

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและวัสดุอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

- 1) โพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$)
- 2) กรดซัลฟูริก (H_2SO_4)
- 3) พรอทซัลเฟต ($HgSO_4$)
- 4) ซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4)
- 5) เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต ($[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$)
- 6) 1, 10-พีนนโทโรลีนโมโนไฮเดรต ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)
- 7) เฟอรัสซัลเฟต ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)
- 8) โซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$)
- 9) โพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4)
- 10) ไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4)
- 11) ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปต้าไฮเดรต ($Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$)
- 12) แอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl)
- 13) แมกนีเซียมซัลเฟตเฮปต้าไฮเดรต ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)
- 14) แอนไฮดรัสแคลเซียมคลอไรด์ (anhydrous $CaCl_2$)
- 15) เฟอริกคลอไรด์เฮกซาไฮเดรต ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)

3.1.2 วัสดุอุปกรณ์

- 1) เตาย่อยสาร (COD Reactor)
- 2) ตู้อบ (Oven)
- 3) เครื่องวัดค่าความเป็นกรดต่าง (pH Meter)
- 4) ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)
- 5) เครื่องชั่งน้ำหนักดิจิทัล ทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance)
- 6) เครื่องดูดอากาศ (Suction pump)
- 7) กรวยบุชเนอร์
- 8) เตาให้ความร้อน (Hotplate)
- 9) เครื่องจ่ายลม
- 10) ตู้บ่มเชื้อ (BOD Incubator)
- 11) เครื่องวิเคราะห์ก๊าซชีวภาพแบบพกพา (Portable Biogas Analyzer) รุ่น COMBIMASS GA-M
- 12) อุปกรณ์วัดแก๊สโดยใช้หลักการแทนที่น้ำ

3.2 น้ำกากส่า (Molasses wastewater)

ในการศึกษาครั้งนี้ใช้น้ำกากส่าจากโรงงานผลิตเอทานอล อยู่ที่จังหวัดราชบุรีโดยเก็บตัวอย่างน้ำจากบริเวณทางน้ำเข้าระบบ UASB1 และเก็บรักษาสภาพไว้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 4 องศาเซลเซียส เพื่อยับยั้งการทำงานของแบคทีเรีย น้ำตัวอย่างดังกล่าวถูกทำการวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ ได้แก่ ความเป็นกรดต่าง (pH) บีโอดี (Biochemical Oxygen Demand : BOD) ซีโอดี (Chemical Oxygen Demand : COD) ของแข็งทั้งหมด (Total Solids : TS) ของแข็งทั้งหมดระเหย (Total Volatile Solids : TVS) ของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมด (Total Dissolved Solids : TDS) ของแข็งแขวนลอย (Suspended Solids : SS) เจลดาห์ ไนโตรเจนทั้งหมด (Total Kjeldahl Nitrogen : TKN) คลอไรด์ (Chlorides) ฟอสฟอรัส (Phosphorus) โพแทสเซียม (Potassium) แคลเซียม (Calcium) แมกนีเซียม (Magnesium) โดยวิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน (APHA, 2005) แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การวิเคราะห์คุณสมบัติน้ำกากส่าจากโรงงานราชบุรีเอทานอล

ดัชนีชี้วัด	วิธีวิเคราะห์
ความเป็นกรดต่าง (pH)	pH meter
บีโอดี	บ่ม 5 วัน อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
ซีโอดี	Closed reflux, Titrate method
ของแข็งทั้งหมด	อังไอน้ำ
ของแข็งทั้งหมดระเหย	เผาที่ 550 องศาเซลเซียส
ของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมด	อังไอน้ำ
ของแข็งแขวนลอย	กรองด้วยกระดาษ GF/C อบที่ 105 องศาเซลเซียส
ไนโตรเจนทั้งหมด	Kjeldahl Titration method
คลอไรด์	Argentometric method
ฟอสฟอรัส	Ascorbic acid method
โพแทสเซียม	AAS direct air-acetylene flame method
แคลเซียม	AAS direct air-acetylene flame method
แมกนีเซียม	AAS direct air-acetylene flame method

3.3 เม็ดตะกอนจุลินทรีย์และการทดสอบ SMA (Specific Methanogenic Activity)

ในการศึกษาครั้งนี้ใช้เม็ดตะกอนจุลินทรีย์จากโรงงานเดียวกันกับของตัวอย่างน้ำเสีย อยู่ที่จังหวัดราชบุรีโดยเก็บจากระบบ UASB1 และนำมาเก็บรักษาด้วยการหล่อน้ำเสียออก (Effluent) จากระบบ UASB1 เพื่อใช้ให้เป็นสารอาหารของตะกอนเชื้อก่อนนำมาทดสอบในขั้นตอนต่อไป

3.3.1 ศึกษาคุณสมบัติของเม็ดตะกอนจุลินทรีย์ในระบบ UASB

ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติของเม็ดตะกอนจุลินทรีย์โดยมีดัชนีต่าง ๆ ได้แก่ ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ค่าความชื้น (Moisture) ค่าของแข็งทั้งหมด (Total Solids) ค่าของแข็งระเหยง่าย (Volatile Solids) และค่าของแข็งแขวนลอย (Suspended Solids) โดยการวิเคราะห์ดังกล่าวทำตามวิธีมาตรฐาน APHA, 2005

3.3.2 การหาขนาดของเม็ดตะกอนจุลินทรีย์

ทำการวิเคราะห์หาขนาดของเม็ดตะกอนจุลินทรีย์ (Granular sludge) ซึ่งได้มีการดัดแปลงวิธีการหาขนาดของเม็ดตะกอนจุลินทรีย์จากมาตรฐานการทดสอบการหาขนาดของดินด้วยตะแกรงของสำนักวิจัยและพัฒนากรมชลประทาน (กรมชลประทาน, 2558) ใช้เม็ดตะกอนจุลินทรีย์ 100 กรัม และใช้ตะแกรงวัดขนาด (Sieve Size) 0.5, 1, 2 และ 4 มิลลิเมตร โดยมีวิธีการดังนี้

- 1) เตรียมตัวอย่างเม็ดตะกอนจุลินทรีย์ โดยผสมตัวอย่างให้เข้ากันเพื่อเป็นตัวแทนของทั้งหมด แล้วนำตัวอย่างไปชั่งให้ได้ปริมาณ 100 กรัม แสดงดังภาพที่ 3.1
- 2) นำตะแกรงวัดขนาด (Sieve Size) แต่ละขนาดไปชั่งน้ำหนักก่อนการทดลองและบันทึกค่า จากนั้นนำตะแกรงมาวางซ้อนกันโดยวางตะแกรงขนาดเล็กไปหาใหญ่ จากล่างขึ้นบนแสดงดังภาพที่ 3.2
- 3) นำตัวอย่างเม็ดตะกอนจุลินทรีย์ที่เตรียมไว้เทใส่ตะแกรงด้านบนสุด ใช้น้ำกลั่นฉีดแสดงดังภาพที่ 3.5
- 4) นำตะแกรงแต่ละขนาดไปชั่งน้ำหนักหลังการทดลอง บันทึกค่า



ภาพที่ 3.1 การชั่งตัวอย่างตะกอน 100 กรัม



ภาพที่ 3.2 การนำตะแกรงวัดขนาด (Sieve Size) แต่ละขนาดไปชั่งน้ำหนักก่อนการทดลอง



ภาพที่ 3.3 การนำตะแกรงมาวางซ้อนกันวางตะแกรงขนาดเล็กไปหาใหญ่จากล่างขึ้นบน



ภาพที่ 3.4 การนำตัวอย่างเม็ดตะกอนที่ซั้งไว้เทใส่ตะแกรงวัดขนาดและใช้น้ำกลั่นฉีดไล่

3.3.3 การทดสอบ SMA (Specific Methanogenic Activity)

