บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมตัวอย่าง

1) เครื่องบดชีวมวลชนิดหยาบ

2) เครื่องบดชีวมวลชนิดละเอียด

3) เตาอบ (oven)

4) เครื่องคัดขนาดและตะแกรงร่อนขนาด 250, 500 และ 1180 ไมครอน

3.1.2 ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีในชีวมวล

1) เตาไฟฟ้าแบบให้ความร้อน (Hot plate)

2) เตาเผาความร้อนสูง (Muffle furnace)

3) เครื่องวัดความเป็นกรดด่าง (pH meter)

4) ชุดอุปกรณ์รีฟลักซ์ (reflux) ประกอบด้วย

- ขวดก้นกลม
- เตาไฟฟ้าให้ความร้อนขนาดเล็ก (heating mantle)
- หลอดควบแน่น (condenser)

5) ชุดอุปกรณ์กรองแบบสุญญากาศ (suction) ประกอบด้วย

- กระดาษกรองเบอร์ 1
- Suction filtering flask ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- กรวยกรอง (buchner funnel)

- ปั๊มสุญญากาศ (vaccum pump)

6) อุปกรณ์เครื่องแก้วต่างๆ เช่น บีกเกอร์ กระบอกตวง ขวดปรับปริมาตร แท่งแก้วคน ปิเปต (pipettes) เป็นต้น

3.1.3 เครื่อง Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer รุ่น Mettler Toledo (TG/DTA)

เครื่อง TG/DTA เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนหรือพฤติกรรมทางความร้อนของตัวอย่างชีวมวล 7 ชนิด และชีวมวลสังเคราะห์ ดังรูปที่ 3.1

รูปที่ 3.1 เครื่อง Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer

3.2 สารตั้งต้นและสารเคมี

3.2.1 ชีวมวล 7 ชนิดและองค์ประกอบหลักทางเคมีในชีวมวล

1. ชีวมวล 7 ชนิด ได้แก่ ซังข้าวโพด แกลบ ชานอ้อย ขี้เลื่อย ไม้ยูคาร์ลิปตัส กะลาปาล์มและ กะลามะพร้าว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 250 ไมโครเมตร

2. องค์ประกอบทางเคมี ได้แก่

- เซลลูโลส (Aldrich)
- เฮมิเซลลูโลส (xylan, Sigma)
- ลิกนิน (Aldrich)

3.2.2 สารเคมีสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบหลักทางเคมีในชีวมวล

1. Sodium lauryl sulfate (APS)
2. Disodium ethylenediamine tetraacetate (EDTA) (APS)
3. Sodium borate decarhydrate ($Na_2B_40_7.10H_2O$) (APS)
4. Disodium hydrogen phosphate (Na_2HPO_4) (Merck)
5. 2–Ethoxyethanol (Ethylene glycol monoehyl ether) (Merck)
6. Sodium Sulfite ($NaSO_3$) (Scharlau)
7. Decahydronaphtalene (Fluka)
8. Acetone (Merck)
9. Sulfuric acid (Merck)
10. Cetyl trimethylammonium bromide (CTAB) (SERVA)
11. Potassium permanganate ($KmnO_4$) (Carlo Erba)
12. Silver sulfate (Ag_2SO_4) (Carlo Erba)
13. Ferric nitrate nanohydrate ($Fe(NO_3)3.9H_2O$) (APS)
14. Silver nitrate ($AgNO_3$) (Merck)
15. Potassium acetate (Scharlau)
16. Acetic acid, glacial (Merck)
17. Tertiary butyl alcohol (Butanol) (APS)
18. Oxalic acid dehydrate (Carlo Erba)
19. 95% Ethanol
20. Hydrochloric acid (HCl) (Merck)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมตัวอย่าง

3.3.1.1 การเตรียมตัวอย่างชีวมวล 7 ชนิด

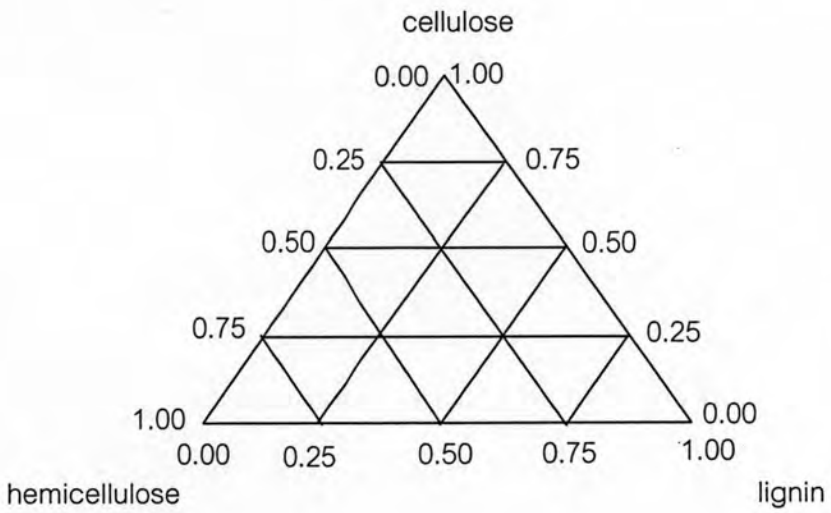
1. นำตัวอย่างชีวมวล 7 ชนิด อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา24 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างชีวมวลที่อบแล้วมาบดด้วยเครื่องบดตัดชีวมวล

2. นำตัวอย่างชีวมวลที่ได้ไปผ่านตะแกรงร่อนขนาด 150 และ 250 ไมโครเมตร และเก็บตัวอย่างชีวมวลที่มีขนาดน้อยกว่า 250 ไมโครเมตร แต่มากกว่า 150 ไมโครเมตร

3. นำตัวอย่างชีวมวลที่เก็บได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในหม้อดูดความชื้น

3.3.1.2 การเตรียมตัวอย่างชีวมวลสังเคราะห์

นำองค์ประกอบทางเคมี ได้แก่ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน มาผสมกันด้วยสัดส่วนต่างๆ ในระหว่าง 2 องค์ประกอบได้แก่ เซลลูโลสกับเฮมิเซลลูโลส เซลลูโลสกับลิกนิน เฮมิเซลลูโลสกับลิกนิน และ สัดส่วนระหว่าง 3 องค์ประกอบ ได้แก่ เฮมิเซลลูโลสต่อเซลลูโลสต่อลิกนิน ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 อัตราส่วนระหว่างปริมาณเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน ในชีวมวลสังเคราะห์

3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นของชีวมวล

3.3.2.1 การวิเคราะห์แบบประมาณ (Proximate Analysis)

วิเคราะห์ตามวิธีมาตรฐานของ ASTM ได้แก่ ปริมาณความชื้น ปริมาณสารระเหย ปริมาณคาร์บอนคงตัว และปริมาณเถ้า (ภาคผนวก ก)

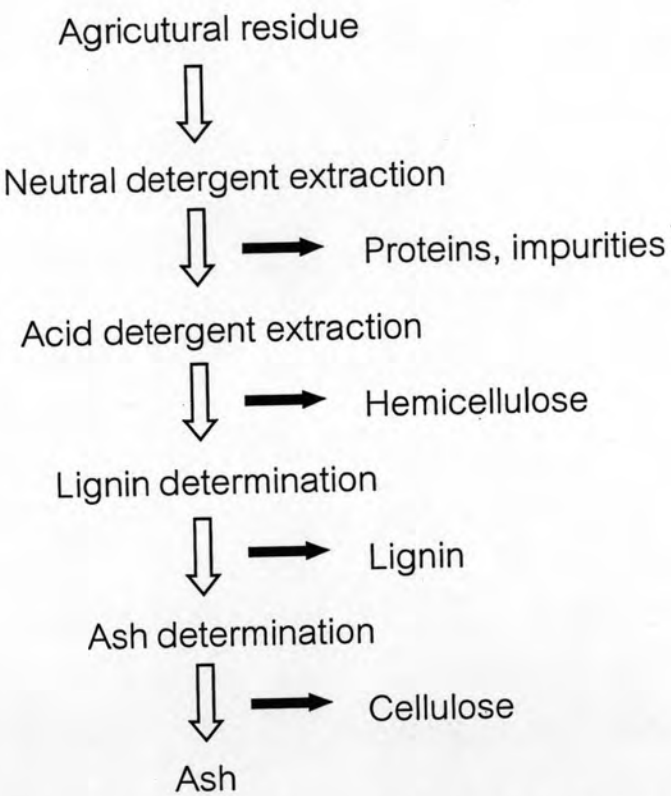
3.3.2.2 การวิเคราะห์แบบแยกธาตุ (Ultimate Analysis)

