

# รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง การสังเคราะห์วัสดุดูดซับจากใบหญ้าแฝกเพื่อการประยุกต์ใช้ ในการบำบัดน้ำเสีย

คณะผู้วิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อุปถัมภ์ นาครั้กษ์ ดร.วิลาวัลย์ คณิตชัยเดชา

ภาควิชาวิศวกรรมอุตสา**หการ** ภาควิชาวิศวกรรมโยธา

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

สำนักพอสมูค มหาวิทยาลัยนเรศวร วันถงทะเบียน ๒០ มี.ค. ๒๕๖ เลงทะเบียน โ. 7123474 เลงเรียกหนังสือ. ว 70 จังวรร

สนับสนุนโดย งบประมาณแผ่นดินมหาวิทยาลัยนเรศวร ปีงบประมาณ 2559

## **Executive Summary**

Vetiver grass is a tropical plant that is commonly found to grow widely in Southeast Asia countries. It can be used in many applications such as erosion control, animal feed and oil extraction for perfumery. Recently, it has been reported that the fresh vetiver grass can be used for adsorbing some pollutants including, heavy metals and volatile organic carbons (VOCs) by phytoremediation. In addition, it has been considered as one of potential low cost biomass precursors to synthesise porous materials for wastewater treatment. In the present work, mesoporous materials were synthesised by calcining vetiver leaves at 600°C for 3 hours in natural ambient, followed natural cooling. Afterwards, the particles were put in ultrasonic bath for 30 minutes. The chemical composition of the particles was examined using X-Ray Fluorescence (XRF). The morphology of the particles was obtained using Scanning Electron Microscopy (SEM). The performance of mesoporous materials for removing dyes in water was evaluated using synthesised water that consisted of 10<sup>-5</sup> M of methylene blue (MB) solution. The XRF results indicated the main chemical composition of calcined vetiver grass was ~45% of potassium (K). Others compositions were 27% of silicon (Si), 11% of phosphorus (P) and small amount of other elements such as calcium (Ca), magnesium (Mg), sulphur (S) and chlorine (Cl). The SEM images presented that calcined vetiver grass was porous and fine particles, with the particle size less than 1 micron. The calcined vetiver grass provided >95% of MB removal efficiency with 0.15 g of calcined vetiver grass per 50 mL of MB solution. In addition, the results also suggested that the synthesised mesoporous materials provided the better results compared to commercial activated carbon that can achieve 46% of MB removal efficiency. Further, after reusing the mesoporous materials for 3 times, the MB removal efficiency was slightly decreased from 99% to 95%. On the other hands, after 3 times reuse the efficiency of activated carbon dramatically dropped from 46% to 29%. In summary, the present work shows that the leaves of vetiver grass can be used to synthesise mesoporous materials that can be applied for wastewater treatment.

#### บทคัดย่อ

หญ้าแฝก เป็นพืชที่มีระบบรากลึกและแผ่กระจายลงไปในดินตรงๆ เป็นแผงเหมือนกำแพง จึงนิยมใช้ในการพัฒนาปรับปรุงบำรุงดิน และป้องกันการพังทลายของดิน ในหลายพื้นที่ของประเทศ ไทยนิยมปลูกหญ้าแฝก เพื่อวัตถุประสงค์ดังกล่าว อย่างไรก็ตาม ใบหญ้าแฝกยังไม่ถูกนำมาใช้ ประโยชน์มากนัก และจัดเป็นเศษวัสดุเหลือทิ้งทางเกษตร โครงการนี้จึงเป็นการทดลองนำใบหญ้าแฝก มาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุดูดชับ เพื่อใช้ทดแทนถ่านกัมมันต์ในระบบบำบัดน้ำเสีย หรือน้ำดื่ม โดยมุ่งเน้นกระบวนการผลิตที่ไม่ยุ่งยาก สามารถทำได้เองโดยเกษตรกร ทางคณะผู้วิจัยได้นำใบหญ้า แฝกมาเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 200, 400, 600, 800 และ 1000 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้วัสดุดูด ซับที่มีความพรุนสูง จากนั้นนำวัสดุดูดซับดังกล่าวมาทดสอบประสิทธิภาพการบำบัดน้ำสีสังเคราะห์ จากการศึกษาพบว่า วัสดุดูดซับที่เผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ให้ประสิทธิภาพการดูดซับสูงสุด ประมาณ 91% โดยจลนศาสตร์ของการดูดซับเป็นแบบปฏิกิริยาอันดับ 2 (Second-order kinetic) และไอโซเทอมการดูดซับเป็นแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm)

#### Abstract

Vetiver grass is a tropical plant which has a deep thick root system, spreading vertically. The root densely binds together like an underground wall enabling it to store water and moisture. The vetiver grass is considered as an effective measure for soil and water conservation. However, the use of vetiver leaf is limited and it becomes an agricultural waste. In this senior project, the vetiver leaf was used as raw material to synthesis an adsorbent for wastewater treatment and water purification. The leaf was calcined at various temperatures of 200, 400, 600, 800 and 1000 °C to synthesize the high porous adsorbent. Then the adsorbent was used to treat synthesized dye wastewater. The results reveal that the highest removal efficiency of ~91% was found at the 200 °C-adsorbent. It's kinetic and isotherm of the adsorption were second-order and Langmuir isotherm.

# สารบัญ

หน้า

Executive Summary	f
บทคัดย่อ	
Abstract	
ลักษณะโครงการวิจัย	1
ที่มาและความสำคัญของโครงงานวิจัย	
วัตถุประสงค์ของโครงงานวิจัย	3
ขอบเขตของโครงการวิจัย	4
ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย	
การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (Information) ที่เกี่ยวข้อง	5
ว <b>ิธีการดำเน</b> ินการวิจัย	5
ผลการทดลองและอธิปรายผล	8
สรุปผลโครงงานวิจัย	20
ข้อเสนอแนะ	
เอกสารอ้างอิง	21
ภาคผนวก ก	23
กาคยงาก ข	27

## 1. ลักษณะโครงงานวิจัย

ประเภทการวิจัย:

การวิจัยประยุกต์ (Applied Research)

กลุ่มการวิจัย:

วิทยาศาสตร์เทคโนโลยี

สาขาวิชาการ:

1

วิศวกรรมศาสตร์และอุตสาหกรรมวิจัย

จริยธรรมการวิจัย:

ไม่เกี่ยวข้อง

## 2. ที่มาและความสำคัญของโครงงานวิจัย

หญ้าแฝก มีชื่อวิทยาศาสตร์ว่า Vetiveria zizanioides และชื่อสามัญคือ Vetiver Grass เป็น พืชใบเลี้ยงเดี๋ยวที่อยู่ในตระกูล หญ้า เช่นเดียวกับพืชจำพวก ข้าวโพด ข้าวฟาง อ้อย และตะไคร้ ลักษณะเด่นที่สำคัญของหญ้าแฝก คือ จะเจริญเติบโตเป็นกอหนาแน่น มีขนาดกอที่ค่อนข้างใหญ่ โดย ปกติมีขนาดประมาณประมาณ 5 ถึง 20 เซนติเมตร ซึ่งเป็นลักษณะที่แตกต่างจากหญ้าชนิดอื่น ๆ อย่างชัดเจน ในส่วนของใบจะมีลักษณะแคบยาว ปลายใบสอบแหลม ด้านหลังใบมีสีเขียวเข้ม ในโคน ของลำตันจะลักษณะแบนซึ่งเกิดจากส่วนของโคนใบที่จัดเรียงพับซ้อนกัน ลำตันแท้จะมีขนาดเล็กช่อน อยู่ภายในกาบใบบริเวณผิวหน้าดิน สำหรับช่อดอกจะอยู่บนก้านช่อดอกซึ่งสูงประมาณ 1.50 เมตร และอาจสูงได้ถึง 2 เมตร

หญ้าแฝกเป็นพืชที่สามารถพบได้ทั่วไปในหลายทวีป อาทิเช่น แอฟริกา อเมริกา ออสเตรเลีย และ เอเชีย ในประเทศไทยนั้นสามารถพบได้ในทุกภูมิภาคของประเทศไทย หญ้าแฝกเป็นพืชที่ทนแล้ง ได้ดี ชาวบ้านรู้จักหญ้าแฝกกันในชื่อ แฝกลุ่ม ขนาก และแฝกท้องขาว เป็นต้น ที่พบในประเทศไทยมี อยู่ 2 สายพันธุ์ คือ หญ้าแฝกหอม (Vetiveria zizanioides Nash) และหญ้าแฝกดอน (Vetiveria nemoralis A. Camus)

หญ้าแฝกลุ่มหรือหญ้าแฝกหอมนั้นมีถิ่นกำเนิดที่ประเทศอินเดีย และมีการนำมาเพาะ ขยายพันธุ์ไปปลูก ในหลายพื้นที่ทั่วโลก ลักษณะสำคัญของหญ้าแฝกลุ่ม คือ กอเป็นพุ่ม ขนาดใหญ่ ใบ ยาวประมาณ 45-100 เซนติเมตร ตั้งตรงสูง สีของใบ ออกสีเขียวเข้ม เนื้อใบมีไขเคลือบมาก จึง ค่อนข้างเนียนนุ่ม ดอกมีสีอม ม่วง ดอกย่อยไม่มีรยางค์แข็ง ส่วนรากหยั่งลึกได้มากกว่า 1 เมตร ขึ้นอยู่ กับสภาพของดิน นอกจากนี้ราก ก็ยังมีกลิ่นหอม เนื่องจากมีน้ำมันหอมระเหย ซึ่งเป็นสารพวก Alkaloids จึงทำให้หญ้าแฝกลุ่ม มีอีกชื่อ หนึ่งว่าหญ้าแฝกหอมด้วย หญ้าแฝกลุ่มหรือแฝกหอม พบมี การปลูกในพื้นที่ลุ่มซึ่งมีความชุ่มชื้นและมีน้ำขัง ใน

หญ้าแฝกมีระบบรากที่มีขนาดใหญ่ และมีความพิเศษต่างจากรากของหญ้าทั่วไป จึงถูกนำมาใช้ ในการป้องกันหน้าดินได้อย่างดี กล่าวคือ ระบบรากของหญ้าทั่วไป เป็นลักษณะระบบรากฝอย (fibrous roots) แตกออกจากส่วนลำต้นใต้ดินกระจายออกแผ่กว้างเพื่อยึดพื้นดินตามแนวนอน (horizontal) ส่วน ระบบรากในที่เจริญในแนวดิ่ง (vertical) นั้นไม่ลึกมาก ขณะที่ระบบรากหญ้าแฝก เป็นระบบรากฝอย มี 2 ขนาด คือ เส้นโตและเส้นเล็กฝอยขนาดเล็ก เส้นโตจะเหนียวและแข็งเจาะลง ไปในดินได้ลึก เส้นขนาดเล็ก จะแตกแขนงออกมาจากเส้นใหญ่ สานกัน คล้ายร่างแหช่วยยึดเกาะดิน ได้มั่นคง การปลูกหญ้าแฝกเพื่อป้องกันการพังพลายของดิน จะต้อง ปลูกหญ้าแฝกเป็นแถวเดี่ยวตาม แนวระดับขวางความลาดชัน ของพื้นที่เป็นช่วง ๆ แถวของหญ้าแฝกจะต้องปลูกสู่ สำหรับ กล้าราก เปลือยโดยต้องปลูกระยะห่างกัน 5 เชนติเมตร นอกจากนี้เรายังสามารถปลูกหญ้าแฝกเพื่อรักษาความ ชุ่มชื้นให้แก่ดิน ด้วยการปลูกเป็นแถว ระหว่างพืชหรือไม้ผล โดยปลูกหญ้าแฝกทุกแถวพืช หรือเว้น 1-2 แถว แล้วจึงปลูกหญ้าแฝก 1 แถว เป็น ต้น แต่ถ้าปลูกเพื่อปรับปรุงพื้นที่เสื่อมโทรม เช่น นากุ้งร้าง อาจต้องอาศัยการปลูกเต็มทั้งพื้นที่ มีระยะห่าง ระหว่างดันและระหว่างแถว 50x50 เซนติเมตร สำหรับการปลูกหญ้าแฝก ควรปลูกในช่วงต้นฤดูฝนเพราะจะทำให้หญ้าแฝกตั้งตัวได้เร็ว การดูแล รักษาก็ไม่ยากนัก โดยรดน้ำ 15 วันต่อครั้งในช่วงฤดูแล้ง ใส่ปุยหมัก1 ครั้งในช่วงตันฤดูฝน และกำจัด วัชพืชตามความเหมาะสมเท่านั้น

หญ้าแฝกสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ ได้หลากลาย อาทิเช่น

- ใช้ในการอนุรักษ์ดินและน้ำ
- ใช้มุงหลังคา
- ใช้เป็นสมุนไพร
- ใช้ทำเครื่องสำอาง
- ใช้เป็นวัตถุดิบทำในการทำกระดาษกระเป๋าถือ เชือกเสื่อตะกร้า
- ใช้เป็นอาหารสัตว์พวกแกะ โค กระบือ
- ใช้เป็นวัสดุคลุมดินรองคอกสัตว์ทำวัสดุเพาะเห็ด

การใช้ประโยชน์จากหญ้าแฝกที่สำคัญมากอย่างหนึ่ง คือ การใช้เพื่อการอนุรักษ์ดินและน้ำ โดย จะปลูกหญ้าแฝกเป็นแถวตามแนวระดับขวางความลาดเท แถวหญ้าแฝกนี้จะช่วยซะลอความเร็วของ น้ำที่ใหลบ่าและดักเก็บตะกอนดินเอาไว้ น้ำที่ใหลบ่าบางส่วนก็จะซึมลงสู่ดินชั้นล่างและใหลผ่านแนว หญ้าแฝก เมื่อแถวหญ้าแฝกทำหน้าที่ดักตะกอนดินเป็นระยะเวลายาวนานก็จะเกิดการทับถมของ ตะกอนดินหน้าแถวหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นทุก ๆ ปีในที่สุดก็จะเกิดคันดินขึ้นมาช่วยลดความแรงของ กระแสน้ำตามธรรมชาติ และหญ้าแฝกจะช่วยแก้ปัญหาการพังทลายของดิน ไม่ให้เกิดเป็นร่องน้ำแบบ ลึก (Gully erosion) ในพื้นที่ที่มีความลาดชันสูงและไม่มีการจัดการระบบการอนุรักษ์ดินและน้ำ นอกจากนี้หญ้าแฝกยังช่วยรักษาความชุ่มชื้นของดินอีกด้วย

นอกจากนี้ยังมีการนำมาประยุกต์ใช้ในการบำบัดน้ำเสีย เนื่องจากพบว่าหญ้าแฝกสามารถ เจริญเติบโตได้ในสภาพดินที่มีโลหะหนักปนเปื้อน จึงมีการนำหญ้าแฝกมาปลูกเพื่อใช้ดูดชับโลหะหนัก จากดิน และให้น้ำทิ้งอุตสาหกรรมไหลผ่านในอัตราการไหลที่เหมาะสม นอกจากนี้ยังมีการนำหญ้า แฝกไปปลูกเพื่อรักษาสภาพแวดล้อม เช่น ปลูกหญ้าแฝกรอบขอบบ่อบำบัดน้ำทิ้ง

อย่างไรก็ตาม จากประโยชน์ใช้สอยทั้งหมดข้างต้น ถึงแม้จะมีการนำหญ้าแฝกมาประยุกต์ใช้ งานอย่างหลากหลาย แต่ส่วนใหญ่แล้วนั้นเป็นการใช้งาน ราก ของหญ้าแฝก ซึ่งจะเห็นได้ว่าใบของ หญ้าแฝกนั้นมีการนำไปใช้งานพียงเล็กน้อย จึงทำให้ใบของหญ้าแฝกนั้นกลายเป็นวัสดุเหลือทิ้งของ กระบวนการ

**ดังนั้**นในงานวิจัยนี้ จึงมุ้งเน้น ที่จำนำใบของหญ้าแฝกซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้ง มาสร้า**งเกิดคุณค่า**และสามารถนำไปใช้งานได้จริง โดยการนำใบมาสังเคราะห์ให้เป็นวัสดุดูดซับ เพื่อนำไปใช้ในการบำบัด
น้ำเสียอย่างง่ายในภาคประชาชน และภาคการเกษตร ต่อไป

## 3. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1) สังเคราะห์วัสดุดูดซับจากใบหญ้าแฝก
- 2) ศึกษาสมบัติพื้นฐานของวัสดุดูดซับที่ทำการสังเคราะห์ได้
- 3) นำวัสดุที่สังเคราะห์มาทดลองใช้ในการดูดซับสารพิษในน้ำ อาทิเช่น สีย้อม
- 4) ทดลองหาประสิทธิภาพในการดูดซับของเสียของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้กับน้ำเสียชุมชน

## 4. ขอบเขตของโครงการวิจัย

ในโครงการวิจัยนี้จะแบ่งการทำวิจัยออกเป็นสองส่วน

## 1) การสังเคราะห์วัสดุดูดซับจากใบหญ้าแฝก

จะใช้ใบหญ้าแฝกสด ที่เหลือจากการใช้ประโยชน์มาทำการสังเคราะห์โดย มุ้งเน้นให้พัฒนาให้ เป็นวัสดุที่มีความพรุนสูง เพื่อที่จะได้มีพื้นที่ผิวในการดูดซับมากขึ้น โดยผ่านกระบวนการให้ความร้อน นอกจากนี้กระบวนการกระตุ้นเคมีจะถูกใช้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพให้กับวัสดุดูดซับ เพื่อให้มีสมบัติใน การแลกเปลี่ยนประจุได้อีกด้วย หลังจากนั้นวัสดุที่สังเคราะห์ได้จะถูกศึกษาสมบัติทางเคมีและฟิสิกส์

## 2) การทดสอบประสิทธิภาพของวัสดุดูดซับ

วัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้จะถูกทดสอบในขั้นต้นกับน้ำเสียสีย้อมสังเคราะห์ เพื่อทดลองหา ประสิทธิภาพ และนำผลที่ได้ไปพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ในข้อ 1) หลังจากนั้น การทดสอบ ประสิทธิภาพจะใช้น้ำเสียชุมชน โดยใช้น้ำจากคลองหนองเหล็ก ต.ท่าโพธิ์ อ.เมือง จ.พิษณุโลก ในการ ทดลอง

## ทฤษฎี สมมุติฐาน และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

ใบหญ้าแฝกเป็นวัสดุอินทรีย์ ซึ่งมีองค์ประกอบหลักเป็น คาร์บอน นอกจากนี้ยังมีธาตุชนิดอื่น อยู่อีกด้วยอาทิเช่น โพแทสเซียม ฟอสฟอรัส และ ซัลเฟอร์ [10] ซึ่งมีความเป็นได้อย่างสูงที่จะสามารถ สังเคราะห์วัสดุที่มีความพรุนสูงได้ โดยหลักการนั้นคือ ถ้าสามารถกำจัด คาร์บอน และ น้ำออกจากใบ ได้แล้วนั้น ในส่วนของธาตุอื่นจะเกาะกันเป็นสารประกอบ โดยมีช่องว่างของ คาร์บอน และน้ำ อยู่ ภายในโครงสร้างทำให้มีความพรุนสูงมาก

แต่ทั้งการให้อุณหภูมิที่เหมาะสมนั้นมีความสำคัญอย่างยิ่ง เนื่องจากถ้าให้อุณหภูมิน้อยเกินไป ในการสังเคราะห์ จะทำให้เหลือปริมาณของ คาร์บอนสูงมาก วัสดุที่ได้จะมีช่องว่างน้อย ในทางตรงกัน ข้าม ถ้ามีการให้ความร้อนสูงเกินไปจะทำให้วัสดุที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว หรือวัสดุที่ ความหนาแน่นสูง จากทั้งสองกรณีจะทำให้วัสดุที่สังเคราะห์ได้นั้นมีสมบัติไม่เหมาะสมต่อการนำไปใช้ เป็นวัสดุดูดซับ

ดังนั้นแล้ว การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์วัสดุที่เหมาะสมนั้นมีความสำคัญอย่างยิ่ง โดยปัจจัยที่มีผลต่อวัสดุที่สังเคราะห์ได้นั้นมีหลายอย่าง อาทิเช่น อุณหภูมิ ความดัน และก๊าซใน บรรยากาศ ทั้งนี้ อุณหภูมินั้นเป็นปัจจัยที่สามารถควบคุมได้ง่ายที่สุด ทำให้โครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นที่ การศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิที่มีผลต่อสมบัติของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้

ส่วนการกระตุ้นทางเคมีเป็นการกระตุ้นด้วยการใช้สารเคมี เช่น แคลเชียมคลอไรด์สังกะสีคลอ ไรด์ กรดฟอสฟอริก เป็นต้น ซึ่งสามารถแทรกซึมได้ทั่วถึง ทำให้ส่วนที่ไม่บริสุทธิ์ละลายหมดไปได้เร็ว ขึ้นจากนั้นนำไปเผาในถังที่มีออกซิเจนเป็นเวลาหลายชั่วโมง โดยใช้อุณหภูมิเผาประมาณ 600-700 องศาเซลเซียส แต่มีข้อเสียตรงที่ต้องล้างสารเคมีที่ใช้ในการกระตุ้น ซึ่งติดมากับวัสดุออกให้หมดไม่ให้ เหลือตกค้าง เพื่อความปลอดภัยในการนำไปใช้งาน

## 6. การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (Information) ที่เกี่ยวข้อง

จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อนั้น พบว่าในใบของหญ้าแฝกนั้นพบว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลัก ประกอบด้วย คาร์บอน โพแทสเซียม ฟอสฟอรัส และ ซัลเฟอร์ [10] นอกจากนี้ทางคณะผู้วิจัยได้ทำ การตีพิมพ์งานวิจัยที่ทำการสังเคราะห์วัสดุที่มีความพรุนสูงจากใบหญ้าแฝก [11] ซึ่งพบว่าในการเผา ใบหญ้าแฝกที่อุณหภูมิประมาณ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาพวะบรรยากาศปกตินั้น วัสดุที่ได้จะมี ขนาดอนุภาคที่เล็ก และมีความพรุนสูง

อย่างไรก็ดีจากงานวิจัยข้างต้นนั้นเป็นการศึกษาความเป็นไปได้ในการนำใบหญ้าแฝกมา
ประยุกต์ใช้ ยังขาดการศึกษาในอีกหลายปัจจัย จึงทำให้เป็นช่องว่าที่โครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษา
เพิ่มเติมทั้งปัจจัยทางอุณหภูมิ การเพิ่มประสิทธิภาพโดยวิธีทางเคมี นอกจากนี้รวมถึงการนำวัสดุมาใช้
งานจริงอีกด้วย

## วิธีการดำเนินการวิจัย

## 7.1 อุปกรณ์และสารเคมี

## 7.1.1 อุปกรณ์

- 1 กรรไกร
- 2 ถังน้ำขนาด 10 ลิตร
- 3 เครื่องปั่น
- 4 บีกเกอร์

- 5 เตาเผาความร้อนสูง (สามารถควบคุมอุณหภูมิได้)
- 6 ตะแกรงร่อนขนาด 212 ไมโครเมตร และ 106 ไมโครเมตร
- 7 เครื่องชั่ง
- 8 ถ้วยเซรามิกทนความร้อน
- 9 ครกบด
- 10 เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กและให้ความร้อน
- 11 แม่เหล็ก
- 12 กระดาษกรอง
- 13 เครื่องกรองสุญญากาศ
- 15 เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-Vis Spectrophotometer)
- 16 ขวดปรับปริมาณ
- 17 ปีเปต
- 18 ลูกยาง
- 19 เครื่องสั่นความถี่สูง (Ultrasonic bath)

## 7.1.2 สารเคมี

1 เมทิลีนบลู

# 7.2 การสังเคราะห์น้ำสีเมทิลีนบลู

- 1 ซั่งผงสีเมทิลีนบลู ปริมาณ 3, 10, 20, 50 และ 100 มิลลิกรัม
- 2 ละลายในน้ำปราศจากไอออน 1 ลิตร คนจนผงสีละลายหมด

## 7.3 การสังเคราะห์วัสดุพรุนจากหญ้าแฝก

- 1 นำใบหญ้าแฝกมาทำความสะอาด
- 2 ตัดใบหญ้าแฝกเป็นชิ้นเล็กๆ ความยาวไม่เกิน 1 เซนติเมตร
- 3 นำใบหญ้าแฝกที่ตัดแล้วมาปั่นละเอียด
- 4 อบด้วยอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 4

ชั่วโมง

- 5 นำใบหญ้าแฝกที่อบแล้วมาปั่นละเอียดเพื่อให้ได้ผงสำหรับเตรียมวัสดุสังเคราะห์ และ นำมาร่อนด้วยตะแกรงขนาด 212 ไมโครเมตร
- 6 นำมาร่อนอีกครั้งด้วยตะแกรง ขนาด 106 ไมโครเมตร เพื่อนำผงที่ติดบนตะแกรง ขนาด 106 ไมโครเมตรมาเตรียมสังเคราะห์
- 7 จากนั้นนำหญ้าที่ได้มาเผาที่อุณหภูมิ 100, 200, 400, 600, 800 และ 1000 องศา เซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้วัสดุดูดซับจากใบหญ้าแฝก
- 7 นำวัสดุดูดซับที่ได้ใส่ในเครื่องสั่นความถี่สูง เป็นเวลา 30 นาที แรงสั่นระดับ Normal ที่ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
  - 8 นำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ โดยผ่านกระดาษกรอง GF/C9 นำไปอบด้วยอุณหภูมิ 110 องศาจนแห้ง

## 7.4 การศึกษาประสิทธิภาพของการดูดซับ

- 1 เตรียมน้ำสีเมทิลีนบลูความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาณ 50 มิลลิ**ลิตร ในปีก** เกอร์ 6 อัน
- 2 นำวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่างๆ ได้แก่ 100, 200, 400, 600, 800 และ 1000 องศาเซลเซียส ปริมาณ 0.02 กรัม ลงในปีกเกอร์ที่ 1, 2, 3, 4, 5 และ 6 ตามลำดับ
- 3 ปั่นกวนด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กที่ความเร็วรอบ 200 รอบต่อนา**ทีที่** อ**ุณหภูมิห้อ**ง เป็นเวลา 10 นาที
  - 4 นำไปกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ โดยผ่านกระดาษกรอง GF/C
- 5 นำน้ำที่ผ่านการกรองแล้วไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 400-800 น**าโนเมตร** โดยใช้เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง

## 7.5 การวิเคราะห์และคำนวณ

# 7.5.1 ความชื้น (Moisture)

นำหญ้าไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และทิ้งไว้ให้เย็นเป็น เวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นความคำนวณตามสมการที่ 1

## 7.5.2 ของแข็งระเหยได้ (Volatile matter)

นำหญ้าแห้งไปเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที และทิ้งไว้ให้เย็น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นความคำนวณตามสมการที่ 2

%ของแข็งระเหยได้= 
$$\frac{(น้ำหนักหญ้าก่อนเผา-น้ำหนักหญ้าหลังเผา 850°C)}{น้ำหนักหญ้าก่อนเผา} ×100 3.2$$

## 7.5.3 ขี้เถ้า (Ash)

น้ำหญ้าจากข้อ 7.5.2 มาเผาต่อที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จนกว่าน้ำหนักจะคงที่ นาที และทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นความคำนวณตามสมการที่ 3

## 8. ผลการทดลองและอธิปรายผล

ในงานวิจัยนี้เป็นการนำหญ้าแฝก ซึ่งจัดเป็นเศษวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรมาใช้เป็นวัตถุดิบใน การสังเคราะห์วัสดุดูดซับ โดยจะนำใบหญ้าแฝกแห้งมาเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เพื่อให้ได้วัสดุที่มีความ พรุน (วัสดุดูดซับ) จากนั้นนำไปทดสอบประสิทธิภาพในการดูดซับ ตลอดจนไอโซเทอมและ จลนศาสตร์ของการดูดซับ

## 8.1 ผลของอุณหภูมิต่อสมบัติทางกายภาพของวัสดุดูดซับ

ใบหญ้าแฝกที่ใช้ในการทดลองนี้ ปลูกในพื้นที่ตำบล ชุมแสงสงคราม อำเภอบางระกำ จังหวัด พิษณุโลก โดยได้รับการสนับสนุนจากคุณ นายเฉลา บดีรัฐ และเครือข่ายหญ้าแฝกภาคเหนือตอนล่าง เมื่อนำใบหญ้าแฝกสดไปเผาที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น พบว่าใบหญ้าแฝกมีความชื้นคิดเป็น 19.17 เปอร์เซ็นต์ สำหรับผลการวิเคราะห์องค์ประกอบพื้นฐาน ของใบหญ้าแฝกแห้ง ประกอบด้วยของแข็งระเหย 94.4 เปอร์เซ็นต์ (ของแข็งระเหยได้ หรือ Volatile Matters สสารที่เมื่อทำการเผาจะกลายเป็นแก๊ชหรือควันแล้วระเหยไป) คาร์บอนคงที่ 1.0 เปอร์เซ็นต์ (คาร์บอนคงที่ หรือ Fixed Carbon คือ ปริมาณของสารประกอบของคาร์บอนที่ไม่รวมขี้เถ้า จาก สารอินทรีย์นั้นหลังจากที่สารระเหยถูกออกไปแล้ว) และขี้เถ้า 4.6 เปอร์เซ็นต์ (ขี้เถ้า หรือ Ash คือ ส่วนของชีวมวลที่ถูกเผาไหม้อย่างสมบูรณ์โดยไม่สามารถเผาไหม้ต่อได้แล้ว) (ตารางที่ 4.1)

เมื่อนำใบหญ้าแฝกแห้งไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ จะได้วัสดุดูดซับแสดงดังรูปที่ 4.1 จะเห็นได้ว่า วัสดุดูดซับจะมีสีเข้มเมื่อเผาที่อุณหภูมิต่ำ และสีจะจางลง (หรือเป็นสีเทา) เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้อุณหภูมิในการเผายังมีผลต่อสัดส่วนของของแข็งระเหยและขี้เถ้าในวัสดุดูดซับ ดังแสดงใน รูปที่ 4.2 ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส สัดส่วนของแข็งระเหยได้มีค่าเท่ากับ 94.4 เปอร์เซ็นต์ เปอร์เซ็นต์ และขี้เถ้าเท่ากับ 4.6 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส สัดส่วนของแข็งระเหยได้ ลดลงเป็น 30.3 เปอร์เซ็นต์ และลดลงอย่างต่อเนื่องเหลือ 15.3, 11.5, 4.2 และ 0.4 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 400 600 800 และ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ในขณะที่เปอร์เซ็นต์ขี้เถ้าเพิ่มขึ้นจาก 15.3 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็น 99.5 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 1000 องศา เซลเซียส

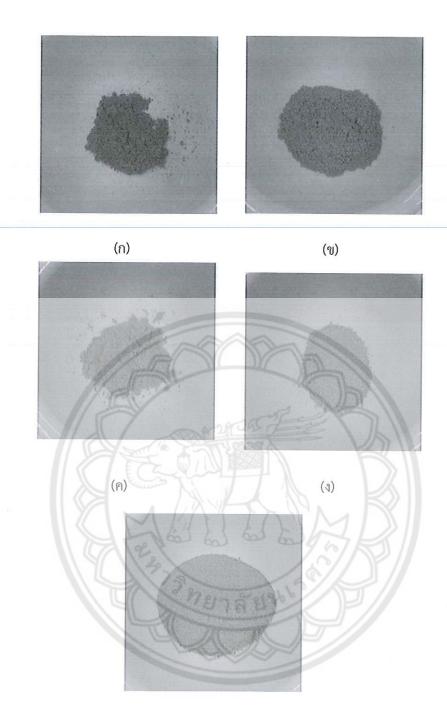
ที่สำคัญอุณหภูมิในการเผาที่ผลต่อปริมาณวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ (รูปที่ 4.3) จะเห็นได้ว่า เมื่อสังเคราะห์วัสดุดูดซับที่อุณหภูมิสูง ปริมาณวัสดุดูดซับที่ได้จะน้อยลง ทั้งนี้เป็นเพราะปริมาณ ของแข็งระเหยได้หายไปนั่นเอง โดยเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส สามารถสังเคราะห์วัสดุดูด ซับสังเคราะห์ที่ได้คิดเป็น 26.51 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักหญ้า เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

