

บทที่ 3

การเตรียมถ่านกัมมันต์จากวัสดุเหลือใช้เพื่อเป็นตัวรองรับคะตะลิสต์

3.1 ที่มาและความสำคัญ

ถ่านกัมมันต์เป็นวัสดุที่มีความพรุนและมีพื้นที่ผิวสูง มีบทบาทสำคัญในอุตสาหกรรมเกือบทุกประเภท ได้แก่ อุตสาหกรรมอาหาร, อุตสาหกรรมยา, สารเคมี, ปิโตรเลียม เป็นต้น โดยใช้ประโยชน์ในกระบวนการแยกก๊าซ, การนำกลับตัวทำละลายมาใช้ใหม่, การทำน้ำดื่มให้บริสุทธิ์, การบำบัดน้ำทิ้งและอากาศ (Chen et al., 2011 และ Hayashi et al., 2000) และสามารถนำมาใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ (Aksoylu et al., 2000) เป็นต้น สำหรับการนำถ่านกัมมันต์มาใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ถือว่าเป็นทางเลือกหนึ่งในการใช้งาน เนื่องจากคุณลักษณะที่เฉพาะตัวของถ่านกัมมันต์ ได้แก่ มีพื้นที่ผิวสูง เสถียรภาพสูง ไม่เสียรูปได้ง่าย ไม่เข้าร่วมทำปฏิกิริยา และมีสมบัติทางเคมีในเรื่องของหมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวที่เหมาะสมสำหรับการรองรับคะตะลิสต์ คือ ไม่มีสภาพความเป็นกรดสูงเกินไปจนส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงขณะเกิดปฏิกิริยาคะตะไลติก (Aksoylu et al., 2000) ข้อได้เปรียบที่สำคัญที่สุดของถ่านกัมมันต์ในการนำมาใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ คือ สามารถเตรียมให้มีคุณสมบัติทางโครงสร้างรูพรุนและสมบัติทางเคมีในเรื่องของหมู่ฟังก์ชันให้เหมาะสมกับการรองรับคะตะลิสต์ไปได้พร้อมๆ กัน (Lázaro et al., 2007) การบรรจุคะตะลิสต์ลงในตัวรองรับที่เหมาะสมจะเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาของคะตะลิสต์และลดปริมาณของคะตะลิสต์ที่ต้องใช้ลงได้ กล่าวคือ การใช้ตัวรองรับคะตะลิสต์จะช่วยเพิ่มตำแหน่งกัมมันต์ของคะตะลิสต์นั่นเอง ทั้งนี้ ตัวรองรับจะต้องสามารถทำให้คะตะลิสต์กระจายตัวได้อย่างสม่ำเสมอและทั่วถึง หรือจะต้องมีพื้นที่ผิวและความพรุนสูงรวมถึงมีหมู่ฟังก์ชันที่เหมาะสมด้วย (Fuente et al., 2001 และ Lázaro et al., 2007)

วัตถุดิบสำหรับใช้เตรียมถ่านกัมมันต์นั้น นอกจากจะเป็นถ่านหินต่างๆ แล้ว ยังสามารถเตรียมได้จากเศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร เช่น เปลือกมังคุด (Chen et al., 2011) เปลือกกล้วยต่างๆ (Ahmadpour and Do, 1997) กากกาแฟ (Namanee et al., 2005) ชานอ้อยและเปลือกเมล็ดทานตะวัน (Liou, 2010) เป็นต้น หรือเตรียมจากเศษวัสดุและขยะมูลฝอยจากบ้านเรือน เช่น กระดาษ (Uraki et al., 2002) ยางต่างๆ (Ariyadejwanich et al., 2003) เป็นต้น การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเศษวัสดุเหลือใช้เหล่านี้ เป็นการใช้ประโยชน์จากเศษวัสดุและลดปริมาณขยะได้ด้วย เปลือกมังคุดเป็นเศษวัสดุหรือขยะทางการเกษตรอย่างหนึ่งที่มีคุณสมบัติเหมาะสมกับการนำมาเตรียมถ่านกัมมันต์ เนื่องจากมีคาร์บอนคงที่ค่อนข้างสูงประมาณ 25.3% ซึ่งสูงกว่าวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรอื่นๆ เช่น เปลือกทุเรียนมีคาร์บอนคงที่ประมาณ 22.4% (Chandra et al., 2009) เปลือกกล้วยมีคาร์บอนคงที่ประมาณ 24.0% (Ahmadpour and Do, 1997) และเปลือกเมล็ดทานตะวันซึ่งมีคาร์บอนคงที่ประมาณ 16.3% (Liou, 2010) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกเปลือกมังคุดเป็นวัตถุดิบสำหรับเตรียมถ่านกัมมันต์ ซึ่งเป็นเศษวัสดุทางการเกษตรที่เหลือทิ้งในท้องถิ่นอีกด้วย

วิธีการเตรียมถ่านกัมมันต์โดยทั่วไปประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนการคาร์บอนเซชัน (Carbonization) ซึ่งเป็นการเปลี่ยนสภาพวัตถุดิบให้เป็นคาร์บอนโดยการนำวัตถุดิบไปเผาที่อุณหภูมิสูง (ไม่เกิน 1000 องศาเซลเซียส) ในภาวะที่มีออกซิเจนต่ำ หรือเผาภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน หรือ

ก๊าซเฉื่อยอื่นๆ ซึ่งในขั้นตอนนี้จะได้อ่านคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเล็ก (Micropore) เพียงเล็กน้อย อีกขั้นตอนหนึ่งเป็นการกระตุ้นให้ขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้นและทำให้เกิดรูพรุนใหม่ๆ เรียกว่า ขั้นตอนการกระตุ้น (Activation) โดยรูพรุนใหม่ๆ ที่เกิดขึ้นอาจจะเป็นรูพรุนขนาดเล็กหรือขนาดกลาง (Mesopore) ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย โดยวิธีการกระตุ้นเป็นปัจจัยหนึ่งที่ทำให้ลักษณะพื้นผิวและรูพรุนของถ่านกัมมันต์แตกต่างกัน ซึ่งจะมีทั้งการกระตุ้นเชิงกายภาพ (Physical activation) และการกระตุ้นทางเคมี (Chemical activation) การกระตุ้นเชิงกายภาพนั้นกระทำภายใต้บรรยากาศของก๊าซที่เป็นสารกระตุ้น เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ ไอน้ำ ที่อุณหภูมิสูง และกระบวนการกระตุ้นทางเคมีเป็นการนำถ่านคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนเซชันแล้ว มากระตุ้นด้วยสารเคมีที่ใช้เป็นสารกระตุ้น เช่น ซิงค์คลอไรด์ กรดซัลฟิวริก ฯลฯ นอกจากนั้น ยังมีวิธีการเตรียมถ่านกัมมันต์โดยคาร์บอนและกระตุ้นไปพร้อมๆ กัน ซึ่งทำได้โดยผสมวัตถุดิบกับสารกระตุ้นก่อนแล้วจึงนำไปคาร์บอนไนซ์ โดยส่วนใหญ่แล้ววิธีการกระตุ้นทางเคมีจะให้ถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนใหญ่กว่าการกระตุ้นทางกายภาพ

สำหรับถ่านกัมมันต์ที่นำมาใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์นั้น นอกจากจะต้องมีพื้นที่ผิว และปริมาตรรูพรุนสูงแล้ว รูพรุนควรจะเป็นรูพรุนขนาดกลาง และมีหมู่ออกซิเจนอยู่บนพื้นผิวมาก เช่น หมู่คาร์บอกซิลิก, หมู่ฟีนอลิก, หมู่แลคโตนิก และหมู่อีเทอร์ลิก (Aksoylu et al., 2000) เพื่อที่จะช่วยในการแลกเปลี่ยนไอออน และทำให้มีการกระจายตัวของคะตะลิสต์สูง (Gurrath et al., 2000) การเพิ่มหมู่ออกซิเจนบนผิวรูพรุนของถ่านกัมมันต์ สามารถทำได้โดยปรับสภาพผิวถ่านกัมมันต์ที่เตรียมเสร็จแล้วด้วยความร้อน (Kang et al., 2005) หรือสารเคมี เช่น กรดไนตริก กรดไฮโดรคลอริก และกรดซัลฟิวริก (Aksoylu et al., 2000) หรือใช้วิธีการกระตุ้นด้วยไอน้ำในกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ (Lázaro et al., 2007) อย่างไรก็ตาม การกระตุ้นด้วยไอน้ำจะได้ถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนขนาดเล็กเป็นส่วนใหญ่ ซึ่งไม่เหมาะสมกับการนำมาใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ Liou (2010) พบว่า การปรับสภาพวัตถุดิบด้วยสารเคมีจำพวกเบสแก่ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ ก่อนผ่านกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์จะสามารถทำให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนขนาดกลาง

สำหรับในงานวิจัยนี้ จะศึกษาวิธีการเตรียมถ่านกัมมันต์ให้มีคุณสมบัติที่เหมาะสมสำหรับการใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ โดยศึกษาผลของการปรับสภาพวัตถุดิบด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ก่อนการเตรียมถ่านกัมมันต์ (Pre-treatment) และผลของวิธีการปรับสภาพถ่านกัมมันต์หลังกระบวนการเตรียม (Post treatment) ด้วยการใส่กรดไนตริก และผลของวิธีการกระตุ้นด้วยไอน้ำและโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีต่อคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ในด้านการนำไปใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์

