

บทคัดย่อ

ชื่อโครงการภาษาไทย	การกำจัดธาตุคาร์บอนส่วนเกินในผงขี้แควโทดของถ่านอัลคาไลน์ที่ผิดมาตรฐาน
ชื่อนิติที่ร่วมในโครงการ	นายชัยพร พูลสวัสดิ์ นางสาวกมลรัชนี วงศ์ศรีศาสตร์
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ	ดร. จิตติ เกษมชัยนันท์

สารแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electrolytic Manganese Dioxide, EMD) เป็นหนึ่งในวัตถุดิบหลักของการผสมผงขี้แควโทด อันเป็นส่วนประกอบสำคัญในการผลิตแบตเตอรี่ชนิดปฐมภูมิ (Primary Battery) เช่น แบตเตอรี่อัลคาไลน์ (Alkaline Battery), แบตเตอรี่สังกะสี-คาร์บอน (Zinc-carbon Battery) เป็นต้น ในโรงงานอุตสาหกรรมผลิตแบตเตอรี่ขนาดใหญ่ กระบวนการผสมสารสามารถเกิดความผิดพลาดขึ้นทำให้การเจือปนของธาตุคาร์บอนในสารแมงกานีสไดออกไซด์นี้ ส่งผลให้ได้ผงขี้แควโทดที่ไม่ได้มาตรฐาน และไม่สามารถนำไปเป็นส่วนประกอบของแบตเตอรี่ชนิดปฐมภูมิได้ โครงการวิจัยนี้จึงศึกษาสถานะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนเพื่อการกำจัดธาตุคาร์บอนส่วนเกินให้หลงเหลือน้อยที่สุด และสารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์ (Manganese Dioxide, Mn_2O) ที่เหลือต้องคงสภาพเดิม (ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟส) ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาตัวแปร คือ อุณหภูมิที่ 450, 500 องศาเซลเซียส, อัตราการไหลของแก๊สที่ 10, 30, 50, 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ระยะเวลาคงที่ 6 ชั่วโมงจากผลการทดลองที่ได้ดำเนินการแล้วพบว่า เมื่ออุณหภูมิ และอัตราการไหลของแก๊สที่ 500 องศาเซลเซียส, ของแก๊ส 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ตามลำดับ สามารถกำจัดธาตุคาร์บอนออกจากผงขี้แควโทดได้มากที่สุด ซึ่งพิจารณาจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) และการวิเคราะห์ปริมาณของธาตุคาร์บอนด้วยเครื่องวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์ (CHNS Analyzer)

ภาควิชาเคมีเทคนิค

สาขาวิชา เคมีวิศวกรรม

สาขาวิชา เคมีวิศวกรรม

ปีการศึกษา 2563

ลายมือชื่อนิติ Ch.ลายมือชื่อนิติ กมลรัชนี วงศ์ศรีศาสตร์ลายมือชื่อ อ. ที่ปรึกษา จิตติ เกษมชัยนันท์

Abstract

Title Removal of Residual Carbon from off-spec Cathode Powder in Alkaline Batteries

Student name Mr. Chaiyaporn Poonsawat
Ms. Kamonrak Vongsrisart

Advisor Dr. Jitti Kasemchainan

Electrolytic Manganese Dioxide (EMD) is a main raw material of mixing battery cathode powder. This powder is an important component in the production of primary batteries such as alkaline batteries, zinc-carbon batteries. In large battery-manufacturing industrial plants, the process of mixing the substances can be faulty, resulting in the excess of carbon in the electrolytic manganese dioxide. Therefore, the resulting cathode powder, so-called off-spec cathode powder, cannot be used as a component of alkaline batteries. This research project studies the optimal conditions of oxidation reactions under the flow of oxygen gas in order to eliminate the residual carbon as well as to keep electrolytic manganese dioxide from changing phase. In this study, the experimental variables were reaction oxidation-reaction duration 6 h reaction-temperatures (450 and 500 °C), and oxygen-gas flow rates (10, 30, 50, and 90 ccm). Based on the current results, it was found out that at the condition of 500 °C, and 50 ccm, the carbon-based element was the most removed from the cathode powder. This was confirmed by analyzing the crystal structure of the powder with X-ray diffractometer (XRD).

Department of Chemical Technology

Field of study Chemical Engineering

Field of study Chemical Engineering

Academic Year 2020

Student's signature Ch.

Student's signature กมลรัตน์ จงดีพรดีสาร

Advisor's signature จิติท กษมชัยนันท์

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับความกรุณาอย่างสูงจาก อาจารย์ ดร.จิตติ เกษมชัยนันท์ อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัย ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำ คำปรึกษา และความเอาใจใส่เป็นอย่างดี ตลอดจนปรับปรุงแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ผู้วิจัยตระหนักถึงความตั้งใจจริง และความทุ่มเทของอาจารย์ ขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบคุณพี่ ๆ ในระดับบัณฑิตศึกษา โดยเฉพาะอย่างยิ่งนางสาวกัญญาณัฐ ก้อนเกตุ ที่คอยให้ความช่วยเหลือทางด้านเครื่องมือวิเคราะห์และคำปรึกษา

ขอขอบคุณบุคลากรในภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ให้คำแนะนำในการใช้อุปกรณ์ และเครื่องมือสำหรับการทำวิจัย อีกทั้งคอยให้คำแนะนำในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่าง ๆ

คณะผู้จัดทำ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญรูป.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1. ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ.....	1
1.2. วัตถุประสงค์.....	2
1.3. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1. ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction).....	3
2.2. กระบวนการกำจัดธาตุคาร์บอนที่ตกค้างในผงเซรามิกส์ โดยการใส่แก๊สแอมโมเนียเป็นตัวทำปฏิกิริยา.....	4
2.3. กระบวนการทำให้ลอย (Floatation Process).....	5
2.4. เทคนิควิเคราะห์.....	6
2.4.1. การวิเคราะห์ประเภทและองค์ประกอบภายในวัสดุด้วยเครื่องวัดการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer, XRD).....	6
2.4.2. วิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ สารอินทรีย์ (CHNS Analyzer).....	7
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	9
3.1. ปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจน	9
3.2. กระบวนการทำให้ลอย.....	11

สารบัญ (ต่อ)

บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	13
4.1. ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุคาร์บอนโดยเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของ สารอินทรีย์.....	13
4.2. ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานโดย เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	14
4.3. ผลการวิเคราะห์จากกระบวนการทำให้ลอย.....	16
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1. สรุปผลการทดลอง.....	17
5.2. ข้อเสนอแนะ.....	17
บรรณานุกรม.....	18

สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน.....	3
รูปที่ 2.2 กระบวนการทำให้ลอยแบบต่อเนื่อง.....	5
รูปที่ 2.3 การสะท้อนของรังสีเอกซ์ขณะฉายผ่านอนุภาค.....	6
รูปที่ 2.4 องค์ประกอบภายในของเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์.....	8
รูปที่ 4.1 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จากผงแคโทดหลังการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ด้วยอัตราการไหลแก๊สออกซิเจนต่างกันที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส.....	12
รูปที่ 4.2 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จากผงแคโทดหลังการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ด้วยอัตราการไหลแก๊สออกซิเจนต่างกันที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส.....	13
รูปที่ 4.3 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากผงแคโทดหลังผ่านกระบวนการทำให้ลอยด้วยน้ำกลั่น.....	16

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 4.1.1	ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนในผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานหลัง การทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนที่สภาวะต่าง ๆ.....	13
ตารางที่ 4.1.2	ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนในสารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์จาก การตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีหลังผ่านกระบวนการทำให้ลอย.....	16

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจในการเสนอโครงการ

ในโรงงานผลิตแบตเตอรี่ขนาดใหญ่ที่มีกระบวนการผลิตหลายขั้นย่อยและซับซ้อน การเกิดความคลาดเคลื่อนของกระบวนการผลิตเป็นเรื่องปกติอันส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ไม่ได้มาตรฐาน (Off-spec product) ผลิตภัณฑ์ที่ไม่ได้มาตรฐานนี้จำเป็นต้องนำออกจากกระบวนการโรงงานเพื่อไม่ให้กระทบภาพรวมในกระบวนการผลิตจนสามารถนำไปสู่ปัญหาต่าง ๆ เช่น การสูญเสียผลิตภัณฑ์ การเพิ่มขึ้นของต้นทุนกระบวนการผลิต และคุณภาพของผลิตภัณฑ์เมื่อส่งจำหน่าย ดังนั้นการนำผลิตภัณฑ์ที่ไม่ได้มาตรฐานมาผ่านกระบวนการที่สามารถทำให้นำกลับมาใช้ใหม่ได้จึงเป็นการช่วยแก้ไขปัญหาดังกล่าว อีกทั้งยังช่วยลดการการเกิดของเสียจากผลิตภัณฑ์ที่ไม่ได้มาตรฐานนั้นด้วย

สารแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electrolytic Manganese Dioxide, EMD) อันเป็นวัตถุดิบที่สำคัญของการผสมผงขี้แคโทด ในกระบวนการผลิตแบตเตอรี่อัลคาไลน์ (Alkaline battery) มีความคลาดเคลื่อนเกิดขึ้นในระหว่างการผสมผงแมงกานีสไดออกไซด์กับสารประกอบคาร์บอน ทำให้ปริมาณของคาร์บอนที่ผสมลงไปมีค่าเกินกว่ามาตรฐานเกิดเป็นผงแมงกานีสไดออกไซด์ที่ไม่ได้มาตรฐานด้วยเหตุนี้จึงไม่สามารถนำผงแมงกานีสไดออกไซด์นี้ไปใช้งานในกระบวนการผลิตแบตเตอรี่ในขั้นตอนต่อไปได้ โครงการวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาวิธีการกำจัดคาร์บอนส่วนเกินออกจากผงแมงกานีสไดออกไซด์ที่ไม่ได้มาตรฐานด้วยวิธีการได้แก่ 1) ปฏิกริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนที่สภาวะเหมาะสมโดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ชนิดเบดนิ่ง (Fixed bed reactor) เพื่อการกำจัดคาร์บอนให้หลงเหลือน้อยที่สุด และคงสภาพของสารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์ (Manganese Dioxide, MnO_2) ให้ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟส 2) กระบวนการทำให้ลอย เพื่อแยกธาตุคาร์บอนออกจากสารแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีให้ออกไปปริมาณมากที่สุดด้วยผลต่างของความหนาแน่น ส่งผลให้สามารถนำผงแมงกานีสไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นนำไปใช้ต่อในกระบวนการผลิตถัดไปได้

1.2. วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนโดยเครื่องชนิดเบดนิ่ง เพื่อกำจัดธาตุคาร์บอนที่เจือปนออกจากผงแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี
2. ศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนและเครื่องมือที่เกี่ยวข้อง อันได้แก่ เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) และเครื่องวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารอินทรีย์ (CHNS Analyzer) ในกำจัดธาตุคาร์บอนให้ได้ประสิทธิภาพสูงที่สุด
3. ศึกษาพื้นฐานของกระบวนการทำให้ลอย เพื่อใช้ในการแยกธาตุคาร์บอนที่เจือปนออกจากผงแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี

1.3. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ก. ในแง่ของตัวนิสิตเอง

ได้เรียนรู้ และฝึกฝนการวางแผนการดำเนินงานที่เป็นระบบเพื่อผลสำเร็จภายใต้กรอบระยะเวลาที่จำกัด อันเป็นทักษะที่สำคัญในด้านการทำงานในอนาคตรวมถึงการแก้ไขปัญหาเฉพาะหน้าที่เกิดขึ้นในระหว่างแผนงาน

ข. ในแง่ความรู้ความเข้าใจ

ได้ศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ต่อกระบวนการให้ความร้อนทางอ้อมเพื่อกำจัดธาตุคาร์บอนในผงแมงกานีสไดออกไซด์ รวมถึงการออกแบบการทดลอง และการควบคุมการดำเนินงานเพื่อให้ก่อให้เกิดผลลัพธ์สูงสุด

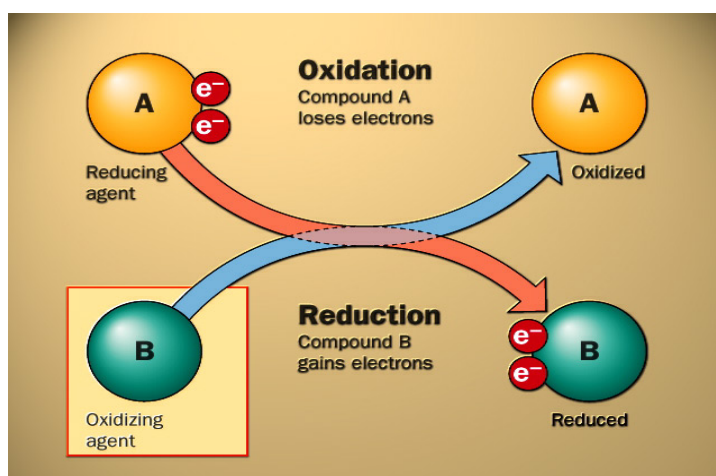
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1. ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction)

