บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

สถานที่ทำการวิจัย

การทดลองทั้งหมดในงานวิจัยนี้ใช้ห้องปฏิบัติการวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม ภาควิชาวิศวกรรมโยธา คณะวิศวกรรมศาสตร์ และห้องปฏิบัติการเคมี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

สารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือวิเคราะห์

สารเคมี

1. สารละลายโลหะหนัก

แคดเมียมคลอไรด์ ($CdCl_2 \cdot 2.5H_2O$) ยี่ห้อ UNIVAR (Analytical reagent)

นิเกิลคลอไรด์ ($NiCl_2 \cdot 6H_2O$) ยี่ห้อ UNIVAR (Analytical reagent)

สังกะสีคลอไรด์ ($ZnCl_2$) ยี่ห้อ FISHER (General laboratory)

2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ยี่ห้อ MERCK (GR for analysis)
3. โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ยี่ห้อ MERCK (Analytical reagent)
4. แคลเซียมคลอไรด์ ($CaCl_2$) ยี่ห้อ UNIVAR (Analytical reagent)
5. กรดไนตริก (HNO_3) ยี่ห้อ MERCK
6. กรดไฮโดรคลอลิก (HCl) ยี่ห้อ J.T.BAKER

อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์

1. เครื่องบดละเอียด (Blender) ยี่ห้อ SUNRAY (Model.1S420)
2. ตะแกรงขนาด 0.250-0.850 มม.(Molecular Sieve) ยี่ห้อ PURF SIBE
3. เครื่องจาร์เทส (Jar test) ยี่ห้อ PHIPPS & BRID (Model.7709-902B)
4. พีเอชมิเตอร์ (pH meter) ยี่ห้อ DENVER (Model.250)
5. ตู้อบแห้ง (Hot air oven) ยี่ห้อ BENDER (Model.MUA-41)
6. เครื่องเหวี่ยงแยกกาก (Centrifuge) ยี่ห้อ SUNYO (Model.Falcon 6-300)

7. เครื่องเขย่าควบคุมอุณหภูมิ(Incubator shaker) ยี่ห้อ UMAC (Model.UM-IS60)
8. เครื่องอะตอมมิกสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ VARAIN (Model.SPACTRA-A220)
9. เครื่องทำน้ำกลั่น (Ultra pure double distilled) ยี่ห้อ FISTREEM (Model.Cyclon)
10. เครื่องชั่งละเอียด ยี่ห้อ DENVER (Model.TC-205)
11. ปั๊ม ยี่ห้อ WATSON MARLOW (Model.505S)
12. อุปกรณ์เครื่องแก้ว

การเตรียมวัสดุดูดซับ

การเตรียมวัสดุดูดซับเป็นวัตถุดิบที่ได้จากกากของเสียจากขบวนการผลิตน้ำผลไม้ ซึ่งได้แก่ ก้านองุ่น (grape stalks) กากองุ่น(grape residues) เปลือกส้มเขียวหวาน (orange peel) และเปลือกแพซชั่นฟรุต (passion fruit peel)

1. ก้านองุ่น (grape stalks) ได้จากวัสดุเหลือในขบวนการผลิตไวน์ โดยองุ่นที่สุกได้ที่คัดเลือกแล้วจะถูกขนส่งเข้าโรงงานที่โรงงานองุ่นจะถูกบีบแตก ก้านจะถูกแยกออกทิ้งไป (สามารถ พรหมศิริ, 2545. หน้า 21) ก้านองุ่นจะถูกนำมาย่อยให้มีขนาดเล็กลง ด้วยเครื่องย่อยขนาด 1 มิลลิเมตร ล้างด้วยน้ำกลั่น อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังภาพ 6-7

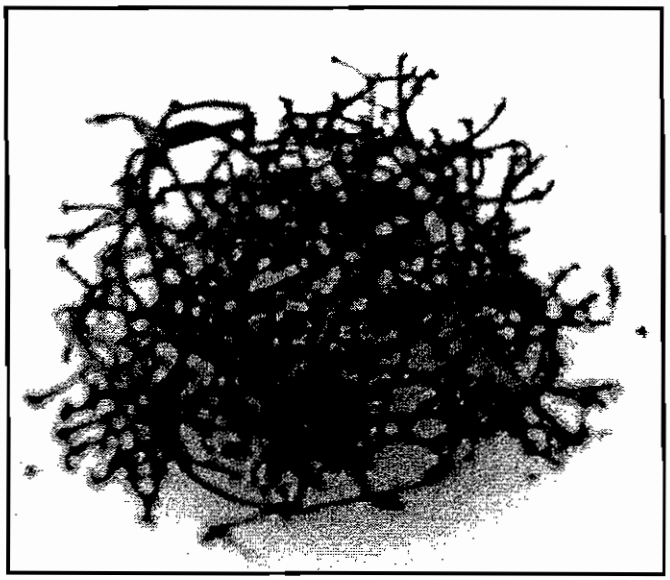
2. กากองุ่น (grape residues) ได้จากกากของเสียในขบวนการผลิตไวน์แดง โดยการผลิตไวน์แดงจะต้องหมักทั้งเปลือกและเนื้อรวมกัน เพื่อให้สารสีแดงที่มีอยู่ในผลองุ่นถูกสกัดออกมาจากนั้นจึงแยกเอากากออกจากน้ำองุ่น (สามารถ พรหมศิริ, 2545. หน้า 22) กากองุ่นดังกล่าวจะถูกนำมาล้างด้วยกลั่น อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังภาพ 8-9

3. เปลือกส้มเขียวหวาน (orange peel) ได้จากกากวัสดุเหลือจากขบวนการผลิตน้ำส้ม โดยใช้เฉพาะเปลือกภายนอก เปลือกส้มดังกล่าวย่อยให้มีขนาดเล็กลง ด้วยเครื่องย่อยขนาด 1 มิลลิเมตร และนำไปล้างด้วยน้ำกลั่น อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังภาพ 10-11

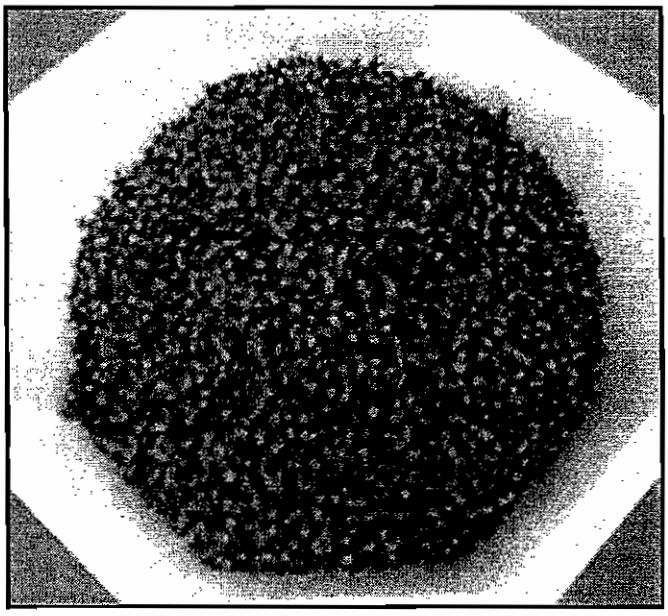
4. เปลือกแพซชั่นฟรุต (passion fruit peel) ได้จากกากวัสดุเหลือจากขบวนการผลิตน้ำแพซชั่นฟรุต (เสาวรส) ซึ่งเปลือกดังกล่าวจะถูกนำมาลอกเอาเนื้อเยื่อภายในออก และย่อยให้มีขนาดเล็กลง ด้วยเครื่องย่อยขนาด 1 มิลลิเมตร ล้างน้ำกลั่น และอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังภาพ 12-13

5. ก้านองุ่น กากองุ่น เปลือกส้มเขียวหวาน และเปลือกแพซชั่นฟรุต ที่ได้จากการเตรียมข้างต้น จะนำมาบดด้วยเครื่องบดเพื่อให้มีขนาดเล็กลง จากนั้นจึงทำการร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาด

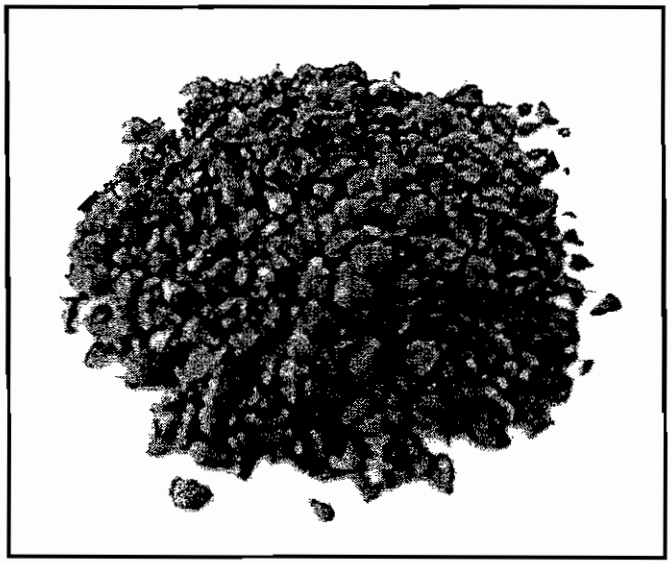
โดยให้มีขนาดระหว่าง 0.250 - 0.850 มิลลิเมตร เก็บวัสดุดูดซับที่เตรียมไว้ดังกล่าวไว้ในโถดูดความชื้น ซึ่งพร้อมที่จะนำไปใช้ในงานวิจัยต่อไป



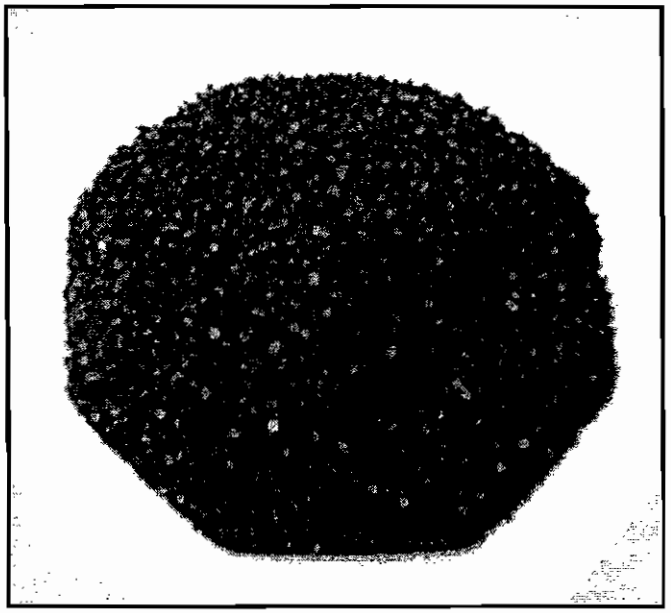
ภาพ 6 ก้านองุ่น (grape stalks)



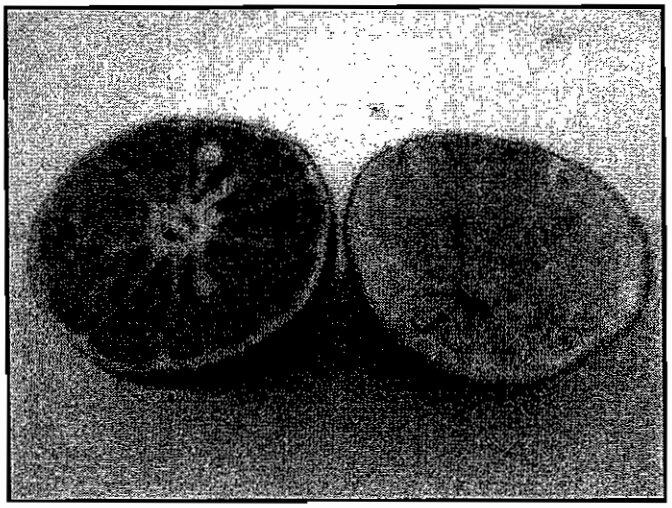
ภาพ 7 ก้านองุ่น (grape stalks) ขนาดระหว่าง 0.250 - 0.850 มิลลิเมตร



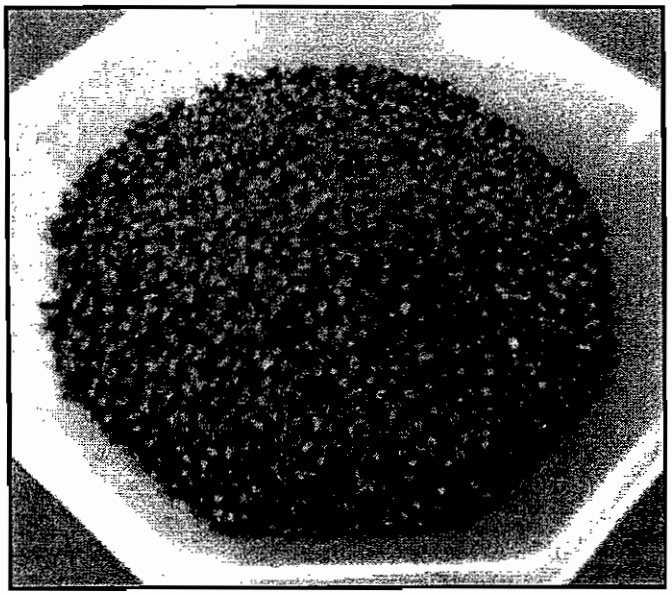
ภาพ 8 กากองุ่น (grape residues)



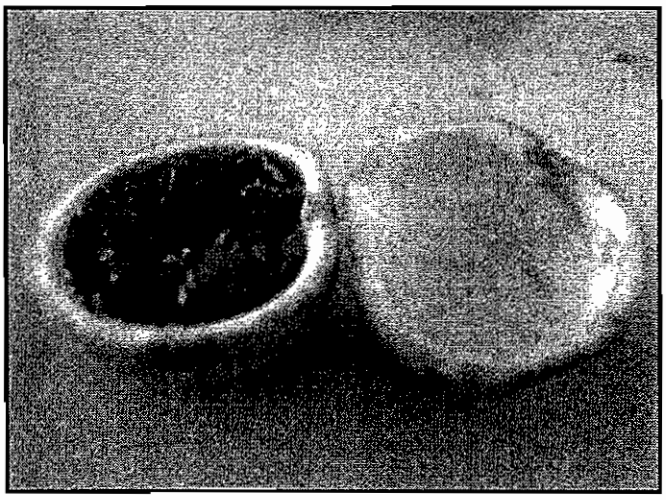
ภาพ 9 กากองุ่น (grape residues) ขนาดระหว่าง 0.250 - 0.850 มิลลิเมตร



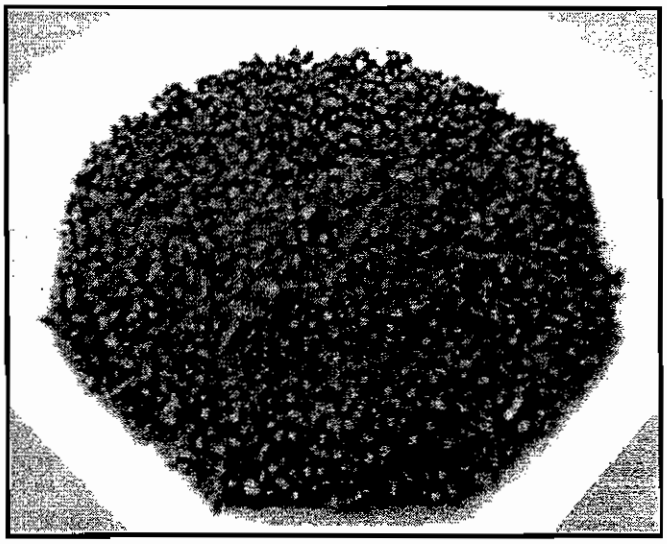
ภาพ 10 เปลือกส้มเขียวหวาน (orange peel)



ภาพ 11 เปลือกส้มเขียวหวาน (orange peel) ขนาดระหว่าง 0.250 - 0.850 มิลลิเมตร



ภาพ 12 เปลือกแพซชั่นฟรุต (passion fruit peel)



ภาพ 13 เปลือกแพซชั่นฟรุต (passion fruit peel) ขนาดระหว่าง 0.250 - 0.850 มิลลิเมตร

