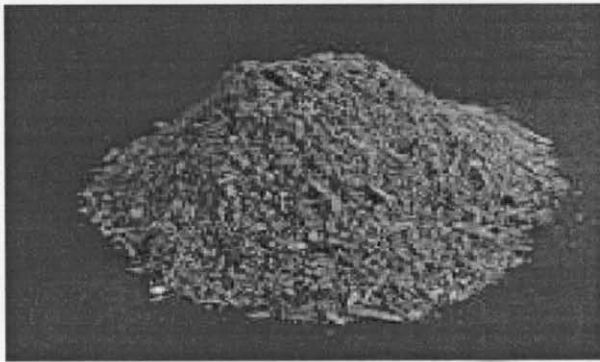


## บทที่ 3

### วิธีการทดลอง

#### 3.1 วัสดุ

3.1.1 วัตถุดิบ : ขี้เลื่อยไม้ยางพาราจากบริษัทอัคราพาราเวด อ.รัตภูมิ จ.สงขลา มีลักษณะดังรูปที่ 1



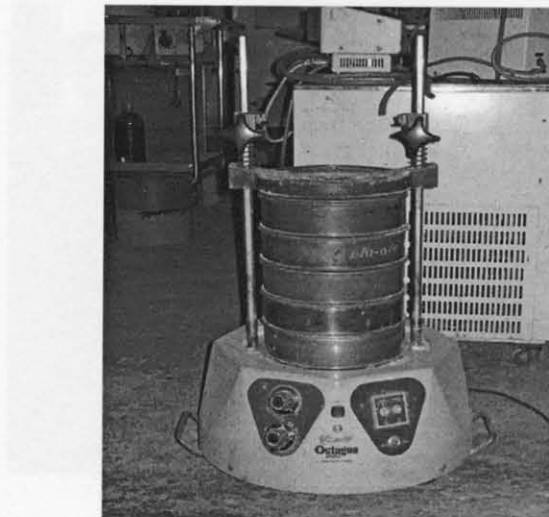
รูปที่ 1 ขี้เลื่อยไม้ยางพาราจากโรงเลื่อยไม้ในจังหวัดสงขลา

#### 3.1.2 สารเคมี

- 3.1.2.1 กรดฟอสฟอริก ( $H_3PO_4$ ), AR grade (Merck)
- 3.1.2.2 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $NaOH$ ), AR grade (Merck)
- 3.1.2.3 โซเดียมไทโอซัลเฟต ( $Na_2S_2O_3$ ), AR grade (Univar)
- 3.1.2.4 โปแตสเซียมไอโอไดด์ ( $KI$ ), AR grade (Merck)
- 3.1.2.5 ไอโอดีนไตรคลอไรด์ ( $ICl_3$ ), AR grade (Merck)
- 3.1.2.6 กรดไฮโดรคลอริก ( $HCl$ ), AR grade (Merck)
- 3.1.2.7 สารละลายน้ำแป้ง (Starch Soluble), AR grade (BDH)
- 3.1.2.8 กรดซาลิไซลิก (Salicylic acid), AR grade (May&Baker)
- 3.1.2.9 แก๊สไนโตรเจน, Commercial grade (TIG)
- 3.1.2.10 ไนโตรเจนเหลว, Commercial grade (TIG)

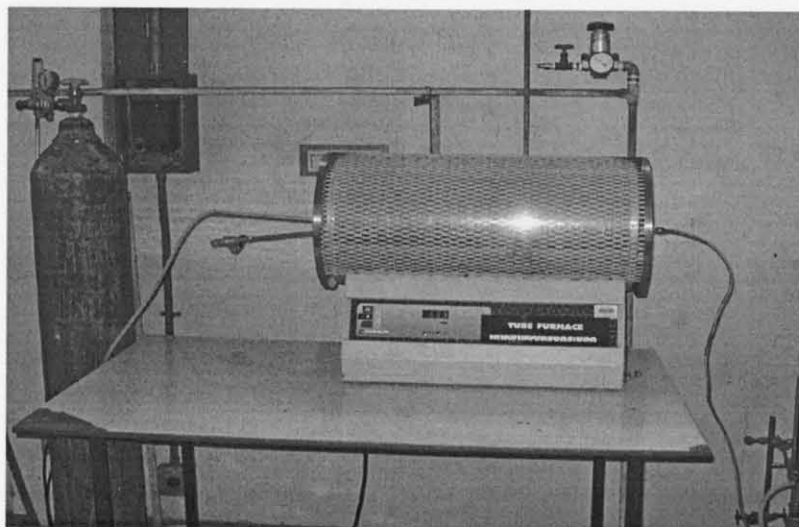
## 3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ชุดตะแกรงร่อน ใช้ตะแกรงร่อนตามมาตรฐานไทเลอร์เบอร์ 10, 20, 35 และ 48 และจัดชุดคัตขนาดดังแสดงในรูปที่ 2



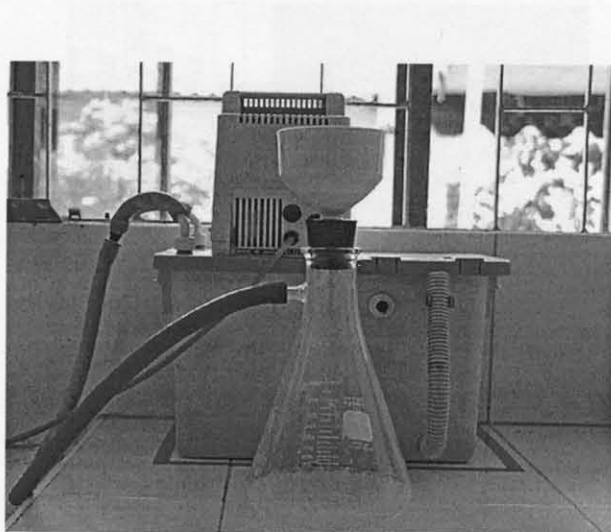
รูปที่ 2 ชุดตะแกรงร่อนตามมาตรฐานไทเลอร์

3.2.2 ชุดเตาเผาทรงกระบอก ประกอบด้วยท่อปฏิกิริยาทำด้วยสแตนเลสมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร ความยาว 32 และ 50 เซนติเมตร ด้านหัวและท้ายถูกปิดด้วยฝาเกลียวที่เจาะเพื่อนำส่งแก๊สเข้าสู่ระบบ และนำแก๊สที่ได้จากการเผาไหม้ออกจากระบบ ดังแสดงในรูปที่ 3



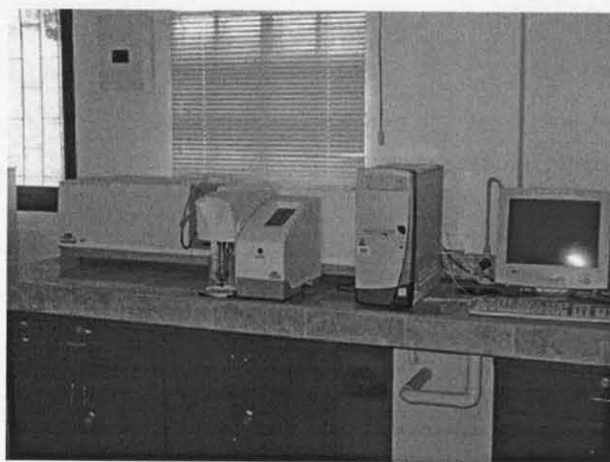
รูปที่ 3 เตาเผาแบบทรงกระบอก

3.2.3 ชุดกรองลดความดัน ถูกนำมาใช้ทำล้างความสะอาดถ่านกัมมันต์ที่ได้จากการกระตุ้นด้วยกรด โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1M และน้ำกลั่น ดังแสดงในรูปที่ 4



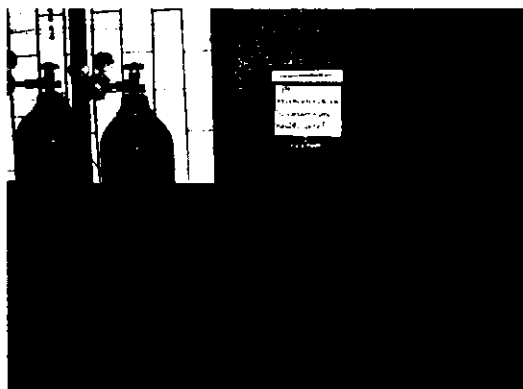
รูปที่ 4 ชุดกรองลดความดันเพื่อใช้ล้างถ่านกัมมันต์

3.2.4 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค เพื่อเปรียบเทียบผลวิธีกับผลการคัดขนาดด้วยวิธีร่อนตะแกรง ดังแสดงในรูปที่ 5



รูปที่ 5 เครื่องมือวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

3.2.5 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (SA3100, Coulter, U.S.A.) เพื่อหาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของอนุภาค ดังแสดงในรูปที่ 6



รูปที่ 6 เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิว

### 3.3 วิธีการวิจัย

#### 3.3.1 การเตรียมวัตถุดิบ

ซีลี้อยไม้ยางพาราได้รับการอนุเคราะห์จาก โรงเลื่อยไม้ในอำเภอรัตคภูมิ จังหวัดสงขลา จากตัวอย่างที่ได้มาพบว่า ซีลี้อยไม้ยางพารามีขนาดหลากหลาย จึงทำการคัดขนาดอนุภาคเพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอ การคัดขนาดใช้ตะแกรงร่อนเบอร์ 10, 20, 35 และ 48 (มาตรฐานไทเลอร์) แล้วจึงเลือกเอาขนาดส่วนใหญ่ของซีลี้อยที่ตกค้างบนตะแกรงมากที่สุดเป็นวัตถุดิบในการทดลอง ขนาดของอนุภาคที่ได้จากการคัดขนาดด้วยตะแกรงร่อนจะนำไปเป็นขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาด

การวิเคราะห์สมบัติโดยประมาณ (proximate analysis) ซีลี้อยไม้ยางพาราจะถูกนำมาหาคุณสมบัติพื้นฐาน ดังนี้ ปริมาณเถ้า [ASTM 3174-93 (1982)], ปริมาณสารระเหย [ASTM 3172-73 (1982)], ปริมาณความชื้น และปริมาณคาร์บอนคงตัว [ASTM D 3838-80 (1982)] ถูกนำมาวิเคราะห์ห่อหุ้มประกอบโดยประมาณดังแสดงไว้ในภาคผนวก ก

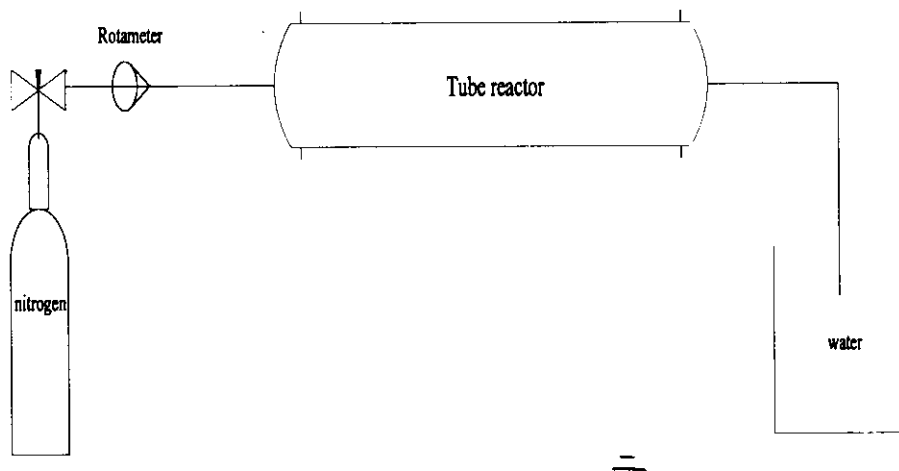
#### 3.3.2 การทดสอบสมบัติของถ่านกัมมันต์และร้อยละผลได้การผลิต

- ร้อยละผลได้ของการผลิต (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข)
- การดูดซับไอโอดีนตาม ASTM D 4607-86 (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข)
- ความหนาแน่นปรากฏตาม JIS 1474-1975 (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข)
- ความเป็นกรด-ด่าง (Hassler, 1974) (รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ข)
- พื้นที่ผิวจำเพาะตามคู่มือการใช้เครื่อง (SA 3100, Coulter, U.S.A.)
- โครงสร้างพื้นผิวดูด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning Electron