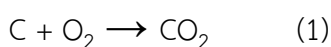
ปฏิกิริยาออกซิเดชัน หมายถึง ปฏิกิริยาที่โมเลกุลหรืออะตอมมีการถ่ายโอนอิเล็กตรอน จากวงโคจรให้กับโมเลกุลที่ทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอนปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันจะเกิดคู่กันสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอน เรียกว่า ตัวรีดิวซ์ (Reducing agent) และเรียกสารที่ทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนนี้ว่า ตัวออกซิไดส์ (Oxidizing agent) โดยเมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันขึ้นจะทำให้เลขออกซิเดชันของอะตอมนั้นเพิ่มขึ้น

อะตอมที่ทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ได้ดี เป็นอะตอมที่มีขนาดใหญ่ จึงมีระยะห่างระหว่างนิวเคลียส กับอิเล็กตรอนวงนอกสุดมาก จึงมีแรงดึงดูดอิเล็กตรอน (Electronegativity) ต่ำทำให้สูญเสียอิเล็กตรอนง่าย [1]



รูปที่ 2.1 การเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน [1]

ปฏิกิริยาออกซิเดชันมักพบในธรรมชาติและชีวิตประจำวันเสมอ เช่น การเกิดสนิมของโลหะต่าง ๆ การทำงานของแบตเตอรี่ หรือการเผาไหม้เชื้อเพลิงเป็นต้น จากทฤษฎีดังกล่าวเราจึงปรับใช้มาเป็นกระบวนการปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์คือ การเปลี่ยนรูปคาร์บอนเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ การใช้ปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นวิธีกำจัดก๊าซคาร์บอนที่ได้รับความนิยมเนื่องจากความตรงไปตรงมาและไม่ซับซ้อนของกระบวนการซึ่งจะใช้เวลาเติมแก๊สออกซิเจนไหลผ่านท่อหรือภาชนะที่มีสารประเภทคาร์บอนอยู่ ในขณะที่เดียวกันการให้ความร้อนภายนอกเพื่อให้สามารถเกิดปฏิกิริยาขึ้นได้ดังสมการ (1)



เมื่อพิจารณาเลขออกซิเดชันของธาตุคาร์บอนพบว่าก่อนเกิดปฏิกิริยามีค่าเท่ากับ 0 ภายหลังจากเกิดปฏิกิริยามีค่าเท่ากับ +4

2.2. กระบวนการกำจัดธาตุคาร์บอนที่ตกค้างในผงเซรามิกส์ โดยการใช้แก๊สแอมโมเนียเป็นตัวทำปฏิกิริยา

F. K. van Dijen และคณะ (1990) [2] ได้ทดลองทำกระบวนการกำจัดธาตุคาร์บอนที่ตกค้างในผงเซรามิกส์ โดยการใช้แก๊สแอมโมเนียเป็นตัวทำปฏิกิริยา ผ่านเครื่องปฏิกรณ์ชนิดเบตนิ่ง (Packed-bed reactor) ภายใต้อุณหภูมิ 1080 องศาเซลเซียส, ความดัน 1 บาร์ และอัตราการไหลของแก๊ส 100 มิลลิลิตรต่อนาที ผลลัพธ์ที่เกิดขึ้นคือ แก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ และแก๊สไฮโดรเจน ดังสมการต่อไปนี้



ในระหว่างการดำเนินไปของปฏิกิริยาพบว่าแก๊สแอมโมเนียจะค่อย ๆ สลายตัวอย่างช้า ๆ ไปทั่วบริเวณพื้นผิวของเนื้อสารเพื่อจับกับคาร์บอน จากผลการทดลองพบว่าสามารถคำนวณหาค่าพลังงานกระตุ้นการเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวของแก๊สแอมโมเนียได้เป็น 100 กิโลจูลต่อโมล และค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยาของสมการที่ (2) เท่ากับ 2.1×10^{-4} ต่อวินาที เมื่อวัดค่าคอนเวอร์ชันของแอมโมเนียพบว่ามีค่าเท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์ โดยสามารถคำนวณย้อนกลับไปเป็นอัตราส่วนของคาร์บอนก่อนและหลังได้ ดังสมการต่อไปนี้

$$\ln (C_{\text{begin}}/C_{\text{end}}) = k_g t \quad (3)$$

เมื่อ	k_g	คือ ค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยา
	t	คือ ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา
	$C_{\text{begin}}/C_{\text{end}}$	คือ อัตราส่วนของคาร์บอนก่อนเกิดปฏิกิริยาต่อคาร์บอนหลังเกิดปฏิกิริยา

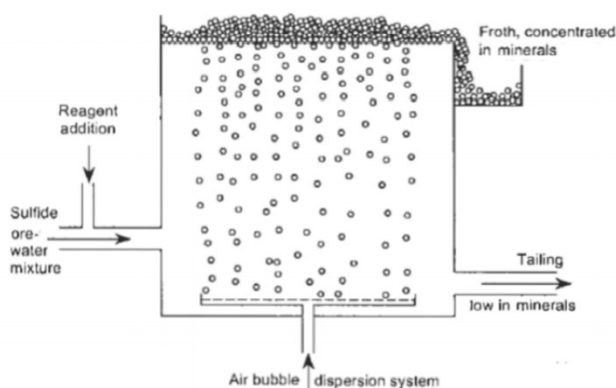
จากผลการทดลองพบว่าธาตุคาร์บอนสามารถถูกกำจัดได้โดยแก๊สแอมโมเนียโดยรวมตัวกันเกิดเป็นแก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ (Hydrogen Cyanide, HCN) ชีตจำกัดของการทดลองนี้ คือ เหมาะสำหรับวัสดุบางประเภทเช่น อะลูมิเนียมไนไตรด์ (Aluminum Nitride, AlN) เป็นต้น

2.3. กระบวนการทำให้ลอย (Flotation Process)

กระบวนการทำให้ลอยเป็นกระบวนการแยกสารตรงข้ามกับการตกตะกอนคือ ทำให้สารที่ต้องการแยกลอยตัวขึ้น ซึ่งอาจเกิดคู่กันกับการตกตะกอนของสารตัวอื่นในสารตัวอย่างได้ กระบวนการทำให้ลอยอาจใช้ตัวช่วยโดยการเติมฟองอากาศขนาดเล็กเมื่อฟองอากาศลอยตัวขึ้นจะพาสารที่มีความหนาแน่นต่ำลอยขึ้นสู่ผิวน้ำ ปัจจุบันได้มีการนำกระบวนการทำให้ลอยไปใช้ประโยชน์ในหลากหลายด้าน เช่น หน่วยบำบัดน้ำเสียในโรงงานอุตสาหกรรม (Waste Water Treatment Unit), กระบวนการลอยแร่ (Flotation) เป็นต้น ซึ่งทำให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับการแยกของผสมของสารสองประเภทที่มีความหนาแน่นแตกต่างกันได้ [3]

ระบบการทำให้ลอยสามารถแบ่งได้เป็น 3 ประเภท

1. การทำให้ลอยในระบบอากาศ (Air Flotation)
2. การทำให้ลอยในระบบสุญญากาศ (Vacuum Flotation)
3. การทำให้ลอยในระบบอัดผสม (Dissolved-air Flotation, DAF)



รูปที่ 2.2 กระบวนการทำให้ลอยแบบต่อเนื่อง [4]

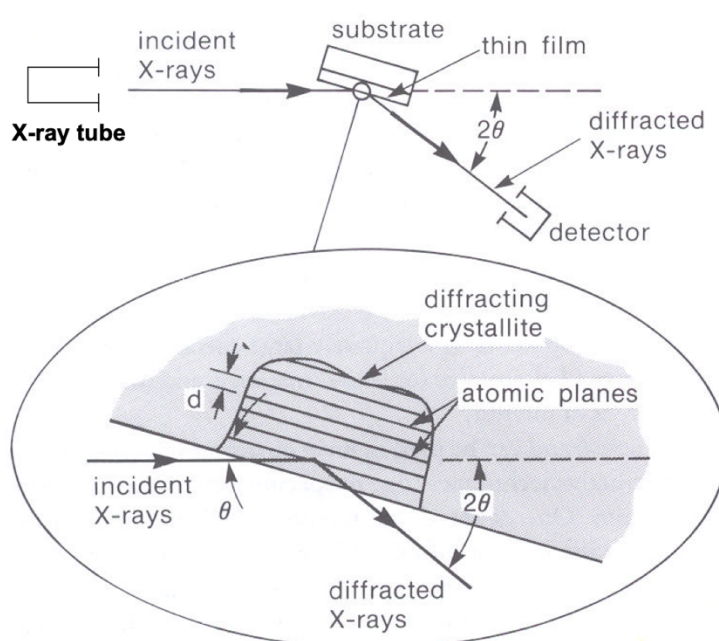
ปัจจัยที่มีผลต่อการแยกสารด้วยกระบวนการทำให้ลอยได้แก่ [5]

1. ขนาดของอนุภาค
2. ความถ่วงจำเพาะของอนุภาค
3. จำนวนฟองอากาศ
4. ชนิดของสารลดแรงตึงผิว
5. ระยะเวลาการเคลื่อนที่ของฟองอากาศ

2.4. เทคนิคการวิเคราะห์

2.4.1. การวิเคราะห์ประเภทและองค์ประกอบภายในวัสดุด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอะตอมและโมเลกุลของสารที่มีการจัดเรียงเป็นระเบียบ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อให้รังสีตกกระทบฉายผ่านวัสดุหรืออนุภาค พร้อมกับ การสะท้อนออกมาของรังสีบางส่วนออกมาที่ทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ ซึ่ง มุมนี้จะมีลักษณะเฉพาะตามโครงสร้างผลึกของสารแต่ละชนิด [6]



รูปที่ 2.3 การสะท้อนของรังสีเอกซ์ขณะฉายผ่านอนุภาค [7]

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สามารถทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก (Crystalline Structure) อยู่ในสารตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบผง (Powder) และแบบฟิล์มบาง (Thin Film) ซึ่งผลการวิเคราะห์จะให้รายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกและระนาบผลึกของสารตัวอย่างออกมาในรูปแบบเส้นกราฟของค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนออกมาที่มุมต่าง ๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร JCPDs (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึก และระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมแตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอม สารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ (XRD pattern) เฉพาะตัวเปรียบเสมือนลายนิ้วมือของคนที่แตกต่างกัน ซึ่งสามารถวัดขนาดเฉลี่ยของผลึกได้ดังสมการที่ (4)

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (4)$$

เมื่อ	d_{hkl}	คือ ขนาดผลึกเฉลี่ย มีหน่วยคือนาโนเมตร
	λ	คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์
	θ	คือ มุมที่เกิดการกระเจิง หน่วยคือดีกรี
	n	คือ ลำดับที่ของการเลี้ยวเบน (Diffraction Spacing)

ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ประกอบด้วย หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ ที่เป็นหลอดปิด และอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ ซึ่งรังสีเอกซ์จะถูกสร้างขึ้นโดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ภายในหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ ทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้เคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงจากเส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดเข้า ขนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้า ขนจะให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L-shell และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอกซ์ออกมาจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วยอุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอกซ์ (Detector) [8]

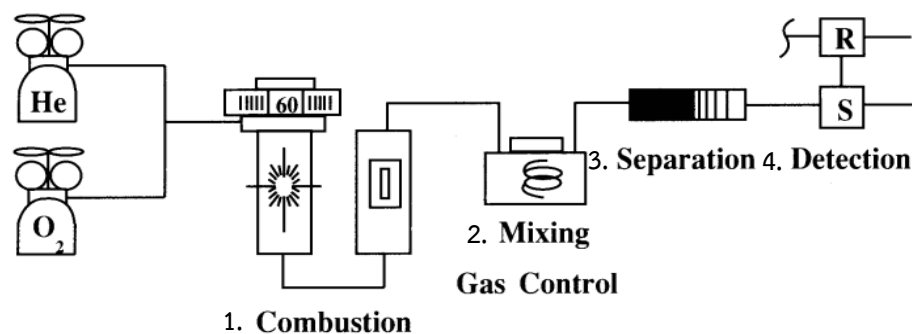
2.4.2. เครื่องวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์ (CHNS Analyzer)

การวิเคราะห์ธาตุ CHNS หรือที่เรียกว่าการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์หรือจุลวิเคราะห์ธาตุ คือการระบุปริมาณของคาร์บอน (C), ไฮโดรเจน (H), ไนโตรเจน (N) และซัลเฟอร์ (S) ที่อยู่ในตัวอย่างการวิเคราะห์ดังกล่าวนี้เป็นเทคนิคที่มีความน่าเชื่อถือและความคุ้มค่าซึ่งใช้ในการประเมินความบริสุทธิ์ องค์ประกอบทางเคมีของสารประกอบต่าง ๆ และสามารถนำไปใช้กับตัวอย่างต่าง ๆ ได้หลากหลายประเภท เช่น สารที่เป็นของแข็ง ของเหลว สารระเหย และสารที่มีความหนืด ทั้งนี้ การทราบองค์ประกอบในธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์ยังช่วยให้นักวิเคราะห์ระบุโครงสร้างของสารตัวอย่างได้อีกด้วย โดยสามารถนำลักษณะเฉพาะทางเคมีของสารประกอบอินทรีย์ไปใช้ในการวิจัยรวมถึงการควบคุมคุณภาพได้ด้วย

เทคนิคที่พบได้บ่อยที่สุดของการวิเคราะห์ธาตุ CHNS จะอิงตามการเผาไหม้ของตัวอย่าง ซึ่งสามารถดำเนินการได้ในเครื่องมือเฉพาะทางที่เรียกว่าเครื่องวิเคราะห์ธาตุ เมื่อมีการเผาไหม้ ตัวอย่างจะสร้างแก๊สที่มีองค์ประกอบของธาตุ C, H, N และ S ที่มีลักษณะเป็นแบบเดียวกัน โดยผลิตภัณฑ์จากการเผาไหม้เหล่านี้ (เช่น CO_2 , H_2O , NO_2 และ อื่น ๆ) จะได้รับการตรวจวัดโดยใช้เทคนิคโครมาโตกราฟีแก๊ส จากนั้นจะมีการ

กำหนดอัตราส่วนขององค์ประกอบในตัวอย่างดั้งเดิม โดยสามารถกำหนด C, H, N และ S ทั้งหมดพร้อมกันได้ ในขณะที่ O อาจวิเคราะห์ได้ในขั้นตอนที่ 2 โดยวิธีการไพโรไลซิส

องค์ประกอบภายใน CHNS mode ของ Element Analyzer มี 4 โซน



รูปที่ 2.3 องค์ประกอบภายในของเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์ [9]

1. บริเวณเผาไหม้ (Combustion zone)
2. บริเวณควบคุมการผสมแก๊ส (Mixing Gas control zone)
3. บริเวณแบ่งแยก (Separation zone)
4. บริเวณตรวจจับ (Detection zone)

ช่วงการวิเคราะห์ของธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และ ไนโตรเจน

1. คาร์บอนกว้างอย่างน้อย 0.02 - 175 มิลลิกรัม หรือกว้างกว่า
2. ไฮโดรเจนกว้างอย่างน้อย 0.1 - 12 มิลลิกรัม หรือกว้างกว่า
3. ไนโตรเจนกว้างอย่างน้อย 0.04 - 50 มิลลิกรัม หรือกว้างกว่า

ในการวิเคราะห์ตัวอย่างต้องใช้สารมาตรฐานที่ทราบค่าร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอน, ไนโตรเจน, ซัลเฟอร์ และ ออกซิเจน ที่แน่นอน สารมาตรฐานที่นิยม ได้แก่ อะซิทานิลด์ (Acetanilide), ซีสเทอีน (Cystine) และ กรดเบนโซอิก (Benzoic acid) จะต้องวิเคราะห์สารมาตรฐานก่อนและหลังการวิเคราะห์สารมาตรฐานตัวอย่างเพื่อความถูกต้องแม่นยำของการวิเคราะห์ เนื่องจากถ้าผลการวิเคราะห์ถูกต้อง ค่าสารมาตรฐานที่วิเคราะห์ได้ถูกต้องตามที่ระบุ เช่น อะซิทานิลด์ มีค่าร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอน, ไฮโดรเจน ไนโตรเจน และ ออกซิเจน เท่ากับ 71.09, 6.71, 10.36, 11.84 ตามลำดับเป็นต้น [10]

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1. ปฏิกริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจน

3.1.1. สารเคมีและวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1.1. สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. ผงข้าวแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานที่มีสารแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electrolytic Manganese Dioxide, EMD) เป็นองค์ประกอบหลักและมีปริมาณคาร์บอนส่วนเกิน
2. น้ำกลั่น (Distillated water)
3. แก๊สออกซิเจน (Oxygen gas)
4. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas)
5. ใยแก้วซิลิกา (Silica Wool)

3.1.1.2. เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องปฏิกรณ์ชนิดเบดนิ่ง
2. ตู้อบความร้อน
3. ท่อบรรจุสารตัวอย่างสำหรับเกิดปฏิกิริยา
4. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
5. ปีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร
6. ซ้อนตักสาร

3.1.1.3. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่องวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารอินทรีย์
2. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.1.2. ตัวแปรที่ใช้ศึกษา

1. อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
2. อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที)

3.1.3. วิธีการดำเนินการทดลอง

3.1.3.1. การเตรียมวัสดุและสารเคมีที่ใช้

1. เตรียมผงแคลโคทที่ไม่ได้มาตรฐานปริมาณ 1 กรัม
2. ตัดท่อเหล็กประเภททนความร้อนสูงให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด $1/4$ นิ้ว และ $3/8$ นิ้วจำนวน 3 ส่วน เพื่อสร้างเป็นท่อบรรจุสารในการเกิดปฏิกิริยา

3.1.3.2. ปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจน

1. บรรจุผงแคลโคทจำนวน 1 กรัม ลงในท่อเหล็กโดยใช้ใยแก้วซิลิกาปิดด้านบน และด้านล่าง เพื่อป้องกันไม่ให้ออกไซด์ตกลงมาในระหว่างปฏิกิริยา
2. ประกอบข้อต่อของท่อเหล็กทั้ง 3 ส่วน
3. นำท่อเหล็กที่ภายในบรรจุสารไปติดตั้งที่เครื่องปฏิกรณ์
4. เปิดวาล์วของถังไนโตรเจนบริสุทธิ์เพื่อให้แก๊สไนโตรเจนไหลเข้าสู่ท่อเหล็ก
5. ตรวจสอบรอยรั่วโดยสังเกตจากฟองอากาศที่เกิดขึ้นในระหว่างรอยต่อของท่อเหล็ก
6. เปิดเครื่องทำความร้อน (Heater) และปรับอุณหภูมิที่ต้องการใช้ในการทดลอง จนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการ
7. เปลี่ยนชนิดแก๊สจากไนโตรเจนเป็นแก๊สออกซิเจน
8. ดำเนินปฏิกิริยาเป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง

3.1.3.3. การวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารอินทรีย์และเครื่องวัดการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.2. กระบวนการทำให้ลอย

3.2.1. สารเคมีและวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1.1. สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. ผงซั้วแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานที่มีสารแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีเป็นองค์ประกอบหลักและมีปริมาณคาร์บอนส่วนเกิน
2. น้ำกลั่น (Distillated water)

3.2.1.2. เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. ตู้อบความร้อน
2. เครื่องชั่งความละเอียด 4 ตำแหน่ง
3. ปีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
4. ซ้อนตักสาร
5. แท่งแก้วคนสาร

3.2.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่องวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารอินทรีย์
2. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.2.2. วิธีการดำเนินการทดลอง

3.2.2.1. การเตรียมวัสดุและสารเคมีที่ใช้

1. เตรียมผงแมงกานีสไดออกไซด์จากวิธีไฟฟ้าเคมีจำนวน 30 กรัม และน้ำกลั่นปริมาตร 480 มิลลิลิตร

3.2.2.2. กระบวนการทำให้ลอย

1. นำผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานจำนวน 30 กรัม เติลงในปีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 240 มิลลิลิตร ลงในปีกเกอร์
3. คนของเหลวภายในปีกเกอร์จนกระทั่งมีผงสีเงินลอยขึ้นมาบริเวณด้านบน
4. นำซ้อนตักสาร ซ้อนตักบริเวณผิวด้านบนที่มีผงสีเงินลอยขึ้น
5. นำผงสีเงินที่ซ้อนตักได้ไปผ่านชั้นตอน 1-4 อีก 1 ครั้ง

3.2.2.3. การวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของสารอินทรีย์และเครื่องวัดการ
เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1. ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุคาร์บอนโดยเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์

เมื่อนำผงแคโทดที่มีแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีเป็นองค์ประกอบหลัก และมีปริมาณคาร์บอนส่วนเกินไปผ่านกระบวนการออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนพบว่าการลดลงของปริมาณของธาตุคาร์บอนส่วนเกิน ซึ่งปริมาณของธาตุคาร์บอนสามารถวัดได้จากเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์ที่แสดงผลออกมาเป็นร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบในแต่ละธาตุ

จากผลการวิเคราะห์พบว่าปริมาณของธาตุคาร์บอนส่วนเกินของผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานดังกล่าว ก่อนการเกิดปฏิกิริยามีค่าร้อยละโดยมวลเท่ากับ 5.255 ภายหลังจากการวิเคราะห์ผงแมงกานีสไดออกไซด์จากวิธีไฟฟ้าเคมีที่ได้หลังเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ และอัตราการไหลของแก๊สต่าง ๆ มีค่าดังตาราง 4.1.1

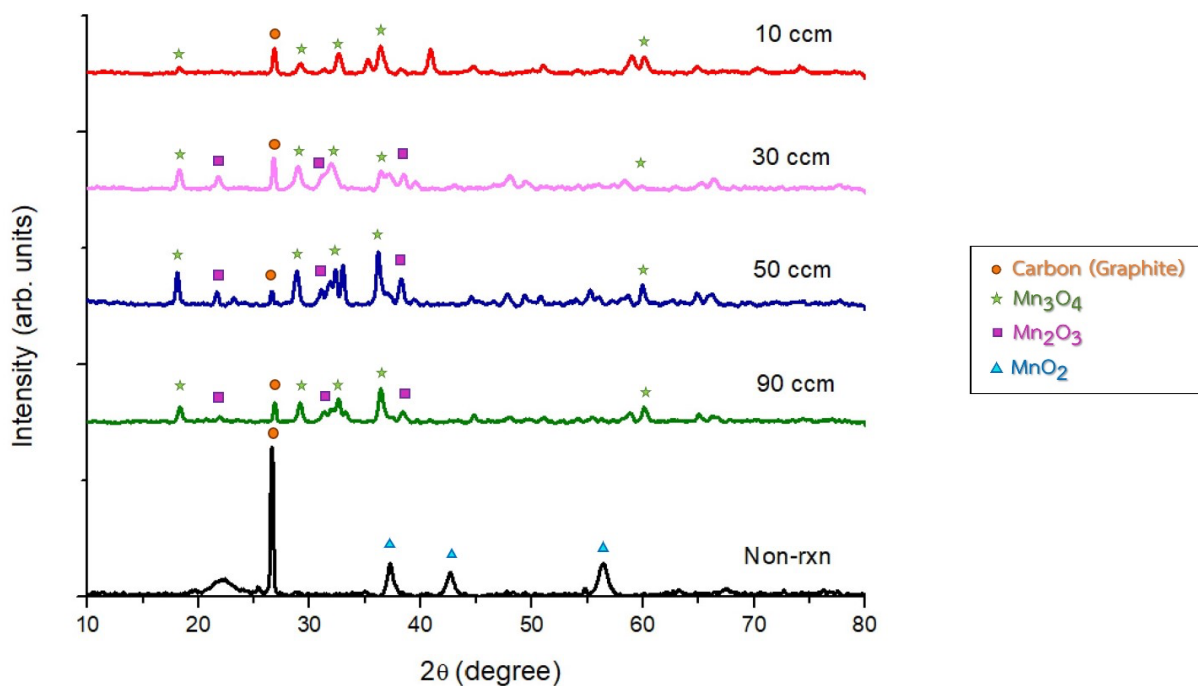
๑ ตาราง 4.1.1 ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนในผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานหลังการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนที่สภาวะต่าง ๆ

อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที)	ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอน	
	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	
	450	500
10	6.165	9.205
30	4.955	5.291
50	2.100	1.710
90	4.780	4.305
ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนในผงแคโทดก่อนทำปฏิกิริยามีค่าเท่ากับ 5.255		

จากตาราง 4.1.1 พบว่าที่สภาวะอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สามารถกำจัดธาตุคาร์บอนออกจากผงแคโทดได้มากที่สุดปริมาณธาตุคาร์บอนที่ตรวจพบคือ ร้อยละ 1.710 โดยมวล คิดเป็นร้อยละโดยมวลของการกำจัดธาตุคาร์บอนเท่ากับ 67.460

4.2. ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของเฟสของผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานโดยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เมื่อพิจารณาถึงการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์ในผงแคโทดที่ผ่านการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่า ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส สารแมงกานีสไดออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นทุกตัวอย่างของการทดลอง ดังรูปที่ 4.1

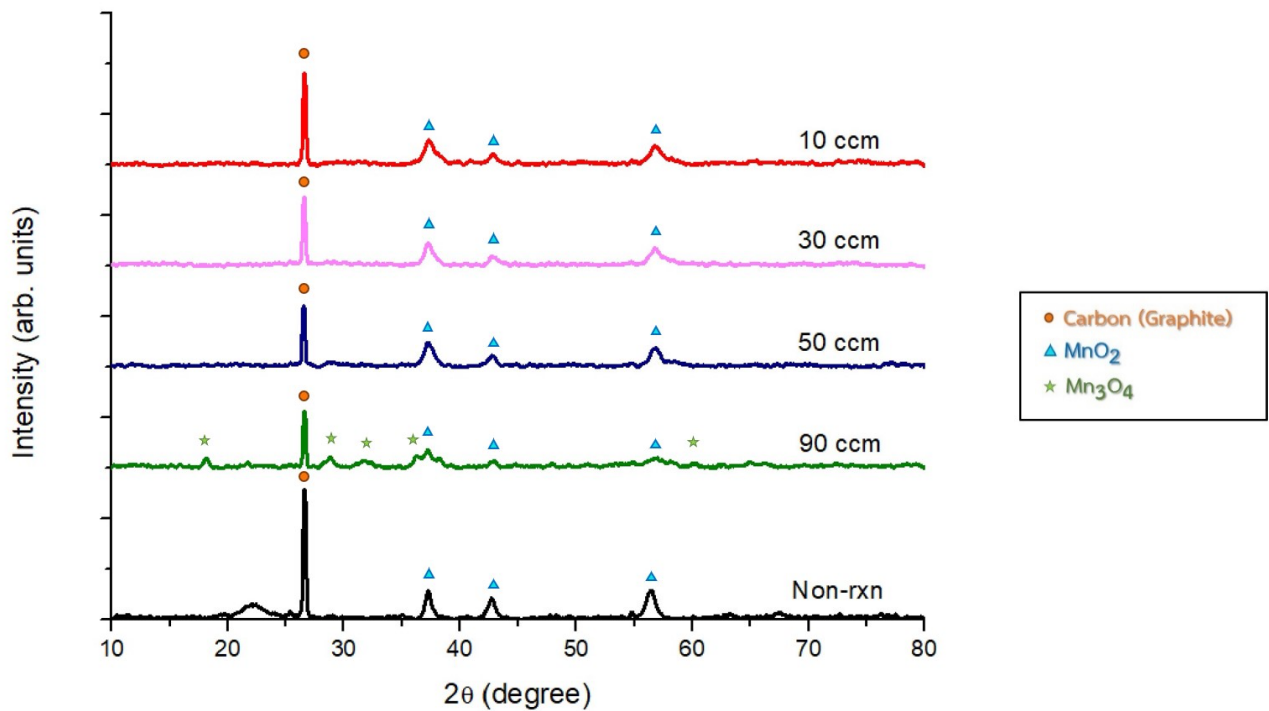


รูปที่ 4.1 สารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์ ฯ หลังการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน

ด้วยอัตราการไหลแก๊สออกซิเจนต่างกันที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.1 ที่อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 30, 50 และ 90 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที่พบว่า สารแมงกานีสไดออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงเฟสไปเป็น สารแมงกานีสไตรออกไซด์ (Manganese (III) oxide, Mn_2O_3) และสารไตรแมงกานีสเตตระออกไซด์ (Manganese (II, III) oxide, Mn_3O_4) ส่วนที่อัตราการไหล 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที่ พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงเฟสไปเป็นสารไตรแมงกานีสเตตระออกไซด์เพียงเฟสเดียว เมื่อพิจารณาที่พีคของธาตุคาร์บอนจะเห็นได้ว่าจะมีความสูงที่ลดลงเมื่อเทียบกับสารตั้งต้นที่ไม่ได้เกิดปฏิกิริยา และความสูงของพีคแปรผันตรงกับปริมาณร้อยละของธาตุคาร์บอนที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์

ณ สภาวะอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ตัวอย่างทดลองที่อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 90 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ผลปรากฏว่า สารแมงกานีสไดออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงเฟสไปเป็นสารไตรแมงกานีสเตตระออกไซด์บางส่วน และที่อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนที่ 10, 30, 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สารแมงกานีสไดออกไซด์ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นดังรูปที่ 4.2



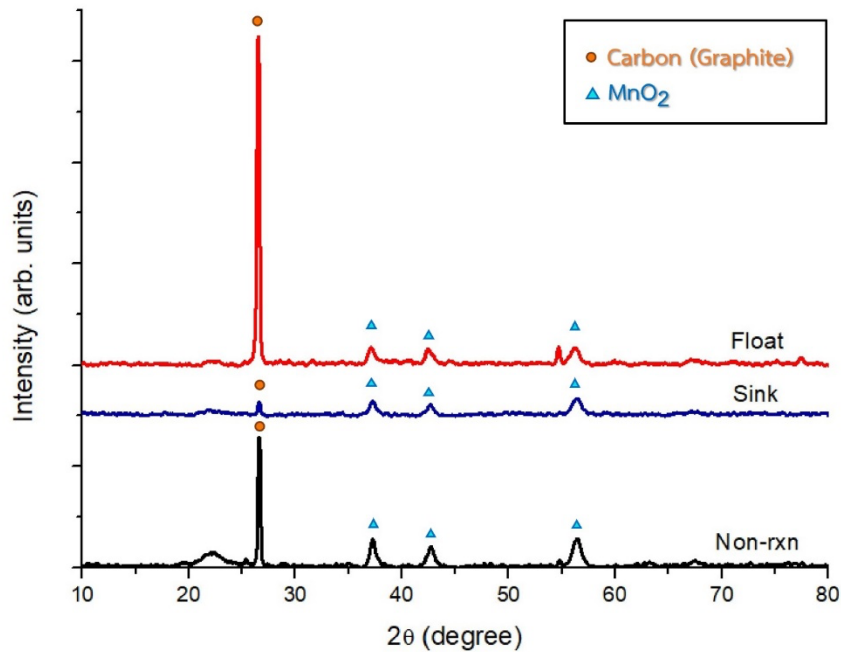
รูปที่ 4.2 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่วิเคราะห์จากผงแคโทดหลังการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยอัตราการไหลแก๊สออกซิเจนต่างกันที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส

เมื่อพิจารณาและเปรียบเทียบเชิงคุณภาพจากความสูงของจุดยอดที่ค่า 2θ ประมาณ 27 องศา ซึ่งแสดงถึงสารประกอบกราฟไฟต์ในผงแคโทดหลังทำปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยใช้อัตราการไหลแก๊สออกซิเจนต่างกันที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ทำให้ทราบว่าปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนที่เปลี่ยนแปลงไป และสามารถทำไปเปรียบเทียบกับผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์

4.3 ผลการวิเคราะห์จากกระบวนการทำให้ลอย

จากผลการทดลองนำผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานและมีปริมาณคาร์บอนส่วนเกินไปผ่านกระบวนการทำให้ลอยด้วยน้ำกลั่นผลปรากฏจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ผงส่วนที่ลอย

ปริมาณ 0.13 กรัม และส่วนที่จมปริมาณ 29.3 กรัม ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารแมงกานีสไดออกไซด์ ใน ส่วนของผงที่ลอยมีความสูงของจุดยอดซึ่งแสดงถึงปริมาณคาร์บอนสูงขึ้น จึงสามารถสรุปได้ว่ากระบวนการทำให้ลอยสามารถกำจัดธาตุคาร์บอนได้คิดเป็นร้อยละโดยมวล มีค่าเท่ากับ 80.33



รูปที่ 4.3 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากผงแคโทดหลังโดยกระบวนการทำให้ลอยด้วยน้ำกลั่น

ตารางที่ 4.1.2. ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนในสารประกอบแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีหลังผ่านกระบวนการทำให้ลอย

ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอน	
ผงส่วนที่ลอย	ผงส่วนที่จม
5.193	1.034
ปริมาณร้อยละโดยมวลของธาตุคาร์บอนในผงขั้วแคโทดก่อนทำปฏิกิริยามีค่าเท่ากับ 5.255	

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1. สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีการทดลองกำจัดธาตุคาร์บอนส่วนเกินในผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานที่มีสารแมงกานีสไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลักด้วยสองวิธีการคือ 1) ปฏิกริยาออกซิเดชันด้วยแก๊สออกซิเจนทั้งหมด 8 ตัวอย่าง โดยมีตัวแปรที่ทำการศึกษาได้แก่ อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน (10, 30, 50 และ 90 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที) และอุณหภูมิ (450 และ 500 องศาเซลเซียส) เพื่อใช้ศึกษาสภาวะในการกำจัดธาตุคาร์บอนให้หลงเหลือน้อยที่สุด และสารแมงกานีสไดออกไซด์ต้องไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟส 2) กระบวนการทำให้ลอยด้วยน้ำกลั่นทั้งหมด 1 ตัวอย่าง ที่อัตราส่วนโดยมวลระหว่างน้ำกับผงแคโทดที่ไม่ได้มาตรฐานเท่ากับ 1 ต่อ 16 สามารถสรุปได้ดังนี้

1. ที่สภาวะอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊ส 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สามารถกำจัดธาตุคาร์บอนออกจากผงแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีได้มากที่สุดคิดเป็นร้อยละ 67.46 โดยมวลของปริมาณธาตุคาร์บอนเริ่มต้น และมีเฟสที่เกิดขึ้นมาคือ สารไตรแมงกานีสเตตระออกไซด์ และสารแมงกานีสไตรออกไซด์
2. ที่สภาวะอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของแก๊ส 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สามารถกำจัดธาตุคาร์บอนออกจากผงแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีได้เหมาะสมที่สุดคิดเป็นร้อยละ 60.04 โดยมวลของปริมาณธาตุคาร์บอนเริ่มต้น และไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้น
3. ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส สารแมงกานีสไดออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้น
4. ที่อัตราการไหลของแก๊ส 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการกำจัดธาตุคาร์บอนสูงที่สุด
5. กระบวนการทำให้ลอยด้วยน้ำกลั่นสามารถกำจัดธาตุคาร์บอนออกจากผงแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีได้ร้อยละ 80.33 โดยมวลของปริมาณธาตุคาร์บอนเริ่มต้น

5.2. ข้อเสนอแนะ

1. ควรมีการตรวจสอบปริมาณร้อยละของธาตุคาร์บอนด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารอินทรีย์ซ้ำ
2. ควรหลีกเลี่ยงการเก็บสารที่ได้หลังจากเสร็จสิ้นปฏิกิริยาไว้ในบริเวณที่มีความชื้น
3. ในอนาคตสามารถศึกษาการกำจัดธาตุคาร์บอนส่วนเกินในผงแมงกานีสไดออกไซด์จากการตกตะกอนด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีด้วยวิธีการทำให้ลอย

บรรณานุกรม

1. Oxidation reaction / ปฏิกิริยาออกซิเดชัน [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 24 เมษายน 2564].
เข้าถึงได้จาก: <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0557/oxidation-reaction>
2. F.K. van Dijen* & J. Pluijmakers DMS Research, Ceramics Department, Box 18,6160 MD
Geeleen, The Netherlands (Received 19 October 1989; revised version received 25
January 1990: accepted 12 February 1990)
3. Pisan Chungchamroenkit., et al., Separation of Carbon Black from Silica by Froth
Flotation. Separation Science and Technology, 2009. 44: p. 203-206.
4. กระบวนการทำให้ลอย [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 07 พฤษภาคม 2564].
เข้าถึงได้จาก: <http://ojs.kmutnb.ac.th/index.php/kjournal/article/view/920>
5. Froth flotation [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 24 เมษายน 2564].
เข้าถึงได้จาก: <https://www.sciencedirect.com/topics/earth-and-planetary-science/flotation-froth>
6. เทคนิค เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ตอนที่ 2 เทคนิคการคำนวณหาความเข้มสัมพันธ์ [ออนไลน์].
[อ้างถึงวันที่ 26 เมษายน 2564]. เข้าถึงได้จาก: https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/272_17_52.pdf
7. X-ray Diffraction working principle [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 07 พฤษภาคม 2564].
เข้าถึงได้จาก: <http://web.pdx.edu/~pmoeck/phy381/Topic5a-XRD.pdf>
8. ศันศินีย์ รักไทยเจริญชีพ. การวัดอนุภาคนาโนเมตรด้วยเทคนิค X-ray Diffraction. วารสารกรม
วิทยาศาสตร์บริการ. มกราคม 2557, ฉบับที่ 194, 34-35
9. CHNS analyzer working principle [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 07 พฤษภาคม 2564].
เข้าถึงได้จาก: <http://www.saif.iitb.ac.in/chn.html>
10. การประยุกต์การใช้เครื่อง elemental analyzer [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 26 เมษายน 2564].
เข้าถึงได้จาก: http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2543_48_152_p23-25.pdf