

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. อุปกรณ์ เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่อง Surface area analyzer : Quantachrome Autosorb-1
- เครื่อง Scanning Electron Microscope รุ่น JEOL,JSM-5800, Japan
- เครื่อง Attenuated Total Reflection Fourier Transform Infrared (ATR-FT-IR) Spectroscopy (Bruker, ALPHA, Germany)
- เครื่อง Peristaltic pump: Masterflex L/S Digital Standard Drive with EASY-LOAD II Pump Head, Cole-parmer Instrument Company (U.S.A.)
- เครื่อง spectrophotometer DU 70
- เครื่อง pH meter : Delta 340, METTLER TOLEDO
- เครื่องเขย่า (vortex) : Genie-2, USA
- เตาเผาอุณหภูมิสูง (muffle furnace) : VMK-S Linn, Germany
- ตู้อบ (hot air oven): DIN 12880-KI, METTLER, Germany
- เครื่องปั่นแยก (centrifuge) : Labofuge 200, Heraeus, SEPATECH, Germany
- เตาอบ (oven) รุ่น DIN 1288-KI
- ท่อสแตนเลส (stainless steel tube reactor)
- หม้อความร้อน
- กระดาษกรอง: Whatman No.2
- เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
- หลอดทดลอง (tube)
- หลอดหยด
- ปิเปต (pipette)
- โถดูดความชื้น (desiccator)
- บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 100, 250 และ 500 มิลลิลิตร
- ขวดใส่ตัวอย่าง ขนาด 20 มิลลิลิตร
- กรวยกรอง(filter funnel)

- ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask)
- ไมโครปิเปต (micro pipette) ขนาด 1000, 5000 ไมโครลิตร
- ชามกระเบื้อง
- หลอดฉีดยา (syringe) ขนาด 10 มิลลิลิตร
- สายยางพลาสติก
- จุกยาง
- ไบโปลา
- ขาตั้ง

2. สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการวิจัย

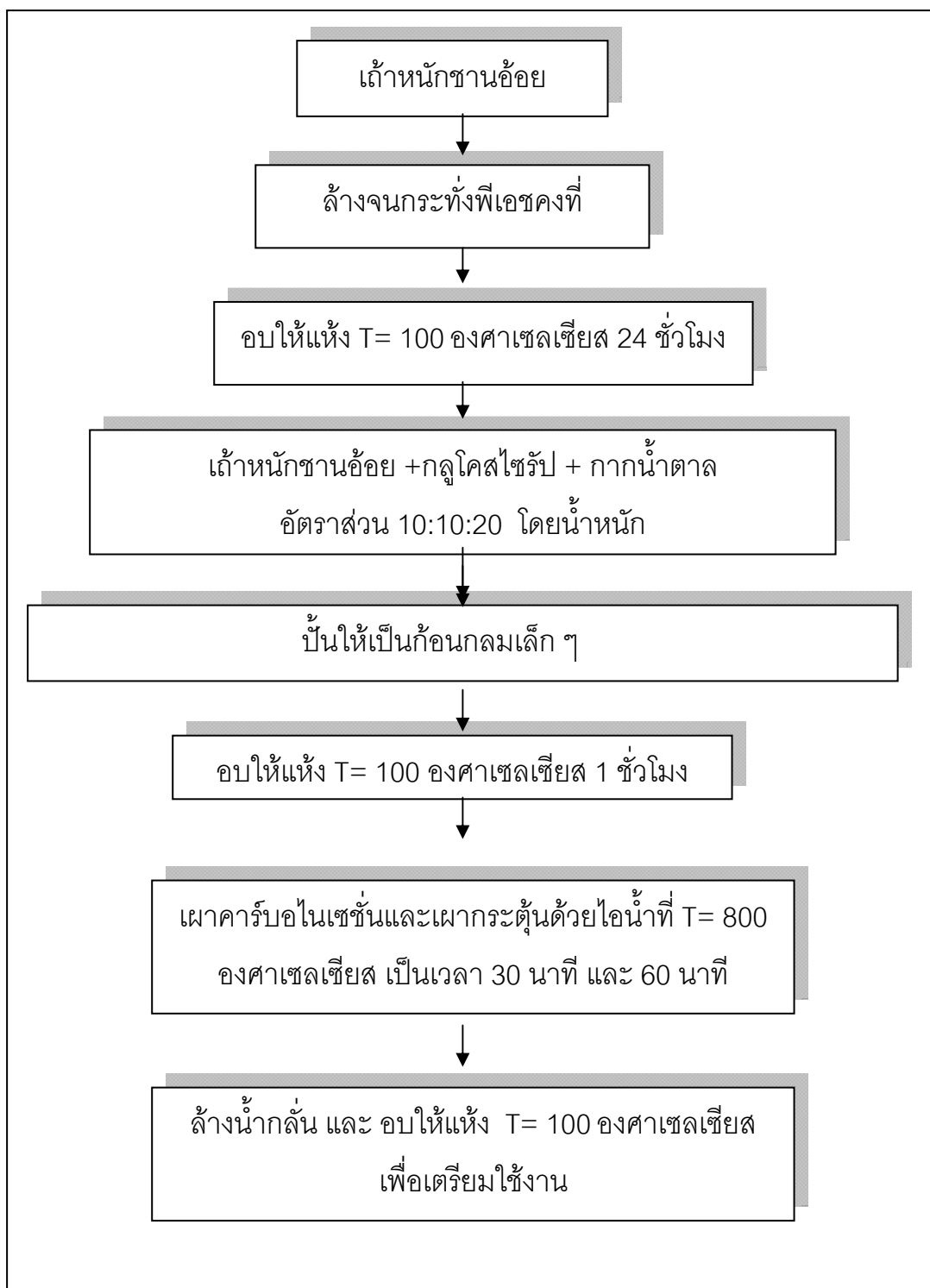
- เถ้าหนักขาน้อย นำมาจากโรงงานน้ำตาล จังหวัดกาฬสินธุ์
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
- เอทานอล 95%
- กากน้ำตาล (molass) นำมาจากโรงงานน้ำตาล จังหวัดกาฬสินธุ์
- กลูโคสไฮรป จากบริษัทผลิตกลูโคสไฮรป กรุงเทพมหานคร

การเตรียมถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดที่ผลิตจากเถ้าหนักขาน้อย

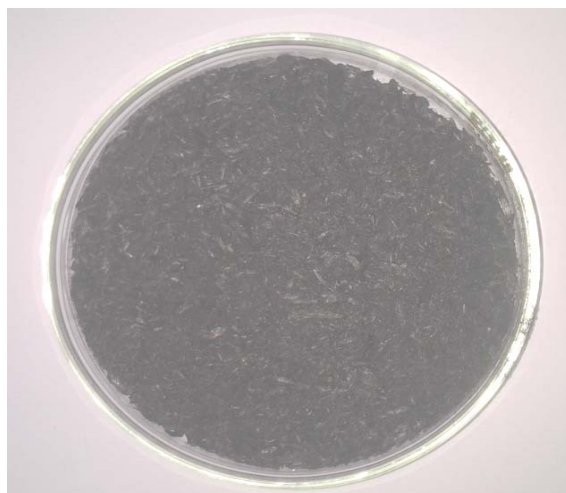
นำเถ้าหนักขาน้อย (bagasse bottom ash) ซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งในเตาเผาเชื้อเพลิงของการผลิตไอน้ำจากโรงงานผลิตน้ำตาล ในจังหวัดกาฬสินธุ์ ที่ผ่านการล้างน้ำเพื่อแยกทรายและสิ่งสกปรกต่างๆออก และล้างจนกระทั่ง ฟิเอช คงที่ประมาณ 7-8 แล้วนำไปอบให้แห้งที่ตู้อบ (oven) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำเถ้าหนักขาน้อย มาผสม กลูโคสไฮรป และกากน้ำตาล (molass) ในอัตราส่วน 10:10:20 โดยน้ำหนักและ คลุกเคล้าให้เข้ากันจนส่วนผสมจับตัวกันเป็นก้อน และปั้นให้เป็นก้อนกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.8 เซนติเมตร และนำไปอบแห้งที่ ในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารผสมดังกล่าว ไปเผาคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) จนให้ได้อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากนั้นเผากระตุ้น (activation) ด้วยไอน้ำต่อเนื่องทันทีซึ่งเรียกว่าการเผาแบบขั้นตอนเดียว (one stage pyrolysis)

