

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการ

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

3.1.1 ขี้เถ้าขานอ้อยจากบริษัทน้ำตาลนครบุรี จำกัด จังหวัดนครราชสีมา ที่ได้จากการนำขานอ้อยไปเป็นเชื้อเพลิงให้กับหม้อต้มไอน้ำในกระบวนการผลิตน้ำตาล อุ่นหมักภายในห้องเผาของหม้อต้มไอน้ำอยู่ที่ 900-1,000 องศาเซลเซียส

3.1.2 กรดไฮโดรคลอริก (37 wt.% HCl, Merck)

3.1.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (99 wt.% NaOH, Merck)

3.1.4 ซิลิกาโซล (40 wt.% SiO₂ Ludox AS-40, Dupont)

3.1.5 ฟองอลูมินัม (93 wt.% Al, Himedia)

3.1.6 เตตระเอทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (35 wt.% TEAOH, Sigma-Aldrich)

3.1.7 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (85 wt.% KOH, Merck)

3.1.8 คอปเปอร์ไนเตรด (99.5 wt.% Cu(NO₃)₂·3H₂O, Merck)

3.1.9 น้ำกลั่น (Distilled Water)

3.1.10 น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)

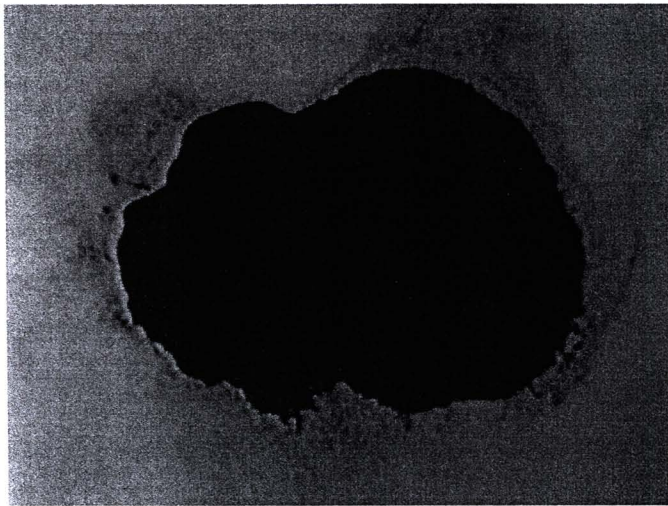
3.1.11 ขี้เถ้าแก้ว (Glass Wool, Alltech)

3.1.12 ก๊าซไนตริกออกไซด์ (Nitricoxide : NO 1000 ppm in Helium balance, SCE)

3.1.13 ก๊าซไฮโดรเจน (Hydrogen : HP Grade, SCE)

3.1.14 ก๊าซออกซิเจน (Oxygen : HP Grade, SCE)

3.1.15 ก๊าซฮีเลียม (Helium : HP Grade, SCE)



ภาพที่ 3-1 จี๊เจ้าชานอ้อยจากบริษัทน้ำตาลครบุรี จำกัด

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ตู้อบ (Hot Air Oven) รุ่น Model DK.42

3.2.2 เครื่องให้ความร้อนและกวนแบบแท่งแม่เหล็ก (Heater and Stirrer)

3.2.3 เครื่องชั่งละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น AT 400 ผลิตโดยบริษัท METTLER

TOLEDO

3.2.4 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) ผลิตโดยบริษัท VECSTAR

3.2.5 เตาเผา 1200 องศาเซลเซียส รุ่น 2416 EURO THERM ผลิตโดยบริษัท VECSTAR

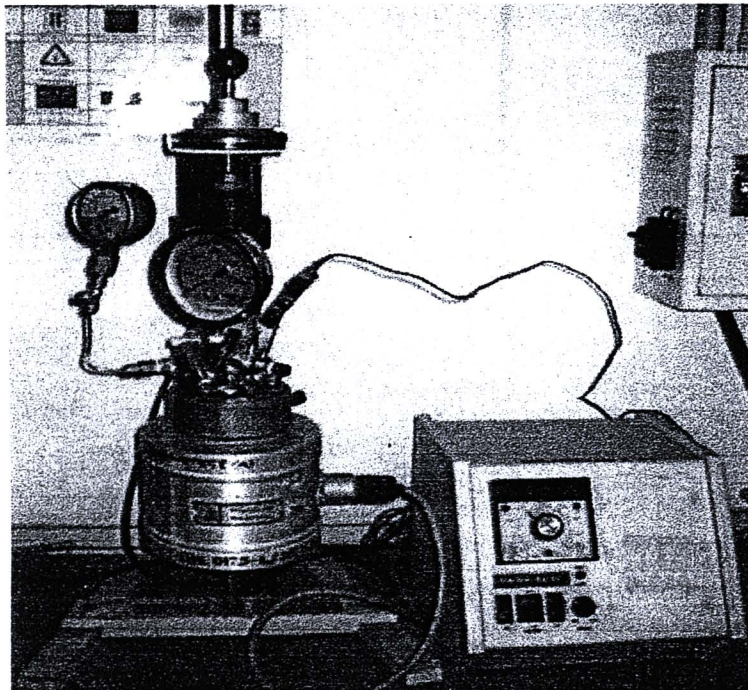
3.2.6 ชุดเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล (Autoclave) รุ่น Parr 4841 และ ชุดเครื่องปฏิกรณ์

ไฮโดรเทอร์มัล (Autoclave) ผลิตโดยบริษัท AMAR EQUIPMENTS PVT. LTD

3.2.7 ชุด Line Reactor สำหรับป้อนก๊าซในการทดสอบปฏิกิริยา

3.2.8 เตาเผาโดยสร้างประกอบเองใช้สำหรับให้ความร้อนกับ Reactor

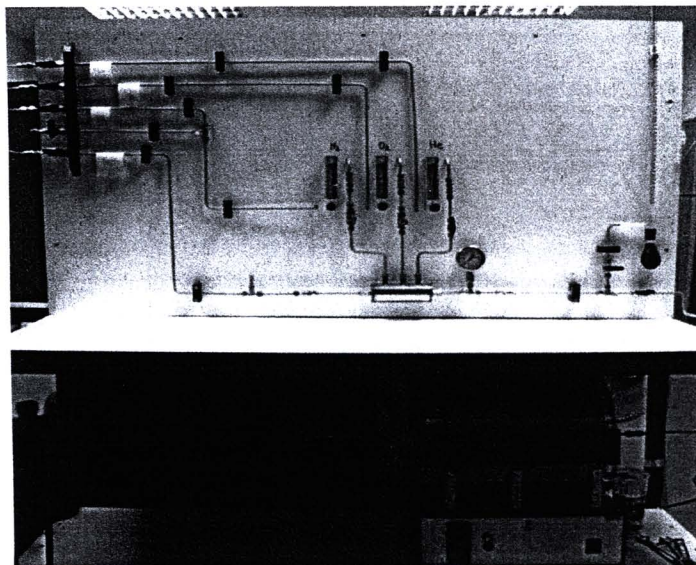
3.2.9 Reactor สำหรับทดสอบปฏิกิริยาของซีโอไลต์



ภาพที่ 3-2 เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล (Autoclave) รุ่น Parr 4841



ภาพที่ 3-3 เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มัล (Autoclave) ผลิตโดยบริษัท AMAR EQUIPMENTS
PVT. LTD

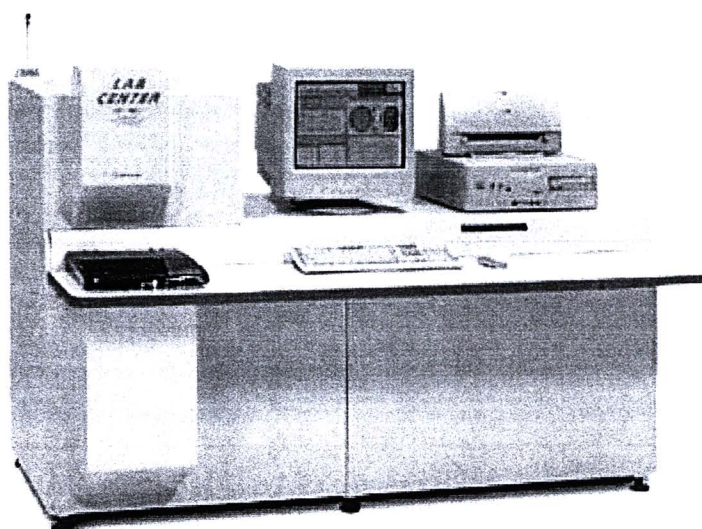


ภาพที่ 3-4 ชุดทดสอบปฏิกิริยาและเตาเผา

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

3.3.1 เครื่องวิเคราะห์หึ่งค์ประกอบทางเคมี (X-Ray Fluorescence Spectroscopy, XRF)
HORIBA รุ่น MESA-500 W จากประเทศญี่ปุ่น

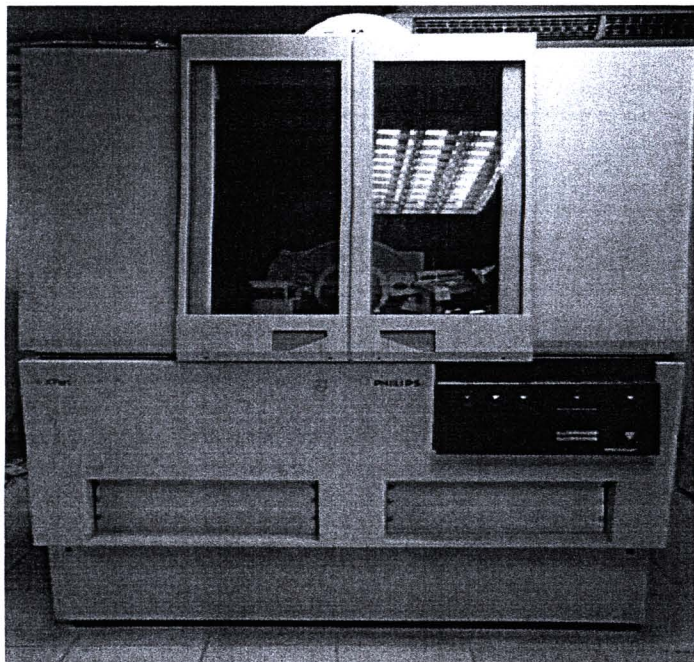
เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่าง โดยการวัดปริมาณรังสีเอกซ์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence) ที่ปลดปล่อยออกมาจากธาตุองค์ประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง



ภาพที่ 3-5 เครื่องวิเคราะห์หึ่งค์ประกอบทางเคมี (XRF)

3.3.2 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) ยี่ห้อ Philips รุ่น PW 1830/40

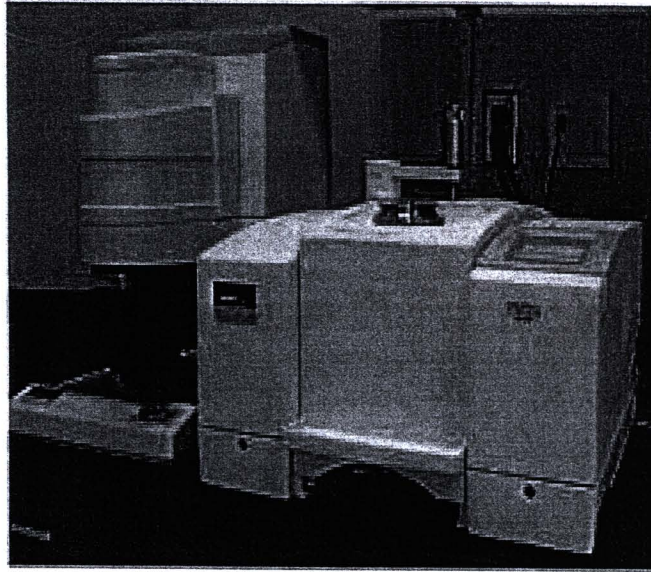
เป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์เฟสและชนิดของสารประกอบของสารตัวอย่างโดยใช้รังสี $\text{CuK}\alpha$ เดินเครื่องด้วยความต่างศักย์ 13 กิโลโวลต์ อยู่ในช่วงมุม 2θ ตั้งแต่ 5-70 ที่อัตรา 0.02 องศาต่อวินาที



