

บทที่ 3

การดำเนินการวิจัย

3.1 แผนการวิจัย

3.1.1 การวางแผนการทดลอง ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. การเตรียมอุปกรณ์ สารเคมี และวัสดุที่ใช้ในการทดลอง
2. การวางแผนเก็บตัวอย่างปูนเม็ดจากกระบวนการผลิตปกติของโรงงาน
3. การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของปูนเม็ดก่อนการทดสอบการชะละลาย
4. การดำเนินการทดลอง
5. การวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1.2 ขั้นตอนการทดลอง

การศึกษาวิจัยครั้งนี้ ได้ทำการทดลองเพื่อศึกษาการชะละลายของโลหะหนักจากโครงสร้างบรรจุภัณฑ์ที่ทำจากปอร์ตแลนด์ซีเมนต์ ซึ่งใช้กากอุตสาหกรรมเป็นเชื้อเพลิงและ/หรือ วัสดุติบร่วมในกระบวนการผลิต โดยได้แบ่งการทดลองเป็นดังนี้

1. วิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างปูนเม็ด เพื่อนำผลที่ได้ไปใช้ในการตัดสินใจเลือกตัวอย่างที่จะนำไปทดสอบการชะละลายในขั้นตอนต่อไป
2. ทดสอบการชะละลายของโครงสร้างบรรจุภัณฑ์ ที่เวลาต่าง ๆ โดยการทดสอบนั้นมีการแปรเปลี่ยนสภาวะการชะละลาย เพื่อศึกษาว่าสภาวะเหล่านั้นมีผลต่อการชะละลายหรือไม่อย่างไร
3. ขั้นตอนการทดสอบการเปลี่ยนแปลงระดับอนุภาคของโครงสร้างภายหลังผ่านการชะละลายที่เวลาต่างๆ

3.2 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ขวดพลาสติกสำหรับเก็บตัวอย่าง
2. แบบพลาสติกสำหรับทดสอบการชะละลาย
3. เครื่องแก้วสำหรับวัดตวง
4. เครื่องบดปูนเม็ด
5. ตะแกรงแยกขนาด
6. เครื่องวัดพีเอช (pH Meter)



7. เครื่องวัดความนำไฟฟ้า (Conductivity Meter)
8. เครื่องชั่งน้ำหนักชนิดละเอียด 4 ตำแหน่ง
9. ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)
10. เตาอบวัสดุ (Oven)
11. เครื่องย่อยสลายสารด้วยคลื่นไมโครเวฟ (Microwave digester)
12. เครื่อง ICP-OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer)
13. เครื่อง FT-IR (Fourier Transform Infra-Red Spectrophotometer)
14. เครื่อง XRD (X-Ray Diffraction Spectrometer)

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กรดไนตริก ความเข้มข้นร้อยละ 65 (65% HNO₃)
2. กรดไฮโดรฟลูออริก ความเข้มข้นร้อยละ 50 (50% HF)
3. กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้นร้อยละ 37 (37% HCl)
4. กรดบอริก ความเข้มข้น 0.87 โมลาร์ (0.87 โมลาร์ H₃BO₃)
5. กรดซัลฟูริก ความเข้มข้นร้อยละ 96 (96% H₂SO₄)
6. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
7. ฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain water)
8. สารละลายมาตรฐาน 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ของโลหะหนักผสม

3.2.3 การเตรียมสารเคมี

1. การเตรียมสารละลายกรดบอริก

ซึ่งกรดบอริกชนิดผง 53.4647 กรัม ละลายในน้ำที่ปราศจากไอออนปรับปริมาตรให้เป็น 1000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายกรดบอริกความเข้มข้น 0.87 โมลาร์

2. การเตรียมฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain water)

ผสมกรดไนตริกและกรดซัลฟูริกในอัตราส่วนร้อยละ 40 ต่อ 60 โดยน้ำหนักลงในน้ำปราศจากไอออน จนมีพีเอชเท่ากับ 3 ± 0.2 (EPA, 1986) ใช้เป็นฝนกรดสังเคราะห์ในการทดสอบการชะละลาย

3.3 การเตรียมตัวอย่างปูนเม็ด

ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองเป็นปูนเม็ด (Clinker) ที่ได้จากกระบวนการผลิตปกติของบริษัทปูนซีเมนต์นครหลวงจำกัด (มหาชน) โรงงานสระบุรี จากโรงผลิตที่มีการใช้วัตถุดิบและเชื้อเพลิงทดแทนร่วมกับวัตถุดิบและเชื้อเพลิงหลักในกระบวนการผลิต

ในการเก็บตัวอย่างมีวิธีการเก็บเป็นแบบกะ (Batch) ระยะเวลาที่เก็บตัวอย่างปูนเม็ด คือ เดือนกันยายน พ.ศ. 2547 จำนวน 6 ตัวอย่าง เดือนตุลาคม พ.ศ. 2547 จำนวน 7 ตัวอย่าง เดือนมกราคม พ.ศ. 2548 จำนวน 12 ตัวอย่าง และ เดือนกุมภาพันธ์ พ.ศ. 2548 จำนวน 5 ตัวอย่าง จำนวนตัวอย่างรวมทั้งหมด 30 กะ (30 ตัวอย่าง)

ปูนเม็ดแต่ละกะที่ได้ต้องนำไปบดให้มีขนาดเล็กขนาดที่ผ่านตะแกรงเบอร์ 200 (ขนาด 0.075 มิลลิเมตร) ได้เกือบทั้งหมดก่อนนำมาย่อยสลายด้วยกรดตามมาตรฐาน EPA วิธี 3052 และนำไปวิเคราะห์หาโลหะหนักในปูนเม็ดด้วยเครื่อง ICP-OES ต่อไป

3.4 การดำเนินการทดลอง

3.4.1 วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างปูนเม็ด

3.4.1.1 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง

ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 1 (การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของปูนเม็ด โดยการย่อยสลายด้วยกรด) สามารถสรุปได้ตามตารางที่ 3.1 ดังนี้

ตารางที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 1

ตัวแปรอิสระ	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
- ตัวอย่างที่นำมาทำการทดลองที่ 1	- ตัวอย่างปูนเม็ด (Clinker) ที่ผ่านการบดแล้ว ช่วงเดือน กันยายน 2547- กุมภาพันธ์ 2548 จำนวน 30 ตัวอย่าง เก็บตัวอย่างด้วย วิธี Composite Sampling ตัวอย่างละ 3 ซ้ำ
ตัวแปรควบคุม	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
1. วิธีการย่อยสลาย	1. SW-846 Method 3052 ของ US EPA
2. ปริมาณตัวอย่างปูนเม็ด	2. 0.5 กรัม (ปริมาณที่ใช้ในแต่ละซ้ำ)
3. ปริมาณสารเคมีที่ใช้	3. ปริมาณสารเคมีที่ใช้
- กรดไนตริก เข้มข้นร้อยละ 65	- 9 มิลลิลิตร
- กรดไฮโดรฟลูออริก เข้มข้นร้อยละ 50	- 3 มิลลิลิตร
- กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้นร้อยละ 37	- 2 มิลลิลิตร
- กรดบอริก ความเข้มข้น 0.87 โมลาร์	- 37 มิลลิลิตร
4. การวิเคราะห์ผล	4. เครื่อง ICP-OES

ตารางที่ 3.1(ต่อ) ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 1

ตัวแปรที่ควบคุมไม่ได้	ข้อมูล
- การเก็บรักษาตัวอย่างภายหลังการย่อยสลาย	- เก็บรักษาไว้ที่อุณหภูมิห้อง
ตัวแปรตาม	การวิเคราะห์
- วิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักในตัวอย่างด้วยเครื่อง ICP-OES	- ปริมาณโลหะบางชนิดและโลหะหนักที่พบในปูนเม็ด อาทิ As Ca Cr Mn Pb Sr Zn เป็นต้น

3.4.1.2 รายละเอียดขั้นตอนในการทดลองที่ 1

1.การย่อยสลายปูนเม็ด

ในขั้นตอนการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของปูนเม็ดจะทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง ปูนเม็ดที่ผ่านการบดแล้วจำนวน 30 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 3 กรัม รวม 90 ตัวอย่าง โดยชั่งตัวอย่างที่บดแล้วหนัก 0.5 กรัม ด้วยเครื่องชั่งดิจิตอล 4 ตำแหน่ง จากนั้นนำมาย่อยสลายด้วยเครื่องไมโครเวฟ ETHOS SEL ตามมาตรฐานการย่อยสลายสารที่มีปริมาณซิลิกาสูง (Microwave assisted acid digestion of siliceous and organically based matrices) ของ US EPA SW-846 Method 3052 (EPA,1995) โดยเติมกรดไนตริก (HNO_3) 9 ± 0.1 มิลลิลิตร กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) $3 - 4 \pm 0.1$ มิลลิลิตร ขึ้นอยู่กับปริมาณซิลิกา (Si) ในตัวอย่างและเติมกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 2 ± 2 มิลลิลิตร เพื่อสร้างเสถียรภาพแก่โลหะหนักบางชนิดเช่น เงิน (Ag) แบร์เรียม (Ba) พลวง (Sb) เหล็ก (Fe) และอลูมิเนียม (Al) ซึ่งการเติมกรดทุกครั้งต้องทำในตู้ดูดควัน จากนั้นนำชุดตัวอย่างใส่ลงในเครื่องไมโครเวฟตั้งการทำงานไว้ 3 ช่วง คือ ช่วงที่ 1 ให้เครื่องเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องสู่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ในเวลา 5.5 นาที

ช่วงที่ 2 ให้เครื่องรักษาอุณหภูมิที่ 180 องศาเซลเซียสไว้เวลานาน 9.5 นาที

ช่วงที่ 3 เครื่องไมโครเวฟหยุดให้ความร้อนแก่ตัวอย่างแต่ยังทำงานต่อเพื่อลดอุณหภูมิลงโดยขั้นตอนนี้ อาจกินเวลาดังแต่ 5 – 15 นาที

จากนั้นเมื่อตัวอย่างเย็นแล้วจึงนำออกมาเติมกรดบอริก (H_3BO_3) 37 มิลลิลิตร เพื่อทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ที่เหลือการกระบวนการแรกเป็นกรดฟลูออโรโบอริค (HBF_4) จากนั้นนำชุดตัวอย่าง เข้าทำการย่อยต่อโดยตั้งการทำงานไว้ 3 ช่วงเช่นกันคือ

ช่วงที่ 1 ให้เครื่องเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องสู่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส ในเวลา 13 นาที

ช่วงที่ 2 ให้เครื่องรักษาอุณหภูมิที่ 160 องศาเซลเซียสไว้เวลานาน 6 นาที

ช่วงที่ 3 เครื่องไมโครเวฟหยุดให้ความร้อนแก่ตัวอย่างแต่ยังทำงานต่อเพื่อลดอุณหภูมิลง โดยขั้นตอนนี้อาจกินเวลาตั้งแต่ 5-15 นาที

เมื่อสิ้นสุดการทำงานและตัวอย่างเย็นลงแล้ว นำตัวอย่างออกมาปรับปริมาตรด้วยน้ำที่ปราศจากไอออนจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร ก่อนนำไปวิเคราะห์หาโลหะหนักและโลหะบางชนิด อาทิ สารหนู แคดเซียม โครเมียม แมงกานีส ตะกั่ว สตรอนเทียม สังกะสี เป็นต้น ด้วยเครื่อง ICP-OES ต่อไป ซึ่งการย่อยสลายด้วยเครื่องไมโครเวฟตามวิธี 3052 นั้นเป็นวิธีที่เหมาะสมต่อการใช้งานที่ต้องการย่อยสลายองค์ประกอบทั้งหมดเพื่อวัตถุประสงค์ในการวิจัยที่ต้องรายงานผลในรูปของปริมาณทั้งหมด

2. การเลือกตัวอย่างปุ๋ยมัดไปทดสอบการชะละลาย

ภายหลังการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของปุ๋ยมัดแล้ว นำผลการวิเคราะห์ที่ได้มาเปรียบเทียบ และเลือกตัวอย่างรวม 8 ตัวอย่าง เพื่อนำไปทดสอบการชะละลายต่อไป โดยมีเกณฑ์การตัดสินใจดังนี้

1. มีการกระจายตัวอย่างครอบคลุมทุกเดือน
2. โลหะหนักแต่ละชนิดมีความแตกต่างของปริมาณเริ่มต้นในปุ๋ยมัดอย่างเห็นได้ชัด เพื่อศึกษาผลการทดสอบการชะละลายที่เกิดขึ้นเมื่อโลหะหนักมีปริมาณเริ่มต้นในปุ๋ยมัดที่แตกต่างกัน
3. ตัวอย่างปุ๋ยมัดที่มีโลหะหนักปริมาณเริ่มต้นสูงๆ เพื่อศึกษาผลการชะละลายที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างที่มีโลหะหนักเริ่มต้นเป็นปริมาณมาก

3.4.2 การทดสอบการชะละลายของโครงสร้างบรรจุน้ำ ที่เวลาต่าง ๆ

3.4.2.1 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง

ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 2 (การทดสอบการชะละลายของโครงสร้างบรรจุน้ำ ที่เวลาต่าง ๆ) สามารถสรุปได้ตามตารางที่ 3.2 ดังนี้

ตารางที่ 3.2 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 2

ตัวแปรอิสระ	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
1. ปุ๋ยมัดที่นำมาทดสอบการชะละลาย	1. เลือกซีเมนต์ที่จะนำมาทดสอบการชะละลายจากผลการทดลองที่ได้ในขั้นตอนที่ 1 จำนวน 8 ตัวอย่าง
2. เวลาที่ใช้ในการทดสอบการชะละลาย	2. เก็บสารชะละลายและเปลี่ยนใหม่ตามเวลาดังนี้ 0.25 1 2.25 4 9 16 36 และ 64 วัน

ตารางที่ 3.2 (ต่อ) ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 2

ตัวแปรอิสระ	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
3. อัตราส่วนระหว่างสารละลายต่อพื้นที่ผิวสัมผัส (Liquid to Surface ratio)	3. ที่ 8 20 30 40 ลบ.ซม. ต่อ ตร.ซม.
4. ชนิดของสารละลาย	4.1 น้ำปราศจากไอออน (Deionized water) พีเอชประมาณ 5.5 - 6.0 โดยปิดฝาภาชนะตลอดการทดสอบ 4.2 น้ำประปา (Tap water) พีเอชประมาณ 7.0 - 7.5 โดยปิดฝาภาชนะตลอดการทดสอบ 4.3 น้ำฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain water) พีเอชประมาณ 3 โดยปิดฝาภาชนะตลอดการทดสอบ 4.4 น้ำฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain water) พีเอชประมาณ 3 โดยเปิดฝาภาชนะตลอดการทดสอบ
ตัวแปรควบคุม	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
1. ส่วนผสมในการหล่อก้อนตัวอย่าง	1.1 ร้อยละของปูนเม็ดต่อยิปซัม เท่ากับ 96 และ 4 ตามลำดับ 1.2 อัตราส่วนระหว่างน้ำต่อซีเมนต์ เท่ากับ 0.485 ต่อ 1
2. เวลาที่ใช้ในการบ่มตัวอย่าง	2. 3 วัน
ตัวแปรที่ควบคุมไม่ได้	ข้อมูล
1. อุณหภูมิในการทดลอง	1. ที่อุณหภูมิห้อง
ตัวแปรตาม	การวิเคราะห์
1. ลักษณะของสารละลายก่อนการทดลอง	1.1 ปริมาณ และชนิดของโลหะหนักที่ตรวจพบ 1.2 พีเอช
2. ลักษณะของสารละลายหลังการทดลอง	2.1 ปริมาณ และ ชนิดของโลหะหนักที่ตรวจพบ 2.2 พีเอช
3. ปัจจัยที่ส่งผลต่อการชะละลาย	3. ปัจจัยที่อาจส่งผลต่อความสามารถในการชะละลาย อาทิ คลอไรด์ ซัลเฟต Redox potential และ ความนำไฟฟ้า เป็นต้น
4. ความสามารถในการชะละลายของโลหะหนัก	4. รูปแบบการชะละลายที่เกิดขึ้นในสภาวะต่างๆ

