตร 200 มิลลิลิตร

3) ทำการกวน ที่อุณภูมิห้อง

4) นำมากรองแยกเรซินแลกเปลี่ยนไอออนออกจากสารละลาย

5) นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออนมาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน ให้มีพีเอชน้ำทิ้ง 6-7

6) เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 N ในโซเดียมคลอไรด์ 5% ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ 1 คืน

7) กรองแยกเรซินแลกเปลี่ยนไอออนออกจากสารละลาย

8) นำสารละลายมา 50 มิลลิลิตร เติมฟีนอฟธารีนอินดิเคเตอร์ แล้วทำการไตเตรทด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก เข้มข้น 0.1 N

9) สามารถคำนวณความสามารถทั้งหมดได้จาก

$$\text{ความสามารถทั้งหมด (Total Capacity, meq/g)} = \frac{(200 * N_{NaOH}) - 4(ml_{H_2SO_4} * N_{H_2SO_4})}{\textit{น้ำหนักเรซินแลกเปลี่ยนไอออน}}$$

3.2.5 การหาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนักในน้ำเสียจริง

1) นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ปริมาณ 2.0 กรัม ลงในบีกเกอร์

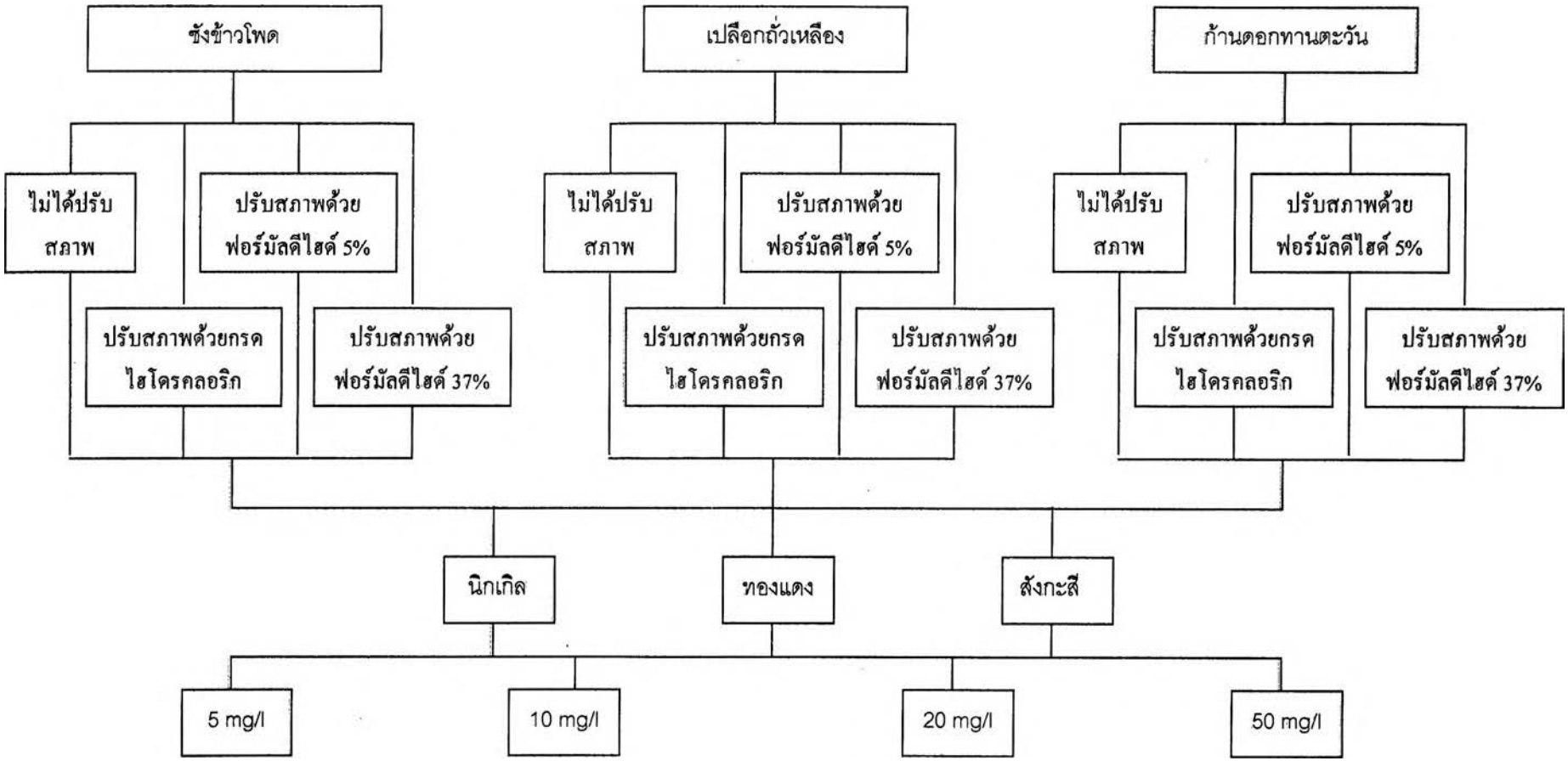
2) ใส่น้ำเสียจริงปริมาณ 0.4 ลิตร ลงในบีกเกอร์

