

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 ส่วน ส่วนแรกคือการวิเคราะห์หาองค์ประกอบพื้นฐานของชีวมวล ได้แก่ ปริมาณของความชื้น, เถ้า, สารระเหย, คาร์บอนคงตัว และค่าความร้อน ต่อมาจึงวิเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่เป็นองค์ประกอบในเถ้าจากการเผาไหม้ และอีกส่วนคือ วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบในวัตถุดิบชีวมวล โดยมีชนิดของชีวมวลและเครื่องมือการทดลอง ดังนี้

3.1 วัสดุตัวอย่างที่ใช้ในการวิจัย

1. กะลาปาล์ม
2. ชานอ้อย
3. แกลบ
4. ช้างข้าวโพด
5. กะลามะพร้าว

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.2.1 อุปกรณ์ทั่วไป

1. ชุดไตเตรต
2. ชุดการกรอง พร้อมกระดาษกรองเบอร์ 1 และเบอร์ 42
3. ปีกเกอร์
4. เป้าหลอม (Crucible)
5. โถดูดความชื้น (Desiccator)
6. เครื่องชั่งน้ำหนัก
7. เครื่องบดสารยี่ห้อ Mikro – Feinmuhle – Culatti รุ่น Wk 1623704
8. ตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช
9. ตู้อบ
10. เตาเผา

11. เครื่องบอมป์แคลอรีมิเตอร์ (Bomb Calorimeter) ยี่ห้อ PARR รุ่น 1216
12. เครื่องบล็อกฮีทเตอร์ (Block Heater) ยี่ห้อ Lab Tech รุ่น LBH-T01
13. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (X-ray Fluorescence Spectrometer (XRF)) ยี่ห้อ Philips รุ่น PW2404
14. เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrometer (AAS)) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น AAnalyst 800

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. กรดเบนโซอิกอัดเม็ด
2. อินดิเคเตอร์ เมทิลออเรนจ์ (Methyl Orange)
3. สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) 0.0709 นอร์มอล (N)
4. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ในอัตราส่วน 1:9
5. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2)
6. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (AgCl)
7. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 1 โมลาร์ (M)
8. สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต ($\text{NH}_4\text{COOCH}_3$) 1 โมลาร์ (M)
9. สารละลายเปอร์คลอริก (HClO_4)
10. สารละลายกรดไนตริก (Na_2CO_3)

3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบพื้นฐานของชีวมวล

3.3.1.1 การวิเคราะห์ปริมาณความชื้น (ASTM D 3173)

1. นำเชื้อเพลิงมาบด
2. นำเข้าหลอม ไปอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
3. นำเข้าหลอม ใส่ไว้ในโถดูดความชื้น รอให้เย็น แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก
4. นำเข้าหลอม มาใส่เชื้อเพลิงที่บดไว้ประมาณ 1 กรัม
5. นำเข้าเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

6. นำออกจากเตาอบ และใส่ในโถดูดความชื้นให้เย็น ชั่งน้ำหนัก หามวลเชื้อเพลิงที่หายไป
7. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความชื้นได้ดังสูตร

$$\% \text{ ความชื้น} = \frac{\text{มวลเชื้อเพลิงที่หายไป}}{\text{มวลเชื้อเพลิงเริ่มต้น}} \times 100$$

หมายเหตุ - มวลเชื้อเพลิงเริ่มต้น คือ มวลของเชื้อเพลิงที่ตักใส่เบ้าหลอม
 - มวลเชื้อเพลิงที่หายไป คือ มวลเบ้าหลอมเปล่า บวกด้วย มวลเชื้อเพลิงที่ใส่เข้าไป ลบด้วย มวลถ้วยใส่สารที่ผ่านการเผาหรืออบแล้ว

3.3.1.2 การวิเคราะห์ปริมาณเถ้า (ASTM D 3174)

1. นำเชื้อเพลิงมาบด
2. นำเบ้าหลอม ไปอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
3. นำเบ้าหลอม ใส่ไว้ในโถดูดความชื้น รอให้เย็น แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก
4. นำเบ้าหลอม มาใส่เชื้อเพลิงที่บดไว้ประมาณ 1 กรัม
5. นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส ประมาณ 2 ชั่วโมง หรือจนมวลคงที่
6. นำออกจากเตาเผา และใส่ในโถดูดความชื้นให้เย็น
7. ชั่งน้ำหนัก หามวลเชื้อเพลิงที่เหลืออยู่
8. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์เถ้าได้ดังสูตร

$$\% \text{ เถ้า} = \frac{\text{มวลเชื้อเพลิงที่เหลืออยู่}}{\text{มวลเชื้อเพลิงเริ่มต้น}} \times 100$$

หมายเหตุ - มวลเชื้อเพลิงที่เหลืออยู่ คือ นำมวลเบ้าหลอม ใส่สาร ที่ผ่านการเผาแล้ว ลบด้วยมวลเบ้าหลอม

3.3.1.3 การวิเคราะห์ปริมาณสารระเหย (ASTM D 3175)

1. นำเชื้อเพลิงมาบด

2. นำเข้าหลอม ไปอบที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
3. นำเข้าหลอม ใส่ไว้ในโถดูดความชื้น รอให้เย็น แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก
4. นำเข้าหลอม มาใส่เชื้อเพลิงที่บดไว้ประมาณ 1 กรัม
5. ปิดฝาแล้วนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6-7 นาที
6. นำออกจากเตาเผา และใส่ในโถดูดความชื้นให้เย็น
7. ชั่งน้ำหนัก หามวลเชื้อเพลิงที่หายไป
8. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์สารระเหยได้ดังสูตร

$$\% \text{ สารระเหย} = \left(\frac{\text{มวลเชื้อเพลิงที่หายไป}}{\text{มวลเชื้อเพลิงเริ่มต้น}} \times 100 \right) - \% \text{ ความชื้น}$$

3.3.1.4 การวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนคงตัว (ASTM D 3172)

$$\% \text{ คาร์บอนคงตัว} = 100 - (\% \text{ ความชื้น} + \% \text{ สารระเหย} + \% \text{ เถ้า})$$

3.3.1.5 การวิเคราะห์ปริมาณค่าความร้อนของเชื้อเพลิง (ASTM D 2015)

หาค่าความร้อนโดยใช้เครื่องบอมบ์แคลอริมิเตอร์ (Bomb Calorimeter)

$$Q = \frac{(T \times W) - e_1 - e_2 - e_3}{g}$$

- Q = ค่าความร้อนของสาร (แคลอรีต่อกรัม)
- W = ค่ามาตรฐานของเครื่องบอมบ์แคลอริมิเตอร์ (แคลอรีต่อองศาเซลเซียส)
- T = อุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้น (องศาเซลเซียส)
- e₁ = การแก้ค่าความร้อนของการเกิดกรดไนตริก (แคลอรี)
- e₂ = การแก้ค่าความร้อนของการเกิดกรดซัลฟูริก (แคลอรี)
- e₃ = การแก้ค่าความร้อนของลาวด (แคลอรี)
- g = น้ำหนักของสาร (กรัม)

- ♦ หาค่ามาตรฐานของเครื่องบอมป์แคลอริมิเตอร์ (Water Equivalent)
 1. เปิดเครื่อง
 2. เช็ควาล์วออกซิเจนในถังตั้งค่าให้เป็น 450 พีเอสไอ (psi)
 3. กด F1 รอจนค่า STD ขึ้นคำว่า Stand by
 4. ชั่งน้ำหนักกรดเบนโซอิกอัดเม็ด
 5. วางถ้วยเผาไหม้ที่ใส่กรดเบนโซอิกอัดเม็ดลงบนห่วงอิเล็กทรอนิกส์ที่ติดอยู่กับฝาบอมป์ จับให้ลวดอยู่บนผิวหน้าของกรดเบนโซอิกอัดเม็ด
 6. ใส่น้ำกลั่น 1 มิลลิลิตร ลงในบอมป์ แล้วปิดฝา
 7. ชั่งน้ำหนักน้ำอุณหภูมิประมาณ 25 องศาเซลเซียสให้ได้น้ำหนัก 2000 กรัม ให้ละเอียดถึง ± 0.01 กรัม ใส่ลงถังบรรจุบอมป์ (Bucket)
 8. อัดก๊าซออกซิเจนให้ได้ความดัน 22 บรรยากาศ
 9. นำถังบรรจุบอมป์ใส่เข้าไป แล้วใช้ที่คีบใส่บอมป์ลงในถังบรรจุบอมป์
 10. เสียบสายอิเล็กทรอนิกส์เข้ากับขั้วทั้งสองของบอมป์ แล้วปิดฝาเครื่อง
 11. กด Shift + Start พอขึ้น Sample ID ก็กดใส่หมายเลข Sample ลงไป แล้วกด Enter จะขึ้น Weight ก็กดใส่น้ำหนักของ Sample ลงไป แล้วกด Enter เครื่องจะเริ่มทำงาน
 12. พอเครื่องทำงานเสร็จ กด Done เครื่องจะ Print ผลออกมาให้
 13. เปิดฝาเครื่อง นำบอมป์ออกจากถังใส่บอมป์ แล้วปล่อย ก๊าซออกช้าๆ
 14. ชั่งน้ำหนักถ้วยหลังผ่านเครื่องบอมป์
 15. วัดความยาวลวดที่เหลือ
 16. เอน้ำกลั่นที่ผสมกับเมทิลออเรนจ์ไว้แล้วฉีดล้างบอมป์ จนน้ำล้างเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีเหลือง
 17. นำน้ำล้างมาไตเตรตกับสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 0.0709 นอร์มอล (N) ที่เตรียมไว้ และบันทึกปริมาณสารละลายที่ใช้ไป
 18. คำนวณหาค่ามาตรฐานของเครื่องบอมป์แคลอริมิเตอร์ได้ดังสูตร

$$W = \frac{(H \times g) + e_1 + e_3}{t}$$

W = ค่ามาตรฐานของเครื่องบอมป์แคลอริมิเตอร์

(แคลอรีต่อองศาเซลเซียส)

- H = ค่าความร้อนของการเผาไหม้ของกรดเบนโซอิก (แคลอรีต่อกรัม)
- g = น้ำหนักของกรดเบนโซอิก (กรัม)
- e₁ = การแก้ค่าความร้อนของการเกิดกรดไนตริก (แคลอรี)
(จำนวนมิลลิลิตรของสารละลายกรดไนตริก 0.0709 นอร์มอล)
- e₃ = การแก้ค่าความร้อนของหลอด
(2.3 x ความยาวของหลอดที่ใช้เป็นเซนติเมตร)
- t = อุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้นซึ่งได้แก้ค่าเทอร์โมมิเตอร์แล้ว
(องศาเซลเซียส)

♦ หาค่าความร้อนของเชื้อเพลิง

ทำเหมือนการหาค่ามาตรฐาน แต่เปลี่ยนจากกรดเบนโซอิกอัดเม็ด เป็นชีวมวลเพื่อใช้เผาไหม้แทน โดยชั่งชีวมวลประมาณ 1 กรัม โดยต้องชั่ง ให้ละเอียดถึง 1 มิลลิกรัม

♦ หาปริมาณกำมะถันในถ่านหินด้วยวิธีบอมบ์วอชิงซึ่งเมดกอด (Bomb Washing Method, (ASTM D 3177)

1. นำน้ำล้างบอมบ์ที่ได้หลังการไตเตรตกับสารละลายไฮเดียมคาร์บอเนต แล้ว มากรองขณะร้อนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 ล้างด้วยน้ำร้อน หลายๆ ครั้ง แล้วทำให้เป็นกรดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1:9) สังเกตจากสีของสารละลาย จะกลายเป็นสีแดง
2. ต้มสารละลายให้เดือด และเติมสารละลาย แบเรียมคลอไรด์ 10 มิลลิลิตร ขณะเดือด ตั้งทิ้งไว้ค้างคืนหรืออย่างน้อย 2 ชั่วโมง
3. กรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน หลายๆ ครั้งจนแน่ใจว่าหมดคลอไรด์ ซึ่งทดสอบด้วยสารละลาย ซิลเวอร์ไนเตรต
4. นำตะกอนที่กรองได้พร้อมกระดาษกรองใส่เบ้าหลอม ที่ทราบน้ำหนัก แล้วนำเข้าตู้อบที่ 104-110 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 30 นาที จากนั้นนำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2

ชั่วโมง หรือจนน้ำหนักคงที่ ทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้น แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก

5. คำนวณหาปริมาณกำมะถันได้ดังสูตร

$$\text{ร้อยละกำมะถันรวม} = \frac{13.738(A - B)}{g}$$

A = น้ำหนักตะกอนของแบเรียมซัลเฟตในตัวอย่าง (กรัม)

B = น้ำหนักตะกอนของแบเรียมซัลเฟตในแบลнк (blank) (กรัม)

g = น้ำหนักของถ่านหิน (กรัม)

3.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบจากการเผาไหม้

องค์ประกอบของถ่านหินจะถูกระบุออกมาในรูปของสารประกอบออกไซด์ โดยส่งไปทำการวิเคราะห์ที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) ด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ โดยธาตุที่วิเคราะห์ได้แก่ โพแทสเซียม, โซเดียม, เหล็ก, แคลเซียม, แมกนีเซียม, ซิลิคอน, ไทเทเนียม, อะลูมิเนียม

3.3.3 วิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบในวัตถุดิบชีวมวล

3.3.3.1 การเตรียมตัวอย่าง (Mile et al., 1995)

1. บดวัตถุดิบชีวมวลแต่ละชนิดให้ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช

2. ผสมชีวมวลแต่ละชนิดให้เข้ากันและบรรจุไว้ในแต่ละปีกเกอร์

จากนั้นทำตามขั้นตอนดังต่อไปนี้

ขั้นที่ 1 (ชะล้างด้วยน้ำ)

- ชะล้างชีวมวลด้วยน้ำ (เติมน้ำ 3 มิลลิลิตรต่อกรัม ของตัวอย่าง)
 - กวนทิ้งไว้หนึ่งคืนที่อุณหภูมิห้อง
 - กรองและชะล้างด้วยน้ำกลั่น
 - นำของเหลวที่ได้จากการชะล้างชีวมวล แยกไว้ พร้อมทั้งติดสลาก
 - นำกากชีวมวลที่เหลือไปอบในตู้อบ (อุณหภูมิประมาณ 105 องศาเซลเซียส)
- จนกว่าจะแห้ง จากนั้นแบ่งไว้ 5 กรัม พร้อมทั้งติดสลาก

ขั้นที่ 2 (ชะล้างด้วยแอมโมเนียมอะซิเตท ความเข้มข้น 1 โมลาร์)

- นำชีวมวลซึ่งแห้งแล้ว (Dry Basis) จากขั้นตอนที่ 1 มาชะล้างด้วย

แอมโมเนียมอะซีเตท (เดิมแอมโมเนียมอะซีเตท 3 มิลลิกรัมต่อกรัม ของตัวอย่าง)

- กวนทิ้งไว้หนึ่งคืนที่อุณหภูมิห้อง
- กรองและชะล้างด้วยน้ำกลั่น
- ทำซ้ำ 2 ครั้ง
- นำของเหลวที่ได้จากการชะล้างชีวมวล แยกไว้ พร้อมทั้งติดสลาก
- นำกากชีวมวลที่เหลือไปอบในตู้อบ (อุณหภูมิประมาณ 105 องศาเซลเซียส)
จนกว่าจะแห้ง จากนั้นแบ่งไว้ 5 กรัม พร้อมทั้งติดสลาก

ขั้นที่ 3 (ชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์)

- นำชีวมวลซึ่งแห้งแล้ว (Dry Basis) จากขั้นตอนที่ 2 มาชะล้างด้วย
กรดไฮโดรคลอริก (เดิมไฮโดรคลอริก 3 มิลลิกรัมต่อกรัม ของตัวอย่าง)
- กวนทิ้งไว้หนึ่งคืนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
- กรองและชะล้างด้วยน้ำกลั่น
- ทำซ้ำ 1 ครั้ง
- นำของเหลวที่ได้จากการชะล้างชีวมวล แยกไว้ พร้อมทั้งติดสลาก
- นำกากชีวมวลที่เหลือไปอบในตู้อบ (อุณหภูมิประมาณ 105 องศาเซลเซียส)
จนกว่าจะแห้ง จากนั้นแบ่งไว้ 5 กรัม พร้อมทั้งติดสลาก

3. นำกากชีวมวลที่เหลือหลังจากผ่านการชะล้างด้วยสารละลายในแต่ละขั้นตอนไป
ทำการย่อยสลายให้เป็นของเหลวด้วยกรดเปอร์คลอริก

4. นำของเหลวที่ได้จากการชะล้างด้วยสารละลายชนิดต่างๆไปวิเคราะห์ธาตุที่เป็น
องค์ประกอบในวัตถุดิบชีวมวลด้วยเครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์
โดยธาตุที่วิเคราะห์ได้แก่ โพแทสเซียม, โซเดียม, เหล็ก, แคลเซียม, แมกนีเซียม,
ซิลิคอน, ไทเทเนียม, อะลูมิเนียม

3.3.3.2 การวิเคราะห์ธาตุด้วยเครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์

โดยงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคเฟรมอะตอมมิกแอ็บซอร์พชัน (Frame Atomic
Absorption) ก๊าซที่จะใช้งาน ได้แก่

- อะซิทีลีน (Acetylene) ที่ความดัน 14-15 พีเอสไอ
- ไนตรัสออกไซด์ (Nitrous oxide) ที่ความดัน 65-70 พีเอสไอ