

บทที่ 4

อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในการศึกษาการผลิตแก๊สมีนัตจากยางเหลืองทิ้ง โดยการกระตุ้นด้วย $ZnCl_2$ มีสิ่งที่เกี่ยวข้องกับการทดลองคือ อุปกรณ์ สารเคมี วิธีการดำเนินการ ตัวแปรที่ใช้ในการทดลอง และการทดสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

4.1 สารที่ใช้ในการทดลอง

4.1.1 ยางเหลืองทิ้ง เป็นยางเสียที่ได้มาจาก โรงงานผลิตยางโดยวิธีการอัด ยางที่จัดว่าเป็นยางเสียคือ ยางที่ล้นบ่าอัด และยางที่อัดแล้วไม่ได้คุณภาพ ตัวอย่างของยางได้ส่งไปวิเคราะห์ที่ ส่วนอุตสาหกรรมยาง สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ได้ข้อมูลส่วนประกอบโดยน้ำหนักของยางต่อไปนี้

ปริมาณยาง	ร้อยละ	66.70 [NR/SBR = 80/20]
ปริมาณเขม่าดำ	ร้อยละ	27.41
ปริมาณสารระเหย	ร้อยละ	3.34
อื่น ๆ	ร้อยละ	2.55

NR = natural rubber

SBR = styrene butadiene rubber

4.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- $ZnCl_2$ เกรดการค้า
- HCl conc. เกรดวิเคราะห์
- Na_2CO_3 เกรดวิเคราะห์
- KH_2PO_4 เกรดวิเคราะห์
- Na_2HPO_4 เกรดวิเคราะห์
- $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ เกรดวิเคราะห์
- I_2 เกรดวิเคราะห์
- KI เกรดวิเคราะห์

- KIO_3 เกรดวิเคราะห์
- methylene blue เกรดวิเคราะห์
- starch เกรดวิเคราะห์

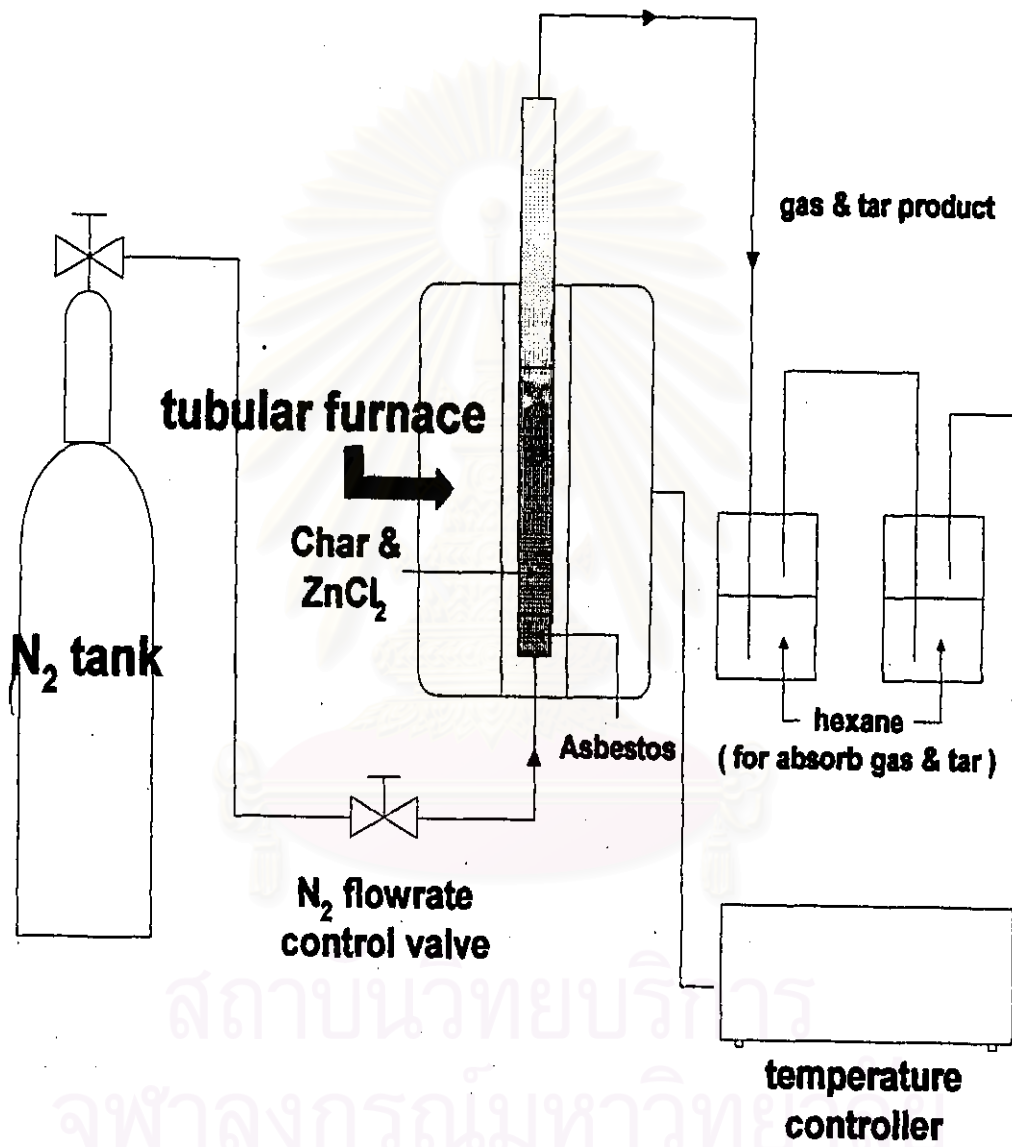
4.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- ตู้อบของ MEMMERT ช่วงอุณหภูมิใช้งาน 0-250 องศาเซลเซียส
- เตาเผาอุณหภูมิสูง (muffle furnace) ของ PHONIX ช่วงอุณหภูมิใช้งาน 0-1,200 องศาเซลเซียส
 - เตาเผาแบบท่อ (tubular furnace) ของ ARBOLITE รุ่น 201 ช่วงอุณหภูมิใช้งาน 0 -1,200 องศาเซลเซียส
 - เตาเผาแบบท่อ (tubular furnace) ของ Thermolyne Type 2100 ช่วงอุณหภูมิใช้งาน 0-1,200 องศาเซลเซียส
- เครื่องเขย่าตามแนวราบ
- เครื่องเขย่าของ BURRELL Model 75
- เครื่องเขย่าแรง (sieve shaker) ของ ENDECOTT ทริบอมแรงขนาด 1.00, 2.00,

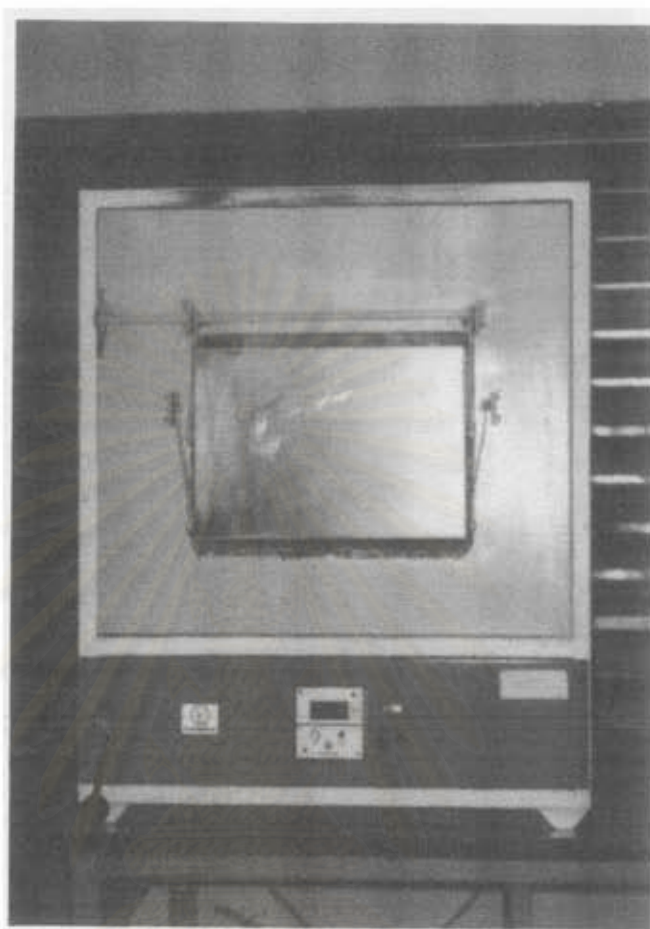
2.38 และ 4.75 มิลลิเมตร

- เตาไฟฟ้า ของ Rommelsbacher
- เครื่องชั่งละเอียด 0.1mg Sartorius รุ่น 1702 MP8
- Soap-Flow meter ของ Hewlett Packard, ขนาด 100 ml
- ชุดกรองสูญญากาศ และกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 42
- เครื่องบดหยาบ (hammer mill)
- เครื่องบดละเอียดรุ่น AEG.Lbi 07
- คุกกี้เปิดพอร์ซเลน พร้อมฝา
- เครื่องวัดค่าความเป็นกรดต่าง (pH meter) CG 825 ของ SCHOTT
- เครื่องกวน (Stirrer) ของ PHIPPS & BIRD Model 7790 - 402
- เครื่องแก้วสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ
- Scanning Electron Microscope (SEM) รุ่น JSM-6400
- เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวรุ่น Flowsorb II 230 ของบริษัท Micromeritics
- Atomic Absorption Spectrometer

- เครื่องวัดการดูดกลืนแสงของ BAUSCH & LOMB Spectronic 21
- เครื่องเซปติพิวซ์ Sigma 201

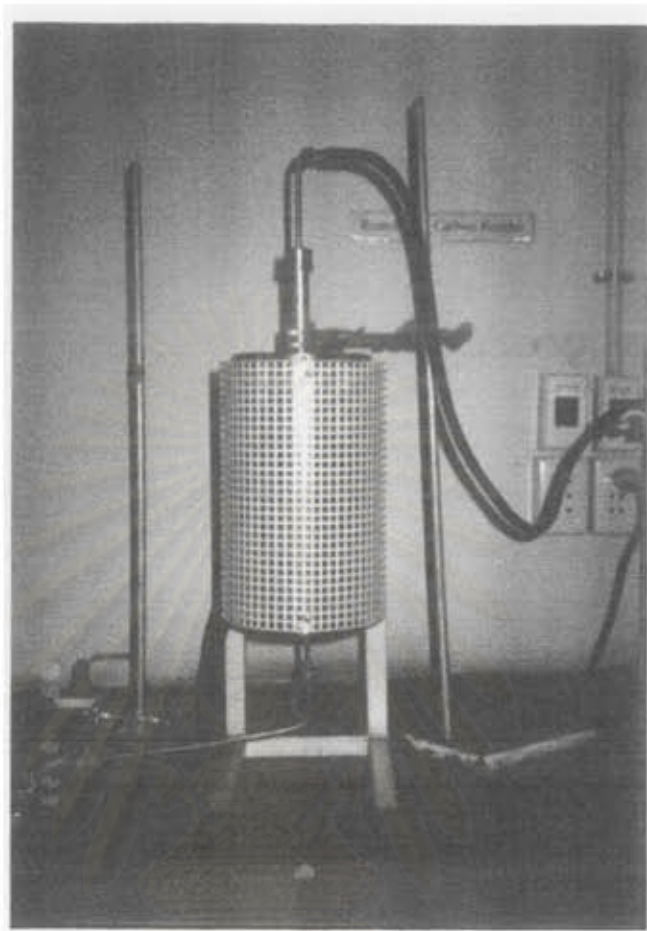


รูปที่ 4.1 แผนภาพแสดงชุดเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ผลิตถ่านกัมมันต์จากถ่านชาร์



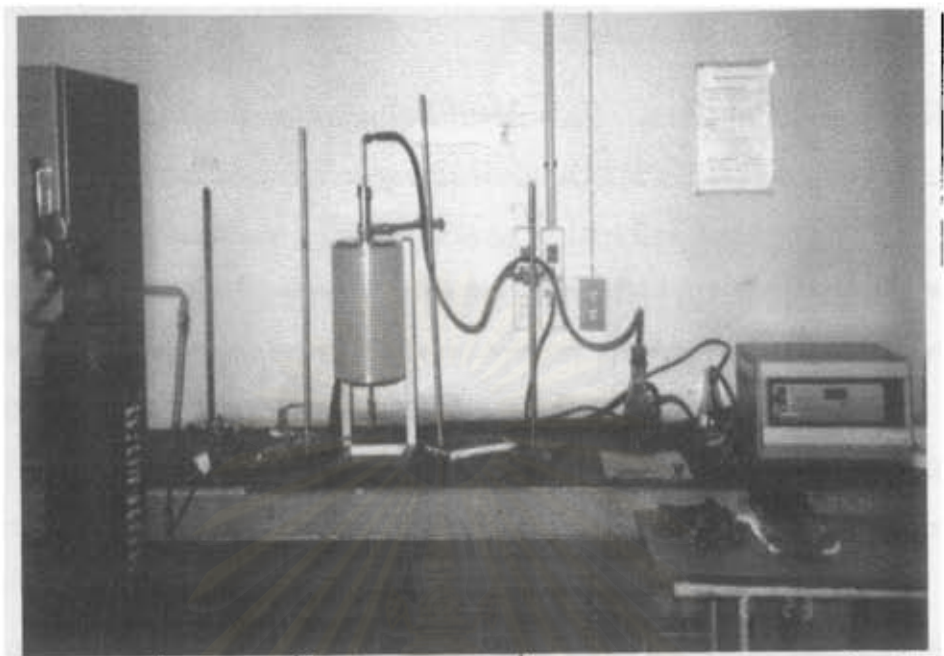
รูปที่ 4.2 เตาเผาอุณหภูมิสูง (muffle furnace) สำหรับคาร์บอนไนซ์ยาง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

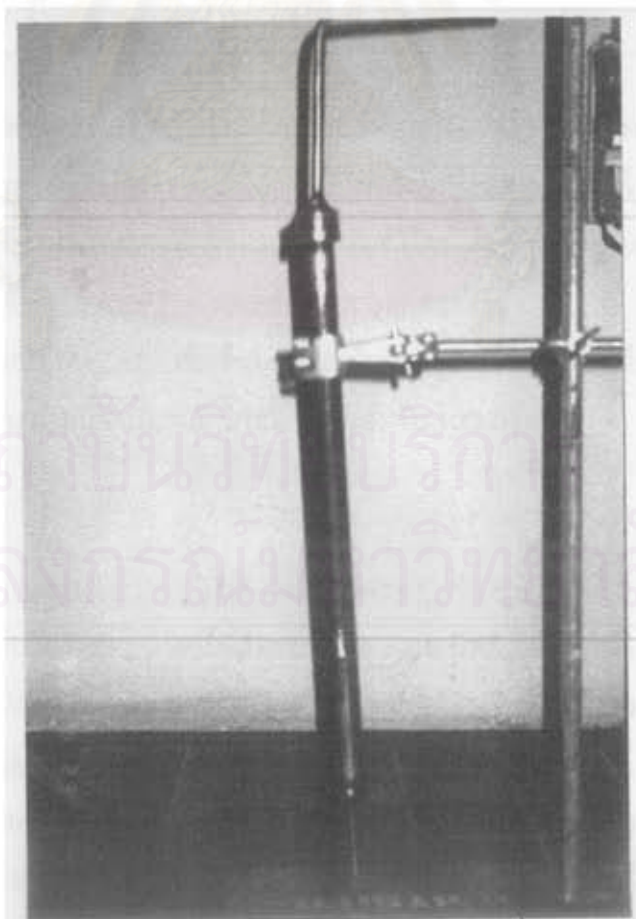


รูปที่ 4.3 เตาเผาแบบท่อ (tubular furnace) สำหรับกระตุ้นตัวสาร

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.4 ชุดเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ผลิตถ่านกัมมันต์จากถ่านชาร์



รูปที่ 4.5 stainless tube สำหรับบรรจุถ่านชาร์เพื่อนำไปกระตุ้น

สถาบันวิจัย บริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.3 การเตรียมตัวอย่าง และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

4.3.1 การเตรียมตัวอย่างยางเพื่อนำไปคาร์บอนไซท์ ยางที่ได้มาจากโรงงานที่ใช้ในการทดลอง มีลักษณะเป็นแผ่นสี่เหลี่ยม ขนาดประมาณ 300X300 มิลลิเมตร มีความหนาประมาณ 5 มิลลิเมตร นำมาตัดเป็นก้อนเล็ก ๆ มีขนาดประมาณ 5X 5X 5 มิลลิเมตร

4.3.2 การเตรียมตัวอย่างยางที่ผ่านการคาร์บอนไซท์เพื่อนำไปกระตุ้น ยางที่ได้จากการคาร์บอนไซท์ นำมาบดแล้วนำไปแยกขนาด โดยใช้เครื่องร่อนได้ตัวอย่างของยาง มีขนาดต่างๆ คือ 1.00-2.00, 2.00-2.38 และ 2.38-4.75 มิลลิเมตร

4.3.3 การเตรียมสารละลาย $ZnCl_2$ ที่ความเข้มข้น ต่าง ๆ สารละลาย $ZnCl_2$ เข้มข้นร้อยละ 30, 40, 50, 60 และ 70 โดยน้ำหนัก วิธีการเตรียมคือ ชั่ง $ZnCl_2$ เกรดการค้าที่แห้งจำนวน 30, 40, 50, 60 และ 70 กรัม ตามลำดับ แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีน้ำหนักเป็น 100 กรัม กวนจน $ZnCl_2$ ละลายหมด กรองเพื่อแยก ส่วนที่ไม่ละลายออก วัดความถ่วงจำเพาะและบันทึกค่า ถ้ามีการเตรียมสารละลาย $ZnCl_2$ ใหม่ ต้องทำให้ความถ่วงจำเพาะเท่ากับที่เตรียมในครั้งแรก เพราะ $ZnCl_2$ เป็นสารดูดความชื้นและไม่ระบุความบริสุทธิ์ให้ ทำให้การชั่งเตรียมอาจเกิดความผิดพลาดได้ง่าย

4.3.4 สารละลายกรดเกลือเข้มข้น ในการล้างถ่านใช้กรด HCl เข้มข้น 10 ส่วนโดยปริมาตร วิธีการเตรียมคือตวงน้ำกลั่นจำนวน 90 มิลลิลิตรด้วยกระบอกตวง เทใส่บีกเกอร์ แล้วตวงกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นกรดวิเคราะห์ จำนวน 10 มิลลิลิตร ค่อย ๆ เทลงในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้ กวนให้เข้ากัน แล้วเทกลับไปมาระหว่างบีกเกอร์กับกระบอกตวงที่ใช้

4.3.5 สารละลาย Na_2CO_3 เข้มข้นโดยน้ำหนักร้อยละ 5 วิธีการเตรียมคือ ชั่ง Na_2CO_3 เกรดวิเคราะห์ จำนวน 5 กรัม เติมน้ำกลั่นจนมีน้ำหนักรวมเท่ากับ 100 กรัม

4.4 การคาร์บอนไซท์

กระบวนการคาร์บอนไซท์จะนำยางที่ตัดขนาด 5X 5X 5 มิลลิเมตร มาดำเนินการดังต่อไปนี้

- ใช้ยาง 100 กรัม ใส่ลงในกล่อง สแตนเลส ปิดฝาให้มิด นำไปใส่ในเตาเผา
- ตั้งอุณหภูมิของเตาเผา ตามที่กำหนด
- จับเวลาการคาร์บอนไซท์โดยเริ่มต้นเมื่อเตามีอุณหภูมิตามที่กำหนดไว้
- เมื่อครบกำหนดเวลา ยกเอากล่องสแตนเลสออกมา ปลดข้อให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้ว

นำไปชั่งน้ำหนัก

- ตัวแปรที่ใช้ในการทดลองคือ

อุณหภูมิที่ใช้ 200, 450, 500 และ 550 องศาเซลเซียส

เวลาที่ใช้ 30, 45, 60 และ 90 นาที

4.5 การกระตุ้นถ่านที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนซ์

ใช้ถ่านที่มีสมบัติการคาร์บอนไนซ์ที่เหมาะสม (จากข้อ 4.4) คือ ผ่านการคาร์บอนไนซ์ ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เวลา 30 นาที คาร์บอนไนซ์เป็นจำนวน 5 กิโลกรัม แล้วคัดขนาดด้วยแรง ทำให้มีขนาดอนุภาค 1.00-2.00, 2.00-2.38 และ 2.38- 4.75 มิลลิเมตร นำถ่านที่ได้ไปทำการทดลองกระตุ้นดังนี้

- ชั่งถ่านตามขนาดที่กำหนดจำนวน 20 กรัมใส่ในขวดรูปชมพู่
- เติมน้ำละลาย $ZnCl_2$ จำนวน 70 กรัม
- กวนด้วยแท่งแก้ว
- ปิดฝาแล้วเขย่าเป็นเวลา 72 ชั่วโมง
- นำไปอบแห้งที่ 120 องศาเซลเซียส
- บรรจุสารที่ได้ในทอสแดนเดล ที่มีท่อให้แก๊ส N_2 ไหลผ่านได้
- นำสารที่บรรจุในทอสแดนเดลไปกระตุ้นโดยการเผาในเตาเผาแบบท่อ ในบรรยากาศของแก๊ส N_2 โดยควบคุมอัตราการไหลของแก๊ส N_2 เท่ากับ 100 มิลลิลิตรต่อนาที
- ปรับตั้งอุณหภูมิและใช้เวลาตามที่กำหนด
- นำสารที่ได้มาทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิต่ำ
- ล้างสารที่ได้บนเครื่องกรองสุญญากาศ ใช้กระดาษกรอง เบอร์ 42 ล้างด้วยสารละลายกรด HCl ที่ร้อน 3 ครั้ง ครั้งละ 100 มิลลิลิตร แล้วล้างด้วยน้ำร้อน 3 ครั้ง ครั้งละ 200 มิลลิลิตร จากนั้นล้างด้วยสารละลาย Na_2CO_3 ประมาณ 10 มิลลิลิตร โดยการฉีดด้วยขวดฉีด
- อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส
- บดให้ละเอียด
- นำไปวิเคราะห์หาสมบัติต่าง ๆ

4.6 ตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาในการกระตุ้นประกอบด้วย

4.6.1 ศึกษาตัวแปรความเข้มข้นของ $ZnCl_2$

- ใช้ถ่านขนาด 2.00-2.38 มิลลิเมตร
- ใช้สารละลาย $ZnCl_2$ เข้มข้น ร้อยละ 30, 40, 50, 60 และ 70
- การกระตุ้น ทำที่ 400 องศาเซลเซียส เวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที และ 750 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง

4.6.2 ศึกษาตัวแปรอุณหภูมิในการกระตุ้น

- ใช้ถ่านขนาด 2.00-2.38 มิลลิเมตร
- ใช้สารละลาย $ZnCl_2$ เข้มข้น ร้อยละ 70
- 200, 300, 400, 500 และ 700 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ 1 ชั่วโมง 30 นาที
- ใช้อุณหภูมิ 500, 550, 600, 700 และ 750 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ 2 ชั่วโมง

4.6.3 ศึกษาตัวแปร เวลาในการกระตุ้น

- ใช้ถ่านขนาด 2.00-2.38 มิลลิเมตร
- ใช้สารละลาย $ZnCl_2$ เข้มข้น ร้อยละ 70
- อุณหภูมิในการกระตุ้น 400 องศาเซลเซียส และที่ 750 องศาเซลเซียส
- เวลาที่ใช้คือ 1, 1.5, 2, 3 และ 5 ชั่วโมง

4.6.4 ศึกษาตัวแปรขนาดของอนุภาค

- ใช้ถ่านขนาด 1.00 - 2.00 มิลลิเมตร 2.00 - 2.38 และ 2.38 - 4.75 มิลลิเมตร
- ใช้สารละลาย $ZnCl_2$ เข้มข้น ร้อยละ 70
- กระตุ้นที่ 400 องศาเซลเซียส เวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที และที่ 750 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

4.7 การวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ของผลิตภัณฑ์ที่ได้

ถ่านคาร์บอนไนซ์และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการกระตุ้น เมื่อผ่านการอบแห้งแล้วนำไปบด จะนำไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ คือ

- 4.7.1 วิเคราะห์สมบัติโดยประมาณของถ่านจากกาคาร์บอนไนซ์ข้าง
- 4.7.2 วิเคราะห์ค่าเถ้าของถ่านกัมมันต์
- 4.7.3 วิเคราะห์ค่าความหนาแน่นเชิงปริมาตรของถ่านกัมมันต์

- 4.7.4 วิเคราะห์ค่าเมทิลีนบลูของถ่านกัมมันต์
- 4.7.5 วิเคราะห์ค่าไอโอดีนของถ่านกัมมันต์
- 4.7.6 วิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของรูพรุนทั้งหมดของถ่านกัมมันต์
- 4.7.7 วิเคราะห์ค่าปริมาณของZn ตกค้างของถ่านกัมมันต์
- 4.7.8 วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของถ่านกัมมันต์



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย