

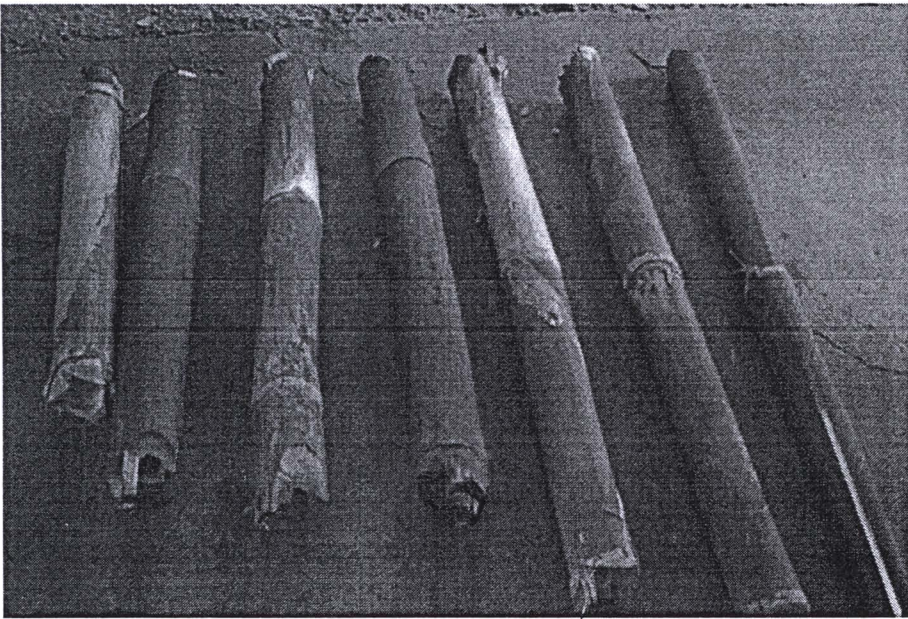
บทที่ 2

การทดลอง

2.1 วัสดุ สารเคมี และอุปกรณ์

2.1.1 วัสดุ

ไฟรวกอายุ 2 ปี จากอำเภอไชยปราการ จังหวัดเชียงใหม่ แสดงดังรูป 2.1



รูป 2.1 ไฟรวก

2.1.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยแสดงไว้ดังตาราง 2.1

ตาราง 2.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

ชื่อ	สูตรเคมี	เกรด	บริษัทผู้ผลิต
กรดเบนโซอิก	$C_7H_6O_2$	AR	Fluka
กรดไฮโดรคลอริก	HCl	AR	Merck
เกลือไอโอดีน	I_2	Lab	Johnsons of Hendon LTD
โซเดียมคาร์บอเนต	Na_2CO_3	AR	ลาร์คริสเตนเซน เคมีคัลปี
โซเดียมไทโอซัลเฟต	$Na_2S_2O_3$	Lab	J.T. Baker
โซเดียมไฮดรอกไซด์	NaOH	Lab	Merck
แบเรียมคลอไรด์	$BaCl_2 \cdot 2H_2O$	AR	Merck
ซิลเวอร์ไนเตรท	$AgNO_3$	AR	Carlo Erba
โพแตสเซียมไอโอไดด์	KI	Lab	J.T. Baker
โพแตสเซียมไอโอดेट	KIO_3	Lab	J.T. baker
โพแตสเซียมคลอไรด์	KCl	Lab	Merck
อะซีโตน	C_3H_6O	Lab	Scharlau
แป้ง	-	-	-
เมทิลีนบลู	$C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$	AR	Carlo Erba
เมทิลออเรนจ์	$C_{14}H_{14}N_3O_3SNa$	AR	Sigma chemical.co.

2.1.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย แสดงไว้ดังตาราง 2.2

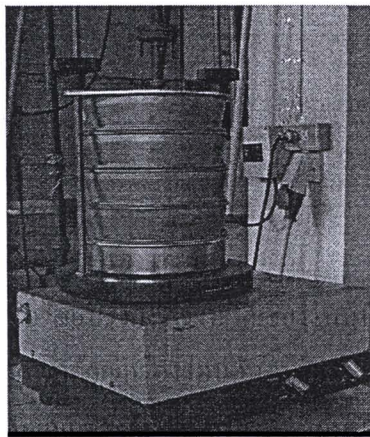
ตาราง 2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	บริษัท
เตาปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง	-	สร้างในห้องปฏิบัติการ ⁽³⁴⁾
เครื่องชั่งสารละเอียด	BA 210S	Sartorius Basic
เครื่องชั่งสารหยาบ	B 610	Sartorius Basic
เครื่องบด	-	Retsch
เครื่องร่อน	AS 200	Retsch
ตะแกรงร่อน	-	Retsch
เตาอบ	PV-110	Taibai Espect Corp.
เตาเผา	-	Eurotherm Electric Furnaces
Bomb washing calorimeter	-	Parr Instrumentation Company, Inc.
KJT-Thermocouple Thermometer	-	Hanna instruments
CHNS/O Analyzer	PE 2400 Series	Perkin Elmer
Flow meter	-	Cole-Parmer
UV-visible spectrophotometer	G 1003A	Agilent
Scanning Electron Microscope	JEM-2010	Jeol