Microscope ตามคู่มือการใช้เครื่อง SEM 5200

### 3.3.3 การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก

การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกมีชุดเครื่องมือประกอบด้วยถังแก๊สไนโตรเจน เครื่องควบคุมอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจน เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อ และท่อสแตนเลสเพื่อใส่ขี้เลื่อย โดยปลายท่อทางออกปล่อยควันทงสู่ถังน้ำเพื่อลดมลพิษทางอากาศ การเผาหรือการคาร์บอนในเซชันดำเนินภายใต้สภาวะไนโตรเจน ซึ่งชุดการทดลองแสดงดังรูปที่ 7



รูปที่ 7 ชุดการทดลองการผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก

วิธีการทดลองในงานวิจัยนี้ได้ทำการประยุกต์จากงานวิจัยของ Srinivasakannan and Baker (2004) เพื่อปรับแนวทางการทดลองให้เหมาะสม โดยการทดลองเริ่มจากขั้นตอนการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิต่ำดังนี้ ขี้เลื่อยที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปริมาณ 15 กรัม ใส่บีกเกอร์ จากนั้นใช้กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 50% โดยน้ำหนัก มาผสม (ปริมาณกรดที่ใช้ขึ้นกับอัตราส่วนที่ออกแบบการทดลอง) ในบีกเกอร์ที่มีขี้เลื่อย ตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง แล้วจึงทำการเผาที่อุณหภูมิต่ำโดยนำขี้เลื่อยที่แช่กรดครบ 24 ชั่วโมงแล้ว ใส่ในท่อปฏิกรณ์ทรงกระบอกเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 4 ลิตรต่อนาที

การกระตุ้นด้วยการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิสูงมีดังนี้ ให้นำขี้เลื่อยที่ผ่านการคาร์บอนในเซชันอุณหภูมิต่ำแล้ว เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ที่ทำงานภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยควบคุมอุณหภูมิการกระตุ้นและเวลาการกระตุ้นตามต้องการ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกระตุ้นจะถูกนำไปชั่งน้ำหนัก แล้วล้างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 M โดยกรองด้วยชุดกรองลดความดันกับกระดาษวอทแมนเบอร์ 42 หลังจากนั้นให้อบถ่านกัมมันต์ที่ได้ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำถ่านที่ได้ไปชั่งน้ำหนักและวิเคราะห์หาสมบัติ ได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ค่าการดูดซับไอโอดีน ร้อยละผลได้ ความหนาแน่นบัลต์ และความเป็นกรดด่าง เป็นต้น การทดลองทุกสภาวะจะทำซ้ำ 3 ครั้ง

การทดลองการผลิตถ่านกัมมันต์ด้วยการกระตุ้นของกรดฟอสฟอริกเพื่อศึกษาปัจจัยหลักที่มีผลต่อคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ ดังนี้

### 3.3.3.1 ปัจจัยของอุณหภูมิการกระตุ้น

วัตถุดิบที่ผ่านขั้นตอนการคาร์บอไนเซชันที่อุณหภูมิต่ำ จะถูกนำมาศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิการกระตุ้นที่ 400, 500, 600 และ 700 องศาเซลเซียส โดยควบคุมให้อัตราส่วนขี้เลื่อย:กรด 1:2 และเวลาในการเผา 60 นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

### 3.3.3.2 ปัจจัยของเวลาการกระตุ้น

วัตถุดิบที่ผ่านขั้นตอนการคาร์บอไนเซชันที่อุณหภูมิต่ำ จะถูกนำมาศึกษาปัจจัยของเวลาการกระตุ้นที่ 45, 60 และ 90 นาที โดยควบคุมให้อุณหภูมิการกระตุ้นคงที่ (เลือกอุณหภูมิการกระตุ้นที่ให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานที่ดีที่สุดจากข้อ 3.3.3.1) และควบคุมอัตราส่วนขี้เลื่อย:กรดที่ 1:2

### 3.3.3.3 ปัจจัยของอัตราส่วนขี้เลื่อย:กรด

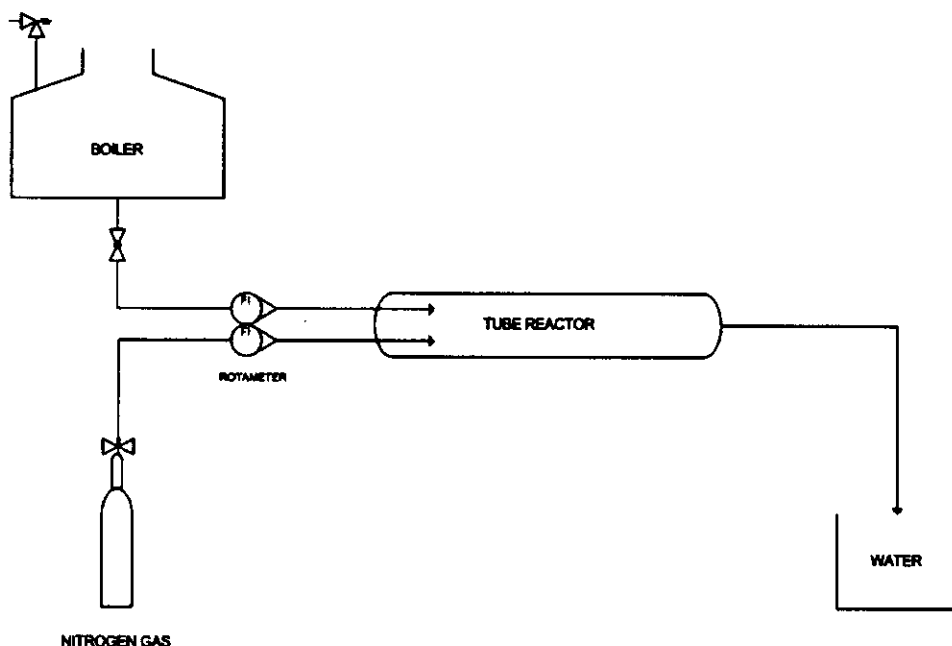
วัตถุดิบที่ผ่านขั้นตอนการคาร์บอไนเซชันที่อุณหภูมิต่ำ จะถูกนำมาศึกษาปัจจัยของอัตราส่วนขี้เลื่อย:กรดเป็น 1:1, 1:2 และ 1:3 โดยควบคุมให้อุณหภูมิการกระตุ้นและเวลาการกระตุ้นคงที่ (เลือกอุณหภูมิการกระตุ้นและเวลาการกระตุ้นที่ให้ค่าคุณสมบัติพื้นฐานที่ดีที่สุดจากข้อ 3.3.3.1 และ 3.3.3.2)

## 3.3.4 การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ

การผลิตถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำมีชุดเครื่องมือประกอบด้วยถังแก๊สไนโตรเจน หม้อต้มน้ำ (boiler) เครื่องควบคุมอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนและไอน้ำ เครื่องปฏิกรณ์แบบท่อและท่อสแตนเลสเพื่อใส่ขี้เลื่อย โดยปลายท่อจะปล่อยควันที่เกิดระหว่างการทดลอง ชุดการทดลองแสดงดังรูปที่ 8

การทดลองการผลิตถ่านกัมมันต์จากการกระตุ้นด้วยไอน้ำ จะเริ่มจากขั้นตอนการคาร์บอไนเซชันดังนี้ ขี้เลื่อยที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปริมาณ 15 กรัม ใส่ในท่อสแตนเลสเพื่อทำการคาร์บอไนเซชันที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาการคาร์บอไนเซชันที่ต้องการทดลอง โดยเผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่มีอัตราการไหล 4 ลิตรต่อนาที

สำหรับการกระตุ้นด้วยไอน้ำมีดังนี้ ให้นำขี้เลื่อยที่ผ่านการคาร์บอไนเซชันข้างต้น เข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ที่ทำงานภายใต้บรรยากาศไอน้ำหวดยิ่ง (สภาวะไอน้ำหวดยิ่งอุณหภูมิ 155 องศาเซลเซียส ความดัน 5 บาร์) ที่มีอัตราการไหล 4 ลิตรต่อนาที โดยควบคุมอุณหภูมิการกระตุ้น และเวลาการกระตุ้นตามต้องการ สำหรับถ่านกัมมันต์ที่ได้จากการทดลองจะถูกนำไปชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปชั่งน้ำหนักและวิเคราะห์หาสมบัติ ได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ค่าการดูดซับไอโอดีน ร้อยละผลได้ ความหนาแน่นบัลค์ และความเป็นกรดต่าง รวมทั้งการทดลองทุกสภาวะจะทำซ้ำ 3 ครั้ง



รูปที่ 8 ชุดการทดลองการผลิตด่างมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ

การทดลองการผลิตด่างมันต์ด้วยการกระตุ้นของไอน้ำได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อคุณสมบัติของด่างมันต์ ดังนี้

#### 3.3.4.1 ปัจจัยของเวลาการคาร์บอไนซ์

ขั้นตอนของการคาร์บอไนซ์ที่อุณหภูมิคงที่ 400 องศาเซลเซียส ถูกนำมาศึกษาในช่วงเวลาการคาร์บอไนซ์เป็น 30, 45 และ 60 นาที โดยควบคุมให้ขั้นตอนการกระตุ้นด้วยไอน้ำคงที่ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และเวลาในการกระตุ้น 60 นาที

#### 3.3.4.2 ปัจจัยของอุณหภูมิในการกระตุ้น

วัตถุดิบที่ผ่านขั้นตอนการคาร์บอไนซ์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสและใช้เวลาที่ดีที่สุดจากข้อ 3.3.4.1 ถูกควบคุมให้คงที่ตลอด การศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิการกระตุ้นด้วยไอน้ำดำเนินที่ 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส และควบคุมเวลาการกระตุ้นคงที่ที่ 60 นาที

#### 3.3.4.3 ปัจจัยของเวลาในการกระตุ้น

วัตถุดิบที่ผ่านขั้นตอนการคาร์บอไนซ์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสและใช้เวลาที่ดีที่สุดจากข้อ 3.3.4.1 ถูกควบคุมให้คงที่ตลอด การศึกษาปัจจัยของเวลาการกระตุ้นด้วยไอน้ำในช่วง 45, 60 และ 90 นาที และควบคุมให้อุณหภูมิการกระตุ้นคงที่ (เลือกอุณหภูมิการกระตุ้นที่ดีที่สุดจากข้อ 3.3.4.2)

### 3.3.5 การออกแบบการทดลองและวิเคราะห์การถดถอย

จากข้อมูลการศึกษาปัจจัยของตัวแปรอิสระต่อกระบวนการผลิตถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริกและไอน้ำพบว่าตัวแปรอิสระที่เลือกใช้ศึกษามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าตัวแปรตาม (พื้นที่ผิว, ค่าการดูดซับไอโอดีน และร้อยละผลได้) อย่างเห็นได้ชัด ซึ่งตัวแปรอิสระของแต่ละกระบวนการแสดงได้ดังนี้

3.3.5.1 ถ่านกัมมันต์จากการกระตุ้นด้วยกรดฟอสฟอริก คือ อัตราส่วนขี้เลื่อย:กรด อุณหภูมิการกระตุ้น และเวลาการกระตุ้น

3.3.5.2 ถ่านกัมมันต์จากการกระตุ้นด้วยไอน้ำคือ เวลาการคาร์บอไนเซชัน อุณหภูมิการกระตุ้น และเวลาการกระตุ้น

การออกแบบการทดลองเพื่อศึกษาผลกระทบและความสัมพันธ์ระหว่างตัวแปรอิสระต่อสมบัติทั้งสามของถ่านกัมมันต์ด้วยโปรแกรม Essential regression บนฐานการออกแบบ central composite ที่ดำเนินแบบ  $2^3$  factorial design เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม โดยเลือกความสัมพันธ์ในรูปแบบ quadratic surface และการทดลองทุกสภาวะจะทำซ้ำ 3 ครั้ง