ภาพที่ 3-6 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

3.3.3 เครื่องฟูริเยร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One ประเทศสหรัฐอเมริกา

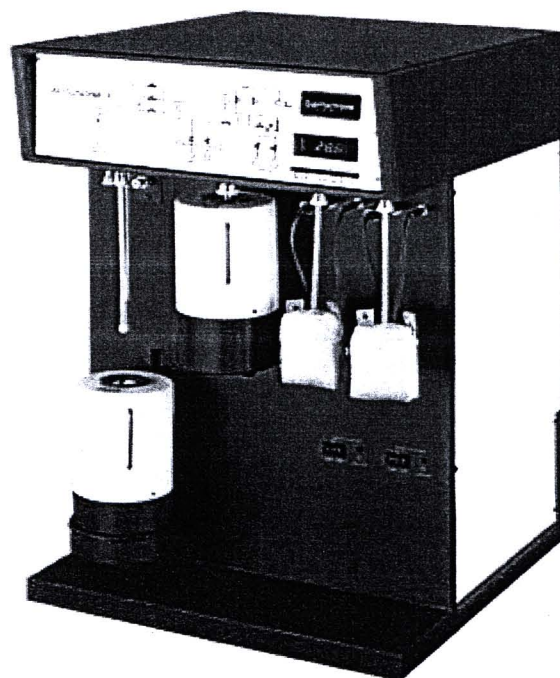
เป็นเครื่องมือที่ตรวจสอบและศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของสาร เช่น หาหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ การทำปริมาณวิเคราะห์



ภาพที่ 3-7 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตมิเตอร์ (FT-IR)

3.3.4 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุน (Brunauer- Emmett-Teller, BET) รุ่น Quantachrome ประเทศสหรัฐอเมริกา

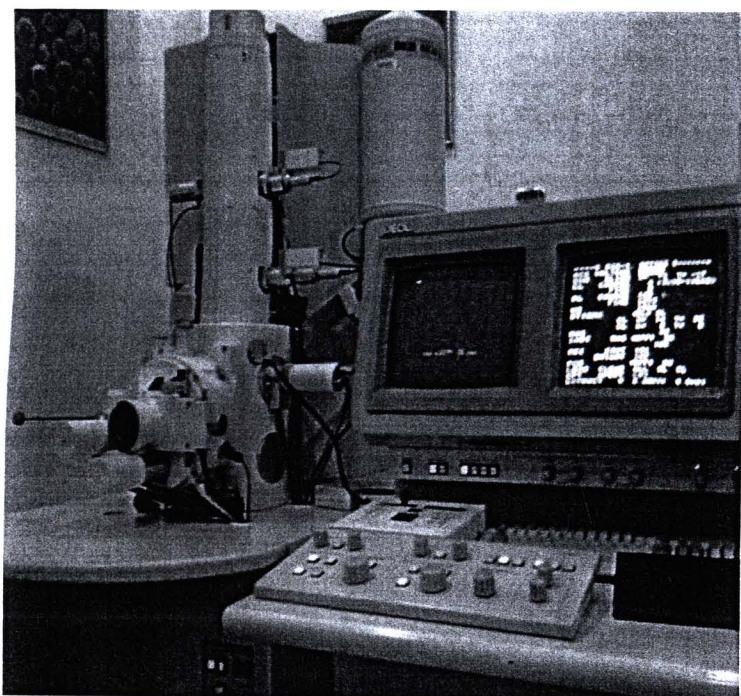
เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและการกระจายตัวของรูพรุน โดยวัดปริมาณก๊าซไนโตรเจนที่เข้าไปแทนที่ในรูพรุน



ภาพที่ 3-8 เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุน (BET)

3.3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy SEM) ยี่ห้อ Jeol รุ่น JSM-6301F ประเทศญี่ปุ่น

เป็นเครื่องมือที่สามารถแสดงให้เห็นลักษณะพื้นผิวของวัสดุ ขนาด และรูปร่างของอนุภาคผง หรือตำแหน่งที่สนใจบนชิ้นงาน และแสดงให้เห็นลักษณะและการกระจายของเฟสในโครงสร้างจุลภาค



ภาพที่ 3-9 เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

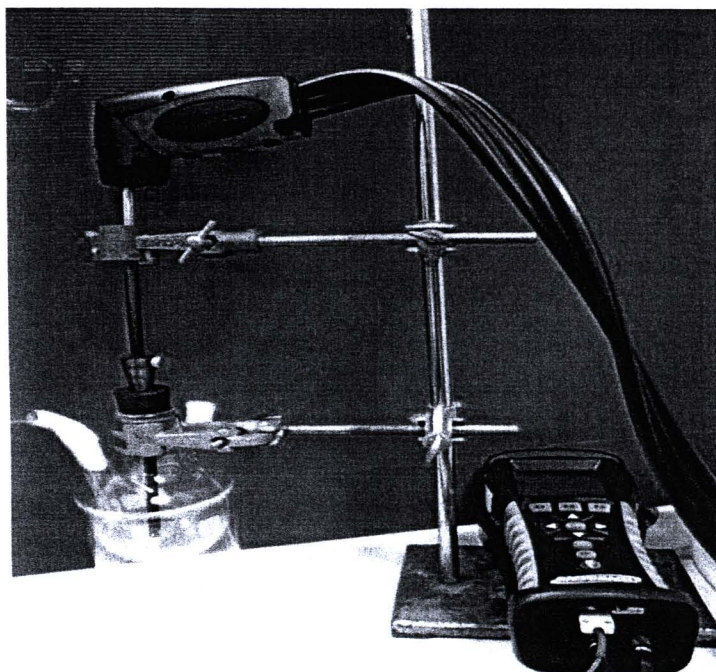
3.3.6 เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคจุลวิเคราะห์ (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDS)

เป็นเครื่องมือที่เชื่อมต่อกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสามารถวิเคราะห์ ชนิด และปริมาณธาตุของสารตัวอย่าง

3.3.7 เครื่องวัดความเข้มข้นของก๊าซ (Portable Combustion Analyzer) รุ่น PCA2 จากบริษัท Bacharach ประเทศสหรัฐอเมริกา

เป็นเครื่องวิเคราะห์การเผาไหม้แบบพกพา สามารถวิเคราะห์ก๊าซออกซิเจน (O_2) คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) อุณหภูมิของปล่องไฟ กระแสลม อุณหภูมิการเผาไหม้ในอากาศ และ

ยังสามารถเลือกที่จะใช้วัดก๊าซไนตริกออกไซด์ (NO) ก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO₂) และ ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂)



ภาพที่ 3-10 เครื่องวัดความเข้มข้นของก๊าซ

วิธีการเก็บข้อมูล ใช้ขวดสามคอเป็นภาชนะเก็บก๊าซขาออก โดยต่อท่อก๊าซขาออกเข้ากับปาก ด้านหนึ่งของขวดสามคอ หัวทดสอบก๊าซต่อเข้ากับปากอีกด้านหนึ่งของขวดสามคอ ปากขวดสาม คอที่เหลืออีกด้านทำการปิดให้สนิทเพื่อไม่ให้ก๊าซข้างในออกมา

3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าชนอ้อยวิธีที่ 1

3.4.1.1 นำขี้เถ้าชนอ้อยที่ได้จากโรงงานมาอบที่ 105°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.4.1.2 นำขี้เถ้าที่ได้จากข้อ 3.4.1.1 ปริมาณ 100 กรัม คั้นด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 1 ลิตร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.4.1.3 นำขี้เถ้าที่ได้จากข้อ 3.4.1.2 ไปกรองและล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งหมดความเป็นกรด แล้วนำไปอบให้แห้งที่ 105 องศาเซลเซียส

3.4.1.4 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาทำการเผาไหม้ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยมีการเติมก๊าซออกซิเจนเพื่อช่วยในการเผาเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.4.1.5 นำซีเถ้าที่ได้จากข้อ 3.4.1.4 ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRF

3.4.2 การเตรียมซิลิกาจากซีเถ้าขานอ้อยวิธีที่ 2

3.4.2.1 นำซีเถ้าขานอ้อยที่ได้จากโรงงานมาอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.4.2.2 ใช้ซีเถ้าขานอ้อยที่ได้จากข้อ 3.4.2.1 ปริมาณ 10 กรัม ให้ความร้อนกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตรที่อุณหภูมิ 70-80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงแล้วกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41

3.4.2.3 นำสารละลายที่กรองได้ไทเทรตกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลาร์ จนกระทั่งมี pH เป็น 7 สารละลายจะเริ่มเกิดเป็นสารประกอบเจล ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 18 ชั่วโมง หลังจากนั้นกรองและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน 3 ครั้ง

3.4.2.4 นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.4.3 การสังเคราะห์ K/SUZ-4

สัดส่วนโมลที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ $21.22\text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 7.9\text{KOH} : 2.6\text{TEAOH} : 498.6\text{H}_2\text{O}$ โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

3.4.3.1 เตรียมสารละลายโพแทสเซียมอลูมิเนต โดยนำโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์มาละลายในน้ำกลั่น แล้วค่อยๆเติมผงอลูมิเนียมลงไป กวนสารต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 20 ถึง 25 ชั่วโมง หรือจนอลูมิเนียมละลายหมด

3.4.3.2 ผสมซิลิกาจากซีเถ้าขานอ้อยกับซิลิกาโซลที่อัตราส่วนต่างๆ ได้แก่ เป็น 0:100 25:75 50:50 75:25 และ 100:0

3.4.3.3 นำสารกำหนดโครงสร้าง (TEAOH) น้ำกลั่น และซิลิกาจากข้อ 3.4.3.2 ผสมกัน โดยกวนสารต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายเติมลงในสารละลายโพแทสเซียมอลูมิเนตที่ได้จากข้อ 3.4.3.1 อย่างช้าๆ โดยกวนสารละลายต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง

3.4.3.4 นำสารประกอบเจลที่ได้จากข้อ 3.4.3.3 เข้าเครื่อง Autoclave ตกผลึกที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที โดยใช้ระยะเวลา 4 วัน

3.4.3.5 กรองผลิตภัณฑ์ที่ได้ และล้างด้วยน้ำกลั่นจนมี pH ประมาณ 9 แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปคลี่ไนซ์เพื่อกำจัด TEOH ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

3.4.4 การแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง Cu กับ K/SUZ-4

K/SUZ-4 : สารละลาย $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ เป็น 1 กรัม : 100 มิลลิลิตร

3.4.4.1 เตรียมสารละลาย $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ โดยผสม $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ กับน้ำปราศจากไอออน (Cu/SUZ-4 ที่ใช้เป็น 2.3 2.8 3.3 และ 5.5 wt.%)

3.4.4.2 นำ K/SUZ-4 ที่สังเคราะห์ได้ผสมลงในสารละลาย $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ที่เตรียมได้จากข้อ 3.4.4.1 แล้วกวนสารต่อเนื่องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.4.4.3 กรองและล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิห้อง

3.4.4.4 นำผลิตภัณฑ์ที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมงและเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.4.5 การทดสอบประสิทธิภาพของซีโอไลต์ SUZ-4 ในการลดก๊าซไนตริกออกไซด์

จำลองก๊าซพิษที่เกิดจากไอเสียรถยนต์โดยป้อนก๊าซ 4 ชนิด ได้แก่ ก๊าซไนตริกออกไซด์ (NO) เป็นสารตั้งต้น ก๊าซไฮโดรเจน (H_2) เป็นก๊าซรีดิวซ์ ก๊าซออกซิเจน (O_2) เป็นก๊าซที่ป้อนเข้ากับก๊าซพิษเนื่องจากในกระบวนการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงจะมีอัตราส่วนของอากาศต่อเชื้อเพลิง (Air/Fuel) สูง เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพการเผาไหม้ที่ดีและมีการใช้เชื้อเพลิงน้อย ก๊าซฮีเลียม (He) ทำหน้าที่เป็นก๊าซ balance โดยมีสัดส่วนก๊าซเป็น NO 0.025% H_2 1% O_2 10% และ He balance

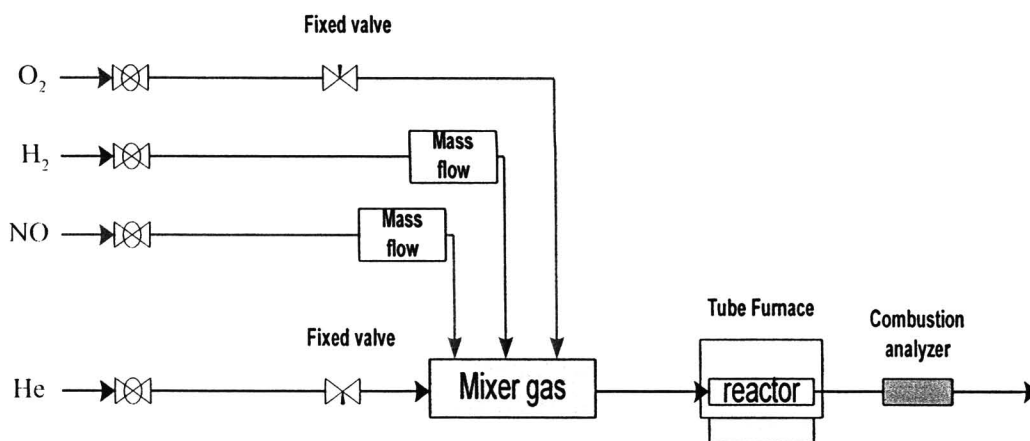
3.4.5.1 นำตัวเร่งปฏิกิริยาบรรจุลงในท่อปฏิกิริยาโดยเริ่มจากนำใบแก้วใส่ในท่อปฏิกิริยาให้มีความยาว 1 เซนติเมตรแล้วนำตัวเร่งปฏิกิริยา K/SUZ-4 หรือ Cu/SUZ-4 บรรจุลงในท่อปฏิกิริยา จากนั้นนำใบแก้วใส่ลงไปอีกด้านหนึ่งโดยให้มีความยาว 1 เซนติเมตร เพื่อควบคุมให้เบคของตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่หนึ่ง ไม่เคลื่อนที่

3.4.5.2 ทำการ Pre-treated ตัวเร่งปฏิกิริยด้วยก๊าซไฮโดรเจนด้วยอัตราการไหล 100 มิลลิลิตร/นาที่ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ความดัน 1 บรรยากาศ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.4.5.3 ปรับอุณหภูมิของท่อปฏิกิริยาจากอุณหภูมิที่ Pre-treated เป็นอุณหภูมิที่ต้องการทำปฏิกิริยาโดยผ่านก๊าซฮีเลียม ความดัน 1 บรรยากาศ

3.4.5.4 ทำการป้อนก๊าซพิษจำลองซึ่งได้แก่ ก๊าซไนตริกออกไซด์ (NO) 0.025% ก๊าซไฮโดรเจน (H_2) 1% ก๊าซออกซิเจน (O_2) 10% และก๊าซฮีเลียม (He) ที่อัตราการไหลของก๊าซรวม 200 มิลลิลิตร/นาที่ โดยทำการวัดทุกๆ 2 นาที่ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แผนภาพชุดอุปกรณ์ทดสอบแสดงดังภาพที่ 3-11 โดยการคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงก๊าซไนตริกออกไซด์ (% NO conversion) สามารถคำนวณได้ดังสมการที่ (3-1)

$$\% \text{ NO conversion} = \frac{[\text{NO}]_{\text{เข้า}} - [\text{NO}]_{\text{ออก}}}{[\text{NO}]_{\text{เข้า}}} \times 100 \quad (3-1)$$



ภาพที่ 3-11 แผนภาพชุดอุปกรณ์ทดสอบปฏิกิริยาไนตริกออกไซด์รีดักชัน