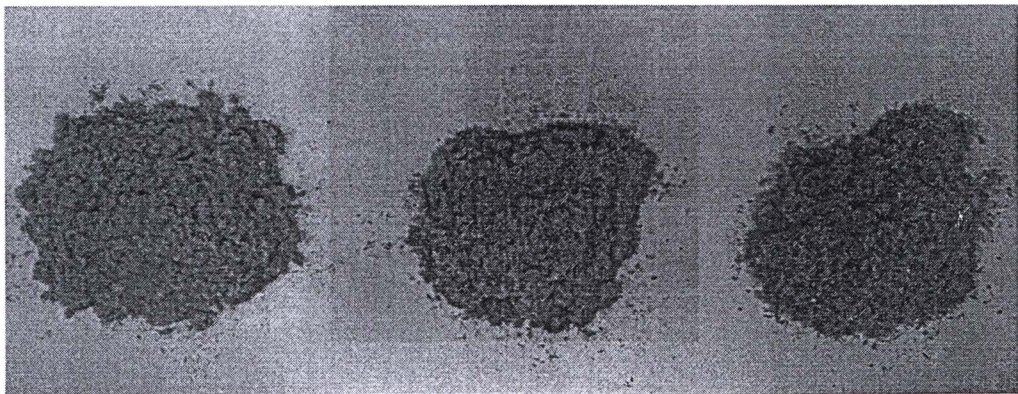
2.2 วิธีการทดลอง

2.2.1 การเตรียมวัตถุดิบ และการสอบเทียบเตาเผา

ไผ่รวกอายุ 2 ปี จากอำเภอไชยปราการ จังหวัดเชียงใหม่ นำมาทำความสะอาดตากให้แห้ง จากนั้นนำไปบดและคัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องร่อนคัดขนาด แสดงดังรูป 2.2 จะได้ขนาดอนุภาค <0.25 , $0.25-0.50$ และ $0.50-0.75$ มิลลิเมตร แสดงดังรูป 2.3 จากนั้นทำการสอบเทียบเตาเผาได้กราฟ การทดสอบ แสดงดังภาคผนวก ก



รูป 2.2 เครื่องร่อนคัดขนาด



รูป 2.3 ไผ่รวกที่มีขนาดอนุภาค <0.25 , $0.25-0.50$ และ $0.50-0.75$ มิลลิเมตร ตามลำดับ



2.2.2 การวิเคราะห์แบบประมาณของไฟรวก

วิธีการวิเคราะห์แบบประมาณของไฟรวกทำการวิเคราะห์ตาม ASTM E870-82 ซึ่งวิธีการทดลอง และการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข

2.2.3 การวิเคราะห์แบบประมาณของถ่านไม้ไฟ

วิธีการวิเคราะห์แบบประมาณของถ่านไม้ไฟทำการวิเคราะห์ตาม ASTM D 1762-84 ซึ่งวิธีการทดลอง และการคำนวณแสดงในภาคผนวก ค

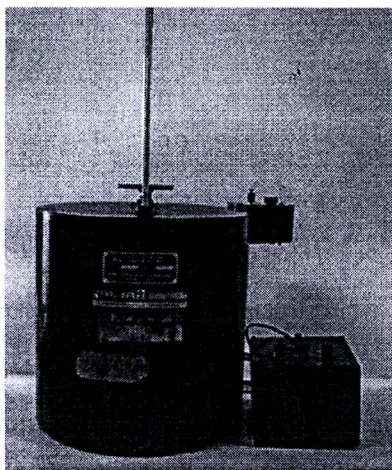
2.2.4 การวิเคราะห์แบบประมาณของถ่านกัมมันต์

วิธีการวิเคราะห์แบบประมาณของถ่านกัมมันต์ทำการวิเคราะห์ตาม ASTM D 2866-94 และ D 2867-99 ซึ่งวิธีการทดลอง และการคำนวณแสดงในภาคผนวก ง

