

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์ วัสดุดิบและสารเคมี

3.1.1 อุปกรณ์

1. ตู้อบ (Oven) SL 1375 SHEL LAB 1350FX
2. เตาเผาความร้อนสูง Fisher Scientific Isotemp® Muffle furnace U.S.A
3. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง Sartorius ED224s Germany
4. Scanning Electron Microscope (LEO 1455VP) England
5. เครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Spectrum GX, Perkin Elmer, FTIR) U.S.A
6. Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (EDS) (LEO 1455 VP electron microscopy).
7. X-ray Diffractometry (XRD) (PW 3040/60, X' Pert Pro MPD)
8. Hydrogen Storage

3.1.2 วัสดุดิบและสารเคมี

1. โยนุ่น
2. ถ่านเปลือกกล้วยน้ำว้า
3. โยสำลี
4. aluminiumoxide; Al_2O_3
5. copper II nitrate; $Cu(NO_3)_2$
6. zinc chloride; $ZnCl_2$
7. magnesium sulfate; $MgSO_4 \cdot 7(H_2O)$

3.2 การเก็บรวบรวมข้อมูล

3.2.1 การเตรียมวัสดุดิบ

นำเปลือกกล้วย โยฝ้าย และโยสำลี ไปอบด้วยตู้อบ $105^{\circ}C$ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บในโถสุญญากาศ นำวัสดุดิบบางส่วนไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ได้แก่ คาร์บอนคงตัว สารระเหยง่าย และเถ้า โดยวิธีของ ASTM D 3172-89 (1994), ASTM D 5832 - 95 (1996), ASTM D 2867 - 95 (1996) ตามลำดับ

3.2.2 การเตรียมคอมโพสิต

1. เตรียมตัวอย่างเปลือกกล้วย โยนุ่น และโยสำลี ประมาณ 20 กรัม ผสมกับ 5 wt% เกลือโลหะ (Al_2O_3 , $Cu(NO_3)_2$ หรือ $ZnCl_2$) คนผสมให้เข้ากัน
2. เผาด้วยกระบะเบืองในเตาเผาที่อุณหภูมิ $750^{\circ}C$ เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นในโถสุญญากาศ

3. ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของถ้วยกระเบื้องพร้อมฝา แล้วใส่ตัวอย่างผสม ชั่งและบันทึกน้ำหนักรวมของตัวอย่างและถ้วยกระเบื้อง

3. ทำการคาร์บอนไนซ์ ตัวอย่างผสมที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700°C เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง หลังจากเย็นลง นำผลิตภัณฑ์คาร์บอนไนซ์เก็บในโถดูดความชื้น คำนวณหาผลผลิตร้อยละ

4. ศึกษาสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้ ได้แก่ วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ในช่วง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ ตรวจสอบสภาพพื้นผิวและรูพรุนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และศึกษาปริมาณและชนิดของสารด้วย EDS และ XRD (X-ray diffraction) และค่าการดูดซับไฮโดรเจน

3.3 การวิเคราะห์ข้อมูล

3.3.1 วิเคราะห์ตัวอย่าง

วิเคราะห์องค์ประกอบทางกายภาพและทางเคมีของวัตถุดิบ ได้แก่ คาร์บอนกึ่งตัว สารระเหยง่าย และเถ้า ของเปลือกกล้วย โยนุ่นและโยสำลี

3.3.2 วิเคราะห์คอมโพสิต

1 วิเคราะห์ส่วนประกอบของคอมโพสิตด้วย EDS

2 ตรวจสอบพื้นผิวและรูพรุนของคอมโพสิตที่ได้จากการคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3 วิเคราะห์ปริมาณและชนิดองค์ประกอบทางเคมี โดยการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ FTIR และ XRD ของคอมโพสิต

การวิเคราะห์ด้วย FTIR

การวิเคราะห์ลักษณะของการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของคอมโพสิตที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยฟูเรียร์ ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR spectrophotometer, GX Perkin Elmer) ในช่วง $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$

การศึกษาพื้นผิวด้วย SEM

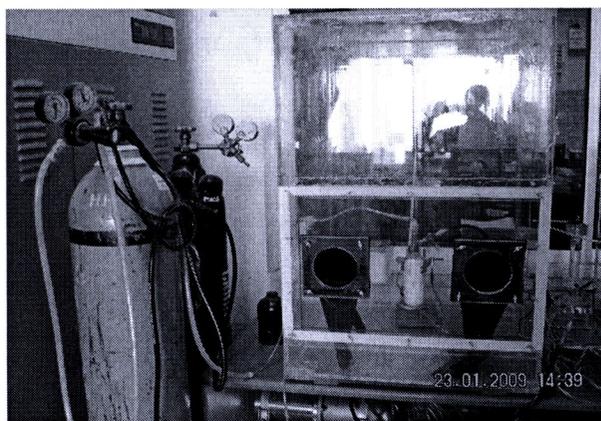
ทำการศึกษาหาลักษณะพื้นผิวของคอมโพสิตด้วยการสแกนด้วย LEO 1455 VP electron microscopy (England, scanning electron microscope) โดยสารตัวอย่างจะทำการเคลือบด้วยทองแบบ sputtering

การวิเคราะห์ด้วย XRD

ทำการศึกษาหาลักษณะผลึกว่าอยู่ในรูปใด ด้วย X-ray diffraction (XRD) (PW 3040/60, X'Pert Pro MPD)

3.3.3 การสะสมไฮโดรเจน

นำสารตัวอย่างที่ทำการอบแห้งในตู้อบเป็นเวลา 1 คืน ทิ้งให้เย็นในโถคู่ความชื้น ชั่งด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่งให้อยู่ในช่วง 20 กรัม ใส่ในหลอดแก้วและนำไปใส่ในตู้ทดลองที่ปิดมิดชิดไม่มีรูรั่ว ต่อท่ออากาศไนโตรเจนกับหลอดแก้วตัวอย่าง ส่วนภายในตู้ทดลองทำการไล่อากาศออกด้วยการแทนที่ด้วยก๊าซไนโตรเจน ทำประมาณ 2-3 รอบ เพื่อให้แน่ใจว่าไม่มีออกซิเจนเหลืออยู่ในตู้ จากนั้นทำการเปิดก๊าซไฮโดรเจนที่มีความดัน 1 บรรยากาศ เข้าในหลอดแก้วเป็นเวลา 5 นาที แล้วทิ้งไว้ 1 ชั่วโมงจนเกิดการดูดซับที่สมบูรณ์ จากนั้นทำการไล่ไฮโดรเจนด้วยความร้อนที่ 80°C จากถ้วยหลุมทรายที่มีขดความร้อนผ่าน ก๊าซไฮโดรเจนที่ปล่อยออกมาวัดปริมาตรด้วยการแทนที่น้ำ



รูป 3.1 ตู้ทดลองการสะสมไฮโดรเจน