

บทที่ 3

แผนการดำเนินการวิจัย

การวิจัยนี้กระทำที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีรายละเอียดการดำเนินการวิจัย ดังต่อไปนี้

3.1 แผนการวิจัย

3.1.1 การวางแผนการทดลอง ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

- 1) การเตรียมอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง
- 2) การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของแฉะลอยซานอ้อย
- 3) การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์
- 4) การดำเนินการทดลอง
- 5) การวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1.2 ขั้นตอนการทดลอง

การวิจัยครั้งนี้ได้ทำการทดลองศึกษาการดูดซับตะกั่ว โดยทำการทดลองแบบแบดซ์ หลังจากนั้นนำแฉะลอยซานอ้อยที่ผ่านการดูดซับตะกั่วแล้วไปทำเป็นก้อนแข็งโดยแทนที่ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ โดยได้แบ่งการทดลองเป็น ขั้นตอน คือ

ขั้นตอนที่ 1 ขั้นตอนการดูดซับ โดยแบ่งเป็น 4 การทดลอง

การทดลองที่ 1 การศึกษาถึงเวลาที่ใช้เพื่อเข้าสู่สมดุลของแฉะลอยซานอ้อยที่ใช้กำจัดตะกั่วจากน้ำเสียสังเคราะห์

การทดลองที่ 2 การศึกษาถึงผลของความเข้มข้นและพีเอชเริ่มต้นของน้ำเสียที่มีผลต่อการกำจัดตะกั่วของแฉะลอยซานอ้อย

การทดลองที่ 3 การหาเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่วสำหรับการทดลองไอโซเทอมการดูดซับ

การทดลองที่ 4 การศึกษาไอโซเทอมการดูดซับในการกำจัดตะกั่ว

ขั้นตอนที่ 2 ขั้นตอนการทำให้เป็นก้อนแข็ง โดยแบ่งเป็น 3 การทดลอง

การทดลองที่ 1 การศึกษาหาอัตราส่วนเถ้าลอยชานอ้อยที่ผ่านการคูดซั้บตะกั่วต่อปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์และอัตราส่วนน้ำต่อซีเมนต์ที่เหมาะสมโดยทุกส่วนผสมจะใช้อัตราบ่ม 7 วัน

การทดลองที่ 2 การศึกษาการแปรค่าระยะเวลาการบ่ม โดยใช้อัตราส่วนเถ้าลอยชานอ้อยที่ผ่านการคูดซั้บตะกั่วต่อปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์และอัตราส่วนน้ำต่อซีเมนต์ที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1

การทดลองที่ 3 การศึกษาผลการชะละลาย

3.1.3 ตัวแปรในการทดลอง

ค่าตัวแปรต่างและพารามิเตอร์ต่างๆ ในแต่ละการทดลองในขั้นตอนที่ 1 แสดงในตารางที่

3.1-3.4

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองที่ 1

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
เวลาที่ใช้ในการทดลอง	เก็บตัวอย่างทุก 15 นาทีใน 1 ชั่วโมงแรก และทุก 30 นาที จนครบ 2 ชั่วโมง และหลังจากนั้นเก็บตัวอย่างทุก 1 ชั่วโมง
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	
1 ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น	
- ความเข้มข้นตะกั่ว	10 มิลลิกรัมต่อลิตร
- ค่าพีเอช	4
2 ปริมาณน้ำเสียที่ใช้	50 มิลลิลิตร
3 ปริมาณเถ้าลอยชานอ้อยที่ใช้	10 กรัมต่อลิตร
4 ความเร็วในการกวนผสม	125 รอบต่อนาที
ตัวแปรตาม	
1 ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง	- ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ - พีเอช
2 ความสามารถในการกำจัดโลหะหนัก	- ร้อยละการกำจัด

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองที่ 2

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
1 ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น - ความเข้มข้นตะกั่ว - ฟิเอช	5 10 20 40 และ 80 มิลลิกรัมต่อลิตร 2 3 4 5 และ 6
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	
1 เวลาที่ใช้ในการทดลอง 2 ปริมาณน้ำเสียที่ใช้ 3 ปริมาณแฉ่ำลอยขานอ้อยที่ใช้ 4 ความเร็วในการกวนผสม	(เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองที่ 1) 50 มิลลิลิตร 10 กรัมต่อลิตร 125 รอบต่อนาที
ตัวแปรตาม	
1 ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง 2 ความสามารถในการกำจัดโลหะหนัก	- ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ - ฟิเอช - ร้อยละการกำจัด

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองที่ 3

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
เวลาที่ใช้ในการทดลอง	เก็บตัวอย่างทุก 15 นาทีใน 1 ชั่วโมงแรก และทุก 30 นาที จนครบ 2 ชั่วโมง และหลังจากนั้นเก็บตัวอย่างทุก 1 ชั่วโมง
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	
1 ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น - ความเข้มข้นตะกั่ว - ค่าพีเอช	(เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองที่ 2) (เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองที่ 2)
2 ปริมาณน้ำเสียที่ใช้	50 มิลลิลิตร
3 ปริมาณเถ้าลอยขานอ้อยที่ใช้	10 กรัมต่อลิตร
4 ความเร็วในการกวนผสม	125 รอบต่อนาที
ตัวแปรตาม	
1 ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง	- ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ - พีเอช
2 ความสามารถในการกำจัดโลหะหนัก	- ร้อยละการกำจัด

ตารางที่ 3.4 ตัวแปรและพารามิเตอร์ต่างๆ ที่ใช้ในการทดลองที่ 4

ตัวแปรอิสระ	พารามิเตอร์
ปริมาณแก๊สออกซิเจนที่ใช้ออก	0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 1 5 10 15 และ 20 กรัมต่อลิตร
ตัวแปรที่ควบคุมให้คงที่	
1 ลักษณะของน้ำเสียเริ่มต้น - ความเข้มข้นตะกั่ว - ค่าพีเอช	(เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองที่ 2) (เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองที่ 2)
2 เวลาที่ใช้ในการทดลอง	(เลือกค่าที่ให้ประสิทธิภาพสูงสุดจากการทดลองที่ 3)
3 ปริมาตรน้ำเสียที่ใช้	50 มิลลิลิตร
4 ความเร็วในการกวนผสม	125 รอบต่อนาที
ตัวแปรตาม	
1 ลักษณะของน้ำเสียหลังการทดลอง	- ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ - พีเอช
2 ความสามารถในการกำจัดโลหะหนัก	- ร้อยละการกำจัด

3.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องวัดพีเอช ของ Consort model C 830
- ตะแกรงแยกขนาด
- เครื่องชั่งน้ำหนักชนิดละเอียด ของ Sartorius รุ่น 2462 และของ Mettler AC 100
- เครื่องเขย่า (Shaking machine) ของ IKA HS 501
- เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic absorption Spectrophotometer) ของ Perkin-Elmer model 800
- ชุดเครื่องกรองสูญญากาศ
- หลอดทดลองผสมสารขนาด 50 มิลลิลิตร
- เตาอบวัสดุ
- ขวดยาพลาสติกสำหรับเก็บน้ำเสียขนาด 60 มิลลิลิตร
- แบบหล่อก้อนมอร์ต้า
- กระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน
- แผ่นกรองใยแก้วเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน
- เครื่องทดสอบกำลังรับแรงอัด
- เครื่องผสมมอร์ต้า
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope, SEM) ของ Instrumentation laboratory
- เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-Ray Diffraction Spectrometer, XRD) ของ Instrumentation laboratory
- เครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary Agitator) ของ G. Ruamkit Panich., LTD.

3.2.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

- ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ ประเภทหนึ่งตราช้าง
- เถ้าลอยชานอ้อยโดยเก็บตัวอย่างจากโรงงาน บริษัทน้ำตาลสระบุรี จำกัด
- น้ำ ใช้น้ำประปา

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ได้แก่ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
- สารเคมีที่ใช้ในการปรับพีเอช ได้แก่ NaOH HNO_3
- สารเคมีที่ใช้เป็นบัฟเฟอร์ ได้แก่ CH_3COONa
- สารเคมีที่ใช้ในการน้ำสกัด ได้แก่ HNO_3 H_2SO_4

3.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของถ้ำลอยซานอ้อย

ลักษณะทางกายภาพ วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ ความพรุน ของถ้ำลอยซานอ้อย ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) และวัดค่าพีเอช ด้วยเครื่องวัดพีเอช (pH meter)

ลักษณะทางเคมี วิเคราะห์ปริมาณคาร์บอน และซิลิกาที่มีในถ้ำลอยซานอ้อย ด้วยเครื่อง X-ray diffraction spectrometer (XRD)

3.4 การเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่ว (อุบลรัตน์ วาริชวัฒนะ, 2544)

เตรียมสารละลายตะกั่วเข้มข้นจากการชั่งเลด (II) ไนเตรต ($Pb(NO_3)_2$) ซึ่งมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 331.20 ปริมาณ 1.5999 กรัม ผสมกับกรดไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตรและน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร แล้วผสมให้เข้ากัน จากนั้นเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรรวม 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายตะกั่วเข้มข้น โดยในสารละลายตะกั่ว 1 มิลลิลิตรจะมีตะกั่วเท่ากับ 1 มิลลิกรัม สำหรับเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นตามต้องการต่อไป

หลังจากเตรียมน้ำเสียสังเคราะห์โลหะหนักให้มีความเข้มข้นตามต้องการแล้ว ทำการเติมโซเดียมอะซีเตตเพื่อใช้เป็นบัฟเฟอร์ปริมาณ 0.01 โมลต่อลิตร จากนั้นทำการปรับค่าพีเอชของน้ำเสียให้ได้ตามต้องการด้วยกรดไนตริกหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ ก่อนที่จะทำการทดลองต่อไป

3.5 การดำเนินการทดลอง

3.5.1 ขั้นตอนการดูดซับ

3.5.1.1 การศึกษาถึงเวลาที่ใช้เพื่อเข้าสู่สมดุลของถ้ำลอยซานอ้อยที่ใช้กำจัดตะกั่วจากน้ำเสียสังเคราะห์

ทำการทดลองโดยชั่งถ้ำลอยซานอ้อยปริมาณ 10 กรัมต่อลิตรน้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่พีเอช 4 ปริมาตร 50 มิลลิลิตรลงในหลอดพลาสติกสำหรับเขย่า นำไปเขย่าที่เครื่องด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างโดยชั่วโมงแรกเก็บตัวอย่างทุก 15 นาที หลังจาก 1 ชั่วโมงจะเก็บตัวอย่างทุกครึ่งชั่วโมงจนครบ 2 ชั่วโมง และหลังจากนั้นจะเก็บตัวอย่างทุก 1 ชั่วโมง แล้วนำน้ำตัวอย่างไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

3.5.1.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นและพีเอชเริ่มต้นของน้ำเสียที่มีผลต่อการกำจัดตะกั่วของถ้ำลอยซานอ้อย

ทำการทดลองโดยชั่งถ้ำลอยซานอ้อยปริมาณ 10 กรัมต่อลิตรน้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่ความเข้มข้น 5 10 20 40 และ 80 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่พีเอช 2 3 4 5 และ 6 จากนั้นนำไปเขย่าที่เครื่องด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาทีตามเวลาที่เหมาะสมที่ได้จากการ

ทดลองที่ 1 เมื่อครบตามเวลานำไปกรองด้วยกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน วัดค่าพีเอช และนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

3.5.1.3 การหาเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่วสำหรับการทดลองไอโซโทมการดูดซับ

ทำการทดลองโดยชั่งถ้ำลอยชานอ้อยปริมาณ 10 กรัมต่อลิตรน้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่ความเข้มข้นและพีเอชที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสูงสุดที่ได้จากการทดลองที่ 2 ปริมาตร 50 มิลลิตรในหลอดพลาสติกสำหรับ นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที หลังจากนั้นเก็บตัวอย่างโดยชั่วโมงแรกเก็บตัวอย่างทุก 15 นาที หลังจาก 1 ชั่วโมงจะเก็บตัวอย่างทุกครึ่งชั่วโมงจนครบ 2 ชั่วโมง และหลังจากนั้นจะเก็บตัวอย่างทุก 1 ชั่วโมง แล้วนำน้ำตัวอย่างไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

3.5.1.4 การศึกษาไอโซโทมการดูดซับในการกำจัดตะกั่ว

ทำการทดลองโดยชั่งถ้ำลอยชานอ้อยปริมาณ 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 1 5 10 15 และ 20 กรัมต่อลิตรน้ำตัวอย่าง และเติมน้ำเสียสังเคราะห์ตะกั่วที่ความเข้มข้นและพีเอชที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดสูงสุดที่ได้จากการทดลองที่ 2 นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่ความเร็วรอบ 125 รอบต่อนาที ตามเวลาที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองที่ 3 เมื่อครบตามกำหนดเวลา นำน้ำตัวอย่างไปกรองผ่านกระดาษกรองเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่วด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชัน

หมายเหตุ : ทำการเขย่าน้ำเสียสังเคราะห์โดยไม่เติมถ้ำลอยชานอ้อย (blank) ร่วมด้วยในแต่ละการทดลองเพื่อศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงของน้ำเสียขณะทำการทดลอง

3.5.2 ขั้นตอนการทำเป็นก้อนแข็ง

3.5.2.1 การศึกษาหาอัตราส่วนถ้ำลอยชานอ้อยที่ผ่านการดูดซับตะกั่วต่อซีเมนต์ และอัตราส่วนน้ำต่อซีเมนต์ที่เหมาะสม โดยทุกส่วนผสมจะใช้อัตราบ่ม 7 วัน

ทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนถ้ำลอยชานอ้อยที่ผ่านการดูดซับตะกั่วในน้ำเสียสังเคราะห์จากขั้นตอนที่ 1 แทนที่ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ที่ปริมาณร้อยละ 0 10 20 และ 30 โดยน้ำหนัก และใช้อัตราส่วนน้ำต่อซีเมนต์ 0.4 0.5 0.6 และ 0.7 โดยมีอัตราส่วนทรายต่อปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ เท่ากับ 2.75 ตามมาตรฐาน ASTM C109-95 หลังจากนั้นนำไปทดสอบค่ากำลังรับแรงอัด และค่าการชะละลาย

3.5.2.2 การศึกษาการแปรค่าระยะเวลาการบ่ม โดยใช้อัตราส่วนเถ้าลอยขานอ้อยที่ผ่านการดูดซับตะกั่ว ต่อปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์และอัตราส่วนน้ำต่อซีเมนต์ที่เหมาะสม จากการทดลองที่ 1

ทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนเถ้าลอยขานอ้อยที่ผ่านการดูดซับตะกั่วในน้ำเสียสังเคราะห์แทนที่ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ และใช้อัตราส่วนน้ำต่อซีเมนต์ที่เหมาะสมจากการทดลองที่ 1 และแปรค่าระยะเวลาบ่มที่ 3 7 14 28 และ 60 วัน โดยมีอัตราส่วนทรายต่อปูนซีเมนต์เท่ากับ 2.75 ตามมาตรฐาน ASTM C109-95 หลังจากนั้นนำไปทดสอบค่ากำลังรับแรงอัด และค่าการชะละลาย

3.5.2.3 การศึกษาผลการชะละลาย

ทำการทดสอบการชะละลายตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 พ.ศ.2540

3.5.2.3.1 บดลูกบาศก์มอร์ตาร์ที่ผสมเถ้าลอยแต่ละชนิดในปริมาณต่างๆ ให้เป็นผง แล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูกรอง 9.5 มิลลิเมตร

3.5.2.3.2 นำตัวอย่างที่ได้จากข้อ 4.4.2.3.1 หนัก 100 กรัม เติมด้วยน้ำสกัด ซึ่งประกอบด้วยน้ำกลั่นผสมสารละลายของกรดกำมะถันและกรดไนตริก (ในสัดส่วน 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก) จนค่าความเป็นกรดค้างหรือค่าพีเอช (pH) ของส่วนผสมมีค่าคงที่เท่ากับ 5 แล้วจึงปรับปริมาตรของของผสมให้อัตราส่วนปริมาตรของน้ำสกัดเป็น 20 เท่า (มิลลิลิตร) ของน้ำหนัก (กรัม) ของตัวอย่าง

3.5.2.3.3 เขย่าบนเครื่องกวนเขย่าแบบหมุน (Rotary agitator) ที่มีอัตราการหมุนเท่ากับ 30 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง

3.5.2.3.4 กรองสารละลายจากการสกัด ด้วยแผ่นกรองใยแก้วที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูกรอง 0.6 ถึง 0.8 ไมครอน

3.5.2.3.5 วิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักในของเหลวที่ผ่านการกรองแล้ว ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 6 พ.ศ.2540 โดยเครื่อง Atomic absorption spectrophotometer