การศึกษาความสามารถในการผลิตก๊าซชีวภาพจากตะกอนจุลินทรีย์ (Granular Sludge) ของระบบบำบัดน้ำเสียแบบ UASB ในโรงงานราชบุรีเอทานอล ทำการศึกษาเพื่อหาความสามารถของตะกอนเชื้อจุลินทรีย์ก่อนนำไปทดลองในขั้นตอนต่อไปของการศึกษา โดยการทดสอบจะทำการแปรผันค่าสัดส่วนอาหารต่อเชื้อ (F/M Ratio) ในขวด Serum vial ที่สัดส่วน F/M ratio ที่ 0.5 และ 1 ของสารอาหารกลูโคสและกรดอะซิติก โดยปริมาณตะกอนเชื้อคำนวณจากค่าสารแขวนลอยระเหยง่าย (VSS) การทดสอบประสิทธิภาพการเกิดก๊าซชีวภาพของตะกอนจุลินทรีย์ (Granular Sludge) ใช้ตะกอนจุลินทรีย์ 1 g_{VSS} ทุกการทดลอง ทำการทดลองทั้งหมด 4 ตัวอย่างการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงตัวอย่างการทดลอง ชนิดของอาหารเลี้ยงเชื้อ และค่าสัดส่วนอาหารต่อเชื้อในขวด

ตัวอย่างการทดลองที่	ชนิดของอาหารเลี้ยงเชื้อ	ค่าสัดส่วนอาหารต่อเชื้อในขวด (F/M Ratio)
1	กลูโคส	0.5
2	กลูโคส	1
3	กรดอะซิติก	0.5
4	กรดอะซิติก	1

โดยทำการทดลองในขวดไวแอล (Vial) ขนาด 100 มิลลิลิตร แต่ละตัวอย่างการทดลอง ทำการทดลองตัวอย่างการทดลองละ 3 ซ้ำ รวมทั้งสิ้นจำนวน 12 ตัวอย่างการทดลอง โดยดำเนินการทำการทดลองเป็นเวลาอย่างน้อย 20 วันหรือจนกว่าก๊าซชีวภาพจะอยู่ในระดับสมดุล ขณะดำเนินการทดลอง ทำการวัดปริมาณก๊าซชีวภาพสะสมทุกวันด้วยวิธีการแทนที่น้ำและวิเคราะห์ก๊าซชีวภาพสัปดาห์ละ 1 ครั้ง ด้วยเครื่องวิเคราะห์ก๊าซชีวภาพ Gas Analyzer Portable ยี่ห้อ Binder GmbH รุ่น COMBIMASS GA-m ประเทศเยอรมัน