2.2.5 การวิเคราะห์หาค่าความร้อน

1. การวิเคราะห์หาค่าความร้อน การคำนวณแสดงในภาคผนวก จ โดยชั่งน้ำหนักไฟรวก ปริมาณ 1 กรัม ใส่ลงในแคปซูล (combustion capsule)
2. นำแคปซูลใส่ในบอมบ์ ร้อยลวด (fuse wire) ยาวประมาณ 10 เซนติเมตรให้ผ่าน ตัวอย่าง
3. ปิดบอมบ์แล้วเติมออกซิเจน 25 - 35 ความดันบรรยากาศ จากนั้นไล่แก๊สออกแล้วเติมออกซิเจนเข้าไปใหม่อีกครั้ง
4. ใส่บอมบ์ลงในแคลอริมิเตอร์ บักเก็ต (calorimeter bucket) ซึ่งอยู่ใน (jacket)
5. ต่อบ่อจอร์สำหรับฟิวส์ (fuse) และใบกวน
6. เติมน้ำกลั่นประมาณ 2 ลิตร ลงในบักเก็ต (bucket)
7. ปิดฝาแคลอริมิเตอร์ แล้วหย่อนเทอร์โมมิเตอร์ลงไป เริ่มกวนให้อุณหภูมิคงที่ ใช้เวลาประมาณ 5 นาที
8. เมื่อถึงจุดที่สมดุล (อุณหภูมิคงที่หรือเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย) ให้เริ่มอ่านอุณหภูมิทุกๆ 1 นาที เป็นเวลา 5 นาที
9. กดปุ่มอิกนิชัน (ignition) เริ่มเกิดการเผาไหม้ในนาทีที่ 6 บันทึกอุณหภูมิ และเวลาที่อ่านค่า (อ่านทุก 15 วินาที หรือทุก 30 วินาที) ในช่วงที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จากนั้นอ่านทุกๆ 1 นาที อ่านต่อไปใช้เวลาทั้งหมดประมาณ 18 - 20 นาที อุณหภูมิจะเริ่มคงที่ ให้บันทึกอุณหภูมิที่คงที่ติดต่อกัน 5 นาที
10. หยดใบกวนแล้วเปิดฝาแคลอริมิเตอร์ ยกบอมบ์ออก ค่อยๆ ปลดปล่อยความดันในบอมบ์ให้ลดลงจนไม่มีเสียงอากาศออก

11. ล้างภายในบอมบ์ด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด เก็บน้ำที่ล้างได้ทั้งหมดไว้ในบีกเกอร์ แล้วนำไปไตเตรทกับ 0.0725 นอร์มอล โซเดียมคาร์บอเนต ใช้เมธิลเรด หรือเมธิลออเรนจ์ เป็นอินดิเคเตอร์
12. นำสารละลายที่ไตเตรทแล้วไปหาปริมาณซัลเฟอร์ในตัวอย่าง
13. วัดความยาวของลวดที่ไม่ถูกเผาไหม้จากนั้นนำค่าต่างๆ ที่ได้ มาคำนวณหาค่าความร้อนของตัวอย่าง แสดงดังภาคผนวก ก เครื่องวิเคราะห์ค่าความร้อน แสดงดังรูป 2.4

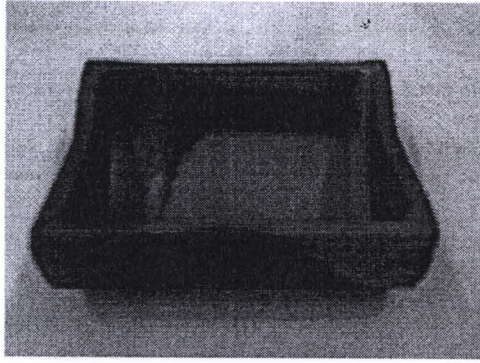


รูป 2.4 เครื่องวิเคราะห์ค่าความร้อน

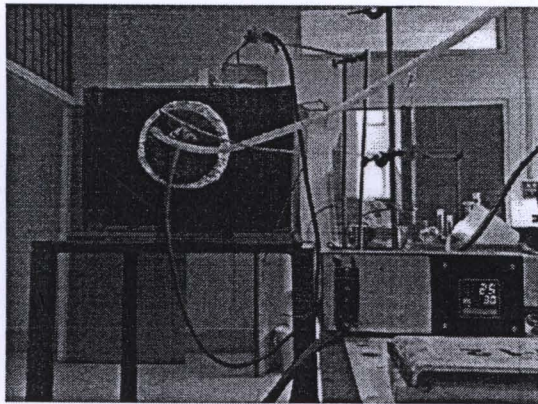
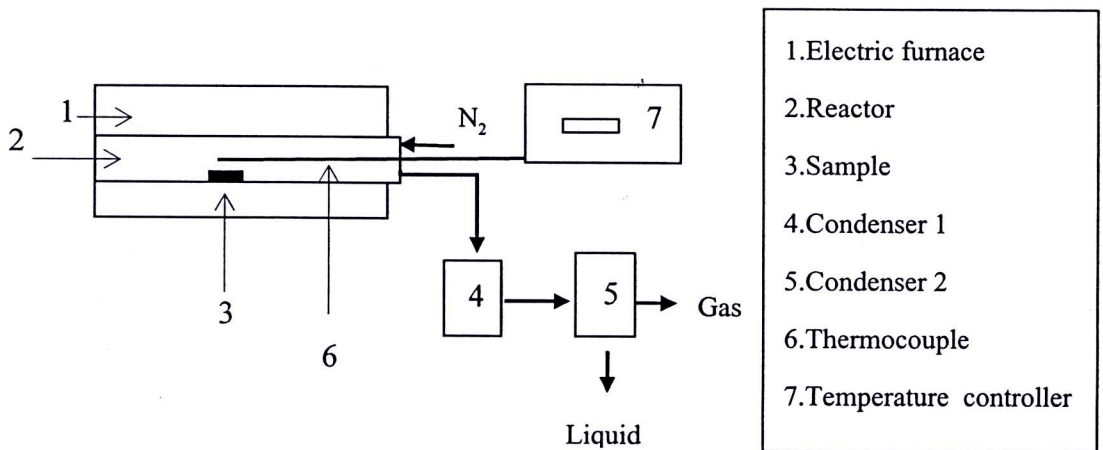
2.2.6 การแยกสลายไฟร์วอกด้วยความร้อน

