

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีดำเนินการศึกษา

วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมี

1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ได้แก่

1. เครื่องอะตอมมิ กแอบซอบซันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic absorption spectrophotometer) model 457 ของ Instrumentation laboratory
2. เครื่องเขย่า (Shaking machine) ของ Edmund Buhler
3. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) ของ Radiometer copenhagen รุ่น PHM83 autocal
4. เตาแผ่นความร้อน (Hot plate) ของ Despatch industries, inc.
5. อุปกรณ์การกรองด้วยสุญญากาศ
6. กรวยบุคเนอร์
7. กระดาษกรองวอทแมน เบอร์ 40 และ เบอร์ 42
8. เครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้าแบบละเอียด (Analytical balance) ของ Sartorius รุ่น 2462 และ ของ Mettler AC 100
9. กระบอกตวง ขนาด 25 และ 100 มิลลิลิตร
10. บีกเกอร์ ขนาด 150, 250, 1000 และ 2000 มิลลิลิตร

1.2 ตัวอย่างและสารเคมีที่ใช้

1. ซีแก่ลอยจากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ จังหวัดลำปาง (ตัวอย่างวันที่ 18 มกราคม พ.ศ.2539)
2. นิกเกิลซัลเฟต (NiSO_4), Analytical grade
3. แคดเมียมไนเตรต ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$), Analytical grade
4. เลดไนเตรต ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$), Analytical grade
5. กรดไนตริก
6. กรดไฮโดรคลอริก
7. โซเดียมไฮดรอกไซด์
8. สารละลายมาตรฐาน สำหรับการวิเคราะห์โลหะหนัก นิกเกิล แคดเมียม และตะกั่ว

ขั้นตอนการดำเนินการศึกษาจัดแบ่งไว้ดังนี้คือ

3.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพของซีเมนต์

3.1.1 การหาขนาดของซีเมนต์ไลกไนต์ที่ใช้ทดลอง

หาขนาดของซีเมนต์ไลกไนต์จากเหมืองแม่เมาะ จ.ลำปาง ด้วยเครื่อง Lazer Particle Size Analyzer (Mastersizer) โดยใช้ 300 Reverse Fourier Lens (วัดขนาดของอนุภาคตั้งแต่ 0.05 ถึง 880 ไมโครเมตร)

3.1.2 พิจารณาลักษณะรูปร่างของซีเมนต์ไลกไนต์

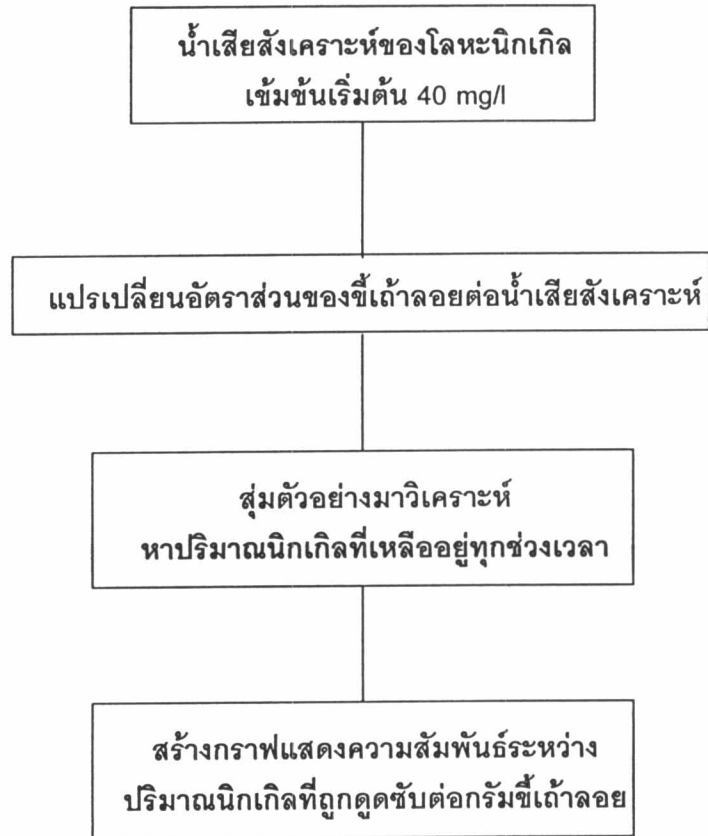
การพิจารณาลักษณะรูปร่างและพื้นผิวของซีเมนต์ไลกไนต์โดยใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope

3.2 การศึกษาปริมาณซีเมนต์ที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะ 3 ชนิด ได้แก่ นิกเกิล แคดเมียม และ ตะกั่ว

3.2.1 ศึกษาปริมาณซีเมนต์ที่เหมาะสมในการกำจัดนิกเกิล

การศึกษ ปริมาณซีเมนต์ที่เหมาะสมในการกำจัดนิกเกิล โดยเตรียมสารละลายนิกเกิลสังเคราะห์ โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นของสารละลายเท่ากับ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร และแปรเปลี่ยนอัตราส่วนของซีเมนต์ ดังนี้คือ 1, 2.5, 5 และ 10 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ(ดังแสดงในรูปที่ 3.1) โดยทำการทดลองดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายนิกเกิล ที่ความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากับ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณ 700 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ที่ผ่านการล้างเพื่อป้องกันการปนเปื้อนของโลหะหนักแล้ว
- 2) ปรับเปลี่ยนปริมาณซีเมนต์ที่เหมาะสมในการกำจัดนิกเกิล โดยเตรียมสารละลายนิกเกิลสังเคราะห์ โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นของเท่ากับ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร และแปรอัตราส่วนของซีเมนต์ตามที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น
- 3) ปรับค่าพีเอชเป็น 7 โดยใช้ 0.1 N HNO₃
- 4) นำไปเขย่าด้วยเครื่องเซคเกอร์ ที่ 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง
- 5) เก็บตัวอย่างน้ำที่เวลาต่างๆ ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลที่เหลือ โดยเก็บตัวอย่างน้ำครั้งละ 20 มิลลิลิตร แล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 40 (ในช่วงชั่วโมงแรก จะเก็บตัวอย่างน้ำทุกๆ เวลา 10 นาที 4 ชั่วโมงต่อมาเก็บตัวอย่างทุกๆ ครึ่งชั่วโมง และหลังจากนั้นเก็บตัวอย่างทุก 1 ชั่วโมง)



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการหาปริมาณซี้ถ้ำล่อยที่เหมาะสมในการบำบัดนิกเกิล

หมายเหตุ การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะนิกเกิลใช้วิธีการตาม Standard Method for Water and Wastewater(1989)

3.2.2 ศึกษาปริมาณซีด้าลอยที่เหมาะสมในการกำจัดแคดเมียม

การศึกษาปริมาณซีด้าลอยที่เหมาะสมในการกำจัดแคดเมียม โดยเตรียมสารละลาย แคดเมียมสังเคราะห์ โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นของเท่ากับ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และแปรเปลี่ยน อัตราส่วนของซีด้าลอยเช่นเดียวกันกับการศึกษาในหัวข้อ 3.2.1

3.2.3 ศึกษาปริมาณซีด้าลอยที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว

การศึกษาปริมาณซีด้าลอยที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว โดยเตรียมสารละลายตะกั่วสังเคราะห์ โดยมีความเข้มข้นเริ่มต้นของเท่ากับ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร และแปรเปลี่ยนอัตราส่วนของซีด้าลอยเช่นเดียวกันกับการศึกษาในหัวข้อ 3.2.1

3.3 การศึกษาหาค่าพีเอชและเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะหนักทั้ง 3 ชนิด

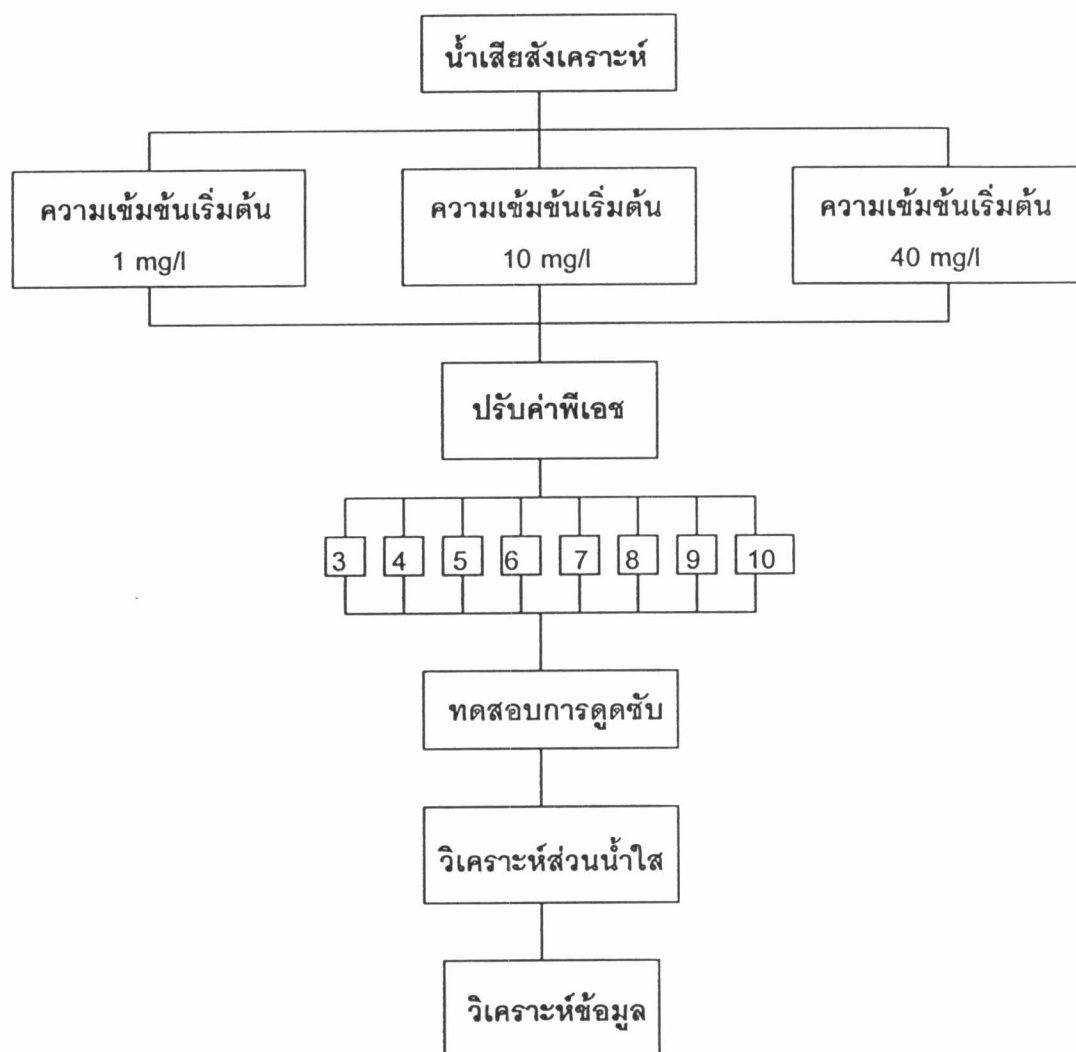
3.3.1 ศึกษาหาค่าพีเอชและเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดนิกเกิล

ศึกษาประสิทธิภาพในการดูดติดผิวของนิกเกิลในน้ำเสียสังเคราะห์ โดยทำการเปลี่ยนแปลงค่าพีเอชของสารละลาย ในช่วง 3 - 10 และที่ค่าความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำเริ่มต้น 1, 10 และ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้อัตราส่วนของซีด้าลอยที่ได้จากผลการทดลองในหัวข้อ 3.2.1 (ดังแสดงในรูปที่ 3.2) โดยทำการทดลองดังนี้

- 1) เตรียมสารละลายนิกเกิล (ความเข้มข้นเริ่มต้น 1, 10 และ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร) ปริมาตร 700 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ที่ผ่านการล้างเพื่อป้องกันการปนเปื้อนของโลหะหนักแล้ว
- 2) ชั่งน้ำหนักของซีด้าลอยลิกไนต์ ตามอัตราส่วนที่ได้จากผลการทดลองในหัวข้อ 3.2.1
- 3) ปรับค่าพีเอชเป็น 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 และ 10 โดยใช้ 0.1 N NaOH และ 0.1 N HNO₃
- 4) นำไปเขย่าด้วยเครื่องเซคเกอร์ ที่ 125 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง
- 5) เก็บตัวอย่างน้ำที่เวลาต่างๆ ไปทำการวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิลที่เหลือ โดยเก็บตัวอย่างน้ำ ครั้งละ 20 มิลลิลิตร แล้วนำไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 40 (ในช่วงชั่วโมงแรก จะเก็บตัวอย่างน้ำทุกๆ เวลา 10 นาที 4 ชั่วโมงต่อมาเก็บตัวอย่างทุกๆ ครึ่งชั่วโมง และหลังจากนั้น เก็บตัวอย่างทุก 1 ชั่วโมง)

3.3.2 ศึกษาหาค่าพีเอชและเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดแคดเมียม

ศึกษาประสิทธิภาพในการดูดติดผิวของแคดเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ โดยทำการเปลี่ยนแปลงค่าพีเอชของสารละลาย ในช่วง 3 - 10 และที่ค่าความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำ



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการหาค่าพีเอชและเวลาที่เหมาะสมในการบำบัดน้ำเกิด

เริ่มต้น 0.1, 1 และ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้อัตราส่วนของซี้เถ้าลอยที่หาได้จากผลการทดลองในหัวข้อ 3.2.2

3.3.3 ศึกษาหาค่าพีเอชและเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดตะกั่ว

ศึกษาประสิทธิภาพในการดูดติดผิวของแคะเมียมในน้ำเสียสังเคราะห์ โดยทำการเปลี่ยนแปลงค่าพีเอชของสารละลาย ในช่วง 3 - 10 และที่ค่าความเข้มข้นของโลหะหนักในน้ำ เริ่มต้น 1, 10 และ 40 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยใช้อัตราส่วนของซี้เถ้าลอยที่หาได้จากผลการทดลองในหัวข้อ 3.2.3

3.4 การศึกษาการคายออกจากผิวของโลหะทั้ง 3 ชนิด

3.4.1 ศึกษาการคายจากผิวของนิกเกิล

เพื่อทดสอบความเสถียรของซี้เถ้าลอย ที่ดูดซับโลหะนิกเกิลแล้ว โดยเปรียบเทียบผลที่ได้กับข้อกำหนดในการทดสอบของกรมโรงงานอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม พ.ศ. 2531 ซึ่งได้กำหนดวิธีการทดสอบการชะละลายของของเสียอันตราย โดยใช้วิธีการสกัดสาร (Extraction Procedure)

- 1) นำซี้เถ้าที่ผ่านการดูดติดผิวนิกเกิลจากการทดลองในหัวข้อ 3.3.1 มาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส
- 2) นำซี้เถ้าลอยจากข้อที่ 1) มาใส่ในน้ำกลั่นซึ่งผสมกรดไฮโดรคลอริกจนมีค่าพีเอช อยู่ระหว่าง 5.8 - 6.3 ในอัตราส่วนปริมาตรสารละลายเป็น 100 เท่า (ml) ต่อน้ำหนักกรัมของซี้เถ้าลอย
- 3) เขย่าบนเครื่องเซคเกอร์ 200 รอบต่อนาที ช่วงกว้างการเขย่า 5 เซนติเมตร เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 4) กรองสารละลายที่ได้ผ่านกระดาษกรอง
- 5) นำสารละลายที่ได้จากข้อ 4 ไปวิเคราะห์หาปริมาณนิกเกิล

3.4.2 ศึกษาการคายจากผิวของแคะเมียมและตะกั่ว

โดยทำการทดลองและเปรียบเทียบผลเช่นเดียวกับการทดลองในหัวข้อ 3.4.1

3.4.3 การศึกษาการใช้ซี้เถ้าลอยกับน้ำทิ้งจริง

- 1) ในการศึกษานี้ได้ทดลองกำจัดโลหะหนักในน้ำเสียจากโรงงานทำแบตเตอรี่รถยนต์แห่งหนึ่งในกรุงเทพมหานคร โดยเก็บตัวอย่างน้ำเสียมาวิเคราะห์ปริมาณตะกั่วเริ่มต้นดังนี้

- 1.1) เปิดน้ำตัวอย่างมา 50 มิลลิลิตร แล้วเทลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไป 5 มิลลิลิตร
 - 1.2) นำไปต้มในตู้ควีน จนกระทั่งสารละลายในบีกเกอร์มีปริมาตรเหลือประมาณ 5 มิลลิลิตร
 - 1.3) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร และนำไปต้มต่อจนน้ำในบีกเกอร์มีปริมาตรเหลือประมาณ 5 มิลลิลิตร
 - 1.4) ทิ้งให้เย็น แล้วนำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42
 - 1.5) เติมน้ำกลั่น ปรับปริมาตรให้ได้ 50 มิลลิลิตร นำไปเก็บไว้ในตู้เย็น
 - 1.6) นำไปอ่านปริมาณของตะกั่วที่เหลืออยู่โดย เครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
- 2) เติมซีแก่ลอยลงในน้ำเสียปริมาตร 500 มิลลิลิตร โดยใช้อัตราส่วนซีแก่ลอยต่อน้ำเสียที่ได้จากผลการทดลองในหัวข้อ 3.2.3 และทำการปรับพีเอชตามการทดลองหัวข้อ 3.3.3
 - 3) ทำการวิเคราะห์เหมือนข้อ 1)

3.5 วิเคราะห์และประเมินผลการทดลอง

ใช้โปรแกรมสำเร็จรูป SPSS ในการวิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการศึกษา โดยใช้วิเคราะห์ความแปรปรวนของค่าเฉลี่ย (ANOVA) ของประสิทธิภาพการกำจัดโลหะหนักเมื่อปรับค่าพีเอชแตกต่างกัน เพื่อทดสอบว่าค่าพีเอชแตกต่างกันมีผลต่อการกำจัดโลหะหนักอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับ 0.05 หรือไม่ ถ้าแตกต่างกันจะทดสอบว่าค่าพีเอชใดที่ให้ประสิทธิภาพการกำจัดแตกต่างไปจากกลุ่มอื่นที่ระดับนัยสำคัญ 0.05 โดยวิธีของ Duncan's new multiple range test