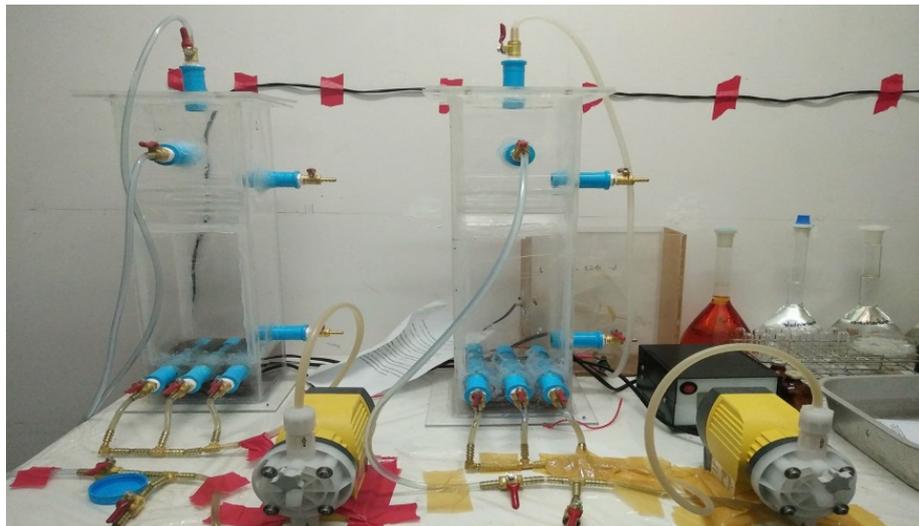
3.4 ระบบถังปฏิกรณ์ UASB

ใช้แบบจำลองถังปฏิกรณ์ UASB ระดับห้องปฏิบัติการจำนวน 2 ถัง ทำจากแผ่นอะคริลิก สีใส (acrylic price) ทรงสี่เหลี่ยม กว้าง 15 เซนติเมตร ยาว 15 เซนติเมตร มีพื้นที่หน้าตัด 225 ตารางเซนติเมตร สูง 58 เซนติเมตร ปริมาตรใช้งานรวมถึงละ 10 ลิตร (0.01305 ลูกบาศก์เมตร) ในถังแยกเป็น 2 ส่วน ส่วนล่างเป็นส่วนทำปฏิกรณ์ มีปริมาตร 7.110 ลิตร ส่วนบนเป็นส่วนแยกก๊าซ (GSS) น้ำเข้าจากด้านล่างของถังปฏิกรณ์ผ่านก๊อก 3 ก๊อก ด้วยแรงดันจากปั๊ม มีจุดเก็บตัวอย่าง 3 จุด คือ จุดเก็บน้ำออกที่ความสูง 48 เซนติเมตร จุดเก็บตะกอนที่ความสูง 12 เซนติเมตร และมีจุดเก็บตัวอย่างก๊าซอยู่ด้านบนสุดของถัง ลักษณะของถังปฏิกรณ์ UASB ดังภาพที่ 3.7 ในการวัดปริมาณก๊าซจะใช้อุปกรณ์วัดก๊าซ (Gas counter) ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงสี่เหลี่ยมปริมาตร 6 ลิตร แสดงดังภาพที่ 3.6

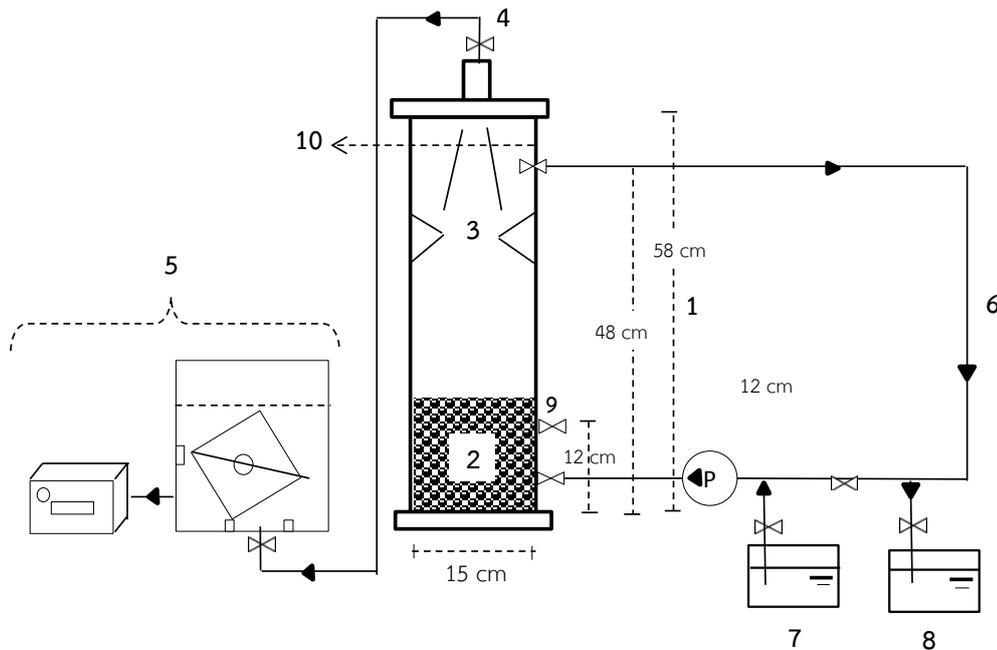
ในการเดินระบบจะใช้ระบบแบบ Semi Continuous โดยทำการป้อนน้ำเข้าระบบวันละครั้ง แล้วปล่อยให้รีไซเคิลในระบบ 24 ชั่วโมง ซึ่งการเดินระบบจะควบคุมเวลาเดินระบบด้วย Timer โดยทำการเดินระบบ 45 นาที และหยุด 15 นาที



ภาพที่ 3.5 อุปกรณ์วัดก๊าซ (Gas counter)



ภาพที่ 3.6 ถังปฏิกรณ์ UASB ระดับห้องปฏิบัติการ



ภาพที่ 3.7 แผนผังการทำงานของชุดการทดลองระบบ UASB ระดับห้องปฏิบัติการ

หมายเหตุ

1. ถังปฏิกรณ์ UASB
2. ชั้นตะกอน (Sludge bed)
3. ชุดแยกก๊าซและตะกอน (gas – solid separation)
4. ท่อนำก๊าซ
5. อุปกรณ์วัดปริมาตรก๊าซ (gas counter)
6. ท่อหมุนเวียนน้ำ (Recycle)
7. ถังน้ำขาเข้า (Influent tank)
8. ถังน้ำขาออก (Effluent tank)
9. จุดเก็บตะกอน
10. ระดับน้ำในถังปฏิกรณ์

3.5 การเดินระบบถังปฏิกรณ์ UASB (Operation system)

3.5.1 การเริ่มต้นระบบ (startup)

ใช้ตะกอนความเข้มข้นเริ่มต้นของค่าของแข็งแขวนลอยประมาณ 110 กรัมต่อลิตร เมื่อวิเคราะห์ค่าของแข็งแขวนลอยระยะเหยมีค่าประมาณร้อยละ 90 ซึ่งมีค่าคำนวณเท่ากับ 99 กรัมต่อลิตร นำตะกอนดังกล่าวมาใส่ลงในถังปฏิกรณ์ประมาณร้อยละ 20 ของถังปฏิกรณ์เท่ากับปริมาณ 2 ลิตร จากปริมาตรถัง 10 ลิตร แล้วนำน้ำเสียขาออกที่มาจากโรงงานราชบุรีเอทานอล มาทำการเดินระบบเพื่อให้ตะกอนปรับสภาพกับน้ำเสียเป็นเวลา 7 วัน จึงเริ่มทำการทดลอง

ทำการเตรียมน้ำเสีย โดยนำน้ำเสียตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนประมาณ 7 วัน จากนั้นแยกตะกอนออกด้วยการตั้งทิ้งไว้ในตะกอนจมตัว หลังจากนั้นทำการแยกตะกอนกับน้ำเสียออกจากกัน ตะกอนน้ำเสียที่แยกได้จะถูกเก็บไว้เพื่อใช้ในการทดลองขั้นต่อไป น้ำเสียที่ถูกแยกตะกอนแล้วได้ทำการเจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้เหลือค่าซีโอดีตลอดการทดลองประมาณ 16,000 มิลลิกรัมต่อลิตรเพื่อใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

3.5.2 การทดสอบประสิทธิภาพของ UASB ที่ภาระบรรทุกสารอินทรีย์ต่างๆ

ทำการทดลองโดยใช้น้ำเสียขาเข้าที่แยกสารแขวนลอยออก มีค่าซีโอดีประมาณ 16,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ป้อนเข้าระบบที่อัตราค่าภาระบรรทุกสารอินทรีย์ (Organic loading Rate; OLR) ที่ 2 กรัมซีโอดีต่อลิตรปริมาตรถังปฏิกริยาทั้ง 2 ถังปฏิกริยา คือ UASB-C ที่เป็นถังควบคุม และ UASB-T ที่เป็นถังทดสอบ โดยทำการป้อนน้ำเสีย 0.9 ลิตรต่อวันที่อัตราการไหลอยู่ที่ 0.3 ลิตรต่อชั่วโมง มีระยะเวลาในการกักเก็บ (Hydraulic Retention Time; HRT) ประมาณ 7 วัน เตินระบบจนประสิทธิภาพในการกำจัดซีโอดีเริ่มคงที่ จากนั้นในถัง UASB-T ทำการป้อนน้ำเสียเพิ่มขึ้นที่ OLR เป็น 4 กรัมซีโอดีต่อลิตรปริมาตรถังปฏิกริยา โดยทำการป้อนน้ำเสียเป็น 1.8 ลิตรต่อวันที่อัตราการไหล 0.3 ลิตรต่อชั่วโมง ระยะเวลาการกักเก็บ 3.5 วัน ในขณะที่ UASB-C ยังคงป้อนน้ำเสียที่อัตราเดิมคือ 2 กรัมซีโอดีต่อลิตรปริมาตรถังปฏิกริยาเพื่อใช้ในการเปรียบเทียบผลการทดสอบต่อไป

3.5.3 การทดสอบผลกระทบของสารแขวนลอยต่อประสิทธิภาพของระบบ UASB

การทดสอบทำป้อนน้ำเสียขาเข้าโดยจะแบ่งเป็น 2 ชุดการทดลอง โดยถังปฏิกริยา UASB-T เป็นถังทดสอบปริมาณแขวนลอยที่ป้อนให้กับน้ำเสียขาเข้า และถังปฏิกริยา UASB-C เป็นถังควบคุม ใช้น้ำเสียขาเข้าที่แยกสารแขวนลอยออกมีค่าสารอินทรีย์ในรูปของซีโอดีประมาณ 16,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ป้อนเข้าถัง UASB-T และ UASB-C ที่อัตราภาระบรรทุกสารอินทรีย์ที่ 2 กรัมซีโอดีต่อลิตรปริมาตรถังปฏิกริยา แต่ในถัง UASB-T (ถังทดลอง) น้ำเสียที่ป้อนเข้าระบบมีการเพิ่มปริมาณสารแขวนลอย 3,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ทั้ง UASB-T และ UASB-C ทำการป้อนน้ำเสียที่อัตราการไหล 0.3 ลิตรต่อชั่วโมง มีระยะเวลาการกักเก็บประมาณ 7 วัน ซึ่งระหว่างการทดลองทำการวิเคราะห์ดัชนีชี้วัดต่าง ๆ ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ตำแหน่งและความถี่

ดัชนีชี้วัด	ตำแหน่ง	ความถี่	วิธีวิเคราะห์
ความเป็นกรดต่าง (pH)	น้ำเข้า – น้ำออก	ทุกวัน	pH meter
ซีโอดีทั้งหมด (TCOD)	น้ำเข้า – น้ำออก	2 วันต่อหนึ่งครั้ง	Closed reflux, titrate method
ซีโอดีกรอง (FCOD)	น้ำเข้า – น้ำออก	2 วันต่อหนึ่งครั้ง	
ของแข็งแขวนลอย (SS)	น้ำเข้า – น้ำออก	2 วันต่อหนึ่งครั้ง	Gravimetric method
กรดไขมันระเหย (VFA)	น้ำเข้า – น้ำออก	ทุกวัน	Titration method
ความเป็นด่าง (ALK)	น้ำเข้า – น้ำออก	ทุกวัน	
ปริมาณก๊าซชีวภาพ	จุดเก็บก๊าซ	ทุกวัน	วัดปริมาณแทนที่น้ำ
Gas composition	จุดเก็บก๊าซ	2 วันต่อหนึ่งครั้ง	Gas chromatography

ที่มา : ดัดแปลงจาก สรัญญา คำภีระ (2556)

3.6 การวิเคราะห์ผลและการเปรียบเทียบเชิงสถิติ

การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติใช้โปรแกรม SPSS version 17.0 วิเคราะห์ข้อมูลสถิติเชิงพรรณนา (Descriptive statistic) และสถิติเชิงอนุมาน (Inferential statistic) ในการทดลองของประสิทธิภาพการเดินระบบเมื่อมีการแปรผันค่า ภาระบรทุกสารอินทรีย์และค่าสารแขวนลอยในน้ำเสียที่ป้อนเข้าระบบ UASB-T และ UASB-C การวิเคราะห์และเปรียบเทียบข้อมูลได้แก่

1) สถิติเชิงพรรณนา (Descriptive statistic) จำนวน ร้อยละ ค่าเฉลี่ยเลขคณิต ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน ในการบรรยายข้อมูลของชุดข้อมูล ค่าภาระบรทุกสารอินทรีย์ และค่าสารแขวนลอยในน้ำเสียที่ป้อนเข้าระบบ UASB

2) สถิติเชิงอนุมาน (Inferential statistic) ใช้ Compare means ด้วย Paired simple test เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดสารอินทรีย์ที่ค่าภาระบรทุกสารอินทรีย์ที่แตกต่างกัน เปรียบเทียบค่าสภาวะแวดล้อมในการเดินระบบที่มีการเปลี่ยนแปลงค่าภาระบรทุกสารอินทรีย์ที่แตกต่างกัน รวมทั้ง เปรียบเทียบประสิทธิภาพในการกำจัดสารอินทรีย์ ค่าสารแขวนลอย และการผลิตก๊าซชีวภาพ เมื่อมีการเติมสารแขวนลอยกับไม่เติมสารแขวนลอยในน้ำเสียที่ป้อนเข้าระบบ UASB

3.7 สถานที่ในการดำเนินการวิจัย และรวบรวมข้อมูล

โรงงานผลิตเอทานอล ในจังหวัด ราชบุรี และ ห้องปฏิบัติการศูนย์สิ่งแวดล้อม คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสวนดุสิต กรุงเทพมหานคร