3.2 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

การเตรียมถ่านกัมมันต์มีขั้นตอนที่สำคัญ คือ ขั้นตอนการกระตุ้นโดยการกระตุ้นมี 2 วิธี คือ การกระตุ้นทางกายภาพและการกระตุ้นทางเคมี การกระตุ้นทางกายภาพนั้น วัตถุดิบจะต้องผ่านกระบวนการคาร์บอนเซชันหรือการเผาที่อุณหภูมิสูงในบรรยากาศที่ปราศจากออกซิเจนก่อน แล้วจึงเข้าสู่กระบวนการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ หรือ ไอน้ำ และสำหรับการกระตุ้นทางเคมีนั้น โดยส่วนใหญ่ขั้นตอนคาร์บอนเซชันและการกระตุ้นจะเกิดพร้อมๆ กัน (Bansal และคณะ, 1988 และ Hu และคณะ, 2001) โดยวัตถุดิบจะต้องถูกแช่อยู่ในสารกระตุ้นก่อนที่จะเข้าสู่กระบวนการคาร์บอนเซชันภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนหรืออาจจะเป็นการรวมกันระหว่างวิธีการกระตุ้นทางกายภาพและเคมี คือใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์หรือไอน้ำแทนก๊าซไนโตรเจน โดยถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้จากวิธีการกระตุ้นต่างๆ กัน ก็จะมีสมบัติหรือคุณลักษณะที่แตกต่างกันด้วย (Chandra และคณะ, 2009) นอกจากนี้ การเลือกใช้วิธีการกระตุ้นยังขึ้นอยู่กับการนำไปใช้งานด้วย เช่น ถ่านกัมมันต์ที่นำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ควรมีหมู่ออกซิเจนบนผิวรูพรุนและไม่มีการเกิดอุดตันของรูพรุน ซึ่งวิธีการกระตุ้นด้วยไอน้ำเป็นวิธีที่

เหมาะสมสำหรับกรณีดังกล่าว (Lázaro และคณะ, 2007) วิธีการกระตุ้นทางกายภาพนั้นโดยทั่วไปจะให้ ถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ผิวรูพรุนน้อยกว่าวิธีการกระตุ้นทางเคมี Arijadechwanich และคณะ (2003) ได้เตรียม ถ่านกัมมันต์จากยางรถยนต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ พบว่าถ่านกัมมันต์จากยางรถยนต์ที่ผ่านการกระตุ้น ด้วยไอน้ำมีพื้นที่ผิวสูงสุดเท่ากับ 755 ตารางเมตรต่อกรัม แต่เมื่อนำถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์แล้วมาปรับ สภาพด้วยกรดไฮโดรคลอริกก่อน แล้วจึงนำไปกระตุ้นด้วยไอน้ำจะทำให้พื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นสูงสุดเป็น 1,177 ตารางเมตรต่อกรัม และยังเพิ่มปริมาตรรูพรุนทั้งรูพรุนที่เป็นรูพรุนขนาดกลางและเล็กอีกด้วย Maciá-Agulló และคณะ (2004) ได้เปรียบเทียบผลของการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพ และเคมี โดยใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์สำหรับการกระตุ้นทางกายภาพ และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์แล โพแทสเซียมไดออกไซด์สำหรับการกระตุ้นทางเคมี พบว่า ที่เวลาการกระตุ้นเท่ากัน วิธีการกระตุ้นทางเคมี ให้ถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ผิวสูงกว่าการกระตุ้นทางกายภาพ และการกระตุ้นทางกายภาพเพื่อให้ได้ถ่านกัม มันต์ที่มีพื้นที่ผิวสูงเท่ากับการกระตุ้นทางเคมีจะต้องใช้เวลาการกระตุ้นนานกว่าหลายเท่า เช่น การกระตุ้น ด้วยโพแทสเซียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะให้ถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ ผิวกว้าง 2,420 ตารางเมตรต่อกรัม ส่วนการกระตุ้นด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 890 องศา เซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ผิวเพียง 644 ตารางเมตรต่อกรัม และเพื่อให้ได้ ถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ผิว 2,487 ตารางเมตรต่อกรัม จะเพิ่มเวลาการกระตุ้นเป็น 22.5 ชั่วโมง แต่ก็ทำให้ผล ได้ลดลงถึง 6% อย่างไรก็ตาม วิธีการกระตุ้นทางกายภาพสามารถเพิ่มสัดส่วนรูพรุนขนาดกลางได้อย่าง มีประสิทธิภาพ เช่น การเตรียมถ่านกัมมันต์โดยใช้วิธีการกระตุ้นด้วยไอน้ำสามารถเพิ่มปริมาตรของรูพรุน ขนาดกลางได้ โดยการเพิ่มเวลาในการกระตุ้น Ncibi และคณะ (2009) ได้เตรียมถ่านกัมมันต์จากวัชพืช ชื่อ *Posidonia oceanica* (L.) ด้วยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ พบว่าเวลาที่ใช้ในการกระตุ้นมีผลโดยตรงกับ ขนาดของรูพรุนที่เกิดขึ้น โดยเมื่อเพิ่มเวลาการกระตุ้นจาก 20 นาที เป็น 300 นาที สัดส่วนของ รูพรุน ขนาดกลาง เพิ่มขึ้นจาก 64 เป็น 74 % และสัดส่วนของรูพรุนขนาดเล็กลดลงจาก 28 เป็น 13% และดู เหมือนว่ารูพรุนขนาดกลางที่เพิ่มขึ้นนั้น มาจากการขยายขนาดของรูพรุนขนาดเล็กระหว่างการถูกกระตุ้น ด้วยไอน้ำ

เนื่องจากการกระตุ้นด้วยวิธีทางเคมีหรือการใช้สารเคมี มีข้อดีหลายอย่าง ได้แก่ ใช้อุณหภูมิและ เวลาในการกระตุ้นต่ำ, ให้ผลได้สูง, และได้ถ่านที่มี porosity สูง เมื่อเทียบกับวิธีการกระตุ้นทางกายภาพ ดังนั้นงานวิจัยทั่วไปจึงนิยมศึกษาวิธีการเตรียมถ่านกัมมันต์จากแหล่งวัตถุดิบต่างๆ โดยใช้วิธีการกระตุ้น ทางเคมี สารเคมีที่มีใช้เป็นสารกระตุ้นในการเตรียมถ่านกัมมันต์มักจะเป็นสารที่มีความสามารถในการดูด ความชื้นได้ดี และเป็นตัวออกซิไดซ์ที่ดี ได้แก่ $ZnCl_2$, H_3PO_4 , H_2CO_3 , $NaOH$, KOH เป็นต้น สมบัติของ ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้จากการกระตุ้นทางเคมีนั้น จะขึ้นอยู่กับพารามิเตอร์ต่างๆ ระหว่างการกระตุ้น โดย Ahmadpour และ Do (1997) ซึ่งเป็นนักวิจัยที่ผลิตถ่านกัมมันต์จากเปลือกถั่วแมคคาดาเมียโดยการ กระตุ้นด้วย $ZnCl_2$ และ KOH พบว่าพารามิเตอร์ที่มีผลต่อการเกิดรูพรุนในถ่านกัมมันต์มากที่สุด คือ อัตราส่วนของวัตถุดิบกับสารกระตุ้น รองลงมาเป็นอุณหภูมิที่ใช้ในการกระตุ้นและวิธีการผสมสารกระตุ้น กับวัตถุดิบ ตามลำดับ Adinata และคณะ (2007) ได้นำเปลือกผลปาล์มมาผลิตเป็นถ่านกัมมันต์โดยการ กระตุ้นด้วย K_2CO_3 ตัวแปรที่ได้ศึกษาคืออัตราส่วนการกระตุ้นและอุณหภูมิในการกระตุ้น พบว่าเมื่อเพิ่ม อัตราส่วนการกระตุ้นจาก 0.5 จนถึง 1.0 พื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์ก็เพิ่มขึ้นด้วยโดยเพิ่มขึ้นจาก 248 จนถึง 1,170 ตารางเมตรต่อกรัม และปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้นจาก 0.13 ถึง 0.57 อัตราส่วนการกระตุ้น Prahast และคณะ (2008) ได้ศึกษาผลของอัตราส่วนการกระตุ้นที่มีต่อพื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์ ผลจากการศึกษา เป็นเช่นเดียวกัน คือพื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนการกระตุ้นสำหรับขนาดรูพรุนของ ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้จากการกระตุ้นทางเคมีนั้น จะเป็นรูพรุนประเภทรูพรุนขนาดเล็กมากกว่ารูพรุน

