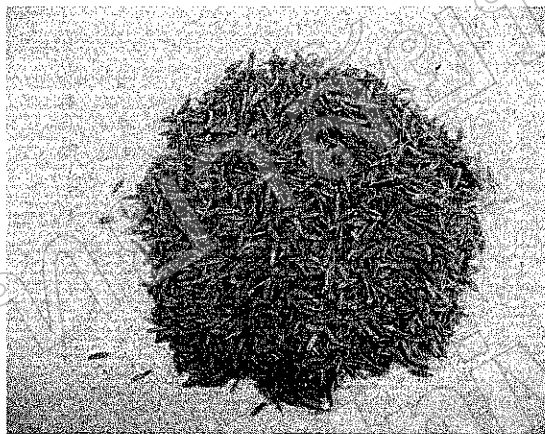


บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

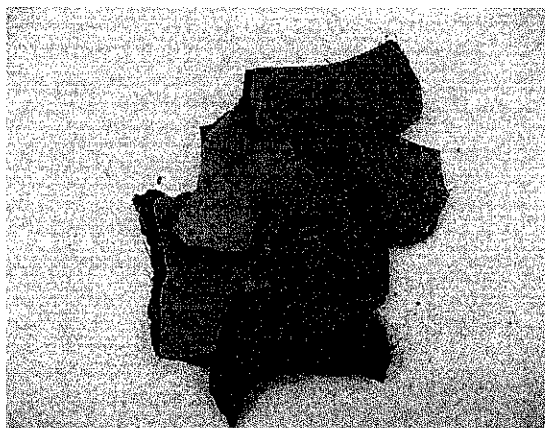
วัตถุดิบที่ใช้ในการวิจัย

1. แกลบ



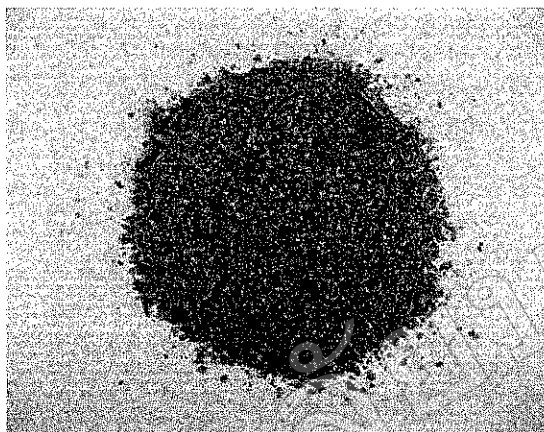
ภาพที่ 11 แกลบ

2. กะลามะพร้าว



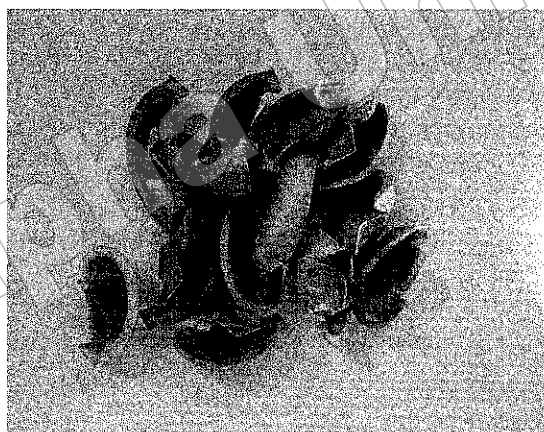
ภาพที่ 12 กะลามะพร้าว

3. จี๊เลื่อยไม้ยางพารา



ภาพที่ 13 จี๊เลื่อยไม้ยางพารา

4. เปลือกถั่วยางพารา



ภาพที่ 14 เปลือกถั่วยางพารา

สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

- กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 50% จากบริษัท VWR International
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 5% จากบริษัท VWR International
- Rhodamine – B จากบริษัท Fluka
- Congo Red จากบริษัท Fluka

- Methyl Violet จากบริษัท Fisher Scientific
- Malachite Green จากบริษัท Fluka
- Cadmium 1000 $\mu\text{g/ml}$ (0.10% w/v) จากบริษัท J. T. Baker
- Zinc 1000 $\mu\text{g/ml}$ (0.10% w/v) จากบริษัท J. T. Baker
- Copper 1000 $\mu\text{g/ml}$ (0.10% w/v) จากบริษัท J. T. Baker
- Lead Nitrate AAS Standard จากบริษัท APS Ajax Finechem

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่องชั่งแบบละเอียดชนิด 4 ตำแหน่ง AND Model hr-200
- เครื่องมือวัดค่าความเป็นกรดด่าง (Multi - Parameter Analyzer) CONSORT C380
- ตู้อบ RAVEN 2 OVEN
- เครื่องบด (Mota Grinder) RM 100
- เครื่องเขย่า (Illuminated Refrigerated Incubator Shaker) INNOVA™ 4340
- หม้อดินมีฝาปิด
- ตะแกรงคัดขนาด (Sieve)
- เตาไฟฟ้า (Hot Plate) ARE Heating Magnetic Stirrer
- เตาเผา CARBROLITE
- Spectrophotometer GENESYS 20
- Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) PERKIN ELMER 3300
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- ปิเปต 10 และ 25 ml
- ลูกยาง
- บีกเกอร์ 50 และ 250 ml
- บิวเรต 25 ml
- ขาดังบิวเรต
- ขวดรูปชมพู่ (Flask) 250 ml
- แท่งแก้ว
- กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 2
- ขวดเก็บตัวอย่าง

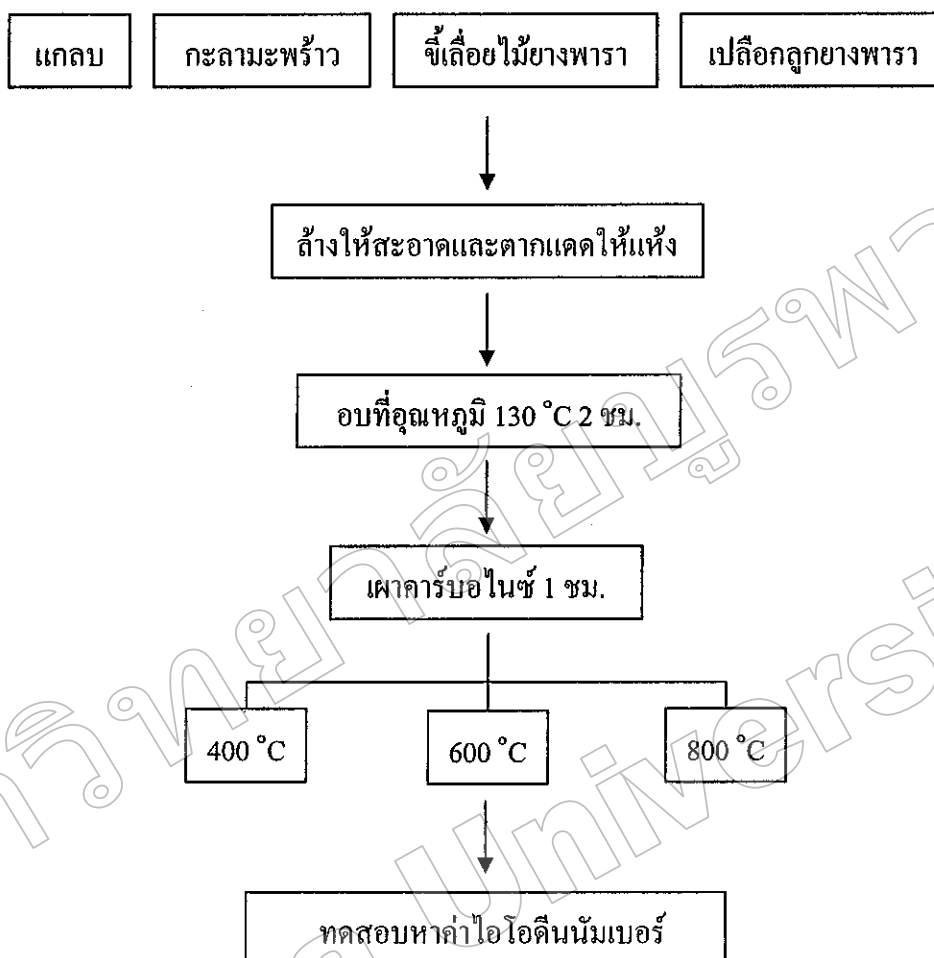
แผนการทดลอง

การผลิตถ่านกัมมันต์จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร ได้แก่ แกลบ กะลามะพร้าว ขี้เลื่อยไม้ยางพารา และเปลือกกล้วยพารา โดยคาร์บอนไนซ์ในช่วงอุณหภูมิ 400 – 800 °C เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการคาร์บอนไนซ์ด้วยการทดสอบหาค่าไอโอดีนนัมเบอร์ แล้วนำถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์แล้วมาแช่ด้วยกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 50% ด้วยอัตราส่วนของถ่าน: สารเคมีและอุณหภูมิในการเผากระตุ้นที่แตกต่างกันแล้วทดสอบหาค่าไอโอดีนนัมเบอร์ เพื่อนำไปประกอบการพิจารณาการคัดเลือกถ่านกัมมันต์ที่มีความเหมาะสมที่สุดของวัตถุดิบแต่ละชนิดไปทดสอบเปอร์เซ็นต์การดูดซับสีข้อมและโลหะหนักต่อไป และเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การดูดซับกับถ่านกัมมันต์ทางการค้า ซึ่งในการทดลองได้แบ่งการทดลองออกเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

1. การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการคาร์บอนไนซ์วัตถุดิบเหลือใช้ทางการเกษตร
2. การศึกษาอุณหภูมิและอัตราส่วนของสารเคมีที่เหมาะสมในการกระตุ้นถ่านกัมมันต์
3. การทดสอบเปอร์เซ็นต์การดูดซับโลหะหนักและสีข้อมของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรและเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การดูดซับกับถ่านกัมมันต์ทางการค้า

วิธีดำเนินการวิจัย

1. การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการคาร์บอนไนซ์วัตถุดิบทางการเกษตร
 - 1.1 นำแกลบมาล้างให้สะอาดแล้วตากแดดให้แห้ง
 - 1.2 อบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
 - 1.3 เผาวัตถุดิบในหม้อดินที่มีฝาปิดที่อุณหภูมิ 400, 600 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
 - 1.4 นำถ่านที่ได้จากการเผาคาร์บอนไนซ์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ มาทดสอบค่าไอโอดีนนัมเบอร์ ตามวิธีมาตรฐาน ASTM D 4607 - 94 จำนวน 3 ซ้ำ เพื่อคัดเลือกถ่านที่มีความเหมาะสมไปทำการกระตุ้นต่อไป
 - 1.5 ทำตามข้อ 1.1 – 1.4 แต่เปลี่ยนวัตถุดิบจากแกลบเป็นกะลามะพร้าว ขี้เลื่อย ไม้ยางพาราและเปลือกกล้วยพารา แสดงดังภาพที่ 15



ภาพที่ 15 การศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการคาร์บอนไนซ์วัตถุดิบทางการเกษตร

วิธีวิเคราะห์ค่าไอโอไดน์ของถ่านกัมมันต์

วิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับไอโอไดน์ ตามวิธี ASTM D 4607 - 94 มีรายละเอียดของการวิเคราะห์ดังนี้ (วิธีการเตรียมสารเคมีอธิบายไว้ในภาคผนวก ก)

1. บดถ่านกัมมันต์ที่ต้องการทดสอบค่าไอโอไดน์นัมเบอร์ให้ละเอียด จนสามารถร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 100 เมช ได้ 95 % และสามารถผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช ได้ 60%
2. นำถ่านกัมมันต์ที่บดแล้วมาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 145 - 155 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น
3. ประมาณค่าไอโอไดน์นัมเบอร์ของถ่านตัวอย่างเพื่อนำไปคำนวณหา Carbon Dosages

หรือคำนวณน้ำหนักของถ่านที่ใช้ในการทดลอง 3 คำนวณน้ำหนัก โดยใช้สูตรในข้อที่ 7 ซึ่งถ่านที่อบแห้งแล้วตามน้ำหนักที่คำนวณได้ใส่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 ml

4. ปิเปต 5% สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง จำนวน 10 ml ใส่ลงในขวดรูปชมพู่แต่ละใบ ปิดจุกเขย่าเบา ๆ ให้ตัวอย่างเปียกให้ทั่วถึง เปิดจุกแล้วนำไปตั้งบน Hot Plate ในตู้ดูดควัน จนกระทั่งสารละลายเดือด ทิ้งให้เดือดต่อประมาณ 30 ± 2 วินาที เพื่อไล่ซัลเฟอร์ในตัวอย่าง หลังจากนั้นนำตัวอย่างออก ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

5. ปิเปตสารละลายไอโอดีน 0.100 N จำนวน 100 ml ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ ปิดจุกขวดทันทีแล้วเขย่าอย่างแรง 30 ± 1 วินาที เปิดจุก แล้วกรองสารละลายผ่านกระดาษกรองพับจีบเบอร์ 2V หรือเบอร์ที่เทียบเท่ากัน

6. ปิเปตสารละลายที่กรองได้ 50 ml ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ ทำการไตเตรทด้วย 0.100 N สารละลายมาตรฐานโซเดียมไธโอซัลเฟตจนกระทั่งเป็นสีเหลืองอ่อน หยคน้ำแป้ง 2 ml ทำการไตเตรทต่อจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นไม่มีสี บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต

7. การคำนวณ

$$X/M = [A - (DF)(B)(S)] / M$$

โดย $X/M = \text{Iodine Adsorption per Gram of Carbon (mg/g)}$

$A = (N_2) 12693.0$ เมื่อ $N_2 = \text{ความเข้มข้นของไอโอดีน (N)}$

$B = (N_1) 126.93$ เมื่อ $N_1 = \text{ความเข้มข้นโซเดียมไธโอซัลเฟต (N)}$

$DF = \text{Dilution Factor} = (100 + 10)/50 = 2.2$

$S = \text{ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่ใช้ (ml)}$

$M = \text{น้ำหนักถ่านตัวอย่าง (g)}$

การคำนวณหาค่า Carbon Dosages ใช้สูตร

$$M = [A - (DF)(C)(126.93)(50)] / E$$

โดย $M = \text{น้ำหนักถ่าน (g)}$

$A = (N_2) 12693.0$

$DF = \text{Dilution Factor} = (100 + 10)/50 = 2.2$

$C = \text{Residue Iodine}$

$E = \text{ค่าไอโอดีนนมเบอร์โดยประมาณ}$

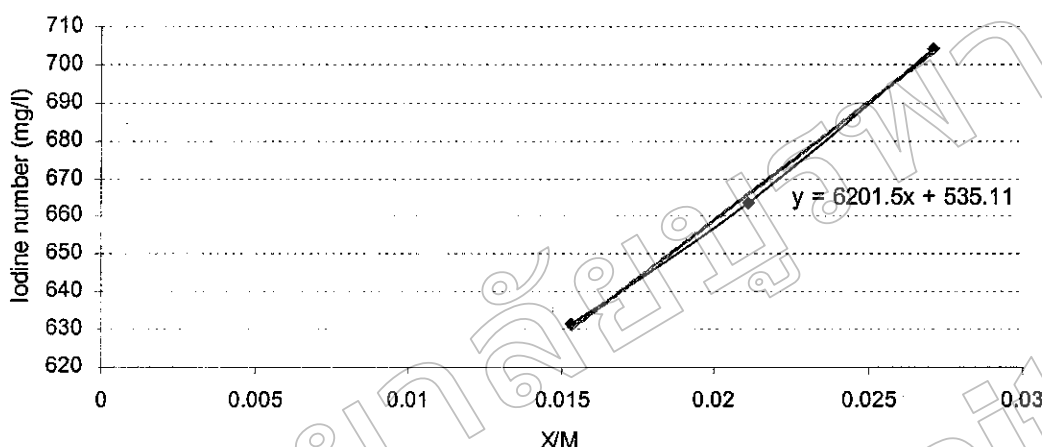
8. สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดซับไอโอดีนต่อกรัมถ่านกับความเข้มข้นของสารละลายไอโอดีนหลังการดูดซับจะได้กราฟเป็นเส้นตรง

9. คำนวณค่าความสามารถในการดูดซับของถ่านกัมมันต์ตรงตำแหน่งที่ค่า

ความเข้มข้นสารละลายไอโอดีนที่เหลือเท่ากับ 0.02 นอร์มอล แสดงดังภาพที่ 16

$$y = 6201.5(0.02) + 535.11$$

$$= 659 \text{ mg/g}$$



ภาพที่ 16 ตัวอย่างการคำนวณค่าไอโอดีนนับเบอร์ (Iodine Number)

2. การศึกษาอุณหภูมิและอัตราส่วนของสารเคมีที่เหมาะสมในการกระตุ้นถ่านกัมมันต์

2.1 นำถ่านแกลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์แล้วและมีค่าไอโอดีนนับเบอร์สูงที่สุดมาบดและคัดขนาดให้มีขนาดประมาณ 1 – 2 เซนติเมตร

