บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาระยะเวลาที่มีผลต่อกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอไนเซชั่นกากตะกอนน้ำเสียและการศึกษาการสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์จากไบโอชาร์ที่ได้จากการบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอไนเซชั่นกากตะกอนน้ำเสีย ในบทนี้จะกล่าวถึง วัตถุดิบตั้งต้น สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือต่างๆที่ใช้ในการทดลอง รวมทั้งขั้นตอนการดำเนินการทดลองด้วย โดยมีเนื้อหาดังนี้

3.1 วัตถุดิบตั้งต้นและสารเคมี

3.1.1 วัตถุดิบตั้งต้น

กากตะกอนน้ำเสีย เป็นกากตะกอนน้ำเสียที่ได้จากลานตากตะกอนน้ำเสียของโรงกำจัดน้ำเสียมหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ในเดือนกรกฎาคม ถึงเดือน มิถุนายน พ.ศ. 2555 โดยเก็บตัวอย่างแบบสุ่ม

ภาพ 3.1 กากตะกอนน้ำเสีย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.1.2 สารเคมี

Oxalic Acid ($H_2C_2O_4$) เกรด Lab บริษัทผู้ผลิต J.T. Baker

ภาพ 3.2 กรดออกซาลิก ($H_2C_2O_4$)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.1 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง โดยส่วนใหญ่นิยมนำมาวัดปริมาณสารตั้งต้นที่ต้องการในปริมาณน้อย การชั่งสารตั้งต้นต้องปรับค่าให้อยู่ตำแหน่งที่ศูนย์ทุกครั้ง เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่งที่ใช้ในการทดลองคือ รุ่น GR-200 ยี่ห้อ AND พิกัด 260 กรัม อ่านละเอียดถึง 0.0001 แสดงดังภาพ 3.3

ภาพ 3.3 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.2 เตาปฏิกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอไนเซชั่นเพื่อผลิตไบโอชาร์ ตัวเตามีลักษณะเป็นทรงกระบอกทำจากเหล็กไร้สนิม หนา 4 มิลลิเมตร สูง 30 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร มีความจุ 1 ลิตร มีขดลวดความร้อน กำลังไฟ 1,000 วัตต์ และมีเทอร์โมคัปเปิลสำหรับตรวจวัดอุณหภูมิภายในเตาปฏิกรณ์ ซึ่งจะต่อเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิตอล โดยจะควบคุมอุณหภูมิในช่วง 200 - 300 องศาเซลเซียส และความดันไม่เกิน 35 บาร์

ภาพ 3.4 เตาปฏิกรณ์ที่ใช้ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอไนเซชั่น

3.2.3 เตาปฏิกรณ์ไพโรไลซีสแบบเบดนิ่ง (fixed-bed reactor) ตัวเตามีลักณะเป็นทรงกระบอกทำด้วยเหล็กไรสนิม เส้นผ่าศูนย์กลาง เซนติเมตร มีเทอร์โมคัปเปิลสำหรับตรวจวัดอุณหภูมิภายในเตาปฏิกรณ์ ซึ่งจะต่อเข้ากับชุดควบคุมอุณหภูมิแบบดิจิตอล โดยจะควบคุมอุณหภูมิในช่วง 0 - 1,000 องศาเซลเซียส เป็นวงจรไฟฟ้าสวิทช์แม่เหล็กควบคุมการป้องกันไฟฟ้าให้กับขดลวดความร้อน กำลังไฟ 2,000 วัตต์ ซึ่งผันรอบตัวเตาแล้วฝังด้วยคอนกรีตทนไฟ ภายนอกหุ้มด้วยใยเซรามิกทนความร้อน เพื่อป้องกันการสูญเสียความร้อน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาพ 3.5 เตาปฏิกรณ์ที่ใช้ในกระบวนผลิตถ่านกัมมันต์

3.2.4 เครื่องกรองปั๊มสุญญากาศและกระดาษกรองเบอร์ 5 การกรองด้วยเครื่องกรองปั๊มสุญญากาศ เป็นวิธีที่สะดวกและรวดเร็ว แต่ตัวกรองจะต้องมีความคงทนแข็งแรง มิฉะนั้นจะทะลุได้ การกรองด้วยวิธีนี้ นิยมใช้กรวยกรองที่เรียกว่า กรวยบุชเนอร์ ซึ่งทำด้วยกระเบื้องเคลือบ มีก้นแบนและมีรูพรุน วิธีการใช้งาน คือ วางกระดาษกรองบนกรวยบุชเนอร์ ทำให้กระดาษกรองเปียกเพื่อให้กระดาษกรองแนบสนิทกับกรวยกรอง สวมกรวยให้แน่นกับขวดรูปชมพู ต่อแขนของขวดรูปชมพู กับเครื่องดูด ดังภาพ 3.6

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาพ 3.6 ชุดกรองปั๊มสุญญากาศ

3.2.5 ตู้อบลมร้อนรุ่น ตู้อบลมร้อนรุ่น UNB 400 ยี่ห้อ Memmert แบบไม่มีพัดลม ตู้อบลมร้อนชนิดใช้ไฟฟ้า สำหรับอบตัวอย่าง, เครื่องแก้ว, หรือเครื่องมืออุปกรณ์ ขนาดความจุ 53 ลิตร ชั้นวาง 2 ชั้น อุณหภูมิสูงสุด 220 องศาเซลเซียส ควบคุมการทำงานด้วย Microprocessor PID Temperature Controller จอแสดงผลเป็น LED Digital display ตั้งอุณหภูมิได้สูงสุด 220 องศา-เซลเซียส ตั้งเวลาการทำงานได้ 1 นาที ถึง 99 ชั่วโมง 59 นาที ภายใน และภายนอกตู้ทำด้วยสแตนเลสสตีล แบบไม่มีพัดลมภายในตู้มีชั้นวางของ จำนวน 2 ชั้น ใช้ไฟฟ้า 220 โวลท์ 50 เฮิร์ท ดังภาพ 3.7

ภาพ 3.7 ตู้อบลมร้อน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.6 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง บิกเกอร์ ขนาด 600, 250, 100 มิลลิลิตร แท่งคนสาร กระบอกตวงขนาด 500 มิลลิลิตร ขวดเก็บตัวอย่าง แสดงดังภาพ 3.8

ภาพ 3.8 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

3.3.1 กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอไนเซชั่นกากตะกอนน้ำเสียเพื่อผลิตไบโอชาร์

1. ชั่งน้ำหนักตะกอน 100 กรัม และกรดออกซาลิก 100 กรัม นำกรดออกซาลิกที่ได้ใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร

2. ตวงน้ำเปล่าด้วยกระบอกตวงประมาณ 300 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในบิกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร ในข้อที่ 1. คนกรดออกซาลิกให้ละลายจนหมด แล้วใส่กากตะกอนที่ชั่งน้ำหนักแล้วลงไป คนให้ทั้ง 3 อย่างเข้ากัน

3. นำสารละลายที่ผสมเสร็จเรียบร้อยแล้วจากข้อ 2. ใส่ในเตาปฏิกรณ์ ดังรูปที่ 3.4 โดยตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 230 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 15 นาที หลังจากนั้นลดอุณหภูมิให้เหลือ 200 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 1 - 6 ชั่วโมง

4. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนดปิดเครื่อง ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ออกจากเตา แล้วนำไปกรองด้วยเครื่องกรองปั๊มสุญญากาศ เพื่อแยกผลิตภัณฑ์ทั้งสองชนิดออกจากกัน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3.2 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้

1. นำผลิตภัณฑ์ของแข็ง หรือถ่านชาร์ที่ได้อบไล่ความชื้น ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์กลุ่มสารแบบปริมาณ, วิเคราะห์แบบแยกธาตุ ด้วยเครื่อง CHON/S Analyzer, วิเคราะห์หาค่าความร้อนด้วยเครื่อง Bomb Calorimeter, วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) และวิเคราะห์หาค่าการดูดซับไอโอดีน

2. นำผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้ไปวิเคราะห์ หาปริมาณธาตุ N, P และ K

3.3.3 กระบวนการกระตุ้นถ่านชาร์เพื่อสังเคราะห์ถ่านกัมมันต์

1. เตรียมชุดทดลองสำหรับกระตุ้นด้วยไอน้ำ โดยใช้เตาไพโรไลซีสแบบเบดนิ่ง

2. เลือกถ่านชาร์ ที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลคาร์บอไนเซชั่นกากตะกอนน้ำเสียที่ให้ค่าการดูดซับไอโอดีนสูงสุด

3. ชั่งน้ำหนักถ่านชาร์ที่เลือกได้จากข้อที่ 2. ประมาณ 10 กรัม ใสในเตาปฏิกรณ์ ในขณะทำการกระตุ้นจะให้มีการไหลของไอน้ำ และก๊าซไนโตรเจน ผ่านจากทางด้านบนสู่ด้านล่างของเตาปฏิกรณ์

4. กระตุ้นถ่านชาร์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการไหลของไอน้ำ 20 ลูกบาก์ศเซนติเมตรต่อนาที และการไหลของก๊าซไนโตรเจน 80 ลูกบาก์ศเซนติเมตรต่อนาที ระยะเวลา 30, 60, 120 นาที

5. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนดปิดเครื่อง ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ออกจากเตา แล้วนำไปวิเคราะห์การดูดซับไอโอดีน การดูดซับเมทิลีบูล วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM และพื้นที่ผิว (Surface Area)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.4 สรุปแผนผังการทดลอง

- วิเคราะห์แบบปริมาณ
- วิเคราะห์แบบแยกธาตุ
- วิเคราะห์ค่าความร้อน

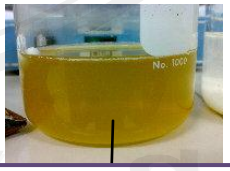
อุณหภูมิ 200 °C
ระยะเวลา 1-6 ชั่วโมง

HTC

- ใช้กากตะกอน 100 g
- อัตราส่วนของสารละลาย: ปริมาตรเตา เท่ากับ 0.3

1 hr. | **2 hr.** | **4 hr.** | **6 hr.**

อบที่อุณหภูมิ 105 °C 4 ชั่วโมง



วิเคราะห์ปริมาณธาตุ N P K

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

วิเคราะห์กลุ่มสาร, ค่าความร้อน , ลักษณะพื้นที่ผิว และค่าการดูดซับไอโอดีน

เลือกถ่านชาร์ที่มีค่าไอโอดีนนัมเบอร์สูงสุด

กระตุ้นด้วยไอน้ำ ที่อุณหภูมิ 900 ^{o}C ระยะเวลา 30, 60 และ 120 นาที

วิเคราะห์ค่าไอโอดีนนัมเบอร์, การดูดซับเมทิลีนบลู, ลักษณะพื้นที่ผิว และพื้นที่ผิวจำเพาะ

ภาพ 3.9 แผนผังการทดลอง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved