บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

3.1.1 เตรียมดินเบาโดยผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1,000 °C

3.1.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้ดินเบาเผาดูดซับไนไตรท์และไนเตรทออกจากน้ำเสียสังเคราะห์

3.1.3 ศึกษาประสิทธิภาพของดินเบาเผาที่อุณหภูมิที่ทำให้การดูดซับไนไตรท์และไนเตรทดีที่สุด

3.1.4 ศึกษาสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของดินเบาเผาที่อุณหภูมิที่ทำให้ประสิทธิภาพในการดูดซับไนไตรท์และไนเตรทดีที่สุด

3.1.5 ศึกษาการชะละลายไนไตรท์และไนเตรทของดินเบาเผาที่ผ่านการดูดซับแล้ว

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

3.2.1 ดินเบา

มีลักษณะเป็นผงค่อนข้างละเอียดสีเหลืองอ่อน

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

1) Potassium permanganate (Univar, AR grade)
2) $NaAsO_2$ (Unilab, AR grade)
3) Brucine sulfate (Carlo Erba, AR grade)
4) Sulfanilic acid (Univar, AR grade)
5) Sulfanilamide (Univar, AR grade)
6) N-(1-Naphthyl)-Ethylenediamine Dihydrochloride (Carlo Erba, AR grade)
7) Sodium nitrite (Univar, AR grade)
8) Sodium oxalate (Univar, AR grade)
9) Sodium hydroxide (Merck, AR grade)
10) Sulfuric acid (Merck, AR grade)

11) Sodium chloride (Mallinckrodt, AR grade)

12) Hydrochloric acid (Merck, AR grade)

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย	ยี่ห้อ:รุ่น
1	เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด	Mettler : AB204-S
2	เครื่องเขย่า (shaker)	GFL3015
3	pH meter	ORION : 920A
4	เครื่อง Scanning electron microscope	JEOL : JSM – 5410 LV
5	เครื่อง BET (Surface area and pore-size distribution)	ASAP 200
6	กระดาษกรองเบอร์ 42	Whatman
7	Spectrophotometer	(HACH DR4000)
8	เดซิเคเตอร์	
9	เครื่องอังไอน้ำ (Water bath)	(Yamoto BS – 48)
10	เครื่อง X-ray fluorescense (XRF)	Philips : PW 2400
11	อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป	

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

ทำการปรับปรุงคุณภาพดินเบาโดยการนำดินเบามาบดอย่างหยาบแล้วร่อนด้วยตะแกรงขนาด 100 mesh จากนั้นนำดินเบาไปเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C โดยใช้เครื่อง Furnace เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำไปเก็บในเดซิเคเตอร์ แล้วนำไปใช้ในการทดลองช่วงต่อไป

3.4.2 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับไนไตรท์โดยดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

การดำเนินการวิจัยนี้ได้เลือกค่าพารามิเตอร์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	พารามิเตอร์ต่าง ๆ	ช่วงที่ทำการศึกษา
1	ความเข้มข้นของสารละลายไนไตรท์	10, 15, 20, 30, 40 และ50 mg/l
2	พีเอช (pH)	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ10
3	เวลาสัมผัส	2, 4, 6, 8, 10 และ12 ชั่วโมง
4	ปริมาณดินเบาเผา	0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ3.0 กรัม

3.4.2.1 <u>การศึกษาผลความเข้มข้นของสารละลายไนไตรท์ที่เหมาะสมในการดูดซับโดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ 1000 °C</u>

เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไนไตรท์ความเข้มข้น 10, 15, 20, 30, 40 และ50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เติมดินเบาเผาปริมาณ 1 กรัม ปรับพีเอชให้เท่ากับ 7 (ใช้ 1N H_2SO_4 และ1N NaOH) นำขวดไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ไนไตรท์โดยวิธี NED เลือกความเข้มข้นของสารละลายไนไตรท์ที่ดินเบาเผาดูดซับได้ดีที่สุด

3.4.2.2 <u>ศึกษาผลของพีเอชของสารละลายไนไตรท์ที่เหมาะสมในการดูดซับโดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C</u>

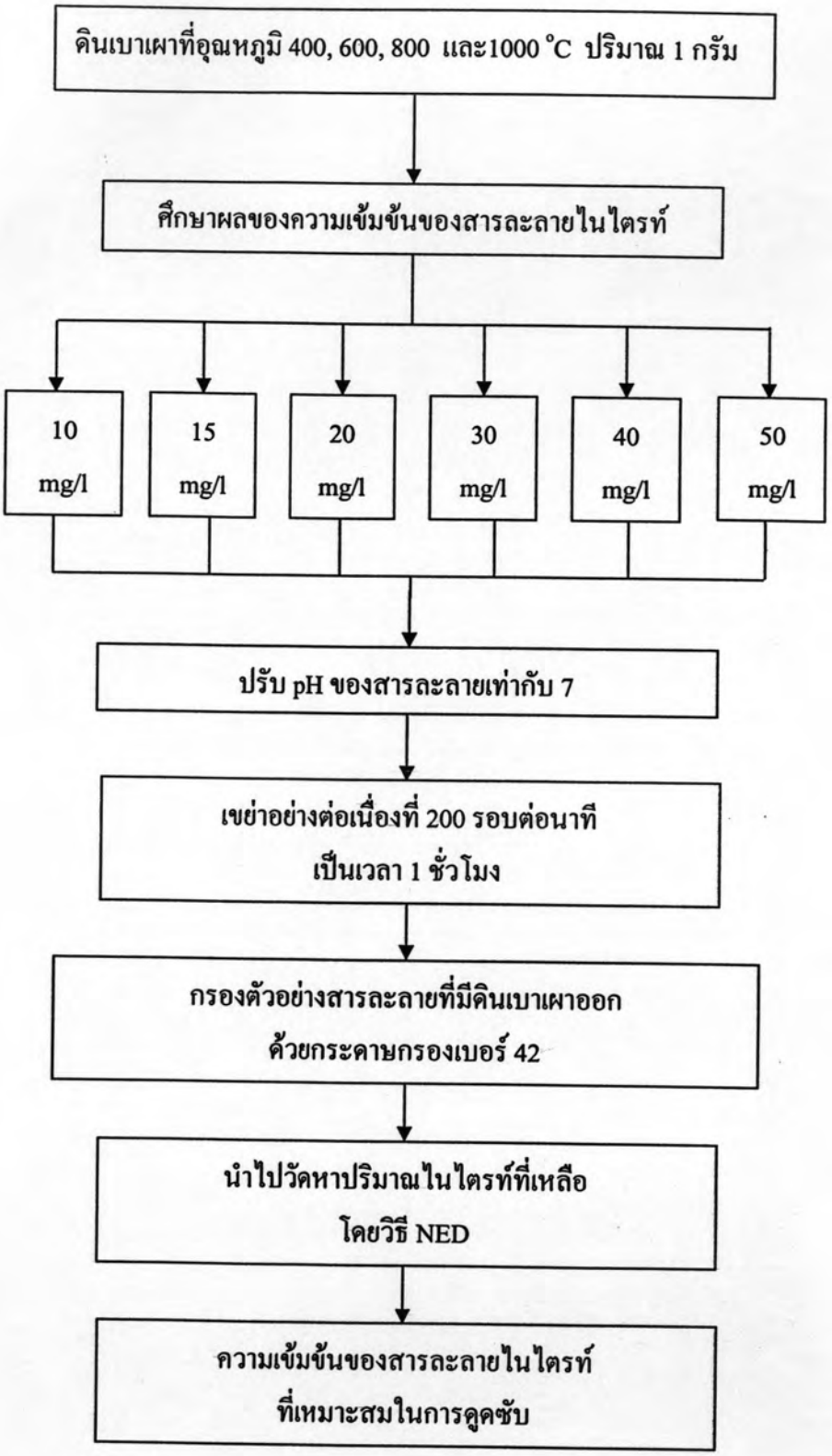
นำน้ำเสียสังเคราะห์ไนไตรท์ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ความเข้มข้นเท่ากับค่าความเข้มข้นที่ได้ จากข้อ 3.4.2.1 นำมาเติมดินเบาปริมาณ 1.0 กรัม ปรับค่าพีเอชให้เท่ากับ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ10 (ใช้ 1N H_2SO_4 และ1N NaOH) จากนั้นนำไปเขย่าที่ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายไปวิเคราะห์หาไนไตรท์โดยวิธี NED เลือกค่าพีเอชที่ดินเบาเผาดูดซับได้ดีที่สุด

3.4.2.3 ศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่เหมาะสมในการดูดซับไนไตรท์โดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

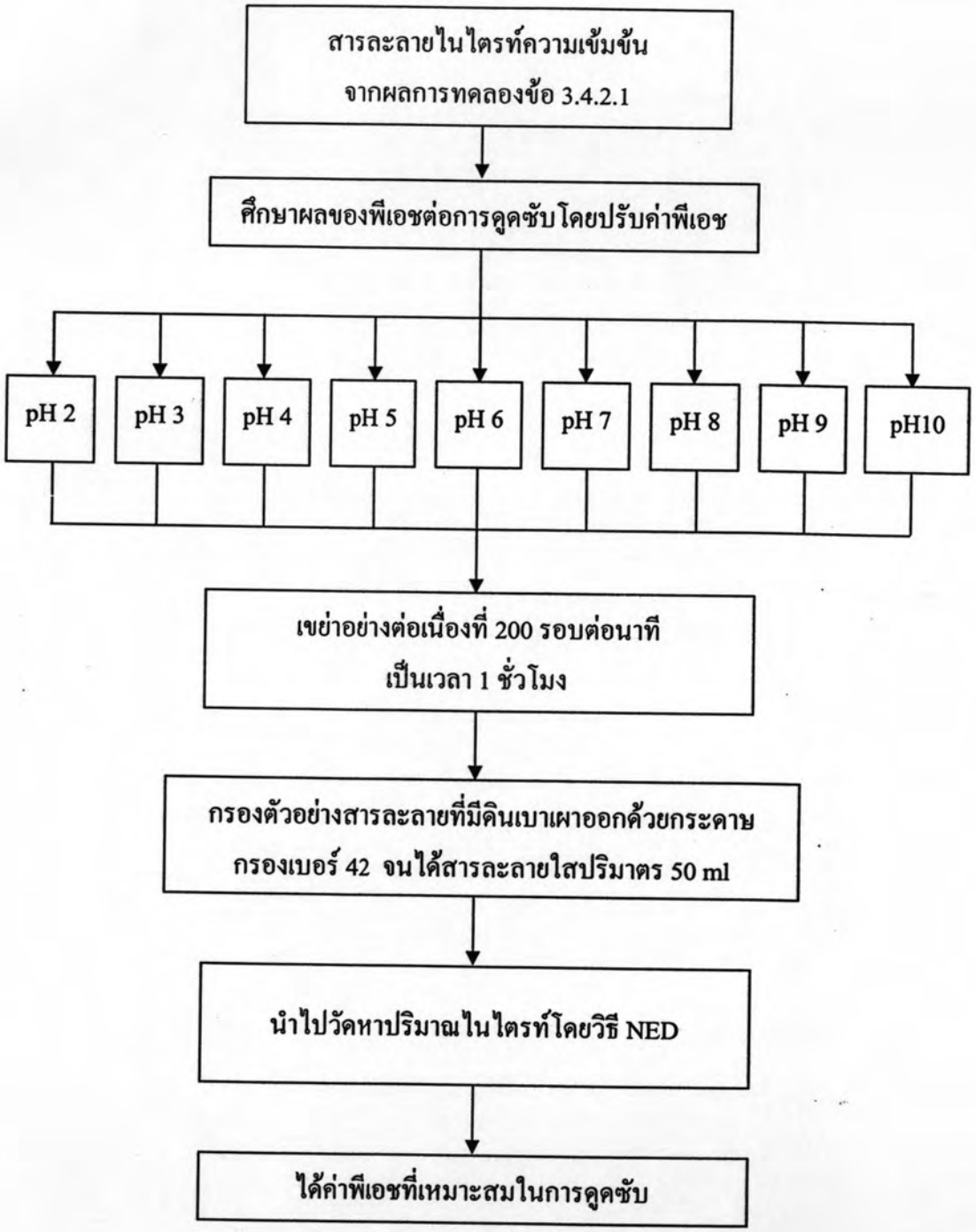
นำน้ำเสียสังเคราะห์ไนไตรท์ความเข้มข้นเท่ากับค่าความเข้มข้นที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 มาปรับค่าพีเอชให้เท่ากับค่าพีเอชที่เกิดการดูดซับดีที่สุดจากผลการทดลองในข้อ 3.4.2.3 เติมดินเบาปริมาณ 1 กรัม จากนั้นนำไปเขย่าที่ 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2, 4, 6, 8, 10 และ12 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาไนไตรท์ เลือกเวลาสัมผัสของสารละลายไนไตรท์ที่ดินเบาเผาดูดซับได้ดีที่สุด

3.4.2.4 ศึกษาความสัมพันธ์ของปริมาณดินเบาเผากับสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับไนไตรท์โดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

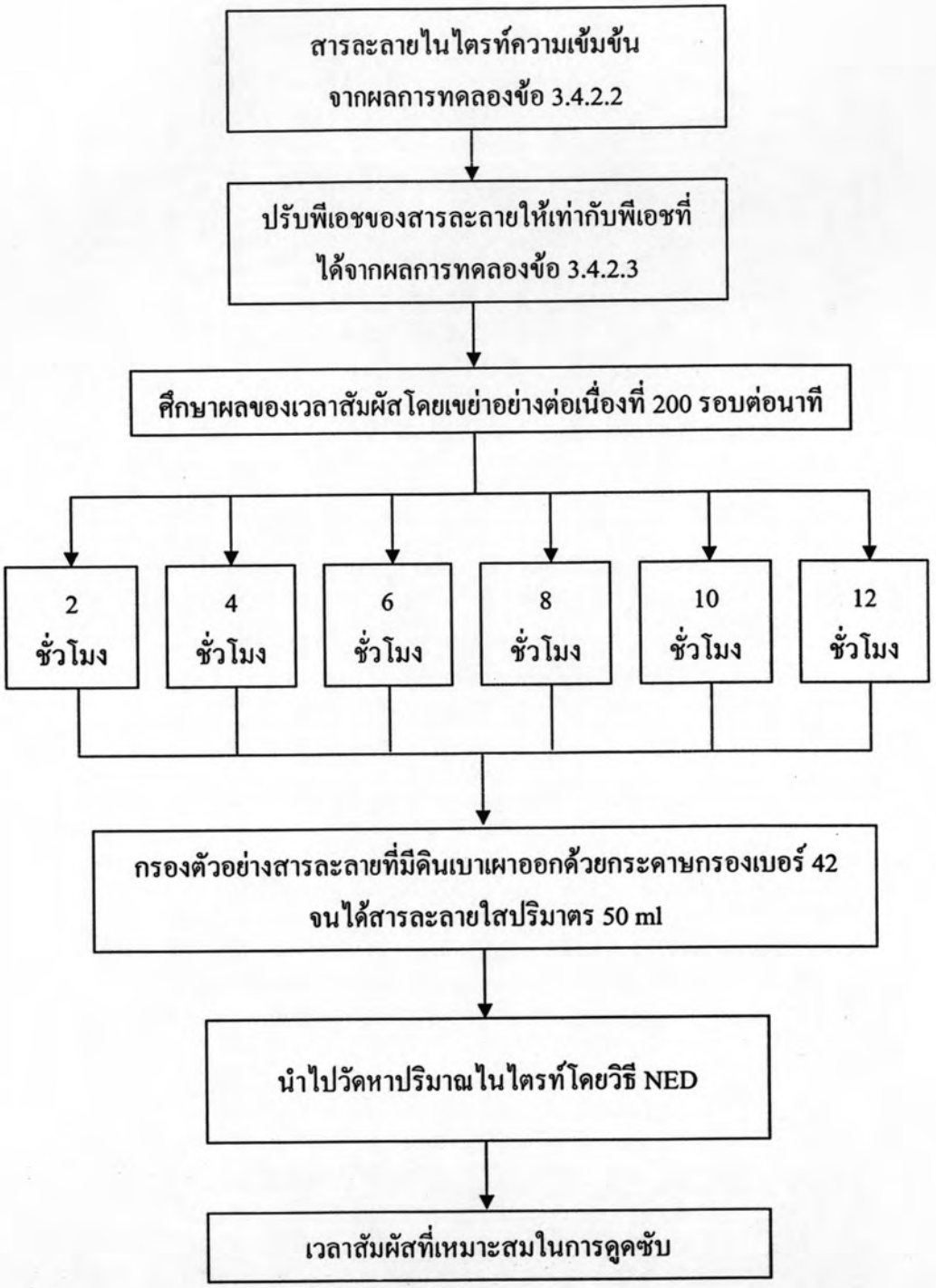
นำน้ำเสียสังเคราะห์ไนไตรท์ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ที่ทราบความเข้มข้นจากข้อ 3.4.2.1 ค่าพีเอชจากข้อ 3.4.2.2 และ เวลาสัมผัสที่ดินเบาเผาดูดซับดีที่สุดจากข้อ 3.4.2.3 เติมดินเบาเผาปริมาณ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ3.0 กรัม จากนั้นนำไปเขย่าที่ 200 รอบต่อนาที กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาไนไตรท์ที่เหลืออยู่ นำค่าที่ได้ไปศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับแบบฟรุนดลิชและแลงมัวร์



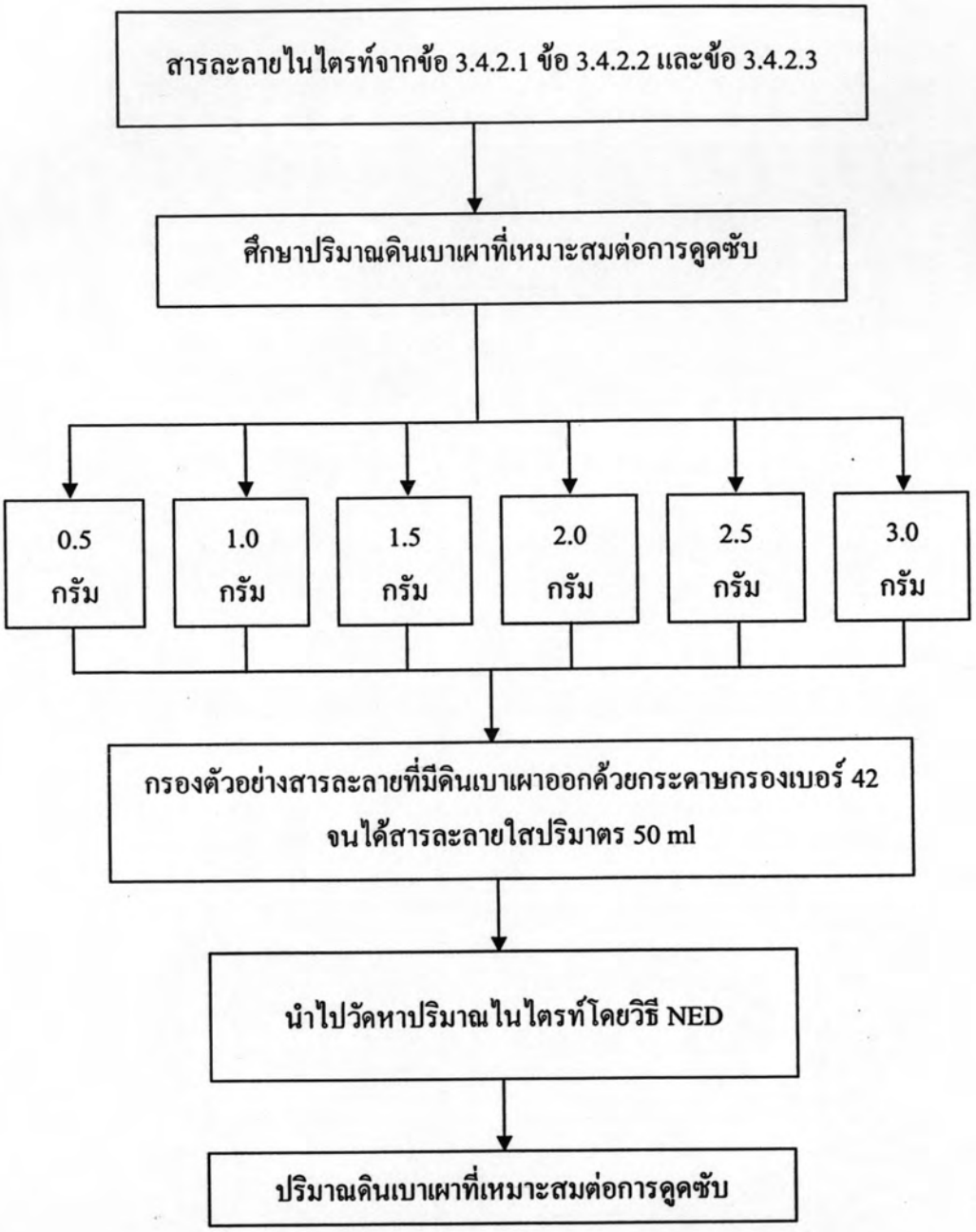
ภาพที่ 3.1 ขั้นตอนการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายไนไตรท์ที่มีต่อการดูดซับโดยดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C



ภาพที่ 3.2 ขั้นตอนการศึกษาผลของพีเอชที่มีต่อการดูดซับไนไตรท์โดยดินเบาเผา ที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C



ภาพที่ 3.3 ขั้นตอนการศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่มีต่อการดูดซับไนไตรท์โดยดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C



ภาพที่ 3.4 ขั้นตอนการศึกษาผลของปริมาณดินเบาเผาที่มีต่อการดูดซับไนไตรท์โดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

3.4.3 การหาสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับไนเตรทโดยดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

การดำเนินการวิจัยนี้ได้เลือกค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 พารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	พารามิเตอร์ต่าง ๆ	ช่วงที่ทำการศึกษา
1	ความเข้มข้นของสารละลายไนเตรท	10, 15, 20, 30, 40 และ50 mg/l
2	พีเอช (pH)	2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ10
3	เวลาสัมผัส	3, 6, 9, 12, 24 และ36 ชั่วโมง
4	ปริมาณดินเบาเผา	0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ3.0 กรัม

3.4.3.1 ศึกษาผลความเข้มข้นของสารละลายไนเตรทที่เหมาะสมในการดูดซับโดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ไนเตรทความเข้มข้น 10, 15, 20, 30, 40 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เติมดินเบาเผาปริมาณ 1 กรัม ปรับพีเอชให้เท่ากับ 7 (ใช้ 1 N H_2SO_4 และ1 N NaOH) นำไปเขย่าที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทโดยวิธี brucine เลือกความเข้มข้นของสารละลายไนเตรทที่ดินเบาเผาดูดซับได้ดีที่สุด

3.4.3.2 ศึกษาผลของพีเอชของสารละลายไนเตรทที่เหมาะสมในการดูดซับโดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

นำน้ำเสียสังเคราะห์ไนเตรทความเข้มข้นเท่ากับค่าความเข้มข้นที่ได้จากช่วงที่ 3.4.3.1 นำมาเติมดินเบาเผาปริมาณ 1 กรัม ปรับค่าพีเอชให้เท่ากับ 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ10 (ใช้ 1N H_2SO_4 และ1N NaOH) จากนั้นนำไปเขย่าที่ 200 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

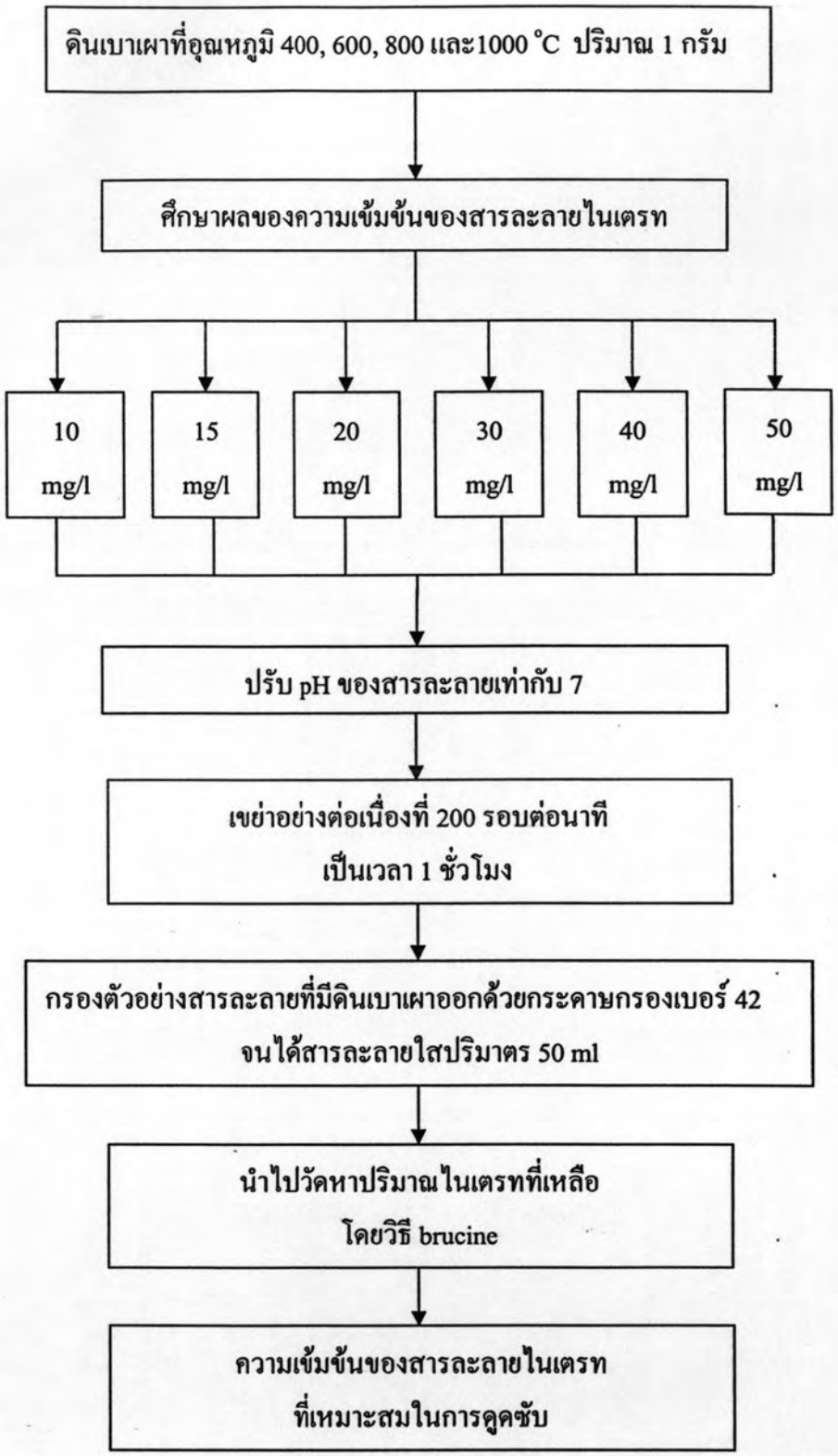
กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออก นำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทโดยวิธี brucine เลือกค่าพีเอชของสารละลายไนเตรทที่ดินเบาเผาดูดซับได้ดีที่สุด

3.4.3.3 <u>ศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่เหมาะสมในการดูดซับไนเตรทโดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C</u>

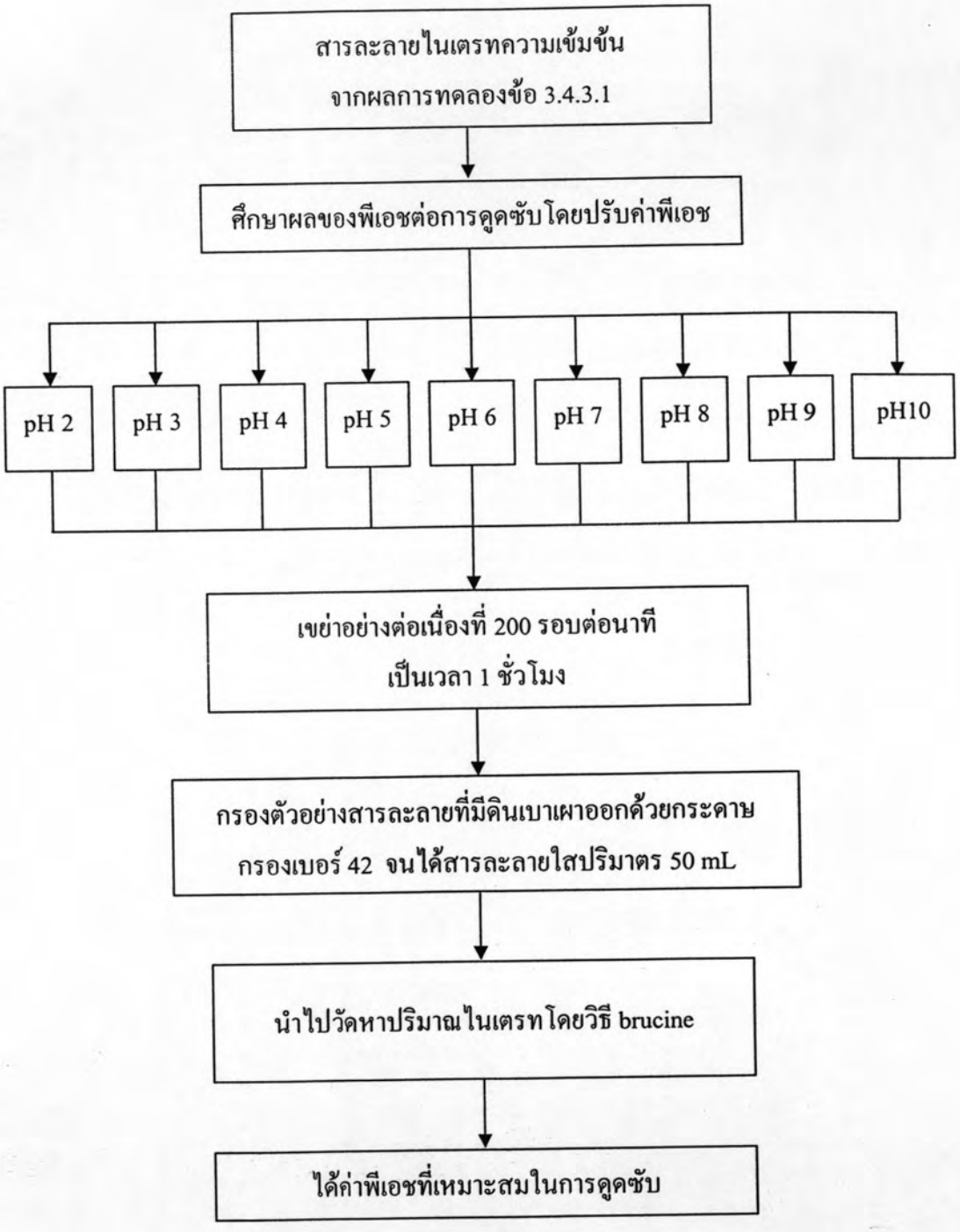
นำน้ำเสียสังเคราะห์ไนเตรทความเข้มข้นเท่ากับค่าความเข้มข้นที่ได้จากข้อ 3.4.3.1 มาปรับค่าพีเอชให้เท่ากับค่าพีเอชที่เกิดการดูดซับได้ดีที่สุดจากผลการทดลองในข้อ 3.4.3.2 เติมดินเบาเผาปริมาณ 1 กรัมจากนั้นนำไปเขย่าเป็นเวลา 3, 6, 9, 12, 24 และ36 ชั่วโมง กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทโดยวิธี brucine เลือกเวลาสัมผัสที่สามารถดูดซับไนเตรทได้ดีที่สุด

3.4.3.4 <u>ศึกษาความสัมพันธ์ของปริมาณดินเบาเผากับสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับไนเตรทโดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C</u>

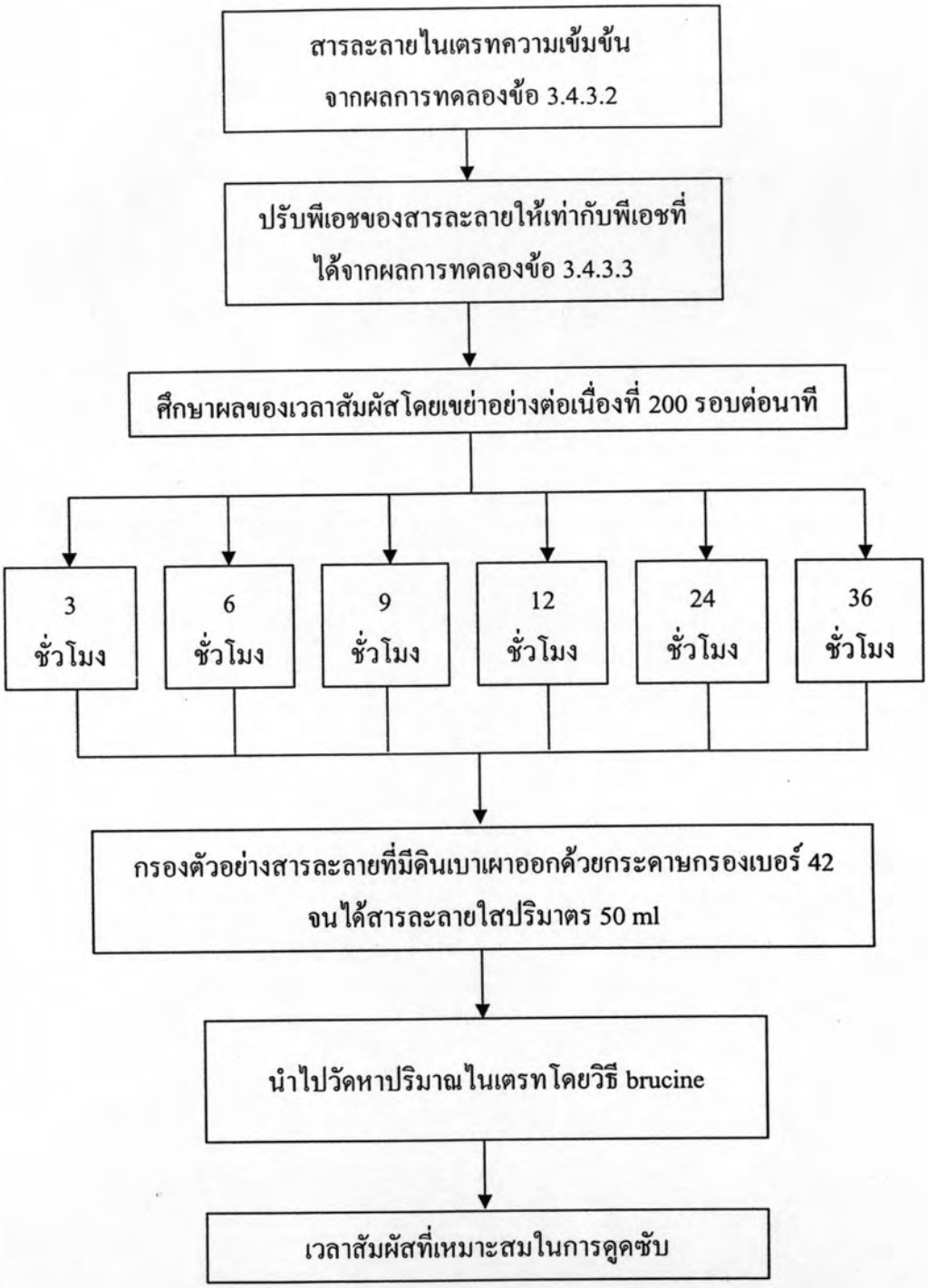
นำน้ำเสียสังเคราะห์ไนเตรทที่ทราบความเข้มข้นจากข้อ 3.4.3.1 ค่าพีเอชจากข้อ 3.4.3.2 และเวลาสัมผัสที่ดินเบาดูดซับได้ดีจากข้อ 3.4.3.3 เติมดินเบาปริมาณ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 และ3.0 กรัม จากนั้นนำไปเขย่าบนเครื่องเขย่า กรองสารละลายตัวอย่างที่มีดินเบาเผาออกนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณไนเตรทที่เหลืออยู่โดยวิธี brucine นำค่าที่ได้ไปศึกษาไอโซเทอร์มการดูดซับแบบฟรุนดลิชและแลงมัวร์



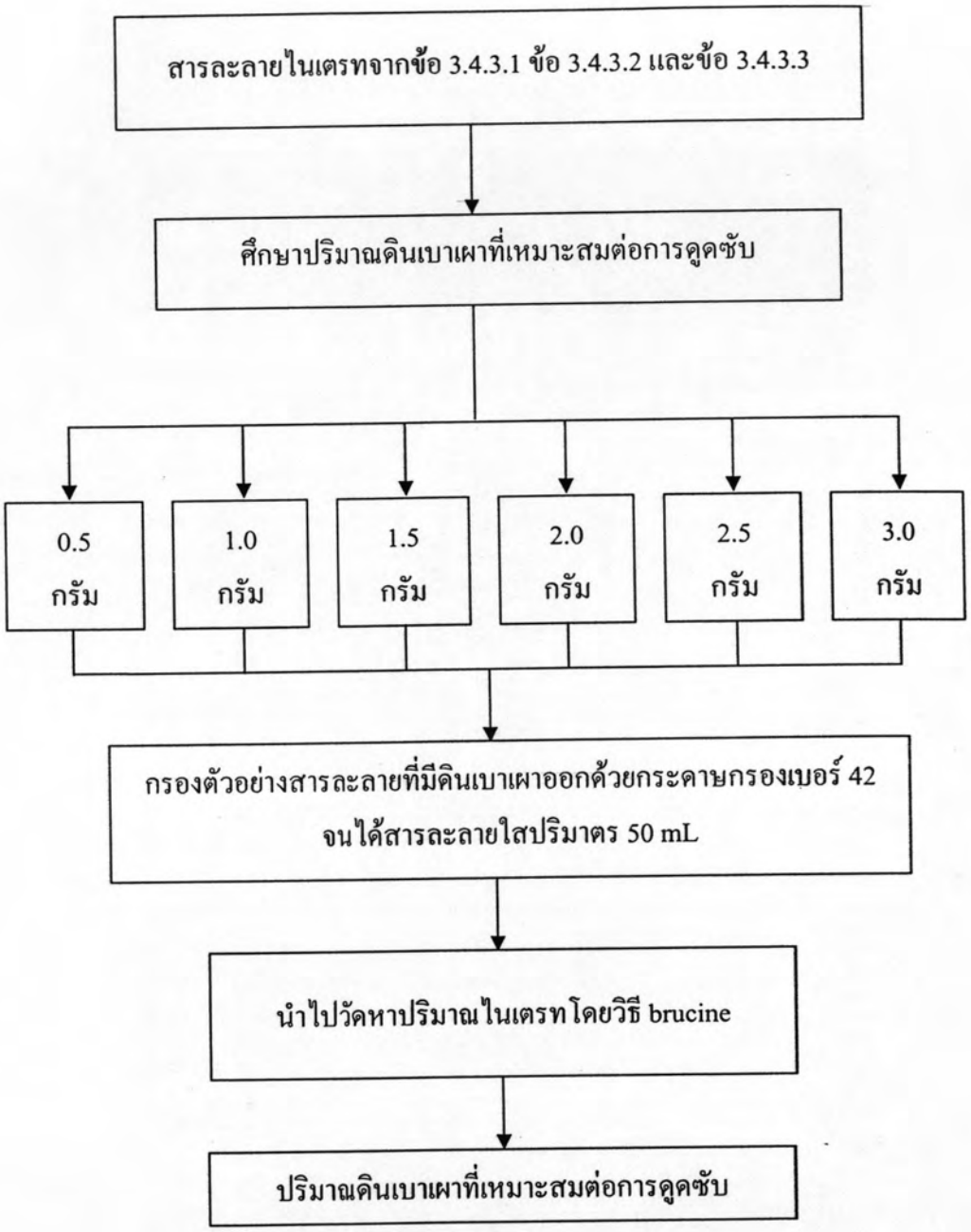
ภาพที่ 3.5 ขั้นตอนการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายไนเตรทที่มีต่อการดูดซับโดยดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C



ภาพที่ 3.6 ขั้นตอนการศึกษาผลของพีเอชที่มีต่อการดูดซับไนเตรทโดยดินเบาเผา ที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C



ภาพที่ 3.7 ขั้นตอนการศึกษาผลของเวลาสัมผัสที่มีต่อการดูดซับไนเตรทโดยดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C



ภาพที่ 3.8 ขั้นตอนการศึกษาผลของปริมาณดินเบาเผาที่มีต่อการดูดซับไนเตรท โดยใช้ดินเบาเผาที่อุณหภูมิ 400, 600, 800 และ1000 °C

3.4.4 ศึกษาสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของดินเบาเผาช่วงอุณหภูมิที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับไนไตรท์และไนเตรทดีที่สุด

นำดินเบาเผาช่วงอุณหภูมิที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับไนไตรท์และไนเตรทดีที่สุด มาศึกษาสมบัติทางกายภาพ ได้แก่ พื้นที่ผิวด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF) และความเป็นรูพรุนด้วยเครื่อง Surface area and pore-size (BET)

3.4.5 ศึกษาการชะละลายของไนไตรท์และไนเตรท

นำดินเบาเผาที่ผ่านการทดลองจากข้อ 3.4.2 และ3.4.3 นำมาศึกษาการชะละลายของไนไตรท์และไนเตรทเพื่อทดสอบเสถียรภาพของดินเบาเผาที่ดูดซับสารละลายไนไตรท์และไนเตรทแล้วด้วยวิธี Leaching test ซึ่งปรับปรุงจากวิธีของประกาศกระทรวงอุตสาหกรรมฉบับที่ 6 พ.ศ. 2540 เรื่องการกำจัดสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้ว (กระทรวงอุตสาหกรรม, 2540)โดยบดตัวอย่างดินเบาเผาที่ผ่านการทดลองจากข้อ 3.4.2 และ3.4.3 ให้เป็นผง นำตัวอย่างที่ได้มาเติมน้ำสกัด (Leachant) ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดกำมะถันและกรดไนตริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) ค่าพีเอช เท่ากับ 5 แล้วปรับปริมาตรให้อัตราส่วนของน้ำสกัดเป็น 20 เท่า (มิลลิลิตร) ของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง เขย่าที่ 60 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง กรองสารละลาย (leachate) ด้วยกระดาษกรองที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน นำของเหลวที่ผ่านการกรองแล้วไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณไนไตรท์ และไนเตรทที่เหลืออยู่โดยวิธี NED และวิธี brucine ตามลำดับ