3.4.2.2 รายละเอียดขั้นตอนในการทดลองที่ 2

1. ขั้นตอนการเตรียมซีเมนต์เพสต์

เมื่อได้ตัวอย่างทั้ง 8 จากการทดลองที่ 1 แล้วจึงนำปูนเม็ดไปบดเพื่อลดขนาด จากนั้นนำมาผสมกับยิปซัมในอัตราส่วน 96 ต่อ 4 ให้เข้ากันจนเป็นเนื้อเดียว ผสมส่วนผสมที่ได้กับน้ำที่ปราศไออนในอัตราส่วน น้ำต่อปูนซีเมนต์ (Water to Cement ratio) เท่ากับ 0.485 ต่อ 1 จากนั้นเทลงในแบบพลาสติกทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร ซึ่งมีความสูงของแบบแตกต่างกันทั้งสิ้น 4 ระดับ (18 25 35 และ 45 เซนติเมตร) เพื่อเปรียบเทียบผลของอัตราส่วนระหว่างสารชะละลายต่อพื้นที่สัมผัส (Liquid to surface ratio) ต่อความสามารถในการชะละลาย โดยเทซีเมนต์เพสต์ที่ผสมเสร็จแล้วลงในแบบ โดยให้มีความสูงของซีเมนต์เพสต์เท่ากับ 2.5 เซนติเมตร ใช้เวลาบ่ม 3 วัน ที่อุณหภูมิห้อง ก่อนทดสอบการชะละลายต่อไป

2. วิธีการทดสอบการชะละลาย

ปัจจุบันมีวิธีทดสอบการชะละลายอยู่หลายประเภทแตกต่างกันไปตามสภาพการใช้งานซึ่งควรเลือกให้เหมาะสม อาทิ การชะละลายของโลหะหนักจากภาชนะบรรจุน้ำดื่ม นั้น เป็นการชะละลายออกจากวัตถุก่อนแข็งจึงไม่ควรเลือกใช้วิธีการทดสอบที่ต้องบดตัวอย่างเพื่อศึกษาการชะละลาย ซึ่งงานวิจัยนี้เลือกวิธีการทดสอบการชะละลายของ NEN 7375 (EA NEN 7375, 2004) ซึ่งเป็นวิธีการทดสอบการชะละลายของสารอินทรีย์ออกจากวัตถุก่อนแข็ง โดยการทดสอบแบบแพร์ ซึ่งมีความใกล้เคียงกับการใช้งานมากที่สุดแต่การชะละลายจริงของภาชนะนั้นเกิดขึ้นเพียงด้านเดียวคือด้านที่สัมผัสกับน้ำ และเนื่องจากมีความแตกต่างกันระหว่างค่าอัตราส่วนระหว่างน้ำต่อพื้นที่ผิวสัมผัสของภาชนะบรรจุงานวิจัยนี้จึงจำเป็นต้องประยุกต์วิธีการทดสอบเพื่อให้สอดคล้องกับการทดสอบให้มากที่สุด

3. ขั้นตอนการชะละลาย

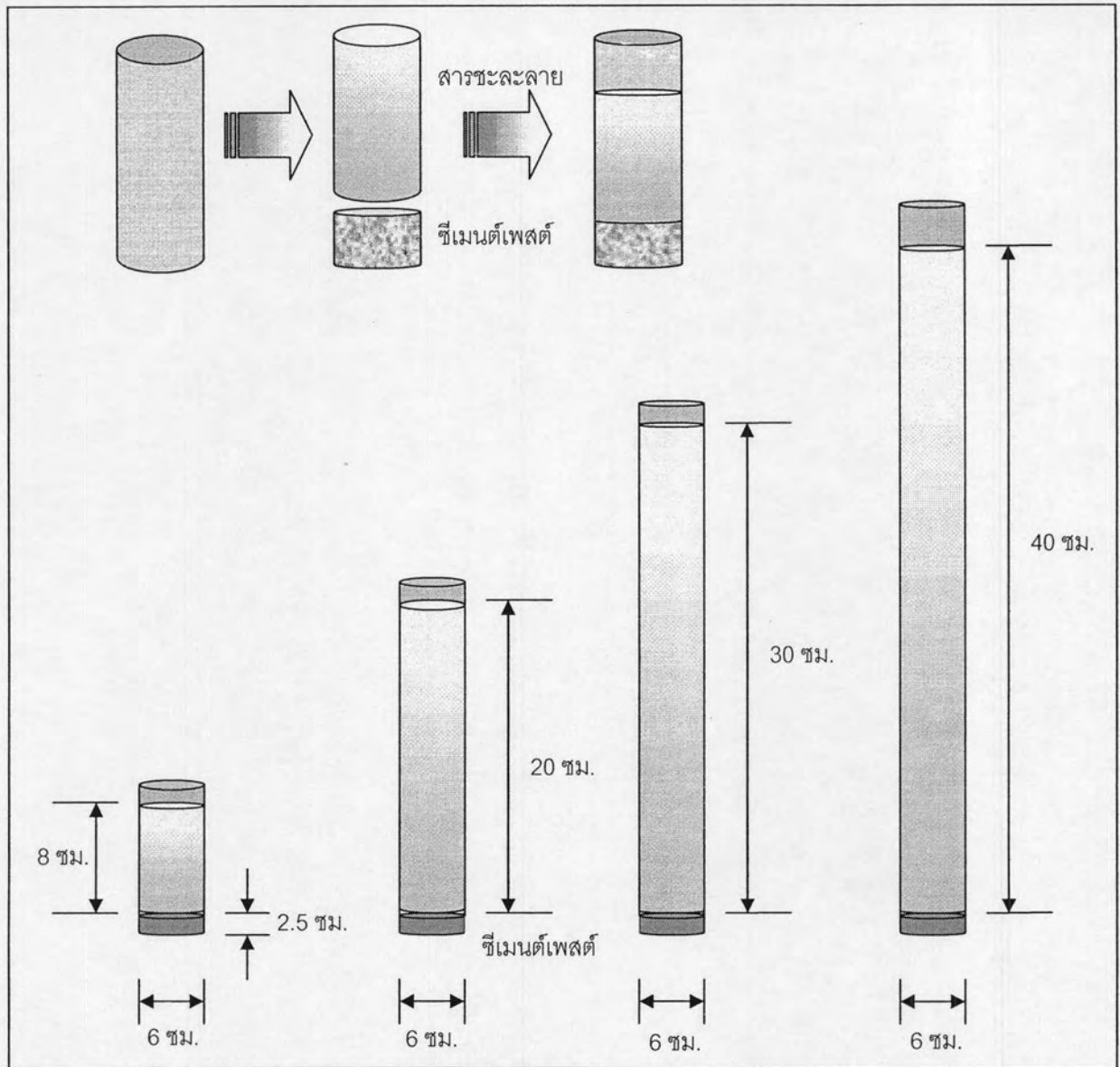
หลังจากบ่มซีเมนต์ครบตามเวลาแล้วจึงทำการทดสอบการชะละลายโดยใช้สารชะละลายที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ใน 4 สภาวะ ได้แก่