1. โดยชั่งไฟร์วอกขนาด 0.25-0.50 มิลลิเมตร ที่อบแห้งแล้วจำนวน 20 กรัม และบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนใส่ภาชนะเซรามิกสำหรับเผา แสดงดังรูป 2.5 แล้วนำไปวางในเครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง แสดงดังรูป 2.6 โดยให้ภาชนะเซรามิกอยู่กลางเตาเผา
2. ป้อนแก๊สไนโตรเจนในอัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที เพื่อไล่อากาศภายในท่อ
3. เปิดเตาเผาตั้งอุณหภูมิ เวลาที่ค้าง และอัตราการเพิ่มความร้อนที่ต้องการ (ดูตารางที่ 2.3)
4. เมื่อครบกำหนดเวลาที่ต้องการ ปิดเตาเผา และยังคงผ่านแก๊สไนโตรเจนตลอดเวลา จนกระทั่งอุณหภูมิภายในเตาเผาตกลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จึงนำภาชนะเซรามิกที่บรรจุถ่านออกจากเตาเผา
5. นำถ่านชาร์และของเหลวที่ได้มาชั่งน้ำหนักเพื่อนำไปหาร้อยละน้ำหนักของผลิตภัณฑ์
6. นำถ่านชาร์ที่ได้มาทำการหาสภาวะที่ดีที่สุดโดยการหาค่าการดูดซับไอโอดีนใช้วิธีการวิเคราะห์ตามมาตรฐาน JIS K6217-1 ซึ่งวิธีการทดลอง และการคำนวณแสดงในภาคผนวก จ

7. นำถ่านชาร์ที่ให้ค่าการดูดซับไอโอดีนสูงที่สุดไปหาค่าการดูดซับสีเมทิลีนบลู เมทิลออเรนจ์ และวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว



รูป 2.5 ภาชนะเซรามิกสำหรับเผา



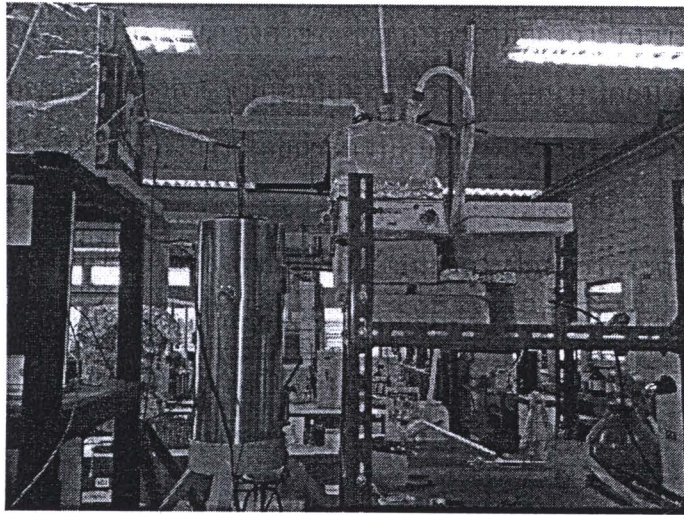
รูป 2.6 เครื่องปฏิกรณ์แบบเบดนิ่ง

ตาราง 2.3 สภาวะที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัยในขั้นตอนการแยกสลายด้วยความร้อน

