บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 รูปแบบการศึกษา

เป็นงานวิจัยเชิงทดลองในระดับห้องปฏิบัติการเพื่อศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตถ่านกัมมันต์จากไม้โกงกางโดยการกระตุ้นด้วยไอน้ำร้อนยวดยิ่งและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในเครื่องแอคติเวเตอร์แบบเบดนิ่ง เพื่อศึกษาคุณสมบัติและประสิทธิภาพของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้และนำมาเป็นข้อมูลสำหรับการผลิตและใช้ประโยชน์อย่างเหมาะสมต่อไป

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1 เครื่องบดหยาบ (hammer mill)

3.2.2 เครื่องบดละเอียดรุ่น AEG.Lbi 07. 220 V,1.5 KW (Germany)

3.2.3 เครื่องเขย่าตะแกรง (Seive shaker) EFL 1 mk3

3.2.4 ตะแกรงแยกขนาด มีขนาดต่างๆดังนี้ 0.355 mm,0.600 mm ,1.18 mm,2.36mm,4.75 mm

3.2.5 เครื่องชั่งละเอียด 0.1 mg รุ่น 17 02 หมายเลข 35090125

3.2.6 เตาเผาไฟฟ้า (Muffle furnace) ยี่ห้อ cabolite 0 -1,200 $^{\circ}$ F

3.2.7 ตู้อบ (Oven) ของ WT binder ,ช่วงอุณหภูมิ 0-250 $^{\circ}$C

3.2.8 Tube furnace Type 21100 0-1,200°C ,0-2000°F

3.2.9 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง Spectronic-21 miltonroy company (0-1,000 nm)

3.2.10 เครื่องปั่นแยกแบบ Ultra-high centrifugal ยี่ห้อ Kubota model KC-25

3.2.11 เครื่องกวนและทำความร้อน stirrer hot plate model P.C-351,20 V,600-615 Watt

3.2.12 ครูซิเบิลพอร์ซเลนความจุ 20 มิลลิลิตร พร้อมฝา

3.2.13 กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42

3.2.14 pH meter : Orion model 900 A

3.2.15 ชุดเครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ

3.2.16 เครื่องอัดอากาศ ส่งผ่านตามท่อสแตนเลสขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ¼ นิ้ว ผ่านเข้าเครื่องดักน้ำที่เกิดจากการควบแน่นขณะเครื่องอัดอากาศทำงาน จากนั้นอากาศที่ปราศจากน้ำจะถูกส่งผ่านเข้าแอคติเวเตอร์โดยผ่านโรตามิเตอร์ 0-300 นอมัลลิตรต่อชั่วโมง

3.2.17 เครื่องผลิตไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่ง (Boiler) ของบริษัท Clever Brook Company, Model Mloox-30 Serial No.L 75240/Pressure 150 psi. /input 25,500 BTU/Hr.โดยใช้เชื้อเพลิงน้ำมันดีเซล ส่งผ่านวาล์วลดความดัน (Steam pressure reducing valves) เพื่อควบคุมให้อัตราการไหลของไอน้ำสม่ำเสมอ แล้วส่งผ่านท่อส่งไอน้ำทำด้วยสแตนเลสมีเส้นผ่านศูนย์กลาง ¼ นิ้ว ก่อนเข้าเครื่องแอคติเวเตอร์ ส่งผ่าน steam trap เพื่อดักน้ำออกจากท่อส่งน้ำ แล้วส่งผ่านเครื่องทำความร้อน (Preheater) เพื่อทำให้ไอน้ำเป็นไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่งอยู่ตลอดเวลาก่อนเข้าเครื่องแอคติเวเตอร์หรือเครื่องกระตุ้น

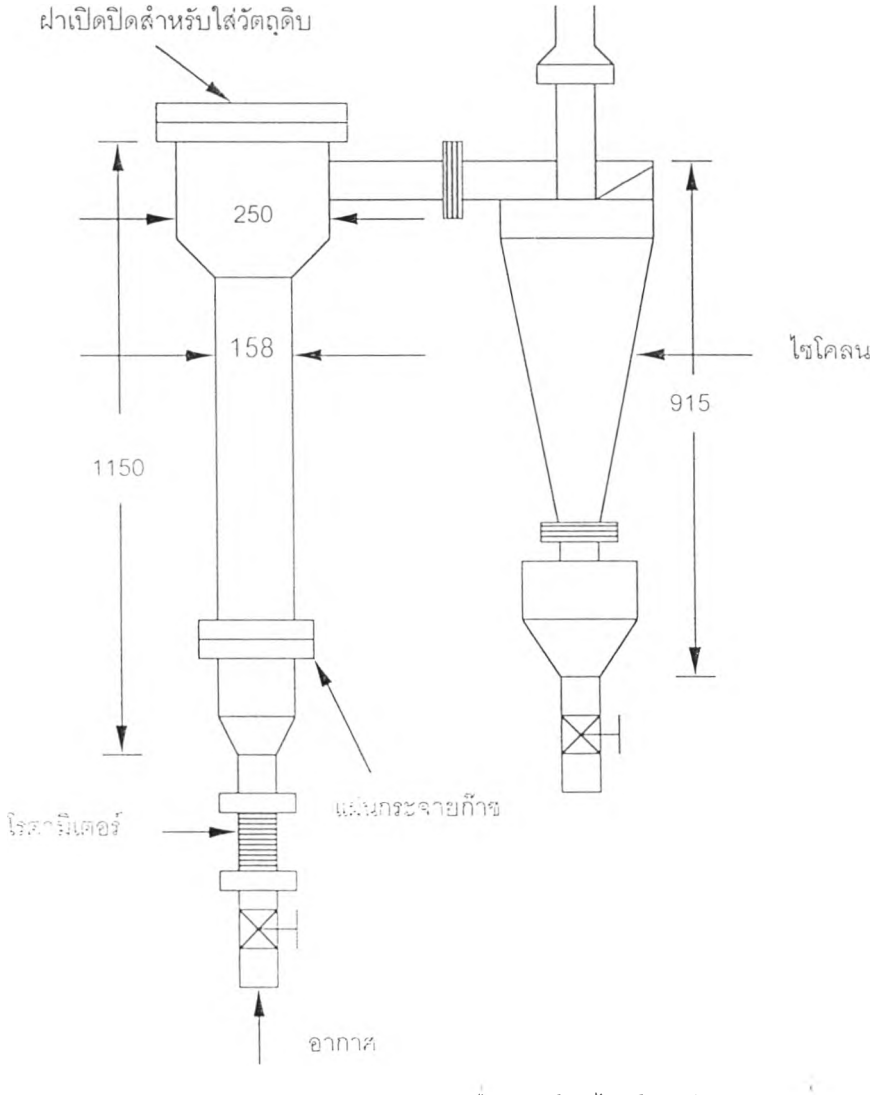
3.2.18 เครื่องคาร์บอไนเซอร์แบบเบดนิ่ง (รูปที่ 3.1) ตัวเตามีลักษณะเป็นทรงกระบอกทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม SS.316 หนา 4 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 15.8 เซนติเมตร สูง 115 เซนติเมตร ด้านล่างมีแผ่นกระจายก๊าซ(สำหรับในการศึกษาครั้งนี้ใช้อากาศ) และเทอร์โมคัปเปิลสำหรับตรวจวัดอุณหภูมิภายในเบดซึ่งเทอร์โมคัปเปิล(ชนิด โคเมล-อลูเมลแบบเค) จะต่อเข้ากับอุปกรณ์ชุดควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติแบบเข็ม (ควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0-1000 องศาเซลเซียส) ซึ่งเป็นวงจรไฟฟ้าสวิทช์แม่เหล็กควบคุมการป้อนไฟฟ้าให้กับขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 2,000 วัตต์ ซึ่งพันอยู่รอบตัวเตาและฝังด้วยคอนกรีตทนไฟ ภายนอกหุ้มด้วยใยเซรามิกส์ทนความร้อน เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อนในขณะที่ทำการคาร์บอไนซ์ตัวอย่าง

3.2.19 เครื่องแอคติเวเตอร์ (รูปที่ 3.2) ซึ่งประกอบด้วยส่วนสำคัญดังนี้ ส่วนของเบดที่ใช้สำหรับการเกิดปฏิกิริยา เป็นเบดทรงกระบอกที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 12.7 เซนติเมตร ความลึกของเบด 30.5 เซนติเมตร ผนังฉาบด้วยคอนกรีตทนไฟ หนา 8 เซนติเมตร ซึ่งภายในคอนกรีตมีขดลวดความร้อนขนาดกำลังไฟฟ้า 1,000 วัตต์ ยาวประมาณ 4 เมตร ฝังตัวอยู่ด้านนอกสุดหุ้มด้วยเหล็กหนา 0.5 มิลลิเมตร และปลายทั้ง 2 ข้างของขดลวดต่อเข้ากับเครื่องจ่ายไฟ (A.C ARC Welder Model KR 250) ซึ่งเครื่องจ่ายไฟถูกควบคุมการทำงานด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิที่แผงควบคุม นอกจากนี้ด้านล่างของตัวเบดมีตัวเทอร์โมคัปเปิล ซึ่งทำหน้าที่ตรวจวัดอุณหภูมิภายในเบดหรือ reactor แล้วส่งสัญญาณเข้าเครื่องวัดอุณหภูมิชนิดเข็ม 0-1,200 องศาเซลเซียส ด้านบนของส่วนเกิดปฏิกิริยาทำด้วยเหล็กชนิดเดียวกัน มีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับตัวเบด สูง 20 เซนติเมตร และจะต่อเข้ากับไซโคลน ส่วนด้านล่างทำด้วยแผ่นเหล็กชนิดเดียวกันกับตัวเบด มีลักษณะเป็นรูปกรวยสามเหลี่ยมมีความยาวประมาณ 60 เซนติเมตร ปากกรวยมีเส้นผ่านสูนย์กลาง 28 เซนติเมตร ซึ่งมีขนาดเท่ากับตัว reactor และมีแผ่นกระจายก๊าซ (Distributor) เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 13

เซนติเมตร มีความละเอียดของรูประมาณ 0.300 มิลลิเมตร และมีท่อทำด้วยสแตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ¼ นิ้ว จำนวน 2 ท่อ โดยที่ท่อบนเป็นท่อส่งไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่งจาก Boiler ส่วนท่อด้านล่างเป็นท่อส่งอากาศ จากเครื่องอัดอากาศ และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ จากถัง (feed เข้าไปพร้อมอากาศ)

นำส่วนประกอบทั้ง 3 ส่วนมาต่อเข้าด้วยกัน โดยที่ส่วนบนใช้วิธีเชื่อมเหล็กให้ติดกัน ส่วนด้านล่างของเบดยึดติดกับกรวยสามเหลี่ยม โดยใช้น็อตตัวใหญ่ 4 ตัว ส่วนช่องสี่เหลี่ยมที่ออกแบบเป็นประตูปิดเปิดที่กรวยสามเหลี่ยมด้านบน สำหรับเอาตัวอย่างออกจาก Reactor หลังจากถ่านถูกกระตุ้นเป็นถ่านกัมมันต์เรียบร้อยแล้ว ซึ่งประตูปิดเปิดนี้ ต้องซีลด้วยเชือกประเก็นอย่างดี เพื่อป้องกันการรั่วซึมของไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่ง ขณะป้อนไอน้ำเข้าเบด (Reactor)

หน่วยเป็นมิลลิเมตร



รูปที่ 3.1 แสดงขนาดของส่วนเกิดปฏิกิริยาของเครื่องคาร์บอไนซ์เซอร์แบบเบดนิ่ง (Fixed Bed)

1.ส่วนเกิดปฏิกิริยา

2.วาล์วเปิด-ปิด สำหรับใส่วัตถุดิบ

3.ฝาเปิด-ปิดสำหรับเอาตัวอย่างออก

4.ไซโคลน

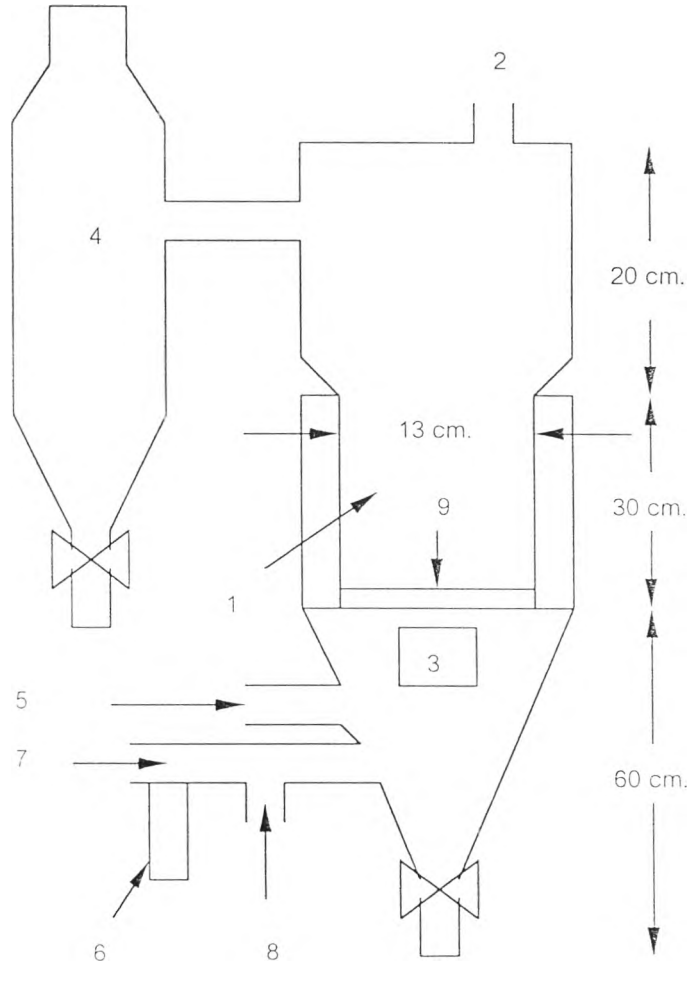
5.ท่อส่งไอน้ำยวดยิ่ง

6.โรตามิเตอร์

7.ท่อส่งอากาศ

8.ท่อส่งก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

9.แผ่นกระจายก๊าซ



รูปที่ 3.2 แสดงขนาดและส่วนประกอบของเครื่องแอคติเวเตอร์ โดยใช้ไอน้ำร้อนยวดยิ่งและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในการกระตุ้น

3.3 <u>สารเคมี</u> แบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ

3.3.1 ขั้นตอนการผลิต Conc.HCl , $Na_2S_2O_3$, KI , I_2 , KIO_3 , Methylene blue , Soluble starch

3.3.2 ขั้นตอนศึกษาความจุในการการดูดซับสี ได้แก่ $K_2Cr_2O_7$ ชนิด Volumetic standard และ Laboratory grade , Conc.HNO_3 , NH_4OH

3.4 <u>ขั้นตอนดำเนินการทดลอง</u>

3.4.1 วิเคราะห์คุณสมบัติเบื้องต้นของไม้โกงกาง ได้แก่

- VCM
- FC
- Ash
- Moisture
- พื้นที่ผิวรูพรุนทั้งหมด
- พื้นที่ผิวรูพรุนขนาดกลาง
- พื้นที่ผิวรูพรุนขนาดเล็ก

3.4.2 การคาร์บอไนซ์ตัวอย่าง

- ชั่งตัวอย่างไม้โกงกาง 400 กรัม ใส่ลงในตะกร้าที่ทำด้วยลวดทนไฟ แล้วใส่ลงในเครื่องคาร์บอไนเซอร์ ปิดฝาให้สนิท

- ให้ความร้อนแก่เครื่องคาร์บอไนเซอร์ พร้อมทั้งป้อนอากาศเพื่อให้ไม้โกงกางลุกไหม้ได้เร็วขึ้น เมื่อครบเวลาทิ้งไว้ในเตาประมาณ 30 นาที แล้วนำถ่านออกจากเตา ทิ้งให้เย็นแล้วเก็บใส่ถุงปิดปากถุงให้สนิท ชั่งน้ำหนักเพื่อหาปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้

- ทำการทดลองโดยทำการแปรอุณหภูมิที่ 250 ,300 , 350 , 400 องศาเซลเซียส ที่เวลา 20 , 40 ,60 นาที

- ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติโดยประมาณของถ่าน เพื่อหาภาวะที่เหมาะสม (อุณหภูมิและเวลา)

- ทำการคาร์บอไนซ์ตัวอย่างไม้โกงกาง ให้ได้ถ่านไม้โกงกางปริมาณมากพอควร เพื่อนำไปหาภาวะที่เหมาะสมในการกระตุ้น

3.4.3 การกระตุ้น

- นำถ่านไม้โกงกางมาบดด้วยเครื่องบดหยาบและเครื่องบดละเอียด นำมาคัดขนาดโดยวิธี sieve analysis โดยแบ่งออกเป็น 4 ขนาด ดังนี้ 4.75-2.36 ,2.36-1.18 , 1.18-0.6 , 0.6-0.355 , <0.355มิลลิเมตร

- ให้ความร้อนแก่เครื่องแอคติเวเตอร์ เมื่ออุณหภูมิในเบดเป็น 600 องศาเซลเซียส ใส่ตัวอย่างถ่านไม้โกงกางขนาด 4-6 มิลลิเมตร (มีปริมาณมากที่สุด) จำนวน 150 กรัม แล้วให้ความร้อนแก่ Reactor จนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการแล้วป้อนไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่งเข้าสู่เบด โดยใช้อากาศอัดและคาร์บอนไดออกไซด์ในอัตรา 5 l/min. (ณ อุณหภูมิห้อง) จนครบเวลาที่ต้องการ ปิดสวิทช์ไฟเพื่อหยุดให้ความร้อนแก่เบด ป้อนไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่งต่อประมาณ 30 นาที ทิ้งไว้ในเบดต่ออีก 30 นาที แล้วเอาตัวอย่างออกทิ้งให้เย็นในที่อับอากาศ

- แปรอุณหภูมิและเวลาในการกระตุ้น คือ 700 ,750 , 800 , 850 องศาเซลเซียส ที่ 30 ,60 ,90 และ 120 นาที แล้วนำถ่านที่ได้ ณ ภาวะต่างๆ มาวิเคราะห์คุณสมบัติ ทางกายภาพและทางเคมี เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการกระตุ้นถ่าน

- อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในการผลิตถ่านกัมมันต์ โดยพิจารณาจากค่าการดูดซับไอโอดีนและพื้นที่ผิวรูพรุนทั้งหมด

- นำภาวะดังกล่าวมาทำการทดลอง กระตุ้นกับถ่านขนาดต่างๆที่เหลือ 4.75-2.36 ,2.36-1.18 , 1.18-0.6 ,0.6-0.355 และ < 0.355 มิลลิเมตร

- ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆของถ่านและขนาดเพื่อหาขนาดถ่านที่ให้ค่าการดูดซับไอโอดีนสูงสุด มาผลิตเป็นถ่านกัมมันต์แล้วนำมาใช้ในการหาความจุในการดูดซับสีต่อไป

3.4.4 ศึกษาความจุในการดูดซับสี

ในการศึกษาทดลองหาความจุในการดูดซับสีได้ทำการศึกษาการดูดซับสีอิออนของ Cr (VI) โดยใช้ Potassium dichromate ในภาวะสารละลายเป็นกรดโดยแบ่งออกเป็นขั้นตอนดังต่อไปนี้

ก. ศึกษาการเปลี่ยนแปลง Adsorption spectrum ของสารละลาย $K_2Cr_2O_7$ เมื่อ pH เปลี่ยนแปลงไป

- เตรียมสารละลาย Potassium dichromate ความเข้มข้น 1.7X 10^{-4}M ที่ pH =1, 2 ,3 ,4 และ 5

- นำสารละลาย Potassium dichromate ดังกล่าวไปวัด Absorption Spectrum โดยมี wave length ตั้งแต่ 200-900 นาโนเมตร

ข. ศึกษาการเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายกรด HNO_3 เมื่อ equilibrate กับถ่านกัม-มันต์ผลิตจากไม้โกงกาง

- หาความเป็นกรด-ด่าง ของถ่านแต่ละขนาด (ASTM D 3838:1991 ภาคผนวก ก.)

- เตรียมสารละลายกรดไนตริกที่ความเข้มข้นต่างๆ คือที่ 0.1 , 0.01 และ 0.001M (pH 1 , 2 และ 3 ตามลำดับ)

- ชั่งถ่าน 0.25 กรัม (บันทึกน้ำหนักละเอียดถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 4) แช่ในสารละลายกรดไนตริกที่ pH ต่างๆดังกล่าว แล้วบันทึกการเปลี่ยนแปลง pH ของกรดไนตริกที่ระยะเวลาต่างๆ ภายใน 196 ชั่วโมง

ค. Kinetic studies ของถ่านกัมมันต์

- เตรียมสารละลาย Potassium dichromate เข้มข้น 3.3X 10^{-4} M ในสารละลายกรดไนตริกให้มี pH = 1 และ pH = 2

- ชั่งถ่านกัมมันต์ 0.25 กรัม (บันทึกน้ำหนักละเอียดถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 4) ปิเปตสารละลาย Potassium dichromate ที่เตรียมไว้ ณ pH=1 และ pH=2 จำนวน 25.0 มิลลิเมตร ผสมลงในตัวอย่างถ่านกัมมันต์ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 20 นาที 1 , 2 ,3 , 4 , 5 , 6 , 7 , 8 , 9 และ 24 ชั่วโมง

- เมื่อครบกำหนดเวลาดังกล่าว นำสารละลายมากรองเอาถ่านกัมมันต์ออกด้วยกระดาษกรอง Whatman No.1 ส่วนของ filtrate นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่น 350.2 นาโน-เมตร

- นำค่าการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่น 350.2 นาโนเมตรไปเทียบกับกราฟมาตราฐาน ภาพที่ได้คือ ความเข้มข้นของไดโครเมตอิออนที่เหลือ (มก./ล.)

- นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่าง $Cr_2O_7^{2-}$ ที่ถูกดูดซับ (มก./ก.) กับเวลา (ชั่วโมง)

ง. ศึกษา adsorption Isotherm

- เตรียมสารละลาย Potassium dichromate ให้มีความเข้มข้นต่างๆ คือ 11.7X10^{-5},1.7X10^{-4},2.5X10^{-4},3.3X10^{-4},5.0X10^{-4} และ 8.3X10^{-4} M ในสารละลายกรดไนตริกที่มี pH=1และpH=2

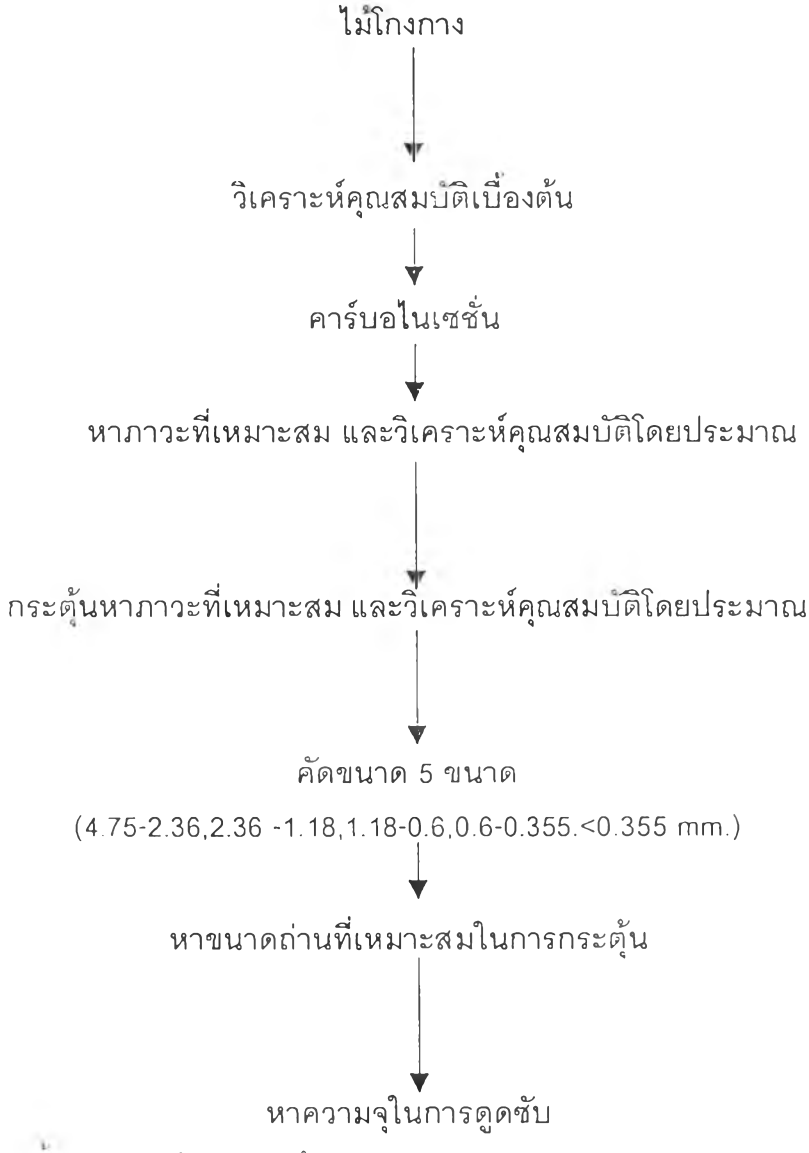
- นำสารละลายดังกล่าว ไปวัดค่า absorbance ณ ความยาวคลื่น 350.2 นาโนเมตร แล้วนำไปเทียบกับกราฟมาตราฐาน ของ $Cr_2O_7^{2-}$ เพื่อหาปริมาณความเข้มข้นที่แท้จริงของ $Cr_2O_7^{2-}$ ก่อนถูกดูดซับด้วยถ่านกัมมันต์

- ชั่งถ่านกัมมันต์ 0.25 กรัม (บันทึกน้ำหนักละเอียดถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 4) ปิเปตสารละลาย Potassium dichromate ที่เตรียมไว้ ณ ความเข้มข้นต่างๆที่ pH=1 และ pH=2 จำนวน 25.0 มิลลิกรัมผสมลงในตัวอย่างถ่านกัมมันต์ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งครบเวลาตามที่ศึกษาได้จากข้อ ค.

- เมื่อครบกำหนดเวลาดังกล่าว นำสารละลายมากรองเอาถ่านกัมมันต์ออกด้วยกระดาษกรอง Whatman No.1 ส่วนของ filtrate ไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่น 320.5 นาโนเมตร

- นำค่าการดูดกลืนแสง ณ ความยาวคลื่น 320.5 นาโนเมตร ไปเทียบกับกราฟมาตรา-ฐาน (ภาคผนวก) ค่าที่ได้ คือ ความเข้มข้นของไดโครเมตอิออนที่เหลือ (มก./ล.)

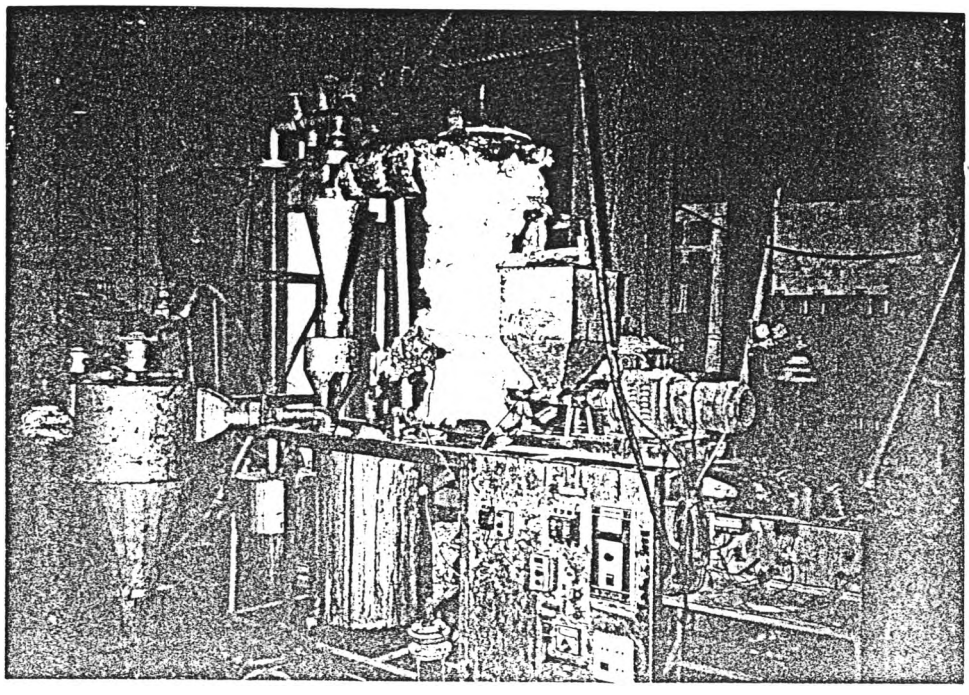
- นำข้อมูลที่ได้มาสร้างกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณ $Cr_2O_7^{2-}$ ที่ถูกดูดซับ mg/g กับ ความเข้มข้นของ $Cr_2O_7^{2-}$ (ppm) ที่เหลือจากการดูดซับ



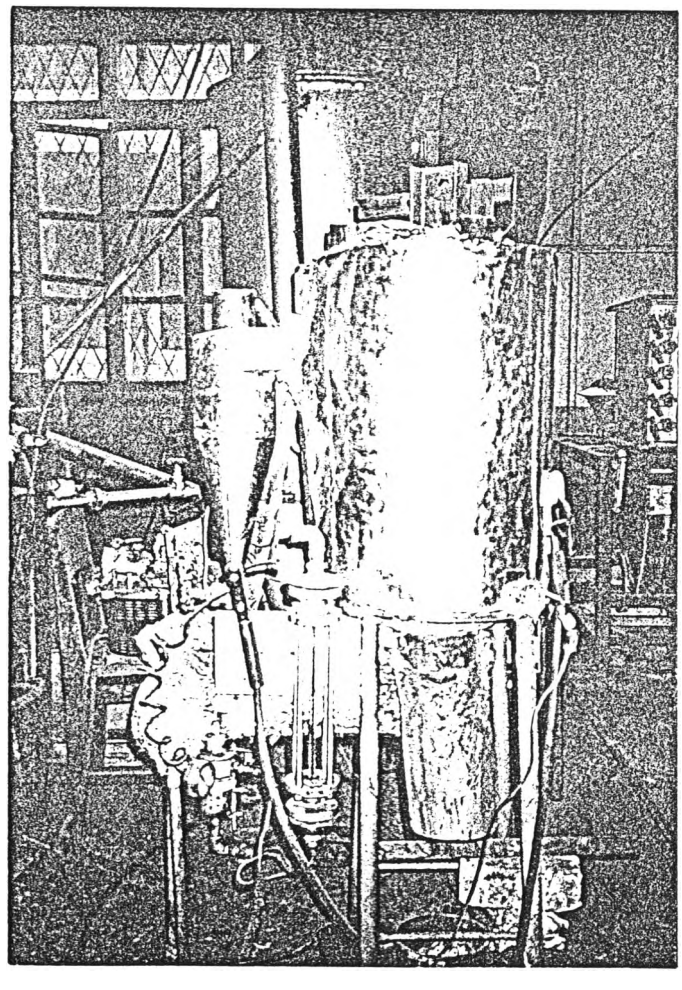
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการดำเนินการศึกษา

3.4.5 ผลการศึกษาและวิจารณ์ผลการศึกษา

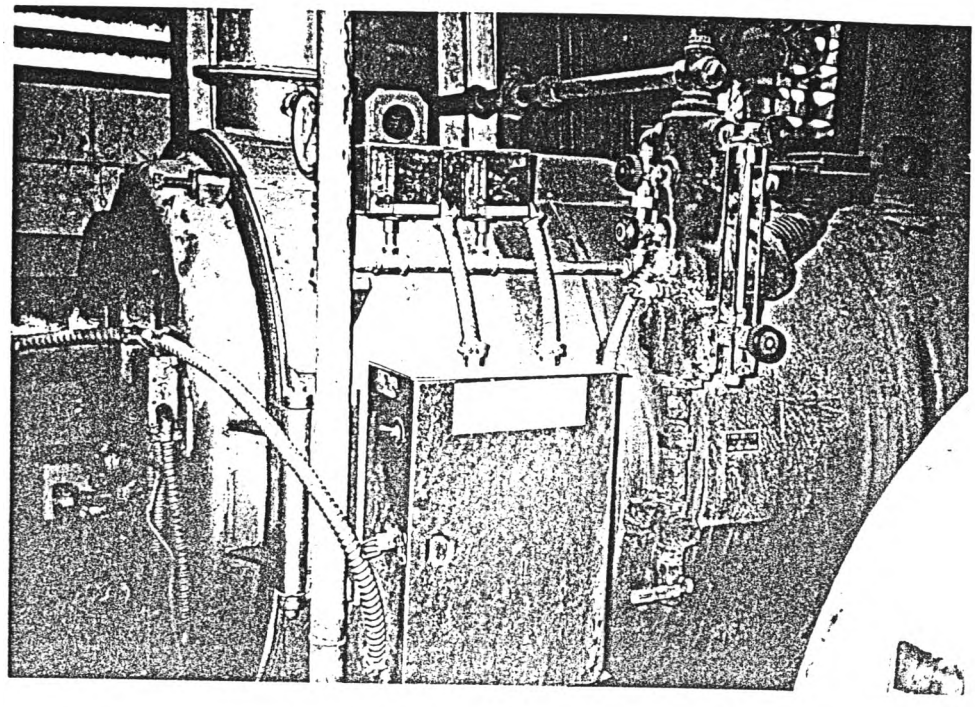
3.4.6 สรุปผลการศึกษาและข้อเสนอแนะ



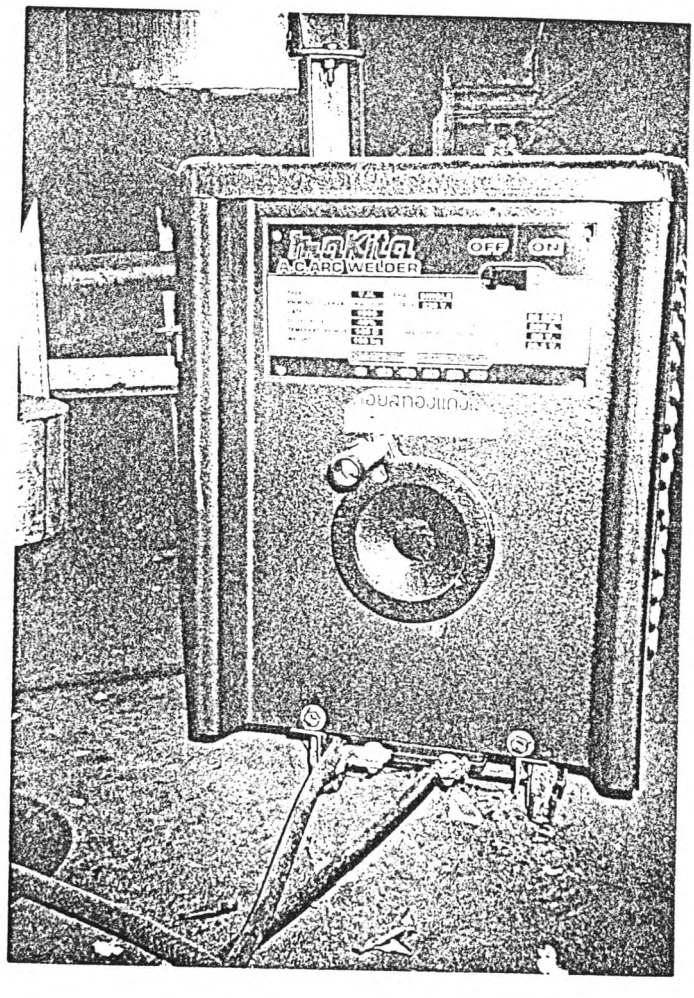
รูปที่ 3.4 เครื่องคาร์บอไนเซอร์แบบเบดนิ่ง



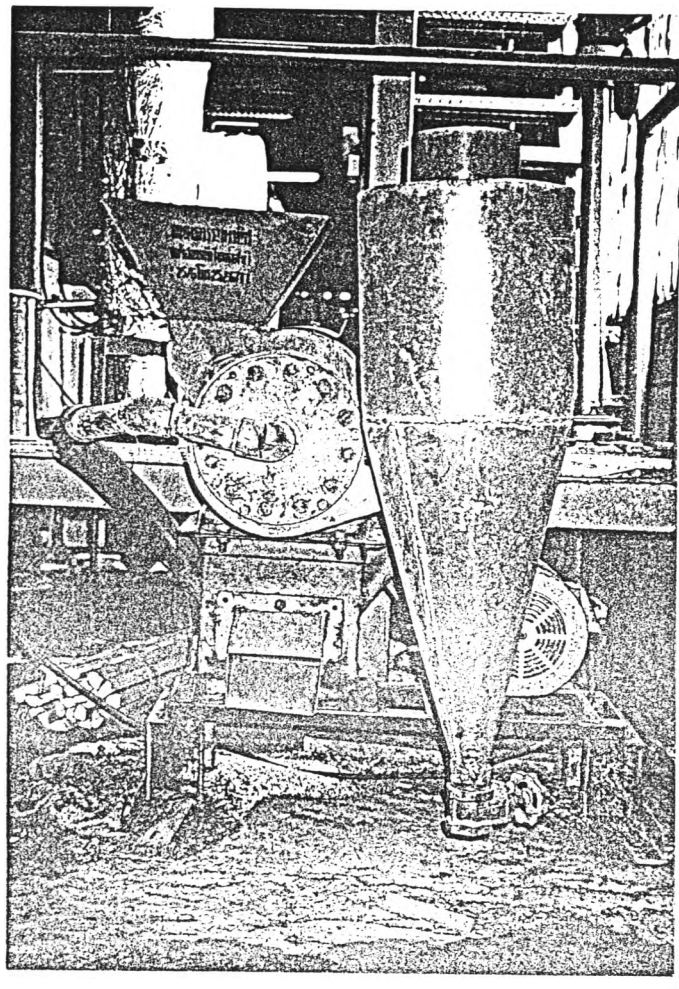
รูปที่ 3.5 เครื่องแอคติเวเตอร์กระตุ้นด้วยไอน้ำอิ่มตัวยวดยิ่งและคาร์บอนไดออกไซด์



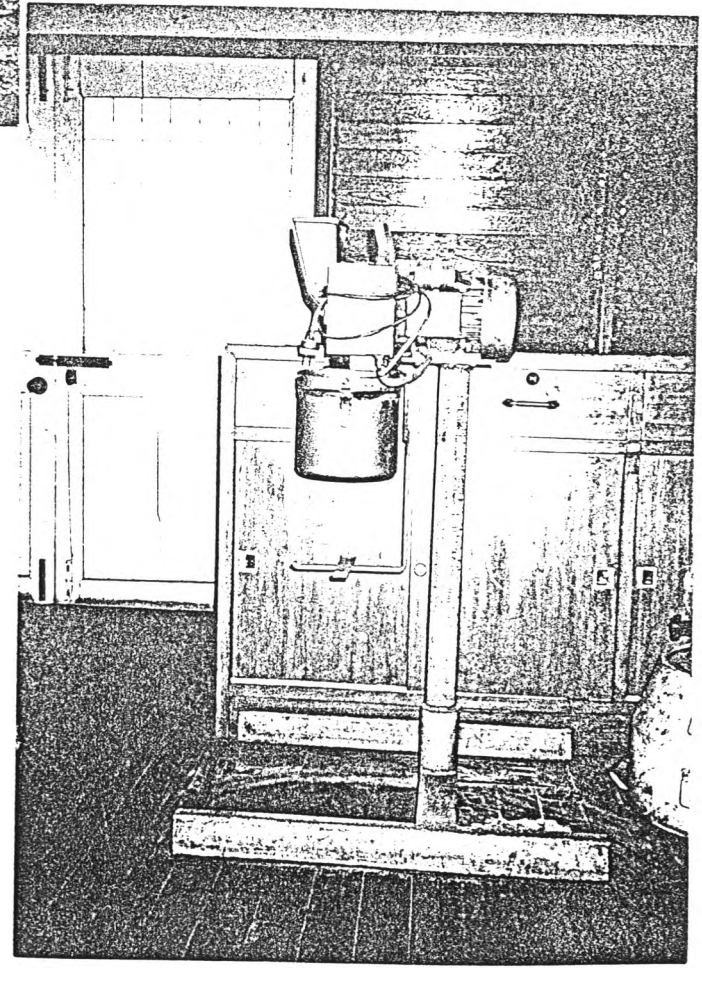
รูปที่ 3.6 เครื่องผลิตไอน้ำ (Boiler)



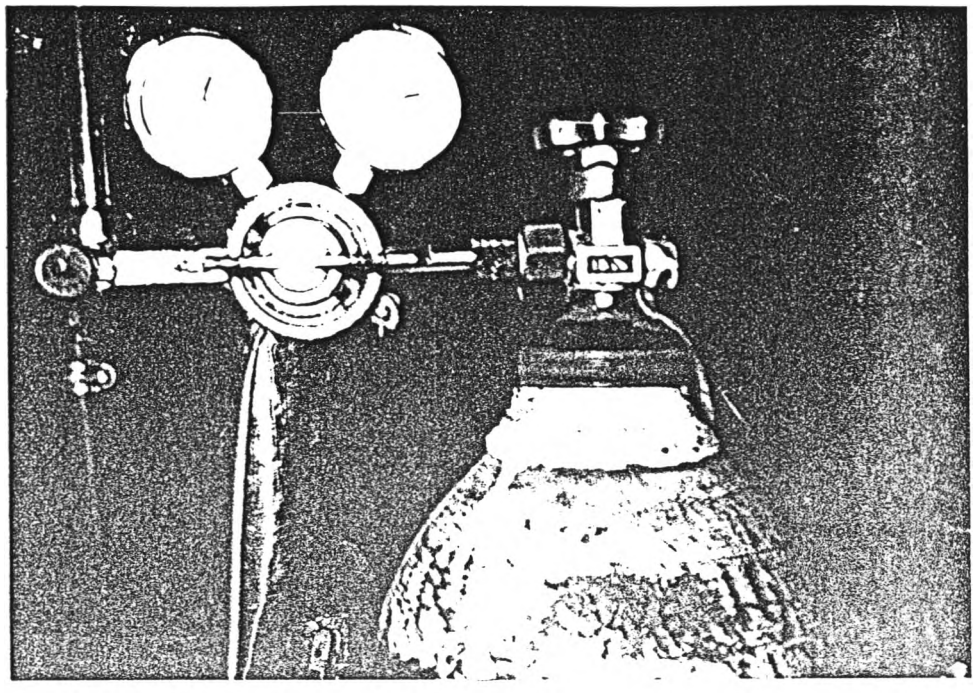
รูปที่ 3.7 เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้า A.C



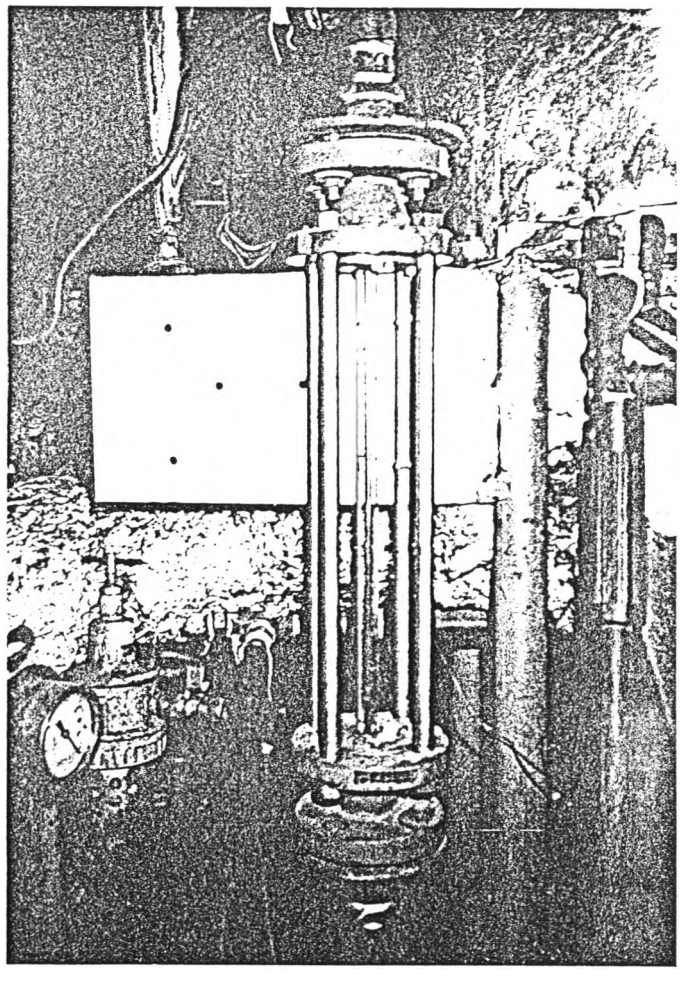
รูปที่ 3.8 เครื่องบดหยาบ (Hammer mill)



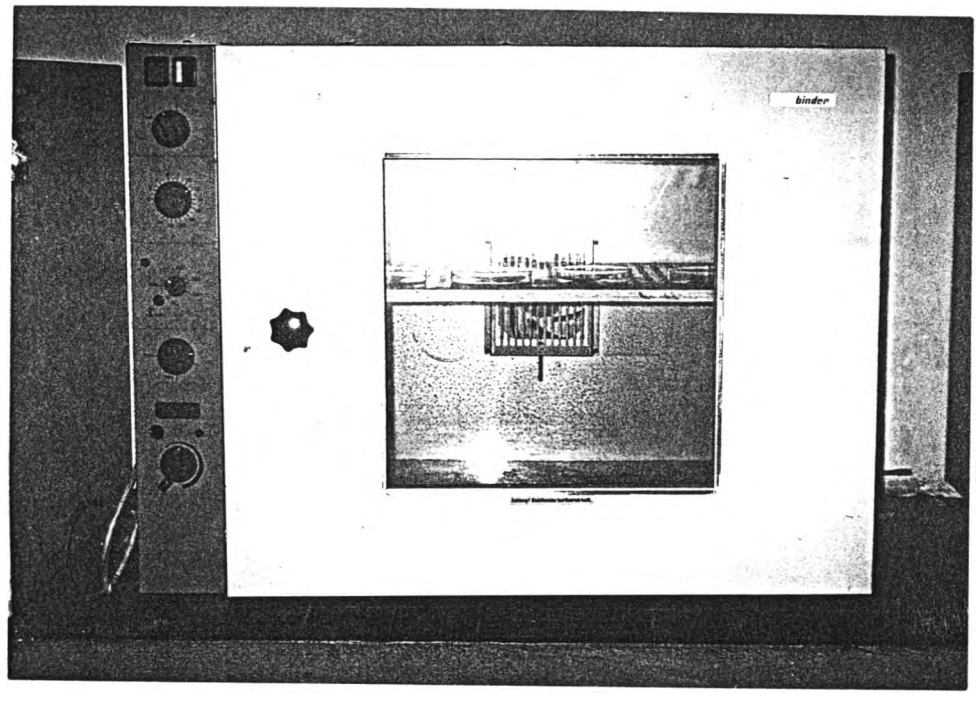
รูปที่ 3.9 เครื่องบดละเอียด



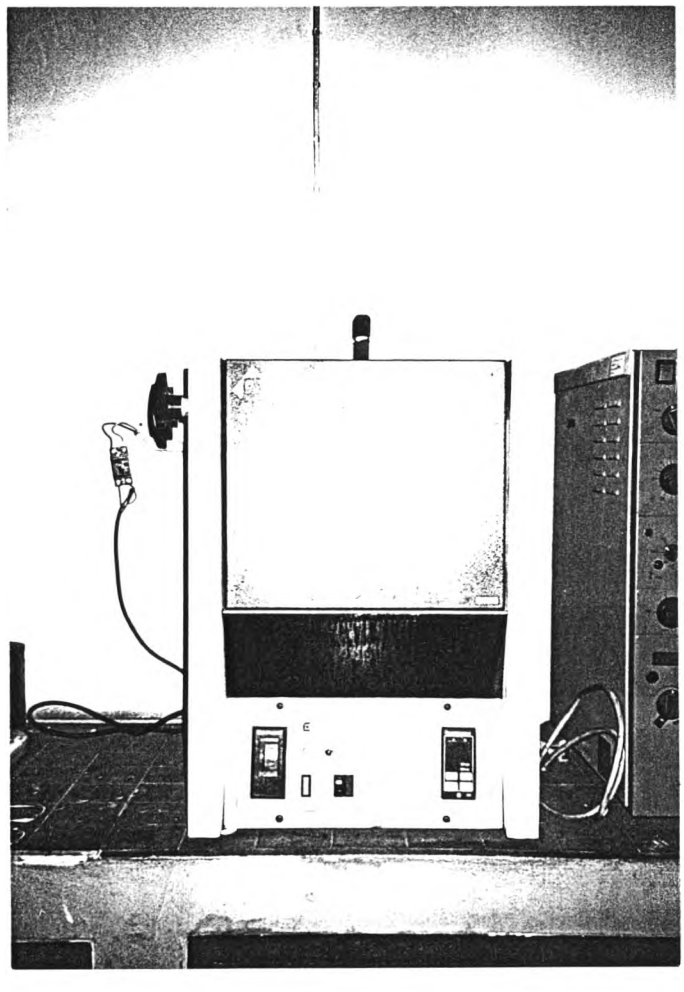
รูปที่ 3.10 CO_2 regulator พร้อมโรตามิเตอร์



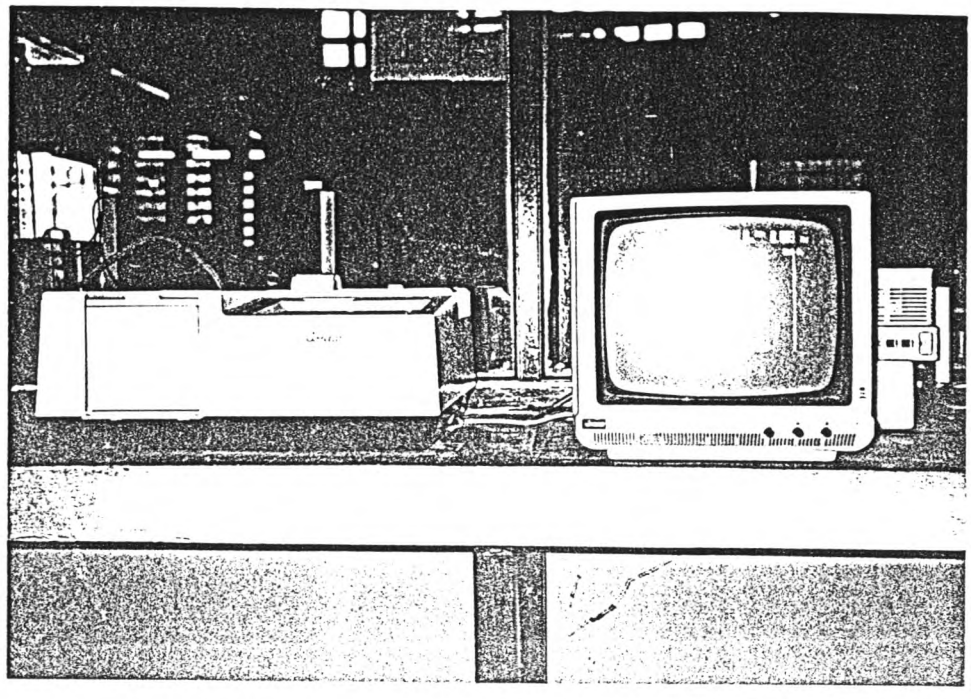
รูปที่ 3.11 โรตามิเตอร์อากาศอัด



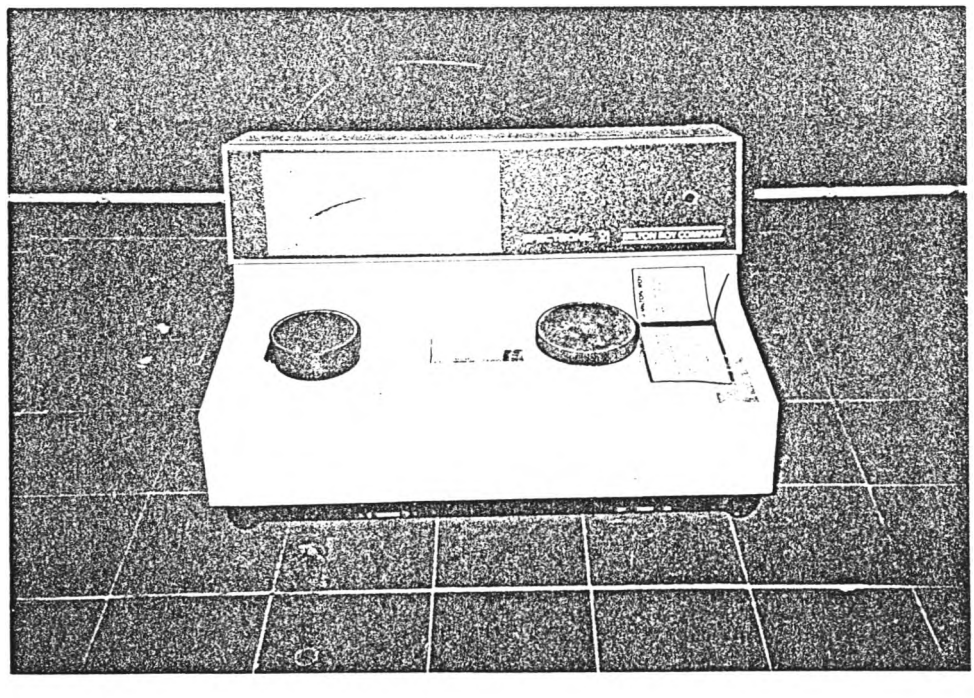
รูปที่ 3.12 ตู้อบ WT binder



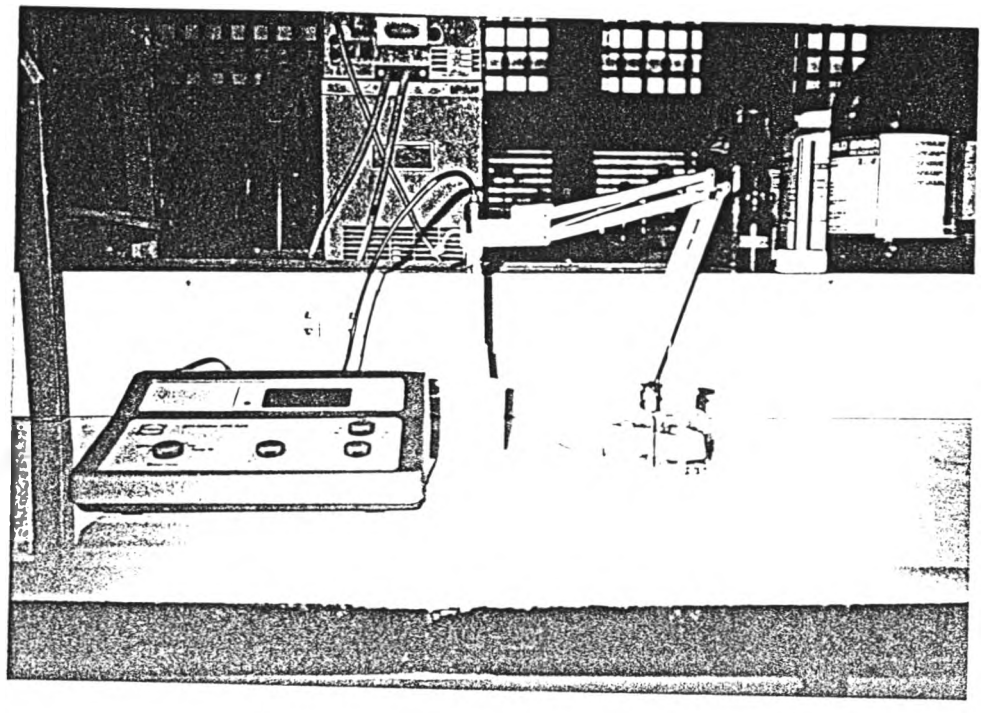
รูปที่ 3.13 เตาเผาไฟฟ้า (Muffle furnace) ยี่ห้อ Cabolite



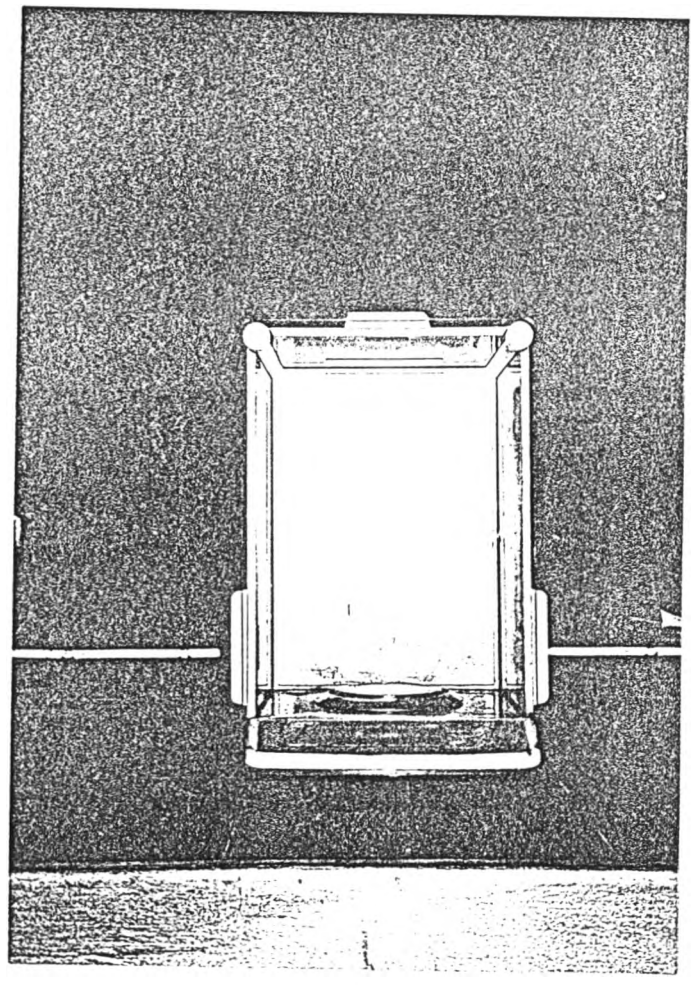
รูปที่ 3.14 UV Spectrometer



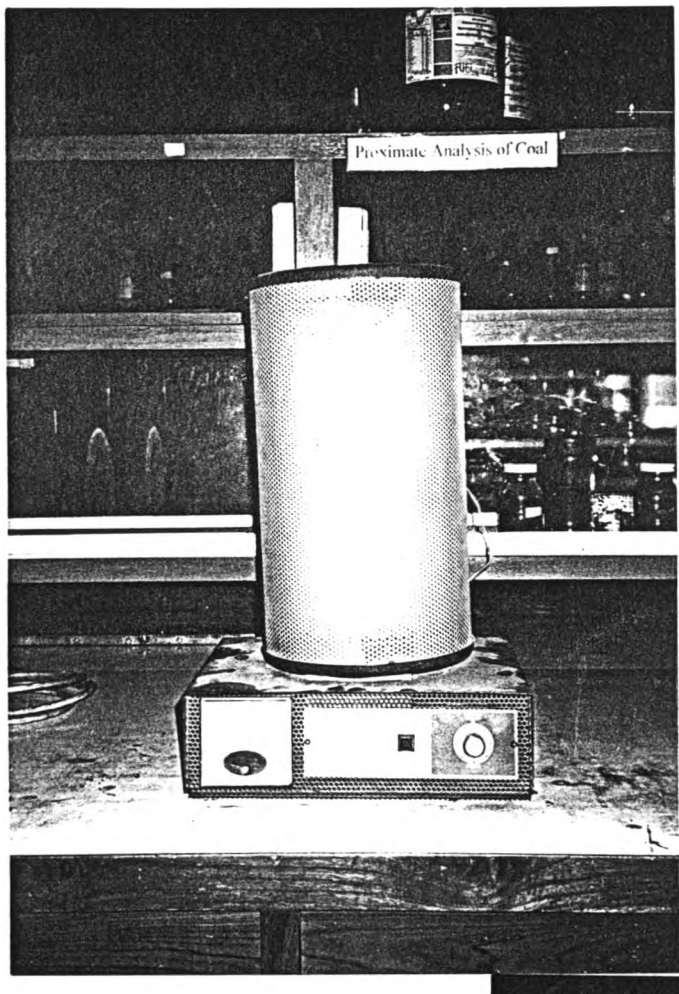
รูปที่ 3.15 เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง SPECTRONIC – 21



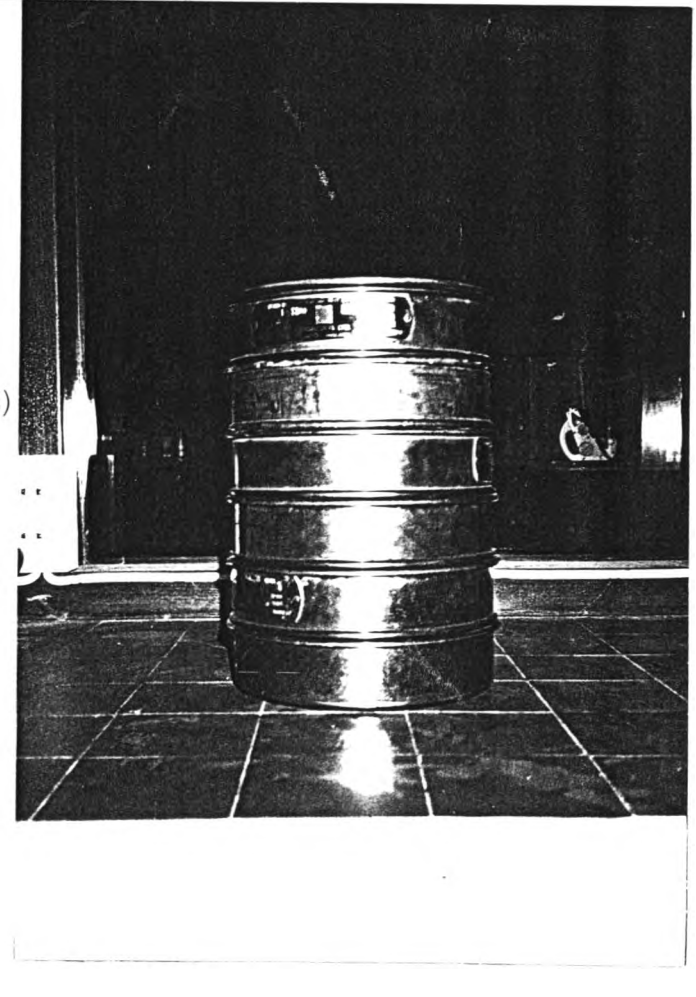
รูปที่ 3.16 pH meter



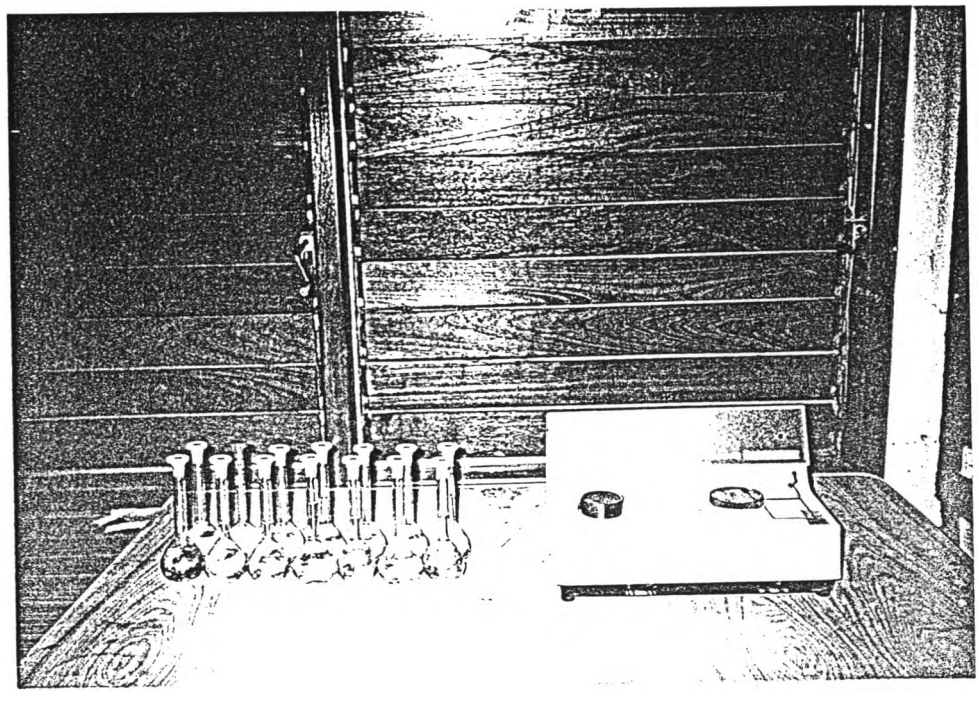
รูปที่ 3.17 เครื่องชั่งละเอียด



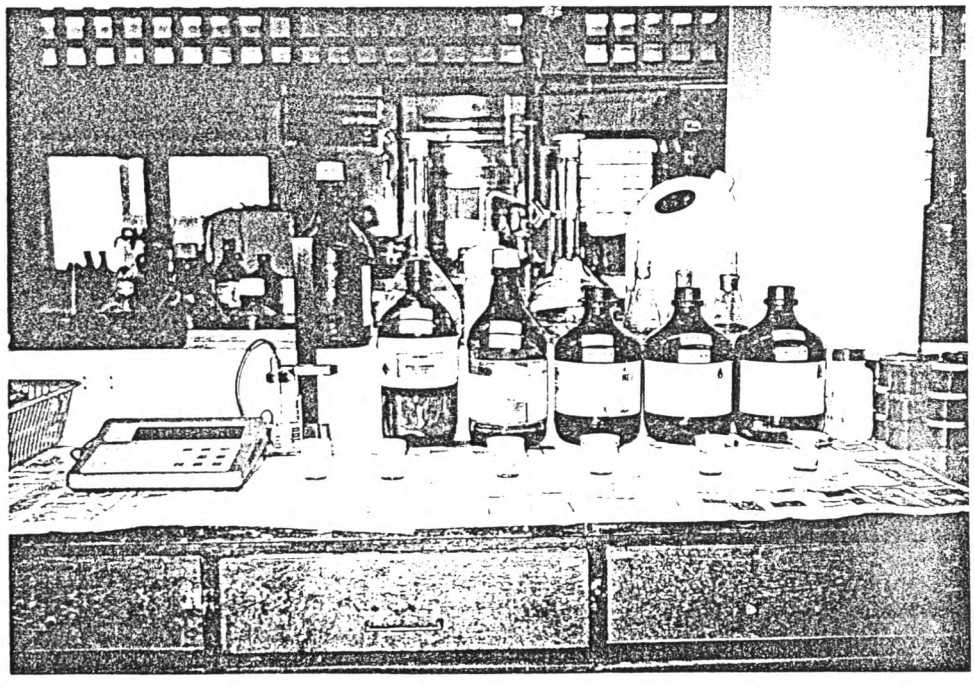
รูปที่ 3.18 Tube Furnace Type 21100



รูปที่ 3.19 ตะแกรงขนาดต่างๆ (Seives)



รูปที่ 3.20 แสดงขั้นตอนการหากราฟมาตราฐานของสารละลาย $K_2Cr_2O_7$



รูปที่ 3.21 แสดงวิธีทดลองหา pH ที่เปลี่ยนแปลงไปของ HNO_3 เมื่อ equilibrate กับถ่านกัมมันต์