1. น้ำปราศจากไออน (Deionized water) โดยปิดฝาของภาชนะตลอดการทดสอบพีเอชเริ่มต้นประมาณ 5.5 - 6.0
2. น้ำประปา (Tap water) โดยปิดฝาตลอดการทดสอบพีเอชเริ่มต้นประมาณ 7.0 - 7.5
3. น้ำฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain water) โดยปิดฝาตลอดการทดสอบพีเอชเริ่มต้นประมาณ 3

4. น้ำฝนกรดสังเคราะห์ (Synthetic acid rain water) โดยเปิดฝาดูดการทดสอบพีเอชเริ่มต้นการทดสอบประมาณ 3 เพื่อศึกษาผลของคาร์บอนไดออกไซด์ในอากาศ (ซึ่งสามารถละลายลงในสารละลายได้อย่างอิสระ) ต่อการชะละลายของระบบ

สารละลายที่ใช้ใช้นั้นมาจากการจำลองสภาพการใช้งานจริง เช่นเมื่อนำภาชนะเหล่านั้นไปใช้รองรับน้ำฝนซึ่งในกรณีที่แย่ที่สุดคือฝนนั้นเป็นฝนกรด โดยการทดลองได้สังเคราะห์น้ำฝนกรดขึ้นจากส่วนผสมของกรดซัลฟูริกและกรดไนตริกตามที่ได้กล่าวไว้แล้วในข้างต้น ซึ่งการทดสอบกับฝนกรดนั้นจะเพิ่มการทดสอบแบบเปิดฝาชั้นมาอีกหนึ่งการทดสอบเพื่อศึกษาผลของสมดุลของคาร์บอนไดออกไซด์ในน้ำต่อการรักษาพีเอช ซึ่งอาจมีผลต่อความสามารถในการชะละลายของโลหะบางชนิด หรือแม้แต่การร่อนน้ำประปาไว้ใช้เพื่อการอุปโภคก็นำมาใช้ในการทดสอบครั้งนี้ด้วยซึ่งเป็นการทดสอบแบบปิดฝา และเพื่อเป็นการเปรียบเทียบการชะละลายในสภาวะที่ไม่มีปัจจัยอื่นเพิ่มเติมในระบบที่อาจส่งผลกระทบต่อความสามารถในการชะละลาย จึงเลือกน้ำปราศจากไอออนมาเป็นสารละลายอีกชนิดหนึ่ง

ทั้งนี้จากการสำรวจภาชนะบรรจุน้ำซึ่งทำมาจากซีเมนต์โดยทั่วไปพบว่าค่าอัตราส่วนน้ำต่อพื้นที่ผิวสัมผัสนั้น อยู่ที่ประมาณ 30 และ 40 เซนติเมตร³ต่อเซนติเมตร² และตามวิธีการทดสอบการชะละลายของ NEN 7375 (EA NEN 7375, 2004) สำหรับการชะละลายจากผิวหน้าบางส่วนให้มีปริมาณสารละลายเป็น 8 ± 1 เท่าของพื้นที่ผิวสัมผัส และเพื่อเป็นการเติมช่วงของการทดสอบให้เต็มจึงเพิ่มอัตราส่วนที่ 20 เซนติเมตร³ต่อเซนติเมตร² ขึ้นอีกหนึ่งช่วงดังนั้นอัตราส่วนระหว่างสารละลายต่อพื้นที่ผิวสัมผัส (Liquid to Solid ratio) จึงเท่ากับ 8 (Todorovic' และ Ecke, 2004) 20 30 และ 40 เซนติเมตร³ต่อเซนติเมตร² ตามลำดับ การทดลองดำเนินไปโดยการเก็บตัวอย่างน้ำและวัดพีเอชที่จุดเริ่มต้นการทดลอง จากนั้นทำการเก็บตัวอย่างและเปลี่ยนสารละลายใหม่ที่เวลา 0.25 1 2.25 4 9 16 36 และ 64 วัน (รวม 8 ครั้ง ระยะเวลา 132.5วัน) ตามวิธีการทดสอบของ NEN 7375 โดยทุกครั้งที่เปลี่ยนสารละลายจะเริ่มต้นนับเวลาใหม่ (ไม่มีการเปลี่ยนภาชนะใหม่) ซึ่งหลังจากกรองและวัดพีเอชแล้วทำการปรับพีเอชของสารละลายไปที่พีเอชต่ำกว่า 2 โดยใช้กรดไนตริก จากนั้นนำน้ำที่ผ่านการชะละลายมาแล้วไปทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีที่ชะละลายออกมาทั้งชนิดและปริมาณด้วยเครื่อง ICP-OES จากนั้นนำผลที่ได้ไปวิเคราะห์และเปรียบเทียบกับมาตรฐานน้ำดื่มต่อไป



รูปที่ 3.1 การทดสอบการชะละลายที่อัตราส่วนสารชะละลายต่อพื้นที่ผิวสัมผัสต่างกัน

3.4.3 ขั้นตอนการทดสอบการเปลี่ยนแปลงระดับอนุภาคของโครงสร้างภายหลังผ่านการชะละลาย

3.4.3.1 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง

ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 3 (การทดสอบการเปลี่ยนแปลงระดับอนุภาคของโครงสร้างภายหลังผ่านการชะละลายที่เวลาต่างๆ) สามารถสรุปได้ตามตารางที่ 3.3 ดังนี้

ตารางที่ 3.3 ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองที่ 3

ตัวแปรอิสระ	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
1. ตัวอย่างซีเมนต์เฟสต์ภายหลังผ่านการทดสอบการชะละลาย	1. ซีเมนต์เฟสต์ซึ่งผ่านการทดสอบการชะละลายมาแล้วที่สภาวะต่างๆกัน จากการทดลองที่ 2
ตัวแปรควบคุม	ค่าที่ใช้ในการทดลอง
1. การทดสอบการชะละลาย 2. การวิเคราะห์ผล	1. จำลองการทดสอบจากการทดลองที่ 2 2. เครื่อง FTIR, XRD
ตัวแปรที่ควบคุมไม่ได้	ข้อมูล
1. อุณหภูมิในการทดลอง	1. ที่อุณหภูมิห้อง
การวิเคราะห์	ผลการวิเคราะห์
1. เสถียรภาพของซีเมนต์และโลหะหนักในช่วงที่เกิดการชะละลาย	1. การเปลี่ยนแปลงระดับอนุภาคของระบบซีเมนต์-โลหะหนัก ของซีเมนต์เฟสต์ภายหลังผ่านการทดสอบการชะละลายที่เวลาต่างๆ อาทิ การจับตัวที่เปลี่ยนแปลงไปของโลหะหนัก การเพิ่มขึ้น-ลดลงของกลุ่มฟังก์ชัน รวมไปถึงลักษณะของการชะละลายเพื่อนำผลที่ได้มาร่วมอธิบายกับผลการทดสอบการชะละลาย

3.4.3.2 รายละเอียดขั้นตอนในการทดลองที่ 3

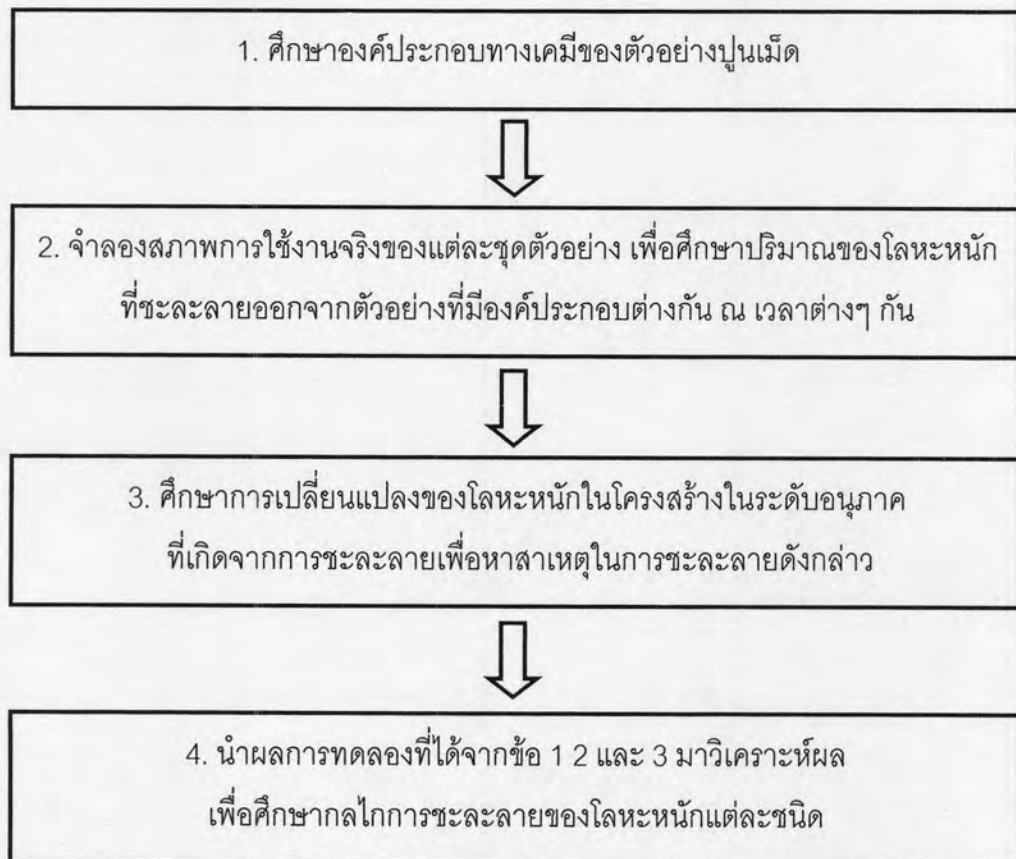
1. การศึกษาสารประกอบของโลหะหนักในซีเมนต์เฟสต์ภายหลังการชะละลาย
ศึกษาการเปลี่ยนแปลงในระดับอนุภาคของโครงสร้างภายหลังผ่านการทดสอบการชะละลายที่เวลาต่างๆ โดยการจำลองการทดสอบการชะละลายขึ้นมาอีก 1 ชุด การทดสอบทำโดยใช้เครื่อง FTIR และ XRD เพื่อดูชั้นที่โลหะเปลี่ยนแปลงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างไรบ้าง