วิเคราะห์ปริมาณขององค์ประกอบต่าง ๆ ได้แก่ คาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ด้วยเครื่องมือ CHN Analyser

3.3.2.3 การวิเคราะห์วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว (SEM) ของชีวมวลก่อนและหลังการทดลอง

3.3.2.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบหลักทางเคมีในชีวมวล

วิเคราะห์หาปริมาณเฮมิเซลลูโลสหรือไซแลน เซลลูโลสและลิกนินในชีวมวล 7 ชนิด ได้แก่ แกลบ ซังข้าวโพด ชานอ้อย ขี้เลื่อย ไม้ยูคาร์ลิปตัส กะลามะพร้าว กะลาปาล์ม ตามวิธีของ Goering และ Van Soest (1970) (ภาคผนวก ข และ ค) ซึ่งมีขั้นตอนโดยย่อดังภาพที่ 3.3



ภาพที่ 3.3 ขั้นตอนการวิเคราะห์องค์ประกอบหลักทางเคมีของชีวมวล

3.3.3 ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนระหว่างไพโรไลซิสและการเผาไหม้

โดยศึกษาจากการวัดการสูญเสียน้ำหนักของตัวอย่างซึ่งเป็นฟังชันก์กับเวลาและอุณหภูมิ ชีวมวล 7 ชนิด (ซังข้าวโพด แกลบ ชานอ้อย ขี้เลื่อย ไม้ยูคาร์ลิปตัส กะลาปาล์มและกะลามะพร้าว) ขนาดอนุภาค 250 ไมโครเมตร และชีวมวลสังเคราะห์ (เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน) น้ำหนักตัวอย่างประมาณ 7 มิลลิกรัม

3.3.3.1 ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนในกระบวนการไพโรไลซิส ภาวะที่ใช้ในการทดลองคือ

- แก๊สพา ไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที
- อุณหภูมิ 30 – 950 องศาเซลเซียส
- อัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที (สำหรับการศึกษาทางจลนพลศาสตร์ ปรับอัตราให้ความร้อนเป็น 5, 10, 20 องศาเซลเซียสต่อนาที)

3.3.3.2 ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนในกระบวนการเผาไหม้ ภาวะที่ใช้ในการทดลองคือ

- แก๊สพา ออกซิเจน ด้วยอัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที
- อุณหภูมิ 30 – 815 องศาเซลเซียส
- อัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที

3.3.4 สร้างความสัมพันธ์ระหว่างองค์ประกอบหลักทางเคมีกับค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA

นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองซึ่งทำ 3 ซ้ำจากการวิเคราะห์องค์ประกอบหลักทางเคมี กับค่าน้ำหนักที่เหลือจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA มาสร้างความสัมพันธ์

- โดยวิเคราะห์หาความสัมพันธ์ระหว่างสามองค์ประกอบหลักทั้ง 3 กับค่าน้ำหนักที่เหลือด้วยโปรแกรม Minitab ใช้ค่านัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 0.05 และสร้างความสัมพันธ์ขององค์ประกอบหลักแต่ละคู่กับค่าน้ำหนักที่เหลือของตัวอย่างชีวมวล 7 ชนิดกับชีวมวลสังเคราะห์