2.2 แช่ถ่านที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์แล้วด้วยสารละลายกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 50% ที่อัตราส่วนของถ่าน: สารเคมี (น้ำหนัก: น้ำหนัก) เท่ากับ 1: 1, 1: 2, 1: 3 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดการอิมตัว

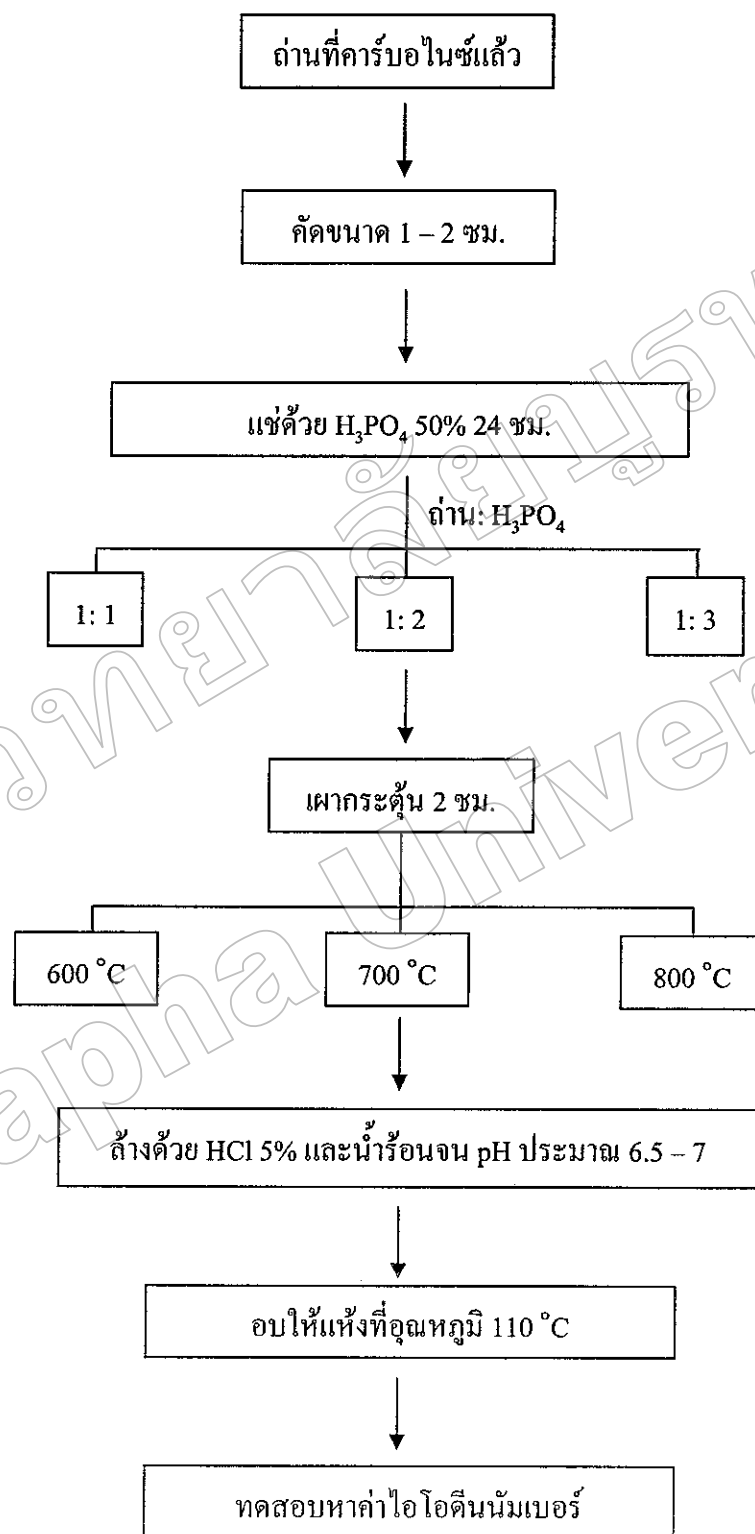
2.3 ล้างน้ำให้สะอาดและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

2.4 เเปาะกระตุ้นที่อุณหภูมิ 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2.5 ล้างถ่านกัมมันต์ที่ได้ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 5% และน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้ง จน pH ประมาณ 6.5 - 7 แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

2.6 นำถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้มาทดสอบค่าไอโอดีนนับเบอร์ ตามวิธีมาตรฐาน ASTM D 4607 - 94 จำนวน 3 ซ้ำ เพื่อคัดเลือกถ่านที่มีความเหมาะสมไปทำการทดสอบการดูดซับสี ย้อมและโลหะหนักต่อไป

2.7 ทำตามข้อ 2.1 – 2.6 แต่เปลี่ยนถ่านแกลบเป็นถ่านกะลามะพร้าว ขี้เลื่อยไม้ยางพาราและเปลือกกล้วยพารา แสดงดังภาพที่ 17



ภาพที่ 17 การศึกษาอุณหภูมิและอัตราส่วนของสารเคมีที่เหมาะสมในการกระตุ้นถ่านกัมมันต์

3. การทดสอบเปอร์เซ็นต์การดูดซับโลหะหนักและสีย้อมของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรและเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การดูดซับกับถ่านกัมมันต์ทางการค้า

3.1 นำถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรของวัตถุดิบแต่ละชนิด และถ่านกัมมันต์ทางการค้าซึ่งผลิตจากกะลาปาล์มมาคัดขนาดให้มีขนาดเล็กกว่า 125 ไมครอน (< 125 Micron)

3.2 อบถ่านกัมมันต์เพื่อไล่ความชื้นที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3 ชั่งถ่านกัมมันต์น้ำหนัก 250 มิลลิกรัม ใส่ในขวดรูปชมพู่ (Flask) ขนาด 250 มิลลิตร

3.4 เติมสารละลายตะกั่ว (Lead) ที่มีความเข้มข้น 10 ppm ปริมาตร 25 มิลลิตร แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่า (Shaker) ที่ความเร็วรอบ 160 รอบ/นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.5 นำมากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 2 แล้วเก็บสารละลายที่ได้ในขวดเก็บตัวอย่าง

3.6 ทำตามข้อ 3.3 – 3.5 ทั้งหมด 3 ข้าง

3.7 ทำตามข้อ 3.4 – 3.6 แต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วเป็น 20 และ 30 ppm

3.8 ทำตามข้อ 3.3 – 3.7 แต่เปลี่ยนสารละลายตะกั่ว (Lead) เป็นแคดเมียม (Cadmium) สังกะสี (Zinc) ทองแดง (Copper) เมทิลไวโอเลต (Methyl Violet) มาลาไคท์กรีน (Malachite Green) คองโกเรด (Congo Red) และโรดามีน บี (Rhodamine - B)

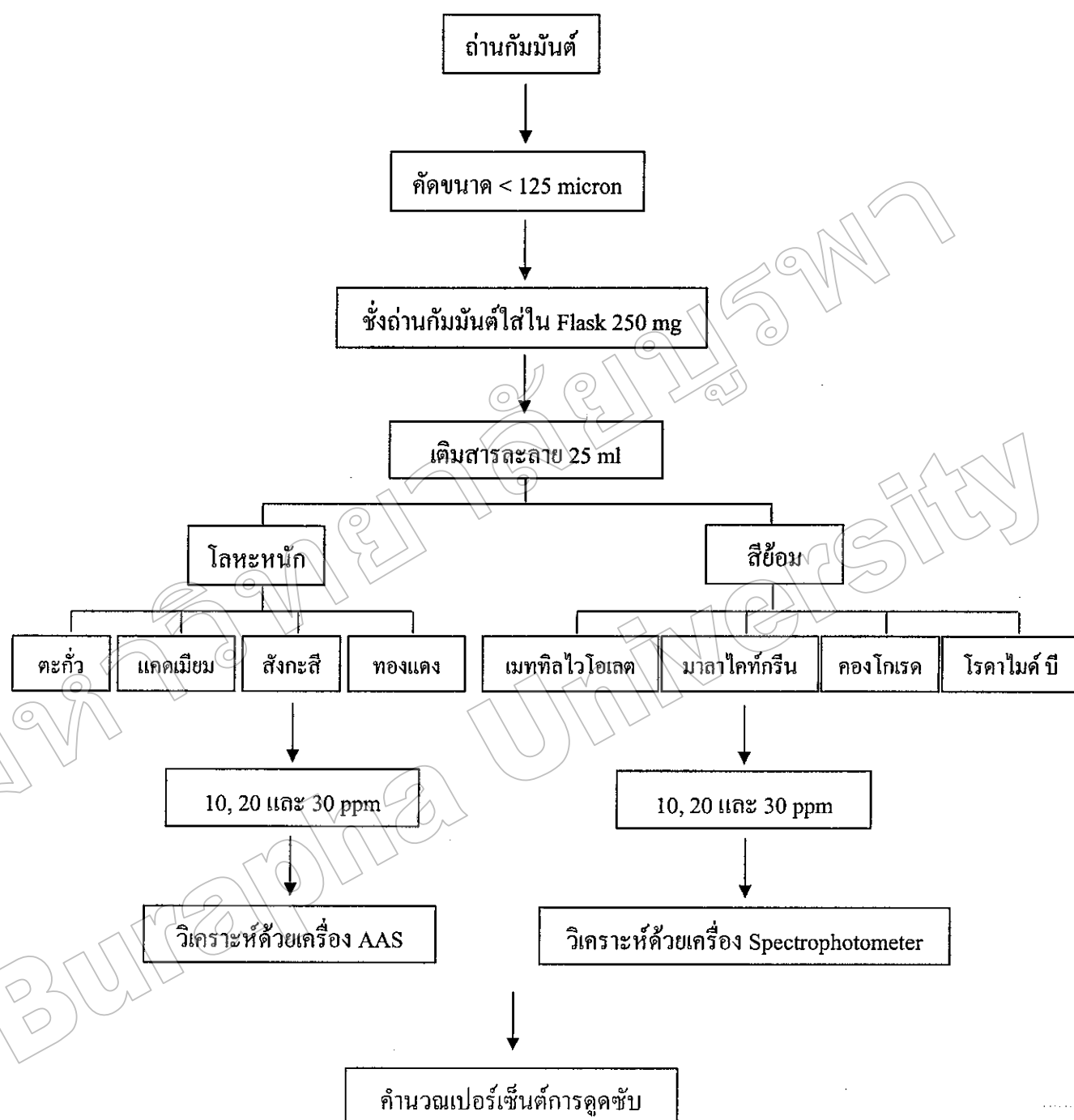
3.9 วัดปริมาณโลหะหนักที่เหลือจากการดูดซับด้วยเครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) และวัดปริมาณสีย้อมเมทิลไวโอเลต (Methyl Violet) มาลาไคท์กรีน (Malachite Green) คองโกเรด (Congo Red) และโรดามีน บี (Rhodamine - B) ด้วยเครื่อง Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 560, 617, 500 และ 565 นาโนเมตร ตามลำดับ แสดงดังภาพที่ 18

3.10 คำนวณเปอร์เซ็นต์การดูดซับจากสูตร

$$\frac{C_{in} - C_{out}}{C_{in}} \times 100$$

โดย C_{in} คือ ความเข้มข้นของสีย้อมและโลหะหนักก่อนการดูดซับด้วยถ่านกัมมันต์

C_{out} คือ ความเข้มข้นของสีย้อมและโลหะหนักหลังการดูดซับด้วยถ่านกัมมันต์



ภาพที่ 18 การทดสอบเปอร์เซ็นต์การดูดซับสีย้อมและโลหะหนักของถ่านกัมมันต์

การวิเคราะห์ข้อมูล

1. วิเคราะห์ความแตกต่างของค่าไอโอดีนน้ำมันเบอร์ในวัสดุถ่านกัมมันต์แต่ละชนิดที่อุณหภูมิในการคาร์บอนไนซ์ อุณหภูมิในการกระตุ้น และอัตราส่วนสารเคมีที่ใช้ในการกระตุ้นที่แตกต่างกันและเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การดูดซับสีข้อมและโลหะหนักแต่ละชนิดของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้กับถ่านกัมมันต์ทางการค้าที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้วิธี Two Way ANOVA แล้ววิเคราะห์ความแตกต่างเชิงซ้อนด้วยวิธี S-N-K

2. วิเคราะห์ความแตกต่างของเปอร์เซ็นต์การดูดซับสีข้อมเมทิลไวโอเลต (Methyl Violet) มาลาไคท์กรีน (Malachite Green) คองโกเรด (Congo Red) และโรดามีน บี (Rhodamine - B) และโลหะหนักตะกั่ว (Lead) แคดเมียม (Cadmium) สังกะสี (Zinc) ทองแดง (Copper) ของถ่านกัมมันต์ที่ผลิตได้กับถ่านกัมมันต์ทางการค้าที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ โดยใช้วิธี Three Way ANOVA แล้ววิเคราะห์ความแตกต่างเชิงซ้อนด้วยวิธี S-N-K