ปริมาณวัสดุดูดซับสังเคราะห์ที่ได้คิดเป็น 7.24 เปอร์เซ็นต์ และคงที่ประมาณ 5-7 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเผา ที่อุณหภูมิ 600-1000

ตารางที่ 1 แสดงองค์ประกอบของใบหญ้าแฝกแห้ง

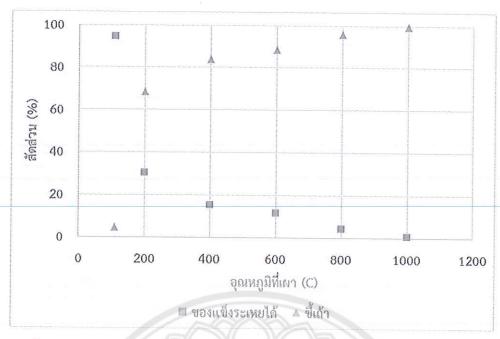
องค์ประกอบ	% น้ำหนัก	
ของแข็งระเหย	94.4	
คาร์บอนคงที่	1.0	
ขี่เถ้า	4.6	



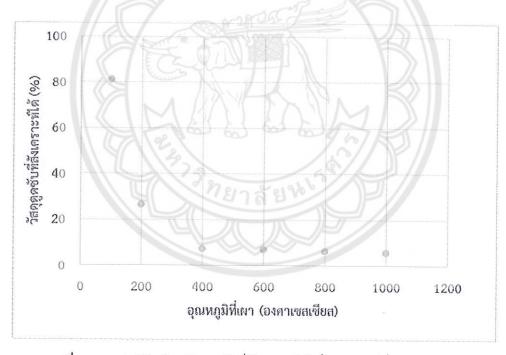


รูปที่ 1 วัสดุดูดซับที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ (ก) 200 องศาเซลเซียส (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 600 องศาเซลเซียส (ง) 800 องศาเซลเซียส (จ) 1000 องศาเซลเซียส

(จ)



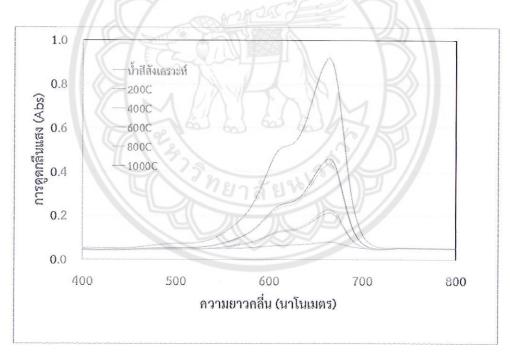
รูปที่ 2 แสดงสัดส่วนของแข็งระเหยได้และขี้เถ้าของวัสดุดูดซับ เมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภ**ูมิต่างๆ** 



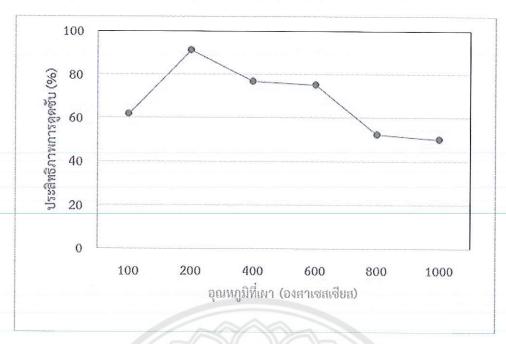
รูปที่ 3 แสดงเปอร์เซ็นต์ของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้ เมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ

## 8.2 ผลของอุณหภูมิต่อประสิทธิภาพในการดูดซับ

เมื่อนำน้ำสีสังเคราะห์เมทิลีนบลู ความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร วัดค่าการดูดกลืนแสงช่วง 400-800 นาโนเมตร พบว่าที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร จะให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด 0.9182 Abs (รูปที่ 4.4) จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้วัสดุดูดชับที่สังเคราะห์ที่ 200 องศาเซลเซียส ค่าการดูดกลืนแสงที่ ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตรของน้ำสีสังเคราะห์ลดลงจาก 0.9182 เหลือ 0.0801 Abs คิดเป็น ประสิทธิภาพการบำบัด 91.3 เปอร์เซ็นต์ (รูปที่ 4.5) ซึ่งน้ำสีสังเคราะห์เปลี่ยนจากสีฟ้าเป็นใสและไม่สี (รูปที่ 4.6) เมื่อใช้วัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ที่ 400 และ 600 องศาเซลเซียส ค่าการดูดกลืนแสงที่ความ ยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ลดลงเหลือประมาณ 0.2208 Abs คิดเป็นประสิทธิภาพการบำบัด 75-76 เปอร์เซ็นต์ และประสิทธิภาพการบำบัดน้อยที่สุด 50-52 เปอร์เซ็นต์ พบเมื่อใช้วัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ ที่ 800 และ 1000 องศาเซลเซียส ดังนั้นวัสดุดูดซับจากใบหญ้าแฝกที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 องศา เซลเซียส จะให้ประสิทธิภาพการดูดซับน้ำสีสังเคราะห์เมทิลีนบลูสูงสุด



รูปที่ 4 แสดงการดูดกลืนแสงของน้ำสีสังเคราะห์เมทิลีนบลูก่อนและหลังการดูดซับที่ความเข้มข้น 3 มิลลิกรัม/ลิตร



รูปที่ 5 แสดงประสิทธิภาพในการดูดซับ



รูปที่ 6 แสดงน้ำสีสังเคราะห์เมทิลีนบลูก่อนและหลังบำบัด

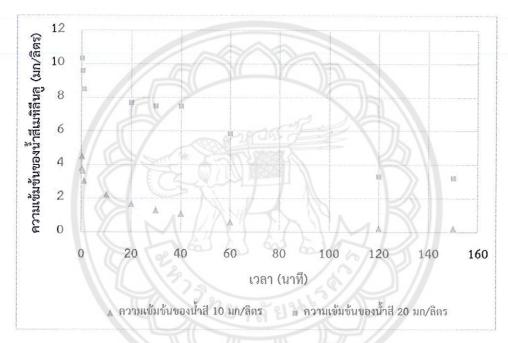
จากการทดลองข้างต้น พบว่าวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ให้ ประสิทธิภาพการบำบัดน้ำสีสังเคราะห์สูงสุด ในการทดลองนี้จึงเป็นการศึกษาประสิทธิภาพการบำบัดของ วัสดุดูดซับ 200 องศาเซลเซียสที่ความเข้มข้นสูงขึ้น โดยเพิ่มความเข้มข้นของน้ำสีสังเคราะห์เป็น 10, 20, 30, 50 และ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร จากรูปที่ 4.7 ประสิทธิภาพการบำบัดลดลงเล็กน้อยเป็น 79.6 เปอร์เซ็นต์ ที่ค่าความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และลดลงเหลือ 43.2 เปอร์เซ็นต์ ที่ค่าความเข้มข้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร จากนั้นประสิทธิภาพเหลือประมาณ 6-15 เปอร์เซ็นต์ ที่ค่าความเข้มข้นสูงขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า ความ เข้มข้นของน้ำสีสังเคราะห์มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับ โดยประสิทธิภาพการดูดซับลดลง เมื่อความ เข้มข้นสูงขึ้น และความสามารถในการดูดซับสูงสุดของวัสดุดูดซับ ก็คือ 24 มิลลิกรัมต่อกรัม



รูปที่ 7 แสดงประสิทธิภาพในการดูดซับของวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

## 8.3 จลนศาสตร์ของการดูดซับ

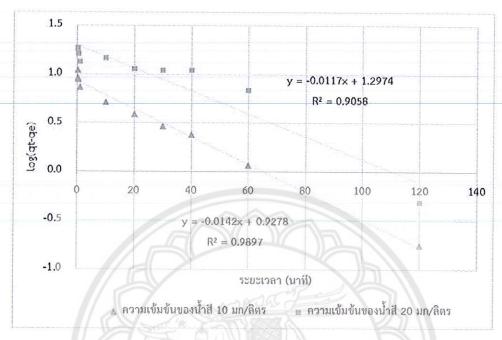
ในการหาจลนศาสตร์และไอโซเทอมการดูดซับด้วยวัสดุดูดซับจากหญ้าแฝกที่สังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของน้ำสีระหว่างการบำบัดถูกวิเคราะห์ที่เวลาต่างๆ เป็น ระยะเวลา 3 ชั่วโมง แสดงผลดังรูป 4.8 โดยใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นที่ 10 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร จะ เห็นได้ว่าในช่วงแรกของการดูดซับ (60 วินาที) วัสดุดูดซับสามารถดูดซับสีเมทิลีนบลูได้อย่างรวดเร็ว เนื่องจากช่องว่างภายในวัสดุดูดซับยังมีอยู่มาก และวัสดุดูดซับจะดูดซับสีเมทิลีนบลูได้ช้าลง เมื่อ เวลานานขึ้น ทั้งนี้เพราะช่องว่างภายในวัสดุพรุนลดลงนั่นเอง จากรูปที่ 4.8 ที่ความเข้มข้นของสี สังเคราะห์เมทิลีนบลูเริ่มต้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร สามารถบำบัดน้ำสีได้ ~100% ในขณะที่ความ เข้มข้นเริ่มต้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ความเข้มข้นของสีประมาณ 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ยังคงเหลืออยู่ ภายการบำบัด



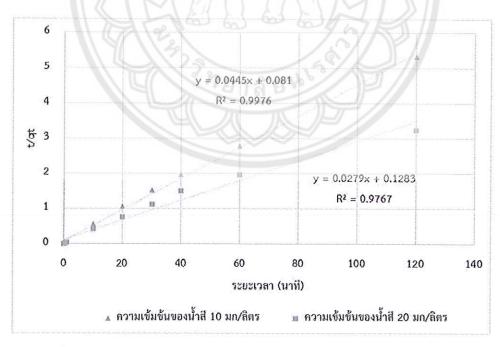
รูปที่ 8 แสดงการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของน้ำสีเมทิลีนบลูระหว่างการดูดชับ

จากรูปที่ 4.9 เมื่อนำค่าที่ได้จากการทดลองไปพล๊อตกราฟระหว่าง  $\log (q_e-q_t)$  กับ t ตาม หลักการดูดซับแบบปฏิกิริยาอันดับ 1 จะเห็นได้ว่าค่า  $R_2$  เท่ากับ 0.9897 ที่ความเข้มข้นสีเริ่มต้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 0.9058 ความเข้มข้นสีเริ่มต้น 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ในขณะที่เมื่อพล๊อตกราฟ ระหว่าง  $\frac{t}{q_t}$  กับ t ตามหลักการดูดซับแบบปฏิกิริยาอันดับ 2 จะเห็นได้ว่าค่า  $R_2$  เท่ากับ 0.9976 และ 0.9767 ที่ความเข้มข้นสีเริ่มต้น 10 และ 20 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ (รูปที่ 4.10) ดังนั้นจึงสรุปได้

ว่าจลนศาสตร์ของการดูดซับน้ำสีสังเคราะห์เมทิลีนบลูด้วยวัสดุดูดซับสังเคราะห์เป็นไปตามหลักการ ดูดซับแบบปฏิกิริยาอันดับ 2 (Anirudhan and Ramachandran 2015 ; Liu and Zhang 2015)



รูปที่ 9 แสดงจลนศาสตร์ของการดูดซับแบบปฏิกิริยาลำดับที่ 1 (First-order)



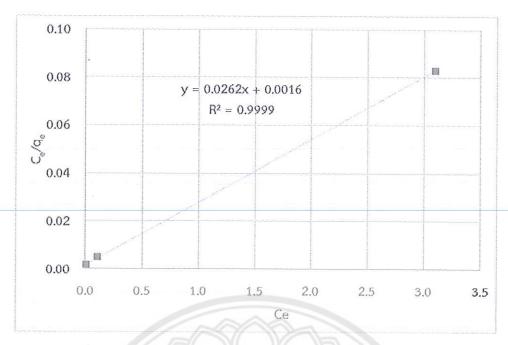
รูปที่ 10 แสดงจลนศาสตร์ของการดูดซับแบบปฏิกิริยาลำดับที่ 2 (Second-order)

ตารางที่ 2 แสดงค่าคงที่จลนศาสตร์ของการดูดซับ

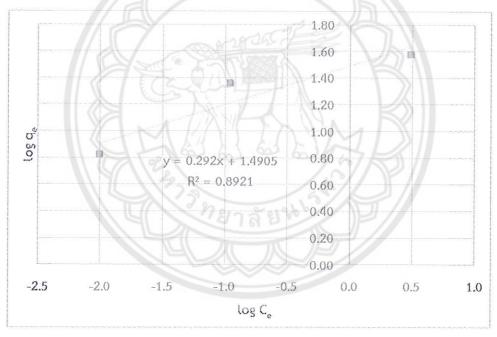
Со	qe ,exp		irst - order		S	econd - order	
(mg/l)	(mg/g)	qe, cal	K (10 <sup>-3</sup> )	R²	qe,cal	K <sub>2</sub> (10 <sup>-4</sup> )	R²
ung o	(11.2/2)	(mg/g)	(min <sup>-1</sup> )		(mg/g)	(g/mg.min)	N-
10	22.7365	8.4684	0.0327	0.9897	22.4719	0.5494	0.9976
20	37.4052	19.8335	0.0269	0.9058	35.8422	0.2175	0.9767

## 8.4 ไอโซเทอมการดูดซับ

จากรูปที่ 4.11 เมื่อนำค่าที่ได้จากการทดลองไปพล็อตกราฟระหว่าง  $\frac{C_e}{q_e}$  กับ  $C_e$  ตามหลักไอ โซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) พบว่าได้กราฟที่ได้เป็นเส้นตรงที่มีค่า  $R_2$  เท่ากับ 0.9999 ในขณะที่เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง  $\log \frac{X}{m}$  กับ  $\log C_e$  ตามหลักไอโซเทอมการดูด ซับแบบฟรุนดิช (Freundlish isotherm) พบว่ากราฟที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นตรงที่  $R_2$  เท่ากับ 0.8921 (รูปที่ 4.12) ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าไอโซเทอมการดูดซับน้ำสีสังเคราะห์เมทิสีนบลูด้วยวัสดุดูดซับ สังเคราะห์เป็นไปตามหลักการดูดซับแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm) นั่นคือ การดูดซับแบบชั้น เดียวบนพื้นผิวของวัสดุดูดซับ (Anirudhan and Ramachandran 2015 ; Liu and Zhang 2015)



รูปที่ 11 แสดงไอโซเทอมการดูดซับแบบแลงเมียร์ (Langmuir isotherm)



รูปที่ 12 แสดงไอโซเทอมการดูดซับแบบฟรุนดิช (Freundlish isotherm)

 $\gamma^{0}$ 

## ตารางที่ 3 แสดงค่าคงที่ไอโซเทอมการดูดซับ

	Q <sub>0</sub>	38.1679
Langmuir constants	b	16.375
Langmun Constants	K <sub>L</sub>	624.9994
	R <sup>2</sup>	0.9999
	n	3.4247
Freundlich constants	K <sub>F</sub>	30.9386
*	R <sup>2</sup>	0.8921

## สรุปผลโครงงานวิจัย

- อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาใบหญ้าแฝกมีผลต่อปริมาณวัสดุดูดซับที่สังเคราะห์ได้และสัดส่วน
   ของของแข็งระเหยได้ คาร์บอนคงที่ และขี้เถ้าในวัสดุดูดซับ
- 2 วัสดุดูดซับจากใบหญ้าแฝกที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสให้ประสิทธิภาพการ ดูดซับน้ำสีเมทิลีนบลูสูงสุด สามารถบำบัดน้ำสีเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 3 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้ถึง 91 เปอร์เซ็นต์
- 3 จลนศาสตร์ของการดูดซับน้ำสีสังเคราะห์เมทิลีนบลูด้วยวัสดุดูดซับสังเคราะห์**เป็นไปตาม** หลักการดูดซับแบบปฏิกิริยาอันดับ 2
- 4 ไอโซเทอมการดูดซับน้ำสี่สังเคราะห์เมทิลีนบลูด้วยวัสดุดูดซับสังเคราะห์เป็นไปต**ามหลักการ** ดูดซับแบบแลงเมียร์

#### 10. ข้อเสนอแนะ

- 1 ทดลองเพิ่มปริมาณวัสดุดูดซับให้มากขึ้น เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับ
- 2 ทดลองใช้วัสดุธรรมชาติชนิดอื่นมาสังเคราะห์เป็นวัสดุดูดซับ เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพ การดูดซับ
- 3 ควรมีการศึกษาและพัฒนาต่อยอด ในการทดลองบำบัดสีชนิดอื่นๆ หรือน้ำสีอุตสาหกรรมฟอกย้อม

## 4 ควรมีการวิเคราะห์องค์ประกอบของหญ้าแฝก

- 11. เอกสารอ้างอิง
- [1] รศ.ดร.นิพนธ์ ตั้งคณานุรักษ์ และรศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์. (2550). หลักการตรวจวิเคราะห์ คุณภาพน้ำทางเคมี. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.
- [2] โกวิทย์ ปิยะมังคลา, จารุวรรณ ตาหวัฒน์, ปิยวัฒน์ โพธิมงคลกุล และ ฉัฐรส คงสมภักดิ์
  จลนศาสตร์การดูดซับโครเมียม (VI) จากโรงงานชุบโลหะโดยใช้ไคโตซานเรซิน Kinetic
  Adsorption of Chromium (VI) from Electroplating Factory onto Chitosan
  Resin วารสารวิชาการพระจอมเกล้าพระนครเหนือ. (2551). ปีที่ 18 ฉบับที่ 1.
- [3] เดชา ฉัตรศิริเวช. (2552). กระบวนการดูดซับ กรุงเทพฯ
- [4] เกรียงศักดิ์ อุดมสินโรจน์. (2557). วิศวกรรมประปา. นนทบุรี: เอสอาร์ พริ้นติ้ง
- [5] กรมพัฒนาที่ดิน (2541). ความรู้เรื่องหญ้าแฝก. กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. หน้า 84
- [6] กรมพัฒนาที่ดิน กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. หญ้าแฝก สืบค้นจาก http://www.ldd.go.th/link\_vetiver/index.htm
- [7] รวินทร์ สุทธะนันท์ และผศ.โกวิทย์ ปิยะมังคลา. จลนศาสตร์และเทอร์โมเคมีการดูดซับเมททิ ลีนบลูโดยใช้แกลบดัดแปร Kinetic and Thermodynamic Adsorption of Methylene Blue by Modified Rice Husk วารสารวิชาการพระจอมเกล้าพระนครเหนือ. (2554) ปีที่ 21 ฉบับที่ 2.
- [8] จันทนา ไพรบูรณ์, โศรดากรณ์ พิมลา, มัทรียา แหละเหย็บและอนงค์ จีรภัทร์. (2555) การดูด ซับสีย้อมเบสิกด้วยสาหร่ายสีเขียว Spirogyra sp. Adsorption of Basic Dye on the Green Alga Spirogyra sp. วารสารวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น. ปีที่ 40 ฉบับที่ 4.
- [9] Anirudhan, T.S., and Ramachandran, M. (2015). Adsorptive removal of basic dyes from aqueous solutions by surfactant modified bentonite clay (organoclay): Kinetic and competitive adsorption isotherm. Process Safety and Environmental Protection, 95: 215-225.

- [10] Ho, Y.S., and McKay, G. (1999). Pseudo-second order model for sorption processes. Process Biochemistry, 34(5): 451-465.
- [11] Jia, Y.F., and Thomas, K.M. (2000). Adsorption of cadmium ions on oxygen surface sites in activated carbon. Langmuir, 16: 1114-1122.
- [12] Katesa, J., Junpiromand S., and Tangsathitkulchai, C. (2013). Effect of carbonization temperature on properties of char and activated carbon from coconut shell. Suranaree J. Sci. Technol., 20(4): 269-278.
- [13] Liu, X., and Zhang, L. (2015). Removal of phosphate anions using the modified chitosan beads: Adsorption kinetic, isotherm and mechanism studies. Powder Technology, 227: 112-119.



ภาคผนวก ก บทความที่นำเสนอในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

# Using of TiO<sub>2</sub>-Coated Mesoporous Particles for Organic Dye Removal

S. T. T. Le, D. T. T. Trinh, D. Channei, W. Khanitchaidecha, and A. Nakaruk

Abstract—In the present work, mesoporous particles was produced by calcining vetiver leaves at 600°C. Then, it was coated by TiO<sub>2</sub> using sol-gel method. The crystal structure of TiO<sub>2</sub> coated particle was investigated using X-Ray Diffraction (XRD) technique. The organic dye removal efficiency were examined using photodegradation of methylene blue (MB) under UV-A irradiation. The pure TiO<sub>2</sub> particle reached only 40% of organic dye removal in 6 hours of irradiation time. On the other hand, the TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles got >90% of organic dye removal in 6 hour of irradiation time. It can be said that the organic dye removal efficiency of TiO<sub>2</sub>-coated particles was higher than pure TiO<sub>2</sub> particles. This outcomes suggested that the adding of produced mesoporous particles increased the efficiency of MB adsorption, leading to the improvement of photocatalytic activity.

Index Terms—Mesoporous particle, vetiver grass, fitanium dioxide, organic dye.

#### I. INTRODUCTION

Among of the present advanced water and wastewater treatment technologies applied, photocatalysis is one of the most promising techniques due to the high degradation activity of organic pollutants [1], [2]. Photocatalysis is referred to the generation of hydroxyl radicals from a semiconductor under the activation of photonic energy [3]. Hydroxyl radicals is a strong and non-selective oxidizing species that is the major reactant responsible for the oxidization of organic compounds [4], [5]. There are metal oxide semiconductors that can be applied in photocatalysis including titanium dioxide (TiO2), zinc oxide (ZnO), and ferric oxide (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [6]. Among above mentioned metal oxide semiconductors, titanium dioxide (TiO2) is one of the most common used catalyst. TiO2 has been getting interests because it has high photocatalytic activity and nontoxicity. Furthermore, TiO<sub>2</sub> has the bandgap of 3.0 eV (rutile) and 3.2 eV (anatase) that is possible to apply using natural (solar) UV light (300 nm - 390 nm) [7], [8].

Vetiver grass is a kind of tropical plant that is usually cultivated to control soil erosion. Further, the roots of vetiver

grass are commercially used for oil extraction. The fragrant vetiver oil is a valuable precursor of perfumery and cosmetics industry [9], [10]. According to statistics, the oil yield is estimated around 1%wt. of the raw vetiver roots while the annual production of vetiver oil is about 300–350 tonnes [11]. This means approximately 300 thousand tonnes of vetiver roots is globally demanded for oil extraction every year. In the meantime, a huge amount of vetiver leaves are still free at the point of use and are discarded as agriculture wastes or burned in the field [12]. Thus, regarding vetiver leaves as a biomass source, they are a potential precursor to synthesise adsorbents for wastewater treatment application. In addition, the data from the previous work by the authors [13] suggested the vetiver grass had the promising properties as adsorbent materials for water treatment.

In this work, with the aim of enhancing photocatalytic activity by improving adsorption effectiveness of catalyst [14], TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles catalyst was synthesized by the addition of mesoporous particles during TiO<sub>2</sub> sol-gel procedure.

#### II. METHODOLOGY

## A. Synthesis of Catalyst

Mesoporous particles were synthesised from vetiver leaves [13]. After the calcination at 600°C for 3 hours, the calcined vetiver leaves were naturally cooled and then used as substrate to prepare photocatalyst. The catalyst was synthesised by sol-gel method. In particular, mesoporous particles were added to a solution containing 12.5 mL of titanium isopropoxide (TTIP), 80 mL of 2-propanol and 3 mL of deionized (DI) water. The mixture was stirred aggressively for 4 hours and then was filtered to achieve the formed suspension. After that, the suspension was calcined in a muffle furnace at 450°C for 5 hours. The obtained catalyst was naturally cooled and then stored for use. Pure TiO2 particle was prepared following the same procedure without adding mesoporous particle. The crystal structure of synthesised catalysts was examined using X-ray Diffraction (XRD). Besides, the adsorption and photocatalytic activity of the catalysts were also investigated.

#### B. Adsorption of Organic Pollutant

The adsorption effectiveness of the synthesised catalysts was tested using methylene blue (MB) dye solution at the concentration of 10 ppm. In a typical experiment, the catalysts were mixed with 50 mL of prepared MB solution by magnetic stirrer. At a specific time, the catalysts were removed from the solution using vacuum filtration. The concentration of MB solution was then measured by UV-visible

Manuscript received August 1, 2015; revised September 15, 2015.

S. T. T. Le and D. T. T. Trinh are with the Department of Civil Engineering, Naresuan University, Thailand (e-mail: tttdang247@gmail.com, janetle.176@gmail.com).

D. Channei is with the Department of Chemistry, Faculty of Science, Naresuan University, Thailand (e-mail: duangdaoc@nu.ac.th).

W. Khanitchaidecha is with the Department of Civil Engineering, Faculty of Engineering, Naresuan University, Thailand (e-mail: wilawank1@gmail.com).

A. Nakaruk is with the Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering, Naresuan University, Thailand (e-mail: auppathamn@nu.ac.th).

spectrophotometer at  $\lambda_{max} = 664$  nm. The MB removal efficiency was finally calculated from the MB concentration data.

## C. Degradation of Organic Pollutant

The photocatalytic activity of the synthesised catalysts was investigated using 10 ppm methylene blue (MB) solution. In a typical experiment, an appropriate amount of catalysts was mixed with 50 mL of prepared MB solution under UV-A irradiation (370 nm). After reaction, the solution was filtered to remove the catalyst from the solution. The MB concentration was measured by UV-visible spectrophotometer at  $\lambda_{max} = 664$  nm.

## III. RESULTS AND DISCUSSION

Fig. 1 shows the XRD patterns of the synthesised catalysts consisting of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle and pure TiO<sub>2</sub>. The observed peaks at the plane of [101], [004], [200], [105] and [211] present the anatase crystal form of TiO<sub>2</sub>. The XRD patterns reveal the crystalline structure of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle. The data indicates there are rutile or other contamination phases presented in the pure TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles. It has to be noted that the degree of crystallinity of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles was lower than the pure TiO<sub>2</sub> particles.

and TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle. The adsorption time was varied from 15 minutes to 4 hours. However, the data reveals that the MB adsorption efficiency reached the optimum within the first 30 minutes of reaction. Furthermore, it can be seen that among of the three catalysts, the mesoporous particle showed the highest MB adsorption efficiency of approximately 70%. Additionally, there was about 20% of MB was adsorbed by the TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle. In the meantime, only 5% of MB was removed by pure TiO<sub>2</sub> adsorption. These results suggest that the adsorption effectiveness of the catalyst can be enhanced by the addition of mesoporous (vetiver) particle.

Fig. 3 presents the changes of MB wavelength under the photocatalytic activity of pure TiO<sub>2</sub>. In a typical photocatalytic experiment, before the UV-A irradiation, the mixture of catalyst and MB solution was mixed by magnetic stirrer in dark for 12 hours for complete adsorption. After the dark adsorption, UV-A light was turned on for photocatalysis to occur. As presented in Fig. 3, after 12 hours without UV-A light, the absorbance intensity of MB decreased approximately 4%. This result is in agreement with the adsorption test presented in Fig. 2. After that, under the activation of UV-A light, MB was removed rapidly. After 6 hours of irradiation, the MB absorbance intensity dropped from 4% to 50%.

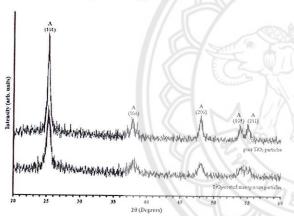


Fig. 1. The XRD patterns of TiO2 and TiO2-coated mesoporous particle

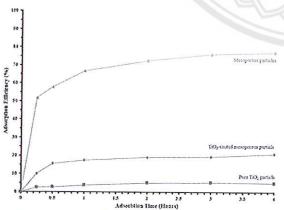


Fig. 2. The MB adsorption efficiency of mesoporous (vetiver) particle, pure TiO<sub>2</sub>, and TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle.

Fig. 2 presents the methylene blue (MB) adsorption efficiency of the mesoporous (vetiver) particle, pure TiO<sub>2</sub>,

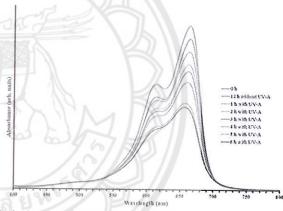


Fig. 3. The change of MB wavelength under the photocatalytic activity of pure TiO<sub>2</sub>.

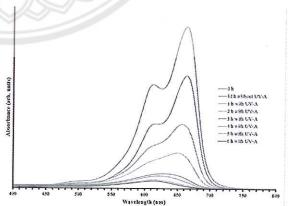


Fig. 4. The change of MB wavelength under the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle.

Fig. 4 shows the changes MB of MB wavelength under the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles.

bo I.A. babo

After the dark adsorption process for 12 hours (without UV-A light), the MB absorbance intensity decreased by 20%, in agreement with data in Fig. 2. Furthermore, when the UV-A light was turned on, the absorbance intensity of MB declined significantly from 20% to 98% after 6 hours.

In addition, it has to be noted that under the effect of UV-A irradiation, the peak shifts in MB wavelength were observed (Fig. 3 and Fig. 4). This result indicates the occurrence of photocatalysis and the generation of by-products.

Fig. 5 illustrates the comparison in MB removal efficiency between pure TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle. The result indicates that TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle showed higher efficiency of MB removal in term of both adosrption and photodegradation. The increased photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle compared to pure TiO<sub>2</sub> is due to the co-mechanism of adsorption and photocatalysis. The adsorption mechanism enhanced the probability for the oxidizing species to interact with MB molecules adsorbed on the surface of the catalyst, leading to the increase of photodegradation effectiveness. After the adsorbed MB molecules were oxidised, free MB molecules in the aqueous phase were adsorbed, which created a cycle of adsorption and photocatalysis.

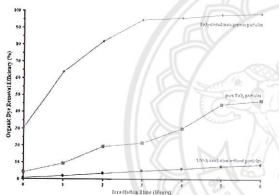


Fig. 5. The removal efficiency of MB under the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub>-vetiver, pure TiO<sub>2</sub>, and UV-A irradiation.

In addition, it can be seen that the MB removal efficiency of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particle reached the optimum of 96% after 4 hours of UV-A irradiation. The next 2 hours of irradiation provided an insignificant of MB removal efficiency (2%). This observation is due to the low concentration of MB. After 4 hours of irradition, MB was removed to the low concentration, at which the probability of oxidizing species to interact and react with MB molecules was limited. Therefore, the reaction occurred slowly during the last 2 hours.

The blank experiment (UV irradiation only) was also conducted, which presents approximately 8% of MB removal efficiency.

#### IV. CONCLUSIONS

In this work, mesoporous particles were prepared by calcining vetiver leaves at 600°C for 3 hours. Afterwards, produced particles were used to synthesise TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles by sol-gel method followed by the calcination at 450°C for 5 hours. The X-ray Diffraction (XRD)

result indicates the anatase crystallinity of TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles. On the other hand, the MB adsorption test and degradation test reveals that TiO<sub>2</sub>-coated mesoporous particles showed higher efficiency in adsorption and photocatalytic activity compared to those of pure TiO<sub>2</sub>. This result suggests that the addition of produced mesoporous (vetiver) particles improved the MB adsorption efficiency, and enhanced the general photocatalytic activity of the catalyst.

#### ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank to Siam Kubota Corporation Co., Ltd. and Naresuan University's research funding for the financial support,

#### REFERENCES

- A. Mills, C. O'Rourke, and K. Moore, "Powder semiconductor photocatalysis in aqueous solution: An overview of kinetics-based reaction mechanisms," *Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 310, pp. 66–105, Sept. 2015.
- [2] A. N. Soon and B. H. Hameed, "Heterogeneous catalytic treatment of synthetic dyes in aqueous media using Fenton and photo-assisted Fenton process," *Desalination*, vol. 269, pp. 1–16, Mar. 2011.
- [3] G. Mascolo, R. Comparelli, M. L. Curri, G. Lovecchio, A. Lopez, and A. Agostiano, "Photocatalytic degradation of methyl red by TiO<sub>2</sub>: Comparison of the efficiency of immobilized nanoparticles versus conventional suspended catalyst," *Hazardous Materials*, vol. 142, pp. 130–137, May 2015.
- [4] H. Barndoka, D. Hermosilla, C. Han, D. D. Dionysiou, C. Negroa, and Á. Blanco, "Degradation of 1,4-dioxane from industrial wastewater by solar photocatalysis using immobilized NF-TiO<sub>2</sub> composite with monodisperse TiO<sub>2</sub> nanoparticles," Applied Catalysis B: Environmental, vol. 180, pp. 44–52, Jan. 2016.
- [5] J. Zhang and Y. Nosaka, "Photocatalytic oxidation mechanism of methanol and the other reactants in irradiated TiO<sub>2</sub> aqueous suspension investigated by OH radical detection," Applied Catalysis B: Environmental, vol. 166–167, pp. 32–36, May 2015.
- [6] L. Paillat, C. Périchet, J. Pierrat, S. Lavoine, J. Filippi, U. Meierhenrich, and X. Fernandez, "Purification of vetiver alcohols and esters for quantitative high-performance thin-layer chromatography determination in Haitian vetiver essential oils and vetiver acetates," Chromatography A, vol. 1241, pp. 103–111, Jun 2012.
- [7] M. Yaseen, M. Singh, and D. Ram, "Growth, yield and economics of vetiver (Vetiveria zizanioides L. Nash) under intercropping system," Industrial Crops and Products, vol. 61, pp. 417–421, Nov. 2014.
- [8] M. N. Chong, B. Jin, C. W. K. Chow, and C. Saint, "Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review," Water Research, vol. 44, pp. 2997-3027, May 2010.
- [9] N. Cruz, V. Romero, R. F. Dantas, P. Marco, B. Bayarri, J. Giménez, and S. Esplugas, "o-Nitrobenzaldehyde actinometry in the presence of suspended TiO<sub>2</sub> for photocatalytic reactors," *Catalysis Today*, vol. 209, pp. 209–214, Jun 2013.
- pp. 209–214, Jun 2013.

  [10] P. Methacanon, O. Chaikumpollert, P. Thavorniti, and K. Suchiva, 
  "Hemicellulosic polymer from Vetiver grass and its physicochemical 
  properties," *Carbohydrate Polymers*, vol. 54, pp. 335–342, Nov. 2003.
- [11] R. K. Lal, P. Gupta, V. Gupta, S. Sarkar, and S. Singh, "Genetic variability and character associations in vetiver (Vetiveria zizanioides L. Nash)," *Industrial Crops and Products*, vol. 49, pp. 273–277, Aug. 2013.
- [12] S. N. R. Inturi, M. Suidan, and P. G. Smirniotis, "Influence of synthesis method on leaching of the Cr-TiO<sub>2</sub> catalyst for visible light liquid phase photocatalysis and their stability," *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 180, pp. 351–361, Jan. 2016.
- [13] S. T. T. Le, N. Yuangpho, T. Threrujirapapong, W. Khanitchaidecha, and A. Nakaruk, "Synthesis of mesoporous materials from vetiver grass for wastewater treatment," *Journal of Australian Ceramic Society*, vol. 51, pp. 40–44, Jan. 2015.
- [14] P. Benjwal and K. K. Kar, "Simultaneous photocatalysis and adsorption based removal of inorganic and organic impurities from water by titania/activated carbon/carbonized epoxy nanocomposite," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 3, pp. 2076–2083, Sept. 2015.



D. T. T. Trinh is currently a post grad student in the master of environmental engineering, the Department of Civil Engineering, Naresuan University, Thailand. He graduated with the bachelor degree in environmental management, CanTho University, Vietnam in 2013. His expertise covers modelling in environmental management, photocatalytic progresses and TiO<sub>2</sub>.



S. T. T. Le is currently a post grad student in the master of environmental engineering, the Department of Civil Engineering, Naresuan Univesity, Thailand. She graduated with the bachelor degree in environmental technology, the Ho Chi Minh city, University of Science, Vietnam in 2013. Her expertise covers heterogeneous fenton reaction, TiO<sub>2</sub> photocatalysis and their application in water and wastewater treatment.



D. Channel graduated with the Ph.D. in chemistry from Chiang Mai Univesity, Thailand in 2015. From 2010 to 2011 she worked at School of Materials Science and Engineering, the University of New South Wale, Australia, under the supervision of Prof. C.C. Sorrell as an exchange student. At present, she is a lecturer at the Department of Chemistry, Naresuan Unviesity, Thailand. Her research interests include

synthesis of metal oxide catalysts, photocatalysis process, and physico-chemical properties of materials.



W. Khanitchaidecha graduated with the Ph.D. in environmental engineering from University of Yamanashi, Japan, in 2010. Then, she was appointed as a postdoctoral fellow at the same university until 2012. At present, she is a lecturer at the Department of Civil Engineering, Naresuan Univesity, Thailand. Her research interest lies in biological process for water treatment, advanced oxidation technology, and water quality assessment.



A. Nakaruk graduated with the Ph.D. in materials science and engineering from the University of New South Wales, Australia, in 2010. Then, he worked as a research associate at School of Materials Science and Engineering, UNSW until the end of 2012. Since 2013, he has been working as a lecturer at the Department of Industrial Engineering, Naresuan University, Thailand. His research interests involves

in ceramic processing, thin film technology, photocatalysis process, and materials characterisation.



บทความที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

# Synthesis of Mesoporous Materials from Vetiver Grass for Wastewater Treatment

S.T.T. Le<sup>1,2</sup>, N. Yuangpho<sup>1,2</sup>, T. Threrujirapapong<sup>2,3,4</sup>, W. Khanitchaidecha<sup>1,2</sup>, A. Nakaruk<sup>3,4</sup>

1) Department of Civil Engineering, Faculty of Engineering

2) Centre of Excellence for Innovation and Technology for Water Treatment

3) Department of Industrial Engineering, Faculty of Engineering

 Center of Excellence for Environmental Health and Toxicology, Naresuan University, Phitsanulok, 65000, Thailand

Email: thotsaphont@nu.ac.th

Available Online at: www.austceram.com/ACS-Journal

#### Abstract

In this work, mesoporous materials were synthesised by calcining vetiver leaves at 600°C for 3 hours in natural ambient. Afterwards, the particles were put in ultrasonic bath for 30 minutes and then dried before use. The chemical composition and morphology of the particles was examined using XRF and SEM, respectively. The performance of synthesised materials was evaluated using 10<sup>-5</sup> M of methylene blue (MB) solution. The XRF results indicated the main composition of synthesised materials was ~45% of K. Others compositions were Si, P, Ca, Mg, S and Cl. The SEM images presented that synthesised materials was porous and less than 1 micron particles. After 10 minutes, ~95% of MB was removed using 3 g/L of mesoporous materials, which remained relatively stable after reusing the materials for 3 times. In summary, the present work shows that the leaves of vetiver grass can be used to synthesise mesoporous materials for wastewater treatment.

Keywords: vetiver grass, mesoporous materials, methylene blue.

#### INTRODUCTION

At the present time, the huge amount of wastewater discharged from various industries has led to an increasing demand of water purification. One of the most currently common treatment technologies is adsorption by porous materials [1,2]. With the desire of producing low-cost adsorbents, variety types of agricultural wastes including bamboo [1,2], sedge weed [3], pokeweed plants [4], sugarcane bagasse [5] have been used as a precursor to synthesise porous materials.

Vetiver grass is a tropical plant which origins in India [6,7]. Vetiveria zizanioides (L.) Nash, also known as Chrysopogon zizanioides L. Roberty is recognized as a commonly found species and can be found throughout the tropical and subtropical regions [8,9]. Vetiver grass can grow fast through tillering and usually appears in a dense clump. It has tall stems, thin and quite rigid leaves, and long roots. Its height can be up to 2 meter [10]. Two main utilisations of vetiver grass are erosion control, and oil extraction from its roots. On account of the massive and complex root system, vetiver grass is able to be applied as a low cost and effective solution for soil/water conservation and embankment stabilization [11,12]. In addition, the

fragrant and volatile oil extracted from its roots has been used widely in various industries such as perfumery, cosmetics, soap, other fragrant materials production and medicine [13,14]. Recently, the application of vetiver grass in environmental treatment has been introduced, typically, phytoremediation due to its ability to accumulate and remove a variety of heavy metals, including manganese (Mn), iron (Fe), zinc (Zn), copper (Cu), arsenic (As), chromium (Cr), lead (Pb), cadmium (Cd) from contaminated soil and water [15,16]. Further, it has been reported that it can use to phytoremediate persistent organic pollutants (POPs) [10], phenol [17], and polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) [18].

As above mentioned, it is clearly indicated that the vetiver grass has a high demand for industrial and environmental applications. However, it has to be noted that most of applications are about using vetiver roots. On the other hands, a large number of vetiver leaves are still free at the point of use and are discarded as agriculture wastes although a small portion of vetiver leaves is sometimes used for feeding cattle [19]. Thus, the intentions of the present work are to make a use for leaves of vetiver grass by synthesising mesoporous materials from

Le et al.

vetiver leaves and use these mesoporous materials for wastewater treatment application.

#### METHODOLOGY

#### Synthesis and Characterisation

Vetiver grass was collected from the field in Phitsanulok Province, Thailand. Firstly, the vetiver leaves were cleaned with tap water and then were cut into small pieces. Afterwards, they were dried at 110°C for 12 h in ambient, this process was to remove moisture content. Then, the dried vetiver leaves were ground and sieved. The fraction with a particle size ranging from 0.1 to 0.2 mm was calcined at 600°C for 3 h using a muffle furnace in ambient condition, followed by natural cooling. The calcined vetiver particles were dispersed with deionised water by using an ultrasonic bath for 30 min. Finally, they were dried at 110°C and stored for use in dry cabinet. The chemical composition. and crystal structure of the calcined vetiver particles was examined using X-Ray Fluorescence (XRF) and X-ray Diffraction (XRD), respectively. The morphology of the particles was obtained using Secondary Electrons Scanning Electron Microscopy (SEM).

#### Organic Pollutant Removal

The methylene blue (MB) removal efficiency of calcined vetiver particles was investigated using batch experiment at ambient condition. In a typical experiment, 0.15 g of calcined vetiver particles was placed into a 200 mL beaker containing 50 mL of 10-5 M MB solution. The mixture of calcined vetiver particles and MB solution was mixed by a magnetic stirrer for 10 minutes. The solid content was then removed using filter paper, and the efficiency of MB removal was achieved from measuring the absorbance of the leachate. The stabilisation of the calcined vetiver particles was examined by cleaning the used materials with deionised water in an ultrasonic bath for 30 minutes, and then reusing it. In the meantime, the MB removal efficiency of a type of commercial activated carbons (AC) was studied using the same procedure. The effect of different amount of calcined vetiver particles on MB removal efficiency was examined by varying the amount of the materials from 0.02 g to 0.2 g and then following the above steps.

## RESULTS AND DISCUSSIONS

#### Characterisation of calcined vetiver materials

The XRF results indicate that the main chemical composition of calcined vetiver particles is potassium (K) with 45%, as shown in Table 1. Other compositions are 27% of silicon (Si), 11% of phosphorus (P) and small amount of other elements including calcium (Ca), magnesium (Mg), sulphur (S) and chlorine (Cl). Figure 1 shows the XRD patterns. It can be seen that the major phase of

calcined vetiver particles could be potassium sulphate (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), according to JCPDS no. 00-005-0613. In addition, there are 2 minor phases which are silicon dioxide (SiO<sub>2</sub>) and calcium phosphate (CaP), according to JCPDS no. 01-082-0512 and 00-016-0728 respectively. These data confirm the XRF results that the main composition of vetiver particles is potassium (K). These results are similar to the other investigation [19].

Table 1: Chemical compositions of calcined vetiver particles

No.	Tested	Tested	Unit
	Items	Results	
1	K	44.9	% w/w
2	Si	27.2	% w/w
3	P	10.7	% w/w
4	Ca	7.8	% w/w
5	S	3.7	% w/w
6	Mg	2.3	% w/w
7	Cl	2.1	% w/w
8	Fe	0.8	% w/w
9	Mn	0.5	% w/w

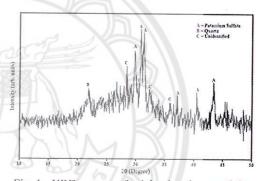


Fig. 1: XRD pattern of calcined vetiver particles

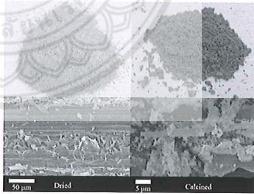


Fig. 2: SEM images of dried vetiver leaves and calcined vetiver particles

Figure 2 shows the SEM images of surface morphology of calcined vetiver particles. The images present that calcined vetiver particles are porous and fine particles. Before calcination process, the vetiver leaves are solid particle with 0.1-0.2 mm of size. However, after calcination at

600°C, the particles change to be fine particles with a size less than 1 micron. It can be said that calcination process can be used to synthesis fine particles with high porosity and surface area. The calcined vetiver particles can be called mesoporous materials.

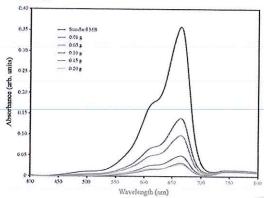


Fig. 3: MB absorbance with different amount of mesoporous materials

#### Efficiency of MB removal

The effect of the amount of mesoporous materials on MB removal efficiency is presented in Figure 3 and 4. It reveals that increase of amount of particles from 0.02 g to 0.2 g results in the decrease of the absorbance intensity of MB solution. This means the amount of particles directly affects the MB removal efficiency. The MB removal efficiency increased dramatically from 66% to 98%, as shown in Figure 4. It has to be noted that there is no significance in the MB removal efficiency between using 0.15 g and 0.2 g. Then, 0.15 g of mesoporous materials is used in the next experiments.

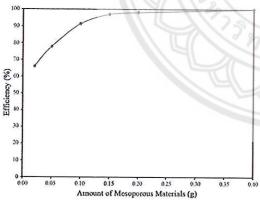


Fig. 4: MB removal efficiency with different amount of mesoporous materials

Figure 5 and 6 present the comparison of MB removal efficiency between mesoporous materials and commercial activated carbons. It proves that the mesoporous materials provide the higher MB removal efficiency, particularly 97%, than commercial activated carbons which can remove only 46% of MB. When reusing the mesoporous

materials for three times, the absorbance of the treated MB solution fluctuated from 0.0172 to 0.0028, which means there was only a minor change in the range of 99% to 95% in term of MB removal efficiency. On the other hands, the treated MB solution absorbance when reusing commercial activated carbons for three times was 0.18, 0.2 and 0.24, respectively. This means the efficiency of commercial activated carbons significantly dropped from 46% to 29% after three times reuse. These results suggest that the mesoporous materials are very stable, easy to desorb in a simple way of using deionised water, and can be reused several times. However, it has to be noted that K2SO4 is soluble material. This property should results of weight loss during the recycle process.

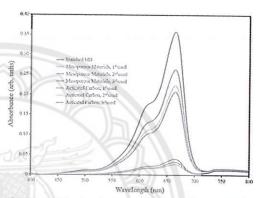


Fig. 5: MB absorbance of three times reusing mesoporous materials (V600) and commercial activated carbon (AC)

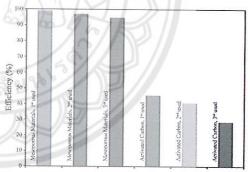


Fig. 6: MB removal efficiency of three times reusing mesoporous materials (V600) and commercial activated carbon (AC)

## CONCLUSIONS

The present work has succeeded in synthesis of the mesoporous materials by calcining the leaves of vetiver grass at 600°C. The XRF data indicates that main chemical composition of mesoporous materials is potassium (K). In addition, minor compositions of mesoporous materials are (Si), phosphorus (P), and calcium (Ca), magnesium (Mg), sulphur (S) and chlorine (Cl). The XRD data indicates that main crystal structure of the

mesoporous materials is potassium sulphate (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). The mesoporous materials are found to have the ability to remove MB with above 95% at a ratio of 0.15 g of the materials per 50 mL of MB solution. In addition, the materials were also proven to be quite stable, easy to desorb in a simple way of using deionised water, and can be reused many times with relatively steady performance. However, the effect of weight loss during the recycle process needs a further investigation. In conclusion, the present work suggests that the leaves of vetiver grass can be used to synthesise mesoporous materials that can be applied to wastewater treatment.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

The authors would like to thank to Opa Tangpitukkul's scholarship, Siam Kubota Corporation Co., Ltd. and Naresuan University's research funding for the financial support.

#### REFERENCES:

- 1. Y.J. Zhang, Z.J. Xing, Z.K. Duan, M. Li, Y. Wang, Effects of steam activation on the pore structure and surface chemistry of activated carbon derived from bamboo waste, Appl. Surf. Sci., Vol. [315], (2014), 279-286.
- P.G. Gonzáleza, Y.B. Pliego-Cuervo, Adsorption of Cd(II), Hg(II) and Zn(II) from aqueous solution using mesoporous activated carbon produced from Bambusa vulgaris striata, Chem. Eng. Res. Des., Vol. [92], (2014), 2715-2724.
- F. Ghorbani, H. Younesi, Z. Mehraban, M.S. Celik, A.A. Ghoreyshi, M. Anbia, Preparation and characterization of highly pure silica from sedge as agricultural waste and its utilization in the synthesis of mesoporous silica MCM-41, J. Taiwan Inst. Chem. Eng., Vol. [44], (2013), 821-828.
- Y.D. Chen, M.J. Huang, B. Huang, X.R. Chen, Mesoporous activated carbon from inherently potassium-rich pokeweed by in situ self-activation and its use for phenol removal, J. Anal. Appl. Pyrol., Vol. [98], (2012), 159-165.
- A. K. Yadava, R. Abbassi, A. Gupta, M. Dadashzadeh, Removal of fluoride from aqueous solution and groundwater by wheat straw, sawdust and activated bagasse carbon of sugarcane, Ecol. Eng., Vol. [52], (2013), 211-218.
- M. Yaseen, M. Singh, D. Ram, Growth, yield and economics of vetiver (Vetiveria zizanioides L. Nash) under intercropping system, Ind. Crops. Prod., Vol. [61], (2014), 417-421.
- R.K. Lal, P. Gupta, V. Gupta, S. Sarkar, S. Singh, Genetic variability and character associations in vetiver (Vetiveria zizanioides L.

- Nash), Ind. Crops. Prod., Vol. [49], (2013), 273-277.
- L. Paillat, C. Périchet, J. Pierrat, S. Lavoine, J. Filippi, U. Meierhenrich, X. Fernandez, Purification of vetiver alcohols and esters for quantitative high-performance thin-layer chromatography determination in Haitian vetiver essential oils and vetiver acetates, J. Chromatogr. A, Vol. [1241], (2012), 103-111.
- J. Filippi, E. Belhassen, N. Baldovini, H. Brevard, U.J. Meierhenrich, Qualitative and quantitative analysis of vetiver essential oils by comprehensive two-dimensional gas chromatography and comprehensive two-dimensional gas chromatography/mass spectrometry, J. Chromatogr. A, Vol. [1288], (2013), 127-148.
- 10. M. Ye, M. Sun, Z. Liu, N. Ni, Y. Chen, C. Gu, F.O. Kengara, H. Li, X. Jiang, Evaluation of enhanced soil washing process and phytoremediation with maize oil, carboxymethyl-b-cyclodextrin, and vetiver grass for the recovery of organochlorine pesticides and heavy metals from a pesticide factory site., J. Environ. Manage., Vol. [141], (2014), 161-168.
- 11. S.O. Oshunsanya, Spacing effects of vetiver grass (*Vetiveria nigritana Stapf*) hedgerows on soil accumulation and yields of maize–cassava intercropping system in Southwest Nigeria, Catena, Vol. [104], (2013), 120-126.
- 12. N.O.Z. Abaga, S. Dousset, S. Mbengue, C. Munier-Lamy, Is vetiver grass of interest for the remediation of Cu and Cd to protect marketing gardens in Burkina Faso?, Chemosphere, Vol. [113], (2014), 42-47.
- 13. R.K. Lal, On genetic diversity in germplasm of vetiver 'Veteveria zizanioides (L.) Nash', Ind. Crops. Prod., Vol. [43], (2013), 93-98.
- L.T. Danh, P. Truong, R. Mammucari, N. Foster, Extraction of vetiver essential oil by ethanol-modified supercritical carbon dioxide, Chem. Eng. J., Vol. [165], (2010), 26-34.
- 15. X. Zhang, B. Gao, H. Xia, Effect of cadmium on growth, photosynthesis, mineral nutrition and metal accumulation of bana grass and vetiver grass, Ecotoxicol. Environ. Saf., Vol. [106], (2014), 102-108.
- R. Singh, D. Narzary, J. Bhardwaj, A.K. Singh, S. Kumar, A. Kumar, Molecular diversity and SSR transferability studies in Vetiver grass (Vetiveria zizanioides L. Nash), Ind. Crops. Prod., Vol. [53], (2014), 187-198.
- 17. Y. Ho, J. Hsieh, C. Huang, Construction of a plant-microbe phytoremediation system: Combination of vetiver grass with a functional endophytic bacterium, Achromobacter xylosoxidans F3B, for aromatic pollutants removal, Bioresour. Technol., Vol. [145], (2013), 43-47.
- K.C. Makris, K.M. Shakya, R. Datta, D. Sarkar, D. Pachanoor, High uptake of 2,4,6-

trinitrotoluene by vetiver grass – Potential for phytoremediation?, Environ. Pollut., Vol. [146], (2007), 1-4.

[146], (2007), 1-4.

19. P. Methacanon, O. Chaikumpollert, P. Thavorniti, K. Suchiva, Hemicellulosic

polymer from Vetiver grass and its physicochemical properties, Carbohydr. Polym., Vol. [54], (2003), 335-342.

