บทที่ 4
แผนการทดลองและการดำเนินการวิจัย

วัสดุที่ใช้ในการวิจัย

1. ตะกอนน้ำเสีย

ตะกอนน้ำเสียที่ใช้ในการศึกษานี้ ใช้ตะกอนน้ำเสียสังเคราะห์ซึ่งจัดเตรียมโดยบริษัทผาแดงอินดัสตรี จำกัด (มหาชน) โดยทำการควบคุมให้มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับตะกอนที่จะเกิดขึ้นจริงจากระบบบำบัดน้ำเสียของโรงย่างแร่งสังกะสี ตะกอนน้ำเสียสังเคราะห์นี้มีองค์ประกอบโดยประมาณ ดังนี้

ความชื้น *	ประมาณร้อยละ	50
$CaSO_4.2H_2O$	ประมาณร้อยละ	24
CaF	ประมาณร้อยละ	3
$Hg(OH)_2$	ประมาณร้อยละ	0.7
$CaHAsO_3$	ประมาณร้อยละ	20
$Fe(OH)_3$	ประมาณร้อยละ	0.6
สารอื่น ๆ	ประมาณร้อยละ	1.6

* ความชื้นในตะกอนประกอบด้วยสารละลายของเกลือ อนินทรีย์ต่าง ๆ เช่น $CaCl_2$, NaCl, Na_2SO_4, $CaSO_4$ ฯลฯ

ข้อมูลจาก บริษัทผาแดงอินดัสตรี จำกัด (มหาชน)

2. วัสดุประสาน (Binder) และวัสดุปรุงแต่ง (Additive)

วัสดุประสาน (Binder) หรือวัสดุผสม ที่ใช้ในการศึกษาเลือกใช้วัสดุประเภทซีเมนต์ (Cementitious Binder) เนื่องจากวัสดุประเภทซีเมนต์มีคุณสมบัติในการยึดเกาะทำให้เป็นก้อนแข็งได้ดี เป็นวัสดุที่หาได้ง่าย และราคาไม่แพง ในการศึกษานี้เลือกใช้วัสดุประสานชนิดต่าง ๆ ดังนี้

1. ปูนซีเมนต์ซิลิกา (Silica Cement)
2. ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1 (Portland Cement Type I)
3. ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 5 (Portland Cement Type 5)
4. ปูนขาว (Lime)
5. ปูนซีเมนต์ซิลิกา ผสมเถ้าลอยลิกไนต์ อัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก

3. วัสดุปรุงแต่ง (Additive)

แคลเซียมซัลเฟตในตะกอนน้ำเสีย จะต่อต้านปฏิกิริยาไฮเดรชัน (เมื่อผสมกับวัสดุซีเมนต์) ทำให้แข็งตัวช้าลง และอาจมีผลกระทบต่อกำลังรับแรงอัด จากการศึกษาถึงปฏิกิริยาไฮเดรชัน พบว่าซีเมนต์จะเริ่มแข็งตัวเมื่อแคลเซียมซิลิเกตที่ไม่ละลาย รวมตัวกันเป็นโครงสร้างของซีเมนต์ในสภาวะที่เหมาะสม คือต้องมีความเข้มข้นของแคลเซียมสูงกว่า 100 มิลลิกรัมต่อลิตร และ pH สูงกว่า 11 (Neville, 1981) ดังนั้น หากสามารถลดปริมาณแคลเซียมซัลเฟต และเพิ่มปริมาณแคลเซียมซิลิเกตในส่วนผสมของตะกอนกับวัสดุผสมแล้ว ระยะเวลาการแข็งตัวตลอดจนการพัฒนากำลังรับแรงอัดของส่วนผสมควรจะดีขึ้นด้วย

เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการแข็งตัวของส่วนผสม ซึ่งจะเป็นการประหยัดวัสดุผสม จึงพิจารณาเลือกใช้โซเดียมซิลิเกต เป็นวัสดุปรุงแต่งโดยเลือกใช้ทั้งที่เป็น ของแข็งและของเหลว ดังนี้

1. โซเดียมเมตาซิลิเกต (Na_2SiO_3)
2. น้ำแก้ว (Water Glass, $Na_2 Si_3 O_7$)

โซเดียมซิลิเกต จะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมซัลเฟตได้แคลเซียมซิลิเกต ซึ่งระหว่างปฏิกิริยาไฮเดรชัน แคลเซี่ยมซิลิเกตจะตกตะกอนผลึกเกิดเป็นโครงสร้างของซีเมนต์

4. **น้ำที่ใช้ผสมตะกอนกับวัสดุประสาน ใช้น้ำประปา**

5. **สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย ได้แก่**

- Hydrochloric Acid
- Sulfuric Acid
- Nitric Acid
- น้ำกลั่น

6. **เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย**

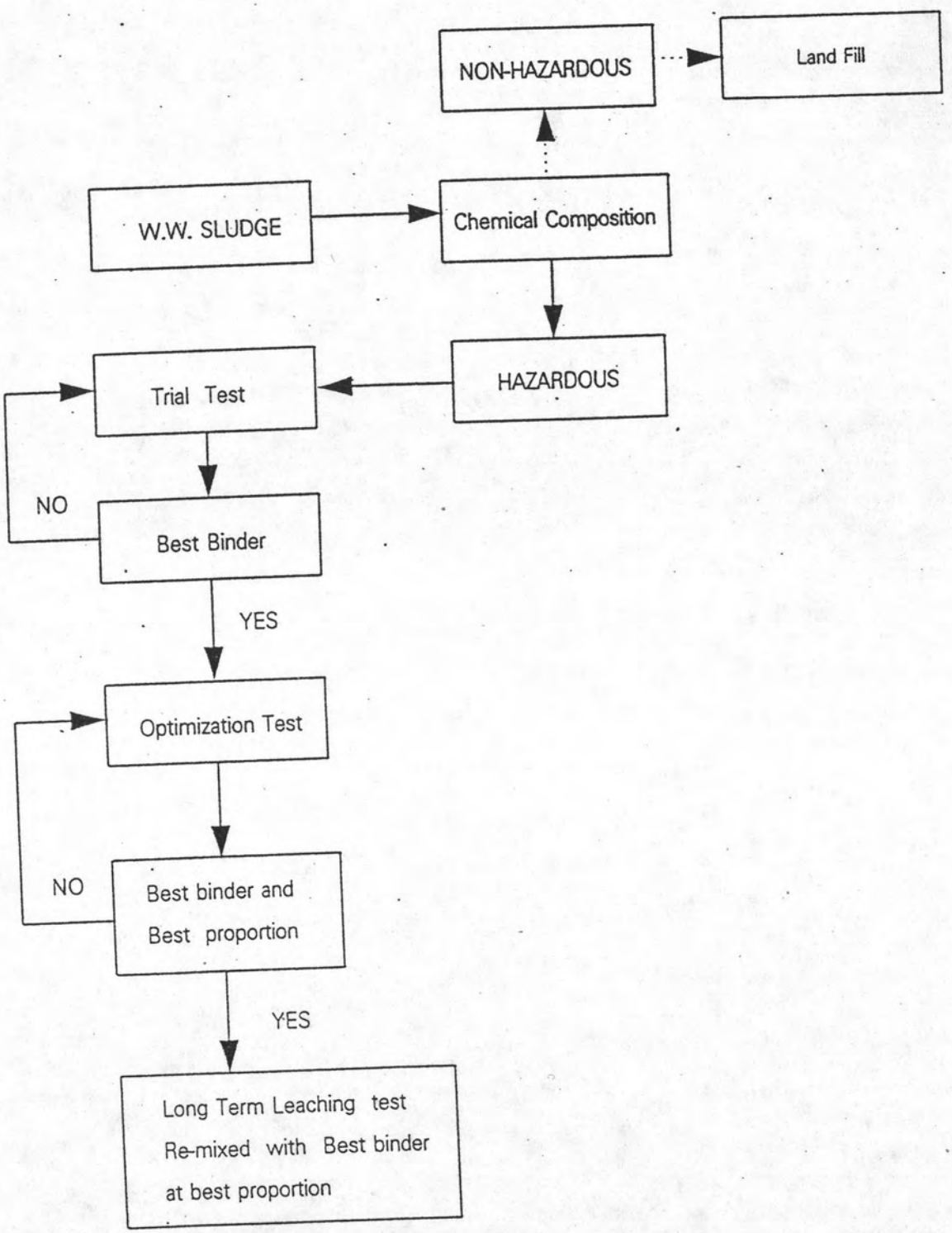
- เครื่องชั่ง
- กระบอกตวง
- ภาชนะผสมตัวอย่าง
- Tamper ขนาดหน้าตัด 1/2 x 1 นิ้ว
- แบบหล่อ แท่งตัวอย่างรูปลูกบาศก์ 50 มม.
- Seive ขนาด 0.5 - 5 มม.
- ขวดพลาสติกขนาดต่างๆ
- เครื่องเขย่า Horizontal Shaker 200 รอบ/นาที
- เครื่องวัด pH
- เครื่องวิเคราะห์โลหะหนัก Atomic Absorption Spectrophotometer

การดำเนินการวิจัย

การศึกษาวิจัยนี้กำหนดแนวทางการศึกษาไว้ 3 ขั้นตอน คือ

1. การทดสอบเบื้องต้น (Trial Test)
2. การทดสอบหาค่าที่เหมาะสมที่สุด (Optimization Test)
3. การทดสอบการชะละลายในระยะยาว (Long - Term Leaching Test)

รูปที่ 4.1 แสดงผังการศึกษาวิจัยการทำลายฤทธิ์ตะกอนน้ำเสียโรงย่างแร่สังกะสี



รูปที่ 4.1 ผังการศึกษาวิจัยการทำลายฤทธิ์ตะกอนน้ำเสียโรงย่างแร่สังกะสี

การทดสอบเบื้องต้น (Trial Test)

การทดสอบเบื้องต้นเป็นการศึกษาเพื่อพิจารณาหาชนิดของวัสดุประสาน (Binder) และ/หรือวัสดุปรุงแต่ง (Additive) ที่มีประสิทธิภาพในการทำลายฤทธิ์ตะกอนน้ำเสียได้ดีกว่าวัสดุประสานชนิดอื่น ๆ ในกลุ่มวัสดุประสานที่เลือกใช้

ในการทดสอบเบื้องต้นทำการทดสอบรวม 3 ชุด การทดสอบเบื้องต้นทั้ง 3 ชุดนี้ ได้ทำการปรับเปลี่ยนชนิดของวัสดุประสานตลอดจนสัดส่วนผสม ดังนี้ (ตารางที่ 4.1)

1. ทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 1 เลือกใช้วัสดุประสานและวัสดุปรุงแต่ง ดังนี้
   - 1.1 ปูนขาว
   - 1.2 ปูนซีเมนต์ซิลิกา
   - 1.3 ปูนซีเมนต์ซิลิกา ผสมเถ้าลอยลิกไนต์ อัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก
   - 1.4 ปูนซีเมนต์ซิลิกา และใช้โซเดียมเมตาซิลิเกตเป็นวัสดุปรุงแต่ง ปริมาณร้อยละ 1 ของน้ำหนักตะกอนดิบ [*1]
   - 1.5 ปูนซีเมนต์ซิลิกา และใช้โซเดียมเมตาซิลิเกตเป็นวัสดุปรุงแต่ง ปริมาณร้อยละ 5 ของน้ำหนักตะกอนดิบ
   - 1.6 ปูนซีเมนต์ซิลิกา และใช้น้ำแก้วเป็นวัสดุปรุงแต่ง ปริมาณร้อยละ 1 ของน้ำหนักตะกอนดิบ
   - 1.7 ปูนซีเมนต์ซิลิกา และใช้น้ำแก้วเป็นวัสดุปรุงแต่ง ปริมาณร้อยละ 5 ของน้ำหนักตะกอนดิบ
   - 1.8 ปูนขาว และใช้น้ำแก้วเป็นวัสดุปรุงแต่ง ปริมาณร้อยละ 1 ของน้ำหนักตะกอนดิบ

ทั้งนี้สัดส่วนผสมของวัสดุประสานเลือกใช้ที่ร้อยละ 5, 10 และ 25 เทียบกับน้ำหนักตะกอนดิบ

[*1] ตะกอนดิบ หมายถึงตะกอนน้ำเสียในสภาพที่มีความชื้นตามปกติหลังจากผ่านเครื่องรีดตะกอน

2. การทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 2 เลือกใช้วัสดุประสานและสัดส่วนผสม ดังนี้