ในขั้นตอนการเผาคาร์บอนไนเซชัน จะนำสารผสมระหว่างเถ้าหนักขาน้อย กลูโคสไฮรป และกากน้ำตาล บรรจุในท่อบรรจุที่ทำด้วยสแตนเลส (stainless steel tube reactor) ใส่ในเตาเผา

และทำการปล่อยก๊าซไนโตรเจน (N_2) ด้วยอัตรา 150 ลบ.ซม./นาที่ เพื่อไล่ก๊าซออกซิเจนที่มีอยู่ในท่อเผาออกให้หมดโดยอุณหภูมิของการเผาในที่บรรยากาศ 800 องศาเซลเซียส (อัตราการให้ความร้อน, heating rate= 20 องศาเซลเซียส/นาที่) จากนั้นก็เข้าสู่ขั้นตอนการเผากระตุ้นด้วยไอน้ำ (Steam) ต่อเนื่องด้วยไอน้ำ (steam) โดยเริ่มปล่อยไอน้ำที่ได้จากหม้อความร้อน (heating pot) โดยควบคุมให้มีอัตราการปล่อยไอน้ำ เท่ากับ 8 กรัม/นาที่ เมาจนกระทั่งอุณหภูมิของเตาเผา เท่ากับ 800 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที และ 60 นาที จากนั้นนำถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดที่ได้มาล้างน้ำกลั่น และอบให้แห้งเพื่อเตรียมนำไปใช้งานต่อไป แสดงขั้นตอนการผลิตดังภาพที่ 3.1 และภาพที่ 3.2



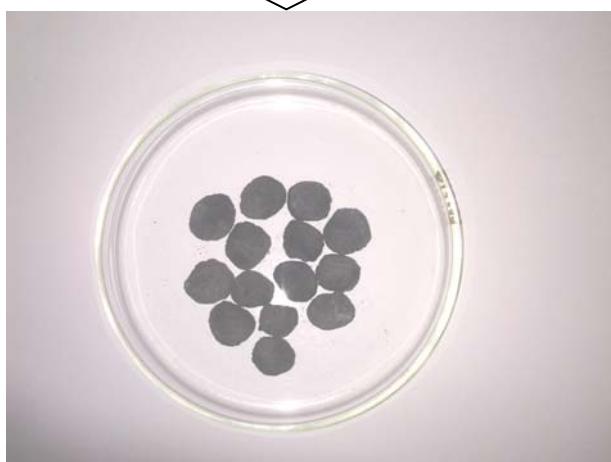
ภาพที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมถ้ำนกับมันต์ชนิดเกล็ดที่ผลิตจากถ้ำหนักซ่านอ้อย



ถ่านห้กขานอ้อย



ถ่านห้กขานอ้อย
ป้ันเป็นก้อนเล็ก ๆ



ถ่านกัมมันต์ชนิด
เกล็ดที่ผลิตจาก
ถ่านห้กขานอ้อย
ที่ผ่านการคาร์บอ
ไนเซชันและเผา
กระตุ้นด้วยไอน้

ภาพที่ 3.2 ถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดผลิตจากถ่านห้กขานอ้อยที่เตรียมได้

กลูโคสไซรัป (glucose syrup)

กลูโคสไซรัปที่นำมาใช้ในการทดลองนำมาจากบริษัทผลิตกลูโคสไซรัปในกรุงเทพมหานคร โดยนำมาจากขั้นตอนหลังการย่อยน้ำแป้งครั้งสุดท้าย (saccharification) ซึ่งเป็นขั้นตอนก่อนที่จะเข้าไปกำจัดสี

การศึกษาคุณลักษณะและคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดที่ผลิตจากเถ้าหนักขานอ้อย

1. การวิเคราะห์องค์ประกอบแบบ Proximate analysis

การทดลองจะวิเคราะห์องค์ประกอบ proximate ของถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดจากเถ้าหนักขานอ้อย (bagasse bottom ash activated carbon) โดยจะนำถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากเถ้าหนักขานอ้อยบรรจุใส่ท่อสแตนเลส และทำการเผาคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที (อัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที) และทำการปล่อยก๊าซไนโตรเจน (N_2) ด้วยอัตรา 200 ลบ.ซม./นาที นำค่าของน้ำหนักก่อนและหลังเผามาคำนวณหาปริมาณสารระเหย (volatile matter) (ASTM D 5832-96) จากนั้นนำมาเผาต่อที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พร้อมทั้งเปิดป้อนอากาศเข้าไปในท่อ นำมาคำนวณหาปริมาณเถ้า (ash) (ASTM D 2866-96) และจากนั้นนำค่าที่ได้มาคำนวณหาปริมาณคาร์บอนคงตัว (fixed carbon contents)

2. ความหนาแน่นรวม (bulk density)

การวิเคราะห์ความหนาแน่นรวมจะทำตามวิธีมาตรฐานของ ASTM D2854-96 (ASTM, 1996) ซึ่งจะเป็นการวิเคราะห์หาน้ำหนักต่อปริมาตร (กรัม/ลบ.ซม)

3. ไอโอดีนนัมเบอร์ (iodine number)

การวิเคราะห์ค่าไอโอดีนนัมเบอร์จะทำตามวิธีมาตรฐานของ ASTM D4607-86 โดยนำถ่านกัมมันต์ปริมาณ 0.1 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ แล้วเติม 5 % โดยน้ำหนัก ของกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำละลายไอโอดีนเข้มข้น เป็นเวลา 30 นาที แล้วกรองอย่างรวดเร็ว นำสารละลายที่ได้ปริมาตร 50 มิลลิเมตรมาไตเตรทด้วย โซเดียมไทโอซัลเฟต (sodium thiosulfate) ความเข้มข้น 0.01 มลต่อลิตร จนกระทั่งสารละลายกลายเป็นสีเหลืองอ่อน เติมน้ำแบ่ง (แบ่ง 1 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตร) ปริมาตร 2 มิลลิลิตร แล้วไตเตรทด้วยโซเดียมไทโอซัลเฟต

จนกระทั่งสารละลายไม่มีสี จากนั้นนำปริมาตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไปมาเข้าสู่สูตรคำนวณหาไอโอดีนนัมเบอร์

4.การวิเคราะห์เมทิลีนบลู้นัมเบอร์ (methylene blue number)

เตรียมสารละลายเมทิลีนบลู ความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม จากนั้นชั่งตัวดูดซับ 0.05 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีเมทิลีนบลู 25 มิลลิตร จากนั้นเขย่าในเครื่องเขย่าที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกรองแยกสารละลายเมทิลีนบลู ออกจากตัวดูดซับ แล้วนำสารละลายไปวัด ค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 665 นาโนเมตร แล้วนำไปคำนวณ ค่าเมทิลีนบลู ด้วยสูตรดังนี้

$$\text{ค่าเมทิลีนบลู้นัมเบอร์ (mg/g)} = \frac{(C_0 - C_e) \times V}{M}$$

C_0 = ค่าความเข้มข้นเมทิลีนบลูเริ่มต้น (mg/l)

C_e = ค่าความเข้มข้นของเมทิลีนบลูที่จุดสมดุล (mg/l)

V = ปริมาตรสารละลายเมทิลีนบลู (L)

M = ปริมาณตัวดูดซับ (g)

5. SEM (Scanning electron microscope)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM เป็นการส่องเพื่อดูพื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์จากถ่านห่านกษานอ้อยที่ผ่านการอบแห้งแล้วไปทำการเคลือบด้วยทองแล้วจึงนำไปส่องดูที่กำลังขยายต่างๆ

6. การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (BET Surface area) ของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากถ่านห่านกษานอ้อย

การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (BET Surface Area) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน (Pore size diameter) และปริมาตรของรูพรุนทั้งหมด (total pore volume) ของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตจากถ่านห่านกษานอ้อย จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง surface area analyzer (Quantachrome, Autosorb-1) โดยนำตัวดูดซับ ที่ผ่านการอบแห้งแล้วบรรจุที่ใส่ตัวอย่างแล้วจึงนำไปวิเคราะห์จะใช้ก๊าซไนโตรเจนเป็นสารในการดูดซับ (adsorption) และการคาย (desorption) ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ภายใต้การปล่อยก๊าซไนโตรเจน จะนำไปคำนวณโดยใช้สมการ Brunauer-Emmet-Teller (BET) นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้จาก t -plot method สามารถนำไป

คำนวณหาค่าปริมาตรของรูพรุนขนาดเล็ก (micropore volume) และปริมาตรของรูพรุนขนาดกลาง (mesopore volume) ด้วย

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการดูดซับสีของกลูโคสไชรูปด้วยถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดที่ผลิตจากถ่านักซันอ้อย (ทำการทดลองในคอลัมน์)

1. ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับสีกลูโคสไชรูปในคอลัมน์ด้วยถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดจากถ่านักซันอ้อย

1) บรรจุถ่านกัมมันต์จากถ่านักซันอ้อยชนิดเกล็ดชนิดลงในคอลัมน์ (หลอดชนิดยา 10 มิลลิลิตร) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร จำนวน 3 คอลัมน์ โดยให้ความสูงของชั้นถ่านประมาณ 5.5 เซนติเมตร

2) เตรียมกลูโคสไชรูป 100 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

3) ทำการปั๊มสารละลายด้วย peristaltic pump ผ่านคอลัมน์ด้านล่างของคอลัมน์สู่ด้านบนอย่างต่อเนื่อง โดยควบคุมอัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 8 มิลลิลิตรต่อนาที จากนั้นเก็บตัวอย่างที่ปลายคอลัมน์ทั้ง 3 ที่เวลา 5, 10, 15, 30 นาที, 1 ชั่วโมง, 2 ชั่วโมง, 3 ชั่วโมง, 4 ชั่วโมงและ 5 ชั่วโมง

4) นำตัวอย่างที่ได้ไปวัดค่าพีเอชและวัดสีด้วยเครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร

$$\text{การคำนวณประสิทธิภาพของการกำจัดสี} = \frac{(A_b - A_a)}{A_b} \times 100$$

โดย A_b = ค่าการดูดกลืนแสงของกลูโคสไชรูปก่อนการดูดซับ ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร

A_a = ค่าการดูดกลืนแสงของกลูโคสไชรูปหลังดูดซับ ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร

2. การศึกษาความสูงที่เหมาะสมของถ่านกัมมันต์กัมมันต์ชนิดเกล็ดจากถ่านักซันอ้อยในคอลัมน์

1) บรรจุถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดลงในคอลัมน์ (หลอดชนิดยา 10 มิลลิลิตร) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร จำนวน 6 คอลัมน์ โดย 3 คอลัมน์บรรจุถ่านกัมมันต์ 100 % โดยให้ความสูงของชั้นถ่านกัมมันต์เท่ากับ 5.5 เซนติเมตร (น้ำหนัก 2.5 กรัม) และอีก 3 คอลัมน์ จะ

บรรจุถ่านกัมมันต์ 50 % โดยให้มีความสูงของชั้นถ่านกัมมันต์เท่ากับ 2.75 เซนติเมตร (น้ำหนัก 1.25 กรัม)

- 2) เตรียมกลูโคสไซรัป 100 มิลลิลิตร ในปีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 3) ทำการป้อนสารละลายด้วย Peristaltic pump ผ่านคอลัมน์ด้านล่างของคอลัมน์สู่ด้านบนอย่างต่อเนื่อง โดยควบคุมอัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 8 มิลลิลิตรต่อนาที จากนั้นเก็บตัวอย่างที่ปลายคอลัมน์ทั้ง 6 คอลัมน์ ที่ความสูงต่างกัน
- 4) นำตัวอย่างที่ได้ไปวัดค่าพีเอชและวัดสีด้วยเครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร

ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของถ่านกัมมันต์ ด้วย Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ก่อนและหลังดูดซับ

การวิเคราะห์ด้วย FTIR จะเป็นการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน (functional groups) ของถ่านกัมมันต์ชนิดเกิดจากถ่านหินชานอ้อยโดยในการวิเคราะห์จะนำถ่านที่ผ่านการอบแห้งแล้วไปทำการบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วนถ่านกัมมันต์:โพแทสเซียมโบรไมด์ เท่ากับ 0.5:250 ผสมให้เข้ากันแล้วนำไปบรรจุในที่ใส่ตัวอย่างแล้วนำไปวิเคราะห์ในช่วงความยาวคลื่น 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1} การทดลองเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันที่เปลี่ยนไปก่อนและหลังการดูดซับสีกูโคสไซรัปเพื่อดูว่าหมู่ฟังก์ชันใดที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับ

ศึกษาการแยกแยะ (desorption) สีของกลูโคสไซรัปออกจากตัวดูดซับ

การทดลองจะศึกษาการชะสีของกลูโคสไซรัปออกจากตัวดูดซับ ด้วยน้ำกลั่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ และเอทานอล 95% ซึ่งมีวิธีการดำเนินงานดังนี้

น้ำกลั่น

- 1) นำถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการดูดซับแล้ว 2 ชั่วโมง บรรจุลงในคอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร จำนวน 2 คอลัมน์ โดยให้มีความสูงของชั้นถ่านประมาณ 5.5 เซนติเมตร
- 2) ทำการป้อนน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร ในคอลัมน์โดยใช้ปั๊มแบบ peristaltic pump
- 3) เติมน้ำกลั่นทุก 10 มิลลิลิตร และหยุดเติมเมื่อเมื่อสังเกตได้ว่าสีเหลืองของกลูโคสไซรัปไม่ออกมาในน้ำกลั่นแล้ว
- 4) เก็บตัวอย่างที่ปลายคอลัมน์ มาวัดสีที่ได้ด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร จากนั้นคำนวณแยกแยะสีของกลูโคสไซรัป

โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

- 1) นำถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการดูดซับแล้ว 2 ชั่วโมง บรรจุลงในคอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร จำนวน 2 คอลัมน์ โดยให้ความสูงของชั้นถ่านประมาณ 5.5 เซนติเมตร
- 2) ทำการป้อน 0.5 M NaOH ปริมาตร 10 มิลลิตร โดยป้อนด้วย peristaltic pump
- 3) เติม 0.5 M NaOH ทุก 10 มิลลิตร และหยุดเติมเมื่อเมื่อสังเกตได้ว่าสีเหลืองของกลูโคสโซรปไม่ออกมาในโซเดียมไฮดรอกไซด์แล้ว
- 4) เก็บตัวอย่างที่ปลายคอลัมน์ มาวัดสีที่ได้ด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร จากนั้นคำนวณหาประสิทธิภาพการแยกสีของกลูโคสโซรป

เอทานอล 95%

- 1) นำถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการดูดซับแล้ว 2 ชั่วโมง บรรจุลงในคอลัมน์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร จำนวน 2 คอลัมน์ โดยให้ความสูงของชั้นถ่านประมาณ 5.5 เซนติเมตร
- 2) ทำการป้อน เอทานอล 95% ปริมาตร 10 มิลลิตร โดยป้อนด้วย peristaltic pump
- 3) เติมเอทานอล 95% ทุก 10 มิลลิตร และหยุดเติมเมื่อเมื่อสังเกตได้ว่าสีเหลืองของกลูโคสโซรปไม่ออกมาในเอทานอลแล้ว
- 4) เก็บตัวอย่างที่ปลายคอลัมน์ มาวัดสีที่ได้ด้วย Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร จากนั้นคำนวณหาประสิทธิภาพการแยกสีของกลูโคสโซรป

การเปรียบเทียบประสิทธิภาพการดูดซับสีของกลูโคสโซรปด้วยถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดจากถ่านหินชานอ้อยกับถ่านกัมมันต์ทางการค้า และ ถ่านหินชานอ้อย

- 1) บรรจุถ่านกัมมันต์ชนิดเกล็ดจากถ่านหินชานอ้อย ถ่านกัมมันต์ทางการค้า และถ่านหินชานอ้อย ลงในคอลัมน์ (หลอดซีด้า 10 มิลลิตร) ตัวอย่างละ 3 คอลัมน์ ให้ความสูงของชั้นถ่านกัมมันต์เท่ากับ 5.5 เซนติเมตร
- 2) เตรียมกลูโคสโซรป 100 มิลลิตร ในปิกรอร์ขนาด 250 มิลลิตร
- 3) ทำการป้อนสารละลายด้วย Peristaltic pump ผ่านคอลัมน์ด้านล่างของคอลัมน์สู่ด้านบนอย่างต่อเนื่อง โดยควบคุมอัตราการไหลของสารละลายเท่ากับ 8 มิลลิตรต่อนาที จากนั้นเก็บตัวอย่างที่ปลายคอลัมน์ทั้ง 9 คอลัมน์
- 4) นำตัวอย่างที่ได้ไปวัดค่าพีเอชและวัดสีด้วยเครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 292 นาโนเมตร