3) ทำการกวนด้วยความเร็ว 120 รอบ/นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

4) เมื่อทำการกวนครบ 2 ชั่วโมง นำมากรองเพื่อแยกวัสดุออกจากน้ำเสีย

5) นำน้ำเสียที่เหลือไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอบชันสเปรคโตรโฟโตมอเตอร์

6) หาประสิทธิภาพในการกำจัดโลหะหนักของวัสดุ



รูปที่ 3.1 แผนผังการแปรชนิดของวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ชนิดการปรับสภาพ ชนิดโลหะหนัก และ ความเข้มข้นของโลหะหนัก ในน้ำเสียสังเคราะห์

3.2.6 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของวัสดุ

นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ไปตรวจสอบลักษณะพื้นที่ผิว การหาค่าความถ่วงจำเพาะ การบวมน้ำของวัสดุ ปริมาณพื้นที่ผิว และลักษณะโครงสร้าง

1) ลักษณะพื้นที่ผิว

นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออนที่ทำจากเปลือกถั่วเหลือง ทั้งก่อนและหลังการกำจัดนิกเกิล ไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบสแกน (SEM) รุ่น JEOL JSM-5410 LV (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย) ที่กำลังขยาย 200 และ 1000 เท่า

2) การหาค่าความถ่วงจำเพาะ (Specific density) โดยใช้ขวดพิคิโนมิเตอร์

- นำขวดพิคิโนมิเตอร์มาชั่งน้ำหนักขวดเปล่าพร้อมฝาขวด (A)
- ใส่เรซินแลกเปลี่ยนไอออนลงไปในขวด แล้วชั่งน้ำหนักขวดและวัสดุ (B)
- ใส่น้ำจนเต็มขวดแล้วปิดฝา น้ำที่เกินจะล้นออกด้านบนฝาขวด เช็ดขวดให้แห้ง แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก (C)
- ล้างเรซินแลกเปลี่ยนไอออนออกแล้วใส่น้ำให้เต็ม จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก (D)
- Specific density ของวัสดุ $= \frac{(B-A)}{(D-C)}$

3) การหาค่าการบวมน้ำ

- นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออนมาตวงปริมาตร (A)
- ใส่น้ำให้ท่วมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง
- วัดปริมาตรเรซินแลกเปลี่ยนไอออนหลังจาก 24 ชั่งโมง (B)
- การบวมน้ำ (ml เปียก / ml แห้ง) $= \frac{B}{A}$

4) การหาปริมาณพื้นที่ผิว

นำเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ไปวิเคราะห์หาปริมาณพื้นที่ผิวด้วยเครื่อง BET Surface Area Analyzer Model Micromeritics ASAP 2000 (ศูนย์เครื่องมือ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.2.7 การศึกษาลักษณะโครงสร้างของวัสดุ

นำวัสดุแลกเปลี่ยนไอออนที่เตรียมได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่องอินฟาเรดสเปคโตรมิเตอร์ (FTIR) ยี่ห้อ Prekin Elmer รุ่น 1760 X เพื่อวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของวัสดุ (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.2.8 การศึกษาองค์ประกอบของซังข้าวโพด เปลือกถั่วเหลือง และก้านดอกทานตะวัน

เตรียมวัสดุที่บดแล้ว จำนวนอย่างละ 5 กิโลกรัม ส่งวิเคราะห์ ณ กรมวิทยาศาสตร์บริการ โดยองค์ประกอบที่ทำการวิเคราะห์ คือ ลิกนิน โฮโลเซลลูโลส อัลฟาเซลลูโลส เบต้าเซลลูโลส และแกรมมาเซลลูโลส

3.2.9 ประมาณการค่าใช้จ่ายเบื้องต้นในการกำจัดโลหะหนัก

คำนวณค่าใช้จ่ายในการเตรียมเรซินแลกเปลี่ยนไอออน ในหน่วยของราคาต่อกรัมของเรซินแลกเปลี่ยนไอออน และประมาณการค่าใช้จ่ายในการกำจัดโลหะหนักในน้ำ ในหน่วยของราคาต่อน้ำเสีย 1 ลูกบาศก์เมตร