

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

3.1 วัสดุ

3.1.1 วัสดุคืบ : จี้เลื่อยไม้ยางพาราจากบริษัทอัคราพาราวูด อ.รัตภูมิ จ.สงขลา ซึ่งมีลักษณะดังภาพประกอบที่ 4



ภาพประกอบที่ 4 จี้เลื่อยไม้ยางพาราที่ได้จากโรงเลื่อยไม้ในจังหวัดสงขลา

3.1.2 สารเคมี

- 1.2.1 กรดฟอสฟอริก H_3PO_4 , analysis, Merck.
- 1.2.2 โซเดียมไฮดรอกไซด์ NaOH, analysis, Merck.
- 1.2.3 โซเดียมไทโอซัลเฟต $Na_2S_2O_3$, analytical, Univar.
- 1.2.4 โปแตสเซียมไอโอไดด์ KI, analysis, Merck.
- 1.2.5 ไอโอดีนไตรคลอไรด์ ICl_3 , synthesis, Merck.
- 1.2.6 แก๊สไนโตรเจน
- 1.2.7 ไนโตรเจนเหลว
- 1.2.8 สารละลายน้ำแข็ง
- 1.2.9 กรดไฮโดรคลอริก HCl, analysis, Merck.

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ชุดตะแกรงร่อน ใช้ตะแกรงร่อนตามมาตรฐานไทเลอร์เบอร์ 10, 20, 35 และ 48 และจัดชุดการทดลองดังแสดงในภาพประกอบที่ 5



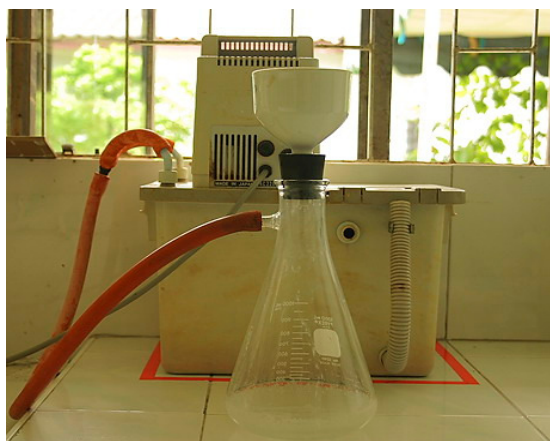
ภาพประกอบที่ 5 ชุดตะแกรงร่อนตามมาตรฐานไทเลอร์

3.2.2 ชุดเตาเผาทรงกระบอก ประกอบด้วยท่อปฏิกรณ์ทำด้วยสแตนเลสมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร ความยาว 32 และ 50 เซนติเมตร ด้านหัวและท้ายถูกปิดด้วยฝาเกลียวที่เจาะเพื่อนำส่งก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบด้วยอัตรา 4 l/min และนำแก๊สที่ได้จากการเผาไหม้ออกจากระบบ ดังแสดงในภาพประกอบที่ 6



ภาพประกอบที่ 6 เตาเผาแบบทรงกระบอก

3.2.3 ชุดกรองลดความดัน ถูกนำมาใช้ทำล้างความสะอาดถ่านกัมมันต์ที่ได้จากการกระตุ้นด้วยกรด โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1M และน้ำกลั่น ดังแสดงในภาพประกอบที่ 7



ภาพประกอบที่ 7 ชุดกรองลดความดันเพื่อใช้ล้างถ่านกัมมันต์

3.2.4 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค ถูกนำมาใช้เพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้กับการกระจายขนาดซีล้อยที่ผ่านการร่อนตะแกรง ดังแสดงในภาพประกอบที่ 8



ภาพประกอบที่ 8 เครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

3.2.5 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว Surface Area, SA3100, Coulter, U.S.A. เพื่อหาพื้นที่ผิว BET ของอนุภาค ดังแสดงในภาพประกอบที่ 9



ภาพประกอบที่ 9 เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิว

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 การเตรียมวัตถุดิบ

การคัดขนาดอนุภาคขี้เลื่อยไม้ยางพารา

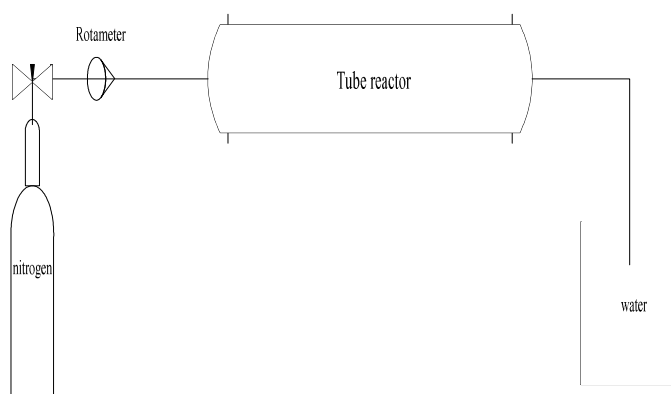
ขี้เลื่อยไม้ยางพาราได้รับการอนุเคราะห์จากโรงเลื่อยไม้ในอำเภอรัตนภูมิ จังหวัดสงขลา จากตัวอย่างที่ได้มาพบว่า ขี้เลื่อยไม้ยางพารามีขนาดหลากหลาย จึงทำการคัดขนาดอนุภาคเพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอ แล้วจึงเลือกเอาขนาดส่วนใหญ่ของขี้เลื่อยเป็นวัตถุดิบในการทดลอง

การคัดขนาดใช้ตะแกรงร่อนเบอร์ 10, 20, 35 และ 48 (มาตรฐานไทเลอร์) นำขี้เลื่อยที่ค้างบนตะแกรงร่อนเบอร์ 35 ไปทำการทดลองต่อไป โดยในที่นี้ขี้เลื่อยบนตะแกรงร่อนเบอร์ 35 ถูกนำมาทดสอบกับเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเพื่อยืนยันผลการกระจายขนาด

การวิเคราะห์สมบัติเบื้องต้น (proximate analysis) ขี้เลื่อยไม้ยางพาราจะถูกนำมาหาคุณสมบัติพื้นฐาน ดังนี้ ปริมาณเถ้า ปริมาณสารระเหย ปริมาณความชื้น และปริมาณคาร์บอนคงตัว

3.3.2 การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก

ในการผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก จะทำการเผาภายใต้สถานะไนโตรเจน โดยให้ปลายท่อทางออกปล่อยควันลงสู่ถังน้ำเพื่อไม่ให้เกิดมลพิษทางอากาศ ซึ่งชุดการทดลองแสดงดังภาพประกอบที่ 10



ภาพประกอบที่ 10 แสดงชุดการทดลองในการผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก

ในการผลิตถ่านกัมมันต์จากการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกได้ทำการศึกษาปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ โดยขั้นตอนในการศึกษาปัจจัยต่างๆเป็นดังนี้

- อบซีลี้อยที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- ชั่งซีลี้อย 15 กรัม ใส่บีกเกอร์
- ชั่งกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 50% โดยน้ำหนักใส่บีกเกอร์ที่มีซีลี้อย ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- ทำการเผาที่อุณหภูมิต่ำโดยนำซีลี้อยที่แช่กรดครบ 24 ชั่วโมงแล้ว ใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอกเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

ศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิ

- ในการศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิจะทำการกระตุ้นที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส ให้อัตราส่วนซีลี้อย:กรดคงที่ที่ 1:2 และเวลาในการเผาคงที่ที่ 60 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

ศึกษาปัจจัยของเวลา

- การศึกษาปัจจัยของเวลาทำการกระตุ้นที่อุณหภูมิคงที่ ที่ให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานที่ดีที่สุดที่ได้จากการศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิ โดยให้อัตราส่วนจีเลอเย:กรดคงที่ที่ 1:2 และเวลาในการเผา 45, 60 และ 90 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

ศึกษาปัจจัยของอัตราส่วนจีเลอเย:กรด

- การศึกษาปัจจัยของอัตราส่วนจะทำการกระตุ้นที่อุณหภูมิและเวลาคงที่ ที่ให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานที่ดีที่สุดที่ได้จากการศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิและเวลา โดยอัตราส่วนจีเลอเย:กรด เป็น 1:1, 1:2 และ 1:3 ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้จากการศึกษาแต่ละปัจจัยไปชั่งน้ำหนัก หลังจากนั้นล้างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 M โดยกรองด้วยชุดกรองลดความดันกับกระดาษวอทแมนเบอร์ 42

- อบถ่านกัมมันต์ที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำถ่านที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก

- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าคุณสมบัติพื้นฐาน

- นำข้อมูลค่าคุณสมบัติพื้นฐานต่างๆที่ได้ไปพลอตกราฟระหว่างค่าคุณสมบัติพื้นฐานต่างๆกับปัจจัยแต่ละตัว เพื่อเลือกช่วงของปัจจัยที่ให้คุณภาพของถ่านกัมมันต์ที่ดีที่สุด นำไปศึกษากับ RSM

การผลิตถ่านกัมมันต์โดยกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกพร้อมกับเทคนิค RSM

- อบจีเลอเยที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

- ชั่งจีเลอเย 15 กรัม ใส่บีกเกอร์

- ชั่งกรดฟอสฟอริกเข้มข้น 50% โดยน้ำหนัก ตามอัตราส่วนที่ได้จากการออกแบบด้วยเทคนิค RSM ใส่บีกเกอร์ที่มีจีเลอเย ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

- ทำการเผาที่อุณหภูมิค่าโดยนำจีเลอเยที่แช่กรดครบ 24 ชั่วโมง แล้วใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอกเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

- ทำการกระตุ้นที่อุณหภูมิสูง โดยสภาวะอุณหภูมิและระยะเวลาได้จาก RSM ในตารางที่ 7 ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก หลังจากนั้นล้างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอก

ไซค์ความเข้มข้น 1 M โดยกรองด้วยชุดกรองลดความดันกับกระดาษวอทแมนเบอร์ 42

- อบถ่านที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำถ่านไปชั่งน้ำหนัก

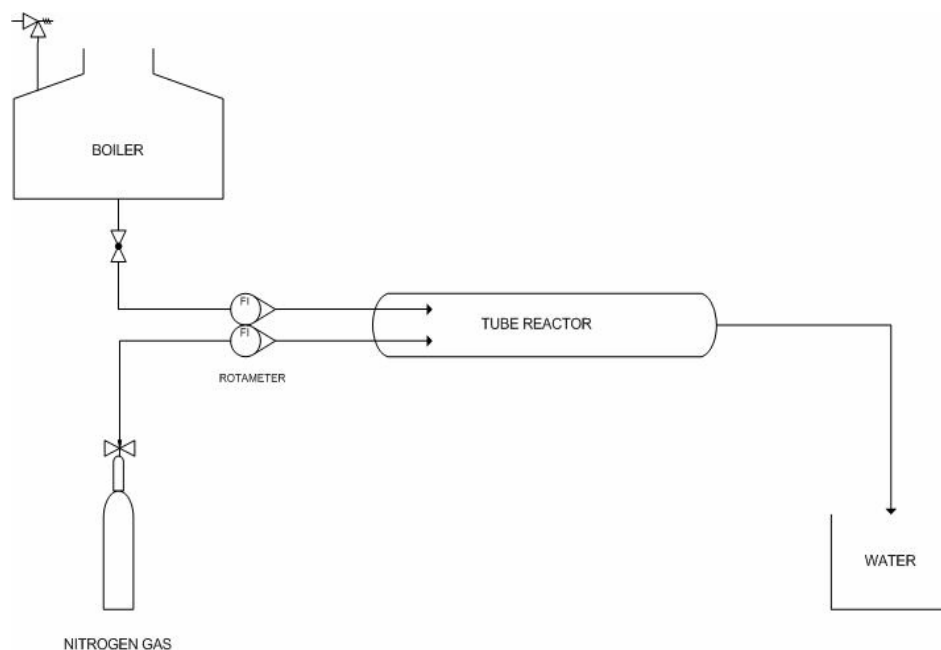
- นำถ่านกัมมันต์ไปวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิว BET Surface Area, SA3100, Coulter, U.S.A. ค่าการดูดซับไอโอดีน pH และความหนาแน่นปรากฏ