ขนาดกลางอย่างไรก็ตาม การเพิ่มอัตราส่วนการกระตุ้นสูงจนถึงระดับหนึ่งนั้น จะทำให้พื้นที่ผิวของ ถ่านกัมมันต์ และปริมาตรของรูพรุนขนาดเล็กลดลง แต่ปริมาตรของรูพรุนขนาดกลางจะเพิ่มขึ้น อันเนื่อง มาจากการขยายขนาดรูพรุนของรูพรุนขนาดเล็กไปเป็นรูพรุนขนาดกลาง (Adinata และคณะ, 2007) นอกจากนี้ มีงานวิจัยหนึ่งสามารถเตรียมถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนขนาดกลางสูงได้โดยใช้ CaCl_2 เป็นสาร กระตุ้นร่วมกับการเผาในบรรยากาศของ CO_2 ซึ่งได้ถ่านกัมมันต์ที่มีสัดส่วนของรูพรุนขนาดกลางสูงถึง 80% (Juárez-Galán และคณะ, 2009) อย่างไรก็ตาม การประยุกต์ใช้ถ่านกัมมันต์เป็นตัวรองรับ หากใช้ ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยการกระตุ้นทางเคมี จะทำให้มีสารเคมีตกค้างได้สูงกว่าการกระตุ้นด้วยวิธีทาง กายภาพ ในการนำถ่านกัมมันต์มาประยุกต์ใช้เป็นตัวรองรับ หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นอิทธิพลที่สำคัญ ต่อการบรรจุคะตะลิสต์ เนื่องจากสารประกอบออกซิเจนจะทำให้มีการกระจายตัวของคะตะลิสต์ได้ดี และ พันธะที่เกิดขึ้นระหว่างโลหะกับตัวรองรับที่มีกลุ่มออกซิเจนอยู่เป็นพันธะที่แข็งแรง ทำให้คะตะลิสต์เกาะ บนตัวรองรับได้ดี (Gurrath และคณะ, 2000, Carmo และคณะ, 2008, Aksoylu และคณะ, 2000) ซึ่ง การเพิ่มหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนทำได้โดยการปรับสภาพผิวหน้าของถ่านกัมมันต์ ซึ่งมีทั้งการใช้ความร้อน และสารเคมี เช่น กรดไนตริก ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ กรดซัลฟริก เป็นต้น จากการศึกษาของ Aksoylu และคณะ (2000) ซึ่งได้ปรับสภาพถ่านกัมมันต์ที่ด้วย กรดไนตริก (HNO_3) พบว่าถ่านกัมมันต์ที่ปรับสภาพ แล้วจะมีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเพิ่มขึ้น ได้แก่ หมู่ฟังก์ชันของกลุ่มกรดคาร์บอกซิลิก ทั้งยังเพิ่มพื้นที่ผิว ของรูพรุนขนาดกลางขึ้นประมาณ 60% นอกจากนี้การศึกษาของ Nakagawa และคณะ (2000) ยังพบว่า การปรับสภาพถ่านกัมมันต์ด้วยกรดไนตริก สามารถกำจัดเถ้าให้กับถ่านกัมมันต์ได้อีกด้วย นอกจากนั้น Liou (2010) พบว่าถ้าปรับสภาพวัตถุดิบก่อนกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ (Pre-treatment) ด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จะทำให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเทียบกับการ ไม่ได้ปรับสภาพ ซึ่งได้ทดลองกับการเตรียมถ่านกัมมันต์จากขานอ้อยและเปลือกเมล็ดทานตะวัน โดย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะเข้าไปกำจัดเถ้าและลิกนินที่อยู่ในวัตถุดิบ และพบว่าถ่านกัมมันต์ที่ได้มีรู พรุนขนาดใหญ่ขึ้นจาก 2.02 เป็น 2.23 นาโนเมตร โดยไม่ต้องเพิ่มอุณหภูมิในการกระตุ้น

3.3 ระเบียบวิธีดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมถ่านกัมมันต์

1. หั่นเปลือกมังคุดเป็นชิ้นเล็กๆ ขนาดประมาณ $0.5 \times 0.5 \times 0.5$ เซนติเมตร จากนั้นนำไปล้าง ด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกและสารที่ไม่บริสุทธิ์ แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดความชื้น จากนั้นบดเปลือกมังคุดที่แห้งแล้ว และนำมาคัดขนาดให้ได้ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.3-0.6 มิลลิเมตร จากนั้นนำไปเก็บในโถสุญญากาศเพื่อรอการใช้งาน

2. แบ่งเปลือกมังคุดที่ได้จากข้อ 1 เป็น 2 ส่วน ส่วนแรกนำไปปรับสภาพ โดยต้มในสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นกรองเปลือก มังคุดออกจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดความเป็นเบส จนมีค่า pH เป็น 7 หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และส่วนที่สองไม่นำมา ผ่านการปรับสภาพ

3. แบ่งเปลือกมังคุดที่ได้จากข้อ 2 เป็นอย่างละ 2 ส่วน และนำมาผ่านกระบวนการกระตุ้นต่างกัน ดังนี้

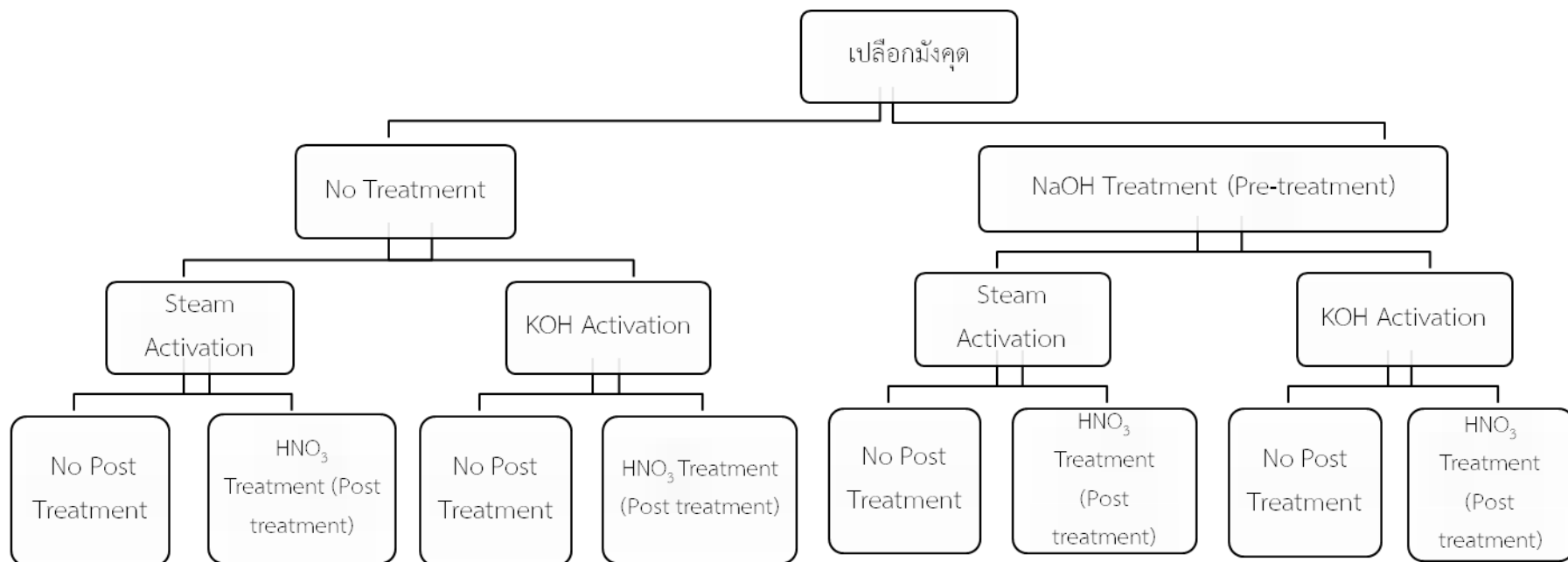
- ส่วนแรกจะนำไปเตรียมถ่านกัมมันต์โดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำ โดยคาร์บอนไฮไดรไรด์การไหล ของก๊าซไนโตรเจนที่ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที่ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส โดยมี อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที่ เมื่อเริ่มจากอุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

- ส่วนที่สองจะนำมาผสมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ด้วยอัตราส่วนระหว่างโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์กับเปลือกมังคุด (Impregnation ratio) เท่ากับ 1.0

$$\text{Impregnation ratio} = \frac{\text{น้ำหนักของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์}}{\text{น้ำหนักของถ่านกัมมันต์}}$$

แล้วนำไปคาร์บอนไนซ์ภายใต้การไหลของก๊าซไนโตรเจนที่ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อเริ่มจากอุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ และล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง จนมีค่า pH เป็น 7 แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และเก็บไว้ในโถสุญญากาศเพื่อรอการใช้งานต่อไป

4. แบ่งถ่านกัมมันต์ที่ได้จากข้อ 3 เป็นอย่างละ 2 ส่วน โดยส่วนแรกจะนำไปปรับสภาพ ด้วยการออกซิไดซ์ด้วยกรดไนตริก 5 โมลาร์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งมีค่า pH 5.5 แล้วนำไปอบที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และส่วนที่สองจะไม่นำมาผ่านการปรับสภาพ
- ขั้นตอนการดำเนินงานทั้งหมดแสดงดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุด

3.3.2 การวิเคราะห์วัตถุดิบและถ่านกัมมันต์

1. การวิเคราะห์วัตถุดิบ

- การวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณ (Proximate analysis)

การวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณ (Proximate analysis) เปลือกมังคุดที่นำมาใช้เตรียมถ่านกัมมันต์จะผ่านการวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณ ซึ่งได้แก่ ความชื้น, สารระเหย, คาร์บอนคงตัว และเถ้า โดยใช้วิธีตามมาตรฐาน ASTM E871-82, ASTM E872-82, และ D1102-84

- การศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อน

การทดลอง Thermogravimetric Analysis เป็นการทดลองเพื่อศึกษาพฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของถ่านกัมมันต์ ด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis ตัวอย่างที่ใช้ทำการวิเคราะห์คือ วัตถุดิบจากเปลือกมังคุดก่อนที่จะทำการกระตุ้น โดยใช้อุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนเพิ่มขึ้นทุกๆ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่อัตราการไหล 150 มิลลิลิตรต่อนาที

2. การวิเคราะห์ถ่านกัมมันต์

- การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area)

ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเป็นค่ามาตรฐานที่นิยมใช้เพื่อแสดงคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ ใช้วิธีการ Brunauer-Emmett-Teller (BET) โดยใช้ก๊าซไนโตรเจนเป็นก๊าซในการดูดซับ ใช้เครื่องทดสอบพื้นที่ผิวเป็นเครื่องวิเคราะห์ และวิธี Barrett-Joyner-Halenda (BJH) ใช้เครื่องทดสอบการกระจายตัวของขนาดรูพรุน

- การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

เป็นการวิเคราะห์พื้นผิวโดยใช้ลำแสงอิเล็กตรอนด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวปรากฏเป็นภาพขยายที่สามารถมองเห็นได้ โดยก่อนการวิเคราะห์ ตัวอย่างจะต้องถูกอบให้แห้งที่ 100 องศาเซลเซียส และเก็บในโถดูดความชื้นตลอดคืน

- การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy

เป็นเทคนิคอย่างหนึ่งที่ใช้ตรวจสอบและศึกษาเกี่ยวกับโมเลกุลของสาร สำหรับศึกษาโครงสร้างของสารอินทรีย์ หาหมู่ฟังก์ชัน และหาสารที่ปนเปื้อน โดยเทียบกับสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน

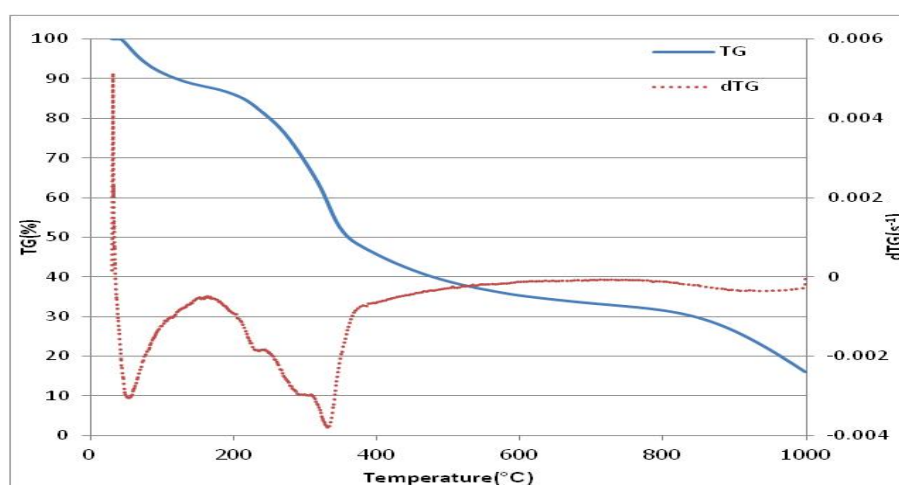
3.4 ผลการวิจัย และการอภิปรายผล

3.4.1 การวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณ (Proximate analysis)

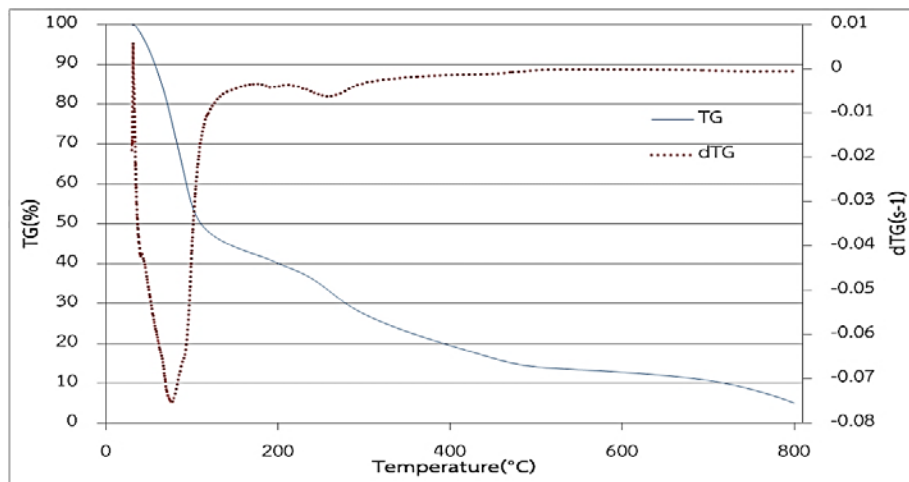
การวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณของวัตถุดิบที่เป็นเปลือกมังคุด เป็นสิ่งที่บอกถึงความเป็นไปได้ในการพัฒนาของเปลือกมังคุดไปเป็นถ่านกัมมันต์ ซึ่งสามารถทำการวิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐาน ASTM D3872-89 ผลการวิเคราะห์จะเห็นได้ว่าเปลือกมังคุดมีองค์ประกอบของความชื้น 7.6%, เถ้า 3.8%, สารระเหย 70.2% และคาร์บอนคงตัว 18.4% ค่าดังกล่าวบ่งบอกว่า สามารถนำเปลือกมังคุดมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตถ่านกัมมันต์ได้ เนื่องจากคุณสมบัติที่ได้นั้นแสดงให้เห็นว่า วัตถุดิบมีปริมาณเถ้าต่ำกว่าคาร์บอนคงตัวและสารระเหย ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่ดีของวัตถุดิบสำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์ (พลัญญ์ โสภณกิจโกศล, 2544, Hayashi et al., 2005) แต่อย่างไรก็ตามการที่เปลือกมังคุดซึ่งเป็นขยะที่เหลือใช้จากธรรมชาติ มีปริมาณคาร์บอนคงตัวสูงถึง 18.0% ก็ถือว่าเป็นปริมาณที่มากพอแล้ว สำหรับการนำมาผลิตเป็นถ่านกัมมันต์ เมื่อเทียบกับขยะเหลือใช้จากธรรมชาติอื่นๆ ถึงแม้ว่าถ่านกัมมันต์ที่ได้จากเปลือกมังคุดนั้นจะมีปริมาณสารระเหยสูงก็ตาม

3.4.2 การวิเคราะห์พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis, TGA)

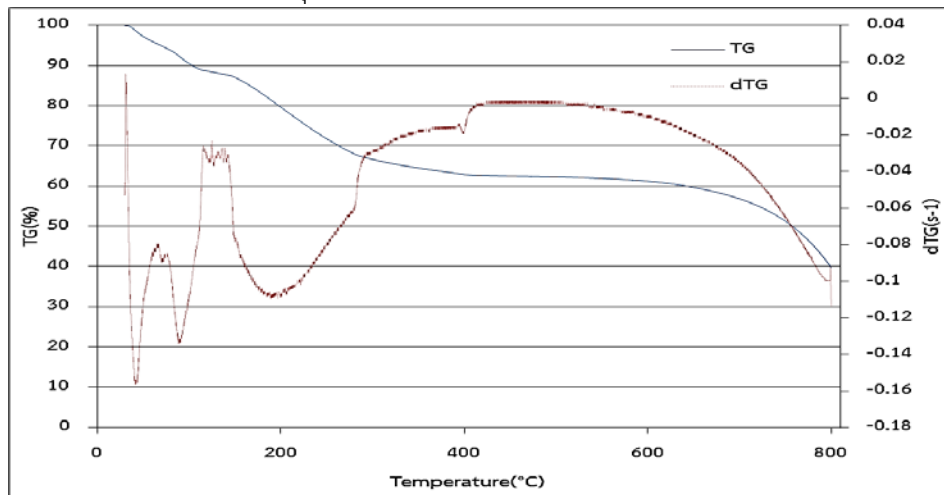
การวิเคราะห์พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเปลือกมังคุด จะแสดงผลในรูปของการสูญเสีย น้ำหนัก (weight loss) ที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ ซึ่งเรียกว่า กราฟ TG (Thermogravimetry) และ dTG (Derivative thermogravimetry) ดังรูปที่ 2 (ก) ซึ่งแสดงกราฟ TG และ dTG ของเปลือกมังคุดที่ยังไม่ผ่านการกระตุ้น หรือการปรับสภาพใดๆ ที่อัตราการความร้อน (Heating rate) 10 องศาเซลเซียสต่อวินาที จากอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ไปจนถึง 1000 องศาเซลเซียส ภายใต้การไหลของก๊าซไนโตรเจน Kalderis และคณะ (2008) กล่าวว่าที่อุณหภูมิประมาณ 180 องศาเซลเซียส จะเป็นช่วงแรกที่จะเกิดการสูญเสียน้ำหนักของ วัสดุดิบ ซึ่งเกิดจากพันธะของน้ำที่หลุดออกมาจากโครงสร้างของเปลือกมังคุด ต่อมาในช่วงอุณหภูมิ 180-350 องศาเซลเซียส เป็นช่วงที่มีการสูญเสียน้ำหนักของวัสดุดิบไปมากที่สุดจากการสลายตัวของเซลลูโลสและเฮมิ เซลลูโลส กลายเป็นสารระเหยและทาร์ ที่ช่วงอุณหภูมิ 350-450 องศาเซลเซียส เป็นช่วงกลางของการสูญเสียน้ำหนัก โดยที่อุณหภูมิประมาณ 350 องศาเซลเซียส จะเกิดกระบวนการคาร์บอนไนซ์ของลิกนิน และการแตก ตัวของพันธะ C-C และที่อุณหภูมิสูงกว่า 500 องศาเซลเซียส อัตราการสูญเสียน้ำหนักของวัสดุดิบจะลดลง Lim และคณะ (2010), Williams และ Besler (1992) กล่าวว่าที่อุณหภูมิประมาณ 720 องศาเซลเซียส ลิกนินและสารระเหยที่เหลืออยู่จะสลายตัวไปเรื่อยๆ ในขณะที่เดียวกันคาร์บอนจะยังคงเหลืออยู่ และที่อุณหภูมิ ที่สูงกว่า 800 องศาเซลเซียส จะมีการสูญเสียน้ำหนักเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างพื้นฐาน ของถ่านจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมินี้เอง ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเปลือกมังคุดสามารถเป็นวัตถุดิบที่ดีในการผลิตถ่านกัมมันต์



(ก) เปลือกมังคุดที่ยังไม่ได้ผ่านการกระตุ้น



(ข) เปลือกมังคุดที่ผสมกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์



(ค) สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

รูปที่ 3.2 กราฟ TG/dTG ของ (ก) เปลือกมังคุดที่ยังไม่ได้ผ่านการกระตุ้น, (ข) เปลือกมังคุดที่ผสมกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ และ (ค) สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

รูปที่ 3.2 (ข) แสดงกราฟ TG/dTG ของเปลือกมังคุดที่ผสมกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งจะเห็นว่าสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ทำให้พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเปลือกมังคุดเปลี่ยนไป พบว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่า 200 องศาเซลเซียส มีการสูญเสียน้ำหนักไปประมาณร้อยละ 60 ซึ่งมากขึ้นเมื่อเทียบกับกราฟ TG/dTG ของเปลือกมังคุดที่ยังไม่ได้ผ่านการกระตุ้นประมาณร้อยละ 45 เนื่องจากสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ทำหน้าที่เป็น dehydrating agent ที่สามารถช่วยดึงโมเลกุลของน้ำออกจากโครงสร้างมากขึ้นของเปลือกมังคุดทำให้เกิดการสูญเสียน้ำหนักเพิ่มขึ้น (Otowa et al., 1993) นอกจากนี้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ยังทำให้วัตถุดิบมีการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิต่ำลง กล่าวคือเปลือกมังคุดจะมีการสูญเสียน้ำหนักที่มากที่สุดในช่วงอุณหภูมิประมาณ 200-400 องศาเซลเซียส แต่เมื่อผสมเปลือกมังคุดกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ทำให้ช่วงอุณหภูมิที่มีการสูญเสียน้ำหนักมากที่สุด ลดลงมาอยู่ในช่วง 100-300 องศาเซลเซียส ดังนั้นกระบวนการกระตุ้นทางเคมีจะสามารถใช้อุณหภูมิในการกระตุ้นที่ต่ำกว่าการกระตุ้นทางกายภาพ ส่วนในรูปที่ 2 (ค) เป็นกราฟ TG/dTG ของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ พบว่าที่

ช่วงอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส อัตราการสูญเสียน้ำหนักของสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เริ่มคงที่ แสดงว่าสารละลายโพแทสเซียมจะไม่สลายตัวในช่วงอุณหภูมินี้ ดังนั้นจึงสามารถใช้อุณหภูมิในช่วงนี้ในการกระตุ้นวัตถุดิบได้ โดยไม่เกิดการสูญเสียสภาพของสารเคมีและพบว่าสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์จะเกิดการสูญเสียน้ำหนักอีกครั้งเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 600 องศาเซลเซียส

3.4.3 ผลได้ (Yield)

ในกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ ผลได้ หรือ Yield ของถ่านกัมมันต์นั้นคำนวณได้จากน้ำหนักสุดท้ายของถ่านกัมมันต์ หลังจากกระบวนการกระตุ้น การล้างและการอบแห้ง เทียบกับน้ำหนักเริ่มต้นของวัตถุดิบแห้ง จากตารางที่ 1 ผลได้ของถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นทางกายภาพมีค่าอยู่ในช่วง 3.5-29.0% และผลได้ของถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นทางเคมีมีค่าอยู่ในช่วง 5.2-30.4% ซึ่งจะสังเกตว่ามีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก โดยผลได้ที่มีค่าน้อย จะเกิดขึ้นในถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการปรับสภาพก่อนการกระตุ้น เนื่องจากการใช้สารเคมีมีผลในการทำลายโครงสร้างของคาร์บอน เพราะสารเคมีจะทำปฏิกิริยาโดยตรงกับคาร์บอนซึ่งเป็นโครงสร้างของถ่านกัมมันต์ ทำให้ผลได้มีค่านี้น้อยลง

เมื่อเปรียบเทียบค่าผลได้ของถ่านกัมมันต์ กับค่าคาร์บอนคงตัวในวัตถุดิบเริ่มต้น พบว่าค่าผลได้ของถ่านกัมมันต์ซึ่งเตรียมได้จากการกระตุ้นทางกายภาพและทางเคมี มีค่าสูงกว่าค่าของคาร์บอนคงตัวในวัตถุดิบเริ่มต้นที่วิเคราะห์ได้จากคุณสมบัติโดยประมาณ ทั้งนี้ในการกระตุ้นและคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิสูงนั้น ธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของวัตถุดิบที่ไม่ใช่คาร์บอน ได้แก่ ไฮโดรเจน ออกซิเจน และไนโตรเจน จะหลุดออกจากวัตถุดิบในรูปของน้ำและก๊าซต่างๆ โดยสารเคมีที่ใช้กระตุ้นนั้นจะทำหน้าที่เป็น dehydrating agent (Hu et al., 2001) ซึ่งจะเพิ่มอัตราการดึงน้ำออกจากวัตถุดิบ และลดการสลายตัวของคาร์บอนในรูปของก๊าซ CO₂ และ CO โดยสุดท้ายแล้วจะเหลือโครงร่างตาข่ายของคาร์บอนในผลิตภัณฑ์สุดท้ายซึ่งมีผลได้สูงกว่าคาร์บอนคงตัว (Prahas et al., 2008)

3.4.4 การวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area) และขนาดของรูพรุน

จากตารางที่ 3.1 จะสังเกตเห็นว่า ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพโดยใช้ไอน้ำ (AC1, AC2, AC3, AC4) จะให้พื้นที่ผิวสูงกว่าถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมีโดยใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (AC5, AC6, AC7, AC8) ในขณะเดียวกัน ถ่านกัมมันต์กลุ่มหลังซึ่งกระตุ้นด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์นั้นมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยใหญ่กว่าถ่านกัมมันต์กลุ่มแรกซึ่งกระตุ้นด้วยไอน้ำ เนื่องจากการกระตุ้นด้วยสารเคมีนั้น สารเคมีจะเข้าทำปฏิกิริยากับโครงสร้างคาร์บอนของถ่านกัมมันต์ซึ่งเป็นการขยายขนาดของรูพรุน ในขณะที่การกระตุ้นด้วยไอน้ำนั้น ไอน้ำจะเข้าไปสร้างรูพรุนใหม่ ทำให้มีความพรุนหรือพื้นที่ผิวสูงขึ้นแต่ไม่ได้ไปขยายขนาดรูพรุนเดิมที่มีอยู่แล้ว สำหรับการปรับสภาพวัตถุดิบก่อนการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่า ถ่านกัมมันต์ที่ผ่านกระบวนการนี้จะมีขนาดรูพรุนที่ใหญ่ขึ้น ซึ่งได้แก่ AC2 (2.38 นาโนเมตร) และ AC6 (2.75 นาโนเมตร) เมื่อเทียบกับ AC1 (2.24 นาโนเมตร) และ AC5 (2.50 นาโนเมตร) ที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ ซึ่งเป็นไปในทางเดียวกันกับงานวิจัยของ Liou (2010) ที่กล่าวว่าถ้าปรับสภาพวัตถุดิบก่อนกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะทำให้ได้ถ่านกัมมันต์มีรูพรุนขนาดใหญ่ขึ้น แต่การที่ถ่านกัมมันต์มีรูพรุนที่ใหญ่ขึ้นนั้นจะทำให้ถ่านกัมมันต์มีพื้นที่ผิวน้อยลง เนื่องจากสารเคมีจะทำปฏิกิริยากับคาร์บอนซึ่งเป็นโครงสร้างของถ่านกัมมันต์ตามที่ได้กล่าวมาแล้ว ส่วนถ่านกัมมันต์ที่ปรับสภาพหลัง

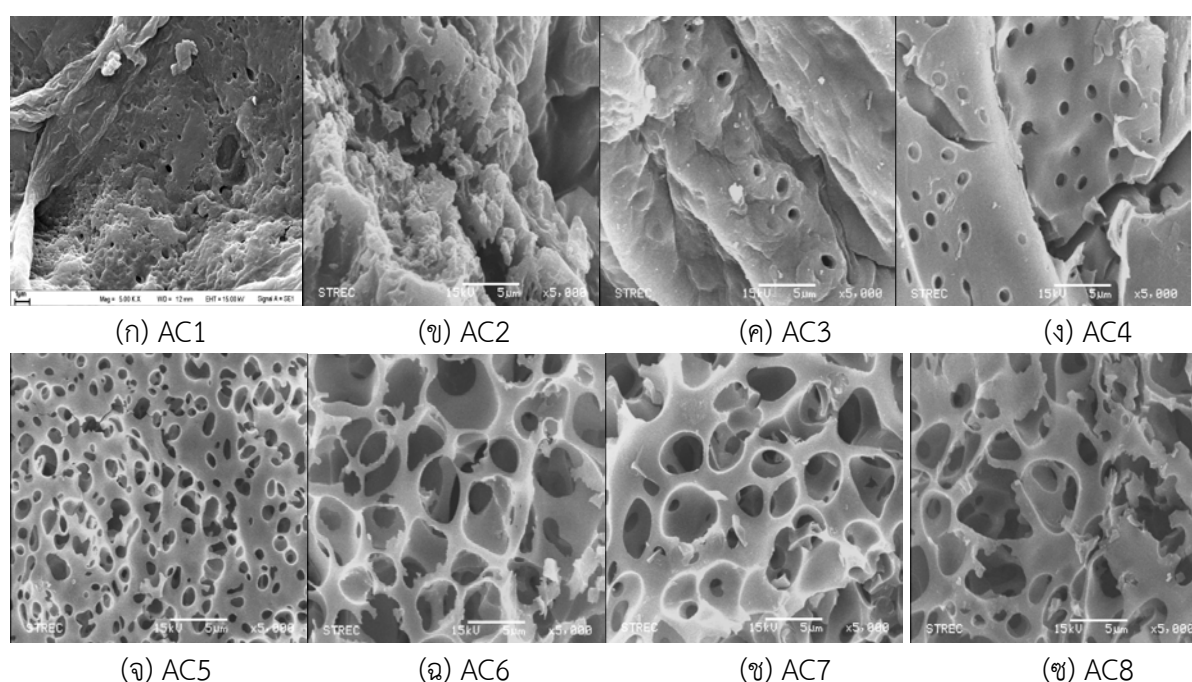
การกระตุ้นด้วยกรดไนตริก ได้แก่ ตัวอย่าง AC3 และ AC7 นั้น พบว่าไม่มีแนวโน้มที่ชัดเจนว่ามีผลต่อโครงสร้างรูพรุนอย่างไร ซึ่งการปรับสภาพด้วยกรดไนตริกนั้นมีวัตถุประสงค์หลักๆ ในการเพิ่มหมู่ออกซิเจนบนพื้นผิวถ่านกัมมันต์ และพบว่าถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการปรับสภาพทั้ง 2 แบบ ได้แก่ AC4 และ AC8 นั้น มีพื้นที่ผิวลดลงและขนาดรูพรุนสูงใหญ่ขึ้น โดยถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยวิธีการกระตุ้นเชิงเคมีจะมีพื้นที่ผิวดำกว่าและขนาดรูพรุนใหญ่กว่าถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยวิธีการกระตุ้นเชิงกายภาพ

ตารางที่ 3.1 ผลได้ของถ่านกัมมันต์ พื้นที่ผิวจำเพาะ และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยของถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุดที่เตรียมด้วยวิธีต่างๆ

ตัวอย่าง	การกระตุ้นเชิงกายภาพ			การกระตุ้นเชิงเคมี			ผลได้ (เปอร์เซ็นต์)	พื้นที่ผิว จำเพาะ (ตาราง เมตรต่อ กรัม)	ขนาดรู พรุนเฉลี่ย (นาโน เมตร)
	ไม่ปรับ สภาพ วัตถุดิบ	ปรับสภาพวัตถุดิบ ก่อนการกระตุ้น ด้วยโซเดียม ไฮดรอกไซด์	ปรับสภาพ ถ่านกัมมันต์ หลังการกระตุ้น ด้วยกรดไนตริก	ไม่ปรับ สภาพ วัตถุดิบ	ปรับสภาพวัตถุดิบ ก่อนการกระตุ้น ด้วยโซเดียม ไฮดรอกไซด์	ปรับสภาพ ถ่านกัมมันต์ หลังการกระตุ้น ด้วยกรดไนตริก			
AC1	✓	-	-				29.0	451.30	2.24
AC2	-	✓	-				5.0	460.84	2.38
AC3	-	-	✓				28.7	661.39	2.29
AC4	-	✓	✓				3.5	386.25	2.41
AC5				✓	-	-	30.4	313.12	2.51
AC6				-	✓	-	6.0	216.32	2.75
AC7				-	-	✓	29.4	312.82	2.37
AC8				-	✓	✓	5.2	15.31	12.89

3.4.5 การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การวิเคราะห์ด้วยวิธีการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ของถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยวิธีการต่างๆ ดังรูปที่ 3.3 ซึ่งแสดงผลไปในแนวนอนเดียวกันกับผลจากการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน โดยจะพบว่าถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยการกระตุ้นทางเคมี (ก ถึง ง) จะเกิดรูพรุนที่ผิวมากกว่าถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยการกระตุ้นทางกายภาพ (จ ถึง ช) โดยรูพรุนของถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นทางเคมีจะมีลักษณะการเกิดของรูพรุนอยู่ใกล้ๆ กัน บางรูพรุนก็เชื่อมต่อกัน ส่วนถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นทางกายภาพจะมีลักษณะผิวเรียบและรูพรุนแต่ละรูพรุนจะเกิดห่างกันเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบรูป 3.3 (ก) กับ 3.3 (ข) พบว่าถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการปรับสภาพก่อนการกระตุ้นจะมีรูพรุนเกิดขึ้นที่พื้นผิวมากกว่าถ่านกัมมันต์ที่ไม่ผ่านการปรับสภาพก่อนการกระตุ้น นอกจากนี้รูพรุนยังมีขนาดใหญ่ขึ้น มีการกระจายตัวอยู่ทั่วไป แต่ขนาดของรูพรุนไม่สม่ำเสมอ ส่วนในรูปที่ 3.3 (จ) กับ 3.3 (ฉ) ซึ่งเป็นถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นทางเคมีก็ได้ผลเช่นเดียวกันคือถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการปรับสภาพก่อนการกระตุ้นจะมีรูพรุนที่ใหญ่ขึ้น และพบว่าถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการปรับสภาพทั้งก่อนและหลังการกระตุ้น จะทำให้ถ่านกัมมันต์ที่ได้มีขนาดรูพรุนที่ใหญ่ขึ้นและขนาดของรูพรุนก็ค่อนข้างใกล้เคียงกัน ดังรูป 3.3 (ง) และ 3.3 (ช)

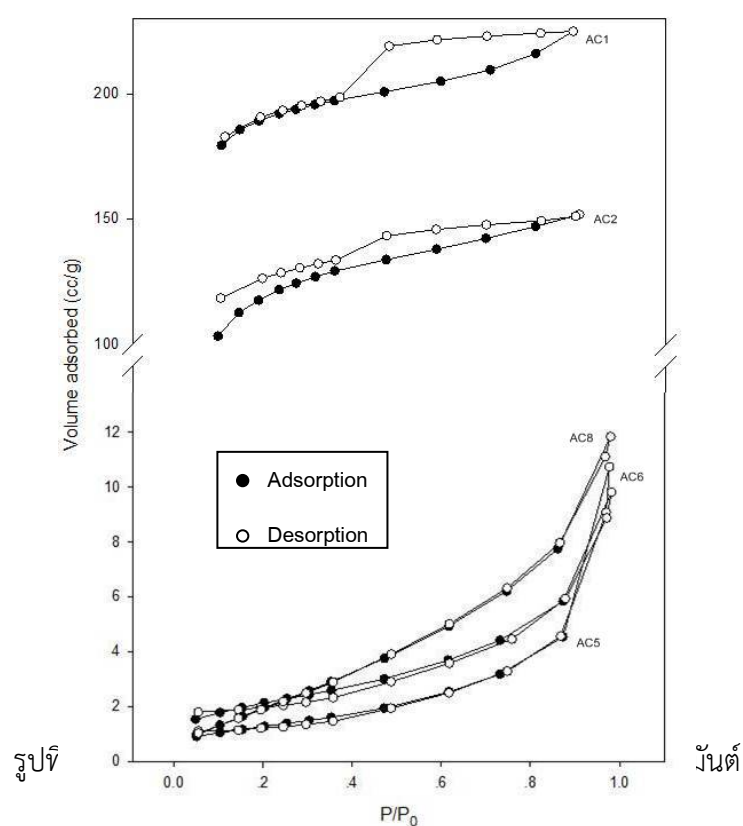


รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายถ่านกัมมันต์ที่เตรียมและปรับสภาพด้วยวิธีการต่างๆด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยกำลังขยาย 5000 เท่า

3.4.6 การวิเคราะห์ด้วยไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption Isotherm)

รูปที่ 3.4 แสดงไอโซเทอมของการดูดซับและคายซับก๊าซไนโตรเจนของถ่านกัมมันต์ที่เตรียมด้วยการกระตุ้น การปรับสภาพก่อนการกระตุ้น และการปรับสภาพหลังการกระตุ้น การดูดซับก๊าซไนโตรเจนจะถูกพล็อต เมื่อ P/P_0 คือความดันสัมพัทธ์ของก๊าซไนโตรเจน โดย P คือความดันไอ และ P_0 คือความ

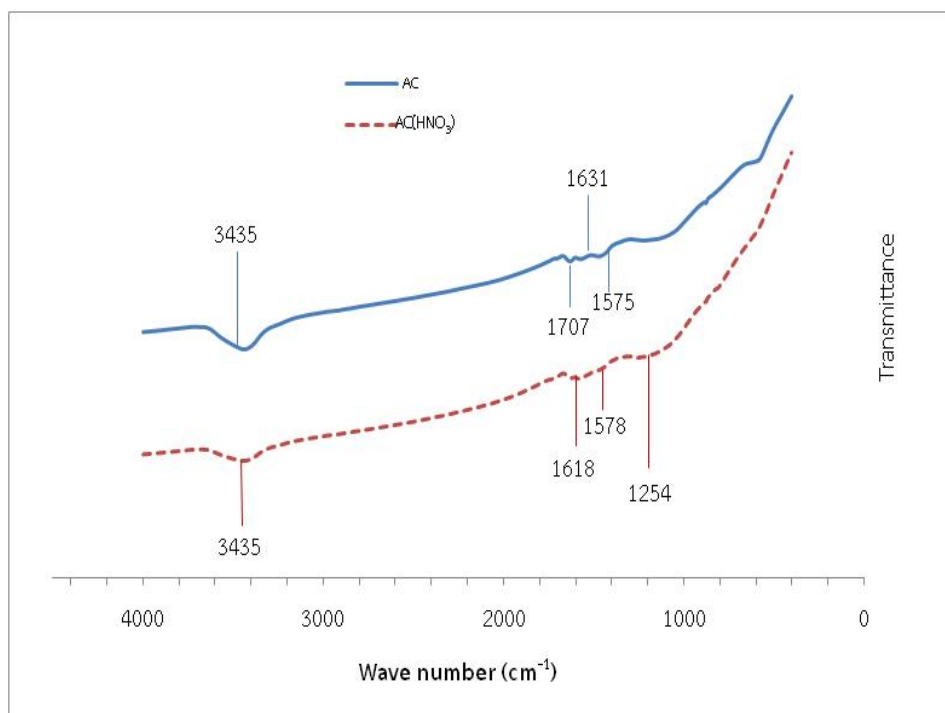
ตันไอเอ็มตัว พบว่า ถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นทางกายภาพโดยไม่ผ่านการปรับสภาพ (AC1) และถ่านกัมมันต์ที่ปรับสภาพก่อนการเตรียมถ่านกัมมันต์ แล้วนำมากระตุ้นทางกายภาพ (AC2) มีลักษณะไอโซเทอมชนิดที่ 4 หมายถึงการเป็นวัสดุที่มีรูพรุนแบบเมโซพอร์ และพบว่าถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นทางเคมีโดยไม่ผ่านการปรับสภาพ (AC5) ถ่านกัมมันต์ที่ปรับสภาพก่อนการเตรียมถ่านกัมมันต์ แล้วนำมากระตุ้นทางเคมี (AC6) และถ่านกัมมันต์ที่ปรับสภาพก่อนการเตรียมถ่านกัมมันต์ กระตุ้นทางเคมี และนำมาปรับสภาพหลังการกระตุ้น (AC8) มีลักษณะไอโซเทอมชนิดที่ 2 หมายถึงการเป็นวัสดุที่มีรูพรุนขนาดใหญ่หรือมาโครพอร์ ซึ่งไอโซเทอมการดูดซับและคายซับของถ่านกัมมันต์ให้ผลการทดลองที่ตรงกับการวิเคราะห์พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของถ่านกัมมันต์



3.4.7 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy พบว่า ถ่านกัมมันต์โดยทั่วไปจะมีหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอน ได้แก่ แอลคีน (C=C) คือแถบการสั่นในช่วง 1610-1680 cm^{-1} หมู่ฟังก์ชันอะโรมาติกของแอลคีน (C=C) คือแถบการสั่นในช่วง 1450-1600 cm^{-1} และหมู่ฟังก์ชันของเอมีน (N-H) แถบการสั่นในช่วง 3300-3500 cm^{-1} สำหรับถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยไอน้ำแต่ไม่ผ่านการปรับสภาพหลังการกระตุ้น แสดงดังรูปที่ 5 (AC) จะพบการสั่นของหมู่ ออกซิเจนที่ แถบการสั่นในช่วง 1670-1780 cm^{-1} ซึ่งเป็นหมู่คาร์บอนิลเพียงฟิคเดียวเท่านั้น ส่วนถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยไอน้ำ และผ่านการปรับสภาพหลังการกระตุ้นด้วยกรดไนตริก แสดงดังรูปที่ 3.5 (AC(HNO_3)) จะพบการสั่นของหมู่ ออกซิเจนที่ แถบการสั่นในช่วง 1670-1780 cm^{-1} คือหมู่คาร์บอนิล และยังพบแถบ

การสั่นในช่วงที่ $1050-1300\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นหมู่แอลกอฮอล์, อีเทอร์, กรดคาร์บอกซิลิก และเอสเทอร์ แสดงให้เห็นว่ามีการเกาะของหมู่ออกซิเจนที่ผิวของถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้นจากการปรับสภาพหลังการกระตุ้น



รูปที่ 3.5 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของถ่านกัมมันต์ — AC ผลการวิเคราะห์ FTIR ของถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยไอน้ำ และ - - - AC(HNO₃) ผลการวิเคราะห์ FTIR ของถ่านกัมมันต์ที่ผ่านการกระตุ้นด้วยไอน้ำ และผ่านการปรับสภาพหลังการกระตุ้นด้วยกรดไนตริก

3.5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

3.5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณของเปลือกมังคุด พบว่า มีค่าความชื้น 7.6%, เถ้า 3.8%, สารระเหย 70.2% และคาร์บอนคงตัว 18.4% จะเห็นได้ว่า เปลือกมังคุด มีปริมาณเถ้าต่ำที่สุด ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่ดีของวัตถุดิบในการเตรียมถ่านกัมมันต์

5.1.1 การเตรียมถ่านกัมมันต์

การกระตุ้นทางกายภาพด้วยไอน้ำ ไอน้ำจะทำหน้าที่เป็นก๊าซออกซิไดซ์ ในกระบวนการกระตุ้นทำให้เกิดรูพรุนในโครงสร้างถ่านกัมมันต์ แต่สำหรับกระบวนการกระตุ้นทางเคมีนอกจากจะมีน้ำเป็นก๊าซออกซิไดซ์แล้วยังจะมีสารเคมีที่เข้าไปทำปฏิกิริยากับโครงสร้างของถ่านกัมมันต์จึงทำให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าการกระตุ้นทางกายภาพเพียงอย่างเดียว โดยการที่ถ่านกัมมันต์มีขนาดรูพรุนที่ใหญ่จะส่งผลทำให้พื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์ต่ำลง

- การเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพ

การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุดด้วยวิธีการกระตุ้นทางกายภาพโดยใช้ไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เวลาในการกระตุ้นเท่ากับ 120 นาที พบว่าผลได้ของถ่านกัมมันต์มีค่าอยู่ในช่วง 3.5-29.0% พื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดเท่ากับ 804.7 ตารางเมตรต่อกรัม และจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของถ่านกัมมันต์ จะพบรูพรุนขนาดเล็ก กระจายตัวอยู่ทั่วไปบนถ่านกัมมันต์ และผิวถ่านกัมมันต์มีลักษณะเรียบ

- การเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมี

การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุดด้วยวิธีการกระตุ้นทางเคมีกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ที่อัตราส่วนระหว่างวัตถุดิบกับสารกระตุ้นเท่ากับ 1.0 อุณหภูมิการกระตุ้นเท่ากับ 500 องศาเซลเซียส เวลาในการกระตุ้น 120 นาที พบว่า ผลได้ของถ่านกัมมันต์มีค่าอยู่ในช่วง 5.2-30.4% พื้นที่ผิวจำเพาะมีค่าสูงสุดเท่ากับ 731.0 ตารางเมตรต่อกรัม จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของถ่านกัมมันต์จะพบรูพรุนขนาดกลางและขนาดใหญ่ จำนวนมากบนถ่านกัมมันต์ และผิวของถ่านกัมมันต์มีลักษณะที่ไม่เรียบ