ตัวแปรที่ศึกษา	ขอบเขตการศึกษา	ตัวแปรควบคุม
อุณหภูมิ	300, 400, 500, และ 600 องศาเซลเซียส	ขนาดอนุภาคของไผ่รวก 0.25-0.50 มิลลิเมตร เวลาที่ค้ำไ้ ณ อุณหภูมิสุดท้าย 1 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที
ขนาดอนุภาค	<0.25, 0.25-0.50 และ 0.50-0.75 มิลลิเมตร	อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดจากตัวแปรการศึกษาอุณหภูมิ เวลาที่ค้ำไ้ ณ อุณหภูมิสุดท้าย 1 ชั่วโมง อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที
อัตราการให้ความร้อน	5, 10 และ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที	ขนาดอนุภาคที่เหมาะสมที่สุดจากตัวแปรการศึกษาขนาดอนุภาค อุณหภูมิที่เหมาะสมจากการศึกษาตัวแปรอุณหภูมิเวลาที่ค้ำไ้ ณ อุณหภูมิสุดท้าย 1 ชั่วโมง
เวลาที่ค้ำไ้ ณ อุณหภูมิสุดท้าย	0.5, 1.0 และ 1.5 ชั่วโมง	อัตราการให้ความร้อนที่เหมาะสมที่สุดจากตัวแปรการศึกษาอัตราการให้ความร้อนขนาดอนุภาคที่เหมาะสมที่สุดจากตัวแปรการศึกษาขนาดอนุภาค อุณหภูมิที่เหมาะสมจากการศึกษาตัวแปรอุณหภูมิ

2.2.7 การกระตุ้นผ่านชาวด้วยไอน้ำ

1. นำถ่านชาวม้าชั่งน้ำหนักประมาณ 5 กรัม และบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน ใส่ลงบนตะแกรงของเตาปฏิกรณ์ แสดงดังรูป 2.7 แล้วเกลี่ยให้กระจายให้ทั่ว
2. ป้อนแก๊สไนโตรเจนที่อัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลาประมาณ 30 นาที เพื่อไล่อากาศในท่อ
3. เปิดเตาเผาตั้งอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ตามเวลาที่ต้องการ (ดูตาราง 2.4)
4. เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการ จากนั้นป้อนสารกระตุ้น (ไอน้ำ) โดยปรับอัตราการไหลของไอน้ำ และแก๊สไนโตรเจนที่ต้องการ โดยการควบคุมอัตราการไหลของแก๊สผสมคงที่ที่ 100 มิลลิลิตรต่อนาที แล้วเริ่มจับเวลา
5. เมื่อครบกำหนดเวลาที่ต้องการเปิดเตาและหยุดการป้อนสารกระตุ้นแล้วปรับอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจนเป็น 100 มิลลิลิตรต่อนาที จนกระทั่งอุณหภูมิภายในเตาลดลง จนถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงนำถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นแล้วออกจากเตา
6. นำถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นแล้วมาชั่งน้ำหนักเพื่อหาร้อยละน้ำหนักที่หายไป และทำการจดบันทึก



รูป 2.7 เตาปฏิกรณ์ที่ใช้ในการกระตุ้น

ตาราง 2.4 สภาวะที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัยในขั้นตอนการกระตุ้น

ตัวแปร	ขอบเขต	ตัวแปรควบคุม
เวลาที่ใช้ในการกระตุ้น	90, 120, 150 และ 180 นาที	ถ่านชาร์ที่ได้จากการแยกสลายด้วยความร้อนอุณหภูมิต่ำ อัตราการให้ความร้อน และขนาดของไฟร์วอลล์ที่สภาวะที่ดีที่สุดมากระตุ้นที่อุณหภูมิกระตุ้น 700 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที
ถ่านชาร์ที่อุณหภูมิการแยกสลายความร้อนต่างๆ	300, 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส	อุณหภูมิกระตุ้น 700 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที เวลาที่ใช้กระตุ้นที่เหมาะสมจากการศึกษาตัวแปรเวลาที่ใช้ในการกระตุ้น

2.2.8 การวิเคราะห์คุณสมบัติของถ่านชาร์และถ่านกัมมันต์

2.2.8.1 การทดลองหาค่าการดูดซับไอโอดีน (iodine adsorption)

การทดลองหาค่าไอโอดีนของถ่านชาร์และถ่านกัมมันต์ทำตามมาตรฐาน JIS K6217-1 ซึ่งวิธีการทดลองแสดงในภาคผนวก ก

2.2.8.2 การหาค่าการดูดซับสารละลายสีเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์

1) การเตรียมสารละลายสีเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์

เตรียมสารละลายสีเมทิลีนบลูและเมทิลออเรนจ์ให้มีความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยชั่งให้น้ำหนัก 0.0500 กรัม จากนั้นสารละลายสีในน้ำกลั่น ปริมาตรจะมีปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