แผนการทดลอง

การวิจัยนี้เป็นการทดลอง เพื่อศึกษาความสามารถของการดูดซับอิออนโลหะหนักด้วยกากของเสียจากขบวนการผลิตน้ำผลไม้ ซึ่งการทดลองมี 2 ส่วน คือ การทดลองที่ 1 เป็นการศึกษาความสามารถในการดูดซับโลหะหนักของ ก้านองุ่น กากองุ่น เปลือกส้มเขียวหวาน และเปลือกแพซชั่นฟรุต โดยการทดสอบ Adsorption Isotherm เปรียบเทียบความสามารถของวัสดุดูดซับ

ชนิดต่างๆ และเลือกวัสดุที่เหมาะสม เพื่อศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อการดูดซับโลหะหนัก ทดลองที่ใช้เป็นแบบทีละเท (batch experiment)

การทดลองที่ 2 เป็นการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนักในถังปฏิกิริยา (reactor) โดยจะใช้วัสดุดูดซับและสภาวะต่างๆ ที่เหมาะสมซึ่งได้จากผลการทดลองที่ 1 โดยจะทำการทดลอง 1 ซ้ำ และทำ Blank เพื่อใช้เปรียบเทียบผลการทดลอง

การศึกษาอิทธิพลของเวลาสัมผัสที่มีต่อการดูดซับโลหะหนัก

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ความเข้มข้นโลหะหนักเท่ากับ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร
2. ปรับพีเอชน้ำเสียให้ได้เท่ากับ 7 สำหรับ แคดเมียม และนิเกิล ส่วนสังกะสีเท่ากับ 5 ด้วย NaOH 0.1 M. และ HCl 0.1 M.
3. เติมวัสดุดูดซับปริมาณ 2 กรัมนำบิกเกอร์ทั้งหมดไปกวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาสัมผัส 1, 5, 10, 30, 60, 120 และ180 นาที ตามลำดับที่อุณหภูมิห้อง
4. นำน้ำเสียไปวัดค่าพีเอชและโลหะหนักที่เหลืออยู่ในสารละลายด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
5. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนชนิดโลหะหนัก และวัสดุดูดซับ

การศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นต่อการดูดซับโลหะหนัก

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ที่มีความเข้มข้นของโลหะหนักเท่ากับ 20, 50, 75, 100, 200 และ 400 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร
2. ปรับพีเอชน้ำเสียให้ได้เท่ากับ 7 สำหรับ แคดเมียม และนิเกิล ส่วนสังกะสีเท่ากับ 5 ด้วย NaOH 0.1 M. และ HCl 0.1 M.
3. เติมวัสดุดูดซับปริมาณ 2 กรัม นำบิกเกอร์ทั้งหมดไปกวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที (เวลาเท่ากับเวลาสมดุลการดูดซับ) ที่อุณหภูมิห้อง
4. นำน้ำเสียไปวัดค่าพีเอชและโลหะหนักที่เหลืออยู่ในสารละลายด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
5. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนชนิดโลหะหนักและวัสดุดูดซับ

การศึกษาอิทธิพลของพีเอชต่อการดูดซับโลหะหนัก

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ความเข้มข้นโลหะหนักเท่ากับ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร

2. นำบิกเกอร์แต่ละใบไปปรับพีเอชให้มีค่า 2, 3, 5, 7 และ 9 ด้วย NaOH 0.1 M. และ HCl 0.1 M.

3. เติมวัสดุดูดซับ (ซึ่งได้จากการคัดเลือกแล้ว) ปริมาณ 2 กรัม นำบิกเกอร์ทั้งหมดไปกวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาสัมผัส (เวลาเท่ากับเวลาสมดุลการดูดซับ) ที่อุณหภูมิห้อง

4. นำน้ำเสียไปวัดค่าพีเอชและโลหะหนักที่เหลืออยู่ในสารละลายด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

5. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนชนิดโลหะหนัก

การศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการดูดซับโลหะหนัก

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ ความเข้มข้นโลหะหนักเท่ากับ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร

2. ปรับพีเอชน้ำเสียตามผลที่ได้จากหาพีเอชที่เหมาะสมด้วย NaOH 0.1 M.และ HCl 0.1 M.

3. เติมวัสดุดูดซับปริมาณ 2 กรัมนำบิกเกอร์ทั้งหมดไปเขย่าบนเครื่อง Incubator Shaker ที่รอบการทำงาน 200 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาสัมผัส (เวลาเท่ากับเวลาสมดุลการดูดซับ) โดยใช้อุณหภูมิของสารละลายเท่ากับ 10, 20, 30 และ 40 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

4. นำน้ำเสียไปวัดค่าพีเอชและโลหะหนักที่เหลืออยู่ในสารละลายด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

5. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนอุณหภูมิของสารละลาย และชนิดโลหะหนัก

การศึกษาอิทธิพลของสารละลายและเวลาสัมผัสที่เหมาะสมในการสกัดโลหะหนัก

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นโลหะหนักเท่ากับ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติมวัสดุดูดซับ 2 กรัม

2. ปรับพีเอชให้มีค่าเท่ากับ (พีเอชที่เหมาะสมจากการทดลอง) กวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที (เวลาเท่ากับเวลาสมดุลการดูดซับ)

3. แยกวัสดุดูดซับและวัดค่าโลหะหนักที่เหลือในน้ำด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ นำวัสดุดูดซับที่อิ่มตัวด้วยโลหะหนัก(จากข้อ 2) ล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 0.5 ลิตร และใส่ลงในสารละลาย HCl, HNO_3, NaCl และ $CaCl_2$ ความเข้มข้น 0.1 M. ปริมาตร 0.5 ลิตร

4. กวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที โดยใช้เวลาสัมผัส 5, 10, 30 และ 60 นาที และวัดค่าโลหะหนักที่เหลือในน้ำด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

5. ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 โดยเปลี่ยนชนิดโลหะหนัก

การศึกษาอิทธิพลของการที่มีโลหะหนักหลายชนิดอยู่ร่วมกัน

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นโลหะหนักแคดเมียม นิเกิล และ สังกะสี เท่ากับ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติมวัสดุดูดซับ 2 กรัม

2. ปรับพีเอชให้มีค่าเท่ากับ 5 กวนบนเครื่อง จาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที (เวลาเท่ากับเวลาสมดุลการดูดซับ) แยกวัสดุดูดซับ และวัดค่าโลหะหนักในน้ำด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3. นำวัสดุดูดซับที่อิ่มตัวด้วยโลหะหนัก(จากข้อ 2) ล้างด้วยน้ำกลั่น ปริมาตร 0.5 ลิตร และใส่ลงในสารละลาย (จากผลการศึกษาสารละลายที่เหมาะสมในการสกัด) ปริมาตร 0.5 ลิตร

4. กวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที (เวลาเท่ากับเวลาที่เหมาะสมในการสกัดโลหะหนัก) แยกวัสดุดูดซับและวัดค่าโลหะหนักที่เหลือในน้ำด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

5. นำวัสดุดูดซับที่ผ่านการสกัดโลหะหนัก (จากข้อ 4) มาทำการดูดซับโลหะหนักในสภาวะเช่นเดิมอีกเป็นจำนวน 3 รอบ

การศึกษาอิทธิพลและประสิทธิภาพในการนำวัสดุดูดซับกลับมาใช้ใหม่

1. เตรียมน้ำเสียสังเคราะห์ความเข้มข้นของโลหะหนักปริมาตร 0.5 ลิตร ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติมวัสดุดูดซับ 2 กรัม

2. ปรับพีเอชให้มีค่าเท่ากับ (พีเอชที่เหมาะสมจากการทดลอง) กวนบนเครื่อง

จาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที (เวลาเท่ากับเวลาสมดุลการดูดซับ) แยกวัสดุดูดซับและวัดค่าโลหะหนักในน้ำด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

3. นำวัสดุดูดซับที่อิ่มตัวด้วยโลหะหนัก (จากข้อ 2) ล้างด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 0.5 ลิตร และใส่ลงในสารละลาย (จากผลการศึกษาสารละลายที่เหมาะสม) ปริมาตร 0.5 ลิตร

4. กวนบนเครื่องจาร์เทสที่รอบการทำงาน 120 รอบต่อนาที (เวลาเท่ากับเวลาที่เหมาะสมในการสกัดโลหะหนัก) แยกวัสดุดูดซับและวัดค่าโลหะหนักที่เหลือในน้ำด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชั่นสเปกโตรโฟโต

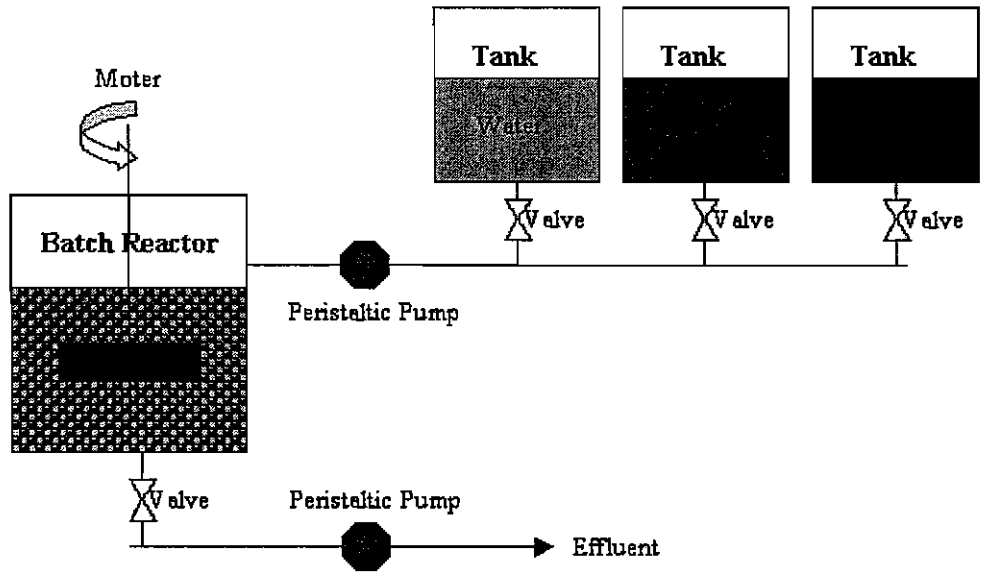
5. นำวัสดุดูดซับที่ผ่านการสกัดโลหะหนัก (จากข้อ 4) มาทำการดูดซับโลหะหนักในสภาวะเช่นเดิมอีกเป็นจำนวน 5 รอบ

การศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะหนักในถังปฏิกิริยา

การทดลองนี้เป็นการศึกษาประสิทธิภาพ หรือความสามารถในการใช้งานของวัสดุดูดซับ (biosorbent) ในแบบจำลอง ซึ่งในทางปฏิบัติการประยุกต์ใช้ biosorbent ในการดูดซับโลหะหนักในน้ำเสียมักประสบปัญหาในการแยก biosorbent ดังกล่าวออกจากน้ำเสีย (ภายหลังเสร็จขบวนการ biosorption) เนื่องจาก biosorbent ส่วนใหญ่มักจะมีความหนาแน่นต่ำ มีขนาดเล็กและมีความแข็งแกร่งต่ำ (Veglio & Beolchini, 1997)

ดังนั้นเมื่อต้องการพัฒนาขบวนการ biosorption เพื่อใช้ในระบบจริง ซึ่งมีปริมาตรน้ำเสียสูงมักจะประสบกับปัญหาในทางปฏิบัติ เพื่อเป็นการแก้ไขปัญหา biosorbent ที่ใช้ในการทดลองในแบบจำลองนี้ จะพิจารณาจากความสามารถในการตกตะกอนออกจากน้ำเสีย และผลของ Adsorption isotherm ของ biosorbent ทั้ง 4 ชนิดคือ ก้านองุ่น (grape stalks) กากองุ่น (grape residues) เปลือกส้ม (orange peel) เปลือกแพชชั่นฟรุต (passion fruit peel)

การทดลองในแบบจำลองจะเลือกใช้ถังปฏิกิริยาแบบเท (bacth Reactor) โดยใช้ถังพลาสติกโพลิโพรพิลีน (polypropylene) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 30 สูง 55 เซนติเมตร แสดงดังภาพ 14 ซึ่งในการทดลองจะใช้ปริมาตรน้ำเสีย 5 ลิตร ความเข้มข้นเริ่มต้นโลหะหนัก 10 มิลลิกรัมต่อลิตร



ภาพ 14 แบบจำลองถังปฏิกิริยาแบบเท (Bacth Reactor)