1.1 ตรวจวัดสารประกอบโลหะหนักที่เป็นผลึก

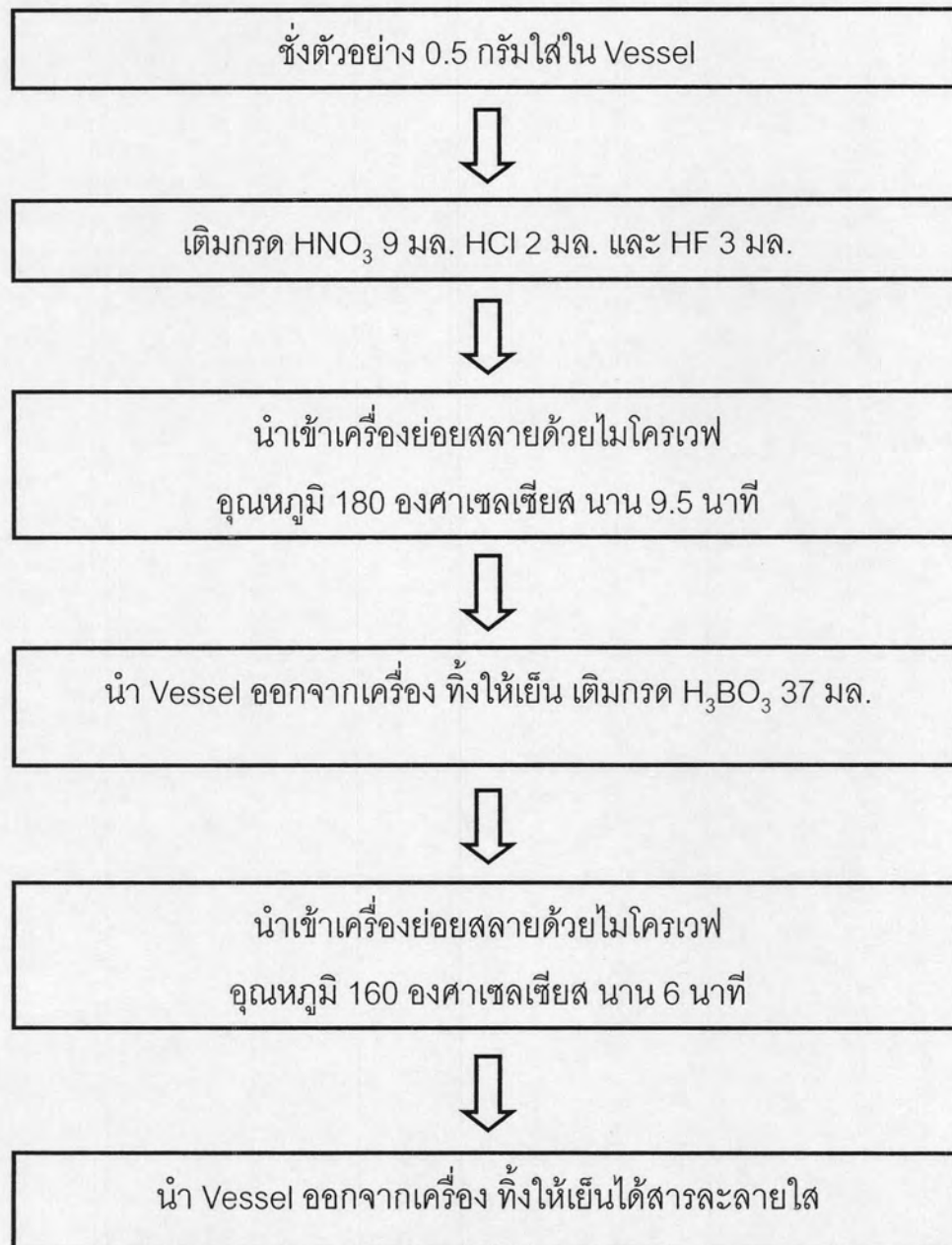
ตรวจวัดสารประกอบโลหะหนักที่เป็นผลึก (Mineralogical Composition) ด้วยเครื่อง XRD โดยใช้ปริมาณตัวอย่าง 5 กรัม สิ่งที่ได้จากการวัดเป็นความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุม 2θ ตั้งแต่ 10-60 และ Relative Intensity แล้วนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลที่มี ซึ่งทำให้สามารถระบุสารประกอบโลหะแต่ละชนิดได้

1.2 ตรวจวัดพันธะของสารประกอบโลหะหนัก

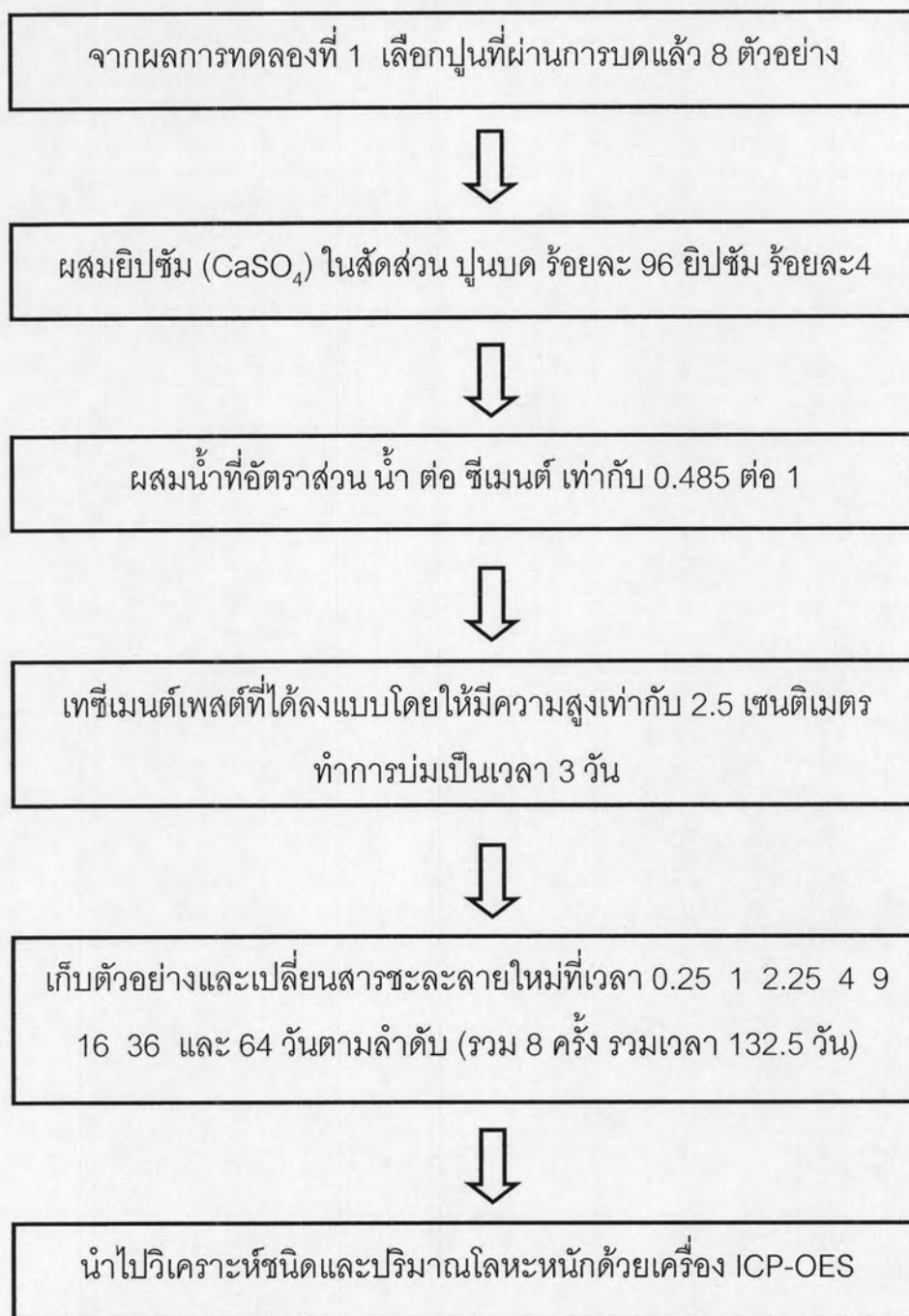
ตรวจวัดด้วยเครื่อง FT-IR โดยใช้ปริมาณตัวอย่าง 0.005 กรัม และใช้ปริมาณของโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) 0.050 กรัม กำหนดความถี่ 200 ครั้งต่อการวัด 1 ครั้ง สิ่งที่ได้จากการวัดคือ Absorbance ของสารประกอบต่างๆ นำกราฟที่ได้ไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลที่มี เพื่อทราบชนิดของสารประกอบที่อยู่ในตัวอย่าง



รูปที่ 3.2 แผนผังการทดสอบการชะละลายโดยรวม



รูปที่ 3.3 แผนผังการย่อยสลายด้วยเครื่องย่อยสลายด้วยไมโครเวฟ ตามวิธีมาตรฐานของ US EPA SW-846 Method 3052



รูปที่ 3.4 แผนผังการทดสอบการชะละลายโดยละเอียด