

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 เครื่องมือ

1. ตู้อบ Oven Hot Air ULE 500 (MEMERT on Germany)
2. เตาเผา CABOLITE CW 11/13
3. เครื่องชั่ง ทศนิยม 4 ตำแหน่ง METTLER TOLEDO รุ่น AG 204
4. เตาไฟฟ้า (hot plate) SCOTT GERATE GMBH D – 65719 Hofheim – TS Slk2
5. เครื่องบดไฟฟ้า
6. โถดูดความชื้น
7. เครื่อง UV visible spectrophotometer รุ่น UV 1601
8. เครื่องกวนสาร TKA CERA MAGMIDI

3.1.2 อุปกรณ์

1. หลอดทดลอง
2. กระดาษกรองวัดแมนเบอร์ 42
3. ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask)
4. กรวยกรอง (reservoir Funnel)
5. ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask)
6. แท่งแก้ว (stirring rod)
7. ถ้วยกระเบื้อง (crucible)
8. ตะแกรงร่อน
9. ซ้อนดักสาร
10. ขาดั่ง
11. ปีกเกอร์
12. ปีกเกอร์
13. Buret 50 ml
14. ปิเปต 10 ml
15. เทอร์มอมิเตอร์ (thermometer)
16. ที่หยดสาร (medicine dropper)

3.1 สารเคมี

1. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Acid, HCl) BAKER ANALYZED in USA
2. ซิงค์คลอไรด์ (Zinc Chloride, ZnCl_2) Asia Pacific Specialty chemicals
3. ไอโอดีน (Iodine , I_2) Asia Pacific Specialty chemicals
4. โซเดียมไธโอซัลเฟต (Sodium Thiosulphate , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) Adivision of Asia Pacific Specialty chemicals
5. โพแทสเซียมไอโอไดน์ (Potassium Iodide , KI) Mallinckrodt Baker, Inc Phillipsburg
6. โพแทสเซียมไฮโดรเจนไอโอเดต (Potassium Hydrogen Diiodate) Panreac Quimica Sa

3.2 วิธีการวิจัย

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมวัตถุดิบ

1. วัตถุดิบที่ใช้คือ กะลามะพร้าว นำมาตากให้แห้ง
2. เมื่อตากแห้งแล้วนำมาเผาโดยขุดหลุมให้กว้างเท่ากับปากป้อน
3. แล้วนำวัตถุดิบมาเผาในหลุมที่เตรียมไว้และใช้ป้อนครอบ เพื่อป้องกันไม่ให้อากาศเข้าไป
4. เมื่อเผาเสร็จแล้วนำมาตากแดดให้แห้ง แล้วจะได้ถ่านเพื่อนำไปเตรียมเป็นถ่านกัมมันต์ต่อไป

3.2.2 การเตรียมถ่านกัมมันต์

3.2.2.1 การเตรียมโดยวิธีใช้น้ำความร้อนสูง

1. นำถ่านจากกะลามะพร้าว ที่แห้งให้แห้ง นำมาบดด้วยเครื่องบดละเอียด แล้วใช้ตะแกรงร่อน เลือกขนาด 20-90 mesh เป็นวัตถุดิบในการทดลอง
2. มาแช่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นในอัตราส่วนกรดต่อถ่าน 1:1 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วล้างให้หมดความเป็นกรดด้วยน้ำ
3. แล้วนำไปอบโดยตั้งอุณหภูมิ 103°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่แห้งให้เย็น เก็บใส่ภาชนะให้มิดชิด ป้องกันความชื้น
4. นำถ่านไปใส่ในตะกร้าที่เตรียมไว้เพื่อทำการผลิตถ่านกัมมันต์ นำตะกร้าที่บรรจุถ่านเรียบร้อยแล้วไปใส่ในท่อทางผ่านของไอน้ำยิ่งยวด ในอุปกรณ์ reactor 2 ซึ่งสามารถใส่ถ่านได้พร้อมกันถึง 4 ถ่านตัวอย่าง
5. คำนวณให้เดือดจนได้ไอน้ำแล้วผ่านไปยัง reactor 1 เพื่อเป็นการให้ความร้อนเริ่มต้นซึ่งลักษณะภายในจะขุดด้วยท่อทองแดงอยู่ภายในแล้ว

6. เปิด reactor 2 ปรับอุณหภูมิให้ถึง 400 , 500 และ 600 °C โดยปรับจาก temperature controller แล้วทำการ activate ถ่านโดยแต่ละครั้งจะเปลี่ยนแปลงเวลาในการ activate ในช่วง 3 ชั่วโมง เมื่อ activate เรียบร้อยนำไปศึกษาสมบัติต่อไป

3.2.2.2 การเตรียมโดยวิธีทางเคมี

1. นำถ่านจากกะลามะพร้าว ที่งไว้ให้แห้ง นำมาบดด้วยเครื่องบดละเอียด แล้วใช้ตะแกรงร่อน เลือกขนาด 20-90 mesh เป็นวัตถุดิบในการทดลอง
2. มาแช่กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นในอัตราส่วนกรดต่อถ่าน 1:1 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วล้างให้หมดความเป็นกรดด้วยน้ำ
3. แล้วนำไปอบโดยตั้งอุณหภูมิ 103 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่งไว้ให้เย็น เก็บใส่ภาชนะให้มิดชิด ป้องกันความชื้น
4. นำถ่านมาผสมกับ ZnCl₂ ด้วยอัตราส่วน 1:1 แล้วนำไป activate ต่อไป
5. การนำไป activate ถ่านที่ทำการกระตุ้น แล้วมาเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 400 , 500 และ 600 °C ใช้เวลาต่าง ๆ กันไป 3 ชั่วโมง
6. เมื่อเผาเสร็จแล้วนำถ่านที่ได้ไปล้างด้วย HCl เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และน้ำร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมงแล้วทำให้เป็นกลางโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง
7. นำไปอบที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และนำมาใส่โถดูความชื้นเป็นเวลา 30 นาที จนน้ำหนักถ่านและถ้วยทนไฟคงที่
8. นำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปทดสอบขั้นต่อไป

3.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณเถ้า (ash) (วิธีของ ASTM.D 2826-83)

1. ชั่งถ่านกัมมันต์ชนิดเม็ดชนิดผง อย่างละ 3 กรัม ให้มีความละเอียดถึงทศนิยมตำแหน่ง ที่ 4 ในถ้วยทนไฟที่อบแห้ง และรู้น้ำหนักแล้ว
2. นำเข้าเตาเผา โดยค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิ ทีละน้อยๆ จนกระทั่ง อุณหภูมิถึง 400-500 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. เผาต่อจนกระทั่งอุณหภูมิถึง 600-700 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำออกจากเตาเผา ใส่โถดูความชื้นเป็นเวลา 30 นาที แล้วชั่งน้ำหนัก

คำนวณหาปริมาณเถ้าได้จากสูตร

$$\text{เถ้า (ร้อยละ โดยน้ำหนัก)} = [(A - B) / C] \times 100$$

- เมื่อ A = น้ำหนัก crucible และ ash มีหน่วยเป็นกรัม
 B = น้ำหนัก crucible
 C = น้ำหนักตัวอย่างมีหน่วยเป็นกรัม

3.3.4 การวิเคราะห์หาปริมาณความชื้น (วิธีของ AWWA B604)

1. ชั่งตัวอย่างถ่านกัมมันต์ชนิดเม็ดและชนิดผง ให้ได้น้ำหนักแน่นอนถึง 2 กรัม ในถ้วยทนไฟที่อบแห้งและรู้น้ำหนักแล้ว
2. อบตัวอย่างในตู้อบที่อุณหภูมิ 140 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น ชั่งน้ำหนักทันทีและบันทึกน้ำหนักไว้ แล้วคำนวณหาความชื้นได้จากสูตรดังนี้

วิธีการคำนวณ

$$\text{ความชื้น, ร้อยละโดยน้ำหนัก} = \left[\frac{(C - D)}{(C - B)} \right] \times 100$$

- เมื่อ B = น้ำหนักของถ้วยทนไฟ, กรัม
 C = น้ำหนักของถ้วยทนไฟกับน้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น, กรัม
 D = น้ำหนักของถ้วยทนไฟกับน้ำหนักตัวอย่างที่อบแห้ง, กรัม

3.3.5 การวิเคราะห์หาความหนาแน่น (Apparent Density) (วิธีของ AWWA B604)

1. อบตัวอย่างถ่านกัมมันต์ชนิดเป็นเม็ดและชนิดผงให้แห้งที่อุณหภูมิ 110-120 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นเป็นเวลา 30 นาที
2. ชั่งน้ำหนักกระบอกตวงที่มีปริมาตร 10 มิลลิลิตร ให้มีความละเอียด ถึง ทศนิยมตำแหน่งที่ 4 บันทึกผลเป็น X_0
3. ใส่ตัวอย่างถ่านลงใน กระบอกตวงจนเต็ม กระแทกกันกระบอกตวง จนกระทั่งระดับของตัวอย่างในกระบอกตวงคงที่ ที่ขีดปริมาตร 10 มิลลิลิตร
4. ชั่งน้ำหนักตัวอย่างพร้อมกระบอกตวง บันทึกผลเป็น X_1

คำนวณหาค่าความหนาแน่น ได้จากสูตร

$$BD \text{ (ก./ลบ.ซม.)} = \frac{X_1 - X_0}{10}$$

เมื่อ X_0 = น้ำหนักกระบอกตวง

X_1 = น้ำหนักตัวอย่าง + กระบอกตวง

3.3.6 การหาค่าไอโอดีนัมเบอร์ (Iodine Number) (วิธีการของ American Society for Testing and Material , ASTM.D 4607)

นำถ่านกัมมันต์ที่จะวิเคราะห์มาอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้นแล้วชั่ง 1 กรัมใส่ลงในขวดแก้วคอกว้างขนาด 250 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นจำนวน 10 มิลลิลิตร แก้วขวดแก้วจนกระทั่งตัวอย่างเปียกทั่วต้มให้เดือดและทิ้งให้เดือด 30 วินาทีทิ้งให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นเติมน้ำสารละลายมาตรฐานไอโอดีนจำนวน 100 มิลลิลิตร คนด้วยเครื่องคนแม่เหล็กไฟฟ้านาน 15 นาที กรองสารละลายผ่านกรวยกรองโดยใช้กระดาษกรองวัดแมนเบอร์ 42 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 150 มม. ทิ้งสารละลายที่กรองได้ 20-30 มิลลิลิตรแรก ส่วนสารละลายที่กรองได้ในช่วงหลังให้คนจนเข้ากันแล้วใช้ปิเปตดูดมา 50 มิลลิลิตร นำไปไตเตรตหาปริมาณไอโอดีนที่มากพอเกินพอกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 N คนตลอดเวลาด้วยเครื่องคนแม่เหล็กไฟฟ้า เมื่อสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน เติมน้ำสารละลายน้ำแข็งประมาณ 1-2 มิลลิลิตร เพื่อเป็นอินดิเคเตอร์ แล้วไตเตรตต่อโดยหยดสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตอย่างช้าๆทีละหยดจนกระทั่งสีน้ำเงินหายไป บันทึกปริมาณสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้เป็นมิลลิลิตร

วิธีการคำนวณ

$$\text{Iodine number (mg/g)} = \frac{X}{M} D$$

$$\text{โดย } \frac{X}{M} = \frac{A - (2.2B \times \text{ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต})}{\text{น้ำหนักของตัวอย่างถ่านกัมมันต์}}$$

$$C = \frac{N_2 \times \text{ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต}}{...}$$

$\frac{X}{M}$ = มิลลิกรัมที่ถูกดูดซับด้วยถ่านกัมมันต์

N_1 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไอโอดีนเป็นนอร์มัล

N_2 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟตเป็นนอร์มัล

A = $N_1 \times 12693.0$

B = $N_2 \times 126.93$

C = ความเข้มข้นของสารละลายหลังการดูดซับ (residual filtrate)

D = ค่าแก้ (correction factor)

3.3.6. การตรวจสอบถ่านกัมมันต์โดยการดูดซับสีของไอโอดีน

1. ทำการชั่งถ่านกัมมันต์ที่จะวิเคราะห์ 1 กรัมใส่ลงในหลอดทดลอง ต่อสารละลายไอโอดีนเข้มข้น 0.1 N 10 มล. ในอัตราส่วน 1:10
2. โดยทำการแช่ถ่านกัมมันต์แบบเม็ดและแบบผงที่ทำการคาร์บอนไนซ์ในเวลาที่ต่างกัน คือ เวลา 5 นาที 10 นาทีและ 15 นาทีและถ่านธรรมชาติเพื่อเปรียบเทียบการดูดซับ
3. นำสารละลายไอโอดีนที่ได้จากการแช่มาวัดค่าการดูดซับด้วยเครื่อง uv-visible spectrophotometer
4. นำค่าที่ได้ในแต่ละครั้งมาหาค่าเฉลี่ยและคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของการดูดซับ