ผลของการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์และไอน้ำร้อนยวดยิ่งต่อสมบัติ ของถ่านกัมมันต์จากกะลามะพร้าว



นางสาวภาวิณี วุฒิกุล

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2544 ISBN 974-03-1171-7 ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PROPERTIES OF ACTIVATED CARBON FROM COCONUT SHELLS

Miss Phawinee Wutthikun

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2001

ISBN 974-03-1171-7

Thesis Title	EFFECT OF ACTIVATION BY CARBON DIOXIDE AND
	SUPERHEATED STEAM ON PROPERTIES OF ACTIVATED
	CARBON FROM COCONUT SHELLS
Ву	Miss Phawinee Wutthikun
Field of Study	Petrochemistry and Polymer Science
Thesis Advisor	Associate Professor Tharapong Vitidsant, Ph.D.
Thesis Co-advisor	
Accen	ted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial
•	irements for the Master 's Degree
Tulliment of the requ	9
	Deputy Dean for Administrative Affairs Acting Dean of Faculty of Science
	(Associate Professor Pipat Karntiang, Ph.D.)
THESIS COMMITTEE	
	Chairman
	(Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)
	T. Vitabart
	(Associate Professor Tharapong Vitidsant, Ph.D.)
	W Tacker you La Thesis Co-advisor
	(Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D.)
	Suhaye N. Member
	(Suchaya Nitiwattananon, Ph.D.)

ภาวิณี วุฒิกุล: ผลของการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์และไอน้ำร้อนยวดยิ่งต่อสมบัติ ของถ่านกัมมันต์จากกะลามะพร้าว. (EFFECT OF ACTIVATION BY CARBON DIOXIDE AND SUPERHEATED STEAM ON PROPERTIES OF ACTIVATED CARBON FROM COCONUT SHELLS) อาจารย์ที่ปรึกษา: รศ. ดร. ธราพงษ์ วิทิตศานต์, 106 หน้า. ISBN 974-03-1171-7

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลกระทบของการกระบวนการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์และ ใอน้ำร้อนยวดยิ่งต่อสมบัติของถ่านกัมมันต์จากกะลามะพร้าว ในการวิจัยนี้มีสองขั้นตอน ขั้นตอนแรก เป็นการคาร์บอในซ์ในช่วงอุณหภูมิ 300-500 องศาเซลเซียสได้พบว่าที่อุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการ องศาเซลเซียสเป็นเวลา นาที ขั้นตอนที่สองคือการกระต้นด้วย คาร์ขคในซ์คือ 400 60 คาร์บอนไดออกไซด์และไอน้ำร้อนยวดยิ่งโดยศึกษาตัวแปรที่ใช้คืออุณหภูมิ เวลา ขนาดอนุภาคของ ถ่านชาร์ และร้อยละองค์ประกอบ(โดยน้ำหนัก)ของคาร์บอนไดออกไซด์ ภาวะที่เหมาะสมในการ กระตุ้นคือ ขนาดอนุภาคของถ่านชาร์ 0.60 - 1.18 มิลลิเมตร กระตุ้นที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาทีและร้อยละองค์ประกอบ(โดยน้ำหนัก)ของคาร์บอนไดออกไซด์เท่ากับ 0.5 ลิตร/นาที โดยควบคุมอัตราเร็วการไหลของไอน้ำร้อนยวดยิ่งและอากาศที่ 10 กรัม/นาที และ 0.005 ลิตร/นาที ตามลำดับ ถ่านกัมมันต์ที่เตรียมได้จากกะลามะพร้าวมีร้อยละผลได้ 31.31 ความหนาแน่นเชิง ปริมาตร 0.5648 กรัม/ลกบาศก์เซนติเมตร ค่าไอโอดีน 999 มิลลิกรัม/กรัม ค่าเมทิลีนบล 188 มิลลิกรัม/กรัม และพื้นที่ผิวB.E.T. 996 ตารางเมตร/กรัม พบว่า เมื่อองค์ประกอบคาร์บอนไดออกไซด์ สูงขึ้นเป็นสาเหตุให้ค่าไอโอดีน ค่าเมทิลีนบลูและพื้นที่ผิวรูพรุนต่ำลง เนื่องมาจากคาร์บอนไดออกไซด์ มีบทบาทสำคัญต่อการพัฒนารูพรุนขนาดใหญ่มากกว่าไอน้ำร้อนยวดยิ่ง.

ภาควิชา	ลายมือชื่อนิสิต	અહિંદા	रक्षीत्रभ	
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาตร์พอลิเมอร์	ร์ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.	1	7	_
ปีการศึกษา2544	ลายมือชื่ออาจารย์ทีปรึกษาร	รวมเร		

4373407223: MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEY WORD: ACTIVATED CARBON / COCONUT SHELLS / CARBONIZATION / PHYSICAL ACTIVATION / CARBON DIOXIDE AND SUPERHEATED STEAM

PHAWINEE WUTTIKUN: EFFECT OF ACTIVATION BY CARBON DIOXIDE AND SUPERHEATED STEAM ON PROPERTIES OF ACTIVATED CARBON FROM COCONUT SHELLS. THESIS ADVISOR: ASSOCIATE PROFESSOR THARAPONG VITIDSANT, Ph.D., 106 pp. ISBN 974-03-1171-7

The research was the study of the effect of activation by carbon dioxide and superheated steam on properties of activated carbon from coconut shells. The experiment work included two steps. The first step was carbonization at temperature range of 300-500°C. It was found that the optimum condition was 400°C for 60 min. The second step was activation by carbon dioxide and superheated steam. The studied variables were temperature, time, char particle size and the composition of carbon dioxide (%by weight). The optimum activation condition for particle size was 0.6 – 1.18 mm. 950°C, 60 min, the composition of carbon dioxide (%by weight) was 0.5 l/min by fixing flow rate of superheated steam and air at 10 g/min and 0.005 l/min, respectively. The prepared activated carbon from coconut shells obtained % yield of 31.31, bulk intensity of 0.5648 g/cm³, iodine number of 999 mg/g, methylene blue numbers of 188 mg/g and B.E.T. surface area of 996 m²/g. It was also found that the higher component of carbon dioxide caused lower iodine, methylene blue number and B.E.T surface area, because carbon dioxide played the important role to develop large pore size than superheated steam.

Department Petro	ochemistry and Polymer Science	Student's signature	च्युं इसीवर
Field of study Pe	trochemistry and Polymer Science	Advisor's signature	T. Vitolet
Academic vear	2001	Co-advisor's	

ACKNOWLEDGEMENT

I as the author of this thesis wish to express my deepest appreciation to my advisor, Associate Professor Tharapong Vitidsant, Ph.D. for his valuable guidance, advice and encouragement throughout this research. In addition, I am also grateful to Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D., Associate Professor Wimonrat Trakarnpruk, Ph.D., Suchaya Nitiwattananon, Ph.D., for serving as chairperson and the members of thesis committee respectively. All of whom have made valuable comments and have been helpful in the production of this work.

Appreciation are also expressed to the Faculty of Science, Chulalongkorn University for granting a teaching assistance fellowship, the Graduate School for the financial support in part of this research work and also the Department of Chemical Technology, Chulalongkorn University for providing equipment and chemicals.

A deep affectionate gratitude is acknowledged to my parents for their love, understanding, encouragement, and parental support throughout the entire study. Without them, I would never have been able to achieve the goal.

At last I want to convey my appreciation to all of my professors who have taught and suggested me. I really believe that all of their words will be the precious things in my life forever more.

CONTENTS

		PAGE
ABSTRACT (in Thai)		iv
ABSTRACT (in Englis	sh)	٧
ACKNOLEDGEMEN ⁻	Г	vi
CONTENTS		vii
LIST OF TABLES		x
LIST OF FIGURES		xii
ABBREVIATONS		xiii
CHAPTER I	INTRODUCTION	
	1.1 Introduction	1
	1.2 Activated carbon from coconut	2
	1.3 Objectives	6
	1.4 Scope of the research	7
CHAPTER II	THEORY AND LITERATURE REVIEW	
	2.1 Activated carbon	8
	2.2 Raw material for the production of activated carbon	9
	2.3 Production of activated carbon	10
	2.3.1 Carbonization	10
	2.3.2 Activation	11
	2.3.2.1 Chemical activation	11
	2.3.2.2 Physical activation	12
	2.3.3 Pyrolysis and steam activation	17
	2.4 Molecular, crystalline and porous structure of activate	ed
	carbon	18
	2.5 Estimation of the properties of activated carbon	21
	2.5.1 B.E.T. Surface area	21
	2.5.2 Physical test	23
	2.5.3 Adsorption test	23

CONTENTS (CONTINUED)

		PAGE
	2.5.4 Physico-chemical test	24
	2.6 Uses of activated carbon	25
	2.7 Literature reviews	27
CHAPTER III	EXPERIMENT	
	3.1 Apparatus	35
	3.2 Chemicals	37
	3.3 Raw material	38
	3.4 Procedures	38
	3.4.1 Carbonization	38
	3.4.2 Activation	39
	3.4.2.1 The optimum temperature and time	е
	for activation	39
	3.4.2.2 The optimum size for activation	39
	3.4.2.3 The optimum composition of CO ₂	for
	activation	40
CHAPTER IV	RESULTS AND DISCUSSIONS	
	4.1 Properties of coconut shell	42
	4.2 Results and discussion of the experiments	43
	4.2.1 Carbonization	43
	4.2.1.1 The effect of temperature for	
	carbonization	48
	4.2.2 Activation	51
	4.2.2.1 The effect of temperature and time	3
	for activation	52
	4.2.2.2 The effect of particles size	61
	4.2.2.3 The effect of different carbon diox	de
	(% weight) on composition	64
	4.2.3 Study morphologies of activated carbon with	ı
	the scanning electron microscope (SEM)	70

CONTENTS (CONTINUED)

			PAGE
		4.3 Comparison of this work with other work	72
CHAPTER V	٠	CONCLUSIONS	
		5.1 Experimental conclusions	74
		5.2 Future works	75
REFERENCES			77
APPENDICES			
		Appendix A	81
	Ť	Appendix B	84
VITA			106

LIST OF TABLES

TABI	_E	PAGE
1.1	Quantity and value of import and export of activated carbon	
	between 1988-1999 (Activated carbon code 3802.100-004)	3
1.2	The proximate analysis and the B.E.T. surfaces are, compared with	
	coconut shells and palm-oil shells	7
2.1	Total pore volume and surface area of activated carbon from coal	
	and agricultural by-products	28
2.2	Textural characteristics of the activated carbon	30
2.3	Porosity characteristics of activated carbon from anthracite	31
4.1	Proximate analysis of coconut shell	42
4.2	Characteristics of carbonization at different temperatures and times	43
4.3	The % change of characteristics of char from coconut shells	
	when carbonization temperature increases from 300 to 500 °C	
	for 45, 60, 90 and 120 min	48
4.4	The % change of characteristics of char from coconut shells	
	when carbonization temperature increases from 45 to 120 min	
	for 300, 350, 400, 450 and 500 °C	50
4.5	Characteristics of activated carbon from coconut shells at temperatures	3
	and times (size 1.18-2.36 mm, 10 g, air 0.005 l/min,	
	CO ₂ 0.5 I/min and superheated steam at the flow rate of 0.01 I/min)	52
4.6	The % change of Characteristics of activated carbon	
	from coconut shells when activation temperature increase	
	from 800 to 1,000°C for 60, 120, 180 and 240 min	58
4.7	The % change of characteristics of activated carbon	
	from coconut shells when activation time increases from 60 to 240 min	
	for 800, 850, 900, 950 and 1,000°C	. 60
4.8	characteristics of activated carbon from coconut shells at different size	S
	(air 0.005 l/min, ${\rm CO_2}$ 0.5 l/min and superheated steam at the flow rate	
	of 0.01 l/min, 10g, 60 min, 950°C)	61
4.9	950°C for 60 min, size0.0.6-1.18 mm, 10g, air 0.005 l/min and su	perheated
	steam 0.01 l/min)	65
4.10	Comparison of this work with other work	. 72

LIST OF FIGURES

FIGU	RE	PAGE
1.1	Coconut tree	2
1.2	Uses of activated carbon	5
2.1	Chemical reaction of char with activated by steam	16
2.2	Ordering of carbon atoms	18
2.3	Porous structure of activated carbon	21
3.1	Activator	36
3.2	A schematic of the fixed bed activator experimental setup	37
3.3	Coconut shell	38
3.4	Experiment scheme of the production of activated carbon from	
	coconut shells in an activator	41
4.1	Coconut shells before carbonization	42
4.2	Coconut shells after carbonization	42
4.3	Effect of temperature on % yield at different times	44
4.4	Effect of temperature on % ash at different times	44
4.5	Effect of temperature on % volatile at different times	45
4.6	Effect of temperature on % fixed carbon at different times	45
4.7	Effect of time on % yield at different times	46
4.8	Effect of time on % ash at different times	46
4.9	Effect of time on % volatile at different times	47
4.10	Effect of time on % fixed carbon at different times	47
4.11	Effect of temperature on % yield at different time (size 1.18-2.36 mm,	
	10 g, air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min and H ₂ O 10 g/min)	53
4.12	Effect of temperature on % iodine number at different time	
	(size 1.18–2.36 mm, 10 g, air 0.005 l/min, $\rm CO_2$ 0.5 l/min and $\rm H_2O$ 10 g/	min). 53
4.13	Effect of temperature on methylene blue number at different time	
	(size 1.18–2.36 mm, 10 g, air 0.005 l/min, $\mathrm{CO_2}0.5$ l/min and $\mathrm{H_2O}10$ g/	min). 54
4.14	Effect of temperature on B.E.T. surface area at different time	
	(size 1.18–2.36 mm, 10 g, air 0.005 l/min, CO_2 0.5 l/min and H_2O 10 g/	min).54
4.15	Effect of time on % yield at different time (size 1.18 – 2.36 mm,	
	10 g, air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min and H ₂ O 10 g/min)	55

FIGU	IRE	PAGE
4.16	Effect of time on iodine number at different time (size 1.18 – 2.36 mm.,	
	10 g, air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min and H ₂ O 10 g/min)	55
4.17	Effect of time on methylene blue number at different time	
	(size 1.18 - 2.36 mm, 10 g, air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min	
	and H ₂ O 10 g/min)	56
4.18	Effect of time on B.E.T. surface area at different time	
	(size 1.18 – 2.36 mm, 10 g, air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min	
	and H ₂ O 10 g/min).	56
4.19	Effect of size on % yield (air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min	
	and superheated steam at the flow rate of 10 g/min, 10g, 60 min, 950°C). 62
4.20	Effect of size on iodine number (air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min	
	and superheated steam at the flow rate of 10 g/min, 10g, 60 min, 950°C). 62
4.21	Effect of size on methylene blue number (air 0.005 l/min, ${\rm CO_2}$ 0.5 l/min	
	and superheated steam at the flow rate of 10 g/min, 10g, 60 min, 950°C). 63
4.22	Effect of size on B.E.T. surface area (air 0.005 l/min, CO ₂ 0.5 l/min	
	and superheated steam at the flow rate of 10 g/min, 10g, 60 min, 950°C). 63
4.23	Effect of CO ₂ (% weight) composition on % yield (950°C for 60 min,	
	0.6-1.18, 10g, air 0.005 l/min and superheated steam 10 g/min)	66
4.24	Effect of CO ₂ (% weight) composition on iodine number (950°C for 60 m	in,
	0.6-1.18, 10g, air 0.005 l/min and superheated steam 10 g/min)	66
4.25	Effect of CO ₂ (% weight) composition on methylene blue number (950°C	
	for 60 min, 0.6-1.18, 10g, air 0.005 l/min and superheated steam 10 g/m	in).67
4.26	Effect of CO ₂ (% weight) composition on B.E.T. surface area (950°C for	
	60 min, 0.6-1.18, 10g, air 0.005 l/min and superheated steam 10 g/min).	67
4.27	Coconut shell char sizes 1.18-2.36 before activation	70
4.28	Activated carbon from coconut shells size 0.6-1.18, 950°C 1 hr.,	
	flow rate of air 0.005 l/min and flow rate of pure superheated	70
4.29	Activated carbon from coconut shell sizes 0.6-1.18, 950°C 60 min,	
	flow rate of air 0.005 l/min and carbon dioxide at composition 8%	71
4.30	Activated carbon from coconut shells size 0.6-1.18, 950°C 60 min,	
	flow rate of Air 0.005 I/min and pure carbon dioxide	71
5.1	The optimum condition of the production of Activated carbon	
	from coconut shells	76

ABBREVIATION

T : Temperature (°C)

t : Time (min)

% Y : % Yield

% M : % Moisture

% VM : %Volatile matter

%FC : % Fixed carbon

BD : Bulk density (g/cm³)

IA : Iodine number (mg/g)

MB : Methylene blue number (mg/g)

 $S_{B.E.T}$: B.E.T. surface area (m²/g)

GAC : Granular activated carbon

PAC : Powder activated carbon