5.1.2 การเตรียมถ่านกัมมันต์โดยปรับสภาพวัตถุดิบก่อนการกระตุ้น

การเตรียมถ่านกัมมันต์โดยปรับสภาพวัตถุดิบก่อนการกระตุ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าผลได้ของถ่านกัมมันต์มีค่าลดลงมาก รูพรุนของถ่านกัมมันต์มีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้พื้นที่ผิวของถ่านกัมมันต์ลดลง จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าถ่านกัมมันต์มีปริมาณรูพรุนเพิ่มขึ้น

5.1.3 การเตรียมถ่านกัมมันต์โดยปรับสภาพวัตถุดิบหลังการกระตุ้น

การเตรียมถ่านกัมมันต์โดยปรับสภาพวัตถุดิบภายหลังการกระตุ้นด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 5 โมลาร์ พบว่าผลได้ของถ่านกัมมันต์มีค่าลดลงเล็กน้อย รูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้น จนทำให้ถ่านกัมมันต์ที่ไม่ผ่านการปรับสภาพวัตถุดิบก่อนการเตรียมถ่านกัมมันต์ไม่มีพื้นที่ผิวเหลืออยู่เลย จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่ารูพรุนของถ่านกัมมันต์มีขนาดใหญ่มาก มีการแตกของพื้นผิวถ่านกัมมันต์เกิดขึ้น และมีการเกาะเกิดขึ้นที่พื้นผิวของถ่านกัมมันต์ ซึ่งจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy พบว่าเป็นสารจำพวกหมู่ออกซิเจนที่มาเกาะบนผิวถ่านกัมมันต์

3.5.2 ข้อเสนอแนะ

จากกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ทั้งทางเคมีและทางกายภาพ พบว่าผลได้มีค่าค่อนข้างต่ำ

1. ขั้นตอนการกระตุ้นด้วยสารเคมี ควรปรับกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ เช่น ศึกษาอัตราส่วนระหว่างวัตถุดิบกับสารกระตุ้นให้หลากหลายมากขึ้น เพราะสารกระตุ้นอาจจะมีปริมาณมากเกินไปจนทำลายโครงสร้างของคาร์บอนของเปลือกมังคุด เพื่อให้ได้ถ่านกัมมันต์ที่มีคุณภาพที่ดีขึ้น

2. ขั้นตอนการปรับสภาพหลังการกระตุ้น ควรมีการศึกษาความเข้มข้นของกรดไนตริกที่นำมาใช้ในการปรับสภาพหลังการกระตุ้น เนื่องจากกรดไนตริกที่ใช้อาจมีความเข้มข้นมากเกินไป เพื่อให้ถ่านกัมมันต์ที่ได้มีคุณภาพ และผลได้สูงขึ้น

3.6 บรรณานุกรม

Ahmadpour, A. and Do, D.D. (1997). The preparation of activated carbon from macadamia nutshell by chemical activation. University of Queensland, Brisbane, Australia. 1723-1732

- Aksoylu, A.E., Freitas, M.M.A. and Figueiredo, J.L. (2000). Bimetallic Pt–Sn catalysts supported on activated carbon I. The effects of support modification and impregnation strategy. Laboratory of Catalysis and Materials, University of Porto, Porto, Portugal. 29–42
- Ariyadejwanich, P., Tanthapanichakoon, W., Nakagawa, K., Mukai, S.R. and Tamon, H. (2003). Preparation and characterization of mesoporous activated carbon from waste tires. Chulalongkorn University and Kyoto University, Kyoto, Japan. 157–164
- Bansal, R.C., Donnet, J.-B. and Stoeckli, F. (1988). Active Carbon, Marcel Dekker, Inc., New York.
- Carmo, M., Linardi, M. and Poco, J.G.R. (2008). H₂O₂ treated carbon black as electrocatalyst support for polymer electrolyte membrane fuel cell applications, International Journal of Hydrogen Energy, 33, 6289.
- Chandra, T.C., Mirna, M.,M., Sunarso, J., Sudaryanto, Y. and Ismadji, S. (2009). Activated carbon from durian shell: Preparation and characterization. Widya Mandala Surabaya Catholic University, Kalijudan, Surabaya, Indonesia and The University of Queensland, St. Lucia, Brisbane, Australia. 457–462
- Chen, Y.D., Huang, B., Huang, M.J. and Cai, B.Q. (2011). On the preparation and characterization of activated carbon from mangosteen shell. School of Material Engineering and School of Life Sciences, Forestry University, Fuzhou, Fujian, China. 837–842
- Fuente, A.M., Pulgar, G., González, F., Pesquera, C. and Blanco, C. (2001). Activated carbon supported Pt catalysts: effect of support texture and metal precursor on activity of acetone hydrogenation. Universidad de Cantabria, Avda. de los Castros Santander, Spain. 35–46
- Gurrath, M., Kuretzky, T., Boehm, H.P., Okhlopkova, L.B., Lisitsyn, A.S. and Likholobov, V.A. (2000). Palladium catalysts on activated carbon supports Influence of reduction temperature, origin of the support and pretreatments of the carbon surface. Universita't Mu'nchen, Butenandtstr, Mu'nchen, Germany and Boreskov Institute of Catalysis, Novosibirsk, Russia. 1241–1255
- Hayashi, J., Kazehaya, A., Muroyama, K. and Watkinson, A.P. (2000). Preparation of activated carbon from lignin by chemical activation. Department of Chemical Engineering, Kansai University, Osaka, Japan and Pulp and Paper Centre, the University of British Columbia, Vancouver, Canada. 1873–1878
- Hu, Z.H., Srinivasan, M.P. and Ni, Y.M. (2001). Novel Activation Process for Preparing Highly Microporous and Mesoporous Activated Carbons, Carbon, 39, 877.
- Juárez-Galán, J.M., Silvestre-Albero, A., Silvestre-Albero, J. and Rodríguez-Reinoso, F. (2009). Synthesis of activated carbon with highly developed “mesoporosity”, Microporous and Mesoporous Materials, 117, 519.

- Kalderis, D., Bethanis, S., Paraskeva, P., and Diamadopoulos, E. (2008). Production of Activated Carbon from Bagasse and Rice Husk by A Single-stage Chemical Activation Method at Low Retention Times. Department of Environmental Engineering, Technical University of Crete, Chania, Greece.
- Kang, M., Bae, Y.-S. and Lee, C.-H. (2005). Effect of heat treatment of activated carbon supports on the loading and activity of Pt catalyst. LCD R&D Center, Samsung Electronics Co., Ltd., Korea and Yonsei University, Seoul, Korea. 1512–1516
- La´zaro, M.J., Ga´lvez, M.E., Artal, S., Palacios, J.M. and Moliner, R. (2007). Preparation of steam-activated carbons as catalyst supports. Instituto de Carboqui´mica, Energy and Environment Department, Miguel Luesma Casta´n, Zaragoza, Spain and Instituto de Cata´lisis y Petroleoqui´mica, CSIC, Campus UAM, Madrid, Spain. 301–315
- Lim, W. C., Srinivasakannan, C. and Balasubramanian, N. (2010). Activation of Palm Shells by Phosphoric Acid Impregnation for High Yielding Activated Carbon. J. Anal. Appl. Pyrol.
- Liou, T.-H. (2010). Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. Ming Chi University of Technology, Taipei, Taiwan. 129–142
- Nakagawa, K., Tamon, H. and Suzuki, T. (2000). Improvement of mesoporosity of activated carbons from pet by novel pre-treatment for steam activation. proceedings of the Second Pacific Basin Conference on adsorption science and technology. Australia. 14-18 May 2000. pp. 456-460.
- Namanea, A., Mekarzia, A., Benrachedi, K., Belhaneche-Bensemra, N. and Hellal, A. (2005). Determination of the adsorption capacity of activated carbon made from coffee grounds by chemical activation with $ZnCl_2$ and H_3PO_4 . National Polytechnic School, Environmental Department, Alger, Algeria and Laboratory of Food’s Technology, Faculty of Engineer’s Science, University of Boumerdes, Boumerdes, Algeria. 189–194
- Ncibi, M.C., Jeanne-Rose, V., Mahjoub, B., Jean-Marius, C., Lambert, J., Ehrhardt, J.J., Bercion, Y., Seffen, M. and Gaspard, S. (2009). Preparation and characterisation of raw chars and physically activated carbons derived from marine *Posidonia oceanica* (L.) fibres, Journal of Hazardous Materials, 165, 240.
- Otowa, T., Tanibata, R. and Itoh, M. (1993). Preparation activated carbon by potassium hydroxide activation. Research Laboratory, The Kansai Coke and Chemicals Co. Ltd., Amagasaki, Japan.
- Prahas, D., Kartika, Y., Indraswati, N. and Ismadji, S. (2008). Activated carbon from jackfruit peel waste by H_3PO_4 chemical activation: Pore structure and surface chemistry characterization, Chemical Engineering Journal, 140, 32.

- Uraki, Y., Kubo, S. and Sano, Y. (2002). Preparation of activated carbon moldings from the mixture of waste newspaper and isolated lignins: mechanical strength of thin sheet and adsorption property. The Japan Wood Research Society. 521-526
- Williams, P. T. and Besler, S. (1992). The Pyrolysis of Rice Husk in a Thermogravimetric Analyzer and Static Batch Reactor. Department of Fuel and Energy, The University of Leeds, Leeds, UK.