2.1 ปูนซีเมนต์ซิลิกา

2.2 ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1

ใช้สัดส่วนผสมร้อยละ 30, 40, 50 และ 60 เทียบกับน้ำหนักตะกอนดิบ

3. การทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 3 เลือกใช้ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1 เป็นวัสดุประสานเพียงชนิดเดียว ใช้สัดส่วนผสมร้อยละ 20, 30, 40 และ 50 เทียบกับน้ำหนักตะกอนแห้ง นอกจากนี้ในการทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 3 นี้ ได้ทำการควบคุมความชื้นให้ความชื้นตะกอนใกล้เคียงกับตะกอนที่จะเกิดขึ้นจริงจากโรงย่างแร่สังกะสี (ประมาณร้อยละ 50 ± 5) ทั้งนี้ตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์มีความชื้นประมาณร้อยละ 62 การควบคุมความชื้นกระทำ 2 วิธีคือ

3.1 นำตะกอนไปอบให้แห้งก่อนการผสมกับปูนซีเมนต์ และเมื่อผสมกับ ปูนซีเมนต์แล้ว เติมน้ำเพื่อให้ผสมได้เป็นเนื้อเดียวกัน

3.2 นำตะกอนไปผึ่งในอากาศให้ความชื้นลดลงจนเหลือประมาณร้อยละ 50±5 จึงนำไปผสมกับปูนซีเมนต์

การทดสอบหาค่าที่เหมาะสมที่สุด (Optimization Test)

จากการทดสอบเบื้องต้น จะได้ชนิดของวัสดุประสานที่มีคุณสมบัติในการทำลายฤทธิ์ตะกอนน้ำเสียได้ดีที่สุด ในขั้นการทดสอบหาค่าที่เหมาะสมที่สุดนี้จะผสมตะกอนน้ำเสียกับวัสดุประสาน ชนิดนั้นอีก โดยจะทำการปรับเพิ่มหรือลดสัดส่วนผสม เพื่อให้ได้สัดส่วนผสมที่เหมาะสมที่สุด หมายถึงใช้วัสดุประสานในปริมาณที่ไม่มากจนเกินความจำเป็น หรือต้องไม่น้อยจนเกินไปโดยพิจารณาจากคุณสมบัติของส่วนผสม ทั้งนี้จะต้องมีการพัฒนากำลังรับแรงอัด จนมีค่ากำลังรับแรงอัดไม่น้อยกว่าเกณฑ์กำหนด ปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด ตลอดจนคุณสมบัติด้านอื่น ๆ ต้องอยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน

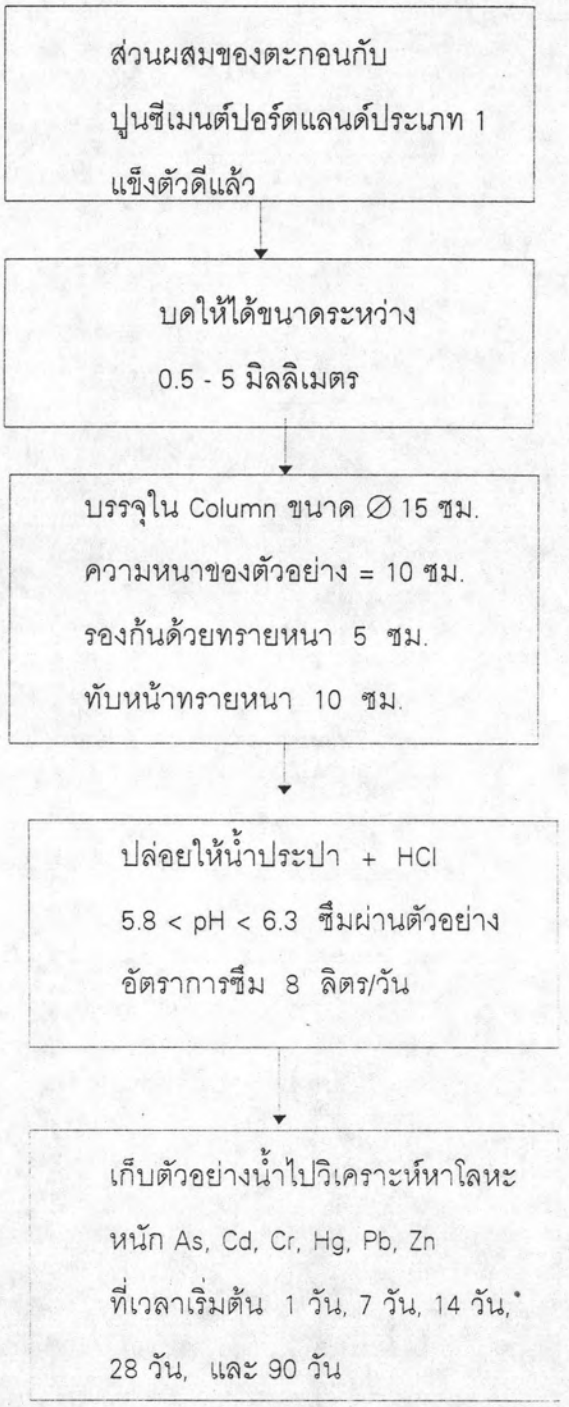
ตารางที่ 4.1 การเลือกใช้วัสดุประสาน, วัสดุปรุงแต่งและสัดส่วนผสมในการทดสอบเบื้องต้น ชุดที่ 1, 2, 3

ลำดับที่	วัสดุประสาน	วัสดุปรุงแต่ง (Additive) /สัดส่วนที่ใช้ (ร้อยละ)	สัดส่วนผสมของวัสดุประสาน (ร้อยละ)	หมายเหตุ
1.	ปูนขาว	-	5, 10, 25	(Wet Basis)
2.	ปูนซีเมนต์ซิลิกา	-	5, 10, 25	(Wet Basis)
3.	ปูนซีเมนต์ซิลิกาผสมเถ้าลอยลิกไนต์ 1:1 (โดยน้ำหนัก)	-	5, 10, 25	(Wet Basis)
4.	ปูนซีเมนต์ซิลิกา	โซเดียมเมตาซิลิเกต 1% ของน้ำหนักตะกอนเปียก	5, 10, 25	(Wet Basis)
5.	ปูนซีเมนต์ซิลิกา	โซเดียมเมตาซิลิเกต 5% ของน้ำหนักตะกอนเปียก	5, 10, 25	(Wet Basis)
6.	ปูนซีเมนต์ซิลิกา	น้ำแก้ว 1% ของน้ำหนักตะกอนเปียก	5, 10, 25	(Wet Basis)
7.	ปูนซีเมนต์ซิลิกา	น้ำแก้ว 5% ของน้ำหนักตะกอนเปียก	5, 10, 25	(Wet Basis)
8.	ปูนขาว	น้ำแก้ว 1% ของน้ำหนักตะกอนเปียก	5, 10, 25	(Wet Basis)
9.	ปูนซีเมนต์ซิลิกา	-	30, 40, 50, 60	(Wet Basis)
10.	ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1	-	30, 40, 50, 60	(Wet Basis)
11.	ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1	-	20, 30, 40, 50	Dry Basis และอบตะกอนแห้งก่อนผสม
12.	ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1	-	20, 30, 40, 50	Dry Basis และผึ่งตะกอนให้ความชื้นลดลงเหลือประมาณ 50%

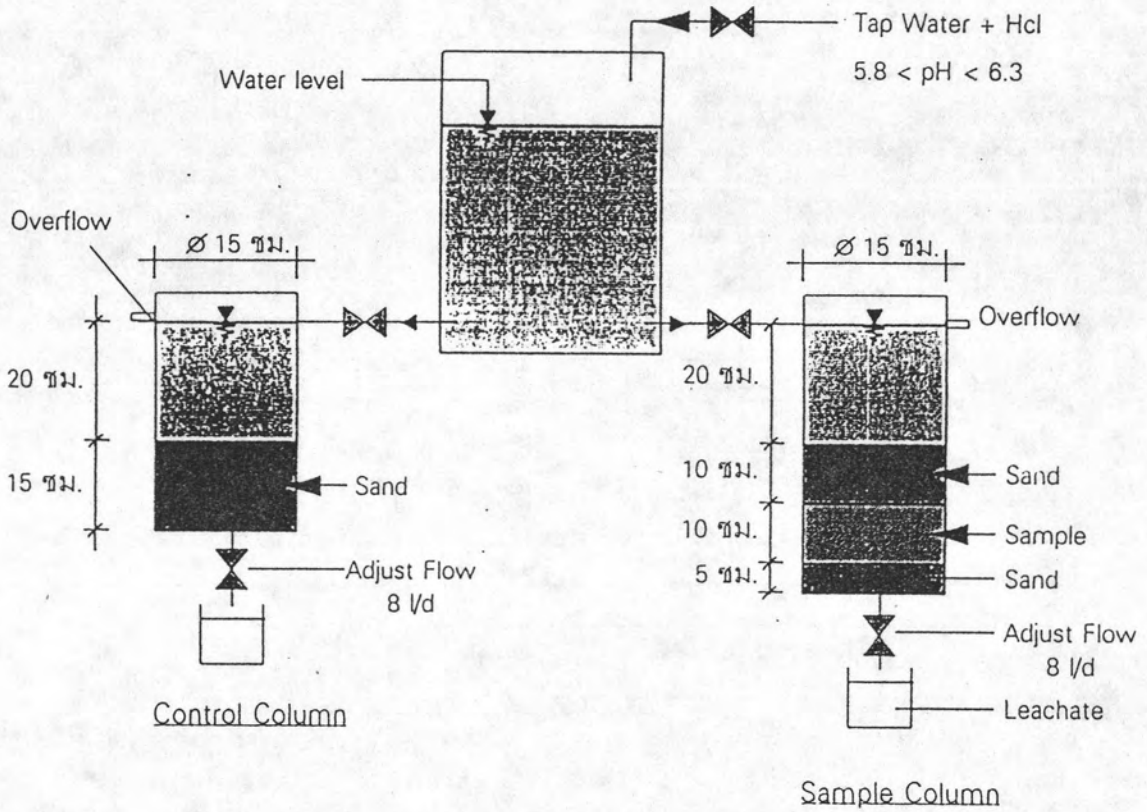
หมายเหตุ การทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 1 ลำดับที่ 1 - 8
การทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 2 ลำดับที่ 9 - 10
การทดสอบเบื้องต้นชุดที่ 3 ลำดับที่ 11 - 12

การทดสอบการชะละลายในระยะยาว (Long-Term Leaching Test)

ผลจากการทดสอบหาสัดส่วนผสมที่เหมาะสมที่สุดจะได้ชนิดของวัสดุประสานและสัดส่วนผสมที่เหมาะสม ดังนั้นในการทดสอบการชะละลายในระยะยาว จะทำการผสมตะกอนน้ำเสียกับวัสดุประสานที่ดีที่สุด ในสัดส่วนผสมที่เหมาะสมที่สุด เพื่อเป็นการยืนยันผลการทดสอบ จากนั้นจะนำไปทดสอบการชะละลายของโลหะหนักโดยให้น้ำซึมผ่านตัวอย่างเป็นเวลา 90 วัน โดยมีขั้นตอนการทดสอบแสดงในรูปที่ 4.2 และอุปกรณ์การทดสอบ แสดงในรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.2 ขั้นตอนการทดสอบการชะละลายในระยะยาว



รูปที่ 4.3 การทดสอบการชะละลายในระยะยาว

การตรวจสอบคุณภาพของตะกอนที่ผสมกับวัดสุประสานเพื่อพิจารณาถึงประสิทธิภาพในการทำลายฤทธิ์

การศึกษาวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงแนวทางในการทำลายฤทธิ์ตะกอนน้ำเสีย เพื่อเป็นการปรับสภาพตะกอนให้มีความเหมาะสมในการกำจัดโดยวิธีการฝังกลบ ตามประกาศของกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 25 (พ.ศ. 2531) ดังนั้น วิธีการตรวจสอบคุณสมบัติของตัวอย่าง จะยึดถือปฏิบัติตามข้อกำหนดของประกาศดังกล่าว โดยกำหนดให้มีการตรวจสอบ ดังนี้

การทดสอบเบื้องต้นและการทดสอบหาค่าที่เหมาะสมที่สุด ทำการตรวจสอบคุณสมบัติดังนี้

1. กำลังรับแรงอัด กำหนดใช้ค่า Unconfined Compressive Strength โดยทำการทดสอบจากก้อนตัวอย่างรูปลูกบาศก์ขนาด 50x50x50 มิลลิเมตร ตามมาตรฐาน ASTM C109-86 Testing for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars Using 50 mm. Cube Specimens โดยทำการทดสอบที่อายุตัวอย่าง 14 วัน และ 28 วัน

2. ค่าความหนาแน่น หาค่าความหนาแน่นของตัวอย่างที่อายุ 14 วัน และ 28 วัน ก่อนการหาค่ากำลังรับแรงอัด

3. ปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด ทำการตรวจสอบปริมาณโลหะหนักที่ละลายในน้ำสกัดที่อายุตัวอย่าง 1 วัน และ 14 วัน โลหะที่พิจารณาคือ As, Cd, Cr, Hg, Pb และ Zn วิธีการสกัดสาร (Extraction Procedure, EP) ใช้ตามวิธีการที่กรมโรงงานอุตสาหกรรมกำหนด

การทดสอบการชะละลายในระยะยาว (Long-Term Leaching Test) ทำการตรวจสอบคุณสมบัติ ดังนี้

ค่ากำลังรับแรงอัด ทำการทดสอบหาค่า Unconfined Compressive Strength ตามมาตรฐาน ASTM C109-86 ที่อายุตัวอย่าง 7 วัน, 14 วัน, 28 วัน และ 90 วัน

ค่าความหนาแน่นของตัวอย่างที่อายุ 7 วัน 14 วัน, 28 วัน และ 90 วัน

ปริมาณโลหะหนักในน้ำสกัด ซึ่งทำการสกัดจากตัวอย่างที่อายุ 1 วัน, 7 วัน 14 วัน, 28 วัน และ 90 วัน ตามวิธีการสกัดสารที่กรมโรงงานอุตสาหกรรมกำหนด

อัตราค่าความซึมน้ำ (Permeability) ทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2434-68 Standard Test Method for Permeability of Granular Soils (Constant Head) ทั้งนี้โดยอาศัยเครื่องมือทดสอบ Triaxial Test ดังแสดงในรูปที่ 4.4

การศึกษาคุณสมบัติของตะกอนน้ำเสีย

ตะกอนน้ำเสียสังเคราะห์ที่ใช้ในการศึกษานี้ จะต้องนำมาวิเคราะห์หาคุณสมบัติที่สำคัญดังนี้

1. **คุณสมบัติด้านเคมี**

ศึกษาหาองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญในการศึกษานี้มุ่งเน้นด้านปริมาณโลหะหนักทั้งหมดในเนื้อตะกอน และปริมาณโลหะหนักที่ละลายเมื่อทำการสกัดสารการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักทั้งหมดในเนื้อตะกอนจะนำตะกอนมาย่อยสลายอย่างรุนแรงในกรด HCl + H_2SO_4 + HNO_3 จากนั้นนำมาวิเคราะห์หาปริมาณโลหะด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะที่ละลายเมื่อทำการสกัดสาร (Extraction) ใช้วิธีการสกัดสาร ตามที่กรมโรงงานอุตสาหกรรมกำหนด วิเคราะห์ปริมาณโลหะ As, Cd, Cr, Hg และ Zn ทั้งนี้เพื่อจำแนกประเภทของตะกอนน้ำเสียนี้ว่าเข้าข่ายเป็นของเสียที่เป็นอันตรายประเภทวัตถุมีพิษหรือไม่

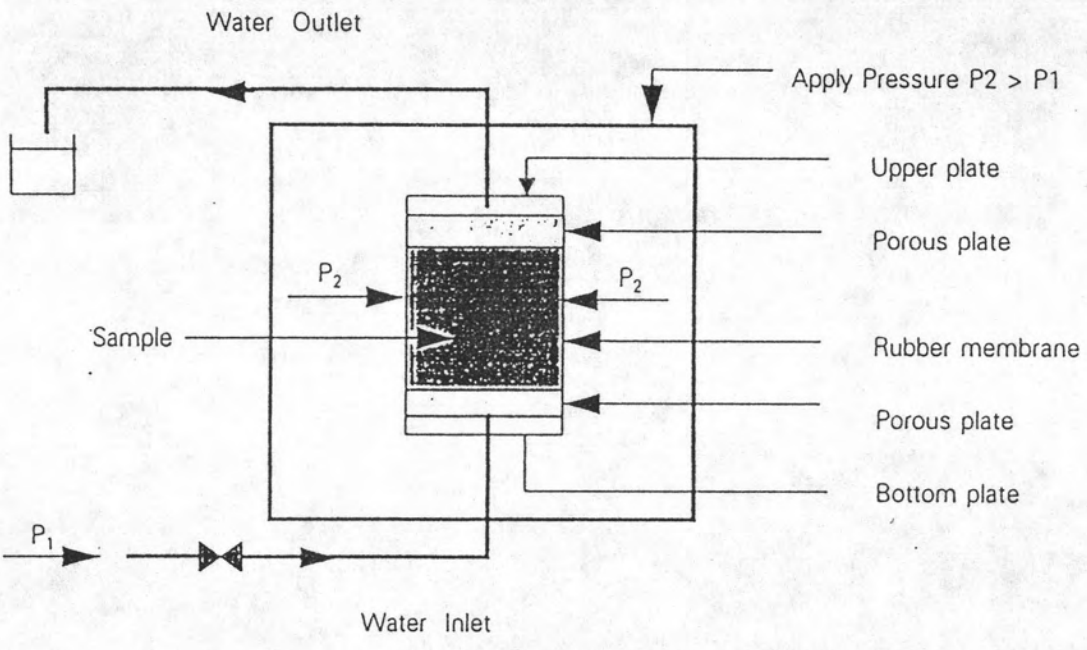
2. **คุณสมบัติด้านกายภาพ**

2.1 ปริมาณความชื้น การหาปริมาณความชื้นของตะกอนน้ำเสียนี้ทำได้โดยการอบตะกอนให้แห้งสนิท แล้วคำนวณหาปริมาณความชื้น ดังนี้

$$\text{ความชื้น (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักตะกอนเปียก - น้ำหนักตะกอนแห้ง x 100}}{\text{น้ำหนักตะกอนเปียก}}$$

2.2 ค่าความถ่วงจำเพาะ ทำการทดสอบตามวิธีมาตรฐาน ASTM D 854-58 Test Method for Specific Gravity of Soils

2.3 การกระจายขนาดคละ (Size Distribution) ทำการทดสอบตามวิธีมาตรฐาน ASTM D 422-63 Method for Particle - Size Analysis of Soil ขนาดตัวอย่างที่ผ่านตะแกรงร่อนมาตรฐานเบอร์ 200 วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Micron Photo Sizer Model SKC-2000 โดยวิธีตกตะกอนด้วยแรงเหวี่ยง



รูปที่ 4.4 การทดสอบหาค่า Permeability

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายใน

การศึกษาถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายใน จะเป็นการวิเคราะห์ถึงการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบภายในส่วนผสมของตะกอนน้ำเสียกับปูนซีเมนต์ (จะศึกษาเฉพาะส่วนผสมที่ดีที่สุดเท่านั้น) ซึ่งมีผลต่อการพัฒนากำลังรับแรงอัด และการจับยึดโลหะหนัก การวิเคราะห์ใช้วิธี X-ray Diffraction และวิธี Scanning Electron Microscopy (SEM)

การศึกษาในส่วนนี้จะทำการศึกษาโครงสร้างภายในของตะกอนดิบเปรียบเทียบกับตะกอนที่ผสมกับวัสดุประสานที่มีประสิทธิภาพดีที่สุดในสัดส่วนผสมที่เหมาะสมที่สุด (ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ประเภท 1 สัดส่วนผสมร้อยละ 40 เทียบกับน้ำหนักตะกอนแห้ง)

ตารางที่ 4.2 การทดสอบคุณสมบัติของตัวอย่างจากการทดสอบทั้ง 3 ขั้นตอน

Parameter Test	Trial Test	Optimization Test	Long Term Leaching Test
Compressive Strength			
7 days			●
14 days	●	●	●
28 days	●	●	●
90 days			●
Density			
7 days			●
14 days	●	●	●
28 days	●	●	●
90 days			●
Heavy Metal Extraction			
1 day	●	●	●
7 days			●
14 days	●	●	●
28 days			●
90 days			●
Permeability			
7 days			●
14 days			●
28 days			●
90 days			