ตารางที่ 7 แสดงสภาวะการทดลองการผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกที่ได้จากการออกแบบการทดลองด้วยเทคนิค RSM

สภาวะที่	อัตราส่วนขี้เถื่อย:กรด	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)
1	1:1.2	639	55
2	1:1.8	461	55
3	1:2	550	68
4	1:1.5	550	90
5	1:1.8	639	55
6	1:1.5	700	68
7	1:1.2	639	81
8	1:1.2	461	81
9	1:1.8	639	81
10	1:1.5	550	68
11	1:1.5	550	45
12	1:1.5	550	68
13	1:1.5	550	68
14	1:1.2	461	55
15	1:1.5	400	68
16	1:1	550	68
17	1:1.5	550	68
18	1:1.5	461	81

3.3.3 การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ

ในการผลิตถ่านกัมมันต์ด้วยไอน้ำประกอบไปด้วยหม้อต้มน้ำ ก๊าซไนโตรเจน โดยปลายท่อจะปล่อยควันที่เกิดระหว่างการทดลองลงสู่ถังน้ำ ชุดการทดลองแสดงดังภาพประกอบที่ 11



ภาพประกอบที่ 11 แสดงชุดการทดลองในการผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ

ในการผลิตถ่านกัมมันต์จากการกระตุ้นด้วยไอน้ำได้ทำการศึกษาปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ โดยขั้นตอนในการศึกษาปัจจัยต่างๆเป็นดังนี้

ศึกษาปัจจัยของเวลาในการคาร์บอไนซ์

- อบซีลี้อยที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- ชั่งซีลี้อย 15 กรัม ใส่บีกเกอร์
- ทำการเผาที่อุณหภูมิค่าโดยนำซีลี้อยใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอกเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ใช้เวลาในการคาร์บอไนซ์ 30, 45 และ 60 นาที
- ทำการกระตุ้นด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิกองที่ 700 องศาเซลเซียส และเวลาในการเผากองที่ 60 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก

- อบถ่านกัมมันต์ที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำถ่านที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก เพื่อหาความชื้น
- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่าคุณสมบัติพื้นฐาน
- นำข้อมูลที่ได้ไปพลอตกราฟระหว่างค่าคุณสมบัติพื้นฐาน กับ เวลาในการคาร์บอนไนซ์ โดยเลือกช่วงของเวลาที่ทำให้คุณภาพของถ่านกัมมันต์ดีที่สุด เพื่อนำไปศึกษากับ RSM

ศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิในการกระตุ้น

- อบซีลี้อยที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- ชั่งซีลี้อย 15 กรัม ใส่บีกเกอร์
- ทำการเผาที่อุณหภูมิค่าโดยนำซีลี้อยใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอก เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่เวลาที่ทำให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานที่ดีที่สุดที่ได้จากการศึกษาเวลาในการคาร์บอนไนซ์ โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
- ทำการกระตุ้นด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส และเวลาในการเผาครั้งที่ 60 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก
- อบถ่านกัมมันต์ที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำถ่านที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก แล้วนำไปวิเคราะห์หาค่าคุณสมบัติพื้นฐาน
- นำข้อมูลที่ได้ไปพลอตกราฟระหว่างค่าคุณสมบัติพื้นฐาน กับ อุณหภูมิในการเผา โดย เลือกช่วงของอุณหภูมิที่ทำให้คุณภาพของถ่านกัมมันต์ดีที่สุด เพื่อนำไปศึกษากับ RSM

ศึกษาปัจจัยของเวลาในการกระตุ้น

- อบซีลี้อยที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- ชั่งซีลี้อย 15 กรัม ใส่บีกเกอร์
- ทำการเผาที่อุณหภูมิค่าโดยนำซีลี้อยใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอก เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ที่เวลาที่ทำให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานสูงสุดที่ได้จากการศึกษาเวลาในการคาร์บอนไนซ์ โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
- ทำการกระตุ้นด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิต่างๆ ที่ให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานที่ดีที่สุดที่ได้จากการศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิ และเวลาในการเผา 45, 60 และ 90 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน
- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก

- อบถ่านกัมมันต์ที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำถ่านที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก

- นำถ่านกัมมันต์ไปวิเคราะห์หาค่าคุณสมบัติพื้นฐานต่างๆ

- นำข้อมูลที่ได้ไปพลอตกราฟระหว่างค่าคุณสมบัติพื้นฐาน กับเวลาในการกระตุ้น โดย เลือกช่วงของเวลาที่ทำให้คุณภาพของถ่านกัมมันต์ดีที่สุด เพื่อนำไปศึกษาเกี่ยวกับRSM

การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำร่วมกับเทคนิค RSM

- อบซีลี้อยู่ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

- ชั่งซีลี้อยู่ 15 กรัม ใส่บีกเกอร์

- ทำการเผาซีลี้อยู่โดย ใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอกเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ตามระยะเวลาที่ได้จากการออกแบบด้วย RSM โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

- ทำการกระตุ้นด้วยไอน้ำ โดยสภาวะอุณหภูมิและระยะเวลาได้จาก RSM ในตารางที่ 8 ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

- นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก อบถ่านกัมมันต์ที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

- หลังจากนั้นนำถ่านที่ได้ไปชั่งน้ำหนัก

- นำถ่านกัมมันต์ไปวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิว BET Surface Area, SA 3100, Coulter, U.S.A. ค่าการดูดซับไอโอดีน พีเอช และความหนาแน่นปรากฏ

ตารางที่ 8 แสดงสถานะการทดลองการผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำที่ได้จากการออกแบบการทดลองด้วยเทคนิค RSM

สถานะที่	เวลาการคาร์บอนไนซ์ (นาที)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลาการกระตุ้น (นาที)
1	45	650	68
2	45	650	45
3	54	740	81
4	37	740	55
5	54	740	55
6	37	561	81
7	37	561	55
8	45	650	90
9	45	650	68
10	45	500	68
11	60	650	68
12	54	561	55
13	54	561	81
14	45	650	68
15	37	740	81
16	45	650	68
17	30	650	68
18	45	800	68

3.3.4 การทดสอบสมบัติต่างๆของถ่านกัมมันต์

การวิเคราะห์องค์ประกอบโดยประมาณ (ดังแสดงในภาคผนวก ข)

- ความชื้นตาม ASTM D 3838-80 (1982)
- ปริมาณเถ้าตาม ASTM 3174-93 (1982)
- ปริมาณสารระเหยตาม ASTM 3172-73 (1982)

การวิเคราะห์สมบัติของถ่านกัมมันต์

- การดูดซับไอโอดีนตาม ASTM D 4607-86
- ความหนาแน่นปรากฏตาม JIS 1474-1975
- ความเป็นกรด-ด่าง (Hassler, 1974)
- พื้นที่ผิวตามคู่มือการใช้เครื่อง BET Surface Area, SA 3100, Coulter, U.S.A.
- Scanning Electron Microscope ตามคู่มือการใช้เครื่อง SEM 5200

โดยในบทนี้บอกให้ทราบถึง วิธีการทดลองการผลิตถ่านกัมมันต์ที่ใช้ในงานวิจัย ทั้งกรณีที่กระตุ้นทางเคมีและทางกายภาพ ในการกระตุ้นทางเคมีจะใช้กรดฟอสฟอริกเนื่องจากทำให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ผิวค่อนข้างสูง อีกทั้งไม่กระทบต่อสิ่งแวดล้อมเหมือนซิงค์คลอไรด์ซึ่งเป็นสารเคมีอีกชนิดที่นิยมใช้ สำหรับการกระตุ้นทางกายภาพจะใช้ไอน้ำ เนื่องจากให้โครงสร้างของถ่านกัมมันต์ดีกว่าก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งเป็นตัวที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายพอกับไอน้ำ (<http://www.sc.chula.ac.th/ASCON2002> วันที่ 08/12/04) สำหรับค่าคุณสมบัติพื้นฐานของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากการกระตุ้นแต่ละวิธีนั้น มีแนวโน้มเป็นอย่างไรได้กล่าวในบทต่อไป