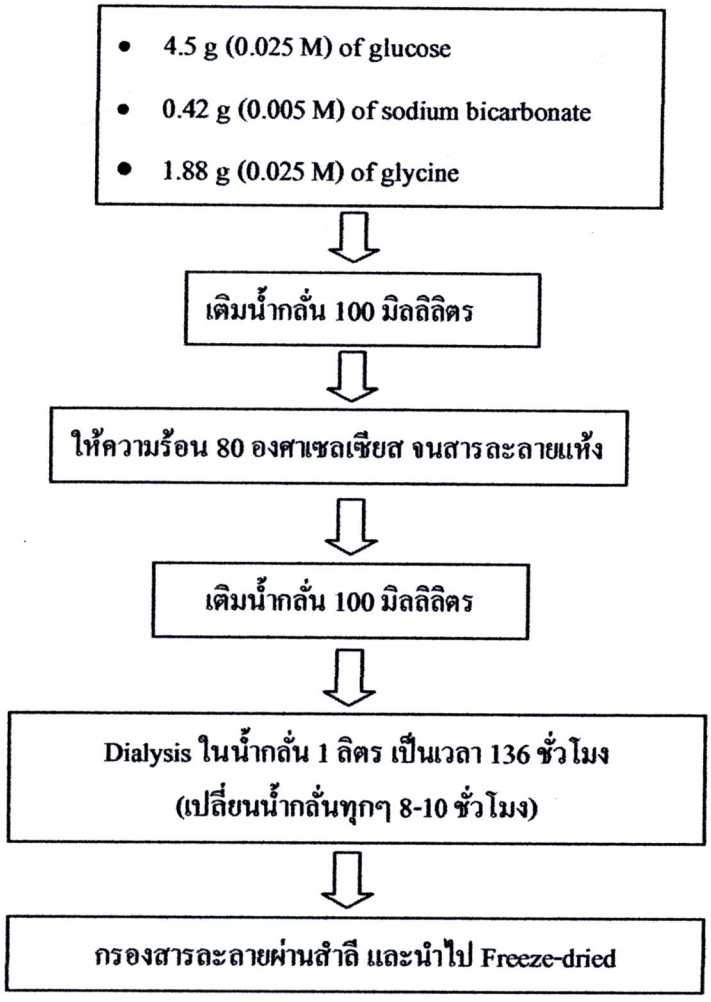
บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

วิธีการดำเนินการวิจัย และสถานที่ทำการทดลอง/เก็บข้อมูล

3.1 การเตรียมสีสังเคราะห์จากสารละลายเมลานอยดิน (melanoidin)

เตรียมสีสังเคราะห์จากสารละลายเมลานอยดิน (melanoidin) โดยดัดแปลงตามวิธีของ Bernado และคณะ [47] โดยผสมสารดังต่อไปนี้



รูปที่ 3.1 การเตรียมสีสังเคราะห์จากสารละลายเมลานอยดิน (melanoidin)

3.2 สร้างกราฟมาตรฐานของสารลายเมลานอยดิน (melanoidin)

นำเมลานอยดินสังเคราะห์ที่เตรียมได้จากข้อ 13.1 มาเตรียมสารละลายเมลานอยดินที่ทราบความเข้มข้นในช่วงความเข้มข้นที่เหมาะสม แล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 420

นาโนเมตร และนำมา plot กราฟระหว่างความเข้มข้นของสารละลายเมลานอยดิน กับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นดังกล่าว และคำนวณสมการเส้นตรงเพื่อใช้ในการคำนวณหาความเข้มข้นของสีเมลานอยดินในการทดลองต่อไป

3.3 การแยกสารสีออกจากน้ำเชื่อม

นำสารละลายน้ำเชื่อมปริมาณ 50 มิลลิลิตร มาทำการ dialysis เพื่อแยกน้ำตาลออกจากสีในน้ำเชื่อม โดยสารละลายสีที่ได้จะถูกอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนแห้ง และทำการชั่งน้ำหนักแห้งของสีของน้ำตาลที่แยกได้

3.4 การเตรียมเถ้าหนักชานอ้อย (bagasse bottom ash)

นำเถ้าหนักชานอ้อยมาทำการแยกสิ่งสกปรก และทรายออกโดยทำการล้างด้วยน้ำประปาจนค่าความเป็นกรด-ด่าง คงที่ ที่ 7-8 และอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนแห้ง สำหรับใช้ในการศึกษาตัวดูดซับที่ไม่ทำการปรับสภาพด้วยสารเคมีใดๆ โดยตัวดูดซับที่ได้จะทำการวิเคราะห์องค์ประกอบต่างๆ ทางเคมี และคุณสมบัติทางกายภาพ

3.5 การเตรียมถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย (bagasse bottom ash actvated carbon)

ถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย (bagasse bottom ash actvated carbon) ที่ใช้จะถูกเตรียมจากสภาวะที่แตกต่างกัน 2 สภาวะ

3.5.1 การกระตุ้นด้วยไอน้ำ และคาร์บอนไดออกไซด์ (สภาวะที่ 1)

<u>การกระตุ้นด้วยไอน้ำ</u>

นำเถ้าหนักชานอ้อยปริมาณ 10 กรัม ไปเผาในเตาเผาภายใต้ก๊าซไนโตรเจน (อัตราการไหลของก๊าซที่ 200 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที) เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสูงถึง 450 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนการ flow ไนโตรเจนมาเป็นไอน้ำแทน (8 กรัมต่อนาที) และกระตุ้นต่อไปจนอุณหภูมิสูงถึง 800 องศาเซลเซียส นาน 60 นาที (BBA450-Steam800-60)

<u>การกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์</u>

นำเถ้าหนักชานอ้อยปริมาณ 10 กรัม ไปเผาในเตาเผาภายใต้ก๊าซไนโตรเจน (อัตราการไหลของก๊าซที่ 200 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที) เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสูงถึง 450 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนการ flow ไนโตรเจนมาเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (200 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที) แทน และกระตุ้นต่อไปจนอุณหภูมิสูงถึง 800 องศาเซลเซียส นาน 60 นาที (BBA450-$CO_2$800-60)

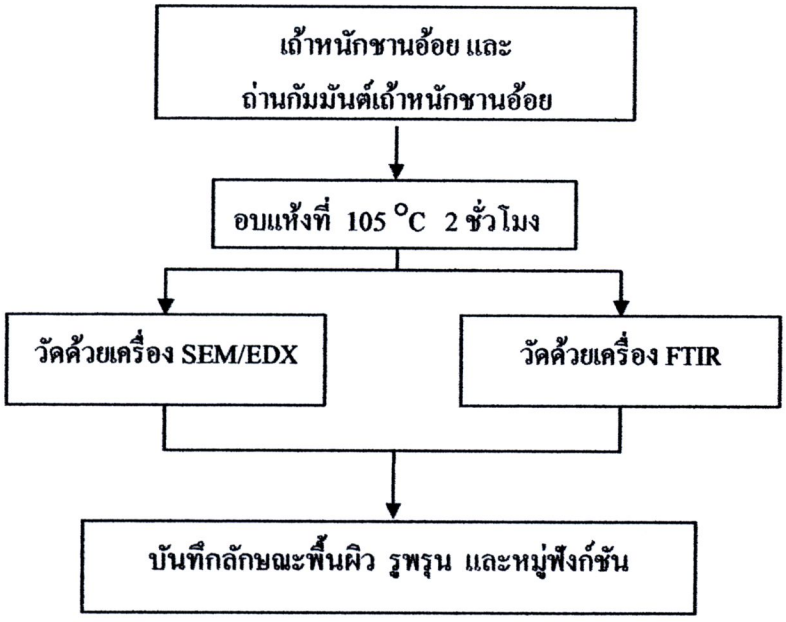
3.5.2 การกระตุ้นโดยการเผาที่อุณหภูมิสูง และกระตุ้นด้วยไอน้ำ (สภาวะที่ 2)

นำเถ้าหนักชานอ้อยปริมาณ 10 กรัม ไปเผาในเตาเผาภายใต้ก๊าซไนโตรเจน (อัตราการไหลของก๊าซที่ 200 ลูกบาศก์เมตรต่อนาที) และทำการเผาที่อุณหภูมิที่ต่างกัน คือ 300-800 องศาเซลเซียส โดยเริ่มจากที่อุณหภูมิห้อง โดยเถ้าหนักชานอ้อยที่ทำการเผาแล้วจะถูกนำมาเผาอีกครั้งที่สภาวะเดียวกัน และเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสูงถึง 300-800 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนการ flow ไนโตรเจนมาเป็นไอน้ำแทน (8 กรัมต่อนาที) และกระตุ้นต่อไปจนอุณหภูมิสูงถึง 800 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที (BBAX-Steam800-30) เมื่อ

BBA	คือ	เถ้าหนักชานอ้อย (bagasse bottom ash)
X	คือ	อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา และอุณหภูมิเริ่มต้นที่ใช้ในการกระตุ้น
Steam	คือ	สารที่ใช้ในการกระตุ้น
800	คือ	อุณหภูมิสุดท้ายที่ใช้ในการกระตุ้น
30	คือ	เวลาที่ใช้ในการกระตุ้น

3.6 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีของเถ้าหนักชานอ้อยและถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย

นำเถ้าหนักชานอ้อย และถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อยไปตรวจสอบด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM/EDX) และเครื่อง Fourier Transfrom Infrared Spectrophotometer (FTIR)



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการศึกษาลักษณะและคุณสมบัติของเถ้าหนักชานอ้อย และถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย

3.7 การเตรียมคอลัมน์

ในการศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีของน้ำเชื่อมจะทำในคอลัมน์ที่เตรียมจากกระบอกฉีดยา (syringe) ขนาด 3 มิลลิลิตร โดยทำการบรรจุตัวดูดซับแต่ละชนิดลงในกระบอกฉีดยาที่มีกระดาษกรองขนาด 0.45 ไมโครเมตรกั้นอยู่เพื่อป้องกันไม่ให้ตัวดูดซับหลุดติดออกมากับสารละลายน้ำเชื่อม โดยสารละลายน้ำเชื่อมจะถูกปั๊มผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์

3.8 ศึกษาการปรับสภาพของเถ้าหนักชานอ้อย

เถ้าหนักชานอ้อยที่เตรียมได้จากข้อที่ 13.4 จะถูกนำมาแช่ในสารละลายกรดซัลฟูริกที่ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (0.1 M H_2SO_4) และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (0.1 M NaOH) จากนั้นทำการล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งค่าความเป็นกรด-ด่างคงที่ ที่ 7-8 และทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยเถ้าหนักชานอ้อยที่ถูกแช่ด้วยสารละลายทั้ง 2 ชนิดนี้จะทำการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมี และทางกายภาพต่อไป

เถ้าหนักชานอ้อยดั้งต้น และเถ้าหนักชานอ้อยปรับสภาพด้วยกรด และด่าง จะถูกนำมาศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีของน้ำเชื่อมด้วยระบบคอลัมน์โดยจะใช้ปริมาณตัวดูดซับแต่ละชนิดเท่ากับ 0.5 กรัม บรรจุลงในคอลัมน์ขนาด 3 มิลลิลิตร และทำการปั๊มสารละลายน้ำเชื่อมปริมาณ 5 มิลลิลิตรผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่องโดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมให้อยู่ที่ 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง จากนั้นสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์จะถูกนำไปวิเคราะห์ค่า ความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม

3.9 ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดสีน้ำเชื่อมโดยเถ้าหนักชานอ้อย

ในการศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมในการกำจัดสีน้ำเชื่อมโดยเถ้าหนักชานอ้อย เปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์ และเรซิน จะทำการศึกษาในคอลัมน์ขนาด 60 มิลลิลิตร และปั๊มสารละลายน้ำเชื่อมปริมาณ 50 มิลลิลิตรผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่องโดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมอยู่ที่ 20 มิลลิลิตรต่อนาที จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์ปริมาณ 2 มิลลิลิตรที่เวลา 10, 20, 30, 40, 50, 60, 120, 160, 240 และ 300 นาที โดยสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์จะถูกนำไปวิเคราะห์ค่า ความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม

3.10 ศึกษาปริมาณตัวดูดซับที่เหมาะสมในการกำจัดสีน้ำเชื่อมโดยเถ้าหนักชานอ้อย

ในการศึกษาปริมาณตัวดูดซับที่เหมาะสมในการกำจัดสีน้ำเชื่อม โดยเถ้าหนักชานอ้อย เปรียบเทียบกับถ่านกัมมันต์ และเรซิน จะทำการศึกษาในคอลัมน์ขนาด 3 มิลลิลิตร โดยทำการบรรจุตัว

ดูดซับที่ปริมาณแตกต่างกันคือร้อยละ 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20, 25 และ 50 โดยน้ำหนัก และปั๊มสารละลายน้ำเชื่อมผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่องโดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมอยู่ที่ 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์ ไปวิเคราะห์ค่า ความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม

3.11 ไอโซเทอม และเทอร์โมไดนามิกของการดูดซับสีน้ำเชื่อมโดยเถ้าหนักชานอ้อย

ไอโซเทอมการดูดซับจะทำการศึกษาโดยใช้สีเมลานอยดินสังเคราะห์ที่เตรียมได้จากข้อที่ 13.1 เป็นตัวแทนของสีในน้ำเชื่อมโดยศึกษาในระบบคอลัมน์ ขนาด 3 มิลลิลิตร โดยบรรจุเถ้าหนักชานอ้อยปริมาณ 0.5 กรัม แล้วปั๊มสารละลายสีเมลานอยดิน(ที่ความเข้มข้นตั้งต้นต่างๆ) ปริมาณ 5 มิลลิลิตรผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่องโดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมอยู่ที่ 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์ ไปวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม โดยควบคุมอุณหภูมิที่แตกต่างกันคือ 10, 30 และ 60 อาศาเซลเซียส และนำค่าที่ได้จากการทดลองไปศึกษาศึกษาเทอร์โมไดนามิกส์ และ ไอโซเทอมของการดูดซับของสีเมลานอยดินโดยเถ้าหนักชานอ้อย

3.12 ศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีน้ำเชื่อมโดยตัวดูดซับชนิดต่างๆ ในระบบคอลัมน์

ศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีน้ำเชื่อมในระบบคอลัมน์ขนาด 3 มิลลิลิตร โดยเปรียบเทียบประสิทธิภาพของเถ้าหนักชานอ้อย กับตัวดูดซับชนิดอื่นๆ คือ ถ่านกัมมันต์ เรซิน ถ่านซังข้าวโพด ถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย ไดติน และไคตินปรับสภาพ โดยใช้ปริมาณตัวดูดซับเท่ากับ 0.5 กรัม และปั๊มสารละลายน้ำเชื่อม ผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่องโดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมอยู่ที่ 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์ ไปวิเคราะห์ค่า ความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม

3.13 ศึกษาการคายการดูดซับ

ศึกษาการคายการดูดซับของตัวดูดซับในแต่ละชนิดหลังจากที่ผ่านการดูดซับสีในน้ำเชื่อมแล้ว จะทำการศึกษาในระบบคอลัมน์ขนาด 3 มิลลิลิตร โดยทำการชะด้วยน้ำกลั่น แล้วตามด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ (0.5M NaOH) และ 80% methanol ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายสีที่ชะได้ มาวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด-ด่าง ปริมาณสีถูกชะออกมาได้

3.14 ศึกษาประสิทธิภาพความจุสูงสุดในการดูดซับสีน้ำเชื่อม (Breakthrough studies) โดยตัวดูดซับชนิดต่างๆ ในระบบคอลัมน์

ประสิทธิภาพความจุสูงสุดในการดูดซับสีน้ำเชื่อม (Breakthrough studies) ศึกษาโดยใช้ตัวดูดซับแต่ละชนิด (เรซิน เถ้าหนักชานอ้อย และถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย) จำนวน 0.5 กรัม บรรจุในคอลัมน์ขนาด 3 มิลลิลิตร และปั๊มสารละลายน้ำเชื่อม ผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่อง โดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมอยู่ที่ 0.4 มิลลิลิตรต่อนาที จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์ทุกๆ 5 มิลลิลิตร และตัวอย่างที่เก็บได้จะถูกนำ ไปวิเคราะห์ค่า ความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม

3.15 ศึกษาจำนวนรอบในการนำเถ้าหนักชานอ้อยกลับมาใช้ในระบบคอลัมน์ โดยเปรียบเทียบกับตัวดูดซับชนิดอื่นๆ คือ เรซิน เถ้าหนักชานอ้อย และถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย

การทดลองนี้จะศึกษาประสิทธิภาพในการกำจัดสีน้ำเชื่อมโดยใช้ตัวดูดซับแต่ละชนิด (เรซิน เถ้าหนักชานอ้อย และถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อย) จำนวน 0.5 กรัม บรรจุในคอลัมน์ขนาด 3 มิลลิลิตร โดยสีของน้ำเชื่อมที่ถูกดูดซับโดยเรซิน และเถ้าหนักชานอ้อย จะถูกชะล้างออกด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอก-ไซด์ เข้มข้น 0.5 โมลาร์ ในขณะที่สีของน้ำเชื่อมที่ถูกดูดซับโดยถ่านกัมมันต์เถ้าหนักชานอ้อยจะถูกชะล้างออกด้วย 80% methanol และสารละลายน้ำเชื่อมปริมาณ 50 มิลลิลิตร จะถูกปั๊มผ่านคอลัมน์ทางด้านบนของคอลัมน์อย่างต่อเนื่อง โดยควบคุมอัตราการไหลของน้ำเชื่อมอยู่ที่ 10 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายน้ำเชื่อมที่ไหลผ่านคอลัมน์ ไปวิเคราะห์ค่า ความเป็นกรด-ด่าง ประสิทธิภาพในการกำจัดสี และค่า ICUMSA ของสีที่ยังคงเหลืออยู่ในสารละลายน้ำเชื่อม