บทที่ 4

แผนงานและการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้กระทำที่ห้องปฏิบัติการของภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม และห้องปฏิบัติการคอนกรีต ภาควิชาวิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย การวิจัยแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่ การเตรียมวัตถุดิบและวัสดุอุปกรณ์ การดำเนินการทดลอง และการวิเคราะห์ค่าใช้จ่ายเบื้องต้น

4.1 การเตรียมวัตถุดิบและวัสดุอุปกรณ์

4.1.1 วัสดุที่ใช้ในการศึกษา

ตะกอนน้ำมันเตา (Bunker Oil Sludge)

ตะกอนน้ำมันที่ใช้ในการศึกษาเป็นตะกอนน้ำมันเตา จากก้นถังเก็บน้ำมันเตา คลังน้ำมันพระโขนง การปิโตรเลียมแห่งประเทศไทย กล้วยน้ำไท สำหรับตะกอนน้ำมันเตาที่ได้รับมา จะต้องนำมาทำการวิเคราะห์หาปริมาณและคุณสมบัติต่าง ๆ เช่น ปริมาณโลหะหนักในตะกอนน้ำมันเตา คือ อาร์เซนิค แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว ปรอท

วัสดุประสาน

วัสดุประสานหรือวัสดุที่ใช้ในการศึกษาในการทดลองนี้ จะเลือกใช้วัสดุประเภทซีเมนต์ (Cementitious binder) เนื่องจากวัสดุประเภทซีเมนต์มีคุณสมบัติ ในการยึดเกาะทำให้เป็นก้อนแข็งได้ดี เป็นวัสดุที่หาได้ง่ายและราคาไม่แพง การทดลองครั้งนี้เลือกใช้วัสดุประสานชนิดต่างๆ ดังนี้

ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ (Portland Cement) ประเภทหนึ่งตราช้าง
ปูนขาว
ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ผสมปูนขาว (อัตราส่วนผสม 1 : 1 โดยน้ำหนัก)
ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ผสมโซดาไฟ 10%
ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ผสมโซดาไฟ 20%

4.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1) Hydrochloric Acid

2) Sulfuric Acid

3) Nitric Acid

4) NaOH

5) น้ำกลั่น (สำหรับผสมสารเคมี)

4.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

ขั้นตอนการเผากากตะกอนน้ำมันเตา

- ภาชนะเซรามิค
- เตาเผาชนิดเชื้อเพลิงแก๊ส

ขั้นตอนการทดลองผสมขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตากับวัสดุประสานและขั้นตอนการทดสอบกำลังรับแรงอัด

- เครื่องชั่งน้ำหนัก 2,000 กรัม อ่านได้ละเอียดถึง 0.2 กรัม
- แบบหล่อพลาสติกขนาด 5x5x5 เซนติเมตร
- ภาชนะสำหรับผสมซีเมนต์
- แทมเปอร์ (Tamper) มีขนาดหน้าตัด 0.5 นิ้ว x 1 นิ้ว มีความยาวประมาณ 5-6 นิ้ว หน้าตัดเรียบและตั้งฉากกับแกนจับ ทำด้วยวัสดุที่ไม่ดูดซึมน้ำ
- เกรียงฉาบซีเมนต์ ความกว้าง ขอบในถึง 4 ถึง 6 นิ้ว
- เครื่องทดสอบแรงอัด (Compressive Strength)

ขั้นตอนการทดสอบการสกัดสาร

- Sieve ขนาด 0.5 มิลลิเมตร – 5 มิลลิเมตร
- ขวดพลาสติกปริมาณ 1 ลิตร
- ขวดวัดปริมาตร 500 มิลลิเมตร
- เครื่องชั่งสารเคมี

- เครื่องเขย่าแบบหมุน (Rotary agitator) ที่มีอัตราหมุน30 รอบต่อนาที
- กระดาษกรองใยแก้วขนาดรู 0.6 – 0.8 ไมครอน
- เครื่องวัดพีเอช
- เครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก Atomic Absorption Spectrophotometer

4.2 การดำเนินการทดลอง

4.2.1 การเตรียมขี้เถ้า

ขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตาจะเตรียมโดยวิธีการทางความร้อน คือ นำไปเผาเพื่อลดปริมาณของตะกอนน้ำมัน และทำลายสารอินทรีย์ (Organic Waste) โดยการทดลองนี้ จะไม่มุ่งเน้นที่ปัญหาของมลภาวะอากาศ (Air Pollution) โดยสมมุติให้มลพิษทางอากาศจากการเผาผ่านการบำบัดด้วยวิธีป้องกันทางมลภาวะอากาศแล้ว

1. การเผาตะกอนน้ำมัน จะใช้เตาเผาขนาดเล็ก (Furnace) ภายในห้องปฏิบัติการ โดยการทดลองเผาตะกอนน้ำมันที่อุณหภูมิต่าง ๆ คือ

- 400^0 C เพื่อเป็นตัวแทนของการเผาในเตาเผาทั่ว ๆ ไป
- 800^0 C เพื่อเป็นตัวแทนของการเผาในเตาเผาขยะชุมชน (Municipal Solid Waste)
- 1200^0 C เพื่อเป็นตัวแทนของการเผาในเตาของเสียที่เป็นอันตราย (Hazardous Waste)

โดยที่ก่อนที่จะนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ดังกล่าว จะนำกากตะกอนน้ำมันเตาดิบไปทำการเผาไล่สารระเหยและไฮโดรคาร์บอนบางส่วนออกไปก่อนโดยนำไปเผาที่อุณหภูมิต่ำ(ประมาณ 100-200^0 ซ.) ที่เตาเผาแบบมีปล่องสูงที่จังวัดสมุทรสาคร (ดังรูปจากภาคผนวก ข. รูปที่ 1)เพื่อขจัดปัญหาเรื่องกลิ่นและควันเมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิที่กำหนด

2 ในการทดลองเผาที่แต่ละอุณหภูมิ จะทำการวัดปริมาตรและชั่งน้ำหนักของตะกอนน้ำมันก่อนทำการทดลอง และแปรค่าที่เวลาต่าง ๆ กัน จนกระทั่งได้ค่าน้ำหนักของขี้เถ้าที่เหลือจากการเผาที่คงที่ เพื่อให้ได้ปริมาณขี้เถ้าน้ำมันเตาและน้ำหนักขี้เถ้า (Ash) หลังการเผาด้วย

3. ประมาณอัตราส่วนของขี้เถ้าที่เหลือจากการเผาแต่ละครั้ง คิดเป็น % จากการชั่งน้ำหนักก่อนการเผา และหลังการเผา

$$\text{อัตราส่วนขี้เถ้า} = \frac{B \times 100}{A}$$

โดยที่ A = น้ำหนักของตะกอนน้ำมันก่อนทำการเผา

B = น้ำหนักของขี้เถ้าที่เหลือจากการเผา

4. ขี้เถ้าหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ มาทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก คือ อาร์เซนิค แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว ปรอท

4.2.2 การทดลองการทำเสถียร

การทดลองการทำเสถียร โดยวิธีการทำให้เป็นก้อน โดยใช้วัสดุประสานและหาอัตราส่วนผสมที่เหมาะสมโดยทดลองกับขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตาที่นำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 800 และ 1,200^0 ซ.

โดยการทดลองหาอัตราส่วนผสมที่เหมาะสมระหว่างขี้เถ้าที่เหลือจากการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ กับวัสดุประสานจะใช้ชนิดวัสดุประสานและอัตราส่วนดังนี้

1. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์กับขี้เถ้าจากการเผา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

2. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนขาวกับขี้เถ้าจากการเผา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

3. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์ผสมปูนขาว (1 : 1) กับขี้เถ้าจากการเผาร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

4. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์กับโซดาไฟ 10% กับขี้เถ้าจากการเผา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

5. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์กับโซดาไฟ 20% กับขี้เถ้าจากการเผา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

วิธีการทดลองหล่อซีเมนต์และทดสอบกำลังรับแรงอัด

- ชั่งวัสดุที่ใช้ในการหล่อซีเมนต์ ตามมาตรฐาน ASTM C 109 – 86 สำหรับหล่อแบบขนาด 5x5x5 ลบ.ซม. ใช้อัตราส่วนผสม วัสดุประสาน : น้ำ เท่ากับ 1 : 0.5 และใช้อัตราส่วนตะกอนน้ำมันเตาหรือขี้เถ้ากากตะกอนต่อวัสดุประสานตามสัดส่วนที่กำหนดไว้

- การผสมใช้วิธีผสมด้วยมือ โดยวัสดุผสมประสานกับขี้เถ้ากากตะกอน แต่ละชนิดตามอัตราส่วนที่กำหนดไว้ให้เข้ากันบนแผ่นกระจก เมื่อเข้ากันดีแล้วกองซีเมนต์ที่ผสมแล้วเป็นรูปภูเขา และให้ทำหลุมตรงกลาง เติมน้ำลงในหลุมกลางและตักส่วนผสมจากด้านข้าง ลงในกลางหลุมเป็นเวลา 30 วินาที และทิ้งให้ซึมตัวด้วยน้ำ 30 วินาที เริ่มผสมให้เข้ากันด้วยเกรียงเป็นเวลา 1 นาที 30 วินาที

- เทซีเมนต์ที่ผสมแล้วลงในแบบหล่อให้เสร็จ ภายในเวลาไม่เกิน 2 นาที30 วินาที หลังการผสมเสร็จการหล่อจะแบ่งเป็น 2 ชั้น โดยชั้นแรกจะหนาประมาณ 1 นิ้ว หรือ 2.5 เซนติเมตร แล้วใช้ Tamper กระทุ้งชั้นละ 16 ครั้งโดย 8 ครั้งแรก จะมีทิศทางตั้งฉากกับ 8 ครั้งหลัง ให้ใช้แรงกระทุ้งพอประมาณ และเท่ากันตลอดใช้เวลาครั้งละประมาณ 5 วินาที เติมซีเมนต์ผสมชั้นที่ 2 ให้เลยขอบแบบหล่อเล็กน้อย และใช้มือป้องขณะกระทุ้งใช้ Tamper กระทุ้ง 16 ครั้งเช่นเดียวกับครั้งแรก เมื่อเสร็จแล้วให้ใช้เกรียงปากส่วนเกินออกในลักษณะคล้ายเลื่อย

- หลังจากหล่อเสร็จ ให้นำตัวอย่างพร้อมแบบหล่อไปเก็บไว้ในที่ชื้นทันที และถอดแบบในเวลา 24 ชั่วโมง บ่มตัวอย่างจนครบ 7 วัน และ 28 วันโดยใช้ผ้ากระสอบชุ่มน้ำคลุมทับ นำตัวอย่างไปทดสอบกำลังรับแรงอัด โดยใช้เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัดของภาควิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทดสอบกำลังรับแรงอัดตามข้อกำหนดของประกาศกรมโรงงานอุตสาหกรรม ฉบับที่ 1 (พ.ศ. 2531)

-หาค่าความหนาแน่นของตัวอย่างโดยการชั่งน้ำหนักของก้อนตัวอย่างและหารด้วยปริมาตรของก้อนตัวอย่าง

4.2.3 การทดสอบการชะละลายของโลหะหนัก

การทดลองครั้งนี้ใช้มาตรฐานทดสอบการชะละลายของโลหะหนักโดยใช้วิธีสกัดสาร (Extraction Procedure) ซึ่งกรมโรงงานอุตสาหกรรมได้กำหนดไว้ในประกาศกระทรวงอุตสากรรม ฉบับที่ 6 (พศ. 2540) ดังรายละเอียดตามขั้นตอน ดังนี้

1. บดตัวอย่างสิ่งปฏิกูล หรือของเสียอันตราย ให้เป็นผง แล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางรูกรอง 9.5 มม.

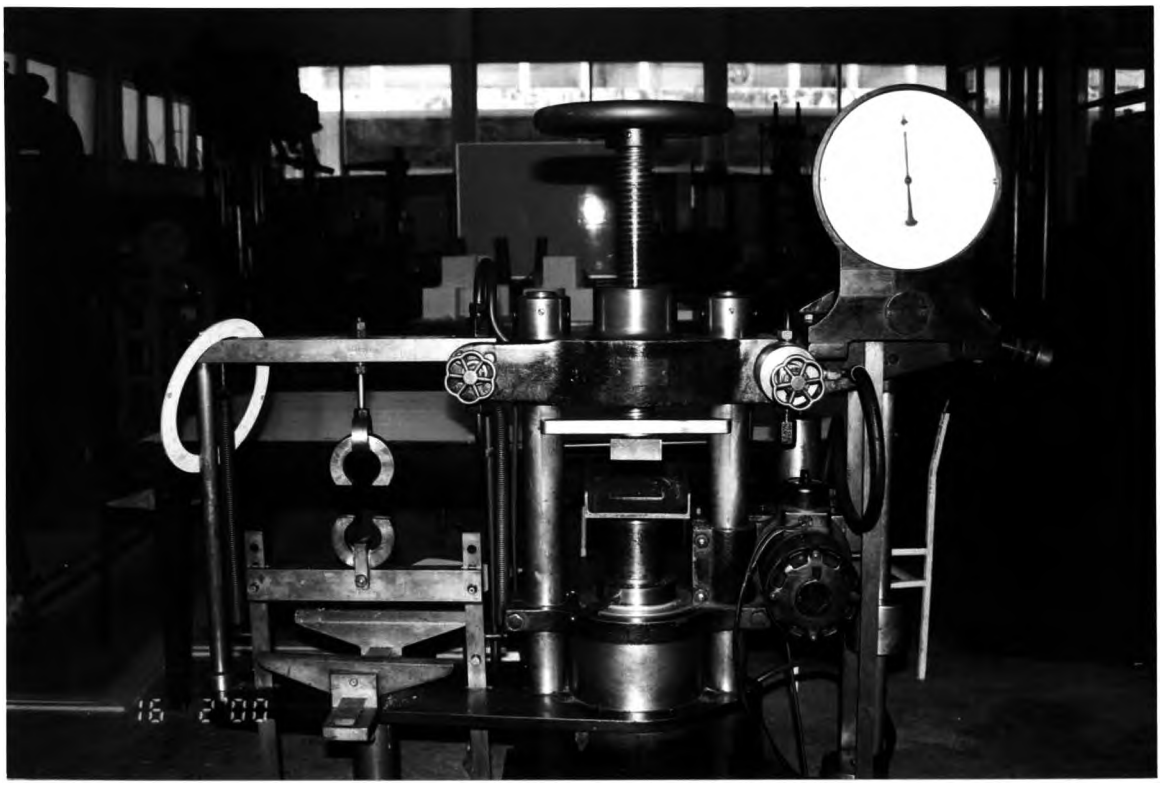
2. นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1. หนัก 100 กรัม เติมด้วยน้ำสกัด (Leachant) หรือน้ำฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain extraction fluid) ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดกำมะถันและกรดไนตริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) จนค่าความเป็นกรดด่าง (pH) มีค่าคงที่เท่ากับ 5 แล้วจึงปรับปริมาตรของของผสมให้อัตราส่วนปริมาตรของน้ำสกัดเป็น 20 เท่า (มิลลิลิตร) ของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง

3. เขย่าบนเครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary agitator) ที่มีอัตราการหมุน 30 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 18 ชั่วโมง

4. กรองสารละลายจากการสกัด (Leachate) ด้วยแผ่นกรองใยแก้วที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน

5. นำของเหลวที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าสารมลพิษต่าง ๆ ตามวิธีมาตรฐาน ที่ใช้ในการวิเคราะห์น้ำทิ้งตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรมฉบับที่ 2 (พศ. 2539)

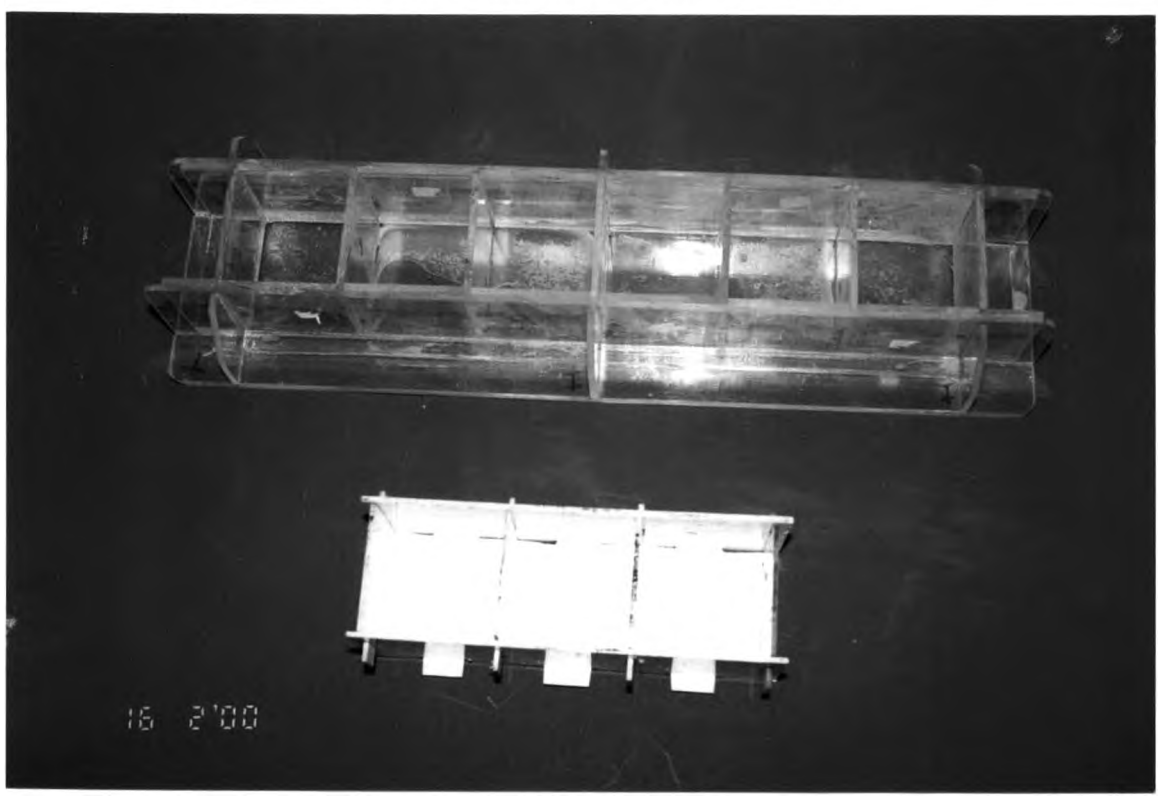
รูปที่ 4.1 แผนผังแสดงการทดสอบการชะละลายของโลหะหนักตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ. 2540)



รูปที่ 4.2 เครื่องมือทดสอบหาค่ากำลังรับแรงอัด

รูปที่ 4.3 เครื่องกวนเขย่าหมุน (Rotary Agitator)

รูปที่ 4.4 เครื่อง Atomic Absorbtion Spectrophotometer



รูปที่ 4.5 แบบหล่อก้อนตัวอย่าง

4.2.4 ขั้นตอนการทดลอง แบ่งออกเป็น 4 ชุด การทดลอง ดังต่อไปนี้

การทดลองที่ 1 วิเคราะห์หาส่วนประกอบของทั้งตัวอย่างกากตะกอนน้ำมันเตาและของขี้เถ้าที่ได้จากการเผากากตะกอนน้ำมันเตาที่อุณหภูมิต่างๆ โดยหาทั้งสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมี

-สำหรับกากตะกอนน้ำมันเตา ให้ทำการวิเคราะห์ค่าต่างๆ ดังนี้

สมบัติทางกายภาพ หาปริมาณน้ำบรรจุ การดูดซึม และความหนาแน่นรวม

สมบัติทางเคมี วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด โดยมีวิธีวิเคราะห์ดังนี้

- **วิธีการย่อยน้ำมันด้วยกรดตามมาตรฐานของ US.EPA Method 3030**
- **วิธีการสกัดสารของประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ.2540)**

-สำหรับขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตา ให้ทำการวิเคราะห์ค่าต่างๆ ดังนี้

สมบัติทางกายภาพ หาปริมาณน้ำบรรจุ การดูดซึม และความหนาแน่นรวม

สมบัติทางเคมี วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด โดยมีวิธีวิเคราะห์ดังนี้

- **วิธีการย่อยขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันอย่างรุนแรงด้วยกรดไนตริกเข้มข้น**
- **วิธีการสกัดสารของประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ.2540)**

โดยในการวิเคราะห์หาสมบัติทางเคมีของตัวอย่างกากตะกอนและขี้เถ้าที่ได้จากการเผากากตะกอนน้ำมันเตานั้นจะทำการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก Atomic Absorption Spectrophotometer (AA)

1.สมบัติทางด้านกายภาพ

1.1 ปริมาณน้ำบรรจุ

ทำโดยนำตัวอย่างกากตะกอนน้ำมันเตาและ/หรือขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตามาชั่งน้ำหนัก (ทำครั้งละ 3 ตัวอย่าง) จากนั้นนำเข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 105 °ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำออกจากตู้อบปล่อยให้เย็นในโถทำให้แห้ง (Desiccator) แล้วชั่งน้ำหนักหาผลต่างระหว่างน้ำหนักของตัวอย่างกากตะกอนน้ำมันเตาและขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตาก่อนเข้าตู้อบกับน้ำหนักหลังผ่านการอบแล้วต่อน้ำหนักก่อนผ่านการอบ จะได้เป็นค่าร้อยละของปริมาณน้ำบรรจุ นำทั้ง3 ค่ามาหาค่าเฉลี่ย

1.2 การดูดซึม (ร้อยละ)

ทดสอบโดยการแช่ตัวอย่างกากตะกอนน้ำมันเตาและ/หรือขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตาในน้ำเป็นเวลา 24 $\pm$ 4 ชั่วโมง จากนั้นทำการเทน้ำออกจากตัวอย่างจากนั้นนำตัวอย่างมาชั่งน้ำหนัก แล้วทำตัวอย่างให้แห้งสนิทโดยใช้ความร้อนที่อุณหภูมิ 110 $\pm$ 5 °C ประมาณ 1 ถึง3 ชั่วโมง แล้วนำตัวอย่างมาชั่งน้ำหนักอีกครั้งหนึ่ง ค่าการดูดซึม (ร้อยละ) หาได้ดังนี้

$$\text{การดูดซึม} = \frac{\text{น้ำหนักตัวอย่างที่อยู่ในสภาพอิ่มตัว} - \text{น้ำหนักตัวอย่างที่แห้งสนิท}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างที่แห้งสนิท}} \times 100$$

1.3 ความหนาแน่นรวม (Bulk density)

ทำโดยนำกากตะกอนน้ำมันเตาและ/หรือขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตามาใส่ในกระบอกตวงขนาด 1,000 ลบ.ซม. มา 3 ตัวอย่างใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 1,000 ลบ.ซม. (ที่ชั่งน้ำหนักไว้ก่อนแล้ว) จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งขนาด 2,000 กรัมเพื่อหาน้ำหนักขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตาที่ปริมาตร 1,000 ลบ.ซม. เมื่อหักลบจากน้ำหนักภาชนะแล้ว นำน้ำหนักกากตะกอนน้ำมันเตาและขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตาที่หาได้มาคำนวณหาค่าความหนาแน่นรวมของทั้ง 3 ตัวอย่าง แล้วคำนวณหาค่าเฉลี่ยของความหนาแน่นรวมโดย

$$\text{ความหนาแน่นรวม (ตัน/ลบ.ม.)} = \frac{\text{นน.ตัวอย่างกากตะกอนน้ำมันเตาและขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตา (ตัน)}}{\text{ปริมาตรตัวอย่างขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตา (ลบ.ม.)}}$$

2.สมบัติทางด้านเคมี

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบของธาตุที่สำคัญ ซึ่งได้แก่ปริมาณโลหะหนักที่เป็นอันตรายในกากตะกอนน้ำมันเตาและขี้เถ้าที่ได้จากการเผากากตะกอนน้ำมันเตาที่อุณหภูมิ 400^0C ,800^0C และ 1,200 ^{0}C โดยทำการวิเคราะห์สมบัติทางด้านเคมีดังนี้

2.1 กากตะกอนน้ำมันเตา

-วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในกากตะกอนน้ำมันเตาด้วยวิธีย่อยน้ำมันด้วยกรดตามมาตรฐาน US. EPA. Method 3030 ซึ่งมีวิธีดังนี้

- นำตัวอย่างกากตะกอนน้ำมันเตามา 2 กรัมใส่ในขวดเจดาล (Kjeldahl flask) แล้วใส่ 10 ml.ของ Conc H_2SO_4 แล้วใส่ลูกแก้วขนาด 6 มม. ผสมให้เข้ากัน

- นำไปต้มย่อย (Digest) ในตู้ดูดควัน (Hood) จนเกิดควันขาว ทิ้งให้เย็นแล้วเติม 1 ml. ของ Conc HNO_3

- นำไป Digest ต่อจนเกิดควันขาวอีก แล้วเติม 1 ml. ของ Conc HNO_3 ต้มต่อจนน้ำตัวอย่างใส ถ้ายังไม่ใส เติม 1 ml. ของ Conc HNO_3 แล้วต้มต่อ ทำซ้ำไปเรื่อย ๆ จนกระทั่งน้ำตัวอย่างใส

- ทิ้งให้เย็น เติม 0.5 ml. ของ 30 % H_2O_2 แล้วต้มต่อจนเกิดควันขาวอีก เติม 1 ml. ของ Conc HNO_3 ต้มต่อจนน้ำตัวอย่างไม่มีสี ถ้ายังก็ทำขั้นตอนนี้ซ้ำไปเรื่อย ๆ จนเป็นของเหลวไม่มีสี แล้วเติมน้ำกลั่น 5 ml. ทิ้งให้เย็น

- เติม 2 ml. ของ Conc HCl นำไปกรอง เติมน้ำกลั่นให้เป็น 25 ml. แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่อง AA

- วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในกากตะกอนน้ำมันเตาด้วยวิธีสกัดสารตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม (พศ. 2540)

2.2 ขี้เถ้าหลังการเผาที่อุณภูมิ 400^0 ซ. 800^0ซ. และ $1,200^0$ ซ.

- วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectrometer

เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตา ซึ่งอยู่ในรูปออกไซด์ของธาตุต่างๆ โดยการส่งตัวอย่างขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตาไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Energy

Dispersive X-ray Spectrometer ที่ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

- วิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักในขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตา ด้วยวิธีการย่อยด้วยกรดไนตริกเข้มข้น ตามวิธีมาตรฐานของ U.S.EPA.

เป็นการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักทั้งหมด ในขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตาด้วยกรดเข้มข้นโดยย่อยขี้เถ้ากากตะกอนอย่างรุนแรงในกรดไนตริกตามมาตรฐานของU.S.EPA. ดังนี้

- นำตัวอย่างขี้เถ้ากากตะกอน 1 กรัม ใส่ในบิกเกอร์ขนาด 125 มิลลิลิตร
- เติมกรดไนตริกผสมน้ำกลั่น (อัตราส่วน 1:1) ปริมาณ 10 มล. แล้วนำบิกเกอร์มาตั้งบนเตา อุณหภูมิ 95°C ประมาณ 10 นาที
- รอจนตัวอย่างเย็นแล้ว เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มล. และนำมาตั้งบนเตาอีกประมาณ 30 นาที
- รอจนตัวอย่างเย็น แล้วจึงเติมน้ำกลั่น 2 มล. และเติม 30%ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) 3 มล.
- นำบิกเกอร์มาตั้งบนเตา รอกระทั่งฟองอากาศที่เกิดจากปฏิกิริยาเปอร์ออกไซด์หายไป แล้วค่อย ๆ เติม30%ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ทีละ 1 มล. จนกระทั่งไม่มีฟองอากาศ
- ตั้งบิกเกอร์บนเตาต่อไปจนกระทั่งเหลือปริมาตรกรดประมาณ 2 มล.
- นำบิกเกอร์ลงจากเตาแล้วเติมน้ำกลั่นประมาณ 10 มล. แล้วเขย่าให้เข้ากัน รอจนตัวอย่างเย็น
- นำน้ำที่ได้มากรองด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 42
- นำน้ำที่ได้มาเติมน้ำกลั่น จนได้ปริมาตร 100 มล. แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนัก ด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AA)

- การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด โดยใช้วิธีสกัดตามวิธีในประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ. 2540)

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด ในงานวิจัยนี้จะใช้วิธีสกัดตามวิธีในประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ. 2540) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- บดตัวอย่างให้เป็นผง แล้วร่อน ผ่านตะแกรงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 9.5 มิลลิเมตร

- นำตัวอย่างที่ได้จาก 1) หนัก 25 กรัม เติมด้วยน้ำสกัด (Leachate) หรือ น้ำฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain extraction fluid) ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดกำมะถันและกรดไนตริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) จนค่าความเป็นกรดด่างพีเอช (pH) ของส่วนผสม (Mixture) มีค่าคงที่เท่ากับ 5 แล้วจึงปรับปริมาตรของส่วนผสมให้ อัตราส่วนปริมาตรของน้ำสกัดเป็น 20 เท่า (มิลลิลิตร) ของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง

- เขย่าบนเครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary agitator) ที่มีอัตราหมุน 30 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 18 ชั่วโมง

- กรองสารละลายจากการสกัด (Leachate) ด้วยแผ่นกรองใยแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน

-นำของเหลวที่ผ่านการกรองแล้วนำไปทำการวัดค่า pH และ วิเคราะห์หาค่าปริมาณโลหะหนักโดยใช้เครื่อง AA

การทดลองที่ 2 ศึกษาหาชนิดของวัสดุประสานที่เหมาะสมที่สุดในการทำเสถียร

โดยการทดลองหาอัตราส่วนผสมที่เหมาะสมระหว่าง ขี้เถ้าที่เหลือจากการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กับวัสดุประสาน

1. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์กับขี้เถ้าจากการเผาตะกอนน้ำมันเตา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

2. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนขาวกับขี้เถ้าจากการเผากากตะกอนน้ำมันเตา ร้อยละ10 ร้อยละ 30 และ ร้อยละ 50โดยน้ำหนัก

3. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์ผสมปูนขาว (1 : 1) กับขี้เถ้าจากการเผากากตะกอนน้ำมันเตา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

4. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์กับโซดาไฟ 10% กับขี้เถ้าจากการเผาตะกอนน้ำมันเตา ร้อยละ10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

5. ใช้อัตราส่วนผสมระหว่างปูนซีเมนต์กับโซดาไฟ 20% กับขี้เถ้าจากการเผาตะกอนน้ำมันเตา ร้อยละ 10 ร้อยละ 30 และร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก

- ค่าส่วนผสมในแต่ละส่วนของตัวอย่างขี้เถ้ากากตะกอนน้ำมันเตา แสดงในตารางที่ 4.1

- อัตราส่วนระหว่าง น้ำ : วัสดุประสาน เป็น 0.50

- ระยะเวลาบ่มตัว เป็น 7 และ 28 วันจะทำการหล่อก้อนตัวอย่างส่วนผสมละ 6 ตัวอย่าง เพื่อทดสอบที่ระยะเวลาบ่มตัว 7 วัน 3 ตัวอย่าง และทดสอบที่ระยะเวลาบ่มตัว 28 วัน 3 ตัวอย่าง

ตารางที่ 4.1 สัดส่วนผสมของวัสดุประสานชนิดต่าง ๆ ที่ใช้ในการทำเสถียรกากตะกอนน้ำมันเตาให้เป็นก้อน

วัสดุประสาน	อัตราส่วนผสมของวัสดุประสาน (ร้อยละ) เทียบกับน้ำหนักขี้เถ้ากากตะกอน
1. ปูนซีเมนต์	10,30 และ 50
2. ปูนขาว	10,30 และ 50
3. ปูนซีเมนต์ผสมปูนขาว (1:1 โดยน้ำหนัก)	10,30 และ 50
4. ปูนซีเมนต์ผสมโซดาไฟ (10% โดยน้ำหนัก)	10,30 และ 50
5. ปูนซีเมนต์ผสมโซดาไฟ (20% โดยน้ำหนัก)	10,30 และ 50

โดยนำก้อนตัวอย่างที่อัตราส่วนต่างๆ ที่ผ่านการบ่มตัว 7 วัน และ 28 วัน มาทดสอบค่า

- กำลังรับแรงอัด
- ปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด
- ความหนาแน่นของก้อนตัวอย่าง

ในการพิจารณาเลือกชนิด และอัตราส่วนวัสดุประสานเบื้องต้น ในการทำการวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงแนวทางในการบำบัดกากตะกอนน้ำมันเตาให้สามารถนำไปกำจัดโดยวิธีฝังกลบได้ ดังนั้น วิธีการทดสอบสมบัติของก้อนตัวอย่างจะยึดตามข้อกำหนดดังนี้ การทดสอบค่ากำลังรับแรงอัด ใช้ข้อกำหนดของ ประกาศกรมโรงงานอุตสาหกรรม ฉบับที่ 1 (พ.ศ. 2531)[1] ความหนาแน่น และการทดสอบการสกัดสาร ใช้ข้อกำหนดของ ประกาศกรมโรงงานอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 (พ.ศ. 2540)

โดยค่าที่จะทำการทดสอบมีรายละเอียดดังนี้หา

1) กำลังรับแรงอัด

กำหนดใช้ค่า Unconfined Compreessive Strength โดยการทำทดสอบจากก้อนตัวอย่างลูกบาศ์ก ขนาด 50x50x50 มิลลิเมตร ตามมาตรฐาน ASTM C 109 – 86 โดยเครื่องมือทดสอบกำลังรับแรงอัด แล้วหาค่าเฉลี่ยทุกสัดส่วนผสม

---

[1] การวิจัยและศึกษานี้ได้เริ่มดำเนินการก่อนประกาศกระทรวงอุตสากรรมฉบับที่ 6 (พ.ศ. 2540) กำหนดใช้

2) ปริมาณของโลหะหนักในน้ำสกัด

ตรวจวัดปริมาณของโลหะหนักในน้ำสกัดที่ระยะบ่มตัว 7 วัน และ 28 วัน โดยใช้วิธีการสกัดสารตามที่กรมโรงงานอุตสาหกรรมกำหนดไว้ แล้วหาค่าเฉลี่ยของทุกสัดส่วนวัสดุผสม

3) ความหนาแน่น

การทดลองที่ 3 ศึกษาอัตราส่วนของวัสดุประสานที่เหมาะสมที่สุด

1) จากผลการทดลองที่ 2 เลือกวัสดุประสานที่เหมาะสมที่สุดโดยจากการทดลองที่ 2 จะได้อัตราส่วนของวัสดุประสานที่เลือกมาอย่างหยาบ (X) โดยเลือกอัตราส่วนน้อยที่สุดที่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานค่ากำลังรับแรงอัดมา จากนั้นทดลองสุ่มแปรค่าอัตราส่วนของวัสดุประสานกับเถ้าตะกอนมาโดยเป็นค่าที่อยู่ระหว่างอัตราส่วนน้อยที่สุดที่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานค่ากำลังรับแรงอัดกับอัตราส่วนถัดลงมาที่ทดสอบแล้วไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานค่ากำลังรับแรงอัด แล้วแปรค่าโดยให้ห่างเป็นช่วง ๆที่ใกล้เคียงกัน (เช่น ถ้าทดสอบค่ากำลังรับแรงอัดแล้วพบว่าที่ อัตราส่วน ร้อยละ 10 ค่ากำลังรับแรงอัดไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐาน แต่ทดสอบที่อัตราส่วน ร้อยละ 30 แล้วผ่านเกณฑ์มาตรฐานค่ากำลังรับแรงอัด ก็จะทำการสุ่มทำการทดลองที่ อัตราส่วนร้อยละ 20 ถ้าทดสอบแล้วพบว่า ผ่านเกณฑ์มาตรฐานค่ากำลังรับแรงอัด ก็จะทำการสุ่มแปรค่าที่ อัตราส่วน ร้อยละ 13 ,15 และ 17 แต่ถ้าที่อัตราส่วนผสมร้อยละ 20 ยังไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานค่ากำลังรับแรงอัด ก็จะทำการสุ่มแปรค่าที่อัตราส่วน ร้อยละ 23 ,25 และ 27 เพื่อทำการทดสอบในการทดลองขั้นต่อไป โดยแปรค่าอัตราส่วนให้อยู่ในช่วงอัตราส่วนผสมที่มีสมบัติตามที่กรมโรงงานกำหนดไว้ และประหยัดที่สุด โดยใช้เวลาบ่มก้อนตัวอย่าง 7 วัน และ 28 วัน หล่อก้อนตัวอย่างผสมละ 6 ตัวอย่าง เพื่อทดสอบที่ระยะเวลาบ่มตัว 7วัน 3 ตัวอย่าง และทดสอบที่ระยะบ่มตัว 28 วัน 3 ตัวอย่าง

2) ทดสอบกำลังรับแรงอัดและความหนาแน่นของก้อนตัวอย่าง แล้วหาค่าเฉลี่ยของทุกสัดส่วนผสม

3) ทดสอบหาค่าความสามารถถูกชะละลายโลหะหนัก แล้วหาค่าเฉลี่ย

4) วัดค่าพีเอชของน้ำสกัด ของทุกตัวอย่าง

การทดลองที่ 4 ศึกษาผลของอัตราส่วนน้ำต่อวัสดุประสาน

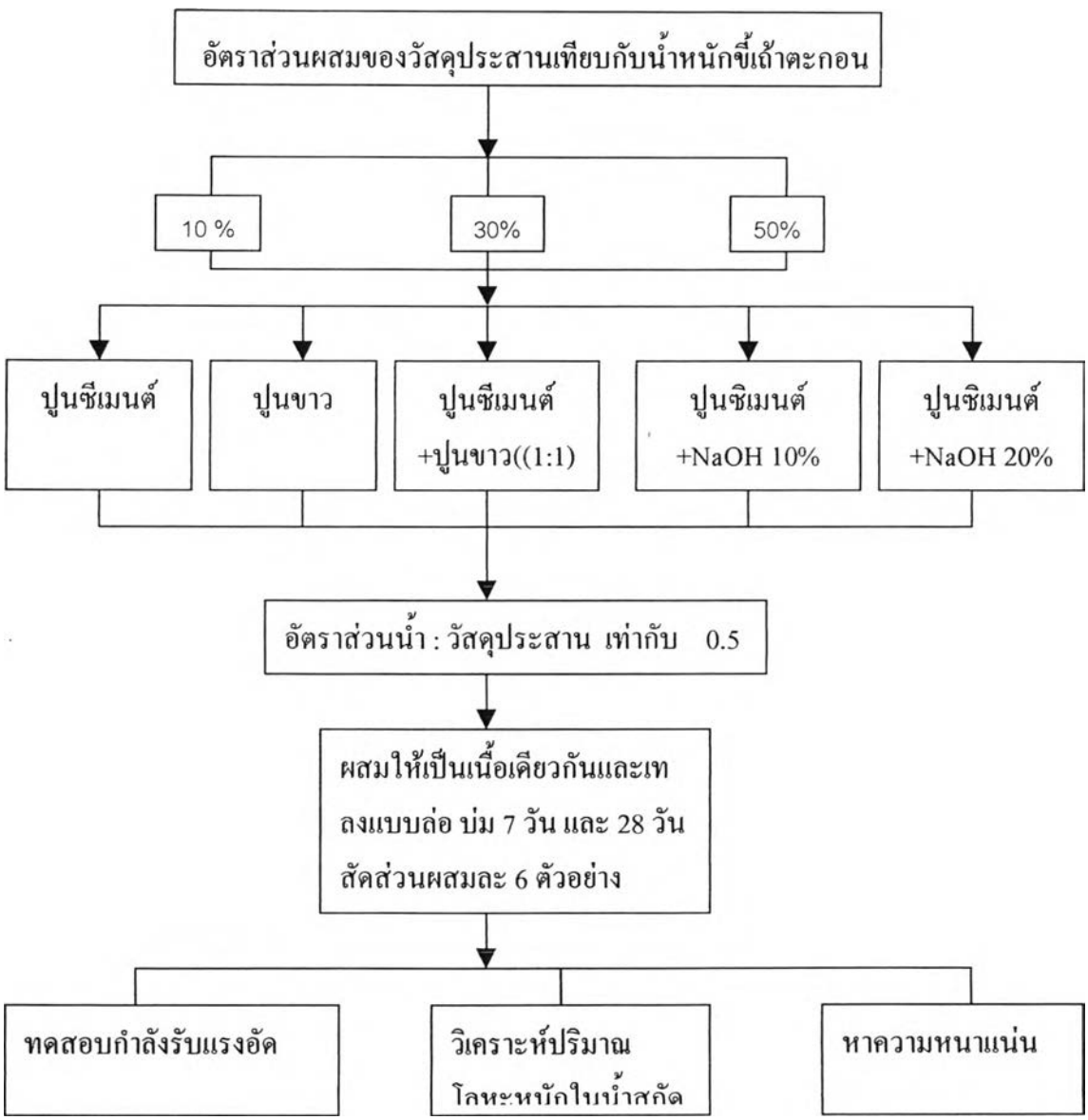
1) จากผลการทดลองที่ 3 หลังจากเลือกอัตราส่วนของวัสดุประสานที่เหมาะสมที่สุดมาแล้ว ขั้นตอนต่อไปคือ หาค่าอัตราส่วนน้ำต่อวัสดุประสานที่เหมาะสมที่สุดโดยการทดลองแปรค่าอัตรา

ส่วนผสมต่อน้ำวัสดุประสาน 4 ค่าโดยแบ่งเป็นช่วงต่าง ๆ ดังนี้ 0.3 0.4 0.6 และ 0.7 โดยใช้เวลาบ่มก้อนตัวอย่าง 7 วัน และ 28 วัน หล่อก้อนตัวอย่างส่วนผสมละ 6 ตัวอย่าง เพื่อทดสอบที่ระยะบ่มตัว 7 วัน 3 ตัวอย่าง และทดสอบที่ระยะบ่มตัว 28 วัน 3 ตัวอย่าง

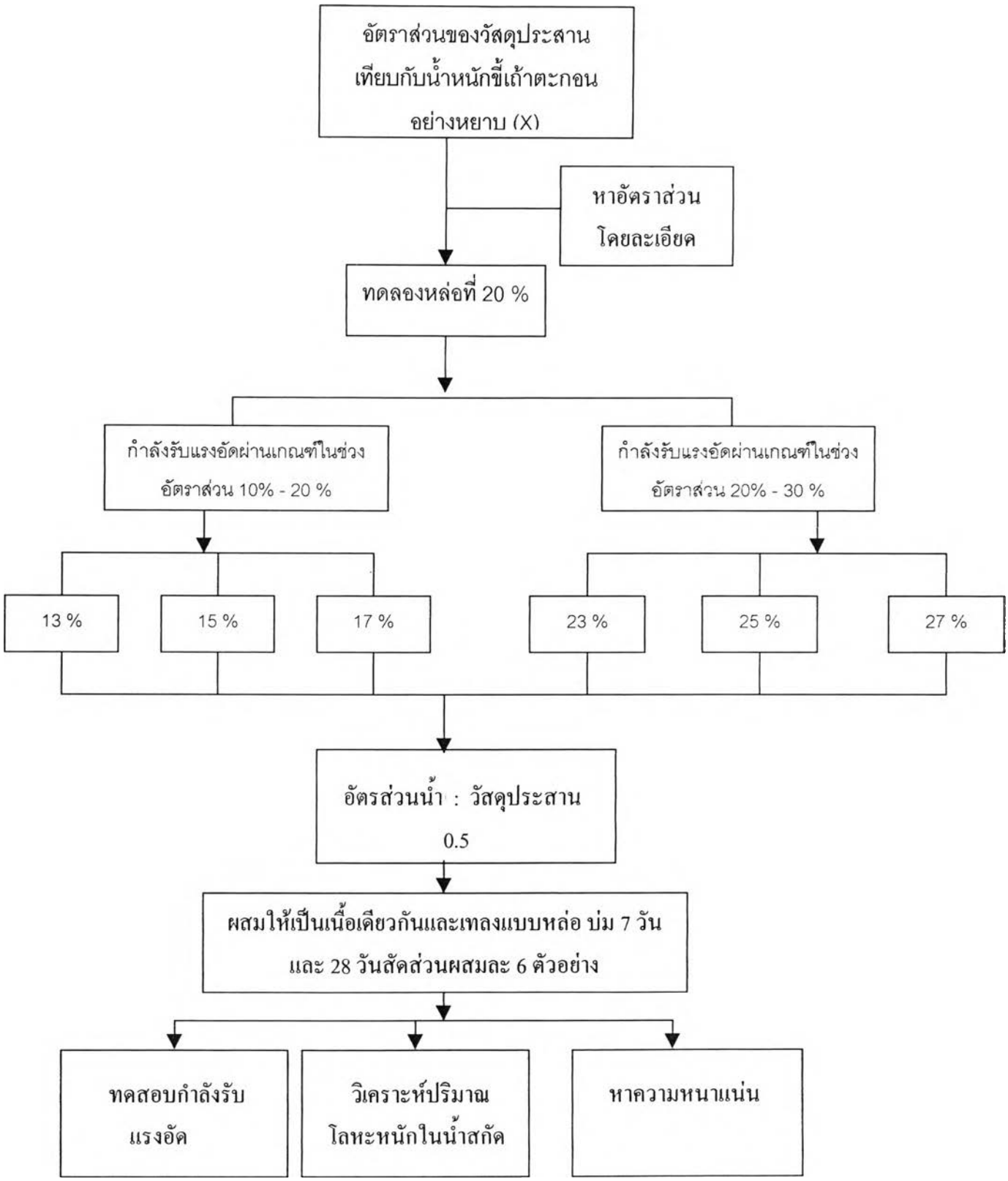
2) ทดสอบกำลังรับแรงอัด และความหนาแน่นของก้อนตัวอย่าง โดยใช้ตัวอย่างทดสอบแล้วหาค่าเฉลี่ยของสัดส่วนผสม

3) ทดสอบหาค่าความสามารถถูกชะละลายโลหะหนัก แล้วหาค่าเฉลี่ย

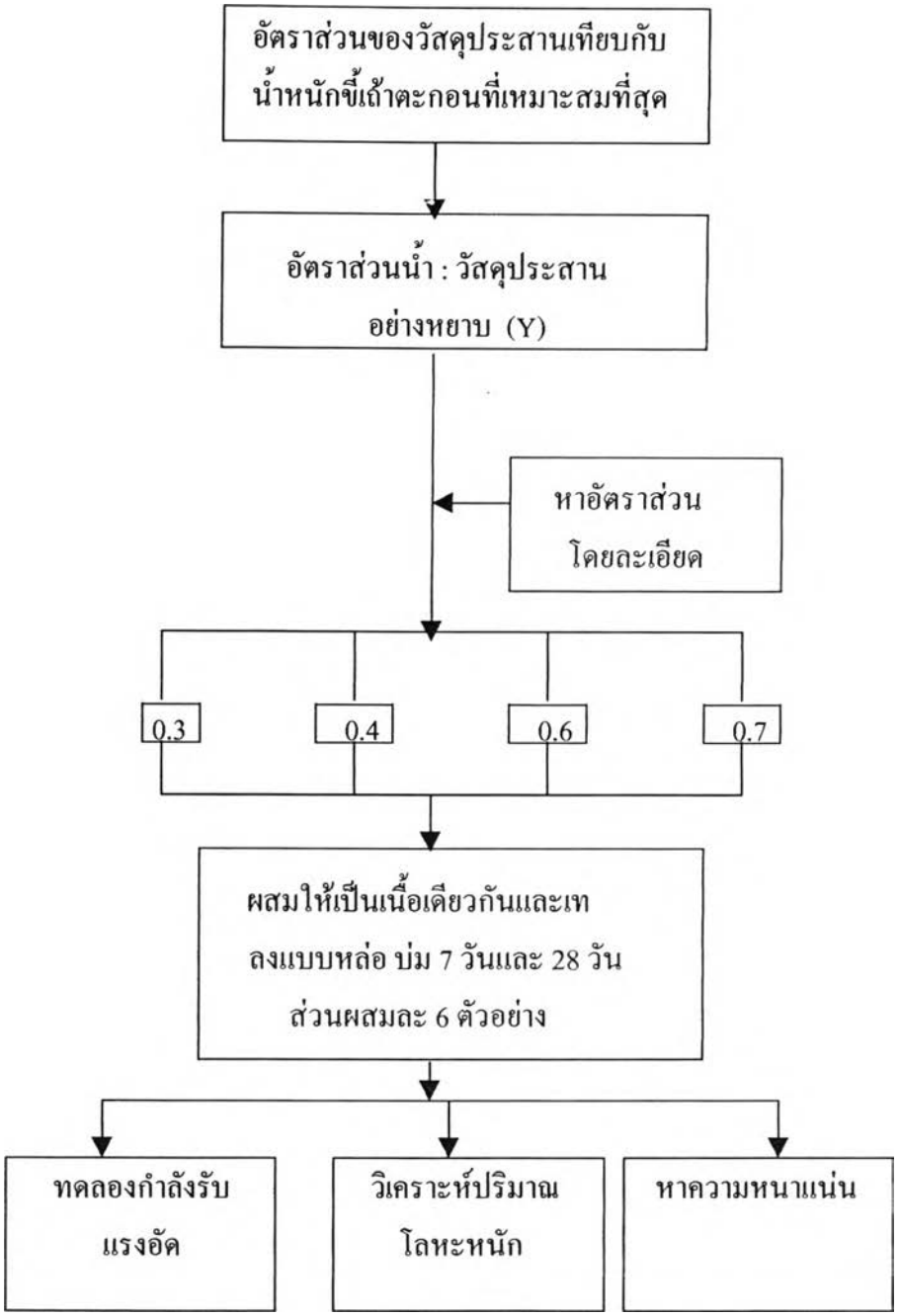
4) วัดค่าพีเอชของน้ำสกัดของทุกตัวอย่าง



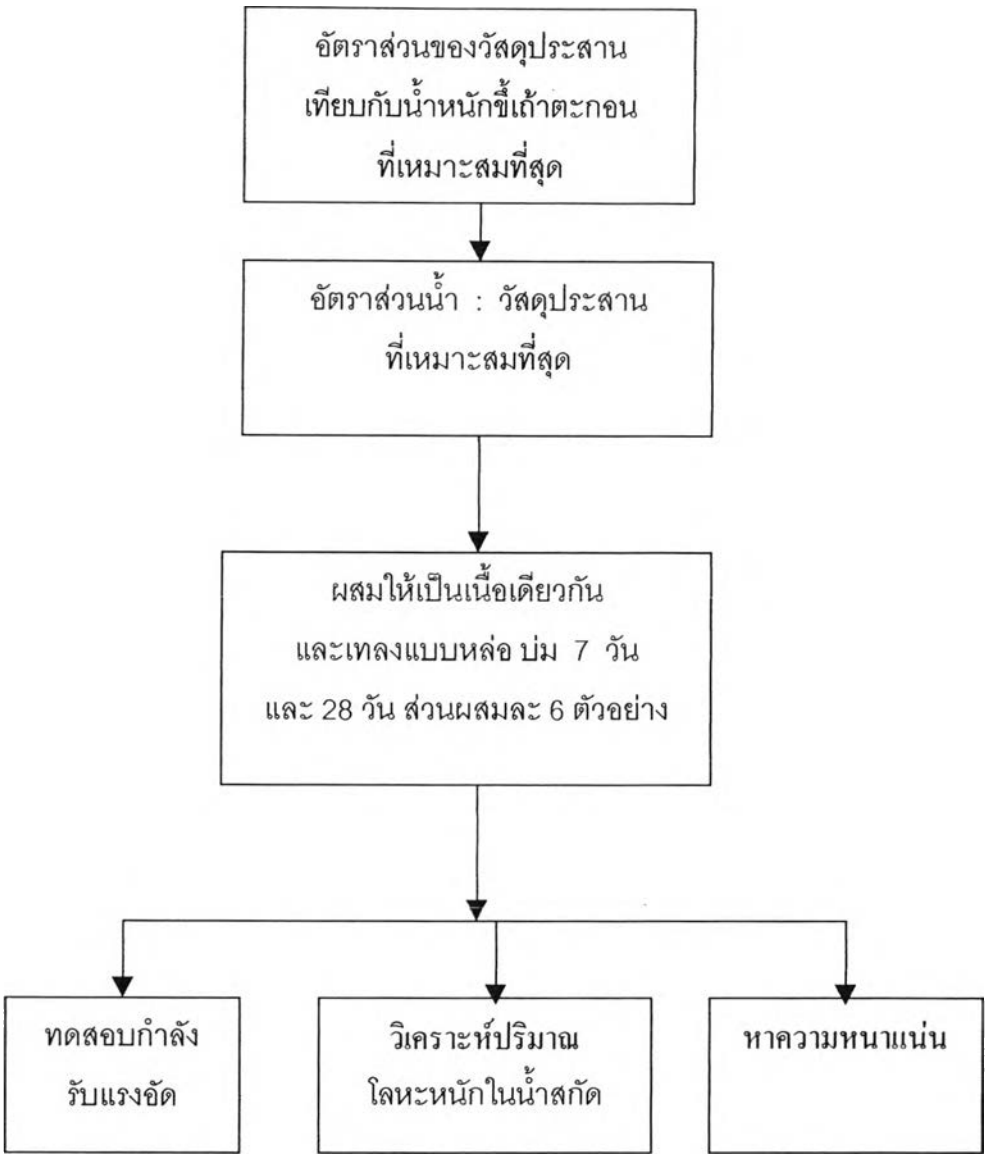
รูปที่ 4.6 แผนผังแสดงขั้นตอนการทดสอบหาชนิดของวัสดุประสานในการทำเสถียรขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตา



รูปที่ 4.7 แผนผังแสดงขั้นตอนการศึกษาอัตราส่วนของวัสดุประสานเทียบกับขี้เถ้าตะกอนที่เหมาะสมที่สุด



รูปที่ 4.8 แผนผังแสดงขั้นตอนการหาอัตราส่วนน้ำต่อวัสดุประสานที่เหมาะสมที่สุด



รูปที่ 4.9 แผนผังแสดงขั้นตอนโดยสรุปเมื่อได้อัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดแล้ว

4.3 หาประสิทธิภาพในการลดการถูกชะละลายของโลหะหนัก

1) ทดสอบหาค่าความสามารถถูกชะละลายโลหะหนัก ที่ยังไม่ได้ผ่านการทำให้เป็นก้อน โดยใช้วิธีการทดสอบเช่นเดียวกับ การทดลองที่ 1

2) คำนวณหาประสิทธิภาพในการลดการถูกชะละลายของโลหะหนัก

ประสิทธิภาพ = (Lo – Ls) / Lo x 100

โดย Ls = ความสามารถถูกชะละลายโลหะหนักในน้ำสกัดภายหลังผ่านกระบวนการทำให้เป็นก้อน มีหน่วยเป็น มก./ก.

Lo = ความสามารถถูกชะละลายโลหะหนัก ในน้ำสกัดก่อนผ่านกระบวนการทำให้เป็นก้อน มีหน่วยเป็น มก./ก.

4.4 การประมาณค่าใช้จ่ายในการกำจัดกากตะกอนน้ำมันเตา

ประมาณค่าใช้จ่ายในการทำกากตะกอนน้ำมันเตาให้เป็นก้อนต่อหน่วยผลิตภัณฑ์โดยมีค่าใช้จ่ายดังต่อไปนี้

1) ค่าใช้จ่ายในการทำให้เป็นก้อน

- ค่าเผากากตะกอน
- ค่าวัสดุประสาน
- ค่าแรงงาน พลังงาน เครื่องจักร สถานที่เก็บรอการฝังกลบ

2) ค่าขนส่งไปยังหลุมฝังกลบ

3) ค่าฝังกลบ

4.5 การวิเคราะห์ค่าใช้จ่ายเบื้องต้น

1)คำนวณหาประสิทธิภาพในการทำเสถียรขี้เถ้าตะกอนน้ำมัน

$$\text{ประสิทธิภาพ} = \frac{A - B}{A} \times 100$$

A = ความเข้มข้นของโลหะหนักในขี้เถ้าตะกอนน้ำมันเตาก่อนการทำเสถียร

B = ความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำสกัดภายหลังผ่านกระบวนการ

2)ประมาณค่าใช้จ่ายเบื้องต้นในการทำลายฤทธิ์ตะกอนน้ำมัน ตั้งแต่การบำบัดขั้นต้นด้วยการเผา การทำให้เป็นก้อน การขนส่ง จนถึงการนำไปฝังกลบ โดยประมาณค่าใช้จ่ายต่อปริมาตรตะกอนน้ำมันที่นำมากำจัดและต่อราคาน้ำมันเตา