2) การหาความยาวคลื่นสูงสุด

1. เปิดเครื่องยูวีสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แสดงดังรูป 2.8 โดยทำการอุ่นเครื่องไว้ประมาณ 15 นาที
2. เตรียมสารละลายสีที่ทำการเจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้อยู่ในช่วงที่เครื่องสามารถตรวจวัดได้
3. ตั้งความยาวคลื่นในช่วง 190-1100 นาโนเมตร แล้วปรับให้ค่าการดูดกลืนแสงเป็นศูนย์ โดยใช้ น้ำกลั่นเป็นตัวเปรียบเทียบ
4. เทสีที่วัดใส่ในหลอดสเปกโตรนิคแล้วนำไปใส่ตรงช่องวัดการดูดกลืนแสง
5. นำค่าที่ได้ไปใช้ในการวัดค่าการดูดซับสีชนิดเดียวกันในครั้งอื่นๆ

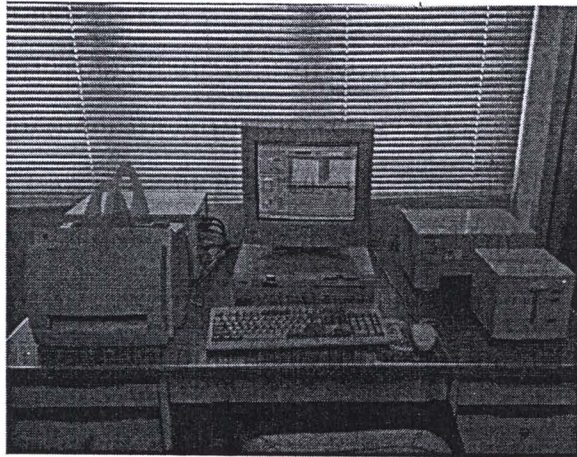
3) การทำกราฟมาตรฐานของสารละลายสี

ปิเปตสารละลายสีเมทิลีนบลู 50 มิลลิกรัมต่อลิตร นำไปวัดการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวีสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-visible spectrophotometer) แสดงดังรูป 2.8 โดยมีน้ำกลั่นเป็นตัวเปรียบเทียบ ใช้ค่าความยาวคลื่นสูงสุด (λ_{max}) แล้วเขียนกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (A) กับความเข้มข้น (C) จากนั้นทำการเปรียบเทียบมาตรฐาน (calibration) กราฟแสดงในภาคผนวก ข ในช่วงที่สามารถใช้ได้กับสารละลายสีเมทิลีนบลู ความยาวคลื่นสูงสุด ทำเช่นเดียวกันนี้กับสีเมทิลออเรนจ์

4) การศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมต่อการดูดซับสี

1. ปิเปตสารละลายสีเมทิลีนบลู เพื่อทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นสูงสุด
2. ชั่งถ่านชาร์ 0.50 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ ปิเปตน้ำสีปริมาตร 50.0 มิลลิลิตร เติมน้ำลงไป

3. เขย่าโดยใช้เครื่องเขย่าแบบควบคุมอุณหภูมิ (shaker) เป็นเวลา 30 นาที
4. ปิเปตสารละลายไปวัดค่าการดูดกลืนแสง
5. เพิ่มเวลาในการเขย่า สารละลายเป็น 1.0 ชั่วโมง 1.5 ชั่วโมง และเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนค่าการดูดกลืนแสงมีค่าคงที่
6. นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้คำนวณหาค่าการดูดซับ โดย
 ปริมาณการดูดซับ (มิลลิกรัมต่อกรัม) = $(C_0 - C_e) \times (V/W)$
 เมื่อ C_0 และ C_e คือ ความเข้มข้นเริ่มต้นและความเข้มข้นที่เวลาใดๆ (mg/l)
 V คือ ปริมาตรสารละลายที่ใช้ (l)
 W คือ น้ำหนักถ่านกัมมันต์ที่ใช้ (g)
7. เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดซับสารละลายสีเมทิลีนบลูกับเวลาในหน่วยชั่วโมง
8. ทำการทดลองซ้ำข้อ 1-7 โดยเปลี่ยนเป็นสารละลายสีเมทิลออเรนจ์

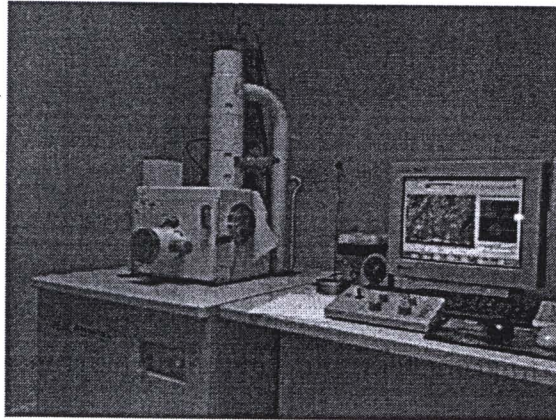


รูป 2.8 เครื่องยูนิสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

2.2.8.3 การศึกษาลักษณะพื้นที่ผิวของไผ่รวก ถ่านชาร์ และถ่านกัมมันต์

1. นำตัวอย่างถ่านที่ต้องการวิเคราะห์มาตัวอย่างละประมาณ 1.0 กรัม
2. ตักตัวอย่างมาวางบนสตัป (stub) ซึ่งติดด้วยกาวสองหน้า แล้วใช้ลมเป่าให้ถ่านติดบนสตัปแบบชั้นเดียว
3. จากนั้นนำไปเคลือบ (coat) ด้วยสารละลายทอง เพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าให้แก่ถ่านชาร์

4. นำตัวอย่างที่เคลือบทองแล้ว ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังรูป 2.9
5. เลือกภาพถ่ายที่ต้องการจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อเปรียบเทียบ



รูป 2.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2.2.8.4 การคำนวณการกระจายตัวของปริมาณผลิตภัณฑ์จากการแยกสลายไผ่รวกด้วยความร้อน และร้อยละผลิตภัณฑ์ของถ่านกัมมันต์

การคำนวณการกระจายตัวของปริมาณผลิตภัณฑ์จากการแยกสลายไผ่รวกด้วยความร้อน และร้อยละผลิตภัณฑ์ของถ่านกัมมันต์ แสดงในภาคผนวก ข

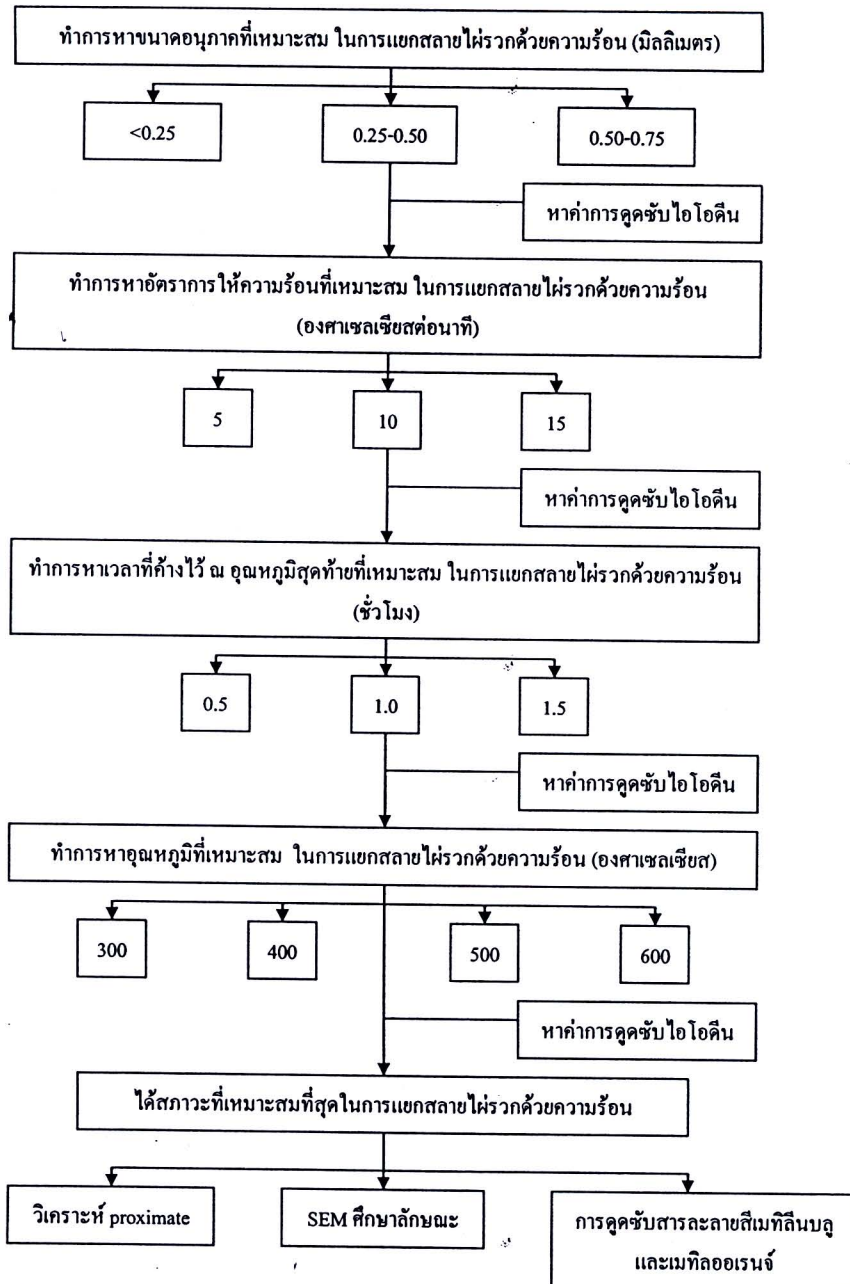
2.2.8.5 การหาความหนาแน่นเชิงปริมาตรของถ่านกัมมันต์

วิธีวิเคราะห์ค่าความหนาแน่นเชิงปริมาตรของถ่านกัมมันต์ (bulk density, BD) ตามวิธี ASTM D 2854-89 ซึ่งวิธีการทดลอง แสดงในภาคผนวก ฉ

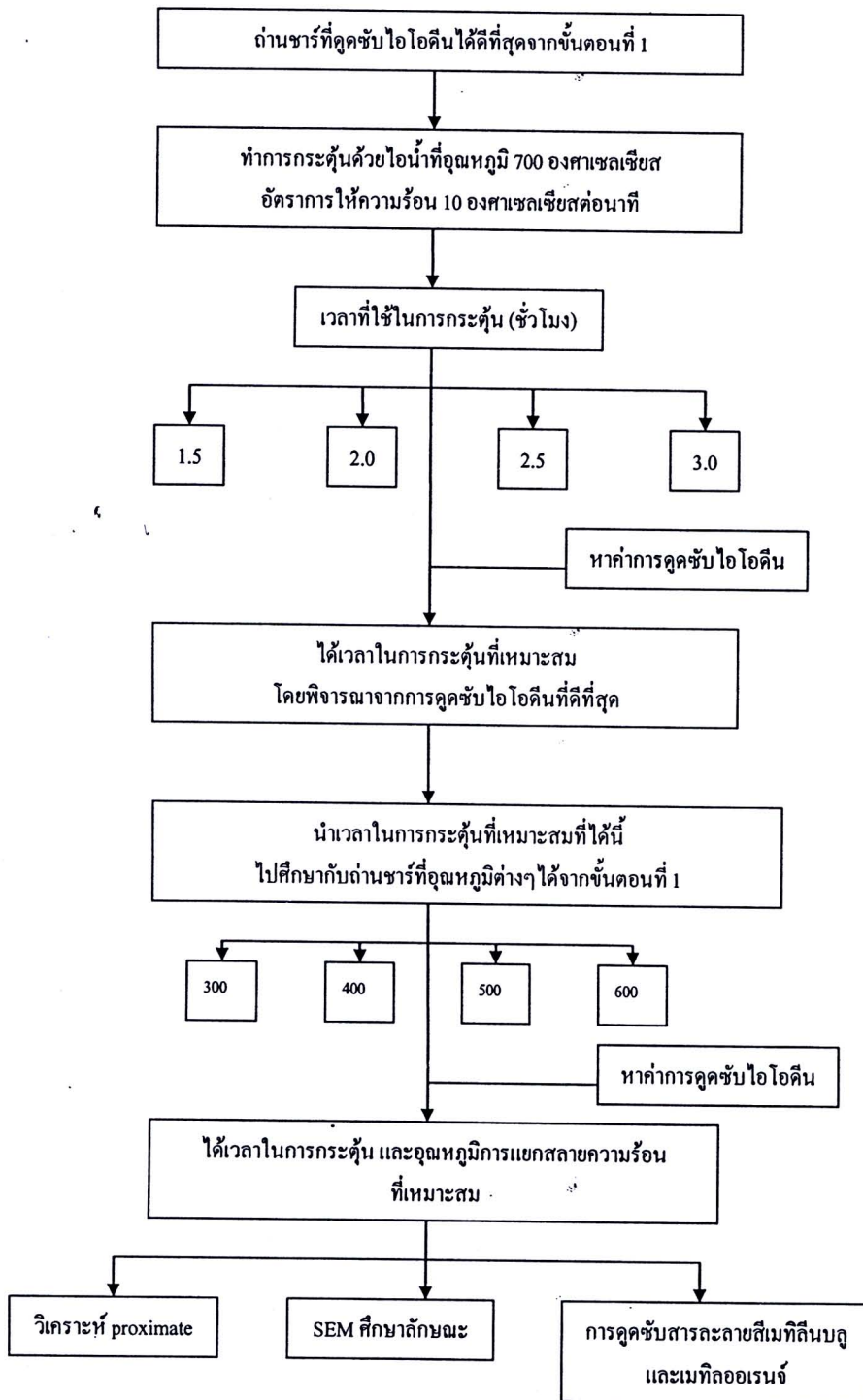


2.3 แผนผังการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนที่ 1 การแยกสลายด้วยความร้อนแสดงดังรูป 2.10 และขั้นตอนที่ 2 คือการกระตุ้นด้วยไอน้ำแสดงดังรูป 2.11



รูป 2.10 แผนผังการทดลองขั้นตอนการแยกสลายไ้ร่วกด้วยความร้อน



รูป 2.11 แผนผังการทดลองขั้นตอนการกระตุ้นด้วยไอน้ำ