บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

การศึกษาวิจัยเรื่อง การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุดเหลือทิ้งในกระบวนการแปรรูปของวิสาหกิจชุมชนคลองน้ำเค็มทันใจ ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ผู้วิจัยได้กำหนดวิธีการดำเนินงานวิจัยซึ่งเป็นกรอบในการวิจัย โดยแบ่งเป็นหัวข้อในการดำเนินงานได้ 4 หัวข้อ ดังหัวข้อต่อไปนี้

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทำวิจัย

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

3.3 การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุด

3.4 การตรวจสอบสมบัติของถ่านเปลือกมังคุดและถ่านกัมมันต์เปลือกมังคุด

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทำวิจัย

วัสดุหลักที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ได้แก่ เปลือกมังคุดจากกระบวนการแปรรูปมังคุดของวิสาหกิจชุมชนคลองน้ำเค็มทันใจ อำเภอแหลมสิงห์ จังหวัดจันทบุรี โดยเปลือกมังคุดจะถูกนำมาทำความสะอาดและทำให้แห้งก่อนนำมาเตรียมเป็นถ่านเปลือกมังคุดและถ่านกัมมันต์ต่อไป

ในการเตรียมถ่านกัมมันต์ สารละลายเบสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เกรดสำหรับห้องปฏิบัติการจะถูกนำมาใช้เป็นสารกระตุ้น โดยสารละลายจะถูกเตรียมให้มีความเข้มข้น 3 ค่า ได้แก่ร้อยละ 20, 40 และ 60 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ในการวิจัยนี้มีการใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริค (HCl) เกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ ความเข้มข้นร้อยละ 35 โดยน้ำหนัก และน้ำกลั่นเป็นสารปรับค่าความเป็นกรดด่างของถ่านกัมมันต์ให้เป็นกลาง

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทำวิจัย

3.2.1 เตาอบลมร้อน

เปลือกมังคุดจะถูกนำมาทำให้แห้งเพื่อไล่ความชื้นที่ปะปนมาก่อนนำมาเตรียมถ่านกัมมันต์ โดยในงานวิจัยนี้ การทำแห้งเปลือกมังคุดจะอาศัยเตาอบลมร้อนเป็นอุปกรณ์ทำแห้ง เพื่อควบคุมอุณหภูมิ เวลาและบรรยากาศในการอบแห้งของทุกการดำเนินงานวิจัยให้เป็นสภาวะควบคุม โดยเตาอบที่ใช้เป็นดังภาพที่ 3.1

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี

ภาพที่ 3.1 เตาอบลมร้อน

3.2.2 เตาเผาถ่านชีวมวล

เตาเผาถ่านชีวมวลในงานวิจัยนี้ จะเป็นเตาเหล็กที่สร้างมาจากถังน้ำมัน 200 ลิตร อุณหภูมิของเตาอยู่ในช่วงไม่เกิน 1000 องศาเซลเซียส ดังแสดงในภาพที่ 3.2

ลิขสิทธิ์ของ ณี

ภาพที่ 3.2 เตาเผาถ่านชีวมวล

3.2.3 อุปกรณ์บดย่อย

อุปกรณ์สำหรับบดย่อยถ่านเปลือกมังคุดจะมีลักษณะเป็นใบมีดโลหะ หมุนปั่นด้วยความเร็วสูง จนทำให้ถ่านเปลือกมังคุดลดขนาดลงเป็นผงละเอียด โดยลักษณะของอุปกรณ์บดย่อยเป็น ดังแสดงในภาพที่ 3.3

ภาพที่ 3.3 อุปกรณ์บดย่อย

3.2.4 อุปกรณ์คัดแยกขนาดอนุภาค

อุปกรณ์สำหรับคัดแยก ขนาดของถ่านเปลือกมังคุดมีลักษณะเป็นตะแกรงร่อนที่มีขนาดของรูตะแกรงแตกต่างกัน โดยขนาดของตะแกรงจะกำหนดเป็นมาตรฐานด้วย Mesh No. การใช้งานตะแกรงคัดแยกขนาดนี้จะใช้งานร่วมกับเครื่องเขย่าเพื่อร่อนอนุภาคให้ตกลงด้านล่าง สำหรับงานวิจัยนี้จะใช้อุปกรณ์คัดแยกขนาดเพื่อควบคุมขนาดอนุภาคของถ่านเปลือกมังคุดที่จะนำไปเตรียมถ่านกัมมันต์ โดยตะแกรงคัดแยกขนาดที่ใช้คือ Mesh No. 30 ดังแสดงในภาพที่ 3.4

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี

ภาพที่ 3.4 อุปกรณ์คัดแยกขนาดอนุภาค

3.2.5 ชุดอุปกรณ์สำหรับเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

อุปกรณ์สำหรับเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะประกอบด้วยกระบอกบรรจุสารที่ทำจากพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) และกระบอกห่อหุ้มด้านนอกที่ทำจากสแตนเลส พร้อมฝาครอบที่มีเกลียวปิดผนึก ดังแสดงในภาพที่ 3. 5 ทั้งนี้ ในการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะต้องนำชุดเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลไปให้ความร้อนด้วยเตาความร้อน ดังแสดงในภาพที่ 3.6

ภาพที่ 3.5 อุปกรณ์สำหรับเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

ภาพที่ 3.6 เตาความร้อนสำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

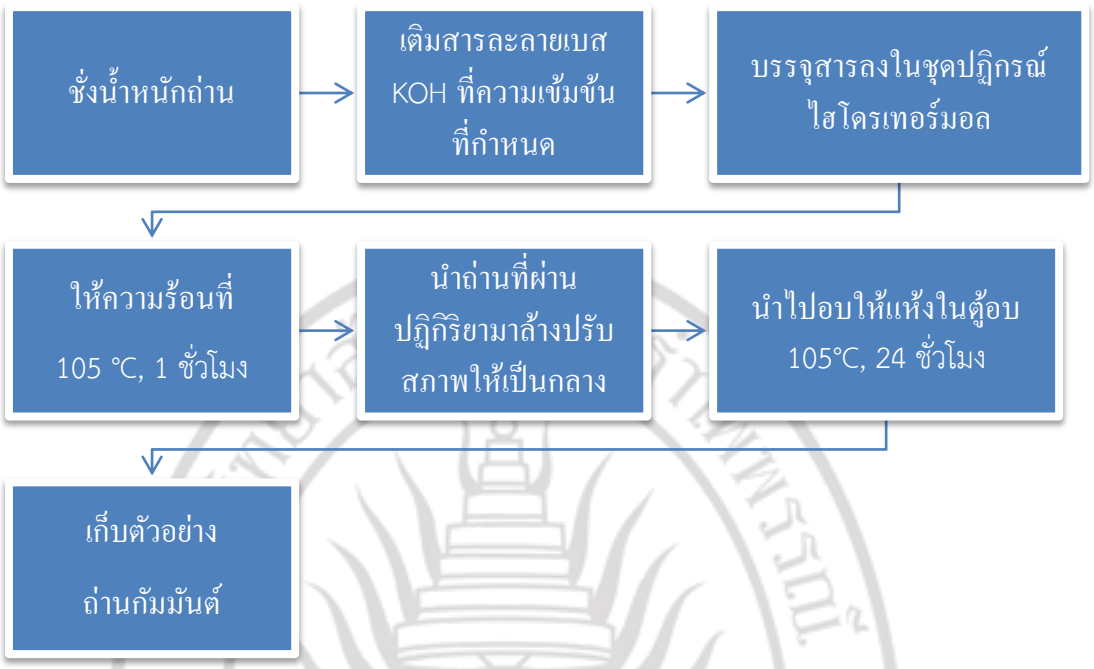
3.3 การเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุด

เปลือกมังคุดที่จัดเก็บจากกระบวนการแปรรูปผลไม้ของวิสาหกิจชุมชนคลองน้ำเค็มทันใจ อำเภอแหลมสิงห์ จังหวัดจันทบุรี จะถูกนำมาทำความสะอาด และทำให้แห้งด้วยเตาอบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปเผาเป็นถ่านด้วยเตาเผาถ่านชีวมวล สำหรับใช้ในระดับชุมชน จนเปลือกมังคุดเปลี่ยนเป็นสีดำ และมีลักษณะแข็งเปราะ หลังจากอุณหภูมิเย็นลง ทำการเก็บถ่านเปลือกมังคุดไว้ในภาชนะบรรจุป้องกันความชื้น

ถ่านเปลือกมังคุดที่เตรียมได้จะถูกนำมาบดย่อยให้กลายเป็นผงสีดำละเอียด ก่อนนำไปคัดแยกขนาดด้วยตะแกรงร่อนอนุภาค เมื่อได้อนุภาคของถ่านเปลือกมังคุดที่เตรียมได้ไม่เกิน 0.57 มิลลิเมตร แล้วจะนำไปจัดเก็บ เพื่อเตรียมเป็นถ่านกัมมันต์ต่อไป

สำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์ในงานวิจัยนี้ จะอาศัยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลในการกระตุ้นถ่านเปลือกมังคุดให้มีรูพรุนและโครงสร้างที่เปลี่ยนไป ในงานวิจัยนี้ สารละลายเบสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน 3 ค่า ได้แก่ ร้อยละ 20, 40 และ 60 โดยน้ำหนักจะถูกใช้เป็นสารกระตุ้น เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุดด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล โดยมีขั้นตอนดังแสดงในแผนภาพที่ 3.7

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี



ภาพที่ 3.7 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมถ่านกัมมันต์จากเปลือกมังคุดด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

ในงานวิจัยนี้ได้ออกแบบชุดตัวอย่างทดสอบ 4 ชุด ซึ่งมีรายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 3.1 โดยในชุดตัวอย่างทดสอบที่ 1 จะเป็นชุดตัวอย่างทดสอบควบคุม กล่าวคือ เป็นชุดตัวอย่างทดสอบของถ่านเปลือกมังคุดที่ไม่ผ่านกระบวนการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ในขณะที่ชุดตัวอย่างทดสอบที่ 2, 3 และ 4 จะเป็นชุดตัวอย่างทดสอบของถ่านเปลือกมังคุดที่ผ่านกรรมวิธีเปลี่ยนเป็นถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล โดยมีสารละลายเบสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 20, 40 และ 60 โดยน้ำหนัก เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยา ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดชุดตัวอย่างทดสอบ

ชุดตัวอย่างทดสอบ	ปริมาณถ่านเปลือกมังคุด (กรัม)	ความเข้มข้นของสารละลาย KOH (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	ปริมาณสารละลาย (มิลลิลิตร)
1	3	-	-
2	3	20	15
3	3	40	15
4	3	60	15

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี

ภาพที่ 3.8 การเตรียมถ่านเปลือกมังคุดสำหรับการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

ในการเตรียมถ่านกัมมันต์นั้น ขั้นตอนการดำเนินงานจะเริ่มต้นจากการชั่งถ่านเปลือกมังคุด ปริมาณ 3 กรัม (ดังภาพที่ 3.8) บรรจุลงในกระบอกบรรจุของชุดปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่มีสารละลายเบสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นตามที่กำหนด ปริมาณ 15 มิลลิลิตรบรรจุอยู่ (ภาพที่ 3.9) หลังจากติดตั้งกระบอกบรรจุสารลงในชุดปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลแล้วดังภาพที่ 3.10 จะนำชุดปฏิกรณ์ไปให้ความร้อนในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาที่กำหนดและชุดปฏิกรณ์ลดอุณหภูมิลงจนถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงเปิดกระบอกบรรจุสาร แล้วเทสารที่ผ่านปฏิกิริยาลงในภาชนะเพื่อเตรียมดำเนินการในขั้นต่อไป

ลิขสิทธิ์ของ ...วรรณี

ภาพที่ 3.9 กระบอกบรรจุของชุดปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่มีสารละลายเบสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์และถ่านเปลือกมังคุด

ภาพที่ 3.10 ชุดไฮโดรเทอร์มอลที่บรรจุถ่านเปลือกมังคุดและสารละลายเบสโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

หลังจากผ่านปฏิกิริยาการเตรียมถ่านกัมมันต์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลแล้ว สารที่ได้จะมีลักษณะเป็นสารแขวนลอยสีดำในสารละลายสีขาวขุ่น นำสารแขวนลอยดังกล่าวมาเข้าเครื่องปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนออกมา ทำการล้างตะกอนสีดำของถ่านกัมมันต์ที่ได้ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและน้ำกลั่น จนน้ำในการล้างตะกอนเปลี่ยนค่าความเป็นกรด -ด่างเป็นกลาง จึงนำถ่านกัมมันต์ที่ได้ไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำตัวอย่างถ่านกัมมันต์ที่ได้เก็บบรรจุในภาชนะเพื่อรอการทดสอบต่อไป

3.4 การตรวจสอบสมบัติของถ่านเปลือกมังคุดและถ่านกัมมันต์เปลือกมังคุด

การตรวจสอบสมบัติของถ่านเปลือกมังคุดและถ่านกัมมันต์เปลือกมังคุด มีรายละเอียด ดังนี้

3.4.1 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ลักษณะสัณฐานวิทยาของถ่านเปลือกมังคุดและถ่านกัมมันต์จากถ่านเปลือกมังคุดที่เตรียมผ่านเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หรือ SEM (QUANTA 250) ดังภาพที่ 3.11 โดยภาพถ่ายพื้นผิวของวัสดุตัวอย่างจะแสดงให้เห็นถึงลักษณะของรูพรุนและการกระจายตัวของรุพรุนบนพื้นผิวของวัสดุ ซึ่งในงานวิจัยนี้ทำการถ่ายภาพขยายของถ่านเปลือกมังคุดและ ถ่านกัมมันต์จากถ่านเปลือกมังคุดที่เตรียมผ่านเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ที่ขนาดขยาย 1000 และ 3000 เท่า

ภาพที่ 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.4.2 การทดสอบหาค่าพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer–Emmett–Teller (BET)

พื้นที่ผิวเป็นสมบัติสำคัญของถ่านกัมมันต์ โดยถ่านกัมมันต์ที่มีพื้นที่ผิวมากมีแนวโน้มจะเป็นวัสดุดูดซับสารเคมีได้ดี ดังนั้น การตรวจสอบลักษณะของรูพรุนและปริมาณพื้นที่ผิวจึงจำเป็นอย่างยิ่ง สำหรับการวิเคราะห์สมบัติของถ่านกัมมันต์ เทคนิค BET เป็นเทคนิคสำคัญที่ได้รับความนิยมในการวิเคราะห์ลักษณะของรูพรุนและปริมาณพื้นที่ผิวของวัสดุพรุน โดยอาศัยการพิจารณาจากการดูดซับก๊าซที่ใช้ในการวิเคราะห์ และคำนวณปริมาณพื้นที่ผิวได้

3.4.3 การทดสอบหาค่าการดูดซับไอโอดีน ตามมาตรฐาน ASTM D4607

การวิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับสารเคมีของวัสดุพรุนสามารถทำได้ผ่านการทดสอบหาค่าการดูดซับไอโอดีน ที่ระบุในมาตรฐานการทดสอบ ASTM D4607 โดยถ่านที่ต้องการทดสอบจะถูกนำไปอบที่ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เมื่อเย็นตัวแล้วจะทำการชั่งน้ำหนักของถ่านที่จะทดสอบ เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริค ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักลงไป 10.0 มิลลิลิตร คนสารละลายให้ทั่วถ่านที่จะทดสอบ ให้อุณหภูมิจนเดือด 30 วินาที จากนั้นเติมสารละลายไอโอดีน ความเข้มข้น 0.10 นอร์มอล 100 มิลลิลิตรลงไป ปิดฝาและเขย่าขวด 30 วินาที ก่อนนำมากรองแยกถ่านกัมมันต์ด้วยกระดาษกรอง ปิเปตสารละลายที่กรองได้มา 50.0 มิลลิลิตร ไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.10 นอร์มอล จนได้สารละลายสีเหลือง แล้วจึงเติมน้ำแป้งลงไป 2-3 หยด สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน ไตเตรตต่อจนสารละลายเปลี่ยนเป็นใส ไม่มีสี นำค่าปริมาณสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้ไปคำนวณหาค่าการดูดซับไอโอดีน ตามสมการที่ 3.1

$$\frac{X}{M}\left(\frac{mg}{g}\right) = \frac{A-(DF\times B\times S)}{M} \qquad (3.1)$$

เมื่อ A เท่ากับ 12693 N2

B เท่ากับ 126.93 N1

DF คือ ค่าแฟคเตอร์การเจือจาง

S คือปริมาณสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต (มิลลิลิตร)

M คือน้ำหนักถ่าน (กรัม)

N1 คือความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต (N)

N2 คือความเข้มข้นของสารละลายไอโอดีน (N)

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี