บทที่ 3
วิธีการดำเนินการวิจัย

จากการศึกษาคุณสมบัติบางประการของถ่านกัมมันต์ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมเป็นถ่านที่มีสมบัติพิเศษที่ได้รับการเพิ่มคุณภาพหรือประสิทธิภาพมากขึ้นโดยการใช้เทคโนโลยีทางวิทยาศาสตร์ เพื่อให้มีสมบัติหรืออำนาจในการดูดซับสูง วัตถุประสงค์ในการใช้งาน วัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตถ่านกัมมันต์มีหลายชนิด วัสดุที่ใช้เป็นวัตถุดิบมักเป็นพวกอินทรีย์สารซึ่งประกอบด้วยคาร์บอนและไฮโดรเจนเป็นองค์ประกอบ ในการศึกษาคุณภาพทางเคมีบางประการครั้งนี้ซึ่งได้แก่ การวิเคราะห์หาค่าไอโอดีนนัมเบอร์(Iodine number)และศึกษาร้อยละของผลผลิตที่ได้ (% yield)

สถานที่ทำวิจัย

ห้องปฏิบัติการเคมีประยุกต์ (อาคาร 9) , ห้องปฏิบัติการศูนย์วิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏอุตรดิตถ์

อุปกรณ์การวิจัย

เครื่องมือ

1.เตาเผาอุณหภูมิสูง(Funace)

2.เครื่องชั่งสาร 4 ตำแหน่ง(Balance)

3.เครื่องวัดพีเอช (pH)

4.เครื่องกรอง(Suction)

อุปกรณ์

1.ขวดวัดปริมาตร(Volumetric flask)

2.ปิเปต(Pipette)

3.บีกเกอร์(Beaker)

4.ลูกยาง(Rubber bulb)

5.หยอดหยด(Dropper)

6.กระบอกตวง(Cylinder)

7.ขวดฉีดน้ำ(Wash bottle)

8.แท่งแก้ว(Stirring rod)

9.เตาไฟฟ้า(Hot plate)

10.ถ้วยกระเบื้อง(Evaporating dish)

สารเคมี

1.Potassium Hydroxide (KOH)

2.Phosphoric acid (H_3PO_4)

3.Sodium thiosulfate ($Na_2S_2O_3.5H_2O$)

4.Sodium carbonate (Na_2CO_3)

5.Hydrochloric acid (HCl)

6.Iodine (I_2)

7.Potassium iodide (KI)

8.Potassium iodated (KIO_3)

9.Soluble Starch

ขั้นตอนการดำเนินงาน

1.ศึกษาค้นคว้า เก็บข้อมูลจากเอกสาร ตำรา วารสารต่างๆตลอดจนผลงานวิจัยมาประกอบในการศึกษา

2.วางแผนดำเนินการเก็บเปลือกมะม่วงหิมพานต์

3.วิเคราะห์หาคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้

- วิเคราะห์หาความสามารถในการดูดซับไอโอดีน ตามวิธี ASTM D 4607-86
- หาค่าการดูดซับไอโอดีนของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH) ที่อัตราส่วน 1:1,1:4
- หาค่าการดูดซับไอโอดีนของกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) ที่อัตราส่วน 1:1,1:2,1:4
- หาค่าการดูดซับไอโอดีนของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH) ที่อัตราส่วน 1:4 ที่อุณหภูมิ 500,600,700,800 องศาเซลเซียส
- หาค่าการดูดซับไอโอดีนของกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) ที่อัตราส่วน 1:4 ที่อุณหภูมิ 500,600,700,800 องศาเซลเซียส
- หาค่าการดูดซับไอโอดีนของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH) ที่อัตราส่วน 1:4 ที่เวลา 30,60,90,120 นาที
- หาค่าการดูดซับไอโอดีนของกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) ที่อัตราส่วน 1:4 ที่เวลา 30,60,90,120 นาที
- หาค่าร้อยละของผลผลิตที่ได้ (% yield)

4. วิเคราะห์ผลการทดลอง

5. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมะม่วงหิมพานต์

ขั้นตอนการเตรียมถ่าน

- นำเปลือกมะม่วงหิมพานต์ล้างด้วยน้ำกลั่น

- นำเปลือกมะม่วงหิมพานต์ที่ได้ไปแช่ด้วยเฮกเซน เพื่อกำจัดน้ำมันของเปลือกมะม่วงที่ติดค้างอยู่

- นำเปลือกที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 700 องศาเซลเซียสประมาณ 30 นาที จะได้ถ่าน(char)

- จากนั้นนำถ่านที่ได้ไปบดด้วยเครื่องบด ร่อนถ่านให้มีขนาดเท่ากับ 2 มิลลิเมตร เก็บไว้ในโถดูดความชื้น

ขั้นตอนการเตรียมสารเคมี

- เตรียมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH) เข้มข้น 3 โมล่าห์ เตรียมโดยชั่งโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 168 กรัม ละลายในน้ำ 1000 มิลลิลิตร

- เตรียมกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) เข้มข้น 85% เตรียมได้เนื่องจากกรดฟอสฟอริกข้างขวดเข้มข้น 85%

ขั้นตอนการแช่ถ่าน

การเตรียมถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นโดยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH)

- ชั่งถ่านที่เตรียมได้ 100 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร จำนวน 2 ตัวอย่าง

- ตวงโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH)เข้มข้น 3 โมล่าห์ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ตัวอย่างที่ 1 เป็นอัตราส่วน 1: 1 จากนั้นตวงโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์(KOH) เข้มข้น 3 โมล่าห์ปริมาตร 400 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ตัวอย่างที่ 2 เป็นอัตราส่วน 1: 4

- แช่ถ่านเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

- จากนั้นนำถ่านที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นจนกว่าน้ำที่ล้างถ่านนั้นจะมีค่าเป็นกลาง (pH=7)

- นำถ่านที่ได้ไปกระตุ้นที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที ด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง

- จะได้ถ่านกัมมันต์ที่ต้องการ นำไปตรวจสอบคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ต่อไป

การเตรียมถ่านกัมมันต์ที่กระตุ้นโดยกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4)

- ชั่งถ่านที่เตรียมได้ 100 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร จำนวน 3 ตัวอย่าง

- ตวงกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) เข้มข้น 85% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ตัวอย่างที่ 1

เป็นอัตราส่วน 1:1 จากนั้นตวงกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) เข้มข้น 85% ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ตัวอย่างที่ 2 เป็นอัตราส่วน 1:2 จากนั้นตวงกรดฟอสฟอริก(H_3PO_4) เข้มข้น 85% ปริมาตร 400 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ตัวอย่างที่ 3 เป็นอัตราส่วน 1:4

- แช่ถ่านเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- จากนั้นนำถ่านที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่นจนกว่าน้ำที่ล้างถ่านนั้นจะมีค่าเป็นกลาง (pH=7)
- นำถ่านที่ได้ไปกระตุ้นที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที ด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง
- จะได้ถ่านกัมมันต์ที่ต้องการ นำไปตรวจสอบคุณสมบัติของถ่านกัมมันต์ ต่อไป

การศึกษาร้อยละของผลผลิตที่ได้ (% yield)

วิธีการวิเคราะห์

- ชั่งและบันทึกถ่านในถ้วยกระเบื้องพร้อมฝาปิด (น้ำหนักก่อนเผา)
- นำถ่านที่อยู่ในถ้วยกระเบื้องไปเผา ด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง (ในอุณหภูมิที่กำหนด)
- นำถ้วยกระเบื้องที่เผาแล้วใส่ลงในโถดูดความชื้น
- ชั่งถ้วยกระเบื้องและบันทึกผล (น้ำหนักหลังเผา)

ร้อยละของผลผลิตที่ได้ (% yield)

จากสูตร [(X-Y) / X x 100]

เมื่อ X = น้ำหนักของเปลือกมะขามก่อนเผา (g)

Y = น้ำหนักของเปลือกมะขามหลังเผา (g)

การวิเคราะห์ค่าการดูดซับไอโอดีนของถ่านกัมมันต์

การวิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับไอโอดีน ซึ่งสมมุติว่าเป็นสารพิษในน้ำตามวิธี ASTMD 4607-86 มีรายละเอียดของการวิเคราะห์ ดังนี้

สารเคมีที่ใช้

- **สารละลายกรดไฮโดรคลอริก** ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เตรียมโดยตวงกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นจำนวน 70 มิลลิลิตร ลงในน้ำกลั่น 550 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน
- **สารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไอโอเดต** 0.1000 นอร์มัล (normal, N) ชั่งโปแตสเซียมไอโอเดต (Primary Standard Grade Potassium Iodate, KIO_3) ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น จำนวน 3.5667 มิลลิกรัม ละลายน้ำกลั่นปริมาณ 100 มิลลิลิตร ถ่ายสารละลายลงในขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1000 มิลลิลิตรทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

- สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 ±0.001 นอร์มัล (normal, N) ละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต (Sodium Thiosulfate, $Na_2S_2O_3.5H_2O$) 24.820 กรัม ในน้ำกลั่นที่ผ่านการต้ม ให้เดือด 75 มิลลิลิตร เติมโซเดียมคาร์บอเนต 0.10 กรัม ถ่ายสารละลายลงในขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1 ลิตร ทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา ทิ้งไว้อย่างน้อย 4 วัน ก่อนทำการตรวจสอบความเข้มข้น

- สารละลายมาตรฐานไอโอดีน 0.1± 0.001 นอร์มัล (normal, N) ชั่งไอโอดีน 12.7 กรัม และโปแตสเซียมไอโอไดน์ (KI) 19.1 กรัม ผสมให้เข้ากัน เติมน้ำกลั่น 2-5 มิลลิลิตร คนให้ของแข็งละลาย ค่อยๆ เติมน้ำทีละน้อย (ครั้งละประมาณ 5 มิลลิลิตร) จนกระทั่งให้สารสารละลายประมาณ 40 มิลลิลิตร ทิ้งสารละลายไว้อย่างน้อย 4 ชั่วโมง คนเป็นระยะเพื่อให้แน่ใจว่าของแข็งละลายหมด ถ่ายสารละลายลงในขวดปรับปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1 ลิตร ทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีชา ตรวจสอบความเข้มข้นกับสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 N

- สารละลายแป้ง (Soluble Starch) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเตรียมโดยชั่งแป้ง 1 กรัม ละลายด้วยน้ำร้อนจนมีน้ำหนักเป็น 10 กรัม น้ำแป้งที่เตรียมได้จะใช้ในวันที่เตรียมเท่านั้น

กรรมวิธีเทียบมาตรฐานสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต

- ใช้ปิเปตดูดสารละลายโปแตสเซียมไอโอเดต (KIO3) 25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่เติมโปแตสเซียมไอโอไดน์ (KI) 2.0 กรัม เขย่าจนละลาย ปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่

- ไตเตรดทันทีด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 N เมื่อสีของสารละลายไอโอดีนจางลงจนกระทั่ง เป็นสีเหลืองอ่อน (ใกล้ถึงจุด End Point) หยดน้ำแป้ง 2-3 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ไตเตรดต่อจนสารละลายไม่มีสี บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้ ทำการไตเตรดซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง

คำนวณ หาความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตโดยใช้สูตร

$$N1 = (P.R)/S$$

เมื่อ N1 = ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต, นอร์มัล

P = ปริมาตรสารละลายโปแตสเซียมไอโอเดต, มิลลิลิตร

R = ความเข้มข้นสารละลายโปแตสเซียมไอโอเดต, นอร์มัล

S = ปริมาตรสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้,มิลลิลิตร

กรรมวิธีการเทียบมาตรฐานของสารละลายไอโอดีน

- ใช้ปิเปตดูดสารละลายไอโอดีน 25 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่แล้วไตเตรดทันทีด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 N เมื่อสีของสารละลายไอโอดีนจางลงจนกระทั่งเป็นสีเหลืองอ่อน (ใกล้ถึงจุด End Point) หยดน้ำแป้ง 2-3 หยด สารละลายจะเป็นสีน้ำเงิน ไตเตรดต่อจนสารละลายไม่มีสี บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้ ทำการไตเตรดซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง

คำนวณหาความเข้มข้นสารละลายไอโอดีนโดยใช้

$$N2 = (S.N1)/l$$

เมื่อ N2 = ความเข้มข้นของสารละลายไอโอดีน, นอร์มัล

S = ปริมาตรสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้, มิลลิลิตร

N1 = ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต, นอร์มัล

l = ปริมาตรสารละลายไอโอดีน, มิลลิลิตร

กรรมวิธีวิเคราะห์

- บดและคัดขนาดให้ละเอียดน้อยกว่า 250 μm (no.60)

- อบตัวอย่างให้แห้งที่อุณหภูมิ 110-120 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในหม้อดูดความชื้น

- ชั่งและบันทึกน้ำหนักตัวอย่าง ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร ซึ่งมีจุกปิด

- ใส่สารละลายกรดไฮโดรครอริกจำนวน 10 มิลลิลิตร (ตวงด้วยปิเปตขนาด 10 มิลลิลิตร) ต้มให้เดือดประมาณ 10 วินาที แกว่งเบาๆเพื่อให้ผงถ่านกัมมันต์ทุกส่วนชุ่มด้วยสารละลาย เพื่อกำจัดเถ้าซัลเฟอร์ออกจากผิวถ่านกัมมันต์

- ใส่สารละลายไอโอดีน 100 มิลลิลิตร ปิดจุกเขย่าแรงๆเป็นเวลา 30 วินาที

- กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42 ทิ้งสารละลายที่กรองได้ 20 มิลลิลิตรแรก

- ดูดสารละลายที่กรองได้ 50 มิลลิลิตร ด้วยปิเปต

- ไตเตรต ทันทีด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต 0.1 N เมื่อสีของสารละลายไอโอดีนจางลงจนกระทั่งเป็นสีเหลืองอ่อน (ใกล้ถึงจุด End Point) หยดน้ำแป้ง 2-3 หยด สารละลายจะเป็นสีน้ำเงิน

ไตเตรตต่อจนสารละลายไม่มีสี บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้ทำการไตเตรตซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง

การคำนวณค่าการดูดซับของสารละลายไอโอดีน(Iodine number)

$X/M = (10 - (2.2 \times 0.1 \times V.of\ Na_2S_2O_3) \times 126.93)/M$

เมื่อ X/M = Iodine number (mg/g)

$V.of\ Na_2S_2O_3$ = ปริมาตรของไธโอซัลเฟต (ml)

M = นำหนักถ่านที่ชั่ง (กรัม)

2.2 = Dilution Factor (100+10)/50